

## ساخت کامپوزیت سرامیکی $Al_2O_3-TiB_2$ با مقدار تخلخل و اعوجاج پایین به روش سنتز

### احتراقی و بدون اعمال فشار

رضا طاهرزاده موسویان<sup>۱\*</sup>، محمد رضا روشن<sup>۲</sup>، شهریار شرفی<sup>۳</sup> و محمد حسین شریعت<sup>۴</sup>

#### چکیده

روش سنتز احتراقی به عنوان یک روش شناخته شده و اقتصادی برای تولید مواد پیشرفته سرامیکی و کامپوزیتی دارای عیوبی است. انجام نشدن کامل واکنش‌های گرمازا به دلیل اختلاطنشدن ایده‌آل مواد اولیه، فعال نبودن مواد اولیه از لحاظ ترمودینامیکی و تولید محصولاتی با مقدار تخلخل و اعوجاج بسیار بالا از جمله عیوب مهم این روش بشمار می‌روند. در این پژوهش از سیستم ترمیت آلومینیوم-اکسید تیتانیوم-اسید بوریک بمنظور تولید درجای کامپوزیت سرامیکی آلومینا-دی بوراید تیتانیوم به روش سنتز احتراقی استفاده شد. سپس به کمک این سه عامل روش مخلوط‌سازی مواد اولیه، استفاده از مواد رقیق‌کننده و استفاده از یک محفظه فولادی در اطراف نمونه در حال سنتز به بررسی امکان ساخت قطعاتی با تخلخل کنترل شده و بدون اعوجاج پرداخته شد. نتایج بدست آمده از آزمایش‌ها نشان دادند که مخلوط کردن پودرهای اولیه به مدت 2 ساعت همراه با یک گلوله 5 میلیمتری پیش از فرآیند پیش فعال‌سازی مکانیکی و سنتز احتراقی اثر زیادی بر افزایش خلوص محصولات نهایی دارد. همچنین، مشخص شد که با افزایش مقدار مواد رقیق‌کننده تا 33 درصد وزنی از جنس خود محصولات (73 درصد حجمی آلومینا-23 درصد حجمی دی بوراید تیتانیوم) به مواد اولیه‌ای که پیش فعال‌سازی مکانیکی شده و آماده سنتز احتراقی هستند، مقدار تخلخل نهایی کمتر شده و از شدت واکنش‌ها کاسته می‌شود. در نهایت، نشان داده شد که با استفاده از یک محفظه فولادی در اطراف قطعه به گونه‌ای که قطعه را محصور کرده و اجازه انبساط به آن ندهد، می‌توان از اعوجاج نمونه در حین سنتز احتراقی جلوگیری کرد.

واژه‌های کلیدی: سنتز احتراقی، کامپوزیت سرامیکی، تخلخل، اعوجاج.

- 1- مربی، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد زنجان، گروه متالورژی، زنجان، ایران.
  - 2- کارشناسی ارشد مواد، بخش مهندسی مواد، دانشگاه شیراز.
  - 3- دانشیار، بخش مهندسی مواد، دانشگاه شهید باهنر کرمان.
  - 4- استاد، بخش مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد مرودشت.
- \*- نویسنده مسئول مقاله: rtaher1898@gmail.com

### پیشگفتار

دی بوراید های فلزات انتقالی جزء مواد پیشرفته و مهم در صنایع نظامی، نازل موشک ها، پوشش های دمای بالا، ابزارآلات برشی، اجزای سایشی و کاربردهای دمای بالا بشمار می روند. برخی از ویژگی های این مواد شامل دمای ذوب بالا، چگالی نسبتاً کم، سختی بسیار زیاد و هدایت حرارتی و الکتریکی مناسب است. اضافه شدن آلومینا به عنوان یک سرامیک مهندسی و پر کاربرد به آن ها موجب افزایش خواص مکانیکی، اکسیداسیون و زینترینگ می شود و بدین ترتیب، این مواد کامپوزیتی به عنوان کاندیدهای مناسب برای کاربردهای گوناگون دمای بالا و ابزار آلات برشی مطرح می شوند [1 و 3].

سنتز احتراقی روشی است که در آن طی یک یا چند واکنش گرمازا، واکنشگرها به محصولات تبدیل می شوند. در این روش واکنشگرها به شکل پودری یا به شکل فشرده شده در کوره، ماکروویو و غیره حرارت دیده و در عرض چندثانیه یا دقیقه به محصولات تبدیل می شوند [13 و 4]. این روش دارای مزایا و معایبی گوناگون است. از جمله مزایای این روش می توان به سرعت بسیار بالای تولید محصولات، صرفه اقتصادی به دلیل استفاده از مواد اولیه ارزان قیمت و تجهیزات نسبتاً ارزان، امکان تولید دامنه وسیعی از مواد، خلوص بالای محصولات و امکان تولید در مقیاس صنعتی اشاره کرد. این در حالی است که این روش معایبی نیز به همراه دارد. در این روش به دلیل عدم امکان اختلاط ایده آل واکنشگرها، نمی توان انتظار انجام کامل واکنش های گرمازا را داشت. همچنین، بر فرض توزیع ایده آل مواد واکنشگر نسبت به هم، در صورتی که فصل مشترک میان این مواد بالا نباشد (جنبه سینتیک) و پودرهای واکنشگر از لحاظ ترمودینامیکی به مقدار کافی فعال نباشند، بار دیگر واکنش های گرمازا در حین سنتز احتراقی به شکل کامل و ایده آل انجام نخواهند شد. نتیجه این مسئله، باقی ماندن مقداری قابل توجه از مواد واکنشگر و همچنین، محصولات انتقالی (محصولاتی که در اثر واکنش های جانبی تولید شده و هدف نهایی تولید این محصولات نبوده است) در محصولات نهایی می باشد. معمولاً این مواد در سنتز احتراقی از دمای ذوبی پایین تر برخوردار بوده و از آنجایی که محصولات سنتز

