



Mani_azadmand@yahoo.com

مهندس مانی آزادمند مولف اصلی این مقاله، دانشجوی کارشناسی ارشد دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات تهران می‌باشند.

بررسی تاثیر شرایط زینترینگ بر خواص برقگیرهای نانو کامپوزیتی بر پایه ZnO

مانی آزادمند^۱، علی نعمتی^۱، کاوه ارزانی^۱، نسترن ریاحی نوری^۲، تورج عبادزاده^۳

۱ دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات

۲ گروه پژوهشی مواد غیر فلزی، پژوهشگاه نیرو

۳ پژوهشگاه مواد و انرژی

چکیده: در تحقیق حاضر به بررسی تاثیر شرایط زینترینگ بر ریزساختار و خواص الکتریکی برقگیرهای نانو کامپوزیتی بر پایه ZnO پرداخته شده است. به این منظور با انتخاب یک فرمول ثابت بر اساس فرمول شیمیایی برقگیرهای تجاری، نمونه‌های برقگیر نانو کامپوزیتی بر پایه ZnO تهیه شد. جهت بررسی تاثیر مکانیزم حرارت‌دهی در زینترینگ نمونه‌ها از کوره‌های میکروویو و مقاومتی استفاده شد. نمونه‌های برقگیر در کوره‌ی میکروویو در دماهای بیشینه‌ی مختلف زینتر شدند. همچنین تاثیر نگه‌داری در دمای بیشینه بر خواص نهایی برقگیر مورد بررسی قرار گرفت. تاثیر اتمسفر کوره در زینترینگ نمونه‌ها با استفاده از دمیدن نیتروژن به داخل کوره و همچنین استفاده از بستر کرین برای نمونه‌ها بررسی شد. همچنین جهت بررسی تاثیر مکانیزم حرارت‌دهی در زینترینگ و خواص نهایی نمونه‌های برقگیر، غیر از نمونه‌های زینتر شده در کوره‌ی میکروویو، یک سری از نمونه‌ها در کوره‌ی مقاومتی زینتر شدند. به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌ها از تصاویر میکروسکوپ الکترونی SEM، و جهت بررسی توزیع عناصر در تصویر با استفاده از آشکارساز EDX تصویر Map Scan تهیه شد. شناسایی فازها با استفاده از پراش اشعه X توسط دستگاه XRD انجام شد. دانسته‌ی نمونه‌ها به روش ارشمیدی اندازه‌گیری شد. همچنین خواص الکتریکی برقگیر توسط دستگاه تست I-V صورت گرفت. نمونه‌ی زینتر شده در کوره‌ی میکروویو در دمای ۱۱۰۰°C در اتمسفر هوا و نگه‌داری شده به مدت نیم ساعت در دمای بیشینه به‌عنوان نمونه‌ی بهینه انتخاب شد. این نمونه دارای ریز ساختار همگن، دانسیته بالا برابر با ۹۷٪ دانسیته تئوری، ضریب غیر خطی $\alpha = 41$ و $V_T = 1730$ V/cm بود.

کلمات کلیدی: برقگیر، اکسید روی، نانو کامپوزیت، میکروویو

۱- مقدمه

برقگیرهای بر پایه ZnO، سرامیک‌های پلی کریستال با مقاومت متغیر هستند که در جهت محافظت قطعات الکترونیکی و همچنین تجهیزات الکتریکی به کار رفته در خطوط انتقال و توزیع نیرو از ولتاژهای اضافی زودگذر، با منحرف کردن مسیر اضافه ولتاژ به کار می‌روند. در واقع برقگیرها ولتاژ اضافی در مدار را تشخیص داده و با تغییر مسیر آن به سمت زمین، از آسیب رسیدن به قطعه‌ی اصلی جلوگیری می‌کنند. جهت محافظت قطعات الکترونیکی در مقابل اضافه ولتاژ، از قرص‌های کوچک برقگیر در مدار این قطعات استفاده می‌شود. این برقگیرها بسته به کاربردشان معمولاً با قابلیت تحمل ولتاژ بین چند ولت تا چند هزار ولت طراحی شده‌اند. در ولتاژ عادی که برقگیرها در معرض ولتاژی پایین‌تر از ولتاژ آستانه (ولتاژ سوئیچینگ یا ولتاژ شکست هم گفته می‌شود) قرار دارند، تنها یک جریان نشستی از آن‌ها عبور می‌کند و برقگیر عایق جریان الکتریسیته می‌باشد. اما در هنگام بروز ولتاژ ناپایدار یا جرقه، برقگیر در زمان کوتاهی در حد نانو ثانیه تغییر ماهیت داده و به میزان زیادی رسانا می‌گردد و جریان را از میان خود به طرف زمین هدایت می‌نماید. زمانیکه ولتاژ به حالت نرمال بازمی‌گردد، برقگیر به حالت مقاومت بالای خود برگشت می‌کند. برقگیرهای استاندارد باید بتوانند بدون آسیب دیدگی، به دفعات این عمل را تکرار کنند. این قطعات برای محافظت از قطعات موجود در مدار به صورت موازی در مدار قرار داده می‌شوند و بنابراین ولتاژ ناخواسته باعث عبور جریان از این اتصال کوتاه می‌گردد و قطعه‌ی اصلی در مدار

محافظت می‌گردد. در ولتاژ عادی برقی‌گیرها در معرض ولتاژی پایین‌تر از ولتاژ آستانه (ولتاژ سوئیچینگ یا ولتاژ شکست هم گفته می‌شود) قرار دارند، تنها یک جریان نشستی از آن‌ها عبور می‌کند و برقی‌گیر عایق جریان الکتریسیته می‌باشد. اما در هنگام بروز ولتاژ ناپایدار یا جرقه، برقی‌گیر در زمان کوتاهی در حد نانو ثانیه تغییر ماهیت داده و به میزان زیادی رسانا می‌گردد و جریان را از میان خود به طرف زمین هدایت می‌نماید. زمانیکه ولتاژ به حالت نرمال بازمی‌گردد، برقی‌گیر به حالت مقاومت بالای خود برگشت می‌کند. برقی‌گیرهای استاندارد باید بتوانند بدون آسیب‌دیدگی، به دفعات این عمل را تکرار کنند. این قطعات برای محافظت از قطعات موجود در مدار به صورت موازی در مدار قرار داده می‌شوند و بنابراین ولتاژ ناخواسته باعث عبور جریان از این اتصال کوتاه می‌گردد و قطعه‌ی اصلی در مدار محافظت می‌گردد. ویژگی اصلی این قطعات خاصیت غیر خطی بالای جریان-ولتاژ (I-V) آن‌ها می‌باشد.

