



Journal Home Page: [www.jmatpro.ir](http://www.jmatpro.ir)

## Production of FeCo-TiC Composite Powder by Mechanical Alloying Using Different Starting Materials

Mohammad Yaghoubi<sup>1\*</sup>, Ali Saidi<sup>2</sup>, Reza Ebrahimi<sup>1</sup>, Mohammad Hossein Golabgir<sup>1</sup>

1- Department of Materials Engineering, Islamic Azad University, Najafabad branch, Isfahan, Iran

2- Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received: 10 May 2010

Accepted: 10 Aug. 2010

#### Keywords:

Metal matrix Composite  
Mechanical alloying  
FeCo-TiC composite powder  
Titanium carbide

### ABSTRACT

Metal matrix composites reinforced with TiC have achieved a lot of attention in recent years due to their excellent mechanical properties and wear resistance. So production of FeCo-TiC composite powder by mechanical alloying using two different raw materials, pure titanium and ferrotitanium, was the aim of this research work. Powder mixtures of ferrotitanium, cobalt, graphite and also mixtures of iron, titanium, cobalt, and graphite were milled at various milling times. Milled powders were characterized by XRD and SEM. The results show that mechanical alloying method with two different mechanisms leads to the formation of TiC embedded in FeCo alloy. When ferrotitanium was used the first nucleus of TiC was formed after 5 hours of milling. Increasing the milling time resulted in progress of reactions. When pure titanium was used, TiC was not produced after 5 hours of milling. However, with increasing of milling time to 7 hours, reaction between Ti and C was completed. Microscopic evaluation of the samples indicated that with increasing of milling time to 80 hr homogeneous composite powder, with particle size of about 1 micron is produced.

\*Corresponding author: Mohammad Yaghoubi, my2844@yahoo.com



## تولید پودر کامپوزیتی FeCo-TiC به روش آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از مواد اولیه مختلف

محمد یعقوبی<sup>۱\*</sup>، علی سعیدی<sup>۲</sup>، رضا ابراهیمی<sup>۱</sup>، محمد حسین گلابگیر<sup>۱</sup>

۱- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

۲- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

چکیده	اطلاعات مقاله
<p>کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات کاربید تیتانیم به دلیل خواص سایشی عالی در سال‌های اخیر مورد توجه قرار گرفته‌اند. در این تحقیق کامپوزیت FeCo-TiC به روش آلیاژسازی مکانیکی و با استفاده از دو نوع ماده‌ی اولیه تیتانیم خالص و فروتیتانیم ارزان قیمت (به جای تیتانیم خالص) تولید و مقایسه گردیده است. مخلوط پودری شامل تیتانیم خالص، آهن، کبالت و گرافیت و همچنین مخلوط پودری دیگری شامل فروتیتانیم، کبالت و گرافیت در آسیاب گلوله‌ای- سیاره‌ای در زمان‌های مختلف آسیاب شدند و سپس به وسیله‌ی پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد ارزیابی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که آلیاژسازی مکانیکی با دو مکانیزم متفاوت منجر به تشکیل محلول جامد FeCo و ذرات ریز TiC می‌گردد. پس از پنج ساعت آلیاژسازی مکانیکی مخلوط پودری شامل فروتیتانیم، اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم تشکیل گردید و آسیاب‌کاری در زمان‌های بالاتر باعث پیشرفت تدریجی واکنش و افزایش پارامتر شبکه کاربید تیتانیم شد. پس از ۵ ساعت آسیاب‌کاری مخلوط پودری شامل تیتانیم خالص هیچ واکنشی انجام نشد ولی با هفت ساعت آسیاب‌کاری واکنش به صورت ناگهانی در سرتاسر نمونه انجام گرفت. نتایج بررسی‌های میکروسکوپی نیز نشان داد که با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۸۰ ساعت، پودر کامپوزیتی نسبتاً هموزن با اندازه ذرات در حد یک میکرومتر بدست می‌آید.</p>	<p>تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۲/۲۰ تاریخ پذیرش: ۱۳۸۹/۵/۲۵</p> <p>واژگان کلیدی: کامپوزیت زمینه فلزی آلیاژسازی مکانیکی پودر کامپوزیتی FeCo-TiC کاربید تیتانیم</p>

## ۱- مقدمه

کننده در زمینه اشاره نمود که باعث افزایش استحکام کامپوزیت می‌گردد [۴،۱۱،۱۲].

کامپوزیت‌هایی که به صورت درجا تولید شده‌اند دارای خواص مکانیکی عالی هستند که این را می‌توان به عدم انجام واکنش‌های مضر و اکسیداسیون در فصل مشترک بین زمینه و تقویت کننده و ایجاد پیوندی محکم بین آنها نسبت داد. همچنین تقویت کننده‌هایی که به صورت درجا تولید شده‌اند از لحاظ ترمودینامیکی پایدارتر هستند [۴، ۱۱-۱۳]. دیگر مزیت آلیاژسازی مکانیکی تولید پودرهای کامپوزیتی با ساختار نانوکریستالی است. مواد نانوکریستالی می‌تواند باعث بهبود خواص مکانیکی و فیزیکی شوند [۴،۱۳].