احتراقی معمولاً کاربرد دمای بالا دارند، این عیب باعث ایجاد مشکلاتی در عملکرد این محصولات خواهد شد. علاوه بر مسائل مطرح شده، وجود ناخالصی های موجود در پودرهای مواد واکنشگر و تشکیل لایه اکسیدی روی سطح فلزات فعالی همچون آلومینیوم و منیزیم نیز باعث عدم انجام کامل واکنش ها و کاهش خلوص محصولات نهایی خواهد شد. از جمله دیگر معایب مهم این روش این است که در اثر بالا رفتن حرارت و انجام واکنش های شدید گرمازا در حین سنتز احتراقی مقداری از ناخالصی ها به شکل گاز خارج شده و در نهایت، محصولات با دانسیته نسبی بسیار پایین حاصل می شوند. این موضوع همچنین، باعث ایجاد مقدار قابل توجهی اعوجاج در قطعات حاصله می شود [13 و 4]. شکل 1 به خوبی این موضوعها را نشان می دهد.

همان گونه که در این شکل دیده می شود، مقدار زیادی تخلخل، اعوجاج و در نتیجه ترک در قطعه به وجود آمده است. یکی از عواملی که منجر به کاهش شدت انجام واکنش های گرمازا میان مواد واکنشگر می شود، افزودن مواد رقیق کننده می باشد [13]. اصولاً به دلیل این که امکان تغییر ترکیب شیمیایی و استفاده از موادی با ترکیب شیمیایی متفاوت وجود ندارد، می توان از خود محصولات به عنوان رقیق کننده استفاده کرد. همچنین، امکان انجام واکنش میان رقیق کننده هایی از جنس متفاوت با دیگر مواد واکنشگر و تولید محصولاتی با خواص نامطلوب وجود دارد. بنابراین، استفاده از پودرهای خرد و الک شده ای از جنس محصولات که پیش تر از راه همین روش تولید شده، می تواند گزینه خوبی برای کاهش شدت انجام واکنش ها و مقادیر تخلخل موجود در نمونه باشد [11].

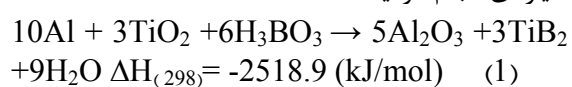
ایجاد تخلخل و اعوجاج در قطعات بدست آمده از روش سنتز احتراقی موجب الزام استفاده از روش هایی مانند پرس و اکستروژن گرم شده تا بتوان محصولات تولید کرد که قابلیت استفاده در صنایع گوناگون را داشته باشند. در حالی که بکارگیری این روش ها باعث افزایش قیمت تمام شده محصولات خواهد شد [12]. لذا، در صورتی که بتوان جلوی ایجاد تخلخل و اعوجاج را گرفت، می توان محصولاتی با یک مرحله و قیمت تمام شده بسیار پایین تولید کرد. گفتنی است که در برخی از مواقع از

گوناگون مخلوط سازی شدند. در نمونه S<sub>1</sub> مخلوط سازی پودرهای واکنشگر به مدت 13 دقیقه و بدون گلوله صورت گرفت. سپس پودرهای مخلوط شده به مدت 5 ساعت با سرعت 433 دور بر دقیقه و نسبت گلوله به پودر 13 به 1 به صورت مکانیکی فعال سازی شدند و در نهایت، با پرس کردن پودرها و قراردادن قطعات خام در کوره عمل سنتز احتراقی صورت گرفت. در رابطه با دستیابی به بهترین شرایط از لحاظ انجام کامل واکنشها و بالاترین خلوص محصولات، پژوهش‌های پیشین نویسندگان [14 و 15] نشان می‌دهد که سرعت 433 دور بر دقیقه و زمان 5 ساعت و نسبت گلوله به پودر 13 به یک شرایطی مناسب برای عمل پیش فعال سازی مکانیکی فراهم می‌آورد. در نمونه S<sub>2</sub> مخلوط سازی به مدت دو ساعت با یک گلوله 5 میلی متری و با سرعت 433 دور بر دقیقه انجام شد و در شرایط مشابه نمونه اول سنتز احتراقی انجام شد. مشاهدات پیشین ما نشان دادند که در نتیجه این مخلوط سازی، پودرهای آگلومره شده تا حدی شکسته شده و به طور نسبتاً ایده‌آلی نسبت به هم توزیع گردیدند. در مرحله دوم، بمنظور بررسی اثر اضافه کردن مواد رقیق کننده از جنس خود محصولات (27 درصد حجمی TiB<sub>2</sub> و 73 درصد حجمی Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) بر مقدار تخلخلها و اعوجاج محصولات نهایی، مقادیر 5، 13 و 33 درصد وزنی از این مواد به پودرهای واکنشگر فعال سازی مکانیکی شده اضافه گردید و در مرحله سوم و آخر نیز اثر استفاده از یک محفظه فولادی اطراف قطعه فشرده شده ای که آماده فرآیند سنتز احتراقی است، بر مقدار تخلخل و اعوجاج قطعه بررسی گردید. شناسایی فازهای موجود برای بررسی خلوص محصولات نهایی با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس (Bruker Advance D8) با اشعه Cu K $\alpha$  (برای آنالیزهای  $\lambda=0.15405$  nm) صورت گرفت. همچنین، آنالیزهای شکل و ریخت شناسی ذرات به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از نوع Cambridge S-360 انجام گرفت. دانسیته نمونه‌ها نیز به روش ارشمیدس محاسبه و از آب مقطر استفاده شد. همچنین، دانسیته تئوری نمونه‌ها به روش مخلوطها محاسبه گردید. در نهایت، آزمون میکروسختی به روش ویکرز و با استفاده از

