

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
الْحَمْدُ لِلَّهِ الَّذِي
خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ
وَالَّذِي يُرِيهِمْ
آيَاتِهِ وَيُخَوِّئُهُمْ
لِقَوْلِهِ رَبِّكَ
أَكْبَرُ

۲۳۹۲۹



پژوهشگاه مواد و انرژی

**((بررسی اثر افزودنی Al بر تحول فازی و ریز ساختاری
ترکیبات MoSi_2 تهیه شده به روش SHS))**

رساله برای دریافت درجه دکترا (PhD)

در رشته مهندسی مواد

سید علی طیبی فرد

مجلس اعلا مقامات آموزش عالی
توسعه آموزش عالی

۱۳۸۷ / ۱۳ / ۱۴

استاد راهنما:

دکتر رحیم یزدانی راد

استاد مشاور:

دکتر مسعود درودیان

بهار ۱۳۸۵

۹۳۹۲۶

تقدیم به همسراہ

کہ ایثارگرانہ همچون شمع سوخت تا

پروانہ اندیشہ من کرد این صمیمہ بہ گرش آید

— — — — —

— — — — —
— — — — —
— — — — —

سپاسنامه

حمد و سپاس خداوند یکتا را که سپاس و ستایش مخصوص اوست و اگر نبود عبارت مَنْ لَمْ يَشْكُرِ الْمَخْلُوقَ لَمْ يَشْكُرِ الْخَالِقَ سخن کوتاه می کردم. اینک شاهد به ثمر نشستن تلاشی هستیم که در سایه عنایات الهی و همراهی اساتید و دوستان گرامی به بار نشست است، 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 آقای دکتر رحیم یزدانی راد که از اولین گامهای این پروژه مشوق و راهنمای بنده بودند و همواره از دیدگاههای ارزشمند ایشان بهره می جستم، کمال تشکر و امتنان را داشته باشم.

آقای دکتر مسعود درودیان با دانش و تجربیات ذی قیمت خود همیشه بیش از یک استاد مشاور، همچون چراغی فروزان فرا روی گامهای من در زوایای تاریک این تحقیق بودند، نهایت سپاس و تشکر را از ایشان دارم.

آقای دکتر کامران احمدی اگرچه در واپسین مراحل پروژه توفیق بهره گیری از دیدگاههای ژرف ایشان در زمینه مسائل بلورشناسی و تعیین فاز نصیب بنده شد ولیکن با راهنمایی ها و همراهی های مشفقانه خویش مسبب به ثمر نشستن تلاش ما در یافتن یک فاز جدید شد، از این استاد گرامی بی نهایت متشکرم.

استاد گرامی آقای دکتر فتح اله مضطرزاده همواره با راهنمایی ها و مساعدتهای مشفقانه خویش مسیری روشن در جهت در جهت اجرای تحقیقات پویا فرا روی ما قرار می دادند، کمال امتنان را از ایشان دارم.

از میهمان نوازی آقای پروفیسور عباس هابیل فرشچی و همکاری بی نظیر و دقیق آقای دکتر Guido Reisel و خانم Gudrun Fritsche از دانشگاه کمیتز آلمان در جهت انجام آنالیزهای DSC بسیار سپاسگزارم.

آقایان دکتر سید خطیب الاسلام صدرنژاد و محمد رضا رحیمی پور؛ بار عظیم اداری و پژوهشی پژوهشگاه را عهده دار شده اند. از توجه و راهنمایی های این بزرگواران در جهت نیل به اهداف پژوهشی خود نهایت قدردانی و امتنان را دارم.

آقایان دکتر مهران صولتی هاشجین، محمد پازوکی و بابک رئیسی دهکردی در جهت انجام کلیه امور تحصیلی بنده از ابتدا تا انتهای این دوره از هیچ کوششی مضایقه نکردند، از این گرامیان متشکرم.

اساتید گرامی آقایان دکتر فریدون حصار، بهمن به دین، محمد علی بهره ور، کاووس فلامکی، نیازهای بی شمار تحقیقاتی ما را به نحو احسن پاسخگو بودند، بدین وسیله مراتب سپاس خود از این عزیزان را اعلام می دارم.

آقایان آرش رضایی و مجید اعظم عزیزانی که تمام اوقات خود را از اولین روزهای ورود ما به پژوهشگاه تا واپسین لحظات صمیمانه مصروف امور تحصیلی ما کردند، از این بزرگواران بی نهایت سپاسگزارم.

آقای محمد رضا حسن زاده در تمامی لحظات همراه، همگام و حتی پیشروی ما دلسوزانه در پیشبرد عملیات اجرایی پروژه از قبیل فراهم آوردن و حتی ساخت تجهیزات و کوره های مورد نیاز یار و یاور ما بود، از ایشان بابت این همه زحمت و مرارت کمال امتنان و تشکر را دارم.

از اطلاعات و دانش فنی و حمایت های آقایان مهندس هوشنگ عزیزی و علی اکبر خشه چی همواره بهره مند بودم از این عزیزان سپاسگزارم.

