

بررسی عوامل موثر بر ساخت قطعات سیلیس ذوبی به روش ریخته‌گری ژلی

لیلا اکبرشاهی، حسین سرپولکی*، حسین قصاعی

گروه سرامیک، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۱۰/۲۴ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۰۴/۲۳)

چکیده -
%
% / % / % / % / % /
۱/۷۱ g/cm³
۰/۴۴۳۲×۱۰^{-۶} ۱/°C
۱۰۰۰

واژگان کلیدی :

Investigation of Key Factors on Manufacture of Fused Silica Parts by Gel-Casting Method

L. Akbarshahi, H. Sarpoolaki* and H. Ghassai

Department of Materials Science and Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

Abstract *In this research according to unique properties of fused silica and its numerous applications fused silica parts with 77% by weight solid loading formed by gel casting. Rheological behavior of the slurry and sintering conditions were optimized. Sample sintered at optimum conditions has bulk density of 1.71 g/cm³, open porosity of 18.13%, water absorption of 10.60%, linear shrinkage after firing of 3.5%, closed porosity of 1.09% and relative density of 78.80%. Its thermal expansion coefficient in range of room temperature to 1000 °C has been measured 0.4432×10⁻⁶ 1/°C. Results showed that With increasing temperature and time In addition to the increased viscous*

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: hsarpoolaky@iust.ac.ir

flow, Crystallization also extend. Finally sintered at high temperature and short time for an instance with the lowest overall high crystallinity and density, were found suitable

Keywords: *gel casting, fused silica, colloidal processing, cristobalite.*

۱- مقدمه

بدنه خام به شکل حفره قالب به صورت درجا پلیمره می‌شود، محلول تک پاری یک بستر با ویسکوزیته پایین را برای انتقال دوغاب به درون قالب فراهم می‌کند و ژل پلیمری با ایجاد یک شبکه مولکولی بزرگ، پودر سرامیکی را به شکل مورد نظر، بسیار نزدیک به هم نگه می‌دارد. در ادامه این فرایند، بدنه شکل داده شده به منظور خروج حلال از بدنه خام ریخته‌گری ژلی شده، خشک شده، سپس پیرولیز برای حذف پلیمر انجام می‌گردد. در نهایت تف‌جوشی و متراکم شدن قطعه به روش‌های معمول صورت می‌پذیرد [۶، ۷]. در این پژوهش رفتار رئولوژی دوغاب‌های سیلیس ذوبی ریخته‌گری-ژلی و تف‌جوشی قطعات سیلیس ذوبی تولید شده به روش ریخته‌گری ژلی مورد مطالعه قرار گرفته و ضریب انبساط حرارتی نمونه بهینه اندازه‌گیری شده است.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از اکریلامید^۱ به عنوان تک‌پار^۲ تک عاملی^۳، متیلن بیس اکریلامید^۴ به عنوان اتصال‌دهنده عرضی^۵، پرسولفات آمونیوم^۶ به عنوان آغازگر^۷ واکنش و از پودر سیلیس ذوبی تجاری با درجه‌ی خلوص بالا و میانگین اندازه ذرات ۷/۳۸ میکرومتر به عنوان پودر سرامیکی استفاده شده است.

برای تهیه دوغاب سرامیکی ابتدا محلول تک پاری شامل آب دیونیزه با اسیدیته^۸ ۳-۴ (بهترین اسیدیته برای پایدارسازی دوغاب‌های سیلیس ذوبی [۴، ۸])، اکریلامید و متیلن بیس اکریلامید با مقادیر آورده شده در جدول (۱) آماده شد. سپس پودر سیلیس ذوبی در حالی که محلول تک‌پاری بر روی هم‌زن مغناطیسی با سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه قرار داشت، اضافه شد و دوغاب سرامیکی آماده شده، به مدت دو

سیلیس در چند شکل بلوری شامل کوارتز، کریستوبالیت و تری‌دی‌میت وجود دارد که با ذوب هر یک از شکل‌های بلوری سیلیس، یک ماده غیر بلوری یا آمورف تولید می‌شود که چگالی $2/2 \text{ g/cm}^3$ و نقطه نرم شون‌دگی 1728°C دارد [۱] و از لحاظ مقاومت در برابر شوک گرمایی زبان‌زد است. هم‌چنین، این ماده خصوصیات دی‌الکتریکی عالی از خود نشان می‌دهد و برای کاربردهای سازه‌ای مفید است که این ماده‌ی آمورف، سیلیس ذوبی نام دارد [۲، ۳]. محصولات سیلیس ذوبی که معمولاً توسط ریخته‌گری دوغابی تولید می‌شوند با توجه به خواص منحصر به فرد آن، کاربرد وسیعی در صنعت پیدا کرده‌اند، اما جدایش در طول فرایند زمانبر ریخته‌گری دوغابی اتفاق می‌افتد. در نتیجه اختلاف چگالی در قطعه ایجاد شده و خصوصیات مواد، به ویژه برای محصولات بزرگ و با اشکال پیچیده را تضعیف می‌کند [۴]. ریخته‌گری ژلی یک فرایند شکل‌دهی سرامیکی است که به منظور برطرف نمودن برخی از محدودیت‌های روش‌های دیگر شکل‌دهی اشکال پیچیده مثل قالب‌گیری تزریقی و ریخته‌گری دوغابی توسعه پیدا کرده است. این روش ترکیبی است از شیمی پلیمر با آماده‌سازی دوغاب سنتی و کم‌ترین انحراف از فرایندهای سرامیکی استاندارد را نشان می‌دهد [۵]. سادگی این روش توجه صاحبان صنایع را به خود جذب کرده است و همکاری توسعه‌دهندگان این روش با شرکای صنعتی باعث شده است که این روش از سطح تولیدات آزمایشگاهی تا تولیدات صنعتی گسترده شود [۶]. در این روش یک دوغاب سرامیکی غلیظ در یک محلول از تک پارهای آلی شامل تک پارهای زنجیره‌ساز و اتصال‌دهنده عرضی، آغازگر و شتاب‌دهنده در یک قالب ریخته می‌شود و سپس به منظور شکل دادن یک

