



NCWNN1394

دومین همایش ملی و کارگاه‌های تخصصی



# علوم و فناوری نانو

## سنتز درجای کامپوزیت نانوساختار $NiAl-Al_2O_3$ به روش سنتز مکانوشیمیایی

بیهقی، مریم<sup>۱\*</sup>؛ کیانی رشید، علیرضا<sup>۱</sup>؛ کاشفی تربتی، مهرداد<sup>۱</sup>؛ وحدتی خاکی، جلیل<sup>۱</sup>؛ یونسون، استفان<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

<sup>۲</sup> گروه مهندسی و علم مواد، دانشگاه سلطنتی سوئد، استکهلم، سوئد

ma\_be545@stu-mail.um.ac.ir

### چکیده

در این پژوهش، سنتز کامپوزیت نانوساختار  $NiAl-Al_2O_3$  با روش سنتز مکانوشیمیایی و از مواد اولیه نیکل، اکسید نیکل و آلومینیم مورد بررسی قرار می‌گیرد. در اثر رخداد واکنش پس از ۱۱۰ دقیقه آسیاکاری اکسید نیکل کاملاً مصرف شده و فازهای محصول  $NiAl$  و  $Al_2O_3$  تولید می‌شوند. با ادامه فرآیند آسیاکاری مکانیکی تا ۱۰ ساعت، مواد اولیه به طور کامل مصرف شده و تنها دو فاز محصول  $NiAl$  و  $Al_2O_3$  در نمونه پودری موجود در محفظه آسیاکاری مشاهده می‌شوند. با بالاتر رفتن زمان آسیاکاری تا ۶۰ ساعت، ریزساختار به سمت توزیع یکنواخت‌تر فاز آلومینا در ماتریس  $NiAl$  در ذرات پودر پیش می‌رود و اندازه کریستالیت‌ها کاهش می‌یابد. اندازه کریستالیت فازهای محصول در تمام زمان‌های آسیاکاری در محدوده نانومتری قرار دارد. با آسیاکاری تا ۱۰ ساعت اندازه کریستالیت  $NiAl$  و  $Al_2O_3$  به ترتیب به ۱۱ و ۱۹ نانومتر رسید و با ادامه فرآیند آسیاکاری تا ۶۰ ساعت این مقادیر به ترتیب به حدود ۸ نانومتر کاهش یافت.

**کلمات کلیدی:** کامپوزیت، نانوساختار، سنتز مکانوشیمیایی،  $NiAl$

## *In-situ Synthesis of Nano-structured NiAl- $Al_2O_3$ Composites via Mechanosynthesis Route*

M. Beyhaghi<sup>1\*</sup>, A. Kiani-Rashid<sup>1</sup>, M. Kashefi Torbati<sup>1</sup>, J. Vahdati Khaki<sup>1</sup>

, S. Jonsson<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of Metallurgical and Materials Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

<sup>2</sup> Department of Materials Science and Engineering, Royal institute of Technology, SE-10044 Stockholm, Sweden.

ma\_be545@stu-mail.um.ac.ir.

### Abstract

*In this work, synthesis of NiAl- $Al_2O_3$  nanocomposite powders via mechanosynthesis route and by using Ni, NiO and Al is investigated. Ignition of the reaction inside the ball-mill vial happened after 110min; NiO was totally finished and NiAl and  $Al_2O_3$  as product phases were formed. After 10 hours of ball milling, raw materials were used in the reaction and just product phases existed in the vial. By continuation of ball milling process to 60 hours, better mixing of the synthesized phases and decrement in their crystallite sizes were observed. Crystallite sizes of the product phases were in nanometer range in all ball milling times. Crystallite sizes of NiAl and  $Al_2O_3$  after 10 hours were 11nm and 19nm, respectively which reduced to around 8nm for both phases after 60 hours of ball milling.*

**Keywords:** Composite, Nanostructured, Mechanosynthesis, NiAl

## مقدمه

گلوله های کاربرید تنگستن انجام شد. یک درصد وزنی اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل کننده فرآیند به محفظه آسیا افزوده شد. آسیاکاری در دمای محیط و اتمسفر هوا صورت پذیرفت. برای بررسی های ریزساختاری از SEM و بررسی های فازی از XRD استفاده شد.

