



ساخت شیشه‌سرامیک کوردیریت با استفاده از رزین سیلیکونی و بررسی خواص مکانیکی آن

حمیدرضا زارعی^{۱*}، لقمان نمکی قره‌ناو^۲، اکبر چراغی^۱

^۱مرکز تحصیلات تکمیلی، دانشگاه هوایی شهید ستاری، تهران، تهران، ایران

^۲دانشکده مهندسی شیمی و مواد، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، سمنان، ایران

چکیده کوردیریت ($2\text{MgO}, 2\text{Al}_2\text{O}_3, 5\text{SiO}_2$)، یکی از ترکیبات موجود در دی‌اکسید سیلیکون-آلومینا-اکسید منگنز ($\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) است که دارای خواصی همچون ثابت دی‌الکتریک و تانژانت اتلاف پایین، ضریب انبساط حرارتی بسیار کم،

دیرگدازی و پایداری شیمیایی و مکانیکی مناسب هستند. در این پژوهش، α -کوردیریت با استفاده از روش واکنش حالت جامد پودرهای اکسیدی (اکسید آلومینیوم، اکسید منیزیم و اکسید سیلیسیوم) و رزین سیلیکونی MK، سنتز شد. جهت فازبندی نمونه‌های سنتز شده، آزمون پراش اشعه ایکس انجام گرفت و نشان داد که α -کوردیریت در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس تشکیل می‌شود. با انجام آزمون ریزسختی سنجی، مشاهده شد که سختی α -کوردیریت سنتز شده برابر با ۱۲/۳۵ گیگاپاسکال است. آزمون خمش سه نقطه‌ای نیز به منظور بررسی استحکام خمشی صورت گرفت و استحکام خمشی $62 \pm 3/6$ مگاپاسکال به دست آمد. همچنین ثابت دی‌الکتریک $3/18-3/22$ (در محدوده فرکانس ۱۲-۸ گیگاهرتز) و تانژانت تلفات $0/001-0/005$ برای α -کوردیریت سنتز شده، به دست آمد.

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۸/۰۷/۲۹

دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۷/۰۴

پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۰۸/۲۱

کلیدواژه‌ها:

کوردیریت،

واکنش حالت جامد،

رزین سیلیکونی،

خواص مکانیکی

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.204979.1051>

URL: http://www.jamt.ir/article_119280.html

JAMT: Vol. 9, No. 2, (Summer 2020), 63-71

Fabrication of Cordierite Glass Ceramic with the Use of Silicone Resin and Investigating Its Mechanical Properties

Hamid Reza Zareie^{1*}, Loghman Namaki Gharenav², Akbar Cheraghi¹

¹ Graduate Center, Shahid Sattari Air University, Tehran, Tehran, Iran

² Department Chemical and Materials Engineering, Shahrood University of Technology, Shahrood, Semnan, Iran

Paper History:

Received: 2019-10-21

Revised in revised form: 2020-09-25

Accepted: 2020-11-11

Keywords:

Cordierite,

Solid State Reaction,

Silicon Resin,

Mechanical Properties

Abstract Cordierite ($2\text{MgO}, 2\text{Al}_2\text{O}_3, 5\text{SiO}_2$) is one of the compounds in the $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ triple diagram which they have properties such as low dielectric constant and loss tangent, very low thermal expansion coefficient, refractory and suitable chemical and mechanical stability. In this study, α -cordierite was synthesized using the solid state reaction method of oxide powders (aluminum oxide, magnesium oxide and silicon oxide) and MK silicone resin. To investigate the synthesized samples, X-ray diffraction test was performed and showed that α -cordierite is formed at the temperature of 1400 °C. By performing the micro hardness test, it was observed that the hardness of the synthesized α -cordierite is equal to 12.35 GPa. Three-point bending test was performed to evaluate the flexural strength and the flexural strength was 62 ± 3.6 MPa. Also, the dielectric constant of 3.18-3.22 (in the frequency range of 8-12 GHz) and the loss tangent of 0.001-0.005 were obtained for the synthesized α -cordierite.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.204979.1051>

URL: http://www.jamt.ir/article_119280.html

*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، تهران، تهران، دانشگاه هوایی شهید ستاری، مرکز تحصیلات تکمیلی، تلفن: ۰۲۱-۶۴۰۳۲۱۷۳، دورنگار: -

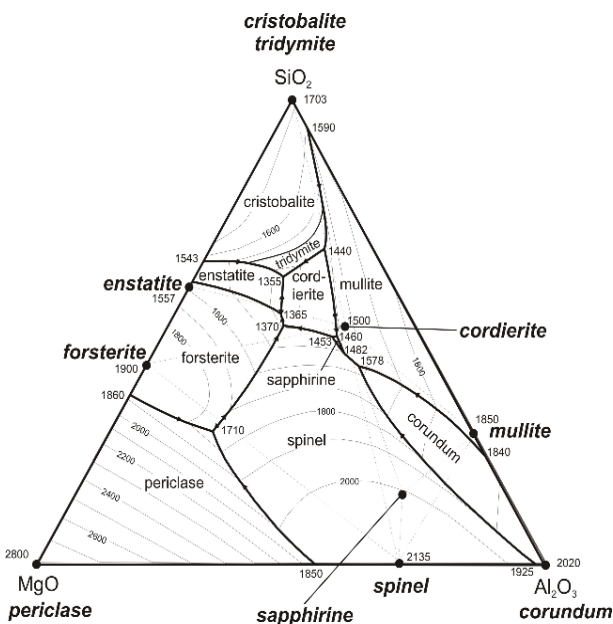
پیام نگار: Zarei@ssau.ac.ir

Please cite this article as: Zareie, H. R., Namaki Gharenav, L., Cheraghi, A., "Fabrication of cordierite glass ceramic with the use of silicone resin and investigating its mechanical properties", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 9, No. 2, (2020), 63-71. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.204979.1051>).



