

## تأثیر پارامترهای مؤثر بر رفتار جریانی دوغاب نیتريد سيليسيم - نشاسته به منظور ساخت قطعات متخلخل نیتريد سيليسيمي به روش ريخته گری ژلی

مهران حق شناس گرگانی، سيد محمد ميرکازمي\* و فرهاد گلستاني فرد  
دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۴/۰۷/۰۶ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۷/۰۳/۱۳)

چکیده- در این پژوهش، رفتار جریانی و پایداری دوغاب متخلخل از نیتريد سيليسيم، آلومینا، ایتريا و نشاسته، با هدف توسعه روش ريخته گری ژلی با استفاده از نشاسته برای ساخت قطعات نیتريد سيليسيمي متخلخل بررسی شده است. برای پایداری دوغاب، از پراکنده ساز دولاپیکس سی ای ۶۴ (Dolapix CE64) استفاده شد. تأثیر عواملی چون اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم، مقدار پراکنده ساز، میزان بار جامد و مقدار نشاسته بر رفتار جریانی و گرانی دوغاب های متخلخل از نیتريد سيليسيم و نشاسته بررسی شد تا دوغابی پایدار و با گرانی مناسب به دست آید. اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت باعث کاهش گرانی دوغاب شد. بهترین حالت مقدار پراکنده ساز ۰/۴ درصد وزنی نسبت به بار جامد به دست آمد. همچنین دوغاب هایی با بار جامد ۳۰ تا ۴۰ درصد حجمی و مقدار نشاسته ۷/۵ تا ۲۵ درصد حجمی نسبت به بار جامد دارای گرانی مناسب و پایداری کافی برای ريخته گری بودند.

واژه های کلیدی: نیتريد سيليسيم، سرامیک های متخلخل، ريخته گری ژلی، نشاسته، رفتار جریانی دوغاب.

## The Effect of Rheological Parameters on the Behavior of Silicon Nitride-Starch Slurry Used in Gelcasting Porous Silicon Nitride

M. Haghshenas Gorgani, S. M. Mirkazemi and F. Golestanifard\*

Iran University of Science and Technology, School of Metallurgy and Materials Engineering.

**Abstract:** In this research, the rheological behavior and stability of suspensions containing  $Si_3N_4$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Y_2O_3$  and starch were investigated in order to use them in the starch consolidation casting of porous silicon nitride. Dolapix CE64 was used as the dispersant. Then, the effect of some parameters such as  $Si_3N_4$  surface oxidation, dispersant content, solid loading and starch content on the viscosity and rheological behavior of  $Si_3N_4$ -starch slurry was determined. Surface oxidation of  $Si_3N_4$  powder at 800 °C for 2 hours reduced the viscosity of the slurry, effectively. The best dispersant content was 0.4 wt. %, relative to ceramic powders. Slurries containing 30 to 40 vol. % and 7.5 to 25 vol. % starch, relative to total solid loading, had the suitable viscosity and the sufficient stability for casting by the starch consolidation method.

**Keywords:** Silicon nitride, Porous ceramics, Gel casting, Starch.

\*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: mirkazemi@iust.ac.ir

در این پژوهش به منظور استفاده از روش ریخته‌گری ژلی با استفاده از نشاسته در ساخت بدنه‌های نیتريد سيليسيمی متخلخل، بررسی‌های رفتار جریانی بر دوغاب‌های نیتريد سيليسيم و نشاسته انجام گرفته است. در ابتدا دوغاب‌هایی متشکل از پودر نیتريد سيليسيم، کمک سیترهای ایتريا و آلومینا و نشاسته تهیه شده است. سپس تأثیر عوامل مختلف شامل اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم، میزان پراکنده‌ساز، میزان بار جامد و درصد نشاسته بر گرانروی و پایداری آنها مشاهده شده است تا محدوده مناسب هر متغیر برای ریخته‌گری به دست آید.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- مواد اولیه

مواد اولیه اصلی استفاده شده در این پژوهش، پودر نیتريد سيليسيم، پودر نشاسته، کمک سیترهای ایتريا و آلومینا و پراکنده‌ساز بودند. پودر نیتريد سيليسيم خالص تجاری با خلوص بیش از ۹۸ درصد، که بیش از ۹۰ درصد نیتريد سيليسيم آن را فاز آلفا تشکیل می‌دهد با اندازه ذره متوسط ۰/۴ میکرومتر به‌عنوان جزء اصلی انتخاب شد. در جدول (۱) مشخصات پودر نیتريد سيليسيم اولیه آورده شده است. پودر نشاسته استفاده شده برای شکل‌دهی و متراکم‌سازی بدنه‌ها و همچنین ایجاد تخلخل، نشاسته گندم طبیعی با گرید خوراکی و اندازه گرانول‌های متوسط ۳/۵ میکرومتر بود. به‌منظور پراکنده‌سازی پودر سرامیکی و نشاسته در محیط آبی و تهیه دوغاب با گرانروی مناسب، از پراکنده‌ساز دولاپیکس ساخت شرکت زیمر و شوارتز<sup>۲</sup> استفاده شد. همچنین پودرهای آلومینا (با اندازه ذره متوسط ۰/۳۳ میکرومتر ساخت شرکت فیبرونا<sup>۳</sup> فرانسه) و ایتريا (با اندازه ذره متوسط ۰/۳ میکرومتر ساخت شرکت اچ سی اشتارک<sup>۴</sup> آلمان) به میزان ۶ درصد وزنی نسبت به پودر سرامیکی به هر دوغاب افزوده شد تا شرایط دوغاب در حضور کمک سیترها بررسی شود.

نیتريد سيليسيم به دلیل خواص مکانیکی و گرمایی - مکانیکی عالی در بین سرامیک‌های پیشرفته جایگاه ویژه‌ای یافته است. ریزساختار منحصر به فرد نیتريد سيليسيم سبب می‌شود که این ماده حتی در حالت متخلخل استحکام مکانیکی بسیار بالایی داشته باشد. بنابراین در کاربردهایی که حضور تخلخل یا نسبت استحکام به وزن بالا ضرورت دارد، نیتريد سيليسيم متخلخل یک گزینه ایده‌آل است [۱].