کامپوزیت Fe-TiC به وسیله آسیاب‌کاری پودرهای عنصری تیتانیم، آهن و کربن توسط تعدادی از محققین تولید شده است. همچنین برای ارتقاء خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی این کامپوزیت‌ها از زمینه‌های آلیاژی همچون آهن-آلومینیوم [۳،۴، ۱۱-۱۳] استفاده شده است. هدف از این تحقیق مطالعه ساختار و استحاله فازها در حین آسیاب‌کاری سیستم FeTi<sub>2</sub>-Co-C و تولید کامپوزیت FeCo-TiC به روش آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از دو نوع ماده‌ی اولیه تیتانیم خالص و فروتیتانیم ارزان قیمت (به جای تیتانیم خالص) و مقایسه آنها است. عنصر کبالت به منظور افزایش ترشوندگی کاربرد تیتانیم با زمینه آهنی استفاده شده است.

## ۲- روش تحقیق

مخلوط پودری شامل ۶۴ درصد وزنی پودر فروتیتانیم، ۲۴/۸ درصد وزنی پودر کبالت (نسبت مولی کبالت به آهن ۱ به ۱ است) و ۱۱/۲ درصد وزنی گرافیت (نسبت مولی تیتانیم به کربن ۱ به ۱ است) و مخلوط پودری

کاربید تیتانیم دارای خواصی همچون نقطه ذوب و سختی بالا، مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون مناسب، هدایت الکتریکی و حرارتی خوب است [۱]. کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با کاربرد تیتانیم بطور گسترده برای ساخت ابزارهای مقاوم به سایش بکار برده می‌شوند. خواص مکانیکی این کامپوزیت‌ها ترکیبی از سختی تقویت کننده و تافنس<sup>۱</sup> زمینه‌ی فلزی است [۲]. کامپوزیت‌های زمینه آهنی تقویت شده با کاربرد تیتانیم جزء مواد مقاوم به سایش ارزان قیمت هستند و جایگزین مناسبی برای کامپوزیت تجاری Co-WC محسوب می‌شوند [۳،۴]. کامپوزیت Fe-TiC به وسیله‌ی روش‌های مختلف از جمله متالورژی پودر، ریخته‌گری [۵،۶]، سنتز احتراقی [۶]، احیای کربوترمیک [۷]، احیای آلومینوترمیک<sup>۸</sup> تولید شده است. از مشکلات تولید کامپوزیت Fe-TiC می‌توان به خوشه‌ای شدن ذرات سخت و جلوگیری از توزیع همگن آنها در زمینه آهنی و همچنین پیوند ضعیف بین ذرات تقویت کننده و زمینه اشاره نمود. یک روش مناسب برای رفع این مشکلات آلیاژسازی مکانیکی<sup>۹</sup> است [۳]. آلیاژسازی مکانیکی برای اولین بار در سال ۱۹۶۶ توسط بنجامین مطرح شد و از آن زمان تا کنون آلیاژها و کامپوزیت‌های زیادی با این روش تولید شده است. آلیاژسازی مکانیکی به وسیله جوش سرد و شکست‌های متوالی بین ذرات انجام می‌گیرد [۹،۱۰]. تغییرات میکروساختاری در حین آلیاژسازی مکانیکی متأثر از رفتار مکانیکی اجزاء پودری و متغیرهای آلیاژسازی مکانیکی است [۱۱]. از مزایای روش آلیاژسازی مکانیکی می‌توان به کنترل آسان کسر حجمی ذرات تقویت کننده و توزیع ریز و همگن ذرات تقویت

به وسیله دستگاه پراش اشعه ایکس Philips مدل X<sup>3</sup>pert با لامپ کاتدی مسی با طول موج  $1/054059 \text{ \AA}$  و مجهز به مونوکروماتور مورد بررسی قرار گرفت. اندازه متوسط کریستال‌ها و کرنش شبکه و پارامتر شبکه به وسیله روش ویلیامسون-هال و قانون براگ و با استفاده از الگوهای پراش اشعه ایکس محاسبه شد. بررسی مورفولوژی ذرات در حین آسیاب‌کاری به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی Seron technology مدل AIS-2100 انجام گرفت.

دیگری شامل تیتانیم و آهن خالص (نسبت تیتانیم به آهن همان نسبت موجود در فروتیتانیم است) با همان نسبت‌های وزنی مخلوط فوق در آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰ به ۱ با پنج گلوله ۱۰ mm در محفظه‌ای از جنس فولاد سخت کرم‌دار و با سرعت ۶۰۰ rpm تحت اتمسفر آرگون با خلوص ۹۹/۹ درصد در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری گردیدند (جزئیات بیشتر مواد اولیه در جدول شماره ۱ آورده شده است). تغییر فازی نمونه‌ها در حین آلیاژسازی مکانیکی

