



Journal Home Page: www.jmatpro.ir

Production of Al₂O₃-TiN Composite Powder Using Mechanical Alloying and Combustion Synthesis

Mehran Godarzi^{1*}, Ali Saidi², Ali Shafie²

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 recent years to investigate mechanical alloying and combustion synthesis processes for the synthesis of advanced materials. In this work, Al₂O₃-TiN composite were produced using mechanical alloying and combustion synthesis method. TiO₂ and Al powders were used as raw materials to prepare Al₂O₃-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. Titanium oxide were reduced to Ti at the first step followed by reaction with nitrogen to produce TiN. When Al/TiO₂ 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.

* Corresponding author: mehran.godarzi, m.godarzi_metallmaster@yahoo.com



تولید پودر کامپوزیتی Al_2O_3-TiN به وسیله آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی

مهران گودرزی^{۱*}، علی سعیدی^۲، علی شفیعی^۲

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

۲- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

اطلاعات مقاله	چکیده
<p>تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۳/۲۰</p> <p>تاریخ پذیرش: ۱۳۸۹/۵/۲۵</p> <p>واژگان کلیدی:</p> <p>کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی آلیاژسازی مکانیکی سنتز احتراقی نیتريد تیتانیوم-آلومینا</p>	<p>در سالهای اخیر، تحقیقات زیادی در زمینه استفاده از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی برای سنتز مواد پیشرفته صورت گرفته است. در این تحقیق، کامپوزیت Al_2O_3-TiN به روش آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی تولید گردید. از پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم به عنوان مواد اولیه استفاده شد. آسیاب‌کاری در اتمسفر نیتروژن با فشار ۵ اتمسفر انجام شد. احتراق نیز در کوره لوله‌ای تحت اتمسفر نیتروژن صورت گرفت. نتایج حاصل از آلیاژسازی مکانیکی نشان داد در اولین مرحله از فرآیند سنتز، اکسید تیتانیوم به وسیله آلومینیوم احیاء می‌شود و در ادامه فرآیند، تیتانیوم تولیدی با نیتروژن واکنش انجام می‌دهد. هنگامی که نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر $1/2$ و $1/3$ باشد، پس از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری، پیک‌های نیتريد تیتانیوم در نتایج XRD نمایان می‌شود. 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 شده و نیتريد تیتانیوم تشکیل شده است.</p>

۱- مقدمه

کامپوزیت‌های زمینه‌سرامیکی 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، بویژه در قطعات موتور خودرو و توربین‌های گازی خیلی مطلوب می‌باشند. هدف از تولید کامپوزیت‌های زمینه‌سرامیکی افزایش چقرمگی سرامیک می‌باشد. تقویت با ذرات و رشته‌های پیوسته موجب افزایش سختی می‌شود. از کاربردهای کامپوزیت‌های زمینه‌سرامیکی می‌توان به اجزای موتورهای دمای بالا، اجزای مقاوم در برابر سایش، نازل موشکها، لوله‌های مبدل گرما و هواپیما اشاره کرد [۱-۳]. در حالت کلی، کامپوزیتها می‌توانند از روش‌های متنوعی تولید شوند که روش‌های آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی، دارای اهمیت بیشتری می‌باشند. آلیاژسازی مکانیکی یک فرایند تولید در حالت جامد برای ایجاد مواد هموزن و یک روش ساده و مفید برای ترکیب فازهای 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 عادی مثل ذوب و ریختگری، قابل ترکیب و آمیزش نیستند. مزایای دیگر آلیاژسازی مکانیکی عبارت است از: ایجاد پراکندگی ریز از ذرات فاز ثانویه، ایجاد دانه‌های با اندازه نانومتر، تشکیل فازهای کریستالی و نیمه کریستالی، ایجاد فازهای آمورف، نامنظم کردن بین فلزی‌های منظم، امکان آلیاژسازی عناصری که آلیاژکردن آنها مشکل است و امکان انجام واکنش‌های شیمیایی در دمای پایین. خواص محصول نهایی پودرهای آسیاب شده نظیر توزیع اندازه

ذره، درجه بی‌نظمی یا آمورف به نوع آسیاب، زمان آسیاب‌کاری، مشخصات محفظه آسیاب و سرعت گردش آن بستگی دارد [۴-۶].

