بررسی شرایط سنتز مکانیکی- حرارتی کامپوزیت $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ از پودرهای Al و TiO_2

رحیم یزدانی‌راد*[1]، مسعود مطیعی‌مهر[2]

[1] دانشیار، پژوهشگاه مواد و انرژی

[2] کارشناس ارشد، صنایع هواپیماسازی ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۱/۹/۱۳، تاریخ دریافت نسخهٔ اصلاح‌شده: ۱۳۹۱/۱۰/۱۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۱/۱۰/۱۳

چکیده در این تحقیق سعی شده است تا از طریق انجام ترکیبی از عملیات مکانیکی وحرارتی بر روی پودرهای TiO_2 و Al با نسبت ۱= Al/TiO_2 روشی مناسب برای تولید کامپوزیت ذره‌ای $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ از پودرهای Al و TiO_2 ارائه شود. به‌علاوه اثرات عواملی همچون زمان آلیاژسازی مکانیکی و دمای عملیات حرارتی در دو بازه دمائی پائین و بالا بررسی شد. در مرحله اول به منظور فعال کردن ذرات و انجام آلیاژسازی مکانیکی، پودرهای Al و Tio_2 توسط آسیاب سیاره‌ای آسیاب شدند که باعث فعال شدن ذرات و کاهش اندازه دانه‌های آنها تا ابعاد نانومتری شد. در مرحله دوم به منظور ایجاد انرژی لازم برای عبور از سد واکنش بین Al و Tio_2 و تشکیل ترکیبات بین فلزی Al-Ti به همراه Al_2O_3 نمونه‌ها در کوره تیوپی با اتمسفر کنترل شده Ar در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ ساعت تحت عملیات آنیل قرار گرفت که نتایج حاصله نشان از وجود مقدار اندکی از ترکیبات TiAl، Ti_3Al در محصول نهائی دارد. در مرحله آخر به منظور انجام بهتر واکنش‌های مورد نظر وایجاد پیوندهای محکم بین ذرات و رسیدن به استحکام مکانیکی مناسب، نمونه‌ها تحت عملیات حرارتی در دماهای ۱۲۰۰، ۱۳۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد قرار گرفت که باعث افزایش قابل ملاحظه در میزان تبدیل مواد اولیه به ترکیب‌های بین فلزی Ti_3AlوTiAl به همراه Al_2O_3 گردید.

واژه‌های کلیدی: آلیاژسازی مکانیکی، پودرهای Al و TiO_2، کامپوزیت‌ها.

Parameters Affecting the Mechanochemical Synthesis of $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ Composites from Al and TiO_2 powders

R. yazdani Rad*[1] and M. Motiei Mehr[2]

[1] *Materials and Energy Research center (MERC)*
[2] *Iranian Aircraft Industries*

Abstract $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ composite is produced from Al and TiO_2 particles by a mechanochemical method. The starting powders were first activated by high-energy milling which reduced the grain sizes down to nanometric scale. Then, the milled powders were annealed at 600°C for 5hr in order to decrease the activation energy for the formation of Al_2O_3 and Ti-Al binary compounds. Results indicated the formation of some TiAl and Ti_3Al compounds. However, to complete this process, it was necessary to perform a subsequent heat treatment of the previously anneald samples at 1200, 1300 and 1400°C.

Keyword: Mechanical Alloying, Al and TiO_2 powders, Composites.

* عهده‌دار مکاتبات

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی

تلفن: ۹-۳۶۲۰۴۱۳۱-۰۲۶، دورنگار: -، پیام‌نگار: ryazdani5@yahoo.com

۱- مقدمه

گروهی از ترکیبات بین فلزی[1] که در دو دهه اخیر مورد توجه محققین قرار گرفته و روش‌های تولید و ساخت قطعات صنعتی از آنها نیز به خوبی خواسته‌های طراحان را برآورده کرده است ترکیبات بین فلزی Ti ،AL می‌باشد. این ترکیبات در عین مقاومت دمائی بالا و خوردگی خوبی که از خود نشان می‌دهند. چقرمگی خوبی در دماهای پائین داشته و به عنوان کاندیدای مناسبی برای جایگزینی به جای فلزات دمای بالا مثل سوپرآلیاژها، Ti، ..... مطرح گردیده‌اند. از جمله خواص بارز ترکیبات Ti_3AL,TiAL پایداری خواص مکانیکی در دماهای بالا و حفظ ساختار کریستالی تا نزدیکی نقطه ذوب است خصوصاً در مورد ترکیب TiAL که باعث تمایز آن از دیگر ترکیب‌های بین فلزی شده است [۱].