جدول ۱- خصوصیات مواد اولیه

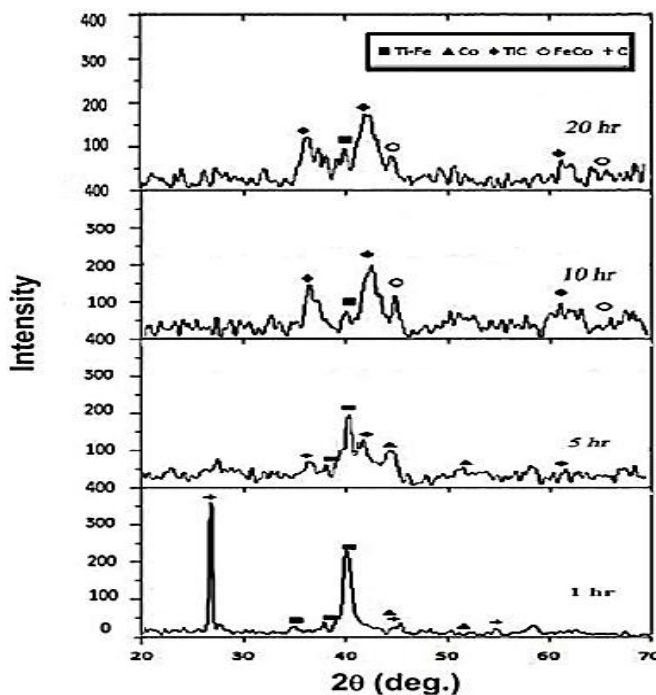
Table 1. Specifications of the starting materials

Producer	Purity (%)	Size ( $\mu\text{m}$ )	starting materials
LSM England	$\sim 30\% \text{Fe}, \sim 70\% \text{Ti}$	<150	Ferrotitanium
China	<99%	<3	
Iran	<99.9%	1-5	Geraphite
LSM England	<99%	<150	Titanium
Merk Germany	<99%	10	Iron

نشده است) پیک کربن حذف گردیده است. محققین دیگری نیز پس از پنج ساعت آسیاب‌کاری سیستم Fe-Mn-C متوجه شدند که پیک‌های کربن از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ها ناپدید شده است، آنها علت حذف پیک‌های کربن را تبدیل حالت کریستالی کربن به حالت آمورف کربن مطرح نموده‌اند [۱۴]. بنابراین می‌توان علت حذف پیک‌های کربن پس از پنج ساعت آسیاب‌کاری در کار موجود را نیز به آمورف شدن کربن ارتباط داد. پس از ۱۰ ساعت آسیاب‌کاری جوانه‌های کاربید تیتانیم رشد کرده و همچنین محلول جامد آهن-کبالت تشکیل شده است. پیک‌های نمونه‌ی ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری شده اختلاف چندانی با پیک‌های نمونه‌ی ۱۰ ساعت آسیاب‌کاری شده ندارند.

### ۳- بحث و نتایج

شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط‌های پودری شامل فروتیتانیم، کبالت، گرافیت آسیاب شده در زمان‌های ۱، ۵، ۱۰ و ۲۰ ساعت را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود پس از یک ساعت آسیاب‌کاری هیچ برهم کنشی بین ذرات مواد اولیه رخ نداده است و همه پیک‌های مواد اولیه شامل فروتیتانیم، کبالت و کربن وجود دارند. بعد از پنج ساعت آسیاب‌کاری علاوه بر پیک‌های فروتیتانیم و کبالت، پیک‌های ضعیف کاربید تیتانیم نیز ظاهر شده ولی پیک‌های کربن ناپدید گشتند. بنابراین پس از پنج ساعت آسیاب‌کاری، اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم تشکیل شده است. با وجود اینکه اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم تشکیل شده (و هیچ کاربید دیگری نیز تشکیل

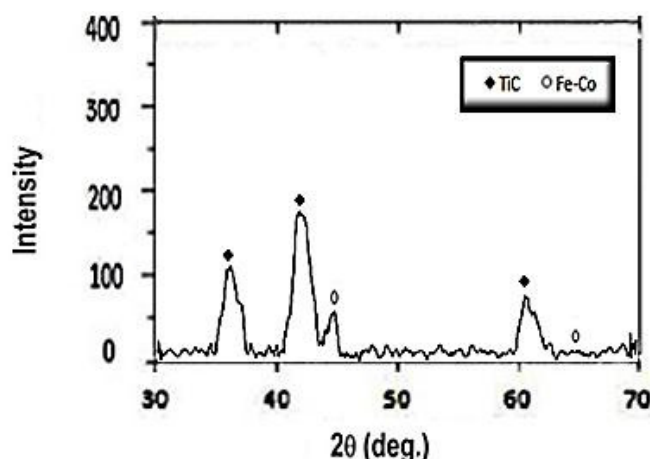


شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودری شامل فروتیتانیم، کبالت و گرافیت آسیاب کاری شده در زمان‌های مختلف

Fig. 1. XRD patterns of FeTi, Co, C powder mixture at various milling time

تهیه و به مدت ۱۰ ساعت آسیاب گردید. همانطور که در الگوی پراش اشعه ایکس این نمونه (شکل ۲) ملاحظه می‌شود پیک تیتانیم پس از ۱۰ ساعت آسیاب کاری حذف گردیده است.