روش سنتز احتراقی (SHS)، یکی از تکنیک‌های مهم و پرکاربرد برای ساخت مواد پیشرفته می‌باشد که بیش از ۵۰۰ نوع ماده که شامل انواع کاربیدها، بوریدها، سیلیسیدها، نیتريدها، سولفیدها، اکسیدها، بین‌فلزی‌ها و کامپوزیت‌های پیچیده می‌باشد، توسط این روش تولید می‌شوند. در یک نگاه کلی، این فرآیند را می‌توان به سه مرحله اساسی اشتعال، انتشار موج احتراق و تولید و سرایش محصول تفکیک نمود. سنتز احتراقی روشی است که در آن از خاصیت گرمایی برخی واکنش‌های گرمازا استفاده می‌شود. در این روش با انجام واکنش در مقدار کمی از مواد اولیه، گرمای قابل ملاحظه‌ای تولید می‌شود. گرمای حاصل به حدی است که می‌تواند انرژی فعال شدن لازم برای لایه‌های مجاور را فراهم کند و لذا واکنش به سایر نقاط نیز انتقال پیدا می‌کند. با اتمام واکنش در کل نمونه، محصول نهایی تولید می‌شود [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 واکنش‌های شیمیایی در داخل آسیاب (فرآیند مکانوشیمیایی) و سنتز احتراقی برای تولید درجای بسیاری از کامپوزیت‌ها استفاده می‌شود. لذا در این تحقیق شرایط تولید کامپوزیت مورد نظر به روش سنتز احتراقی و آلیاژسازی مکانیکی بطور توأم بررسی می‌شود. در تحقیق حاضر هدف استفاده از Al و TiO_2

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) Seron technology مدل AIS-2100 انجام گرفت.

برای تولید نیتريد تیتانیوم توسط فرآیند مکانوشیمیایی و سنتز احتراقی بوده است.

۳- نتایج و بحث

نتایج فازشناسی نمونه‌ها در جدول ۱ خلاصه شده است. طبق جدول ۱، مخلوط پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳ در زمانهای ۱۰ و ۲۰ ساعت تحت آتمسفر نیتروژن با فشار ۵ آتمسفر آسیاب گردیدند. 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_4N_{3-x}) 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 می‌باشد که واکنش بطور 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 می‌باشد.

با توجه به نتایج XRD، مکانیزم تولید کامپوزیت Al_2O_3-TiN توسط آسیاب‌کاری را می‌توان به مراحل زیر تقسیم نمود.