این موضوع باعث شده است که در سال‌های اخیر توجه زیادی به روش‌های شکل‌دهی و سینتر قطعات نیتريد سيليسيمی متخلخل معطوف شود. به‌تازگی روش‌های گوناگونی برای ساخت قطعات نیتريد سيليسيمی متخلخل توسعه یافته‌اند که از آن جمله می‌توان به سینتر ناقص<sup>۱</sup>، پیوند واکنشی، استفاده از جزء فداشونده و ریخته‌گری ژلی اشاره کرد [۲-۵].

یکی از روش‌های شکل‌دهی قطعات سرامیکی که می‌توان از آن برای ساخت قطعات متخلخل استفاده کرد، روش ریخته‌گری ژلی است که از یک ساختار ژلی پلیمری برای ایجاد استحکام در حالت خام استفاده می‌کند. همین استحکام خام نسبتاً بالا، امکان ماشین‌کاری قطعات سرامیکی در حالت خام و دستیابی به قطعاتی با ابعاد نزدیک به ابعاد نهایی را فراهم می‌سازد. اساسی‌ترین مشکل روش معمول ریخته‌گری ژلی استفاده از مونومرهای سنتزی است که سمی و گران‌قیمت هستند [۶].

تلاش‌های زیادی برای جایگزینی مونومرهای سنتزی گران‌قیمت و سمی روش ریخته‌گری ژلی با مواد طبیعی انجام شده است که از آن جمله می‌توان به استفاده از آلژینات‌ها، آگاروز و نشاسته اشاره کرد [۶].

روش ریخته‌گری ژلی با استفاده از نشاسته، یک روش نسبتاً جدید است که در آن از حرارت دادن دوغاب حاوی نشاسته برای ایجاد ساختار ژلی استفاده می‌شود. این روش تاکنون عمدتاً برای ساخت قطعات متخلخل اکسیدی نظیر آلومینا، تیتانیا، کوردیت، مولایت و سیلیس به‌کار رفته است [۷-۱۰]. اما تاکنون گزارشی از ساخت بدنه‌های نیتريد سيليسيمی به این

جدول ۱- مشخصات پودر نیتريد سيليسيم اوليه

D <sub>50</sub>	Si	Ca	Fe	C	O	α-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
(میکرومتر)	(درصد وزنی)						
۰/۴	۰/۲	۰/۰۲	۰/۲۵	۰/۲	۱/۲	۹۰/۷	>۹۸

## ۲-۲- روش تحقیق

دوغاب‌هایی با بار جامد و درصد نشاسته یکسان و درصد پراکنده‌ساز ۰/۱، ۰/۲، ۰/۳، ۰/۴ و ۰/۵ تهیه و جریان‌یابی آنها در این محدوده بررسی شد تا بهترین حالت انتخاب شود. همچنین پایداری دوغاب برای دوغاب‌هایی با همین شرایط با انجام آزمون ته‌نشینی بررسی شد. در مرحله بعد با ثابت کردن مقدار پراکنده‌ساز، تأثیر تغییر بار جامد در محدوده ۳۰/۰ تا ۴۳/۱ درصد حجمی و تغییر مقدار نشاسته در بازه ۶/۴ تا ۱۳/۷ درصد حجمی بر گرانروی دوغاب مورد مطالعه قرار گرفت.

## ۲-۳- روش‌های اندازه‌گیری

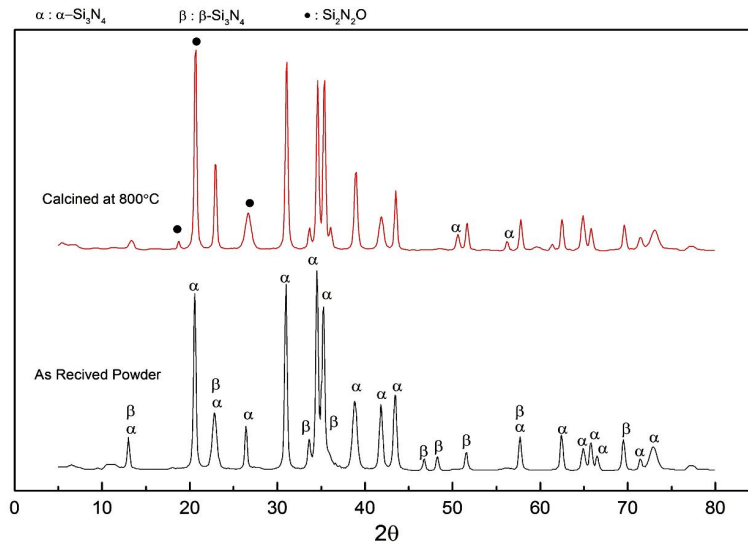
اندازه‌گیری‌های جریان‌یابی دوغاب با دستگاه اندازه‌گیری گرانروی چرخشی قابل برنامه‌ریزی BROOKFIELD DV-II+Pro انجام شد. برای تمامی دوغاب‌ها، با اعمال سرعت چرخش‌های مختلف، نرخ برش، تنش برشی و گرانروی دوغاب اندازه‌گیری شد تا گرانروی و رفتار جریان‌یابی دوغاب‌ها مطالعه و مقایسه شود. پیش از اندازه‌گیری تنش برشی در هر سرعت چرخش، ۱۰ ثانیه زمان داده شد تا شرایط دوغاب یکنواخت شود.

