

فرآیندهای نوین در مهندسی مواد

ma.iaumajlesi.ac.ir

مقایسه اثر افزودنی‌های نانو و مزوپور آلومینا با نانو کامپوزیت‌های آنها به همراه نانولوله‌های کربن بر ریزساختار، خواص فیزیکی و مکانیکی دیرگدازهای آلومینا - کربن

مژده ملک پور جرقویه^۱، امیرعباس نوربخش^{۲*}، سید نظام‌الدین میرستاری^۳، علیرضا نظامزاده اژیبه^۴

مقاله پژوهشی

۱ - گروه مهندسی مواد، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، شهرضا، ایران.

۲ - دانشیار، گروه مهندسی مواد، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، شهرضا، ایران.

۳ - استادیار، گروه شیمی معدنی، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، شهرضا، ایران.

۴ - استاد، گروه شیمی تجزیه، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، شهرضا، ایران.

Anourbakhs@yahoo.com*

چکیده

اطلاعات مقاله

دیرگدازهای پایه آلومینا-کربن به دلیل خواص فیزیکی و مکانیکی منحصره‌فرد خود به‌طور گسترده به‌عنوان دریچه کشویی، شروندازل، مونوبلوک استوپر و نازل زیرسطحی در صنعت فولادسازی مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این تحقیق تأثیر افزودنی‌های آلومینای (نانو و مزوپور) و کامپوزیت آنها به همراه نانولوله کربنی چند دیواره در دیرگدازهای آلومینا-کربن مورد بررسی قرار گرفت. در این راستا، مزوپور آلومینا با روش سل-ژل سنتز شد. سپس مزوپور-آلومینا و نانو آلومینا به نانولوله کربنی عامل دار جهت تهیه نانو کامپوزیت اضافه گردید. جهت توزیع بهتر نانو افزودنی‌ها، مقادیر ۱/۵-۰/۵ درصد وزنی به جزء ریزدانه اضافه شد و پس از آن با ذرات درشت مواد موجود در بدنه آلومینا کربن مخلوط گردید. در ادامه جهت بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها تحت پرس تک محور با فشار ۱۵۰ MPa شکل‌دهی و در دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت تمپر و در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت در محیط احیایی تحت بستر کک بخت داده شدند. چگالی ظاهری، تخلخل ظاهری و استحکام فشاری سرد بر اساس استانداردها تعیین گردید و جهت تحلیل پدیده‌های ریزساختار و آنالیز فازی از SEM و XRD استفاده شد. نتایج نشان داد که نمونه حاوی ۱ درصد وزنی نانو کامپوزیت آلومینا-نانولوله کربنی چند دیواره دارای بالاترین استحکام فشاری سرد در حدود ۱۳۷MPa و نمونه با ۱/۵ درصد وزنی مزوپور آلومینا کمترین استحکام فشاری سرد در حدود ۹۴ MPa را دارد. بهبود خواص مکانیکی می‌تواند با تشکیل بیشتر SiC در حضور Al₂O₃-MWCNT توسط مکانیزم بخار-جامد مرتبط باشد. دلیل اصلی کاهش خواص مکانیکی با استفاده از افزودنی‌های مزوپور می‌تواند به محدودیت واکنش گاز-جامد به دلیل حبس عوامل گازی و لذا کمتر تشکیل شدن SiC در فاز زمینه ارتباط داده شود.

دریافت: ۱۴۰۱/۰۶/۲۰

پذیرش: ۱۴۰۱/۱۰/۲۶

کلید واژگان:

آلومینا-کربن

مزوپور آلومینا

دیرگدازها

نانولوله کربنی

The Effect of (Nano, Mesoporous) Alumina and Their Composite with MWCNT Additives on Microstructure, Physical and Mechanical Properties of Alumina-C Refractories

Mozhdeh Malekpour Jarghouyeh¹, Amir Abbas Nourbakhs^{2*}, Seyed Nezamoddin Mirsattari³, Alireza Nezamzadeh-Ejhi⁴

¹ - PhD Student of Materials Engineering, Department of Materials Engineering, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Iran.

² - Associated Professor, Department of Materials Science and Engineering, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Iran.

³ - Assistance Professor, Department of Chemistry, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Iran.

⁴ - Professor, Department of Chemistry, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Iran.

* Anourbakhs@yahoo.com

Article Information

Original Research Paper

Dor:

۲۰.۱۰۰۱.۱.۲۴۲۳۳۳۳۳.۱۴۰۲.۱۷.۳.۳.۱

Abstract

Alumina-C refractories have been widely used as slide gate, submerged entry nozzles, and mono block stoppers in steelmaking due to their unique physical and mechanical properties. In this research, the effect of different source of alumina having unlike surface areas (nano and mesoporous) and MWCNT additives on physical and mechanical properties of Al₂O₃-C refractories was investigated. In this regard, mesoporous alumina was synthesized by sol-gel method. Then, the mesoporous and nano alumina precursors were added to the

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Mozhdeh Malekpour Jarghouyeh, Amir Abbas Nourbakhs, Seyed Nezamoddin Mirsattari, Alireza Nezamzadeh-Ejhi, The Effect of (Nano, Mesoporous) Alumina and Their Composite with MWCNT Additives on Microstructure, Physical and Mechanical Properties of Alumina-C Refractories, New Process in Material Engineering, ۲۰۲۳, ۱۷(۳), ۲۵-۳۵.

Keywords:

Al₂O₃-C

Al₂O₃Mesoporous

Refractories

MWCNT

۱- مقدمه

با تقاضای حداکثری صنعت، نیاز کارخانجات ریخته‌گری فولاد مدرن به دیرگدازهای کاربردی با کیفیت بالا همچون دریچه کشویی، مونوبلاک استوپر، نازل زیرسطحی و شروید نازل گسترش یافته است [۱-۲]. مقاومت به خوردگی بالا در مقابل مذاب و سرباره و همچنین مقاومت به شوک حرارتی در دمای بالا به همراه خواص ترمومکانیکی مناسب از ویژگی‌های دیرگدازهای آلومینا کربن است [۳-۵]. چالش‌هایی که تاکنون در منابع جهت بهبود دیرگدازهای آلومینا - کربن مورد بحث قرار گرفته‌اند عمدتاً در ارتباط با اصلاح نحوه اتصال فاز زمینه دیرگداز بوده است. در این راستا می‌توان به تأثیر تغییرات ریزساختاری بر روی بهبود مقاومت به اکسیداسیون در حضور آنتی‌اکسیدان که می‌تواند باعث افزایش طول عمر دیرگداز گردد، اشاره نمود.

