

اثر بار جامد بر رفتار رئولوژی و زمان ژله‌ای شدن در ریخته‌گری ژلی سیلیسیم

پریناز تبریزیان^۱، فرهاد گلستانی‌فرد^۱، ابراهیم قاسمی^۲، رحیم نقی‌زاده^۱

^۱ دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، ^۲ موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ

golestanifard@just.ac.ir

چکیده:

ریخته‌گری ژلی از جمله روش‌های مرسوم تهیه بدنه‌های سرامیکی و فلزی بر پایه روش‌های کلوییدی است. هدف اصلی این تحقیق بررسی و ساخت بدنه‌های متخلخل ریخته‌گری ژلی سیلیسیم است. به منظور رسیدن به این هدف پارامترهای ریخته‌گری ژلی و رفتار رئولوژیکی دوغاب سیلیسیم در بارهای جامد مختلف بررسی شد. نتایج نشان داد که با افزایش بار جامد سیلیسیم از ۳۰ درصد حجمی به ۳۵ درصد حجمی گرانروی دوغاب سیلیسیم به طور چشم‌گیری افزایش می‌یابد. افزایش بار جامد زمان ژلاسیون را ۵۰٪ کاهش می‌دهد. بدنه‌های خام نهایی سیلیسیم به دست آمده با بار جامد ۳۰ درصد حجمی دارای ۴۳ درصد حجمی تخلخل و ۱۹MPa استحکام خمشی خام است و با بار جامد ۳۵ درصد حجمی دارای ۳۸ درصد حجمی تخلخل و ۲۳MPa استحکام خمشی خام است. نتایج DTA/TG نشان داد که مواد منومری در محدوده دمایی ۶۰۰-۳۵۰°C از قطعه خارج می‌شوند. ریزساختار بدنه‌های به دست آمده با کمک میکروسکوپ الکترونیکی بررسی شد که نشان دهنده تخلخل‌های یکنواخت و در ارتباط با یکدیگر بود.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱ مرداد ۱۳۹۴

پذیرش: ۲۰ شهریور ۱۳۹۴

کلید واژه:

ریخته‌گری ژلی، رفتار رئولوژی، بار جامد، زمان ژلاسیون، زمان انتظار

۱- مقدمه

رئولوژی در روش ریخته‌گری ژلی مانند گرانروی سخت تر از روش‌های دوغابی است. تفاوت حائز اهمیت دیگری که این روش با ریخته‌گری دوغابی دارد استفاده از قالبی عاری از تخلخل است. در ریخته‌گری دوغابی از قالب گچی استفاده می‌شود که آب دوغاب از طریق لوله‌های موئین جذب قالب می‌شود که این اثر انقباض نهایی قطعه را موجب می‌شود اما در این روش، قالب از جنس شیشه؛ فلز و یا پلاستیک است که در نهایت قطعه نهایی تلورانس ابعادی ناچیزی خواهد داشت. سرعت ریخته‌گری ژلی از دوغابی نیز بیش تر است. قالب نیاز به تمیز کردن ندارد و توان ساخت

ریخته‌گری ژلی یکی از روش‌های نوین شکل دهی در مواد است که تفاوت اصلی آن با ریخته‌گری دوغابی تهیه یک ژل و حذف آب زیاد است. در اینگونه روش‌های به اصطلاح کلوییدی ذرات پودر سرامیکی با یک مایع آبی و یا آلی مخلوط شده و یک دوغاب بدست می‌آید. برای رسیدن به نتیجه دلخواه در این روش لازم است یک دوغاب پایدار و یکنواخت ساخته شود. قطعه به دست آمده استحکام خام مناسبی دارد البته باید به این نکته توجه کرد که کنترل رفتار



اشکال پیچیده را داشته و به دلیل استفاده از توزیع یکنواخت منومرهای آلی، ساختار کاملاً یکنواختی را نتیجه می‌دهد. خواص مکانیکی و ساختاری محصول نهایی با تغییر درصد جامد دوغاب هم قابل تغییر است [۱ و ۲].

