

مروری بر اثر فعال سازی مکانیکی و افزودنی در تشکیل مولایت در دو دهه گذشته

آرزو سیفاله زاده، تورج عبادزاده، مسعود علیزاده

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی

seifolahzadeh@yahoo.com

چکیده: مولایت به عنوان یکی از سرامیک های ساختاری و الکترونیکی بسیار مورد استفاده قرار می گیرد. کاربرد گسترده آن به استحکام مکانیکی خوب، شوک پذیری حرارتی و مقاوت خزشی عالی، هدایت حرارتی کم و پایداری حرارتی در دماهای بالا نسبت داده می شود. همچنین ساختار مولایت به گونه ای است که در صورتیکه رشد دانه های مولایت بدون محدودیت رخ دهد، آنها به صورت آنیزوتروپ رشد می کنند. از روش های معمول تولید این گونه دانه ها سنتز بخار- جامد و فرآوری درجا است؛ که به علت معایب این روش ها پژوهشگران تلاش نموده اند تا با فعال سازی مکانیکی مخلوط پودرهای اولیه، تشکیل مولایت را بهبود بخشند. افزودنی های اکسیدی نیز دمای تشکیل مولایت را از مخلوط مواد اولیه کاهش می دهند. لذا در این مطالعه تلاش می شود تا با بررسی اثر فعال سازی مکانیکی و افزودنی ها به مواد اولیه تشکیل دهنده مولایت، بهبود خواص مولایت ذکر گردد.

کلمات کلیدی: فعال سازی مکانیکی، مولایت، افزودنی، رشد دانه.

۱- مروری بر منابع مطالعاتی

مولایت یک فاز سرامیکی مهم است که علاوه بر استفاده در سرامیک های سنتی به صورت ظروف رومیزی، سرامیک های ساختاری و دیرگذاها، در مواد پیشرفته دما بالا، جابجاکننده های حرارت، فیلترها، ابزار اپتیکی و غیره نیز استفاده می شود. همچنین کامپوزیت های مولایتی دارای پتانسیل بالایی برای استفاده در موتور توربین های گازی ثابت و هواپیماها هستند [۱].

مولایت و کامپوزیت های زمینه مولایتی به علت داشتن خواص مکانیکی عالی در دمای بالا، مقاوت شیمیایی خوب، ضریب انبساط حرارتی و ثابت دی الکتریک پایین، مقاومت خزشی بالا و غیره بسیار مورد توجه می باشند [۲]. در بسیاری از موارد از کائولن به عنوان ماده کلیدی برای سنتز سرامیک های مولایتی استفاده شده است. تشکیل مولایت از کائولن مستلزم گذراندن یکسری واکنش می باشد. در فرآیند گرمایش و در دماهای پایین، کائولن آب پیوند فیزیکی خود را ازدست می دهد؛ در دماهای بالاتر به متاکائولن آمورف تجزیه شده و در نهایت به مولایت تبدیل می شود [۳،۴].

مولایت با فرمول $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ دارای ساختار کریستالی منحصر به فردی است که در آن زنجیره هایی با پیوند قوی در امتداد محور c کریستالوگرافی قرار دارند؛ بنابراین دانه های آن امکان رشد آنیزوتروپ در یک محیط بدون محدودیت را دارند. در نتیجه الیاف مولایت می توانند به راحتی از سنتز بخار- جامد یا فلاکس نمک مذاب تولید شوند. اما تولید با این روش ها مقرون به صرفه نمی باشد؛ زیرا سنتز بخار- جامد نیازمند امکاناتی برای ایجاد خلاء است که هزینه بر بوده و از سوی دیگر واکنشی که شامل فازهای گازی باشد، فرآیند را پیچیده می کند. سرامیک های مولایتی مقاوم همچنین می توانند با روش فرآوری درجا تولید شوند. رشد دانه آنیزوتروپ درجا معمولاً در دماهای بسیار بالا اتفاق می افتد. سرامیک های مولایتی ساخته شده به این روش دارای چقرمگی مطلوبی نیستند. چقرمگی شکست کم این سرامیک ها به علت رشد بیش از حد دانه، در زمان رشد آنیزوتروپ می باشد. بنابراین توسعه روش هایی برای تولید الیاف مولایت در دماهای نسبتاً



پایین دارای اهمیت زیادی است [۹-۵، ۲].

اخیراً kong و همکارانش [۱۰] ثابت کرده‌اند که الیاف مولایت می‌توانند به سرعت و در دماهای نسبتاً پایین در مخلوطی از Al_2O_3 و SiO_2 که با فرآیند آسیاب پرانرژی فعال شده‌اند (آلیاژسازی مکانیکی)، ایجاد شوند؛ چگالی ابزار خردایش، نوع مواد اولیه و زمان آسیاب در اندازه الیاف و دمای تبدیل به مولایت بسیار مؤثر است.

