

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



پژوهشگاه مواد و انرژی

سنتز همزمان نانوکامپوزیتهای  $TiB_2-TiC$  به روش  
MASHS و بررسی تأثیر فعال سازی مواد اولیه بر این فرآیند

بهزاد امینی کیا

پایان نامه کارشناسی ارشد

مهندسی مواد / سرامیک

استاد راهنما:

دکتر سید علی طیبی فرد

دکتر امیر علی یوزباشی

استاد مشاور: دکتر سید محمد موسوی خوئی

# تأییدیه هیات داوران

(برای پایان نامه)

اعضای هیئت داوران، نسخه نهائی پایان نامه آقای: **بهزاد امینی کیا**

را با عنوان: **سنتز همزمان نانوکامپوزیتهای TiB<sub>2</sub>-TiC به روش MASHS و بررسی تأثیر فعال سازی مواد اولیه بر این فرآیند**

از نظر فرم و محتوا بررسی نموده و پذیرش آن را برای تکمیل درجه کارشناسی ارشد تأیید می کند.

امضاء	رتبه علمی	نام و نام خانوادگی	اعضای هیئت داوران
			۱- استاد راهنما
			۲- استاد راهنما
			۳- استاد مشاور
			۴- استاد ممتحن داخلی
			۵- استاد ممتحن خارجی
			۶- نماینده تحصیلات تکمیلی

## حق تالیف / گردآوری و تحقیق

این پروژه تحقیقاتی به شماره شناسه ۳۷۸۸۶۵ در پژوهشگاه مواد و انرژی به ثبت رسیده است و کلیه دستاوردهای تحقیقاتی شامل نتایج نظری، نتایج علمی و عملی، دانش فنی و سایر موارد مربوط به این پروژه متعلق به پژوهشگاه مواد و انرژی می باشد. بهره برداری از نتایج پروژه برای موسسات دولتی و غیر دولتی با مجوز پژوهشگاه مواد و انرژی و درج نام پژوهشگاه مواد و انرژی امکان پذیر است.

تقدیم به

# پدر و مادر

دلسوز و فداکارم

## تقدیر و تشکر

حمد و سپاس خداوند سبحان را که سپاس و ستایش تنها شایسته اوست و نکو داشت اساتید به حکم عبارت **مَنْ لَمْ يَشْكُرِ الْمَخْلُوقَ لَمْ يَشْكُرِ الْخَالِقَ** بر ما واجب. اینک شاهد به ثمر نشستن تلاشی هستیم که اگر عنایات الهی و همراهی این گرامیان نبود، بی شک این حرکت در اولین گامهای خود باز می ایستاد. می دانم قلم این حقیر ناتوان تر از آنست که پاسخگوی این همه محبت و بزرگواری باشد ولیکن چاره چیست، بارگران و ما ناتوان.

در ابتدا بر خود لازم می دانم از جناب آقای دکتر سید علی طیبی فرد که از اولین گامهای این پروژه همچون چراغی فروزان فرا روی گام های من در زوایای تاریک این تحقیق بودند، نهایت تشکر و امتنان را داشته باشم.

استاد گرامی آقای دکتر امیرعلی یوزباشی که همواره با راهنمایی ها و مساعدتهای مشفقانه خویش مسیری روشن در جهت اجرای تحقیقات پویا فرا روی ما قرار می دادند، کمال امتنان را از ایشان دارم. آقای دکتر سید محمد موسوی خوئی، استاد مشاور بنده همواره با رهنمود های گران سنگ خویش مشوق من بود، امیدوارم بیش از پیش در تمامی مراحل زندگی موفق و پیروز باشند.

اساتید گرامی آقایان دکتر کیوان اسدیان، صادق فیروزی و فریدون حصارى نیازهای بی شمار تحقیقاتی ما را به نحو احسن پاسخگو بودند، بدین وسیله مراتب سپاس خود از این عزیزان را اعلام می دارم.

آقایان مهدی حبیبی، ابراهیم جباری، طاهر دین محمد پور، غلامرضا سلیمانی و خانم ها نقوی، مرادی، اخوان و قره داغی با تلاش پی گیر خود ما را به هدف نزدیکتر می ساختند، از این دوستان متشکرم.

