

پژوهشگاه مواد و انرژی
پژوهشکده مواد پیشرفته و نانومتری

پایان نامه کارشناسی ارشد

بهینه‌سازی پارامترهای موثر در ساخت نانوکامپوزیت‌های پودری
سیستم $Al-Ti-Al_2O_3$ به روش فعالسازی مکانیکی

نگارش:

حسن شاه‌میرزایی

استاد راهنما:

آقای دکتر رحیم یزدانی‌راد

استاد مشاور:

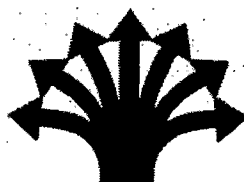
آقای دکتر عبدالرضا سیم‌چی

اداره اطلاعات مرکز علمی پژوهشی
تهران

۱۳۸۸ / ۲ / ۱

شهریور ۱۳۸۷

۱۱۴۲۵۵



پژوهشگاه مواد و انرژی
پژوهشکده مواد پیشرفته و نانومتری

پایان نامه کارشناسی ارشد
گرایش نانومواد

بهینه‌سازی پارامترهای موثر در ساخت نانوکامپوزیت‌های پودری
سیستم $Al-Ti-Al_2O_3$ به روش فعالسازی مکانیکی

نگارش:

حسن شاه‌میرزایی

استاد راهنما:

آقای دکتر رحیم یزدانی‌راد

استاد مشاور:

آقای دکتر عبدالرضا سیم‌چی

شهریور ۱۳۸۷

منت خدای را عز و جل

تشکر و قدردانی

از اساتید عزیزم جناب آقای دکتر رحیم یزدانی‌راد و جناب آقای دکتر عبدالرضا سیم‌چی که با رهنمودهای مشفقانه و مساعدتهای بی‌دریغ خود مرا در انجام این پژوهش یاری دادند، نهایت سپاسگزاری و امتنان را دارم.

از مسوولان محترم آزمایشگاههای مختلف پژوهشگاه تشکر می‌نمایم.

کمک و مساعدت تمامی دوستان و عزیزانی که مرا در انجام این مهم یاری نمودند را پاس می‌نهم.

... و این پایان نامه را به همسر مهربان و فداکارم تقدیم می‌کنم.

عنوان	صفحه
فصل اول: مقدمه.....	۲
۱-۱- مقدمه و اهداف پژوهش.....	۲
فصل دوم: مروری بر منابع.....	۴
۱-۲- نانوکامپوزیت‌ها.....	۴
۲-۲- نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی.....	۴
۳-۲- روش‌های ساخت نانوکامپوزیت‌ها.....	۵
۴-۲- اصول فرآیند آسیاب مکانیکی.....	۹
۱-۴-۲- تولید نانوذرات در روش آلیاژسازی مکانیکی.....	۱۰
۲-۴-۲- تولید نانوکامپوزیت‌ها.....	۱۰
۳-۴-۲- فرآیند آسیاب واکنشی.....	۱۳
۴-۴-۲- آلیاژسازی مکانیکی سیستم نرم-نرم.....	۱۴
۵-۴-۲- آلیاژسازی مکانیکی سیستم نرم-ترد.....	۱۵
۵-۲- عوامل مؤثر بر فرآیند تولید در روش آسیاب مکانیکی.....	۱۶
۶-۲- شبیه سازی فرآیند آسیاب مکانیکی.....	۲۸
۷-۲- ساخت آلیاژهای Al-Ti در سیستم پودری.....	۳۶
۸-۲- فازهای تشکیل شده در سیستم‌های Ti-Al-O.....	۴۰
۱-۸-۲- سیستم دو تایی Ti-Al.....	۴۰
۲-۸-۲- سیستم سه تایی Ti-Al-O.....	۵۵
۹-۲- سینتیک واکنش‌های حرارتی در سیستم‌های Ti-Al-O.....	۵۹
۱-۹-۲- تعیین انرژی اکتیواسیون واکنش (Ea) با استفاده از منحنی DSC.....	۶۱
۱۰-۲- توالی تشکیل فازها در سیستم‌های Ti-Al-O.....	۶۴
فصل سوم: روش انجام آزمایش.....	۶۸
۱-۳- انتخاب مواد.....	۶۸
۲-۳- آماده سازی نمونه‌ها.....	۶۹
۱-۲-۳- آماده‌سازی مواد اولیه.....	۶۹
۲-۲-۳- مخلوط‌سازی و آسیاب کاری.....	۷۱
۳-۲-۳- فشردن.....	۷۳
۴-۲-۳- عملیات حرارتی آنیل کردن (Annealing):.....	۷۴
۳-۳- ارزیابی نمونه‌ها.....	۷۵
۱-۳-۳- اندازه‌گیری Tap Density پودرها.....	۷۵

