

بررسی خواص پوشش سرامیکی  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  ایجاد شده بر روی فولاد

## زنگ نزن ۳۱۶ در کوره ماکروویو

رعنا سیفی<sup>۱</sup>، ابراهیم نجفی بیرگانی<sup>۲\*</sup><sup>۱</sup> دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران<sup>۲</sup> گروه مواد و متالورژی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران**Investigating the properties of  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  ceramic coating created on 316 stainless steel in a microwave furnace**Rana Seifi<sup>1</sup>, Ebrahim Najafi Birgani<sup>\* 2</sup><sup>1</sup> Master's student in Materials and Metallurgy Engineering, Ahvaz Branch, Islamic Azad University, Ahvaz, Iran<sup>2</sup> Department of Materials and Metallurgical, Ahvaz Branch, Islamic Azad University, Ahvaz, Iran**Abstract**

The purpose of this research is to investigate the effect of ferritization of primary powders and the time of heating in a microwave oven on the properties of the glaze created on the 316 stainless steel substrate. The desired glaze was made of  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders. One series of powders was heated in the furnace for 2 h before glazing and immediately cooled in water (ferrited) and one series was directly microwaved (non-ferrited). Then the samples were cooked for 10, 20 and 30 minutes. The created glazes were evaluated by scanning electron microscope and X-ray powder diffraction, hardness and adhesion tests. Microscopic images showed that with the increase of heating time, the amount of holes in the glaze is reduced and completely dense glazes are created. Porosity in non-ferrite glazes caused a decrease in hardness and lack of proper adhesion of the glaze to the substrate. The hardness and stickiness of the ferrite glazes were much higher than the non-ferrite glazes.

**Keywords:** Ceramic glaze, microwave, ferrite, density, hardness, thickness, adhesion

**Received:** 09/07/2022

**Accepted:** 16/08/2022

**چکیده**

هدف از انجام این پژوهش بررسی تأثیر فریت شدن پودرهای اولیه و زمان عملیات حرارت‌دهی در کوره ماکروویو بر خواص لعاب ایجاد شده بر زیرلایه از جنس فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ می‌باشد. لعاب موردنظر از پودرهای  $\text{TiO}_2$ ،  $\text{SiO}_2$ ،  $\text{MgO}$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ساخته شد. یک سری از پودرها قبل از لعاب‌کاری در کوره به مدت ۲ ساعت حرارت داده شدند و بلافاصله در آب سرد شدند (فریت شده) و یک سری مستقیماً وارد کوره ماکروویو شدند (فریت نشده). سپس نمونه‌ها به مدت ۱۰، ۲۰ و ۳۰ دقیقه پخته شدند. لعاب‌های ایجاد شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و آزمون‌های XRD سختی‌سنجی و چسبندگی ارزیابی شدند. تصاویر میکروسکوپی نشان داد با افزایش زمان حرارت‌دهی از میزان حفرات لعاب کاسته شده و لعاب‌های کاملاً متراکم ایجاد می‌گردد. تخلخل‌های موجود در لعاب‌های فریت نشده سبب کاهش سختی و عدم چسبندگی مناسب لعاب به زیرلایه شدند. سختی و چسبندگی لعاب‌های فریت شده بسیار بیشتر از لعاب‌های فریت نشده بود.

**واژه‌های کلیدی:** لعاب سرامیکی؛ ماکروویو؛ فریت؛ تراکم؛ سختی؛ ضخامت؛ چسبندگی.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۴/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۵/۲۵

\* نویسنده مسئول: ابراهیم نجفی بیرگانی

نشانی: اهواز، گروه مواد و متالورژی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی

