



# تأثیر دمای تفجوشی بر خواص چسب‌های غیر آلی فسفاتی دما بالا

فصلنامه  
سرامیک ایران

محمد بابامحمدی اسفندآبادی، محمدرضا نیلفروشان، هاجر احمدی مقدم

گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد

**چکیده:** چسب‌های دما بالا برای کاربردهای متنوع دما بالا مانند صنعت دیرگداز مورد توجه هستند. در این تحقیق چسب غیر آلی پایه فسفاتی دمای بالا با استفاده از آلومینا و میکروسیلیکا به عنوان مواد اولیه اصلی و فسفات آلومینیوم به عنوان اتصال‌دهنده تهیه شد. تاثیر دمای تفجوشی بر خواص چسب از جمله فازها، ریزساختار، استحکام فشاری و مقاومت برشی مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور نمونه‌های چسب در سه دمای  $120^{\circ}\text{C}$ ،  $130^{\circ}\text{C}$ ،  $143^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳ ساعت تفجوشی شدند. نتایج نشان داد خواص مختلف چسب به شدت وابسته به دمای تفجوشی است. در دمای تفجوشی  $120^{\circ}\text{C}$  فازهای کوراندوم و کریستوبالیت و با افزایش دمای تفجوشی، فاز مولایت در چسب شناسایی شدند. استحکام فشاری و مقاومت برشی چسب با افزایش دمای تفجوشی به صورت قابل توجهی افزایش یافت به گونه‌ای که با افزایش دما از  $120^{\circ}\text{C}$  به  $143^{\circ}\text{C}$ ، استحکام فشاری از ۵۶ به  $239\text{ MPa}$  و مقاومت برشی از  $1/8$  به  $6/2\text{ MPa}$  افزایش یافت. افزایش در خواص مکانیکی چسب در دماهای تفجوشی بالاتر به حضور فاز مولایت نسبت داده می‌شود.

کلمات کلیدی: چسب دما بالا، فسفات، ریزساختار، استحکام فشاری، مقاومت برشی.



نویسنده مسئول:

دکتر محمدرضا نیلفروشان

نویسنده اول:

مهندس محمد بابامحمدی اسفندآبادی

گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و

مهندسی، دانشگاه شهرکرد

نوع مقاله: پژوهشی

صفحه‌های: ۱۶ تا ۲۴

شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵

شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳

زبان نشریه: فارسی

دسترس پذیر در نشانی:

www.JICERS.ir

تاریخ دریافت:

۱۴۰۱/۰۱/۱۵

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۱/۰۵/۱۰

m.r.nilforoushan@gmail.com

DOR: 20.1001.1.17353351.1400.17.4.1.8

## ۱- مقدمه

چسب‌های آلی با درجه حرارت بالا عمدتاً از چسب‌های رزین فنول فرمالدئید<sup>۱</sup> (PF)، رزین اپوکسی<sup>۲</sup> (EP)، پلی‌تترافلورواتیلن<sup>۳</sup> (PTFE) و آلی سیلیکون تشکیل می‌شوند. چسب‌های PF یکی از اولین چسب‌های مورد استفاده در دیرگدازها هستند که تجزیه در دمای بالا، شکنندگی و جذب زیاد آب معایب این نوع چسب است [۱]. چسب‌های EP با چسبندگی قوی اما در برابر ضربه مقاومت ضعیفی دارند [۲]. چسب‌های PTFE دمای تجزیه حرارتی بالاتری نسبت به EP دارند، بنابراین می‌توانند جایگزین EP به عنوان چسب مورد استفاده در دمای بالا شوند. با این حال، اتصال چسب‌های PTFE به راحتی صورت نمی‌گیرد [۳]. چسب‌های آلی

<sup>1</sup> Phenol-Formaldehyde

<sup>2</sup> Epoxy resin

<sup>3</sup> Poly-Tetra-Fluoro-Ethylene



سیلیکون به دلیل داشتن زنجیره‌های اصلی مبتنی بر Si-O از پایداری حرارتی بسیار عالی در دماهای بالا برخوردار می‌باشند، البته چسب‌های آلی سیلیکون شکننده هستند و دمای تف‌جوشی بالایی دارند [۴]. در حال حاضر، اکثر چسب‌های آلی دما بالا، مستعد به تجزیه در اثر حرارت هستند. علاوه بر این، چسب‌های آلی دارای هزینه بالا مواد اولیه و سمیت زیادی هستند که استفاده از آن‌ها را بیش‌تر محدود می‌کند [۵].