۷۵ ۲-۳-۳ سختی سنجی
۷۶ ۳-۳-۳ متالوگرافی
۷۶ ۴-۳-۳ آنالیز SEM
۷۷ ۵-۳-۳ آنالیز حرارتی STA
۷۸ ۶-۳-۳ آنالیز فازی به کمک اشعه X
۷۸ ۷-۳-۳ تعیین اندازه دانه
۷۹ ۸-۳-۳ تعیین ثابت شبکه با استفاده از روش پراش پرتو ایکس
۸۱ فصل چهارم: نتایج و بحث
۸۱ ۱-۴ نتایج
۸۲ ۲-۴ بررسی روند تغییرات ریخت‌شناسی
۸۲ ۱-۲-۴ بررسی روند تغییرات ریخت در آسیاب سیاره‌ای
۸۵ ۲-۲-۴ بررسی روند تغییرات ریخت در آسیاب Spex
۸۷ ۳-۲-۴ بررسی به کمک میکروسکوپ نوری
۸۸ ۳-۴ بررسی‌های ریزساختاری
۹۲ ۴-۴ دانسیته
۹۲ Tap Density ۱-۴-۴
۹۳ ۵-۴ بررسی ترکیب فازی به کمک XRD
۹۳ ۱-۵-۴ نتایج حاصل از آسیاب سیاره‌ای
۹۶ ۲-۵-۴ نتایج حاصل از آسیاب Spex
۹۸ ۱-۲-۵-۴ اثر تغییر ترکیب شیمیایی در آسیاب SPEX
۹۹ ۲-۲-۵-۴ اثر تغییر نسبت گلوله به پودر در آسیاب SPEX
۱۰۱ ۳-۵-۴ اثر آسیاب کردن بر اندازه دانه و کرنش شبکه (آسیاب سیاره‌ای)
۱۰۳ ۴-۵-۴ تاثیر آسیاب‌کاری بر ثابت شبکه (آسیاب سیاره‌ای)
۱۰۳ ۶-۵-۴ ناخالصی آهن و کربن
۱۰۴ ۶-۴ بررسی رفتار نمونه در آنالیز حرارتی STA
۱۰۴ ۱-۶-۴ بررسی نمودارهای آنالیز حرارتی
۱۰۵ ۱-۱-۶-۴ بررسی نمودارهای آسیاب سیاره‌ای
۱۰۸ ۲-۱-۶-۴ بررسی نمودارهای آسیاب Spex
۱۱۰ ۲-۶-۴ بررسی فازی نمونه‌های چگال آنیل شده
۱۱۶ فصل پنجم: نتیجه‌گیری
۱۱۸ پیشنهادهای
۱۱۹ منابع و مراجع

عنوان	صفحه
شکل ۱-۲ شماتیک تشکیل پودر کامپوزیتی پس از آسیاب مکانیکی انرژی بالا [۲۱].	۹
شکل ۲-۲ تصویر TEM نمونه نانوکامپوزیت Cu/Al_2O_3 پس از ۸ ساعت آسیاب هم‌زمان ذرات نانومتری آلومینا و ذرات میکرومتری مس [۲۰].	۱۲
شکل ۳-۲ تصویر TEM نانوکامپوزیت Al_2O_3 5Vol% Al [۳۶].	۱۳
شکل ۴-۲ مراحل مختلف آلیاژ سازی مکانیکی در سیستم نرم- ترد [۱۷].	۱۵
شکل ۵-۲ تصویر TEM مورفولوژی فاز Al_4C_3 را در پودر حاوی ۲/۵ درصد وزنی PCA که به مدت ۱۲h آسیاب شده و سپس به مدت ۶h در دمای $640^\circ C$ آنیل شده است [۴۹].	۱۸
شکل ۶-۲ منحنی DSC پودرهای دارای ۲/۵ درصد وزنی PCA که تا ۱۲ ساعت آسیاب شده‌اند [۴۹].	۱۸
شکل ۷-۲ تصویر شماتیک رابطه بین زمان آسیاب، مورفولوژی و چگالی ظاهری پودر [۵۱].	۲۲
شکل ۸-۲ متوسط اندازه ذرات بدست آمده از آنالیزهای XRD و BET بر حسب زمان آسیاب نانو پودر SnO_2 پس از عملیات حرارتی در دمای $700^\circ C$ و شستشوی پودرها [۵۲].	۲۲
شکل ۹-۲ تصویر TEM نانوذرات $CoFe_2O_4$ تولیدی: (الف) پس از ۶۴ ساعت آسیاب با سرعت ۳۰۰ rpm ، (ب) پس از ۶۴ ساعت آسیاب با سرعت ۲۰۰ rpm و عملیات آنیل در دمای $600^\circ C$ به مدت ۱ ساعت [۵۴].	۲۷
شکل ۱۰-۲ تغییر اندازه کریستالی نانوذرات In_2O_3 بر حسب دمای عملیات تکلیس [۴۶].	۲۸
شکل ۱۱-۲ شماتیکی از حالت‌های مختلف اعمال ضربه در آسیاب مکانیکی با انرژی بالا [۲۱].	۳۰
شکل ۱۲-۲ پارامترهای موثر در آسیاب مکانیکی پرانرژی [۱].	۳۲
شکل ۱۳-۲ وابستگی E به α بر اساس تشکیل $TiAl_3$ [۵۸].	۳۳
شکل ۱۴-۲ نقشه آسیاب $NaNbO_3$ (○). $NaNbO_3$ دیده نشد (●) با XRD دیده شده است [۵۸].	۳۵
شکل ۱۵-۲ تصاویر SEM ساختار $TiAl$ (چپ) و Ti_3Al (راست). ساختار Ti_3Al بطور یکنواختی متخلل است ولی در $TiAl$ تخلل‌ها با حفرات بهم پیوند می‌خورند [۸۱].	۳۷
شکل ۱۶-۲ دیاگرام فازی ناحیه غنی شده از سیستم $Ti-Al$ بین $TiAl$ و $TiAl_3$ بر اساس مدل Kaltenbach [۶۹].	۴۱
شکل ۱۷-۲ دیاگرام فازی دوتایی $Al-Ti$ [۷۰].	۴۱
شکل ۱۸-۲ اثر کسر حجمی $TiAl$ بر استحکام و داکتیلیتی کامپوزیت‌های حاوی آن در مقایسه با آلومینیوم [۷۹].	۴۶
شکل ۱۹-۲ ریزساختار نمونه‌های آلیاژی $TiAl$ تف‌جوشی شده از پودرهای کامپوزیتی Ti/Al آسیاب شده برای زمان‌های (a) 0h؛ (b) 0.5h؛ (c) 1h؛ (d) 3h [۷۸].	۴۸
شکل ۲۰-۲ تصویر ریز ساختار $AlTi_3$ به همراه شبکه Al_2O_3 که در پرس داغ تهیه شده است [۱].	۵۱