لی و همکارانش^۱ در سال ۲۰۱۲ به بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری دیرگدازهای آلومینا- کربن با افزودنی‌های Si, Al و SiO_۲ پرداختند. ایشان از نانولوله‌های کربنی^۲ به‌عنوان بخشی از گرافیت استفاده نمودند و نشان دادند نمونه‌ای که حاوی ۰/۵ درصد وزنی نانولوله کربنی چند دیواره^۳ است نسبت به نمونه‌ای که تنها حاوی گرافیت پولکی بوده، خواص مکانیکی بهتری دارد که این بهبود ناشی از تشکیل فازهای سرامیکی در زمینه می‌باشد و باعث تقویت و افزایش استحکام آن می‌شود. این بهبود خواص مکانیکی به مورفولوژی ویسکرها سیلیکون کاربرد ایجاد شده توسط نانولوله‌های کربنی چند دیواره نسبت داده شد [۶]. رونگاز و همکارانش^۴ در سال ۲۰۱۲ بدنه‌های آلومینا- کربن با مقدار کربن کمتر از ۳۰٪ و با حضور افزودنی‌های CNT و α-Al_۲O_۳ در اتمسفر احیایی در دمای ۱۰۰۰°C و ۱۴۰۰°C را تهیه کردند و نشان دادند عملکرد ترمومکانیکی عالی این بدنه‌ها به دلیل تشکیل فاز جدید Al_۲CON ناشی از واکنش بین α-Al_۲O_۳ و CNT می‌باشد که این فازها باعث اتصال شیمیایی بهتر بین کربن و فاز پرکننده آلومینا می‌شود [۷]. در تحقیقی دیگر رونگاز و انزیرس^۵ اثر افزودن MgAl_۲O_۴، α-Al_۲O_۳ و CNT را بر روی خواص فیزیکی مکانیکی و

ترمومکانیکی بدنه‌های دیرگداز آلومینا- کربن بررسی کردند و نشان دادند با استفاده از این افزودنی‌ها استحکام مکانیکی و مقاومت به شوک حرارتی در دمای اتاق و دمای ۱۴۰۰°C بهبود یافته است. این خواص با ایجاد ویسکرها و فایرها سرامیکی بعد از پخت در اتمسفر احیایی ایجاد گردید و مورفولوژی این فازهای ایجاد شده با توجه به نوع نانو افزودنی‌ها متفاوت خواهد بود. منابع نشان داد زمانی بهترین خواص مکانیکی و ترمومکانیکی به دست می‌آید که CNT و α-Al_۲O_۳ به‌صورت هم‌زمان به کار برده شود [۸]. در پژوهش مشابه با سایر پژوهش‌های پیشین برچهود و همکارانش^۶ نیز به بررسی اثر ترکیب نانو مواد (CNT و آلومینا) و سیلیکون نیمه‌هادی بر روی دیرگدازهای آلومینا- کربن با مقدار کربن اولیه ۲۰٪ وزنی پرداختند. تمرکز اصلی این تیم تحقیقاتی بر روی استحکام خمشی سرد و ارزیابی بعد از شوک حرارتی بود و نشان دادند که با ترکیب این نانو مواد استحکام خمشی سرد افزایش یافت [۹]. در سال ۲۰۰۲، هوژانگ و همکارانش^۷ به بررسی اثر افزودن نانو آلومینا و نانو سیلیکا بر خواص دیرگدازهای کوراندومی پرداختند. نتایج نشان داد که هر دو نانو افزودنی می‌توانند باعث کاهش ۱۰۰-۲۰۰ درجه سانتی‌گراد در دمای پخت شده و همچنین باعث افزایش صد در صد استحکام فشاری و دوپست درصد استحکام خمشی سرد در شرایط پخت یکسان گردد [۱۰]. انزیریس و همکاران در سال ۲۰۰۷، نشان دادند که مقدار قابل توجه از ویسکرها دملی شکل β-SiC در ساختار دیرگدازهای Al_۲O_۳-C ایجاد شده و اگر پودر Si اضافه شده به ترکیب زیاد باشد و محدوده دمای پخت مناسبی برای دیرگداز در نظر گرفته شود، ویسکرها SiC سوزنی نیز در زمینه وجود خواهد داشت. همچنین مطالعات بیشتر نشان داده که افزودن ترکیبی از Si, Al و TiO_۲ نانو سایز به آجرهای Al_۲O_۳-ZrO_۲-C به علت حضور ویسکرها دملی شکل SiC و فاز سوزنی شکل Ti(CN) منجر به مقاومت به شوک حرارتی شده است [۱۱]. لی و همکارانش در سال ۲۰۲۱ به بررسی اثر h-BN بر ریزساختار و خواص مکانیکی دیرگدازهای Al_۲O_۳-C پرداختند و نشان دادند که نمونه

P123 به ۱۶۰ میلی لیتر اتانول اضافه شد و به مدت ۲ ساعت بر روی همزن مغناطیسی در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده و پس از گذشت ۲ ساعت مقدار ۱۸ میلی لیتر نیتریک اسید (HNO_3 , Merck) به محلول اضافه کرده و مجدداً به مدت ۳۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی در همان دما گذاشته شد. محلول حاوی آلومینیوم ایزوپروکساید را به آرامی به محلول حاوی P123 اضافه کرده و به مدت ۲ ساعت در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد بر روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. پس از گذشت مراحل آماده‌سازی محلول به دست آمده به مدت ۴/۵ روز در دمای ۶۵ درجه سانتی‌گراد داخل آون قرار گرفت. نمونه خشک شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت با نرخ $0.5^\circ\text{C}/\text{min}$ کلسینه شد [۱۴].

۲-۲- تهیه نانو کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃

جهت تهیه نانو کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ ابتدا ۵ گرم از پودر نانو آلومینا (Al₂O₃, alpha, ۹۹٪، ۸۰nm, US Research Nanomaterials) در آب توزیع (مقدار محتوی جامد به دوغاب ۴۰٪) و جهت تنظیم PH در محدوده چهار از نیتریک اسید استفاده و به مدت ۳۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی گذاشته شد. در ظرف جداگانه ۱ درصد وزنی نانولوله کربنی چند جداره (MWCNT, ۹۹٪، OD: ۳۰-۵۰nm, US Research Nanomaterials) در آب به وسیله اولتراسونیک توزیع کرده سپس در حد ۰/۵ گرم سدیم دو سولفات ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$, Merck) به آن اضافه و به مدت ۱ ساعت تحت اولتراسونیک قرار داده شد. محلول حاوی MWCNT عامل دار شده در حالی که تحت اولتراسونیک می‌باشد به آرامی به محلول حاوی پودر نانو آلومینا اضافه و به مدت ۲ ساعت بر روی همزن مغناطیسی گذاشته و سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد خشک شد. پودر به دست آمده در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴ ساعت تحت اتمسفر آرگون قرار گرفت [۱۵-۱۶].

حاوی ۰/۵ درصد وزنی h-BN دارای بهترین خواص مکانیکی می‌باشد. افزودن h-BN می‌تواند قطر ویسکرها را SiC را کاهش دهد که منجر به بالاترین مقاومت خمشی سرد (42.63 ± 3.10 MPa) می‌شود. علاوه بر این، نتایج نشان می‌دهد که نمونه ۰/۵ درصد وزنی h-BN دارای بالاترین مقاومت در برابر ترک خوردگی و انتشار بوده که می‌توان آن را به اثر حضور ویسکرها h-BN و SiC و مکانیزم انحراف ترک نسبت داد [۱۲]. بقائی و همکارانش در سال ۲۰۲۱ به بررسی فوم آلومینایی حاوی نانو TiO₂ با پوشش فعال هرسینیت پرداختند. فیلترهای فومی آلومینا-کربن حاوی ۱Wt% نانو TiO₂ با استفاده از سیستم پایدارسازی بهینه با و بدون پوشش فعال هرسینیتی ساخته شدند. عبور موفقیت‌آمیز فولاد مذاب از فیلترها، کارایی و استحکام آنها را در برابر شرایط دمای ریخته‌گری و جریان مذاب از ساختار فیلتر اثبات کرد. بررسی‌های ریزساختاری فیلتر با پوشش فعال هرسینیتی پس از فیلتراسیون مذاب نشان داد، بازده فیلتراسیون افزایش و مقدار اکسیژن مذاب به دلیل جذب اکسیژن از فولاد مذاب کاهش یافته است [۱۳].

