

تولید درجا پودر کامپوزیتی کبالت-کاربید وانادیم از مواد اولیه $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-V}_2\text{O}_5\text{-C-Mg}$ به روش MASHS توسط واکنش منیزوترمیک

سید محمد رضوی^{۱*}، حسن شریفی^۲

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، (m_razavi1370@yahoo.com)

۲- استادیار گروه مهندسی مواد دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه شهرکرد (sharifi@eng.sku.ac.ir)

۳-

In-situ production of cobalt-vanadium carbide composite powder from $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-V}_2\text{O}_5\text{-C-Mg}$ via MASHS through magnesium-thermic reaction

S. M. Razavi¹, H. Sharifi²

1- MSc Advanced Materials Research Center, Faculty of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, , E-Mail: m_razavi1370@yahoo.com

2- Assistant professor, Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Shahrekoed University, E-Mail: sharifi@eng.sku.ac.ir

چکیده

هدف از این پژوهش تولید پودر کامپوزیتی کبالت-کاربید وانادیم به روش سنتز احتراقی خود گستر فعال شده به روش مکانیکی یا MASHS از مواد اولیه اکسیدی با عامل احیایی منیزیم می‌باشد. ابتدا رفتار ترمودینامیکی واکنش طبق رابطه استوکیومتری با نسبت مولی (۱:۱:۹:۲) به ترتیب برای اکسید وانادیم، اکسید کبالت، منیزیم و گرافیت مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به آنتالپی (3155047 J/mole) و دمای آدیاباتیک ($T_{ad} \sim 3932.014$) واکنش، این واکنش از نوع MSR می‌باشد. جهت فعال‌ساز پودر مواد اولیه، از آسیا سیاره‌ای پرنانرژی تحت آتمسفر گاز آرگون به مدت زمان ۵ دقیقه با نسبت وزنی پودر به گلوله ۱:۲۰ استفاده گردید. رفتار حرارتی پودر فعال شده توسط آنالیز حرارتی DTA مورد بررسی قرار گرفت. جهت انجام واکنش سنتز احتراقی قرص‌های تهیه شده از مخلوط پودری مواد آسیا شده در کوره لوله‌ای تحت آتمسفر گاز آرگون در دمای 700°C به مدت زمان ۱۰ دقیقه قرار داده شد. با توجه به نتایج XRD در این دما مخلوط پودری مواد اولیه محترق شده و پودر کامپوزیتی کبالت-کاربید وانادیم دو فازی (VC , V_8C_7) / اکسید منیزیم تشکیل شده است. اکسید منیزیم محصول جانبی محسوب شده و با استفاده از فرآیند اسید شویی با اسید کلریدریک با غلظت ۹٪ از سیستم حذف گردید. جهت بررسی دقیق حذف اکسید منیزیم از نمونه قبل و بعد از فرآیند اسید شویی آنالیز عنصری تهیه گردید و نتایج نشان داد که عملیات اسیدشویی با موفقیت انجام شده است.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت، کبالت-کاربید وانادیم، درجا، MASHS، منیزوترمیک.

Abstract

The objective of the present study was production of cobalt-vanadium carbide composite powder via mechanically-activated self-propagating high-temperature (MASHS) combustion synthesis from oxide materials with magnesium as the activating agent. Initially, thermodynamic behavior of the reaction was studied according to the stoichiometric equation with the molar ratio of (1:1:9:2) for vanadium oxide, cobalt oxide, magnesium, and graphite, respectively. Based on the enthalpy (3155047 J/mole) and the reaction adiabatic temperature ($T_{ad} \sim 3932.014$), the reaction is in the MSR mode. In order to activate the starting powder, high energy planetary ball mill under argon atmosphere was used for 5 min with powder-to-ball weight ratio of 1:20. Thermal behavior of the activated powder was investigated by differential thermal analysis (DTA). For the combustion synthesis reaction, the pills made from the milled powder mixture were placed in a tube furnace under argon atmosphere at 700°C for 10 min. The XRD results indicated that at this temperature, the powder mixture of the precursors is combusted and cobalt-vanadium carbide composite powder with the two phases of magnesium oxide/ (VC , V_8C_7) is formed. Magnesium oxide is a by-product of using a pickling process with hydrochloric acid at a concentration of 9% of the exposure was eliminated. Detailed search for the removal of magnesium oxide samples were taken before and after the pickling process, elemental analysis and the results showed that the pickling operation is successfully completed.

