

بررسی پارامترهای موثر بر تف جوشی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ سنتز شده به روش مکانوشیمیایی و ارزیابی خواص مکانیکی آن

مهدی شاه بندری سورانی^{۱*}، رضا ابراهیمی کهریزسنگی^۲ و ابراهیم کریمیان^۳

چکیده

تف جوشی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ سنتز شده به روش مکانوشیمیایی بمنظور بهبود خواص آن مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور، ابتدا مواد اولیه شامل پودر آلومینیوم (Al)، اکسید تیتانیوم (TiO_2) و اکسید بور (B_2O_3) با نسبت استوکیومتری مخلوط شده و در دمای محیط، در اتمسفر خنثی و در زمان های ۲/۵، ۶ و ۱۰ ساعت آسیاب شدند. آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) بمنظور تعیین نوع فازهای تشکیل شده و اندازه دانه های کریستالی مورد استفاده قرار گرفت. در ادامه جهت بررسی رفتار تف جوشی نانوکامپوزیت آلومینا-دی بوراید تیتانیوم و آماده سازی بدنه با چگالی بالا، پودرهای تهیه شده در فشار ۷۰۰MP پرس و مقادیر چگالی و تخلخل اندازه گیری شدند. سپس نمونه ها داخل کوره در اتمسفر خنثی در دماهای ۱۱۰۰ تا ۱۴۰۰°C و زمان های ۱ تا ۴ ساعت تف جوشی شدند. در نهایت، خواص نهایی قطعه از جمله استحکام فشاری، سختی و چگالی در جهت بهینه سازی دما و زمان تف جوشی مورد بررسی قرار گرفت. هم چنین، ریخت شناسی و اندازه ذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) بررسی شد. نتایج بدست آمده نشان دادند که تف جوشی در دمای ۱۴۰۰°C به گونه کامل انجام گرفته است. در این دما، نمونه دارای بیشترین مقدار چگالی ($3/8g/cm^3$) و هم چنین، دارای سختی ۹۲۷ HV و استحکام فشاری ۵۰۰MPa می باشد.

واژه های کلیدی: نانوکامپوزیت، آلومینا-دی بوراید تیتانیوم، سنتز مکانوشیمیایی، تف جوشی.

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد.

۲- دانشیار دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد.

۳- استادیار دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد.

*- نویسنده مسئول مقاله: m.shahbandary@gmail.com

پیشگفتار

TiB_2 به دلیل قابلیت هدایت الکتریکی بالا و خواص مکانیکی ممتاز از جمله استحکام، نقطه ذوب، سختی و مقاومت به سایش بالا و وزن مخصوص نسبتاً کم (g/cm^3) (۴/۳۸) مورد توجه بسیار می باشد [۱]، اما TiB_2 دارای خواص ضعیفی از جمله چقرمگی شکست و استحکام ضربه پایین می باشد. همچنین، به دلیل قابلیت تف جوشی کم، کاربرد این ماده در تجهیزات نظامی، تجهیزات برش، مواد مقاوم به سایش و کاتد در کوره های پالایش آلومینیوم محدود شده است. ساخت کامپوزیت یک روش جهت برطرف کردن برخی از این مشکلات می باشد.

کاربرد کامپوزیت های سرامیکی مانند کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ باعث بهبود خواص مورد نظر می شود. لذا، این کامپوزیت ها جایگزینی مناسب در کاربردهای ذکر شده و همچنین، در جذب امواج الکترومغناطیس می باشند. کامپوزیت های $Al_2O_3-TiB_2$ را می توان به روش های گوناگون از جمله سنتز احتراقی^۱ (SHS)، آلیاژسازی مکانیکی^۲ (MA)، اکسیداسیون مستقیم فلز^۳ (DIMOX) و روش مکانوشیمیایی تولید کرد [۳ و ۲]. فرآیند مکانوشیمیایی یکی از روش های سنتز درجا^۴ کامپوزیت ها می باشد.

واکنش احیای برخی از اکسیدها از قبیل TiO_2 ، NiO و B_2O_3 به وسیله Al با آزاد کردن گرمای زیادی همراه بوده و به صورت احتراقی انجام می شود [۴]. محمد شریفی و کریمزاده در سیستم سه تایی $Al-B_2O_3-Ti$ و همچنین، خاقانی و ابراهیمی نیز در سیستم سه تایی $Al-TiO_2-B_2O_3$ انجام واکنش آلومینوترمیک در حین فرآیند آسیاکاری و تولید فرآورده ها به روش^۵ (MSR) گزارش کردند [۵ و ۶]. بمنظور استفاده بهینه از خواص منحصر به فرد مواد نانو کریستالی، پودرهای با دامنه نانومتر بمنظور تعیین خواص معین از جمله شکل و اندازه فشرده می شوند. تلاش برای فشرده سازی و تف جوشی نانوپودرها از حدود سال ۱۹۶۸ آغاز شد. این تلاش ها

مربوط به تف جوشی MgO بمنظور دست یابی به رفتار سوپر پلاستیک بوده است [۷]. در دهه ۹۰ بر نیاز به روش های تجدیدپذیر تولید نانو پودرها در مقیاس بزرگتر با حفظ خواص نانومتری تاکید شد. با گذشت یک دهه، پیشرفت شایان توجهی در روش و تئوری نانو تف جوشی در تولید ذرات متراکم با اندازه دانه نانو متری (اندازه کم تر از ۱۰۰ نانومتر) بدست آمده است. بمنظور تولید کامپوزیت های سرامیکی با چگالی بالا و در دماهای نسبتاً پایین، روش های تف جوشی گوناگون از جمله پرس گرم و پرس ایزواستاتیک گرم انتخاب می شود.

کیمورا و همکارانش رفتار تف جوشی کامپوزیت های $Al_2O_3-TiB_2$ و نقش TiB_2 در متراکم سازی را بررسی نمودند [۸]. همچنین، ربیع زاده و همکارانش تف جوشی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ حاصل از آسیاکاری به کمک روش سل-ژل و نیز اثر شرایط فرآیند بر رفتار تف جوشی، ریزساختار، دانسیته و سختی نمونه های متراکم را بررسی نمودند [۹].

به دلیل این که TiB_2 دارای خواص مکانیکی عالی می باشد و همچنین، به گونه موثر مانع از رشد دانه های Al_2O_3 می شود، بتازگی علاقه زیادی به تولید کامپوزیت های زمینه سرامیکی با تقویت کننده TiB_2 از جمله کامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ وجود دارد.

