

بررسی رفتار رئولوژی دوغاب‌های ریخته‌گری ژلی کاربرد سیلیسیم و تاثیر آن بر خواص مکانیکی بدنه‌های کاربرد سیلیسیم

حسام فلاح آرانی^۱، صلاح الدین ایصافی^۱، پریناز تبریزیان^۱، سعید باغشاهی^{۲*}

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۰۳/۰۴، ش.ص: ۸۸-۷۷، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۰۲/۰۲)

چکیده

در این پژوهش رفتار رئولوژی دوغاب‌های کاربرد سیلیسیم تهیه شده به روش ریخته‌گری ژلی و تاثیر این رفتار بر خواص مکانیکی نمونه‌های سینتر شده بررسی شد. بهینه‌سازی رفتار رئولوژی دوغاب کاربرد سیلیسیم، موجب تهیه دوغاب پایدار و شکل‌گیری هرچه بهتر بدنه‌های کاربرد سیلیسیم شد. برای رسیدن به این هدف از تترامتیل آمونیوم هیدروکسید به عنوان پراکنده‌ساز، آکریلامید به عنوان مونومر، متیلن بیس اکریلامید به عنوان اتصال دهنده عرضی، پرسولفات آمونیوم به عنوان آغازگر و تترامتیل اتیلن دی آمین به عنوان کاتالیست استفاده شد. به منظور کنترل pH نیز از سود سوزآور استفاده شد. برای این کار دوغاب‌هایی از محلول مونومر آکریلامید و ۴۵ درصد حجمی جامد پودر کاربرد سیلیسیم با مقادیر مختلف پراکنده‌ساز (۰، ۰/۲، ۰/۴، ۰/۶، ۰/۸ و ۱ درصد وزنی بر اساس وزن کاربرد سیلیسیم) تهیه شد. نتایج نشان داد که برای رسیدن به یک دوغاب با گرانروی مناسب به ۰/۴ درصد وزنی پراکنده ساز تترامتیل آمونیوم هیدروکسید، pH برابر ۱۰/۵ و ۲۴ ساعت زمان برای مخلوط‌سازی نیاز است. در این دوغاب‌ها سازوکار دافعه الکترواستریکی، باعث پایداری دوغاب‌ها شده و اضافه کردن مونومر اکریلامید، باعث کاهش گرانروی شد. نتایج نشان داد که در نسبت بهینه اتصال دهنده متیلن بیس اکریلامید به مونومر اکریلامید برابر ۱ به ۱۷/۵ بیش‌ترین استحکام خام حاصل می‌شود. بدنه‌های ریخته‌گری ژل شده دارای استحکام خمشی ۲۳۱MPa بودند.

واژه‌های کلیدی: کاربرد سیلیسیم، ریخته‌گری ژلی، رفتار رئولوژی، استحکام خمشی.

^۱ - گروه پژوهشی مواد غیرفلزی، پژوهشگاه نیرو، تهران، ایران

^۲ - گروه مهندسی و علم مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

*-نویسنده مسئول مقاله: baghshahi@eng.ikiu.ac.ir

پیشگفتار

سرامیک کاربید سیلیسیم به علت دارا بودن خواص مطلوبی نظیر چگالی پایین، استحکام زیاد، مقاومت به سایش بالا، مقاومت به اکسیداسیون بالا و حفظ استحکام مکانیکی در دماهای زیاد از اهمیت تکنولوژیکی بسیاری برخوردار است. از این ماده به عنوان یک سرامیک ساختاری در موتورهای دیزلی، توربین‌های گازی، مبدل‌های حرارتی، آب بندها، ساینده‌ها و قطعات تلسکوپ‌های فضایی استفاده می‌شود [۱-۲]. این کاربردهای گسترده بدلیل اطمینان‌پذیری کم، ماشین‌کاری سخت و هزینه بالای ساخت به‌ویژه در قطعات بزرگ و پیچیده محدودیت‌های بسیاری همراه شده است [۳].

برای سالیان متمادی از روش‌های ریخته‌گری دوغابی و قالب‌گیری تزریقی برای شکل‌دهی قطعات کاربید سیلیسیم با اشکال پیچیده استفاده می‌شد؛ ولی در سال‌های اخیر با استفاده از روش ریخته‌گری ژلی عیوب شکل‌دهی کاهش یافته و قابلیت اطمینان این قطعات بیشتر شده است. همچنین استحکام خام قطعات ساخته شده با این روش بسیار بیشتر از سایر روش‌های مرسوم است [۴]. ریخته‌گری ژلی یکی از روش‌های شکل‌دهی کلوئیدی است که در آن ابتدا پودرهای سرامیکی درون محلول مونومری حاوی مونومرهای آلی و حلال پراکنده می‌شود. بنابراین، ریخته‌گری ژلی بر اساس معلق نگه داشتن ذرات سرامیکی توسط پلیمری شدن درجای مونومرها است. [۵-۷].

در این روش برای دستیابی به قطعه‌ای مناسب، تهیه دوغابی با گرانش کم، سیالیت مناسب و پایداری بالا لازم است. انجام عملیات هوازدایی نیز ضروری است [۸-۹]. بعد از تهیه دوغاب مناسب و هواگیری، آغازگر و کاتالیزور به سیستم اضافه می‌شود و دوغاب بلافاصله به درون قالب ریخته می‌شود. پس از افزودن آغازگر و ریختن دوغاب درون قالب معمولاً یک زمان توقف برای ژل شدن وجود دارد. در این مدت زنجیره‌های پلیمری به اندازه بحرانی نرسیده‌اند تا اتصالات عرضی ایجاد کنند و ژل شدن آغاز شود، به همین دلیل در این فاصله زمانی می‌توان ریخته‌گری دوغاب به درون قالب و کارهای جانبی دیگر

مثل هوازدایی مجدد دوغاب را انجام داد [۱۰]. عملیات گیرش همراه با واکنش‌های گرمازاست که باعث می‌شود، دمای دوغاب بالا برود. در واقع از طریق تغییرات دمای دوغاب و یا افزایش ناگهانی گرانش می‌توان زمان شروع گیرش را تخمین زد. بسته به غلظت مونومرها، آغازگر، کاتالیزور، همچنین دما و کسر حجمی بار جامد زمان توقف تغییر می‌کند. زمان توقف و زمان انتشار (از لحظه شروع افزایش ناگهانی گرانش تا تکمیل تشکیل شبکه ژلی و رسیدن به گرانش بی‌نهایت) عوامل تاثیرگذاری بر روی استحکام قطعات خام و پخت شده هستند [۱۲].

