

تأثیر دمای پخت بر خواص آجرهای دیرگداز سیلیسی حاوی سل نانوسیلیس تهیه شده به روش ریخته‌گری ژل

فاطمه محمدی، ناهید احمدی و ساسان اطرچ*

دانشکده فنی، دانشگاه شهرکرد، شهرکرد، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۲/۱۱/۲۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۳/۰۳/۲۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۳/۰۴/۱۲

چکیده

در این بررسی، آجر دیرگداز سیلیسی حاوی سل نانوسیلیس توسط روش ریخته‌گری ژل تهیه شد و سپس تأثیر دمای پخت بر خواص این بدنه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. جهت تعیین دمای پخت و رفتار حرارتی ترکیب از آنالیز حرارتی همزمان استفاده شد. همچنین خواص فیزیکی، استحکام مکانیکی، ترکیب فازی و ریزساختار این آجرهای دیرگداز پس از پخت در محدوده دماهای ۱۱۵۰ تا ۱۴۰۰ °C ارزیابی شد. نتایج نشان داد که دمای پخت تأثیر زیادی روی خواص این نوع آجرها دارد. سل نانوسیلیس بدلیل سطح ویژه بالا از فاز آمورف به فاز کریستوبالیت در ۱۲۰۰ °C تبدیل می‌شود. تشکیل فاز کریستوبالیت به خاطر مورفولوژی سوزنی شکل باعث افزایش تخلخل بدنه در این دما می‌شود. بررسی‌های ریزساختاری نشان داد کریستوبالیت به عنوان یک فاز اتصالی بین ذرات سیلیس عمل می‌کند که منجر به افزایش استحکام مکانیکی می‌شود. با افزایش دما بالای ۱۲۰۰ °C فرآیند سینترینگ بیشتری اتفاق می‌افتد و باعث کاهش تخلخل‌ها و در نتیجه افزایش بیشتر استحکام مکانیکی می‌شود. با توجه به نتایج حاصل، دمای پخت مناسب برای رسیدن به خواص مناسب ۱۳۰۰ °C می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: نانوسیلیس، آجر سیلیسی، کریستوبالیت، آنالیز فازی، ریخته‌گری ژل.

۱- مقدمه

کف و سقف کوره‌های کک‌سازی و سقف کوره‌های ذوب شیشه مورد استفاده گسترده قرار می‌گیرند. استفاده از این دیرگداز بدلیل رفتار انبساط حرارتی خاص، خواص مناسب ترمومکانیکی تحت فشار در دماهای بالا و مقاومت شیمیایی مناسب آنها می‌باشد [۴-۲]. بطور کلی آجرهای سیلیسی شامل حداقل ۹۳٪ وزنی SiO_2 می‌باشند و میزان SiO_2 در این محصولات عموماً بین ۹۵ تا ۹۷ درصد وزنی متغیر است. یک ملاک برای دسته‌بندی این آجرها میزان Al_2O_3 است که تأثیر بسزایی بر خواص ترمومکانیکی آجر سیلیسی دارد. ملاک دیگر برای دسته‌بندی مقدار فاز

دیرگدازها از جمله موادی هستند که در صنعت کاربرد فراوان دارند. دیرگداز به ماده‌ای اطلاق می‌شود که مقابل سایش و یا خوردگی جامدات، مایعات و یا گازها در دمای بالا مقاوم باشد. با توجه به موقعیت‌هایی که دیرگدازها در آنها بکار می‌روند، از ترکیبات مختلفی نیز برای ساخت آنها استفاده می‌شود [۱]. یکی از این دیرگدازها که در صنعت کاربرد فراوانی دارد، آجرهای سیلیسی می‌باشد. این آجرها بطور گسترده در سقف کوره‌های قوس الکتریکی، دیواره‌ها،

*عهده‌دار مکاتبات: ساسان اطرچ

نشانی: شهرکرد، دروازه سامان، دانشگاه شهرکرد، دانشکده فنی

تلفن: ۰۳۸۱-۴۴۲۴۴۰۷-۱، دورنگار: ۰۳۸۱-۴۴۲۴۴۳۸، پست الکترونیکی: sasan.otroaj@gmail.com

نانو تشکیل شده که در یک محلول قلیایی پراکنده شده است. محلول و واسطه قلیایی باعث ایجاد بارهای منفی بر روی ذرات سیلیس می‌شود و سیستم سل را پایدار می‌کند. با حضور یون‌هایی با بار مثبت در ترکیب یا تغییر pH سیستم بواسطه تبخیر آب سل‌ها به ژل تبدیل می‌شوند. در طی این فرآیند تراکم گروه‌های هیدروکسیل بر روی سطح ذرات اتفاق می‌افتد و با خروج آب و تشکیل باند و اتصال -Si-O-Si- باعث برقراری اتصال بین ذرات می‌شود. امروزه سل‌های سیلیس به علت سهولت نسبی در ساخت و پایداری بیشتر نسبت به سایر سل‌ها، توجه بیشتری را به لحاظ تجاری و صنعتی به خود معطوف داشته‌اند [۲۶-۱۶]. طی دهه‌های گذشته روش سل-ژل بطور موثری برای سرامیک‌ها استفاده شده است. زیرا بدنه‌های سرامیکی حاصل بسیار هموزن می‌شوند و می‌توانند بصورت لایه‌های نازک نیز تشکیل و در دماهای پایین نیز پخت شوند. اما فرآیند اتصال ژل نانوسیلیس از روش سل-ژل متفاوت می‌باشد زیرا اتصال ژل نانوسیلیس فقط به صورت یک سیستم اتصالی عمل می‌کند و باعث تشکیل خود بدنه سرامیکی نمی‌شود. سیلیس کلئیدی در تکنولوژی اتصال ژل نانوسیلیس ذرات دیرگداز را احاطه می‌کند و پس از ژلاسیون، شبکه‌ای را تشکیل می‌دهد که ذرات دیرگداز را در بر می‌گیرد. پس از خارج شدن آب ژل از خود یک ساختار اسکلتی بر جای می‌گذارد که به صورت یک سیستم اتصال عمل می‌کند.