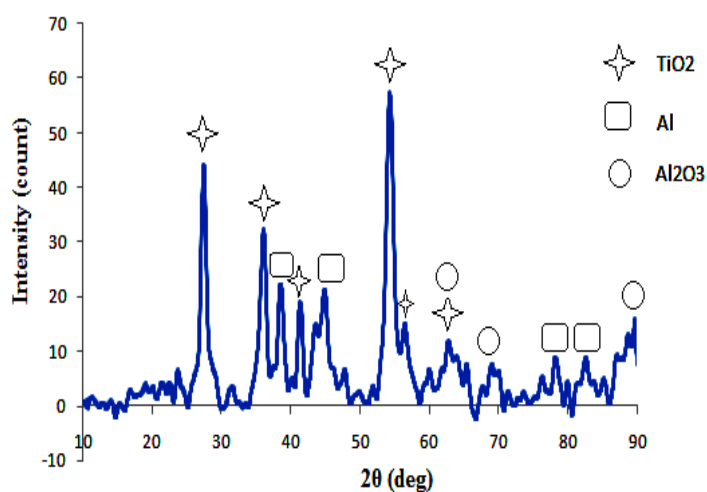
۲- مواد و آزمایشها

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای اکسید تیتانیوم و آلومینیوم و کربن (تجاری) با خلوص بالاتر از ۹۸ درصد و دانه‌بندی زیر ۲۰۰ میکرومتر برای آلومینیوم، زیر ۳۰۰ نانومتر برای اکسید تیتانیوم و زیر ۱۰ میکرومتر برای کربن می‌باشند. با توجه به نسبت‌های مولی برای تولید کامپوزیت مورد نظر، ۴ مخلوط پودری در شرایط مختلف طبق جدول ۱ تهیه و آسیاب‌کاری شد. نمونه دیگری نیز طبق جداول ۲ و ۳ تهیه و محترق گردید. در تمام موارد برای آسیاب‌کاری، از آسیاب سیاره‌ای مدل FP2 با ۶۰۰ دور در دقیقه و تحت آتمسفر نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹ استفاده شد. واکنش سنتز احتراقی نیز در کوره لوله‌ای تحت آتمسفر نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹ به انجام رسید. آنالیز فازی نمونه‌ها توسط دیفراکتومتر 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 $CuK\alpha$ با طول موج ۱/۵۴۰۵ آنگستروم استفاده شد. برای شناسایی فازها از نرم افزار X'Pert HighScore استفاده شد. بررسی ساختاری محصولات نیز به وسیله

جدول ۱- شرایط آسیاب کاری و فازهای تولید شده

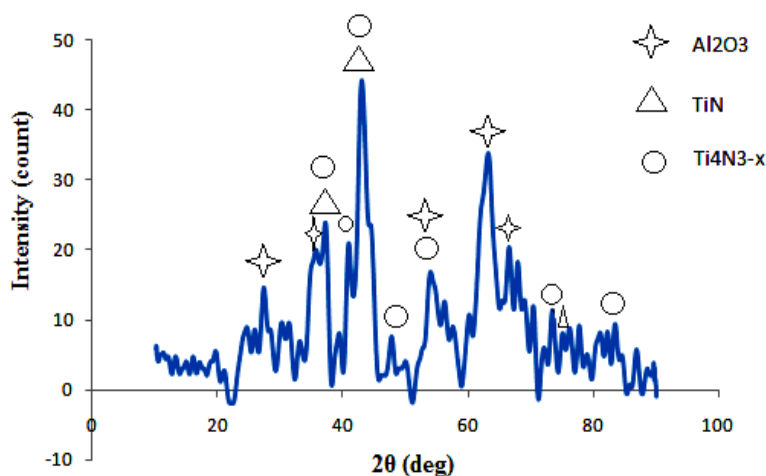
Table 1. Milling conditions and produced Phases

production Phases	Other characteristic	N ₂ pressure (atm)	Al/TiO ₂ Ratio	Ball/Powder ratio	Mill time (hr)	Sample
TiO ₂ Al Al ₂ O ₃	–	5	1.3	20	10	1
TiO ₂ Al Al ₂ O ₃	C/TiO ₂ Molar Ratio=0.22	5	1.3	20	10	2
Al ₂ O ₃ Ti ₄ N _{3-x} TiN	–	5	1.3	20	20	3
Al ₂ O ₃ Ti ₄ N _{3-x} TiN	–	5	1.2	20	20	4



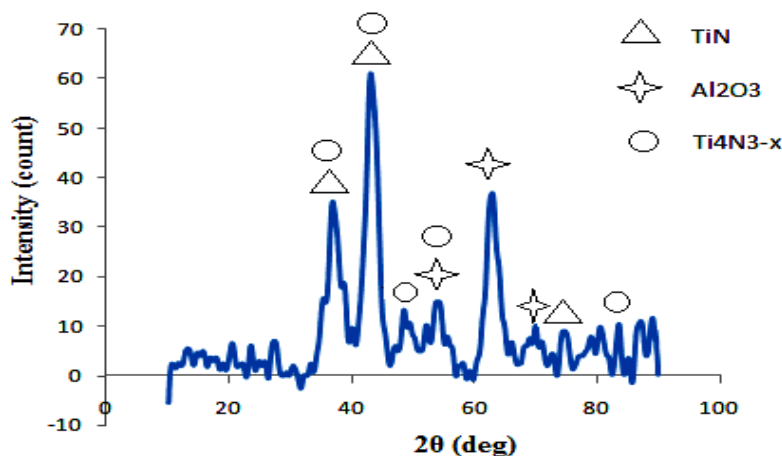
شکل ۱- الگوی XRD نمونه شماره ۱ (۱۰ ساعت آسیاب کاری)

Fig. 1. XRD patterns of sample number 1 (10 hrs milling)



شکل ۲- الگوی XRD نمونه شماره ۳ (۲۰ ساعت آسیاب کاری)

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

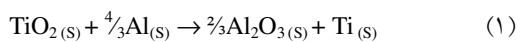


شکل ۳- الگوی XRD نمونه شماره ۴ (۲۰ ساعت آسیاب کاری)

Fig. 3. XRD patterns of sample number 4 (20 hrs milling)

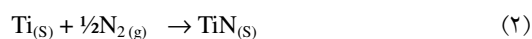
در مرحله دوم، در صورت استفاده از نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۲ و ۱/۳، تیتانیوم تولیدی در مرحله قبل با آتمسفر نیتروژن واکنش داده و نیتريد تیتانیوم همراه با آزاد شدن $337/858$ کج گرما تولید می شود (رابطه ۲).

