

مقایسه کامپوزیت آلومینا- اسپینل ساخته شده به صورت درجا به روش ریخته‌گری ژلی با آلومینا، هیدروکسید منیزیم و استات منیزیم

محسن حاجی*^۱، مسعود علیزاده^۲، محمد حسن امین^۲ و طاهره طالبی^۱

۱- کارشناس ارشد، پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج

۲- استادیار، پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج

*m.haji83@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۸۸/۰۹/۴، تاریخ پذیرش: ۱۳۸۹/۰۱/۲۰)

چکیده

در تحقیق حاضر، ابتدا کامپوزیت آلومینا- اسپینل به صورت درجا^۱ به روش ریخته‌گری ژلی با استفاده از دو ماده اولیه مختلف، استات منیزیم (محلول در آب) و هیدروکسید منیزیم (نامحلول در آب) به همراه آلومینا سنتز و شکل داده شد و سپس خواص هر کدام به طور جداگانه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از آزمایش مقدار رسوب پراکنده‌ساز مصرفی برای پایدارسازی سیستم حاوی استات منیزیم را بیشتر از هیدروکسید منیزیم نشان می‌دهد. همچنین استحکام نمونه‌های حاوی هیدروکسید منیزیم بالاتر از قطعات شامل استات منیزیم به دست آمد. اثر زمان زینتر بر تشکیل فاز اسپینل به کمک پراش اشعه ایکس بررسی گردید. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز گویای تخلخل‌های بیشتر در سیستم حاوی استات منیزیم می‌باشد.

واژه‌های کلیدی:

ریخته‌گری ژلی، کامپوزیت، آلومینا- اسپینل، سوسپانسیون، هیدروکسید منیزیم، استات منیزیم.

۱- مقدمه

قرار می‌گیرد [۲]. تلاش برای بهبود خواص آن سبب ایجاد کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های مختلفی از این ماده شده است [۳]. منیزیا یکی از مواد رایج مورد استفاده برای تهیه کامپوزیت آلومینا- اسپینل می‌باشد که در اثر واکنش با آلومینا در دمای حدود ۱۶۰۰-۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تشکیل فاز اسپینل می‌شود [۴]. اسپینل به دلیل ضریب انبساط حرارتی کمتر از آلومینا (ضریب انبساط حرارتی اسپینل $10^{-6} K^{-1}$ و آلومینا $9 \times 10^{-6} K^{-1}$) می‌تواند مقاومت به شوک حرارتی آن را بهبود

استفاده از مواد کامپوزیتی در دهه‌های اخیر توجه بسیاری را به خود جلب کرده است. مواد کامپوزیتی به خاطر خواص بهتری که نسبت به مواد اولیه خود دارند، کاربردهای گوناگونی را در صنایع مختلف پیدا کرده‌اند [۱]. آلومینا ماده‌ای است با استحکام مکانیکی بالا، پایداری حرارتی و شیمیایی مناسب و قابلیت پایدارسازی عالی در سیستم‌های ریخته‌گری که در بسیاری از صنایع از جمله صنعت دیرگداز به طور روزافزون مورد استفاده

جدول (۱): مواد اولیه مصرفی در ساخت آلومینا - اسپینل.

توضیحات	کمپانی سازنده	عملکرد	ماده اولیه
$7 \mu\text{m}$ میانگین اندازه دانه	Martinswerk Co.	بدنه اصلی	Al_2O_3
خلوص ۹۹/۸٪	Aldrich Co.	مونومر اصلی	Methacrylamide (MAM)
خلوص ۹۹/۸٪	Aldrich Co.	اتصال دهنده عرضی	N, N'-Methylenebisacrylamide (MBAM)
خلوص ۹۹/۸٪	MERCK Co.	آغازگر	Ammonium Persulfate (APS)
خلوص ۹۹/۸٪	MERCK Co.	کاتالیزور	N, N, N', N'-Tetramethylethylenediamine (TEMED)
حاوی ۶۰٪ ماده مفید، مابقی آب	Zschimmer and Schwars Co.	پراکنده ساز	Dolapix ET85
خلوص ۹۹/۵٪	MERCK Co.	فاز دوم	$\text{Mg}(\text{OH})_2$
خلوص ۹۹/۸٪	MERCK Co.	فاز دوم	$\text{C}_4\text{H}_6\text{MgO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

قرار دادند. کامپوزیت‌های دیگری مانند کامپوزیت متخلخل $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ [۱۲]، NiO-SDC [۱۳] (جهت کاربرد در پیل‌های سوختی اکسید جامد) نیز به این روش تولید شده‌اند. ولی تاکنون گزارشی پیرامون ساخت کامپوزیت‌ها از این روش با استفاده از مواد اولیه محلول در آب گزارش نشده است. مزیت این روش توزیع یکنواخت‌تر فازها و در نتیجه رسیدن به خواص مطلوب‌تر می‌باشد.

در تحقیق حاضر، کامپوزیت آلومینا-اسپینل با استفاده از دو ماده اولیه (هیدروکسید منیزیم و استات منیزیم) به همراه آلومینا به صورت درجا با استفاده از روش ریخته‌گری ژلی تهیه شد و خواص و ریزساختار آنها مورد بررسی و مقایسه قرار گرفتند.

۲- روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

مواد اولیه استفاده شده در این تحقیق در جدول (۱) گزارش شده است.

