

# سنتز پودر نانو کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{TiN}$ توسط مکانوشیمیایی

مهران گودرزی<sup>\*</sup>، علی سعیدی<sup>\*\*</sup>

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

(دریافت مقاله: ۱۴۰۰/۱۰/۱ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۰/۱/۳۰)

چکیده -



## **$\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{TiN}$ 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,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{TiN}$  nanocomposite was produced by the mechanochemical method and using inexpensive material  $\text{TiO}_2$  (instead of pure titanium which is too expensive). Also, aluminum and titanium oxide powders were used as raw materials. Milling under  $\text{N}_2$  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

*process continues, producing titanium reaction with nitrogen. When the Al/TiO<sub>2</sub> 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.

شده بدون استفاده از آسیاب گلوله‌ای می‌شود[۶]. راجینیکانت و همکارانش ساخت کامپوزیتهای آلمینیوم-نیترید تیتانیوم را با استفاده از زیتر کردن با امواج ماکروویو بررسی کردند. نتایج به دست آورده شده، شامل زمان بینه ۲ دقیقه برای زیتر 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 نانوکامپوزیتها زیادی با این روش تولید شده است. آلیاژسازی مکانیکی با جوش سرد و شکستهای متوالی بین ذرات انجام می‌گیرد[۸-۱۰]. کامپوزیتها 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 استحالة فازها در حین آسیابکاری و شرایط تولید نانوکامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiN}$  به روش آلیاژسازی مکانیکی بررسی می‌شود. در تحقیق حاضر هدف استفاده از  $\text{Al}$  و  $\text{TiO}_2$  برای تولید نیترید تیتانیوم توسط فرایند مکانوشیمیایی بوده است.

## 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، به ویژه 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 هوایپما اشاره کرد[۳-۱].

با توجه به مطالعات صورت گرفته، مشخص شد که آلمینیوم و نیترید تیتانیوم بیشتر به عنوان فاز تقویت کننده در کامپوزیتهای زمینه آلمینیومی به کار می‌روند. زیرا جد و همکارش بر روی ریزساختار کامپوزیت آلمینیوم-اکسید آلمینیوم تولید شده به کمک آلیاژسازی مکانیکی تحقیق کردند. نتایج آزمایشها بیانگر کسب پودرهای ریز آلمینیما با توزیع یکنواخت در زمینه آلمینیوم، با افزایش زمان آسیاب است[۴]. تشکیل درجای کامپوزیت آلمینیوم-اکسید آلمینیوم از طریق ذوب مجدد کامپوزیت آلمینیوم-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 آلمینیوم به طور درجا توسط اضافه کردن اکسید مس به آلمینیوم تشکیل شده است[۵]. زانگ و همکارانش تاثیر آسیاب گلوله‌ای بر روی ریز ساختار و خواص کامپوزیتهای آلیاژ آلمینیوم 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

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده

ماده	دانه بندی	درصد خلوص	محل تهیه
TiO <sub>2</sub>	< 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 <sub>2</sub>	فشار نیتروژن	فازهای موجود در محصول
۱	۱۰ ساعت	۲۰	۱/۳	۵ آتمسفر	TiO <sub>2</sub> Al Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
۲	۲۰ ساعت	۲۰	۱/۳	۵ آتمسفر	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> N <sub>3-x</sub> TiN
۳	۲۰ ساعت	۲۰	۱/۲	۵ آتمسفر	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> N <sub>3-x</sub> TiN

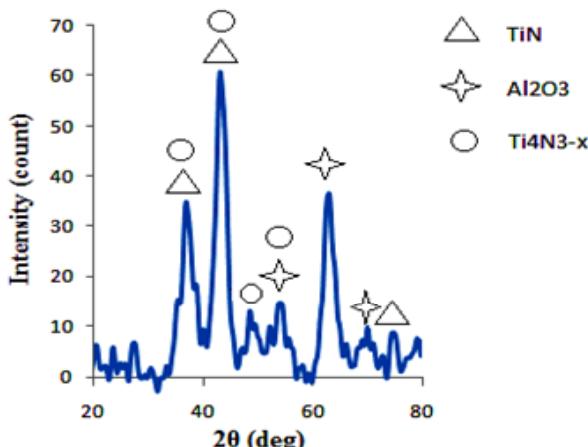
پراش اشعه ایکس محاسبه شد.