## نتایج و بحث

نتایج آنالیز فازی نمونه های پودری پس از هر مرحله تخلیه ظرف آسیا در زمان های مختلف در شکل ۱ گزارش شده است. همان گونه که مشاهده می شود در پودر مخلوط شده و پودر آسیاکاری شده به مدت یک ساعت تنها پیک های مواد اولیه یعنی Ni، Al و NiO قابل مشاهده هستند و واکنشی بین مواد واکنش دهنده در ظرف آسیا رخ نداده است. این در حالی است که با افزایش زمان آسیاکاری به دو ساعت، پیک های NiAl و  $Al_2O_3$  در طیف ظاهر می شوند و پیک های NiO کاملاً ناپدید می شوند. در نتیجه در فاصله زمانی یک و دو ساعت آسیاکاری بین مواد اولیه واکنش صورت گرفته است. با افزایش زمان آسیاکاری از شدت پیک های آلومینیم و نیکل کاسته می شود. پس از آسیاکاری به مدت چهار و نیم ساعت، پیک های آلومینیم قابل مشاهده نیست در حالی که پیک های نیکل در طیف XRD دیده می شود. این پدیده در نتایج مراجع دیگر نیز مشاهده شده است؛ پهن شدن پیک های یک فاز در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی پدیده رایجی است که به علت ایجاد شدن کرنش های داخلی و ریز شدن دانه ها رخ می دهد [۴-۵]. از آنجایی که پودر آلومینیم به شدت نرم است در حین آسیاکاری تغییر شکل سریع و شدیدی را تجربه می کند و در نتیجه پهن شدن و ناپدید شدن پیک های آن سریع تر اتفاق می افتد، در حالی که پیک های نیکل به دلیل سختی بیشتر آن نسبت به آلومینیم و در نتیجه تغییر شکل کمتر آن تا مدت زمان بیشتری قابل مشاهده است [۵]. پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری، آنالیز فازی در شکل ۱، تنها حضور دو فاز محصول NiAl و  $Al_2O_3$  را نشان می دهد. با افزایش

انرژی مورد نیاز برای رخداد واکنش های سنتز احتراقی می تواند از انرژی گرمایی و یا انرژی مکانیکی تأمین شود. این انرژی مکانیکی به منظور فعال کردن واکنش های شیمیایی و تغییرات ساختاری مصرف می شود. واکنش های سنتز مکانوشیمیایی واکنش هایی هستند که در داخل ظرف آسیا و در حین آسیاکاری رخ می دهند [۱]. اخیراً، واکنش های احیای آلومینوترمیک القا شده با آسیاکاری گلوله ای پر انرژی اهمیت پیدا کرده اند. اهمیت این روش به دلیل کاربردهای پتانسیل آن در تولید کامپوزیت های درجای زمینه فلزی نانو ساختار یا میکروساختار [۲] و این که مواد سنتز شده با این روش انواع گسترده ای از اکسید فلزات تا مواد آلی با ترکیب های مختلف را در بر می گیرند می باشد [۳].

در این پژوهش، تشکیل کامپوزیت نانو ساختار NiAl- $Al_2O_3$  به روش سنتز احتراقی القا شده با انرژی مکانیکی (MSR) در زمان های مختلف آسیاکاری مورد بررسی قرار می گیرد. به این منظور، تأثیر زمان آسیاکاری بر فازهای تشکیل شده، اندازه کریستالیت فازها، ریزساختار و ترکیب شیمیایی فازهای مختلف در پودر حاصله از آسیاکاری مورد بررسی قرار می گیرد.

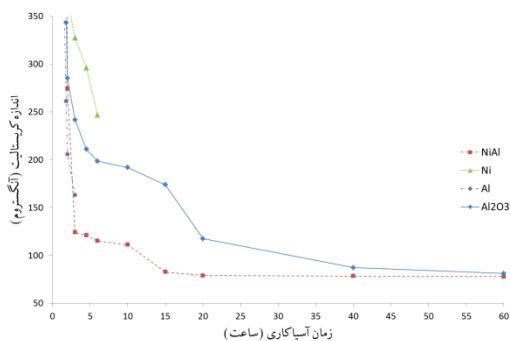
## مواد و روش ها

مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش عبارتند از: نیکل، اکسید نیکل و آلومینیم که از شرکت MERCK خریداری شدند. اختلاط مواد اولیه بر اساس ترکیب استوکیومتری مطابق رابطه (۱) صورت گرفت.



