سنتز پودر نانوکامپوزیت Al_2O_3-TiN توسط مکانوشیمیایی

مهران گودرزی*، علی سعیدی**

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

(دریافت مقاله: ۱۳۸۹/۱۰/۱۴– دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۰/۱/۳۰)

چکیده – درسالهاي اخير، تحقيقات زيادي در زمينه استفاده از فرايند مكانوشيميايي براي سنتز مواد پيشرفته صورت گرفته است. در اين تحقيق، نانوكامپوزيت Al_2O_3-TiN به روش مكانوشيميايي و با استفاده از ماده ارزان قيمت TiO_2 (به جاي تيتانيوم خالص كه خيلي گران است) توليد شد. از پودرهاي اكسيد تيتانيوم و آلومينيوم به عنوان مواد اوليه استفاده شد. آسيابكاري در آتمسفر نيتروژن با فشار ۵ آتمسفر انجام شد و محصولات به دست آمده با پراش اشعه ايكس (XRD) و ميكروسكوپ الكتروني روبشي (SEM) مورد ارزيابي قرار گرفتند. نتايج حاصل از آسيابكاري نشان داد در اولين مرحله از فرايند سنتز، اكسيد تيتانيوم با آلومينيوم احيا مي‌شود و در ادامه فرايند، تيتانيوم توليدي با نيتروژن واكنش انجام مي‌دهد. هنگامي كه نسبت مولي آلومينيوم به اكسيد تيتانيوم برابر ۱.۲ و ۱.۳ باشد، پس از ۲۰ ساعت آسيابكاري، فله‌هاي نيتريد تيتانيوم در نتايج XRD نمايان مي‌شود. همچنين نتايج نشان داد آسيابكاري منجر به تشكيل ذرات ريز و كروي مي‌شود.

واژگان کلیدی : **كامپوزيتهاي زمينه سراميكي، نانوكامپوزيت نيتريد تيتانيوم-آلومينا، نيتريد تيتانيوم، مكانوشيميايي**

Al_2O_3-TiN Nanocomposite powder synthesis using mechanochemical process

M. Godarzi and A. Saidi

Department of Materials Engineering, Islamic Azad University, Najafabad Branch

Abstract: ***In recent years, much research in the field of advanced materials synthesis using the mechanochemical process has been performed. In this study, Al_2O_3-TiN nanocomposite was produced by the mechanochemical method and using inexpensive material TiO_2 (instead of pure titanium which is too expensive). Also, aluminum and titanium oxide powders were used as raw materials. Milling under N2 atmosphere with 5 atmospheric pressure was performed and the products were evaluated by the SEM and XRD. Milling results showed that in the first stage of the synthesis process, titanium oxide is reduced by aluminum and the***

* – کارشناسی ارشد ** – استاد

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]

process continues, producing titanium reaction with nitrogen. When the Al/TiO_2 ratio molar is equal to 1.2 and 1.3, after 20 hours of milling, TiN peaks in the XRD appears. Moreover, the results showed that milling leads to the formation of fine and spherical particles.

Keywords: *ceramic matrix composites, titanium nitride-alumina nanocomposite, titanium nitride, mechanochemical.*

۱- مقدمه

کامپوزیتهای زمینه سرامیکی یکی از مواد شناخته شده مهندسی است که روز به روز کاربردهای وسیعتری در صنایع پیدا می‌کنند. این کامپوزیتها، به دلیل مقاومت عالی در برابر اکسایش در دمای بالا، برای استفاده در دمای بالا و تنشهای شدید، به‌ویژه در قطعات موتور خودرو و توربینهای گازی خیلی مطلوب‌اند. از کاربردهای کامپوزیتهای زمینه سرامیکی می‌توان به اجزای موتورهای دمای بالا، اجزای مقاوم در برابر سایش، نازل موشکها، لوله‌های مبدل گرما و هواپیما اشاره کرد[۱-۳].

با توجه به مطالعات صورت گرفته، مشخص شد که آلومینا و نیترید تیتانیوم بیشتر به عنوان فاز تقویت کننده در کامپوزیتهای زمینه آلومینیومی به کار می‌روند. زبرجد و همکارش بر روی ریزساختار کامپوزیت آلومینیوم-اکسید آلومینیوم تولید شده به کمک آلیاژسازی مکانیکی تحقیق کردند. نتایج آزمایشها بیانگر کسب پودرهای ریز آلومینا با توزیع یکنواخت در زمینه آلومینیوم، با افزایش زمان آسیاب است[۴]. تشکیل درجای کامپوزیت آلومینیوم-اکسید آلومینیوم از طریق ذوب مجدد کامپوزیت آلومینیوم-اکسید مس و ارزیابی واکنش شیمیایی و سطوح شکست کامپوزیت، توسط فان و همکارانش مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج آنها حاکی از این است که اکسید آلومینیوم به‌طور درجا توسط اضافه کردن اکسید مس به آلومینیوم تشکیل شده است[۵]. زانگ و همکارانش تاثیر آسیاب گلوله‌ای بر روی ریز ساختار و خواص کامپوزیتهای آلیاژ آلومینیوم تقویت شده با ذرات نیترید تیتانیوم که توسط پاشش سرد ایجاد شده‌اند را مطالعه کردند. نتایج آزمایشات بیانگر این است که استفاده از آسیاب گلوله‌ای، باعث عملکرد بهتر پوشش کامپوزیتی پاشش سرد شده نسبت به کامپوزیت پاشش داده شده بدون استفاده از آسیاب گلوله‌ای می‌شود[۶]. راجینیکانت و همکارانش ساخت کامپوزیتهای آلومینیوم-نیترید تیتانیوم را با استفاده از زینتر کردن با امواج ماکروویو بررسی کردند. نتایج به‌دست آورده شده، شامل زمان بهینه ۲ دقیقه برای زینتر با امواج ماکروویو و نقش قابل توجه نیترید تیتانیوم موجود در مرزدانه‌ها در بهبود تراکم و خواص مکانیکی کامپوزیت است[۷].