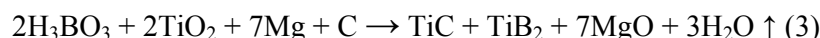
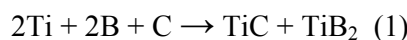
در انتها از دیگر عزیزانی که در این فرصت مجالی برای یاد از ایشان نبود نهایت تشکر و قدرانی را دارم.

بهزاد امینی کیا

اسفند ۱۳۸۹

# چکیده

در این پژوهش سنتز همزمان نانوکامپوزیت‌های TiB<sub>2</sub>-TiC به روش MASHS انجام و تأثیر فعال سازی مواد اولیه بر ریزساختار نهایی مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور از ۳ واکنش زیر جهت دستیابی به ساختار نانو کامپوزیتی فوق استفاده شد:



ابتدا با استفاده از روش آسیاب مکانیکی، مخلوط پودری اولیه فعال شد تا انرژی اولیه لازم جهت شروع واکنش SHS فراهم و دستیابی به ابعاد نانو در محصول نهایی امکان پذیر شود. جهت مشاهده تغییرات فازی در پودرهای آسیاب شده، از آنالیز XRD و SEM استفاده شد. مشاهده شد که در مورد مخلوط واکنشی (۲) و (۳) فرآیند آسیاب نمی تواند به تنهایی وحتى با زمان بالا در سنتز کامل TiC و TiB<sub>2</sub> موفق باشد و لزوم انجام واکنش احتراقی در ادامه ضروری است. در حالی که در مورد مخلوط واکنشی (۱)، مدت زمان ۶ ساعت آسیا کاری حتی بدون عبور از مرحله SHS، جهت سنتز محصولات کفایت می کند. در ادامه از پودرهای حاصل از زمانهای مختلف آسیاب، جهت انجام واکنش احتراقی، قرص‌هایی توسط پرس تک محور، تهیه و در یک کوره اتمسفر کنترل قرار گرفت. در این مسیر پارامترهای زمان آسیاب، دمای راکتور و نوع واکنش استفاده شده، مد نظر قرار گرفت. از نمونه های سنتز شده، آنالیز XRD و SEM و از بهترین نمونه ترکیب (۲)، آنالیز TEM نیز گرفته شد. نتایج حاصل از آنالیزهای فوق نشان داد که مخلوط واکنشی (۱) پس از ۶ ساعت آسیاب حتی بدون انجام فرآیند SHS، حاوی فازهای مورد نظر بود. مخلوط واکنشی (۲) به مدت ۹ ساعت آسیاب و در ۱۱۰۰ در راکتور احتراق سنتز شود، به بهترین نتایج خواهیم رسید. این مقادیر برای واکنش (۳) مدت زمان ۰/۵ ساعت آسیاب و سنتز در ۹۰۰ °C بود.

**کلید واژه:** نانوکامپوزیت، کاربرد تیتانیوم، فعال سازی مکانیکی، MASHS، سنتز احتراقی خودگستر  
دما بالا

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
(ت)	تقدیر و تشکر.....
(ج)	چکیده.....
۶	فهرست مطالب .....
۱۱	فهرست جداول.....
۱۲	فهرست شکل ها .....
۱۷	فصل اول : مقدمه .....
<b>فصل دوم : مروری بر منابع مطالعاتی</b>	
۱۹	۱-۲. معرفی کامپوزیت های $TiB_2-TiC$ .....
۲۰	۲-۲. کامپوزیت های زمینه سرامیکی (CMC) .....
۲۱	۳-۲. ویژگی های اصلی کامپوزیت های $TiB_2-TiC$ .....
۲۲	۱-۳-۲. دیاگرام فاز تعادلی $Ti-C$ و ساختار کریستالی کاربید تیتانیوم ( $TiC$ ) .....
۲۵	۱-۳-۲-۱. خواص و کاربردهای $TiC$ .....
۲۶	۲-۳-۲. دیاگرام فازی تعادلی ( $Ti-B$ ) و ساختار کریستالی ( $TiB_2$ ) .....
۲۸	۱-۲-۳-۲. خواص و کاربردهای $TiB_2$ .....
۲۸	۳-۳-۲. سیستم سه تایی $Ti-B-C$ تعادلی .....
۳۱	۴-۳-۲. همدوسی کامپوزیت های $TiB_2-TiC$ .....
۳۲	۴-۲. جنبه های میکروساختاری .....
۳۴	۵-۲. خواص و کاربردهای کامپوزیت های $TiB_2-TiC$ .....