آسیاکاری مکانیکی مخلوط پودری در دستگاه آسیا با مدل PM200 ساخت شرکت Retsch از کشور آلمان انجام شد. آسیاکاری در محفظه آسیاکاری از جنس فولاد زنگ نزن و با حجم ۲۵۰ میلی لیتر در سرعت چرخش آن برابر ۲۸۰ دور بر دقیقه و نسبت وزنی گلوله به پودر برابر ده با

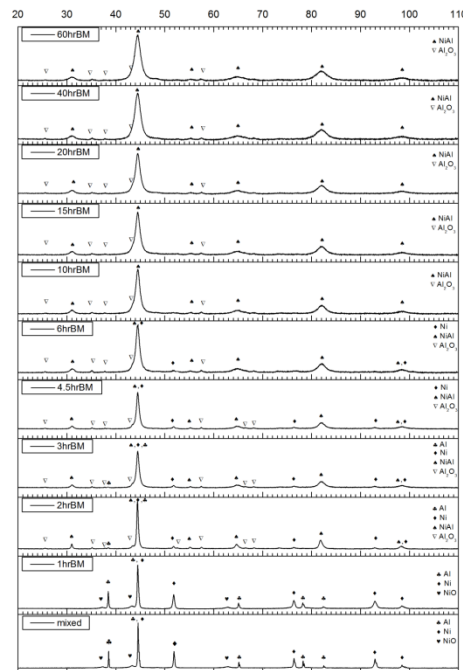
نانومتر کاهش یافت. پژوهش‌های محققین دیگر نیز نشان داده است که با روش آسیاکاری مکانیکی می‌توان به کامپوزیتهایی با زمینه و تقویت کننده نانوساختار دست یافت [۲].



شکل ۲ - تغییرات اندازه کریستالیت فازهای موجود در نمونه پودر با زمان آسیاکاری مکانیکی.

در شکل ۳، تصاویر ریزساختاری با فازهای احتمالی تعیین شده توسط آنالیز شیمیایی EDS برای نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های متفاوت نشان داده شده است. با توجه به تصویر ریزساختاری و آنالیز شیمیایی در پودر آسیاکاری شده به مدت یک ساعت در شکل (۳-الف)، اختلاط مکانیکی فازها، تغییر شکل پلاستیک ذرات و فرورفتن ذرات نیکل و اکسید نیکل در بستر فاز نرم آلومینیم به صورت لایه لایه قابل مشاهده است و اثری از فازهای محصول واکنش دیده نمی‌شود. در ریزساختار نمونه پودری آسیاکاری شده به مدت دو ساعت در شکل (۳-ب) ذرات تک فاز NiAl دیده می‌شود به این معنا که ریزساختار نیز تشکیل فاز محصول را در این نمونه تأیید می‌کند. با گذشت ۱۰ ساعت از آسیاکاری در شکل (۳-ج)، تنها دو فاز محصول NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در نمونه قابل مشاهده هستند و نمونه پودر ۶۰ ساعته در شکل (۳-د) نشان دهنده دستیابی به یک ریزساختار یکنواخت در کل پودر است و در همه ذرات، فاز Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با یک توزیع همگن در بستر فاز NiAl پراکنده شده است. در کلیه نمونه‌ها، مشاهدات ریزساختاری و ترکیب شیمیایی فازها مؤید نتایج مشاهده شده در آنالیز فازی (شکل ۱) است.

زمان آسیاکاری پس از ۱۰ ساعت، در نتایج XRD تنها پهن شدن پیک‌های دو فاز NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> را مشاهده می‌شود.



شکل ۱ - طیف‌های پراش اشعه ایکس برای مخلوط پودری در زمان‌های مختلف آسیاکاری.