- شکل ۲-۲۱ تصویر SEM نمونه Al-15Ti تفجوشی شده در دمای ۸۸۳K، مناطق سفید رنگ و ناحیه خاکستری روشن به ترتیب مربوط به فاز تیتانیوم و $TiAl_3$ بوده و زمینه تیره مربوط به Al می‌باشد [۸۳].
- ۵۳.....
- شکل ۲-۲۲ تصویر TEM رسوبات Ti_2Al در داخل دانه‌های فاز $\gamma-TiAl$ [۸۹].
- ۵۴.....
- شکل ۲-۲۳ دیاگرام فازی دوتایی $Al_2O_3-TiO_2$ (at.%) [۹۱].
- ۵۷.....
- شکل ۲-۲۴ میزان اکسیژن $Ti(Al,O)$ ، $Ti_3Al(O)$ و $TiAl(O)$ [۹۰].
- ۵۹.....
- شکل ۲-۲۵ منحنی‌های DSC مربوط به مخلوط پودری $3TiO_2-7Al$ در نرخ‌های حرارتی $-20^\circ C/min$
- ۶۱..... [۹۳].
- شکل ۲-۲۶ منحنی starink مربوط به اولین پیک اگزوترمیک منحنی‌های DSC شکل ۲-۲۵ در محدوده نرخ حرارتی $10^\circ C/min-5^\circ C/min$ [۹۳].
- ۶۲.....
- شکل ۲-۲۷ منحنی‌های DSC در نرخ‌های حرارتی متفاوت در منطقه ذوب یک آلیاژ مکانیکی
- ۶۳..... [۴۸] $Al_{0.85}Ti_{0.15}$
- شکل ۲-۲۸ تصویر SEM نمونه آلیاژ مکانیکی $Al_{0.85}Ti_{0.15}$ پس از آنیل در دمای $1500^\circ C$ با حضور فاز
- ۶۴..... TiC ناشی از آلودگی کربن [۴۸].
- شکل ۲-۲۹ الگوی پراش x-ray توده‌های تفجوشی شده از $3TiO_2-7Al$ در نرخ $15K/min$ تا دمای $1350^\circ C$ و سپس، منحنی بالا: بلافاصله سرد شدن با نرخ $10K/min$ ؛ منحنی پایین: نگهداری به مدت min
- ۶۰ و سرد نمودن [۹۳].
- ۶۷.....
- شکل ۳-۱ (چپ) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودر آلومینیوم با ابعاد میکرون (راست) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نانوپودرهای اولیه TiO_2
- ۶۹.....
- شکل ۳-۲ طرح تفرق اشعه-x نانوپودرهای اولیه TiO_2
- ۶۹.....
- شکل ۳-۳ تصویر الف) آسیاب ماهواره‌ای، ب) آسیاب پرانرژی و محفظه آن
- ۷۰.....
- شکل ۳-۴ محفظه تمیز (Glove Box) به همراه پمپ خلاء و کپسول آرگون
- ۷۲.....
- شکل ۳-۵ پراش اشعه ایکس نمونه ۳۰ دقیقه آسیاب و اکسید شده
- ۷۲.....
- شکل ۳-۶ پرس هیدرولیک دستی تک محوره مورد استفاده جهت فشردن پودرها
- ۷۳.....
- شکل ۳-۷ سیکل حرارتی و کوره تونلی مورد استفاده جهت تفجوشی نمونه‌های فشرده شده
- ۷۵.....
- شکل ۳-۸ تصویر STA مورد استفاده به همراه تجهیزات آن
- ۷۷.....
- شکل ۴-۱ تصاویر SEM از تغییرات ریخت ذرات در زمان‌های متفاوت در آسیاب سیاره‌ای (a) آلومینیوم اولیه (b) ۳۰ دقیقه (c) ۷ ساعت (d) ۲۰ ساعت
- ۸۴.....
- شکل ۴-۲ تصاویر ذرات پودر آسیاب سیاره‌ای شده پس از ۳۰ ساعت
- ۸۵.....
- شکل ۴-۳ تصاویر SEM تهیه شده از ریخت پودرهای آسیاب شده در آسیاب Spex با $BPR=10$ و در مدت (a) ۳۰ دقیقه (b) ۶۰ دقیقه (c) ۱۸۰ دقیقه
- ۸۶.....