به علت تمهیدات خاصی که باید برای کنترل کیفیت تولیدی این مواد در پروس‌های تولید به کار رود محققین در صدد ابداع و گسترش روش‌های مناسب و جدید برای تولید این ماده و کامپوزیت‌های آن از مواد ارزان‌تر و با کیفیت بهتر شدند یکی از روشهای مرسوم آزمایشگاهی، نیمه صنعتی و در عین حال ساده برای تولید این ترکیب‌ها و کامپوزیت‌های آنها روش آلیاژسازی مکانیکی[2] است [۲] که اغلب به همراه روش‌های حرارتی برای تکمیل واکنش‌های بین مواد اولیه و تولید مقدار قابل توجهی از ترکیب‌ها با ساختار منظم کریستالی استفاده می‌شود [۳].

ترکیبات بین فلزی خواص خوبی مثل استحکام، مقاومت به خوردگی بالا و مقاومت به اکسیداسیون عالی دارند. با این حال کندی حرکت نابجائی ها خصوصاً در دماهای پائین و کم بودن ضریب پخش نابجائی ها باعث کاهش جنبش آنها و درنتیجه کاهش چقرمگی[3] ترکیبات بین فلزی در دماهای پائین می‌شود. راه‌های مقابله با این نوع خواص را می توان در موارد زیر ذکر کرد:

۱. کاهش اندازه دانه۲
۲. نامنظم کردن شبکه برای بهبود حرکت نابجائی‌ها (سوپر نابجائی‌ها در شبکه‌های غیر منظم وجود ندارد بنابراین تنها نابجائی های تکی برای ایجاد تغییر فرم در ماده نیاز به حرکت دارند.)
۳. بهبود ساختار کریستالی فازها با افزایش تقارن در آنها مثل حالت مکعبی (FCC ،BCC).

آلیاژسازی مکانیکی می‌تواند تمام این سه شرط ذکر شده را ایجاد کند به همین علت به صورت گسترده ای از آن برای تولید ترکیبات بین فلزی استفاده می‌شود [۴].

از تحقیقاتی که در زمینه ترکیبات بین فلزی و ساختارهای مختلف ترکیب‌های Ti-Al انجام شده می‌توان برای تولید کامپوزیت‌ها به صورت تک فاز یا چند فازی، ساخت قطعات صنعتی و کامپوزیت‌های صفحه‌ای، رشته‌ای و ذره‌ای استفاده کرد. با توجه به توانائی ترکیب و سازگاری خوب این مواد با ترکیب‌های مشابه سرامیکی مثل TiC , Al_2O_3 , ... به عنوان ذرات استحکام دهنده[4] با زمینه Ti-Al، می‌توان کامپوزیت‌های مناسبی با خواص جذاب برای کاربردهای مختلف هوائی، دماهای بالا و ...تولید کرد [۱]. نتایج تحقیقات آقای زانگ و همکارانش نشان داده که Al_2O_3 نقش مهمی در کنترل استحکام خمشی و تافنس شکست کامپوزیت دارند. اندازه کوچکتر و درصد حجم کمتر Al_2O_3 باعث افزایش استحکام و تافنش شکست کامپوزیت می‌شود [۵].

1. Intermetallic
2. mechanical alloying
3. Toughness
4. Reinforcing particle

برای ساخت ترکیبات Ti-Al از مواد اولیه متفاوتی می‌توان استفاده کرد مرسوم ترین راه آن استفاده از پودرهای خالص Al و Ti است اگر چه روش آسانی به نظر می‌رسد اما با توجه به آنکه این مواد هر دو نرم هستند در مراحل اولیه آسیاب به علت نرمی بیش از حد به سطح گلوله‌ها و جدار درونی محفظه آسیاب چسبیده و کار را با مشکل مواجه می‌کنند [۶]. اما استفاده از یک ماده نرم (مثل Al) در کنار یک ماده ترد (مثل Tio_2) این مشکل را حل می‌کند [۴]. روش‌های دیگری نیز[1] برای سنتز این ترکیب‌ها از مواد تردی مثل TiH_2 بررسی شده که محصو ل نهائی اغلب یکی از ترکیب‌های Ti_3AL,TiAL بوده [۷]. از روش‌هایی که می‌توان مستقیماً از مواد اولیه، کامپوزیت $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2o_3$ را سنتز کرد روش‌های مکانیکی شیمیائی[1] و مکانیکی حرارتی[2] و یا مخلوطی از این دو روش است [۹ و۸، ۵]. در این روش‌ها ابتدا مواد اولیه مخلوط شده و توسط آسیاب‌های پر انرژی با اعمال ضربه‌های مکانیکی شدید فعال می‌شوند به گونه‌ای که شرایط را برای واکنش بین مواد اولیه از لحاظ سینتیکی و سطح انرژی مهیا می‌سازند.

اگر در حین فعال کردن مکانیکی مواد، شرایط به حد لازم برای انجام واکنش برسد مواد به صورت خود به خود با هم واکنش داده و تولید محصول می‌کنند (روش مکانیکی شیمیائی) [۳]. در غیر این صورت با ادامه فعال‌سازی حرارتی از طریق آنیل یا زینتر کردن، مواد به سطح لازم برای انجام واکنش رسیده و به محصول نهائی تبدیل می‌شوند. در تحقیقات انجام شده برای تولید کامپوزیت $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2o_3$ از مواد اولیه Al وTio_2 به روش صرفاً مکانیکی نتایج چندان امید بخش نبوده ولی استفاده توأم از هر دو روش یاد شده در بالا نتایج بهتری را به دنبال داشته است [۷].