۱- مقدمه

در دمای پایین، (μ) با ساختار رومبوهدرال که فقط تحت شرایط خاص (نگهداری در دمای بین ۸۰۰ تا ۹۰۰ درجه سلسیوس و طی زمان بسیار طولانی) می‌توان آن را سنتز کرد و یک فاز پایدار با ساختار هگزاگونال در دمای بالا؛ آلفا (α)؛ که می‌تواند توسط واکنش حالت جامد در دمای ۱۳۰۰ تا ۱۴۶۰ درجه سلسیوس یا با کریستال‌شدن شیشه به دست آید [۱۳] و [۱۴].



شکل ۱. نمودار تعادل فاز $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ [۱۳]

با توجه به این‌که کانی‌های طبیعی کوردیریت، کم هستند و یا به اندازه کافی خالص نیستند، کوردیریت باید سنتز شود. برخی از فرآیندهای معمول برای سنتز کوردیریت، ریخته‌گری، سل-ژل، هم‌رسوبی، تف‌جوشی به‌وسیله پلاسما و واکنش حالت جامد است [۱۵ و ۱۶]. سنتز به روش حالت جامد، به دلیل همگن بودن ساختار، خلوص بالای فاز سنتز شده، ساخت مستقیم قطعه حجیم^۶، تولید قطعات با شکل-های پیچیده و قیمت پایین، نسبت به دیگر روش‌های سنتز، بیشترین کاربرد را دارد.

در حالت کلی برای سنتز کوردیریت به روش حالت-جامد، سه روش وجود دارد:

۱. ترکیبات ساده مانند اکسیدها، هیدروکسیدها و کربنات‌ها.

کوردیریت با فرمول $(Mg,Fe)_2Al_3(Si_5AlO_{18})$ دارای ساختار اورتورومبیک با ابعاد سلولی $a=17.079 \text{ \AA}$ ، $b=9.730 \text{ \AA}$ و $c=9.356 \text{ \AA}$ می‌باشد. کوردیریت معدنی دارای زجاجیت شیشه‌ای، سختی ۷ تا ۷/۵ موس و چگالی ۲/۶ تا 2.6 g.cm^{-3} است که اولین بار توسط یک زمین‌شناس فرانسوی به نام لوییز کوردیر^۱ کشف شد [۱، ۲].

برای اولین بار در سال ۱۹۱۸ ترکیب کوردیریت با فرمول شیمیایی $2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$ در سیستم سه‌تایی $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ (شکل ۱) توسط رنکین^۲ و مروین^۳ سنتز شد و به ثبت رسید [۳].

با توجه به اینکه شیشه‌سرامیک کوردیریتی دارای خواصی مانند ضریب تلفات کم، ضریب انبساط حرارتی بسیار پایین (در دمای ۲۵ تا ۱۰۰۰ درجه سلسیوس، $\alpha=0.7 \times 10^{-6}$ ، ثابت دی‌الکتریک پایین (در یک مگاهرتز $\epsilon_r \approx 4$)، دیرگدازی و پایداری شیمیایی و مکانیکی مناسب با دمای ذوب نامتجانس ۱۴۶۰ درجه سلسیوس است، مهم‌ترین فاز در دیگرام سه‌تایی $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ به شمار می‌رود. همچنین این ویژگی‌ها، کوردیریت را به یک گزینه عالی برای بسیاری از کاربردهای صنعتی تبدیل کرده است [۴-۷].

کوردیریت در کوره‌های صنعتی و تجهیزات مورد نیاز کوره‌ها، مبدل‌های حرارتی مورد استفاده در توربین‌های گازی، ظروف مقاوم به شوک حرارتی، پرکننده‌های نسوز، پشتیبانی کاتالیست‌ها، الکتروسرامیک‌ها، سرامیک‌های متخلخل، زیرلایه‌های مدارات مجتمع در کنترل‌گرها، پوشش‌های دیرگداز بر روی زیرلایه‌های فلزی، ساخت سدهای نوری و الکتریکی در صفحات نمایشگر پلاسما، ساخت پایه کاتالیست‌ها، فناوری کاربرد دماپایین (LTCC)^۴، بدنه تراشه‌های القاگر چندلایه و در صنایع نظامی به‌عنوان رادم مورد استفاده قرار می‌گیرد [۸-۱۲]. کوردیریت در سه حالت چندشکلی^۵ وجود دارد، یک فاز پایدار در دمای پایین، بتا (β) با ساختار اورتورومبیک که در دمای زیر ۹۵۰ درجه سلسیوس پایدار است، یک فاز نیمه‌پایدار

^۱ Luize Cordierite

^۲ Rankin

^۳ Mervin

^۴ Low Temperature Co-Fired Ceramic

^۵ Polymorph

^۶ Bulk

سیلیسیوم با نسبت مولی ۲:۲:۵ تشکیل شده است، که با تبدیل کردن نسبت مولی هر جزء به جرم مولی و تقسیم کردن جرم مولی به دست آمده برای هر جزء به کل جرم مولی، درصد وزنی هر جزء به دست آمد. درصد وزنی اجزا، در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱. درصد وزنی اجزای تشکیل دهنده کوردیریت

جزء	درصد وزنی
اکسید منیزیم	۱۳/۸
اکسید آلومینیوم	۳۴/۹
اکسید سیلیسیوم	۵۱/۳

از آنجاکه بخشی از اکسید سیلیسیوم ترکیب، از MK تأمین می‌شود؛ طبق بروشور شرکت ارائه دهنده، MK پس از تجزیه در دمای بالای ۳۵۰ درجه سلسیوس دارای ۸۴ درصد وزنی اکسید سیلیسیوم و ۱۶ درصد وزنی اجزای تجزیه‌شونده است. پس برای تأمین اکسید سیلیسیوم مورد نیاز و رسیدن به ترکیب استوکیومتری کوردیریت، مقدار اجزایی که در MK تجزیه می‌شود، در محاسبات لحاظ شد.