- شکل ۴-۴ تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های آسیاب Spex پس از گذشت ۳۰ دقیقه. (a) تصویرگیری به روش عبوری (b) تصویرگیری به روش انعکاسی (c) تصویر یکی از ذرات ۱۰۰۰ برابر ۸۷
- شکل ۴-۵ تصویر SEM از پودر آسیاب شده به مدت ۲۰ ساعت (a) ریخت یکی از کلوخه‌های آگلموره شده و (b) تصویر با بزرگ‌نمایی بالا از ذرات موجود در این کلوخه ۸۸
- شکل ۴-۶ تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه آسیاب شده در Spex به مدت ۳۰ دقیقه ۸۹
- شکل ۴-۷ تصاویر آنالیز نقطه‌ای عنصر تیتانیوم و تصویر SEM منطقه مورد نظر در نمونه مخلوط اولیه آلومینیوم میکرونی و اکسید تیتانیوم نانومتری ۹۰
- شکل ۴-۸ تصاویر نقشه آنالیز نقطه‌ای عناصر Al و Ti و تصویر منطقه مورد نظر در نمونه‌های تهیه شده در آسیاب سیاره‌ای در مدت زمان ۷ ساعت ۹۱
- شکل ۴-۹ آنالیز نقطه‌ای EDS از ذرات پودر مورد بحث در شکل ۴-۹ در ناحیه مشخص شده ۹۱
- شکل ۴-۱۰ تغییرات Tap Density را بر حسب زمان آسیاب برای پودرهای ۹۳
- شکل ۴-۱۱ تغییرات شدت پیک (۱۱۱) پودر آسیاب شده بر حسب زمان آسیاب ۹۴
- شکل ۴-۱۲ تصویر پراش پرتو ایکس پودرهای آسیاب شده در آسیاب سیاره‌ای در زمان‌های مختلف ۹۴
- شکل ۴-۱۳ تصویر پراش پرتو ایکس پودرهای آسیاب شده در SPEX در زمان‌های مختلف ۹۷
- شکل ۴-۱۴ نمودار شدت پیک ماکزیمم در نمونه‌های تهیه شده در آسیاب Spex ۹۷
- شکل ۴-۱۵ تصویر الگوی پراش اشعه ایکس در ترکیب‌های مختلف در $BPR=10$ ، در نمونه‌های تهیه شده در آسیاب Spex به مدت ۳۰ دقیقه ۹۸
- شکل ۴-۱۶ الگوی پراش اشعه ایکس در نمونه‌های دارای نسبت گلوله به پودر مختلف که در آسیاب Spex به مدت ۳۰ دقیقه تهیه شده‌اند. ۱۰۰
- شکل ۴-۱۷ الگوی پراش اشعه ایکس در نمونه‌های دارای نسبت گلوله به پودر ۱:۲۰ در آسیاب Spex در زمان‌های مختلف ۱۰۰
- شکل ۴-۱۸ خطوط رسم شده بر اساس رابطه ویلیامسون-هال ۱۰۱
- شکل ۴-۱۹ تغییرات ثابت شبکه پودر آسیاب سیاره‌ای شده با زمان ۱۰۳
- شکل ۴-۲۰ آنالیز نقطه‌ای برای بررسی میزان آهن حل شده در نمونه تهیه شده در آسیاب Spex ۱۰۴
- شکل ۴-۲۱ منحنی تغییر وزن در آنالیز حرارتی نمونه مخلوط شده از پودرهای اولیه آلومینیوم میکرونی و اکسید تیتانیوم نانومتری بدون عملیات آسیاب کاری ۱۰۶
- شکل ۴-۲۲ منحنی آنالیز حرارتی STA در نمونه‌های آسیاب سیاره‌ای شده در زمان‌های مختلف ۱۰۸
- شکل ۴-۲۳ منحنی آنالیز حرارتی STA در نمونه‌های آسیاب سیاره‌ای شده در زمان‌های مختلف ۱۰۸
- شکل ۴-۲۴ منحنی آنالیز حرارتی STA در نمونه‌های آسیاب Spex شده در زمان‌های مختلف ۱۰۹
- شکل ۴-۲۵ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه آسیاب شده در Spex با $BPR=10$ به مدت ۳۰۰ دقیقه، حرارت داده شده در دماهای مختلف به مدت ۱ ساعت ۱۱۱
- شکل ۴-۲۶ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه آسیاب شده در Spex با $BPR=10$ به مدت ۳۰۰ دقیقه، حرارت داده شده در دماهای مختلف به مدت ۳ ساعت ۱۱۱

- شکل ۴- ۲۷ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه آسیاب شده در Spex با $BPR=10$ به مدت ۳۰۰ دقیقه،
حرارت داده شده در دماهای مختلف به مدت ۳ ساعت ۱۱۳
- شکل ۴- ۲۸ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های منسجم حرارت داده شده در دماهای مختلف و کوینچ
شده در آب..... ۱۱۳
- شکل ۴- ۲۹ تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه آنیل شده بصورت جزیی، در دمای $800^{\circ}C$ در
بزرگ‌نمایی الف) ۱۰۰ برابر و ب) ۱۰۰۰ برابر و تصویر SEM ریزساختار نمونه و آنالیز نقطه‌ای مربوط به آن
منطقه..... ۱۱۴
- شکل ۴- ۳۰ تصویر SEM ریزساختار نمونه تف‌جوشی شده در دمای $800^{\circ}C$ و آنالیز مربوط به آن نقطه
..... ۱۱۵

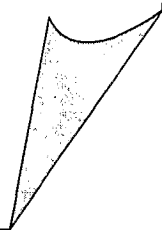
صفحه	عنوان
۱۷	جدول ۱-۲ میزان کربن وارد شده به سیستم در ترکیبات مختلف بر اساس درصد اتمی [۴۸]
۲۴	جدول ۲-۲ توالی تغییر فرم ساختاری حین آسیاب مکانیکی مخلوط پودری با ترکیب نزدیک به $Al_{75}Ti_{25}$ [۵۳]
۲۴	جدول ۳-۲ توالی تغییر فرم ساختاری حین آسیاب مکانیکی مخلوط پودری با ترکیب نزدیک به $Al_{50}Ti_{50}$ [۵۳]
۲۵	جدول ۴-۲ توالی تغییر فرم ساختاری حین آسیاب مکانیکی مخلوط پودری با ترکیب نزدیک به $Al_{25}Ti_{75}$ [۵۳]
۳۸	جدول ۵-۲ مقایسه‌ای بین تافنس شکست کامپوزیت با هریک از اجزای تشکیل دهنده [۵۹]
۴۵	جدول ۶-۲ خواص آلیاژهای $TiAl$ و ابرآلیاژها [۷۴]
۵۵	جدول ۷-۲ مقایسه ترکیبات شیمیایی فازهای Ti_2Al ، γ و α_2 به کمک آنالیز EDX [۸۹]
۵۶	جدول ۸-۲ داده‌های کریستالوگرافی فازهای تعادلی دوتایی در سیستم $Ti-Al-O$ [۷۰]
۵۷	جدول ۹-۲ انرژی آزاد تشکیل (ΔG_0) فازهای مربوطه در سیستم $Ti-Al-O$ [۷۰]
۶۰	جدول ۱۰-۲ داده‌های ترمودینامیکی $AlTi$ و Ti_3Al [۸۱]
۶۵	جدول ۱۱-۲ انرژی اکتیواسیون E_a از نفوذ عنصر Ti در فازهای مختلف سیستم $Al-Ti$ بین $1126K$ - $1373K$ [۹۳]
۶۸	جدول ۱-۳ مشخصات نانوپودر اکسید تیتانیوم مورد استفاده
۱۰۲	جدول ۱-۴ تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه با زمان آسیاب