بررسی‌های انجام گرفته توسط مطالعات کتابخانه‌ای نشان داد اگرچه در زمینه افزودن نانو کامپوزیت‌ها به سرامیک‌های مهندسی دیرگدازهای Al₂O₃-C تحقیقاتی صورت پذیرفته ولیکن در زمینه افزودن نانو کامپوزیت آلومینا-نانولوله کربنی با ساختار نانو و مزوپور آلومینا تحقیقات مدونی در مراجع یافت نگردید.

۲- مواد اولیه و روش تحقیق

۲-۱- تهیه مزوپور آلومینا

به منظور تهیه مزوپور آلومینا از آلومینیوم ایزو پروپوکساید ($\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$, Sigma-Aldrich) به عنوان پیش ماده و تری بلاک کوپلیمر (P123, Sigma-Aldrich) به عنوان ماده فعال سطحی استفاده شد. ابتدا مقدار ۲۴/۴ گرم آلومینیوم ایزوپروپوکساید به ۸۰ میلی لیتر اتانول بدون آب ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$, Anhydrous, ۹۹.۹٪ merck) اضافه گردید و به مدت ۱ ساعت بر روی همزن مغناطیسی در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. سپس در ظرف دیگر مقدار ۱۲ گرم

$$CPFT/100 = (D^q - D^q_s) / (D^q_L - D^q_s) \quad (1)$$

جهت ساخت نمونه دیرگداز ابتدا ذرات پودر موجود در فرمولاسیون بدنه آلومینا - کربن را از الک ۰/۰۲mm عبور داده و به صورت مکانیکی با یکدیگر مخلوط گردید (نانو افزودنی‌های آلومینا، مزوپور آلومینا، نانو کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ و نانو کامپوزیت MWCNT-Mesoporous Al₂O₃ به نسبت‌های ۰/۵، ۱ و ۱/۵ درصد وزنی در این مرحله اضافه شد). جهت دستیابی به ویسکوزیته مناسب رزین فنولی در تمام مراحل انجام کار در دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. در مرحله دوم ۵۰٪ از رزین به ذرات درشت‌دانه آلومینا تبولار اضافه و به صورت مکانیکی به مدت ۵ دقیقه با یکدیگر به طور کامل مخلوط شد. سپس پودر به دست آمده از مرحله قبل را اضافه و به مدت ۵ دقیقه مخلوط گردید. ۵۰ درصد رزین باقی‌مانده طی دو مرحله به ترکیب اضافه و در ادامه به مدت ۱۰ دقیقه عملیات مخلوط سازی انجام شد. مخلوط به دست آمده به مدت ۲۴ ساعت در شرایط محیط با حفظ حداقل دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد و حداکثر ۳۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. جهت بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی مخلوط در قالب‌هایی به قطر mm ۵۰ و ارتفاع mm ۲۵ با فشار ۱۵۰MPa تهیه و در دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت با نرخ ۰/۲ °C/min قرار گرفت. نمونه‌های به دست آمده در محیط احیایی در بستر کک در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت گذاشته شد. جدول (۱) نشان‌دهنده ترکیب نمونه‌های تهیه شده در حضور افزودنی‌ها می‌باشد. کد W مربوط به نمونه مرجع، کد A نشان‌دهنده نمونه حاوی نانو آلومینا، کد M نمونه حاوی مزوپور آلومینا، کد CA نمونه حاوی نانو کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ و کد CM مربوط به نانو کامپوزیت MWCNT-Mesoporous Al₂O₃ می‌باشد.

۳-۲- تهیه نانو کامپوزیت MWCNT-Mesoporous

Al₂O₃

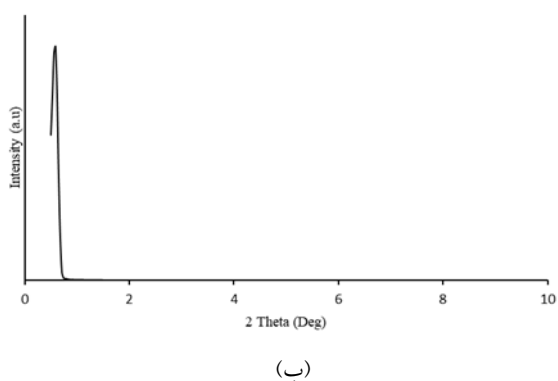
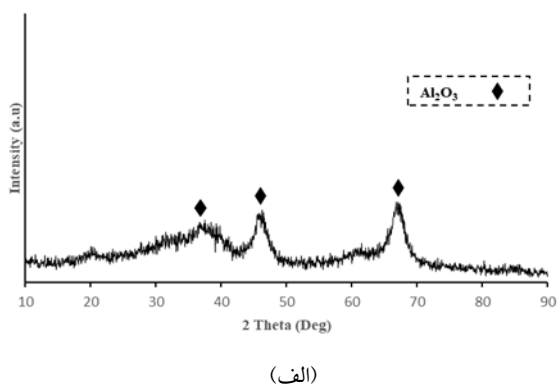
ابتدا مقدار ۵ گرم پودر مزوپور آلومینا و ۰/۵ گرم پلی‌اتیلن گلیکول (PEG ۴۰۰۰, Merck) به ۵۰ میلی لیتر اتانول اضافه کرده و در دستگاه اولتراسونیک قرار داده شد. در ظرف جداگانه مقدار ۱ درصد وزنی MWCNT عامل دار شده، ۰/۵ درصد وزنی سدیم دودسیل سولفات به ۵۰ میلی لیتر اتانول اضافه و به مدت ۱ ساعت در اولتراسونیک گذاشته شد. سپس محلول حاوی MWCNT عامل دار شده را به آرامی به محلول حاوی مزوپور آلومینا اضافه کرده و مجدد به مدت ۱ ساعت بر روی همزن مغناطیسی قرار داده و سپس نمونه در دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد داخل آون گذاشته شد. پودر حاصل به مدت ۴ ساعت در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت اتمسفر آرگون داخل کوره قرار داده شد [۱۷-۱۸].

۴-۲- بدنه‌های دیرگداز آلومینا - کربن

جهت ساخت بدنه آلومینا - کربن از آلومینا راکتیو (CL۳۷۰, Alteo)، آلومینا تبولار با دانه‌بندی (۱-۲)، (۰.۵-۱)، (۰.۵-۰) و پودر، گرافیت (Qingdao Xinghe, ۹۸.۵%, ≤۴۵μm, C)، کربن بلک (Carbon black, ۷۵-۸۰m²/g, Printon ۱۲۵)، کربورس (Carbores P, Rutgers)، سیلیکون، رزین نوالاک و هاردنر هگزامین استفاده گردید. به منظور دانه‌بندی ذرات از روش آندریازن اصلاح شده (معادله ۱) استفاده شد که در آن D: اندازه ذره موردنظر، CPFT: درصد حجمی انباشتگی ذرات کوچک‌تر از اندازه موردنظر، D_s: اندازه کوچک‌ترین ذره، D_L: اندازه بزرگ‌ترین ذره و q: مدول یا ضریب توزیع می‌باشد که در تحقیق حاضر ۰/۲۶ در نظر گرفته شده است [۱۹].