روند کلی ریخته‌گری ژلی به این صورت است که: ماده اولیه که به صورت پودر در اختیار است با یک منومر پلیمری که محلول در آب یا محلول در مواد آلی است مخلوط می‌شود، برای ایجاد زنجیره خطی یک منومر با پیوند تکی نیاز است ولی برای ایجاد مولکول‌های پلیمری با اتصال متقاطع حداقل دو منومر با پیوند دابل مورد نیاز است. در انتخاب منومر علاوه بر مباحث بهداشتی، استحکام و چقرمگی قطعه خام هم دخیل است. تشکیل پلیمرهایی با وزن مولکولی بالا فضای بین ذرات دوغاب سرامیکی را پر می‌کند و یک ساختار شبکه‌ای به وجود می‌آید [۳]. در فرآیند ریخته‌گری ژلی می‌توان از سیستم‌های منومری مختلفی بهره برد، در بین این سیستم‌ها آکریلامید (AM) به عنوان زنجیره ساز و پلی آکریلامید (MBAM) به عنوان اتصال دهنده عرضی دارا بالاترین استحکام را در بدنه ژل شده به وجود می‌آورند. آغازگر و کاتالیست به دوغاب بدست آمده، اضافه شد، سپس ریخته‌گری انجام می‌شود. آغازگر فرآیند بسپارش یا پلیمره کردن را آغاز می‌کند (فرآیند پلیمریزاسیون یک فرآیند گرماده بوده) و وقتی که کاتالیست اضافه می‌شود بدون نیاز به حرارت دوغاب به ژل تبدیل می‌شود. البته میزان کاتالیست مصرفی بر روی کارآمدی و روانی دوغاب تاثیرگذار است. در صورت استفاده نکردن از کاتالیست دوغاب نهایی در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد حرارت داده می‌شود طی مدت ۳۰ دقیقه ژل مورد نظر حاصل می‌شود.

نمونه از قالب خارج شده، سپس بدنه خشک و بدنه خام حاصل می‌شود. استحکام این بدنه به قدری است که قابلیت ماشینکاری دارد که یکی از خواص منحصر به فرد ریخته‌گری ژلی است [۱-۳].

نکته مورد توجه در این فرآیند نحوه خشک کردن است. این فرآیند بایستی کنترل شده باشد وگرنه به علت خشک نشدن یکنواخت سطح و عمق قطعه، نمونه دچار ترک و تاب برداشتی می‌شود. به منظور به حداقل رساندن عیوب بدنه فرآیند خشک کردن در محیط‌هایی با رطوبت بالا و یا با استفاده از مایع جاذب آب مانند محلول‌های اتیلن گلیکول انجام می‌شود.

تحقیقات زیادی بر روی مواد سرامیکی مختلف مانند آلومینیوم، نیتريد سیلیسیم، کاربید سیلیسیم انجام شده است [۴-۶]. با وجود اینکه تحقیقات بر روی ریخته‌گری ژلی از حدود ۲۰ سال گذشته آغاز شده است [۷] گزارشات بسیار کم و ضعیفی در این باره موجود است در این تحقیق تلاش شده تا پارامترهای موثر بر روی رفتار رئولوژی و پارامترهای ژلی دوغاب سیلیسیم بهینه شود. خواص استحکامی، تخلخل و ریز ساختار بدنه‌های نهایی ریخته‌گری ژلی شده، بررسی شده است.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد مصرفی

برای ساخت بدنه‌های ریخته‌گری ژلی شده سیلیسیم از پودر سیلیسیم (H.C.Starck, 99.995%, 3.9 μm)، پی هیدروکسی بنزوئیک اسید (Merck 99-96-7) به عنوان پراکنده ساز، اکریلامید (AM) به عنوان زنجیره‌ساز (Merck 100,00830,8) و متیل بیس اکریلامید



۲-۳- آزمون‌ها و روش‌ها

رفتار رئولوژی دوغاب‌های سیلیسیم در درصدهای مختلف بار جامد و مقادیر مختلف منومر به کمک رئومتر (MCR300, Physica, Germany) در محدوده تنش برشی S^{-1} ۱۰۰۰-۰/۰۱ بررسی شد. استحکام خمشی خام بدنه‌ها به کمک دستگاه استحکام سنج سه نقطه‌ای

