

خواص کششی دمای بالای آلومینیم خالص نانو ساختار و نانوکامپوزیت اکسترود شده گرم Al- 5vol%SiC

سید عبدالجید خادم^۱، سعید ناطق^۲ و حسین یوزباشی زاده^۳

۱- استاد یار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده مواد، تهران، ایران

۲- استاد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده مواد، تهران، ایران

khadem@iau-saveh.ac.ir

nategh@sharif.edu

yoozbashi@sharif.edu

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۰۳/۰۳ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۵/۰۶)

چکیده

پودر نانوکامپوزیت Al-5vol%SiC و پودر آلومینیم خالص نانو ساختار به کمک آسیاب سایشی و استفاده از پودر آلومینیم خالص با ابعاد ۲۰ تا ۵۰ میکرومتر و نانوذرات SiC با ابعاد ۲۰ تا ۵۰ نانومتر تولید گردید. سپس پودرهای تولید شده با روش اکستروژن گرم، منسجم سازی و مستحکم شدند. به کمک ماشین برش با سیم، نمونه‌های کششی مسطح از محصول فشار کاری شده تهیه گردید. نتایج آزمایشات کشش در دمای ۲۵ تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد نشان دادند که استحکام نمونه‌های آلومینیم نانوکامپوزیت در هر دمایی بیشتر از نانو ساختار هستند و با افزایش دما استحکام آنها کاهش می‌یابد. نتایج شکست نگاری مقاطع شکست، نشانگر شکست ترد برای نانوکامپوزیت و شکست نرم برای آلومینیم خالص نانو ساختار است.

واژه‌های کلیدی:

آلیاژسازی مکانیکی، متالورژی پودر، نانوکامپوزیت، خواص دمای بالا ، Al/SiC

۱- مقدمه

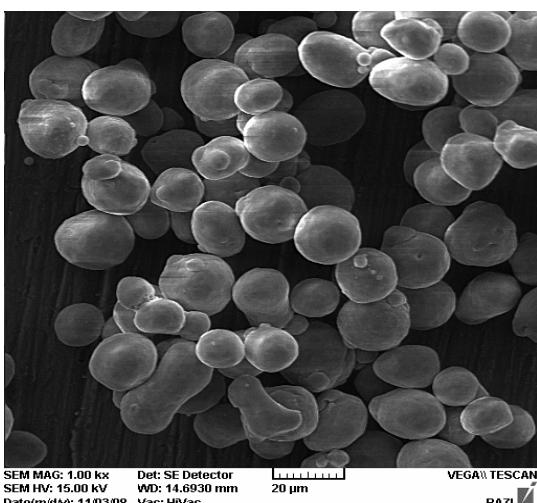
میکرونی دارای استحکام بالاتری می‌باشدند [۷]. اطلاعات کمی در مورد استحکام کششی نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی با تقویت کننده کاربید سیلیسیم منتشر شده است. تأثیر درجه حرارت روی استحکام فشاری نانوکامپوزیت Al-5vol.%SiC در حالت‌های مختلف با ذرات نانوئی و ذرات میکرونی توسط کامرانی و همکارانش [۷] مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج تحقیقات آنها نشان می‌دهد که در هر دو حالت افزایش درجه

آلیاژهای متداول آلومینیم از نظر سبک وزنی و کمی هزینه مطلوب هستند اما استفاده از آنها گاهی بخاطر نرمی و خصوصیات آن در دماهای بالا، محدود می‌شود [۱]. تحقیقات نشان داده است که استفاده از ذرات تقویت کننده سرامیکی موجب بهبود استحکام کششی در دماهای مختلف شده می‌شود [۱ و ۶]. نانوکامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی که دارای اجزائی با ابعاد نانو هستند نسبت به کامپوزیت‌های دارای تقویت کننده

