

## بررسی فرایند تف جوشی کامپوزیت فومی شیشه - سرباره فولاد در حضور کاربید سیلیسیم

آیدا فایقی نیا\* و حسین مردی

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، صندوق پستی ۳۱۶-۳۱۷۸۷

(دریافت مقاله: ۱۳۹۸/۳/۱۸ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۸/۹/۱۸)

**چکیده-** سرباره آمورف فولاد حاوی غلظت‌های مختلف ضایعات شیشه (۲۰، ۴۰، ۵۰، ۶۰ و ۷۰ درصد وزنی)، کاربید سیلیسیم (SiC) مخلوط و کامپوزیت حاصل از آنها تهیه شد. بنابر تصاویر میکروسکوپی حرارتی، انقباضات کامپوزیت سرباره - شیشه در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد آغاز شد. در تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ریزساختار کامپوزیت سرباره - کاربید سیلیسیم (عامل فوم‌زا)، تخلخل‌های تونل‌مانند با ابعادی در محدوده ۱۰۰۰-۵۰۰ میکرون در اثر خروج محصولات گازی ناشی از تجزیه فاز کاربیدی، مشاهده شد. با افزودن شیشه ضایعاتی (تا ۵۰ درصد وزنی) به این کامپوزیت و تف جوشی در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، اندازه این حفرات با کاهش ۱۰ برابری به ۵۰ میکرون رسیده و کروی شدند. با افزایش فاز شیشه، تخلخل کلی در کامپوزیت سرباره - شیشه - کاربید سیلیسیم تا ۸۰ درصد وزنی افزایش و استحکام تا ۳/۲ مگاپاسکال کاهش یافت. کامپوزیت سرباره - شیشه (با نسبت وزنی مساوی) با چگالی ۰/۸ گرم بر سانتی‌متر مکعب در گروه مواد فومی متخلخل طبقه‌بندی شد. همچنین وجود فاز شبه‌ولاستونیت در کامپوزیت بعد از تف جوشی گزارش شد.

واژه‌های کلیدی: سرباره، شیشه، کاربید سیلیسیم، تف جوشی، فوم

## Investigation of Glass- Steel Slag Foam Composite Sintering in Presence of SiC

A. Faeghinia and H. Mardi \*

Ceramic division. Materials and Energy Research Center, Karaj, Iran.

**Abstract:** Amorphous steel slag was blended with different concentrations of waste glass (20, 40, 50, 60, 70 wt.%) and SiC to obtain a composite. According to Hot Stage Microscopy images, slag-glass composite contractions started at 1050 °C. scanning electron microscope micrographs of slag-SiC (foaming agent) composite revealed tunnel-like porosities of 500 to 1000 microns. Gaseous products of carbide decomposition led to the formation of these tunnel-like porosities. By adding up to 50 wt. % of waste glass to this composite and sintering at 1200 °C, the size of cavities decreased by 10 times and achieved 50 microns to form spherical cavities. By increasing glass content, the total porosity of slag-glass-SiC increased to 80 wt.% followed by a decrease in the strength to 3.2 MPa. Having an overall density of 0.8 g/cm<sup>3</sup>, the slag-glass composite could be classified as a porous foam material. Pseudo Waltonite phase was also detected in this composite after sintering.

**Keywords:** Slag, Glass, SiC, Sintering, Foam.

\* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: a.faeghinia@merc.ac.ir

فوم‌های شیشه‌ای و شیشه سرامیکی، یکی از مهم‌ترین انواع فوم‌ها و مواد متخلخل هستند که در زمینه‌های مختلفی نظیر راه‌سازی، ساختمان‌سازی و صنایع پتروشیمی، به‌عنوان عایق حرارتی، فیلتر و صافی و جرم سبک و نیز به‌منظور پر کردن حجم سازه، در ساختمان‌سازی مورد استفاده قرار می‌گیرند. این مواد، مزایایی همچون پایداری شیمیایی، مقاومت به اشتعال، استحکام فشاری بالا، مقاومت در برابر یخ‌زدگی و بخار آب، ثبات ابعادی مناسب و مقاومت در برابر موجودات زنده (از جمله خز و گلسنگ و همچنین جوندگان) دارند [۱-۴]. با وجود مزایای گفته شده، مهم‌ترین عیب فوم شیشه‌ای و شیشه سرامیکی، قیمت تمام شده بالای این محصولات است. برای کاهش قیمت تمام شده، مهم‌ترین راهکار، جایگزین کردن مواد ارزان‌تر به جای شیشه اولیه است. به‌همین منظور، تحقیقات بسیاری در استفاده از مواد ارزان‌قیمت مانند خرده شیشه ضایعات، سرباره ذوب فلزات، خاکستر حاصل از نیروگاه‌های سوخت، ذغال سنگ و خاکستر زباله‌های شهری صورت گرفته است [۵]. پونسات و برناردو در پژوهش خود برای ساخت فومی که آن را خود لعاب‌دار شده نامیده‌اند، از سرباره و ضایعات شیشه، استفاده کردند و نشان دادند که فاز مایع ناشی از نرم شدن شیشه، می‌تواند باعث حل کردن ضایعات معدنی مانند، سرباره آمورف شود [۶]. این حل شدن، باعث تبلور ثانویه فازهای کلسیم سیلیکاتی و آلومینوسیلیکاتی می‌شود. آنها، سرباره متالورژیکی مشتمل بر اکسید آهن را، برای ایجاد فوم شیشه سرامیک، بسیار مناسب دانسته‌اند. همچنین در ادامه پژوهش خود، روی فوم پایه شیشه‌ای، (با شیشه ضایعات) ۳۰ درصد تخلخل در فوم را، گزارش کردند، اما این تخلخل‌ها، راه به در (نافذ) نبوده و بنابراین در سطح نمونه‌ها، لایه‌ای شیشه متراکم و بدون تخلخل شکل می‌گیرد، که باعث خود لعاب‌دار شدن می‌شود [۷]. برناردو در پژوهشی دیگر برای ساخت فوم، از ضایعات شیشه پایه کاربید سیلیسیم، حاصل از سمباده‌زنی

محصولات شیشه‌ای، توانست چگالی نسبی ۰/۰۸ گرم بر سانتی‌متر مکعب و ۹۲ درصد تخلخل با افزودن ۱۲/۵ درصد کاربید سیلیسیم به‌دست آورد. البته او مشخص کرد که، با افزودن بیشتر کاربید سیلیسیم به شیشه، پدیده بهم پیوستگی تخلخل‌های کوچک و بزرگ‌تر، برای کاهش انرژی سطحی رخ می‌دهد [۸]. براستین و همکاران [۹] از عوامل فوم‌زای - $\beta$ SiC و خاکسترهای حاصل از سوختن روغن، به‌همراه شیشه سودالایم، در محدوده دمایی ۹۰۰-۸۰۰ درجه سانتی‌گراد استفاده کردند. استحکام فشاری در کامپوزیت آنها حدود ۳/۵ مگاپاسکال بوده است. آنها نشان دادند عامل فوم‌زای کاربیدی باعث تخلخل‌های ریز می‌شود که از نظر استحکام‌دهی تأثیر بیشتری نسبت به عوامل فوم‌زای کربناتی دارد و خاطر نشان کردند که، کاربید سیلیسیم فوم‌زای بسیار کاربردی است، که محصولات گازی آن CO و CO<sub>2</sub> است. بایر و کوس [۱۰] و [۱۱] نیز تعدادی از واکنش‌هایی که از لحاظ ترمودینامیکی بین کاربید سیلیسیم و گازها امکان‌پذیر است را نشان داده‌اند. در تحقیق آنها، محصولات گازی از نمونه خارج، یا در تخلخل‌های بسته حبس می‌شوند؛ اما SiO<sub>2</sub> به‌دست آمده از واکنش‌ها، وارد ترکیب شیشه می‌شوند. نتایج نشان می‌دهد که با رسوب کریستوبالیت که به‌خصوص در شیشه بوروسیلیکاتی رخ می‌دهد، تبلور جزئی در شیشه اتفاق می‌افتد. تغییرات حجمی بسیاری به‌علت انتقالات چندشکلی چنین فازهایی در سرمایش فوم‌ها، منجر به ترک‌های ریز و در نتیجه نمونه‌های ضعیف از نظر مکانیکی شده است [۱۰ و ۱۱].

