

# اثر افزودن زیر کونیم بر ریزساختار و سختی آلیاژ Al-6Zn-2.5Mg-1.5Cu

## تولیدی به روش آلیاژسازی مکانیکی

محمد امین شافعی<sup>۱</sup>، سید جمال حسینی پور<sup>۲</sup>، محمد رجبی<sup>۳\*</sup>

۱- کارشناس ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی بابل، بابل، ایران

۲- دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی بابل، بابل، ایران

۳- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی بابل، بابل، ایران

\*m.rajabi@nit.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۲/۱۰/۲۴، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۸/۱۰)

### چکیده

در این تحقیق تأثیر افزودن زیر کونیم بر ریزساختار و سختی آلیاژ Al-Zn-Mg تهیه شده به روش آلیاژسازی مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. پودرهای عنصری با ترکیب Al-6Zn-2.5Mg-1.5Cu با افزودن یک و دو درصد وزنی زیر کونیم در زمانهای مختلف آسیاب شدند. سپس پودرهای آسیاب شده برای مدت ۶۰ ساعت، در فشار ۶۰۰ مگاپاسکال و دمای ۳۸۰ درجه سانتی گراد برای ۳۰ دقیقه پرس گرم شدند. ریزساختار پودرها و آلیاژهای انسجام یافته با استفاده از تفرق اشعه X و میکروسکوپ الکترونی روبشی همراه با آنالیزور EDS بررسی شدند. نتایج نشان داد قسمتی از زیر کونیم در حین آلیاژسازی مکانیکی به زمینه آلومینیم نفوذ کرده است و ترکیبات بین فلزی در زمانهای مختلف آسیاب تشکیل نشده اند. پس از پرس گرم، فاز بین فلزی  $Al_3Zr$  تشکیل شده است که نه تنها بر رشد دانه بلکه بر سختی هم مؤثر بوده است. بعنوان مثال، میزان سختی نمونه های پرس گرم شده با افزودن یک و دو درصد وزنی زیر کونیم، بترتیب از  $197 \pm 4$  و  $214 \pm 3$  به  $227 \pm 4$  افزایش یافته است. بر اساس نتایج به دست آمده از الگوهای پراش اشعه ایکس و آزمون سختی سنجی، فاز بین فلزی  $MgZn_2$  بیشترین تأثیر را بر روی افزایش سختی دارد. همچنین زیر کونیم به عنوان تثبیت کننده اندازه دانه موثر است و اندازه دانه نمونه های پرس گرم شده با افزودن دو درصد وزنی زیر کونیم از  $47/4$  به  $35/3$  نانومتر کاهش یافته است.

### کلمات کلیدی:

آلیاژسازی مکانیکی، پرس گرم، فاز بین فلزی، ریزساختار.

### ۱- مقدمه

هوایما، پوسته فوقانی بال و دم هوایما مورد استفاده قرار گرفته اند. افزودن عناصری مانند روی و منیزیم به این سری از آلیاژهای آلومینیم که حلالیت بالایی در زمینه دارند منجر به ایجاد خاصیت رسوب سختی می گردد [۲]. علی رغم استحکام بالای این سری از آلیاژها، ظرفیت تحمل بار و تغییر شکل

آلیاژهای آلومینیم به دلیل داشتن چگالی پایین، استحکام بالا و وزن سبک در اجزای سازه ای صنایعی مانند هوافضا و خودروسازی مورد توجه قرار گرفته اند [۱]. در چند دهه اخیر، آلیاژهای آلومینیم سری  $7 \times \times \times$  به دلیل مقاومت مکانیکی بالا و خاصیت سوپرپلاستیسیته، در کاربردهایی نظیر پوسته بدنه

مرحله انسجام گرم مورد ارزیابی و تحلیل قرار می‌گیرد. آلیاژ مذکور از خانواده آلیاژهای آلومینیم سری  $V_{xxx}$  (آلیاژ ۷۴۷۵) می‌باشد که بدلیل مقاومت مکانیکی بالا و خاصیت سوپرپلاستیسته، کاربردهای مختلفی بویژه در صنایع هوا فضا دارد و اثر آلیاژسازی مکانیکی و افزودن زیرکونیم بر خواص آن بررسی نشده است.

## ۲- مواد و روش انجام تحقیق

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق شامل آلومینیم (کمتر از ۱۰۶ میکرومتر، خلوص بالاتر از ۹۹٪، مرک)، روی (کمتر از ۲۰۰ میکرومتر، خلوص بالاتر از ۹۹/۹٪، مرک)، منیزیم (کمتر از ۱۰۶ میکرومتر، خلوص بالاتر از ۹۷٪، مرک)، مس (کمتر از ۱۰۶ میکرومتر، خلوص بالاتر از ۹۹/۷٪، مرک) و زیرکونیم (کمتر از ۱۰۶ میکرومتر، خلوص بالاتر از ۹۹٪، سیگما) است. جهت آلیاژسازی مکانیکی، سه ترکیب پودری مطابق جدول ۱ انتخاب گردید. جهت سهولت، ترکیبات پودری با توجه به درصد وزنی زیرکونیم با کدهای  $Zr_0$ ،  $Zr_1$  و  $Zr_2$  نام‌گذاری شدند. آسیاب‌کاری مکانیکی، با استفاده از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای پرانرژی (Retsch, PM 100, Germany) در زمان‌های ۱۰، ۲۰، ۴۰ و ۶۰ ساعت انجام شد. سرعت آسیاب ۴۰۰ دور بر دقیقه و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۵ به ۱ انتخاب گردید. جهت جلوگیری از آلودگی اتمسفری پودر، از گاز محافظ آرگن استفاده شد و کلیه مراحل توزین و نمونه‌برداری در محفظه خلأ<sup>۱</sup> انجام گردید.

جدول (۱): ترکیب عنصری نمونه‌های پودری (برحسب درصد وزنی)

عنصر	Zr <sub>0</sub>	Zr <sub>1</sub>	Zr <sub>2</sub>
آلومینیم	۹۰	۸۹	۸۸
روی	۶	۶	۶
منیزیم	۲/۵	۲/۵	۲/۵
مس	۱/۵	۱/۵	۱/۵
زیرکونیم	-	۱	۲

محدود است. جهت افزایش شکل‌پذیری، تکنیک‌های متعددی مورد توجه قرار گرفته است که یکی از مهم‌ترین آن‌ها بهبود اندازه دانه است [۳].