برای جلوگیری از ترک نمونه، باید درصد وزنی MK در ترکیب به حالت بهینه برسد. برای این کار، ترکیب‌هایی با درصدهای مختلفی از MK ساخته شد. زمانی که درصد وزنی MK و در نتیجه، مقدار اکسید سیلیسیوم کم می‌شود، برای رسیدن به استوکیومتری و جبران کمبود این جزء از ترکیب، از پودر نانوذرات اکسید سیلیسیوم با درصد وزنی مشخص استفاده شد. درصد وزنی این ترکیب‌ها در جدول ۲ آورده شده است.

پودرهای ترکیب‌شده نسبت به درصد وزنی MK، نام‌گذاری شدند (جدول ۳)، تا نمونه‌ها در مراحل بعد به آسانی بررسی شوند.

ابتدا پودر MK با همزن مغناطیسی در ایزوپروپیل الکل به مدت ۱۰ دقیقه حل شد. پودرهای اکسید آلومینیوم، اکسید منیزیم و اکسید سیلیسیوم نیز به محلول اضافه و به مدت ۲۰ دقیقه با همان شرایط همگن شد (نسبت وزنی ایزوپروپیل الکل به کل پودرها ۷:۱ بود). سپس به منظور حذف حلال، سوسپانسیون به دست آمده به مدت ۶ ساعت در داخل آون در

۲. ترکیبات دوگانه مانند رس، تالک، سپولیت، اسپینل، مولایت و فروستیت.

۳. ترکیبات سه‌گانه مانند کلریدها.

از این میان، ترکیبات ساده (به‌خصوص اکسیدی‌ها) به دلیل خلوص بالای فاز سنتز شده نهایی، بیشترین اهمیت را برای کاربردهای دی‌الکتریک، ضریب انبساط حرارتی، مقاومت در محیط‌های شیمیایی و مقاومت مکانیکی دمابالا، دارند [۱۷].

یک چالش در سنتز α -کوردیریت، تبدیل فاز β و μ به فاز α با افزایش درجه حرارت است. این تبدیل فاز با کاهش حجم زیادی همراه است، در نتیجه درصد تخلخل افزایش پیدا می‌کند [۱۴]. برای جلوگیری از بیشتر شدن درصد تخلخل باید از چسبی با حجم کمتر و استحکام خام بیشتر استفاده کرد تا تخلخل‌های ناشی از تجزیه چسب، به حداقل برسد. برای این منظور، رزین‌های سیلیکونی انتخاب مناسبی هستند. پلیمرهای پیش‌سرامیکی^۱ یا رزین‌های سیلیکونی، پلیمرهایی هستند که در اثر حرارت دیدن، به سرامیک تبدیل می‌شوند و برای تولید سرامیک‌های پیشرفته، مورد استفاده قرار می‌گیرند. یکی از مزایای اصلی رزین‌های سیلیکونی، امکان ترکیب، سنتز و شکل‌گیری آسان‌تر سرامیک‌ها است. اجزاء پلیمر می‌توانند در مراحل اولیه روش‌های معمول شکل‌دهی (شکل‌دهی چرخشی، قالب‌گیری تزریقی، پرس گرم و اکستروژن)، به شکل‌دهی قطعه خام مورد نظر کمک کنند. رویکرد استفاده از رزین‌ها در ترکیبات سرامیکی گسترش یافته و در مواد نسوز، پوشش‌های حرارتی، سرامیک زیست‌فعال و مواد فلورسنت، به طور گسترده استفاده می‌شوند [۱۸].

۲- مواد و روش تحقیق

در این پروژه از پودرهای اکسیدی برای تأمین اجزای تشکیل دهنده کوردیریت استفاده شد. برای این منظور از پودر صنعتی اکسید آلومینیوم و اکسید منیزیم با ابعاد میکرو، پودر نانوذرات اکسید سیلیسیوم همراه با رزین سیلیکونی MK به‌عنوان تأمین‌کننده بخشی از اکسید سیلیسیوم و حلال ایزوپروپیل الکل استفاده شد.

کوردیریت از سه جزء اکسیدهای آلومینیوم، منیزیم و

^۱ Preceramic Polymers

به منظور حذف اجزای رزین؛ نمونه‌ها ابتدا در دمای 800 درجه سلسیوس با نرخ گرمایش 5 درجه سلسیوس بر دقیقه به مدت 2 ساعت، داخل کوره حرارت داده شدند (با توجه به مشخصات رزین در بروشور شرکت سازنده، این ماده در دمای بالای 350 درجه سلسیوس شروع به تجزیه شدن می‌کند. پس به منظور اطمینان از تجزیه کامل رزین، دمای 800 درجه سلسیوس انتخاب شد). سپس با توجه به تشکیل فاز α -کوردریریت از دمای 1300، 1350 و 1400 درجه سلسیوس، نمونه‌ها در دماهای مختلف 1300، 1350 و 1400 درجه سلسیوس با نرخ گرمایش 7 درجه سلسیوس بر دقیقه به مدت 2 ساعت تفجوشی شدند.

جدول 3. کدبندی نمونه‌ها

کد	ترکیب درصد وزنی
M10	100 درصد وزنی MK
M8	20 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 80 درصد وزنی MK
M5	50 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 50 درصد وزنی MK
M3	70 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 30 درصد وزنی MK
M1	90 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 10 درصد وزنی MK

پس از تفجوشی، چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس تعیین و سپس تخلخل نمونه‌ها محاسبه شد. آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) جهت فازبندی با استفاده از دستگاه D8-Advance Bruker Cu K α 1 ($\lambda = 0.15406$ nm) انجام شد. آزمون ریزسختی‌سنجی به منظور بررسی سختی فاز سنتز شده، با استفاده از دستگاه koopa مدل میکروسکوپ نوری و بر اساس استاندارد ASTM C1327-15 انجام شد. جهت بررسی استحکام خمشی نمونه‌ها، آزمون خمش سه‌نقطه‌ای بر اساس استاندارد ASTM C1161-13 انجام شد. جدول 4، ابعاد نمونه‌هایی که باید طبق این استاندارد ساخته شوند و سرعت حرکت سنبه بر اساس اندازه نمونه را نشان می‌دهد. برای انجام این آزمون، ابعاد نمونه استاندارد نوع A انتخاب شد.

