

تأثیر روش تولید نانو کامپوزیت آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم بر رفتار تف‌جوشی و خواص قطعه

تولید شده

امین ربیعی‌زاده^{۱*}، ابوالقاسم عطایی^۲ و علی محمد هادیان^۳

چکیده

تف‌جوشی کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ بمنظور تولید قطعه‌ای با چگالی و استحکام بالا به دلیل پیوندهای مستحکم کووالانسی و ضریب نفوذ پایین اجزا با مشکلاتی همراه است. انتظار می‌رود تولید کامپوزیت به صورت ذرات ریزی که به صورت همگن در زمینه توزیع شده باشد، می‌تواند مشکل تف‌جوشی این ماده را مرتفع سازد. در این پژوهش تف‌جوشی نانو کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ که با دو روش مکانوشیمیایی و سل-ژل/مکانوشیمیایی تولید شده مورد بررسی قرار می‌گیرد. هم‌چنین، تأثیر شرایط تولید بر رفتار تف‌جوشی، چگالی، ریزساختار، سختی و چقرمگی شکست مورد بررسی قرار می‌گیرد. در روش مکانوشیمیایی اکسیدهای بور و تیتانیم در طی فرآیند آسیاکاری احیا شده و نانو کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ بدست آمد. در فرآیند سل-ژل/مکانوشیمیایی، ژل بدست آمده از آلکوکسید تیتانیم و اکسید بور طی فرآیند آسیاکاری در حضور آلومینیم منجر به تولید نانو کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ شد. بررسی‌های میکروسکپ الکترونی عبوری نشان داد که ریزساختار نانو کامپوزیت بدست آمده از دو روش متفاوت می‌باشد. تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی مقدار تخلخل و اندازه دانه‌ها پس از فرآیند تف‌جوشی را نشان می‌دهد. برای نمونه تولید شده به روش سل-ژل/مکانوشیمیایی مقادیر چگالی، سختی و چقرمگی شکست پس از تف‌جوشی در دمای $1500^\circ C$ درجه سانتی‌گراد به ترتیب 9.7 ، $15/3$ GPa و $10/1$ MPa.m^{1/2} می‌باشد در حالی که برای نمونه تولید شده به روش مکانوشیمیایی مقادیر بالا 9.9 ، 20 GPa و $11/4$ MPa.m^{1/2} است. نانو ساختار بودن ذرات $Al_2O_3-TiB_2$ غیربلوری بودن ساختار ذرات و تشکیل فاز مایع $Al_{18}B_4O_{33}$ در حین فرآیند چگالش از عواملی می‌باشند که منجر به تسهیل فرآیند تف‌جوشی می‌شود.

واژه‌های کلیدی: نانو کامپوزیت، پرس گرم، آلومینا، دی‌بوراید تیتانیم، سل-ژل، مکانوشیمیایی.

۱- مربی گروه مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شیراز، گروه مهندسی مواد، شیراز، ایران.

۲- استاد دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۳- دانشیار دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، تهران، ایران.

*- نویسنده مسئول مقاله: a.rabieezadeh@gmail.com

پیشگفتار

مواد مرکب زمینه‌سرامیکی دسته‌ای از مواد سرامیکی هستند که فاز دوم بمنظور تغییر خواص زمینه یا فاز تقویت‌کننده به آن‌ها افزوده می‌شود. در مواد مرکب خصوصیات زمینه و فاز تقویت‌کننده با هم ترکیب شده تا خواص جدید و متفاوتی ایجاد کند [۲۰۱]. سرامیک‌های مهندسی دما بالا به آن دسته از سرامیک‌ها گفته می‌شود که قابلیت استفاده در دماهای متوسط تا دماهای بالا (بیش‌تر از 550°C)، تنش‌های کم تا زیاد و محیط‌های به شدت اکسیدکننده و خورنده را داشته باشند [۴۰۳]. در این میان، آن دسته از سرامیک‌هایی که دمای ذوب آن‌ها بیش از 3000°C می‌باشد، به عنوان سرامیک‌های فوق‌دمای بالا^۱ شناخته می‌شوند [۵]. از میان سرامیک‌های فوق‌دمای بالا، یکی از گزینه‌ها برای کاربردهای دما بالا دی‌بوراید تیتانیم می‌باشد که در نتیجه دیرگدازی و استحکام بالای بالا در دمای بالاست. یکی از معایب سرامیک‌های فوق‌دمای بالا مقاومت کم این مواد در برابر اکسیداسیون می‌باشد. از آنجایی‌که این مواد متشکل از بور، کربن و نیتروژن می‌باشند، در دمای بالا و در حضور اکسیژن این اجزا اکسید شده و از ماده اولیه جدا شده و وارد محیط می‌شوند. به این ترتیب، تنها فلز تشکیل دهنده بوراید، کاربید یا نیتريد که اکنون عاری از بور، کربن و نیتروژن می‌باشد، باقی می‌ماند که در دمای اکسیداسیون سرامیک‌های فوق‌دمای بالا ممکن است ذوب شود. یکی دیگر از مشکلات سرامیک‌های فوق‌دمای بالا هزینه تولید آن‌ها می‌باشد. از آنجایی‌که دمای ذوب سرامیک‌های فوق‌دمای بالا بیش از 3000°C می‌باشد، این دسته از مواد به وسیله پرس گرم شکل داده و چگالش می‌یابند [۶۰۱].

مقاومت به ضربه عالی ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم این ماده را یکی از گزینه‌های انتخابی برای تجهیزات محافظت شخصی^۲ و دیواره محافظ در برابر اجرام آسمانی برای فضاپیما در آورده است. در نتیجه، مقاومت به سایش عالی، این ماده در کاربردهایی نظیر سیستم‌های ترمز اتومبیل و هواپیما مورد استفاده قرار

می‌گیرد. خواص حرارتی ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم نظیر دمای ذوب، رسانایی حرارتی و رفتار حرارتی این ماده منجر به استفاده در کاربردهای سیستم‌های محافظ در برابر حرارت^۳ می‌شود. حضور فاز دوم (دی‌بوراید تیتانیم) سبب تشکیل دسته گسترده‌ای از ریزساختارها می‌شود که در صورت وجود یک فاز میسر نمی‌باشد. بنابراین، عملکرد ماده مرکب را می‌توان با تغییر ریز ساختار کنترل کرد [۷-۱۰].

روش‌های گوناگونی برای تولید ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم استفاده می‌شود که می‌توان به ترکیب پودرهای آلومینا و دی‌بوراید تیتانیم، واکنش سریع خوداحتراقی دمای بالا، واکنش احتراقی و روش آلیاژسازی مکانیکی را نام برد. اگرچه کاربرد کلاسیک آلیاژسازی مکانیکی برای تولید آلیاژهایی از عناصر اولیه بوده است، ولی گزارش‌های متعدد نشان می‌دهد که با کمک آلیاژسازی مکانیکی می‌توان محدوده‌ای گسترده از واکنش‌های شیمیایی را به انجام رسانید. در همین راستا، پژوهشگران بسیاری از آلیاژسازی مکانیکی برای فعال‌سازی واکنش‌های اکسایش-احیا شامل یک اکسید و احیاکننده‌ی مناسب با موفقیت استفاده کرده‌اند. پودر تولید شده معمولاً به روش‌های تفجوشی بدون فشار، پرس گرم و پرس گرم همه‌جانبه به قطعه تبدیل می‌شود [۱۱-۲۳].

