



بررسی اثر نوع مواد اولیه در چگونگی و مکانیسم فرآوری تولید مکس فازهای پایه زیرکونیم نانوکرستالی

مرتضی قدیمی¹، حمیدرضا بهاروندی²، احمدعلی آماده^{3*}

1- دانشجوی دکتری تخصصی، مهندسی متالورژی و مواد، پردیس البرز دانشگاه تهران، تهران
 2- دانشیار، مهندسی متالورژی و مواد، مجتمع مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران
 3- استاد، مهندسی متالورژی و مواد، پردیس البرز دانشگاه تهران، تهران
 * تهران، کدپستی: 14177-33631، amadeh@ut.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

در این پژوهش از روش آلیاژسازی مکانیکی به همراه تف جوشی پسین به منظور تولید و فرآوری مکس فازهای پایه زیرکونیم با ریزساختار نانوکریستالی بهره گرفته شده است. برای نیل به این مقصود، مقادیر مشخصی از ترکیبات عنصری با خلوص بالای اولیه با نسبت شیمیایی مشخص شامل هیدرید زیرکونیم، آلومینیم و گرافیت در دستگاه با انرژی بالای آسیاب مکانیکی سیاره‌ای برای مدت‌زمان‌های مشخص (5، 10، 20، 40 و 60 ساعت) تحت فرایند خردایش و آسیاب قرار داده شد. ترکیبات فرآوری شده با استفاده از طیف‌سنجی پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و سختی سنجی مورد مطالعه واقع شد. نتایج آزمایشگاهی مشخص ساخته است که پس از 40 ساعت آسیاب، مکس فاز Zr_2AlC با اندازه بلوریت پایین‌تر از 24 نانومتر و سختی قابل ملاحظه 971 ویکرز پدیدار می‌گردد. همچنین با افزایش زمان آسیاب کاری مورفولوژی ذرات تولید شده از حالت لایه‌ای به کروی تغییر می‌یابد. تف جوشی پودرهای آسیاب شده برای مدت زمان 2 ساعت و در دمای 1300 درجه سانتی‌گراد، پیدایی مکس فازهای Zr_3AlC_2 و Zr_4AlC_3 رشد دانه و افزایش اندازه بلوریت و همچنین رهاش کرنش‌های داخلی را به دنبال خواهد داشت. با توجه به نتایج به‌دست‌آمده مشخص می‌گردد که فرایند به کار گرفته شده (آسیاب مکانیکی و تف جوشی)، روشی سودمند، مقرون به‌صرفه و پر بازده برای تولید مکس فازهای پایه زیرکونیم با ساختار نانومتری و مورفولوژی همگن به شمار می‌رود.

مقاله پژوهشی کامل
 دریافت: 8 آذر 1397
 پذیرش: 15 اسفند 1397
 ارائه در سایت: شهریور 1398

کلیدواژگان:

مکس فاز
 مکانیسم فرآوری
 فناوری پودر
 نانوپودر

The study of raw materials type on condition and production mechanism of nanocrystalline Zr-based MAX-phases

Morteza Ghadimi¹, Hamid Reza Baharvandi², Ahmad Ali Amadeh^{1*}

1- Alborz Campus, University of Tehran, Tehran, Iran

2- Department of Materials & Manufacturing Process, Malek-Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

* Postal Code: 14155-6619, Tehran, Iran, amadeh@ut.ac.ir

Article Information

Original Research Paper
 Received 29 November 2018
 Accepted 6 March 2019
 Available August 2019

Keywords:

MAX Phase
 Production mechanism
 Powder technology
 Nanocrystalline

Abstract

In this research, the method of mechanical alloying and subsequent sintering has been used to obtain Zr-based MAX Phases compounds with nanocrystalline structure. For this purpose, a stoichiometric mixture of high purity elemental powders of ZrH_2 , Al and C (Graphite) was subjected to intense mechanical alloying in a planetary high energy ball mill under different milling conditions (5, 10, 20, 40 and 60 h). The fabricated compounds were characterized by X-ray diffractometry (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and microhardness measurements. Experimental results exhibited that after an optimum milling time of 40 h, Zr_2AlC MAX phase with the crystallite size of less than 25 nm and high microhardness of 971 HV can be obtained. Also with milling time, morphology of pre-alloyed powders changed from lamella to globular. Sintering of milled powders at 1300 °C for 2 h resulted in the production of nanometric Zr_3AlC_2 and Zr_4AlC_3 MAX phases, increase the crystallite size (grain growth), and release of internal strain. The results revealed that this route (high energy milling followed by sintering) is a powerful, cost effective and high productive technique for preparing Zr-based MAX phases compounds with nanometric structure and homogenies morphology.

