

## مقاله پژوهشی

# ارزیابی مدت زمان آسیابکاری بر خواص نانوذرات کامپوزیتی Al-AIN تهیه شده به روش فعال سازی مکانیکی

صاحبعلی منافی\* و صدیقه جوقه دوست

دانشکده فنی و مهندسی، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۸/۰۶/۰۷، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۸/۰۸/۱۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۸/۰۹/۱۰

## چکیده

در این پژوهش، با استفاده از آسیاب سیاره‌ای، کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با فاز تقویت کننده نیتريد آلومینیوم بوسیله روش فعال سازی مکانیکی تولید شدند. بررسی تغییرات ساختاری سیستم آلومینیوم-۲/۵ درصد وزنی نیتريد آلومینیوم در حین فعال سازی مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. پودر آلومینیوم یک بار با ۱ میکرومتر AIN و بار دیگر با نیتريد آلومینیوم ۵۰ μm به همراه اسید استناریک مخلوط شد. نمونه‌ها در مدت زمان‌های مختلف آسیاب، پرس و در دماهای مختلف پخت شدند. خواص مکانیکی نمونه‌ها بررسی و تغییرات فازی با استفاده از الگوی پراش ایکس (XRD) مطالعه شد. اندازه دانه‌ها با استفاده از رابطه شرر و ویلیامسون-هال محاسبه شدند. نتایج نشان داد که استحکام نمونه‌های کامپوزیتی با اندازه دانه ۱ μm برای فاز تقویت کننده نسبت به اندازه ۵۰ میکرون فاز تقویت کننده در کامپوزیت بیشتر است. گسیختگی نمونه‌ها با زمان آسیاب افزایش می‌یابد.

**واژه‌های کلیدی:** نانوذرات، Al/AIN، نانو کامپوزیت، فعال سازی مکانیکی.

## ۱- مقدمه

فاز سخت در زمینه این آلیاژ استفاده شده است. یکی از روش‌های مناسب که برای این کار مورد توجه متخصصین واقع شده، استفاده از روش مکانیکی می‌باشد. این روش برای اولین بار توسط بنجامین برای تولید سوپر آلیاژ پایه نیکلی که با ذرات اکسید پخش شده استحکامش افزایش یافته، بکار برده شد [۴]. از ویژگی‌های این روش می‌توان به تجهیزات ساده و ارزان و امکان انجام آن تحت شرایط دمایی محیط

امروزه آلیاژهای آلومینیوم با توجه به نسبت استحکام به وزن بالای خود در صنایع مختلف کاربرد دارند [۱-۳]. در این راستا به منظور کاربردی تر کردن این آلیاژ، سعی شده همواره استحکام و خواص مکانیکی و سایشی این آلیاژ بهبود داده شود. بدین منظور از روش‌های مختلفی از جمله توزیع یک

\* عهده‌دار مکاتبات: صاحبعلی منافی

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شاهرود، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، دورنگار: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، پست الکترونیکی: a\_manafi@iau-shahrood.ac.ir

در ماتریس فلزی پخش شوند. در چند سال گذشته، مطالعات مختلفی بر روی ذرات تقویت کننده و نسبت حجمی مناسب تقویت کننده به ماتریس انجام شد [۲۰]. یکی از روش های تهیه این نوع کامپوزیت ها روش فعال سازی مکانیکی است که در آن شکست متناوب و فرآیند جوش بین ذرات زمینه و ماتریس در داخل یک آسیاب انجام می شود تا میکروساختار مطلوبی از این طریق تولید شود [۲۱].

در این تحقیق، نانوذرات کامپوزیتی Al-AIN به روش فعال سازی مکانیکی سنتز شد. تاثیر زمان آسیاکاری بر ریزساختار، اندازه دانه، دانسیته و سختی مورد ارزیابی قرار گرفت.

## ۲- فعالیت های تجربی

در این پژوهش از پودر آلومینیوم کروی با خلوص ۹۹/۷ درصد و متوسط اندازه ۲۰ میکرومتر به عنوان زمینه کامپوزیت استفاده شد. همچنین ذرات تقویت کننده مورد استفاده در این کامپوزیت، پودر نیتريد آلومینیوم با خلوص ۹۹ درصد با دو اندازه دانه ۱ و ۵۰ میکرومتر بودند. به منظور تعیین شکل و مورفولوژی ذرات از میکروسکوپ الکترونی رویی (SEM) استفاده شد. همچنین الگوی پراش پرتو ایکس از مواد اولیه تهیه شد.

در پژوهش حاضر، دو بچ ۳۰ گرمی از مواد اولیه تهیه گردید. پودر آلومینیوم یکبار با نیتريد آلومینیوم ۱ میکرومتر و بار دیگر با نیتريد آلومینیوم ۵۰ میکرومتر به همراه اسید استتاریک (برای جلوگیری از جوش سرد اضافی)، مخلوط شد. نسبت های وزنی مواد اولیه در جدول ۱ نمایش داده شده است. با توجه به استفاده از تقویت کننده در دو اندازه دانه متفاوت، دو نوع کامپوزیت جهت بررسی خواص نهایی ایجاد شد.