پژوهشگران [۱۱-۱۳] تشکیل مولایت در زینتر واکنشی جفت آلومینا و کوارتز را با مکانیزم انحلال-رسوب این گونه توضیح دادند. ابتدا در دمای خاصی یک فاز مایع غنی از SiO_2 تشکیل و سپس Al_2O_3 در فاز مایع حل می‌شود؛ با رسیدن غلظت Al_2O_3 به مقدار بحرانی، جوانه‌زنی مولایت رخ می‌دهد. بر طبق دیاگرام فاز $Al_2O_3-SiO_2$ فاز مایع در ترکیب غنی از SiO_2 در دمای بالای دمای یوتکتیک ($1590 \pm 10^\circ C$) تشکیل می‌شود. ولی به علت کاهش بسیار زیاد اندازه ذرات مواد اولیه در مخلوط‌های اکسیدی که با آسیاب پر انرژی آسیاب می‌شوند، فاز مایع در دماهای پایین‌تر تشکیل شده و سرعت انحلال Al_2O_3 در فاز مایع بیشتر می‌شود (سرعت انحلال Al_2O_3 وابسته به ویسکوزیته فاز مایع و اندازه ذرات Al_2O_3 است) که این دو عامل باعث کاهش دمای مولایتی شدن می‌شوند. علاوه بر آسیاب پرانرژی، افزودنی‌های اکسیدی نیز ویسکوزیته شیشه را کاهش داده و تحرک اجزا نفوذکننده را بیشتر می‌کنند.

با توجه به اینکه آسیاب پرانرژی مواد اولیه اثر بسزایی روی دمای تشکیل فاز مولایت و ابعاد دانه‌های مولایت داشته و اینکه افزودنی‌های اکسیدی دمای تشکیل فاز مولایت را از مخلوط Al_2O_3 و SiO_2 کاهش می‌دهند [۱۴، ۱۵]، در این گزارش چگونگی بهبود خواص مولایت در اثر آسیاب پرانرژی و افزودنی بررسی شد؛ به عبارتی کاهش دمای تشکیل و دانه‌بندی مواد اولیه اکسیدی تشکیل‌دهنده مولایت به همراه افزودنی‌های TiO_2 ، WO_3 ، CuO ، B_2O_3 و اکسیدهای واسطه که فعال‌سازی مکانیکی شدند، بررسی شد.

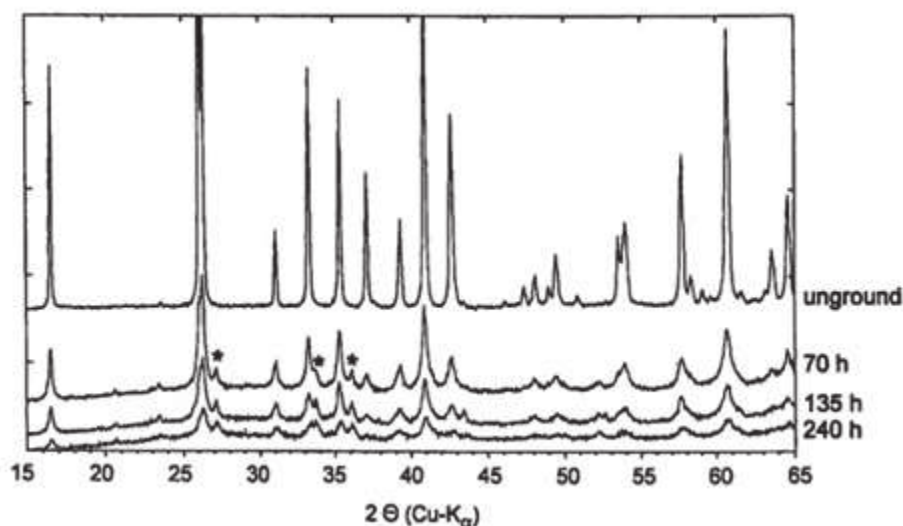
۱-۱- فعال‌سازی مکانیکی

فعال‌سازی مکانیکی یک روش آسیاب پرانرژی است که در آن از انواع مختلفی آسیاب استفاده می‌شود. طی این فرآیند مخلوطی از پودرهای مختلف تحت نیروهای فشاری بسیار قوی قرار گرفته و امکان ایجاد آلیاژها با شکست و جوش سرد مکرر ذرات پودری که معمولاً قابل مخلوط شدن هستند، وجود دارد. این روش معمولاً برای تولید پودرهای فلزی ترکیبی با ریزساختار کنترل شده و ریز و همچنین آلیاژهایی که تولید آنها به روش‌های ذوب و ریخته‌گری معمول، سخت و یا غیر ممکن است، بکار می‌رود. همچنین به دلیل سادگی این روش در تولید مواد نانوبلوری در دمای اتاق، اخیراً برای سنتز مواد سرامیکی نیز از آن استفاده شده است [۱۶، ۱۷].

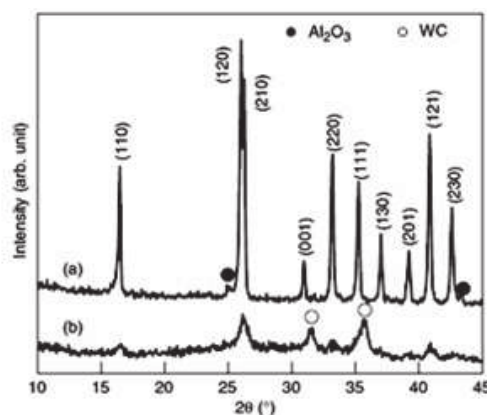
۱-۱-۱- فعال‌سازی مکانیکی مولایت

مطالعات زیادی در مورد فعال‌سازی مکانیکی مولایت انجام شده است. Schmücker و همکارانش [۱۸] پودر فیوز مولایت را به عنوان ماده اولیه کریستالی در زمان‌های ۷۰، ۱۳۵ و ۲۴۰ ساعت با محفظه و گلوله‌هایی از جنس نیتريد سیلیکون با نسبت گلوله به پودر ۱:۱ در محیط ایزوپروپیل الکل آسیاب پرانرژی کردند. در شکل ۱ الگوهای اشعه X پودرهای آسیاب شده در زمان‌های مختلف آورده شده است که علاوه بر کاهش اندازه ذرات، یک فرآیند آمورفی‌شدن را نیز نشان می‌دهد.