چکیده

کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت شده با ذرات مختلف مانند سرامیک‌ها به دلیل مقاومت سایشی، مدول و استحکام بالا و خواص دما بالای مناسب، در کنار سبک‌وزن بودن توجه پژوهشگران صنایع نظامی، هوافضا و خودروسازی را به خود جلب نموده است. ایجاد ترکیبات بین فلزی در این سیستم‌ها و اندازه ذرات تقویت‌کننده، از فاکتورهای ریزساختاری هستند که خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها به‌ویژه تنش تسلیم، انعطاف‌پذیری و چقرمگی شکست را تحت تأثیر قرار می‌دهند. در این پژوهش سعی بر آن است تا با ساخت و بررسی خواص نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با ذرات بین فلزی AlTi، به روش آلیاژسازی مکانیکی، بدست آوردن زمان‌های مناسب آلیاژسازی و آنالیزهای مختلف حرارتی، بدست آوردن نقاط دقیق شروع و پایان واکنش‌ها و در نهایت بررسی‌های دقیق فازی و بدست آوردن فازهای مورد نظر در سیستم Al-Ti-O، قابلیت این گروه از مواد به عنوان جایگزینی مناسب برای سیستم‌های متداول ارزیابی شود. توزیع مناسبی از عنصر تیتانیوم در زمان بسیار کم مانند ۱۸۰ دقیقه بدست آمد. روند الگوی‌های پراش نشان می‌دهد شدت پیک مواد اولیه به شدت کاهش یافته و تبدیل به مواد آمورف و سپس کریستال‌های کوچکتر می‌شوند، به‌طوری‌که اندازه دانه‌ها از روش ویلیامسون-هال تا ۴۰ نانومتر کوچک شده‌اند. نتایج XRD نشان دهنده حصول مستقیم ترکیب بین فلزی پس از ۲۰ ساعت آسیاب سیاره‌ای و ۳۰۰ دقیقه آسیاب Spex در نسبت گلوله به پودر ۲۰ می‌باشد. تشکیل پیک پهنی از مواد محصول مورد انتظار و محو شدن پیک مواد اولیه، نشان دهنده آن است که مواد اولیه در واکنش شرکت کرده و تبدیل به موادی نانو ساختار از ترکیب بین فلزی AlTi شده‌اند. در نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی اندازه دانه‌های موجود در کلوخه‌ها تا حدود ۱۰۰ نانومتر نیز کوچک شده‌اند. آنالیز حرارتی و عملیات آنیل کاهش دمای استحاله در پودرهای آسیاب شده را در دماهایی بسیار پایین‌تر در حدود ۴۰۰-۶۰۰ درجه تایید می‌کنند.

فصل اول:

مقدمه



فصل اول: مقدمه

۱-۱- مقدمه و اهداف پژوهش

آلیاژهای سبک‌وزن تیتانیوم و آلومینیوم عمدتاً به این دلیل مورد توجه قرار گرفته‌اند که همواره نیاز وافر به افزایش نسبت نیروی رانش به وزن در موتورهای وسایل حمل و نقل احساس می‌شود. این صنایع به خوبی پی‌برده‌اند که موفقیت آنها در گرو افزایش روزافزون قابلیت دمایی قطعات حساس می‌باشد. توجه به مواد سبکی مانند γ -TiAl در دهه ۵۰ میلادی آغاز گردید ولی بجز پیشرفت‌های بوجود آمده در چند سال اخیر پیشرفت عمده‌ای در زمینه طراحی و فرآوری چنین آلیاژهایی صورت نگرفته بود.

اگرچه جذابیت کاربردی آلیاژهای آلومینیوم و تیتانیوم به دلیل استحکام ویژه بالای آنها است ولی مقاومت سایشی و صلبیت پایین این آلیاژها کاربرد آنها را محدود نموده است. لذا با استفاده از خواص سرامیک‌ها و ساخت کامپوزیت‌های تقویت شده با ذرات سرامیک، موادی با استحکام و مدول بالا، مقاومت بالا به سایش و خواص مناسب برای کاربرد در دماهای بالا به دست می‌آید که در عین حال سبک‌وزن هستند. در کنار مزایای مذکور، معایبی چون انعطاف‌پذیری و چقرمگی شکست کم و پایداری حرارتی نامناسب هم وجود دارد. نوع و اندازه ذرات سرامیکی تقویت‌کننده یکی از فاکتورهای ریزساختاری است که این خواص را تحت تأثیر قرار می‌دهد.

