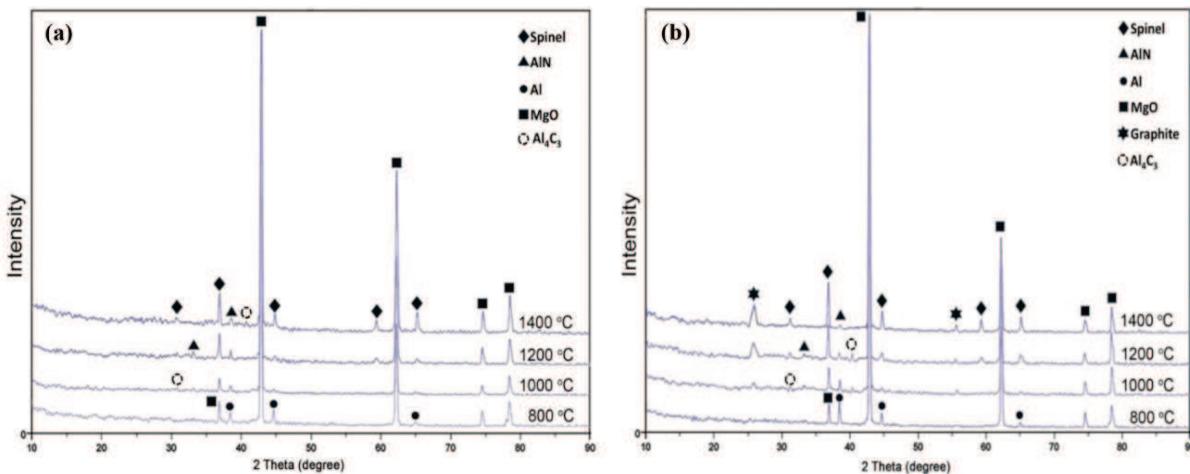
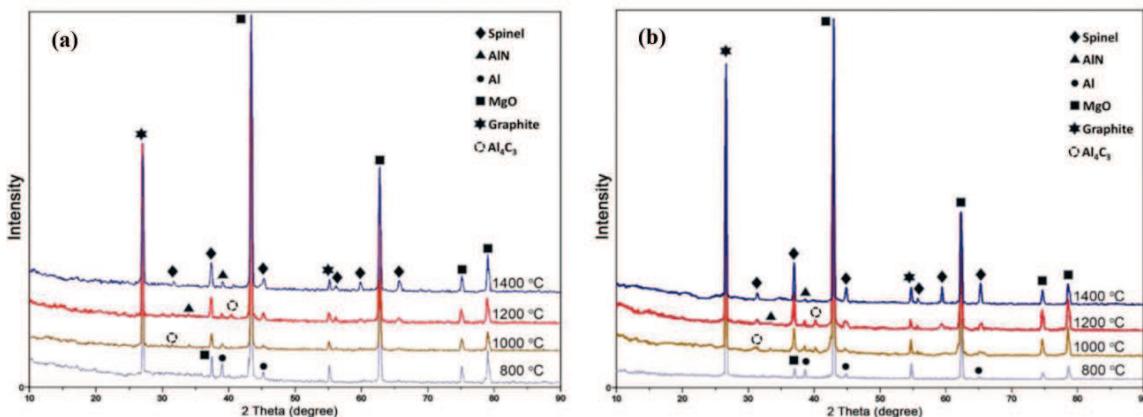
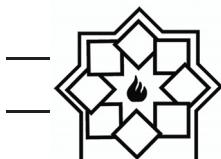