پایداری دوغاب‌ها با انجام آزمون ته‌نشینی<sup>۵</sup> بررسی شد. به این صورت که مقدار ۱۵ میلی‌متر از هر دوغاب در یک استوانه مدرج ریخته شد و پس از گذشت ۲۴ ساعت، عمق قسمت شفاف از سطح دوغاب اندازه‌گیری شد. با کم کردن نسبت عمق این منطقه به ارتفاع کل دوغاب از یک، مطابق رابطه (۱)، کسر حجمی منطقه پراکنده<sup>۶</sup> به‌دست آمد:

$$1 - \frac{\text{ارتفاع کل دوغاب}}{\text{عمق منطقه شفاف از سطح دوغاب}} = \text{کسر حجمی منطقه پراکنده} \quad (1)$$

برای ساخت دوغاب، مجموع حجم پودرهای سرامیکی شامل نیتريد سيليسيم، ايتريا و آلومينا و پودر نشاسته، به‌عنوان بار جامد کل در نظر گرفته شده است و مابقی حجم دوغاب را آب و پراکنده‌ساز تشکیل داده است. این محاسبات با در نظر گرفتن چگالی ۳/۲۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب برای نیتريد سيليسيم، ۵/۰۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب برای ايتريا، ۳/۹۵ گرم بر سانتی‌متر مکعب برای آلومينا و ۱/۴۰ گرم بر سانتی‌متر مکعب برای نشاسته انجام شد. در تمام دوغاب‌ها مقدار ۶ درصد وزنی کمک سیتر نسبت به کل پودر سرامیکی و به نسبت ايتريا به آلومينا سه به یک افزوده شد. در مرحله اول پودرهای سرامیکی پس از توزین به همراه آب و پراکنده‌ساز در یک ظرف استوانه‌ای پلاستیکی به‌مدت ۲۴ ساعت با گلوله‌های آلومینایی روی جارمیل قرار داده شد. پس از گذشت این زمان، پودر نشاسته به دوغاب افزوده شد و هم‌زدن با هم‌زن مغناطیسی به‌مدت یک ساعت انجام شد.

به‌منظور بررسی اثر اکسید کردن سطحی بر خواص جریان‌یابی پودر نیتريد سيليسيم، حرارت دادن پودر اولیه در کوره با اتمسفر هوا در دماهای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به‌مدت دو ساعت انجام شده و تغییرات وزن پودر قبل و بعد از قرارگیری در کوره اندازه‌گیری شد. سپس از هریک پودرهای اکسید شده و اکسید نشده، دوغابی با بار جامد یکسان ۳۰ درصد حجمی با افزودن ۰/۳ درصد وزنی پراکنده‌ساز تهیه شد. سپس گرانروی دوغاب ساخته شده از هریک از این پودرها اندازه‌گیری و مقایسه شد تا اثر اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم اولیه بر گرانروی دوغاب بررسی شود. برای پیدا کردن مقدار مناسب پراکنده‌ساز،



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس پودر نیتريد سيليسيم اوليه و اكسيد سطحی شده

### ۳- نتایج و بحث

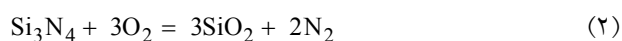
#### ۳-۱- تأثیر اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم اوليه

مشاهدات ظاهری در تهیه دوغاب از پودر نیتريد سيليسيم اوليه نشان داد که دوغاب حاصل به ویژه در بار جامد بالا، گرانروی بالایی دارد. برای دستیابی به شرایط بهتر از نظر جریان یابی، حرارت دادن پودر نیتريد سيليسيم در کوره با اتمسفر هوا در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت انجام شد. اندازه گیری وزن، قبل و بعد از این عملیات، نشان دهنده افزایش وزنی به اندازه ۸۴٪ درصد بود. با توجه به اینکه واکنش پیشنهاد شده برای اکسید شدن نیتريد سيليسيم همراه با افزایش وزن خواهد بود، می توان گفت که لایه ای از  $\text{SiO}_2$  در سطح ذرات نیتريد سيليسيم تشکیل شده است که باید به شکل کوارتز باشد [۱۰]. در شکل (۱) الگوی پراش پرتو ایکس پودر نیتريد سيليسيم اوليه و پودر نیتريد سيليسيم اکسيد سطحی شده مشاهده می شود. با توجه به تغییرات وزن کم، می توان گفت که مقدار  $\text{SiO}_2$  در سطح ذرات پودر کم و به شکل آمورف است. بنابراین در این شکل نشانه ای از وجود این فاز دیده نمی شود.

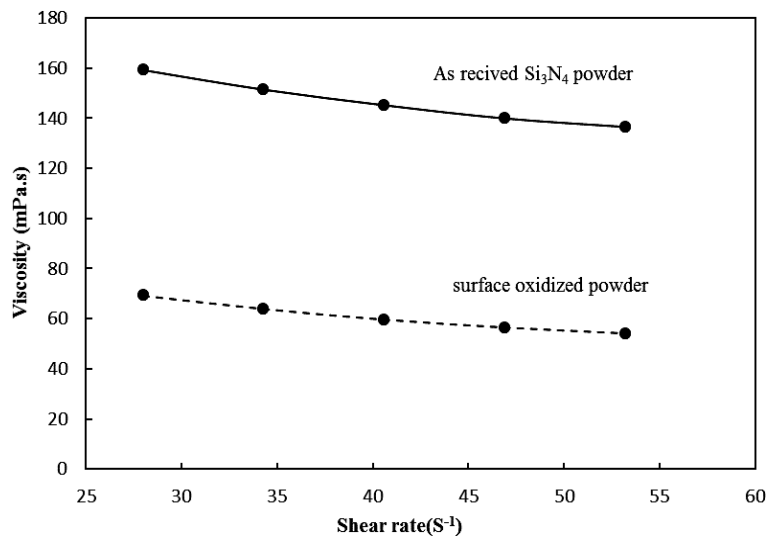
در اکثر منابع به تشکیل یک لایه اکسی نیتريد سيليسيم،  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ، در مرز بین نیتريد سيليسيم و  $\text{SiO}_2$  سطح اشاره شده است [۱۰ و ۱۱]. در الگوی پراش پرتو ایکس پودر اکسيد

سطحی شده، در محل پیک دوم  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ، پیک ضعیفی دیده می شود که در مورد پودر اوليه به چشم نمی خورد. با در نظر گرفتن این مسئله که پیک های اول و سوم این فاز بر پیک های فاز نیتريد سيليسيم  $\alpha$  منطبق می شوند، می توان پیک مشاهده شده در حوالی درجه  $2\theta = 19$  را ناشی از تشکیل اکسی نیتريد سيليسيم در پودر حرارت داده شده دانست.