Keywords: Composite, Cobalt-vanadium carbide, In-situ, MASHS, Magnesium-thermic.

مقدمه

کامپوزیت‌های زمینه فلزی به علت دارا بودن خواص عالی از جمله خواص به دلیل استحکام ویژه بالا (نسبت استحکام به وزن بالا)، مدول بالا، قابلیت‌های مناسب در دماهای بالا و خواص منحصر به فرد دیگر، برای کاربردهای گوناگون در صنعت خودروسازی، ساختارهای مهندسی، صنایع بسته‌بندی، الکترونیکی، صنایع دفاعی و هوا و فضا مواد ایده‌آل می‌باشند. کامپوزیت‌های زمینه فلزی مانند سایر کامپوزیت‌ها، شامل دو بخش مجزای زمینه فلزی و تقویت‌کننده می‌باشند. زمینه فلزی در این کامپوزیت‌ها می‌تواند شامل انواع فلزات و آلیاژهای آن‌ها نظیر کبالت، آهن، مس، آلومینیم، نیکل، تیتانیم و غیره باشد. فازهای تقویت‌کننده نیز در این کامپوزیت‌ها می‌تواند شامل انواع کاربیدها، اکسیدها، بوریدها، نیتريدها، سیلیسیدها، کربونیتريدها، ترکیبات بین فلزی و غیره باشد [۱]. یکی از مصارف کامپوزیت‌های زمینه فلزی در صنعت، تولید قطعات مقاوم به سایش است. کاربیدها و نیتريدها به دلیل استحکام و سختی بالا نقش مهمی در ساخت مواد مقاوم به سایش دارند ولی کاربیدها و نیتريدها بسیار تردند. بنابراین با تلفیق این مواد در یک زمینه فلزی نرم (Cu, Fe, Ni, Co) می‌توان کامپوزیتی مناسب برای ساخت قطعات مقاوم به سایش مثل ابزارهای برش، مته، قلاویز، قالب‌های اکستروژن و ... بدست آورد [۲-۵]. سنتز احتراقی و فرآیند مکانوشیمیایی از روش‌هایی است که می‌توان این کامپوزیت‌ها را که به عنوان فلزات سخت (Hard Metal) شناخته می‌شوند، تولید نمود [۶].

روش سنتز احتراقی (SHS)، یکی از تکنیک‌های مهم و پرکاربرد برای ساخت مواد پیشرفته می‌باشد که بیش از ۵۰۰ نوع ماده که شامل انواع کاربیدها، بوریدها، سیلیسیدها، نیتريدها، سولفیدها، اکسیدها، بین فلزی‌ها و کامپوزیت‌های پیچیده می‌باشد، توسط این روش تولید می‌شوند. در یک نگاه کلی، این فرآیند را می‌توان به سه مرحله اساسی اشتعال، انتشار موج احتراق و تولید و سرمایه‌ش محصول تفکیک نمود. سنتز احتراقی روشی است که در آن از خاصیت گرمایی برخی واکنش‌های گرمازا استفاده می‌شود. در این روش با انجام واکنش در مقدار کمی از مواد اولیه، گرمای قابل ملاحظه‌ای تولید می‌شود. گرمای حاصله به حدی

