

بررسی تاثیر بورات آلمینیوم و منیزیا بر خواص مکانیکی و ریز ساختاری بدنه‌های کوراندوم-مولایتی

نجمه نوروزی، رحیم نقی‌زاده^{*}، حمیدرضا رضایی، ابراهیم قاسمی

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

^{*}naghizadeh@iust.ac.ir

چکیده:

بدنه‌های کوراندوم-مولایتی از نظر دیرگذاری تحت بار و مقاومت در برابر خروش اهمیت فراوانی در صنعت دارند. به منظور بهبود زیستر این بدنه‌ها و همچنین کنترل ریزساختار از افزودنی‌های مختلف استفاده می‌گردد که در این پژوهش تاثیر افزودن بورات آلمینیوم به تنها ی و بورات آلمینیوم و منیزیا باهم بررسی شده است. بورات آلمینیوم مصرفی توسط سنتراحتراقی با استفاده از محلول حاوی نیترات آلمینیوم، اسید بوریک و سوخت گلاسین تهیه شد. بدنه‌های کوراندوم-مولایت از مواد اولیه آلمینیات تیولا، آلمینیات گاما و کافلون دیاموند بهمراه افزودنی‌های مورد نظر پس از پرس کردن و پخت در دماهای مختلف ۱۵۵۰°C-۱۴۰۰°C تهیه شدند. نمونه‌های بدون افزودنی پس از پخت در ۱۵۵۰°C دارای استحکام خمشی ۲۳MPa و چگالی نسبی ۱۸٪ و فازهای اصلی کوراندوم و مولایت و فاز فرعی کوارتز بودند که پس از افزودن بورات آلمینیوم به میزان ۵٪ وزنی، استحکام خمشی به ۲۵MPa و چگالی نسبی به ۱۷٪ رسید که نمایشگر کاهش زیستر بود که بدلیل دیرگذاری بیشتر بورات آلمینیوم نسبت به مولایت بود. به منظور بهبود زیستر و ریزساختار از مخلوط‌های مختلف بورات آلمینیوم و منیزیا به میزان ۱-۵٪ وزنی استفاده شد که نمونه دارای ۵٪ مجموع دو افزودنی پس از پخت در دمای ۱۵۵۰°C استحکام خمشی حدود ۱۱۵MPa و چگالی نسبی ۹۵٪ با فازهای بورات آلمینیوم و پیروپ ($3MgO.Al_2O_3.3SiO_2$) و احتمالاً بورات منیزیم ($2MgO.B_2O_3$) علاوه بر فازهای اصلی کوراندوم و مولایت بود. نتایج ریزساختاری نمونه فوق نمایشگر حضور سوزن‌های درهم تنبیده طوبی و کوتاه مولایت و احتمالاً بورات آلمینیوم در بین ذرات کوراندوم بود.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳۹۴/۰۱/۳۰

پذیرش: ۱۳۹۵/۰۳/۰۹

کلید واژه:

بورات آلمینیوم، کوراندوم، مولایت، منیزیا، خواص مکانیکی

۱- مقدمه

آلومینا دارای نقطه ذوب $2050^{\circ}C$ است. $2/5 MPa.m^{1/2}$ ضریب انبساط حرارتی $10^{-6}^{\circ}C^{-1}$ ، ضریب هدایت حرارتی $500 W/m.k$ و استحکام فشاری $4/5 MPa.m^{1/2}$ است [۱]. کامپوزیت کردن زمینه آلمینا با مولایت موجب افزایش خواصی مثل

مولایت دارای نقطه ذوب $1830^{\circ}C$ ، ضریب انبساط حرارتی $4/5 \times 10^{-6}^{\circ}C^{-1}$ ، ضریب هدایت حرارتی $6 W/m.k$ و استحکام فشاری $200 MPa$ و چرمگی شکست



به منظور بهبود زینتر و بهبود ریزساختار بدنه‌های آلمینیایی از افزودنی‌های مختلف مثل MgO , Y_2O_3 , La_2O_3 و CeO_2 [۹]، بورات آلمینیوم [۱۰] استفاده می‌شود. منیزیا دمای زینتر بدنه‌های کوراندوم-مولایت را کاهش داده و ریزساختار هموژن تری ایجاد می‌کند. دمای شروع تشکیل مذاب در سیستم حاوی مخلوط آلمینیا-رس-افزودنی منیزیا حوالی 1425°C است و در بالای 1578°C فازهای کوراندوم، مولایت و مایع وجود دارد که موجب زینتر در حضور فاز مایع می‌گردد و از مذاب فوق هنگام سرد کردن اسپینل‌های MgAl_2O_4 در بین سوزن‌های مولایت بلورینه می‌شود. ضمناً منیزیا می‌تواند زینتر نفوذ شبکه‌ای آلمینیا را نیز افزایش دهد [۵].

در سیستم $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$ ترکیب‌های مختلفی نظری در معرفت شده‌اند. این ترکیب در این سیستم از لحاظ ساختاری شبیه مولایت است و حاوی اکتا هدرال‌های AlO_6 و تترادهدرال‌های AlO_4 و مثلاً B_2O_3 و برخی اتمهای Al با کوریدیناسیون پنج اکسیژنی است [۱۰-۱۲]. این ترکیب دارای نقطه ذوب 1950°C ، ضریب انبساط حرارتی $4/2 \times 10^{-6}\text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ و چگالی $2/68\text{ g/cm}^3$ است [۱۰]. این ماده از روش‌های مختلف مثل واکنش پودرها و روش احتراقی سنتز می‌گردد که در روش احتراقی از محلول آبی نیترات آلمینیوم، اسید بوریک و سوخت اوره یا استات آمونیوم و حرارت دهی تا 50°C استفاده می‌شود. بورات آلمینیوم بدست آمده از سوخت اوره بلورین و از سوخت استات آمونیوم آمورف است [۱۳]. بین $9\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{B}_2\text{O}_3$ و مولایت $(3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2)$ و

مقاومت شوک حرارتی و مقاومت خرشی می‌گردد، ضمناً اینکه بدليل ایجاد مکانیزم انحراف ترک و کشیده شدن سوزن‌های نازک مولایت در زمینه آلمینیایی و همچنین تغییر مسیر رشد ترک، بر چقرومگی بدنه آلمینیایی افزوده می‌شود [۴-۲]. افزودن پنج درصد حجمی مولایت ریز دانه به بدنه آلمینیایی موجب تغییر مسیر رشد ترک از فضای بین دانه‌های آلمینیا در بدنه‌های تک فاز کوراندومی به درون دانه‌های کوراندوم در کامپوزیت آلمینیا-مولایت می‌گردد و چون استحکام درون دانه ای آلمینیا بالا است عملاً رشد ترک بسیار کند می‌گردد [۲].