نتایج محاسبات صورت گرفته با اصلاح ریتولد مربوط به اندازه کریستالیت‌های فازهای موجود در نمونه‌ها بر حسب زمان آسیاکاری در شکل ۲ گزارش شده است. نتایج محاسبات نشان دادند که با بالا رفتن زمان آسیاکاری، اندازه کریستالیت در فازها کاهش می‌یابد که مطابق انتظار است. نرخ کاهش در اندازه کریستالیت در زمان‌های اولیه آسیاکاری بالا بوده و با گذشت زمان آسیاکاری کاهش یافته و تقریباً ثابت می‌شود و به یک حالت پایدار نزدیک می‌شود. همانگونه که در شکل ۲ قابل مشاهده است در تمام زمان‌های آسیاکاری اندازه کریستالیت هر دو فاز محصول (NiAl, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) در محدوده نانومتری قرار دارند. با آسیاکاری تا ۱۰ ساعت اندازه کریستالیت NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به ترتیب به ۱۱ و ۱۹ نانومتر رسید و با ادامه فرآیند آسیاکاری تا ۶۰ ساعت این مقادیر به حدود ۸

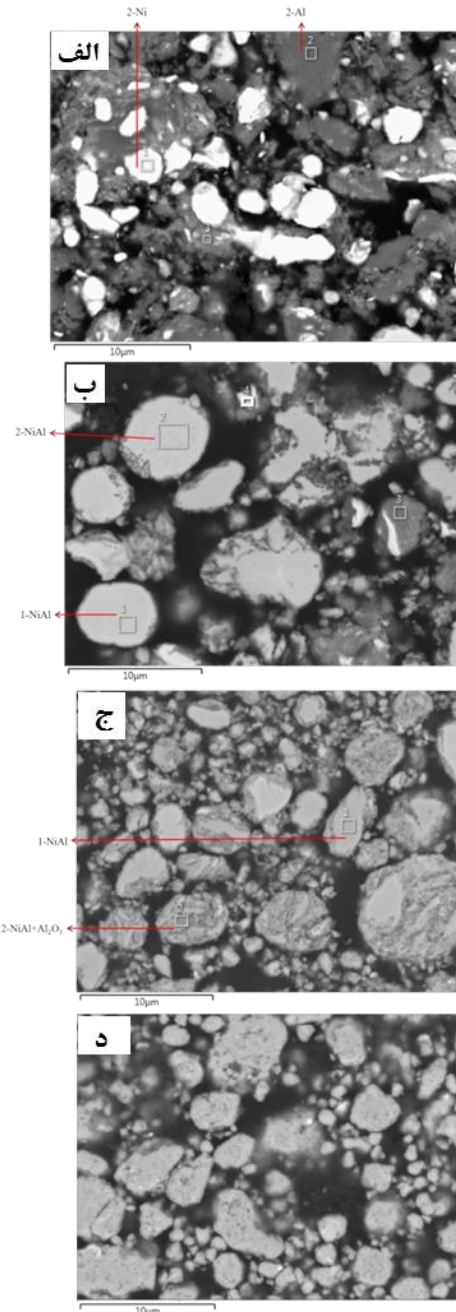
# علوم و فناوری نانو

## نتیجه گیری

نتایج این پژوهش نشان دادند پس از گذشت ۱۱۰ دقیقه از آسیاکاری واکنش بین مواد اولیه در ظرف آسیا رخ می‌دهد. در اثر این واکنش، اکسید نیکل کاملاً مصرف شده و فازهای محصول  $\text{NiAl}$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  تولید می‌شوند. با ادامه فرآیند آسیاکاری مکانیکی تا ۱۰ ساعت، مواد اولیه به طور کامل مصرف شده و تنها دو فاز محصول  $\text{Al}_2\text{O}_3$  و  $\text{NiAl}$  در نمونه پودری موجود در محفظه آسیاکاری مشاهده می‌شوند. با بالاتر رفتن زمان آسیاکاری تا ۶۰ ساعت، ریزساختار به سمت توزیع یکنواخت‌تر فاز آلومینا در ماتریس  $\text{NiAl}$  در ذرات پودر پیش می‌رود و اندازه کریستالیت‌ها کاهش می‌یابد. در پودر ۶۰ ساعت آسیاکاری شده، فاز  $\text{Al}_2\text{O}_3$  با یک توزیع همگن در بستر فاز  $\text{NiAl}$  در همه ذرات پراکنده شده است.