چسب‌های غیر آلی با کاربرد دمای بالا عمدتاً چسب‌های سیلیکاتی، چسب‌های فسفاتی و چسب‌های اکسید فلز هستند. SiO<sub>2</sub> در چسب‌های سیلیکاتی پس از تف‌جوشی، ساختار شبکه‌ای ایجاد می‌کند که مقاومت چسب را بهبود می‌دهد [۶]. چسب‌های فسفاتی مقاومت به حرارت و اکسیداسیون بهتری نسبت به چسب‌های سیلیکاتی دارند. با این حال، چسب‌های فسفاتی شکننده هستند و قابلیت تف‌جوشی آن‌ها در دماهای پایین دشوار است. چسب‌های معدنی با کاربرد درجه حرارت بالا دارای ثبات در دماهای بالا، فراوانی مواد اولیه و کم‌هزینه هستند، البته اکثر چسب‌های معدنی، دمای تف‌جوشی بالا و مقاومت چسبندگی کمی دارند [۷]. نوع دیگر چسب‌های دما بالا غیرآلی چسب‌های فسفات آلومینیوم است که چسب‌هایی ارزان، با خواص مکانیکی مناسب و گیرش در دمای پایین می‌باشند اما این چسب‌ها در دماهای بالا شکننده و دارای استحکام خوبی نیستند، بنابراین باید از پرکننده‌های مناسب برای بهبود خواص این چسب استفاده نمود [۸-۱۱].

در پژوهشی یک چسب فسفات تقویت شده با SiC برای اتصال کامپوزیت‌های کربن-کربن معرفی شد. طبق نتایج حاصل مشخص گردید افزودن SiC می‌تواند به طور موثر استحکام چسب را افزایش دهد و از بین ۱ تا ۴ درصد وزنی SiC، ۱ درصد وزنی دارای بهترین استحکام بود [۸]. در مطالعه‌ای از Al(OH)<sub>3</sub> و H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> به عنوان زمینه چسب و از اکسید مس و پودر سیلیکون و پودر کربید بور به عنوان افزودنی استفاده شد و مشاهده گردید این چسب مقاومت خوبی در برابر شوک حرارتی، نشان می‌دهد [۱۲]. در پژوهشی از آلومینا و میکروسیلیس به عنوان مواد اولیه و از آلومینیوم دی‌هیدروژن فسفات به عنوان زمینه چسب استفاده گردید. نسبت‌های 5:1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> و 5:۲ مورد بررسی قرار گرفت. مشخص شد که نسبت ۵:۱ مقاومت برشی بالاتری دارد و این نسبت دارای فاز مولایت قابل توجهی بود که باعث افزایش استحکام شد [۷]. در تحقیقی به بررسی نسبت Al:P بر خواص چسب فسفات آلومینیوم پرداخته شد و گزارش گردید با افزایش نسبت Al:P مقاومت برشی و مقاومت شوک حرارتی چسب بهبود می‌یابد [۱۳].

چسب‌های درجه حرارت بالا نوع آلی به صورت رایج مورد استفاده قرار می‌گیرند که معمولاً دارای دمای کاری کم، دمای تف‌جوشی بالا و مقاومت پیوند کم هستند. بنابراین لازم است چسب‌های غیرآلی مقاوم در برابر درجه حرارت بالا که قابلیت آماده شدن در دمای اتاق را دارند، معرفی و بررسی شوند که امکان جایگزین شدن به جای چسب‌های آلی را داشته باشند. تحقیقات کمی در مورد چسب‌های فسفات آلومینیوم به ویژه برای کاربرد در صنعت دیرگداز صورت گرفته است. در این مطالعه، یک نوع چسب غیر آلی دمای بالا با استفاده از آلومینا و میکروسیلیکا به عنوان مواد اولیه اصلی و فسفات آلومینیوم به عنوان اتصال‌دهنده با فرمول جدید با هدف کاربرد در اتصال آجرهای دیرگداز آلومینایی تهیه شد. اثر دمای تف‌جوشی چسب بر خواص مکانیکی و ریزساختار آن مورد ارزیابی قرار گرفت.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- تهیه چسب و نمونه‌ها

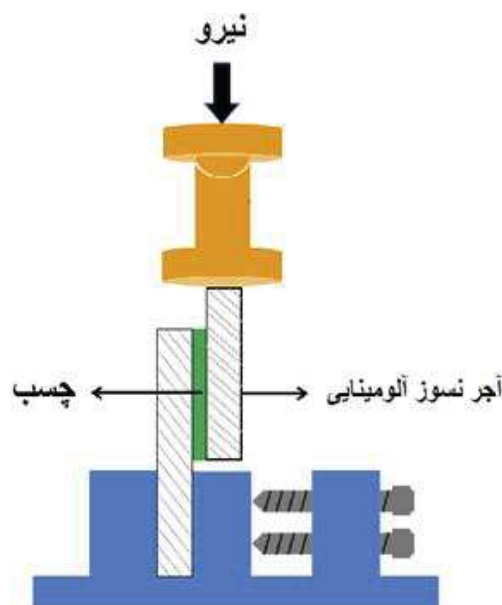
از تبولار آلومینا (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) با دانه‌بندی‌های ۰/۲۵-۰/۵ mm و ۰/۵-۱ mm و خلوص ۹۹/۵٪ از شرکت سیلکم اسلونی، میکروسیلیکا (SiO<sub>2</sub>) با دانه‌بندی ۰/۱-۰/۳ μm و خلوص ۹۶٪ از شرکت فروسیلیس ایران و آلومینا راکتیو با اندازه ذرات متوسط ۱۱ μm و خلوص ۹۹/۹٪ از شرکت آکوا امریکا به عنوان مواد اولیه چسب استفاده شد و از آلومینیوم دی‌هیدروژن فسفات (Al(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>) از شرکت بودنهایم آلمان به عنوان اتصال‌دهنده چسب استفاده گردید.

