

Investigation of Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Matrix Composites Ti-TiB₂ Made By Pressure less Sintering Method

*Sara Sadat Hashemi¹, Ali Alizadeh²

1- M.Sc., Materials Engineering, Malik Ashtar University of Technology, Tehran, Department of Composite Materials, Tehran, Iran.

2- Associate Professor, Materials Engineering, Malik Ashtar University of Technology, Tehran, Department of Composite Materials, Tehran, Iran.

Citation: Hashemi S.S, Alizadeh A. Investigation of Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Matrix Composites Ti-TiB₂ Made By Pressure less Sintering Method. Metallurgical Engineering 2024; 27(1): 42-51 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2023.560929.1360>

 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2023.560929.1360>

ABSTRACT

Manufacturing of metal matrix composites (MMCs) using the pressure less Sintering process is a suitable Method of producing parts with the lowest cost. In this study, the microstructure and mechanical properties of Ti-TiB composite were investigated. Titanium and titanium matrix composites were mixed with 4, 8 and 12 %wt reinforced in a ball mill and pressed under a pressure of 500 MPa for 30 minutes. Then, they were sintered under argon gas flow for 90 minutes using pressure less sintering at 1400 °C.

The microstructure and mechanical properties were investigated. XRD results and FESEM observations confirm the formation of TiB in-situ whiskers as a result of the reaction between Ti and TiB₂. The measured mechanical properties show that the density of the specimens increase with the formation of TiB in-situ whiskers, but the flexural bending of the samples, decreases from 2294 MPa to 994 MPa.

The hardness of the samples also was measured based on Vickers hardness. The Ti-12wt% TiB₂ composite provided the highest hardness, and the hardness of the composite was about 127% higher than that of pure titanium by adding 12% by weight of reinforcement.

Keywords: Metal matrix, Pressure less Sintering, Mechanical Properties.

Received: 25 August 2022

Accepted: 21 August 2023

■ ■

* *Corresponding Author:*

Sara Sadat Hashemi, M.Sc

Address: Materials Engineering, Malik Ashtar University of Technology, Tehran, Department of Composite Materials, Tehran, Iran.

Tel: +98 (9033564254)

E-mail: ss.hashemi1995@gmail.com

بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه تیتانیومی $Ti-TiB_2$ ساخته شده به روش تف جوشی بدون فشار

* سارا سادات هاشمی^۱، علی علیزاده^۲

۱- کارشناس ارشد، مهندسی مواد مرکب، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.
 ۲- دانشیار، مهندسی مواد مرکب، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

چکیده

ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی (MMC) با استفاده از فرآیند تف جوشی بدون فشار، روشی مناسب برای تولید قطعات با هزینه نسبتاً کم است. در این پژوهش ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت $Ti-TiB_2$ مورد بررسی قرار گرفته است. تیتانیوم و کامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی با ۸، ۴ و ۱۲ درصد وزنی تقویت‌کننده TiB_2 در آسیاب کم انرژی مخلوط و تحت فشار ۵۰۰ مگاپاسکال به مدت ۳۰ دقیقه پرس گرم شد، سپس با استفاده از روش تف جوشی بدون فشار در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت جریان گاز آرگون به مدت ۹۰ دقیقه تف جوشی شدند.

تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج XRD و مشاهدات FESEM شکل‌گیری ویسکرها در TiB_2 را در نتیجه واکنش بین Ti و TiB_2 تأیید می‌کند. خواص مکانیکی اندازه‌گیری شده نشان می‌دهد چگالی نمونه‌ها با به وجود آمدن ویسکرها در TiB_2 افزایش اما استحکام خمشی نمونه‌ها از ۲۲۹۴ مگاپاسکال به ۹۹۴ مگاپاسکال کاهش می‌یابد.

همچنین سختی نمونه‌ها نیز بر اساس سختی ویکرز نیز اندازه‌گیری شد. کامپوزی TiB_2 ۱۲wt% Ti بیشترین سختی را ارائه داد و سختی کامپوزیت با اضافه کردن ۱۲ درصد وزنی تقویت‌کننده حدود ۱۲۷ درصد بیشتر از نمونه تیتانیوم خالص بود.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت زمینه فلزی، تف جوشی بدون فشار، خواص مکانیکی.

دریافت: ۱۴۰۱/۰۶/۰۳ | پذیرش: ۱۴۰۲/۰۵/۳۰

۱. مقدمه

- صرفه‌جویی در وزن (به‌عنوان جایگزین فولاد)
- محدودیت فضایی (جایگزین آلیاژهای Al)
- دمای کاری (جایگزین آلیاژهای فولاد، Al، نیکل)
- مقاومت در برابر خوردگی (جایگزین فولادهای کم آلیاژ و Al)
- سازگاری با کامپوزیت (جایگزین آلیاژهای Al)

یکی از پارامترهای مهم در ساخت کامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی، انتخاب صحیح فاز تقویت‌کننده است تا در حین فرآیند تف جوشی تبدیل به فاز تقویت‌کننده به‌صورت درجا شود که در اثر آن خواص مکانیکی تیتانیوم بهبود یابد. TiB_2 و C_4B از مهم‌ترین ذرات سرامیکی هستند که برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی استفاده می‌شوند. مدول بالاتر و خواص ترمودینامیکی پایدار TiB_2 آن را به تقویت‌کننده‌ای مناسب برای اهداف استحکام مکانیکی بالا تبدیل

تیتانیوم و کامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی به علت نسبت استحکام به وزن بالا و مقاومت به خوردگی عالی برای کاربردهای هوافضایی، نظامی، خودرو و زیست پزشکی استفاده می‌شوند [۱۰-۱۳]. همچنین همواره به علت عملکرد مناسب در برابر برخورد بالستیک بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۱۴-۱۵]. کاربرد این کامپوزیت‌ها در قسمت کمپرسور موتور، جایی که پره‌ها، تیغه‌ها، دیسک‌ها و دربرگیرنده‌ها قرار دارند به شدت محتمل است. دمای بالا در قسمت عقبی کمپرسورهای فشار بالا به حدی است که امروزه تنها می‌توان از کامپوزیت با خواص مکانیکی عالی در دمای بالا استفاده کرد. توجیه اولیه برای استفاده از تیتانیوم در صنعت هوافضا عبارت‌اند از

1. Casings

* نویسنده مسئول:

مهندس سارا سادات هاشمی

نشانی: تهران، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مهندسی مواد مرکب.

تلفن: (۰۳۳۵۶۴۲۵۴) ۹۸+

پست الکترونیکی: ss.hashemi1995@gmail.com

خصوصیات مکانیکی و ریزساختاری تیتانیوم و کامپوزیت‌های آن تأثیر بگذارند.

