



گزارش مقطع سوم – دفتر تخصصی علوم پایه و فنی – مهندسی

عنوان طرح: تدوین دانش فنی و تولید پودر مورد نیاز خط تولید مونولیت سرامیکی

کاتالیست خودرو

واحد سازمانی مجری: سازمان جهاد دانشگاهی استان یزد

پاییز ۱۴۰۳

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

۳-۱- بررسی خواص نمونه مونولیت شرکت چینی (مرجع)

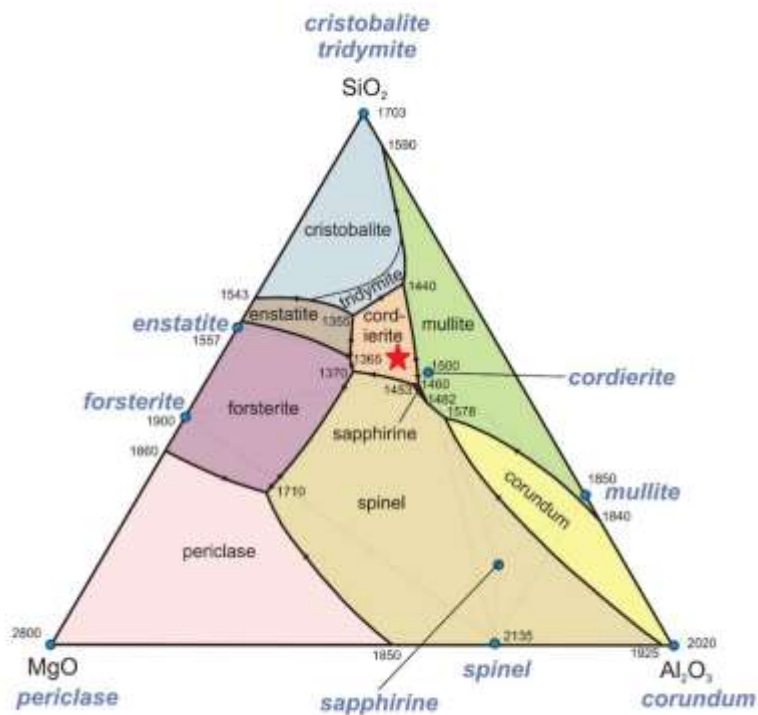
۳-۱-۱- بررسی ترکیب اکسیدی نمونه مرجع

برای تهیه مونولیت ابتدا باید فرمولاسیون مورد نظر را با توجه به مشخصات نمونه مرجع تعیین کرد. در ابتدا از نمونه مرجع آنالیز عنصری (XRF) گرفته شد. با توجه به آنالیز نمونه مرجع (جدول ۳-۱)، مقادیر اکسیدمنیزیم (MgO)، اکسید آلومینیوم (Al_2O_3) و اکسیدسیلیسیوم (SiO_2) باید به ترتیب در حدود ۱۴/۳۵، ۳۴/۱۴ و ۵۰/۲۳ درصد وزنی قرار داشته باشد. این درصدها باید با توجه به آنالیز خاک‌های ایرانی مورد نظر محاسبه و تعیین شوند.

جدول ۳-۱- آنالیز XRF نمونه مونولیت مرجع									
Elements	Na	MgO	Al_2O_3	Pr	P	S	TiO_2	Ca	SiO_2
wt %	<<	14.348	34.137		<<	<<	0.21308	<<	50.232
Elements	Fe_2O_3	V	Nd	Sr	Ba	Mo	MnO	Zn	Pb
wt %	0.86963								
Elements	Cl	Cr	K_2O	Zr	La	Y	Ni	Cu	LOI
wt %		<<	0.20067				<<		0.0

دیاگرام فازی سه تایی آلومینا-منیزیا-سیلیس در شکل ۳-۱ نشان داده شده است. ترکیب نمونه مرجع بر اساس آنالیز XRF تطابق خوبی با فاز کوردیریت در دیاگرام سه تایی دارد. این ترکیب با یک ستاره قرمز رنگ در تصویر نشان داده شده است.

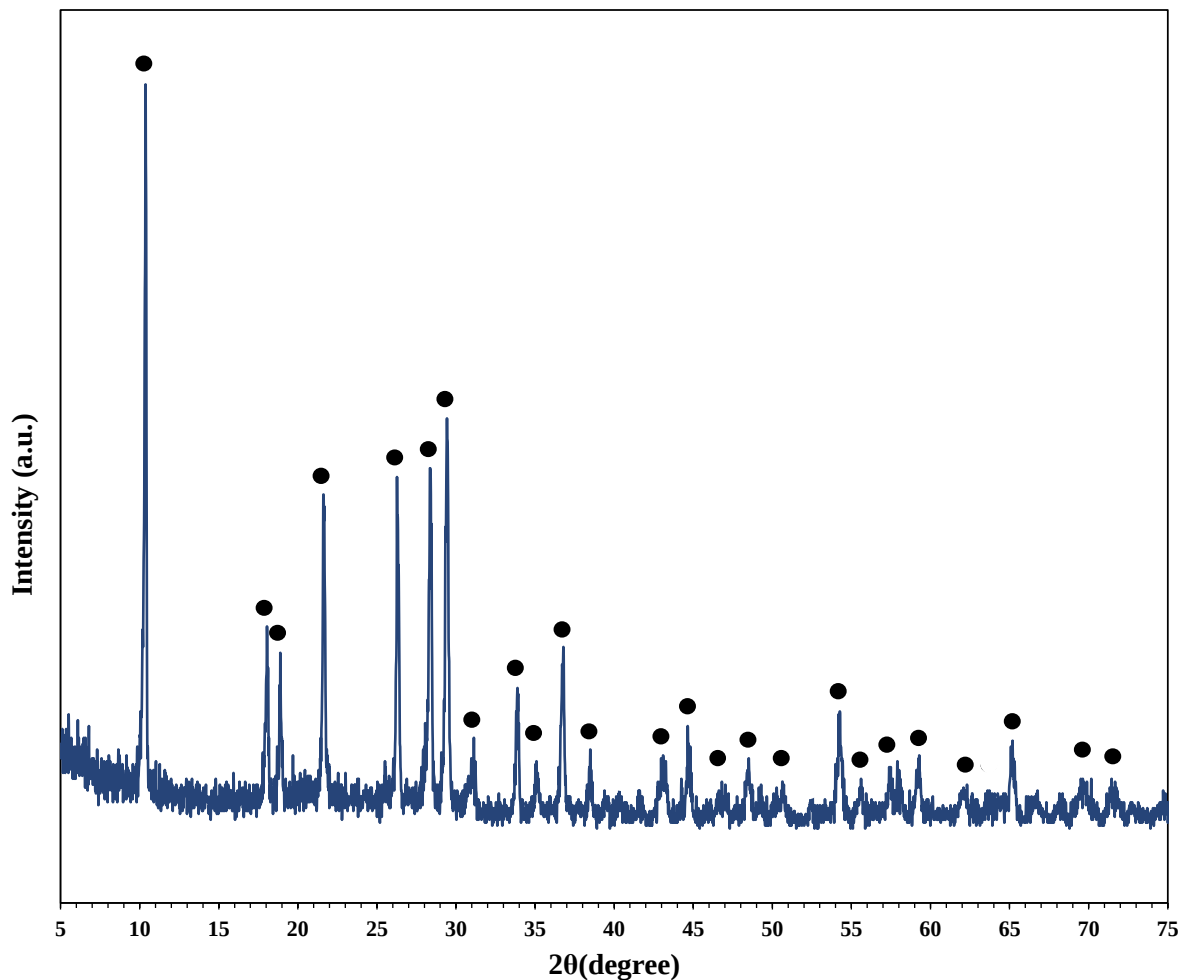
همانطور که در دیاگرام سه تایی آلومینا-منیزیا-سیلیس مشاهده می شود محدوده پایداری دمایی کوردیریت باریک است و با کوچکترین تغییرات دمایی، احتمال ذوب و یا عدم تشکیل کوردیریت وجود دارد. بنابراین علاوه بر انتخاب صحیح ترکیب مواد اولیه، در خصوص دمای سینتر آن نیز باید بسیار دقت کرد.



شکل ۳-۱- دیاگرام سه تایی $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-SiO}_2$

۳-۱-۲- بررسی فازی نمونه مرجع

از نمونه مرجع، آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) انجام شد. همانطور که در شکل ۳-۲ مشاهده می شود، بر اساس آنالیز XRD تنها فاز نمونه مرجع، فاز کوردیریت مطابق با شناسه کارت ۰۶۹۵-۹۰۰-۹۶ می باشد و هیچ فاز دیگری قابل مشاهده نمی باشد.

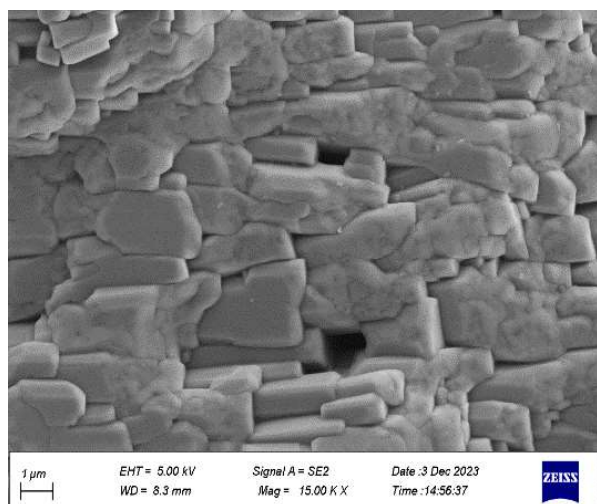


شکل ۳-۲- آنالیز پراش اشعه ایکس از نمونه مرجع

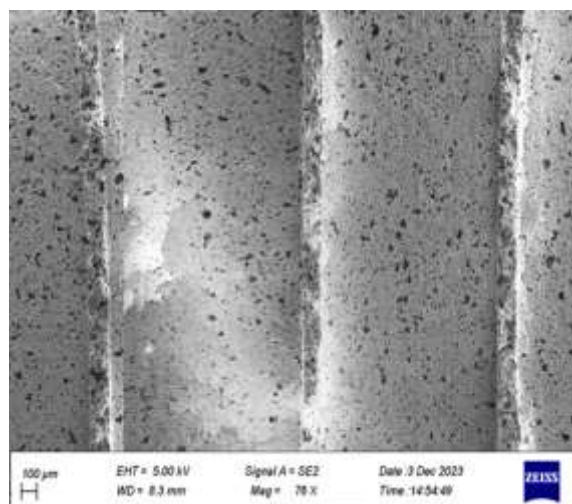
۳-۱-۳- بررسی ریزساختاری نمونه مرجع

نمونه مرجع مورد نظر، با استفاده از کاغذ سنباده پولیش شد تا سطحی صاف برای تصویربرداری داشته باشد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از نمونه مرجع در شکل ۳-۳ نشان داده شده است. در تصویر سمت راست (الف) که با بزرگنمایی کمتر است، دیواره های مونولیت قابل مشاهده است. ضخامت دیواره ها در حدود ۱۰۰ میکرومتر و با فاصله چند صد میکرومتری از یکدیگر هستند. تخلخل فراوانی در بدنه نمونه مرجع مشاهده

می شود. شکل ۳-۳ ب بزرگنمایی بیشتر و ریزساختار نمونه مرجع را نشان می دهد. همانطور که در شکل سمت چپ مشاهده می شود، مورفولوژی دانه ها به صورت چند ضلعی است. ابعاد دانه ها (قطر) در حدود ۲ میکرومتر و طول آنها چند میکرومتر است. دانه های هم محور در جهت اکستروژن شدن هستند. دانه ها به یکدیگر خوب فشرده شده اند ولی همچنان حفرات میان آنها قابل مشاهده است.



(ب)



(الف)

شکل ۳-۳- تصاویر SEM نمونه مرجع در دو بزرگنمایی

۳-۱-۴- دیگر خواص نمونه مرجع

بر اساس ادعای شرکت سازنده، دیگر خواص نمونه مرجع شامل استحکام فشاری، نقطه نرم شوندگی در جدول ۳-۲ مشاهده می گردد. استحکام نمونه مرجع در حدود ۱۱ مگاپاسکال است؛ از آنجا که قطعه مونولیت تحت تنشهای کششی و فشاری قرار نمی گیرد استحکام بالایی مورد نیاز نمی باشد. فاز کوردیریت یک فاز ترد می باشد و در مصارف دیگر از جمله صنعت نسوز به منظور افزایش استحکام، از فاز مولایت در کنار آن استفاده می شود. نقطه نرم شوندگی نمونه مرجع در حدود ۱۴۱۰ درجه برآورد شده است. این عدد نشان می دهد دمای کاری قطعه باید

کمتر از این حد باشد. ضریب انبساط حرارتی با دستگاه دیلاتومتری اندازه گیری و همچنین ضریب نفوذ حرارتی نیز اندازه گیری شد که اعداد مربوطه در جدول ۳-۲ آورده شده است. مشخصات دستگاه‌های مورد استفاده در بخش آخر گزارش آمده است.

جدول ۳-۲- دیگر خواص نمونه مرجع

۱۱ MPa	استحکام فشاری
۱۴۱۰ °C	نقطه نرم شوندگی
۰,۰۲۸۵ Cm ² /S	ضریب نفوذ حرارتی
$4.69 \times 10^{-6} (1/^{\circ}\text{C})$	ضریب انبساط حرارتی

کوردیریت، که ترکیب آن $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ است، یکی از جالب ترین فازها در سیستم $\text{MgO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ است. سرامیک کوردیریت دارای ضریب انبساط حرارتی پایین، مقاومت در برابر شوک حرارتی عالی، ثابت دی الکتریک پایین و دوام شیمیایی و مکانیکی بالا است. بنابراین، مواد مبتنی بر کوردیریت به طور گسترده در طیف گسترده ای از کاربردها، از جمله کاتالیزورهای لانه زنبوری، بردهای مدار مجتمع و مواد نسوز استفاده می شوند. رایج ترین روش برای سنتز کوردیریت، واکنش دمای بالا در حالت جامد است، اگرچه روش های شیمیایی مانند واکنش های رسوب همزمان، احتراق محلول یا فناوری سل-ژل به منظور کاهش دمای سنتز و بهبود خواص فیزیکی پیشنهاد شده است. در بین این روش ها، تف جوشی پودرهای اکسیدی از طریق واکنش های حالت جامد یا کریستالیزاسیون پودرهای شیشه محبوب ترین است [۱].

تهیه کوردیریت را می توان مستقیماً با مخلوط کردن: (۱) ترکیبات منفرد مانند اکسیدها، هیدروکسیدها و کربناتها، (۲) ترکیبات مضاعف مانند خاک رس، تالک، سپیولیت، فورستریت، انستاتیت و غیره، و (۳) ترکیبات سه گانه مانند کلریت انجام داد.

رایج ترین مخلوط ها به شرح زیر است [۸].

Clay + Talc + (Al_2O_3 or SiO_2)

Clay + $\text{Mg}(\text{OH})_2$ + Additives

Clay + Talc + Gibbsite

Talc + Diatomite + Al_2O_3

Talc + Kaolin + SiO_2 + Feldspar

Kaolin + Quartz + Sepiolite

Talc + Kaolin + SiO_2 + Al_2O_3

Magnesium compounds + kaolinite

Alkaline-earth alum inosilicate glass + Kaolin + Al_2O_3 + Magnesite

Talc + Calcined alumina + Fly ash

Talc + Kaolin + MgO

در ادامه هدف آن است که با استفاده از خاک های ایرانی و در دسترس بتوان قطعه ای با ویژگی های مشابه با قطعه مرجع تهیه کرد. از این رو باید خاکهایی را انتخاب کرد که در دسترس، با قیمت مناسب و فراوان باشند و همچنین خواص مورد نظر جهت ساخت بدنه های مونولیت کاتالیست خودرو را داشته باشند. این ویژگی ها عبارتند از:

۱- برخورداری از پلاستیسته کافی، رفتار رئولوژی و استحکام و مناسب (معمولا از کائولن و بالکلی جهت بهبود خواص پلاستیسته استفاده می شود)؛

۲- توانایی تشکیل فاز کوردیریت در بدنه پس از زینتر (تالک به عنوان منبع اصلی تشکیل کوردیریت است)؛

۳- داشتن حداقل میزان ناخالصی جهت جلوگیری از ایجاد فازهای ناخواسته و عدم کاهش استحکام مکانیکی و مقاوم به شوک حرارتی نمونه نهایی.

بنابراین، با توجه به موارد بالا، خاکهای مختلف ایرانی بررسی و در نهایت انتخاب شدند.

۳-۲- مواد اولیه جهت ساخت بدنه مونولیت

خاک‌های ایرانی یا همان مواد اولیه‌ی مورد نظر در این پژوهش، در جدول ۳-۳ آورده شده‌اند. این خاک‌ها با توجه به آنالیز شیمیایی و بر اساس کیفیت و در دسترس بودن آنها انتخاب شده‌اند.

جدول ۳-۳ - مواد اولیه یا خاک‌های در دسترس برای تهیه مونولیت	
تالک افغان-سی سرام	۱- تالک
چندق-سی سرام	
آلومینای متالوژیکی (Al_2O_3)	۲- آلومینا یا هیدروکسید آلومینیوم
کوراندوم	
هیدرات آلومینیوم $[Al(OH)_3]$	
TZWNK	۳- رس کائولن زنوز بالکلی
ESZWNK1	
SP100	

الف- تالک

تالک به دلیل دارا بودن MgO به عنوان منبع اصلی تأمین MgO در بدنه کوردیریتی باید استفاده شود. جدول ۳-۴ آنالیز شیمیایی دو نوع تالک را نشان می‌دهد.

جدول ۳-۴- آنالیز شیمیایی تالک افغان و جندق

	Raw Material	
	تالک افغان	جندق
SiO ₂	59	52.8
Al ₂ O ₃	<1%	17.8
MgO	32	17.6
Fe ₂ O ₃	0.5	0.7
TiO ₂	<0.01	0.3
CaO	0.54	0.7
Na	<0.01	0.2
K	<0.01	2.1
SO ₃	<0.01	0.01
Cl	<0.01	0.01
L.O.I	5.9	6.8

ب- آلومینا یا هیدروکسید آلومینیوم

آنالیز شیمیایی دو نوع آلومینا و هیدروکسید آلومینیوم از شرکت آلومینای ایران در جدول ۳-۵ آورده شده است.

جدول ۳-۵- آنالیز شیمیایی دو نوع آلومینا و هیدروکسید آلومینیوم

1	Raw Material			2	Raw Material			3	Raw Material		
	آلومینای متالورژیکی (Al ₂ O ₃)				کوراندوم				هیدرات Al(OH) ₃		
Al ₂ O ₃	%	99	Max 98.5	Al ₂ O ₃		99.2		Al(OH)3	%	99.6	Min 99.5
SiO ₂	%	0.012	Max0.020	SiO ₂	%	0.05	Min 0.15	SiO ₂	%	0.008	Max 0.015
Fe ₂ O ₃	%	0.012	Max0.020	Fe ₂ O ₃	%	0.07	Max 0.20	Fe ₂ O ₃	%	0.009	Max 0.020
Na ₂ O	%	0.43	Max 0.55	Na ₂ O	%	0.64	Max 0.90	Na ₂ O	%	0.28	Max 0.40
CaO	%	0.012	Max 0.040	CaO	%	0.013	Max 0.040	CaO	%	0.008	Max 0.020
Moist	%	0.3	max 1.0	-20 μm	%	82	Min 65	Moist	%	8.6	Max 10
-44 μm	%	13	Max 15	+44 μm	%	2.2	Max 5.0	-44 μm	%	11	Max 15
+150 μm	μm	15	max 25	Median	Mm	10	15-5	+150 μm	%	18	Max 25
Median	μm	88	80-110	Alfa Al2O3	%	64	Max 85	Median	μm	95	80 – 120
Alfa Al ₂ O ₃	%	6						Al ₂ O ₃	%	64.9	
منبع تامین	شرکت آلومینای ایران			منبع تامین	شرکت آلومینای ایران			منبع تامین	شرکت آلومینای ایران		

ج- کائولن

کائولن به عنوان منبع آلومینا در فرمولاسیون کوردیریت و بهبود خواص پلاستیسته آن استفاده می شود. فرمول کلی آن $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ است. آنالیز شیمیایی دو نوع کائولن از شرکت خاک چینی ایران در جدول ۳-۶ آورده شده است.

جدول ۳-۶- آنالیز شیمیایی کائولن TZWNK و ESZWNK1

Refined kaolin	Raw Material			
	1-TZWNK		2-ESZWNK1	
SiO ₂	58	±1	61	±1
Al ₂ O ₃	29	±1	25	±1
Fe ₂ O ₃	0.45	±0.1	0.55	±0.1
TiO ₂	0.04	±0.01	0.04	±0.01
CaO	0.8	±0.2	1.2	±0.2
MgO	0.55	±0.1	0.55	±0.1
Na	0.5	±0.1	0.4	±0.1
K	0.5	±0.1	0.3	±0.1
SO ₃			>0.01	
Cl				
L.O.I	10	±1	9	±1
Total	100		100	
Kaolinite	74	±2	68	±2
Quartz	18	±2	23	±2
Calcite	2	±0.5	2.5	±0.5
Total Feldspar		±		±
Others	6	±1	6	±1
منبع تامین	شرکت خاک چینی ایران		شرکت خاک چینی ایران	

و در نهایت بالکلی SP100 که به جهت بهبود خواص پلاستیسته در خمیرها استفاده می شود (جدول ۳-۷).

جدول ۳-۷- آنالیز شیمیایی بالکلی SP100

Elements	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	Mn	P ₂ O ₅	SO ₃	TiO ₂	CaO	SiO ₂
wt %	1.6601		26.822		0.21520	0.59121	1.4754	0.18294	57.599
Elements	Fe ₂ O ₃	V ₂ O ₅	Li	Cr	F	Sr	Y	Sn	Gd
wt %	0.0868			<<		<<			
Elements	Nb	Zn	Ba	K ₂ O	Cl	Zr	Ce	Cu	LOI
wt %				2.2231		<<	<<	0.14495	7

* آنالیز بر روی نمونه‌ی خشک انجام شده است.

همانطور که در آنالیزهای مواد اولیه مشاهده می شود، تالک افغان نسبت به تالک جندق خواص بهتری از خود نشان می دهد. تالک افغان در دسترس می باشد و قیمت مناسبی دارد. قیمت هر کیلوگرم آن حدود ۱۴۰،۰۰۰ ریال (قیمت تیر ماه ۱۴۰۳) می باشد. همچنین، در میان آلومیناهای مورد بررسی، آلومینای ایران مورد استفاده قرار گرفت؛ چون نسبت به کوراندوم هندی قیمت مناسبی داشته و در دسترس است. قیمت هر کیلوگرم آلومینای ایران در حدود ۶۰۰،۰۰۰ ریال (قیمت تیر ماه ۱۴۰۳) می باشد. از بین کائولن های مورد بررسی ۲ نوع کائولن سوپرنوز فراوری شده مورد بررسی قرار گرفت که به نظر می رسد بر اساس آنالیز شرکت خاک چینی ایران، بین این دو نوع، استفاده از TZWNK-1 به دلیل میزان آلومینای بالاتر و ناخالصی کمتر، نتایج بهتری را به همراه خواهد داشت. همچنین برای تامین پلاستیسیته باید از بالکلی SP100 استفاده شود. درصد Al₂O₃ موجود در رس استفاده شده، حدود ۲۹ درصد است که مقدار کمتر از ۴۵ درصد، متناسب با یک خاک رس غیر نسوز است. مقادیر سدیم، پتاسیم و آهن موجود در رس در حدود ۰/۵ درصد است که می توان از آنها به عنوان عوامل کمک ذوب در فرمولاسیون استفاده کرد. اتلاف اشتعال (L.O.I) خاک رس مورد استفاده در حدود ۱۰ درصد و مجاز برای استفاده در فراوری سرامیک ها است.

پس از انتخاب مواد اولیه، باید برای تهیه نمونه کاتالیست خودرو، از روش اکستروود کردن استفاده کرد. در این راستا، ابتدا مواد اولیه باید با یکدیگر و آب به خوبی مخلوط شوند تا دوغاب مناسب و همگنی تهیه شود، سپس رطوبت دوغاب کاسته شود تا به حالت خمیری برسد و شکل دهی آن به روش اکستروود انجام شود. مراحل انجام کار در فلوچارت شکل ۳-۴ آورده شده است.