در این پژوهش به بررسی تف جوشی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ که به روش سنتز مکانوشیمیایی و با استفاده از مواد اولیه ارزان قیمت شامل Al ، TiO_2 و B_2O_3 که به وسیله آقایان خاقانی و ابراهیمی تولید شده است پرداخته می شود [۶ و ۱۰]. تاکنون پژوهش متمرکز روی تف جوشی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ تولید شده به روش سنتز مکانوشیمیایی انجام نشده و از این حیث این پژوهش دارای نوآوری می باشد. در نهایت، خواص نهایی از جمله سختی، استحکام فشاری و چگالی بدست آمده و همچنین، ریزساختار نهایی نمونه ها مورد بررسی قرار می گیرد.

مواد و روش های آزمایش

مواد اولیه مورد استفاده شامل پودر آلومینیوم فلزی، اکسید تیتانیوم و اکسید بور تولید شده به وسیله شرکت

¹ - Self-Propagation of High Temperature Synthesis
² - Mechanical Alloying
³ - Direct Metal Oxidation Method
⁴ - In- Situ Synthesis
⁵ - Mechanically induced self-sustaining reactions

سختی سه نقطه از هر نمونه اندازه گیری و مقدار میانگین سختی به عنوان سختی نمونه انتخاب شد.

همچنین، استحکام فشاری نمونه‌ها با استفاده از دستگاه آزمون فشار بر اساس استاندارد ASTM با شماره E9 و با نرخ کرنش ۰/۵mm/min اندازه گیری و مقایسه شد.

بمنظور ارزیابی ریخت شناسی پودر تهیه شده و همچنین، نمونه های متراکم از میکروسکپ الکترونی روبشی استفاده شد که به دلیل نارسا بودن نمونه ها، روی نمونه ها لایه نازکی از طلا پوشش داده شد.

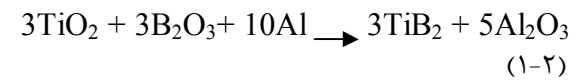
نتایج و بحث

شکل ۱ نتایج آنالیز XRD پودر نانوکامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ آسیاکاری شده در زمان های ۲/۵، ۶ و ۱۰ ساعت را نشان می‌دهد. بمنظور بررسی تغییرات فازی فرآورده های تولید شده، عملیات آسیاکاری فرآورده ها در زمان های گوناگون انجام گرفت. با توجه به شکل مشخص می‌شود که افزایش زمان آسیاکاری تاثیری روی نوع فرآورده‌ها ندارد و نوع فرآورده ها در همه زمان های آسیاکاری ثابت می باشد. گفتنی است با توجه به آلوده ساز بودن روش آسیاکاری امکان وجود آلودگی در فرآورده ها وجود دارد لذا، در حالت کلی جهت حذف آلودگی‌های موجود در فرآورده ها تولید شده یک مرحله اسید شویی رقیق انجام می گیرد که با توجه به موضوع این پژوهش از این موردها چشم پوشی شده است.

همان‌گونه که در شکل مشخص است، پس از ۲/۵ ساعت آسیاکاری واکنش تولید آلومینا و دی بوراید تیتانیوم به گونه کامل انجام گرفته است. پیک های تشکیل شده پس از ۲/۵ ساعت آسیاکاری باریک بوده و دارای شدت مناسبی هستند که این مسئله نشان می دهد فرآورده‌ها آمورف نبوده و گرمای آزاد شده در حین واکنش موجب افزایش دمای محیط و تبلور فرآورده‌ها می شود. با افزایش زمان آسیاکاری تنها کاهش تدریجی شدت پیک‌ها در مقابل افزایش پهنای آنها مشاهده می شود. با افزایش زمان آسیاکاری شدت دیگر پیک های فرآورده‌ها بجز پیک‌های آلومینا و دی بوراید تیتانیوم به تدریج کاهش می‌یابد.

مرک آلمان با خلوص ۹۹ درصد به ترتیب با میانگین اندازه ذرات ۳-۵، ۳۰-۵۰ و ۲۰-۳۰ میکرومتر می باشد.

فرآیند آلیاژسازی مکانیکی در دستگاه آسیای گلوله ای پر انرژی با گلوله هایی از جنس فولاد انجام گرفت. نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰ به ۱ انتخاب گردید. پس از توزین پودر مواد اولیه بر اساس نسبت های استوکیومتری واکنش (۱-۲) به وسیله ترازوی دیجیتالی با دقت ۰/۱ گرم و بمنظور تولید کامپوزیت $70 \text{ wt } \% \text{Al}_2\text{O}_3 - 30 \text{ wt } \% \text{TiB}_2$ مخلوط مواد اولیه تهیه و داخل محفظه های دستگاه ریخته شدند. بمنظور بررسی اثر زمان آسیاکاری روی خواص تف جوشی این نانوکامپوزیت، مواد اولیه در زمان‌های ۲/۵، ۶ و ۱۰ ساعت تحت آسیاکاری قرار گرفتند. همچنین، بمنظور جلوگیری از اکسید شدن پودرهای آلومینیوم، عملیات آسیاکاری تحت گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ درصد انجام گرفت. البته تمام شرایط آزمایش برای همه نمونه ها یکسان در نظر گرفته شد.



پس از تولید پودر نانوکامپوزیت بمنظور اطمینان از تشکیل فرآورده ها و بررسی اندازه دانه فرآورده ها، آنالیز XRD به وسیله دستگاه Philips Xpert روی فرآورده‌ها انجام گرفت. در ادامه بمنظور آماده سازی نمونه‌های متراکم (خشته)، مقدار ۳g از پودر نمونه های نانوکامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ به گونه جداگانه زیر فشار ۷۰۰MP در دستگاه پرس و قالب سمبه ماتریس متراکم شد.

سپس نمونه های بالک بمنظور بررسی تف جوشی مورد عملیات پخت قرار گرفتند تا بهترین دمای پخت این نانوکامپوزیت بدست آید. البته، بمنظور جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها عملیات تف جوشی تحت اتمسفر گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ درصد انجام گرفت. سرعت گرم کردن برای همه نمونه‌ها یکسان و برابر $10^\circ\text{C}/\text{min}$ تنظیم و نمونه‌ها پس از نگهداری در زمان معین و در دمای مورد نظر داخل کوره سرد شدند. چگالی نمونه ها با استفاده از قانون ارشمیدس و روش غوطه وری اندازه گیری شد. سختی نمونه ها نیز با استفاده از دستگاه سختی سنج و به روش ویکرز با اعمال نیروی ۲۰۰N اندازه گیری شد. بمنظور اطمینان از درستی سختی سختی اندازه گیری شده،

کاهش شدت پیک ها و حذف شدن آنها همان گونه که در شکل ۱ نشان داده شده است، از پیک های با شدت کم تر شروع شده و به آرامی به سمت پیک های با شدت بیش تر (پیک های اصلی) پیش می رود. در حالت کلی عوامل زیادی روی پهن شدگی پیک ها موثر می باشد. برای مثال، نقص شبکه باعث افزایش پهن شدگی می شود که می تواند مستقل یا وابسته به درجه بازتاب باشد. در صورتی که بلور بر اثر آرایه ای از نابه جایی ها (مرز دانه های با زاویه کوچک)، نقص در چیده شدن و دوقلویی ها به حوزه های پراش یکنواخت کوچک تری تقسیم شود، در این صورت پهن شدگی ناشی از کریستالیت ها رخ می دهد. از سوی دیگر، نابه جایی ها، جاهای خالی، اتم های بین نشین و جانشین نیز باعث پهن شدگی ناشی از کرنش می شوند.

