

## ریخته‌گری ژله‌ای بدنه‌های سرامیکی کاربیدی

کاوه نبی<sup>۱</sup>، علی صداقت آهنگری حسین‌زاده<sup>۲</sup>، جعفر جوادپور<sup>۳</sup>، علیرضا میرحبیبی<sup>۳</sup>

### چکیده

ریخته‌گری ژله‌ای روش شکل‌دهی نوینی است که در سرامیک‌های کاربردی با عملکرد بالا اهمیت قابل توجهی دارد. عمده‌ترین علل اهمیت آن، اقتصادی بودن، عدم نیاز به تجهیزات پیچیده و توانایی شکل‌دهی اشکال پیچیده است که با روش‌های دیگر سخت و گاهی امکان‌ناپذیر است. در این پژوهش به بررسی روش شکل‌دهی بدنه‌های سرامیکی کربنی، کاربید بور و کاربید سیلیسیم با روش ریخته‌گری ژله‌ای پرداخته شده و عوامل موثر بر آن و نتایج عملی روش مذکور و مقایسه‌ی آن با روش‌های دیگر و مزایا و معایب آن ارائه شده است. در بدنه‌های کربنی، پس از بهینه‌سازی مقادیر مونومر، بدنه‌ای با ۶۲/۵٪ وزنی کربن با شکل پیچیده با موفقیت ساخته شده است. مقدار بالای جامد مورد استفاده، در افزایش چگالی و استحکام و کاهش انقباض بدنه‌های سینترشده موثر می‌باشد. برای بدنه‌های کاربید بور، دانسیته‌های نسبی ۹۰٪ برای قطعات ریخته‌گری ژله‌ای شده به دست آمده است. در ریخته‌گری ژله‌ای بدنه‌های SiC، سوسپانسیون‌های پایدار و یکنواخت SiC با میزان ۵۰٪ حجمی پودر SiC ساخته شده است. سوسپانسیون پس از ژل شدن به صورت بدنه‌ی خام چگال با کیفیت بالا درمی‌آید. تصاویر SEM تمام نمونه‌ها، از همگنی مناسب آن‌ها حکایت دارند که نشان‌گر موفق بودن این روش در ساخت بدنه‌های با اشکال پیچیده می‌باشد.

**واژه‌های کلیدی:** ریخته‌گری ژله‌ای، سرامیک‌های غیر اکسیدی، شکل‌دهی سرامیک‌ها، بدنه‌های کاربیدی

### ۱-مقدمه

#### ۱-۱ کلیات

قابلیت اعتماد و هزینه‌ی محصولات، که به صورت نزدیکی به فرآیند آماده‌سازی مرتبط است، دو فاکتور اصلی در تولید صنعتی سرامیک‌های با عملکرد بالا می‌باشد. در نتیجه فرآیند آماده‌سازی پودرهای سرامیکی، شکل‌دهی و پخت آن‌ها در دهه‌های اخیر اهمیت فزاینده‌ای در قسمت پژوهشی سرامیک‌ها داشته است. فرآیند های شکل‌دهی سرامیک‌ها نقش مهمی در تخمین قابلیت اعتماد و هزینه‌ی محصولات دارند. روش‌های سنتی تولید محصولات سرامیکی در گستره‌ی سرامیک‌های ظریف به صورت وسیع استفاده شده‌اند ولی این روش‌ها نیازهای سرامیک‌های با عملکرد بالا را تامین نمی‌کنند. در نتیجه، رویکردهای بزرگ پژوهشی برای ایجاد روش های جدید شکل‌دهی سرامیک‌ها اختصاص داده شده است [۱].

<sup>۱</sup> دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه علم و صنعت ایران

<sup>۲</sup> عضو هیئت علمی، پژوهشگاه مواد و انرژی کرج

<sup>۳</sup> عضو هیئت علمی، دانشگاه علم و صنعت ایران

ریخته‌گری ژله‌ای به عنوان یک روش پیشرفته برای شکل‌دهی اجسام پیچیده از پودرهای سرامیکی گسترش یافته است. این روش ترکیبی از روش‌های آشنای شکل‌دهی سرامیکی با شیمی پلیمر است که برای تولید سرامیک‌های پیشرفته به کار می‌رود [۲].

روش ریخته‌گری ژله‌ای بسیار مشابه با سایر روش‌های شکل‌دهی سرامیک‌ها است اما در مقایسه با برخی روش‌های سنتی مزایای ویژه‌ای دارد. از جمله این که سوسپانسیون روان است و به راحتی می‌تواند در قالب ریخته شود و نیازی به اعمال فشار خارجی (بر خلاف روش قالب‌گیری تزریقی) نیست. در نتیجه این روش تجهیزات گران‌قیمت نیز ندارد [۳]. اساس این روش قالب‌گیری پودرهای سرامیکی به شکل بدنه‌های خام می‌باشد که در آن محلول‌های مونومری به عنوان حامل و چسب استفاده می‌شوند و پلیمریزه شدن حرارتی کنترل شده‌ی این مونومرها به عنوان مکانیزم گیرش عمل می‌کند. زمینه‌ی ژله‌ای تولیدشده در این روش، پودر سرامیکی را در شکل دلخواه قالب که حرارت داده شده است، ثابت نگه می‌دارد. بدنه‌ی خام تولید شده، استحکام خام بسیار بالایی از خود نشان می‌دهد [۴].

ریخته‌گری ژله‌ای برای محدوده‌ی وسیعی از سرامیک‌ها استفاده می‌شود. از جمله: آلومینا، نیتريد آلومینیوم، کاربید بور، فریت‌ها، فریت شیشه، کاربید سیلیسیم، نیتريد سیلیسیم، اکسید روی، زیرکونیا، هیدروکسی آپاتیت، اسپینل، مولایت، سیلیس آمورف<sup>۴</sup>.

ریخته‌گری ژله‌ای در ساخت بدنه‌های پیچیده سرامیکی برای اجزای ماکروویو و ارتباطات بی‌سیم<sup>۵</sup>، اوسیلاتور، برخی آنتن‌ها و رادوم کاربرد دارد. البته ریخته‌گری ژله‌ای می‌تواند برای ساخت اجزای بسیار بزرگ با شکل‌های ساده نیز به کار رود [۵، ۶].

در این مطالعه، ساخت سه بدنه‌ی سرامیکی کاربیدی (کربن، کاربید بور، کاربید سیلیسیم) بر پایه‌ی روش ریخته‌گری ژله‌ای بررسی شده‌است و مزایا و معایب روش مذکور در ساخت بدنه‌های سرامیکی بررسی شده‌است. جدول ۱ خلاصه‌ای از ویژگی‌ها، کاربردها، روش‌های معمول ساخت این بدنه‌ها و محدودیت‌های روش‌های ذکر شده که منجر به برتری روش ریخته‌گری ژله‌ای در ساخت آن‌ها می‌شود ذکر شده است.