بنابراین، درک رفتار مکانیکی و ریزساختاری کامپوزیت‌های زمینه تیتانیوم برای بهینه‌سازی روند ضروری است. در این کار، تیتانیوم و کامپوزیت‌های زمینه تیتانیوم تقویت شده با TiB₂ با روش تف جوشی بدون فشار و با استفاده از پودرهای تیتانیوم و دی بورید تیتانیوم ساخته شدند. سپس رفتار تراکم، ریزساختاری و خصوصیات مکانیکی نمونه‌های تولید شده مورد بررسی قرار گرفت

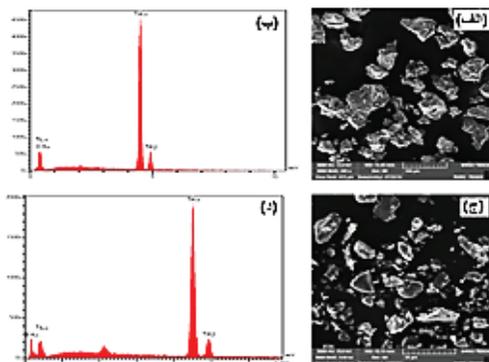
جدول ۱. ترکیب شیمیایی پودر Ti

| Elt | K | Kr | %W | %A |
|-----|--------|--------|--------|--------|
| B | ۰/۴۷۹۷ | ۰/۳۰۹۳ | ۶۱/۳۵ | ۸۷/۵۵ |
| Ti | ۰/۵۲۰۳ | ۰/۳۳۵۵ | ۳۸/۶۵ | ۱۲/۴۵ |
| | ۱/۰۰۰۰ | ۰/۶۴۴۸ | ۱۰۰/۰۰ | ۱۰۰/۰۰ |

۲. مواد و روش تحقیق

پودر تیتانیوم (Ti) با ابعاد میانگین (۱۰۰-۲۵ میکرومتر) محصول شرکت مرک و پودر دی بورید تیتانیوم (TiB₂) و با ابعاد میانگین (۵ میکرومتر) به عنوان پودر اولیه استفاده شد. مورفولوژی و آنالیز پودرهای Ti و TiB₂ قبل از تف جوشی توسط SEM بررسی شده و در شکل ۱ نشان داده شده است که شکل نامنظم ذرات پودر را نشان می‌دهد. ترکیبات شیمیایی پودرهای اولیه در جدول ۱ و ۲ خلاصه شده است. جدول ۲ میزان درصد وزنی و درصد جرمی ذرات بور ذرات تیتانیوم را در ترکیب شیمیایی پودر TiB₂ نشان می‌دهد.

برای ساخت کامپوزیت پودر تیتانیوم خالص (پودر تیتانیوم بدون اضافه شدن ذرات تقویت کننده) و پودر دی بورید تیتانیوم با نسبت‌های مختلف باهم ترکیب شدند. برای این منظور ابتدا پودر تیتانیوم خالص را با ۴، ۸، و ۱۲ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم در آسیاب کم انرژی به مدت ۵ ساعت و سرعت ۸۰ rpm و با نسبت گلوله به پودر ده به یک (قطر گلوله‌ها ۲۰ میلی‌متر بود) در محفظه تغلونی مخلوط گردید.



شکل ۱. تصویر SEM: الف) مورفولوژی پودر Ti، ب) آنالیز پودر Ti، ج) مورفولوژی پودر TiB₂، د) آنالیز پودر TiB₂.

می‌کند [۲۷-۲۸]. واکنش تیتانیوم با این دو ذره در حین فرآیند تف جوشی، سبب تشکیل فاز TiB با ساختار سوزنی شکل می‌شود که تأثیر زیادی در بهبود خواص مکانیکی مانند استحکام کششی و چقرمگی شکست دارد. در بین تقویت‌های مختلف، TiB₂ در حال حاضر به عنوان یکی از بهترین تقویت کننده‌های تیتانیوم شناخته شده است و با توجه به استحکام بالا، چگالی مشابه، پایداری ترمودینامیکی عالی و ضریب انبساط حرارتی مشابه با زمینه تیتانیوم، همواره مورد توجه قرار گرفته است. تعیین درصد مناسب فاز تقویت کننده نیز یکی دیگر از پارامترهای تعیین کننده در ساخت این نوع کامپوزیت‌ها است. واکنش تیتانیوم با ذرات تقویت کننده در حین فرآیند تف جوشی، سبب تشکیل فاز TiB با ساختار سوزنی شکل می‌شود که تأثیر زیادی در بهبود خواص مکانیکی مانند استحکام کششی و چقرمگی شکست دارد. تعیین درصد مناسب فاز تقویت کننده نیز یکی دیگر از پارامترهای تعیین کننده در ساخت این نوع کامپوزیت‌ها است؛ زیرا افزایش بیش از حد فاز تقویت کننده درجا، باعث ترد شدن کامپوزیت حاصل می‌شود. پارامتر دیگر، دمای تف جوشی است. به منظور واکنش کامل تیتانیوم با فاز تقویت کننده، لازم است که دما تا مقدار مشخصی افزایش یابد، تا واکنش تشکیل فاز تقویت کننده درجا به طور کامل انجام شود. از آنجایی که ساخت آلیاژهای تیتانیوم نیاز به کوره‌های تحت خلأ خاصی دارد، لذا ساخت قطعات تیتانیومی به روش متالورژی پودر که در آن ابتدا تیتانیوم به صورت آلیاژی درمی‌آید و سپس با روش‌های مختلف تف جوشی می‌شود، مقرون به صرفه تر است [۱]. تولید آلیاژ تیتانیوم با استفاده از عناصر آلیاژی در حین فرآیند متالورژی پودر ممکن است باعث تشکیل ترکیبات ناخواسته و توزیع غیریکنواخت رسوبات درون ساختار شود و از طرف دیگر، استفاده از آمیزان‌های تیتانیوم نیز بسیار هزینه‌بر است. به همین دلیل، اخیراً کامپوزیت‌های زمینه تیتانیوم تولید شده به روش متالورژی پودر به علت خواص مکانیکی مطلوب بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۲۹]. فزودنی‌های مختلفی مانند SiC، Al₂O₃، B₄C، TiN، TiC و TiB₂ برای تقویت کامپوزیت‌های مبتنی بر تیتانیوم استفاده می‌شوند و مطالعات زیادی در مورد ساخت، بررسی ریزساختار و بهبود مقاومت این کامپوزیت‌ها انجام شده است [۱۶-۱۸]. در میان تقویت کننده‌های مختلف، TiB₂ در حال حاضر به عنوان یکی از سازگارترین پیش‌سازها برای تیتانیوم شناخته می‌شود و به دلیل استحکام بالا، چگالی مشابه، پایداری ترمودینامیکی عالی و ضریب انبساط حرارتی مشابه با ماتریس تیتانیوم، علایق تحقیقاتی قابل توجهی را به خود جلب کرده است [۱۹-۲۶].