بر روی واکنش رس‌ها یا کائولینیت با آلمینیا پژوهش‌های متعددی صورت گرفته است [۵-۷]. حین حرارت دادن مخلوط رس با آلمینیا، مولایت اولیه شبیه مکعبی و سیلیس آمورف در حوالی 1000°C تشکیل می‌شود و در دماهای بالای 1300°C بدليل انحلال آلمینیا در فاز مایع، مولایت سوزنی شکل ایجاد می‌شود. تغییرات چگالی نسبی مخلوط رس با آلمینیا نشان می‌دهد که در دماهای حوالی $1300-1500^\circ\text{C}$ که در آن واکنش بین فاز مذاب و آلمینیا و تشکیل مولایت ثانویه رخ می‌دهد چگالی نسبی به مقدار جزئی افت می‌کند ولی با افزایش دما به 1600°C چگالی نسبی افزایش و به بالای 90% می‌رسد. بدليل این امر مصرف فاز آمورف و تفاوت چگالی‌های تئوری اجزا است. رس‌ها به تنها یی در بالای 1500°C افت چگالی شدیدتری بدليل حضور ناخالصی Fe_2O_3 و تبدیل آن به Fe_3O_4 و Fe_2O_3 اکسیژن گازی دارند. در حضور آلمینیا بدليل انحلال Al_2O_3 در میزان بیش از 15% وزنی در بالای 1400°C این پدیده رخ نمی‌دهد [۶].



هدف این پژوهه بررسی تاثیر بورات آلمینیوم به تنها یابی و بهمراه منیزیا بر روی زینتر و خواص مکانیکی و ریزساختاری بدنه‌های کوراندوم-مولایت تهیه شده از مخلوط انواع آلومینا و کائولن بوده است. بورات آلمینیوم مورد استفاده توسط روش احتراقی سنتز شده و سپس در بدنه‌ها استفاده شده است.

۲- فعالیت تجربی

برای تهیه کامپوزیت ۶۰٪ وزنی کوراندوم و ۴۰٪ وزنی مولایت، از مخلوط حاوی ۵۶٪ وزنی آلومینای تبولا ر زیر $1\text{ }\mu\text{m}$ (شرکت Alcoa)، ۲۰٪ آلومینای گاما زیر $1\text{ }\mu\text{m}$ (شرکت مرک) و ۲۴ درصد وزنی کائولن دیاموند استفاده شد که آنالیز شیمیایی مواد اولیه مصرفی در جدول ۱ آورده شده است.

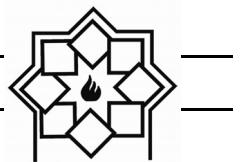
۲:۱) محلول جامد وجود دارد که می‌توان آن را بصورت جایگزینی B بجای Si و بصورت فرمول $\text{Al}_{4.64}\text{Si}_{1.16}\text{B}_{0.2}\text{O}_{9.58}$ ۳:۲ در مقایسه با فرمول مولایت $\text{Al}_{4.5}\text{Si}_{1.5}\text{O}_{9.75}$ معنی $\text{Al}_{4.5}\text{Si}_{1.5}\text{O}_{9.75}$ بیان کرد که در واقع این جایگزینی همراه با ایجاد جاهای خالی بیشتر اکسیژنی در شبکه است [۱۱ و ۱۳]. به این محلول‌های جامد گاهی اوقات بورن-مولایت (B-mullite) گفته می‌شود و میزان جایگزینی بورن-مولایت در بدنه میزان جایگزینی به حدود دو برابر می‌رسد. حرارت دادن طولانی مدت بورن-مولایت در 1400°C موجب تجزیه آن به مولایت خالص و آلومینای الfa می‌گردد. بورن-مولایت نسبت به مولایت ضریب انبساط حرارتی کمتری دارد [۱۲]. البته سیستم در $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{B}_2\text{O}_3$ علاوه بر ترکیب‌های ذکر شده امکان ایجاد $\text{Al}_{1.6}\text{Si}_2\text{B}_6\text{O}_{37}$ ترکیب بورال سیلیت (boralsilite) نظیر $\text{Al}_{1.6}\text{Si}_2\text{B}_6\text{O}_{37}$ نیز وجود دارد [۱۳ و ۱۴].

جدول ۱- آنالیز شیمیایی مواد اولیه مصرفی

L.O.I	Fe_2O_3	TiO_2	Na_2O	K_2O	MgO	CaO	SiO_2	Al_2O_3	مواد اولیه
۱۳/۵۵	۰/۷	۱/۴۰	۰/۰۸	۰/۱۸	۰/۱	۰/۱۵	۴۵/۷۷	۳۸/۰۴	کائولن دیاموند
-	۰/۰۳	-	۰/۴	-	-	۰/۰۸	۰/۰۶	۹۹/۴	آلومینای تبولا
-	۰/۰۲	-	۰/۵	-	-	۰/۰۴	۰/۰۲	۹۹/۴۲	آلومینای گاما

دهماهای $1400-1550^{\circ}\text{C}$ در اتمسفرهای معمولی با زمان ماندگاری سه ساعت در دمای ماکریم پخت شدن و سپس در کوره سرد شدن. پس از آن چگالی بالک و درصد تخلخل باز به روش ارشمیدس و با استفاده از آب جوش، استحکام خمی بصورت سه نقطه ای و فاصله تکیه گاه 50 mm و استحکام فشاری با اعمال نیروی عمودی بر سطح مقطع

مواد اولیه ذکر شده با افزودنی‌های بورات آلمینیوم سنتزی و منیزیای شرکت مرک و محلول چسب پلی ونیل الکل (PVA) مخلوط شده و سپس در قالب‌های استحکام خمی با ابعاد $4\text{ mm}^3 \times 5\text{ mm} \times 60\text{ mm}$ و استحکام فشاری با قطر 20 mm و ارتفاع حدود 30 mm با فشار 250 MPa پرس شدند. پس از خشک کردن، نمونه‌ها در کوره الکتریکی در



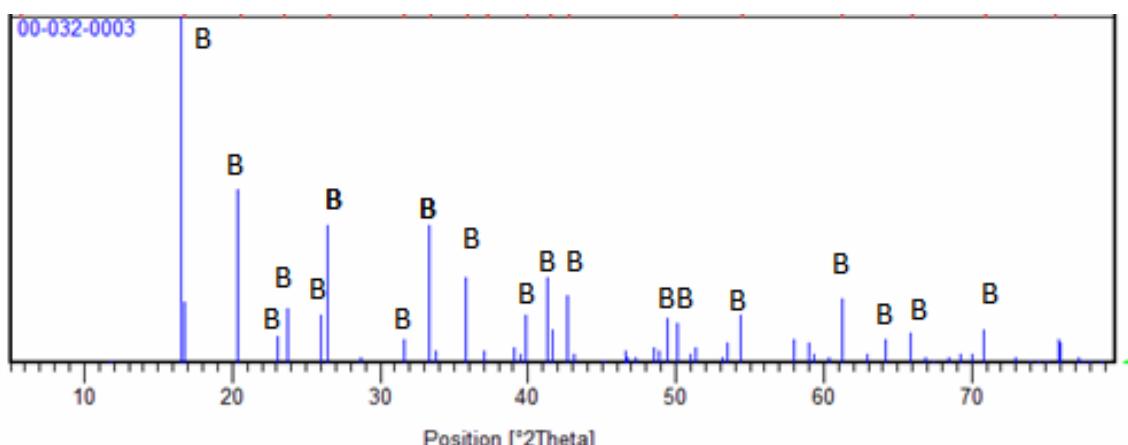
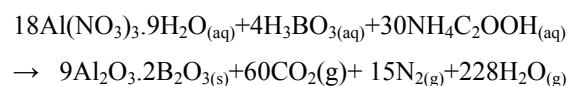
پس از مخلوط کردن ۱۹/۱۵ گرم نیترات آلمینیوم آبدار، ۰/۷ گرم اسید بوریک و ۶ گرم گلایسین در ۱۰۰°C اب ابتدا محلول شفاف بدست آمد و سپس با استفاده از گرمکن ۵۰°C ویسکوز شد. آنگاه حرارت گرمکن به ۴۰۰°C رسانده شد که احتراق انجام شد و پودر اسفنجی بدست آمد. پودر فوق در ۱۰۰۰°C به مدت دو ساعت کلسینه شد و الگوی پراش اشعه X آن تهیه شد.