$$I = KV^\alpha \quad (1)$$

که در این رابطه K ثابت و α ضریب غیر خطی می‌باشد. کنترل دقیق پروسه‌ی ساخت و ترکیب، اجازه‌ی استفاده‌ی برقی‌گیرهای ZnO را هم در شبکه‌های الکتریکی ولتاژ پایین و هم ولتاژ بالا می‌دهد. سه خاصیت مهم برقی‌گیری که نشان دهنده‌ی قابلیت کاری آن‌ها می‌باشد در زیر آورده شده است. طبق رابطه‌ی زیر ولتاژ آستانه با تغییر ضخامت برقی‌گیر و تغییر اندازه‌ی دانه‌های ZnO تغییر می‌کند.

$$V_T = 3d/D \quad (2)$$

هدف از این تحقیق، بررسی تاثیر فرآیند ساخت و ریزساختار بر روی خواص الکتریکی برقی‌گیرهای نانوکامپوزیتی بر پایه ZnO می‌باشد. واژه‌ی نانوکامپوزیت مطابق تعریف صورت گرفته، به کامپوزیت‌هایی گفته می‌شود که حداقل یکی از حوزه‌های فازی آن، در ابعاد نانومتری باشد. در این تعریف، منظور از کامپوزیت، مواد چند جزئی غیر گازی شامل حوزه‌های فازی چندگانه‌ی متفاوت می‌باشد که حداقل یکی از فازها به صورت فاز یکپارچه و ادامه‌دار باشد [4]. در این تحقیق سعی شده تا با استفاده از مواد نانو‌سایز، کوره‌ی میکروویو و کاهش زمان پخت، برقی‌گیرهایی با ساختار نهایی ریزدانه و هم‌وزنیته‌ی بالا تولید گردد. کاهش زمان پخت همچنین باعث کاهش تبخیر Bi_2O_3 و در نتیجه کنترل بهتر ترکیب می‌گردد.

۲- روش انجام آزمایش

به منظور جلوگیری از تاثیر ناخالصی در خواص نهایی برقی‌گیر مواد اولیه‌ی مورد استفاده در این تحقیق از مواد خالص گرید آزمایشگاهی انتخاب شد. مشخصات این مواد در جدول (۱) آورده شده است.

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه‌ی مورد استفاده در این تحقیق

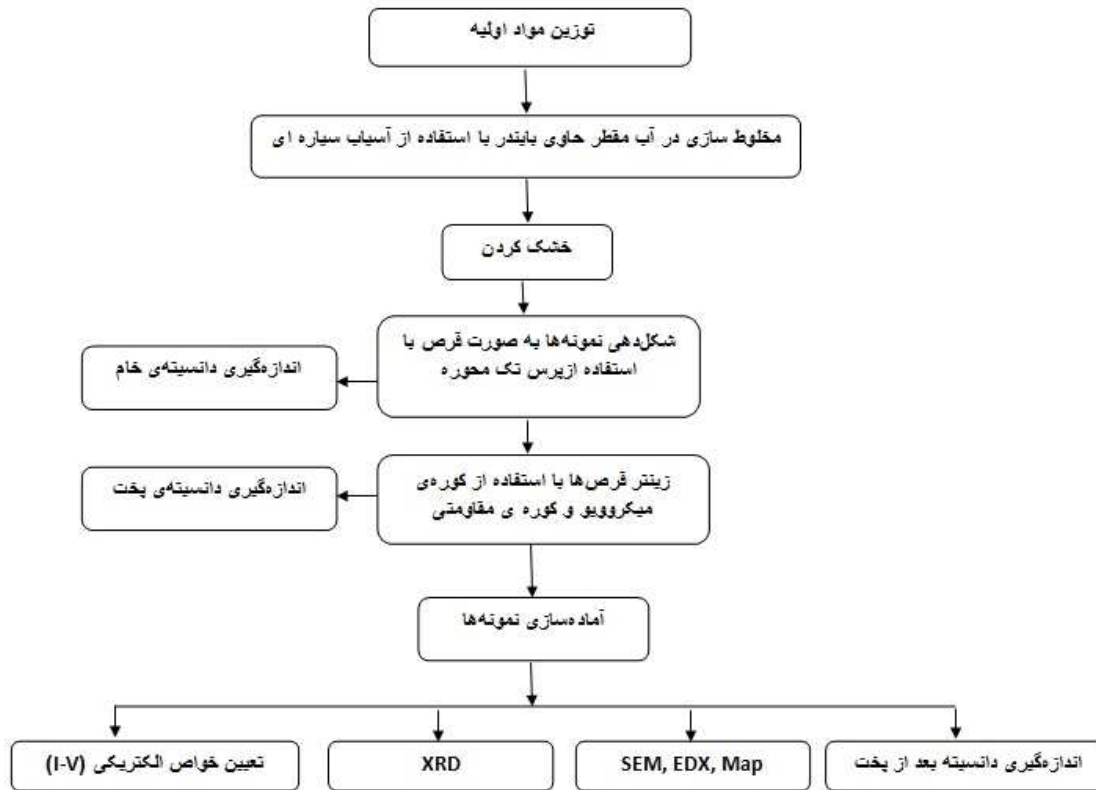
نوع ماده	خلوص %	اندازه دانه (nm)	شکل دانه	شرکت سازنده	دانسیته (gr/cm ³)
ZnO	۹۹/۵	۲۰	شبه کروی	Nano Amor	۵/۶
Bi ₂ O ₃	۹۹/۸	۹۰-۲۱۰	شبه کروی	Nano Amor	۸/۹
Sb ₂ O ₃	۹۹/۹	۹۰-۲۱۰	—	Nano Amor	۵/۲
CoO	۹۹/۵	۵۰	شبه کروی	Nano Amor	۶/۴۵
Polyvinyl Alcohol	—	—	—	Sigma	۱/۲