آقایان مهندس سیامک نورایی، مجاهد پارسی و احد فتاحی و خانمها مهندس زمانیان، یاوری، جمالی نیک و موقر آنالیز های متعدد مورد نیاز ما را با دقت و حوصله فراوان اجرا می کردند، از زحمات بی دریغ این گرامیان بسیار متشکرم.

آقایان آرش کاویانی، مهدی حبیبی، محمد علی کبیری، بهروز ضرغامی، طاهر دین محمد پور، عبدالرضا سلیمانی و ابراهیم جباری در مراحل گوناگون اندازه گیری های پارامترهای مختلف،

آنالیزها و تشخیص های گوناگون با تلاش پی گیر خود ما را به هدف نزدیکتر می ساختند، از این دوستان متشکرم.

آقایان مهندس یوسف دربانی، شهرام عامری و خانم اسدی در مدیریت اطلاع رسانی با کوشش بی وقفه خود کمک شایانی در دسترسی ما به شبکه جهانی اینترنت و تجهیز رایانه ها داشتند، از این عزیزان سپاسگزارم.

آقای دکتر رضا پولادی دوست، همراه و استاد بنده همواره با رهنمود های گران سنگ خویش مشوق و جان بخش ما بود امیدوارم بیش از پیش در تمامی مراحل زندگی موفق و پیروز باشند. دوران طولانی و پرنشیب و فراز این دوره تحصیلی با همراهی آقایان دکتر مسعود علیزاده و رضا سالاریان برد و سلامت می نمود، از این دوستان متشکرم.

خانمها ادهمی و مرادی و همکاران محترمشان در کتابخانه پژوهشگاه همواره در اسرع وقت منابع مطالعاتی مورد نیاز را در اختیار ما قرار می دادند، از تلاش این بزرگواران متشکرم. خانمها یوسفی نژاد، دهقان، پور اسفندیاری و اخوان مسئولیت هماهنگی ما با مسئولین پژوهشگاه را برعهده داشتند، از این گرامیان سپاسگزارم.

خانمها قره داغی و فولادیان در تهیه گزارشات پروژه تلاش شایانی داشتند، از ایشان متشکرم. آقای غلامرضا سلیمانی مثل همیشه پر توان در چاپ، تکثیر و تجلید گزارشات پروژه یار و یاور ما بود، از این عزیز بسیار سپاسگزارم.

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

سید علی طیبی فرد

بهار ۱۳۸۵



پژوهشگاه مواد و انرژی
مدیریت تحصیلات تکمیلی

به نام خدا

صور تجلسه ارزیابی نهایی دفاع

از رساله دکترا

شماره:

تاریخ:

مشخصات دانشجو:

نام: سیدعلی

رشته: مهندسی مواد

نام خانوادگی: طیبی فرد

شماره دانشجویی: ۷۹۱۱۳۲۰۴

تاریخ دفاعیه: ۱۳۸۵/۳/۱۷

موضوع رساله: بررسی اثر افزودن Al و نسبت $SiC/MoSi_2$ بر ریز ساختار و چگالش کامپوزیت‌های $MoSi_2-SiC$ تهیه شده به روش SHS

واحد: ۲۴

نمره رساله به عدد: ۱۷/۸۸

به حروف: هفده و هشتاد و هشت صدم

درجه ارزشیابی: خوب

استاد راهنما:

نام و نام خانوادگی: دکتر رحیم یزدانی راد
رتبه دانشگاهی: دانشیار
از پژوهشگاه مواد و انرژی

استاد مشاور:

نام و نام خانوادگی: دکتر مسعود درودیان
رتبه دانشگاهی: استادیار
از پژوهشگاه مواد و انرژی

استادان مدعو:

نام و نام خانوادگی: دکتر فرهاد گلستانی فرد
رتبه دانشگاهی: استاد
از دانشگاه علم و صنعت

نام و نام خانوادگی: دکتر احسان طاهری نساج
رتبه دانشگاهی: استادیار
از دانشگاه تربیت مدرس

نام و نام خانوادگی: دکتر علیرضا آقایی
رتبه دانشگاهی: استادیار
از پژوهشگاه مواد و انرژی

نام و نام خانوادگی: دکتر اسماعیل صلاحی
رتبه دانشگاهی: استادیار
از پژوهشگاه مواد و انرژی

نماینده تحصیلات تکمیلی:

نام و نام خانوادگی: دکتر بابک رئیسی دهکردی
رتبه دانشگاهی: استادیار
از پژوهشگاه مواد و انرژی

در حضور هیات داوران، جلسه دفاع از ساعت ۹:۳۰ تا ساعت ۱۲ در پژوهشگاه مواد و انرژی انجام شد و به سئوالات هیات داوران پاسخ داده شد. هیات داوران با توجه به دفاعیه داوطلب و ویژگی‌های تالیف رساله و همچنین پاسخگویی به سئوالات، کیفیت و صحت آزمایشها را تایید و امتیاز تحقیقات انجام شده را با میانگین آراء خوب تعیین می‌نماید.