۳- نتایج و بحث

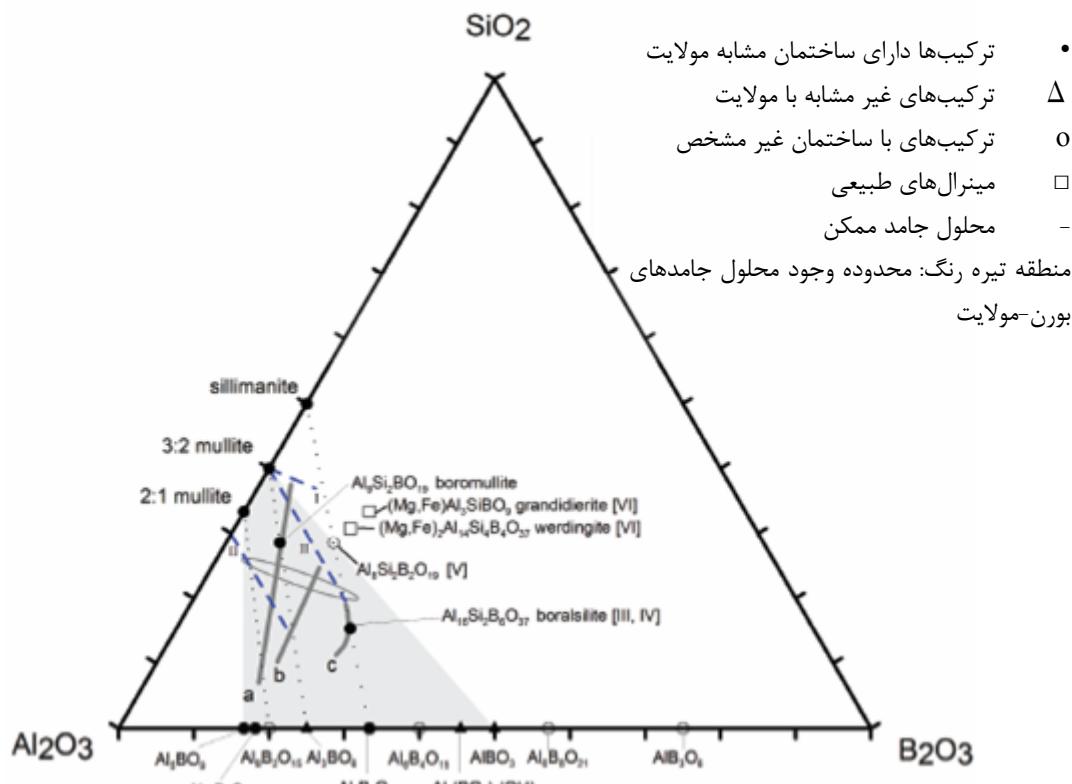
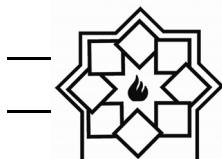
شكل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس X فاز بورات آلمینیوم را نشان می‌دهد که نمایشگر تشکیل بورات مورد نظر در دمای کلسینه شدن ۱۰۰۰°C است. مطابق دیاگرام سه جزیی کامل نشده (شکل ۲) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ بورات‌های آلمینیوم متعدد وجود دارد که برخی از آن‌ها دارای ساختمان مشابه مولایت هستند که ترکیب سنتز شده نیز این‌گونه است.

تعیین شد. بر روی مخلوط خام برخی از نمونه‌ها آنالیز حرارتی (NETZSCH STA) (دستگاه DTA+TGA) (دستگاه STA) انجام شد و برای نمونه‌های پخت شده آنالیز پراش اشعه X (دستگاه Philips با لامپ مسی $\lambda=1.546\text{\AA}$) و بررسی TESCAN ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی (مدل TESCAN) مجهز به سیستم EDS انجام گردید.

سنتز بورات آلمینیوم به روش احتراقی با استفاده از محلول حاوی نیترات آلمینیوم، اسید بوریک و سوخت گلایسین انجام شد. سنتز بورات آلمینیوم بر اساس محاسبات نسبت سوخت (گلایسین) به اکسید کننده‌ها (نیترات آلمینیوم) بصورت استوکیومتری انجام شد و با در نظر گرفتن ظرفیت +۴ برای C، +۳ برای H، +۲ برای Al و -۲ برای اکسیژن و صفر برای نیتروژن محاسبه انجام شد و رابطه زیر موازن گردید:



شکل ۱- الگوی پراش اشعه X بورات آلمینیوم سنتز شده به روش احتراقی پس از کلسینه شدن در ۱۰۰۰ °C

شکل ۲- دیاگرام سه جزیی $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$

موجب افزایش استحکام بدنها می‌گردد. از طرف دیگر بورات آلمینیوم (A_9B_2) دارای نقطه ذوب 1950°C است که بالاتر از نقطه ذوب مولایت (1840°C) است. بنابراین در صورت انحلال در مولایت دیرگذاری زمینه را بالاتر می‌برد و موجب افزایش دمای زینتر می‌گردد و رسیدن به استحکام مناسب را مشکل تر می‌کند. چنانچه در شکل ۲ واضح است بین مولایت‌های ۳:۲ و ۲:۱ با برخی از بورات‌های آلمینیوم مثل A_9B_2 محلول جامد وجود دارد. به نظر می‌رسد که در دمای 1550°C و پایین‌تر از آن، عامل دوم یعنی افزایش دیرگذاری زمینه بر عامل اول یعنی شتاب در ایجاد مولایت غلبه کرده است. در جدول ۲ چگالی بالک، نسبی و درصد تخلخل ظاهری نمونه بدون افزودنی با نمونه حاوی ۵٪

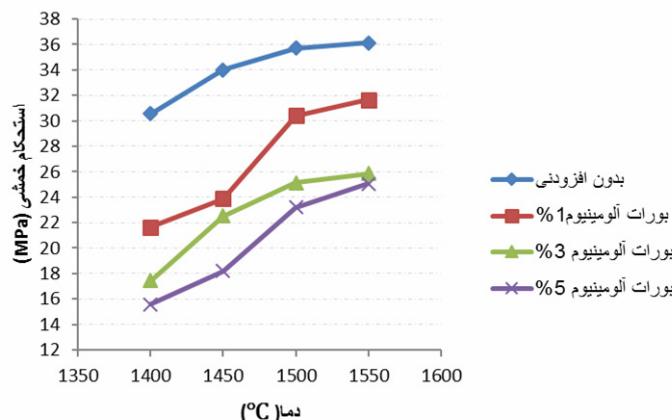
در شکل ۳ استحکام خمی و در شکل ۴ استحکام فشاری نمونه‌های مختلف فرمولاسیون مرجع (بدون افزودنی) و فرمولاسیون‌های حاوی ۱ و ۳ و ۵ درصد بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف $1400-1550^\circ\text{C}$ به مدت سه ساعت آورده شده است.