منگوتوا و همکاران [۱۱] در پژوهشی با استفاده از چند نوع ضایعات، از جمله سرباره متالورژی، خاکستر ذغال سنگ و ضایعات شیشه، با روش دوغابی و با استفاده از فوم پلی‌یورتان، به‌عنوان شکل‌دهنده ساختار متخلخل، فوم شیشه سرامیک تهیه کردند. آنها نتیجه گرفتند که افزودن ۲۰ قسمت وزنی ضایعات شیشه تلویزیون (TV glass) به سرباره، استحکام خمشی فوم را از ۵۱ به ۷۵ مگاپاسکال افزایش می‌دهد. شهسواری [۱۲]، در پژوهش خود، روی فوم شیشه سرامیکی حاصل از سرباره

جدول ۱- ترکیب شیمیایی (درصد وزنی) سرباره کوره قوس الکتریک (EAF) فولاد مبارکه

S	TiO <sub>2</sub>	MnO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>
۰/۷۲	۰/۱۱	۰/۳۹	۰/۴۲	۰/۵۳	۱/۱۷	۱/۰۲	۳/۱۰	۷/۱۸	۳۷/۱۶	۴۳/۹۰

(پنجره) و گامی در جهت جلوگیری از آلودگی محیط زیست انجام شد. ابتدا مطالعات امکان‌سنجی با تهیه نمونه‌های مختلفی از سرباره، بدون افزودن شیشه ضایعاتی، در چند دمای مختلف صورت گرفت تا امکان تهیه فوم بدون عامل شیشه بررسی شود. سپس با افزودن شیشه و عامل فوم‌زای کاربید سیلیسیم در چند دما و درصد‌های مختلف شیشه ریزساختار، چگالی، نوع تخلخل و فازهای تشکیل شده کامپوزیت بررسی شد.

## ۲- مواد و روش تحقیق

در ابتدا دو ترکیب شیشه ساختمانی و سرباره فولاد تحت عمل خردایش ریز شده و به مش زیر ۱۵۰ رسانده شدند. جدول (۱) تجزیه عنصری با روش پرتو ایکس<sup>۱</sup> (XRF) مربوط به سرباره است. از آنجایی که پودر سرباره اولیه غیریکنواخت بوده و ناهمگونی ساختاری، و رگه‌های رنگی در ذرات شیشه‌ای آن مشهود بود، از این رو برای اطمینان از یکنواختی ترکیب، سرباره در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد ذوب، و فریت آن تهیه شد. فریت حاصل شده پس از قرار گرفتن در خشک‌کن در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد، با استفاده از هاون برقی، به مدت ۴۵ دقیقه آسیا شد. ترکیب شیشه سودالایم فلوت در جدول (۲) آورده شده است.

نمونه‌ها به صورت قرص، با شعاع دو سانتی‌متر و ضخامت بین ۳-۴ میلی‌متر، با استفاده از پرس هیدرولیک تک‌محوری اتوماتیک ساخت ایران، با فشارهای متغیر از ۵۰ تا ۱۰۰ مگاپاسکال تهیه شدند. از کربوکسی متیل سلولوز<sup>۲</sup> (CMC) به مقدار دو درصد وزنی، برای افزایش چسبندگی بین ذرات و در نتیجه استحکام خام نمونه‌ها قبل از پرس استفاده شد.

مس سرچشمه، برای بهبود خاصیت فوم، از ترکیب شیشه سودالایم استفاده کرد و میزان سرباره را تا جایی که برای خاصیت فومی شدن قابل قبول است، افزایش داد. او نشان داد که در همه شیشه‌های مورد استفاده، تبلور از دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد شروع می‌شود و بیشتر فازهای بلوری در تحقیق او در گروه پیروکسن قرار دارند، که دایوپساید آهن و کربن‌دار، آکرمایت و انستاتیت از جمله آنهاست. او همچنین نتیجه گرفت که فوم‌های حاصل از کاربید سیلیسیم بیشترین استحکام فشاری را در بین سایر عوامل فوم‌زا داشته است و به‌طور عمده محدوده تخلخل گزارش شده برای فوم آنها در بازه ۸۰-۷۰ درصد بوده است. میزان استحکام فشاری ۰/۲ تا ۳۳ مگاپاسکال بود که بیشترین استحکام، برای شیشه‌های غنی از آهن، به همراه عامل فوم‌زای کاربید سیلیسیم گزارش شد، که در سرعت گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه عملیات حرارتی شده باشند. نوحی [۱۳] نیز بر اساس ترکیب شیشه اولیه انتخاب شده توسط پژوهش شهسواری تحقیق کرده است. او با افزودن ۵۰ و ۳۰ قسمت وزنی سرباره مس سرچشمه به ترکیب پایه سودالایم، به همراه اکسید آهن در مقادیر به ترتیب ۲۴ و ۱۶ قسمت وزنی و با افزودن عامل فوم‌زای کاربید سیلیسیم، فوم شیشه سرامیکی تهیه کرد. او موفق به به‌دست آوردن فوم شیشه سرامیک با چگالی نسبی ۰/۲ و با تخلخل ۸۰ درصد از سرباره شد و استحکام فشاری این فوم شیشه سرامیکی را حدود ۱۲ مگاپاسکال گزارش کرد. این پژوهش به منظور کاهش قیمت تمام شده فوم‌های شیشه و شیشه - سرامیک و همچنین استفاده از ضایعات سرباره‌ای آمورف (سرباره فولاد مبارکه اصفهان) و ضایعات خرده شیشه

جدول ۲- ترکیب شیمیایی (برحسب درصد وزنی) شیشه سودالایم فلوت

TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>
۰/۰۲	۰/۱	۰/۰۳	۰/۱۵	۴	۹	۱۴	۷۳

جدول ۳- درصد وزنی شیشه افزوده شده در هر نمونه

SG70	SG60	SG50	SG40	SG30	SG20	SG10	SG0	نمونه
۷۰	۶۰	۵۰	۴۰	۳۰	۲۰	۱۰	۰	شیشه افزوده شده (درصد)

## ۱-۲- نامگذاری ترکیب

حرف S به عنوان نماد سرباره (slag)، حرف G نماد شیشه (glass) است. ترکیب SG10-5SiC به معنی ترکیب متشکل از ۱۰ درصد شیشه افزوده شده (G) به ۹۰ درصد سرباره (S) است که به کل این ترکیب پایه (SG)، پنج قسمت وزنی، فومزای کاربید سیلیسیم افزوده شده است. نماد SG60 و SG50 به ترتیب مربوط به نمونه با شیشه ۵۰ درصد وزنی سرباره ۵۰ درصد شیشه و SG60 به معنای ۶۰ درصد وزنی شیشه است. نمونه‌ها با روش گرمایش سریع (۲۰۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه) به طور مستقیم از خشک‌کن وارد کوره تونلی در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد شده و پس از مدت یک دقیقه از آن خارج شدند.

شیشه ضایعاتی، برای بهبود خاصیت کارپذیری و فوم‌شوندگی ترکیب، و در عین حال مزیت استفاده از مواد ضایعاتی و ارزان قیمت، به ترکیب اضافه شد. برای سنجش میزان بهینه ضایعات شیشه افزوده شده، هشت غلظت متفاوت شیشه از صفر تا ۷۰ قسمت وزنی (جدول ۳) به سرباره اضافه شد. همه نمونه‌ها با پنج بخش وزنی کاربید سیلیسیم ترکیب شدند تا از در دسترس بودن فوم‌زا در ترکیب، به میزان کافی، اطمینان حاصل شود. سپس نمونه‌ها، به کوره با دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد با سرعت گرمایش ۲۰۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه، وارد شده و پس از مدت یک دقیقه ماندگاری در دما بیرون آورده شدند.