تحقیقات نشان داده که زمان آسیاب زیادی برای تبدیل کامل همه پودرها به ترکیبات مورد نظر نیاز است. اما با استفاده از عملیات حرارتی در کنار آسیاب کردن می‌توان زمان سنتز پودرهای مختلف را به خوبی کاهش داد. علاوه براین انجام عملیات حرارتی و مکانیکی باعث شده که این روش توانائی تولید پودرهای کامپوزیتی را نیز داشته باشد [۱۱ و ۱۰]. همچنین با اعمال عملیات حرارتی در دماهای بالاتر به گونه‌ای که شرایط زینتر برای مواد مهیا شود می‌توان محصولات بالک با ترکیب کامپوزیتی مورد نظر بدست آورد که در صورت اعمال فشار ایزو استاتیک در حین زینتر، قطعه با دانسیته بالاتری تولید می‌شود. این موارد را می‌توان در نتایج تحقیقات فروین و فنگ به خوبی مشاهده کرد [۱۲].

۲- فعالیت‌های تجربی

مواد استفاده شده در این پروژه شامل Al (art1056)، TiO_2 (k348308522) ساخت شرکت Merck با اندازه اولیه پودرهای Al در حدود ۵۰ تا ۶۰ میکرون و TiO_2 کوچکتر از این مقدار حدود ۳۰ تا ۴۰ میکرون بود. آزمایشهای آلیاژسازی مکانیکی در یک دستگاه آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای انجام گرفت. دستگاه شامل دو محفظه آسیاب بر روی یک دیسک گردان و دارای دو شیر برای ورود و خروج گاز وایجاد اتمسفر کنترل شده در درون محفظه بود. سرعت چرخش‌دیسک در توان ۱۰۰ درصد دستگاه حدود ۵۰۰ rpm و سرعت چرخش محفظه‌ها ۱/۸ برابر سرعت‌دیسک بود.

مواد اولیه را به نسبت وزنی Al / TiO_2=۱ با ۳ درصد وزنی اسید استون به عنوان کنترل کننده فرایند (PCA) مخلوط شده و به همراه ترکیبی از ۸ گلوله فولادی با قطر ۱/۵ سانتی‌متر، ۳ گلوله فولادی با قطر ۱/۸ و ۲ گلوله فولادی با قطر ۲ سانتی‌متر با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ در درون محفظه ریخته شد. و از طریق شیرهای محفظه، گاز آرگون را به درون محفظه برای ایجاد اتمسفر آرگون با فشار مثبت ۲ بار دمیده شد.

1. Mechanochemical
2. Thermomechanical

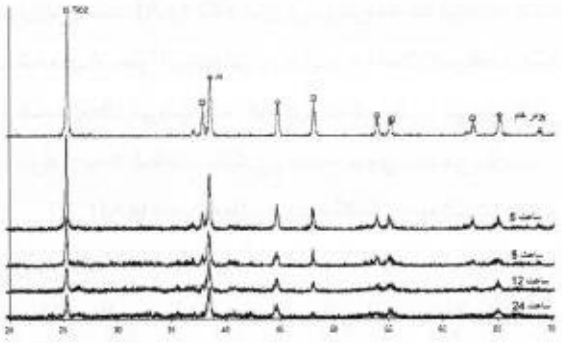
در زمان ۵، ۸، ۱۲ و ۲۴ ساعت با دور دیسک ۲۵۰rpm آسیاب شدند. به علت فعال شدن مواد اولیه و برای جلوگیری از اشتعال آنها در محفظه دستکش کار (GLOVE BOX) با اتمسفر مثبت Ar، به هر محفظه آسیاب ۲ میلی‌لیتر پارافین مایع افزوده و به مدت ۵ دقیقه دوباره آسیاب می شدند تا سطح مواد توسط پارافین پوشیده شده و هنگامی که در معرض اتمسفر محیط قرار می‌گیرند مشتعل نشوند. مواد حاصل از هر بار آسیاب در زمان-های تعیین شده به صورت جداگانه توسط پرس دستی در فشار ۱۵ بار به قرص‌های به قطر یک سانتیمتر تبدیل شدند. در مرحله اول عملیات حرارتی نمونه‌ها در درون کوره تیوبی آزمایشگاهی قرار گرفته و تحت اتمسفر آرگون به مدت ۵ ساعت در دمای ۶۰۰°C آنیل شدند. در مرحله دوم نمونه‌های قرصی شکل آسیاب شده در درون کوره آزمایش‌ها هرکدام به صورت جداگانه تحت آزمایش‌های آنالیز فازی قرار گرفتند. آزمایش‌های فوق توسط دستگاه XRD مدل PW3710 Philips در ولتاژ 40 kV و جریان 30 mA انجام گرفت. بررسی مورفولوژی دانه‌ها و فازها نیز بوسیله دستگاه SEM ساخت شرکت cambridge انجام شد. با توجه به واکنش‌های ممکنه بین این مواد اولیه که در زیر نوشته شده و همگی دارای انرژی آزاد منفی در دمای محیط هستند [۱۳]. تیوپی آزمایشگاهی قرار گرفته و تحت اتمسفر آرگون به مدت یک ساعت در دماهای ۱۲۰۰، ۱۳۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد زینتر شدند. نمونه‌های به دست آمده ازمرحله اول و دوم در صورت تامین مقدار کافی انرژی برای مواد اولیه برای گذشتن از سد سینتیکی واکنش‌ها می‌توان انتظار تشکیل کامپوزیت ذره‌ای Ti-Al-Al_2o_3 با ترکیبات TiAl ،Al_2o_3 و Ti_3Al را داشت [۳].