همانطور که مشاهده می‌گردد افزودن بورات آلمینیوم در هر مقداری موجب افت استحکام خمی و فشاری نسبت به نمونه بدون افزودنی شده است و هرچقدر بورات آلمینیوم بیشتر افزوده شده است افت استحکام بیشتر شده است. بورات آلمینیوم دو رفتار در بدن‌های کوراندوم-مولایتی دارد. اول اینکه می‌تواند موجب یک مکان رشد ترجیحی برای مولایت‌های در حال سنتز شدن باشد [۱۲]. این موضوع

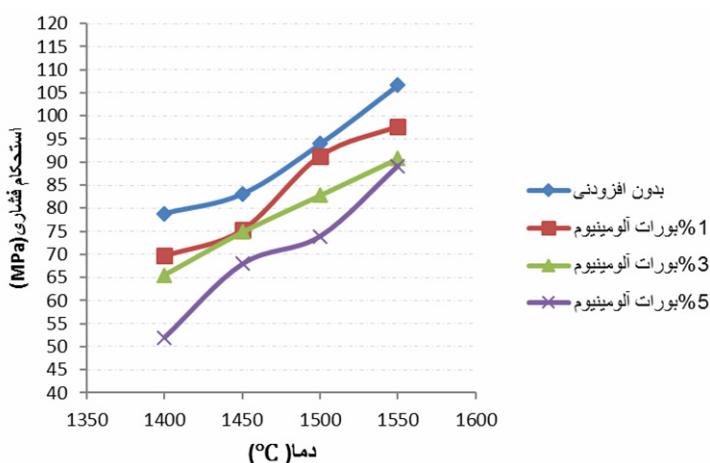


دیرگذار شدن نسبی سیستم و انجام عمل زینتر باشد کمتر در نمونه‌های حاوی افزودنی بورات آلمینیوم است.

افزودنی بورات آلمینیوم مقایسه شده است که نتایج مطابق جدول حاکی از افزایش درصد تخلخل است که نمایشگر



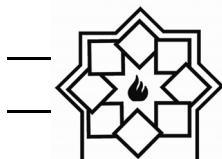
شکل ۳- استحکام خمشی نمونه‌های حاوی افزودنی بورات آلمینیوم در مقایسه با نمونه بدون افزودنی پس از پخت در دماهای مختلف



شکل ۴- استحکام فشاری نمونه‌های حاوی افزودنی بورات آلمینیوم در مقایسه با نمونه بدون افزودنی پس از پخت در دماهای مختلف

جدول ۲- چگالی و تخلخل نمونه‌های حاوی ۵٪ درصد وزنی بورات آلمینیوم در مقایسه با نمونه بدون افزودنی پس از پخت در دمای ۱۵۵۰°C به مدت ۳ ساعت

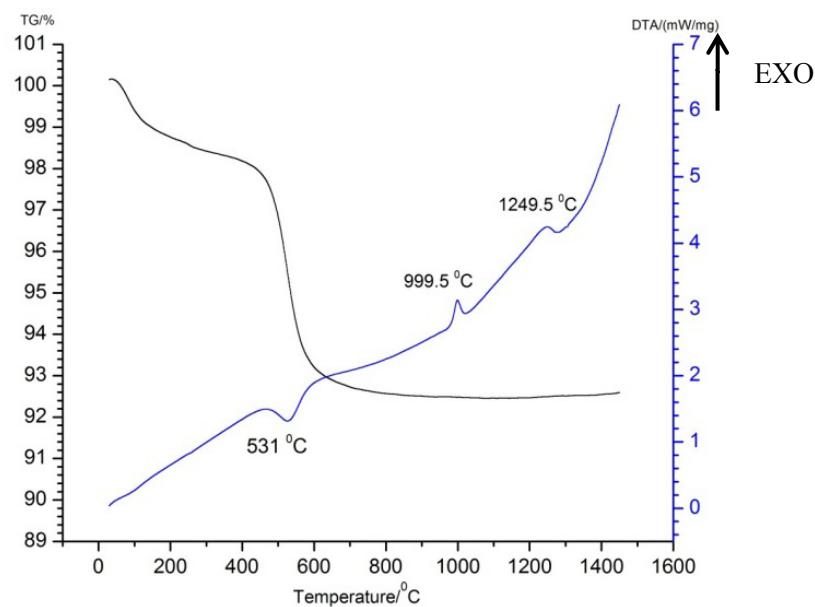
نمونه	چگالی بالک (g/cm ³)	چگالی پیکنومتری (g/cm ³)	چگالی نسبی (%)	تخلخل ظاهری (% حجمی)
بدون افزودنی	۳/۱۲	۳/۵۳	۸۸/۳۸	۱۵/۶۲
حاوی ۵٪ وزنی بورات آلمینیوم	۳/۱۸	۳/۶۳	۸۷/۶۰	۱۶/۹۴



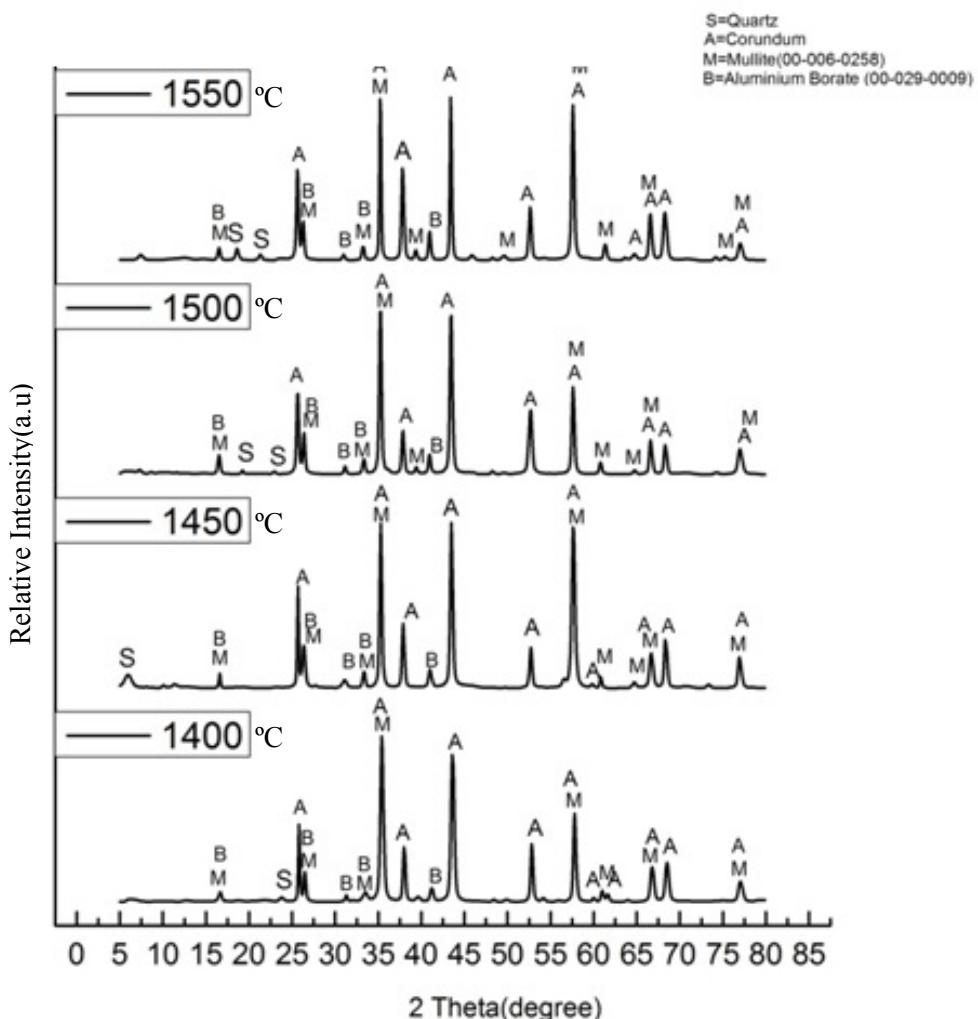
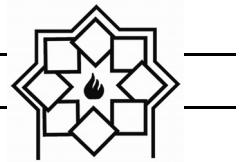
و با فرمول $(\text{Si}_4\text{Al}_{11.7}\text{B}_{4.3})\text{O}_{32}$ نشان داده می‌شود که در الگوهای پراش اشعه X الگوی شبیه $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ دارد و از طرف دیگر ساختار شبیه مولایت ۲:۱ دارد و به نام اسپینل Al-Si معروف است [۱۵].