جدول (۱): معرفی نمونه‌ها در حضور افزودنی‌ها.

مشخصه مواد افزودنی (% وزنی)													
W	CM ³	CM ²	CM ¹	M ³	M ²	M ¹	CA ³	CA ²	CA ¹	A ³	A ²	A ¹	ماده اولیه
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	۱.۵	۱	۰.۵	نانو آلومینا
-	-	-	-	-	-	-	۱.۵	۱	۰.۵	-	-	-	نانو کامپوزیت آلومینا-نانولوله کربنی
-	-	-	-	۱.۵	۱	۰.۵	-	-	-	-	-	-	مزوپور آلومینا
-	۱.۵	۱	۰.۵	-	-	-	-	-	-	-	-	-	نانو کامپوزیت مزوپور آلومینا-نانولوله کربنی



شکل (۱): الگوی XRD مزوپور آلومینا الف: (۱۰-۰) درجه و ب: (۰-۹۰) درجه.

جهت اندازه‌گیری سطح ویژه از آزمون BET استفاده شده است. پارامترهای ساختاری که از این آزمون به دست می‌آید، در جدول (۲) خلاصه شده است. جهت اثبات مزوپور بودن آلومینا الگوی آزمون مورد بررسی قرار گرفت بر اساس دسته‌بندی آیوپاک نوع IV است، همچنین نتایج نشان داد حلقه هیستریزس به دست آمده شکل (۲)، تقریباً مشابه نوع H₂ می‌باشد که بیانگر مزوپورها است. بر اساس نتایج به دست آمده در این نمونه سطح ویژه حدود ۱۱۲.۲۱ m²/g و ابعاد تخلخل ۱۳.۴۱ nm می‌باشد. باتوجه به جدول (۲) مشاهده می‌شود بیشترین سطح ویژه مربوط به کامپوزیت MWCNT- Mesoporous Al₂O₃ است که

۳- روش‌های انجام آزمایش و شاخصه یابی

استحکام فشاری سرد (CCS) با توجه به استانداردهای ۹۹۳-۵ و ۹۹۳-۷ DIN و با استفاده از دستگاه (universal testing machine مدل GT-۷۰۰۱-L۱۰۰) انجام شد. دانسیته بالک (BD) و تخلخل ظاهری (AP) با استفاده از استاندارد DIN ۹۹۳-۱۰ و تغییرات ابعادی خطی (PLC) با استاندارد DIN ۹۹۳-۱۰ انجام پذیرفت. آنالیز فازی XRD با استفاده از دستگاه پراش (Asenware AW-DX۳۰۰) با لامپ مس و طول موج (λ=۱.۵۴۱۸۴ Å در محدوده ۱۰-۱۰۰° 2θ) انجام شد. بررسی ریزساختاری زمینه دیرگدازهای آلومینا-کربن در حضور نانو افزودنی‌ها با میکروسکوپ الکترونی با مدل Zeiss SEM, Germany با پوشش طلا انجام گرفت. جهت بررسی سطح ویژه نانو ذرات سنتز شده از دستگاه مدل BELSORP MINI II کمپانی BEL ژاپن استفاده گردید.

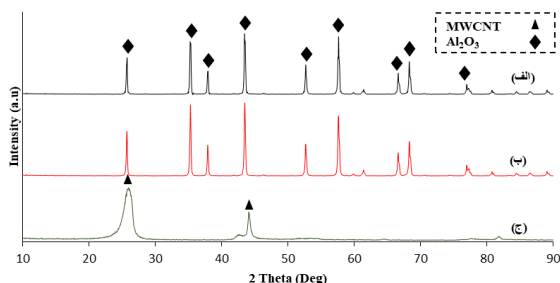
۴- نتایج و بحث

۴-۱- بررسی آنالیز فازی، افتراق سنجی حرارتی و

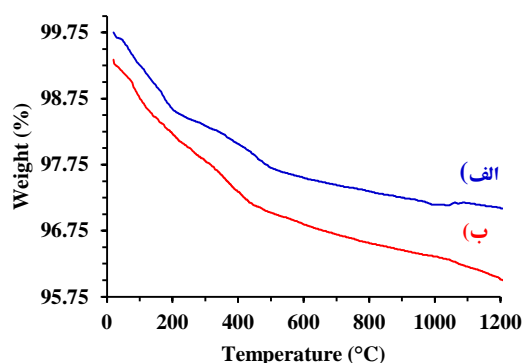
سطح ویژه مزوپور آلومینا و نانو کامپوزیت CM و CA

الگوی XRD مزوپور آلومینای سنتز شده در زوایای کم (۰-۱۰) و معمولی (۱۰-۹۰) در شکل (۱) آورده شده است. همان‌گونه که در شکل (۱-الف) به خوبی قابل مشاهده است حضور پیک در محدود ۰/۵ و ۱ درجه اثباتی بر حضور ساختار مزوپور بوده است. با توجه به شکل (۱-ب) ذرات آلومینا بدون هیچ‌گونه ناخالصی سنتز گردیده است. همچنین حضور پیک‌هایی در 2θ = ۳۷، ۴۵، ۶۶ به ترتیب بیانگر صفحات (۳۱۱)، (۴۰۰) و (۴۴۰) آلومینا می‌باشد [۲۰].

۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش وزن ادامه دارد. منحنی (ب) مربوط به کامپوزیت CA می‌باشد که همان‌طور که مشخص است کاهش وزن بیشتری نسبت به نمونه آلومینا دارد و می‌توان به سوختن MWCNT نسبت داد [۲۱-۲۳].



شکل (۳): الگوی XRD مربوط به: الف) MWCNT-Al₂O₃، ب) Nano Al₂O₃ و ج) MWCNT.



شکل (۴): آنالیز حرارتی: الف) Nano Al₂O₃ و ب) MWCNT-Al₂O₃.

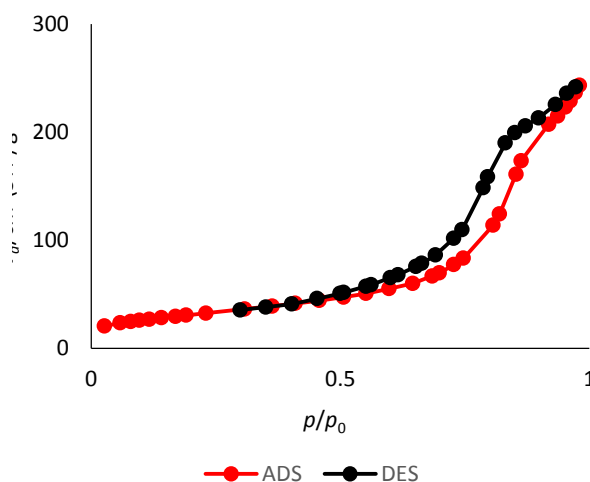
۲-۴- بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی دیرگدازهای آلومینا-کربن در حضور نانو افزودنی‌های تهیه شده

میانگین نتایج خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌های با و بدون افزودنی‌های نانو آلومینا، مزوپور آلومینا و نانو کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ با مورفولوژی‌های مختلف آلومینا پس از عملیات حرارتی در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد در جدول (۳) نشان داده شده است.