فهرست مندرجات

- فهرست مندرجات.....أ
- فهرست جدول ها.....ه
- فهرست شکل ها.....و
- چکیده.....م
- فصل اول - مقدمه ۱
- فصل دوم - مروری بر منابع مطالعاتی..... ۵
- ۱-۲- مولیبدن دی سیلیساید ($MoSi_2$)..... ۵
- ۱-۱-۲- ویژگیهای عمومی..... ۵
- ۲-۱-۲- دیاگرام فاز سیستم دوتایی Mo-Si..... ۷
- ۳-۱-۲- خواص $MoSi_2$ ۸
- ۱-۳-۱-۲- مقاومت در برابر اکسیداسیون و خوردگی..... ۸
- ۲-۳-۱-۲- خواص مکانیکی..... ۱۰
- ۴-۱-۲- کاربردهای مولیبدن دی سیلیساید..... ۱۱
- ۵-۱-۲- تاریخچه ساخت قطعات بر پایه $MoSi_2$ ۱۲
- ۲-۲- آلیاژ های پایه $MoSi_2$ ۱۳
- ۱-۲-۲- مولیبدن آلومینو سیلیساید $Mo(Si,Al)_2$ ۱۴
- ۲-۲-۲- دیاگرام فاز سیستم سه تایی Mo-Si-Al..... ۱۵
- ۳-۲- کامپوزیت های زمینه $MoSi_2$ ۱۶
- ۱-۳-۲- طبقه بندی براساس نوع فاز دوم..... ۱۶
- ۱-۱-۳-۲- کامپوزیت های $MoSi_2$ تقویت شونده به وسیله فلزات دیرگداز چکش خوار..... ۱۶
- ۲-۱-۳-۲- کامپوزیت های زمینه $MoSi_2$ با فاز دوم سرامیکی..... ۱۷
- ۲-۳-۲- طبقه بندی براساس شکل فاز دوم..... ۱۷
- ۴-۲- سنتز احتراقی یا SHS..... ۱۸
- ۱-۴-۲- شرح تاریخی پیشرفت و توسعه SHS..... ۱۸

- ۱۹.....۲-۴-۲- مدها و روش های واکنش
- ۲۵.....۳-۴-۲- مزایا و معایب SHS
- ۲۵.....۴-۴-۲- ویژگی های روش SHS
- ۲۶.....۵-۴-۲- مکانیزم واکنش های احتراقی
- ۲-۵- روش های زینترینگ ویژه.....۲۸**
- ۲۸.....۱-۵-۲- زینترینگ فاز مایع
- ۲۸.....۱-۱-۵-۲- تعاریف اولیه
- ۳۰.....۲-۱-۵-۲- کاربردهای زینترینگ فاز مایع
- ۳۲.....۳-۱-۵-۲- نگاهی به مزایا و معایب زینترینگ فاز مایع
- ۳۳.....۴-۱-۵-۲- ترتیب مراحل به شکل کلاسیک
- ۳۶.....۲-۵-۲- زینترینگ واکنشی
- ۲-۶- مروری بر تحقیقات انجام شده در راستای موضوع پروژه.....۳۹**
- ۳۹.....۱-۶-۲- فرآیند، ریزساختار و خواص مولیبدن آلومینو سیلیساید
- ۳۹.....۲-۶-۲- سنتز احتراقی و خواص مکانیکی کامپوزیت های مولیبدن دی سیلیساید تقویت شده با SiC ذره ای
- ۴۷.....
- ۲-۷- جمع بندی مباحث ارائه شده.....۵۵**
- فصل سوم - فعالیت های تجربی.....۵۷**
- ۳-۱- مواد اولیه.....۵۷**
- ۳-۲- تجهیزات.....۵۸**
- ۳-۳- شرح فرآیند.....۶۲**
- فصل چهارم - نتایج و بحث.....۶۵**
- ۴-۱- سنتز آلیاژهای پایه $MoSi_2$ با افزودنی آلومینیم $(Mo+2(1-x)+2xAl)$۶۵**
- ۶۵.....۱-۱-۴- مواد اولیه
- ۶۵.....۱-۱-۴- پودر مولیبدن (Mo)
- ۶۶.....۲-۱-۴- پودر سیلیکون (Si)