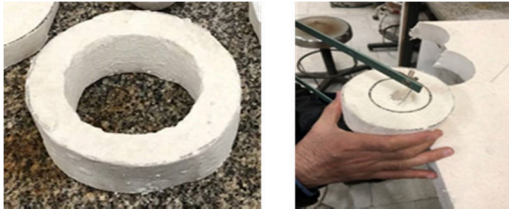
پست الکترونیکی: najafi.eb@gmail.com

## ۱. مقدمه

سیستم بررسی کرده‌اند. بررسی‌ها نشان داد که پس از پخت لعاب مینا در دمای پخت ۱۱۶۰ درجه سانتی‌گراد، فازهای کوردیریت و آنورتیت به عنوان فازهای اصلی متبلور شدند. افزودن  $TiO_2$  به این سیستم باعث می‌شود تا کوردیریت فاز اصلی بوده و آنورتیت به فاز فرعی تبدیل شود، برعکس در شیشه‌های حاوی اکسید قلیایی تنها فاز تشکیل شده آنورتیت است [۹-۷]. در شیشه‌های سرامیک‌های اخیر در زمان‌های عملیات حرارتی طولانی مدت جدایش فازی مایع-مایع از نوع جوانه‌زنی و رشد صورت می‌گیرد اما در فرآیند پخت سریع بدلیل مدت زمان کم جدایش مایع-مایع در شیشه مشاهده نمی‌گردد. شیشه بواسطه ساختار خاص کریستالی و ماهیت طبیعی خود جزء مقاوم‌ترین مواد برای مقابله با انواع محیط خورنده است، در حالی که هزینه تولید و قیمت آن نسبت به آلیاژهای مقاومی چون تیتانیوم بسیار پایین است. واضح است که استفاده از چنین پوششی به لحاظ اقتصادی کاملاً معقول به نظر می‌رسد، بطوری که با پوشش فولادهای ارزان قیمت کربن استیل می‌توان محصول مسلح شده را از نظر مقاومت به خوردگی با آلیاژهای گران قیمتی مانند هستالوی، تیتانیوم و غیره مقایسه کرد [۹-۱۲]. با استفاده از پوشش شیشه بر فولاد کربنی بسیاری از خواص نظیر شکل‌پذیری و مقاومت مکانیکی که عواملی محدود کننده در استفاده از تجهیزات شیشه‌ای هستند رفع می‌گردد [۶]. در واقع پوشش شیشه بر سطح کربن استیل سبب می‌شود تا مواد جدید که در رده مواد مدرج هدفمند<sup>۱</sup> هستند دارای مجموع خواص مفید شیشه (برای مقاومت شیمیایی) و کربن استیل (از نظر مقاومت مکانیکی) باشند. همچنین، استفاده از این پوشش بر روی فولادهای ارزان قیمت می‌تواند جایگزینی مطمئن برای انواع فولادهای زنگ‌نزن باشد، از آنجا که واردات این فولادها با توجه به تحریم‌های ناعادلانه و افزایش قیمت ارز بسیار هزینه‌بر بوده و باعث اتلاف دارایی‌های کشور می‌شود، استفاده از این پوشش بر روی فولادهای تولید داخل می‌تواند بسیاری از مشکلات موجود را بصورت

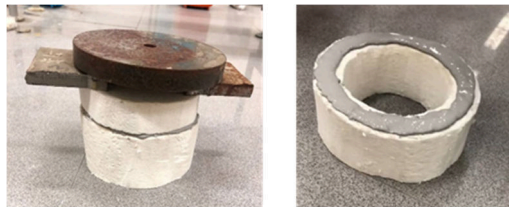
شیشه-سرامیک‌ها جامدات پلی کریستالی هستند که از طریق کنترل تبلور در شیشه ساخته می‌شوند. روش معمول برای تهیه شیشه-سرامیک‌ها، ذوب و ریخته‌گری شیشه و سپس عملیات حرارتی قطعه شکل داده شده می‌باشد؛ روش دیگری که عمدتاً برای تهیه قطعات پیچیده، کامپوزیت‌ها و یا لعاب‌های شیشه-سرامیک بکار می‌رود، تف جوشی می‌باشد. شیشه-سرامیک‌ها به دلیل خواص ویژه‌ای که دارند، از جمله ریزساختار نهایی همگن، عدم وجود تخلخل، تغییرات ناچیز ابعادی در هنگام تبدیل شدن به شیشه-سرامیک، خواص شیمیایی و اپتیکی مناسب و مهمتر از همه قابلیت طراحی ریزساختار و خواص موردنظر دیگر، کاربردهای بسیاری پیدا کرده‌اند. این خواص تابع خواص فیزیکی و شیمیایی فازهای بلورین و شیشه برجا مانده و همچنین مورفولوژی، ابعاد و میزان فاز بلوری تشکیل شده است [۱،۲]. با توجه به شرایط و تجهیزات لازم برای تهیه و پخت لعاب، تاکنون فقط شیشه-سرامیک‌های سیستم‌های  $CaO-MgO-Li_2O-Al_2O_3-SiO_2$ ،  $Al_2O_3-SiO_2$ ،  $Al_2O_3-SiO_2$  و  $ZnO-Al_2O_3-SiO_2$  به عنوان لعاب مورد بررسی قرار گرفته‌اند. ترکیبات متعلق به سیستم های  $CaO-MgO-SiO_2$ ،  $CaO-MgO-Al_2O_3-SiO_2$  و  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$  می‌توانند از ارزاترین مواد اولیه طبیعی و یا سرباره‌ها تهیه شوند و از نظر نوع و میزان مواد مصرفی با ترکیبات فریت‌های معمول در صنعت کاشی نزدیکی بیشتری دارند. مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی و استحکام بالای محصولات شیشه سرامیکی، این سیستم را برای کاربردهای زیادی مناسب قرار داده است؛ از آن جمله: مصالح ساختمانی با استحکام بالا، سنگ‌نما، پوشش‌های کف و پوشش‌های مقاوم در برابر خوردگی و سایش [۳-۶]. محققین در بررسی‌های گذشته سیستمی با ترکیب  $CaO55\%$ ،  $MgO15\%$ ،  $Al_2O_325\%$ ،  $SiO_22\%$  در منطقه فازی کوردیریت را به عنوان شیشه مینا انتخاب نموده و تاثیر افزودن  $TiO_2$ ،  $B_2O_3$  و  $K_2O(Na_2O)$  را بر روی این

