

## بررسی اثر حضور آلومینیوم اضافی در مخلوط پودری $TiO_2-Al$ و نوع ماده جاذب در ساخت ریزموجی کامپوزیت $TiAl/Al_2O_3$

پریسا رادمهر، علیرضا ذاکری\* و سمیه اعلم‌الهدی

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۳/۰۲/۱۵ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۳/۱۱/۱۵)

**چکیده** - در این پژوهش کامپوزیت  $TiAl/Al_2O_3$  به روش فعال‌سازی مکانیکی مخلوط پودری  $TiO_2-Al$  و گرمایش ریزموجی (مایکروویو) به دست آمد. مخلوط پودری اولیه به همراه مقادیر مختلف آلومینیوم اضافی آسیاب‌کاری و پس از فشرده‌سازی به شکل قرص‌های استوانه‌ای، تحت گرمایش ریزموجی قرار گرفت. اثر میزان آلومینیوم اضافی و همچنین نوع ماده کمکی جاذب امواج ریزموج (گرافیت و کاربید سیلیسیم) بر زمان اشتعال نمونه‌ها و ترکیب فازی کامپوزیت ساخته شده مورد بررسی قرار گرفت. از تحلیل‌های XRD و SEM برای بررسی محصولات ساخته شده استفاده شد. نتایج تحلیل‌های فازی نشان داد که بدون حضور آلومینیوم اضافی در مخلوط پودری اولیه، فاز  $TiAl$  به مقدار بسیار کم تشکیل می‌شود و به جای آن فاز  $Ti_3Al$  شکل می‌گیرد، در حالی که با حضور  $10^\circ$  درصد وزنی آلومینیوم اضافی، می‌توان به فاز  $TiAl$  دست یافت. همچنین نتایج نشان داد که دفن کردن قرص نمونه در پودر گرافیت نسبت به قرار دادن آن میان دو بلوک کاربید سیلیسیم، موجب ساخت سریع‌تر کامپوزیت با تکرارپذیری بالاتر می‌شود.

**واژگان کلیدی:** کامپوزیت تیتانیم آلومیناید-آلومینا، سنتز احتراقی، گرمایش ریزموجی (مایکروویو)، مواد جاذب امواج ریزموج

### Effect of Excess Al in $TiO_2-Al$ Powder Mixture and Susceptor Material on Microwave Synthesis of $TiAl/Al_2O_3$ Composite

P. Radmehr, A. Zakeri\* and S. Alamolhoda

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

**Abstract:** In this research,  $TiAl/Al_2O_3$  composite was synthesized from mechanically activated  $TiO_2-Al$  powder mixtures using microwave heating. The initial powder mixtures were mechanically activated and pressed into cylindrical tablets and then heated in a microwave oven. The effect of different amounts of excess Al and microwave susceptor material (SiC or graphite) on the

\* مسئول مکاتبات پست الکترونیکی: zakeria@iust.ac.ir

ignition time and the resultant reaction products were evaluated. X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) analysis were used for characterization of the synthesized samples. XRD patterns revealed that when there was no excess Al in the initial powder mixture, the main resulting intermetallic phase would be  $Ti_3Al$  with negligible amounts of  $TiAl$ , while with 10 wt% excess Al,  $TiAl$  phase could be formed in the composite product. The results also showed that microwave synthesis took place faster and more reproducible when samples were packed in the graphite powder than when placed between two  $SiC$  blocks.

**Keywords:** Titanium Aluminide-Alumina composite, Combustion synthesis, Microwave heating, Microwave susceptor

## ۱- مقدمه

پودرهای فعال شده روبرو شود و زودتر و در دماهای پایین تر رخ دهد [۱۲]. بررسی‌های انجام شده با استفاده از روش‌های تحلیل حرارتی نشان داده است که با افزایش زمان آسیاب‌کاری از ۰/۵ به ۲۰ ساعت، انرژی فعال‌سازی برای تهیه  $TiAl$  از ۷۵ به ۳۳ کیلوژول بر مول کاهش می‌یابد [۱۳].

در تمام فرایندهای سنتز احتراقی برای آغاز واکنش و رساندن دمای مخلوط واکنشگر به دمای اشتعال باید از یک منبع انرژی استفاده کرد. استفاده از انرژی ریزموج<sup>۱</sup> یکی از روش‌های نوین در فرایند سنتز احتراقی است. انجام فرایند سنتز احتراقی به کمک گرمایش ریزموجی سرعت انجام فرایند را افزایش و هزینه‌های تولید را به دلیل صرفه‌جویی در مصرف انرژی و کوتاه کردن زمان واکنش کاهش می‌دهد [۱۴].

