

# Production of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN Composite Powder Using Mechanical Alloying and Combustion Synthesis

Mehran Godarzi<sup>1\*</sup>, Ali Saidi<sup>2</sup>, Ali Shafie<sup>2</sup>

1- Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Isfahan, Iran 2- Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

#### ARTICLE INFO

Article history:

Received: 10 Jun. 2010 Accepted: 16 Aug. 2010

Keywords:

Ceramic matrix Composites Mechanical alloying Combustion synthesis Titanium nitride-alumina

### ABSTRACT

Numerous research works have been carried out in resent years to investigate mechanical alloying and combustion synthesis processes for the synthesis of advanced materials. In this work, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN composite were produced using mechanical alloving and combustion synthesis method. TiO<sub>2</sub> and Al powders were used as raw materials to prepare Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN composite. Powders were milled under nitrogen atmosphere (5 at pressure). Combustion were performed in the tube furnace under nitrogen atmosphere. The results of mechanical alloying indicated a two step mechanism. Titatium oxide were reduced to Ti at the first step followed by reaction with nirogen to produce TiN. When Al/TiO<sub>2</sub> molar ratio in the starting powder was 1.2 or 1.3, TiN was produced after 20 hrs of milling, as observed in the XRD results. The results of combustion synthesis experiments indicated that aluminum and titanium oxide powders were combusted at 900 °C and titanium nitride was formed.

A Corresponding author: mehran godarzi, m.godarzi\_metallmaster@yahoo.com



# تولید پودر کامپوزیتی Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN به وسیله آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی

مهران گودرزی'\*، علی سعیدی'، علی شفیعی'

۱- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجفآباد، واحد نجفآباد، اصفهان، ایران ۲- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

چکیدہ	اطلاعات مقاله
در سالهای اخیر، تحقیقات زیادی در زمینه استفاده از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی و سـنتز احترقی برای سنتز مواد پیشرفته صورت گرفته است. در این تحقیـق، کامپوزیـت -Al <sub>2</sub> O3 TiN به روش آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احترقی تولید گردید. از پودرهای اکسید تیتانیوم	تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۳/۲۰ تاریخ پذیرش: ۱۳۸۹/٥/۲۵
و آلومینیوم به عنوان مواد اولیه استفاده شد. آسیابکاریدر اتمسفر نیتـروژن بــا فشــار ٥	واژگان کلیدی:
اتمسفر انجام شد. احتراق نیز در کوره لولهای تحت اَتمسفر نیتروژن صورت گرفت. نتایج	كامپوزيتهاي زمينه
حاصل از آلیاژسازی مکانیکی نشان داد در اولین مرحله از فرآیند سنتز، اکسید تیتانیوم بــه	سراميكي
وسیله آلومینیوم احیاء میشود و در ادامهی فرآیند، تیتانیوم تولیـدی بـا نیتـروژن واکـنش	آلياژسازى مكانيكى
انجام میدهد. هنگامی که نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳ باشـد،	سنتز احتراقي
پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری، پیکهای نیترید تیتانیوم در نتایج XRD نمایان می شود.	نيتريد تيتانيوم-ألومينا
همچنین، نتایج گرفته شده از آزمایشات سنتز احتراقی، نشان دهنده این مطلب میباشد که	
پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد محترق شـده و نیتریـد	
تيتانيوم تشكيل شده است.	

\* عهدهدارمكاتبات: مهران گودرزي، m.godarzi\_metallmaster@yahoo.com

ذره، درجه بی نظمی یا آمورف به نوع آسیاب، زمان آسیابکاری، مشخصات محفظه آسیاب و سرعت گردش آن بستگی دارد [۲–۶].