در شکل ۱ در کنار پیک (۲۰۰) کاربید تیتانیم در نمونه‌های ۱۰ و ۲۰ ساعت آسیاب کاری شده، پیک اصلی تیتانیم (با شدت کم) وجود دارد. حضور پیک تیتانیم در این نمونه‌ها را می‌توان به کمبود کربن ارتباط داد. برای اثبات این موضوع نمونه‌ای با کربن بیشتر از مقدار استوکیومتری

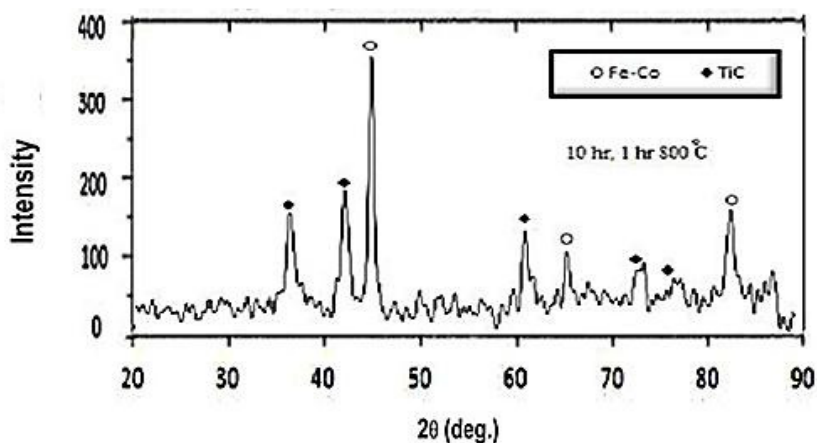


شکل ۲- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ی ۱۰ ساعت آسیاب شده با کربن بیشتر از مقدار استوکیومتری

Fig. 2. XRD patterns of 10h milled powder with carbon more than Stoichiometry.

لوله‌ای در اتمسفر آرگون آنیل گردید و الگوی پراش اشعه ایکس آن مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ی آنیل شده است؛ که پیک‌های آهن-کبالت و کاربید تیتانیم به دلیل کریستاله شدن و از بین رفتن کرنش شبکه به پیک‌های تیز و مجزا تبدیل گشته‌اند.

همچنین در کنار پیک (۲۰۰) کاربید تیتانیم در شکل ۱، پیک (۱۱۱) آهن-کبالت نیز وجود دارد که به علت نزدیک بودن مکان پیک آنها و پهن شدن پیک‌ها در اثر آسیاب‌کاری، با یکدیگر تداخل کرده‌اند. برای مشخص شدن بهتر شکل پیک‌ها نمونه‌ی ۱۰ ساعت آسیاب‌کاری شده در دمای  $800^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت در کوره‌ی

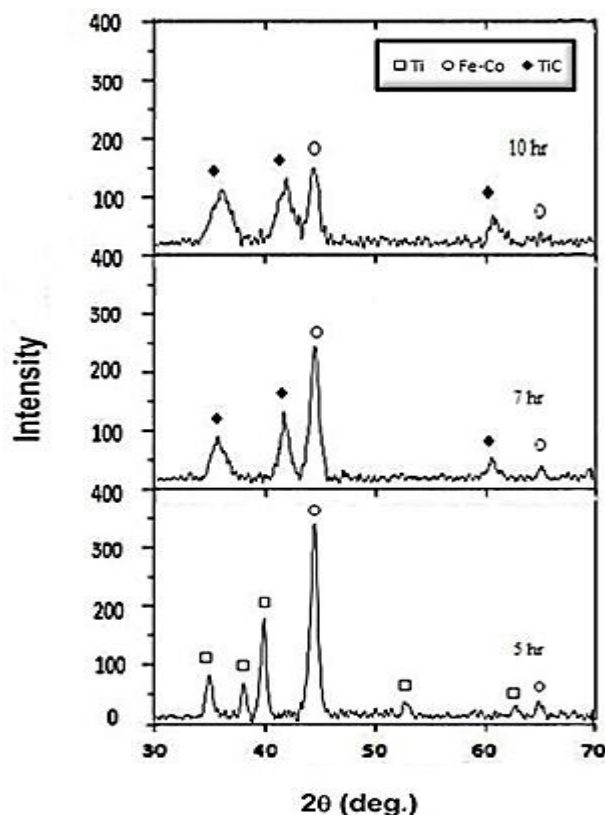


شکل ۳- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ی ۱۰ ساعت آسیاب‌کاری و آنیل شده

Fig. 3. XRD patterns of 10h milled powder after annealing.

که این موضوع باعث افزایش انحلال پذیری کبالت در آهن شده به طوری که پس از پنج ساعت آسیاب کاری پیک‌های کبالت کاملاً حذف می‌شوند. محققین دیگری تشکیل محلول جامد آهن-کبالت پس از چهار ساعت آسیاب کاری را گزارش نموده‌اند [۱۵]. پیک‌های تیتانیم بعد از پنج ساعت آسیاب کاری هنوز وجود دارند و هیچ کاربیدی تشکیل نشده است. پس از هفت ساعت آسیاب کاری پیک‌های کاربید تیتانیم به صورت ناگهانی تشکیل شده‌اند که نشان دهنده انجام واکنش احتراقی است. با ۱۰ ساعت آسیاب کاری از شدت پیک‌ها (به دلیل ریز شدن کریستال‌ها) کاسته شده است.