است که می‌تواند انرژی فعال شدن لازم برای لایه‌های مجاور را فراهم کند لذا واکنش به سایر نقاط نیز انتقال پیدا می‌کند. با اتمام واکنش در کل نمونه، محصول نهایی تولید می‌شود [۷]. گودرزی و همکارانش [۸] تولید پودر کامپوزیتی Al_2O_3-TiN را به دو روش آلیاژسازی مکانیکی و سنتز احتراقی بررسی کردند. در این پژوهش از پودرهای اکسید تیتانیم و آلومینیم استفاده شد و آسیا کاری نمونه‌ها نیز در آتمسفر گاز نیتروژن صورت گرفت. نتایج نشان داد پس از ۲۰ ساعت آسیا کاری پیک‌های TiN ظاهر گردیده است و نتایج گرفته شده از سنتز احتراقی، نشان دهنده این مطلب می‌باشد که پودرهای اکسید تیتانیم و آلومینیم در دمای $900^{\circ}C$ محترق شده و نیتريد تیتانیم تشکیل شده است. همچنین ادیب‌پور و همکارانش [۹] توانستند با استفاده از روش $MASHS^1$ نانوکامپوزیت ZrB_2/ZrC را سنتز نمایند. لازم به ذکر است که یکی از کاربردهای مهم این نانو کامپوزیت در صنایع هوا فضا است. با توجه به مطالعات صورت گرفته تاکنون کامپوزیت کبالت-کاربید وانادیم که به عنوان یک فلز سخت شناخته می‌شود به روش سنتز احتراقی تولید نشده است. در این پژوهش تولید این کامپوزیت از مواد اولیه اکسیدی ارزان قیمت نسبت به خود پودر فلزی و با استفاده از واکنش مینزیوترمیک مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش تحقیق

مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش در جدول (۱) آورده شده است. مخلوط پودری اکسید کبالت، اکسید وانادیم، منیزیم و کربن با نسبت مولی (۲:۹:۱:۱) طبق واکنش (۱) در یک آسیا سیاره‌ای پرانرژی تحت آتمسفر آرگون با نسبت وزنی پودر به گلوله ۱:۲۰ جهت فعال سازی مکانیکی به مدت زمان ۵ دقیقه آسیا شدند. جدول (۲) جزئیات فرآیند آسیا کاری را نشان می‌دهد. جهت بررسی رفتار ترمودینامیکی و محاسبات مربوط به انرژی آزاد، آنتالپی تشکیل و دمای آدیاباتیک واکنش‌های صورت گرفته در سیستم، از نرم افزار HSC Chemistry 5 و معادله (۱) استفاده گردید.

جدول ۱: مشخصات مواد اولیه مصرفی

نام ماده	نماد شیمیایی	خلوص	اندازه ذرات (μm)
اکسید کبالت	Co_3O_4	٪۹۹/۸	≤ 150
اکسید وانادیم	V_2O_5	٪۹۹/۷	≤ 250
منیزیم	Mg	٪۹۹/۸	≤ 300
گرافیت	C	٪۹۵	≤ 0.3
اسید کلریدریک	HCl	٪۳۷	-

جدول ۳: جزئیات آنالیز حرارتی (DTA)

مدل دستگاه	BÄHR 503
نرخ حرارت دهی $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	۱۰
بازه دمایی	$25-1200^{\circ}\text{C}$
آتمسفر محیط	Ar
خلوص گاز آرگون	۹۹.۹۹٪

جدول ۲: جزئیات فرآیند آسیا کاری

مدل دستگاه	FP ₂
سرعت چرخش آسیا (rpm)	۶۰۰
جنس محفظه آسیا	فولاد پر کروم
حجم محفظه (ml)	۱۲۵
جنس گلوله‌ها	فولاد پر کربن
تعداد گلوله‌ها	۵
قطر گلوله‌ها (mm)	۲۰
نسبت وزنی پودر به گلوله	۲۰:۱
وزن کل پودر (g)	۶/۶
آتمسفر محیط آسیا کاری	Ar

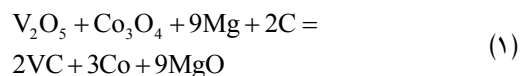
برای بررسی رفتار حرارتی واکنش و همچنین انتخاب دمای سنتز احتراقی، ابتدا مخلوط پودری مواد اولیه طبق واکنش ۱ به میزان ۵ دقیقه جهت فعال‌سازی مکانیکی آسیا گردید سپس آنالیز حرارتی بر روی پودر صورت گرفت. جزئیات این آنالیز در جدول (۳) آورده شده است.