کلئید ویسکوزیته بیشتری نسبت به آب دارد که در نتیجه ذرات جامد را بیشتر جدا از هم نگه می‌دارد. این امر باعث می‌شود تا ترکیبات دارای اتصال ژل نانوسیلیس نفوذپذیری بیشتری در دماهای پایین داشته باشند و راحت‌تر و سریعتر خشک شوند. کلئید ویسکوز، کانال‌های ریزی را بین ذرات ایجاد می‌کند که مقاومت در برابر شوک حرارتی بیشتری را می‌تواند ایجاد کند [۲۸-۲۰].

بدلیل اینکه سیلیس کلئیدی با ترکیبات مختلفی همانند سیلیس، آلومینا و آلومینوسیلیکات سازگار است، دیرگدازهای دارای اتصال ژل نانوسیلیس بطور موفقیت آمیزی برای بسیاری از ترکیبات شامل آلومینا بالا تا آلومینا سیلیکاتی همراه با کاربید سیلیسیم، گرافیت و یا بدون آنها و همچنین ترکیبات سیلیسی توسعه پیدا

بنا-کوارتز باقیمانده بعد از پخت آجر می‌باشد. میزان کوارتز باقیمانده نشان دهنده انقباض بعد از پخت آجر در هنگام مصرف می‌باشد. برای ساخت آجرهای سیلیسی بسیار مترامک با قابلیت هدایت حرارتی بالا Si_3N_4 یا SiC به عنوان قسمتی از مخلوط بکار می‌رود. در طول پخت و از طریق اکسیداسیون SiO_2 کریستالی تشکیل می‌شود که باعث پر شدن تخلخل‌های درون دانه‌ای می‌شود. به عنوان مواد اولیه جهت ساخت آجرهای سیلیسی از کوارتزیت‌های خالص با میزان SiO_2 بالای ۹۶ درصد وزنی استفاده می‌شود. برای تهیه گرانول با قابلیت فشرده شدن در قالب پرس کوارتزیت‌های شسته شده تا اندازه‌های مناسب (کوچکتر از ۴ میلی‌متر) آسیاب می‌شوند [۸-۴]. به منظور افزایش قدرت واکنشی در هنگام پخت در حدود ۱ تا ۴ درصد وزنی CaO به صورت هیدروکسید کلسیم در حین مخلوط کردن به مواد اولیه گرانول اضافه می‌شود. در دمای بالای 60°C اکسید کلسیم با SiO_2 واکنش می‌کند و تشکیل آلفا-ولاستونیت ($\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$) می‌دهد. استحکام آجر سیلیسی پخته شده با تشکیل ولاستونیت افزایش می‌یابد بدون اینکه کاهش قابل ملاحظه‌ای در دیرگدازی آن حاصل شود. استفاده از اکسید آهن (کمتر از ۱ درصد وزنی) نیز تبدیل کوارتز به تریدیمیت را تشدید می‌کند. همچنین CaO و مقدار جزئی از یک چسب آلی استحکام مورد نیاز بدنه خام را تامین می‌کنند. در طول پخت آجرهای سیلیسی فاز بتا-کوارتز موجود در مواد اولیه تبدیل به فازهای دما بالا یعنی آلفا-تریدیمیت و آلفا-کریستوبالیت می‌شود. درجه این تبدیل به ترکیب شیمیایی و توزیع اندازه دانه‌های سیلیس بستگی دارد. آجرهای سیلیس در دمای 1420°C تا 1480°C با یک منحنی حرارتی کنترل شده پخته می‌شوند. انبساط خطی این آجرها در طول پخت تقریباً ۴ تا ۵ درصد می‌باشد [۱۴-۶]. اما یکی از روش‌های جدید برای ساخت این نوع آجرهای سیلیسی دیرگداز استفاده از روش سل-ژل می‌باشد. استفاده از نانوسیلیس به صورت سل در ترکیبات راه جدیدی را برای توسعه و شکل‌دهی آسان‌تر بدنه‌های سرامیکی در دنیا باز کرده است که تحقیقات زیادی نیز در این مورد در حال انجام است [۱۸-۱۲]. بطور کلی سل سیلیس (سیلیس کلئیدی) از ذرات سیلیس با اندازه‌های