شکل ۳-۴- فعالیتهای انجام شده در این پژوهش

۳-۳- نحوه محاسبات فرمولاسیون ترکیب ها

از میان این خاکها در ابتدا چهار خاک تالک افغان-سی-سرام، رس TZWNK، بالکلی SP100 و کوراندوم و هیدروکسید آلومینیوم انتخاب شدند تا اولین فرمولاسیون بر اساس آنها محاسبه شود. برای محاسبه فرمولاسیون

یک بیج ۱۰۰ گرمی، در ابتدا برای تامین ۱۴/۳۵ گرم MgO، باید مقدار مورد نظر تالک را محاسبه کرد. از آنجا که در هر ۱۰۰ گرم تالک، ۳۲ گرم MgO موجود است، رابطه زیر را خواهیم داشت:

$$\frac{32}{100} = \frac{14.35}{x} \quad \rightarrow \quad x = 44.84g$$

یعنی با برداشتن ۴۴/۸۴ گرم از تالک، در بیج نهایی ۱۴/۳۵ گرم MgO خواهیم داشت؛ زیرا منبع تامین منیزیا، تنها از تالک است. حال باید محاسبه شود که در ۴۴/۸۴ گرم تالک برداشته شده، چه مقدار SiO₂ موجود است. این عدد را با توجه به آنالیز شیمیایی می‌توان به دست آورد؛ در هر ۱۰۰ گرم تالک افغان، مقدار ۵۹ گرم اکسیدسیلیسیوم وجود دارد. بنابراین:

$$\frac{59}{100} = \frac{x}{44.84} \quad \rightarrow \quad x = 26.46g$$

یعنی ۲۶/۴۶ گرم SiO₂ از تالک تامین می‌شود. مقدار باقیمانده SiO₂ برای رسیدن به فرمولاسیون مرجع می‌شود:

$$50.23 - 26.46 = 23.77$$

۲۳/۷۷ گرم SiO₂ مورد نیاز است که باید از رس تامین شود. در هر ۱۰۰ گرم رس، ۵۸ گرم SiO₂ موجود است؛ پس مقدار رس مورد نیاز می‌شود: همچنین می‌توان رس را از کائولن و بالکلی با نسبت مدنظر تهیه کرد.

$$\frac{58}{100} = \frac{23.77}{x} \quad \rightarrow \quad x = 40.99g$$

پس باید ۴۰/۹۹ گرم رس برداشت. حال باید محاسبه شود که این مقدار رس، چقدر Al₂O₃ با خود به همراه دارد. بر اساس آنالیز شیمیایی، در هر ۱۰۰ گرم رس TZWNK، ۲۹ گرم Al₂O₃ موجود است. بنابراین:

$$\frac{29}{100} = \frac{x}{40.99} \quad \rightarrow \quad x = 11.89g$$

یعنی مقدار ۱۱/۸۹ گرم Al_2O_3 از رس تامین می‌شود. حال باید مقدار باقیمانده‌ی مورد نیاز Al_2O_3 را از کوراندوم و یا هیدروکسید آلومینیوم محاسبه کرد. در هر ۱۰۰ گرم کوراندوم، ۹۹/۲ گرم Al_2O_3 و در هر ۱۰۰ گرم هیدروکسید آلومینیوم، ۶۴/۹ گرم Al_2O_3 وجود دارد. بنابراین:

$$34.14 - 11.89 = 22.25$$

$$\frac{99.2}{100} = \frac{22.25}{x} \quad \rightarrow \quad x = 22.43g$$

$$\frac{64.9}{100} = \frac{22.25}{x} \quad \rightarrow \quad x = 34.29g$$

۳-۴- بهینه سازی ترکیب مونولیت

در ابتدا ترکیبات مختلفی با فرمولاسیون های مطابق با جدول ۳-۸ تهیه شد. در فرمول ۱ منبع اکسید آلومینیوم از آلومینای ایران و در فرمول ۲ از هیدروکسید آلومینیوم تهیه شد. این دو ترکیب در دمای ۱۳۵۰ درجه سینتر شدند. نمونه‌ی شماره ۲ که با هیدروکسید آلومینیوم تهیه شده بود، پس از سینتر در دمای ۱۳۵۰ درجه، کاملاً ذوب شده بود، بنابراین، لازم است نمونه های دارای هیدروکسید آلومینیوم در دمای کمتری پخت شود تا از ذوب شدن آن جلوگیری شود.

نمونه تهیه و سینتر شده با فرمولاسیون ۱ با توجه به اینکه تنها فاز تشکیل دهنده آن کوردیریت است به عنوان شاموت کوردیریت انتخاب شد. بنابراین، نمونه‌ی پخت شده شماره‌ی ۱ خرد و آسیاب شد و از الک شماره ۱۷۰ گذرانده شد. از این شاموت کوردیریتی به مقدار ۱۰ درصد وزنی در تهیه نمونه‌های بعدی به عنوان جوانه‌زا استفاده شد.

از آنجا که افزودن شاموت به عنوان جوانه‌زای تشکیل کوردیریت عمل کرده بود، دمای پخت خمیرهای حاوی شاموت کاهش یافت و سینتر آنها در دمای کمتری انجام شد؛ در نتیجه حضور شاموت در خمیرهای ۵ و ۷ موجب

ذوب شدن نمونه‌ها شد؛ این خمیرها مجدد در دمای کمتری (۱۳۰۰ درجه) پخت شدند. اساس انتخاب فرمولاسیون‌های مختلف به شرح زیر است:

ترکیب‌های ۳ و ۴ بر اساس مقدار دقیق مواد اولیه جهت تشکیل کوردیریت استوکیومتری انتخاب شده است. ترکیب‌های ۱ و ۲ بر اساس اندکی تغییر در مواد اولیه جهت تشکیل کوردیریت انتخاب شده است. از مقدار رس کاسته شده و به مقدار تالک افزوده شده تا تشکیل کوردیریت بیشتر شود. ترکیب‌های ۵ و ۶ همان نمونه‌های ۳ و ۴ با ۱۰ درصد شاموت به عنوان جوانه‌زا هستند. ترکیب ۷ همان ترکیب شماره ۱ با ۱۰ درصد شاموت است. در ترکیب‌های با شماره فرد از کوراندوم، و در ترکیب‌های شماره زوج از هیدروکسید آلومینیوم استفاده شده است. ترکیبات ۸ و ۹ فرمولاسیون ۷ هستند که میزان بالکلی را به منظور بهبود پلاستیسته و رفتار رئولوژی افزایش داده شد. در واقع برای بهبود کارپذیری و پلاستیسته خمیر تهیه شده، از بالکلی در فرمولاسیون خمیر کوردیریت استفاده شد.

جدول ۳-۸- فرمولاسیون‌های شماره ۱ تا ۹ برای تهیه مونولیت									
خاک مورد نظر	فرمولاسیون ۱	فرمولاسیون ۲	فرمولاسیون ۳	فرمولاسیون ۴	فرمولاسیون ۵	فرمولاسیون ۶	فرمولاسیون ۷	فرمولاسیون ۸	فرمولاسیون ۹
تالک افغان	۴۴/۷	۴۰/۲	۴۱/۴	۳۷/۳	۳۷/۳	۳۳/۶	۴۰/۲	۴۰/۲	۴۰/۲
کائولن	۲۶/۴	۲۳/۰	۲۹/۹	۲۶/۱	۲۶/۱	۲۲/۷	۲۳/۰	۱۹/۰	۱۶/۰
بالکلی	۸	۸	۸	۸	۸	۸	۸	۱۲	۱۵
کوراندوم	۲۰/۹	-	۲۰/۷	-	۱۸/۶	-	۱۸/۸	۱۸/۸	۱۸/۸
هیدروکسید آلومینیوم	-	۲۸/۸	-	۲۸/۶	-	۲۵/۷	-	-	-
شاموت (پودر فرمولاسیون ۱)	-	-	-	-	۱۰	۱۰	۱۰	۱۰	۱۰

دمای سینتر (°C)	۱۳۵۰	۱۳۵۰	۱۳۵۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰
--------------------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

خاک‌های مورد نظر با ۱۳۰ سی سی آب و ۰/۷۵ گرم کربوکسی متیل سلولز به عنوان چسب به مدت ۲ ساعت در جارمیل مخلوط شدند تا دوغابی همگن و یکنواخت به دست آید. سپس دوغاب تهیه شده روی صفحات گچی قرار داده شد تا مقداری از آب آن جذب صفحات شود و به حالت خمیر درآید. پس از آن که خمیر روی صفحات شکل گرفت، مدتی نیز با دست ورز داده شد تا خمیر نسبتاً مناسبی برای شکل‌دهی به دست آید. آزمون‌های تعیین درصد رطوبت خمیر، ففرکون، رئولوژی و استحکام خام برای خمیرهای شماره ۱ تا ۹ همراه با خمیر نمونه مرجع انجام شد.

۵-۳- درصد رطوبت و عدد ففرکون

برای تعیین درصد رطوبت، ابتدا مقدار مشخصی از خمیر وزن شد (وزن تر)؛ سپس خمیر به مدت ۱۲ ساعت در خشک‌کن در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد تا آب آن تبخیر شود و به وزن ثابتی برسد. خمیر خشک شده مجدد وزن شد (وزن خشک). اختلاف وزن خشک و تر تقسیم بر وزن خشک مقدار رطوبت خمیر را بر حسب درصد نشان می‌دهد (جدول ۳-۹).

جدول ۳-۹- درصد رطوبت و ارتفاع خمیر پس از آزمون ففرکورن برای خمیرهای شماره ۱ تا ۹ و نمونه مرجع		
خمیر	درصد رطوبت (عدد ففرکورن)	عدد ففرکورن (میلی متر)
فرمولاسیون ۱	۲۴/۰	۲۰
فرمولاسیون ۲	۲۵/۰	۱۵
فرمولاسیون ۳	۲۲/۰	۱۴
فرمولاسیون ۴	۲۳/۵	۱۳
فرمولاسیون ۵	۲۶/۰	۱۰
فرمولاسیون ۶	۲۲/۵	۱۴
فرمولاسیون ۷	۲۴/۰	۱۷
فرمولاسیون ۸	۲۱/۵	۱۵
فرمولاسیون ۹	۲۳/۵	۱۲
نمونه مرجع	۲۴/۵	۱۰

تلاش شد در هنگام آماده سازی، عدد ففرکورن و درصد رطوبت خمیرهای تهیه شده با نمونه مرجع مشابهت داشته باشد؛ با این حال، مقداری تفاوت بین نمونه ها دیده می شود که به زمان آماده سازی خمیر و جمع کردن آن از روی لوح گچی مربوط است. ارتفاع منولیت مرجع پس از آزمون ففرکورن، ۱۰ می باشد. در بین خمیرهای تهیه شده،

نزدیک‌ترین خمیر، فرمولاسیون‌های ۵ و پس از آن ۹ و ۴ است. فرمولاسیون ۵ خمیر تهیه شده با نسبت استوکیومتری کوردیریت به همراه ۱۰ درصد شاموت بود ولی مقدار رطوبت مورد نیاز برای رسیدن به این عدد ففرکورن، زیادتر از بقیه نمونه‌ها است؛ بنابراین، اگر مقدار رطوبت این خمیر به اندازه بقیه‌ی فرمولاسیون‌ها کاهش داده شود، قطعاً عدد ففرکورن آن نیز با بقیه مطابقت خواهد داشت.

فرمولاسیون‌های ۱ و ۲ مقدار رطوبت خمیر نسبتاً مشابهی با نمونه مرجع دارند، ولی عدد ففرکورن آنها بیشتر است و نشان می‌دهد این دو خمیر، شکل‌پذیری و پلاستیسیته‌ی کمتری از نمونه‌ی مرجع دارند. نمونه ۲ نسبت به نمونه ۱ عدد ففرکورن کمتری دارد

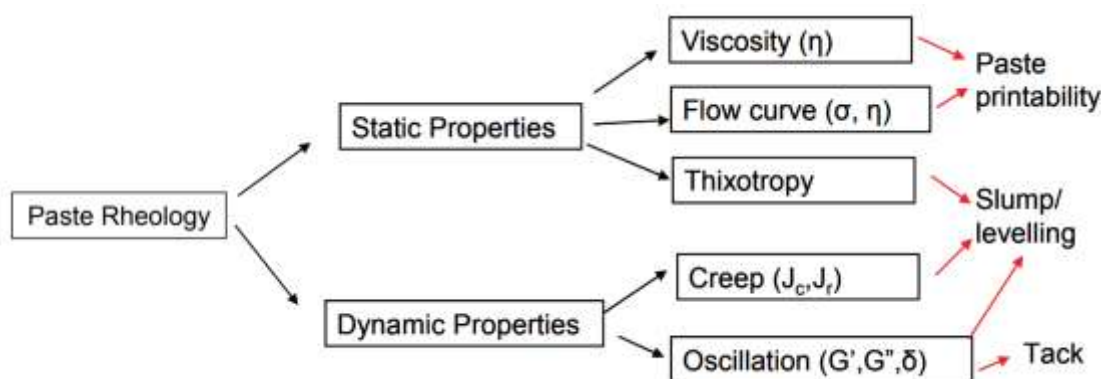
فرمولاسیون‌های ۳ و ۴ نیز خمیرهای تهیه شده با نسبت استوکیومتری کوردیریت هستند؛ اگر مقداری رطوبت خمیر ۳ افزایش داده می‌شد، عدد ففرکورن و انقباض آن به منولیت مرجع نزدیک می‌شد. قابل توجه است که فرمولاسیون ۳ ترکیب مشابه فرمولاسیون ۱ است ولی عدد ففرکورن کمتر و کارپذیری بهتری دارد. با تغییر کمی در میزان کائولن می‌تواند خواص پلاستیسته گل تغییر کند.

نمونه‌ی ۶ در صورتی که مقدار رطوبت خمیر آن افزایش داده شود تا به نمونه‌ی مرجع نزدیک شود، می‌توان عدد ففرکورن مشابهی از آن انتظار داشت ولی مقدار انقباض پخت آن نیز بیشتر خواهد شد و این یک مسئله‌ی نامطلوب است.

نمونه‌ی ۷ با رطوبت مشابه، کارپذیری کمتری از نمونه‌ی مرجع دارد ولی خواص نهایی آن بهتر از نمونه‌ی مرجع شده است. به نظر می‌رسد افزودن ماده غیررسی شاموت کوردیریتی به نمونه‌های ۵ و ۶ و ۷ باعث کارپذیری پایین‌تری نسبت به نمونه مرجع می‌گردد. ولی از آنجا که علاوه بر انقباض پایین، لازم است گل از پلاستیسته مناسبی برخوردار باشد، میزان بالکلی در نمونه‌های ۸ و ۹ افزایش داده شد که موجب بهبود خواص پلاستیسته گردید. به طوری که شرایط بهتری از نظر قابلیت شکل‌دهی برای خمیرهای ۸ و ۹ به دست آمد و شکل‌دهی آنها و نرمی ظاهری خمیر بیشتر شد به طوری که هنگام کار، ترک‌های کمتری بر سطح خمیر مشاهده می‌شد.

۳-۶- جریان یابی (رئولوژی) خمیرهای تهیه شده

ابزارهای رئولوژیکی مختلفی برای ارزیابی رفتار رئولوژی موجود است، ولی در دسترس بودن ابزارهای بسیار دقیق برای آنالیز خمیرهای حجیم با مقدار جامد زیاد و ویسکوزیته بالا تا حدودی محدود شده است. برای این منظور استفاده از رئومتر مخروط و صفحه، یا صفحات موازی به دلیل توانایی آن در ارزیابی خواص رئولوژیکی استاتیکی و دینامیکی خمیرها مفید است. یک طرح کلی از پارامترهایی که ممکن است با رئومتری مخروط و صفحه یا صفحات موازی بدست آید در شکل ۳-۵ ارائه شده است. رئومتری نوسانی (اسیلاتوری) امکان کمی سازی تاثیرات فعل و انفعالات سطحی را بر اساس تجزیه و تحلیل اجزای چسبناک و الاستیک خمیر بر حسب ترکیب در یک محدوده فرکانسی مشخص فراهم می کند [۲].



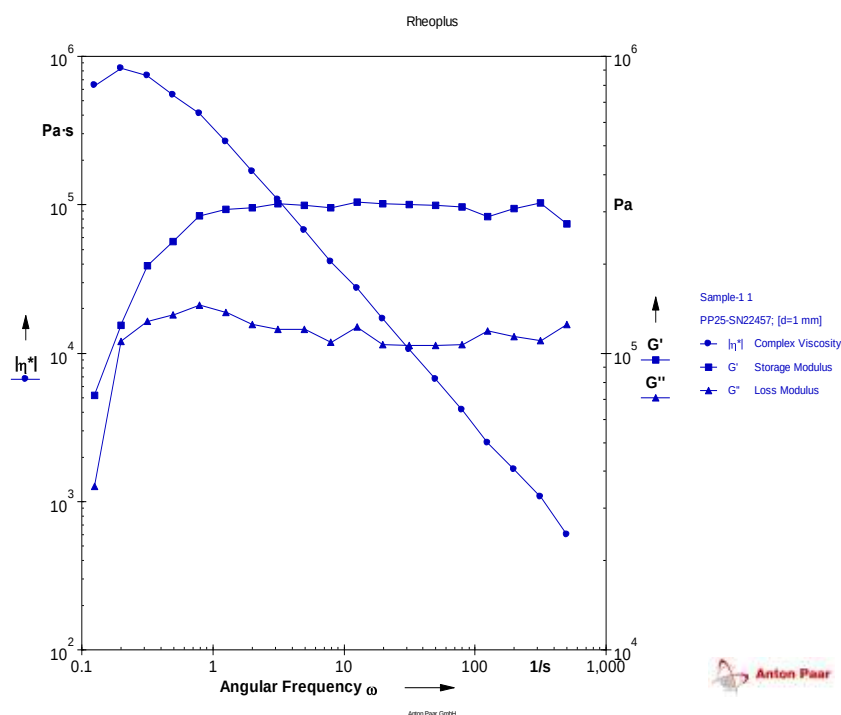
شکل ۳-۵- پروتکل آزمایش رئولوژیکی برای ارزیابی خواص خمیر با استفاده از رئومتر مخروط و صفحه و صفحات

موازی [۲]

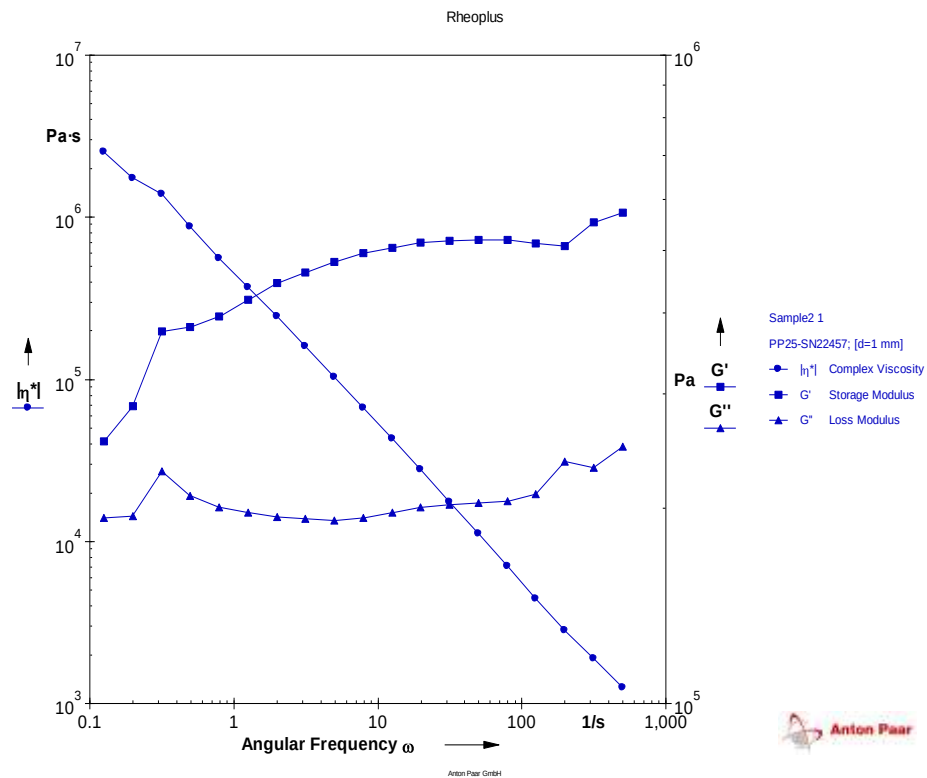
گزارش شده است که عوامل متعددی می‌توانند بر ویسکوزیته خمیر سرامیکی تأثیر بگذارند. این عوامل اندازه و نسبت مواد اولیه (رس و چسب) است. نتایج مطالعه آماری در مورد عوامل موثر بر گرانروی خمیر سرامیکی نشان داده است که مقدار مواد اولیه مهم‌ترین تأثیر را بر گرانروی خمیر دارد [۳]. علاوه بر ترکیب خاک مورد استفاده،

دیده شده است که تجمع و بارهای سطحی رس به طور گسترده‌ای به مقدار pH دوغاب‌ها وابسته است. همچنین، هنگامی که یک پراکنده‌ساز با بار منفی به سیستم خاک رس-آب اضافه شود، پراکنده‌ساز روی سطح ذرات خارجی جذب می‌شود و بار سطحی را منفی‌تر می‌کند و باعث دافعه الکترواستاتیک یا فضایی بین ذرات می‌شود [۴]. در انجام این پژوهش، این عوامل در خمیرهای تهیه شده ثابت نگه داشته شد و متغیر، فرمولاسیون مواد اولیه است که در نتیجه موجب تغییر مقادیر کمک ذوب در خمیرها خواهد شد. گرانروی خمیرهای سرامیکی که رفتاری غیرنیوتنی دارند، نسبت تنش برشی به واقعی به کرنش برشی ظاهری در دیواره قالب است و با محاسبات مدل کریگر-دافرتی مطابقت دارد.

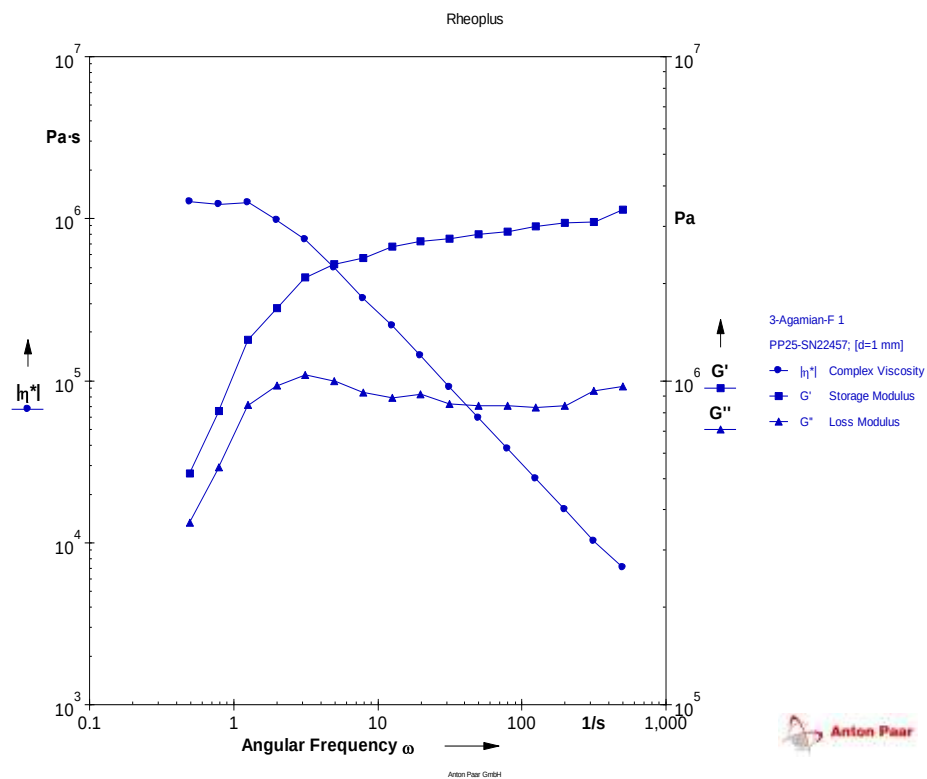
بنابراین برای ارزیابی رفتار رئولوژی از دو مود دینامیک و استاتیک استفاده شد. آزمون رئولوژی خمیرها با استفاده از دستگاه رئومتر MCR-300 شرکت AntonPaar ساخت کشور آلمان تحت شرایط صفحات موازی (Plate and plate) در سرعت برشی ۰/۱ - ۱۰۰۰ بر ثانیه انجام شد. شکل‌های ۳-۶ الی ۳-۸ منحنی‌های رئولوژی خمیرهای مربوطه را نشان می‌دهد.