۲-۲- روش تهیه نمونه

برای سنتز فاز اسپینل از دو ترکیب مختلف استفاده شد. ترکیب اول شامل استات منیزیم (محلول در آب) به همراه آلومینا و ترکیب دوم شامل هیدروکسید منیزیم (نامحلول در آب) به همراه آلومینا بوده است. ابتدا مونومرها بر مبنای ۱۵٪ وزنی از آب

بخشد [۵]. همچنین وجود اسپینل در مرز دانه‌های آلومینا در دماهای بالا مانع از رشد بیش از حد دانه‌ها و در نتیجه مانع از کاهش خواص مکانیکی آن می‌شود. کاربرد عمده این کامپوزیت در صنعت دیرگداز می‌باشد. همچنین از آن به عنوان پایه دیوهای انتشاردهنده نور بر مبنای GA-N [۶] و هادی پروتون در دماهای بالا [۷] نیز استفاده کرده‌اند.

ریخته‌گری ژلی یک روش جدید برای شکل‌دهی سرامیک‌ها بر مبنای سوسپانسیون‌های کلوئیدی می‌باشد [۸]. این روش برای اولین بار در دهه ۱۹۸۰ توسط اوماته^۲ و جانی^۳ در Oak Ridge National Laboratories در آمریکا ابداع شد. در این روش ابتدا دوغابی شامل پودرهای سرامیکی و یک مونومر محلول در آب تهیه شده و سپس داخل قالب ریخته شده و به صورت درجا پلیمریزه می‌گردد، تا دوغاب به صورت ژل درآید، سپس قطعه ژلی شکل داده شده به صورت ژل از قالب خارج شده و در نهایت خشک و زینتر می‌شود [۹]. اخیراً از این روش برای سنتز کامپوزیت‌ها نیز استفاده شده است. لیو^۴ و همکارانش در سال ۲۰۰۲ [۱۰] کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ را به روش ریخته‌گری ژلی تهیه کردند و اثر خواص رئولوژی سوسپانسیون را بر روی خواص مکانیکی آن بررسی نمودند. همچنین آنانتاکومار^۵ و همکارانش در سال ۲۰۰۳ [۱۱] نانو کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ را به این روش تهیه کردند و مقاومت به خزش آن را مورد بررسی

به همراه سوسپانسیون درون خشک کن در دمای ۵۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱/۵ ساعت قرار داده شدند. قطعات خشک شده از درون قالب‌ها در آورده شده و درون انکوباتور با دمای ۳۵ درجه سانتی‌گراد و رطوبت ۹۰ درصد قرار داده شدند تا فرآیند خشک شدن به صورت کامل انجام شود. در نهایت قطعات به دست آمده در دماهای مختلف تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند.

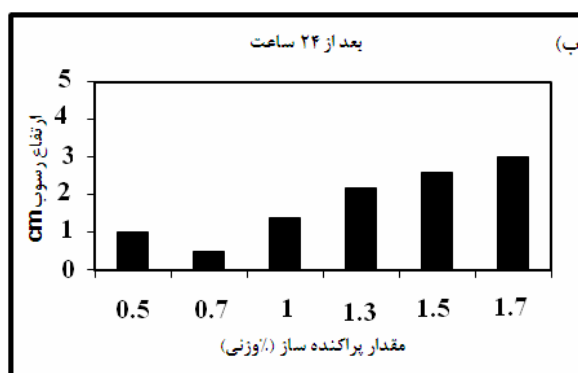
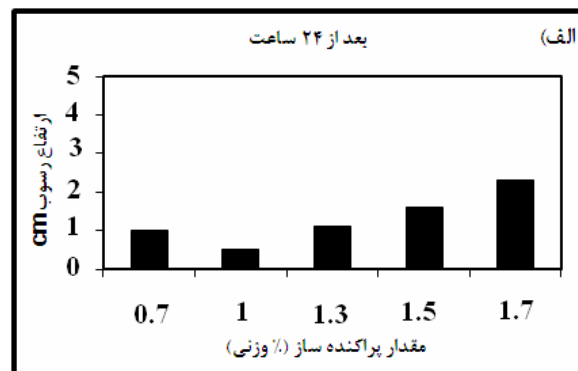
۲-۳- روش‌های آنالیز

آزمایش رسوب با استفاده از استوانه‌های مدرج به حجم ۱۰ cc انجام شد. رفتار رئولوژی سوسپانسیون‌ها با استفاده از دستگاه رئومتر چرخشی مدل MCR300 با سرعت برشی در محدوده ۱۲۰-۱ (1/s) بررسی شد. از دستگاه آنالیز حرارتی همزمان (STA) مدل PL1640 برای بررسی رفتار حرارتی نمونه‌ها استفاده شد. برای اثبات حضور فازهای آلومینا و اسپینل در نمونه‌ها از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) مدل Unisantis XMD 300 استفاده گردید. استحکام خمشی سه نقطه نمونه‌ها توسط دستگاه Instron مدل ۱۱۹۶ اندازه‌گیری شد. همچنین از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Philips XL30 برای بررسی ریزساختار نمونه‌ها و نیز توزیع فاز اسپینل در زمینه آلومینا استفاده شد.

