



مقاله یادداشت پژوهشی

بهینه‌سازی ساختاری سرامیک‌های کوردیریتی ساخته‌شده از پلیمر و پودر TiO_2 به روش پرس ایزواستاتیک سرد

حمیدرضا زارعی^{۱*}، لقمان نمکی قره‌ناو^۲، اکبر چراغی^۳

^۱دانشیار، دانشکده مهندسی هوافضا، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، تهران، تهران، ایران
^۲کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی شیمی و مواد، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، سمنان، ایران
^۳استادیار، دانشکده مهندسی هوافضا، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، تهران، تهران، ایران

چکیده سرامیک‌های کوردیریتی از جمله سرامیک‌هایی هستند که از ترکیب اکسیدهای آلومینیوم، منیزیم و سیلیسیوم به دست می‌آیند. با توجه به این‌که سرامیک‌های کوردیریتی دارای ویژگی‌هایی نظیر ضریب انبساط حرارتی بسیار کم، ثابت دی‌الکتریک پایین، چگالی پایین، سختی بالا، ضریب تلفات کم، دیرگدازی و پایداری شیمیایی و مکانیکی مناسبی هستند، می‌توان از آن‌ها برای کاربرد در دماهای بالا و ساخت ابزار استفاده نمود. در این پژوهش، برای ساخت نمونه آزمایشگاهی سرامیک کوردیریتی، از روش سنتز حالت جامد پودرهای اکسیدی و رزین سیلیکونی و در ادامه، روش پرس ایزواستاتیک سرد، برای تولید محصولی با تراکم یکنواخت استفاده شد. آزمون‌های فازیابی پراش پرتو ایکس، تعیین چگالی، ریزسختی سنجی، استحکام خمشی و تعیین ثابت دی‌الکتریک روی نمونه‌ها انجام شد. نتایج نشان داد که فاز α -کوردیریت سنتز شده است و دارای چگالی ۲/۵ گرم بر سانتیمترمکعب، سختی ۱۱۵۱/۶ ویکرز، استحکام خمشی $6 \pm 131/4$ مگاپاسکال، ثابت دی‌الکتریک ۳/۱۵ و تانژانت اتلاف ۰/۰۰۴۸ در محدوده بسامد ۸-۱۲/۵ گیگاهرتز است.

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۸/۲۵
دریافت نسخه اصلاح‌شده: ۱۳۹۹/۱۱/۰۷
پذیرش قطعی: ۱۴۰۰/۰۸/۲۵

کلیدواژه‌ها:

کوردیریت،
خواص مکانیکی،
پرس ایزواستاتیک سرد،
اکسید تیتانیوم



<https://doi.org/10.30501/jamt.2021.256496.1140> URL: https://www.jamt.ir/article_127883.html

Research Note Article

Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT): Vol. 10, No. 3, (Autumn 2021), 35-44

Structural Optimization of Cordierite Ceramics Prepared via Cold Isostatic Pressing of Polymer and TiO_2

Hamid Reza Zareie^{1*}, Loghman Namaki Gharenav², Akbar Cheraghi³

¹ Associate Professor, Department of Aerospace Engineering, Shahid Sattari Aeronautical University of Science and Technology, Tehran, Tehran, Iran

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

³ Assistant Professor, Department of Aerospace Engineering, Shahid Sattari Aeronautical University of Science and Technology, Tehran, Tehran, Iran

*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، تهران، تهران، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، دانشکده مهندسی هوافضا، تلفن: ۰۲۱-۶۴۰۳۲۱۷۳، دورنگار: -

پیام نگار: zareei@ssau.ac.ir

Please cite this article as: Zareie, H. R., Namaki Gharenav, L., Cheraghi, A., "Structural optimization of cordierite ceramics prepared via cold isostatic pressing of polymer and TiO_2 ", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 10, No. 3, (2021), 35-44. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2021.256496.1140>).



Paper History:

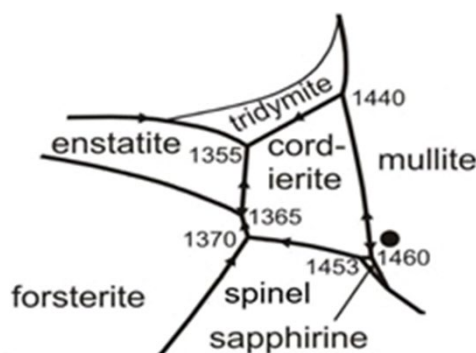
Received: 2020-11-15

Revised in revised form: 2021-01-26

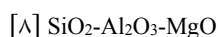
Accepted: 2021-11-16

Keywords:Cordierite,
Mechanical Properties,
Cold Isostatic Press,
TiO₂

Abstract Cordierite ceramics are ceramics obtained from a combination of aluminum, magnesium, and silicon oxides. Given that cordierite ceramics have properties such as very low thermal expansion coefficient, low dielectric constant, low density, high hardness, low loss ratio, refractoriness, and good chemical and mechanical stability, they can be used for high temperature applications and tool making. In this study, solid-state synthesis method using oxide powders and silicone resin, followed by cold isostatic press (CIP) method was applied to produce cordierite ceramic with uniform density. Phase detection by X-ray diffraction and determination of density, microhardness, flexural strength, and dielectric constant was performed. The results showed that the α -cordierite phase was synthesized with a density of 2.5 gr/cm³, hardness of 1151.6 HV, flexural strength of 131.4 ± 6 MPa, dielectric constant of 3.15, and loss tangent of 0.0048 in the frequency range of 8-12.5 GHz.