جدول ۱ ویژگی‌ها، روش‌های معمول ساخت بدنه‌های سرامیکی و محدودیت‌های آن‌ها به همراه کاربردهای بدنه‌های سرامیکی [۷-۹]

ماده	ویژگی	روش معمول	محدودیت‌های روش‌های سنتی	کاربرد
کربن		قالب‌گیری سرد و کربونیزه، گرافیتیزه، پرس ایزواستاتیک گرم	قطعات با اشکال پیچیده،	راکتورهای اتمی، الکترودها، مته‌های حفاری، بوته‌های شیمیایی
کاربید بور	سختی بالا، دانسیته‌ی پایین، قابلیت استفاده در دمای بالا، جاذب نوترون			ساینده، پولش، ماشین‌کاری، قطعات مقاوم به فرسایش و گرما، نازل‌های دمابالا، سپرهای هلیکوپترها و سپرهای انفرادی، نیروگاه‌های اتمی

<sup>4</sup>Fused Silica

<sup>5</sup> Wireless

کاربرد سیلیسیم			بیومواد پزشکی، نیمه رساناهای دما بالا، اجزای اپتیکی سنکرونی و مواد سازه‌ای استحکام بالای کم وزن
-------------------	--	--	---

## ۲-۱ مزایا و معایب روش ریخته‌گری ژله‌ای

### ۱-۲-۱ مزایا

- ۱- فرآیندی قابل کنترل است یعنی با تغییر مقدار عوامل شیمیایی ویا تغییر دمای فرآیند، ویسکوزیته‌ی نسبی سیستم (ژل) کاهش می‌یابد و با استفاده از پارامترهایی نظیر دما، غلظت مونومرها و pH، میتوان زمان ریخته‌گری سوسپانسیون را کنترل کرد.
- ۲- حداقل عیوب قالب‌گیری را دارد.
- ۳- امکان تهیه‌ی بدنه‌های خام با استحکام بالا وجود دارد.
- ۴- قابلیت ماشین‌کاری دارد.
- ۵- حداقل انقباض در طی خشک کردن و سینترینگ را دارد.
- ۶- روش مهندسی انعطاف پذیری را برای شکل‌دهی سرامیک‌ها نمایندگی می‌کند. یعنی قابلیت شکل‌دهی اجسام پیچیده را دارد.
- ۷- امکان استفاده از مواد ارزان قیمت برای قالب وجود دارد: از جمله شیشه، فلزات و موم.
- ۸- یکنواختی بسیار عالی در خواص سرامیکی دارد.
- ۹- امکان استفاده از سوسپانسیون در سیستم‌های کاملاً بسته جهت جلوگیری از ورود آلودگی‌ها و مواد خارجی به سوسپانسیون طی مراحل مختلف وجود دارد.
- ۱۰- با این روش می‌توان هزینه‌های ساخت را به حداقل رساند و بهینه‌سازی کرد [۷-۱۰].

### ۱-۲-۲ معایب

چون اکریل آمید ماده‌ای سمی برای سیستم عصبی است برای کاهش مضرات آن از پلی وینیل الکل، سیستم‌های پایه‌ی ژلاتین، آلزینات سدیم یا نمک سدیم آلزینیک (پلی ساکارید طبیعی استخراج شده از علف‌های دریایی قهوه‌ای) می‌توان استفاده کرد [۴، ۱۰، ۱۱]. جدول ۲ پارامترهای مهم در فرآیند ساخت سرامیک‌ها را به روش‌های مختلف به‌همراه مقایسه‌ی آن با روش ریخته‌گری ژله‌ای نشان می‌دهد.

جدول ۲ مقایسه پارامترهای ریخته‌گری ژله‌ای با ریخته‌گری سوسپانسیونی، قالب‌گیری تزریقی و ریخته‌گری تحت فشار [۷]

ویژگی	ریخته‌گری ژله‌ای	ریخته‌گری سوسپانسیونی	قالب‌گیری تزریقی	ریخته‌گری تحت فشار
استحکام تر	متوسط تا زیاد (بسته به سیستم ژل)	کم	زیاد	کم

کم	کم	کم	زیاد	استحکام خشک
پلاستیک متخلخل	فلز	گچ	فلز، شیشه، پلیمر، موم	مواد قالب
۲-۳ ساعت	بیشتر از ۷ ساعت	۲-۳ ساعت	۲-۳ ساعت	سوختن چسب
حداقل	نسبت زیاد	حداقل	حداقل	عیوب ناشی از قالب
تقریباً ۱ متر	۳۰ سانتی متر	بیشتر از ۱ متر	بیشتر از ۱ متر مشکلی ندارد	بیشترین اندازه قطعات
زمان ریخته‌گری قطعات ظریف بالاست	خروج چسب از قطعات ظریف مشکل است	زمان ریخته‌گری قطعات ظریف بالاست	سمی بودن بعضی از مونومرها	معایب

## ۲- مواد و روش‌ها

یکی از مواد اولیه‌ی مورد استفاده برای ساخت بدنه‌های کربنی، میکرودانه‌های مزوکربن<sup>۶</sup> (MCMB) می‌باشد. مزوکربن به عنوان منبع بی‌بدیلی برای تولید سرامیک‌های عملکرد بالای کربنی شناخته شده است. این ماده معمولاً از قیر و قطران زغال، قیر نفت یا نفتالن ساخته می‌شود. به دلیل خاصیت خود سینتری این ماده، انقباض یکنواخت در طی کلسینه کردن و دانه‌های ظریف کروی با ساختار کریستال مایع آن، در حال حاضر، پژوهش‌های زیادی درباره‌ی این ماده در حال انجام است و برای تولید کربن فعال، الکترودهای باتری‌های یون لیتیومی، دیسک‌های کربنی با دانسیته بالا و غیره از آن استفاده می‌شود [۱۲].

برای ساخت قطعات یکنواخت‌تر نسبت به قطعات به دست آمده به روش‌های سنتی، پیش‌سازهای B<sub>4</sub>C را می‌توان از طریق روش‌های ریخته‌گری دوغابی با استفاده از سوسپانسیون‌های با سیال آبی شکل‌دهی کرد. هرچند از آن جا که B<sub>4</sub>C با آب واکنش می‌دهد و اسید بوریک تولید می‌کند، تولید بدنه‌های خام به این روش‌ها پیچیده است. نیاز به بدنه‌های خام بایکنواختی بالا و بدون عیب، پژوهشگران را بر می‌انگیزد تا روی روش‌های جدید شکل‌دهی تحقیق کنند [۱۳].

مواد سرامیکی SiC برای مثال، موادی پیشرفته در طیف وسیعی از کاربردها می‌باشند. اما کاربرد این سرامیک‌ها غیر اکسیدی تاکنون به دلیل قابلیت اطمینان کم و هزینه‌ی بالای آن‌ها محدود بوده است. یک روش برای غلبه بر این مشکلات، آماده سازی بدنه‌های خام با شکل نزدیک به شکل نهایی از طریق فرآیندهای درجای شکل‌دهی کلوئیدی مانند ریخته‌گری ژله‌ای می‌باشد. این روش را می‌توان نه تنها برای آماده سازی اشکال پیچیده، بلکه برای کاهش و از بین بردن عیوب استفاده کرد [۱۴].