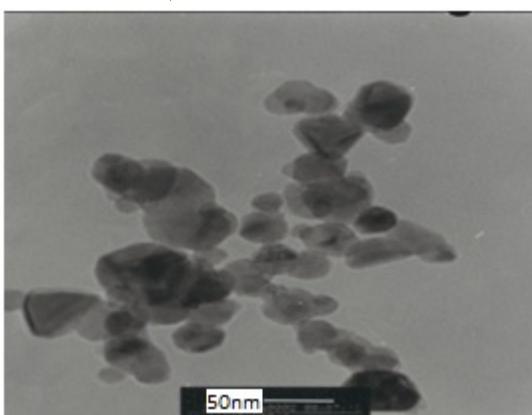
نانوذرات کاربید سیلیسیم و همچنین آلومینیم خالص و اکستروژن آن‌ها مواد نانو کامپوزیت و نانوساختار از این مواد تولید گردید و خواص کششی دمای بالا برای آن‌ها مورد آزمایش قرار گرفت.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از پودر آلومینیوم تولید شده طبق شکل (۱) به عنوان ماده زمینه استفاده شده است. این پودر از طریق افسانش توسط گاز نیتروژن تولید شده است. از ذرات کاربید سیلیسیم به عنوان جزء تقویت کننده کامپوزیت استفاده شد که طبق شکل (۲) دارای ابعاد ۲۰ تا ۵۰ نانومتر بود.



شکل (۱): میکروگراف ذرات پودر آلومینیم خالص مصرفی

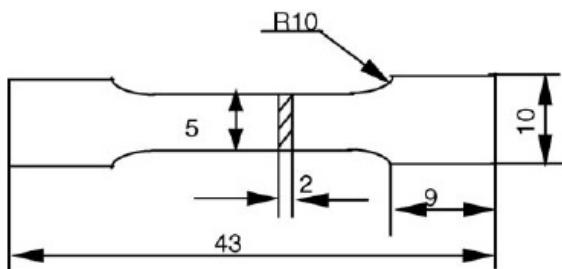


شکل (۲): تصویر میکروسکوپ عبوری (TEM) از پودر کاربید سیلیسیم مصرفی

حرارت موجب کاهش استحکام و افزایش انعطاف پذیری می‌گردد و برای ذرات نانوئی به نسبت میکرونی استحکام بیشتری بدست می‌آید [۵ و ۷]. تأثیر دما روی خواص فشاری نانو کامپوزیت $\text{Al}-10\% \text{V}_2\text{O}_5$ تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی و اکستروژن توسط بلاز و همکارانش [۸] مورد مطالعه قرار گرفت. آن‌ها تنش سیلان این نانو کامپوزیت را در محدوده ۶۲۲ تا ۹۲۳ کلوین بررسی کردند و مشاهده نمودند که با افزایش درجه حرارت حداکثر تنش سیلان کاهش می‌یابد. علیرغم کارسختی کمی که در دماهای ۹۰۳ و ۸۷۳ کلوین مشاهده شد، در سایر دماها سرعت کاربری می‌بیشتر از سرعت کارسخت است که علت آن به بازیابی دینامیکی در زمینه آلومینیم نسبت داده شده است. فرکل و همکارانش [۹] استحکام و سختی منیزیم تقویت شده با ذرات نانومتری SiC در دماهای بالا را مورد بررسی قرار دادند. این نانو کامپوزیت با روش آسیاب مکانیکی و اکستروژن در دماهای بالا تولید گردید. آن‌ها رفتار مکانیکی این نانو کامپوزیت‌ها را در دماهای ۱۰۰، ۲۰۰ و ۳۰۰ درجه سانتی گراد بررسی کردند. نتیجه کاهش سختی و استحکام در دماهای بالا بود که به واکنش‌های احتمالی بین منیزیم و نانوذرات SiC و یا فرآیندهایی نظیر صعود و یا از بین رفتن ناجائیها نسبت داده شد و موجب کاهش چگالی ناجائیها می‌گردد. حسن و همکارانش [۱۰] نیز تحقیقاتی در مورد خواص کششی دمای بالای نانو کامپوزیت Mg-Al_{203} انجام دادند. نتایج این تحقیق نشان داد که در دماهای ۱۵۰ و ۲۰۰ درجه سانتی گراد استحکام نانو کامپوزیت $\text{Mg}-1.1\text{Al}_{203}$ کاهش و انعطاف پذیری آن افزایش می‌یابد. کامرانی و همکارانش [۷] خواص فشاری دمای بالای نانو کامپوزیت آلومینیم با ذرات کاربید سیلیسیم را مورد مطالعه قرار دادند و نتایج مشابهی گرفتند.