برهم‌کنش مواد و امواج ریزموج به‌طور کلی به سه صورت است. مواد نارسا مانند تفلون، شیشه و سرامیک امواج را از خود عبور می‌دهند، مواد رسانا که دارای الکترون‌های آزادند (مانند فلزات) امواج را منعکس می‌کنند و برخی مواد هم امواج را جذب می‌کنند و گرم می‌شوند. میزان این گرمایش برای یک ماده به فاکتور اتلاف انرژی توسط آن ماده بستگی دارد. به‌عبارت دیگر، موادی که جاذب خوبی هستند در دسته مواد دی‌الکتریک قرار می‌گیرند [۱۵-۱۷]. برای ساخت نمونه‌های فلزی بوسیله ریزموج، به دلیل عمق نفوذ بسیار کم امواج ریزموج در فلزات، کمک گرفتن از مواد جاذب امواج ضروری است. از این رو، گرمایش فلزات در محیط ریزموجی معمولاً به‌روش گرمادهی هیبریدی انجام می‌گیرد. در این روش، یک پذیرنده از یک فاز شدیداً جاذب، در تماس با نمونه قرار داده می‌شود. بدین ترتیب جاذب سریعاً گرما می‌بیند و گرمای خود

ترکیبات بین فلزی تیتانیم آلومیناید، و به‌طور ویژه  $TiAl$ ، به دلیل نسبت استحکام به وزن بالا، دمای ذوب بالا، چگالی پایین، مقاومت به خزش بالا، مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون عالی، امروزه برای کاربردهای دما بالا در صنایع هوا فضا و موتورهای توربین و خودرو سازی مورد توجه قرار گرفته‌اند. با این حال، استفاده از  $TiAl$  در صنعت به علت چقرمگی شکست و انعطاف‌پذیری کم در دماهای پایین محدود شده است [۱، ۲]. خواص مکانیکی از جمله مقاومت به خزش و پایداری در دمای بالا، می‌تواند به‌گونه قابل‌توجهی با تقویت  $TiAl$  با ذرات سرامیکی  $Al_2O_3$  و ایجاد ساختار کامپوزیتی بهبود یابد [۳-۵]. در ده سال گذشته فناوری تولید درجا، برای ساخت کامپوزیت‌های فلزی و سرامیکی به‌وجود آمده است. یکی از روش‌های درجای تولید کامپوزیت به‌کاربردن واکنش‌های شیمیایی برای تشکیل تقویت‌کننده است [۶]. سنتز احتراقی، چند سالی است که به‌عنوان روش منتخب ساخت سریع بر پایه استفاده از گرمای واکنش برای ادامه خودبه‌خودی آن مطرح شده است [۷]. سرعت بالای انجام واکنش، سادگی تجهیزات مورد نیاز در انجام فرایند، بازده بالای تولید و مصرف پایین انرژی از مزایای این فرایند محسوب می‌شود. البته در استفاده از این فرایند مشکلاتی چون ایجاد تخلخل و محدودیت کنترل فرایند به‌علت سرعت بالای آن هم وجود دارد [۸-۱۰]. انجام مناسب‌تر این واکنش‌ها مستلزم وجود سطح زیاد میان واکنشگرهاست، بنابراین در این فرایندها از پودر مواد واکنشگر استفاده می‌شود [۱۱]. هم‌چنین اعمال فرایند فعال‌سازی مکانیکی باعث می‌شود واکنش با سد انرژی کم‌تری در

به کار رفت. یک گرم از پودر آسیاب شده توسط دستگاه پرس هیدرولیک WEBER-PRESSEN ساخت کشور آلمان تحت نیروی ۳۰ کیلو نیوتن به قرص های استوانه ای با قطر حدود ۱۲ و ارتفاع حدود ۳/۴ میلی متر تبدیل شد. نمونه های فشرده داخل اجاق ریزموج خانگی SAMSUNG مدل GE2370G با توان حداکثر ۸۵۰ وات به مدت ۵ دقیقه تحت گرمادهی قرار گرفتند و مشاهده های حین ساخت از جمله زمان اشتعال (پیدایش ناگهانی نور زرد) ثبت شد. لازم به ذکر است که تمام آزمایش های سنتز احتراقی در ریزموج با سه بار تکرار به انجام رسید و میانگین زمان اشتعال مربوط به سه آزمون به عنوان زمان اشتعال هر نمونه ثبت شد. هم چنین چگونگی قرارگیری نمونه و اعمال ماده جاذب در اجاق ریزموج تحت بررسی قرار گرفت. جدول ۱ شرایط آزمایش برای نمونه های با درصد آلومینیوم اضافی مختلف و جدول ۲ شرایط آزمایش برای مواد جاذب متفاوت را نشان می دهد.

تحلیل XRD<sup>۲</sup> نمونه های ساخته شده با دستگاه پراش پرتو ایکس مدل Philips PW-1730 مجهز به تولید کننده پرتو Cu-Kα و بررسی میکروسکوپی آن توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۳</sup> (SEM) مدل VEGA-TESCAN انجام شد و ترکیب فازی محصولات مورد بررسی قرار گرفت.

### ۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی اثر آلومینیوم اضافی در مخلوط پودری اولیه برای تهیه کامپوزیت TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> مواد اولیه ابتدا مطابق نسبت استوکیومتری (واکنش ۱) با هم مخلوط شدند. نتایج الگوی پراش پرتو ایکس محصول نشان داد که ترکیب بین فلزی TiAl فاز اصلی نیست. به همین دلیل درصدهای مختلفی از آلومینیوم اضافی به مخلوط پودری افزوده شد تا مقدار مناسب آلومینیوم برای تشکیل فاز TiAl در کامپوزیت مشخص شود. در گزارش های دیگر پژوهشگران نیز بر استفاده از مقداری آلومینیوم اضافی برای جبران تلفات آلومینیوم در مراحل مختلف ساخت تأکید شده است [۵].

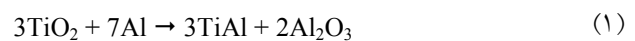
را از طریق هدایت و تابش به نمونه منتقل می کند [۱۸، ۱۹]. هر چند در پژوهش های مرتبط با گرمایش هیبریدی، از کاربرد سیلیسیم یا گرافیت به طور گسترده ای به عنوان پذیرنده امواج ریزموج استفاده شده است [۲۰، ۲۱]، اما از عملکرد این دو ماده به صورت مقایسه ای مطلبی منتشر نشده است. افزون بر این، با این که پژوهش های تجربی مختلفی در مورد سنتز احتراقی کامپوزیت TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> انجام گرفته است [۲۲-۲۶]، در خصوص استفاده از انرژی ریزموج برای ساخت این کامپوزیت به جز مدل سازی انتقال گرما [۲۷] گزارشی در دست نیست.

بر اساس مقایسه انجام شده بر روی آنتالپی ذوب استاندارد آلومینیوم با آنتالپی ذوب پودر آلومینیوم آسیاب کاری نشده (که از منحنی DTA استخراج شده است) مشخص شده است که بیش از ۳۵ درصد پودر آلومینیوم را اکسید سطحی تشکیل می دهد [۲۸]. بنابراین استفاده از آلومینیوم اضافی برای ساخت کامپوزیت TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با استفاده از مخلوط پودری Al و TiO<sub>2</sub> ضروری است.

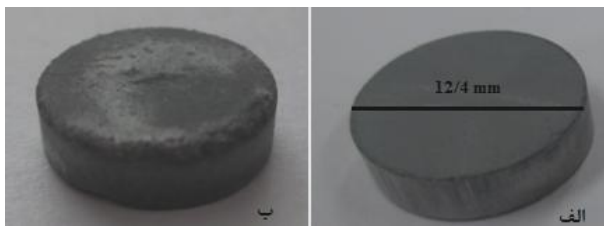
در این پژوهش کامپوزیت TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به کمک تابش امواج ریزموج و با هدف کاهش زمان و مصرف انرژی، ساخته شده، تاثیر آلومینیوم اضافی و نوع ماده جاذب بر زمان اشتعال و ترکیب فازی محصول مورد بررسی قرار گرفته است.

### ۲- روش پژوهش

پودرهای TiO<sub>2</sub> (با اندازه ذرات کم تر از ۰/۲ میکرومتر و خلوص ۹۹/۸٪) و آلومینیوم (با اندازه ذرات کم تر از ۱۰۰ میکرومتر و خلوص ۹۹٪) مطابق با نسبت استوکیومتری واکنش ۱ به همراه مقداری آلومینیوم اضافی مخلوط شدند:



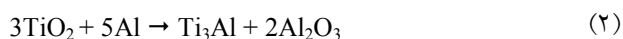
مخلوط پودری در آسیابی سیاره ای با محفظه و گلوله های فولادی (قطر ۱۵ میلی متر) به مدت ۸ ساعت، با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه و نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱ تحت فعال سازی قرار گرفت. یک درصد وزنی اسید استئاریک در مخلوط پودری برای جلوگیری از چسبندگی پودر به محفظه



شکل ۱- تصویر نمونه فشرده: الف) قبل از سنتز احتراقی و ب) پس از سنتز احتراقی بین دو بلوک SiC به عنوان جاذب امواج ریزموج