در تحقیق دیگری [۲] پودر مولایت تجاری با محفظه و گلوله‌های کاربید تنگستن با نسبت گلوله به پودر ۱/۴ به مدت ۱۰ ساعت، با سرعت ۲۰۰ rpm آسیاب سیاره‌ای شد. بعد از آسیاب، پیک‌های پراش شدیداً کوتاه و پهن شدند که علت آن ریزشدن و یا حتی آمورفی‌شدن ذرات مولایت در اثر آسیاب پر انرژی بیان شد (شکل ۲).



شکل ۱- الگوهای اشعه X مولایت آسیاب نشده و مولایت آسیاب شده در زمان های ۷۰، ۱۳۵ و ۲۴۰ ساعت [۱۸].



شکل ۲- الگوهای پراش اشعه X پودر مولایت (a) قبل و (b) بعد از ۱۰ ساعت آسیاب پراثری [۲].

نتایج نشان می دهند که چگالی بیشتر ابزار آسیاب و نیز بالاتر بودن نسبت گلوله به پودر، اثر قابل ملاحظه ای در رسیدن به نتایج مشابه در زمان های بسیار کمتر آسیاب دارد [۲، ۱۸].

۱-۲-۱- اثر فعال سازی مکانیکی در تشکیل مولایت

پژوهشگران نشان داده اند که می توان بسادگی الیاف مولایت را از فعال سازی مکانیکی مخلوط SiO_2 و Al_2O_3 تهیه کرد. ایجاد این الیاف به علت واکنش پذیری بالای اجزای اکسیدی بوده که در اثر آسیاب پراثری بدست می آید [۱۰]. همچنین به دلیل ساختار آنیزوتروپ مولایت، دانه های آن تمایل دارند در همان زمانی که مولایت در محیط بدون محدودیت (قبل از تراکم) تشکیل می شود، به صورت آنیزوتروپ رشد کنند در صورتیکه در واکنش های حالت جامد معمولی تراکم قبل از تشکیل مولایت انجام شده و امکان رشد دانه ها به صورت آنیزوتروپ وجود ندارد. به علت ایجاد اینگونه دانه ها بدنه های مولایتی تشکیل شده با این روش دارای چگالی بسیار کمی (۷۰٪ چگالی تئوری) هستند [۱۱، ۱۲].

۱-۳-۱- ایجاد مولایت کامپوزیت ساختاری با آسیاب پراثری

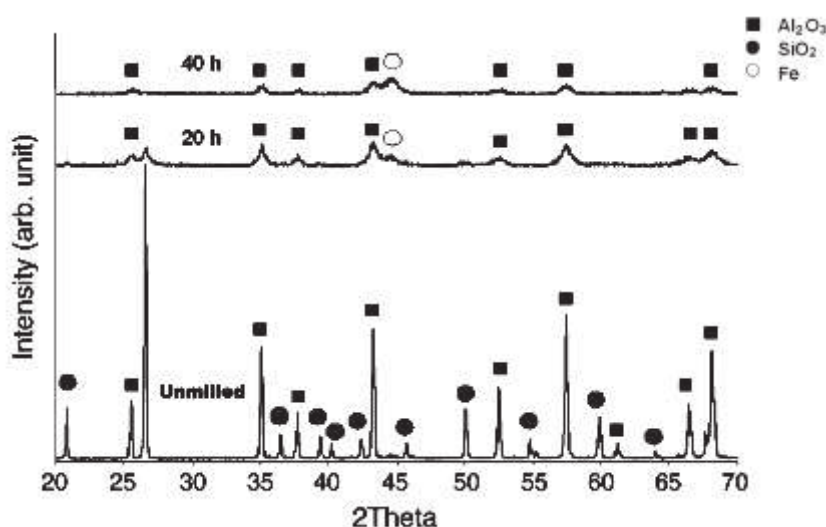
باتوجه به اینکه سرامیک های مولایتی با دانه های هم محور دارای چقرمگی شکست نسبتاً کم هستند، در کاربردهای عملی از سرامیک های مولایتی مقاوم که با افزودن الیاف مولایت به زمینه مولایت تک محوری ایجاد می شوند، استفاده می شود. ورود این الیاف فرآیند را پیچیده کرده و برای جلوگیری از شکست آنها، مراقبت و کنترل زیادی باید صورت گیرد. روش دیگر تولید سرامیک های مولایتی مقاوم، رشد دانه آنیزوتروپ

درجا می‌باشد که در مقایسه با روش قبل بسیار ساده‌تر است ولی به علت دمای بسیار زیاد برای القا رشد دانه آنیزوتروپ به زمینه مولایت تک محوری، رشد غیر عادی دانه مولایت صورت گرفته و چقرمگی شکست مطلوب بدست نمی‌آید.