دمای 60 درجه سلسیوس قرار گرفت. سپس ترکیب خشک شده که به دلیل وجود رزین به هم چسبیده بود، همراه با گلوله‌های آلومینایی به نسبت 1:4 درون کاپ تفلونی در آسیاب سیاره‌ای با سرعت 300 دور در دقیقه به مدت 30 دقیقه، آسیاب و پودر شد.

جدول 2. درصد وزنی اجزا بر اساس تغییر درصد وزنی MK

جزء	درصد وزنی
100 درصد وزنی MK	
اکسید منیزیم	12/5
اکسید آلومینیوم	31/6
MK	55/88
20 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 80 درصد وزنی MK	
اکسید منیزیم	12/81
اکسید آلومینیوم	32/37
MK	45/31
اکسید سیلیسیوم	9/51
50 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 50 درصد وزنی MK	
اکسید منیزیم	13/16
اکسید آلومینیوم	33/28
MK	29/10
اکسید سیلیسیوم	24/46
70 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 30 درصد وزنی MK	
اکسید منیزیم	13/40
اکسید آلومینیوم	33/90
MK	17/80
اکسید سیلیسیوم	34/90
90 درصد وزنی اکسید سیلیسیوم + 10 درصد وزنی MK	
اکسید منیزیم	13/67
اکسید آلومینیوم	34/57
MK	6/04
اکسید سیلیسیوم	45/72

برای ساخت نمونه‌های قرصی شکل به قطر 10 میلی متر، پودر آسیاب شده با دستگاه پرس تک‌محوره هیدرولیک و با فشار 100 مگاپاسکال در قالب فلزی شکل داده شد. سپس

۳-۱- درصد وزنی بهینه پودر MK

شکل ۳، تصویر نمونه ترک خورده M10 بعد از تف-جوشی را نشان می‌دهد. این ترک‌ها که بر اثر تجزیه رزین در دمای بالا به وجود آمده، به دلیل ویژگی شیمیایی رزین است که این ویژگی‌ها برای هر رزین، منحصر به فرد و کاملاً متفاوت است.



شکل ۳. تصویر نمونه M10 پس از تف‌جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

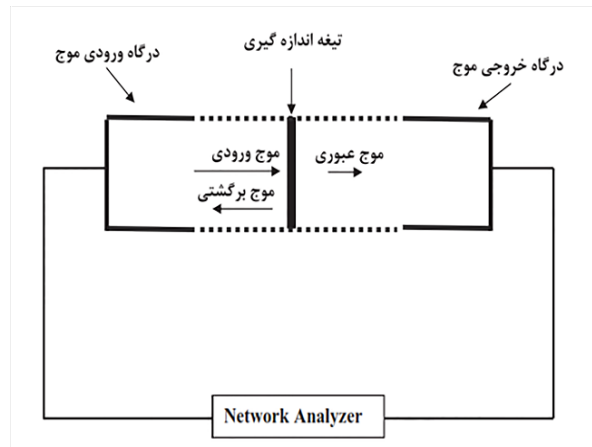
بر اثر تجزیه رزین MK، فشار گاز بالایی تولید می‌شود و چون این تجزیه، در دمایی رخ می‌دهد که قطعه هنوز تف-جوشی نشده و استحکامی ندارد، پس این فشار گاز بالا به راحتی می‌تواند باعث ترک خوردن نمونه شود [۱۹]. از طرفی، در دماهای بالا که فاز β و μ به فاز α تبدیل می‌شوند، این تبدیل فاز با کاهش حجم همراه است [۱۴] و به تشدید شدن ترک‌ها کمک کرده، در نتیجه منجر به شکسته شدن نمونه و جلوگیری از چگالش آن می‌شود. پس برای حذف ترک‌ها، باید درصد وزنی رزین به گونه‌ای کم شود که استحکام خام نمونه نیز تأمین شود. برای این منظور، ابتدا نمونه‌های M8، M5، M3 و M1 در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت پیش‌تف‌جوشی شدند. مشاهده شد که در مرحله پیش-تف‌جوشی، با کاهش درصد وزنی رزین، ترک‌های نمونه نیز کاهش یافته است به طوری که نمونه M1 فاقد ترک است (شکل ۴). پس ترکیب نمونه M1 با ۹۰ درصد وزنی اکسید سیلیسیوم و ۱۰ درصد وزنی MK به عنوان ترکیب بهینه انتخاب شد.

جدول ۴. اندازه نمونه و سرعت سنبه در آزمون خمش سرامیک‌ها

بر اساس استاندارد ASTM C1161-13

نمونه	عرض mm	ضخامت mm	حداقل طول mm	سرعت حرکت سنبه mm.min ⁻¹
A	۲	۱/۵	۲۵	۰/۲
B	۴	۳	۴۵	۰/۵
C	۸	۶	۹۰	۱

به منظور اندازه‌گیری ثابت دی‌الکتریک نمونه سنتز شده، از سیستم اندازه‌گیری نشان داده شده در شکل ۲ استفاده شد. در این روش، امواج با فرکانس ۱۱-۱۲/۵ گیگاهرتز به نمونه تابیده شد و از آنالیز بخش برگشتی و عبوری موج، ثابت دی‌الکتریک اندازه‌گیری شد.