جهت بررسی روند تغییرات فازی در ماه‌های مختلف سنتز احتراقی و بررسی میزان پیشروی احیا از دستگاه پراش پرتو ایکس مدل Philips- PW30-۴۰ استفاده شد. ولتاژ مورد استفاده در دستگاه ۳۰ کیلو وات و جریان اعمالی ۳۰ میلی آمپر بود. در کلیه آزمایش‌ها از اشعه ایکس تک موج $\text{CuK}\alpha$ با طول موج ۱/۵۴۰۵ آنگسترم استفاده شد. برای شناسایی فازها نیز از نرم‌افزار X'Pert-MPD استفاده شد.

نتایج و بحث

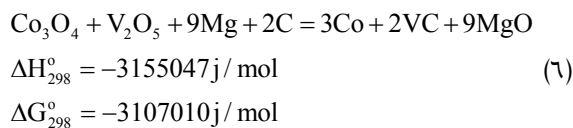
۱- بررسی رفتار ترمودینامیکی واکنش‌ها

اگرچه توضیح رفتار ترمودینامیکی واکنش‌های سنتز حالت جامد از قبیل مکانوشیمیایی به طور کامل مطالعه نشده است، اما استفاده از روابط ترمودینامیکی معمول می‌تواند اطلاعات مفیدی در رابطه با مکانیزم انجام واکنش‌ها و پیش بینی رفتار آن‌ها در حین فرآیند، فراهم آورد. قبل از انجام مراحل آزمایشگاهی ابتدا رفتار ترمودینامیکی واکنش تولید این کامپوزیت از مواد اولیه اکتسیدی به همراه عامل احیا کننده منیزیم و گرافیت به عنوان کاربیدزا (واکنش ۱) و همچنین بدون عامل احیایی منیزیم (و در حضور عامل احیایی گرافیت) واکنش (۲) مورد بررسی قرار گرفت و اطلاعات مربوط به انرژی آزاد، آنتالپی واکنش و همچنین به



$$\Delta Q = \Delta H_{298}^{\circ} + \int_{298}^{T_m} \sum \Delta C_p \cdot dT + \Delta H_m + \int_{T_m}^{T_{ad}} \sum \Delta C_p \cdot dT = 0 \quad (2)$$

که در این رابطه ΔH_m ، ΔQ ، ΔH_{298}° ، ΔC_p به ترتیب ظرفیت گرمایی ویژه، تغییر آنتالپی استاندارد تشکیل در دمای ۲۹۸ K واکنش، گرمای کلی واکنش و تغییرات گرمای نهان ذوب می‌باشد [۱۲-۱۰].



با توجه به واکنش‌های ۶ - ۳ و محاسبات صورت گرفته و همچنین مقادیر مربوط به انرژی آزاد، بیانگر این است که این واکنش‌ها از لحاظ ترمودینامیکی شرایط مناسبی دارند و از طرفی کلیه واکنش‌ها گرمازا می‌باشند. همچنین با استفاده از معادله (۲) و داده‌های ترمودینامیکی جدول (۴) دمای آدیباتیک واکنش‌های صورت گرفته محاسبه گردید که نتایج در جدول (۵) آورده شده است. با توجه به مقادیر دمای آدیباتیک واکنش‌ها (جدول ۵)، این مقادیر بالاتر از مقدار بحرانی (۱۸۰۰K) می‌باشد پس انتظار می‌رود که این واکنش‌ها به صورت خود پیش رونده دما بالا MSR^۲ صورت پذیرد [۱۳-۱۲]. بنابراین تنها بایستی انرژی اکتیواسیون اولیه به صورت حرارتی یا مکانیکی تأمین شود.

زمانی که از عامل احیایی گرافیت به جای منیزیم استفاده می‌گردد (واکنش ۷) مقادیر مثبت انرژی آزاد و آنتالپی نشان دهنده انجام نشدن واکنش از لحاظ ترمودینامیکی و گرماگیر بودن واکنش می‌باشد. برای این‌که این واکنش پیش رود نیاز به زمان‌های طولانی آسیاکاری و همچنین عملیات‌های بعدی از جمله عملیات حرارتی می‌باشد [۱۳].

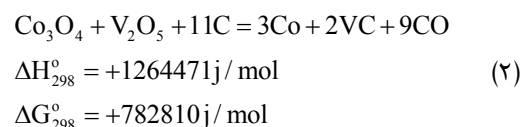
جدول ۴: اطلاعات ترمودینامیکی ترکیبات در دمای ۲۹۸K.