بعد از اینکه واکنش‌های پلیمری شدن تکمیل شد و قطعه شکل قالب را به خود گرفت، قطعه از قالب خارج و در دمای مناسب خشک می‌شود. مرحله خشک کردن یکی از مراحل حساس در این روش است، لذا باید این مرحله به آرامی انجام شود [۱۳]. از مزایای ریخته‌گری ژلی می‌توان به قابلیت ماشین‌کاری بدنه خام شکل داده شده، اشاره کرد. این مزیت نسبت به روش‌های دیگر موجب می‌شود که برای تولید قطعات از این روش به ماشین‌کاری پس از مرحله پخت که بسیار پر هزینه است کم‌تر نیاز باشد یا اصلاً نیازی نباشد [۱۴]. در مرحله بعد مواد آلی موجود در قطعه سوزانده می‌شود. سپس عملیات پخت صورت می‌گیرد. انقباض ایجاد شده در هنگام پخت همسانگرد است.

روش‌های شکل‌دهی دوغابی به عنوان روش‌هایی شناخته می‌شوند که دارای مزایایی مانند بدنه متراکم بدون آگلومره همراه با چگالی خام بالا و چیدمان یکنواخت ذرات است که باعث می‌شود، ریز ساختار بدنه سینتر شده همگن باشد. این مزیت‌ها از آنجا ناشی می‌شود که می‌توان به وسیله پراکنده کردن مناسب ذرات، دوغابی با درصد بالای بارگذاری ماده جامد و گرانش پایین تهیه نمود. آگلومراسیون ذرات به عنوان مهم‌ترین دلیل ایجاد عیوب در قطعات سینتر شده شناخته می‌شود. حضور آگلومرها منجر به کاهش دانسیته خام و اختلاف در انقباض خشک شده که منجر به وجود آمدن ترک بعد از سینتر می‌شود. بنابراین شکستن آگلومرها یکی از پیش شرط‌های مهم برای تهیه یک دوغاب مناسب و یک بدنه بدون عیب است. یکی از مهم‌ترین روش‌های شکستن آگلومرها آسیا کردن

ابتدا با بررسی رفتار جریان یابی دوغاب، دوغابی پایدار و قابل ریخته‌گری تهیه می‌شود و با بهینه کردن زمان آسیا دوغابی با حداکثر میزان بارگذاری جامد، بیش‌ترین پایداری و حداقل گرانیوی تهیه شد. در ادامه پارامترهای ریخته‌گری ژلی و تاثیر آن بر استحکام قطعات بررسی خواهد شد.

مواد و روش‌ها

مواد مصرفی

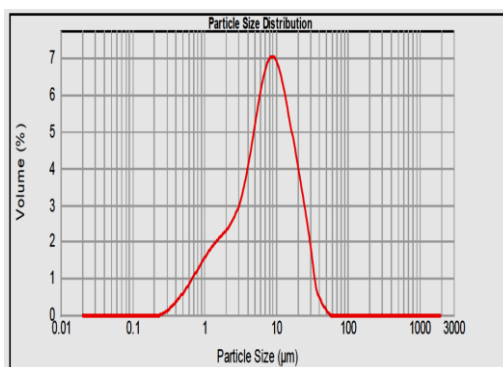
در این پژوهش از پودر کاربید سیلیسیم ساخت شرکت Zhengzhou Qijun با خلوص ۹۹ درصد استفاده شد. از تترامتیل آمونیوم هیدروکسید (Sigma Aldrich 75592, TMAH) به عنوان پراکنده‌ساز، آکریلامید (Merck 79061, AM) به عنوان مونومر، متیلن بیس اکریلامید (Merck 110269, MBAM) به عنوان اتصال دهنده عرضی، پرسولفات آمونیوم (Merck 7727540, APS) به عنوان آغازگر و همچنین از تترامتیل اتیلن دی آمین (Merck 8920, TEMED) به عنوان کاتالیست استفاده شد. به منظور کنترل pH نیز از NaOH استفاده شد.

توزیع اندازه ذرات پودر کاربید سیلیسیم در شکل ۱ - جدول ۱ نشان داده شده است.

است. بسته به اندازه اولیه پودرهای سرامیکی زمان آسیا یک میزان بهینه دارد تا به یک دوغاب عاری از آگلومره‌ها و گرانیوی حداقلی دست یافت. همچنین از نقطه نظر صنعتی بهینه کردن زمان آسیا برای کاهش مصرف انرژی و زمان مفید است [۱۵].

تحقیقات در حوزه ریخته‌گری ژلی سرامیک‌ها بیش‌تر به مواد سرامیکی اکسیدی نظیر آلومینا اختصاص پیدا کرده است و در منابع مختلف، مطالعات کمی درباره کاربید سیلیسیم موجود است. هانگ و همکارانش در تحقیقی اثر عامل‌دار کردن ذرات بر خواص رئولوژی دوغاب کاربید سیلیسیم را بررسی کردند [۱۶]. در تحقیقی دیگر توسط ژو و همکارانش اثر عامل پراکنده ساز پلی اتیلن ایمین (PEI) بر خواص رئولوژی دوغاب کاربید سیلیسیم بررسی شد [۱۷] و در ادامه سان و همکارانش اثر pH را بر بهبود اثر این پراکنده ساز گزارش دادند [۱۸]. با این حال، در منابع مختلف اثر پارامترهای ریخته‌گری ژلی نظیر میزان مونومرها، نسبت مونومر به اتصال دهنده عرضی، نسبت پراکنده ساز و زمان اختلاط بر خواص رئولوژی و استحکام بدنه کاربید سیلیسیم نهایی به صورت جامع بررسی نشده است.

