

بررسی مقایسه تاثیر فعال سازی مکانیکی بر روی Mo و Si برای سنتز دی سیلیسید مولیبدن

بهروز قاسمیⁱ, جلیل وحدتی خاکیⁱⁱ, مسعود گودرزیⁱⁱⁱ

چکیده

در این پژوهش، سنتز و تشکیل دی سیلیسید مولیبدن به روش آبیاژسازی مکانیکی از مخلوط موادنہای مولیبدن و سیلیسیم بررسی شده است. فعال سازی مکانیکی برروی تک پودر عناصر در زمان‌های مختلف اعمال می‌شود و سپس پودر عنصر دوم افزوده شده و کارمکانیکی ادامه می‌یابد. با انجام آزمایش در دو حالت و مساوی بودن تمام شرایط آزمایش مثل زمان کارمکانیکی، نسبت وزنی گلوله به پودر وغیره برای هر دو حالت، موثرتر بودن فعال سازی مکانیکی برروی Si نسبت به Mo برای سنتز دی سیلیسید مولیبدن به استناد نتایج حاصل از XRD مشخص گردید. علت اصلی موثر بودن فعال سازی مکانیکی بر روی Si، ترد بودن Si و داشتن ساختار کریستالی الماسی آن است، به طوری که پودر ذرات سیلیسیم سریع شکسته و اندازه کریستالیت‌ها کوچک می‌شود و سطح تماس افزایش می‌یابد و در نهایت، دی سیلیسید مولیبدن؛ که تشکیل آن در حالت جامد به افزایش سطح تماس و فراهم شدن انرژی اکتیواسیون اولیه در اثر اعمال کار مکانیکی نیاز دارد، به وجود می‌آید.

کلمات کلیدی

آلیاژ سازی مکانیکی، سنتز، دی سیلیسید مولیبدن

The Study and Investigation Affect Mechanical Activation on the Si and Mo for Synthesis MoSi_2

B.ghasemi ,J.vahdati , M.goodarzi

ABSTRACT

In this paper, synthesis and formation of molybdenum disilicide from stoichiometric mixture molybdenum and silicon powders by mechanical alloying have been investigated. In two stages and with the same test conditions, mechanical alloying has been done on (Si) + Mo and (Mo) + Si powders. Experimental results demonstrate that for synthesis MoSi_2 by mechanical activation, (Si) + Mo is more effective than (Mo) + Si. Since the silicon is more brittle than the molybdenum, thus silicon powder particles with mechanical activation is fractured quickly and contact area is increased. Finally molybdenum disilicide is formed with increasing contact area and preparing primary activation energy during mechanical alloying.

KEY WORDS

mechanicalactivation , synthesis, molybdenum disilicide

ⁱ دانشجوی دکترای مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران : b_ghasemi@iust.ac.ir

ⁱⁱ دانشیار مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

ⁱⁱⁱ استادیار مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

سوپرآلیاژها در دماهای بالاتر از ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد و چگالی نسبتاً بالای سوپرآلیاژها نسبت به دی سیلیسید مولیبدن و نیز مقاومت پایینی که کامپوزیت‌های کربن-کربن-دربرابر اکسیداسیون درمحدوده درجه حرارت‌های ۱۶۰۰-۱۱۰۰ دارد MoSi_2 کاربردهای متعددی پیداکرده است. از آن جمله به عنوان پوشش فلزات و پوشش محافظ آلیاژهای نسوز در موتورهای جت و پوشش فلز مولیبدن (تا دمای کاری 1700°C)، تولید المنت‌های حرارتی کوره‌های الکتریکی، تولید نسوزهای ویژه، ساخت مشعل‌های غوطه‌ور، استفاده در برخی قطعات و تجهیزات سفینه‌های فضایی، پره نازل‌های توربین کازی واستفاده در موتور توربین گازی تا دمای کاری 1600°C ، نازل‌های موتور و راکت‌های فضایی و ترموموکوپل‌های دما بالا ($1300-1700^{\circ}\text{C}$) و مقاوم در برابر ترکیبات پرکربن را می‌توان نام برد [۱][۲].

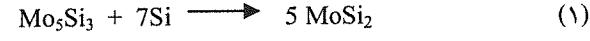
ستنتز دی سیلیسید مولیبدن به روش‌های متداول مثل ذوب و ریخته گری، ذوب قوسی و پرس گرم به دلیل داشتن ترکیبات بین فلزی در دیاگرام تعادلی و نیز نقطه ذوب بالا با مشکلاتی نظیر آلودگی و ایجاد ترکیب ترد و شیشه‌ای سیلیس و تجزیه دی سیلیسید مولیبدن به وجود آمده، همراه است؛ لذا از دهه ۱۹۸۰ محققان برای تولید این ماده به روش‌های ستنتز درحالت جامد، روی آورند. روش آلیاژسازی مکانیکی به عنوان روشی که در آن واکنش بین اجزا در حالت جامد و در دمای پایین صورت می‌گیرد، برای ستنتز این نوع مواد مطرح است [۳][۴][۵].