در حالت کلی، کامپوزیتها و نانوکامپوزیتها می‌توانند از روشهای متنوعی تولید شوند که روش مکانوشیمیایی دارای اهمیت بیشتری است. انجام واکنشهای شیمیایی در داخل آسیاب (فرایند مکانوشیمیایی) برای اولین بار در سال ۱۹۶۶ توسط بنجامین مطرح شد و از آن زمان تا کنون آلیاژها و کامپوزیتها و نانوکامپوزیتهای زیادی با این روش تولید شده است. آلیاژسازی مکانیکی با جوش سرد و شکستهای متوالی بین ذرات انجام می‌گیرد[۸-۱۰]. کامپوزیتهایی که به صورت درجا تولید شده‌اند دارای خواص مکانیکی عالی هستند که این را می‌توان به عدم انجام واکنشهای مضر و اکسیداسیون در فصل مشترک بین زمینه و تقویت کننده و ایجاد پیوندی محکم بین آنها نسبت داد. همچنین تقویت کننده‌هایی که به صورت درجا تولید شده‌اند از لحاظ ترمودینامیکی پایدارترند[۱۱ و ۱۲].

امروزه از انجام واکنشهای شیمیایی در داخل آسیاب (فرایند مکانوشیمیایی) برای تولید درجای بسیاری از کامپوزیتها و نانوکامپوزیتها استفاده می‌شود. لذا در این تحقیق مطالعه ساختار و استحاله فازها در حین آسیابکاری و شرایط تولید نانوکامپوزیت Al_2O_3-TiN به روش آلیاژسازی مکانیکی بررسی می‌شود. در تحقیق حاضر هدف استفاده از Al و TiO_2 برای تولید نیترید تیتانیوم توسط فرایند مکانوشیمیایی بوده است.

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده

ماده	دانه بندی	درصد خلوص	محل تهیه
TiO_2	< ۳۰۰ nm	> ٪ ۹۵	تجاری
Al	< ۲۰۰ μm	> ٪ ۹۵	تجاری

جدول ۲- شرایط آسیاب و فازهای تولیدی

نمونه	زمان آسیاب	نسبت گلوله به پودر	نسبت مولی Al / TiO_2	فشار نیتروژن	فازهای موجود در محصول
۱	۱۰ ساعت	۲۰	۱/۳	۵ آتمسفر	TiO_2 Al Al_2O_3
۲	۲۰ ساعت	۲۰	۱/۳	۵ آتمسفر	Al_2O_3 Ti_4N_{3-x} TiN
۳	۲۰ ساعت	۲۰	۱/۲	۵ آتمسفر	Al_2O_3 Ti_4N_{3-x} TiN

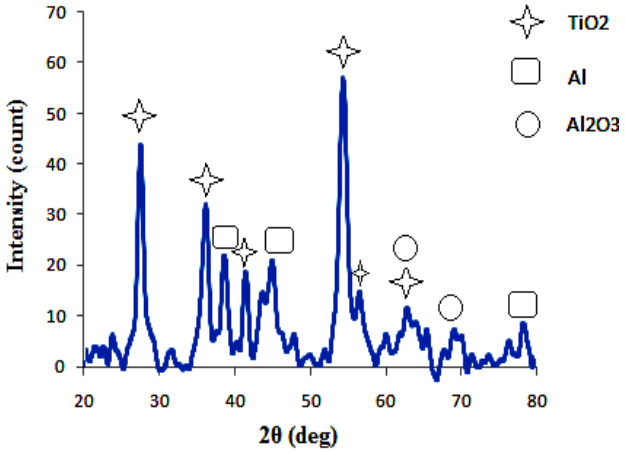
۲- مواد و آزمایشها

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم‌اند (جزئیات بیشتر مواد اولیه در جدول (۱) آورده شده است). با توجه به نسبتهای مولی برای تولید نانوکامپوزیت مورد نظر، سه مخلوط پودری در شرایط مختلف طبق جدول (۲) تهیه و آسیابکاری شد. در تمام موارد برای آسیابکاری، از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای مدل FP2 با ۵ گلوله دارای قطر ۱۰ میلیمتر در محفظه‌ای از جنس فولاد سخت کرم‌دار با سرعت ۶۰۰ دور در دقیقه تحت آتمسفر نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹ استفاده شد. تحلیل فازی نمونه‌ها توسط دیفراکتومتر اشعه X فیلیپس مدل XPERT-MPD صورت گرفت. ولتاژ مورد استفاده در دستگاه ۳۰ کیلوولت و جریان اعمالی ۳۰ میلی آمپر بود. در کلیه آزمایشها از اشعه ایکس تک موج CuKα با طول موج ۱/۵۴۰۵ آنگستروم استفاده شد. برای شناسایی فازها نرم افزار Xpert HighScore، به کار گرفته شد. بررسی ساختاری محصولات و مورفولوژی ذرات نیز با میکروسکوپ الکترونی روبشی Seron technology مدل AIS-2100 انجام گرفت. اندازه متوسط دانه‌ها و پارامتر شبکه به روش ویلیامسون-هال و قانون براگ و با استفاده از الگوهای پراش اشعه ایکس محاسبه شد.