در دمای ۱۴۰۰°C به مرور از سیستم خارج شده است. نکته قابل توجه در نمونه MC0 عدم حضور فاز گرافیتی در ۲۰ حدود ۲۶ درجه می‌باشد که نشان‌دهنده آن است که کربن حاصل از پیروولیز رزین فنولیک معمولی بصورت آمورف می‌باشد. در نمونه‌های MC6 که از رزین اصلاح شده استفاده شده است بعد از دمای پخت ۱۲۰۰°C مقداری پیک ضعیف گرافیتی قابل مشاهده است که نشان‌دهنده گرافیته شدن کربن حاصل از پیروولیز رزین فنولیک می‌باشد. در شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های MCG6 و MCG0 و پخت شده در دماهای ۸۰۰°C، ۱۰۰۰°C، ۱۲۰۰°C و ۱۴۰۰°C نشان داده شده است. تفاوت چندانی در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های بدون گرافیت و حاوی گرافیت مشاهده نمی‌شود به طوری که فازهای اصلی در دمای ۸۰۰°C پریکلاس و Al و در دماهای ۱۰۰۰°C، ۱۲۰۰°C و ۱۴۰۰°C فازهای اسپینل و گرافیت و پریکلاس می‌باشد یعنی فقط به دلیل حضور گرافیت پولکی در ترکیب اولیه پیک گرافیت به الگوها اضافه شده است.

حدود ۴۰ مشاهده می‌شود. مقداری فلز Al نیز در دمای ۱۰۰۰°C ممکن است باقی بماند که پیک‌های آن در ۲θ=۳۸/۷ مشاهده می‌شود. با افزایش دمای پخت به ۱۲۰۰°C نیز فازهای اصلی پریکلاس و اسپینل می‌باشد و به دلیل افزایش دما به شدت پیک اسپینل افزوده شده و مقدار آن بیشتر شده است. در نمونه‌های MC6 پخت شده در دمای ۱۲۰۰°C بر شدت پیک Al₄C₃ افزوده شده است اما در نمونه‌های MC0 پخت شده در دماهای ۱۰۰۰°C و ۱۲۰۰°C پیک Al₄C₃ در شکل ۱ مشاهده نمی‌شود. بنابراین می‌توان گفت حضور افزودنی حاوی آهن در نمونه‌های زمینه دیرگداز MgO-C می‌تواند روی تشکیل فاز Al₄C₃ تأثیر مثبت داشته باشد. در نمونه‌های پخت شده در دمای ۱۴۰۰°C فازهای اصلی پریکلاس و اسپینل کماکان مشاهده می‌شود ولی باز هم به دلیل افزایش دما به شدت پیک‌های اسپینل افزوده شده است. در نمونه‌های MC6 در دمای ۱۴۰۰°C پیک‌های Al₄C₃ مشاهده نمی‌شود زیرا به دلیل واکنش‌های انجام شده (در بخش ۳-۲ توضیح داده شده است) در طی فرآیند پخت