۱-۲ مزو کربن

۱-۱-۲ مواد اولیه

ماده‌ی اولیه برای این پژوهش، پودر MCMB تولید شده از قیر و قطران زغال می‌باشد. اکریل آمید (AM) و N,N'-methylenbisacrylamide (MBAM) به ترتیب به عنوان مونومر و عامل جفت کننده استفاده شده

<sup>6</sup> Mesocarbon microbeads

است. N,N,N',N'-tetramethylthylene-diamide (TEMED) و آمونیوم پرسولفات (محلول ۰.۵٪ وزنی آبی) نیز به ترتیب به عنوان کاتالیزور و آغازگر استفاده شده است. پراکنده‌ساز استفاده شده برای پایدار سازی این سوسپانسیون پلی اکسی تیلن ۲۰ سوربیتان مونولیت با نام تجاری Tween 80 می‌باشد که یک سورفکتانت آنیونی با آبدوستی و قدرت پراکنده شدن بالا در محیط آبی می‌باشد.

#### ۲-۱-۲ آماده سازی سوسپانسیون و ریخته‌گری ژله‌ای

در ابتدا پودر MCMB و پراکنده‌ساز به محلول پیش ساز مونومری آلی اضافه می‌شود. پس از مخلوط کردن به مدت ۲ ساعت توسط آسیاب گلوله‌ای با محفظه‌ی پلاستیکی و گلوله‌های آگاتی، سوسپانسیون با استفاده از یک پمپ خلا گاز زدایی شد. سپس آغازگر و کاتالیزور به سوسپانسیون اضافه شد و سوسپانسیون در قالب فلزی در دمای اتاق ریخته شد. در نهایت، قالب به خشک کن در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  منتقل شده و شکل‌گیری سوسپانسیون باعث تشکیل یک بدنه‌ی خام می‌شود. پس از خروج بدنه از قالب و خشک کردن آن، بدنه‌ی خام حاصله در یک کوره خلا ( $3 \times 10^{-4}$  atm) در دمای  $140^{\circ}\text{C}$  سینتر می‌شود [۱۲].

#### ۲-۲ کاربرد بور B<sub>4</sub>C

##### ۲-۲-۱ آماده سازی بدنه‌های خام B<sub>4</sub>C

محلول مونومری ریخته‌گری ژله‌ای شامل ۲۰٪ وزنی پلی وینیل پیرولیدون (PVP k-15)، ۱۱/۲٪ وزنی متا اکریل آمید (MAM)، ۳/۸٪ وزنی متیلن بیس اکریل آمید (MBAM)، ۲/۴٪ وزنی Emphos 1361 و ۰/۲٪ وزنی Fomaster VF در آب می‌باشد. سوسپانسیون‌های B<sub>4</sub>C توسط مخلوط کردن ۲۸/۵g محلول مونومر با ۰/۹g از تترا متیل آمونیوم هیدروکسید (TMOH)، ۰/۳g Fomaster VF، ۰/۶g از Surfinol 104E و ۶۰g از پودر B<sub>4</sub>C (۴۵٪ حجمی) آماده می‌شود. هر سوسپانسیون به مدت ۱ ساعت مخلوط شده و یا به مدت ۲۴ ساعت با گلوله‌های زیرکونیایی پایدار شده‌ی جزئی با قطر ۱/۲۵ cm آسیاب کاری می‌شود. پس از آسیاب کاری، ۱۵ g از سوسپانسیون توزین می‌شود و ۱٪ وزنی از آمونیوم پرسولفات (APS) تنظیم شده با pH=۸/۲ با TMOH برای به دست آوردن غلظت نهایی سوسپانسیون برابر با  $3/7 \times 10^{-3}$  درصد وزنی APS به آن اضافه می‌شود (برپایه‌ی وزن سوسپانسیون). سپس هر سوسپانسیون به مدت ۳ دقیقه گاززدایی می‌شود و سوسپانسیون درون یک قالب لوله‌ای شیشه که قبلاً توسط رها کننده‌ی قالب AZN پوشیده شده است، ریخته می‌شود. سوسپانسیون به مدت ۳۰ دقیقه در دمای  $55^{\circ}\text{C}$  گرم می‌شود تا ژل تشکیل بشود. بدنه‌های خام B<sub>4</sub>C تشکیل شده سرد می‌شود و از قالب خارج می‌شوند. سپس به مدت یک شبانه‌روز در دسیکاتور خشک می‌شوند. تعدادی از قرص‌های تشکیل شده در فشار ۲۰۶ MPa تحت پرس هم‌فشار قرار می‌گیرند.

##### ۲-۲-۲ فرآیندهای انجام شده روی بدنه‌های خام B<sub>4</sub>C

بدنه‌های خام B<sub>4</sub>C در یک بستر B<sub>4</sub>C مش ۱۰+ داخل یک بوتله‌ی گرافیتی قرار داده می‌شود و در جریان آرگون در کوره‌ی گرافیتی برای سینترینگ در دمای  $2250^{\circ}\text{C}$  قرار داده می‌شود. عنصر نهایی مهم دیگر سوسپانسیون‌های ریخته‌گری ژله‌ای دو سورفکتانت Fomaster VF و Surfynol 104E می‌باشد. اگر این عوامل از سوسپانسیون‌های ریخته‌گری ژله‌ای حذف شوند، تعداد زیادی حفره‌ی کروی (عیب) در بدنه‌های خام مشاهده خواهد بود که علت آن کف کردن سوسپانسیون می‌باشد [۱۳].

## ۳-۲ کاربرد سیلیسیم *SiC*

### ۳-۲-۱ مواد اولیه

مواد اولیه‌ی استفاده شده در این پژوهش، از پودر کاربرد سیلیسیم به عنوان پایه، از پودرهای آلومینا و ایتریا به عنوان کمک سینتر (خلوص ۹۹/۹٪)، DMAA و MBAM به عنوان مونومر، APS به عنوان آغازگر و محلول آبی ۲۵٪ TMAH به عنوان تنظیم‌کننده‌ی pH استفاده شد [۱۴].