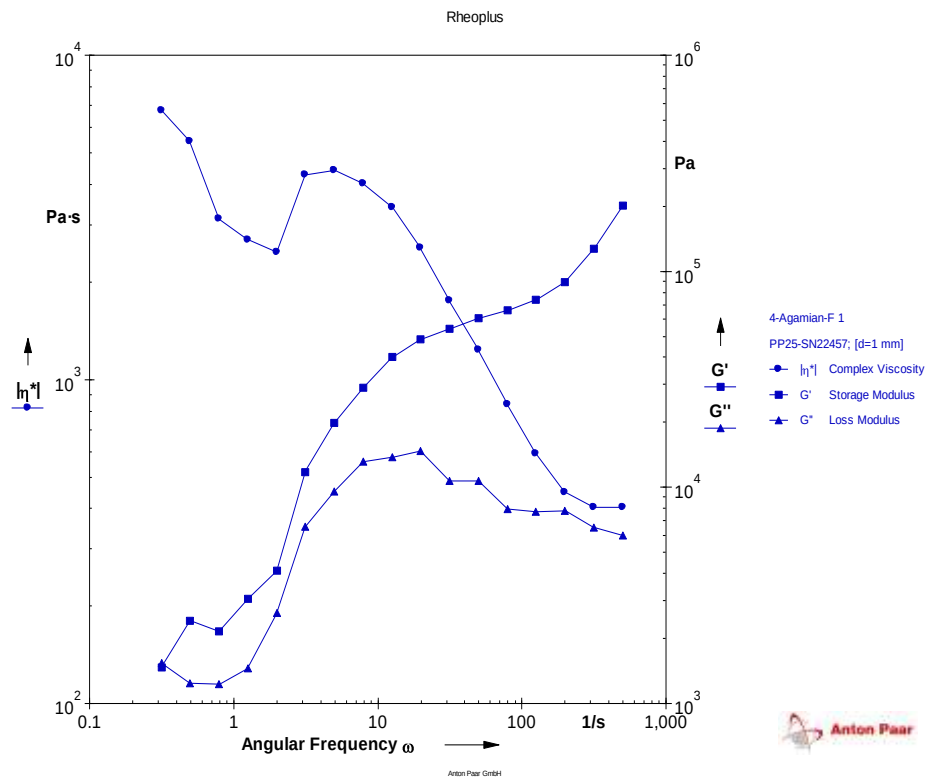
خمیر ۱



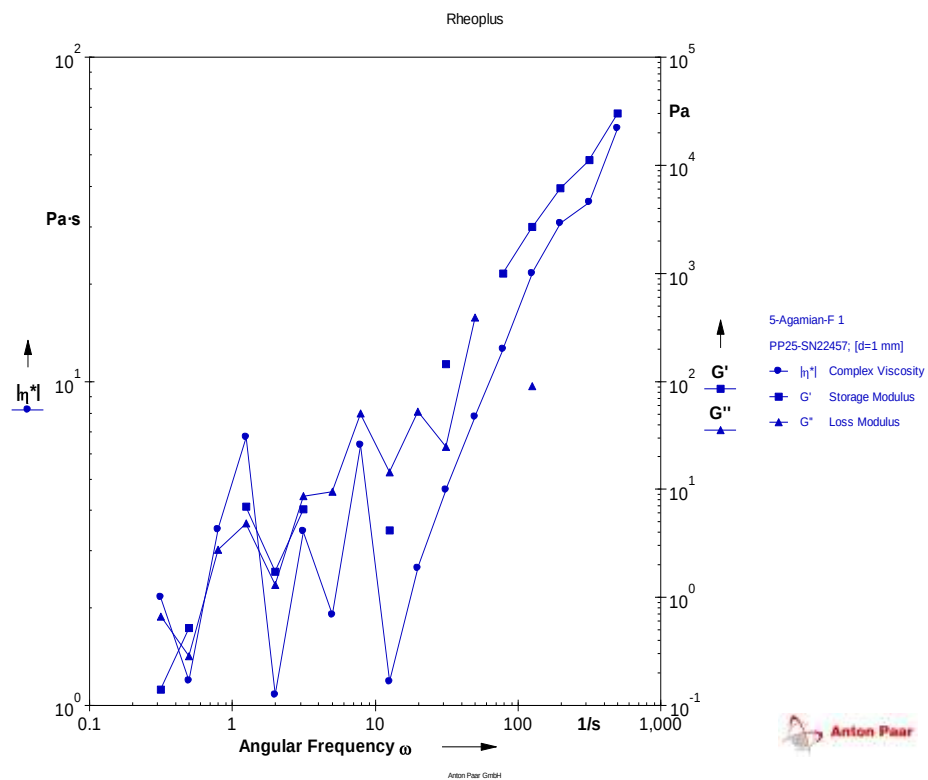
خمیر ۲



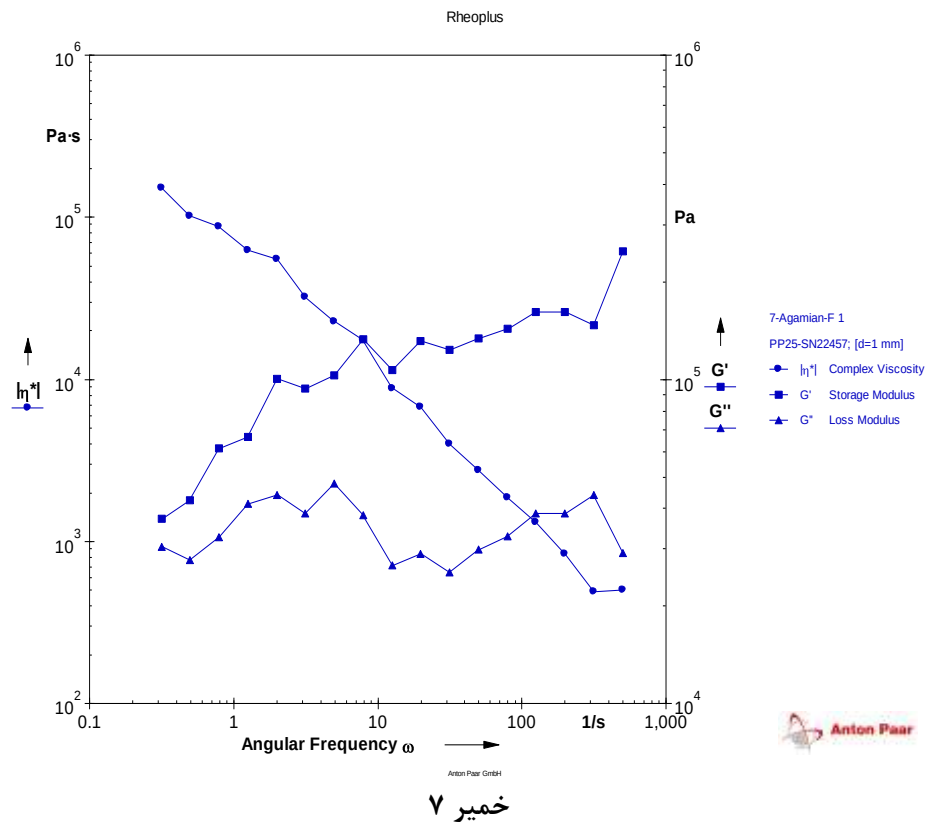
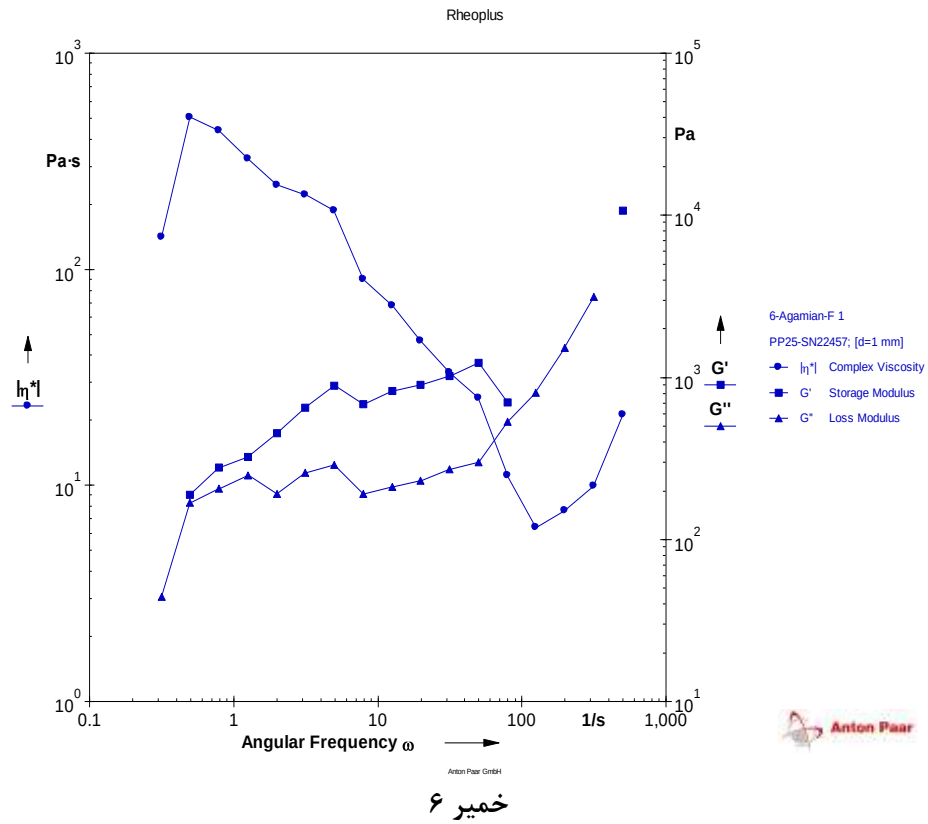
خمیر ۳

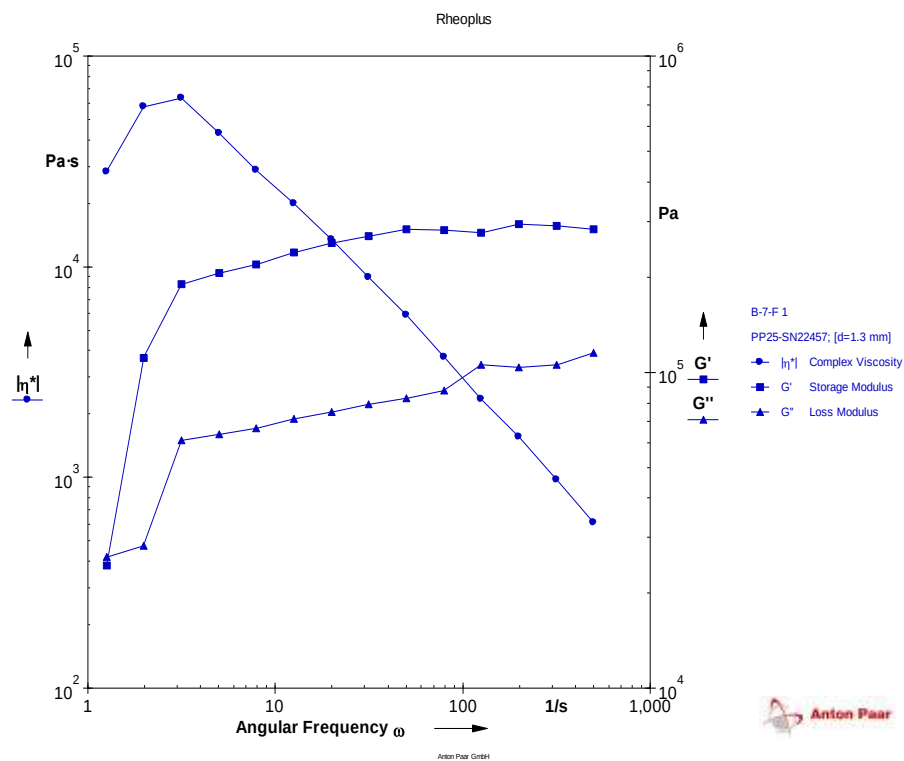


خمير ٤

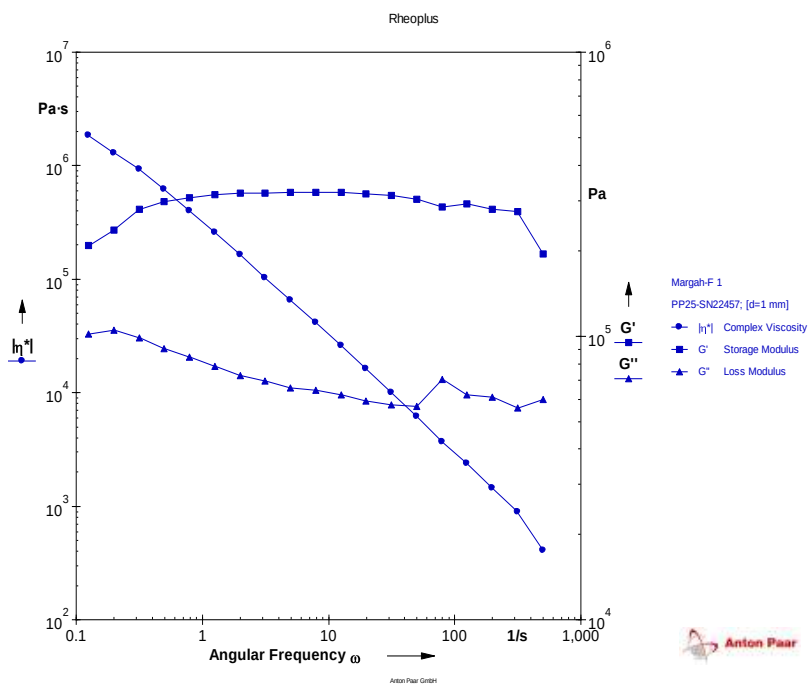


خمير ٥

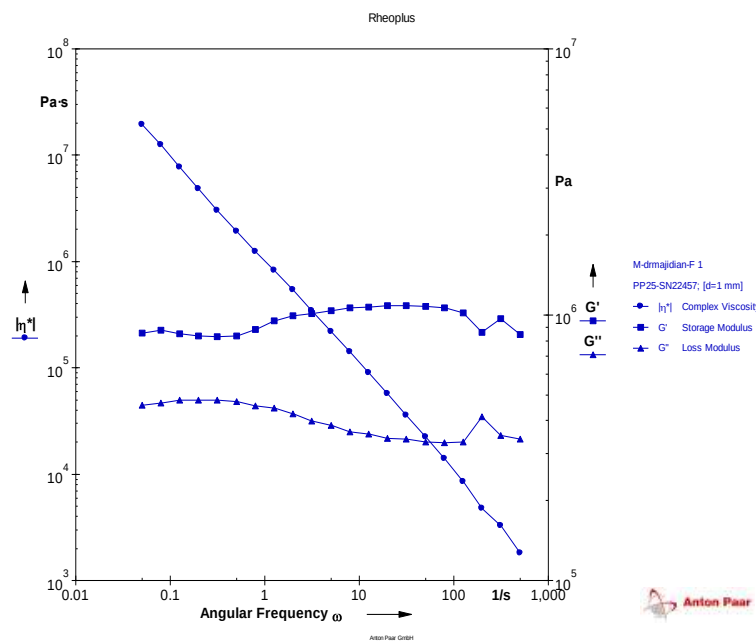




خمير (h)

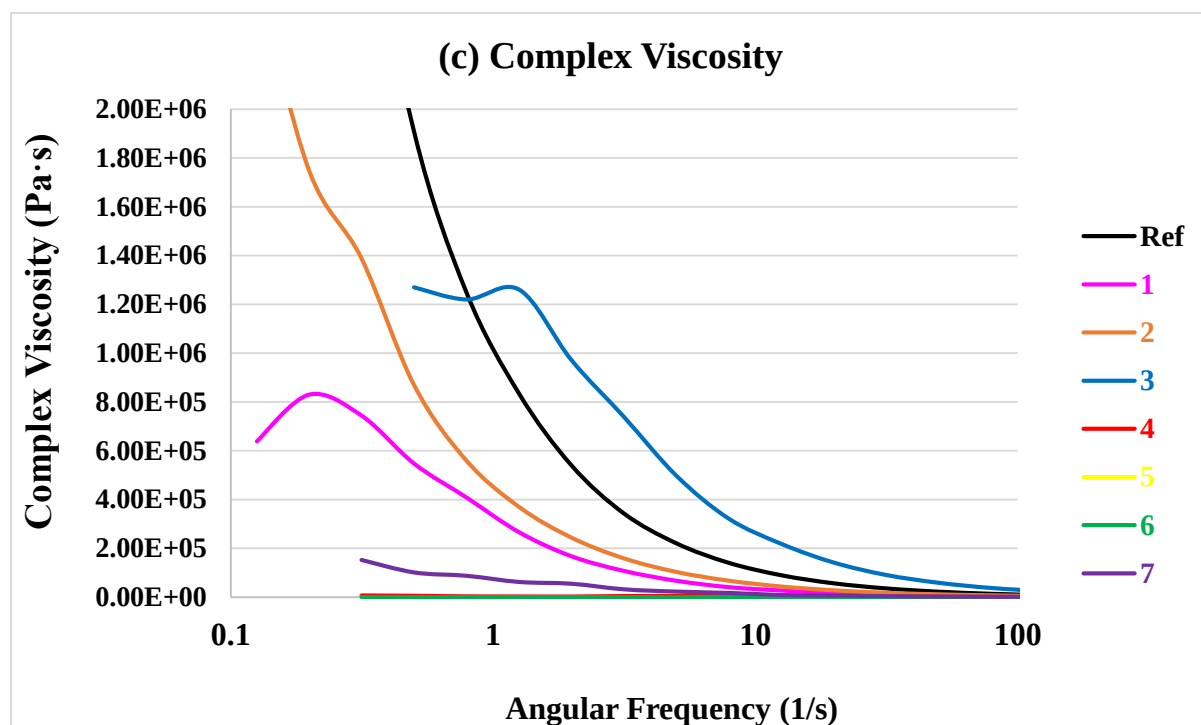
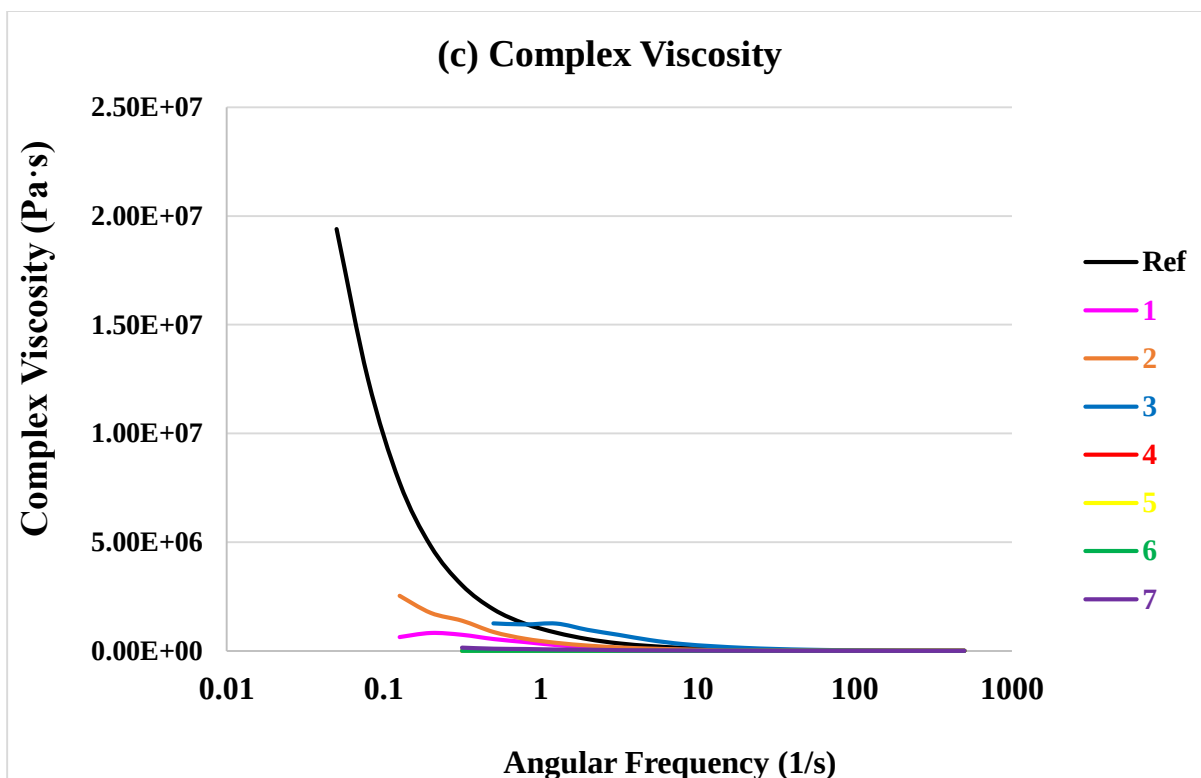


خمير شماره ٩



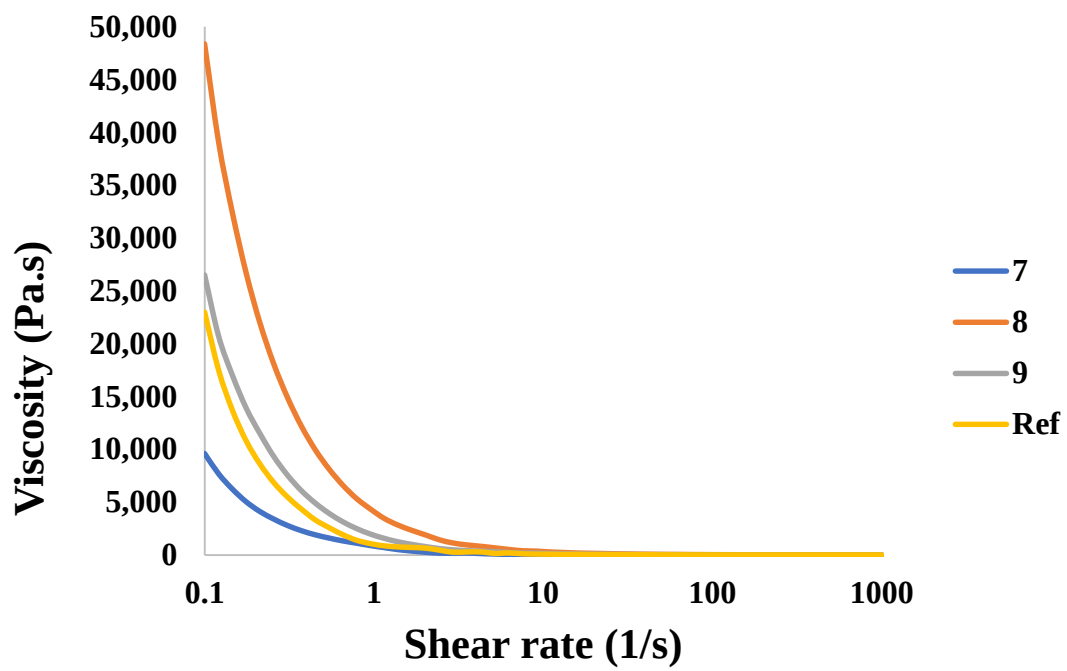
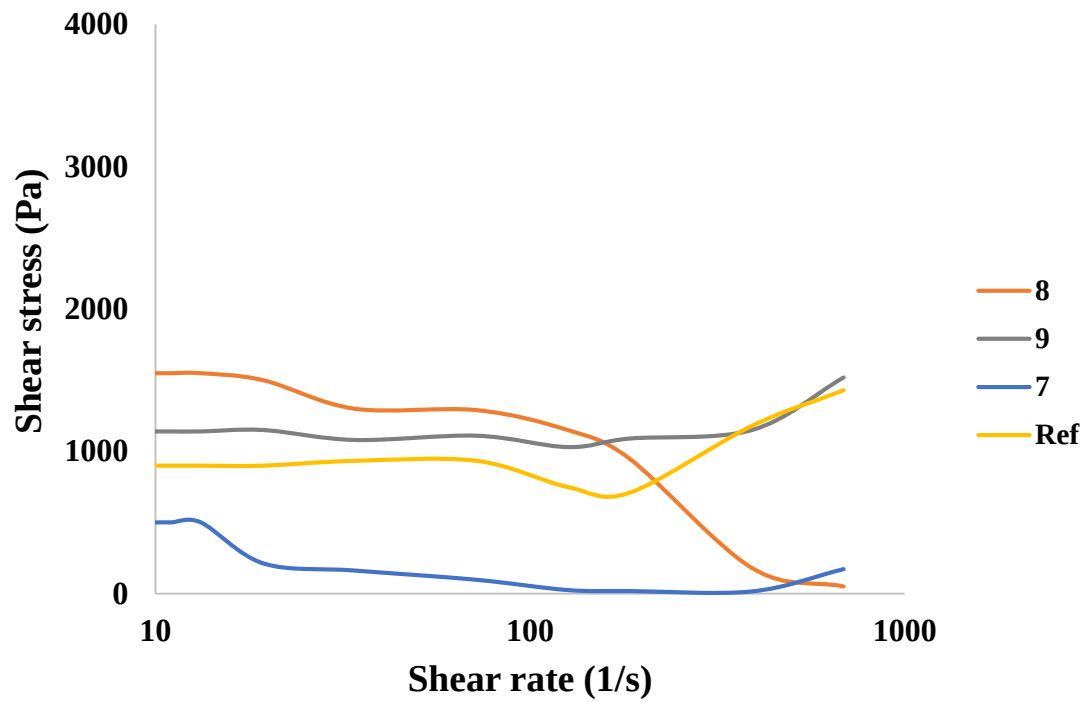
خمیر مرجع

شکل ۳-۶- منحنی‌های رئولوژی خمیرهای تهیه شده و خمیر مرجع



شکل ۳-۷- منحنی‌های رئولوژی خمیرهای ۱ تا ۷ (a) مدول ذخیره، (b) مدول اتلاف و (c) گرانش کلی در دو

بزرگنمایی



شکل ۳-۸- بررسی خواص رئولوژی خمیرهای ۷ تا ۹ و مقایسه با نمونه مرجع

- بررسی نتایج رئولوژی

کشسانی: اگر جسمی در عکس‌العمل به اعمال تنش خارجی تغییر شکل دهد و با حذف تنش شکل اولیه خود را باز یابد، این پاسخ را کشسان می‌نامند. در عکس‌العمل کشسان تحت تنش خارجی پیوندهای بین مولکولی و بین اتمی کشیده می‌شوند و حالتی تعادلی بین تنش‌های بین مولکولی و تنش خارجی ایجاد می‌شود. این امر باعث تغییر شکل تعادلی در زمان بی‌نهایت کوتاه شده و انرژی مصرفی جهت تغییر شکل در ماده ذخیره شده و قابل بازیابی است. اگر میزان تغییر شکل متناسب با مقدار تنش خارجی اعمال شده باشد، جسم را کشسان خطی گویند و رفتار رئولوژیکی این مواد بوسیله قانون هوک بیان می‌شود و اگر رابطه‌ای غیر خطی حاکم باشد جسم را کشسان غیر خطی می‌نامند. مدول ذخیره یا همان G' (storage modulus) نشانگر این حالت ماده است؛ یعنی نشان می‌دهد خمیر چه مقدار انرژی را ذخیره کرده و پس از حذف تنش، انرژی را آزاد کرده و برمی‌گرداند. برعکس این حالت، ماده‌ی ویسکوز است.