الگوی پراش اشعه X نمونه‌های حاوی افزودنی ۵٪ بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف $1400^{\circ}\text{C}-1550^{\circ}\text{C}$ در شکل ۶ آورده شده است. نشان می‌دهد که کوراندوم، مولایت و بورات آلمینیوم بهمراه فاز جزیی کوارتز در تمام دماها حضور دارد.

در شکل ۵ آنالیز حرارتی افتراقی و تغییرات وزنی همزمان (DTA+TGA) زمینه نمونه‌های حاوی ۵٪ بورات آلمینیوم آورده شده است. نتایج نمایشگر پیک‌های گرمایش خروج هیدروکسیل‌ها از کائولینیت در دمای 531°C و تشکیل متاکائولن، تشکیل اسپینل Al-Si در دمای 999°C و تشکیل مولایت اولیه در دمای 1249°C است و تقریباً می‌توان گفت که بورات آلمینیوم هیچ تاثیر مهمی بر تبدیلات کائولینیت موجود در مخلوط کامپوزیت آلمینا+کائولن+بورات آلمینیوم نداشته است. در حین تبدیل متاکائولن به مولایت اولیه فاز واسطه‌ای تشکیل می‌شود ساختار شبیه ساختار اسپینل‌ها دارد.



شکل ۵- آنالیز حرارتی همزمان (DTA+TGA) زمینه نمونه حاوی ۵٪ وزنی افزودنی بورات آلمینیوم



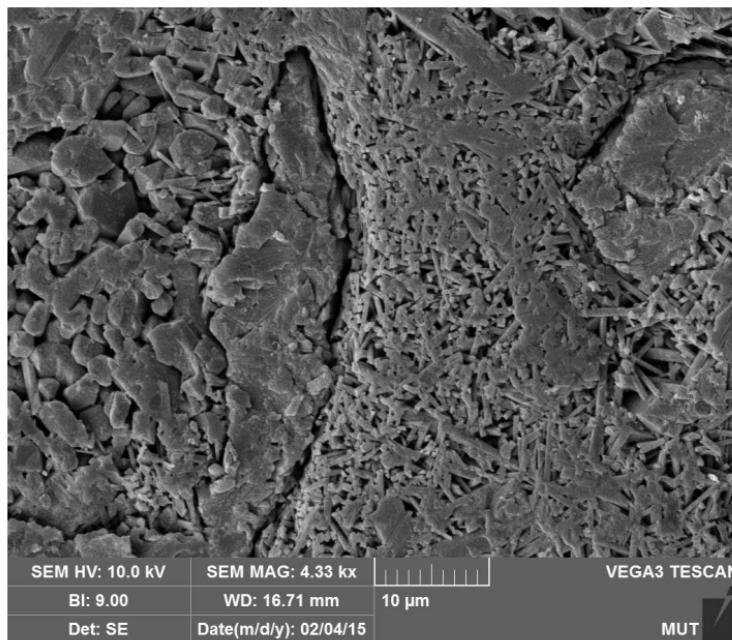
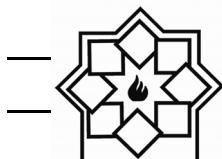
شکل ۶- الگوهای پراش اشعه X نمونه‌های حاوی ۵ درصد وزنی افزودنی بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف

یافته کنترل شده بورات آلمینیوم بعنوان افزودنی برای تشویق رشد الگودار استفاده شده است. بورات آلمینیوم بدليل داشتن ساختار مشابه با مولالیت در جوانه زنی و رشد الگودار مولالیت در دمای ۱۴۵۰°C نقش مهمی دارد [۱۶ و ۱۷].

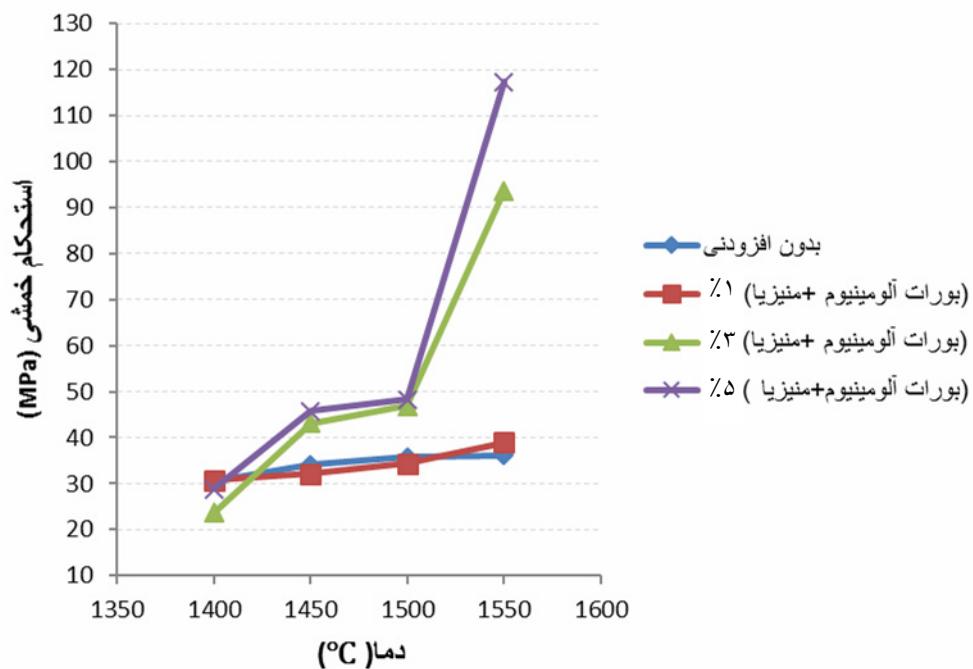
تغییرات استحکام خمی و فشاری نمونه‌های حاوی درصدهای وزنی مختلف بورات آلمینیوم+منیزیا پس از پخت در دماهای ۱۴۰۰-۱۵۵۰°C به مدت ۳ ساعت در شکل‌های ۸ و ۹ ارائه شده است.