جدول ۱- میزان مواد استفاده شده در تهیه محلول تک پاری

درصد آب	درصد تک	نسبت (اکریلامید/ متیل-دیونیزه پارها بیس آکریلامید)
۹۰	۱۰	۱/۷۰

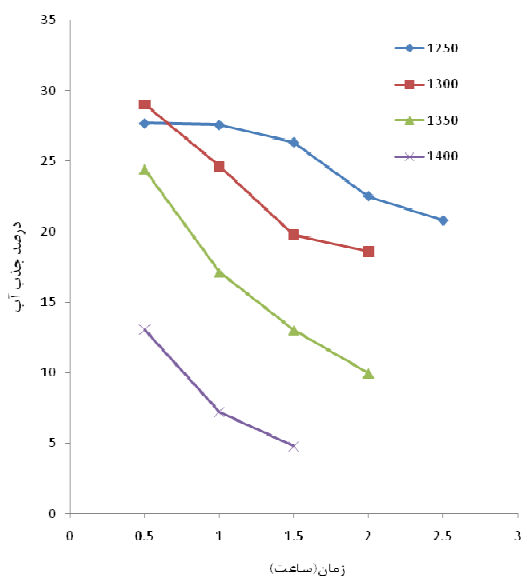
ساعت برای همگن شدن در جارمیل در ظرف پلاستیکی و گلوله‌های آلومینایی قرار داده شد. بدین ترتیب دوغاب پایدار سیلیس ذوبی با ۶۹ درصد وزنی بار جامد تهیه شده، رفتار رئولوژی این دوغاب به وسیله رسم منحنی ویسکوزیته بر حسب سرعت برش مورد مطالعه قرار گرفت.

ایجاد بار جامد بالا در ریخته‌گری ژلی گاهی مستلزم افزودن پودر سرامیکی در چند مرحله است [۹]. در این پژوهش نیز برای رسیدن به درصد‌های جامد بالاتر، پودر سیلیس ذوبی در چند مرحله به محلول تک پاری اضافه شد که در هر مرحله دوغاب به مدت ۲۴ ساعت در جارمیل قرار گرفته شد و در نهایت دوغابی با ۷۷٪ وزنی آماده شد.

در این مرحله پیش از ریخته‌گری برای انجام فرایند پلیمره شدن، آغازگر رادیکال آزاد آمونیم پرسولفات به صورت محلول ۵٪ وزنی به میزان ۰/۱٪ وزنی دوغاب، حین هم زدن به دوغاب افزوده شد. سپس دوغاب در قالب‌های استوانه‌ای شکل پلاستیکی به قطر ۳ و ارتفاع ۱/۵ سانتی‌متر ریخته شده، بلافاصله قالب‌ها به منظور آغاز ژل شدن گرمایی در خشک‌کن با ۶۰°C قرار داده شدند. پس از ۵ ساعت که ژل شدن به صورت کامل در این دما انجام شد، نمونه‌ها از قالب خارج شده، به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۸۰°C به منظور ادامه خشک‌کایش قرار داده شدند. در ادامه پس از خارج شدن نمونه‌ها از این دما، حداقل ۲۴ ساعت در دمای اتاق قرار داده شدند. پس از طی این مراحل برای خروج مواد آلی از بدنه‌های ریخته‌گری شده، دمای بدنه‌های با ۶۹٪ وزنی پودر سرامیکی را در کوره تا ۶۵۰°C با سرعت ۵°C در هر دقیقه