تحقیقات کمی در مورد کامپوزیت‌های Ti-TiB₂ ساخته شده به روش تف جوشی بدون فشار وجود دارد. ویسکرها درجای TiB تف جوشی شده، که از واکنش بین تیتانیوم و دی بورید تیتانیوم تشکیل شده‌اند، می‌توانند به طور قابل توجهی بر

جدول ۲. ترکیب شیمیایی پودر TiB_2

| Elt | K | Kr | %W | %A |
|-----|--------|--------|--------|--------|
| O | ۰/۰۱۰۹ | ۰/۰۰۹۸ | ۹/۱۱ | ۲۳/۸ |
| Ti | ۰/۹۸۹۱ | ۰/۸۸۸۴ | ۹۰/۸۹ | ۷۶/۹۲ |
| | ۱/۰۰۰۰ | ۰/۸۹۸۲ | ۱۰۰/۰۰ | ۱۰۰/۰۰ |

میلی‌متر و ضخامت ۴ میلی‌متر در نظر گرفته شد. همچنین چگالی نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف دی بورید تیتانیوم با استفاده از روش ارشمیدوس (استاندارد ۸۸-۳۷۳ ASTM) اندازه‌گیری شد.

آنتالپی، آنتروپی و انرژی آزاد گیبس برای واکنش شیمیایی بین تیتانیوم و دی بورید تیتانیوم که با نرم افزار Chemistry ۶.۰ HSC محاسبه شده است.

۳. نتایج و بحث

جدول ۳ نتایج به‌دست‌آمده از چگالی نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف دی بورید تیتانیوم با استفاده از روش ارشمیدوس (استاندارد ۸۸-۳۷۳ ASTM) را نشان می‌دهد. با توجه به داده‌ها مشاهده می‌شود که با افزایش درصد وزنی تقویت‌کننده، چگالی نیز افزایش می‌یابد.

همان‌طور که میدانیم تخلخل‌ها به دو صورت روباز و رو بسته در ماده حضور دارند. در زمان اندازه‌گیری در حالت عادی تخلخل نیز بخشی از حجم کل هستند، حال آنکه در روش ارشمیدوس می‌توان حین شناور شدن کامپوزیت در آب تنها حجم ذرات محاسبه می‌شود. از این‌رو می‌توان چگالی نسبی را به‌سادگی محاسبه کرد.

جدول ۳. نتایج چگالی نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف تقویت‌کننده

| نمونه‌ها | Ti | 2%wt Ti-TiB ₄ | 2%wt Ti-TiB ₃ | 2%wt Ti-TiB ₂ |
|-------------------------------|--------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| وزن نمونه دره‌های خشک | ۰/۷۸۲۹ | ۱/۹۸۱۸ | ۲/۴۱۶۴ | ۲/۰۵۴۸ |
| وزن نمونه در آب | ۰/۵۸۶۴ | ۱/۴۹۰۱ | ۱/۸۶۶۵ | ۱/۵۹۳۵ |
| چگالی (g/cm ³) | ۳/۹۵۴۲ | ۴/۰۳۰۵ | ۴/۳۹۴۹ | ۴/۴۵۴۷ |
| چگالی نسبی (%) | ۸۷/۸۷ | ۸۹/۴۷ | ۹۷/۵۳ | ۹۸/۸۴ |

در بررسی ریزساختار کامپوزیت Ti-TiB مشاهده می‌شود که شکل زمینه کامپوزیت به رنگ روشن و تقویت‌کننده‌های موجود در آن به رنگ تیره است. در شکل ۲(الف) که مربوط به نمونه تیتانیوم خالص است، مناطق تیره ناشی از تخلخل‌ها می‌باشد. در شکل‌های ۲ ب، ج و د مناطق تیره‌رنگ مربوط به نواحی غنی از ماده تقویت‌کننده TiB هستند که به‌صورت درجا و در مرز دانه‌های Ti تشکیل می‌شوند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، با افزایش درصد تقویت‌کننده درجا از ۴ به ۱۲ درصد وزنی، مناطق تیره افزایش می‌یابد که ناشی از تشکیل بیشتر فاز تقویت‌کننده است. همچنین با افزایش درصد تقویت‌کننده ویسکریه‌های TiB با تراکم بیشتری در کنار هم قرار گرفته‌اند.

سپس پودرهای مخلوط شده در قالب فولادی ریخته شد و ابتدا تحت فشار ۵۰۰ مگاپاسکال پرس سرد و سپس قالب حاوی پودر فشرده‌شده درون کوره قرار داده شد و پس از رسیدن به دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد و نگهداری در این دما به مدت یک ساعت (به‌منظور هم‌دما شدن قالب) تحت فشار ۵۰۰ مگاپاسکال به مدت ۳۰ دقیقه پرس گرم شد.

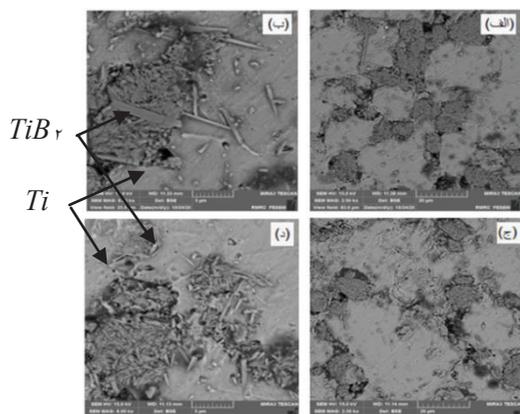
پس از تهیه نمونه‌های پرس گرم شده به‌منظور تکمیل فرآیند تف جوشی و افزایش استحکام نمونه‌ها، آن‌ها را در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه به توان دو، به مدت ۹۰ دقیقه تحت جریان گاز آرگون با دبی جریان ۳۰ لیتر در دقیقه و خلوص بالای (۹۹/۹۹٪) تف جوشی شدند.

لازم به ذکر است که به‌منظور کاهش اکسیژن گاز آرگون، ابتدا گاز آرگون از داخل یک لوله مسی که داخل آن مفتول سیمی شکل قرار داده شده بود و در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داشت، عبور کرده و سپس به کوره تف جوشی در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد وارد می‌شد.

به‌منظور کاهش هزینه، تراکم پودر جهت افزایش چگالی نسبی در دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت ۵۰۰ مگاپاسکال فشرده می‌شود، به‌علاوه افزایش دمای تراکم بیش از ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد چگالی نسبی را بهبود نمی‌بخشد. افزایش دمای تراکم مؤثرتر از افزایش فشار تراکم برای رسیدن به تراکم بالاتر پودر متراکم است [۲].

نمونه‌های ساخته‌شده با استفاده از تکنیک‌های سنگ‌زنی معمولی و پولیش مکانیکی برای تجزیه و تحلیل SEM / EDS FE آماده‌سازی شد. به‌منظور بررسی ریزساختار و مورفولوژی تقویت‌کننده‌های تشکیل‌شده، به‌صورت درجا سطح نمونه‌ها سنباده و پولیش شد. نمونه‌های پولیش شده در محلول کروم (ترکیب: ۱ - ۳ میلی‌لیتر HF، ۶ - ۲ میلی‌لیتر HNO₃، ۱۰۰ میلی‌لیتر آب) قرار گرفت.