محدوده اندازه ذرات مختلف سیلیس به صورت ۸۰۰-۳۰۰ میکرومتر و کمتر از ۳۰۰ میکرومتر استفاده شد. از طریق آزمایش مشخص شد که ۲۰ درصد وزنی سیلیس در محدوده ۸۰۰-۳۰۰ میکرومتر و ۸۰ درصد سیلیس کمتر از ۳۰۰ میکرومتر می‌تواند بیشترین تراکم را برای ساخت بدنه دیرگداز فراهم کند. سل نانوسیلیس حاوی ۴۰ درصد وزنی نانوذرات سیلیس (محصول شرکت مواد شیمیایی بی‌ای هند) نیز برای ایجاد جریان‌یابی برای ترکیب جهت ریختن در قالب و ایجاد اتصال ژل استفاده شد. خواص فیزیکی این سل در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱: ویژگی‌های سل نانوسیلیس مصرفی.

متوسط اندازه ذرات (nm)	سطح ویژه (m ² /g)	نسبت سیلیس به سودا (w/w, %)	pH
۳	۲۵۰	۷۰	۹/۵

همچنین مقدار سل نانوسیلیس نیز تا حد جریان یافتن مخلوط و ایجاد شرایط مناسب جهت ریختن در قالب اضافه شد. برای تغییر سل و تبدیل آن به ژل از پودر میکرونی اکسید منیزیم با خلوص آزمایشگاهی (خلوص بالای ۹۷/۵٪) استفاده شد. بدین منظور مقدار اکسید منیزیم بر اساس ۰/۰۴ درصد سل نانوسیلیس استفاده شده در ترکیب در نظر گرفته شد.

۲-۲- روش ساخت نمونه‌ها

ابتدا مقدار مورد نیاز از آلومینا و کاربید سیلیسیم توزین و سپس به صورت تجربی مقدار سل نانوسیلیس لازم جهت تشکیل ترکیبی مناسب برای ریختن در قالب بدست آورده شد. پس از تعیین مقدار سل نانوسیلیس مخلوط حاصل توسط بالمیل به مدت ۲ ساعت آسیاب و مخلوط گردید. مخلوط بدست آمده درون قالب‌های پلاستیکی با ابعاد استاندارد ریخته شد که برای پر کردن بهتر قالب از دستگاه ویراسیون به مدت لازم نیز بهره گرفته شد. با انجام لرزش داخل قالب‌ها بخوبی پر و سطح آنها صاف شد. به ترکیب ریخته شده در قالب درب بسته به مدت ۲۴ ساعت زمان داده شد تا فرآیند تبدیل به ژل شدن رخ دهد، سپس نمونه‌ها پس از خروج از قالب در خشک‌کن با دمای °C ۴۵ درجه و رطوبت ۶۵ درصد نسبی خشک

کرده‌اند. این سازگاری ترکیبی محدوده وسیعی از کاربردها را پوشش می‌دهد. در دهه گذشته ترکیبات دارای اتصال ژل نانوسیلیس با استفاده از سیلیس به عنوان سنگدانه برای استفاده در آجرهای سیلیسی توسعه داده شده است. این محصول بسته به کاربرد هم می‌تواند به عنوان دیرگداز ریختنی و هم به عنوان ترکیب قابل پمپاژ استفاده شود. ترکیبات دارای اتصال ژل نانوسیلیس بطور ذاتی چسبنده هستند و می‌توانند تحت وزن خود جریان یابند که این امر باعث می‌شود تا در اصل خودجاری باشند. این خصوصیت ویژه منجر به ساخت ترکیبات دارای اتصال ژل نانوسیلیسی شده است که می‌توانند توسط پمپ فرستاده و نصب شوند.

بطور کلی مایع ژل نانوسیلیس به سنگ دانه‌های خشک ترکیب افزوده می‌شود و افزودنی‌های عامل گیرش در سنگ دانه خشک، منجر به انجام گیرش کنترل شده می‌شود. به خاطر خاصیت خودجاری بودن این ترکیبات، معمولاً حداقل لرزش برای ریختنی و نصب این مواد به داخل قالب‌ها بکار می‌رود. در این حالت هیچ فاز سیمانی و هیدراته‌ای وجود نداشته و بنابراین خشک شدن قطعات می‌تواند در دماهای خیلی کمتر و بدون هیچگونه خطری به لحاظ پوسته‌ای شدن و ترکیدن انجام پذیرد. این قطعات پیش شکل داده شده می‌توانند از چند پوند تا چندین تن وزن داشته باشند [۲۶-۳۴].

در این تحقیق آجر دیرگداز سیلیسی حاوی سل نانوسیلیس و با روش ریخته‌گری ژل تهیه شده و خواص آن مورد بررسی قرار گرفته است. سپس اثر دمای پخت روی خواص این بدنه‌ها مورد بررسی قرار گرفته است. بدین منظور، خواص فیزیکی و مکانیکی، آنالیز فازی و ریزساختار این بدنه‌ها بعد از پخت در محدوده دماهای ۱۱۵۰ تا °C ۱۴۰۰ ارزیابی شده است.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد اولیه و ترکیب مورد استفاده

در این بررسی از سیلیس مربوط به معادن همدان با خلوص بالای ۹۹٪ استفاده شد. در این ارتباط برای رسیدن به کمترین میزان تخلخل و در نتیجه دستیابی به بیشترین میزان فشردگی و تراکم در بدنه دیرگداز از دو

شدند. نمونه‌ها پس از خشک شدن در محدوده دماهای $1400-1150^{\circ}\text{C}$ به مدت ۳ ساعت پخت داده شدند. دمای پخت مورد استفاده بر اساس نتایج آنالیز حرارتی همزمان انتخاب شد.