1- مقدمه

برتری در روند صنعتی کشورهای پیشرو به شمار می‌روند. امروزه با توجه به تعاریف جدید و پیدایی پیشرفت آرمان‌ها و افق‌های ترسیم شده کشورهای صنعتی و پیشرو؛ نیاز به ایجاد و

صنایع هوافضایی و هسته‌ای به‌عنوان دو فناوری برخوردار از رویکرد فناورانه بالا، از اهمیتی به سزا در پیشرفت و پیدایش

Please cite this article using:

M. Ghadimi, H. R. Baharvandi, A. A. Amadeh, The study of raw materials type on condition and production mechanism of nanocrystalline Zr-based MAX-phases, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 6, No. 4, pp. 23-28, 2019 (in Persian)

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

می‌سازد [15-18]. از این رو به نظر می‌رسد مکس فازهای حاوی زیرکونیم به دلیل برخورداری خواص مطلوب تر نسبت به این ماده و کاربید زیرکونیم؛ از پتانسیل بالاتری جهت استفاده در صنایع مذکور برخوردار هستند [19-21]. از این رو بسیار مناسب است با توجه به کمبود و فقدان اطلاعات کافی در خصوص این مکس فازها و ناشناخته ماندن بسیاری از جنبه‌های مرتبط با حوزه مواد و فناوری‌های تولید، به مطالعه سنتز و خواص ترکیبات مرتبط با این گروه از مکس فازها پرداخته شود. بررسی پژوهش‌های پیشین صورت گرفته حاکی از آن است که علت عدم توفیق در ایجاد این مکس فاز؛ می‌تواند به واسطه عدم گزینش بایسته نوع ماده اولیه باشد. پژوهش‌های پیشین نشان داده است استفاده از ترکیبات اکسید زیرکونیم یا زیرکونیم خالص، منجر به پدیدار گشتن ترکیبات بین فلزی پیچیده زیرکونیمی و بالطبع عدم پدیدار شدن مکس فاز پایه زیرکونیم خواهد شد. از این رو سعی گردید تا ضمن تغییر نوع ماده اولیه به صورت هیدریدی؛ برای نیل به سبک‌ترین مکس فاز پایه زیرکونیمی؛ عنصر آلومینیم به‌عنوان جزء دوم ترکیب گزینش یابد.

این پژوهش بر آن است که با تغییر در انتخاب مواد اولیه و استفاده از ترکیب زیرکونیم هیدریدی و بهینه‌سازی پارامترهای فرایند تولید، به سنتز ترکیب مکس فاز زیرکونیمی نائل آید.

2- روش آزمایش

به منظور تولید ترکیب سه‌جزئی مکس فاز؛ ترکیبات با درجه خلوص بالای 99 درصد از پودرهای هیدرید زیرکونیم (ZrH_2)، آلومینیم و گرافیت در درون محفظه دستگاه آسیاب آزمایشگاهی مکانیکی قرار داده شدند. علت گزینش پودر هیدرید زیرکونیم به دلیل تسریع فرایند جوانه‌زنی و بهبود میل ترکیبی به دلیل دارا بودن هیدروژن در مقایسه با سایر ترکیبات زیرکونیمی (نظیر زیرکونیم خالص یا اکسید زیرکونیم) بوده است. فرآوری اختلاط پودرهای اولیه درون محفظه فولادی زنگ نزن از نوع 316 و در دستگاه آسیاب مکانیکی (دارای حجم نیم لیتر) با بهره‌گیری از 10 گلوله 20 میلی‌متری از جنس فولاد پرکرم مقاوم در برابر سایش، و در محیط کنترل شده گاز آرگون خلوص بالا با نرخ چرخش 250 دور در دقیقه صورت پذیرفت. به منظور جلوگیری از گرمایش دمای جداره، پس از هر نیم ساعت فرایند آسیاب کاری؛ دستگاه به مدت ده دقیقه خاموش و نیز جهت ممانعت از چسبیدگی پودرها به جداره ظرف و نیز گلوله‌ها؛ از اسید استئاریک (به میزان یک درصد وزنی) به‌عنوان شاخص

