

# تولید و بررسی خواص مکانیکی پودر نانو کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ / آلومینا به روش آلیاژ سازی مکانیکی

دانیال داودی\*<sup>۱</sup>، سید امیر حسین امامی<sup>۲</sup> و علی سعیدی<sup>۳</sup>

۱- باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، اصفهان، ایران

۲- مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی نجف آباد، نجف آباد، ایران

۳- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، ایران

\*Davoodi.danial80@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۹۳/۰۲/۰۹، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۵/۲۱)

## چکیده

آلیاژهای آلومینیوم و کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی به دلیل دارا بودن خصوصیات مطلوبی نظیر چگالی پایین و نسبت استحکام به وزن بالا در بسیاری از صنایع به ویژه خودرو سازی و هوا و فضا کاربرد گسترده ای پیدا کرده‌اند. در این تحقیق تولید آلیاژ نانو ساختار آلومینیوم ۷۰۱۴ و همچنین کامپوزیت نانو ساختار  $Al_{70}O_{14}/X$  Wt %  $Al_2O_3$  (X= 10 and 20) به روش آلیاژسازی مکانیکی در یک آسیا سیاره‌ای پر انرژی با نسبت وزنی پودر به گلوله ۱: ۲۰ و تحت آتمسفر آرگون مورد بررسی قرار گرفت. نتایج XRD و تصاویر X-Ray Map نشان می‌دهد که آلیاژ نانو ساختار آلومینیوم ۷۰۱۴ پس از ۳ ساعت آسیاکاری تشکیل شده است. همچنین با افزایش زمان آسیاکاری ذرات مقاوم‌ساز آلومینا توزیع یکنواخت‌تری در زمینه پیدا می‌کنند. میزان سختی کامپوزیت نیز با افزایش زمان آسیاکاری و افزایش مقاوم‌ساز آلومینا افزایش پیدا می‌کند، به طوری که برای نمونه با ۲۰ درصد مقاوم‌ساز و زمان ۲۰ ساعت آسیاکاری، سختی ۲۰۰ ویکرز حاصل گردید.

## واژه‌های کلیدی:

آلیاژ سازی مکانیکی، آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴، کامپوزیت نانو ساختار.

## ۱- مقدمه

گرفته می‌شود [۳]. تقویت کننده‌های مورد استفاده برای زمینه آلومینیوم شامل اکسیدها، بوریدها، کاربیدها و نیتريد‌ها می‌باشد [۴]. که مجموعه ای از خواص مطلوب زمینه فلزی و ذرات سخت سرامیکی را به محصول نهایی اهدا می‌کند. در میان روش های مختلفی که در تحقیقات برای تولید کامپوزیت های زمینه آلومینیومی استفاده شده است، آلیاژسازی مکانیکی به عنوان یکی از مناسب ترین روش ها با توجه به خواص نهایی

آلیاژهای آلومینیوم سری 7xxx به دلیل چگالی کم، مقاومت به خوردگی مناسب و استحکام بالا مورد توجه بسیاری از صنایع از جمله هوا- فضا و خودرو سازی قرار گرفته است [۱]. از طرفی استفاده از آلومینیوم و آلیاژهای آن به خاطر مقاومت به سایش و استحکام تسلیم پایینی که دارند محدود شده است [۲]. کامپوزیت های زمینه آلومینیومی (AMCs) به عنوان یک ماده جایگزین عالی برای دستیابی به خواص مکانیکی بهتر در نظر

متفاوت از مقاوم ساز ذره ای اکسید آلومینیوم به روش آلیاژسازی مکانیکی است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، پودرهای آلومینیوم، روی، منیزیم، منگنز، آهن، مس و سیلیسیم با خلوص بالاتر از ۹۸ درصد و دانه بندی زیر ۳۰۰ میکرومتر و همچنین پودر اکسید آلومینیوم با اندازه دانه ۰/۳ میکرومتر می باشند. شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی آن‌ها را نشان می دهد. آسیاکاری نمونه‌ها در یک آسیا سیاره‌ای پر انرژی مدل FP2 ساخت شرکت فرا سپاهان با ۶۰۰ دور در دقیقه و با حجم محفظه ۱۲۵ میلی لیتر و نسبت وزنی پودر به گلوله ۱: ۲۰ [۳] (۷ گرم پودر، ۱۴۰ گرم گلوله) با ۵ گلوله فولادی پر کرم و تحت آتمسفر گاز خنثی آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ درصد انجام شد. در هر ۱ ساعت آسیاکاری دستگاه جهت خنک شدن محفظه‌های آسیا، ۱۵ دقیقه خاموش گردید. همچنین به دلیل ناچیز بودن مقدار چسبندگی ذرات آلومینیوم به گلوله‌ها از مواد PCA<sup>۱</sup> مانند اسید استتاریک استفاده نگردید. آنالیز فازی نمونه‌ها توسط دیفراکتومتر اشعه ایکس مدل Philips-PW30-40 صورت گرفت. ولتاژ مورد استفاده در دستگاه ۳۰ کیلو وات و جریان اعمالی ۳۰ میلی آمپر بود. در همه آزمایش‌ها از اشعه ایکس تک موج CuK $\alpha$  با طول موج ۱/۵۴۰۵ آنگسترم استفاده شد. برای شناسایی فازها از نرم افزار Pert-MPD X<sup>۲</sup> استفاده شد. بررسی ساختار محصولات نیز به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل LEO-VP435 انجام گرفت. جهت بدست آوردن اندازه بلورک‌ها و همچنین مقدار کرنش شبکه از رابطه ویلیامسون-هال رابطه (۱) استفاده گردید.

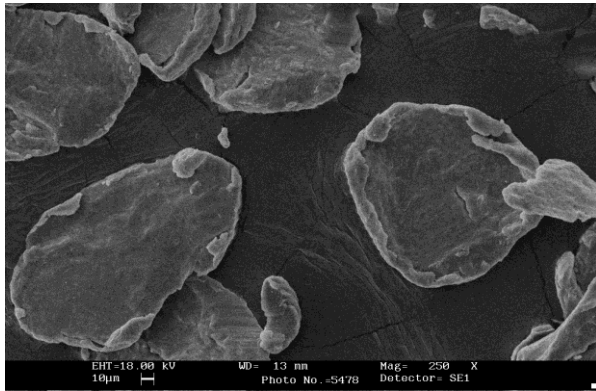
$$\beta \cos \theta = 0.9\lambda / d + 2A \varepsilon \sin \theta \quad (1)$$

که در این رابطه  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس بر حسب نانومتر،  $d$  اندازه بلورک بر حسب نانومتر،  $A$  ثابت که در بیشتر مواقع  $(A=1)$ ،  $\beta$  پهنای پیک در نیمه ارتفاع آن (بر حسب رادیان)،  $\varepsilon$

محصولات به دست آمده، شناخته شده است. یکی از مهم ترین مزایای این روش در مقایسه با روش ذوبی، پایین تر بودن درجه حرارت فرآیند است. به همین دلیل از برهم کنش بین فاز زمینه و تقویت کننده و ایجاد فازهای ناخواسته ناشی از آن جلوگیری می شود. از طرف دیگر یکنواختی توزیع تقویت کننده در زمینه باعث بهبود و بالا رفتن خواص مکانیکی و ساختاری می شود [۵]. اساس کار این روش بر تعادل دو فرآیند جوش سرد و شکستن ذرات در کار سرد شدید در حین آسیاکاری بنیان نهاده شده است [۶]. آلیاژسازی مکانیکی یک فرآیند تولید در حالت جامد برای ایجاد مواد همگن و یک روش ساده و مفید برای تولید فازهای تعادلی و فازهای غیر تعادلی از مواد تجاری است. یکی از بزرگترین مزایای آلیاژسازی مکانیکی، تولید و به دست آوردن مواد نوینی است که در حالت عادی مثل ذوب و ریخته گری، قابل ترکیب و آمیزش نیستند. خواص محصول نهایی پودر آسیا شده نظیر توزیع اندازه ذره، درجه بی نظمی یا آمورف شدن به نوع آسیا، زمان آسیاکاری، مشخصات محفظه آسیا و سرعت گردش آن بستگی دارد [۷-۱۰].

تحقیقات نشان می دهد که کامپوزیت تولید شده با روش آلیاژسازی مکانیکی نسبت به روش های دیگر از خواص مکانیکی ویژه ای برخوردار است [۱۱]. همین امر سبب توجه بسیاری زیادی برای تولید کامپوزیت ها از طریق آلیاژسازی مکانیکی در تحقیقات و حتی مصارف صنعتی شده است [۱۲].