Kong و همکارانش [۱۹] سرامیک‌های مولایتی با ساختارهای آنیزوتروپ درجا که شامل مولایت با دانه‌های معمولی و الیاف مولایت بود، را تولید کردند. آنها برای این کار مواد اولیه اکسیدی آسیاب شده و مواد اولیه آسیاب نشده را با نسبت‌های وزنی $^{۷۵}/_{۲۵}$ ، $^{۵۰}/_{۵۰}$ و $^{۲۵}/_{۷۵}$ مخلوط کردند. پودرهای آسیاب‌نشده منبعی برای دانه‌های مولایت هم‌محور هستند درحالی‌که پودرهای آسیاب‌شده منجر به ایجاد دانه‌های مولایت آنیزوتروپ می‌شوند. رفتار خوب مولایتی‌شدن با مکانیزم جوانه‌زنی توجیه می‌شود؛ کریستال‌های مولایت تشکیل شده از پودر آسیاب شده در دمای پایین به عنوان جوانه عمل کرده و دمای مولایتی‌شدن پودر آسیاب‌نشده را کاهش می‌دهند. با افزایش نسبت پودر آسیاب‌شده به پودر آسیاب نشده، مولایتی‌شدن در دمای پایین‌تری اتفاق می‌افتد.

۱-۱-۴- تشکیل مولایت نانو ساختار در اثر فعال سازی مکانیکی

بهمنش و همکارانش [۱۲] مولایت با ساختار نانو را از پخت مواد اولیه اکسیدی (SiO_2 و Al_2O_3) که در زمان‌های ۲۰ و ۴۰ ساعت با نسبت گلوله به پودر $^{۲۰}/_{۱}$ و با سرعت چرخش ۳۰۰ rpm آسیاب پرانرژی شدند، بدست آوردند. درالگوی اشعه X پودرهای آسیاب‌شده (شکل ۳) SiO_2 دیده نمی‌شود که علت آن ساختار آمورف SiO_2 است. با افزایش زمان آسیاب، پیک‌های Al_2O_3 در مقایسه با این پیک‌ها در نمونه آسیاب‌نشده به طور قابل توجهی پهن شدند که بیان‌کننده کاهش اندازه کریستالیت‌ها به ابعاد نانومتری و تجمع میکروکرنش‌ها در شبکه است. الگوهای اشعه X نمونه‌های پخته شده در $1450^{\circ}C$ فاز غالب مولایت را در نمونه‌ها نشان می‌دهند.



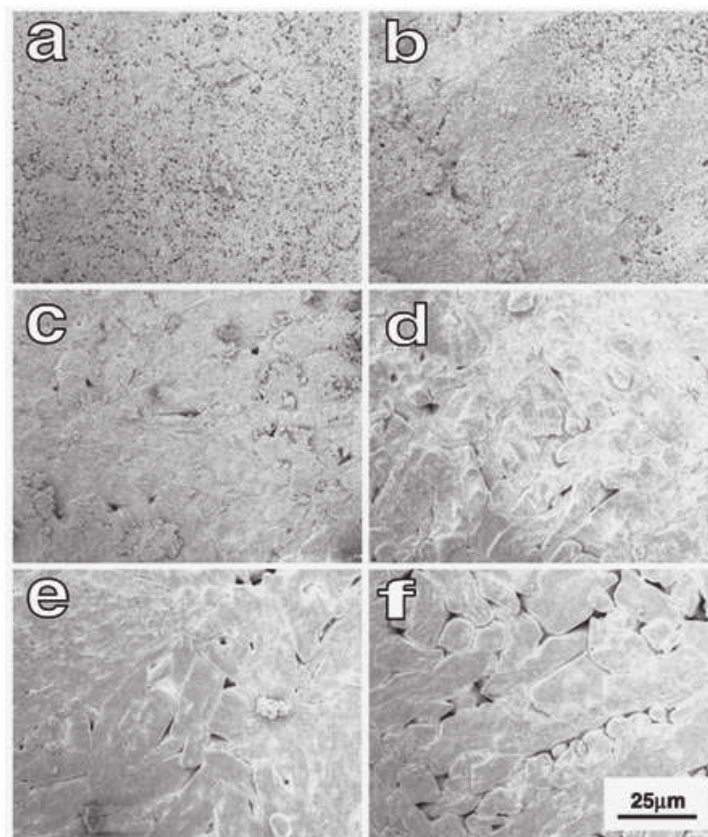
شکل ۳- الگوهای اشعه X نمونه‌های آسیاب‌شده در آسیاب سیاره‌ای [۱۲].

۱-۲- فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولایت و CuO

در تحقیقی که توسط Kong و همکارانش [۲۰] صورت گرفت، اکسیدهای اولیه Al_2O_3 و SiO_2 با ۲٪ وزنی CuO به مدت ۵ ساعت با محفظه و گلوله‌های فولاد ضد زنگ و کاربید تنگستن با نسبت گلوله به پودر $^{۴۰}/_{۱}$ ، آسیاب پرانرژی شدند. سپس نمونه‌ها به شکل قرص پرس شده و در دماهای بین $1000-1500^{\circ}C$ پخته شدند.