(Digital bending strength tester MR-1, Sanatceram) بررسی شد. براساس استاندارد برای انجام هر آزمون استحکام ۵ نمونه با مشخصات یکسان اندازه‌گیری شد. به منظور مشخص کردن دمای خروج مواد آلی از نمونه‌ها آزمون آنالیز حرارتی هم زمان (STA, Polymer Laboratories 1640) گرفته شد. ریزساختار نمونه‌های ریخته‌گری ژلی شده توسط میکروسکوپ الکترونیکی (Lika Cambridge Stereoscan 30) بررسی شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- اثر بار جامد بر روی رفتار رئولوژی

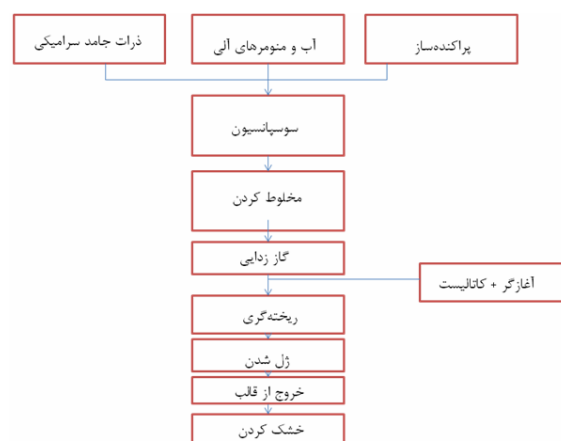
دوغاب Si

۴ دوغاب با بارهای جامد ۳۰، ۳۳، ۳۵ و ۳۸ درصد حجمی براساس جدول ۱ تهیه شد. شکل ۲ نشان دهنده تغییرات تنش برشی بر حسب نرخ برش در بارهای جامد مختلف است. همان‌طور که مشاهده می‌شود دوغاب سیلیسیم رفتاری نزدیک به دوغاب دیلاتانتی دارد [۱۰-۸]. البته با افزایش میزان بار جامد فرآیند ریخته‌گری دوغاب با مشکل مواجه می‌شود.

(MBAM) به عنوان اتصال دهنده عرضی (Merck, 05792,8,0250) استفاده شد. همچنین پرسولفات آمونیوم به عنوان آغازگر (Merck 0500,01201,1) و تترا متیل اتیلن دی آمین (TEMED) (به عنوان کاتالیست Merck 0100,10732,1) استفاده شده است. به منظور کنترل pH نیز از هیدروکسید آمونیوم مورد استفاده قرار گرفت.

۲-۲- فرآیند ریخته‌گری ژلی

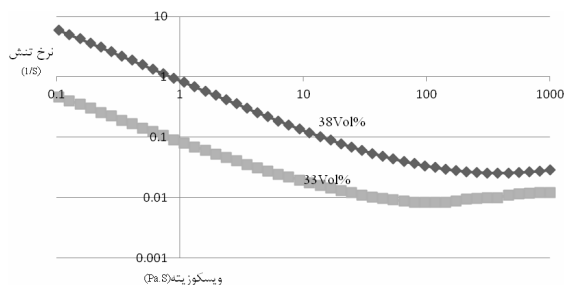
شکل ۱ نمودار بدنه‌های ریخته‌گری ژلی شده را نشان می‌دهد. در ابتدا یک محلول آبی اولیه از منومرها و پراکنده‌ساز تهیه می‌شود. در ادامه پودر سیلیسیم اضافه شده و بعد از بهینه‌سازی pH فرآیند مخلوط‌سازی به مدت ۴ ساعت با استفاده از جارمیل انجام می‌شود. سپس دوغاب به مدت ۵ دقیقه هوازدایی (گاززدایی) شده و گیرش با افزودن آغازگر و کاتالیست حاصل می‌گردد. لازم به ذکر است که مقدار کاتالیست و آغازگر مصرفی باید با دقت فراوان تعیین شود تا دوغاب به دست آمده به اندازه کافی روان برای ریخته‌گری باشد. بعد از انجام شدن فرآیند ژلاسیون بدنه از قالب خارج شده و فرآیند خشک کردن آغاز می‌گردد.



