

# سنتر کامپوزیت کوردیریت - سیلیکون نیترید ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) با استفاده از ذرات نانوسیلیکون و بررسی ویژگی‌های ریزساختاری آن

سمیه شرفی ضمیر<sup>۱</sup>، امیرعباس نوربخش<sup>۲\*</sup>، مجید جعفری<sup>۳</sup> و احمد منشی<sup>۴</sup>

۱- عضو باشگاه پژوهشگران جوان، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد نجف آباد، اصفهان، ایران

۲- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شهرضا، گروه مهندسی مواد، اصفهان، ایران

۳- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد نجف آباد، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، ایران

۴- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، ایران

\*nourbakhsh@iaush.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۱۲/۲۶، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۳/۳۱)

## چکیده

در این تحقیق اثر تشکیل سیلیکون نیترید ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) بر روی تغییرات ریزساختاری بدنه‌های کوردیریتی با اتصال نیتریدی با استفاده از نانوذرات سیلیکون مورد بررسی قرار گرفته است. پودر سیلیکون به روش مکانیکی در آسیاب سیاره‌ای پر انرژی تحت اتمسفر آرگون آسیاب شد و سپس مخلوط‌های متفاوتی از پودر نانوسیلیکون و کوردیریت سنتز شده آماده و در دماهای مختلف در کوره لوله‌ای تحت اتمسفر نیتروژن به منظور تشکیل باند نیتریدی در زمینه کوردیریت، تفجوشی شدند. نتایج حاصله نشان می‌دهند که با استفاده از نانوذرات سیلیکون مقدار تشکیل باند نیتریدی افزایش یافته که این موضوع به دلیل کاهش درجه حرارت تشکیل فاز نیتریدی قبل از تشکیل فاز مذاب کوردیریت می‌باشد. همچنین نتایج نشان داد که با استفاده از نانوذرات سیلیکون و بدون افزودنی، امکان دستیابی به بدنه متخلخل با شوک‌پذیری مناسب وجود دارد.

## واژه‌های کلیدی:

کوردیریت، سیلیکون نیترید، ریزساختار، نانوذرات سیلیکون.

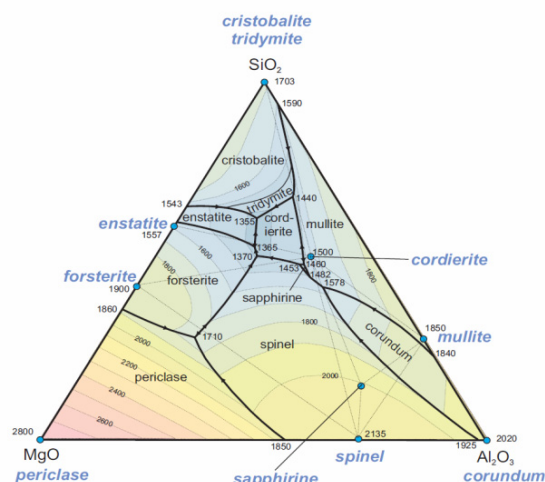
## ۱- مقدمه

کوردیریت ( $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ ) به دلیل ضریب انبساط حرارتی پایین، ثابت دی‌الکتریک کم و پایداری حرارتی و شیمیایی بالا، به عنوان یک سرامیک مهم تکنیکی به طور گسترده در بسیاری از کاربردهای صنعتی همچون کامپوزیت‌های شیشه-سرامیک، دیرگدازها، عایق‌های حرارتی و صوتی، فیلترها، ممبران‌ها، المنت‌های

حرارتی، مبدل‌های کاتالیستی و زیر پایه‌های چند لایه‌ای به کار می‌رود [۱-۴]. از طرفی کوردیریت دارای استحکام مکانیکی نسبتاً پایین و هدایت حرارتی پایینی می‌باشد و محدوده پخت باریک کوردیریت، امکان استفاده از این سرامیک را در دمای بالا محدود می‌کند (شکل ۱) [۵-۸].

کامپوزیت‌های اکسیدی- غیر اکسیدی در دهه اخیر توجه

درجا در ماتریس کوردیریت به وسیله الگوی تفرق اشعه ایکس<sup>۳</sup> (XRD)، ویژگی‌های حرارتی توسط آنالیز حرارتی همزمان<sup>۴</sup> (STA) و ویژگی‌های ریزساختاری کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)<sup>۵</sup> بررسی گردید. نتایج حاصله نشان داد که با استفاده از نانوذرات سیلیکون مقدار تشکیل باند نیتريدی افزایش یافته که این موضوع به دلیل کاهش درجه حرارت تشکیل فاز نیتريدی قبل از تشکیل فاز مذاب کوردیریت می‌باشد. همچنین نتایج حاصله مؤید این مطلب است که با استفاده از نانوذرات سیلیکون و بدون افزودنی، امکان دستیابی به بدنه متخلخل با شوک‌پذیری مناسب وجود دارد.



شکل (۱): دیاگرام سه‌تایی  $MgO-SiO_2-Al_2O_3$ .