ستنتز دی سیلیسید مولیبدن به روش آلیاژسازی مکانیکی از پودر عنصری مولیبدن و سیلیسیم رامحققانی نظری Kaufman و Jayashankar را بررسی کرده‌اند. این محققان بر روی نحوه تغییرات فاز در طول فرایند آلیاژسازی مکانیکی مطالعاتی را انجام داده‌اند. پژوهشگر دیگری به نام S.N.Patankar سیلیسیم؛ که ابتدا عملیات آلیاژسازی مکانیکی بر روی آنها انجام شده است، برای ستنتز دی سیلیسید مولیبدن بررسی کرده است. Schwartz و همکارانش در هنگام حرارت دادن در DTA درمحدوده دمای ۵۰۰-۶۰۰ درجه سانتیگراد، پیک گرمایزی را مشاهده کردند که به ستنتز دی سیلیسید مولیبدن و سیلیسیم؛ که ابتدا عملیات آلیاژسازی مکانیکی بر روی آنها انجام شده است، برای ستنتز دی سیلیسید مولیبدن ناشی از اکسیداسیون عالی در اتساقر معمولی تا درجه حرارت‌های حدود 1700 درجه سانتیگراد، هدایت الکتریکی و حرارتی مناسب، مقاومت بسیار خوب در برابر تغییر فرم پلاستیک در درجه حرارت‌های بالا، سختی بسیار بالا ($80-87 \text{ HRC}$)، مقاومت در برابر اسیدها و قلیاها، نقطه ذوب بالا (2050 درجه سانتیگراد)، چگالی نسبتاً پایین (6.27 gr/cm^3) که تقریباً 25 درصد از چگالی سوپرآلیاژها پایین تر است، مقاوم بودن در برابر شوک حرارتی و داشتن استحکام ضربه‌ای خوب در دماهای بالا می‌باشد.

آلیاژسازی مکانیکی فرآیندی است که در طی آن خردایش و به هم آمیختگی ذرات پودر صورت گرفته و MoSi_2 در حالت جامد و تا حدودی عاری از ذرات اکسیدی حاصل می‌شود [۳]. فرایند آلیاژسازی مکانیکی طی چهار مرحله انجام می‌گیرد: مرحله اول: دوره جوش خوردگی سرد شدید. مرحله میانی: دوره شکست سریع ولايه لایه شدن.

ستنتز مواد به روش آلیاژسازی مکانیکی به دلیل محدودیتی که تولید مواد به روش‌های مرسوم مثل ذوب و ریخته گری با آن مواجه هستند بیش از 20 سال است که به طور گسترده مورد توجه واقع شده است. این روش برای تولید آلیاژهای مستحکم شده با توزیع ذرات (Dispersion Strengthened Alloys) کامپوزیت‌های فلز-سرامیک، آلیاژهای آمورف، محلول‌های جامد با حد انحلال بالا، فازهای شبه کریستال و اخیراً برای تولید ترکیبات بین فلزی و مواد نانوکریستال مورد توجه واقع شده است [۱-۳].

سیلیسیدهای فلزات انتقالی نظیر Mo و Nb ترکیبات بین فلزی هستند که خواص مطلوبی مثل نقطه ذوب بالا، دانسیته پایین، هدایت الکتریکی خوب و مقاومت عالی در برابر خوردگی و اکسیداسیون دارند و به همین دلیل مورد توجه هستند. از میان سیلیسیدها، به سیلیسید مولیبدن به دلیل دارا بودن طیف گسترده‌ای از خواص مطلوب بیشتر توجه شده و استفاده از دی سیلیسید مولیبدن از حدود سال 1960 آغاز شده است. در دیاگرام تعادلی Mo-Si سه نوع سیلیسید شامل MoSi_2 و Mo_5Si_3 و Mo_3Si دیده می‌شود. تشکیل Mo_3Si در حالت جامد با موانع سینتیکی مواجه بوده و انرژی اکتیواسیون برای تشکیل آن بسیار بالاست. انرژی اکتیواسیون برای تشکیل Mo_5Si_3 پایین است، لیکن این ترکیب در صورت تشکیل با Si اضافی مطابق واکنش زیربه صورت درمی‌آید:



از سه ترکیب فوق تنها MoSi_2 امکان تولید به روش آلیاژسازی مکانیکی را براحتی داراست. گرمای تشکیل منفی بالای MoSi_2 این امکان را فراهم می‌سازد تا ستنتز این ماده از ذرات پودر اولیه در دمای اتفاق صورت گیرد.

دلایل اهمیت و کاربرد بیشتر دی سیلیسید مولیبدن ناشی از خواص قابل توجه آن نظیر مقاومت در برابر خوردگی و اکسیداسیون عالی در اتساقر معمولی تا درجه حرارت‌های حدود 1700 درجه سانتیگراد، هدایت الکتریکی و حرارتی مناسب، مقاومت بسیار خوب در برابر تغییر فرم پلاستیک در درجه حرارت‌های بالا، سختی بسیار بالا ($80-87 \text{ HRC}$)، مقاومت در برابر اسیدها و قلیاها، نقطه ذوب بالا (2050 درجه سانتیگراد)، چگالی نسبتاً پایین (6.27 gr/cm^3) که تقریباً 25 درصد از چگالی سوپرآلیاژها پایین تر است، مقاوم بودن در برابر شوک حرارتی و داشتن استحکام ضربه‌ای خوب در دماهای بالا می‌باشد.