شکل ۱- نمودار فرآیند ریخته‌گری ژلی



سیلیسیم، گرانیوی دوغاب افزایش می‌یابد [۱۱-۱۲]. به علاوه، با توجه به عامل‌های سطحی پودر سیلیسیم بار جامد مصرفی در دوغاب دارای یک حد ماکزیمم است که از آن بیش‌تر دوغاب به صورت خمیر حاصل می‌شود که چنین دوغابی قابلیت ریخته‌گری ندارد.



شکل ۳- تغییرات گرانیوی بر حسب نرخ تنش در بارهای جامد ۳۸ vol% و ۳۳ vol%

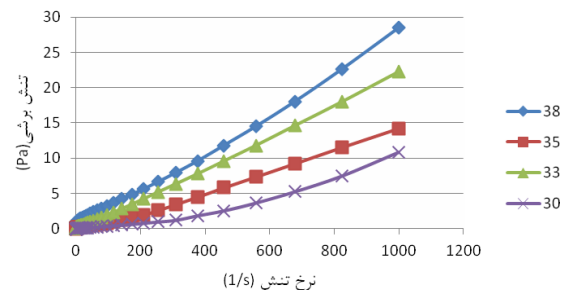
۲-۲- زمان انتظار و ژله‌ای شدن دوغاب

سیلیسیم

در فرآیند ژله‌ای شدن از APS با pH ۴ به عنوان آغازگر و از TEMED به عنوان کاتالیست استفاده می‌شود. از آنجایی که سیلیسیم اثر کاتالیستی دارد فرآیند ژلاسیون در طی ریخته‌گری ژلی سیلیسیم نیاز به کنترل پذیری دقیق دارد. آزمون‌های بسیاری به منظور بهینه کردن میزان آغازگر و کاتالیست انجام شد. به طور کلی در منابع از دو روش برای ژله‌ای شدن بهره می‌برند. استفاده از حرارت و یا اضافه کردن از یک ماده به عنوان کاتالیست در چندی از مطالعات نیز از هر دو این روش‌ها برای سرعت بخشیدن به فرآیند ژلاسیون استفاده شده است [۱۳-۱۴]. در این قسمت به بررسی اثر میزان بار جامد بر روی زمان انتظار و زمان ژله‌ای شدن دوغاب سیلیسیم پرداخته می‌شود. مدت زمان فرآیند ژل شدن اثر چشم‌گیری بر روی

جدول ۱- ترکیب دوغاب‌های تهیه شده در بار جامد

شماره	میزان بار جامد (Vol%)	میزان پراکنده‌ساز (wt%)	میزان منومر مصرفی (wt%)	pH دوغاب	مختلف	
۱	۳۰	۱۱/۴	۲۱/۴۲	۸/۵		
۲	۳۳	۱۲/۵۴	۲۲/۳۸	۸/۵		
۳	۳۵	۱۳/۳	۲۳/۰۷	۸/۵		
۴	۳۸	۱۴/۴۴	۲۴/۱۹	۸/۵		



شکل ۲- تغییرات نرخ تنش بر حسب تنش برشی در دوغاب با بارهای جامد مختلف

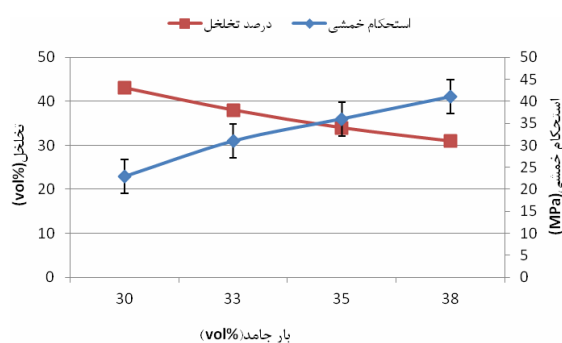
از طرف دیگر، شکل ۳ نشان‌دهنده تغییرات گرانیوی بر حسب نرخ تنش در دو بار جامد مختلف ۳۳ و ۳۸ درصد حجمی است. همان‌طور که مشاهده می‌شود افزایش ۵ درصد میزان بار جامد تاثیر به‌سزایی بر افزایش گرانیوی دوغاب دارد. میزان گرانیوی در دوغاب با بار جامد ۳۳ vol% در نرخ تنش ۵ 1/S، ۰/۰۲۷ Pa.S است اما با افزایش ۵ درصد بار جامد این گرانیوی در نرخ تنش یکسان به ۰/۰۲۲ Pa.S می‌رسد، یعنی با افزایش ۵ درصد بار جامد، گرانیوی در نرخ تنش یکسان ۱۰ برابر می‌شود. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود در محدوده نرخ تنش‌های پایین، با افزایش نرخ تنش، گرانیوی دوغاب سیلیسیم کاهش می‌یابد اما با افزایش نرخ تنش به دلیل ناهمسانگردی ساختاری ذرات