فاز	Cp(j/mol.K)
Co	$18.12 + 23.14 \times 10^{-3}T - 0.42 \times 10^{-5}T^2 - 0.08 \times 10^{-6}T^3$
V	$26.81 + 0.13 \times 10^{-3}T - 0.19 \times 10^{-6}T^2 + 3.64 \times 10^{-6}T^3$
VC	$36.36 + 13.31 \times 10^{-3}T - 0.71 \times 10^{-6}T^2$
MgO	$48.99 + 3.14 \times 10^{-3}T - 11.72 \times 10^{-5}T^2$

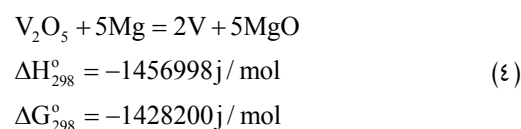
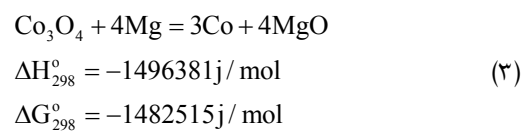
جدول ۵: دمای آدیباتیک واکنش‌ها در سیستم کامپوزیتی Co/VC.

واکنش	T _{ad} (K)
$\text{Co}_3\text{O}_4 + 4\text{Mg} = 3\text{Co} + 4\text{MgO}$	۳۸۷۸/۲
$\text{V}_2\text{O}_5 + 5\text{Mg} = 2\text{V} + 5\text{MgO}$	۴۱۶۰/۲۰۸
$2\text{V} + 2\text{C} = 2\text{VC}$	۲۲۱۴/۶۰
$\text{Co}_3\text{O}_4 + \text{V}_2\text{O}_5 + 9\text{Mg} + 2\text{C} = 3\text{Co} + 2\text{VC} + 9\text{MgO}$	۳۹۳۲/۰۱۴

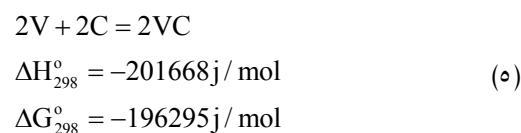
منظور پیش‌بینی نوع فرآیند مکانوشیمیایی از نظر تدریجی و یا یکباره بودن آن، دمای آدیباتیک تئوری کلیه واکنش‌ها با استفاده از داده‌های ترمودینامیکی محاسبه، و نوع واکنش در محفظه آسیا پیش بینی شد [۱۲].



مکانیزم تولید کامپوزیت Co/VC توسط فرآیند مکانوشیمیایی را می‌توان به مراحل زیر تقسیم نمود. در اولین مرحله از فرآیند ابتدا اکسید کبالت (Co₃O₄) واکنش (۳) و اکسید وانادیم (V₂O₅) واکنش (۴) توسط منیزیم احیا شده و تولید کبالت و وانادیم فلزی می‌دهد. که حاصل این واکنش‌ها آزاد شدن به ترتیب ۱۴۹۶۳۸۱ j/mol و ۱۴۵۶۹۹۸ j/mol گرم می‌باشد.



در مرحله بعد واکنش (۵) وانادیم فلزی احیا شده با گرافیتی که در محیط آسیا وجود دارد تولید فاز کاربید وانادیم می‌دهد. حاصل این واکنش آزاد شدن ۲۰۱۶۶۸j/mol گرم می‌باشد.

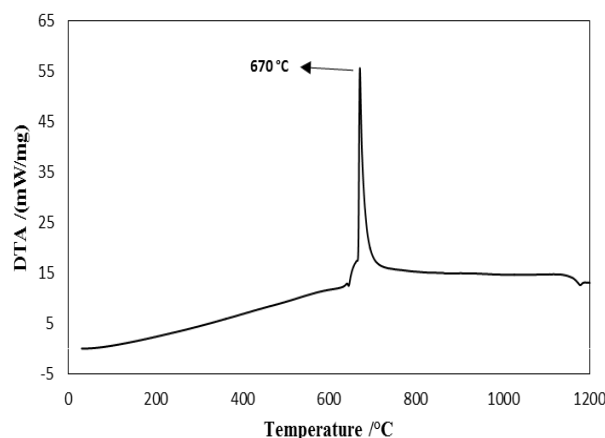


در نهایت شکل کلی واکنش‌های ارائه شده در بالا به صورت واکنش (۶) بوده، که با آزاد شدن ۳۱۵۵۰۴۷j/mol گرم همراه است [۱۳].