## ۲- مواد و روش تحقیق

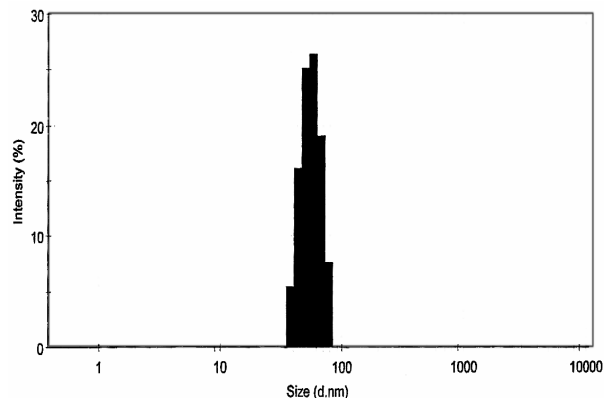
### ۲-۱- مواد خام مورد استفاده

مواد مورد استفاده، جهت سنتز کامپوزیت فوق شامل شاموت کوردیریت، کائولن (Z.lids)، تالک (جندق)، آلومینا (Nabalox) و پودر سیلیکون (Elkem) با متوسط اندازه دانه ۱۵ میکرومتر می‌باشد. آنالیز شیمیایی مواد خام برای تهیه شاموت کوردیریت و پودر سیلیکون در جداول (۱) و (۲) آورده شده است. ترکیب مواد مورد نیاز جهت ساخت شاموت کوردیریت و بر طبق دیاگرام سه‌تایی  $MgO-SiO_2-Al_2O_3$  تهیه شده که به منظور افزایش ویسکوزیته فاز مذاب همراه کوردیریت از افزودنی آلومینا استفاده گردید.

ابتدا مواد اولیه برای تهیه شاموت کوردیریت بعد از توزین در آسیاب گلوله‌ای<sup>۶</sup> پرسلانی با حجم ۵۰۰ میلی‌لیتر با گلوله‌های از جنس آلومینا به مدت ۲۴ ساعت به صورت تر آسیاب شده و بعد از به تعلیق در آوردن دوغاب، در خشک‌کن در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت کاملاً خشک گردید. نمونه‌ها به صورت قرص‌هایی با قطر ۲۵ میلی‌متر و ضخامت ۵ میلی‌متر توسط پرس تک‌محوری تحت فشار ۵۰ مگاپاسکال پرس و

بسیاری از محققین را به خود جلب کرده است. در میان سرامیک‌های غیر اکسیدی، سیلیکون نیتريد ( $Si_3N_4$ ) به دلیل خواص مکانیکی و ترمومکانیکی خوب در دمای بالا می‌تواند به عنوان فاز اتصال یکی از مناسب‌ترین مواد در بدنه‌های کامپوزیتی اکسیدی- غیر اکسیدی باشد [۹ و ۱۰]. در سال ۱۹۹۸، آروید پاستون [۱۱] مطالعاتی بر روی سنتز کامپوزیت کوردیریت- سیلیکون نیتريد مناسب برای موتورهای دیزل انجام داد. تحقیقات انجام شده نشان داد که هدایت حرارتی این کامپوزیت کمتر از هدایت حرارتی سیلیکون نیتريد تفجوشی شده<sup>۱</sup> (SSN) و به مراتب کمتر از هدایت حرارتی سیلیکون کاربید باند واکنشی<sup>۲</sup> (RSiC) می‌باشد. نتایج تحقیقات محققین نشان داد که کامپوزیت کوردیریت- سیلیکون نیتريد، ضریب انبساط حرارتی پایین‌تر و کاهش کمتری در استحکام شکست و چقرمگی ( $K_{IC}$ )، در موتورهای دیزل نسبت به سیلیکون نیتريد تفجوشی شده دارد [۱۱].

هدف از این تحقیق تشکیل سیلیکون نیتريد به صورت درجا در ماتریس کوردیریت با استفاده از نانوذرات سیلیکون قبل از تشکیل فاز مذاب همراه کوردیریت و همچنین بررسی تأثیر تغییرات نیتريداسیون که وابسته به اندازه ذرات سیلیکون و دمای واکنش می‌باشد. تشکیل سیلیکون نیتريد ( $Si_3N_4$ ) به صورت



شکل (۲): نمودار هیستوگرام توزیع اندازه ذرات نانوسیلیکون.

متفاوت (۱۰ و ۲۰ میلی متر) به مدت ۲۰۰ ساعت در اتمسفر آرگون آسیاب گردید. اندازه ذرات سیلیکون توسط دستگاه (Malvern-U.K-Model of ZN 3200) اندازه گیری گردید.

توزیع اندازه ذرات در شکل (۲) آورده شده است.

سطح ویژه ذرات نانوسیلیکون به روش BET (Model : ۱۰۴۲- chCoste) اندازه گیری شد.