ابتدا مواد اولیه درون مخلوط کن قرار گرفت و به مدت زمان ۱۰ دقیقه مخلوط شد. سپس ۱۰ درصد آب به درون مخلوط کن اضافه گردید و به مدت ۳۰ دقیقه مواد اولیه با آب مخلوط شدند تا چسب مورد نظر آماده گردد. چسب درون قالب‌های

۵۰×۵۰×۵۰ mm از جنس چدن ریخته شد و به مدت ۲۴ ساعت درون قالب نگهداری گردید. بعد از خروج از قالب، به مدت ۲۴ ساعت در دمای محیط قرار داده شد، آنگاه نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۱۱۰°C در آون تحت حرارت قرار گرفت تا چسب خشک گردد. بعد از آن نمونه‌ها درون کوره قرار گرفت تا در دماهای ۱۲۰۰°C، ۱۳۰۰°C، ۱۴۳۰°C به مدت ۳ ساعت با سرعت حرارت دهی ۵°C/min حرارت داده شوند.

## ۲-۲-۲ آزمون‌ها

برای شناسایی فازهای چسب از آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) با دستگاه Asenware مدل Awxdm300 استفاده گردید. مورفولوژی نمونه‌های چسب با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل FEI QUANTA FEI-SEM-450 FEG بررسی شد. برای تعیین مقاومت فشاری سرد (C.C.S) چسب از دستگاه بتن‌شکن شرکت آزمون‌ساز مینا با سرعت بارگذاری یکنواخت ۷۵ Kg/Sec استفاده گردید. برای مشخص کردن مقاومت برشی (S.S) چسب، نمونه‌های آجر دیرگداز آلومینایی با ابعاد ۵۰×۵۰×۵۰ mm تهیه شد. ابتدا سطح نمونه‌ها با الکل تمیز گردید و دو به دو آجرها با چسب تهیه شده به یکدیگر چسبانده شد و زیر فشار ۰/۱ MPa قرار گرفت، سپس در دماهای مختلف ذکر شده تفجوشی شدند. طبق شکل شماتیک ۱، نیرو به آجرهای آلومینا متصل شده با چسب با سرعت بارگذاری ۵ Kg/Sec اعمال و نیروی که باعث شکست گردید، برای تعیین مقاومت برشی استفاده شد.

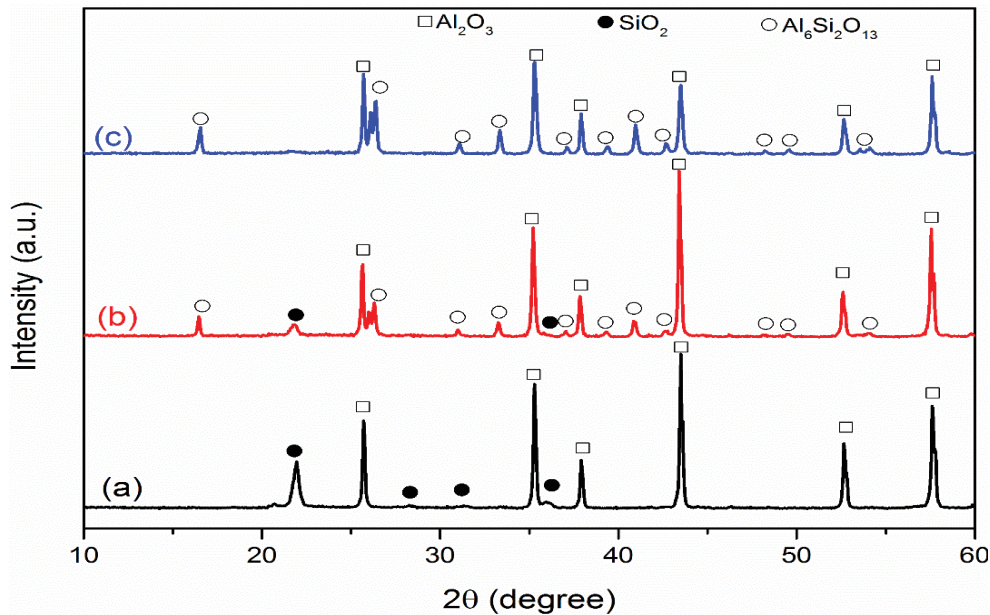


شکل ۱- نحوه اندازه‌گیری مقاومت برشی [۷].