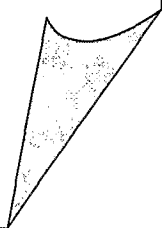
نتایج تحقیقات نشان می‌دهد که پس از حصول به ترکیب مناسب فاز تقویت‌کننده، با کاهش اندازه ذرات، تنش تسلیم و سختی افزایش و چقرمگی شکست کاهش می‌یابد. نتایج تحقیقات اخیر حاکی از آن است که با کاهش اندازه ذرات تقویت‌کننده تا حد نانومتر و ساخت نانوکامپوزیت‌ها علاوه بر استحکام تسلیم، انعطاف‌پذیری نیز افزایش می‌یابد. به طور کلی از روش‌های متنوعی نظیر ریخته‌گری و یا روش متالورژی پودر جهت ساخت این مواد بکار گرفته شده است که البته در این میان متالورژی پودر و آسیاب‌کاری و تفجوشی بدلیل دستیابی به قطعه نهایی با عملیات کمتر بسیار مورد توجه قرار گرفته است. ولی ایجاد مستقیم ترکیبات مطلوب در سیستم آلیاژی آلومینیوم و تیتانیوم، هم‌اکنون نیز از موارد

مورد بحث می‌باشد. لذا، در پژوهش حاضر ضمن ارائه روشی جدید در ساخت ترکیبات بین فلزی موجود به کمک آلیاژسازی پودرهای آلومینیوم و نانوپودر TiO_2 به عنوان منبع تیتانیوم، به بررسی پشرفت‌های اخیر در توسعه چنین دسته‌ای نوین از مواد پرداخته می‌شود و پس از بحث در خصوص انواع ریزساختارهای قابل حصول در آلیاژهای این ترکیب، پارامترهایی که در ساخت نانوکامپوزیت‌های پودری ساخته شده از روش آلیاژسازی مکانیکی در سیستم آلومینیوم و تیتانیوم وجود دارد مورد بررسی قرار گرفته و سعی در بهینه‌سازی آنها خواهد شد. به این ترتیب، با وجود چند فازی بودن این مواد، نانوکامپوزیت‌هایی با شرایط متفاوت تولید به منظور بدست آوردن فاز بین فلزی پایدار $\gamma-TiAl$ ساخته می‌شود و ریزساختارهای بوجود آمده و فازهای مختلف در روش‌های گوناگون تحلیل خواهند گردید. به این ترتیب در ادامه فعالیت‌های صورت گرفته در زمینه تهیه کامپوزیت‌ها و نانوکامپوزیت‌های متفاوت به روش آسیاب مکانیکی در پژوهشگاه، خصوصاً تحقیقات صورت گرفته در مورد متالورژی پودر آلومینیوم و تیتانیوم، اهداف پژوهش حاضر بدین ترتیب تعیین گردید:

۱. ساخت پودرهای کامپوزیتی و نانوکامپوزیتی با آسیاب کردن هم‌زمان پودرهای میکرومتری آلومینیوم و نانومتری اکسید تیتانیوم در شرایط اتمسفر کنترل شده، به منظور ایجاد توزیع یکنواختی از ذرات بین فلزی تقویت‌کننده در زمینه.
۲. ساخت نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با ذرات تقویت‌کننده Al_2O_3 و ترکیبات بین فلزی موجود در سیستم آلیاژی $Al-Ti$.
۳. حذف مرحله تفجوشی برای بدست آوردن ترکیبات بین فلزی و فازهای مطلوب در این سیستم آلیاژی در دمای پایین‌تر بدلیل بهبود خواص با عدم استفاده از حرارت، کاهش اندازه دانه‌ها و تغییر سازوکارهای تغییر شکل.
۴. بررسی دلایل و مکانیزم‌های اثر نانوذرات اکسید تیتانیوم در شکل‌گیری ترکیب مطلوب در دماهایی پایین‌تر از دمای تفجوشی معمول.
۵. استفاده از آسیاب با انرژی بالا برای بهبود شرایط آسیاب

فصل دوم:

مروری بر منابع



فصل دوم: مروری بر منابع

۲-۱- نانو کامپوزیت‌ها

به طور ساده می‌توان گفت کامپوزیت به ماده‌ای اطلاق می‌شود که از دو یا چند جزء تشکیل شده است به طوری که این اجزاء در مقیاس میکروسکوپی با هم ترکیب و خصوصیتی را ایجاد نمایند که به تنهایی در هیچ یک از اجزای تشکیل دهنده آن موجود نباشد. خواصی مانند استحکام، صلبیت، مقاومت به خوردگی، مقاومت به سایش، عمر خستگی، مقاومت خزشی و هدایت حرارتی می‌تواند با تشکیل کامپوزیت بهبود یابد [۱-۲]. طبیعتاً تمامی خواص مذکور به‌طور هم‌زمان بهبود نیافته، بلکه در هر نوع کامپوزیت با توجه به کاربرد، دو یا چند عامل مورد نظر قرار می‌گیرد. کامپوزیت‌ها حداقل از دو جزء تشکیل شده‌اند که معمولاً در آن یک جزء با استحکام بالا به عنوان فاز تقویت کننده در زمینه‌ای نرم قرار گرفته است [۳-۴]. در صورتی که حداقل ابعاد یکی از اجزای تشکیل دهنده در کامپوزیت در مقیاس نانومتری قرار گیرد به چنین ماده‌ای واژه نانو کامپوزیت اطلاق می‌شود. لذا با کاهش اندازه ذرات تقویت کننده تا حد نانومتر ساختار حاصله نانو کامپوزیت خواهد بود [۵].

در نانو کامپوزیت‌ها ذرات تقویت کننده بسیار کوچک و در حد نانو می‌باشد که در زمینه (با ابعاد میکرو یا نانو) به‌طور یکنواخت و همگن پخش شده‌اند. مکانیزم استحکام‌دهی نیز مانند استحکام بخشی در رسوب سختی شامل برخوردهای بین ذرات و نابجائی‌ها در زمینه می‌باشد. در نتیجه بدلیل کاهش فاصله بین ذرات تقویت کننده و ریزتر بودن ساختار در حد نانو، افزایش قابل ملاحظه‌ای در استحکام، چقرمگی و سایر خواص مکانیکی این مواد دیده خواهد شد [۶].