محصولات سنتز احتراقی در ساخت فیلترهای سرامیکی دمایی بالا استفاده می‌شود [13] که در آنها وجود تخلخل حسن بشمار می‌رود، اما در همان کاربردها نیز مقدار تخلخل مورد نیاز محدود است و قطعات باید بدون اعوجاج بوده و شکل خاصی داشته باشند. در این پژوهش به هدف یافتن راه حل هایی جهت بهبود کیفیت قطعات ناشی از سنتز احتراقی، مطالعاتی در زمینه روش مناسب انجام فرآیند مخلوط سازی به عنوان یک فرآیند لازم پیش از سنتز احتراقی، امکان کاهش مقدار تخلخل موجود در محصولات با استفاده از مواد رقیق کننده از جنس خود محصولات و امکان کاهش مقدار تخلخل و اعوجاج با استفاده از یک محفظه اطراف قطعه خام فشرده شده انجام شده است.

### مواد و روش پژوهش

در این پژوهش از پودر آلومینیوم (تولید شده در شرکت متالورژی پودر خراسان) با خلوص 99/5 درصد و میانگین اندازه ذره 25 میکرومتر به عنوان عامل احیاء استفاده شد. همچنین، از اسید بوریک (تولید شده در شرکت Merck) و اکسید تیتانیوم (تولید شده در شرکت Merck) به ترتیب با خلوص 98/5 و 99 درصد به عنوان واکنشگرهای ترمیت با میانگین اندازه ذرات به ترتیب 123 و 1 میکرومتر استفاده گردید. پودرهای واکنشگر بر اساس واکنش (1) [14 و 15] وزن شده و عمل مخلوط سازی و فعال سازی مکانیکی روی آنها در آسیاب سیاره‌ای انجام گردید.



آسیاب استفاده شده در این پروژه که در ایران (اصفهان) ساخته شده است از نوع پر انرژی بوده و از اتمسفر آرگون برای مخلوط سازی و آسیابکاری استفاده شده است. محفظه مورد استفاده به قطر 93 میلیمتر از جنس فولاد کروم دار سخت شده و جنس گلوله های مورد استفاده نیز فولاد کربنی سخت شده بوده است. پس از توزین پودرهای اولیه بر پایه نسبت استوکیومتری با ترازوی دیجیتالی، بمنظور بررسی اثر فرآیند مخلوط سازی بر خلوص محصولات نهایی، دو نمونه S<sub>1</sub> و S<sub>2</sub> در شرایط

نیروی 133 نیوتن و زمان ده ثانیه و با محاسبه میانگین 5 اندازه گیری بدست آمد.

### نتایج و بحث

شکل 2 نتیجه آنالیز فازی محصولات پس از عمل سنتز احتراقی در کوره حرارتی پیش گرم (با دمای 833 درجه سانتیگراد) را برای دو نمونه  $S_1$  و  $S_2$  نشان می‌دهد. مقایسه بین نتایج آنالیز فازی این دو نمونه نشان می‌دهد که عمل مخلوط سازی در زمان 2 ساعت با یک گلوله 5 میلیمتری باعث افزایش خلوص محصولات نهایی شده است. بدین معنی که مقداری مواد اولیه در محصول نهایی نمونه اولی دیده می‌شود که حاکی از عدم انجام کامل واکنش‌های گرمزاست. در حالی که در نمونه دوم مقدار ناخالصی‌ها بسیار کمتر شده است. این موضوع اهمیت فرآیند مخلوط سازی پودرهای اولیه را نشان می‌دهد. نکته قابل ذکر این است که در صورت استفاده از سرعت‌های بیش‌تر آسیاکاری و نسبت وزنی بالاتر گلوله به پودر مقدار خلوص محصولات نهایی از این مقدار کمتر خواهد شد [14]. در اثر انجام واکنش‌های ترمیت میان عامل احیاءکننده، یعنی آلومینیوم و اکسیدهای فلزی، مقداری از آلومینیوم اکسید شده و فلزات تیتانیوم و بور احیاء می‌شوند. در مرحله بعد، با واکنش میان باقی‌مانده آلومینیوم و فلزات احیاءشده، ترکیبات بین فلزی آلومیناید بور و آلومیناید تیتانیوم تشکیل می‌گردد و در نهایت، در اثر واکنش میان این ترکیبات دی بوراید تیتانیوم که از لحاظ ترمودینامیکی پایدارتر می‌باشد، در کنار آلومینا محصولات نهایی را تشکیل می‌دهند [14 و 15]. شکل 3 آنالیز میکروساختاری نمونه  $S_2$  را پس از 2 ساعت مخلوط‌سازی و 5 ساعت فعال سازی مکانیکی پیش از سنتز احتراقی نشان می‌دهد. همان‌گونه که در شکل ملاحظه می‌شود، مقداری آگلومره شدن دیده می‌شود که طبیعتاً وجود رطوبت در اسید بوریک یکی از عوامل اصلی به هم پیوستن ذرات است. این رطوبت در اثر برخورد گلوله‌هایی با وزن ده برابر وزن پودرها و سرعت آسیاکاری 433 دور بر دقیقه و در نتیجه ایجاد حرارت موضعی از اسید بوریک خارج شده است. نتایج پیشین نویسندگان مقاله [14] نشان داده که در صورت استفاده از سرعت‌های

بالاتر آسیاکاری مقدار آگلومراسیون از این مقدار نیز بالاتر می‌رود.