۳- نتایج و مباحث

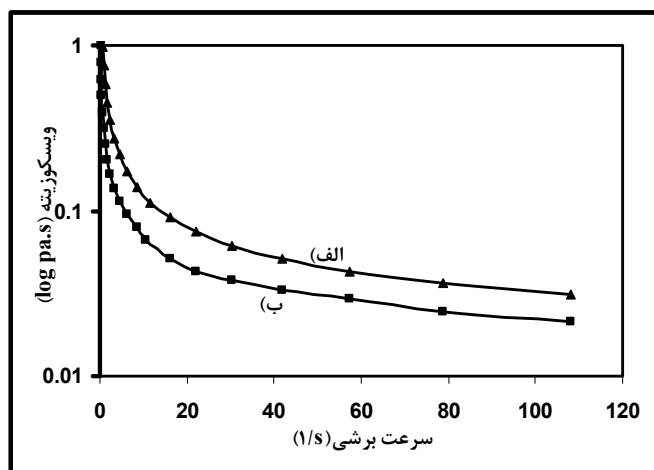
۳-۱- تعیین مقدار بهینه پراکنده‌ساز

برای تعیین مقدار مطلوب پراکنده‌ساز از آزمایش ته‌نشینی رسوب استفاده شد. برای این کار مقادیر مختلف پراکنده‌ساز ET85 به سوسپانسیون ۱۰ درصد حجمی جامد آلومینا اضافه شد. شکل (۱) نتایج آزمایش انجام شده را نشان می‌دهد. شکل (۱-الف) مربوط به حالتی است که از استات منیزیم استفاده شده است و شکل (۱-ب) مربوط به استفاده از هیدروکسید منیزیم می‌باشد.



شکل (۱): ارتفاع رسوب بر حسب مقدار پراکنده‌ساز دولاپیکس ET85، (الف) در حضور استات منیزیم و (ب) در حضور هیدروکسید منیزیم.

سیستم، با نسبت $MAM-MBAM = 5:1$ درون آب دیونیزه حل شدند. سپس ماده اولیه حاوی منیزیم بر مبنای تشکیل ۱۵٪ وزنی اسپینل در قطعه نهایی به طور جداگانه وارد دو محلول شده و با استفاده از همزن مغناطیسی، مخلوط هم زده شد. در ادامه، ابتدا عامل پراکنده‌ساز با نام تجاری دولاپیکس ET85 و سپس پودر آلومینا به سیستم اضافه گردید. جهت همگن سازی و کاهش ویسکوزیته سوسپانسیون از آسیاب ماهواره‌ای (در پژوهشگاه مواد و انرژی) به مدت نیم ساعت استفاده شد. در واقع این نوع آسیاب بسیار سریع می‌چرخد و علاوه بر حرکت چرخشی دارای حرکت محوری (منظور چرخش جا نمونه‌ای به دور خود است) نیز می‌باشد که مانع از چسبیدن ذرات به دیواره جا نمونه‌ای می‌گردد. با انجام آزمایش‌های پایدارسازی و اطمینان از پایداری سوسپانسیون، سوسپانسیون به دست آمده بعد از افزودن آغازگر و کاتالیزور درون قالب‌های از جنس تفلون، ریخته شد. قالب‌ها



شکل (۲): رفتار رئولوژی سوسپانسیون حاوی الف) استات منیزیم با ۱٪ وزنی دولایکس ET85 و ب) هیدروکسید منیزیم با ۷٪ وزنی دولایکس ET85.

به افزایش ویسکوزیته می‌گردد. هر چند مقدار ویسکوزیته آن در حد قابل قبول برای انجام فرآیند ریخته‌گری ژلی می‌باشد [۹].

۳-۳- بررسی رفتار حرارتی نمونه‌ها

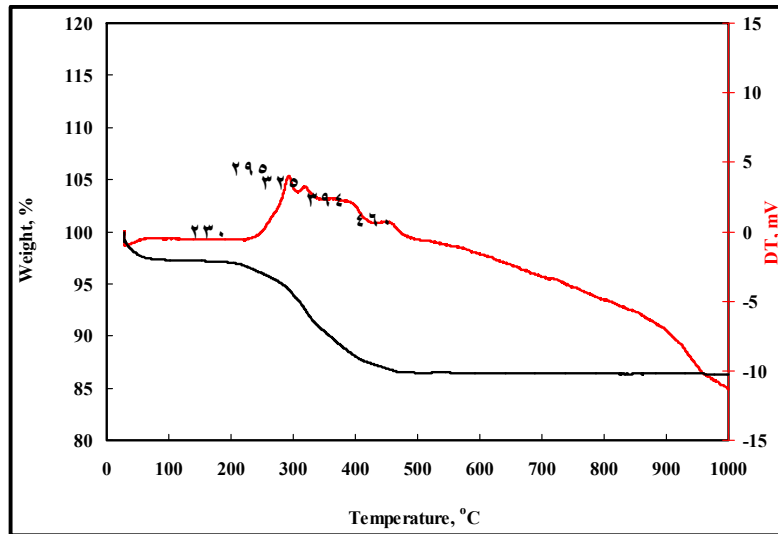
شکل‌های (۳ و ۴) به ترتیب رفتار حرارتی نمونه‌های حاوی استات منیزیم و هیدروکسید منیزیم را نشان می‌دهند. در شکل (۳) از محدوده دمایی حدود ۲۳۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد چند اتفاق حرارتی در نمودار DTA ملاحظه می‌شود. وجود پیک آگزوترمیک به علت تجزیه و سوختن استات و مونومرهای موجود در سیستم (MAM/MBAM) و خروج آنها می‌باشد [۸]. در خارج از محدوده دمایی ذکر شده هیچ‌گونه اتفاقی صورت نگرفت. نمودار TG آن نیز در محدوده دمایی ۴۵۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش وزن معادل تقریباً ۱۳ درصد نشان می‌دهد.