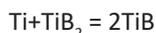
علاوه بر این، برای اندازه‌گیری سختی نمونه‌ها، از میکرو سختی سنج ویکرز آرکا صنعت آروین استفاده شد. مقدار بار وارده ۱۰ کیلوگرم و مدت زمان نگهداری بار ۸ ثانیه بوده است. به‌منظور انجام تست خمش از دستگاه شرکت دی کنترل که از آن برای بررسی خواص مکانیکی قطعات و مقاومت قطعه در برابر خم‌شدگی محاسبه می‌شود، استفاده گردید. نمونه‌های خمش بر اساس استاندارد ASTM E ۲۹۰ تست گرفته‌شده و ابعاد نمونه خمش طول ۳۰ میلی‌متر و عرض ۱۰



شکل ۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی کامپوزیت Ti-TiB₂ در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد با درصد تقویت کننده: (الف) ۸ درصد وزنی با بزرگنمایی ۸x (ب) ۱۲ درصد وزنی با بزرگنمایی ۸x (ج) ۱۵ درصد وزنی با بزرگنمایی ۸x (د) ۲۰ درصد وزنی با بزرگنمایی ۸x.

جدول ۴ درصد وزنی Ti، TiB₂، TiB₂ برای نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف تقویت کننده را نشان می‌دهند که از محاسبات استوکیومتری واکنش معادله ۱ به دست آمده است.

معادله (۱)



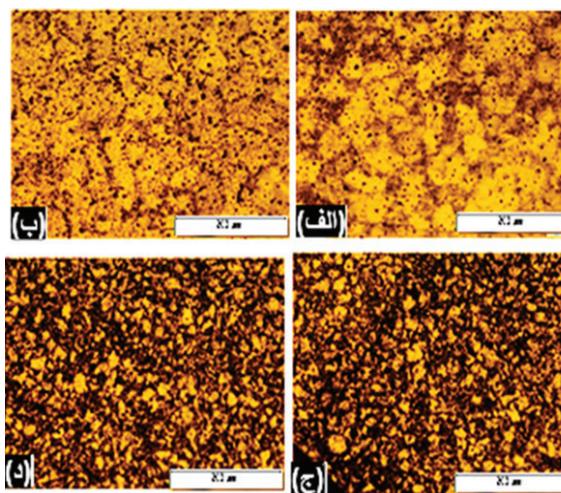
با توجه به جدول ۴ مشاهده می‌شود که با افزودن ۴، ۸، ۱۲ درصد وزنی TiB₂، به ترتیب ۷/۹، ۱۵/۸ و ۲۳/۷ درصد وزنی ویسکرها درجا تشکیل می‌شود، بنابراین اگر دما و زمان تف جوشی مناسب باشد می‌توان انتظار داشت که همه ذرات TiB₂ به ویسکرهای TiB تبدیل می‌شوند.

شکل ۴ مقدار انرژی آزاد گیبس را به صورت تابعی از دما نشان می‌دهد که طبق محاسبات ترمودینامیکی معادله‌ی واکنش ۱ به دست آمده است. مقدار انرژی آزاد گیبس استاندارد واکنش بین تیتانیوم و تیتانیوم دی بورید منفی است؛ بنابراین با توجه به داده‌های ترمودینامیکی، وقوع واکنش طبق معادله‌ی ۱ ممکن خواهد بود و فاز TiB می‌تواند تشکیل شود. با توجه به آنتالپی منفی این واکنش که در شکل ۴ مشخص است، واکنش بین Ti و TiB₂ گرمازا است و حرارت تولید شده به عنوان نیروی محرکه عمل کرده و تشکیل فاز TiB را تسهیل می‌کند.

شکل ۵ تصویر آنالیز XRD برای نمونه حاوی ۱۲ درصد وزنی تقویت کننده TiB₂ را نشان می‌دهد. الگوی پراش اشعه ایکس حضور Ti، TiB را نشان می‌دهد. پیک‌های پراش TiB نمایه شده در الگوی XRD، واکنش درجا بین Ti و TiB₂ و تشکیل فاز TiB را تایید می‌کند. علاوه بر این، عدم وجود پیک‌های TiB₂ نشان می‌دهد که واکنش شیمیایی بین Ti و TiB₂ در این دمای تف جوشی (۱۴۰۰ درجه سانتی گراد) در طول فرآیند تف جوشی کامل شده است [۳۰].

همچنین مشاهده می‌شود که افزایش درصد تقویت کننده باعث کوتاه شدن طول ویسکرهای TiB می‌شود. کوتاه شدن طول ویسکرها احتمالاً ناشی از برخورد ویسکرها با هم در حین رشد می‌باشد، که به دلیل برخورد ویسکرها با هم، رشد آن‌ها متوقف شده است. از آنجایی که با افزایش درصد تقویت کننده تعداد ویسکرها بیشتر می‌شود و در نتیجه احتمال برخورد ویسکرها باهم بالاتر رفته است و بنابراین طول ویسکرها در نمونه ۱۲ درصد وزنی TiB₂ کمتر از طول ویسکرها در نمونه ۸ درصد وزنی TiB₂ است [۳]. در نمونه‌های ساخته شده به روش متالورژی پودر خواص نمونه‌ها بستگی به میزان چگالی و ساختار درونی حفرات دارد.

با توجه به جدول ۳ از آنجایی که با افزایش درصد تقویت کننده چگالی افزایش یافته است، می‌توان گفت که افزودن ذرات TiB₂ و در نتیجه تشکیل فاز درجا TiB سبب حذف حفرات و بهبود چگالی نمونه‌های کامپوزیتی شده است. حذف تخلخل‌ها با افزایش مقدار تقویت کننده در شکل ۲ مشاهده می‌شود.



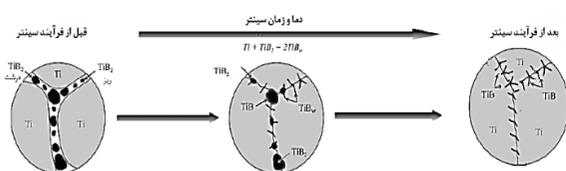
شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ نوری کامپوزیت Ti-TiB₂ در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد با درصد تقویت کننده: (الف) ۸ درصد وزنی، (ب) ۱۲ درصد وزنی، (ج) ۱۵ درصد وزنی، (د) ۲۰ درصد وزنی.

در بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده می‌شود که واکنش‌های شیمیایی بین Ti و TiB₂ و شکل‌گیری ویسکرهای TiB در طی فرآیند تف جوشی به طور کامل رخ داده است. شکل‌گیری فاز TiB در نمونه‌های کامپوزیتی تف جوشی شده به دلیل واکنش شیمیایی بین تیتانیوم و دی بورید تیتانیوم است [۹-۱۶].

همان‌طور که مشاهده می‌شود افزایش درصد وزنی ذرات دی بورید تیتانیوم باعث افزایش تراکم ویسکرهای TiB در ریزساختار شده است و ویسکرهای TiB در مرز دانه‌ها تشکیل می‌شود.

