

## سنتز پودر نانو کامپوزیت $Al_2O_3-TiN$ 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 -

( $TiO_2$ )  $Al_2O_3-TiN$   
(SEM) (XRD)  
XRD

واژگان کلیدی:

## $Al_2O_3-TiN$ 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  $N_2$  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

\*\* - استاد

\* - کارشناسی ارشد

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.

## ۱- مقدمه

کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی یکی از مواد شناخته شده مهندسی است که روز به روز کاربردهای وسیعتری در صنایع پیدا می‌کند. 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 هواپیما اشاره کرد [۱-۳].

با توجه به مطالعات صورت گرفته، مشخص شد که آلومینا و نیتريد 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 نیتريد 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-نیتريد تیتانیوم را با استفاده از زیتتر کردن با امواج ماکروویو بررسی کردند. نتایج به‌دست آورده شده، شامل زمان بهینه ۲ دقیقه برای زیتتر با امواج ماکروویو و نقش قابل توجه نیتريد تیتانیوم موجود در مرزخانه‌ها 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN به روش آلیاژسازی مکانیکی بررسی می‌شود. در تحقیق حاضر هدف استفاده از Al و TiO<sub>2</sub> برای تولید نیتريد تیتانیوم توسط فرایند مکانوشیمیایی بوده است.

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 اتمسفر	TiO <sub>2</sub> Al Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
۲	۲۰ ساعت	۲۰	۱/۳	۵ اتمسفر	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 اتمسفر	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> N <sub>3-x</sub> TiN

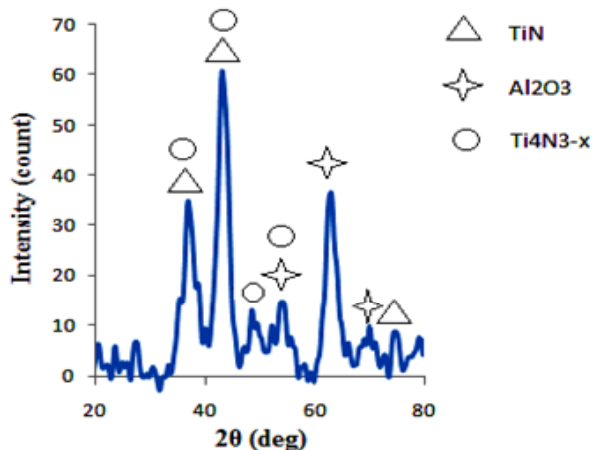
پراش اشعه ایکس محاسبه شد.

## ۲- مواد و آزمایشها

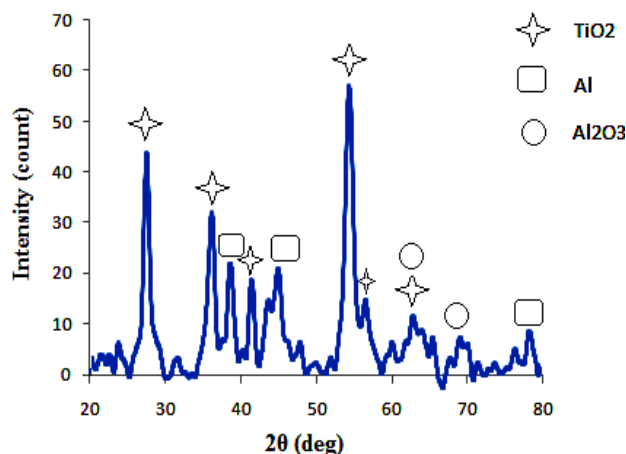
مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم اند (جزئیات بیشتر مواد اولیه در جدول (۱) آورده شده است). با توجه به نسبتهای مولی برای تولید نانوکامپوزیت مورد نظر، سه مخلوط پودری در شرایط مختلف طبق جدول (۲) تهیه و آسیابکاری شد. در تمام موارد برای آسیابکاری، از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای مدل FP2 با ۵ گلوله دارای قطر ۱۰ میلیمتر در محفظه‌ای از جنس فولاد سخت کرم‌دار با سرعت ۶۰۰ دور در دقیقه تحت اتمسفر 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