در مرحله دوم همان‌گونه که مطرح شد، مقدار 5، 13 و 33 درصد از پودرهای آلومینا- دی بوراید تیتانیوم با بالاترین خلوص که پیش‌تر به همین روش ساخته شده بودند، به پودرهایی که به مدت 2 ساعت مخلوط شده و به مدت 5 ساعت فعال‌سازی شده‌اند و آماده عمل سنتز احتراقی هستند، اضافه می‌گردد. پس از عمل سنتز احتراقی از نمونه‌های حاصله تصاویری گرفته شد. شکل 4 تصاویر نمونه‌هایی که حاوی پودرهای رقیق‌کننده هستند را نشان می‌دهد. همان‌گونه که دیده می‌شود، عمل پیش فعال‌سازی مکانیکی (افزایش انرژی پودرها) و مقدار آنتالپی بالای واکنش (1) در کل باعث انجام واکنش (1) با شدت بسیار بالایی می‌گردد، به گونه‌ای که حتی افزودن 5 درصد از مواد رقیق‌کننده باعث فروپاشی نمونه و هم‌چنین، ایجاد اعوجاج بسیار بالایی در نمونه می‌شود. از این نمونه نمی‌توان تست ارشمیدس و میکروسختی سنجی گرفت. در نمونه‌ای که حاوی ده درصد مواد رقیق‌کننده می‌باشد، مقدار اعوجاج بسیار کمتر بوده و می‌توان ادعا کرد که تقریباً شکل اصلی نمونه حفظ شده و شدت فروپاشی و انفجار در حین سنتز احتراقی بسیار کمتر بوده است. از این نمونه نمی‌توان تست ارشمیدس گرفت، اما مقدار میکروسختی این نمونه 1553 و پیکرز بدست آمده که عدد قابل توجهی می‌باشد. البته، بر اساس گزارش‌های [16] مقدار میکروسختی کامپوزیت سرامیکی آلومینا- دی بوراید تیتانیوم بدست آمده از واکنش (1) بالای 2233 و پیکرز می‌باشد. اختلاف میان عدد بدست آمده و مقدار گزارش شده به حضور مقادیر بالای تخلخل در نمونه بر می‌گردد. در نمونه‌هایی که حاوی تخلخل بالایی می‌باشند سیلان اتم‌ها در حین تغییر فرم پلاستیک بیش‌تر بوده و توانایی ماده برای مقاومت در برابر تغییر فرم کمتر می‌شود.

نمونه سمت راست شکل 4 نمونه‌ای است که حاوی 33 درصد مواد رقیق‌کننده است. همان‌گونه که دیده می‌شود، مقدار اعوجاج و تخلخل بسیار پایین بوده و نمونه شکل اصلی خود را تقریباً حفظ کرده است. این موضوع در مواقعی که امکان اعمال فشار در حین سنتز احتراقی

ایجاد می‌شود. همان‌گونه که مطرح شد این کامپوزیت دارای سختی حدود 1753 ویکرز بوده که مقدار قابل توجه و قابل قبولی است. بدین ترتیب با استفاده از مواد رقیق‌کننده و محفظه فولادی می‌توان بدون اعمال فشار در حین سنتز احتراقی به قطعه سرامیکی قابل استفاده‌ای در صنعت دست یافت. اعمال فشار در حین سنتز، دست‌کم نیاز به دستگاه پرس گرم دارد و از آنجایی که سرامیک مورد نظر دمای ذوب بالایی دارد، تجهیزات گران‌قیمتی برای تولید قطعات کاملاً فشرده لازم است. همچنین، مشخص شد که با تغییر روش مخلوط‌سازی پودرهای اولیه و استفاده از زمان و سرعت آسیاب بهینه می‌توان محصولات خالصی تولید کرد.

### نتیجه گیری

در این پژوهش، امکان ساخت قطعات سرامیکی به روش سنتز احتراقی با کم‌ترین اعوجاج و همچنین، تخلخل کنترل شده، بررسی گردید که نتایج بدست‌آمده به شرح زیر است:

1- عمل مخلوط‌سازی پودرهای اولیه با استفاده از یک گلوله 5 میلی‌متری (گلوله ای که کم‌ترین انرژی مکانیکی ممکن را به پودرها وارد می‌کند) به مدت 2 ساعت، موجب انجام کامل‌تر واکنش‌های سنتز احتراقی و در نتیجه، افزایش خلوص محصولات نهایی می‌شود.

2- افزودن مواد رقیق‌کننده از جنس محصولات (27 درصد حجمی  $TiB_2$  و 73 درصد حجمی  $Al_2O_3$ ) به پودرهای آماده‌شده برای سنتز احتراقی، اثر بسیار زیادی بر کاهش شدت انجام واکنش‌ها و جلوگیری از ایجاد اعوجاج و تخلخل در قطعات دارد.

3- استفاده از یک محفظه در اطراف قطعه آماده‌شده برای سنتز احتراقی، اثری محسوس بر کنترل اعوجاج و تخلخل‌ها دارد.

4- با استفاده هم‌زمان از 33 درصد مواد رقیق‌کننده از جنس محصولات و یک محفظه فولادی، قطعات سرامیکی با 81 درصد دانسیته نسبی و با کم‌ترین اعوجاج ساخته شد که نتیجه بسیار با اهمیت است.