می‌تواند به مورفولوژی MWCNT نسبت داد زیرا هر دو جزء دارای سطح ویژه بالایی می‌باشند.

جدول (۲): سطح ویژه نانو افزودنی‌های حاصل از آزمایش BET.

BET plot	
Mesoporous Al ₂ O ₃	۱۱۲.۲۱ [m ² g ⁻¹]
Al ₂ O ₃	۱۵ [m ² g ⁻¹]
MWCNT	۶۰ [m ² g ⁻¹]
MWCNT- Al ₂ O ₃	۳۶.۱۲ [m ² g ⁻¹]
Mesoporous Al ₂ O ₃ -MWCNT	۱۳۲.۴۸ [m ² g ⁻¹]



شکل (۲): منحنی جذب و واجذب نمونه مزوپور آلومینا.

شکل (۳) الگوی XRD مربوط به کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ را نشان می‌دهد. شکل (۳-ج) مربوط به الگو پراش اشعه ایکس MWCNT و شکل (۳-ب) مربوط به Al₂O₃ همان‌طور که مشخص می‌باشد هر دو ماده کاملاً خالص می‌باشد. همان‌گونه که از الگو پراش اشعه ایکس مشخص می‌باشد به دلیل کم بودن درصد وزنی (۱ Wt%) MWCNT در نمونه قابل مشاهده نمی‌باشد. جهت بررسی حضور MWCNT از آنالیز TG استفاده گردید. همان‌گونه که در تصویر (۴) مشاهده می‌شود اولین کاهش دما مربوط به تجزیه گروه‌های کربوکسیلیک می‌باشد. در نمونه (الف) که نشان‌دهنده نانو آلومینا است کاهش وزن تا ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد مربوط به از دست دادن رطوبت اولیه می‌باشد و تا

جدول (۳): نتایج خواص فیزیکی و مکانیکی نمونه‌های سنتز شده در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد.

تولید شیمیایی	نام اختصاری	چگالی کلی (g/cm ³)	تخلخل ظاهری (%)	استحکام فشاری سرد (MPa) CCS
مرجع	W	۲.۸۹۰ ± ۰.۰۱	۱۳.۴۲ ± ۰.۶۸	۱۱۰ ± ۱.۸
نانو آلومینا (۵۰ نانومتر)	A1	۲.۹۶۰ ± ۰.۰۱	۱۳.۰۶ ± ۰.۰۳	۱۲۷.۴ ± ۲.۰۵
	A2	۲.۹۸۰ ± ۰.۰۱	۱۲.۷۳ ± ۰.۰۶	۱۳۱.۲ ± ۳.۵۰
	A3	۲.۹۵۰ ± ۰.۰۱	۱۴.۴۲ ± ۰.۱۸	۱۰۸.۴ ± ۲.۶۶
مزوپور آلومینا	M1	۲.۹۳۰ ± ۰.۰۱	۱۳.۶۲ ± ۰.۵۰	۱۰۹ ± ۱.۳۶
	M2	۲.۹۵۰ ± ۰.۰۵	۱۳.۱۱ ± ۰.۱۰	۱۲۴.۷ ± ۱.۶۶
	M3	۲.۹۱۰ ± ۰.۰۲	۱۴.۶۷ ± ۰.۲۱	۹۴ ± ۱.۰۸
کامپوزیت آلومینا - نانولوله کربنی	CA1	۳.۰۳ ± ۰.۰۵	۱۲.۰۹ ± ۰.۶۱	۱۳۱.۸ ± ۱.۴۵
	CA2	۳.۰۴ ± ۰.۰۲	۱۱.۸۹ ± ۰.۴۸	۱۳۷ ± ۱.۹۱
	CA3	۲.۹۶ ± ۰.۰۱	۱۴.۷۷ ± ۰.۳۲	۱۱۵.۶ ± ۱.۳۳
	CM1	۲.۹۴ ± ۰.۰۲	۱۴.۳۲ ± ۰.۲	۱۱۲.۴ ± ۱.۶۴
	CM2	۲.۹۶ ± ۰.۰۱	۱۳.۲۸ ± ۰.۱۹	۱۲۷.۲ ± ۱.۷۱
	CM3	۲.۹۳ ± ۰.۰۱	۱۴.۸۲ ± ۰.۲	۹۷.۵ ± ۱.۷۳

می‌تواند به دلیل پدیده کلوخه‌ای شدن ذرات در بالاتر از ۱ درصد وزنی باشد که این پدیده توسط بخش و همکارانش^{۱۱} نشان داده شده است [۲۷-۲۹]. در کل با مقایسه نمونه‌ها با نمونه‌ی مرجع (نمونه فاقد افزودنی) مزوپور آلومینا خواص پایین‌تری را نشان داد.

۳-۴- آنالیز فازی بدنه آلومینا - کربن قبل و بعد از پخت در حضور افزودنی‌های نانو آلومینا، مزوپور آلومینا و نانو کامپوزیت CA و CM

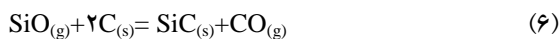
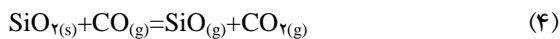
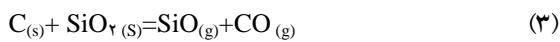
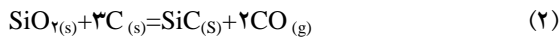
آنالیز XRD به منظور بررسی پیک‌های قبل و بعد از پخت نمونه‌های تهیه شده در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد در زیر کک انجام شد. همان‌طور که در شکل (۵) مشاهده می‌شود پیک‌های مربوط به Si در نمونه‌های قبل از پخت به‌طور کامل قابل‌ملاحظه می‌باشد و پس از انجام پخت نمونه‌ها زیر کک در دمای ۱۴۵۰ درجه سانتی‌گراد شدت پیک‌های مربوط به Si کاهش یافته و پیک‌های ضعیف SiC تشکیل شده است. جهت تأیید نتایج ذکر شده از آنالیز SEM استفاده گردید [۷].

از مقایسه نمونه حاوی نانو آلومینا و نمونه حاوی مزوپور آلومینا چنین استنباط می‌شود که در نمونه مزوپور آلومینا چگالی و استحکام کاهش یافته است و میزان تخلخل ظاهری آن افزایش یافته که این موضوع مربوط به ماهیت مزوپورها است. همچنین از مقایسه نانو آلومینا و کامپوزیت MWCNT-Al₂O₃ مشاهده می‌شود که کامپوزیت CA₂ چگالی و استحکام فشاری سرد بالاتری نسبت به نمونه نانو آلومینا دارد با توجه به مطالعات انجام شده در این پروژه و سایر پژوهشگران به نظر می‌رسد که MWCNT و آلومینا می‌توانند در بدنه‌های Al₂O₃-C خواص فیزیکی و مکانیکی را بهبود بخشند. از سوی دیگر با مقایسه نمونه A₂ و نمونه مرجع W استحکام فشاری سرد حدود ۱۹ درصد افزایش یافته و همچنین از مقایسه نانو کامپوزیت CA₂ با نمونه مرجع مشاهده گردید که در نانو کامپوزیت CA₂ باعث افزایش ۲۴ درصدی استحکام فشاری سرد شده است. علت این افزایش استحکام را از یک سو می‌توان به افزایش تافنس شکست آلومینا در حضور MWCNT توسط پدیده‌ی پل زدن ترک و از سوی دیگر افزایش استحکام دهی توسط انتقال بار بین MWCNT و آلومینا نسبت داد که این مطالعات توسط چان و وی^۸ نیز تأیید گردیده است [۲۴-۲۶]. از سوی دیگر با افزایش درصد نانو افزودنی‌ها تا ۱ درصد وزنی استحکام فشاری سرد افزایش یافته اما با افزایش نانو افزودنی‌ها تا ۰/۵ درصد وزنی استحکام فشاری سرد کاهش یافته است که