به دلیل این خواص منحصر به فرد و محدودیت‌های

آسیاکاری قرار گرفتند. در آزمایش‌های سری دوم، ابتدا Mo با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ تحت آسیاکاری قرار گرفت و سپس Si به نسبت استوکیومتری به آن افزوده شد و عملیات آسیاکاری ادامه یافت. زمان‌های آسیاکاری در سری دوم آزمایش‌ها در جدول (۲) نشان داده شده است.

به منظور بررسی چگونگی پیدایش فازها و محصولات در جریان کار مکانیکی از یک دستگاه اشعه ایکس مدل JEOL JDX-8030 با ولتاژ ۳۰ کیلوولت و آمپراژ ۲۰ میلی آمپر با سرعت چاروب کردن ۴/۰ درجه بر ثانیه و تابش Cu K_α با طول موج ۱/۵۴ انجسترم استفاده شد. بررسی نحوه تغییرات اندازه دانه بر حسب کار مکانیکی با استفاده از فرمول شرود و مطابق رابطه زیر صورت گرفت:

$$B = 0.9\lambda / t \cos\theta_B \quad (3)$$

در این رابطه، t اندازه کریستالیت بر حسب نانومتر، B بر حسب رادیان، θ_B زاویه تفرق و λ طول موج اشعه ایکس است [۵-۸]. همچنین با استفاده از XRD تغییرات پارامتر شبکه ای بر حسب کار مکانیکی محاسبه و بررسی شد.

۳- بحث

نتایج XRD در پایان هر مرحله از عملیات آسیاکاری در شکل (۲) نشان داده شده است. تغییرات اندازه دانه و پارامتر شبکه و نیز فازهای مشاهده شده در پایان هر مرحله از آسیاکاری در جداول (۱) و (۲) به طور خلاصه به ترتیب برای آزمایش‌های سری اول و آزمایش‌های سری دوم آورده شده است. همان طوری که در قسمت (ب) از شکل (۲) دیده می‌شود کاهش شدت پیک‌های Si با اعمال کار مکانیکی در همان مراحل ابتدایی صورت گرفته است و در مراحل بعدی با شدت کمتری کاهش یافته است. همچنین دی سیلیسید مولیبدن در همان زمان‌های اولیه حاصل گشته و شدت آن بتدريج با اعمال کار مکانیکی افزایش یافته است.

مرحله نهایی: دوره جوش خوردگی سرد تعديل شده، تولید لایه‌های پیچ و تاب خورده با اندازه رین.

مرحله تکیلی: دوره رسیدن به حالت پایدار. آلیاژسازی مکانیکی یک فرآیند پرانرژی است. از مزایای مهم این روش می‌توان به ایجاد یکنواختی در توزیع ذرات پودر و افزایش سطح تماس ذرات اشاره کرد و عیب عدمه آن آلودگی-های ناشی از گازهای اکسیژن، نیتروژن، محفظه واکنش و گلوله می‌باشد [۶-۹]. در این تحقیق، روش آلیاژسازی مکانیکی به طور مستقیم و در دمای اتاق برای سنتز دی سیلیسید مولیبدن از سیلیسیم و مولیبدن بکار رفته است. تاثیر فعال سازی مکانیکی بر سیلیسیم و مولیبدن به صورت جداگانه برای سنتز $MoSi_2$ در زمان‌های مشابه و شرایط کاری یکسان بررسی و مقایسه شده است. با استفاده از الگوی پراش اشعه ایکس(XRD)، انجام واکنش‌ها در حالت جامد مطالعه شده و به دنبال آن سایر موارد مثل پارامتر شبکه، اندازه کریستالیت محاسبه و تجزیه و تحلیل گردیده است.