۳۵	.....۲-۵-۱. خواص مکانیکی کامپوزیتهای $TiB_2-TiC$
۳۷	.....۲-۶-۱. زمینه های کاربردی $TiB_2-TiC$
۳۷	.....۲-۶-۱. جمع بندی خواص
۳۸	.....۲-۷-۱. SHS
۳۹	.....۲-۷-۱. مدهای احتراق
۴۰	.....۲-۷-۲. ملاحظات ترمودینامیکی
۴۱	.....۲-۷-۳. مزایای روش SHS نسبت به سایر روش های سنتز
۴۱	.....۲-۷-۴. معایب روش SHS
۴۲	.....۲-۸-۱. آلیاژسازی مکانیکی (Mechanical Alloying)
۴۲	.....۲-۸-۱-۱. معرفی
۴۲	.....۲-۸-۲. مکانیزم فرایند آلیاژسازی مکانیکی
۴۳	.....۲-۸-۳-۱. آسیاب
۴۳	.....۲-۸-۳-۱-۱. پارامترهای مهم در آسیاب کاری
۴۳	.....۲-۸-۳-۱-۱-۱. پودر مواد اولیه
۴۳	.....۲-۸-۳-۱-۲. متغیرهای فرآیند
۴۳	.....۲-۸-۳-۱-۳. محفظه آسیاب
۴۴	.....۲-۸-۳-۱-۴. سرعت آسیاب
۴۵	.....۲-۸-۳-۱-۵. زمان آسیاب کردن
۴۵	.....۲-۸-۳-۱-۶. گلوله های آسیاب
۴۵	.....۲-۸-۳-۱-۷. نسبت وزنی گلوله به پودر
۴۶	.....۲-۸-۳-۱-۸. حجم فضای خالی محفظه

۴۶	.....۲-۸-۳-۱-۹. اتمسفر آسیاب
۴۶	.....۲-۸-۳-۱-۱۰. عوامل کنترل کننده فرآیند
۴۷	.....۲-۸-۳-۱-۱۱. دمای آسیاب
۴۷	.....۲-۸-۳-۲. آسیاب های ماهواره ای
۴۸	.....۲-۸-۴. فرایند تولید پودر
۴۸	.....۲-۸-۵. معایب روش آلیاژسازی مکانیکی
۴۸	.....۲-۸-۶. احتراق در حین آسیاب
۴۹	.....۲-۹-۹. سنتز احتراقی خود گستر فعال شده مکانیکی (MASHS)
۴۹	.....۲-۹-۱. معرفی
۴۹	.....۲-۹-۲. تفاوت های روش MASHS و روش آلیاژسازی مکانیکی
۵۱	.....۲-۹-۳. مقایسه فرایند SHS و MASHS
۵۳	.....۲-۱۰-۱. مروری بر کارهای دیگران و مقایسه ای با اهداف این پژوهش
۵۳	.....۲-۱۰-۱. سنتز $TiB_2-TiC$ و فرآیند تولید
۵۵	.....۲-۱۰-۲. تولید کامپوزیت $TiB_2-TiC$ به روش SHS
۵۸	.....۲-۱۱. نتایج مورد انتظار

## فصل سوم : مواد و روش ها

۵۹	.....۳-۱. مواد اولیه
۶۱	.....۳-۲. مشخصات آسیاب
۶۲	.....۳-۳. فرایند آسیاب
۶۳	.....۳-۴. پرس پودر
۶۳	.....۳-۵. کوره سنتز

۶۴	.....۶-۳. رویه تجزیه
۶۴	.....۱-۶-۳. دمای سنتز
۶۵	.....۷-۳. آنالیز فازی
۶۶	.....۸-۳. ریخت شناسی