بهینه‌سازی خواص مواد مورد استفاده در صنایع مذکور می‌باشد تا با بهره‌گیری از آن علاوه بر چیره گشتن بر مشکلات و پدیده‌های نامطلوب پیشین، بتوان با خلق و تولید مواد نوین جدید، رسیدن به اهداف متعالی موردنظر را هموارتر پیمایش نمود.

در دهه‌های پیشین، پیش‌آوری رشته گزارشاتی از فرآوری مواد جدید سه‌گانه کاربیدی پایه تیتانیومی (با ترکیب شیمیایی Ti_3SiC_2) حکایت می‌نمود که به صورت توأمان از رفتار سرامیک‌ها و فلزات برخوردار بوده‌اند، به این گونه که علاوه بر وجود استحکام و مقاومت سایشی بالا، به صورت هم‌زمان از قابلیت انعطاف‌پذیری و ماشین‌کاری مناسبی نیز بهره‌مند بوده‌اند [1-6]. مطالعات بیشتر مشخص ساخته است که علل پیدایی این رفتار به برخورداری این ماده از پیوندهای هم‌زمان فلزی و کووالانسی مرتبط می‌گردد. پژوهش‌های بیشتر مشخص ساخت که رفتار توأمان فلزی-سرامیکی را می‌توان در طیف خاصی از عناصر و با درجه‌بندی مخصوصی در استوکیومتری آن‌ها نیز مشاهده نمود. با معرفی و مشخصه یابی این مواد نوین به‌عنوان مکس فازها؛ رابطه شیمیایی $M_{n+1}AX_n$ برای آن‌ها تعریف گشت که در رابطه مذکور؛ واژه‌های M نشان‌دهنده یک فلز انتقالی (شامل اسکندیم (Sc)، تیتانیوم (Ti)، وانادیم (V)، کرم (Cr)، زیرکونیم (Zr)، نایوبیم (Nb)، مولیبدن (Mo)، هافنیم (Hf) و تانتالم (Ta))؛ A عنصری از ستون‌های سیزده تا شانزده جدول تناوبی (آلومینیم (Al)، سیلیسیم (Si)، فسفر (P)، گوگرد (S)، گالیم (Ga)، ژرمانیم (Ge)، آرسنیک (As)، ایندیم (In)، قلع (Sn)، سرب (Pb) و تالیوم (Tl))، و X نشان‌دهنده کربن و یا نیتروژن است [7-14].

تاکنون بخش بزرگی از تحقیقات صورت گرفته در خصوص فازهای مکس، معطوف به ترکیبات پایه تیتانیوم بوده است و سنتز و بررسی خواص سایر ترکیبات با پایه‌های گوناگون کمتر مورد توجه واقع شده است. این در حالی است که زیرکونیم به‌عنوان عنصر هم‌خانواده تیتانیوم، قدرت جذب پایینی در جذب نوترون‌ها دارد که این ویژگی آن را برای استفاده در صنایع مرتبط با کاربردهای هسته‌ای مطلوب می‌سازد. به دلیل مقاومت بالای زیرکونیم در برابر خوردگی، استفاده از آن به‌عنوان یک عامل آلیاژساز در مواد واقع شونده در معرض محیط‌های تهاجمی را پرکاربرد ساخته است. هم‌چنین این عنصر از کاربردهای زیادی در صنایع نظامی و هوفضایی به دلیل مقاومت در برابر حرارت برخوردار بوده و وجود رفتار ابررسانایی در دماهای پایین، کاربردهای الکتریکی را برای این ماده قابل تصور