شکل (۴) رفتار حرارتی نمونه حاوی هیدروکسید منیزیم را نشان می‌دهد که در آن ۲ پیک گرماگیر و گرمازا در محدوده دمایی ۲۴۰ تا ۴۷۰ درجه سانتی‌گراد ملاحظه می‌شود. پیک گرماگیر در محدوده دمایی ۲۴۰ تا ۲۸۰ درجه سانتی‌گراد مربوط به خروج گروه هیدروکسید موجود در هیدروکسید منیزیم بوده و پیک گرمازا در محدوده دمایی ۲۴۰ تا ۴۷۰ درجه سانتی‌گراد

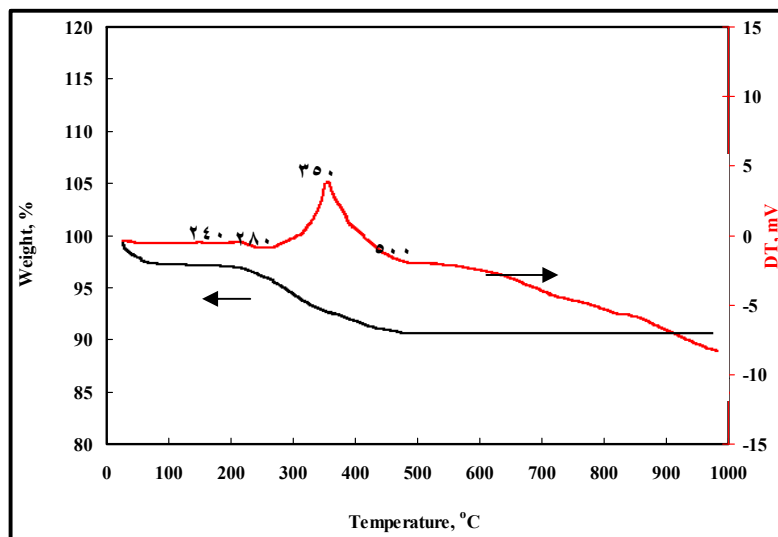
در اینجا منظور از ارتفاع رسوب، ارتفاع رسوب پودر در ته لوله آزمایش می‌باشد. همانطور که ملاحظه می‌شود در هر دو نمودار با افزایش مقدار پراکنده‌ساز ابتدا ارتفاع رسوب کاهش می‌یابد و سپس افزایش پیدا می‌کند. بنابراین مقدار مناسب پراکنده‌ساز مقداری است که در آن رسوب کمتری تشکیل می‌شود. با توجه به شکل (۱) مقدار مناسب پراکنده‌ساز برای سوسپانسیون حاوی استات منیزیم ۱٪ وزنی و برای سوسپانسیون حاوی هیدروکسید منیزیم ۷۵٪ وزنی (بر مبنای وزن جامد) می‌باشد.

۳-۲- بررسی رفتار رئولوژی سوسپانسیون‌ها

شکل (۲) رفتار رئولوژی سوسپانسیون‌ها با حضور مقدار بهینه پراکنده‌ساز حاصل از آزمایش رسوب را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود رفتار رئولوژی سوسپانسیون‌ها در هر دو ترکیب رفتار شبه پلاستیک^۷ را نشان می‌دهد. همچنین به دلیل تراکم یونی بالاتر محلول حاصل از استات منیزیم ویسکوزیته سوسپانسیون حاوی هیدروکسید منیزیم (نمودار ۲-ب) نسبت به سوسپانسیون حاوی استات منیزیم (نمودار ۲-ب) (هر دو با مقادیر بهینه پراکنده‌ساز) کمتر است، زیرا استات منیزیم، محلول در آب است و در اثر انحلال در آب به یون‌های استات و منیزیم تجزیه می‌شود، لذا تراکم یونی محلول افزایش یافته و مانع از حرکت آزادانه ذرات آلومینا در داخل سیستم می‌شود که منجر



شکل (۳): نمودار STA نمونه‌های حاوی استات منیزیم.



شکل (۴): نمودار STA نمونه‌های حاوی هیدروکسید منیزیم.

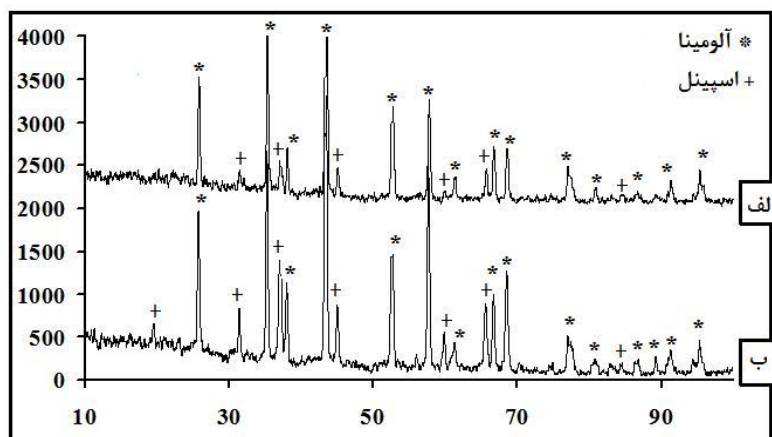
با توجه به نتایج به دست آمده برای تهیه نمونه‌هایی بدون عیب و عاری از ترک، عملیات حرارتی جهت زینتر نمودن، با دقت بیشتری در محدوده دمایی ۲۰۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد اعمال گردید.