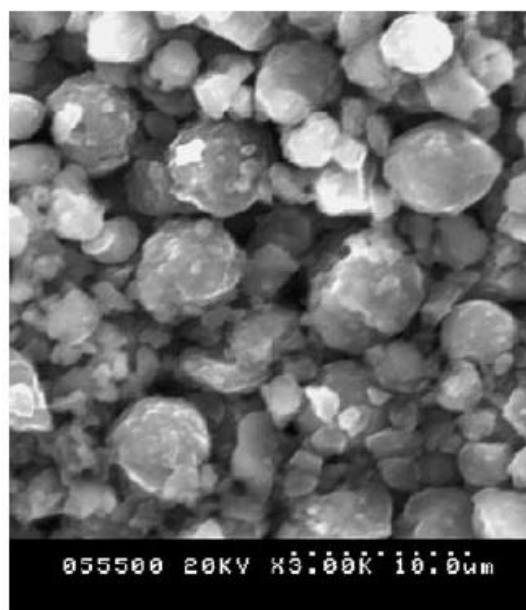
## ۳- نتایج و بحث

### ۳-۱- مزو کربن

رفتار رئولوژیکی و سینترپذیری بدنه‌های MCMB عمدتاً تحت تاثیر توزیع اندازه ذرات، مورفولوژی و ترکیب عنصری پودرهای MCMB می‌باشد. شکل ۱ تصویر SEM از مورفولوژی ذرات MCMB که آگلومره‌های MCMB کروی شکل می‌باشند را نشان می‌دهد. شکل کروی ذرات MCMB باعث تسهیل در سیالیت سوسپانسیون‌های آبی MCMB می‌شود. وجود هم زمان آگلومره‌های درشت و ذرات کوچک باعث می‌شود طبق اصل فشردگی ذرات پودر، قطعات کربنی ساخته شده فشردگی بالایی داشته باشند. جدول ۳ آنالیز عنصری MCMB ساخته شده از قیر و قطران زغال را نشان می‌دهد. علت داشتن خاصیت خود سینتری این ماده، این است که ذرات MCMB عمدتاً از مولکول‌های پلی آروماتیک به زنجیرهای کناری ساخته شده اند.

جدول ۳ آنالیز عنصری پودر MCMB ساخته شده از قیر و قطران زغال [۱۲].

عنصر	H	C	O	N	H/C
٪ مولی	۲۷/۷۴	۵۷/۷۷	۱۳/۸۲	۰/۶۷	۰/۴۸



شکل ۱ تصویر SEM از ذرات MCMB [۱۲]

با افزایش پتانسیل زتا، انرژی دافعه افزایش پیدا می‌کند و سوسپانسیون پایدارتر می‌شود. پودر MCMB توسط آب تر نمی‌شود اما پراکنده‌ساز استفاده شده یعنی Tween 80 که یک نوع پراکنده‌ساز سورفکتانت غیر یونی است، می‌تواند توسط گروه‌های آلی خود به آسانی روی سطح ذرات MCMB جذب شود و از طرف گروه‌های هیدروکسیل قطبی خود، با آب پیوند یابد. این پراکنده‌ساز شامل گروه آلکیل خنثی، گروه‌های هیدروکسیل قطبی و کربونیل در زنجیره‌ی خود می‌باشد، در نتیجه این پراکنده‌ساز یک پل بین آب و ذرات MCMB در سوسپانسیون MCMB می‌شود. پتانسیل زتای پودرهای MCMB با مقدار ۰/۲۵ و ۱/۰٪ وزنی پراکنده‌ساز (براساس وزن پودر MCMB) در آب یون‌زدایی شده اندازه‌گیری شده‌است و نتایج در شکل ۲a نشان داده شده‌است. مشاهده می‌شود که نقطه‌ی ایزوالکتریک (IEP) برای MCMB در آب یون‌زدایی شده در منطقه‌ی اسیدی است. پایین تر از آن پتانسیل زتا مثبت و بالاتر از آن مقدار آن منفی است. بالاترین مقدار پتانسیل زتای مشاهده شده در سوسپانسیون با ۰/۲۵٪ وزنی پراکنده‌ساز Tween 80 با مقدار ۴۰mV در pH خالص برابر با ۶ می‌باشد. در سوسپانسیون با مقدار ۱/۰٪ وزنی پراکنده‌ساز نیز بالاترین پتانسیل زتای گزارش شده ۵۵mV در pH خالص ۷ می‌باشد. این نشان می‌دهد که کمبود پراکنده‌ساز می‌تواند باعث ناپایداری سوسپانسیون MCMB شود.

برای بهینه سازی سوسپانسیون‌های MCMB، ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های بر حسب میزان مونومر، پراکنده‌ساز و جامد اضافه شده اندازه‌گیری شده‌است. شکل ۲b منحنی‌های ویسکوزیته را برای سوسپانسیون‌های MCMB با مقادیر مختلف مونومر نشان می‌دهد. همان طور که در شکل ۲b نشان داده می‌شود، تمام این سوسپانسیون‌ها در نرخ‌های برش کم رفتار برش کاهش (شبه پلاستیک) و در نرخ‌های برش بالا رفتار برش افزایش (دیلاتانتی) از خود نشان می‌دهند. با افزایش مقدار مونومر، ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌ها در نرخ برش ثابت، کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش مقدار مونومر، نقطه‌ی انتقال ویسکوزیته به نرخ‌های برش بالاتر انتقال پیدا می‌کند. رفتار برش افزایش مربوط به نیروهای قوی الکترو استاتیک دافعه در بین ذرات موجود در سوسپانسیون می‌باشد. نتایج بالا نشان می‌دهند که مونومر می‌تواند انرژی برش برای جدا کردن ذرات MCMB در سوسپانسیون را کاهش دهد و در نتیجه سیالیت سوسپانسیون توسط مونومر آلی بهبود می‌یابد. اما، افزایش بیشتر مونومر آلی می‌تواند باعث افزایش تخلخل باز در بدنه‌های سینتر شده شود.

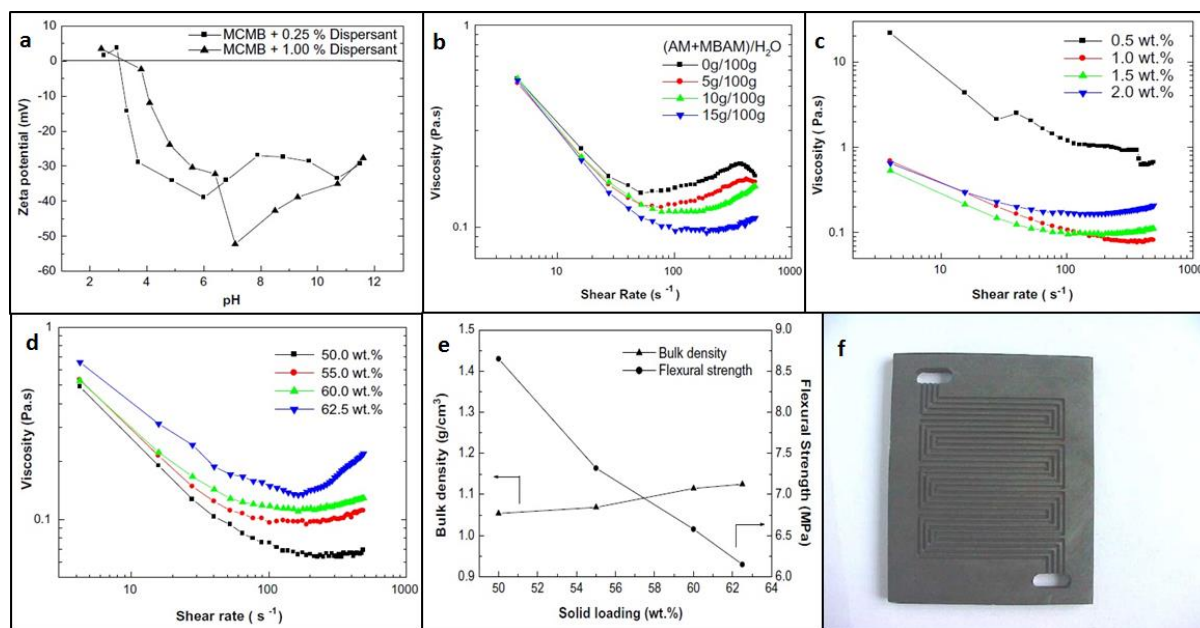
شکل ۲c منحنی‌های رفتار رئولوژیکی سوسپانسیون‌های حاوی مقادیر متفاوتی از پراکنده‌ساز را نشان می‌دهد. به صورت آشکار، با افزودن Tween 80 ویسکوزیته کاهش پیدا می‌کند. در مقایسه با تاثیر مقادیر مختلف Tween 80 روی ویسکوزیته، کمترین ویسکوزیته در مقدار Tween 80 برابر با ۱/۰٪ وزنی (برپایه‌ی وزن MCMB در سوسپانسیون) به دست می‌آید. بدون پراکنده‌ساز، ذرات MCMB نمی‌توانند توسط آب تر شوند و در آن آگلومره می‌شوند. مقادیر بیشتر پراکنده‌ساز می‌تواند باعث تشکیل بسته‌هایی شود که سیالیت سوسپانسیون را تخریب می‌کنند. در نتیجه ۱/۰٪ وزنی پراکنده‌ساز به عنوان مقدار بهینه برای سوسپانسیون MCMB انتخاب می‌شود.