نمودار شکل (۲) تأثیر عملیات اکسيد سطحی کردن پودر نیتريد سيليسيم را بر رفتار جریانی و گرانروی دوغاب ۳۰ درصد حجمی تهیه شده از آن به همراه ۳٪ درصد پراکنده ساز نشان می دهد. همان طور که در این نمودار مشاهده می شود، گرانروی دوغاب ساخته شده از پودر اکسيد سطحی شده بسیار کمتر از پودر نیتريد سيليسيم اوليه است. در منابع اشاره شده است که تشکیل یک لایه اکسیدی روی سطح پودر نیتريد سيليسيم بر اساس واکنش زیر منجر به بهبود خواص جریان یابی و کاهش گرانروی دوغاب متشکل از نیتريد سيليسيم، آب و پراکنده ساز می شود [۱۰ و ۱۱].



در واقع می توان گفت که تشکیل اکسيد سيليسيم در سطح ذرات پودر نیتريد سيليسيم که با افزایش وزن همراه است، با کاهش گرانروی دوغاب همراه شده است. این موضوع با نتیجه



شکل ۲- تأثیر اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم بر گرانروی دوغاب حاوی ۳۰ درصد حجمی نیتريد سيليسيم

در نرخ برش کم رفتار شل شدن برشی<sup>۱</sup> و در نرخ برشی بالا رفتار شبه نیوتنی از خود نشان می دهند. افزایش درصد پراکنده ساز منجر به تغییر در رفتار جریان دوغاب نمی شود. با این حال افزودن پراکنده ساز منجر به کاهش گرانروی دوغاب شده است.

سازوکار عمل پراکنده ساز استفاده شده در این پژوهش پایدارسازی الکترواستاتیکی است [۱۱]. میزان مناسب این پراکنده ساز با توجه به دستور شرکت سازنده ۰/۳ تا ۰/۵ درصد وزنی نسبت به پودر سرامیکی است. از آنجا که ماهیت عملکرد پراکنده ساز به گروه های سطحی ذرات وابسته است، مقدار مناسب آن بر اساس اندازه ذرات پودر سرامیکی و گروه های سطحی آن می تواند متفاوت باشد و باید مقدار مناسب آن تعیین شود. در اینجا دو معیار برای مقدار مناسب پراکنده ساز در نظر گرفته شده است. معیار اول گرانروی و منحنی تنش برشی-نرخ برش دوغاب است. دوغاب هایی با گرانروی کمتر از ۱۰۰ میلی پاسکال ثانیه و رفتار شبه نیوتنی برای ریخته گری مناسب هستند. معیار دوم پایداری دوغاب و عمق رسوب آنها پس از ۲۴ ساعت است.

کاهش گرانروی دوغاب در اثر افزودن پراکنده ساز را می توان با در نظر گرفتن مکانیزم عمل پراکنده ساز توجیه کرد.

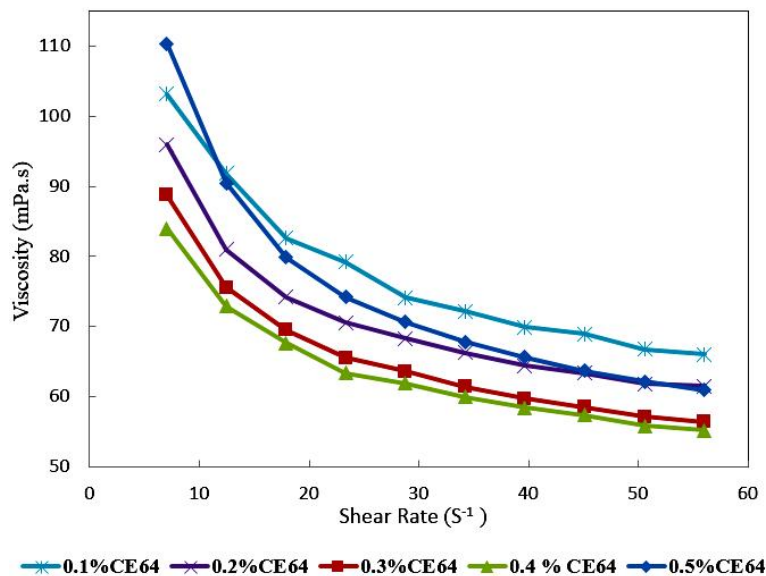
کار هوانگ و ینگ [۱۱] و آلبانو و همکاران [۱۲]، مطابقت دارد. بر اساس پژوهش آلبانو و همکاران، جذب سطحی پراکنده ساز دولاپیکس بر سطح ذرات نیتريد سيليسيم، با عملیات اکسید سطحی کردن به شدت افزایش یافته است. دلیل این پدیده، افزایش گروه های سیلانول<sup>۲</sup>، SiOH، در سطح ذرات نیتريد سيليسيم که محل جذب پراکنده ساز هستند، ذکر شده است. همچنین هوانگ و ینگ اشاره کرده اند که در مقابل، اکسید شدن سطح نیتريد سيليسيم موجب کاهش گروه های آمینی شده است.