برای بررسی اثر مواد اولیه بر روی مکانیزم سنتز کامپوزیت FeCo-TiC به روش آلیاژسازی مکانیکی، به جای پودر فروتیتانیم از پودرهای تیتانیم و آهن خالص استفاده گردید. مخلوط پودری تیتانیم، آهن و کبالت خالص به همراه گرافیت (در شرایط یکسان با حالت قبل) به مدت پنج، هفت و ۱۰ ساعت آسیاب گردیدند. الگوی پراش آنها در شکل ۴ نشان داده شده است. همانطور که ملاحظه می‌شود پس از پنج ساعت آلیاژسازی مکانیکی، پیک‌های کربن به دلیل آمورف شدن در اثر آسیاب کاری حذف شده‌اند و اتم‌های کبالت در شبکه کریستالی آهن حل گردیده‌اند. شعاع اتمی کبالت و آهن نزدیک هستند؛



شکل ۴- الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودری شامل تیتانیم، آهن، کبالت و گرافیت آسیاب کاری شده در زمان‌های مختلف

Fig. 4. XRD patterns of the Fe, Ti, Co, C powder mixture at various milling time

توجه شده است که چون انرژی اکتیواسیون فرمول ۱ کمتر از انرژی اکتیواسیون فرمول ۲ می‌باشد؛ بنابراین تشکیل TiC از فروتیتانیم راحت‌تر و سریع‌تر صورت می‌گیرد [۶]؛ ولی بخاطر گرمای تشکیل پایین کاربید تیتانیم از این ترکیب، واکنش به صورت تدریجی در حین آسیاب‌کاری ادامه می‌یابد. تشکیل کاربید تیتانیم از مخلوط پودری شامل تیتانیم خالص به علت انرژی اکتیواسیون بالاتر با تأخیر بیشتری انجام می‌گیرد ولی گرمای واکنش به قدری بالاست که تشکیل کاربید تیتانیم، یکباره در سرتاسر نمونه به صورت خود پیشرونده صورت می‌گیرد. همانطور که در الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودری شامل فروتیتانیم که ۱۰ ساعت آسیاب شده ملاحظه می‌شود (شکل ۱) به دلیل پهن شدن پیک‌های کاربید تیتانیم و محلول جامد آهن-کبالت و نزدیکی مکان پیک این دو فاز، همپوشانی پیک‌ها رخ داده است؛ در نتیجه امکان اندازه‌گیری پهنای پیک در نیمی از ارتفاع (FWHM) وجود ندارد به همین دلیل از الگوهای پراش نمونه‌ی آنیل شده (شکل ۳) برای بدست آوردن اندازه‌ی متوسط کریستال‌ها استفاده شد. می‌توان گفت اندازه متوسط کریستال‌های نمونه‌ی آسیاب‌شده کمتر از اندازه کریستال‌های نمونه‌ی آنیل شده است. اندازه متوسط کریستال‌ها از رابطه ویلیامسون-هال طبق رابطه ۳ بدست آمد.

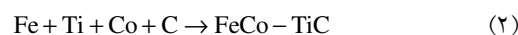
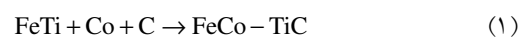
$$b \cos \theta = \frac{0.9\lambda}{D} + 2\varepsilon \sin \theta \quad (3)$$

که  $b$  پهنای پیک در نیمی از ارتفاع (FWHM)،  $\theta$  زاویه پراش،  $\varepsilon$  کرنش شبکه،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس که در اینجا برابر  $1.54059 \text{ \AA}$  است.

اندازه‌ی متوسط کریستال‌ها در نمونه‌ی ۱۰ ساعت آسیاب و آنیل شده،  $138 \text{ nm}$  محاسبه شد. در مورد مخلوط پودری

واکنش‌ها در حین آسیاب‌کاری به دو صورت انجام می‌گیرند: الف) واکنش‌هایی که در حین آسیاب‌کاری شروع و با افزایش زمان آسیاب‌کاری به تدریج تکمیل می‌گردند. در این گونه واکنش‌ها گرمای تشکیل محصولات پایین‌تر از گرمای لازم برای فرآیندهای خود پیشرونده است. ب) واکنش‌هایی که در حین آسیاب‌کاری آغاز و به صورت ناگهانی تکمیل می‌گردند (MASHS)<sup>۱</sup>. در این گونه واکنش‌ها گرمای تشکیل محصولات برای شروع فرآیندهای خود پیشرونده دما بالا کافی است.

با تغییر مواد اولیه در این تحقیق مکانیزم تشکیل کامپوزیت FeCo-TiC عوض شد. پس از پنج ساعت آسیاب‌کاری مخلوط پودری شامل فروتیتانیم، کبالت و گرافیت، اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم تشکیل گردید ولی گرمای حاصل از تشکیل کاربید تیتانیم از این مخلوط پایین‌تر از گرمای لازم برای شروع فرآیند خود پیشرونده دما بالا بود بنابراین واکنش (طبق فرمول ۱) به صورت تدریجی در حین آسیاب‌کاری تکمیل گردید. با پنج ساعت آسیاب‌کاری مخلوط پودری شامل تیتانیم، آهن، کبالت و گرافیت هیچ واکنشی رخ نداد ولی با هفت ساعت آسیاب‌کاری، واکنش تشکیل کاربید تیتانیم (طبق فرمول ۲) به صورت ناگهانی انجام گرفت.