بنابراین، با افزایش زمان آسیاکاری انرژی داخلی، نابه جایی ها و سایر عیوب افزایش یافته و از سوی دیگر، کار سرد باعث ایجاد نقص در چیده شدن و هم چینی، کاهش اندازه دانه ذرات پودر می شود. این عیوب باعث تغییر در پارامتر شبکه و فاصله بین صفحات اتمی شده و در نتیجه باعث پهن شدن پیک ها می شوند [۱۰]. افزایش زمان آسیاکاری از یک سو باعث افزایش مقدار کرنش و چگالی عیوب در ذرات پودر می باشد بنابراین، باعث تسریع در تشکیل فاز آمورف می شود، اما از طرف دیگر با افزایش انرژی آسیاکاری حرارت بیش تری تولید می شود که باعث بلوری شدن فازهای آمورف می شود. در نتیجه، تعادل این دو مورد به گونه مستقیم بر بلوری یا آمورف شدن فرآورده ها نهایی موثر است. دمای محیط واکنش یکی دیگر از عوامل مهم است که در صورت افزایش در حین آسیاکاری می تواند مانع از تشکیل فاز آمورف شود.

کوچ و همکارانش تاثیر دمای آسیاکاری بر سینتیک تشکیل فازهای غیر بلوری در ترکیبات بین فلزی را بررسی کردند که نتایج پژوهش نشان دهنده افزایش سرعت تشکیل فاز آمورف با کاهش دمای آسیاکاری می باشد [۷]. یکی دیگر از عوامل موثر در بلوری یا آمورف شدن فرآورده ها، زمان واکنش می باشد. در حین آسیاکاری افزون بر این که باید اجازه تشکیل فاز غیر بلوری داده شود، زمان آسیاکاری باید به گونه ای در نظر گرفته شود

که باعث دگرگونی فاز تعادلی تشکیل شده نگردد. اندازه دانه ها و تغییرات کرنش شبکه پس از انجام آسیاکاری در زمان های گوناگون با استفاده از روش ویلیامسون-هال (رابطه ۳-۱) اندازه گیری شد. برای این منظور، پیک های مشخصی از فرآورده ها انتخاب گردید. برای آلومینا از پیک های (۱۱۰)، (۱۰۱)، (۱۰۴) و برای دی بوراید تیتانیوم از پیک های (۲۰۰)، (۲۰۱) و (۱۱۲) استفاده شد [۱۰].

$$B\cos\theta = 0.9 \lambda/d + 2\eta\sin\theta \quad (1-3)$$

در رابطه (۳-۱) پارامترهای B ، λ ، θ ، d و η به ترتیب، مقدار کل پهنای پیک در نصف ارتفاع ($FWHM$)، طول موج، موقعیت پیک، اندازه بلور و کرنش شبکه می باشد. پس از انجام محاسبات مربوط، اندازه دانه و کرنش شبکه در زمان های گوناگون اندازه گیری و در جدول (۳-۱) ارائه شده است. با توجه به داده های جدول مشاهده می شود که با افزایش زمان آسیاکاری میانگین اندازه کریستالی دانه ها کاهش می یابد. گفتنی است با توجه به این که مواد اولیه در زمان صفر آسیاکاری شامل Al ، TiO_2 و B_2O_3 می باشند و با فرآورده ها واکنش پس از آسیاکاری کاملاً متفاوتند و با فرآورده ها واکنش قابل مقایسه نمی باشند، لذا از ارائه اندازه کریستالی مواد اولیه در جدول (۳-۱) خودداری شده و اندازه کریستالی این مواد در بخش مواد و روش های آزمایش ارائه شده است.

اثر دما و زمان تف جوشی روی خواص مکانیکی

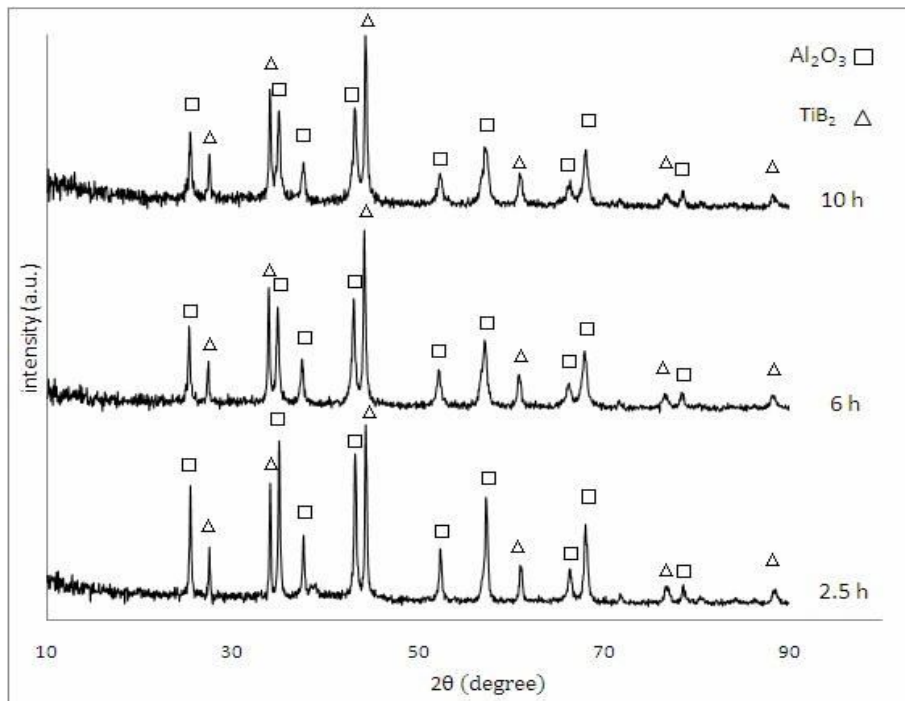
شکل ۲ تغییرات چگالی نمونه های تف جوشی شده در دما و زمان های گوناگون را نشان می دهد. در شکل (۲-۱) الف) تغییرات چگالی نمونه ها نسبت به دماهای گوناگون در زمان ۱ ساعت نشان داده شده است. در این شکل با وجود افزایش دما، چگالی کاهش می یابد. شکل (۲-ب) تغییرات چگالی نمونه ها را در زمان های گوناگون و در دمای $1400^\circ C$ نشان می دهد. با توجه به شکل با افزایش زمان تف جوشی چگالی افزایش می یابد. در این نمودار بیش ترین مقدار چگالی در زمان حدود ۳ ساعت در هر سه نمونه بدست می آید و در زمان ۴ ساعت بر خلاف انتظار به کم ترین مقدار خود می رسد. با مقایسه دو شکل مشخص می شود که با افزایش دمای تف جوشی تا دمای $1400^\circ C$