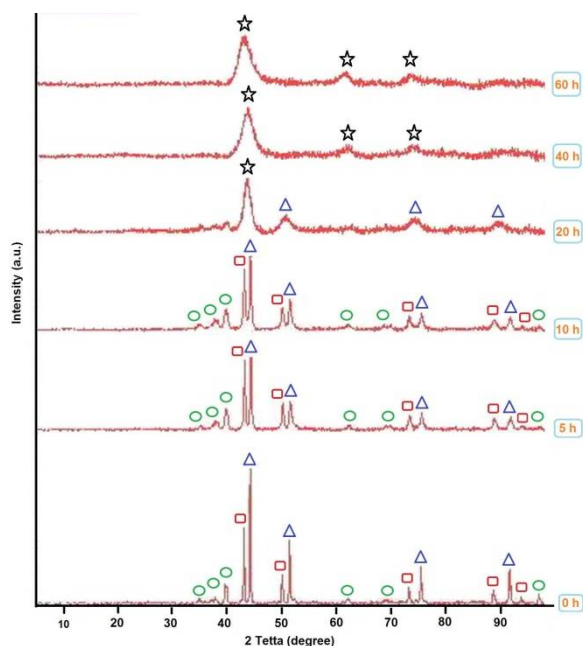


Fig. 1 XRD patterns of milled powders after different milling times
 شکل 1 الگوی XRD پودرهای آسیاب شده در زمان‌های مختلف

افزایش مدت زمان آسیاب کاری تا زمان 60 ساعت، هیچ‌گونه تغییری در ایجاد ترکیب جدید خلق ننموده و بنابراین صرفاً آگلومره و به هم چسبیدن ذرات را در پی خواهد داشت. در نتیجه زمان 40 ساعت به عنوان زمان مفید آسیاب کاری به شمار می‌رود. شایان ذکر است در شکل مذکور؛ نقاط دایروی مربوط به گرافیت، نقاط مثلثی مربوط به هیدرید زیر کونیم، نقاط مستطیلی مربوط به آلومینیم و نقاط ستاره‌ای مربوط به ترکیب مکس فاز Zr_2AlC می‌باشد.

در شکل 2 دیاگرام چگونگی تغییرات اندازه دانه‌ها با زمان انجام فرآوری (با انگاشت طیف پراش اشعه ایکس) به نمایش گذارده شده است. با توجه به تصویر مذکور، فزونی یافتن زمان مخلوط کردن پودرها؛ کاهش چشمگیر اندازه دانه‌ها را در پی داشته است. چرایی این موضوع را می‌توان به دو دلیل توضیح داد؛ دانسیته قابل ملاحظه عیوب کریستالی؛ ایجاد موقعیت‌های جوانه‌زنی بیشتر را در پی داشته است و هم‌چنین تغییر شکل پلاستیک شدید در هنگامه آسیاب کاری به وقوع پیوسته است. از سوی دیگر می‌توان بیان داشت که در ابتدای فرایند آلیاژسازی مکانیکی، اندازه دانه‌های بلورین به میزان بسیار زیادی کاهش پیدا نموده و در ادامه با افزایش بیشتر زمان آسیاب کاری تقریباً ثابت و بدون تغییر (در حدود 24 نانومتر) باقی مانده است. علت این موضوع را می‌توان به معادل شدن نرخ فرآیندهای جوش سرد و شکست ذرات مرتبط دانست.

در شکل 3 (a و b) به ترتیب مورفولوژی حاصله از تکنیک

کنترل‌کننده استفاده گردید. پس از خاتمه فرایند آسیاب کاری در گستره‌های زمانی تعریف شده و سرمایه‌شده، بخشی از مخلوط ترکیب شده به منظور مشخصه یابی ساختاری مورد بررسی با آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) قرار گرفت. بعد از خاتمه فرایند آسیاب کاری، مقادیری از آن برای بررسی‌های ساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد مطالعه و بخشی اندکی از آن پس از اعمال پرس سرد به وسیله دستگاه میکرو سختی سنج مورد ارزیابی خواص مکانیکی قرار گرفت. در ادامه بخش دیگری از پودرهای تولید شده تحت فرایند تف جوشی در دمای 1300 درجه سانتی‌گراد در کوره گرمایشی تحت اتمسفر گاز آرگون (با نرخ گرمایش 15 درجه در دقیقه) به مدت 2 ساعت واقع شده و در ادامه به منظور مطالعه ترکیبات تشکیل شده، آزمون XRD انجام گرفته شد.