شکل ۲d رفتار رئولوژیکی سوسپانسیون‌ها را در مقادیر متفاوت جامد اضافه شده نشان می‌دهد. می‌توان دید که سوسپانسیون‌های با مقدار جامد برابر با ۵۰٪ وزنی رفتار برش کاهش نشان می‌دهند. با افزایش مقدار جامد،

سوسپانسیون، با بالا رفتن نرخ برش از  $10 \cdot s^{-1}$  رفتار برش-افزایش مشاهده می‌شود. رفتار دیلاتانت برای سوسپانسیون‌هایی اتفاق می‌افتد که مقدار جامد بالایی دارند. محدوده‌ی بهینه برای ریخته‌گری ژله‌ای ویسکوزیته‌ی کمتر از  $600 \text{ mPa.s}$  در نرخ برش  $20 \cdot s^{-1}$  می‌باشد. همان طور که در شکل ۲d نشان داده می‌شود، سوسپانسیون با مقدار جامد ۶۲/۵٪ وزنی این شرط را دارا است و برای سوسپانسیون‌های با مقدار جامد بالاتر از آن، دیگر شرط برقرار نمی‌باشد.

شکل ۲e دانسیته‌ی بالک و استحکام خمشی بدنه‌های خام MCMB آماده شده توسط ریخته‌گری ژله‌ای را نشان می‌دهد. همان طور که در شکل ۲e نشان داده شده است، با ثابت نگه داشتن مونومر، دانسیته‌ی بالک با افزایش مقدار جامد اضافه شده، افزایش می‌یابد. این نشان می‌دهد که مقدار جامد بیشتر باعث فشردگی بیشتر ساختار می‌گردد.

شکل ۲f یک صفحه‌ی کربنی سینتر شده را نشان می‌دهد که توسط ریخته‌گری ژله‌ای آماده سازی شده است. شکل دارای کانال‌های سطحی و کاملاً منطبق با قالب فلزی است. این پدیده نشان می‌دهد که ریخته‌گری ژله‌ای روشی مناسب برای تولید قطعات کربنی با شکل پیچیده می‌باشد [۱۲].



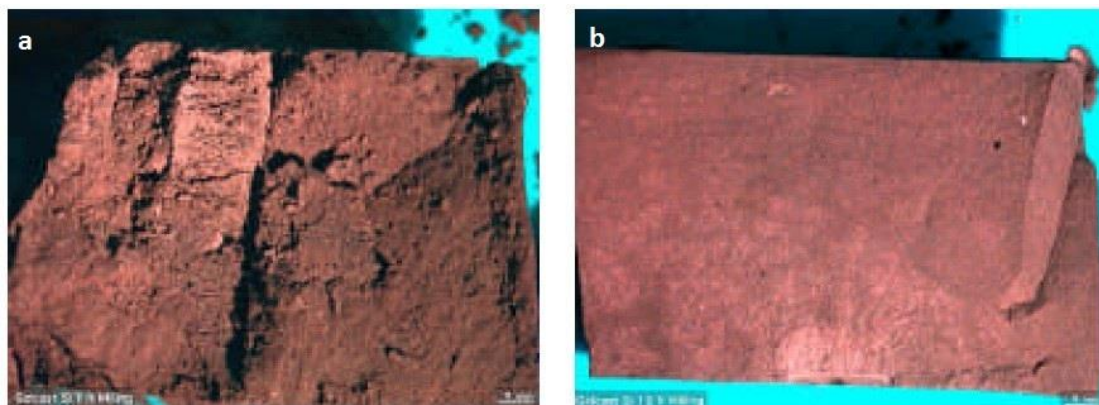
شکل ۲- خلاصه‌ی نتایج بررسی کربن مزومتخلخل (a) پتانسیل زتای وابسته به  $pH$  در پودر MCMB ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های MCMB با مقادیر متفاوت مونومر و اتصال دهنده‌ی عرضی (مقدار جامد ۵۵٪ وزنی، میزان پراکنده‌ساز ۱/۵٪ وزنی بر پایه‌ی وزن پودر MCMB) (c) ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های MCMB با مقادیر مختلف پراکنده‌ساز بر حسب نرخ برش (مقدار جامد ۵۵٪ وزنی) (d) ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های MCMB در مقادیر جامد مختلف (e) دانسیته‌ی بالک و استحکام خمشی برای بدنه‌های خام بر اساس میزان جامد (f) تصویر صفحه‌ی کربنی ساخته شده با کانال‌های پیچیده [۱۲]

### ۲-۳- کاربرد بور $B_4C$

شکل ۳ مقطع شکست بدنه‌های خام  $B_4C$  را پس از ۱ و ۲۴ ساعت آسیاب کاری نشان می‌دهد. شکل ۳ نشان می‌دهد که نمونه‌ی آسیاب شده به مدت ۲۴ ساعت، نسبت به نمونه‌ی آسیاب شده به مدت ۱ ساعت سطح