در زمینه تفجوشی ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم کارهای محدودی انجام شده است. کیمورا (Kimura) و همکارانش تأثیر افزودن مقادیر گوناگون دی‌بوراید تیتانیم را بر رفتار تفجوشی آلومینا بررسی کردند. مشاهده گردید که با تفجوشی آلومینا خالص می‌توان به ۹۷٪ چگالی تئوری دست یافت، اما با افزودن دی‌بوراید تیتانیم (۴۰-۱۰ درصد وزنی)، و تفجوشی در دمای 1750°C به روش بدون فشار، می‌توان قطعه بالک با ۹۹٪ چگالی تئوری را تولید کرد [۲۴]. کسکس (Kecskes) و همکارانش ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}30\text{ wt.\% TiB}_2$) را به صورت دینامیک با انرژی ضربه‌ای ناشی از انفجار مواد منفجره به قطعه بالک تبدیل کردند. با این روش در بهترین حالت

¹- Ultra High Temperature Ceramics (UHTCs)

²- Personal Protective Equipment (PPE)

³- Thermal Protection System (TPS)

تیتانیم به دو روش تولید و به روش‌های پرس گرم و بدون فشار تفجوشی شده است. بر این اساس نانوکامپوزیت آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم به دو روش تولید شد: در روش نخست اکسید بور و تیتانیم به همراه آلومینیم به وسیله فرآیند مکانوشیمیایی به نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ تبدیل شدند. در روش دوم، با استفاده از فرآیند سل-ژل اکسید بور و آلکوکسید تیتانیم به زیروژل تبدیل شدند و زیروژل بدست آمده تحت فرآیند مکانوشیمیایی در حضور آلومینیم به نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ تبدیل شد. محصول هر دو روش به روش‌های پرس گرم و بدون فشار تفجوشی شد و چگالی، تخلخل، سختی و چقرمگی شکست آن‌ها به عنوان معیارهایی برای پیشرفت فرآیند تفجوشی مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش انجام پژوهش

برای تولید نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ از پودرهای TiO_2 (کوچکتر از $0.2 \mu m$)، B_2O_3 (کوچکتر از $10 \mu m$) و Al (کوچکتر از $100 \mu m$) همگی با خلوص بیش از ۹۹٪ و ساخت شرکت مرک، به عنوان مواد اولیه استفاده شد. در روش مکانوشیمیایی مخلوط پودرهای اولیه بر اساس رابطه (۲) با یکدیگر مخلوط شده و در محفظه آسیا سیاره‌ای (مدل PM 2400) قرار داده شد: $3TiO_2 + 3B_2O_3 + 10Al \rightarrow 5Al_2O_3 + 3TiB_2$ (۲) محفظه آسیا از جنس فولاد زنگ‌نزن سخت شده می‌باشد و از گلوله‌هایی از جنس فولاد پرکروم استفاده شد. سرعت چرخش محفظه آسیا 300 rpm و نسبت گلوله به پودر ۳۰ : ۱ انتخاب شد. جزئیات این فرآیند در مقاله قبلی شرح داده شده است [۱۱]. برای تولید نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ به روش سل-ژل به همراه مکانوشیمیایی از آلکوکسید تیتانیم ($TTIP^2$)، $Ti\{OCH(CH_3)_2\}_4$ ، خلوص ۹۸٪ و ساخت شرکت مرک) به عنوان پیش‌ماده تیتانیم و اکسید بور به عنوان پیش‌ماده بور استفاده شد. زیروژل بدست آمده به نسبت وزنی ۵ : ۴ با آلومینیم مخلوط شده و به مدت ۳۰ ساعت

قطعه‌ای با ۹۰٪ چگالی تئوری تولید کردند که سختی آن در حدود 14 GPa می‌باشد [۲۵]. گوکسی (Guoxi) و همکارانش اثر دمای تفجوشی به روش پرس گرم را بر ریزساختار و خواص مکانیکی $TiB_2-30 \text{ wt.}\% Al_2O_3$ بررسی کردند. مشاهده شد که در صورتی که تفجوشی در دمای $1700^\circ C$ انجام شود، چگالی تئوری، سختی و چقرمگی شکست قطعه بدست آمده به ترتیب ۹۶/۲٪، $24/8 \text{ GPa}$ و $4/56 \text{ MPa.m}^{1/2}$ می‌باشد [۱۷]. ساتو (Sato) و همکارانش پودرهای تیتانیم، آلومینیم و اکسید بور را بر اساس رابطه (۱) آسیا کرده و محصول بدست آمده را به روش پرس همه‌جانبه گرم در دمای $1500^\circ C$ و فشار 100 MPa تفجوشی کردند.



به این ترتیب ماده مرکب آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم با ترکیب $Al_2O_3-40.5 \text{ wt.}\% TiB_2$ با چگالی تئوری ۹۹/۵٪ و سختی 2800 Hv بدست آمد [۱۸].

تفجوشی ذرات نانومتری مبحثی علمی و تکنولوژیکی است که با ساخت مواد بالک نانوکریستالی و درک بهتر پایداری نانو ذرات مرتبط می‌باشد. به دلیل اندازه بسیار ریز و نسبت سطح به حجم بالا، نانو ذرات در حین تفجوشی، در مقایسه با تفجوشی ذرات درشت، پدیده‌های منحصر به فردی را از خود نشان می‌دهند؛ نظیر نیروی محرکه بسیار زیاد برای تفجوشی، تمایل زیاد برای توده‌ای شدن^۱، تسهیل چگالش و رشد دانه سریع در مراحل اولیه تفجوشی. بمنظور تولید قطعه بالک نانوکریستالی از ذرات نانومتری، هدف بدست آوردن بیش‌ترین چگالی است در حالی که دانه‌ها در ابعاد نانومتری باقی بمانند. به هر حال، دستیابی به این هدف بسیار دشوار است. یکی از عوامل عمده که سبب سختی فرآیند تفجوشی نانو ذرات می‌شود، یکسان بودن عوامل چگالش و رشد دانه (نظیر نیروی محرکه و مکانیزم‌های انتقال جرم) می‌باشد.

از آنجایی که تاثیر ساختار نانو بر خواص تفجوشی و خواص مکانیکی قطعه تولیدی از کامپوزیت آلومینا/دی‌بوراید تیتانیم تاکنون مورد بررسی قرار نگرفته است، در این پژوهش نانوکامپوزیت آلومینا/دی‌بوراید

² -titanium tetra iso propoxide

¹ - Agglomeration

مقدار چقرمگی شکست با استفاده از رابطه تجربی آنتیس محاسبه می‌شود (شکل ۳):

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{C^{\frac{3}{2}}} \right) \quad (3)$$

که در آن K_{IC} چقرمگی شکست، E مدول الاستیک، H سختی، P نیرو و $2C$ طول ترک می‌باشد. ریخت‌شناسی (اندازه، شکل، توزیع اندازه ذرات، تعیین اندازه اثر سختی و تعیین طول ترک شعاعی اطراف محل سختی) و ریزساختار نمونه‌ها به وسیله میکروسکپ الکترونی روبشی مدل CamScan MV2300 و میکروسکپ الکترونی روبشی انتشار میدانی مدل Hitachi SU-70 مجهز به طیف‌سنج انرژی مدل Bruker XFlash 4010 استفاده شد. بررسی‌های ریزساختاری دقیق‌تر با استفاده از میکروسکپ الکترونی عبوری ZEISS EM 10C تحت ولتاژ شتاب‌دهنده 100 kV صورت گرفت. جهت شناسایی ترکیبات فازی نمونه‌های بدست آمده در شرایط گوناگون از روش XRD استفاده شد. الگوهای XRD نمونه‌ها به وسیله دستگاه XRD مدل Philips Xpert pro، مجهز به لامپ تولید کننده پرتو $\text{Cu-K}\alpha$ و مجهز به فیلتر نیکل و تک فام ساز بلوری بوده است.