<sup>۱</sup> Functionally Graded Material



شکل ۱- استوانه توخالی آماده شده از جنس بورد سرامیکی برای ساخت کوره.

دو عدد بورد سرامیکی دیسک مانند به قطر ۱۲ cm و ضخامت ۲/۵cm توسط کمان اره از صفحه اصلی بورد سرامیکی جدا شدند. یکی از این دیسک‌ها برای قرار گرفتن در زیر استوانه توخالی و دیگری به عنوان در پوش مورد استفاده قرار گرفتند. دیسک توسط ملات نسوز آلومینایی تهیه شده از شرکت گروه ملی اهواز به استوانه توخالی اتصال داده شد. برای اینکار ابتدا ۱۰۰ gr ملات نسوز و ۱۲ gr آب با هم به طور کامل مخلوط شدند سپس مطابق شکل ۲، لایه‌ای به ضخامت تقریباً ۳ mm بین دیسک و استوانه توخالی قرار داده شد و به مدت ۲۴ ساعت تحت فشار قرار گرفت تا اتصال به‌خوبی صورت بگیرد.



شکل ۲- نحوه قرار گرفتن ملات نسوز آلومینایی بر روی استوانه توخالی و اتصال آن به دیسک.

در ادامه به منظور جذب امواج ماکروویو توسط کوره، دیواره داخلی آن توسط مخلوطی از پودرهای گرافیت، کاربید سیلیسیوم (SiC) و چسب اتصال دهنده پوشش داده شد. برای اینکار ابتدا ۱۰ gr پلی وینیل الکل (PVA) را درون ۱۰۰ ml آب وارد کرده و به مدت ۳۰ min در دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد توسط همزن مغناطیسی حرارت داده شد تا PVA به طور کامل در آب حل شود. سپس نسبت مساوی از پودرهای گرافیت و کاربید سیلیسیوم (هر دو با مش ۱۰۰) را مخلوط کرده و به محلول PVA اضافه شد. در نهایت، مخلوط حاصل به طور یکنواخت و با ضخامت تقریباً ۱ mm در جداره داخلی کوره قرار داده شد (شکل ۳).

کامل رفع نماید تا جایگزینی مطمئن برای فولاد زنگ‌نزن در صنایع مختلف باشد [۱۷-۱۳]. پیشرفتهای جدید و نوآوری‌ها در زمینه فرآوری مواد اغلب منجر به کشف مواد جدید، با خواص مفید و یا فناوری‌های جدید که سریع‌تر، بهتر و ارزان‌تر هستند می‌شوند. از جمله پیشرفت‌های اخیر فرآوری ماکروویو سرامیک‌ها می‌باشد. زمان پخت سریع‌تر و ذخیره انرژی نسبت به روش‌های پخت مرسوم از مزایای اولیه اجاق‌های ماکروویو می‌باشد. استفاده از انرژی ماکروویو برای فرآوری مواد دارای مزایایی مشابه در کاهش زمان فرآوری و ذخیره انرژی می‌باشد. مزایای فرآوری با ماکروویو نسبت به روش‌های مرسوم شامل کاهش هزینه تولید با توجه به ذخیره انرژی و کاهش زمان فرآیند، بهبود یکنواختی و کارایی محصولات، خواص و ریزساختار منحصر به فرد و سنتز مواد جدید می‌باشد [۲۰-۱۸].

در پژوهش حاضر، پوشش سرامیکی  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-TiO}_2$  در کوره ماکروویو بر روی فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ اعمال گردید و خواص آن مورد ارزیابی قرار گرفت.