بر اساس نتایج گزارش شده در مقالات و تحقیقات سایر محققان، فرمول کلی برقی‌گیرهای اکسید روی دارای حداقل ۹۰٪ وزنی اکسید روی و یک سری از اکسیدهای عامل از قبیل Bi_2O_3 ، Sb_2O_3 ، Co_2O_3 ، MnO_2 و Cr_2O_3 می‌باشد [۵]. در این تحقیق سعی شد تا حدی چهارچوب اصلی ترکیب برقی‌گیرها حفظ گردد. ترکیب شیمیایی انتخاب شده در تحقیق حاضر بر اساس درصدوزنی مواد اولیه در جدول (۲) آورده شده است.

جدول ۲- ترکیب نمونه‌های برقی‌ساخته شده بر حسب درصد وزنی مواد اولیه

مواد اولیه	ZnO	Bi ₂ O ₃	Sb ₂ O ₃	CoO	PVA
درصد وزنی	۹۵	۳	۱/۵	۰/۵	۰/۷۵

پس از انتخاب مواد اولیه و فرمولاسیون، آماده‌سازی و ساخت نمونه‌های برقی‌ساخته صورت گرفت. بدین منظور مراحل زیر سپری شد. فلوجارت ساخت نمونه‌های برقی‌ساخته در این تحقیق در شکل (۱) آورده شده است.



شکل ۱- فلوجارت فرآیند ساخت نمونه‌های برقی‌ساخته

پس از شکل دهی نمونه‌ها توسط پرس هیدرولیک، جهت بررسی میزان اثر بخشی پرس بر فشرده‌سازی نمونه‌ها دانسیته خام قرص‌های بدست آمده بر اساس نسبت وزن به حجم تعیین گردید. به این منظور وزن نمونه‌ها با استفاده از ترازوی دیجیتالی و حجم آن با استفاده از اندازه‌گیری ابعاد قرص با کولیس تعیین شد. دانسیته نسبی این قرص‌ها با تقسیم دانسیته خام بر دانسیته تئوری محاسبه شد که دانسیته نسبی به میزان ۵۰٪ برای نمونه‌ها بدست آمد. در مورد تاثیر زینترینگ بر خواص نهایی برقی‌ساخته‌های بر پایه ZnO در مراجع [۶-۸] بحث شده است. به منظور زینترینگ نمونه‌های ساخته شده از دو روش مختلف استفاده شد. جهت زینترینگ نمونه‌ها با استفاده از امواج میکروویو، از یک کوره ی میکروویو دست ساز با توان ۹۰۰ W و فرکانس ۲/۴۵ GHz و با قابلیت حرارت دهی تا دمای ۱۶۰۰ °C استفاده شد. از دیگر قابلیت‌های این کوره امکان کنترل اتمسفر کوره بود که در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفت. از ویژگی‌های استفاده از کوره ی میکروویو امکان افزایش نرخ حرارت دهی نمونه‌ها می‌باشد. بر اساس تحقیقات پیشین [۹-۱۰] و بعد از چند پخت آزمایشی، منحنی مناسب جهت حرارت دهی قرص‌ها بدست آمد. به دلیل عدم امکان کنترل دقیق دما در کوره ی میکروویو مورد استفاده، تا حد امکان سعی شد تا منحنی حرارت دهی ساده‌تر و یکنواخت‌تر انتخاب گردد. بعد از انجام چند مرحله آزمون و خطا در نهایت نرخ حرارت دهی با سرعت ۲۰ °C/min انتخاب شد. بر اساس نتایج تحقیقات پیشین، سه دمای ۱۰۰۰، ۱۱۰۰، و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد برای زینترینگ نمونه‌ها انتخاب شد. در مرحله ی بعد، با توجه به نتایج بدست آمده و انتخاب دمای زینترینگ بهینه به بررسی تاثیر زمان نگهداری در دمای بیشینه پرداخته شد. به این منظور نمونه‌ها در دمای زینترینگ بهینه به مدت ۳۰ دقیقه نگه داری شدند. همچنین به منظور بررسی تاثیر اتمسفر کوره در زینترینگ نمونه‌ها، دو روش مورد استفاده گرفت. در روش اول به منظور ایجاد اتمسفر احیایی

نمونه‌ها توسط پودر کربن پوشانده شدند. در روش دوم گاز نیتروژن به داخل کوره دمیده شد. جهت مقایسه‌ی تاثیر روش پخت در خواص نهایی قرص‌های برقگیر، نمونه‌ها از کوره‌ی مقاومتی با قابلیت حرارت‌دهی تا دمای 1500°C استفاده شد. نمونه‌ها پس از قرار دادن بر روی یک بستر آلومینایی، داخل کوره قرار داده و در دمای بیشینه‌ی 1100°C زینتر شدند. جهت دستیابی به دانسیته‌ی بالا و جلوگیری از ترک خوردن نمونه‌ها در اثر شوک حرارتی و بر اساس تحقیقات پیشین [۹]، نرخ حرارت‌دهی در کوره‌ی مقاومتی بسیار کندتر و با سرعت $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و ۱ ساعت نگهداری در دمای بیشینه انجام شد. نام گذاری نمونه‌ها مطابق جدول ۳ انجام شد.

