



ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΚΡΗΤΗΣ

ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΟΡΥΚΤΩΝ ΠΟΡΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ ΚΑΙ ΥΑΛΟΥ



ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

του Γεωργίου Ι. Καλογερόπουλου

«Μελέτη της ξήραυσης εξωθημένων πορωδών κεραμικών με  
συνδυασμό μικροκυμάτων δύο συχνοτήτων. Ενίσχυση με προσθήκη  
ναυοκόνεων.»

ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ

ΓΕΩΡΓΙΟΣ ΚΩΣΤΑΚΗΣ, Καθηγητής (επιβλέπων)  
ΑΘΗΝΑ ΤΣΕΤΣΕΚΟΥ, Επίκουρος Καθηγήτρια  
ΚΩΣΤΑΣ ΣΤΟΥΡΝΑΡΑΣ, Δρ. Μεταλλειολόγος Μηχανικός

ΧΑΝΙΑ  
ΔΕΚΕΜΒΡΙΟΣ 2005

## ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η παρούσα μεταπτυχιακή εργασία εκπονήθηκε κατά το χρονικό διάστημα, από τον Οκτώβριο 2002 έως τον Δεκέμβριο 2005. Η εργασία αυτή ανατέθηκε από το Εργαστήριο Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του τμήματος Μηχανικών Ορυκτών Πόρων του Πολυτεχνείου Κρήτης.

Νοιώθω την ανάγκη να ευχαριστήσω θερμά όλους του ανθρώπους που με βοήθησαν στην εκπόνηση της παρούσας εργασίας.

Ευχαριστώ την Καθηγήτριά μου κα. **Αθηνά Τσετσέκου** για την ανάθεση της διπλωματικής εργασίας και την συμβολή της στην πραγματοποίηση μέρους του πειραματικού κομματιού αυτής της εργασίας στο Εργαστήριο Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου. Χωρίς τη συνεχή και ουσιαστική βοήθεια της κατά την πραγματοποίηση των πειραμάτων και κατά την συγγραφή της συγκεκριμένης εργασίας, η εργασία αυτή θα ήταν αδύνατον να πραγματοποιηθεί.

Ακόμη θα ήθελα να ευχαριστήσω τα μέλη της επιστημονικής επιτροπής που ενέκριναν την εργασία αυτή, Οφείλω να ευχαριστήσω τον κύριο Κωστάκη Γεώργιο, Καθηγητή του Τμήματος Μηχανικών Ορυκτών Πόρων ξεχωριστά και για την ευγενική παραχώρηση των χώρων του εργαστηρίου του και την σημαντική συμβολή του στις πειραματικές μετρήσεις. Επίσης τον κ. **Κώστα Στουρνάρα**, Δρ Μεταλλειολόγο Μηχανικό, Γενικό Διευθυντή της ΕΚΕΠΤΥ Α. Ε. για τις παρατηρήσεις και τις διορθώσεις τους επί του τελικού κειμένου.

Ιδιαίτερα θα ήθελα να ευχαριστήσω τον Καθηγητή κ. **Χρήστο Ανεζήρη**, Διευθυντή του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου του Freiberg για την παραχώρηση των εργαστηρίων του και για την πολύτιμη και συνεχή βοήθεια του καθ' όλη την διάρκεια της παραμονής μου στη Γερμανία. Οι ουσιαστικές συμβουλές και υποδείξεις του με βοήθησαν τόσο στην διεξαγωγή μέρους των πειραμάτων όσο και στην συγγραφή της συγκεκριμένης εργασίας.

Θα πρέπει επίσης να ευχαριστήσω την υπεύθυνο του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου του Freiberg κ. **Jana Hubalzkova** που με βοήθησε καθ' όλη την διάρκεια παραμονής μου στην Γερμανία με τις χρήσιμες συμβουλές της και υποδείξεις της, καθώς επίσης και όλο το επιστημονικό προσωπικό που πρόθυμα με βοήθησε κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων.

Επιπλέον, θέλω να ευχαριστήσω τις κυρίες Τσιουτσιουλικλή Ευδοκία, Άννα Κρητικάκη, Carmen Hille καθώς και όλα τα μέλη του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου Κρήτης, για την βοήθειά τους στην διεξαγωγή των πειραμάτων.

Τέλος θα ήθελα να αφιερώσω αυτή την εργασία ειδικά στην κυρία Τσιουτσιουλικλή Ευδοκία, για την ουσιαστική συμβολή και ψυχολογική συμπαράσταση της καθ' όλη την διάρκεια των περασμένων τριών χρόνων. Χωρίς την βοήθειά της η εργασία αυτή θα ήταν σίγουρα φτωχότερη.

**ΠΕΡΙΛΗΨΗ**

Στην εργασία αυτή ερευνήθηκε η ενίσχυση που μπορεί να επιτευχθεί σε πορώδη κεραμικά που παρασκευάζονται από συμβατικές κόνεις με την προσθήκη σε αυτές μικρών ποσοτήτων νανοκόνεων. Για αυτό το σκοπό έγινε συστηματική μελέτη του τρόπου ανάμειξης νανοκόνεων οξειδίου του αργιλίου με συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου. Μελετήθηκαν τρεις διαφορετικοί τρόποι ανάμειξης: πρώτα με απλή ανάμειξη, στη συνέχεια ανάμειξη με υγρή λειοτρίβηση και τέλος με ταυτόχρονη ξηρή συλλειοτρίβηση του μείγματος σε πλανητικό μύλο λειοτρίβησης ακολουθούμενη από υγρή συλλειοτρίβηση. Τελικά η εργασία έδειξε ότι με την προσθήκη ενός μικρού ποσοστού νανοκόνεων, επιτυγχάνεται αφενός αύξηση του τελικού πορώδους των συνθέσεων, ενώ παράλληλα αυξάνουν σημαντικά οι αντοχές. Η μέθοδος ανάμειξης επηρεάζει το αποτέλεσμα, με τη συλλειοτρίβηση σε πλανητικό μύλο ακολουθούμενη από υγρή λειοτρίβηση να επιτυγχάνει τα πιο ομοιογενή δοκίμια οδηγώντας σε διπλασιασμό των αντοχών.

Επειδή η ξήρανση αποτελεί ένα σημαντικό βήμα σε ολόκληρη τη διαδικασία μορφοποίησης των κεραμικών και έχει σημαντικές επιπτώσεις στις τελικές ιδιότητες τους, πραγματοποιήθηκε μία σειρά πειραμάτων κατά την οποία μελετήθηκε η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων και έγινε σύγκριση με τις συμβατικές τεχνικές ξήρανσης. Συγκεκριμένα ερευνήθηκε μία υβριδική διαδικασία η οποία συνδυάζει την ξήρανση με ταυτόχρονη εφαρμογή μικροκυμάτων δύο συχνοτήτων μαζί με τη συμβατική μέθοδο ξήρανσης και η οποία οδήγησε σε καλύτερα αποτελέσματα σε ό,τι αφορά τόσο στην απόδοση όσο και στην ποιότητα των δειγμάτων. Το συμπέρασμα που προέκυψε είναι ότι όταν χρησιμοποιούνται ως πρώτο βήμα μικροκύματα, επιτυγχάνεται αποδοτικότερη και πιο ομοιόμορφη αρχική θέρμανση, μειώνοντας μ' αυτόν τον τρόπο τις τάσεις που αναπτύσσονται στα δοκίμια εξαιτίας της διαφορικής συρρίκνωσης κατά τη συμβατική ξήρανση.





ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

<b>ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ .....</b>	<b>I</b>
<b>ΠΕΡΙΛΗΨΗ .....</b>	<b>III</b>
<b>ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ .....</b>	<b>V</b>
<b>ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ.....</b>	<b>VII</b>
<b>ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ.....</b>	<b>IX</b>
<b>I. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ .....</b>	<b>1</b>
<b>1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ .....</b>	<b>2</b>
<b>2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ.....</b>	<b>4</b>
2.1 ΓΕΝΙΚΑ.....	4
2.2 Η ΔΙΕΡΓΑΣΙΑ ΤΗΣ ΞΗΡΑΝΣΗΣ.....	4
2.2.1 Εξάτμιση του νερού από ένα κεραμικό υλικό.....	5
2.2.2 Μεταβολές της υγρασίας.....	7
2.2.3 Μεταβολές της θερμοκρασίας.....	7
2.2.4 Αλλαγές στο σχήμα κατά την ξήρανση .....	8
2.2.5 Ξήρανση σε υψηλές συχνότητες.....	9
2.3 ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΥΠΟΒΑΘΡΟ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ .....	12
2.4 ΚΑΤΑΝΟΜΗ ΤΩΝ ΣΥΧΝΟΤΗΤΩΝ.....	15
2.5 ΒΑΣΙΚΕΣ ΑΛΛΗΛΕΠΙΔΡΑΣΕΙΣ ΜΕΤΑΞΥ ΕΝΟΣ ΥΛΙΚΟΥ ΚΑΙ ΕΝΟΣ ΠΕΔΙΟΥ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ ....	16
2.6 ΟΙ ΔΙΗΛΕΚΤΡΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ .....	18
2.6.1 Μεταβολή του $\epsilon$ με τη θερμοκρασία.....	25
2.6.2 Μεταβολή του $\epsilon$ με το ποσοστό υγρασίας.....	27
2.6.3 Μεταβολή του $\epsilon$ με τη συχνότητα.....	29
2.6.4 Μεταβολή του $\epsilon$ σε σχέση με άλλους παράγοντες.....	30
2.7 ΘΕΩΡΗΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑΣ ΞΗΡΑΝΣΗΣ ΜΕΣΩ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ .....	33
2.8 ΤΑ ΠΛΕΟΝΕΚΤΗΜΑΤΑ ΤΗΣ ΞΗΡΑΝΣΗΣ ΜΕΣΩ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ .....	36
2.9 ΤΑ ΜΕΙΟΝΕΚΤΗΜΑΤΑ ΤΗΣ ΞΗΡΑΝΣΗΣ ΜΕΣΩ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ.....	37
2.9.1 ΕΚΘΕΤΙΚΗ ΑΥΞΗΣΗ ΤΗΣ ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΣ .....	38
2.10 ΣΥΣΤΗΜΑΤΑ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ.....	39
2.10.1 Μονοσυχνотικά (single mode) συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων.....	39
2.10.2 Πολυσυχνотικά (multi mode) συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων.....	40
2.11 Ο ΣΩΛΗΝΑΣ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΤΡΟΥ ΣΤΟΥΣ ΦΟΥΡΝΟΥΣ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ .....	41
2.11.1 Βασική δομή μάγνητρον.....	41
2.11.2 ΒΑΣΙΚΗ ΛΕΙΤΟΥΡΓΙΑ ΤΟΥ ΜΑΓΝΗΤΡΟΥ .....	43
2.12 ΌΡΙΑ ΕΚΘΕΣΗΣ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ .....	45
<b>3. ΕΝΙΣΧΥΣΗ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΕΞΩΘΗΜΕΝΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΝΑΝΟΚΟΝΕΙΣ .....</b>	<b>47</b>
<b>4. ΠΑΡΑΓΩΓΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ .....</b>	<b>51</b>
4.1 ΜΕΙΩΣΗ ΜΕΓΕΘΟΥΣ – ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ.....	51
4.2 ΜΟΡΦΟΠΟΙΗΣΗ .....	52
4.2.1 Διασπορείς - Μηχανισμοί σταθεροποίησης.....	52
4.2.2 Συνδέτες.....	53
4.3 ΡΕΟΛΟΓΙΑ ΤΩΝ ΑΙΩΡΗΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΤΩΝ ΠΛΑΣΤΙΚΩΝ ΜΑΖΩΝ .....	53
4.3.1 Ιξώδες.....	53
4.4 ΞΗΡΑΝΣΗ (DRYING).....	55
4.5 ΠΥΡΟΣΥΣΣΩΜΑΤΩΣΗ.....	55
4.5.1 Προβλήματα κατά τη πυροσυσσωμάτωση.....	56
<b>5 ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΑΠΟ ΟΞΕΙΔΙΟ ΤΟΥ ΑΡΓΙΛΙΟΥ .....</b>	<b>58</b>
5.1 ΑΛΟΥΜΙΝΑ ( $Al_2O_3$ ).....	58
5.1.1 Θερμικές και μηχανικές ιδιότητες.....	59
5.1.2 Ηλεκτρικές ιδιότητες .....	60

## ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

5.1.3	Οπτικές ιδιότητες.....	60
5.2	ΣΥΝΘΕΣΗ ΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΑΡΓΙΛΙΟΥ ΜΕ ΧΗΜΙΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΥΣ .....	61
5.2.1	Χημεία των αντιδράσεων και επεξεργασία των πηκτωμάτων .....	61
5.2.2	Θερμική κατεργασία πηκτωμάτων $Al_2O_3$ .....	65
<b>II. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ.....</b>		<b>68</b>
1.	<b>ΕΙΣΑΓΩΓΗ .....</b>	<b>69</b>
2.	<b>ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΕΙΣΕΣ ΠΡΩΤΕΣ ΥΛΕΣ .....</b>	<b>72</b>
2.1	ΣΚΟΝΕΣ.....	72
2.2	ΔΙΑΣΠΟΡΕΙΣ.....	74
2.3	ΣΥΝΔΕΤΕΣ .....	75
3.	<b>ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ.....</b>	<b>76</b>
3.1	ΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ .....	76
3.2	ΔΗΜΙΟΥΡΓΙΑ ΕΥΠΛΑΣΤΩΝ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΜΑΖΩΝ (ΑΝΑΜΕΙΞΗ) – ΕΞΩΘΗΣΗ .....	77
3.3	ΞΗΡΑΝΣΗ .....	81
3.3.1	Βασικός σχεδιασμός του πολυσυχνοτικού συστήματος (multi-mode) ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων.....	82
3.3.2	Διαδικασία ξήρανσης με μικροκύματα.....	84
3.3.3	Προβλήματα κατά την ξήρανση με μικροκύματα .....	86
3.4	ΠΥΡΟΣΥΣΣΩΜΑΤΩΣΗ.....	88
3.5	ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΚΡΥΣΤΑΛΛΙΚΩΝ ΦΑΣΕΩΝ.....	90
3.5.1	Περιθλασιμετρία ακτίνων – X .....	91
3.6	ΑΝΤΟΧΗ ΣΕ ΚΑΜΨΗ .....	92
3.7	ΠΟΡΟΣΙΜΕΤΡΙΑ .....	93
3.8	ΔΙΑΣΤΟΛΟΜΕΤΡΙΑ .....	95
3.9	ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM).....	97
<b>III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ .....</b>		<b>100</b>
1.	<b>ΑΠΛΗ ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΣΕ ΑΝΑΜΕΙΚΤΗΡΙΟ ΜΑΖΩΝ .....</b>	<b>102</b>
2.	<b>ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΜΕ ΥΓΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ ΤΟΥ ΜΙΓΜΑΤΟΣ.....</b>	<b>110</b>
3.	<b>ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΜΕ ΞΗΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ ΤΟΥ ΜΙΓΜΑΤΟΣ ΣΕ ΜΥΛΟ ΤΡΙΒΗΣ ΑΚΟΛΟΥΘΟΥΜΕΝΗ ΑΠΟ ΥΓΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ .....</b>	<b>122</b>
4.	<b>ΞΗΡΑΝΣΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ.....</b>	<b>141</b>
<b>ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....</b>		<b>172</b>

## ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας I.2.4.1: Συνήθεις συχνότητες που προορίζονται για βιομηχανικές, επιστημονικές και ιατρικές εφαρμογές (ISM- frequencies) [11].	16
Πίνακας I.2.6.1: Διηλεκτρικές ιδιότητες επιλεγμένων υλικών για συχνότητα 3GHz [19].	25
Πίνακας I.2.6.3.1: Σύγκριση διηλεκτρικών ιδιοτήτων του νερού σε σχέση με τη συχνότητα και τη θερμοκρασία [12].	25
Πίνακας I.2.6.3.2: Σύγκριση διηλεκτρικών ιδιοτήτων διηλεκτρικών υλικών σε σχέση με τη συχνότητα [22].	30
Πίνακας I.2.6.4: Βάθος διείσδυσης επιλεγμένων διηλεκτρικών υλικών για συχνότητα 2,45 GHz [19].	32
Πίνακας I.5.1:1: Μηχανικές ιδιότητες της $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [3].	60
Πίνακας II.3.2.1: Υλικά που χρησιμοποιήθηκαν στην 1 <sup>η</sup> σειρά πειραμάτων για την δημιουργία εύπλαστων κεραμικών μαζών.	78
Πίνακας II.3.4: Ονοματολογία των συνθέσεων.	88
Πίνακας III.1.1: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων.	105
Πίνακας III.1.2: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις.	106
Πίνακας III.2.1: Τιμές θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.	111
Πίνακας III.2.2: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.	115
Πίνακας III.2.3: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600°C.	117
Πίνακας III.2.4: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις και τη θερμοκρασία έψησης.	118
Πίνακας III.3.1: Τιμές θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.	123
Πίνακας III.3.2: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1400°C.	128
Πίνακας III.3.3: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.	131
Πίνακας III.3.4: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600°C.	133

Πίνακας III.3.5: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις και τη θερμοκρασία έψησης.....	134
Πίνακας III.4.1: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 min.....	145
Πίνακας III.4.2: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 2,45 min.....	146
Πίνακας III.4.3: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min. ....	151
Πίνακας III.4.4: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min αντίστοιχα. ....	151
Πίνακας III.4.5: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα. ....	156
Πίνακας III.4.6: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για τρία περάσματα. ....	156
Πίνακας III.4.7: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 3 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα. ....	160
Πίνακας III.4.8: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 3 cm για τρία περάσματα. ....	161
Πίνακας III.4.9: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 4 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα και για 3 περάσματα.....	164
Πίνακας III.4.10: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 4 cm για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα και για 3 περάσματα. ....	165

## ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ

Σχήμα 1.2.2.1: Μεταβολή του βάρους ενός υλικού, κατά τη διάρκεια της ξήρανσης, σε σχέση με το χρόνο και μεταβολή του ρυθμού ξήρανσης σε συνάρτηση με την περιεκτικότητα σε υγρασία [4].	6
Σχήμα 1.2.2.4: Σχηματική απεικόνιση της εξέλιξης του φαινομένου της απομάκρυνσης της υγρασίας που περιβάλλει τους κόκκους ενός υλικού [3].	9
Σχήμα 1.2.2.5: Ρυθμός αύξησης της θερμοκρασίας κατά την ξήρανση σε υψηλές συχνότητες [7].	11
Σχήμα 1.2.3.1: Ηλεκτρομαγνητικό φάσμα και συχνότητες που χρησιμοποιούνται στις εφαρμογές μικροκυμάτων [10].	12
Σχήμα 1.2.3.2: Καμπύλη θερμοκρασίας μέσα σε ένα σώμα που υποβάλλεται σε ξήρανση [1].	14
Σχήμα 1.2.5: Οι βασικές αλληλεπιδράσεις μεταξύ υλικών και πεδίου μικροκυμάτων [11].	17
Σχήμα 1.2.6.1: Δίπολο και περιστροφή διπόλων [14].	19
Σχήμα 1.2.6.2: Ενεργός συντελεστής απωλειών που οφείλεται στους μηχανισμούς της περιστροφής των διπόλων και της ιοντικής αγωγιμότητας σαν συνάρτηση της συχνότητας [16].	22
Σχήμα 1.2.6.3: Εξάρτηση του συντελεστή απωλειών του νερού από τη συχνότητα σε διάφορες θερμοκρασίες και από τη θερμοκρασία για τις συχνότητες 2,45 GHz και 24,125 GHz [17].	23
Σχήμα 1.2.6.4: Υστέρηση μεταξύ της μέγιστης τιμής του ηλεκτρικού πεδίου και της πόλωσης που παράγεται [16].	23
Σχήμα 1.2.6.5: Διηλεκτρική σταθερά, συντελεστής απωλειών και θερμοκρασία δείγματος Nylon που θερμαίνεται από πεδίο μικροκυμάτων [20].	26
Σχήμα 1.2.6.6: Θερμοκρασιακή εξάρτηση της διηλεκτρικής σταθεράς και του συντελεστή απωλειών δείγματος Nylon που θερμαίνεται από πεδίο μικροκυμάτων [20].	27
Σχήμα 1.2.6.2.1: Μεταβολή του πραγματικού συντελεστή απωλειών ως συνάρτηση του ποσοστού υγρασίας [14].	28
Σχήμα 1.2.6.3.1: Μεταβολή της διηλεκτρικής σταθεράς και του συντελεστή απωλειών του νερού σε σχέση με τη συχνότητα [21].	29
Σχήμα 1.2.7.1: Χαρακτηριστική καμπύλη ξήρανσης υγρού υλικού που υπόκειται σε θέρμανση μέσω μικροκυμάτων [25].	35
Σχήμα 1.2.9: Συμβολή κυμάτων (ενίσχυση και αναίρεση) [16].	38
Σχήμα 1.2.9.1: Διηλεκτρικές ιδιότητες 94% αλουμίνας για συχνότητα 2,45 GHz [28].	39

Σχήμα 1.2.9.2: Μεταβολή της εφασπτομένης απωλειών σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία α) για διαφορετικά υλικά για συχνότητες 8 – 10 GHz [22]και β) για την αλούμινα (AKP-50, Sumitomo) για συχνότητες 90-100 GHz [29].	39
Σχήμα 1.2.10.1: (α) Μονοσυχνοτικό σύστημα παραγωγής μικροκυμάτων, (b) Κατανομή του ηλεκτρικού πεδίου σε μονοσυχνοτικό σύστημα παραγωγής μικροκυμάτων [21].	40
Σχήμα 1.2.10.2: Τυπικό πολυσυχνοτικό συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων [21].	41
Σχήμα 1.2.11.1.1: Τομή ενός τυπικού μάγνητρου [30].	42
Εικόνα 1.2.11.2.2: Τυπική δομή της ανόδου ενός μάγνητρου [30].	42
Σχήμα 1.2.11.2.3: Κίνηση των ηλεκτρονίων σε ένα σωλήνα μάγνητρου (Α.Κίνηση ηλεκτρονίων σε ένα ηλεκτρικό πεδίο, Β. Θέση των δύο μόνιμων μαγνητών του μάγνητρου, C. Κίνηση των ηλεκτρονίων σε ένα μαγνητικό πεδίο, D. Αποτέλεσμα του συνδυασμού ηλεκτρικού και μαγνητικού πεδίου στην κίνηση των ηλεκτρονίων.) [30].	44
Σχήμα 1.2.11.2.4: Νέφος ηλεκτρονίων σε σωλήνα μαγνήτρου.[30].	45
Σχήμα 1.3.1: Σχηματική αναπαράσταση της προσρόφησης των σωματιδίων του αιωρήματος αλουμίνας στην εξωτερική επιφάνεια της συμβατικής σκόνης [33].	48
Σχήμα 1.3.2: Σχηματική αναπαράσταση του σχηματισμού γεφυρών μεταξύ των σωματιδίων του αιωρήματος αλουμίνας [33].	48
Σχήμα 1.3.3: Γραφική αναπαράσταση της πορώδους δομής των τελικών κεραμικών αντικειμένων εξαιτίας της επικάλυψης των κόκκων [33].	49
Σχήμα 1.4.3.1: Ρεολογική συμπεριφορά διαφόρων αιωρημάτων [37].	55
Σχήμα 1.5.1.1: Μέθοδος Bayer [40].	58
Σχήμα 1.5.1.2: Μετασχηματισμός φάσεων του οξειδίου του αργιλίου (οξειδία και υδροξείδια) [3].	59
Σχήμα 1.5.2.1.1: Μηχανισμός δημιουργίας γεφυρών OH <sup>-</sup> μεταξύ των ατόμων των μετάλλων [42].	63
Σχήμα 1.5.2.1.2: Σχηματική περιγραφή της μεθόδου Sol-Gel και των παραγόμενων προϊόντων της [41].	65
Σχήμα 1.5.2.2.1: Ακτινοδιαγράμματα xerogel Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ψημένα σε διάφορες θερμοκρασίες [41].	66
Σχήμα 1.5.2.2.1α: Η αλληλουχία των μετασχηματισμών των φάσεων Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [31].	66
Σχήμα 1.5.2.2.1β: Η αλληλουχία των μετασχηματισμών των φάσεων Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> μετά από γήρανση [41].	66
Σχήμα II.2.1.1: Κοκκομετρική κατανομή της σκόνης Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> της εταιρείας VAW.	72

Εικόνα II.2.1.2: Φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης του δείγματος $Al_2O_3$ από ανόργανο αντιδραστήριο με μοριακές αναλογίες 1/33/3,2	74
Εικόνα II.3.1.2: Πλανητικός μύλος ένσφαιρης λειοτρίβησης τύπου Pulverisette της εταιρείας Fritsch.	76
Εικόνα II.3.2.2: Εργαστηριακό αναμεικτήριο έλικα.	78
Εικόνα II.3.2.3: Εξωθητής μονού κοχλίου με εφαρμογή κενού αέρος.	79
Εικόνα II.3.2.4: Αναμεικτήριο τύπου Z – blade.	79
Εικόνα II.3.2.5: Δημιουργία εύπλαστης μάζας.	80
Εικόνα II.3.2.6: Εμβολικός εξωθητής τοποθετημένος οριζόντια.	80
Εικόνα II.3.3.1: Ξήρανση των δοκιμίων στο πυριαντήριο, σταδιακά από τους 50 μέχρι και τους 110°C.	82
Εικόνα II.3.3.1.1: Πολυσυχνотικό σύστημα (multi-mode) ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων MDBT 4,8-2,4 της εταιρείας Linn High Therm GmbH.	83
Εικόνα II.3.3.3.1: Δοκίμια που έχουν ξηρανθεί με μικροκύματα και κατά τη διάρκεια της ξήρανσης έχουν εμφανιστεί ρωγμές κατά μήκος τους.	86
Εικόνα II.3.3.3.2: Δοκίμιο που έχει ξηρανθεί με μικροκύματα και κατά τη διάρκεια της ξήρανσης έχουν εμφανιστεί φουσκώματα κατά μήκος του.	87
Εικόνα II.3.4.1: Εργαστηριακός φούρνος, υψηλής θερμοκρασίας (μέχρι 1750°C), της εταιρείας NABERTHERM.	89
Εικόνα II.3.5.1: Το Περιθλασίμετρο Ακτίνων – X PW 3710 της Philips.	90
Εικόνα II.3.6.1: Περίθλαση ακτίνων – X από κρύσταλλο [43].	91
Εικόνα II.3.6.2: Διάγραμμα της γεωμετρίας ενός περιθλασίμετρου ακτίνων – X [36].	92
Εικόνα II.3.7.1: Δοκιμές αντοχών σε κάμψη με την συσκευή Netzsch Biegefestigkeitsprüfer 401.	93
Εικόνα II.3.8.1: Το ποροσίμετρο Micromeritics Autopore IV 9500.	94
Σχήμα II.3.8.2: Πενετρόμετρο (δειγματοφορέας του οργάνου).	95
Εικόνα II.3.9.1: Το διαστολόμετρο Netzsch DIL 402C.	96
Εικόνα II.3.9.2: Το διαστολόμετρο Netzsch DIL 402C. Διακρίνεται ο κλίβανος και ο κυλινδρικός δειγματοφορέας.	96
Σχήμα II.3.10.1: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) [40].	98
Σχήμα III.1.1: Ακτινοδιάγραμμα της σύνθεσης AISG6.	102



- Σχήμα III.1.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2, AISG4, AISG6, AISG8 και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500°C. 103
- Σχήμα III.1.3: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1500 °C. 104
- Σχήμα III.1.4: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C. 104
- Εικόνα III.1.5: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000 και x1000 για τη σύνθεση AISG1. 106
- Εικόνα III.1.6: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG3. 107
- Εικόνα III.1.7: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG5. 107
- Εικόνα III.1.8: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG7. 108
- Εικόνα III.1.9: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG9. 108
- Σχήμα III.2.1: Συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου. 110
- Σχήμα III.2.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500°C. 112
- Σχήμα III.2.3: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1600 °C. 113
- Σχήμα III.2.4: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1500°C 114
- Σχήμα III.2.5: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C. 114
- Σχήμα III.2.6: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1600°C 116
- Σχήμα III.2.7: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600°C. 116
- Εικόνα III.2.8: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG2BM1500. 118

- Εικόνα III.2.9: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x10000, x5000 και x300 για τη σύνθεση AISG6BM1500.* 119
- Εικόνα III.2.10: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG6BM1600.* 120
- Εικόνα III.2.11: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG10BM1500.* 120
- Σχήμα III.3.1: Συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου.* 122
- Σχήμα III.3.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1400°C .* 124
- Σχήμα III.3.3: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500°C.* 125
- Σχήμα III.3.4: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1600°C.* 126
- Σχήμα III.3.5: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμίων για θερμοκρασία έψησης 1400 °C, σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.* 127
- Σχήμα III.3.6: Επίδραση του % ποσοστό σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1400°C.* 128
- Σχήμα III.3.7: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμίων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C, σε σχέση με το % ποσοστό τους σε νανοκόνεις.* 129
- Σχήμα III.3.8: Επίδραση του % ποσοστό σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.* 130
- Σχήμα III.3.9: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμίων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C, σε σχέση με το % ποσοστό τους σε νανοκόνεις.* 131
- Σχήμα III.3.10: Επίδραση του % ποσοστό σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600°C* 132
- Εικόνα III.3.11: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG1PBM1500.* 135
- Εικόνα III.3.12: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG3PBM1500.* 135
- Εικόνα III.3.13: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG3PBM1600.* 136

- Εικόνα III.3.14: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG5PBM1500. 137*
- Εικόνα III.3.15: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG5PBM1600. 137*
- Εικόνα III.3.16: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG9PBM1500 138*
- Σχήμα III.3.17: Συγκριτικό διάγραμμα αντοχών των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1500 °C. 139*
- Σχήμα III.3.18: Συγκριτικό διάγραμμα αντοχών των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1600 °C. 139*
- Σχήμα III.3.19: Συγκριτικό διάγραμμα % ανοιχτού πορώδους των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1500 °C. 140*
- Σχήμα III.3.20: Συγκριτικό διάγραμμα % ανοιχτού πορώδους των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1600 °C 140*
- Σχήμα III.4.1: Απώλεια βάρους δείγματος διαμέτρου 2 cm. συναρτήσει του χρόνου. 141*
- Σχήμα III.4.2: Ποσοστό απώλειας νερού για 2 περάσματα, με χρόνο περάσματος 2,45 λεπτά και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά. 142*
- Εικόνα III.4.3: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων για μέγιστη ισχύ μικροκυμάτων 143*
- Εικόνα III.4.4: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για συχνότητα μικροκυμάτων 2,45 GHz με μέση-χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ 143*
- Εικόνα III.4.5: Εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για συχνότητα μικροκυμάτων 5,8 GHz με μέση-υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ. 144*
- Σχήμα III.4.6: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm, για χρόνο περάσματος 2,45 min. 147*
- Σχήμα III.4.7: Ποσοστό απώλειας νερού για δύο περάσματα, με διαφορετικό χρόνο περάσματος (3,52min, 3,11 min) και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά. 148*
- Εικόνα III.4.8: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα και χρόνο παραμονής 3,52 min. 148*
- Εικόνα III.4.9: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία της επιφάνειας θραύσης. 149*
- Εικόνα III.4.10: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή*

εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα και χρόνο παραμονής  
3,11 min. 149

Εικόνα III.4.11: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία  
της επιφάνειας θραύσης. 150

Σχήμα III.4.12: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των  
ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής  
ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 3,11 και  
3,52 min. 152

Σχήμα III.4.13: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με χρόνο περάσματος  
2,45 min και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά. 153

Εικόνα III.4.14: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων,  
με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή  
εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα, τρία περάσματα και  
χρόνο παραμονής 2,45 min. 154

Εικόνα III.4.15: Φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που δείχνει  
τη μορφολογία των πόρων. 155

Σχήμα III.4.16: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των  
ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής  
ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για τρία περάσματα. 157

Σχήμα III.4.17: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με χρόνο περάσματος  
2,45 min και διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά. 158

Εικόνα III.4.18: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων για χρόνο περάσματος 2,45 min,  
διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά και 3 περάσματα. 159

Σχήμα III.4.19: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία  
της επιφάνειας θραύσης. 160

Σχήμα III.4.20: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των  
ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής  
ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 min, διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά  
και 3 περάσματα. 162

Σχήμα III.4.21: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με διαφορετικό χρόνο  
περάσματος 2,45 min και 4,11 min αντίστοιχα και διάμετρο δοκιμίων 4  
εκατοστά. 163

Εικόνα III.4.22: Εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για χρόνο περάσματος 4,11 min,  
διάμετρο δοκιμίων 4 εκατοστά και 3 περάσματα. 164

Σχήμα III.4.23: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των  
ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής  
ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα, διάμετρο  
δοκιμίων 4 εκατοστά και για 3 περάσματα. 166

# **I. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**



## 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η εργασία αφορά στην ανάπτυξη πορωδών κεραμικών φίλτρων, μεγάλου ανοικτού πορώδους με σχετικά μεγάλο μέγεθος πόρων και με όσο το δυνατόν καλύτερες μηχανικές ιδιότητες τα οποία θα μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε διάφορες εφαρμογές στον τομέα του καθαρισμού θερμών απαερίων από αιωρούμενα σωματίδια ή της διήθησης υγρών. Η παρασκευή κεραμικών με την επιθυμητή χαρακτηριστική πορώδη δομή εξαρτάται πολύ από τα χαρακτηριστικά της αρχικής κόνεως και ειδικά από τη κατανομή του μεγέθους των κόκκων της.

Ο στόχος της ερευνητικής εργασίας αφορά στην μελέτη της προσθήκης νανοκόνεων στις συμβατικές εμπορικές κόνεις προκειμένου να ενισχυθούν οι αντοχές των κεραμικών που θα παραχθούν από αυτές και να αναπτυχθούν πορώδεις δομές υψηλότερης μηχανικής αντοχής.

Για αυτόν το λόγο, έγιναν πειράματα σχετικά με τη δυνατότητα που προσφέρει η μίξη συμβατικών κόνεων με διάφορα μικρά ποσοστά νανοκόνεων, οι οποίες παράγονται με τη μέθοδο της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOLution – GELation). Στη συνέχεια το μίγμα των κόνεων μορφοποιήθηκε με εξώθηση και πυροσυσσωματώθηκε σε κατάλληλη θερμοκρασία για να παραχθούν κεραμικά με τις επιθυμητές ιδιότητες.

Πιο συγκεκριμένα, η εργασία αυτή αφορά στη λεπτομερή έρευνα των παραμέτρων επεξεργασίας προκειμένου να ληφθούν οι κατάλληλες ενεργές κόνεις και κεραμικά ελεγχόμενων ιδιοτήτων. Ιδιαίτερη έμφαση έπρεπε να δοθεί στην ανάπτυξη πορωδών υλικών μεγάλου μέσου μεγέθους πόρων. Αυτός είναι ένας δύσκολος στόχος δεδομένου ότι οι κεραμικές κόνεις που θα μπορούσαν να οδηγήσουν σε τέτοιο μεγάλο πορώδες παρουσιάζουν δυσκολίες πυροσυσσωμάτωσης λόγω του μεγάλου μεγέθους των σωματιδίων τους.

Ένα τέτοιο πορώδες κεραμικό υλικό παρουσιάζει συνήθως αρκετά χαμηλές μηχανικές αντοχές, πράγμα που περιορίζει ουσιαστικά τις εφαρμογές του. Η προσθήκη νανοκόνεων σε μικρό ποσοστό στο υλικό μπορεί να συμβάλει σημαντικά στην αύξηση της δυνατότητας πυροσυσσωμάτωσης των

αδρόκοκκων συμβατικών κόνεων και τις μηχανικές αντοχές του τελικού κεραμικού.

Για το λόγο αυτό έγινε έρευνα για την εύρεση της κατάλληλης μεθοδολογίας για την ανάμιξη των νανοκόνεων με τις συμβατικές. Πραγματοποιήθηκε μορφοποίηση μέσω εξώθησης και τα παραγόμενα δοκίμια πυροσυσσωματώθηκαν και χαρακτηρίστηκαν από την άποψη των φυσικοχημικών και μηχανικών ιδιοτήτων τους.

Η εργασία ξεκίνησε στο Ινστιτούτο Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου του Freiberg με την ανάπτυξη πορωδών δοκιμίων από κεραμικά οξειδία ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) και ολοκληρώθηκε στο Εργαστήριο Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου Κρήτης. Επιπλέον, στο Γερμανικό εργαστήριο πραγματοποιήθηκε εκτενής έρευνα των συνθηκών ξήρανσης άψητων δοκιμίων διαφορετικού πάχους.

Η ξήρανση είναι ένα σημαντικό βήμα σε ολόκληρη τη διαδικασία εξώθησης, η οποία έχει σημαντικές επιπτώσεις στις τελικές ιδιότητες των κεραμικών. Υιοθετήθηκε η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων και έγινε σύγκριση με τις συμβατικές τεχνικές. Μελετήθηκαν οι αλληλεπιδράσεις των μικροκυμάτων με τα κεραμικά υλικά κατά τη διάρκεια της ξήρανσης (επιφανειακή-ολική ποιότητα, κινητική της ξήρανσης) και βελτιστοποιήθηκαν οι συνθήκες ξήρανσης για την επίτευξη μιας διαδικασίας, που θα οδηγήσει σε δείγματα καλύτερης ποιότητας.

Τα κεραμικά υλικά που παράχθηκαν, αξιολογήθηκαν εκτελώντας ανάλυση της μικροδομής μέσω πολωτικού μικροσκοπίου, ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM), μελέτες ποροσιμετρίας υδραργύρου, για να αξιολογηθεί το πορώδες και η κατανομή του μεγέθους πόρων των κεραμικών υλικών, και μετρήσεις μηχανικών αντοχών.



## **2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ**

### **2.1 Γενικά**

Κατά τη διάρκεια της ξήρανσης εξωθημένων τεχνικών κεραμικών αντικειμένων και ιδιαίτερα όταν χαρακτηρίζονται από αυξημένες διαστάσεις, εμφανίζονται πολλά προβλήματα που έχουν να κάνουν με το σχηματισμό ρωγμών λόγω της γρήγορης και ανομοιόμορφης εξάτμισης νερού.

Υπάρχει μια συνεχιζόμενη ανάγκη να βελτιωθούν τα συστήματα ξήρανσης στους τομείς της μεταφοράς ενέργειας, του χρόνου, της ομοιομορφίας και της ποιότητας των προϊόντων. Εντούτοις, όλες οι συμβατικές μέθοδοι ξήρανσης έχουν μία κοινή παράμετρο, δηλαδή ανεξάρτητα από τον κύριο τρόπο μεταφοράς θερμότητας από το μέσο θέρμανσης στην επιφάνεια του υλικού, η μεταφορά θερμότητας από την επιφάνεια στο εσωτερικό του υλικού είναι κυρίως μέσω αγωγής και αυτή η διαδικασία είναι αργή [1]. Εκτός από τις συμβατικές διαδικασίες ξήρανσης οι οποίες βασίζονται στην αγωγή θερμότητας, η χρησιμοποίηση της ενέργειας των μικροκυμάτων είναι μια ελκυστική λύση.

Η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων έχει μελετηθεί στην πρόσφατη βιβλιογραφία ([1]-[25]). Εντούτοις, δεν έχει μελετηθεί επαρκώς η επιρροή του ταυτόχρονου συνδυασμού διαφορετικών συχνοτήτων μικροκυμάτων κατά τη διάρκεια ξήρανσης εξωθημένων τεχνικών κεραμικών δειγμάτων με διαφορετικό πάχος. Για αυτόν το λόγο σε αυτή την εργασία μελετάται μια νέα τεχνική ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων με συνδυασμό δύο διαφορετικών συχνοτήτων.

### **2.2 Η διεργασία της ξήρανσης**

Την μορφοποίηση ακολουθεί η διαδικασία της ξήρανσης. Το μορφοποιημένο αντικείμενο, ανάλογα με τη μέθοδο μορφοποίησης, περιέχει διάφορα ποσοστά υγρασίας, που απαιτήθηκαν για την μορφοποίησή του, και που θα πρέπει να απομακρυνθούν πριν την έψηση με μια διαδικασία ξήρανσης. Το στάδιο της ξήρανσης είναι πάρα πολύ κρίσιμο για την όλη διεργασία παραγωγής, γιατί αν δεν γίνει προσεκτικά, ή αν γίνει με υψηλό ρυθμό, αυξάνεται η πίεση στο εσωτερικό του υλικού πριν το νερό εξατμιστεί

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

και είναι δυνατόν να αναπτυχθούν τάσεις στη μάζα, να γίνει παραμόρφωση του σχήματος ή να δημιουργηθούν μικρορωγμές, που θα ενισχυθούν κατά το μετέπειτα στάδιο της έψησης.

Για να αποφευχθούν αυτά τα ανεπιθύμητα φαινόμενα, θα πρέπει ο ρυθμός απομάκρυνσης νερού από την επιφάνεια να μην είναι μεγαλύτερος από τον ρυθμό μεταφοράς νερού από το εσωτερικό του σώματος προς την επιφάνεια, γιατί διαφορετικά θα υπάρξει ανομοιόμορφη ξήρανση και δημιουργία εσωτερικών τάσεων. Ο ελεγχόμενος ρυθμός ξήρανσης μπορεί να επιτευχθεί με ξήρανση του υλικού σε χαμηλή θερμοκρασία ή ακόμη σε περιβάλλον ελεγχόμενης υγρασίας.

Η ξήρανση γενικά, πρέπει να διεξάγεται με πολύ αργή θέρμανση, μέχρις ότου η ολική περιεκτικότητα σε νερό μειωθεί περίπου στο 5%. Η διαδικασία αυτή είναι ιδιαίτερα αργή και μπορεί να διαρκέσει μέχρι 48 ώρες. Η ενέργεια που απαιτείται για τη διαδικασία αυτή είναι σημαντική γιατί η θερμότητα πρέπει να διαχυθεί προς το εσωτερικό του υλικού, να θερμάνει το νερό μέσα στη μάζα, στη συνέχεια να προωθήσει την διάχυση του νερού από τη μάζα προς την εξωτερική επιφάνεια, από όπου τελικά το νερό θα εξατμιστεί προς το περιβάλλοντα αέρα.

Σε κάθε περίπτωση γρήγοροι ρυθμοί θέρμανσης σημαίνουν αυξημένες μεταβολές στη θερμοκρασία και το ποσοστό υγρασίας, με επακόλουθο τον κίνδυνο για στρέβλωση ή ρωγμάτωση.

Κατά την ξήρανση, επέρχεται ακόμη μικρή συρρίκνωση του αντικείμενου και οι διαστάσεις του μεταβάλλονται σημαντικά λόγω της σημαντικής απομάκρυνσης του νερού από την κεραμική μάζα.

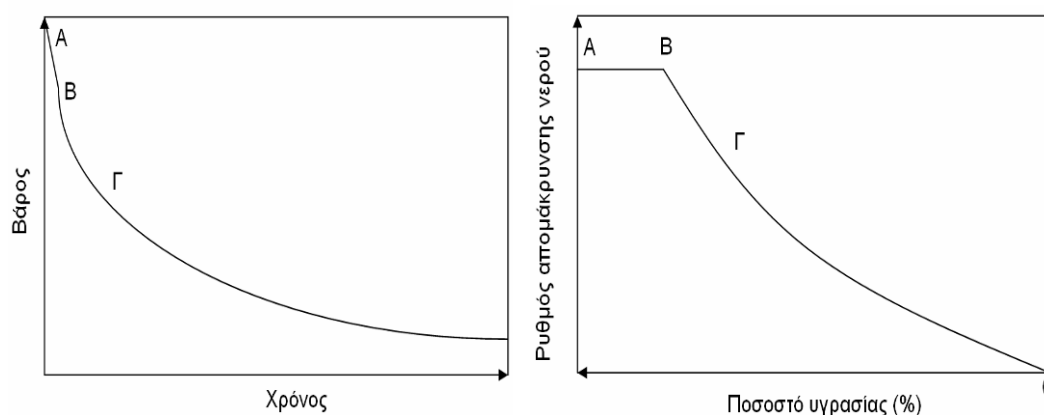
Είναι ακόμη δυνατόν, το μορφοποιημένο αντικείμενο να περιέχει φυσαλίδες αέρα, οι οποίες θα πρέπει να απομακρυνθούν με μια διαδικασία απαερίωσης. Αν επιπλέον στη μάζα περιέχονται οργανικά πρόσθετα σε μεγάλη περιεκτικότητα, θα πρέπει επίσης να γίνει προσεκτική απομάκρυνσή τους [3].

### 2.2.1 Εξάτμιση του νερού από ένα κεραμικό υλικό

Αν ένα υλικό γνωστού βάρους, με ένα γνωστό περιεχόμενο ποσοστό υγρασίας, υποβάλλεται σε ξήρανση μέσω ενός ρεύματος θερμού αέρα και το

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

βάρος καταγράφεται σε διάφορες χρονικές περιόδους, μπορεί να κατασκευαστεί ένα διάγραμμα βάρους – χρόνου. Εάν αφαιρεθεί το βάρος του ξηρού υλικού από τις μετρήσεις, μπορεί να κατασκευαστεί ένα διάγραμμα που θα δείχνει τη μεταβολή του ρυθμού ξήρανσης σε συνάρτηση με το ποσοστό της υγρασίας. Μια τυπική μορφή τέτοιων διαγραμμάτων φαίνεται στο Σχήμα Ι.2.2.1.



*Σχήμα Ι.2.2.1: Μεταβολή του βάρους ενός υλικού, κατά τη διάρκεια της ξήρανσης, σε σχέση με το χρόνο και μεταβολή του ρυθμού ξήρανσης σε συνάρτηση με την περιεκτικότητα σε υγρασία [4].*

Και στις δύο καμπύλες παρατηρούνται τρεις διακριτές περιοχές. Από το Α ως το Β ο ρυθμός ξήρανσης είναι σταθερός. Από το Β ως το Γ ο ρυθμός ξήρανσης μειώνεται γραμμικά. Μετά το σημείο Γ ο ρυθμός ξήρανσης μειώνεται εκθετικά, καθώς πλησιάζουμε στην ξηρή κατάσταση. Σε πολλές περιπτώσεις το σημείο Γ δεν είναι ευδιάκριτο, αλλά σε όλες τις περιπτώσεις υπάρχει διαχωρισμός μεταξύ του τμήματος σταθερού ρυθμού ξήρανσης και του μειούμενου ρυθμού ξήρανσης. Το σχήμα των παραπάνω καμπυλών εξαρτάται κάθε φορά από τις ιδιότητες του υλικού και μεταβάλλεται ανάλογα με αυτές, έχοντας μεγάλη εξάρτηση από την κατανομή του μεγέθους των πόρων.

Όσον αφορά τους μηχανισμούς ξήρανσης, είναι πολύ σημαντική η κατανόηση της ισορροπίας μεταξύ του ρυθμού εξάτμισης από την εξωτερική επιφάνεια και του ρυθμού μεταφοράς της υγρασίας διαμέσου του υλικού, έτσι ώστε η επιφάνεια να τροφοδοτείται διαρκώς. Στην περίοδο σταθερού ρυθμού ξήρανσης ΑΒ, οι πόροι είναι κορεσμένοι σε νερό και η εξωτερική επιφάνεια του υλικού συμπεριφέρεται σαν ελεύθερη επιφάνεια νερού. Καθώς το νερό

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

εξατμίζεται από την επιφάνεια, υπάρχει μια συνεχής ροή υγρού νερού, που διαχέεται μέσω των πόρων με σκοπό να αντικαταστήσει αυτό που έχει ήδη εξατμιστεί.

Κατά την περίοδο ΒΓ, που έχουμε γραμμική μείωση του ρυθμού ξήρανσης, οι πόροι, όπως και η εξωτερική επιφάνεια δεν είναι πλέον κορεσμένες σε νερό. Υπάρχουν περιοχές που αρχίζουν να ξηραίνονται και έτσι ο ρυθμός εξάτμισης μειώνεται. Το νερό συνεχίζει να διαχέεται προς την εξωτερική επιφάνεια σε υγρή μορφή. Πέρα από το σημείο Γ, σε πολλά σημεία του υλικού δεν υπάρχει συνεχής υγρή φάση και η μεταφορά γίνεται με εξάτμιση στο εσωτερικό των πόρων και με διάχυση διαμέσου αυτών. Αυτή η διεργασία είναι πολύ πιο αργή, ο ρυθμός ξήρανσης μειώνεται πλέον εκθετικά και η επιφάνεια του υλικού γίνεται πια ξηρή.

### 2.2.2 Μεταβολές της υγρασίας

Οι μεταβολές της υγρασίας στο εσωτερικό υλικού που υπόκειται σε ξήρανση είναι αναπόφευκτές και εξαρτώνται από το ρυθμό της θέρμανσης που επιβάλλεται κάθε φορά [4]. Αν οι μεταβολές αυτές είναι πολύ μεγάλες, μπορεί να δημιουργηθούν σοβαρά προβλήματα που σχετίζονται με στρέβλωση και ρωγμάτωση, λόγω της εμφάνισης εσωτερικών τάσεων. Όσο πιο μεγάλος είναι ο ρυθμός ξήρανσης τόσο μεγαλύτερη είναι και η μεταβολή της υγρασίας.

### 2.2.3 Μεταβολές της θερμοκρασίας

Οι μεταβολές της θερμοκρασίας δεν είναι τόσο σημαντικές, όσο οι μεταβολές της υγρασίας, παρόλα αυτά δεν παύουν να επηρεάζουν την διάχυση του νερού σε ένα υλικό που θερμαίνεται [4]. Σε περιοχές με χαμηλό ποσοστό υγρασίας, ένας μηχανισμός εξάτμισης – συμπύκνωσης δίνει ώθηση στη μεταφορά του νερού από μια θερμή περιοχή σε μια ψυχρή, καθώς η θερμοκρασία μειώνεται, αντίθετα με τη κίνηση της υγρασίας προς τη θερμή περιοχή καθώς μειώνεται το ποσοστό της. Αυτό το φαινόμενο μπορεί να οδηγήσει σε απότομες αλλαγές στη κατανομή της υγρασίας

Σε μερικά συστήματα ξήρανσης γίνονται προσπάθειες να αποφευχθεί η συνύπαρξη της μεταβολής της θερμοκρασίας και της υγρασίας, θερμαίνοντας το υλικό μέχρι να επικρατήσει υψηλή ατμοσφαιρική υγρασία και στη συνέχεια

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

μειώνοντας την ατμοσφαιρική υγρασία και διατηρώντας σταθερή τη θερμοκρασία (ξήρανση με ατμοσφαιρική υγρασία) [4].

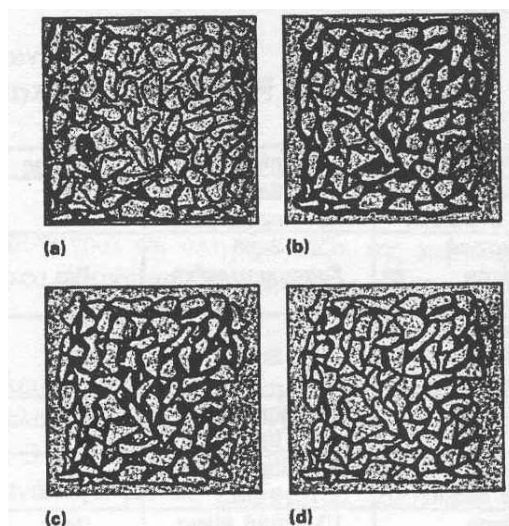
### 2.2.4 Αλλαγές στο σχήμα κατά την ξήρανση

Οι άψητες κεραμικές μάζες που περιέχουν υγρασία, συρρικνώνονται συνήθως σημαντικά κατά την ξήρανση και υπάρχει ένα κρίσιμο ποσοστό υγρασίας ως προς τη μάζα του υλικού, το οποίο δεν είναι πάντα εμφανώς ορατό και σχετίζεται άμεσα, με τη συρρίκνωση του υλικού κατά τη διάρκεια της ξήρανσης. Για περιεκτικότητες σε υγρασία πάνω από το κρίσιμο αυτό ποσοστό υγρασίας, καθώς προοδεύει η ξήρανση το υλικό συρρικνώνεται. Για περιεκτικότητες σε υγρασία κάτω από το κρίσιμο ποσοστό η ξήρανση προοδεύει, χωρίς περαιτέρω συρρίκνωση [3].

Η συρρίκνωση σε υψηλά ποσοστά υγρασίας οφείλεται στο γεγονός ότι στην αρχή της ξήρανσης οι πόροι είναι γεμάτοι νερό και συνεπώς υπάρχει περίσσεια νερού. Καθώς το νερό απομακρύνεται, τα σωματίδια του υλικού πλησιάζουν μεταξύ τους και όταν το κρίσιμο ποσοστό υγρασίας επιτευχθεί, θεωρητικά σταματάει η συρρίκνωση και η ξήρανση συνεχίζεται χωρίς περαιτέρω μείωση όγκου.

Η εξήγηση του γεγονότος αυτού συνδέεται με τις επιφανειακές τάσεις [3]. Όταν υπάρχει περίσσεια νερού, με όλους τους πόρους γεμάτους, η απομάκρυνση του νερού καταλήγει απευθείας σε συρρίκνωση ανάλογη με τον όγκο του νερού που απομακρύνεται. Καθώς όμως το κρίσιμο ποσοστό υγρασίας ξεπερασθεί, κάποιοι από τους πόρους είναι μερικώς άδαιοι, οπότε αρχίζουν να αναπτύσσονται επιφανειακές τάσεις. Οι τάσεις αυτές οδηγούν τα σωματίδια να έρχονται πιο κοντά, προκαλώντας μεγαλύτερη συρρίκνωση. Με την πρόοδο της διεργασίας, οι πόροι σταδιακά αδειάζουν, οι τάσεις μειώνονται και τα σωματίδια διαχωρίζονται ελαφρώς, καταλήγοντας σε μια μικρή διόγκωση στο τέλος της ξήρανσης. Στο Σχήμα 1.2.2.4 απεικονίζεται σχηματικά η εξέλιξη του φαινομένου της απομάκρυνσης της υγρασίας που περιβάλλει τους κόκκους του υλικού.

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ



Σχήμα 1.2.2.4: Σχηματική απεικόνιση της εξέλιξης του φαινομένου της απομάκρυνσης της υγρασίας που περιβάλλει τους κόκκους ενός υλικού [3].

Από τα παραπάνω γίνεται αντιληπτό το πώς επηρεάζει η κατανομή της υγρασίας στη μορφολογία του ξηραίνόμενου υλικού. Αν σε δύο σημεία ενός άψητου κεραμικού υπάρχει διαφορετικό ποσοστό υγρασίας θα δημιουργηθούν προβλήματα κατά τη διάρκεια της ξήρανσης. Με τη πρόοδο της ξήρανσης ένα μέρος του υλικού θα συνεχίσει να συρρικνώνεται, λόγω του ότι η υγρασία του είναι πάνω από το κρίσιμο ποσοστό, ενώ το άλλο, με την υγρασία του να είναι κάτω από το κρίσιμο ποσοστό, όχι. Το τελικό αποτέλεσμα θα είναι η δημιουργία εσωτερικών τάσεων στο υλικό, κάτι που μπορεί να οδηγήσει σε εσωτερική ρωγμάτωση και μείωση της μηχανικής αντοχής του.

Η μόνη λύση στο πρόβλημα της δημιουργίας ρωγμών κατά τη διάρκεια της ξήρανσης είναι ο έλεγχος του ρυθμού ξήρανσης ώστε οι μεταβολές της υγρασίας να διατηρούνται σε επιθυμητά επίπεδα [4].

### 2.2.5 Ξήρανση σε υψηλές συχνότητες

Η συμβατική ξήρανση υλικών με μεγάλο σχετικά πάχος στηρίζεται στη μετάδοση της θερμότητας από την εξωτερική επιφάνεια προς το εσωτερικό. Όσο πιο μεγάλο πάχος έχει το υλικό, τόσο πιο αργή είναι η διαδικασία της εξάτμισης. Η υψηλής συχνότητας ηλεκτρομαγνητική ενέργεια, με τη μεγάλη διεισδυτικότητα της προσφέρει την ευκαιρία για την αύξηση του ρυθμού εξάτμισης και τη βελτίωση της ξήρανσης [5]. Όταν οι υλικό περιέχει φάσεις νερού και άλλων διαλυτών που είναι ικανές να απορροφήσουν την

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

ηλεκτρομαγνητική ενέργεια, τότε αυτή η ενέργεια μπορεί να μεταφερθεί στο υγρό υλικό αποτελεσματικά και άμεσα.

Αντίθετα με την συμβατική ξήρανση, η υψηλής συχνότητας ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία μπορεί να απορροφηθεί, κάτω από τις κατάλληλες προϋποθέσεις, σε όλο τον όγκο του υλικού και να εξωθήσει τη θερμοκρασία του υγρού υλικού ακόμα και στο σημείο βρασμού του υγρού. Η δημιουργία ατμού, λόγω της εξάτμισης του υγρού μέσα στους πόρους του στερεού υλικού, οδηγεί σε αύξηση της πίεσης του εσωτερικού ατμού, η οποία και οδηγεί την υγρασία προς την εξωτερική επιφάνεια [6].

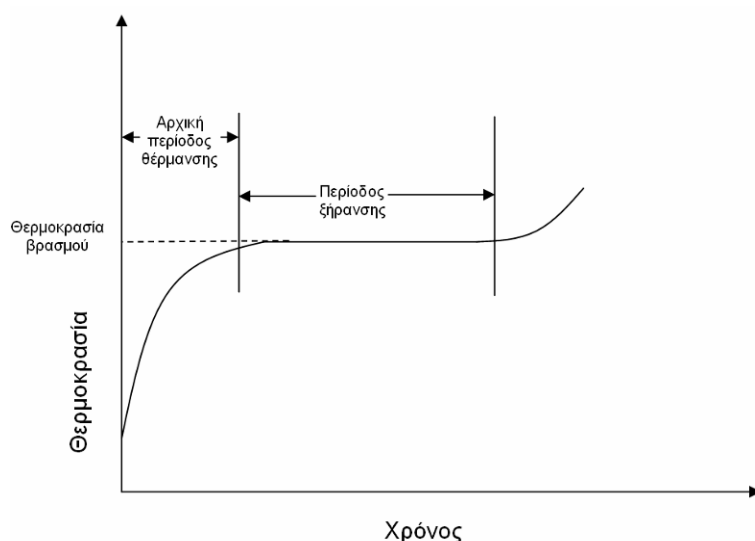
Επίσης δημιουργούνται θερμοκρασιακές διαφορές ανάμεσα στην επιφάνεια και το εσωτερικό του υλικού. Σε χαμηλότερες θερμοκρασίες αυτές οι μεταβολές βοηθούν τη μεταφορά υγρασίας προς την εξωτερική επιφάνεια. Η υπερβολική όμως διάχυση ενέργειας κατά την ξήρανση υλικών με μεγάλη πυκνότητα, που δεν έχουν υψηλής στάθμης πορώδες, είναι επιβλαβής. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι η υγρασία συναντάει δυσκολίες κατά τη διάχυση της προς την επιφάνεια. Σε μερικές περιπτώσεις έχουμε ακόμα και εσωτερικό βρασμό, ο οποίος δημιουργεί μεγάλες εσωτερικές πιέσεις, οι οποίες οδηγούν σε αστοχία του υλικού [6].

Αναφερόμενοι στις θερμοκρασιακές αλλαγές που συμβαίνουν κατά τη διάρκεια της ξήρανσης σε συχνότητες μικροκυμάτων διακρίνουμε τρεις περιοχές (Σχήμα 1.2.2.5).

- Το υλικό θερμαίνεται πολύ γρήγορα μέχρι και το σημείο βρασμού της υγρασίας, οπότε έχουμε  $\frac{\partial T}{\partial t} \cong 0$ , όπου  $T$  η θερμοκρασία και  $t$  ο χρόνος. Το στάδιο αυτό εφαρμόζεται κυρίως σε προθερμασμένα υλικά, τα οποία δεν είναι ευαίσθητα στη θερμοκρασία.
- Η θερμοκρασία αυξάνεται καθ' όλη τη διάρκεια της διεργασίας της ξήρανσης. Κάτι τέτοιο μπορεί να συμβεί όταν η διέλευση δια μέσου του υλικού είναι πολύ γρήγορη και φτάνουμε στο σημείο βρασμού του υγρού.

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

- Το υλικό θερμαίνεται μέχρι μια κρίσιμη θερμοκρασία, κάτω από το σημείο βρασμού της υγρής φάσης, και το υλικό ψύχεται. Εφαρμόζεται σε υλικά ευαίσθητα στη θερμότητα.



Σχήμα 1.2.2.5: Ρυθμός αύξησης της θερμοκρασίας κατά την ξήρανση σε υψηλές συχνότητες [7].

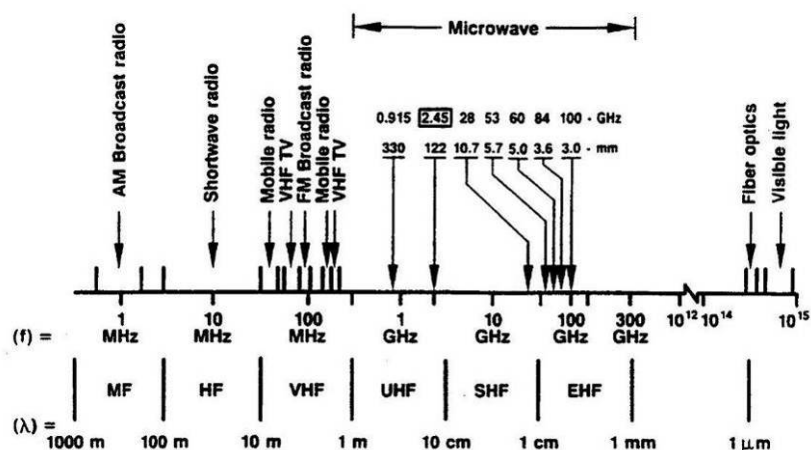
Όταν η θερμοκρασία του υγρού υλικού πλησιάσει στο σημείο βρασμού, τότε εμφανίζεται εσωτερική εξάτμιση και αύξηση στην ολική πίεση, ανάμεσα στους πόρους. Η μεταφορά μάζας ελέγχεται από την ολική πίεση, εξαιτίας της δημιουργίας της αέριας φάσης μέσα στο υλικό. Όταν το ποσοστό της υγρασίας του υλικού είναι υψηλό, ένα μέρος της υγρασίας απομακρύνεται από το υλικό ως υγρό. Αυτή η φάση της ξήρανσης προηγείται της περιόδου σταθερού ρυθμού ξήρανσης και ονομάζεται «περίοδος κίνησης του υγρού» [8].

Όταν το υλικό μπορεί να θερμανθεί μέχρι το σημείο βρασμού της υγρής φάσης, οι πόροι γεμίζουν με ατμό και η ροή της υγρασίας ελέγχεται από την ολική πίεση. Η περίοδος του σταθερού ρυθμού ξήρανσης επεκτείνεται πέρα από το όριο της κρίσιμης περιεκτικότητας σε υγρασία. Με τα μικροκύματα το όριο φαίνεται να είναι η μέγιστη πίεση που μπορεί να γίνει ανεκτή στο εσωτερικό του υλικού [8]. Αν το στερεό υλικό δεν είναι άκαμπτο, η υπερβολική πίεση μπορεί να οδηγήσει σε αύξηση του όγκου του υλικού, με αποτέλεσμα την αύξηση του μεγέθους των πόρων και της διάχυσης της πίεσης.