## ۲. روش انجام پژوهش

برای ایجاد پوشش سرامیکی  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  بر روی فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ در کوره ماکروویو، ابتدا ورق‌های فولاد زنگ‌نزن به ضخامت ۲ mm و مساحت  $4\text{mm}^2$  توسط دستگاه واترجت برش داده شدند. سپس یک سطح این ورق‌ها با سنباده زنی و پولیشکاری کاملاً صاف و براق گردید و قبل از انجام عملیات پوشش‌دهی با محلول ماربل اچ شد. در مرحله بعد کوره از جنس بورد سرامیکی آماده شد. برای این منظور ابتدا یک استوانه توپر به قطر ۱۲ cm و ضخامت ۵ cm به وسیله کمان اره از صفحه اصلی بورد سرامیکی جدا شد. سپس استوانه‌ای توخالی به قطر و ضخامت ۵ cm از وسط استوانه توپر به کمک اره مویی جدا شد تا نهایتاً مطابق شکل ۱ یک استوانه توخالی به قطر خارجی قطر ۱۲ cm و قطر داخلی ۵ cm به دست آید.

مدت دو ساعت توسط دستگاه آسیاب سیاره‌ای با سرعت ۳۵۰ rpm و نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ مخلوط شدند. پودر حاصله به روش دکتر بلید و به ضخامت ۲ mm بر روی ورق فولاد زنگ‌نزن قرار داده شد. بعد از قرار دادن نمونه در کوره، یک دیسک بر روی کوره گذاشته شد. در وسط دیسک یک سوراخ به قطر ۳ mm ایجاد شد تا گازهای ایجاد شده در حین فرآیند از آن خارج شوند. دمای کوره توسط ترموکوپلی که در درون آن تعبیه شده بود کنترل شد.



شکل ۳- اعمال مخلوطی از پودرهای گرافیت، کاربید سیلیسیوم و چسب اتصال دهنده بر دیواره داخلی کوره.

برای انجام عملیات لعاب‌کاری توسط ماکروویو، پودرهای مورد استفاده مطابق جدول ۱ تهیه شدند. سپس پودرها به

جدول ۱- وزن پودرهای مورد استفاده در این پژوهش.

پودر	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	TiO <sub>2</sub>	CuO	NiO	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
وزن (گرم)	۵/۲	۳/۶	۱	۰/۵	۰/۱	۰/۱	۰/۲	۰/۲

شد. آزمون سختی‌سنجی ویکرز با دستگاه سختی‌سنجی مارک کوپا با بار ۱۰ kg انجام شد. برای افزایش دقت نتایج، از هر نمونه ۵ بار آزمون گرفته شد و میانگین نتایج به عنوان سختی لعاب گزارش شد. اندازه‌گیری ضخامت لعاب‌های ایجاد شده با دستگاه ضخامت سنج مدل TIME TT100 انجام شد. برای افزایش دقت نتایج، از ۵ قسمت مختلف هر نمونه آزمون گرفته شد و میانگین نتایج به عنوان ضخامت لعاب گزارش شد. برای بررسی میزان چسبندگی لعاب به زیرلایه از دستگاه ریزسختی‌سنج مارک Bowers مدل CV400DAT استفاده شد. به این منظور نیروی ۱۰۰۰ gr به مدت ۱۵s به لعاب‌ها وارد شد. سپس به کمک میکروسکوپ نوری طول ترک‌های ایجاد شده در اثر اعمال نیرو اندازه‌گیری شد.

### ۳. نتایج و بحث

شکل ۴ تصاویر SEM از سطح لعاب‌های ایجاد شده بدون فریت شدن و حرارت دیدن در کوره ماکروویو در زمان‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ دقیقه را نشان می‌دهد. همانطور که در تصاویر به وضوح دیده می‌شود لعاب‌های ایجاد شده بدون فریت شدن و حرارت دیدن به مدت ۱۰ min از پیوستگی و تراکم مناسبی برخوردار نیستند و حفرات و تخلخل‌های فراوانی در سطح لعاب‌ها ایجاد شده است. همچنین از تصاویر مشخص است که تفجوشی و اتصال ذرات نیز به خوبی