### ۲-۳- تهیه مخلوط سیلیکون و پودر کوردیریت

پس از تهیه شاموت کوردیریت نمونه بهینه از نقطه نظر دانسیته انتخاب گردیده و سپس خرد، آسیاب و با ۱، ۳، ۵ و ۱۰ درصد وزنی پودر نانوسیلیکون مخلوط و از الک ۷۵ مش عبور داده شدند. سپس به صورت قرص هایی با قطر ۲۵ میلی متر و ضخامت ۳/۵ میلی متر تحت فشار ۱۵ مگاپاسکال توسط پرس تک محوری، پرس شدند. بدنه های پرس شده در دماهای ۱۱۰۰-۱۳۰۰ درجه سانتی گراد با فاصله دمایی ۵۰ درجه سانتی گراد در کوره لوله ای (Exciton Model: BE-96) تحت اتمسفر نیتروژن پخت داده شدند. از آنجایی که واکنش نیتريداسیون یک واکنش گرمازاست، عملیات حرارتی طبق یک سیکل پله ای در درجه حرارت ۶۰۰ درجه سانتی گراد با زمان ماندگاری ۲ ساعت و در ماکزیمم درجه حرارت پخت با زمان ماندگاری ۳ ساعت با نرخ حرارت دهی حدود ۵ °C/min برنامه ریزی گردید. فازهای کریستالی نمونه های تفجوشی شده به وسیله الگوی تفرق اشعه ایکس در ۴۰ Kv و ۳۰ mA با

جدول (۱): آنالیز شیمیایی مواد خام برای تهیه شاموت کوردیریت.

مواد خام	کائولن (درصد وزنی)	تالک (درصد وزنی)	آلومینا (درصد وزنی)
SiO <sub>2</sub>	۴۷/۱	۳۷/۵	۰/۰۱
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۳۶/۷	۲۵	۹۹/۵
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۰/۸۵	۰/۵	۰/۰۳
TiO <sub>2</sub>	۰/۱۷	۰/۰۸	-
MgO	۰/۱۷	۳۱/۵	-
CaO	۰/۳۶	۰/۸۵	-
K <sub>2</sub> O	۱/۰۲	۰/۴۶	-
Na <sub>2</sub> O	۰/۰۳	۰/۱۲	-
L.O.I	۱۳/۲۵	۷	۳/۴۵

جدول (۲): آنالیز شیمیایی پودر سیلیکون اولیه.

ترکیب سیلیکون اولیه	درصد وزنی
Si	۹۸/۷۳
Fe	۰/۸
Al	۰/۲
Ca	۰/۰۲
C	۰/۰۵
O <sub>2</sub>	۰/۲
متوسط اندازه دانه	۱۵μm
سطح ویژه	۱/۶-۲ m <sup>2</sup> /gr

سپس نمونه های تهیه شده در هر ترکیب به مدت ۳ ساعت در دماهای ۱۱۰۰ - ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد با افزایش دمای ۵۰ درجه سانتی گراد در هر مرحله زینتر گردیدند. از روش ارشمیدس به منظور تعیین دانسیته بالک و به منظور انتخاب بهترین نمونه و با بیشترین دانسیته استفاده گردید.

### ۲-۲- آماده سازی نانوسیلیکون

پودر سیلیکون به روش مکانیکی در آسیاب سیاره ای پر انرژی، در جارهای پلیمری با استفاده از گلوله های زیر کونیایی با دو قطر

(Labsys-Setaram) در اتمسفر نیتروژن تا دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد با نرخ حرارت دهی حدود ۱۰ °C/min استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

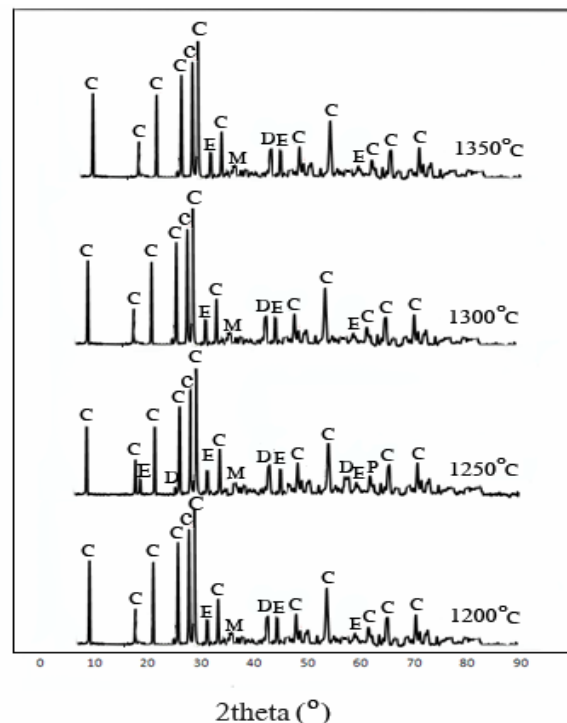
#### ۳-۱- انتخاب نمونه بهینه شاموت کوردیریت

بعد از تهیه شاموت کوردیریت، برای تعیین دانسیته از روش ارشمیدس استفاده شد. نمونه با بیشترین دانسیته در هر دما انتخاب و سپس به منظور تعیین بیشترین فاز کریستالی در شاموت کوردیریت از الگوی تفرق اشعه ایکس استفاده گردید که نتایج آن در شکل (۳) آورده شده است.