<https://doi.org/10.30501/jamt.2021.256496.1140>
[URL: https://www.jamt.ir/article_127883.html](https://www.jamt.ir/article_127883.html)


شکل ۱. منطقه کوچک کوردیریت در نمودار فازی



جدول ۱. نقاط فازهایی که زمینه کوردیریت را احاطه کرده‌اند

فازها	نوع استحاله	دما (°C)
پروتوانستاتیت ^۳ - تریدیمیت ^۴ - کوردیریت	یوتکتیک ^۵	۱۳۵۵
تریدیمیت - مولایت ^۶ - کوردیریت	پری تکتیک ^۷	۱۴۴۰
مولایت - سافیرین ^۸ - کوردیریت	پری تکتیک	۱۴۶۰
سافیرین - اسپینل ^۹ - کوردیریت	پری تکتیک	۱۴۵۳
اسپینل - فورستریت ^{۱۰} - کوردیریت	پری تکتیک	۱۳۷۰
فورستریت - پروتوانستاتیت - کوردیریت	یوتکتیک	۱۳۶۵

پری تکتیک اولین فاز متبلور کوردیریت، در دمای ۸۰۰

درجه سلسیوس، ۱۱-کوردیریت است. در دماهای بالاتر از ۸۰۰

۱- مقدمه

باتوجه به این‌که سرامیک‌های کوردیریتی دارای ویژگی‌هایی همچون ضریب انبساط حرارتی بسیار کم، ثابت دی‌الکتریک پایین (۱ مگاهرتز در $\epsilon_r \approx 4$)، چگالی پایین (۲/۶ تا ۲/۶۶ گرم بر سانتیمتر مکعب)، سختی بالا (۷ تا ۷/۵ موس)، ضریب تلفات کم، دیرگدازی و پایداری شیمیایی و مکانیکی مناسبی هستند، می‌توان از آن‌ها برای ساخت کوره‌های صنعتی و تجهیزات موردنیاز کوره‌ها، مبدل‌های حرارتی مورد استفاده در توربین‌های گازی، ظروف مقاوم به شوک حرارتی، پرکننده‌های نسوز، الکتروسرامیک‌ها، پوشش‌های دیرگداز روی زیرلایه‌های فلزی و غیره استفاده کرد [۱-۵].

از آنجاکه سرامیک کوردیریت معمولاً ارزان‌قیمت است، مسیر سنتز و انتخاب مواد اولیه، اهمیت اساسی دارد. مهم‌ترین مسیر سنتز سرامیک کوردیریت، تفجوشی^۱ ترکیبات مختلف پودرهای معدنی اکسیدی و هیدروکسیدی در دمای بالاست [۶].

یکی از مشکلات اصلی در سنتز کوردیریت، ناحیه کوچکی است که کوردیریت در آن قرار دارد. این فاز، نزدیک به ۶ فاز متنوع با ساختارهای گوناگون دارد (شکل ۱ و جدول ۱). باتوجه به ترکیب استوکیومتری، تغییری کوچک می‌تواند واکنش‌های ثانویه غیرمطلوب ایجاد کند. در نتیجه، در فرایند سنتز کوردیریت، پیش‌بینی ترکیباتی که به دست می‌آید، دشوار است؛ زیرا رابطه بین فازها، به دما، زمان و همچنین فعالیت مکانیکی و شیمیایی ساختار بستگی دارد [۷].

کوردیریت به سه حالت بلوری متفاوت^۲ وجود دارد که

این فازها به تفکیک در جدول ۲ آورده شده است.

³ Protoenstatite

⁴ Tridymite

⁵ Eutectic

⁶ Mullite

⁷ Peritectic

⁸ Saphirine

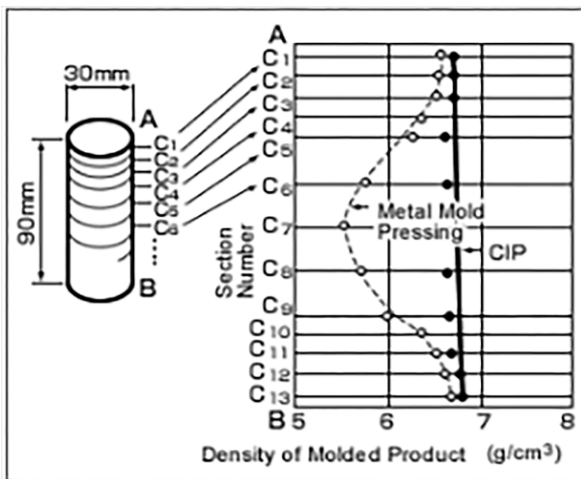
⁹ Spinel

¹⁰ Forsterite

¹ Sintering

² Polymorph

به صورت مستقیم، فشار مایع به پودر اعمال شود. سپس با اعمال فشار به مایع داخل مخزن، بدنه قالب به طور یکنواخت در کل سطح فشرده می‌شود [۱۹]. پس فرایندهای فشار در این دو روش، متفاوت است؛ CIP، فشار ایزواستاتیک را با استفاده از فشار مایع، روی مواد اعمال می‌کند؛ در حالی که قالب پرس فلزی، فقط فشار تک‌محوره را اعمال می‌کند؛ بنابراین، CIP به دلیل عدم وجود اصطکاک پودر با قالب فلزی و عدم وجود اصطکاک پودرها با یکدیگر، می‌تواند محصولی را با تراکم یکدست و یکنواخت تولید کند. توزیع چگالی دو محصول تولیدشده توسط CIP و پرس تک‌محوره، در شکل ۲ نشان داده شده است [۲۰ و ۲۱].



شکل ۲. توزیع چگالی دو محصول تولیدشده توسط CIP و پرس تک‌محوره [۲۰]

۲- روش تحقیق

برای ساخت قالب CIP در این پژوهش، از یک قالب^۳ فلزی با سختی و مقاومت به سایش بالا (به دلیل سخت بودن پودرهای سرامیکی و خاصیت سایندگی بالای آنها و همچنین فشار زیادی که در موقع پرس کردن به قالب وارد می‌شود) استفاده شد. برای ساخت کیسه و درپوش، به دلیل نرمی و استحکام در برابر پارگی بالا، از پلی‌اورتان استفاده شد. طراحی و ساخت قالب به شیوه‌ای انجام شد که نمونه‌های حاصل، شکل کله‌قندی داشته باشند. از ماشین‌کاری CNC برای ساخت قالب با دقت بالا استفاده شد که در نتیجه،

درجه سلسیوس، این فاز به فاز β تبدیل می‌شود که پایدارترین شکل بلوری کوردیریت است. با افزایش دما، شکل β و μ به فاز α تبدیل می‌شوند که این تبدیل فاز با کاهش حجم زیادی همراه است. این فاز فقط در دماهای بالا پایدار باقی می‌ماند. یکی از روش‌های تشخیص فازهای α و β ، استفاده از پراش پرتو ایکس^۱ (XRD) است. با استفاده از تابش $\text{CuK}\alpha$ ، حداقل ۳ قله برای فاز β -کوردیریت در محدوده دامنه 2θ برابر با ۲۹ تا ۳۰ درجه ظاهر می‌شود؛ در حالی که برای فاز α -کوردیریت، تنها یک قله قابل مشاهده است [۸].

