

مرواری بر اثر فعال‌سازی مکانیکی و افزودنی در تشکیل مولایت در دو دهه گذشته

آرزو سیف‌الهزاده، تورج عبادزاده، مسعود علیزاده

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی

seifolahzadeh@yahoo.com

چکیده: مولایت به عنوان یکی از سرامیک‌های ساختاری و الکترونیکی بسیار مورد استفاده قرار می‌گیرد. کاربرد گسترده آن به استحکام مکانیکی خوب، شوک پذیری حرارتی و مقاومت خوشی عالی، هدایت حرارتی کم و پایداری حرارتی در دماهای بالا نسبت داده می‌شود. همچنین ساختار مولایت به گونه‌ای است که در صورتیکه رشد دانه‌های مولایت بدون محدودیت رخ دهد، آنها به صورت آنیزوتrop رشد می‌کنند. از روش‌های معمول تولید این گونه دانه‌ها سنتز بخار- جامد و فرآوری درجا است؛ که به علت معاایب این روش‌ها پژوهشگران تلاش نموده‌اند تا با فعال‌سازی مکانیکی مخلوط پودرهای اولیه، تشکیل مولایت را بهبود بخشند. افزودنی‌های اکسیدی نیز دمای تشکیل مولایت را از مخلوط مواد اولیه کاهش می‌دهند. لذا در این مطالعه تلاش می‌شود تا با بررسی اثر فعال‌سازی مکانیکی و افزودنی‌ها به مواد اولیه تشکیل دهنده مولایت، بهبود خواص مولایت ذکر گردد.

کلمات کلیدی: فعال‌سازی مکانیکی، مولایت، افزودنی، رشد دانه.

۱- مرواری بر منابع مطالعاتی

مولایت یک فاز سرامیکی مهم است که علاوه بر استفاده در سرامیک‌های سنتی به صورت ظروف رومیزی، سرامیک‌های ساختاری و دیرگذارها، در مواد پیش‌رفته دما بالا، جایگاکننده‌های حرارت، فیلترها، ابزار اپتیکی و غیره نیز استفاده می‌شود. همچنین کامپوزیت‌های مولایتی دارای پتانسیل بالایی برای استفاده در موتور توربین‌های گازی ثابت و هوایپماها هستند [۱].

مولایت و کامپوزیت‌های زمینه مولایتی به علت داشتن خواص مکانیکی عالی در دمای بالا، مقاومت شیمیایی خوب، ضریب انبساط حرارتی و ثابت دی الکتریک پایین، مقاومت خوشی بالا و غیره بسیار مورد توجه می‌باشد [۲]. در بسیاری از موارد از کائولن به عنوان یک ماده کلیدی برای سنتز سرامیک‌های مولایتی استفاده شده است. تشکیل مولایت از کائولن مستلزم گذراندن یکسری واکنش می‌باشد. در فرآیند گرمایش و در دماهای پایین، کائولن آب پیوند فیزیکی خود را ازدست می‌دهد؛ در دماهای بالاتر به متاکائولن آمورف تجزیه شده و در نهایت به مولایت تبدیل می‌شود [۳,۴].

مولایت با فرمول $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ دارای ساختار کربستالی منحصر به فردی است که در آن زنجیره‌هایی با پیوند قوی در امتداد محور C کربیستالوگرافی قرار دارند؛ بنابراین دانه‌های آن امکان رشد آنیزوتrop در یک محیط بدون محدودیت را دارند. درنتیجه الیاف مولایت می‌توانند به راحتی از سنتز بخار- جامد یا فلاکس نمک مذاب تولید شوند. اما تولید با این روش‌ها مقرن به صرفه نمی‌باشد؛ زیرا سنتز بخار- جامد نیازمند امکاناتی برای ایجاد خلاء است که هزینه‌بر بوده و از سوی دیگر واکنشی که شامل فازهای گازی باشد، فرآیند را پیچیده می‌کند. سرامیک‌های مولایتی مقاوم همچنین می‌توانند با روش فرآوری درجا تولید شوند. رشد دانه آنیزوتrop درجا معمولاً در دماهای بسیار بالا اتفاق می‌افتد. سرامیک‌های مولایتی ساخته شده به این روش دارای چرمگی مطلوبی نیستند. چرمگی شکست کم این سرامیک‌ها به علت رشد بیش از حد دانه، در زمان رشد آنیزوتrop می‌باشد. بنابراین توسعه روش‌هایی برای تولید الیاف مولایت در دماهای نسبتاً



پایین دارای اهمیت زیادی است [۹-۲,۵].