در این تحقیق به بررسی رفتار رئولوژی و پارامترهای ریخته‌گری ژلی کاربید سیلیسیم پرداخته شده است. در



شکل ۱- توزیع اندازه ذرات پودر کاربید سیلیسیم

جدول ۱- مشخصات پودر کاربید سیلیسیم مصرفی

متوسط اندازه ذرات (µm)	سطح ویژه (m ² /g)	توزیع اندازه ذرات (µm)		
		D10	D50	D90
۷/۳۸	۱/۶۹	۱/۴۲	۷/۳۸	۲۰/۳۱

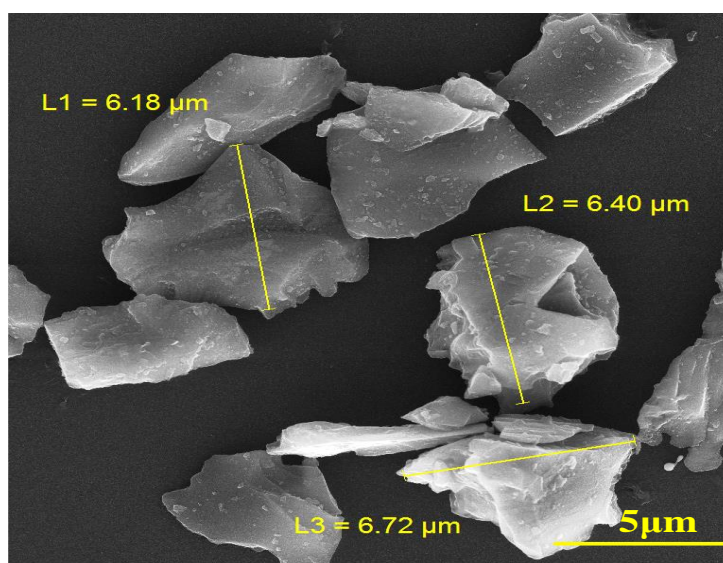
۰/۸ و ۱ درصد وزنی بر اساس وزن کاربرد سیلیسیم) تهیه شد. در مرحله بعدی برای تعیین بهترین زمان آسیاب ۴ دوغاب با ۵۰ درصد حجمی کاربرد سیلیسیم تهیه شد و توسط جارمیل به مدت ۸، ۱۶، ۲۴ و ۳۲ ساعت آسیاب و مخلوط شد. در فرآیند جارمیل از گلوله‌های کاربرد سیلیسیم با اندازه ۱ سانتی‌متر استفاده شد. ۵۰ درصد حجم جارمیل را دوغاب، ۲۵ درصد را گلوله و ۲۵ درصد را فضای خالی تشکیل داد. برای بررسی رفتار دوغاب در حضور مونومر، دوغابی از محلول مونومری اولیه و ۴۵ درصد حجمی بارگذاری جامد و درصد بهینه پراکنده‌ساز و همچنین دوغابی بدون محلول مونومر تهیه و رفتار رئولوژی آن‌ها بررسی شد.

در نهایت دوغاب بهینه تهیه شده به مدت ۵ دقیقه هواگیری و گیرش با افزودن آغازگر و کاتالیست (به میزان ۰/۲ میلی‌لیتر به ازای هر گرم وزن دوغاب از محلول آبی ۱۰ درصد وزنی APS و TEMED) حاصل شد. بعد از انجام فرآیند ژل شدن، بدنه از قالب خارج و فرآیند خشک کردن انجام شد. سپس در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت در اتمسفر اکسیدنی نگهداری شد تا مواد آلی خارج شود. در نهایت نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت در اتمسفر آرگون پخت شد.

همان‌گونه که مشاهده می‌شود، پودر اولیه دارای توزیع اندازه ذرات تک مد و گسترده‌ای است و سهم ذرات ریزتر بیش‌تر است. این امر باعث می‌شود تا فشردگی و چگالی خام مناسبی حاصل شود. همچنین بیش از ۵۰٪ ذرات کاربرد سیلیسیم اندازه‌های کم‌تر از ۷/۳۸ میکرون دارد. این موضوع بیانگر آن است که علی‌رغم توزیع گسترده پودر مورد استفاده ریز دانه بوده و رفتار تف‌جوشی مناسبی خواهد داشت. همچنین سطح ویژه این پودر $1/69 \text{ m}^2/\text{g}$ است که با توجه به مطالب ذکر شده دارای مشخصات مناسبی در راستای هدف مدنظر این پژوهش است. شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) پودر اولیه را نشان می‌دهد که به خوبی تایید کننده اطلاعات شکل ۱ و جدول ۱ است. در تصویر FESEM حضور ذرات کاربرد سیلیسیم با شکل نامنظم (irregular shape) و اندازه کم‌تر از ۷ میکرومتر مشاهده می‌شود.

فرآیند ریخته‌گری ژلی و ساخت نمونه‌ها

در ابتدا یک محلول اولیه از مونومرها و پراکنده‌ساز تهیه شد. میزان مونومر در محلول آبی اولیه ۱۵ درصد وزنی و نسبت اتصال دهنده عرضی به مونومر برابر ۱ به ۱۷/۵ بود. برای تهیه دوغاب پایدار، در ابتدا میزان پراکنده‌ساز تعیین شد. برای این کار دوغاب‌هایی از محلول مونومر فوق و ۴۵ درصد حجمی جامد پودر کاربرد سیلیسیم با مقادیر مختلف پراکنده‌ساز (۰، ۰/۲، ۰/۴، ۰/۶،