¹ - Full Width at Half Maximal

تشکیل فاز شیشه مطرح می‌شود، اما با توجه به نتایج آنالیز XRD که شامل فازهای Al_2O_3 و TiB_2 می‌باشد، نمی‌توان این ادعا را پذیرفت [۹].

هم‌چنین، تشکیل فاز شیشه در اثر اعمال کار مکانیکی به عوامل گوناگون از جمله سیستم‌ها بستگی دارد. لذا، با توجه به این‌که این سیستم از نوع سخت - سخت می‌باشد یعنی Al_2O_3 و TiB_2 هر دو از نوع مواد سخت هستند لذا، در این چنین سیستم‌هایی در اثر اعمال کار مکانیکی، بیش‌ترین انرژی صرف خریدایش مواد شده و کم‌تر صرف تغییر شکل پلاستیکی می‌شود. در نتیجه، احتمال تشکیل فاز شیشه کم‌تر است.

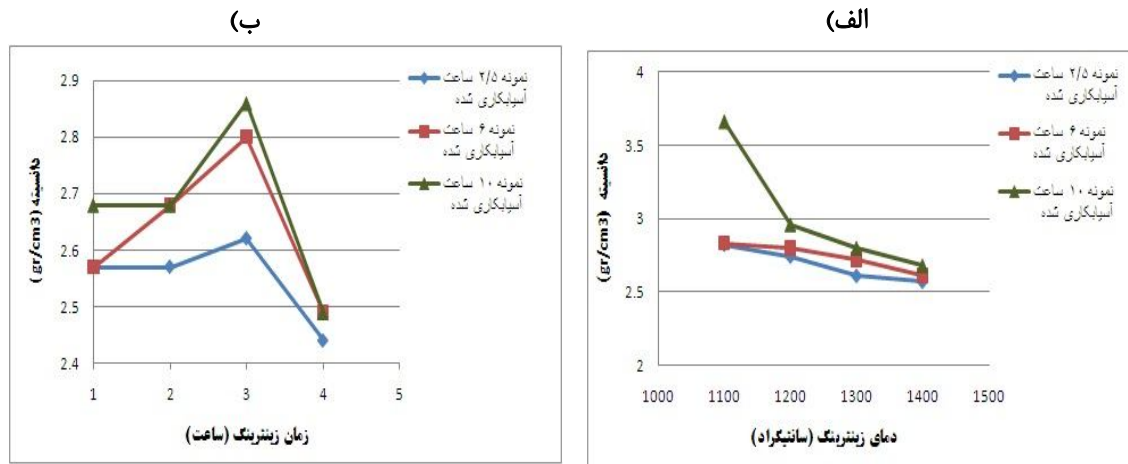
درجه سانتی‌گراد در همه نمونه‌های آسیاکاری شده کاهش محسوس چگالی مشاهده می‌شود که کاهش چگالی همراه با افزایش دما می‌تواند ناشی از تبدیل تخلخل‌های باز به تخلخل‌های بسته در اثر تشکیل فاز مایع و در نتیجه افزایش حجم نمونه باشد، اما با توجه به این‌که دمای تف جوشی این نانوکامپوزیت در روش‌های دیگر بالاتر از 1800°C درجه سانتی‌گراد گزارش شده است، دمای 1400°C درجه سانتی‌گراد به عنوان دمای بهینه تف جوشی انتخاب گردید و با توجه به شکل (۲-ب) تغییرات چگالی در دمای 1400°C درجه سانتی‌گراد و در زمان ۳ ساعت به بیش‌ترین مقدار خود می‌رسد. البته با توجه به منحنی‌های شکل ۲ به دلیل کاهش چگالی احتمال



شکل ۱- نتایج XRD نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های ۲/۵، ۶ و ۱۰ ساعت.

جدول ۱- میانگین اندازه کریستالی و کرنش شبکه فازها در زمان‌های گوناگون آسیاکاری

کرنش شبکه (%)	میانگین اندازه دانه کریستالی (نانومتر)	ماده	زمان آسیاکاری (ساعت)
۰/۲۱	۶۰	Al_2O_3	۲/۵
۰/۳۶	۳۸	TiB_2	
۰/۰۴	۳۶	Al_2O_3	۶
۰/۳۴	۴۲	TiB_2	
۰/۰۷	۳۰	Al_2O_3	۱۰
۱/۳۷	۲۴	TiB_2	

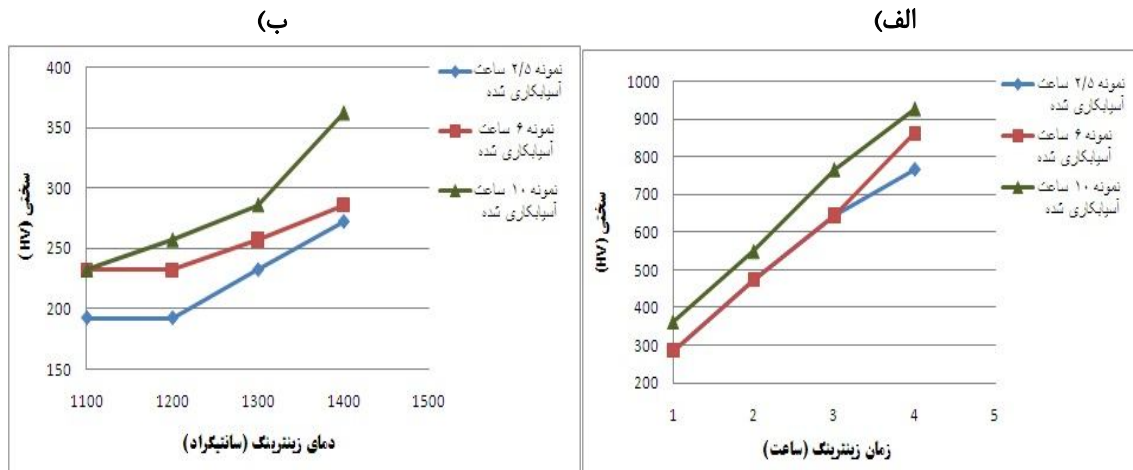


شکل ۲- تغییرات چگالی نمونه های تف جوشی شده (الف) در دماهای گوناگون و زمان (ب) در زمان های گوناگون و دمای $1400^{\circ}C$

Al_2O_3 می باشد. گفتنی است تف جوشی همه نمونه ها در فشار معمولی محیط انجام شده است.