## ۳- نتایج و بحث

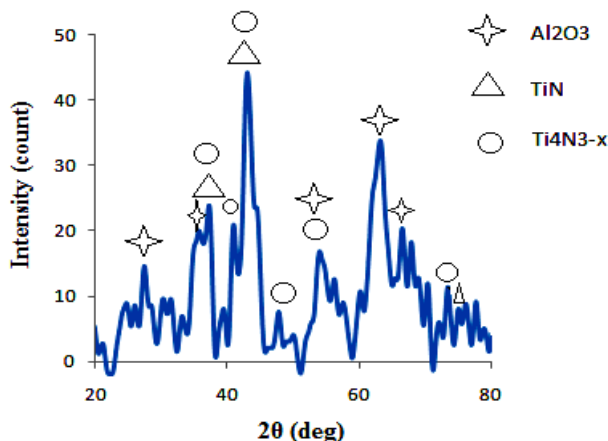
نتایج فازشناسی نمونه‌ها در جدول (۲) خلاصه شده است. طبق جدول (۲)، مخلوط پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۳ و ۱/۲ در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت تحت اتمسفر نیتروژن با فشار ۵ اتمسفر آسیاب شدند. الگوی XRD این نمونه‌ها به ترتیب در شکل‌های (۱) تا (۳) نشان داده شده است. با شناسایی فازهای موجود در محصولات، مشخص شد که نیتريد تیتانیوم پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری تولید شده است. نیتريد تیتانیوم حاصل (TiN و Ti<sub>4</sub>N<sub>3-x</sub>) 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 نیتريد تیتانیوم می‌شود. پس می‌توان نتیجه گرفت حداقل زمان آسیاب مورد نیاز برای تشکیل نیتريد تیتانیوم، ۲۰ ساعت است.



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



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



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

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 برآیند آنها به صورت 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 به صورت پهن ظاهر خواهد شد [۱۳-۱۵].

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

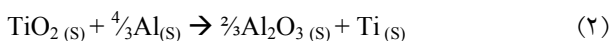
شایان ذکر است که سرعت واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در ابتدا زیاد بوده و با گذشت زمان و رسیدن به انتهای زمان آسیابکاری، سرعت واکنش کاهش می‌یابد. همچنین، واکنش بین پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم واکنشی تدریجی است و با گذشت زمان، فرآیند احیا تکمیل می‌شود.

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

جدول ۳- تعیین پارامتر شبکه نیتريد تیتانیوم

نمونه	صفحات پراش دهنده	زوایای پراش ( $2\theta$ )	پارامتر شبکه (نانومتر)	متوسط پارامتر شبکه (نانومتر)
نیتريد تیتانیوم سنتز شده از نمونه شماره ۲	(۱۱۱)	۳۷/۰۳۶	۰/۴۲۰۱	۰/۴۱۹۱
	(۲۰۰)	۴۳/۲۲۹	۰/۴۱۸۲	
نیتريد 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  $173/13 \text{ kJ}$  گرما به ازای تولید ۱ مول Ti است، واکنش (۲).



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

$$\Delta G_f = -173130 + 23.72 T \text{ j}$$

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

- در مرحله دوم، در صورت استفاده از نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر  $1/2$  و  $1/3$ ، تیتانیوم تولیدی در مرحله قبل با آتمسفر نیتروژن واکنش داده و نیتريد تیتانیوم همراه با آزاد شدن  $337/858 \text{ kJ}$  گرما تولید می شود، واکنش (۳).