## ۲- مواد و آزمایشها

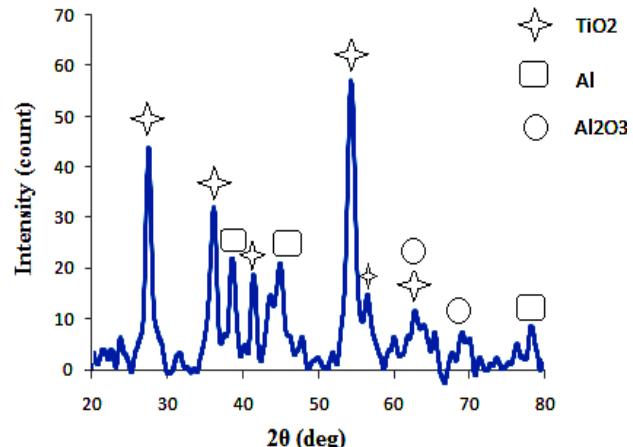
مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم‌اند (جزئیات بیشتر مواد اولیه در جدول (۱) آورده شده است). با توجه به نسبتهای مولی برای تولید نانوکامپوزیت مورد نظر، سه مخلوط پودری در شرایط مختلف طبق جدول (۲) تهیه و آسیابکاری شد. در تمام موارد برای آسیابکاری، از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای 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 دیفراکتوسکوپ 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 روبیشی Seron technology مدل AIS-2100 انجام گرفت. اندازه متوسط دانه‌ها و پارامتر شبکه به روش ویلیامسون-هال و قانون برآگ و با استفاده از الگوهای

## 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 از تهیه دارای ساختار مکعبی با وجود مرکزدار و رومبوهدرال می‌باشد. حضور فازهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در نمونه ۱۰ ساعت آسیاب شده بیانگر این مطلب است که واکنش به طور 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.



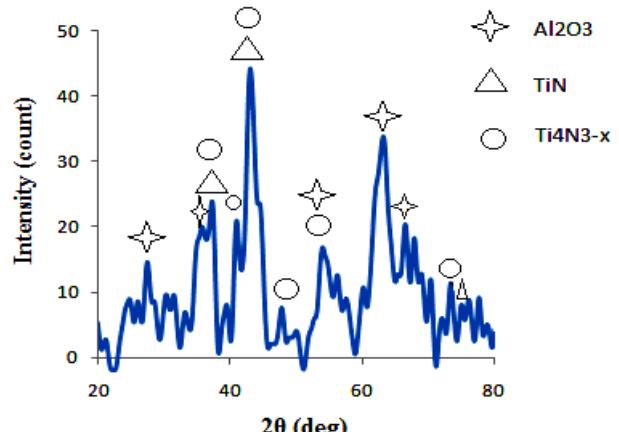
شکل ۲- الگوی XRD نمونه شماره ۲ (۲۰ ساعت آسیابکاری)



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

معکوسی با اندازه دانه ها دارد. بنابراین می توان نتیجه گرفت با افزایش زمان آسیابکاری، کرنش شبکه ای در نمونه های آسیابکاری شده، افزایش یافته است. انجام عملیات مکانیکی روی پودر، باعث تشکیل چگالی بالایی از نابجاییها در ذرات پودر می شود. تشکیل نابجاییها و سایر نواقص کریستالی، اتمها را از وضعیت تصادفی خود در شبکه کریستالی خارج می کند. بنابراین شبکه کریستالی تغییر شکل الاستیک داده و فاصله صفحات اتمی آن تغییر می کند. بدین ترتیب یک صفحه کریستالی مشخص، با زوایای پراش متفاوت اما نزدیک به هم در رابطه برآگ صدق می کند و برای یک صفحه، قله های نزدیک به هم گرفته می شود که برایند آنها به صورت یک قله پهن ظاهر می شود. کاهش در اندازه دانه ها یکی از عوامل موثر در پهن شدن قله هاست. وقتی اندازه دانه ها کوچک می شود، تعداد صفحات کریستالی در دانه کم می شود. به عبارتی تعداد صفحاتی که باید تداخل غیرسازنده بسازند، کم می شود و نمی تواند زاویه هایی که در رابطه صدق نمی کند را حذف کند. بدین ترتیب زوایای مربوط به زاویه برآگ هم پراش خواهد داشت و در نتیجه قله به صورت پهن ظاهر خواهد شد [۱۳-۱۵].