اخيراً 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 [۱۳-۱۱] تشکیل مولایت در زینتر واکنشی جفت آلومینا و کوارتز را با مکانیزم اتحال-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، جوانزنی مولایت رخ می‌دهد. بر طبق دیاگرام فاز $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ فاز مایع در ترکیب غنی از SiO_2 در دمای بالای دمای یوتکتیک ($1590 \pm 10^\circ\text{C}$) تشکیل می‌شود. ولی به علت کاهش بسیار زیاد اندازه ذرات مواد اولیه در محلولهای اکسیدی که با آسیاب پر انرژی آسیاب می‌شوند، فاز مایع در دماهای پایین تر تشکیل شده و سرعت اتحال Al_2O_3 در فاز مایع بیشتر می‌شود (سرعت اتحال 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 پر انرژی، 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 مولاپیت و ابعاد دانه‌های مولاپیت داشته و اینکه افودنی‌های اکسیدی دمای تشکیل فاز مولاپیت را از مخلوط Al_2O_3 و SiO_2 کاهش می‌دهند [۱۴، ۱۵]، در این گزارش چگونگی بهبود خواص مولاپیت در اثر آسیاب پرانرژی و افودنی بررسی شد؛ به عبارتی کاهش دمای تشکیل و دانه‌بندی مواد اولیه اکسیدی تشکیل دهنده مولاپیت به همراه افودنی‌های B_2O_3 ، WO_3 ، CuO و TiO_2 و اکسیدهای واسطه که فعال‌سازی مکانیکی شدن، بررسی شد.

۱-۱-فعالسازی مکانیکی

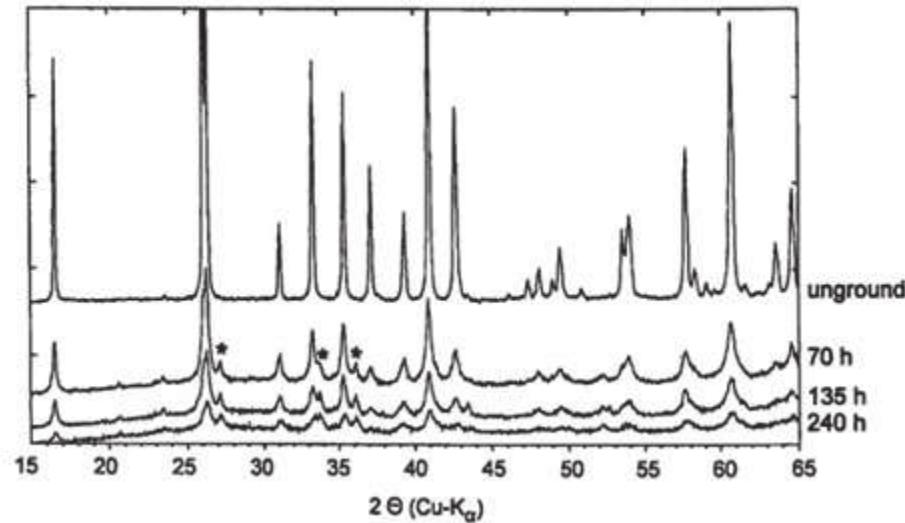
فعال سازی مکانیکی یک روش آسیاب پرانرژی است که در آن از انواع مختلفی آسیاب استفاده می‌شود. طی این فرآیند مخلوطی از پودرهای مختلف تحت نیروهای فشاری بسیار قوی قرار گرفته و امکان ایجاد آلیاژها با شکست و جوش سرد مکرر ذرات پودری که معمولاً قابل مخلوط شدن هستند، وجود دارد.