### فصل چهارم : نتایج و بحث

۶۷	.....۱-۴. فرمولاسیون و نوع مواد اولیه
۶۸	.....۲-۴. مباحث ترمودینامیکی
۶۸	.....۱-۲-۴. محاسبه دمای آدیباتیک
۶۹	.....۲-۲-۴. ترسیم نمودارهای (H-T)
۷۲	.....۳-۲-۴. ساز و کار انجام واکنش
۷۴	.....۳-۴. مباحث فازی
۷۵	.....۱-۳-۴. بررسی فازی فرمولاسیون (2Ti/2B/C)
۷۸	.....۲-۳-۴. بررسی فازی فرمولاسیون (3Ti/B <sub>4</sub> C)
۸۶	.....۳-۳-۴. بررسی فازی فرمولاسیون (2TiO <sub>2</sub> /2H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> /Mg/C)
۹۲	.....۴-۴. مباحث ریزساختاری
۹۲	.....۱-۴-۴. آنالیز (SEM)
۹۸	.....۲-۴-۴. بررسی ساختار متخلخل محصولات با استفاده از میکروسکوپ نوری
۹۹	.....۳-۴-۴. آنالیز (TEM)

### فصل پنجم : نتیجه گیری

۱۰۳	..... نتایج
۱۰۶	..... پیشنهادات



## فهرست جدول ها

- جدول ۱-۲. سختی ویکرز در دمای اتاق و دمای بالا برای کامپوزیت های  $TiB_2-TiC$  و مواد یکپارچه  $TiC$  و  $TiB_2$  ..... ۲۲
- جدول ۲-۲. خواص توده ای ( $TiC$ ) را در دمای اتاق با ساختار ( $fcc$ ) و ترکیب نزدیک به ۵۰٪ کربن ..... ۲۴
- جدول ۲-۳. خواص  $TiB_2$  ..... ۲۸
- جدول ۲-۴. نتایج آنالیز حرارتی برای شرایط مختلف آسیاب ..... ۵۰
- جدول ۲-۵. تاخیر افروزش  $t_0 - t_{ig}$  و دمای افروزش برای شرایط مختلف فعال سازی مکانیکی ..... ۵۲
- جدول ۴-۱. مقادیر  $\Delta H$  و  $\Delta G$  برای سه واکنش مورد استفاده در پژوهش حاضر ..... ۶۸
- جدول ۴-۲. مقادیر دمای آدیاباتیک متناظر با سه فرمولاسیون استفاده شده ..... ۶۹

## فهرست شکل ها

- شکل ۲-۱. دسته بندی کلی انواع کامپوزیت ها. ۲۰
- شکل ۲-۲. دیاگرام فاز تعادلی محاسبه شده توسط Frisk. ۲۲
- شکل ۲-۳. ساختار کریستالی مکعبی کاربید تیتانیوم (از نوع NaCl). ۲۳
- شکل ۲-۴. دیاگرام فاز دوتایی (Ti-B) اخذ شده از ASM. ۲۶
- شکل ۲-۵. ساختار نوع  $AIB_2$ . ۲۷
- شکل ۲-۶. چیدمان اتم های تیتانیوم در یک پیوند ماتریس - رسوب. ۲۷
- شکل ۲-۷. دیاگرام فازی  $TiB_2-TiC$  اخذ شده از ASM. ۲۹
- شکل ۲-۸. برش دو گانه کاذب چند دمایی محاسبه شده توسط Gusev برای  $TiB_2-TiC$ . ۳۰
- شکل ۲-۹. دیاگرام  $TiB_2-TiC$  محاسبه شده توسط Duschanek ( $x \leq 0.203$ ). ۳۱
- شکل ۲-۱۰. دیاگرام شماتیک واکنش  $3Ti + B_4C = 2TiB_2 + TiC$  در (a) دمای پایین و (b) در دمای بالا. ۳۳
- شکل ۲-۱۱. میکروساختار  $TiB_2-TiC$  تهیه شده توسط (FZ) و densification مستقیم: (a) در ترکیب  $(\%60 \text{ mol } TiB_2, \%40 \text{ mol } TiC)$  و (b) در  $(\%20 \text{ mol } TiB_2, \%80 \text{ mol } TiC)$ . ۳۴
- شکل ۲-۱۲. میکروساختار کامپوزیت  $TiB_2-TiC$  با ترکیب  $(\%28 \text{ mol } TiB_2, \%72 \text{ mol } TiC)$  تهیه شده توسط (FZ) و densification مستقیم برای: (a) سطح مقطع عمودی و (b) موازی با جهت رشد. ۳۴
- شکل ۲-۱۳. وابستگی بار به میکروسختی و یکرز کامپوزیت  $TiB_2-TiC$  ساخته شده با solidification مستقیم منطقه شناور. ۳۶
- شکل ۲-۱۴. وابستگی دانسیته نسبی و سختی و یکرز به زمان آسیاکاری نانو ساختار  $TiB_2-TiC$ . ۳۶
- شکل ۲-۱۵. رابطه بین میکروسختی و متوسط اندازه بلوری در نانو کامپوزیتهای  $TiB_2-TiC$  چگال. ۳۷
- شکل ۲-۱۶. منحنی دما- زمان نمایشگر تصویری مراحل مختلف واکنش SHS. ۳۹