نیترید تیتانیوم استکیومتری (TiN) دارای شبکه کریستالی FCC است. در ساختار مکعبی، پارامتر شبکه از معادله (۱) محاسبه می شود. در معادله (۱)،  $a$  پارامتر شبکه،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس،  $(hkl)$  اندیسه های میلر صفحات کریستالی و  $\theta$



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

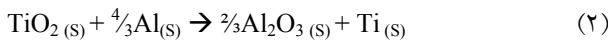
شایان ذکر است که سرعت واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومنیوم در ابتدا زیاد بوده و با گذشت زمان و رسیدن به انتهای زمان آسیابکاری، سرعت واکنش کاهش می یابد. همچنین، واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومنیوم واکنشی تدریجی است و با گذشت زمان، فرایند احیا تکمیل می شود.

نکته قابل ذکر دیگر در شکل های (۱) تا (۳)، افزایش پهنای قله ها با افزایش زمان آسیابکاری بوده که بیانگر ریزتر شدن دانه هاست. به طور کلی، میزان پهن شدن قله ها از پارامترهای مهمی است که در بررسی نمونه های آسیاب شده، از کاربرد فراوانی برخوردار است و با کاهش اندازه دانه ها بر اثر آسیابکاری، کرنش شبکه در نمونه های پودر افزایش یافته و رابطه

جدول ۳- تعیین پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم

نمونه	صفحات پراش دهنده	زوایای پراش ( $2\theta$ )	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	

شده که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن  $\text{kJ} / ۱۳$  شد که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن  $\text{kJ} / ۱۷۳$  است. گرما به ازای تولید ۱ مول  $\text{Ti}$  است، واکنش (۲).



$$\Delta H_f^{298} = -173.13 \text{ kJ}$$

$$\Delta G_f^{298} = -173130 + 23.72 T \text{ J}$$

$$\Delta G_f^{298} = -166062.78 \text{ J}$$

- در مرحله دوم، در صورت استفاده از نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر  $1/2$  و  $1/۳$ ، تیتانیوم تولیدی در مرحله قبل با آتمسفر نیتروژن واکنش داده و نیترید تیتانیوم همراه با آزاد شدن  $\text{kJ} / ۳۳۷/۸۵۸$  گرما تولید می شود، واکنش (۳).



$$\Delta H_f^{298} = -337.858 \text{ kJ}$$

$$\Delta G_f^{298} = -337858 + 96.305 T \text{ J}$$

$$\Delta G_f^{298} = -309159.11 \text{ J}$$

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی نمونه های شماره (۱)، (۲) و (۳) از آسیابکاری در زمانهای  $10$  و  $20$  ساعت را نشان می دهد. با توجه به این شکل، تغییر مورفولوژی پودرهای حین آسیابکاری قابل تشخیص است. شکلهای (۴-الف) و (۴-ب) به ترتیب مورفولوژی پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم را نشان می دهد. همان طور که در این شکلهای ملاحظه می شود، پودرهای آلومینیوم دارای شکل میله ای بوده و پودرهای اکسید تیتانیوم دارای شکل کروی اند. مورفولوژی نمونه های 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