در اولین مرحله از فرآیند، اکسید تیتانیوم بوسیله آلومینیوم احیاء شده که حاصل این واکنش، همراه با آزاد شدن $173/13$ کج گرما به ازای تولید ۱ مول Ti می باشد (رابطه ۱).



$$\begin{aligned} \Delta H_f^{298} &= -173.13 \text{ kJ} \\ \Delta G_f &= -173130 + 23.72 T \text{ j} \\ \Delta G_f^{298} &= -166062.78 \text{ j} \end{aligned}$$

نیز به ترتیب در شکلهای ۴c و ۴d آورده شده است. طبق شکل ۴c، اندازه ذرات پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری زیر ۶۰۰ نانومتر ارزیابی شد. طبق شکل ۴d، 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.

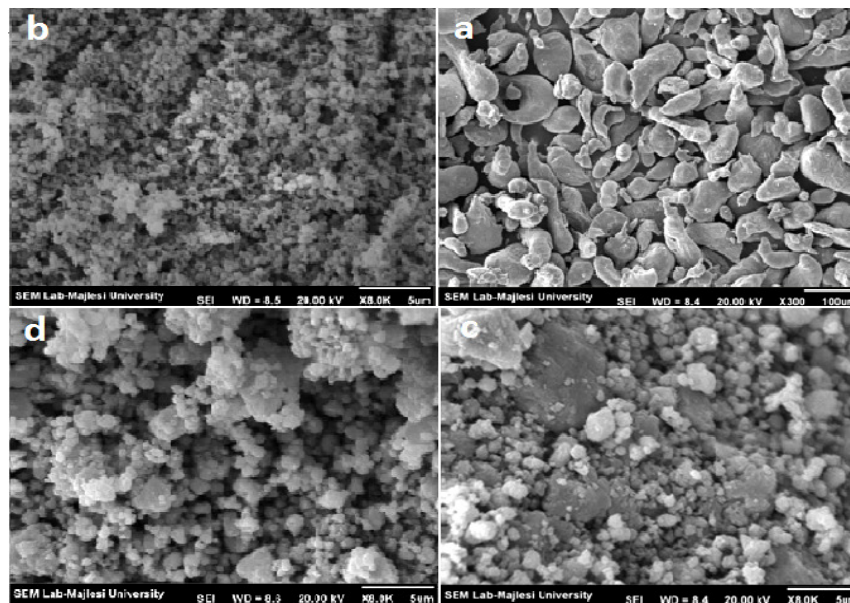


$$\Delta H_f^{298} = -337.858 \text{ kJ}$$

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

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

شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های شماره ۱ 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 می باشد. شکلهای ۴a و ۴b به ترتیب مورفولوژی پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم را نشان می دهد. مورفولوژی نمونه های شماره ۱ و ۳ پس از آسیابکاری