$$3TiO_2 + 7Al \rightarrow 3TiAl + 2Al_2O_3 \quad \text{(معادله ۱)}$$

$$3TiO_2 + 5Al \rightarrow 1Ti_3Al + 2Al_2O_3 \quad \text{(معادله ۲)}$$

۳- نتایج و بحث

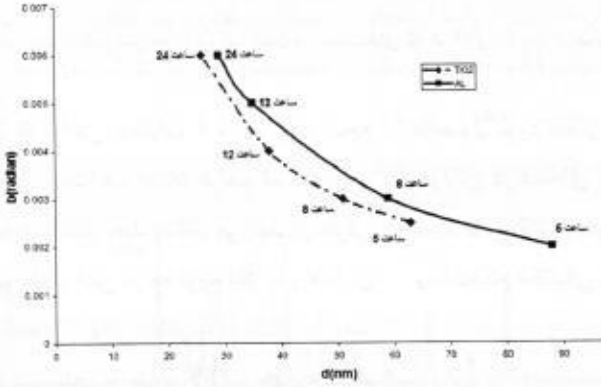
نتایج آزمایشXRD بر روی نمونه‌های آسیاب شده نشان می‌دهد که با افزایش زمان آسیاب از شدت پیک‌های مواد اولیه کاسته و بر پهنای آنها کمی افزوده می‌شود. این وضعیت را می‌توان در شکل ۱ مشاهده کرد. عدم تشکیل پیک مواد محصول مورد انتظار و یا هر ماده فرعی و ناخالص دیگری نشان‌دهنده عدم انجام واکنش بین مواد اولیه است. کاهش شدت پیک‌ها و پهن شدن آنها را می‌توان ناشی از برهم‌خوردن ساختارکریستالی اولیه مواد و تبدیل شدن آنها به مواد آمورف با کریستال‌های کوچکتر دانست [۴]. این نتیجه باتوجه به مکانیزم کاری آسیاب که بر مبنای برخوردهای مکانیکی شدید بین گلوله‌ها، ذرات و محفظه است منطقی به نظر می‌رسد [۱۰].



شکل ۱. طیف پراش پرتو ایکس پودرهای در ساعت‌های مختلف آسیاب

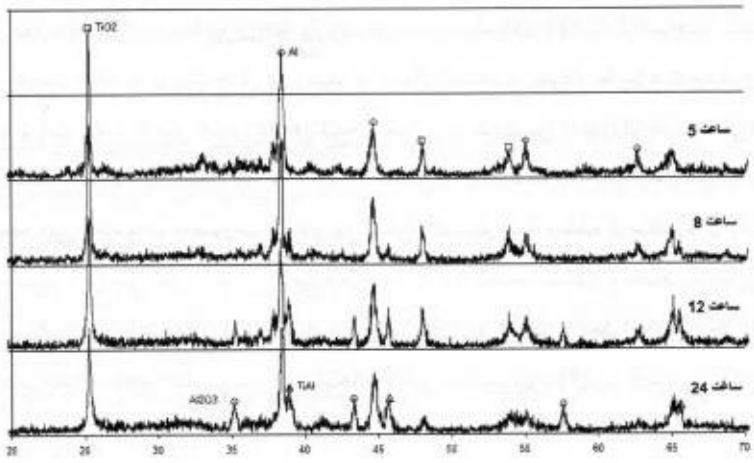
مواد آسیاب شده به علت ضربه‌های ناگهانی اعمالی از طرف گلوله‌های آسیاب، به ترتیب باعث تشکیل نابجائی‌ها، کلاف‌ها، مرزهای فرعی و به دنبال آن مرزهای اصلی می‌دهند که باعث کوچکتر شدن دانه‌های تشکیل شده را در پی دارد. از طریق رابطه شرر می‌توان مقدار کاهش اندازه دانه‌های ذرات را محاسبه کرد [۱۴ و۴]. البته باید توجه داشت این مقادیر محاسبه شده همراه با میکرو تنش‌ها و کرنش‌هایی است که در اثر اعمال ضربه‌های مکانیکی به ذرات در آنها ایجاد می‌شود [۱۴]. با