- فصل پنجم - نتیجه گیری ۱۳۳
- فصل ششم - پیشنهادها ۱۳۴
- فصل هفتم - منابع ۱۳۵

فهرست جدول ها

- جدول (۱-۲) - انتالپی تشکیل مولیبدن دی سیلیساید..... ۶
- جدول (۲-۲) - شرح تاریخی توسعه SHS در نقاط مختلف جهان..... ۱۹
- جدول (۳-۲) - تاثیر پیش گرمایش بر اندازه دانه ها..... ۲۱
- جدول (۴-۲) - مثال هایی از سیستم های زینترینگ فاز مایع و کاربرد هایشان..... ۳۲
- جدول (۵-۲) - جدول الاستیک $Mo(Si_{0.8}Al_{0.2})_2$ و $MoSi_2$ پلی کریستال..... ۴۴
- جدول (۶-۲) - سختی و بکرز و چقرمگی شکست $MoSi_2$ و $Mo(Si_{0.8}Al_{0.2})_2$ ۴۵
- جدول (۷-۲) - چگالی نسبی و اندازه دانه ها در نمونه های پرس گرم شده..... ۴۸
- جدول (۸-۲) - نتایج تست سختی و بکرز برای $MoSi_2$ - $MoSi_2$ - 10-20vol% SiC..... ۵۳
- جدول (۹-۲) - مقایسه نتایج سختی و بکرز با نتایج برگرفته شده از ادبیات..... ۵۳
- جدول (۱۰-۲) - نتایج تست خمشی چهارنقطه ای برای $MoSi_2$ و 10,20Vol%SiC- $MoSi_2$ ۵۳
- جدول (۱۱-۲) - مقایسه نتایج تست خمشی چهارنقطه ای با نتایج برگرفته شده از ادبیات..... ۵۳
- جدول (۱۲-۲) - نتایج تافنس شکست برای $MoSi_2$ - $MoSi_2$ - 10-20vol% SiC..... ۵۴
- جدول (۱۳-۲) - مقایسه نتایج تافنس شکست با نتایج برگرفته شده از ادبیات..... ۵۴
- جدول (۱-۳) - معرفی مواد اولیه مصرفی و ویژگیهای آن..... ۵۷
- جدول (۲-۳) - نسبت مصرف افزودنی های Al و SiC..... ۵۸
- جدول (۱-۴) - معرفی فازهای تشکیل شده در اثر جاگزینی Al (x) به جای Si..... ۷۹
- جدول (۲-۴) - نتایج آنالیز شیمیایی ICP-AES..... ۸۴
- جدول (۳-۴) - داده های پراش اشعه X (مشاهده شده و محاسباتی) فاز جدید..... ۸۵
- جدول (۴-۴) - دمای آدیباتیک فازهای سیستم Mo-Si..... ۱۰۷

فهرست شکل ها

- شکل (۱-۲) - ساختار کریستالی MoSi_2 ؛ C11b در سیستم تتراگونال..... ۶
- شکل (۲-۲) - دیاگرام فاز Mo-Si..... ۷
- شکل (۳-۲) - مدل های گویه های صلب از ساختار کریستالی؛
- شکل (۱۴)..... $\text{Mo}(\text{Si},\text{Al})_2$ (C40 type) (b) و MoSi_2 (C11_b type) (a)
- شکل (۴-۲) - دیاگرام فاز به دست آمده از سیستم Mo-Si-Al در ۸۰۰K..... ۱۵
- شکل (۵-۲) - گستردگی جغرافیایی مراکز تحقیقاتی SHS در سراسر جهان..... ۱۹
- شکل (۶-۲) الف و ب- تصویر SEM از نمونه های پرس شده با فشار ۱۵۰Mpa و سنتز شده در خلاء به ترتیب بدون پیش گرمایش و با پیش گرمایش (ترکیب نمونه ها $\text{Mo}+2\text{Si}$ و دمای پیش گرمایش 500°C)..... ۲۳
- شکل (۷-۲) - تاثیر افزایش دمای پیش گرمایش نمونه ها بر تغییرات حجم محصول سنتز شده در اتمسفرهای آرگن و خلاء..... ۲۴
- شکل (۸-۲) - وابستگی دمای احتراق به دمای پیش گرمایش نمونه ها در سه حالت؛
- الف - محاسباتی (آدیباتیک) ب - اتمسفر آرگن ج - در اتمسفر خلاء..... ۲۴
- شکل (۹-۲) - نسبت گرمای تشکیل محصول به ظرفیت گرمایی آن در ۲۹۸ k در برابر دمای آدیباتیک (برای موادی که $T_{ad} < T_{mp}$)..... ۲۶
- شکل (۱۰-۲) - مراحل کلاسیک زینترینگ فاز مایع شامل پودر مخلوطی که در اثر گرمایش مایع تشکیل می شود..... ۳۴
- شکل (۱۱-۲) - مراحل فرآیند مطابق با زینترینگ فاز مایع کلاسیک، که عمده تغییرات ریزساختاری را ارائه می دهد..... ۳۶
- شکل (۱۲-۲) - نمایشی از دیاگرام فاز دو تایی که اجزاء آن یک ترکیب واسطه AB با پایداری بالا را تشکیل می دهند..... ۳۷