وجود ندارد از اهمیت بسیار بالایی برخوردار است. نتیجه آزمایش ارشمیدس نشان می‌دهد که این نمونه حاوی 28 درصد تخلخل بوده و مقدار میکروسختی بدست آمده برای این نمونه 1733 ویکرز می‌باشد که طبیعتاً به مقادیر تخلخل بسیار کم‌تر در این نمونه ربط داده می‌شود. بنابراین، هنگامی که مقدار گرمای آزاد شده در حین سنتز احتراقی بالا باشد، می‌توان با افزودن موادی که وارد واکنش‌ها نشده و سطح مشترک میان مواد اولیه را کم می‌کنند، از شدت واکنش‌ها کاست و در واقع، به بیانی فرایند سنتز احتراقی را کنترل کرد.

در مرحله آخر این پژوهش اثر استفاده از یک محفظه فولادی در اطراف نمونه‌ای که حاوی 33 درصد پودرهای رقیق‌کننده بوده و به مدت 2 ساعت مخلوط‌سازی در آن‌ها انجام گرفته و با سرعت 433 دور بر دقیقه و زمان 5 ساعت پیش فعال‌سازی شده است، بررسی گردید. شکل 5 تمامی جزئیات مربوط به این محفظه را نشان می‌دهد.

همان‌گونه که دیده می‌شود، به کمک یک محفظه به شکل نمونه می‌توان از ایجاد تخلخل و بویژه اعوجاج در حین سنتز احتراقی جلوگیری کرد. باید توجه شود که در اطراف نمونه در حال سنتز نیز پودرهای رقیق‌کننده ریخته شده است تا از تماس میان قطعه و محفظه فولادی و ایجاد آلودگی جلوگیری شود. در شکل پایینی سمت راست قطعه دیده می‌شود که این قطعه کاملاً بدون اعوجاج بوده و مقدار میکروسختی ناشی از این قطعه 1753 ویکرز بدست آمده است. نتایج آزمایش ارشمیدس برای این قطعه حاکی از وجود 19 درصد تخلخل در قطعه می‌باشد که تا آنجایی که نویسندگان آگاهی دارند، ایجاد این مقدار پایین تخلخل در قطعات ناشی از سنتز احتراقی بدون اعمال فشار بی‌نظیر بوده است. شکل 6 میکروساختار این قطعه را که به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده است را نشان می‌دهد. همان‌گونه که این شکل نشان می‌دهد، فاز دی بوراید تیتانیوم با ساختار هگزائگونال به شکل شش گوش مشخص است و در زیر این فاز، زمینه‌ای از فاز منجمد شده آلومینا دیده می‌شود. در حین انجام واکنش 1 دما تا بالای 2433 درجه سانتیگراد می‌رسد [16] که همین موضوع باعث ذوب‌شدن آلومینایی خواهد شد که در اثر سنتز احتراقی