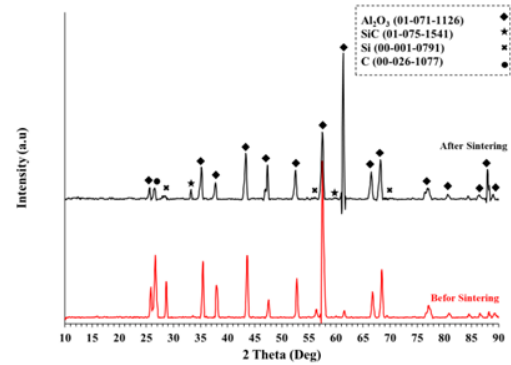
۴-۴- بررسی ریزساختاری (SEM) بدنه‌های آلومینا

- کربن

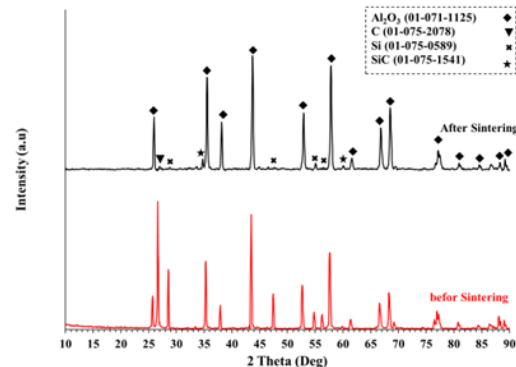
ریزساختار SEM نمونه‌های A (Al_2O_3 ۱٪Wt)، CA (Al_2O_3 ۱٪Wt, Morous Al_2O_3) M، (Al_2O_3 ۱٪Wt, MWCNT- Al_2O_3) CM (Al_2O_3 ۱٪Wt, MWCNT- Mesoporous Al_2O_3) در تصویر (۶) آورده شده است. جهت بررسی مکانیزم تغییرات فوق می‌توان چنین استنباط نمود که جهت تشکیل ویسکر SiC مکانیزم جامد-بخار و بخار-مایع-جامد دخیل می‌باشد. زینگ لی و همکارانش نشان دادند که واکنش‌های زیر منجر به تشکیل SiC از طریق واکنش فازهای گازی به صورت زیر می‌باشد [۳۰].



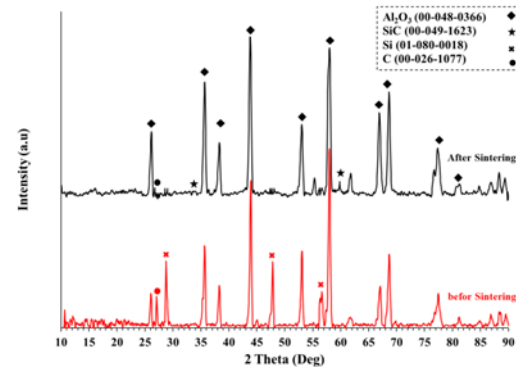
بررسی تصاویر (الف و ب) نشان می‌دهد که ۱ درصد وزنی نانو کامپوزیت کد CA_۲ میزان ویسکر SiC بیشتری نسبت به نمونه نانو آلومینا کد A_۲ دارد. این نمونه با توجه به رابطه (۶) و در نظر گرفتن این نکته که کربن موجود در واکنش شامل کربن ناشی از رزین، کربورس P و MWCNT بوده توجه‌پذیر می‌باشد. وجود CNT و مورفولوژی خاص آن دلیلی بر تقویت جوانه‌زنی و رشد فاز SiC سوزنی می‌باشد. همچنین از مقایسه نمونه حاوی ۱ درصد مزوپور آلومینا کد M_۲ با سایر نمونه‌ها نشان داده شد که نمونه حاوی مزوپور آلومینا کد M_۲ مقدار SiC کمتری نسبت به نمونه حاوی نانو آلومینا کد A_۲ و نانو کامپوزیت کد CA_۲ دارد این موضوع به دلیل کاهش $SiO_{(g)}$ ، $CO_{(g)}$ و جذب بیشتر آن توسط ساختار مزوپور آلومینا که سطح ویژه بسیار بالاتری نسبت به دیگر اجزاء سازنده دارد ارتباط داده شد [۳۰-۳۱].



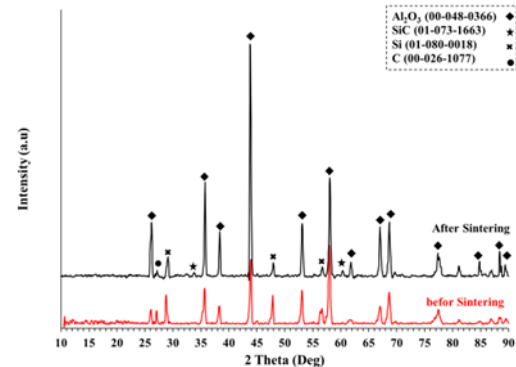
(الف)



(ب)



(ج)



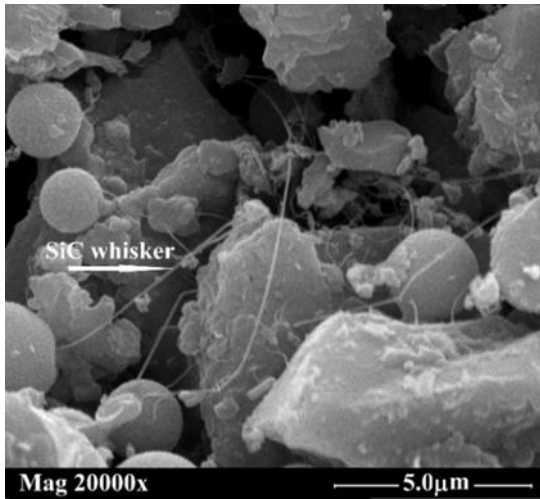
(د)

شکل (۵): الگو پراش پرتو ایکس نمونه‌های: الف) (Al_2O_3 ، ۱٪Wt)،

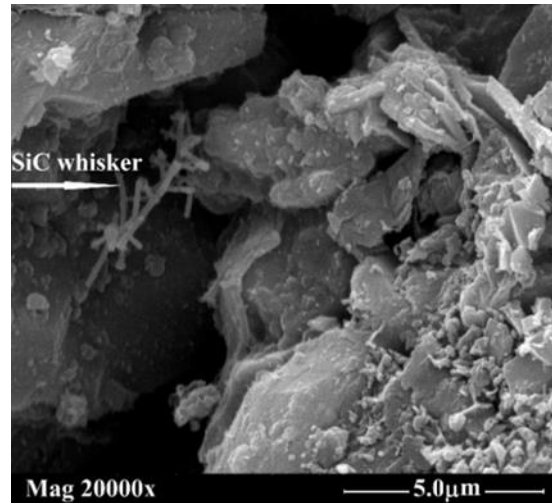
ب) (Al_2O_3 -MWCNT، ۱٪Wt)، ج)

(Al_2O_3 Mesoporous، ۱٪Wt) و د) (Al_2O_3 -MWCNT)

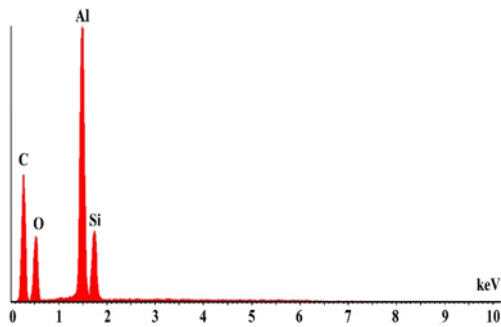
پس از پخت ۱۴۵۰°C و قبل از پخت ۱۴۵۰°C.