- شکل ۲-۱۷. نحوه حرکت در آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای..... ۴۴
- شکل ۲-۱۸. شماتیک فرایندهای انجام شده حین برخورد دو گلوله..... ۴۷
- شکل ۲-۱۹. تصویر یک آسیاب ماهواره ای در مقیاس آزمایشگاهی..... ۴۷
- شکل ۲-۲۰. نمودار و ریزساختار اندازه ذره برحسب زمان آسیاب..... ۴۸
- شکل ۲-۲۱. نمایش شماتیک مراحل مختلف فرایند MSR در سیستم  $Fe_2O_3-Zr$ ..... ۴۹
- شکل ۲-۲۲. مقایسه سرعت جبهه احتراق در حین انتشار در دو فرایند SHS و MASHS..... ۵۰
- شکل ۲-۲۳. روند تغییر دمای سطح درون منطقه افروزش..... ۵۱
- شکل ۲-۲۴. وابستگی سرعت احتراق  $(Ti+2B)$  و مخلوط  $(Ti+C)$  جهت SHS نسبت به اندازه ذرات Ti برای دماهای اولیه مختلف ( $200^\circ C$ ,  $400^\circ C$ ,  $20^\circ C$ )..... ۵۵
- شکل ۲-۲۵. تصویر پودرهایی که نشانگر تبلور مجدد بعد از آنیل کردن در  $1200^\circ C$  برای یک ساعت..... ۵۶
- شکل ۳-۱. تصویر SEM پودرهای: a) Ti، b) Mg، c)  $H_3BO_3$  و d)  $TiO_2$  در دو بزرگنمایی (۲۰۰ و ۵۰۰۰ برابر)..... ۵۹
- شکل ۳-۲. تصویر SEM مربوط به پودرهای: a) C، b)  $B_4C$  و c) B در دو بزرگنمایی مختلف (۲۰۰ و ۵۰۰۰ برابر)..... ۶۰
- شکل ۳-۳. قسمت های مختلف آسیاب گلوله ای سیاره ای..... ۶۱
- شکل ۳-۴. محفظه آسیاب به‌مراه گلوله های مورد استفاده..... ۶۲
- شکل ۳-۵. کوره تیوبی با قابلیت گرمایش  $1200^\circ C$  با تیوب کوارتزی، اتمسفر کنترل..... ۶۳
- شکل ۴-۱. نمودار (H-T) برای فرمولاسیون اول  $(2Ti/2B/C)$ ..... ۶۹
- شکل ۴-۲. نمودار (H-T) برای فرمولاسیون دوم  $(3Ti/B_4C)$ ..... ۷۱
- شکل ۴-۳. نمودار (H-T) برای فرمولاسیون سوم  $(2TiO_2/2H_3BO_3/Mg/C)$ ..... ۷۲
- شکل ۴-۴. طرح شماتیک مدل هندسی و توالی تشکیل محصولات واکنش در مخلوط  $(3Ti+B_4C)$ ..... ۷۳
- شکل ۴-۵. طرح شماتیک از مراحل تشکیل مدل هسته-پوسته در سیستم  $(H_3BO_3/ TiO_2/ Mg/ C)$ ..... ۷۴
- شکل ۴-۶. نمودار (DTA) مخلوط پودری  $(2TiO_2/2H_3BO_3/Mg/C)$ ..... ۷۴