روش سنتز احتراقی (SHS)، یکی از تکنیکہای مہم و پرکاربرد برای ساخت مواد پیشرفته می باشد که بیش از ۰۰۰ نوع ماده که شامل انواع کاربیدها، بوریدها، سيليسيدها، نيتريدها، سولفيدها، اكسيدها، بين فلـزيهـا و كامپوزيتهاي پيچيده ميباشد، توسط اين روش توليد می شوند. در یک نگاه کلی، این فرآیند را می توان به سه مرحله اساسی اشتعال، انتشار موج احتراق و تولید و سرمایش محصول تفکیک نمود. سنتز احتراقبی روشی است که در آن از خاصیت گرمازایی برخی واکنشهای گرمازا استفاده میشود. در این روش با انجام واکـنش در مقدار کمی از مواد اولیه، گرمای قابل ملاحظهای تولید می شود. گرمای حاصل به حدی است که می تواند انرژی فعال شدن لازم برای لایههای مجاور را فراهم کند و لـذا واكنش به سایر نقاط نیز انتقال پیدا می كند. با اتمام واكنش در كل نمونه، محصول نهايي توليد ميشود [۷-۱۰]. فرآیند سنتز احتراقی دارای مزایایی نیز میباشد که عبارتند از: ساده بودن و کم انرژی بودن فرآیند، صرفه جویی در زمان، کسب محصولاتی با خلوص بالا، امکان سنتز و متراکم کردن همزمان و امکان بدست آوردن فازهای شبه پایدار [۱۱-۱۳].

امروزه از انجام واکنش های شیمیایی در داخل آسیاب (فرآیند مکانوشیمیایی) و سنتز احتراقی برای تولید درجای بسیاری از کامپوزیت ها استفاده می شود. لذا در این تحقیق شرایط تولید کامپوزیت مورد نظر به روش سنتز احتراقی و آلیاژسازی مکانیکی بطور توأم بررسی می شود. در تحقیق حاضر هدف استفاده از AI و TiO ۱ – مقدمه

کامپوزیتهای زمینه سرامیکی یکی از مواد شـناخته شـده مهندسی است که روز به روز کاربردهای وسیع تری در صنایع پیدا میکنند. این کامپوزیتها، به دلیل مقاومت عالی در برابر اکسایش در دمای بالا، برای استفاده در دمای بالا و تنشرهای شدید، بویژه در قطعات موتور خودرو و توربینهای گازی خیلی مطلوب می باشند. هدف از تولید کامیوزیت های زمینه سرامیکی افزایش چقرمگی سرامیک می باشد. تقویت با ذرات و رشته های ییوسته موجب افزایش سختی می شود. از کاربردهای کامپوزیت، ای زمینه سرامیکی می توان به اجزای موتورهای دمای بالا، اجزای مقاوم در برابر سایش، نازل موشکها، لوله های مبدل گرما و هواپیما اشاره کرد [۱–۳]. در حالت کلی، کامپوزیتها میتوانند از روش های متنوعی تولید شوند که روش های آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی، دارای اهمیت بیشتری می باشند. آلیاژسازی مکانیکی یک فرایند تولید در حالت جامد برای ایجاد مواد هموژن و یک روش ساده و مفید بـرای ترکیـب فازهـای تعادلی و فازهای غیر تعادلی از مواد تجاری است. یکی از بزرگترین مزایای آلیاژسازی مکانیکی، سنتز و به دست آوردن مواد نوینی است که در حالت عـادی مثـل ذوب و ریختگری، قابل ترکیب و آمیزش نیستند. مزایای دیگر آلیاژسازی مکانیکی عبارت است از: ایجاد پراکندگی ریـز از ذرات فاز ثانویه، ایجاد دانههای با اندازه نانومتر، تشکیل فازهای کریستالی و نیمه کریستالی، ایجاد فازهای آمورف، نامنظم كردن بين فلزى هاى منظم، امكان آلیاژسازی عناصری کـه آلیـاژکردن آنهـا مشـکل اسـت و امکان انجام واکنشهای شیمیایی در دمای پایین. خواص محصول نهایی پودرهای آسیاب شده نظیر توزیع اندازه

M. Godarzi et al., Journal of Materials Science, Vol .2, No .3, 2010, 26-39

برای تولید نیترید تیتانیوم توسط فرآینـد مکانوشـیمیایی و سنتز احتراقی بوده است.