### ۲-۳- تأثیر درصد پراکنده ساز بر رفتار جریانی دوغاب

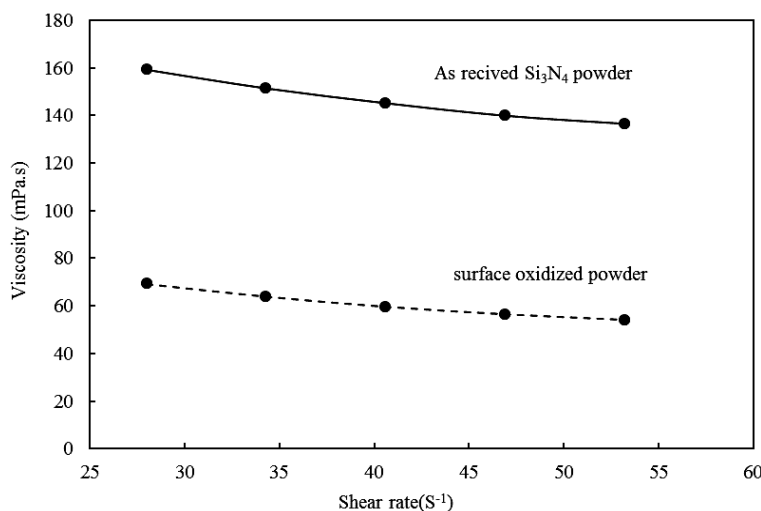
#### نیتريد سيليسيم - نشاسته

برای بررسی تأثیر مقدار پراکنده ساز بر رفتار جریانی دوغاب، دوغاب هایی با بار جامد کل ثابت ۴۰ درصد حجمی تهیه شد. تمام دوغاب ها شامل ۷/۵ درصد حجمی نشاسته نسبت به بار جامد بودند. مقدار پراکنده ساز در محدوده ۰/۱ تا ۰/۵ درصد وزنی نسبت به پودر سرامیکی تغییر داده شده و بررسی جریان یابی روی آنها انجام شد.

نتیجه این بررسی در شکل های (۳) و (۴) مشاهده می شود. همان گونه که در شکل (۳) دیده می شود، تمامی دوغاب ها



شکل ۳- تأثیر تغییر درصد پراکنده‌ساز بر رفتار جریان‌یابی دوغاب نیتريد سيليسيم - نشاسته

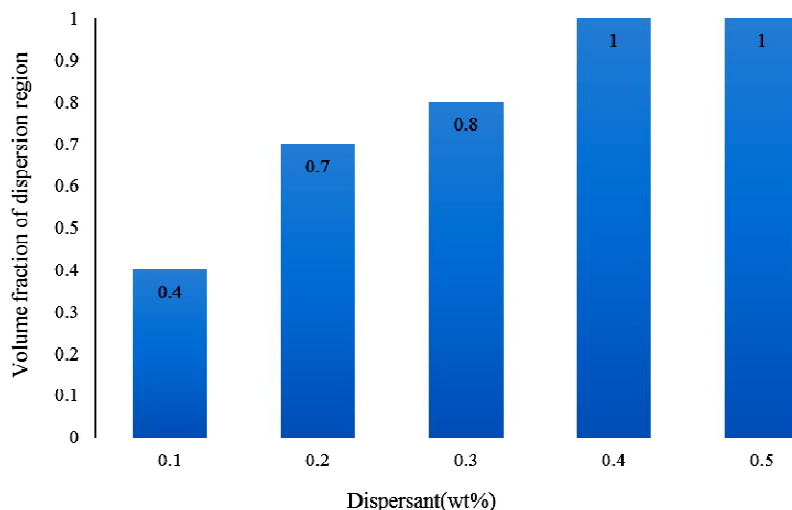


شکل ۴- تأثیر درصد پراکنده‌ساز بر گرانیوی دوغاب نیتريد سيليسيم - نشاسته در نرخ برش ثابت ۵۰ بر ثانیه

چندانی در نقش این پراکنده‌ساز ندارد [۱۱]. در نتیجه ذرات در دوغاب با فاصله از هم قرار گرفته و در اثر اعمال تنش برشی می‌توانند به راحتی نسبت به هم حرکت کنند.

در شکل (۴) تأثیر میزان پراکنده‌ساز بر گرانیوی دوغاب نیتريد سيليسيم، کمک سینترها و نشاسته در نرخ برش ثابت ۵۰ بر ثانیه دیده می‌شود. افزایش جذب مولکول‌های باردار پراکنده‌ساز بر سطح ذرات با کاهش شدید گرانیوی دوغاب همراه است [۱۱]. در اینجا افزایش مقدار پراکنده‌ساز از ۰/۱ درصد سبب شده است که جذب آن بر سطح ذرات افزایش یابد و همین

پراکنده‌ساز که به صورت یک مولکول باردار است با گروه‌های دارای هیدروکسیل موجود در سطح ذرات (در مورد نیتريد سيليسيم گروه سیلانول) پیوند شیمیایی برقرار کرده و آنها را باردار می‌کند. این موضوع منجر به انتقال نقطه ایزوالکتریک<sup>۹</sup> به سمت pHهای کمتر شده و نیروی دافعه الکترواستاتیک بین ذرات در pHهای متوسط را افزایش می‌دهد. بنابراین از نزدیک شدن ذرات به هم جلوگیری می‌کند. این پدیده در مورد کمک سینترهای اکسیدی  $Al_2O_3$  و  $Y_2O_3$  هم اتفاق می‌افتد و جایگزینی بخشی از پودر نیتريد سيليسيم با کمک سینترها تأثیر



شکل ۵- نمودار تأثیر مقدار پراکنده‌ساز بر پایداری دوغاب نیتريد سيليسيم- نشاسته پس از ۲۴ ساعت

بار جامد کم منجر به ساخت قطعاتی با درصد تخلخل بیش از حد، استحکام کم، ناپایداری دوغاب و جدایش حین ریخته‌گری می‌شوند. از سوی دیگر افزایش بار جامد با محدودیت افزایش گرانیوی و معضلاتی چون عدم امکان شکل‌دهی و باقی ماندن حباب‌های گازی همراه است. بنابراین پیدا کردن حد بالای بار جامد که دارای گرانیوی مناسب جهت ریخته‌گری (کمتر از ۱۰۰ مگاپاسکال ثانیه) باشد، گام بعدی است [۶]. بدین منظور دوغاب‌هایی با درصد پراکنده‌ساز ثابت (۰/۴ درصد وزنی) و مقدار نشاسته ثابت (۷/۵ درصد حجمی نسبت به کل بار جامد) تهیه شد و خواص جریان‌ی آنها بررسی شد.