### 2.3 Θεωρητικό υπόβαθρο μικροκυμάτων

Τα μικροκύματα είναι υψηλής συχνότητας ηλεκτρομαγνητικά κύματα και το φάσμα συχνότητας τους είναι από 300 MHz μέχρι 300 GHz, που ισοδυναμούν σε ένα μήκος κύματος από 1 m έως 1 mm. [6]. (Σχήμα 1.2.3.1)



Σχήμα 1.2.3.1: Ηλεκτρομαγνητικό φάσμα και συχνότητες που χρησιμοποιούνται στις εφαρμογές μικροκυμάτων [10].

Η επιστήμη των μικροκυμάτων οφείλει την προέλευσή της στην ανάπτυξη του ραντάρ και κέρδισε έδαφος κατά τη διάρκεια του 2<sup>ου</sup> παγκόσμιου πολέμου [6]. Μερικές σημαντικές εφαρμογές των μικροκυμάτων περιλαμβάνουν την θέρμανση, τις δορυφορικές εκπομπές τηλεόρασης και ραδιοφώνου, τα κινητά τηλέφωνα, τη ναυσιπλοΐα και τα ραντάρ.

Τα μικροκύματα χαρακτηρίζονται από συγκεκριμένες ιδιότητες, όπως η διεισδυτική ακτινοβολία, η ελεγχόμενη κατανομή του ηλεκτρικού πεδίου, η ταχεία θέρμανση και η επιλεκτική θέρμανση των υλικών, λόγω διαφορετικής απορρόφησης, οι οποίες τους επιτρέπουν να συζεύγονται με διάφορα μόρια, συντονίζοντάς τα και αυξάνοντας έτσι την ενέργειά τους. Για το λόγο αυτό χρησιμοποιούνται για τη θέρμανση ενός μεγάλου εύρους υλικών όπως κεραμικά, καουτσούκ, πολυμερή, σύνθετα υλικά, μεταλλεύματα, απόβλητα, χημικά, κόνεις (powders), καθώς επίσης και για τη θέρμανση τροφών [4].

Τα μικροκύματα είναι μια εναλλακτική οικονομική μέθοδος θέρμανσης. Δεν ρυπαίνουν, τα έξοδα λειτουργίας είναι χαμηλότερα από πολλές παραδοσιακές μεθόδους και ο χρόνος επεξεργασίας μειώνεται πάρα πολύ, προσφέροντας έτσι χαμηλότερο κόστος παραγωγής. Τέλος με τη θέρμανση μέσω μικροκυμάτων μπορεί να βελτιωθεί η ομοιογένεια των προϊόντων, να

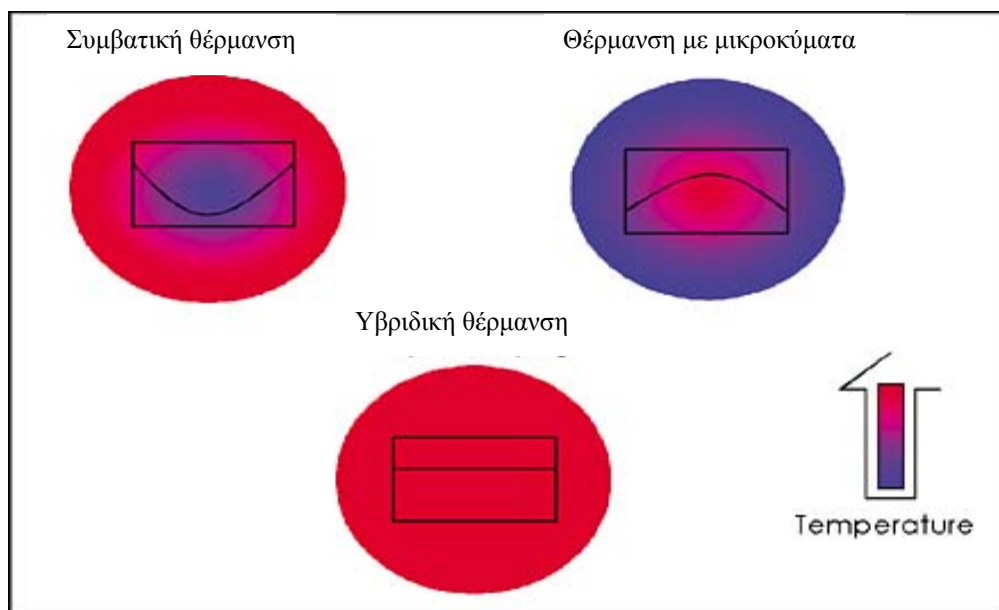
## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

προωθηθεί η δημιουργία καλύτερων χαρακτηριστικών και ιδιοτήτων ή ακόμα να υπάρξει σύνθεση εντελώς νέων υλικών. Τα περιβαλλοντικά πλεονεκτήματα και όσα προαναφέρθηκαν οδηγούν τα μικροκύματα να φαίνονται μια ελκυστική εναλλακτική πρόταση. [4]

Η θέρμανση με τα μικροκύματα είναι θεμελιωδώς διαφορετική από τη συμβατική θέρμανση. Τα μικροκύματα διεισδύουν μέσα στο υλικό και θερμαίνουν το εσωτερικό του υλικού, σε αντίθεση με τη συμβατική θέρμανση, όπου θερμαίνεται πρώτα η εξωτερική επιφάνεια και στη συνέχεια η θερμότητα διαχέεται στο εσωτερικό του υλικού. Κατά το χρόνο που ένα υλικό είναι εκτεθειμένο στη διεισδυτική ακτινοβολία των μικροκυμάτων, ένα μέρος της ενέργειας «χάνεται» ανεπιστρεπτί και μετατρέπεται σε θερμότητα στο εσωτερικό του υλικού. Αυτή η θέρμανση του εσωτερικού του υλικού ανεβάζει τη θερμοκρασία του υλικού με τέτοιο τρόπο που οι εσωτερικές περιοχές είναι πιο θερμές από την επιφάνεια, καθώς η επιφάνεια χάνει θερμότητα προς τον περιβάλλοντα χώρο που είναι ψυχρότερος [7].

Αυτό οδηγεί στη δημιουργία μίας αντίστροφης θερμοκρασιακής κατανομής (inverse temperature profile) [1], όπως φαίνεται και στο Σχήμα I.2.3.2. Στη συνέχεια ατμός υψηλής πίεσης παράγεται μέσα στο υλικό, και η ξήρανση πραγματοποιείται από το εσωτερικό προς το εξωτερικό. Κάποια ποσότητα ατμού συμπυκνώνεται στην χαμηλότερης θερμοκρασίας επιφάνεια και διατηρεί την επιφάνεια υγρή. Όταν πια δεν παράγεται ατμός από το εσωτερικό, τότε αρχίζει η ξήρανση της επιφάνειας. Αυτό επιτρέπει την αποτελεσματική ξήρανση όλων των πόρων που περιέχουν νερό. Η πορεία της διαδικασίας της ξήρανσης μπορεί να διαφέρει εξαιτίας της διαφορετικής απορρόφησης ενέργειας των υλικών που προορίζονται για ξήρανση. [1]

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ



Σχήμα 1.2.3.2: Καμπύλη θερμοκρασίας μέσα σε ένα σώμα που υποβάλλεται σε ξήρανση [1].

Το αποτέλεσμα της ογκικής αυτής θέρμανσης είναι η κατεύθυνση της μεταφοράς της θερμότητας να είναι αντίθετη από αυτή που συναντάται σε συμβατικά θερμαινόμενα υλικά. Δηλαδή η θερμότητα διαχέεται από το κέντρο προς την επιφάνεια, στην ίδια κατεύθυνση με τη διάχυση της υγρασίας. Το χαρακτηριστικό αυτό επιτρέπει στα μικροκύματα να θερμάνουν τόσο μικρές όσο και μεγάλες μάζες πολύ γρήγορα και ομοιόμορφα, να αφαιρούν αποδοτικά την υγρασία από χονδρότοιχα τμήματα του υλικού και να μειώνουν τις θερμικές τάσεις που ευθύνονται για τη δημιουργία ρωγμών κατά την ξήρανση και την έψηση. [4]

Ο βαθμός της αντίστροφης θερμοκρασιακής κατανομής εξαρτάται, από πολλούς παράγοντες όπως η ισχύς των μικροκυμάτων, η ένταση του ηλεκτρικού πεδίου, ο χρόνος έκθεσης καθώς και η φύση, η σύσταση και οι ιδιότητες του υλικού συμπεριλαμβανομένου της θερμικής και ηλεκτρικής αγωγιμότητας [10]. Η πραγματοποίηση μίας τέτοιας θερμοκρασιακής κατανομής έχει πολλές πιθανές εφαρμογές, παραδείγματος χάριν μπορεί να οδηγήσει σε μείωση της τιμής της πίεσης που παράγεται κατά τη διάρκεια της θέρμανσης επιτρέποντας υψηλότερους ρυθμούς θέρμανσης. Η συστηματική μελέτη όμως είναι πάντοτε απαραίτητη για τη βελτιστοποίηση της θερμικής διαδικασίας [10].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Ομοιόμορφη θερμοκρασιακή κατανομή κατά τη διάρκεια της ξήρανσης είναι επιτεύξιμη με συνδυασμό τεχνικών θέρμανσης της επιφάνειας με τη θέρμανση μέσω μικροκυμάτων (Σχήμα 1.2.2.2) (υβριδική θέρμανση) [1,6]. Ογκώδη υλικά με σημαντική μεταλλική ή ιοντική αγωγιμότητα δεν μπορούν εντούτοις να τύχουν ικανοποιητικής επεξεργασίας, λόγω της μικρής διείσδυσης της ενέργειας των μικροκυμάτων. Επίσης υλικά με χαμηλούς συντελεστές απωλειών είναι δύσκολο να θερμανθούν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Αυτά συνήθως πρέπει να προθερμανθούν πριν την έκθεσή τους στα μικροκύματα [1,6].

### 2.4 Κατανομή των συχνοτήτων

Οι συχνότητες μικροκυμάτων χωρίζονται σε τρεις μεγάλες κατηγορίες: την υπερυψηλή συχνότητα (UHF: 300 MHz έως 3 GHz), την εξόχως υψηλή συχνότητα (SHF: 3 GHz έως 30 GHz) και την άκρως υψηλή συχνότητα (EHF: 30 GHz έως 300 GHz) [11]. Τα μικροκύματα έχουν εκτενή εφαρμογή στις επικοινωνίες, εντούτοις έχουν παραχωρηθεί μόνο ορισμένες συχνότητες για βιομηχανικές, επιστημονικές, και ιατρικές εφαρμογές (ISM: Industrial, Scientific, Medical) [11]. Η περιοχή συχνοτήτων που κυρίως παρουσιάζει ενδιαφέρον είναι αυτή μεταξύ 10 MHz και 40 GHz, καθώς σ' αυτό το εύρος περιλαμβάνονται και οι συχνότητες που χρησιμοποιούνται βιομηχανικά (Πίνακας 1.2.4.1).

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Πίνακας Ι.2.4.1: Συνήθεις συχνότητες που προορίζονται για βιομηχανικές, επιστημονικές και ιατρικές εφαρμογές (ISM- frequencies) [11].

Συχνότητα	Ανεκτικότητα ( $\pm$ )	Μήκος κύματος	Επιτρεπόμενες περιοχές
13,56 MHz	0,05%, 6,78 KHz	22,12 m	Παγκοσμίως
27,12MHz	0,6%, 162,72 KHz	11,06 m	Παγκοσμίως
40,68MHz	0,05%, 20,34 KHz	7,375 m	Παγκοσμίως
432,92 MHz	0,2%	69,14 cm	Αυστρία, Ολλανδία
896 MHz	10 MHz		Μεγάλη Βρετανία
915 MHz	25 MHz	32,79 cm	Αμερική
2450 MHz	50 MHz	12,24 cm	Παγκοσμίως
5800 MHz	75 MHz	5,172 cm	Παγκοσμίως
6,78 GHz	0,6%	1,6 cm	Ολλανδία
24,150GHz	125 MHz	1,356 cm	Παγκοσμίως

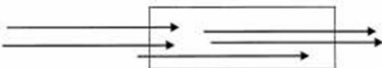
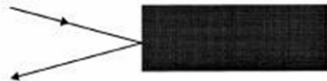

Προς το παρόν, τρεις διαφορετικές συχνότητες μικροκυμάτων χρησιμοποιούνται κυρίως για τη βιομηχανική θέρμανση υλικών μέσω μικροκυμάτων: Η 915 MHz, η οποία χρησιμοποιείται κυρίως για θέρμανση υλικών μεγάλων διαστάσεων, η συχνότητα των 2.45 GHz την οποία χρησιμοποιούν τα περισσότερα βιομηχανικά συστήματα και νοικοκυριά, ενώ από τις αρχές του 2002 η συχνότητα των 5.8 GHz είναι επίσης διαθέσιμη για βιομηχανική χρήση. Γίνεται επίσης έρευνα σε ακόμα υψηλότερες συχνότητες (από 24 – 30 GHz) Η συχνότητα των 5.8 GHz είναι ιδιαίτερα συμφέρουσα για μικρών διαστάσεων υλικά, που είναι δύσκολο να θερμανθούν ικανοποιητικά με χαμηλότερες συχνότητες [2].

### 2.5 Βασικές αλληλεπιδράσεις μεταξύ ενός υλικού και ενός πεδίου μικροκυμάτων

Τρεις βασικές αλληλεπιδράσεις [1] παρατηρούνται μεταξύ ενός υλικού και ενός πεδίου μικροκυμάτων (Σχήμα Ι.2.5):

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

1. Ηλεκτρικά διαπερατά υλικά (Διαφανή), όπως ο αέρας, ο χαλαζίας και το γυαλί, επιτρέπουν στα κύματα να περάσουν ανεμπόδια. Σε ένα πεδίο μικροκυμάτων, η θερμοκρασία αυτών των υλικών παραμένει αμετάβλητη. Είναι υλικά επομένως χρήσιμα να υποστηρίξουν ή να περιέχουν σώματα τα οποία θερμαίνονται από τα μικροκύματα και έτσι μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την παραγωγή ταινιοδρόμων για βιομηχανικούς φούρνους μικροκυμάτων, δίσκων υποστήριξης για οικιακούς φούρνους μικροκυμάτων, πιάτων ή άλλων.
2. Αδιαπέρατα υλικά, όπως τα μέταλλα ή ο γραφίτης, δεν επιτρέπουν την ακτινοβολία να τα διαπεράσει. Τα κύματα χτυπούν στην επιφάνεια του υλικού και επιστρέφουν σχεδόν αμετάβλητα στο κενό. Και σε αυτά τα υλικά η θερμοκρασία παραμένει αμετάβλητη όταν τοποθετούνται σε πεδίο μικροκυμάτων και χρησιμοποιούνται κυρίως για να κατευθύνουν τα ηλεκτρομαγνητικά κύματα υπό τη μορφή κυματοδηγών.
3. Απορροφητικά υλικά, όπως τα τρόφιμα και τα άψητα κεραμικά σώματα, που περιέχουν υγρασία είναι σε θέση να απορροφήσουν την ενέργεια μικροκυμάτων και να την μετατρέψουν σε θερμότητα. Το βάθος διείσδυσης των μικροκυμάτων ποικίλλει, ανάλογα με το υλικό και τις διηλεκτρικές ιδιότητες του. Εάν ένα υλικό αποτελείται από διάφορα συστατικά (σύνθετο), και τουλάχιστον ένα συστατικό είναι καλός απορροφητής, τότε το υλικό μπορεί να θερμανθεί ικανοποιητικά.

	Τύπος υλικού	Διείσδυση
	ΔΙΑΦΑΝΕΣ (Μονωτής χαμηλών απωλειών)	Ολική
	ΑΔΙΑΠΕΡΑΤΟ (Αγωγός)	Καθόλου (Ανάκλαση)
	ΑΠΟΡΡΟΦΗΤΙΚΟ (Μονωτής με απώλειες)	Μερική έως ολική

Σχήμα 1.2.5: Οι βασικές αλληλεπιδράσεις μεταξύ υλικών και πεδίου μικροκυμάτων [11].

Σε όλες τις περιπτώσεις, η θερμοκρασία και η συχνότητα μπορεί να αλλάξει αυτές τις αλληλεπιδράσεις. Ένα υλικό που είναι διαπερατό σε

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Θερμοκρασία δωματίου μπορεί να απορροφά μικροκύματα σε θερμοκρασίες πάνω από 1000 °C, οπότε τα μικροκύματα συζεύγονται ικανοποιητικά με το υλικό και αρχίζουν να το θερμαίνουν. Τέτοια τυπικά υλικά είναι το οξείδιο του αργιλίου, το οξείδιο του πυριτίου και κάποια νιτρίδια. Επίσης κάποια υλικά όπως η πορσελάνη, που είναι διαπερατή στη συχνότητα των 2,45GHz, φτάνουν πολύ γρήγορα σε θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης στη συχνότητα των 30 GHz [12]. Ο ιδανικός φούρνος μικροκυμάτων επιτρέπει στο θερμοκρασιακό προφίλ να ρυθμιστεί για να βελτιστοποιηθεί η ξήρανση για κάθε διαφορετικό υλικό.

### 2.6 Οι διηλεκτρικές ιδιότητες των υλικών

Οι διηλεκτρικές ιδιότητες είναι ηλεκτρικές ιδιότητες βασικού ενδιαφέροντος για την θέρμανση μέσω μικροκυμάτων, δεδομένου ότι ο μηχανισμός θέρμανσης μέσω μικροκυμάτων συσχετίζεται πολύ με αυτές. Η κατανομή της θερμοκρασίας και υγρασίας των υλικών κάτω από ένα πεδίο μικροκυμάτων είναι άμεσα συσχετιζόμενο με τις ηλεκτρικές ιδιότητές τους, αφού αυτές επηρεάζουν κατά μεγάλο βαθμό το ποσοστό απορρόφησης και την κατανομή της ενέργειας μέσα στο υλικό [7].

Επομένως, η συσχέτιση αυτών των παραγόντων με τις ηλεκτρικές ιδιότητες είναι μεγάλης σπουδαιότητας για την πρόβλεψη των χαρακτηριστικών της θέρμανσης- ξήρανσης και το σχεδιασμό αποδοτικών μεθόδων.

Όταν ένα ηλεκτρικό πεδίο αλληλεπιδρά με ένα υλικό, μπορούν να συμβούν διάφορα φαινόμενα. Σε έναν αγωγό, τα ηλεκτρόνια κινούνται ελεύθερα στο υλικό και το αποτέλεσμα είναι η εμφάνιση ηλεκτρικού ρεύματος. Αν το υλικό δεν είναι υπεραγωγός, η ροή των ηλεκτρονίων θα θερμάνει το υλικό, σε εφαρμογή του φαινομένου Joule. Τα μικροκύματα όμως έχουν μεγάλη ανάκλαση πάνω στους μεταλλικούς αγωγούς που κατά συνέπεια δεν θερμαίνονται με τη χρήση μικροκυμάτων.

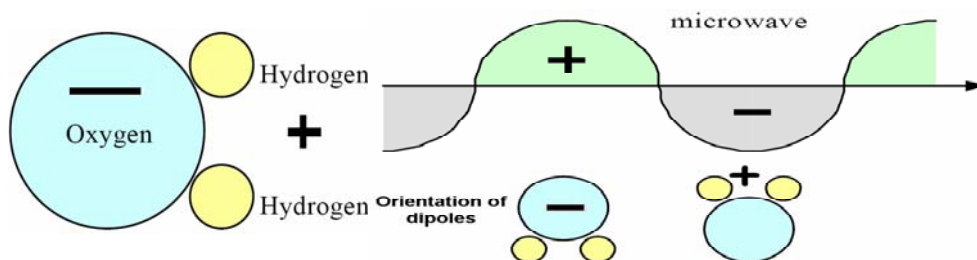
Σε σχετικά υψηλές μικροκυματικές συχνότητες η απορρόφηση ενέργειας από το πεδίο μικροκυμάτων οφείλεται κατά κύριο λόγο στην περιστροφή των διπολικών μορίων [10]. Ο μηχανισμός περιστροφής των

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

διπόλων στηρίζεται στο γεγονός ότι τα διπολικά μόρια όπως τα μόρια του νερού έχουν θετικά και αρνητικά φορτισμένες άκρες.

Όταν το δίπολο βρίσκεται μέσα σε πεδίο μικροκυμάτων που παράγει ταχέως μεταβαλλόμενο ηλεκτρικό πεδίο, τα μόρια προσπαθούν να προσανατολίσουν τους πόλους τους σε απόκριση με το εφαρμοζόμενο εναλλασσόμενο πεδίο όπως φαίνεται και σχηματικά στο Σχήμα 1.2.6.1. Το ηλεκτρομαγνητικό πεδίο λοιπόν παρέχει στα δίπολα την ενέργεια για να περιστραφούν προσανατολισμένα [13].

Η ενέργεια μετατρέπεται σε κινητική ενέργεια των διπόλων και όταν τα μόρια ύδατος περιστρέφονται εκ νέου στο εναλλασσόμενο πεδίο αλληλεπιδρούν με τα περιβάλλοντα δίπολα, παράγοντας θερμότητα (τριβή) [13].



Σχήμα 1.2.6.1: Δίπολο και περιστροφή διπόλων [14].

Αν η συχνότητα εναλλαγής του πεδίου είναι κοντά στη φυσική συχνότητα, στην οποία μπορεί να γίνει αναπροσανατολισμός των διπόλων, απελευθερώνεται το μέγιστο της ενέργειας που καταναλώνεται και επιτυγχάνεται η βέλτιστη θέρμανση. Στην ορολογία των μικροκυμάτων, όταν συμβαίνει αυτό λέμε ότι έχει επιτευχθεί σύζευξη (coupling), δηλαδή η ενέργεια έχει μεταφερθεί από το ένα τμήμα του κυκλώματος σε ένα άλλο. [7]

Στους μονωτές, τα ηλεκτρόνια δεν κινούνται ελεύθερα, αλλά ο συνεχής αναπροσανατολισμός των ηλεκτρονίων ή οι παραμορφώσεις των επαγόμενων ή των μόνιμων διπόλων, μπορούν να προκαλέσουν αύξηση της θερμοκρασίας. Η θέρμανση υλικών που περιέχουν υγρασία για παράδειγμα οφείλεται στη συμπεριφορά των διπόλων του μορίου του νερού που περιέχουν και στην αλληλεπίδραση των διπόλων των μονωτικών υλικών με τα μικροκύματα. Όσον αφορά στο νερό, επειδή η φυσική συχνότητα ταλάντωσης των μορίων του είναι κοντά στις συχνότητες των μικροκυμάτων που



## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

χρησιμοποιούνται παγκοσμίως (περίπου 1000 ή 2450 MHz), αυτό απορροφά σε μεγάλο ποσοστό την ενέργεια μικροκυμάτων. Η σύζευξη του με τα μικροκύματα είναι πολύ καλή και έτσι θερμαίνεται πολύ εύκολα και γρήγορα. [7]

Η ιδιότητα που περιγράφει τη συμπεριφορά των διηλεκτρικών υλικών, υπό την επίδραση ενός εναλλασσόμενου ηλεκτρικού πεδίου υψηλής συχνότητας, είναι η μιγαδική διηλεκτρική σταθερά ή μιγαδική επιτρεπτότητα (complex permittivity)  $\epsilon$ , η οποία εκφράζει την ικανότητα ενός υλικού να απορροφήσει και να αποθηκεύσει ηλεκτρική ενέργεια. Χωρίζεται σε ένα πραγματικό και ένα φανταστικό μέρος και εκφράζεται από την εξίσωση (I.2.6.1):

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (\text{I.2.6.1})$$

όπου το πραγματικό μέρος καλείται διηλεκτρική σταθερά (dielectric constant) ή σχετική επιτρεπτότητα  $\epsilon'$ , δείχνει την ευκολία με την οποία τα δίπολα προσανατολίζουν τους πόλους τους, σε απόκριση με το εφαρμοζόμενο εναλλασσόμενο πεδίο και είναι ο συντελεστής για τον προσδιορισμό του μεγέθους του ηλεκτρικού πεδίου μέσα στο υλικό.

Το φανταστικό μέρος καλείται συντελεστής απωλειών (loss factor),  $\epsilon''$  και προσδιορίζει το ποσό ενέργειας που ένα διηλεκτρικό υλικό μπορεί να απορροφήσει υπό μορφή θερμότητας [7,9,14,15]. Δηλαδή ο συντελεστής απωλειών απεικονίζει το ποσό της εφαρμοζόμενης ενέργειας των μικροκυμάτων που «χάνεται» (loss) στο υλικό και εκλύεται με τη μορφή θερμότητας. Ο όρος  $j = \sqrt{-1}$  δείχνει την κατά  $90^\circ$  αλλαγή φάσης μεταξύ του πραγματικού μέρους  $\epsilon'$  και του φανταστικού μέρους  $\epsilon''$  της μιγαδικής διηλεκτρικής σταθεράς.

Καθώς με τις περισσότερες τεχνικές μέτρησης διηλεκτρικών ιδιοτήτων είναι σχεδόν αδύνατο να διαχωριστούν οι απώλειες που οφείλονται στην αγωγιμότητα από αυτές που οφείλονται στην πόλωση, όλες οι μορφές απωλειών μπορούν να ομαδοποιηθούν μαζί, ορίζοντας έτσι τον πραγματικό συντελεστή απωλειών  $\epsilon''_{\text{eff}}$ , (effective loss factor), ο οποίος περιλαμβάνει όλους τους πιθανούς μηχανισμούς απωλειών (διπολική, ηλεκτρονική, ατομική και διεπιφανειακή «interface ή Maxwell – Wagner»). Οι επιμέρους

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

συντελεστές απωλειών εξαρτώνται από τη συχνότητα, γεγονός που απλοποιεί την ανάλυση, καθώς για δεδομένο εύρος συχνοτήτων, επικρατούν μόνο ένας ή δύο μηχανισμοί απωλειών έναντι των άλλων [7].

Στη περιοχή συχνοτήτων των μικροκυμάτων υπάρχουν κατά κύριο λόγο δύο φυσικοί μηχανισμοί μέσω των οποίων μπορεί να μεταφερθεί ενέργεια από ένα πεδίο μικροκυμάτων σε ένα μη μεταλλικό υλικό. Σε χαμηλές σχετικά μικροκυματικές συχνότητες παρατηρείται αγωγή ρεύματος στο υλικό, λόγω της κίνησης των ελεύθερων ηλεκτρονίων ή των ιόντων του υλικού. Αυτό συμβαίνει όταν τα ιόντα κινούνται εξαιτίας του εφαρμοζόμενου ηλεκτρικού πεδίου των μικροκυμάτων και επιταχύνονται από αυτό το πεδίο. Η μετατόπιση των ιόντων δημιουργεί σύγκρουση με άλλα ιόντα μετατρέποντας την κινητική ενέργεια σε θερμότητα. Αυτός ο τρόπος θέρμανσης δεν εξαρτάται από τη θερμοκρασία του υλικού και τη συχνότητα του πεδίου [7].

Ο μηχανισμός αυτός χαρακτηρίζεται από τον αντίστοιχο όρο της διηλεκτρικής αγωγιμότητας  $\sigma$  δίνοντας μια τιμή απώλειας  $\sigma/\omega\epsilon_0$ , όπου  $\omega$  η γωνιακή συχνότητα των μικροκυμάτων και  $\epsilon_0$  η ηλεκτρική διαπερατότητα του κενού που είναι ίση με  $8.86 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ . Η ισχύς που αναπτύσσεται στο υλικό ανά μονάδα όγκου εξαιτίας της ιοντικής αγωγιμότητας εκφράζεται συχνά από την παρακάτω εξίσωση [10]:

$$P_V = E^2 q n \mu \quad (\text{W/m}^3) \quad (1.2.6.2)$$

όπου,

$q$  = ποσό του ηλεκτρικού φορτίου για κάθε ένα από τα ιόντα,

$n$  = πυκνότητα των ιόντων, ο αριθμός των ιόντων στη μονάδα του όγκου,

$\mu$  = βαθμός κινητικότητας των ιόντων

Ο μηχανισμός απώλειας κατά την περιστροφή των διπόλων οφείλεται στο ότι τα δίπολα του υλικού δεν είναι ικανά να ακολουθήσουν τις υπερβολικά γρήγορες εναλλαγές του ηλεκτρομαγνητικού πεδίου, λόγω αδράνειας. Σε πολύ υψηλές συχνότητες υπάρχει μια υστέρηση μεταξύ της μέγιστης τιμής του πεδίου και της πόλωσης που παράγεται από την ευθυγράμμιση των διπόλων με το πεδίο. Αυτή η διαφορά φάσης μεταξύ του αίτιου (πεδίο μικροκυμάτων)

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

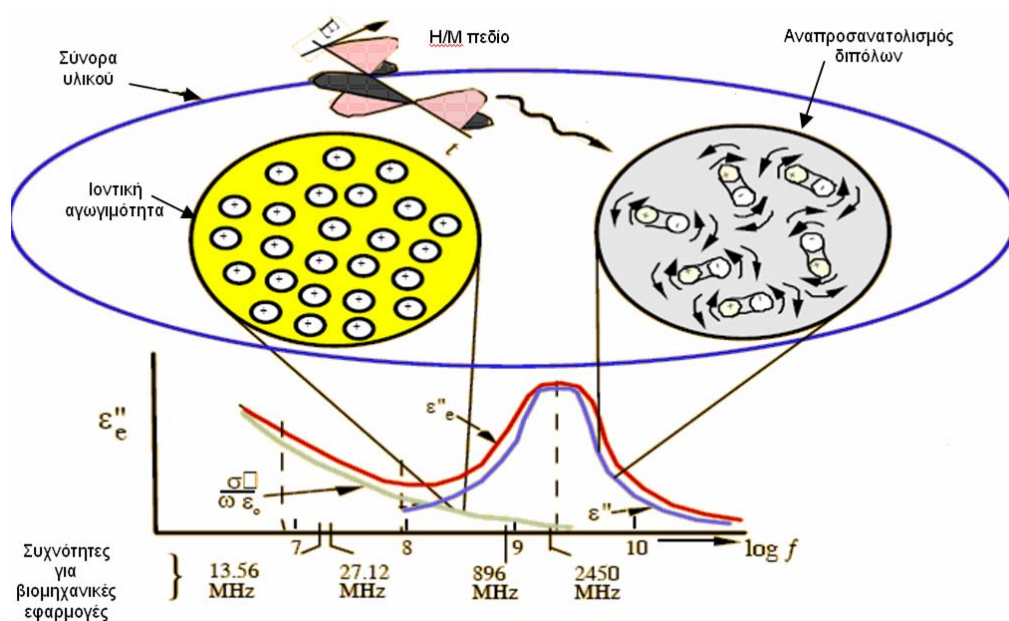
και του αποτελέσματος (πόλωση) δημιουργεί μια διηλεκτρική απώλεια της ενέργειας του συστήματος [7,9].

Συνεπώς προκύπτει η πραγματική μιγαδική διηλεκτρική σταθερά που δίνεται από την εξίσωση (1.2.6.3)

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''_{\text{eff}} \quad (1.2.6.3)$$

όπου  $\varepsilon''_{\text{eff}}$  συμπεριλαμβάνει τους συντελεστές απωλειών που σχετίζονται με τη θέρμανση σε υψηλές συχνότητες.

Τα δύο μέρη της πραγματικής μιγαδικής διηλεκτρικής σταθεράς  $\varepsilon^*$  παρουσιάζονται γραφικά για ένα διηλεκτρικό υλικό στο Σχήμα 1.2.6.2. Ο μηχανισμός της ιοντικής αγωγιμότητας, ο οποίος κυριαρχεί σε χαμηλές συχνότητες, φαίνεται με την ελαφριά γκριζα καμπύλη ενώ η συνισταμένη απώλεια (πραγματικός συντελεστής απωλειών  $\varepsilon''_{\text{eff}} = \varepsilon'' + \sigma/\varepsilon_0\omega$ ) φαίνεται από την ανώτερη καμπύλη



Σχήμα 1.2.6.2: Ενεργός συντελεστής απωλειών που οφείλεται στους μηχανισμούς της περιστροφής των διπόλων και της ιοντικής αγωγιμότητας σαν συνάρτηση της συχνότητας [16].

Ο λόγος του πραγματικού συντελεστή απωλειών προς τη διηλεκτρική σταθερά καλείται πραγματική εφαπτομένη απωλειών (effective loss tangent) ή πραγματικό  $\tan \delta$  :

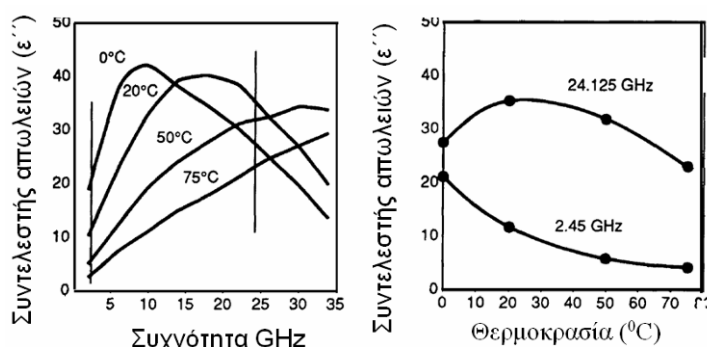
## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

$$\tan\delta_{\text{eff}} = \varepsilon''_{\text{eff}} / \varepsilon' \quad (1.2.6.4)$$

Αντίστοιχα ο λόγος του συντελεστή απωλειών προς τη διηλεκτρική σταθερά καλείται εφαπτομένη απωλειών (loss tangent) ή  $\tan \delta$

$$\tan\delta = \varepsilon'' / \varepsilon' \quad (1.2.6.5)$$

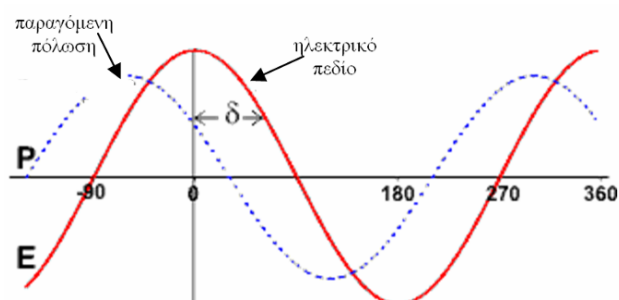
Ένα υλικό με υψηλό συντελεστή απωλειών,  $\varepsilon''$ , θερμαίνεται πιο εύκολα από την ενέργεια των μικροκυμάτων [15]. Το  $\varepsilon''$ , δεν είναι σταθερό αλλά μεταβάλλεται με τη συχνότητα και τη θερμοκρασία του διηλεκτρικού υλικού όπως φαίνεται και στο Σχήμα 1.2.6.3.



Σχήμα 1.2.6.3: Εξάρτηση του συντελεστή απωλειών του νερού από τη συχνότητα σε διάφορες θερμοκρασίες και από τη θερμοκρασία για τις συχνότητες 2,45 GHz και 24,125 GHz [17].

Συνεπώς, η εφαπτομένη απωλειών,  $\tan\delta$ , δείχνει την ικανότητα ενός υλικού να μετατρέψει την απορροφώμενη ενέργεια σε θερμότητα. Η απορρόφηση εξαρτάται από την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου, την συχνότητα και τις διηλεκτρικές ιδιότητες του υλικού.

Ακόμη, όπως ήδη αναφέρθηκε, η γωνία φάσης  $\delta$  σχετίζεται με την υστέρηση της πόλωσης σε σχέση με το εναλλασσόμενο ηλεκτρικό πεδίο (Σχήμα 1.2.6.4).



Σχήμα 1.2.6.4: Υστέρηση μεταξύ της μέγιστης τιμής του ηλεκτρικού πεδίου και της πόλωσης που παράγεται [16].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Τη δεκαετία του 50 ο Von Hippel [18] δημιούργησε πίνακες με τις διηλεκτρικές ιδιότητες ανόργανων και οργανικών υλικών για την περιοχή συχνοτήτων από 100Hz έως  $10^{10}$  Hz και για θερμοκρασίες από -12 έως 200 °C.

Η ισχύς που απορροφάται από το υλικό ανά μονάδα όγκου εξαιτίας της διπολικής περιστροφής εκφράζεται συχνά από την παρακάτω εξίσωση (I.2.6.6) [10]:

$$P_V = 2 \cdot \pi \cdot f \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon' \cdot E^2 \cdot \tan \delta = k \cdot f \cdot E^2 \cdot \epsilon' \tan \delta = k \cdot f \cdot E^2 \cdot \epsilon'' \text{ (W/m}^3\text{)} \quad (\text{I.2.6.6})$$

όπου,

$k$ = Σταθερά που εξαρτάται από τις χρησιμοποιούμενες μονάδες μέτρησης

$E$ = Ένταση ηλεκτρικού πεδίου στο υλικό, σε Volt ανά μονάδα απόστασης

$f$ = Συχνότητα

$\epsilon'$ = Σχετική διηλεκτρική σταθερά ή σχετική επιτρεπτότητα

$\tan \delta$ = Εφαπτομένη απωλειών

$\epsilon''$ = Συντελεστής απωλειών

Για να έχουμε την βέλτιστη σύζευξη ένα υλικό πρέπει να συνδυάζει μια μέτρια τιμή  $\epsilon'$  για να έχουμε επαρκές βάθος διείσδυσης και συγχρόνως επαρκή απορρόφηση δηλαδή απαιτούνται πολύ μεγάλα  $\epsilon''$  και  $\tan \delta$  [9]. Στον Πίνακα I.2.6.1 καταγράφονται οι διηλεκτρικές ιδιότητες επιλεγμένων υλικών που αντιστοιχούν στη συχνότητα 3GHz.

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Πίνακας Ι.2.6.1: Διηλεκτρικές ιδιότητες επιλεγμένων υλικών για συχνότητα 3GHz [19].

Υλικό	Θερμοκρασία (°C)	$\tan\delta$	$\epsilon'$	$\epsilon''$
Καρβίδιο του πυριτίου	25 °C	0,36	30	11
Νερό	25 °C	0,157	76,7	11,9
Νερό απιονισμένο	85 °C	0,0547	56.6	3,09
Πολυβινιλοχλωρίδιο	20 °C	0,0055	2,84	0,0156
Πολυστυρόλιο	25 °C	0,00033	2,55	0,000841
Πολυαιθυλένιο	25 °C	0,00031	2,26	0,000701
Τεφλόν	22 °C	0,00015	2,1	0,000315
Οξείδιο του αργιλίου	25 °C	0,001	8,79	0,00879

### 2.6.1 Μεταβολή του $\epsilon$ με τη θερμοκρασία

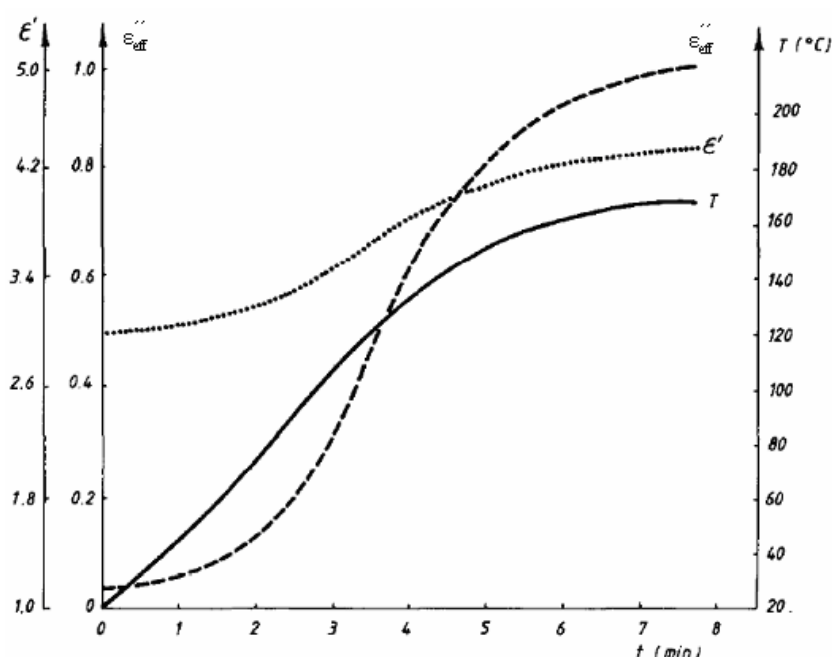
Η θερμοκρασιακή εξάρτηση των διηλεκτρικών ιδιοτήτων είναι αρκετά σύνθετη, και μπορεί να αυξηθεί ή να μειωθεί με τη θερμοκρασία ανάλογα το υλικό. Σε χαμηλά ποσοστά υγρασίας ο συντελεστής απωλειών αυξάνεται με τη θερμοκρασία καθώς η φυσική διασύνδεση μειώνεται και τα δίπολα είναι πιο εύκολο να αναπροσανατολιστούν. Για υγρασίες πάνω από 25%, ο συντελεστής απωλειών μειώνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Στον Πίνακα Ι.2.6.3.1 παρουσιάζονται τιμές του συντελεστή απωλειών του νερού για τρεις συχνότητες και θερμοκρασίες καθώς και το βάθος διείσδυσης και η θεωρητική μεταφορά ενέργειας.

Πίνακας Ι.2.6.3.1: Σύγκριση διηλεκτρικών ιδιοτήτων του νερού σε σχέση με τη συχνότητα και τη θερμοκρασία [12].

Συχνότητα	$\epsilon''$ H <sub>2</sub> O στους 20 °C	$\epsilon''$ H <sub>2</sub> O στους 40 °C	$\epsilon''$ H <sub>2</sub> O στους 80 °C	Θεωρητική μεταφορά ενέργειας συγκριτικά με τα 2,45 GHz	Βάθος διείσδυσης στο νερό στους 80 °C
915 MHz	4,3	2,4	0,9	0,15	16,9 cm
2.45 GHz	10,9	6,3	2,3	1	6,6 cm
5.8 GHz	22,9	14,0	5,3	5	2,9 cm

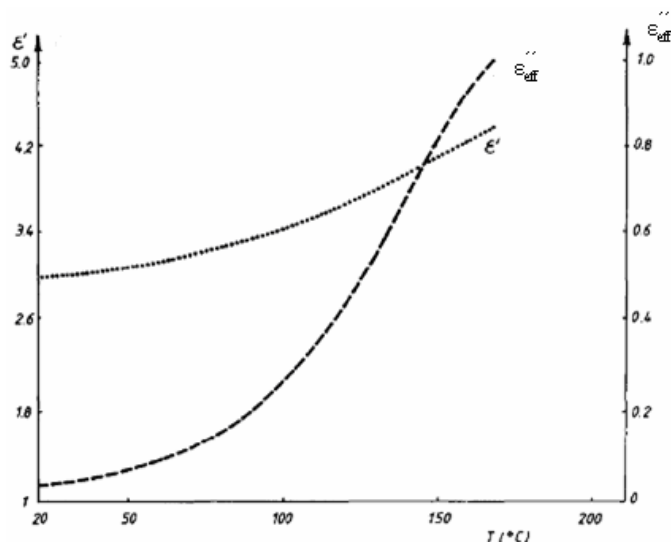
## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Ένα αξιοπρόσεχτο φαινόμενο που παρατηρείται κατά τη θέρμανση με μικροκύματα είναι το φαινόμενο της εκθετικής αύξησης ή αλλιώς της μη ελεγχόμενης ανόδου της θερμοκρασίας σε ένα υλικό, που είναι αποτέλεσμα της αύξησης του  $\epsilon''_{\text{eff}}$  με την αύξηση της θερμοκρασίας. Ένα τυπικό παράδειγμα είναι το Nylon (polyamide PA6) [20]. Οι διηλεκτρικές του ιδιότητες φαίνονται στα Σχήματα 1.2.6.5 και 1.2.6.6. Ύστερα από μια αρχική απορρόφηση της ενέργειας των μικροκυμάτων, η αύξηση της θερμοκρασίας προκαλεί αύξηση του  $\epsilon''_{\text{eff}}$ , γεγονός που οδηγεί σε περαιτέρω αύξηση της θερμοκρασίας.



Σχήμα 1.2.6.5: Διηλεκτρική σταθερά, συντελεστής απωλειών και θερμοκρασία δείγματος Nylon που θερμαίνεται από πεδίο μικροκυμάτων [20].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ



Σχήμα 1.2.6.6: Θερμοκρασιακή εξάρτηση της διηλεκτρικής σταθεράς και του συντελεστή απωλειών δείγματος Nylon που θερμαίνεται από πεδίο μικροκυμάτων [20].

Εξαιτίας του παραπάνω φαινομένου το υλικό θα καταστραφεί εκτός εάν διακόψουμε την ενέργεια των μικροκυμάτων ή απομακρύνουμε το υλικό από το πεδίο.

### 2.6.2 Μεταβολή του $\epsilon$ με το ποσοστό υγρασίας

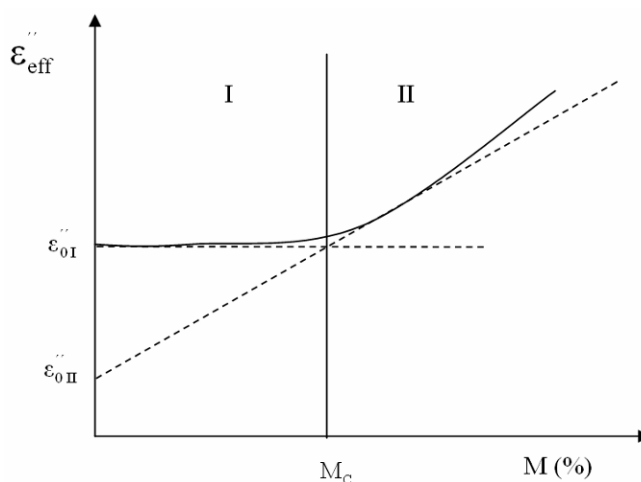
Το νερό είναι έντονα πολικό, με αποτέλεσμα να συζεύγεται ικανοποιητικά με το ηλεκτρικό πεδίο μικροκυμάτων και έτσι να απορροφά την ενέργεια των μικροκυμάτων και να την μετατρέπει σε θερμότητα. Στο γεγονός αυτό στηρίζεται ακριβώς η ξήρανση των σωμάτων που έχουν προσροφήσει υγρασία με τη βοήθεια των μικροκυμάτων. Οι διηλεκτρικές ιδιότητες του προσροφημένου νερού από ένα σώμα παρουσιάζουν σημαντικές διαφορές σε σχέση με τις διηλεκτρικές ιδιότητες του ελεύθερου νερού. Το γεγονός αυτό οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η φύση του νερού επιδρά σημαντικά στις διηλεκτρικές ιδιότητες του υλικού, με το οποίο είναι σε επαφή, παίζοντας ενεργό ρόλο στην αλληλεπίδραση του υλικού με το πεδίο μικροκυμάτων [4].

Το προσροφημένο νερό στα υλικά, εμφανίζεται σε δύο καταστάσεις. Η μία είναι το ελεύθερο νερό, το οποίο βρίσκεται στα τριχοειδή αγγεία ή στους πόρους του υλικού και η άλλη είναι το δεσμευμένο νερό, που είναι ή χημικά συνδεδεμένο ή φυσικά ροφημένο στην επιφάνεια του ξηρού υλικού. Η ποιοτική μεταβολή του πραγματικού συντελεστή απωλειών με το ποσοστό υγρασίας σε ένα ενυδατωμένο στερεό παριστάνεται με τη καμπύλη του



## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Σχήματος Ι.2.6.2.1. Οι δύο καταστάσεις του νερού μέσα στο αρχικό υλικό συσχετίζονται με την κλίση  $d\varepsilon''_{\text{eff}}/dM$  (όπου  $M$  το ποσοστό υγρασίας). Η μικρότερη κλίση σε χαμηλότερα ποσοστά υγρασίας (περιοχή Ι) οφείλεται στο δεσμευμένο νερό, ενώ η αυξημένη κλίση σε μεγαλύτερα ποσοστά υγρασίας (περιοχή ΙΙ) οφείλεται στην ύπαρξη του ελεύθερου νερού. Τα μόρια του νερού που είναι δεσμευμένα, είναι λιγότερο ελεύθερα να περιστραφούν από αυτά που βρίσκονται στα τριχοειδή αγγεία και τους πόρους, με αποτέλεσμα τα τελευταία να δημιουργούν υψηλότερες διηλεκτρικές απώλειες. Η αλλαγή της κλίσης συμβαίνει σε ένα κρίσιμο ποσοστό υγρασίας  $M_c$ . Η κρίσιμη υγρασία για τα περισσότερα υδροσκοπικά υλικά κυμαίνεται από 10 – 40%, ενώ για μη υδροσκοπικά υλικά όπως η άμμος είναι περίπου 1% [4].



Σχήμα Ι.2.6.2.1: Μεταβολή του πραγματικού συντελεστή απωλειών ως συνάρτηση του ποσοστού υγρασίας [14].

Αν θεωρήσουμε ότι η μορφή του παραπάνω Σχήματος (Ι.2.5.2.1) μπορεί να προσεγγιστεί με δύο ευθείες (διακεκομμένες γραμμές), ο πραγματικός συντελεστής απωλειών στη περιοχή Ι μπορεί να πάρει τη μορφή:

$$\varepsilon''_{\text{eff}} = \varepsilon''_{0I} + \left( \frac{d\varepsilon''}{dM} \right)_I M \quad (I.2.5.2.1)$$

ενώ για την περιοχή ΙΙ μπορεί να πάρει τη μορφή:

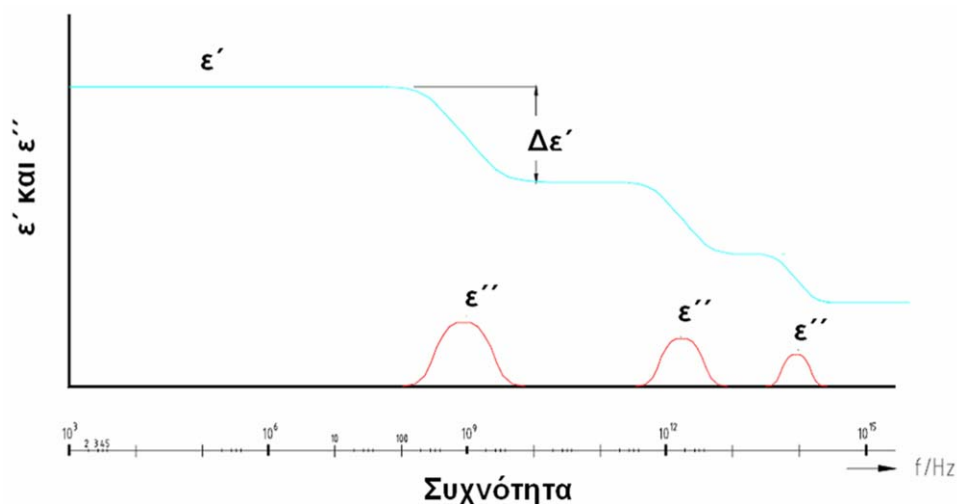
$$\varepsilon''_{\text{eff}} = \varepsilon''_{0II} + \left( \frac{d\varepsilon''}{dM} \right)_{II} M \quad (I.2.5.2.2)$$

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

όπου  $\varepsilon''_{0I}$  και  $\varepsilon''_{0II}$  είναι σταθερές και  $\left(\frac{d\varepsilon''}{dM}\right)$  αναφέρεται στις κλίσεις των δυο περιοχών.

### 2.6.3 Μεταβολή του $\varepsilon$ με τη συχνότητα

Μια σχηματική παράσταση της μεταβολής των διηλεκτρικών ιδιοτήτων του νερού συναρτήσει της συχνότητας των μικροκυμάτων βάσει δεδομένων από θεωρητικές και πειραματικές μελέτες δίνεται στο Σχήμα 1.2.6.3.1 [21]. Η μορφή των καμπύλων αποδίδεται στην αλληλεπίδραση των διεπιφανειών με τα δίπολα.



Σχήμα 1.2.6.3.1: Μεταβολή της διηλεκτρικής σταθεράς και του συντελεστή απωλειών του νερού σε σχέση με τη συχνότητα [21].

Στον Πίνακα 1.2.6.3.2 καταγράφονται και συγκρίνονται οι τιμές των διηλεκτρικών σταθερών του νερού, της μεθανόλης και ενός τούβλου στην ωμή κατάσταση πριν από οποιαδήποτε ξήρανση για τις τρεις βιομηχανικές συχνότητες μικροκυμάτων που χρησιμοποιούνται για την ξήρανση (915 MHz, 2.45 GHz, 5.8 GHz).

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Πίνακας Ι.2.6.3.2: Σύγκριση διηλεκτρικών ιδιοτήτων διηλεκτρικών υλικών σε σχέση με τη συχνότητα [22]

	915 MHz		2.45 GHz		5.8 GHz	
	$\epsilon'$	$\epsilon''$	$\epsilon'$	$\epsilon''$	$\epsilon'$	$\epsilon''$
<b>Νερό</b>	78	4.3	76	10,9	71	22,9
<b>Μεθανόλη</b>	31.5	7	24	13,5	12	13
<b>Τούβλο αμέσως μετά τη μορφοποίηση</b>	21.7	1	22	3,5	20	4,8

### 2.6.4 Μεταβολή του $\epsilon$ σε σχέση με άλλους παράγοντες

#### 1 Πυκνότητα

Η διηλεκτρική σταθερά του αέρα είναι 1, και επιτρέπει τα ηλεκτρομαγνητικά κύματα να περνάνε από μέσα του σε βιομηχανικές συχνότητες. Επομένως, ο εγκλεισμός του αέρα στα υλικά μειώνει την διηλεκτρική σταθερά και καθώς η πυκνότητα μειώνεται, μειώνεται και ο ρυθμός θέρμανσης του υλικού.

#### 2 Θερμική αγωγιμότητα

Η θερμική αγωγιμότητα διαδραματίζει μικρότερο ρόλο στη θέρμανση μέσω μικροκυμάτων απ' ό,τι στη συμβατική θέρμανση, λόγω της μεγάλης ταχύτητας με την οποία θερμαίνονται τα δείγματα. Υπάρχουν περιπτώσεις, εντούτοις, στις οποίες παίζει σημαντικό ρόλο.

Παραδείγματος χάριν όταν το βάθος διείσδυσης της ηλεκτρομαγνητικής ενέργειας είναι μικρό σε σύγκριση με τον όγκο που θερμαίνεται, η θερμική αγωγιμότητα μπορεί να είναι η αιτία της μεταφοράς της θερμότητας στο εσωτερικό. Επίσης όταν το υλικό έχει μικρή θερμική αγωγιμότητα, η θερμότητα δεν εξαπλώνεται γρήγορα στις γύρω περιοχές του υλικού όταν μια περιοχή του υλικού θερμαίνεται περισσότερο. Η δυσκολία αυτή είναι σύνθετη, επειδή η διηλεκτρική απώλεια αυξάνεται πάρα πολύ όταν αυξάνεται η

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

θερμοκρασία. Έτσι η θερμή περιοχή γίνεται ακόμη θερμότερη και έχουμε ανώμαλη θέρμανση που οδηγεί σε αστοχία [8,10]. Υλικά με μεγάλη θερμική αγωγιμότητα είναι φυσικό να παρουσιάζουν γρηγορότερα ομοιόμορφη θέρμανση.

### 3 Βάθος διείσδυσης

Αν και δεν είναι ιδιότητα του υλικού, αλλά μάλλον αποτέλεσμα των διάφορων ιδιοτήτων, το βάθος διείσδυσης είναι εξαιρετικά μεγάλης σημασίας. Για να επιτύχουμε βέλτιστη θέρμανση μέσω ενός ηλεκτρομαγνητικού πεδίου, είναι πολύ σημαντικό τα κύματα να διαπερνάνε το υλικό όσο το δυνατόν πιο βαθιά. Εάν δεν συμβαίνει αυτό, τότε η θέρμανση περιορίζεται στην επιφάνεια. Οι παράμετροι που επηρεάζουν το βάθος του πεδίου μέσα στο υλικό είναι το μήκος κύματος, η διηλεκτρική σταθερά, και ο συντελεστής απωλειών όπως φαίνεται στην ακόλουθη εξίσωση:

$$D = \frac{\lambda_o}{2\pi(2\varepsilon')^{0,5}} \left[ \left( 1 + \left( \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \right)^2 \right)^{0,5} - 1 \right]^{-0,5} \quad (1.2.6.4)$$

όπου D είναι το βάθος διείσδυσης στο οποίο η ένταση του ηλεκτρικού πεδίου έχει μειωθεί κατά περίπου 37% ( $1/\varepsilon$ ) [1] της τιμής που έχει στην επιφάνεια, με το  $\lambda_o$  να είναι το μήκος κύματος στο κενό. Από τις παραπάνω εξισώσεις φαίνεται ότι τα υλικά με υψηλές διηλεκτρικές σταθερές και υψηλούς παράγοντες απώλειας θα έχουν και τα μικρότερα βάθη διείσδυσης από εκείνα με χαμηλότερες τιμές όπως φαίνεται και από τον παρακάτω πίνακα (Πίνακας 1.2.6.4) όπου παρουσιάζονται το βάθος διείσδυσης επιλεγμένων διηλεκτρικών υλικών για συχνότητα 2,45 GHz [2].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Πίνακας Ι.2.6.4: Βάθος διείσδυσης επιλεγμένων διηλεκτρικών υλικών για συχνότητα 2,45 GHz [19].

Υλικό	Θερμοκρασία (°C)	$\tan\delta$	$\epsilon'$	$\epsilon''$	Βάθος διείσδυσης (m)
Καρβίδιο του πυριτίου	25 °C	0,36	30	11	0,01
Νερό	25 °C	0,157	76,7	11,9	0,015
Νερό απιονισμένο	85 °C	0,0547	56.6	3,09	0,057
Πολυβινιλοχλωρίδιο	20 °C	0,0055	2,84	0,0156	2,1
Πολυστυρόλιο	25 °C	0,00033	2,55	0,000841	36,91
Πολυαιθυλένιο	25 °C	0,00031	2,26	0,000701	41,73
Τεφλόν	22 °C	0,00015	2,1	0,000315	89,48
Οξείδιο του αργιλίου	25 °C	0,001	8,79	0,00879	6,56

Επίσης φαίνεται από τις παραπάνω εξισώσεις ότι το βάθος διείσδυσης επηρεάζεται πολύ από το μήκος κύματος (και ως εκ τούτου την συχνότητα) του εφαρμοσμένου πεδίου. Μια άλλη περίπτωση που επηρεάζει το βάθος της διείσδυσης, είναι το μέγεθος του υλικού που θερμαίνεται. Εάν το αντικείμενο είναι αρκετά μεγαλύτερο από το βάθος της διείσδυσης, τότε η κατανομή της θερμοκρασίας θα ομοιάζει με τη συμβατική κατανομή, όπου το εσωτερικό του υλικού είναι κρύο σχετικά με το εξωτερικό του που είναι θερμότερο [10].

Εντούτοις εάν το αντικείμενο είναι μικρό σε σύγκριση με το βάθος διείσδυσης, παραδείγματος χάριν μόνο μια ή δύο φορές μεγαλύτερο, τότε μπορεί να υπάρξει μια συσσώρευση του ηλεκτρομαγνητικού πεδίου στο κέντρο του αντικειμένου λόγω των πολλαπλάσιων περασμάτων των κυμάτων από το εσωτερικό. Σε αυτήν την περίπτωση το κέντρο θα είναι η θερμότερη περιοχή. [10]

## 2.7 Θεωρητική ανάλυση διαδικασίας ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων

Οι Khalid et al. [23,24] ανέπτυξαν μια θεωρητική τεχνική για την δημιουργία καμπυλών ξήρανσης για ένα υλικό που περιέχει υγρασία και το οποίο ξηραίνεται μέσα σε πεδίο μικροκυμάτων. Η συνεισφορά τους ήταν στη δημιουργία καμπυλών ξήρανσης διαφορετικών αρχικών μαζών κάτω από διαφορετικές συνθήκες ξήρανσης. Με τον τρόπο αυτό κατέληξαν σε μία στενή σχέση μεταξύ θεωρίας και πειράματος.