برای تأمین گرمای احتراق افزایش می‌یابد.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها با مقادیر آلومینیوم اضافی مختلف در شکل ۳ آورده شده است. با توجه به شکل ۳ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه E1 نشان می‌دهد که در این نمونه فازهای  $Ti_3Al$  و  $Al_2O_3$  به عنوان فازهای اصلی و مقادیر جزئی از  $TiAl$  و  $Al_2Ti_4C_2$  شناسایی شده است؛ حال آن‌که انتظار بر این بود که محصولات واکنش مطابق رابطه ۱ تشکیل شوند. با توجه به میل ترکیبی بالای آلومینیوم با اکسیژن احتمال اکسیداسیون آلومینیوم حین آسیاب‌کاری وجود دارد. علاوه بر این از اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل‌کننده فرایند (PCA) استفاده شده است که حین آسیاب‌کاری تجزیه می‌شود و اکسیژن آن می‌تواند با آلومینیوم واکنش دهد. هم‌چنین در فرایند آسیاب‌کاری نسبت سطح به حجم ذرات پودری افزایش پیدا می‌کند و به همین دلیل هم سطح زیادی از ذرات پودری آلومینیوم آماده انجام واکنش با اکسیژن محیط است. انجام فرایند احتراق ریزموجی در اتمسفر محیط باعث می‌شود که اتلاف آلومینیوم در سیستم به دلیل اکسیداسیون آن بالا باشد و واکنش اکسیداسیون و احیا به علت کمبود آلومینیوم در سیستم طبق رابطه‌ی زیر انجام شود:



تجزیه اسیداستتاریک حین آسیاب‌کاری باعث ورود مقداری کربن به سیستم می‌شود که طبق رابطه ۳ باعث تشکیل فاز  $Al_2Ti_4C_2$  می‌شود.



جدول ۱- نمونه‌های با درصد آلومینیوم اضافی متفاوت

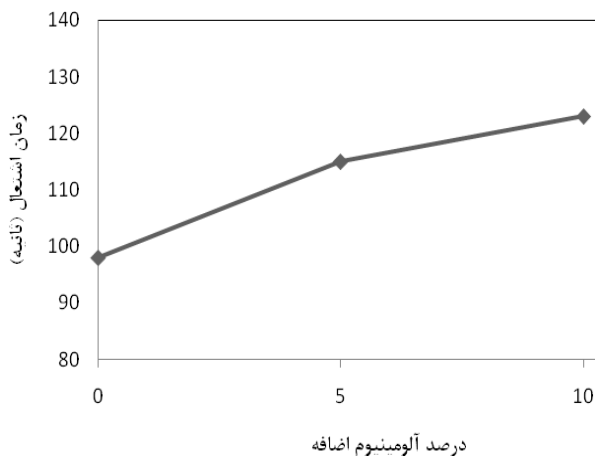
نمونه	درصد آلومینیوم اضافی	ماده جاذب
E1	صفر	دو بلوک کاربید سیلیسیم
E2	٪۵	دو بلوک کاربید سیلیسیم
E3	٪۱۰	دو بلوک کاربید سیلیسیم

جدول ۲- نمونه‌های با نوع ماده جاذب متفاوت

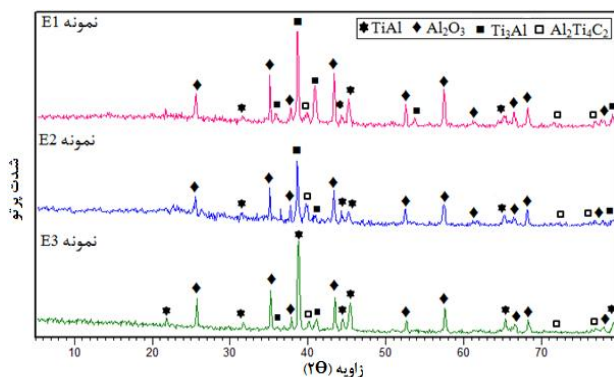
نمونه	آلومینیوم اضافی	نحوه قرارگیری نمونه در اجاق ریزموج
S1	٪۱۰	بدون ماده جاذب کمکی
S2	٪۱۰	دفن شده توسط پودر گرافیت روی بلوک آلومینا
S3	٪۱۰	قرارگیری بین دو بلوک SiC روی یک بلوک آلومینا

نمونه‌های فشرده بین دو بلوک SiC در داخل اجاق ریزموج تحت گرمادهی قرار گرفتند. مشاهدات حین ساخت انجام احتراق و انتشار ناگهانی نور زرد را نشان داد. اندازه‌گیری وزنی و ابعادی نمونه‌ها پس از ساخت نشان داد که به دلیل چسبندگی لایه‌های ماده جاذب بر سطح نمونه، وزن نمونه‌ها حدود ۳٪ افزایش، و قطر و ارتفاع نمونه‌ها به دلیل تغییرات حجمی طی واکنش به ترتیب حدود ۸٪ و ۱۴٪ کاهش یافت. شکل ۱ تصویر نمونه را قبل و بعد از سنتز احتراقی نشان می‌دهد. در شکل ۲ می‌توان تغییرات زمان اشتعال نمونه‌ها با افزایش میزان آلومینیوم اضافی را مشاهده کرد.