درنظر گرفتن این موارد به عنوان درصدی از خطا باز هم می‌توان *با استناد به نتایج بدست آمده به این نتیجه‌گیری رسید که اعمال* نیروی ضربه‌ای به ذرات باعث کاهش اندازه دانه‌ها شده و اندازه متوسط دانه‌های تشکیل دهنده پودرهای Al و TiO_2 را کاهش می‌دهد [۱۴]. نتیجه این محاسبات به‌صورت نمودار در شکل ۲ نمایش داده شده است. با بررسی نمودار شکل ۲ دیده می‌شود که با افزایش زمان آسیاب در ساعت‌های اولیه آسیاب (۵ تا ۸ ساعت) مقدار کاهش اندازه دانه‌ها خیلی بیشتر از زمان‌های پایانی آسیاب (۱۲ تا ۲۴ ساعت) است. به عبارتی در زمان‌های پایانی *شیب نمودار با سرعت بیشتری افزایش یافته* و به سمت عمود شدن بر محور d حرکت می‌کند که بیانگر این واقعیت علمی است که افزایش زمان آسیاب باعث افزایش کار سختی و کرنش در شبکه شده و مکانیزم تولید نابجائی‌ها در اثر ایجاد کرنش در شبکه با مکانیزم حذف نابجائی‌ها در اثر بازیابی به تعادل رسیده و از آن به بعد افزایش زمان آسیاب باعث کاهش اندازه دانه‌ها نمی‌شود [۴].



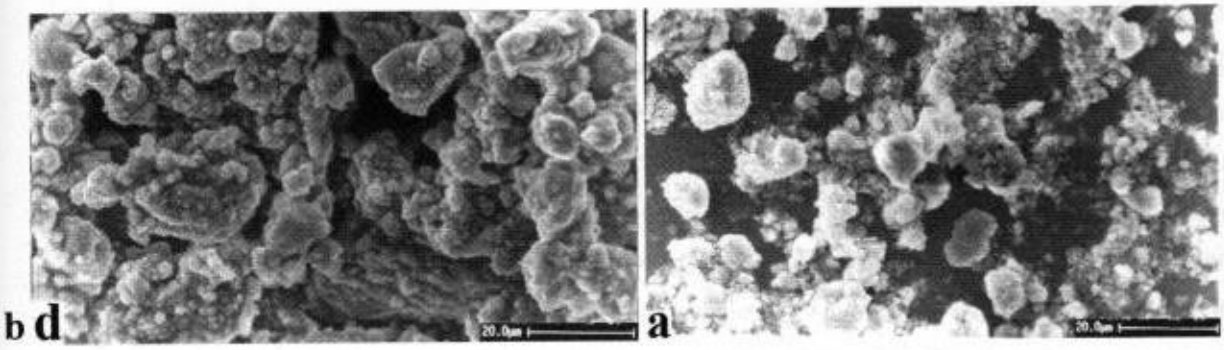
شکل ۲. نمودار کاهش اندازه دانه‌های مواد در اثر آسیاب شدن- b مقدار پهن شدگی نیمه بزرگترین پیک- d اندازه متوسط دانه‌ها بر طبق رابطه شرر

نتایج آزمایش آنالیز فازی نمونه‌ها بعد از عملیات حرارتی در دمای ۶۰۰°C و به مدت ۵ ساعت در شکل ۳ نمایش داده شده همانگونه که دیده می‌شود در نمونه ۵ ساعت آسیاب شده هیچ‌گونه اثری از مواد محصول TiAl، Al_2O_3 و Ti_3Al دیده نمی‌شود. در نمونه‌های ۸، ۱۲و ۲۴ ساعت نیز محصولات با توجه به نسبت پیک‌های مواد اولیه به محصولات به مقدار اندکی تشکیل شده‌اند. هرچند با افزایش زمان آسیاب کردن شدت پیک‌های محصولات افزایش یافته و پیک‌های جدیدی از محصول Al_2O_3 نیز نمایان شده است، اما نسبت زیاد شدت پیک‌های مواد اولیه به محصولات نشان از ناکافی بودن مقدار انرژی اعمالی از طریق روش‌های مکانیکی و حرارتی برای تولید محصولات به مقدار کافی و قابل قبول است. علاوه بر این نمونه‌های قرصی شکل عملیات حرارتی شده استحکام کافی نداشته و به راحتی تبدیل به پودر می‌شوند این مشاهدات را تصویرهای SEM گرفته شده از نمونه ۵ و ۲۴ ساعت آسیاب شده به خوبی تایید می‌کنند. این تصویرها که در شکل ۴ نمایش داده شده حاکی از پیوندهای ضعیف در مقیاس میکروسکوپی است که در بین ذرات تشکیل شده و با افزایش زمان آسیاب مقدار بیشتری از ذرات را به هم متصل کرده است.