جدول ۴. درصد وزنی Ti ، TiB ، TiB_2 برای نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف تقویت‌کننده

| ویسکرهاهای TiB تشکیل شده (درصد وزنی) | TiB_2 اولیه (%) | Ti باقی‌مانده (%) | Ti واکنش (%) | Ti کل (%) |
|--|-------------------|---------------------|----------------|-------------|
| $Ti-4\%wtTiB_2$ | ۴ | ۹۲/۰۹۸ | ۳/۹۰۲ | ۹۶ |
| $Ti-8\%wtTiB_2$ | ۸ | ۸۴/۱۹۵ | ۷/۸۰۵ | ۹۲ |
| $Ti-12\%wtTiB_2$ | ۱۲ | ۷۲/۲۹۱۹ | ۱۱/۷۰۸۱ | ۸۸ |

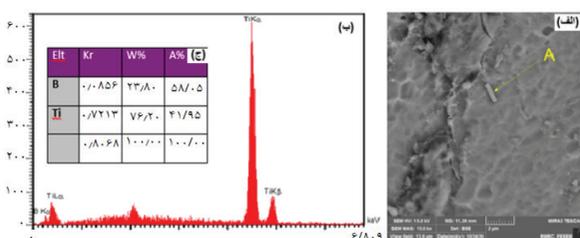


شکل ۶. شماتیک فرآیند تف جوشی پودر.

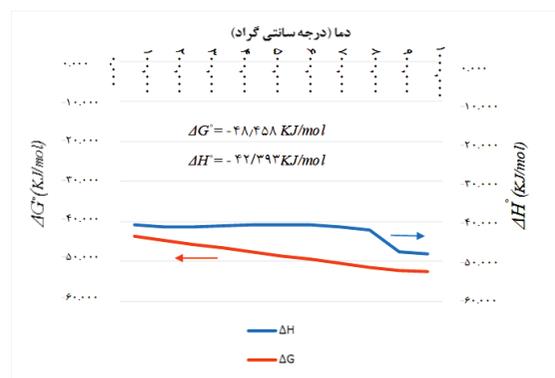
تمامی ذرات TiB_2 با Ti واکنش داده و سبب تشکیل ویسکرها در درجه TiB می‌شوند. شکل ۶ شماتیک تشکیل ویسکرها در درجه TiB را نشان می‌دهد.

شکل ۷ تا ۱۲ نتایج آنالیز EDS نمونه‌ها را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود مناطق روشن بیانگر زمینه تیتانیوم و مناطق تیره نشان‌دهنده ذرات تقویت‌کننده است. واکنش تف جوشی بین Ti و TiB_2 در دما و زمان مناسب انجام شده است، همه ذرات TiB_2 به ویسکرها TiB تبدیل می‌شود که در این مناطق درصد اتمی عناصر تیتانیوم و بور به یکدیگر نزدیک است و تشکیل ویسکرها در درجه TiB را می‌دهد. در مناطقی که آنالیز یک ویسکر انجام شده درصد وزنی بور کمتر بوده است. در مناطق تیره‌تر که تجمع ویسکرها در درجه TiB مشاهده می‌شود، درصد وزنی بور بالاتر از تیتانیوم است.

در شکل ۱۱ نتایج سختی سنجی نمونه‌ها نشان داده شده است. مقدار بار وارده ۱۰ کیلوگرم و مدت زمان نگهداری بار ۸ ثانیه بوده است. با افزایش تقویت‌کننده به کامپوزیت زمینه تیتانیوم سختی نیز افزایش پیدا می‌کند. افزایش سختی در اثر اضافه شدن ذرات تقویت‌کننده به مکانیسم استحکام دهی (مکانیسم اوروان)

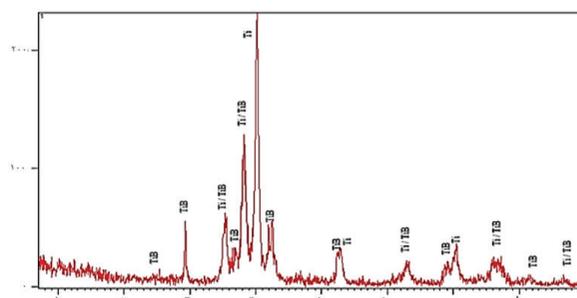


شکل ۷. (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه تیتانیوم با ۴ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، (ب) آنالیز عنصری نقطه A و (ج) جدول آنالیز نقطه A.



شکل ۴. نمودار تغییرات آنتالپی و آنتروپی با افزایش دما.

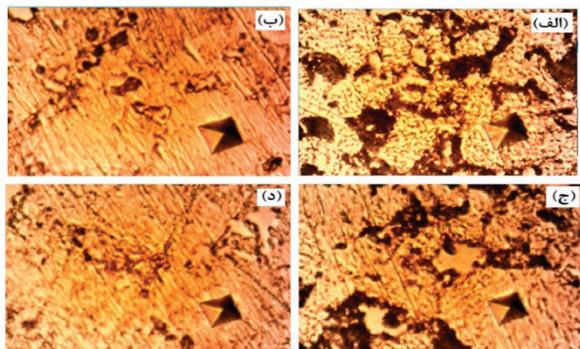
همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود، تنها پیکهای مربوط به Ti و TiB قابل مشاهده است که نشان‌دهنده انجام واکنش معادله ۱ بوده و Ti با TiB_2 واکنش داده و سبب تشکیل ویسکرها در درجه TiB می‌شوند که تصاویر FESEM نیز این ادعا را تأیید می‌کند.



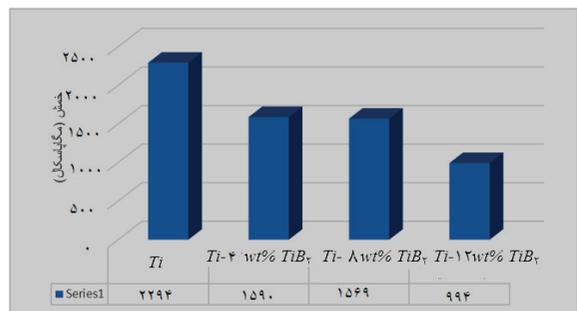
شکل ۵. آنالیز XRD برای نمونه‌ای با درصدی از تقویت‌کننده.

در فرآیند تف جوشی کردن ذرات پودر در کنار یکدیگر قرار می‌گیرند، متراکم شدن توسط تغییر شکل ذرات پودر حاصل و با نفوذ متقابل اتم‌ها، حفره‌ها و رشد دانه کنترل می‌گردد. در این حالت با کاهش نیرو محرکه، فصل مشترک جامد - گاز با فصل مشترک جامد - جامد جایگزین می‌شود. این روش تف جوشی نیاز به استفاده از پودرهای ریز و دما و زمان مناسب دارد، بنابراین