Archive of SID

### References

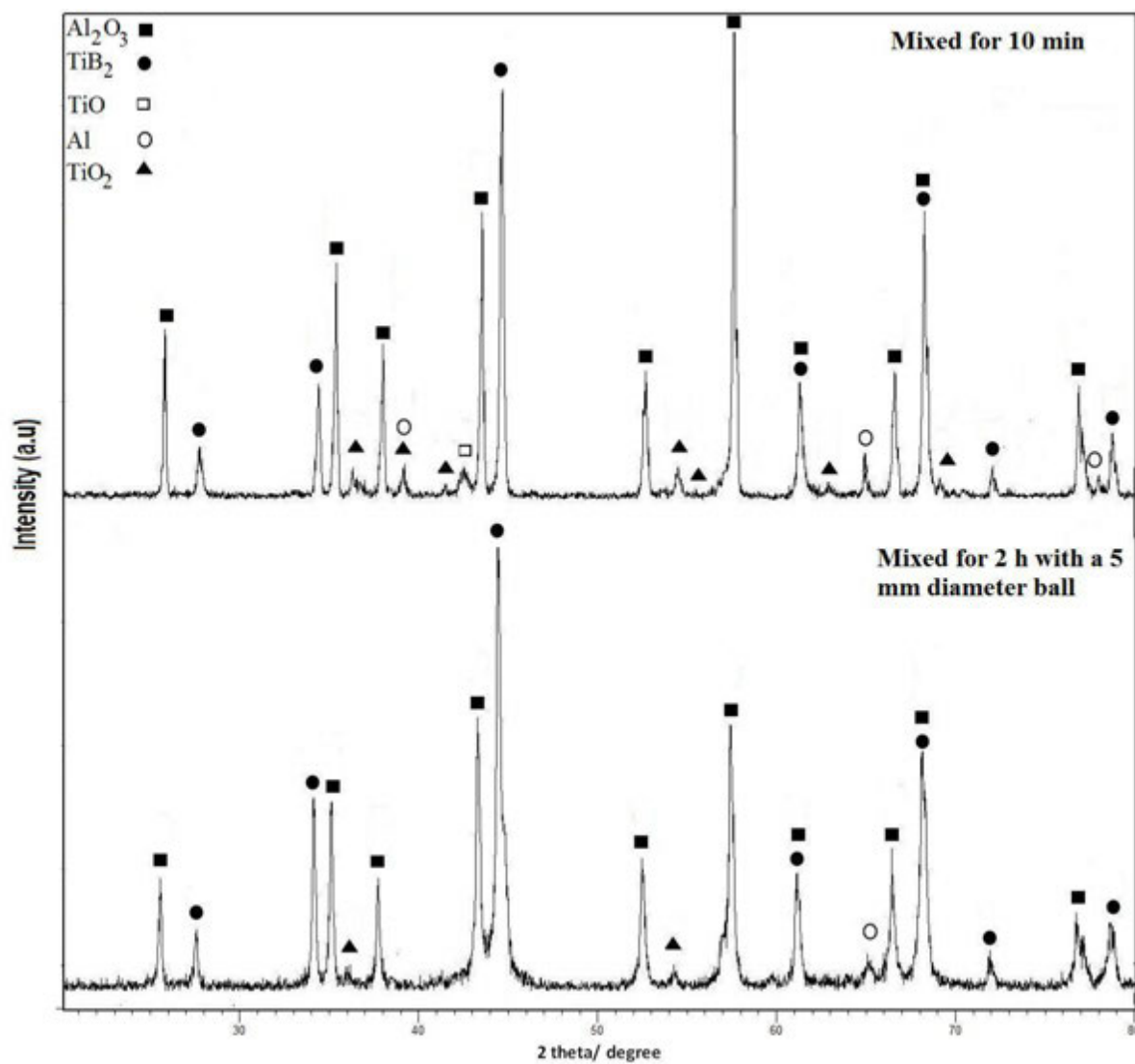
- 1- W. Deqing, Effects of additives on combustion synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiB<sub>2</sub> ceramic composite, *Journal of the European Ceramic Society* 29, 1485-1492, 2009.
- 2- C.L. Yeh, and R.F. Li, Formation of TiB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and NbB<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites by combustion synthesis involving thermite reactions, *Chemical Engineering Journal* 147, 405-411, 2009.
- 3- T.S.R.Ch. Murthy, C. Subramanian, R.K. Fotedar, M.R. Gonal, P. Sengupta, S. Kumar, and A.K. Suri, Preparation and property evaluation of TiB<sub>2</sub> + TiSi<sub>2</sub> composite, *Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 27, 629-636, 2009.
- 4- M. Adeli, S.H. Seyedein, M.R. Aboutalebi, M. Kobashi, and N. Kanetake, A study on the combustion synthesis of titanium aluminide in the self-propagating mode, *Journal of Alloys and Compounds* 497, 100-104, 2010.
- 5- J.H. Lee, C.Y. An, C.W. Won, S.S. Cho, and B.S. Chun, Characteristics of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composite powder prepared by the self-propagating high-temperature synthesis process and its sintering behavior, *Materials Research Bulletin* 35, 945-954, 2000.
- 6- S. Hasani, M. Panjepour, and M. Shamanian, Effect of atmosphere and heating rate on mechanism of MoSi<sub>2</sub>n formation during self-propagating high-temperature synthesis, *J Therm Anal Calorim*, 107:1073-1081, 2012.
- 7- C.L. Chu, C.Y. Chung, P.H. Lin, and S.D. Wang, Fabrication of porous NiTi shape memory alloy for hard tissue implants by combustion synthesis, *Materials Science and Engineering A366*, 114-119, 2004.
- 8- C.L. Yeh, and Y.G. Shen, Formation of TiAl-Ti<sub>2</sub>AlC in situ composites by combustion synthesis, *Intermetallics* 17, 169-173, 2009.
- 9- Y. Kopit, The ability of systems based on Ni, Al and Ti to be synthesized by self-propagating high-temperature synthesis (SHS), *Intermetallics* 9, 387-393, 2001.
- 10- عز. عباسی، م. ح. شریعت و س. جوادپور، تأثیر فراسنج‌های اجرایی بر سنتز احتراقی کامپوزیت‌های نیتريد آلومینیوم-کاربید سیلیسیم با کاربرد منبع جامد نیتروژن به کمک میکروویو، *مجله مواد نوین/ جلد 1 پ شماره 4 تابستان 1393*.
- 11- T. Singanahally A. Aruna, and S. Mukasyan, Combustion synthesis and nanomaterials, *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 12, 44-50, 2008.
- 12- G.B. Raju, and B. Basu, Development of High Temperature TiB<sub>2</sub>-based Ceramics, *Key Engineering Materials Vol. 395*, pp 89-124, 2009.
- 13- Li. Junshou, Z. Cai, H. Guo, B. Xu, and L. Li, Characteristics of porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiB<sub>2</sub> ceramics fabricated by the combustion synthesis, *Journal of Alloys and Compounds* 479, 803-806, 2009.
- 14- R. Taherzadeh Mousavian, S. Sharafi, and M.H. Shariat, Microwave-assisted combustion synthesis in a mechanically activated Al-TiO<sub>2</sub>-H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> system, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 29, 281-288, 2011.
- 15- R. Taherzadeh Mousavian, S. Sharafi, M. R. Roshan, and M. H. Shariat, Effect of mechanical activation of reagents' mixture on the high-temperature synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiB<sub>2</sub> composite powder, *J Therm Anal Calorim DOI 10.1007/s10973-010-1272-0*.
- 16- M.A. Meyers, E.A. Olevsky, J. Ma, and M. Jamet, Combustion synthesis/densification of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiB<sub>2</sub> composite, *Materials Science and Engineering A311*, 83-99, 2001.