ویسکوز یا گرانرو: مشخصه اصلی سیالات گرانرو این است که اگر تنش خارجی (هر قدر کوچک) به آنها اعمال شود، تغییر شکل داده و تا زمانی که تنش وجود دارد، تغییر شکل نیز ادامه می‌یابد و با حذف تنش خارجی، تغییر شکل متوقف شده، اما سیال به شکل و حالت اولیه باز نخواهد گشت. در این مورد مولکول‌ها قابلیت حرکت زیادی داشته و انرژی مصرف شده جهت ایجاد تغییر شکل را با اصطکاک بین مولکول‌ها تلف می‌کنند، و حالتی تعادلی بین انرژی مصرف شده و تلف شده ایجاد می‌شود. به نحوی که اعمال تنش ثابت به سیال باعث ایجاد نرخ تغییر شکل ثابت خواهد شد. اگر تنش با شدت برش رابطه‌ای خطی داشته باشد، خاصیت رئولوژیکی سیال با قانون نیوتن بیان می‌شود. ولی اگر تنش با نرخ برش رابطه‌ای خطی نداشته باشد، سیال را سیال غیر نیوتنی (گرانرو کامل) می‌نامند. این حالت با مدول اتلاف یا G'' (loss modulus) نشان داده می‌شود. این پارامتر نشان می‌دهد با اعمال تنش، ماده چقدر انرژی را مصرف می‌کند و دیگر به حالت اولیه برنمی‌گردد.

دو خاصیت گرانروی و کشسانی دو خاصیتی هستند که حد رفتار مواد را بیان می‌نمایند. مواد ویسکوالاستیک خاصیتی مابین این دو حالت را نشان می‌دهند.

ویسکوالاستیک: این مواد دو خاصیت گرانروی و کشسانی را همزمان دارا می‌باشند. یعنی مقداری از انرژی مصرف شده (تنش خارجی) به کشیدن پیوندهای بین مولکولی و اتمی تبدیل شده و مقداری نیز بر اثر اصطکاک بین مولکولی تلف می‌شود. در این مورد زمان پاسخ آنی نیست و بسته به نوع ماده تغییر می‌کند.

از آنجا که G' در خمیرهای آزموده شده از G'' بیشتر است، یعنی حالت کشسانی در تمامی خمیرها بیشتر از حالت گرانو یا ویسکوز دیده می‌شود. همچنین دیده می‌شود که با افزایش سرعت برشی (فرکانس زاویه‌ای)، مدول‌های خمیرها روند نسبتاً ثابتی را طی کرده‌اند که نشان می‌دهد ساختار خمیر پایداری خود را حفظ می‌کند و حالت ثابتی دارد.

دیده می‌شود که مدول ذخیره، مدول اتلاف و گرانروی کمپلکس خمیرهای تهیه شده از نمونه‌ی مرجع کمتر است، ولی رفتار رئولوژی ترکیب دارای هیدروکسید آلومینیوم (خمیر ۲) به رفتار رئولوژی نمونه‌ی مرجع نزدیک‌تر است. شکل‌های ۳-۶ و ۳-۷ نشان می‌دهند که گرانروی خمیر ۳ از همه خمیرها بیشتر و گرانروی خمیرهای ۵ و ۶ نسبت به بقیه خمیرها کمتر است. به جز نمونه ۳، گرانروی، مدول ذخیره و مدول اتلاف خمیرهای تهیه شده از خمیر مرجع کمتر بود. روند نمودارهای این خمیرها بر حسب فرکانس زاویه‌ای، نسبتاً روندی ثابت و بدون تلاطم برآورد شد. احتمال داده می‌شود در اندازه‌گیری رئولوژی خمیر ۳ اشکالی وجود داشته باشد و همان‌طور که در ادامه دیده خواهد شد، خمیر ۳ در هنگام آماده‌سازی رطوبت زیادتری نسبت به بقیه نمونه‌ها از دست داده است و به اصطلاح سفت‌تر شده است؛ زیرا درصد رطوبت آن نسبت به بقیه کمتر است (۲۲٪).

گرچه افزایش مقدار آب، پلاستیسیته سیستم‌های سرامیکی را بهبود می‌بخشد، اما دارای اشکالی است که باعث افزایش انقباض در فرایند خشک کردن می‌شود. با افزایش قابل توجه انقباض، شانس بیشتری برای ایجاد ریزترک وجود دارد. برخی از نویسندگان [۵] پیشنهاد می‌کنند که با افزودن بیشتر مواد رسی با منشاء آلی و معدنی باعث

بهبود و کنترل شدید ویسکوزیته و رفتار مکانیکی سوسپانسیون های سرامیکی می شود که در بهینه سازی فرایندهای تغییر شکل و ترکیب بدنه های سرامیکی منعکس می شود.

دلیل استفاده از بالکلی این است که رس ها به خاطر ساختار دیسکی شکل و پهن، قابلیت شکل پذیری بالایی دارند و این خاصیت آنها ذاتی است؛ در حالی که دیگر اکسیدها این خاصیت را به ندرت دارند و قطعات اکستروژن شده آنها عیوب و ترک خواهد داشت [۶]. دلیل بهبود خواص پلاستیسته در نمونه های ۸ و ۹ نسبت به دیگر نمونه ها نیز افزایش میزان بالکلی و در نتیجه آن بهبود خواص پلاستیسته گل می باشد. برای توضیح تفاوت ترشوندگی بین تالک و رسهایی همچون کائولن و بالکلی، استدلال شده است که تالک دارای ورقه های آبگریز و سیلوکسان مانند در هر دو صفحه پایه است؛ در حالی که کائولینیت دارای تنها یک ورقه سیلوکسان مانند در یک صفحه پایه و یک ورقه آبدوست از نوع گیبسیت است. طرف دیگر ذرات تالک میکرونیزه شده دارای اشکال صفحه مانند با نسبت ابعادی بالاتری نسبت به کائولن یا تالک آسیاب شده هستند. کاهش تخلخل و افزایش سطح لبه آبدوست برای بهبود پراکندگی تالک در آب پس از آسیاب بسیار مهم است. آسیاب پیشرفته نیز منجر به آمورف شدن مواد می شود و مورفولوژی ذرات ورقه ای مانند، با آسیاب کردن به سمت آگلومره های کروی تر تغییر می کنند. بدیهی است که این تغییرات قابلیت پخش شدن مخلوط کائولن و تالک را اصلاح می کند [۷].

شکل دهی با اکستروژن تنها در صورتی امکان پذیر است که خمیر سرامیکی تهیه شده، شامل مواد اولیه ای با ویژگی های رئولوژیکی مشابه خمیر رس باشد. وظیفه چالش برانگیز برای توسعه آتی در حمایت از بدنه های سرامیکی، به دست آوردن اندازه و نسبت بهینه مواد خام است که باعث ایجاد ویسکوزیته بهینه می شود و اجازه می دهد خمیر سرامیکی با اکستروژن شکل بگیرد. در نتیجه، در حال حاضر، بسیاری از تحقیقات بر روی توسعه قطعات سرامیکی با استفاده از مواد ارزان تر انجام شده است [۳]. به همین دلیل، در کار پژوهشی حاضر، نوع و نسبت میان مواد اولیه (تالک، رس و آلومینا) تغییر داده شد تا بتوان به خمیری مناسب جهت اکستروژن کردن دست یافت. رفتار رئولوژیکی یک سیستم تحت تأثیر چندین پارامتر از جمله مقدار ماده جامد، مورفولوژی یا شکل ذرات، توزیع اندازه ذرات، برهمکنش ذرات (لبه-لبه، برهمکنش های صورت-صورت یا لبه-صورت) و شیمی دیسپرژن ها است.

در اندازه‌گیری رئولوژی حالت پایدار، رابطه بین تنش برشی و کرنش برشی یا نرخ برشی نشان داده می‌شود. تنش‌های داخلی مستقیماً با نیروی اعمال شده بر دوغاب یا خمیر مورد مطالعه (صرف نظر از منشأ آنها) مرتبط است که تغییر شکل بین ساختارهای بین مولکولی را ایجاد می‌کنند. کرنش نیز به عنوان تغییر شکل نسبی، یعنی تغییر شکل در واحد طول تعریف می‌شود. طول مورد استفاده اندازه موثری است که تغییر شکل روی آن رخ می‌دهد. علاوه بر این، پیشنهاد شده است که رفتار ویسکوالاستیک می‌تواند مطالعه منحنی جریان را با اعمال تنش برشی نوسانی با دامنه کوچک تکمیل کند و اطلاعات بیشتری در مورد تجمع رس ارائه دهد. دو پارامتری که رفتار ویسکوالاستیک دیسپرژن‌ها را مشخص می‌کنند عبارتند از: (۱) مدول الاستیک یا ذخیره‌سازی، که خواص الاستیک دوغاب را توصیف می‌کند. (۲) مدول اتلاف یا از دست دادن که تنش اعمال شده را با ایجاد تغییر شکل‌های پلاستیک می‌دهد [۴].

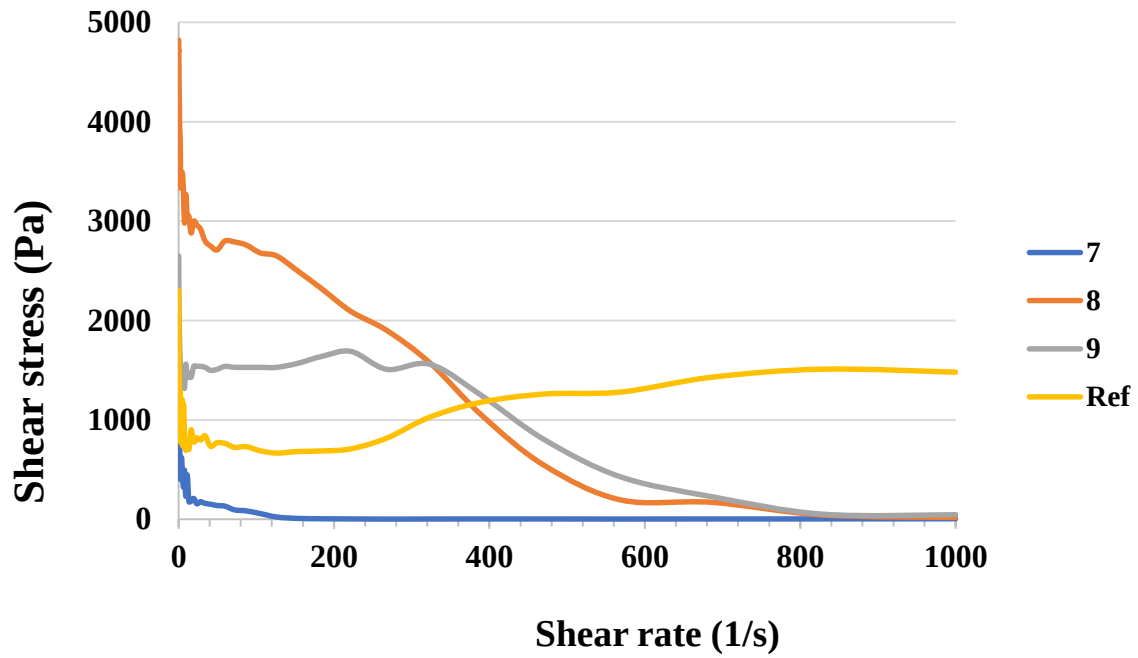
مدول ذخیره به گونه‌ای بیانگر مدول کشسانی و مدول اتلاف بیانگر ضریب پلاستیسیته گل می‌باشد. پلاستیسیته عبارت است از قابلیت یک رس به جذب آب و تشکیل توده‌ای خمیری شکل و حفظ آن شکل، پس از این که نیروهای تشکیل دهنده خمیری شکل برداشته شوند. پلاستیسیته یک رس بستگی به شکل، توزیع و اندازه ذرات، ظرفیت تبادل کاتیونی، ماهیت کاتیون‌ها، وجود مواد کلوئیدی، pH و مقدار آب دارد. گفته شده است که با افزایش مقدار آب، تنش تسلیم خمیرها کاهش می‌یابد. تنش تسلیم، مقاومتی از خمیر است که هنگام ورود خمیر به دستگاه اکستروود خود را نشان می‌دهد. این تنش، مقدار نیروی لازم برای شروع همزدن خمیر است. از آنجا که مقدار چسب خمیرها ثابت در نظر گرفته شد، بنابراین عامل متغیر و موثر در رفتار رئولوژی آنها، مقدار رس و مقدار آب یا رطوبت خمیر است. چگونگی اکستروود شدن خمیرها و شکل‌دهی آنها به مقدار تنش برشی و همچنین تنش تسلیم آنها بستگی دارد. اگر مقدار تنش تسلیم در حدود $\frac{1}{3}$ - $\frac{1}{10}$ مگاپاسکال باشد، شکل‌دهی خمیر کوردیریت با اکستروود بهتر خواهد بود. اگر مقدار تنش تسلیم کمتر از این حد باشد، خمیر شکل خود را حفظ نخواهد کرد؛ و اگر مقدار تنش تسلیم از این حد بیشتر باشد، نیروی لازم برای اکستروود کردن و بیرون راندن خمیر از دستگاه باید بسیار زیاد باشد. تنش تسلیم مسلماً یکی از مهم‌ترین پارامترهای رئولوژیکی برای طراحی و عملکرد یک

سیستم خمیری است. هنگامی که اندازه‌گیری‌ها به درستی انجام شود، تنش تسلیم بهترین نشانه از میزان تأثیر متغیرهای فیزیکی، شیمیایی، کانی‌شناسی، برشی و زمانی بر روی خواص کلی رئولوژیکی خمیر را نشان می‌دهد و نقطه شروع هر برنامه آزمون رئولوژیکی است. تنش تسلیم، تنش برشی بحرانی است که قبل از وقوع تغییر شکل و جریان برگشت ناپذیر باید از آن فراتر رفت. برای تنش اعمال شده زیر تنش تسلیم، شبکه ذرات تعلیق با بازیابی کامل کرنش پس از حذف تنش تغییر شکل می‌دهد. هنگامی که تنش برشی از تنش تسلیم فراتر رفت، تعلیق رفتار مایع ویسکوز را نشان می‌دهد که در آن ویسکوزیته معمولاً تابعی کاهشی از نرخ برش است. این خاصیت خمیر برای شروع حرکت در دستگاه اکستروژن بسیار مهم است [۸].

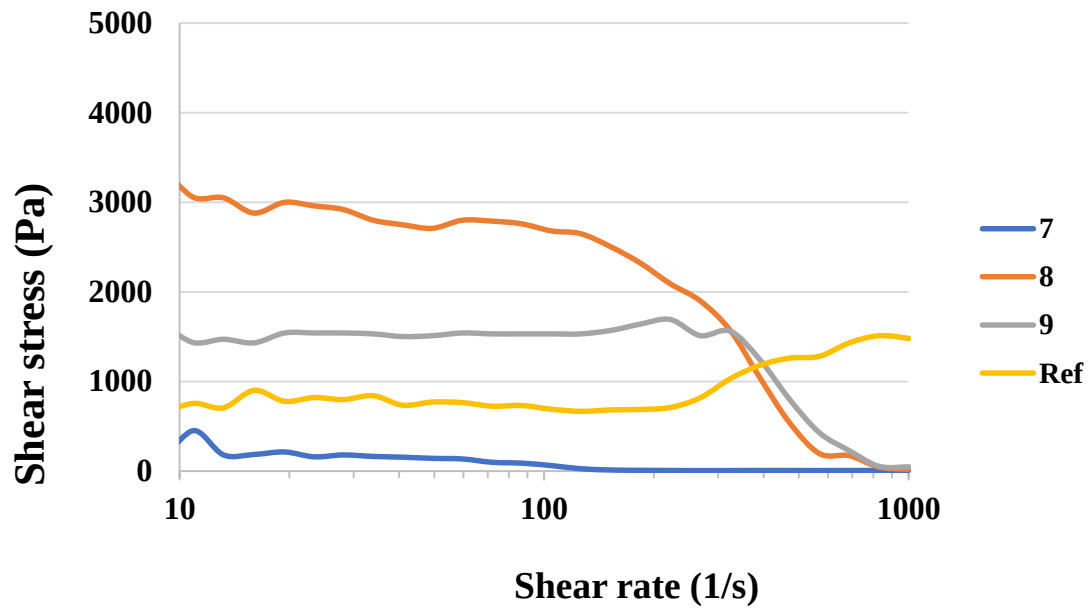
از سویی بهتر است تا رفتار خمیرها بیشتر پزودوپلاستیک یا شبه پلاستیک باشد؛ زیرا در این حالت رفتار رئولوژی، هنگامی که خمیر در دستگاه است، با اعمال تنش برشی، گرانیوی آن کاهش می‌یابد و به عبارتی خمیر روان‌تر می‌شود. پس از خروج خمیر از دستگاه و شکل‌گیری، که تنش برشی حذف می‌شود، گرانیوی مجدد افزایش یافته و خمیر می‌تواند شکل خود را حفظ کند [۹]. رفتار شبه پلاستیک یا پزودوپلاستیک خمیرها به طور کلی با رقیق شدن برشی، وجود تنش تسلیم و در برخی موارد با حضور رفتار تیکسوتروپی مشخص می‌شود. ماهیت رقیق شدن برشی، به همراهی ذرات و یا لخته‌ها در میدان جریان نسبت داده می‌شود. افزایش نرخ برشی، منجر به همترازی آنی ذرات در جهت برش می‌شود و مقاومت کمتری در برابر جریان ایجاد می‌کند که در نتیجه تنش برشی کمتری را نیاز خواهد داشت [۸].

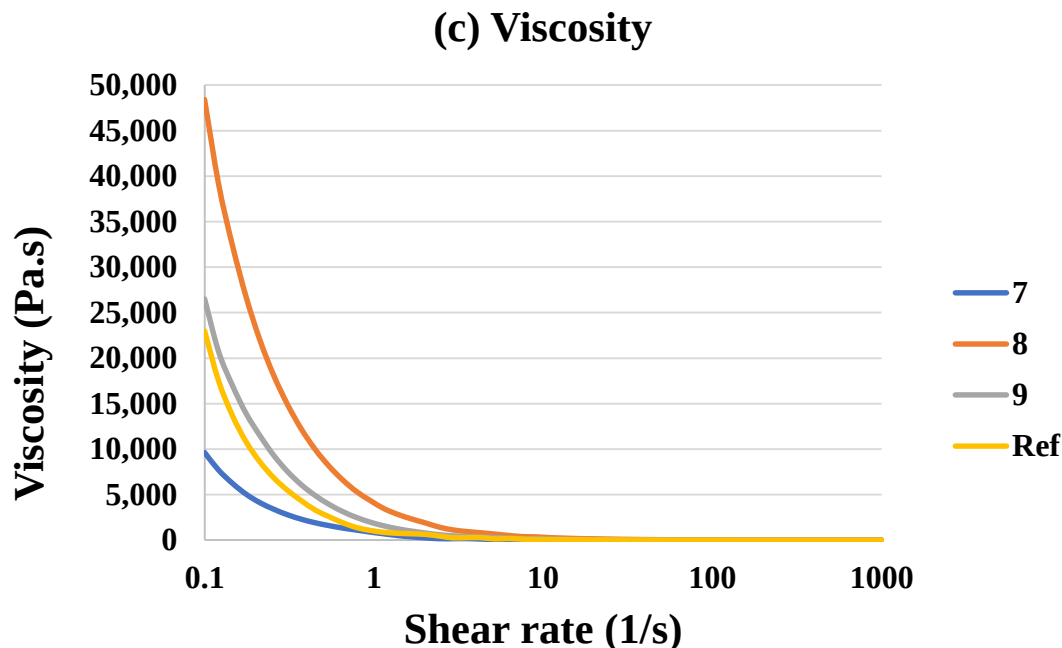
علیرغم مجموعه وسیعی از کارهایی که بر سنتز و مشخصه‌یابی پودرهای کوردیریت با واکنش حالت جامد اکسیدها و تأثیر آسیاب متمرکز شده است، مطالعات مربوط به شیمی سطح مخلوط مواد اولیه آن و رفتار رئولوژیکی سوسپانسیون‌های غلیظ کمیاب است. یکی از دلایل احتمالی این امر، شیمی سطح پیچیده کائولن و تالک، با وابستگی به pH زیاد از نظر انحلال و پتانسیل سطحی است که به ساختار ورقه‌ای سیلیکات‌ها مربوط می‌شود. به عنوان یک نتیجه از آرایش بسیار لایه لایه، آماده سازی لغزش متمرکز با درصد فشردگی بالا دشوار است. اخیراً برخی از مطالعات در مورد رفتار سطحی و رئولوژی سوسپانسیون تالک گزارش شده است [۱].