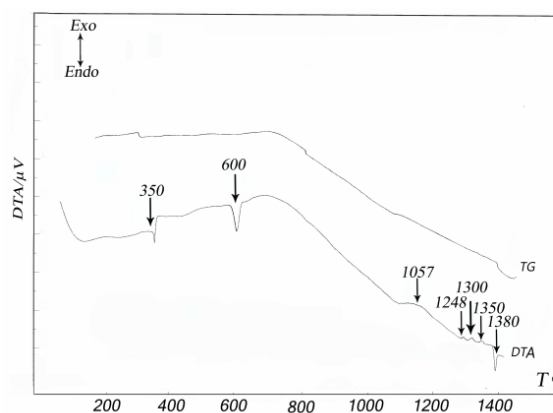
#### ۳-۲- آنالیز حرارتی کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون

##### نیتريد

نتایج بررسی آنالیز حرارتی با پیش‌ساز سیلیکون-کوردیریت جهت سنتز کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد در شکل (۴) نشان داده شده است. نتایج حاصله مؤید این مطلب است که اولین پیک گرماگیر در حدود دمای ۳۵۰ درجه سانتی گراد به کاهش وزنی در اثر از دست دادن آب ساختاری و دومین پیک گرماگیر در ۶۵۰ درجه سانتی گراد به دهیتراته شدن کائولینیت مربوط می‌شود. پیک گرمایی که در محدوده دمایی ۱۱۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی گراد مشاهده می‌گردد، مربوط به نیتريداسیون ذرات نانوسیلیکون بوده که توسط بررسی الگوی تفرق اشعه ایکس نمونه‌های تفجوشی شده در ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد اثبات گردید. همانطور که ملاحظه می‌گردد کوردیریت، سیلیکون نیتريد، اسپینل و کوراندوم در الگوی تفرق اشعه ایکس وجود داشته و در بالا تر از این دما فاز جدید دیگری تشکیل نگردیده است (شکل ۵). پیک‌های کوچک گرمایی که در محدوده دمایی ۱۲۵۰-۱۳۵۰ درجه سانتی گراد دیده می‌شود احتمالاً به تشکیل فاز کوردیریت ارتباط دارد [۱۲]. پیک گرماگیر در حدود دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد به ذوب سیلیکون با اندازه نانو ارتباط می‌یابد. با توجه به نتایج فوق احتمال انجام واکنش‌های زیر در کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد وجود دارد.

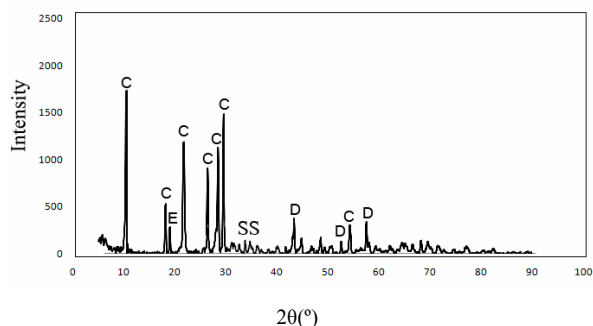


شکل (۳): الگوی تفرق اشعه X از کامپوزیت کوردیریت با بیشترین دانسیته، C کوردیریت، M مولایت، E اسپینل، D کوراندوم.



شکل (۴): آنالیز حرارتی مخلوط خام کوردیریت و پودر نانوسیلیکون، تفجوشی شده در اتمسفر نیتروژن در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد.

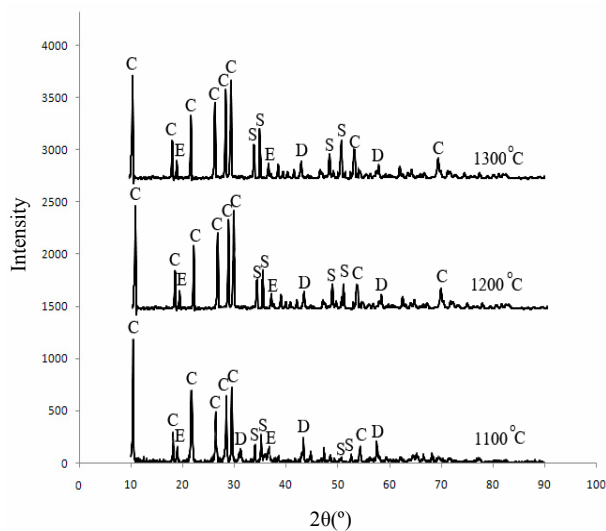
استفاده از  $K\alpha$  Cu انجام شد. ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل (Vega/Tescan) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین جهت تعیین دمای شروع واکنش نیتريداسیون، آنالیز حرارتی همزمان توسط دستگاه مدل



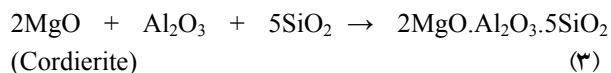
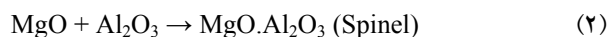
شکل (۶): الگوی تفرق اشعه X از کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد با استفاده از پودر نانوسیلیکون، C: کوردیریت، S: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>، اسپینل، E: کوراندوم، D: کوراندوم.