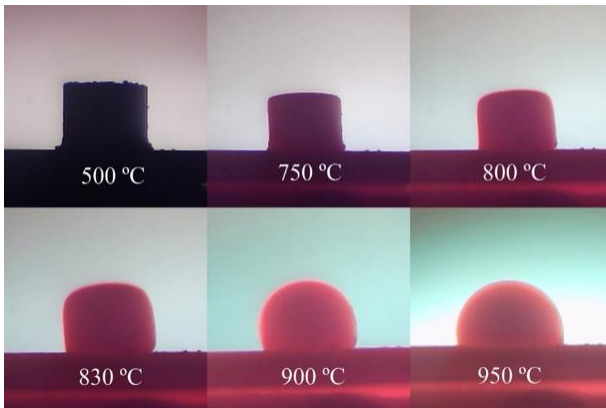
چگالی پودر ترکیب پایه اصلی، که برای تمامی نمونه‌های فوم انتخاب شد، با استفاده از دستگاه پیکنومتری گازی (Accupyc 1330 v3.00) بر اساس استاندارد (ASTM-D5550) اندازه‌گیری

شد و ۲/۷ گرم بر سانتی متر مکعب به دست آمد. آنالیز عنصری با استفاده از دستگاه فلورسانس پرتو ایکس (XRF)، ساخت شرکت PHILIPS کشور هلند، مدل PW1410 با استاندارد ASTM E 1621-13 برای تعیین اکسیدهای موجود در ترکیب پایه استفاده شد. برای تعیین نقطه نرم‌شوندگی از دستگاه اندازه‌گیری ترشوندگی استاتیک ساخت پژوهشکده سرامیک پژوهشگاه مواد انرژی استفاده شد. این دستگاه در واقع یک میکروسکوپ حرارتی<sup>۳</sup> (HSE) است که تغییر شکل نمونه‌های جامد را، همزمان با اعمال دما در کوره تصویربرداری می‌کند و بدین ترتیب با گرد شدن گوشه نمونه‌های جامد می‌توان از نقطه آغاز نرم‌شوندگی (و یا در دماهای بالاتر، در نمونه‌های خاص، از ترکندگی نمونه‌ها روی زمینه) نمونه‌ها اطلاع پیدا کرد. نمونه‌های مورد نظر برای این میکروسکوپ با ابعاد ۱×۱ سانتی متر ساخته شد.

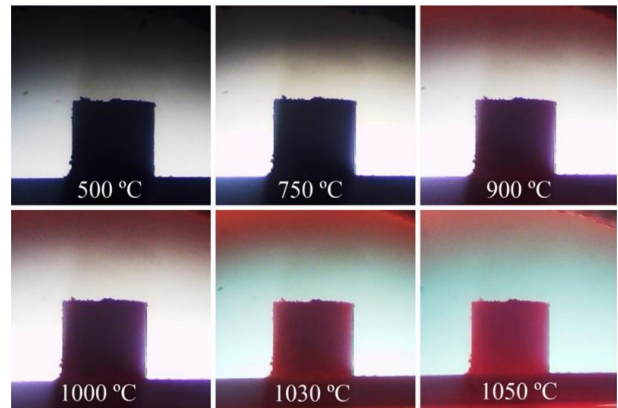
## ۳- نتایج و بحث

### ۱-۳- تصاویر میکروسکوپ حرارتی

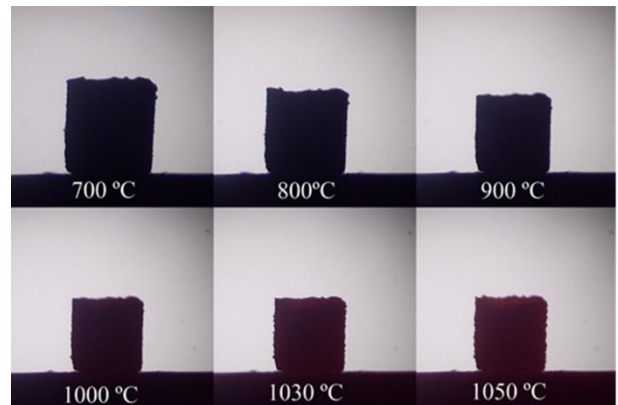
تصاویر میکروسکوپ حرارتی (یا هات‌استیج میکروسکوپ)، برای درک بهتر دمای نرم‌شوندگی نمونه، از سه ترکیب اولیه سرباره خالص با نماد (S)، شیشه خالص (G) و مخلوط سرباره و ۵۰ قسمت وزنی شیشه با نماد (SG50) در بازه دمایی ۲۵ تا ۱۰۵۰ درجه سانتی گراد تهیه شد. در مورد سرباره شکل (۱) تقریباً هیچ اتفاق مشخصی تا این دما صورت نگرفته و ابعاد قطعه کاملاً ثابت مانده است. اما شیشه سودالایم شکل (۲)، از دمای حدود ۷۰۰ درجه سانتی گراد تغییرات ابعادی زیادی را آغاز کرده و می‌توان گفت ذوب آن آغاز می‌شود.



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی حرارتی از ترکیب شیشه خالص (رنگی در نسخه الکترونیکی)



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپی حرارتی از ترکیب سربراره خالص (رنگی در نسخه الکترونیکی)



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی حرارتی از ترکیب کامپوزیت سربراره و ۵۰ قسمت وزنی شیشه (رنگی در نسخه الکترونیکی)

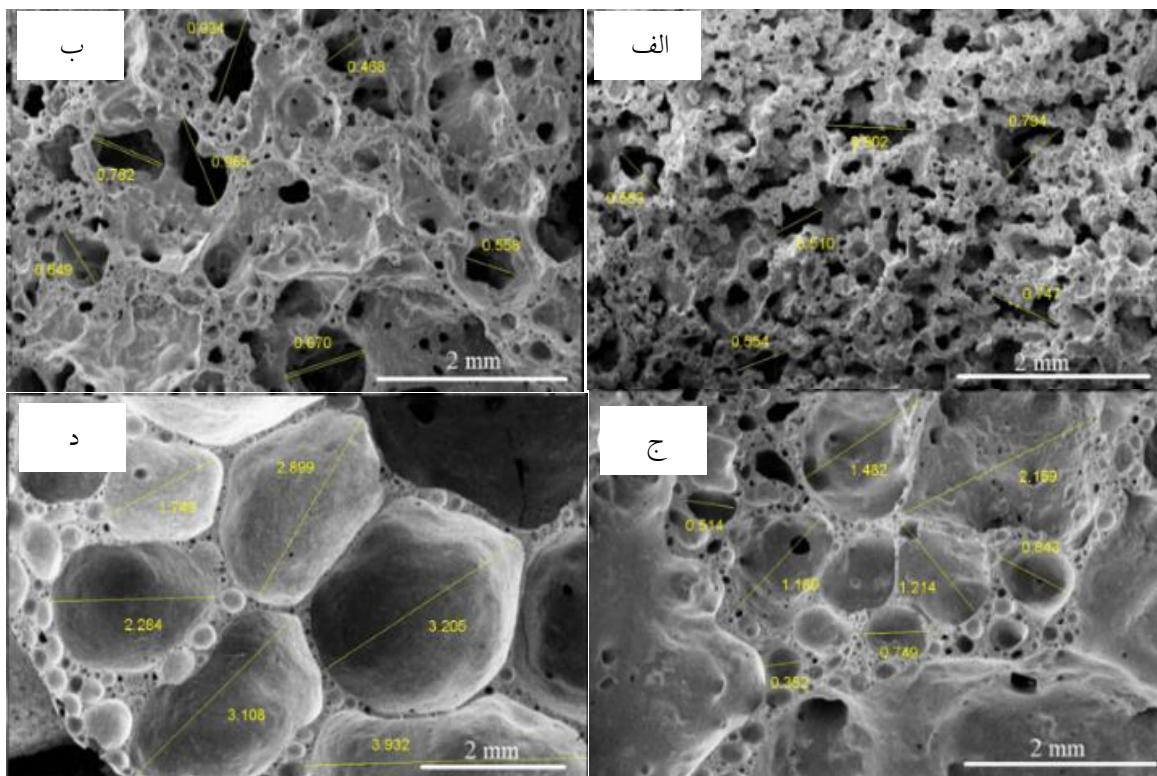
سربراره مورد استفاده دارد، حائز اهمیت است. در عین حال، اگرچه تصاویر از دماهای بالاتر برای یافتن دمای مناسب برای فوم‌زایی در دست نیست، اما از ظاهر ترکیب S در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، می‌توان این نتیجه را گرفت که برای حل شدن سربراره در فاز شیشه مذاب و شرکت دادن آن در تشکیل جداره شیشه‌ای، باید دماهای بالاتر از ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، برای تف‌جوشی انتخاب شود. برای بررسی دقیق‌تر ریزساختار، سربراره خالص با کاربید سیلیسیم در دماهای ۱۱۰۰، ۱۱۸۰، ۱۲۰۰ و ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد تف‌جوشی شدند و از آنها تصاویر میکروسکوپی تهیه شد.