(a) Shear stress



(b) Shear stress





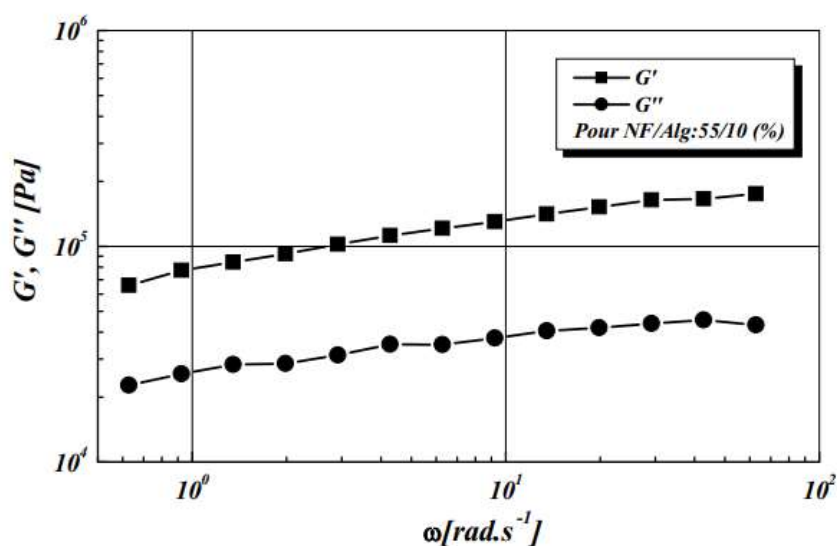
شکل ۳-۱۰- مقایسه مقدار گرانی و تنش برشی (در دو بزرگنمایی) خمیرهای تهیه شده

خمیرهای سرامیکی، سوسپانسیون های ذرات-سیال هستند که رفتار سیالیت آنها، به گرانیوی سیال، نسبت جامد به مایع، اندازه ذرات و توزیع آن، و شکل ذرات بستگی دارد. با افزایش مقدار ماده جامد، گرانیوی سیال زیاد می شود. بنابراین، گرانیوی خمیرها قطعا بیشتر از سوسپانسیون ها و پیچیده تر از آنها خواهد بود. در سرعت برشی کم، تنش های برشی کمی در سوسپانسیون وجود دارد. در این حالت، نیروهای برهمکنش ذره-ذره ضعیف، که مستقل از سرعت نسبی میان ذرات است، حالت تنش کلی را تعیین می کند. پس در تنش برشی کم، خواص ذرات مانند اندازه، شکل و فعالیت سطح، رفتار سیالیت را تعیین می کند. ولی معمولا رفتار سوسپانسیون ها غیر نیوتنی و دارای تنش تسلیم است. در خمیرها که یک سوسپانسیون بسیار غلیظ از ذرات هستند، برهمکنش میان ذرات و پارامترهای مرتبط با اندازه و شکل ذرات بسیار اهمیت بیشتری دارد [۶].

خمیرهای سرامیکی تهیه شده، رفتار شبه پلاستیکی رقیق شدن برشی از خود نشان دادند. دلیل کاهش گرانیوی می تواند این باشد که ویسکوزیته سوسپانسیون دارای ذرات ناهمسانگرد، هنگامی که سوسپانسیون تحت شرایط

برشی قرار گیرد که ذرات تراز شوند، کاهش می یابد. گزارش شده است که افزایش کسر حجمی ذرات ورقه ای در خمیرهای حاوی بیش از ۲۰ درصد حجمی (بر اساس پودر خشک) ورقه باعث کاهش مدول ذخیره سازی و تنش تسلیم خمیرها شده است [۱۰].

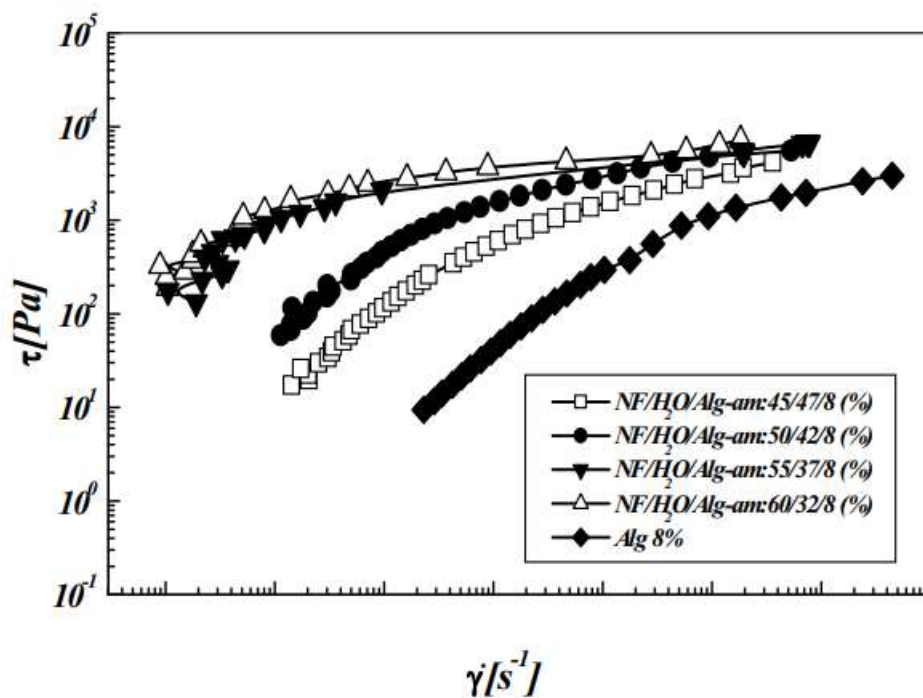
برای بررسی اثر بالکلی و تغییر مقدار رس، شاید بهتر باشد رفتار رئولوژی خمیرهای رسی و یا خمیرهای آلومینایی را نیز به تنهایی در نظر بگیریم. برای رس کائولینیت در محدوده فرکانس بررسی شده در مقالات، سیستمها در pH پایین، عمدتاً مانند یک جامد ($G'' < G'$) بودند (شکل ۳-۱۱). افزایش G'' در فرکانس های پایین نشان دهنده یک تغییر از رفتار جامد به مایع است، که منعکس کننده آرامش ساختاری آهسته است که برای آن، فرکانس های آرامش ($G' = G''$) بسیار کمتر از حدی است که با رئومتر اندازه گیری شود. وابستگی جزئی G' به فرکانس، در فرکانس های پایین به دلیل اثرات داخلی دستگاه و نمونه است. استقلال G' به فرکانس نشان دهنده ریزساختار جامد قوی است که می تواند انرژی تغییر شکل ماده تحت تنش را در بازه های زمانی طولانی ذخیره کند [۱۱].



شکل ۳-۱۱- تغییرات G' و G'' خمیرهای آلومینایی [۱۱]

اثر نرخ برشی بر تنش برشی خمیر در درجه اول به برهمکنش ذره-ذره بستگی دارد، اما تا حدی کمتر به شکل‌پذیری ذرات بستگی دارد. منحنی‌های جریان برای خمیرهای آلومینایی با غلظت‌های مختلف فاز جامد با استفاده از معادله هرشل-بالکلی، که منحنی‌های رئولوژیکی دارای روند پلاستیک غیرخطی را برای محاسبه پارامترهای رئولوژیکی برازش می‌داد، همبستگی داشتند.

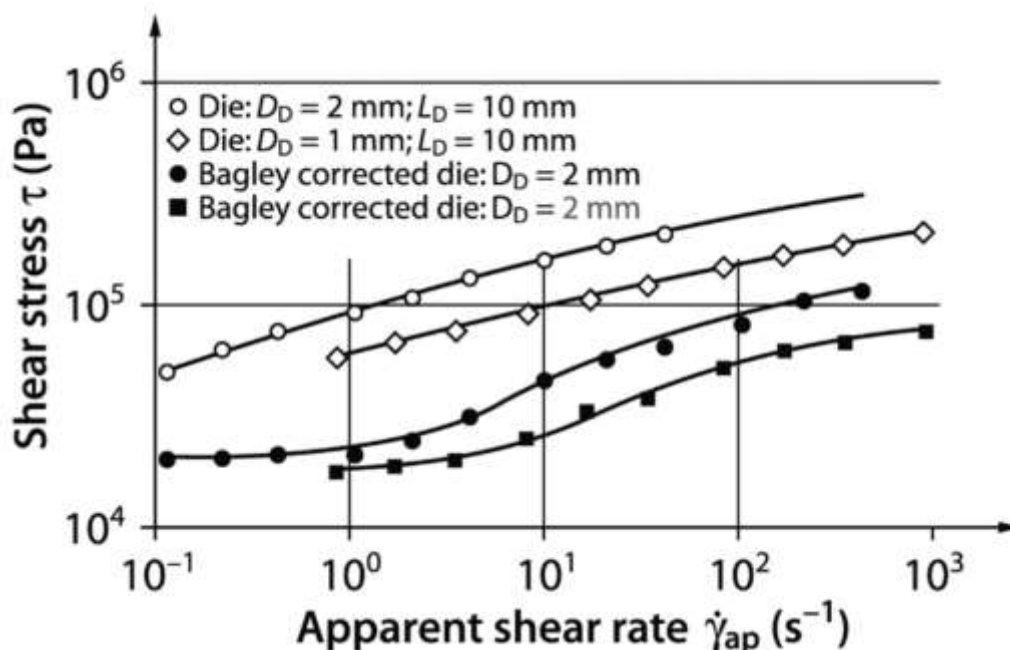
تجزیه و تحلیل این رئوگرام‌ها و پارامترهای رئولوژیکی محاسبه شده با استفاده از معادله هرشل-بالکلی برای خمیرهای آلومینایی نشان داده است که خمیرهای آلومینایی رفتاری مشابه رفتار سیال کاسون (بینگهام) دارند. تنش برشی این سیستم‌ها با افزایش نرخ برش افزایش می‌یابد، اما این وابستگی خطی نیست. شاخص‌های جریان محاسبه شده ($n > 1$) و در تطابق با این رفتار است (شکل ۳-۱۲).



شکل ۳-۱۲- تاثیر فاز جامد بر تنش برشی خمیرهای آلومینایی [۱۱]

در پژوهش ها، تغییرات G' و G'' خمیرهای آلومینایی بررسی شده است و نشان می‌دهد که این مدول ها به فرکانس بسیار حساس هستند. تجربه عمدتاً تأیید کرد که ویژگی الاستیک در این سوسپانسیون ها غالب است (شکل ۳-۱۳). با آن که با افزودنی های مختلف، رفتار الاستیک و ویسکوز خمیرها متفاوت بود، ولی دیده شد که ماهیت فاز جامد بسیار بیشتر بر رفتار جریان تأثیر می‌گذارد. این تأثیر در حوزه برش (زمان های طولانی) بسیار مهمتر است [۱۱]. در نتیجه، کاهش مقدار تالک (بخش غیرپلاستیک) همانند آلومینا و افزایش مقدار بالکلی (بخش پلاستیک همانند رس) می‌تواند به کاهش مقدار مدول ذخیره در خمیر کوردیریتی تهیه شده (خمیر ۸ و ۹) کمک کند.

فرآیندهای جریانی که در حین اکستروژن اتفاق می‌افتد بسیار پیچیده هستند. بسیاری از اثرات آشکار هستند، که جدا کردن برخی از آنها دشوار است، به عنوان مثال، جریان برشی با نقطه تسلیم، لغزش دیوار با حد لغزش، اثرات الاستیک و زمانی مانند تیکسوتروپی. برای یک ترکیب سرامیکی آلومینایی در پژوهشی دیگر نیز که با قالب‌های با قطرهای مختلف (۱ و ۲ میلی‌متر) اندازه‌گیری شدند (شکل ۳-۱۳)، منحنی‌های جریان نشان می‌دهند که با وجود تصحیح Bagley، هیچ تابع جریان یکنواختی برای تنش برشی وجود ندارد. بررسی خواص لغزش توسط روش توسعه یافته توسط Mooney انتقال مواد را ارائه داد که تقریباً منحصراً توسط فرآیندهای لغزشی ایجاد می‌شود [۱۲].



شکل ۳-۱۳- منحنی‌های جریان و منحنی‌های جریان اصلاح شده با گلی برای ترکیب سرامیکی (آلومینا با آلزینات

آمونیم) [۶]

به نظر می‌رسد رفتار رئولوژی خمیرهای آلومینا، روند ثابتی ندارد؛ بنابراین بر روی تغییر مقدار آلومینا در پژوهش حاضر تصمیمی گرفته نشد و نیازی به تغییر در مقدار آن نیست.

در تغییر شکل بسیار کم (رژیم خطی)، ژل‌های کلئیدی مدول‌های دینامیکی ذخیره سازی (G') و اتلاف (G'') ثابت مربوط به ساختارهای معادل در دامنه‌های کرنش‌های مختلف را نشان می‌دهند. در ابتدا، این منحنی، عمدتاً با تشکیل «قفس‌های کلئیدی» همراه می‌شود که در آن یک ذره معین همسایگان یکسان را حفظ می‌کند و میانگین تعداد تماس‌ها تحت تأثیر نیروی خارجی قرار نمی‌گیرد. با افزایش مقدار ماده جامد، به دلیل برهمکنش‌های آشفته بیشتر ناشی از تماس‌های بین ذره‌ای اضافی و قوی‌تر، آستانه تنشی که این منحنی را از رقیق شدن برشی جدا می‌کند، کاهش می‌یابد. بالاتر از این حد، ذرات تحرک کافی برای فرار از قفس خود به دست می‌آورند که منجر به اتلاف انرژی و تسلیم می‌شود. در رژیم رقیق شدن برشی، ویسکوزیته به دلیل بازآرایی موضعی ذرات همراه با جهت جریان (لایه بندی موضعی) به طور مداوم کاهش می‌یابد و میانگین تعداد تماس‌های اصطکاکی

را کاهش می دهد. این حالت به خاطر حرکت بسیار محدود ذرات ایجاد می شود؛ همانطور که توسط آزمایش های برشی نوسانی نشان داده شد، که در آن افت ویسکوزیته از همان اولین چرخه کرنش مشاهده شد. با حضور ذرات از پیش اگریگیت شده، رقیق شدن برشی می تواند به صورت کاهش اندازه ساختارها دیده شود که باعث کاهش "هیدرودینامیکی" (به جای "اصطکاکی") ویسکوزیته می شود؛ اما این دید مربوط به موادی با مقدار جامد کم است، پس در کار حاضر بی ربط می شود.

در حالی که سناریوی فوق معمولاً به صورت تجربی در نرخ های برشی کم و متوسط مشاهده می شود، یک تغییر غیر یکنواخت ویسکوزیته، مربوط به مکانیسم های ضخیم شدن برشی، اغلب هنگامی که نرخ برش بیشتر افزایش می یابد مشاهده می شود. به طور کلی، می توان شروع غلیظ شدن برشی را به عنوان انتقال از روانکاری به جریان اصطکاکی در سوسپانسیون های غیر براونی تعریف کرد که اساساً مربوط به تشکیل خوشه های گذرا (هیدرو) است که قادر به نگه داشتن مقدار زیادی تنش با شکستن و اصلاح تحت حرکت برشی بالک هستند. نکته مهم این است که خوشه بندی با زبری ذرات و ناهمسانگردی شکل که شامل اصطکاک لغزشی و غلتشی و همچنین ممانعت از درهم قفل شدگی است که حرکت ذرات را محدود می کند، تقویت می شود. از سوی دیگر، تثبیت ذرات از طریق دافعه استریک مبتنی بر شانه های پلیمری، به نفع تماس های روغنکاری شده است و به باز کردن قفل ذرات کمک می کند که بهتر با جریان سازگار شوند [۱۳].

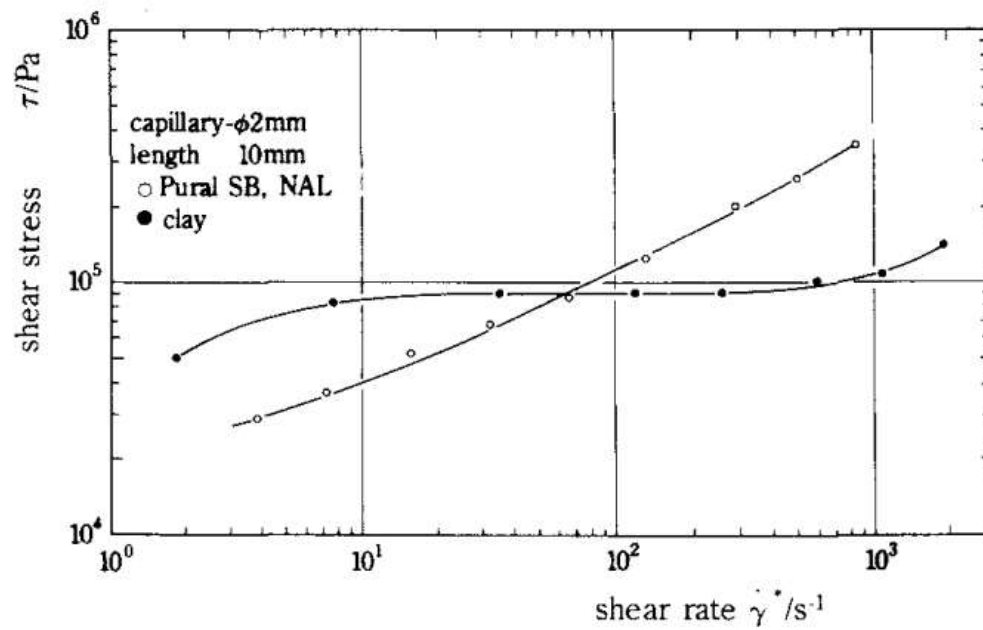
ساخت سرامیک به روش اکستروژن، قالب گیری تزریقی و نورد نواری به یک پیش ساز پلاستیکی مناسب نیاز دارد که اغلب به آن خمیر می گویند. ویژگی مشترک این روش های شکل دهی این است که یک شکل مطلوب از مخلوط پودرها و مواد افزودنی تشکیل می شود که یک توده پلاستیکی منسجم و بسیار تغییر شکل پذیر ایجاد می کند که همچنین دارای ظرفیتی برای حفظ شکل داده شده خود است. پارامترهایی مانند مقدار ماده جامد، تنش و توزیع کرنش به خواص جریان بالک خمیر و همچنین به شرایط مرزی دیواره بین خمیر و دیواره های صلب تجهیزات پردازش بستگی دارد. این خمیرها مواد الاستو ویسکوپلاستیک هستند و خواص جریان و مرز دیواره نسبتاً پیچیده ای از خود نشان می دهند. مشخصه اصلی فرآوری خمیر، اعمال کرنش های نسبتاً بزرگ یا جابجایی مواد با اعمال

تنش هایی است که از طریق دیواره های صلب منتقل می شود. بررسی اثرات پارامترهای مختلف بر روی جزئیات جریان خمیر در طول فراوری به دلیل فعل و انفعالات پیچیده ای که بین مرز دیوار و رئولوژی ذاتی ماده ایجاد می شود، آسان نیست. خمیر ذرات، با تقریبی خوب، مانند سیالات ویسکوپلاستیک رفتار می کنند که در آن جریان حجمی پیچیده و خواص سطحی به نمایش گذاشته می شود [۱۴].

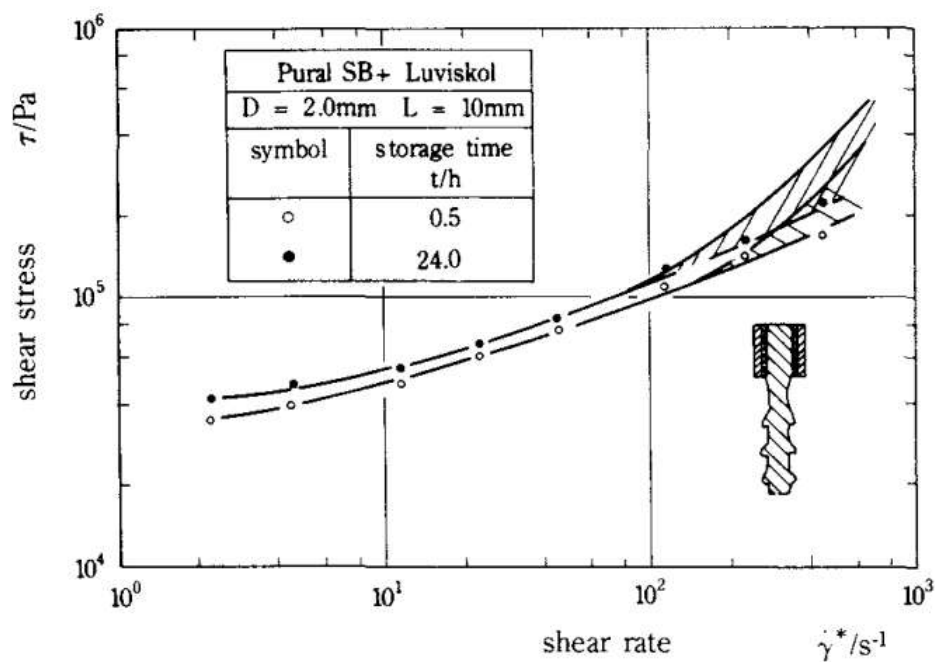
شکل ۳-۱۴ محدوده منحنی گسترده تنش برشی را برای ماده ای نشان می دهد که قابلیت شکل پذیری خوبی دارد. این ماده در جریان کاپیلاری، تغییر شکل برشی نشان نداد و ظاهر خمیر بیرون آمده از دستگاه، یکنواخت و با کیفیت سطحی خوبی بود. این ماده هنگام خروج از کاپیلاری، رفتار دوغابی نسبتاً خالص بدون تغییر شکل داخلی داشت؛ برای این خمیر، نرخ برشی واقعی قابل تعریف نیست [۶]. شکل b نیز رفتار تنش برشی را بر حسب سرعت برشی در مقیاس لگاریتمی (همانند سازی شده با شکل ۳-۱۴) نشان می دهد و تایید می کند که رفتار خمیر مرجع، همانند یک خمیر مناسب برای اکستروژن است. همچنین دیده می شود که روند منحنی خمیر ۹ نیز همانند مرجع قابل قبول و مناسب است و تغییرات شدیدی در روند منحنی دیده نمی شود.

تنش برشی ظاهری با شیب افزایشی در نرخ های برشی بالا، در شکل ۳-۱۵ نشان داده شده است که خمیر آن رفتار شکل پذیری بدی دارد. خمیر خارج شده از دستگاه، نامنظم و با قطر کمتر از کاپیلاری است. در شکل ۳-۱۵ دیده می شود که تنش برشی خمیر نامناسب، با افزایش سرعت برشی افزایش می یابد؛ هیچ کدام از خمیرهای تهیه شده در این بخش رفتاری مشابه با منحنی شکل ۳-۱۵ نداشتند.

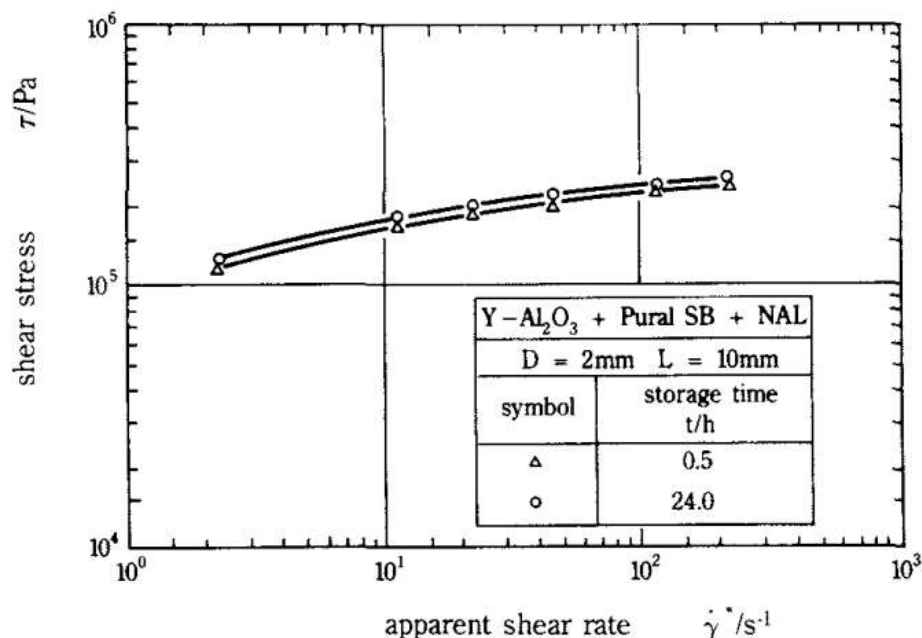
شکل ۳-۱۶ نیز رفتار جریان یابی همان خمیر را نشان می دهد که با پلاستی سایزر بهبود داده شده است. منحنی رفتار این خمیر هموار و با شیب ملایمی شده است که همانند رس طبیعی و نشان دهنده خواص اکستروژن مناسب است؛ زیرا پروفایل سرعت این خمیر در کاپیلاری مناسب شده است. رفتار این خمیر پلاستیک بوده و تنها تغییر شکل های کوچکی در بالک آن روی می دهد. بخشی از افت فشار کلی کاپیلاری، سریعاً در درون کاپیلاری روی می دهد تا یک شکل میله ای و سالم ساخته شود [۶].