نتایج و بحث

تصاویر TEM نانوکامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ تولید شده به روش‌های مکانوشیمیایی و سل-ژل/مکانوشیمیایی در شکل ۱ نشان داده شده است. تصویر TEM زمینه روشن تهیه شده از محصول فرآیند مکانوشیمیایی نشان‌دهنده ذرات و کریستالیت‌هایی است که میانگین اندازه آن‌ها 25 nm می‌باشد (شکل ۱ الف). با توجه به رابطه (۲)، محصول فرآیند آسیاکاری اکسید تیتانیوم، اکسید بور و آلومینیم کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}29 \text{ wt.\%TiB}_2$ می‌باشد. تصویر TEM زمینه روشن تهیه شده نانو-کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ تولید شده به روش سل-ژل/مکانوشیمیایی را با یک ساختار منحصر به فرد نشان می‌دهد (شکل ۱ ب). در این ساختار، زمینه که میانگین اندازه ذرات آن حدود 25 nm می‌باشد،

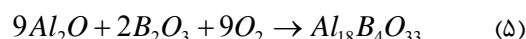
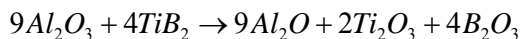
آسیاکاری شد. جزئیات این فرآیند نیز در مقاله قبلی شرح داده شده است [۲۱].

برای تهیه نمونه خام برای تفجوشی بدون فشار، 2 گرم نمونه را در قالبی به قطر 12 mm قرار داده و به وسیله پرس تک‌محوره فشرده شد. فشار اعمالی برای تهیه نمونه 230 MPa می‌باشد. فرآیند تفجوشی در کوره مقاومتی گرافیتی انجام شد. نمونه‌ها در بوته گرافیتی قرار گرفتند و برای جلوگیری از اکسید شدن آن‌ها، در بستر گرافیتی قرار گرفتند. نرخ گرمایش $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ است. نمونه‌ها در دماهای $150.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ ، $170.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ و $190.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ و تحت خلاء (10^{-1} – 10^{-2} Pa) به مدت 2 ساعت تفجوشی شدند.

برای تهیه نمونه بالک به روش پرس گرم، 4 گرم نمونه را در قالب گرافیتی استوانه‌ای (TC57 ، ساخت آلمان) به قطر 18 mm قرار داده و مجموعه قالب و نمونه، در دستگاه پرس گرم (KOVAKO KHP-200 ، ساخت کره) قرار داده می‌شود (از نیتريد بور به عنوان روان‌کار استفاده شد). نرخ گرمایش و فشار تک محور اعمالی در حین فرآیند به ترتیب، $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ و 35 MPa می‌باشد. فرآیند به مدت 2 ساعت در اتمسفر خلاء (10^{-3} – 10^{-4} Pa) در دماهای $120.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ ، $140.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ و $150.0 \pm 2.0 \text{ }^\circ\text{C}$ انجام شد. نمونه‌های تفجوشی شده در جدول ۱ کدگذاری شده‌اند. برای اندازه‌گیری چگالی نمونه‌های بالک از روش غوطه‌وری در آب، یعنی روش ارشمیدس بر اساس استاندارد ASTM B 328 استفاده گردید [۲۶]. بمنظور دستیابی به نتایج دقیق‌تر چگالی سنجی بر روی 3 نمونه انجام شد. سختی نمونه‌ها بر حسب ویکرز بر اساس استاندارد ASTM C 1327 اندازه‌گیری شد [۲۷]. میزان بار اعمالی 30 kgf و مدت زمان اعمال نیرو 30 ثانیه بود. سختی سنجی هر نمونه در 5 نقطه صورت گرفت. محاسبه چقرمگی شکست (K_{IC}) بر اساس اندازه‌گیری طول ترک شعاعی ایجاد شده در نتیجه وارد شدن فرو رونده آزمون سختی ویکرز و استفاده از رابطه پیشنهادی به وسیله آنتیس (Antis) و همکارانش می‌باشد [۲۸]. مقادیر گزارش شده، میانگین بدست آمده برای 5 نقطه تست سختی ویکرز می‌باشد.

شکل ۴ الف الگوی XRD نمونه SGMA30hP11850 را نشان می‌دهد. لازم به ذکر است که به علت کوچک بودن اندازه نمونه، الگوی XRD بدست آمده دارای مقادیری زمینه (Background) می‌باشد. افزون بر پیک‌های مربوط به فازهای Al_2O_3 و TiB_2 پیک‌های جدیدی در الگوی پراش مشاهده می‌شود که با بررسی روابط ترمودینامیکی و مراجعه به فهرست جامع داده‌های پراش دیده شد که پیک‌های جدید متعلق به فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ (ICDD 32-0003) می‌باشد. هنگامی که فازهای Al_2O_3 و TiB_2 در معرض آتمسفر اکسیدی قرار بگیرند، تشکیل فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ می‌تواند بر اساس روابط ۴ و ۵ صورت گیرد:

(۴)



وجود هوای حبس شده در نمونه‌های فشرده شده و واکنش با اکسیژن در حین فرآیند تفجوشی می‌تواند مسیر واکنش را توسط روابط ۴ و ۵ دنبال کرده و فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ را تشکیل دهد، اما در الگوی XRD اثری از Ti_2O_3 مشاهده نمی‌شود که ممکن است میزان آن کم‌تر از محدوده شناسایی به روش XRD باشد و یا این که پیک‌های متعلق به این فاز در زمینه قرار گرفته‌اند و تشخیص آن‌ها با مشکل همراه می‌شود. امکان دیگر برای تشکیل فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ واکنش میان Al_2O_3 و B_2O_3 بر اساس رابطه ۶ می‌باشد:



یا احتمال دیگر واکنش Al اضافی با B_2O_3 اضافی می‌باشد [۳۰ و ۲۹].

دمای ذوب و چگالی فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ به ترتیب $1440^\circ C$ و 2.93 g/cm^3 است. این ماده به صورت بلورهای سوزنی شکل تشکیل می‌شود [۳۱ و ۳۲]. بر این اساس تفجوشی در دماهای بالاتر از دمای ذوب این ماده با مکانیزم تفجوشی در حضور فاز مایع می‌باشد. بررسی درصد فازها به وسیله نرم افزار X Powder نشان داد که در نمونه SGMA30hP11850، ۶/۵٪ وزنی نمونه را این فاز تشکیل می‌دهد. تصویر SEM نیز نمایانگر وجود سه فاز در این نمونه می‌باشد (شکل ۴ ب). فاز تیره رنگ که

ذرات تقویت کننده‌ای با اندازه میانگین 10 nm را در بر دارد. این ساختار متفاوت از نانو-کامپوزیت بدست آمده از آسیاکاری اکسید تیتانیوم، اکسید بور و آلومینیم می‌باشد (شکل ۱ الف). دلیل اصلی تفاوت ریزساختارها فرآیند تولید آن‌ها می‌باشد. ژل بدست آمده زنجیره‌ای از توالی $Ti-O-Ti$ می‌باشد که فضای پیرامون آن به وسیله ذرات B_2O_3 که به صورت کلئیدی در الکل وجود دارد، پر شده است. می‌توان ساختار ژل را هسته Ti در نظر گرفت که پیرامون آن را اکسیژن احاطه کرده است و ذرات B_2O_3 این مجموعه را محاصره کرده است. این مجموعه در حین آسیاکاری اکسیژن‌ها را به Al داده و لذا، بستری از Al_2O_3 تشکیل می‌شود که تمامی ساختار را در بر می‌گیرد. در میان این بستر Al_2O_3 ، ذرات Ti و B با حذف اکسیژنی که در میان آن‌ها قرار داشت به هم رسیده و با یکدیگر ترکیب شده و TiB_2 را تشکیل می‌دهند. بر این اساس انتظار داریم که در یک زمینه از جنس Al_2O_3 ذرات TiB_2 به صورت پراکنده تشکیل شوند. این فرض با تصویر بدست آمده از TEM (شکل ۱ ب) همخوانی دارد.