البته، سختی یکی از نمونه های خام پیش از تف جوشی اندازه گیری شد که مقدار آن برابر $55 HV$ می باشد که در مقایسه با نمونه های تف جوشی شده بسیار ناچیز می باشد و با توجه به مقدار سختی نمونه خام، تاثیر فرآیند تف جوشی بر خواص مکانیکی از جمله سختی در این نانوکامپوزیت مشخص می شود. بمنظور اطمینان از نتایج بدست آمده، سختی سه نقطه از هر نمونه اندازه گیری و مقدار میانگین به عنوان سختی نمونه انتخاب شده است.

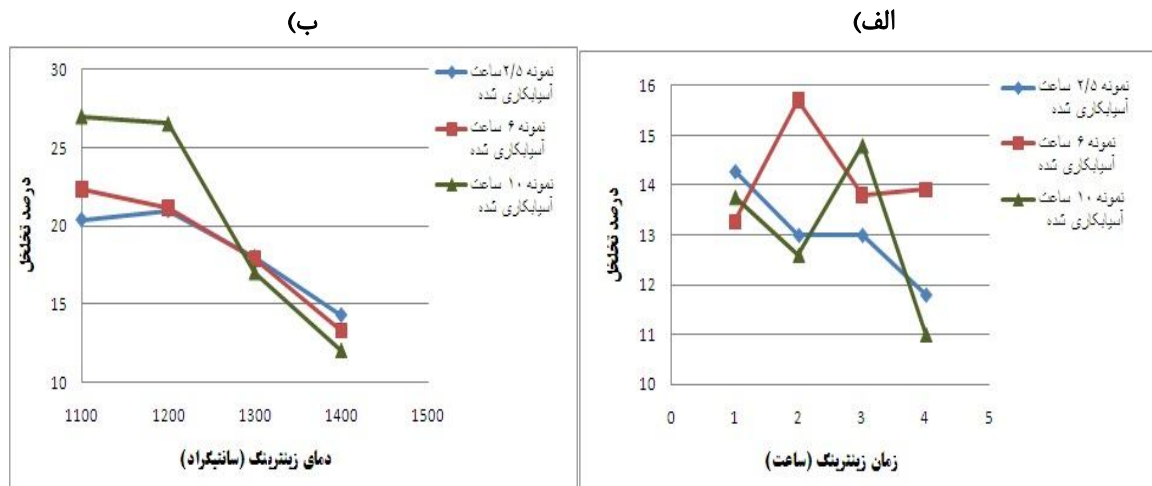
اثر دما و زمان تف جوشی روی سختی نانوکامپوزیت $Al_2O_3-TiB_2$ نیز در شکل ۳ نشان داده شده است. با توجه به شکل (۳-الف) با افزایش دمای تف جوشی در زمان ۱ ساعت، سختی افزایش می یابد که این افزایش در نمونه آسیاکاری شده به مدت ۱۰ ساعت نسبت به نمونه های آسیاکاری شده به مدت ۲/۵ و ۶ ساعت بیشتر می باشد. شکل (۳-ب) نشان دهنده تغییرات سختی نمونه ها در دمای $1400^{\circ}C$ و در زمان های گوناگون می باشد. همان گونه که مشاهده می شود، نمونه ۱۰ ساعته دارای بیشترین مقدار سختی و برابر $927 HV$ می باشد. یکی از دلایل افزایش سختی، پراکندگی ذرات TiB_2 در ساختار و زمینه



شکل ۳- تغییرات سختی نمونه های تف جوشی شده در الف) دماهای گوناگون تف جوشی و ب) زمان های گوناگون تف جوشی در دمای 1400°C

به دو نمونه دیگر بیش تر می باشد که می تواند ناشی از زمان بیش تر آسیاکاری و کوچک تر شدن اندازه دانه ها باشد. شکل (۴-ب) نیز نشان دهنده تغییرات تخلخل در دمای 1400°C و زمان های گوناگون می باشد. با توجه به شکل، با افزایش زمان، تخلخل به صورت نامنظم تغییر می کند، اما در نهایت نمونه ۱۰ ساعت آسیاکاری شده نسبت به نمونه های دیگر کاهش تخلخل بیشتری دارد.

تخلخل نمونه ها نیز همانند سختی و چگالی به عوامل متعددی از جمله نوع و جنس نمونه ها، فشار اعمال شده در حین پرس و هم چین، دما و زمان تف جوشی وابسته می باشد. شکل (۴-الف) نشان دهنده تغییرات تخلخل باز نمونه ها با توجه به تف جوشی در دماهای 1100°C تا 1400°C و زمان ۱ ساعت می باشد. با توجه به شکل با افزایش دمای تف جوشی، تخلخل نمونه ها کاهش می یابد که البته کاهش در نمونه ۱۰ ساعت آسیاکاری شده نسبت



شکل ۴- تغییرات تخلخل نمونه های تف جوشی شده در الف) دماهای گوناگون و زمان ۱ ساعت. ب) در زمان های گوناگون و دمای 1400°C .