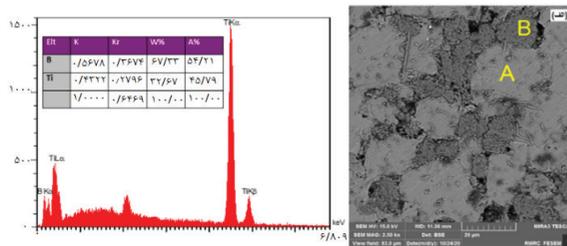
کامپوزیتی می توان گفت که چقرمگی نمونه ها با وجود ویسکری های تقویت کننده مناسب است و زمینه تیتانیوم دچار تردی شدید نشده است. در مطالعات انجام شده بر روی اثر سختی نمونه های کامپوزیتی زمانی که در چهار گوشه اثر فرورونده ترک هایی ایجاد شود نشان دهنده چقرمگی شکست پایین تر نسبت به حالتی است که ترکی در گوشه ها مشاهده نمی شود [۵] شکل ۱۳ استحکام خمشی کامپوزیت تیتانیوم تقویت شده با ویسکری های TiB₂ را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود، با افزایش تقویت کننده، استحکام خمشی نمونه ها کاهش پیدا می کند. عوامل زیادی بر استحکام خمشی نمونه های تف جوشی شده (مانند تراکم نسبی و اندازه دانه) تأثیر می پذیرد. معمولاً افزایش تراکم نسبی و کاهش اندازه دانه می تواند منجر به تقویت استحکام خمشی شود. با این حال، نتایج آزمون خمش سه نقطه ای از نمونه های تف جوشی شده نشان می دهد که نمونه تیتانیوم تقویت نشده دارای استحکام خمشی بالاتری (۲۲۹۴ مگاپاسکال) در مقایسه با نمونه های کامپوزیتی است؛ یعنی افزایش تراکم نسبی و کاهش اندازه دانه نمی تواند استحکام خمشی را به طور مستقل افزایش دهد. دلیل این امر محدودیت پلاستیکی است که توسط ویسکری های TiB₂ به زمینه تحمیل می شود، استحکام خمشی کامپوزیت را به طور چشمگیری کاهش می دهد.



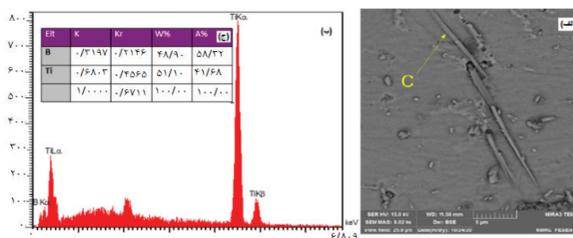
شکل ۱۲. تصویر سختی گرفته شده از سطح نمونه: الف) نمونه تیتانیوم خالص. ب) تیتانیوم با ۴ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم. ج) تیتانیوم با ۸ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم. د) تیتانیوم با ۱۲ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم



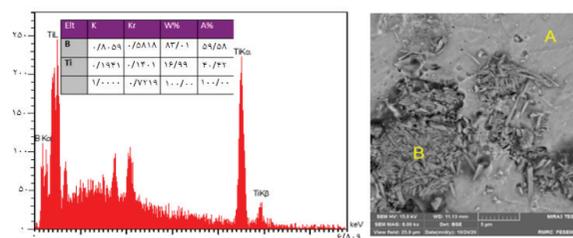
شکل ۱۳. نمودار بررسی استحکام خمشی در مقادیر مختلف تقویت کننده دی بورید تیتانیوم.



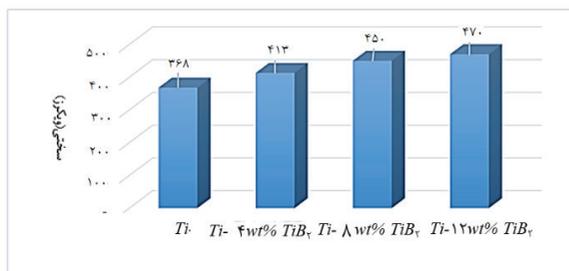
شکل ۸. الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه تیتانیوم با ۸ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، ب) آنالیز عنصری نقطه B و ج) جدول آنالیز نقطه B.



شکل ۹. الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه تیتانیوم با ۸ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، ب) آنالیز عنصری نقطه C و ج) جدول آنالیز نقطه C.



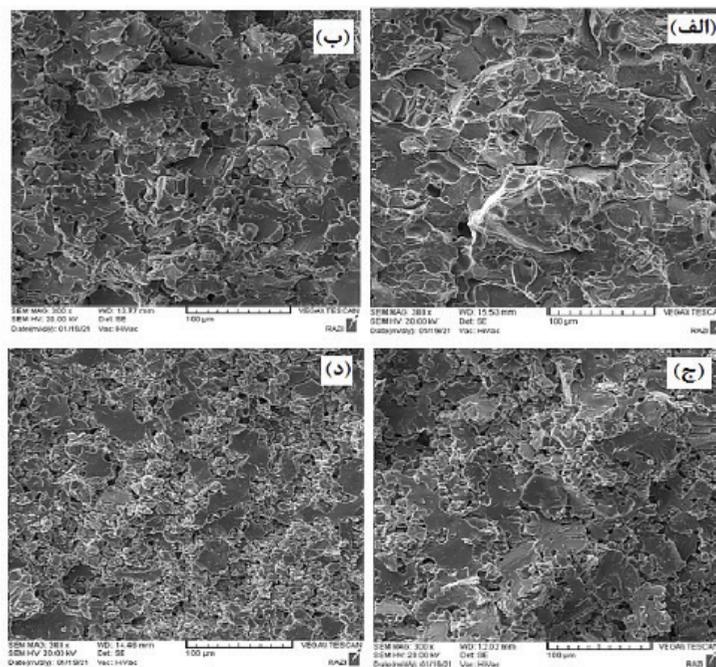
شکل ۱۰. الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه تیتانیوم با ۱۲ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، ب) آنالیز عنصری نقطه B و ج) جدول آنالیز نقطه B



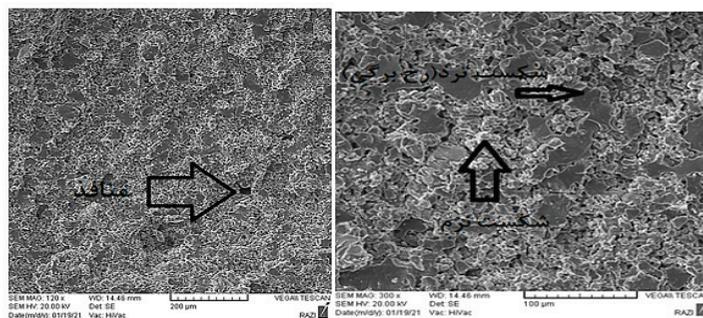
شکل ۱۱. نمودار سختی سنجی نمونه ها.

نسبت داده می شود. چرا که با اضافه شدن ذرات دی بورید تیتانیوم به زمینه تیتانیومی و تشکیل ویسکری های TiB₂، تعداد موانع موجود در مسیر حرکت نابجایی ها افزایش یافته (حرکت آن ها به تأخیر می افتد) و بنابراین سختی افزایش پیدا می کند [۴ و ۲].