رسانده و به مدت ۵ ساعت در این دما قرار داده شدند. سپس نمونه‌ها با سرعت ۱۰°C تا دمای ۸۵۰°C حرارت دیده، بلافاصله به کوره دیگر که به دمای تفجوشی مورد نظر رسیده بود منتقل شدند. در سال ۲۰۱۰ کالیانی موهانتا و همکارانش [۱۰] نیز برای تفجوشی نمونه‌های سیلیس ذوبی ریخته‌گری ژلی در سیستم ساکارز- سفیده تخم‌مرغ از رژیم گرمایی سریع استفاده کردند. به منظور بهینه کردن زمان و دمای مناسب برای رسیدن به حداکثر چگالی و حداقل میزان تبلور، نمونه‌ها در دماهای ۱۲۵۰، ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰°C و زمان‌های مختلف ۳، ۴۵، ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه تفجوشی شده، پس از تفجوشی برای جلوگیری از تبلور به سرعت در خارج از کوره تا دمای محیط سرد گردید. سپس چگالی ظاهری کلی^۹، درصد تخلخل باز و جذب آب نمونه‌ها به روش ارشمیدس مطابق با استاندارد ASTM C134 اندازه‌گیری شد و در نهایت نمونه‌هایی از بین نمونه‌ها برای پیدا کردن نمونه بهینه با کم‌ترین میزان تبلور و بیش‌ترین چگالی انتخاب شدند. میزان انقباض خطی پس از پخت نمونه‌ها نیز اندازه‌گیری و چگالی نظری آن‌ها نیز برای به دست آوردن چگالی نسبی و در نهایت میزان تخلخل بسته نمونه‌ها مطابق با استاندارد^{۱۰} ASTM C135 به دست آمد.

بعد از دست‌یابی به دوغاب‌هایی با بار جامد ۷۷٪ وزنی در مرحله‌ی آماده‌سازی دوغاب، این نمونه‌ها مطابق با رژیم گرمایی بهینه که برای نمونه‌های قبلی با بار جامد ۶۹٪ وزنی اعمال شده بود، در دمای ۱۳۵۰°C برای دو ساعت، ۱۴۰۰°C برای ۵ ساعت و ۱۴۰۰°C برای ۴۵ دقیقه تفجوشی و انقباض خطی پس از پخت این نمونه‌ها محاسبه شد. چگالی ظاهری کلی، درصد تخلخل باز و جذب آب نمونه‌ها به روش ارشمیدس اندازه‌گیری و چگالی نظری آن‌ها برای به دست آوردن چگالی نسبی و در نهایت میزان تخلخل بسته‌ی نمونه‌ها نیز به دست آمد. سپس با دستگاه دیلاتومتر^{۱۰} ساخت کشور آلمان، تغییرات انبساط حرارتی این قطعه از دمای محیط تا دمای ۱۰۰۰°C اندازه‌گیری شد.

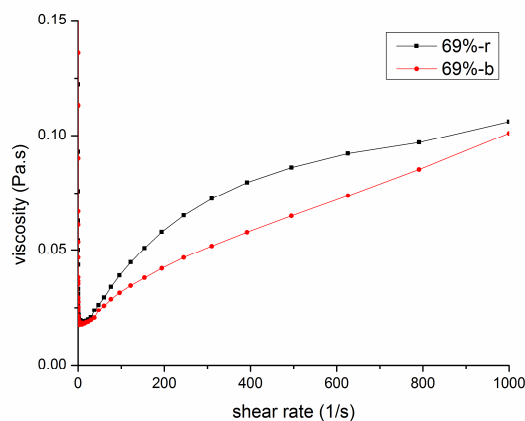


شکل ۳- نمودار درصد جذب آب بر حسب زمان نگهداری در دمای تفجوشی برای نمونه‌های با ۶۹٪ وزنی جامد و تفجوشی شده در دماهای مختلف

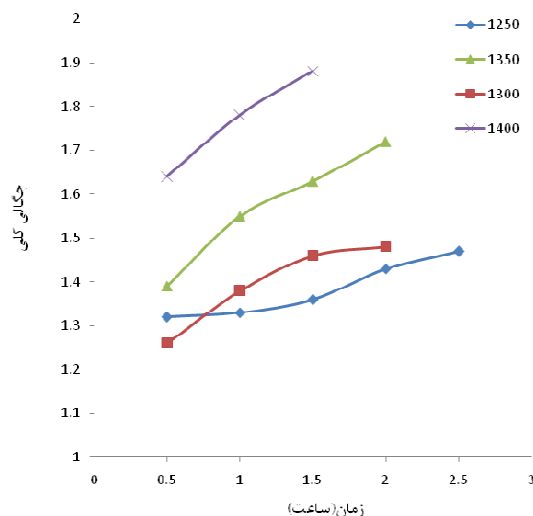
در این پژوهش به منظور بررسی‌های فازی از تحلیل پراش پرتو ایکس^{۱۱} و برای بررسی‌های ریزساختاری از میکروسکوپ الکترونی روبشی^{۱۲} استفاده شده است.

۳- نتایج و بحث

در شکل (۱) نمودار گرانروی بر حسب سرعت برش برای دوغاب حاوی ۶۹٪ وزنی بار جامد نشان داده شده است. می‌توان دید که با افزایش سرعت برش، گرانروی افزایش می‌یابد که در نتیجه دوغاب دارای رفتار دیلاتانسی است (منحنی هیستریزس نیز در نمودار دیده می‌شود). مشاهده می‌شود که گرانروی در حالت رفت بیشتر از حالت برگشت است که این نشان‌دهنده رفتار تیکسوتروپ در دوغاب است. گرانروی دوغاب در بالاترین حد خود در حالت رفت و سرعت برش ۱/۱۰۰۰ s به Pa.s ۰/۱۰۶ می‌رسد. نمودار چگالی کلی و درصد جذب آب بر حسب زمان برای نمونه‌های FS-69 (حدود ۵۵٪ حجمی) در دماهای مختلف در شکل (۲) و (۳) نشان داده شده است، همان‌طور که