علیرغم تحقیقات گسترده در زمینه‌های مختلف آسیاب کاری مکانیکی آلومینیم با ذرات کاربید سیلیسیم، اطلاعات کمی در مورد خواص مکانیکی دمای بالای آن‌ها منتشر شده است. در این تحقیق با روش آسیاب کاری مکانیکی پودر آلومینیم و

قالب به منظور همدمايی کامل، داخل کوره پيشگرم در دمای ۵۰۰ درجه سانتي گراد به مدت حدود ۴۵ دقيقه پيشگرم شدند. سپس قوطی ها داخل محفظه اکستروژن قرار گرفتند. اکستروژن قوطی ها با نسبت ۹:۱ انجام شد. سطح مقطع ييلت هاي بدست آمده مستطيل شكل و با ابعاد ۲۲-۱۵ ميليمتر بود. به منظور انجام آزمون کشن محصول اکستروژن شده توليدی توسيط برش سيم آزمون (Wire Cut) به نمونه هاي صفحه اي کوچك با طول گيج ۲۰ ميليمتر و مقطع ۲ در ۵ ميليمتر مربع طبق شكل (۳) بريلde شد. سپس نمونه هاي کشن مطابق استاندارد [ASTM E811] توسيط برش سيم ايجاد شد.



شکل (۳): ابعاد نمونه کشن (کليه ابعاد به ميليمتر)

از آنجايی که از روش برش سيم برای ساخت نمونه ها استفاده شد، ناصافی هاي روی سطح نمونه ايجاد می شود. لذا از سمباده با درجه ۲۰۰ برای بروتف کردن اين اثرات استفاده شد. در نهايیت به منظور حذف تنش هاي ناشي از عملیات ساخت، نمونه ها داخل کوره ای با اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت در دمای ۲۰۰ درجه سانتي گراد تابکاري شدند.

جدول (۱): چگالي کامپوزيت Al-5vol.%SiC و نمونه Al توليدی به روش

آسياب مکانيکي و اکستروژن گرم

نمونه	چگالي	چگالي	درصد	اندازه	دانه	حرفه ها	نمونه
	(gr/cm³)	(gr/cm³)		(nm)			
Al-5vol.%SiC	۲/۷۲	۲/۷۲	۰	۳۵			
Al	۲/۷	۲/۷۰	۰	۵۵			

برای تولید پودر نانو کامپوزیت Al-5vol.% SiC، با توجه به وزن مخصوص مواد اولیه و كسر حجمی مدنظر، توزین پودرها توسيط يك ترازوی ديجيتال با دقت ۰/۰۱ گرم صورت گرفت. بدليل استفاده از آسياب مکانيکي در تولید پودر کامپوزيتی، نياز به عامل کنترل کننده فرابند (PCA)^۱ بود. برای اين منظور از آسييد استشاريک که شایع ترین عامل کنترل کننده فرایند مصرفی در مورد کامپوزيتها است، استفاده شد. ميزان عامل کنترل کننده فرایند مصرفی دو درصد وزنی بود. پس از توزین دقيق مواد اولیه، مخلوط سازی پودرهای آلومینیوم، کاربید سیلیسیم و آسييد استشاريک در داخل يك ظرف درب دار مناسب ريخته شده و به مدت ده دقيقه به صورت دستی مخلوط گردید و سپس به آسياب اضافه گردید. برای آسياب مخلوط هاي پودري، از يك آسياب سايشي^۲ استفاده شد. از گلوله هاي از جنس فولاد و با قطر ۵-۶mm در آسياب استفاده شد. نسبت وزني بین گلوله و پودر ۲۰:۱ انتخاب شد. پس از پرشدن حدود يك سوم محفظه ها، درب آنها بسته شده و گاز آرگون به عنوان اتمسفر محافظه به مدت ۱۵ دقيقه داخل محفظه ها دميده شد. آسياب کردن پودرها تا ۳۵ ساعت برای آلومینیم خالص و تا ۲۵ ساعت برای حالت کامپوزيتی ادامه یافت. ضمن آسياب کاري، به صورت مداوم داخل محفظه ها گاز آرگون دميده شد. پس از آسياب پودرها، مخلوط هاي پودري داخل فوييل هاي از جنس آلومينيوم پيچide شد و به منظور حذف مواد فعل کننده موجود (آسييد استشاريک) به مدت ۱ ساعت در کوره با اتمسفر گاز خشني آرگون در دمای ۴۵۰ درجه سانتي گراد ساعت حرارت داده شدند. پس از اين مرحله، پودرها در قوطی هاي از جنس آلومينيوم با قطر داخلی حدود ۶۰mm و ارتفاع مناسب ريخته شده و طی دو مرحله آماده شدند. ابتدا با فشار حدود ۲۰ MPa پرس سرد گردیدند تا چگالي افزايش يابد. اين موضوع علاوه بر کمك به افزايش چگالي پس از اکستروژن گرم، مقدار اکسیداسيون ذرات پودر آلومينيوم را هم کاهش مي دهد. سپس در قوطی ها توسيط اعمال فشار بسته و برای مرحله اکستروژن آماده شدند. قبل از آغاز عملیات اکستروژن قوطی ها، سنبه و