شکل ۵، با افزایش بار جامد سیلیسیم از ۳۰ درصد حجمی تا ۳۸ درصد حجمی استحکام خمشی بدنه‌ها از ۲۳ MPa به ۴۱ MPa می‌رسد در عین حال با افزایش استحکام درصد حجمی تخلخل از ۴۳ به ۳۱ می‌رسد. بدنه‌های به دست آمده با توجه به محدوده استحکامی که دارا هستند به راحتی قابلیت ماشین کاری دارند.

جدول ۲- ترکیب تشکیل دهنده بدنه‌های نهایی ریخته‌گری ژلی سیلیسیم

AM: MBAM	میزان منومر نسبت به درصد آب مصرفی (wt%)	آب مصرفی (vol%)	کد بار جامد (vol%)	بدنه
	۱۵	۷۰	۳۰	S ₃₀
	۱۵	۶۷	۳۳	S ₃₃
	۱۵	۶۵	۳۵	S ₃₅
	۱۵	۶۲	۳۸	S ₃₈

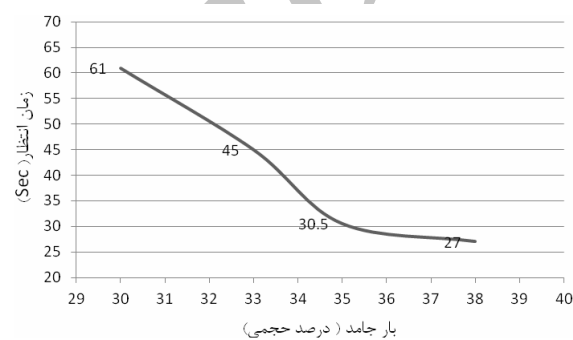


شکل ۵- استحکام خمشی و درصد تخلخل موجود در بدنه‌های خام سیلیسیم به دست آمده از ریخته‌گری ژلی

۴-۳- دمای خروج مواد آلی به وسیله آنالیز DTA/TG

مواد آلی موجود در بدنه بایستی قبل از فرآیند سیتتر از بدنه خارج شود. خروج مواد آلی بسته به قدرت پیوند زنجیره

کیفیت بدنه نهایی و میزان انقباض بدنه نهایی دارد [۱۶-۱۵]. شکل ۴ نشان دهنده زمان انتظار دوغاب‌های سیلیسیم با بارهای جامد مختلف بعد از اضافه کردن آغازگر و کاتالیست نشان داده شده است. افزایش میزان بار جامد سیلیسیم از ۳۰ درصد حجمی به ۳۸ درصد حجمی موجب کاهش زمان تاخیر فرآیند ژل شدن از ۶۰ ثانیه به ۲۷ ثانیه می‌شود در شرایطی که میزان آغازگر و کاتالیست اضافه شده در تمام دوغاب‌ها یکسان است.



شکل ۴- زمان انتظار دوغاب‌های سیلیسیم در بارهای جامد مختلف

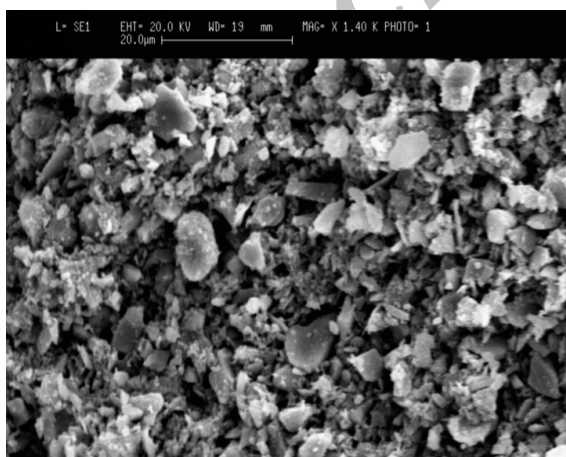
تغییرات بار جامد موجب کاهش زمان ژل شدن می‌شود. شکل ۴ نشان دهنده ۴ دوغاب با بارهای جامد مختلف است که با افزودن میزان یکسان آغازگر و کاتالیست، زمان ژل شدن با افزایش بار جامد به میزان ۳۴ ثانیه کاهش می‌یابد. کاهش زمان ژل شدن موجب می‌شود تا بدنه به دست آمده با بار جامد ۳۸ درصد حجمی کمتر ۲ درصد انقباض را داشته باشد.