نمونه‌های SGMA30hP11850 و SGMA30hP11700 و SGMA30hP11500 نانو-کامپوزیت‌های $Al_2O_3-TiB_2$ می‌باشند که از روش سل-ژل/مکانوشیمیایی تولید شده‌اند و در دماهای $1700^\circ C$ و $1500^\circ C$ به روش بدون فشار، تفجوشی شده‌اند. در شکل ۲ تغییرات چگالی نسبی این نمونه‌ها بر حسب دمای تفجوشی نشان داده شده است. همان گونه که انتظار می‌رود با افزایش دمای تفجوشی، چگالی نمونه‌ها افزایش می‌یابد به گونه‌ای که برای نمونه تفجوشی شده در دمای $1850^\circ C$ (SGMA30hP11850)، چگالی به ۹۴٪ چگالی تئوری می‌رسد. در شکل ۳ تصویر SEM نمونه تفجوشی شده به روش بدون فشار در دمای $1850^\circ C$ (SGMA30hP11850) را نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌شود در بیش‌ترین دمای تفجوشی به روش بدون فشار، اتصال میان ذرات با ایجاد مناطق گلویی قابل مشاهده می‌باشد، اما همچنان میزان تخلخل در ساختار قابل توجه می‌باشد.

۹۹/۲٪ چگالی تئوری دست یافتند [۳۶ و ۳۷]. در شکل ۵ تصویر SEM نمونه تفجوشی شده در دمای 1500°C (DGMA0hHP1500) از نانوکامپوزیت تولید شده به روش سل-ژل/مکانوشیمیایی نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که اندازه دانه‌ها پس از تفجوشی بین 100 nm تا 500 nm می‌باشد. اندازه ریز ذرات و افزایش مرز دانه‌ها سبب افزایش مسیرهای سریع نفوذ و افزایش نیرو محرکه تفجوشی می‌شود که به نوبه خود سبب کاهش دما و زمان تفجوشی در مقایسه با نمونه‌هایی با اندازه ذرات میکرومتری می‌شود. بررسی الگوهای پراش نمونه‌های پرس گرم شده نیز بیانگر تشکیل فاز $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ در این نمونه‌ها می‌باشد. در حین تفجوشی به روش پرس گرم، اعمال همزمان فشار و دما منجر به ذوب شدن این فاز شده و مکانیزم غالب برای تفجوشی، تفجوشی در حضور فاز مایع می‌باشد. این پدیده به نوبه خود عاملی برای بهبود رفتار تفجوشی و بدست آمدن نمونه‌هایی با چگالی بالا در دما و زمان کم‌تر نسبت به موارد گزارش شده می‌شود.

در شکل ۶ تصاویر SEM نمونه‌های تفجوشی شده از نانوکامپوزیت تولید شده به روش مکانوشیمیایی نشان داده شده است. با توجه به شکل مشاهده می‌شود که در هر دو دمای تفجوشی در ساختار هریک از نمونه‌ها ۳ فاز قابل تشخیص می‌باشد. یک فاز تیره رنگ که مقدار آن از سایر فازها بیشتر است و زمینه را تشکیل داده و میانگین عدد اتمی آن باید از سایر فازها کمتر باشد، یک فاز روشن که مقدار آن از سایر فازها کم‌تر بوده و به صورت جزیره‌هایی در میان دو جزء دیگر قرار گرفته است که می‌باشد میانگین عدد اتمی آن از سایر فازها بیشتر باشد و فاز خاکستری رنگ که مقدار آن ما بین مقادیر دو فاز دیگر است. در ضمن مشاهده می‌شود که در دمای بالاتر توزیع فازها در یک‌دیگر به صورت یکنواخت‌تر می‌باشد که این عامل می‌تواند سبب بهبود خواص مکانیکی نمونه پرس گرم شده در دمای 1500°C نسبت به نمونه پرس گرم شده در دمای 1400°C شود. برای تشخیص ترکیب شیمیایی هر فاز از آنالیز EDX استفاده شد که نتایج آن در شکل ۷ مشاهده می‌شود. با توجه به نتایج آنالیز EDX می‌توان نتیجه گرفت که فاز روشن، عنصر آهن می‌باشد

زمینه را تشکیل داده و درصد آن بیش‌تر است فاز Al_2O_3 می‌باشد، فاز روشن TiB_2 است و فاز خاکستری رنگ که رنگ آن ما بین رنگ دو فاز دیگر می‌باشد و نسبت به سایر فازها کم‌ترین مقدار را دارد فاز $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ می‌باشد.

زمانی که نانوکامپوزیت Al_2O_3 - TiB_2 از روش مکانوشیمیایی (آسیاکاری مخلوط پودری TiO_2 ، B_2O_3 و Al) تولید شد، تفجوشی به روش بدون فشار در دو دمای 1900°C (MA5hP11900) و 1700°C (Ma5hP11700) انجام شد. هر دو نمونه پس از انجام فرآیند در کوره خلاء از هم پاشیده شده بودند.

نانوکامپوزیت Al_2O_3 - TiB_2 که به دو روش مکانوشیمیایی و سل-ژل/مکانوشیمیایی تولید شد به روش پرس گرم در دماهای 1200°C (DGMA30hHP1200) و 1400°C (DGMA30hHP1400 & MA15hHP1400) و 1500°C (DGMA0hHP1500 & MA15hHP1500) در شکل ۲ تغییرات چگالی نسبی نمونه‌های تولید شده به روش سل-ژل/مکانوشیمیایی که به روش پرس گرم تفجوشی شده‌اند بر حسب دمای تفجوشی مشاهده می‌شود. نمونه پرس گرم شده در دمای 1500°C ، در حدود ۹۷٪ چگالی تئوری را دارا می‌باشد. استادل‌باور (Stadlbauer) و همکارانش کامپوزت Al_2O_3 - TiB_2 با ترکیب مشابه را از مخلوط پودری Al_2O_3 و TiB_2 در دمای 1800°C به روش بدون فشار تفجوشی کردند و به ۹۰/۳٪ چگالی تئوری دست یافتند [۸]. در بررسی‌هایی که فرانکس (Franks) بر روی تهیه نمونه بالک از کامپوزیت Al_2O_3 - TiB_2 تولید شده از روش SHS انجام داده است، با تفجوشی در دمای 1800°C در بهترین حالت به ۹۱٪ چگالی تئوری دست یافته است [۳۳]. لی (Li) و همکارانش با پرس گرم ترکیبی مشابه در دمای 1700°C به مدت یک ساعت تنها به ۹۴/۵٪ چگالی تئوری دست یافتند [۳۴]. ورشینیکو (Vershinnikov) و همکارانش با اعمال پرس گرم در دمای 1850°C به ۹۹/۱٪ چگالی تئوری دست یافتند [۳۵]. جیان‌زین (Jianxin) و همکارانش با تفجوشی ترکیبی مشابه به روش پرس گرم در محدوده دمایی 1650 - 1800°C به

تولید شده‌اند. دلیل این امر را می‌توان به ریزساختار منحصر به فرد محصول فرآیند سل-ژل/مکانوشیمیایی نسبت داد که ذرات نانومتری TiB_2 در بستری از Al_2O_3 توزیع شده‌اند. توزیع یکنواخت یک فاز به صورت ذرات کروی در فاز دیگر سبب بهبود چقرمگی شکست می‌شود، اما با افزایش دما چقرمگی شکست نمونه تولید شده از روش سل-ژل/مکانوشیمیایی افت می‌کند که می‌تواند در نتیجه رشد ذرات TiB_2 و تغییر توزیع آن‌ها در زمینه Al_2O_3 باشد. دلیل تفاوت خواص مکانیکی برای نمونه‌های سنتز شده از روش‌های گوناگون را می‌توان به ریزساختار، دانه‌بندی و میزان پیشروی فرآیند تفجوشی نسبت داد. در شکل ۸ ریزساختار نمونه‌های سنتز شده به روش‌های مکانوشیمیایی و سل-ژل/مکانوشیمیایی که در دمای $1500^\circ C$ پرس گرم شده‌اند مشاهده می‌شود. همان گونه که مشاهده می‌شود، میزان پیشروی فرآیند تفجوشی برای نمونه سنتز شده به روش مکانوشیمیایی (شکل ۸ الف) بیش‌تر است و لذا انتظار می‌رود با وجود دانه‌بندی درشت‌تر از سختی و چقرمگی شکست بالاتری برخوردار باشد. با این حال مقادیری که برای چقرمگی شکست بدست آمده بی نظیر بوده و بسیار بیشتر از موارد گزارش شده می‌باشد که دلیل آن را می‌توان در اندازه بسیار ریز ذرات اولیه و توزیع یکنواخت ذرات در یک دیگر جستجو کرد. ورشینکو (Vershinnikov) و همکارانش با اعمال پرس گرم در دمای $1850^\circ C$ به سختی 11.7 GPa دست یافتند [۳۵]. جیان‌زین (Jianxin) و همکارانش با تفجوشی ترکیبی مشابه به روش پرس گرم در محدوده دمایی $1650-1800^\circ C$ به سختی 16.5 GPa و 20.8 و چقرمگی شکست $5/2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ دست یافتند [۳۶ و ۳۷].