شکل ۲- تصویر FESEM پودر کاربرد سیلیسیم

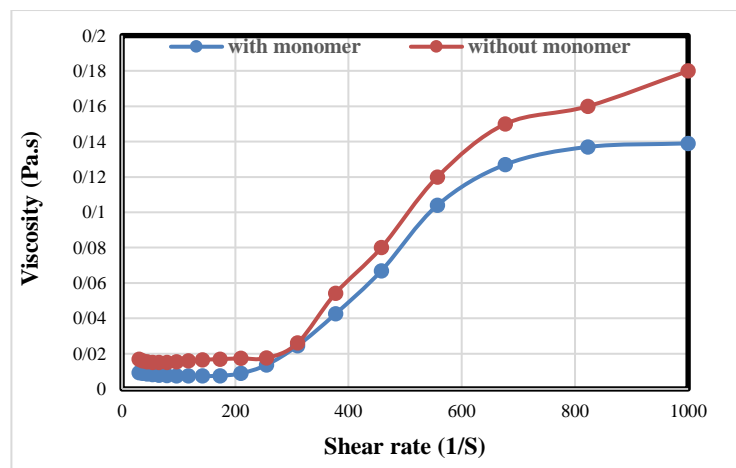
آزمون‌ها و روش‌های مشخصه‌یابی

به‌منظور تعیین توزیع اندازه ذرات پودر SiC مصرفی، از Particle size analyzer مدل (MAL100229, Malvem, England) استفاده شد. رفتار رئولوژی دوغاب‌ها به کمک رئومتر چرخشی (MCR300, Physica, Germany) در محدوده تنش برشی $0.1-1000 \text{ s}^{-1}$ بررسی شد. همچنین دوغاب‌های حاصل شده در لوله آزمایش ریخته شد. بعد از ۲۴ ساعت ارتفاع ته‌نشینی دوغاب‌ها اندازه‌گیری شد. استحکام خمشی خام بدنه‌های خام و پخت شده با کمک دستگاه استحکام سنج سه نقطه‌ای (Digital bending strength tester MR-1) بررسی و بهینه شد. بر اساس استاندارد برای انجام هر آزمون استحکام ۵ نمونه با مشخصات یکسان اندازه‌گیری شد. به منظور بررسی ریز ساختار نیز از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به تفنگ الکترونی گسیل‌میدانی (FESEM) در این پژوهش استفاده شد.

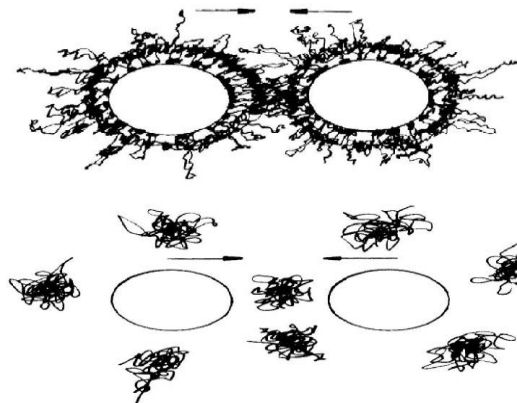
نتایج و بحث

تأثیر استفاده از مونومر

در شکل ۳ تأثیر حضور مونومرهای آلی بر گرانیوی دوغاب نشان داده شده است. همان‌گونه که در این شکل مشخص است، گرانیوی در دوغاب حاوی مونومر به میزان اندکی کم‌تر است. این کاهش گرانیوی را می‌توان به اثر دپلشن نسبت داد. دپلشن توسط ماکرومولکول‌هایی که در محلول آزاد هستند ایجاد می‌گردد. در اینجا می‌توان گفت که این مولکول‌ها همان مونومرهای محلول هستند که در دوغاب وجود دارند. در شکل ۴ تفاوت دپلشن با پایداری استریک به صورت شماتیک نشان داده شده است [۱۹]. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت در دوغاب‌های ریخته‌گری ژلی می‌توان به درصد‌های بالاتر بارگذاری دست یافت.



شکل ۳- تأثیر حضور مونومر بر رفتار رئولوژی دوغاب‌ها



شکل ۴- شماتیک پایداری استریک (بالا) و دپلشن (پایین) [۱۹]

تأثیر نسبت اتصال دهنده عرضی به مونومر

با افزایش میزان پراکنده‌ساز افزایش گرانروی مشاهده شد.

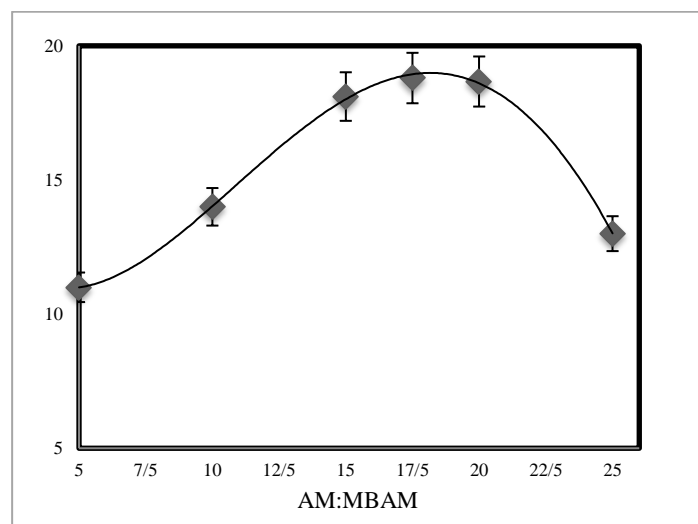
مواد پراکنده‌ساز برای غلبه بر نیروی واندروالس بین ذرات و جلوگیری از آگلومره شدن ذرات از دو سازوکار استفاده می‌کنند: پایداری الکترواستاتیکی و پایداری استریکی. در بعضی از مواد پراکنده‌ساز از یکی از این ساز و کارها و در برخی دیگر از هر دو سازوکار برای پایداری ذرات سرامیکی در محلول استفاده می‌شود. در پایداری الکترواستاتیکی بر روی ذرات باردار یک لایه با بار مخالف جذب می‌شود. نیروی دافعه بین این لایه‌های جذب شده باعث می‌شود، ذرات از هم فاصله بگیرند. در پایداری استریک بنیان‌های پلیمری بر روی ذرات سرامیکی جذب می‌شوند و تداخل این بنیان‌های پلیمری باعث می‌شود تا ذرات بهم نزدیک نشده و سیستم پایدار شود. اگر این پلیمرها پلی‌الکترولیت باشند، در pH خاصی هم پایداری الکترواستاتیکی وجود دارد هم پایداری استریک که به پایداری الکترواستریک معروف است TMAH از هر دو ساز و کار الکترواستاتیک و استریک استفاده می‌کند [۲۱]. ذرات کاربید سیلیسیم بر روی سطح خود حاوی یک فیلم اکسیدی است و مهم‌ترین گروه بر روی سطح ذرات کاربید سیلیسیم گروه‌های سیلانول است. در داخل آب این گروه‌های سیلانول واکنش می‌دهند [۲۲].