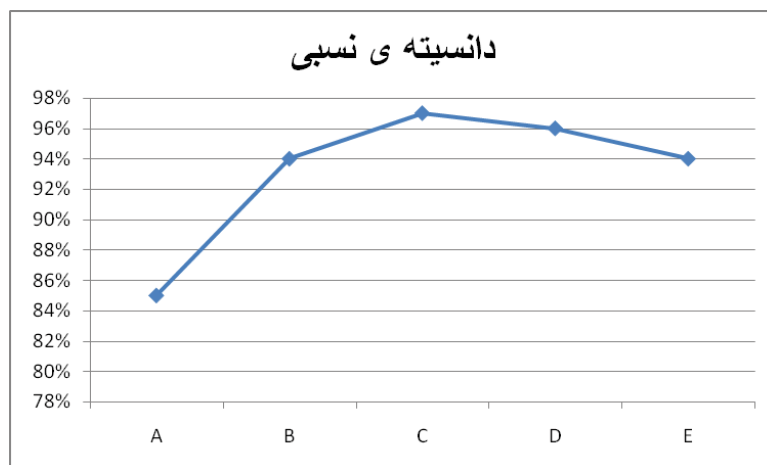
جدول ۳- نام گذاری نمونه‌ها بر اساس شرایط زینترینگ

شرایط پخت	1000°C	1100°C	1100°C	1200°C	1100°C	1100°C	شرایط پخت
میکروویو	میکروویو	میکروویو، اتمسفر نیتروژن	مقاومتی، یک ساعت نگه داری	کوره میکروویو	میکروویو و نیم ساعت نگه داری	میکروویو	میکروویو
A	B	C	D	E	F	G	کد نمونه

جهت بررسی میزان اثر بخشی زینترینگ بر فشرده‌سازی نمونه‌ها، دانسیته‌ی بعد از پخت نمونه‌ها به روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد. جهت بررسی ریزساختاری نمونه‌ها، آنالیز SEM توسط میکروسکوپ الکترونی TESCAN مدل VEGII XMU استفاده شد. به‌منظور بررسی آنالیز عنصری از آشکارساز EDX استفاده شد. همچنین بررسی توزیع عناصر در ترکیب از تصاویر Map scan استفاده شد. بررسی فازی نمونه‌ها با استفاده از پراش اشعه‌ی X گرفته شده توسط دستگاه XRD مدل STADI-MP ساخت شرکت STOE کشور آلمان صورت گرفت. در نهایت جهت اندازه‌گیری خواص الکتریکی نمونه‌های برقگیر، از دستگاه تست I-V استفاده شد. به‌منظور هدایت جریان الکتریکی از درون قرص و جلوگیری از نشت جریان از حاشیه‌ی آن، سطح نمونه‌ها توسط اسپری گرافیت ساخت شرکت KONTAKT CHEMIE کشور بلژیک پوشش داده شد. جهت جلوگیری از آغشته شدن کناره‌های قرص به کربن هادی با استفاده از شابلون ماسک شده و کربن هادی بر روی سطح قطعه اسپری گردید. به این صورت درصد بیشتری از جریان از درون قطعه عبور می‌کند. استفاده از شابلون همچنین به یکسان‌سازی سطح مفید عبور جریان کمک کرده و باعث افزایش دقت در اندازه‌گیری α و I_L می‌گردد.

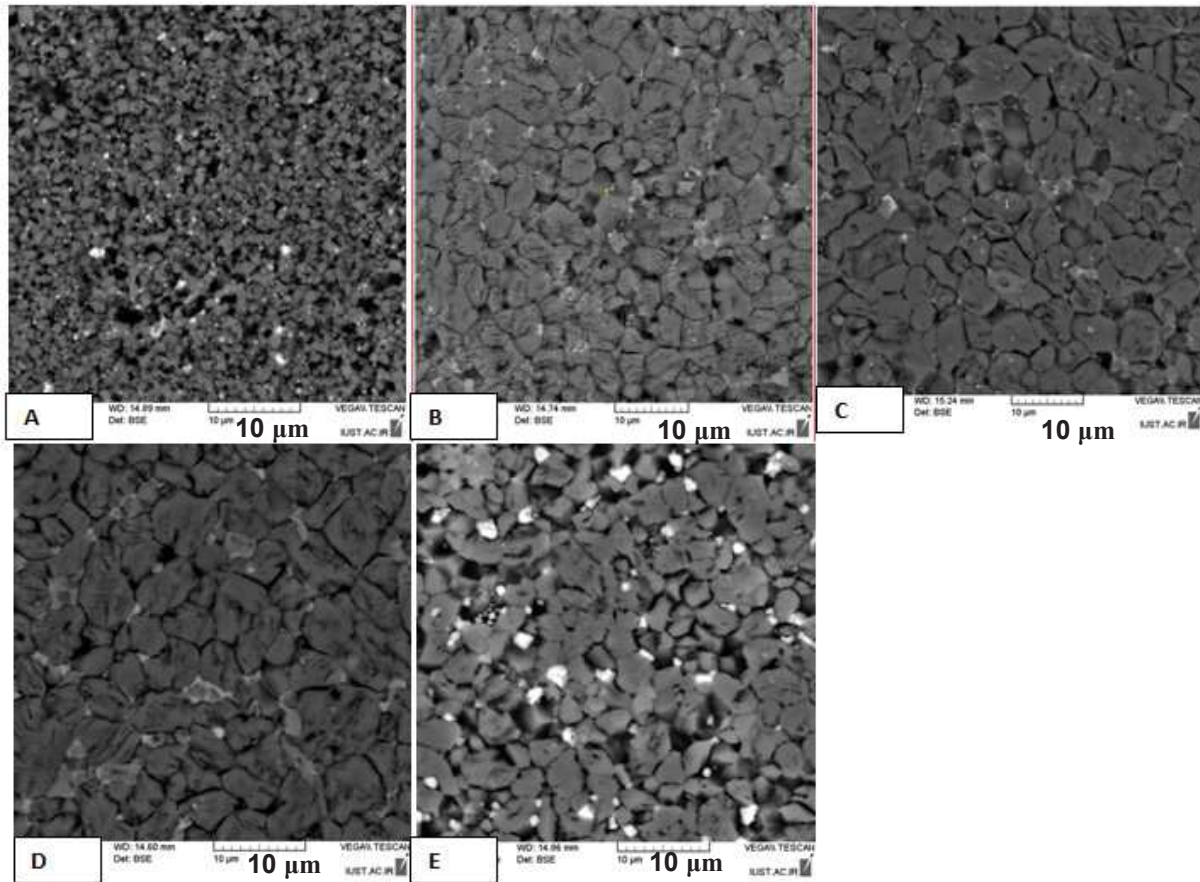
۳- بحث و بررسی نتایج

به‌دلیل عدم زینترینگ مناسب نمونه‌ها در اتمسفر نیتروژن و همچنین در بستر کربن، امکان تهیه‌ی تصویر و همچنین انجام سایر تست‌ها از این نمونه‌ها نبوده و لذا نمونه‌های F و G مورد بررسی قرار نگرفتند. در نتیجه استفاده از اتمسفر احیایی و یا خنثی در زینتر نمونه‌ها اثر مطلوبی نداشته و تنها نمونه‌های زینتر شده در اتمسفر هوا مورد بررسی قرار گرفتند. دانسیته نسبی نمونه‌ها بر اساس روش ارشمیدس محاسبه شد که نتایج آن در شکل ۲ آورده شده است.