### ۲– مواد و آزمایشها

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای اکسید تيتانيوم و ألومينيوم و كربن (تجارى) با خلوص بـالاتر از ۹۸ درصد و دانهبندی زیر ۲۰۰ میکرومتر برای آلومینیـوم، زیر ۳۰۰ نانومتر برای اکسید تیتانیوم و زیر ۱۰ میکرومتـر برای کربن میباشند. با توجه به نسبت های مولی برای تولید کامیوزیت مورد نظر، ٤ مخلوط یودری در شرایط مختلف طبق جدول ۱ تهیه و آسیاب کاری شد. نمونه دیگری نیز طبق جداول ۲ و ۳ تهیه و محترق گردیـد. در تمام موارد برای آسیابکاری، از آسیاب سیارهای مدل FP2 با ۲۰۰ دور در دقیقه و تحت آتمسفر نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹ استفاده شد. واکنش سنتز احتراقی نیےز در کوره لولهای تحت آتمسفر نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹ بـه انجام رسيد. أناليز فازي نمونهها توسط ديفراكتومتر اشعه ایکس فیلیپس مدل X'Pert-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 ۱/٥٤٠٥ آنگستروم استفاده شد. برای شناسایی فازها از نرم افزار Y'Pert HighScore، استفاده شـد. بررسـی سـاختاری محصـولات نیـز بـه وسـیله

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) میکروسند (SEM) انجام گرفت.

### ۳– نتايج و بحث

نتایج فازشناسی نمونهها در جدول ۱ خلاصه شده است. طبق جدول ۱، مخلوط پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومينيوم با نسبت مولى آلومينيوم به اكسيد تيتانيوم برابـر ۱/۲ و ۱/۳ در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت تحت آتمسفر نيتروژن با فشار ٥ أتمسفر أسياب گرديدند. الگوى 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 آسیابکاریتولید شده است. نیتریـد تیتانیوم حاصـل (Ti<sub>4</sub>N<sub>3-x</sub> و TiN) بـه ترتیب دارای ساختار مکعبی با وجوه مرکزدار و رومبوهدرال می باشد. حضور فازهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم در نمونه ۱۰ ساعت آسیاب شده بیانگر ایـن مطلب می باشد که واکنش بطور کامل انجام نشده و پـس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، اکسید آلومینیوم تشکیل شده و آسیاب کاری در زمان بالاتر (۲۰ ساعت)، باعث پیشرفت واکنش و تشکیل نیترید تیتانیوم می شود. پس می توان نتيجه گرفت حداقل زمان آسياب مورد نياز براي تشكيل نيتريد تيتانيوم، ٢٠ ساعت ميباشد.

با توجه به نتایج XRD، مکانیزم تولید کامپوزیت -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> TiN توسط آسیابکاری را میتوان به مراحل زیر تقسیم نمود.

Table 1. Milling conditions and produced Phases						
production Phases	Other characteristic	N <sub>2</sub> pressure (atm)	Al/TiO <sub>2</sub> Ratio	Ball/Powder ratio	Mill time (hr)	Sample
TiO <sub>2</sub> Al Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	_	5	1.3	20	10	1
TiO <sub>2</sub> Al Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C/TiO <sub>2</sub> Molar Ratio=0.22	5	1.3	20	10	2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> N <sub>3-x</sub> TiN	-	5	1.3	20	20	3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> N <sub>3-x</sub> TiN	_	5	1.2	20	20	4

	.11:		1 1	t .
ىوليد شده	فازهاى	اسياب كارىو	۱ – شرایط	جدون

M. Godarzi et al., Journal of Materials Science, Vol .2, No .3, 2010, 26-39



شکل ۱- الگوی XRD نمونه شماره ۱ (۱۰ ساعت آسیابکاری) Fig. 1. XRD patterns of sample number 1 (10 hrs milling)