شکل ۳-۱۴- تنش برشی بر حسب سرعت برشی برای دو خمیر سرامیکی مختلف [۶]



شکل ۳-۱۵- تنش برشی خمیر سرامیکی با قابلیت شکل پذیری کم [۶]



شکل ۳-۱۶- تنش برشی خمیر سرامیکی بهبود داده شده با پلاستی سایزر [۶]

در مطالعات جستجو شده بیشتر در مورد خمیرهای با قابلیت چاپ و یا اسکرین با دستگاه روبوکست بحث شده است و کمتر دیده شده که به مقدار مدول مورد نیاز برای خمیر اکستروژن پرداخته شود. چاپ خمیر روشی است که در آن رشته‌ای از خمیر سرامیکی از یک نازل اکستروژن می‌شود و برای ایجاد یک شکل لایه به لایه چاپ می‌شود. تنش تسلیم و مدول ذخیره تعادلی G' دو پارامتر مهم برای تعیین ماندگاری یک خمیر برای چاپ هستند. G' معیاری برای سفتی یک سیال است و نشان‌دهنده مقاومت در برابر جریان در حالت سکون برای آن سیال است. حداقل مقادیر تنش تسلیم و G' برای چاپ موفق خمیر، تنش تسلیم بیش از ۵۰ پاسکال، و G' بیش از ۱۰۰۰۰ پاسکال گزارش شده است. کاهش مقدار رطوبت خمیر موجب کاهش فاصله میان ذرات، و افزایش تعداد برهمکنش‌های ذره و قدرت برهمکنش‌های ذره-ذره می‌شود و باعث افزایش ویسکوزیته و تنش تسلیم نیز می‌شود [۱۰].

مطالعات در خصوص تغییر ترکیب بر خواص رئولوژی خمیر کوردیریتی بسیار نادر است. به عنوان مثال، مواد مبتنی بر کوردیریت با ریخته‌گری دوغابی با استفاده از سوسپانسیون‌های آبی غلیظ پودرهای کوردیریت تجاری

شکل گرفته‌اند. شیشه‌های سرامیک‌های مبتنی بر کوردیریت نیز از پودرهای تهیه شده با مخلوط کردن Al_2O_3 ، $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ و SiO_2 به دست آمده است که به آن شیشه بوروسیلیکات قلیایی خاکی برای کاهش دمای تف جوشی اضافه شده است. پژوهشی در مورد سنتز مواد کوردیریتی از سوسپانسیون‌های کائولن/تالک/آلومینا انجام شده است. سوسپانسیون‌های غلیظ (۴۰ درصد حجمی ماده جامد) با کنترل رفتار رئولوژیکی برحسب ماهیت و غلظت دفلوکولانت، pH، اندازه ذرات آلومینا، زمان پیری، تهیه و بهینه‌سازی شدند. در پژوهش آنها، نمونه‌ها با ۴۰ درصد وزنی کائولن، ۴۳/۸ درصد وزنی تالک و ۱۶/۲ درصد وزنی آلومینا مخلوط شدند [۱].

۳-۷- منحنی پخت نمونه‌ها

خمیرهای تهیه شده به شکل نمونه‌های استحکام خمشی شکل داده شدند و در خشک‌کن در دمای ۱۱۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت خشک شدند. منحنی‌های پخت کوره می‌بایست به گونه‌ای طراحی شود که تمامی واکنش‌ها بتوانند به‌طور کامل در بدنه‌های مربوطه انجام شوند. علاوه بر آن، دمای کوره پخت باید آنچنان بالا باشد که علاوه بر تشکیل کوردیریت، زینتر شدن نسبتاً کاملی را نیز تضمین نماید. در نتیجه موجب افزایش استحکام نمونه و در نتیجه مقاومت بیشتر آن در برابر شوک‌های حرارتی می‌شود.

بر این اساس، نمودار پخت بکار رفته در اینجا استفاده از سرعت گرمایشی برابر با $5^\circ C/min$ تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد (به منظور انجام کامل واکنش‌های تجزیه و خروج آزادانه مواد فرار از بدنه و نیز جلوگیری از ترک خوردن بدنه در اوایل دمای پخت) و سپس افزایش سرعت گرمایش از این دما تا دمای بیشینه پخت یعنی دمای $1350^\circ C$ تا $10^\circ C/min$ و نگهداری نمونه‌ها در این دما به مدت ۳ ساعت بوده است. نمونه‌ها پس از طی این فرایند گرمایشی، تا رسیدن به دمای اتاق در کوره باقی مانده و به صورت طبیعی سرد شدند.

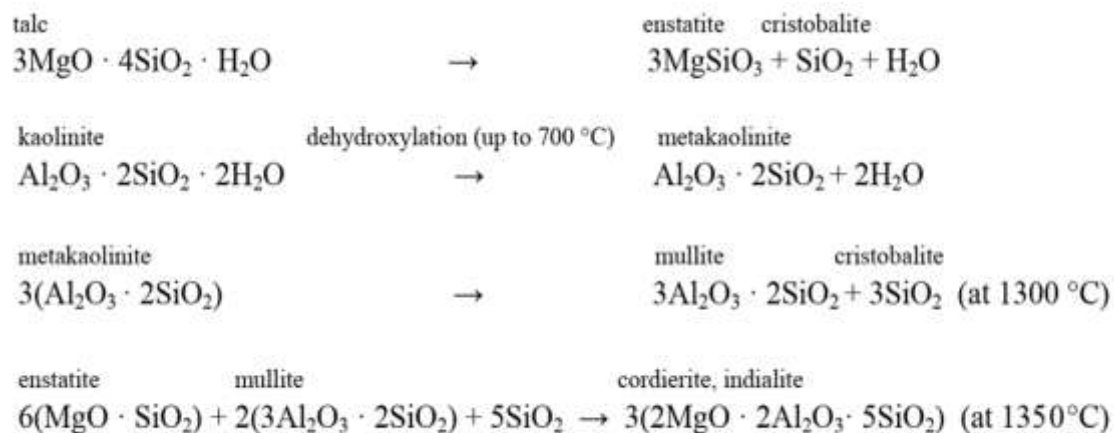
نمونه‌ی تهیه شده با فرمولاسیون ۲ که حاوی هیدروکسید آلومینیوم بود، ذوب شد و تغییر شکل داد ولی نمونه‌ی تهیه شده با فرمولاسیون ۱ ظاهری سالم داشت. بنابراین، پس از سینتر و مشاهده ظاهر نمونه‌ها، دمای سینتر در برخی نمونه‌ها کاهش داده شد. بنابراین تلاش شد تا با کمترین آزمون‌های سعی و خطا به بهترین نتایج دست

یابیم. به عنوان مثال، خمیرهای ترکیب ۸ و ۹ به صورت نمونه های مناسب برای آزمون استحکام شکل داده شدند و سپس در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد سینتر شدند. شکل ۳-۱۷ ظاهر نمونه های سینتر شده در دمای ۱۳۰۰ درجه را نشان می دهد که کاملاً ذوب شده اند و شکل خود را از دست داده اند. بنابراین با توجه به شرایط مختلف هر پژوهش و ترکیبات مختلف هر خاک، تصمیم بر آن شد تا خمیرهای شکل داده شده ی ۷ الی ۹ در دمای ۱۲۵۰ درجه سینتر شوند.



شکل ۳-۱۷- نمونه های ۷، ۸ و ۹ سینتر شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد

تغییرات فازهای مختلف با افزایش دما در روابط زیر آورده شده است:



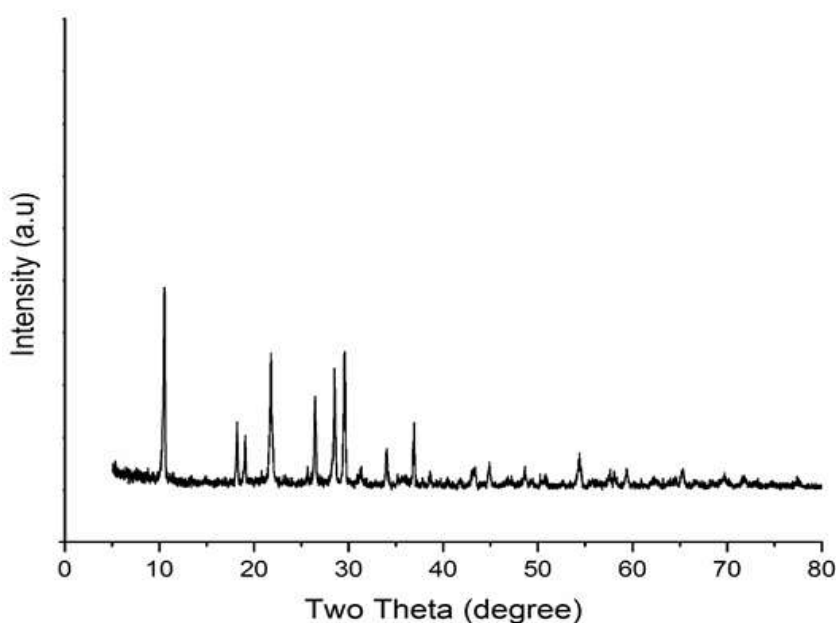
سینتر کوردیریت طی واکنش فاز جامد از دمای ۱۲۰۰ تا دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد رخ می دهد. در مقالات گفته شده است که دمای سینتر، بر ترکیب فازی نمونه تأثیر می گذارد. در الگوی پراش مخلوط پودرهای تالک، کائولن و آلومینای زینتر شده در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد در مراجع، پیک های پراش کوردیریت به همراه فاز اسپینل آلومینات منیزیم مشاهده شده است. علاوه بر آن، پیک های متفرقه زیادی نیز وجود داشت که نشان می دهد در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد تبلور کوردیریت ناقص است. با افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، فازهای ناخالصی تا حد زیادی ناپدید می شوند. آلفا-کوردیریت به فاز اصلی تبدیل می شود و پیک پراش فاز- α کوردیریت افزایش می یابد. در دمای ۱۳۵۰ درجه سانتی گراد، معمولاً پیک پراش فاز کوردیریت تیز است، و بلورینگی کوردیریت به درجه بالایی می رسد. در فرایند سینتر کوردیریت، دمای سینتر و زمان نگهداری عوامل مهمی هستند که بر عملکرد سرامیک نهایی تأثیر می گذارند. دمای سینتر می تواند بر جوانه سازی کریستال کوردیریت تأثیر گذارد و زمان نگهداری بر رشد کریستال های کوردیریت تأثیر می گذارد.

علاوه بر این، در دمای سینتر ۱۲۵۰ درجه، تخلخل های متعددی در ریزساختار کوردیریت وجود دارد که موجب کاهش چگالی و خواص مکانیکی آن می شود. مشاهده شده است که با افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه، نفوذ اتم ها و انتقال ماده بیشتر روی داده، تخلخل ها کوچک تر می شوند و اتصالات میان دانه ها بیشتر و در نتیجه ساختار چگال تر می شود. در مطالعه ایشان تخلخل بدنه ی کوردیریتی سینتر شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، در حدود

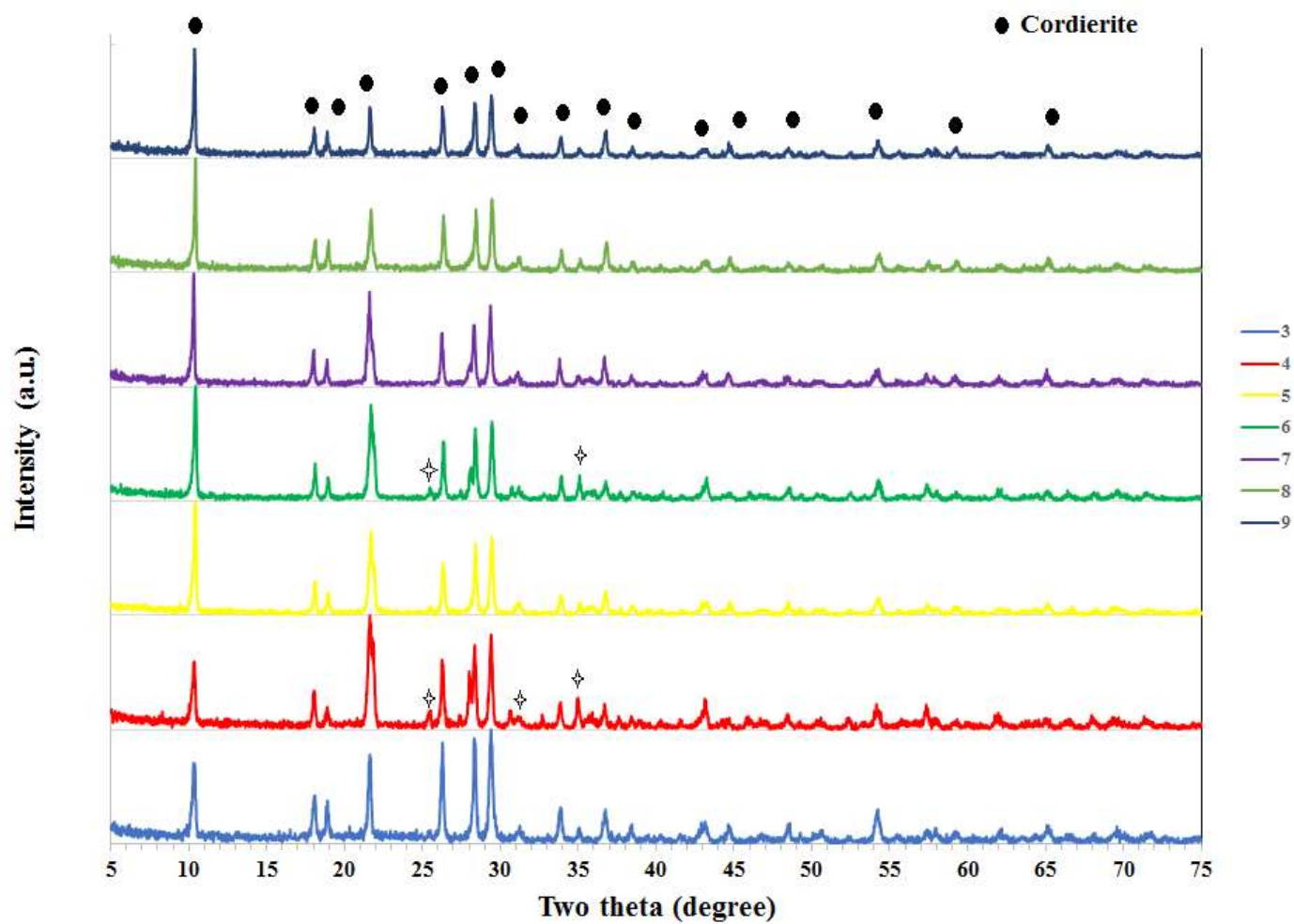
۵۸٪ و استحکام مکانیکی در حدود ۱۶ مگاپاسکال بود. وی با افزایش زمان سینتر از ۲ به ۳ و سپس ۵ ساعت، خواص مکانیکی بهتری را مشاهده نمود (۲۲ و ۲۷ مگاپاسکال) [۱۵].

نمونه‌ها برای آزمون‌های آنالیز مینرالی (XRD)، استحکام خمشی، انقباض ابعادی و تعیین چگالی ارسال شدند. نتایج این آزمون‌ها در شکل‌ها و جداول آتی آورده شده است.

الگوی پراش پرتو ایکس خمیرهای پخت شده در شکل ۳-۱۸ و ۳-۱۹ نشان داده شده است. تشکیل کوردیریت در نمونه‌ها به خوبی قابل مشاهده است. پیک‌های اصلی کوردیریت با شدت قابل قبولی در الگوهای پراش ترکیبات تهیه شده دیده شد که با نمونه مرجع شکل ۳-۲ و شماره کارت ۵۸۰۳-۹۰۰-۹۶ نیز مطابقت داشت. البته قابل ذکر است در نمونه‌هایی که دارای هیدروکسید آلومینیم بودند، سه پیک کوچک متفاوت مربوط به فاز آلومینوسیلیکاتی نیز دیده شد که می‌توان آن را به عنوان ناخالصی جزئی در نظر گرفت. این پیک‌ها در شکل با علامت * نشان داده شده‌اند. بنابراین، برای دستیابی به محصول کوردیریت بدون فاز جانبی بهتر است از هیدروکسید آلومینیم در مواد اولیه استفاده نشود.

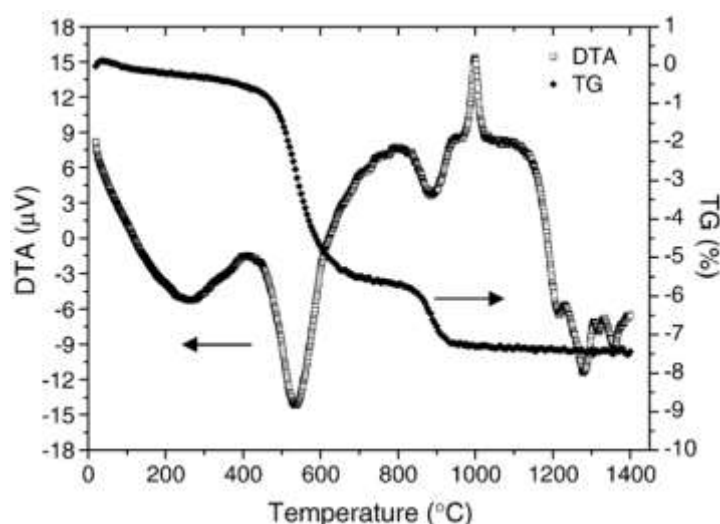


شکل ۳-۱۸- الگوی پراش پرتو ایکس خمیرها پس از سینتر : فرمولاسیون ۱



شکل ۳-۱۹- الگوی پراش پرتو X فرمولهای ۳ تا ۹

STA مخلوط تالک کائولن و آلومینا توسط Neto و همکارانش بررسی شد. مطابق شکل ۳-۲۰ مشاهده شده است که در نزدیک به ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد یک پیک تیز گرمازا مربوط به تبدیل ساختار غیر کریستالی کائولینیت به فاز پری مولایت وجود دارد. این تبدیل بدون تغییر جرم اتفاق می افتد. پیک گرماگیر که بالای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد ظاهر می شود مربوط به تشکیل فاز مایع است که به راحتی قابل شناسایی نیست. در محدوده ۱۲۰۰-۱۳۵۰ درجه سانتیگراد سه قله ضعیف ظاهر می شود که به ترتیب در ۱۲۳۰، ۱۳۰۵ و ۱۳۳۵ درجه سانتیگراد قرار دارند، که اولی را به تبدیل پری مولایت به مولایت و دو مورد دیگر را به تشکیل کوردیریت اختصاص دارد. برخی ها تنها دو قله آخر مرتبط با تشکیل کوردیریت را شناسایی کردند [۱].



شکل ۳-۲۰- آنالیز حرارتی مخلوط تالک کائولن و آلومینا [۱]

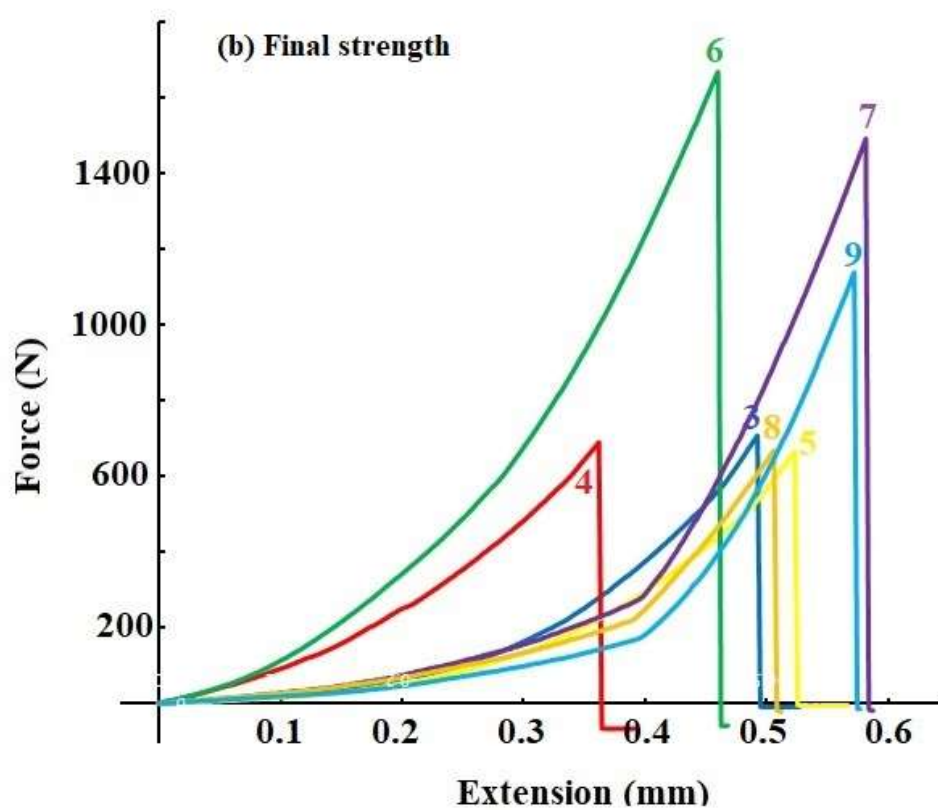
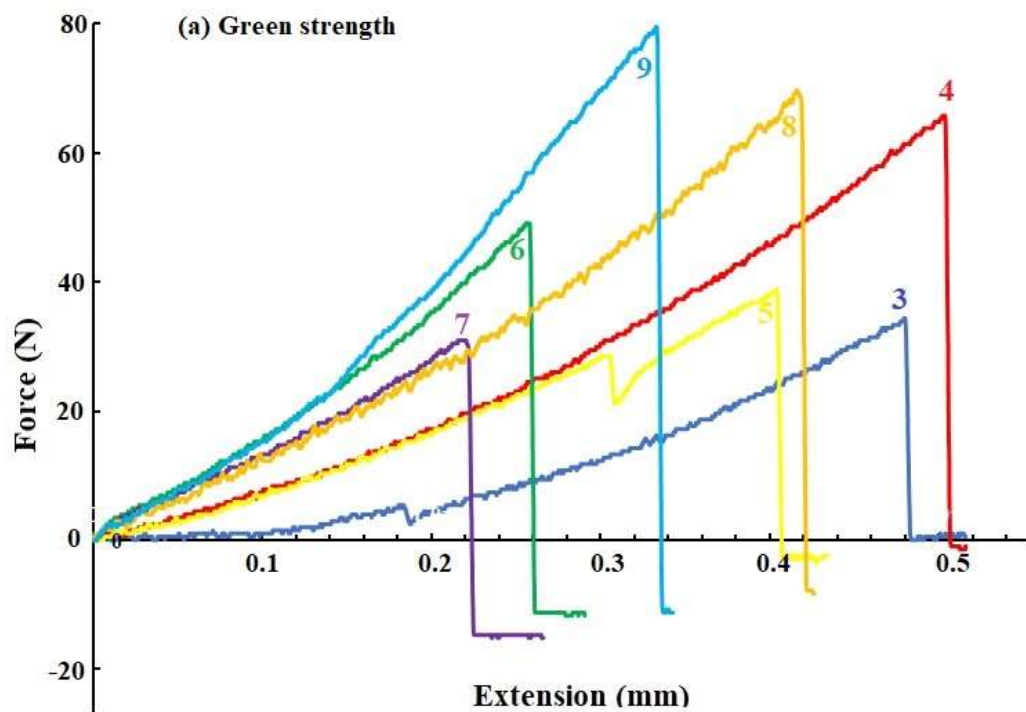
نرخ تراکم بیشتر در دمای ۱۱۹۰ درجه سانتیگراد رخ می دهد، این رفتار مربوط به تشکیل یک فاز شیشه ای است. همانند فرایند تف جوشی واکنشی، چگالش قبل از تشکیل فاز کوردیریت اتفاق می افتد. تبلور مجدد فاز شیشه ای به فاز کوردیریت، فرایند تف جوشی فاز مایع را مهار می کند به طوری که دیگر چگالی از آن نقطه صورت نمی گیرد. پژوهشگران مشاهده کردند که در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد اجزای اصلی مخلوط، سیلیس (کوارتز و کریستوبالیت)، سفایر، اسپینل و مقداری مولایت است. هنگامی که دما به ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد افزایش

یابد، فاز کوردیریت به عنوان فاز اصلی در الگوی XRD ظاهر می شود، ولی یک پیک بسیار کوچک مربوط به

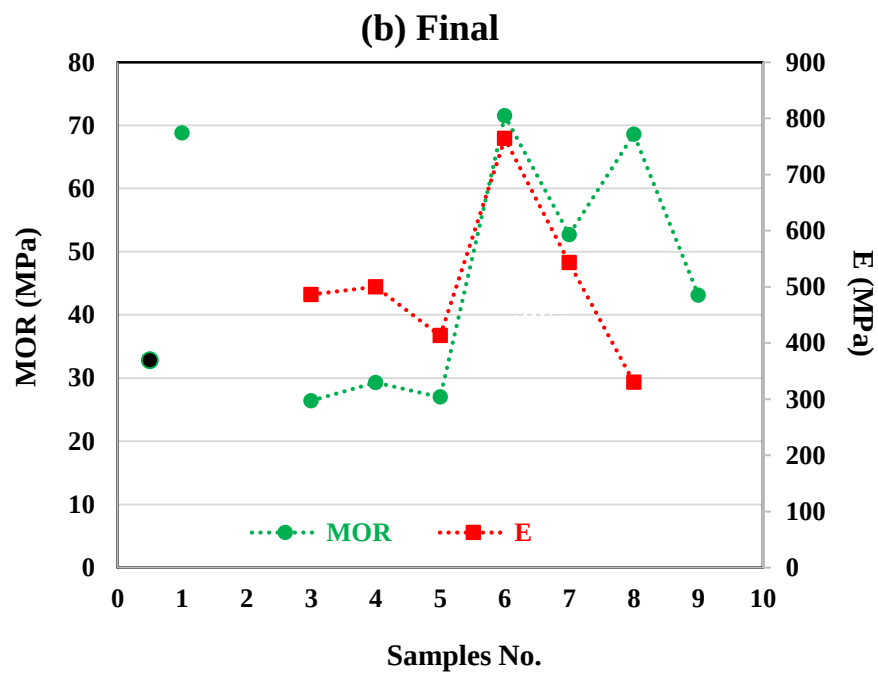
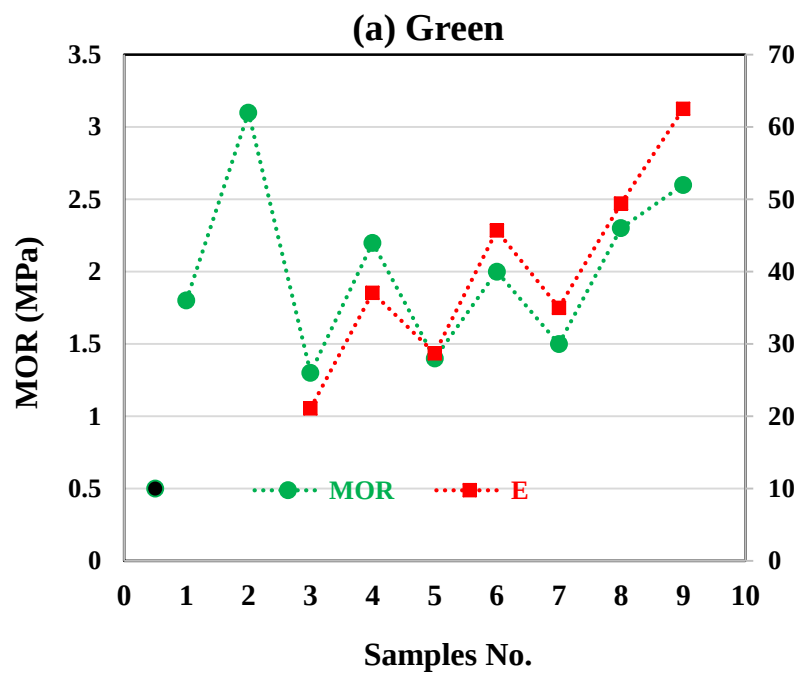
کوارتز هنوز وجود دارد. با افزایش بیشتر دما، کوردیریت فاز اصلی و بدون پیک کوارتزاست [۱].