نتایج استحکام خمشی خام در نمونه‌های با نسبت‌های مختلف اتصال دهنده عرضی به مونومر در شکل ۵ نشان داده شده‌است. همان‌گونه که مشخص است در نسبت مونومر به اتصال دهنده عرضی ۱۷/۵ به ۱ بیش‌ترین استحکام خام به دست آمد. در مقادیر بسیار زیاد نسبت AM به MBAM شبکه ژلی حاوی میزان ناچیزی اتصال دهنده عرضی است در نتیجه ساختار ژلی باز و وضعی تشکیل شده که این امر موجب کاهش استحکام بدنه می‌شود.

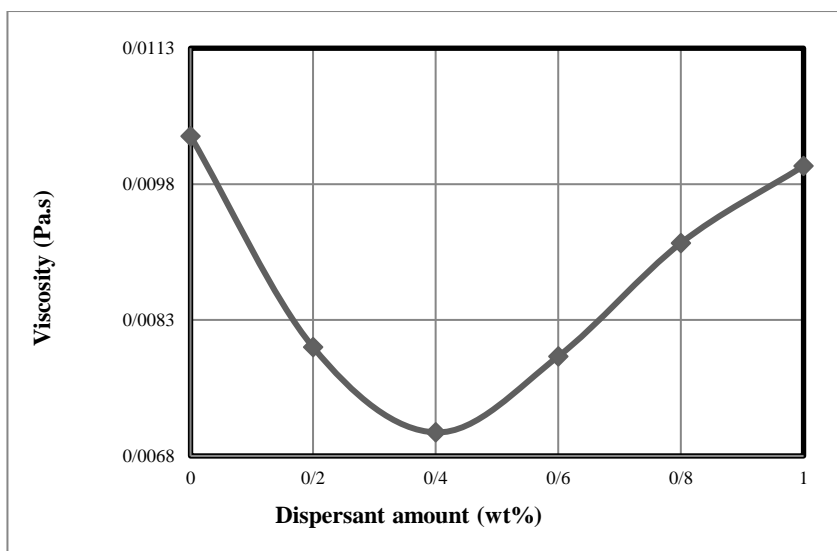
از سوی دیگر، در مقادیر کم نسبت AM به MBAM، به دلیل پلیمریزه شدن رشته‌های MBAM به یکدیگر، موجب افزایش طول پل‌های اتصال دهنده می‌شود که باز موجب ایجاد یک ساختار ژلی باز شده و استحکام بدنه کاهش می‌یابد [۲۰].

تأثیر میزان پراکنده‌ساز

شکل ۶ نشان دهنده نتایج به دست آمده از بررسی رفتار رئولوژی دوغاب‌ها با مقادیر مختلف پراکنده‌ساز است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، با افزایش میزان پراکنده‌ساز به مقدار ۰/۴ درصد وزنی میزان گرانروی در تنش برشی ثابت ۲۰ 1/S به میزان چشم‌گیری کاهش یافت و در ادامه



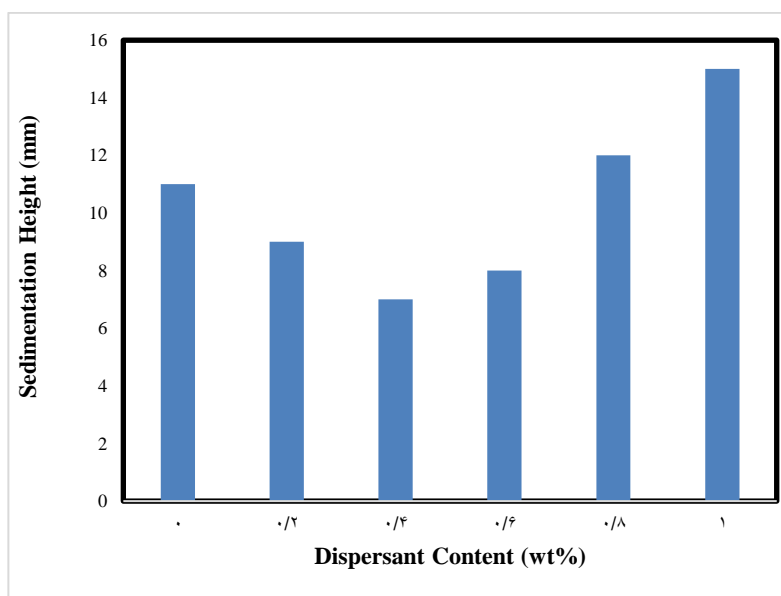
شکل ۵- استحکام خمشی خام در نمونه‌ها با نسبت مختلف اتصال دهنده عرضی به مونومر



شکل ۶- گرانروی دوغاب SiC با ۵۰vol% بار جامد در مقادیر مختلف پراکنده‌ساز در نرخ تنش برشی ۲۰ 1/S

نزدیک می‌شوند. در شکل ۷ ارتفاع رسوب برای دوغاب‌های حاوی درصد‌های مختلف پراکنده‌ساز نشان داده شده است. نتایج این آزمایش نیز در موافقت کامل با نتایج اندازه‌گیری گرانروی (شکل ۶) است و نشان می‌دهد که با اضافه کردن ۰/۴ درصد وزنی TMAH کم‌ترین میزان رسوب مشاهده می‌شود که نشان دهنده بیش‌ترین پایداری است.

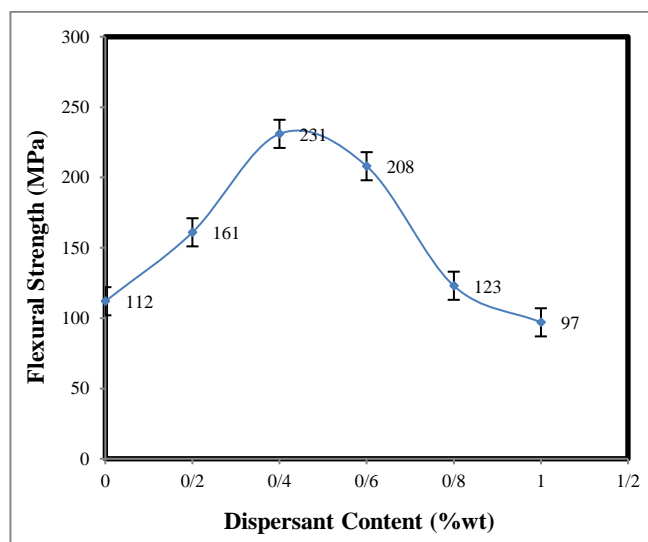
با اضافه کردن TMAH که یک باز آلی قوی است، تجزیه گروه‌های سیلانول و در نتیجه بار منفی سطح ذرات کاربرد سیلیسیم افزایش می‌یابد. بنابراین پایداری الکترواستاتیکی، باعث پایداری ذرات کاربرد سیلیسیم می‌شود. از طرف دیگر TMAH به صورت استریک نیز باعث پایداری می‌شود. دلیل اینکه با افزایش TMAH بیش‌تر از ۰/۴ درصد وزنی، گرانروی دوباره افزایش می‌یابد این است که لایه الکتریکی مضاعف روی سطح ذرات به علت بار منفی اضافی بهم فشرده شده و ذرات دوباره بهم