نکته جالب دیگر اینکه، تیتانیم با وجود فعال بودن نسبت به فروتیتانیم زمان تأخیر شروع واکنش (تشکیل کاربید تیتانیم) طولانی‌تری دارد و پس از هفت ساعت آسیاب‌کاری، کاربید تیتانیم تشکیل می‌شود؛ در حالی که با پنج ساعت آسیاب‌کاری مخلوط پودری شامل فروتیتانیم اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم به وجود می‌آیند. این موضوع در فرآیندهای سنتز احتراقی نیز به چشم می‌خورد و اینگونه



تیتانیم دارای ساختار مکعبی مانند NaCl است و پارامتر شبکه آن توسط قانون براگ قابل محاسبه می باشد:

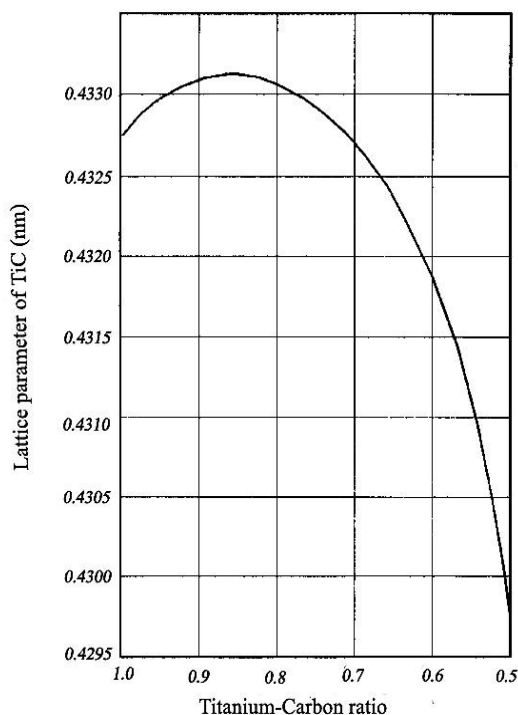
$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

پارامتر شبکه‌ی کاربید تیتانیم در مخلوط پودری شامل فروتیتانیم که ۱۰ ساعت آسیاب کاری شده،  $4/295 \text{ \AA}$  و برای مخلوط پودری شامل تیتانیم خالص که ۱۰ ساعت آسیاب شده،  $4/292 \text{ \AA}$  می باشد؛ که اختلاف زیادی با هم ندارند. در هر حال با استفاده از پارامتر شبکه بدست آمده و اطلاعات شکل ۵ ملاحظه می شود که کاربید تولیدی استوکیومتری نبوده و به صورت  $\text{TiC}_{0.5}$  است؛ یعنی مقدار کربن در شبکه کاربید تیتانیم حدود ۵۰ درصد اتمی است.

شامل تیتانیم خالص که ۱۰ ساعت آسیاب شده، اندازه متوسط کریستالها  $20 \text{ nm}$  محاسبه شد.

کاربید تیتانیم یک ترکیب بین نشین است یعنی اتم کربن در فضاها ی خالی بین اتم های تیتانیم جای می گیرند. اصولاً کاربیدهای بین نشین از جمله کاربید تیتانیم، ترکیبات غیر استوکیومتری هستند؛ یعنی مطمئناً همه ی فضاها ی بین نشین توسط اتم کربن پر نمی شوند. یکی از راه های بدست آوردن مقدار کربن در کاربید تیتانیم اندازه گیری پارامتر شبکه ی کاربید تیتانیم و انتقال آن بر روی منحنی تغییرات پارامتر شبکه بر حسب میزان کربن موجود در کاربید تیتانیم (شکل ۵) است [۱۶].



شکل ۵- منحنی تغییرات پارامتر شبکه بر حسب میزان کربن کاربید تیتانیم [۱۶].

Fig. 5. Lattice parameter of TiC as a function of it's carbon content [16].

ناگهانی انجام گرفت.

۳- هنگامی که مخلوط پودری شامل فروتیتانیم به مدت پنج ساعت آسیاب شد؛ اولین جوانه‌های کاربید تیتانیم تشکیل و با افزایش زمان آسیاب کاری واکنش به تدریج تکمیل گردید.

۴- پس از پنج ساعت آسیاب کاری مخلوط پودری شامل تیتانیم و آهن خالص هیچ واکنشی رخ نداد ولی با هفت ساعت آسیاب کاری کاربید تیتانیم به طور ناگهانی تشکیل گردید.

۵- پارامتر شبکه‌ی کاربید تیتانیم پس از ۱۰ ساعت آسیاب کاری حدود ۴/۲۹۵ آنگسترم می‌باشد که نشان می‌دهد کاربید تولیدی دارای ترکیب غیر استوکیومتری با فرمول  $TiC_{0.5}$  است.

۶- آسیاب کاری به مدت ۱۰ ساعت باعث تولید کاربید تیتانیم با اندازه متوسط کریستال‌های حدود ۲۰ نانومتر گردید.

۷- بررسی مورفولوژی پودرها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در مراحل اولیه‌ی آلیاژسازی مکانیکی ذرات تغییر فرم داده و ساختار لایه لایه‌ای را ایجاد می‌نمایند و با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۸۰ ساعت، ذرات هم محور با توزیع یکنواخت تولید می‌گردد.