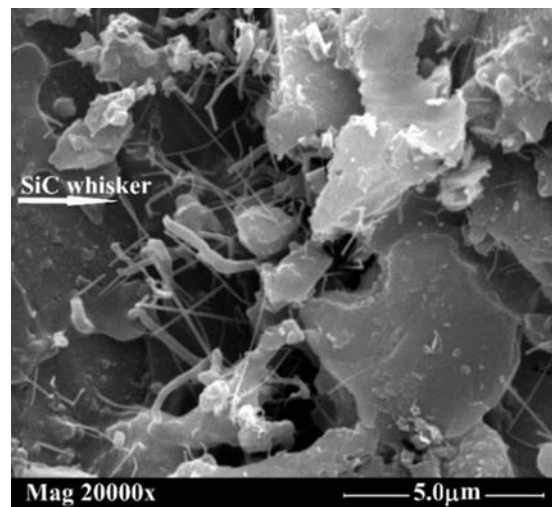
(د)



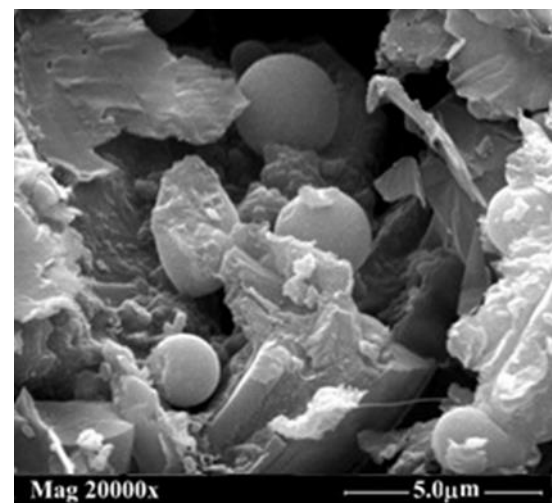
(الف)



شکل (۶): ریزنگار SEM نمونه‌های الف) (۱٪Wt, Al₂O₃)، ب) (۱٪) و ج) (۱٪Wt, Mesoporous Al₂O₃)، د) (۱٪ Wt, MWCNT-Mesoporous Al₂O₃) بعد از پخت در دمای ۱۴۵۰°C.



(ب)



(ج)

۵- نتیجه گیری

نتایج تحقیق حاضر نشان داد که اضافه نمودن ۱ درصد وزنی از افزودنی‌های نانو ساختار می‌تواند تأثیر مثبت بر خواص مکانیکی داشته و درصد بالاتر از آن به دلیل سطح ویژه بالا و تمایل به کلوخه‌ای شدن توصیه نمی‌گردد. همچنین نتایج اثبات نمود که نمونه حاوی ۱ درصد وزنی کامپوزیت CA_۲ بیشترین استحکام فشاری سرد در حدود ۱۳۷MPa دارد. حصول نتیجه فوق در ارتباط مستقیم با MWCNT و Al₂O₃ به صورت نانو کامپوزیت بوده که در تشکیل شدن SiC، سینترینگ فاز زمینه و بهبود استحکام دیرگداز تأثیرگذار است.

Ceramic science and technology, vol. ۷, pp. ۲۰۹-۲۲۲, ۲۰۱۶.

[۱۰] Z. Huizhong, W. Bin & W. Houzhi, "Influences of nano-alumina and nano-silica on sintering and mechanical property of corundum refractories", *Naihuo Cailiao*, pp. ۴۷۲-۴۸۲, ۲۰۰۲.

[۱۱] C. G. Aneziris, U. Klippel, W. Scharfl, V. Stein & Y. Li, "Functional refractory material design for advanced thermal shock performance due to Titania additions", *Applied Ceramic Technology*, vol. ۴, no. ۶, pp. ۴۸۱-۴۸۹, ۲۰۰۷.

[۱۲] Z. Ji, N. Liao, Y. Li, M. Nath, T. Zhu & L. Pan, Y. Dai, "Effect of h-BN on the microstructure and fracture behavior of low carbon Al₂O₃-C refractories", *Ceramics International*, vol. ۴۷, no. ۲۱, pp. ۲۹۹۰-۲۹۹۰۷, ۲۰۲۱.

[۱۳] A. Baghaei, A. B. Nourbakhsh & R. Ebrahimi Kahrizangi, "Inclusion removal mechanisms of Al-Killed ۳۰۴ low carbon stainless steel melt using hercynite coted Al₂O₃-C ceramic foam filters", *Advance Materials and processing*, vol. ۹, no. ۲, pp. ۲۷-۳۷, ۲۰۲۱.

[۱۴] S. Badogaa, R. V. Sharmaa, A. K. Dalai & J. Adjaye, "Synthesis and characterization of mesoporous aluminas with different pore sizes: Application in NiMo supported catalyst for hydrotreating of heavy gas oil", *Applied Catalysis A: general*, vol. ۴۸۹, pp. ۸۶-۹۷, ۲۰۱۵.

[۱۵] N. Bakhsh, F. A. Khalid & A. S. Hakeem, "Synthesis and characterization of pressureless sintered carbon nanotube reinforced alumina nano composites", *Materials science and engineering: A*, vol. ۵۷۸, pp. ۴۲۲-۴۲۹, ۲۰۱۳.

[۱۶] L. kumaria, T. Zhang, G. H. Du, W. Z. Li, Q. W. Wang, A. Datyec & K. H. Wu, "Thermal properties CNT-Alumina nanocomposites", *composite science and technology*, vol. ۶۸, no. ۹, pp. ۲۱۷۸-۲۱۸۳, ۲۰۰۸.

[۱۷] A. Kołodziejczak-Radzimska, A. Budna, F. Ciesielczyk, D. Moszyński & T. Jesionowski, "Laccase from *Trametes versicolor* supported onto mesoporous Al₂O₃: Stability tests and evaluations of catalytic activity", *Process Biochemistry*, vol. ۹۵, pp. ۷۱-۸۰, ۲۰۲۰.

[۱۸] S. Lu & Y. Liu, "Preparation of meso-macroporous carbon nanotube-alumina composite monoliths and their application to the preferential oxidation of CO in hydrogen-rich gases", *Applied catalysis B: Environmental*, vol. ۱۱۱-۱۱۲, pp. ۴۹۲-۵۰۱, ۲۰۱۲.