نتیجه‌گیری

در این پژوهش اثر روش تولید نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ بر رفتار تفجوشی و خواص نمونه‌های بالک بررسی شد. تفاوت در روش تولید منجر به تغییر ریزساختار محصول و تغییر در خواص تفجوشی می‌شود. چگالی نسبی، سختی و چقرمگی شکست نمونه‌های تفجوشی شده به روش پرس گرم در دمای $1500^\circ C$ برای نمونه‌ای

که در نتیجه فرآیند آسیاکاری و سایش ذرات با محفظه آسیا وارد محصول آسیاکاری شده است. افزون بر این Fe از جمله کمک سینترهای فلزی‌ای می‌باشد که برای تفجوشی TiB_2 توسط محققین مورد استفاده قرار گرفته است و وجود آن سبب بهبود فرآیند تفجوشی و بالاتر رفتن چگالی نمونه و خواص مکانیکی آن می‌شود [۳۸ و ۳۹]. فاز خاکستری رنگ فازی غنی از عنصر تیتانیوم می‌باشد و لذا، می‌تواند فاز TiB_2 باشد. از محدودیت‌های آنالیز EDX توسط دستگاهی که دارای پنجره Be می‌باشد، عدم تشخیص عناصر سبک چون بور می‌باشد. لذا، در نتیجه آنالیز EDX از فاز خاکستری رنگ (TiB_2) اثری از عنصر بور دیده نمی‌شود. فاز تیره رنگ که زمینه را تشکیل داده است فازی غنی از عنصر آلومینیم می‌باشد و همچنین، مشاهده می‌شود که میزان اکسیژن در این فاز زیاد است. لذا، این فاز Al_2O_3 می‌باشد. عدم برقراری نسبت استوکیومتری اکسیژن به آلومینیم در نتایج آنالیز EDX از دیگر محدودیت‌های این روش آنالیز می‌باشد که با این روش امکان آنالیز کمی دقیق عناصر با عدد اتمی کم‌تر از ۱۰ ممکن نمی‌باشد [۴۰].

برای محاسبه مقدار سختی و اندازه‌گیری اندازه ترک‌های شعاعی اطراف محل سختی بمنظور محاسبه چقرمگی شکست از محل سختی و نواحی اطراف آن تصاویر SEM تهیه شد. به این ترتیب با اندازه‌گیری قطر میانگین اثر سختی و قرار دادن آن در رابطه بدست می‌آید. همچنین، با محاسبه طول ترک شعاعی و قراردادن آن در رابطه معروف آنستیس، مقدار سختی

$$HV \left(\frac{kgf}{mm^2} \right) = \frac{1.8544F(kgf)}{d(mm)^2}$$

بدست می‌آید. همچنین، با محاسبه طول ترک شعاعی و قراردادن آن در رابطه معروف آنستیس، مقدار چقرمگی شکست

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right)$$

محاسبه می‌شود [۲۸]. مقادیر سختی و چقرمگی شکست برای نمونه‌های پرس گرم شده در دماهای $1400^\circ C$ و $1500^\circ C$ در جدول ۲ نشان داده شده است.

همان گونه که دیده می‌شود پس از پرس گرم در دمای $1400^\circ C$ چقرمگی شکست نمونه‌هایی که از روش سل-ژل/مکانوشیمیایی تولید شده‌اند بیش‌تر از چقرمگی شکست نمونه‌هایی است که به وسیله روش مکانوشیمیایی

وسیله سایر پژوهشگران بیش‌تر است که این افزایش و تسهیل در فرآیند تفجوشی را می‌توان به نانوساختار بودن ذرات، غیربلوری بودن ذرات و تشکیل فاز $Al_{18}B_4O_{33}$ نسبت داد.

سپاسگزاری

این مقاله برگرفته از طرح پژوهشی مورد حمایت دانشگاه آزاد اسلامی واحد شیراز می‌باشد.

که به روش سل-ژل/مکانوشیمیایی تولید شد نسبت به نمونه‌ای که به وسیله روش مکانوشیمیایی تولید شد، کمتر است. چگونگی توزیع فازها در یک‌دیگر که به وسیله فرآیند تولید کنترل می‌شود، منجر به تغییر خواص تفجوشی نمونه می‌شود. افزون بر آن، مقدار پیشروی فرآیند تفجوشی و درصد تخلخل کم‌تر نمونه‌های تولید شده به روش مکانوشیمیایی سبب خواص مکانیکی بهتر آن‌ها شده است. مقادیر بدست آمده برای چگالی، سختی و چقرمگی شکست در مقایسه با مقادیر گزارش شده به

References

- 1- R. A. Cutler, "Engineering properties of borides", Engineering Materials Handbook, Vol. 4, Ceramics and Glasses, ASM international, The Materials Information Society, New York, 1991.
- 2- M. F. Ashby, "Materials selection in mechanical design", 3rd ed., Butterworth-Heinemann, London, 2005.
- 3- S. R. Levine, E. J. Opila, M. C. Halbig, J. D. Kiser, M. Singh and J. A. Salem, "Evaluation of ultra-high temperature ceramics for aeropropulsion use", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 22, pp. 2757-2767, 2002.
- 4- M. Singh and H. Wiedemeier, "Chemical interactions in diboride-reinforced oxide-matrix composites", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 74, pp. 724-727, 1991.
- 5- F. Monteverde, "Progress in the fabrication of ultra-high-temperature ceramics: "in situ" synthesis, microstructure and properties of a reactive hot-pressed HfB_2 -SiC composite", Composites Science and Technology, Vol. 65, pp. 1869-1879, 2005.
- 6- M.N. Rahaman, "Ceramic Processing", CRC/Taylor & Francis, New York, 2007.
- 7- K.V. Logan, "Elastic-plastic behavior of hot pressed composite titanium diboride/alumina powders produced using self-propagation high temperature synthesis", Ph.D. thesis, The Georgia Institute of Technology: Materials Science and Engineering, Georgia, 1992.
- 8- W. Stadlbauer, W. Kladnig and G. Gritzner, " Al_2O_3 - TiB_2 Composite Ceramics", Journal of Materials Science, Vol. 8, pp. 1217-1220, 1989.
- 9- A. R. Keller and M. Zhou, "Effect of microstructure on dynamic failure resistance of titanium diboride/alumina ceramics", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 86, pp. 449-457, 2003.
- 10- J. W. Adams, G. A. Gilde, M. Burkins and L. P. Franks, "Microstructure development of aluminum oxide/titanium diboride composites for penetration resistance", Ceramic Transactions, Vol. 134, pp. 629-634, 2002.
- 11- A. Rabieezadeh, A. Ataie and A. M. Hadian, "Mechano-chemical synthesis of TiB_2 - Al_2O_3 nano-composite by reaction between TiO_2 , B_2O_3 and Al", Advanced Materials Research, Vol. 488-489, pp. 955-959, 2012.
- 12- W. Stadlbauer, W. Kladnig and G. Gritzner, " Al_2O_3 - TiB_2 Composite Ceramics", Journal of Materials Science, Vol. 8, pp. 1217-1220, 1989.
- 13- M. A. Meyers, "Combustion synthesis/densification of an Al_2O_3 - TiB_2 composite", Materials Science and Engineering A, Vol. 311, pp. 83-99, 2001.
- 14- W. Deqing, "Effects of additives on combustion synthesis of Al_2O_3 - TiB_2 ceramic composite", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, pp. 1485-1492, 2009.
- 15- E. M. Sharif, F. Karimzadeh and M. H. Enayati, "Synthesis of titanium diboride reinforced alumina matrix nanocomposite by mechanochemical reaction of Al - TiO_2 - B_2O_3 ", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 502, pp. 508-512, 2010.