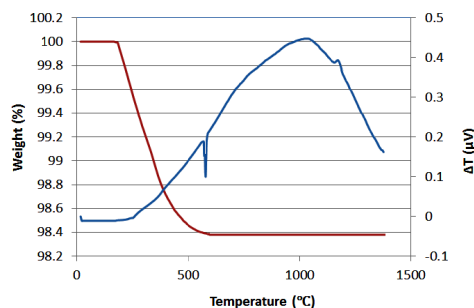
۳-۲- روش‌های ارزیابی خواص

جهت تعیین چگالی حجمی و درصد تخلخل از روش غوطه‌وری مطابق با روش استاندارد (ASTM-C373-88) استفاده شد. استحکام خمشی نمونه‌ها (M.O.R) نیز از طریق روش بارگذاری سه نقطه‌ای به همراه استحکام فشاری (C.C.S) مطابق با استاندارد (ASTM-C133-97) صورت گرفت. رفتار حرارتی بدنه دیرگداز سیلیسی پس از خشک شدن توسط دستگاه آنالیز حرارتی همزمان STA (PL-STA1640, England) شامل TGA و DSC تا دمای 1400°C و با نرخ حرارت‌دهی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ارزیابی شد. فازهای تشکیل شده پس از پخت در دماهای مختلف نیز با استفاده از دستگاه (X-Ray Diffractometer, Bruker) شناسایی شد. همچنین از نرم‌افزار این دستگاه برای آنالیز نیمه کمی و تعیین درصد فازها استفاده شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (JEOL 4010) نیز برای انجام بررسی‌های ریزساختاری بر روی سطح شکست نمونه‌ها استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی رفتار حرارتی

نتایج آنالیز حرارتی همزمان مربوط به ترکیب پخته نشده بدنه دیرگداز سیلیسی در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱: آنالیز STA ترکیب پخته نشده بدنه دیرگداز سیلیسی.

نتایج نشان داده است که خروج باقیمانده گروه‌های هیدروکسیل می‌تواند حتی تا دمای 1000°C نیز ادامه داشته باشد [۹-۱۴]. با توجه به نتایج DSC شکل ۱ مشخص می‌شود که یک پیک گرماگیر متناسب با کاهش وزن نمونه وجود دارد. بطور کلی خروج گروه‌های هیدروکسیل گرماگیر است و در محدوده دمایی وسیعی نیز اتفاق می‌افتد. اما با توجه به نتایج DSC پیک گرماگیر واضحی در دمای 573°C دیده می‌شود که مربوط به استحاله فازی آلفا به بتا کوارتز می‌باشد. بدلیل استفاده از سنگدانه‌های سیلیس به صورت کریستالی با فاز آلفا کوارتز بنابراین به هنگام حرارت دادن ترکیب تغییر فاز آلفا به بتا کوارتز در آنها اتفاق می‌افتد که در نتایج نیز اثر آن دیده می‌شود. همچنین یک پیک گرماگیر در دمای 1200°C نیز دیده می‌شود که می‌تواند به تشکیل فاز کریستوبالیت در ترکیب بدنه مربوط باشد. مشخص شده است که سیلیس کلئیدی به هنگام حرارت دادن در دمای 1200°C از فاز آمورف کریستالیزه شده و به فاز کریستوبالیت تبدیل می‌شود [۱۴-۱۶].

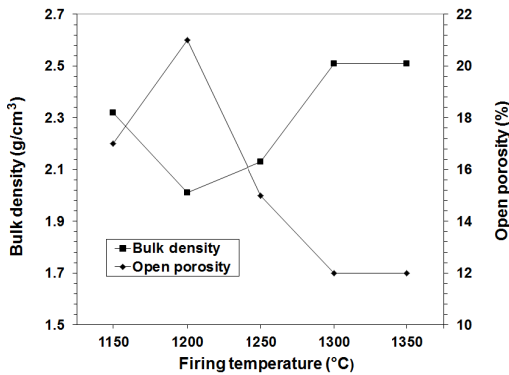
بطور معمول دمای تشکیل فاز کریستوبالیت بالای 1400°C می‌باشد. اما نتایج نشان می‌دهد که با استفاده از نانوذرات سیلیس دمای تشکیل فاز کریستوبالیت به 1200°C کاهش یافته است دلیل این امر سطح ویژه بالا و در نتیجه قدرت واکنشی بسیار بالای نانوذرات سیلیس می‌باشد که باعث شده تا دمای این تبدیل فاز کاهش یابد. بنابراین با توجه به نتایج دمای مناسب برای تشکیل فاز کریستوبالیت 1200°C می‌باشد که برای بررسی آنالیز فازی بدنه پخته شده مورد استفاده قرار گرفت.