برای هر دو حالت نانوکامپوزیتی و خالص آسیاب شده (نانوساختار) کمتر از ۱۰۰ نانومتر است، بنابراین یک دلیل بالا بودن استحکام ریز بودن دانه‌ها است. بالا بودن میزان کارسختی (چگالی ناجائیها) نیز از عوامل دیگر بالا بودن استحکام است.

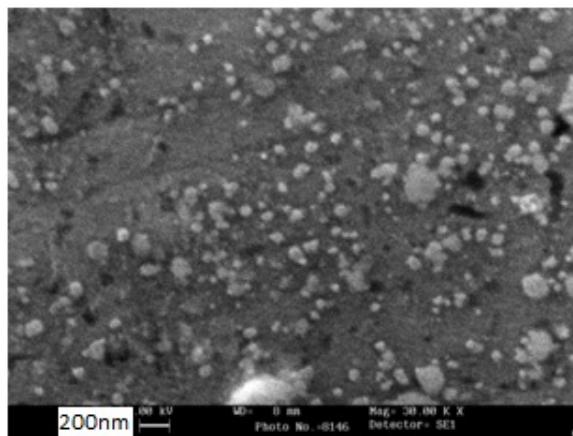
برای حالت نانوکامپوزیت، وجود ذرات ریز تقویت کننده نیز باعث افزایش و حفظ استحکام در دماهای بالا است. همه‌ی این عوامل موجب افزایش چندین برابری استحکام، نسبت به آلومینیم خالص با ابعاد دانه‌های میکرونی شده است که با روش اکستروژن مشابه سایر نمونه‌ها تولید شده ولی آسیاب نشده است. محققین دیگری نیز تأثیر آسیاب کاری و ایجاد نانوکامپوزیت را بطور مشابه گزارش نموده اند [۱۲ و ۱۴].

برای انجام آزمایش کشش در حالت گرم و دمای اتاق از دستگاه کشش مدل MST ساخت کشور آمریکا با ظرفیت ۱۵ تن استفاده گردید. چگالی نمونه Al-5vol.%SiC و نمونه Al توسط روش ارشمیدس محاسبه شد. جدول (۱) نتایج حاصل را نشان می‌دهد. به منظور تعیین چگالی تثوری از قانون مخلوط‌ها استفاده شده است. نتایج حاصل نشان می‌دهند که پس از اکستروژن تعداد زیادی از حفره‌ها حذف شده‌اند و چگالی به حد تثوری بسیار نزدیک است ($>99\%$).

شکل (۴) نیز نشان دهنده ریزساختار نانوکامپوزیت Al-5vol.%SiC در بزرگنمایی بالا است. اندازه گیری اندازه رسوبات به کمک این شکل بخوبی توزیع مناسبی از ذرات نانو را نشان می‌دهد و همخوانی خوبی با اندازه اولیه ذرات SiC دارد.