۳-۴- آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)

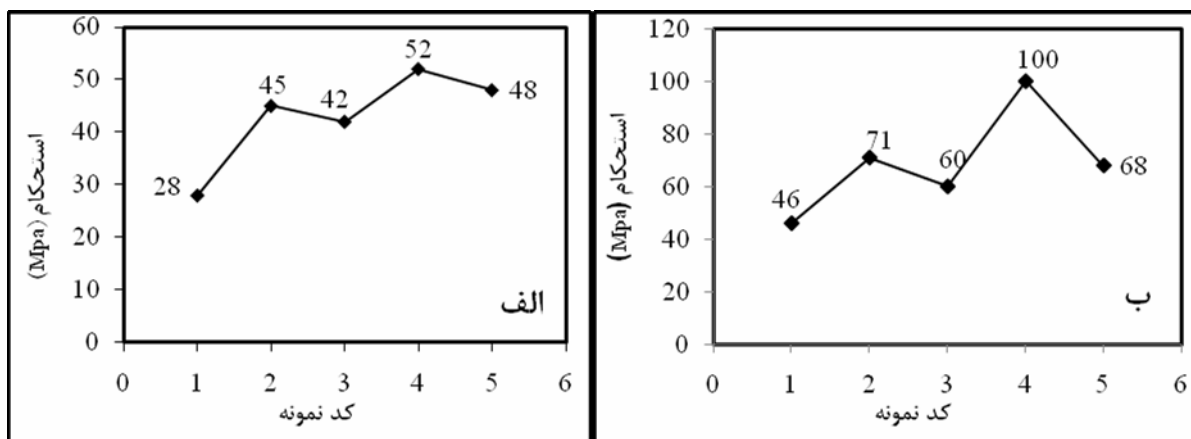
شکل (۵) الگوی پراش اشعه ایکس نمونه حاوی استات منیزیم زینتر شده در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد در دو زمان ۳ و ۴ ساعت را نشان می‌دهد.

مربوط به خروج مونومرهای موجود در سیستم می‌باشد [۸]. کاهش وزن آن نیز با توجه به نمودار TG به صورت پیوسته تا دمای حدود ۴۷۰ درجه سانتی‌گراد ادامه داشته و معادل تقریباً ۱۰ درصد است.

نکته قابل توجه در مقایسه نمودارهای TG هر دو شکل کاهش وزن بیشتر نمونه حاوی استات منیزیم نسبت به نمونه هیدروکسید منیزیم است که دلیل آن به خاطر وجود استات در نمونه می‌باشد.



شکل (۵): الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) نمونه حاوی استات منیزیم زینتر شده در 1650°C به مدت الف) ۳ ساعت و ب) ۴ ساعت.



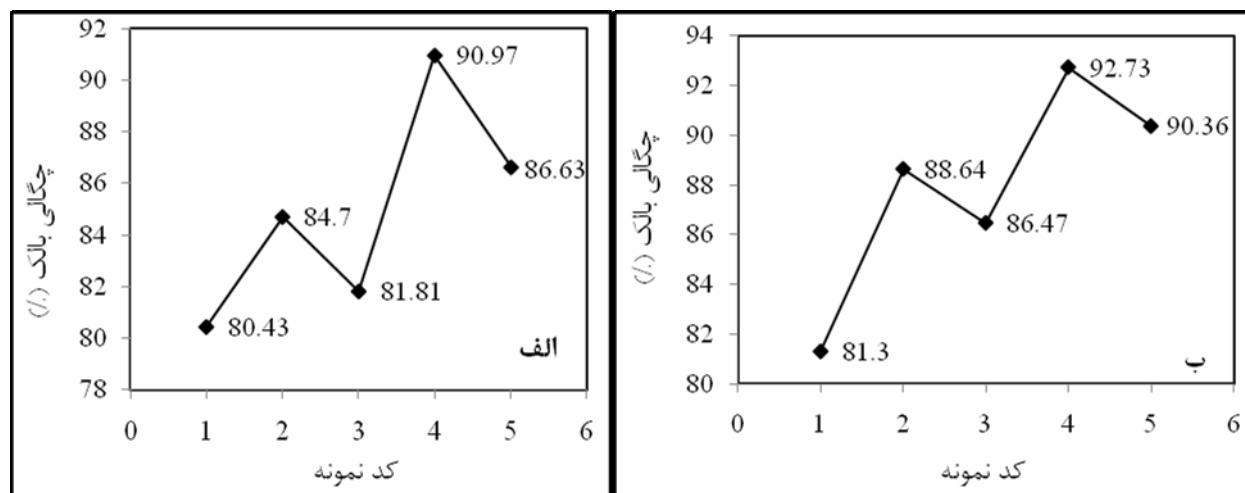
شکل (۶): استحکام نمونه‌های زینتر شده، الف) استات منیزیم، ب) هیدروکسید منیزیم، (۱) زینترینگ در 1550°C به مدت ۳ ساعت، (۲) زینترینگ در 1600°C به مدت ۳ ساعت، (۳) زینترینگ در 1650°C به مدت ۲ ساعت، (۴) زینترینگ در 1650°C به مدت ۳ ساعت، (۵) زینترینگ در 1650°C به مدت ۴ ساعت.