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

$$\Delta G_f = -337858 + 96.305 T \text{ j}$$

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

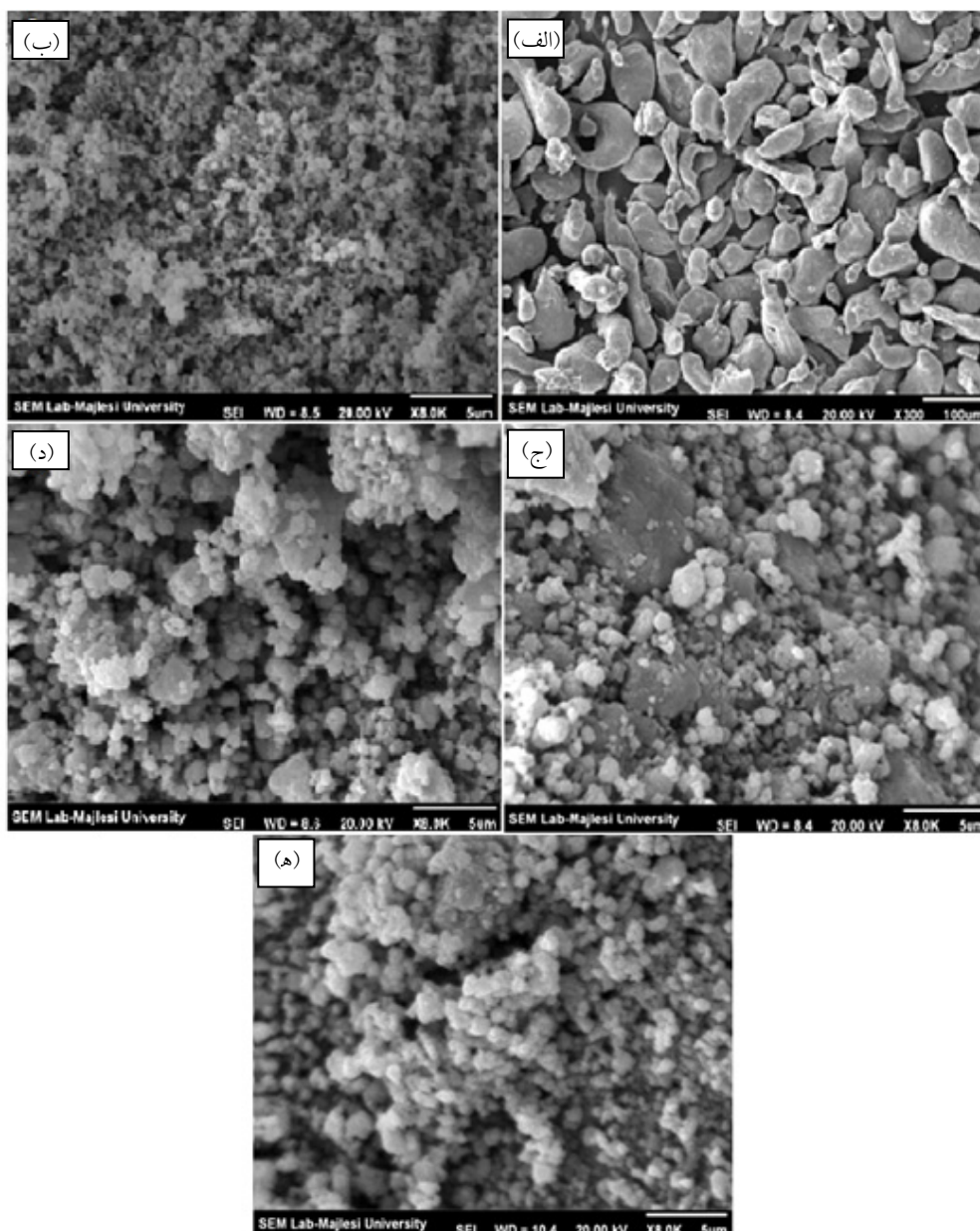
شکل (۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های شماره (۱)، (۲) و (۳) پس از آسیابکاری در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت را نشان می دهد. با توجه به این شکل، تغییر مورفولوژی پودرها در حین آسیابکاری قابل تشخیص است. شکلهای (۴-الف) و (۴-ب) به ترتیب مورفولوژی پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم را نشان می دهد. همان طور که در این شکلها 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 نیتريد تیتانیوم سنتز شده تعیین شد که به طور خلاصه در جدول (۳) آورده شده است. نکته حائز اهمیت این است که پارامتر شبکه نیتريد تیتانیوم در هر دو نمونه ۲۰ ساعت آسیابکاری شده از مقدار استکیومتری آن که  $0/4242$  نانومتر است، کمتر است که حاکی از غیر استکیومتری بودن نیتريد تیتانیوم تولید شده است. نیتريد تیتانیوم یک ترکیب بین نشین است یعنی اتمهای نیتروژن در فضاهای خالی بین اتمهای تیتانیوم جای می گیرند. اصولاً نیتريد های بین نشین از جمله نیتريد 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 نیتريد 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 نیتريد 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 نانوکامپوزیت  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiN}$  توسط آسیابکاری را می توان به مراحل زیر تقسیم کرد.