جدول ۳-۱۰- انقباض پخت و چگالی خمیرهای پخت شده

خمیر	انقباض پخت (درصد)	چگالی (g/cm^3)
فرمولاسیون ۱	۱۵	۲/۳
فرمولاسیون ۲	ذوب شده	ذوب شده
فرمولاسیون ۳	۶	۲/۳
فرمولاسیون ۴	۱۰	۱/۹
فرمولاسیون ۵	۵	۲/۰
فرمولاسیون ۶	۱۳	۲/۳
فرمولاسیون ۷	۵	۲/۱
فرمولاسیون ۸	۷	۲
فرمولاسیون ۹	۸	۱/۹
نمونه مرجع	۱۰	۱/۸



شکل ۳-۲۱- منحنی نیرو بر حسب جابجایی خمیرهای تهیه شده (a) استحکام خام و (b) استحکام پخت



شکل ۳-۲۲- میانگین مدول الاستیک و استحکام خمشی خمیرهای تهیه شده (a) خام، (b) پخت

در شکل ۳-۲۱، نمودار نیرو بر حسب جابجایی نمونه های خام و پس از پخت نشان داده شده است و نشان می دهد که نمونه های ۳ و ۴ بیشترین، و نمونه های ۶ و ۷ کمترین خاصیت الاستیک (کشسانی) را نشان می دهند. تغییرات میانگین مدول الاستیک و استحکام خمشی خام و پس از پخت خمیرها نیز در شکل ۳-۲۲ نشان داده شده است.

دیده می شود که مقدار انقباض پس از پخت نمونه ها از نمونه ی مرجع متفاوت است که به نوع مواد اولیه و درصد رطوبت مربوط می شود؛ از سویی استحکام خام و استحکام پس از پخت نمونه های تهیه شده از نمونه ی مرجع به صورت قابل توجهی بیشتر است. استحکام نمونه های تهیه شده به دلیل عدم پخت کافی و تخلخل بالای برخی از آنها قابل مقایسه نیست؛ در صورتی می توان این فرمولاسیون ها را مقایسه کرد که تمامی آنها به یک مقدار کافی سینتر شده باشند و تخلخل آنها در یک محدوده باشد.

جدول ۳-۱۱- استحکام خام و پخت نمونه ها

خمیر	استحکام خام (MPa)	استحکام پخت (MPa)
فرمولاسیون ۱	۱/۸	۶۸/۸
فرمولاسیون ۲	۳/۱	ذوب شده
فرمولاسیون ۳	۱/۳	۲۶/۴
فرمولاسیون ۴	۲/۲	۲۹/۳
فرمولاسیون ۵	۳/۴	۲۷
فرمولاسیون ۶	۲/۰	۷۱/۵
فرمولاسیون ۷	۱/۹	۵۲/۷

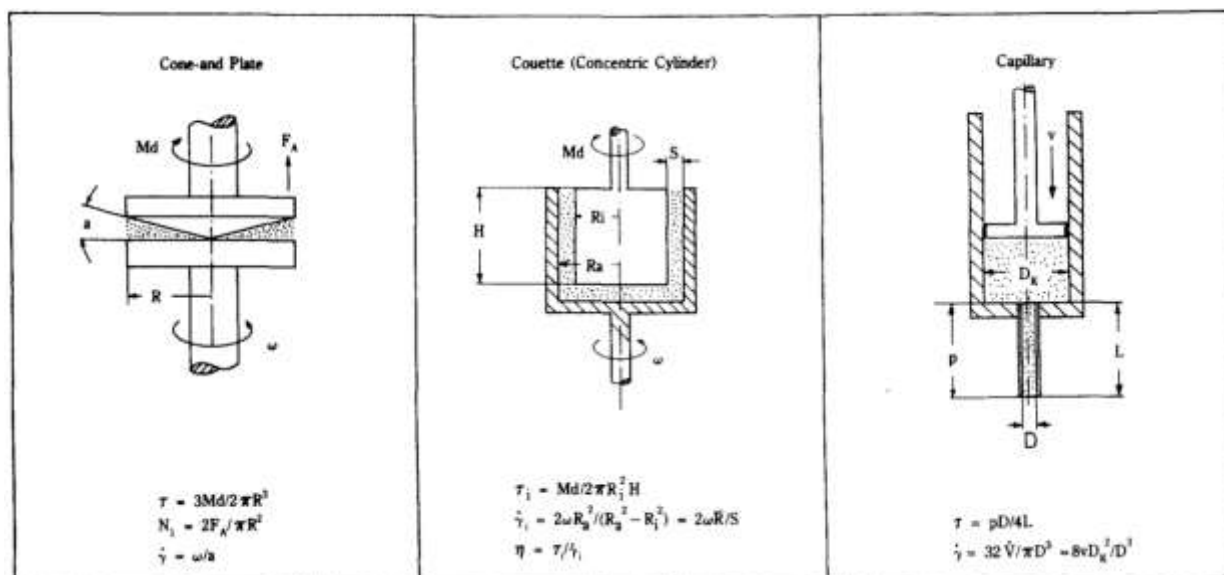
فرمولاسیون ۸	۲/۳	۶۸
فرمولاسیون ۹	۲/۶	۴۳/۱
نمونه مرجع	۰/۵	۳۲/۸

در سال ۲۰۲۲ با استفاده از تالک، سیلیکا و آلومینا، خمیرهایی برای تهیه‌ی بدنه‌های کوردیریتی به روش اکستروژن تهیه شد. انقباض خطی نمونه‌های این مقاله در حدود ۱۶-۱۸ درصد، و بیشترین استحکام پس از پخت (در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد) کمتر از ۴۰ مگاپاسکال بود. در این مقاله ذکر شده است که بیشترین استحکام پس از پخت در سایر مقالات، در حدود ۵۰ مگاپاسکال می‌باشد. فازهای نهایی سیستم آنها پس از پخت در دمای ۱۳۵۰ درجه، کوردیریت به همراه اسپینل بوده و با افزایش دمای سینتر به دمای ۱۴۰۰ درجه، توانستند به کوردیریت تنها دست یابند [۱۶].

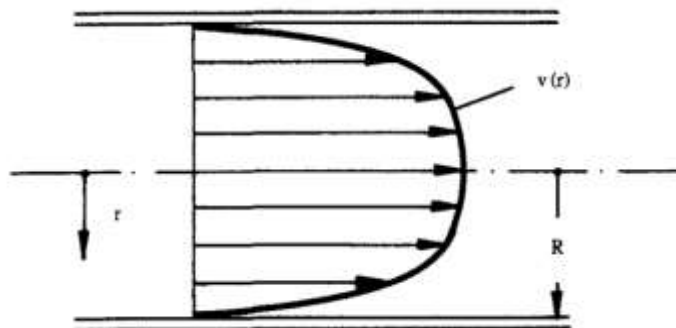
آزمون رئومتری کاپیلاری:

تعاریف متعددی فرموله شده است که خواص مواد مختلف را خلاصه می‌کند، که تعیین برخی از آنها دشوار است، به عنوان مثال، نقطه تسلیم، تغییر شکل دائمی و انسجام مواد در طول و پس از تغییر شکل. تعریف کلاسیک، که توسط Haase ارائه شده است، به شرح زیر است: "پلاستیسیته توانایی یک ماده جامد برای واکنش به نیروهای وارده از بیرون با تغییرات دائمی در شکل بدون از دست دادن انسجام ذرات تشکیل دهنده آن ماده است" [۱۲]. در نگاه ابتدایی به نظر می‌رسد اکستروژن یک فرایند جریانی رایج باشد؛ پس می‌توان از روش‌های رئومتری برای توسعه و ارزیابی خمیرهای آن استفاده کرد. دستگاه‌های معمول برای ارزیابی رفتار جریان یابی سیالات، در شکل ۳-۲۳ نشان داده شده است. به دلیل مشابهت دستگاه اکستروژن با رئومتر کاپیلاری، برای مشخصه‌یابی قابلیت شکل‌دهی خمیر، می‌توان از این روش نیز استفاده کرد. در اینجا با توجه به اینکه خواص خمیر ۹ به نمونه نهایی

نزدیک تر است این آزمون بر نمونه مرجع و نمونه ۹ انجام می شود. توزیع سرعت در یک کاپیلاری در حال اندازه گیری، مشابه شکل ۳-۲۴ است؛ که در دیواره های کاپیلاری، سیال به دیواره می چسبد و سرعت آن صفر است. بنابراین تمام پارامترهای محاسبه شده در رفتار جریان یابی، به دیواره کاپیلاری مرتبط است. حتی با یک دستگاه مشخص، ممکن است پارامترهای به دست آمده، در کاپیلاری های مختلف، متفاوت باشد، بنابراین، پیش بینی رفتار سیالات بسیار سخت است [۶].

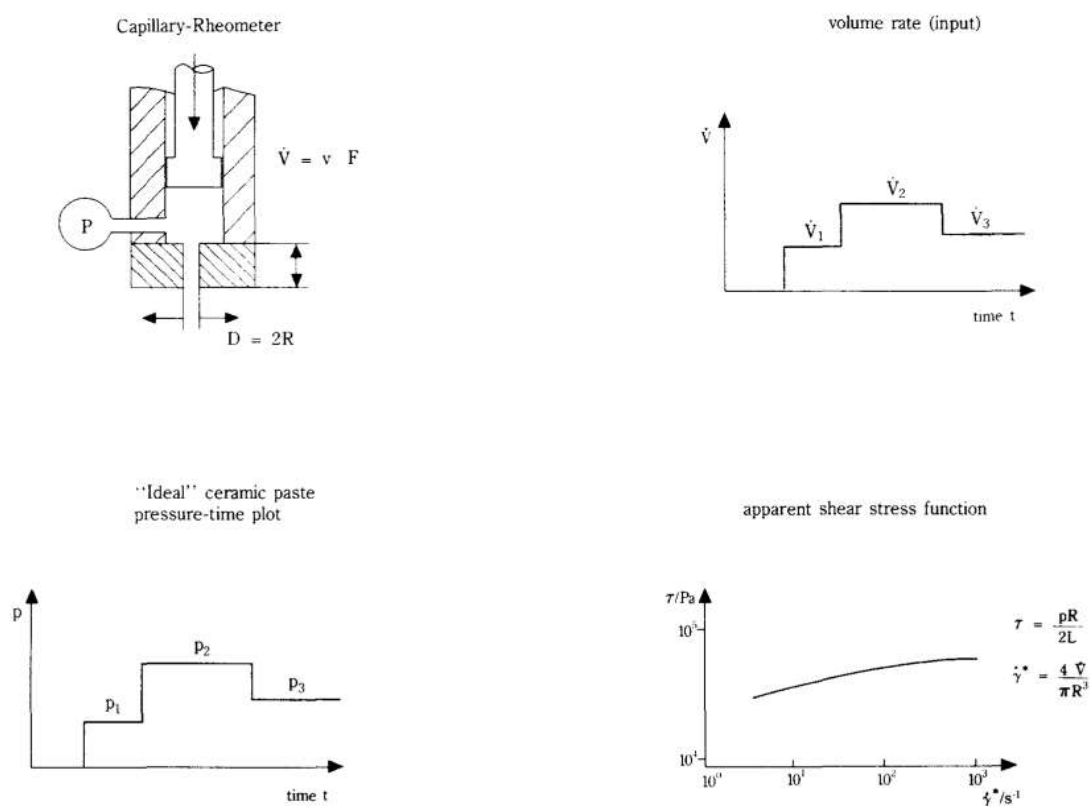


شکل ۳-۲۳- دستگاه های رئومتری اصولی [۶]



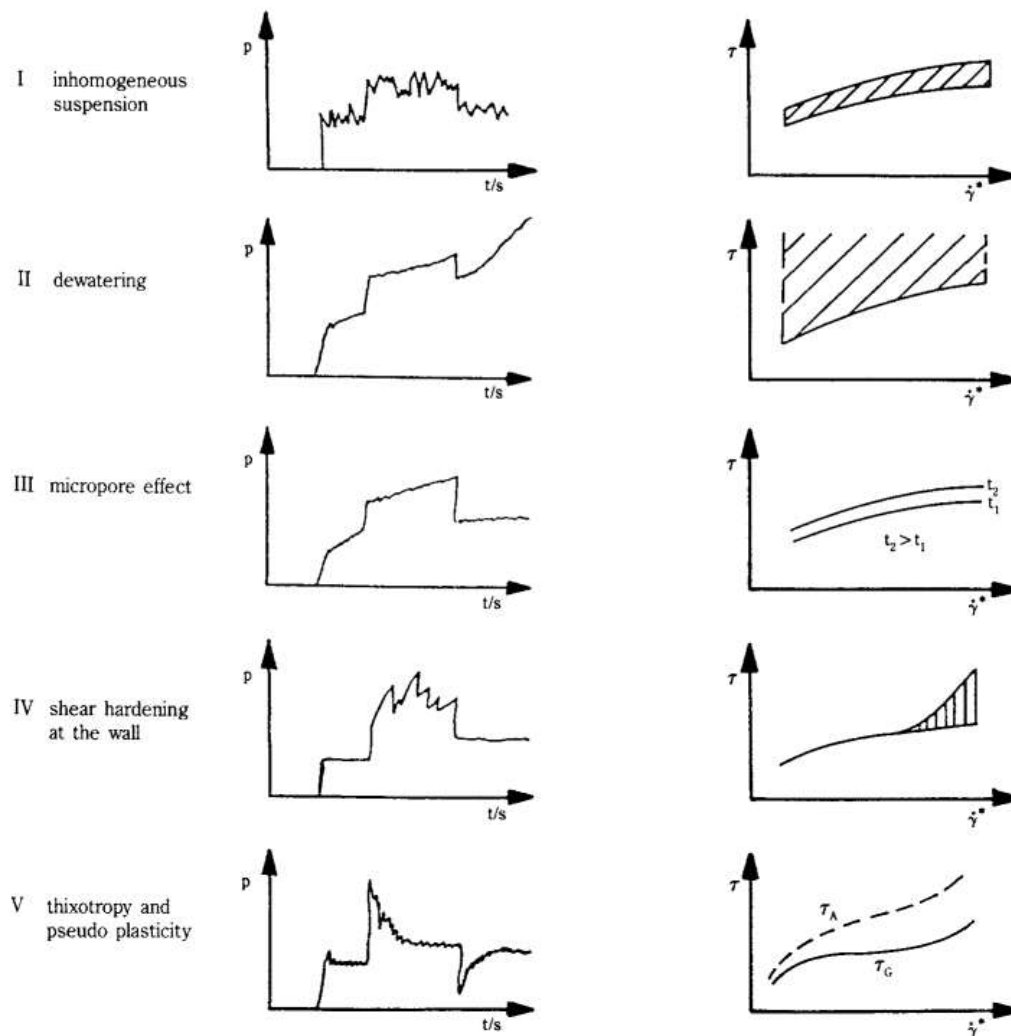
شکل ۳-۲۴- توزیع سرعت (v) در یک کاپیلاری برای سیالات غیرنیوتنی با چسبندگی به دیواره [۶]

اندازه گیری و ارزیابی رفتار رئومتری برای بهینه سازی قابلیت شکل دهی خمیر ها انجام می شود (شکل ۳-۲۵). پیستون یک رئومتر کاپیلاری را می توان با سرعت های ثابت مختلف حرکت داد، V_{st} . این حرکت، نرخ های جریانی ویومتریکی ثابتی (V_i) را از خمیر در کاپیلاری بر حسب زمان ایجاد می کند. V_i افت فشاری را ایجاد می کند (p_i)، که بر حسب زمان ثبت می شود. مقدار تنش برشی بر اساس مقادیر V_i و p_i محاسبه می شود. برای خمیر ایده آل، تابع تنش برشی واحد به دست می آید ولی در خمیری که قابلیت شکل دهی بدی داشته باشد، تابع تنش برشی قابل تعیین نیست و پارامترهای اندازه گیری شده ی رئومتری مختلف است. توابع تنش برشی معمول در شکل ۳-۲۶ آورده شده است.



شکل ۳-۲۵- شماتیک یک رئومتر کاپیلاری با دیاگرام های معمول [۶]

Real ceramic pastes

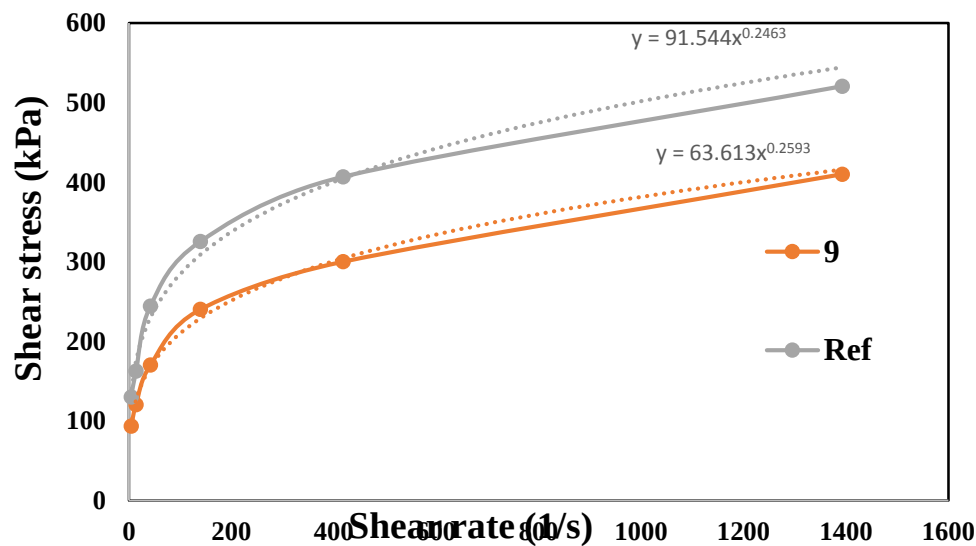


شکل ۳-۲۶- منحنی های فشار-زمان مشخص برای خمیرهای سرامیکی و توابع آنها [۶]

اگر قرار است مناسب بودن روش‌های رئومتریک برای بررسی عملکرد اکستروژن بررسی شود، لازم است این ترکیبات از طریق قالب‌هایی که در عمل واقعی استفاده می‌شود، اکستروژن شوند. بهترین نتایج اکستروژن در ترکیباتی دیده می‌شود که تغییر شکل برشی کم یا بدون آن در کاپیلاری باشند؛ موردی که به طور دقیق، خارج از اهداف عادی تعیین‌های رئولوژیکی است. با این حال، این ویژگی به طور موثر توسط آزمایش رئولوژیکی تعیین می‌شود ولی کافی نیست [۶]. گرچه در میان خمیرهای تهیه شده، خمیرها ۹ رفتار مناسب تر و مشابه تری به

نمونه مرجع داشت ولی پیشنهاد می شود برای تعیین قطعی فرمولاسیون مناسب از دستگاه اکسترودر و یا کاپیلاری مشابه آن استفاده کرد. همچنین مطالعات اخیر نشان داده است که بزرگی نسبی تانژانت اتلاف ($\tan\delta = G''/G'$) می تواند اندازه گیری نسبی از چسبندگی ظاهری یک ماده را ارائه دهد. اگر $\tan\delta$ یک محدوده متوسط در ۰ و ۱ باشد (یعنی در حدود ۰/۵)، یعنی با خواص چسبندگی مشاهده شده مرتبط است [۲]. پس بررسی این پارامتر نیز منطقی می باشد.

آزمون رئومتری لوله موئین برای خمیر مرجع و نمونه ۹ توسط روش Capillary Rheometer انجام شد. شکل ۳-۲۷ نتایج تنش برشی بر حسب سرعت برشی را نشان می دهد که نشان از رفتار یکسان نمونه ۹ و نمونه مرجع دارد.



شکل ۳-۲۷- منحنی تنش برشی بر حسب سرعت برشی نمونه ها

ویسکوزیته یا گرانشی از اصطکاک درونی خمیر ناشی می شود و براساس سرعت جریان یک خمیر در داخل یک لوله با فشار معین اندازه گیری می شود. هدف از اندازه گیری ویسکوزیته بیان نحوه ارتباط بین تنش برشی و سرعت برشی می باشد. زمانی که نمودار تغییرات تنش برشی یک دوغاب بر حسب سرعت برشی به صورت یک خط راست

باشد گفته می‌شود این دوغاب رفتار نیوتنی دارد و در این حالت شیب نمودار، ویسکوزیته می‌باشد. دیده می‌شود که در خمیرهای مورد بررسی، شیب خط به صورت خط راست و نزولی برای تمامی خمیرها است؛ بنابراین، خمیرها از رفتار ایده آل، انحراف دارند و رفتار آنها نیوتنی نیست؛ بلکه مطابق با رفتار پلاستیک بینگهام هستند. در خمیرهای با رفتار پلاستیک بینگهام، دیده می‌شود که این سیالات در برابر تنش اعمالی مقاوم هستند و هنگامی سیال جریان پیدا می‌کند که تنش به حد معین برسد. به این حد معین تنش تسلیم می‌گویند که هرچه کمتر باشد بهتر است و نشان می‌دهد خمیر زودتر و با اعمال نیروی کمتری جریان می‌باید. گرانیروی این سیالات ثابت بوده و منحنی آن نیز به صورت خطی صاف می‌باشد. منحنی مربوط به رفتار این سیالات محور تنش را در نقطه تسلیم قطع می‌کند. مقدار تنش تسلیم خمیر ۹ با توجه به شکل ۳-۲۷ (۱۰۵ پاسکال) با خمیر مرجع (۱۲۷ پاسکال) مطابقت خوبی دارد؛ همین امر در مورد ضریب k نیز صادق است و کمتر بودن آن نشان دهنده کمتر بودن شیب تنش برشی است. گرانیروی اولیه نیز نشان دهنده میزان سیالیت خمیر قبل از اعمال تنش برشی است. این عدد می‌تواند نشان دهنده میزان جاری شدن خمیر در ابتدای انجام آزمون باشد. در کل دیده می‌شود که رفتار سیالیت خمیر ۹ به مرجع نزدیک می‌باشد. و رفتار آن مشابه رفتار نمونه مرجع شبه پلاستیک است. معادله خط سیال بینگهام به صورت زیر است:

$$\tau = \tau_0 + k \gamma$$

که در این رابطه، γ سرعت برشی، τ تنش برشی، τ_0 تنش تسلیم و k ضریب است.