است. نکته قابل توجه در هر دو شکل، کاهش استحکام با افزایش زمان زینترینگ از ۳ ساعت به ۴ ساعت در نمونه‌های زینتر شده در دمای 1650°C درجه سانتی‌گراد می‌باشد که دلیل این امر می‌تواند به خاطر رشد بیش از حد دانه‌ها باشد. زیرا با افزایش اندازه دانه‌ها اولاً مرز دانه‌ها کاهش یافته و موانع کمتری در جلو رشد ترک‌ها ایجاد می‌شود و ثانیاً این امر موجب حبس تخلخل‌ها می‌شود و نهایتاً باعث کاهش استحکام می‌گردد. نکته دیگر در شکل (۶) پایین‌تر بودن استحکام نمونه‌های حاوی استات منیزیم (شکل ۶-الف) از نمونه‌های حاوی هیدروکسید

همانطور که در شکل ملاحظه می‌شود در هر دو زمان مختلف زینترینگ، نمونه‌ها شامل فازهای آلومینا و اسپینل هستند. اما با افزایش زمان از ۳ به ۴ ساعت شدت پیک‌های اسپینل افزایش یافته است. علت افزایش شدت پیک‌های فاز اسپینل در شکل (۵-ب) نفوذی بودن فرآیند تشکیل اسپینل می‌باشد. بدین معنی که زمان طولانی‌تر زینترینگ، باعث تشکیل بیشتر فاز اسپینل می‌شود.

۳-۵- استحکام خمشی

نتایج استحکام خمشی نمونه‌های زینتر شده در شرایط مختلف زینترینگ با دو ماده اولیه متفاوت، در شکل (۶) آورده شده



شکل (۷): چگالی نمونه‌های زینتر شده، (الف) استات منیزیم، (ب) هیدروکسید منیزیم، (۱) زینترینگ در 1550°C به مدت ۳ ساعت، (۲) زینترینگ در 1600°C به مدت ۳ ساعت، (۳) زینترینگ در 1650°C به مدت ۲ ساعت، (۴) زینترینگ در 1650°C به مدت ۳ ساعت، (۵) زینترینگ در 1650°C به مدت ۴ ساعت.

۳-۷- بررسی ریزساختار نمونه‌ها

شکل‌های (۸ و ۹) تصاویر ریزساختار نمونه‌های تهیه شده در شرایط بهینه زینترینگ را نشان می‌دهد. این شکل‌ها نشان می‌دهند که اولاً با افزایش زمان حرارت‌دهی، زینترپذیری بهبود یافته است. ثانیاً تخلخل‌ها نیز روند رو به کاهشی از خود نشان می‌دهند. نکته‌ی قابل ملاحظه، وجود تخلخل‌های کمتر و در نتیجه بدنه با چگالی بیشتر در نمونه‌های حاوی هیدروکسید منیزیم می‌باشد (شکل ۸). از آنجایی که بدنه‌های حاوی استات منیزیم با توجه به نمودار آنالیز حرارتی آنها (شکل ۳) مقدار کاهش وزنی زیادی را از خود نشان دادند؛ لذا ایجاد تخلخل بیشتر در بدنه‌های زینتر شده آنها دور از انتظار نیست. نتایج نشان می‌دهد که زینتر نمودن دو نمونه در شرایط مساوی منجر به ریزساختار یکسانی از آنها نمی‌گردد، به همین دلیل در ریزساختار نمونه حاوی استات منیزیم تخلخل‌های بیشتری ملاحظه می‌گردد.

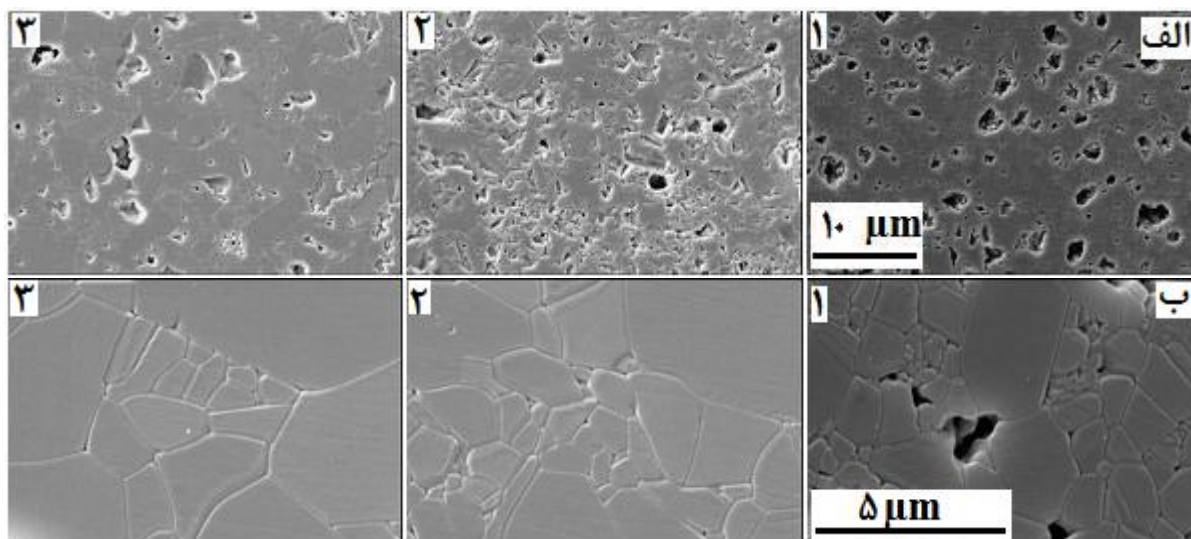
نکته قابل توجه در مورد شناسایی فاز اسپینل از طریق آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی این است که به دلیل نزدیک بودن اعداد جرمی دو عنصر Al و Mg، از طریق تصویر با مد اشعه برگشتی^۸ هیچ گونه تمایزی بین ذرات آلومینا و اسپینل

منیزیم (شکل ۶- ب) است. این موضوع نیز مربوط به خروج بیشتر مواد آلی و حضور تخلخل‌های بیشتر در ساختار نمونه‌های حاوی استات منیزیم می‌باشد. همچنین نمونه ۳ دارای بیشترین استحکام می‌باشد.