شکل ۳. طیف پراش پرتو ایکس نمونه‌های آسیاب شدن در ساعت‌های ۵، ۸، ۱۲ و ۲۴ بعد از عملیات حرارتی در ℃ ۶۰۰ به مدت ۵ ساعت

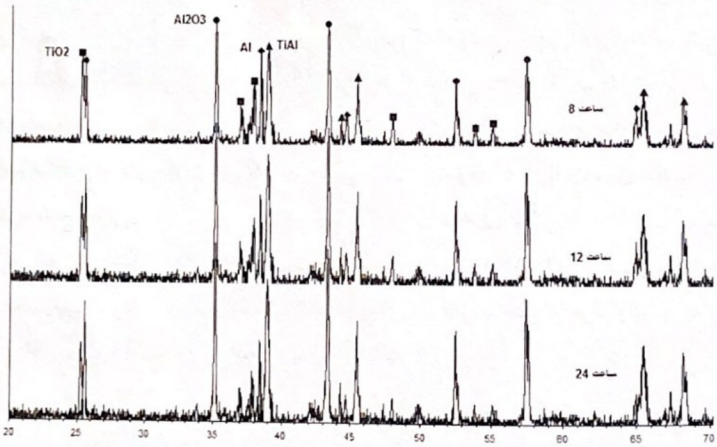
با توجه به زمان ۵ ساعتی عملیات آنیل می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش زمان بیشتر هم امکان فراهم آمدن انرژی اکتیواسیون لازم برای انجام واکنش بعید به نظر می‌رسد. از طرفی عدم تولید محصولات به مقدار قابل توجه لزوم نیاز به راهکاری دیگر برای رسیدن به محصول نهائی مطلوب را نشان می‌دهد. یک راه حل منطقی برای رسیدن به مقدار قابل توجهی از مواد محصول مورد انتظار با استحکام مکانیکی مناسب انجام عملیات حرارتی در دماهای بالاتر می‌باشد تا علاوه بر انجام واکنش‌های مورد نظر مکانیزم‌های نفوذ و زینتر نیز در بین پودرها فعال شده و استحکام مکانیکی مناسب را برای پودر فراهم آورد [۱۵و۱۲].



شکل ۴. تصویرهای SEM از نمونه‌های آسیاب شده در زمانه‌های a) ۵ و b) ۲۴ ساعت و عملیات حرارتی شده در دمای ℃ ۶۰۰ به مدت ۵ ساعت

در اثر عملیات حرارتی در دمای بالا (زینترکردن) قرص نمونه ۵ ساعت آسیاب شده شکل خود را از دست داده و به صورت توده‌ای از مذاب منجمد شده درآمده نشان می‌دهد که درصد زیادی از Al موجود در مواد اولیه به جای واکنش دادن با Tio_2 و تبدیل شدن به TiAl یا Al_2o_3 فقط ذوب و دوباره منجمد شده، چرا که دمای ذوب Al حدود ℃ ۶۰۰ است اما

دمای ذوب TiO_2، Al_2O_3 و TiAl همگی بالاتر از ۱۵۰۰°C می‌باشد. در مورد سه نمونه دیگر ۸، ۱۲و۲۴ ساعت آسیاب شده هیچ گونه تغییر فرم غیرعادی مثل ذوب و منجمد شدن یا تغییر شکل بیش از حدی در نمونه‌ها دیده نشد. طیف پراش اشعه x آنها نیز همانگونه که در شکل ۵ دیده می‌شود شامل ترکیب‌های Al_2O_3، TiAl، TiO_2 و Al است. این رفتار در همه دماهای ۱۲۰۰، ۱۳۰۰ و ۱۴۰۰°C مشاهده شد، با این تفاوت که در نمونه‌های با ساعت آسیاب کمتر شدت پیک‌های مربوط به Al و TiO_2 بیشتر است. با توجه به عدم انجام و یا کم بودن درصد انجام واکنش بین مواد در نمونه کمتر از ۵، زمان آسیاب و انجام آن به اندازه کافی در نمونه ۸ ساعت آسیاب شده (به گونه‌ای که قرص پرس شده شکل خود را ازدست ندهد). می‌توان نتیجه‌گیری کرد که حداقل زمان آسیاب لازم برای رساندن مواد به حالت اکتیو و مخلوط شدن‌کافی مواد اولیه، مقداری بین ۵ تا ۸ ساعت است که بعد از آن می‌توان با انجام عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰°C یا بالاتر، تحت اتمسفر کنترل شده Ar به محصولات کامپوزیتی شامل درصد قابل توجهی TiAl و Al_2O_3 رسید. با افزایش دمای عملیات دیده می‌شود که از شدت پیک‌های Al و TiO_2 کاسته می‌شود که این امری منطقی به نظر می‌رسد، چرا که با افزایش دمای عملیات حرارتی هم انرژی بیشتری به مواد اولیه برای عبور از سد انرژی ترمودینامیکی واکنش داده شده و هم شرایط برای نفوذ ذرات و ایجاد شرایط سینتیکی بهتری به منظور انجام بهتر واکنش‌ها و ایجاد پیوند مستحکم‌تر بین ذرات مهیا می‌شود.