3- نتایج و سگالش

طیف‌های پراش اشعه ایکس برحسب زمان آسیاب کاری در شکل 1 نشان داده شده است. با توجه به این شکل مشخص می‌شود که فرآوری آسیاب کاری باعث کاهش پیدا نمودن تدریجی شدت و مقدار پیک عناصر آلیاژی به دلیل نفوذ آن‌ها در داخل شبکه هیدرید زیر کونیم می‌گردد. همان‌گونه که از این شکل مشخص است؛ پیک‌های پودرهای اولیه بعد از 5 ساعت آسیاب کاری هم‌چنان وجود داشته و با ادامه یافتن فرآوری مخلوط کردن برای مدت زمان 10 ساعت محو می‌گردند که چرایی این موضوع نشانگر انحلال کامل گرافیت در شبکه هیدرید زیر کونیم می‌باشد. درعین حال خطوط پراش عنصر آلومینیم نیز بعد از 10 ساعت آسیاب ناپدید می‌شوند. ادامه پیدا نمودن فرآوری مخلوط کردن تا مدت زمان 20 ساعت باعث می‌گردد تا ضمن حفظ و باقی ماندن الگوهای پراش هیدرید زیر کونیم، جایگاه مکانی پیک‌های مربوط به طیف عنصری آن به سوی زوایای کوچک‌تر انتقال یابد. هم‌چنین الگوهای جدیدی شروع به ایجاد نمایند که با توجه به الگوهای ساختاری حاصله؛ ایجاد طیف‌های جدید مربوط به ترکیب سه‌جزئی مکس فاز با مشخصه Zr_2AlC خواهد بود. کاهش شدت پیک‌های این عنصر و افزون یافتن میزان پهن‌شدگی طیف‌های عنصری از یکسو و کم شدن شدت آن‌ها از سوی دیگر را می‌توان ناشی از افزون یافتن مقادیر کرنش شبکه و نیز غلبه فرایند شکست بر جوش سرد دانست. با تداوم فرآوری مخلوط کردن به میزان 40 ساعت، پیک‌های عنصری هیدرید زیر کونیم به‌طور کامل محو شده و تنها الگوهای ترکیب کاربریدی Zr_2AlC وجود خواهد داشت.

گوناگون را در پی داشته است.

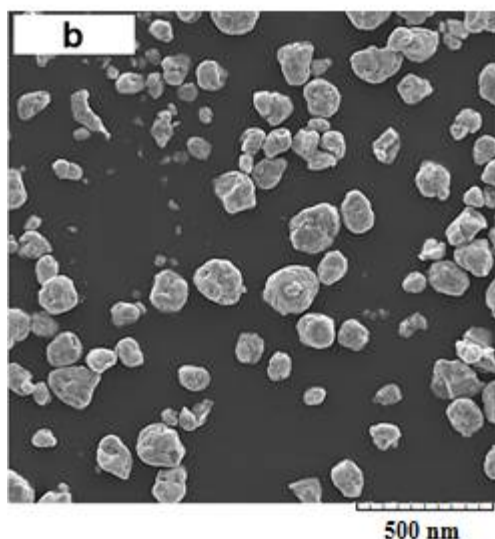
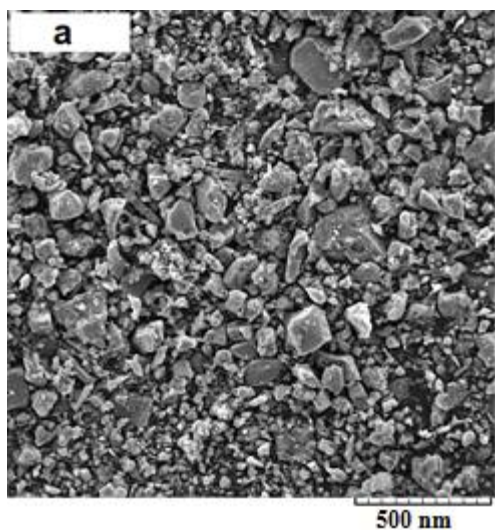