کامپوزیت های زمینه آلومینیومی با ذرات مقاوم ساز آلومینا یکی از مهم ترین محورهای مورد توجه برای محققان آلیاژسازی مکانیکی بوده است [۷ و ۱۳-۱۶]. با توجه به مراجع و تحقیقات انجام شده تا کنون کمتر به تولید کامپوزیت با زمینه آلیاژهای آلومینیوم و به خصوص گروه ۷xxx با مقاوم ساز آلومینا به روش آلیاژسازی مکانیکی پرداخته شده است و در بیشتر تحقیقات از آلومینیوم خالص و یا آلیاژی با دیگر مقاوم سازها همانند کاربید سیلیسیم [۱] استفاده شده است. لذا هدف اصلی این تحقیق ابتدا تولید پودر نانو ساختار آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ و سپس تولید پودر کامپوزیتی نانو ساختار آلومینیوم ۷۰۱۴ با درصد وزنی های



شکل (۱): تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مواد اولیه مصرفی

که در این رابطه،  $\theta$  زاویه پراش پیک و  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس (۱/۵۴۰۵ آنگسترم) می‌باشد. از آنجایی که شبکه کریستالی آلومینیوم FCC می‌باشد، بنابراین  $d$  به صورت رابطه (۳) محاسبه می‌شود.

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3)$$

نمونه‌ها در یک قالب یکطرفه و تحت فشار ۹۰۰ مگاپاسکال فشرده شده و در یک کوره ی لوله‌ای تحت آتمسفر آرگون به مدت ۱ ساعت در دمای ۶۴۰ درجه سانتی گراد تف جوشی شدند. جهت اندازه‌گیری و مقایسه سختی پودرهای تولیدی از دستگاه میکرو سختی سنج مدل Koopa، و نرم افزار Hareh، استفاده گردید. بدین منظور نمونه‌ها مانع سرد و پولیش کاری گردیدند. لازم به ذکر است سنجش سختی با مقیاس ویکرز طی نیروی ۱۰۰ گرم و مدت بارگذاری ۳۰ ثانیه صورت گرفت.

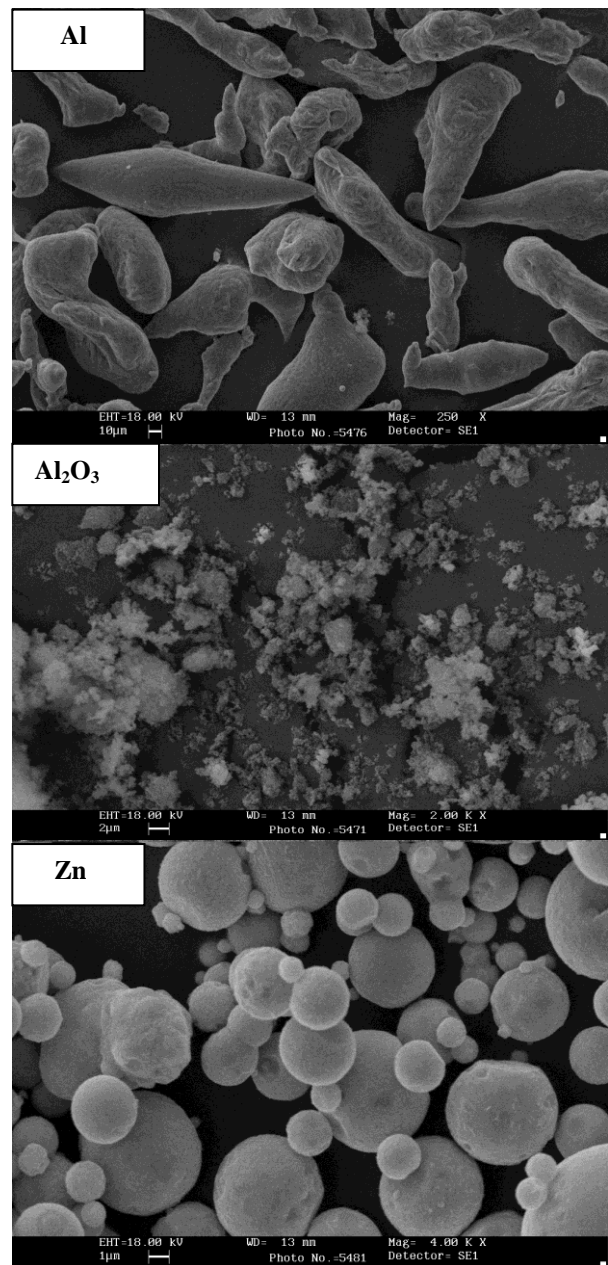
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- تولید پودر آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴

برای تولید آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ به روش آلیاژ سازی مکانیکی عناصر تشکیل دهنده آن طبق ترکیب شیمیایی آن مطابق جدول (۱) مخلوط شدند. به منظور تعیین روند تشکیل آلومینیوم آلیاژی ۷۰۱۴، روند تغییرات فازی پودرها برای تشکیل آلیاژ در طول آسیاب کاری بررسی شد. شکل (۲) الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودری آلومینیوم ۷۰۱۴ را از زمان صفر آسیاب کاری

کرنش شبکه و  $\theta$  زاویه پراگ می‌باشد. همچنین برای به دست آوردن پارامتر شبکه از رابطه (۲) قانون پراگ استفاده گردید.

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2)$$



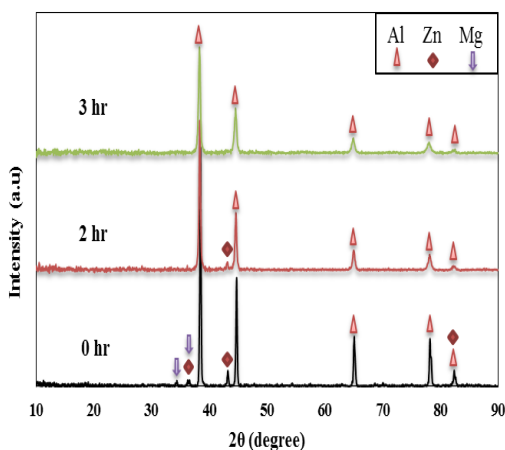
شدت آن ها کاسته شود.) [۱۶]. آسیاب کاری یک فرآیند غیر تعادلی بوده و باعث می شود اتم های روی و منیزیم و دیگر عناصر آلیاژی (آهن، مس، منگنز و سیلیسیم) در ساختار آلومینیوم در دماهایی نزدیک به دمای محیط حل شوند. دلیل این انحلال در ساختار آلومینیوم را می توان مربوط به اتفاقاتی دانست که در فرآیند آسیاب کاری بر روی ذرات پودر رخ می دهد. در حین فرآیند آسیاب کاری به دلیل برخورد مکرر گلوله ها به ذرات پودر، چگالی نواقص کریستالی در ساختار افزایش می یابد.

جدول (۱): ترکیب شیمیایی آلومینیوم آلیاژی ۷۰۱۴

عنصر	Al	Zn	Mg	Mn	Si	Cu	Fe
درصد وزنی	بقیه	5.2-6.2	2.2-3.2	0.3-0.7	0.5	0.3-0.7	0.5

عبارت است از:

- حضور تنش های تک محوری باقی مانده
- حل شدن عناصر آلیاژی با شعاع های اتمی متفاوت در شبکه کریستالی



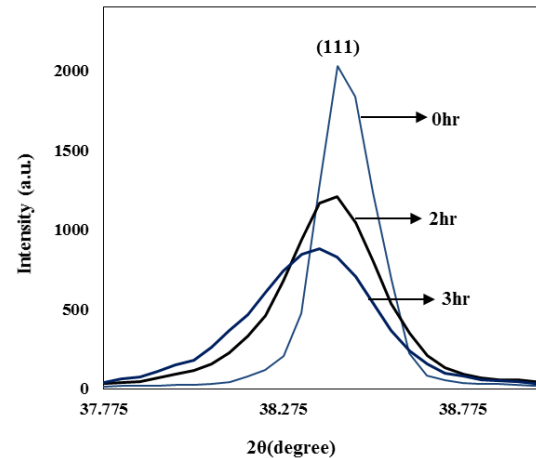
شکل (۲): الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودری آلومینیوم ۷۰۱۴ در زمان های مختلف آسیاب کاری