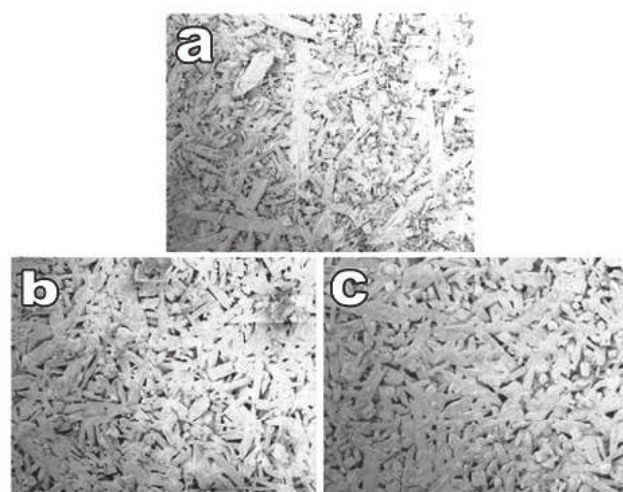
نتایج نشان می‌دهند که در کلیه نمونه‌های آسیاب شده، تشکیل مولایت در دمای $1200^{\circ}C$ کامل می‌شود

که این دما بسیار کمتر از دمایی است که برای همان نمونه‌ها و بدون آسیاب پراورزی لازم می‌باشد. در تصاویر SEM مربوط به پودرهای آسیاب شده با فولاد ضد زنگ و پخته شده در دماهای مختلف، تا دمای 1300°C رشد دانه آنیزوتروپ دیده نمی‌شود. با افزایش دمای پخت، هم ابعاد و هم آنیزوتروپی دانه‌ها بیشتر می‌شود (شکل ۴).



شکل ۴- تصاویر SEM نمونه‌های آسیاب شده با فولاد ضد زنگ و پخته شده در دمای (a) 1000°C (b) 1100°C (c) 1200°C (d) 1300°C (e) 1400°C (f) 1500°C [۲۰].

برخلاف نمونه‌های آسیاب شده با فولاد ضد زنگ، الیاف مولایت در پودرهای آسیاب شده با کاربید تنگستن (شکل ۵) تشکیل شده و در 1200°C همه دانه‌ها تبدیل به الیاف می‌شوند اما با بالا رفتن دمای پخت ابعاد این الیاف ثابت می‌ماند [۲۰].

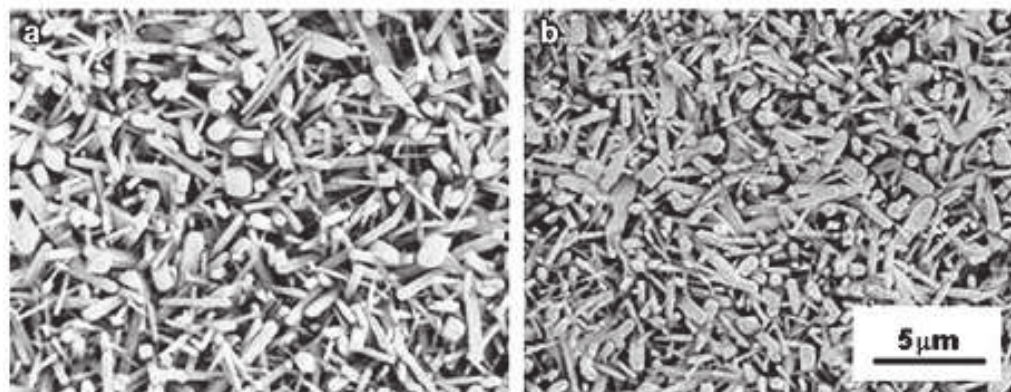


شکل ۵- تصاویر SEM نمونه‌های آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در دماهای (a) 1100°C (b) 1200°C (c) 1300°C [۲۰].

۳-۱- فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولایت و B_2O_3

باتوجه به اینکه سازگار تشکیل فاز مولایت با واکنش انحلال- رسوب کنترل می شود و در بین اکسیدهای مختلف مؤثرترین اکسید B_2O_3 می باشد، در پژوهشی [۲۱] اکسیدهای اولیه و مقادیر مختلفی B_2O_3 (تا ۲۰٪ مولی) به مدت ۴ ساعت با محفظه ها و گلوله های فولاد ضد زنگ و کاربید تنگستن با نسبت گلوله به پودر به ترتیب $\frac{1}{2}$ و $\frac{4}{1}$ ، آسیاب پرانرژی شده و به صورت قرص هایی تهیه و در دماهای بین $1000-1500^\circ C$ پخته شدند. نتایج نشان می دهند که دمای تشکیل مولایت در مخلوط پودرهای اولیه و B_2O_3 بدون آسیاب پرانرژی کمتر از این دما برای مخلوط مواد اولیه بدون B_2O_3 و بدون آسیاب پرانرژی است که به نقطه ذوب پایین B_2O_3 و کمک به تشکیل فاز مایع غنی از SiO_2 و بهبود واکنش Al_2O_3 در SiO_2 نسبت داده می شود. دمای تشکیل مولایت در مخلوط آسیاب شده با کاربید تنگستن کمتر از این دما در مخلوط آسیاب شده با فولاد ضد زنگ است. مقادیر بالای B_2O_3 باعث ایجاد الیاف کوچکتر با توزیع اندازه یکنواخت تر می شود (شکل ۶).

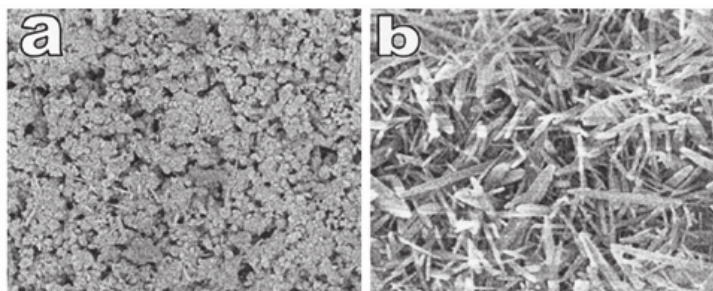
برخلاف ترکیبات آسیاب شده با فولاد ضد زنگ، در پودرهای آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در دماهای مختلف، الیاف مولایت با شکل های منظم تشکیل شده و با افزایش دمای پخت ابعاد الیاف زیاد می شود.