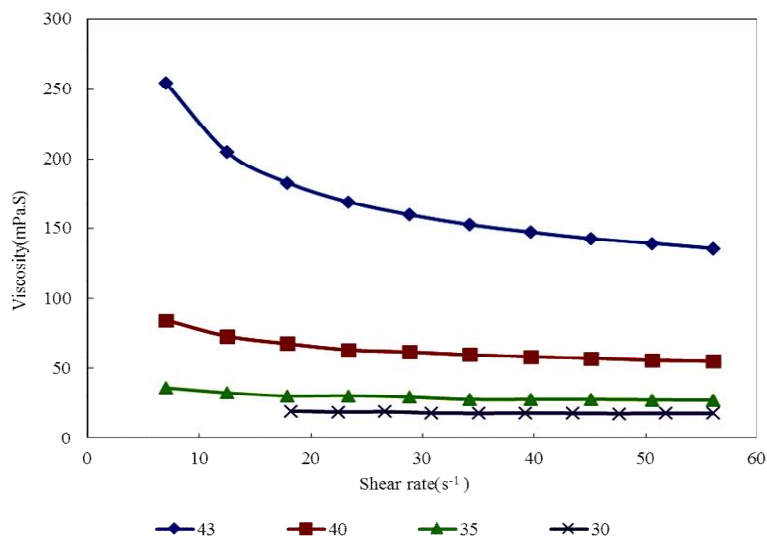
نمودار شکل (۶) تأثیر بار جامد کل (مجموع درصد حجمی نیتريد سيليسيم، کمک سیترها و نشاسته) را بر رفتار جریان‌ی دوغاب نشان می‌دهد. بر اساس این نمودار تمامی دوغاب‌ها در نرخ برش‌های بالاتر، دارای رفتار شبه‌نیوتنی هستند و گرانیوی آنها به‌طور تقریبی ثابت است. بنابراین رفتار جریان‌ی آنها برای ریخته‌گری مناسب است. در این نمودار این نکته مشهود است که در بار جامد بالاتر شیب تغییرات گرانیوی بیشتر است و رفتار شل شدن برشی در دوغاب دیده می‌شود، در صورتی که در بار جامد ۳۰ درصد حجمی گرانیوی تقریباً ثابت شده و رفتار دوغاب به سمت نیوتونی رفته است. دلیل این پدیده نزدیک شدن ذرات به هم در بار جامد ۴۰ و امکان فلوکوله

امر باعث افزایش دافعه الکترواستاتیک بین ذرات و کاهش گرانیوی دوغاب می‌شود. این وضعیت تا حدود ۰/۴ درصد وزنی پراکنده‌ساز صادق است اما افزایش بیشتر آن منجر به افزایش گرانیوی می‌شود. چرا که زمانی که سطح ذرات از مولکول‌های پراکنده‌ساز اشباع شود، مقدار اضافی آن در آب آزاد بین ذرات حل شده و نقش الکترولیت ایفا می‌کند. بنابراین لایه مضاعف الکتریکی حول ذرات فشرده‌تر شده و ذرات می‌توانند به هم نزدیک‌تر شوند. پس میزان بهینه پراکنده‌ساز برای دوغاب مورد بحث ۰/۴ درصد وزنی نسبت به پودر سرامیکی است.

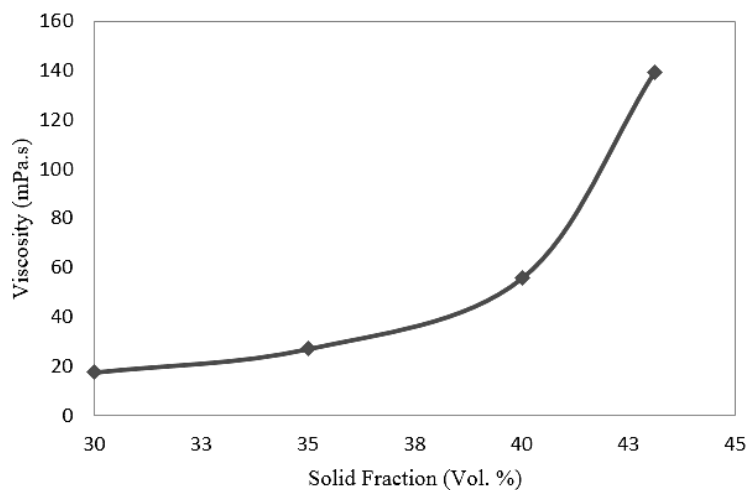
شکل (۵) کسر حجمی منطقه پراکنده‌ساز دوغاب‌ها را بعد از زمان ۲۴ ساعت نشان می‌دهد. بر اساس این نمودار هم دوغاب دارای ۰/۴ درصد پراکنده‌ساز، بعد از گذشت ۲۴ ساعت کاملاً پراکنده بوده و در سطح آن هیچ مایع شفافی دیده نمی‌شود و در نتیجه پایدارتر است. این موضوع با نتایج مربوط به گرانیوی در تطابق است. دلیل این امر همان‌طور که در بالا توضیح داده شد اشباع شدن سطح ذرات از پراکنده‌ساز و افزایش دافعه آنها در این مقدار است.

### ۳-۳- تأثیر بار جامد بر جریان‌یابی دوغاب

برای تهیه بدنه‌هایی با درصد تخلخل‌های مختلف لازم است دوغاب‌هایی با بار جامدهای مختلف تهیه شوند. دوغاب‌هایی با



شکل ۶- تأثیر بار جامد کل بر رفتار جریان دوغاب نیتريد سيليسيم- نشاسته



شکل ۷- تأثیر بار جامد کل بر گرانروی دوغاب نیتريد سيليسيم- نشاسته

می‌گیرد. این امر باعث شد که تهیه دوغاب‌هایی با بار جامد بیش از ۴۳ درصد حجمی عملاً امکان‌پذیر نباشد. در نتیجه می‌توان گفت که افزایش بار جامد به بیش از ۴۰ درصد حجمی چندان مفید نیست. چرا که ریخته‌گری دوغاب با گرانروی بیش از ۱۰۰ مگاپاسکال ثانیه دشوار است و احتمال حبس حباب‌های هوا و نایک‌نواختی قطعه نهایی زیاد است.