تا زمان تشکیل آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ یعنی زمان ۳ ساعت آسیاب کاری نشان می دهد. ملاحظه می شود در زمان صفر آسیاب کاری، پیک های مربوط به مواد اولیه اصلی (آلومینیوم- روی- منیزیم) دیده می شود اما با افزایش زمان آسیاب کاری پیک های روی و منیزیم حذف شده و پیک های مربوط به آلومینیوم پهن شده و شدت آن کاهش می یابد که این به دلیل تغییر ریز ساختار و افزایش کرنش شبکه در اثر آسیاب کاری و تشکیل محلول جامد است (کاهش اندازه دانه های کریستالی، تجمع عیوب ساختاری و افزایش کرنش های شبکه ای و همچنین تشکیل محلول جامد باعث می شود پیک های آلومینیوم پهن شده و از

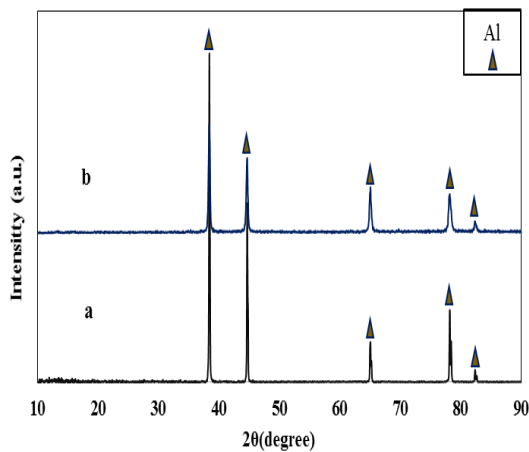
این نواقص می تواند شامل نابجایی ها، جاهای خالی و مرز دانه ها باشد. تمام این نواقص از ساختار باز تری برخوردار بوده و قابلیت انحلال عناصر حل شونده در ساختار را دارند و همچنین این نواقص باعث ایجاد فصل مشترک هایی در ساختار می شوند و از آنجایی که در فصل مشترک ها اتم ها از حالت تعادل انحراف دارند و برای خارج کردن اتم ها از حالت تعادل انرژی مصرف می شود لذا فصل مشترک ها از سطح انرژی بالاتری برخوردار هستند. از طرفی از لحاظ ترمودینامیکی هر سیستم تمایل دارد به حداقل انرژی آزاد خود برسد که یک راه برای کاهش این انرژی داخلی انجام انحلال می باشد. پس می توان گفت انحلال عناصر آلیاژی آلومینیوم ۷۰۱۴ در ساختار آلومینیوم به منظور کاهش فصل مشترک فازی بین عناصر آلیاژی و آلومینیوم راهی است برای این که سیستم انرژی داخلی خود را کاهش دهد [۱۷].

با بررسی دقیق تر پیک مربوط به صفحه (۱۱۱) آلومینیوم در شکل (۳)، کاهش زاویه پراش با افزایش زمان آسیاب کاری دیده می شود. دو عامل وجود دارد که می تواند باعث جابجایی پیک های مربوط به یک عنصر در الگوی پراش شود. این دو

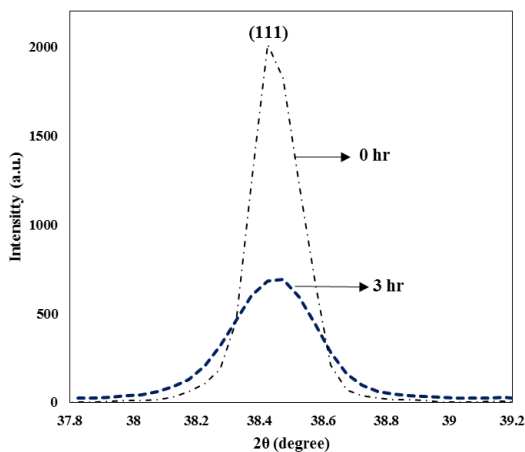
بلورک ها و افزایش کرنش در داخل شبکه می باشد. شکل (۵) این اطمینان را می دهد که جابجایی پیک آلومینیوم ۷۰۱۴ به دلیل انحلال اتمی عناصر آلیاژی است. به منظور بررسی دقیق تر تشکیل شدن آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ و نحوه توزیع عناصر آلیاژی از زمان ۳ ساعت آسیاب کاری که محلول جامد به طور کامل در این زمان تشکیل شده است، نقشه عنصری از نمونه تهیه شد. با توجه به این نتایج، همان گونه که در تصویر شکل (۶) مشاهده می گردد، عناصر آلیاژی یعنی روی و منیزیم به صورت یکنواخت در زمینه آلومینیوم پراکنده شده اند که این نشان دهنده آن است که این عناصر در شبکه آلومینیوم حل شده و تشکیل محلول جامد داده است.



شکل (۳): جابجایی پیک (۱۱۱) آلومینیوم بر حسب زمان آسیاب کاری



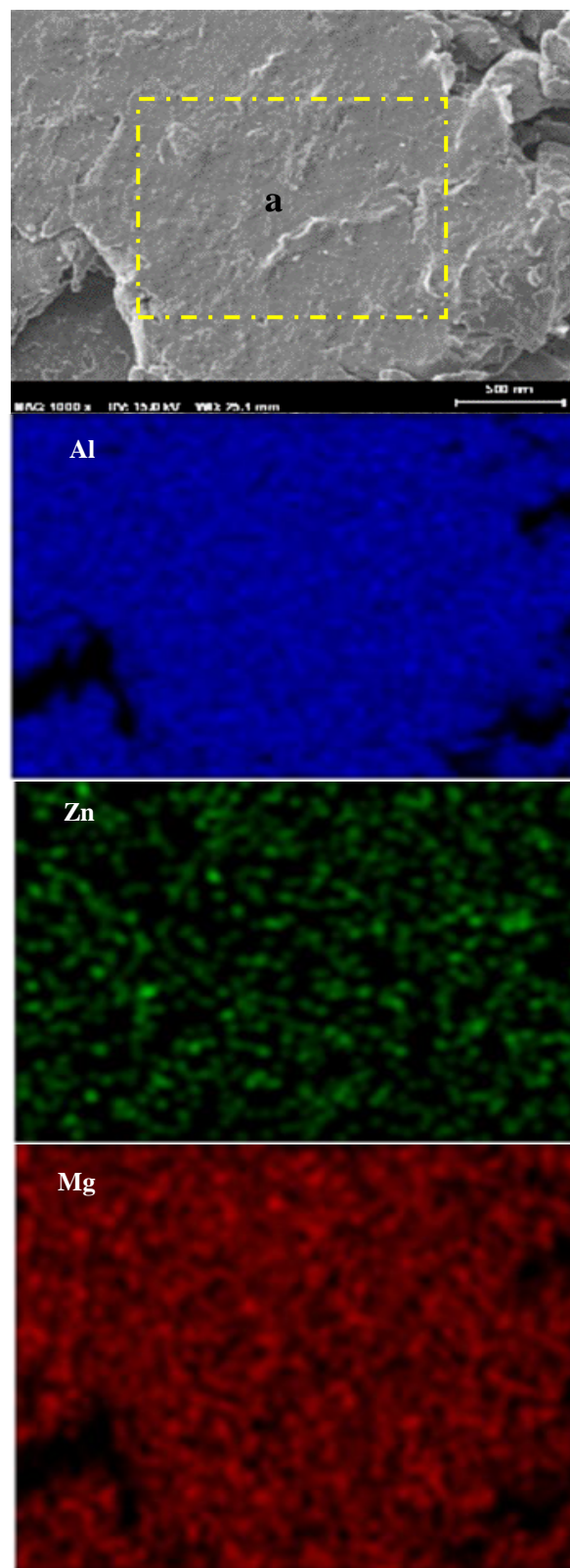
شکل (۴): پراش پرتو ایکس (a) آلومینیوم خالص آسیاب نشده و (b) آلومینیوم خالص ۳ ساعت آسیاب شده