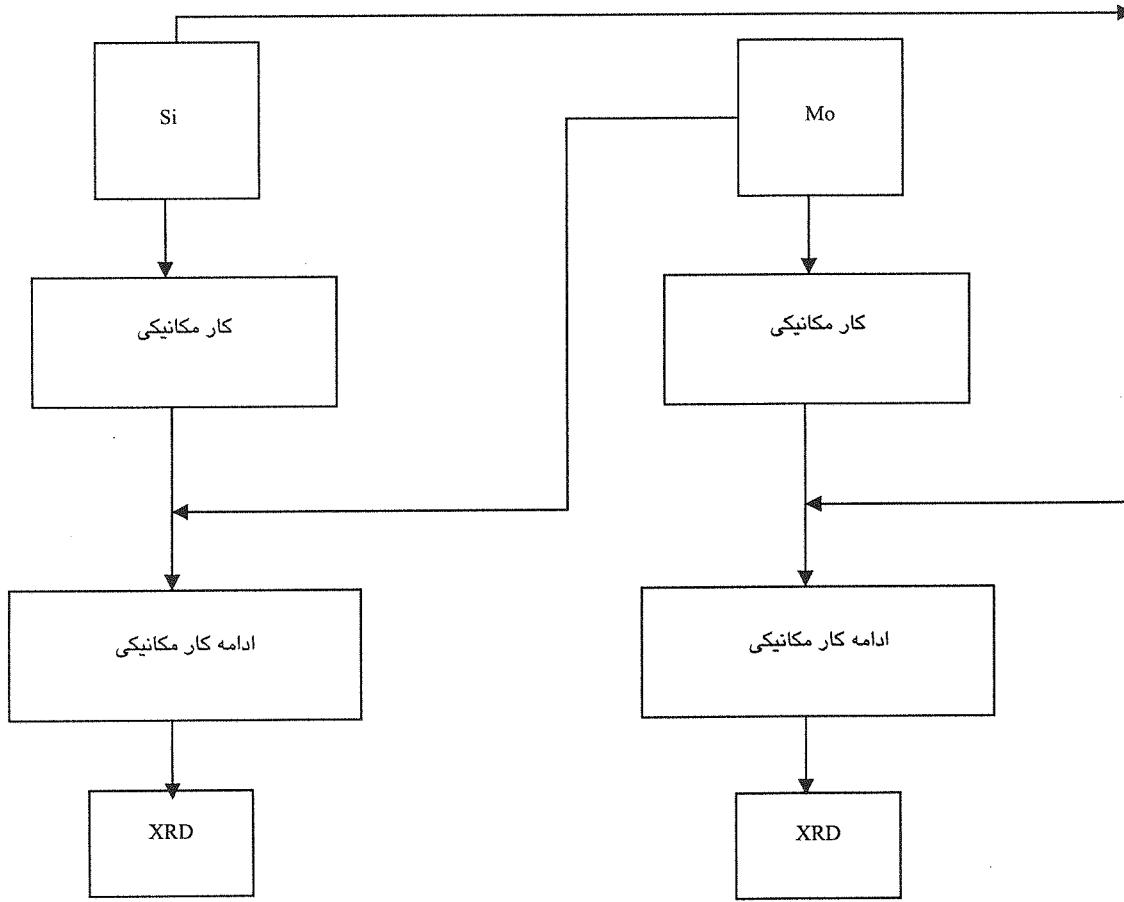
۴- روش تحقیق

در این تحقیق، از پودر سیلیسیم با درجه خلوص >۹۹٪ و با اندازه ذرات $300 \mu m$ و پودر مولیبدن با درجه خلوص % >۹۹ و اندازه ذرات $100 \mu m$ از محصولات شرکت Merck استفاده شد.

عملیات آلیاژسازی مکانیکی در یک آسیای ماهواره‌ای مدل Fritsch P7 انجام شده است. به طوری که حجم ظرف آن ۱۲۵ cc و از جنس Agat، قطر گلوله ۱۴ میلیمتر، تعداد گلوله مورد استفاده ۵ عدد و از جنس Agat بوده است. آزمایش‌ها در اتمسفر معمولی و در دمای محیط انجام شد و سرعت چرخش آسیا ۳۰۰ rpm بود. انتخاب مقدار مواد برای آلیاژسازی مکانیکی بر مبنای واکنش Si با Mo به نسبت موادنامه و مطابق واکنش زیر برای تشکیل دی سیلیسید مولیبدن انجام گرفته است:



در تمام آزمایش‌ها نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ انتخاب و آزمایش‌ها در دو حالت و در شرایط کاملاً مساوی مطابق فلوچارت نشان داده شده در شکل (۱) انجام شدند. در سری اول آزمایش‌ها ابتدا کار مکانیکی بر روی Si با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ انجام شد، سپس با افزودن Mo به نسبت استوکیومتری برای تشکیل $MoSi_2$ کار مکانیکی ادامه یافت. پودر سیلیسیم و سپس مخلوط Si+Mo در زمان‌های مختلف مطابق آنچه در جدول (۱) نشان داده شده است تحت عملیات