Fig. 2. XRD patterns of sample number 3 (20 hrs milling)





در مرحل ه دوم، در صورت استفاده از نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳، تیتانیوم تولیدی در مرحله قبل با آتمسفر نیتروژن واکنش داده و نیترید تیتانیوم همراه با آزاد شدن ۳۳۷/۸۵۸ kj گرما تولید می شود (رابطه ۲). در اولین مرحله از فرآیند، اکسید تیتانیوم بوسیله آلومینیوم احیاءشده که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن (kj احیاءشده که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن (j V7/17 V7/17  $TiO_{2(S)} + \frac{4}{3}Al_{(S)} \rightarrow \frac{2}{3}Al_2O_{3(S)} + Ti_{(S)}$  (1)  $\Delta H_f^{298} = -173.13 \text{ kj}$   $\Delta G_f = -173130 + 23.72 \text{ T j}$  $\Delta G_f^{298} = -166062.78 \text{ j}$ 

نیز به ترتیب در شکلهای 22 و 24 آورده شده است. طبق شکل 22، اندازه ذرات پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری زیر ۲۰۰ نانومتر ارزیابی شد. طبق شکل 24، اندازه ذرات پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری نیز زیر ۲۰۰ نانومتر تخمین زده می شود که بیانگر ریزتر شدن اندازه ذرات با افزایش زمان آسیاب می باشد. علاوه بر این، پس از ۱۰ ساعت آسیاب کاری، ذرات کامپوزیتی با توزیع غیر یکنواخت تولید می گردند ولی با ادامه آسیابکاری تا ۲۰ ساعت، ذرات با اندازه یکنواخت ایجاد می شوند. 
$$\begin{split} &Ti_{(S)} + \frac{1}{2}N_{2\,(g)} & \rightarrow TiN_{(S)} \\ & \Delta H_{f}^{298} = -337.858 \text{ kj} \\ & \Delta G_{f} = -337858 + 96.305 \text{ T} \text{ j} \\ & \Delta G_{f}^{298} = -309159.11 \text{ j} \end{split}$$

شکل ٤ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونههای شماره ۱ و ۳ پس از آسیاب کاری در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت را نشان میدهد. با توجه به این شکل، تغییر مورفولوژی پودرها در حین آسیاب کاری قابل تشخیص میباشد. شکلهای ٤٤ و ٤٤ به ترتیب مورفولوژی پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم را نشان میدهد.



**شکل ٤**- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونههای شماره ۱ و۳ پس از آسیابکاری در زمانهای مختلف: a) نمونه اولیه پودر آلومینیوم، b) نمونه اولیه پودر اکسید تیتانیوم، c) نمونه شماره ۱ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده و d) نمونه شماره ۳ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده.

Fig. 4. SEM Micrographs of samples No.1 and 3 after milling at different times: a) raw sample aluminium powder, b) raw sample titanium oxide powder, c) sample No.1 to 10 hr of milling and d) sample No.3 to 20 hr of milling

نشریه علم مواد، سال دوم، شماره سوم، تابستان ۱۳۸۹

(٢)

برای بررسی نقش کربن در سنتز نیترید تیتانیوم، با توجه به جدول ۱ نمونه ای با نسبته ای مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۳ و کربن به اکسید تیتانیوم برابر ۲۲/۰ تهیه (نمونه شماره ۲) و در زمان ۱۰ ساعت تحت آتمسفر نیتروژن با فشار ۵ آتمسفر آسیاب شد. الگوی پراش اشعه ایکس این نمونه در شکل ۵ آورده شده است. همانطور که در این شکل ملاحظه می شود، فازهای اکسید آلومینیوم، آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در محصول حضور دارند. نکته شایان ذکر در این شکل، عدم تشکیل کاربونیترید تیتانیوم و یا نیترید تیتانیوم می باشد. وجود آلومینیوم و اکسید تیتانیوم می باشد. وجود