روش‌های متعددی برای بهبود اندازه دانه شناخته شده است که یکی از آن‌ها آلیاژسازی مکانیکی است [۴]. آلیاژسازی مکانیکی یکی از روش‌های فرآوری پودری است که امکان تولید مواد همگن از مخلوط پودرهای اولیه را فراهم می‌کند [۲]. یکی از مهم‌ترین ویژگی‌های این تکنیک، تولید محلول جامد با محدوده حلالیت بالا از پودرهای عنصری است، بنابراین، آلیاژ تولید شده همگن بوده و به دلیل تشکیل ساختار نانومتری، خواص مکانیکی بهبود می‌یابد [۵]. با این وجود، یکی از مشکلات پودرهای حاصل از آلیاژسازی مکانیکی، امکان رشد دانه در مرحله انسجام گرم است که منجر به کاهش خواص مکانیکی می‌گردد [۶].

افزودن عناصر آلیاژی یکی از روش‌هایی است که به منظور کنترل رشد دانه در حین انسجام گرم مورد استفاده قرار گرفته است [۷]. این عناصر با تشکیل ترکیبات شبه‌پایدار، منجر به تثبیت و بهبود ساختار دانه‌ها شده و از رشد آن‌ها جلوگیری می‌کنند [۸]. دوبرزینسکا و همکارانش [۲] اثر افزودن زیرکونیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی مخلوط پودری Al-12Zn-3Mg-1.5Cu (wt%) را بررسی کردند. آن‌ها گزارش کردند که در حین آلیاژسازی مکانیکی، مقدار ۰/۳ درصد از کل زیرکونیم افزوده شده در زمینه آلومینیم حل می‌شود و مقدار باقیمانده منجر به تشکیل ذرات غنی از زیرکونیم می‌گردد. تأثیر آلیاژسازی مکانیکی و افزودن زیرکونیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی پودر آلومینیم ۶۰۶۱ نیز توسط دوبرزینسکا و همکارانش [۹] بررسی شده است. نتایج آنها نشان می‌دهد که آسیاب کاری به مدت ۸۰ ساعت، باعث کاهش اندازه دانه تا ۱۰۰ نانومتر شده و این کاهش اندازه دانه، منجر به افزایش سختی آلیاژ تا ۱۷۰ ویکرز شده است.

در این تحقیق، اثر آلیاژسازی مکانیکی و افزودن زیرکونیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی مخلوط پودری Al-6Zn-2.5Mg-1.5Cu (wt%) بررسی می‌شود. همچنین رشد دانه در حین

تعیین شد. برای سختی سنجی پودرهای آسیاب شده، نمونه‌های استوانه‌ای در فشار ۶۰۰MPa پرس سرد شده و سپس سختی‌سنجی انجام گردید.

### ۳- نتایج و بحث

الگوی آنالیز تفرق اشعه ایکس ترکیب پودری  $Zr_0$  در زمان‌های مختلف آسیاب در شکل ۱ نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاب، به تدریج از شدت پیک‌ها کاسته و بر پهنای آن‌ها افزوده شده است. در الگوی مربوط به نمونه‌های آسیاب شده برای ۱۰ و ۲۰ ساعت، پیک‌های عنصری منیزیم و روی مشاهده می‌شوند. با افزایش زمان آسیاب به ۴۰ و ۶۰ ساعت، از شدت پیک‌ها کاسته شده و فقط پیک‌های آلومینیم دیده می‌شوند. حذف پیک‌های عناصر آلیاژی نشان‌دهنده تشکیل محلول جامد است که همراه با جابجایی پیک‌های آلومینیم است. به‌عنوان نمونه، جابجایی پیک صفحه (۱۱۱) آلومینیم برحسب زمان آسیاب در شکل ۲ نشان داده شده است.

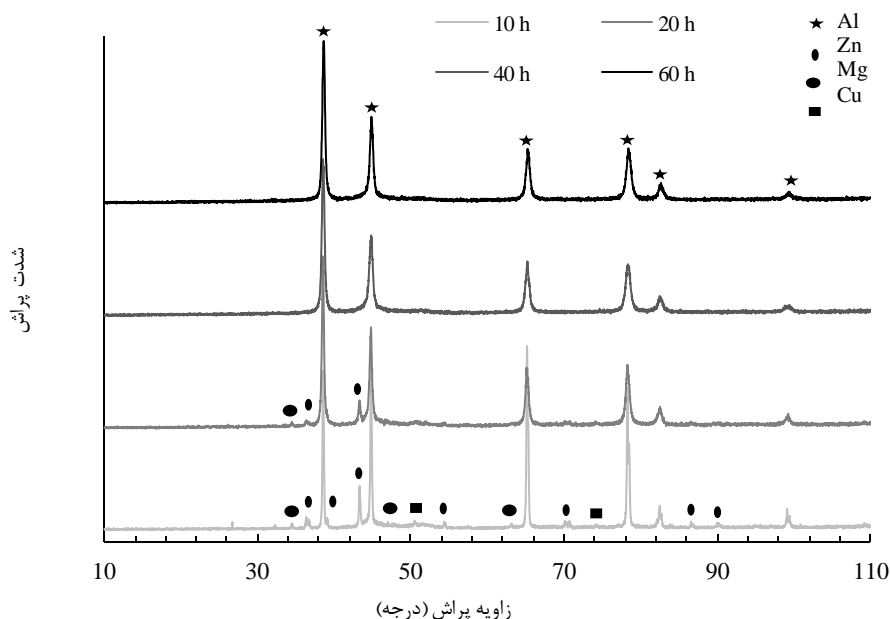
جهت بررسی خواص مکانیکی، نمونه‌های پودری حاصل از ۶۰ ساعت آسیاب مکانیکی در دمای ۳۸۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۶۰۰MPa به مدت ۳۰ دقیقه پرس گرم شدند.

مشخصه‌یابی ساختاری و فازی مخلوط پودری آسیاب شده قبل و بعد از پرس گرم توسط آنالیز تفرق اشعه ایکس (XRD, X'Pert Pro MPD (PANalytical)) انجام گردید. برای تعیین اندازه دانه و کرنش شبکه از رابطه ویلیامسون-هال مطابق رابطه زیر استفاده شد [۱۰].