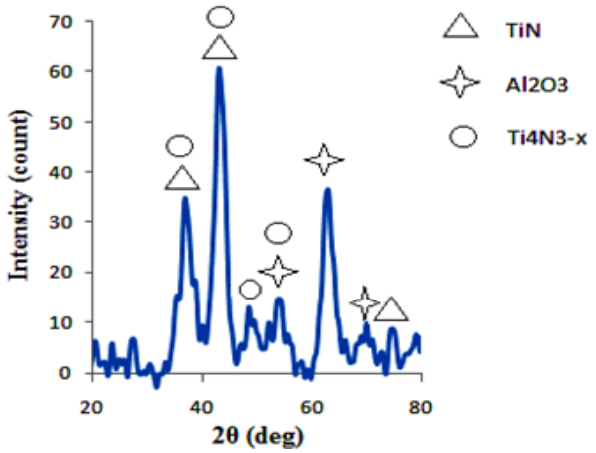
۳- نتایج و بحث

نتایج فازشناسی نمونه‌ها در جدول (۲) خلاصه شده است. طبق جدول (۲)، مخلوط پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳ در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت تحت آتمسفر نیتروژن با فشار ۵ آتمسفر آسیاب شدند. الگوی XRD این نمونه‌ها به ترتیب در شکلهای (۱) تا (۳) نشان داده شده است. با شناسایی فازهای موجود در محصولات، مشخص شد که نیترید تیتانیوم پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری تولید شده است. نیترید تیتانیوم حاصل (Ti_4N_{3-x} و TiN) به ترتیب دارای ساختار مکعبی با وجوه مرکزدار و رومبوهدرال می‌باشد. حضور فازهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در نمونه ۱۰ ساعت آسیاب شده بیانگر این مطلب است که واکنش به‌طور کامل انجام نشده و پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، اکسید آلومینیوم تشکیل شده و آسیابکاری در زمان بالاتر (۲۰ ساعت)، باعث پیشرفت واکنش و تشکیل نیترید تیتانیوم می‌شود. پس می‌توان نتیجه گرفت حداقل زمان آسیاب مورد نیاز برای تشکیل نیترید تیتانیوم، ۲۰ ساعت است.

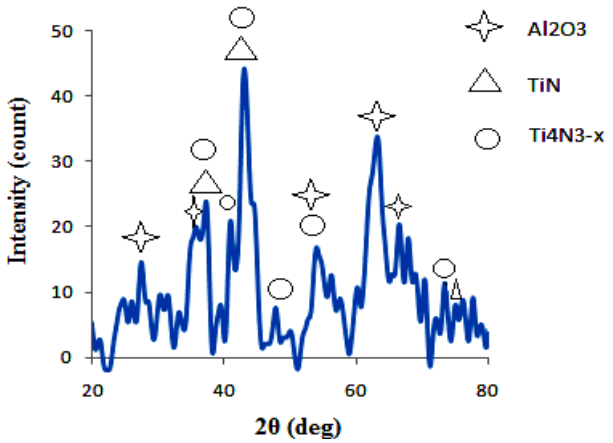
[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]



شکل ۱- الگوی XRD نمونه شماره ۱ (۱۰ ساعت آسیابکاری)



شکل ۲- الگوی XRD نمونه شماره ۲ (۲۰ ساعت آسیابکاری)



شکل ۳- الگوی XRD نمونه شماره ۳ (۲۰ ساعت آسیابکاری)

شایان ذکر است که سرعت واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در ابتدا زیاد بوده و با گذشت زمان و رسیدن به انتهای زمان آسیابکاری، سرعت واکنش کاهش می‌یابد. همچنین، واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم واکنشی تدریجی است و با گذشت زمان، فرایند احیا تکمیل می‌شود.

نکته قابل ذکر دیگر در شکلهای (۱) تا (۳)، افزایش پهنای قله‌ها با افزایش زمان آسیابکاری بوده که بیانگر ریزتر شدن دانه‌هاست. به طور کلی، میزان پهن شدن قله‌ها از پارامترهای مهمی است که در بررسی نمونه‌های آسیاب شده، از کاربرد فراوانی برخوردار است و با کاهش اندازه دانه‌ها بر اثر آسیابکاری، کرنش شبکه در نمونه‌های پودر افزایش یافته و رابطه معکوسی با اندازه دانه‌ها دارد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت با افزایش زمان آسیابکاری، کرنش شبکه‌ای در نمونه‌های آسیابکاری شده، افزایش یافته است. انجام عملیات مکانیکی روی پودر، باعث تشکیل چگالی بالایی از نابجاییها در ذرات پودر می‌شود. تشکیل نابجاییها و سایر نواقص کریستالی، اتمها را از وضعیت تصادفی خود در شبکه کریستالی خارج می‌کند. بنابراین شبکه کریستالی تغییر شکل الاستیک داده و فاصله صفحات اتمی آن تغییر می‌کند. بدین ترتیب یک صفحه کریستالی مشخص، با زوایای پراش متفاوت اما نزدیک به هم در رابطه براگ صدق می‌کند و برای یک صفحه، قله‌های نزدیک به هم گرفته می‌شود که برایند آنها به‌صورت یک قله پهن ظاهر می‌شود. کاهش در اندازه دانه‌ها یکی از عوامل موثر در پهن شدن قله‌هاست. وقتی اندازه دانه‌ها کوچک می‌شود، تعداد صفحات کریستالی در دانه کم می‌شود. به عبارتی تعداد صفحاتی که باید تداخل غیرسازنده بسازند، کم می‌شود و نمی‌تواند زاویه‌هایی که در رابطه صدق نمی‌کند را حذف کند. بدین ترتیب زوایای مربوط به زاویه براگ هم پراش خواهند داشت و در نتیجه قله به‌صورت پهن ظاهر خواهد شد[۱۳-۱۵].