- شکل (۲-۱۳) - تغییرات در دانسیته بعد از زینترینگ بدلیل عملیات حرارتی به مدت ۲ ساعت در دماهای مختلف قبل از شروع زینترینگ واکنشی پودرهای مخلوط Ni, Al در مخلوط استوکیومتری Ni₃Al..... ۳۸
- شکل (۲-۱۴) - ذرات بزرگ آلومینیم یک مذاب مجزا از هم در طول زینترینگ واکنشی تشکیل میدهد. ۳۹
- شکل (۲-۱۵) - پروفیل دمایی فرآیند سنتز انفجار حرارتی میکروپیرتیک؛ واکنش Mo+1.6Si+0.4Al..... ۴۱
- شکل (۲-۱۶) - منحنی DTA برای مخلوط واکنشی Mo+1.6Si+0.4Al در سرعت گرمایش 40k/min در اتمسفر در جریان آرگن..... ۴۲
- شکل (۲-۱۷) - تاثیر دمای کوره روی دانسیته نمونه سنتز شده..... ۴۲
- شکل (۲-۱۸) - ریزساختار اپتیکی (با نور پلاریزه) از یک بخش پلیش شده نمونه سنتزی احتراق انفجار حرارتی..... ۴۳
- شکل (۲-۱۹) - الگوی XRD نمونه سنتز احتراقی انفجار حرارتی Mo(Si,Al)₂، به عنوان پیک اصلی و Mo₅Si₃ (به عنوان پیک فرعی)..... ۴۳
- شکل (۲-۲۰) - میکروگراف SEM با مند BSE حضور ۳ فاز در محصول سنتزی Mo(Si,Al)₂ زمینه، Mo₅Si₃ (مناطق سفید) و Al₂O₃ (فاز تیره)..... ۴۴
- شکل (۲-۲۱) - مقاومت اکسیداسیون سیلیکی (دوره ای) (الف) دما بالا و (ب) دما پایین سنتز احتراقی انفجار حرارتی MoSi₂ و Mo(Si_{0.8}Al_{0.2})₂..... ۴۶
- شکل (۲-۲۲) - الگوهای XRD از نمونه های سنتز احتراقی شده قبل از پرس گرم..... ۴۹
- شکل (۲-۲۳) - تصویر SEM از سطح شکست MoSi₂ (در مد الکترون های ثانویه)..... ۵۰
- شکل (۲-۲۴) - تصویر SEM از سطح شکست 20Vol%SiC-MoSi₂ (در مد الکترون های ثانویه)..... ۵۰
- شکل (۲-۲۵) - تصویر SEM از سطح اچ شده؛ (الف) - سطح پلیش شده و (ب) - سطح اچ شده SiC-MoSi₂ 20Vol% (با ترکیبی از مد الکترون های ثانویه و بازگشتی)..... ۵۱
- شکل (۲-۲۶) - تصویر SEM از؛ (الف) - سطح پلیش شده و (ب) - سطح اچ شده SiC-MoSi₂ 20Vol% (با ترکیبی از مد الکترون های ثانویه و بازگشتی)..... ۵۲

- شکل (۳-۱) - کوره تیوبی پیش گرمایش با قابلیت گرمایش تا $800^{\circ}C$ ، با تیوب کوارتزی، اتمسفر کنترل (مجهز به سیستم خلاء)..... ۶۱
- شکل (۳-۲) - کوره تیوبی با قابلیت گرمایش $1200^{\circ}C$ با تیوب کوارتزی، اتمسفر کنترل (مجهز به جریان گاز خنثی (آرگن))..... ۶۱
- شکل (۳-۳) - نمودار مراحل فرآیند سنتز؛ الف- فرآیند سنتز آلیاژ $Mo+2(1-x)Si+2xA$ و ب- فرآیند سنتز ترکیبات $Mo+2(1-x)Si+2xAI+ySiC$ ۶۴
- شکل (۴-۱) - تصویر SEM از پودر Mo..... ۶۵
- شکل (۴-۲) - تصویر SEM از پودر Si (as-received)..... ۶۶
- شکل (۴-۳) - تأثیر اندازه دانه های پودر Si بر چگالی نسبی نمونه های فشرده شده خام و محصول سنتز شده..... ۶۷
- شکل (۴-۴) - تصویر SEM از ۳ نوع پودر Al مورد استفاده؛
- الف- پودر آلومینیم (AMB)، ب- پودر آلومینیم (AM) و ج- پودر آلومینیم (AF)..... ۶۹
- شکل (۴-۵) - تصویر ریزساختار (سطح شکست) از نمونه های حاوی؛
- الف- آلومینیم (AMB)، ب- آلومینیم (AM) و ج- آلومینیم (AF)..... ۷۰
- شکل (۴-۶) - تأثیر نوع Al بر چگالی نسبی نمونه های فشرده شده خام و محصول سنتز شده؛
- شکل (۴-۷) - تصویر ریزساختار (سطح شکست) از نمونه های حاوی آلومینیم AM..... ۷۵
- شکل (۴-۸) - تأثیر درصد Al بر؛ الف- چگالی نسبی نمونه های فشرده خام و ب- چگالی نسبی محصول..... ۷۶
- شکل (۴-۹) - تصویر ریزساختار (سطح شکست) نمونه حاوی آلومینیم (AF) با $x=0.5$ ۷۷
- شکل (۴-۱۰) - دیاگرام تعادلی سه جزئی سیستم Mo-Si-Al در 800K..... ۷۸
- شکل (۴-۱۱) - نمودار فاز های تشکیل شده در حین سنتز در سیستم سه تایی Mo-Si-Al با جانشینی Al (x) به جای Si در ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAI$ ۷۸
- شکل (۴-۱۲) - الگوی پراش اشعه X از نمونه با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAI$ ، $x=0.2$ ۷۹
- (فاز $Mo(Si,Al)_2$)..... ۷۹
- شکل (۴-۱۳) - الگوی پراش اشعه X از نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAI$ ؛ $x=0.3$ ۸۰