۳-۳- خواص بدنه خام ریخته‌گری ژلی شده

جدول ۲ نشان دهنده ترکیب بدنه‌های ریخته‌گری ژلی شده سیلیسیم است که در ادامه شکل ۵ نشان دهنده استحکام خام خمشی و میزان تخلخل این بدنه‌های است. با توجه به



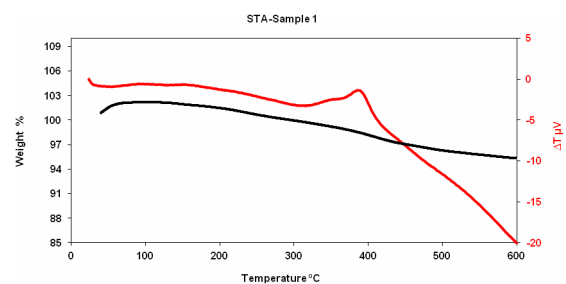
پژوهش، ریزساختار بدنه ژلی حاصله دارای یکنواختی ساختاری با تخلخل‌های کروی یکنواخت است [۲۰]. در تحقیقی دیگر یانگ و همکارانش نشان دادند که ریزساختار بدنه‌های ریخته‌گری ژلی شده در بارهای جامد کم دارای مجموعه‌ای از تخلخل‌های باز و بسته است که البته اکثر این تخلخل‌ها به صورت باز است [۱۶]. رهمان در پژوهشی برای تهیه Scaffold به کمک ریخته‌گری ژلی نشان داد بدنه حاصله متخلخل، دارای تخلخل‌های باز و در ارتباط با یکدیگر است. اندازه این تخلخل‌ها در محدوده ۲۰۰-۴۰۰ میکرون است [۲۱]. عالم نیز در تحقیقی برای تهیه فوم نیتريد سیلیسیم از روش ریخته‌گری ژلی برای شکل‌دهی استفاده کرد. بدنه سیلیسیم حاصله دارای ۸۰ درصد تخلخل است که ریزساختار بدنه نشان‌دهنده ساختار یکنواخت و تخلخل‌های متصل به هم است [۱۰]. نتایج TGA در تحقیقی که توسط هوانگ و همکارانش بر روی سیلیسیم کاربرد باند نیتريدی که با روش ریخته‌گری ژلی شکل داده شده است، نشان داد که در دمای °C ۵۰۰-۶۰۰ مواد آلی منومری AM و MBAM اکسید شده و از بدنه خارج می‌شود [۴].



شکل ۷- ریزساختار نمونه ریخته‌گری ژلی شده با بار

۳۸ vol%

پلیمری در محدود دمایی °C ۶۰۰-۲۵۰ انجام می‌شود [۱۷-۱۸]. به منظور مشخص نمودن دمای خروج مواد آلی تست DTA/TG گرفته شد که شکل ۶ نشان دهنده نتیجه به دست آمده از آزمون مذکور است، همان‌طور که مشاهده می‌شود پیک گرماده در دمای °C ۳۹۵ نشان دهنده خروج مواد آلی است. با توجه به نمودار TG از محدوده ۳۵۰ تا °C ۶۰۰ خروج مواد آلی انجام می‌شود.