نکته قابل توجه تشکیل سیلیکون نیترید در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد با استفاده از ذرات نانوسیلیکون می‌باشد (شکل ۶). هر چند شدت این پیک‌ها ضعیف بوده اما نشان‌دهنده تشکیل سیلیکون نیترید در دمای کمتری نسبت به دمای تشکیل آن با استفاده از ذرات با اندازه میکرون می‌باشد. پایین‌تر بودن دمای تشکیل فاز نیتریدی از دمای فاز مذاب همراه کوردیریت، باعث تسهیل فرآیند ساخت کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید گردیده که دلیل آن در ارتباط با استفاده از نانوذرات سیلیکون می‌باشد.

در فرآیند نیتریده کردن مستقیم سیلیکون فلزی، ابتدا فیلم نازکی از سیلیکون نیترید روی سطح ذرات سیلیکون تشکیل می‌شود و به مرور نیتروژن از این لایه به داخل ذره نفوذ می‌کند تا کل ذره سیلیکون تبدیل به سیلیکون نیترید (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) شود. به همین دلیل اگر ذرات سیلیکون اولیه درشت باشند، مقدار زیادی سیلیکون آزاد در محصول نهایی باقی خواهد ماند. در نتایج به دست آمده از الگوی تفرق اشعه X سیلیکون آزادی مشاهده نگردید، این نشان می‌دهد که با کاهش اندازه ذرات در اندازه نانو و افزایش سطح ویژه (۱۳-۱۲ m<sup>2</sup>/gr) واکنش‌پذیری سیلیکون با گاز ازت زیاد شده و عمق نفوذ نیتروژن به دلیل استفاده از ذرات با اندازه کوچکتر افزایش می‌یابد و به همین دلیل مقدار بیشتری از سیلیکون نیترید در مقایسه با استفاده از ذرات

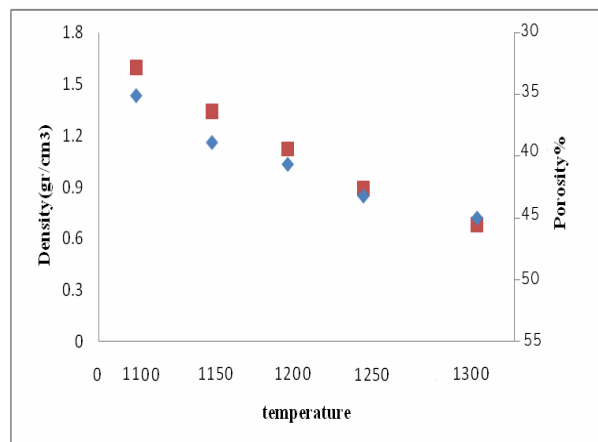


شکل (۵): الگوهای تفرق اشعه X از کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید، با ۱۰ درصد وزنی نانوسیلیکون در دماهای گوناگون، C کوردیریت، S سیلیکون نیترید، E اسپینل، D کوراندوم.



### ۳-۳- تأثیر نانو و میکرو ذرات سیلیکون بر روی آنالیز فازی کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید

شکل (۵) الگوهای تفرق اشعه ایکس برای کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید با ۱۰ درصد وزنی نانوسیلیکون در دماهایی ۱۱۰۰، ۱۲۰۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. این الگو کوردیریت را به عنوان فاز اصلی و به همراه آن سیلیکون نیترید، اسپینل<sup>۷</sup> (MgO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) و کوراندوم را نشان می‌دهد. در شکل (۵) مشاهده می‌شود که با افزایش دما شدت پیک‌های سیلیکون نیترید افزایش می‌یابد به طوری که در ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد بیشترین شدت را برای فاز کریستالی سیلیکون نیترید مشاهده می‌شود. از طرفی، شدت پیک‌های کوردیریت و اسپینل تقریباً ثابت و شدت پیک‌های کوراندوم با افزایش دما کاهش یافته است.



شکل (۷): منحنی دانسیته و تخلخل کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد با استفاده از ۵ و ۱۰ درصد وزنی پودر سیلیکون با اندازه نانو تفجوشی شده در محدوده دمایی ۱۱۰۰-۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، ■: ۵ درصد وزنی، ♦: ۱۰ درصد وزنی.