شکل (۴-۱۴) - الگوی پراش اشعه X (در محدوده پیک ۱۰۰) از نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)Al$

الف: $x=0.2$ ، ب- $x=0.3$ ، ج- $x=0.2$ و $x=0.3$ در یک نمودار..... ۸۱

شکل (۴-۱۵) - الگوی پراش اشعه X از نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ ؛

الف - $x=0.4$ و ب- $x=0.5$ ۸۲

شکل (۴-۱۶) - الگوی پراش اشعه X؛ از نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ در؛

الف - $x=0.3$ (فاز $Mo_{2.85}Al_{1.91}Si_{4.81}$) و ب- $x=0.2$ (فاز $Mo(Si,Al)_2$) و

فاز $x=0.3$ (فاز $Mo_{2.85}Al_{1.91}Si_{4.81}$) در یک نمودار..... ۸۶

شکل (۴-۱۷) - الگوی پراش اشعه X؛ از نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ در $x=0.2$ تا

$x=0.5$ در یک نمودار به همراه معرفی فازهای اصلی و فرعی سنتز شده..... ۸۷

شکل (۴-۱۸) - تغییرات پارامترهای شبکه (a, c) سلول واحد اولیه فاز جدید با افزایش درصد (AM)

Al..... ۸۹

شکل (۴-۱۹) - تغییرات حجم (V) و چگالی (d) سلول واحد اولیه فاز جدید با افزایش درصد (AM)

Al..... ۸۹

شکل (۴-۲۰) - الگوهای پراش اشعه X فازهای بدست آمده در حین سنتز را نشان می دهد؛ (a)

$Mo+2Si$ ، $Mo+1.7Si+0.3Al(x=1.5)$ (b) و $Mo+1.6Si+0.4Al(x=0.2)$ (c)..... ۹۰

شکل (۴-۲۱) الگوی اشعه X از؛ الف - نمونه سنتز احتراقی شده (به روش مد انفجار حرارتی)

ب - نمونه های با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$

$x=0.0(a), 0.0125(b), 0.025(c), 0.05(d), 0.10(e), 0.20(f)$ در حالت $x=0.05$ جانشینی Al

ظهور فاز C40 با بزرگ نمایی بیشتر نمایش داده شده

ج - نمونه با ترکیب pseudo- HIP $Mo+2(1-x)+2xAl$ شده..... ۹۱

شکل (۴-۲۲) - الگوی پراش اشعه X از ترکیب $Mo_{33.3}Al_{17}Si_{49.6}$ ($x=0.25$) ، و رسیدن به فاز

$Mo(Si,Al)_2$ آماده شده در دمای $1300^{\circ}C$ در زمان نگهداری (soaking time) (a) 15 (b) 35

(c) 45min..... ۹۲

- شکل (۴-۲۳) - الگوی DSC از نمونه فشرده شده خام با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ ، $x=0.0$ ۹۳
- شکل (۴-۲۴) - الگوی DSC از نمونه فشرده شده خام با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ ، $x=0.2$ ۹۵
- شکل (۴-۲۵) - الگوهای DSC از نمونه های فشرده شده خام با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ ؛ الف-
 ب- $x=0.3$ ، ج- $x=0.4$ و د- $x=0.5$ ۹۶
- شکل (۴-۲۶) - الگوهای DSC از نمونه های فشرده شده خام با ترکیب $Mo+2(1-x)+2xAl$ از
 $x=0.0$ تا $x=0.5$ ۹۷
- شکل (۴-۲۷) - دیاگرام تعادلی فازی سیستم Si-Al ۹۷
- شکل (۴-۲۸) - تغییرات دمای شروع و قله (peak-onset) پیک اگزوترمیک در منحنی DSC نمونه ها با
 درصد Al ۹۸
- شکل (۴-۲۹) - تغییرات اختلاف دمای شروع (onset) و قله (peak) پیک اگزوترمیک به همراه اختلاف
 زمانی رسیدن از دمای شروع (onset) تا قله (peak) در منحنی DSC نمونه ها با درصد Al ۱۰۰
- شکل (۴-۳۰) - تغییرات شدت (پیک اگزوترمیک) و دمای شروع (onset) واکنش با درصد Al در منحنی
 DSC نمونه ها ۱۰۰
- شکل (۴-۳۱) الف- نتایج سختی (HV) به دست آمده از نمونه های سنتز شده با افزایش
 درصد آلومینیم (AM)، ب- مقایسه نتایج به دست آمده از ارقام سختی در نسبت های
 $(x=0.0)(MoSi_2), 0.2$ با داده های ارائه شده در ادبیات ۱۰۲
- شکل (۴-۳۲) - تصویر میکروسکوپی از نمونه های؛ الف- (۱) نمونه خام و (۲) نمونه آلیاژ سنتز شده با
 ترکیب $x=0.3$ ، ب- (۱) نمونه خام و (۲) نمونه سنتز شده با ترکیب $x=0.5$ ۱۰۳
- شکل (۴-۳۳) - تصویر ریزساختار (سطح شکست) نمونه های سنتز شده الف- فشار پرس خام $89MPa$
 و ب- فشار پرس خام $177MPa$ ($x=0.2$) ۱۰۵
- شکل (۴-۳۴) - تصویر ریزساختار (سطح شکست) نمونه های سنتز شده الف- بدون اعمال پیش
 گرمایش و ب- با پیش گرمایش در دمای $400^\circ C$ در زمان ۱ ساعت و در محیط خلاء ($x=0.2$) ۱۰۷