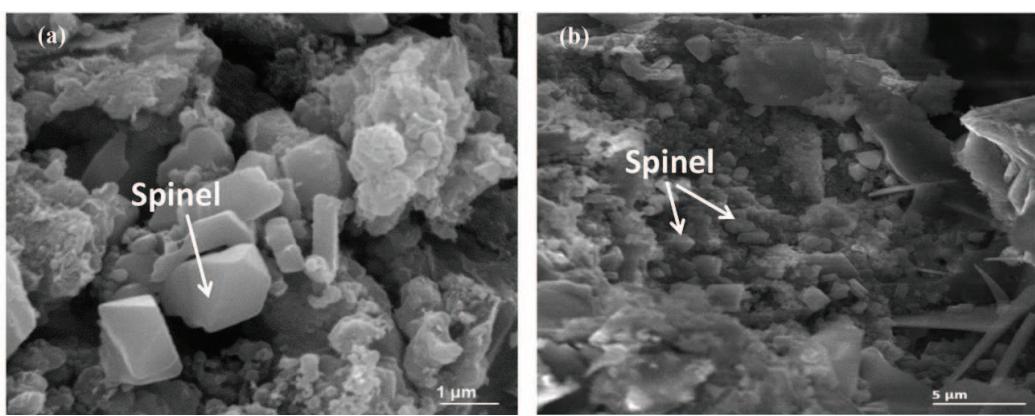


شکل ۱ - الگوی پراش اشعه X نمونه (a) MC0 و (b) MC6 پخت شده در دماهای مختلف



شکل ۲- الگوی پراش اشعه X نمونه (a) MCG6 و (b) MCG0 پخت شده در دماهای مختلف

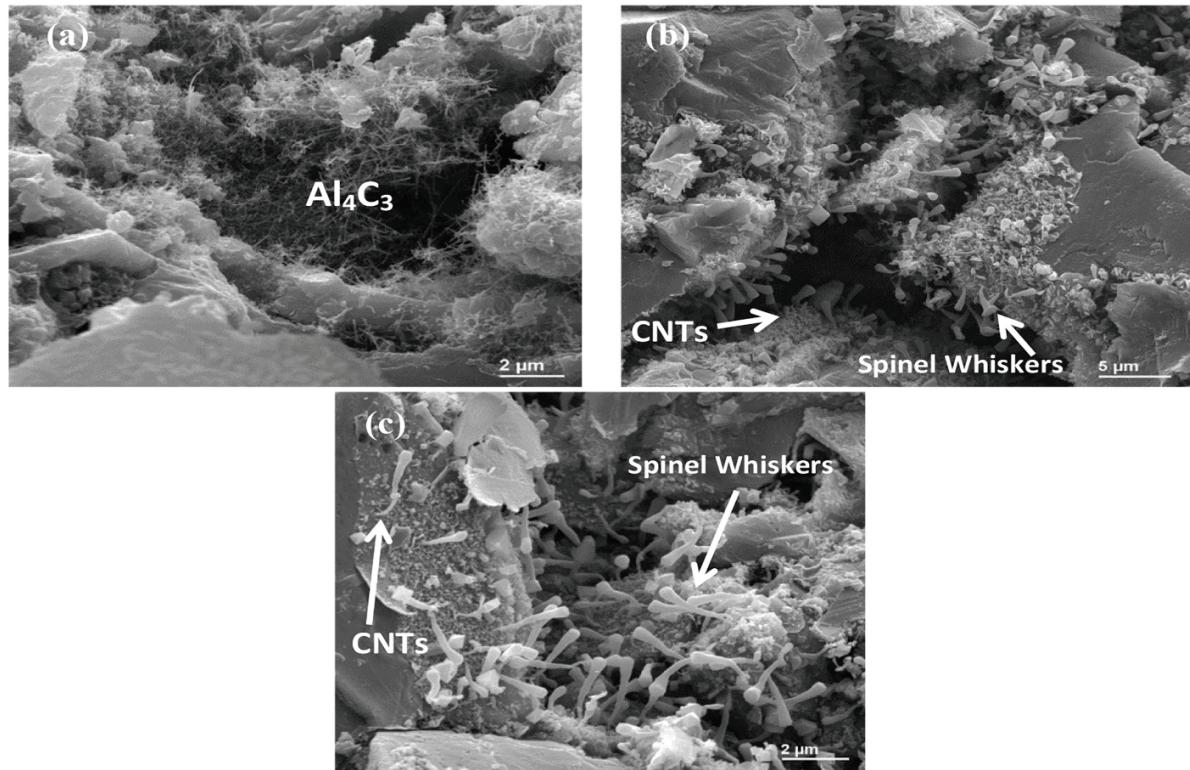
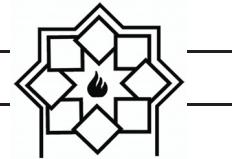
کرده است (شکل ۴-a). با افزایش دمای پخت به 1200°C (شکل ۴-b) مشاهده می‌شود، بر مقدار ویسکرهای سرامیکی و نانولوله‌های کربنی افزوده شده و همچنین اندازه آنها زیاد می‌شود. با افزایش دمای پخت به 1400°C (شکل ۴-c) در نمونه‌های MC6 مورفولوژی ریزساختار بیشتر به سمت ویسکری شدن می‌رود که احتمالاً به دلیل حضور نانو ذرات Fe می‌باشد. بیشتر ویسکرها که شامل اسپینل می‌باشند سطح صاف و شکل مستقیم و سوزنی دارند و برخی نیز در یک طرفشان یک مقدار ضخامت بیشتری دارند که نشان دهنده حضور ذرات آهن می‌باشد.



شکل ۳- ریزساختار نمونه (a) MCO و (b) MCG0 پخت شده در دمای 1400°C

شکل ۳ تصویر SEM نمونه‌های MC0 و MCG0 پخت شده در دمای 1400°C را نشان می‌دهد. در این شکل‌ها مشاهده می‌شود که ذرات اسپینل در ریزساختار تشکیل شده است و هیچگونه اثری از تشکیل نانولوله‌های کربنی مشاهده نمی‌شود که دلیل آن عدم توانایی گرافیته شدن کربن حاصل از پیرولیز رزین فنولیک در این نمونه‌ها می‌باشد.