- شکل ۴-۷. الگوی XRD نمونه‌هایی با فرمولاسیون (TBC) با (a) بدون آسیاب (as-received) ،  
 ۷۵ ..... (b) ۰.۵ ساعت ، (c) ۱ ساعت و (d) ۳ ساعت آسیاب
- شکل ۴-۸. الگوی XRD نمونه‌هایی با فرمولاسیون (TBC) با (a) بدون آسیاب (as-received) ،  
 ۷۶ ..... (b) ۶ ساعت ، (c) ۹ ساعت و (d) ۱۲ ساعت آسیاب
- شکل ۴-۹. الگوی XRD نمونه‌های (TBC) با (a) بدون آسیاب ، (b) ۱ و (c) ۶ ساعت آسیاب و سنتز  
 ۷۶ ..... شده در  $1100^{\circ}\text{C}$
- شکل ۴-۱۰. الگوی XRD نمونه‌های (TBC) با (a) بدون آسیاب ، (b) ۱ و (c) ۶ ساعت آسیاب و سنتز  
 ۷۷ ..... شده در  $1200^{\circ}\text{C}$
- شکل ۴-۱۱. الگوی XRD نمونه‌های (TB) با (a) ۰ ، (b) ۱ ، (c) ۳ و (d) ۶ ساعت آسیاب .....  
 ۷۸
- شکل ۴-۱۲. الگوی XRD نمونه‌های (TB) با (a) بدون آسیاب ، (b) ۹ ، (c) ۱۲ و (d) ۲۰ ساعت  
 ۸۰ ..... آسیاب
- شکل ۴-۱۳. الگوی XRD نمونه‌های (TB) با (a) بدون آسیاب ، (b) ۱ ، (c) ۳ ، (d) ۶ و (e) ۹ ساعت  
 ۸۳ ..... آسیاب و سنتز شده در  $1100^{\circ}\text{C}$
- شکل ۴-۱۴. الگوی XRD نمونه‌های (TB) با (a) بدون آسیاب ، (b) ۱ ، (c) ۳ و (d) ۶ ساعت آسیاب و  
 ۸۵ ..... سنتز شده در  $1200^{\circ}\text{C}$
- شکل ۴-۱۵. الگوی پراش اشعه X نمونه‌های (HT) با آسیاب مکانیکی به مدت (a) ۰.۵ ، (b) ۱ و  
 ۸۶ ..... (c) ۳ ساعت
- شکل ۴-۱۶. الگوهای XRD نمونه‌های: (a) (HTM(0.5)) ، (b) (HTM6) ، (c) (HTM15) و  
 ۸۷ ..... (d) (HTM20)
- شکل ۴-۱۷. الگوی XRD نمونه‌های (HT-900) ، (HTM(0.5)-900) ، (HTM1-900) و  
 ۸۸ ..... (HTM3-900)
- شکل ۴-۱۸. الگوی XRD نمونه‌های: (a) (HT-1000) ، (b) (HTM(0.5)-1000) ، (c) (HTM1-1000) و  
 ۸۹ ..... (d) (HTM3-1000)