شکل ۱- نمودار گرانروی بر حسب سرعت برشی برای دوغاب ۶۹٪ وزنی



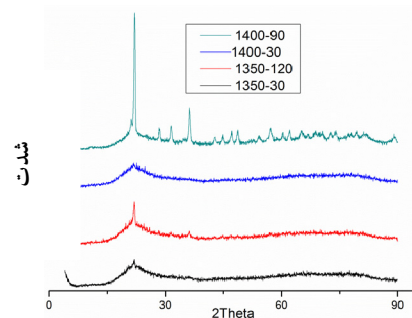
شکل ۲- نمودار چگالی کلی بر حسب زمان نگهداری در دمای تفجوشی برای نمونه‌های با ۶۹٪ وزنی جامد و تفجوشی شده در دماهای مختلف

نمونه‌های حاوی ۶۹ و ۷۷ درصد وزنی بار جامد، پس از زینتر برای سهولت بیشتر (با توجه به میزان بار جامد، دما و زمان زینتر)، مطابق با الگوی زمان نگهداری در دمای زینتر، برحسب دقیقه، دمای زینتر برحسب درجه سانتی‌گراد، درصد وزنی بار جامد و نام عمومی نمونه‌ها کدگذاری شدند. نمونه‌ها با نام عمومی FS که مخفف سیلیس ذوبی است، معرفی می‌شوند.

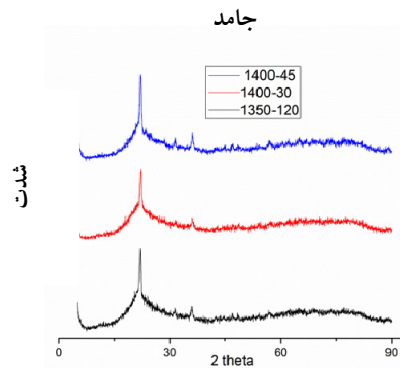
جدول ۲- نتایج چگالی، تخلخل، جذب آب و انقباض نمونه‌های ۶۹٪ وزنی بار جامد

کد نمونه	دما (C)	زمان (دقیقه)	درصد تخلخل باز	درصد تخلخل بسته	چگالی نسبی	انقباض خطی پس از پخت	چگالی ظاهری (g/cm ³)	چگالی کلی (g/cm ³)	درصد جذب آب
FS-69-1350-30	۱۳۵۰	۳۰	۳۳/۹۷	۱/۳۸	۶۴/۶۵	۳	۲/۱۱	۱/۳۹	۲۴/۴۴
FS-69-1350-120	۱۳۵۰	۱۲۰	۱۷/۲	۷/۶۹	۷۵/۱۱	۱۲/۴۶	۲/۰۷	۱/۷۲	۱۰
FS-69-1400-30	۱۴۰۰	۳۰	۲۱/۴۳	۴/۷	۷۳/۸۷	۱۰/۵	۲/۰۹	۱/۶۴	۱۳/۰۷
FS-69-1400-90	۱۴۰۰	۹۰	۹/۰۳	۳/۹۳	۸۷/۰۴	۹/۰۳	۲/۰۶	۱/۸۸	۴/۸۰

زیرا چگالی کریستوبالیت (۲/۳۲ g/cm³) نسبت به چگالی سیلیس ذوبی (۲/۲-۲/۱ g/cm³) بیش تر است. بنابراین افزایش چگالی کلی می‌تواند در نتیجه‌ی دو عامل بالا باشد اما با توجه به نمونه‌های FS-69-1350-120، FS-69-1350-30، FS-69-1400-30 و FS-69-1400-90 که چگالی نسبی، درصد تخلخل بسته و انقباض خطی پس از پخت آن‌ها نیز اندازه‌گیری و نتایج آن در جدول (۲) ارائه شده است، در این نمونه‌ها افزایش چگالی نسبی با افزایش دما و زمان تفجوشی را داریم که چگالی نظری نمونه‌های اندازه‌گیری شده چندان با هم تفاوت ندارند. بنابراین می‌توان عمده‌ی سهم افزایش چگالی کلی را در این نمونه‌ها، ناشی از پیشرفت فرایند تفجوشی دانست. نتایج به دست آمده از پراش اشعه ایکس این نمونه‌ها نیز در شکل (۴) نشان داده شده است. نکته‌ی قابل توجه در نتایج درصد تخلخل باز و بسته در نمونه‌های یاد شده این است که با پیشرفت فرایند تفجوشی، ابتدا از میزان تخلخل باز نمونه‌ها کاسته می‌گردد و این تخلخل‌ها در اثر سیلان ناروان سیلیس ذوبی به تخلخل‌های بسته تبدیل می‌شود. مشاهده می‌شود با افزایش دما و زمان تفجوشی، چگالی کلی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. می‌دانیم که در حین تفجوشی ذرات تمایل به متراکم شدن دارند که باعث کاهش تخلخل، افزایش استحکام و چگالی کلی می‌شود [۱۲]. هم‌چنین بنابر گفته‌ی ژنگ^{۱۳} [۱۱] افزایش چگالی کلی نمونه‌ها می‌تواند در اثر افزایش میزان کریستوبالیت باشد، زیرا چگالی کریستوبالیت