نیترید تیتانیوم استکیومتری (TiN) دارای شبکه کریستالی FCC است. در ساختار مکعبی، پارامتر شبکه از معادله (۱) محاسبه می‌شود. در معادله (۱)، a پارامتر شبکه، λ طول موج اشعه ایکس، (hkl) اندیسهای میلر صفحات کریستالی و θ

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]

جدول ۳- تعیین پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم

نمونه	صفحات پراش دهنده	زوایای پراش (2θ)	پارامتر شبکه (نانومتر)	متوسط پارامتر شبکه (نانومتر)
نیترید تیتانیوم سنتز شده از نمونه شماره ۲	(۱۱۱)	۳۷/۰۳۶	۰/۴۲۰۱	۰/۴۱۹۱
	(۲۰۰)	۴۳/۲۲۹	۰/۴۱۸۲	
نیترید تیتانیوم سنتز شده از نمونه شماره ۳	(۱۱۱)	۳۷/۲۲۹	۰/۴۱۷۳	۰/۴۱۹۰
	(۲۰۰)	۴۲/۹۵۶	۰/۴۲۰۸	

زاویه تفرق است. با استفاده از معادله (۱) پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم سنتز شده تعیین شد که به‌طور خلاصه در جدول (۳) آورده شده است. نکته حائز اهمیت این است که پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم در هر دو نمونه ۲۰ ساعت آسیابکاری شده از مقدار استکیومتری آن که ۰/۴۲۴۲ نانومتر است، کمتر است که حاکی از غیر استکیومتری بودن نیترید تیتانیوم تولید شده است. نیترید تیتانیوم یک ترکیب بین نشین است یعنی اتمهای نیتروژن در فضاهای خالی بین اتمهای تیتانیوم جای می‌گیرند. اصولاً نیتریدهای بین نشین از جمله نیترید تیتانیوم، ترکیبات غیر استکیومتری‌اند؛ یعنی مطمئناً همه فضاهای بین نشین توسط اتمهای نیتروژن پر نمی‌شوند. به‌طور کلی، هر چه پارامتر شبکه بزرگتر باشد، نشان دهنده بیشتر بودن مقدار نیتروژن در نیترید تشکیل یافته است. طبق محاسبات انجام گرفته، جدول (۳)، مشاهده شد که پارامتر شبکه در نمونه شماره (۲) نسبت به نمونه شماره (۳)، بزرگتر است. پس می‌توان نتیجه گرفت که استفاده از مقدار بیشتر آلومینیوم باعث افزایش نیتروژن در نیترید تیتانیوم شده است.

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \qquad (۱)$$

با توجه به نتایج XRD، مکانیزم تولید نانوکامپوزیت Al_2O_3-TiN توسط آسیابکاری را می‌توان به مراحل زیر تقسیم کرد.

- در اولین مرحله از فرایند، اکسید تیتانیوم با آلومینیوم احیا شده که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن ۱۷۳/۱۳ kj گرما به ازای تولید ۱ مول Ti است، واکنش (۲).

$$TiO_{2\,(S)} + \tfrac{4}{3}Al_{(S)} \rightarrow \tfrac{2}{3}Al_2O_{3\,(S)} + Ti_{(S)} \qquad (۲)$$

$\Delta H_f^{298} = -173.13$ kj
$\Delta G_f = -173130 + 23.72\,T$ j
$\Delta G_f^{298} = -166062.78$ j