شکل ۷- ارتفاع ته‌نشینی بعد از ۲۴ ساعت در درصد‌های مختلف پراکنده‌ساز

شکل ۹ تصویر FESEM سطح شکست نمونه‌های کاربید سیلیسیم شکل‌دهی شده توسط ریخته‌گری ژلی و سینتر شده در دمای 2000°C برای درصدهای مختلف پراکنده ساز را نشان می‌دهد. تصاویر نشان می‌دهند که مقداری تخلخل در بدنه سینتر شده وجود دارد و ریز ساختار بدست آمده یکنواخت است. مقایسه تصاویر شکل ۹ نیز نشان می‌دهد که بدنه شامل ۰/۴ درصد وزنی TMAH (شکل ب) دارای ساختار یکنواخت‌تری از نظر توزیع ذرات کاربید سیلیسیم است و دارای فشردگی قابل قبولی است. استحکام بعد از پخت بدنه شامل ۰/۴ درصد وزنی TMAH به یکنواختی و چگالی بالاتر این بدنه نسبت داده می‌شود. همچنین مطابقت خوبی بین تصاویر FESEM با نتایج چگالی نسبی جدول ۲ و نتایج استحکام شکل ۸ وجود دارد.

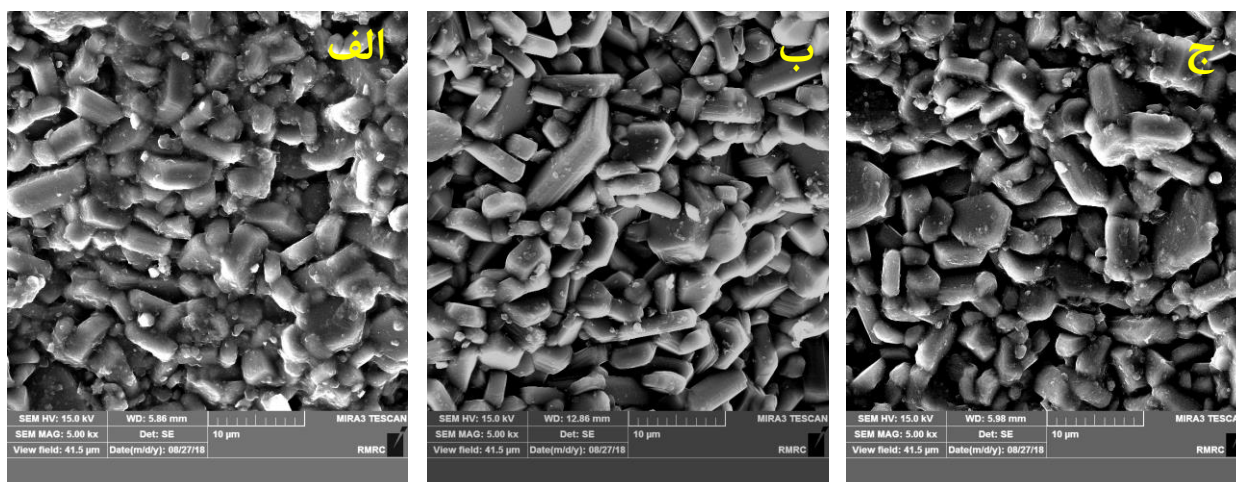
استحکام نمونه‌های پخته شده برای مقادیر مختلف پراکنده‌ساز در شکل ۸ نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، با افزایش میزان درصد پراکنده‌ساز تا ۰/۴ درصد وزنی استحکام افزایش و سپس کاهش یافت. همچنین در جدول ۲ نتایج چگالی بعد از پخت گردآوری شده است. نتایج چگالی‌ها نیز در تطابق کامل با نتایج استحکام است و بیش‌ترین چگالی در نمونه پایدار شده با ۰/۴ درصد وزنی TMAH حاصل شده است که می‌توان گفت در نمونه‌ای با بیش‌ترین پایداری کم‌ترین میزان آگلومره وجود دارد که از یک طرف، باعث کاهش ترک‌های میکرونی خواهد شد و از طرف دیگر، به زینتر شدن یکنواخت نمونه‌ها کمک خواهد نمود و باعث بهبود رفتار زینتر شدن خواهد شد که همه این عوامل، باعث افزایش چگالی می‌شود.



شکل ۸- استحکام بعد از پخت بر حسب درصدهای مختلف پراکنده‌ساز

جدول ۲- چگالی نسبی بعد از پخت بر حسب درصد پراکنده ساز

پراکنده ساز (درصد وزنی)	دانسیته نسبی (درصد)
۰	۸۷
۰/۲	۸۹
۰/۴	۹۳
۰/۶	۹۰
۰/۸	۸۷
۱	۸۷



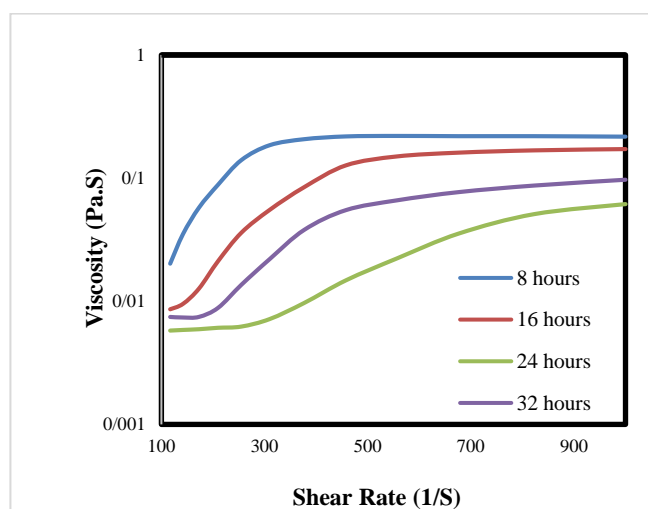
شکل ۹- تصویر FESEM سطح شکست نمونه‌های کاربید سیلیسیم شکل دهی شده توسط ریخته گری زلی و سینتر شده در دمای ۲۰۰۰°C برای درصد‌های مختلف پراکنده ساز: (الف) ۰/۲ (ب) ۰/۴ (ج) ۰/۸