ریزساختار نمونه حاوی بورات آلمینیوم پخت شده در ۱۵۵۰°C نمایشگر وجود سوزن‌های بسیار زیاد بین آلمیناها است (شکل ۷). سوزن‌های نشان داده شده می‌توانند مولالیت، بورات آلمینیوم و محلول جامد آن‌ها باشند.

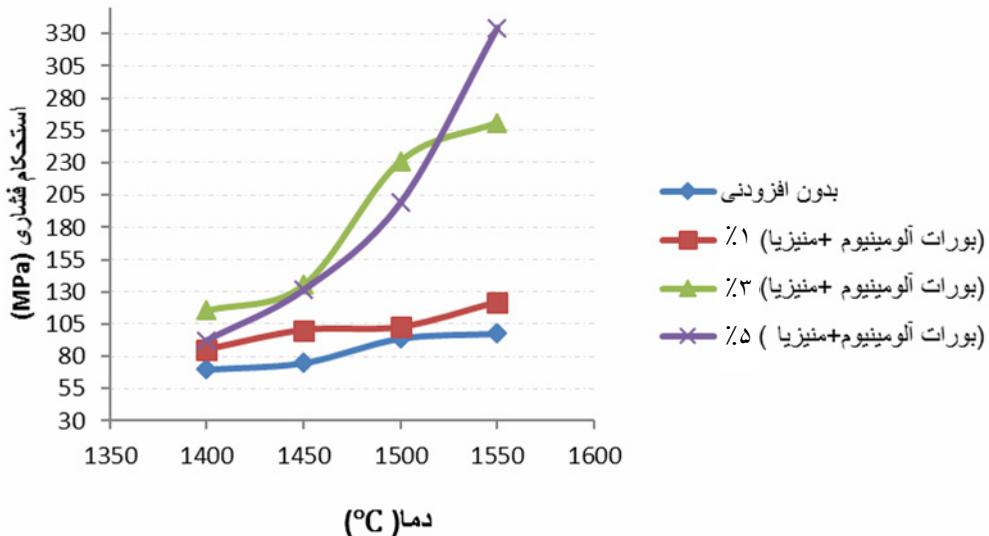
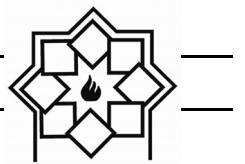
همانطور که مشاهده گردید بورات آلمینیوم در کامپوزیت‌های کوراندوم-مولالیت سنتر شده در این پژوهش عامل کمک زیتر تا حدود ۱۵۵۰°C نبوده است هرچند که موجب آرایش بهتر مولالیت‌ها گردیده است. برای تهیه مولالیت‌های سوزنی رشد



شکل ۷- ریزساختار زمینه حاوی ۵٪ افزودنی بورات آلمینیوم پس از پخت در ۱۵۵۰ °C



شکل ۸- استحکام خمشی نمونه‌های حاوی درصدهای مختلف منزیا + بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف به مدت سه ساعت

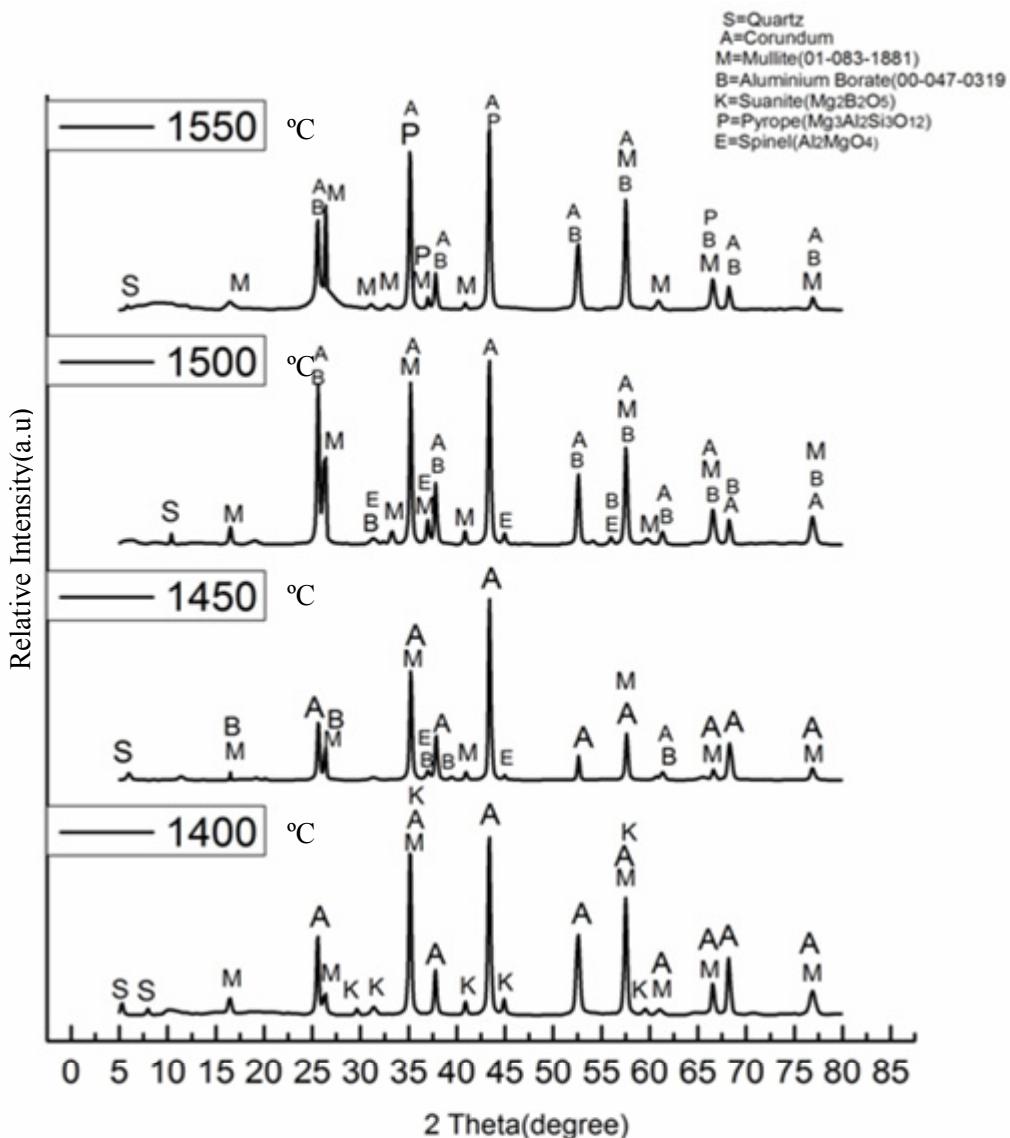
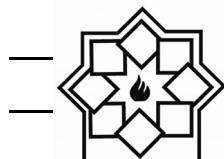