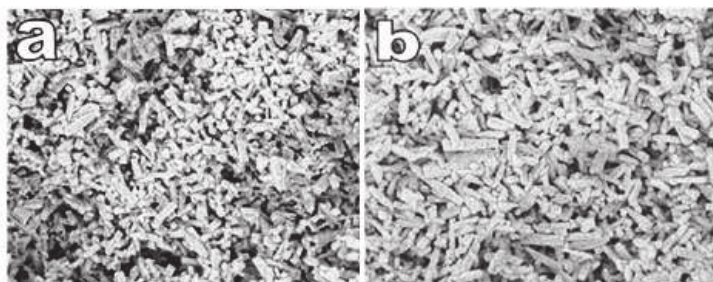
شکل ۶- تصویر SEM نمونه آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در $1400^\circ C$ با (a) ۵٪ مولی و (b) ۲۰٪ مولی B_2O_3 [۲۱].

۴-۱- فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولایت و WO_3

در پژوهش صورت گرفته [۱۱] نشان داده شد که فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه و WO_3 (تا ۲۰٪ مولی) با آسیاب سیاره ای به مدت ۵ ساعت، در محفظه و گلوله هایی از جنس کاربید تنگستن و با نسبت گلوله به پودر $\frac{4}{1}$ اثر بسزایی بر دمای تشکیل مولایت و نیز مورفولوژی دانه های مولایت دارد. در نمونه های با مقادیر مختلف WO_3 ، مولایتی شدن در دمای $1100^\circ C$ کامل شده و دانه های مولایت از ابتدا به صورت الیاف منظم و با ویژگی های تک کریستال ظاهر می شوند. همانطور که در بخش مقدمه به آن اشاره شد، افزودن اکسیدهایی مانند WO_3 می تواند باعث کاهش ویسکوزیته فاز مایع شده که کاهش ویسکوزیته فاز مایع به تشکیل مولایت کمک می کند. تصور می شود که WO_3 به عنوان مراکز هتروژن جوانه زنی عمل کرده و باعث ایجاد جوانه مولایت در دمای پایین تر می شود. افزودن مقدار بیشتر WO_3 ، موجب بیشتر شدن مراکز جوانه زنی و کاهش دمای تشکیل مولایت می شود. علت کوتاه شدن اندازه الیاف در مقادیر زیاد WO_3 ، تعداد زیاد مراکز جوانه زنی است (شکل های ۷ و ۸).



شکل ۷- تصویر SEM نمونه دارای ۵٪ مولی WO_3 پخته شده در دمای: (a) $1000^\circ C$ (b) $1100^\circ C$ [۱۱].

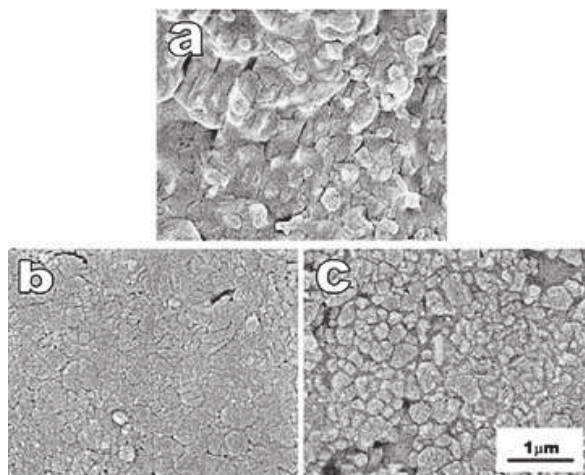


شکل ۸- تصویر SEM نمونه دارای ۲۰٪ مولی WO_3 پخته شده در دمای: (a) $1000^\circ C$ (b) $1100^\circ C$ [۱۱].

۱-۵- فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولایت و اکسید فلزات واسطه

در پژوهش دیگری که توسط Kong و همکارانش [۱۳] صورت گرفت، اکسیدهای اولیه (SiO_2 و Al_2O_3) به صورت جداگانه با مقادیر یکسان Fe_2O_3 ، CoO و NiO به مدت ۵ ساعت با محفظه و گلوله های فولاد ضدزنگ با نسبت گلوله به پودر $20/1$ آسیاب پرانرژی شدند. نمونه ها به شکل قرص هایی تهیه شده و در دماهای بین $1000-1400^\circ C$ پخته شدند. الگوهای پراش اشعه X نشان داد که آسیاب پرانرژی این اکسیدها با مخلوط مواد اولیه اثر مشابهی در تشکیل مولایت دارند و در هر سه مورد، دمای تشکیل مولایت $1200^\circ C$ گزارش شد که کمتر از آن دما در فرآیند حالت جامد معمولی است. تصاویر SEM نمونه های دارای افزودنی و آسیاب شده که در دماهای مختلف پخته شدند، نشان می دهد که در بالای دمای $1200^\circ C$ و همزمان با تشکیل مولایت، دانه ها به صورت آنیزوتروپ رشد می کنند؛ در صورتیکه در زیر این دما دانه ها هم محور هستند. حداکثر چگالی این بدنه ها قبل از تشکیل فاز مولایت است.