نمونه ها توسط آسیاب سیاره ای مدل P5 به مدت ۱ و ۲ ساعت مخلوط شدند. پارامترهای آسیاب در جدول ۲ نشان داده شده است. جهت جلوگیری از اکسیداسیون پودرها، آسیاکاری تحت اتمسفر گاز آرگون انجام شد. نمونه برداری

اشاره کرد. در حین فعال سازی مکانیکی پدیده های مختلفی در ذرات اتفاق می افتد که از مهمترین آنها می توان به افزایش چگالی نواقص کریستالی، به خصوص نابجایی ها و افزایش میزان کرنش در ذرات پودر و نفوذ متقابل عناصر اشاره کرد [۵،۶].

از جمله مشخصه های این روش، امکان کاهش اندازه دانه های محصول در حد نانومتر است [۷۸]. در مواد نانوساختار به دلیل ریز بودن دانه ها، کسر زیادی از اتم ها در مرز دانه قرار گرفته اند، که این امر سبب می شود خواص مواد نانوساختار نسبت به مواد درشت دانه متفاوت و در اکثر موارد برتر باشد. افزایش سختی و استحکام، نفوذ اتمی سریع تر، بهبود انعطاف پذیری و چقرمگی، مقاومت الکتریکی بالاتر، ضریب انبساط حرارتی بالاتر، هدایت حرارتی پایین تر، کاهش چگالی و بهبود خواص مغناطیسی مواد نانوساختار در مقایسه با مواد درشت دانه از جمله خواص شاخص این مواد به حساب می آید [۹،۱۰].

در زمینه ساخت کامپوزیت های زمینه آلومینیومی با ذرات AIN، مطالعاتی نیز درباره کامپوزیت های تقویت شده توسط ذرات  $Al_2O_3$  [۱۱]، SiC [۱۲،۱۳]، TiC [۱۳]،  $B_4N$  [۱۴] و غیره صورت گرفته است. آنچه این ماده را نسبت به برخی سرامیک های مهندسی دیگر متمایز می سازد آن است که علاوه بر خواص مکانیکی مناسب نظیر مقاومت به سایش و استحکام فشاری بالا، دارای خواص فیزیکی مناسبی همچون هدایت حرارتی بالا و ضریب انبساط حرارتی بسیار پایین است [۱۵]. علاوه بر موارد ذکر شده، نیتريد آلومینیوم خواص ضد خوردگی خوبی از خود نشان می دهد [۱۶]. کامپوزیت های Al-AIN بدلیل پایداری شیمیایی خوب، مقاومت الکتریکی بالا و استحکام زیاد و همچنین پایداری در دمای بالا، در کاربردهای دما بالا و وسایل پرانرژی قابلیت استفاده فراوان دارند [۱۷-۱۹].

خواص کامپوزیت های زمینه فلزی می تواند با استفاده از نوع، مقدار، اندازه و مورفولوژی تقویت کننده آن ها تقویت شود. این مساله بسیار اهمیت دارد که این ذرات به صورت همگن

گرافیت در دماهای ۶۵۰، ۶۶۵، ۶۹۰، ۷۱۰، ۷۳۰ و °C ۷۶۰ به مدت ۲ ساعت پخت شدند. پس از تکمیل فرآیند سینتر، چگالی نمونه‌ها توسط روش غوطه‌وری ارشمیدس اندازه‌گیری شد. به منظور کاهش خطا، چگالی ۴ نمونه اندازه‌گیری و میانگین آنها حساب شد. جهت سختی‌سنجی نمونه‌ها، از دستگاه سختی‌سنجی ویکرز مدل GNEHM استفاده گردید.

کدگذاری نمونه‌ها طبق اندازه دانه و زمان آسیاب در جدول ۳ نشان داده شده است.

جدول ۳: کدگذاری نمونه‌های آسیاب شده.

مدت زمان آسیاب (h)	ترکیب پودر اولیه	کد نمونه
۲	Al:20 μm AlN:1 μm	(۱)
۲	Al:20 μm AlN:50 μm	(۲)
۱	Al:20 μm AlN:1 μm	(۳)
۱	Al:20 μm AlN:50 μm	(۴)

مدت زمان آسیاب (h)	ترکیب پودر اولیه	کد نمونه
۲۰	Al:20 μm AlN:1 μm	نانو کامپوزیت
۲۰	Al:20 μm AlN:50 μm	کامپوزیت

به منظور بررسی خواص نانو کامپوزیت تولیدی، نمونه‌ها پس از سینتر توسط عملیات سمباده‌زنی و پولیش آماده‌سازی شدند و سپس سختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی‌سنج ویکرز تحت بار ۵۰ گرم اندازه‌گیری شد و سختی‌سنجی از ۱۰ نقطه متفاوت از هر نمونه به عمل آمد و میانگین آن‌ها به عنوان عدد سختی گزارش گردید. به منظور بررسی فازی مواد اولیه از پراش پرتو ایکس استفاده شد. این آزمایش با دستگاه پراش پرتو ایکس شرکت philips با مدل X'Pert تحت ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ mA صورت گرفت. در تمام آزمایش‌ها از پرتو Cu-K<sub>α</sub> با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم استفاده شد. و محدوده ۲θ بین ۱۰ تا ۸۰ درجه انتخاب شد.