شکل ۴- نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌های ۶۹٪ وزنی بار



شکل ۵- نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌های ۷۷٪ وزنی

بار جامد

مشاهده می‌شود با افزایش دما و زمان تفجوشی، چگالی کلی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. می‌دانیم که در حین تفجوشی ذرات تمایل به متراکم شدن دارند که باعث کاهش تخلخل، افزایش استحکام و چگالی کلی می‌شود [۱۲]. هم‌چنین بنابر گفته‌ی ژنگ^{۱۳} [۱۱] افزایش چگالی کلی نمونه‌ها می‌تواند در اثر افزایش میزان کریستوبالیت باشد،

($2/32 \text{ g/cm}^3$) نسبت به چگالی سیلیس ذوبی ($2/2 \text{ g/cm}^3$) بیش تر است. بنابراین افزایش چگالی کلی می تواند در نتیجه دو عامل بالا باشد، اما با توجه به نمونه های FS-69-1350-30، FS-69-1350-120، FS-69-1400-30 و FS-69-1400-90 که چگالی نسبی، درصد تخلخل بسته و انقباض خطی پس از پخت آنها نیز اندازه گیری شده است و نتایج آن در جدول (۲) ارائه شده است، در این نمونه ها افزایش چگالی نسبی با افزایش دما و زمان تفجوشی را داریم و چگالی نظری نمونه های اندازه گیری شده چندان با هم تفاوت ندارند، بنابراین می توان عمده سهم افزایش چگالی کلی را در این نمونه ها ناشی از پیشرفت فرایند تفجوشی دانست. نتایج حاصل از پراش اشعه ایکس این نمونه ها نیز در شکل (۴) نشان داده شده است. نکته قابل توجه در نتایج درصد تخلخل باز و بسته در نمونه های مذکور این است که با پیشرفت فرایند تفجوشی ابتدا از میزان تخلخل باز نمونه ها کاسته شده و این تخلخل ها به تخلخل های بسته در اثر سیلان ناروان سیلیس ذوبی تبدیل شده اند که این روند را می توان در نمونه های FS-69-1350-30 و FS-69-1350-120 که در آنها میزان تخلخل بسته از $1/38\%$ در نمونه FS-69-1350-30 به $7/69\%$ در نمونه FS-69-1350-120 افزایش یافته است، مشاهده کرد با پیشرفت بیش تر این فرایند، به تدریج از میزان تخلخل های بسته نیز کاسته می شود و این تخلخل ها نیز در اثر سیلان ناروان سیلیس ذوبی از بین می روند و افزایش بیش تر چگالی کلی را در این قطعات خواهیم داشت که این روند در نمونه های FS-69-1400-30 و FS-69-1400-90 دیده می شود. با توجه به توضیحات ارائه شده، کاهش جذب آب در نتیجه افزایش دما و زمان تفجوشی که در شکل (۳) نشان داده شده است، به دلیل پیشرفت فرایند تفجوشی و از بین رفتن تخلخل های باز و تبدیل آنها به تخلخل های بسته است.

با مقایسه ی نتایج پراش پرتو ایکس این نمونه ها، نمونه FS-69-1400-30 به نسبت سه نمونه دیگر دارای کم ترین میزان تبلور بوده است. در نمونه FS-69-1350-30 میزان تبلور در مقایسه با نمونه بالا علی رغم انتظار اولیه بیشتر بوده است که احتمالاً دلیل آن این است که در دمای 1350°C درجه

سانتی گراد هنوز تفجوشی آغاز نشده، سیلان ناروان سیلیس ذوبی اتفاق نیفتاده، تبلور نسبت به تفجوشی پیشی گرفته است. به دلیل این که سطح ذرات نسبت به نمونه ی FS-69-1400-30 که در آن تفجوشی و سیلان ناروان سیلیس ذوبی را داریم بیش تر است، در نتیجه مقدار تبلور در این نمونه نیز بیش تر است. در مقایسه نمونه های FS-69-1350-120 و FS-69-1400-90 که در آنها نسبت به دو نمونه دیگر تبلور بیش تری رخ داده است، میزان تبلور در نمونه FS-69-1400-90 نسبت به نمونه FS-69-1350-120 بسیار بیش تر است. در نهایت می توان گفت با افزایش دما و زمان تفجوشی در محدوده ای که تبلور سیلیس ذوبی آغاز شده ولی تفجوشی نمونه ها هنوز آغاز نشده است، به میزان تبلور بالا و افزایش اندک چگالی در نتیجه ی تبلور کریستوبالیت در قطعه دست خواهیم یافت. اما پس از این مرحله که هم زمان در نمونه ها تبلور و تفجوشی رخ می دهد. به علت افزایش میزان تبلور و پیشرفت تفجوشی با افزایش دما و زمان تفجوشی، چگالی زیاد می شود. در واقع در همین مرحله است که باید رفتار تفجوشی نمونه ها برای داشتن بیش ترین چگالی و کم ترین میزان تبلور به صورت هم زمان بهینه شود.