- 16- E. M. Sharif, F. Karimzadeh, M. H. Enayati, "Preparation of Al_2O_3 - TiB_2 nanocomposite powder by mechanochemical reaction between Al, B_2O_3 and Ti", *Advanced Powder Technology*, Vol. 22, pp. 526-531, 2011.
- 17- L. Guoxi, Y. Dongming and Z. Jinyong, "Microstructure and mechanical properties of TiB_2 - Al_2O_3 composites", *Journal of Wuhan University of Technology*, Vol. 26, pp. 696-699, 2011.
- 18- T. Sato, Y. Sasaki and I. Saeki, "Influence of processing condition of Ti, Al and B_2O_3 mixed powders on the preparation of Al_2O_3 -40.5 mass% TiB_2 sintered compact by HIP", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, Vol. 119, pp. 502-506, 2011.
- 19- R. T. Mousavian, S. Sharafi, M. R. Roshan and M. H. Shariat, "Effect of mechanical activation of reagents' mixture on the high-temperature synthesis of Al_2O_3 - TiB_2 composite powder", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 104, pp. 1063-1070, 2011.
- 20- R. T. Mousavian, S. Sharafi and M. H. Shariat, "Preparation of nano-structural Al_2O_3 - TiB_2 in-situ composite using mechanically activated combustion synthesis followed by intensive milling", *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, Vol. 8, pp. 1-9, 2011.
- 21- A. Rabiezadeh, A. M. Hadian and A. Ataie, "Preparation of alumina/titanium diboride nano-composite powder by milling assisted sol-gel method", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 31, pp. 121-124, 2012.
- 22- A. Rabiezadeh, A. Ataie and A. M. Hadian, "Sintering of Al_2O_3 - TiB_2 nano-composite derived from milling assisted sol-gel method", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 33, pp. 58-64, 2012.
- ۲۳- ح. ر. عزت پور، م. ح. سبزواری، ج. وحدتی خاکی و ح. حمیدی، "تولید در جای نانوکامپوزیت $(Cu-Cr)-Al_2O_3$ به روش مکانوشیمیایی"، *مجله مواد نوین*، سال ۱، شماره ۱، ص ۲۹-۴۸، پاییز ۱۳۸۹.
- 24- I. Kimura, N. Hotta, Y. Hiraoka, N. Saito and Y. Yokota, "Sintering and characterization of Al_2O_3 - TiB_2 composites", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 5, pp. 23-27, 1989.
- 25- L. J. Kecskes, A. Niiler, T. Kottke, K. V. Logan and G. R. Villalobos, "Dynamic consolidation of combustion-synthesized alumina-titanium diboride composite ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 79, pp. 2687-2695, 1996.
- 26- ASTM B 328-96 (Reapproved 2003) – Standard test method for "Density, oil content, and interconnected porosity of sintered metal structural parts and oil-impregnated bearings", 2003.
- 27- ASTM C 1327-08 – Standard test method for "Vickers indentation hardness of advanced ceramics", 2008.
- 28- G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 64, pp. 533-538, 1981.
- 29- M. P. Hunt, "Pressureless densification of SHS produced alumina - titanium diboride ceramic matrix composite", M.Sc. Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, Virginia, 2009.
- 30- S. H. Kenawy, "Synthesis and characterization of aluminum borate ceramic whiskers", *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Vol. 8, pp. 783-792, 2011.
- 31- I. E. Gönenli and A. C. Tas, "Chemical preparation of aluminum borate whiskers", *Powder Diffraction*, Vol. 15, pp. 104-107, 2000.
- 32- I. Carazeanu, V. Ciupina, G. Prodan and C. Guguta, "Chemical synthesis of $Al_{18}B_4O_{33}$ for metal matrix composites", 12th Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering, Bucharest, 2001.
- 33- L. P. Franks, "Colloidal processing of titanium diboride/alumina (TiB_2/Al_2O_3)", M.Sc. Thesis, Michigan State University, Michigan, 2001.
- 34- P. Li, W. Zhou, J. Zhu, F. Luo and D. Zhu, "Influence of TiB_2 content and powder size on the dielectric property of TiB_2/Al_2O_3 composites", *Scripta Materialia*, Vol. 60, pp. 760-763, 2009.
- 35- V. I. Vershinnikov, S. S. Mamyán and G. Georgiev, "Regularities of the synthesis of the TiB_2 - Al_2O_3 composite ceramic powder and the material based on it", *Journal of Engineering*

Physics and Thermophysics, Vol. 65, pp. 1030-1033, 1993.

steel”, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 25, pp. 1073-1079, 2005.

37- D. Jianxin and A. Xing, “Wear resistance of Al_2O_3/TiB_2 ceramic cutting tools in sliding wear tests and in machining processes”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 72, pp. 249-255, 1997.

38- S. H. Kang, D. J. Kim, E. S. Kang and S. S. Baek, “Pressureless sintering and properties of titanium diboride ceramics containing chromium and iron”, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 84, pp. 893-895, 2001.

36- D. Jianxin, C. Tongkun and L. Lili, “Self-lubricating behaviors of Al_2O_3/TiB_2 ceramic tools in dry high-speed machining of hardened 39- M. Einarsrud, E. Hagen, G. Pettersen and T. Grande, “Pressureless sintering of titanium diboride with nickel, nickel boride, and iron additives”, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 80, pp. 3013-3020, 1997.

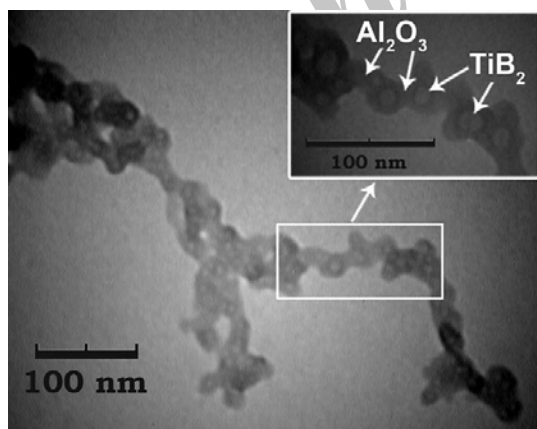
40- J. I. Goldstein, C. E. Lyman, D. E. Newbury, E. Lifshin, P. Echlin, L. Sawyer, D. C. Joy and J. R. Michael, “Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis”, 3rd edition, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2003.

پیوست‌ها

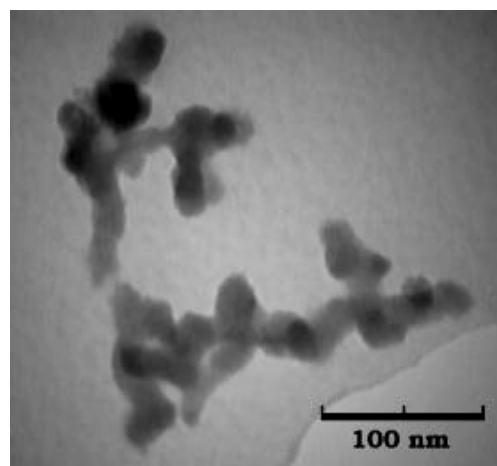
جدول ۱- کدگذاری نمونه‌های بالک.