جدول ۲. ساختمان‌های بلوری متفاوت کوردیریت [۸-۱۰]

حالت	پایداری	فاز	ساختار	دمای سنتز (°C)
۱	نیمه پایدار	μ	رومبهدرال	۸۰۰-۹۰۰ طی زمان بسیار طولانی
۲	پایدار	β	اورتورومبیک	کمتر از ۹۵۰
۳	پایدار	α	هگزاگونال	۱۴۶۰-۱۳۰۰

چالشی که در سنتز α -کوردیریت وجود دارد، این است که با افزایش دما، فاز β و μ به α تبدیل می‌شوند. این تبدیل فاز با کاهش حجم زیادی همراه است که باعث افزایش تخلخل در قطعه می‌شود [۸]. برای جلوگیری از افزایش 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 [۱۱] و [۱۲]. همچنین تعدادی از محققان در پژوهش‌های خود، آثار افزودنی‌های مختلف مانند ZnO ، ZrO_2 ، TiO_2 ، P_2O_5 ، B_2O_3 ، SrO و غیره را روی کاهش تخلخل و افزایش خواص مکانیکی آن، به طور گسترده مورد مطالعه قرار دادند [۱۸-۱۳]. راه دیگر برای کاهش تخلخل، استفاده از روش پرس ایزواستاتیک سرد^۲ (CIP) به جای پرس تک‌محوره است. این روش، از اصل تغییر فشار بر مایع محصورشده داخل مخزن و انتقال همه‌جانبه این فشار به قالب استفاده می‌کند. در این روش، پودر مواد در یک قالب آب‌بندی‌شده که مقاومت کمی در برابر تغییر شکل دارد (یک کیسه لاستیکی)، ریخته می‌شود تا

¹ X Ray Diffraction

² Cold Isostatic Press

³ Mandrel

رزین کاهش داده می‌شود در نتیجه، مقدار SiO_2 کم می‌شود که برای رسیدن به استوکیومتری، باید این مقدار جبران شود؛ برای جبران SiO_2 ، از نانوپودر SiO_2 با درصد مشخص استفاده شد. درصدهای وزنی این ترکیب‌ها در جدول ۳ به صورت دقیق ذکر شده است.

جدول ۳. درصد وزنی ترکیب‌ها براساس تغییر درصد رزین

درصد وزنی	پودر		ترکیب
۲۳/۵۱	رزین ۴۰٪	SiO_2	A
۲۹/۶۳	SiO_2 ۶۰٪		
۳۳/۵۸	Al_2O_3		
۱۳/۲۸	MgO		
۱۱/۹۸	رزین ۲۰٪	SiO_2	B
۴۰/۲۶	SiO_2 ۸۰٪		
۳۴/۲۳	Al_2O_3		
۱۳/۵۳	MgO		
۶/۰۴	رزین ۱۰٪	SiO_2	C
۴۵/۷۲	SiO_2 ۹۰٪		
۳۴/۵۷	Al_2O_3		
۱۳/۶۷	MgO		
۵۱/۳	SiO_2		D
۳۴/۹	Al_2O_3		
۱۳/۸	MgO		

پودرهای ترکیب‌شده به صورت زیر بود:

۱. ترکیب A بدون چسب PVA

۲. ترکیب B بدون چسب PVA

۳. ترکیب C بدون چسب PVA

۴. ترکیب C + ۴ درصد وزنی چسب PVA

۵. ترکیب D + ۸ درصد وزنی چسب PVA

۶. پودر نمونه سنتز شده ترکیب ۵ + ۷ درصد وزنی

چسب PVA.

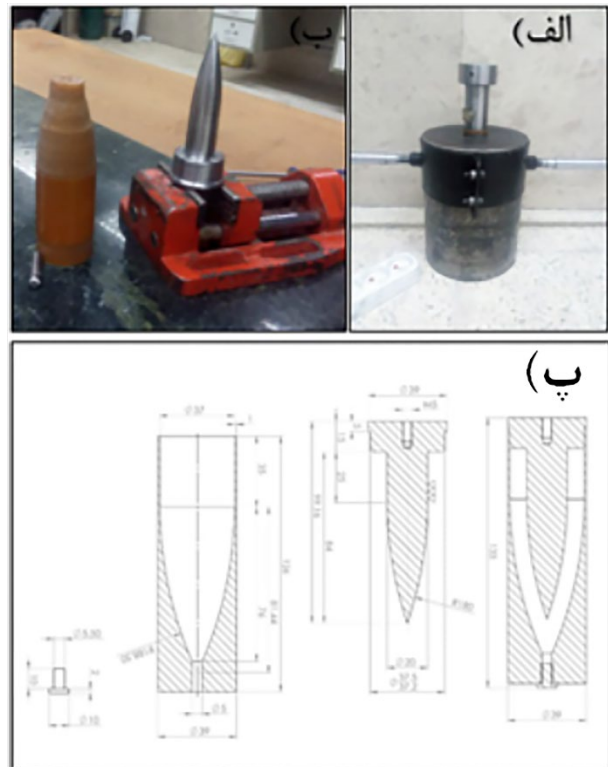
به تمامی ترکیب‌ها، ۹ درصد وزنی کل ترکیب پودرهای

سرامیکی، پودر TiO_2 اضافه شد تا خواص مکانیکی افزایش یابد.

پودرهای اکسیدی با درصدهای مشخص، در محفظه

تفلونی و با گلوله‌های آلومینایی با استفاده از آسیای سیاره‌ای

قالبی با صافی سطح بالا و ابعادی دقیق بدست آید. نقشه و تصویر قالب در شکل ۳ نشان داده شده است.