بر طبق نتایج دانسیته، آنالیز حرارتی و الگوی تفرق اشعه X دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد به عنوان دمای پخت بهینه برای کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد انتخاب گردید. همچنین جهت بهبود خواص مکانیکی، افزایش درجه حرارت تا ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد که با توجه به دیاگرام سه تایی (MgO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) نزدیک به نقطه ذوب کوردیریت می باشد، نیز مورد بررسی قرار گرفت.

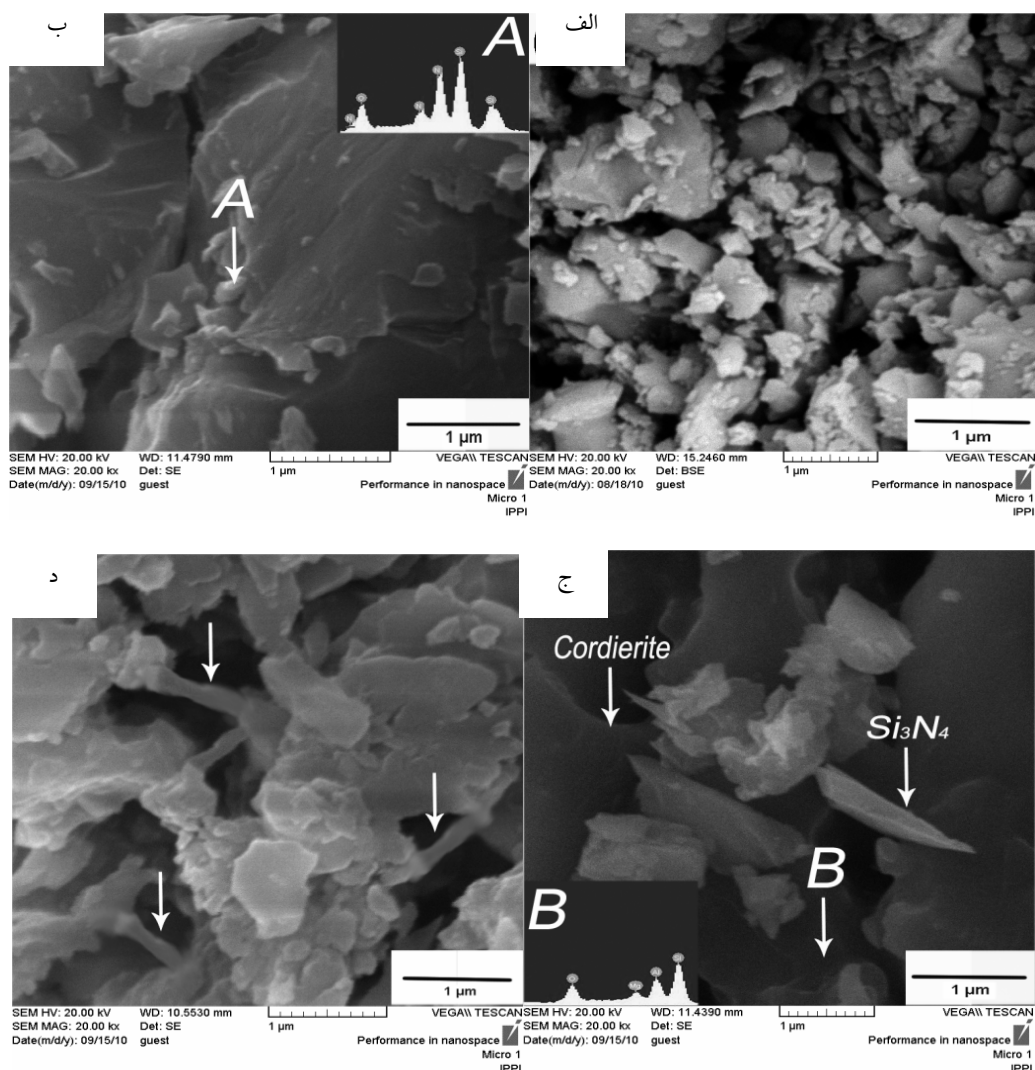
### ۳-۵- تأثیر نانو ذرات سیلیکون بر روی ریز ساختار سرامیک متخلخل کوردیریت با استفاده از باندهای نیتريدی در دماهای ۱۱۰۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد

شکل (۸) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد سنتز شده در دماهای ۱۱۰۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد با استفاده از ۱۰ درصد وزنی نانو سیلیکون را نشان می دهد. همراه با آنالیز EDS که قسمت های سفید فاز سیلیکون نیتريد و قسمت های خاکستری فاز کوردیریت را نشان می دهد (شکل ۸- الف و ب). در این تصویر تشکیل فاز نیتريد به روی سطح اگریگیت های کوردیریت با مورفولوژی هم محور به خوبی دیده می شود. با افزایش بیشتر دما تا ۱۳۰۰

با اندازه میکرون تشکیل شده و رشد کریستال های آن نیز افزایش می یابد [۱۳]. از طرف دیگر به دلیل محدوده باریک پخت کوردیریت، استفاده از نانو ذرات سیلیکون موجب کاهش دمای تشکیل سیلیکون نیتريد می گردد، بنابراین از ذوب کوردیریت در طی فرآیند تفجوشی در دمای بالا جلوگیری کرده و عدم حضور فاز مذاب باعث بهتر نیتريد شدن قطعه بخصوص در عمق آن می گردد.