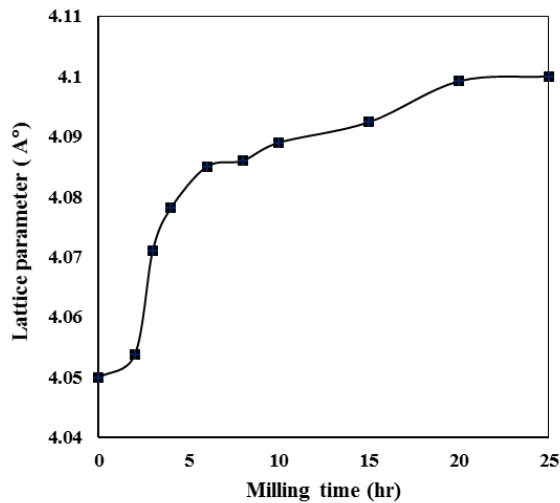
شکل (۵): پیک (۱۱۱) آلومینیوم خالص بر حسب زمان آسیاب کاری

طی فرآیند آلیاژ سازی مکانیکی به دلیل برخورد مکرر گلوله ها به ذرات پودر چگالی بالایی از نواقص کریستالی و نابجایی در ساختار به وجود می آید. با توجه به این که فضای اطراف هر نابجایی هم شامل تنش های کششی و هم فشاری می باشد [۱۸] میتوان گفت، تنش های باقی مانده در مورد فرآیند آلیاژ سازی - نمی تواند عامل جابجایی پیک ها باشد. بنابراین جابجایی پیک ها در الگوی پراش به دلیل انحلال عنصری است. با توجه به این که انحلال منیزیم و روی در آلومینیوم قابل ملاحظه است و شعاع اتمی منیزیم و روی به ترتیب بیشتر و کمتر از آلومینیوم می باشد، با قرار گرفتن منیزیم و روی و دیگر عناصر آلیاژی (آهن، مس، منگنز و سیلیسیم) در شبکه آلومینیوم و وارد شدن آنها به عنوان عناصر جانشین در ساختار، یکی از عوامل افزایش پارامتر شبکه آلومینیوم می باشد. افزایش پارامتر شبکه سبب جابجایی پیک های مربوط به آلومینیوم به طرف زوایای کمتر می گردد. جهت بررسی دقیق تر نتایج مذکور، آلومینیوم خالص به مدت زمان مشابه با آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ آسیاب کاری شد (۳ ساعت). در شکل (۴) الگوی پراش آلومینیوم خالص (۳ ساعت) آسیاب کاری شده با آلومینیوم خالص آسیاب کاری نشده مقایسه شده است. همانطور که در شکل (۵) مشاهده می شود زاویه پراش پیک (۱۱۱) هیچ گونه جابه جایی نداشته است و فقط از شدت آن کاسته و پهن تر شده است که نشان دهنده ریز شدن اندازه

شکل‌های (۷) و (۸) تاثیر زمان آسیاب کاری بر اندازه بلورک‌ها و افزایش کرنش شبکه پودر آلیاژی آلومینیوم ۷۰۱۴ را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاب کاری اندازه بلورک‌ها کاهش یافته و کرنش شبکه (به غیر از زمان ۱۵ ساعت) افزایش یافته است. علت کاهش اندازه دانه در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، تغییر شکل پلاستیک شدیدی است که بر ذرات پودری تحمیل می‌شود. این تغییر شکل باعث افزایش چگالی انواع عیوب به ویژه نابجایی‌ها می‌گردد. افزایش نابجایی‌ها و سایر عیوب کریستالی باعث افزایش زیاد انرژی سیستم و همچنین افزایش کرنش داخلی شبکه می‌شود. در نتیجه سیستم برای کاهش انرژی و رسیدن به تعادل، آرایش مجددی به نابجایی‌ها داده و با ایجاد مرزهای فرعی بلورک‌های جدید با اندازه کوچک‌تر تشکیل می‌دهد [۱۹ - ۲۰]. از دیگر دلایل کاهش اندازه بلورک‌های آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ از لحظه صفر آسیاب کاری تا زمان ۳ ساعت آسیاب کاری (زمانی که محلول جامد تشکیل می‌شود)، حل شدن عناصر آلیاژی منیزیم و روی و همچنین دیگر عناصر (آهن، مس، منگنز و سیلیسیم) و تشکیل محلول جامد می‌باشد. با تشکیل محلول جامد و به دلیل اختلاف اندازه اتم‌های حلال و حل‌شونده و تغییر در پارامتر شبکه، کارسختی و در نتیجه چگالی نابجایی‌ها افزایش می‌یابد. از طرفی به دلیل اختلاف در شعاع اتمی و منیزیم (به ترتیب ۱/۳۳ و ۱/۶ آنگسترم) نسبت به آلومینیوم (۱/۴۳ آنگسترم)، اتم‌های روی و منیزیم ترجیح می‌دهند که در امتداد نابجایی‌ها در شبکه آلومینیوم نفوذ کنند، بنابراین افزایش چگالی نابجایی‌ها منجر به حل شدن بیشتر روی و منیزیم در زمینه آلومینیوم می‌شود. نفوذ بیشتر منجر به افزایش بیشتر کارسختی و نهایتاً کاهش بیشتر اندازه بلورک‌ها می‌شود [۲۱]. همانطور که در شکل (۸) ملاحظه می‌شود مقدار کرنش با افزایش زمان آسیاب کاری در حال زیاد شدن می‌باشد که دلیل آن، هم کاهش در اندازه بلورک‌ها و هم حل شدن عناصر آلیاژی در ساختار آلومینیوم می‌باشد اما ملاحظه می‌شود که در زمان ۱۰ تا ۱۵ ساعت آسیاب کاری کرنش شبکه به شدت کاهش می‌یابد این کاهش مجدد را



شکل (۶): تصاویر آنالیز X-Ray Map از سطح a



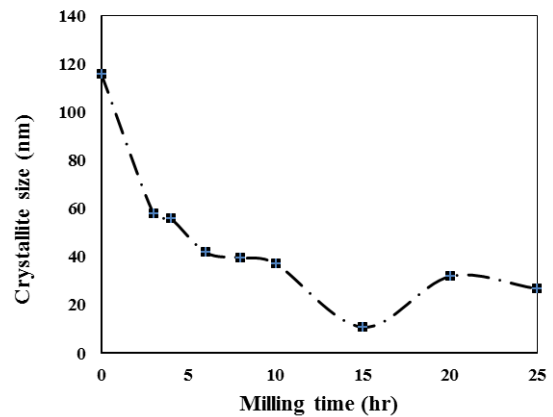
شکل (۹): تغییرات پارامتر شبکه آلومینیوم بر حسب زمان آسیاب کاری در آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴

همانگونه که در شکل (۹) مشاهده می‌شود از زمان صفر آسیاب کاری تا زمان ۳ ساعت آسیاب کاری پارامتر شبکه افزایش یافته است که یکی از دلایل اصلی این افزایش در پارامتر شبکه به خاطر حل شدن عناصر آلیاژی در ساختار آلومینیوم می‌باشد اما از آنجا که بعد از اتمام آلیاژ سازی باز هم پارامتر شبکه رو به افزایش می‌باشد به خصوص در زمان های بالای آسیاب کاری می‌توان به خود عملیات آسیاب کاری اشاره نمود زیرا با افزایش تغییر فرم پلاستیک، چگالی نواقص کریستالی نیز افزایش می‌یابد. لذا در مناطق اطراف نواقص کریستالی، فاصله بین صفحات بیشتر شده و باعث جابجایی و تغییر موقعیت پیک ها به سمت زوایای کمتر و نهایتاً افزایش در پارامتر شبکه می‌شود [۸ و ۲۱].

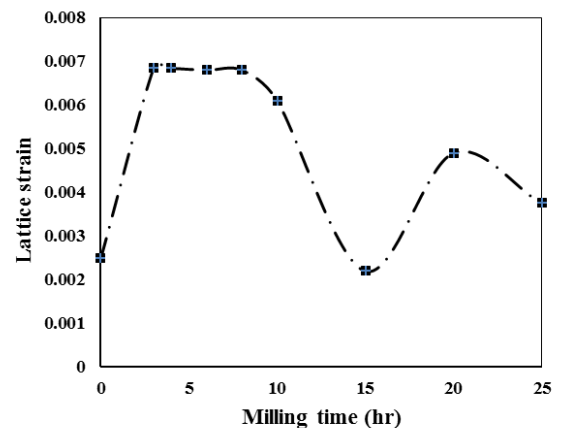
### ۳-۲- تولید پودر کامپوزیت نانو ساختار Al7014/ X Wt% Al2O3 به روش آلیاژ سازی مکانیکی

قسمت دوم این کار تحقیقاتی تولید پودر کامپوزیت نانو ساختار آلومینیوم ۷۰۱۴ با مقادیر ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی مقاوم ساز اکسید آلومینیوم می‌باشد. برای این کار به پودر آلیاژی آلومینیوم ۷۰۱۴ سه ساعت آسیاب کاری شده، ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی اکسید آلومینیوم اضافه گردید و با همان شرایط قبلی آسیاب سیاره ای

می‌توان به اثر اندازه بلورک ها در کرنش شبکه نسبت داد. از آنجایی که در زمان ۱۵ ساعت آسیاب کاری به کمترین میزان در اندازه بلورک ها یعنی ۱۱ نانومتر می‌رسد، در نتیجه نابجایی ها راحت تر خود را به مرز دانه ها رسانده و آزاد می‌شوند و همانطور که ملاحظه می‌شود تاثیر مستقیمی در کاهش کرنش شبکه خواهد گذاشت [۲۲].