کد نمونه‌های تفجوشی شده به روش پرس گرم	دمای تفجوشی (°C)	کد نمونه‌های تفجوشی شده به روش بدون فشار	دمای تفجوشی (°C)
SGMA30hHP1200	۱۲۰۰	SGMA30hPI1850	۱۸۵۰
SGMA30hHP1400	۱۴۰۰	SGMA30hPI1700	۱۷۰۰
SGMA30hHP1500	۱۵۰۰	SGMA30hPI1500	۱۵۰۰
MA15hHP1400	۱۴۰۰	MA5hPI1900	۱۹۰۰
MA15hHP1500	۱۵۰۰	MA5hPI1700	۱۷۰۰

حروف SG, MA, h, HP و PI به ترتیب بیانگر سل-ژل، آلیاژسازی مکانیکی، ساعت، پرس گرم، تفجوشی بدون فشار می‌باشد.

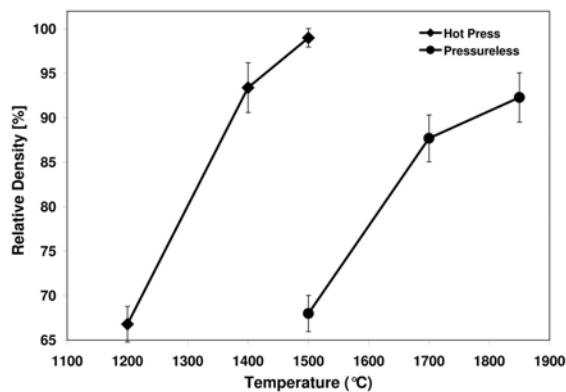


ب

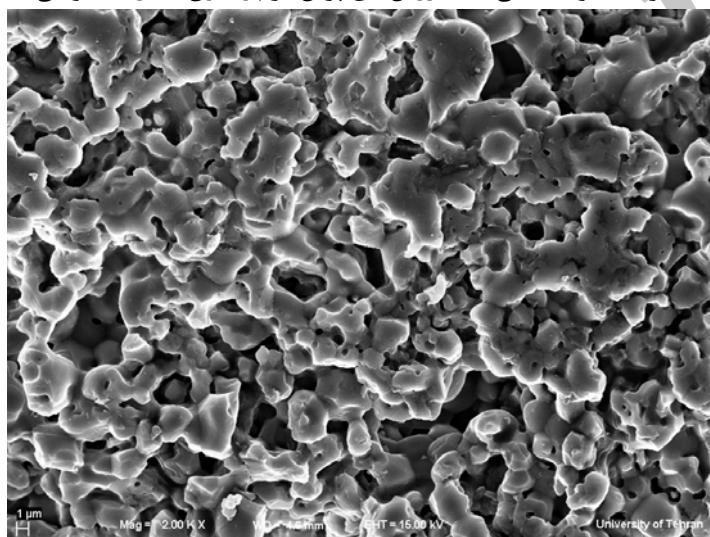


الف

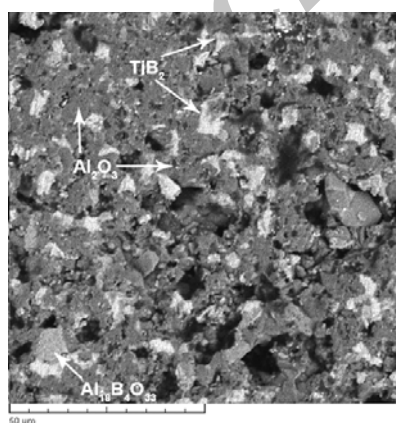
شکل ۱- الف) تصویر TEM محصول آسیابکاری مخلوط پودری اکسید تیتانیم، اکسید بور و آلومینیم پس از ۲۰ ساعت؛ ب) تصویر TEM محصول آسیابکاری زیروژل در حضور آلومینیم پس از ۳۰ ساعت.



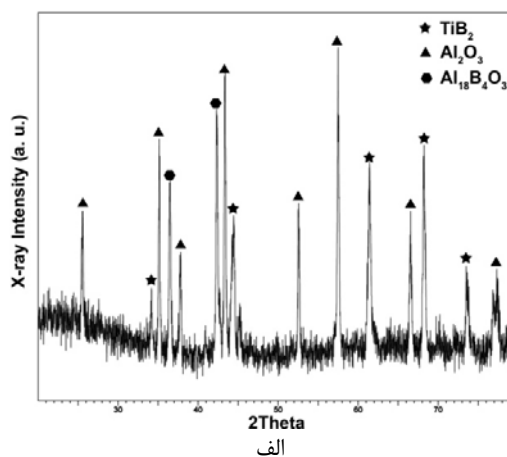
شکل ۲- تغییرات چگالی نسبی بر حسب دمای تفجوشی نانو-کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ تولید شده به روش سل-ژل به همراه مکانوشیمیایی که به روش های پرس گرم و بدون فشار تفجوشی شده است.



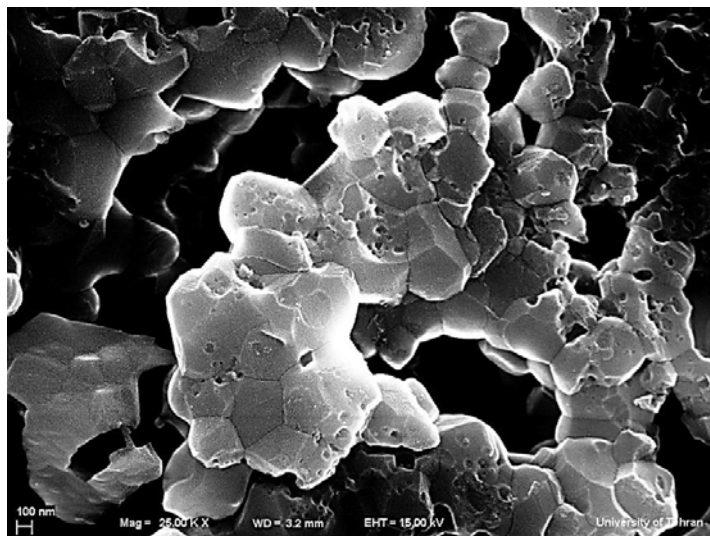
شکل ۳- تصویر SEM نمونه تفجوشی شده به روش بدون فشار در دمای 1850°C (SGMA30hPI1850).



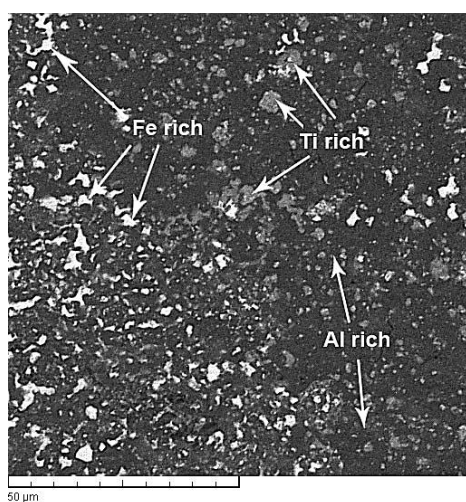
ب



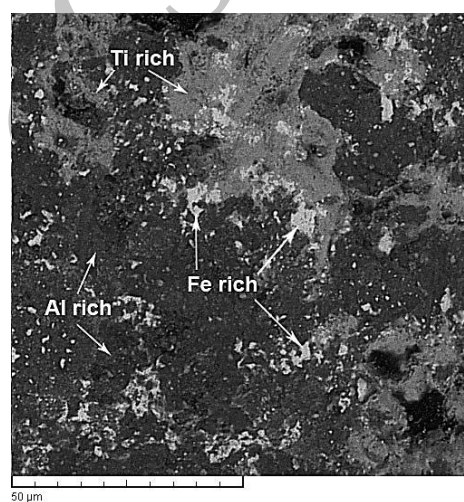
شکل ۴- الف) الگوی XRD و ب) تصویر SEM نمونه تفجوشی شده به روش بدون فشار در دمای 1850°C (SGMA30hPI1850) که نمایانگر وجود ۳ فاز در این نمونه می باشد



شکل ۵- تصویر SEM با بزرگنمایی بالا از نمونه SGMA30hHP1500 که اندازه دانه‌ها را نشان می‌دهد.