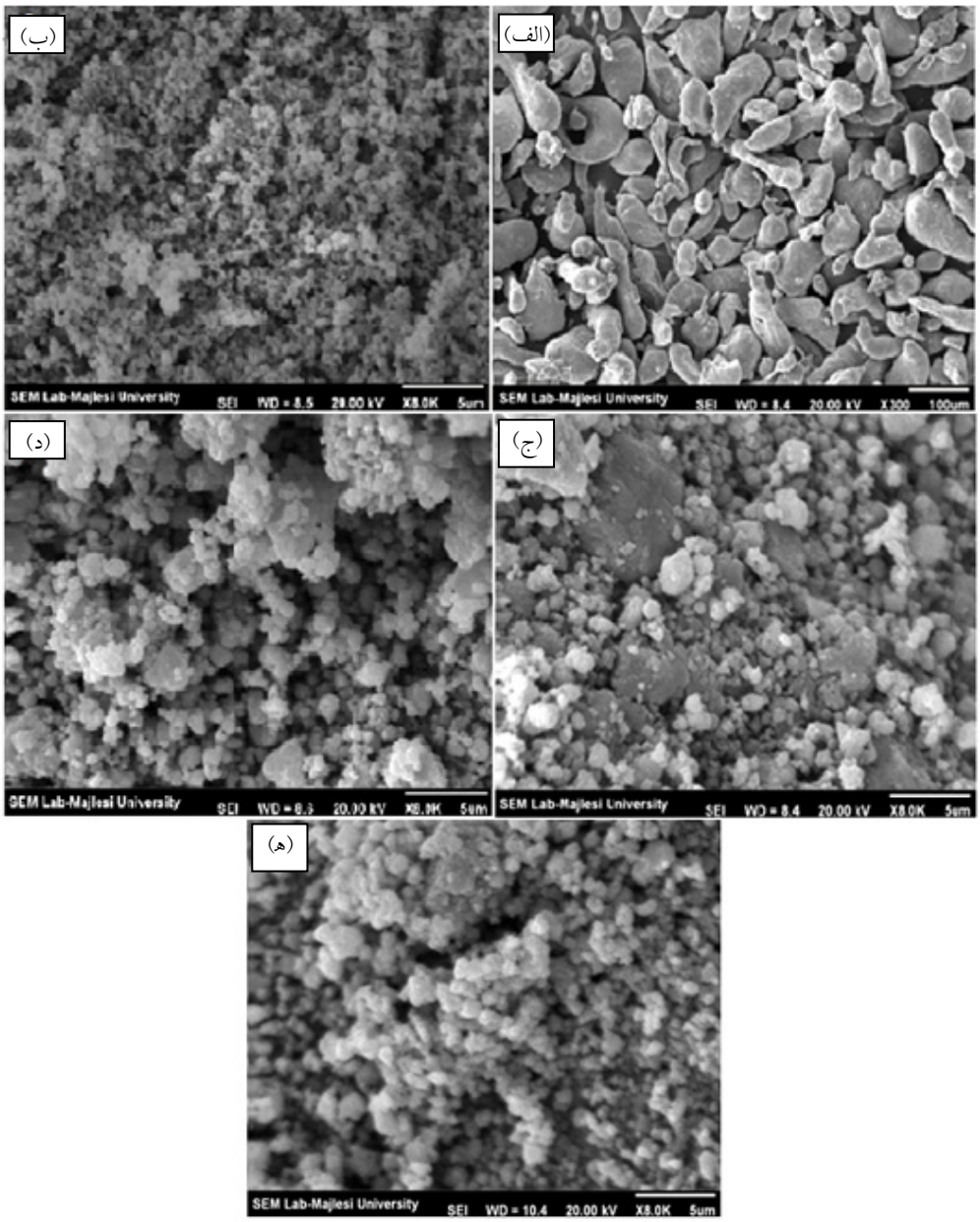
- در مرحله دوم، در صورت استفاده از نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳، تیتانیوم تولیدی در مرحله قبل با آتمسفر نیتروژن واکنش داده و نیترید تیتانیوم همراه با آزاد شدن ۳۳۷/۸۵۸ kj گرما تولید می‌شود، واکنش (۳).

$$Ti_{(S)} + \tfrac{1}{2}N_{2\,(g)} \rightarrow TiN_{(S)} \qquad (۳)$$

$\Delta H_f^{298} = -337.858$ kj
$\Delta G_f = -337858 + 96.305\,T$ j
$\Delta G_f^{298} = -309159.11$ j

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های شماره (۱)، (۲) و (۳) پس از آسیابکاری در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت را نشان می‌دهد. با توجه به این شکل، تغییر مورفولوژی پودرها در حین آسیابکاری قابل تشخیص است. شکلهای (۴-الف) و (۴-ب) به ترتیب مورفولوژی پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکلها ملاحظه می‌شود، پودرهای آلومینیوم دارای شکل میله‌ای بوده و پودرهای اکسید تیتانیوم دارای شکل کروی‌اند. مورفولوژی نمونه‌های شماره (۱)، (۲) و (۳) پس از آسیابکاری نیز به ترتیب در شکلهای (۴-ج)، (۴-د) و (۴-ه) آورده شده است. طبق شکل (۴-ج)، اندازه ذرات پس از

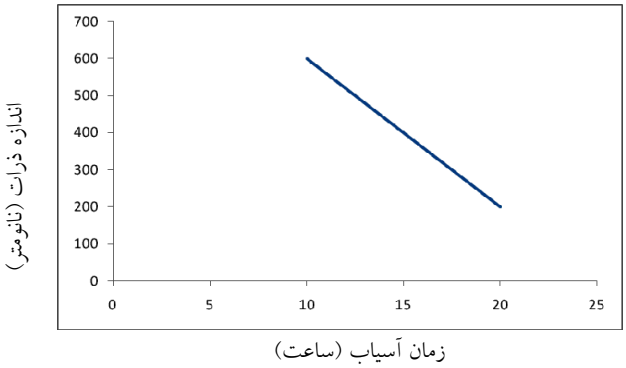
[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]