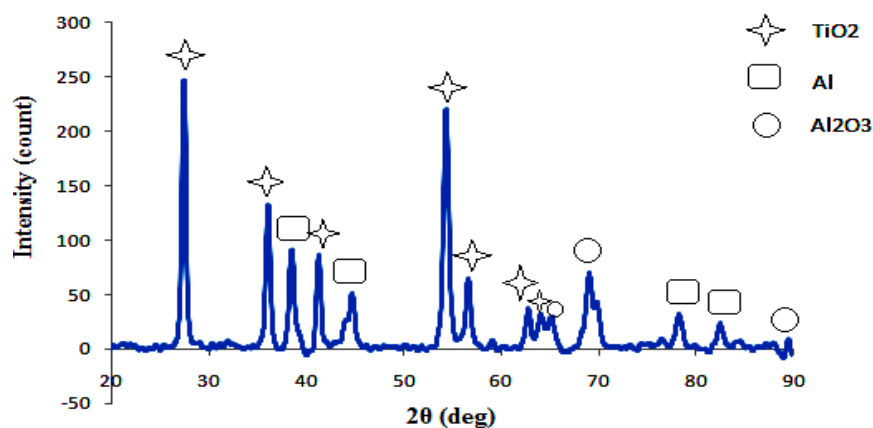


شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های شماره ۱ و ۳ پس از آسیابکاری در زمانهای مختلف: (a) نمونه اولیه پودر آلومینیوم، (b) نمونه اولیه پودر اکسید تیتانیوم، (c) نمونه شماره ۱ که به مدت ۱۰ ساعت آسیاب شده و (d) نمونه شماره ۳ که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده.

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

می‌باشد که واکنش بطور کامل انجام نشده است و می‌تواند به علت کمبود نیتروژن و یا کربن موجود در کاب و ناکافی بودن زمان آسیاب باشد. هدف از انجام این آزمایش و نتایج حاصله از آن، کسب کاربونیترید تیتانیوم و یا نیتريد 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 نیتريد تیتانیوم تشکیل نمی‌گردد. بنابراین استفاده از این عنصر، موثر نبوده و این بخش از آزمایشات متوقف گردید.

برای بررسی نقش کربن در سنتز نیتريد تیتانیوم، با توجه به جدول ۱ نمونه‌ای با نسبت‌های مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر ۱/۳ و کربن به اکسید تیتانیوم برابر ۰/۲۲ 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 می‌شود، فازهای اکسید آلومینیوم، آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در محصول حضور دارند. نکته شایان ذکر در این شکل، عدم تشکیل کاربونیترید تیتانیوم و یا نیتريد تیتانیوم می‌باشد. وجود آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در محصول، بیانگر این مطلب

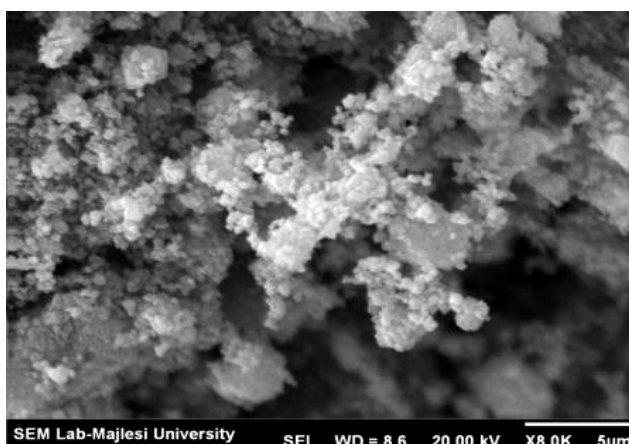


شکل ۵- الگوی XRD نمونه شماره ۲ (۱۰ ساعت آسیاب کاری)

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

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

تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره ۲ با بزرگنمایی ۸۰۰۰ نیز در شکل ۶ آورده شده است. با توجه به این شکل، اندازه ذرات زیر ۴۰۰ نانومتر تخمین زده شد. با مقایسه تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی این نمونه با نمونه شماره ۱، مشخص شد که اضافه شدن



شکل ۶- 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 واکنش را ایفا می کند.



$$\Delta H_f^{298} = -184.5 \text{ (kJ)}$$

شرایط تولید کامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiN}$ بوسیله فرآیند سنتز احتراقی نیز مورد بررسی قرار گرفت. در این راستا، برای احتراق پودرهای آلومینیوم و اکسید تیتانیوم، ابتدا نمونه ای طبق جدول ۲ با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر $1/3$ (نمونه شماره ۵) تهیه و در محفظه آسیاب در زمان ۱۰ دقیقه تحت اتمسفر نیتروژن مخلوط شد. از نمونه مخلوط شده، دو قرص استوانه ای با قطر ۱۴ میلی متر با استفاده از پرس سرد، تهیه شد و طبق جدول ۳ در داخل کوره قرار گرفت.