شکل ۹- استحکام فشاری نمونه‌های حاوی درصدهای مختلف منیزیا + بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف به مدت سه ساعت

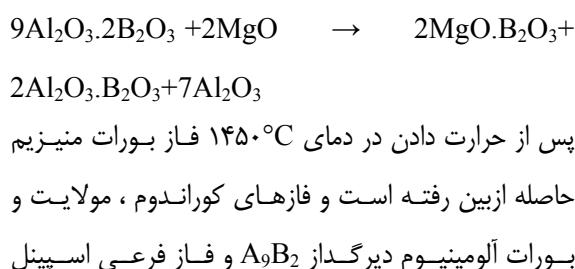
انتقال اتم‌های Al و Si و سپس واکنش آن‌ها روی بورات آلمینیوم دارای ساختار مشابه با مولایت ایجاد کنند بیشتر می‌شود. این مواد شامل Cr_2O_3 , MgO , TiO_2 , Al_2O_3 , قلیایی‌ها و غیره هستند [۱۶ و ۱۷]. به نظر می‌رسد که در درصدهای بالای بورات آلمینیوم و در حضور منیزیا این نقش تقویت می‌گردد. در درصدهای پایین به نظر می‌رسد که نقش افزودن بورات آلمینیوم دیرگدازتر از مولایت در کند کردن فرآیند زیتر به نقش مولایت زایی آن غلبه دارد. البته منیزیا می‌تواند به تنها‌یابی بر روی افزایش زیتر مولایت و کوراندوم نیز تاثیر داشته باشد [۱۸ و ۱۹].

به منظور پیگیری تغییرات فازی حین پخت آنالیز پراش اشعه X از نمونه‌های حاوی ۵ درصد مجموع افزودنی منیزیم + بورات آلمینیوم پس از پخت در دماهای مختلف بعمل آمد که نتایج در شکل ۱۰ آورده شده است.

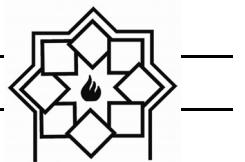
نتایج نشان می‌دهند مقادیر استحکام نمونه‌های مجموع یک درصد وزنی افزودنی منیزیا و بورات آلمینیوم، استحکام مشابه با نمونه بدون افزودنی دارد و افزودن میزان مجموع افزودنی به میزان سه و پنج درصد در دمای پخت ۱۴۰۰°C تاثیر مهمی بر خواص استحکام ندارد ولی در دمای پخت ۱۴۵۰°C استحکام نمونه‌های حاوی مجموع ۳ و ۵ درصد افزودنی منیزیا + بورات آلمینیوم نسبت به نمونه بدون افزودنی افزایش می‌یابد و از ۱۵۰۰°C به بعد به ویژه در ۱۵۵۰°C تفاوت آشکاری پیدا می‌کند. همانطور که قبلاً ذکر شد بورات آلمینیوم دو نقش را در بدن‌های کوراندوم-مولایتی بازی می‌کند یکی اینکه می‌تواند موجب ایجاد مولایتهاز جدید با بافت مناسب گردد که با در هم قفل شدگی بر استحکام تاثیر مثبت دارند به ویژه این نقش در حضور افزودنی‌های دیگر که بتوانند مقداری فاز مایع برای



شکل ۱۰ - الگوهای پراش اشعه X نمونه‌های حاوی ۰.۵٪ افزودنی منیزیم + بورات آلومینیوم پس از پخت در دماهای مختلف به مدت سه ساعت



نتایج نشان می‌دهد که در این حالت پس از پخت در دمای ۱۴۰۰ °C، فازهای کوراندوم و مولايت بعنوان فازهای اصلی و فازهای بورات منیزیم $\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$ و احتمالاً مقدار جزئی فاز بورات آلومینیوم وجود دارد. احتمال رخ دادن واکنش زیر وجود دارد.



همچنین نسبت به نمونه حاوی افزودنی‌های بورات آلومینیوم است.

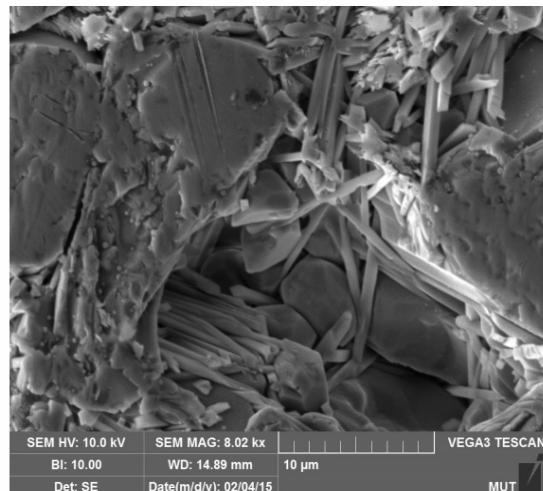
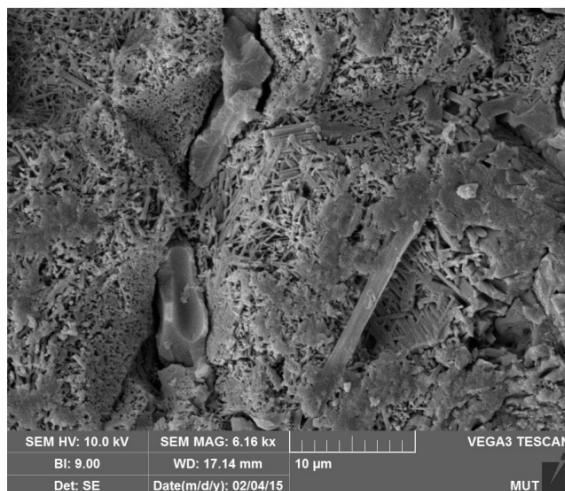
در شکل ۱۱ ریزساختار نمونه حاوی دو افزودنی هم زمان بورات آلومینیوم و منیزیا آورده شده است. همانطور که ریزساختار نشان می‌دهد سوزن‌های درشت و طویل به همراه سوزن‌های ریز در نمونه وجود دارد. طول متوسط سوزن‌ها به $7\mu\text{m}$ و عرض آن‌ها به $1\mu\text{m}$ می‌رسد. علاوه بر آن آلومنینهای تبولار و احتمالاً آلومنینای ریزدانه حاصل از رشد آلومنینای گاما نیز وجود دارد. ساختار بشدت درهم تنیده است.

MgAl_2O_4 ظاهر شده است. در دمای 155°C فاز پیروپ ($3\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$) دارای ساختار مکعبی ظاهر شده است. به نظر می‌رسد که ظهور این فازهای دارای نقطه ذوب پایین‌تر از بورات آلومینیوم دیرگذار و همچنین درهم تنیده شدن مولایت‌ها باعث افزایش استحکام فشاری سرد می‌گردد.