جدول (۲): تغییرات استحکام کامپوزیت Al-5 vol.%SiC و نمونه Al تولیدی به روش آسیاب مکانیکی و اکستروژن گرم

نمونه	درجه حرارت (°C)	استحکام تسلیم (Mpa)	استحکام نهائی (Mpa)	ازدیاد طول (%)
Al-5%SiC نانوکامپوزیت	۲۵	۵۰۰	۵۳۰	۱۷
Al-5%SiC نانوکامپوزیت	۱۵	-	۴۴۹	-
Al-5%SiC نانوکامپوزیت	۳۰	-	۲۲۵	-
آلومینیم خالص نانوساختار	۲۵	۲۳۱	۴۶۳	۲۱
آلومینیم خالص نانوساختار	۱۵	-	۳۶۸	-
آلومینیم خالص نانوساختار	۳۰	-	۱۷۸	-
آلومینیم خالص آسیاب نشده با ساختار میکرونی	۲۵	۶۴	۸۸	۴۹



شکل (۴): میکرو گراف مربوط به نانوکامپوزیت اکستروژن شده

۳-نتایج و بحث

جدول (۲) نتایج آزمایش کشش برای نمونه‌ها را در دمای اتاق و دماهای بالا نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که اولاً استحکام کششی نمونه‌های آلومینیم خالص آسیاب شده و نانوکامپوزیتی نسبت به آلومینیم خالص آسیاب نشده (با اندازه دانه میکرونی) که با همان شرایط تولید شده است، بسیار بالاتر است.

ثانیاً استحکام نمونه‌های نانوکامپوزیتی بالاتر از نمونه‌های آلومینیم خالص نانوساختار است. با توجه به اینکه اندازه دانه‌ها

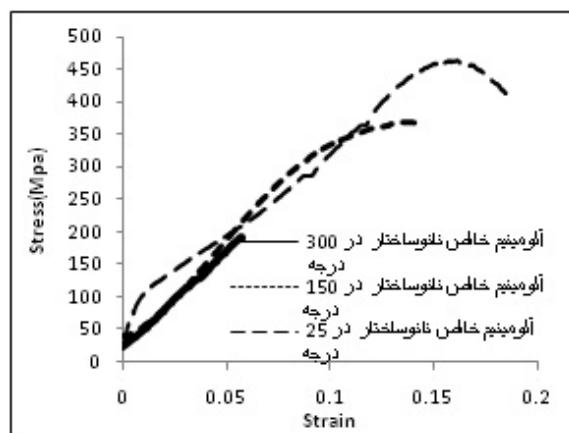
اشکال (۵) و (۶) منحنی های تنش-کرنش را برای حالت های آلومینیم خالص آسیاب شده و نانو کامپوزیت در دماهای مختلف نشان می دهد.

همچنین شکل (۷) نشان دهنده تغییرات استحکام کششی بر حسب دما است. شکل (۷) نشان می دهد که استحکام کششی با افزایش دما کاهش می باید ولی، در عین حال نانو کامپوزیت ها در هر دمایی دارای استحکام بیشتری نسبت به آلومینیم خالص نانو ساختار هستند. دلایل زیادی برای کاهش استحکام با افزایش دما، بیان شده است.

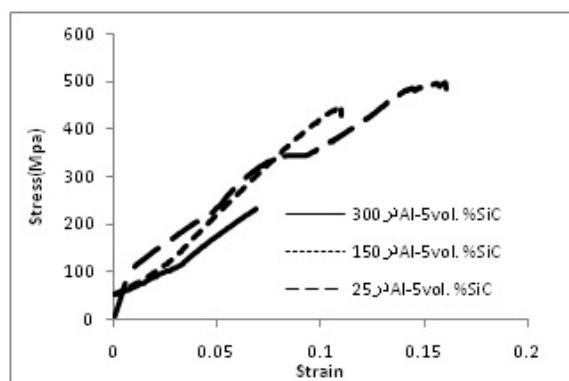
بازیک^۳ [۱] و ژائو^۴ [۱۵] یان کردند که با افزایش دما، زمینه نرمتر شده و تمرکز تنش در اطراف ذرات در اثر مقادیر مختلفی از ضرایب انبساط حرارتی زمینه و تقویت کننده بوجود آمده است، که این اتفاق نسبت به دمای اتاق، راحت تر رخ می دهد. در چنین شرایطی در فصل مشترک ذرات و زمینه یک فرآیند بازیابی دینامیکی، ایجاد می شود و بنابراین انتظار می رود که هرگونه اختلاف تنشی یا کرنش نامتناسب را بتوان با استفاده از یک فرآیند احیاء و بازیابی به حالت آرامش و آزادی رساند.