## ۳- نتایج و بحث

در شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به چسب در دماهای مختلف تفجوشی نشان داده شده است. با انطباق این پیک‌ها بر روی الگوهای پراش مرجع، مشخص شد که همه نمونه‌ها دارای فاز کوراندوم با ساختار بلوری رومبوهدرال هستند. همچنین به جز نمونه موجود در دما ۱۲۰۰°C در بقیه نمونه‌ها فاز سیلیکات آلومینیوم (فاز مولایت) با فرمول شیمیایی  $Al_6Si_2O_{13}$  و ساختار کریستالی اورتورومبیک مشاهده شد. بنابراین مطابق این نتایج مشخص می‌شود که در دماهای بالا سیلیسیم موجود در ساختار با انجام واکنش با اکسید آلومینیوم تبدیل به فاز مولایت شده است (واکنش ۱) [۷].





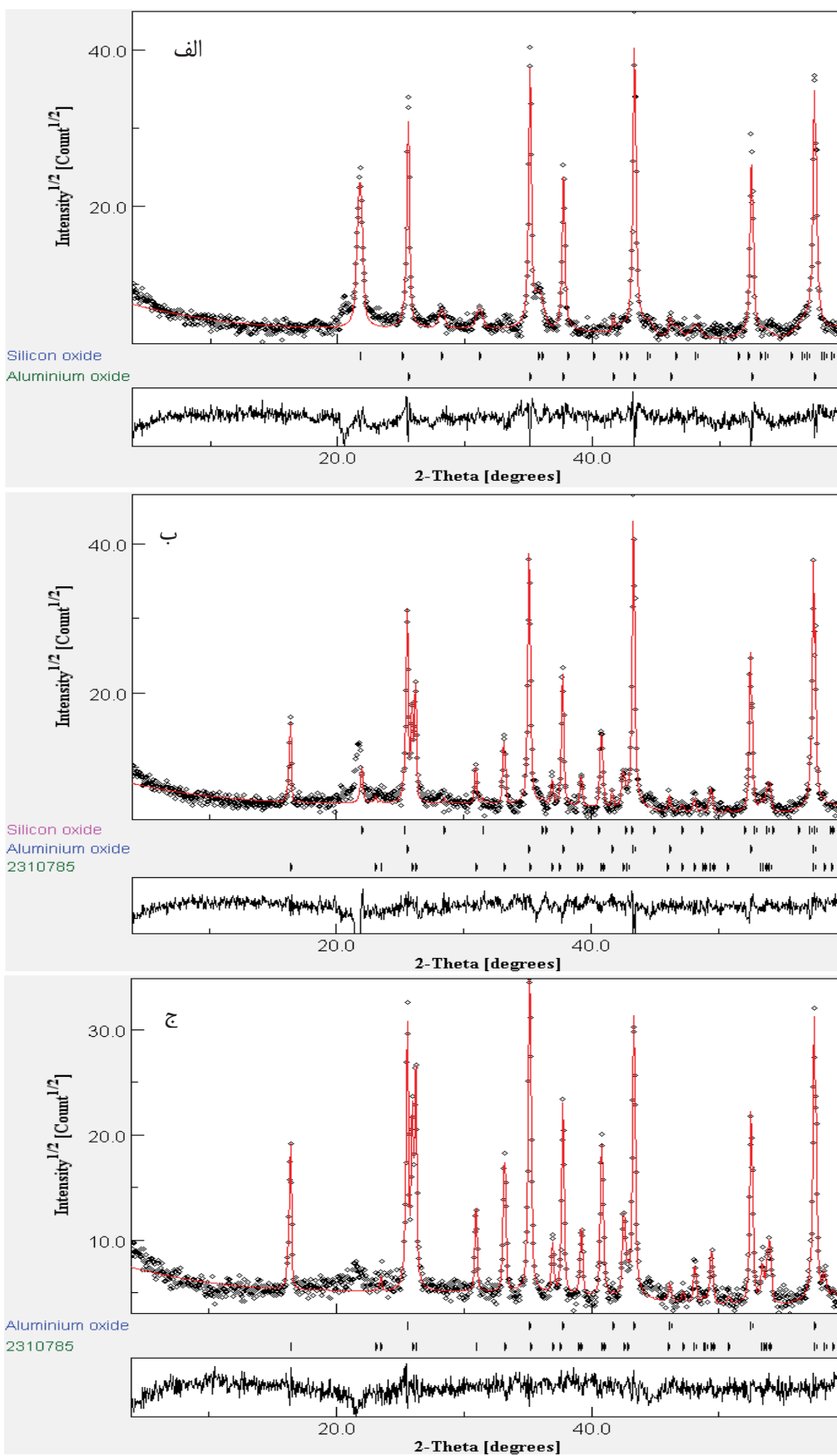
شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به چسب در دماهای مختلف تفجوشی (a) ۱۲۰۰°C، (b) ۱۳۰۰°C و (c) ۱۴۳۰°C.