۳-۲- تاثیر فرآیند پخت بر آنالیز فازی

در شکل ۲ تاثیر تاثیر دمای پخت 1200°C بر نتایج آنالیز فازی بدنه دیرگداز سیلیسی نشان داده شده و با

۳-۳- تأثیر دمای پخت بر خواص فیزیکی و مکانیکی

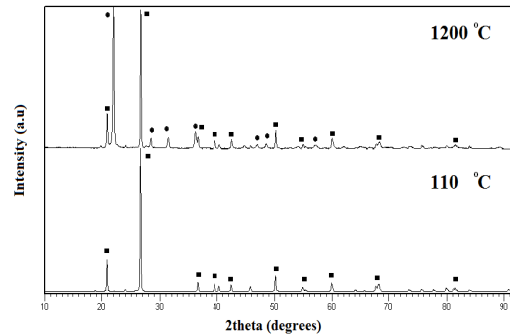
در شکل ۳ تأثیر دمای پخت بر چگالی حجمی و میزان تخلخل بدنه دیرگداز سیلیسی ارائه شده است.



شکل ۳: تأثیر دمای پخت بر چگالی و میزان تخلخل بدنه دیرگداز سیلیسی.

نتایج شکل ۳ نشان می‌دهند که با افزایش دمای پخت ابتدا در دمای ۱۲۰۰ °C میزان تخلخل‌ها افزایش و سپس با افزایش بیشتر دما از میزان تخلخل بدنه آجر دیرگداز سیلیسی بطور قابل ملاحظه‌ای کاسته می‌شود. تغییرات مشابه‌ای نیز در مقدار چگالی این بدنه‌ها با افزایش دما دیده می‌شود. با توجه به نتایج آنالیز فازی ارائه شده در شکل ۲ تشکیل فاز کریستوبالیت در دمای ۱۲۰۰ °C باعث افزایش تخلخل و کاهش چگالی بدنه دیرگداز سیلیسی شده است. بدلیل رشد جهت‌دار کریستال‌های کریستوبالیت فاصله بین دانه‌های بدنه افزایش یافته و باعث افزایش تخلخل شده است. از طرف دیگر با افزایش دمای بالای ۱۲۰۰ °C فرآیند سینترینگ بیشتری اتفاق افتاده و باعث کاهش تخلخل‌ها شده است. بنابراین دمای پخت مناسب برای رسیدن به کمترین میزان تخلخل و بیشترین مقدار چگالی با توجه به نتایج حاصل ۱۳۰۰ °C می‌باشد. در دمای ۱۳۵۰ °C نیز تغییری در میزان چگالی دیده نمی‌شود. بطور کلی دمای پخت معمول آجرهای سیلیسی بالای ۱۴۰۰ °C می‌باشد [۱۴-۱۶]. اما با توجه به نتایج دمای پخت به ۱۳۰۰ °C کاهش یافته است. از دلایل اصلی این امر استفاده از نانوذرات سیلیسی در ترکیب می‌باشد که بدلیل سطح ویژه بالا و فعالیت

نتایج آنالیز فازی این بدنه پس از خشک شدن در ۱۱۰ °C مقایسه شده است.



شکل ۴: نتایج آنالیز XRD مربوط به بدنه سیلیسی خشک شده در ۱۱۰ °C و پخته شده در ۱۲۰۰ °C. (■: Quartz, ●: Cristobalite).

نتایج شکل ۲ نشان می‌دهد که در ترکیب بدنه سیلیسی پس از خشک شده در ۱۱۰ °C فقط فاز آلفا کوارتز وجود دارد که مربوط به ذرات سیلیسی مورد استفاده در ترکیب می‌باشد.

اما با پخت بدنه در دمای ۱۲۰۰ °C مشاهده می‌شود که فاز کریستوبالیت نیز در ترکیب تشکیل شده است.

با توجه به نتایج شکل ۱ مشخص می‌شود که پیک گرماگیر تشکیل شده در ۱۲۰۰ °C مربوط به تشکیل فاز کریستوبالیت است.

تشکیل فاز کریستوبالیت می‌تواند به ایجاد استحکام مناسب برای این نوع بدنه‌ها کمک کند.

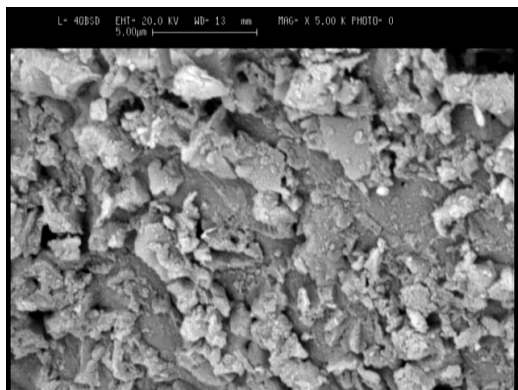
همانطور که اشاره شد نانوذرات سیلیسی بدلیل اندازه بسیار کوچک و در نتیجه سطح ویژه بالا از قدرت انجام واکنش بسیار بالایی برخوردار هستند که باعث شده تا دمای تشکیل فاز کریستوبالیت به ۱۲۰۰ °C کاهش پیدا کند.

همچنین نتایج نشان می‌دهد که فاز تریدیمیت در ترکیب تشکیل نشده است.