این پدیده منجر به کاهش استحکام و سختی می شود. اونورو^۵ [۲] بیشتر بودن استحکام دمای بالا در کامپوزیت ها نسبت به حالت غیر کامپوزیتی را به ذرات تقویت کننده نسبت می دهد که از طریق انتقال نیرو به ذرات صورت می گیرد. ذرات تقویت کننده در دماهای بالا نیز مانع درشت شدن دانه ها می شود و موجب افزایش بیشتر استحکام کامپوزیت ها می شود. نقش ریز ذرات در جلوگیری از رشد دانه ها در نانو کامپوزیت های آلومینیم با نانوذرات کاربرد سیلیسیم از یافته های کامرانی [۷] نیز می باشد که عامل استحکام بالاتر نانو کامپوزیت ها در دماهای بالا است.

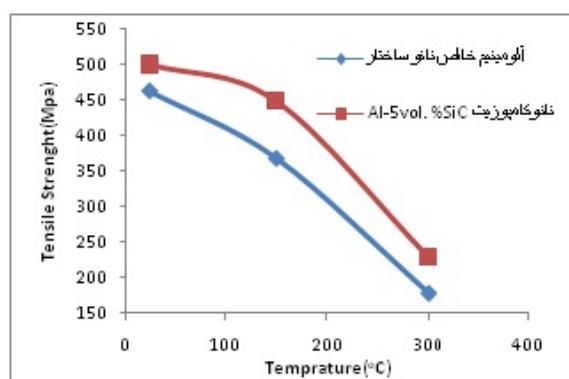
شکست نگاری از مقاطع شکست نشان می دهد که برای نانو کامپوزیت، نوع شکست در تمام شرایط عمدتاً حالت ترد است، اما برای آلومینیم خالص از نرمی بالاتری برخوردار است و با کاهش دما تردی بیشتر می شود (اشکال ۸ و ۹).