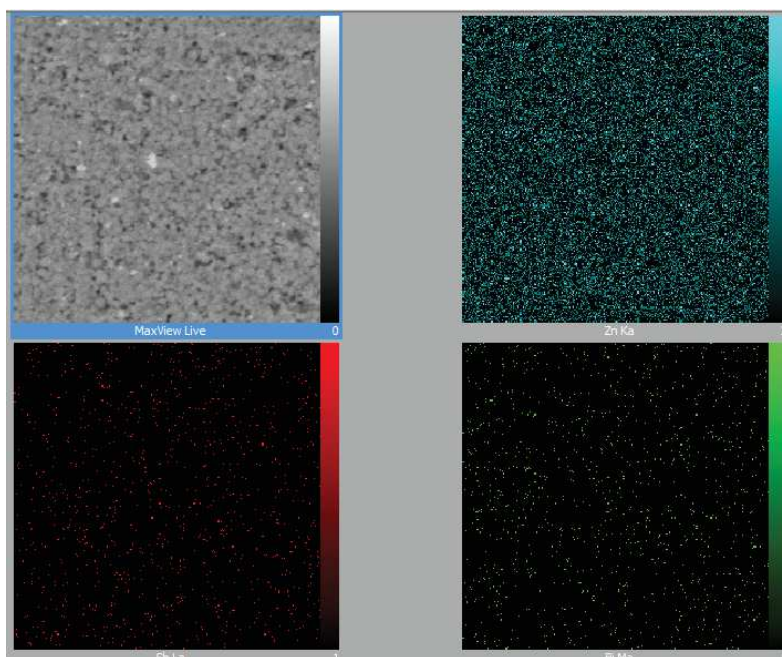
شکل ۲- دانسیته نسبی نمونه‌های برقگیر

شکل ۳ نشان دهنده‌ی ریز ساختار نمونه‌های برقیگیر تهیه شده در این پژوهش می‌باشد.



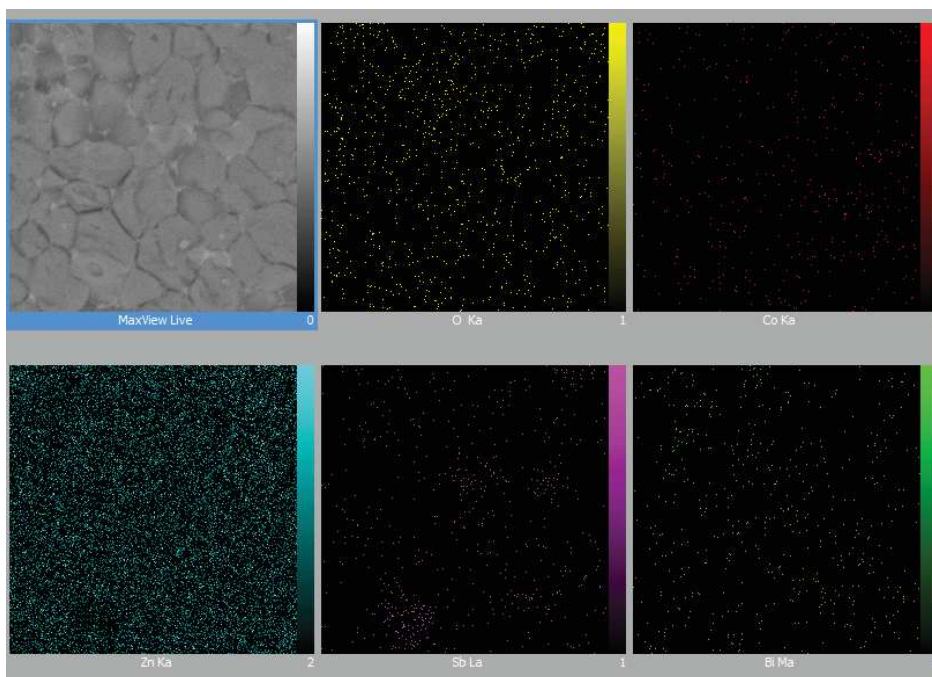
شکل ۳- ریز ساختار نمونه‌های A , B , C , D , E بدست آمده از الکترون های برگشتی