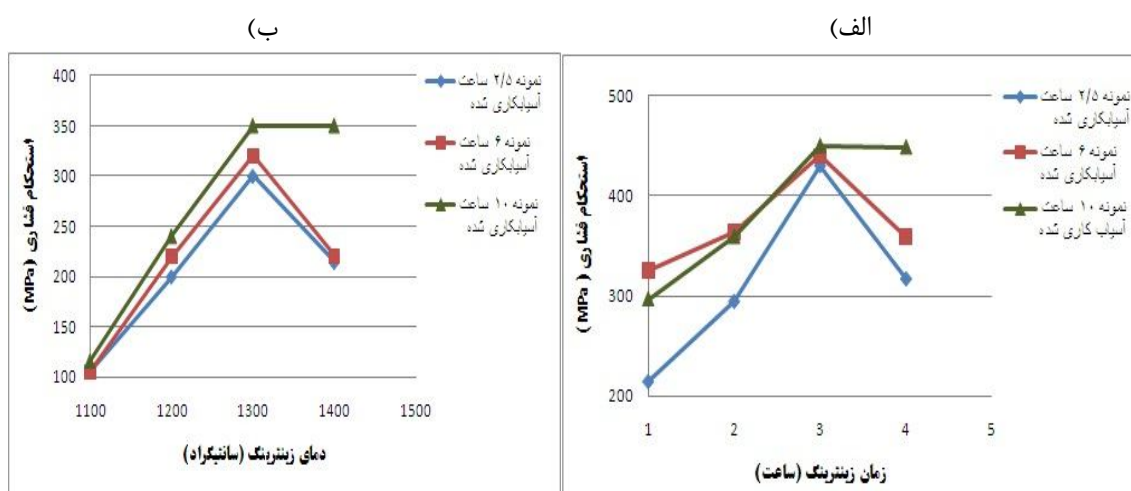
نمونه ۱۰ ساعته افزایش استحکام فشای نسبت به دو نمونه دیگر بیش تر می باشد. شکل (۵-ب) تغییرات استحکام فشاری نمونه های تف جوشی شده در دمای 1400°C و زمان های گوناگون را نشان می دهد. با توجه

تغییرات استحکام فشاری نیز در شکل ۵ نشان داده شده است. با توجه به شکل (۵-الف) با افزایش دمای تف جوشی، استحکام فشاری نمونه ها افزایش می یابد که این پدیده می تواند ناشی از کاهش تخلخل باشد. البته، در

گوناگون مشاهده می شود که استحکام فشاری در دمای $1400^{\circ}C$ و زمان ۳ ساعت بیشترین مقدار است.

جهت بررسی بهتر تاثیر تف جوشی روی استحکام فشاری نمونه های تف جوشی شده، استحکام فشاری نمونه های خام (برابر $19MPa$) اندازه گیری شد که نشان دهنده استحکام پایین نمونه ها پیش از تف جوشی می باشد.

به این منحنی استحکام فشاری هر سه نمونه در دمای $1400^{\circ}C$ و زمان ۳ ساعت به بیشترین مقدار خود رسیده و با افزایش زمان تف جوشی، استحکام فشاری کاهش می یابد که دلیل این امر می تواند ناشی از افزایش زمان تف جوشی و افزایش اندازه دانه ها باشد. در این منحنی هم چنین، مشاهده می شود که نمونه ۱۰ ساعته دارای بیشترین مقدار استحکام فشاری نسبت به دو نمونه دیگر می باشد. با مقایسه استحکام فشاری در دما و زمان های

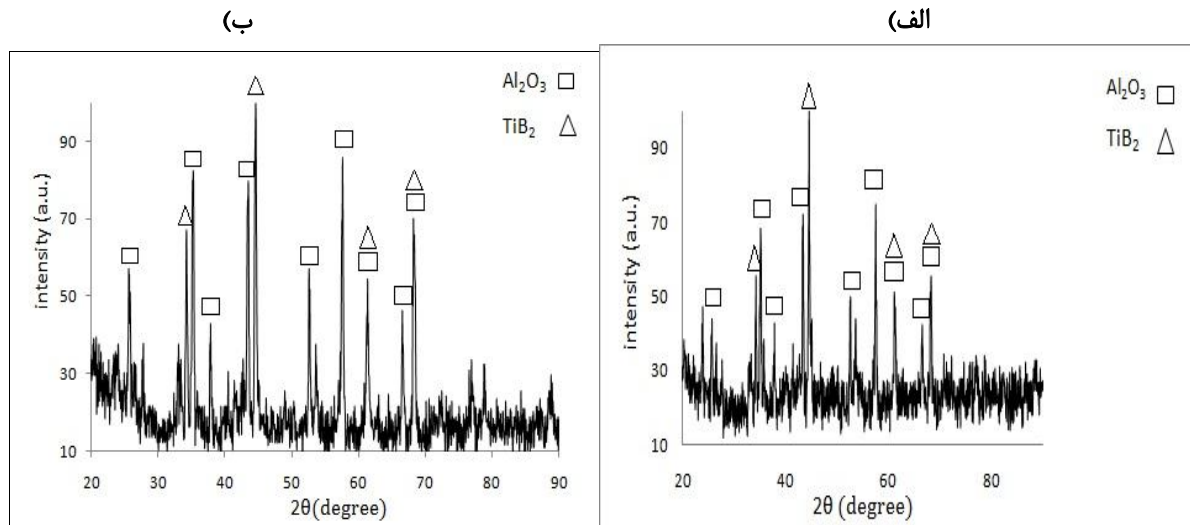


شکل ۵- تغییرات استحکام فشاری نمونه های تف جوشی شده در (الف) دماهای گوناگون و زمان ۱ ساعت و (ب) دمای $1400^{\circ}C$ و زمان های گوناگون.

که پس از انجام تف جوشی در دمای $1200^{\circ}C$ و $1400^{\circ}C$ ، پیک های اصلی مربوط به آلومینا و تیتانیوم دی بوراید می باشد که نشان دهنده عدم انجام واکنش و ایجاد فاز جدید در حین تف جوشی می باشد. گفتنی است که پیک های ضعیف تر نیز مربوط به فازهای Al_2O_3 و TiB_2 می باشد، ولی در شکل از نامگذاری این پیک ها چشم پوشی شده است.

شناسایی فازی و ساختاری (آنالیز XRD) نمونه های تف جوشی شده

بمنظور اطمینان از عدم انجام واکنش های دیگر در حین تف جوشی نمونه ها، دو نمونه ۱۰ ساعته تف جوشی شده در دمای $1200^{\circ}C$ به مدت ۱ ساعت و دیگری در دمای $1400^{\circ}C$ به مدت ۴ ساعت تحت آنالیز XRD قرار گرفتند. شکل های (۶-الف) و (۶-ب) نتایج این آنالیز را نشان می دهد. با توجه به این دوشکل مشخص می شود