Fig. 3 SEM images of milled powders after: (a) 10h and (b) 40h milling
 شکل 3 ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ترکیبات آسیابدهی شده برای (a) 10 و (b) 40 ساعت

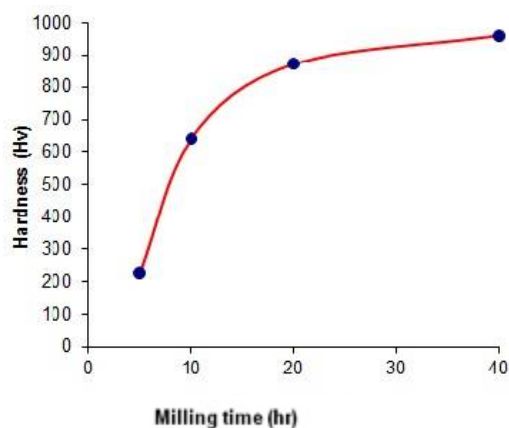


Fig. 4 Microhardness values of compound as a function of milling time
 شکل 4 منحنی چگونگی تغییرات سختی برحسب مدت زمان آسیاب کاری

میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودرهای مخلوط شده پس از 10 و 40 ساعت آلیاژسازی مکانیکی نشان داده شده است.

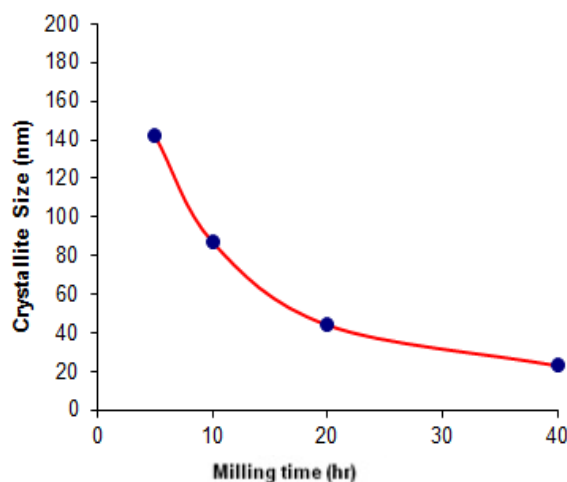


Fig. 2 Crystallite size of mixture powders at diffraction milling times
 شکل 2 دیاگرام چگونگی تغییرات اندازه دانه‌های بلورین مخلوط آسیاب شده برحسب زمان انجام فرآوری تولید

با توجه به ماهیت نرم پودرهای خام، در ابتدای آسیاب مکانیکی پهن‌شدگی ذرات روی می‌دهد که با تداوم فرایند جوش خوردگی ذرات رخ داده و ترکیبی لایه‌ای شکل پدیدار می‌گردد (شکل 3a). با فزونی یافتن زمان آلیاژسازی به میزان 40 ساعت؛ روی دادن و تشدید پدیده کار سختی، فرایندهای خرد شدن و شکستن ذرات تداوم خواهد یافت (شکل 3b).

در شکل 4 منحنی تغییرات سختی ترکیب آسیاب شده برحسب مدت زمان‌های آسیاب کاری ترسیم شده است. همان‌گونه که از این تصویر دیده می‌شود، با افزایش زمان آسیاب کاری مقادیر میکروسختی افزایش می‌یابد؛ زیرا با افزایش مدت زمان آسیاب کاری، اندازه دانه ترکیب تولیدی کاهش می‌یابد؛ به عبارت دیگر، تشکیل دانه‌های بلوری ریزدانه و نیز چگالی بالای نواقص و به‌طور ویژه نابجایی‌ها، افزایش میکروسختی را به‌ویژه برای ترکیب آسیاب شده به مدت 40 ساعت به میزان تقریبی 971 ویکرز به ارمغان می‌آورد. از سوی ایجاد هم‌زمان سه مکس فاز نیز دلیل دیگری جهت افزایش میکرو سختی نمونه مذکور به شمار می‌رود.