جهت بدست آوردن مقادیر کمی پارامترهای کریستالی از روش ریتولد و نرم افزار MAUD استفاده شد. این روش، تکنیکی است که توسط هوگو ریتولد برای استفاده در شناسایی مواد بلوری معرفی شده است. در این تکنیک، از ارتفاع، عرض و موقعیت هر پیک در الگوی پراش اشعه ایکس می‌توان برای تعیین بسیاری از جنبه‌های ساختاری ماده استفاده کرد. تکنیک ریتولد از روش حداقل مربعات برای انطباق هر چه بهتر مقادیر تئوریک بر روی مقادیر اندازه‌گیری استفاده می‌کند [۱۴، ۱۵]. نمودارهای تطابق حاصل از این روش بر روی داده‌های مرجع در شکل ۳ نشان داده شده است. مطابق شکل ۳ نتایج آزمایشگاهی تطابق بسیار مطلوبی بر روی الگوهای پراش مرجع دارد و بنابراین نتایج کمی بدست آمده قابل اعتماد هستند. نتایج حاصل از آنالیز ریتولد از جمله نوع فازها، مقادیر کمی هر یک از فازها و ثوابت کریستالی در جدول ۱ گزارش شده است.

مطابق جدول ۱، مشخص است که با افزایش دما از ۱۲۰۰°C به ۱۳۰۰°C در نمونه‌ها درصد فاز  $\text{SiO}_2$  از ۱۱/۲۲٪ به ۱/۰۵٪ کاهش یافت و در دمای ۱۴۳۰°C فاز  $\text{SiO}_2$  شناسایی نشد. درصد فاز  $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  در دمای ۱۳۰۰°C برابر با ۲۶/۶۸٪ است که در دمای ۱۴۳۰°C به ۴۴/۶۱٪ افزایش یافته است. این بیان‌گر تبدیل آلومینا و کریستوبالیت به فاز مولایت با افزایش دما خواهد بود. همچنین با مقایسه اندازه بلورک و میکروکرنش در این نمونه‌ها مشخص می‌شود با افزایش دما اندازه بلورک فازهای کوراندوم و کریستوبالیت کاهش و اندازه بلورک فاز سیلیکات آلومینیوم (فاز مولایت) افزایش یافته است. همچنین مشخص است که با افزایش دما میکروکرنش فازها کاهش یافته است.

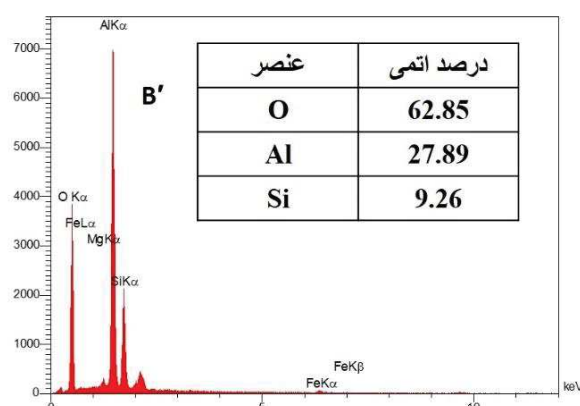
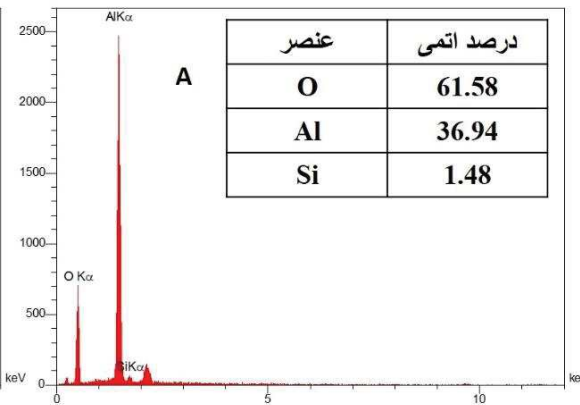
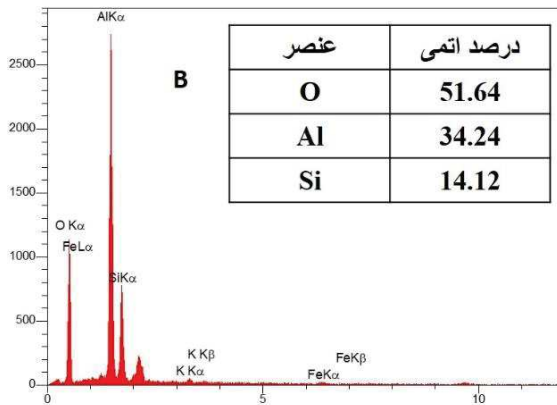
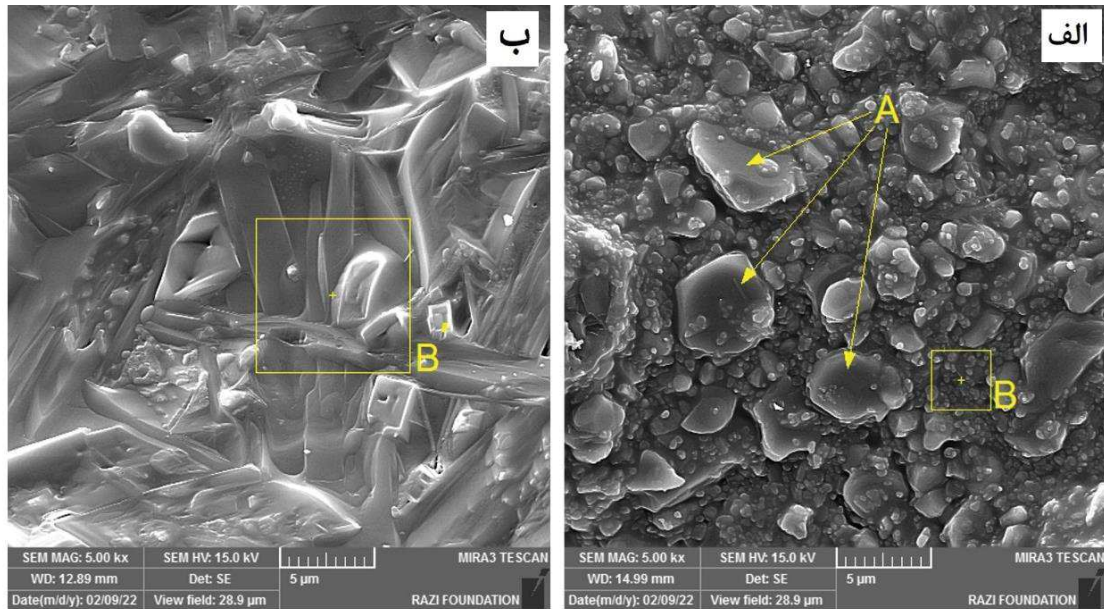
جدول ۱- مشخصات فازها در نمونه‌های مورد بررسی.