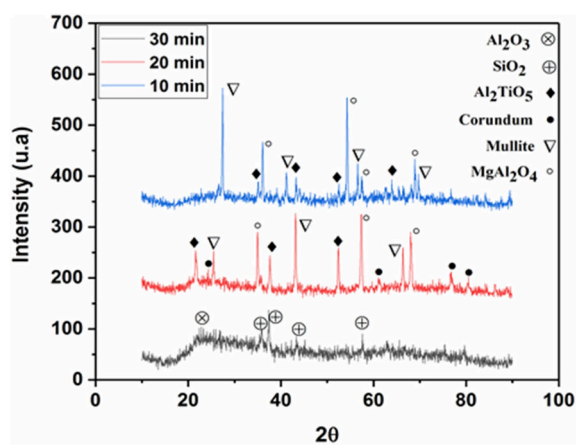
اکسید مس (CuO) و اکسید نیکل (NiO) به عنوان روانکار و کربنات پتاسیم (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) و کربنات سدیم (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) به عنوان کمک ذوب به پودرهای اولیه اضافه شدند.

برای لعاب‌کاری دو سری نمونه آماده شد. سری اول پس از مخلوط کردن پودرهای اولیه مستقیماً بر روی زیرلایه قرار داده شدند و درون کوره در زمان‌های مختلف قرار گرفتند. در ادامه پژوهش به این سری "لعاب‌های فریت نشده" گفته شده است. سری دوم، ابتدا پودرهای اولیه به مدت دو ساعت در کوره عملیات حرارتی در دمای ۱۴۰۰°C حرارت داده شدند سپس بلافاصله در آب سرد وارد شدند. به لعاب‌های ایجاد شده به این روش "لعاب‌های فریت شده" گفته می‌شود.

برای پوشش‌دهی، ورق فولاد زنگ‌نزن به همراه پودر مواد اولیه درون کوره ساخته شده قرار داده شده و سپس کوره مذکور درون دستگاه ماکروویو قرار داده شد. برای تمامی نمونه‌ها توان دستگاه ۷۲۰ w در نظر گرفته شد.

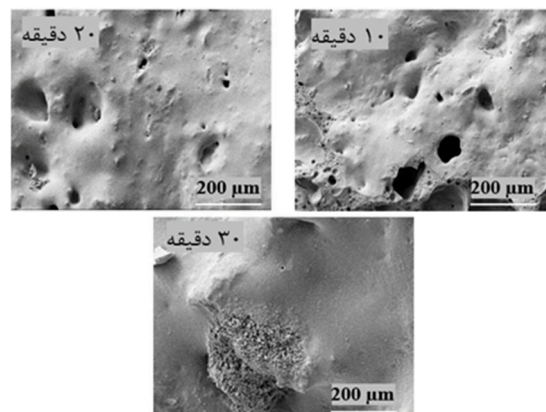
تصاویر SEM از سطح نمونه‌ها با دستگاه Zeiss آلمان مدل Sigma VP و آزمون XRD با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس شرکت فیلیپس مدل Xpert - MPD تحت ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ mA و با استفاده از لامپ مس انجام شد. در آزمون XRD زمان نگهداری در هر گام ۱s، اندازه گام‌ها ۰/۰۵ درجه و محدوده زاویه پراش ۹۰-۱۰ درجه انتخاب

نتایج آن در شکل ۵ آورده شده است. نامنظم بودن و وجود پیک‌های فراوان با شدت کم نشان دهنده آمورف بودن ساختار لعاب ایجاد شده پس از ۱۰ min حرارت‌دهی است [۱۷]. اغلب ساختارهای آمورف خواص مکانیکی مطلوبی ندارند اما مقاومت به خوردگی آنها معمولاً بیشتر از ساختارهای کریستالی است [۱۸]. فاز اصلی این لعاب SiO<sub>2</sub> است. وجود دو پیک شارپ در نمودار نشان می‌دهد که SiO<sub>2</sub> به صورت کریستالی در ساختار لعاب حضور دارد. در نمودار مربوط به لعاب حاصل از ۲۰ min قرارگیری در ماکروویو، ۹ قله تیز دیده می‌شود که با کمک نرم‌افزار Xpert مشخص شد که این قله‌ها مربوط به فازهای بلوری اسپینل (در MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) با شماره کارت (JCPDS 01-073-0559) (در زوایای ۳۵، ۵۷ و ۶۷ درجه)، مولایت با شماره کارت (JCPDS 01-082-0515) (در زوایای ۲۵، ۴۳ و ۶۶ درجه)، تیتانات آلومینیوم (Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>) با شماره کارت (JCPDS 19-768) (در زوایای ۲۲، ۳۸ و ۵۳ درجه) و کورانوم (اکسید آلومینیوم) با شماره کارت (JCPDS 46-1212) (در زوایای ۲۴، ۶۱ و ۷۷ و ۸۱ درجه) می‌باشند. پس از ۱۰ min حرارت‌دهی شدت قله‌های اسپینل و مولایت افزایش یافت. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش زمان حرارت‌دهی، می‌توان فازهای مفید اسپینل و مولایت را جایگزین فاز نه چندان مفید اکسید آلومینیوم و اکسید سیلیسیوم کرد.