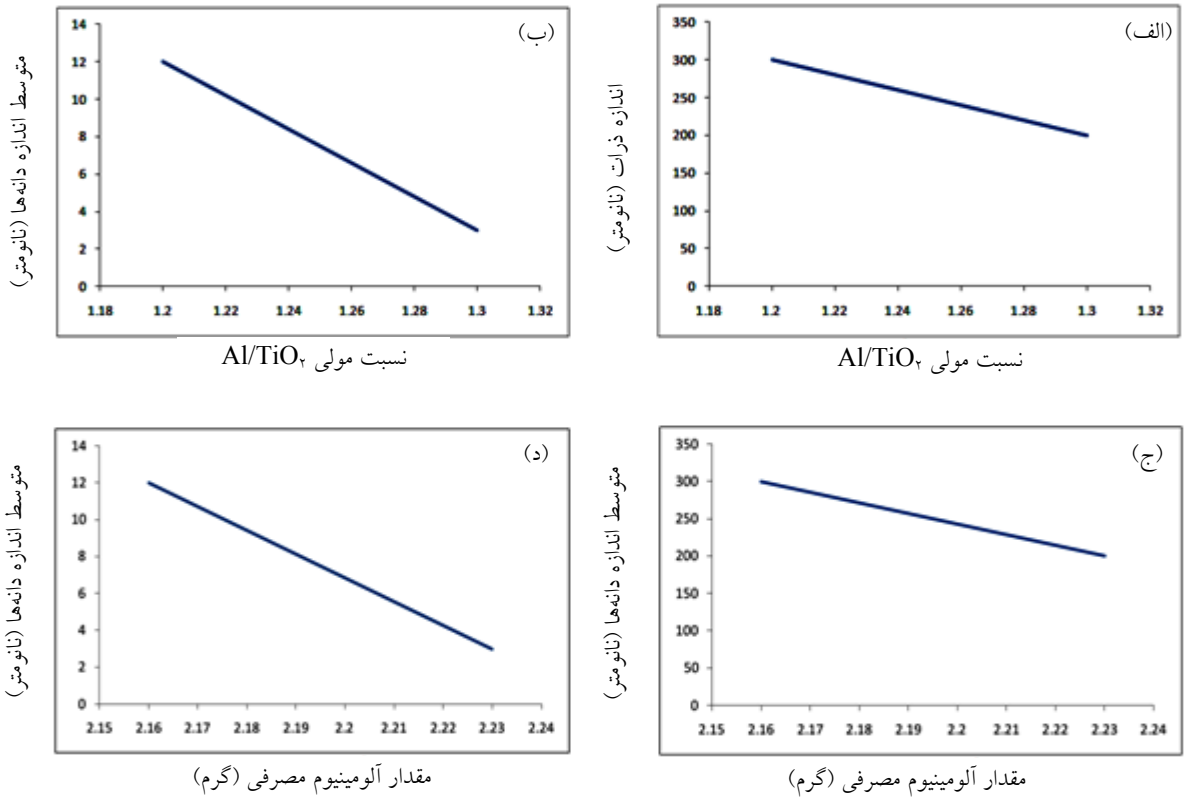
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های شماره ۱، ۲ و ۳ پس از آسیابکاری در زمانهای مختلف: الف) نمونه اولیه پودر آلومینیوم، ب) نمونه اولیه پودر اکسید تیتانیوم، ج) نمونه شماره ۱ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده، د) نمونه شماره ۲ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده و ه) نمونه شماره ۳ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده

۱۰ ساعت آسیابکاری زیر ۶۰۰ نانومتر ارزیابی شد. طبق شکلهای (۴-د) و (۴-ه)، اندازه ذرات پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری نیز به ترتیب زیر ۲۰۰ و ۳۰۰ نانومتر تخمین زده می‌شود که بیانگر ریزتر شدن اندازه ذرات با افزایش زمان آسیاب است. کاهش سایز ذرات با افزایش زمان آسیاب به طور شماتیکی در شکل (۵) آورده شده است. علت کاهش اندازه دانه حین آسیابکاری، ایجاد نابجاییهای زیاد است که برای کاهش انرژی خود به صورت مرزهای فرعی شکل می‌گیرند و یک ساختار سلولی تشکیل می‌دهند. با افزایش زمان آسیابکاری، به تدریج مرزهای فرعی افزایش یافته و به صورت مرزدانه ظاهر می‌شوند[۱۳]. استفاده

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]