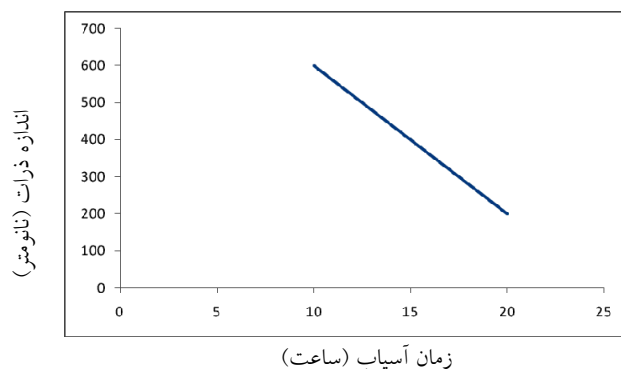
- در اولین مرحله از فرایند، اکسید تیتانیوم با آلومینیوم احیا



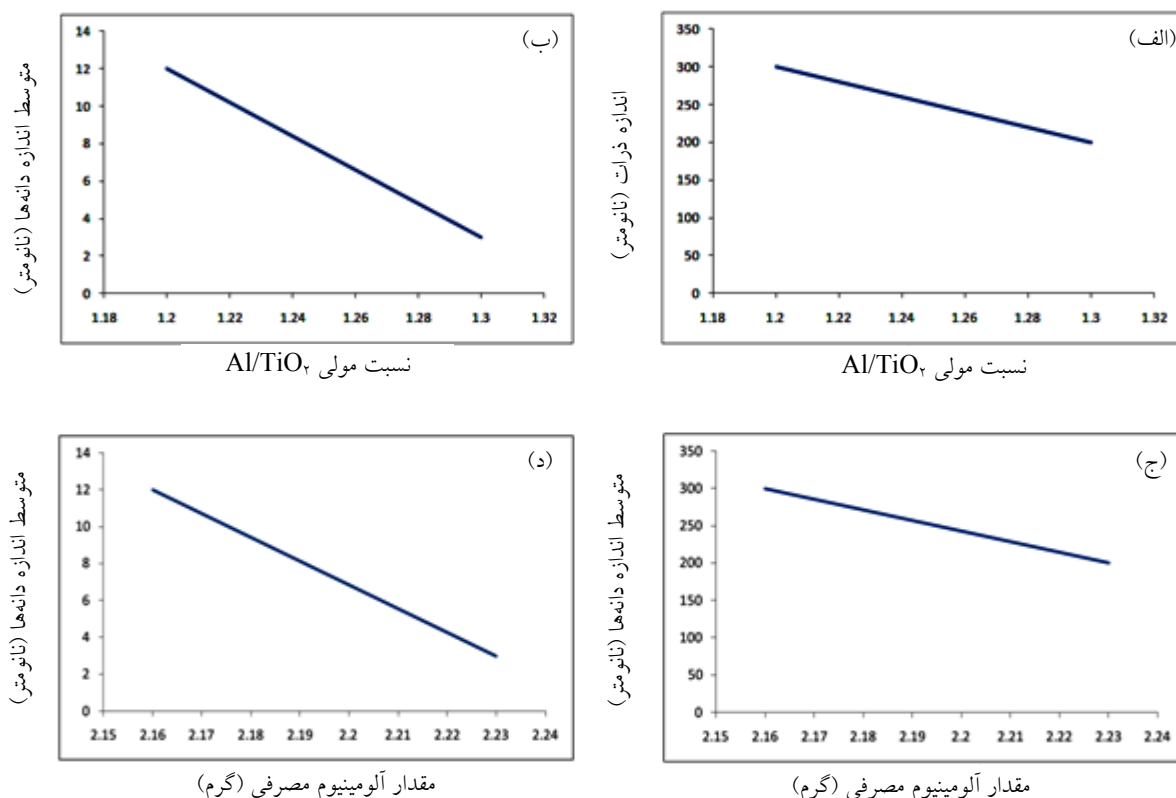
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های شماره ۱، ۲ و ۳ پس از آسیابکاری در زمانهای مختلف: الف) نمونه اولیه پودر آلومینیوم، ب) نمونه اولیه پودر اکسید تیتانیوم، ج) نمونه شماره ۱ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده، د) نمونه شماره ۲ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده و ه) نمونه شماره ۳ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب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