۲-۲- نانو کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی

در سال‌های اخیر کاهش وزن سازه یکی از مهم‌ترین فاکتورهای مورد توجه سازندگان به ویژه صنایع هوافضا و خودروسازی می‌باشد، لذا کاربرد آلیاژهای سبک‌وزن آلومینیوم در این صنایع به‌طور قابل

ملاحظه‌ای گسترش یافته است. اگرچه جذابیت کاربردی آلیاژهای آلومینیوم به دلیل استحکام ویژه^۱ بالای آنها می‌باشد ولی مقاومت سایشی و صلبیت پایین این آلیاژها کاربرد آنها را محدود می‌سازد [۷]. استفاده از خواص سرامیک‌ها و ساخت کامپوزیت‌های تقویت شده با ذرات سرامیک، راه‌حلی برای محدودیت کاربردی این گروه از مواد می‌باشد. بنابراین به منظور بهبود خواص مکانیکی و افزایش مقاومت سایشی این آلیاژها، کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت شده با ذرات سرامیک ساخته می‌شوند.

استحکام و مدول بالا، مقاومت بالا به خوردگی و بهبود خواص دما بالای این گروه از کامپوزیت‌ها در کنار سبکی وزن توجه سازندگان خودرو، صنایع هوافضا و نظامی را به خود جلب نموده است. در کنار مزایای فراوان، ساخت کامپوزیت‌های آلومینیومی تقویت شده با ذرات سرامیک معایبی را نیز در بردارد، انعطاف‌پذیری پایین، چقرمگی شکست پایین و پایداری حرارتی کم از جمله این موارد می‌باشد [۴، ۶ و ۸].

۲-۳- روش‌های ساخت نانوکامپوزیت‌ها

آلیاژهای آلومینیوم با ذرات تقویت‌کننده بین فلزی دارای ترکیب بسیار مناسبی از خواص مکانیکی زمینه مانند چقرمگی و داکتیلیتی و خواص فاز تقویت‌کننده مانند استحکام و مدول بالا می‌باشند. در این میان بهبود این خواص با کاهش اندازه دانه‌های ذرات تقویت‌کننده بدلیل افزایش فصل مشترک و توزیع یکنواخت این ذرات از اهمیت بالایی برخوردار است [۹].

به طور کلی از روش‌های متنوعی نظیر ریخته‌گری و یا روش متالورژی پودر جهت ساخت این مواد بکار گرفته شده است که البته در این میان متالورژی پودر و آسیاب‌کاری و تفجوشی بدلیل دستیابی به قطعه نهایی با عملیات کمتر بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۱۰ و ۱۱].

در روش ریخته‌گری، ذرات تقویت‌کننده به مذاب اضافه می‌شوند و به صورت مکانیکی در داخل فاز مذاب پخش می‌شوند. در حالی که در روش متالورژی پودر، پودرهای پیش‌آلیاژی یا خالص فلزی با ذرات سرامیکی مخلوط می‌گردند و سپس با پرس کردن ذرات پودر در داخل قالب و تفجوشی، ذرات پودری به

¹ - Specific Strength

یکدیگر متصل می‌شوند و با کاهش درصد حفره‌ها دانسیته افزایش می‌یابد [۸ و ۶]. عملیات پرس کردن و تفجوشی در فرآیند اکستروژن گرم یا پرس گرم به طور هم‌زمان صورت می‌پذیرد.

مهم‌ترین عیب روش ریخته‌گری برای تولید کامپوزیت‌های فلزی تقویت شده با ذرات سرامیک، جدایش ذرات از فاز مذاب می‌باشد. ترنشدن ذرات فاز دوم به وسیله مذاب آلومینیوم و جدایش فاز سرامیکی منجر به ایجاد ساختار غیرهمگن می‌گردد [۹ و ۱۲]. همچنین در این روش برای تولید کامپوزیت‌های آلومینیوم تقویت شده با ذرات Al_2O_3 امکان حل شدن این ذرات در مذاب آلومینیوم وجود دارد [۵ و ۱۳].

یانگ و همکارانش [۱۴] نیز اخیراً روشی جدید برای ساخت نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی ابداع کرده‌اند. در این روش ذرات نانومتری SiC به مذاب آلومینیوم اضافه می‌شود و با اعمال امواج اولتراسونیک به مذاب از چسبیدن ذرات به یکدیگر جلوگیری می‌شود. در این روش با اعمال امواج اولتراسونیک هزاران میکروحفره در داخل مذاب شکل می‌گیرد، با فروپاشی این میکروحفره‌ها در زمانی بسیار کوتاه تجمع ذرات نانومتری از بین می‌رود و امکان چسبیدن ذرات به یکدیگر کاهش می‌یابد. لذا ذرات داخل مذاب پخش می‌شوند و توزیع یکنواختی از نانوذرات در داخل ساختار ریختگی به وجود می‌آید [۱۴].

به طور کلی روش‌های ساخت نانوکامپوزیت‌ها به سه گروه اصلی طبقه‌بندی می‌شوند:

۱- روش مایع (ریخته‌گری)

۲- روش نیمه جامد

۳- روش متالورژی پودر

در روش ریخته‌گری ذرات تقویت‌کننده به مذاب اضافه می‌شوند و به‌طور مکانیکی در داخل مذاب پخش می‌شوند. که این روش جهت ساخت نانوکامپوزیت‌ها بسیار مشکل می‌باشد.