Για την διαδικασία ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων θεωρούμε την ξήρανση ενός υλικού που περιέχει υγρασία δεδομένης αρχικής, θερμοκρασίας και υγρασίας ( $m_0$ ,  $T_0$ ,  $x_0$ .) Η απαιτούμενη ενέργεια μικροκυμάτων είναι η θερμότητα που αρχικά απαιτείται για να ανυψώσει την θερμοκρασία του υλικού (ξηρή ύλη και νερό) στους  $100^\circ\text{C}$ , συν η ενέργεια που απαιτείται για την εξάτμιση όλης της αρχικής μάζας του νερού. Εάν  $h$  είναι η ειδική θερμότητα του υλικού,  $\rho$  η πυκνότητα του υλικού, τότε ο χρόνος που απαιτείται για την αρχική περίοδο προθέρμανσης είναι:

$$t_i = \left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]^{-1} h(100 - T_0)\rho \quad (1.2.7.1)$$

Στην παραπάνω εξίσωση ο όρος  $\left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]$  παριστάνει την μέση ισχύ που

απορροφάται στη μονάδα του όγκου για υλικό που εκτίθεται σε ηλεκτρομαγνητική ενέργεια. Μετά το στάδιο της προθέρμανσης και όταν το υλικό φτάσει τους  $100^\circ\text{C}$ , θα εμφανιστεί μια σταθερή περίοδος ξήρανσης και το νερό θα αρχίσει να εξατμίζεται από την επιφάνεια με σταθερό ρυθμό. Σ' αυτό το στάδιο η μέση ισχύς που απορροφάται από το υλικό είναι απόλυτα ισοσκελισμένη με την λανθάνουσα (latent) θερμότητα του νερού  $\lambda$  :

$$\Delta m = -\frac{1}{\lambda} \left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]^{-1} \cdot V \cdot \Delta t \cdot m_0 \quad (1.2.7.2)$$

όπου  $V$  είναι ο όγκος του υλικού και  $\Delta m$  η μάζα του νερού που εξατμίζεται κατά τη διάρκεια του χρόνου  $\Delta t$ . Σ' αυτό το στάδιο η περιεχόμενη υγρασία του

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

υλικού αρχίζει να μειώνεται με το χρόνο ξήρανσης. Σε ένα κρίσιμο σημείο, όταν όλη η υγρασία έχει εξατμιστεί από την επιφάνεια, υγρασία από το εσωτερικό μέρος του υλικού θα αναγκαστεί να μετακινηθεί προς την επιφάνεια και η πτωτική περίοδος ξήρανσης θα αρχίσει. Το Σχήμα 1.2.7.1 απεικονίζει τις τρεις περιόδους ξήρανσης ενός υλικού με περιεχόμενη υγρασία που ξηραίνεται κάτω από ένα πεδίο μικροκυμάτων. Και για τις δύο παραπάνω εξισώσεις (1.2.7.1, 1.2.7.2) η μέση ισχύς που απορροφάται στη μονάδα του

όγκου  $\left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]$  μπορεί να υπολογιστεί ως εξής:

$$\left[ \frac{\bar{P}}{V} \right] = 2 \cdot \pi \cdot f \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon' \cdot E_i^2 \cdot \tan \delta \quad (1.2.7.3)$$

Ο White [26] αναφέρει ότι η ισχύς του ηλεκτρικού πεδίου μέσα σε ένα υλικό ( $E_i$ ) μπορεί να συσχετιστεί με την τιμή της ισχύος του ηλεκτρικού πεδίου εξωτερικά του υλικού ( $E_0$ ):

$$E_i = \left[ \frac{3E_0}{\epsilon' + 2} \right] \quad (1.2.7.4)$$

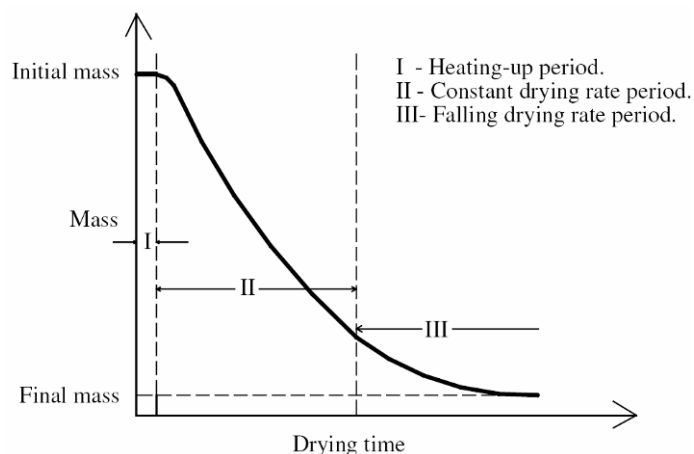
Το μέγεθος του  $E_0$  μπορεί να εκτιμηθεί χρησιμοποιώντας τη μέθοδο του φορτίου νερού (water load method) που περιγράφεται περιληπτικά από τους MacLachy και Clements. [27]

Οι τιμές του  $\epsilon''$  και του  $\epsilon'$  σε μια δεδομένη στιγμή προσδιορίζονται χρησιμοποιώντας τις παρακάτω εξισώσεις:

$$u = \sqrt{\frac{1}{2} \left[ \sqrt{(\epsilon'_H)^2 + (\epsilon''_H)^2} + \epsilon'_H \right]} + (1 - v_t) \sqrt{\frac{1}{2} \left[ \sqrt{(\epsilon'_R)^2 + (\epsilon''_R)^2} + \epsilon'_R \right]} \quad (1.1.7.5)$$

$$v = \sqrt{\frac{1}{2} \left[ \sqrt{(\epsilon'_H)^2 + (\epsilon''_H)^2} - \epsilon'_H \right]} + (1 - v_t) \sqrt{\frac{1}{2} \left[ \sqrt{(\epsilon'_R)^2 + (\epsilon''_R)^2} - \epsilon'_R \right]} \quad (1.1.7.6)$$

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ



Σχήμα 1.2.7.1: Χαρακτηριστική καμπύλη ξήρανσης υγρού υλικού που υπόκειται σε θέρμανση μέσω μικροκυμάτων [25].

$$\varepsilon' = u^2 - v^2 \quad (1.2.7.7)$$

$$\varepsilon'' = 2 u v \quad (1.2.7.8)$$

όπου τα  $\varepsilon'$ ,  $\varepsilon'_R$ ,  $\varepsilon'_H$ , είναι οι διηλεκτρικές σταθερές του υγρού σώματος, του ξηρού σώματος και του νερού αντίστοιχα, ενώ τα  $\varepsilon''$ ,  $\varepsilon''_R$ ,  $\varepsilon''_H$ , είναι οι διηλεκτρικές απώλειες του υγρού σώματος, του ξηρού σώματος και του νερού αντίστοιχα.

Το κλάσμα του όγκου  $V_t$  του σώματος για χρόνο  $t$  ορίζεται ως:

$$V_t = \frac{x_t}{x_t + \frac{\gamma_w}{\gamma_s}(1 - x_t)} \quad (1.2.7.9)$$

όπου  $x_t$  η περιεχόμενη υγρασία του σώματος σε χρόνο  $t$ , ενώ  $\gamma_w$ ,  $\gamma_s$  είναι η σχετική πυκνότητα του νερού και του ξηρού σώματος αντίστοιχα.

Εάν ληφθεί υπόψη η ανάκλαση της μικροκυματικής ενέργειας από την επιφάνεια του σώματος τότε η μέση ισχύς που απορροφάται στη μονάδα του

όγκου  $\left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]$  στην εξίσωση (3) πρέπει να διορθωθεί χρησιμοποιώντας την

παρακάτω παράσταση:

$$\left[ \frac{\bar{P}}{V} \right]_{actual} = [1 - T^2] \cdot \left[ \frac{\bar{P}}{V} \right] \quad (1.2.7.10)$$



## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

$$\text{όπου } T = \frac{\sqrt{\varepsilon'} - 1}{\sqrt{\varepsilon'} + 1}.$$

Οπότε μετά από ένα χρονικό διάστημα  $\Delta t$  η καινούρια μάζα του νερού, η καινούρια μάζα του υλικού και η περιεχόμενη υγρασία μπορούν να υπολογιστούν χρησιμοποιώντας τις παρακάτω εξισώσεις:

$$w_t = w_{t-\Delta t} - (\Delta m)_t \quad (1.2.7.11)$$

$$m_t = m_{t-\Delta t} - (\Delta m)_t \quad (1.2.7.12)$$

$$x_t = \frac{w_t}{m_t} \quad (1.2.7.13)$$

όπου  $w_t$ ,  $m_t$  είναι η νέα μάζα του νερού και του υλικού για χρόνο  $t$  αντίστοιχα.

### 2.8 Τα πλεονεκτήματα της ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων

Στη συμβατική διαδικασία θέρμανσης, οι χαρακτηριστικές πηγές θερμότητας είναι ο θερμός αέρας, ή η αντίσταση θέρμανσης και βρίσκονται σε στενή εγγύτητα με το υλικό που θερμαίνεται. Η ενέργεια εφαρμόζεται στην επιφάνεια του υλικού μέσω ακτινοβολίας και αγωγιμότητας, και πρέπει να διαπεράσει το εσωτερικό προκειμένου να επιτευχθεί η ομοιόμορφη θέρμανση του υλικού.

Η θερμική αγωγιμότητα και η θερμική αντίσταση του υλικού κυρίως καθορίζουν τη διαδικασία θέρμανσης οπότε εάν το υλικό έχει φτωχή θερμική αγωγιμότητα, η διαδικασία της ξήρανσης γίνεται πολύ δύσκολη και απαιτεί περισσότερο έργο [1]. Η χρήση των μικροκυμάτων, εμφανίζεται να προσφέρει διάφορα πλεονεκτήματα σε σχέση με τη συμβατική επεξεργασία των κεραμικών.

#### 1. Γρήγορη θέρμανση για υλικά με χαμηλή θερμική αγωγιμότητα

Η θερμότητα δημιουργείται μέσα στο υλικό, ως εκ τούτου δεν είναι αναγκαία η αναμονή έως ότου περάσει η θερμότητα από την επιφάνεια, στο εσωτερικό. Τα υλικά με χαμηλή θερμική αγωγιμότητα μπορούν να θερμανθούν και να ξηρανθούν πιο εύκολα [22].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

### 2. Ελαχιστοποιημένη απώλεια θερμότητας

Ο αέρας μέσα στο φούρνο μικροκυμάτων δεν θερμαίνεται, οπότε έχουμε μηδενική απώλεια θερμότητας στον περιβάλλοντα χώρο [22].

### 3. Γρήγορη ξήρανση

Δεδομένου ότι η ενέργεια εφαρμόζεται μόνο στο σώμα που θερμαίνεται, ο περιβάλλον αέρας παραμένει πιο ψυχρός από το σώμα. Αυτό οδηγεί στη δημιουργία μίας αντίστροφης θερμοκρασιακής κατανομής (inverse temperature profile) [22], δηλαδή δημιουργία υψηλότερης εσωτερικής θερμοκρασίας σε σχέση με τη θερμοκρασία επιφάνειας. Η αντίστροφη κατανομή της θερμοκρασίας που παρατηρείται στη ξήρανση μέσω μικροκυμάτων θεωρείται πλεονέκτημα.

### 4. Άμεσα διαθέσιμη ενέργεια

Μόλις ο φούρνος μικροκυμάτων τεθεί σε λειτουργία, η ενέργεια γίνεται αμέσως διαθέσιμη και δεν είναι απαραίτητο να προθερμανθεί ο φούρνος για να αρχίσει η παραγωγή. Μόλις κλείσει ο φούρνος, σταματάει κάθε διαδικασία θέρμανσης [22].

### 5. Αποτελεσματικότητα

Η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων χρησιμοποιείται αποτελεσματικά και για υλικά που είναι δύσκολο να ξηρανθούν με συμβατικές μεθόδους. Παραδείγματος χάριν τα κεραμικά υλικά αστοχούν εύκολα εάν η συμβατική διαδικασία ξήρανσης είναι πάρα πολύ γρήγορη [22]. Με τα μικροκύματα, ο χρόνος ξήρανσης για αυτά τα υλικά μπορεί να μειωθεί χωρίς να διακινδυνεύσουμε εσωτερικές ρωγμές ή ατέλειες στο τελικό προϊόν.

Ακόμη και τα σχετικά μεγάλα σώματα αυτών των υλικών μπορούν να ξηρανθούν χωρίς ατέλειες με τα μικροκύματα, λόγω του υψηλού βάθους διείσδυσης των ηλεκτρομαγνητικών κυμάτων [13].

## 2.9 Τα μειονεκτήματα της ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων

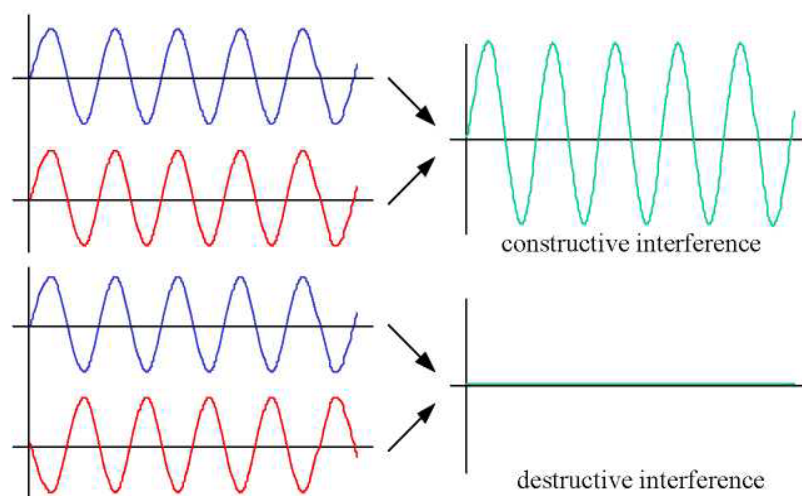
Ένα από τα σημαντικότερα μειονεκτήματα των μικροκυμάτων είναι τα αποκαλούμενα 'θερμά και κρύα σημεία' (hot and cold spots). Η μικροκυματική ακτινοβολία, καθώς ανακλάται στα τοιχώματα του ξηραντήρα μικροκυμάτων, αλληλεπιδρά με άλλη ανακλώμενη μικροκυματική ακτινοβολία, με τέτοιο

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

τρόπο που σχηματίζονται μέσα στο πεδίο μικροκυμάτων ‘θερμά’ (hot) και ‘κρύα’ (cold) σημεία (spots). Υπεύθυνο γι’ αυτό το φαινόμενο είναι η συμβολή των κυμάτων, που παρουσιάζεται στο Σχήμα 1.2.9.

Κάποια κύματα επικαλύπτονται με τέτοιο τρόπο που οι κορυφές τους ταιριάζουν ακριβώς και με αυτόν τον τρόπο συμβάλουν ενισχυτικά (ενισχυτική συμβολή ή ενίσχυση), διαμορφώνοντας ένα ‘θερμό’ σημείο. Κύματα που συμβάλουν αναιρετικά (αναιρετική συμβολή ή αναίρεση) δημιουργούν ένα ‘κρύο’ σημείο. Η ακανόνιστη θέρμανση που προκαλείται από αυτά τα φαινόμενα μπορεί να μετριαστεί σημαντικά με τη χρησιμοποίηση μιας περιστροφικής έλικας (αναδευτήρας), που περιλαμβάνεται σε πολλά από τα μοντέλα φούρνων μικροκυμάτων [7].

Θερμά σημεία και ανομοιογενής θέρμανση που οφείλεται σε διαφορετική θέρμανση μπορεί να παρατηρηθεί ακόμα λόγω μιας μικρής θερμοκρασιακής ανωμαλίας, μιας ακαθαρσίας με υψηλότερη θερμική απορροφητικότητα, ή λόγω ενός γεωμετρικού χαρακτηριστικού όπως μια γωνία ή μια ακμή.



Σχήμα 1.2.9: Συμβολή κυμάτων (ενίσχυση και αναίρεση) [16].

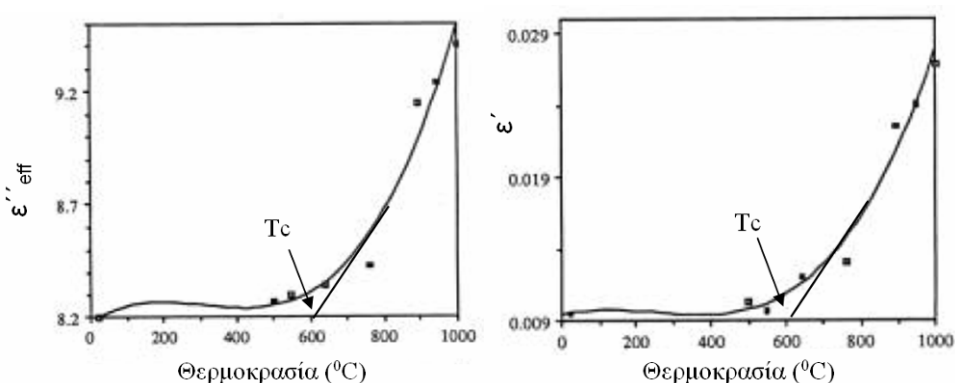
### 2.9.1 Εκθετική αύξηση της θερμοκρασίας

Ένα ακόμη χαρακτηριστικό της θέρμανσης με μικροκύματα που σε πολλές περιπτώσεις μπορεί να θεωρηθεί μειονέκτημα είναι η εκθετική αύξηση της θερμοκρασίας. Η σταθερή θέρμανση με μικροκύματα εξαρτάται από το ρυθμό απορρόφησης της ενέργειας των μικροκυμάτων και από την ικανότητα του υλικού να απορροφήσει την προκύπτουσα θερμότητα. Η γρήγορη αύξηση του διηλεκτρικού συντελεστή απωλειών  $\epsilon''$  (Σχήμα 1.2.9.1) και του  $\tan\delta$

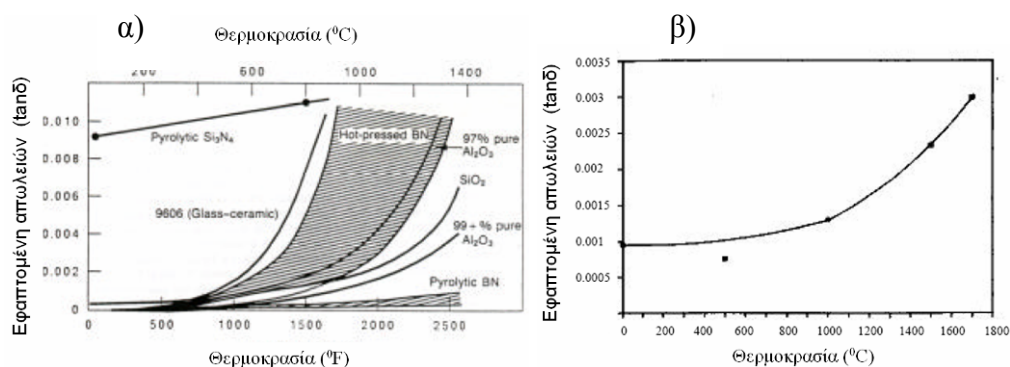
## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

(Σχήμα 1.2.9.2) με την αύξηση της θερμοκρασίας είναι το κύριο ζήτημα στην εκθετική αύξηση της θερμοκρασίας και στη θερμοκρασιακή ανομοιομορφία.

Λόγω του συνεχώς αυξανόμενου συντελεστή απωλειών η περιοχή του υλικού που πρώτη ξεπερνάει την κρίσιμη θερμοκρασία θα συνεχίσει να θερμαίνεται γρήγορα. Γίνεται αντιληπτό ότι για να ελεγχθεί η εκθετική αύξηση της θερμοκρασίας χρειάζεται η γνώση της θερμοκρασίας στο εσωτερικό του υλικού. Ακόμα είναι η αναγκαία η κίνηση του υλικού, έτσι ώστε να μην έχουμε επιλεκτική θέρμανση περιοχών καθώς και η ανακατανομή των μικροκυμάτων με τη χρήση μεταλλικών αναδευτήρων (stirrers).



Σχήμα 1.2.9.1: Διηλεκτρικές ιδιότητες 94% αλουμίνας για συχνότητα 2,45 GHz [28].



Σχήμα 1.2.9.2: Μεταβολή της εφαιπτομένης απωλειών σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία α) για διαφορετικά υλικά για συχνότητες 8 – 10 GHz [22] και β) για την αλούμινα (AKP-50, Sumitomo) για συχνότητες 90-100 GHz [29].

### 2.10 Συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων

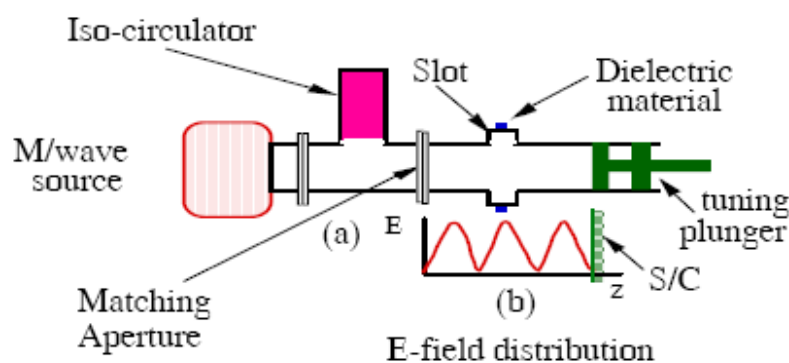
#### 2.10.1 Μονοσυχνотικά (single mode) συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων

Τα μονοσυχνотικά συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων ενδείκνυνται για τη θέρμανση υλικών που χαρακτηρίζονται τόσο από υψηλό όσο και από χαμηλό συντελεστή απωλειών ( $\epsilon''$ ) και μπορούν να πετύχουν μεγάλη

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

απόδοση καθώς είναι συμβατά για συνεχή ροή προϊόντων [21]. Χρησιμοποιούνται συνήθως για συγκεκριμένα προϊόντα, καθώς κατά τη λειτουργία τους είναι ευαίσθητα σε αλλαγές των ιδιοτήτων των υλικών ή σε αλλαγές στη γεωμετρία και τη θέση των υλικών. Η χρήση τους απαιτεί συνήθως αυτόματο έλεγχο για την επίτευξη της καλύτερης δυνατής λειτουργίας

Στο Σχήμα 1.2.10.1(a) φαίνεται ένα μονοσυχνотικό σύστημα παραγωγής μικροκυμάτων. Αποτελείται από ένα ευθύ ορθογώνιο κυματοδηγό, που στο ένα άκρο του συνδέεται η πηγή παραγωγής μικροκυμάτων και στο άλλο άκρο του ένα μη αγώγιμο έμβολο ρύθμισης (tuning plunger). Το ηλεκτρικό πεδίο είναι κάθετο στη διεύθυνση κίνησης του διηλεκτρικού υλικού που θερμαίνεται, κάτι που έχει ως αποτέλεσμα μια ανορθωμένη ημιτονοειδή κατανομή του ηλεκτρικού πεδίου (Σχήμα 1.2.10.1(b)).



Σχήμα 1.2.10.1: (a) Μονοσυχνотικό σύστημα παραγωγής μικροκυμάτων, (b) Κατανομή του ηλεκτρικού πεδίου σε μονοσυχνотικό σύστημα παραγωγής μικροκυμάτων [21].

Το υλικό που πρόκειται να θερμανθεί εισάγεται μέσω μιας σχισμής (slot) που βρίσκεται στη μεγάλη διάσταση του κυματοδηγού καταλήγοντας στη περιοχή μέγιστης έντασης του ηλεκτρικού πεδίου.

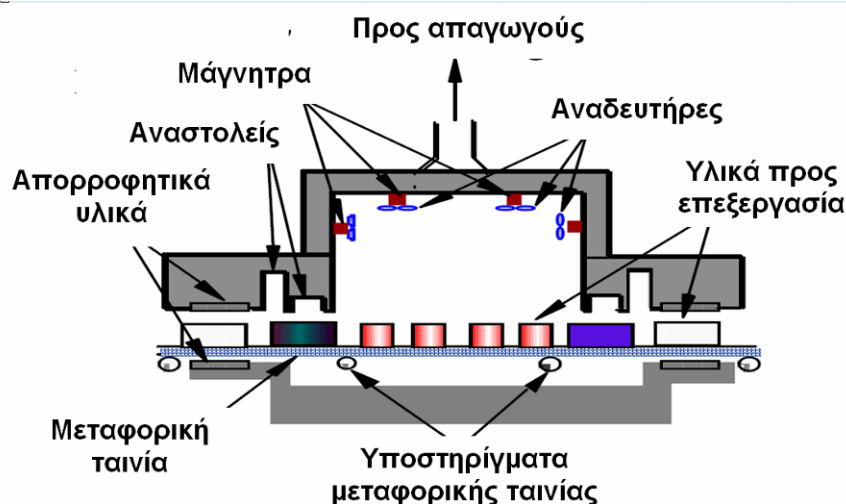
### 2.10.2 Πολυσυχνотικά (multi mode) συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων

Τα πολυσυχνотικά συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων (Σχήμα 1.2.10.2) χαρακτηρίζονται από μια κοιλότητα μεγάλη σε σύγκριση με το μήκος κύματος της ακτινοβολίας των προσπιπτόντων μικροκυμάτων [21]. Άλλα χαρακτηριστικά τους είναι οι διαστάσεις του κλιβάνου που καθορίζονται από τις διαστάσεις του υλικού που εισάγεται, η προσαρμοστικότητα σε συνεχή ή διακοπτόμενη ροή προϊόντων και η μικρή ευαισθησία λειτουργίας σε σχέση με

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

τη θέση του υλικού ή τη γεωμετρία του στον κλίβανο. Χρησιμοποιούνται κυρίως για τη θέρμανση υλικών με μεγάλες διαστάσεις, ή μιας παράταξης υλικών σε σειρά.

Κατά το σχεδιασμό ενός πολυσυχνотικού συστήματος παραγωγής μικροκυμάτων πρέπει να ληφθούν υπ' όψη κάποιες βασικές παράμετροι όπως η ομοιομορφία της θέρμανσης, η απαιτούμενη ισχύς των μικροκυμάτων, το μέγεθος του συστήματος, η καταστολή των διαρροών της ακτινοβολίας και τα χαρακτηριστικά λειτουργίας.



Σχήμα 1.2.10.2: Τυπικό πολυσυχνотικό συστήματα παραγωγής μικροκυμάτων [21].

### 2.11 Ο σωλήνας του μάγνητρου στους φούρνους μικροκυμάτων

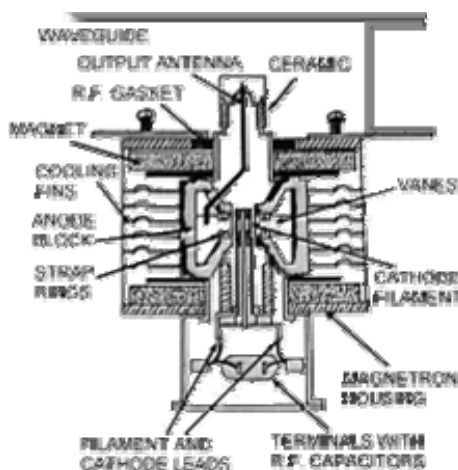
Η καρδιά κάθε φούρνου μικροκυμάτων είναι το σύστημα υψηλής τάσης. Σκοπός του είναι να παράγει ενέργεια μικροκυμάτων. Τα εξαρτήματα του συστήματος υψηλής τάσης το επιτυγχάνουν αυξάνοντας την τάση του (AC) εναλλασσόμενου ρεύματος σε υψηλή τάση, που ακολούθως μετατρέπεται σε ακόμα πιο υψηλή τάση συνεχούς ρεύματος. Αυτή η ισχύς στη συνέχεια μετατρέπεται σε ενέργεια ραδιοσυχνότητας που θερμαίνει τα υλικά [15].

#### 2.11.1 Βασική δομή μάγνητρου

Ο πυρήνας του συστήματος της υψηλής τάσεως είναι ο σωλήνας του μάγνητρου. Το μάγνητρο είναι ένας σωλήνας ηλεκτρονίων, τύπου διόδου, που χρησιμοποιείται για να παράγει την απαραίτητη συχνότητα των μικροκυμάτων. Ταξινομείται ως δίοδος επειδή δεν διαθέτει κάποιο πλέγμα όπως ένας συνηθισμένος σωλήνας ηλεκτρονίων.

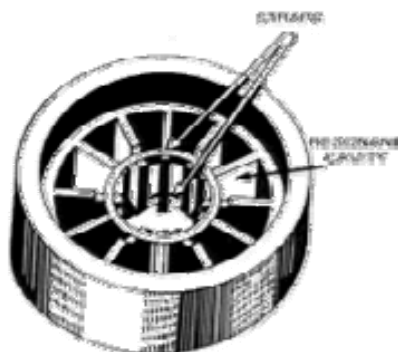
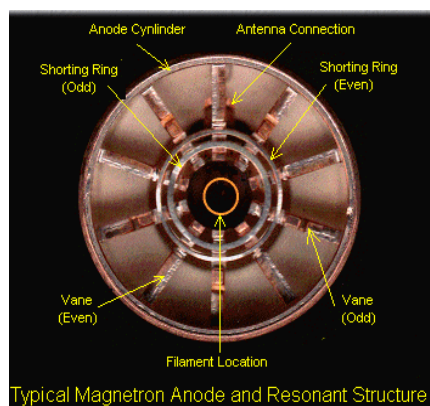
## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Το μαγνητικό πεδίο που επιβάλλεται στο διάστημα μεταξύ της *ανόδου* (πλάκα) και της *καθόδου* χρησιμεύει ως πλέγμα. Ενώ η εξωτερική σύνθεση διαφορετικών μάγνητρων ποικίλλει, οι βασικές εσωτερικές δομές είναι οι ίδιες (Σχήμα 1.2.11.1.1). Αυτές περιλαμβάνουν την *άνοδο*, την *κάθοδο* /θερμαινόμενο νήμα, την *κεραία* και τους *μαγνήτες* [30].



Σχήμα 1.2.11.1.1: Τομή ενός τυπικού μάγνητρου [30].

Η **ΑΝΟΔΟΣ** (ή πλάκα) είναι ένας κοίλος σιδερένιος κύλινδρος από τον οποίο ένας ζυγός αριθμός πλακών ανόδων (*anode vanes*) εκτείνεται προς το εσωτερικό (Εικόνα 1.2.11.2.2). Οι ανοικτές τραπεζοειδείς περιοχές μεταξύ κάθε μίας από τις πλάκες είναι κοιλότητες συντονισμού που χρησιμεύουν ως συγχρονισμένα κυκλώματα και καθορίζουν τη παραγόμενη συχνότητα του σωλήνα. Η άνοδος λειτουργεί κατά τέτοιο τρόπο ώστε τα εναλλασσόμενα τμήματα πρέπει να συνδεθούν, έτσι ώστε κάθε τμήμα να είναι αντίθετης πολικότητας από το εκατέρωθεν τμήμα του.



Εικόνα 1.2.11.2.2: Τυπική δομή της ανόδου ενός μάγνητρου [30].

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

Το **θερμαινόμενο νήμα (ΚΑΘΟΔΟΣ)** του σωλήνα, βρίσκεται στο κέντρο του μάγνητρου και υποστηρίζεται από μεγάλες και άκαμπτες κοιλότητες εστίασης, οι οποίες σφραγίζονται προσεκτικά στο σωλήνα και θωρακίζονται.

Η **ΚΕΡΑΙΑ** είναι ένα κύκλωμα που συνδέεται με την άνοδο και εκτείνεται σε μια από τις συγχρονισμένες κοιλότητες. Η κεραία συνδέεται με τον κυματοδηγό, μια κοίλη μεταλλική περίφραξη, στην οποία η κεραία εκπέμπει την RF ενέργεια.

Το **ΜΑΓΝΗΤΙΚΟ ΠΕΔΙΟ** εκπέμπεται από ισχυρούς μόνιμους μαγνήτες, οι οποίοι τοποθετούνται γύρω από το μάγνητρο, έτσι ώστε το μαγνητικό πεδίο να είναι παράλληλο με τον άξονα της καθόδου [15].

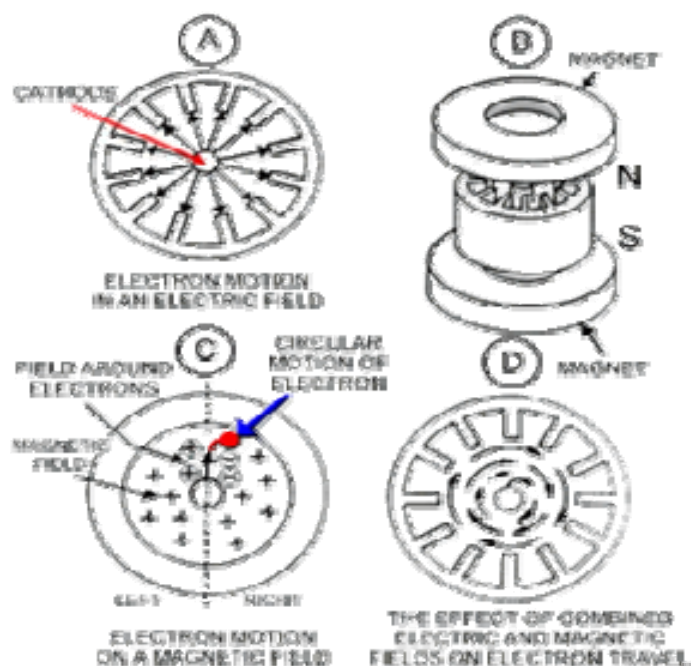
### 2.11.2 Βασική λειτουργία του μάγνητρου

Η θεωρία της λειτουργίας του μάγνητρου είναι βασισμένη στην κίνηση των ηλεκτρονίων, κάτω από τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτρικών και μαγνητικών πεδίων. Για να λειτουργήσει ο σωλήνας, τα ηλεκτρόνια πρέπει να κατευθυνθούν από την κάθοδο στην άνοδο. Υπάρχουν δύο θεμελιώδεις νόμοι που διέπουν την τροχιά τους: [30]

- Η δύναμη που ασκείται από ένα ηλεκτρικό πεδίο σε ένα ηλεκτρόνιο είναι ανάλογη προς τη δύναμη του πεδίου. Τα ηλεκτρόνια τείνουν να κινηθούν από ένα σημείο αρνητικού δυναμικού προς ένα σημείο θετικού δυναμικού. Το Σχήμα I.2.11.2.3.A δείχνει την ομοιόμορφη και άμεση μετακίνηση των ηλεκτρονίων μέσα σε ένα ηλεκτρικό πεδίο από την αρνητική κάθοδο στη θετική άνοδο.
- Η δύναμη που ασκείται σε ένα ηλεκτρόνιο μέσα σε ένα μαγνητικό πεδίο είναι κάθετη και στο ίδιο το πεδίο, και στην πορεία του ηλεκτρονίου. Η κατεύθυνση της δύναμης είναι τέτοια που το ηλεκτρόνιο ωθείται προς την άνοδο κατά τη φορά των δεικτών του ρολογιού (δεξιόστροφα).



## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ



Σχήμα 1.2.11.2.3: Κίνηση των ηλεκτρονίων σε ένα σωλήνα μάγνητρου (Α.Κίνηση ηλεκτρονίων σε ένα ηλεκτρικό πεδίο, Β. Θέση των δύο μόνιμων μαγνητών του μάγνητρου, C. Κίνηση των ηλεκτρονίων σε ένα μαγνητικό πεδίο, D. Αποτέλεσμα του συνδυασμού ηλεκτρικού και μαγνητικού πεδίου στην κίνηση των ηλεκτρονίων.) [30].

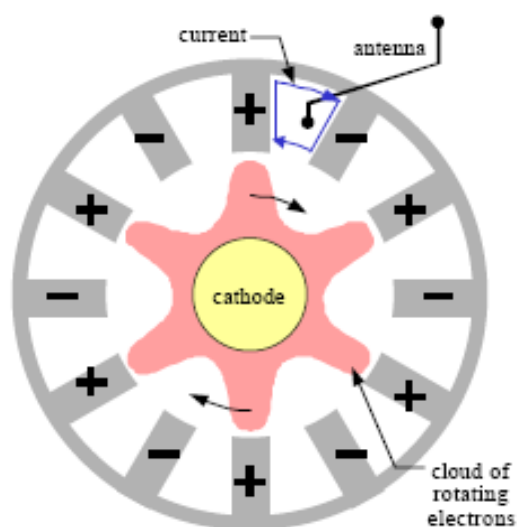
Η διαδικασία αρχίζει με μια χαμηλή τάση που εφαρμόζεται στην κάθοδο, η οποία την αναγκάζει να θερμανθεί. Η άνοδος της θερμοκρασίας έχει σαν συνέπεια την αυξανόμενη μοριακή δραστηριότητα μέσα στη κάθοδο, σε σημείο να αρχίζει να εκπέμπει ηλεκτρόνια. Ένα ηλεκτρόνιο που αφήνει την επιφάνεια του θερμαινόμενου νήματος αιωρείται, ακριβώς πάνω από την επιφάνεια της καθόδου και επειδή η κάθοδος και το ηλεκτρόνιο είναι αρνητικά φορτισμένα, το ηλεκτρόνιο απομακρύνεται από την κάθοδο [30].

Στο Σχήμα 1.2.11.2.3.B δύο μόνιμοι μαγνήτες εφαρμόζονται πάνω και κάτω από τη δομή του σωλήνα. Στο Σχήμα 1.2.11.2.3.C, υποθέτουμε ότι ο ανώτερος μαγνήτης είναι ένας βόρειος πόλος και ο κατώτερος μαγνήτης είναι ο νότιος πόλος. Ακριβώς όπως τα ηλεκτρόνια που διατρέχουν έναν αγωγό δημιουργούν ένα μαγνητικό πεδίο γύρω από εκείνον τον αγωγό, έτσι ένα ηλεκτρόνιο που κινείται στο κενό τείνει να δημιουργήσει ένα μαγνητικό πεδίο γύρω από το ίδιο. Στη μια πλευρά (αριστερά) της πορείας του ηλεκτρονίου, αυτό το μαγνητικό πεδίο προστίθεται στο μόνιμο μαγνητικό πεδίο που το περιβάλλει. Από την άλλη πλευρά (δεξιά) της πορείας του, έχει την αντίθετη επίδραση, δηλαδή αφαιρείται από το μόνιμο μαγνητικό πεδίο. Το μαγνητικό

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

πεδίο στη δεξιά πλευρά επομένως αποδυναμώνεται, η τροχιά του ηλεκτρονίου κάμπτεται σε εκείνη την κατεύθυνση, με συνέπεια μια δεξιόστροφη κίνηση γύρω από την κάθοδο. (Σχήμα Ι.2.11.2.3.D)

Όταν ηλεκτρόνια πλησιάζουν μια πλάκα ανόδου, αυτή φορτίζεται θετικά καθώς τα ελεύθερα ηλεκτρόνια της απωθούνται (repelled) από τα κινούμενα ηλεκτρόνια που κινούνται προς αυτή. Παράλληλα οι γειτονικές πλάκες ανόδων φορτίζονται αρνητικά εξαιτίας της συσσώρευσης των απωθούμενων ηλεκτρονίων. Στη συνέχεια οι πλάκες ανόδων που έχουν φορτιστεί αρνητικά απωθούν τα ηλεκτρόνια που περιστρέφονται γύρω από την κάθοδο. Το αποτέλεσμα είναι η δημιουργία ενός «νέφους» ηλεκτρονίων με μορφή που φαίνεται στο Σχήμα Ι.2.11.2.4.



Σχήμα Ι.2.11.2.4: Νέφος ηλεκτρονίων σε σωλήνα μαγνήτρου.[30].

Όσο χρόνο το νέφος περιστρέφεται γύρω από την κάθοδο οι πλάκες των ανόδων εναλλάσσουν τις θετικές και αρνητικές φορτίσεις τους πολύ γρήγορα. Η εναλλαγή των φορτίσεων δημιουργεί ένα εναλλασσόμενο ρεύμα μέσα στις κοιλότητες συντονισμού (resonant cavities) της ανόδου. Αυτό το ρεύμα μεταφέρεται μέσω της κεραίας (antenna), απελευθερώνεται ως μικροκυματική ακτινοβολία πάνω στον κυματοδηγό και στη συνέχεια στον εκάστοτε φούρνο μικροκυμάτων.

### 2.12 Όρια έκθεσης μικροκυμάτων

Ο ανθρώπινος ιστός και τα υγρά του σώματος είναι ιδιαίτερα επιδεκτικά στην ακτινοβολία μικροκυμάτων και πρέπει να είναι προστατευμένα από την

## 2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑΣ ΜΕ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΑ

υπερβολική έκθεση. Για κάποια χρόνια τα ανώτατα όρια έκθεσης για προσωπικό που εργάζεται σε περιβάλλον όπου γίνεται χρήση μικροκυμάτων ήταν στα  $10 \text{ mW/cm}^2$  ( $100 \text{ W/m}^2$ ). Πλέον, η διαρροή μικροκυμάτων στα 5 cm από την εξωτερική επιφάνεια του φούρνου δεν πρέπει να υπερβαίνει το  $1 \text{ mW/cm}^2$  σε φούρνο μικροκυμάτων με δοκιμαστικό φορτίο και τα  $5 \text{ mW/cm}^2$  σε φούρνο χωρίς δοκιμαστικό φορτίο [25].

### 3. ΕΝΙΣΧΥΣΗ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΕΞΩΘΗΜΕΝΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ NANOKONEIS

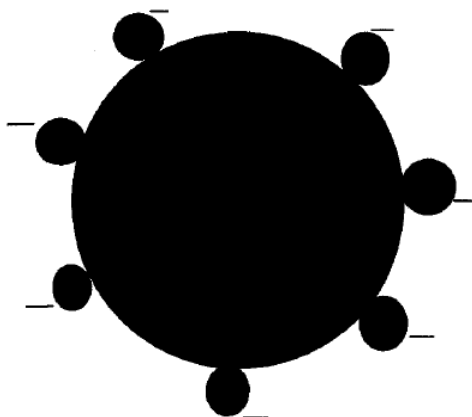
Μία προσέγγιση για την βελτίωση των ιδιοτήτων των υλικών και τον έλεγχο της μικροδομής των πυροσυσσωματωμένων αντικειμένων είναι η δημιουργία νανοσυνθέτων (nanocomposites). Τα νανοςύνθετα υλικά είναι υλικά στα οποία προστίθεται κάποιο ενισχυτικό συστατικό σε μορφή ενός ή περισσότερων υπέρλεπτων φάσεων με διαστάσεις μικρότερες των 100 nm. Η ενισχυτική φάση είναι συνήθως σε μορφή σωματιδίων, ελασμάτων ή ινών. Η μικροδομή των νανοςύνθετων υλικών αφορά στη διασπορά μίας δεύτερης φάσης μεταξύ των ορίων των κόκκων της μητρικής φάσης και χωρίζονται σε 3 κατηγορίες:

α) σε αυτά που η ενίσχυση των νανოსωματιδίων δημιουργείται μέσα στους κόκκους του υλικού της μήτρας με τη μορφή σύνθετων κόκκων,

β) σε αυτά που η ενίσχυση βρίσκεται μεταξύ των ορίων των κόκκων και

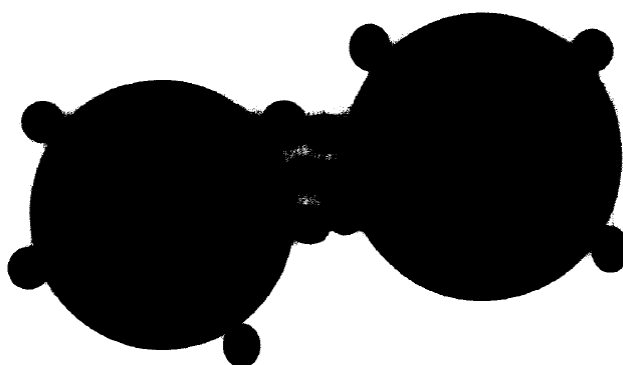
γ) σε αυτά που το μέγεθος των κόκκων του υλικού της μήτρας είναι ίδιου μεγέθους με αυτό των κόκκων της ενισχυτικής φάσης [32].

Μία πολλά υποσχόμενη μέθοδος ενίσχυσης που προτιμάται όλο και περισσότερο σε εφαρμογές υψηλών απαιτήσεων είναι η επικάλυψη και συνεπώς η μεταβολή της εξωτερικής επιφάνειας των σωματιδίων της συμβατικής σκόνης από διαλύματα οξειδίων. Διαλύματα που προέρχονται από τη μέθοδο διάλυσης-ζελατινοποίησης (sol-gel) έχουν χρησιμοποιηθεί για την δημιουργία κεραμικών αντικειμένων αλουμίνας με πυκνή δομή και υψηλές μηχανικές αντοχές [33]. Κατά την προσέγγιση αυτή, στη συμβατική σκόνη (συνήθως με μέσο μέγεθος σωματιδίων 1-8  $\mu\text{m}$ ) προστίθεται αιώρημα  $\text{Al}_2\text{O}_3$  που παρασκευάζεται με τη μέθοδο διάλυσης-ζελατινοποίησης, σε ποσοστό <10 % κ.β. επί της σκόνης. Το μικρό αυτό ποσοστό αιωρήματος είναι αρκετό για να σχηματίσει ένα ισχυρά προσκολλημένο λεπτό υμένιο ή, όπως αναφέρεται στη βιβλιογραφία, μία «δομή κελύφους» (shell structure) γύρω από την εξωτερική επιφάνεια των σωματιδίων συμβατικής αλουμίνας (Σχήμα I.3.1).



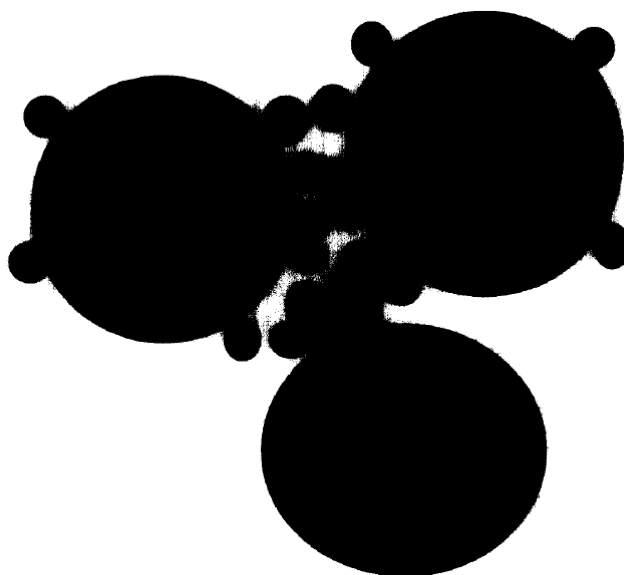
*Σχήμα 1.3.1: Σχηματική αναπαράσταση της προσρόφησης των σωματιδίων του αιωρήματος αλουμίνας στην εξωτερική επιφάνεια της συμβατικής σκόνης [33].*

Ακολουθως, κατά τη διαδικασία της ξήρανσης και έψησης, σχηματίζονται τα σωματίδια του αιωρήματος που στη συνέχεια τήκονται και σχηματίζουν συνδετικές γέφυρες μεταξύ τους (Σχήμα 1.3.2).



*Σχήμα 1.3.2: Σχηματική αναπαράσταση του σχηματισμού γεφυρών μεταξύ των σωματιδίων του αιωρήματος αλουμίνας [33].*

Τέλος, τα πυροσυσσωματωμένα αντικείμενα αποκτούν πορώδη δομή η οποία δεν καθορίζεται πλέον από το μέγεθος της αρχικής σκόνης αλλά από τις συνδετικές γέφυρες μεταξύ των σωματιδίων των υμενίων (Σχήμα 1.3.3) [33]. Επίσης, χαρακτηρίζονται από ομοιογενή κατανομή των διεσπαρμένων νανοσωματιδίων στην μητρική φάση, με την απόσταση μεταξύ των νανοσωματιδίων να καθορίζεται από το πάχος του υμενίου των νανοσωματιδίων [34].



Σχήμα 1.3.3: Γραφική αναπαράσταση της πορώδους δομής των τελικών κεραμικών αντικειμένων εξαιτίας της επικάλυψης των κόκκων [33].

Στην παρούσα εργασία τα κεραμικά αντικείμενα που παρήχθησαν ενισχύθηκαν με την προσθήκη νανοσωματιδίων φάσης  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  που παρασκευάσθηκε με τη μέθοδο διάλυσης-ζελατινοποίησης.

Ο μηχανισμός με τον οποίο τα πρόσθετα νανοσωματίδια ενισχύουν το υλικό πιστεύεται ότι βασίζεται κυρίως στην δημιουργία ατελειών δομής γύρω από τα σωματίδια αυτά. Στην πραγματικότητα αποτελούν μικρές ελεγχόμενες ατέλειες μέσα στη δομή των κεραμικών αντικειμένων που λειτουργούν ως φυσικά εμπόδια στη διάδοση των ρωγμών καθώς και ως πηγή δημιουργίας νανορωγμών. Όταν η άκρη διάδοσης μιας ρωγμής προσεγγίζει τα νανοσωματίδια είτε εκτρέπεται από τη διεύθυνση διάδοσής της είτε δημιουργεί γέφυρες μικρορωγμών αποτρέποντας έτσι την εξέλιξη μίας ρωγμής που θα κατέστρεφε το δοκίμιο [32].

Η συνήθης διαδικασία για την παραγωγή νανოსύνθετων υλικών περιλαμβάνει την επιλογή των πρώτων υλών, την ανάμιξή τους με υγρή λειοτρίβηση, την ξήρανση των πολφών και την μορφοποίησή τους. Οι πιο σημαντικές προδιαγραφές που πρέπει να πληρούν οι πρώτες ύλες είναι το μικρό μέσο μέγεθος σωματιδίων και η υψηλή καθαρότητα. Μόνο οι υπέρλεπτες σκόνες τόσο του υλικού της μήτρας όσο και της φάσης ενίσχυσης μπορούν να εγδυθούν ικανοποιητική διασπορά της νανοφάσης μέσα στο υλικό της μήτρας. Επίσης, φάσεις υψηλής καθαρότητας απαιτούνται και για

την αποφυγή σχηματισμού δευτερευόντων φάσεων κατά την πυροσυσσωμάτωση [35].

Η ομοιογενοποίηση του μίγματος των κόνεων επιτυγχάνεται είτε με υγρή ένσφαιρη λειοτρίβηση είτε με την τεχνική της ανάμιξης με τριβή σε οργανικό ή υδατικό μέσο. Οι έρευνες με τη χρήση διαφόρων οργανικών διαλυτών απεκάλυψαν μεγάλες διαφορές στην ικανότητά τους να σταθεροποιούν τους πολφούς των κόνεων. Έχει αναφερθεί ότι η μεθανόλη οδηγεί σε σημαντική διασπορά και συνεπώς αποτελεί μία καλή επιλογή για την παραγωγή σταθερών αιωρημάτων. Ωστόσο, η ανάμειξη των κόνεων μέσα σε νερό δίνει τη δυνατότητα για μία οικονομική και ακίνδυνη παρασκευή νανοσυνθέτων. Το πιο σημαντικό σημείο της διαδικασίας είναι η ξήρανση των πολφών καθώς ελλοχεύει ο κίνδυνος της δημιουργίας συσσωματωμάτων.

Γενικά, η γρήγορη ξήρανση σε υψηλές θερμοκρασίες οδηγεί στο σχηματισμό σκληρών συσσωματωμάτων. Έχει βρεθεί από μελέτες ότι η ξήρανση εν ψυχρώ (freeze drying) είναι η βέλτιστη διαδικασία για την ξήρανση αυτών των υδατικών αιωρημάτων [35]. Στην παρούσα μελέτη η ποσότητα του προστιθέμενου νερού ήταν ίση με αυτή που απαιτείται για την δημιουργία μίας πλαστικής μάζας κατάλληλης για την μορφοποίηση κεραμικών δοκιμίων με τη μέθοδο της εξώθησης και συνεπώς, το στάδιο της ξήρανσης αποφεύχθηκε.

#### 4. ΠΑΡΑΓΩΓΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ

Σε αυτό το κεφάλαιο γίνεται αναφορά στην παραγωγική διαδικασία που ακολουθείται για την παρασκευή ενός κεραμικού αντικειμένου.

Η παραγωγική διαδικασία των κεραμικών περιλαμβάνει τα ακόλουθα στάδια: παραγωγή ή προμήθεια και χαρακτηρισμός των κόνεων, προετοιμασία των πρώτων υλών με λειοτρίβηση ή με τεχνικές που δημιουργούν ψευδόκοκκους επιθυμητής κοκκομετρίας (κοκκοποίηση – granulation), ανάμειξη των συστατικών, μορφοποίηση, ξήρανση, έψηση (πυροσυσσωμάτωση) και τελική κατεργασία.

##### 4.1 Μείωση μεγέθους – Λειοτρίβηση

Την επιλογή των πρώτων υλών, ακολουθεί η προετοιμασία τους με σκοπό την επιτυχή παρασκευή του κεραμικού προϊόντος. Πρωταρχική διεργασία σε αυτή τη φάση είναι η λειοτρίβηση των πρώτων υλών, η οποία συνήθως ακολουθείται από ταξινόμηση κατά μέγεθος. Σκοπός της κατάτμησης είναι η αποφυγή των συσσωματωμάτων που έχουν ενδεχόμενα σχηματισθεί και η ελάττωση του αριθμού των ανεπιθύμητων μεγάλων σωματιδίων με μέγεθος πάνω από ένα όριο καθώς και, κυρίως, η αύξηση της ειδικής επιφάνειας και η ενεργοποίησή της, παράγοντες που επηρεάζουν σημαντικά την ποιότητα του προϊόντος που θα ληφθεί κατά το στάδιο της έψησης [3].

Έχει αποδειχτεί ότι για την παραγωγή προϊόντων υψηλών προδιαγραφών και σταθερής ποιότητας απαιτούνται λεπτόκοκκες πρώτες ύλες, με μέγεθος κόκκων που μπορεί να είναι και μικρότερο του 1  $\mu\text{m}$ .

Η λειοτρίβηση γίνεται αρχικά με ξηρή και στη συνέχεια όσο μειώνεται το μέγεθος με υγρή λειοτρίβηση σε ειδικούς σφαιρόμυλους (ball milling). Η υγρή λειοτρίβηση γίνεται αφού παρασκευάσουμε ένα αιώρημα της σκόνης σε κατάλληλο υγρό -συνήθως νερό- με προσθήκη διασπορέα ή αποκροκιδιοποιητή. Στο μείγμα προστίθεται η κατάλληλη ποσότητα από σφαίρες ενός σκληρού κεραμικού, συνήθως αλουμίνας ή ζirkονίας έτσι ώστε να αποφευχθεί η μόλυνση του υλικού από τα αλεστικά μέσα ή τα τοιχώματα του σφαιρόμυλου. Γι ' αυτό συνήθως επιλέγονται ως αλεστικά μέσα σκληρά κεραμικά με σκληρότητα μεγαλύτερη από αυτήν του προς λειοτρίβηση υλικού,



ενώ τα εσωτερικά τοιχώματα του σφαιρόμυλου είναι επενδεδυμένα με ένα ανθεκτικό πλαστικό, αφού τυχόν μόλυνση με αυτό απομακρύνεται πλήρως κατά την έψηση [3].

### 4.2 Μορφοποίηση

Οι μέθοδοι μορφοποίησης των κεραμικών είναι πολυάριθμες. Όλες οι μέθοδοι μπορούν να διαιρεθούν σε τρεις κατηγορίες: Ξηρές (η σκόνη είναι η κύρια φάση), υγρές (η σκόνη είναι διεσπαρμένη σε μια υγρή φάση), ημι-υγρές ή πλαστικές (η σκόνη έχει δημιουργήσει μια εύπλαστη μάζα).

Στις ξηρές μεθόδους περιλαμβάνονται η μονοαξονική συμπίεση, η ισοστατική συμπίεση και η συμπίεση εν θερμώ (μονοαξονική και ισοστατική), στις υγρές η υγρή χύτευση (slip casting) και η χύτευση σε λεπτά φύλλα (tape casting), ενώ στις πλαστικές μεθόδους περιλαμβάνονται η εξώθηση και η έγχυση (injection molding) [3]. Για την μορφοποίηση των κόνεων στο επιθυμητό σχήμα στις πλαστικές μεθόδους μορφοποίησης, είναι απαραίτητο να χρησιμοποιηθούν διάφορα προσθετικά όπως [36]: Διαλύτες, συνδέτες (βελτιώνουν την αντοχή του υγρού αλλά και του άψητου μορφοποιημένου σώματος), διασπορείς (ενεργοποιητές επιφανείας - βελτιώνουν την ικανότητα διαβροχής των κόκκων από την υγρή φάση), κροκιδοποιητές - αποκροκιδοποιητές (ευνοούν ή εμποδίζουν την δημιουργία συσσωματωμάτων αντίστοιχα), πλαστικοποιητές (βελτιώνουν την πλαστικότητα του κεραμικού μείγματος) και συντηρητικά.

#### 4.2.1 Διασπορείς - Μηχανισμοί σταθεροποίησης

Οι σκόνες των πρώτων υλών έχουν την τάση κατά την παρασκευή των πολφών να δημιουργήσουν συσσωματώματα λόγω της επιφανειακής προσρόφησης υγρασίας και των ελκτικών δυνάμεων μεταξύ των σωματιδίων (Van der Waals). Το φαινόμενο αυτό αποφεύγεται στην πράξη με την προσθήκη χημικών ουσιών οι οποίες λέγονται διασπορείς. Η λειτουργία ενός συστήματος διασπορέα είναι: α) να διαβρέξει τις οξειδωμένες επιφάνειες έτσι ώστε οι ελκτικές δυνάμεις να υπερνικηθούν και β) να μεταβάλλει τις επιφανειακές ιδιότητες έτσι ώστε οι απωστικές δυνάμεις να διατηρούνται μεγαλύτερες από τις ελκτικές και τα σωματίδια να μην συσσωματώνονται.

##### 4.2.2 Συνδέτες

Οι συνδέτες προστίθενται στους πολφούς για να προσδώσουν αντοχή στα ωμά δοκίμια που παράγονται με τις υγρές μεθόδους μορφοποίησης, έτσι ώστε να είναι εύκολο να χειριστούν και να αποθηκευτούν. Ο συνδέτης παραμένει στο ωμό δοκίμιο ακόμα και όταν ο διαλύτης έχει εξατμιστεί. Η προσθήκη του συνδέτη στον πολφό συνοδεύεται από μια σειρά αλλαγών στην μορφή του πολφού. Έτσι με την προσθήκη του αυξάνεται η ικανότητα διαβροχής των σωματιδίων, καθυστερείται η καταβύθιση τους και αυξάνεται το ιξώδες του πολφού.

Χαρακτηριστικοί τύποι συνδετών που χρησιμοποιούνται ευρέως στην βιομηχανία είναι οι κυτταρίνες και οι πολυβινυλοαλκοόλες. Η κυτταρίνη είναι ένας φυσικός υδρογονάνθρακας με χημικό τύπο  $(C_6H_{10}O_5)_n$  και με μοριακό βάρος που κυμαίνεται από 50.000 - 500.000. Οι πιο γνωστοί τύποι κυτταρίνης που χρησιμοποιούνται είναι η μεθυλοκυτταρίνη (MC), η υδροξυαιθυλοκυτταρίνη (HEC) και η καρβοξυμεθυλοκυτταρίνη (CMC). Οι πολυβινυλοαλκοόλες είναι πολυμερή με χημικό τύπο  $[-CH_2-CH(OH)-]_n$  και με μοριακό βάρος που κυμαίνεται από 13.000 - 100.000. Επίσης, είναι διαλυτές στο νερό αλλά αδιάλυτες σε πολλούς άλλους διαλύτες.

##### 4.3 Ρεολογία των αιωρημάτων και των πλαστικών μαζών

Για την κατανόηση της συμπεριφοράς των πλαστικών μαζών και την μελέτη των διαφόρων φαινομένων κατά την εξώθησή τους, είναι αναγκαία η εισαγωγή στην έννοια της ροής ενός ρευστού, είτε πρόκειται για αιώρημα κεραμικής σκόνης, είτε για διάλυμα συνδέτη.

Ο τρόπος με τον οποίο συμπεριφέρονται τα διάφορα αιωρήματα υπό την επίδραση της πίεσης, έχει ιδιαίτερη σημασία στις τελικές ιδιότητες των εξωθημένων προϊόντων. Για την κατανόηση της περίπλοκης αυτής συμπεριφοράς, είναι απαραίτητη η μελέτη των χαρακτηριστικών ρεολογικών ιδιοτήτων των αιωρημάτων.

##### 4.3.1 Ιξώδες

Ως ιξώδες ορίζεται η αντίσταση που προβάλλει κάποιο υγρό στη ροή του. Όταν ένα υγρό ρέει, τότε τα διάφορα μοριακά επίπεδα γλιστρούν το ένα

πάνω στο άλλο. Επομένως, το ιξώδες αποτελεί ένα μέτρο της εσωτερικής τριβής του υγρού.

Όταν ένα υγρό ρέει μέσα σε σωλήνα κυλινδρικής διατομής, το μοριακό στρώμα που εφάπτεται στα τοιχώματα του σωλήνα θα παραμένει στάσιμο, ενώ η μέγιστη ταχύτητα θα εμφανίζεται στο κέντρο του σωλήνα. Στην περίπτωση που όλα τα στρώματα κινούνται παράλληλα το ένα προς το άλλο και προς τα τοιχώματα του σωλήνα, τότε η ροή ονομάζεται στρωτή. Πάνω από μια κρίσιμη ταχύτητα ροής όμως, η ροή γίνεται τυρβώδης.

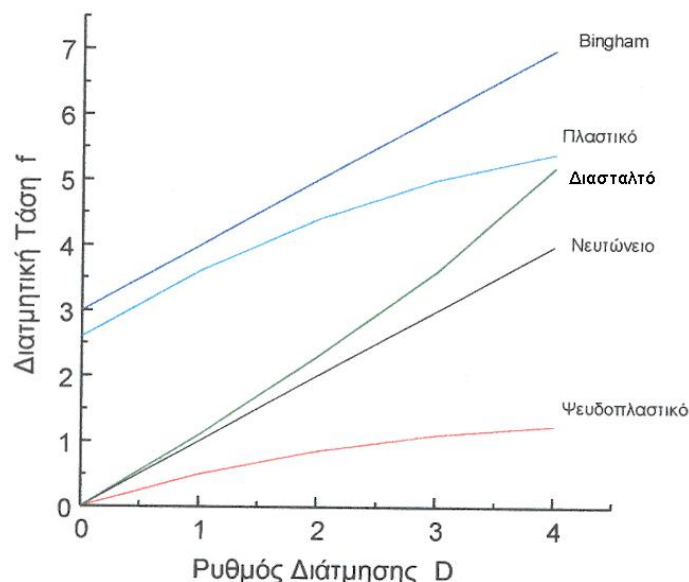
Τα διαλύματα πολυμερών συνδετών μεγάλου μοριακού βάρους, γενικά δεν υπακούουν στο νόμο του Νεύτωνα για τη ροή ρευστών και δίνουν καμπύλη είτε κυρτή είτε κοίλη προς τον άξονα των τάσεων, η οποία με τη σειρά της μπορεί να μην ξεκινά από την αρχή των αξόνων. Αυτό σημαίνει ότι το ιξώδες δεν είναι σταθερό (κλίση ευθείας γραμμής) αλλά είναι συνάρτηση της επιβαλλόμενης τάσης. Οι τύποι μη νευτώνειας ροής είναι (Σχήμα 1.4.3.1):

Πλαστική ροή: Πλαστική ροή παρουσιάζουν οι περισσότερες πλαστικές μάζες. Η καμπύλη δεν περνά από την αρχή των αξόνων. Αυτό σημαίνει ότι πρέπει να εφαρμοστεί μία καθορισμένη τάση, τάση πλαστικότητας ή απλά μέτρο πλαστικότητας (yield stress ή yield value) πριν το σύστημα αρχίσει να ρέει. Το ιξώδες δεν είναι σταθερό, αλλά συνεχώς μειώνεται αυξανόμενου του ρυθμού διάτμησης.

Ροή Bingham: Μερικές φορές το γράφημα τάσης - διάτμησης μπορεί να είναι γραμμικό αλλά να μην περνά από την αρχή των αξόνων. Σε αυτή την περίπτωση είναι αναγκαία η εφαρμογή τάσης για την έναρξη της ροής. Πολλά συστήματα προσεγγίζουν τη ροή αυτή αποκλίνοντας μόνο σε χαμηλές διατμήσεις.

Ψευδοπλαστικότητα: Τα συστήματα αυτά έχουν καμπύλη ροής παρόμοια με τα πλαστικά αλλά δεν παρουσιάζουν μέτρο πλαστικότητας, δηλαδή η καμπύλη περνά από την αρχή των αξόνων. Είναι πιθανόν να ισχύει σε αιωρήματα με ασύμμετρα σωματίδια, τα οποία τείνουν να οριοθετηθούν στην διεύθυνση της διάτμησης. Στην πράξη πολλές φορές είναι δύσκολο να ξεχωρίσουμε την ψευδοπλαστικότητα από την αληθινή πλαστικότητα.

Διασταλτικότητα (dilatancy): Η ιδιότητα είναι αντίθετη από την ψευδοπλαστικότητα. Το ιξώδες του αιωρήματος ή της πλαστικής μάζας αυξάνει με την αύξηση της επιβαλλόμενης διάτμησης.



Σχήμα 1.4.3.1: Ρεολογική συμπεριφορά διαφόρων αιωρημάτων [37].

#### 4.4 Ξήρανση (drying)

Την μορφοποίηση ακολουθεί η ξήρανση για την οποία έγινε εκτενής αναφορά στο κεφάλαιο 1 του Θεωρητικού μέρους.

#### 4.5 Πυροσυσσωμάτωση

Πυροσυσσωμάτωση είναι η διασύνδεση των κόκκων όταν θερμαίνονται σε υψηλές θερμοκρασίες [3]. Αυτή η διεργασία παρέχει τη σωματιδιακή διασύνδεση που παράγει τις απαιτούμενες ελκτικές δυνάμεις ώστε να διατηρήσει σταθερό σχήμα και να αποκτήσει αντοχές η χαλαρή κεραμική μάζα. Η μελέτη της γίνεται έμμεσα με την παρακολούθηση της πυκνότητας, της ειδικής επιφάνειας, της συρρίκνωσης, ή κάποιας άλλης εύκολα μετρήσιμης παραμέτρου που συσχετίζεται με αυτή.