### ۲-۳- ریزساختار نمونه سربراره تف‌جوشی شده با کاربید سیلیسیم در دماهای مختلف

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی<sup>۴</sup> (SEM) از نمونه‌های سربراره با کاربید سیلیسیم که در دماهای ۱۱۰۰، ۱۱۸۰، ۱۲۰۰ و ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد تف‌جوشی شده‌اند، در شکل (۴) آورده شده است.

همان‌طور که در شکل (۴- الف) مشاهده می‌شود، حفره و سلول تشکیل نشده است. اما گازهای حاصل از تجزیه فوم‌زا از فاصله بین ذرات باقیمانده (که هنوز توسط مذاب شیشه پر نشده است) خارج شده و در حین خروج حفره‌های تونل‌مانند از خود به جا گذاشته‌اند. در نتیجه آن،

در مورد مخلوط SG50 در شکل (۳)، از دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، تغییرات ابعادی آغاز می‌شود، این تغییرات ابعادی، به دلیل جریان گرانی شیشه ذوب شده و حرکت آن مابین ذرات و پر کردن فضاهای خالی بین ذرات، آغاز می‌شود، اما شکل کلی نمونه، به دلیل وجود ذرات سربراره که دمای ذوب بسیار بالاتری دارند، حفظ می‌شود و نمونه در مجموع، ذوب کامل نمی‌شود. در این فرایند، انقباض زیادی در قطعه رخ می‌دهد که دلیل آن همان حرکت فاز جریان گرانی گفته شده است. طبق نتایج پونسات و برناردو [۱۵] فاز مایعی که از نرم شدن شیشه افزوده شده ایجاد می‌شود، می‌تواند، باعث حل کردن ضایعات معدنی مانند سربراره آمورف شود. بنابراین حضور شیشه سودالایم که دمای ذوب بسیار پایین‌تری نسبت به



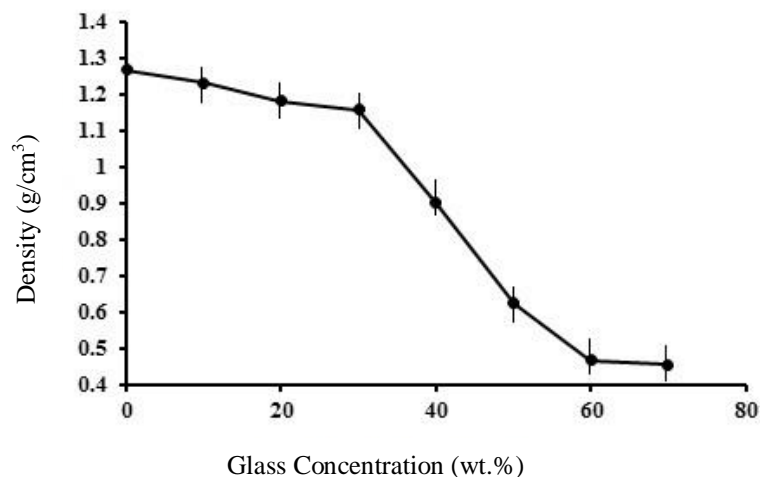
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح مقطع نمونه‌های سرباره با کاربید سیلیسیم تف‌جوشی شده در دماهای: (الف) (۱۱۰۰، ب) (۱۱۸۰، ج) (۱۲۰۰ و د) ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد

افزایش یافت. با وجود این، مشاهده می‌شود در این فرایند، تشکیل تخلخل هنوز از لحاظ کمی تکمیل نشده است. در ادامه، با افزایش دما تا ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، سراسر حجم قطعه با حفرات شکل گرفته و منبسط شده توسط گازهای خروجی، اشغال می‌شود. میانگین قطر این حفرات به ۱۰۰۰ میکرون رسید. این ادامه افزایش دما، تا دمای ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد، تنها باعث رشد اندازه تخلخل‌ها و نازک شدن جداره‌ها شد. همچنین، قطر میانگین تا حدود سه برابر یعنی ۲۸۰۰ میکرون افزایش یافت.

### ۳-۳- بررسی خواص فیزیکی کامپوزیت شیشه - سرباره و فوم‌زا با غلظت‌های مختلف شیشه

نمودار تغییرات عددی چگالی با افزایش غلظت شیشه به سرباره، در شکل (۵) آورده شده است. به‌طور کلی، کاهش چگالی با افزودن مقادیر بیشتر شیشه مشاهده می‌شود.

شکل ریزساختار بیشتر به داربست شباهت دارد. همچنین جداره یکنواختی که مربوط به حفره انبساط یافته باشد، تشکیل نشده است [۱۵]. به‌همین علت است که افزایش حجم کمی در قطعه مشاهده می‌شود. ساختار داربستی، در واقع یک ساختار متخلخل با تخلخل‌های باز است که به‌صورت موقت برای نگهداری اجزای دیگر مورد استفاده قرار می‌گیرد. اما فوم باید تخلخل‌های بسته داشته باشد (شکل ۱). میانگین اندازه حفرات ریز به‌دست آمده از تحلیل تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، در حدود ۵۰۰ میکرون محاسبه شد. درحالی که در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد، و همین‌طور با کاهش گرانیوی، شرایط برای یکپارچه‌تر شدن ترکیب و به‌هم پیوستن ذرات مجاور به‌هم (در اثر جریان گرانیو) ایجاد شده و در ریزساختار آن چند سلول یا حباب قابل مشاهده است. میانگین قطر این حفرات نسبت به نمونه تهیه شده در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد از ۵۰۰ میکرون به ۷۵۰ میکرون