مقایسه‌ی زمان اشتعال حاصل از ساخت نمونه‌های E1، E2 و E3 در نمودار شکل ۲ مشخص می‌کند که با افزایش مقدار آلومینیوم اضافی در سیستم، احتراق دیرتر اتفاق می‌افتد. با افزایش مقدار آلومینیوم به علت هدایت گرمایی بالای آن، گرما از لایه‌های سطحی به بیرون تلف شده، بنابراین زمان مورد نیاز



شکل ۲- تغییرات زمان اشتعال با افزایش درصد آلومینوم اضافی



شکل ۳- الگوهای پراش پرتو ایکس در نمونه‌های E1 (بدون حضور آلومینوم اضافی)، E2 (۵٪ آلومینوم اضافی) و E3 (۱۰٪ آلومینوم اضافی)

جدول ۳- زمان اشتعال نمونه‌های مختلف با تابش ریزموج

نمونه	S1	S2	S3
زمان اشتعال (ثانیه)	-	65±3	150±8

گرافیت باعث گرمایش بهتر نمونه می‌شود و احتراق در زمان کوتاه‌تری رخ می‌دهد.

با توجه به شکل ۴ و مقایسه الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های S2 و S3 مشخص می‌شود که در کامپوزیت مورد نظر فازهای TiAl و  $Al_2O_3$  در هر دو نمونه شکل گرفته است و تفاوت چندانی در نوع فازهای حاصل از ساخت در دو حالت

با توجه به اینکه طبق دیاگرام الینگهام میل ترکیبی اکسیژن با آلومینوم بیشتر از تیتانیم و کربن و میل ترکیبی اکسیژن با تیتانیم نیز بیشتر از کربن است، انتظار می‌رود که  $TiO_2$  نه به‌وسیله کربن بلکه به‌وسیله آلومینوم احیا شود.

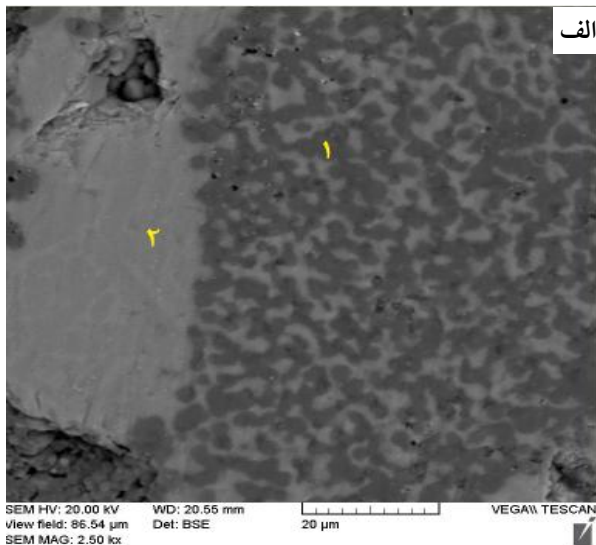
تشکیل هم‌زمان  $Ti_3Al$  و  $TiAl$  می‌تواند به دلیل نوسان‌های غلظتی آلومینوم در نمونه باشد که به دلیل ذوب موضعی آلومینوم حین گرمادهی به‌وسیله ریزموج پیش می‌آید و باعث می‌شود مقادیر مختلفی از آلومینوم دور ذرات مختلف  $TiO_2$  را احاطه کرده باشد. افزودن ۵ درصد وزنی آلومینوم اضافی کمبود آلومینوم مورد نیاز در سیستم را جبران نمی‌کند و نیاز به مقادیر بالاتری از آلومینوم برای حصول  $TiAl$  به‌عنوان فاز اصلی است. در نمونه E3 با ۱۰ درصد وزنی آلومینوم اضافی مشاهده می‌شود که پیک اصلی مربوط به فاز  $TiAl$  است. بنابراین با حضور ۱۰ درصد وزنی آلومینوم اضافی در مخلوط پودری اولیه می‌توان فاز  $TiAl$  را به‌عنوان ترکیب بین‌فلزی مورد نظر شکل داد.

### ۳-۲- بررسی اثر نحوه‌ی استقرار نمونه در اجاق ریزموج

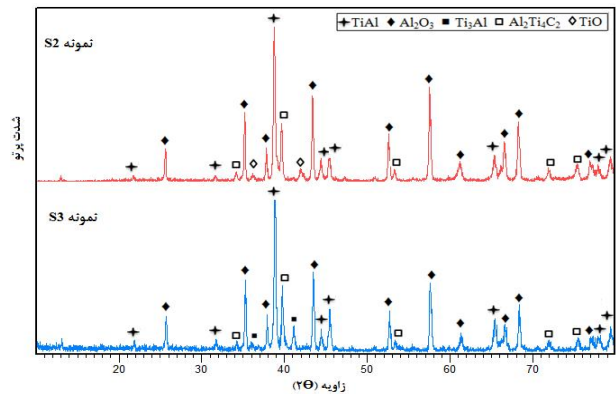
مشاهدات حین ساخت نشان داد که در نمونه‌های استوانه‌ای در هر دو حالت استفاده از پودر گرافیت و بلوک SiC به‌عنوان جاذب امواج ریزموج، انتشار ناگهانی نور زرد به‌نشانه انجام شدن واکنش سنتز احتراقی رخ می‌دهد. در جدول ۳ تغییرات زمان اشتعال با تغییر نوع جاذب آورده شده است.