پس از ساخت نمونه های با $7/7\%$ وزنی بار جامد، این نمونه ها با توجه به نتایج حاصل از نمونه های FS-69 تحت رژیم های گرمایی FS-69-1350-120 و FS-69-1400-30 و هم چنین یک نمونه با FS-69-1400-45 با هدف این که شاید بتوان به نمونه با چگالی بالاتر و میزان تبلور نه چندان بالاتری نسبت به نمونه FS-69-1400-30 دست یافت، تفجوشی شده، سپس تحت پراش پرتو ایکس قرار گرفتند که نتایج پراش پرتو ایکس این نمونه ها در شکل (۵) آمده است.

مقایسه ی نتایج پراش پرتو ایکس این نمونه ها با نمونه های FS-69 که در شرایط مشابه زیرتر شدند، تبلور بیش تر این نمونه ها نسبت به نمونه های FS-69 را نشان می دهد که تبلور این اتفاق می تواند در نتیجه ی این باشد که دوغاب های حاوی $7/7\%$ وزنی بار جامد به مدت ۷۲ ساعت تحت سایش در

جدول ۳- نتایج چگالی، تخلخل، جذب آب و انقباض پخت نمونه‌های با ۷۷٪ وزنی بار جامد

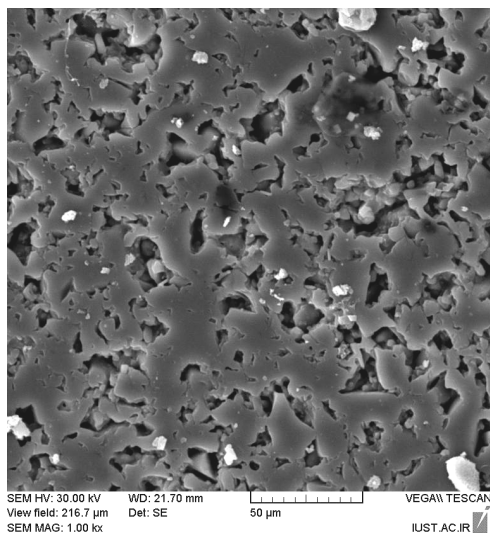
کد نمونه	دما (°C)	زمان (دقیقه)	چگالی کلی (g/cm ³)	چگالی ظاهری (g/cm ³)	درصد جذب آب	درصد تخلخل باز	درصد تخلخل بسته	چگالی نسبی	انقباض خطی پس از پخت
FS-77-1400-30	۱۴۰۰	۳۰	۱/۷۱	۲/۰۹	۱۰/۶۰	۱۸/۱۳	۱/۰۹	۷۸/۸۰	۳/۵
FS-77-1400-45	۱۴۰۰	۴۵	۱/۷۶	۲/۱۰	۹/۴۵	۱۶/۶۳	۲/۶۴	۸۰/۷۳	۹/۸
FS-77-1350-120	۱۳۵۰	۱۲۰	۱/۸۳	۲/۱۷	۸/۶۷	۱۵/۸۷	۱/۸	۸۲/۳۳	۱۰/۹

جارمیل قرار گرفته، در حالی که دوغاب‌های ۶۹٪ وزنی‌بار جامد تنها ۲۴ ساعت تحت سایش در جارمیل بوده‌اند. بنابراین احتمالاً اندازه ذرات سیلیس ذوبی در نمونه‌های FS-77 ریزتر از نمونه‌های FS-69 بوده است، به علت سطح ویژه‌ی بیش‌تر این ذرات، تبلور سطحی در آن‌ها بیش‌تر رخ داده است. با مقایسه نمونه‌های FS-77 با هم، باز هم میزان تبلور در نمونه‌ی FS-77-1400-30 نسبت به دو نمونه‌ی دیگر کم‌تر بوده است. نتایج چگالی، تخلخل، جذب آب و انقباض پخت نمونه‌های با ۷۷٪ وزنی بار جامد در جدول (۳) آورده شده است. ژنگ و همکارانش [۱۱] نیز در سال ۲۰۰۶، ریخته‌گری ژلی سیلیس ذوبی را در دو سیستم مختلف با ۶۸٪ حجمی بار جامد گزارش کردند. این گروه نیز به چگالی کلی حدود ۱/۸۵ g/cm³ برای نمونه تف‌جوشی شده برای دمای ۱۳۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت دست یافتند.

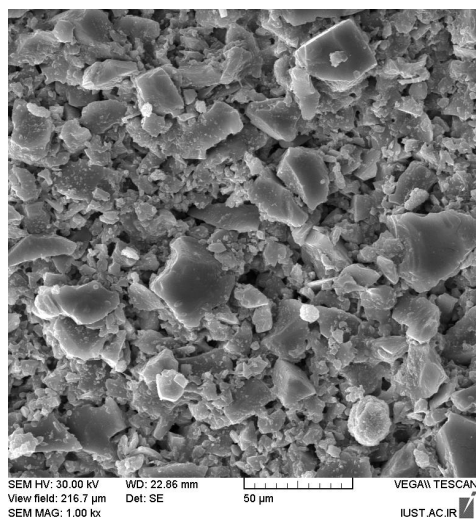
برای مشاهده‌ی روند تف‌جوشی نمونه‌ها، ریزساختار الکترون ثانویه نمونه‌های FS-69-1350-30، FS-69-1400-30 و FS-77-1400-30 در شکل (۶) نشان داده شده است.