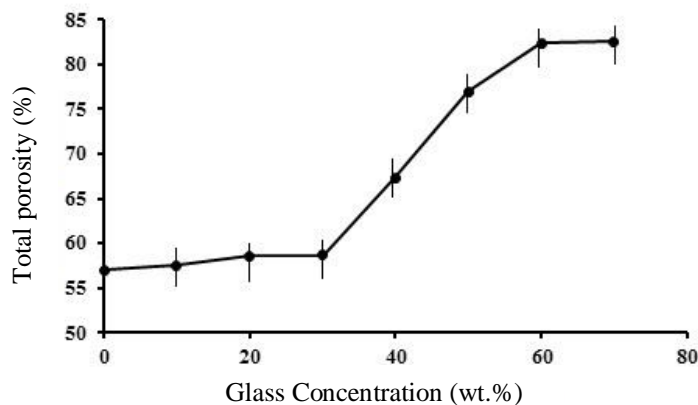


شکل ۵- نمودار تغییرات چگالی کامپوزیت شیشه - سرباره با افزایش غلظت شیشه

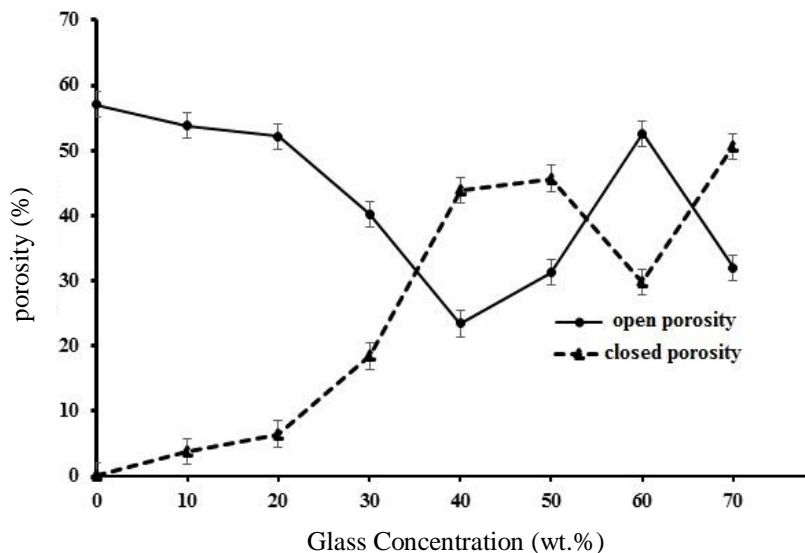
می‌شوند. این به هم پیوستن و افزایش اندازه تخلخل‌ها باعث افت شدید استحکام خواهد شد. طبق منحنی شکل (۵)، روند به هم پیوستگی تخلخل‌ها، تا نمونه SG70 ادامه یافت و در واقع، روند افزایش حجم متوقف شده است. نمودار درصد تخلخل کل، با افزایش درصد شیشه، در شکل (۶) ارائه شده است. مطابق تعریف فوم [۱۰]، فوم چگالی نسبی (تخلخل کل از ۱۰۰) کمتر از ۳۰ درصد دارد. که در بین نمونه‌های مورد مطالعه در این پژوهش، نمونه SG50 چگالی نسبی ۲۳ درصد دارد. نمودار تغییرات تخلخل باز و بسته نمونه‌ها برحسب درصد وزنی شیشه افزوده شده نیز، به تفکیک در شکل (۷) آورده شده است. میزان تخلخل بسته با افزایش درصد شیشه تا ۴۰ درصد وزنی (SG40)، با روند تندی افزایش یافته است. سپس، افزایش تخلخل بسته با سرعت کندتری تا نمونه SG50 (با ۴۵ درصد تخلخل بسته) ادامه یافت. در توضیح این پدیده باید گفت که، فاز گرانرو حاصل از ذوب شیشه سبب بسته شدن خلل و فرج سطحی نمونه‌ها می‌شود. حباب‌های گاز ناشی از تجزیه کاربید سیلیسیوم، سبب تشکیل تخلخل بسته در نمونه می‌شود [۱۱]. اما نکته بسیار مهم این نمودار، کاهش تخلخل بسته از SG50 به SG60 و افزایش مجدد آن تا SG70 است. به نظر می‌رسد، که با افزایش میزان شیشه و در نتیجه کاهش گرانروی کل نمونه و کشش سطحی، گاز با تخریب سطح و ایجاد حفره در جداره

از نمودار شکل (۵) چنین استنباط می‌شود که به دلیل نرم شدن بیشتر شیشه ضایعاتی و پر شدن حفرات با آن، افزایش غلظت شیشه در کامپوزیت (تا ۳۰ درصد وزنی) با کاهش گرانروی همراه است و این کاهش با شیب ملایم در نمونه مشاهده می‌شود. در غلظت‌های بالاتر، به نظر می‌رسد که به مقدار کافی فاز مذاب شیشه، برای تشکیل حباب وجود داشته است [۱۶]. به عبارت دیگر، با افزایش فاز نرم شیشه‌ای، گرانروی و کشش سطحی کل کامپوزیت در نمونه به حدی کاهش می‌یابد که فشار گاز حاصل از تجزیه فوم‌زا (CO<sub>2</sub>) امکان خروج از سطح نمونه را می‌یابد و به اصطلاح مسیر خروج گاز، خالی باقی می‌ماند. با سرد شدن سریع (انجماد)، امکان پر شدن این مسیر توسط فاز شیشه‌ای وجود ندارد.

طبق منحنی شکل (۵)، با افزودن ۴۰ درصد وزنی شیشه، کاهش شدید چگالی (از مقدار ۱/۱۵ گرم بر سانتی‌متر مکعب در نمونه SG30 تا ۰/۸۹ گرم بر سانتی‌متر مکعب در نمونه SG40) مشاهده می‌شود. این کاهش چگالی از سمت نمونه SG50 تا SG60 با شیب کمتری در منحنی شکل (۵) ادامه می‌یابد. دلیل کاهش این روند، به احتمال زیاد شروع به هم پیوستن تخلخل‌ها در نمونه‌ها است. به عبارت دیگر مقدار تخلخل در نمونه‌ها افزایش نمی‌یابد و فقط اندازه آنها بزرگ‌تر