شکل ۶- آزمون آنالیز حرارتی نمونه ریخته‌گری ژلی سیلیسیم

۳-۵- بررسی ریز ساختار بدنه‌ی ریخته‌گری ژلی سیلیسیم

شکل ۷ و ۸ نشان دهنده ریزساختار بدنه نهایی ریخته‌گری ژلی شده با بار ۳۸ درصد حجمی بعد از خروج مواد آلی است. ریزساختار نمونه نشان دهنده بدنه متخلخلی است که تخلخل به طور یکنواخت در بدنه موجود است. تخلخل‌های حاصله به صورت باز است که در ارتباط با یکدیگر هستند که این امر جدا از نوع ماده اولیه است و اساس ریزساختار بدنه‌های ریخته‌گری ژلی شده است [۱۰، ۱۹]. به طور مثال، وانگ و همکارانش در تحقیقی بر روی ریخته‌گری ژلی نیتريد بور و نیتريد سیلیسیم براساس آنالیز DTA/TG نشان داد که دمای اکسید شدن مواد پلیمری مصرفی AM و MBAM دارای پیک گرماده در محدوده دمایی °C ۲۰۰-۵۰۰ است. در همین



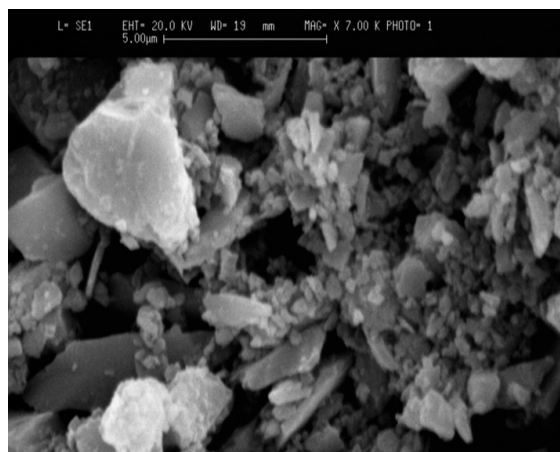
حاصله ساختاری هموژن با تخلخل‌های یکنواخت و در اتصال با هم دارد.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق بدنه ریخته‌گری ژلی سیلیسیم در بارهای جامد مختلف تهیه شده است. با افزایش بار جامد سیلیسیم، زمان انتظار و زمان ژل شدن دوغاب سیلیسیم به طور چشم‌گیری کاهش می‌یابد. بدنه‌های به دست آمده با افزایش بار جامد سیلیسیم دارای استحکام خمشی بالاتر و میزان تخلخل کمتری است. بررسی نحوه خروج مواد آلی حاکی از آن است که مواد منومری مورد استفاده در این روش در محدوده $350-600^{\circ}\text{C}$ از بدنه‌ها خارج می‌شوند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شده از بدنه‌ها توزیع یکنواخت تخلخل و ذرات سیلیسیم نشان می‌دهند.

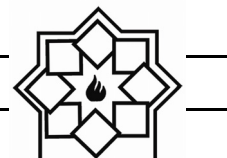
مراجع

- [1] Y Huang, J Yang, "Novel colloidal forming of ceramics", Springer, pp 211, 2010.
- [2] X Guo, E Adolfsen, "Gelcasting of high strength ceramics", Chalmers University of Technology, pp 10, 2011.
- [3] R Gilissen, J. P Erauw, A Smolders, E Vanwijgenhoven and J Luyten, "Gelcasting, a near net shape technique", Materials and Design, Vol 21, pp 251-257, 2000.
- [4] Z Xie, Y Cheng and Y Huang, "Formation of silicon nitride bonded silicon carbide by aqueous gelcasting", Material science and engineering, Vol 349, pp 20-28, 2003.
- [5] A. C Young, O. O Ommatete, M. A Janney and P. Mechhofer, "Gelcasting of alumina", Journal of the American Ceramic Society, Vol 74, pp 612 – 618, 1991.