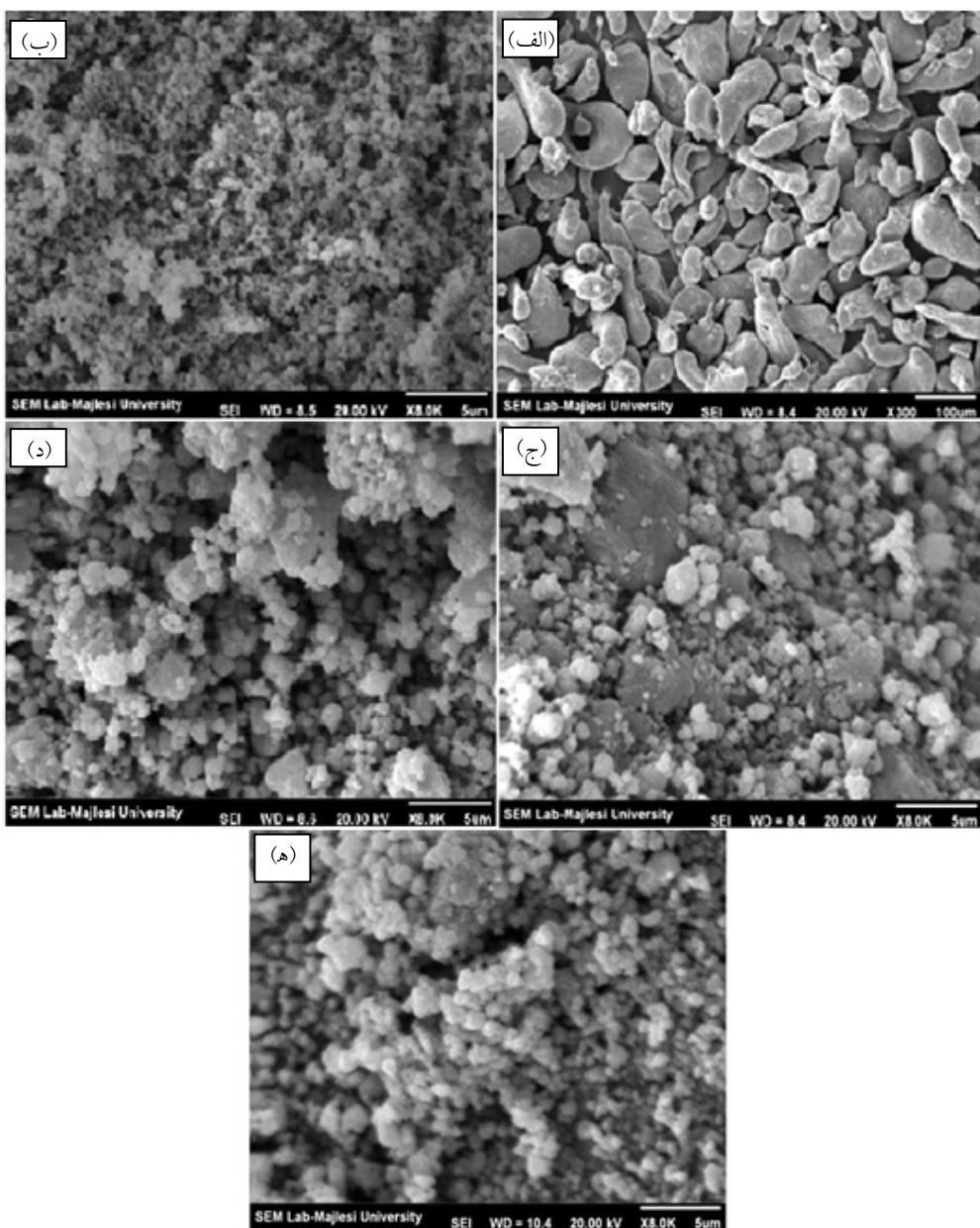
زاویه تفرق است. با استفاده از معادله (۱) پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم سنتز شده تعیین شد که به طور خلاصه در جدول (۳) آورده شده است. نکته حائز اهمیت این است که پارامتر شبکه نیترید تیتانیوم در هر دو نمونه  $20$  ساعت آسیابکاری شده از مقدار استکیومتری آن که  $۰/۴۲۴۲$  نانومتر است، کمتر است که حاکی از غیر استکیومتری بودن نیترید تیتانیوم تولید شده است. نیتریدهای تیتانیوم یک ترکیب بین نشین است یعنی اتمهای نیتروژن در فضاهای خالی بین اتمهای تیتانیوم جای می گیرند. اصولاً نیتریدهای بین نشین از جمله نیترید تیتانیوم، ترکیبات غیر استکیومتری اند؛ یعنی مطمئناً همه فضاهای بین نشین توسط اتمهای نیتروژن پر نمی شوند. به طور 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 می توان نتیجه گرفت که استفاده از مقدار بیشتر آلومینیوم باعث افزایش نیتروژن در نیترید تیتانیوم شده است.