شکل ۵- تغییرات اندازه ذرات با زمان آسیاب



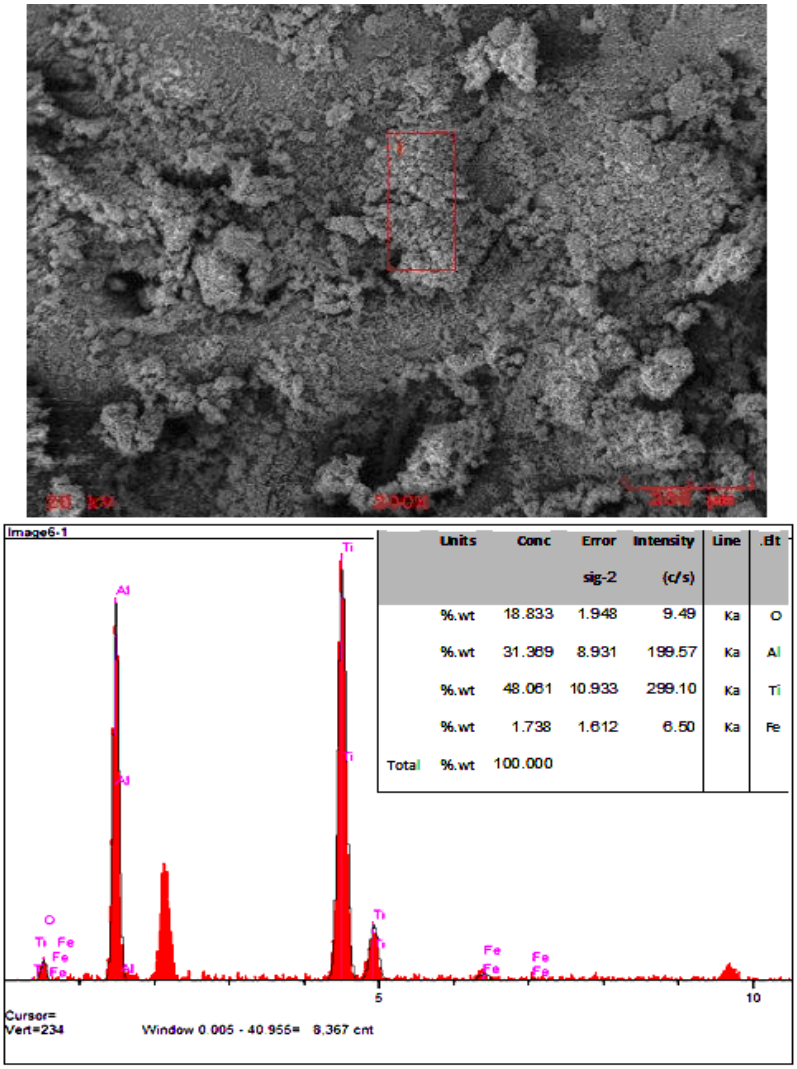
شکل ۶- تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها و ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم و مقدار الومینیوم مصرفی: الف) تغییرات اندازه ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، ب) تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، ج) تغییرات اندازه ذرات با مقدار آلومینیوم مصرفی و د) تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها با مقدار آلومینیوم مصرفی

از رابطه ویلیامسون-هال نیز این کاهش در اندازه دانه‌ها را با افزایش زمان آسیاب، تصدیق می‌کند. طبق رابطه ویلیامسون-هال، اندازه متوسط دانه‌ها پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، ۳۲ نانومتر و برای نمونه‌های شماره (۳) و (۴) که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شدند، به ترتیب ۳ و ۱۲ نانومتر به‌دست آمد.

علاوه بر این، پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، ذرات نانوکامپوزیتی با توزیع نایکنواخت و مورفولوژی نامنظم تولید می‌شوند ولی با ادامه آسیابکاری تا ۲۰ ساعت، ذرات کروی هم محور و ریز با اندازه یکنواخت ایجاد می‌شوند.

شکل (۶) تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها و اندازه ذرات با

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]



شکل ۷- آنالیز EDX نمونه شماره ۲ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده

نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم و مقدار آلومینیوم مصرفی را نشان می‌دهد. شکلهای (۶-الف) و (۶-ب) بیانگر ریزتر شدن دانه‌ها و ذرات با افزایش نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم است. شکلهای (۶-ج) و (۶-د) نیز کاهش اندازه دانه‌ها و ذرات را با افزایش مقدار آلومینیوم مصرفی در مخلوط آغازین نشان می‌دهد (ارائه شکلهای (۶-ج) و (۶-د) که بر حسب مقدار آلومینیوم مصرفی است، صرفاً برای نشان دادن ریزتر شدن دانه‌ها و ذرات با افزایش مقدار آلومینیوم مصرفی آورده شده‌اند). علت ریزتر شدن ذرات و دانه‌ها با افزایش درصد آلومینیوم، تسهیل و تسریع در فرایند احیا و صرف زمان بیشتر آسیاب برای ریزتر کردن دانه‌ها و ذرات به جای انجام عمل احیاست. به‌طوری‌که با ازدیاد مقدار آلومینیوم، ذرات اکسید تیتانیوم در تماس بیشتری با ذرات آلومینیوم قرار گرفته و با سرعت و سهولت بیشتری احیاء شده و زمان آسیاب کمتری به این امر اختصاص داده می‌شود و زمان باقیمانده از فرایند آسیابکاری صرف ریز کردن دانه‌ها و ذرات می‌شود.

تحلیل EDX نمونه شماره (۲) که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده در شکل (۷) آورده شده است. این تحلیل وجود عناصر آلومینیوم، تیتانیوم و اکسیژن را نشان می‌دهد. عنصر نیتروژن در این تحلیل به علت جرم اتمی سبک، تشخیص داده

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]

نشد. با توجه به این تحلیل و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، می‌توان نتیجه گرفت فازهای نیترید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم در هم آمیخته شده‌اند. همچنین، این تحلیل وجود عنصر آهن در محصول را بیان می‌کند که مقدار آن بسیار کم است. وجود عنصر آهن می‌تواند به علت سایش گلوله‌ها و برخورد مداوم آنها به کاپ باشد.

به‌طور کلی، در حین آسیابکاری و آلیاژسازی مکانیکی هنگامی که تغییر شکل به حد بحرانی برسد، جوش سرد اتفاق می‌افتد. در اثر وجود ذرات سرامیکی که نسبت به ذرات فلزی، از سختی بیشتری برخوردارند، در حین جوش خوردن تغییر شکل موضعی پودر در زمینه اطراف ذرات سرامیکی افزایش می‌یابد که فرایند جوش خوردن ذرات را بهبود می‌بخشد. از طرفی تغییر شکل موضعی شدید و به دنبال آن سخت شدن بیشتر، منجر به تسهیل در فرایند شکست می‌شود. به همین علت در حضور ذرات سرامیکی سخت، فرایند آلیاژسازی مکانیکی به زمان کمتری نیاز دارد. دلیل دیگری که می‌توان برای کوتاه شدن فرایند آلیاژسازی در حضور ذرات سرامیکی بیان کرد این است که ذرات ترد در فرایند به عنوان گلوله‌های آسیاب کوچک عمل می‌کنند که انرژی سیستم را بهبود می‌دهد و در نتیجه زمان لازم برای رسیدن به حالت پایدار کاهش می‌یابد[۱۶].