نمونه	فاز	درصد فاز (%)	پارامتر شبکه a (Å)	پارامتر شبکه b (Å)	پارامتر شبکه c (Å)	اندازه بلورک (nm)	میکرو کرنش (%)
۱۲۰۰°C	$\text{Al}_2\text{O}_3$	۸۸/۷۸	۴/۷۶	-	۱۳/۰۰	۲۵۵/۸	۹/۷۲E-۵
	$\text{SiO}_2$	۱۱/۲۲	۵/۰۲	-	۶/۹۹	۱۸۰/۳۵	۰/۰۰۵۸
۱۳۰۰°C	$\text{Al}_2\text{O}_3$	۷۲/۲۷	۴/۷۶	-	۱۳/۰۰	۱۵۵/۴	۹/۲۴E-۶
	$\text{SiO}_2$	۱/۰۵	۴/۹۶	-	۶/۹۲	۱۰۱/۹۸	۶/۲۲E-۵
۱۴۳۰°C	$\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$	۲۶/۶۸	۷/۵۶	۷/۷۰	۲/۸۸	۱۵۹/۴۳	۱/۴۶E-۴
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	۵۵/۳۹	۴/۷۶	-	۱۳/۰۰	۱۴۸/۱۱	۲/۵۰E-۷
	$\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$	۴۴/۶۱	۷/۵۶	۷/۷۰	۲/۸۸	۲۵۷/۷	۱/۰۲E-۵



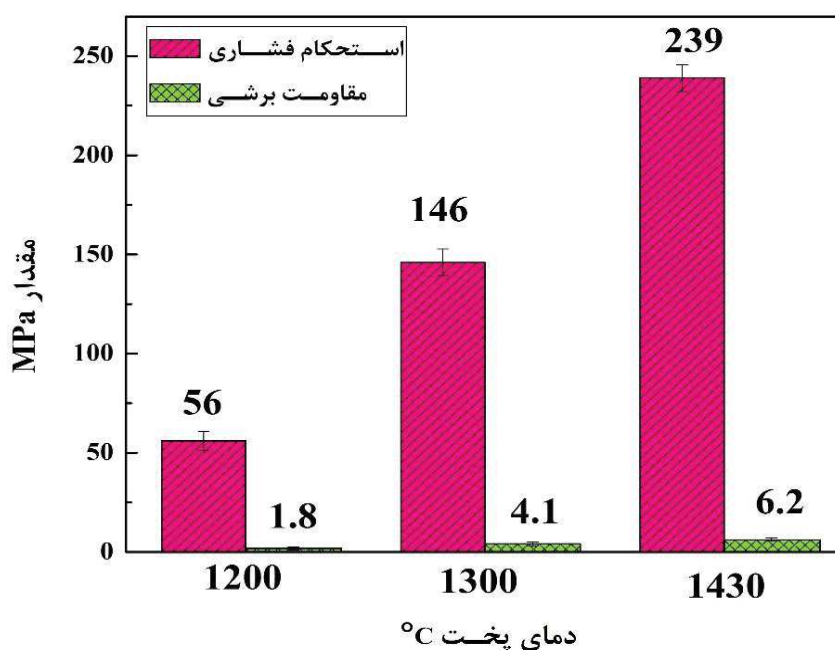
شکل ۳- الگوهای پراش حاصل از تطابق نتایج ریتلود بر روی داده‌های مرجع مربوط به الف)  $1200^{\circ}\text{C}$ ، ب)  $1300^{\circ}\text{C}$  و ج)  $1430^{\circ}\text{C}$ .