شکل ۳. تصویر تجهیزات CIP، مخزن، (الف) قالب و (ب) نقشه قالب

کوردیریت از سه جزء Al_2O_3 ، MgO و SiO_2 با نسبت مولی ۲، ۲ و ۵ تشکیل شده است. در این پژوهش، از پودرهای اکسیدی برای تأمین اجزای تشکیل دهنده کوردیریت استفاده شد. برای این منظور، از پودرهای Al_2O_3 ، SiO_2 و MgO (به ترتیب با شناسه‌های ۱۰۱۰۹۵، ۱۱۳۱۲۶ و ۱۰۵۸۶۷ محصول شرکت مرک^۱)، پودر TiO_2 (با شناسه ۱۰۰۸۰۸ محصول شرکت مرک) به عنوان افزودنی، رزین سیلیکونی به عنوان تأمین کننده جزء SiO_2 و پلیمر پیش ساز و از ایزوپروپانول^۲ (با شناسه ۱۰۹۶۳۴ شرکت مرک) به عنوان حلال رزین سیلیکونی استفاده شد.

به منظور بررسی تأثیر رزین سیلیکونی بر فرایند CIP و

سنتز کوردیریت، ترکیب‌هایی با درصدهای متفاوت از رزین و چسب پلی وینیل الکل^۳ (PVA) ساخته شد. زمانی که درصد

^۱ Merck

^۲ Isopropyl Alcohol

^۳ Polyvinyl Alcohol



شکل ۴. تصویر نمونه پیش‌تف‌جوشی بسته‌شده به دستگاه تراش

نمونه‌های تراش داده‌شده، در داخل کوره با دماهای مختلف ۱۴۳۰، ۱۴۰۰ و ۱۳۵۰ درجه سلسیوس با نرخ گرمایش ۷ درجه سلسیوس بر دقیقه در محیط اکسیژن به مدت ۲ ساعت تف‌جوشی شدند. سپس نمونه‌ها در داخل کوره به آرامی تا دمای محیط سرد شدند. پس از تف‌جوشی، چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس تعیین شد.

آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) جهت فازبندی با استفاده از دستگاه (D8-Advance Bruker $\text{CuK}\alpha$ 0.15406 nm) و در طول موج ۰/۱۵۴۰۶ نانومتر انجام شد.

آزمون ریزسختی سنجی به منظور بررسی سختی فاز سنتز شده، با استفاده از دستگاه Koopa براساس استاندارد ASTM C1327-15 صورت گرفت.

جهت بررسی استحکام خمشی نمونه‌ها، آزمون خمش سه‌نقطه‌ای براساس استاندارد ASTM C1161-13 انجام شد.

به منظور اندازه‌گیری ثابت دی‌الکتریک نمونه سنتز شده، امواج با بسامد ۸ تا ۱۲/۵ گیگاهرتز به نمونه تابیده شد و از تحلیل بخش برگشتی و عبوری موج، ثابت دی‌الکتریک محاسبه شد.

برای آماده‌سازی نمونه‌های آزمون خمش سه‌نقطه‌ای و ثابت دی‌الکتریک، نمونه‌های تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس با دستگاه میکروکاتر به اندازه‌های موردنظر برش داده شدند. سپس با دستگاه سنباذه‌زنی، ابعاد و سطح نمونه‌ها طبق استاندارد، آماده شد.

به صورت تر همگن شدند. نسبت وزنی پودر به گلوله ۱:۴ بود و آسیابکاری با سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه به مدت ۱ ساعت انجام شد.

لازم به ذکر است که در مراحل بعدی، نمونه‌های سنتز شده ترکیب ۵ نیز، با استفاده از محفظه تفلونی، گلوله‌های آلومینایی و آسیای سیاره‌ای، با نسبت وزنی پودر به گلوله ۱:۵ و سرعت دوران ۵۰۰ دور در دقیقه به مدت ۸ ساعت پودر شدند. پودرهای به‌دست‌آمده از الک مش ۱۷۰ (۸۸ میکرومتر) عبور داده شدند.

رزین در ایزوپروپانول با نسبت ۱:۴ با استفاده از همزن مغناطیسی به مدت ۳۰ دقیقه و چسب PVA نیز در آب‌مقطر با نسبت ۱:۱۰ با استفاده از همزن مغناطیسی همگن شد.

سپس پودرهای همگن شده با درصد مناسب چسب، ترکیب شدند. به منظور حذف حلال، سوسپانسیون به‌دست‌آمده در داخل خشک‌کن در دمای ۶۰ درجه سلسیوس خشک شد. کلوخه‌زدایی با استفاده از هاون آلومینایی انجام شد و پودر از الک با مش ۴۰ (۴۰۰ میکرومتر) عبور داده شد. پودرهای به‌دست‌آمده داخل قالب CIP طراحی شده، ریخته شدند. سپس با استفاده از دستگاه پرس هیدرولیک تک‌محوره و محفظه CIP، با فشار ۱۰۰ مگاپاسکال پرس شدند.

نمونه‌های خام ثابت دی‌الکتریک و خمش سه‌نقطه‌ای (قرص‌هایی با قطر ۵۰۰ میلی‌متر و ضخامت ۳ میلی‌متر) نیز با استفاده از دستگاه پرس و قالب فلزی به شکل قرص درآمدند.

سطح نمونه‌های خام پرس شده در فرایند CIP به دلیل وجود کیسه پلاستیکی در طراحی قالب، زیرند. اگر این نمونه‌ها تف‌جوشی شوند، فرایند ماشین‌کاری آن‌ها سخت و هزینه‌بر خواهد بود. از طرفی ماشین‌کاری نمونه‌های خام به دلیل استحکام کمی که دارند، امکان‌پذیر نیست. به این منظور، نمونه‌ها در داخل کوره الکتريکی قرار داده شدند و برنامه پیش‌تف‌جوشی با نرخ گرمایش ۴ درجه سلسیوس بر دقیقه تا رسیدن به دمای ۱۰۰۰ درجه سلسیوس و ماندگاری ۲ ساعته در آن دما، انجام شد. سپس، نمونه‌ها در داخل کوره به آرامی سرد شدند تا به دمای محیط برسند. در نهایت، سطح خارجی نمونه‌های پیش‌تف‌جوشی شده با استفاده از دستگاه تراش و سنباذه با مش ۴۰۰-۱۰۰، مسطح شد (شکل ۴).