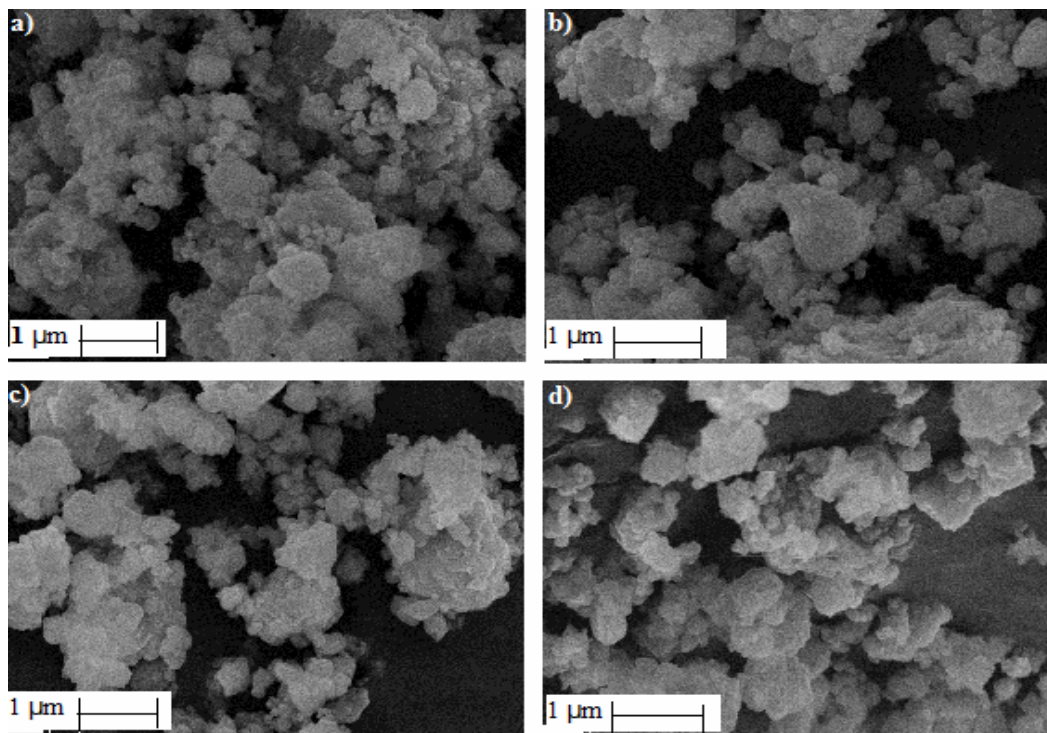


شکل ۶- الف) نتایج آنالیز XRD نمونه ۱۰ ساعته تف جوشی شده الف) در دمای 1200°C و زمان ۱ ساعت، ب) در دمای 1400°C و زمان ۴ ساعت.

مشخصه یابی ریزساختاری نمونه ها

شکل ۷ نشان دهنده تصاویر SEM پودر نمونه های آسیاکاری شده در زمان های ۲/۵، ۶، ۱۰ و ۲۰ ساعت پیش از تف جوشی می باشد. با توجه شکل با افزایش زمان

آسیاکاری ذرات ریزتر شده، ولی با افزایش زمان آسیاکاری و ریز شدن ذرات به دلیل کاهش انرژی سطحی تمایل به خوشه ای شدن افزایش می یابد و موجب تشکیل ذرات بزرگ تر با ساختار لایه ای می شود.



شکل ۷- تصاویر SEM نمونه های آسیاکاری شده به مدت (a) ۲/۵ (b) ۶، (c) ۱۰ و (d) ۲۰ ساعت.

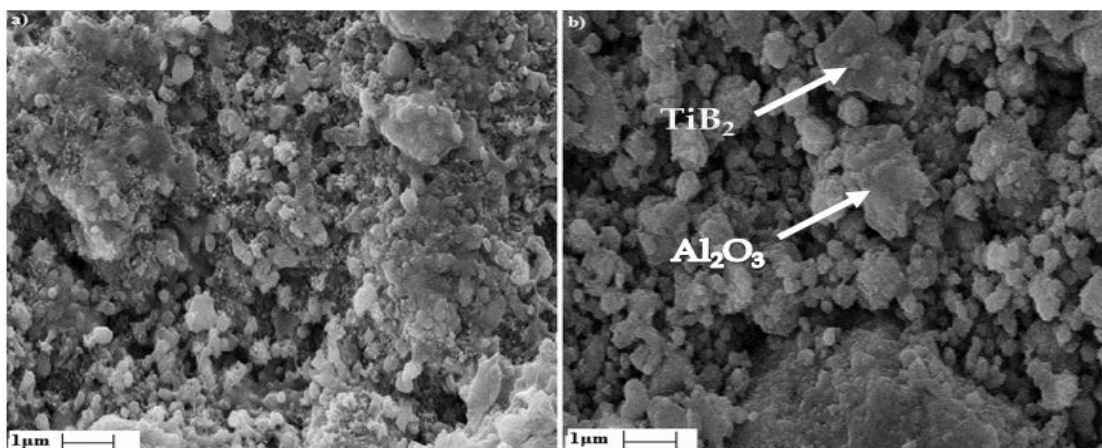
تیره ذرات آلومینا و دانه های کوچک تر و دارای رنگ روشن تر ذرات TiB_2 در ساختار می باشند. همان گونه که در شکل مشخص است، با توجه به شکل نمی توان ادعا

شکل ۸ نشان دهنده تصاویر SEM نمونه های ۲/۵ و ۱۰ ساعت آسیاکاری و تف جوشی شده در دمای 1200°C و زمان ۱ ساعت می باشد. دانه های بزرگ تر و

ندارند لذا، با توجه به این که درصد نسبت وزنی Al_2O_3 به TiB_2 برابر ۷۰ به ۳۰ می باشد، بنابراین فازی که از نظر حجمی مقادیر بیشتری را در تصاویر SEM اشغال کرده، فاز Al_2O_3 می باشد. پس می توان ادعا کرد که Al_2O_3 فاز زمینه و TiB_2 تقویت کننده است.

کرد که در این دما و زمان، تف جوشی به گونه کامل انجام شده است. ساختار نیز دارای تخلخلی باشد که باعث کاهش سختی و استحکام نمونه ها می شود.