در شکل ۴ تصاویر SEM مربوط به سطح شکست چسب در دو دمای تفجوشی  $1200^{\circ}\text{C}$  و  $1300^{\circ}\text{C}$  نشان داده شده است. طبق شکل ۴ دمای تفجوشی تاثیر زیادی بر ریزساختار چسب داشته است و مورفولوژی چسب در این دو دما تفجوشی تفاوت زیادی با هم دارند. نتایج مربوط به آنالیز عنصری (EDS) برای نقاط مختلف در شکل ۴ نیز آورده شده است. آنالیز عنصری مربوط به دانه‌ها با مورفولوژی تقریباً شش ضلعی در شکل ۴ الف بیان گر فاز کوراندوم است. آنالیز عنصری دانه‌ها با ریخت میله‌ای و سوزنی در شکل ۴ ب بیان گر فاز مولایت است. که با نتایج گزارش شده توسط دیگر محققان مطابقت دارد.



شکل ۴- تصاویر SEM و آنالیز EDS مربوط به سطح شکست چسب در دو دمای تفجوشی الف)  $1200^{\circ}\text{C}$  و ب)  $1300^{\circ}\text{C}$ .

در شکل ۵ تغییرات استحکام فشاری سرد و مقاومت برشی چسب در دماهای مختلف تفجوشی آورده شده است. طبق نتایج استحکام فشاری و مقاومت برشی چسب وابستگی شدید به دمای تفجوشی دارد. با افزایش دما به طور قابل توجهی استحکام فشاری و برشی چسب افزایش پیدا کرده است. بیشترین استحکام فشاری چسب در دمای  $1430^{\circ}\text{C}$  مقدار  $239\text{ MPa}$  است که نسبت به استحکام فشاری چسب در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مقدار ۴ برابر بیش تر است. مقاومت برشی چسب در دمای  $1430^{\circ}\text{C}$  مقدار  $6/2\text{ MPa}$  حاصل شد که نسبت به مقاومت برشی چسب در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مقدار  $3/4$  برابر بیش تر است. مقدار مقاومت برشی چسب معرفی شده در این پژوهش نسبت به مقاومت برشی گزارش شده توسط دیگر محققان به میزان قابل توجه بالاتر حاصل شد [۷]. دلیل افزایش استحکام فشاری و مقاومت برشی با افزایش دما را می توان به تشکیل فاز مولایت در دماهای بالا نسبت داد. طبق نتایج جدول ۱ فاز مولایت در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  تشکیل نشده است، مقدار فاز مولایت در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$   $26/68\%$  و در دمای  $1430^{\circ}\text{C}$  به مقدار  $44/61\%$  افزایش یافته است. فاز مولایت به دلیل ساختار سوزنی باعث بهبود استحکام می گردد. فاز مولایت به دلیل خواص منحصر به فرد شامل مقاومت خزش بالا، ضریب انبساط حرارتی پایین، مقاومت خوردگی عالی و مقاومت شوک حرارتی بالا نقش مهمی در سرامیک ها به همراه دارد. گزارش شده است مولایت به دلیل ساختار سوزنی خود از طریق مکانیزم های انحراف در مسیر ترک، کاهش انرژی ترک و قفل کردن ترک باعث بهبود استحکام شود [۱۶، ۱۷].



شکل ۵- تغییرات استحکام فشاری سرد و مقاومت برشی چسب در دماهای مختلف تفجوشی.

#### ۴- نتیجه گیری

در این مطالعه از آلومینا و میکروسیلیکا به عنوان مواد اولیه اصلی و فسفات آلومینیوم به عنوان عامل اتصال دهنده برای تولید یک چسب غیرآلی پایه فسفاتی دمای بالا استفاده گردید. نمونه های چسب در سه دمای  $1200^{\circ}\text{C}$ ،  $1300^{\circ}\text{C}$ ،  $1430^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳ ساعت سنتز شدند. نتایج نشان داد دمای تفجوشی بر خواص مکانیکی چسب تاثیر بسزایی دارد. افزایش دمای تفجوشی منجر به بهبود قابل توجه و چشمگیری در مقاومت برشی و استحکام فشاری چسب گردید. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد با افزایش دمای تفجوشی فاز مولایت ایجاد می گردد. بهبود خواص مکانیکی به ایجاد فاز مولایت در دماهای بالا تفجوشی نسبت داده می شود.