۳- نتایج و بحث

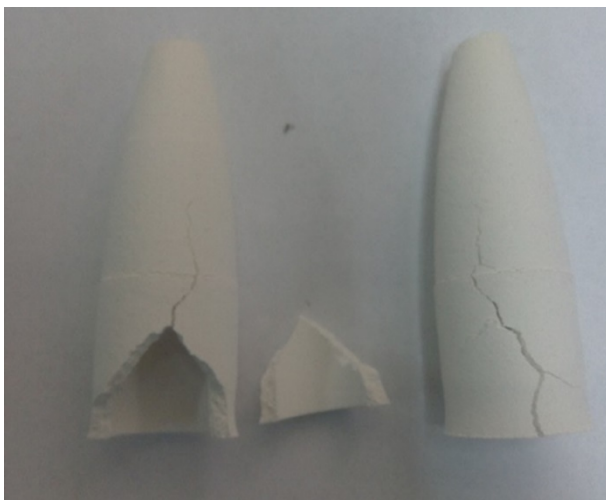
در این بخش، نتایج فعالیت‌های آزمایشگاهی، به ترتیب بیان می‌شوند. ابتدا تأثیر درصد وزنی چسب بر شکل‌گیری نمونه‌ها، سپس نتایج پراش پرتو ایکس و در آخر نیز همراه با نتایج، در مورد آزمون‌های ریزسختی سنجی و خمش سه نقطه‌ای بحث می‌شود.

۳-۱- تأثیر درصد وزنی چسب بر شکل‌گیری نمونه‌ها

پس از پرس کردن پودرهای ترکیب‌شده، مشاهده شد که ترکیب‌های ۱، ۴، ۵ و ۶، شکل قالب را به خود گرفته و استحکام خام مطلوبی دارند (شکل ۵)؛ اما ترکیب‌های ۲ و ۳ به دلیل درصد پایین چسب که به وسیله رزین به ترکیبشان اضافه شد، دارای شکستگی در قسمت بالای نمونه بوده و عملاً نمونه‌ها قابل استفاده نبودند (شکل ۶).

ترک‌ها که بر اثر تجزیه رزین در دمای بالا به وجود می‌آید، به دلیل ویژگی شیمیایی رزین است که این ویژگی‌ها برای هر رزین، منحصر به فرد و کاملاً متفاوت است. تصویر این نمونه پس از فرایند پیش‌تفجوشی در شکل ۷ آورده شده است. زمانی که رزین سیلیکونی تجزیه می‌شود، فشار گاز بالایی دارد و چون تجزیه رزین در دمایی رخ می‌دهد که قطعه هنوز تفجوشی نشده و استحکام ندارد، پس این فشار گاز بالا، به راحتی می‌تواند باعث ترک نمونه شود [۲۲]. بنابراین برای حذف ترک‌ها باید درصد وزنی رزین به گونه‌ای کم شود که استحکام نمونه خام نیز حفظ شود.

نمونه‌های ترکیب ۴ و ۵ پس از فرایند پیش‌تفجوشی هیچ‌گونه ترک یا عیبی نداشتند و عملیات ماشین‌کاری روی آن‌ها انجام شد. تصویر این نمونه‌ها پس از ماشین‌کاری در شکل ۸ نشان داده شده است.



شکل ۷. تصویر نمونه ترکیب ۱ پس از مرحله پیش‌تفجوشی



شکل ۵. تصویر نمونه‌های پرس‌شده ترکیب ۱، ۴، ۵ و ۶



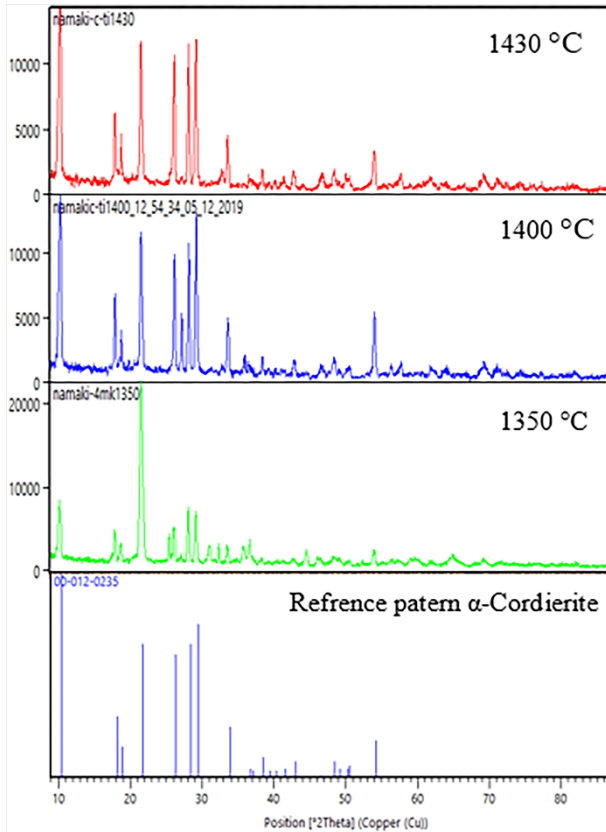
شکل ۸. تصویر نمونه‌ها ترکیب ۴ و ۵ پس از ماشین‌کاری



شکل ۶. تصویر نمونه‌های پرس‌شده ترکیب ۲ و ۳

پس از مرحله پیش‌تفجوشی نمونه پرس‌شده ترکیب ۱ که دارای بیشترین درصد وزنی رزین بود، مشاهده شد که نمونه، ترک‌خورده و عملاً هیچ‌گونه استحکامی ندارد. این

که با افزایش دمای تفجوشی، خلوص فاز کوردیریت افزایش یافته و در دمای ۱۴۳۰ درجه سلسیوس، فازهای ثانویه به‌طور چشمگیری کاهش یافته و تقریباً حذف شده‌اند (شکل ۱۱).