- شکل (۴-۳۵) - تصویر SEM از پودر SiC (as-received) ۱۱۰
- شکل (۴-۳۶) مقایسه چگالی نسبی خام و سنتز شده نمونه های حاوی SiC ، as received با
 ۱۱۱.....SiC=10vol% ، 325mesh(45µm) - با افزایش درصد SiC
- شکل (۴-۳۷) - تأثیر نوع آلومینیم با افزایش SiC بر چگالی خام و نهایی نمونه ها..... ۱۱۲
- شکل (۴-۳۸) - تصویر SEM از ریز ساختار محصولات سنتز شده با ترکیب؛
 الف - $x=0.3$ ، ب - $x=0.3, y=10vol\%$ و ج - $(S=SiC) x=0.3, y=20vol\%$ ۱۱۴
- شکل (۴-۳۹) - تصویر SEM از ریز ساختار محصولات سنتز شده با ترکیب؛
 الف - $x=0.3, y=20vol\%$ ، ب - $x=0.3, y=25vol\%$ و ج - $(S=SiC) x=0.3, y=40vol\%$ ۱۱۵
- شکل (۴-۴۰) - تصویر SEM از نمای عمومی ریز ساختار محصولات سنتز شده با ترکیب؛
 الف - $x=0.3, y=20vol\%$ ، ب - $x=0.3, y=25vol\%$ و ج - $x=0.3, y=40vol\%$ ۱۱۶
- شکل (۴-۴۱) - الف - تغییرات چگالی نسبی نمونه های پرس شده خام با افزایش درصد حجمی SiC
 شامل درصدهای متفاوت Al(AM) و ب - تغییرات چگالی نسبی نهایی نمونه های سنتز شده با
 افزایش درصد حجمی SiC شامل درصدهای متفاوت Al(AM) ۱۱۸
- شکل (۴-۴۲) - الگوی پراش اشعه X؛ از نمونه با ترکیب پایه $Mo+2(1-x)+2xAl$ در
 $x=0.3(AM=10.7wt\%)$ و نمونه های شامل SiC با همین ترکیب و به همراه فاز دوم SiC (از
 $y=10vol\%$ تا $40vol\%$) در یک نمودار به همراه معرفی فازهای اصلی و فرعی سنتز شده..... ۱۲۰
- شکل (۴-۴۳) - تغییرات پارامترهای شبکه (a , c) سلول واحد اولیه با افزایش SiC از $y=0-40vol\%$
 به ترکیب پایه $Mo+2(1-x)+2xAl$ در $x=0.3(AM=10.7wt\%)$ ۱۲۱
- شکل (۴-۴۴) - تغییرات حجم و دانسیته سلول واحد اولیه با افزایش SiC از $y=0-40vol\%$ به ترکیب
 پایه $Mo+2(1-x)+2xAl$ در $x=0.3(AM=10.7wt\%)$ ۱۲۱
- شکل (۴-۴۵) - الگوی DSC از نمونه فشرده شده خام با ترکیب $x=0.3, y=20vol\%$ ۱۲۲
- شکل (۴-۴۶) - نمودار تغییرات دمای شروع و قله (peak-onset) پیک آگزوترمیک در منحنی
 DSC نمونه ها (شکل های (۴-۲۵) - الف و (۴-۴۴)) با ترکیب پایه مشابه
 بدون فاز دوم و به همراه فاز دوم $(x=0.3=AM=10.7wt\%)$ ۱۲۴

شکل (۴-۴۷) - نمودار تغییرات اختلاف دمای شروع (onset) و قله (peak) به همراه اختلاف زمانی

رسیدن از دمای شروع (onset) تا قله (peak) پیکر اگزوترمیک در منحنی DSC نمونه‌ها (شکل