شکل ۶- نمودار تغییرات درصد تخلخل کل کامپوزیت شیشه - سرباره با افزایش غلظت شیشه

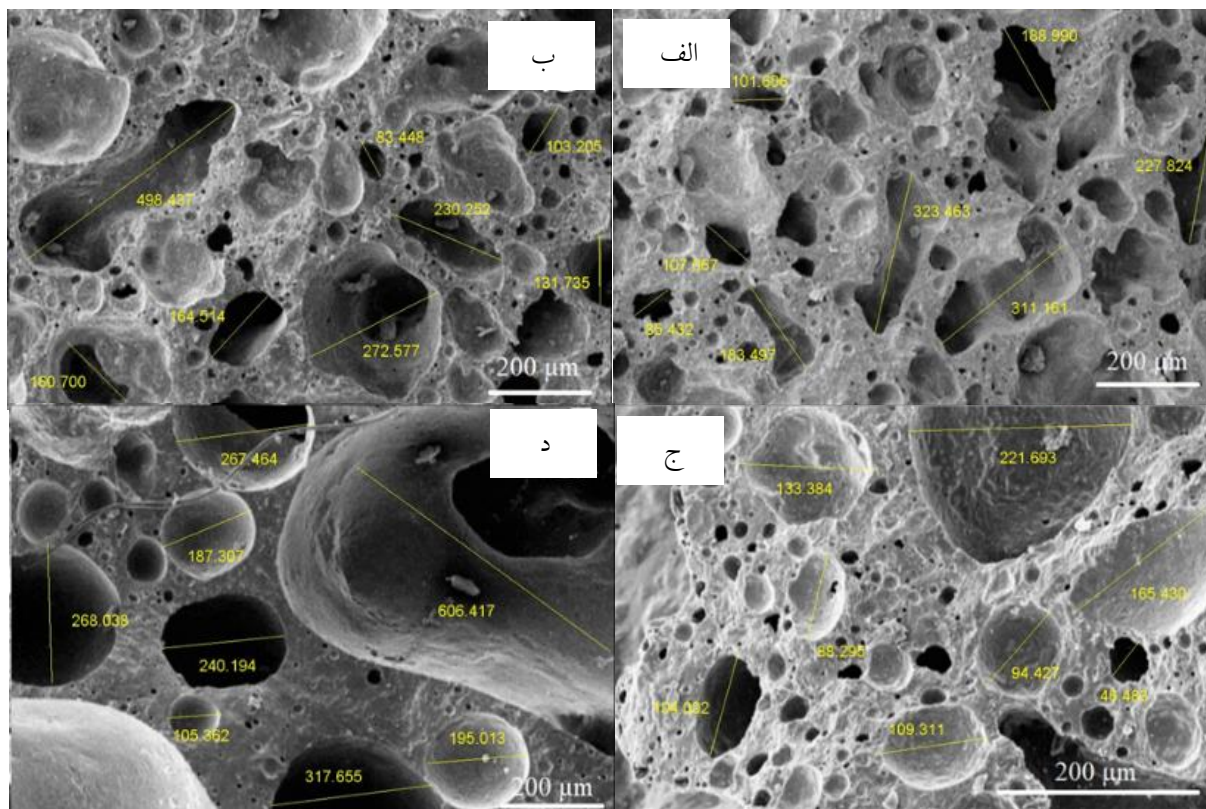


شکل ۷- نمودار تغییرات درصد تخلخل باز و بسته کامپوزیت شیشه - سرباره کاربرد سیلیسیم، با افزایش غلظت شیشه

وجود کافی فاز مذاب قابل مشاهده است. در واقع، شیشه افزوده شده به میزان کافی برای حل کردن ذرات سرباره و ایجاد پوشش مذاب روی آنها، وجود نداشته و لبه‌های ناصاف حاصل از ذراتی که حل نشده‌اند، در لبه‌های حفره‌ها، قابل مشاهده است. این روند در نمونه SG40 تغییر یافته و تعداد محدودی حفره کروی مشاهده می‌شود. در این نمونه نیز به‌طور عمده حفره‌های کروی موجود، جداره‌های یکنواخت نداشته و اغلب حفرات لوله‌ای شکل هستند. با افزایش میزان شیشه تا ۵۰ درصد وزنی (SG50) در شکل (۸-ج) تقریباً تمامی حفرات به‌شکل کروی و درصد بالایی از آنها به شکل حفرات درصد بالایی از آنها به شکل حفرات بسته هستند،

حباب‌ها، باعث راه‌یابی تخلخل‌ها به یکدیگر و در نتیجه راه‌یابی تخلخل‌ها به سطح می‌شود. بنابراین، درصد تخلخل باز افزایش و تخلخل بسته کاهش می‌یابد [۱۰]. در ادامه، با افزایش فاز شیشه تا ۷۰ درصد وزنی مجدد، با کاهش گرانیوی و کشش سطحی (غالب شدن فاز شیشه‌ای در نمونه) در SG70، مذاب شیشه به‌راحتی حفره‌های ایجاد شده در سطح و جداره تخلخل‌ها را می‌بندد. شکل (۸) تغییرات ریزساختاری کامپوزیت شیشه - سرباره حاوی درصد‌های مختلف شیشه را در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. در نمونه مربوط به SG30 در شکل (۸-الف) حفره‌های غیر کروی و بی‌شکل، با لبه‌هایی ناصاف و دندان‌دار، در اثر عدم





شکل ۸- ریزساختار کامپوزیت شیشه - سرباره حاوی: الف) ۳۰، ب) ۴۰، ج) ۵۰ و د) ۶۰ درصد وزنی شیشه

به شدت افزایش داشته است. بنا به مجموع دلایل ذکر شده نمونه با ۵۰ درصد وزنی شیشه (SG50) به عنوان مناسب ترین ترکیب پایه، برای ایجاد فوم، انتخاب شد.

### ۳-۴- بررسی دماهای مختلف تفجوشی کامپوزیت ۵۰ درصد وزنی - شیشه ۵۰ درصد وزنی سرباره و کاربید سیلیسیم

برای انتخاب دمای بهینه از لحاظ ساخت فوم و ایجاد تخلخل بسته، ترکیب SG50 همراه با پنج قسمت وزنی عامل فومزای کاربید سیلیسیم مخلوط شد. نمونه‌ها در ۱۱ دمای مختلف از ۸۵ تا ۱۲۹ درجه سانتی گراد تفجوشی شدند. شکل (۹)، تصویر نمونه‌ها بعد از تفجوشی است. با افزایش دمای تفجوشی حجم نمونه‌ها افزایش می‌یابد. از دمای ۱۱۰ درجه سانتی گراد به بعد نمونه‌ها شروع به انبساط می‌کنند و این روند انبساطی با افزایش دما افزایش می‌یابد. از طرفی شکل نمونه‌ها غیرمقارن است که در کاربردهای صنعتی با ایجاد قالب در بسته

اندازه تخلخل‌ها نیز یکنواخت‌تر شده است. در شکل (۸-د) که شامل ۶۰ درصد وزنی شیشه است (SG60)، بزرگ شدن اندازه تخلخل‌ها، صافی سطوح ذرات و قابلیت تفکیک دیواره‌های بین حفرات، مشاهده می‌شود. میانگین اندازه حفرات در نمونه SG30 در حدود ۱۹۰ میکرون و در SG70 در حدود ۱۵۰ میکرون و در مورد SG30 حدود ۱۳۰ میکرون است. روند کاهش اندازه تخلخل‌ها، همزمان با افزایش میزان کمی آنها، در شکل (۶) نیز استنباط شده بود که در تطابق با یافته‌های شکل (۸) است. بخش مهم این کاهش، به دلیل وجود تعداد زیاد حفرات زیر ۵۰ میکرون در نمونه‌های با درصد وزنی ۴۰ و ۵۰ درصد شیشه است. اما این روند کاهش در نمونه‌هایی با مقادیر بیش از ۵۰ درصد شیشه ادامه نمی‌یابد. در نمونه SG60 (شکل ۸-د) میانگین اندازه تخلخل‌ها در حدود ۲۷۰ میکرون محاسبه شد. در این نمونه با رشد تخلخل‌های، زیر ۵۰ میکرون، (بزرگ شدن تخلخل‌ها) درصد توزیع اندازه حفرات در این نمونه، درصد توزیع اندازه حفرات در نمونه SG50



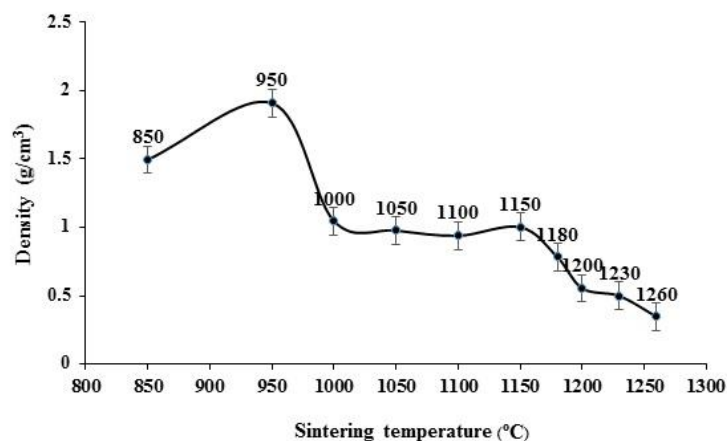
شکل ۹- تصویر ظاهری نمونه SG50-5SiC تف جوشی شده در دماهای مختلف