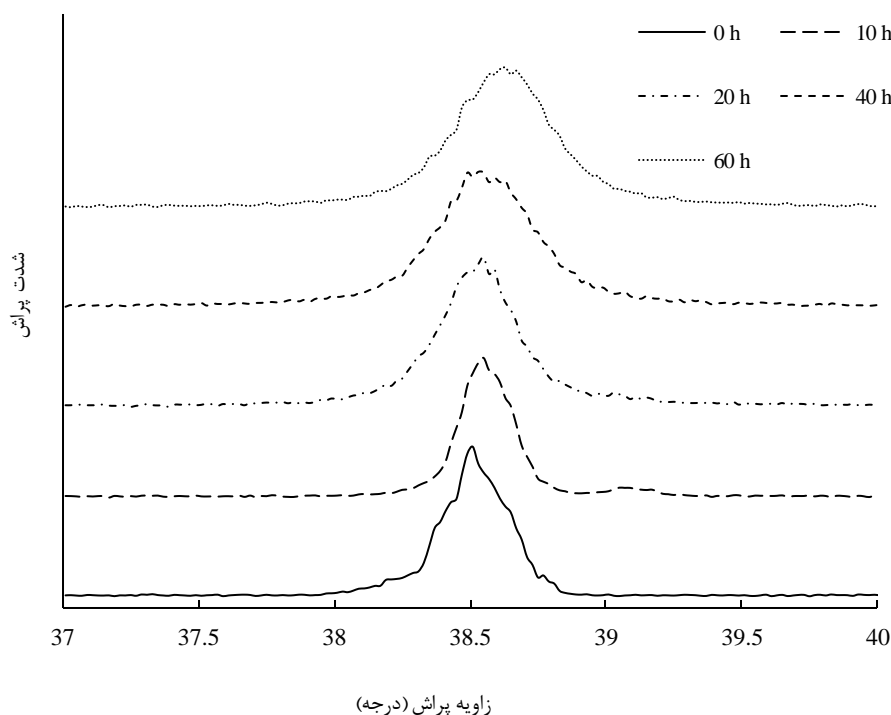
$$\beta_{hkl} \cos \theta = k\lambda/d + 2\epsilon \sin \theta \quad (1)$$

که در آن،  $\beta_{hkl}$  عرض در نصف ارتفاع بیشینه، K فاکتور شکل،  $\lambda$  طول موج پراش اشعه ایکس و  $\theta$  زاویه پراش است. مشخصه‌یابی ریزساختاری و مورفولوژیکی نمونه‌های پودری به‌دست آمده از زمان‌های مختلف آسیاب توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام شد. بدین منظور از دستگاه SEM مدل (KYKYEM-3200) در ولتاژ کاری ۲۵ کیلوولت استفاده گردید.

سختی نمونه‌های پودری حاصل از آلیاژسازی مکانیکی هم‌چنین بعد از پرس گرم در شرایط نیروی ۱۰۰۰ گرم و زمان ۳۰ ثانیه



شکل (۱): الگوی تفرق اشعه X مربوط به مخلوط پودری  $Zr_0$  در زمان‌های مختلف آلیاژسازی مکانیکی



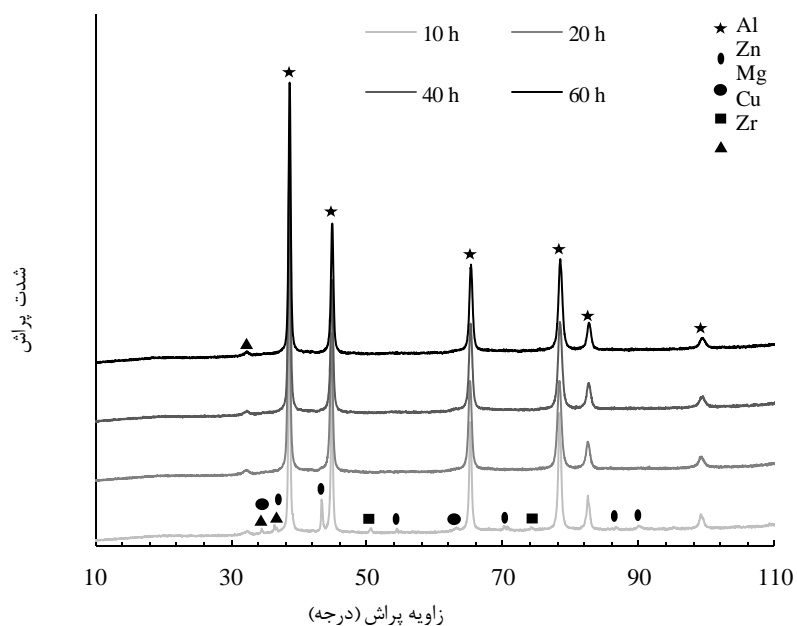
شکل (۲): الگوی XRD صفحه (۱۱۱) آلومینیم در زمان‌های مختلف آسیاب مربوط به نمونه  $Zr_0$

الگوهای تفرق اشعه ایکس مخلوط‌های پودری  $Zr_1$  و  $Zr_2$  در زمان‌های مختلف آسیاب به ترتیب در شکل‌های ۳ و ۴ نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود روند تغییرات با افزایش زمان آسیاب در هر دو نمونه مشابه نمونه  $Zr_0$  است. نکته قابل توجه، عدم انحلال زیرکونیم حتی تا مراحل پایانی آسیاب کاری است، به گونه‌ای که پیک‌های عنصری زیرکونیم تا ۶۰ ساعت هم در نتایج XRD دیده می‌شوند. در اینجا هم تشکیل ترکیبات بین فلزی در زمان‌های مختلف آسیاب مشاهده نمی‌شود. از آنجاکه شعاع اتمی زیرکونیم مشابه منیزیم (۰/۱۶nm) است، انتظار می‌رود که با حل شدن زیرکونیم در شبکه آلومینیم، پیک‌های XRD به زوایای پایین‌تر جابجا شوند. در شکل ۵، جابجایی پیک صفحه (۱۱۱) آلومینیم برحسب زمان آسیاب مربوط به مخلوط پودری  $Zr_2$  نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود آلیاژسازی تا زمان ۲۰ ساعت، باعث انتقال پیک به زوایای پایین‌تر شده است و پس از آن با افزایش زمان آسیاب، پیک تفرق به سمت زوایای بالاتر جابه‌جا شده است.