در جدول ۳ چگالی و تخلخل نمونه‌های پخت شده در 155°C آورده شده است که نشان می‌دهد چگالی نسبی به $95/68$ درصد و تخلخل ظاهربه $4/16\%$ رسیده است که نمایشگر افزایش زینتر نسبت به نمونه‌های بدون افزودنی و

جدول ۳- چگالی و تخلخل نمونه‌های حاوی ۵٪ وزنی مجموع دو افزودنی بورات آلومینیوم + منیزیا پس از پخت در دمای 155°C به مدت ۳ ساعت

نمونه	چگالی بالک (g/cm^3)	چگالی پیکنومتری (g/cm^3)	چگالی نسبی (%)	تخلخل ظاهربه (٪ حجمی)
بدون افزودنی	۳/۱۲	۳/۵۳	۸۸/۳۸	۱۵/۶۲
۵٪ افزودنی (منیزیا+بورات آلومینیوم)	۳/۴۷	۳/۶۵	۹۵/۶۸	۴/۱۶



الف

شکل ۱۱- ریزساختار زمینه حاوی ۵٪ وزنی مجموع افزودنی‌های منیزیا + بورات آلومینیوم پس از پخت

در 155°C به مدت ۳ ساعت

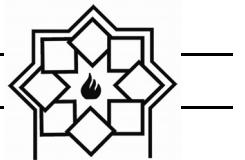


مراجع

- [1] H. Schneider, J. Schreuer, and B. Hildmann, "Structure and properties of mullite—a review," Journal of the European Ceramic Society, Vol 28, pp 329-344, (2008)
- [2] O. Burgos-Montes, R. Moreno, C. Baudín "Effect of mullite additions on the fracture mode of alumina" Journal of the European Ceramic Society, Vol 30, pp 857-863, (2010)
- [3] C. Aksel" The effect of mullite on the mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite refractory materials" Ceramic International, Vol 29 ,pp 183-188, (2003)
- [4] C. Aksel, "The role of fine alumina and mullite particles on the thermomechanical behaviour of alumina–mullite refractory materials," Materials Letters, Vol 57, pp 708-714, (2002)
- [5] V. Viswabaskaran, F. Gnanam, and M. Balasubramanian, "Effect of MgO, Y₂O₃ and boehmite additives on the sintering behaviour of mullite formed from kaolinite-reactive alumina," Journal of materials processing technology, Vol 142, pp 275-281, (2003)
- [6] C. Y. Chen, G. S. Lan, W. H. Tuan "Preparation of mullite by the reaction sintering of kaolinite and allumina"Journal of the European ceramic society, Vol 20, pp 2519-2525, (2000)
- [7] V. Viswabaskaran, F. D Gnanam, M. Balasubramanian " Mullite from clay-reactive alumina for insulating substrate application" Applied clay science, Vol 25, pp 29-35, (2004)
- [8] B.-N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, H. Yoshida, and Y. Kagawa, "Light scattering in MgO-doped alumina fabricated by spark plasma sintering," Acta Materialia,Vol 58, pp 4527-4535, (2010)

۴- نتیجه‌گیری

- با استفاده از نسبت مساوی سوخت به اکسیدان و مواد اولیه نیترات آلمینیوم، اسید بوریک و سوخت گلایسین می‌توان با روش احتراقی به ماده افزودنی بورات آلمینیوم $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ دست یافت.
- در بدنه‌های حاوی فرمولاسیون پایه ۵۶ درصد وزنی آلمینیای تبular، ۲۰ درصد وزنی آلمینیای گاما و ۲۴ درصد وزنی کائولن دیاموند پس از پخت در دماهای 1550°C به چگالی نسبی ۸۸٪ و فازهای اصلی کوراندوم و مولایت می‌توان رسید که استحکام خمی 38 MPa داشتند.
- با افزودن بورات آلمینیوم به میزان ۵٪ وزنی به فرمولاسیون پایه و پخت در 1550°C ، استحکام خمی به حدود 32 MPa و چگالی نسبی به حدود ۸۷٪ افت نمود که نشان از دیرگدازش سیستم داشت هرچند که در ریزساختار سوزن‌های مولایت بخوبی تشکیل شده بود.
- با افزودن $2/5$ درصد بورات آلمینیوم و $5/2$ درصد منیزیما به فرمولاسیون پایه پس از پخت در 1550°C ، استحکام خمی به حدود 115 MPa و چگالی نسبی به حدود ۹۵٪ رسید که نشان از افزایش زیستر داشت. در ریزساختار این بدنه‌ها سوزن‌های طویل و کوتاه درهم تییده مولایت و احتمالاً بورات آلمینیوم وجود داشت و در آنالیز فازی آن علاوه بر فازهای اصلی کوراندوم و مولایت و بورات آلمینیوم، فازهای فرعی بورات منیزیم $(2\text{MgO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3)$ و آلمینوسیلیکات منیزیم $(3\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2)$ نیز وجود داشت.



- (2000)
- [19] M. M. Wash, R. M Khattab, M. Awood "Thermo-mechanical properties of mullite/zirconia reinforced alumina ceramic composites " materials & design, Vol 41, pp 31-36, (2012)
- [9] L. Kong, T. Zhang, J. Ma, F. Boey, and R. Zhang, "Mullite phase formation in oxide mixtures in the presence of Y_2O_3 , La_2O_3 , CeO_2 " Journal of alloys and compounds, Vol 372, pp 290-299, (2004)
- [10] M. Ozdemir, E. Celik, and U. Cacen, "Effect of viscosity on the production of alumina borate nanofibers via electrospinning ,," Materiali in tehnologije, Vol 47, pp 735-738, (2013)
- [11] M. Fisch, T. Armbruster, D. Rentsch, E. Libowitzky, and T. Pettke, "Crystal-chemistry of mullite-type aluminoborates $Al_{18}B_4O_{33}$ and Al_5BO_9 : a stoichiometry puzzle," Journal of Solid State Chemistry, Vol 184, pp 70-80, (2011)
- [12] H. Luhrs "The influence of boron on the crystal structure and properties of mullite" PhD Thesis, university of Bremen, Germany, (2013)
- [13] R. X. Fisoher, H. schneider " crystal chemistry of borates and borosilicates with mullite-type structures:a review" European Journal of Mineralogy, Vol 20(5), pp 917-933, (2008)
- [14] I. E. Gonenli, G. L. Messing " Texturing of mullite by templated grain growth with aluminium borate Whiskers" Journal of the European Ceramic Society, Vol 21, pp 2495-2501, (2001)
- [15] I. M. Low, P. R. Mopherson "The structure and composition of Al-Si spinel" Journal of materials science letters, Vol 7, pp 1196-1198, (1999)
- [16] C. Duran, Y. Kemel. Tür " templated grain growth of textured mullite/zirconia composites" Materials letters, Vol 59, pp245-249, (2005)
- [17] I. Erkin Gönenli and G. L. Messing, "Texturing of mullite by templated grain growth with aluminum borate whiskers," Journal of the European Ceramic Society, Vol 21, pp 2495-2501, (2001)
- [18] L. Montanaro, C. Perrot, C. Ensouf, G. Thellet, G. Fantazzi, A. Negro"sintering of industrial mullites in the presence of magnesia as a sintering aid" J.Am.Ceram.Soc, Vol 83[1], pp 189-96,