شکل (۷): تغییرات اندازه بلورک های آلومینیوم ۷۰۱۴ بر حسب زمان آسیاب کاری



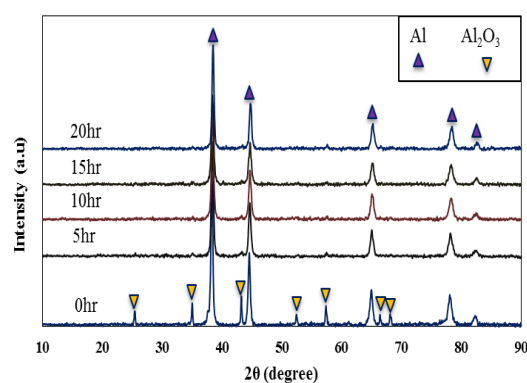
شکل (۸): تغییرات کرنش شبکه آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ بر حسب زمان آسیاب کاری

در زمان های مختلف آسیاب کاری (۰، ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰، ۱۵، و ۲۵ ساعت) آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴، پارامتر شبکه محاسبه گردید و نتایج آن بر حسب زمان آسیاب کاری در شکل (۹) آورده شده است.

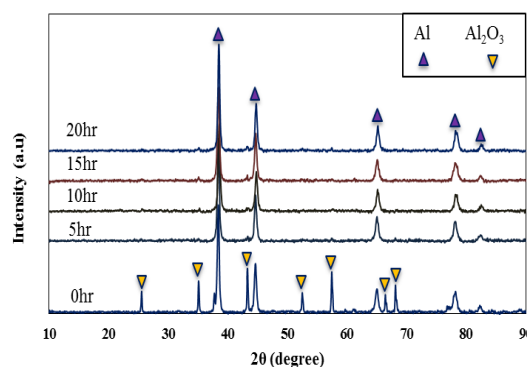
کامپوزیت با ۲۰ درصد آلومینا در زمان های مختلف آسیاب کاری را نشان می دهد. همانگونه که در این شکل ها دیده می شود با افزایش درصد وزنی آلومینا و همچنین زمان آسیاب کاری در کامپوزیت Al7014/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با ۱۰ و ۲۰ درصد مقاوم ساز اندازه بلورک ها و کرنش شبکه کاهش یافته است به طوری که در ۲۰ ساعت آسیاب کاری برای ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی آلومینا اندازه بلورک ها به ترتیب برابر ۳۱ و ۲۷ نانومتر و کرنش شبکه هم برابر ۰/۰۰۴۹ و ۰/۰۰۳۳ می باشد. علت کاهش اندازه بلورک ها می تواند به این دلیل باشد که چون آلومینا یک اکسید سخت است، هنگام قرارگیری در زمینه نرم آلومینیوم آلیاژی ۷۰۱۴ در اثر افزایش زمان آسیاب کاری تغییر فرم پلاستیک و کار سختی بیشتر شده و نهایتا باعث به وجود آمدن چگالی بالاتری از عیوب به خصوص نابجایی ها می گردد، که این امر باعث کاهش در اندازه بلورک ها خواهد شد. اما در مورد کرنش شبکه اگر چه انتظار می رود با افزایش زمان آسیاب کاری افزایش پیدا کند ولی ملاحظه می گردد با افزایش زمان آسیاب کاری، کرنش شبکه در حال کاهش می باشد که دلیل این موضوع به کاهش اندازه بلورک ها با افزایش زمان آسیاب کاری بر می گردد زیرا با کاهش اندازه بلورک ها، نابجایی های تولید شده بر اثر کار مکانیکی راحت تر می توانند خود را به مرز دانه ها رسانده و آزاد شوند که این کار تاثیر مستقیمی در کاهش کرنش شبکه خواهد گذاشت. به منظور بررسی تغییرات مورفولوژی و ریز ساختار و همچنین بررسی توزیع ذرات مقاوم ساز درون زمینه کامپوزیتی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده گردید. شکل (۱۶) تغییرات مورفولوژی و اندازه ذرات کامپوزیت Al7014/10Wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> را در زمان های ۵، ۱۰ و ۱۵ ساعت آسیاب کاری نشان می دهد. همانطور که در شکل (۱۶) مشاهده می شود تاثیر زمان آسیاب کاری بر تغییرات مورفولوژی ذرات پودر کامپوزیت Al7014/10 Wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> مشخص است و می توان ریز شدن ذرات در اثر افزایش زمان آسیاب کاری مشاهده نمود. به طور کلی در فرآیند آلیاژ سازی مکانیکی دو مکانیزم اصلی بر تغییرات ذرات پودری از

در زمان های مختلف آسیاب شد.

شکل های (۱۰) و (۱۱) پراش پرتو ایکس کامپوزیت با ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی مقاوم ساز را در زمان های مختلف آسیاب کاری نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود در این فرآیند تغییر ترکیب شیمیایی اتفاق نمی افتد. به دلیل ماهیت ترد ذرات اکسید آلومینیوم در فرآیند آسیاب کاری اندازه ذرات به حد نانومتر رسیده است [۱۹] به همین خاطر پیک های مربوط به آن دیده نمی شود.



شکل (۱۰): الگوی پراش کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ با ۱۰ درصد وزنی مقاوم ساز اکسید آلومینیوم در زمان های مختلف آسیاب کاری



شکل (۱۱): الگوی پراش کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ با ۲۰ درصد وزنی مقاوم ساز اکسید آلومینیوم در زمان های مختلف آسیاب کاری

تاثیر درصد وزنی اکسید آلومینیوم بر اندازه بلورک های آلومینیوم و کرنش شبکه در شکل های (۱۲) تا (۱۵) آمده است که به ترتیب نمودارها برای کامپوزیت با ۱۰ درصد آلومینا و

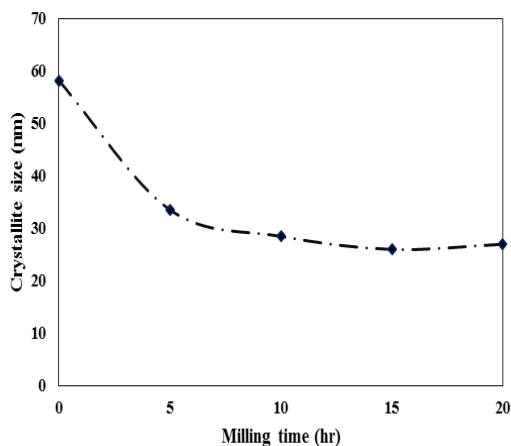


لحاظ مورفولوژی حاکم است که عبارت است از [۴]:

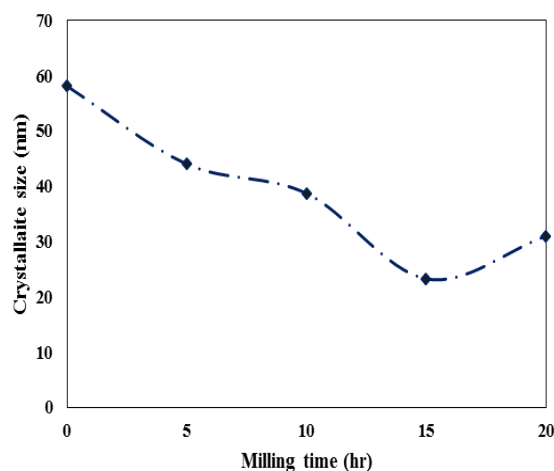
- مکانیزم جوش سرد

- مکانیزم شکست ترد

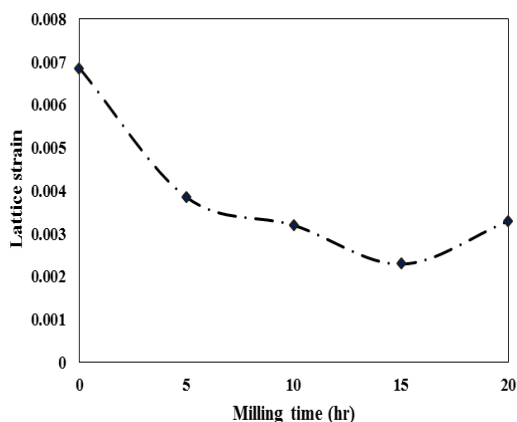
با قرار گرفتن ذرات آلومینا در میان زمینه به دلیل ماهیت سخت و ترد که دارند ذرات آلومینیوم متحمل تغییر شکل شده و با افزایش زمان آسیاب کاری ذرات ریز تر شده و به مورفولوژی گرد و هم محور میل می کنند.