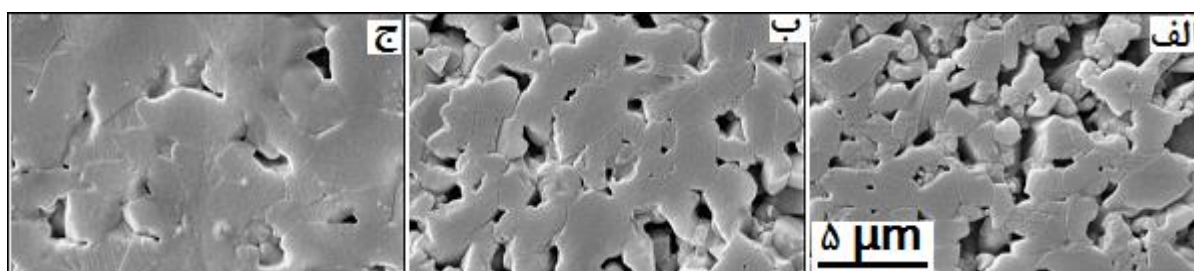
۳-۶- چگالی نمونه‌ها

چگالی نمونه‌های پخته شده در دما و زمان‌های مختلف زینترینگ، در شکل (۷) گزارش شده است. در اینجا نیز نمونه‌های حاوی هیدروکسید منیزیم نسبت به نمونه‌های حاوی استات منیزیم در شرایط برابر زینترینگ دارای چگالی بیشتری هستند. همچنین ملاحظه می‌شود که نمونه ۵ نسبت به نمونه ۴ دارای چگالی کمتری می‌باشد. همانطور که در قسمت قبل ذکر شد، می‌تواند به دلیل رشد بیش از حد دانه‌ها و حبس تخلخل‌ها در داخل ریزساختار باشد. در واقع با افزایش زمان زینترینگ، ابتدا به هم چسبیدن دانه‌ها اتفاق می‌افتد که باعث کاهش تخلخل‌ها می‌شود و سپس در ادامه، با افزایش زمان زینترینگ، رشد بیش از حد دانه‌ها مانع از حذف تخلخل‌ها می‌شود.

بنابراین با توجه به نتایج به دست آمده از استحکام و چگالی بالک، می‌توان دمای 1650°C درجه سانتی‌گراد و زمان ۳ ساعت را به عنوان شرایط بهینه برای زینترینگ کامپوزیت آلومینا-اسپینل در نظر گرفت.



شکل (۸): تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های ساخته شده با هیدروکسید منیزیم زینتر شده در دمای 1650°C در بزرگنمایی‌های (الف) ۱۰۰۰ برابر، (ب) ۸۰۰۰ برابر، در زمان‌های (۱) ۲ ساعت، (۲) ۳ ساعت، (۳) ۴ ساعت.



شکل (۹): تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های ساخته شده با استات منیزیم در بزرگنمایی ۵۰۰۰ برابر، زینتر شده در دمای 1650°C در زمان‌های (الف) ۲ ساعت، (ب) ۳ ساعت، (ج) ۴ ساعت.

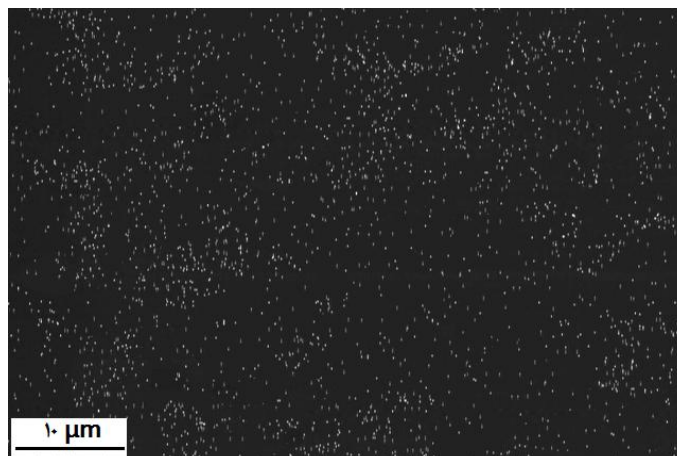
به دست آمده به شرح زیر بودند:

- ۱- مقادیر بهینه پراکنده‌ساز ET85 برای سوسپانسیون حاوی استات منیزیم ۱٪ وزنی و برای سوسپانسیون حاوی هیدروکسید منیزیم ۷٪ وزنی بود. همچنین سوسپانسیون‌ها در مقادیر بهینه پراکنده‌سازها رفتار مناسبی برای ریخته‌گری از خود نشان دادند.
- ۲- وجود فاز اسپینل و وابستگی میزان تشکیل آن به زمان زینترینگ توسط XRD تأیید شد. نشان داده شد که با افزایش زمان زینترینگ میزان نفوذ MgO به داخل Al_2O_3 برای تشکیل اسپینل بیشتر می‌شود.

وجود نداشت؛ لذا این مد برای شناسایی فاز اسپینل به کار گرفته نشد و به جای آن تصاویر مربوط به توزیع ذرات منیزیم (MAP) که نشان‌دهنده توزیع فاز اسپینل در ریزساختار می‌باشد مورد استفاده قرار گرفت (شکل ۱۰). همانطور که در شکل (۱۰) ملاحظه می‌شود ذرات منیزیم (نقاط روشن) دارای توزیع یکنواختی در ریزساختار نمونه می‌باشند.