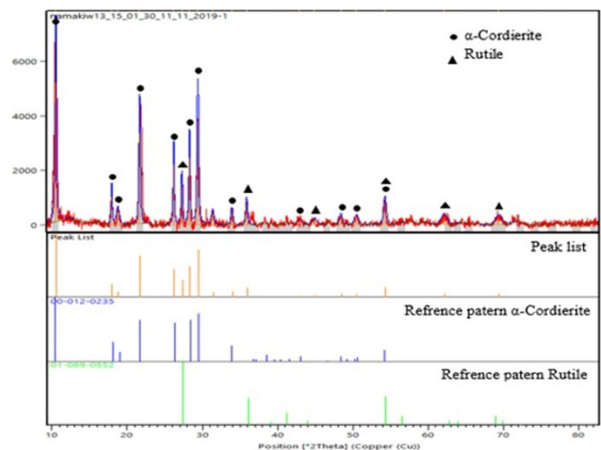
شکل ۱۱. مقایسه پراش پرتو ایکس نمونه‌های ترکیب ۶ تفجوشی شده در دماهای مختلف

۳-۳- نتایج چگالی و انقباض

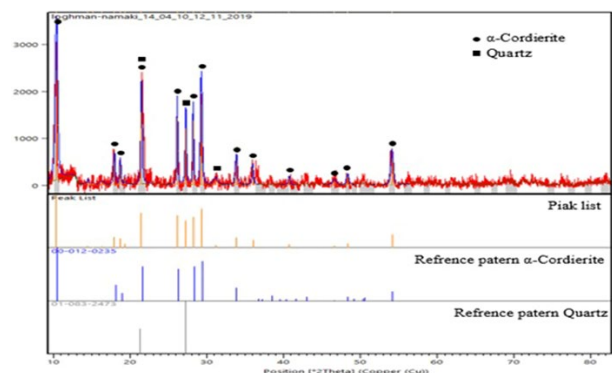
نتایج انقباض نمونه‌ها (جدول ۴) نشان داد که در نمونه‌های ترکیب ۴ و ۵، بیشترین انقباض رخ داده است. این انقباض ناشی از تفجوشی شدن نمونه و تشکیل فاز کوردیریت است. همان‌طور که توضیح داده شد، تبدیل فاز β و μ به فاز α با کاهش حجم همراه است. این کاهش حجم، موجب افزایش تخلخل در نمونه می‌شود. تصویر این دو نمونه در شکل ۱۲ نشان داده شده است. همچنین این نتایج نشان می‌دهند که در نمونه ترکیب ۶، با افزایش دمای تفجوشی، انقباض افزایش یافته است. براساس نتایج چگالی نمونه‌ها (جدول ۴)، بیشترین چگالی مربوط به ترکیب نمونه ۶ تفجوشی شده در دمای ۱۴۳۰ درجه سلسیوس است؛ اما

۳-۲- نتایج آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)

به منظور بررسی تأثیر رزین سیلیکونی بر سنتز کوردیریت، الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های ترکیب ۴ و ۵ که در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت تفجوشی شده‌اند، مقایسه شد. باتوجه به الگوهای پراش به‌دست‌آمده، مشاهده شد که در ترکیب نمونه ۴، کوردیریت به‌همراه روتایل و در ترکیب نمونه ۵، کوردیریت به‌همراه کوارتز تشکیل شده است؛ اما با توجه به شدت قله‌های تشکیل شده در الگوی پراش ترکیب ۴ نسبت به ترکیب ۵، ثابت شد که کوردیریت در ترکیب ۴ به مقدار بیشتری تشکیل شده است؛ پس پودر رزین سیلیکونی تأثیر مثبتی در سنتز کوردیریت داشته است. تصویر پراش پرتو ایکس و تفسیر قله‌های این دو نمونه، به‌ترتیب، در شکل ۹ و شکل ۱۰ نشان داده شده است.



شکل ۹. پراش پرتو ایکس و تفسیر قله‌های نمونه ترکیب ۴



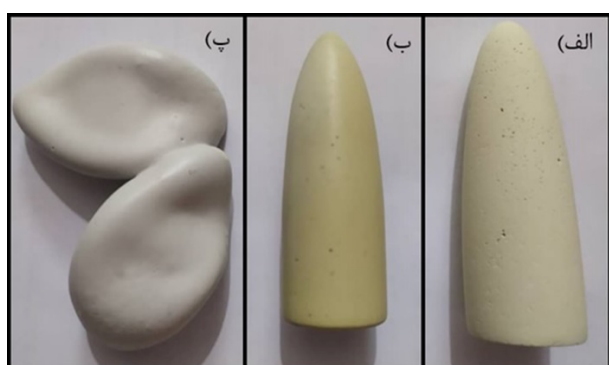
شکل ۱۰. پراش پرتو ایکس و تفسیر قله‌های نمونه ترکیب ۵

نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌های ترکیب ۶ نشان داد

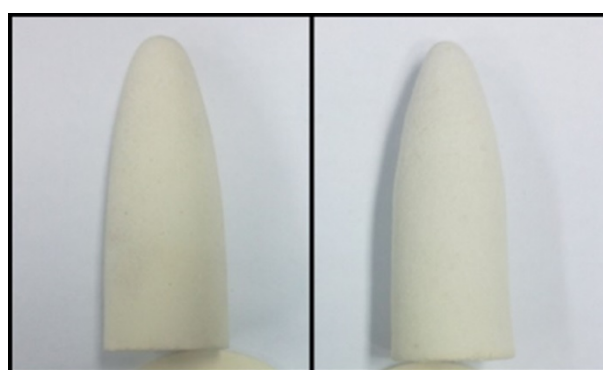
به دلیل تغییر شکل در نمونه (شکل ۱۳(پ))، عملاً نمی‌توان از این دما استفاده کرد. پس ترکیب نمونه ۶ تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس (شکل ۱۳(ب)) با بالاترین چگالی قابل استفاده است.