اضافه کردن عنصر کربن به مخلوط واکنش دهنده و انتخاب آن به این دلیل می باشد 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 می باشد (رابطه ۳). این مقدار کربن برای این که کل تیتانیوم را واکنش بدهد کافی نبوده، اما باعث آغاز واکنشی می شود که گرمای زیادی آزاد کرده و موجب می شود تیتانیوم باقی مانده در دمای بالا با نیتروژن واکنش کند که این واکنش سریعتر بوده و در زمانهای کمتری به انجام می رسد. محصول بدست آورده شده، کاربونیترید تیتانیوم نام داشته که در واقع نیتريد تیتانیومی است که مقدار اندکی کربن در درون شبکه خود دارا می باشد و حتی سختی آن بالاتر از نیتريد تیتانیوم می باشد. بنابراین

جدول ۲- شرایط مخلوط سازی

Table 2. Mixture conditions

Mixture atmosphere	Al/TiO ₂ Molar Ratio	Ball/Powder ratio	mixture time	sample
N ₂	1.3	20	10 min	5

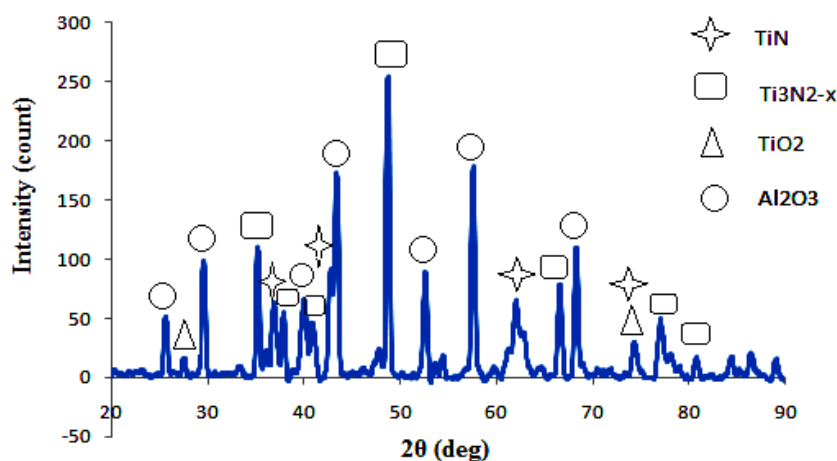
جدول ۳- شرایط سنتز احتراقی

Table 3. Combustion synthesis conditions

production Phases	combustion time	furnace atmosphere	Remain temperature in furnace	Remain time in furnace	sample
TiO ₂ Al	No combustion	N ₂	700(°C)	10 min	5A
TiO ₂ Al ₂ O ₃ Ti ₃ N _{2-x} TiN	7 min	N ₂	900(°C)	10 min	5B

همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود، نیتريد تیتانیوم تولید شده است. نیتريد تیتانیوم حاصل (Ti₃N_{2-x} و TiN)، به ترتیب دارای ساختار مکعبی با وجوه مرکزدار و رومبهدرال می‌باشد. مقدار نیتريد تیتانیوم سنتز شده زیاد بوده و پیکهای آن از شدت بالایی برخوردار هستند. به جز نیتريد تیتانیوم، اکسید آلومینیوم نیز در محصول، تشکیل یافته است. نکته حائز اهمیت این است که اکسید تیتانیوم بطور کامل در واکنش مصرف نشده و در محصول، وجود دارد که بیانگر ناکافی بودن مقدار آلومینیوم برای احیای اکسید تیتانیوم می‌باشد. 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 اتمسفر نیتروژن قرار داده شدند. انتخاب این دو دما به این علت است که نزدیک به نقطه ذوب آلومینیوم بوده که برابر ۶۶۰ 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 A۵). 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 B۵). الگوی اشعه ایکس این نمونه در شکل ۷ نشان داده شده است.