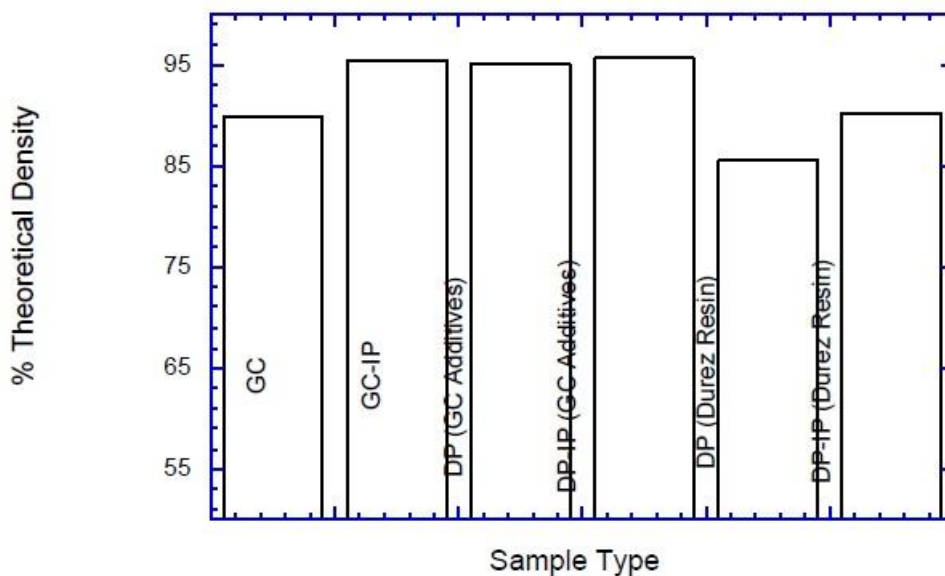


شکست نرم تر و صاف تری دارد. ساختار ریز نهایی ناشی از تشکیل سوسپانسیون یکنواخت تر با آگلومره‌های کمتر می‌باشد.



شکل ۳ تصویر سطح شکست بدنه‌ی  $B_4C$  ریخته‌گری ژله‌ای که از سوسپانسیون آسیاب شده به مدت (a) ۱ ساعت و (b) ۲۴ ساعت آماده سازی شده است [۱۳].

شکل ۴ دانسیته‌ی بدنه‌های سینتر شده برای قطعه‌ی ریخته‌گری ژله‌ای شده، (GC) و ریخته‌گری ژله‌ای و پرس هم فشار شده (GC-IP)، قطعات پرس شده از مواد ریخته‌گری ژله‌ای و آسیاب شده (افزودنی GC) DP، قطعات پرس شده و پرس هم فشار شده از مواد ریخته‌گری ژله‌ای شده (افزودنی GC) DP-IP، قطعات پرس شده از پودر B4C با افزودنی رزین Durez (رزین DP) و قطعات پرس شده و پرس هم فشار شده از پودر B4C با افزودنی رزین Durez (رزین DP-IP) را نشان می‌دهد. این داده‌ها نشان می‌دهند که برای به دست آوردن دانسیته‌های سینتر بالای ۹۵٪ دانسیته‌ی تئوری، باید  $B_4C$  ریخته‌گری ژله‌ای شده، مجدداً تحت پرس هم فشار قرار بگیرد. داده‌های به دست آمده برای ماده‌ی GC-IP قابل مقایسه با ماده‌ی (افزودنی GC) DP می‌باشد. برای نمونه‌ی (افزودنی GC) DP-IP دانسیته‌ی به دست آمده کمی بالاتر از مورد قبلی به دست می‌آید که بالاترین دانسیته‌ی به دست آمده در بین نمونه‌ها می‌باشد. نمونه‌های حاوی رزین Durez، یعنی نمونه‌ی (رزین DP) و نمونه‌ی (رزین DP-IP) دانسیته‌های پایین تری دارند. نتایج نشان می‌دهند که برای چگالش محض، روش ریخته‌گری ژله‌ای و روش پرس یکسان می‌باشند.



شکل ۴ دانسیته‌های سینتر شده دیسک‌های B<sub>4</sub>C آماده شده توسط روش‌های مختلف [۱۳].

### ۳-۳- کاربرد سیلیسیم SiC

در این پژوهش TMAH آلی، برای ساخت سوسپانسیون‌های غلیظ SiC استفاده شده است. پتانسیل‌های زتا پودر SiC با و بدون TMAH در آب یون‌زدایی شده‌ی اولیه در شکل ۵a نشان داده شده است.

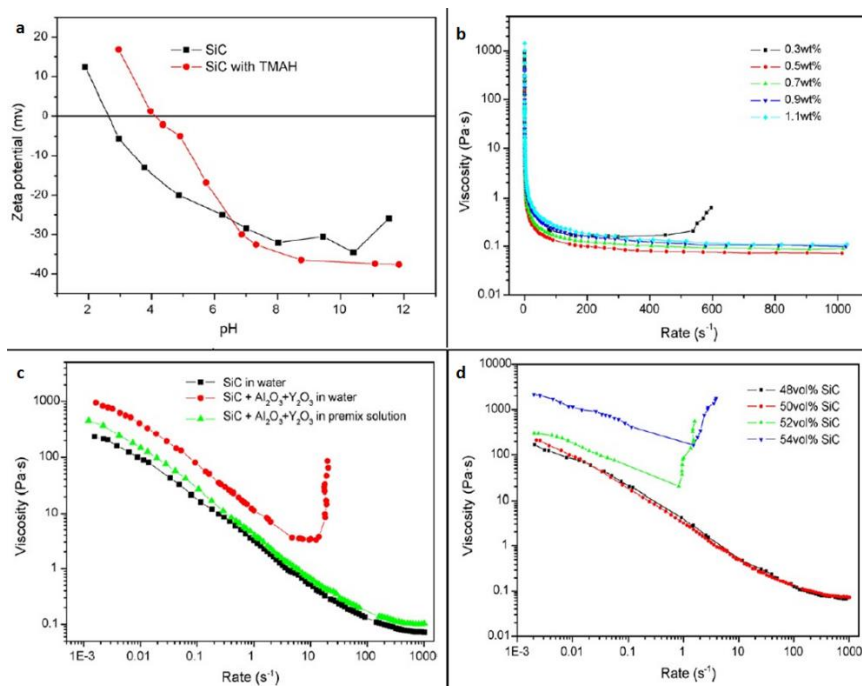
شکل ۵b تاثیر محلول TMAH را در سوسپانسیون‌های ۰.۵٪ حجمی SiC نشان می‌دهد. نسبت محلول TMAH به مقدار پودر SiC به ترتیب برابر با ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷، ۰/۹ و ۱/۱ می‌باشد و مقادیر pH برای سوسپانسیون‌ها در محدوده‌ی ۱۱/۷-۱۰ می‌باشد. مشاهده می‌شود که سوسپانسیون حاوی ۳/۰٪ محلول TMAH در نرخ‌های برش بالا رفتار برش-افزایشی نشان می‌دهد. (در حدود  $50 \times 10^{-1} s^{-1}$ ). با افزایش مقدار محلول TMAH رفتار برش افزایشی ناپدید می‌شود. این پدیده نشان می‌دهد که TMAH برای افزایش سیالیت سوسپانسیون‌های SiC مفید است. با مقایسه‌ی تاثیر مقادیر مختلف محلول TMAH روی ویسکوزیته، سوسپانسیون با سیالیت بهینه، سوسپانسیون با ۵/۰٪ محلول TMAH انتخاب می‌شود.