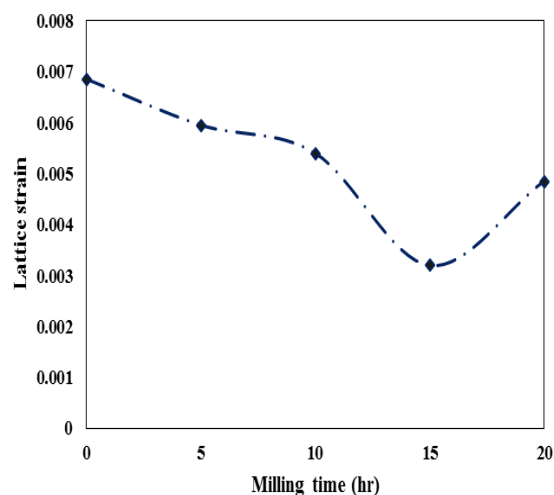
شکل (۱۴): تغییرات اندازه بلورک های کامپوزیت با بیست درصد آلومینا بر حسب زمان آسیاب کاری



شکل (۱۲): تغییرات اندازه بلورک های کامپوزیت با ده درصد آلومینا بر حسب زمان آسیاب کاری

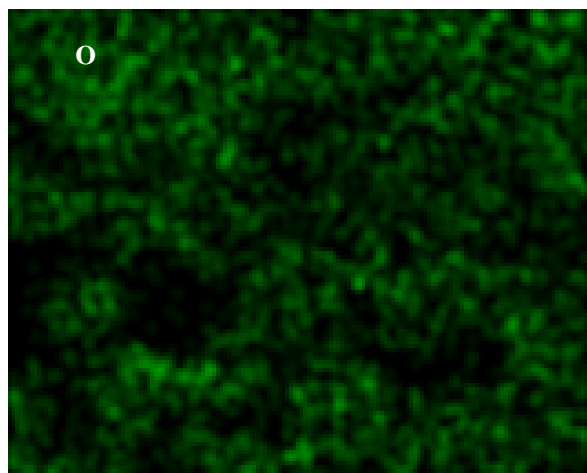
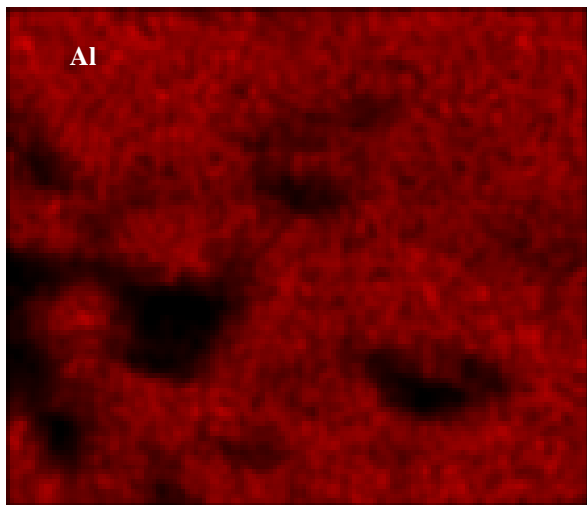
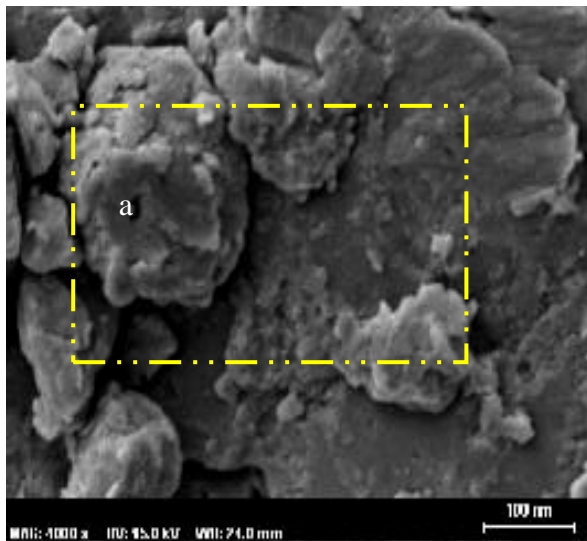


شکل (۱۵): تغییرات کرنش شبکه کامپوزیت با بیست درصد آلومینا در زمان های مختلف آسیاب کاری

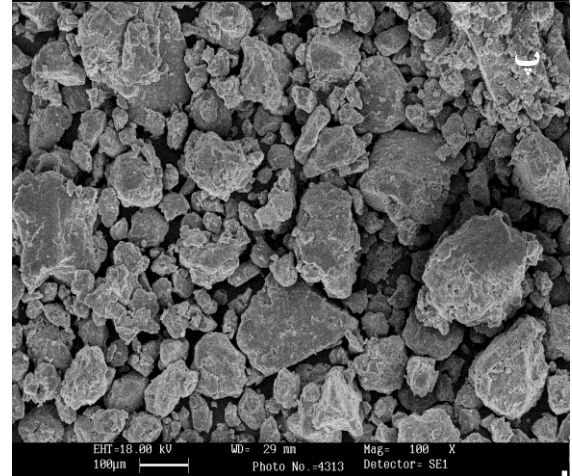
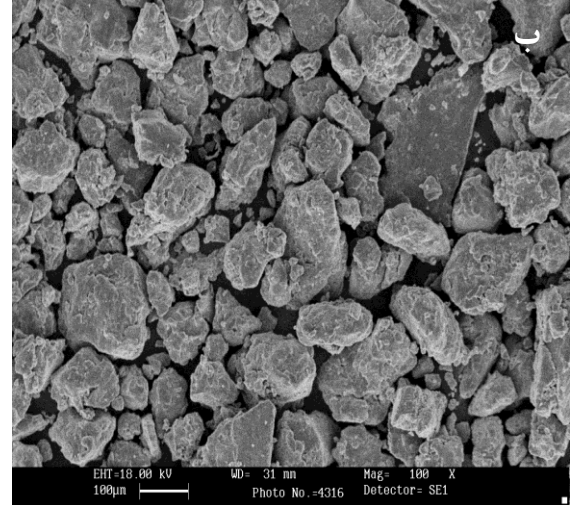
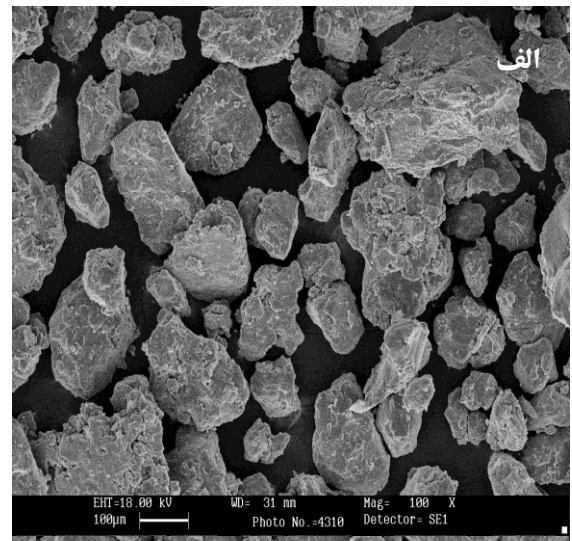


شکل (۱۳): تغییرات کرنش شبکه کامپوزیت با ده درصد آلومینا در زمان های مختلف آسیاب کاری

به منظور بررسی نحوه توزیع ذرات مقاوم ساز آلومینا درون زمینه آلومینیوم ۷۰۱۴ از کامپوزیت با ۲۰ درصد وزنی آلومینا که به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شده است آنالیز X-Ray Map و از سطح پودر کامپوزیتی به طور میانگین آنالیز EDX گرفته شد که نتایج آن در شکل (۱۷) و (۱۸) آورده شده است. همانطور که ملاحظه می شود عنصر اکسیژن که نماینده آلومینا می باشد به طور یکنواخت در سطح پراکنده شده است. این امر حاکی از آن است که مقاوم ساز به طور یکنواخت در زمینه آلومینیوم توزیع شده است و همچنین آنالیز EDX از سطح، حضور اکسیژن و عناصر آلیاژی آلومینیوم ۷۰۱۴ را تایید می نماید.