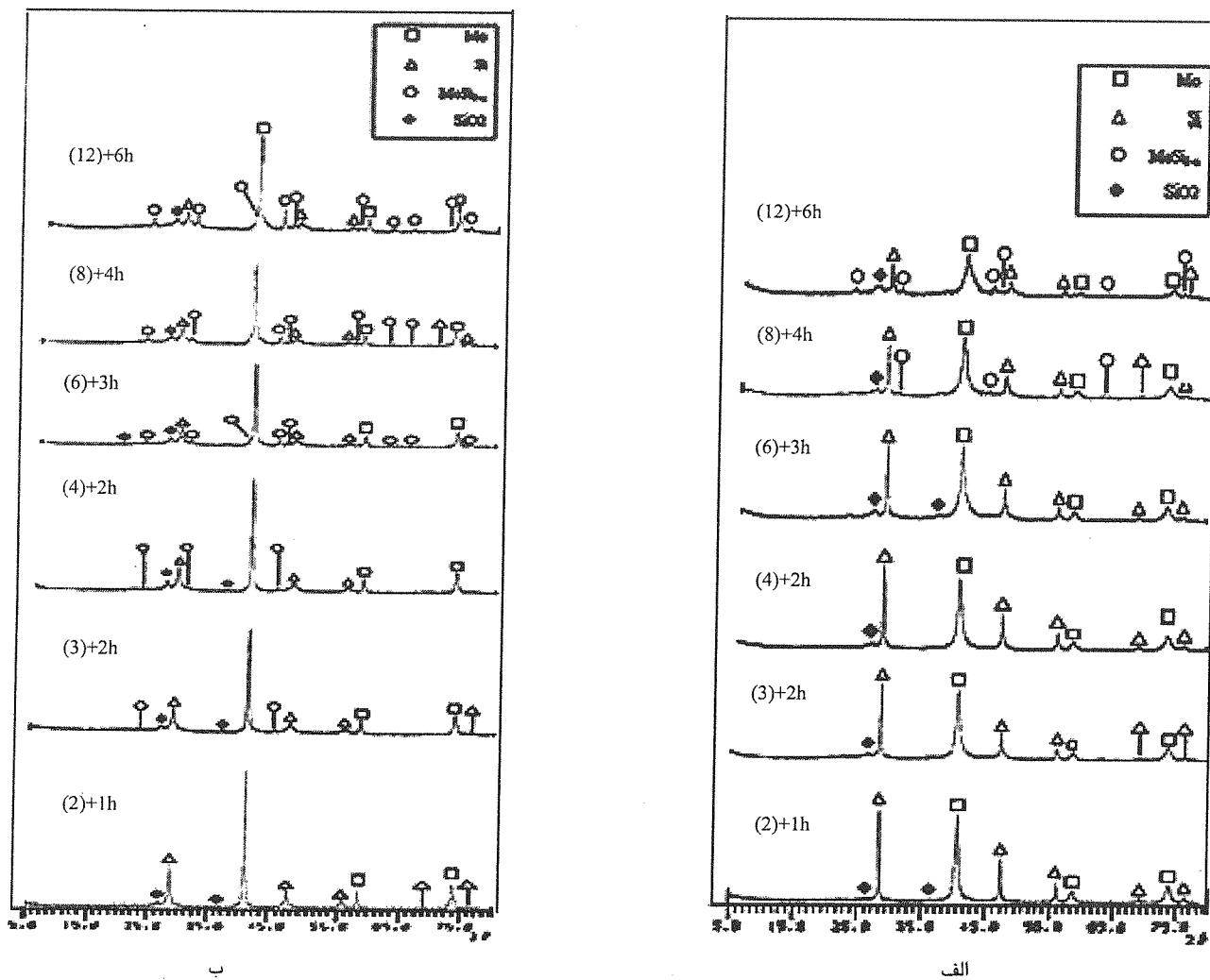


شکل(۱): روند انجام آزمایش ها

شدن نموده است. بنظر می‌آید که عامل اصلی و موثر در تشکیل سریع دی سیلیسید مولبیدن در حالت اول موثر بودن کارمکانیکی بر روی Si باشد، زیرا Si یک شبه فلز ترد و با ساختار کریستالی الماسی است که با اعمال کارمکانیکی در همان لحظات اولیه ذرات آن شکسته شده و بصورت کریستالیت های خیلی ریز در می‌آید. بالفراش سطح تماس و پخش شدن بهترسیلیسیم در لابلای ذرات و با تامین انرژی اکتیواسیون در اثر اعمال کارمکانیکی، دی سیلیسید مولبیدن به طریق شیمیایی درحالت اول زودتر از حالت دوم تشکیل شده است. نقش نفوذ اتمی در تشکیل دی سیلیسید مولبیدن پایین بوده، زیرا مطابق جداول (۱) و (۲) تغییرات پارامتر شبکه که معمولاً در اثر نفوذ اتمها بایستی بطور منظم کم یا زیاد شود، بطور نامنظم تغییر پیدا کرده است. و این نشان می‌دهد که نقش نفوذ اتمی در تشکیل دی سیلیسید مولبیدن ضعیف و قابل اغمض است.

در جدول (۲) و قسمت الف از شکل (۲) دیده می‌شود که تغییرات اندازه دانه و شدت پیک Mo در مقایسه با Si باشیب کمتری کاهش و به صورت تدریجی تا زمان‌های پایانی کار مکانیکی ادامه یافته است. علت کاهش سریع شدت و اندازه دانه‌ای در زمان‌های داشتن ساختار الماسی آن است، به طوری که ذرات سریع شکسته و اندازه کریستالیت ها کاهش یافته است.