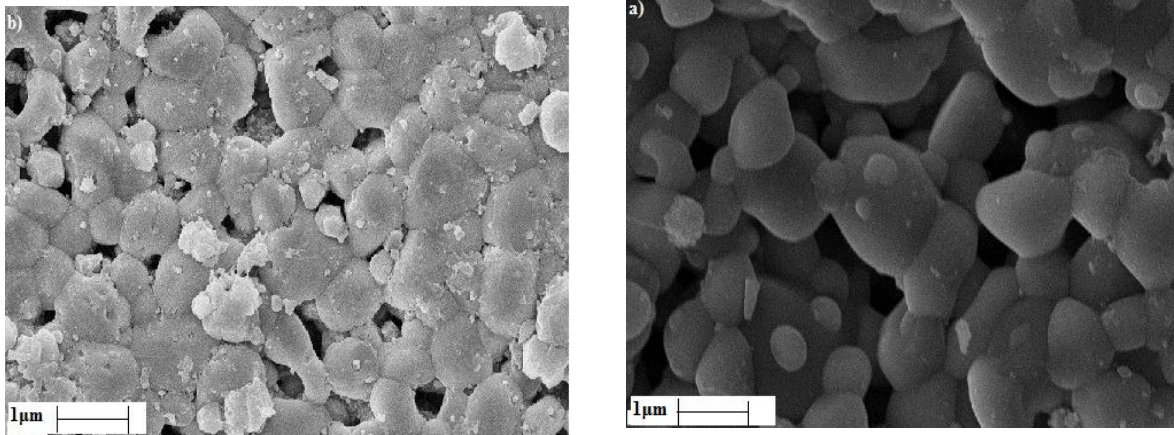
در این نانوکامپوزیت، با توجه به این که چگالی Al_2O_3 و TiB_2 نزدیک به هم می باشد (چگالی Al_2O_3 برابر $3/97 \text{ g/cm}^3$ و TiB_2 برابر $4/38 \text{ g/cm}^3$ است) می توان گفت نسبت وزنی و حجمی دو فاز تفاوت زیادی



شکل ۸- تصویر SEM نمونه های (a) ۲/۵ و (b) ۱۰ ساعت آسیابکاری شده که در دمای 1200°C و زمان ۱ ساعت تف جوشی شده اند.

از ویژگی های این ریزساختارها وجود تخلخل زیاد در بین دانه ها است که نشان دهنده رشد سریع دانه ها می باشد بنابراین، تخلخل ها به دلیل جابه جایی سریع مرز دانه ها به دام می افتند. وجود این تخلخل ها موجب کاهش دانسیته می شود. از این رو، مشکل عمده حذف این تخلخل ها می باشد که نیاز به حرکت آرام مرز دانه ها دارد. وجود فاز TiB_2 به گونه چشمگیری مانع از رشد دانه های Al_2O_3 و در نتیجه کاهش تخلخل در ساختار می شود [۸].

شکل ۹ نمای کلی از ریز ساختار نمونه های ۲/۵، ۱۰ ساعت نانوکامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ تف جوشی شده در دمای 1400°C و زمان ۴ ساعت را نشان می دهد. همان گونه که از شکل مشخص است با توجه به تشکیل حالت گلوبی در بین ذرات می توان ادعا کرد که تف جوشی انجام شده است و با افزایش زمان آسیابکاری افزون بر این که حالت گلوبی بهتر انجام گرفته، همچنین، به نظر می رسد تخلخل نمونه ها نیز کاهش یافته است. البته افزایش زمان آسیابکاری موجب رشد بیشتر دانه ها در شرایط مساوی می شود.



شکل ۹- تصاویر SEM نمونه های (a) ۲/۵ و (b) ۱۰ ساعت آسیاکاری شده که در دمای ۱۴۰۰°C و زمان ۴ ساعت تف جوشی شده اند.

دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد و زمان ۴ ساعت می باشد که شامل بیشترین مقدار سختی و برابر ۹۲۷HV و همچنین، بالاترین استحکام فشاری و برابر ۵۰۰MPa و نیز کمترین مقدار تخلخل (کمتر از ۱۱ درصد) می باشد. در نهایت، دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد و زمان ۴ ساعت به عنوان دما و زمان بهینه بمنظور انجام تف جوشی نانوکامپوزیت $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ سنتز شده به روش مکانوشیمیایی انتخاب شد.

نتیجه گیری

با توجه به داده های بدست آمده از این پژوهش و بحث های انجام شده نتایج نهایی این پژوهش را می توان به صورت زیر خلاصه کرد. نتایج آنالیز XRD فرآورده ها نشان می دهد پس از تف جوشی در کوره تحت اتمسفر خنثی تغییری در نوع فرآورده ها نهایی رخ نمی دهد. با توجه به نتایج، بهترین خواص مکانیکی پس از تف جوشی مربوط به نمونه ۱۰ ساعت آسیاکاری شده و تف جوشی شده در

References

- 1- Y. Han, Y. Dai, D. Shu, J. Wang, and B. Sun, Electronic and Bonding Properties of TiB_2 , Journal of Alloys and Compounds, PP. 327-331. 2007.
- 2- S. Q. Wu, H. G. Zhu and S. C. Tjong, Wear Behavior of In situ Al-Based Composites Containing TiB_2 , Al_2O_3 , and Al_3Ti Particles, Metallurgical and Materials Transactions, Vol 30, PP. 243-248. January 1999.
- 3- Zh. Jinyong, T. Wenjun, F. Zhenegy, W. Weiming, and Z. Qingjie, Fabrication of Homogenous Dispersion $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ composites, Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. PP. 681-683. Aug. 2011.
- 4- R. V. Krishnarao, and J. Subrahmanyam, Studies on the formation of TiB_2 through Carbothermal Reduction

of TiO_2 and B_2O_3 , Materials Science and Engineering, PP. 145-151. June 2003.

- 5- E. MohamadSharifi, F. Karimzade, and M. H. Enayati, Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ Nanocomposite powder by Mechanochemical Reaction between Al, B_2O_3 and Ti, Advanced Powder Technology, PP. 526-531. 2011.

- 6- M.A. Khaghani-Dehaghani, R. Ebrahimi-kahrizangi, N. Setoudeh, and B. Nasiri-tabrizi, Mechanochemical Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ Nanocomposite Powder from $\text{Al-TiO}_2\text{-H}_3\text{BO}_3$ Mixture, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, PP. 244-249. 2011.

- 7- Carl C. Koch, Nanostructured Materials Processing, Properties and Applications, North Carolina State University Raleigh, North Carolina PP. 625, 2002.

8- 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. June 1989.

9- A. Rabiezadeh, A. Ataie, and A. M. Hadian, Sintering of $Al_2O_3-TiB_2$ Nanocomposite Drived from Milling Assisted-Sol-Gel Method, International Journal of Refractory Metals and Hard

Materials, Volume 33, PP.58-64. July 2012.

۱۰- خاقانی دهاقانی، م.، ساخت و مشخصه یابی نانوکامپوزیت‌های $Al_2O_3-TiB_2$ به روش مکانوشیمیایی، دانشکده تحصیلات تکمیلی، دانشگاه آزاداسلامی واحد تهران جنوب، گزارش علمی، بهمن ۱۳۸۹.

۱۱- مینا سعیدی حیدری، حمیدرضا بهاروندی، ناصر احسانی، تحلیل ترمودینامیکی سینتر بدون فشار نانوکامپوزیت B_4C-Si به کمک نرم افزار Factsage، مجله مواد نوین، جلد ۴، شماره ۳، بهار ۱۳۹۳، ص ۷۹-۹۰.