## مرجع‌ها

- [1] C. Suryanarayana; "Mechanical alloying and milling"; *Progress in Materials Science* **46** (2001) 1-184.
- [2] B. S. B. Reddy; K. Das and S. Das; "A review on the synthesis of in situ aluminum based composites by thermal, mechanical and mechanical-thermal activation of chemical reactions"; *Journal of Materials Science* **42** (2007) 9366-9378.
- [3] B.S.B. Reddy; K. Rajasekhar; M. Venu; J.J.S. Dilip; S. Das and K. Das; "Mechanical activation-assisted solid-state combustion synthesis of in situ aluminum matrix hybrid ( $\text{Al}_3\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) nanocomposites"; *Journal of Alloys and Compounds* **465** (2008) 97-105.
- [4] M.H. Enayati; F. Karimzadeh and S.Z. Anvari; "Synthesis of Nanocrystalline  $\text{NiAl}$  by Mechanical Alloying"; *Journal of Materials Processing Technology* **200** (2008) 312-315.
- [5] M. Abbasi; S.A. Sajjadi and M. Azadbeh; "An Investigation on the Variations Occurring During  $\text{Ni}_3\text{Al}$  Powder Formation by Mechanical Alloying Technique"; *Journal of Alloys and Compounds* **497** (2010) 171-175.



شکل ۳- تصویر ریزساختاری از سطح مقطع ذرات پودر آسیاکاری شده و تعیین فازهای احتمالی بر اساس آنالیز عنصری EDS از مناطق مختلف، (الف) ۱ ساعت، (ب) ۲ ساعت، (ج) ۱۰ ساعت و (د) ۶۰ ساعت.



پل زنی نانورس و روانکاری بررسی شده و به مقدار بهینه ای از دو متغیر ذکر شده رسیده است. استفاده از نانورس در ترکیب گِل حفاری هرزروی سیال حفاری را تا ۲۶٪ و عمق نفوذ گِل را تا ۳۵٪ کاهش داده و سبب تشکیل کیک گِل با ضخامت بیشتر شده است.

**کلمات کلیدی:** نانورس، هرزروی گِل، میکرومدل شیشه ای، خصوصیات رئومتر.

### نانومواد - مشخصه یابی و خواص خوردگی پوشش الکتروفوریتیک کامپوزیتی نانوساختار HA-BG بر روی زیرلایه اصلاح یافته CP-Ti

فروش، حمیدرضا<sup>۱</sup>؛ عشقی نژاد، پریناز<sup>۲</sup>؛ رمضان نژاد، ندا

<sup>۱</sup>گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه کاشان، بلوار قطب راوندی، کاشان

[farmoush@kashanu.ac.ir](mailto:farmoush@kashanu.ac.ir)

در تحقیق حاضر، پوشش های نانو هیدروکسی آپاتیت (HA) و کامپوزیت نانوساختار از هیدروکسی آپاتیت و شیشه زیست فعال 45S5 (HA-BG) بر روی زیرلایه اصلاح شده تیتانیوم خالص تجاری (CP-Ti) ایجاد شد. از فرآیند اکسیداسیون میکروفوس (MAO) بر روی زیرلایه CP-Ti برای ایجاد پوشش اکسید تیتانیوم متخلخل حاوی کلسیم فسفات (CaP) در ولتاژ ۳۶۰ V برای ۵ دقیقه استفاده شد. سپس فرآیند لایه نشانی الکتروفوریتیک (EPD) در ولتاژ ثابت ۳۰ ولت به مدت ۱۲۰ ثانیه برای ایجاد پوشش های HA و HA-BG انجام شد. فاز، عوامل ساختاری، ریزساختار و ترکیب پوشش ها به وسیله پراش اشعه ایکس (XRD)، طیف سنجی تبدیل فوری مادون قرمز (FT-IR)، میکروسکوپ الکترونی رومی (SEM) و طیف سنجی تفرق انرژی (EDS) مشخصه یابی شدند. طبق نتایج آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در محلول شیشه سازی شده بدن، مقاومت خوردگی زیرلایه CP-Ti با ایجاد پوشش کامپوزیتی HA-BG بر روی میان لایه MAO بهبود یافت.