در شکل 5 طیف خطوط پراش (XRD) نمونه تف جوشی شده قابل مشاهده می‌باشد. اکتیو شدن حرارتی اتم‌های عنصری به سبب گرمایش مخلوط آسیاب شده با نرخ کنترل شده، پدیدار شدن نظم بلند دامنه ناشی از نفوذ و مهاجرت گسترده اتم‌ها به دلیل فعال‌سازی گرمایی آن‌ها و متعاقباً پیدایش فازهای

فناوری نانو برای حمایت‌های مالی به‌عمل‌آمده در راستای تامین بخشی از هزینه‌های این پژوهش ابراز می‌نمایند.

6- مراجع

- [1] Z. M. Sun, Progress in research and development on MAX phases: A family of layered ternary compounds, *International Materials Reviews*, Vol. 56, No. 4, pp. 143–166, 2016.
- [2] M. W. Barsoum, The MAX Phases: Unique new carbide and nitride materials, *American Scientist*, Vol. 98, No. 1, pp. 1-40, 2017.
- [3] M. W. Barsoum, The Mn+1AX n phases: a new class of solids, *Journal of Applied Physics*, Vol. 28, No. 3, pp. 201-281, 2015.
- [4] M. W. Barsoum, Synthesis and characterization of M2SnC, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 40, No. 12, pp. 2619-2625, 2016.
- [5] M. W. Barsoum, Elastic and Mechanical Properties of the MAX Phases, *Annual Review of Materials Research*, Vol. 41, No. 1, pp. 195-227, 2015.
- [6] P. Eklund, Multifunctional nanostructured Ti-Si-C thin films, *Linköping studies in science and technology Dissertation*, Vol. 1087, No. 2, pp. 57-71, 2017.
- [7] C. L. Yeh, Y. G. Shen, Effects of TiC and Al4C3 addition on combustion synthesis of Ti2AlC, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 470, No. 9, pp. 424-428, 2016.
- [8] B. Cui, Microstructural evolution during high-temperature oxidation of Ti2AlC ceramics, *Acta Materialia*, Vol. 59, No. 12, pp. 4116-4125, 2017.
- [9] T. Lapauw, A. K. Swarnakar, B. Tunca, K. Lambrinou, J. Vleugels, Nanolaminated ternary carbide (MAX Phase) materials for high temperature application, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 72, No. 4, pp. 51-55, 2018.
- [10] M. W. Barsoum, X. He, Ab initio calculations for properties of MAX phases Ti2InC, Zr2InC, and Hf2InC, *Solid State Communications*, Vol. 149, No. 13-14, pp 564-566, 2015.
- [11] W. B. Zhu, L. Zhijun, Kinetics and Microstructure Evolution of Ti2SC during In Situ Synthesis Process, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 518, No. 13, pp. 1-12, 2013.
- [12] S. Cheristopolous, N. Kelaidis, A. Chroneos, Defect Processes of M3AlC2 MAX Phase, *Solid State Communication*, Vol. 261, No. 7, pp. 54-56, 2017.
- [13] B. Cui, Microstructural evolution during high-temperature oxidation of spark plasma sintered Ti2AlN ceramics, *Acta Materialia*, Vol. 60, No. 2, pp. 1079-1092, 2012.
- [14] C. L. Li, Improving Levine model for dielectric constants of transition metal compounds, *Journal of Application Physics*, Vol. 42, No. 3, pp. 75-84, 2016.
- [15] L. Shannahal, M. W. Barsoum, M. Lamberson, Dynamic fracture behavior of a MAX Phase Ti3SiC2, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 169, No. 1, pp. 54-66, 2017.
- [16] A. Sedghi, R. Vahed, A. Mashreghi, H. Olya,