شکل ۵- نمودار XRD مربوط به لعاب ایجاد شده از پودرهای فریت شده و پس از قرارگیری در ماکروویو

صورت نگرفته است. بنابراین به احتمال فراوان مدت زمان ۱۰ min به حدی نبوده است که مواد اولیه ذوب شوند تا یک پوشش همگن و یکنواخت ایجاد شود. لعاب‌های متخلخل و با حفرات درشت از کیفیت مناسب برخوردار نیستند و نمی‌توانند خواص زیرلایه را ارتقا دهند [۱۹]. پس از ۲۰ min قرارگیری در ماکروویو، همچنان در سطح لعاب حفره دیده می‌شود هرچند تعداد آنها کمتر شده است. این اتفاق نشان می‌دهد افزایش زمان عملیات حرارت‌دهی سبب شده بخش اعظمی از ترکیبات ذوب شوند و ترکیب یکنواخت و همگن ایجاد شود. همچنین حفرات درشتی که در لعاب دیده می‌شوند احتمالاً ناشی از خروج حباب‌های گازی از درون لعاب می‌باشند. احیاء اکسید آلومینیوم در طی فرآیند سبب تشکیل گاز اکسیژن می‌شود که در اثر خروج این گاز در مراحل پایانی انجماد در لعاب حباب ایجاد می‌گردد. از تصاویر می‌توان مشاهده کرد تقریباً بخش زیادی از مواد اولیه پس از قرارگیری به مدت ۳۰ min در کوره ذوب شده‌اند و ریزساختار لعاب همگن و یکنواخت است. با این حال همچنان تعدادی حفره در ساختار لعاب مشاهده می‌شوند که می‌تواند مربوط به خروج گاز اکسیژن از درون لعاب باشد. لازم به ذکر است که اگر لعاب به طور کامل ذوب می‌شد، حباب‌ها به راحتی می‌توانستند از مذاب خارج شوند و ساختار نهایی لعاب عاری از هرگونه خلل و فرج می‌شد.



شکل ۴- تصویر SEM از لعاب ایجاد شده بدون فریت شدن پس از قرارگیری در ماکروویو در زمان‌های مختلف.

به منظور بررسی فازهای ایجاد شده در لعاب و تأثیر زمان حرارت‌دهی بر فازهای آن از آزمون XRD استفاده شد که

متراکم نبودن و وجود حفرات فراوان سبب می‌شود لعاب مقاومت چندانی نداشته باشد و جسم فرورونده به راحتی در لعاب فرو رود که نتیجه آن کاهش سختی لعاب است. از طرف دیگر نشان داده شد که با افزایش زمان حرارت‌دهی از تعداد حفرات کاسته می‌شود [۱۵] که نتیجه این اتفاق در نتایج سختی‌سنجی مشخص شده است؛ به طوریکه با افزایش زمان حرارت‌دهی، سختی از HV ۸۰ به HV ۱۵۰ رسیده که رشد ۴۶٪ را نشان می‌دهد. از طرف دیگر در لعاب‌های فریت شده با افزایش زمان حرارت‌دهی از ۱۰ تا ۳۰ دقیقه تغییر چندانی در سختی ایجاد نشده است اما به دلیل چگالی و تراکم زیاد، سختی به دست آمده از لعاب‌های فریت شده بسیار بیشتر از لعاب‌های فریت نشده است به‌طوریکه حداقل سختی لعاب‌های فریت شده (HV ۳۱۰) بیش از ۲ برابر بیشتر از حداکثر سختی لعاب‌های فریت نشده است. علاوه بر تراکم بالا، حضور فازهای اسپینل و مولایت با سختی زیادی که دارند (اسپینل، ۷/۵ موس و مولایت، ۷ موس) [۱۳] سبب افزایش سختی لعاب شده است. از آنجا که سختی ارتباط مستقیم با سایش دارد می‌توان پیش‌بینی کرد که لعاب‌های فریت شده مقاومت به سایش بیشتری نسبت به لعاب‌های فریت نشده در محیط‌های ساینده دارند [۵]. همچنین افزایش زمان حرارت‌دهی از ۱۰ تا ۲۰ دقیقه می‌تواند سبب بهبود سختی و مقاومت در برابر سایش لعاب‌های فریت‌شده گردد.