جدول ۴. نتایج انقباض و چگالی نمونه‌ها براساس دمای تف‌جوشی

نمونه	ترکیب	دمای تف‌جوشی (°C)	چگالی (gr/cm ³)	انقباض (%)	توضیحات
۱	۴	۱۴۰۰	۲/۳	۲۰	متخلخل-زبری سطح
۲	۵	۱۴۰۰	۲/۳۵	۱۷/۵	متخلخل
۳	۶	۱۳۵۰	۲/۱۶	۳/۴	تف‌جوشی نشده
۴	۶	۱۴۰۰	۲/۵	۱۱/۷۶	تف‌جوشی شده
۵	۶	۱۴۳۰	۲/۶	-	دمای تف‌جوشی بالا-تغییر شکل نمونه



شکل ۱۳. تصویر نمونه ترکیب ۶ تف‌جوشی شده در دماهای مختلف، الف) تف‌جوشی در دمای ۱۳۵۰ درجه سلسیوس، ب) تف‌جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس و پ) تف‌جوشی در دمای ۱۴۳۰ درجه سلسیوس



شکل ۱۴. تصویر دو نمونه ترکیب ۴ (سمت چپ) و ترکیب ۵ (سمت راست) پس از تف‌جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

۳-۴- نتایج آزمون ریزسختی سنجی

باتوجه به نتایج به دست آمده از آزمونهای پراش پرتو ایکس، چگالی و انقباض، نمونه ترکیب ۶ تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، دارای بیشترین مقدار کوردیریت، بالاترین چگالی و بالاترین صافی سطح بود؛ به همین دلیل این نمونه برای انجام آزمون سختی سنجی انتخاب شد.

نتایج به دست آمده از این آزمون در جدول ۵ قابل مشاهده است. براساس نتایج، متوسط سختی به دست آمده برابر با ۱۱۵۱/۶ ویکرز (۱۱/۵۱۶ گیگاپاسکال) است که در محدوده سختی کوردیریت معدنی قرار دارد.

جدول ۵. نتایج به دست آمده از آزمون میکروویکرز نمونه ترکیب ۶ تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

شماره	(μm) d ₁	(μm) d ₂	متوسط قطر (μm)	عمق اثر (μm)	نیرو (kg)	سختی (HV)
۱	۴۰/۲	۴۱/۲	۴۰/۷	۸/۲	۱	۱۱۱۹/۵
۲	۳۹/۸	۳۹/۲	۳۹/۵	۸/۰	۱	۱۱۸۸/۵
۳	۴۰/۷	۳۹/۷	۴۰/۲	۸/۱	۱	۱۱۴۷/۵
۴	۳۹/۲	۴۰/۶	۳۹/۹	۸/۱	۱	۱۱۶۴/۸
۵	۴۰/۴	۴۰/۴	۴۰/۴	۸/۲	۱	۱۱۳۶/۲
۶	۴۰/۲	۴۰/۰	۴۰/۱	۸/۱	۱	۱۱۵۳/۲

۳-۵- نتایج آزمون خمشی

برای به دست آوردن استحکام خمشی نمونه‌ها از استاندارد ASTM C1161-13 و رابطه زیر استفاده شد.

$$S = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (1)$$

که در آن S ، استحکام (مگاپاسکال)، P ، نیروی شکست (نیوتون)، L ، طول نگه‌دارنده (میلی‌متر)، b ، عرض نمونه (میلی‌متر) و d ، ضخامت نمونه (میلی‌متر) می‌باشد.

لازم به ذکر است براساس استاندارد مربوطه، عرض، ضخامت و طول نگه‌دارنده نمونه‌ها، به ترتیب، ۲ میلی‌متر و ۱/۵ میلی‌متر و ۲۰ میلی‌متر بود. مقادیر نیروی شکست و استحکام خمشی به دست آمده از ۱۰ بار آزمون (تعداد آزمون‌ها براساس استاندارد مربوطه) برای نمونه‌های ترکیب ۶ تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس در جدول ۶ آورده شده است.

براساس این نتایج، متوسط استحکام خمشی و انحراف معیار به دست آمده برابر با 6 ± 131 مگاپاسکال است که نسبت به پژوهش قبلی [۲۳]، استحکام، افزایش چشمگیری داشته است. این افزایش استحکام به دلیل افزودن ۹ درصد وزنی پودر TiO_2 به ترکیب استوکیومتری کوردیریت است.

جدول ۶. نتایج به دست آمده از آزمون خمشی سه نقطه‌ای نمونه

ترکیب ۶ تف‌جوشی شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس

نمونه	نیروی شکست (gr)	استحکام خمشی (MPa)
۱	۱۹۹۰	۱۳۲/۶۶
۲	۲۰۹۸	۱۳۹/۸۶
۳	۱۸۵۷	۱۲۳/۸۰
۴	۲۰۸۳	۱۳۸/۸۶
۵	۱۹۲۵	۱۲۸/۳۳
۶	۱۸۲۵	۱۲۱/۶۶
۷	۱۹۶۶	۱۳۱/۰۶
۸	۱۹۸۵	۱۳۲/۳۳
۹	۲۰۴۸	۱۳۶/۵۳
۱۰	۱۹۳۴	۱۲۸/۹۳

در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس، نشان داد که نمونه ساخته شده در محدوده بسامد ۸ تا ۱۲/۵ گیگاهرتز (محدوده امواج رادیویی موشک)، دارای ثابت دی‌الکتریک ۳/۱۵ و تانژانت اتلاف ۰/۰۰۴۸ است. باتوجه به ثابت دی‌الکتریک و تانژانت اتلاف دی‌الکتریک پایین به دست آمده، α -کوردیریت سنتز شده برای ساخت قطعاتی که در کاربردهای بسامد بالا مورد استفاده قرار می‌گیرند، مطلوب است.