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \quad (1)$$

با توجه به نتایج XRD، مکانیزم تولید نانو کامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -

$\text{TiN}$  توسط آسیابکاری را می توان به مراحل زیر تقسیم کرد.

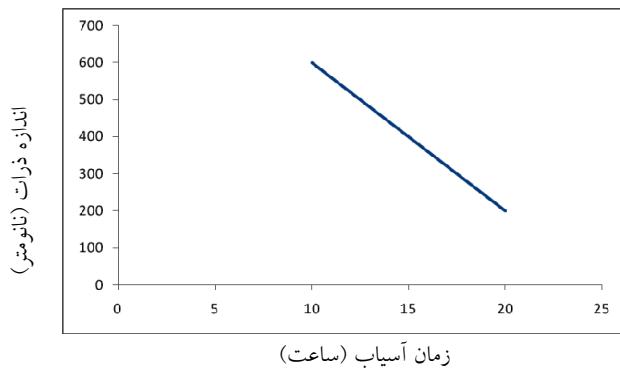
- در اولین مرحله از فرایند، اکسید تیتانیوم با آلومینیوم احیا



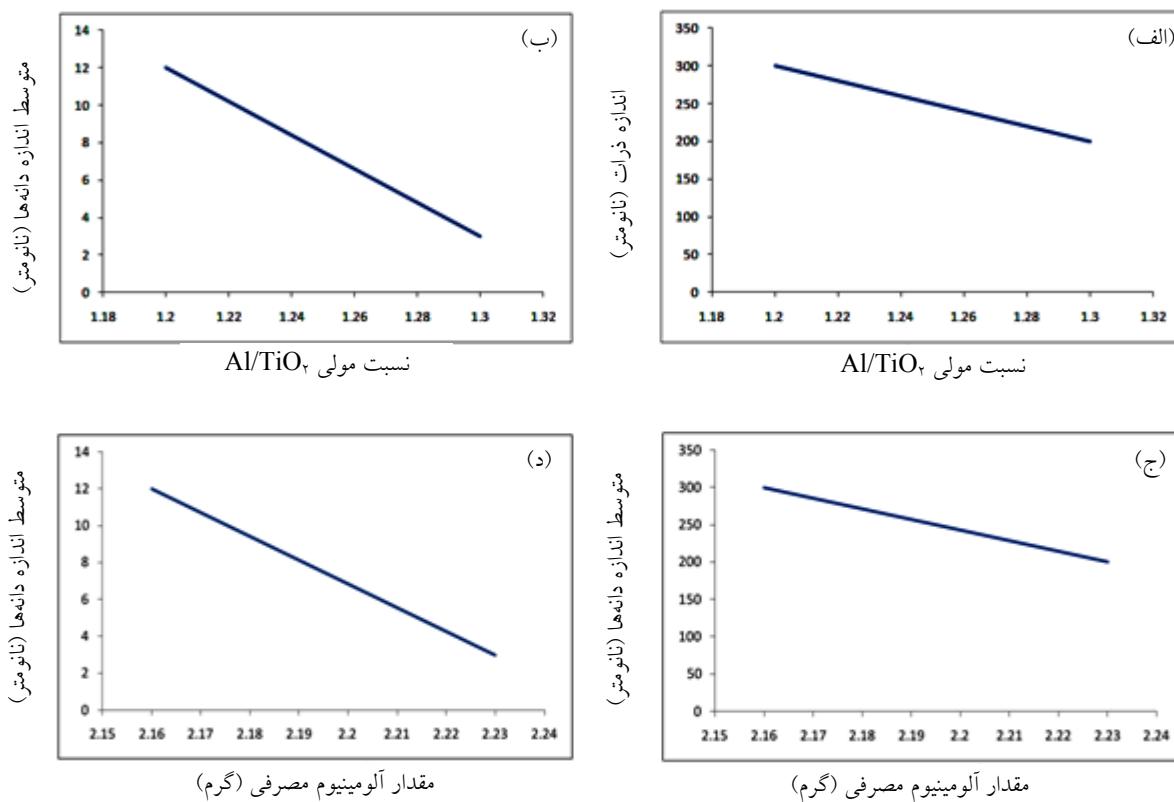
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه های شماره ۱، ۲ و ۳ پس از آسیاب کاری در زمان های مختلف:  
 الف) نمونه اولیه پودر آلمینیوم، ب) نمونه اولیه پودر اکسید تیتانیوم، ج) نمونه شماره ۱ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده،  
 د) نمونه شماره ۲ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده و ه) نمونه شماره ۳ که به مدت ۲۰ ساعت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