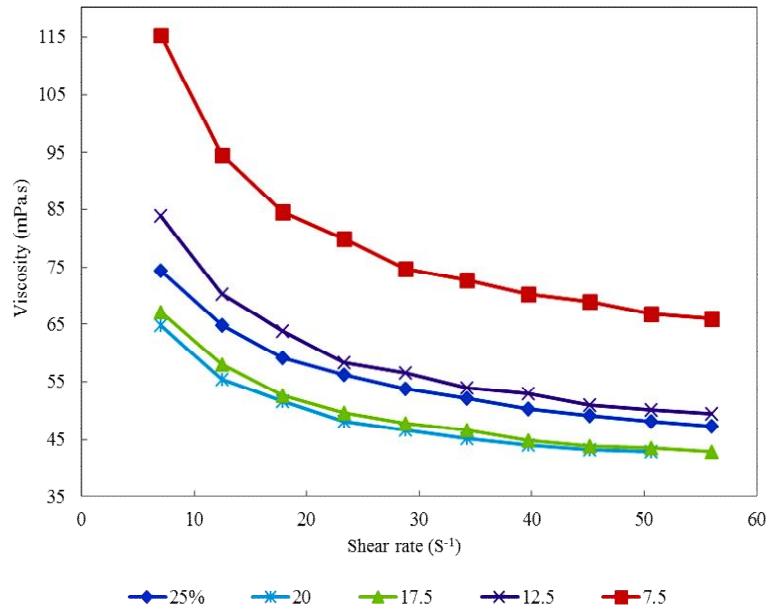
### ۳-۴- تأثیر درصد حجمی نشاسته بر جریان‌یابی دوغاب

برای به‌دست آوردن قطعه‌ای با درصد تخلخل مناسب باید بتوان میزان نشاسته را در دوغاب تغییر داد. برای بررسی اثر میزان

شدن تعدادی از آنهاست که در اثر اعمال تنش برشی از بین می‌روند.

در منحنی شکل (۷) اثر بار جامد بر گرانروی دوغاب در یک نرخ برش ثابت (۵۰ بر ثانیه) بررسی شده است. همان‌طور که دیده می‌شود افزایش بار جامد باعث افزایش گرانروی دوغاب می‌شود. اما این افزایش به صورت خطی نیست. افزایش گرانروی تا بار جامد ۴۰ درصد با شیب ملایم و در ادامه با شدت بیشتری اتفاق می‌افتد. دلیل این امر کمبود آب و نزدیک شدن بیش از حد ذرات و در نتیجه تشکیل فلوکوله‌هایی از آنها است. در نتیجه حرکت نسبی ذرات به دشواری صورت





شکل ۸- تأثیر درصد حجمی نشاسته نسبت به کل بار جامد بر رفتار جریان دوغاب نیتريد سيليسيم- نشاسته

برای بررسی دقیق‌تر، گرانروی دوغاب‌ها در دو نرخ برش ثابت در نمودار شکل (۹) مشاهده می‌شود. گرانروی دوغاب‌ها با افزایش مقدار نشاسته تا حدود ۲۰ درصد حجمی بار جامد کاهش و در مقادیر بیشتر افزایش یافته‌است. لیکفیلته و فریرا [۷] روند کاهش و سپس افزایش گرانروی در اثر افزایش مقدار نشاسته را که در این نمودار دیده می‌شود، گزارش کرده‌اند. آنها بیان کرده‌اند که سه عامل بر تغییرات گرانروی دوغاب تأثیر دارند:

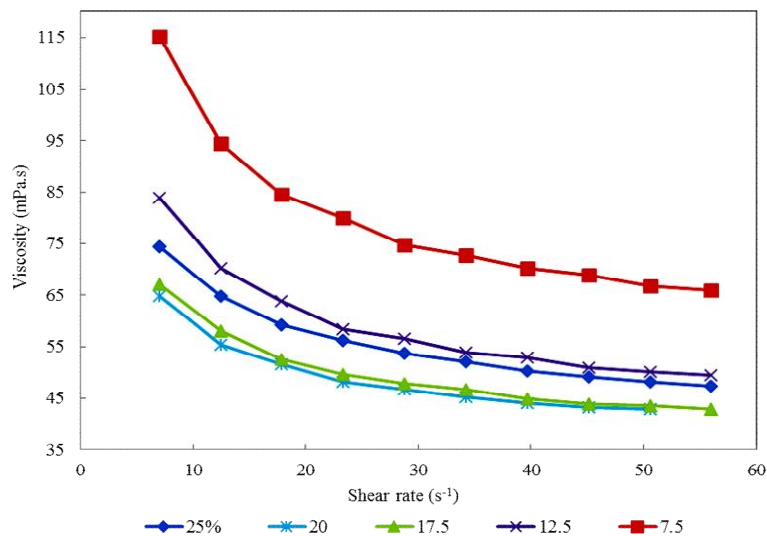
۱- کاهش سطح ذرات که با جایگزینی ذرات درشت‌تر نشاسته به جای ذرات ریزتر سرامیکی اتفاق می‌افتد باعث کاهش گرانروی می‌شود.

۲- اختلاف اندازه گرانول‌های نشاسته و ذرات سرامیکی باعث می‌شود که دو محدوده اندازه ذرات در دوغاب حضور داشته باشند. این روند تا رسیدن به یک حالت بهینه از نظر توزیع ذرات باعث کاهش گرانروی و در ادامه باعث افزایش گرانروی می‌شود.

۳- جذب آب توسط گرانول‌های نشاسته باعث کاهش آب در دسترس ذرات می‌شود و گرانروی را افزایش می‌دهد. بنابراین می‌توان گفت که در مقادیر کمتر از ۲۰ درصد

نشاسته بر رفتار جریان دوغاب و گرانروی آن دوغاب‌هایی با بار جامد ثابت با نسبت‌های متفاوتی از نشاسته تهیه شده و گرانروی آنها اندازه‌گیری شد.