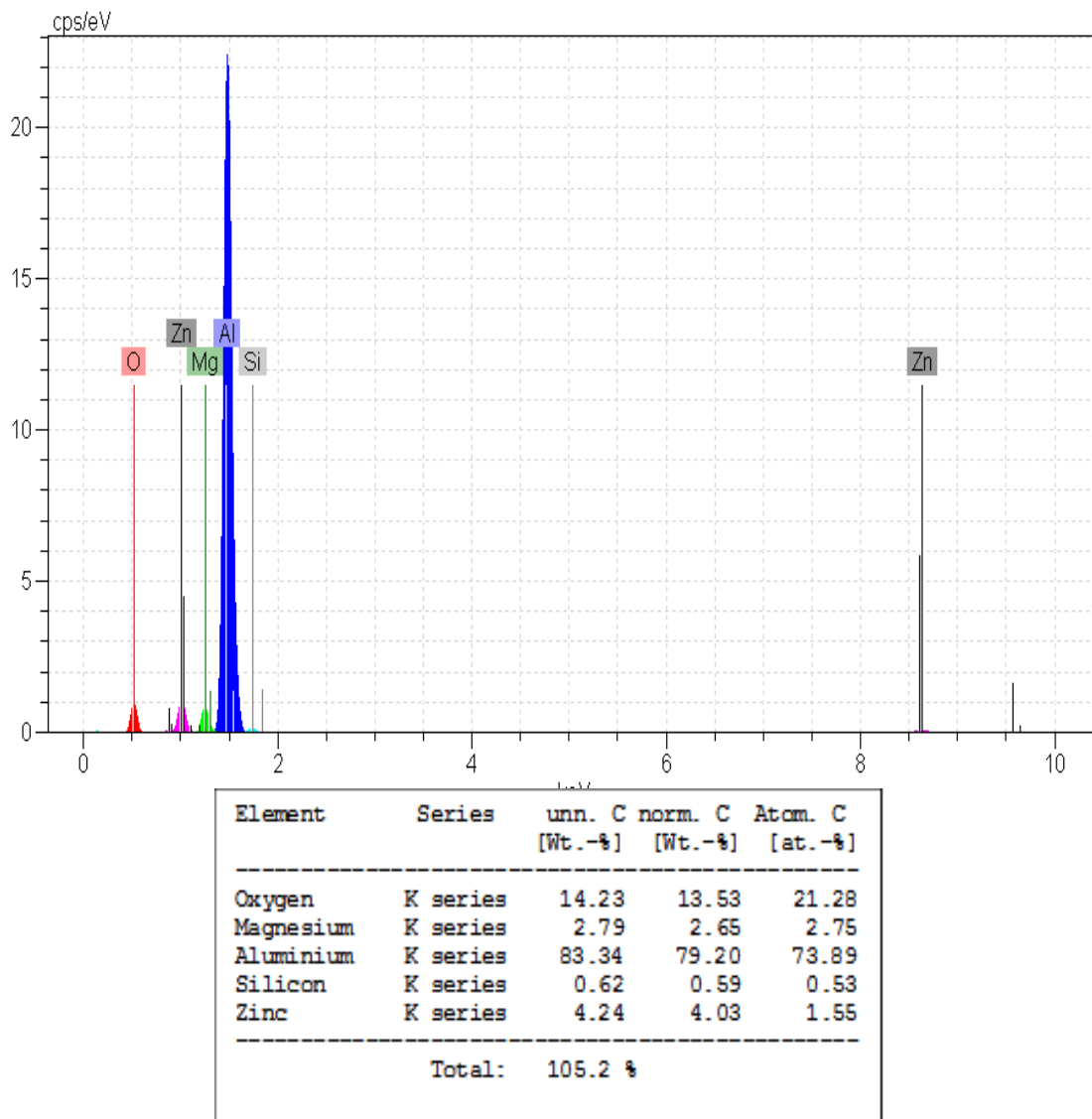


شکل (۱۷): آنالیز X-Ray Map کامپوزیت با ۲۰ درصد مقاوم ساز و ۲۰ ساعت آسیاب شده



شکل (۱۶): تصاویر SEM کامپوزیت  $Al_7014/3Wt\% Al_2O_3$ : (الف): ۵

ساعت، (ب): ۱۰ ساعت و (پ): ۱۵ ساعت، آسیاب کاری



شکل (۱۸): آنالیز عنصری EDX کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ با ۲۰ درصد وزنی مقاوم ساز و ۲۰ ساعت آسیاب شده

### ۳-۳- بررسی میکروسختی

شکل (۱۶) تغییرات میکروسختی آلیاژ آلومینیوم ۷۰۱۴ و کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ با ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی مقاوم ساز را بر حسب زمان های متفاوت آسیاب کاری، نشان می دهد. تحقیقات نشان می دهد [۴] سختی آلیاژها و کامپوزیت های تهیه شده توسط آلیاژ سازی مکانیکی تحت تاثیر چهار عامل می باشد که عبارتند از:

- تشکیل محلول جامد

- کاهش اندازه بلورک ها

- کار سختی

- حضور ذرات مقاوم ساز

همانطور که در شکل (۱۹) مشاهده می شود با افزایش زمان آسیاب کاری، سختی آلومینیوم آلیاژی ۷۰۱۴ در حال افزایش است که در افزایش این سختی علاوه بر کاهش اندازه بلورک ها و کار سختی پودر تشکیل محلول جامد نیز تاثیر بسزایی دارد. رابطه بین اندازه بلورک ها و تغییرات استحکام را دو محقق موسوم به Hall و Petch بررسی نمودند که نتایج حاکی از این بود که افزایش سختی با کاهش اندازه دانه رابطه مستقیمی دارد

#### ۴- نتیجه گیری

انجام این کار تحقیقاتی به نتایج زیر منجر شد:

۱- امکان تولید آلیاژ نانو ساختار آلومینیوم ۷۰۱۴ به روش آلیاژ سازی مکانیکی وجود دارد.

۲- با افزایش زمان آسیاب کاری، میزان سختی آلومینیوم ۷۰۱۴ افزایش پیدا می‌کند. به طوری که در زمان ۱۵ ساعت آسیاب کاری، میزان سختی ۱۳۰ ویکرز گزارش گردید.

۳- کمترین اندازه بلورک‌های آلومینیوم ۷۰۱۴ در فرآیند آسیاب کاری مربوط به زمان ۱۵ ساعت می‌باشد که اندازه بلورک‌ها در این زمان ۱۱ نانومتر می‌باشد.

۴- امکان تولید کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴ با مقاوم ساز ذره ای آلومینا به روش آلیاژ سازی مکانیکی وجود دارد.

۵- با افزایش زمان آسیاب کاری توزیع یکنواخت‌تری از ذرات مقاوم ساز درون زمینه ایجاد می‌شود.

۶- با افزایش درصد وزنی مقاوم ساز و زمان آسیاب کاری سختی کامپوزیت افزایش پیدا می‌کند.

#### ۵- تقدیر و تشکر

این پژوهش در مرکز تحقیقات مواد پیشرفته دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف‌آباد و با همکاری کارشناس ارشد مهندسی مواد، جناب آقای مهندس اکبر چمی صورت گرفت.