شکل ۵c ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های SiC با مقادیر جامد مختلف را پس از افزودن ۵/۰٪ محلول TMAH نشان می‌دهد. می‌توان مشاهده کرد که هر دو سوسپانسیون SiC حاوی ۴۸ و ۵۰٪ حجمی پودر، رفتار برش-کاهش نشان می‌دهند. با افزایش مقدار جامد به ۵۲ و ۵۴٪ حجمی، سوسپانسیون در نرخ‌های برش  $1 s^{-1}$  نیز به سرعت رفتار برش-افزایشی نشان می‌دهد. این پدیده نشان می‌دهد که ذرات SiC در این سوسپانسیون‌ها به راحتی آگلومره می‌شوند. این نتایج نشان می‌دهند که مقدار جامد سوسپانسیون SiC مناسب برای ریخته‌گری ژله‌ای در مطالعه‌ی حاضر، ۵۰٪ حجمی می‌باشد.

برای به دست آوردن بدنه‌های سرامیکی چگال با اشکال پیچیده، سینترینگ بدون فشار و سینترینگ توسط فاز مایع مورد مطالعه قرار گرفته است. آلومینا و ایتریا به عنوان کمک سینترهای معمول برای مطالعه‌ی سینترینگ فاز مایع انتخاب شده‌اند. مقدار کمک سینترها ۹٪ وزنی بر پایه‌ی وزن کل پودر سرامیکی می‌باشد. تاثیر کمک سینترها روی ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های SiC در شکل ۵c نشان داده شده است. پس از

افزودن آلومینا و ایتریا به سوسپانسیون ۵۰٪ حجمی SiC، سوسپانسیون حاصل ویسکوزیته‌ی بالاتری نشان می‌دهد و در نرخ‌های برش  $10^{-1}$  رفتار برش-افزایشی از خود نشان می‌دهد.

کاهش سیالیت سوسپانسیون ناشی از آگلومره شدن سه نوع پودر می‌باشد. هرچند، پس از اضافه کردن مونومر و اتصال دهنده‌ی عرضی، سوسپانسیون حاصل، مجدداً رفتار برش-کاهش‌ی نشان می‌دهد و ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون اندکی بیشتر از ویسکوزیته در حالت بدون افزودن کمک سینترها و مواد آلی می‌باشد. این پدیده نشان می‌دهد که بعضی اجزا در مخلوط اولیه برای پراکنده‌سازی پودرهای SiC و کمک سینترها مفید هستند [۱۴].



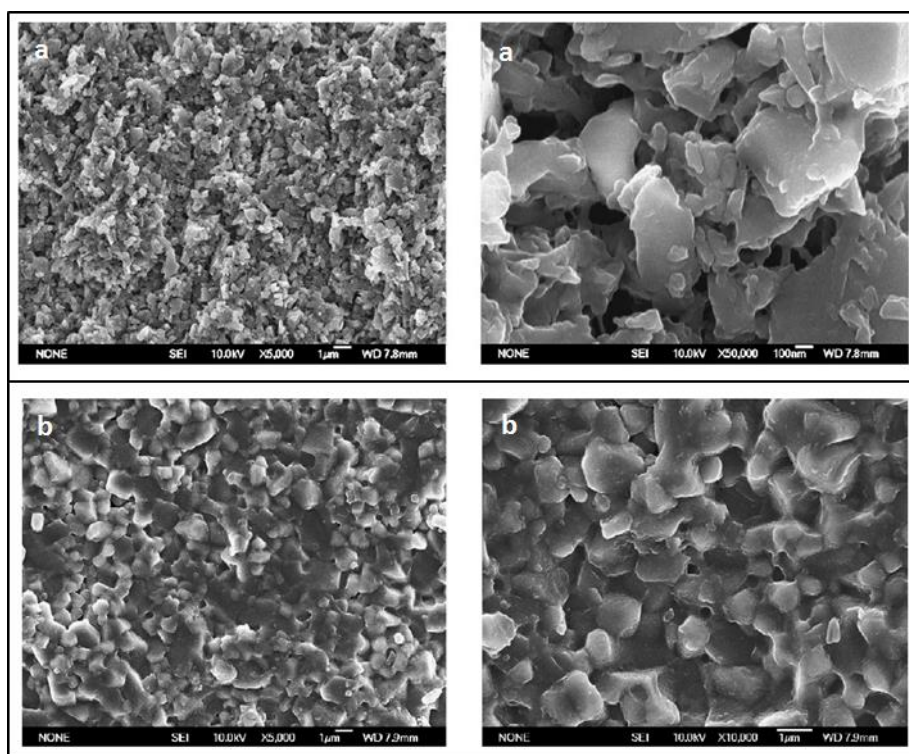
شکل ۵ - (a) پتانسیل زتا برای پودر SiC با و بدون TMAH (b) تاثیر میزان محلول TMAH روی ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون ۵۰٪ حجمی SiC (c) ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون‌های SiC با مقادیر جامد مختلف (d) تاثیر کمک سینترها روی ویسکوزیته‌ی سوسپانسیون ۵۰٪ حجمی SiC [۱۴]

جدول ۴ خصوصیات نمونه‌های SiC شکل‌دهی شده توسط ریخته‌گری ژله‌ای و سینترینگ بدون فشار [۱۴]

مقدار	خاصیت
$97/3 \pm 0/4$	چگالی نسبی (/)
$637 \pm 156$	استحکام خمشی (MPa)
$20/68 \pm 0/8$	سختی (GPa)
$3/85 \pm 0/23$	چقرمگی (MPam <sup>0.5</sup> )

بدنه‌ی خام SiC با سطح صاف و بدون عیوب قابل تشخیص را می‌توان توسط این روش تولید کرد. پس از خشک کردن در خشک کن، دانسیته‌ی نسبی و استحکام خمشی بدنه‌های خام به ترتیب  $55/9 \pm 0/9$  و  $13/9 \pm 0/7$  می‌باشد. ریزساختار بدنه‌ی خام مشاهده شده توسط SEM در شکل ۶a نشان داده شده است. این تصویر نشان می‌دهد که پودرهای موجود در بدنه‌ی خام، به صورت نزدیک به یکدیگر و همگن قرار دارند.

همچنین نشان می‌دهد حفرات کمتر شده است. در تصویر SEM می‌توان دید که ذرات SiC توسط شبکه‌ی پلیمری به یکدیگر متصل شده‌اند. این عمل استحکام بدنه‌ی خام را تا حدی افزایش می‌دهد که بتوان آن را ماشین‌کاری کرد. جدول ۴ خصوصیات نمونه‌های SiC شکل‌دهی شده توسط ریخته‌گری ژله‌ای و سینتر شده به صورت بدون فشار را نشان می‌دهد. شرایط سینترینگ دمای  $2000^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت و در اتمسفر آرگون می‌باشد. شکل ۶b تصویر SEM نمونه‌های SiC را نشان می‌دهد. این تصویر نشان می‌دهد که تعداد اندکی تخلخل در بدنه‌ی سینتر شده وجود دارد و ریزساختار به دست آمده یکنواخت است. همچنین اکثر کریستال‌های SiC تا اندازه‌ی  $1-2\mu\text{m}$  رشد کرده‌اند. بر پایه‌ی مشاهدات SEM، حالت شکست مخلوطی از نوع بین‌دانه‌ای و درون‌دانه‌ای می‌باشد [۱۴].