۲- تولید کامپوزیت به روش سنتز احتراقی

۲-۱- بررسی رفتار حرارتی

یکی از شرایط اصلی برای تولید مواد پیشرفته از روش سنتز احتراقی بالا بودن گرما آزاد شده واکنش می‌باشد. با توجه به این که واکنش مورد نظر به شدت گرمازا می‌باشد در نتیجه شرایط مناسبی برای تولید از روش سنتز احتراقی را دارد [۱۱]. برای این منظور مخلوط پودری در آسیا سیاره‌ای جهت فعال‌سازی مکانیکی به مدت ۵ دقیقه آسیا شدند، سپس جهت بررسی رفتار حرارتی پودر فعال شده و بدست آوردن دمای سنتز احتراقی از نمونه آنالیز حرارتی DTA گرفته شد. شکل (۱) آنالیز حرارتی DTA گرفته شده از نمونه آسیا شده را نشان می‌دهد.

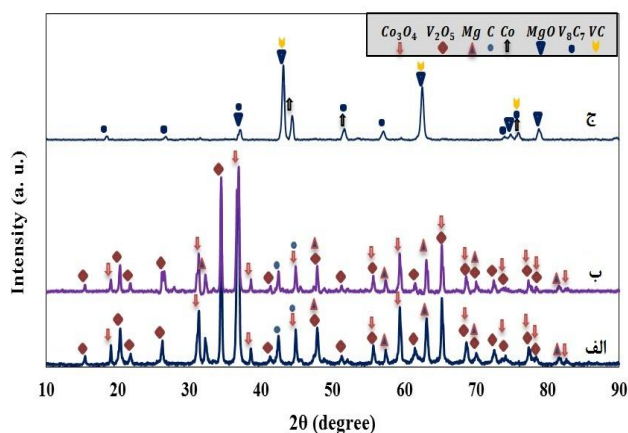


شکل ۱: نمودار آنالیز حرارتی DTA مخلوط پودری $V_2O_5-CO_3O_4-Mg-C$

از پودرهای فعال سازی شده توسط آسیا به مدت زمان ۵ دقیقه قرص‌های استوانه با قطر ۱۴ میلیمتر با استفاده از پرس سرد مربوط به سنتز احتراقی تهیه گردید، و در دو دمای قبل از شروع واکنش یعنی $550^\circ C$ و بعد از پایان واکنش یعنی $700^\circ C$ در کوره لوله‌ای با نرخ گرم شدن ۱۰ درجه بر دقیقه به مدت زمان ۱۰ دقیقه تحت آتمسفر گاز آرگون قرار داده شدند. سپس نمونه‌ها از کوره بیرون آورده شده و از آن‌ها آنالیز پراش پرتو ایکس گرفته شد.