همانطور که از شکل ۳ مشخص است، ریزساختار نمونه A زینتر شده در کوره میکروویو در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد دارای دانه‌های ZnO با میانگین قطر حدود $1 \mu\text{m}$ و فاز غنی از بیسموت نانومتري (نقطه‌های سفید رنگ) می‌باشد. از شکل کروی ذرات بیسموت و نحوه‌ی پراکنده شدن آن‌ها می‌توان نتیجه گرفت که دمای 1000°C جهت نفوذ فاز مذاب غنی از بیسموت بین دانه‌های ZnO، کافی نبوده است. همچنین وجود تخلخل در سرتاسر تصویر مشهود است. همان‌طور که از تصاویر مشخص است، در نمونه‌ی B با افزایش دمای زینترینگ از دمای 1000°C به دمای 1100°C ، دانه‌های ZnO رشد کرده و به قطر $3-6 \mu\text{m}$ و میانگین قطر $4 \mu\text{m}$ رسیده‌اند. همچنین فاز مذاب غنی از بیسموت بین دانه‌ها نفوذ کرده و میزان تخلخل‌ها کاهش چشمگیری یافته است. در نمونه‌ی C با ننگه داری نمونه‌ها در دمای 1100°C به مدت نیم ساعت رشد دانه‌ی چشمگیری رخ نداده است. اما در نمونه‌ی D با افزایش دما به 1200°C رشد دانه افزایش یافته است. اندازه‌ی دانه‌ها در این نمونه بین $3-7 \mu\text{m}$ و میانگین $6 \mu\text{m}$ می‌باشد. در مورد نمونه‌ی E که نمونه زینتر شده در کوره مقاومتی می‌باشد، همانطور که مشخص است با وجود زمان طولانی‌تر زینتر در این نمونه نسبت به نمونه‌ی مشابه زینتر شده در کوره‌ی میکروویو، عمل زینترینگ به خوبی رخ نداده و تخلخل‌های زیادی در تصویر مشخص است. اندازه‌ی دانه‌های ZnO در این نمونه $2-5 \mu\text{m}$ و میانگین $3/5 \mu\text{m}$ می‌باشد که بر خلاف انتظار نسبت به نمونه‌های زینتر شده در کوره‌ی میکروویو کمتر می‌باشد. همچنین می‌توان دریافت که بر خلاف نمونه‌ی C که فاز مذاب غنی از بیسموت بین دانه‌های ZnO کشیده شده بود، در نمونه‌ی E فاز غنی از بیسموت به صورت کروی باقی مانده است که نشان‌دهنده‌ی عدم تکامل ریزساختار این نمونه می‌باشد. به منظور مشخص شدن توزیع فازها، آنالیز Map از این نمونه گرفته شد که در شکل ۴ آورده شده است.



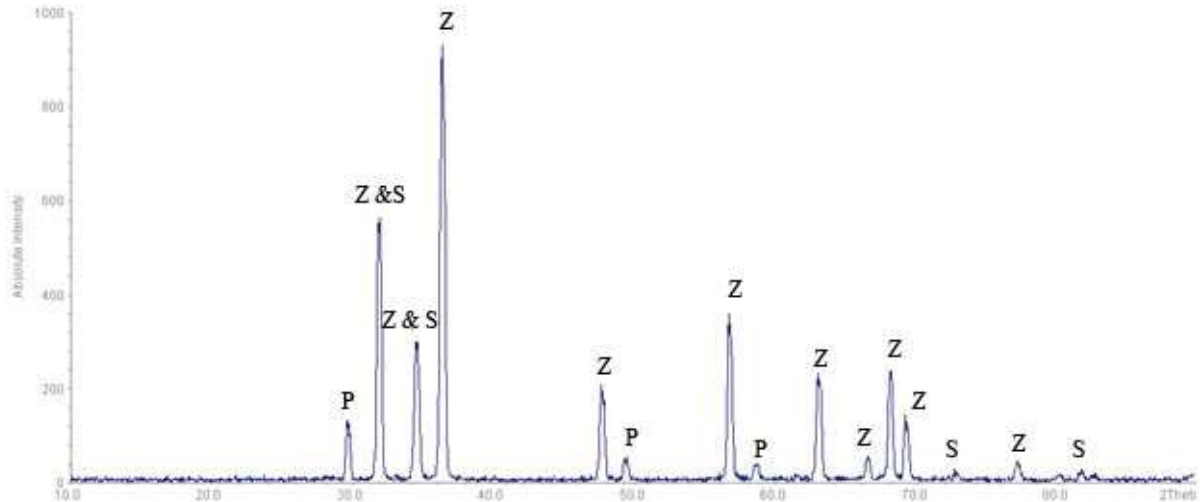
شکل ۴- آنالیز Map Scan از نمونه‌ی A

همانطور که از شکل ۴ مشخص است، توزیع اتم‌های بیسموت و آنتیموان در نمونه به صورت یکنواخت بوده و تقریباً منطقه‌ی تجمعی و متراکم برای آن‌ها وجود ندارد که این مسئله نشان‌دهنده‌ی عدم تکامل ریزساختار مناسب به‌عنوان یک برقی‌گیر می‌باشد. همچنین آنالیز Map در شکل ۵ نشان‌دهنده توزیع اتم‌های آنتیموان و بیسموت در نمونه‌ی C می‌باشد.



شکل ۵- تصویر Map Scan از نمونه‌ی C

همانطور که در شکل ۵ مشخص است، توزیع اتم‌های آنتیموان در مناطقی که در تصویر با رنگ خاکستری روشن مشخص شده است، بسیار متراکم‌تر می‌باشد. با توجه به اینکه در مناطق ذکر شده، تراکم اتم‌های بیسموت کم است، می‌توان نتیجه گرفت که احتمالاً مناطق با رنگ خاکستری روشن مربوط به دانه‌های اسپینل بوده و به دلیل فقر بیسموت در این مناطق، احتمالاً فاز پایروکلر به میزان زیادی به فاز اسپینل تبدیل شده است.

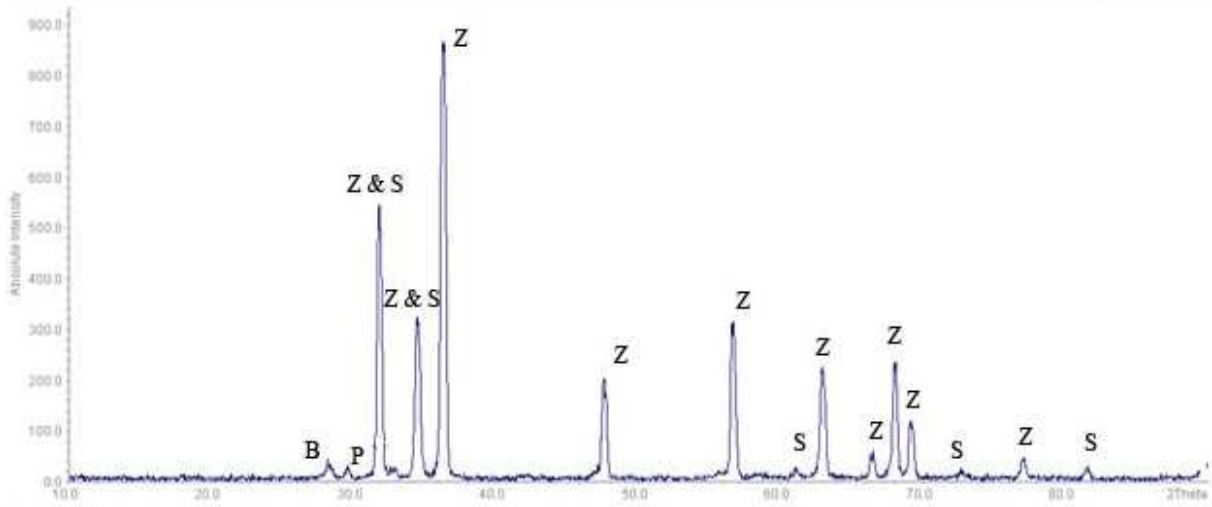


شکل ۶- آنالیز XRD مربوط به نمونه‌ی ANM1000 (P:Pyrochlore, Z:ZnO, S:Spinel)