جدول ۳-۱۲- گرانیروی اولیه و تنش تسلیم خمیر ۹ و مرجع

کد نمونه	گرانیروی اولیه	تنش تسلیم (KPa)
خمیر ۹	۶۷۵۰۰	۱۰۵
خمیر مرجع	۷۸۰۰۰	۱۲۷

۳-۸- تأثیر پیر سازی بر خواص گل کوردیریت

انبار کردن گل سرامیکی در یک محیط گرم و مرطوب باعث یکنواختی رطوبت بیشتر گل و بهبود کارپذیری آن می‌شود. در صنعت سرامیک به این عمل "خواباندن" یا "aging" گفته می‌شود. بهبود رئولوژی یا به طور دقیق‌تر پلاستیسیته باعث کارپذیری بهتر گل در فرآیندهای شکل‌دهی گل مثل پرس، کشیدن و یا اکستروود کردن می‌شود. دلایل دقیق علمی این پدیده هنوز هم به صورت کامل شناخته نشده است ولی محققان بر این باورند که واکنش‌های بیولوژیکی بیش‌ترین تأثیر را در سازوکار بهبود ویژگی‌های رئولوژیکی بر عهده دارند. برخی دانشمندان نیز فاکتورهای شیمیایی مثل تغییر در بار الکتریکی رس‌ها و اکسید شدن مواد آلی را دلیل این امر دانسته‌اند. یک دلیل دیگر نیز می‌تواند به ساختار ورقه‌ای رس‌ها مربوط شود که با گذشت زمان آب به صورت کامل و یکنواخت به داخل رس‌ها نفوذ می‌کند. درباره زمان مناسب برای خواباندن گل اتفاق نظر وجود ندارد. برخی ابداع معتقد به این عمل نیستند، افرادی دو روز را مناسب می‌دانند، برخی دو هفته یا حتی شش ماه را پیشنهاد می‌کنند. گفته می‌شود فرایند ایجینگ تابعی از دمای محیط و فشار بخار رطوبت آن است و با افزایش این دو پارامتر، فرایند تسریع می‌گردد. مثلاً، یک گل بدنه استون ور که بطور معمول در دما 15°C برای عمل آمدن به چهار هفته زمان نیاز دارد با افزایش دما به اندازه ۱۰ تا ۲۵ درجه سانتیگراد، به زمانی برابر با دو هفته برای ایجینگ نیازمند خواهد بود.

جدول ۳-۱۳- خواص رئولوژی، استحکام خام و استحکام پخت نمونه‌های تهیه شده

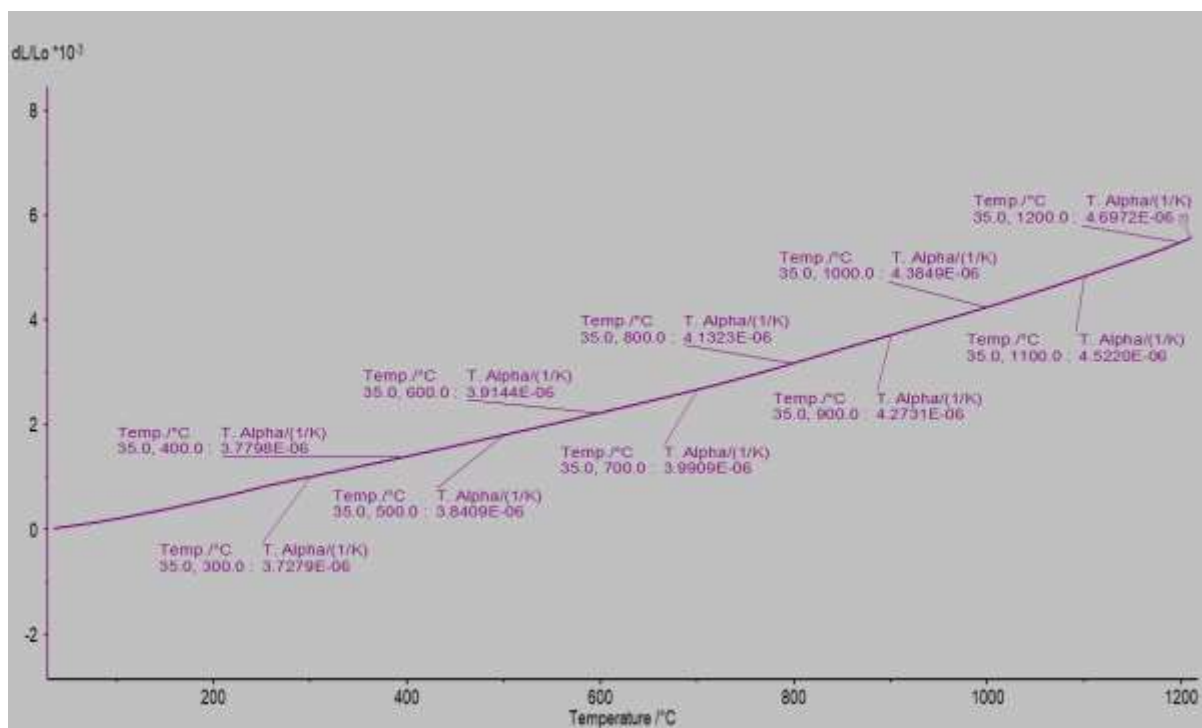
زمان انجام آزمون	عدد ففرکورن میلی متر	گرانروی اولیه	تنش تسلیم (KPa)	استحکام خام (MPa)	استحکام پخت (MPa)
بلافاصله بعد از تهیه‌ی گل	۱۲	۶۷۵۰۰	۱۰۵	۲/۶	۴۳/۱
بعد از ۱ ماه	۱۰	۵۵۰۰۰	۵۸	۵/۴	۵۲/۲
بعد از ۲ ماه	۱۱	۱۲۲۰۰۰	۱۹۴	۵	۵۳/۷
بعد از ۳ ماه	۱۳	۱۴۸۰۰۰	۲۴۵	۴/۸	۵۲/۵
بعد از ۴ ماه	۱۷	۱۶۰۰۰۰	۲۷۸	۴	۵۱

آزمون استحکام خمشی سه نقطه‌ای برای نمونه ی بهینه بلافاصله بعد از تهیه ی گل، بعد از ۱ ماه و بعد از ۲، ۳ و ۴ ماه نگهداری اندازه گیری و محاسبه شد. نتایج حاصله در جدول ۳-۱۳ آورده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود بعد از گذشت یک ماه استحکام خام نمونه‌ها افزایش داشته است. همچنین تغییری در استحکام خام نمونه‌ها بعد از گذشت سه ماه نسبت به ماه اول مشاهده نشد. می‌توان نتیجه گرفت که اثر خواباندن گل در لحظات ابتدایی بسیار بیش‌تر از خواباندن آن در ماه‌های بعدی است، یعنی تغییرات خواص در لحظات اولیه زیاد و در لحظات بعدی کم‌تر است، به همین دلیل به نظر می‌رسد که بهینه زمان نگهداری گل یک ماه است. به طوریکه با گذشت زمان بیش‌تر از یک ماه گل رطوبت خود را از دست داده و بالتبع آن ویسکوزیته و تنش تسلیم گل نیز با افزایش محسوسی همراه است.

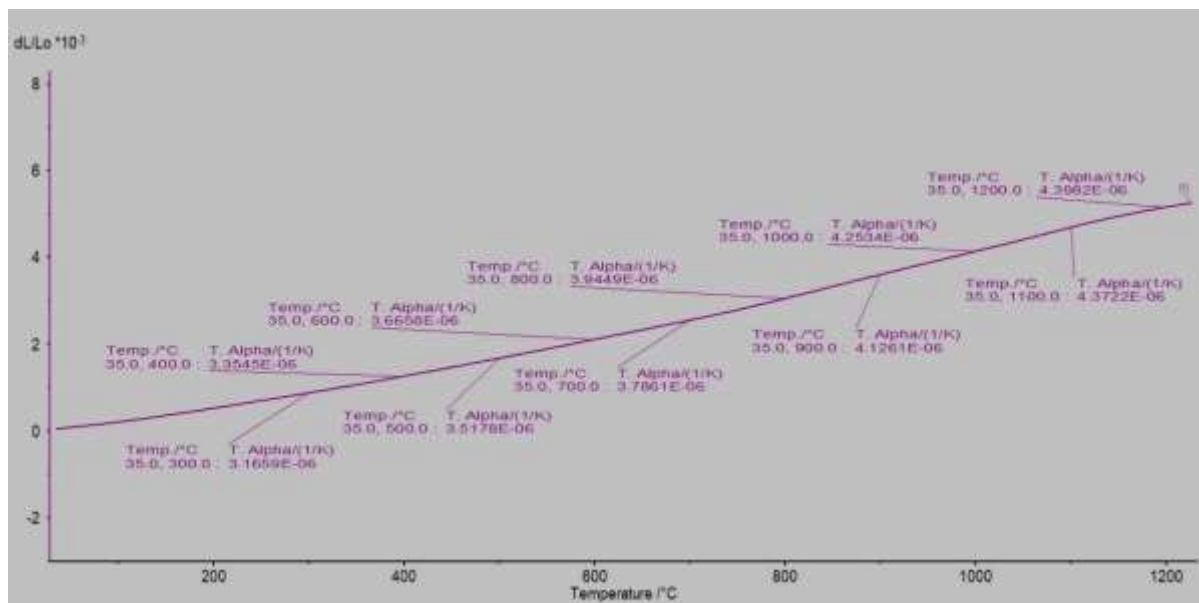
در مورد رئولوژی نیز با گذشت یک ماه گرانروی و تنش تسلیم و عدد ففركورن بعد از گذشت یک ماه کاهش یافت. از آنجا که پخش مناسب رطوبت در رس به دلیل ساختار ورقه ای آن، بعد از گذشت یک ماه باعث بهبود خواص رئولوژی شده ولی با گذشت زمانهای بیش‌تر با توجه به خروج آهسته آب از سیستم خمیر، گرانروی و تنش تسلیم بیش‌تر می‌شود. تأثیر ایجینگ بر استحکام هم پس از یک ماه مشاهده شد و پس از آن تغییر زیادی مشاهده نشد. از طرفی هزینه نگهداری گل در مدت زمان زیاد، بالا می‌باشد بنابراین بهینه زمان نگهداری گل ۱ ماه در نظر گرفته شد.

۳-۹- بررسی خواص حرارتی

ضریب انبساط حرارتی با دستگاه دیلاتومتری مدل Dil101HT ساخت شرکت دما پژوه آروین برای نمونه مرجع و نمونه نهایی ۹ از دمای ۳۵ درجه سانتی گراد تا دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد اندازه گیری شد نتایج مطابق شکل ۳-۲۸ و ۳-۲۹ حاصل شد .



شکل ۳-۲۸- منحنی دیلاتومتری نمونه مرجع



شکل ۳-۲۹- منحنی دیلاتومتری نمونه ۹

ضریب نفوذ حرارتی توسط دستگاه اندازه گیری ضریب نفوذ حرارتی مدل ZFA500 ساخت شرکت LINSEIS آلمان انجام شد.

جدول ۳-۱۳- نتایج بررسی خواص حرارتی نمونه انتخاب شده و نمونه مرجع

کد نمونه	ضریب انبساط حرارتی $10^{-6} \times (1/^\circ\text{C})$ در 1200°C	ضریب نفوذ حرارتی Cm^2/S
مرجع	4.69	0.0240
۹	4.39	0.0285

- ساخت لوله کوردیریت

در نهایت از نمونه شماره ۹ گل تهیه شد و در اکسترودر خلاء نیمه صنعتی لوله اکسترودر بدون هر گونه ترکی ساخته شد.



شکل ۳-۳۰- اکسترودر نمونه لوله ای شکل با استفاده از گل شماره

نتیجه گیری:

✓ حضور هیدروکسید آلومینیوم در فرمول موجب کاهش گرانی و مدول ذخیره و اتلاف خمیر شده است (مقایسه نمونه‌های زوج با فرد). همچنین حضور هیدروکسید آلومینیوم در فرمول موجب افزایش انقباض پخت خمیر شده است (مقایسه نمونه‌ی ۶ با ۳ که درصد رطوبت یکسان و ففرکون مشابه دارند؛ نمونه‌ی ۶ شاموت و هیدروکسید دارد و چون شاموت موجب افزایش انقباض نمی‌شود پس حضور هیدروکسید دلیل افزایش انقباض پخت است). از سویی نمودار استحکام خام نشان می‌دهد که حضور هیدروکسید موجب افزایش استحکام خام و پخت نمونه‌ها نیز می‌شود. بنابراین اگر انقباض پخت مشکل تولید این قطعات است نباید از هیدروکسید آلومینیوم استفاده کرد یا مقدار آن را کمتر کرد.

✓ حضور مقدار بیشتر تالک و مقدار کمتر رس در فرمول موجب افزایش گرانی و مدول‌های خمیر و کاهش کارپذیری خمیر شده است (مقایسه نمونه‌های "۱ و "۲ با "۳ و "۴). مقایسه نمونه‌ی ۱ و ۴ نشان می‌دهد که نمونه‌ی ۴ علاوه بر رس بیشتر، هیدروکسید هم دارد. ولی با مقدار بیشتر رس، چگالی نمونه کمتر خواهد شد. مقدار بیشتر تالک و کاهش رس موجب افزایش بیشتر استحکام می‌شود. بنابراین اگر استحکام پس از پخت مهم است نباید از مقدار زیاد رس استفاده کرد.

حضور شاموت موجب کاهش گرانی و مدول‌ها در خمیر شده است (مقایسه نمونه‌های ۵ تا ۷ با نمونه‌های ۳، ۴ و ۱). همچنین حضور شاموت موجب کاهش عدد ففرکون در خمیر و کاهش مقدار انقباض پخت ولی تخلخل بیشتر پس از پخت شده است (مقایسه نمونه‌ی ۷ با ۱). این دو نمونه چگالی بیشتر از نمونه مرجع دارند، پس باید در خصوص پلاستیسیته و کارپذیری نمونه‌های ۱ و ۷ بیشتر تلاش شود تا به نمونه‌ی مرجع نزدیک شوند. از سویی حضور ۱۰ درصد شاموت موجب افزایش استحکام می‌شود. بنابراین می‌توان از شاموت برای کاهش گرانی، بهبود کارپذیری خمیر، افزایش چگالی و افزایش استحکام محصول استفاده کرد و دمای سینتر را نیز کاهش داد. با افزایش میزان بالکلی در خمیرهای ۸ و ۹ کارپذیری بهبود می‌یابد.

- [1]. Neto, J.B.R. and R. Moreno, Rheological behaviour of kaolin/talc/alumina suspensions for manufacturing cordierite foams. *Applied Clay Science*, 2007. **37**(1-2): p. 157-166.
- [2]. Phair, J.W. and A. F.-J. Determination and Assessment of the Rheological Properties of Pastes for Screen Printing Ceramics. 2009.
- [3]. Yanu, C.A., J.M. Sieliechi, and M.B. Ngassoum, Optimization of ceramic paste viscosity use for the elaboration of tubular membrane support by extrusion and its application. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 2020. **8**(03): p. 1.
- [4]. Hammas, A., et al., Kaolinite-magnesite based ceramics. Part I: Surface charge and rheological properties optimization of the suspensions for the processing of cordierite-mullite tapes. *Minerals*, 2019. **9**(12): p. 757.
- [5]. Rúa, M.O.B. and P. Bustamante-Baena, Modeling the mechanical behavior of a kaolin ceramic paste owing to the variation in the particle size. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 2020. **59**(3): p. 105-112.
- [6]. Gleißle, W., J. Graczyk, and H. Buggisch, Rheological Investigation of Suspensions and Ceramic Pastes: Characterization of Extrusion Properties. *KONA Powder and Particle Journal*, 1993. **11**: p. 125-137.
- [7]. Neto, J.B.R. and R. Moreno, Effect of mechanical activation on the rheology and casting performance of kaolin/talc/alumina suspensions for manufacturing dense cordierite bodies. *Applied Clay Science*, 2008. **38**(3-4): p. 209-218.
- [8]. Silva, Contribution to Laboratorial Determination of Rheological Properties of Paste Backfill, Zinkgruvan and Neves-Corvo Case Studies. 201.
- [9]. Das, R.N., C. Madhusoodana, and K. Okada, Rheological studies on cordierite honeycomb extrusion. *Journal of the European Ceramic Society*, 2002. **22**(16): p. 2893-2900.
- [10]. Walton, R.L., et al., Dispersion and rheology for direct writing lead- based piezoelectric ceramic pastes with anisotropic template particles. *Journal of the American Ceramic Society*, 2020. **103**(11): p. 6157-6168.
- [11]. Belkham, N., A. Mehamha, and D. Benachour, Rheological behavior of alumina ceramic pastes. *Applied Rheology*, 2009. **19**(6): p. 64969-1-64969-5.

- [12]. Gleissle, W. and J. Graczyk, Rheology and extrudability of ceramic compounds, in *Extrusion in Ceramics*. 2007, Springer. p. 161-171.
- [13]. Fournier, S., et al., Spreading ceramic stereolithography pastes: Insights from shear-and orthogonal-rheology. *Journal of Rheology*, 2024. **68**(1): p. 83-97.
- [14]. Özkan, N., et al., Rheological analysis of ceramic pastes. *Journal of the European Ceramic Society*, 1999. **19**(16): p. 2883-2891.
- [15]. Sun, Y., et al., Preparation of porous cordierite ceramic by gel-casting method. *Advances in Applied Ceramics*, 2017. **116**(7): p. 362-367.
- [16]. Li, S., et al., Phase evolution and properties of porous cordierite ceramics prepared by cordierite precursor pastes based on supportless stereolithography. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022. **922**: p. 166295.

پیوست: ارائه نتایج از آزمایشگاههای مرجع

شماره: ۲۰/۶۴۶۱

تاریخ: ۲۰۱۳/۰۳/۰۴

پیوست:



وزارت علوم، تحقیقات و فناوری



پژوهشگاه مواد و انرژی

جناب آقای دکتر میرحسینی
ریاست محترم پژوهشگاه مواد نوین سرامیکی
با سلام و احترام

گزارش آنالیزهایی که بر روی دو نمونه مرجع (M) و نمونه بهینه شده ارسالی از آن پژوهشگاه انجام شده است به شرح زیر، حضورتان ارسال می گردد.

خواص	نمونه مرجع (M)	نمونه بهینه شده
استحکام فشاری خام (MPa)	۱/۵	۲/۶
استحکام فشاری پخت (MPa)	۳۲/۸	۲۳/۱
چگالی (g/cm ³)	۱/۸	۱/۹
ضریب انبساط حرارتی (1/°C) × 10 ⁻⁶ در ۱۲۰۰°C	۲/۶۹	۲/۳۹
تنش تسلیم (KPa)	۱۲۷	۱۰۵
گرانروی اولیه (Pa.s)	۷۸۰۰۰	۶۷۵۰۰
عدد ففرکون (mm)	۱۰	۱۲
انقباض پخت (برسد)	۸	۱۰

با آرزوی توفیق الهی

ابوالفضل پور جیبیان

مدیر آزمایشگاه مرکزی پژوهشگاه مواد و انرژی



تهران - صندوق پستی: ۳۷۷ - ۱۳۱۵۵

کرج - صندوق پستی: ۳۱۶ / ۳۱۷۸۷

تلفن: ۷ - ۸۸۷۷۱۲۴ (۰۲۱)

تلفن: ۹ - ۳۲۸۰۰۴۰ (۰۲۶)

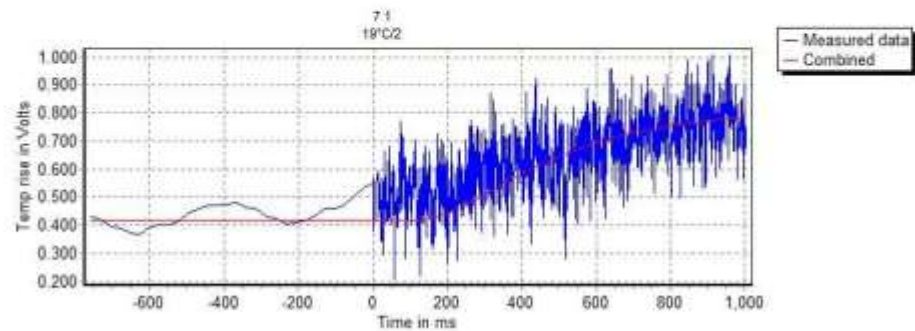
پورتکل: ۸۸۷۷۳۵۲ (۰۲۱)

پورتکل: ۳۶۲۰۱۸۸۸ (۰۲۶)

www.merc.ac.ir info@merc.ac.ir

Project	1403-10176 1 1	Temp.[°C]	19
Material	Ref	MeasNo.	2
Sample	1	Length [cm]	0.292
Atmosphere	Vacuum		
1403-101761_1_2.If			

Th.Diffusivity [cm²/s] 0.0239



Details

Duration [s]	1.002
Maximum [V]	0.79
Minimum [V]	0.42
Halfm. time[ms]	378.867
Min.Type	Baseline slope
Remark	

Pulse

Length [ms]	2.000
Type	Tn
Max.Pos [%]	15.00
Trapez1 [ms]	0.100
Trapez2 [ms]	1.900

Conditions / Operator

Operator	shahmir
Filter	0
Amplifier	100
Iris	1

Adiabatic models [cm²/s]

Average	0.0852
40%	0.0373
50%	0.0312
60%	0.0275

Finite Pulse Models [cm²/s]

Dusza	0.0313
Azumi	0.0313
Clark	0.0313

Combined Modell [cm²/s]

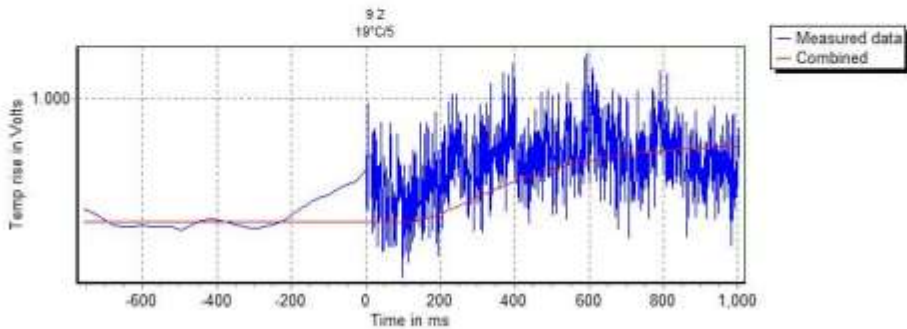
Dusza	0.0239
-------	--------

Heat Loss Models [cm²/s]

Dusza	0.0239
Cowan	0.0312
Degiovanni	0
Degiovanni	0.0281
Taylor	0
Cowan-10	0.0312

Project	1403-10176 1 1	Temp.[°C]	19
Material	9	MeasNo.	5
Sample	2	Length [cm]	0.29
Atmosphere	Vacuum		
1403-101761_2_5.lf			

Th.Diffusivity [cm2/s] 0.0271



Details

Duration [s]	1.002
Maximum [V]	0.74
Minimum [V]	0.34
Halfm. time[ms]	430.371
Min.Type	Baseline slope
Remark	

Pulse

Length [ms]	2.000
Type	Tn
Max.Pos [%]	15.00
Trapez1 [ms]	0.100
Trapez2 [ms]	1.900

Conditions / Operator

Operator	shahmir
Filter	0
Amplifier	200
Iris	1

Adiabatic models [cm2/s]

Average	0.0286
40%	0.0233
50%	0.0271
60%	0.0319

Finite Pulse Models [cm2/s]

Dusza	0.0272
Azumi	0.0272
Clark	0.0272

Combined Model [cm2/s]

Dusza	0.0271
-------	--------

Heat Loss Models [cm2/s]

Dusza	5.436
Cowan	0.0271
Degiovanni	5.436
Degiovanni	0
Taylor	0
Cowan-10	0.0271