برای بررسی چسبندگی لعاب‌ها به سطح زیرلایه از مقایسه ترک‌های ایجاد شده بر روی لعاب پس از آزمون ریزسختی‌سنجی استفاده شد. میانگین طول ترک‌های ایجاد شده در اثر اعمال ۱۰۰۰ gf برای هر شش نمونه در جدول ۴ آورده شده است. به دلیل کم بودن تراکم لعاب‌های فریت نشده وضوح برخی ترک‌های ایجاد شده پایین بود و ترک‌ها در زمینه پر از شیارهای میکرونی غرق شدند. همانطور که مشخص است میانگین طول ترک در لعاب‌های فریت نشده با افزایش زمان حرارت‌دهی از ۱۰ تا ۳۰ دقیقه از ۲/۲۲mm کاهش یافته و به ۰/۸ mm رسیده است. این موضوع نشان می‌دهد که افزایش تراکم و چگالی لعاب با افزایش زمان

ضخامت سنجی نمونه‌های لعاب‌کاری شده به صورت دستی و با دستگاه پرتابل انجام شد که نتایج آن در جدول ۲ آورده شده است. همانطور که از نتایج مشخص است لعاب‌های فریت نشده ضخامت کمتری دارند و ضخامت لعاب‌های فریت شده تقریباً یکسان است.

در جدول ۳ سختی لعاب‌های ایجاد شده در شرایط مختلف آورده شده است. مشاهده می‌شود که سختی لعاب‌های ایجاد شده از پودرهای فریت شده به مراتب بیشتر از لعاب‌های ایجاد شده از پودرهای فریت نشده است. همانطور که در بخش بررسی‌های ریزساختاری توضیح داده شد، لعاب‌های فریت نشده متراکم نیستند و تخلخل و حفرات فراوانی در ساختار آنها مشاهده شد. سختی به صورت مقاومت ماده در برابر یک جسم فرورونده تعریف می‌شود [۲].

جدول ۲- ضخامت لعاب‌های فریت شده و فریت نشده پس از حرارت‌دهی در کوره ماکروویو.

زمان حرارت‌دهی (min)	ضخامت (mm)	
	فریت شده	فریت نشده
۱۰	۴/۵	۲/۳
۲۰	۳/۹	۱/۸
۳۰	۳/۸	۰/۵

جدول ۳- سختی زیرلایه و لعاب‌های فریت شده و فریت نشده پس از حرارت‌دهی در کوره ماکروویو.

SS 316	سختی (HV)	
	فریت شده	فریت نشده
۱۸۰	۳۱۰	۸۰
زمان حرارت‌دهی (min)	۳۱۲	۱۱۰
۱۰	۳۱۲	۱۵۰
۲۰		
۳۰		