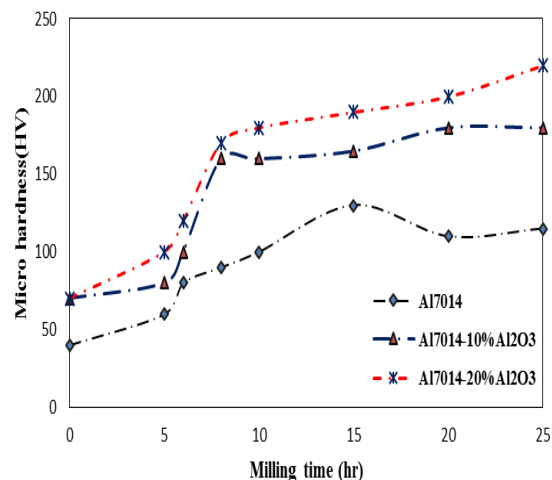
#### ۶- مراجع

- [1] A. Bhaduri, V. Gopinathan, P. Ramakrishnan & A. P. Miodownik, "Processing and properties of SiC particulate reinforced Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu alloy (7010) matrix composites prepared by mechanical alloying", Materials Science and Engineering A, No 221, pp. 94-101, 1996.
- [2] T. G. During, D. Karabi & D. Siddharatha, "Synthesis and Characterization of Al Matrix Composites Reinforced by in Situ Alumina Particulates", Materials Science and Engineering A, Vol. 445-446, pp. 100-105, 2007.
- [3] J. Safari, G. H. Akbari, A. Shahbazkhan & M. Delshad Chermahini, "Microstructural and Mechanical properties of Al- Mg/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano

که بین تنش تسلیم و اندازه متوسط بلورک‌ها رابطه (۴) برقرار است [۱۸].

$$\sigma_o = \sigma_i + \frac{k}{\sqrt{D}} \quad (4)$$

که در این رابطه  $\sigma_o$  تنش تسلیم،  $\sigma_i$  تنش اصطکاکی شبکه مخالف با حرکت نابجایی‌ها،  $k$  ثابت هر ماده و  $D$  مقدار اندازه متوسط بلورک‌ها می‌باشد. از طرفی در مورد آلومینیوم آلیاژی علاوه بر اثر Hall- Petch، زمانی که عناصر آلیاژی در شبکه آلومینیوم حل می‌شوند و تشکیل محلول جامد می‌دهند ایجاد میدان های تنش در اطراف خود خواهند کرد که این میدان‌ها موانع حرکتی برای نابجایی‌ها هستند و هرچه تعداد این میدان‌ها بیشتر باشد، مانع حرکتی نابجایی‌ها قوی تر و در نتیجه سختی آلیاژ بیشتر خواهد بود [۱۸]. دلیل افزایش سختی کامپوزیت با افزایش درصد وزنی اکسید آلومینیوم را می‌توان در دو مکانیزم خلاصه نمود. مکانیزم اول به سختی بالای ذاتی ذرات اکسید آلومینیوم بر می‌گردد که با قرار گیری در زمینه نرم آلومینیوم باعث افزایش کار سختی و افزایش چگالی نابجایی‌ها می‌شود. مکانیزم دوم را می‌توان کاهش اندازه بلورک‌ها و افزایش مساحت مرز بلورک‌ها که موانعی برای حرکت نابجایی‌ها هستند، دانست [۳ و ۱۸].



شکل (۱۹): تغییرات میکرو سختی آلومینیوم ۷۰۱۴ و کامپوزیت با ۱۰ و ۲۰ درصد وزنی آلومینا بر حسب زمان آسیاب کاری

- [13] N. Hosseini, F. Karimzadeh, M. H. Abbasi & M. H. Enayati, "Tribological properties of Al6061–Al2O3 nanocomposite prepared by milling and hot pressing", *Materials and Design*, No. 31, pp. 4777-4785, 2010.
- [14] J. L. Hernandez Rivera, J. J. Cruz Rivera, V. Pazdelangel, V. Garibay Febles, O. Coreno Alonso & R. Martnezsanchez, "Structural and morphological study of a 2024 Al–Al2O3 composite produced by mechanical alloying in high energy mill", *Materials and Design*, No. 37, pp. 96-101, 2012.
- [۱۵] ر. تفرشی و ا. باباخانی، "تولید و بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت ذره ای آلومینیوم-گرافیت تولید شده به روش متالورژی پودر"، سومین همایش مشترک انجمن مهندسين متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ایران، دانشگاه شهید باهنر کرمان، آبان ۱۳۸۸.
- [۱۶] م. طاهری اثنی عشری، ف. کریم زاده و م.ح.عنایتی، "بررسی مکانیزم تشکیل آلیاژ نانو ساختار Al6061 حین فرآیند آلیاژسازی مکانیکی و عملیات حرارتی"، پنجمین همایش مشترک انجمن مهندسين متالورژی و جامعه علمی ریخته گران ایران.
- [17] M. Tavoosi, M. H. Enayati & F. Karamzadeh, "Softening behaviour of Nano structured Al-14 Wt % Zn alloy during mechanical alloying", *Journal of Alloy and Compounds*, No. 464, pp. 107-110, 2008.
- [۱۸] د. هال، د. بیکن و ع. اکرامی، "متالورژی مکانیکی آشنایی با نابجایی‌ها"، موسسه انتشارات دانشگاه صنعتی شریف، ۱۳۸۶.
- [۱۹] ف. گلستانی فرد و م. بهره ور، "روش های شناسایی و آنالیز مواد"، دانشگاه علم و صنعت ایران، انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، شماره ۴۰۸، چاپ دوم، ۱۳۸۵.
- [20] J. Gubicza, M. Kassem, G. Ribarik & T. Unger, "The micro structure of mechanically alloyed Al-Mg determined X-ray diffraction peak profile analysis", *Journal of Materials Science and Engineering A*, No. 372, pp. 115-122, 2004.
- [21] O. Ismail, A. Sascha, M.Silke & W. Bernhard, "Nano crystalline Al- Al2O3p and SiCp composite produced by high- energy ball milling", *Journal of Materials Processing*, No. 205, pp. 111-118, 2008.
- [۲۲] ج. صفری و غ.ح. اکبری، "مشخصه یابی تاثیر افزایش منیزم بر کامپوزیت نانو ساختار Al- 5Al2O3 حین فرآیند آلیاژ سازی Composite prepared by mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, No. 509, pp. 9419-9424, 2011.
- [4] C. Suryanarayana & N. Al- Aqeeli, "Mechanically alloyed Nano composites", *Progress in Materials Science*, Vol. 58, pp.383-502, 2012.
- [5] J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert & J. M. Torralba, "Effect of Mechanical alloying on the Morphology, Microstructure and Properties of Aluminum Matrix Composite Powders", *Materials Science and Engineering A*, No. 342, pp. 131-143, 2003.
- [6] M. Tavoosi, F. Karimzadeh & M. H. Enayati, "Fabrication of Al–Zn/ $\alpha$ -Al2O3 Nano composite by mechanical alloying", *Materials Letters*, No. 62, pp. 282-285, 2007.
- [7] E. M. Rui Navas, J. B. Foganolo, F. Velasco, J. M. Rui Prieto & L. Froyen, "One Step Production of Aluminum Matrix Composite Powders by Mechanical Alloying", *Composite Part A*, No. 37, pp. 2114-2120, 2006.
- [8] S. M. Zebarjad & S. A. Sajjadi, "Microstructure Evaluation of Al-Al2O3 Composite Produced by Mechanical Alloying Method", *Materials and Design*, No. 27, pp. 684-688, 2006.
- [9] M. Rahimian, N. Parvin & N. Ehsani, "Investigation of particle size and amount of alumina on microstructure and mechanical properties of Al matrix composite made by powder metallurgy", *Materials Science and Engineering*, No. A527, PP. 1031-1038, 2010.
- [10] D. Gu, Z. Wang, Y. Shen, Q. Li & Y. Li, "In-Situ TiC Particle Reinforced Ti-Al Matrix Composites Powder Preparation by Mechanical Alloying and Selective Laser Melting behavior", *Applied Surface Science*, No. 255, pp. 9230-9240, 2009.
- [11] S. M. Zebarjad & S. A. Sajjadi, "Dependency of Physical and Mechanical Properties of Mechanical Alloyed Al-Al2O3 composite on Milling time", *Materials and Design*, No. 28, pp. 2113-2120, 2007.
- [12] J. M. Wu & Z. Z. Li, "Nano Structured Composite Obtained by Mechanical Driven Reduction Reaction of CuO and Al Powder Mixture", *Journal of Alloys and Compound*, No. 299, pp. 9- 16, 2000.

مکانیکی"، دومین همایش ملی نانو مواد و نانو تکنولوژی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، اردیبهشت ۱۳۸۹.

۷- پی نوشت

---

[1] Process control agent