#### مراجع

- [1] H. Ma, G. Wei, Y. Liu, X. Zhang, J. Gao, F. Huang, B. Tan, Z. Song, J. Qiao, "Effect of elastomeric nanoparticles on properties of phenolic resin," *Polymer*, 2005, 46, 10568-10573.
- [2] P. Narute, G.R. Rao, S. Misra, A. Palanisamy, "Modification of cottonseed oil for amine cured epoxy resin:



- Studies on thermo-mechanical, physico-chemical, morphological and antimicrobial properties," *Progress in Organic Coatings*, 2015, 88, 316-324.
- [3] A. Książczak, H. Boniuk, S. Cudziło, "Thermal decomposition of PTFE in the presence of silicon, calcium silicide, ferrosilicon and iron," *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 2003, 74(2), 569-574.
- [4] K. Sokolowski, A. Fraczek-Szczypta, J. Tomala, S. Blazewicz, "Organosilicon resin-based carbon/ceramic polygranular composites with improved oxidation resistance," *Korean Journal of Chemical Engineering*, 2018, 35(6), 1354-1364.
- [5] J. Zhang, R. Luo, M. Jiang, Q. Xiang, J. Li, "The preparation and performance of a novel room-temperature-cured heat-resistant adhesive for ceramic bonding," *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(6), 2952-2959.
- [6] Y. Wang, "Synthesis and formation of hierarchical mesoporous silica network in acidic aqueous solutions of sodium silicate and cationic surfactant," *Colloid journal*, 2010, 72(6), 737-742.
- [7] Y. Chen, X. Wang, C. Yu, J. Ding, C., Deng, H. Zhu, "Properties of inorganic high-temperature adhesive for high-temperature furnace connection," *Ceramics International*, 2019, 45(7), 8684-8689.
- [8] M. Wang, J. Liu, H. Du, A. Guo, X. Tao, X. Dong, H. Geng, "A SiC whisker reinforced high-temperature resistant phosphate adhesive for bonding carbon/carbon composites," *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 633, 145-152.
- [9] M. Wang, K. Li, R. Lu, Z. Feng, T. Wei, Q. Zhou, W. Zhai, "Advanced high-temperature resistant (RT-1000°C) aluminum phosphate-based adhesive for titanium superalloys in extreme environments," *Ceramics International*, 2021, 47(23), 32988-33001.
- [10] L. Sui, C. Yin, X. Li, P. Chen, B. Zhu, "Preparation of a modified phosphate-based adhesive and its hot bonding performance on 316L stainless steel," *Ceramics International*, 2021, 47(11), 15585-15593.
- [11] Z. Liu, Q. Sun, Y. Song, J. Yang, X. Chen, X. Wang, Z. Jiang, "Enhancing the shear strength and oxidation resistance of aluminum-chromium phosphate heat-dissipating coatings by the introduction of a micro arc oxidation transition layer," *Surface and Coatings Technology*, 2018, 356, 56-63.
- [12] M. Wang, Q., Song, Y. Gu, C. Wu, J. Liu, X. Zhou, M. Du, "Multiple high-temperature resistant phases modified phosphate-based adhesive for engineering ceramic connection in extreme environment," *Ceramics International*, 2019, 45(1), 516-521.
- [13] M. Wang, J. Zhang, Q. Zhou, Z. Li, "Effect of Al: P ratio on bonding performance of high-temperature resistant aluminum phosphate adhesive," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2020, 100, 102627.
- [14] C.C. Hernandez, F.F. Ferreira, D.S. Rosa, "X-ray powder diffraction and other analyses of cellulose nanocrystals obtained from corn straw by chemical treatments," *Carbohydrate polymers*, 2018, 193, 39-44.
- [15] X. Ju, M. Bowden, E.E. Brown, X. Zhang, "An improved X-ray diffraction method for cellulose crystallinity measurement," *Carbohydrate polymers*, 2015, 123, 476-481.
- [16] B. Zhao, Z. Li, Y. Zhu, "Effect of mullite particles on the mechanical strength and chemical durability of vitrified CBN composites," *Composites Part B: Engineering*, 2013, 54, 265-268.
- [17] K. Cui, Y. Zhang, T. Fu, J. Wang, X. Zhang, "Toughening mechanism of mullite matrix composites: a review," *Coatings*, 2020, 10(7), 672.





# Effect of Firing Temperature on the Properties of Inorganic High Temperature Phosphate Adhesive

Mohammad Baba Mohammadi Esfandabadi, Mohammad Reza Nilfroushan\*, Hajar Ahmadimoghadam

Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Shahrekord University, Shahrekord

\* m.r.nilfroushan@gmail.com

**Abstract:** High-temperature adhesives are considered for high-temperature applications such as the refractory industry. In this research, inorganic high-temperature phosphate-based adhesive was prepared using alumina and micro silica as the main raw materials and monoaluminum phosphate as a binder. The effect of firing temperature on the properties of the adhesive including phases, microstructure, compressive strength and shear strength was investigated. For this purpose, adhesive samples were fired at three temperatures of 1200, 1300, and 1430°C for 3 hours. At a firing temperature of 1200°C, corundum and cristobalite phases were detected and by increasing the firing temperature, the mullite phase was detected in the adhesive. The compressive strength and shear strength of the adhesive improved significantly with increasing firing temperature, so that with increasing temperature from 1200°C to 1430°C, the compressive strength increased from 56 to 239 MPa and the shear strength increased from 1.8 to 6.2 MPa. The increase in the mechanical properties of the adhesive at higher firing temperatures is attributed to the presence of the mullite phase.

**Keywords:** High temperature adhesive, Phosphate, Microstructure, Compressive strength, Shear strength.