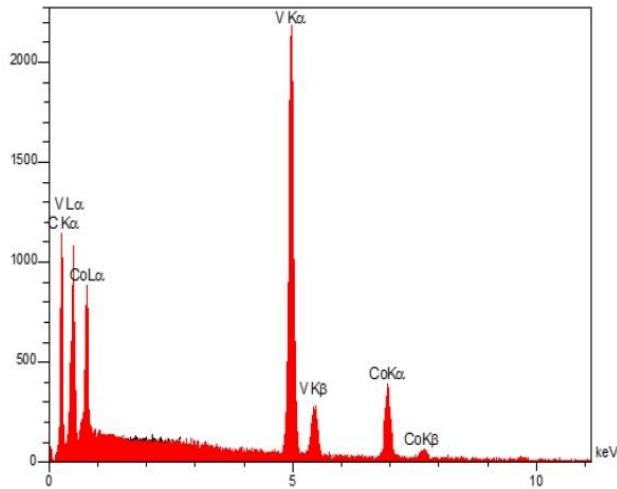
۲-۲- بررسی روند تغییرات فازی

شکل (۲) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها را قبل و بعد از عملیات حرارتی نشان می‌دهد. با توجه به الگوی پراش پرتو ایکس همان‌گونه که پیش‌بینی می‌شد در دمای $550^\circ C$ شکل (۲-الف) هیچ گونه واکنشی (احتراق) صورت نگرفته و مواد اولیه بدون تغییر باقی مانده‌اند. با افزایش دما از $550^\circ C$ به $700^\circ C$ باعث می‌شود که احتراق صورت گرفته و با توجه به شکل (۲-ج) اکسیدها احیا شده و کبالت فلزی، کاربید وانادیم (V_8C_7) و اکسید منیزیم تولید شده است. جدول (۶) مشخصات مواد اولیه و مواد تولید شده در مرکز بین‌المللی داده‌های پراش را (ICDD) نشان می‌دهد.



شکل ۲: الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودری ۵ دقیقه فعال سازی مکانیکی شده (الف) قبل از عملیات حرارتی (ب) بعد از عملیات حرارتی در دمای $550^\circ C$ در مدت زمان ۱۰ دقیقه (ج) بعد از عملیات حرارتی در دمای $700^\circ C$ در مدت زمان ۱۰ دقیقه.

همانگونه که مشاهده می‌شود این نمودار دارای یک پیک گرمازا در دمای $670^\circ C$ می‌شد. می‌توان این گونه گفت که در این دما منیزیم ذوب شده و توانسته اکسیدها را احیا کرده و واکنش به صورت کامل انجام شود و قبل از این دما هیچ گونه واکنشی رخ نداده است. واکنش احتراقی منیزوترمیک، واکنشی است که در آن اکسید فلز توسط منیزیم احیا شده و مقدار بسیار زیادی گرما آزاد می‌کند. در واکنش‌های منیزوترمیک مهم‌ترین مشکل وجود ترکیب MgO در محصول می‌باشد که با استفاده از روش‌های اسید شویی این مشکل حل می‌شود [۱۴].



شکل ۴: آنالیز EDS پودر کامپوزیتی Co/VC پس از فرآیند اسید شویی.

نتیجه‌گیری

۱- با توجه به مطالعه رفتار ترمودینامیکی واکنش شیمیایی تولید نانوکامپوزیت کبالت-کاربید وانادیم، این واکنش شرایط مناسبی برای احیا دارد و با توجه به مقدار دمای آدیاباتیکی ($3932/014^{\circ}\text{K}$)، واکنش به صورت سنتز خود پیشرونده دما بالا MSR پیش می‌رود از طرفی با توجه به مقدار زیاد گرمای آزاد شده (-31550.47 j/mol) این واکنش با احتراق همراه می‌باشد.

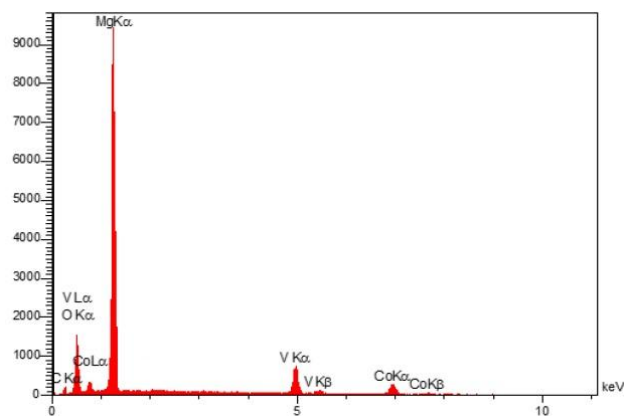
۲- با توجه به آنالیز حرارتی DTA امکان تولید این پودر کامپوزیتی از روش سنتز احتراقی امکان‌پذیر می‌باشد که نتایج این آنالیز نشان می‌دهد که در دمای 670°C به بعد این واکنش انجام پذیر می‌باشد.