- شکل ۴-۱۹. الگوی XRD نمونه های: (a) (HT-1100) ، (b) (HTM(0.5)-1100) ، (c) (HTM1-1100) و (d) (HTM3-1100) ..... ۹۰
- شکل ۴-۲۰. الگوی XRD نمونه های: (a) (HTM(0.5)-900) ، (b) (HTM(0.5)-900)+Leaching ، (c) (HTM1-1000) ، (d) (HTM1-1000)+Leaching ، (e) (HTM1-1100) و (f) (HTM1-1100)+Leaching و (d) (HTM3-1100) ..... ۹۱
- شکل ۴-۲۱. الگوی XRD نمونه های: (a) (HTM(0.5)-900)+Leaching ، (b) (HTM1-1000)+Leaching و (c) (HTM1-1100)+Leaching ..... ۹۱
- شکل ۴-۲۲. تصویر SEM دو مخلوط پودری (TBC) و (TBCM(0.5)) با دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۲
- شکل ۴-۲۳. تصاویر SEM نمونه های (TBCM1) و (TBCM3) با دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۳
- شکل ۴-۲۴. تصویر SEM نمونه های (TBCM1-1100) و (TBCM1-1200) در دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۴
- شکل ۴-۲۵. تصاویر SEM نمونه های (TBCM6-900) ، (TBCM6-1100) و (TBCM6-1200) در دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۵
- شکل ۴-۲۶. تصاویر SEM نمونه های (TBM3-1100) ، (TBM6-1100) و (TBM9-1100) در دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۶
- شکل ۴-۲۷. تصویر SEM نمونه (TBM3-1200) و در دو بزرگنمایی مختلف ..... ۹۷
- شکل ۴-۲۸. تصویر SEM نمونه های (HTM(0.5)-900) و (HTM1-1000) در دو بزرگنمایی ..... ۹۷
- شکل ۴-۲۹. تصویری از ریزساختار متخلخل نمونه (TBM6-1100) گرفته شده به کمک میکروسکوپ نوری ..... ۹۸
- شکل ۴-۳۰. تصویر TEM نمونه (TBM9-1100) ..... ۹۹
- شکل ۴-۳۱. تصویر TEM (شامل تصاویر Dark field و Bright field) مربوط به نمونه (TBM9-1100) ..... ۹۹
- شکل ۴-۳۲. تصویر TEM (شامل تصاویر Dark field و Bright field) مربوط به نمونه

۱۰۰ ..... (TBM6-1200)

شکل ۴-۳۳. تصویر TEM (شامل تصاویر Dark field و Bright field) مربوط به نمونه

۱۰۰ ..... (TBCM6-1200)

شکل ۴-۳۴. تصویر TEM (شامل Bright field و Dark field) مربوط به نمونه

۱۰۱ ..... (HTM(0.5)-1000-Leached)

شکل ۴-۳۵. تصویر TEM نمونه (TBM9-1100) به همراه الگوی پراش (SAED) متناظرش..... ۱۰۲

شکل ۴-۳۶. تصویر TEM نمونه (HTM(0.5)-1000-Leached) به همراه الگوی پراش (SAED)

متناظرش..... ۱۰۲

# فصل اول

## مقدمه

امروزه کامپوزیتهای زمینه‌سرامیکی (CMCs<sup>۱</sup>) بواسطه بهبود قابل توجه مقاومت در برابر شکست به نسبت سرامیکهای تک ترکیب توجه زیادی را به خود جلب کرده است. کاربیدها و بوریدهای فلزات انتقالی می‌تواند به عنوان نمونه‌ای از این سیستم‌های سرامیکی مطرح شود. از ویژگیهای بارز این سیستم‌ها می‌توان به خواص مکانیکی، مقاومت خوب در برابر شوک پذیری و اکسیداسیون و خواص حرارتی و الکتریکی عالی اشاره داشت. با در نظر داشتن این نکته که دی‌براید تیتانیم (TiB<sub>۲</sub>) و کاربید تیتانیم (TiC) هر دو دارای ویژگی‌هایی چون نقطه ذوب بالا، سختی بالا، مقاومت در برابر شوک حرارتی خوب، ثبات حرارتی بالا و سبکی هستند [۱]. بنابراین می‌توان انتظار داشت که کامپوزیت این ترکیبات علاوه بر دارا بودن این خواص، ویژگی‌های مکانیکی قابل توجهی را نیز به همراه داشته باشد. از جمله کاربردهای این کامپوزیت عبارتست از: قطعات سازه‌ای در جاهائیکه خواص حرارتی، مکانیکی، مقاومت به اکسیداسیون و شوک پذیری مهم است، نظیر: موتورهای جت، سپرهای حرارتی سفینه‌های فضایی و مبادله‌کننده‌های حرارتی، بعنوان قطعات مقاوم به سایش مثل قالبهای شکل دهی و ابزار برش، به عنوان قطعات غیرسازه‌ای نظیر کاشی دیوار در راکتورهای هسته‌ای با مکانیزم همجوشی، به عنوان قطعات هادی الکتریسته و حرارت (می‌توان فرمدهی نهایی این