با توجه به جدول ۳ مشاهده می‌شود که بدون جاذب مناسب امواج ریزموج، سنتز احتراقی در نمونه صورت نمی‌گیرد. اما استفاده از SiC و پودر گرافیت موجب اشتعال نمونه می‌شود.

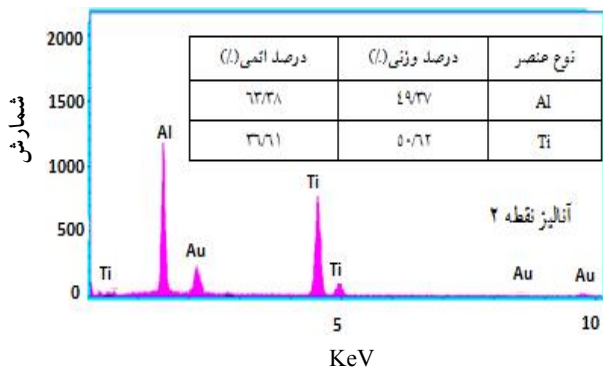
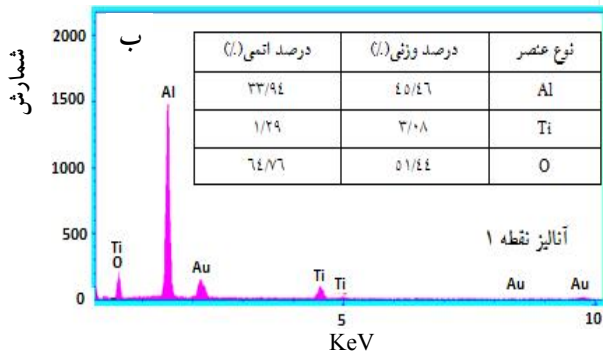
از مقایسه دو حالت اخیر نتیجه گرفته می‌شود که زمان اشتعال برای استفاده از پودر گرافیت کوتاه‌تر از بلوک SiC است و پراکندگی زمان‌های اشتعال هم کم‌تر است. مشاهدات نشان داد که روی بلوک SiC بعد از هر بار استفاده، یک لایه اکسیدی شکل می‌گیرد و احتمالاً این موضوع تکرارپذیری را با مشکل مواجه می‌سازد. پس می‌توان گفت که دفن کردن نمونه در پودر



الف



شکل ۴- الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های S2 (داخل پودر گرافیت) و S3 (بین دو بلوک SiC)



شکل ۵- الف) تصویر SEM نمونه S2 و ب) تحلیل EDS از محصول کامپوزیتی TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

حاصل از بخش دوم پژوهش حاضر [۲۹] مشخص شده است که در نمونه‌های با شرایط آسیاب‌کاری بهینه، ریز ساختار نمونه عاری از این نوع جدایش است که شکل ۶ نمونه‌ای از این نوع ریز ساختار را نشان می‌دهد. به نظر می‌رسد در شرایط آسیاب‌کاری کم شدت، به دلیل

استفاده از بلوک SiC و پودر گرافیت وجود ندارد. فاز Al<sub>2</sub>Ti<sub>4</sub>C<sub>2</sub> به علت حضور اسید استتاریک در مخلوط پودری اولیه تشکیل شده است. هم‌چنین در نمونه‌ی S2 مقدار کمی از اکسیدهای تیتانیوم مشاهده می‌شود که با توجه به آن می‌توان گفت در زمان کوتاه‌تر، به دلیل واکنش ناکامل احیای ناقص در TiO<sub>2</sub> اتفاق افتاده است.

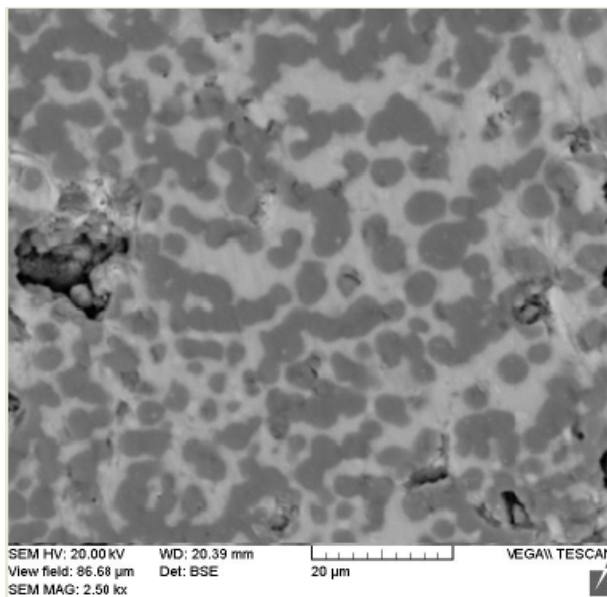
در شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه S2 به همراه اندازه‌گیری طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) آن نشان داده شده است. با توجه به این شکل و اندازه‌گیری نقطه‌ای ترکیب‌شیمیایی مشاهده می‌شود که زمینه با رنگ روشن مربوط به ترکیب بین‌فلزی تیتانیوم آلومیناید است و ذرات تیره رنگ پراکنده شده در زمینه ذرات Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> هستند. هم‌چنین نتایج تحلیل EDS حضور آهن را نشان نمی‌دهد که نشان‌دهنده عدم ورود مقادیر قابل تشخیص آلودگی آهن از محیط آسیاب‌کاری به مخلوط پودری در فرایند آسیاب‌کاری نام برده است.