آورده شده است. علت کاهش اندازه دانه حین آسیاب کاری، ایجاد نابجایی های زیاد است که برای کاهش انرژی خود به صورت مرز های فرعی شکل می گیرند و یک ساختار سلولی تشکیل می دهند. با افزایش زمان آسیاب کاری، به تدریج مرز های فرعی افزایش یافته و به صورت مرز دانه ظاهر می شوند [۱۳]. استفاده

۱۰ ساعت آسیاب کاری زیر ۶۰۰ نانومتر ارزیابی شد. طبق شکل های (۴-د) و (۴-ه)، اندازه ذرات پس از ۲۰ ساعت آسیاب کاری نیز به ترتیب زیر ۲۰۰ و ۳۰۰ نانومتر تخمین زده می شود که بیانگر ریزتر شدن اندازه ذرات با افزایش زمان آسیاب است. کاهش سایز ذرات با افزایش زمان آسیاب به طور شماتیکی در شکل (۵)



شکل ۵- تغییرات اندازه ذرات با زمان آسیاب

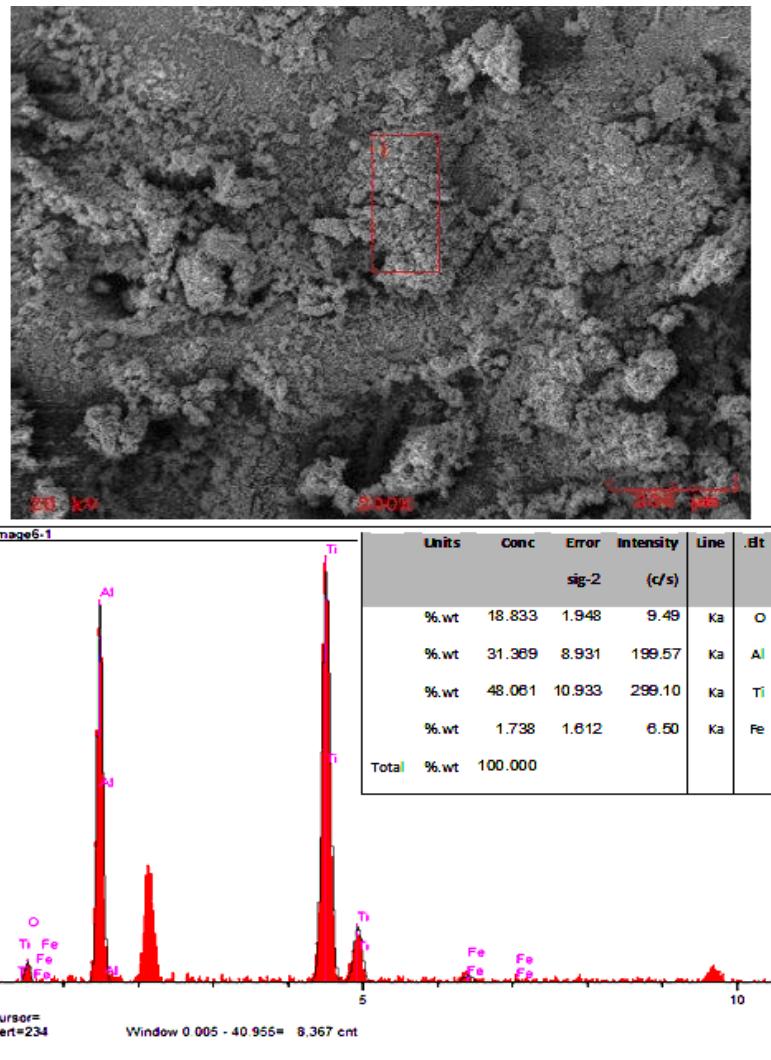


شکل ۶- تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها و ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم و مقدار آلومینیوم مصرفی: (الف) تغییرات اندازه ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، (ب) تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، (ج) تغییرات اندازه ذرات با مقدار آلومینیوم مصرفی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

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

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 به دست آمد.



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

بیشتر آسیاب برای ریزتر کردن دانه‌ها و ذرات به جای انجام عمل احیاست. به طوری که 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

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 تسريع در فرایند احیا و صرف زمان

#### ۴- نتیجه‌گیری

- خلاصه نتایج متنج شده از این تحقیق شامل موارد زیر است:
۱. پودر نانوکامپوزیتی  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiN}$  به روش آلیازسازی مکانیکی و با استفاده از ماده اولیه ارزان قیمت  $\text{TiO}_2$  با موفقیت تولید شد.