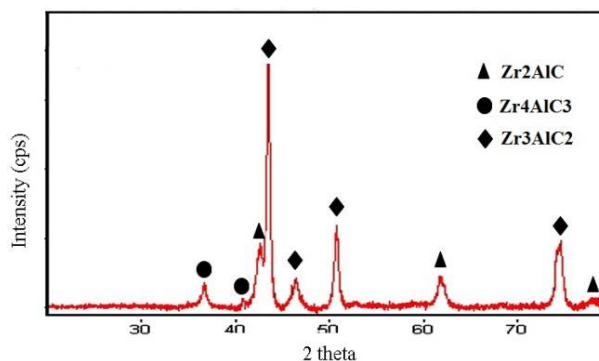


Fig. 5 XRD spectra of milled and sintered samples

شکل 5 الگوی XRD پودرهای آسیاب و تف جوشی شده

همان‌طور که از این الگو دیده می‌شود؛ به همراه ترکیب Zr_2AlC حاصله از آلیاژسازی مکانیکی؛ پیک‌های مربوط به دو مکس فاز پیچیده و جدید Zr_3AlC_2 و Zr_4AlC_3 نیز قابل مشاهده می‌باشد. هم‌چنین قابل پیش‌بینی خواهد بود که بالا بودن دمای فرآوری، آزاد شدن کرنش‌های داخلی و بالطبع رشد دانه‌ها و افزایش اندازه آن‌ها را در پی داشته باشد. لیکن به دلیل گزینش صحیح دما، زمان و نرخ تف جوشی؛ باوجود رخ دادن رشد دانه‌ها به دلیل رهایش انرژی، نفوذ اتمی و نفوذ سهل عیوب، اندازه دانه‌ها با توجه به الگوی پراش در محدوده ابعاد نانومتری (حدود 75 نانومتر) واقع بوده است؛ بنابراین با بهینه‌سازی تکنیک ساخت می‌توان به ایجاد محصولی با ساختار نانومتری نائل آمد.

4- نتیجه‌گیری

در این پژوهش برای نخستین بار از مخلوط نمودن پودرهای با خلوص بالای هیدرید زیرکونیم، آلومینیم و گرافیت در دستگاه آسیاب‌کاری مکانیکی و عملیات تف‌جوشی پسین جهت سنتز مکس فازهای پایه زیرکونیمی با ریزساختار نانومتری استفاده شد. مهم‌ترین دستاوردهای این تحقیق شامل موارد زیر می‌باشد:

- انجام فرایند آسیاب‌کاری مکانیکی برای مدت 40 ساعت، منجر به انحلال گرافیت و آلومینیم در ساختار هیدرید زیرکونیم و تشکیل مکس فاز Zr_2AlC شده است.
- تف‌جوشی نمونه‌های آسیاب شده باعث ایجاد دو گونه مکس فازهای پیچیده از جمله Zr_3AlC_2 و Zr_4AlC_3 به همراه وقوع رشد دانه‌ها گردیده است. با وجود رخ دادن این پدیده، به دلیل گزینش صحیح دما، زمان و نرخ گرمایش تف‌جوشی؛ اندازه بلورک‌ها در محدوده نانومتری باقی مانده است.

5- تقدیر و تشکر

نویسندگان مراتب قدردانی و پاسداشت خود را از ستاد توسعه

- [19] A. Nishad, K. Surendra, K. Saxena, B. Yingwei, J. Huc, Synthesis and structural stability of Ti_2GeC , *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 474, No. 8, pp. 174-179, 2013.
- [20] T. Zhanga, H. Myounga, D. Shinc, K. H. Ki, Syntheses and properties of Ti_2AlN MAX-phase films, *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 160, No. 1, pp. 149-153, 2015.
- [21] J. Ward, S. Middleburgh, M. Topping, A. Garner, P. Ferankel, Crystallographic evolution of MAX Phase in proton irradiation environments, *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 502, No. 2, pp. 220-227, 2019.
- Synthesis of Ti_2AlC and Ti_3AlC_2 MAX phases by mechanically activated self-propagating high temperature, *Materials and Design*, Vol. 414, No. 6, pp. 1-10, 2018.
- [17] C. L. Yeh, Y. G. Shen, Effects of using Al_4C_3 as a reactant on formation of Ti_3AlC_2 by combustion synthesis in SHS mode, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 473, No. 9, pp. 408-413, 2016.
- [18] C. Hu, L. He, M. Liu, X. Wang, J. Wang, M. Li, Y. Bao, In Situ Reaction Synthesis and Mechanical Properties of V_2AlC , *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 91, No. 12, pp. 4029-4035, 2018.