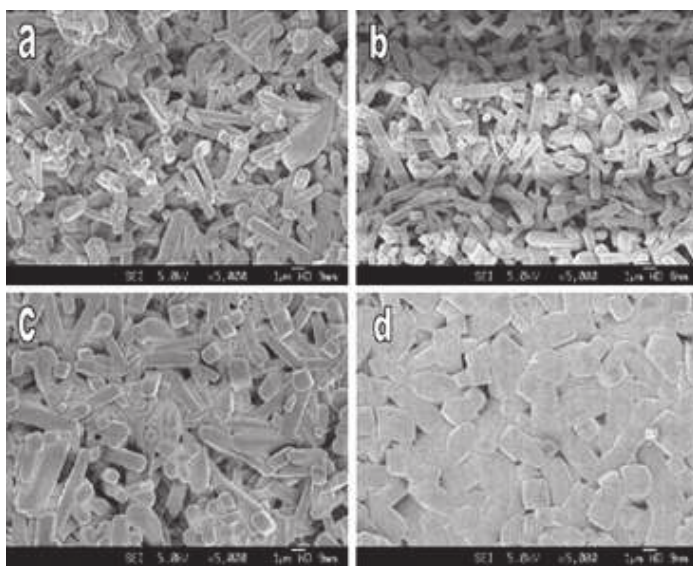
تصاویر SEM نمونه های دارای افزودنی، که آسیاب پرانرژی نشدند (شکل ۹)، نشان می دهند که علت رشد دانه آنیزوتروپ، افزودن اکسیدهای فلزی نیست؛ بلکه آسیاب پرانرژی باعث ایجاد این گونه دانه ها شده است [۱۳].



شکل ۹- تصاویر SEM مخلوط های آسیاب نشده و پخته شده در $1400^\circ C$: (a) Fe_2O_3 (b) CoO (c) NiO [۱۳].

۶-۱- فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولایت و TiO_2

محققین [۵] اکسیدهای اولیه Al_2O_3 و SiO_2 با ۱ تا ۱۰ درصد وزنی TiO_2 به مدت ۵ ساعت در آسیاب سیاره‌ای، با محفظه و گلوله‌های کاربید تنگستن و با نسبت گلوله به پودر $1/4$ آسیاب پرنرژی کردند و پودرهای بدست آمده را به شکل قرص پرس کرده و در دماهای بین $1500-1100^\circ\text{C}$ حرارت دادند. با توجه به الگوهای پراش اشعه X، افزودن ۱ درصد وزنی TiO_2 بیشترین تأثیر را بر تشکیل مولایت دارد؛ که به نظر می‌رسد با افزودن مقدار بیشتر TiO_2 ، از ترکیب Al_2O_3 و SiO_2 برای تشکیل مولایت جلوگیری شود. همچنین چگالی نمونه‌ها با افزایش غلظت TiO_2 بیشتر می‌شود. تصاویر SEM نمونه‌های دارای مقادیر مختلف TiO_2 پخته شده در 1500°C در شکل ۱۰ آورده شده است. نمونه بدون افزودنی دارای دانه‌های سوزنی بوده و با افزودن ۱ درصد وزنی TiO_2 ابعاد دانه‌ها بیشتر می‌شود. دانه‌ها در نمونه با ۳ درصد وزنی TiO_2 نامنظم بوده و ابعاد آنها بیشتر می‌باشد.



شکل ۱۰- تصاویر SEM نمونه‌های بدست آمده از پودرهای آسیاب شده پخته شده در 1500°C به مدت ۵ ساعت: (a) بدون TiO_2 (b) دارای ۱ درصد وزنی TiO_2 (c) دارای ۳ درصد وزنی TiO_2 (d) دارای ۵ درصد وزنی TiO_2 [۵].

۲- نتیجه گیری

باتوجه به مطالعات مختلف، الیاف‌های مولایت می‌توانند از مخلوط ترکیبات اکسیدی با آسیاب پرنرژی بدست آیند. آسیاب مواد اولیه به صورت قابل توجهی دمای تشکیل مولایت را کاهش می‌دهد. ابزار آسیاب با چگالی بالا (مانند کاربید تنگستن) برای ایجاد الیافی با کیفیت بالا ضروری است. آسیاب پرنرژی مخلوط اکسیدهای اولیه و CuO باعث کاهش دمای تشکیل مولایت می‌شود. افزودن B_2O_3 به ترکیبات اکسیدی اولیه و آسیاب پرنرژی آنها باعث بهبود رفتار مولایتی شدن مخلوط Al_2O_3 و SiO_2 می‌شود. فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه و WO_3 به تشکیل فاز مولایت کمک کرده و با افزایش مقدار افزودنی دمای تشکیل مولایت کاهش می‌یابد ولی اندازه الیاف کم می‌شود. افزودن اکسیدهای فلزی Ni ، Co و Fe به همراه آسیاب پرنرژی، موجب تشکیل سرامیک مولایتی متراکم با ریزساختار آنیزوتروپ می‌شود. واکنش Al_2O_3 و SiO_2 با افزودن مقادیر مناسب TiO_2 و فعال سازی مخلوط، بیشتر شده و رشد دانه آنیزوتروپ در این ترکیب مشاهده شد.