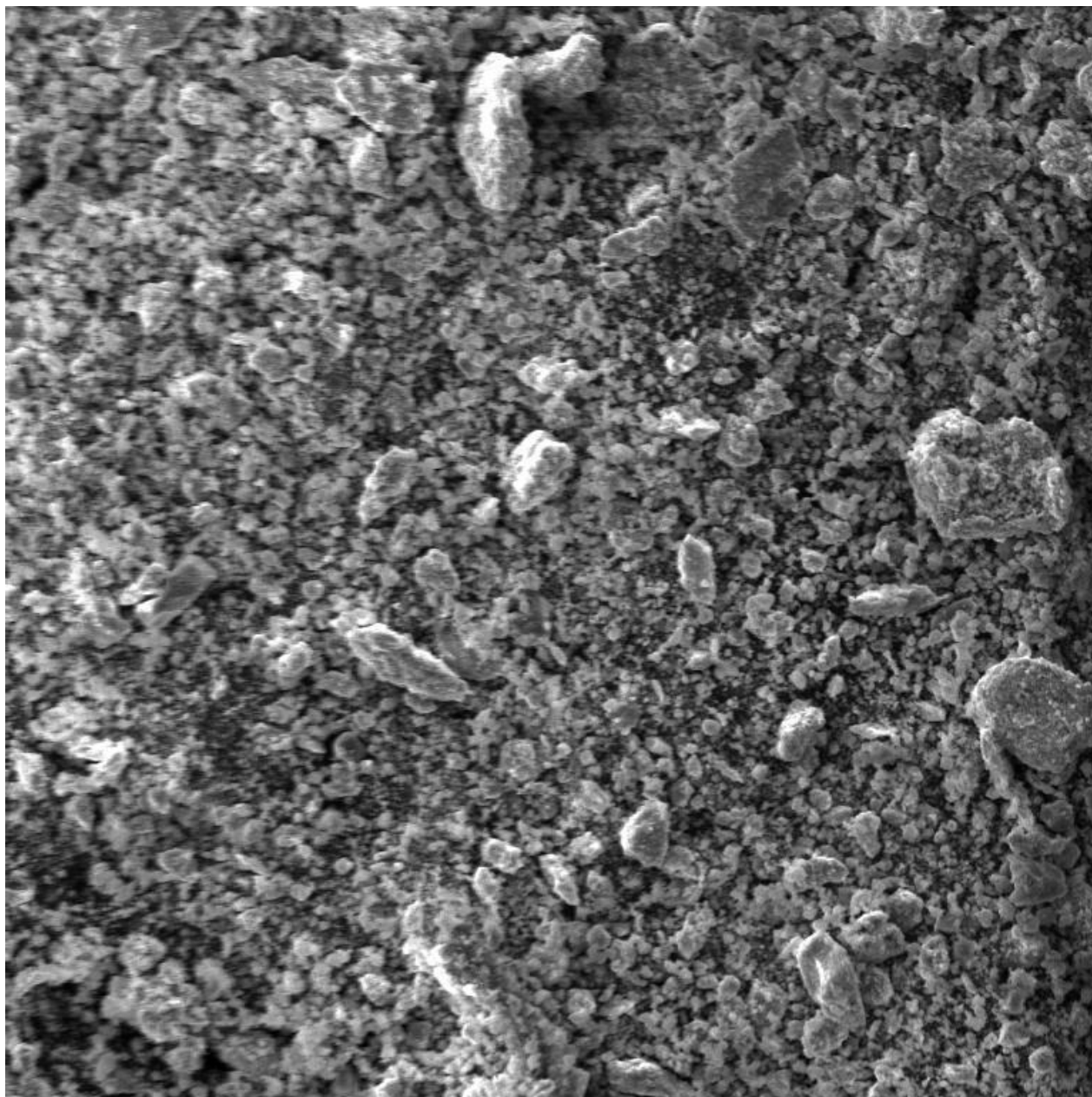
شکل 1- ایجاد اعوجاج و تخلخل در فرآورده‌های ناشی از سنتز احتراقی (سمت راست)، قطعه خام فشرده شده (سمت چپ) در اثر واکنش‌های گرمای شدید و خروج گاز و ناخالصی‌ها.

Archive SID





شکل 2- نتایج آنالیز فازی نمونه های  $S_1$  و  $S_2$  که در شرایط گوناگون مخلوط سازی شده اند.

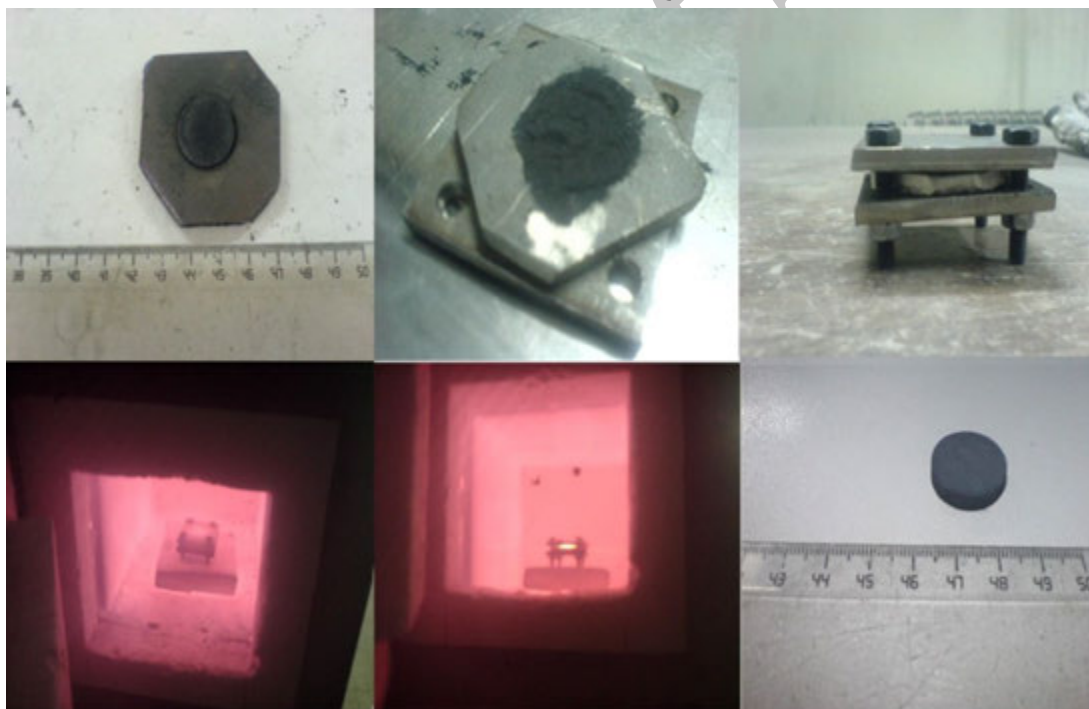


SEM MAG: 1.01 kx      DET: SE Detector      100 um      Vega ©Tescan  
HV: 20.0 kV      DATE: 09/17/11  
VAC: HiVac      Device: VEGA TS5130MM