میباشد که واکنش بطور کامل انجام نشده است و میتواند به علت کمبود نیتروژن و یا کربن موجود در کاپ و ناکافی بودن زمان آسیاب باشد. هدف از انجام این آزمایش و نتایج حاصله از آن، کسب کاربونیترید تیتانیوم و یا نیترید تیتانیوم بوده که با نتایج حاصل از آزمایش عملی مطابقت نداشته و با اضافه کردن عنصر کربن به عنوان ماده تحریک کننده واکنش، کاربونیترید تیتانیوم و یا نیترید تیتانیوم تشکیل نمی گردد. بنابراین استفاده از ایس عنصر، موثر نبوده و ایس بخش از آزمایشات متوقف گردید.



Fig. 5. XRD patterns of sample number 2 (10 hrs milling)

تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره ۲ با بزرگنمایی ۸۰۰۰ نیز در شکل ۲ آورده شده است. با توجه به این شکل، اندازه ذرات زیر ۲۰۰ نانومتر تخمین زده شد. با مقایسه تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی این نمونه با نمونه شماره ۱، مشخص شد که اضافه شدن

عنصر کربن به مخلوط واکنش دهنده باعث ریزتر شدن اندازه دانهها در زمان آسیاب و شرایط آزمایش یکسان میشود، لکن اثر قابل ملاحظه ای بر پیشرفت واکنشها در زمان ۱۰ ساعت ندارد.



<u>هکل ۲</u>- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره ۲ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده Fig. 6. SEM micrograph of sample number 2 after at 10 hr milling

می توان گفت عنصر کربن نقش تحریک کننده واکـنش را	
ایفا میکند.	
$\operatorname{Ti}_{(S)} + C_{(s)} \to \operatorname{Ti}C_{(S)} \tag{(7)}$	
$\Delta H_{\rm f}^{298} = -184.5 \; ({\rm kj})$	
شرايط توليد كامپوزيت Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiN بوسيله فرآينـد سـنتز	
احتراقی نیز مورد بررسی قرار گرفت. در این راستا، برای	
احتراق پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم، ابتدا نمونهای	
طبق جدول ۲ با نسبت مولی آلومینیوم به اکسـید تیتـانیوم	
برابر ۱/۳ (نمونه شماره ۵) تهیه و در محفظـه آسـیاب در	
زمان ۱۰ دقیقه تحت آتمسفر نیتروژن مخلوط شد. از	
نمونـه مخلـوط شـده، دو قـرص اسـتوانهاي بـا قطـر ١٤	
میلیمتر با استفاده از پرس سرد، تهیه شد و طبق جـدول ۳	
در داخل کوره قرار گرفت.	

اضافه کردن عنصر کربن به مخلوط واکنش دهنده و انتخاب آن به این دلیل میباشد که این عنصر با مقدار اندکی از تیتانیوم تولید شده از فرآیند احیاء واکنش داده که حاصل آن تشکیل کاربید تیتانیوم و آزاد شدن گرمای بسیار زیادی میباشد (رابطه ۳). این مقدار کربن برای این که کل تیتانیوم را واکنش بدهد کافی نبوده، اما باعث آغاز واکنشی میشود که گرمای زیادی آزاد کرده و موجب میشود تیتانیوم باقیمانده در دمای بالا با نیتروژن واکنش کند که این واکنش سریعتر بوده و در زمانهای کمتری به انجام میرسد. محصول بدست آورده شده، کاربونیترید تیتانیوم نام داشته که در واقع نیترید تیتانیومی است که مقدار اندکی کربن در درون شبکه خود دارا میباشد و حتی سختی آن بالاتر از نیترید تیتانیوم میباشد. بنابراین

<b>جدول ۲</b> - شرایط مخلوط سازی
----------------------------------

Table 2. Mixture conditions					
Mixture atmosphere	Al/TiO <sub>2</sub> Molar Ratio	Ball/Powder ratio	mixture time	sample	
N2	1.3	20	10 min	5	