### ۳-۴- تأثیر اندازه ذرات سیلیکون بر روی دانسیته و تخلخل

شکل (۷) منحنی دانسیته و تخلخل کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد را با استفاده از ۵ و ۱۰ درصد وزنی پودر سیلیکون با اندازه نانو که در محدوده دمایی ۱۱۰۰-۱۳۰۰ درجه سانتی گراد تفجوشی شده اند، نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود، با افزایش دما و افزایش مقدار پودر نانو سیلیکون دانسیته کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) کاهش می یابد. کاهش دانسیته به دلیل افزایش حجم در اثر تبدیل سیلیکون به سیلیکون نیتريد می باشد. به دلیل استفاده از نانو ذرات سیلیکون افزایش حجم بیشتری و به علت تشکیل بیشتر فاز نیتريدی مشاهده گردیده و از طرف دیگر افزایش تخلخل ناشی از افزایش حجم نیز در کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیتريد قابل تشخیص می باشد که این حقیقت در توافق با کاهش دانسیته می باشد (شکل ۶). بررسی انجام گرفته بر روی سطح ویژه برای ذرات نانو سیلیکون در مقایسه ذرات با اندازه میکرون نشان داد که سطح ویژه از ۱/۶-۲ m<sup>2</sup>/gr مربوط به ذرات میکرون به ۱۲-۱۳ m<sup>2</sup>/gr مربوط به ذرات با اندازه نانو افزایش یافته است. لذا می توان نتیجه گیری کرد که سطح ویژه ذرات تقریباً به شش برابر افزایش یافته است، بنابراین نیتريداسیون بیشتر و در پی آن افزایش حجم بیشتری پدید خواهد آمد.



شکل (۸): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید سنتز شده با استفاده از ۱۰ درصد وزنی نانوسیلیکون (الف) و (ب): در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد، (ج) و (د): در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد.

در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، تشکیل فاز مایع را در این دما تأیید می‌کند که می‌تواند دلیل خوبی برای استفاده از نانوسیلیکون برای کاهش دمای تشکیل سیلیکون نیترید باشد (شکل ۹).

#### ۴- نتیجه‌گیری

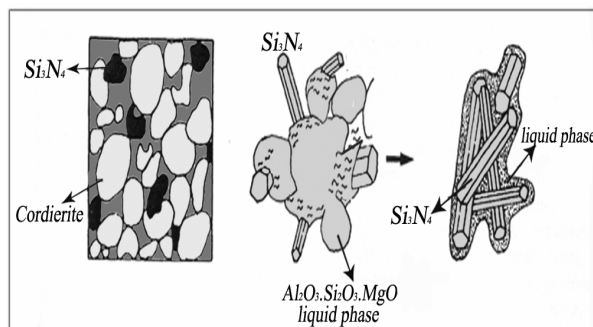
۱- تشکیل سیلیکون نیترید به صورت درجا در کامپوزیت کوردیریت-سیلیکون نیترید با استفاده از تکنیک باند واکنشی

درجه سانتی گراد که نزدیک به دمای ذوب کوردیریت می‌باشد، مورفولوژی‌های مختلفی از سیلیکون نیترید مشاهده می‌شود (شکل ۸- ج و د). مورفولوژی اول ویسکرها با بلندی با ارتفاع ۱ میکرومتر و قطر کمتر از ۲۰۰ نانومتر (که در شکل ۸- د) نشان داده شده است) دیگری ذرات هم‌محور کوچکی در حد میکرومتر که در بعضی قسمت‌ها به صورت آگلومره در آمده‌اند که می‌تواند به مکانیزم  $\text{SDP}^A$  (انحلال، رسوب، نفوذ) مربوط می‌شود [۱۴]. ویسکرها  $\alpha$  از طریق مکانیزم بخار-مایع-جامد تشکیل می‌شوند [۱۵]. تشکیل فاز سوزنی شکل سیلیکون نیترید

نجف آباد که دلسوزانه در انجام این پروژه یاری نمودند، مراتب قدردانی و تشکر خود را ابراز می‌دارند.