مراجع

1. P. M. Souto, R. R. Menezes, R. H. G. A. Kiminami, "Sintering of Commercial Mulite Powder: Effect of MgO Dopant", J. Mater. Process. Technol. 209, pp 548-553 (2009).

2. L. B. Kong, T. S. Zhang, J. Ma, F. Y. C. Boey, "Anisotropic Grain Growth in Mullite Powders as a Result of High-energy Ball Milling", *J. Am. Ceram. Soc.* 90, pp 4058-4055 (2007).
3. T. Ebadzadeh, "Effect of Mechanical Activation and Microwave Heating on Synthesis and Sintering of Nano-Structured Mullite", *J. Alloy Compos.* 489, pp 125-129 (2010).
4. H. Schneider, J. Schreuer, B. Hildmann, "Structure and Properties of Mullite—A Review", *J. Eur. Ceram.Soc.* 28, pp 329-344 (2008).
5. T. S. Zhang, L. B. Kong, Z. H. Du, J. Mac, S. Li, "Tailoring the Microstructure of Mechanoactivated Al₂O₃ and SiO₂ Mixtures with TiO₂ Addition", *J. Alloys Compds.* 506, pp 777-783 (2010).
6. S. H. Hong, W. Cermignani, G. L. Messing, "Anisotropic Grain Growth in Seeded and B₂O₃-Doped Diphasic Mullite Gels", *J.Eur.Ceram.Soc.* 16, pp 133-141 (1996).
7. W. Yoon, P. Sarin, W. M. Kriven, "Growth of Textured Mullite Fibers Using a Quadrupole Lamp Furnace", *J.Eur.Ceram.Soc.* 28, pp 455-463 (2008).
8. I. Regiani, W. L. E. Magalhães, D. P. F. de Souza, C. O. Paiva-Santos, M.F. de Souza, "Nucleation and Growth of Mullite Whiskers from Lanthanum- Doped Aluminosilicate Melts", *J. Am. Ceram. Soc.* 85, pp 232-238 (2002).
9. M. D. Sacks, N. Bozkurt, G. W. Scheiffele, "Fabrication of Mullite- Matrix Composites by Transient Viscous Sintering of Composite Powders", *J. Am. Ceram. Soc.* 74, pp 2428-2437 (1991).
10. L. B. Kong, J. Ma, H. Huang, "Mullite Whiskers Derived from Oxide Mixture Activated by A Mechanochemical Process", *Adv. Eng. Mater.* 4, pp 490-494 (2002).
11. L. B. Kong, H. Huang, T. S. Zhang, J. Mab, F. Boey, R. F. Zhang, Z. H. Wang, "Growth of Mullite Whiskers in Mechanochemically Activated Oxides Doped with WO₃", *J. Eur. Ceram. Soc.* 23, pp 2257-2264 (2003).
12. N. Behmanesh, S. Heshmati-Manesh, A. Ataie, "Role of Mechanical Activation of Precursors in Solid State Processing of Nano-Structured Mullite Phase", *J. Alloys Compds.* 450, pp 421-425 (2008).
13. L. B. Kong, T. S. Zhang, J. Mab, F. Boey, "Anisotropic Grain Growth of Mullite in High-Energy Ball Milled Powders Doped with Transition Metal Oxides", *J. Eur. Ceram.Soc.* 23, pp 2247-2256 (2003).
14. C. Baudin, M. I. Osendi, J. S. Moya, "Solid Solution of TiO₂ in Mullite", *J. Mater. Sci. Lett.* 2, pp 185-187 (1983).
15. S. H. Hong, G. L. Messing, "Mullite Transformation Kinetics in P₂O₅-, TiO₂-, and B₂O₃-Doped Aluminosilicate Gels", *J. Am. Ceram. Soc.* 80, pp 1551-1559 (1997).
16. P. S. Gilman, J. S. Benjamin, "Mechanical Alloying", *Annual Review of Materials Science*, 13, pp. 279-300, (1983).
17. Duygu A˘gao˘gulları, Hasan Gökç,e, İsmail Duman, M. LütfiÖvec,o˘glu, "Characterization Investigations of ZrB₂/ZrC Ceramic Powders Synthesized by Mechanical Alloying of Elemental Zr, B and C Blends", *J. Eur. Ceram. Soc.* xxx, pp xxx-xxx (2011).
18. M. Schmücker, H. Schneider, K. J. D. MacKenzie, "Mechanical Amorphization of Mullite and Thermal Recrystallization", *J. Non-Cryst. Solids.* 226, pp 99-104 (1998).
19. L. B. Kong, T. S. Zhang, Y. Z. Chenb, J. Mab, F. Boey, H. Huang, "Microstructural Composite Mullite Derived from Oxides via a High-Energy Ball Milling Process", *Ceram. Int.* 30, pp 1313-1317 (2004).
20. L. B. Kong, J. Ma, H. Huang, T. S. Zhang, F. Boey, "Anisotropic Mullitization in CuO-Doped Oxide Mixture Activated by High-Energy Ball Milling", *Mater. Lett.* 57, pp 3660-3666 (2003).
21. L. B. Kong, T. S. Zhang, J. Mac, F. Y. C. Boey, "Mullitization Behavior and Microstructural Development of B₂O₃–Al₂O₃–SiO₂ Mixtures Activated by High-Energy Ball Milling", *Solid State Sciences.* 11, pp 133-1342 (2009).