## Archive of SID

M. Godarzi et al., Journal of Materials Science,	Vol .2, No .3, 2010, 26-3
--	---------------------------

Table 3. Combustion synthesis conditions						
production Phases	combustion time	furnace atmosphere	Remain temperature in furnace	Remain time in furnace	sample	
TiO <sub>2</sub> Al	No combustion	N2	$700(^{0}c)$	10 min	5A	
TiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti <sub>3</sub> N <sub>2-x</sub> TiN	7 min	N2	900( <sup>0</sup> c)	10 min	5B	

<b>جندون</b> ۲- مترايط متنتز المتراقي	احتراقي	سنتز	شرايط	-۳ ر	جدول
---------------------------------------	---------	------	-------	------	------

همانطور که در این شکل مشاهده می شود، نیترید تیتانیوم تولید شده است. نیترید تیتانیوم حاصل (Ti و x<sub>2</sub>-x Ti)، به ترتیب دارای ساختار مکعبی با وجوه مرکزدار و رومبوهدرال می باشد. مقدار نیترید تیتانیوم سنتز شده زیاد بوده و پیکهای آن از شدت بالایی برخوردار هستند. به جز نیترید تیتانیوم، اکسید آلومینیوم نیز در محصول، تشکیل یافته است. نکته حائز اهمیت این است که اکسید تیتانیوم بط ور کامل در واکنش مصرف نشده و در محصول، وجود دارد که بیانگر ناکافی بودن مقدار آلومینیوم برای احیای اکسید تیتانیوم می باشد. به نظر میرسد واکنش سنتز احتراقی با مقدار بیشتر آلومینیوم نیز نتایج خوبی داشته باشد. قرصها در دماهای ۷۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ دقیقه در کوره تحت آتمسفر نیتروژن قرار داده شدند. انتخاب این دو دما به این علت است که نزدیک به نقطه ذوب آلومینیوم بوده که برابر ۲٦۰ درجه سانتیگراد میباشد. در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد، هیچ واکنشی بین پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم مشاهده نشد و در واقع، احتراقی رخ نداد و نمونه از کوره خارج و سرد گردید (نمونه شماره ۵۵). در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد، پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم محترق شده که پس از گذشت زمان ۷ دقیقه، احتراق رخ داد. پس از پایان احتراق، نمونه از کوره خارج شد و سرد گردید و تحت تفرق اشعه ایکس قرار گرفت (نمونه شماره ۵۵). الگوی اشعه ایکس این نمونه در شکل ۷ نشان داده شده است.



Fig. 7. XRD patterns of sample number 5B (combusted in 900 <sup>0</sup>C temperature)

قطر در حدود ۷۰ نانومتر می باشد. تولید آلومینا و یا نیترید تیتانیوم الیافی با اندازه نانومتری بسیار جالب می باشد که با توجه به شکل ۸ می توان نتیجه گیری نمود که مکانیزم تولید بشرح زیر بوده است. آلومینیوم پس از ذوب شدن از طریق موئینگی در لابلای ذرات اکسید تیتانیوم پخش شده است. اکسید تیتانیوم در تماس با این رشته های مذاب، احیا شده و لذا رشته های مذاب آلومینیوم به آلومینا و یا نیترید تیتانیوم تبدیل شده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره B۵ پس از واکنش سنتز احتراقی با بزرگنماییهای مختلف در شکل ۸ آورده شده است. مورفولوژی نمونه شماره B۵ با بزرگنماییهای ۵۸ م ۵ ۲۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ به ترتیب در شکلهای ۸۵ م ۵ کم آورده شده است. طبق شکل ۵۸ اندازه ذرات پس از احتراق در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد، زیر ۱۰۰۰ نانومتر ارزیابی شد که حاکی از کاهش اندازه ذرات (نسبت به مواد اولیه) پس از احتراق میباشد. نکته قابل توجه در شکل ۸ تشکیل نانوالیافی با M. Godarzi et al., Journal of Materials Science, Vol .2, No .3, 2010, 26-39