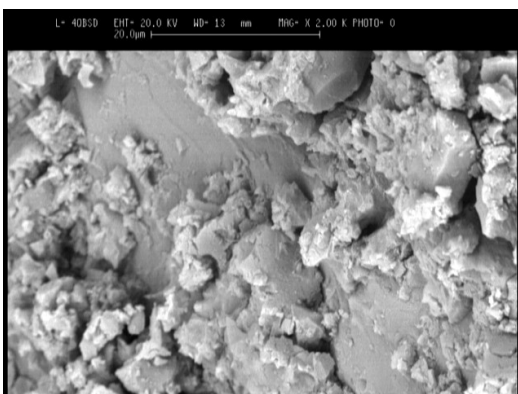
بطور کلی وجود فاز مذاب می‌تواند به تشکیل فاز تریدیمیت کمک کند [۱۲-۱۴].

بنابراین عدم تشکیل فاز تریدیمیت می‌تواند بدلیل عدم وجود فاز مذاب در هنگام پخت باشد.

خلوص بالای مواد اولیه و عدم استفاده از مواد افزودنی همانند اکسید آهن از دلایل اصلی عدم تشکیل فاز مذاب و در نتیجه عدم تشکیل فاز تریدیمیت می‌باشد.



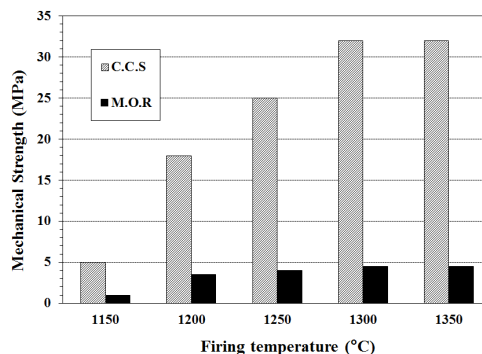
شکل ۵: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از خشک شدن.



شکل ۶: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از خشک شدن.

با توجه به بررسی‌های ریزساختاری انجام شده که تصاویر ریزساختاری آن در شکل‌های ۵ و ۶ نشان داده شده است مشخص گردید که این بدنه‌ها از فشردگی ذرات بسیار خوب و بالایی برخوردار هستند. بطوریکه ذرات بسیار ریزدانه همانند نانوذرات سیلیس فضاهای خالی بین ذرات درشت‌تر را پر کرده‌اند و بدین ترتیب حداقل تخلخل‌های داخلی را در بدنه ایجاد کرده‌اند. اتصال ژل نانوسیلیس اتصال قوی نیست که بتواند استحکام‌های کافی و مناسب را در بدنه ایجاد کند اما بدلیل پر شدن حفرات ما بین ذرات درشت ترکیب توسط نانوذرات سیلیس و در نتیجه کاهش قابل ملاحظه تخلخل باعث ایجاد استحکام‌های مناسب در دماهای پایین در این نوع بدنه‌ها شده است. در شکل‌های ۷ و ۸ ریزساختار بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1200°C نشان داده شده است.

واکنشی زیاد خود باعث کاهش دمای پخت این نوع بدنه‌های دیرگداز شده است. در شکل ۴ تاثیر دمای پخت بر میزان استحکام‌های فشاری و خمشی بدنه دیرگداز سیلیسی ارائه شده است.



شکل ۴: تاثیر دمای پخت بر میزان استحکام‌های فشاری و خمشی بدنه دیرگداز سیلیسی.

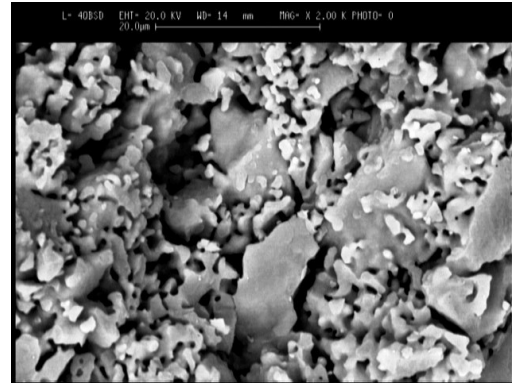
با توجه به نتایج شکل ۴ مشخص می‌شود که با افزایش دمای پخت استحکام مکانیکی بدنه سیلیسی افزایش می‌یابد. اما نتایج نشان می‌دهد که افزایش استحکام تا دمای 1300°C ادامه می‌یابد و پس از آن تغییر محسوسی در میزان استحکام ایجاد نمی‌شود.

افزایش قابل توجهی در میزان استحکام در دمای 1200°C اتفاق می‌افتد که با توجه به نتایج آنالیز فازی شکل ۲ می‌توان تشکیل فاز اتصال کریستوبالیت را دلیل اصلی این افزایش استحکام برشمرد. با توجه به نتایج شکل ۳ کاهش میزان تخلخل با افزایش دما نیز می‌تواند باعث افزایش استحکام در دماهای بالاتر از 1200°C شود. بنابراین می‌توان دمای پخت مناسب برای دستیابی به بیشترین مقادیر استحکام را برای این نوع بدنه‌ها 1300°C در نظر گرفت. دمای حاصل با نتایج مربوط به میزان چگالی و تخلخل ارائه شده در شکل ۳ نیز همخوانی دارد.