Όσο πιο λεπτόκοκκη είναι η σκόνη τόσο πιο γρήγορα μπορεί να γίνει η πυροσυσσωμάτωση και σε χαμηλότερη θερμοκρασία. Πολύ σημαντικό ρόλο στις ιδιότητες του υλικού παίζουν η ομοιομορφία της πάκτωσης των σωματιδίων της κεραμικής σκόνης, το σχήμα των σωματιδίων καθώς και η κατανομή του μεγέθους των κόκκων. Αν η πάκτωση των σωματιδίων δεν είναι

ομοιόμορφη στο ωμό κεραμικό, θα είναι πολύ δύσκολο να εξαλειφθεί το πορώδες κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης. Τα συσσωματώματα είναι επίσης μια μορφή ανομοιομορφίας, η οποία μπορεί να δημιουργηθεί κατά τη μορφοποίηση του αντικειμένου.

Το μέγεθος των κόκκων είναι επίσης σημαντικό, καθώς επηρεάζει το σχήμα και το μέγεθος των τελικών πόρων.

Τέλος η κατανομή του μεγέθους των κόκκων είναι πολύ σημαντική. Αν οι κόκκοι είναι όλοι του ίδιου περίπου μεγέθους, δεν πακτώνονται αποτελεσματικά και δημιουργούνται συμπιεσμένα ωμά υλικά με μεγάλους πόρους και μεγάλο ποσοστό πορώδους. Αν δεν επιτευχθεί πολύ καλή πάκτωση κατά τη διάρκεια της μορφοποίησης και συμβεί αύξηση του μεγέθους των κόκκων κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης, θα εμφανιστεί μεγάλη συρρίκνωση με σύγχρονη ύπαρξη σημαντικού ποσοστού πορώδους.

##### 4.5.1 Προβλήματα κατά τη πυροσυσσωμάτωση

Τα υλικά που πυροσυσσωματώνονται μπορεί να εμφανίσουν προβλήματα κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης. Τα προβλήματα αυτά γίνονται αντιληπτά κατά τη διάρκεια του ποιοτικού ελέγχου που ακολουθεί [38].

Η στρέβλωση είναι ένα πρόβλημα που προκύπτει είτε από ανεπαρκή υποστήριξη του υλικού κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης, είτε από διακυμάνσεις της πυκνότητας στο ωμό προϊόν, λόγω ύπαρξης τάσεων. Η πρώτη αιτία μπορεί να περιοριστεί με αλλαγή του προσανατολισμού του υλικού μέσα στον κλίβανο ή με ενίσχυση του υλικού με άλλα υλικά έτσι ώστε να διατηρήσει το σχήμα του. Η δεύτερη αιτία στρέβλωσης μπορεί να επιλυθεί μόνο σε προηγούμενα στάδια, στα οποία πρέπει να αναζητηθεί και να επιλυθεί η αιτία που οδήγησε σε διακυμάνσεις της πυκνότητας.

Η παρατεταμένη παραμονή στη θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης μπορεί να δημιουργήσει στρέβλωση καθώς και αντίδραση με τη μόνωση του κλιβάνου ή υπερβολική ανάπτυξη των κόκκων. Το τελευταίο πρόβλημα χρειάζεται παρατήρηση με ηλεκτρονικό μικροσκόπιο για να γίνει αντιληπτό ενώ για τα άλλα προβλήματα αρκεί η παρατήρηση με γυμνό μάτι.

Οι πλαστικοποιητές και οι συνδέτες είναι συνήθως οργανικές ουσίες και αν η απομάκρυνσή τους κατά τη διάρκεια της πυροσυσσωμάτωσης δεν γίνει με σωστό τρόπο αφήνουν υπολείμματα άνθρακα μέσα στο κεραμικό, κάτι που επηρεάζει τις τελικές ιδιότητες [39].

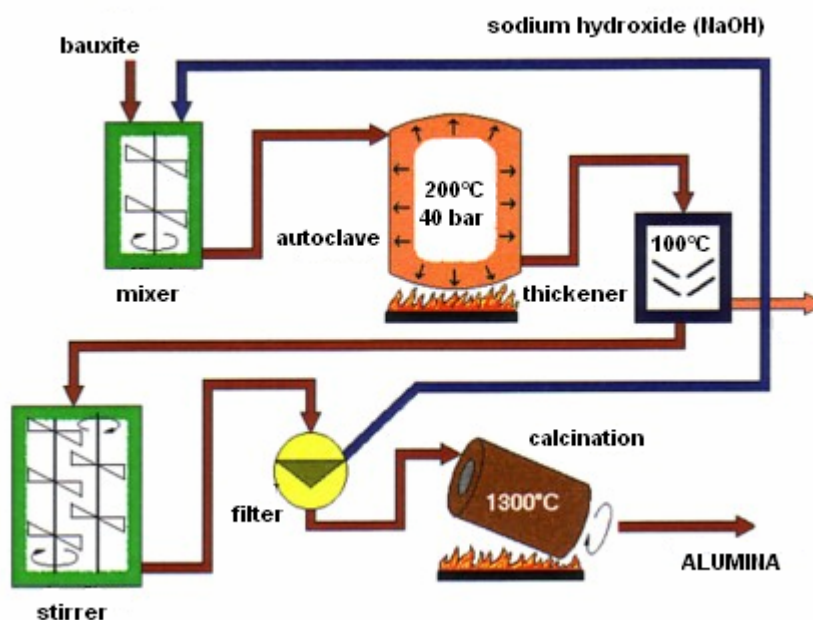
Πολλές φορές χρησιμοποιούνται διάφορες πρώτες ύλες οι οποίες με αντίδραση θα δημιουργήσουν το τελικό προϊόν για την παρασκευή κεραμικών. Αυτή η τεχνική εμπεριέχει ένα ενδιάμεσο στάδιο αποσύνθεσης των πρώτων υλών έτσι ώστε να γίνουν οι κατάλληλες αντιδράσεις και να προκύψει το τελικό προϊόν. Για να μην δημιουργηθούν προβλήματα στο τελικό κεραμικό πρέπει να προσεχθούν η θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης, το διάγραμμα θερμοκρασίας – χρόνου, καθώς και η θερμοκρασία αποσύνθεσης και η κινητική των αντιδράσεων [4].

## 5 ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΚΕΡΑΜΙΚΩΝ ΑΠΟ ΟΞΕΙΔΙΟ ΤΟΥ ΑΡΓΙΛΙΟΥ

Σε αυτό το κεφάλαιο γίνεται αναφορά στις φυσικές και χημικές ιδιότητες των κεραμικών από αλούμινα και αναφέρονται ακόμη οι βασικές αρχές της σύνθεση νανοκόνεων αλούμινας με τη μέθοδο διάλυσης-ζελατινοποίησης

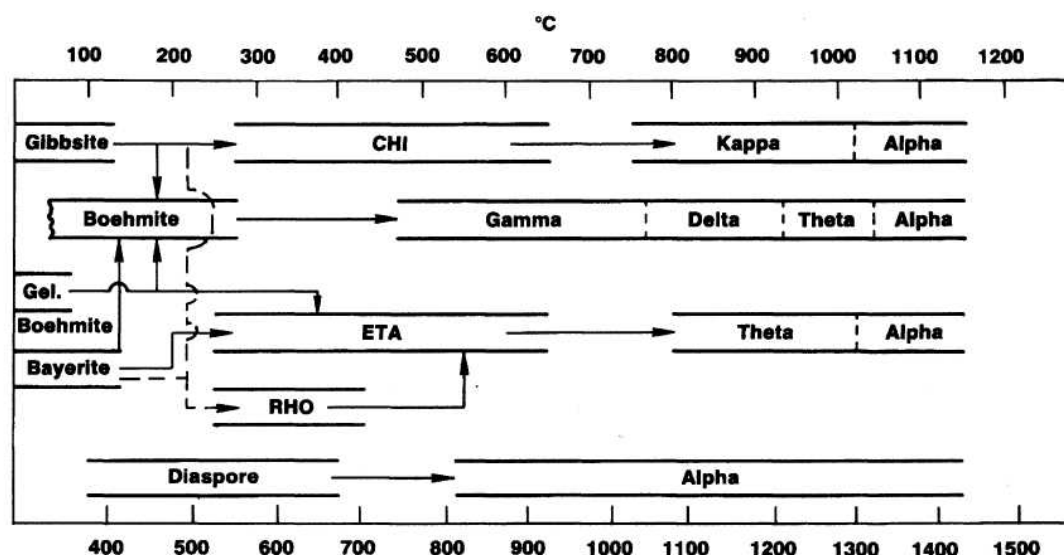
### 5.1 Αλούμινα ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Το  $\text{Al}_2\text{O}_3$  βρίσκεται στη φύση ως συστατικό σε αργιλοπυριτικά ορυκτά και κυρίως στον βωξίτη από όπου παράγεται συνήθως με τη μέθοδο Bayer (Σχήμα 1.5.1.1) [40]. Οι βωξίτες προέρχονται από χημική αποσάθρωση υπερβασικών, βασικών και/ ή όξινων πετρωμάτων σε τροπικά ή υποτροπικά περιβάλλοντα και είναι πλούσιοι σε  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



Σχήμα 1.5.1.1: Μέθοδος Bayer [40].

Οι εμπορικές κόνεις αλουμίνας παράγονται σε ένα ευρύ φάσμα προδιαγραφών όσον αφορά στην χημική σύνθεση, το μέγεθος των κόκκων και τον κρυσταλλικό τύπο ( $\gamma$ ,  $\alpha$ ,  $\theta$ ,  $\delta$ ). Αρκετές μεταβατικές δομές μπορεί να σχηματιστούν με την αύξηση της θερμοκρασίας (Σχήμα 1.5.1.2), αλλά όλες μετασχηματίζονται αναπόφευκτα σε  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Είναι η μοναδική σταθερή μορφή πάνω από τους  $1200^\circ\text{C}$  και γενικά χρησιμοποιείται για δομικές και ηλεκτρικές εφαρμογές εκτός από την  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  που χρησιμοποιείται σε καταλυτικές εφαρμογές.



Σχήμα 1.5.1.2: Μετασχηματισμός φάσεων του οξειδίου του αργιλίου (οξείδια και υδροοξείδια) [3].

### 5.1.1 Θερμικές και μηχανικές ιδιότητες

Λόγω του ισχυρού χημικού δεσμών μεταξύ των ιόντων Al και O, το Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> έχει εξαιρετική σταθερότητα, όπως υψηλό σημείο τήξεως (2050°C), την υψηλότερη σκληρότητα μεταξύ των οξειδίων και υψηλές μηχανικές αντοχές. Ο Πίνακας 1.5.1.1 παρουσιάζει διάφορες μηχανικές ιδιότητες του Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Οι μηχανικές αντοχές είναι υψηλές σε θερμοκρασία δωματίου αλλά ελαττώνονται κατά ένα μεγάλο μέρος πάνω από τους 1100°C. Η θερμική αγωγιμότητα είναι σχετικά μεγάλη στα οξείδια.

Εντούτοις, επειδή ο συντελεστής θερμικής διαστολής του οξειδίου του αργιλίου είναι μεγάλος, η αντοχή σε θερμικά σοκ (ΔΤ από τους 110 έως 270°C) είναι μικρότερη από ό,τι στα Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> και SiC, τα οποία είναι αντιπροσωπευτικά υλικά υψηλής αντοχής. Η αντοχή σε θραύση σε θερμοκρασία δωματίου είναι από 3,85 έως 3,95 MPa για το πυροσυσσωματωμένο Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (95% σχετική πυκνότητα και 2 μm μέσο μέγεθος κόκκου)



Πίνακας Ι.5.1:1: Μηχανικές ιδιότητες της  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [3].

Ιδιότητες	Μονοκρύσταλλος	99,9% καθαρό $\text{Al}_2\text{O}_3$
Πυκνότητα ( $\text{gr/cm}^3$ )	...	3,99
Μέτρο ελαστικότητας (GPa)	434	393
Λόγος Poisson	...	0,22
Αντοχή σε κάμψη (MPa)	25°C: 634	25°C: 282
	1000°C: 413	1000°C: 172
Αντοχή σε θλίψη (MPa)	...	25°C: 2549
	...	1000°C: 482
Αντοχή σε εφελκυσμό (MPa)	...	25°C: 206
	...	1000°C: 103
Συντελεστής θερμικής διαστολής ( $10^{-6}/\text{K}$ )	...	25-400°C: 7,4
	...	25-1000°C: 8,3
Θερμική αγωγιμότητα ( $\text{W/cm}^*\text{K}$ )	20°C: 0,34	20°C: 0,39
	...	100°C: 0,28
	...	400°C: 0,13
Διηλεκτρική σταθερά στους 25°C	...	1KHz: 10,1
	...	1MHz: 10,1
	...	10GHz: 10,1

### 5.1.2 Ηλεκτρικές ιδιότητες

Το  $\text{Al}_2\text{O}_3$  είναι χαρακτηριστικός μονωτής. Η ειδική αντίσταση ενός υψηλής καθαρότητας κεραμικού με χαμηλή συγκέντρωση αλκαλίων είναι μεγαλύτερη από  $10^{15} \Omega\text{cm}$  σε θερμοκρασία δωματίου [40].

### 5.1.3 Οπτικές ιδιότητες

Το  $\text{Al}_2\text{O}_3$  έχει δείκτη διάθλασης 1,760 [40]. Το πυκνό κεραμικό που προέρχεται από υψηλής καθαρότητας, λεπτόκοκκη και ομοιόμορφη σκόνη παρουσιάζει ημιδιαφάνεια. Το  $\text{MgO}$  και  $\text{Y}_2\text{O}_3$  χρησιμοποιούνται συχνά ως προσθετικά με σκοπό την εξάλειψη των πόρων και την ομαλή μεγέθυνση των

κρυσταλλινών. Μονοκρύσταλλοι με ένα μικρό ποσοστό  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (ρουμπίνι) χρησιμοποιούνται για την παραγωγή ακτινοβολίας laser με μήκος κύματος 694nm.

## **5.2 Σύνθεση οξειδίου του αργιλίου με χημικές μεθόδους**

Τα τελευταία χρόνια δίνεται ιδιαίτερη έμφαση στην έρευνα για την βελτίωση των πρώτων υλών και την ανάπτυξη υπέρλεπτων κόνεων σε μέγεθος νανοκλίμακας, τη μείωση του κόστους παραγωγής με την αριστοποίηση των διεργασιών, την αύξηση της αξιοπιστίας με ανάπτυξη νέων τεχνικών ανάλυσης και σχεδιασμού, και τη βελτίωση των μεθόδων μη καταστροφικού ελέγχου. Γι' αυτό το λόγο ο ρόλος της χημικής τεχνολογίας έχει έρθει στο προσκήνιο όσον αφορά τη σύνθεση κεραμικών κόνεων.

Οι μέθοδοι που δίνουν περισσότερο αξιόπιστα αποτελέσματα στην παραγωγή νανοκόνεων από πλευράς ομοιογένειας, σύνθεσης, χημικής καθαρότητας και κοκκομετρίας είναι η μέθοδος συγκαταβύθισης και η μέθοδος της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOLution – GELation). Τα περισσότερα πλεονεκτήματα αυτών των μεθόδων οφείλονται στην δυνατότητα ανάμιξης σε μοριακό επίπεδο, και η όλη πρόκληση της διαδικασίας σύνθεσης του κεραμικού προϊόντος είναι ακριβώς να διατηρηθεί όσο το δυνατόν περισσότερη από αυτήν την ομοιογένεια στο τελικό προϊόν [41].

Ειδικά η σύνθεση κεραμικών υλικών μέσω πηκτώματος (Sol – Gel) περιλαμβάνει την διάλυση πρόδρομων οργανομεταλλικών αντιδραστηρίων σε οργανικούς διαλύτες (αλκοόλη) και την υδρόλυση του παραγόμενου διαλύματος παρουσία καταλύτη (οξύ ή βάση), σε ελεγχόμενη θερμοκρασία και pH. Οι αντιδράσεις συμπύκνωσης και πολυμερισμού που λαμβάνουν χώρα οδηγούν σιγά-σιγά στην δημιουργία ενός μεγαλομορίου που εκτείνεται σε όλο το χώρο του αρχικού διαλύματος.

### **5.2.1 Χημεία των αντιδράσεων και επεξεργασία των πηκτωμάτων**

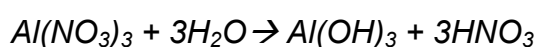
#### **5.2.1.1 Γενικά**

Η βασική αρχή της μεθόδου διάλυσης –ζελατινοποίησης έγκειται στη χρήση πρόδρομων υλικών (οργανικών ή ανόργανων) που περιέχουν τα στοιχεία (μέταλλα και αμέταλλα) από τα οποία αποτελείται η προς σύνθεση κεραμική σκόνη. Οι οργανικές ενώσεις της μορφής  $\text{M}(\text{OR})_n$ , όπου M είναι

κάποιο μέταλλο και R είναι κάποιο αλκύλιο, ονομάζονται μεταλλικά αλκοξειδία και χρησιμοποιούνται ευρέως στη μέθοδο Sol–Gel. Για παράδειγμα, τα κοινά πρόδρομα υλικά για την περίπτωση του  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , είναι είτε ανόργανα άλατα (π.χ.  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ), είτε οργανικές ενώσεις (π.χ.  $[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3\text{Al}$ ).

Η υδρόλυση των πρόδρομων αντιδραστηρίων αποτελεί το πρώτο βήμα της μεθόδου διάλυσης-ζελατινοποίησης και πραγματοποιείται με την προσθήκη απιονισμένου νερού. Συνήθως η αντίδραση λαμβάνει χώρα σε περιβάλλον με θερμοκρασία μεγαλύτερη από του περιβάλλοντος, αλλά πάντα χαμηλότερη από τη θερμοκρασία εξάτμισης του νερού, προκειμένου να δοθεί κάποια ώθηση στην ταχύτητά της.

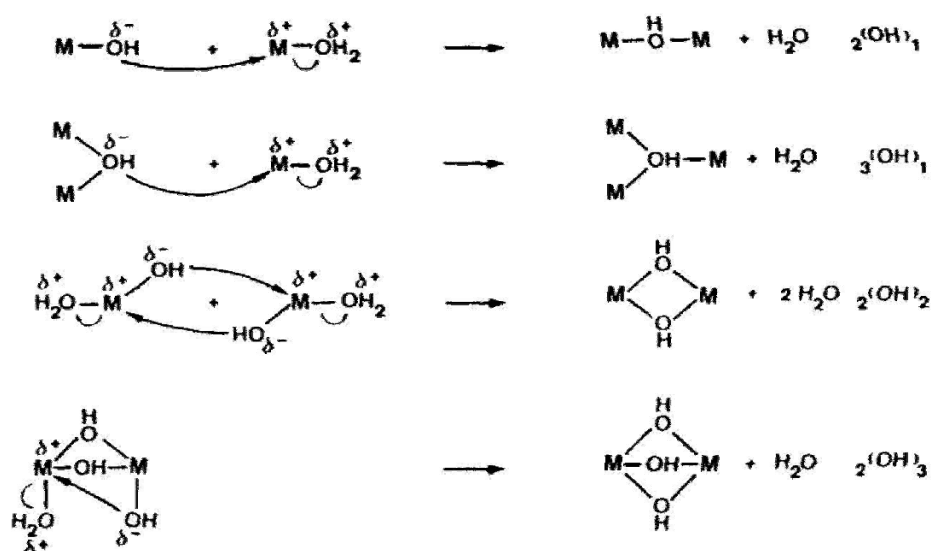
Όταν το αρχικό αντιδραστήριο είναι ανόργανο άλας, αναμιγνύεται απευθείας με το απιονισμένο νερό για να υδρολυθεί. Η υδρόλυση του ένυδρου νιτρικού αργιλίου,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 + 9\text{H}_2\text{O}$ , που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα εργασία ως ανόργανο πρόδρομο αντιδραστήριο για την παραγωγή διαλύματος βαιμίτη, ακολουθεί τους κανόνες υδρόλυσης των αλάτων και γίνεται σύμφωνα με την παρακάτω αντίδραση:



Η αντίδραση της υδρόλυσης των πρόδρομων αντιδραστηρίων ακολουθείται από την συμπύκνωση και τον πολυμερισμό συμπύκνωσης των προϊόντων της αντίδρασης υδρόλυσης. Στη βιβλιογραφία αυτές οι δύο αντιδράσεις, επειδή συμβαίνουν σχεδόν ταυτόχρονα, αναφέρονται πολλές φορές ως πολυ-συμπύκνωση (poly-condensation).

Η αντίδραση συμπύκνωσης λαμβάνει χώρα αμέσως μετά την ένωση των ατόμων του μετάλλου με τα ανιόντα υδροξυλίου παρουσία βάσης ή οξέος ως καταλύτη και συνοδεύεται από την δημιουργία μονομερών και την αποβολή μορίων νερού ή αλκοόλης. Ο μηχανισμός της αντίδρασης συμπύκνωσης περιλαμβάνει την αντίδραση μεταξύ των υδροξειδίων των μετάλλων αμέσως μόλις σχηματίζονται από την αντίδραση υδρόλυσης και δημιουργείται μία γέφυρα υδροξυλίου που ενώνει τα άτομα των μετάλλων. Η περίπτωση αυτή στην βιβλιογραφία αναφέρεται με τον όρο Olation και συνοδεύεται από αποβολή μορίων νερού. Σύμφωνα με μελέτες των Livage et al. [42] κατά την συμπύκνωση υπάρχουν πολλοί πιθανοί συνδυασμοί που

μπορεί να οδηγήσουν στην δημιουργία γέφυρας υδροξυλίου μεταξύ των ατόμων των μετάλλων. Οι συνδυασμοί αυτοί περιγράφονται αναλυτικά στην Σχήμα 1.5.2.1.1 στο οποίο ο όρος  $x(OH)_y$  προσδιορίζει τον αριθμό των ατόμων του μετάλλου (M) που ενώνονται με μία μόνο γέφυρα υδροξυλίου (X) και τον αριθμό των γεφυρών υδροξυλίου που σχηματίζονται μεταξύ αυτών των ατόμων (Y).



Σχήμα 1.5.2.1.1: Μηχανισμός δημιουργίας γεφυρών OH μεταξύ των ατόμων των μετάλλων [42].

Ο πολυμερισμός λαμβάνει χώρα αμέσως μετά την δημιουργία τουλάχιστον δύο δομικών μονάδων ή, αλλιώς, μονομερών, από την αντίδραση συμπύκνωσης. Ο μηχανισμός του είναι ίδιος με αυτόν της αντίδρασης συμπύκνωσης και η ένωση ανιόντων  $OH^-$  ή  $RO^-$  και  $H^+$  από τα άκρα των μονομερών οδηγούν στη δημιουργία και αποβολή ενός παραπροϊόντος (νερό ή αλκοόλη) και στον σχηματισμό ενός μεγαλύτερου μορίου. Ο πολυμερισμός συνεχίζεται με αυτόν τον τρόπο με την αντίδραση ενός μονομερούς με κάθε ένα από τα δύο άκρα του μεγαλύτερου μορίου δημιουργώντας έτσι την αλυσίδα του πολυμερούς. Η ανάπτυξη της αλυσίδας εξαρτάται από την ευκολία με την οποία μπορούν να διαχέονται τα μόρια των μονομερών και να αντιδρούν με τα άκρα των αλυσίδων. Η ανάπτυξη σταματά όταν πια δεν φθάνουν στα άκρα των αλυσίδων νέα μονομερή [41].

Στη μέθοδο διάλυσης – ζελατινοποίησης, η αντίδραση του πολυμερισμού γίνεται μακροσκοπικά αντιληπτή από την εμφάνιση του πηκτώματος στο σημείο ζελατινοποίησης. (Σχήμα 1.5.2.1.2) Το πηκτωμα που

δημιουργείται συνιστά ουσιαστικά ένα μεγαλομόριο που καταλαμβάνει τον αρχικό όγκο του διαλύματος και μπορεί να έχει διάφορες μορφές, μπορεί δηλαδή να είναι δισδιάστατο ή και τρισδιάστατο (π.χ. δίκτυο), ανάλογα με τις συνθήκες που επικρατούν. Ως σημείο ζελατινοποίησης (gelation time), ορίζεται ο χρόνος κατά τον οποίο δημιουργείται ο τελευταίος δεσμός που σχηματίζει το γιγαντιαίο μακρομόριο. Στην περίπτωση των αλάτων, η αύξηση της μοριακής αναλογίας  $H_2O/$  άλας (r) οδηγεί σε αύξηση του χρόνου που απαιτείται για τον σχηματισμό του πηκτώματος.

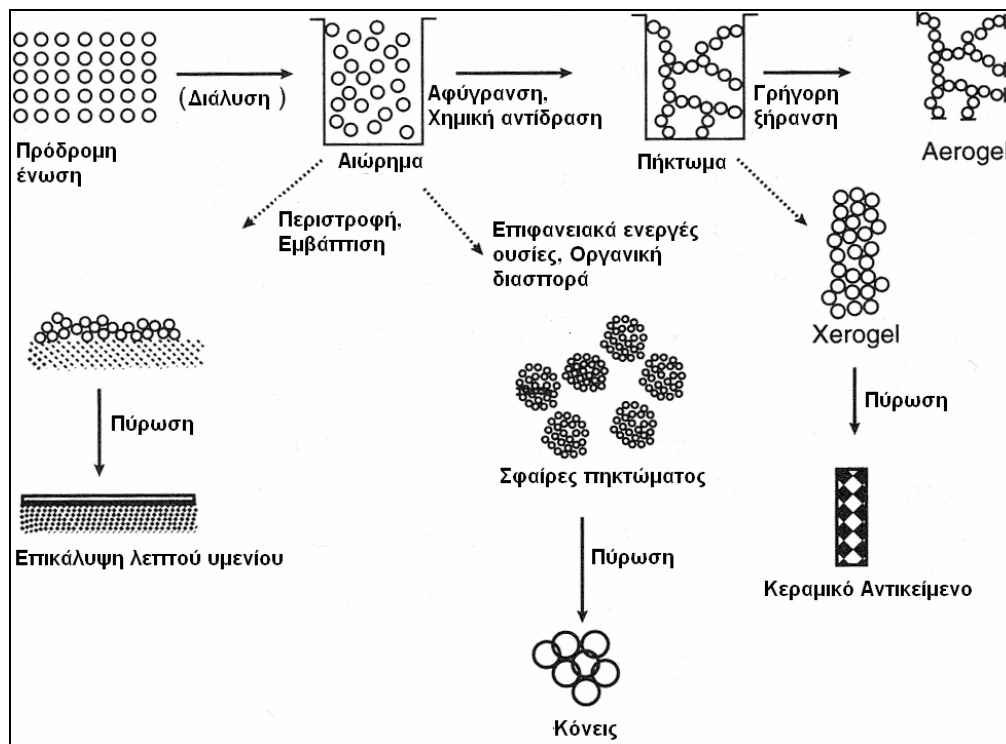
Ο όρος γήρανση (aging) χρησιμοποιείται για τις μεταβολές στη δομή και τις ιδιότητες του πηκτώματος μετά το σημείο ζελατινοποίησης. Κατά τη γήρανση μπορεί να συνεχίζεται ο σχηματισμός δεσμών μεταξύ των μονομερών ή και των олиγομερών και μπορεί να επέλθει αλλαγή φάσεων.

Η συρρίκνωση του πηκτώματος (gel) κατά την ξήρανση αρχικά και έπειτα κατά την έψήσή του, οδηγεί στην καταστροφή του δικτύου του πολυμερούς και στην εξάτμιση της υγρής του φάσης μέσω των πόρων του.

Η κινητική της πυροσυσσωμάτωσης στα άμορφα πηκτώματα είναι πολύπλοκη λόγω των φαινομένων της αποβολής υδροξυλίων και της καταστροφής της δομής του που λαμβάνουν χώρα ταυτόχρονα. Τα φαινόμενα αυτά όμως οδηγούν και στην ολοκλήρωση της διαδικασίας πυροσυσσωμάτωσης σε χαμηλότερες θερμοκρασίες. Στα κρυσταλλικά πηκτώματα λαμβάνουν χώρα επιπλέον τα φαινόμενα της μεγέθυνσης των κρυσταλλινών και του μετασχηματισμού των φάσεων των στοιχείων, γεγονός που καθιστά ακόμα πιο σύνθετη τη διαδικασία της πυροσυσσωμάτωσης. Τα περισσότερα gels είναι άμορφα μετά την ξήρανσή τους, αλλά όταν ψηθούν σε αρκετά υψηλές θερμοκρασίες, ώστε να προκληθεί πυροσυσσωμάτωση, μπορούν να κρυσταλλωθούν.

Τα χαρακτηριστικά και οι ιδιότητες των προϊόντων που παράγονται από την εφαρμογή της μεθόδου σχετίζονται με τις παραμέτρους που επηρεάζουν τις αντιδράσεις υδρόλυσης, συμπύκνωσης-πολυμερισμού. Οι παράμετροι αυτοί αφορούν τη συγκέντρωση του διαλύτη, το pH, τη θερμοκρασία στην οποία λαμβάνουν χώρα οι αντιδράσεις και το χρόνο

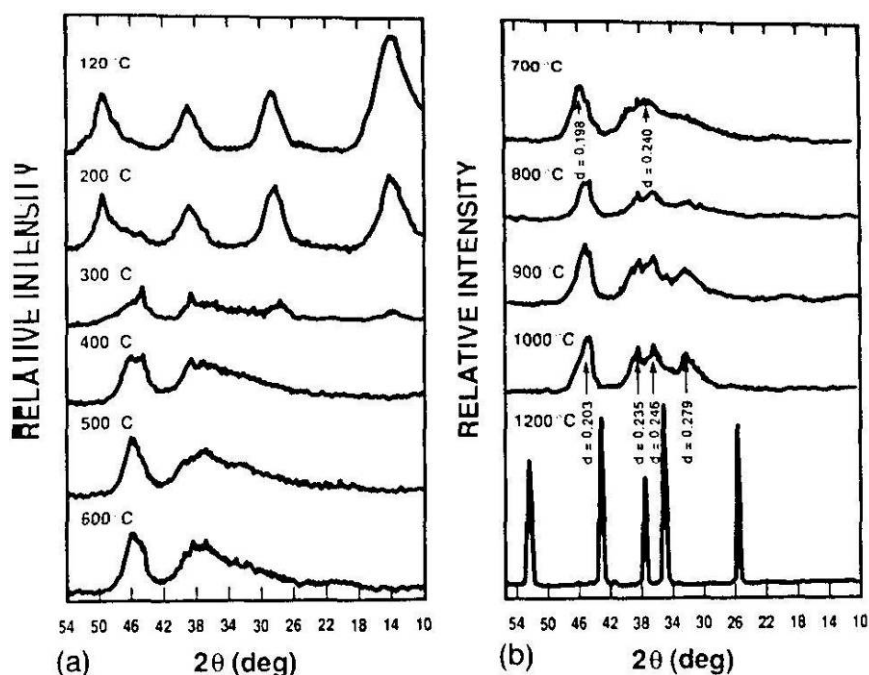
αντίδρασης, τη φύση και τη συγκέντρωση του καταλύτη, την αναλογία  $H_2O/M$  (r), και τη θερμοκρασία έψησης.



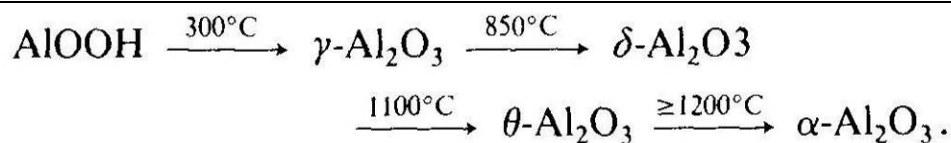
Σχήμα 1.5.2.1.2: Σχηματική περιγραφή της μεθόδου Sol-Gel και των παραγόμενων προϊόντων της [41].

### 5.2.2 Θερμική κατεργασία πηκτωμάτων $Al_2O_3$

Τα xerogel  $Al_2O_3$ , αποτελούνται κυρίως από βαιμίτη ( $\gamma-AlOOH$ ) ή ψευδο-βαιμίτη, που είναι μια λιγότερο κρυσταλλική φάση του βαιμίτη. Η θερμική κατεργασία προκαλεί αποβολή νερού και ανακατατάξεις στη δομή του που οδηγούν στον σχηματισμό μία σειράς μεταβατικών φάσεων  $Al_2O_3$  μέχρι να καταλήξει στην τελική φάση του  $\alpha-Al_2O_3$  (Σχήμα 1.5.2.2.1). Μία τυπική αλληλουχία αυτών των μεταβολών όπως παρουσιάζεται και στο Σχήμα 1.5.2.2.1α, φαίνεται στο Σχήμα 1.5.2.2.1β.

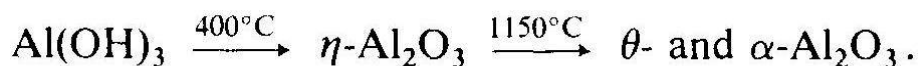


Σχήμα 1.5.2.2.1: Ακτινοδιαγράμματα xerogel  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ψημένα σε διάφορες θερμοκρασίες [41].



Σχήμα 1.5.2.2.1α: Η αλληλουχία των μετασχηματισμών των φάσεων  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [31].

Η γήρανση πηκτωμάτων ψευδο-βαιμίτη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος πριν την ξήρανσή του οδηγεί στον σχηματισμό μπαγερίτη,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Μία τυπική αλληλουχία του μετασχηματισμού του μπαγερίτη σε  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  παρουσιάζεται στο Σχήμα 1.4.2.2.1β.



Σχήμα 1.5.2.2.1β: Η αλληλουχία των μετασχηματισμών των φάσεων  $\text{Al}_2\text{O}_3$  μετά από γήρανση [41].

Στα xerogel βαιμίτη, τα άτομα οξυγόνου είναι τοποθετημένα σε μία παραμορφωμένη οκταεδρική διάταξη γύρω από το άτομο αργιλίου και σχηματίζουν μεταξύ τους παράλληλα επίπεδα που ενώνονται με δεσμούς υδρογόνου. Κατά τη θερμική κατεργασία ο βαιμίτης επιδεικνύει μία απώλεια βάρους σε θερμοκρασίες μεταξύ των  $50^\circ\text{C}$  και  $600^\circ\text{C}$  εξαιτίας της απώλειας

κρυσταλλικού νερού και σταδιακά μετασχηματίζεται σε  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Αυτός ο μετασχηματισμός συμβαίνει με εσωτερική συμπύκνωση πρωτονίων και υδροξυλίων των στρωμάτων του βαιμίτη, που απομακρύνει τα μισά άτομα οξυγόνου από τα στρώματα και προκαλεί κατάρρευση και αναδιάταξη των οξυγόνων σε κυβική δομή.

Ο μετασχηματισμός του βαιμίτη σε  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  και ο επακόλουθος μετασχηματισμός του  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  σε  $\delta$ - και  $\theta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  περίπου σε θερμοκρασίες από 800 °C έως 1000 °C συνοδεύονται από τράχυνση της μικροδομής (coarsening). Η μετάβαση από  $\gamma$ - σε  $\delta$ - και μετά σε  $\theta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  δεν συνοδεύεται από απώλεια νερού. Ο μετασχηματισμός του  $\delta$ - σε  $\theta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  συμβαίνει με ανακατάταξη των κατιόντων αργιλίου μέσα στην κυβική διάταξη των οξυγόνων. Οι Brinker et al. [41] αναφέρουν ότι το  $\theta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  διατηρεί την μορφολογία των πόρων του  $\delta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  αλλά το μέγεθος των πόρων της αυξάνεται από τα 6 nm στα 10 περίπου nm.

Ο μετασχηματισμός του  $\theta$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  σε  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  λαμβάνει χώρα μετά τους 1100 °C και περιλαμβάνει την αναδιοργάνωση των ατόμων οξυγόνου σε μία πιο πυκνή, εξαγωνική διάταξη. Αυτή η αναδιοργάνωση συνοδεύεται από πυρήνωση (nucleation) και μεγέθυνση των κρυσταλλιτών και οδηγεί σε έντονη τράχυνση της μικροδομής. Η μετάβαση από το  $\theta$ - σε  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  επιφέρει επίσης και μία γραμμική συρρίκνωση του δείγματος κατά 18,7%, από την οποία μόνο το 2,9 % μπορεί να αποδοθεί στην μεγαλύτερη πυκνότητα της φάσης του  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Το υπόλοιπο ποσοστό της συρρίκνωσης οφείλεται στην μείωση ως και εξαφάνιση του πορώδους.



## **II. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**



## 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

### 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Όπως προαναφέρθηκε και στην εισαγωγή ο στόχος της ερευνητικής εργασίας αφορά στην μελέτη της προσθήκης νανοκόνεων σε συμβατική σκόνη αλουμίνας προκειμένου να αναπτυχθούν πορώδη κεραμικά αντικείμενα υψηλής μηχανικής αντοχής. Για αυτόν το λόγο, έγιναν πειράματα σχετικά με τη δυνατότητα που προσφέρει η μίξη συμβατικών σκονών με ένα μικρό ποσοστό κόνεων, σε διάφορα ποσοστά, οι οποίες παράγονται με τη χημική μέθοδο της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOLution – GELation).

Πιο συγκεκριμένα έγινε ανάμιξη εμπορικής λεπτόκοκκης σκόνης αλουμίνας ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) με νανοφασικό οξείδιο του αργιλίου η οποία παράχθηκε με τη μέθοδο της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOL – GEL), σε διάφορα ποσοστά.

Έγιναν 4 σειρές πειραμάτων. Στην πρώτη σειρά πραγματοποιήθηκε απλή ανάμιξη σε εργαστηριακό αναμεικτήριο έλικα (Εικόνα II.3.2.2), της συμβατικής σκόνης με νανοσκόνη, η οποία είχε πρώτα λειοτριβηθεί σε πλανητικό μύλο για 45', σε ποσοστά από 1 – 9% κ.β επί της συμβατικής σκόνης,

Στη συνέχεια για λόγους σύγκρισης επιλέχθηκε μια άλλη διαδικασία για τη 2<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων.

Πραγματοποιήθηκε απλή ανάμιξη των νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), σε ποσοστό που κυμαινόταν από 2%-10% κ.β. επί της σκόνης και στη συνέχεια υγρή συλλειοτρίβηση με σφαιρίδια αλουμίνας (ball milling).

Στην 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων τέλος αναπτύχθηκε και η μέθοδος της ανάμιξης των παραγόμενων νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου με συλλειοτρίβηση σε μύλο τριβής για 10 λεπτά, σε ποσοστά που κυμαίνονταν από 1%-9% κ.β. επί της σκόνης, και στη συνέχεια υγρή συλλειοτρίβηση με σφαιρίδια αλουμίνας (ball milling).

Το μείγμα της κόνεως ή ο πολφός που προέκυπτε κάθε φορά, χρησιμοποιήθηκε ως είχε, για την παρασκευή εύπλαστης μάζας. Έτσι, στο μείγμα προστέθηκε η κατάλληλη ποσότητα συνδέτη, διασπορέα και απιονισμένου νερού, και ακολούθησε ανάμιξη των συστατικών σε απλό

## 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

αναμεικτήριο με έλικα (Εικόνα II.3.2.2) για την πρώτη σειρά πειραμάτων ή σε κατάλληλο αναμεικτήριο τύπου Z blade (Σχήμα II.3.2.4), για τις υπόλοιπες σειρές πειραμάτων. Στη συνέχεια, πραγματοποιήθηκε εξώθηση στην εύπλαστη μάζα που παρασκευάστηκε. Η εξώθηση πραγματοποιήθηκε με έναν εμβολικό εξωθητή (Εικόνα II.3.2.6), σε ράβδους διαμέτρου 1 cm για την 2<sup>η</sup> και την 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων ή με μονού κοχλία εξωθητή (Εικόνα II.3.2.3), σε ράβδους διαμέτρου 2 cm για την 1<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων. Κατόπιν, ακολούθησε προσεκτική ξήρανση των παραπάνω ράβδων.

Επειδή όπως αναφέρθηκε και παραπάνω η ξήρανση είναι ένα σημαντικό βήμα σε ολόκληρη τη διαδικασία εξώθησης, η οποία έχει σημαντικές επιπτώσεις στις τελικές ιδιότητες των κεραμικών, πραγματοποιήθηκε μια 4<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων κατά την οποία μελετήθηκε η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων και έγινε σύγκριση με τις συμβατικές τεχνικές. Μελετήθηκαν οι αλληλεπιδράσεις των μικροκυμάτων με άψητα κεραμικά δοκίμια συμβατικού οξειδίου του αργιλίου κυμαινόμενου πάχους (2,3,4 cm) κατά τη διάρκεια της ξήρανσης (επιφανειακή-ολική ποιότητα, κινητική της ξήρανσης) και βελτιστοποιήθηκαν οι συνθήκες ξήρανσης για την επίτευξη μιας διαδικασίας, που θα οδηγήσει σε δείγματα καλύτερης ποιότητας.

Συγκεκριμένα, μελετήθηκε η συμπεριφορά των κεραμικών δοκιμίων μετά από ξήρανση με μικροκύματα στη συχνότητα των 2.45 GHz και των 5.8 GHz, αντίστοιχα. Επιπλέον, εφαρμόστηκε και η καινοτόμος τεχνική ταυτόχρονου συνδυασμού των δύο αυτών διαφορετικών συχνοτήτων. Αναπτύχθηκε ακόμα μια υβριδική διαδικασία ξήρανσης, η οποία περιελάμβανε ως πρώτο βήμα τη θέρμανση μέσω μικροκυμάτων και ακολούθως τη συμβατική θέρμανση σε πυριαντήριο.

Μετά την ξήρανση των δοκιμίων ακολούθησε έψήσή τους σε θερμοκρασίες που κυμαίνονταν στην περιοχή των 1400 – 1600°C.

Τα ψημένα δείγματα χαρακτηρίστηκαν ως προς τις φυσικοχημικές και μηχανικές τους ιδιότητες: πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις με περίθλαση ακτίνων – X, μελέτη της μικροδομής μέσω πολωτικού μικροσκοπίου και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, έλεγχος της συμπεριφοράς των δοκιμίων σε δοκιμές αντοχής σε κάμψη και σε δοκιμές διαστολομετρίας,

## 1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

καθώς και χαρακτηρισμός του πορώδους και της κατανομής του μεγέθους των πόρων.

## 2. ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΕΙΣΕΣ ΠΡΩΤΕΣ ΥΛΕΣ

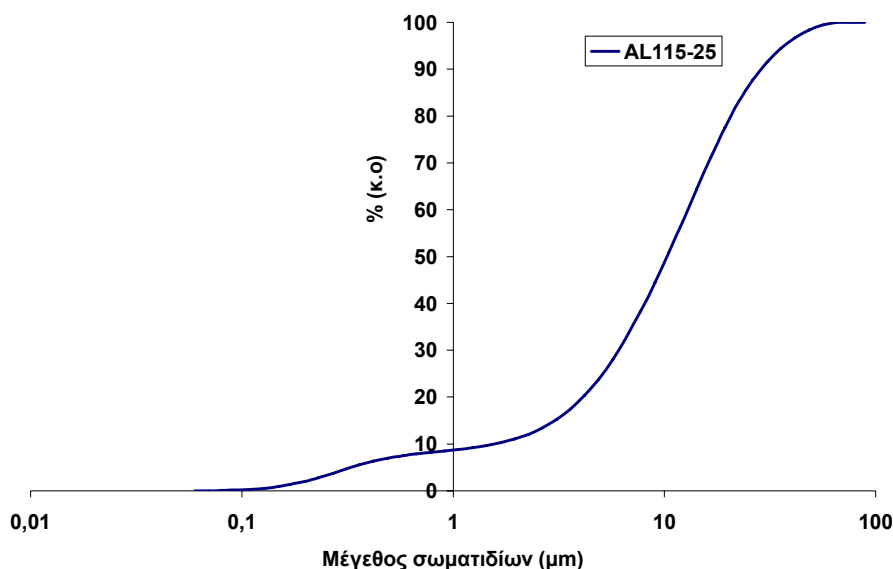
Οι πρώτες ύλες που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία, περιγράφονται αναλυτικά παρακάτω:

### 2.1 Σκόνες

Χρησιμοποιήθηκαν εμπορική λεπτόκοκκη σκόνη οξειδίου του αργιλίου και νανοκόνεις οξειδίου του αργιλίου που παράχθηκαν εργαστηριακά με τη μέθοδο της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOLution – GELation). Η % κ.β. περιεκτικότητα των νανοκόνεων οξειδίου του αργιλίου επί της συμβατικής σκόνης στο προϊόν κυμαίνεται σε ποσοστά από 1%-10%. Πιο συγκεκριμένα, χρησιμοποιήθηκαν οι εξής σκόνες:

α) Αλούμινα ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), που ήταν ο τύπος NABALOX No 115 – 25 της εταιρείας VAW, με μέσο μέγεθος κόκκων περίπου 10  $\mu\text{m}$  και καθαρότητα 99,9%. Η κοκκομετρική της κατανομή δίνεται στο Σχήμα II.2.1.1 :

**Κοκκομετρική κατανομή της σκόνης  $\text{Al}_2\text{O}_3$  της εταιρείας VAW**



Σχήμα II.2.1.1: Κοκκομετρική κατανομή της σκόνης  $\text{Al}_2\text{O}_3$  της εταιρείας VAW.

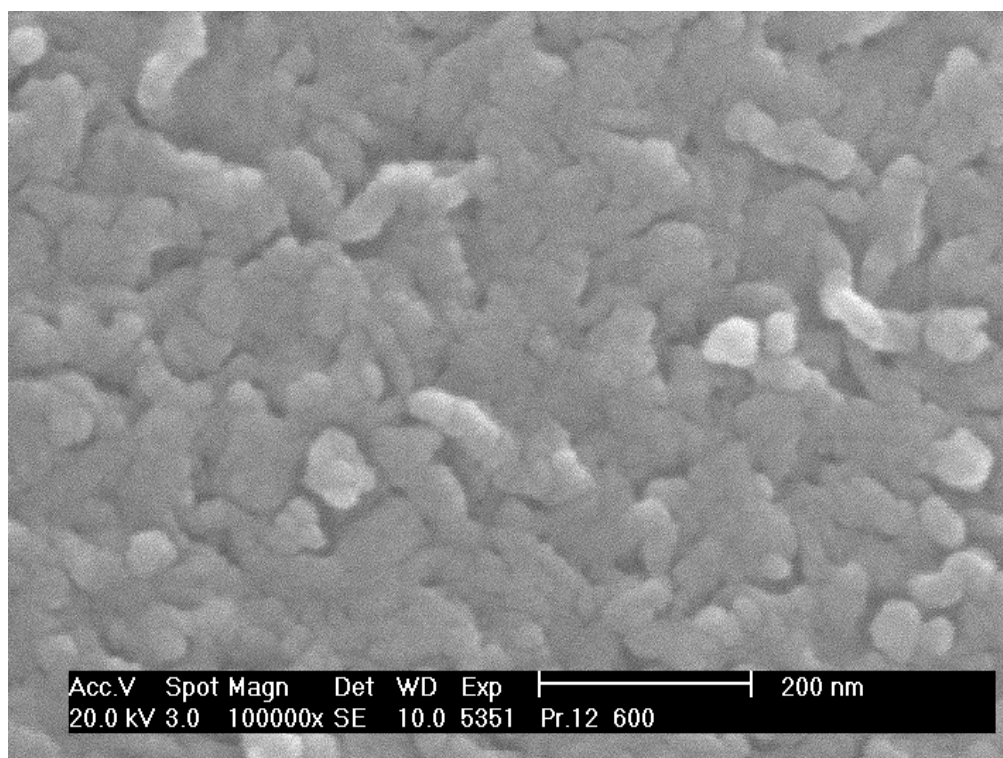
β) Νανοκόνεις οξειδίου του αργιλίου.

Για τη σύνθεση των νανοκόνεων οξειδίου του αργιλίου χρησιμοποιήθηκαν τα ανόργανα αντιδραστήρια: Νιτρικό αργίλιο ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ), αμμωνία ( $\text{NH}_3$ ), και απιονισμένο νερό ( $\text{H}_2\text{O}$ ). Οι μοριακές αναλογίες που εφαρμόστηκαν για τη σύνθεση  $\text{Al}_2\text{O}_3$  από ανόργανο αντιδραστήριο ήταν οι  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3/\text{H}_2\text{O}/\text{NH}_3 = 1/33/3,2$ . Οι μοριακές αυτές αναλογίες αποτελούν τυπικές μοριακές αναλογίες για τη σύνθεση νανοκόνεων  $\text{Al}_2\text{O}_3$  από ανόργανο αντιδραστήριο που συναντάται πολύ συχνά στη βιβλιογραφία, με μικρές συνήθως διαφοροποιήσεις.

Κατά την πειραματική διαδικασία, ο αντιδραστήρας που περιείχε τα αντιδραστήρια, βρισκόταν μέσα σε υδατόλουτρο με θερμοκρασία  $80^\circ\text{C}$ . Αρχικά, γινόταν με σύστημα διασποράς, η ανάμειξη του νιτρικού αργιλίου με το νερό. Η ανάδευση διαρκούσε μία ώρα, προκειμένου να ολοκληρωθεί όσο το δυνατόν περισσότερο η αντίδραση υδρόλυσης του άλατος. Στο τέλος προσθέτονταν η αμμωνία και επερχόταν σχεδόν ακαριαία η ζελατινοποίηση του διαλύματος.

Τα πηκτώματα που παρασκευάστηκαν έμειναν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος για μία μέρα και μετά ψήθηκαν όλα στους  $600^\circ\text{C}$  για 2 ώρες, με ρυθμό ανόδου της θερμοκρασίας  $3^\circ\text{C}/\text{λεπτό}$ . Οι παραγόμενες συσσωματωμένες νανοκόνεις φαίνονται στην παρακάτω φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Με προσεκτική παρατήρηση και με αναγωγή στην κλίμακα της φωτογραφίας της Εικόνας II.2.1.2, διακρίνονται κόκκοι μεγέθους από 24 nm μέχρι περίπου 18 nm.

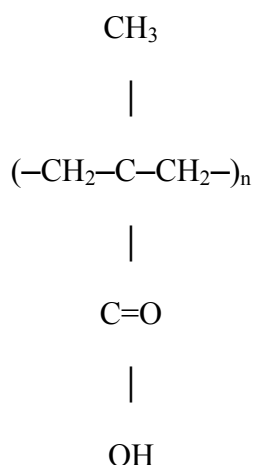
Είναι πιθανόν να υπάρχουν και μικρότερα μεγέθη κόκκων αλλά η διακριτική ικανότητα του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης και η έντονη συσσωμάτωση των κόκκων δεν επιτρέπουν την μέτρησή τους στην φωτογραφία. Η ειδική επιφάνεια μετρήθηκε στα  $173\text{ (m}^2/\text{g)}$ .



Εικόνα II.2.1.2: Φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης του δείγματος  $Al_2O_3$  από ανόργανο αντιδραστήριο με μοριακές αναλογίες 1/33/3,2

## 2.2 Διασπορείς

Σαν διασπορεάς χρησιμοποιήθηκε το Darvan C (εταιρεία Vanderbilt). Είναι αμμωνιακό άλας του πολυμεθακρυλικού οξέος. Το τελευταίο έχει τον χημικό τύπο:



Το Darvan C έχει μοριακό βάρος από 10 έως 16.000, μικρή τάση προς αφρισμό και χαμηλό ιξώδες. Είναι πλήρως διαλυτό στο νερό και παρουσιάζει pH 7.5-9. Προστιθέμενο σε νερό, διίσταται σε ένα αμμωνιακό κατιόν και ένα πολυανιόν. Το τελευταίο προσροφάται στην επιφάνεια των σωματιδίων



φορτίζοντάς τα ομώνυμα ώστε να απωθούνται και να παραμένουν σε διασπορά. Επίσης, ένας άλλος διασπορέας που χρησιμοποιήθηκε για τη δημιουργία μαζών ήταν το στεατικό νάτριο.

### **2.3 Συνδέτες**

Ο συνδέτης στη συγκεκριμένη εργασία χρησιμοποιήθηκε κατά την παρασκευή εύπλαστων κεραμικών μαζών, ως πρόσθετο υλικό. Ο συνδέτης που χρησιμοποιήθηκε ήταν η κυτταρίνη MHPC 20000. Η κυτταρίνη αυτή είναι μια μέθυλ – υδρόξυ – προπυλοκυτταρίνη, η οποία χαρακτηρίζεται από το ιξώδες υδατικού διαλύματος με περιεκτικότητα 2% στην κυτταρίνη. Το ιξώδες αυτό για την κυτταρίνη που χρησιμοποιήθηκε είναι 20000 cps.

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

#### 3.1 Λειοτρίβηση

Για την παρασκευή των κεραμικών δοκιμών χρησιμοποιήθηκε εμπορική λεπτόκοκκη σκόνη οξειδίου του αργιλίου, στην οποία προστέθηκε νανοφασικό οξείδιο του αργιλίου σε διάφορα ποσοστά.

Σε πρώτη φάση, για την 1η σειρά πειραμάτων, έγινε λειοτρίβηση των συσσωματωμένων νανοκόνεων σε ένσφαιρο πλανητικό μύλο λειοτρίβησης της εταιρείας Fritsch (Εικόνα II.3.1.2), στις 180 στροφές το λεπτό και για 45 λεπτά περίπου για να σπάσουν τα συσσωματώματα.

Σε δεύτερη φάση, για την 3η σειρά πειραμάτων, έγινε σε μύλο τριβής ταυτόχρονη συλλειοτρίβηση των συσσωματωμένων νανοκόνεων και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου, για να σπάσουν τα συσσωματώματα από τις νανοκόνεις και να γίνει καλύτερη διασπορά των νανοκόνεων στο συμβατικό οξείδιο του αργιλίου.



Εικόνα II.3.1.2: Πλανητικός μύλος ένσφαιρης λειοτρίβησης τύπου Pulverisette της εταιρείας Fritsch.

Στη συνέχεια παρασκευάστηκε υδατικό αιώρημα, στο οποίο η ανάμειξη των συστατικών έγινε με υγρή λειοτρίβηση με σφαιρίδια αλουμίνης, για τη δεύτερη και την τρίτη σειρά πειραμάτων. Η ακριβής διαδικασία παρασκευής του υδατικού αιωρήματος είναι η εξής: Αρχικά, τοποθετούνται στο δοχείο λειοτρίβησης ως αλεστικό μέσο σφαίρες αλουμίνης, όγκου ίσου περίπου με το

μισό του όγκου του τελικού αιωρήματος που θα παρασκευαστεί. Οι σφαίρες αυτές πρέπει να είναι ξηρές και καθαρές. Ο σκοπός που προστίθενται αυτές οι σφαίρες είναι για να βοηθήσουν στο επόμενο στάδιο την ομογενοποίηση του πολφού. Στην συνέχεια τοποθετούνται οι κόνεις, το απιονισμένο νερό και η απαιτούμενη ποσότητα διασπορέα.

Μετά από κάποιες πειραματικές δοκιμές, βγήκε το συμπέρασμα ότι για την παρασκευή του βέλτιστου υδατικού αιωρήματος, ήταν απαραίτητη η προσθήκη 22-25% απιονισμένου νερού, ανάλογα το ποσοστό σε νανοκόνεις (1%-10%), και 1% διασπορέα, που ήταν το Darvan C. Επίσης, πρέπει να αναφερθεί ότι τα συγκεκριμένα ποσοστά αναφέρονται ως % κ.β. ποσοστά επί της συμβατικής σκόνης, δηλαδή αν υπήρχαν για παράδειγμα 100 g σκόνης, θα έπρεπε να προστεθούν 22-25 g απιονισμένου νερού και 1 g Darvan C, εκτός βέβαια από την απαραίτητη ποσότητα σφαιριδίων αλουμίνας.

Έπειτα, το μίγμα αναδεύεται με το χέρι για 1-2 λεπτά, έτσι ώστε να γίνει ομοιόμορφη διασπορά του αντιδραστηρίου σε όλο τον όγκο του νερού. Τέλος, το υδατικό αιώρημα αναδεύεται τουλάχιστον για 12 ώρες (υγρή λειοτρίβηση) ώστε να ομογενοποιηθεί. Μετά το πέρας της λειοτρίβησης, το υδατικό αιώρημα απομακρύνεται από το δοχείο λειοτρίβησης, και τοποθετείται στο αναμεικτήριο.

#### **3.2 Δημιουργία εύπλαστων κεραμικών μαζών (ανάμειξη) – Εξώθηση**

Η διαδικασία για τη δημιουργία εύπλαστης κεραμικής μάζας ήταν η ίδια για τη 2<sup>η</sup> και την 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων, ενώ για την 1<sup>η</sup> και την 4<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων τα οποία πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο κεραμικών του πανεπιστημίου του Freiberg στο τμήμα Μεταλλευτικής Τεχνολογίας ήταν διαφορετική λόγω των διαφορετικών οργάνων που χρησιμοποιήθηκαν.

Συγκεκριμένα για την πρώτη σειρά πειραμάτων η διαδικασία είχε ως εξής:

Οι αρχικές κόνεις που χρησιμοποιήθηκαν στην ανάμειξη για την παραγωγή εύπλαστης κεραμικής μάζας φαίνονται στον Πίνακα II.3.2.1:

Πίνακας II.3.2.1: Υλικά που χρησιμοποιήθηκαν στην 1<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων για την δημιουργία εύπλαστων κεραμικών μαζών.

	Υλικό	% κ.β. επί της σκόνης
	Αλούμινα 115-25 (VAW)	
	Νανοκόνεις οξειδίου του αργιλίου	1 έως 10
<b>Συνδέτης</b>	Μεθυλο-κυτταρίνη (Dow Deutschland)	6
<b>Διασπορέας</b>	Darvan C (C.H Erbslöh)	1
<b>Διασπορέας</b>	Στεατικό νάτριο (Sigma Aldrich Laborchemikalien Germany)	1
	Απιονισμένο νερό	22-25

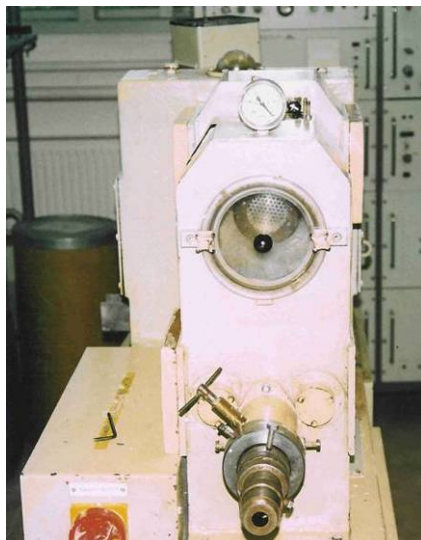
Αρχικά, έγινε ομογενοποίηση των συστατικών σε εργαστηριακό αναμεικτήριο της εταιρίας Toni Technik (Εικόνα II.3.2.2) για περίπου 5 λεπτά. Ακολούθως, κατά διαστήματα, μικρές ποσότητες νερού προστίθενταν ελεγχόμενα στο μίγμα για την αποφυγή δημιουργίας ανεπιθύμητων συσσωματωμάτων που η παρουσία τους θα οδηγούσε σε μη ικανοποιητική ανάμιξη των συστατικών της μάζας. Η διάρκεια όλης της διαδικασίας για την παραγωγή πλαστικής μάζας, έτοιμη για μορφοποίηση με εξώθηση, ήταν περίπου 30-40 λεπτά.



Εικόνα II.3.2.2: Εργαστηριακό αναμεικτήριο έλικα.

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

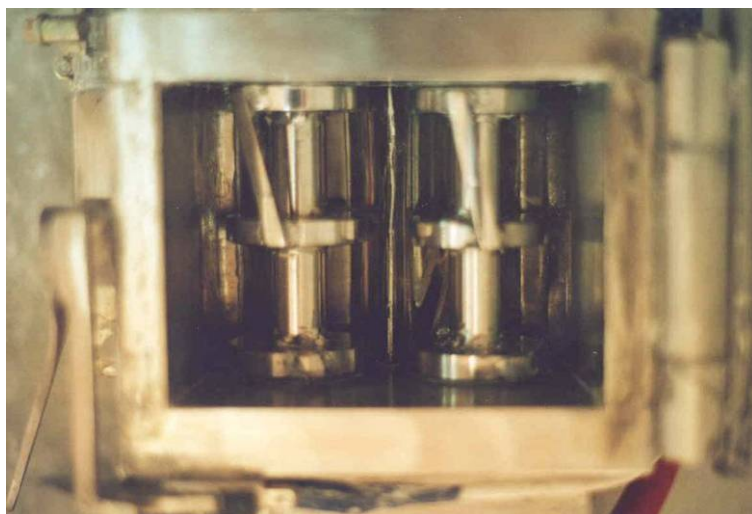
Οι μάζες που δημιουργήθηκαν εξωθήθηκαν σε ραβδάκια μήκους πάνω από 10cm και διαμέτρου περίπου 2cm, με την βοήθεια ενός εξωθητή μονού κοχλία με εφαρμογή κενού αέρος (Εικόνα II.3.2.3).



Εικόνα II.3.2.3: Εξωθητής μονού κοχλία με εφαρμογή κενού αέρος.

Για τη 2<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων η διαδικασία είχε ως εξής:

Ο πολφός, που παρασκευάστηκε με την τεχνική της υγρής λειοτρίβησης, χρησιμοποιήθηκε για την παρασκευή εύπλαστων κεραμικών μαζών, που εξωθήθηκαν για να σχηματιστούν δοκίμια (ραβδάκια). Οι εύπλαστες κεραμικές μάζες παρασκευάστηκαν σε αναμεικτήριο τύπου Z-blade, του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου (Εικόνα II.3.2.4).



Εικόνα II.3.2.4: Αναμεικτήριο τύπου Z – blade.

Συγκεκριμένα οι μάζες παρασκευάστηκαν με προσθήκη στο αναμεικτήριο του πολφού από την υγρή λειοτρίβηση, 6% κυτταρίνης ΜΗΡC

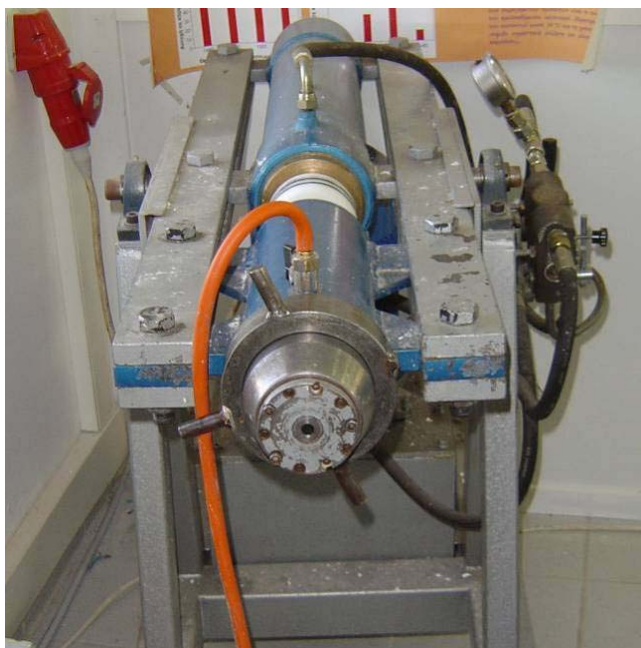
### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

20000 και 1% στεατικού νατρίου (Εικόνα II.3.2.5). Οι μάζες δεν πρέπει να είναι ούτε πολύ μαλακές, ώστε να είναι συμπαγείς, ούτε όμως πολύ σκληρές, ώστε να μην απαιτούνται υπερβολικά μεγάλες πιέσεις για την εξώθησή τους. Ουσιαστικά οι μάζες πρέπει να μοιάζουν με την πλαστελίνη.