---

<sup>۱</sup> Ceramic Matrix Composite

نمونه ها را با ماشین تخلیه الکتریکی (EDM<sup>1</sup>) انجام داد [۲]. تهیه کامپوزیت از این دو ترکیب به روش معمول متالورژی پودر با توجه به اینکه نقطه ذوب این ترکیبات بسیار بالاست (نقطه ذوب TiC برابر ۳۱۴۰°C و نقطه ذوب TiB<sub>2</sub> برابر ۲۹۰۰°C) [۳] و شامل پیوندهای کوالان بسیار مستحکم هستند، مستلزم اعمال دماهای بسیار بالا به همراه اعمال فشار بر نمونه ها حین زینترینگ (پرس گرم) و زمان زیادی است که علاوه بر اتلاف انرژی و زمان زیاد، در نهایت قطعات کامپوزیتی با ریز ساختار نامناسب در نتیجه رشد افراطی دانه ها به دست می دهد. از طرف دیگر روش SHS با قابلیت های بی بدیل خود توانایی سنتز همزمان این دو ترکیب را با حداقل مصرف انرژی، زمان کوتاه واکنش، بازدهی بالای فرآیند و خلوص بالای محصول، دارد. به طوریکه محصول نهایی هموزنتر و ریز دانه تر نسبت به روش متالورژی بدست می آید [۵،۴]. از طرف دیگر امروزه بهره گیری حداکثری از خواص مواد که به نوعی سنگ بنای نیازهای مبرم فنآوری امروزی است بدون بهره جستن از مزایای فنآوری نانو ممکن نیست. لیکن محصول روش SHS<sup>2</sup> علی رغم ریزدانه بودن فرا تر از نانو ساختارهاست و می بایست با تمهیداتی این فرآیند در جهت سنتز نانو ساختارها بهینه شود. روش مرسوم می که برای رسیدن به نانو ساختارها و منجمله تهیه نانو کامپوزیت TiB<sub>2</sub>-TiC اجرا می شود، روش آلیاژسازی مکانیکی (MA<sup>3</sup>) است. این روش در عین حال که توانایی های خود را در رسیدن به ترکیبات فرآیند با ساختار نانو اثبات کرده است ولیکن مشکلاتی را نیز پیش روی محققین قرا داده است. برای مثال سنتز طیف وسیعی از فازهای واسطه به همراه فاز اصلی، ورود ناخالصی های ناشی از گلوله ها و کاپ، انرژی بر بودن و طولانی بودن فرآیند. برای جبران این نقایص اخیراً فنآوری که در حقیقت تلفیقی از آلیاژسازی مکانیکی و SHS است امتحان شده است. اتفاقاً در عین حال که مزایای MA در نیل به نانو ساختارها را به همراه دارد از ویژگی های مثبت SHS از جمله زمان کوتاه واکنش و مصرف انرژی پایین نیز استفاده می کند. این روش با عبارت MASHS<sup>4</sup> یا Mechanically Activated SHS معرفی می شود.

هدف از اجرای این پروژه بهینه یابی شرایط سنتز همزمان نانو کامپوزیت TiB<sub>2</sub>-TiC به روش MASHS به کمک بررسی های فازی و ریزساختاری است. در این راستا تأثیر زمان فعال سازی مکانیکی مواد اولیه بر ویژگی های فرآیند بررسی می شود.

---

<sup>1</sup> Electrical Discharge Machine

<sup>2</sup> Self Propagating High Temperature

<sup>3</sup> Mechanical Alloying

<sup>4</sup> Mechanically Activated Self Propagating High Temperature