قادر به تشکیل فاز مایع پیوسته و حبس گازهای خروجی نبوده است. بنابراین، کاهش حجم ناشی از تف جوشی، بر فشار گازهای حاصل از واکنش فومزا غلبه کرده است. از دمای  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد به بعد، با کاهش گرانشی در مذاب شیشه نمونه توانایی حبس گازهای خروجی را تا حدودی داشته، و افزایش حجم مختصری نسبت به دمای  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد قابل رویت است. از دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  تا  $1150^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد، هنوز، سرباره به اندازه کافی، نرم نشده است. سرباره همچنین در فومزایی و تشکیل حباب نقشی نداشته و هنوز این مذاب شیشه است که، در افزایش حجم نقش آفرینی می کند. بعد از دمای  $1150^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد، به نظر می رسد که سرباره در انقباض تأثیر گذاشته و چگالی با شیب تندتری افزایش یافت. کاهش چگالی بعد از این دما ادامه یافت، زیرا فشار گازهای خروجی بر کشش سطحی مذاب غلبه کرده و انبساط بیشتری را موجب می شوند. در شکل (۱۲)، نمودار تغییرات تخلخل با افزایش دمای تف جوشی رسم شده است. تمام تغییرات در این نمودار نیز متناظر با نمودار دما - چگالی است. طبق مشخصات عنوان شده در منابع، چگالی نسبی یک فوم، معمولاً باید کمتر از ۲۰ تا ۳۰ درصد باشد [۱۲]. در دماهای کمتر از  $1180^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد، نمونه ها از لحاظ چگالی، مصداق تعریف فوم نیستند. انبساط طولی در فوم ها در شکل (۱۳) نیز، از تغییرات چگالی در شکل (۱۲) تبعیت می کند. انقباض ۱۴ درصدی در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد و

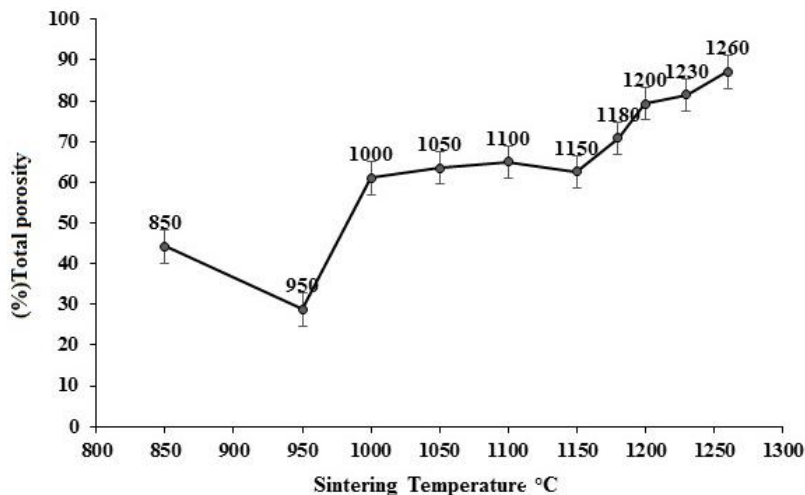


شکل ۱۰- تصویری از ظاهر و سطح زیرین نمونه SG50-5SiC در  $1290^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد

انبساط بی شکل کنترل می شود. از سوی دیگر، در نهایت نمونه های فومی باید برش داده شوند تا شکل هندسی قابل قبول به دست آید. در دمای  $1290^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد، نمونه انبساط و تغییر شکل شدید داشت و پوسته شیشه ای (شکل ۱۰) تشکیل شد؛ بنابراین این نمونه قابلیت بررسی از لحاظ چگالی و ابعاد را نداشته و از ادامه بررسی کنار گذاشته شد. به عبارت دیگر اندازه تخلخل های باز در این نمونه به حدی بزرگ و با تعداد زیاد بود که استحکام ماده فوم را نداشت. شکل (۱۱) تغییرات چگالی نمونه ها با افزایش دما تا  $1260^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد را نشان می دهد. روند کلی در این نمودار، کاهش چگالی با افزایش دما و در حضور عامل فومزای کاربید سیلیسیم است. اما از دمای  $850^{\circ}\text{C}$  تا  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی گراد، چگالی به طور محسوسی از حدود  $1/5$  تا  $1/9$  گرم بر سانتی متر مکعب افزایش یافت. این افزایش چگالی، به دلیل جریان گرانشی فاز شیشه، در نمونه در این دما و پر کردن فضاهای خالی بین ذرات و در نتیجه کاهش ابعاد و انقباض است. از طرفی، گرانشی کل فاز مایع در کامپوزیت،



شکل ۱۱- تغییرات چگالی نمونه‌های SG50-5SiC با افزایش دمای تفجوشی

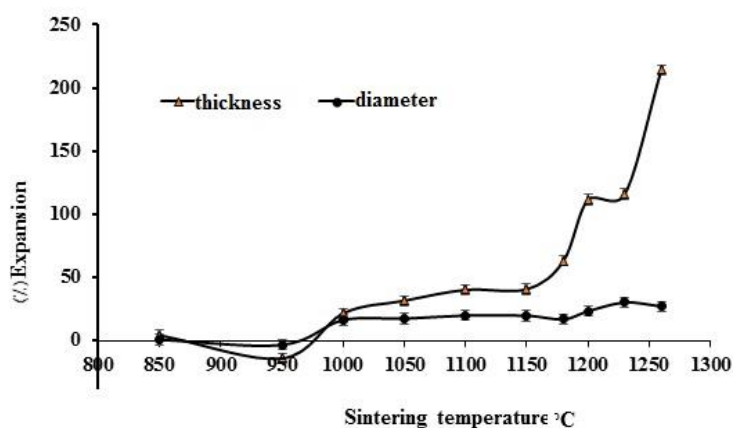


شکل ۱۲- تغییرات درصد تخلخل کل کامپوزیت شیشه - سرباره و کاربید سیلیسیم با افزایش دمای تفجوشی

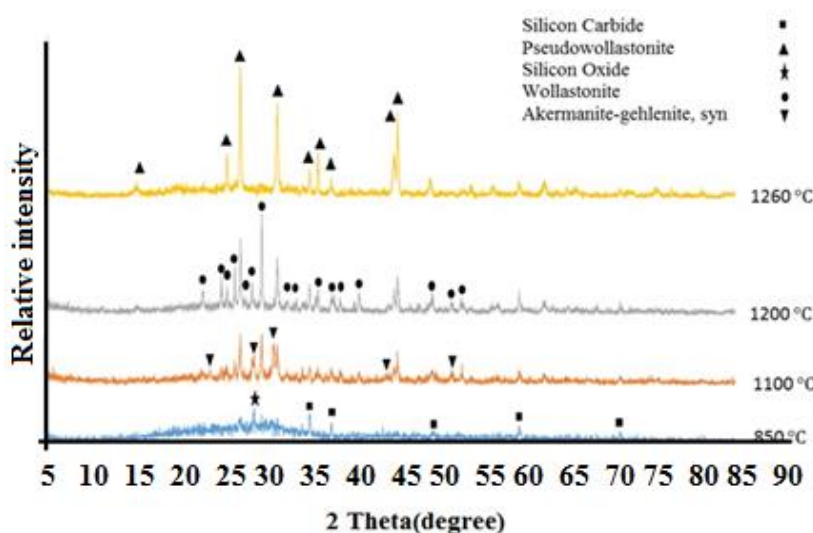
انبساط از ۲۱۴ درصد به ۳۲۸ درصد افزایش یافت. با ادامه این روند تا ۱۲۹۰ درجه سانتی‌گراد، همه گازها در یک یا چند حباب محدود تجمع کرده و با فشار بر دیواره نازک شده نمونه، در نهایت یک حباب یا تخلخل گنبدمانند، (شکل ۹) باقی گذاشت.