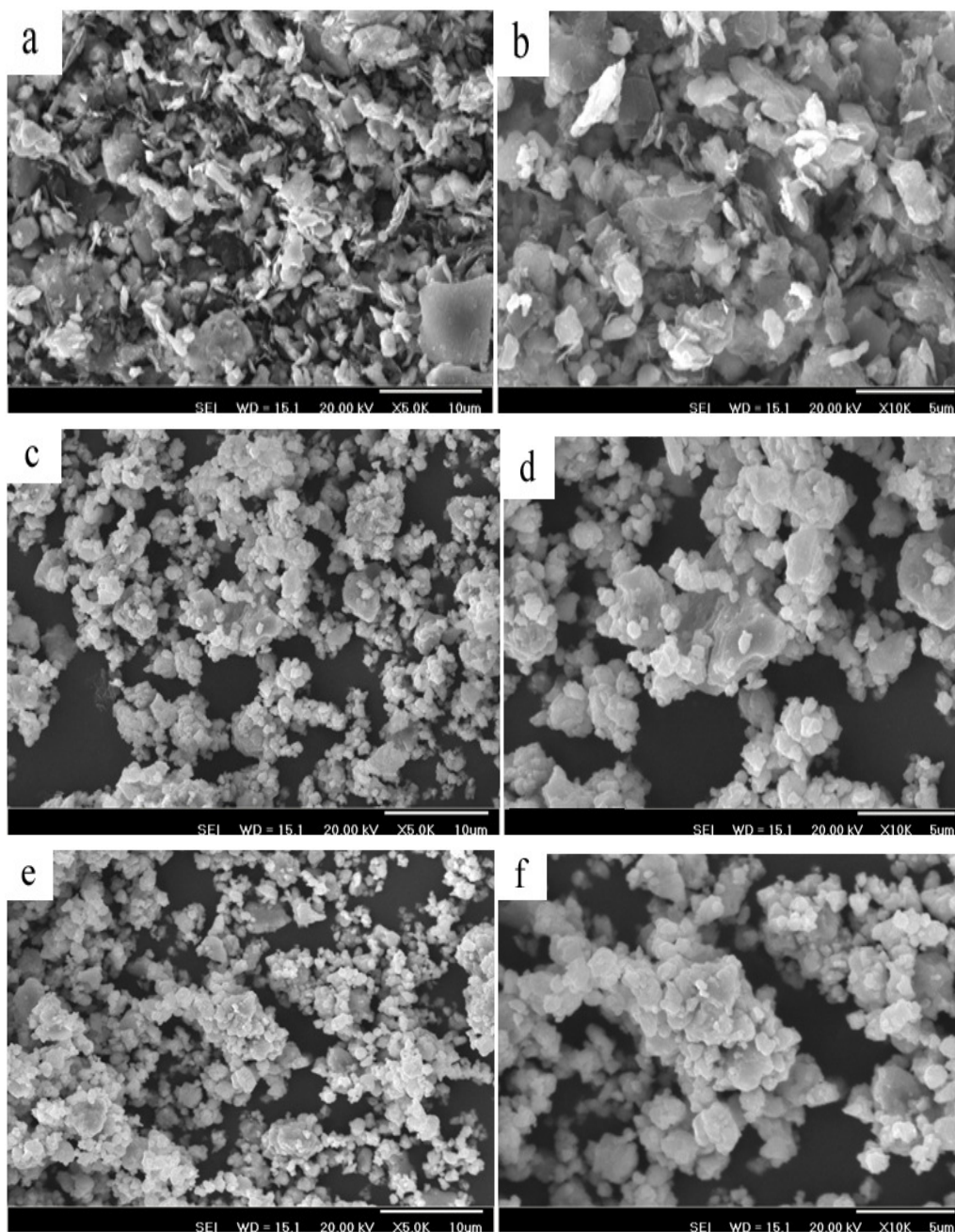
#### تشکر و قدردانی

بدینوسیله از مسئول آزمایشگاه آلیاژسازی مکانیکی دانشکده مهندسی مواد دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد آقای مهندس چمی به دلیل همکاری صادقانه و صمیمانه، تشکر و قدردانی می‌گردد.

بررسی‌های میکروسکوپی نیز نشان داد که در مراحل اولیه آسیاب کاری، ذرات نرم هستند و تمایل آنها به تغییر فرم پلاستیک و جوش خوردن بیشتر بوده و ذرات پهن و بهم جوش خورده، ساختار لایه لایه‌ای را به وجود می‌آورند. در این مرحله محدوده وسیعی از اندازه ذرات ایجاد می‌گردد (شکل ۶a, ۶b). با ادامه تغییر شکل، چگالی نابعایی‌ها در ذرات افزایش می‌یابد و باعث شکست آنها می‌شود؛ البته فرایند جوش سرد نیز در تمام این مراحل اتفاق می‌افتد. به علت برخورد مداوم گلوله‌ها، ذرات به صورت پیوسته و یکنواخت ریز می‌شوند. در نتیجه فواصل بین لایه‌ای کاهش یافته و تعداد لایه‌ها در ذره افزایش می‌یابد. افزایش تعداد لایه‌ها در هر ذره و ریزتر شدن ذرات، باعث بهبود سینتیک واکنش می‌شود و شرایط را برای انجام واکنش فراهم می‌سازد (شکل ۶c, ۶d). با ادامه فرآیند آلیاژسازی مکانیکی اندازه ذرات ریزتر می‌شوند و همچنین توزیع اندازه ذرات یکنواخت‌تر می‌گردد. به طوری که پس از ۸۰ ساعت آسیاب کاری اندازه‌ی متوسط اکثر ذرات در حدود یک میکرومتر می‌باشند (شکل ۶e, ۶f).