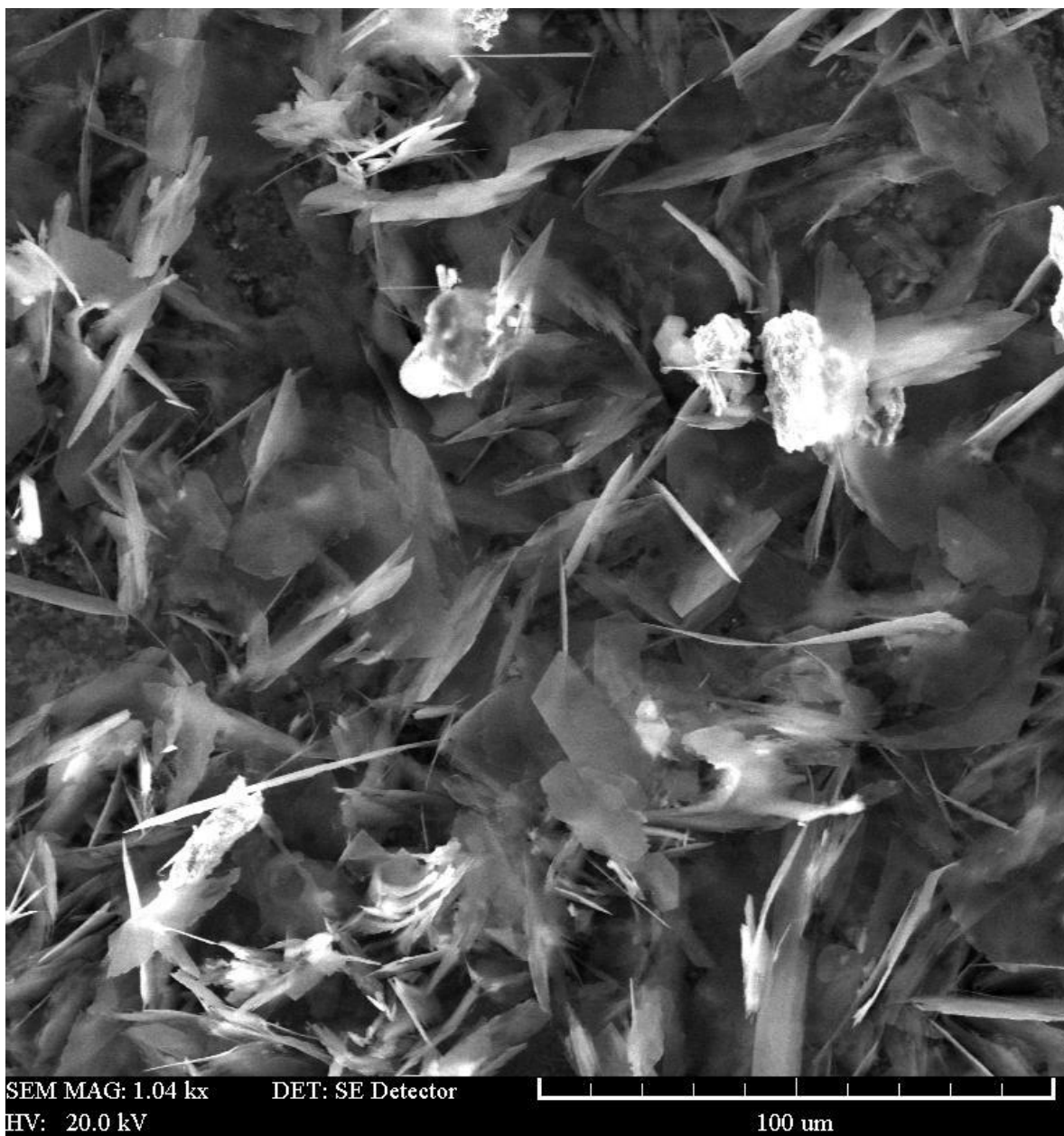
شکل 3- تصویر SEM از پودرهای نمونه ای که به مدت 2 ساعت مخلوط سازی و به مدت 5 ساعت فعال سازی مکانیکی شده است (S<sub>2</sub>).



شکل 4- تصاویر نمونه های سنتز احتراقی شده از راست به چپ حاوی 33، 23 و 13 درصد مواد رقیق کننده از جنس خود فرآورده ها ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ ).



شکل 5- تصاویری از محفظه فولادی بکار گرفته شده پیرامون نمونه برای کاهش مقدار تخلخل ها و اعوجاج ( تصاویر بالایی) و عمل سنتز احتراقی در داخل محفظه (تصاویر پائینی) و نمونه نهایی (تصویر پایین سمت راست).



شکل 6- میکروساختار نمونه سنتز شده (کامپوزیت سرامیکی آلومینا- دی بوراید تیتانیوم) در داخل محفظه فولادی حاوی 33 درصد مواد رقیق کننده از جنس خود فرآورده‌ها.