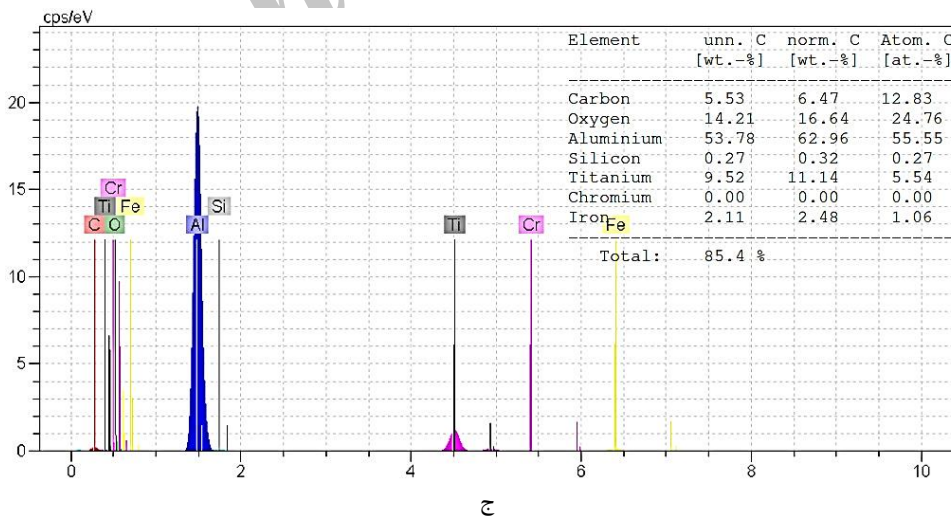
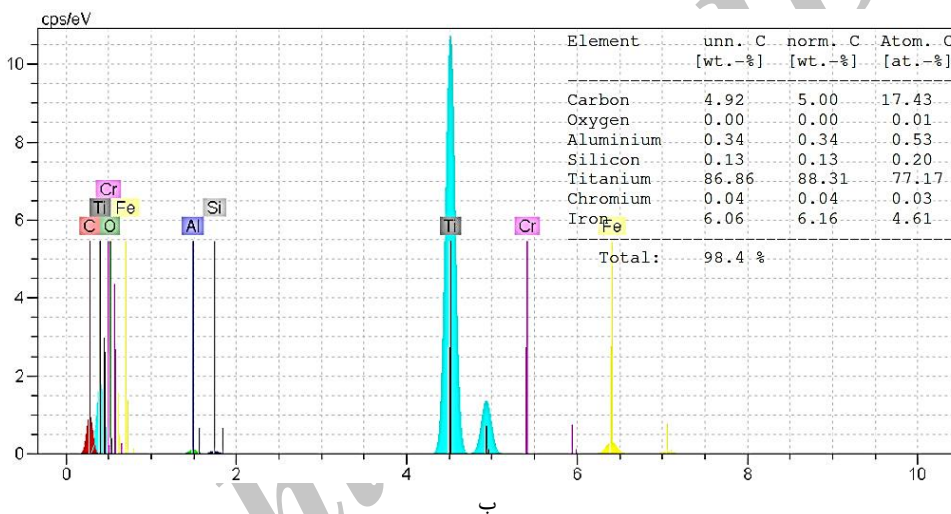
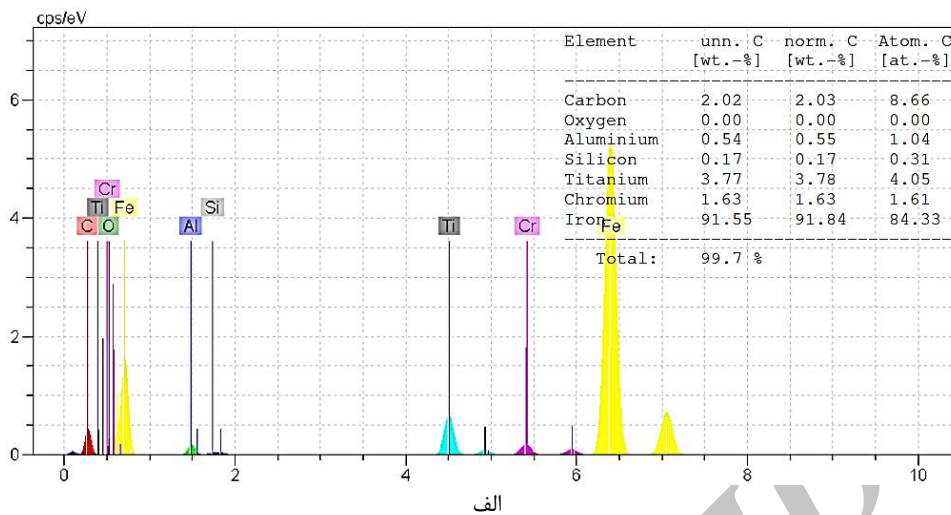


ب



الف

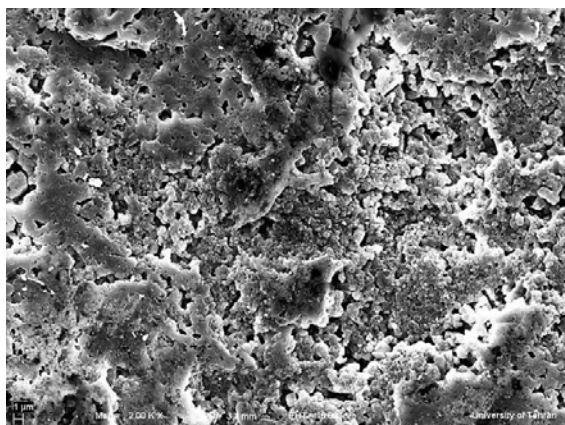
شکل ۶- تصاویر SEM نمونه‌های الف) MA15hHP1400، ب) MA15hHP1500.



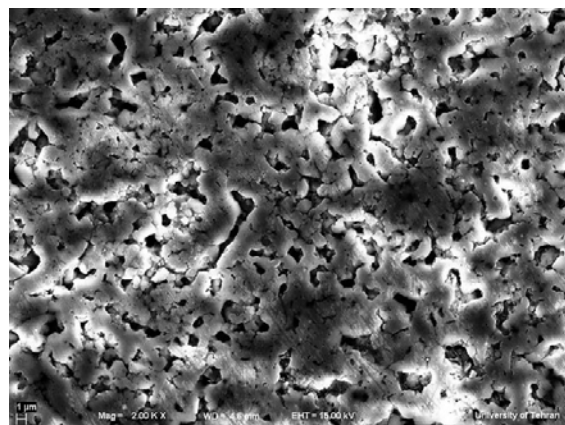
شکل ۷- آنالیز EDX از فازهای مشاهده شده در شکل ۷؛ الف) فاز روشن، ب) فاز خاکستری و ج) فاز تیره.

جدول ۲- مقادیر سختی و چقرمگی شکست نمونه‌های پرس گرم شده بر حسب دمای تفجوشی و روش سنتز.

روش سنتز نمونه	دمای پرس گرم (°C)	سختی (GPa)	چقرمگی شکست (MPa.m ^{1/2})
مکانوشیمیایی	۱۴۰۰	۱۹/۴	۶/۲
مکانوشیمیایی	۱۵۰۰	۲۰	۱۱/۴
سل - ژل /مکانوشیمیایی	۱۴۰۰	۱۱/۴	۱۵/۳
سل - ژل /مکانوشیمیایی	۱۵۰۰	۱۵/۳	۱۰/۱



ب



الف

شکل ۸- ریزساختار نمونه‌های سنتز شده به روش‌های الف) مکانوشیمیایی و ب) سل - ژل /مکانوشیمیایی که در دمای ۱۵۰۰ °C پرس گرم شده‌اند.

Archive