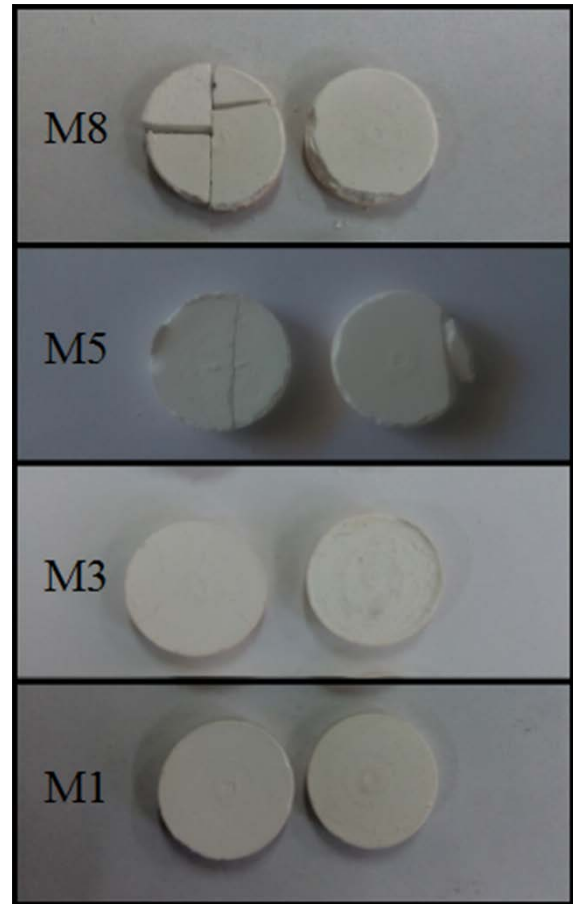
شکل ۲. طرحواره دستگاه اندازه‌گیری ثابت دی‌الکتریک

برای آماده‌سازی نمونه‌های آزمون خمش سه نقطه‌ای و ثابت دی‌الکتریک، ابتدا با دستگاه پرس تک‌محوره و فشار ۱۰۰ مگاپاسکال، قرص‌هایی به قطر ۵۰ میلی‌متر، شکل داده شد و پس از تف‌جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، با دستگاه میکروکاتر به اندازه‌های مورد نظر برش داده شد. سپس با دستگاه سنباده‌زنی، ابعاد و سطح نمونه‌ها طبق استاندارد، آماده شد.

۳- نتایج و بحث

در این بخش ابتدا تأثیر تغییر درصد وزنی پودر MK در ترکیب و سپس نتایج آزمون‌های انجام شده بررسی می‌شود.

نتایج آزمون XRD نمونه‌های تفجوشی شده در سه دمای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به همراه تفسیر پیک‌ها، به ترتیب در شکل‌های ۵ تا ۷ آورده شده است. نتایج نشان می‌دهد که در هر سه نمونه، α -کوردیریت همراه با کریستوبالیت تشکیل شده است، اما با افزایش دمای تفجوشی، شدت پیک‌های مربوط به کریستوبالیت کاهش و شدت پیک‌های مربوط به α -کوردیریت افزایش یافته است (شدت پیک‌ها با درصد فاز تشکیل شده، رابطه مستقیم دارند). با توجه به پراش به دست آمده از نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، یک پیک در زاویه 2θ به $21/74^\circ$ وجود آمده که در الگوی مرجع α -کوردیریت و کریستوبالیت نیز در حدود آن زاویه، یک پیک وجود دارد. (در الگوی مرجع کریستوبالیت، یک پیک در زاویه $21/86^\circ$ و در الگوی مرجع α -کوردیریت، یک پیک در زاویه $21/72^\circ$) و نظر به این که پیک‌های به وجود آمده در آزمون XRD، بر اساس تفرق سازنده است، پس شدت این پیک، حاصل جمع تفرق سازنده صفحات مشابه در α -کوردیریت و کریستوبالیت است؛ یعنی قسمتی از شدت این پیک مربوط به α -کوردیریت و قسمتی از آن مربوط به کریستوبالیت است. از طرفی همان‌گونه که در شکل ۸ مشاهده می‌شود، پیک به وجود آمده نزدیک‌تر به پیک α -کوردیریت است. در نتیجه فاز غالب در نمونه تفجوشی شده، فاز α -کوردیریت است.



شکل ۴. تصویر نمونه‌ها پس از پیش تفجوشی

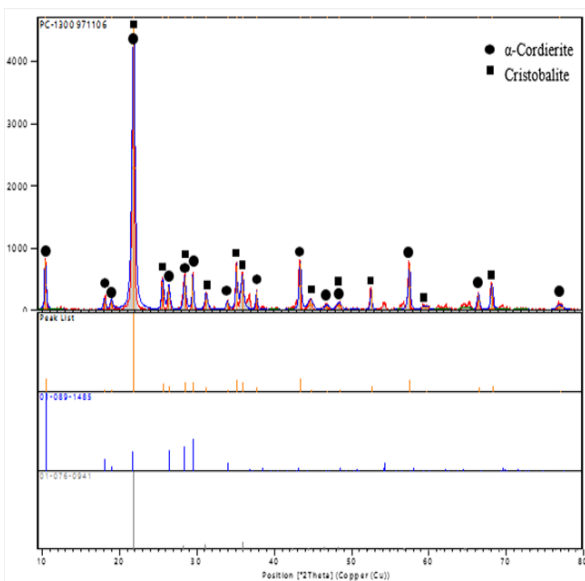
۲-۳- نتایج چگالی و تخلخل

جدول ۵، نتایج چگالی (به روش ارشمیدس) و تخلخل نمونه‌های تفجوشی شده را در سه دمای ۱۳۰۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ درجه سلسیوس نشان می‌دهد.