شکل ۴ تصاویر ریزساختاری نمونه‌های MC6 پخت شده در دماهای 1000°C , 1200°C , 1400°C و 1600°C نشان می‌دهد. در این نمونه‌ها مشاهده می‌شود از دمای 1000°C مورفولوژی به سمت تشکیل ویسکرهای سرامیکی تغییر



شکل ۴- ریزساختار نمونه نمونه MC6 پخت شده در دمای (a) ۱۴۰۰ °C (b) ۱۲۰۰ °C و (c) ۱۰۰۰ °C

۲-۳- بررسی‌های ترمودینامیکی واکنش‌های دما بالا

با بررسی نتایج آنالیز فازی و ریزساختاری نمونه‌های زمینه دیرگداز MgO-C مشاهده شد با استفاده از افزودنی نانو Fe در ترکیب دیرگداز در نمونه‌های بدون گرافیت (MC0 و MC6) کربن حاصل از رزین فنولیک در طول فرآیند پخت به صورت کریستالی در آمده و دمای گرافیته شده آن به طور محسوسی کاهش می‌یابد که مکانیزم آن در مقاله قبلی ما توضیح داده شده است [۱۸]. علاوه بر کربن آمورف و تبدیل آن به کربن کریستالی، فازهای قابل تشکیل در زمینه دیرگدازهای MgO-C شامل Al₄C₃, MgO, AlN, اسپینل و گرافیت بود که برخی از این فازها با افزودن نانو Fe به شکل ویسکری مشاهده شد.

از طرفی در کنار این ویسکرها و در فضاهای بین دانه‌ای که رزین به عنوان بایندر حضور داشته و همچنین روی اگریگیت‌های MgO نانو لوله‌های کربنی به صورت درهم پیچیده شده تشکیل شده‌اند.

با افزودن نانو ذرات Fe به نمونه‌های دیرگداز حاوی گرافیت مورفولوژی ساختار تغییر قابل ملاحظه‌ای نشان می‌دهد. شکل ۵ تصاویر ریزساختاری نمونه MCG6 پخت شده در دماهای به ترتیب ۱۰۰۰°C, ۱۲۰۰°C و ۱۴۰۰°C را نشان می‌دهد. با حضور نانو ذرات Fe در نمونه‌های دیرگداز و افزایش دما مشخص می‌شود تراکم ویسکرهای MCG6 سرامیکی و نانو لوله‌های کربنی افزایش می‌یابد و در فاز اتصالی روی سطح اگریگیت‌ها تشکیل می‌شود.



of MgAl_2O_4 whiskers by an oxidation-reduction reaction, *J. Am. Ceram. Soc.* pp. 491–494, 1996.

- [18] H. Rastegar, M. Bavand-vandchali, A. Nemati, F. Golestani-Fard, Catalytic graphitization behavior of phenolic resins by addition of in situ formed nano-Fe particles, *Phys. E Low-Dimensional Syst. Nanostructures.* 101, pp. 50–61, 2018.
- [19] C. Baudín, C. Alvarez, R. E. Moore, Influence of Chemical Reactions in Magnesia – Graphite Refractories: II , Effects of Aluminum and Graphite Contents in Generic Products, 48, pp. 3539–3548, 1999.
- [20] C. O, Kubaschewski. Alcock, Metallurgical thermo-chemistry, 5th ed., Oxford Pergamon Press, 1979.
- [21] S. K. Sadrnezhaad, S. Mahshid, B. Hashemi, Z. A. Nemati, Oxidation mechanism of C in MgO-C refractory bricks, *J. Am. Ceram. Soc.* 89, pp. 1308–1316, 2006.
- [22] S. K. Sadrnezhaad, Z. A. Nemati, S. Mahshid, S. Hosseini, B. Hashemi, Effect of Al Antioxidant on the Rate of Oxidation of Carbon in, 515, 2007.
- [23] J. Wei, S. Yuan, X. Ji, L. Yu, J. Tu, Influence of Fe_2O_3 on the Hydration Resistance of MgO-Al-C Bricks, 2, pp. 658–661, 2013.