**کلمات کلیدی:** اکسیداسیون میکروفوس، لایه نشانی الکتروفوریتیک، هیدروکسی آپاتیت، شیشه زیست فعال

### نانومواد - سنتز درجای کامپوزیت نانوساختار NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به روش سنتز مکانوشیمیایی

بیهقی، مریم<sup>۱\*</sup>؛ کیانی رشید، علیرضا<sup>۱</sup>؛ کاشفی تربتی، مهرداد<sup>۱</sup>؛ وحدتی خاکی، جلیل<sup>۱</sup>؛ یونسون، استفان<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

<sup>۲</sup>گروه مهندسی و علم مواد، دانشگاه سلطنتی سوئد، استکهلم، سوئد

[ma\\_be345@stu-mail.um.ac.ir](mailto:ma_be345@stu-mail.um.ac.ir)

در این پژوهش، سنتز کامپوزیت نانوساختار NiAl-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با روش سنتز مکانوشیمیایی و از مواد اولیه نیکل، اکسید نیکل و آلومینیم مورد بررسی قرار می گیرد. در اثر رخداد واکنش پس از ۱۱۰ دقیقه آسیاکاری اکسید نیکل کاملاً مصرف شده و فازهای محصول NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> تولید می شوند. با ادامه فرآیند آسیاکاری مکانیکی تا ۱۰ ساعت، مواد اولیه به طور کامل مصرف شده و تنها دو فاز محصول NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در نمونه پودری موجود در محفظه آسیاکاری مشاهده می شوند. با بالاتر رفتن زمان آسیاکاری تا ۶۰ ساعت، ریزساختار به سمت توزیع یکنواخت تر فاز آلومینا در ماتریس NiAl در ذرات پودر پیش می رود و اندازه کریستالیت ها کاهش می یابد. اندازه کریستالیت فازهای محصول در تمام زمان های آسیاکاری در محدوده نانومتری قرار دارد. با آسیاکاری تا ۱۰ ساعت اندازه کریستالیت NiAl و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به ترتیب به ۱۱ و ۱۹ نانومتر رسیده و با ادامه فرآیند آسیاکاری تا ۶۰ ساعت این مقادیر به ترتیب به حدود ۸ نانومتر کاهش یافت.

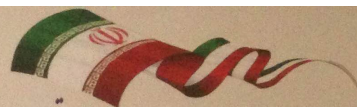
**کلمات کلیدی:** کامپوزیت، نانوساختار، سنتز مکانوشیمیایی، NiAl

### نانومواد - بهینه سازی فرآیند الکترورسی به منظور تولید نانو الیاف نایلون ۶ دارای نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت شیر استوکیومتری

حمید اصفهانی<sup>۱\*</sup>؛ اسماعیل صلاحی<sup>۱</sup>، سید علی طیبی فرد<sup>۱</sup>؛ محمدرضا رحیمی پور<sup>۱</sup>؛ منصور کیانپورزاد<sup>۱</sup>



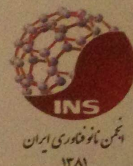
دانشگاه سوادکوه



دومین همایش ملی و کارگاه های تخصصی

# علوم و فناوری نانو

۳۰ و ۳۱ اردیبهشت ۱۳۹۴



انجمن نانو فناوری ایران  
۱۳۸۱

جناب آقای اسرار خانم مریم بهمنی

بدین وسیله مراتب سپاس و قدردانی خود را از شما برای ارائه مقاله

سنتر در جای کامپوزیت نانو ساختار  $NiAl-Al_2O_3$  به روش سنتر مکانوشیمیایی

در دومین همایش ملی و کارگاه های تخصصی علوم و فناوری نانو (NCWNN1394) ابراز می داریم.



رئیس انجمن نانو فناوری ایران

دکتر علی ایرانش

دبیر همایش

دکتر محمد حسین مجلس آرا

دکتر محمد حسین مجلس آرا