در جدول (۲) دیده می‌شود که دی سیلیسید مولبیدن در زمان‌های اولیه کار مکانیکی به وجود نیامده است. از مقایسه دو شکل (الف) و (ب) دیده می‌شود که نقش Si در تشکیل دی سیلیسید مولبیدن نسبت به Mo موثرتر است. به طوری که از این دو شکل مشخص است در صورت اعمال کار مکانیکی ابتدا بر روی Si دی سیلیسید مولبیدن در مرحله دوم حاصل گشته است و در مراحل بعدی شدت آن افزایش یافته است در صورتی که با اعمال کار مکانیکی ابتدائی بر روی Mo دی سیلیسید مولبیدن تا مرحله چهارم حاصل نگشته است. یعنی در (Δ) ساعت کارمکانیکی، دی سیلیسید مولبیدن شروع به تشکیل



شکل (۲) : تغییرات الگوی پراش اشعه ایکس نسبت به زمان کار مکانیکی (الف) (Si) + Mo ، (ب) (Mo)+Si

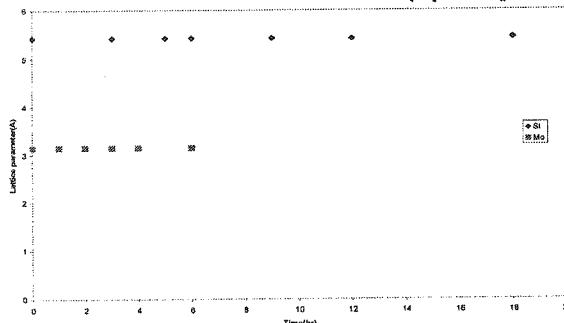
مکانیکی در محیط محافظت شده با گاز خنثی یا خلا و نیز در صورت استفاده از ماده افزودنی و کنترل کننده PCA (Process Control Agent) می‌توان احتمال تشکیل فازهای ناخواسته را به حداقل رساند و تاثیر نوع ماده افزودنی را بر نحوه تشکیل و اندازه ذرات فازهای موجود در جریان کار مکانیکی بررسی کرد.

تغییرات اندازه دانه مولیبدن و سیلیسیم نسبت به زمان کار مکانیکی در دو حالت در شکل های (۳) و (۴) نشان داده شده است.

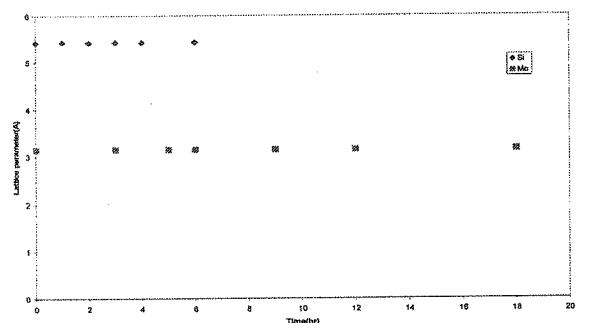
شعاع اتمی Si در مقایسه با Mo اندکی کوچکتر است ولی آنقدر کوچک نیست تا بتواند به راحتی نفوذ کند از طرفی مطابق دیاگرام دوتایی Mo-Si حلایت سیلیسیم در مولیبدن نیز محدود و پایین است. بنابراین انرژی اکتیواسیون که از طریق اعمال کار مکانیکی فراهم می‌شود جهت انجام فرایند نفوذ اتمی در حالت جامد کافی نمی‌باشد. در حالت دوم در زمان‌های اولیه دی سیلیسیدمولیبدن بوجود نیامده است زیرا Mo آن خصوصیات تردی Si را ندارد تا بتواند همانند Si سریعتر به صورت کریستالیت‌های ریز درآید و به دنبال آن سطح تماس افزایش یابد و با تامین انرژی اکتیواسیون از طریق کار مکانیکی، دی سیلیسیدمولیبدن تشکیل گردد. همچنین در شکل (۲) و در هر دو حالت الف و ب فاز ناخواسته سیلیس حاصل شده است و حتی احتمال تشکیل اکسید مولیبدن (MoO₃) نیز وجود دارد. پیدایش اینگونه فازها (آلودگی) از نقاط ضعف فرآیند آلیاژسازی مکانیکی بوده و ناشی از انجام عملیات در اتمسفر معمولی می‌باشد. که در صورت انجام عملیات آلیاژسازی

می شود که اندازه دانه Mo در هر دو حالت با ادامه کار مکانیکی و در زمان های بالاتر از ۵ ساعت چندان کاهش نیافته است در صورتی که اندازه دانه Si در حالت اول به کمتر از اندازه دانه Mo رسیده است (شکل ۳) و در حالت دوم نیز میل به کاهش دارد و با ادامه کار مکانیکی تمايل به کاهش اندازه دانه آن در شکل (۴) دیده می شود.