Εικόνα II.3.2.5: Δημιουργία εύπλαστης μάζας.

Οι μάζες αυτές εξωθήθηκαν σε ραβδάκια μήκους πάνω από 10cm και διαμέτρου περίπου 1cm, με την βοήθεια ενός εμβολικού εξωθητή τοποθετημένου οριζόντια με εφαρμογή κενού αέρος (Εικόνα II.3.2.6) του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου.



Εικόνα II.3.2.6: Εμβολικός εξωθητής τοποθετημένος οριζόντια.

Για την 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων πραγματοποιήθηκε η ίδια διαδικασία με τη διαφορά ότι οι νανοκόνεις μαζί με τη συμβατικό οξειδίο του αργιλίου είχαν πρώτα συλειοτριβηθεί και ομογενοποιηθεί εν ξηρό σε μύλο τριβής και στη συνέχεια έγινε περαιτέρω υγρή συλειοτρίβησή τους με ball milling.

Για την 4<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων, όπου πραγματοποιήθηκε ξήρανση με μικροκύματα, πραγματοποιήθηκε η ίδια διαδικασία με τη πρώτη σειρά πειραμάτων με τη διαφορά ότι δεν χρησιμοποιήθηκαν νανοκόνεις οξειδίου του αργιλίου κατά τη διάρκεια της ανάμειξης, και οι μάζες που δημιουργήθηκαν εξωθήθηκαν με τη χρήση 3 διαφορετικών μήτρων για την παραγωγή κυλινδρικών δοκιμίων με 3 διαφορετικές διαμέτρους ( $\varnothing$  2 cm,  $\varnothing$  3 cm και  $\varnothing$  4 cm, αντίστοιχα.)

#### 3.3 Ξήρανση

Αυτό το στάδιο, όπως ήδη έχει προαναφερθεί, είναι πολύ σημαντικό κατά την επεξεργασία των κεραμικών, γιατί αν το νερό αποβληθεί με μεγάλη ταχύτητα, η μορφοποιημένη μάζα μπορεί να αποκτήσει μικρορωγμές λόγω της γρήγορης αφυδάτωσης, και το αντικείμενο ενδεχομένως να παραμορφωθεί. Οι ατέλειες αυτές θα μεγαλώσουν κατά την έψηση, οπότε οι τελικές ιδιότητες του κεραμικού θα υποβαθμιστούν. Ακολουθήθηκε η ίδια διαδικασία για την 1<sup>η</sup>, την 2<sup>η</sup> και 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων ενώ για την 4<sup>η</sup> σειρά ακολουθήθηκε, όπως αναφέρθηκε και προηγουμένως, ξήρανση μέσω μικροκυμάτων.

Για την 1<sup>η</sup>, την 2<sup>η</sup> και 3<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων τα ραβδάκια ξηράνθηκαν αρχικά για μία μέρα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος περιτυλιγμένα με απλή πλαστική μεμβράνη για οικιακή χρήση, για να μην έχουμε γρήγορη εξάτμιση του νερού που θα οδηγούσε σε μικρορωγμές, και κατόπιν ακολούθησε ξήρανση στο πυριαντήριο, σταδιακά από τους 50 μέχρι και τους 110°C (Εικόνα II.3.3.1). Από δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν βρέθηκε ότι για χρόνο παραμονής 1 ώρας στους 110°C, δεν παρατηρείται μεταβολή του βάρους.





Εικόνα II.3.3.1: Ξήρανση των δοκιμίων στο πυριαντήριο, σταδιακά από τους 50 μέχρι και τους 110°C.

Η διαδικασία ξήρανσης των δοκιμίων με μικροκύματα περιελάμβανε την προθέρμανση των δοκιμίων στο πολυσυχνотικό σύστημα (multi-mode) ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων, MDBT 4,8-2,4 της εταιρείας Linn High Therm GmbH. Στη συνέχεια ξηράνθηκαν εντελώς σε πυριαντήριο, σταδιακά από τους 60 μέχρι και τους 100°C. Ακολουθεί ο σχεδιασμός αυτού του πολυσυχνотικού συστήματος:

#### 3.3.1 Βασικός σχεδιασμός του πολυσυχνотικού συστήματος (multi-mode) ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων

Όπως αναφέρθηκε και στο θεωρητικό μέρος, τα μικροκύματα στους φούρνους μικροκυμάτων παράγονται από ειδικές γεννήτριες, τα μάγνητρα. Το συγκεκριμένο σύστημα (Εικόνα II.3.3.1.1) αποτελείται από 10 μάγνητρα εκ των οποίων τα 6 (6X800W) παράγουν μικροκύματα με συχνότητα 2,45 GHz και τα 4 (4X600W) παράγουν μικροκύματα με συχνότητα 5,8 GHz. Μία καινούρια μέθοδος που αναπτύχθηκε είναι η θέρμανση με ταυτόχρονη εφαρμογή μικροκυμάτων δύο συχνοτήτων (double-frequency microwave heating).

Η αρχή λειτουργίας της βασίζεται στη ταυτόχρονη χρήση μικροκυμάτων με δύο διαφορετικές συχνότητες για τη θέρμανση του δείγματος. Το σύστημα αυτό αναπτύσσει ισχυρό πεδίο μικροκυμάτων μέσα στο θάλαμο χωρίς να υπάρχει ο κίνδυνος ανομοιογένειας του πεδίου. Έτσι, τα υλικά μπορούν να θερμανθούν σε πιο σύντομο χρονικό διάστημα απ' ό,τι σε μικροκύματα μονής-συχνότητας (single-frequency microwaves) αλλά με την ίδια ομοιογένεια.





Εικόνα II.3.3.1.1: Πολυσυχνοτικό σύστημα (multi-mode) ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων MDBT 4,8-2,4 της εταιρείας Linn High Therm GmbH.

Το βασικό μέρος το οποίο περιλαμβάνει κάθε σύστημα μικροκυμάτων είναι ο θάλαμος μικροκυμάτων (1). Ο θάλαμος αυτός ανακλά τα μικροκύματα πάνω στα δοκίμια αποτρέποντας έτσι την διαρροή μικροκυμάτων. Στην Εικόνα II.3.3.1.1, ο θάλαμος μικροκυμάτων είναι κυλινδρικός με θύρες/ κανάλια (3) εισόδου – εξόδου στα δύο άκρα του, με τοιχώματα που απορροφούν την ηλεκτρομαγνητική ενέργεια αποτρέποντας έτσι πάλι την διαρροή μικροκυμάτων. Οι γεννήτριες των μικροκυμάτων (microwave generators), τα μάγνητρα, είναι συνδεδεμένες με τον θάλαμο μικροκυμάτων (2).

Η ενέργεια των μικροκυμάτων άγεται από το μάγνητρο μέσω ενός κατευθυντήρα κυμάτων που είναι προσαρμοσμένος στο θάλαμο. Ο ξηραντήρας μικροκυμάτων έχει 10 μάγνητρα τα οποία είναι τοποθετημένα σε σπειροειδή διάταξη γύρω από τον θάλαμο μικροκυμάτων. Η διάταξη αυτή εξασφαλίζει την ομοιόμορφη κατανομή του πεδίου των μικροκυμάτων.

Ο θάλαμος είναι κλειστός στα δύο άκρα του από κανάλια (3) με τοιχώματα τα οποία αποτελούνται από ειδικά σχεδιασμένα υλικά για απορρόφηση των μικροκυμάτων και μείωση της πιθανότητας διαρροής τους

στον έξω χώρο σε ποσά μεγαλύτερο του επιτρεπτού ορίου των  $5 \text{ mW/cm}^2$ . Όταν δεν υπάρχει καθόλου φορτίο, τα τοιχώματα αυτά λειτουργούν σαν παρασιτικά φορτία και βοηθούν να ελαττωθεί η ένταση του πεδίου στο θάλαμο. Στις άκρες των θυρών υπάρχει μεταλλική κουρτίνα που είναι αδιαπέραστη από τα μικροκύματα. Τα υλικά μεταφέρονται μέσα στον ξηραντήρα πάνω σε έναν ταινιόδρομο κατασκευασμένο από υλικό (τεφλόν) διαπερατό από τα μικροκύματα (4).

Αυτός ο ταινιόδρομος είναι διαπερατός και από τον αέρα ώστε να επιτρέπεται η ξήρανση του υλικού ακόμα και από την κάτω πλευρά του. Η ισχύς του πεδίου των μικροκυμάτων μπορεί να αλλάξει κατά βούληση με τη χρήση ειδικού συστήματος ελέγχου της ισχύος (5).

#### 3.3.2 Διαδικασία ξήρανσης με μικροκύματα

Η διαδικασία ξήρανσης με μικροκύματα έχει ουσιαστικές διαφορές από τη συμβατική ξήρανση. Η βασική διαφορά των δύο μεθόδων είναι ότι στη συμβατική ξήρανση η θέρμανση του δοκιμίου ξεκινάει από την εξωτερική επιφάνεια και προχωράει προς το εσωτερικό, σε αντίθεση με τη ξήρανση με τα μικροκύματα, όπου η θέρμανση ξεκινάει από το εσωτερικό και προχωράει προς την εξωτερική επιφάνεια.

Κατά συνέπεια στην περίπτωση της ξήρανσης με μικροκύματα η ροή της θερμότητας και η ροή του νερού έχουν την ίδια κατεύθυνση, από την καρδιά του δοκιμίου προς την επιφάνεια. Έτσι η ενέργεια που διαχέεται με μορφή θερμότητας συναντά συνεχώς θερμές περιοχές, καθώς συναντά το νερό που διαχέεται υπό μορφή θερμού ατμού το οποίο έχει την ίδια κατεύθυνση. Το παραπάνω φαινόμενο έχει σημαντικό αντίκτυπο στη χρονική διάρκεια της ξήρανσης με μικροκύματα, καθώς απαιτούνται κάποια λεπτά της ώρας για την ολοκλήρωση της διαδικασίας.

Τα πρώτα πειράματα ξήρανσης με μικροκύματα έδειξαν ότι πρέπει να ληφθούν υπόψη τα ακόλουθα γεγονότα.

Τα δοκίμια τοποθετήθηκαν όχι απευθείας στον ταινιόδρομο αλλά πάνω σε ειδικό επίπεδο υποστήριγμα, διαπερατό στα μικροκύματα και με μεγάλο πορώδες για να υπάρχει η δυνατότητα διαφυγής του νερού που εξατμίζεται

από την εξωτερική επιφάνεια στο περιβάλλον και με αυτό τον τρόπο να επηρεάζει ελάχιστα την όλη διαδικασία.

Επίσης ελήφθη υπόψη το γεγονός ότι σχετικά μεγάλοι χρόνοι έκθεσης των δοκιμίων στα μικροκύματα σε συνδυασμό με υψηλά επίπεδα ισχύος οδηγούσαν σε αστοχία των δοκιμίων.

Με βάση τα παραπάνω η ξήρανση με μικροκύματα γινόταν ως ακολούθως.

Μετά την παρασκευή των κυλινδρικών δοκιμίων αυτά ζυγίστηκαν και μετρήθηκαν οι διαστάσεις τους. Αμέσως τοποθετήθηκαν στα υποστηρίγματά τους και εισάγονταν ένα κάθε φορά από τις θύρες του συστήματος μικροκυμάτων με καθορισμένη διαφορά χρόνου (6 -8 sec). Κάθε φορά που κάποιο δοκίμιο εξερχόταν του ξηραντήρα μικροκυμάτων ζυγιζόταν, μετρούνταν οι διαστάσεις του ξανά και επανατοποθετήτο με την ίδια σειρά που είχε εισέλθει στο σύστημα μικροκυμάτων. Όταν εισερχόταν και το τελευταίο δοκίμιο, η εισαγωγή των δοκιμίων σταματούσε μέχρι και το τελευταίο δοκίμιο να εξέλθει από το σύστημα μικροκυμάτων και έτσι να ολοκληρωθεί το πρώτο «πέρασμα» από το θάλαμο μικροκυμάτων.

Στη συνέχεια οι συνθήκες του πειράματος άλλαζαν κατά βούληση (ταχύτητα ταινιόδρομου, εφαρμοζόμενη ισχύς των δύο συχνοτήτων) και ξεκινούσε η διαδικασία της δεύτερης εισαγωγής των δειγμάτων (περάσματος). Στα πειράματα που πραγματοποιήθηκαν εκτελέστηκαν από δύο έως τρία περάσματα και οι χρόνοι παραμονής των δειγμάτων μέσα στο σύστημα μικροκυμάτων κυμαινόταν από 2,45 έως 4,11 λεπτά.

Ο χρόνος που διαρκούσε κάθε πέρασμα εξαρτιόταν κάθε φορά από των αριθμό των προς ξήρανση δοκιμίων και την ταχύτητα του ταινιόδρομου. Συνήθως δεν ήταν μικρότερος από 8 λεπτά για χρόνο παραμονής των δοκιμίων 2,45 λεπτά και δεν ήταν περισσότερος από 20 λεπτά για χρόνο παραμονής των δοκιμίων 4,11 λεπτά.

Μετά την διαδικασία προξηράνσης ή προθέρμανσης με τη χρήση μικροκυμάτων, ακολούθησε άμεσα η τελική ξήρανση των δοκιμίων σε συμβατικό πυριαντήριο, σταδιακά από τους 60 μέχρι και τους 100°C.

#### 3.3.3 Προβλήματα κατά την ξήρανση με μικροκύματα

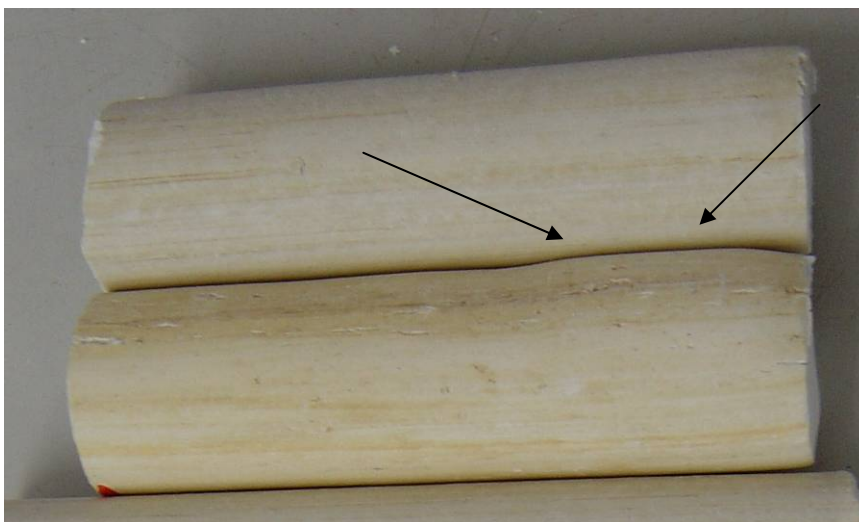
Κατά την διάρκεια της ξήρανσης με μικροκύματα εμφανίζονται ορισμένα προβλήματα, τα οποία εκλείπουν κατά τη διάρκεια της συμβατικής ξήρανσης. Ένα από τα κυριότερα προβλήματα είναι η εμφάνιση επιφανειακών ρωγμών στα δοκίμια που ξηραίνονται, οι οποίες εμφανίζουν μια ιδιάζουσα συμπεριφορά. Οι ρωγμές αυτές, από τη στιγμή που θα εμφανιστούν, διαδίδονται για ένα χρονικό διάστημα δείχνοντας την τάση να φτάσουν μέχρι το άκρο του δοκιμίου καταστρέφοντάς το (Εικόνα II.3.3.3.1). Το πρόβλημα αυτό είναι αρκετά σημαντικό λαμβάνοντας υπόψη ότι μπορεί να οδηγήσει σε μειωμένη μηχανική αντοχή του δοκιμίου λόγω της ρωγμής αυτής, μετά από την υποβολή του σε κάποια τάση ή ακόμη και σε αστοχία του.



Εικόνα II.3.3.3.1: Δοκίμια που έχουν ξηρανθεί με μικροκύματα και κατά τη διάρκεια της ξήρανσης έχουν εμφανιστεί ρωγμές κατά μήκος τους.

Ένα άλλο πρόβλημα που εμφανίζεται είναι η δημιουργία «φουσκωμάτων» σε διάφορα σημεία των δοκιμίων που κάποιες φορές οδηγεί σε αποφλοίωση (spalling) των συγκεκριμένων περιοχών των δοκιμίων. Κατά τη διάρκεια της ξήρανσης με μικροκύματα ορισμένα δοκίμια εμφάνισαν «φουσκώματα» σε διάφορες περιοχές τους (Εικόνα II.3.3.3.2). Το φαινόμενο αποδίδεται στην μεγάλη ταχύτητα με την οποία γίνεται η ξήρανση (πολύ μεγαλύτερος ρυθμός ξήρανσης σε σύγκριση με τη συμβατική ξήρανση) καθώς και στον τρόπο με τον οποίο θερμαίνουν τα μικροκύματα (από μέσα προς τα έξω θέρμανση). Αυτό έχει σαν αποτέλεσμα ορισμένες φορές και σε ορισμένες

περιοχές η θερμοκρασία του νερού να υπερβαίνει τους 100 °C, οπότε αυτό βράζει στο σημείο που βρίσκεται, γίνεται κάτι σαν έκρηξη στο εσωτερικό του και το τελικό, οπτικό αποτέλεσμα είναι η αποφλοίωση του δοκιμίου.



*Εικόνα II.3.3.3.2: Δοκίμιο που έχει ξηρανθεί με μικροκύματα και κατά τη διάρκεια της ξήρανσης έχουν εμφανιστεί φουσκώματα κατά μήκος του.*

Το φαινόμενο αυτό εμφανίζεται πιο έντονα, όσο πιο μεγάλη είναι η ισχύς των μικροκυμάτων και για όσο περισσότερο χρόνο διαρκεί το κάθε βήμα ξήρανσης με μικροκύματα. Για την εξάλειψη του φαινομένου αυτού πρέπει κάθε φορά να γίνονται προκαταρκτικά πειράματα, έτσι ώστε να βρεθούν οι βέλτιστες συνθήκες ξήρανσης, υπό τις οποίες δεν εμφανίζονται προβλήματα αποφλοίωσης. Στη συγκεκριμένη εργασία το πρόβλημα λύθηκε με προσεκτική ρύθμιση του χρόνου επεξεργασίας και του επιπέδου ισχύος των μικροκυμάτων.

Τα δύο προηγούμενα φαινόμενα, έχει παρατηρηθεί στην εργασία αυτή να εμφανίζονται ταυτόχρονα στο ίδιο δοκίμιο και επηρεάζοντας τη δράση του το ένα φαινόμενο με το άλλο να οδηγούν στην τελική αστοχία του δοκιμίου.

Συμπερασματικά, κατά τη διάρκεια της ξήρανσης με μικροκύματα, είναι δυνατόν να εμφανιστούν διάφορα προβλήματα, τα οποία αφού εντοπιστούν επιλύονται με την προσεκτική ρύθμιση των συνθηκών επεξεργασίας με μικροκύματα καθώς και με βελτίωση του όλου συστήματος στην περίπτωση βιομηχανικής εφαρμογής της μεθόδου.

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

#### 3.4 Πυροσυσσωμάτωση

Τα δοκίμια (ραβδάκια) στη συνέχεια ψήθηκαν σε διάφορες θερμοκρασίες για να έχουμε μια πλήρη εικόνα του φαινομένου της πυροσυσσωμάτωσης. Στον Πίνακα II.3.4 παρουσιάζεται η ονοματολογία των συνθέσεων.

Πίνακας II.3.4: Ονοματολογία των συνθέσεων.

Σύσταση ή μέθοδος	Κωδικός
Οξειδίο του αργιλίου ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	Al
Sol-Gel (Διάλυση-Ζελατινοποίηση)	SG
Ball milling (Υγρή λειοτρίβηση)	BM
Πλανητική λειοτρίβηση (Planetary milling) στις νανοκόνεις και στο συμβατικό οξειδίο του αργιλίου και μετά υγρή λειοτρίβηση (Ball milling)	PBM
% Ποσοστό σε νανοκόνεις επί της σκόνης συμβατικού οξειδίου του αργιλίου	1,2,3,4,5,6,7,8,9,10
Θερμοκρασία πυροσυσσωμάτωσης ( °C )	1400,1500,1600

Έτσι στις συνθέσεις της 2<sup>ης</sup> σειράς πειραμάτων, στις οποίες είχαμε απλή ανάμειξη των νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), σε ποσοστό που κυμαινόταν από 2%-10% κ.β. επί της σκόνης και στη συνέχεια υγρή συλλειοτρίβηση με σφαιρίδια αλουμίνας (ball milling), έχουμε την ονοματολογία: AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM, όπου ο αριθμός ανάμεσα στα γράμματα είναι το % ποσοστό σε νανοκόνεις επί της σκόνης συμβατικού οξειδίου του αργιλίου. Οι συγκεκριμένες συνθέσεις ψήθηκαν στους 1500°C και τους 1600°C.

Στις συνθέσεις της 3<sup>ης</sup> σειράς πειραμάτων, όπου αναπτύχθηκε η μέθοδος της ανάμειξης των νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου με συλλειοτρίβηση σε μύλο τριβής, σε ποσοστά που κυμαίνονταν από 1%-9% κ.β. επί της σκόνης και στη συνέχεια υγρή συλλειοτρίβηση με

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

σφαιρίδια αλουμίνιας, έχουμε την ονοματολογία: AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM, όπου ο αριθμός ανάμεσα στα γράμματα είναι το % ποσοστό σε νανοκόνιες επί της σκόνης συμβατικού οξειδίου του αργιλίου. Οι συγκεκριμένες συνθέσεις ψήθηκαν στους 1400°C, 1500°C, 1600°C.

Στις συνθέσεις της 1<sup>ης</sup> σειράς πειραμάτων, όπου έγινε απλή ανάμειξη σε εργαστηριακό αναμεικτήριο έλικα, της συμβατικής σκόνης με νανοσκόνη, η οποία είχε πρώτα λειοτριβηθεί σε πλανητικό μύλο, σε ποσοστά από 1 – 9% κ.β. επί της συμβατικής σκόνης, έχουμε την ονοματολογία: AISG1, AISG2, AISG3, AISG4, AISG5, AISG6, AISG7, AISG8, AISG9, όπου ο αριθμός ανάμεσα στα γράμματα είναι το % ποσοστό σε νανοκόνιες επί της σκόνης συμβατικού οξειδίου του αργιλίου. Οι συγκεκριμένες συνθέσεις ψήθηκαν στους 1500°C.

Τέλος στις συνθέσεις της 4<sup>ης</sup> σειράς πειραμάτων, όπου μελετήθηκαν οι αλληλεπιδράσεις των μικροκυμάτων με άψητα κεραμικά δοκίμια συμβατικού οξειδίου του αργιλίου κυμαινόμενου πάχους (2,3,4 cm) κατά τη διάρκεια της ξήρανσης δεν έχουμε κάποια ιδιαίτερη ονοματολογία. Οι συγκεκριμένες συνθέσεις ψήθηκαν στους 1500°C.

Χρησιμοποιήθηκε ένας εργαστηριακός φούρνος, υψηλής θερμοκρασίας (μέχρι 1750°C), της εταιρείας NABERTHERM του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου (Εικόνα II.3.4.1). Ο ρυθμός ανόδου της θερμοκρασίας στο φούρνο ήταν 2 °C/λεπτό, ο χρόνος παραμονής στη μέγιστη θερμοκρασία 2 ώρες και ο ρυθμός πτώσης της θερμοκρασίας 10°C/λεπτό.



Εικόνα II.3.4.1: Εργαστηριακός φούρνος, υψηλής θερμοκρασίας (μέχρι 1750°C), της εταιρείας NABERTHERM.



### 3.5 Ταυτοποίηση κρυσταλλικών φάσεων

Για τον προσδιορισμό των κρυσταλλικών φάσεων των κόνεων που παρασκευάστηκαν, χρησιμοποιήθηκε το περιθλασίμετρο PW 3710 της εταιρείας Philips του Ινστιτούτου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Πολυτεχνείου του Freiberg (Εικόνα II.3.5.1).

Τα βασικά μέρη του περιθλασίμετρου ακτίνων – Χ είναι μια μονάδα παραγωγής υψηλής τάσεως, η λυχνία των ακτίνων – Χ, το γωνιόμετρο, ο απαριθμητής των ακτίνων – Χ με την ηλεκτρονική μονάδα επεξεργασίας και καταγραφής των κρούσεων και η μονάδα του μικροϋπολογιστή μέσω του οποίου καθοδηγείται ολόκληρο το σύστημα και αξιολογούνται τα δεδομένα που προκύπτουν από την εξέταση του δείγματος. Η λειτουργία του περιθλασίμετρου ακτίνων – Χ στηρίζεται στην περίθλαση των ακτίνων – Χ πάνω στους κρυστάλλους [43].



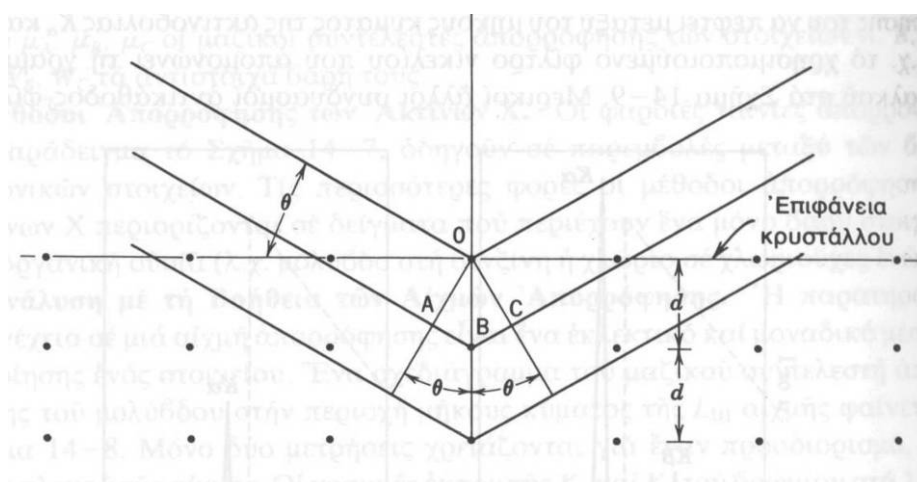
Εικόνα II.3.5.1: Το Περιθλασίμετρο Ακτίνων – Χ PW 3710 της Philips.



### 3.5.1 Περιθλασιμετρία ακτίνων – Χ

Η περίθλαση των ακτίνων – Χ στους κρυστάλλους ερμηνεύτηκε κατά τον W.L.Bragg σαν την ανάκλαση των ακτίνων – Χ, οι οποίες προσπίπτουν υπό ορισμένη γωνία σε πλεγματικά επίπεδα του κρυστάλλου, αν θεωρήσουμε ότι το πλέγμα ενός κρυστάλλου αποτελείται από ομάδες πλεγματικών επιπέδων, τα οποία σε κάθε ομάδα είναι παράλληλα και διαδέχεται το ένα το άλλο, πάντα στην ίδια απόσταση, την απόσταση  $d$ .

Έτσι, όπως φαίνεται και στην Εικόνα II.3.6.1, η προσπίπτουσα στον κρύσταλλο δέσμη των ακτίνων – Χ, εξαιτίας της μεγάλης ικανότητας διείσδυσης, διαπερνά έναν πολύ μεγάλο αριθμό πλεγματικών επιπέδων πριν να απορροφηθεί [43].



Εικόνα II.3.6.1: Περίθλαση ακτίνων – Χ από κρύσταλλο [43].

Η απαίτηση για να έχουμε συμβολή εκφράζεται με τη σχέση:

$$\left. \begin{array}{l} AB + BC = n\lambda \\ AB = BC = d\eta\mu\theta \end{array} \right\} \Rightarrow n\lambda = 2d\eta\mu\theta$$

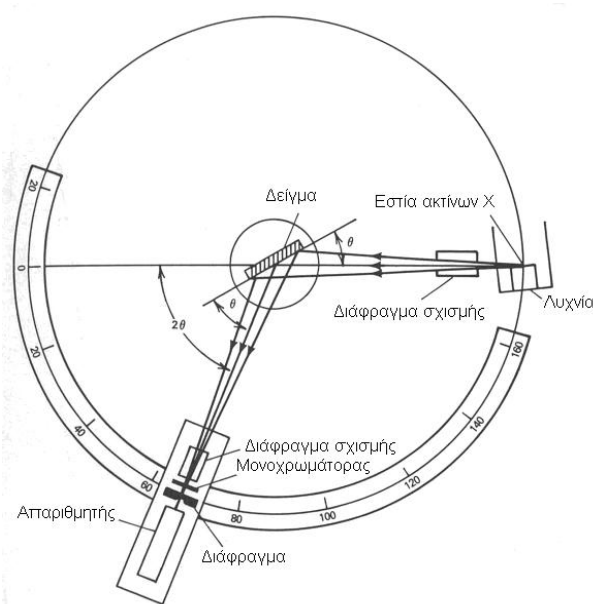
πού είναι γνωστή και ως εξίσωση του Bragg.

Ποσότητα σκόνης της εξεταζόμενης ουσίας βάρους περίπου 1 gr τοποθετείται στην κοιλότητα του δειγματοφορέα με τέτοιο τρόπο ώστε να σχηματίζει επίπεδη επιφάνεια. Στην συνέχεια ο δειγματοφορέας που έχει μορφή πλακιδίου τοποθετείται στην υποδοχή του γωνιομέτρου (Εικόνα

II.3.6.2) του περιθλασίμετρου η οποία παραμένει πάντα στο κέντρο ενός κύκλου που διαγράφει ο απαριθμητής των ακτίνων – X, και μάλιστα βρίσκεται πάντα κάθετα προς το επίπεδο του κύκλου.

Ταυτόχρονα το γωνιόμετρο περιστρέφεται με σταθερή γωνιακή ταχύτητα ίση με το μισό αυτής του απαριθμητή ώστε με την σύγχρονη κίνηση του απαριθμητή και της περιστροφής του δείγματος να σχηματίζεται πάντα η ίδια γωνία ως προς το επίπεδο του δείγματος όπως και το σημείο εξόδου των ακτίνων X της λυχνίας. Στην Εικόνα II.3.6.2 παριστάνεται το διάγραμμα της γεωμετρίας ενός περιθλασίμετρου ακτίνων – X.

Κατά τις ακτινοσκοπήσεις χρησιμοποιήθηκαν: λυχνία χαλκού, τάση επιτάχυνσης 35 kV, ένταση 40 mA και μονοχρωματιστής γραφίτη.



Εικόνα II.3.6.2: Διάγραμμα της γεωμετρίας ενός περιθλασίμετρου ακτίνων – X [36].

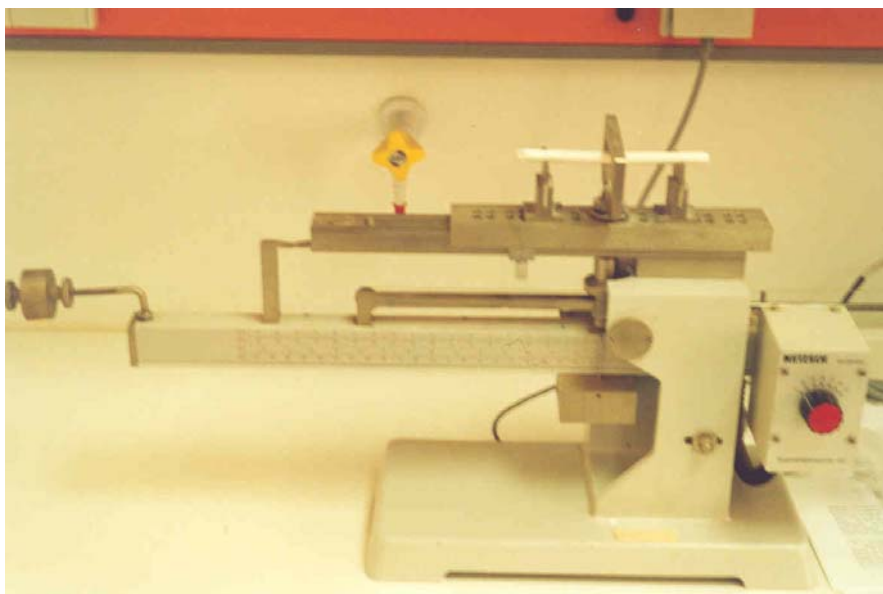
### 3.6 Αντοχή σε κάμψη

Η δοκιμή πραγματοποιήθηκε με την συσκευή Netzsch Biegefestigkeitsprüfer 401 του Εργαστηρίου Γενικής και Τεχνικής Ορυκτολογίας (Εικόνα II.3.7.1).

Το κεραμικό στηρίζεται στα άκρα και η δύναμη, κάθετη προς την μεγάλη διάστασή του, ασκείται σημειακά στο κέντρο. Η φόρτιση γίνεται αυξητικά μέχρι την θραύση του δοκιμίου. Η μέτρηση μπορεί να γίνει με τέσσερις διαφορετικές κλίμακες (20N, 40N, 80N και 240N) ανάλογα με τις

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

μηχανικές αντοχές και την ακρίβεια που απαιτείται. Η μέγιστη δύναμη που μπορεί να ασκήσει είναι 240N.



Εικόνα II.3.7.1: Δοκιμές αντοχών σε κάμψη με την συσκευή Netzsch Biegefestigkeitsprüfer 401.

Η μαθηματική σχέση που συνδέει την τάση με τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά του δοκιμίου και την εφαρμοζόμενη δύναμη είναι η παρακάτω:

$$\sigma = \frac{Fl}{\pi r^3},$$

όπου  $\sigma$  είναι η τάση σε Pa,  $F$  η δύναμη σε N και  $r$  η ακτίνα σε m. Ως μήκος  $l$  ορίζεται η απόσταση των σημείων στήριξης.

### 3.7 Ποροσιμετρία

Για την εκτέλεση των πειραμάτων χρησιμοποιήθηκε το ποροσίμετρο Micromeritics Autopore IV 9500 του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου (Εικόνα II.3.8.1). Το μέσο που εισχωρεί στους πόρους είναι ο υδράργυρος. Επειδή ο υδράργυρος δεν διαβρέχει τα περισσότερα στερεά, απαιτείται εφαρμογή υψηλής πίεσης προκειμένου να εισχωρήσει μέσα στους πόρους του στερεού, και μάλιστα όσο πιο μικροί είναι αυτοί οι πόροι, τόσο πιο μεγάλη πίεση απαιτείται [30].

Γενικά το ποροσίμετρο υδραργύρου μπορεί να ασκήσει πίεση μέχρι 228 MPa (33.000 psia) οπότε ο υδράργυρος διεισδύει σε πόρους μέχρι 0,005

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

μm διάμετρο. Η εξίσωση που συσχετίζει την εφαρμοζόμενη πίεση  $\Delta P$  με την ακτίνα  $r$  των πόρων, θεωρώντας ότι οι πόροι είναι κυλινδρικοί, είναι η εξίσωση Washburn:

$$\Delta P = 2\gamma \cos\theta/r$$

όπου  $\gamma$  η επιφανειακή τάση του υδραργύρου και  $\theta$  η γωνία διαβροχής του υδραργύρου με το δείγμα, που λαμβάνεται ίση με  $140^\circ$  για τα περισσότερα στερεά υλικά.

Πριν αναλυθεί το δείγμα πρέπει να ζυγιστεί όπως επίσης και το πενετρόμετρο (δειγματοφορέας του οργάνου). Μέσω ειδικού λογισμικού καταχωρούνται τα δεδομένα του δείγματος και ρυθμίζονται διάφοροι παράμετροι της ανάλυσης.



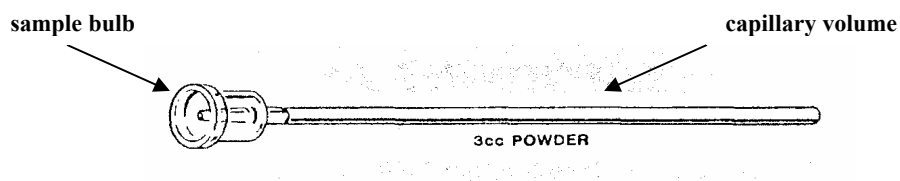
Εικόνα II.3.8.1: Το ποροσίμετρο Micromeritics Autopore IV 9500.

Η ανάλυση αρχίζει με την εισαγωγή του πενετρόμετρου στην θύρα χαμηλής πίεσης. Η πρώτη φάση της ανάλυσης με χαμηλή πίεση περιλαμβάνει την δημιουργία κενού, ώστε να απομακρυνθεί ο αέρας από τους πόρους, και κατόπιν την εφαρμογή πίεσης ώστε να εισέλθει ο υδράργυρος στους πόρους [6]. Η μέγιστη πίεση που ασκείται είναι 207 kPa (30 psia).

Μόλις ολοκληρωθεί η ανάλυση χαμηλής πίεσης το πενετρόμετρο ξαναζυγίζεται και τοποθετείται στην θύρα υψηλής πίεσης. Η μέγιστη τιμή της

πίεσης αυτού του τμήματος της ανάλυσης είναι 228 MPa (33.000 psia). Το όργανο διαθέτει δυο θύρες χαμηλής πίεσης και μια υψηλής.

Ο όγκος των πόρων υπολογίζεται από τον όγκο του υδραργύρου που έχει παραμείνει στο στέλεχος του πενετρόμετρου (Σχήμα II.3.8.2), (penetrometer stem).



Σχήμα II.3.8.2: Πενετρόμετρο (δειγματοφορέας του οργάνου).

Με την αύξηση της πίεσης, ο υδράργυρος εισχωρεί στους πόρους του δείγματος αδειάζοντας το στέλεχος. Όσο μεγαλύτερη είναι η πίεση τόσο μικρότερη είναι η διάμετρος του πόρου που διεισδύει. Με γνωστή την γωνία επαφής και την ακτίνα καμπυλότητας του υδραργύρου υπολογίζεται η διάμετρος του πόρου που έχει διεισδύσει σε δεδομένη πίεση.

Ο όγκος του υδραργύρου στο στέλεχος μετράται μέσω της ηλεκτρικής χωρητικότητας του πενετρόμετρου. Χωρητικότητα είναι το σύνολο του ηλεκτρικού φορτίου που έχει αποθηκευτεί ανά μονάδα τάσης του εφαρμοζόμενου ρεύματος. Η χωρητικότητα του πενετρόμετρου αλλάζει ανάλογα με το μήκος του στελέχους που είναι γεμάτο με υδράργυρο.

Με την αύξηση της πίεσης ο υδράργυρος διεισδύει στους πόρους του δείγματος οπότε μειώνεται ο όγκος του υδραργύρου μέσα στο στέλεχος. Αυτή η μείωση του μήκους του στελέχους του πενετρόμετρου που είναι καλυμμένο με υδράργυρο προκαλεί μείωση στην χωρητικότητά του. Το λογισμικό του οργάνου αναλαμβάνει να μετατρέψει τις μετρήσεις χωρητικότητας σε μέτρηση διαμέτρου πόρων.

### 3.8 Διαστολομετρία

Το διαστολόμετρο καταγράφει τη συστολή ή τη διαστολή του μήκους που παρουσιάζουν τα κεραμικά αντικείμενα κατά την θέρμανσή τους. Σε ένα ψημένο αντικείμενο το όργανο υπολογίζει τελικά τον συντελεστή γραμμικής

### 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

θερμικής διαστολής του υλικού [3]. Ο συντελεστής γραμμικής θερμικής διαστολής ( $\alpha$ ) ορίζεται από τη σχέση:

$$\alpha = \frac{dl}{l_0 dt}$$

όπου  $dl$  είναι η μεταβολή του μήκους του υλικού,  $l_0$  το μήκος στους 273°K και  $dt$  η μεταβολή της θερμοκρασίας (από 273°K μέχρι  $t$ ) [44].

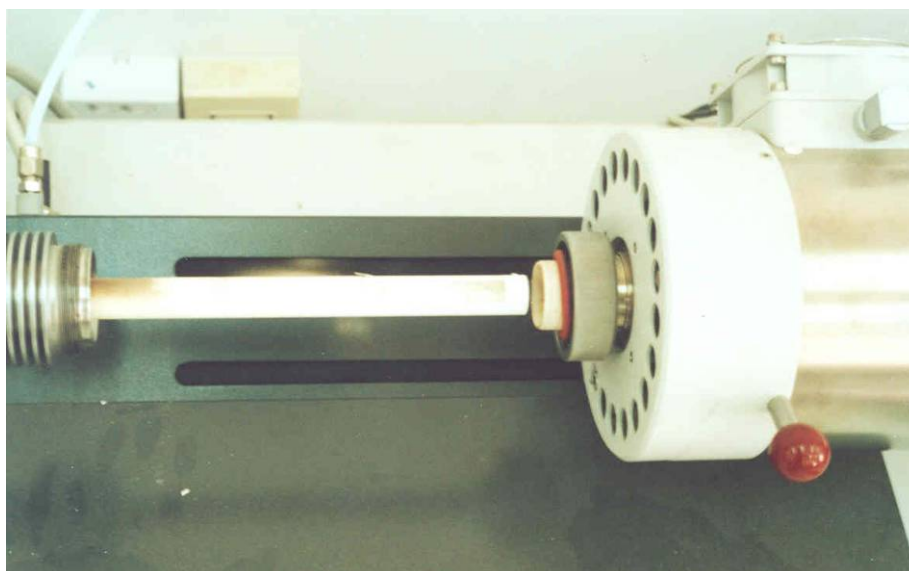
Όλες οι μετρήσεις έγιναν με το διαστολόμετρο Netzsch DIL 402C του Εργαστηρίου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου (Εικόνα II.3.9.1).



**Error! Objects cannot be created from editing field codes.**

*Εικόνα II.3.9.1: Το διαστολόμετρο Netzsch DIL 402C.*

Το όργανο αυτό διαθέτει κλίβανο, εσωτερικά του οποίου υπάρχει ένας κύλινδρος που λειτουργεί ως δειγματοφορέας (Εικόνα II.3.9.2).



*Εικόνα II.3.9.2: Το διαστολόμετρο Netzsch DIL 402C. Διακρίνεται ο κλίβανος και ο κυλινδρικός δειγματοφορέας.*

Στο εσωτερικό του υπάρχει ράβδος από οξειδίο του αργιλίου που έχει την δυνατότητα να κινείται και να μετράει την μεταβολή του μήκους, και

επιπλέον, ένα θερμοστοιχείο το οποίο πρέπει να βρίσκεται όσο το δυνατό πιο κοντά στο δείγμα αλλά να μην εφάπτεται.

Η ευαισθησία του οργάνου είναι 1,25nm και μπορεί να φτάσει μέχρι τους 1650°C. Η θερμοκρασία αυτή μπορεί να είναι και υψηλότερη ανάλογα με το υλικό του δειγματοφορέα.

Το διαστολόμετρο για να λειτουργήσει χρειάζεται τις εξής περιφερειακές μονάδες: υδατόλουτρο, μονάδα τροφοδοσίας (power unit) και καταγραφικό. Το υδατόλουτρο περιλαμβάνει ένα ελεγκτή θερμοκρασίας του απιονισμένου νερού και χρησιμοποιείται για την ψύξη του συστήματος. Είναι προϊόν της εταιρίας Julabo, τύπος F25. Οι άλλες μονάδες προέρχονται από την ίδια εταιρία με το όργανο. Το καταγραφικό, τύπου Tasc 414/4, ουσιαστικά συνδέει το όργανο με τον ηλεκτρονικό υπολογιστή.

Μέσω ειδικού λογισμικού είναι δυνατόν να καθοριστεί ο επιθυμητός ρυθμός ανόδου της θερμοκρασίας, η μέγιστη τιμή της καθώς και άλλοι παράμετροι. Ο ρυθμός που επιλέχθηκε είναι 5°C/min και η τελική θερμοκρασία 1550°C.

Για την βαθμονόμηση του οργάνου χρησιμοποιήθηκαν πρότυπα δείγματα οξειδίου του αργιλίου. Το προς μέτρηση κεραμικό πρέπει να είναι λείο και να έχει κυλινδρικό σχήμα με μέγιστο μήκος και διάμετρο, 25mm και 8mm αντίστοιχα.

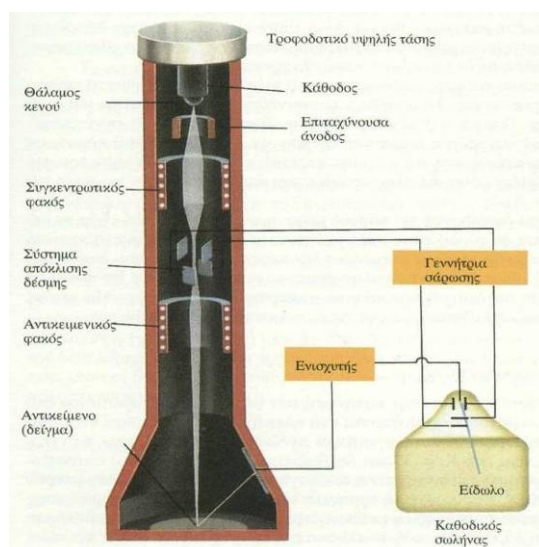
#### 3.9 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που χρησιμοποιήθηκε ήταν το XL SERIES, EDAX Analysis, της εταιρείας Philips του Ινστιτούτου Τεχνολογίας Κεραμικών και Υάλου του Freiberg. Το προς εξέταση δείγμα επικαλύπτεται με ένα λεπτό στρώμα χρυσού προκειμένου να καταστεί αγωγίμη η επιφάνειά του. Στη συνέχεια τοποθετείται σε θάλαμο όπου υπάρχει υψηλό κενό και βομβαρδίζεται με μια δέσμη ηλεκτρονίων. Από το όργανο λαμβάνονται εικόνες με την βοήθεια των οποίων γίνονται οι οπτικές παρατηρήσεις του δείγματος.

Η βασική αρχή λειτουργίας του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (Scanning Electron Microscope) είναι η σάρωση του δείγματος με μια δέσμη ηλεκτρονίων καλά εστιασμένη (Σχήμα II.3.10.1). Καθώς η δέσμη σαρώνει το

δείγμα, ηλεκτρόνια ανακρούονται από αυτό και συγκεντρώνονται σε μια άνοδο συλλογής, που διατηρείται σε δυναμικό μερικές εκατοντάδες Volt θετικότερο ως προς το δείγμα. Το ρεύμα στην άνοδο συλλογής ενισχύεται και χρησιμοποιείται για να διαμορφώσει τη δέσμη ηλεκτρονίων σε καθοδικό σωλήνα, ο οποίος σαρώνεται σε συγχρονισμό με τη δέσμη του μικροσκοπίου. Ο καθοδικός σωλήνας παρουσιάζει έτσι ένα πολύ μεγενθυμένο είδωλο του αντικειμένου. Η δέσμη των ηλεκτρονίων παράγεται από την θερμιονική εκπομπή ενός νήματος βολφραμίου και επιταχύνεται από ένα ηλεκτρικό πεδίο με τάση από 5 – 30 kV. Καθώς η δέσμη προσπίπτει στην επιφάνεια του δοκιμίου και εισχωρεί σε ένα βάθος της τάξεως του 1μm προκαλεί την εκπομπή νέων ηλεκτρονίων, αλλά και ακτίνων-X από το δείγμα. Τα ηλεκτρόνια που εκπέμπονται από το δείγμα διακρίνονται σε δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered).

Η κλασσική εικόνα που συνήθως λαμβάνεται με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης και βάσει της οποίας γίνεται η μελέτη των δειγμάτων σχηματίζεται από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια και οι ακτίνες – X δίνουν πληροφορίες για τη χημική σύσταση του δείγματος.



Σχήμα II.3.10.1: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) [40].

Το δείγμα μπορεί να είναι παχύ σε σχέση με τα κοινά ηλεκτρονικά μικροσκόπια, αφού η δέσμη δεν χρειάζεται να περάσει δια μέσου αυτού. Επίσης, η παραγωγή των ανακρουόμενων ηλεκτρονίων εξαρτάται από τη γωνία πρόσπτωσης της δέσμης στην επιφάνεια. Συνεπώς, οι μικρογραφίες



### *3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ*

του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης έχουν πολύ καλύτερη τρισδιάστατη εμφάνιση από τις συνήθεις. Η διακριτικότητα είναι της τάξης των νανόμετρων, πολύ μεγαλύτερη από εκείνη των καλύτερων οπτικών μικροσκοπίων.

### **III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ**



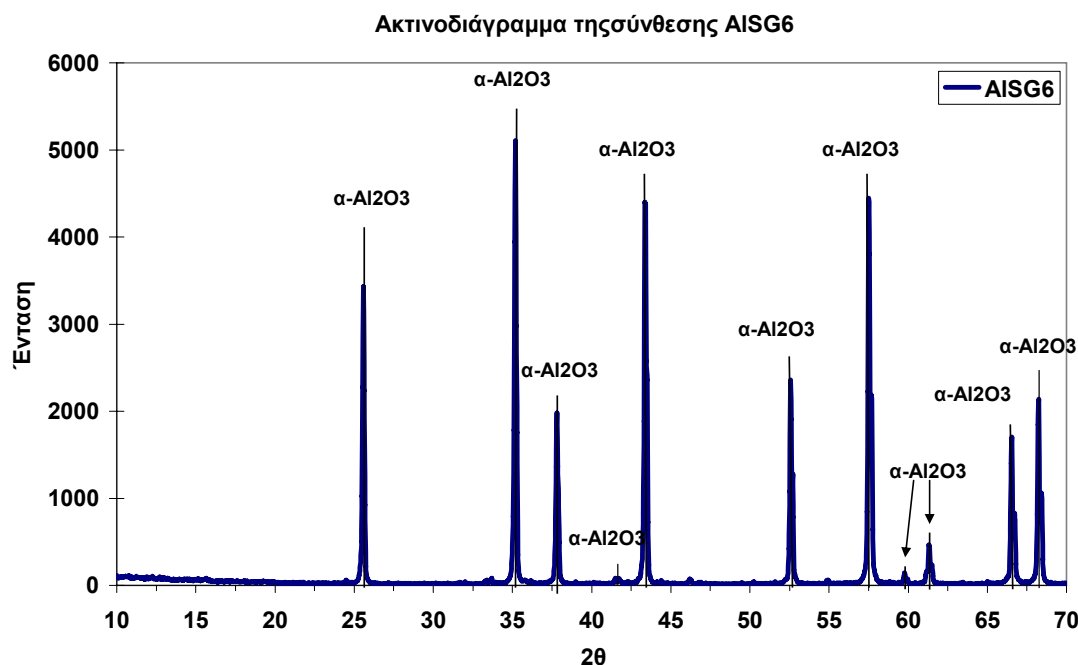
### Εισαγωγή

Στην εργασία αυτή ερευνήθηκε η ενίσχυση που μπορεί να επιτευχθεί σε πορώδη κεραμικά που παρασκευάζονται από συμβατικές κόνεις αλουμίνας με την προσθήκη σε αυτήν μικρών ποσοτήτων νανοκόνεων. Για αυτό σκοπό έγινε συστηματική μελέτη του τρόπου ανάμειξης των νανοκόνεων με την συμβατική. Μελετήθηκαν τρεις διαφορετικοί τρόποι ανάμειξης: πρώτα με απλή ανάμειξη, στη συνέχεια με υγρή λειοτρίβηση και τέλος με ταυτόχρονη ξηρή συλλειοτρίβηση του μείγματος σε μύλο τριβής ακολουθούμενη από υγρή συλλειοτρίβηση. Όλες οι μέθοδοι έδειξαν ότι η προσθήκη των νανοκόνεων οδηγεί σε σχεδόν γραμμική αύξηση του πορώδους και σε αύξηση των αντοχών, τουλάχιστον για κάποια ποσοστά, αλλά τα αποτελέσματα για την τελευταία διαδικασία ήταν και τα πιο ελπιδοφόρα.

### 1. ΑΠΛΗ ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΣΕ ΑΝΑΜΕΙΚΤΗΡΙΟ ΜΑΖΩΝ

Για την παρασκευή των κεραμικών δοκιμών χρησιμοποιήθηκε εμπορική λεπτόκοκκη σκόνη οξειδίου του αργιλίου, στην οποία προστέθηκε νανοφασικό οξείδιο του αργιλίου σε ποσοστά από 1 έως 9% κ.β επί της συμβατικής σκόνης. Πραγματοποιήθηκε λειοτρίβηση των συσσωματωμένων νανοκόνων σε ένσφαιρο πλανητικό μύλο λειοτρίβησης της εταιρείας Fritsch (Σχήμα III.3.1.2), στις 180 στροφές το λεπτό και για 45 λεπτά περίπου για να σπάσουν τα συσσωματώματα και στη συνέχεια απλή ανάμειξη για να εξαχθεί ένα πρώτο συμπέρασμα για την αποτελεσματικότητα της ενίσχυσης κεραμικών με νανοκόνες.

Αρχικά έγινε ακτινοσκόπηση με την μέθοδο της περίθλασης των ακτίνων X για τον προσδιορισμό των κρυσταλλικών φάσεων. Εξετάστηκε ένα δείγμα από όλες τις συνθέσεις και όπως φαίνεται και από το Σχήμα III.1.1, η σύνθεση AISG6 αποτελείται μόνο από  $\alpha$ -αλούμινα (κορούνδιο), ενώ όλες οι συνθέσεις έχουν την ίδια σύσταση με μοναδική φάση που ανιχνεύθηκε, την φάση του κορουνδίου.

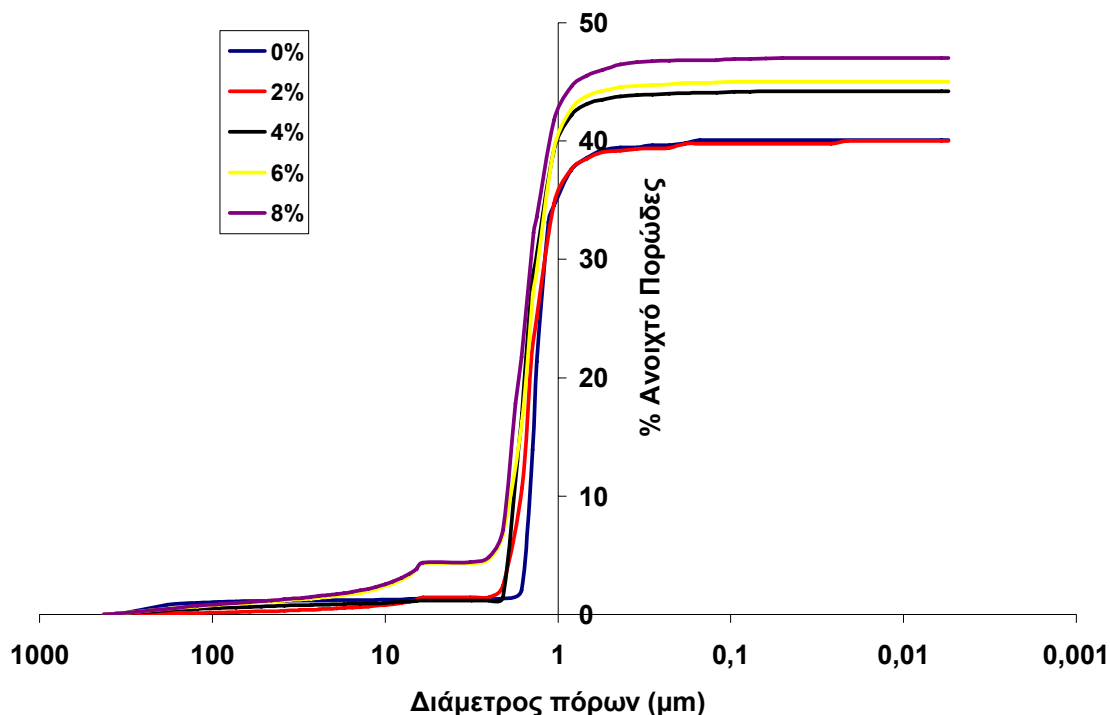


Σχήμα III.1.1: Ακτινοδιάγραμμα της σύνθεσης AISG6.

Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκαν ποροσιμετρίες για το συμβατικό οξείδιο του αργιλίου και για όλες τις συνθέσεις. Το συγκριτικό διάγραμμα

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

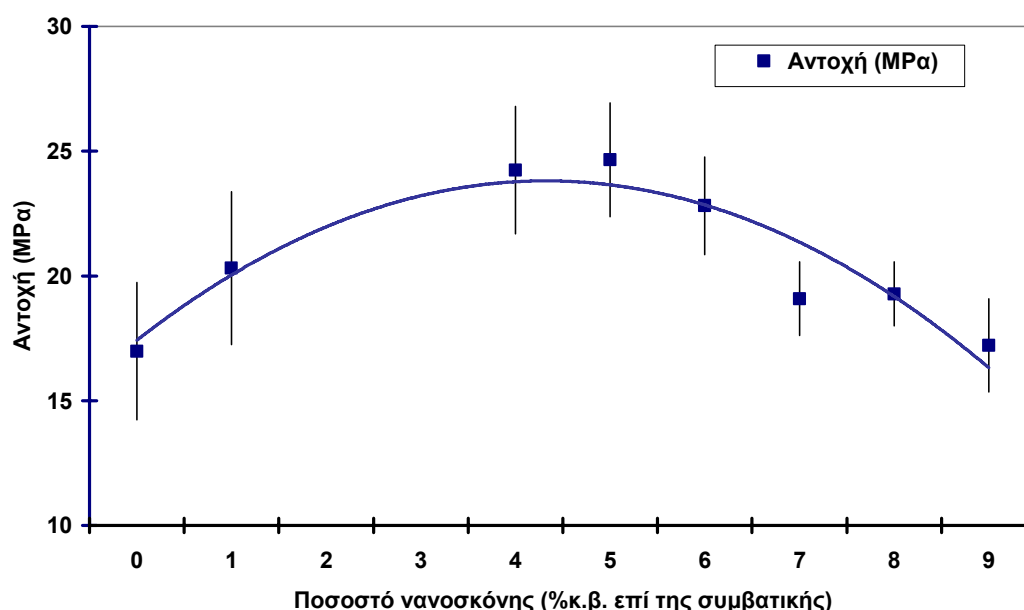
παρουσιάζεται στο Σχήμα III.1.2. Οι συνθέσεις παρουσιάζουν υψηλό πορώδες, από 40% μέχρι 47%, με μέσο μέγεθος πόρων από 1,3 μέχρι 1,7  $\mu\text{m}$ . Πιο συγκεκριμένα όσο αυξάνει το ποσοστό σε νανοκόνεις αυξάνει και το ανοιχτό πορώδες και η μέση διάμετρος των πόρων, με εξαίρεση τη σύνθεση AISG3 που έχει μεγάλο ανοιχτό πορώδες (47%) και μέσο μέγεθος πόρων 1,7  $\mu\text{m}$ .



Σχήμα III.1.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2, AISG4, AISG6, AISG8 και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500°C.

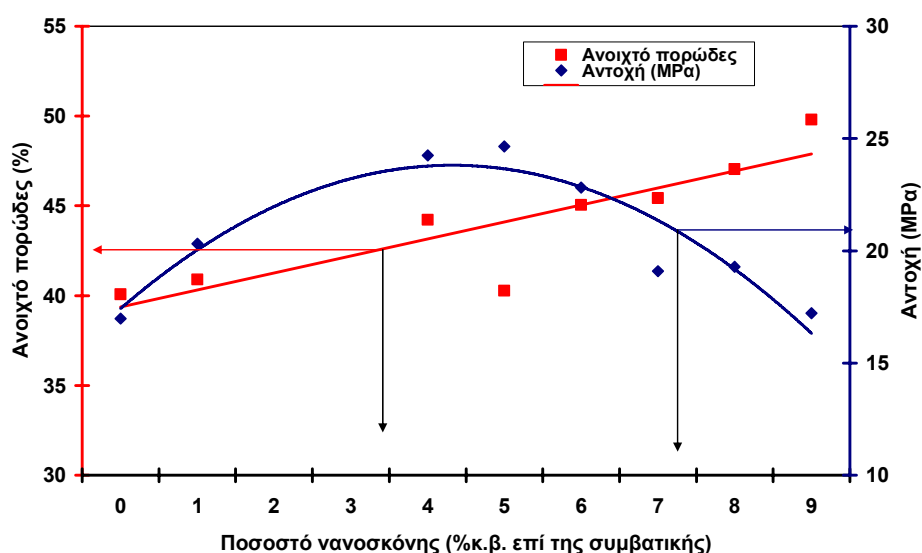
Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη (3 σημείων) που φαίνονται στο Σχήμα III.1.3 και κυμαίνονται στα 17 με 25 MPa, δείχνουν μια αύξηση των αντοχών των δοκιμών μέχρι τη σύνθεση με 4% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG4) και στη συνέχεια μια μείωση των αντοχών των δοκιμών μέχρι τη σύνθεση με 9% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG9).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.1.3: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

Η βελτιωμένη αντοχή για τη σύνθεση AISG4 δεν μπορεί να δικαιολογηθεί από την αντίστοιχη τιμή του ανοιχτού πορώδους (44%). Αντίθετα για τις συνθέσεις με ποσοστά σε νανοκόνεις 3% και από 7-9% (AISG3, AISG7, AISG8, AISG9), οι μειωμένες αντοχές πρέπει να οφείλονται στο αυξημένο πορώδες που παρουσιάζουν, 47%, 45%, 47% και 49% αντίστοιχα. Κάτι τέτοιο φαίνεται καλύτερα στο Σχήμα III.1.4.



Σχήμα III.1.4: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.

Παρατηρείται λοιπόν μια γραμμική αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνεων στις συνθέσεις, ενώ ταυτόχρονα

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

έχουμε μια αύξηση της αντοχής, μέχρι τη σύνθεση με 5% ποσοστό σε νανοκόνεις, της τάξης του 50% ( από τα 17 MPa στα 25 MPa), όπου παρατηρείται η βέλτιστη τιμή και στη συνέχεια πάλι μια μείωση μέχρι την τιμή των 17MPa.

Στον Πίνακα III.1.1 παρουσιάζονται συνολικά οι μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.1.1: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων.

ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1500°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
AI115-25	17,0	2,8	16,2
AISG1	20,3	3,1	15,1
AISG2	15,8	4,9	30,9
AISG3	14,6	4,0	27,3
AISG4	24,2	2,6	10,6
AISG5	24,6	2,3	9,3
AISG6	22,8	2,0	8,6
AISG7	19,1	1,5	7,8
AISG8	19,3	1,3	6,7
AISG9	17,2	1,9	10,8

Στη συνέχεια εξετάστηκε η μικροδομή με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM). Εξετάστηκαν δείγματα από τις συνθέσεις AISG1, AISG3, AISG5, AISG7 και AISG9. Σε όλες τις φωτογραφίες φαίνεται ότι δεν υπάρχουν



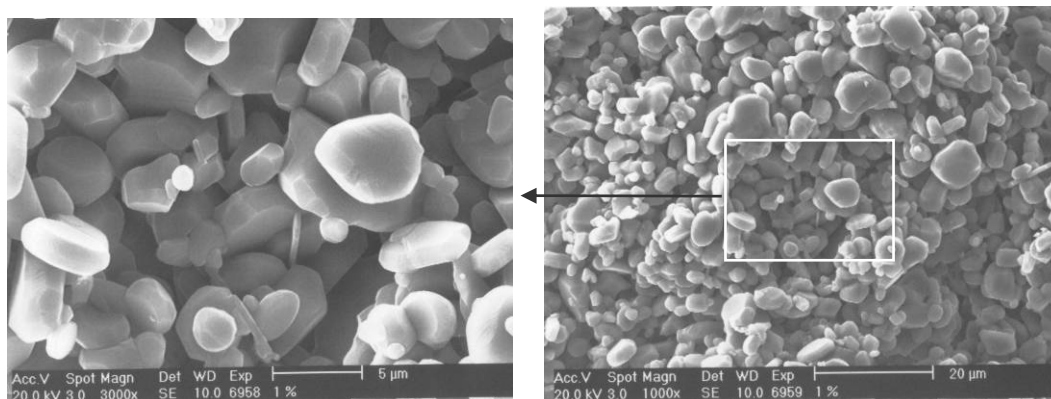
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

ρωγμές καθώς και το πολύ καλό 'δέσιμο' των κόκκων. Στον επόμενο Πίνακα (III.1.2) παρουσιάζονται οι τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις όπου παρατηρείται σε γενικές γραμμές το γεγονός ότι όσο αυξάνουμε το ποσοστό έχουμε μια μικρή μείωση στο μέσο μέγεθος των κόκκων.

Πίνακας III.1.2: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις.

% κ.β ποσοστό σε νανοκόνεις	Μέσο μέγεθος των κόκκων (μm)
1	4
3	3
5	4
7	3
9	2,5

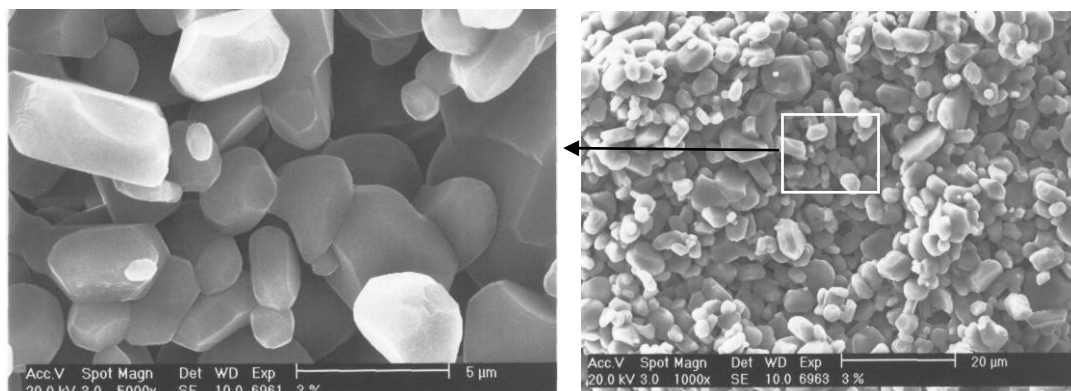
Παρατηρούμε λοιπόν ότι παρ' όλο που έχουμε ικανοποιητική διασπορά των νανοκόνεων και δεν έχουμε δημιουργία έντονων συσσωματωμάτων το μέσο μέγεθος των κόκκων δεν έχει σημαντική μείωση, λόγω του φαινομένου της μεγέθυνσης των κόκκων. Στη σύνθεση AISG1 (Εικόνα III.1.5) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 1μm έως 10 μm, με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 4 μm.



Εικόνα III.1.5: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000 και x1000 για τη σύνθεση AISG1.

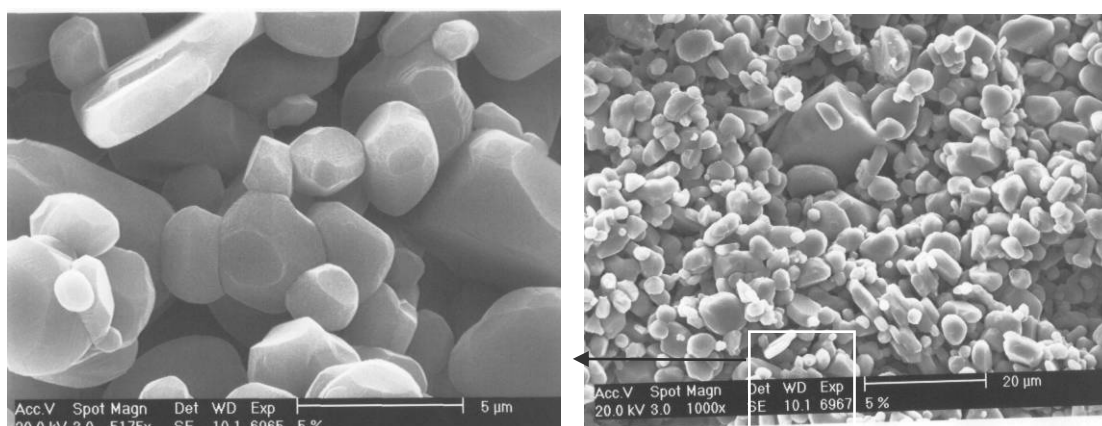
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στη σύνθεση AISG3 (Εικόνα III.1.6) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,9  $\mu\text{m}$  έως 8,5  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 3  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.1.6: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 5000$  και  $\times 1000$  για τη σύνθεση AISG3.

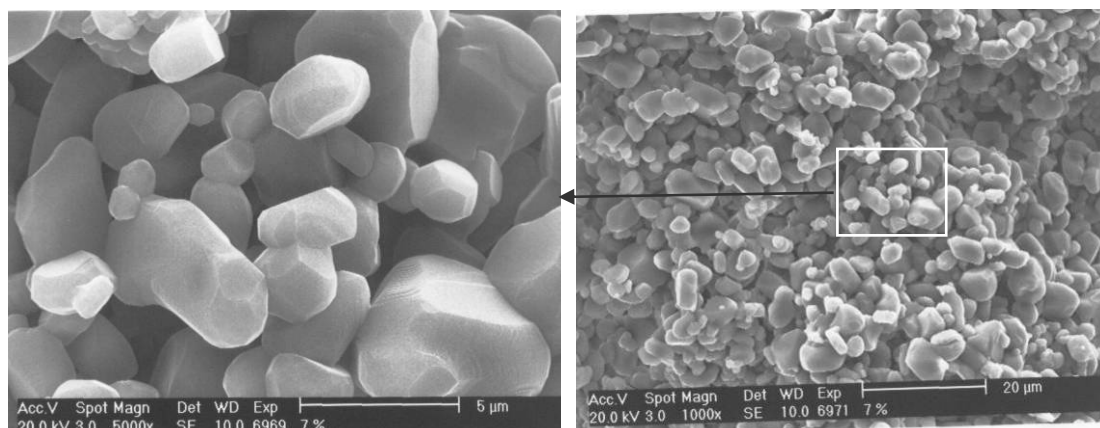
Στη σύνθεση AISG5 (Εικόνα III.1.7) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,8  $\mu\text{m}$  έως 8,9  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 4,1  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.1.7: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 5000$  και  $\times 1000$  για τη σύνθεση AISG5.

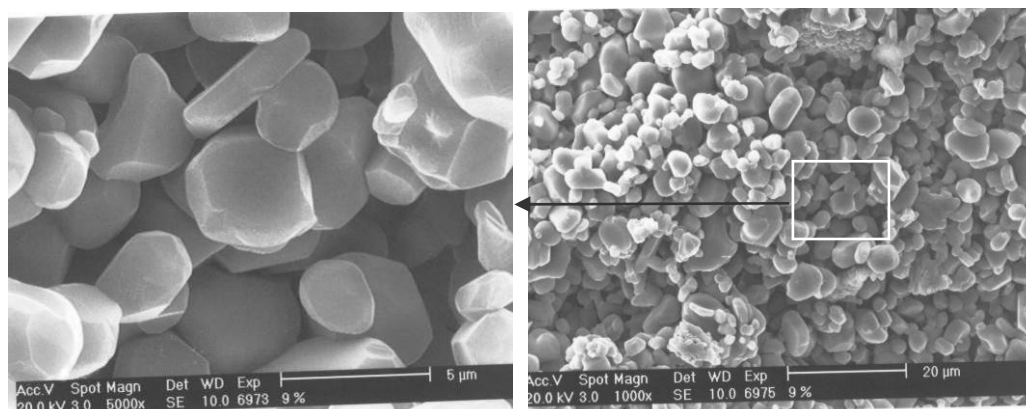
Παρατηρείται λοιπόν ότι μέχρι τις συνθέσεις με 5% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG1, AISG3, AISG5), (Εικόνες III.1.5, III.1.6, III.1.7) δεν έχουμε σχηματισμό συσσωματωμάτων, όπως έγινε με τις συνθέσεις των επόμενων πειραμάτων, πράγμα που σημαίνει ότι η λειοτρίβηση των νανοκόνεων στον πλανητικό μύλο πριν την ανάμειξη με το συμβατικό οξείδιο του αργιλίου βοήθησε στην επίτευξη καλής ομοιογενοποίησης και διασποράς των νανοκόνεων.

Στη σύνθεση AISG7 (Εικόνα III.1.8) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,9  $\mu\text{m}$  έως 8  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 3  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.1.8: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG7.

Στη σύνθεση AISG9 (Εικόνα III.1.9) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,5  $\mu\text{m}$  έως 8  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 2,5  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.1.9: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x5000 και x1000 για τη σύνθεση AISG9.

Στις συνθέσεις λοιπόν με ποσοστό σε νανοκόνεις 7 και 9% (AISG7, AISG9), (Εικόνες III.1.8, III.1.9) έχουμε σχηματισμό συσσωματωμάτων σε μερικά σημεία αλλά το φαινόμενο δεν είναι τόσο έντονο.

Ένα συνολικό συμπέρασμα που μπορεί να εξαχθεί από την πρώτη σειρά πειραμάτων είναι ότι παρόλο που πραγματοποιήθηκε απλή ανάμειξη νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη, είχαμε σχετικά ικανοποιητικά αποτελέσματα. Φάνηκε μια σχεδόν γραμμική αύξηση του πορώδους καθώς αυξανότανε το ποσοστό σε νανοσκόνη. Παρόλο που είχαμε αύξηση του πορώδους, η αντοχή σε κάμψη των συνθέσεων είχε αυξητική τάση για ποσοστά 4 και 5% σε νανοσκόνη. Από εκεί και έπειτα η προσθήκη περισσότερου νανοϋλικού υποβάθμιζε τις αντοχές καθώς η συνεπαγόμενη αύξηση του πορώδους υποβάθμιζε τις ενισχυτικές ιδιότητες των νανοκόνεων.

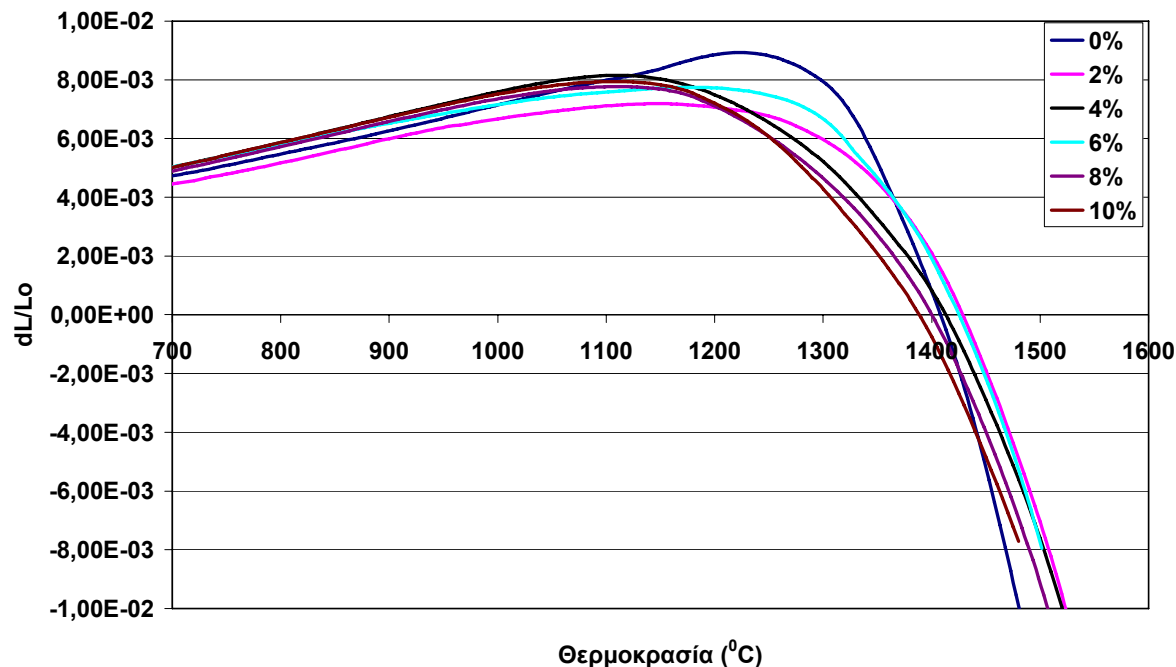
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η διασπορά των νανοκόνων ήταν ικανοποιητική, τουλάχιστον για ποσοστά μέχρι 5% σε νανοσκόνη, καθώς στη συνέχεια είχαμε δημιουργία συσσωματωμάτων αν και όχι σε μεγάλο βαθμό

## 2. ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΜΕ ΥΓΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ ΤΟΥ ΜΙΓΜΑΤΟΣ

Μετά από τα παραπάνω ενθαρρυντικά αποτελέσματα, πραγματοποιήθηκε μία ακόμη σειρά από πειράματα. Έγινε ανάμειξη, με υγρή συλλειοτρίβηση, συμβατικής λεπτόκοκκης σκόνης οξειδίου του αργιλίου με νανοφασικό οξείδιο του αργιλίου, η οποία παράχθηκε με τη μέθοδο της διάλυσης - ζελατινοποίησης (SOL – GEL), σε διάφορα ποσοστά. Συγκεκριμένα πραγματοποιήθηκε ανάμειξη των παραγόμενων νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), σε ποσοστό που κυμαινόταν από 2%-10% επί της σκόνης, με υγρή λειοτρίβηση με σφαιρίδια αλουμίνας (ball milling). Σκοπός ήταν να επιτύχουμε βελτίωση των αποτελεσμάτων της προηγούμενης σειράς πειραμάτων

Αρχικά πραγματοποιήθηκαν δοκιμές διαστολομετρίας όπου μετρήθηκε η μεταβολή του μήκους των άψητων δοκιμίων συναρτήσει της θερμοκρασίας. Στο Σχήμα III.2.1, που είναι ένα συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων, παραθέτονται οι μετρήσεις για τις συνθέσεις.



Σχήμα III.2.1: Συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου.

Για το συμβατικό οξείδιο του αργιλίου η θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης είναι περίπου 1225 °C, για το AISG2BM είναι 1140 °C,

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

για το AISG4BM είναι 1100 °C, για το AISG6BM είναι 1171 °C, για το AISG8BM 1100 °C και για το AISG10BM 1105 °C. Από αυτό το σημείο ξεκινάει η συστολή του δοκιμίου με διαρκώς αυξανόμενο ρυθμό. Παρατηρούμε λοιπόν ότι η προσθήκη νανοσκόνης υποβιβάζει τη θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης πάνω από 100 °C. Γενικά μπορεί να εξαχθεί το συμπέρασμα ότι οι κόκκοι των συνθέσεων με την προσθήκη των νανοκόνεων έχουν γίνει πιο δραστικοί και αρχίζουν τις διαδικασίες διάχυσης από σχετικά χαμηλότερες θερμοκρασίες, αλλά στη συνέχεια έχουμε πιο αργή μεταβολή του μήκους των δοκιμίων που σημαίνει ότι οι νανοκόνεις χάνουν τη δραστικότητά τους όσο εξελίσσεται το φαινόμενο της πυροσυσσωμάτωσης και μεγεθύνονται σε μεγαλύτερους κόκκους. Παρατίθεται Πίνακας (II.2.1) της θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.

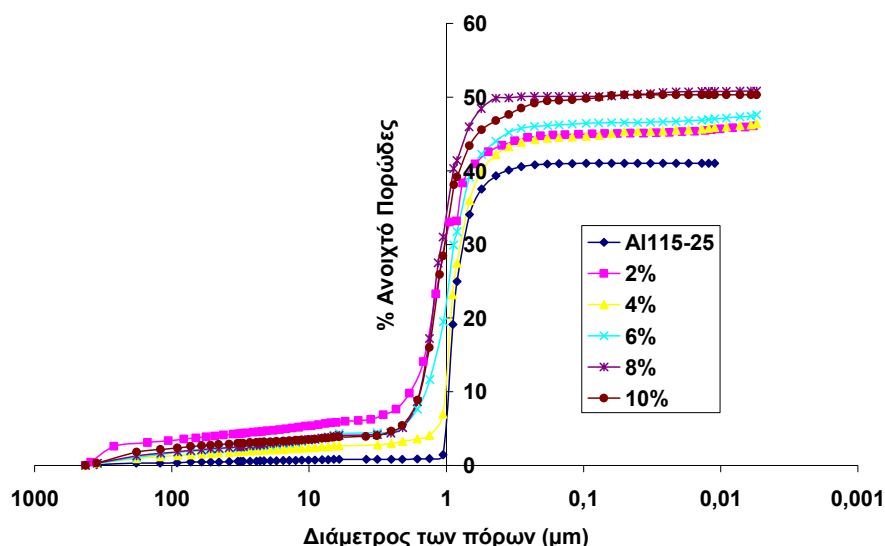
Πίνακας III.2.1: Τιμές θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.

<b>% κ.β ποσοστό σε νανοκόνεις</b>	<b>Θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης(°C)</b>
0	1225
2	1140
4	1100
6	1171
8	1100
10	1105

Στη συνέχεια μετρήθηκαν τα χαρακτηριστικά της πορώδους δομής τους όπως είναι το πορώδες, το μέσο μέγεθος πόρων, η κατανομή του μεγέθους των πόρων κ.α. με την χρήση ποροσίμετρου υδραργύρου. Μετρήθηκε ένα δείγμα, από τις συνθέσεις AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM, που ψήθηκαν στις θερμοκρασίες 1500 °C και 1600 °C. Η παράθεση των αποτελεσμάτων αρχίζει με τις συνθέσεις που ψήθηκαν στους

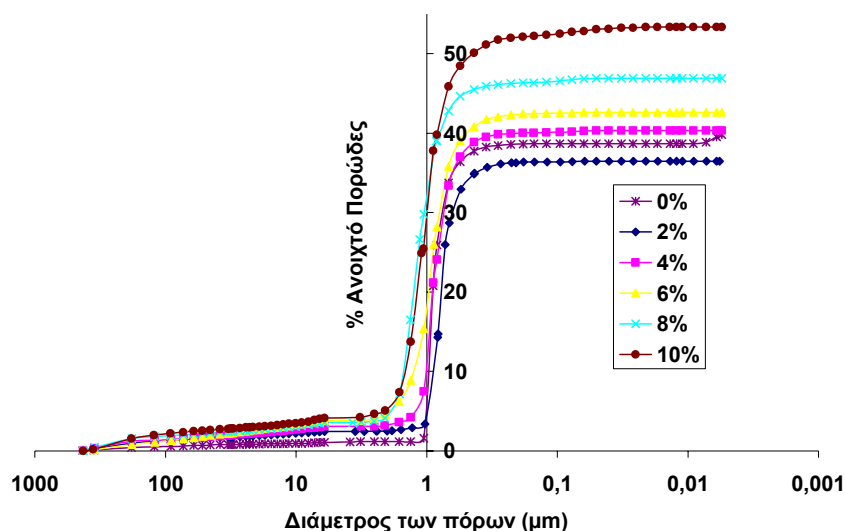
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1500 °C. Οι συνθέσεις στο Σχήμα III.2.2 παρουσιάζουν υψηλό πορώδες, από 41% μέχρι 50%, με μέσο μέγεθος πόρου από 0,9 μέχρι 1,1μm. Μάλιστα το 80% των πόρων έχουν διάμετρο 1μm οπότε και η κατανομή είναι πολύ στενή. Πιο συγκεκριμένα όσο αυξάνει το ποσοστό σε νανοκόνεις αυξάνει και το ανοιχτό πορώδες και η μέση διάμετρος των πόρων.



Σχήμα III.2.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

Με την αύξηση θερμοκρασίας στους 1600 °C έχουμε το παρακάτω συγκριτικό διάγραμμα (Σχήμα III.2.3). Οι συνθέσεις παρουσιάζουν τιμές πορώδους, από 39,5% μέχρι 53%, με αυξητική τάση όσο αυξάνεται το ποσοστό σε νανοκόνεις, με μέσο μέγεθος πόρου από 0,8 μέχρι 1,2 μm. Πάλι παρατηρούμε ότι όσο αυξάνει το ποσοστό σε νανοκόνεις αυξάνει το πορώδες και η μέση διάμετρος των πόρων. Σε σχέση με τις συνθέσεις που ψήθηκαν στους 1500 °C το πορώδες παρουσιάζει σημαντική μείωση στην τιμή του.

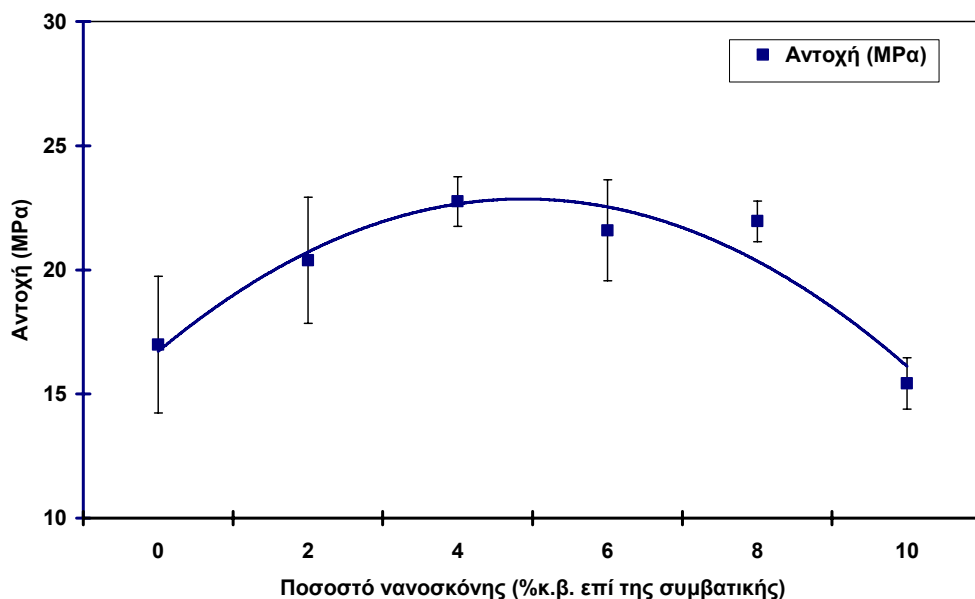


Σχήμα III.2.3: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1600°C.

Αυτό ήταν αναμενόμενο αφού με την αύξηση της θερμοκρασίας έψησης γίνεται καλύτερη πυροσυσσωμάτωση οπότε οι πόροι συνενώνονται και κατά συνέπεια μειώνονται σε αριθμό αλλά αυξάνουν σε μέγεθος.

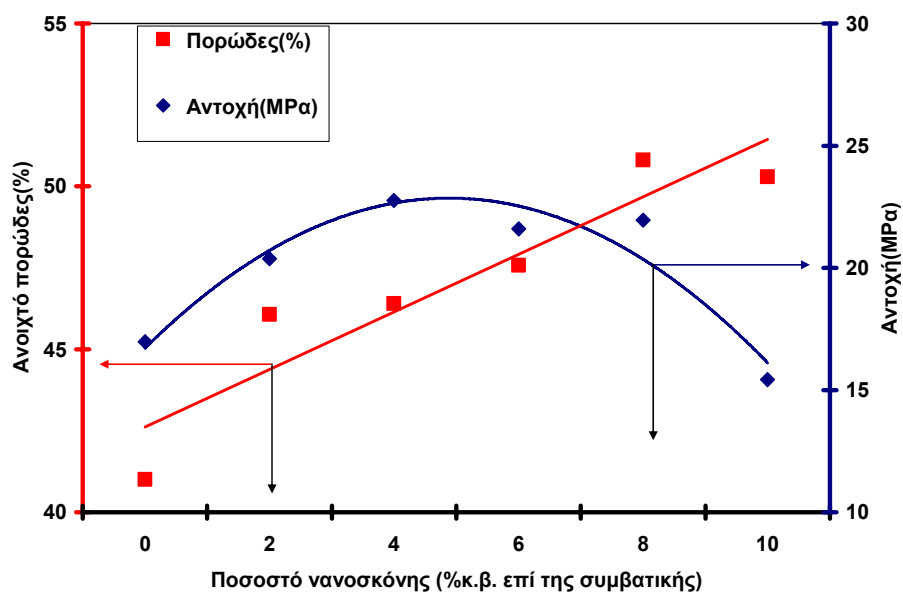
Στη συνέχεια έγιναν μετρήσεις αντοχών σε κάμψη (3 σημείων) στις συνθέσεις που ψήθηκαν στους 1500 °C. Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη που κυμαίνονται και αυτές στα 17 με 25 MPa (Σχήμα III.2.4), παρουσιάζουν σχεδόν την ίδια συμπεριφορά με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, δηλαδή δείχνουν μια αύξηση περίπου 50% των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 4% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG4BM) και στη συνέχεια μια μείωση των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 10% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG10BM). Εξαίρεση παρουσιάζει η σύνθεση AISG8BM1500, όπου έχει σχετικά καλές αντοχές.





Σχήμα III.2.4: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1500°C

Οι βελτιωμένες αντοχές για τις συνθέσεις AISGBM2 και AISGBM4, αλλά πολύ περισσότερο για την AISGBM8 δεν μπορούν να δικαιολογηθούν από τις αντίστοιχες τιμές του ανοιχτού πορώδους καθώς οι συγκεκριμένες συνθέσεις έχουν τιμές 46% και 46,5% και 51% αντίστοιχα (Σχήμα III.2.5). Αντίθετα για τις συνθέσεις AISGBM6, AISGBM10, οι μειωμένες αντοχές πρέπει να οφείλονται στο αυξημένο πορώδες που παρουσιάζουν, 47,5% και 50% αντίστοιχα. Κάτι τέτοιο φαίνεται καλύτερα στο Σχήμα III.2.5.



Σχήμα III.2.5: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Παρατηρείται λοιπόν μια γραμμική αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνων στις συνθέσεις, ενώ ταυτόχρονα έχουμε πάλι μια, μικρή αλλά άξια αναφοράς( από τα 17 MPa στα 23 MPa), αύξηση της αντοχής των συνθέσεων μέχρι τη σύνθεση AISGBM4, όπου παρατηρείται η βέλτιστη τιμή και στη συνέχεια πάλι μια μείωση μέχρι την τιμή των 17MPa. Εξαίρεση παρουσιάζει η σύνθεση AISGBM8 που αν και έχει τη μεγαλύτερη τιμή ανοιχτού πορώδους (51%), εντούτοις παρουσιάζει αντοχή κοντά στη βέλτιστη τιμή (22,5 MPa).

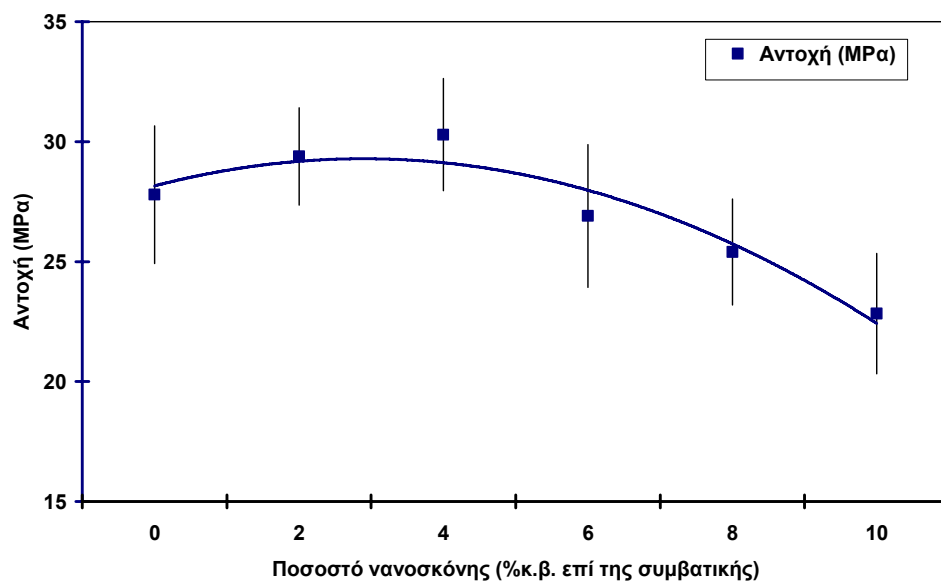
Στον Πίνακα III.2.2 παρουσιάζονται μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.2.2: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1500°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
AI115-25	17,0	2,8	16,2
AISG2BM	20,4	2,5	12,5
AISG4BM	22,8	1,0	4,4
AISG6BM	21,6	2,0	9,5
AISG8BM	22,0	0,8	3,8
AISG10BM	15,4	1,0	6,7

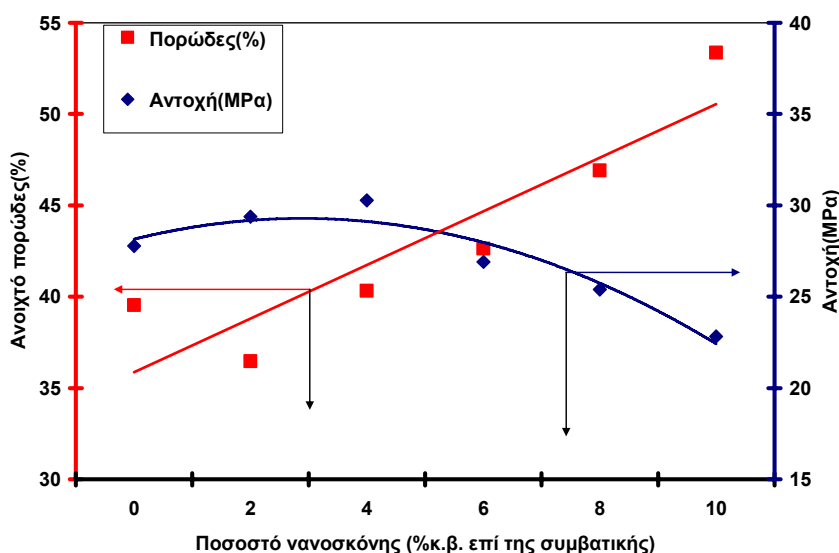
Με την αύξηση της θερμοκρασίας στους 1600 °C παρατηρείται αύξηση των αντοχών σε κάμψη σε σχέση με τις συνθέσεις των προηγούμενων πειραμάτων στην ίδια θερμοκρασία. Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη που κυμαίνονται στα 20-30 MPa, παρουσιάζουν πάλι την ίδια συμπεριφορά με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, δηλαδή δείχνουν μια μικρή αύξηση των αντοχών των δοκιμών μέχρι τη σύνθεση με 4% ποσοστό σε νανοκόνες (AISG4BM) και στη συνέχεια μια μείωση των αντοχών των δοκιμών μέχρι τη σύνθεση με 10% ποσοστό σε νανοκόνες (AISG10BM) (Σχήμα III.2.6).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.2.6: Αντοχές σε κάμψη των συνθέσεων AISG2BM, AISG4BM, AISG6BM, AISG8BM, AISG10BM σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις για θερμοκρασία έψησης 1600°C

Η βελτιωμένη αντοχή για τη σύνθεση AISGBM4 δεν μπορεί να δικαιολογηθεί από την αντίστοιχη τιμή του ανοιχτού πορώδους καθώς η συγκεκριμένη σύνθεση έχει τιμή 40,3%. Αντίθετα για τις συνθέσεις AISGBM6, AISGBM8 και AISGBM10 οι μειωμένες αντοχές πρέπει να οφείλονται στο αυξημένο πορώδες που παρουσιάζουν, 43%, 47% και 53% αντίστοιχα. Κάτι τέτοιο φαίνεται καλύτερα στο Σχήμα III.2.7.



Σχήμα III.2.7: Επίδραση του ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600°C.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Παρατηρείται λοιπόν μια γραμμική αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνων στις συνθέσεις, με εξαίρεση τη σύνθεση AISGBM2 με ανοιχτό πορώδες 36,4% και αντοχή 29 MPa ενώ ταυτόχρονα έχουμε μια, μικρή ( από τα 27 MPa στα 30 MPa), αύξηση της αντοχής των συνθέσεων μέχρι τη σύνθεση AISGBM4, όπου παρατηρείται η βέλτιστη τιμή και στη συνέχεια πάλι μια μείωση μέχρι την τιμή των 23MPa.

Στον Πίνακα III.2.3 παρουσιάζονται συνολικά οι μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.2.3: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C.

ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1600°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
Al115-25	27,8	2,9	10,3
AISG2BM	29,4	2,0	6,9
AISG4BM	30,3	2,3	7,7
AISG6BM	26,9	3,0	11,1
AISG8BM	25,4	2,2	8,7
AISG10BM	22,8	2,5	11,0

Στη συνέχεια εξετάστηκε η μικροδομή με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM). Εξετάστηκαν δείγματα από τις συνθέσεις AISG2BM1500, AISG6BM1500, AISG6BM1600 και AISG10BM1500 (Εικόνες III.2.8, III.2.9, III.2.10, III.2.11). Σε όλες τις φωτογραφίες φαίνεται ότι δεν υπάρχουν ρωγμές καθώς και το πολύ καλό ‘δέσιμο’ των κόκκων. Παρατηρείται ότι λόγω της υγρής λειοτρίβησης το συμβατικό οξειδίο του αργιλίου έχει καλή διασπορά και μειωμένο μέσο μέγεθος κόκκων. Στον επόμενο Πίνακα (III.2.4) παρουσιάζονται οι τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνες και τη θερμοκρασία έψησης όπου

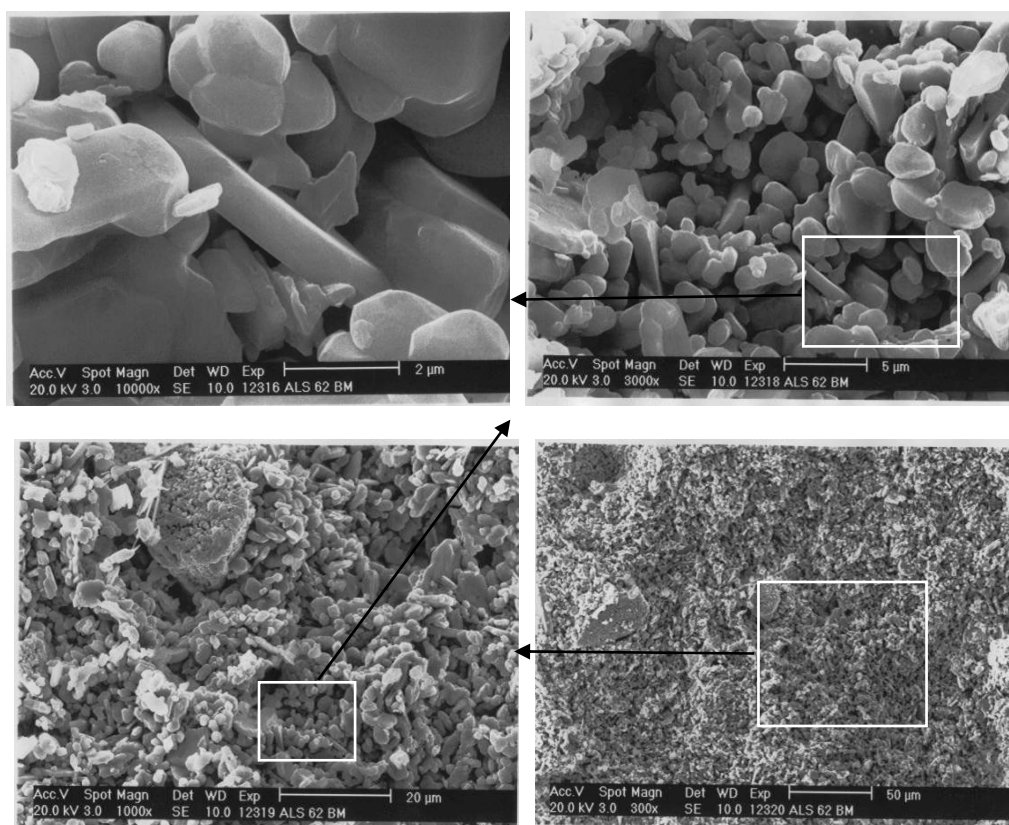
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

παρατηρείται σε γενικές γραμμές το γεγονός ότι όσο αυξάνουμε το ποσοστό έχουμε μια μικρή μείωση στο μέσο μέγεθος των κόκκων.

Πίνακας III.2.4: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις και τη θερμοκρασία έψησης.

Θερμοκρασία έψησης (°C)	% κ.β ποσοστό σε νανοκόνεις	Μέσο μέγεθος των κόκκων (μm)
1500 °C	2	2
1600 °C	6	1,5
1500 °C	6	1,5
1500 °C	10	1,5

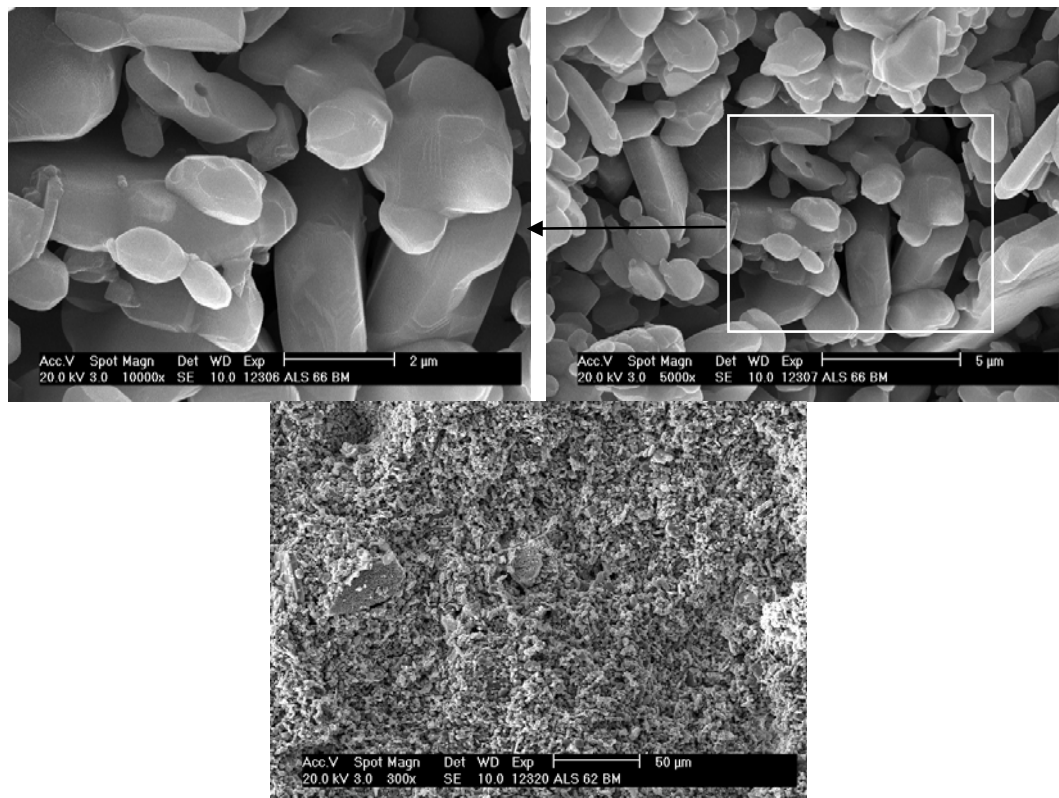
Στη σύνθεση AISG2BM1500 (Εικόνα III.2.8) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,5 μm έως 5,5 μm, με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 2 μm.



Εικόνα III.2.8: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης x3000, x10000, x1000 και x300 για τη σύνθεση AISG2BM1500.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στη σύνθεση AISG6BM1500 (Εικόνα III.2.9) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,1  $\mu\text{m}$  έως 4  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,7  $\mu\text{m}$ .



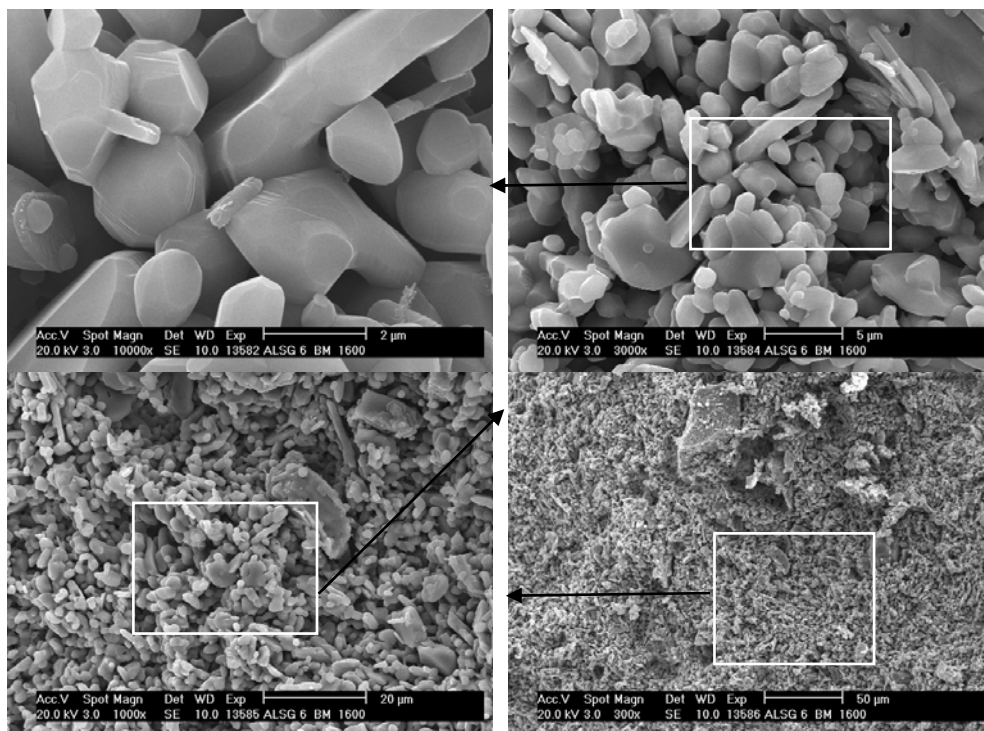
Εικόνα III.2.9: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 10000$ ,  $\times 5000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG6BM1500.

Παρατηρείται λοιπόν ότι για όλες τις συνθέσεις και κυρίως για τις συνθέσεις με υψηλό ποσοστό σε νανοκόνεις, έχουμε έντονο σχηματισμό συσσωματωμάτων, σε αντίθεση με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, πράγμα που σημαίνει ότι η υγρή λειοτρίβηση των νανοκόνεων δεν βοήθησε ουσιαστικά στην επίτευξη καλής ομοιογενοποίησης και διασποράς των νανοκόνεων. Ιδίως στις συνθέσεις AISG6BM1500, AISG6BM1600 και AISG10BM1500 (Εικόνες III.2.9, III.2.10, III.2.11) έχουμε εντονότατο σχηματισμό συσσωματωμάτων, δευτερογενή ανακρυστάλλωση και μεγάλη ανομοιογένεια.

Στη σύνθεση AISG6BM1600 (Εικόνα III.2.10) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,4  $\mu\text{m}$  έως 5  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,5  $\mu\text{m}$ .

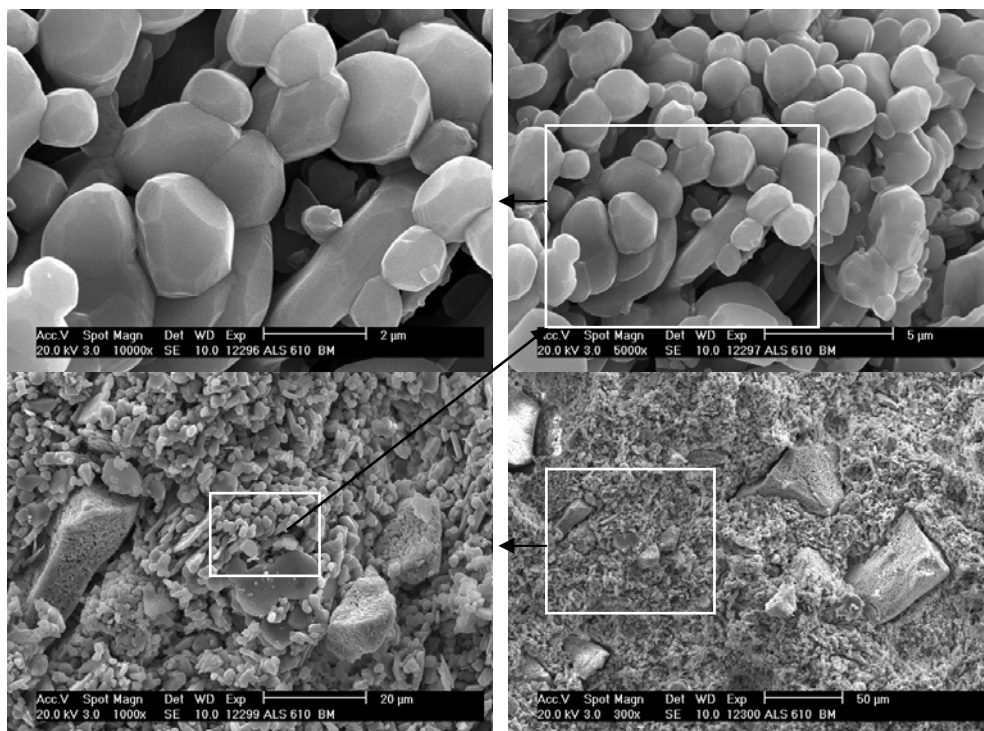


### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Εικόνα III.2.10: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG6BM1600.

Στη σύνθεση AISG10BM1500 (Εικόνα III.2.11) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,4  $\mu\text{m}$  έως 5,5  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,5  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.2.11: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG10BM1500.

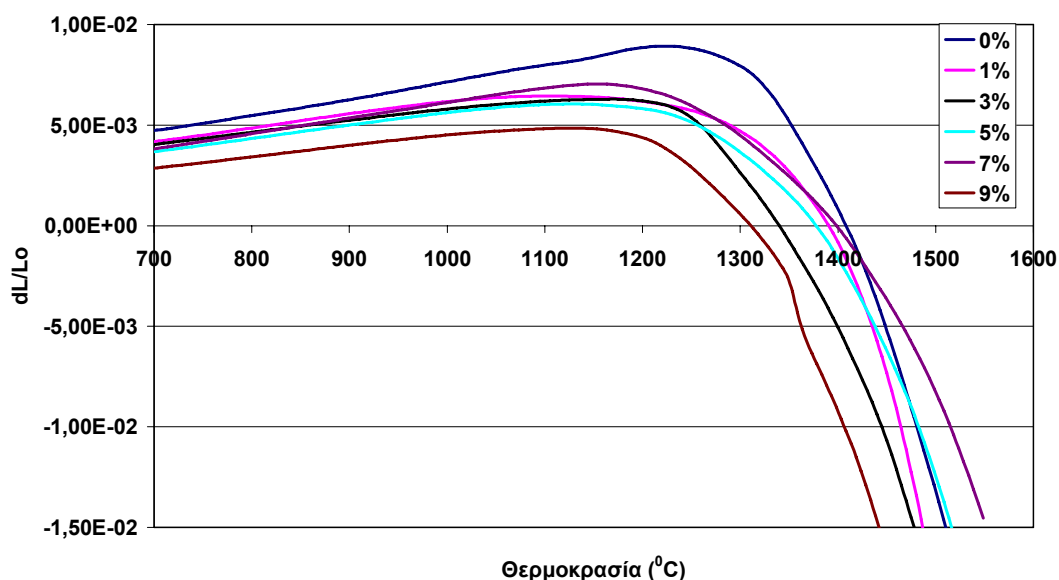
Στην περίπτωση λοιπόν που εφαρμόστηκε υγρή λειοτρίβηση του μείγματος ναοκόνεων – συμβατικής σκόνης τα αποτελέσματα δεν ήταν τόσο ενθαρρυντικά. Υπήρχε πάλι μια γραμμική αύξηση του πορώδους καθώς αυξανόταν το ποσοστό σε ναοσκόνη και παρατηρήθηκε η ίδια συμπεριφορά όπως και στην προηγούμενη περίπτωση στις αντοχές σε κάμψη οι οποίες κυμαίνονταν στις ίδιες τιμές με τα προηγούμενα πειράματα με βέλτιστη τιμή πάλι για χαμηλά ποσοστά σε ναοσκόνη (4%). Για όλες τις συνθέσεις και κυρίως για τις συνθέσεις με υψηλό ποσοστό σε ναοκόνεις, έχουμε έντονο σχηματισμό συσσωματωμάτων, σε αντίθεση με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, πράγμα που σημαίνει ότι η υγρή λειοτρίβηση των ναοκόνεων δεν βοήθησε ουσιαστικά στην επίτευξη καλής ομοιογενοποίησης και διασποράς των ναοκόνεων. Ιδίως στις συνθέσεις με μέσα και υψηλά ποσοστά σε ναοσκόνη έχουμε εντονότατο σχηματισμό συσσωματωμάτων, δευτερογενή ανακρυστάλλωση και μεγάλη ανομοιογένεια.



### 3. ΑΝΑΜΕΙΞΗ ΝΑΝΟΚΟΝΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΜΒΑΤΙΚΗΣ ΣΚΟΝΗΣ ΑΛΟΥΜΙΝΑΣ ΜΕ ΞΗΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ ΤΟΥ ΜΙΓΜΑΤΟΣ ΣΕ ΜΥΛΟ ΤΡΙΒΗΣ ΑΚΟΛΟΥΘΟΥΜΕΝΗ ΑΠΟ ΥΓΡΗ ΣΥΛΛΕΙΟΤΡΙΒΗΣΗ

Μετά τα αποτελέσματα της προηγούμενης σειράς πειραμάτων τα οποία δεν ήταν τα αναμενόμενα, έγινε σε μύλο τριβής ταυτόχρονη συλλειοτρίβηση των συσσωματωμένων νανοκόνεων και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου, για να σπάσουν τα συσσωματώματα από τις νανοκόνεις και να γίνει καλύτερη διασπορά των νανοκόνεων στο συμβατικό οξείδιο του αργιλίου. Συγκεκριμένα πραγματοποιήθηκε ανάμειξη των παραγόμενων νανοκόνεων με τη συμβατική σκόνη οξειδίου του αργιλίου ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), σε ποσοστό που κυμαινόταν από 1%-9% κ.β επί της σκόνης, έγινε συλλειοτρίβησή τους σε μύλο τριβής για χρόνο 10' και στη συνέχεια υγρή συλλειοτρίβηση του μείγματος με σφαιρίδια αλουμίνας (ball milling). Σκοπός ήταν να επιτύχουμε βελτίωση των αποτελεσμάτων της προηγούμενης σειράς πειραμάτων.

Πάλι πραγματοποιήθηκαν δοκιμές διαστολομετρίας όπου μετρήθηκε η μεταβολή του μήκους των άψητων δοκιμίων συναρτήσει της θερμοκρασίας. Στο Σχήμα III.3.1, που είναι ένα συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων, φαίνονται οι μετρήσεις για τις συνθέσεις.



Σχήμα III.3.1: Συγκριτικό διάγραμμα της διαστολομετρίας των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Για το συμβατικό οξειδίο του αργιλίου η θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης είναι περίπου 1225 °C, για το AISG1PBM είναι 1125 °C, για το AISG3PBM είναι 1155 °C, για το AISG5PBM είναι 1120 °C, για το AISG7PBM 1150 °C και για το AISG9PBM 1115 °C. Από αυτό το σημείο ξεκινάει η συστολή του δοκιμίου με διαρκώς αυξανόμενο ρυθμό. Παρατηρούμε λοιπόν ότι η προσθήκη νανοσκόνης υποβιβάζει τη θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης πάνω από 100 °C. Πάλι μπορεί να εξαχθεί το συμπέρασμα ότι οι κόκκοι των συνθέσεων με την προσθήκη των νανοκόνων έχουν γίνει πιο δραστικοί και αρχίζουν τις διαδικασίες διάχυσης από σχετικά χαμηλότερες θερμοκρασίες, αλλά στη συνέχεια έχουμε πιο αργή μεταβολή του μήκους των δοκιμίων που σημαίνει ότι οι νανοκόνες χάνουν τη δραστηριότητά τους όσο εξελίσσεται το φαινόμενο της πυροσυσσωμάτωσης και μεγενθύνονται σε μεγαλύτερους κόκκους.

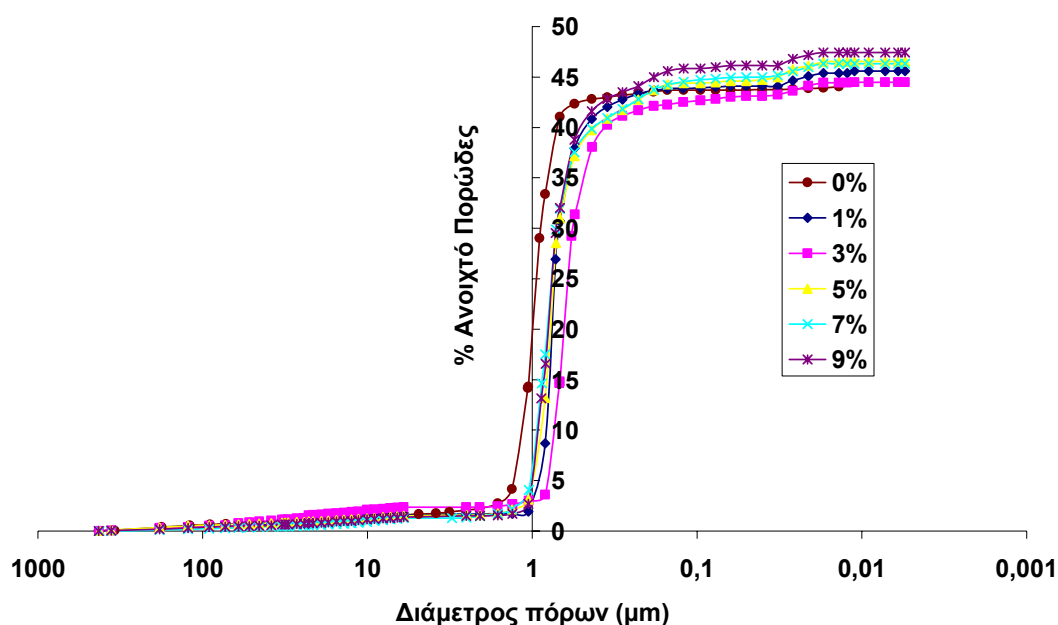
Παρατίθεται Πίνακας (III.3.1) της θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνες.

Πίνακας III.3.1: Τιμές θερμοκρασίας έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνες.

<b>% κ.β ποσοστό σε νανοκόνες</b>	<b>Θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης(°C)</b>
0	1225
1	1125
3	1155
5	1120
9	1115

Η θερμοκρασία έναρξης της πυροσυσσωμάτωσης για όλες τις συνθέσεις είναι ανάλογη με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων.

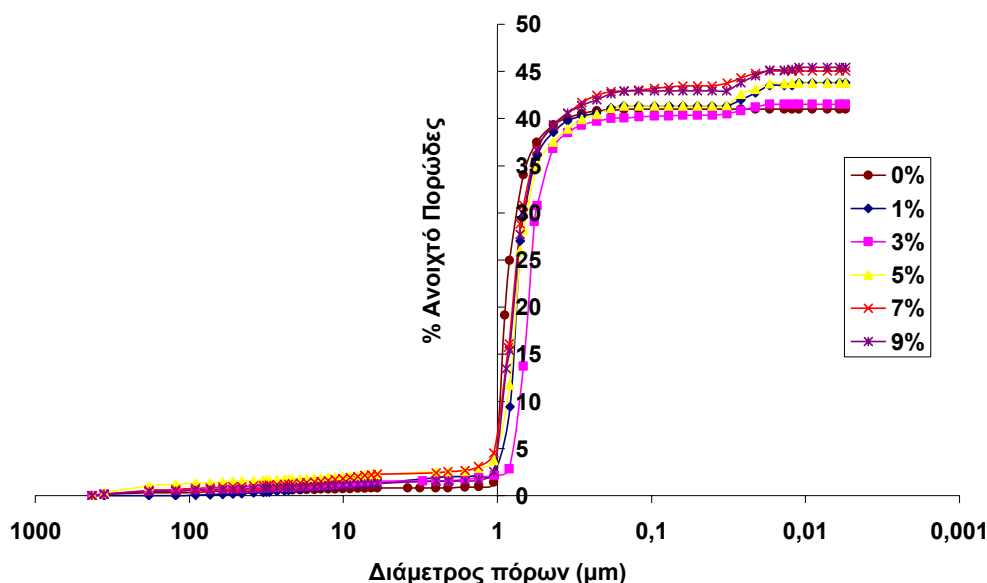
Στη συνέχεια μετρήθηκαν τα χαρακτηριστικά της πορώδους δομής τους όπως είναι το πορώδες, το μέσο μέγεθος πόρων, η κατανομή του μεγέθους των πόρων κ.α. με την χρήση ποροσίμετρου υδραργύρου. Μετρήθηκε ένα δείγμα, από τις συνθέσεις AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9BM, που ψήθηκαν στις θερμοκρασίες 1400 °C, 1500 °C και 1600 °C. Η παράθεση των αποτελεσμάτων αρχίζει με τις συνθέσεις που ψήθηκαν στους 1400 °C (Σχήμα III.3.2). Οι συνθέσεις παρουσιάζουν χαμηλότερο πορώδες, από 44,5% μέχρι 47,5%, σε σχέση με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων παρ' ότι η θερμοκρασία έψησης είναι χαμηλότερη. Αυτό εξηγείται λόγω της λειοτρίβησης που υπέστησαν τόσο το συμβατικό οξειδίο του αργιλίου όσο και η νανοκόνεις. Το μέσο μέγεθος πόρων κυμαίνεται από 0,6 μέχρι 0,8μm πράγμα που δείχνει ότι έχουμε πιο λεπτόκοκκη σκόνη σε σχέση με τα προηγούμενα πειράματα.



Σχήμα III.3.2: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1400°C.

Παρατηρείται επίσης πάλι μια αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνεων στις συνθέσεις, που όμως τώρα είναι πολύ μικρότερη. Εξαιρέση αποτελεί η σύνθεση AISG3PBM που παρουσιάζει και τη μικρότερη τιμή ανοιχτού πορώδους(44,5%).

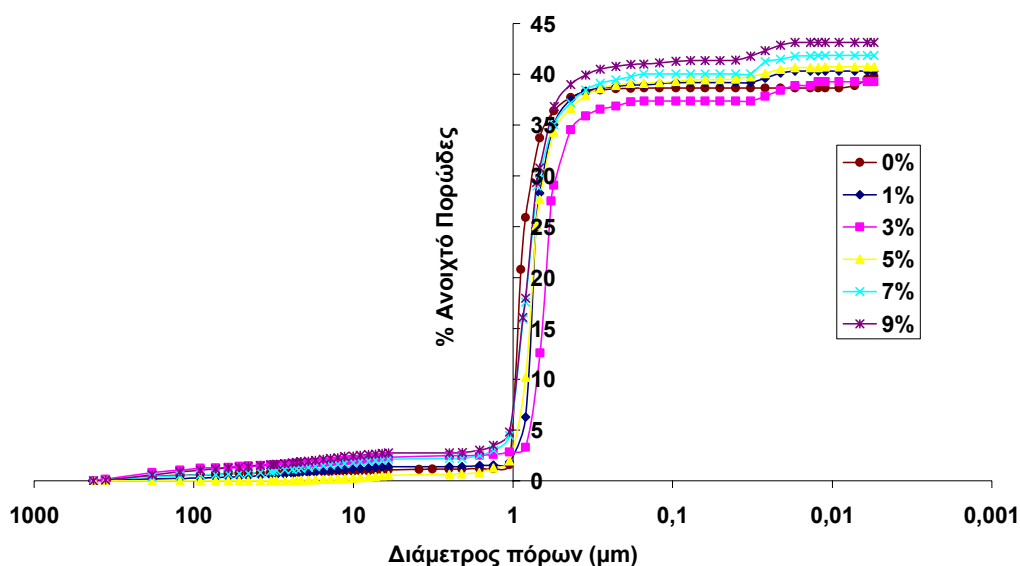
Με την αύξηση θερμοκρασίας στους 1500 °C έχουμε το παρακάτω συγκριτικό διάγραμμα (Σχήμα III.3.3): Οι συνθέσεις παρουσιάζουν χαμηλότερο πορώδες, από 41,5% μέχρι 45,4%, σε σχέση με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων. Οι ίδιοι λόγοι ισχύουν και εδώ. Το μέσο μέγεθος πόρου κυμαίνεται από 0,63 μέχρι 0,77μm πράγμα που δείχνει πάλι ότι έχουμε πιο λεπτόκοκκη σκόνη σε σχέση με τα προηγούμενα πειράματα.



Σχήμα III.3.3: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1500°C.

Παρατηρείται επίσης πάλι μια αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνεων στις συνθέσεις, που όμως πάλι είναι πολύ μικρότερη. Εξαίρεση πάλι αποτελεί η σύνθεση AISG3PBM που παρουσιάζει τη μικρότερη τιμή ανοιχτού πορώδους(41,6%) και τη μικρότερη τιμή μέσου μεγέθους πόρου (0,63 μm).