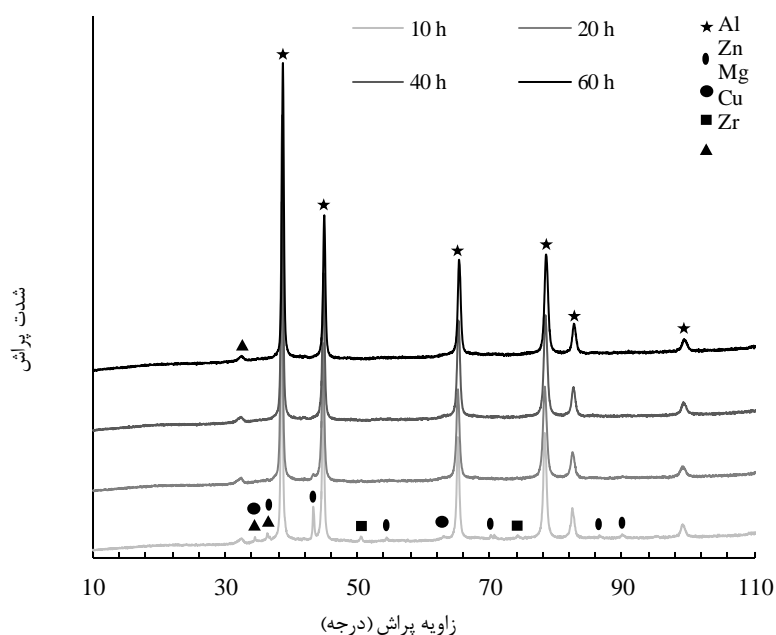
شعاع اتمی آلومینیم، ۰/۱۴۳nm است در حالی که شعاع اتمی روی، منیزیم و مس به ترتیب ۰/۱۳۴nm، ۰/۱۶nm و ۰/۱۲۸nm است، بنابراین انتظار می‌رود که حل شدن عناصر روی و مس منجر به شیفت پیک‌ها به سمت زوایای بالاتر گردد در حالی که در مورد منیزیم عکس این موضوع اتفاق می‌افتد [۱۱]. همان‌گونه که در شکل ۲ مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاب، پیک (۱۱۱) آلومینیم به سمت زوایای بالاتر انتقال پیدا کرده است که این مسئله می‌تواند به حلالیت بیشتر مس و روی در زمینه آلومینیم مرتبط باشد. لازم به ذکر است که هیچ‌گونه ترکیب بین فلزی تا ۶۰ ساعت آسیاب در نتایج XRD مشاهده نگردید. عدم تشکیل ترکیبات بین فلزی در حین فرآیند آلیاژسازی مکانیکی آلیاژهای دیگر هم توسط محققان گزارش شده است. به عنوان مثال، در آلیاژ ۶۰/۴۰ تا زمان ۸۰ ساعت آسیاب کاری، هیچ نوع ترکیب بین فلزی دیده نشده است [۹].

پایین تر شود درحالی که آلیاژسازی در زمان‌های طولانی‌تر که منجر به حلالیت بیشتر عناصری نظیر روی و مس (با شعاع اتمی کمتر نسبت به آلومینیم) در زمینه می‌شود، منجر جابه‌جایی پیک به زوایای بالاتر شود.

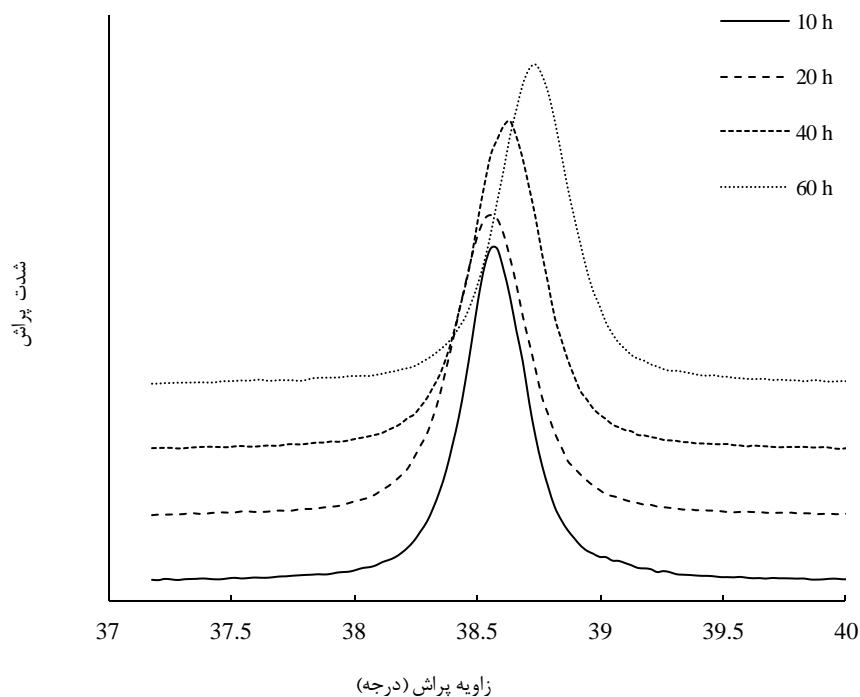
دلیل این جابجایی به درستی مشخص نیست اما این فرضیه محتمل است که با توجه به حلالیت محدود زیرکونیم در زمینه آلومینیم، در زمان‌های کمتر آسیاب، حلالیت منیزیم با شعاع اتمی بزرگ‌تر نسبت به آلومینیم، منجر به انتقال پیک به زوایای



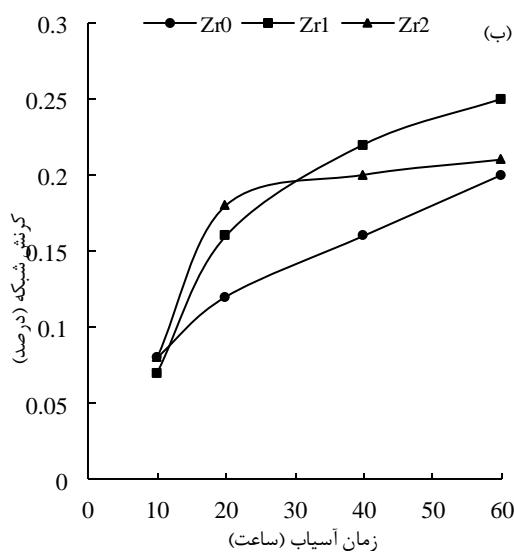
شکل (۳): الگوی تفرق اشعه X مربوط به مخلوط پودری Zr1 در زمان‌های مختلف آلیاژسازی مکانیکی