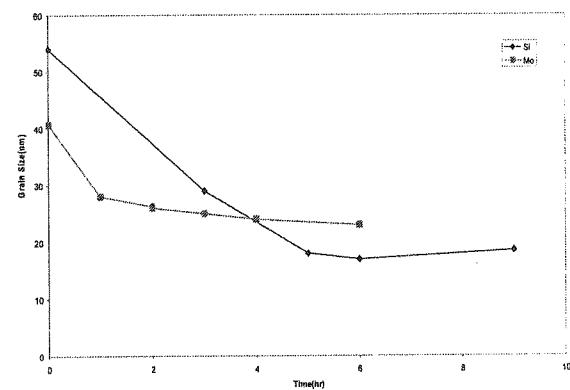
تغییرات پارامتر شبکه مولیبden و سیلیسیم نسبت به زمان کار مکانیکی در دو حالت در شکل های (۵) و (۶) نشان داده شده است. از روی اشکال (۵) و (۶) مربوط به پارامتر شبکه Si و Mo بر حسب زمان دیده می شود که هم پارامتر شبکه Si و هم پارامتر شبکه Mo با افزایش زمان کار مکانیکی در هر دو حالت تغییرات قابل توجهی از خود نشان نداده اند. در صورت تشکیل دی سیلیسید مولیبden به طریق نفوذ اتمی (جانشینی یا بین نشینی) بایستی پارامتر شبکه مولیبden و سیلیسیم در جریان دیفوزیون و تشکیل محلول جامد، به طور منظم تغییر یابد و به مقدار پارامتر شبکه $MoSi_2$ میل کند. در صورتی که پارامتر شبکه مطابق جداول (۱) و (۲) و اشکال (۵) و (۶) تغییرات چندانی ندارد و همچنین تغییرات آن منظم نیست. بنابراین، در تشکیل دی سیلیسید مولیبden فرایند نفوذ اتمی در حالت جامد نمی تواند فرایند غالب باشد.



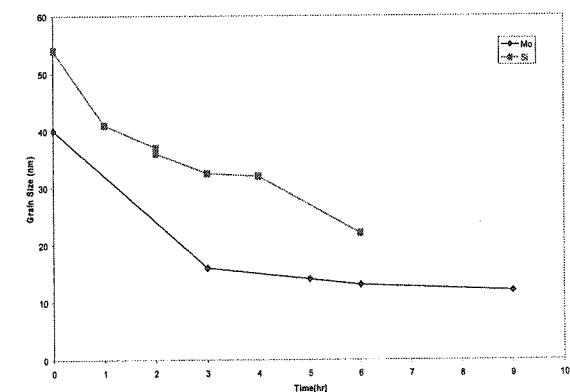
شکل (۵): پارامتر شبکه مولیبden و سیلیسیم بر حسب زمان کار مکانیکی برای حالت اول



شکل (۶): پارامتر شبکه مولیبden و سیلیسیم بر حسب زمان کار مکانیکی برای حالت دوم



شکل (۳): تغییرات اندازه دانه مولیبden و سیلیسیم بر حسب زمان کار مکانیکی برای حالت اول



شکل (۴): تغییرات اندازه دانه مولیبden و سیلیسیم بر حسب زمان کار مکانیکی برای حالت دوم

اندازه دانه Si با عامل کار مکانیکی در همان زمان های اولیه بشدت کاهش یافته است و در مراحل بعدی تغییرات اندازه دانه چندان قابل توجه نیست اندازه دانه Mo با اعمال کار مکانیکی بتدريج کاهش یافته است و اين ناشی از فلز بودن مولیبden و داشتن خاصیت فلزی و ساختار bcc آن است. اندازه دانه اولیه پودر مولیبden (قبل از کار مکانیکی) ۴ نانومتر و کمتر از اندازه دانه اولیه سیلیسیم؛ یعنی ۵۷ نانومتر بوده است. با عامل کار مکانیکی، اندازه دانه Si بیشتر کاهش پیدا کرده و منحنی تغییرات اندازه دانه آن به پایین منحنی مربوط به Mo انتقال یافته است (شکل ۳). از مقایسه دو شکل (۳) و (۴) برای زمان های اولیه (به عنوان مثال ۵ ساعت)، اندازه دانه Si بیش از ۶۸ درصد کاهش پیدا کرده، در صورتی که اندازه دانه Mo حدود ۶۰ درصد کاهش یافته است. همچنین از مقایسه دو شکل دیده

۴-۴- نتیجه گیری

سیلیسیم بهتر در بین ذرات مولیبدن پخش می‌شود و سطح تماس نسبت به حالت دوم افزایش می‌یابد در نتیجه، تشکیل دی سیلیسید مولیبدن در حالت اول زودتر صورت گرفته است.

- ترد بودن Si و شبیه فلز بودن آن و داشتن ساختار کریستالی الماسی باعث شده است که در اثر اعمال کار مکانیکی ذرات Si سریعاً شکسته شده و این امر باعث افزایش سطح تماس ذرات در حالت اول گشته است و با فراهم شدن انرژی اکتیواسیون اولیه در اثر کار مکانیکی دی سیلیسید مولیبدن در حالت اول زودتر از حالت دوم حاصل گشته است.

۵- تشکر و قدردانی

بدینوسیله از متصدیان محترم آزمایشگاه‌های پیرومتوالورژی و اشتعه ایکس دانشگاه علم و صنعت ایران به خاطر همکاری در انجام آزمایش‌ها صمیمانه قدردانی می‌گردد.

۶- ضمائم

تغییرات پارامتر شبکه، اندازه دانه و فازهای مشاهده شده در هر مرحله، در جداول (۱) و (۲) بترتیب برای آزمایش‌های سری اول و دوم آورده شده است.