این روش معمولاً برای تولید پودرهای فلزی ترکیبی با ریزساختار کنترل شده و ریز و همچنین آلیاژهایی که تولید آنها به روش‌های ذوب و ریخته گری 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].

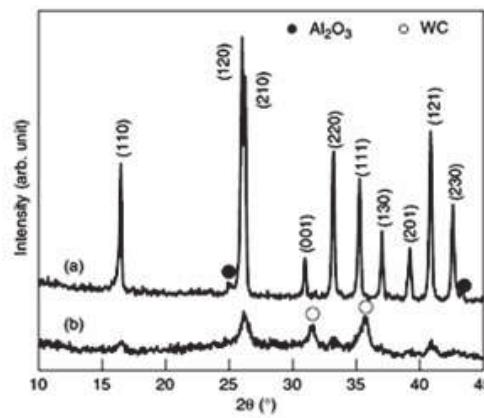
۱-۱-۱-۱- فعالسازی مکانیکی مولایت

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

در تحقیق دیگری [۲] پودر مولایت تجارتی با محفظه و گلوله‌های کاربید تنگستن با نسبت گلوله به پودر ۱٪ 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 آمورفی شدن 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 پر انرژی [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].

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

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

۱-۱-۳- ایجاد مولایت کامپوزیت ساختاری با آسیاب پر انرژی

باتوجه به اینکه سرامیک های مولایتی با دانه های هم محور دارای چرمگی 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 آنیزوتrop

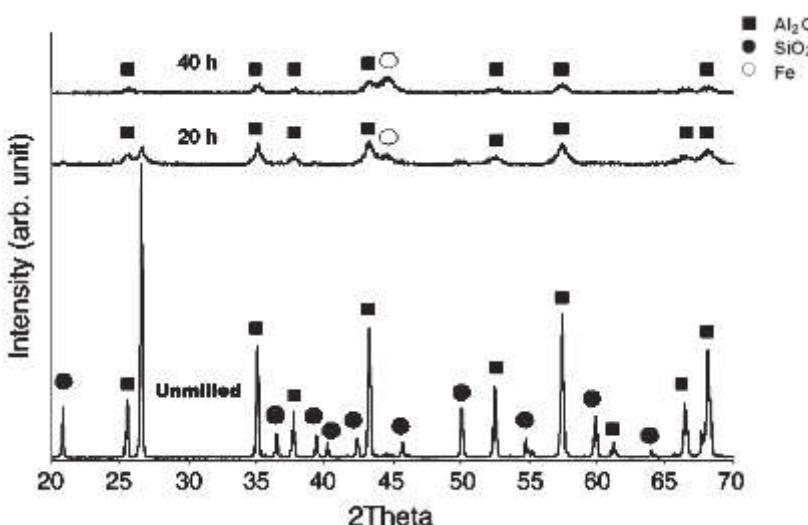


دراجه می‌باشد که در مقایسه با روش قبل بسیار ساده‌تر است ولی به علت دمای بسیار زیاد برای القا رشد دانه آنیزوتروپ به زمینه مولايت تک محوری، رشد غیر عادی دانه مولايت صورت گرفته و چقرمگی شکست مطوب بدمست نمی‌آید.

Kong و همکارانش [۱۹] سرامیک‌های مولايتی با ساختارهای آنیزوتروپ درجا که شامل مولايت با دانه‌های معمولی و الیاف مولايت بود، را تولید کردند. آنها برای این کار مواد اولیه اکسیدی آسیاب شده و مواد اولیه آسیاب نشده را با نسبت‌های وزنی $75/25$ ، $50/50$ و $25/75$ مخلوط کردند. پودرهای آسیاب‌نشده منبعی برای دانه‌های مولايت هم محور هستند درحالیکه پودرهای آسیاب‌شده منجر به ایجاد دانه‌های مولايت آنیزوتروپ می‌شوند. رفتار خوب مولايتی شدن با مکانیزم جوانه‌زنی توجیه می‌شود؛ کریستالهای مولايت تشکیل شده از پودر آسیاب شده در دمای پایین به عنوان جوانه عمل کرده و دمای مولايتی شدن پودر آسیاب‌نشده را کاهش می‌دهند. با افزایش نسبت پودر آسیاب‌شده به پودر آسیاب نشده، مولايتی شدن در دمای پایین‌تری اتفاق می‌افتد.