در شکل ۱۲ سطح نمونه های سختی گرفته شده، نشان داده شده است. با توجه به ساختار غیر یکنواخت کامپوزیت سختی سنجی در هر نمونه در ۸ نقطه انجام شده است. با توجه به عدم ترک در اثر فرورونده سختی بر روی نمونه تیتانیوم خالص و



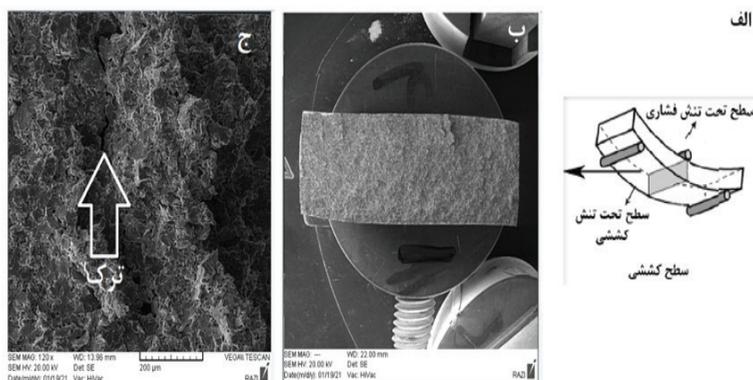
شکل ۱۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی سطح خمش: (الف) نمونه تیتانیوم خالص، (ب) تیتانیوم با ۴ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، (ج) تیتانیوم با ۸ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم، (د) تیتانیوم با ۱۲ درصد وزنی دی بورید تیتانیوم.



شکل ۱۵. انواع شکست در سطح نمونه.

همان گونه که از تصاویر مشخص است منافذ بین دانه‌ای در نمونه تیتانیومی بسیار بیشتر است از نمونه با درصد بیشتر تقویت کننده است. هر چه تعداد این منافذ بیشتر باشد تراکم نمونه‌ها کمتر است، نمونه با ۱۲ درصد وزنی تقویت کننده کاملاً متراکم است. این موضوع بیانگر افزایش چگالی نمونه‌ها در اثر افزودن تقویت کننده می‌باشد. با بررسی چهار سطح شکست مشاهده می‌شود که اندازه صفحات شکست ترد در نمونه تیتانیوم خالص بیشتر از نمونه کامپوزیتی است و هرچه درصد تقویت کننده افزایش پیدا کرده است اندازه صفحات شکست ترد کوچکتر شده و شکست نرم در نمونه‌ها افزایش پیدا می‌کند. در نمونه تیتانیوم خالص مقادیر شکست ترد بسیار بیشتر از شکست نرم است که به دلیل وجود حفره یا تخلخل در

در شکل ۱۴ نیز تصاویر سطح خمش نمونه‌ها با درصد وزنی مختلف تقویت کننده و در شکل ۱۵ نوع شکست در سطح نمونه و منافذ بررسی شده است. بر اساس نتایج به دست آمده از ریزساختار نمونه‌ها با درصدهای وزنی مختلف، می‌توان مشاهده کرد که با افزودن درصد بیشتر از تقویت کننده TiB_2 و تبدیل شدن آن به ویسکریهای درجا TiB_2 ، تأثیر قابل توجهی در ریزساختار دارند و باعث جلوگیری از رشد دانه می‌شوند. علاوه بر این دما و زمان مناسب تف جوشی تأثیر مهمی در مهار رشد دانه دارد. شکل ۱۴ تصاویر نمونه‌ها در بزرگنمایی یکسانی را نشان می‌دهد. همان گونه که مشخص است در نمونه تیتانیوم خالص اندازه دانه‌ها بسیار بزرگتر از نمونه‌های کامپوزیتی است و با اضافه کردن مقادیر بیشتر تقویت کننده دانه‌ها ریزتر شده است.



شکل ۱۶. الف) شماتیک تنش‌های وارده به نمونه خمش. ب) سطح نمونه خمش. ج) ریزترک‌ها در نمونه خمش.

- اهم نتایج به دست آمده عبارت‌اند از:
- ۱- تقویت‌کننده‌ها با پر کردن حفره‌ها و تخلخل‌ها باعث متراکم شدن نمونه‌ها در محل تلاقی دانه‌های زمینه و در امتداد مرز دانه‌ها شدند.
 - ۲- چگالی نسبی نمونه‌های تف جوشی شده با افزودن TiB_2 به عنوان تقویت‌کننده افزایش می‌یابد.
 - ۳- با افزایش چگالی، سختی نمونه‌ها از ۳۶۸ ویکرز به ۴۷۰ ویکرز افزایش یافت.
 - ۴- عدم مشاهده ریز ترک در سطح سختی نمونه‌ها به علت چقرمگی شکست بالا نمونه‌ها بود.
 - ۵- استحکام خمشی در نمونه تیتانیوم خالص از ۲۲۹۴ به ۹۹۴ مگاپاسکال در نمونه با ۱۲ درصد وزنی TiB_2 کاهش یافت.
 - ۶- استحکام خمشی در نمونه با درصد تقویت‌کننده بالاتر ۹۹۴ مگاپاسکال است.
 - ۷- در نمونه تیتانیومی اندازه دانه‌ها بیشتر از نمونه‌های کامپوزیتی بود.
 - ۸- نمونه‌های کامپوزیتی دارای اندازه صفحات ترد کوچکتری نسبت به نمونه تیتانیوم بودند.
 - ۹- شکست ترد به صورت رخ‌برگی و شکست نرم به صورت قیف یا مخروط بود.

نمونه است. وجود تخلخل در قطعات متالورژی پودر باعث ایجاد شکست ترد در آن‌ها می‌شود.

شکست در نمونه‌های کامپوزیتی که به صورت نرم بوده، با مکانیزم به هم پیوستن ریز حفرات رخ داده است. این ریز حفرات مکان‌های مناسبی برای به هم پیوستن ترک، توسط افزایش موضعی تنش هستند. شکست ترد به صورت رخ‌برگی و شکست نرم به صورت قیف و مخروط‌اند [۳].

در شکل ۱۶-ج محل شروع و جوانه‌زنی ترک را نشان داده است. در قطعات متالورژی پودر محل شروع ریز ترک‌ها، عمدتاً حفرات و تخلخل‌های سطحی‌اند. در شکل ۱۶-ب شماتیک نمونه تحت آزمون خمش سه نقطه‌ای را نشان داده است. هنگام بارگذاری نمونه در دستگاه خمش سه نقطه‌ای، به یک سطح نمونه که با فک متحرک بالایی دستگاه در تماس است، نیروی فشاری و به سطح دیگر که در تماس با فک نگهدارنده صلب پایینی است، نیروی کششی وارد می‌شود. این نیروها باعث می‌شود که شکل تخلخل‌ها هنگام عبور از منطقه فشاری به کششی به حالت گوشه‌دار، تیز و کشیده تبدیل می‌شوند که در نهایت منجر به شکل‌گیری ترک می‌شود.

بنابراین ترک از همین مناطق جوانه‌زنی کرده و شروع به رشد می‌کند تخلخل‌ها باعث ناپیکنواختی توزیع تنش در قسمت‌های کشش/فشار می‌شوند و رفتار خمشی نمونه را از دید نظریه بارگذاری چند محوره، تحت تأثیر قرار می‌دهند [۳]

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش کامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی تقویت‌شده با مقادیر مختلف درصد وزنی ۴، ۸ و ۱۲ از ذرات دی بورید تیتانیوم به روش تف جوشی تولید شدند. پس از ساخت و تف جوشی کردن نمونه‌ها، ریزساختار، خواص مکانیکی و رفتار سایشی قطعات کامپوزیتی بررسی گردید.