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 مرزخانه ظاهر می‌شوند [۱۳]. استفاده

۱۰ ساعت آسیابکاری زیر ۶۰۰ نانومتر ارزیابی شد. طبق شکل‌های (د-۴) و (ه-۴)، 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)



شکل ۵- تغییرات اندازه ذرات با زمان آسیاب

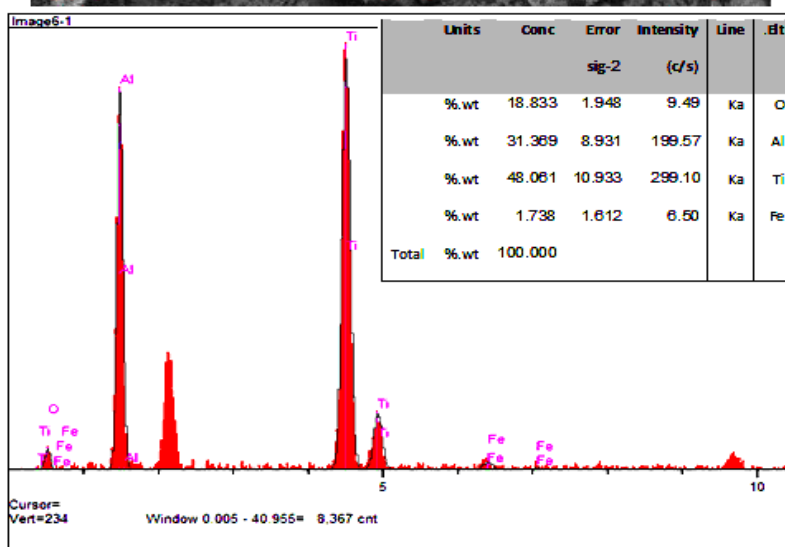
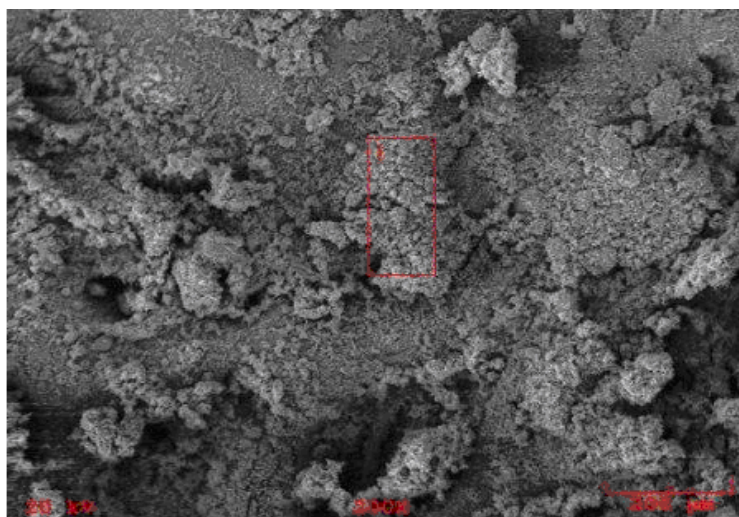