۱-۴- تشکیل مولايت نانوساختار در اثر فعال‌سازی مکانیکی

بهمنش و همکارانش [۱۲] مولايت با ساختار نانو را از پخت مواد اولیه اکسیدی (Al_2O_3 و SiO_2) که در زمان‌های ۲۰ و ۴۰ ساعت با نسبت گلوله به پودر $1/30$ و با سرعت چرخش 300 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 پنهان شدند که بیان کننده کاهش اندازه کریستالیت‌ها به ابعاد نانومتری و تجمع میکروکرنش‌ها در شبکه است. الگوهای اشعه X نمونه‌های پخته شده در 1450°C فاز غالب مولايت را در نمونه‌ها نشان می‌دهند.



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

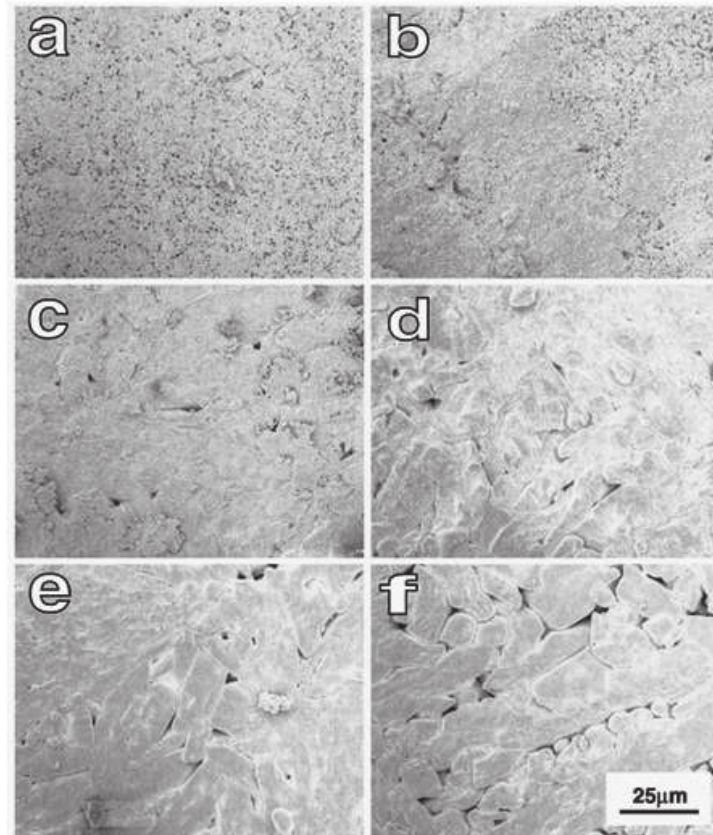
۱-۲- فعال‌سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولايت و CuO

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 $1/40$ ، آسیاب پرانرژی شدند. سپس نمونه‌ها به شکل قرص پرس شده و در دماهای بین $1000-1500^\circ\text{C}$ پخته شدند.

نتایج نشان می‌دهند که در کلیه نمونه‌های آسیاب شده، تشکیل مولايت در دمای 1200°C کامل می‌شود