شکل۵. طیف پراش پرتو ایکس نمونه های آسیاب شده در ۸، ۱۲ و ۲۴ ساعت و عملیات حرارتی شده در دمای ۱۴۰۰°C

بوسیله اشعه اولیه پراش یافته[1] از سطح و تکنیک‌های موجود در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی می‌توان فازهایی که از لحاظ ترکیب و ساختار متفاوت هستند را از هم تمیز داد. در صورتیکه قطعات زینتر شده کیفیت خوبی از لحاظ صافی سطح و کم بودن خلل و فرج داشته باشند، می‌توان با آماده سازی مناسب سطح، به‌گونه‌ای که سطحی صاف و صیقلی ایجاد شود و استفاده از اشعه‌های اولیه پراش یافته از سطح فازهای متفاوت کنار هم را به صورت فازهای مجزای سیاه و سفید مشاهده کرد.

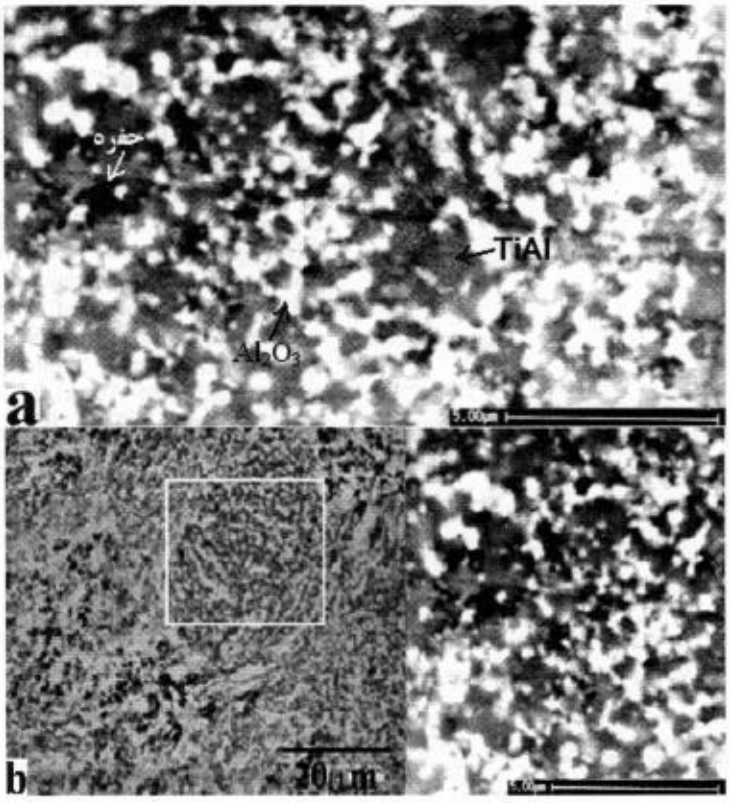
1. Back scattered electron ray

با توجه به گزارش‌های داده شده درباره تشخیص این فازها از طریق اشعه‌های اولیه پراش یافته [۱۵و۱۲] سطح نمونه‌های سینتر شده توسط سنباده زنی صاف و یکنواخت شد و سپس توسط پودرهای ریز Al_2o_3 پولیش شدند تا سطحی صاف، براق و یکنواخت ایجاد شود و در آخر به علت آنکه نمونه‌های سینتر شده دارای تخلخل‌های سطحی هستند و احتمال قرار گرفتن ذرات ریز پولیش Al_2o_3 در درون تخلخل‌های سطحی و ایجاد خطا در نتایج داده می‌شد نمونه‌ها در محلول اتانول به مدت ۱۵ دقیقه بوسیله امواج التراسونیک شسته شده تا ذرات احتمالی گرفتار در تخلخل‌ها از سطح قطعه برداشته شود. با این وجود سطح قرص‌ها به علت روش تولید آنها که شامل پرس یک طرفه در ۱۵ KN و سینتر در دمای ℃ ۱۱۰۰ تا ℃۱۴۰۰ بود، یک سطح غیر یکنواخت و پر از تخلخل است وتصویرهای گرفته شده از این سطوح توسط اشعه اولیه میکروسکوپ الکترونی روبشی چندان واضح نیستند. اما با مقایسه این تصویرها با نتایج تحقیقات انجام شده در این زمینه و توجه به نتایج آزمایش پراش پرتو ایکس که وجود فازهای محصول مورد نظر ما را در مقادیر نسبی زیاد خصوصاً در دماهای بالا زینترینگ به خوبی نشان می‌دهد می‌توان به نتایج خوبی رسید.