**شکل ۸**- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره B۵ با بزرگنمایی های مختلف (محترق شده در دمای ۹۰۰ درجه

سانتیگراد): a) بزرگنمایی ۸۰۰۰ b) بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ و c) بزرگنمایی ۲۰۰۰۰

**Fig. 8.** SEM micrographs of sample number 5B at different magnification (combusted in 900 <sup>0</sup>C temperature: a) 8000 x, b) 20000 x and c) 60000 x

آزمایش یکسان می شود، لکن اثر قابل ملاحظ مای بر پیشرفت و اکنش ها در زمان ۱۰ ساعت ندارد. ۳- در اثر احتراق مخلوط Al-TiO با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۳ در آتمسفر نیتروژن در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد، TiN + Al<sub>2</sub>O3 تولید می شود. 3- اندازه دانه های نیترید تیتانیوم تولید شده از روش آلیاژسازی مکانیکی نسبت به روش سانتر احتراقی، کوچکتر می باشد. ٤- نتیجه گیری
خلاصه نتایج منتج شده از این تحقیق شامل موارد زیر می باشد:
۸۰ با نسبت مولی ۲۱- در اثر آسیاب کاری مخلوط AI-TiO با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۲/۱ و ۲/۱ در آتمسفر نیتروژن به مدت حداقل ۲۰ ساعت، اکسید تیتانیوم احیا شده و TiN + Al2 با نسرفت واکنش ها اندک است.
۲- اضافه کردن عنصر کربن به مخطوط واکنش ده ایما اندان اندازه دانه ها در زمان آسیاب و شرایط

[8] P. Mossino, "Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis", Ceramics Interna-tional, Vol. 30, 2004, pp. 311-332.

[9] K.C. Patil, S.T. Aruna, T. Mimani, "Combustion synthesis: an update", Current Opinion in Solid State and Materials Science, Vol. 6, 2002, pp. 507-512.

[10] M.J. Capaldl, A. Saidi, J.V. Wood, "Reaction Synthesis of TiC and Fe-TiC composites", ISIJ International, Vol. 2, 1997, pp. 188-193.

[11] S.A. Mukasyan, O. Epstein, P. Dinka, "Solution combustion synthesis of nanomaterials", Proceedings of the Combustion Institute, Vol. 31, 2007, pp. 1789-1795.

[12] C.L. Yeh, H.C. Chuang, "Combustion characteristics of SHS process of titanium nitride with TiN dilution", Ceramics International, Vol. 30, 2004, pp. 705-714.

[13] Z.Y. Fu, H. Wang, W.M. Wang, R.Z. Yuan, "Composites fabricated by self-propagating hightemperature synthesis", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 137, 2003, pp. 30-34. 38

مراجع

[1] Schwartz , "Composite materials hand book – second edition" , 1992.

[2] B. Cantor, "Metal and ceramic matrix composites: chapter 1", Institute of physics, 2004.

[3] O. Pierson, "Handbook of refractory carbides and nitrides", Noyes publications Westwood, New Jersey, U.S, 1996.

[4] M. Sherif, E. Eskandarany, "Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials", Noyes publications, William andrew publishing Norwich, New York, U.S, 2001.

[5] S.M. Zebarjad, S.A. Sajjadi, "Microstructure evaluation of  $Al-Al_2O_3$  composite produced by mechanical alloying method", Materials and Design, Vol. 27, 2006, pp. 684-688.

[6] J.B. Fogagnolo, F. Velasco, M.H. Robert, J.M. Torralba, "Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders", Materials Science and Engineering A, Vol. 342, 2003, pp. 131-143.

[7] M.S. Song, B. Huang, M.X. Zhang, J.G. Li, "Study of formation behavior of TiC ceramic obtained by self-propagating high-temperature synthesis from Al-Ti-C elemental powders", Int. Journal of refractory metals & hard materials, Vol. 27, 2009, pp. 584-589.