های (۴-۲۵-الف و ۴-۴۵)) با ترکیب پایه مشابه ($x=0.3=AM=10.7wt\%$) بدون فاز دوم و به

همراه فاز دوم SiC ۱۲۵

شکل (۴-۴۸) - نمودار تغییرات شدت (پیکر اگزوترمیک) و دمای شروع (onset) واکنش در منحنی

DSC نمونه‌ها (شکل های (۴-۲۵-الف و ۴-۴۵)) با ترکیب پایه مشابه ($x=0.3=AM=10.7wt\%$)

بدون فاز دوم و به همراه فاز دوم SiC ($x=0.3, y=20vol\%$) ۱۲۵

شکل (۴-۴۹) الف - نتایج سختی (HV) به دست آمده از نمونه های سنتز شده با افزایش

درصد آلومینیم (AM) و درصد حجمی SiC، ب - مقایسه نتایج به دست آمده از ارقام سختی

در این تحقیق با داده های ارائه شده در ادبیات ۱۲۷

شکل (۴-۵۰) - تصویر میکروسکوپی از نمونه های سنتز شده؛ الف - (۱) نمونه خام و (۲) نمونه همراه با

SiC با ترکیب $x=0.3, y=10vol\%$ و ب - (۱) نمونه خام و (۲) نمونه همراه با SiC با ترکیب

..... $x=0.3, y=40vol\%$ ۱۲۹

شکل (۴-۵۱) - تصویر میکروسکوپی از نمونه های سنتز شده؛ (۱) نمونه خام، (۲) نمونه آلیاژ با ترکیب

$x=0.3$ ، (۳) نمونه با ترکیب $x=0.5$ ، (۴) نمونه همراه با SiC با ترکیب $x=0.3, y=10vol\%$ و

(۵) نمونه همراه با SiC با ترکیب $x=0.3, y=40vol\%$ ۱۲۹

شکل (۴-۵۲) - نمایش مدلی شماتیک از مراحل اتفاقات مورد انتظار در طول سنتز احتراقی (SHS) در

مد انفجار حرارتی آلیاژهای $Mo+2(1-x)+2xAl$ با افزایش دما (درجهت پیکان ها) ۱۳۲

چکیده

هدف از اجرای این پروژه سنتز و چگالش ترکیبات پایه MoSi_2 با افزودنی Al و SiC به روش SHS در یک مرحله بدون اعمال فشار خارجی و بدون عبور از مراحل تکمیلی زینترینگ بوسیله بهینه سازی پارامترهای مؤثر بر این فرآیند بود. در این راستا؛ عملیات تجربی پروژه در دو مرحله اجرا شد. در مرحله اول؛ هدف تهیه آلیاژ $\text{Mo}+2(1-x)\text{Si}+2x\text{Al}$ بود بنابراین مواد اولیه واکنشگر $(\text{Mo}, \text{Si}, \text{Al})$ با نسبت استوکیومتری مورد نظر $(x=0.2-0.5)$ باهم مخلوط شد و پس از پرس، فرآیند پیش گرمایش در محیط خلاء و در نهایت سنتز در محیط آرگن را طی کرد. در این مرحله با بهینه سازی عواملی چون؛ دانه بندی Si ، نوع، درصد و دانه بندی Al ، فشار پرس، دمای پیش گرمایش، سرعت گرمایش و دمای سنتز، محصولی با چگالی نسبی نهایی بالاتر از ۹۰٪ بدست آمد. بررسی محصول سنتز شده توسط XRD نشان داد که علاوه بر فاز $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ که در نسبت استوکیومتری $x=0.2$ حاصل می شود، فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ نیز در نسبت های استوکیومتری $0.3 \leq x \leq 0.5$ به دست می آید. سختی نمونه های سنتز شده آلیاژی در حدود $\text{HV} = 8 \text{ GPa}$ نزدیک به ارقام سختی MoSi_2 به دست آمد. در مرحله دوم؛ هدف تهیه ترکیبات $\text{Mo}+2(1-x)\text{Si}+2x\text{Al}-y\text{SiC}$ بود بنابراین درصد های حجمی $(y=10-40\text{vol}\%)$ از SiC به ترکیب بهینه (مواد اولیه) به دست آمده در مرحله اول برای رسیدن به ترکیب های اشاره شده اضافه شد و فرآیند سنتز برای این نمونه ها مشابه مرحله قبل تکرار گردید. با مقایسه ویژگی های ترکیب های سنتز شده در این مرحله با نمونه های آلیاژی به دست آمده در مرحله اول، می توان گفت: از نظر ریزساختار؛ اندازه دانه ها ریز تر شده، از نظر چگالش؛ به چگالی نسبی نهایی بالاتر از ۸۰٪ کاهش یافته، از نظر فازی حضور فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ در تمامی نسبت های حجمی (y) سیلیکون کارباید در کنار فاز SiC دیده می شود و سختی نمونه ها به حدود 7 GPa $\text{HV} =$ تنزل پیدا کرده است.