شکل (۴): الگوی تفرق اشعه X مربوط به مخلوط پودری Zr2 در زمان‌های مختلف آلیاژسازی مکانیکی



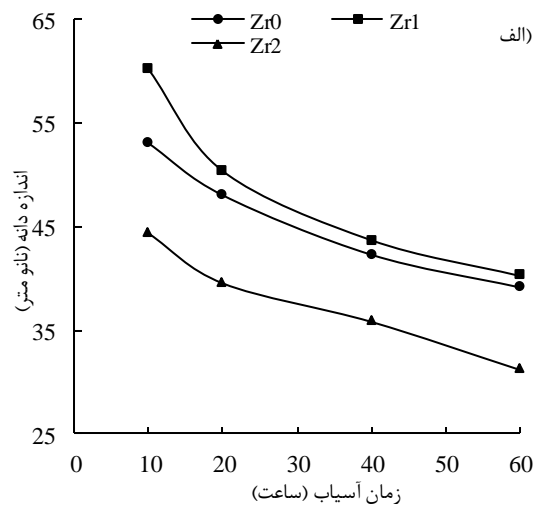
شکل (۵): الگوی XRD صفحه (۱۱۱) آلومینیم در زمان‌های مختلف آسیاب مربوط به نمونه Zr2

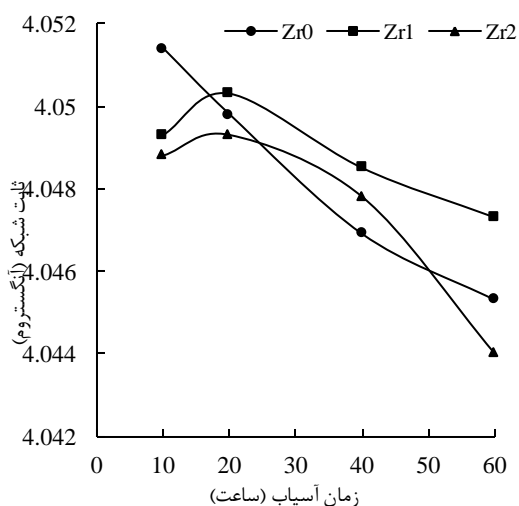


شکل (۶): (الف): تغییرات اندازه دانه و (ب): کرنش شبکه بر حسب زمان آسیاب برای مخلوط‌های پودری مختلف

در این روش با رسم نمودار پارامتر شبکه بر حسب پارامتر نلسون-رایلی مربوط به زوایای مختلف، خطی بدست می‌آید که عرض از مبدا آن معادل پارامتر شبکه است. پارامتر نلسون-

تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه مخلوط‌های پودری بر حسب زمان آسیاب کاری با استفاده از رابطه ویلیامسون-هال محاسبه گردید که نتایج آن در شکل ۶ آورده شده است. در هر سه مخلوط پودری، کاهش اندازه دانه و افزایش کرنش شبکه با افزایش زمان آسیاب دیده می‌شود. در شکل ۷، تغییرات پارامتر شبکه که با استفاده از رابطه نلسون-رایلی محاسبه شده است، نشان داده می‌شود [۱۲].



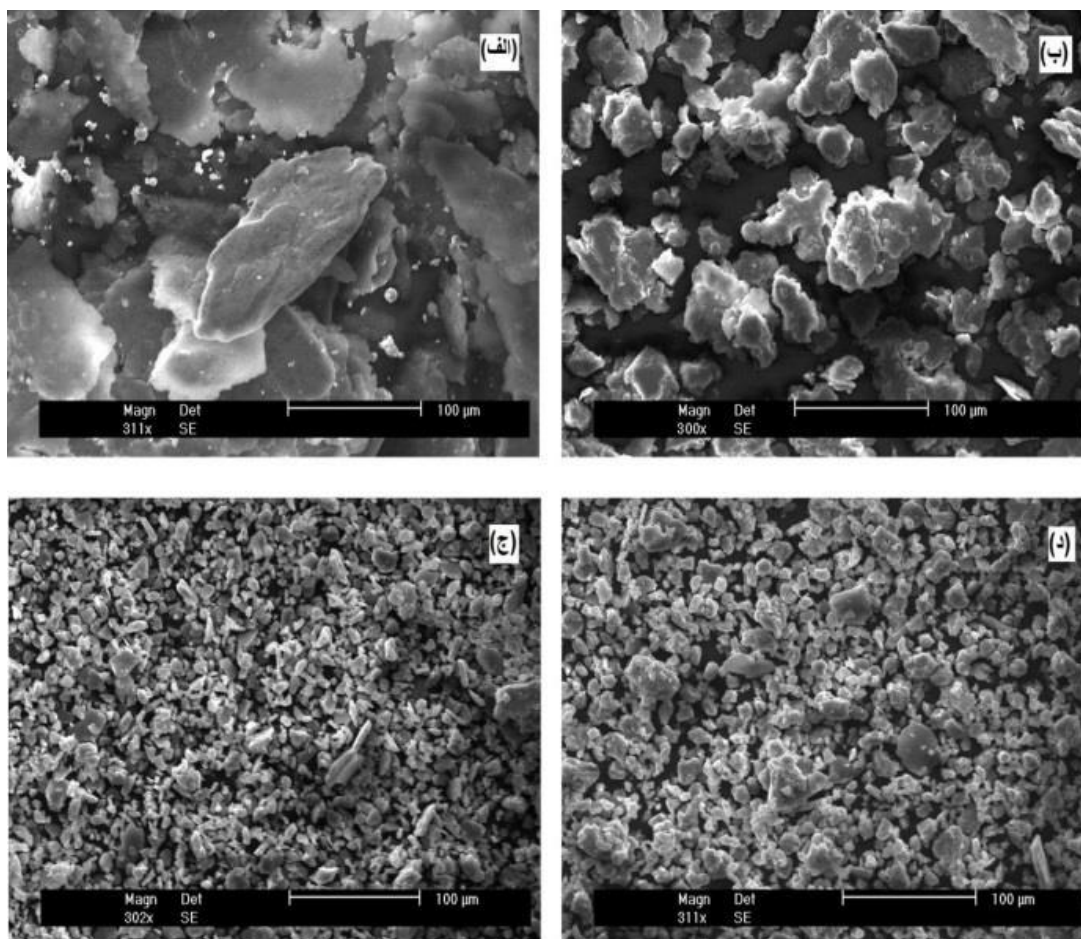


شکل (۷): تغییرات پارامتر شبکه برحسب زمان آسیاب برای مخلوط‌های پودری مختلف

رایلی بصورت رابطه (۲) بیان می‌شود که در آن  $\theta$  بیانگر موقعیت پیک است.