جدول ۵. نتایج چگالی و تخلخل نمونه‌های تفجوشی شده

دمای تفجوشی (°C)	چگالی (g.cm ⁻³)	تخلخل (درصد وزنی)
۱۳۰۰	۱/۶۶	۳۷
۱۳۵۰	۱/۸۳	۳۱
۱۴۰۰	۲/۰۵	۲۲

با توجه به نتایج به دست آمده، ثابت شد که با افزایش دمای تفجوشی، چگالی افزایش و درصد تخلخل کاهش می‌یابد.



شکل ۵. پراش اشعه ایکس و تفسیر پیک‌های نمونه تفجوشی شده

در دمای ۱۳۰۰ درجه سلسیوس

۳-۳- نتایج آزمون پراش اشعه ایکس (XRD)

بر اساس نتایج به دست آمده از آزمون XRD، نمونه M1 تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، دارای بیشترین درصد فاز α -کوردیریت است (با توجه به مقالات و منابع دیگر، دمای بالاتر، باعث خمیری شدن و ذوب نمونه می-شود). به همین دلیل، این نمونه برای انجام آزمون ریزسختی-سنجی، خمش سه نقطه ای و ثابت دی الکتریک انتخاب شد.

۳-۴- نتایج آزمون ریزسختی سنجی

نتایج به دست آمده از این آزمون، در جدول ۶ آورده شده است. بر اساس این نتایج، متوسط سختی به دست آمده برابر با $1235/38 \text{ kg.mm}^{-2}$ (۱۲/۳۵ مگاپاسکال) است.

جدول ۶. نتایج به دست آمده از آزمون ریزسختی سنجی نمونه M1

تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

شماره	d ₁ (μm)	d ₂ (μm)	قطر متوسط (μm)	عمق اثر (μm)	نیرو (kg)	سختی
۱	۲۱	۲۱/۵	۲۱/۳	۴/۳	۰/۳	۱۲۳۲
۲	۲۱/۸	۲۱/۳	۲۱/۶	۴/۴	۰/۳	۱۱۹۷/۹
۳	۲۱/۱	۲۱/۲	۲۱/۲	۴/۳	۰/۳	۱۲۴۳/۷
۴	۲۱/۱	۲۱/۳	۲۱/۲	۴/۳	۰/۳	۱۲۳۷/۸
۵	۲۱	۲۰/۹	۲۱	۴/۲	۰/۳	۱۲۶۷/۵

کوردیریت معدنی دارای سختی ۷ تا ۷/۵ موس است. با تبدیل سختی موس به ویکرز، سختی کوردیریت معدنی معادل ۱۱۶۰ تا 1360 kg.mm^{-2} (۱۱/۶ تا ۱۳/۶ گیگاپاسکال) خواهد شد. پس همان طور که مشاهده می شود، میزان سختی به دست آمده، در محدوده سختی کوردیریت معدنی قرار دارد.

۳-۵- نتایج آزمون خمش

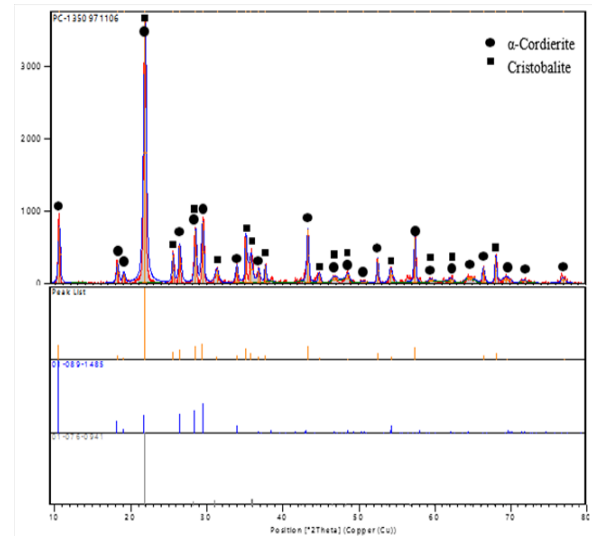
برای به دست آوردن استحکام خمشی نمونه ها، با توجه به استاندارد ASTM C1161-13، از فرمول زیر استفاده می شود.

$$S = \frac{3PL}{2bd^2}$$

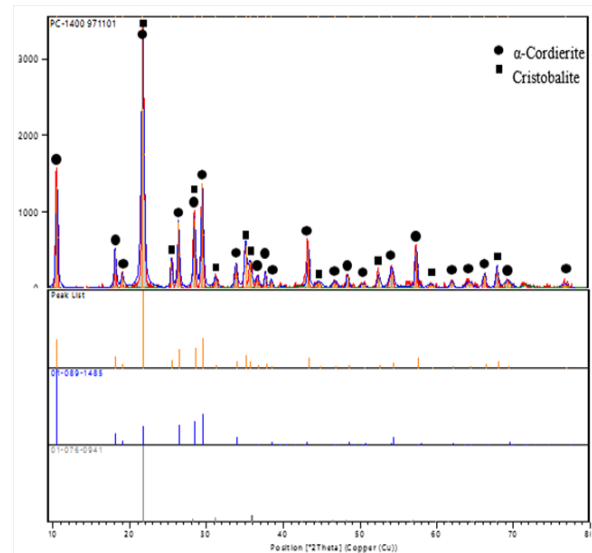
که در آن:

S = استحکام (MPa)

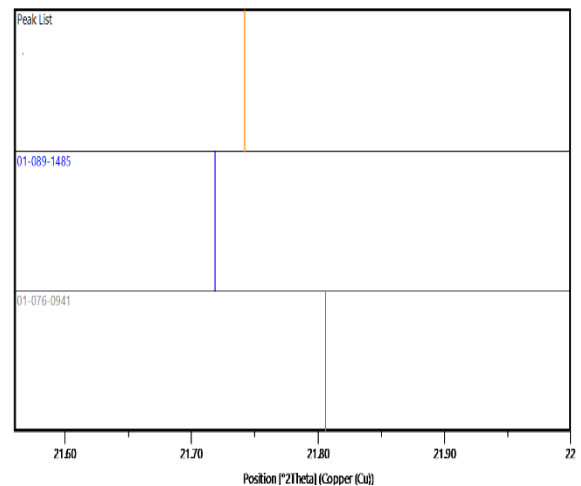
P = نیروی شکست (N)