References

- [1] F.G. Hanejko, Warm compaction, ASM Handbook 7 (1998) 376-381
- [2] T. Saito, The automotive application of discontinuously reinforced Ti-TiB composites, JOM (May 2004) 33-36.
- [3] A. Sabahi Namini and M. Azadbeh, "Microstructural characterisation and mechanical properties of spark plasmasintered TiB₂-reinforced titanium matrix composite", POWDER METALLURGY, Vol. 51, (2016) 1743-2901..
- [4] C. Leyens, J. Hausmann, & J. Kumpfert. Continuous fiber reinforced titanium matrix composites: fabrication, properties, and applications. *Advanced Engineering Materials*, 5(6), (2003) 399-410.
- [5] H-B. Feng, D-C. Jia, Y. Zhou, and J. Huo. "Microstructural characterisation of in situ TiB/Ti matrix composites prepared by mechanical alloying and hot pressing." *Materials science and technology* 20, no. 9 (2004) 1205-1210.
- [6] H. Feng, D. Ji and Y. Zhou: 'Spark plasma sintering reaction synthesized TiB reinforced titanium matrix composites', *Composites: Part A*, 2005, 36, 558-563
- [7] K. Morsi and V. V. Patel: 'Processing and properties of titanium-titanium boride (TiBw) matrix composites a review', *J. Mater. Sci.*, 2007, 42, 2037-2047..
- [8] T. Borkar, S. Nag, Y. Ren, J. Tiley and R. Banerjee: Reactive spark plasma sintering (SPS) of nitride reinforced titanium alloy Composites', *J. Alloys Compd.*, 2014, 617, 933-945.
- [9] M. S. Kumar, P. Chandrasekar, P. Chandramohan and M. Mohanraj: 'Characterisation of titanium-titanium boride composites processed by powder metallurgy techniques', *Mater. Charact*, 2012, 73, 43-51.
- [10] S. C. Tjong and Y.-W. Mai: 'Processing-structure property aspects of particulate - and whisker reinforced titanium matrix composites', *Compos. Sci. Technol.*, 2008, 68, 583-601.
- [11] C. Zhang, F. Kong, S. Xiao, H. Niu, L. Xu and Y. Chen: 'Evolution of microstructural characteristic and tensile
- [12] properties during preparation of TiB/Ti composite sheet', *Mater. Des.*, 2012, 36, 505-510. H. B. Feng, Y. Zhou, D. C. Jia and Q. C. Meng: 'Microstructure and mechanical properties of in situ TiB reinforced titanium matrix composites based on Ti-FeMo-B prepared by spark plasma sintering', *Compos. Sci. Technol.*, 2004, 64, (16), 2495-2500.
- [13] K. Morsi, V.V. Patel, S. Naraghi and J. E. Garay: 'Processing of titanium-titanium boride dual matrix composites', *J. Mater. Process. Technol.* 2008, 196, 236-242.
- [14] N. Gupta, V. V. Prasad, V. Madhu, B. Basu. Ballistic Studies on TiB₂-Ti Functionally Graded Armor Ceramics. *Defence Science Journal*. 62 (2012).
- [15] W. A. Gooch, B. H. Chen, M. S. Burkins, R. Palicka, J. J. Rubin, R. Ravichandran. Development and ballistic testing of a functionally gradient ceramic/metal applique. In *Materials science forum* 614-621, (1999).
- [16] S. Abkowitz, S. M. Abkowitz, H. Fisher and P. J. Schwartz: 'Cermeti discontinuously reinforced Timatrix composites: manufacturing, properties, and applications', *JOM*, 2004, 56, 37-41.
- [17] S. Y. Sung, B. J. Choi and Y. J. Kim: 'Evaluation of the properties of titanium matrix composites by melting route synthesis', *J. Mater. Sci. Technol.*, 2008, 24, 105-109.
- [18] C. J. Boehlert, S. Tamirisakandala, W.A. Curtin and D. B. Miracle: 'Assessment of in situ TiB whisker tensile strength and optimization of TiB-reinforced titanium alloy', *Scr. Mater.*, 2009, 61, (3), 245-248.
- [19] Z. Yan, F. Chen, Y. Cai and Y. Zheng: 'Microstructure and mechanical properties of in-situ synthesized TiB whiskers reinforced titanium matrix composites by high-velocity compaction', *Powder Technol.*, 2014, 267, 309-314.
- [20] C. J. Zhang, F. T. Kong, L. J. Xu, E. T. Zhao, S. L. Xiao, Y. Y. Chen, N. J. Deng, W. Geb and J. G. Xu: 'Temperature dependence of tensile properties and fracture behavior of as rolled TiB/Ti composite sheet', *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, 556, 962-969.
- [21] V. V. Patel, A. El-Desouky, J. E. Garay and K. Morsi: 'Pressureless and current-activated pressure-assisted sintering of titanium dual matrix composites: effect of reinforcement particle size', *Mater. Sci. Eng. A*, 2009, 507, 161-166.
- [22] X. Shen, Z. Zhang, S. Wei, F. Wang and S. Lee: 'Microstructures and mechanical properties of the in situ TiB-Ti metal-matrix composites synthesized by spark plasma sintering process', *J. Alloys Compd.*, 2011, 509, 7692-7696.
- [23] Z.-H. Zhang, X.-B. Shen, S. Wen, J. Luo, S.-K. Lee and F.-C. Wang: 'In situ reaction synthesis of Ti-TiB composites containing high volume fraction of TiB by spark plasma sintering process', *J. Alloys Compd.*, 2010, 503, 145-150.
- [24] I.M. Robertson, G.B. Schaffer, Some effects of particle size on the sintering of titanium and a master sintering curve model. *Metal. Mater. Trans. A* 40A (2009) 1968-1979.
- [25] Y. Mishin, C. Herzig, Diffusion in the Ti-Al system, *Acta Mater.* 48 (2000) 589-623.
- [26] C. Herzig, R. Willecke, K. Vieregge, Self-diffusion and fast cobalt impurity diffusion in the bulk and in grain boundaries of hexagonal titanium, *Phil. Mag. A* 63 (1991) 949-958.
- [27] S.A Mehrabani, A.T Tabrizi., H. Aghajani, H. Pourbagheri, "Corrosion Behavior of SHS-Produced Cu-Ti-B Composites", *Int. J Self-Propag. High-Temp. Synth.* 29 (2020) 167-172.
- [28] H.A.ghajani, S.A.Naziri Mehrabani., A.Taghizadeh Tabrizi, F.H.Saddam, "Corrosion and mechanical behavior evaluation of in-situ synthesized Cu-TiB₂ nanocomposite". *SYNTHESIS AND SINTERING* 1 (2021) 121-126.
- [29] Z.Zhang, , X. Shen, S. Wen, J. Luo, S. Lee, and F. Wang. "In situ reaction synthesis of Ti-TiB composites containing high volume fraction of TiB by spark plasma sintering process." *Journal of Alloys and Compounds* 503, no. 1 (2010) 145-150.
- [30] H. Lu, D. Zhang, B. Gabbitas, F. Yang and S. Matthews: "Synthesis of a TiBw/Ti₆Al₄V composite by powder compact extrusion using a blended powder mixture" *J. Alloys Compd.*, 2014, 606, 262-268.