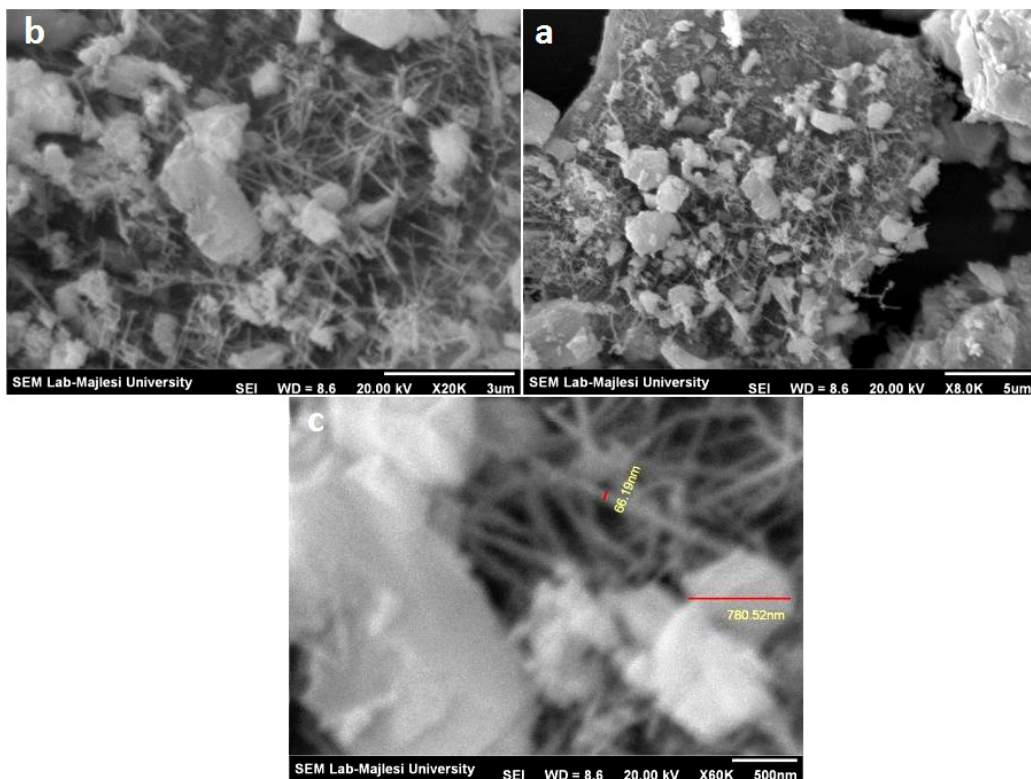
شکل ۷- الگوی XRD نمونه شماره 5B (محترق شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد)

Fig. 7. XRD patterns of sample number 5B (combusted in 900 °C temperature)

قطر در حدود ۷۰ نانومتر می‌باشد. تولید آلومینا و یا نیتريد تیتانیوم الیافی با اندازه نانومتری بسیار جالب می‌باشد که با توجه به شکل ۸، می‌توان نتیجه‌گیری 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 رشته‌های مذاب، احیا شده و لذا رشته‌های مذاب آلومینیوم به آلومینا و یا نیتريد تیتانیوم تبدیل شده است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره 5B پس از واکنش سنتز احتراقی با بزرگنمایی‌های مختلف در شکل ۸ آورده شده است. مورفولوژی نمونه شماره 5B با بزرگنمایی‌های ۸۰۰۰، ۲۰۰۰۰ و ۶۰۰۰۰ به ترتیب در شکل‌های ۸a، ۸b و ۸c آورده شده است. طبق شکل ۸c، 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



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره B5 با بزرگنمایی های مختلف (محترق شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد): (a) بزرگنمایی ۸۰۰۰ (b) بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ و (c) بزرگنمایی ۶۰۰۰۰

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

آزمایش یکسان می شود، لکن اثر قابل ملاحظه ای بر پیشرفت واکنش ها در زمان ۱۰ ساعت ندارد.

۳- در اثر احتراق مخلوط TiO_2-Al با نسبت مولی آلومینیوم به اکسید تیتانیوم برابر $1/3$ در آتمسفر نیتروژن در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد، $TiN + Al_2O_3$ تولید می شود.

۴- اندازه دانه های نیتريد تیتانیوم تولید شده از روش آلیاژسازی مکانیکی نسبت به روش سنتز احتراقی، کوچکتر می باشد.

۴- نتیجه گیری

خلاصه نتایج منتج شده از این تحقیق شامل موارد زیر می باشد:

۱- در اثر آسیاب کاری مخلوط TiO_2-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 $TiN + Al_2O_3$ تولید می شود لکن پیشرفت واکنش ها اندک است.

۲- اضافه کردن عنصر کربن به مخطوط واکنش دهنده باعث ریزتر شدن اندازه دانه ها در زمان آسیاب و شرایط

[8] P. Mossino, "Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis", *Ceramics International*, 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. Capaldi, 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 high-temperature synthesis", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 137, 2003, pp. 30-34.

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. Zabarjad, S.A. Sajjadi, "Microstructure evaluation of Al–Al₂O₃ 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.