در آنالیز XRD از نمونه A، فازهای اکسید روی، پایروکلر ($Zn_2Sb_3Bi_3O_{14}$)، و اسپینل ($Zn_7Sb_2O_{12}$) شناسایی شد. با توجه به تحقیقات پیشین [۱۱] رابطه‌ی ۳ بین دمای $950-1050\text{ }^\circ\text{C}$ فاز پایروکلر به اسپینل و فاز غنی از بیسموت تبدیل می‌گردد.



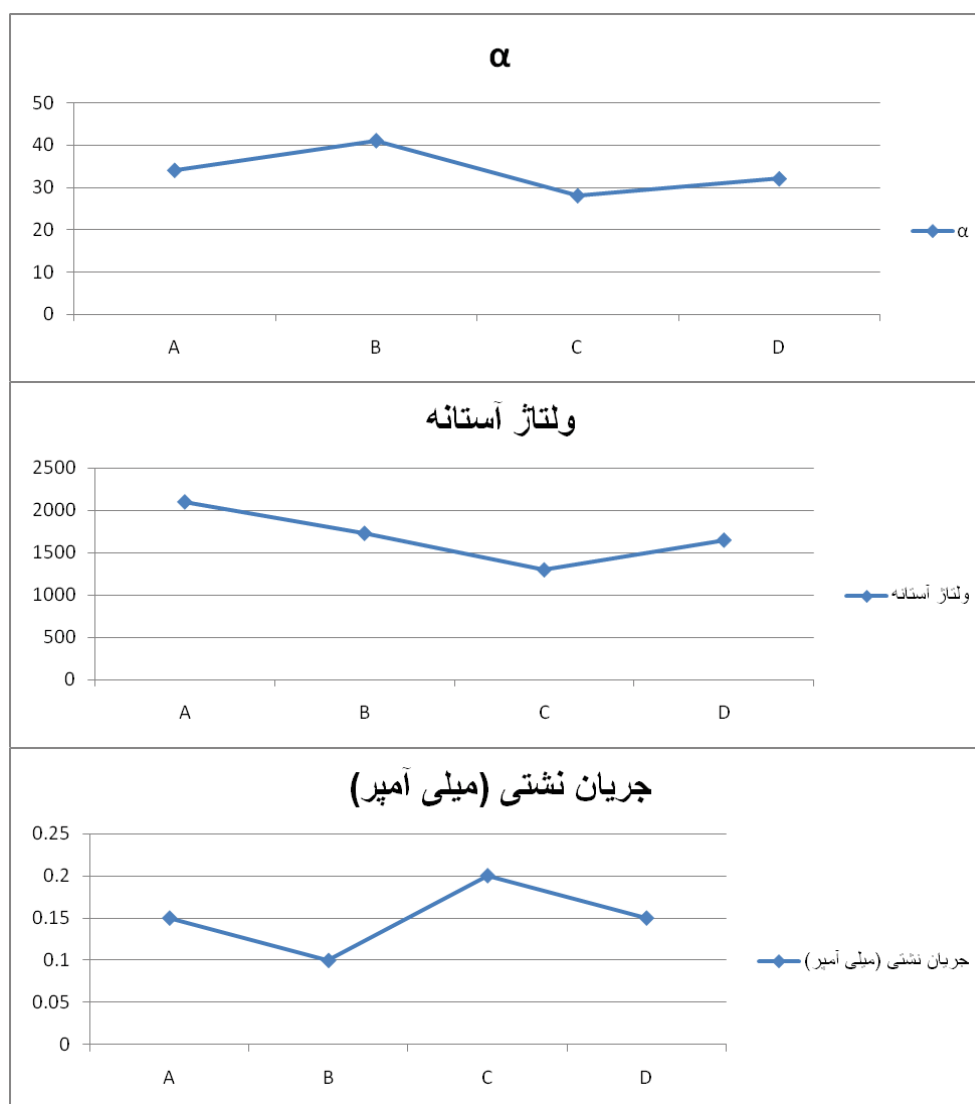
بر اساس نتیجه‌ی XRD گرفته شده از نمونه‌ی A به نظر می‌رسد در دمای $1000\text{ }^\circ\text{C}$ این تبدیل به خوبی صورت نگرفته است.



شکل ۷- آنالیز XRD مربوط به نمونه‌ی C (P:Pyrochlore, Z:ZnO, S:Spinel, B:Bi₂O₃)

آنالیز XRD گرفته شده از نمونه‌ی C نیز تبدیل پایروکلر به اسپینل و فاز غنی از بیسموت را تایید می‌کند. با مقایسه‌ی آنالیز XRD نمونه‌ی A با نمونه‌ی C متوجه می‌شویم که با افزایش دمای زینترینگ از $1000\text{ }^\circ\text{C}$ به $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ، فاز پایروکلر کاهش و اسپینل افزایش یافته است. همچنین پیک فاز اکسید بیسموت با خارج شدن بیسموت از ترکیب پایروکلر تشکیل شده است. همچنین از نمونه‌ها تست I-V به عمل آمد. شکل ۸ نشان دهنده‌ی نتایج استخراج شده از این تست می‌باشد. نمونه‌های زینتر شده در دمای $1000\text{ }^\circ\text{C}$ به دلیل عدم زینترینگ مناسب، به صورت عایق باقی ماندند و لذا در تست I-V خواص برقی‌گیری از خود نشان ندادند. همانطور که از نتایج مشخص است با افزایش زمان نگهداری نمونه‌ها در کوره‌ی میکروویو در دمای $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ضریب غیر خطی α افزایش و ولتاژ آستانه و جریان نشتی کاهش یافته است. با افزایش دمای زینترینگ از $1100\text{ }^\circ\text{C}$ به $1200\text{ }^\circ\text{C}$ ، α و ولتاژ آستانه کاهش و جریان نشتی افزایش یافته است. همچنین تست I-V از نمونه‌های زینتر شده در کوره مقاومتی نشان دهنده α و ولتاژ آستانه پایین تر و جریان نشتی بالاتر نسبت به نمونه‌های زینتر شده در همان دما در کوره‌ی میکروویو بود. با افزایش دمای