شکل ۸- ریزساختار نمونه ریخته‌گری ژلی شده با بار ۳۸ vol%

با توجه به مطالب ذکر شده و نتایج حاصله در این تحقیق خروج منومرها بر اساس درصد مصرفی و نوع سیستم منومری در محدوده دمایی $250-600^{\circ}\text{C}$ انجام می‌شود. پیک گرماده آنالیز DTA/TG نشان می‌دهد که در بدنه‌های ریخته‌گری ژلی خروج و یا اکسید شدن مواد آلی در دمای 395°C انجام می‌شود که در مقایسه با منابع دیگر در محدوده دمایی معمول خروج مواد آلی سیستم منومری AM و MBAM قرار دارد. علت تفاوت حدود ۱۰۰ درجه با تحقیق هوانگ [۱] ناشی از نسبت و غلظت منومرهای مصرفی و قدرت پیوند زنجیره‌های پلیمری است. از طرف دیگر، ریزساختار بدنه ریخته‌گری ژلی شده مانند دیگر تحقیقات نشان‌دهنده ساختار متخلخل یکنواخت با تخلخل‌های در ارتباط با یکدیگر است. شکل مشخص مانند کروی بودن تخلخل‌ها در دیگر پژوهش‌ها ناشی از مصرف یک ماده آلی به عنوان عامل ایجاد کننده تخلخل است که در این تحقیق از چنین موادی استفاده نشده است. در نتیجه مواد آلی مصرفی در دمای حدود 400°C در اتمسفر اکسیدی شروع به سوختن می‌کنند و بدنه



- properties of silicon nitride ceramic green body prepared by gelcasting”, *Ceramic International*, Vol 35, pp 1039-1044, 2009.
- [16] J Yang, J Yu and Y Huang, “Recent developments in gelcasting of ceramics”, *Journal of the European ceramic society*, Vol 31, pp 2569-2591, 2011.
- [17] K Cai, Y Huang and J Yang, “Alumina gelcasting by using HEMA system”, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol 25, pp 1089-1093, 2005.
- [18] M Potoczek, “A catalytic effect of alumina grains onto polymerization rate of methacrylamide-based gelcasting system”, *Ceramics International*, Vol 32, pp 739-744, 2006.
- [19] M Janney, S Nunn and A Walls, “Gel-casting”, *Handbook of Ceramic Engineering*, 1998.
- [20] Sh Wang, Zh Yang, X Duan and D Jia, “Effects of pore size on microstructure, mechanical and dielectric properties of gel casting BN/Si₃N₄ ceramics with spherical-shaped pore structures”, *Journal of Alloy and Compounds*, Vol 581, pp 46-51, 2013.
- [21] H Ramay, M Zhang, “Preparation of porous hydroxyapatite scaffolds by combination of the gel-casting and polymer sponge methods”, *Bimaterials*, Vol 24, pp 3293–3302, 2003.
- [6] L Nie, Y Zhang, H Gong and T Zhang, “Fabrication and properties of reaction - bonded SiC prepared by gelcasting”, *Journal of ceramic processing research*, Vol 11, pp 11 – 15, 2009.
- [7] M Kokabi, A Pirooz and M Haghghi, “Gel-casting of Engineering Ceramics”, *Iran Polymer Journal*, Vol 7, pp 169-175, 1998.
- [8] Q Zhang, M Gu, “Rheological properties and gelcasting of concentrated aqueous silicon suspension”, *Materials Science and Engineering*, Vol 399, pp 351–357, 2005.
- [9] M. A Janney, O. O Omatete, “Method for Molding Ceramic Powders using Water - Based Gelcasting”, U. S. Patent No. 5,028,362, 1991.
- [10] A Alem, M. D Pugh and R Drew, “Open-cell equation bonded silicon nitride foams: Fabrication and characterization”, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol 34, pp 599–609, 2014.
- [11] L Zhou, Y Huang, Z Xie and Y Cheng, “Gas-discharging reactions and their effect on the microstructures of green bodies in gelcasting of non-oxide materials”, *Materials letters*, Vol 45, pp 51-57, 2000.
- [12] VA Hackley, U Paik, B-H Kim and SG Malghan, “Aqueous processing of sintered reaction-bonded silicon nitride: dispersion properties of silicon powder”, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 80, pp 1781–1788, 1997.
- [13] M Potoczek, E Zawadzak, “Initiator effect on the gelcasting properties of alumina in system involving low-toxic monomers”, *Ceramic international*, Vol 30, pp 793-799, 2004.
- [14] J Yu, H Wang, J Zhang, D Zhang and Y Yan, “Gelcasting preparation of porous silicon nitride ceramics by adjusting the content of monomers”, *Journal of Sol-Gel science and technology*, Vol 53, pp 515-523, 2010.
- [15] J Yu, H Wang, H Zeng and J Zhang, “Effect of monomer content on physical