شکل ۶- (a) تصاویر SEM سطح شکست نمونه‌های خام SiC شکل‌دهی شده توسط ریخته‌گری ژله‌ای (b) تصاویر SEM سطح شکست نمونه‌های سینتر شده‌ی SiC شکل‌دهی شده توسط ریخته‌گری ژله‌ای و سینتر شده در دمای  $2000^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت و در اتمسفر آرگون [۱۴]

#### ۴- جمع‌بندی

##### ۴-۱ مزوکربن

طبق این پژوهش، ریخته‌گری ژله‌ای روشی موفق برای تولید قطعات کربنی توسط استفاده از مزوکربن به عنوان ماده‌ی اولیه می‌باشد. سوسپانسیون‌های MCMB با ۱٪ وزنی پراکنده‌ساز دارای بهترین پتانسیل زتا می‌باشند. به این معنی که پراکنده‌ساز استفاده شده، Tween 80 می‌تواند به صورت موثری ذرات MCMB را پراکنده کند. پس از بهینه‌سازی مقادیر مونومر، بدنه‌ای با  $62/5\%$  وزنی کربن با شکل پیچیده با موفقیت

ساخته شد. بررسی‌ها نشان می‌دهد که مقدار بالای جامد مورد استفاده، در افزایش چگالی و استحکام موثر بوده و انقباض بدنه‌های سینترشده را کاهش می‌دهد. اما همچنان تخلخل‌هایی در بدنه باقی می‌ماند [۱۲].

#### ۲-۴- کاربرد بور

روش‌های متعددی برای ریخته‌گری B<sub>4</sub>C با استفاده از سیستم مونومری آبی بررسی شده‌است. برای به‌دست آوردن سوسپانسیون ریخته‌گری ژله‌ای B<sub>4</sub>C از پراکنده‌ساز جدیدی استفاده شده‌است. PVP-K15 و MBAM مواد مناسبی برای در دسترس قرار دادن کربن برای سینترینگ B<sub>4</sub>C می‌باشند. دانسیته‌های قابل قبولی برای قطعات ریخته‌گری ژله‌ای شده و پرس هم فشار شده به دست آمده است. هر چند این دانسیته‌ها از مقدار به‌دست آمده در قطعات پرس شده فراتر نرفته‌است.

این پژوهش چند هدف دارد. (۱) حذف مرحله‌ی شست و شو با متانول که معمولاً برای تمیز کردن پودر B<sub>4</sub>C استفاده می‌شود، (۲) یافتن یک کمک پراکنده‌ساز مفید تر برای پودر B<sub>4</sub>C نوع ESK 1500، (۳) درگیر کردن کربن در سوسپانسیون‌های پایه آب به شکل چسب یا پلیمر برای کمک در سینترینگ و (۴) ریخته‌گری ژله‌ای سوسپانسیون‌های B<sub>4</sub>C برای به‌دست آوردن بدنه‌های خام قابل سینتر. نتایج عملی نشان می‌دهند که بهترین پراکنده‌ساز برای پودر B<sub>4</sub>C نوع ESK 1500، پراکنده‌ساز Emphos 1361 می‌باشد [۱۳].

#### ۳-۴- کاربرد سیلیسیم SiC

پژوهش حاضر توسعه‌ی ریخته‌گری ژله‌ای در محیط آبی را برای پودر زیر میکرون SiC نشان می‌دهد. سوسپانسیون پایدار و یکنواخت SiC با میزان ۵۰٪ حجمی پودر SiC با استفاده از محلول ۵/۰٪ TMAH آماده شد. پودر اصلی SiC و پودرهای کمک سینتر Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در محیط به خوبی پراکنده شدند. پس از هواگیری و اضافه کردن آغازگر، سوسپانسیون به صورت بدنه‌ی خام چگال با کیفیت بالا درآمد. دانسیته‌ی نسبی و استحکام خمشی بدنه‌ی خام به ترتیب ۵۵/۹±۰/۹ و ۱۳/۹±۰/۷ MPa به‌دست آمد. تصاویر SEM نشان می‌دهند که پودرهای سرامیکی در بدنه‌ی خام توسط شبکه‌ی پلیمری به‌یک‌دیگر متصل شده‌اند [۱۴].

#### ۵- مراجع

- [1] J. Y. Yong Huang, Novel Colloidal Forming of Ceramics, Beijing: Springer Heidelberg Dordrecht London, 2010.
- [2] X. Guo, Gel casting of high strength ceramics, Gotenborg, Sweden: Department of Materials and Manufacturing Technology,, 2011.
- [3] M. N. Rahaman, Ceramic Processing and Sintering, New York: Marcel Dekker, 1995.
- [4] O. O. O. Mark A. Janney, "Method for molding ceramic powders using a water-based gel casting". United States Patent US5028362 A, 2 July 1991.
- [5] S. D. N. C. A. W. O. O. R. B. O. G. H. K. a. A. D. M. Mark A. Janney, "Gelcasting," *Oak Ridge National Laboratory*.

- [6] .. C. F. Y. W. Z. S. Z.X. Xiong, "Gel-casting of ceramic components for wireless communications," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, no. 12, pp. 2071-2074, 2005.
- [7] O. O. O. C. A. W. S. D. N. R. J. O. a. G. W. Mark A. Janney, "Development of Low-Toxicity Gelcasting Systems,," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 81, no. 3, pp. 581-591, 1998.
- [8] A. A. B. A. B. Mehrdad Kokabi, "Gelation process in low-toxic gelcasting systems," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, no. 15, p. 3083–3090, 2006.
- [9] J. V. R. Kumar, "Colloidal Processing and Gel Casting Of Alumina," in *ICAMC*, Trivandrum, India, 2007.
- [10] N. C. L. G. A. p. N. R. Spencer, "Sodium alginate as a gelling agent in diets for the cabbage looper,," *Ent. exp. & appl.*, vol. 20, pp. 39-42, 2007.
- [11] Y. K. Z.-p. X. Yu Jia, "New gel-casting process for alumina ceramics based on gelation of alginate," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, no. 12, pp. 1911-1916, 2002.
- [12] H.-j. N. J. W. B.-d. S. Z.-h. D. Fei Li, "Gelcasting of aqueous mesocarbon microbead suspension," *Carbon*, vol. 42, pp. 2989-2995, 2004.
- [13] T. N. T. F. C. M. M. S. M. B. M. a. A. W. S. J. O. Kiggans, "GELCAST FORMING OF NON-OXIDE CERAMICS WITH REACTIVE SURFACES," *Industria cerámica.*, 2011.
- [14] Z. Z. J. Z. D. J. Q. L. Tao Zhang, "Preparation of SiC ceramics by aqueous gelcasting and pressureless sintering," *Materials Science and Engineering*, vol. A, no. 443, pp. 257-261, 2007.