  ۲. در اثر آسیابکاری مخلوط  $\text{Al}_2\text{O}_2\text{-Al}$  با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر  $1/2$  و  $1/3$  در آتمسفر نیتروژن به مدت حداقل ۲۰ ساعت، اکسید تیتانیوم احیا شده و  $\text{TiN} + \text{Al}_2\text{O}_3$  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 آلیازسازی 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 آلیازسازی مکانیکی، می‌توان نتیجه گرفت که استفاده از مقدار بیشتر آلومینیوم، باعث افزایش نیتروژن در نیترید تیتانیوم می‌شود.

نشد. با توجه به این تحلیل و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روشنی، 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 مدام آنها به کاپ باشد.

به طور کلی، در حین آسیابکاری و آلیازسازی 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 موضوعی پودر در زمینه اطراف ذرات سرامیکی افزایش می‌یابد که فرایند جوش خوردن ذرات را بهبود می‌بخشد. از طرفی تغییر شکل موضوعی شدید و به دنبال آن سخت شدن بیشتر، منجر به تسهیل در فرایند شکست می‌شود. به همین علت در حضور ذرات سرامیکی سخت، فرایند آلیازسازی مکانیکی به زمان کمتری نیاز دارد. دلیل دیگری که می‌توان برای کوتاه شدن فرایند آلیازسازی 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].

#### 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-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al Composite Via Remelting”, *Journal of Materials Processing Technology*, No. 142 , pp. 556-561, 2003.
6. Y.Li, W. Zhang, G. Zhang, C. Elkdim, 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

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 ستز احتراقی و آلیاژسازی مکانیکی”， فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال چهارم، شماره اول، بهار ۱۳۸۹.

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

۱۵. عباسی. م، سجادی. س.ع، آزاده. 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، آزاده. م، ”تولید کامپوزیت پایه آلومینیوم با روش آسیاکاری مکانیکی و مطالعه خواص آن”， فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال سوم، شماره دوم، تابستان ۱۳۸۸.