#### ۴- نتیجه گیری

۱- پودر کامپوزیتی FeCo-TiC به روش آلیاژسازی مکانیکی و با استفاده از دو نوع ماده اولیه (فروتیتانیم ارزان قیمت و تیتانیم خالص) با موفقیت تولید گردید.  
۲- با تغییر مواد اولیه، مکانیزم انجام واکنش نیز تغییر نمود. هنگامی که مخلوط پودری شامل فروتیتانیم، کبالت و گرافیت آسیاب شد، مکانیزم انجام واکنش تدریجی بود. در حالی که مکانیزم واکنش در حین آسیاب کاری مخلوط پودری شامل تیتانیم، آهن، کبالت و گرافیت به صورت



شکل ۶- تصاویر SEM از پودرهای فروتیتانیم، کبالت و گرافیت در دو بزرگنمایی مختلف بعد از (a,b) یک ساعت (c,d) ۱۰ ساعت (e,f) ۸۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی.

**Fig. 6.** SEM images of the FeTi, Co, C powders at two different magnification after: (a,b)1h; (c,d)10h; (e,f)80h of mechanical alloying.

4, 2004, pp. 171–174.

[8] T.K. Bandyopadhyay, K. Das, "Synthesis and characterization of TiC-reinforced iron-based composites part ii on mechanical characterization", journal of Materials Science, Vol. 39, 2004, pp. 6503–6508.

[9] C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling", Progress in Materials Science, Vol. 46, 2001, pp. 1-184.

[10] M.Sherif, El. Eskandarany, "Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials", William andrew publishing, New York, U.S.A. 2001.

[11] S.Ko, B.Park, H.Hashimoto, T.Abe, Y.Park, "Effect of MA on microstructure and synthesis path of in-situ TiC reinforced Fe–28at.% Al intermetallic composites", Materials Science and Engineering, Vol. A329–331, 2002, pp. 78–83.

[12] M.Krasnowski, A.Witek, T. Kulik, "The FeAl–30%TiC nanocomposite produced by Mechanical alloying and hot-pressing consolidation", Intermetallics, Vol. 10, 2002, pp. 371–376.

[13] M. Krasnowski, T. Kulik, "Nanocomposites obtained by mechanical alloying in Fe–Al–Ti–C system", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 448, 2008, pp. 227–233.

[14] J. J. Zhu, J. Jiang, C. J. H. Jacobsen, X. P. Lin, "Preparation of Fe–Mo–C ternary carbide by mechanical alloying", J. Materials Chemistry, Vol. 11, 2001, pp. 864–868.

[15] S. Garroni, F. Delogu, G. Mulasa, G. Cocco, "Mechanistic inferences on the synthesis of  $Co_{50}Fe_{50}$  solid solution by mechanical alloying", Scripta Materialia, Vol. 57, 2007, pp. 964-967.

[16] H.O. Pierson, "Handbook of refractory carbides and nitrides", Sandia Park, New Mexico, 1996.

پی نوشت:

- 1- Toughness
- 2- Combustion synthesis
- 3- Carbothermic
- 4- Aluminothermic
- 5- Mechanical alloying
- 6- Mechanically Activated Self-Propagating High-Temperature Synthesis

مراجع

[1] Q. Yuan, Y. Zhen, H.Yu, "Mechanism of synthesizing nanocrystalline TiC in different milling atmospheres", Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials, Vol. 27, 2009, pp. 696–700.

[2] K.I. Parashivamurthy, R.K. Kumar, S. Seetharamu, M.N. Chandrasekharaiah, "Review on TiC reinforced steel composites", journal of Materials Science, Vol. 36, 2009, pp. 4519–4530.

[3] B. Gomez, E. Gordo, J.M. Torralba, "Influence of milling time on the processing of Fe–TiCN composites", Materials Science and Engineering, Vol. A 430, 2006, pp. 59–63.

[4] M. Krasnowski, T. Kulik, "Nanocrystalline FeAl matrix composites reinforced with TiC obtained by hot-pressing consolidation of mechanically alloyed powders", Intermetallics, Vol. 15, 2007, pp. 1377-1383.

[5] K. Das, T.K. Bandyopadhyay, S.Das, "A review on the various synthesis routes of TiC reinforced ferrous based composites", journal of Materials Science, Vol. 37, 2002, pp. 3881–3892.

[6] A.Saidi, A.Choursyouthou, J.V.Wood, L.F.Kellie, "Preparation of Fe-TiC composites by the thermal-explosion mode of combustion synthesis", Ceramics International, Vol. 23(2), 1997, pp. 185-189.

[7] I.W.M. Brown, W.R. Owers, "Fabrication, microstructure and properties of Fe–TiC ceramic – metal composites", Current Applied Physics, Vol.