۴- نتیجه گیری

از روش سنتز حالت جامد مخلوط پودرهای SiO_2 ، Al_2O_3 ، MgO و رزین سیلیکونی، به طور موفقیت‌آمیزی برای سنتز نمونه کله‌قندی کوردیریت به روش CIP استفاده شد. درصد بهینه چسب، به گونه‌ای که از ترک خوردن نمونه در مرحله پرس و تف‌جوشی جلوگیری کند و استحکام خام مطلوب نیز حاصل شود، تعیین شد. با افزایش دمای تف‌جوشی تا ۱۴۳۰ درجه سلسیوس، خلوص فاز کوردیریت افزایش یافت و فازهای ثانویه به صورت چشمگیری حذف شدند. چگالی کوردیریت سنتز شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس برابر با ۲/۵ گرم بر سانتیمتر مکعب بود. سختی کوردیریت سنتز شده برابر با ۱۱۵۱/۶ ویکرز بود که در محدوده سختی کوردیریت معدنی قرار دارد و سختی بالایی به حساب می‌آید. استحکام خمشی سه نقطه‌ای کوردیریت سنتز شده، ۱۳۱/۴ مگاپاسکال با انحراف معیار ۶ به دست آمد که نسبت به پژوهش قبلی [۲۳] (۶۲ مگاپاسکال)، مقدار بسیار بالاتری بود و پس از افزودن ۹ درصد وزنی TiO_2 به ترکیب کوردیریت، به طور چشمگیری افزایش یافت. ثابت شد که برای بهبود خواص مکانیکی، ابتدا باید کوردیریت سنتز و سپس با استفاده از افزودن پودر TiO_2 ، نمونه، پرس و تف‌جوشی شود. α -کوردیریت نمونه‌های سنتز شده در محدوده بسامد امواج رادیویی موشک، دارای ثابت دی‌الکتریک ۳/۱۵ و تانژانت اتلاف ۰/۰۰۴۸ بود.

۵- سپاسگزاری

از همکاری صمیمانه استاد گرامی جناب آقای دکتر مجتبی قطعی عضو هیئت علمی دانشکده مهندسی شیمی و مواد دانشگاه صنعتی شاهرود و همه اساتید بزرگوار دانشگاه

۳-۶- نتایج آزمون ثابت دی‌الکتریک

نتایج آزمون ثابت دی‌الکتریک ترکیب ۶ تف‌جوشی شده

- nano-scale: A review", *Materials*, Vol. 7, No. 3, (2014), 1927-1956. <https://doi.org/10.3390/ma7031927>
12. Colombo, P., Bernardo, E., Parciannelo, G., "Multifunctional advanced ceramics from preceramic polymers and nano-sized active fillers", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 33, No. 3, (2013), 453-469. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.10.006>
 13. Yalamaç, E., Akkurt, S., "Additive and intensive grinding effects on the synthesis of cordierite", *Ceramics International*, Vol. 32, No. 7, (2006), 825-832. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.06.006>
 14. Goren, R., Gocmez, H., Ozgur, C., "Synthesis of cordierite powder from talc, diatomite and alumina", *Ceramics International*, Vol. 32, No. 4, (2006), 407-409. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.03.016>
 15. Goren, R., Ozgur, C., Gocmez, H., "The preparation of cordierite from talc, fly ash, fused silica and alumina mixtures", *Ceramics International*, Vol. 32, No. 1, (2006), 53-56. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.01.001>
 16. Wu, J., Hwang, S., "Effects of (B₂O₃, P₂O₅) additives on microstructural development and phase-transformation kinetics of stoichiometric cordierite glasses", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 83, No. 5, (2000), 1259-1265. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01364.x>
 17. Oliveira, F. A. C., Fernandes, J. C., "Mechanical and thermal behaviour of cordierite-zirconia composites", *Ceramics International*, Vol. 28, No. 1, (2002), 79-91. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(01\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(01)00061-X)
 18. Belous, A. V., Marikkannan, S. K., Ayyasamy, E. P., Belous, A. V., Marikkannan, S. K., Ayyasamy, E. P., "Synthesis, characterisation and sintering behaviour influencing the mechanical, thermal and physical properties of cordierite-doped TiO₂", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 2, No. 3, (2013), 269-275. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.03.016>
 19. Koizumi, M., "Hot isostatic pressing theory and applications", Proceedings of Third International Conference on Hot Isostatic Pressing, Osaka, Japan, (1991). <https://doi.org/10.1007/978-94-011-2900-8>
 20. "Technologies and Applications || KOBELCO STEEL, LTD". <https://www.kobelco.co.jp/english/products/ip/technology/cip.html>
 21. Le, T. T., Valdez-Nava, Z., Lebey, T., Mazaleyrat, F., "Influence of cold isostatic pressing on the magnetic properties of Ni-Zn-Cu ferrite", *AIP Advances*, Vol. 8, No. 4, (2018), 47-54. <https://doi.org/10.1063/1.4994210>
 22. 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>
 23. 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*, Vol. 9, No. 2, (2020), 60-68. <https://doi.org/10.30501/jamt.2020.204979.1051>

هوایی شهید ستاری که بنده را در انجام این پژوهش یاری کردند، صمیمانه تشکر می‌کنم.

مراجع

1. El-Buaishi, N. M., Janković-Častvan, I., Jokić, B., Veljović, D., Janačković, D., Petrović, 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>
2. Tang, B., Fang, Y. W., Zhang, S. R., Ning, H. Y., Jing, C. Y., "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. https://www.researchgate.net/publication/285532678_Preparation_and_characterization_of_cordierite_powders_by_water-based_sol-gel_method
3. Chowdhury, A., Maitra, S., Das, H. S., Sen, A., Samanta, G. K., Datta, P., Helmers, H., Lustenhouwer, W. J., "Synthesis, properties and applications of cordierite ceramics, Part 2", *InterCeram: International Ceramic Review*, Vol. 24, No. 2, (2007), 245-248. <https://doi.org/10.1144/sjg24030245>
4. 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/10.1144/sjg24030245>
5. 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>
6. Parciannelo, G., "Advanced ceramics from preceramic polymers and fillers", Doctoral dissertation, University of Padua, (2011). <http://www.padua-research.cab.unipd.it/4600>
7. De Aza, S., Espinosa de los Monteros, J., "Materiales cerámicos de cordierita", *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, Vol. 6, No. 6, (1967), 731-744. <http://www.boletines.secv.es/upload/196706731.pdf>
8. Benito, J. M., Turrillas, X., Cuello, G. J., De Aza, A. H., De Aza, S., Rodríguez, 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>
9. Zhang, L., "Foam and bulk cordierite ceramics: Preparation, characterization and modelling", Master Thesis, Universidade de Aveiro, (2010). <http://www.hdl.handle.net/10773/3526>
10. Yalamaç, E., "Preparation of fine spinel and cordierite ceramic powders by mechano-chemical techniques", M. Sc. Thesis, (2004). <https://www.gcris.iyte.edu.tr/handle/11147/3292>
11. Bernardo, E., Fiocco, L., Parciannelo, G., Storti, E., Colombo, P., "Advanced ceramics from preceramic polymers modified at the