شکل ۶. پراش اشعه ایکس و تفسیر پیک های نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۳۵۰ درجه سلسیوس



شکل ۷. پراش اشعه ایکس و تفسیر پیک های نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس



شکل ۸. تصویر بزرگ شده پراش اشعه ایکس زاویه ۲۲-۲۱/۶

به دست آمده، α -کوردیریت سنتز شده برای ساخت قطعاتی که در کاربردهای فرکانس بالا مورد استفاده قرار می گیرند و باید دارای ثابت دی الکتریک پایین باشند، ایده آل است [۱۰، ۲۲].

۴- نتیجه گیری

۱. در این پژوهش، از روش سنتز حالت جامد با استفاده از پودر اکسید آلومینیوم، اکسید منیزیم و رزین سیلیکونی MK، به طور موفقیت آمیزی برای سنتز α -کوردیریت استفاده شد.

۲. درصد وزنی بهینه پودر MK، به صورتی که از ترک خوردن نمونه در مرحله تفجوشی جلوگیری کند، استحکام خام مطلوب حاصل شود و منجر به سنتز α -کوردیریت شود، به دست آمد؛ که برابر با ۱۰ درصد وزنی مقدار اکسید سیلیسیوم مورد نیاز در سیستم و یا ۶ درصد وزنی کل بود.

۳. بررسی آزمون پراش اشعه ایکس نشان داد که در دمای ۱۳۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت، α -کوردیریت سنتز شد و با افزایش دمای تفجوشی، مقدار α -کوردیریت افزایش یافت.

۴. سختی α -کوردیریت سنتز شده برابر با ۱۲/۳۵ گیگاپاسکال بود که در محدوده سختی کوردیریت معدنی (۱۱/۶ تا ۱۳/۶ گیگاپاسکال) قرار داشت و سختی بالایی به حساب می آید.

۵. استحکام خمشی $62 \pm 3/6$ مگاپاسکال برای α -کوردیریت سنتز شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به دست آمد؛ که در مقایسه با موارد مشابه، از استحکام بالاتری برخوردار بود.

۶. α -کوردیریت سنتز شده دارای ثابت دی الکتریک ۳/۲۲-۳/۱۸ در محدوده فرکانس ۱۱-۱۲/۵ گیگاهرتز و تانژانت اتلاف دی الکتریک ۰/۰۰۱-۰/۰۰۵ بود که نشان می دهد این نمونه سنتز شده، برای قطعاتی که در فرکانس بالا مورد استفاده قرار می گیرند و باید دارای ثابت دی الکتریک پایین باشند، ایده آل است.

۵- سپاسگزاری

طول نگه دارنده $L = (\text{mm})$

عرض نمونه $b = (\text{mm})$

ضخامت نمونه $d = (\text{mm})$

مقادیر نیروی شکست و استحکام خمشی به دست آمده از ۱۰ بار آزمون (تعداد نمونه های آزمون ها بر اساس استاندارد مربوطه) برای نمونه های تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس در جدول ۷ آورده شده است.

جدول ۷. نتایج به دست آمده از آزمون خمش سه نقطه α -کوردیریت تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

نمونه	نیروی شکست (gr)	استحکام خمشی (MPa)
۱	۹۰۱	۶۰/۰۶
۲	۸۹۰	۵۹/۳۳
۳	۸۴۰	۵۶
۴	۹۳۹	۶۲/۶
۵	۹۶۵	۶۴/۳۳
۶	۹۹۴	۶۶/۲۶
۷	۸۷۰	۵۸
۸	۹۶۱	۶۴/۰۶
۹	۱۰۰۷	۶۷/۱۳
۱۰	۹۳۵	۶۲/۳۳

بر اساس این نتایج، متوسط استحکام خمشی به دست آمده، ۶۲ مگاپاسکال با انحراف معیار ۳/۶ است. در مقالات دیگر، مقدار استحکام خمشی به دست آمده برای α -کوردیریت سنتز شده بدون افزودنی، ۳۵ مگاپاسکال [۲۰] و ۵۵ مگاپاسکال [۲۱] گزارش شده است. دلیل بالابودن استحکام نمونه های تفجوشی شده نسبت به کارهای مشابه، استفاده از رزین سیلیکونی با اندازه ذرات نانو است.

۳-۶- نتایج آزمون ثابت دی الکتریک

نتایج آزمون ثابت دی الکتریک نمونه M1 تفجوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، نشان داد که نمونه در محدوده فرکانس ۱۱-۱۲/۵ گیگاهرتز، دارای ثابت دی الکتریک ۳/۱۸-۳/۲۲ و تانژانت اتلاف ۰/۰۰۱-۰/۰۰۵ است. با توجه به ثابت دی الکتریک و تانژانت اتلاف دی الکتریک پایین

microsystems", *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, Vol. 54, No. 2, (2006), 221-231. [http://www.ippt.pan.pl/~bulletin/\(54-2\)221.pdf](http://www.ippt.pan.pl/~bulletin/(54-2)221.pdf)