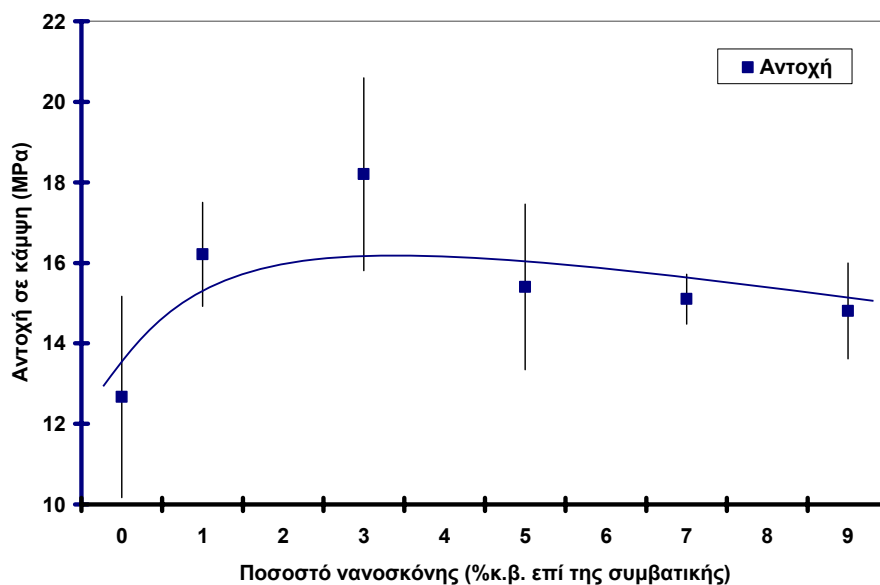
Με την περαιτέρω αύξηση θερμοκρασίας στους 1600 °C έχουμε το παρακάτω συγκριτικό διάγραμμα (Σχήμα III.3.4): Οι συνθέσεις παρουσιάζουν λίγο χαμηλότερο πορώδες, από 39% μέχρι 43%, σε σχέση με τις συνθέσεις που ψήθηκαν στους 1500 °C. Παρ' όλα αυτά η διαφορά είναι μικρή πράγμα που μάλλον οφείλεται στο ότι οι νανοκόνεις έχουν βοηθήσει ήδη την εξέλιξη της πυροσυσσωμάτωσης. Κάτι που παρατηρείται και στο μέσο μέγεθος πόρου που κυμαίνεται στα ίδια επίπεδα, από 0,63 μέχρι 0,77μm.



Σχήμα III.3.4: Συγκριτικό διάγραμμα της κατανομής του μεγέθους των πόρων των συνθέσεων AISG1PBM, AISG3PBM, AISG5PBM, AISG7PBM, AISG9PBM και του συμβατικού οξειδίου του αργιλίου για θερμοκρασία έψησης 1600 °C.

Παρατηρείται επίσης πάλι μια αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνων στις συνθέσεις, που όμως πάλι είναι πολύ μικρότερη. Εξαίρεση πάλι αποτελεί η σύνθεση AISG3PBM1600 που παρουσιάζει τη μικρότερη τιμή ανοιχτού πορώδους (39,7%) και τη μικρότερη τιμή μέσου μεγέθους πόρου (0,63 μm). Πάντως γεγονός είναι ότι η τιμή του μέσου μεγέθους των πόρων των συνθέσεων αυτής της σειράς πειραμάτων για όλες τις θερμοκρασίες έχει μειωθεί σημαντικά. Αυτό σημαίνει ότι με το συνδυασμό υγρής και ξηρής λειοτρίβησης το συμβατικό οξείδιο του αργιλίου έχει γίνει πιο λεπτόκοκκο και τα συσσωματώματα των νανοκόνων έχουν σπάσει σε μεγάλο βαθμό.

Στη συνέχεια έγιναν μετρήσεις αντοχών σε κάμψη (3 σημείων) στις συνθέσεις που ψήθηκαν στους 1400 °C (Σχήμα III.3.5). Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη (3 σημείων) των δοκιμίων, παρουσιάζουν μειωμένες αντοχές (14-16 MPa) με εξαίρεση τη σύνθεση με 3% ποσοστό σε νανοκόνες (AISG3PBM) (18 MPa).

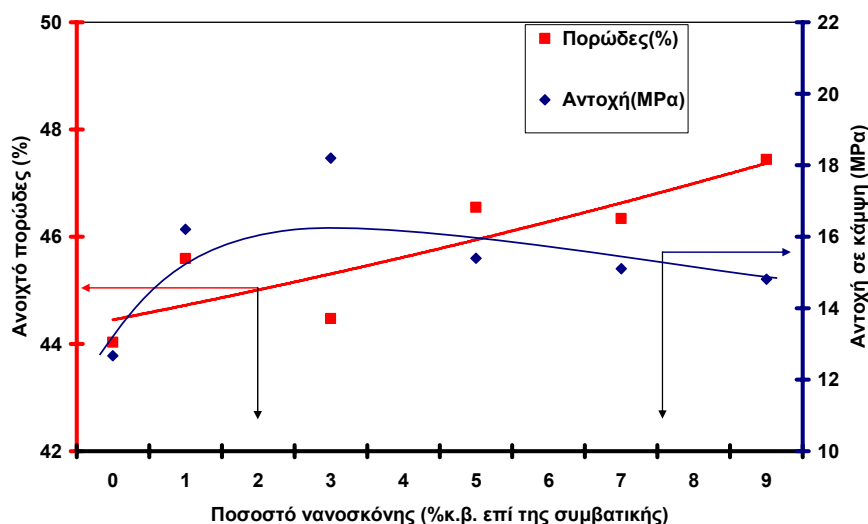


Σχήμα III.3.5: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμίων για θερμοκρασία έψησης 1400 °C, σε σχέση με το ποσοστό τους σε νανοκόνεις.

. Για τη συγκεκριμένη θερμοκρασία έψησης οι αντοχές σε κάμψη δεν παρουσιάζουν κάποια τάση στη συμπεριφορά τους. Καθώς όλες κυμαίνονται περίπου στις ίδιες τιμές με εξαίρεση τη λίγο αυξημένη τιμή της σύνθεσης με 3% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG3PBM). Φαίνεται ότι η θερμοκρασία των 1400 °C ήταν χαμηλή για να έχουμε ολοκληρωμένο το φαινόμενο της πυροσυσσωμάτωσης και να αναπτυχθούν ικανοποιητικές αντοχές.

Όπως φαίνεται και από το παρακάτω Σχήμα (III.3.6) οι μειωμένες αντοχές συσχετίζονται σε όλες τις περιπτώσεις με την τιμή του ανοιχτού πορώδους. Παρατηρείται πάλι μια γραμμική αύξηση του πορώδους όσο αυξάνεται το ποσοστό των νανοκόνεων στις συνθέσεις, με εξαίρεση τη σύνθεση AISGPBM3 με ανοιχτό πορώδες 44,5% και αντοχή 18 MPa ενώ ταυτόχρονα έχουμε μια, μικρή αλλά άξια αναφοράς( από τα 13 MPa στα 18 MPa), αύξηση της αντοχής των συνθέσεων μέχρι τη σύνθεση AISGPBM3, όπου παρατηρείται η βέλτιστη τιμή και στη συνέχεια πάλι μια μείωση μέχρι την τιμή των 15 MPa (Σχήμα III.3.6).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



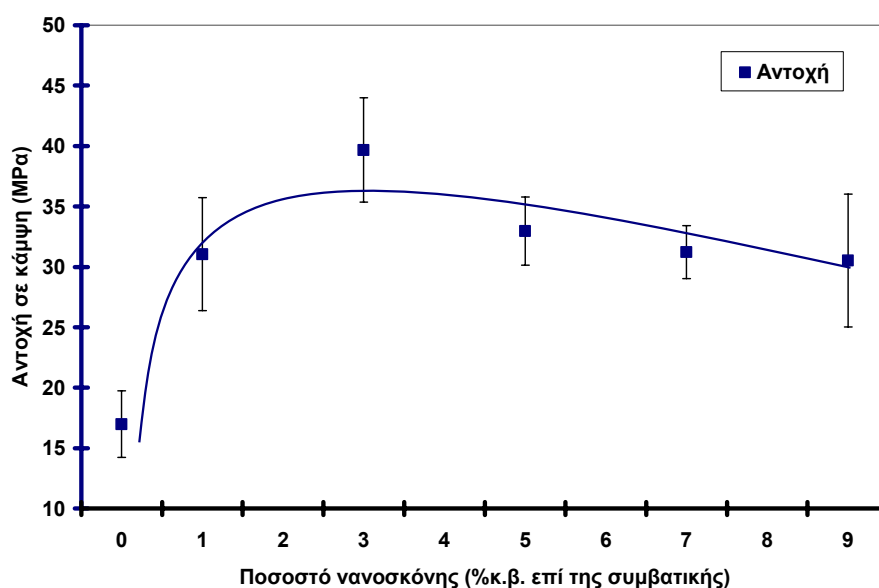
Σχήμα III.3.6: Επίδραση του % ποσοστό σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1400°C.

Στον Πίνακα III.3.2 παρουσιάζονται συνολικά οι μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1400 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.3.2: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1400 °C.

ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1400°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
Al115-25	12,7	2,5	19,7
AlSG1PBM1400	16,2	1,3	8,0
AlSG3PBM1400	18,2	2,4	13,1
AlSG5PBM1400	15,4	2,1	13,3
AlSG7PBM1400	15,1	0,6	4,1
AlSG9PBM1400	14,8	1,2	8,0

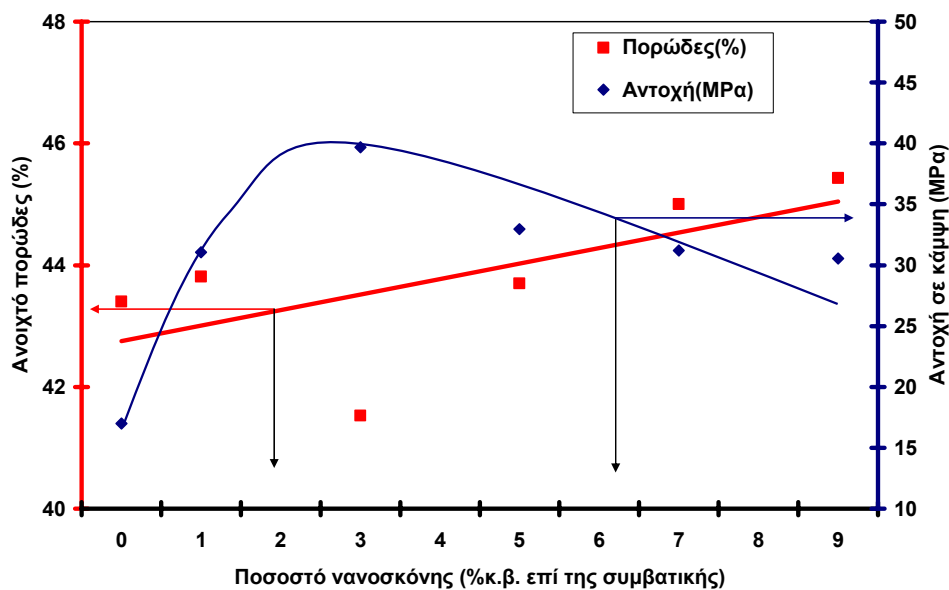
Με την αύξηση της θερμοκρασίας στους 1500 °C παρατηρείται αύξηση των αντοχών σε κάμψη σε σχέση με τις συνθέσεις των προηγούμενων πειραμάτων στην ίδια θερμοκρασία (Σχήμα III.3.7). Ενώ λοιπόν οι αντοχές στα προηγούμενα πειράματα κυμαίνονταν στα 20 MPa, τώρα βρίσκονται σε τιμές πάνω από 30 MPa και ειδικά για τη σύνθεση AISG3PBM1500 κοντά στα 40 MPa (σχεδόν 100% αύξηση). Κάτι τέτοιο θεωρείται λογικό λόγω των μειωμένων τιμών του πορώδους σε σχέση με τις προηγούμενες σειρές πειραμάτων.



Σχήμα III.3.7: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμίων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C, σε σχέση με το % ποσοστό τους σε νανοκόνεις.

Η βελτιωμένη αντοχή για τη σύνθεση AISGPBM3 μπορεί να δικαιολογηθεί από την αντίστοιχη τιμή του ανοιχτού πορώδους καθώς η συγκεκριμένη σύνθεση έχει τιμή 41,5% (Σχήμα III.3.8). Η μειωμένη τιμή του πορώδους και κατά συνέπεια η αυξημένη τιμή της αντοχής εμφανίστηκε καθώς για την σύνθεση AISGPBM3 δοκιμάστηκε αύξηση του χρόνου λειοτρίβησης κατά περίπου 30% για να εξετάσουμε και τον παράγοντα του χρόνου της λειοτρίβησης. Παρατηρείται λοιπόν το γεγονός ότι με αυξημένο χρόνο ξηρής συλλειοτρίβησης έχουμε τάση για αυξημένες αντοχές και μείωση του πορώδους.





Σχήμα III.3.8: Επίδραση του % ποσοστό σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500°C.

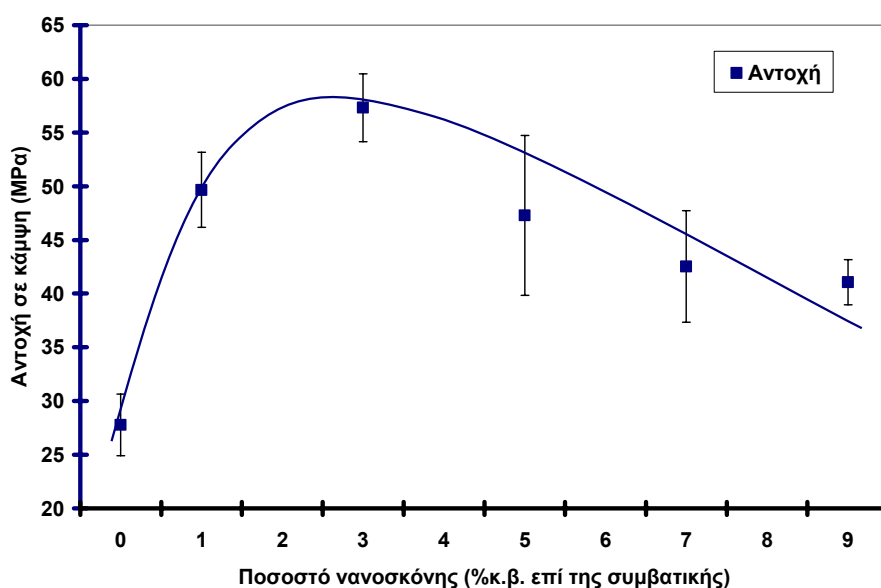
Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη παρουσιάζουν πάλι την ίδια συμπεριφορά με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, δηλαδή δείχνουν μια αύξηση των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 3% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG3PBM) με περίπου 40 MPa και στη συνέχεια μια μείωση των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 9% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG9PBM) με 30 MPa.

Στον Πίνακα III.3.3 παρουσιάζονται συνολικά οι μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.3.3: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

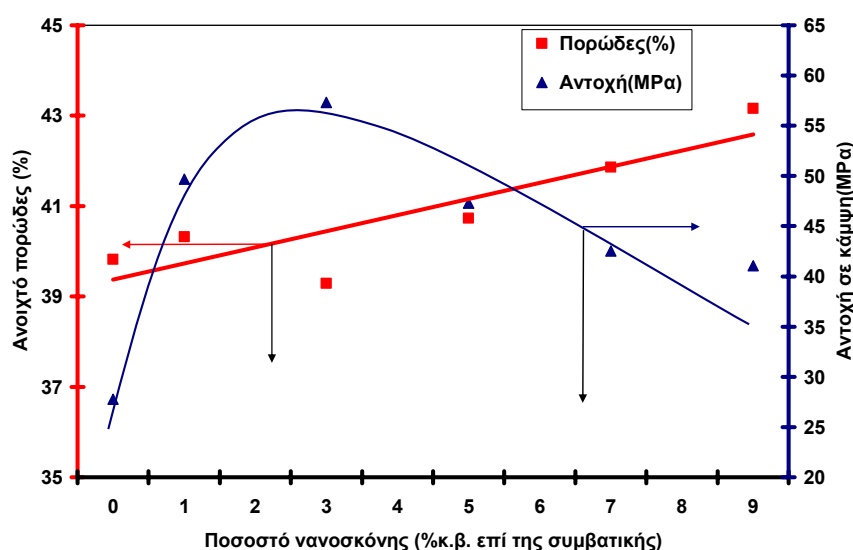
ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1500°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
Al115-25	17	2,8	16,2
AlSG1PBM1500	31,0	4,7	15,1
AlSG3PBM1500	39,7	4,3	10,9
AlSG5PBM1500	33	2,8	8,6
AlSG7PBM1500	31,2	2,2	7,0
AlSG9PBM1500	30,5	5,5	18,0

Με την αύξηση της θερμοκρασίας στους 1600 °C παρατηρείται περαιτέρω αύξηση των αντοχών σε κάμψη (Σχήμα III.3.9). Οι τιμές πλέον φτάνουν στα 40 με 50 MPa και ειδικά για τη σύνθεση AlSG3PBM1500 κοντά στα 60 MPa.



Σχήμα III.3.9: Αντοχές σε κάμψη των δοκιμών για θερμοκρασία έψησης 1600 °C, σε σχέση με το % ποσοστό τους σε νανοκόνεις.

Οι μετρήσεις αντοχών σε κάμψη παρουσιάζουν πάλι την ίδια συμπεριφορά με την προηγούμενη σειρά πειραμάτων, δηλαδή δείχνουν μια αύξηση των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 3% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG3PBM) με περίπου 57 MPa και στη συνέχεια μια μείωση των αντοχών των δοκιμίων μέχρι τη σύνθεση με 9% ποσοστό σε νανοκόνεις (AISG9PBM) με 47,5 MPa. Σ' αυτή τη σειρά πειραμάτων φαίνεται καθαρά η βελτίωση των αντοχών σε κάμψη λόγω της προσθήκης νανοκόνεων καθώς επίσης και λόγω της μείωσης της μεγάλης διακύμανσης του πορώδους (Σχήμα III.3.10).



Σχήμα III.3.10: Επίδραση του % ποσοστού σε νανοκόνεις στην αντοχή σε κάμψη και το πορώδες των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C

Πάλι παρατηρείται το φαινόμενο της μειωμένης τιμής του πορώδους για την σύνθεση AISGPBM3 και κατά συνέπεια, για αυτή την περίπτωση, της ιδιαίτερα αυξημένη τιμής της αντοχής (πάνω από 100%) λόγω της αύξησης του χρόνου λειοτρίβησης

Στον Πίνακα III.3.4 παρουσιάζονται συνολικά οι μέσες τιμές των αντοχών σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.3.4: Τυπικές αποκλίσεις και μέσες τιμές των δοκιμών αντοχής σε κάμψη των συνθέσεων για θερμοκρασία έψησης 1600 °C.

ΣΥΝΘΕΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ ΕΨΗΣΗΣ 1600°C/2h		
	Μέση τιμή αντοχής σε κάμψη (MPa)	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
Al115-25	27,8	2,9	10,3
AlSG1PBM1600	49,7	3,5	7,0
AlSG3PBM1600	57,3	3,2	5,5
AlSG5PBM1600	47,3	7,4	15,8
AlSG7PBM1600	42,5	5,2	12,2
AlSG9PBM1600	41,1	2,1	5,1

Στη συνέχεια εξετάστηκε η μικροδομή με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM). Εξετάστηκαν δείγματα από τις συνθέσεις AlSG1PBM1500, AlSG3PBM1500, AlSG3PBM1600, AlSG5PBM1500, AlSG5PBM1600 και AlSG9PBM1500. Σε όλες τις φωτογραφίες φαίνεται ότι δεν υπάρχουν ρωγμές καθώς και το πολύ καλό 'δέσιμο' των κόκκων. Παρατηρείται ακόμα ότι για όλες τις συνθέσεις δεν έχουμε τόσο έντονο σχηματισμό συσσωματωμάτων όσο στην προηγούμενη σειρά πειραμάτων καθώς και ότι έχουμε πιο λεπτόκοκκες συνθέσεις ιδίως στη σύνθεση AlSG3PBM. Επίσης οι εικόνες δείχνουν μεγαλύτερη ομοιογένεια των συνθέσεων.

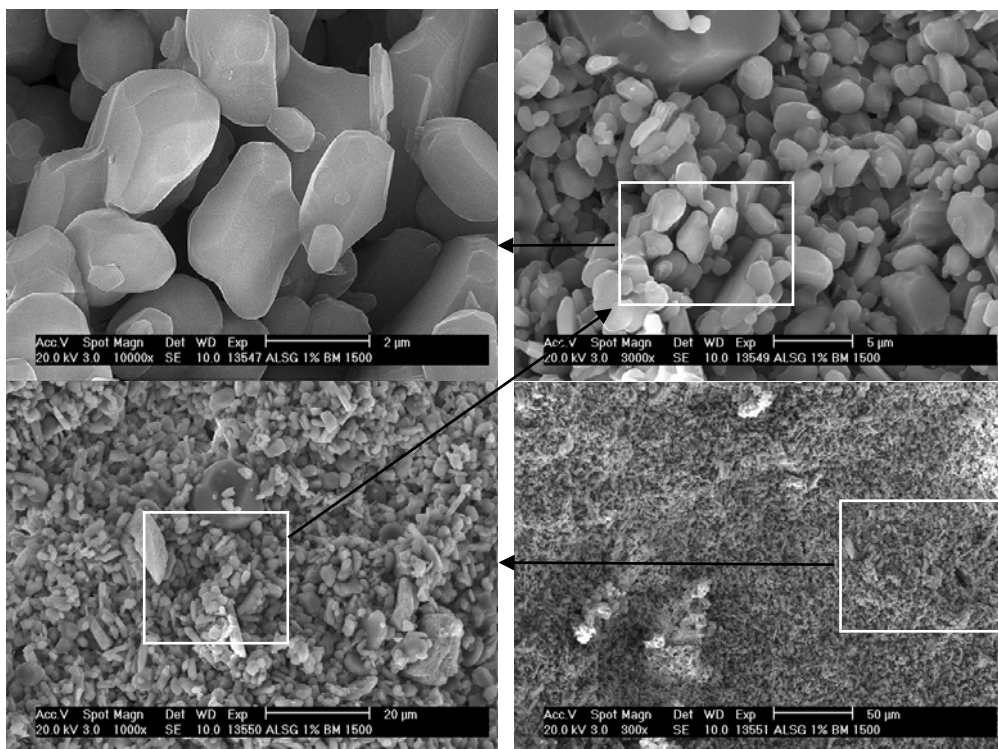
Στον επόμενο Πίνακα (III.3.5) παρουσιάζονται οι τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις και τη θερμοκρασία έψησης όπου παρατηρείται σε γενικές γραμμές το γεγονός ότι όσο αυξάνουμε το ποσοστό έχουμε μια μικρή μείωση στο μέσο μέγεθος των κόκκων.

Πίνακας III.3.5: Τιμές του μέσου μεγέθους των κόκκων των συνθέσεων σε σχέση με το ποσοστό σε νανοκόνεις και τη θερμοκρασία έψησης.

Θερμοκρασία έψησης (°C)	% κ.β ποσοστό σε νανοκόνεις	Μέσο μέγεθος των κόκκων (μm)
1500 °C	1	2
1500 °C	3	1,5
1600 °C	3	1,5
1500 °C	5	1,2
1500 °C	5	1,2
1500 °C	9	1

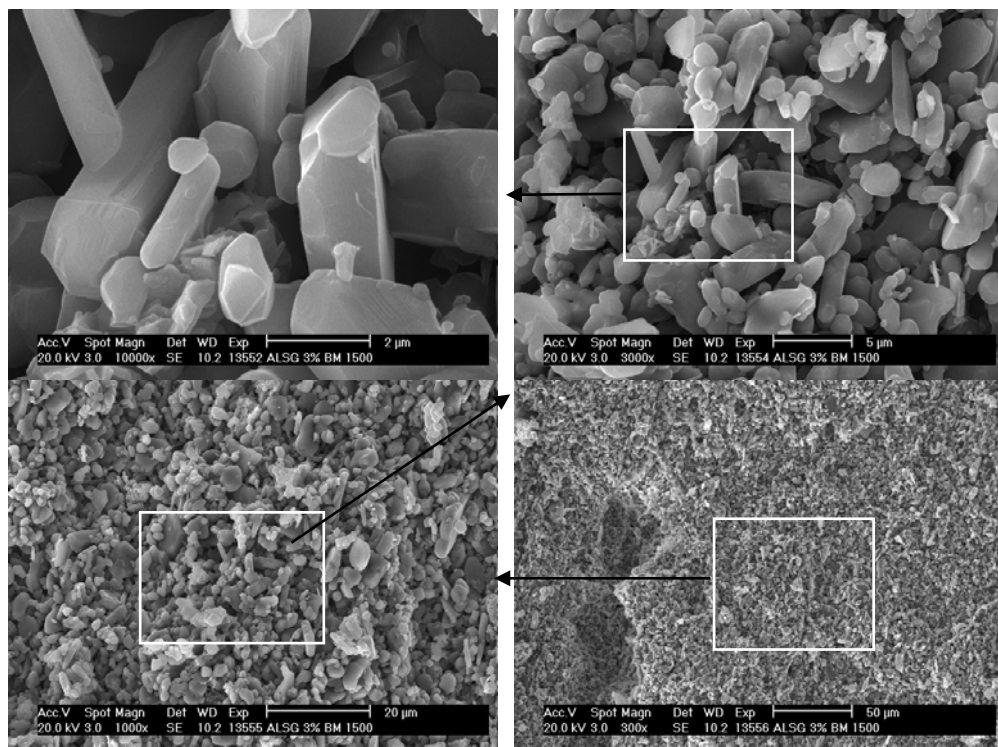
Φαίνεται λοιπόν ότι ο συνδυασμός ξηρής και υγρής λειοτρίβησης έχει καλύτερα αποτελέσματα στη διασπορά των νανοκόνεων και μειώνει το μέσο μέγεθος των κόκκων. Στις συνθέσεις με υψηλό ποσοστό σε νανοκόνεις, έχουμε σχηματισμό συσσωματωμάτων, που στην περίπτωση της σύνθεσης AISG9PBM είναι έντονη, πράγμα που σημαίνει ότι θα χρειαζόταν πιο έντονη ξηρή λειοτρίβηση του μείγματος συμβατικού οξειδίου του αργιλίου και των νανοκόνεων για να έχουμε καλύτερη ομοιογενοποίηση και διασπορά των νανοκόνεων. Επίσης στις εικόνες της σύνθεσης AISG5PBM παρατηρούνται βελονοειδής μορφές κόκκων που δείχνει γρήγορη αντίδραση ή έντονη πυροσυσσωμάτωση που οφείλεται στη μεγάλη δραστηριότητα των νανοκόνεων.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Εικόνα III.3.11: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG1PBM1500.

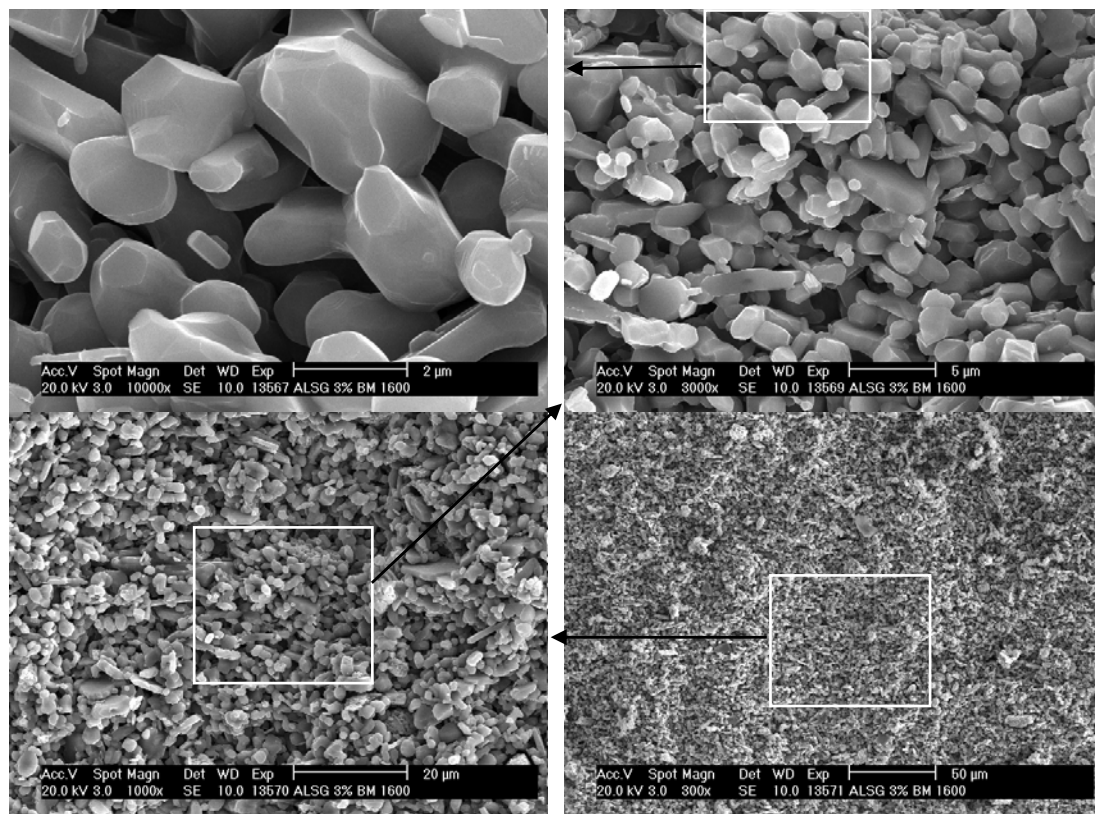
Στη σύνθεση AISG1PBM1500 (Εικόνα III.3.11) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,2 μm έως 5 μm, με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 2 μm.



Εικόνα III.3.12: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG3PBM1500.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

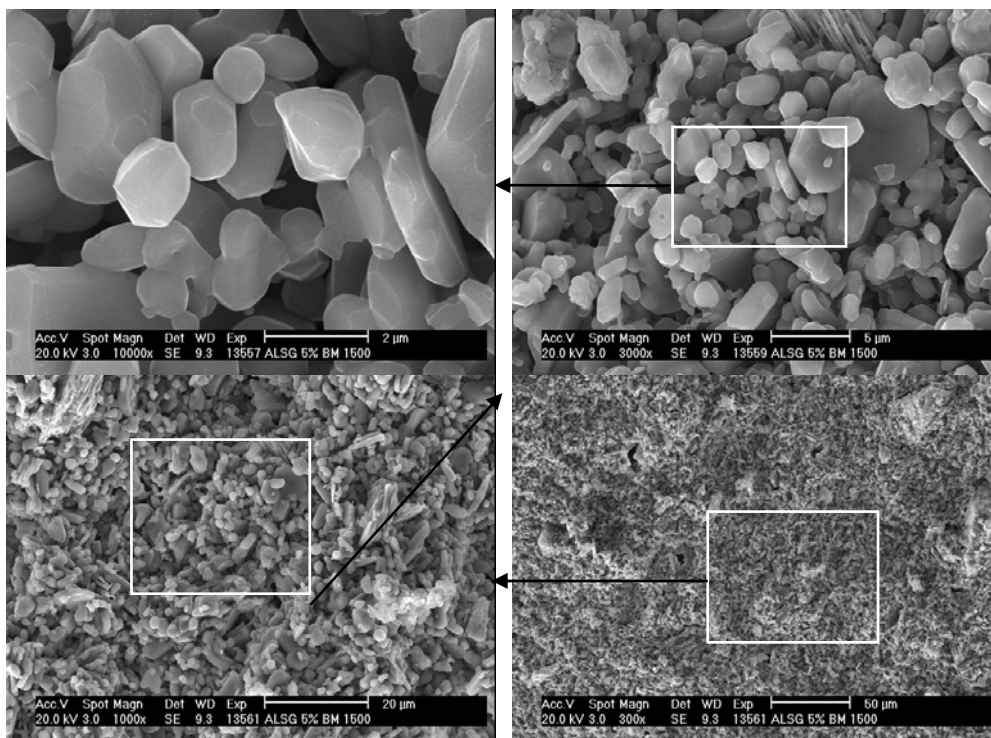
Στη σύνθεση AISG3PBM1500 (Εικόνα III.3.12) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,2  $\mu\text{m}$  έως 4  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,5  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.3.13: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG3PBM1600.

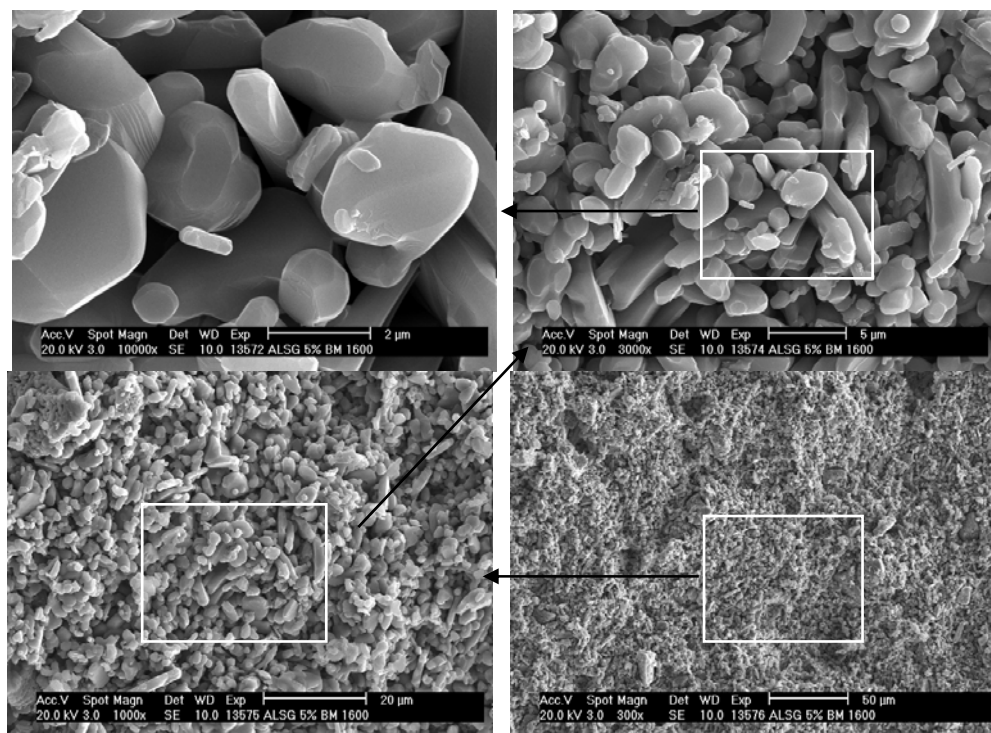
Στη σύνθεση AISG3PBM1600 (Εικόνα III.3.13) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,2  $\mu\text{m}$  έως 4  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,5  $\mu\text{m}$ .

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Εικόνα III.3.14: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG5PBM1500.

Στη σύνθεση AISG5PBM1500 (Εικόνα III.3.14) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,2  $\mu\text{m}$  έως 4  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,2  $\mu\text{m}$ .

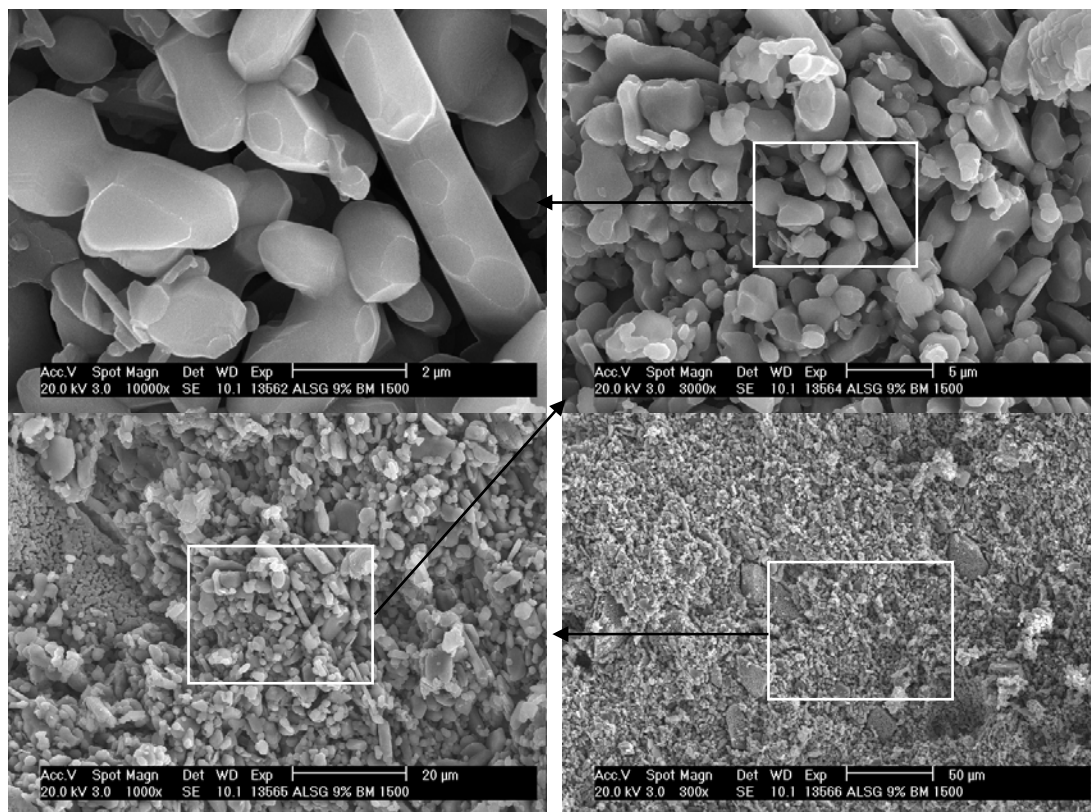


Εικόνα III.3.15: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG5PBM1600.



### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

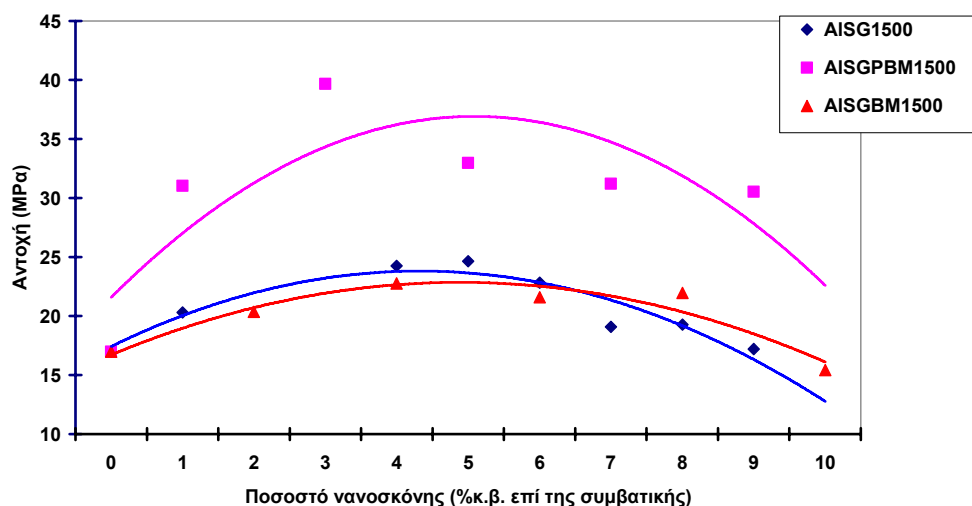
Στη σύνθεση AISG5PBM1600 (Εικόνα III.3.15) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,15  $\mu\text{m}$  έως 4  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1,2  $\mu\text{m}$ . Στη σύνθεση AISG9PBM1500 (Εικόνα III.3.16) το μέγεθος των κόκκων κυμαίνεται από 0,15  $\mu\text{m}$  έως 2,5  $\mu\text{m}$ , με ένα μέσο μέγεθος γύρω στα 1  $\mu\text{m}$ .



Εικόνα III.3.16: Εικόνες από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) μεγέθυνσης  $\times 3000$ ,  $\times 10000$ ,  $\times 1000$  και  $\times 300$  για τη σύνθεση AISG9PBM1500

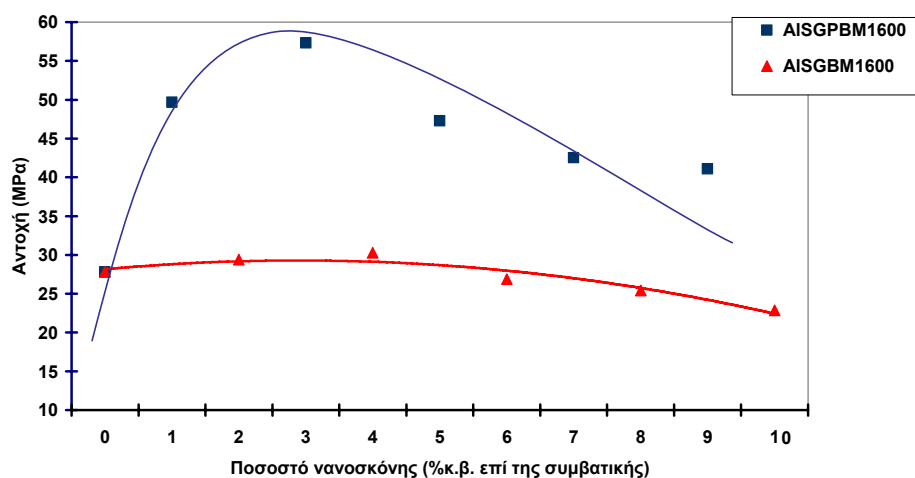
Όσον αφορά λοιπόν στην ταυτόχρονη ξηρή λειοτρίβηση του μείγματος νανοκόνεων – συμβατικής σκόνης η οποία ακολουθήθηκε από υγρή λειοτρίβηση, τα αποτελέσματα ήταν τα πιο ενθαρρυντικά. Ο συνδυασμός ξηρής και υγρής λειοτρίβησης μείωσε το μέσο μέγεθος των κόκκων, ομοιογενοποίησε καλύτερα το μείγμα και επέτυχε καλύτερη διασπορά των νανοκόνεων στη συμβατική σκόνη. Ως αποτέλεσμα είχαμε μικρότερα πορώδη και με μικρό εύρος τιμών μεταξύ τους για όλες τις θερμοκρασίες έψησης. Επίσης οι τιμές των αντοχών σε κάμψη σε σχέση με τις προηγούμενες μεθόδους αλλά και σε απόλυτες τιμές ήταν πολύ βελτιωμένες πάλι για όλες τις θερμοκρασίες έψησης. Κάτι τέτοιο μπορεί να παρατηρηθεί και από τα παρακάτω συγκριτικά διαγράμματα (Σχήμα III.3.17 και Σχήμα III.3.18) που παρουσιάζουν τις αντοχές των συνθέσεων όλων των διαφόρων μεθόδων ανάμειξης για θερμοκρασίες έψησης 1500  $^{\circ}\text{C}$  και 1600  $^{\circ}\text{C}$ .

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.3.17: Συγκριτικό διάγραμμα αντοχών των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

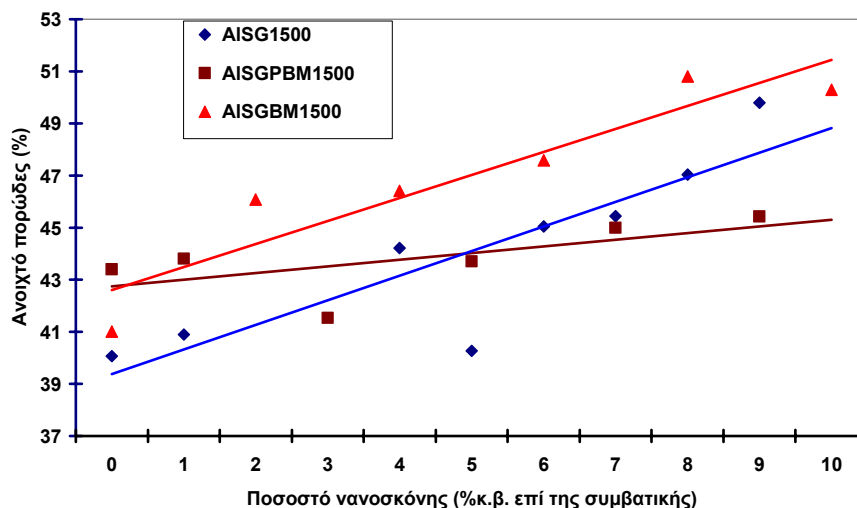
Στο παραπάνω συγκριτικό διάγραμμα (Σχήμα III.3.17) φαίνεται ότι για θερμοκρασία έψησης 1500 °C οι τιμές των αντοχών σε κάμψη είναι βελτιωμένες πάνω από 50% συγκριτικά με τα δοκίμια που προέκυψαν χρησιμοποιώντας τις άλλες τεχνικές ανάμειξης.



Σχήμα III.3.18: Συγκριτικό διάγραμμα αντοχών των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1600 °C.

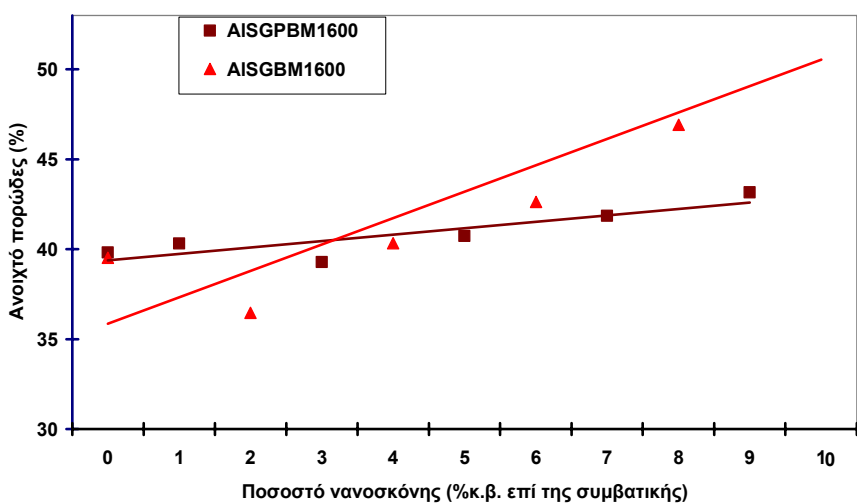
Τα δοκίμια παρουσίασαν μικρότερο μέσο μέγεθος κόκκων με πολύ στενή κατανομή συγκριτικά με τα δοκίμια που προέκυψαν χρησιμοποιώντας τις άλλες τεχνικές ανάμειξης ως αποτέλεσμα της καλύτερης διασποράς των νανοκόνων που επιτεύχθηκε με αυτή τη μέθοδο. (Σχήμα III.3.19, Σχήμα III.3.20)

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.3.19: Συγκριτικό διάγραμμα % ανοιχτού πορώδους των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1500 °C.

Στο παρακάτω συγκριτικό διάγραμμα (Σχήμα III.3.20) φαίνεται ότι για θερμοκρασία έψησης 1600 °C οι τιμές του % ανοιχτού πορώδους των συνθέσεων έχουν σαφώς στενότερη κατανομή συγκριτικά με τα δοκίμια που προέκυψαν χρησιμοποιώντας τις άλλες τεχνικές ανάμειξης.



Σχήμα III.3.20: Συγκριτικό διάγραμμα % ανοιχτού πορώδους των συνθέσεων με όλες τις διάφορες μεθόδους ανάμειξης για θερμοκρασία έψησης 1600 °C

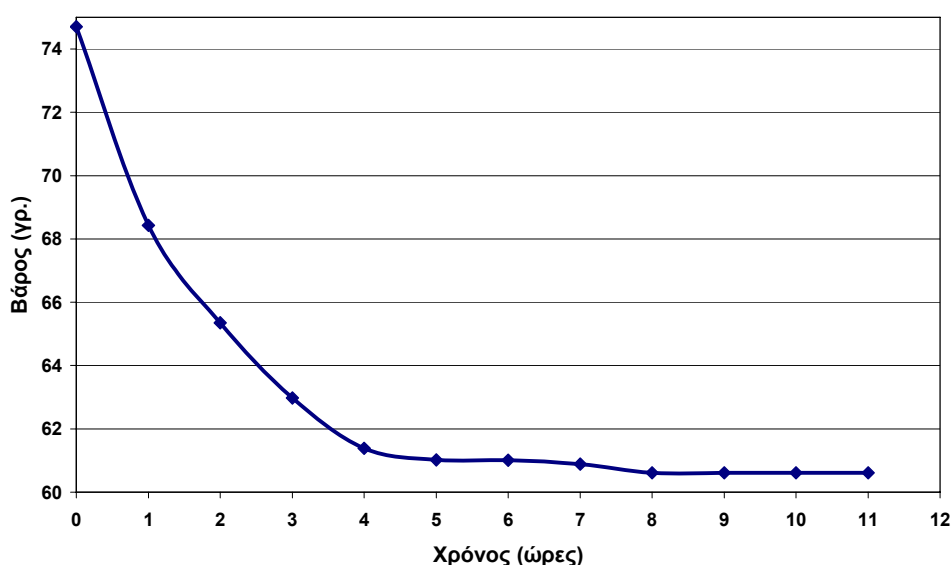
Πάντως και σε αυτή την περίπτωση, όταν χρησιμοποιούνται μεγαλύτερα ποσοστά νανοκόνεων, το πρόβλημα των συσσωματωμάτων παραμένει αν και όχι σε πάρα πολύ μεγάλο βαθμό.

#### 4. ΞΗΡΑΝΣΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΜΕ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΜΙΚΡΟΚΥΜΑΤΩΝ

Επειδή όπως αναφέρθηκε και παραπάνω η ξήρανση είναι ένα σημαντικό βήμα σε ολόκληρη τη διαδικασία εξώθησης, η οποία έχει σημαντικές επιπτώσεις στις τελικές ιδιότητες των κεραμικών, πραγματοποιήθηκε μία 4<sup>η</sup> σειρά πειραμάτων κατά την οποία μελετήθηκε η ξήρανση μέσω μικροκυμάτων και έγινε σύγκριση με τις συμβατικές τεχνικές.

Συγκεκριμένα πραγματοποιήθηκε ξήρανση δοκιμίων διαμέτρου 2 cm. μόνο με συμβατική θέρμανση μέσα σε πυριαντήριο, με σταθερή την θερμοκρασία στους 100 °C, για να προσδιορίσουμε τον απαιτούμενο χρόνο για την τελική τους ξήρανση. Η διαδικασία είχε ως εξής:

Εισήχθησαν 12 δοκίμια παρόμοιου βάρους στο πυριαντήριο και ανά ώρα μετρούσαμε το βάρος ενός διαφορετικού δοκιμίου. Τελικά όλα τα μετρούμενα βάρη ανάχθηκαν με βάση το βάρος του βαρύτερου δοκιμίου και σχηματίστηκε το παρακάτω διάγραμμα (Σχήμα III.4.1) όπου φαίνεται η απώλεια βάρους των δειγμάτων συναρτήσει του χρόνου.



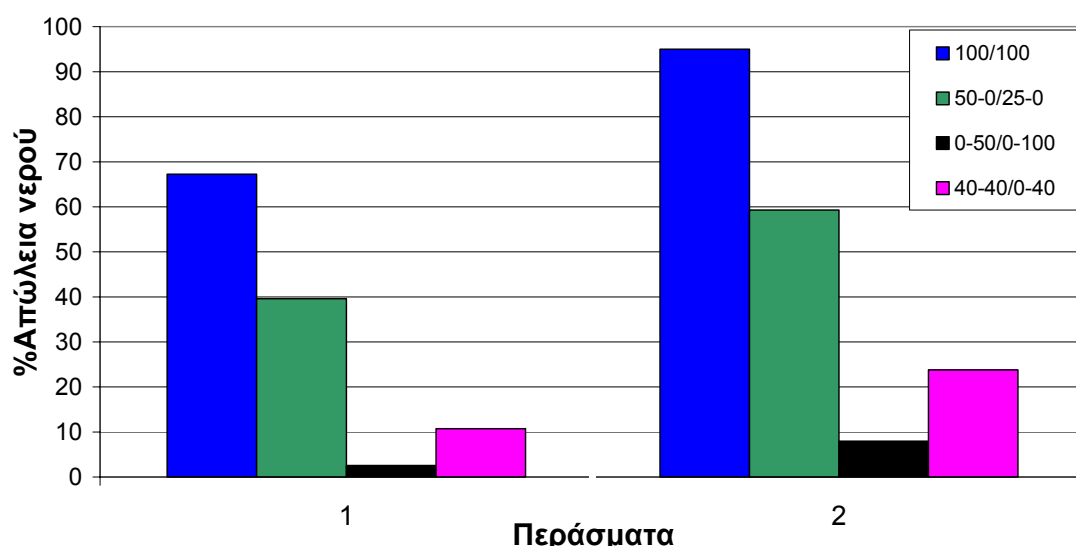
Σχήμα III.4.1: Απώλεια βάρους δείγματος διαμέτρου 2 cm. συναρτήσει του χρόνου.

Από το Σχήμα III.4.1 παρατηρείται το γεγονός ότι για την πλήρη ξήρανση των δοκιμίων απαιτούνται περίπου 8 ώρες. Η ποιότητα των δειγμάτων όπως γίνεται αντιληπτό ήταν πολύ υποβαθμισμένη καθώς όλα τα δείγματα παρουσίαζαν το φαινόμενο της στρέβλωσης εξωτερικά και παρουσίαζαν μεγάλη ρωγμή στο εσωτερικό τους.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στη συνέχεια άρχισε η μελέτη της θέρμανσης με μικροκύματα. Η διάμετρος των δειγμάτων που μελετήθηκαν αρχικά ήταν 2 cm.

Στο ακόλουθο διάγραμμα (Σχήμα III.4.2) φαίνεται το ποσοστό της απώλειας νερού για κάθε πέρασμα των δειγμάτων μέσα από τον ξηραντήρα μικροκυμάτων, με χρόνο περάσματος 2,45 λεπτά και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά. Η ταχύτητα του κάθε περάσματος είχε ρυθμιστεί έτσι ώστε η παραμονή του κάθε δείγματος μέσα στο θάλαμο να είναι 2,45 λεπτά. Οι αριθμοί του πίνακα στην δεξιά επάνω γωνία του διαγράμματος δείχνουν το % ποσοστό της μέγιστης ισχύος των διαφορετικής συχνότητας μαγνήτρων που χρησιμοποιήθηκαν. Ο πρώτος αριθμός είναι για τα χαμηλής συχνότητας μάγνητρα και ο δεύτερος αριθμός είναι για τα υψηλής συχνότητας μάγνητρα. Η πρώτη στήλη αριθμών αναφέρεται στο πρώτο πέρασμα και η δεύτερη στο δεύτερο πέρασμα.



Σχήμα III.4.2: Ποσοστό απώλειας νερού για 2 περάσματα, με χρόνο περάσματος 2,45 λεπτά και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά.

Οι μπλε κολώνες απεικονίζουν το πείραμα με την εφαρμογή της πλήρους ισχύος του συστήματος μικροκυμάτων (7,2kW) και για τις δύο συχνότητες, όπου και παρατηρείται πολύ γρήγορη ξήρανση των δειγμάτων. Η % απώλεια νερού ήταν περίπου 70% μετά το πρώτο πέρασμα και σχεδόν 100% μετά το δεύτερο πέρασμα. Ωστόσο, η ποιότητα των δειγμάτων δεν ήταν ικανοποιητική. Τα δείγματα είχαν υποστεί σημαντική παραμόρφωση και τόσο η διάμετρός τους όσο και το μήκος τους είχαν αυξηθεί. Παρουσιάζονταν ιδιαίτερα εύθρυπτα και παρατηρήθηκε ότι είχαν κυρτώσει (Εικόνα III.4.3).



*Εικόνα III.4.3: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων για μέγιστη ισχύ μικροκυμάτων*

Στο επόμενο πείραμα επιλέχθηκε να εφαρμοστεί μόνο η συχνότητα των 2,45 GHz η οποία επιπλέον μειώθηκε σε αρκετά χαμηλότερες τιμές ισχύος, δηλαδή 50% (2,4kW) και 25% (1,2kW) για το πρώτο και το δεύτερο πέρασμα, αντίστοιχα. Ο ρυθμός ξήρανσης ήταν ικανοποιητικός (γύρω στο 60% συνολική απώλεια νερού), αλλά η κατάσταση των δειγμάτων ήταν κακή (Εικόνα III.4.4), τόσο στο εσωτερικό τους όσο και στην εξωτερική τους επιφάνεια. Διαφάνηκε η δημιουργία μίας μεγάλης ρωγμής στη μέση καθώς και πολλών μικρότερων στην επιφάνεια των δειγμάτων.



*Εικόνα III.4.4: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για συχνότητα μικροκυμάτων 2,45 GHz με μέση-χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ*

Καταργώντας αντίθετα, την εφαρμογή της συχνότητας των 2,45 GHz και διατηρώντας μόνο αυτήν των 5,8 GHz, τα αποτελέσματα κρίθηκαν περισσότερο ικανοποιητικά. Παρόλο που η ισχύς της συχνότητας των 5,8 GHz παρέμεινε σε σχετικά υψηλά επίπεδα, δηλαδή στο 50% της μέγιστης



### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

ισχύος (1,2 kW) για το πρώτο πέρασμα και στο 100% (2,4kW) για το δεύτερο πέρασμα, η ξήρανση ήταν πολύ αργή, όπως φαίνεται και στο Σχήμα III.4.2 (10% απώλεια νερού). Η εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν ικανοποιητική αλλά παρατηρήθηκαν μικρές ρωγμές στην επιφάνεια των δοκιμίων (Εικόνα III.4.5).



*Εικόνα III.4.5: Εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για συχνότητα μικροκυμάτων 5,8 GHz με μέση-υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ.*

Στο επόμενο πείραμα εφαρμόστηκε για το πρώτο πέρασμα η συχνότητα των 2,45 GHz σε μέσες τιμές ισχύος, δηλαδή 40% (1,9 kW) και η συχνότητα των 5,8 GHz πάλι σε μέσες τιμές ισχύος, δηλαδή 40% (960 W). Στο δεύτερο πέρασμα εφαρμόστηκε μόνο η συχνότητα των 5,8 GHz πάλι σε μέσες τιμές ισχύος, δηλαδή 40% (960 W), καθώς τα δείγματα άρχισαν να έχουν ρωγμές στην επιφάνεια. Πάλι σε αυτή την περίπτωση η εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν καλή αλλά παρατηρήθηκαν πάλι ρωγμές στην επιφάνεια των δοκιμίων κατά το πρώτο πέρασμα. Στο δεύτερο πέρασμα η ποιότητα των δοκιμίων κρίθηκε ικανοποιητική.

Στους παρακάτω Πίνακες (III.4.1, III.4.2) φαίνονται συνοπτικά οι παρατηρήσεις για την ποιότητα (εξωτερική και εσωτερική) των δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 min, μετά και την τελική ξήρανση στο συμβατικό πυριαντήριο (Πίνακας III.4.1), καθώς και η παρουσίαση των τιμών της % απώλειας νερού μετά από κάθε πέρασμα των δειγμάτων μέσα από το σύστημα ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων (Πίνακας III.4.2).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Πίνακας III.4.1: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 min.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα		Εσωτερική ποιότητα	Επιφανειακή ποιότητα
1 <sup>ο</sup> πέρασμα	2 <sup>ο</sup> πέρασμα		
100/100	100/100	Εύθρυπτα, δημιουργία φυσαλίδων από γρήγορη εξάτμιση του νερού.	Σημαντική παραμόρφωση, αύξηση μήκους και διαμέτρου, πολλές επιφανειακές ατέλειες.
50/0	25/0	Δημιουργία φυσαλίδων από γρήγορη εξάτμιση του νερού.	Εκτεταμένες ρωγμές μέχρι το εσωτερικό του δείγματος και “φουσκώματα”.
0/50	0/100	Καλή, μερικές φυσαλίδες	“Φουσκώματα” σε κάποια δείγματα και μικρά σκισίματα στην επιφάνεια.
40/40	0/40	Καλή	Εκτεταμένες ρωγμές κατά μήκος των δειγμάτων μέχρι το εσωτερικό τους.

Στον Πίνακα III.4.2 παρουσιάζονται επίσης οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.



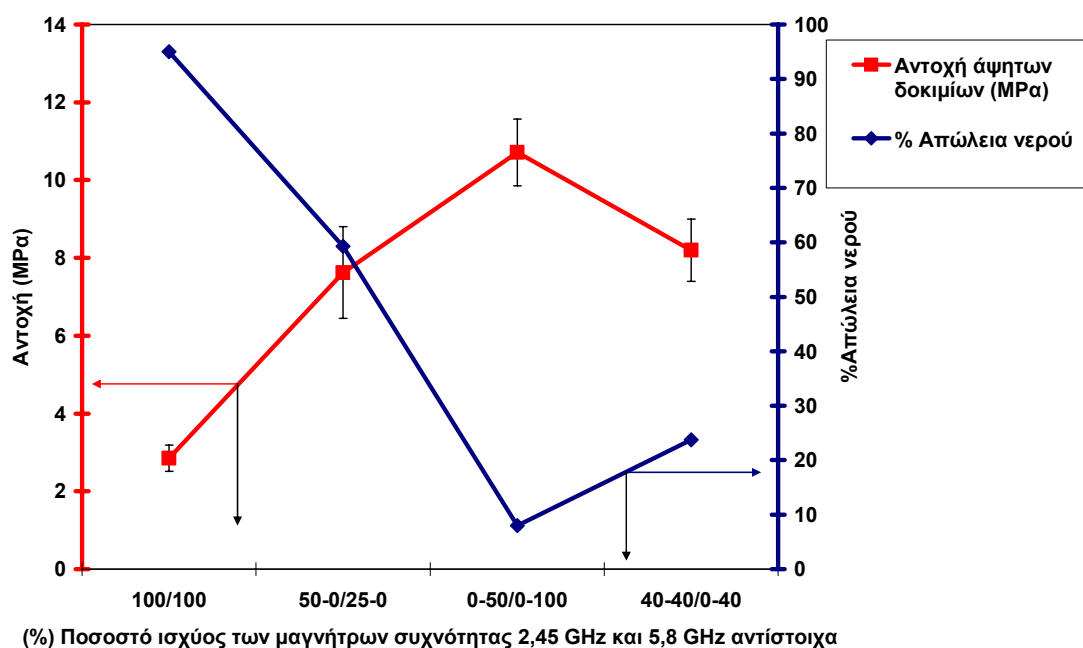
### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Πίνακας III.4.2: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 2,45 min.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα	Περάσματα	% Απώλεια νερού	Τυπική απόκλιση (s)	% Τυπική απόκλιση (s%)
100/100	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	67,2	4,7	14,8
100/100	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	95,0	3,0	3,2
50/0	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	39,6	1,1	5,4
25/0	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	59,3	4,8	8,1
0/50	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	2,6	0,8	14,7
0/100	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	8,0	1	13,2
40/40	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	10,7	1,9	14,1
0/40	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	23,8	8,2	34,6

Στη συνέχεια έγιναν δοκιμές αντοχής σε κάμψη (3 σημείων) στα ξηρά δοκίμια για να φανεί το πώς επηρεάζει η ξήρανση με μικροκύματα καθώς και ο ρυθμός της ξήρανσης τις αντοχές των δοκιμίων. (Σχήμα III.4.6)

Παρατηρείται λοιπόν ότι όταν η εξάτμιση του νερού από τα δοκίμια είναι πολύ έντονη και γρήγορη, κάτι που συμβαίνει όταν εφαρμόζεται μεγάλη ισχύς μικροκυμάτων, οι αντοχές σε κάμψη υποβιβάζονται σημαντικά. Η συμπεριφορά αυτή είναι μάλλον αναμενόμενη, αν ληφθεί υπόψη η μορφολογία των δοκιμίων που παρατηρήθηκε μετά την πολύ ταχεία διαδικασία ξήρανσης με μικροκύματα. Τα δοκίμια που έχουν ξηρανθεί με μικροκύματα είναι επίσης δυνατόν να εμφανίσουν πόρους, λόγω της πολύ γρήγορης απομάκρυνσης του νερού, φαινόμενο που οδηγεί σε μειωμένη μηχανική αντοχή.