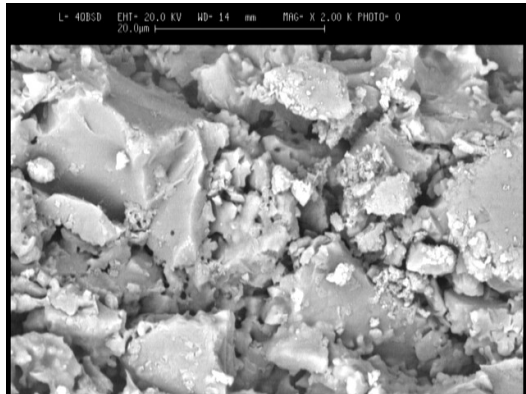
۳-۴- تاثیر دمای پخت بر ریزساختار

در شکل‌های ۵ و ۶ تصاویر مربوط به سطح شکست بدنه سیلیسی پس از خشک شدن در دمای 110°C ارائه شده است.

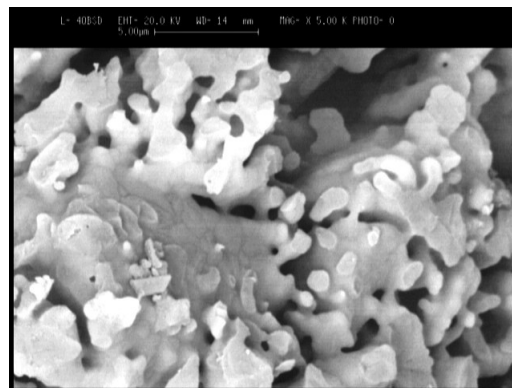
(شکل‌های ۵ و ۶) دیده می‌شود. وجود تخلخل‌های بیشتر می‌تواند به شکل کریستالی ذرات کریستوبالیت تشکیل شده مربوط باشد. در شکل‌های ۹ و ۱۰ ریزساختار بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1300°C نشان داده شده است.



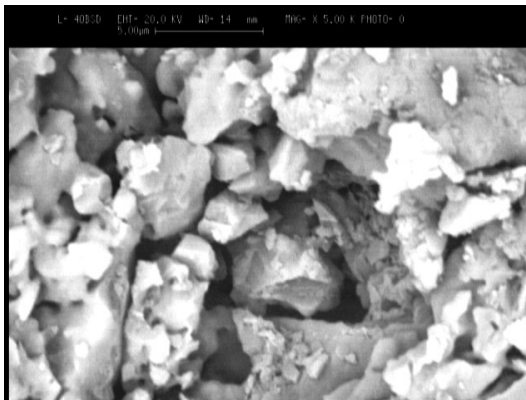
شکل ۷: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1200°C .



شکل ۹: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1300°C .



شکل ۸: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1300°C .



شکل ۱۰: تصویر SEM مربوط به سطح شکست بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در دمای 1300°C .

با توجه به تصاویر ارائه شده مشخص می‌شود که بدنه دیرگداز سیلیسی پس از پخت در 1200°C از تراکم کمتری نسبت به نمونه‌های خشک شده در 110°C برخوردار هستند. با توجه به شکل‌های ارائه شده ذرات سوزنی شکلی دیده می‌شوند که پس از پخت در بدنه تشکیل شده‌اند و با توجه به نتایج آنالیز فازی ارائه شده در شکل ۲ و مورفولوژی ذرات سوزنی شکل می‌توان کریستوبالیت بودن این ذرات را مورد تایید قرار داد [۹-۱۸]. ذرات سوزنی کریستوبالیت تشکیل شده با توجه به تصاویر بطور مناسبی اطراف ذرات درشت دانه ترکیب یعنی سیلیس قرار گرفته‌اند. این امر باعث بهبود مناسب خواصی همانند استحکام در این بدنه‌ها می‌گردد که نتایج حاصل برای خواص مکانیکی ارائه شده در شکل ۴ این امر را تایید می‌کند. همچنین در بین ذرات تشکیل شده تخلخل‌های زیادتری نیز نسبت به ترکیب پخته نشده

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق ساخت آجرهای دیرگداز سیلیسی حاوی سل نانوسیلیس از طریق روش ریخته‌گری ژل مدنظر قرار گرفت و تأثیر دمای پخت بر خواص این نوع آجرهای دیرگداز مشخص شد.

نتایج نشان داد که دمای پخت تأثیر زیادی بر روی خواص این نوع آجرها دارد. نتایج آنالیز حرارتی و فازی نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دما، سل نانوسیلیس بدلیل سطح