- [3] A. Karamanov, M. Pelino, Induced crystallization porosity and properties of sintered diopside and wollastonite glass-ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, **28** (2018) 555–562.
- [4] E. Bernardo, E. Bonomo and A. Dattoli, Optimisation of sintered glass-ceramics from an industrial waste glass, *Ceramics International* **36** (2021) 1675–1680.
- [5] A. Karamanov, Pore Formation in glass-ceramics: Influence of the stress energy distribution, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **356** (2019) 117–119.
- [6] I. G. Berdzenishvili, Synthesis of Low-Melting Pipe Enamel Coatings and Their Chemical Durability, *American Journal of Materials Science*, **6** (2016) 45-48.
- [7] T. Maeder, Review of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> based glasses for electronics and related applications, *International Materials Reviews*, **58** (2013) 3-40.
- [8] K. Dimitriadis, D. Moschovas, D. U. Tulyaganov, S. Agathopoulos, Glass-ceramics in the CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> system as potential dental restorative materials, *applied ceramics society*, **18** (2021) 1938-1949.
- [9] R. Zhang, Zh. Wang, Y. Meng, Sh. Jiao, J. Jia, Y. Min, Quantitative insight into aluminum structures in CaO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> system via Raman and 27Al MAS-NMR spectroscopies, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **573** (2021) 214–224.
- [10] M. Zhao, J. Cao, Zh. Wang, G. Li, *Insight into the dual effect of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on the crystallization of CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> glass-ceramics*, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **513** (2019) 144-151.
- [11] M. Zhao, J. Cao, X. Geng, W. Song, Zh. Wang, Structural origin of CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glass crystallization: Iron-containing clusters, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **547** (2020) 157–172.
- [12] F. Ye, Porparation and Mechanical Properties of Carbon Nanotube Reinforced Barium Aluminosilicate Glass-Ceramic Composites, *Scripta Materialia*, **55** (2016) 911-914.
- [13] B. Plesingerova, M. Kovalcikova, Influence of the thermal expansion mismatch between body and glaze on the crack density of glazed ceramics, *J. Ceramics-Silikáty*, **47** (2013) 100-107.
- [14] F. Pei, G. Zhu, P. Li, H. Guo, Effects of CaF<sub>2</sub> on the sintering and crystallisation of CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> glass-ceramics, *Ceramics International*, **46** (2020) 17825-17835.
- [15] W.E. Lee and W.M. Rainforth, *Ceramic Microstructures*, Chapman & Hall, London, 2014.
- [16] M. Montazerian, P. Alizadeh, B. E. Yekta, Pressureless Sintering and Mechanical Properties of Mica Glass- Ceramic/ Y-PSZ Composite, *Journal of the European Ceramic Society*, **28** (2018) 2687-2622.
- [17] C. Fernandez, Optimisation of the Synthesis of Glass-Ceramic Matrix Composites by the Surface Methodology, *Journal of the European Ceramic Society*, **23** (2013) 1031-1038.
- [18] I. Rozenstrauha, The Influence of Various Additions on a Glass- Ceramic Matrix Composition Based on Industrial Waste, *Ceramics International*, **32** (2016) 115-119.
- [19] J. Xue, J. Zhong, Y. Mao, Ch. Xu, W. Liu, Y. Huang, Effect of CuO on crystallisation and properties of red R<sub>2</sub>O–CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> glass-ceramics from granite wastes, *Ceramics International*, **46** (2020) 23186-23193.
- [20] Y.M. Sung, Graphite Fiber-Reinforced off-Stoichiometric SrO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/2SiO<sub>2</sub> Glass-Ceramic Matrix Composites, *Journal of Materials Science Letters*, **18** (2019) 1315-1317.

حرارت‌دهی سبب چسبندگی بیشتر لعاب به زیرلایه شده است. از طرف دیگر میانگین طول ترک در لعاب‌های فریت نشده به مراتب بیشتر از لعاب‌های فریت شده است. نتایج نشان می‌دهند که فریت شدن پودرهای اولیه تأثیر چشمگیری بر بهبود چسبندگی لعاب به زیرلایه داشته است. همچنین افزایش زمان حرارت‌دهی لعاب‌های فریت شده تأثیر چندانی در بهبود چسبندگی لعاب به زیرلایه نداشته است.

جدول ۴- طول ترک‌های ایجاد شده در اثر اعمال ۱۰۰۰ gf برای لعاب‌های ایجاد شده در زمان‌های مختلف.

زمان حرارت‌دهی (min)	میانگین طول ترک (mm)	
	فریت نشده	فریت شده
۱۰	۲/۲۲	۰/۳
۲۰	۱/۸	۰/۲۸
۳۰	۰/۸	۰/۲۶

#### ۴. نتیجه‌گیری

- ۱- لعاب‌های فریت نشده متخلخل و لعاب‌های فریت شده متراکم بودند.
- ۲- با افزایش زمان حرارت‌دهی از ۱۰ تا ۳۰ دقیقه تراکم لعاب‌های فریت نشده افزایش یافت ولی روی تراکم لعاب‌های فریت شده تأثیر چندانی نداشت.
- ۳- لعاب‌های فریت نشده سختی بالایی نداشتند و چسبندگی آنها به زیرلایه نیز مناسب نبود. افزایش زمان حرارت‌دهی سبب افزایش سختی و چسبندگی لعاب‌های فریت نشده شد.
- ۴- لعاب‌های فریت شده سختی بیشتری نسبت به لعاب‌های فریت نشده داشتند و چسبندگی آنها به زیرلایه بسیار خوب بود. اما افزایش زمان حرارت‌دهی تأثیر زیادی بر سختی و چسبندگی لعاب‌های فریت شده نداشت.

#### مرجع‌ها

- [1] A. Karamanov and M. Pelino, Sinter- Crystallization in the diopside- albite system part II. Kinetics of crystallization and sintering, *Journal of the European Ceramic Society*, **26** (2016) 2519-2526.
- [2] H. Liu et al, Preparation and properties of glass ceramics derived from blast-furnace slag by a ceramic-sintering process, *Ceramic International*, **35** (2019) 3181-3184.