11. Cybulski, A., Mouljin, J. A., *Structured Catalysts and Reactors*, Second Edition, Taylor & Francis Group, (2005). <https://doi.org/10.1201/9781420028003>
12. da Silva, V. J., de Almeida, E. P., Gonçalves, W. P., da Nóbrega, R. B., de Araújo Neves, G., de Lucena Lira, H., de Menezes, R. R., de Lima Santana, L. N., "Mineralogical and dielectric properties of mullite and cordierite ceramics produced using wastes", *Ceramics International*, Vol. 45, No. 4, (2019), 4692-4699. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.11.161>
13. Zhang, L., *Foam and bulk cordierite ceramics: Preparation, characterization and modelling*, Master Thesis, Universidade de Aveiro, (2010). <https://ria.ua.pt/handle/10773/3526>
14. Benito, J. M., Turrillas, X., Cuello, G. J., De Aza, A. H., De Aza, S., Rodriguez, M. A., "Cordierite synthesis: A time-resolved neutron diffraction study", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 32, No. 2, (2012), 371-379. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.09.010>
15. González-Velasco, J. R., Ferret, R., Lopez-Fonseca, R., Gutiérrez-Ortiz, M. A., "Influence of particle size distribution of precursor oxides on the synthesis of cordierite by solid-state reaction", *Powder Technology*, (2005), Vol. 153, No. 1, 34-42. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2005.01.022>
16. Kuscer, D., Bantan, I., Hrovat, M., Malič, B., "The microstructure, coefficient of thermal expansion and flexural strength of cordierite ceramics prepared from alumina with different particle sizes", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 37, No. 2, (2017), 739-746. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.08.032>
17. Parciannelo, G., *Advanced ceramics from preceramic polymers and fillers*, Doctoral Dissertation, University of Padua, (2011). <http://paduaresearch.cab.unipd.it/4600/1/TESI.pdf>
18. Bernardo, E., Fiocco, L., Parciannelo, G., Storti, E., Colombo, P., "Advanced ceramics from preceramic polymers modified at the nano-scale: A review", *Materials*, Vol. 7, No. 3, (2014), 1927-1956. <https://doi.org/10.3390/ma7031927>
19. Parciannelo, G., Bernardo, E., Colombo, P., "Cordierite ceramics from silicone resins containing nano-sized oxide particle fillers", *Ceramics International*, Vol. 39, No. 8, (2013), 8893-8899. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.04.083>
20. Benhammou et al, A., "Influence of sintering temperature on the microstructural and mechanical properties of cordierite synthesized from andalusite and talc", *Materials Letters*, Vol. 172, (2016), 198-201. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.02.153>
21. Moradi, H., Salahi, E., Ebadzadeh, T., "Fabrication of cordierite-nanotube composite glass ceramics and evaluation of their mechanical properties", *Proceedings of 7th Iranian Ceramic Congress*, Shiraz, 28-29 April, (2009). (In Farsi). <https://civilica.com/doc/69908/>
22. Li, J., Wang, P., Jian, J., "Sol-emulsion-gel synthesis of cordierite ceramics for high-frequency multilayer chip inductors", *Ceramics International*, Vol. 32, No. 2, (2013), 1038-1048. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.07.017>

از همکاری صمیمانه همه اساتید بزرگوار دانشگاه

هوایی شهید ستاری که من را در تهیه این مقاله یاری نمودند،

صمیمانه تشکر می نمایم.

مراجع

1. Chowdhury, A., Maitra, S., Das, H. S., Sen, A., Samanta, G. K., Datta, P., "Synthesis, properties and applications of cordierite ceramics, Part 2", *InterCeram: International Ceramic Review*, Vol. 56, No. 2, (2007), 98-102. https://www.researchgate.net/publication/270448462_Synthesis_properties_and_applications_of_cordierite_ceramics
2. Kumar, M. S., Perumal, A. E., Vijayaram, T. R., "Synthesis, characterization and sintering behavior influencing mechanical, thermal and physical properties of pure cordierite and cordierite-ceria", *Journal of Advanced Ceramics*, Vol. 4, No. 1, (2015), 22-30. <https://doi.org/10.1007/s40145-015-0127-3>
3. Karkhanavala, M. D., Hummel, F. A., "The polymorphism of cordierite", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 36, No. 12, (1953), 389-392. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1953.tb12825.x>
4. El-Buaishi, N. M., Jankovic-Castvan, I., Jokic, B., Veljovic, D., Janackovic, D., Petrovic, R., "Crystallization behavior and sintering of cordierite synthesized by an aqueous sol-gel route", *Ceramics International*, Vol. 38, No. 3, (2012), 1835-1841. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.10.008>
5. Tang, B., Fang, Y., Zhang, S., Ning, H., Jing, C., "Preparation and characterization of cordierite powders by water-based sol-gel method", *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, Vol. 18, No. 3, (2011), 221-226. <http://nopr.niscair.res.in/bitstream/123456789/12469/1/IJEMS%2018%283%29%20221-226.pdf>
6. Wang, S., Zhou, D., Hou, Z., Wang, M., Hu, X., Liu, X., "Low-temperature sintering, low-dielectric cordierite ceramic tapes for high frequency application", *Ceramics International*, Vol. 39, No. 8, (2013), 9505-9509. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.05.069>
7. Szwagierczak, D., Synkiewicz, B., Kulawik, J., "Low dielectric constant composites based on B₂O₃ and SiO₂ rich glasses, cordierite and mullite", *Ceramics International*, Vol. 44, No. 12, (2018), 14495-14501. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.05.069>
8. Zhou, J. E., Dong, Y., Hampshire, S., Meng, G., "Utilization of sepiolite in the synthesis of porous cordierite ceramics", *Applied Clay Science*, Vol. 52, No. 3, (2011), 328-332. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.02.001>
9. Radev, L., Samuneva, B., Mihailova, I., Pavlova, L., Kashchieva, E., "Sol-gel synthesis and structure of cordierite/tialite glass-ceramics", *Processing and Application of Ceramics*, Vol. 3, No. 3, (2009), 125-130. <https://doi.org/10.2298/PAC0903125R>
10. Golonka, L. J., "Technology and applications of Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) based sensors and