- [9] R.D. Dos Anjos, M.R. Ismael, I.R. De Oliveira, V.C. Pandolfelli, *Ceramic International*, **34**, 2008, 165.
- [10] S.H. Badiee, S. Otraj, *Ceramics-Silikaty*, **53**, 2009, 297.
- [11] M. Nouri-Khezrabad, M.A. Braulio, V.C. Pandolfelli, F. Golestani-Fard, *Ceramics International*, **39**, 2013, 3479.
- [12] C. Sadik, I.E. Amrani, A. Albizane, *Journal of Asian Ceramic Societies*, **2**, 2014, 83.
- [13] S. Ghosh, T. Maiti, S. Sen, S. Mukhopadhyay, *Ceramics International*, **31**, 2005, 333.
- [14] M.R. Ismael, R. Salomao, V.C. Pandolfelli, *Ceramica*, **52**, 2006, 92.
- [15] X. Xie, J. Sun, Y. Liu, W. Jiang, *Scripta Materialia*, **63**, 2010, 641.
- [16] C. Sadik, I.E. Amrani, A. Albizane, *Journal of Asian Ceramic Societies*, **1**, 2013, 351.
- [17] S.A. Aleem, M. Heikal, W.M. Morsi, *Construction and Building Materials*, **59**, 2014, 151.
- [18] H. Zhang, Y. Hang, Y. Qin, J. Yang, B. Wang, *Journal of the European Ceramic Society*, **34**, 2014, 465.
- [19] B.B. Mukharjee, S.V. Barai, *Construction and Building Materials*, **55**, 2014, 29.
- [20] M. Heikal, S.A. Aleem, W.M. Morsi, *HBRC Journal*, **9**, 2013, 243.
- [21] T. Phoo-Ngernkham, P. Chindaprasirt, V. Sata, S. Hanjitsuwan, S. Hatanaka, *Materials and Design*, **55**, 2014, 58.
- [22] D.P. Mukherjee, S.K. Das, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **368**, 2013, 98.
- [23] M.R. Ismael, *Ceramica*, **53**, 2007, 314.
- [24] L. Senff, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, D. Hotza, W.L. Repette, *Construction and Building Materials*, **23**, 2009, 2487.
- [25] M. Brigante, M.E. Parolo, P.C. Schulz, M. Avena, *Powder Technology*, **253**, 2014, 178.
- [26] A.G. Martinez, A.P. Luz, M.A. Braulio, V.C. Pandolfelli, *Ceramics International*, **38**, 2012, 327.
- [27] E. Liden, S. Karlsson, B. Tokarz, *Journal of the European Ceramic Society*, **21**, 2001, 795.
- [28] U.C. Nwaogu, T. Poulsen, R.K. Stage, C. Bischoff, N.S. Tiedje, *Surface and Coatings Technology*, **205**, 2011, 4035.
- [29] S. Dudczig, D. Veres, C.G. Anziris, E. Skiera, R.W. Steinbrech, *Ceramics International*, **38**, 2012, 2011.
- [30] J.M. Brossard, P. Prigent, J. Poirier, *Journal of the European Ceramic Society*, **33**, 2013, 2065.
- [31] A. Ramezani, M.M. Mohebi, A. Souiri, *Journal of Materials Engineering and Performance*, **22**, 2013, 1010.
- [32] M.R. Ismael, F.T. Ramal, *Ceramica*, **52**, 2006, 82.
- [33] H. Yaghoubi, H. Sarpoolaky, F. Golestanifard, *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, **9**, 2012, 50.
- [34] G. Almarahle, *American Journal of Applied Sciences*, **2**, 2005, 465.

ویژه بالا از فاز آمورف به فاز کریستالی کریستوبالیت در دمای 1200°C تبدیل می‌شود. تشکیل فاز کریستوبالیت به خاطر مورفولوژی سوزنی شکل ذرات آن باعث افزایش تخلخل و کاهش چگالی بدنه دیرگداز سیلیسی در این دما می‌شود. از طرف دیگر فاز کریستوبالیت به صورت یک فاز اتصال بین ذرات سیلیس تشکیل می‌شود که منجر به افزایش استحکام مکانیکی در این دما می‌شود. بررسی‌های ریزساختاری نیز تشکیل فاز کریستوبالیت را بین ذرات سیلیس تایید کرد. از طرف دیگر با افزایش دمای بالای 1200°C فرآیند سینترینگ بیشتری اتفاق می‌افتد و باعث کاهش تخلخل‌ها و در نتیجه افزایش استحکام مکانیکی می‌شود. با توجه به نتایج حاصل دمای پخت مناسب برای رسیدن به خواص فیزیکی و مکانیکی مناسب 1300°C می‌باشد.

مراجع

- [1] A. Andrews, J. Adam, S.K. Gawu, *Ceramics International*, **39**, 2013, 779.
- [2] W. Pabst, E. Gregorova, J. Kutzendorfer, *Ceramics International*, **40**, 2014, 4207.
- [3] S. Wang, W. Cui, X. Yang, X. Yuan, *Key Engineering Materials*, **336**, 2007, 1005.
- [4] M.R. Ismael, R.D. Dos Anjos, *Refractories Applications and News*, **4**, 2006, 11.
- [5] C.G. Sun, J.Y. Niu, H.J. Li, Q. Luan, H.J. Yu, F.F. Zhang, *Key Engineering Materials*, **512**, 2012, 399.
- [6] S. Mukhopadhyay, P. Pal, B. Nag, P. Jana, *Ceramics International*, **33**, 2007, 175.
- [7] K. Mohanta, P. Bhargava, *Journal of the American Ceramic Society*, **93**, 2010, 2215.
- [8] S. Mukhopadhyay, S. Ghosh, M.K. Mahapatra, R. Mazumder, P. Barick, S. Gupta, S. Chakraborty, *Ceramics International*, **28**, 2002, 719.