در روش متالورژی پودر، پودرهای پیش‌آلیاژی یا خالص فلزی و ذرات تقویت‌کننده با ابعاد میکرو در آسیاب با انرژی بالا به ابعاد نانو می‌رسند (آلیاژسازی مکانیکی^۱)، سپس با پرس کردن نانوذرات پودر در داخل قالب و تفجوشی، نانوذرات پودری به یکدیگر متصل می‌شوند و با کاهش درصد حفره‌ها دانسیته افزایش می‌یابد [۱۵ و ۳].

روش متالورژی پودر در مقایسه با روش ریخته‌گری برای تولید نانوکامپوزیت‌ها دارای مزایای زیر می‌باشند [۱۶]:

۱- در حالت جامد-جامد واکنش بین فاز دوم و زمینه به حداقل مقدار ممکن می‌رسد.

۲- امکان کنترل دقیق حجم فاز دوم به این روش ممکن است.

۳- امکان کنترل ضریب انبساط حرارتی و مدول کامپوزیت متناسب با کاربرد.

در کنار مزایای مذکور در بالا، یکی از معایب روش متالورژی پودر احتمال آگلومره شدن ذرات فاز تقویت‌کننده و توزیع غیریکنواخت آنها در ساختار کامپوزیت می‌باشد [۱۷ و ۴]. این موضوع موجب افت خواص مکانیکی کامپوزیت می‌گردد. تفاوت اندازه ذرات فاز زمینه و تقویت‌کننده، اختلاف چگالی ذرات و باردار شدن ذرات مهم‌ترین دلایل توزیع غیریکنواخت فاز تقویت‌کننده و آگلومره شدن ذرات می‌باشد [۱۸]. قابل توجه است که با کاهش اندازه ذرات، امکان آگلومره شدن و چسبیدن ذرات به یکدیگر بیشتر می‌شود به طوری که برای ساخت نانوکامپوزیت‌ها با ذرات تقویت‌کننده نانومتری باید از روش‌های خاصی استفاده نمود.

عوامل مؤثر بر خواص کامپوزیت‌های تقویت‌شده با ذرات شامل درصد حجمی فاز تقویت‌کننده، فصل مشترک بین زمینه و ذرات، اندازه و توزیع اندازه ذرات فاز دوم و نحوه توزیع آن ذرات می‌باشد [۱۹-۲۰]. انتخاب مناسب اندازه ذرات زمینه و تقویت‌کننده، استفاده از حلال‌های قطبی برای قطبی کردن سطح ذرات و ایجاد توزیع یکنواخت و به‌کارگیری روش آلیاژسازی مکانیکی شاخص‌ترین روش ایجاد توزیع

¹ Mechanical Alloying (MA)

همگن و یکنواخت فاز تقویت کننده و جلوگیری از آگلومره شدن ذرات می باشد. همچنین شاید بتوان گفت

در حال حاضر روش آلیاژسازی مکانیکی مهم ترین روش تولید نانو کامپوزیت های زمینه فلزی است [۲۱].

البته تحقیقات انجام شده توسط یو^۱ و همکارانش [۲۲] نشان می دهد که علاوه بر آلیاژسازی مکانیکی و

اضافه کردن مستقیم فاز تقویت کننده به زمینه و خردایش همزمان آنها می توان از روش سرد کردن سریع^۲

نیز برای تولید بعضی از ساختارهای نانو کامپوزیتی استفاده نمود.

برخلاف فازهای آمورف و محلول های جامد فوق اشباع، فازهای میانی نیمه پایدار را می توان از طریق

پودرهای آسیاب مکانیکی به همراه انجام عملیات حرارتی تولید نمود.

نحوه تشکیل ترکیبات بین فلزی نیز مشابه تشکیل فازهای آمورف است. تشکیل ترکیبات بین فلزی به

دلیل نفوذ قابل ملاحظه عناصر در حین آسیاب می باشد. بنابراین در اثر فرایند نفوذ، ترکیب در دماهای

پایین تر، جوانه زنی و رشد می نماید. فرآیند نفوذ می تواند به دلیل وجود نقایص ساختاری نظیر مرزهای دانه

و سطوح آزاد نیز سریع تر انجام شود. نقش تنش های مکانیکی در نحوه نفوذ به طور کامل مشخص نیست.

با ریز شدن ساختار کامپوزیت، دمای واکنش کاهش و میزان نفوذ افزایش می یابد. سطوح آزاد نقش مهمی

در کاهش دمای واکنش دارند. با کاهش ضخامت لایه و افزایش سطح آزاد، واکنش آسان تر انجام می گردد.

تبدیل کامل مخلوط پودری به ترکیب مورد نظر، اساساً مستلزم آسیاب مکانیکی طولانی مدت می باشد

که پرهزینه و غیر عملی می باشد، بنابراین ترکیبی از آسیاب مکانیکی و عملیات حرارتی جهت تولید

ترکیبات پودری استفاده می شود.

روش آسیاب مکانیکی پراورژی، تکنیکی موثر جهت تولید ساختارهای نانوکریستالی می باشد. هنگامی

که یک پودر عنصری تک فاز یا ترکیبات بین فلزی آسیاب می شوند، اندازه دانه ذرات پودری تا اندازه ای

کاهش می یابد تا ابعاد آنها به ۲۵-۳ نانومتر برسد. در مورد برخی ترکیبات بین فلزی، ساختار پودر تحت

این شرایط تبدیل به آمورف می شود. ترکیبات بین فلزی نانوکریستالی پودری را می توان از روش

آلیاژسازی مکانیکی پودرهای عنصری تولید نمود. در این موارد، دانه هایی با ابعاد نانو، نتیجه مستقیم تغییر

¹ - Yu

² - Rapid Cooling