همان‌طور که در تصویر مشاهده می‌شود، برخی نواحی نمونه عاری از ذرات آلومینا است و در بعضی از مناطق این ذرات تجمع یافته‌اند. به نظر می‌رسد که در حین فرایند احتراق با تابش ریزموج، ذرات آلومینیوم فعال‌سازی شده به صورت موضعی ذوب شده باشند که این باعث می‌شود زمینه بین‌فلزی در قسمت‌هایی عاری از ذرات آلومینا باشد. البته بر اساس نتایج

آلومینیوم و نفوذ آن از بین محصولات واکنش برای در تماس قرار گرفتن با ذرات  $TiO_2$  است. بنابراین در شدت فعال‌سازی بهینه‌ای که واکنش سنتز احتراقی بدون ذوب آلومینیوم رخ می‌دهد، جدایش فازی می‌تواند به حداقل برسد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش کامپوزیت  $TiAl/Al_2O_3$  با زمینه ترکیب بین-فلزی تیتانیوم-آلومیناید و ذرات پراکنده سرامیکی اکسید آلومینیوم از طریق فعال‌سازی مخلوط پودری  $TiO_2$  و آلومینیوم در آسیاب سیاره‌ای و سپس ساخت مخلوط فشرده پودری در اجاق ریزموج به‌دست آمد. نتایج نشان داد که بدون استفاده از آلومینیوم اضافی در مخلوط پودری اولیه به‌علت اکسید شدن مقداری از آلومینیوم در حین آسیاب‌کاری و عدم حضور آلومینیوم کافی برای واکنش ساخت، فاز  $TiAl$  مورد نظر به‌دست نمی‌آید. بررسی نتایج هم‌چنین نشان داد که با دفن کردن نمونه‌ها در پودر گرافیت برای قرارگیری در اجاق ریزموج، زمان اشتعال کوتاه‌تر می‌شود، واکنش ساخت سریع‌تر اتفاق می‌افتد و تکرار پذیری واکنش ساخت نیز بالاتر است.



شکل ۶- تصویر SEM نمونه‌ای با شرایط آسیاب‌کاری بهینه

فعال‌سازی کم انجام شده بر روی پودر آلومینیوم، واکنش زمانی شروع می‌شود که مقادیر کمی از آلومینیوم دچار ذوب موضعی شود که این باعث ناهمگنی در ریز ساختار می‌شود. از طرف دیگر، در شرایط آسیاب‌کاری بسیار شدید نیز به‌دلیل شکل‌گیری جزئی محصولات واکنش پیرامون ذرات در حین آسیاب‌کاری، واکنش هنگامی شروع می‌شود که تماس مناسبی بین ذرات آلومینیوم و  $TiO_2$  به‌وجود بیاید که باز مستلزم ذوب موضعی

#### واژه‌نامه

1. microwave
2. X-ray diffraction

3. scanning electron microscope
4. energy dispersive X-ray spectroscopy

#### مراجع

1. Westbrook, J.H. and Fleischer, R.L., *Intermetallic Compounds- Principles & Practice*, John Wiley & Sons, Vol. 2, 2002.
2. Djanarthany, S., Viala, J. and Bouix, J., "An Overview of Monolithic Titanium Aluminides Based on  $Ti_3Al$  and  $TiAl$ ", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 72, pp. 301-319, 2001.
3. Ward-Close, C.M., Minor, R. and Doorbar, P.J., "Intermetallic-Matrix Composites- A Review", *Intermetallics*, Vol. 4, pp. 217-229, 1996.
4. Travitzky, N., Gotman, I. and Claussen, N., "Alumina-

- Ti Aluminide Interpenetrating Composites: Microstructure and Mechanical Properties", *Materials Letters*, Vol. 57, pp. 3422-3426, 2003.
5. Zhang, D.L., Cai, Z.H. and Adam, G., "The Mechanical Milling of  $Al/TiO_2$  Composite Powders", *JOM*, Vol. 18, pp. 94-98, 2003.
6. Khatri, S. and Koczak, M., "Formation of  $TiC$  in In Situ Processed Composites via Solid-Gas, Solid-Liquid and Liquid-Gas Reaction in Molten  $Al-Ti$ ", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 162, pp. 153-162, 1993.