۴- نتیجه‌گیری

خلاصه نتایج منتج شده از این تحقیق شامل موارد زیر است:

۱. پودر نانوکامپوزیتی Al_2O_3-TiN به روش آلیاژسازی مکانیکی و با استفاده از ماده اولیه ارزان قیمت TiO_2 با موفقیت تولید شد.

۲. در اثر آسیابکاری مخلوط TiO_2-Al با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳ در آتمسفر نیتروژن به مدت حداقل ۲۰ ساعت، اکسید تیتانیوم احیا شده و TiN + Al_2O_3 تولید می‌شود لکن پیشرفت واکنشها اندک است.

۳. آسیابکاری به مدت ۲۰ ساعت باعث تولید نیترید تیتانیوم با اندازه متوسط دانه‌های حدود ۱۲ و ۳ نانومتر شد.

۴. پارامترهای شبکه نیترید تیتانیوم تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی، از مقدار استکیومتری آن کمتر است که حاکی از غیر استکیومتری بودن نیترید تیتانیوم تولید شده است.

۵. با توجه به محاسبات مربوط به پارامترهای شبکه نیترید تیتانیوم تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی، می‌توان نتیجه گرفت که استفاده از مقدار بیشتر آلومینیوم، باعث افزایش نیتروژن در نیترید تیتانیوم می‌شود.

مراجع

1. Schwartz, *Composite Materials Hand Book – Second Edition*, 1992.
2. Cantor, B., "Metal and Ceramic Matrix Composites: Chapter 1", Institute of Physics, 2004.
3. Pierson. O., *Handbook Of Refractory Carbides And Nitrides*, noyes publications Westwood, New Jersey, U.S, 1996.
4. Zebarjad, S.M., Sajjadi, S.A., "Microstructure Evaluation of Al–Al2O3 Composite Produced by Mechanical Alloying Method, *Materials and Design*, No. 27, pp. 684-688, 2006.
5. Fan, T. Zhang, D. Yang, G. Shibayanag, T. and Naka, M. "Fabrication of In Situ Al_2O_3/Al Composite Via Remelting", *Journal of Materials Processing Technology*, No. 142 , pp. 556-561, 2003.
6. Y.Li, W. Zhang, G. Zhang, C. Elkedim, O. Liao, H. and Coddet, C. "Effect of Ball Milling of Feedstock Powder on Microstructure and Properties of TiN Particle-Reinforced Al Alloy-Based Composites Fabricated by Cold Spraying," *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol.17(3) , pp. 316-322, 2008.
7. Venkateswarlu, K. Saurabh, S. Rajinikanth, V. Kumar Sahu, R. and Kumar Ray, A. "Synthesis of TiN Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites Through Microwave Sintering," *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2009.
8. Suryanarayana. C., "Mechanical Alloying and Milling" *Progress in Materials Science*, No.46, pp. 1-184, 2001.
9. Sherif, M., and Eskandarany, El., *Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials*, Noyes Publications , William Andrew Publishing Norwich-New York-U.S.A , 2001.
10. Fogagnolo. J. B., Velasco, F., Robert, M. H., and Torralba, J. M., "Effect of Mechanical Alloying on

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]

۱۴. جوادی .ک، "تولید کامپوزیت Fe-ZrC از زیرکونیا به روش سنتز احتراقی"، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، تابستان ۱۳۸۹.

۱۵. عباسی .م، سجادی .س.ع، آزادبه .م، "بررسی پارامترهای آسیاکاری بر تولید پودر نانوساختار Ni_3Al به روش آلیاژسازی مکانیکی"، دومین همایش مشترک انجمن مهندسین متالورژی و جامعه علمی ریخته گری ایران، دانشگاه آزاد کرج، آبان ۱۳۸۷.

۱۶. عباسی .م، سجادی .س.ع، آزادبه .م، "تولید کامپوزیت پایه آلومینیوم با روش آسیابکاری مکانیکی و مطالعه خواص آن"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال سوم، شماره دوم، تابستان ۱۳۸۸.

the Morphology, Microstructure and Properties of Aluminium Matrix Composite Powders", Materials Science and Engineering , No. A342, pp. 131-143, 2003.

11. Krasnowski. M., Witek, A., and Kulik, T, "The FeAl–30%TiC Nanocomposite Produced by Mechanical Alloying and Hot-Pressing Consolidation," Intermetallics, No. 10, pp. 371–376, 2002.

12. Krasnowski, M., and Kulik, T., "Nanocomposites Obtained by Mechanical Alloying in Fe–Al–Ti–C System", *Journal of Alloys and Compounds*, No. 448, pp. 227–233, 2008.

۱۳. حاج علیلو، ع.، سعیدی، ع.، عباسی. م.، "تولید کاربید تیتانیوم و نانوکامپوزیت $TiC–Al_2O_3$ با استفاده از روتیل به روش سنتز احتراقی و آلیاژسازی مکانیکی"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال چهارم، شماره اول، بهار ۱۳۸۹.

[DOR: 20.1001.1.2251600.1390.30.2.2.9]