همانگونه که در شکل ۶a دیده می‌شود، تصویر میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از نمونه سینتر شده در دمای ℃۱۴۰۰بعد از ۲۴ آسیاب شدن به روش اشعه اولیه پراش یافته شامل دو فاز غالب با رنگ‌های تیره و روشن است. این تصویر با تصویر گرفته شده توسط آقای زانگ [۱۵] مقایسه شده است.

۴- نتیجه گیری:

در این تحقیق شرایط سنتز کامپوزیت‌های ذره‌ای $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ از پودرهای Al و TiO_2 به روش ترکیبی آلیاژسازی مکانیکی- عملیات حرارتی (زینتر) بررسی شد. بازه زمانی عملیات آسیاب از ۵ تا ۲۴ ساعت و بازه دمایی عملیات زینتر از ۶۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد بود. نمونه‌های زینتر شده به روش فوق با استفاده از XRD و SEM مورد بررسی قرار گرفتند. باتوجه به نتایج آزمایش‌های انجام شده می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی تا ۲۴ ساعت به تنهایی نمی‌تواند انرژی لازم برای تولید کامپوزیت $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ را از پودرهای Al و TiO_2 تامین کرد. همچنین عملیات حرارتی در دماهای پائین (℃ ۶۰۰) توانائی تبدیل درصد قابل توجهی از مواد اولیه را به محصول مورد نظر ندارد. علاوه بر اینکه پیوندهای مکانیکی مناسبی نیز در بین ذرات ایجاد نمی‌شود، اما با آلیاژسازی مکانیکی به همراه عملیات حرارتی در دماهای بالاتر از ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد می‌توان کامپوزیت‌های $Ti\text{-}Al\text{-}Al_2O_3$ را به صورت قطعه تولید کرد به گونه‌ای که درصد قابل توجهی از مواد اولیه نیز به محصول تبدیل شود.



شکل۶ a) تصویر میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از نمونه آسیاب شده به مدت ۲۴ ساعت و زینتر شده در دمای C ۱۴۰۰° به مدت ۱ ساعت بو سیله اشعه الکترونی اولیه پراش یافته از سطح نمونه b) مقایسه تصویر قسمت a با تصویر گرفته شده بوسیله اشعه الکترونی اولیه پراش یافته از سطح قطعه در تحقیقات قبلی [۱۱]

مراجع:

1. J. H. Date *Inter Metallic compounds: principles and practice.* Practice Publisher John Wiley Contributor Westbrook, J.H.Date 1995 Format 2V.
2. L. Lu, M.O., Lai., F. H. Fores *The Mechanical Alloying of Titamnium Aluminides* JOM, Feb (2002) 62.
3. E.Medda , F.Delogu , G.Cao "Combination of mechanical activation and self- propagating behaviour for the synthesis of Ti aluminides" *Materials Science and Engineering*. A361 (2003) 23-28.
4. C. Suryanarayana "Mechanical alloying and milling" *Progress in Materials Science*. 46 (2001) 157.
5. X.H.Zhang, D.L. Cai,. "Synthesis of gamma-TiAl/Al2O3 in-situ composites" *TMS Annual Meeting*; San Diego, CA; USA; 2-6 Mar. (2003) 343-347.
6. L. Lu , M. O., Lai, .F.H. Fores "The Mechanical Alloying of Titamnium Aluminides" *JOM*, Feb (2002) 62.
7. X.H. ZHANG, X.D. HE "Preparation of TiAl/Al_2O_3 composites by combustion synthesis" *Journal of Harbin Institute of Technology.*
8. D.L. Zhang, Z.H. Cai, G. Adam "The mechanical alloying of AL/TIO2 composite powders" *JOM*. Feb (2004) 53.
9. R. A. Varin, D. Wexler,b A. Calkab & L. Zbroniec "Formation of nanocrystalline cubic (Liz) titanium trialuminide by controlled ball milling" *Intermetollics*. 6 (1998) 541-551.
10. ephen J. Hales and Peter Vasques "synthesis of nano-crystalline TiAl materials" *TMS* (The materials, metals &materials Socitey) (2003).

11. Kyoung Il Moon Kyung Sub Lee "Development of nanocrystalline Al–Ti alloy powders by reactive ball milling" *Journal of Alloys and Compounds*. 264(1998) 258–266.
12. C.F. Feng1, L. Froyen "Formation of Al3Ti and Al2O3 from an Al–TiO2 system for preparing in-situ aluminium matrix composites" *Composites*: Part A 31 (2000) 385–390.
13. P.DWagman-DonAld "Selected Values of Chemical Thermodynamic Properties". 6. B.D. Cullity, Elements of X ray diffraction 2nd ed. Addison Welsey Publishing (1977).
14. Z.H. Cai, D.L. Zhang "Sintering behaviour and microstructures of Ti (Al,O) /Al2O3, Ti3Al(O) /Al2O3 and TiAl (O) /Al2O3 in situ composites" *Materials Science and Engineering*. A 419 (2006) 310–317.