7. Vaucher, S., Stir, M., Ishizaki, K., Catala-Civera, J. M. and Nicula, R., "Reactive Synthesis of Ti-Al Intermetallics During Microwave Heating in an E-Field Maximum", *Thermochimica Acta*, Vol. 522, pp. 151–154, 2011.
  8. Morsi, K., "Review: Reaction Synthesis Processing of Ni-Al Intermetallic Materials", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 299, pp. 1–15, 2001.
  9. Yi, H.C., Moore, J.J., "Self-Propagating High-Temperature (Combustion) Synthesis (SHS) of Powder-Compacted Materials", *Journal of Materials Science*, Vol. 25, pp.1159-1168, 1990.
  10. Subrahmanyam, J. and Vijayakumar, M., "Review-Self-Propagating High-Temperature Synthesis", *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp. 6249–6273, 1992.
  11. Suryanarayana, C., *Non-Equilibrium Processing of Materials*, Chapter 11, Elsevier, UK, 1999.
  12. Suryanarayana, C., Ivanov, E. and Boldyrev, V.V., "The Science and Technology of mechanical alloying", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 304–306, pp. 151–158, 2001.
  13. Kamali, A.R. and Fahim, J., "Mechanically Activated Aluminothermic Reduction of Titanium Dioxide", *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, Vol. 18, pp. 7–10, 2009.
  14. Lekse, J.W., Stagger, T.J. and Aitken J.A., "Microwave Metallurgy: Synthesis of Intermetallic Compound via Microwave Irradiation", *Chemistry of Materials*, Vol. 19, pp. 3601–3603, 2007.
  15. Gupta, M., *Microwave Processing of Materials*, The National Academy Press, USA, 1994.
  16. Samouhos, M., Hutcheon, R., and Paspaliaris, I., "Microwave Reduction of Copper(II) Oxide and Malachite Concentrate", *Minerals Engineering*, Vol. 24, pp. 903–913, 2011.
  17. Pickles, C.A., "Microwaves in Extractive Metallurgy: Part 1– Review of Fundamentals", *Minerals Engineering*, Vol. 22, pp. 1102–1111, 2009.
  18. Lu, L. and Zhang, Y.F., "Influence of Process Control Agent on Interdiffusion Between Al and Mg during Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 290, pp. 279–283, 1999.
  19. Roy, R., Agrawal, D., Cheng, J. and Gedevarishvili, S., "Full Sintering of Powdered-Metal Bodies in a Microwave Field", *Nature*, Vol. 399, pp. 668–670, 1999.
  20. Ku, H., Siores, E., Taube, A. and Ball, J.A., "Productivity Improvement Through the Use of Industrial Microwave Technologies", *Computers & Industrial Engineering*, Vol. 42, pp. 281–290, 2002.
  21. Gupta, M. and Wai Leang, W., *Microwaves and Metals*, John Wiley & Son, pp. 26–175, 2007.
  22. Ying, D.Y., Zhang, D.L. and Newby, M., "Solid-State Reactions during Heating Mechanically Milled Al/TiO<sub>2</sub> Composite Powders", *Metallurgical & Materials Transactions A*, Vol. 35, pp. 2115–2125, 2004.
  23. Orru, R., Cao, G. and Munir, Z.A., "Mechanistic Investigation of the Field-Activated Combustion Synthesis (FACS) of Titanium Aluminides", *Chemical Engineering Science*, Vol. 54, pp. 3349–3355, 1999.
  24. Horvitz, D., Gotman, I., Gutmanas, E.Y. and Claussen, N., "In Situ Processing of Dense Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- Ti Aluminide Interpenetrating Phase Composites", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 22, pp. 947–954, 2002.
  25. Yeh, C.L. and Li, R.F., "Formation of TiAl-Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> and TiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> In Situ Composites by Combustion Synthesis", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 16, pp. 64–70, 2008.
  26. Alamolhoda, S., Heshmati-Manesh, S. and Ataie, A., "Role of Intensive Milling in Mechano-Thermal Processing of TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>", *Advanced Powder Technology*, Vol. 23, pp. 343–348, 2012.
  27. Ghafurian, S., Seyedein, S.H., Aboutalebi, M.R. and Afshar, M.R., "Numerical Modeling of Combustion Synthesis of TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite via Microwave Heating", *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, Vol. 8, pp. 8–16, 2011.
  28. Welham, N.J., "Mechanical Activation of the Formation of an Alumina-Titanium Trialuminide Composite", *Intermetallics*, Vol. 6, pp. 363–368, 1998.
۲۹. رادمهر، پ، ذاکری، ع. ر. و اعلم‌الهدی، س، «بررسی اثر شدت فعال‌سازی مخلوط پودری TiO<sub>2</sub>-Al در سنتز مایکروویوی کامپوزیت TiAl/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>»، نشریه مهندسی متالورژی و مواد، (پدیرفته شده).