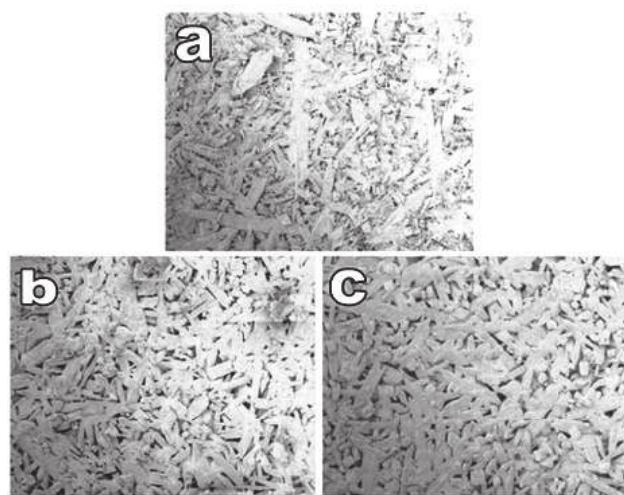


که این دما بسیار کمتر از دمایی است که برای همان نمونه‌ها و بدون آسیاب پرانرژی لازم می‌باشد. در تصاویر SEM مربوط به پودرهای آسیاب شده با فولاد ضد زنگ و پخته شده در دماهای مختلف، تا دمای 1300°C رشد دانه آنیزوتروپ دیده نمی‌شود. با افزایش دمای پخت، هم ابعاد و هم آنیزوتروپی دانه‌ها بیشتر می‌شود (شکل ۴).



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

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 بالارفتن دمای پخت ابعاد این الیاف ثابت می‌ماند [۲۰].

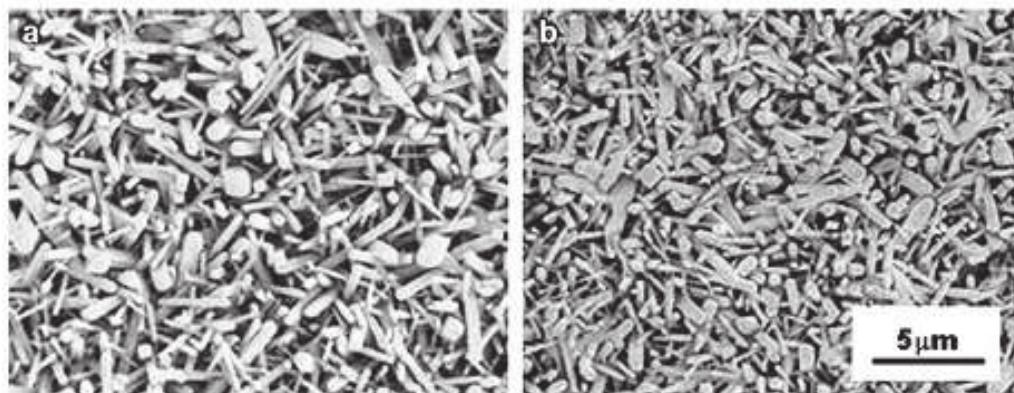


شکل ۵- تصاویر SEM نمونه‌های آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در دماهای [۲۰].
 (a) 1100°C (b) 1200°C (c) 1300°C



۱-۳-فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولايت و B_2O_3
 با توجه به اینکه ساز کار تشکیل فاز مولايت با واکنش انحلال-رسوب کنترل می شود و در بین اکسیدهای مختلف مؤثر ترین اکسید B_2O_3 می باشد، در پژوهشی [۲۱] اکسیدهای اولیه و مقادیر مختلفی B_2O_3 (تا ۲۰٪ B_2O_3) به مدت ۴ ساعت با محفظه ها و گلوله های فولاد ضد زنگ و کاربید تنگستن با نسبت گلوله به پودر به ترتیب ۱٪ و ۴٪، آسیاب پرانرژی شده و به صورت قرص هایی تهیه و در دماهای بین ۱۵۰۰-۱۰۰۰ °C پخته شدند. نتایج نشان می دهند که دمای تشکیل مولايت 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 Al_2O_3 در SiO_2 - Al_2O_3 نسبت داده می شود. دمای تشکیل مولايت 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).