گرانروی دوغاب کاهش می‌یابد. با افزایش زمان آسیا گرانروی به میزان خیلی ناچیزی افزایش می‌یابد. کاهش گرانروی را می‌توان به عواملی مانند شکسته شدن آگلومره‌ها و افزایش بار سطحی ذرات نسبت داد. افزایش گرانروی با افزایش زمان آسیا تا ۳۲ ساعت می‌تواند عوامل مختلفی داشته باشد. با افزایش زمان آسیا تا ۳۲ ساعت به علت تردی کاربید سیلیسیم امکان دارد متوسط اندازه ذرات کاهش و سطح ویژه افزایش می‌یابد. با کاهش اندازه ذرات درصد بارگذاری کاهش خواهد یافت؛ ولی در درصد بارگذاری ثابت باعث افزایش گرانروی خواهد شد. البته یک احتمال دیگر وجود دارد و آن فلوکولاسیون مجدد ذرات کاربید سیلیسیم به علت آسیاب بیش از اندازه است.

تأثیر زمان اختلاط

زمان اختلاط و آسیا دوغاب از عوامل مؤثر بر تهیه دوغاب پایدار با خواص جریان‌یابی مناسب است. علت این امر آن است که در زمان آسیا اتفاقاتی مانند شکست آگلومره‌ها و تبدیل به ذرات منفرد، تر شدن سطح ذرات توسط حلال (در اینجا آب)، تشکیل یک لایه هیدراته شده بر سطح ذرات و تغییر بار سطحی ذرات است [۲۲].

شکل ۱۰ نشان دهنده تغییرات گرانروی بر حسب زمان‌های مختلف آسیا است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، با افزایش زمان مخلوط‌سازی تا ۲۴ ساعت

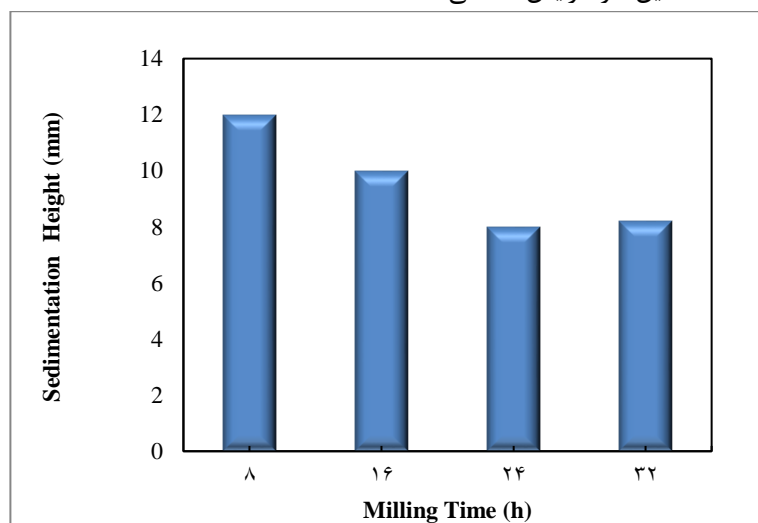


شکل ۱۰- تغییرات گرانروی بر حسب نرخ تنش برای زمان‌های مختلف آسیاب

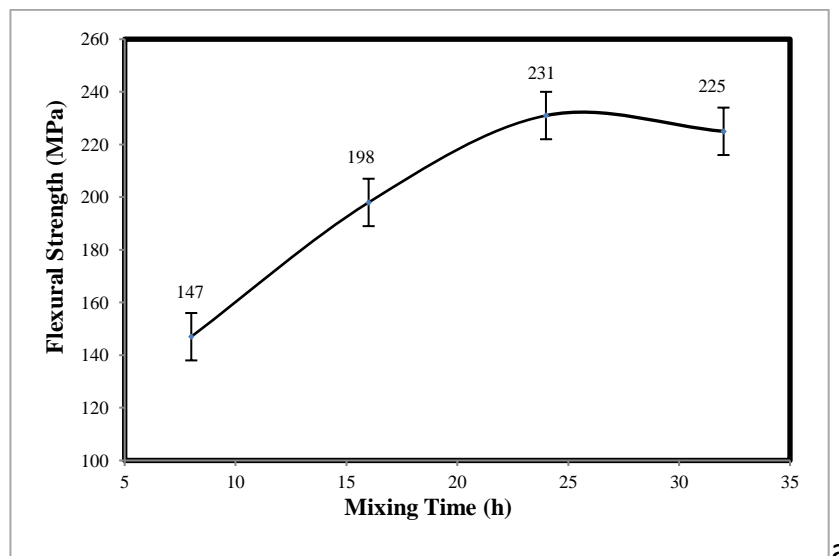
و عدم وجود آگلومره‌ها است که در این زمان اختلاط حاصل می‌شود؛ زیرا اگر دوغاب همگن نباشد و یا حاوی ذرات آگلومره شده باشد، این عدم همگنی در بدنه‌های ژل شده نیز به وجود خواهد آمد که در هنگام خشک شدن باعث اعوجاج و پیدایش ترک‌های میکرونی می‌شود. این ریزترک‌ها در هنگام پخت کاملاً اثر خود را نشان داده و باعث کاهش استحکام خواهند شد.

ارتفاع رسوب برای زمان‌های مختلف آسیا در شکل ۱۱ نشان داده شده است. تا ۲۴ ساعت ارتفاع رسوب کاهش می‌یابد؛ اما با افزایش زمان آسیا تا ۳۲ ساعت ارتفاع رسوب تقریباً ثابت مانده است و این نشان دهنده آن است که علی‌رغم افزایش ناچیز گرانروی دوغاب تغییری در پایداری آن حاصل نشده است.