نتایج نمونه CM_۲ نشان داد که علی‌رغم سطح ویژه بالاتر و به دلیل طبیعت متخلخل آن واکنش‌های جامد-بخار و بخار-مایع-جامد با اختلال رویه‌رو شده و ویسکرها‌های SiC کاهش یافته است و در کل خواص مکانیکی نمونه شامل ۱ درصد وزنی در حدود ۷ درصد کاهش یافته است.

۶- مراجع

[۱] N. Liao, Y. Li, Sh. Jin, Sh. Sang & G. Liu, "Reduced brittleness of multi-walled carbon nanotubes (MWCNT) containing Al₂O₃-C refractories with boron carbide", *Materials science & engineering A*, vol. ۶۹۸, pp. ۸۰-۸۷, ۲۰۱۷.

[۲] C. Atzenhofer, S. Gschiel & H. Harmuth, "Phase formation in Al₂O₃-C refractories with Al addition", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. ۳۷, no. ۴, pp. ۱۸۰۵-۱۸۱۰, ۲۰۱۷.

[۳] V. Rongos & C. G. Aneziris, "Improved thermal shock performance of Al₂O₃-C refractories due to nano-scaled additives", *Ceramics International*, vol. ۳۸, no. ۲, pp. ۹۱۹-۹۲۷, ۲۰۱۲.

[۴] H. B. Fan, Y. W. Li & S. B. Sang, "Microstructures and mechanical properties of Al₂O₃-C refractories with silicon additive using different carbon sources", *Materials Science and Engineering A*, vol. ۵۲۸, no. ۷-۸, pp. ۳۱۷۷-۳۱۸۵, ۲۰۱۱.

[۵] H. Shikano, "Refractories Handbook", *Technical Association of refractories*, ۱۹۹۸.

[۶] M. Luo, Y. Li, Sh. Jin, Sh. Sang, L. Zhao & Y. Li, "Microstructures and mechanical properties of Al₂O₃-C refractories with addition of multi walled carbon nanotubes", *Materials science and engineering A*, vol. ۵۴۸, pp. ۱۳۴-۱۴۱, ۲۰۱۲.

[۷] V. Rongos, C. G. Aneziris & H. Berek, "Novel Al₂O₃ refractories with less residual carbon due to nanoscaled additives for continuous steel casting application", *Advance Engineering materials*, vol. ۱۴, no. ۴, pp. ۲۵۵-۲۶۴, ۲۰۱۲.

[۸] V. Rongos & C. G. Aneziris, "Improved thermal shock performance of Al₂O₃-C refractories due to nanoscaled additives", *ceramics international*, vol. ۳۸, no. ۲, pp. ۹۱۹-۹۲۷, ۲۰۱۲.

[۹] N. Brachhold, J. Fruhstorfer, A. Mertke & C. G. Aneziris, "Carbon bonded alumina refractories with reduced carbon content due to the addition of semi-conductive silicon and/ or nanoparticles", *Journal of*

alumina nanocomposites", materials science and engineering, vol. ۶۰, no. ۱, ۲۰۱۴.

[۲۸] I. Ahmad, M. Unwin, H. Co, H. Chen, H. Zhao, A. Kennedy & Y. Q. Zhu, "Multi-walled carbon nanotubes reinforced Al₂O₃ nanocomposites: Mechanical properties and interfacial investigations", composite science and technology, vol. ۷۰, no. ۸, pp. ۱۱۹۹-۱۲۰۶, ۲۰۱۰.

[۲۹] F. Liang, N. Li & B. Liu & Zh. He, "Processing and characterization of Multi-walled carbon nanotubes containing alumina-carbon refractories prepared by nanocomposite powder technology", Metal and Materials Society and ASM international, vol. ۴۷B, pp. ۱۶۶۱-۱۶۶۸, ۲۰۱۶.

[۳۰] X. Li, G. Zhang, R. Tronstad & O. Ostrovski, "Synthesis of SiC whiskers by VLS and VS process", ceramics international, vol. ۴۲, no. ۵, pp. ۵۶۶۸-۵۶۷۶, ۲۰۱۵.

[۳۱] A. W. Weimer, K. J. Nilsen, G. A. Cocheran & R. P. Roach, "Kinetics of carbothermal reduction Synthesis of beta silicon carbide" ceramics and advanced material research, vol. ۳۹, no. ۳, pp. ۴۹۳-۵۰۳, ۱۹۹۳.

۷- پی‌نوشت

[۱] Li et al

[۲] Carbon Nanotube

[۳] Multi Wall Carbon Nanotube (MWCNT)

[۴] Rongos et al

[۵] Anezirs et al

[۶] Brachhold et al

[۷] Z.Huizhong et al

[۸] Chan & Wei

[۹] Bakhs

[۱۹] A. P. Daluz, M. A. L. Braulio & V. C. Pandolfelli, "Refractory castable engineering", Germany, Goller Verlag, ۲۰۱۵.

[۲۰] S. Badoga, R. Sharma, A. Dalai & J. Adjaye, "Synthesis and characterization of mesoporous alumina with different pore sizes: Application in NiMo supported catalyst for hydrotreating of heavy gas oil", Applied Catalysis A: General, vol. ۴۸۹, pp. ۸۶-۹۷, ۲۰۱۵.

[۲۱] L. Ahmad, M. Unwin, H. Cao, H.chen, H. Zhao, A. Kennedy & Y. Q. Zhu, "Multi-walled carbon nanotubes reinforced Al₂O₃ nanocomposites: Mechanical properties and interfacial investigations", composites science and technology, vol. ۷۰, no. ۸, pp. ۱۱۹۹-۱۲۰۶, ۲۰۱۰.

[۲۲] H. Barzegar-Bafrooei & T. Ebadzadeh, "Synthesis of nanocomposite powders of alumina carbon nanotube by sol-gel method", advanced powder technology, vol. ۲۲, no. ۳, pp. ۳۶۶-۳۶۹, ۲۰۱۱.

[۲۳] F. Inam, A. Heaton, P. Brown, T. Peijs & M. Reece, "Effect of dispersion surfactants on the properties of ceramic-carbon nanotube (CNT) nanocomposites", ceramics international, vol. ۴۰, no. ۱, pp. ۵۱۱-۵۱۶, ۲۰۱۴.

[۲۴] B. Chan, I. Moseung, T. Chakyung, H. Kimkyung, H. Leesoon & H. Hong, "Fabrication of carbon nanotube reinforced alumina matrix nanocomposite by sol-gel process", materials science and engineering A, vol. ۳۹۵, no. ۱-۲, pp. ۱۲۴-۱۲۸, ۲۰۰۵.

[۲۵] T. Wei, Zh. Fan, G. Luo & F. Wei, "A new structure for multi-walled carbon nanotubes reinforced alumina nanocomposite with high strength and toughness", Materials Letters, vol. ۶۲, no. ۴-۵, pp. ۶۴۱-۶۴۴, ۲۰۰۸.

[۲۶] S. Sarkar & P. Kr. Das, "Processing and properties of carbon nanotube/alumina nanocomposites: a review", advance study center, vol. ۳۷, no. ۱, pp. ۵۳-۸۲, ۲۰۱۴.

[۲۷] N. Bakhsh, F. A. Khalid & A. S. Hekeem, "Effect of sintering temperature on densification and mechanical properties of pressureless sintered CNT-