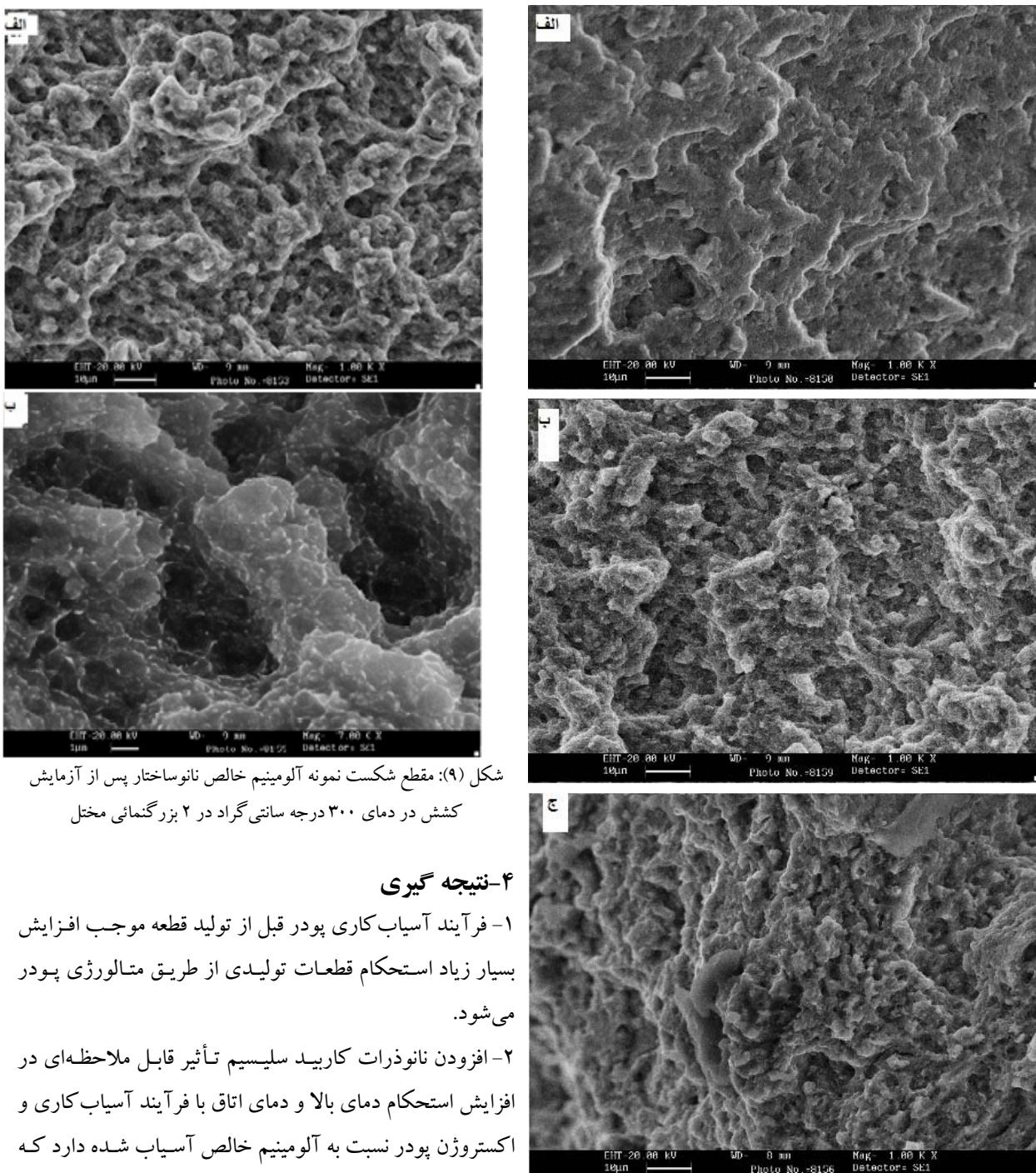
شکل (۵): منحنی های تنش-کرنش بر حسب زمان آسیاب برای نمونه های آلومینیم خالص نانو ساختار در دماهای مختلف



شکل (۶): منحنی های تنش-کرنش بر حسب زمان آسیاب برای نمونه های نانو کامپوزیت در دماهای مختلف



شکل (۷): تغییرات استحکام نهایی بر حسب زمان آسیاب، برای نمونه های آلومینیم خالص نانو ساختار و نانو کامپوزیت در دماهای مختلف



شکل (۹): مقطع شکست نمونه آلومینیم خالص نانوساختار پس از آزمایش کشش در دمای ۳۰۰ درجه سانتی گراد در ۲ بزرگنمایی مختلف

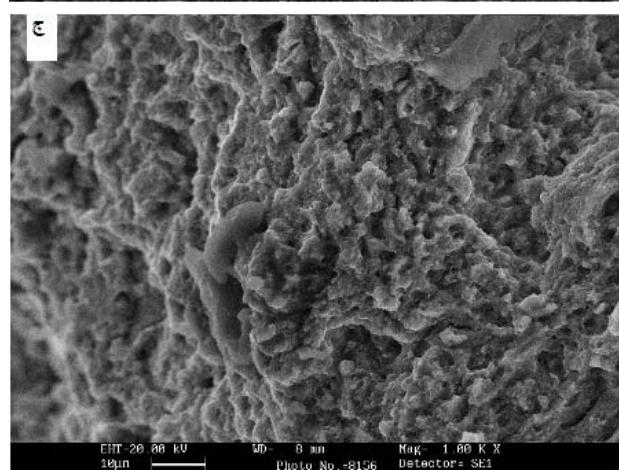
۴-نتیجه گیری

۱- فرآیند آسیاب کاری پودر قبل از تولید قطعه موجب افزایش بسیار زیاد استحکام قطعات تولیدی از طریق متالورژی پودر می شود.

۲- افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم تأثیر قابل ملاحظه ای در افزایش استحکام دمای بالا و دمای اتاق با فرآیند آسیاب کاری و اکستروژن پودر نسبت به آلومینیم خالص آسیاب شده دارد که می توان دلیل آن را وجود نانوذرات سرامیکی کاربید سیلیسیم و انتقال نیtro به آنها دانست.