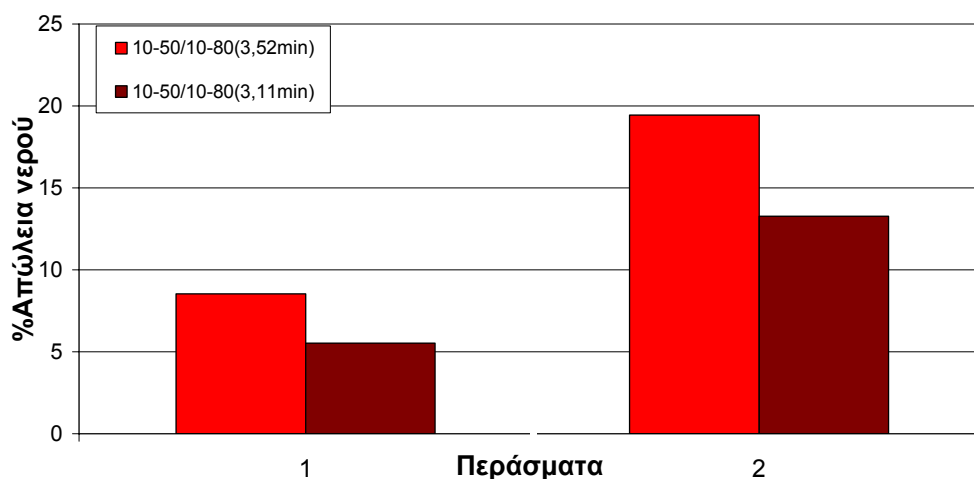


Σχήμα III.4.6: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm, για χρόνο περάσματος 2,45 min.

Παρατηρήθηκε λοιπόν ότι εφαρμόζοντας μόνο τη συχνότητα μικροκυμάτων των 2,45 GHz χαμηλής έως μέσης ισχύος (1,2 KW έως 2,4 KW) έχουμε σημαντική εξάτμιση του νερού των δειγμάτων αλλά και σημαντική υποβάθμιση της ποιότητας τους. Αντίθετα με την εφαρμογή συχνότητας μικροκυμάτων 5,8 GHz μέσης έως υψηλής ισχύος (1,2 KW έως 2,4 KW) η ποιότητα των δειγμάτων παραμένει σε αποδεκτά επίπεδα αλλά η % απώλεια νερού είναι πολύ μικρή.

Με το συνδυασμό όμως των δύο συχνοτήτων, εφαρμόζοντας μέση ισχύ, έχουμε πάλι πολύ γρήγορη εξάτμιση του νερού αλλά και υποβάθμιση της ποιότητας των δοκιμίων η οποία όμως δεν είναι υπερβολική. Τα τελευταία αποτελέσματα δείχνουν το δρόμο να μειώσουμε περισσότερο την ισχύ της συχνότητας μικροκυμάτων των 2,45 GHz και να διατηρήσουμε την ίδια ισχύ για τη συχνότητα μικροκυμάτων των 5,8 GHz, αυξάνοντας και το χρόνο παραμονής των δοκιμίων μέσα στον ξηραντήρα μικροκυμάτων για να αυξήσουμε και την απώλεια νερού (Σχήμα III.4.7).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.4.7: Ποσοστό απώλειας νερού για δύο περάσματα, με διαφορετικό χρόνο περάσματος (3,52min, 3,11 min) και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά.

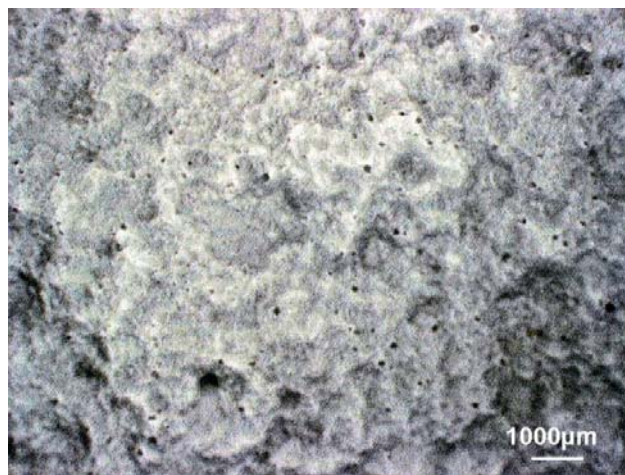
Όπως φαίνεται και στο Σχήμα III.4.7, μελετήθηκε ο συνδυασμός των δύο συχνοτήτων, αυξάνοντας την ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz (50% ή 1,2 KW για το 1<sup>ο</sup> πέρασμα και 80% ή 1,92 KW για το 2<sup>ο</sup> πέρασμα) και διατηρώντας πολύ μικρή ισχύ για τα μάγνητρα με συχνότητα 2,45 GHz (10% ή 480 W). Αυξήθηκε επίσης ο χρόνος παραμονής των δοκιμίων μέσα στον ξηραντήρα (3,52min και 3,11 min αντίστοιχα). Τα αποτελέσματα ήταν ιδιαίτερα ελπιδοφόρα. Συγκεκριμένα για χρόνο παραμονής 3,52 λεπτά είχαμε ικανοποιητική συνολική απώλεια νερού (γύρω στο 20%) αλλά η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν μέτρια (Εικόνα III.4.8) με κάποιες ρωγμές στην επιφάνεια των δειγμάτων κατά το δεύτερο πέρασμα.



Εικόνα III.4.8: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα και χρόνο παραμονής 3,52 min.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Σε όσα δείγματα από το συγκεκριμένο πείραμα είχαμε σχετικά καλή εσωτερική και εξωτερική ποιότητα πραγματοποιήθηκε επιπλέον εξέταση σε οπτικό μικροσκόπιο (Εικόνα III.4.9) όπου και φαίνεται η απουσία μικρορωγμών και η καλή εσωτερική ποιότητα. Τα μαύρα στίγματα που εμφανίζονται είναι πόροι που δημιουργήθηκαν κατά τη διαδικασία της εξώθησης.



Εικόνα III.4.9: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία της επιφάνειας θραύσης.

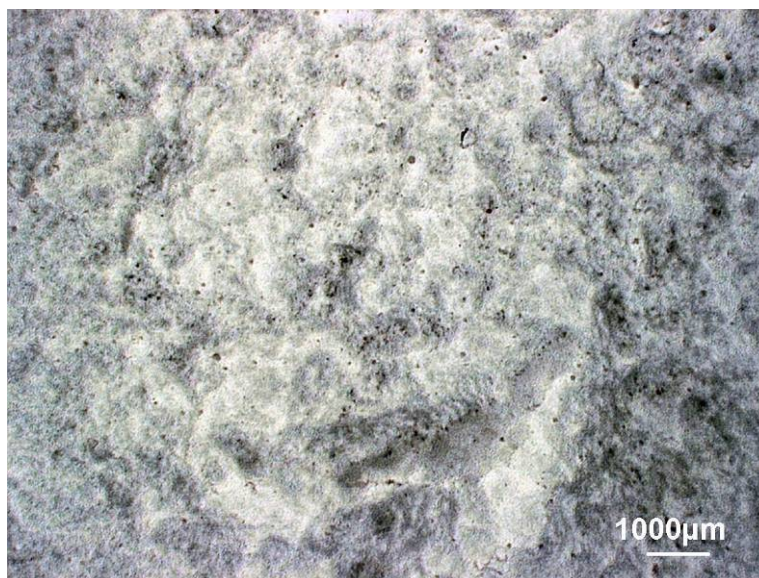
Για χρόνο παραμονής 3,11 λεπτά είχαμε μικρότερη απώλεια νερού (γύρω στο 13%) αλλά η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν καλύτερη (Εικόνα III.4.10) με πολύ μικρότερες ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων κατά το δεύτερο πέρασμα. Σε κάθε περίπτωση η εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν πολύ καλή.



Εικόνα III.4.10: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα και χρόνο παραμονής 3,11 min.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Και σε αυτή την περίπτωση πραγματοποιήθηκε εξέταση σε οπτικό μικροσκόπιο στα καλύτερα δείγματα του συγκεκριμένου πειράματος στα οποία είχαμε σχετικά καλή εσωτερική και εξωτερική ποιότητα (Εικόνα III.4.11) η οποία κατέδειξε και πάλι την απουσία μικρορωγμών και την καλή εσωτερική ποιότητα.



*Εικόνα III.4.11: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία της επιφάνειας θραύσης.*

Στον παρακάτω Πίνακα (Πίνακας III.4.3) φαίνονται συνοπτικά οι παρατηρήσεις για την ποιότητα (εξωτερική και εσωτερική) των δειγμάτων διαμέτρου 2 cm κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min, μετά και την τελική ξήρανση στο συμβατικό πυριαντήριο.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Πίνακας III.4.3: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα		Εσωτερική ποιότητα	Επιφανειακή ποιότητα
1 <sup>ο</sup> πέρασμα	2 <sup>ο</sup> πέρασμα		
10/50 (χρόνος παραμονής 3,52min)	10/80 (χρόνος παραμονής 3,52min)	Πάρα πολύ καλή	Ρωγμές στην επιφάνεια των δειγμάτων
10/50 (χρόνος παραμονής 3,11min)	10/80 (χρόνος παραμονής 3,11min)	Πάρα πολύ καλή	Ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων

Στον Πίνακα III.4.4 παρουσιάζονται τιμών της % απώλειας νερού μετά από κάθε πέρασμα των δειγμάτων μέσα από το σύστημα ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

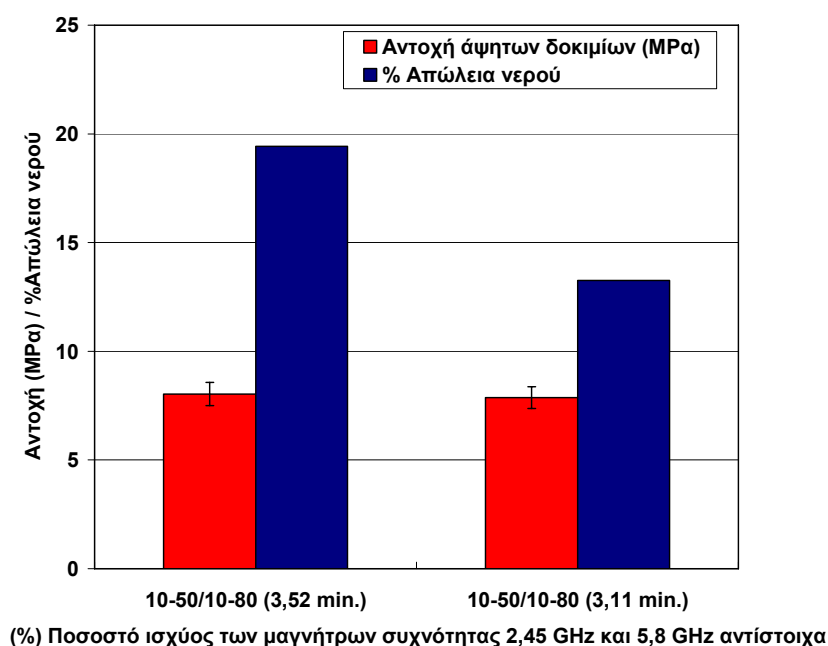
Πίνακας III.4.4: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min αντίστοιχα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα	Περάσματα	% Απώλεια νερού	Τυπική απόκλιση (s)	Τυπική απόκλιση % (s%)
10/50 (3,11min)	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	5,5	0,7	8,7
10/80 (3,11min)	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	7,9	2,1	15,8
10/50 (3,52min)	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	8,5	1,2	10,7
10/80 (3,52min)	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	19,4	1,8	9,1



### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στη συνέχεια έγιναν πάλι δοκιμές αντοχής σε κάμψη (3 σημείων) στα ξηρά δοκίμια για να φανεί το πώς επηρεάζει η ξήρανση με μικροκύματα καθώς και ο ρυθμός της ξήρανσης τις αντοχές των δοκιμίων. (Σχήμα III.4.12). Παρατηρείται ότι παρόλο που έχουμε κάποια διαφορά στην απώλεια νερού μεταξύ των δύο πειραμάτων οι αντοχές σε κάμψη δεν παρουσιάζουν διαφοροποιήσεις μεταξύ τους κάτι που σημαίνει ότι και στις δύο περιπτώσεις η ξήρανση έγινε με ομοιόμορφο τρόπο και δεν υποβάθμισε τις αντοχές.

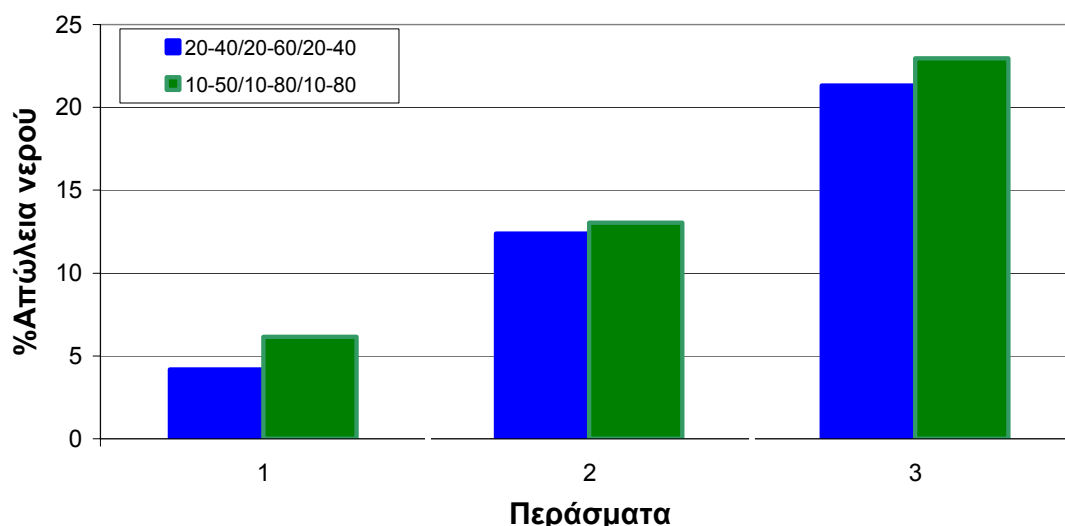


Σχήμα III.4.12: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για χρόνο περάσματος 3,11 και 3,52 min.

Παρατηρήθηκε λοιπόν ότι αυξάνοντας την ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz (50% ή 1,2 KW για το 1<sup>ο</sup> πέρασμα και 80% ή 1,92 KW για το 2<sup>ο</sup> πέρασμα), διατηρώντας πολύ μικρή ισχύ για τα μάγνητρα με συχνότητα 2,45 GHz (10% ή 480 W) και αυξάνοντας το χρόνο παραμονής παίρνουμε πολύ καλύτερα αποτελέσματα σε σχέση με τα προηγούμενα πειράματα τουλάχιστον όσον αφορά στην ποιότητα. Παρόλα αυτά υπάρχουν περιθώρια βελτίωσης καθώς φαίνεται ότι για τα συγκεκριμένα πειράματα όταν μειώσαμε το χρόνο παραμονής των δειγμάτων από τα 3,52 min στα 3,11 min επιτύχαμε καλύτερη ποιότητα δειγμάτων. Έτσι η επόμενη σκέψη ήταν η μείωση του χρόνου παραμονής και η αύξηση των περασμάτων σε τρία όπως φαίνεται και στο παρακάτω διάγραμμα (Σχήμα III.4.13). Χρησιμοποιώντας λοιπόν τις

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

συνθήκες των δύο τελευταίων πειραμάτων αλλά μειώνοντας τον χρόνο παραμονής στα 2,45 λεπτά και προσθέτοντας και τρίτο πέρασμα μέσα από τον ξηραντήρα μικροκυμάτων, επιτεύχθηκαν τελικά πολύ καλά αποτελέσματα.



Σχήμα III.4.13: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με χρόνο περάσματος 2,45 min και διάμετρο δοκιμίων 2 εκατοστά.

Πιο συγκεκριμένα, οι συνθήκες διεξαγωγής αυτών των πειραμάτων έχουν ως εξής: διατήρηση της ισχύος των μαγνήτρων με συχνότητα 2,45 GHz στο 10 με 20% της μέγιστης ισχύος (480 - 960 W) και διατήρηση της ισχύος των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz σε μέσα ή υψηλά επίπεδα ισχύος (40%-80% ή 960 W- 1,9kW).

Ως αποτέλεσμα, για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις μπλε κολώνες του Σχήματος III.4.13 (20% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 2,45 GHz και 40%-60% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 5,8 GHz) είχαμε ικανοποιητική απώλεια νερού (γύρω στο 22%) και η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν ικανοποιητική αλλά με κάποιες ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων κατά το δεύτερο πέρασμα.

Για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις πράσινες κολώνες του Σχήματος III.4.13 (10% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 2,45 GHz και 50%-80% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 5,8 GHz) είχαμε ελάχιστα περισσότερη απώλεια νερού (γύρω στο 24%) αλλά η



### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

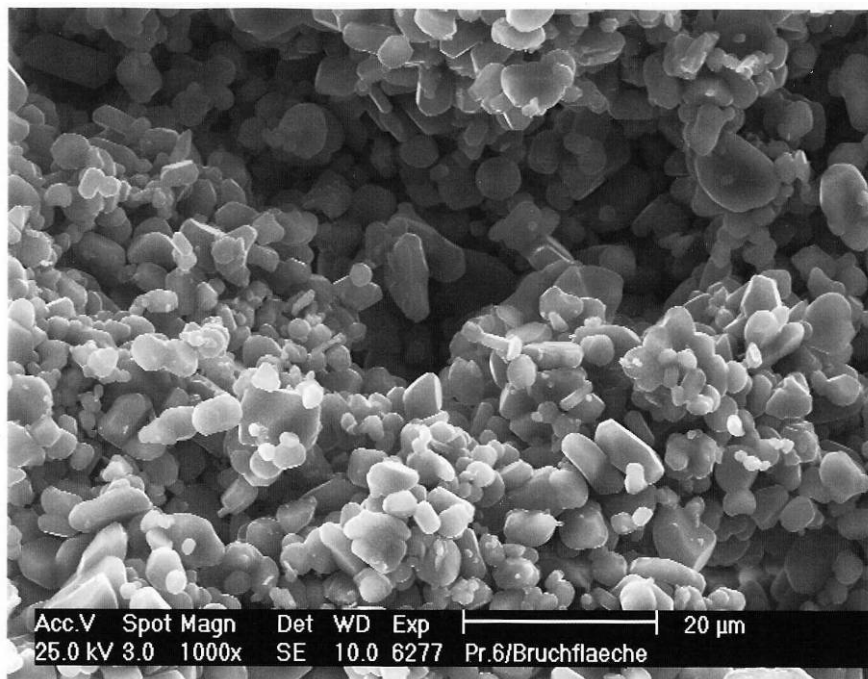
εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν καλύτερη χωρίς καθόλου ρωγμές στην επιφάνεια των δειγμάτων και για τα τρία περάσματα (Εικόνα III.4.14).



Εικόνα III.4.14: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων με συνδυασμό των 2 συχνοτήτων, με χαμηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για τη χαμηλή συχνότητα και υψηλή εφαρμοζόμενη ισχύ για την υψηλή συχνότητα, τρία περάσματα και χρόνο παραμονής 2,45 min.

Και στις δυο περιπτώσεις η εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν πολύ καλή.

Στα δείγματα του συγκεκριμένου πειράματος που είχαμε πολύ καλή εσωτερική και εξωτερική ποιότητα πραγματοποιήθηκε εξέταση σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (Εικόνα III.4.15) όπου και φαίνεται η απουσία μικρορωγμών και η καλή εσωτερική ποιότητα.



*Εικόνα III.4.15: Φωτογραφία από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που δείχνει τη μορφολογία των πόρων.*

Οι φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης στα δείγματα με καλή μορφολογία, δείχνουν επίσης την ύπαρξη μίας δίκτορης κατανομής πόρων με μέσο μέγεθος στα 20 και 2  $\mu\text{m}$ .

Στον παρακάτω Πίνακα (Πίνακας III.4.5) φαίνονται συνοπτικά οι παρατηρήσεις για την ποιότητα (εξωτερική και εσωτερική) των δειγμάτων διαμέτρου 2 cm κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα, μετά και την τελική ξήρανση στο συμβατικό πυριαντήριο.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Πίνακας III.4.5: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 2 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα			Εσωτερική ποιότητα	Επιφανειακή ποιότητα
1° πέρασμα	2° πέρασμα	3° πέρασμα		
20/40	20/60	20/40	Πάρα πολύ καλή	Ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων
10/50	10/80	10/80	Πάρα πολύ καλή	Πάρα πολύ καλή

Στον Πίνακα III.4.6 παρουσιάζονται οι τιμές της % απώλειας νερού μετά από κάθε πέρασμα των δειγμάτων μέσα από το σύστημα ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

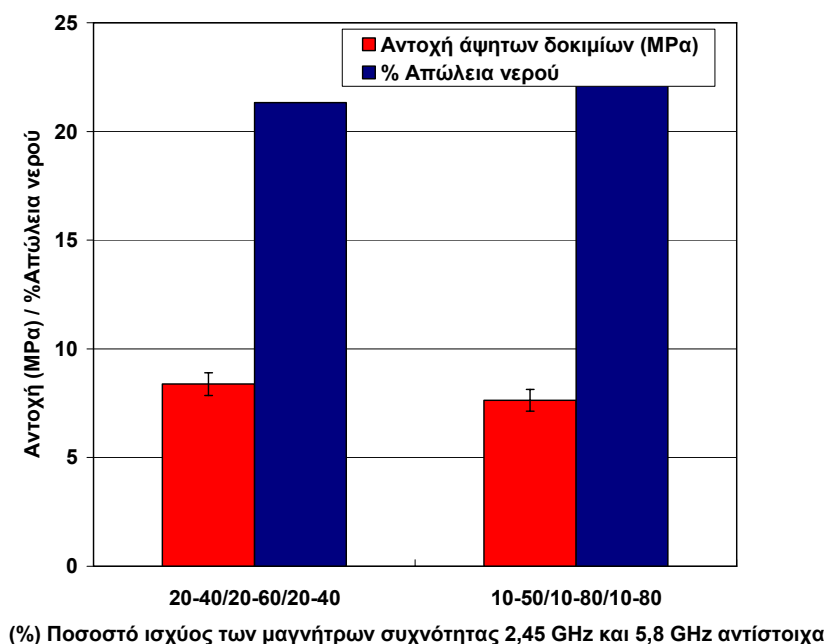
Πίνακας III.4.6: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για τρία περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα	Περάσματα	% Απώλεια νερού	Τυπική απόκλιση (s)	Τυπική απόκλιση % (s%)
20/40	1° πέρασμα	4,2	0,5	11,2
20/60	2° πέρασμα	12,4	1	8,1
20/40	3° πέρασμα	21,4	1,3	6,1
10/50	1° πέρασμα	6,2	0,6	9,8
10/80	2° πέρασμα	13	0,8	5,8
10/80	3° πέρασμα	23	1	4,2

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στη συνέχεια έγιναν δοκιμές αντοχής σε κάμψη (3 σημείων) στα ξηρά δοκίμια για να φανεί το πώς επηρεάζει η ξήρανση με μικροκύματα καθώς και ο ρυθμός της ξήρανσης τις αντοχές των δοκιμίων. (Σχήμα III.4.16)

Εδώ υπάρχει μια μικρή διαφορά στις τιμές των αντοχών μεταξύ των δύο πειραμάτων που είναι όμως μέσα στα περιθώρια του σφάλματος.



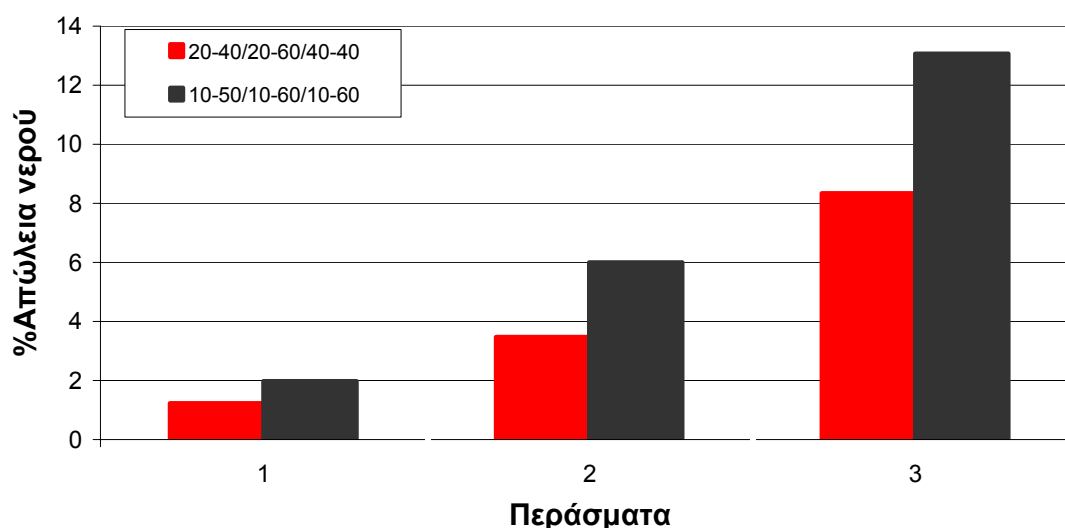
Σχήμα III.4.16: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος σε δείγματα διαμέτρου 2 cm για τρία περάσματα.

Παρατηρήθηκε λοιπόν ότι αυξάνοντας σε τρία τα περάσματα και διατηρώντας τις ίδιες συνθήκες με τα προηγούμενα πειράματα δηλαδή την ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz στο 50% ή 1,2 KW για το 1<sup>ο</sup> πέρασμα, 80% ή 1,92 KW για το 2<sup>ο</sup> και το 3<sup>ο</sup> πέρασμα, διατηρώντας πολύ μικρή ισχύ για τα μάγνητρα με συχνότητα 2,45 GHz (10% ή 480 W), παίρνουμε τα καλύτερα αποτελέσματα σε σχέση με τα προηγούμενα πειράματα όσον αφορά στην ποιότητα αλλά πλέον και όσον αφορά στην απώλεια νερού.

Μία άλλη παράμετρος που μελετήθηκε ήταν η επίδραση της διαμέτρου των δοκιμίων.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Στο παρακάτω διάγραμμα (Σχήμα III.4.17), όλες οι κολώνες αναφέρονται στην ξήρανση δοκιμίων με διάμετρο  $\varnothing$  3 cm. Η ισχύς των μαγνήτρων με συχνότητα 2,45 GHz ρυθμίστηκε στο 10 με 20% της μέγιστης ισχύος (480 - 960 W) και η ισχύς των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz διατηρήθηκε έως το 60% (1,44 kW) σε σύγκριση με το επίπεδο του 80% που μπορούσαν να αντέξουν τα δείγματα με διάμετρο  $\varnothing$  2 cm.



Σχήμα III.4.17: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με χρόνο περάσματος 2,45 min και διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά.

Συγκεκριμένα για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις μαύρες κολώνες του Σχήματος III.4.17 (20% - 40% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 2,45 GHz και 40%-60% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 5,8 GHz) είχαμε απώλεια νερού γύρω στο 13% και η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν ικανοποιητική αλλά με κάποιες ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων κατά το τρίτο πέρασμα.

Για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις κόκκινες κολώνες του Σχήματος III.4.17 (10% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 2,45 GHz και 50%-60% της μέγιστης ισχύος της συχνότητας των 5,8 GHz) είχαμε λιγότερη απώλεια νερού (γύρω στο 8%) αλλά η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν καλύτερη χωρίς καθόλου ρωγμές στην επιφάνεια των δειγμάτων και για τα τρία περάσματα (Εικόνα III.4.18).

Σε αυτήν την περίπτωση, ο ρυθμός ξήρανσης ήταν χαμηλότερος αλλά η κατάσταση των δειγμάτων ήταν εξαιρετική για τις συνθήκες που αποτυπώνονται με τη μαύρη καμπύλη, ενώ για τις συνθήκες που

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

αποτυπώνονται με την κόκκινη καμπύλη είχαμε κάποιες ρωγμές στην επιφάνεια. Η εσωτερική κατάσταση των δειγμάτων μετά την πλήρη ξήρανση των δειγμάτων η οποία ολοκληρώθηκε στο πυριαντήριο ήταν πολύ καλή παρόλο που δεν είχαμε μεγάλη απώλεια νερού (8 – 13%) κατά τη διάρκεια της μικροκυματικής ξήρανσης.

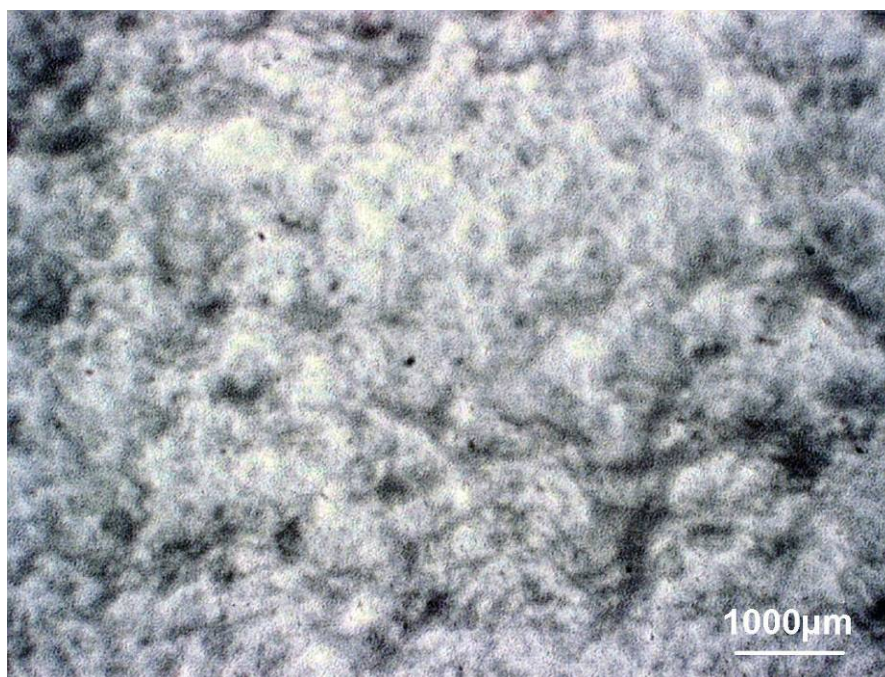


*Εικόνα III.4.18: Εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων για χρόνο περάσματος 2,45 min, διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά και 3 περάσματα.*

Στα δείγματα του συγκεκριμένου πειράματος που είχαμε καλή εσωτερική και εξωτερική ποιότητα πραγματοποιήθηκε εξέταση σε οπτικό μικροσκόπιο (Εικόνα III.4.19) όπου και φαίνεται η απουσία μικρορωγμών και η καλή εσωτερική ποιότητα. Τα μαύρα στίγματα που εμφανίζονται είναι πόροι που δημιουργήθηκαν κατά τη διαδικασία της εξώθησης λόγω του εγκλωβισμού κάποιων φυσαλίδων αέρα.



### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Σχήμα III.4.19: Φωτογραφία από το οπτικό μικροσκόπιο όπου φαίνεται η μορφολογία της επιφάνειας θραύσης.

Στον παρακάτω πίνακα (Πίνακας III.4.7) φαίνονται συνοπτικά οι παρατηρήσεις για την ποιότητα (εξωτερική και εσωτερική) των δειγμάτων διαμέτρου 3 cm κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα, μετά και την τελική ξήρανση στο συμβατικό πυριαντήριο.

Πίνακας III.4.7: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 3 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για 3 περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα			Εσωτερική ποιότητα	Επιφανειακή ποιότητα
1° πέρασμα	2° πέρασμα	3° πέρασμα		
20/40	20/60	40/40	Πάρα πολύ καλή	Ρωγμές στην επιφάνεια κάποιων δειγμάτων
10/50	10/60	10/60	Πάρα πολύ καλή	Πάρα πολύ καλή

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

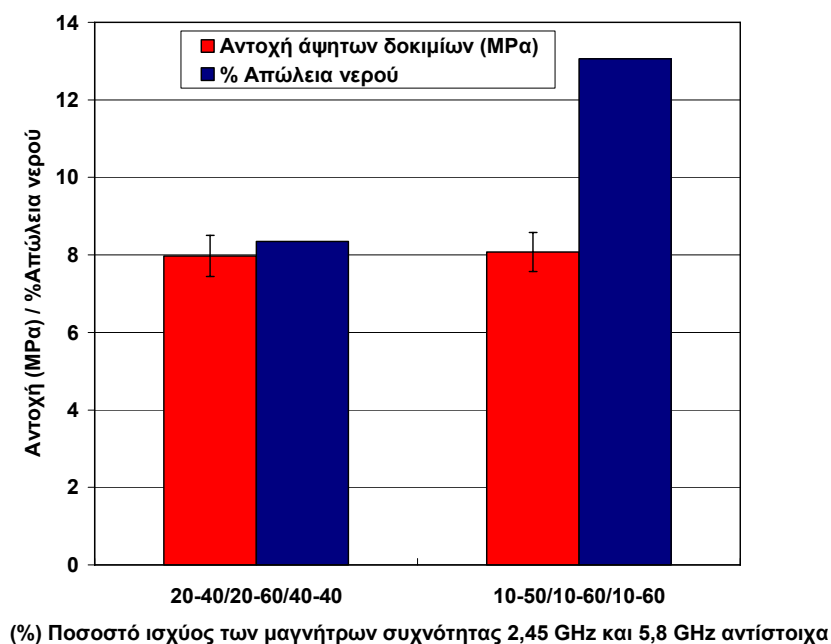
Στον Πίνακα III.4.8 παρουσιάζονται οι τιμές της % απώλειας νερού μετά από κάθε πέρασμα των δειγμάτων μέσα από το σύστημα ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων καθώς επίσης και οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

Πίνακας III.4.8: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 3 cm για τρία περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα	Περάσματα	% Απώλεια νερού	Τυπική απόκλιση (s)	Τυπική απόκλιση % (s%)
20/40	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	1,2	0,3	23,6
20/60	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	3,5	0,5	14
40/40	3 <sup>ο</sup> πέρασμα	8,3	0,7	8,7
10/50	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	2	0,1	4,8
10/60	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	6	0,4	7,1
10/60	3 <sup>ο</sup> πέρασμα	13,1	0,6	4,3

Στη συνέχεια έγιναν πάλι δοκιμές αντοχής σε κάμψη (3 σημείων) στα ξηρά δοκίμια για να φανεί το πώς επηρεάζει η ξήρανση με μικροκύματα καθώς και ο ρυθμός της ξήρανσης τις αντοχές των δοκιμίων (Σχήμα III.4.20). Πάλι υπάρχει μια μικρή διαφορά στις τιμές των αντοχών μεταξύ των δύο πειραμάτων που είναι όμως μέσα στα περιθώρια του σφάλματος.





Σχήμα III.4.20: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 min, διάμετρο δοκιμίων 3 εκατοστά και 3 περάσματα..

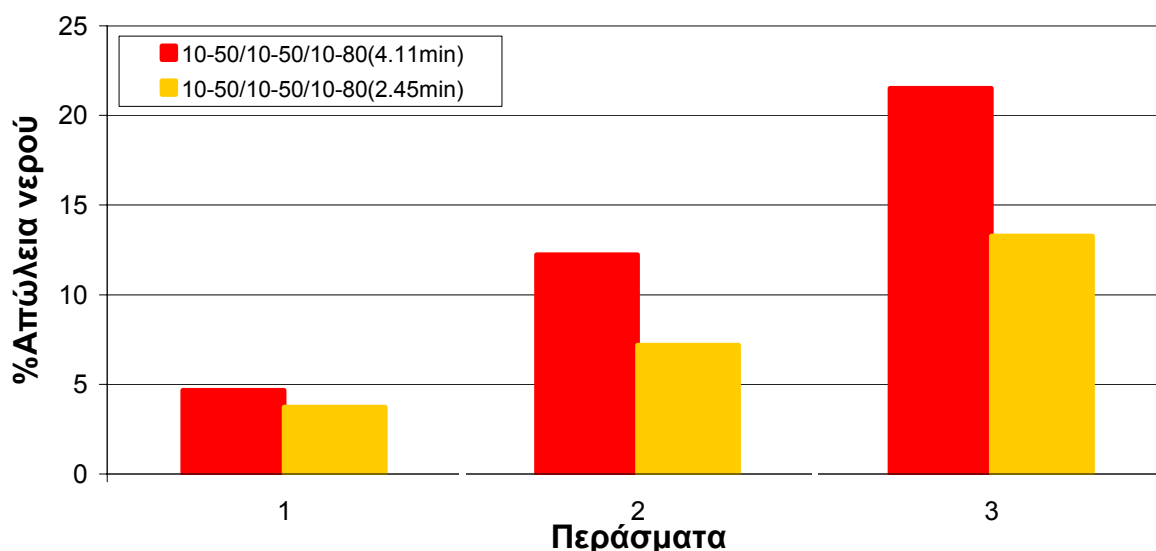
Στα συγκεκριμένα πειράματα η απώλεια του νερού των δοκιμίων ήταν σημαντικά μικρότερη από τα προηγούμενα πειράματα στις ίδιες συνθήκες, καθώς αυξήθηκε ο όγκος των δειγμάτων. Κάτι τέτοιο θα μπορούσε κατά το μετέπειτα στάδιο της συμβατικής ξήρανσης να δημιουργήσει εσωτερικές ρωγμές στα δείγματα, καθώς μπορεί το βάθος διείσδυσης των μικροκυμάτων να ήταν μικρότερο της διαμέτρου των δοκιμίων.

Το ότι δεν εμφανίστηκαν εσωτερικές ρωγμές υποδηλώνει ότι παρόλο που αυξήσαμε το πάχος στα 3 cm η αντίστροφη θερμοκρασιακή κατανομή, που αναφέρθηκε στο θεωρητικό μέρος, συνεχίζει να υφίσταται και να δημιουργεί συνθήκες ικανοποιητικής προθέρμανσης των δοκιμίων πριν την τελική ξήρανση σε συμβατικό πυριαντήριο. Επίσης το βάθος διείσδυσης των μικροκυμάτων δείχνει να είναι μεγαλύτερο ή ίσο της διαμέτρου των δοκιμίων.

Τέλος, ερευνήθηκαν οι κατάλληλες συνθήκες για μεγαλύτερα δοκίμια διαμέτρου περίπου Ø4 cm, εφαρμόζοντας τις συνθήκες που χρησιμοποιήθηκαν στις προηγούμενες σειρές πειραμάτων αλλά χωρίς πολύ ικανοποιητικά αποτελέσματα, ιδιαίτερα για την εσωτερική ποιότητα, που είχαμε μεγάλες ρωγμές.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η ισχύς των μαγνήτρων με συχνότητα 2,45 GHz ήταν στο 10% της μέγιστης ισχύος (480 W) και η ισχύς των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz κυμαινόταν από το 50% έως το 80% (1,2 – 1,9 kW) (Σχήμα III.4.21). Ο χρόνος παραμονής ήταν για τη μία περίπτωση 2,45 min και για τη δεύτερη περίπτωση 4,11 min.



Σχήμα III.4.21: Ποσοστό απώλειας νερού για τρία περάσματα, με διαφορετικό χρόνο περάσματος 2,45 min και 4,11 min αντίστοιχα και διάμετρο δοκιμίων 4 εκατοστά.

Συγκεκριμένα για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις κόκκινες κολώνες του Σχήματος III.4.21 (χρόνος περάσματος 4,11min) είχαμε ικανοποιητική απώλεια νερού (γύρω στο 23%), η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν εξαιρετική αλλά εσωτερικά είχαμε μεγάλη ρωγμή στο κέντρο (Σχήμα III.4.22). Για συνθήκες πειράματος που αποτυπώνονται με τις κίτρινες κολώνες του Σχήματος III.4.21 (χρόνος περάσματος 2,45 min) είχαμε λιγότερη απώλεια νερού (γύρω στο 14%), η εξωτερική ποιότητα των δειγμάτων ήταν εξαιρετική αλλά εσωτερικά είχαμε πάλι μεγάλη ρωγμή στο κέντρο (Εικόνα III.4.22).

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ



Εικόνα III.4.22: Εσωτερική ποιότητα των δειγμάτων για χρόνο περάσματος 4,11 min, διάμετρο δοκιμίων 4 εκατοστά και 3 περάσματα.

Στους παρακάτω πίνακες (III.4.9, III.4.10) φαίνονται συνοπτικά οι παρατηρήσεις για την ποιότητα (εξωτερική και εσωτερική) των δειγμάτων διαμέτρου 4 cm κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα και για 3 περάσματα, μετά και την τελική ξήρανση στο συμβατικό πυριαντήριο (Πίνακας III.4.9), καθώς και η παρουσίαση των τιμών της % απώλειας νερού μετά από κάθε πέραςμα των δειγμάτων μέσα από το σύστημα ξήρανσης μέσω μικροκυμάτων (Πίνακας III.4.10).

Πίνακας III.4.9: Εξωτερική και εσωτερική ποιότητα δειγμάτων διαμέτρου 4 cm. κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα και για 3 περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα			Εσωτερική ποιότητα	Επιφανειακή ποιότητα
1° πέραςμα	2° πέραςμα	3° πέραςμα		
10/50 (2,45min)	10/50 (2,45min)	10/80 (2,45min)	Μεγάλη ρωγμή στο κέντρο των δοκιμίων	Πάρα πολύ καλή
10/50 (4,11min)	10/50 (4,11min)	10/80 (4,11min)	Μεγάλη ρωγμή στο κέντρο των δοκιμίων	Πάρα πολύ καλή

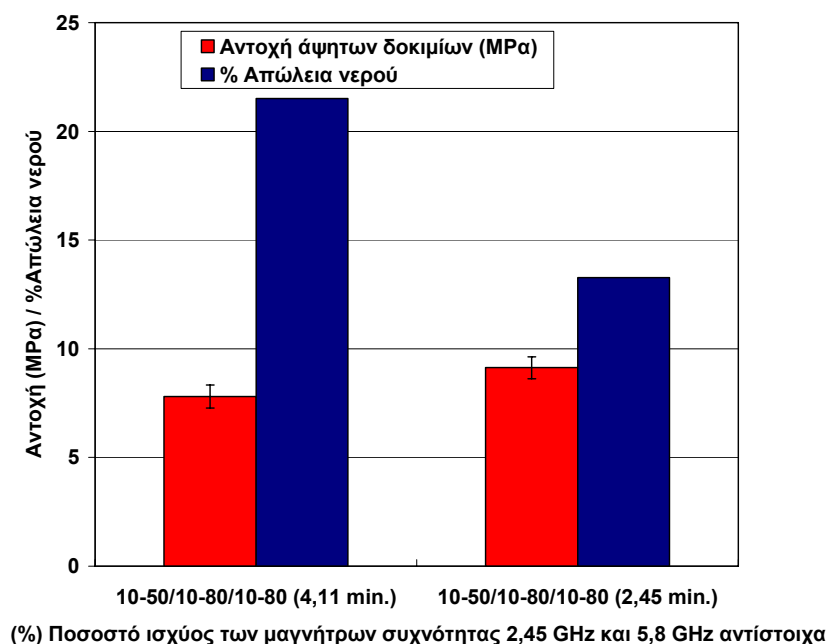
Στον Πίνακα III.4.10 παρουσιάζονται επίσης οι τυπικές αποκλίσεις των μετρήσεων.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Πίνακας III.4.10: Τυπικές αποκλίσεις της % απώλειας νερού κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων σε δείγματα διαμέτρου 4 cm για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα και για 3 περάσματα.

(%) Ποσοστό ισχύος των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz και 5,8 GHz αντίστοιχα	Περάσματα	% Απώλεια νερού	Τυπική απόκλιση (s)	Τυπική απόκλιση % (s%)
10/50 (2,45min)	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	3,7	0,7	18,3
10/50 (2,45min)	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	7,2	0,5	7,5
10/80 (2,45min)	3 <sup>ο</sup> πέρασμα	13,3	0,7	5,6
10/50 (4,11min)	1 <sup>ο</sup> πέρασμα	4,7	0,2	3,2
10/50 (4,11min)	2 <sup>ο</sup> πέρασμα	12,2	0,7	5,7
10/80 (4,11min)	3 <sup>ο</sup> πέρασμα	21,5	1,3	6,2

Στη συνέχεια έγιναν δοκιμές αντοχής σε κάμψη (3 σημείων) στα ξηρά δοκίμια για να φανεί το πώς επηρεάζει η ξήρανση με μικροκύματα καθώς και ο ρυθμός της ξήρανσης τις αντοχές των δοκιμίων. (Σχήμα III.4.23) Παρατηρείται λοιπόν ότι για τα δοκίμια στα οποία εφαρμόστηκε μεγάλος χρόνος παραμονής σε κάθε πέρασμα και κατά συνέπεια είχαμε μεγαλύτερη απώλεια νερού οι αντοχές σε κάμψη μειώθηκαν αλλά όχι σε μεγάλο βαθμό.



Σχήμα III.4.23: Επίδραση της % απώλειας νερού στην αντοχή σε κάμψη των ξηραμένων δοκιμίων κατά την εφαρμογή μικροκυμάτων διαφορετικής ισχύος για χρόνο περάσματος 2,45 και 4,11 min αντίστοιχα, διάμετρο δοκιμίων 4 εκατοστά και για 3 περάσματα.

Στα συγκεκριμένα πειράματα η απώλεια του νερού των δοκιμίων ήταν μεγαλύτερη από τα προηγούμενα δύο με δοκίμια μικρότερης διαμέτρου. Παρόλα αυτά κατά το μετέπειτα στάδιο της συμβατικής ξήρανσης δημιουργήθηκαν εσωτερικές ρωγμές στα δείγματα, κάτι που σημαίνει ότι το βάθος διείσδυσης των μικροκυμάτων ήταν μικρότερο της διαμέτρου των δοκιμίων και η αντίστροφη θερμοκρασιακή κατανομή, που προφανώς υπήρχε στα προηγούμενα πειράματα και δημιουργούσε συνθήκες ικανοποιητικής προθέρμανσης των δοκιμίων, πριν την τελική ξήρανση σε συμβατικό πυριαντήριο, δεν υφίσταται πλέον. Είναι πιθανόν, σύμφωνα και με τη θεωρία, να μην έχουμε πλέον θέρμανση από το εσωτερικό προς το εξωτερικό του υλικού αλλά μια θέρμανση της εξωτερικής επιφάνειας μέχρι ένα σημείο στο εσωτερικό του. Να έχουμε λοιπόν θέρμανση του εξωτερικού φλοιού του υλικού μέχρι ένα συγκεκριμένο πάχος που ορίζεται από τις συγκεκριμένες συνθήκες εφαρμογής των μικροκυμάτων. Στη συγκεκριμένη περίπτωση χρησιμοποιήσαμε μεγάλη ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 5,8 GHz (1,2 – 1,9 kW) που έχει μικρότερο βάθος διείσδυσης από τη συχνότητα των 2,45 GHz. Πιθανόν εάν αυξήσουμε λίγο την ισχύ των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz να έχουμε και εδώ καλύτερα αποτελέσματα.

### III. ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Παρατηρήθηκε λοιπόν ότι τα καλύτερα αποτελέσματα επιτεύχθηκαν με συνδυασμό των δύο συχνοτήτων. Πράγματι, όταν εφαρμόζουμε μέση και υψηλή ισχύ των μαγνήτρων με μόνη συχνότητα τα 2,45 GHz οδηγούμαστε σε γρήγορη εξάτμιση αλλά και σε υποβάθμιση της τελικής ποιότητας και των αντοχών των δειγμάτων. Σε όλες τις περιπτώσεις που εξετάστηκαν, τα μάγνητρα με συχνότητα 5,8 GHz οδηγούν σε πολύ καλύτερα αποτελέσματα, ακόμα κι όταν εφαρμόζονται υψηλές τιμές ισχύος.

Αντίθετα συνδυάζοντας τις δύο συχνότητες με τις κατάλληλες τιμές ισχύος κάθε φορά, παρόλο που η θέρμανση με μικροκύματα σταμάτησε σε πρώιμο στάδιο της ξήρανσης (το μέγιστο ποσοστό εξάτμισης του νερού ήταν 25% για αποδεκτή ποιότητα δειγμάτων), φαίνεται ότι αυτή η προ-θέρμανση είναι αρκετή για διαδικασία ξήρανσης δοκιμίων χωρίς ατέλειες.

Τα αποτελέσματα ήταν εξαιρετικά στην περίπτωση των δοκιμίων με μικρή ή μέση διάμετρο (2-3 cm). Ωστόσο, για τα δοκίμια με διάμετρο περίπου 4 cm. είναι απαραίτητο να γίνει μία πιο συστηματική μελέτη. Συγκεκριμένα στην περίπτωση των δοκιμίων με διάμετρο περίπου 3 cm ενώ η απώλεια νερού ήταν μικρή (8 - 13%) τα δοκίμια είχαν καλή εσωτερική ποιότητα κατά την ολοκλήρωση της ξήρανσης κάτι που σημαίνει ότι η αντίστροφη θερμοκρασιακή κατανομή, που αναφέρθηκε στο θεωρητικό μέρος, συνεχίζει να υφίσταται και να δημιουργεί συνθήκες ικανοποιητικής προθέρμανσης των δοκιμίων πριν την τελική ξήρανση σε συμβατικό πυριαντήριο.

Η βέλτιστη ποιότητα δοκιμίων επιτεύχθηκε με τρία περάσματα των δοκιμίων από το σύστημα μικροκυμάτων και με συνδυασμό των μαγνήτρων με συχνότητες 2,45 GHz και 5,8 GHz, διατηρώντας ωστόσο την ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 2,45 GHz στην χαμηλή τιμή των 0,5 kW (10% της μέγιστης επιτρεπτής ισχύος) και εφαρμόζοντας υψηλότερες ισχύς στα 2 kW (50%, 80% της μέγιστης επιτρεπτής ισχύος) για τα μάγνητρα με συχνότητα 5,8 GHz.

## IV. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ





#### IV. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

- Η εργασία έδειξε ότι σε όλες τις περιπτώσεις, με την προσθήκη μικρού ποσοστού νανοκόνεων οξειδίου του αργιλίου, επιτυγχάνεται αφενός αύξηση του τελικού πορώδους των δοκιμίων, ενώ παράλληλα αυξάνουν σημαντικά οι αντοχές μέχρι τουλάχιστον προσθήκης μιας ποσότητας νανοκόνεων της τάξεως του 3 με 5 % κ.β. επί της συμβατικής κόνεως. Από εκεί και έπειτα προσθήκη περισσότερου νανοϋλικού μειώνει τις αντοχές καθώς η συνεπαγόμενη αύξηση του πορώδους υποβαθμίζει τις ενισχυτικές ιδιότητες των νανοκόνεων.
- Η μέθοδος ανάμειξης επηρεάζει το αποτέλεσμα, με την συλλειοτρίβηση σε πλανητικό μύλο ακολουθούμενη από υγρή συλλειοτρίβηση να επιτυγχάνει τα πιο ομοιογενή δοκίμια οδηγώντας σε διπλασιασμό των αντοχών σε κάμψη.
- Στην περίπτωση της απλής ανάμειξης της συμβατικής σκόνης με νανοσκόνη που προηγουμένως είχε λειοτριβηθεί, είχαμε καλή διασπορά των νανοκόνεων τουλάχιστον για ποσοστά μέχρι 5% σε νανοσκόνη, καθώς στη συνέχεια είχαμε δημιουργία συσσωματωμάτων αν και όχι σε μεγάλο βαθμό.
- Στην περίπτωση που εφαρμόστηκε υγρή λειοτρίβηση του μείγματος νανοκόνεων – συμβατικής σκόνης έχουμε σχηματισμό συσσωματωμάτων, πράγμα που σημαίνει ότι η υγρή λειοτρίβηση των νανοκόνεων δεν βοήθησε ουσιαστικά στην επίτευξη καλής ομοιογενοποίησης και διασποράς των νανοκόνεων. Ιδίως στις συνθέσεις με μέσα και υψηλά ποσοστά σε νανοσκόνη έχουμε εντονότατο σχηματισμό συσσωματωμάτων, δευτερογενή ανακρυστάλλωση και μεγάλη ανομοιογένεια.
- Ο συνδυασμός ξηρής και υγρής λειοτρίβησης μείωσε το μέσο μέγεθος των κόκκων, ομοιογενοποίησε καλύτερα το μείγμα και επέτυχε καλύτερη διασπορά των νανοκόνεων στη συμβατική σκόνη.
- Όσον αφορά στην ξήρανση των εξωθημένων δοκιμίων όταν χρησιμοποιούνται ως πρώτο βήμα μικροκύματα, επιτυγχάνεται αποδοτικότερη και πιο ομοιόμορφη αρχική θέρμανση, μειώνοντας μ' αυτόν τον τρόπο τις τάσεις που αναπτύσσονται στα δοκίμια εξαιτίας της διαφορικής συρρίκνωσης σε ένα συμβατικό ξηραντήρα.

- Όταν εφαρμόζουμε μέση και υψηλή ισχύ των μαγνήτρων με μόνη συχνότητα τα 2,45 GHz οδηγούμαστε σε γρήγορη εξάτμιση αλλά και σε υποβάθμιση της τελικής ποιότητας και των αντοχών των δειγμάτων.
- Συνδυάζοντας τις δύο συχνότητες με τις κατάλληλες τιμές ισχύος κάθε φορά, παρόλο που η θέρμανση με μικροκύματα σταμάτησε σε πρώιμο στάδιο της ξήρανσης (το μέγιστο ποσοστό εξάτμισης του νερού ήταν 25% για αποδεκτή ποιότητα δειγμάτων), φαίνεται ότι αυτή η προ-θέρμανση είναι αρκετή για διαδικασία ξήρανσης δοκιμών χωρίς ατέλειες.
- Τα αποτελέσματα ήταν εξαιρετικά στην περίπτωση των δοκιμών με μικρή ή μέση διάμετρο (2-3 cm). Τα δοκίμια είχαν καλή εσωτερική ποιότητα κατά την ολοκλήρωση της ξήρανσης κάτι που σημαίνει ότι η αντίστροφη θερμοκρασιακή κατανομή, που αναφέρθηκε στο θεωρητικό μέρος, δημιουργεί συνθήκες ικανοποιητικής προθέρμανσης των δοκιμών πριν την τελική ξήρανση σε συμβατικό πυριαντήριο.
- Η βέλτιστη ποιότητα δοκιμών επιτεύχθηκε με τρία περάσματα των δοκιμών από το σύστημα μικροκυμάτων και με συνδυασμό των μαγνήτρων με συχνότητες 2,45 GHz και 5,8 GHz, διατηρώντας ωστόσο την ισχύ των μαγνήτρων με συχνότητα 2,45 GHz στην χαμηλή τιμή των 0,5 kW (10% της μέγιστης επιτρεπτής ισχύος) και εφαρμόζοντας υψηλότερες ισχύς στα 2 kW (50%, 80% της μέγιστης επιτρεπτής ισχύος) για τα μάγνητρα με συχνότητα 5,8 GHz.
- Στην περίπτωση των δοκιμών με διάμετρο περίπου 4 cm. ενώ η απώλεια νερού ήταν μεγαλύτερη (13 - 22%) τα δοκίμια είχαν κακή εσωτερική ποιότητα κατά την ολοκλήρωσης της ξήρανσης. Είναι πιθανόν, σύμφωνα και με τη θεωρία, να μην έχουμε πλέον θέρμανση από το εσωτερικό προς το εξωτερικό του υλικού αλλά μια θέρμανση του εξωτερικού φλοιού του υλικού μέχρι ένα συγκεκριμένο πάχος που ορίζεται από τις συγκεκριμένες συνθήκες εφαρμογής των μικροκυμάτων. Πιθανόν εάν αυξηθεί λίγο η ισχύς των μαγνήτρων συχνότητας 2,45 GHz να έχουμε και εδώ καλύτερα αποτελέσματα.

**BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

1. Andreas Hajduk, Microwave Hybrid Drying, [www.ceramicindustry.com](http://www.ceramicindustry.com)
2. Horst Linn, Malte Möller, Linn High Therm GmbH, Microwave heating, Thermprocess 2003 Symposium.
3. Α. Τσετσέκου. “Κεραμικά”, Σημειώσεις του μαθήματος, Πολυτεχνείο Κρήτης, Τμήμα Μηχανικών Ορυκτών Πόρων, Χανιά, 2003.
4. Δημήτριος Θεοδωρόπουλος, ‘Διερεύνηση παραγωγής κεραμικών υλικών σε φούρνο μικροκυμάτων’, Διδακτορική διατριβή, Αθήνα 2005
5. Decareau, R. V. (1985). Microwaves. In The Food Processing Industry. Academic Press, Orlando, FL
6. M. A. M. Khraisheh, T. J. R. Cooper & T. R. A. Magee, Microwave and Air Drying I. Fundamental Considerations and Assumptions for the Simplified Thermal Calculations of Volumetric Power Absorption,, Journal of Food Engineering 33 (1997) 207-21Y
7. A. C. Metaxas and R.J. Meredith, <<Industrial Microwave Heating>>, Peter Peregrinus Ltd., 1993
8. Lyons D.W., Hatcher J.D and Sunderland J.E., “Drying of a porous medium with internal Heat generation”, Int. J. Heat and Mass Transfer 15, 897 (1972)
9. W.H Sutton, “Microwave Processing of Materials”, American Ceramic Society Bulletin, Vol. 68, No 2 , pp. 376-386, 1989
10. Schiffmann, R. F. (1995). Microwave and Dielectric Drying. In Handbook of Industrial Drying, ed. A. S. Mujumdar. Marcel Dekker, New York.
11. Kazi E. Haque, Microwave energy for mineral treatment processes—a brief review, Internal Journal of Mineral Processing 57 (1999)1–24
12. Malte Moeller, Holly S. Shulman, Herbert Giesche, A novel approach to understanding microwave heating of zirconia , 2001
13. Owusu-Ansah, Y. J. (1991). Advances in microwave drying of foods and food ingredients. J. Inst. Can. Sci. Technol. Aliment., 24. 314 102-107.
14. Course Notes “Microwave and Radio Frequency Processing (Heating/Drying/Curing/Tempering etc.)” Cambridge University, Engineering Department, 1-2 October 1996

15. Goyette, J., Akyel, C. & Bosisio, R. (1990). Importance of dielectric properties of materials for microwave heating. *Drying Technol.*, 8, 5 111-121
16. Microwave heating by A.C Metaxas, <http://www.pueschner.com>, 2005
17. Blackham, D., David, F. and Engelder, D., 'High frequency dielectric materials measurements", RF and Microwave Measurement Symposium and Exhibition, Hewlett Packard Lit. No. 5952-2385E, pp. 62-74 (1991).
18. A.R Von Hippel, "Dielectric Materials and Applications", MIT Press, 1954.
19. Advancements in Microwave Heating Technology, [www.industrialheating.com](http://www.industrialheating.com), January 2005
20. M. Ollivon, S. Quinquenet, M. Seras, M. Delmotte and C. More, "Microwave Dielectric Measurements during Thermal Analysis", *Thermochimica Acta*, 125 141-153, 1988
21. Microwave Heating, <http://www.pueschner.com>, 2005
22. Horst Linn, Malte Möller, Linn High Therm GmbH, Microwave Drying of Refractory Materials, CN Special Refractories Volume 5/2001, Verlag Schmid
23. K.b. Khalid, Z.B.A. Wahab, Abd.R. Kasmani, Microwave drying of hevea rubber latex and total solid content (TSC) determination, *Pertanika* 11 (2) (1988) 289–297.
24. K.b. Khalid, E.S.M. Lin, C.K. Fei, Microwave drying of palm oil mill effluent, *Pertanika J. Sci. Technol.* 6 (2) (1998) 121–130.
25. A. Idris ,K. Khalid , W. Omar, Drying of silica sludge using microwave heating, *Applied Thermal Engineering* 24 (2004) 905–918
26. J.R. White, Measuring the strength of the microwave field in a cavity, *J. Microwave Power* 5 (2) (1970).
27. C.C. Maclatchy, R.M. Clements, A simple technique for measuring high microwave electric field strengths, *J. Microwave Power* 15 (1) (1980) 7–14
28. J. D. Katz, "Microwave Sintering of Ceramics," *Anni. Rev. Mater. Sci.*, 22 153-170 (1992)
29. X. D. Yu, V. V. Varadan, V. K. Varadan, and D. Ghodgaonkar, " *In-Situ* Measurement of the Dielectric Properties of Ceramics with a Single-Mode Microwave Heating Device," pp. 251-259 in *Ceramic Transactions*, Vol. 21,

- Inc, *Microwaves: Theory & Applications*. Edited by D. E. Clark, F. D. Gac, and W. H. Sutton. American Ceramic Society, Inc., Westerville, OH, 1991
30. John Carlton Gallawa, *The Complete Microwave Oven Handbook: Operation, Maintenance, Troubleshooting and Repair* (ISBN 0-13-162017-7), 2000
  31. M. Schehl, L.A. Díaz, R. Torrecillas. 'Alumina nanocomposites from powder-alkoxide mixtures'. *Acta Materialia*, 50, 1125–1139, 2002.
  32. Hideo Awaji, Seong-Min Choi, Eisuke Yagi. 'Mechanisms of toughening and strengthening in ceramic-based Nanocomposites'. *Mechanics of Materials*, 34, 411–422, 2002.
  33. L.L. Murrell. 'Sols and mixtures of sols as precursors of unique oxides'. *Catalysis Today*, 35, 225-245, 1997.
  34. Andrew J. Ruys, Yiu-Wing Mai. 'The nanoparticle-coating process: a potential sol-gel route to homogeneous nanocomposites'. *Materials Science and Engineering*, A265, 202–207, 1999.
  35. Martin Sternitzke. 'Review: Structural Ceramic Nanocomposites'. *Journal of the European Ceramic Society*, 17, 1061-1082, 1997.
  36. *Engineered materials handbook* (1994). The materials information society, volume 4.
  37. W. E. Worral, "The rheology of clay – water systems", in "Clays and Ceramic Raw materials", Elsevier Applied Science Publishers, 2nd ed., p 127 – 139.
  38. J. Freim, J. McKittrick, J. Katz, K. Sickafus (1994). Microwave sintering of nanocrystalline  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Nanostr. Matl.* 4(4), 371-385.
  39. James S. Reed, "Flocculants, binders and bonds", *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, pp 152 - 173.
  40. *Engineered materials handbook* (1994). The materials information society, volume 4.
  41. C. Jeffrey Brinker, George W. Scherer. "Sol – Gel SCIENCE: The Physics and Chemistry of Sol – Gel Processing". (Academic Press, Inc.: New York, 1990).
  42. J. Livage, M. Henry, and C. Sanchez. "Sol – Gel Chemistry of Transition Metal Oxides". *Progress in Solid State Chemistry*, **18** (1988) 259-342.

43. Γεώργιος Κωστάκης. “Κεφάλαια Ακτινοσκοπίας των Κρυστάλλων”, Μέρος των σημειώσεων του μαθήματος Γενική Ορυκτολογία. Πολυτεχνείο Κρήτης, Τμήμα Μηχανικών Ορυκτών Πόρων, Χανιά, 1998.
44. Α. Τσετσέκου, «Επιστήμη των Υλικών», Σημειώσεις Μαθήματος στο Τμήμα Μηχανικών Ορυκτών Πόρων, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά (2001).