در قسمت (الف) شکل (۶) که ریزساختار نمونه FS-69-1350-30 را نشان می‌دهد چنانچه مشاهده می‌شود شکل ذرات نامنظم و گوشه‌دار و تمامی آن‌ها در کنار یک‌دیگر قرار گرفته‌اند. اتصالات زیادی که حاکی از پیشرفت سیلان ناروان سیلیس ذوبی باشد، در این نمونه دیده نشده، در

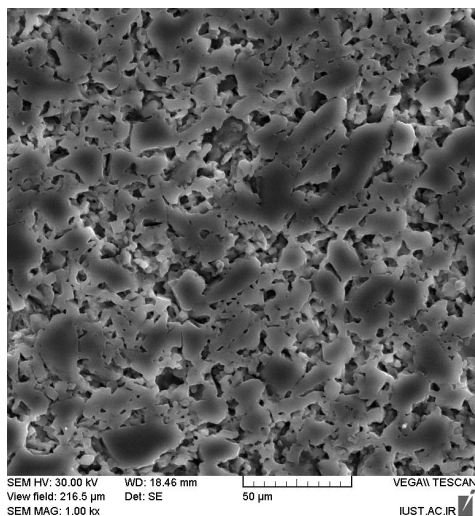
تمامی نواحی تخلخل‌ها به صورت تقریباً یکنواخت بین ذرات قرار گرفته‌اند. در قسمت (ب) ریزساختار نمونه‌ی FS-69-1400-30 مشاهده می‌شود که در مقایسه با قسمت الف، ذرات به شکل مستقل از هم دیده نمی‌شوند و کانال‌هایی بین ذرات در نتیجه سیلان ناروان ذرات سیلیس ذوبی ایجاد شده است که نشان‌دهنده روند تف‌جوشی این نمونه است. در بین ذرات به هم پیوسته موجود، می‌توان تخلخل‌ها را نیز مشاهده کرد. در قسمت (ج) شکل (۶) که نمونه بهینه FS-77-1400-30 نشان داده شده است می‌توان روند تف‌جوشی را به مانند قسمت (ب) از کانال‌های ایجاد شده بین ذرات مشاهده کرد. هم‌چنین در این تصویر به نسبت قسمت (ب) سایز تخلخل‌های بین ذرات کوچک‌تر شده‌اند و میزان آن‌ها نیز کم‌تر است که به دلیل افزایش میزان ۸ درصدی بار جامد در این نمونه‌ی نسبت به دو نمونه دیگر است. در نهایت نمونه‌ی FS-77-1400-30 با توجه به میزان تبلور کم‌تر آن نسبت به FS-77 و انقباض خطی پس از پخت کم آن، به عنوان نمونه‌ی بهینه انتخاب و ضریب انبساط حرارتی آن در بازه‌ی دمای اتاق تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد اندازه‌گیری شد. بنابر نتایج ولف^{۱۴} [۱۳] ضریب انبساط حرارتی سیلیس ذوبی در کارهای صنعتی در محدوده‌ی ۱۰۰۰-۲۰ درجه سانتی‌گراد، °C^{-۱} ۰/۵۰۷۱×۱۰^{-۶} در نظر گرفته می‌شود که نتایج ما ضریب انبساط حرارتی نمونه‌ی بهینه را از دمای اتاق تا ۱۰۰۰ درجه



(ب)



(الف)



(ج)

شکل ۶- ریزساختار الکترون ثانویه در بزرگ‌نمایی ۱۰۰۰ از تصاویر ریزساختاری از نمونه‌های زیتتر شده به مدت ۳۰ دقیقه

(الف) ۶۹٪ وزنی بار جامد، زیتتر شده در دمای ۱۳۵۰ درجه سانتی‌گراد (ب) ۶۹٪ وزنی بار جامد زیتتر شده

در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد (ج) ۷۷٪ وزنی بار جامد زیتتر شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد

قطعات ساخته شده از سیلیس ذوبی با درصد تخلخل باز ۲۰-۱۸٪، در بازه دمایی ۲۵-۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، کم‌تر از

سانتی‌گراد $10^{-6} \times 4432 \times 10^6 / 0$ نشان می‌دهد. در تحقیقات سوزدالتسو^{۱۵} و همکارانش [۱۴] ضریب انبساط حرارتی

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۳، شماره ۱، بهار ۱۳۹۳

شرایط تف‌جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۰/۵ ساعت بهینه شد و در نهایت چگالی نسبی نمونه‌های بهینه ۰/۷۸/۸۰، درصد انقباض خطی پس از پخت و جذب آب آن‌ها به ترتیب ۳/۵ و ۱۰/۶۰٪ و ضریب انبساط حرارتی آن‌ها در بازه‌ی دمای اتاق تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، $10^{-6} / 4432 \times 10^{-6} / ^\circ C$ به دست آمد. نتایج نشان داد که با کاهش اندازه‌ی ذرات به دلیل افزایش سطح ویژه‌ی ذرات تبلور سیلیس ذوبی که عمدتاً سطحی است، افزایش می‌یابد. برای زینتر این قطعات، باید دمایی انتخاب شود که در آن نرخ سیلان ناروان ذرات سیلیس ذوبی از نرخ تبلور آن‌ها بیشتر باشد که با گرمایش در مدت کوتاه در دمای مربوطه زینتر ذرات بدون تبلور زیاد انجام شود.