نقش Si در تشکیل دی سیلیسید مولیبدن موثرتر از Mo است و در این ارتباط دو فرضیه می‌تواند وجود داشته باشد:

اول: تشکیل دی سیلیسید مولیبدن ناشی از نفوذ سریع و موثرتر Si نسبت به Mo بوده است.

دوم: تشکیل دی سیلیسید مولیبدن ناشی از افزایش سطح تماس ذرات Si و تامین انرژی اکتیواسیون اولیه در اثر کار مکانیکی بوده است.

- عدم تغییر آنچنانی پارامتر شبکه Mo و Si (بالاخص Mo) چرا که Si شعاع اتمی کوچکتری نسبت به Mo دارد) نشان می‌دهد که فرآیند نفوذ در تشکیل دی سیلیسید مولیبدن نمی‌تواند فرآیند غالب باشد؛ بلکه نفوذ اتمی اندکی در تشکیل دی سیلیسید مولیبدن نقش دارد.

- با توجه به آنکه مولیبدن داکتیل تراز سیلیسیم است در جریان آلیاژسازی مکانیکی و در حالت دوم احتمال جوش خوردن ذرات مولیبدن بیشتر می‌باشد، بنابراین، در مراحل اولیه آلیاژسازی مکانیکی افزایش سطح تماس ذرات دور از انتظار است. در صورتی که در حالت اول به دلیل ترد بودن سیلیسیم، احتمال جوش خوردن ذرات با همیگر پایین است و ذرات پودر

جدول (۱): مشخصات و نتایج آزمایشات حالت اول

ردیف	زمان کار مکانیکی (ساعت) (Si) + Mo	اندازه دانه (nm)		پارامتر شبکه (A°)	فازهای مشاهده شده در (XRD)		مشخصات مشاهده شده در (XRD)	
		Mo	Si		Mo	Si	Mo	Si
۱	(۲)+۱	۲۷/۸	۲۹/۹	۵/۴۲۱۱	۲/۱۴۱۴	x	x	-
۲	(۳)+۲	۲۶/۴	۱۸/۷	۵/۴۲۴۸	۲/۱۴۵۶	x	x	-
۳	(۴)+۲	۲۵/۷	۱۷/۹	۵/۴۲۵۱	۲/۱۴۵۲	x	x	-
۴	(۵)+۳	۲۴/۸	۱۹/۶	۵/۴۱۹۰	۲/۱۴۵۴	x	x	-
۵	(۶)+۴	۲۳/۹	۱۸	۵/۴۱۲۷	۲/۱۴۳۰	x	x	-
۶	(۷)+۴	۲۲	۱۹/۱	۵/۴۲۵۳	۲/۱۴۵۲	x	x	-
۷	(۱۲)+۶					x	x	-

جدول (۲) : مشخصات و نتایج آزمایشات حالت دوم

فازهای مشاهده شده در (XRD)				پارامتر شبکه (A°)				اندازه دانه (nm)		زمان کار مکاتیکی (ساعت) (Mo) + Si	ردیف
$\beta\text{-MoSi}_2$	$\alpha\text{-MoSi}_2$	Si	Mo	Si	Mo	Si	Mo				
-	-	x	x	5/4278	2/1420	41	15/6	(2)+1		1	
-	-	x	x	5/4251	2/1428	41	13/9	(2)+2		2	
-	-	x	x	5/4223	2/1427	26/9	12	(2)+2		3	
-	-	x	x	5/4279	2/1429	22/9	12	(2)+2		4	
-	x	x	x	5/4225	2/1414	22	11	(1)+4		5	
-	x	x	x	5/4217	2/1466	22	9/5	(12)+6		6	

: ۷- مراجع

- D.A. Herdwick, P.L. Martin, "Processing, Microstructure, property Relationship in polycrystalline MoSi₂", Structural Intermetallics (1993), pp 665-674. [۱]
- J. S. Jaja Shankar, E. N. Ross, "Processing of MoSi₂ Based Intermetallics", Materials Science And Engineering A . 239-240 (1997), pp 485-492. [۲]
- L. Lu And M. O. Lai, "Mechanical Alloying", Copyright 1998 Kluwer Academic Publishers. [۳]
- S. Benjamin And T. E. Volin, "The Mechanism of Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions Vol.5 (1974), pp 1929-1934. [۴]
- Li. Lu, M. O. Lai, "Formation of New Materials in The Solid State by Mechanical Alloying", Materials And Design Vol. 16 No.1 (1995), pp 33-39. [۵]
- Vandyck,L.Delaey, "The Influence Of Mechanical Alloying On The Synthesis Of Ni₃(Si,Ti) Intermetallics", Acta mater. Vol.46, No.8(1998), pp 2831-2840 [۶]
- Hans J.Fecht "Nanostructure Formation And Properties Metals And Composites Processed Mechanically In The Solid State", Scripta mater 44(2001), pp 1719-1723. [۷]
- D.L.Zhang," Processing of advanced materials using high energy mechanical milling", Progress in Materials Science 49 (2004), pp 537-560. [۸]
- R.A.Dunlap, D.A.Small, "Materials preparation by ball milling", J.Phys. 78(2000), pp 211-229. [۹]