۳- مخلوط پودری مواد اولیه اکسیدی همراه با منیزیم و گرافیت که توسط فرآیند آسیاکاری به مدت زمان ۵ دقیقه فعال سازی مکانیکی شده است به روش سنتز احتراقی در دمای 700°C به مدت زمان ۱۰ دقیقه با موفقیت واکنش انجام شد و در نهایت پودر کامپوزیتی کبالت فلزی و کاربید وانادیم دو فاز (VC, V_8C_7) و همچنین اکسید منیزیم که یک محصول جانبی این سنتز می‌باشد، که با استفاده از فرآیند اسیدشویی حذف شد.

جدول ۶: مشخصات مواد مصرفی و فازهای تولید شده در مرکز بین‌المللی داده‌های پراش (ICDD).

ICDD	نوع فاز
ICDD PDF #041-1426	V_2O_5
ICDD PDF #074-2120	Co_3O_4
ICDD PDF #004-0770	Mg
ICDD PDF #025-0284	C
ICDD PDF #015-0806	Co
ICDD PDF #073-0476	VC
ICDD PDF #025-1002	V_8C_7
ICDD PDF #087-0653	MgO

فاز اکسید منیزیم یک محصول جانبی این سنتز بوده و هدف تولید پودر نانو کامپوزیتی کبالت-کاربید وانادیم می‌باشد. برای این منظور جهت حذف این فاز، از عملیات اسید شویی با اسید کلریدریک با غلظت ۹٪ استفاده گردید [۱۳]. بدین منظور محصولات به مدت ۳۰ دقیقه در درجه حرارت 70°C درجه سانتیگراد درون اسید مخلوط شدند. سپس محلول به وجود آمده به مدت ۱۰ دقیقه در هوای آزاد ثابت نگه داشته شد و به دنبال آن با عبور دادن از کاغذ صافی و خشک شدن، آنالیز عنصری پرتو ایکس از نمونه‌ها گرفته شد. شکل‌های ۳ و ۴ تصاویر EDS از پودر کامپوزیتی به ترتیب قبل و بعد از فرآیند اسید شویی با اسید کلریدریک ۹٪ را نشان می‌دهد. از مقایسه این دو تصویر می‌توان به خوبی حذف شدن فاز اکسید منیزیم بعد از اسید شویی را مشاهده کرد.



شکل ۳: آنالیز EDS پودر کامپوزیتی Co/VC قبل از فرآیند اسید شویی.

پی نوشت‌ها

- [6] C. Suryanarayana, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 2011, 229.
- [7] P. Mossino, *Ceramics International*, 30, 2004, 311.
- [8] M. Godarzi, A. Saidi, A. Shafie, *In Persian, Journal of Materials Science*, 2, 3, 2010, 26.
- [9] F. Adibpur, M. Zakeri, S.A. Tayebifard, *In Persian, Journal of Advanced Materials and Technologies*, 2, 4, 2013, 53.
- [10] P. Balaz, "Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering", 1st ed. Springer Berlin, Heidelberg, Germany, 2008.
- [11] L. Takacs, *International Journal SHS*, 18, 2009, 276.
- [12] S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, D. Davoodi, A.A. Beykzadeh, A. Chami, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 51, 2015, 1.
- [13] Balaz, P., "Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering," 1st ed. Springer Berlin, Heidelberg, Germany, 2008.
- [14] D. Davoodi, S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, A.H. Emami, S Salahshour, *Ceramics International*, 41, 2015, 83

- 1 Mechanical Activation Assisted Self-Propagating High-Temperature Synthesis
- 2 Mechanically-induced self-propagating reaction

منابع و مراجع

- [1] C. Suryanarayana, N. Al-Aqeeli, *Progress in Materials Science*, 58, 2012, 383.
- [2] H. Tao Lin, B.W. Xiong, Q. J. Li, *Ceramics International*, 39, 2013, 9671.
- [3] W. Song Liu, X. Zhang, J. Zhang, X.G. Liu, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27, 2009, 115.
- [4] E.B. Mc Candlish, L.H. Kear, B.K. Kim, *Nanostructure Materials*, 1, 1992, 119.
- [5] P.L. Seegopaul, E.B. Mc Candlish, F.M. Shinneman, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 15, 1997, 133.