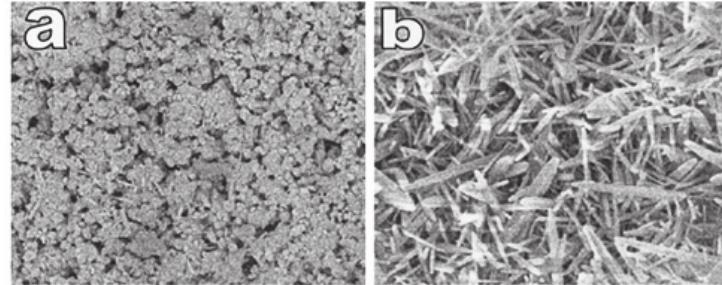
برخلاف ترکیبات آسیاب شده با فولاد ضد زنگ، در پودرهای آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در دماهای مختلف، الیاف مولايت با شکل های منظم تشکیل شده و با افزایش دمای پخت ابعاد الیاف زیاد می شود.



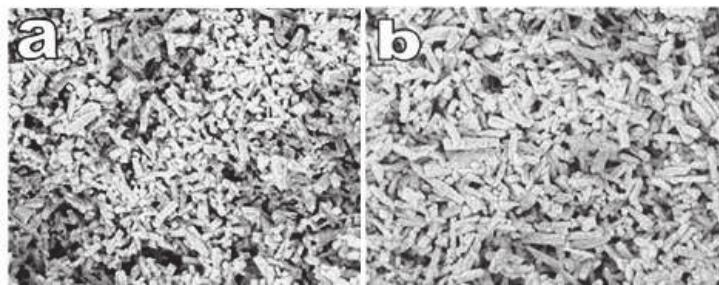
شکل ۶- تصویر SEM نمونه آسیاب شده با کاربید تنگستن و پخته شده در ۱۴۰۰ °C با (a) ۵٪ (b) ۲۰٪ B_2O_3 مولی [۲۱].

۱-۴-فعال سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولايت 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 سیارهای به مدت ۵ ساعت، در محفظه و گلوله هایی از جنس کاربید تنگستن و با نسبت گلوله به پودر ۱٪ اثر بسزایی بر دمای تشکیل مولايت و نیز مورفولوژی دانه های مولايت دارد. در نمونه های با مقادیر مختلف WO_3 ، مولايتی شدن در دمای ۱۱۰۰ °C کامل شده و دانه های مولايت 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 مولايت کمک می کند. تصور می شود که WO_3 به عنوان مراکز هتروژن جوانه زنی عمل کرده و باعث ایجاد جوانه مولايت در دمای پایین تر می شود. افزودن مقدار بیشتر WO_3 ، موجب بیشتر شدن مراکز جوانه زنی و کاهش دمای تشکیل مولايت 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) 1100°C (b) 1000°C [۱۱]

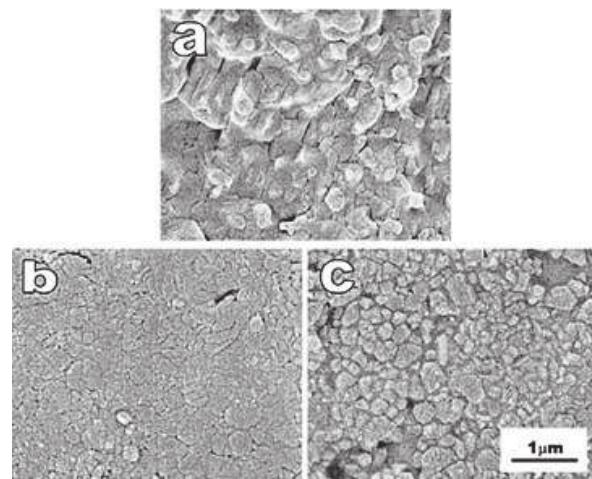


شکل ۸- تصویر SEM نمونه دارای ۲۰٪ مولی WO_3 پخته شده در دمای: (a) 1000°C (b) 1100°C [۱۱]