شکل ۶- تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها و ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم و مقدار آلومینیوم مصرفی: الف) تغییرات اندازه ذرات با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، ب) تغییرات متوسط اندازه دانه‌ها با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم، ج) تغییرات اندازه ذرات با مقدار آلومینیوم مصرفی و د)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

علاوه بر این، پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، ذرات نانوکامپوزیتی با توزیع نایکناخت 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 تسریع در فرایند احیا و صرف زمان



#### ۴- نتیجه گیری

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

۱. پودر نانوکامپوزیتی  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiN}$  به روش آلیاژسازی مکانیکی و با استفاده از ماده اولیه ارزان قیمت  $\text{TiO}_2$  با موفقیت تولید شد.
۲. در اثر آسیابکاری مخلوط  $\text{TiO}_2\text{-Al}$  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 می شود لکن پیشرفت واکنشها اندک است.
۳. آسیابکاری به مدت ۲۰ ساعت باعث تولید نیتريد تیتانیوم با اندازه متوسط دانه های حدود ۱۲ و ۳ نانومتر شد.
۴. پارامترهای شبکه نیتريد تیتانیوم تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی، از مقدار استکیومتری آن کمتر است که حاکی از غیر استکیومتری بودن نیتريد تیتانیوم تولید شده است.
۵. با توجه به محاسبات مربوط به پارامترهای شبکه نیتريد تیتانیوم تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی، می توان نتیجه گرفت که استفاده از مقدار بیشتر آلومینیوم، باعث افزایش نیتروژن در نیتريد تیتانیوم می شود.

نشد. با توجه به این تحلیل و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، می توان نتیجه گرفت فازهای نیتريد تیتانیوم و اکسید آلومینیوم در هم آمیخته شده اند. همچنین، این تحلیل وجود عنصر آهن در محصول را بیان می کند که مقدار آن بسیار کم است. وجود عنصر آهن می تواند به علت سایش گلوله ها و برخورد مداوم آنها به کاپ باشد.

به طور کلی، در حین آسیابکاری و آلیاژسازی مکانیکی هنگامی که تغییر شکل به حد بحرانی برسد، جوش سرد اتفاق می افتد. 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 می یابد که فرایند جوش خوردن ذرات را بهبود می بخشد. از طرفی تغییر شکل موضعی شدید و به دنبال آن سخت شدن بیشتر، منجر به تسهیل در فرایند شکست می شود. به همین علت در حضور ذرات سرامیکی سخت، فرایند آلیاژسازی مکانیکی به زمان کمتری نیاز دارد. دلیل دیگری که می توان برای کوتاه شدن فرایند آلیاژسازی در حضور ذرات سرامیکی بیان کرد این است که ذرات ترد در فرایند به عنوان گلوله های آسیاب کوچک عمل می کنند که انرژی سیستم را بهبود می دهد و در نتیجه زمان لازم برای رسیدن به حالت پایدار کاهش می یابد [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. 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

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 کاربرد 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.

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 مهندسين 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.