$$f(\theta) = \frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right) \quad (2)$$

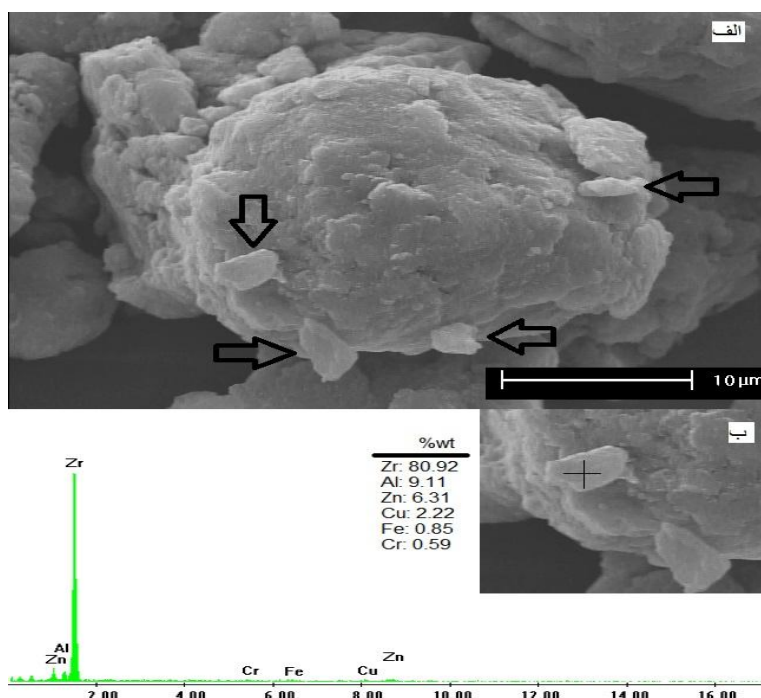
در مخلوط پودری Zr0، پارامتر شبکه با افزایش زمان آسیاب به‌طور پیوسته کاهش یافته است که منطبق با افزایش حلالیت عناصر آلیاژی و شیفت پیک‌های آلومینیم به زوایای بالاتر است. در نمونه‌های Zr1 و Zr2، پارامتر شبکه تا زمان ۲۰ ساعت افزایش یافته و سپس با افزایش بیشتر زمان آسیاب، کاهش یافته است.



شکل (۸): تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی از تغییرات مورفولوژیکی مخلوط پودری Zr0 پس از آلیاژسازی مکانیکی در زمان‌های: (الف): ۰ ساعت، (ب): ۱۰ ساعت، (ج): ۴۰ ساعت و (د): ۶۰ ساعت

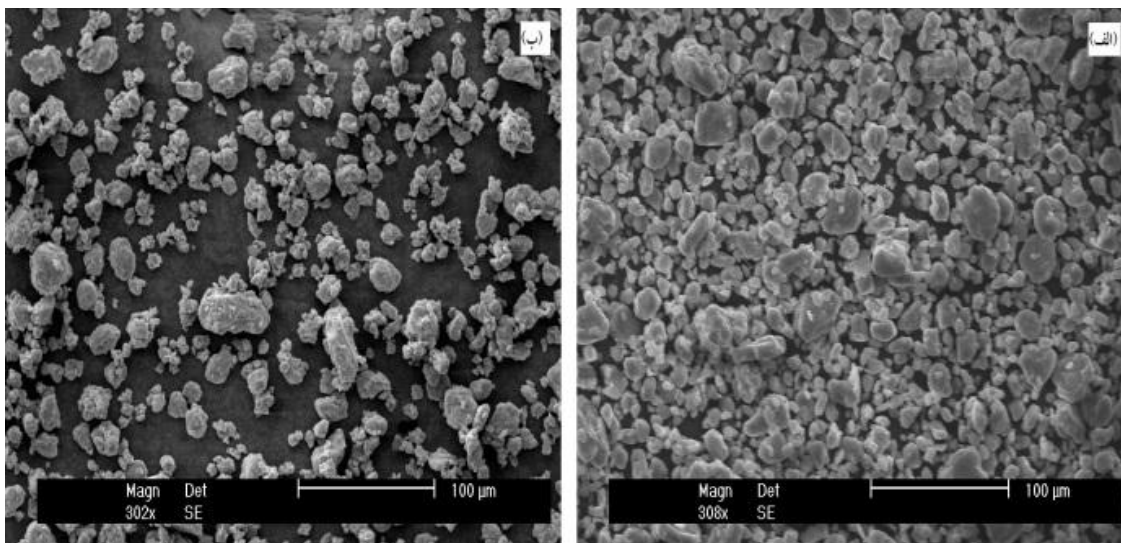
به‌عنوان ذره ترد عمل نموده و سیستم آلیاژی را به یک سیستم نرم-ترد تبدیل نماید. در شکل ۹، وجود ذرات زیرکونیم در بین ذرات آلومینیم پس از ۶۰ ساعت آلیاژی مکانیکی مربوط به مخلوط پودری  $Zr_1$  نشان داده شده است. در سیستم‌های نرم-ترد در مراحل اولیه آسیاب، ذرات نرم و ترد به ترتیب تحت تغییر شکل پلاستیک و خردایش قرار می‌گیرند. سپس در هنگام جوش سرد ذرات لایه‌ای، ذرات ترد در مرز سطوح مشترک آن‌ها قرار گرفته و در نتیجه به دلیل اثر پراکندگی جامد، ذرات سخت‌تر شده و میزان شکست در آن‌ها افزایش می‌یابد [۱۳]، بنابراین کاهش اندازه ذرات با افزودن عنصر زیرکونیم قابل انتظار است. در شکل ۱۰، به‌عنوان نمونه، تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی مربوط به نمونه‌های  $Zr_1$  و  $Zr_2$  پس از ۴۰ ساعت آسیاب نشان داده شده است. ریز شدن ذرات و عدم آگلومراسیون آنها پس از ۴۰ ساعت آسیاب با افزودن زیرکونیم در این شکل قابل مشاهده است.

تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی از تغییرات مورفولوژیکی مخلوط پودری  $Zr_0$  در زمان‌های مختلف آسیاب در شکل ۸ نشان داده شده است. در مراحل ابتدایی آسیاب (۱۰ ساعت)، ذرات از حالت ورقه‌ای به شکل نامنظم تغییر می‌یابند (شکل ۸-ب). با افزایش زمان آسیاب، ذرات به یکدیگر جوش سرد خورده و این موجب تشکیل ذراتی با ریزساختار لایه‌ای می‌گردد. با غلبه شکست بر جوش سرد در زمان‌های بیشتر آسیاب تا ۴۰ ساعت، ذرات کمی ریزتر می‌شوند (شکل ۸-ج). در این مرحله، شکست ذرات با جوانه‌زنی و رشد میکرو ترک‌ها اتفاق افتاده و موجب ایجاد ذرات هم‌محور می‌گردد. با ادامه فرآیند تا ۶۰ ساعت، تغییر قابل‌توجهی در مورفولوژی ذرات پودری به‌جز آگلومراسیون ذرات دیده نمی‌شود (شکل ۸-د). عموماً با خرد شدن بیشتر ذرات، به دلیل افزایش انرژی سطحی تمایل به آگلومره شدن افزایش می‌یابد [۱۳]. تفاوت عمده مخلوط‌های پودری  $Zr_1$  و  $Zr_2$  نسبت به  $Zr_0$  مربوط به وجود ذرات زیرکونیم حل‌نشده در زمینه است که می‌تواند



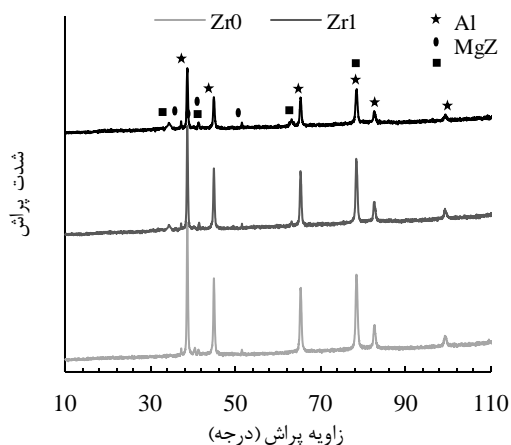
شکل (۹): (الف): تصویر میکروسکوپ الکترونی نشان‌دهنده وجود ذرات زیرکونیم در بین ذرات آلومینیم نمونه  $Zr_1$  پس از ۶۰ ساعت آلیاژی و (ب): آنالیز EDS از ذرات زیرکونیم





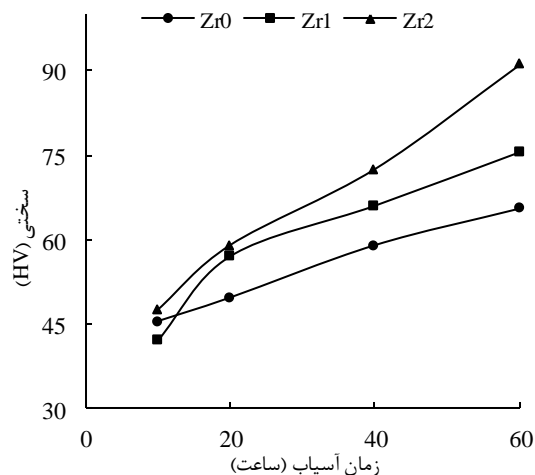
شکل (۱۰): تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی پس از ۴۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی مربوط به نمونه‌های: (الف): Zr1 و (ب): Zr2

در ادامه، نمونه‌های پودری حاصل از ۶۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی در دمای ۳۸۰ درجه سانتی‌گراد و فشار ۶۰۰ MPa به مدت نیم ساعت پرس گرم شدند. الگوهای XRD ترکیبات پودری پس از پرس گرم در شکل ۱۲ نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، پرس گرم در هر سه مخلوط پودری منجر به تشکیل فاز  $MgZn_2$  شده است. همچنین در هر دو ترکیب حاوی زیرکونیم، فاز  $Al_3Zr$  به وجود آمده است. دوبرزنسکا و همکارانش [۹] با افزودن زیرکونیم به آلیاژ آلومینیم ۶۰۶۱، تشکیل فاز بین‌فلزی  $Al_3Zr$  را گزارش کرده‌اند.



شکل (۱۲): الگوهای تفرق اشعه ایکس ترکیبات پودری ۶۰ ساعت آسیاب شده پس از پرس گرم

تغییرات میکروسختی مخلوط‌های پودری پرس سرد شده برحسب زمان آسیاب در شکل ۱۱ نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاب‌کاری، مقدار سختی افزایش یافته است که کاهش اندازه دانه، افزایش حد حلالیت و تشکیل محلول جامد و کار سختی را می‌توان دلیل افزایش سختی با افزایش زمان آسیاب ذکر کرد. همچنین می‌توان مشاهده کرد که با افزایش مقدار زیرکونیم، مقدار سختی افزایش یافته است که این مسئله می‌تواند به انحلال جزئی این عنصر در زمینه و همچنین نقش آن در کاهش اندازه دانه ارتباط داده شود.



شکل (۱۱): تغییرات سختی نسبت به زمان آلیاژسازی برای مخلوط‌های پودری متفاوت

رشد دانه‌ها جلوگیری می‌کند. رشد جزئی دانه‌ها و رسوب‌گذاری ترکیبات بین فلزی به‌طور هم‌زمان صورت می‌گیرد. چنین رفتاری در مطالعات حرارتی بر روی نانو کریستال‌های دیگر نیز گزارش شده است [۲].