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

در پژوهش دیگری که توسط Kong و همکارانش [۱۳] صورت گرفت، اکسیدهای اولیه (Al_2O_3 و SiO_2) به صورت جدآگانه با مقادیر یکسان Fe_2O_3 , CoO و NiO به مدت ۵ ساعت با محافظه و گلوله‌های فولاد ضدزنگ با نسبت گلوله به پودر $1/20$ آسیاب پرانرژی شدند. نمونه‌ها به شکل قرص‌های تهیه شده و در دماهای بین 1000°C - 1400°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°C گزارش شد که کمتر از آن دما در فرآیند حالت جامد معمولی است. تصاویر SEM نمونه‌های دارای افزودنی و آسیاب شده که در دماهای مختلف پخته شدند، نشان می‌دهند که در بالای دمای 1200°C و همزمان با تشکیل مولایت، دانه‌ها به صورت آنیزوتropی رشد می‌کنند؛ درصورتیکه در زیر این دما دانه‌ها هم محور هستند. حداکثر چگالی این بدنها قبل از تشکیل فاز مولایت است.

تصاویر SEM نمونه‌های دارای افزودنی، که آسیاب پرانرژی نشده‌اند (شکل ۹)، نشان می‌دهند که علت رشد دانه آنیزوتropی، افزودن اکسیدهای فلزی نیست؛ بلکه آسیاب پرانرژی باعث ایجاد این گونه دانه‌ها شده است [۱۳].

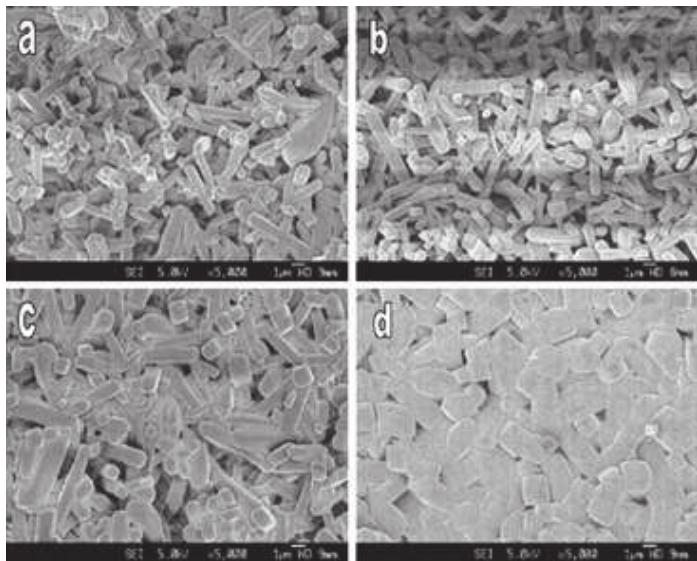


شکل ۹- تصاویر SEM مخلوط‌های آسیاب نشده و پخته شده در 1400°C : (a) Fe_2O_3 (b) CoO (c) NiO [۱۳]



۱-۶-فعال‌سازی مکانیکی مخلوط اکسیدهای اولیه تشکیل دهنده مولايت و TiO_2

محققین [۵] اکسیدهای اولیه Al_2O_3 و SiO_2 با ۱۰ درصد وزنی TiO_2 به مدت ۵ ساعت در آسیاب سیارهای، با محفظه و گلوله‌های کاربید تنگستن و با نسبت گلوله به پودر ۱/۴ آسیاب پرانرژی کردند و پودرهای بدست آمده را به شکل قرص پرس کرده و در دماهای بین ۱۱۰۰-۱۵۰۰ °C حرارت دادند. با توجه به الگوهای پراش اشعه λ افزودن ۱ درصد وزنی TiO_2 بیشترین تأثیر را بر تشکیل مولايت دارد؛ که به نظر می‌رسد با افزودن مقدار بیشتر TiO_2 ، از ترکیب Al_2O_3 و SiO_2 برای تشکیل مولايت جلوگیری شود. همچنین چگالی نمونه‌ها با افزایش غلظت TiO_2 بیشتر می‌شود. تصاویر SEM نمونه‌های دارای مقادیر مختلف TiO_2 پخته شده در ۱۵۰۰ °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 ۱۵۰۰ °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-نتیجه‌گیری

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

مراجع

- 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 Powdersk", *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-Dopped 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 ğaoğulları, Hasan Gökc e, 'İsmail Duman, M. LütfiÖvec oğlu, "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).