انبساط نمونه‌های فوم، به‌ویژه در این روش گرمایش سریع، بیشتر در راستای افزایش ضخامت صورت می‌گیرد. در نهایت استحکام فشاری نمونه SG50 با توجه به تخلخل بالا و شکل قابل قبول تخلخل‌ها اندازه‌گیری شد و عدد استحکام ۳/۲ مگاپاسکال برای نمونه به‌دست آمد که این نتیجه اگر نسبت به

در ادامه ثابت بودن تقریبی انبساط تا دمای ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد، و همچنین افزایش شیب انبساط طولی، از ۱۱۵۰ تا ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، متناظر با افزایش چگالی است. روند انبساط از ۱۲۰۰ تا ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد، تغییر چندانی ندارد (۱۱۱ تا ۱۱۵ درصد)، در مقابل ۱۲۳۰ تا ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد (که بسیار بالاتر از نرم‌شوندگی شیشه است) به طور طبیعی با کاهش شدید گرانشی، فشار گاز به راحتی در فاز نرم شیشه‌ای نفوذ کرده و با گرما توان منبسط کردن بیش از لایه‌های سطحی و افزایش اندازه حباب‌ها را یافته و آنها را به هم متصل می‌کند. در نتیجه،



شکل ۱۳- تغییرات انبساط طولی (در ضخامت و قطر) کامپوزیت شیشه - سرباره و کاربید سیلیسیم با افزایش دمای تفجوشی



شکل ۱۴- الگوی پراش پرتو ایکس، مربوط به نمونه سرباره خالص و سرباره با سه میزان ۳۰ و ۵۰ و ۷۰ درصد وزنی شیشه

دارد. شکل (۱۴) الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه با درصد شیشه بهینه را نشان می‌دهد. در نمونه SGO فاز آکرمائیت<sup>۵</sup> - جلنیت<sup>۶</sup> و دایوپساید<sup>۷</sup> به همراه فاز شبه وولاستونیت<sup>۸</sup> تبلور یافته است. با افزایش میزان شیشه، این فاز جای خود را به وولاستونیت داده و در واقع، عناصر موجود در آکرمائیت - جلنیت، در ساختار کلسیم سیلیکاتی وولاستونیت جای گرفته‌اند. تبدیل وولاستونیت به شبه وولاستونیت در دمای ۱۱۲۵ درجه سانتی‌گراد، در فشارهای کم توسط زمین‌شناسان گزارش شده است [۱۷]. فاز شبه وولاستونیت از نوع سیلیکات

کار شهسواری [۱۲] مقدار کمی است، اما به نظر می‌رسد به دلیل تخلخل بالا، هدایت حرارتی کمتری داشته باشد. این مورد در تحقیقات بعدی مورد بررسی قرار می‌گیرد.

### ۳-۵- بررسی فازی

برای بررسی فازهای تشکیل شده هنگام تفجوشی، بررسی فازی انجام شد. این تصور وجود داشت که به دلیل زمان کوتاه تفجوشی، ممکن است فاز کریستالی تشکیل نشود. از طرفی فازهای تشکیل شده، قطعاً در افزایش استحکام نمونه‌ها تأثیر

درصد وزنی شیشه ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به‌دست آمد.

۳. با افزودن شیشه ضایعاتی به سرباره تا ۳۰ درصد وزنی تغییری در تخلخل ایجاد نمی‌شود، اما با اضافه کردن این درصد وزنی به بیشتر از ۳۰ درصد وزنی، تخلخل کلی به‌صورت معناداری تا ۸۰ درصد افزایش می‌یابد. همچنین با فاز شیشه‌ای، شکل حفرات، از تونلی به کروی تغییر می‌کند.

۴. فاز غالب تبلور یافته، حاصل از کامپوزیت سرباره با ۵۰ درصد وزنی شیشه، در دماهای بالاتر از ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد، وولاستونیت و شبه وولاستونیت است.

کلسیم حلقوی با ذوب غیرناگهانی وولاستونیت از نوع سیلیکات زنجیره‌ای با ذوب ناگهانی است و به همین دلیل ممکن است در دماهای بالای ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد رفتار نمونه‌ها از لحاظ ذوب متغیر باشد.

## نتیجه‌گیری

- افزودن شیشه ضایعاتی به میزان ۵۰ درصد وزنی به سرباره فولاد، باعث بهبود خواص فوم‌زایی، تبلور و ریزساختار کامپوزیت می‌شود.
- دمای بهینه فوم‌زایی برای کامپوزیت سرباره به‌همراه ۵۰

## واژه‌نامه

- X-ray fluorescence spectroscopy
- carboxymethyl cellulose
- hot stage microscopy (HSM)
- scanning electron microscopy (SEM)
- Akermanite
- Gehlenite
- Diopside
- Pseudowollastonite

## مراجع

- Marangoni, M., Seccobc, M., Parisatocd, M., Artiolico, G., and Bernardoa, E., "Cellular Glass-Ceramics from a Self Foaming Mixture of Glass and Basalt Scoria", *Journal of Non Crystalline Solids*, Vol. 403, pp. 38-46, 2014.
- Pittsburgh Corning (UK) Ltd, *FOAMGLAS® for the Building Envelope*, London, EC1N 8TE.
- Yatsenko, E. A., Goltsman, B. M., Smolii, V. A., and Kosarev, A. S., "Foamed Slag Glass- Eco- Friendly Insulating Material Based on Slag Waste", *IEEE 15th International Conference on Environment and Electrical Engineering*, Vol. 0124, pp. 819-823, 2015.
- Hojaji, H., "Development of Foam Glass", *Structural Insulation*, Vol. 136, pp. 185-206, 1988.
- Vancea, C., and Lazău, I., "Glass Foam from Window Panes and Bottle Glass Wastes", *Central European Journal of Chemistry*, Vol. 12, No. 7, pp. 804-811, 2014.
- Scheffler, M., Colombo, P., and Scheffler, M., *Cellular Ceramics Structure, Manufacturing, Properties and Applications*, p. 315, Wiley, New York, 2006.
- Ponsot, I., and Bernardo, E., "Self Glazed Glass Ceramic Foams from Metallurgical Slag and Recycled Glass", *Journal of Clean Products.*, Vol. 59, pp. 245-250, 2013.
- Ye, Z., Wang, Y., Jiang, H., Li, N., and Liu, S., "Foamed Glass-Ceramics Made from Red-Mud", *Key Engineering Materials*, Vol. 575-576, pp. 461-464, 2014.
- Arcaro, S., de, B. G., Maia, O., Souza, M. T., Cesconeto, F. R., Granados, L., and de Oliveira, A. P. N., "Thermal Insulating Foams Produced from Glass Waste and Banana Leaves", *Materials Research*, Vol. 19, No. 5, pp. 1064-1069, 2016.
- Brusatin, G., Scarinci, G., Zampieri, L., and Colombo, P., "Foam Glass from Cullet", *Glass Machinery & Accessories*, Vol. 1, 108-110, 2002.
- Mangutova, B., Fidancevska, E., Milosevski, M., and Bossert, J., "Production of Highly Porous Glass-Ceramics from Metallurgical Slag, Fly Ash and Waste Glass", *Acta Periodica*, Vol. 280, No. 35, pp. 103-110, 2004.
- Shahsavari, P., "Investigation on Glass - Ceramic Foams from Cu Slag of Sarcheshmehe", M.S Thesis Materials and Energy Research Center, 2016.
- Nouhi, S., "Investigation on Foamng and Sinterability of Sodlime Glass by Iron and Manganes Additives", M.S Thesis Materials and Energy Research Center, 2012.
- Titi, N. S., Yadi, A. A., Erabi, Y. L., Enhaoua, F. B., Enzerga, R. B., and Egendre, L. L., "Preparation and Characterization of Foam Glass Based Waste", *Asian Journal of Chemistry*, Vol. 23, No. 8, pp. 3384-3386,

- 2011.
15. Cambon, M., and Liatard, B., "Development of a Way to Recycle Waste Glasses: Preparation of Porous Materials from Cathode-Ray-Tubes and/or Packaging Glasses at the End of Their", *Waste Management and the Environment III, WIT Transactions on Ecology and the Environment*, Vol 92, p. 287, 2006.
16. Bernardo, E., Cedro, R., Florean, M., and Hreglich, S., "Reutilization and Stabilization of Wastes by the Production of Glass Foams", *Ceramics International*, Vol. 33, No. 0272, p. 963-968, 2007.