### ۶- مراجع

- [1] M. Nogami, S. Ogawa and K. Nagasaki, "Preparation of Cordierite Glass by Sol-Gel Process", Mater Sci., Vol. 24, pp. 4339-4342, 1989.
- [2] A. M. Kazakos, S. Komarneni and R. Roy, "Sol-Gel Processing of Cordierite: Effect of Seeding and Optimisation of Heat Treatment", Mater. Vol. 5, pp. 1095-1103, 1995.
- [3] J. H. Jean and T. K. Gupta, "Liquid-Phase Sintering in the Glass-Cordieritesystem", Mater Sci., Vol. 27, pp. 1575-1584, 1992.
- [4] S. H. Knickerbocker, A. H. Kumar and L. W. Heron, "Cordierite Glassceramicsfor Multilayer Ceramic Packaging, Am. Ceram", Soc. Bull, Vol. 72, pp. 90-95, 1993.
- [5] K. Sumi, Y. Kobayashi and E. Kato, "Low Temperature Fabrication of Cordierite from Kaolonite and Magnesium Hydroxide with Boron Oxideadditions", Am. Ceram. Soc., Vol. 82, pp. 783-785, 1984.
- [6] R. Petrovic, Dj. Janackovic, S. Zec, S. Drmanic and Lj. Kostic-Gvozdenovic, "Phase-Transformation Kinetics in Triphasic Cordierite Gel", Mater. Res, Vol. 70, pp. 175-187, 2002.
- [7] P. Predecki and J. Haas, "Structural Aspects of the Lattice Thermal Expansion of Hexagonal Cordierite", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 70, pp. 175-182, 1987.
- [8] K. Imer, O. D. Zener, H. I. M. Cinar and A. C. Tas, "Synthesis of SiO<sub>2</sub>, Enstatite (MgSiO<sub>3</sub>) and Cordierite (Mg<sub>2</sub>Al<sub>4</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>18</sub>) from Isopropanol and Ethanol Solutions", Proceedings of the thererd Eur Ceramic Congress, Vol. 2, pp. 48-58, 1996.
- [9] R. Gopi Chandran and K. C. Patil, "Combustion Synthesis, Characterisation, Sintering and Microstructure of Cordierite", Br. Ceram. Trans., Vol. 92, pp. 239-245, 1993.
- [10] M. A. Camerucci, A. L. Cavalieri and R. Moreno, "Slip Casting of Cordieriteand Cordierite-Mullite Materials", Eur. Ceram. Soc., Vol. 18, pp. 2149-2157, 1998.
- [11] A. E. Pasto, "Silcon Nitride-Cordierite Composite for Disel Engine Application", 1981.
- [12] L. Shifeng, Y. P. Zeng and J. Dongliang, "Fabrication and Characterization of Cordierite-Bondedporous SiC Ceramics", Vol. 7, pp. 91-97, 1989.
- [13] R. M. Smart and F. P. Glasser, "The Subsolidus Phase Equilibria Andmelting Temperatures of MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>", Ceram. Int., Vol. 7, pp. 90-97, 1981.



شکل (۹): مکانیزم تشکیل ویسکرهاى سیلیکون نیتريد از درون فاز مذاب.

در اثر واکنش گاز نیتروژن با ذرات نانوسیلیکون مورد بررسی قرار گرفت.

۲- با استفاده از ذرات کوچکتر در اندازه نانو و افزایش سطح ویژه نرخ واکنش در دمای پایین افزایش می‌یابد و منجر به کاهش دمای نهایی واکنش تشکیل سیلیکون نیتريد می‌گردد.

۳- به دلیل کاهش دمای نهایی واکنش تشکیل سیلیکون نیتريد به دلیل استفاده از ذرات نانوسیلیکون، دمای پخت سیلیکون نیتريد به دمای پخت سرامیک کوردیریت نزدیک می‌گردد و از تشکیل فاز مایع ناشی از ذوب کوردیریت که شدیداً فرآیند نیتريداسیون را تحت شعاع قرار می‌دهد، جلوگیری می‌کند.

۴- با افزایش درجه حرارت پخت تا ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و به دلیل تشکیل فاز مذاب هر چند تشکیل فازهای سوزنی (β- سیلیکون نیتريد) که باعث تقویت و استحکام مکانیکی می‌گردند، بیشتر شده ولی به دلیل کاهش نفوذ نیتروژن و عدم نیتريداسیون بدنه پیشنهاد می‌گردد.

۵- نتایج بررسی‌های فوق کاربرد قطعه متخلخل کامپوزیت کوردیریت- سیلیکون نیتريد را به دلیل خواص ترمومکانیکی و شوک‌پذیری جهت استفاده به عنوان فیلتر در سیستم راهگامی آلیاژهای غیر آهنی می‌نماید.

### ۵- تشکر و قدردانی

بدین وسیله نویسندگان این مقاله از جناب آقای مهندس چمی و کلیه پرسنل و مسئولین آزمایشگاه دانشگاه آزاد اسلامی واحد



- [14] PF. Becher, "The Nitridation and Kinetics of Silicon Powder", J. Am Ceram. Soc. Bull, 1999.
- [15] F. W. Chang, T. H. Lioui and F. M. Tsai, "The Nitridation Kinetics of Silicon Powder Compacts", Vol. 7, pp. 90-97, 1981.

## ۷- پی‌نوشت

- 1- Sintered
- 2- Reaction Bonded SiC
- 3- X-ray Diffraction Pattern
- 4- Simultaneous Thermal Analysis
- 5- Scanning Electron Microscopy
- 6- Ball Mill
- 7- Spinel
- 8- Solution-Diffusion-Precipitation