در جدول ۲ مقادیر پارامتر شبکه، کرنش شبکه، اندازه دانه و سختی هر یک از ترکیبات پودری پس از پرس گرم آورده شده است. با مقایسه نتایج ارائه‌شده در جدول ۲ می‌توان نتیجه گرفت که میزان رشد اندازه دانه با افزایش درصد زیرکونیم کاهش یافته است. تشکیل ترکیبات بین فلزی نظیر  $Al_3Zr$  در مرز دانه‌ها، از

جدول (۲): مقادیر پارامتر شبکه، کرنش شبکه و اندازه دانه ترکیبات پودری پس از پرس گرم

نمونه	پارامتر شبکه (Å)	کرنش شبکه (%)	اندازه دانه (nm)	سختی (HV)
Zr <sub>0</sub>	۴/۰۴۸۶	۰/۱۴	۴۷/۴	۱۹۷±۴
Zr <sub>1</sub>	۴/۰۵۱۵	۰/۱	۴۵/۶	۲۱۴±۳
Zr <sub>2</sub>	۴/۰۴۹۲	۰/۱	۳۵/۳	۲۲۷±۴

#### ۴- نتیجه‌گیری

نتایج به‌دست‌آمده از این تحقیق را می‌توان به شرح ذیل خلاصه می‌شود:

۱- در هر سه ترکیب پودری، با افزایش زمان آسیاب، به تدریج از شدت پیک‌ها کاسته و بر پهنای آن‌ها افزوده می‌شود.

۲- در حین آلیاژسازی مکانیکی تا ۶۰ ساعت، زیرکونیم به‌طور کامل در شبکه آلومینیم حل نمی‌شود. همچنین ترکیبات بین فلزی در زمان‌های مختلف آسیاب تشکیل نمی‌شوند.

۳- وجود ذرات زیرکونیم حل‌نشده در مخلوط‌های پودری Zr<sub>1</sub> و Zr<sub>2</sub> نسبت به Zr<sub>0</sub> منجر به تغییر سیستم آلیاژسازی از نرم-نرم به نرم-ترد می‌گردد، بنابراین کاهش اندازه ذرات با افزودن عنصر زیرکونیم قابل انتظار است.

۴- میزان رشد اندازه دانه در حین پرس گرم با افزایش درصد زیرکونیم به دلیل تشکیل ترکیبات بین فلزی نظیر  $Al_3Zr$  کاهش می‌یابد. هم‌چنین سختی بالاتری در نمونه‌های حاوی زیرکونیم دیده می‌شود.

#### ۵- منابع

- [1] J. Polmear, "Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals", Fourth ed, Elsevier, Melbourne, 2006.

از دیدگاه سینتیکی، ایجاد کرنش و عیوب شبکه‌ای در حین فرآیند آلیاژسازی مکانیکی و افزایش تعداد جاهای خالی و ضریب نفوذ با افزایش دما، منجر به افزایش نفوذ عناصر آلیاژی، کوتاه‌تر شدن مسیر نفوذ و در نهایت تسهیل انجام واکنش می‌گردد. هم‌چنین بی‌نظم‌سازی ساختاری تحت تنش‌های مکانیکی ناشی از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی همراه با اعوجاج و تغییر طول پیوندها، منجر به تسریع در جدا شدن عناصر حل‌شده از زمینه می‌شود، بنابراین تشکیل ترکیبات بین فلزی قابل انتظار است [۱۴]. هم‌چنین می‌توان مشاهده کرد که پارامتر شبکه آلومینیم پس از پرس گرم، افزایش یافته و به پارامتر شبکه آلومینیم خالص (۴/۰۴۹۴ آنگستروم) نزدیک شده است که می‌تواند نشان‌دهنده خروج عناصر آلیاژی از شبکه آلومینیم در حین پرس گرم باشد. میزان سختی هم نسبت به حالت قبل از پرس گرم افزایش یافته است که این مسئله می‌تواند به تشکیل ترکیبات بین فلزی همراه با حفظ اندازه دانه‌ها در محدوده نانومتری مرتبط باشد. در نمونه‌های حاوی زیرکونیم، مقدار افزایش سختی بیشتر است که دلیل آن می‌تواند تثبیت اندازه دانه‌ها توسط ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  بیان شود. بهبود خواص مکانیکی مانند سختی با تثبیت اندازه دانه تا ابعاد نانومتر در تحقیقات دیگر نیز گزارش شده است [۲].

- [9] L. Dobrzynska, J. Dutkiewicz, W. Maziarz & L. Rogal, "TEM and HRTEM studies of ball milled 6061 aluminium alloy powder with Zr addition", *Journal of Microscopy*, Vol. 237, pp. 506-510, 2010.
- [10] G. K. Williamson & W. H. Hall, "X-ray line broadening from filed aluminum and wolfram", *Acta Materialia*, Vol. 1, pp. 22-31, 1953.
- [11] M. Tavoosi, M. H. Enayati & F. Karimzadeh, "Softening behavior of nanostructured Al-14 wt% Zn alloy during mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 464, pp. 107-110, 2008.
- [12] M. Razavi, M. R. Rahimpour & R. Mansoori, "Synthesis of TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powder from impure Ti chips, Al and carbon black by mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 450, pp. 463-467, 2008.
- [13] J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert & J. M. Torralba, "Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 342, pp. 131-143, 2003.
- [14] Q. Zhang, B. L. Xiao, W. G. Wang & Z. Y. Ma, "Reactive mechanism and mechanical properties of in situ composites fabricated from an Al-TiO<sub>2</sub> system by friction stir processing", *Acta Materialia*, Vol. 60, pp.7090-7103, 2012.
- [2] L. Dobrzynska, J. Dutkiewicz, W. Maziarz & A. Goral, "The effect of zirconium addition on microstructure and properties of ball milled and hot compacted powder of Al-12wt% Zn-3wt% Mg-1.5wt% Cu alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 304-308, 2011.
- [3] C. Grard, "Aluminium and its alloys", Cambridge International Science Pub, England, 1920.
- [4] S. Khan, B. Farrokh & L. Takacs, "Effect of grain refinement on mechanical properties of ball-milled bulk aluminum", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 489, pp. 77-84, 2008.
- [5] V. Sameljuk, O. D Neikov, A. V. Krajnikov, Y. V. Milman, G. E. Thompson & X. Zhou, "Effect of rapid solidification on the microstructure and corrosion behaviour of Al-Zn-Mg based material", *Corrosion Science*, Vol. 49, pp. 276-286, 2007.
- [6] Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.
- [7] H. Adachi, K. Osamura, K. Kikuchi & J. Kusui, "Effect of Zr addition on dynamic recrystallization during hot extrusion in Al alloys", *Materials Transactions*, Vol. 46, No. 2, pp. 211-214, 2005.
- [8] J. D. Robson & P. B. Prangnell, "Dispersoid precipitation and process modeling in zirconium containing commercial aluminum alloys", *Acta Materialia*, Vol. 49, pp. 599-613, 2001.

## ۶- پی نوشت

- [1] Glove Box