زینترینگ و زمان نگهداری در دمای زینترینگ رشد دانه‌های ZnO افزایش یافته و طبق رابطه (۲) ولتاژ آستانه با افزایش اندازه دانه کاهش می‌یابد.



شکل ۸- نتایج بدست آمده از تست I-V

با توجه به نتایج بدست آمده از تست I-V و همچنین بررسی ریز ساختار نمونه‌ها نمونه‌ی زینتر شده در دمای 1100°C و نیم ساعت زمان نگهداری در کوره‌ی میکروویو به دلیل هموژنیته‌ی بالاتر دارای بالاترین α و پایین‌ترین جریان نشتی در بین نمونه‌ها بوده و به‌عنوان نمونه‌ی بهینه در نظر گرفته شد.

۴- نتیجه‌گیری

نمونه‌های برقگیر نانوکامپوزیت بر پایه‌ی ZnO در دما و شرایط مختلف زینتر شدند. استفاده از امواج میکروویو جهت زینترینگ نمونه‌های برقگیر، ضمن کاهش زمان زینترینگ و مصرف انرژی، عملکرد بهتری در افزایش دانسیته‌ی بعد از پخت و افزایش هموژنیته‌ی ریزساختار نهایی را نشان داد. نمونه‌های زینتر شده در دمای 1100°C و زمان حرارت‌دهی کمتر نسبت به نمونه‌ی زینتر شده در کوره‌ی مقاومتی در همین دما به دانسیته‌ی بالاتر و هموژنیته‌ی ساختار بهتر و همچنین خواص الکتریکی بهتری دست یافتند. همچنین نمونه‌های زینتر شده در دمای 1100°C خواص بهتری از نمونه‌های زینتر شده در دمای 1000°C و 1200°C از خود نشان دادند. نیم ساعت زمان نگهداری نمونه‌ها در دمای 1100°C باعث افزایش دانسیته و همچنین بهبود خواص آن شد. بالاترین دانسیته و هموژنیته‌ی ساختار، بالاترین ضریب غیرخطی α ، بالاترین ولتاژ آستانه در بین نمونه‌ها مربوط

به نمونه‌ی زینتر شده در دمای °C ۱۱۰۰ و نیم ساعت نگه داری در دمای بیشینه در کوره‌ی میکروویو بود. استفاده از اتمسفر نیتروژن و همچنین بستر کربن برای زینترینگ نمونه‌ها باعث ممانعت از انجام عمل زینترینگ نمونه‌ها شد.

مراجع

- [۱] آزادمنده، م.، "تاثیر فرایند ساخت و ریزساختار بر خواص الکتریکی برقی‌گیرهای نانوکامپوزیت ZnO/SiC زینتر شده در کوره میکروویو"، پایان‌نامه‌ی کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد-سرامیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، ۱۳۹۲
- [۲] شریعتی، م.، "بهینه سازی خواص برقی‌گیرهای پایه ZnO از طریق فرآیند ساخت"، پایان‌نامه‌ی کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد-سرامیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، ۱۳۸۴
- [3] Mourad Houabes, Renaud Metz, (2007), "Rare earth oxides effects on both the threshold voltage and energy absorption capability of ZnO varistors", *Ceramics International* 33, 1191-1197.
- [4] SCENIHR Group, (2010), Scientific basis for the definition of the term "nanomaterial", European Commission. European Union 2010, ISSN 1831- ISBN 978-92-79.
- [۵] هوشیار فرد، م و نوایی الوار، ح و نعمتی، ع و فقیهی ثانی، م.، "بهبود خواص الکتریکی برقی‌گیرهای اکسید روی در اثر استفاده از پودرهای نانومتری"، فصلنامه ایران، شماره ۳، پاییز، ۱۳۸۴.
- [6] XU Dong, CHENG Xiao-nong, YAN Xue-hua, (2009), "Sintering process as relevant parameter for Bi2O3 vaporization from ZnO-Bi2O3-based varistor ceramics", *Trans. Nonferrous metal. Soc.China* 19, 1526-1532.
- [7] Marco Peiteado, Jose Fernandez, Amador Caballero, (2007), "Varistors based in the ZnO-Bi2O3 system: Microstructure control and properties", *Journal of the European Ceramic Society* 27, 3867-3872.
- [8] Friedrich Raether, Mohammad Lutful Arefin, (2009), "Kinetic field approach to study liquid phase sintering of ZnO based ceramics," *Journal of ceramics international* 36, 1429-1437.
- [۹] قانیبگی، ا.، "بررسی خواص و ویژگی‌های نانو وریستورهای کامپوزیت ZnO-SiC زینتر شده توسط میکروویو"، پایان‌نامه‌ی کارشناسی ارشد در رشته مهندسی مواد-سرامیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، ۱۳۸۹
- [10] Nan Lin, Wan-Chu Lee, Kuo-Shung Liu, Hsiu-Fung Cheng, Mien-Win Wu, (2001), "On the microwave sintering technology for improving the properties of semiconducting electronic ceramics", *Journal of the European Ceramic Society* 21 (2001) 2085-2088.
- [11] Mohammad Lutful Arefin, Friedrich rather, David Dolejs, Andreas Klimera, (2009), "Phase formation during liquid phase sintering of ZnO ceramics," *Journal of ceramics international* 35 3313-3320.