در شکل ۱۲ اثر زمان اختلاط بر استحکام پخت نمونه‌ها نشان داده شده است. همان‌گونه که نشان داده شده است، بیشینه استحکام در نمونه‌های با زمان اختلاط ۲۴ ساعت حاصل شده است. علت این امر افزایش همگنی



شکل ۱۱- ارتفاع رسوب بر حسب زمان‌های مختلف آسیا



شکل ۱۲- استحکام بعد از پخت بر حسب زمان‌های مختلف آسیا

نتیجه گیری

نسبت MBAM به AM برابر ۱ به ۱۷/۵ بیشترین استحکام خام حاصل می‌شود. میزان بهینه پراکنده‌ساز برای تهیه دوغابی با کمترین گرانی و بیشترین پایداری همچنین بیشترین استحکام بعد از پخت برابر ۰/۴ درصد وزنی بر اساس وزن خشک پودر کاربرد سیلیسیم تعیین شد. میزان بهینه زمان آسیا برای تهیه دوغابی با کمترین گرانی و بیشترین پایداری همچنین بیشترین استحکام بعد از پخت برابر ۲۴ ساعت انتخاب شد.

در این پژوهش رفتار رئولوژی دوغاب‌های کاربرد سیلیسیم تهیه شده به روش ریخته‌گری ژلی و بهینه سازی پارامترهای موثر بر این رفتار بررسی شد. نتایج نشان داد که دوغاب‌های حاوی سیستم‌های مونومر آلی دارای گرانی پایین‌تری بوده در نتیجه در این روش امکان بارگذاری درصدهای بیش‌تر ماده جامد وجود دارد. نتایج بهینه سازی نسبت اتصال دهنده به مونومر نشان داد که در

gelcasting systems". J. Am. Ceram. Soc, 81(3)(1998), 581-591.

8- N. O. Shanti, D. B. Hovis, M. E. Seitz, J. K. Montgomery, D. M. Baskin, K. T. Faber, Ceramic laminates by gelcasting. Int. J. Appl. Ceram. Technol, 6(5)(2009), 593-606.

9- Q. Zhang and M. Gu, "Rheological properties and gel casting of concentrated aqueous silicon suspension", Mater. Sci. Eng., 399 (2005) 351-357.

10- A. C. Young, O. O. Omatete, M. A. Janney, and P. A. Menchhofe, "Gelcasting of Alumina", J. Am. Ceram. Soc., 74 (1991) 612-618.

11- M. Janney, C. Walls, O. O. Omatete, and R. Ogle, Gel casting, 1998.

12- M. Potoczek and E. Zawadzak, "Initiator effect on the gelcasting properties of alumina in a system involving low-toxic monomers", Ceram. Int., 30 (2004) 793-799.

13- A. Barati, M. Kokabi, and M. H. N. Famili, "Drying of gelcast ceramic parts via the liquid desiccant method", J. Eur. Ceram. Soc., 23(2003) 2265-2272.

14- R. Gilissen, J. Erauw, A. Smolders, E. Vanswijghoven, and J. Luyten, "Gelcasting, a near net shape technique", Mater. Des., 2(2000) 251-257.

References:

1- I. Ganesh, D. C. Jana, S. Shaik, N. Thiyagarajan, An aqueous gelcasting process for sintered silicon carbide ceramics. J. Am. Ceram. Soc., 89(10)(2006), 3056-3064.

۲- ج. پوراسد، ن. احسانی، ع. خلیفه سلطانی، "بررسی مسیر واکنشی تشکیل پوشش تدریجی SiC

بر گرافیت با روش سمانتاسیون بسته‌ای و تاثیر نوع مواد اولیه" مجله علمی پژوهشی مواد نوین، جلد ۷، شماره ۴، تابستان ۹۶، ص ۴۶-۳۹.

3-

4- D. Jiang, "Gelcasting of carbide ceramics", J Ceram Soc JPN, 116.1354 (2008), 694-699.

5- D. C. Jana, G. Sundararajan and K. Chattopadhyay, "Effect of monomers content in enhancing solid-state densification of silicon carbide ceramics by aqueous gelcasting and pressureless sintering", Ceram. Int 43 (2017), 4852-4857.

6- Y. Huang and J. Yang, "Novel Colloidal Forming of Ceramics". Springer, New York, 2010.

7- M. A. Janney, O. O. Omatete, C. A. Walls, S. D. Nunn, R. J. Ogle, G. Westmoreland, "Development of low-toxicity

- 15- P. Tabrizian, F. Golestanifard, A. Alem, and E. Ghassemi, "The influence of gelcasting parameters on the preparation of Si porous bodies", *Mater. Lett.*, 183(2016), 19-22.
- 16- K. Mohanta and P. Bhargava, "Effect of Milling Time on the Rheology of Highly Loaded Aqueous-Fused Silica Slurry" *J. Am. Ceram. Soc.*, 91(2) 640-643 (2008).
- 17- Q. Huang, P. Chen, M. Gu, Y. Jin, K. Sun, "Effect of surface modification on the rheological behavior of concentrated aqueous SiC suspensions" *Mater Lett*, 56(4) (2002), 546-553.
- 18- X. Zhu, F. Tang, T. S. Suzuki, and Y. Sakka, "Role of the initial degree of ionization of polyethylenimine in the dispersion of silicon-carbide nano particles". *J. Am. Ceram. Soc.* 2003, 86(1), 189-
- 19- J. Sun, L. Gao, "Dispersing SiC powder and improving its rheological behavior". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 21(13) (2001) 2447-2451.
- 20- J. Shi, "Steric Stabilization", Ohio State University, Columbus, 2002.
- 21- A. Alem, "A novel method to fabricate opencell silicon nitride foams with a high and controlled level of porosity," Ph.D thesis, Concordia University, 2014.
- 22- F. Boschini, A. Rulmont, R. Cloots and R. Moreno, "Colloidal stability of aqueous suspensions of barium zirconate", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25 (2005) 3195–3201.
- 23- W. Li, P. Chen, M. Gu and Y. Jin, "Effect of TMAH on rheological behavior of SiC aqueous suspension", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 24 (2004) 3679–3684.