$10^{-6} / 5 \times 10^{-6} / ^\circ C$ ذکر شده است که در این بازه دمایی ضریب انبساط حرارتی نمونه‌ی بهینه ما $10^{-6} / 4661 \times 10^{-6} / ^\circ C$ اندازه‌گیری شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود ضریب انبساط گرمایی نمونه‌ی ما در محدوده‌های استاندارد برای سیلیس ذوبی و حتی در دو مورد بالا پایین‌تر از نتایج محققان دیگر بوده که بسیار مطلوب است.

۴- نتیجه‌گیری

قطعات سیلیس ذوبی با ۰/۷۷ وزنی بار جامد با روش ریخته‌گری ژلی در سیستم اکریلامید-متیلن‌بیس‌اکریلامید شکل داده شده و با رژیم حرارت‌دهی سریع تف‌جوشی شده‌اند. دوغاب‌های آماده شده دارای رفتار دیلاتانسی‌اند.

واژه‌نامه

- | | | |
|---|---|--|
| 1. acrylamide (C ₂ H ₃ CONH ₂)
(Merck 8.00830.1000) | 6. ammonium persulfate((NH ₄) ₂ S ₂ O ₄)
(Merck 1.01201.500) | 12. scanning electron microscope
(hitachi S-4160) |
| 2. monomer | 7. initiator | 13. Zhang |
| 3. monofunctional | 8. pH | 14. Volf |
| 4. N,N'-Methylenebisacrylamide
(C ₇ H ₁₀ N ₂ O ₂) (Merck .06062.1000) | 9. bulk density | 15. Suzdal'tsev |
| 5. crosslinker | 10. E-Netzesch402 | |
| | 11. x ray diffraction (PH1800 Philips) | |

مراجع

- Walton, J.D., *Radome Engineering Handbook Design and Principles*, Marcel Dekker INC, New York, 1970.
- Varshneya, A. K., *Fundamentals of Inorganic Glasses*, New York: Academic press, Inc, 1994.
- Harper, C. A., *Handbook of Ceramics, Glasses and Diamonds*, Technology Seminars Inc, Maryland, 2001.
- Hu, Y., Wang, Z., and Lu, J., "Study on the Gel Casting of Fused Silica Glass", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 354, pp. 1285-1289, 2008.
- حاجی، م. علیزاده، ت. عبدالزاده، ه. بزرگبرویسی و امین، م. "مروری بر فرایند ریخته‌گری ژلی در شکل‌دهی سرامیک‌ها"، فصلنامه سرامیک ایران، ج ۱۹ و ۲۰، ص ۴۶-۴۰، س ۱۳۸۸.
- Omatete, O. O., Janney, M. A., and Nunn, S. D., "Gelcasting: From Laboratory Development Toward Industrial Production", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 17, pp. 407-413, 1997.
- Gilissen, R., Erauw, J.P., Smolders, E. Vanswijghoven, and Luyten, J., "Elcasting, a Near Net Shape Technique", *Materials and Design*, Vol. 21, pp. 251-257, 2000.
- Sarpoolaky, H., and Marquhussian, V.K., "Rheological Behaviour of Vycor Silica Glass Slips", *British Ceramic Transactions Journal*, Vol. 96(4), pp. 149-154, 1997.
- Janney, M., Nunn, S. D., Walls, C. A., Omatete, O. O., Bogle, R., Kirby, G. H., and Mcmillan, A.D., "gelcasting", in *The handbook of ceramic Engineering*, Rahaman, M. N., and Dekker, M., Editions., 1998.
- Mohanta K., and Bhargava, P., "An Optimized Composition for Making Dense Fused Silica Bodies from Highly Loaded Slurries Using Egg White and

- Sucrose”, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 93, pp. 2215-2221, 2010.
11. Zhang Y., and Cheng, Y. B., “Use of HEMA in Gelcasting of Ceramics: A Case Study on Fused Silica,” *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 89, pp. 2933-2935, 2006.
 12. Harris J. N., and Welsh, E. A., “Processing Requirements for Slip-Cast Fused Silica Radomes”, Engineering Experiment Station D C Georgia Institute of Technology, Atlanta, Georgia, 1972.
 13. Volf, M. B., *Technical Approach to Glass*: SNTL, 1990.
 14. Suzdal'tsev, E. I., Kharitonov, D. V., and Anashkina, A.A., “Analysis of Existing Radioparent Refractory Materials, Composites Technology for Creating High-speed Rocket Radomes Part 1. Analysis of the Level of Property Indices and Limiting Possibilities of Radioparent Inorganic Refractory Materials,” *Refractories and Industrial Ceramics*, Vol. 51, pp. 45-49, 2010.