۴- نتیجه‌گیری

کامپوزیت آلومینا-اسپینل (MgAl_2O_4) به روش ریخته‌گری ژلی با استفاده از دو ماده اولیه متفاوت با موفقیت تهیه شد. نتایج



شکل (۱۰): تصویر توزیع ذرات منیزیم (MAP) در ریزساختار (نقاط روشن توزیع ذرات منیزیم می‌باشند).

- ۳- تصاویر SEM وجود تخلخل‌های بیشتر و بزرگتر در نمونه‌های ساخته شده با استات منیزیم را نسبت به هیدروکسید منیزیم تأیید می‌کند؛ که دلیل آن به خاطر مقادیر زیاد استات و خروج آن از سیستم می‌باشد. همچنین نشان داده شد که با افزایش زمان زینترینگ از میزان تخلخل‌ها کاسته می‌شود.
- ۴- استحکام خمشی و چگالی بالک نمونه‌های ساخته شده با استات منیزیم کمتر از نمونه‌های ساخته شده با هیدروکسید منیزیم می‌باشد که دلیل آن وجود تخلخل‌های بیشتر و بزرگتر در ساختار آنها می‌باشد.
- ۵- در هر دو نمونه، مقادیر استحکام خمشی و چگالی بالک با افزایش زمان زینترینگ ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. دلیل آن به خاطر رشد بی‌رویه دانه‌ها در اثر زمان زینترینگ بیشتر می‌باشد که باعث کاهش خواص می‌گردد.
- ۶- دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۳ ساعت به عنوان شرایط بهینه زینترینگ انتخاب شد.
- ۵- مراجع**
- [1] H. Jian-feng, Z. Xie-rong, L. He-jun, X. Xin-bo and H. Min, "Al₂O₃-Mullite-SiC-Al₄SiC₄ Multi-Composition Coating for Carbon/Carbon Composites", Materials Letters, Vol. 58, pp. 2627-2630, 2004.
- [2] H. Gitzen, Alumina as a Ceramic Material, pp. 3-5, John Wiley, 1973.
- [3] C. Zanelli, M. Dondi, M. Raimondo and G. Guarini, "Phase Composition of Alumina-Mullite-Zirconia Refractory Materials", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 30, pp. 29-35, 2009.
- [4] W. D. Kingery and etal, Introduction to Ceramic, p. 438, Johan Willeg and Sons, 1976.
- [5] R. Torrecillas, M. Schehl and L. A. D'iaz, "Creep Behaviour of Alumina-Mullite-Zirconia Nanocomposites Obtained by a Colloidal Processing Route", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 27, pp. 4613-4621, 2007.
- [6] F. Tinjoda, P. de Mierrya, D. Lancefielda, Z. Bougriouaa, S. Lau gta, O. Tottereaua, P. Lorenzina, S. Chenota, E. Vireyb, M. R. Koktab, J. L. Stone-Sundbergb and D. Pauwels, "Alumina-Rich Spinel: A New Substrate for the Growth of High Quality GaN-Based Light-Emitting Diodes", Journal of Crystal Growth, Vol. 285, pp. 450-458, 2005.
- [7] Y. Okuyama, N. Kurita b and N. Fukatsu, "Defect Structure of Alumina-Rich Nonstoichiometric Magnesium Aluminate Spinel", Solid State Ionics, Vol. 177, pp. 59-64, 2006.
- [8] M. A. Janney, S. D. Nunn, C. A. Walls, O. O. Omatete, R. B. Ogle, G. H. Kirby and A. D. McMillan, Gelcasting, To be Published in the Handbook of Ceramic Engineering, Mohamed N. Rahaman, Editor, pp. 369-389, Marcel Dekker, 1998.
- [9] Ji, Ma, Z. Xie, H. Miao, Y. Huang, Y. Cheng and W. Yang, "Gelcasting of Alumina Ceramics in the Mixed Acrylamide and Polyacrylamide Systems", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 23, pp. 2273-2279, 2003.
- [10] X. Liu, Y. Huang and J. Yang, "Effect of Rheological Properties of the Suspension on the Mechanical Strength of Al₂O₃-ZrO₂ Composites Prepared by Gelcasting", Ceramics International, Vol. 28, pp. 159-164, 2002.

- [11] S. Ananthakumar, K. Prabhakaran, U. S. Hareesh, P. Manoharb and K. G. K. Warriar, "Gel Casting Process for Al_2O_3 -SiC Nanocomposites and its Creep Characteristics", Materials Chemistry and Physics, Vol. 85, pp. 151-157, 2004.
- [12] W. Zhang, H. Wang and Z. Jin, "Gel Casting and Properties of Porous Silicon Carbide/Silicon Nitride Composite Ceramics", Materials Letters, Vol. 59, pp. 250-256, 2005.
- [13] Y. Yin, W. Zhu, C. Xia and G. Meng, "Gel-Cast NiO-SDC Composites as Anodes for Solid Oxide Fuel Cells", Journal of Power Sources, Vol. 132, pp. 36-41, 2004.

۶- پی نوشت

- 1- In Situ
- 2- Omatete
- 3- Janney
- 4- Liu
- 5- Ananthakumar
- 6- Acrylamide and Methacrylamide
- 7- Shear Thining
- 8- Back Scatter