۳- شکست نگاری نمونه ها نشان دهنده شکست ترد برای نانوکامپوزیت و شکست نرم برای آلومینیم خالص نانوساختار است.

شکل (۸): سطح مقطع شکست نمونه های نانوکامپوزیتی پس از آزمایش کشش در دمای (الف): ۳۰۰، (ب): ۱۵۰ و (ج): ۲۵ درجه سانتی گراد



- [8] L. Blaz a, Z. Sierpinski a, M. Tumidajewicz a, J. Kaneko b, M. Sugamata, "Structures and hot deformation of Al-V₂O₅ Mechanically Alloyed Composite," Journal of Alloys and Compounds , vol. 378, pp. 343–346, 2004.
- [9] H. Ferkel , B.L. Mordike, "Magnesium Strengthened by SiC Nanoparticles," Materials Science and Engineering A, vol. 298, pp. 193–199, 2001.
- [10] S.F. Hassan , M.J. Tan , M. Gupta b, "High-temperature Tensile Properties of Mg/Al₂O₃ Nanocomposite," Materials Science and Engineering A, Vol. 486, pp. 56–62, 2008.
- [11] Annual Book of ASTM Standards , Vol.01.02, 1999.
- [12] M. Sherif EL-Eskandarany, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials. New York, U.S.A.: William Andrew Publishing , 2000.
- [13] M.A. Meyers , A. Mishra, D.J. Benson, "Mechanical Properties of Nanocrystalline Materials," Progress in Materials Science , Vol. 51, pp. 427–556, 2006.
- [14] F.Tang, M Hagiwara , Julie M. Schoenung, "Microstructure and Tensile Properties of Bulk Nanostructured Al-5083/SiCp Composites Prepared By Cryomilling," Materials Science and Engineering A, Vol. 407, pp. 306–314, 2005.
- [15] D. Zhao, F. R. Tuler, J. Loyd,"Fracture at Elevated Temperatures In A Particle Reinforced Composite"Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 42, pp. 2525, 1994
- [1] D. Božić, M. Vilotijević, V. Rajković and Ž. Gnjidić, "Mechanical and Fracture Behaviour of a SiC-Particle-Reinforced Aluminum Alloy at High Temperature," Materials Science Forum , Vol. 494, pp. 487-492, 2005.
- [2] J. Oñoroa, M.D. Salvadorb, L.E.G. Cambronero, "High-Temperature Mechanical Properties of Aluminium Alloys Reinforced with Boron Carbide Particles," Materials Science and Engineering A, vol. 499, pp. 421–426, 2009.
- [3] M. Khakbiz, F. Akhlaghi,"Synthesis and Structural Characterization of Al-B4C Nano-Composite Powdersby Mechanical Alloying," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 479, pp. 334–341, 2009.
- [4] M. Tavoosi, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A. Heidarpour, "Bulk Al-Zn/Al₂O₃ Nanocomposite Prepared By Reactive Milling And Hot Pressing Methods," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 475, pp. 198–201, 2009.
- [5] S. Kamrani, R. Riedel, S.M. Seyed Reihani and H.J. Klebe, "Effect of Reinforcement Volume Fraction on the Mechanical Properties of Al-SiC Nanocomposites Produced by Mechanical Alloying and Consolidation," Journal of Composite Materials, Vol. 44, pp. 313-326, 2010.
- [6] U. Cacen and K. Onel, "Ductility and Strength of Extruded SiCp/Aluminum-Alloy Composites," Composites Science and Technology, Vol. 652, pp. 275-282, 2002.

[7] سپیده کامرانی، پایان نامه دکتری، "بررسی تأثیر کسر حجمی نانوذرات تقویت کننده بر رفتار رشد دانه ها و خواص فشاری نانو کامپوزیت" ، ۱۳۸۷، دانشگاه صنعتی شریف، Al-SiC

۶- پی نوشت

- 1- Process control agent
- 2- Attritor
- 3- Bozic
- 4- zhao
- 5- Oñoroa