نمودار شکل (۸) رفتار جریان این دوغاب‌ها را نشان می‌دهد. افزایش مقدار نسبی نشاسته در بار جامد ثابت ۴۰ درصد حجمی باعث ثابت شدن گرانروی (تغییر رفتار دوغاب به سمت شبه‌نیوتونی) و کاهش گرانروی شده است. این موضوع با پژوهش لیکفیلته و فریرا [۷] تطابق دارد. بر اساس بررسی آنها دوغاب خالص ۴۰ درصد حجمی نشاسته، دارای رفتار نیوتنی است. چرا که گرانول‌های نشاسته با مولکول‌های آب پیوند هیدروژنی برقرار می‌کنند و بنابراین در محیط آبی هیچ‌گونه فلوکوله‌ای از آنها تشکیل نمی‌شود که در مقابل برش مقاومت کنند و با افزایش نرخ برش از بین بروند. بنابراین جایگزینی بخشی از پودرهای سرامیکی با گرانول‌های نشاسته منجر به تغییر رفتار به سمت شبه‌نیوتنی می‌شود. همچنین گرانول‌های درشت نشاسته باعث گسترش محدوده اندازه ذرات می‌شوند، در نتیجه از ایجاد فضاهای بین ذرات که در آنها آب به دام می‌افتد جلوگیری می‌کنند [۷].



شکل ۹- تأثیر درصد حجمی نشاسته بر گرانروی دوغاب در دو سرعت چرخش مختلف

شدن ذرات نیتريد سيليسيم، ايتريا و آلومينا می شود. اين امر پايداری دوغاب را افزایش و گرانروی آن را کاهش می دهد. کمترین گرانروی و بیشترین پايداری دوغاب نیتريد سيليسيم- نشاسته با ۴۰ درصد حجمی بار جامد و ۷/۵ درصد حجمی نشاسته در میزان پراکنده ساز ۰/۴ درصد وزنی پراکنده ساز نسبت به پودر سرامیکی به دست آمد.

۴- افزودن نشاسته به دوغاب ۴۰ درصد حجمی نیتريد سيليسيم تا مقدار ۲۰ درصد حجمی نسبت به بار جامد موجب کاهش گرانروی دوغاب و بعد از آن باعث افزایش گرانروی دوغاب می شود.

۵- افزایش بار جامد به طور کلی باعث افزایش گرانروی دوغاب می شود اما از ۴۰ درصد حجمی به بالا اين افزایش بسيار شديد است و بنابراین دوغاب هایی با بیش از ۴۰ درصد حجمی بار جامد مناسب ريخته گری نیستند.

حجمی نشاسته عامل اول و در مقادير بیش از ۲۰ درصد عامل سوم غالب است. تغيير در توزيع اندازه ذرات تا مقدار مشخصی افزودن نشاسته به سود کاهش گرانروی و از آن به بعد برعکس است. با اين حال بايد در نظر داشت که هر سه عامل به طور همزمان اثر می کنند و بررسی جداگانه تأثیر آنها نیاز به بررسی بیشتر دارد.

#### ۴- نتیجه گیری

۱- دوغاب هایی از نیتريد سيليسيم، کمک سينترهای آلومينا و ايتريا و نشاسته با گرانروی و پايداری مناسب جهت استفاده در فرایند ريخته گری ژلی با استفاده از نشاسته تهیه شد.

۲- اکسید کردن سطحی پودر نیتريد سيليسيم در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت منجر به بهبود رفتار جریانی دوغاب نیتريد سيليسيم و کاهش گرانروی آن می شود.

۳- پراکنده ساز دولاپیکس به طور مؤثری باعث پراکنده

#### واژه نامه

- |                        |                                    |                      |
|------------------------|------------------------------------|----------------------|
| 1. partial sintering   | 4. HC Starck                       | 7. silanol           |
| 2. Zschimmer & Schwarz | 5. sedimentation test              | 8. shear tinning     |
| 3. Fibrona             | 6. fractional volume of dispersion | 9. isoelectric point |

1. Li, L., Wang, H., and Su, S., "Porous Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics Prepared by TBA-based Gel-casting", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 31, No. 3, pp. 295-299, 2015.
2. Kalemantas, A., Topates, G., Özcoban, H., Mandal, H., Kara, F., and Janssen, R., "Mechanical Characterization of Highly Porous  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics Fabricated via Partial Sintering & Starch Addition", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 33, No. 9, pp. 1507-1515, 2013.
3. Li, X., Zhang, L., and Yin, X., "Fabrication and Properties of Porous Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramic with High Porosity", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 28, No. 12, pp. 1151-1156, 2012.
4. Duan, X., Jia, D., Deng, J., Yang, Z., and Zhou, Y., "Mechanical and Dielectric Properties of Gelcasted Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Porous Ceramic Using CaHPO<sub>4</sub> as an Additive", *Ceramics International*, Vol. 38, No. 5, pp. 4363-4367, 2012.
5. Topates, G., Petasch, U., Adler, J., Kara, F., and Mandal, H., "Production and Permeability of Porous Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics Produced by Starch Addition", *Journal of Asian Ceramic Society*, Vol. 1, No. 3, pp. 257-261, 2013.
6. Yang, J., Yu, J., and Huang, Y., "Recent Developments in Gelcasting of Ceramics", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 31, No. 14, pp. 2569-2591, 2011.
7. Lyckfeldt, O., and Ferreira, M. F., "Processing of Porous Ceramics by 'Starch Consolidation'", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 18, pp. 131-140, 1998.
8. Khattab, R. M., Wahsh, M. M. S., and Khalil, N. M., "Preparation and Characterization of Porous Alumina Ceramics Through Starch Consolidation Casting Technique", *Ceramics International*, Vol. 38, No. 6, pp. 4723-4728, 2012.
9. Chandradass, J., Kim, K. H., Bae, D. S., Prasad, K., Balachandar, G., Divya, S. A., and Balasubramanian, M., "Starch Consolidation of Alumina: Fabrication and Mechanical Properties", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 29, No. 11, pp. 2219-2224, 2009.
10. Tohidnejad, M., and Sarpolaki, H., "Survey on Influence of Starch Addition on Gel Casting of Porous Alumina Bodies", *Journal of Ceramic Science & Engineering*, Vol. 6, No. 2, pp. 63-71, 2017.
11. Huang, Y., and Yang, J., *Novel Colloidal Forming of Ceramics*, Tsinghua University Press, Beijing and Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010.
12. Albano, M. P., and Garrido, L. B., "Processing of Concentrated Aqueous Silicon Nitride Slips by Slip Casting", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 81, No. 4, pp. 837-844, 1998.