از پودرها، هر ۵ ساعت یکبار در داخل Glove Box انجام شد. به دلیل کم بودن زمان آسیابکاری و برای مقایسه، پودرها بار دیگر به مدت ۲۰ ساعت آسیاب شدند.

جدول ۱: نسبت وزنی مواد اولیه جهت اختلاط.

نسبت وزنی (g)	نسبت وزنی (%)	مواد اولیه	
۲۹/۲۵	۹۷/۵	آلومینیوم	نانو کامپوزیت
۰/۷۵	۲/۵	نیتريد آلومینیوم (۱ μm)	
۰/۶	۲	استتاریک اسید	
۲۹/۲۵	۹۷/۵	آلومینیوم	کامپوزیت
۰/۷۵	۲/۵	نیتريد آلومینیوم (۵۰ μm)	
۰/۶	۲	استتاریک اسید	

جدول ۲: پارامترها و شرایط آسیاب.

جنس و محفظه گلوله‌ها	فولاد ضد زنگ
مقدار پودر در هر مرحله	۳۰ گرم
نسبت وزنی گلوله به پودر	۷:۱
سرعت چرخش محفظه	۲۷۰ rpm
وزن گلوله‌ها در هر مرحله	۲۱۰ گرم
اتمسر آسیاب	گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹
مقدار و نوع عامل کنترل کننده فرآیند	۲ درصد وزنی اسید استتاریک
زمان آسیاب	۱ و ۲ ساعت، ۲۰ ساعت

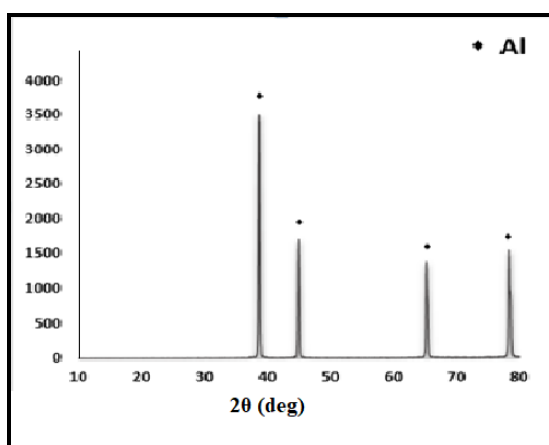
به منظور شکل‌دهی نمونه‌ها از قالب مکعبی استحکام با ابعاد ۳×۵×۲۵ mm<sup>3</sup> و پرس تک‌محوره استفاده شد. نمونه‌ها در فشار ۱۵۰ MPa پرس شدند. به دلیل وجود زمینه آلومینیومی با شکل‌پذیری مناسب برای فشرده‌سازی نمونه‌ها از پرس ایزواستاتیک سرد استفاده نشد. به منظور بررسی اثر دمای تف‌جوشی، نمونه‌ها در کوره معمولی (کوره الکتریکی مدل Carbolite-CWF 1200 با حجم محفظه ۱۳ لیتر) در بستر

طبق رابطه بالا،  $b\cos\theta$  بر حسب  $2\sin\theta$  رسم می‌شود. شیب خط نشان دهنده کرنش موجود در شبکه و عرض از مبدأ آن، اندازه متوسط دانه‌ها را نشان می‌دهد.

برای بررسی سطح شکست، نمونه‌های پخت شده تحت کرنش یکسان شکسته شدند. برای بررسی از هر کامپوزیت فقط یک نمونه مورد بررسی واقع شد. بدین منظور هیچ گونه عملیات شیمیایی یا حرارتی بر سطح شکست اعمال نشد.

### ۳- نتایج و بحث

پودرهای تصویر پراش پرتو ایکس آلومینیوم اولیه و نیز پودرهای نیتريد آلومینیوم در شکل‌های ۱ و ۲ مشاهده می‌گردد.



شکل ۱: الگوی پراش پرتو ایکس از پودر Al اولیه.

در این تحقیق با توجه به شرایط، نمونه‌ها در زمان ۱ و ۲ ساعت با دو اندازه دانه مختلف از تقویت کننده آسیاب شدند و خواص ساختاری و مکانیکی آنها بررسی گردید. با توجه به کم بودن مدت زمان آسیاب و به منظور مقایسه، پودرها برای بار دوم به مدت ۲۰ ساعت آسیابکاری شدند. به منظور رسیدن به زمان مناسب برای آسیابکاری مخلوط پودری اصلی، در زمان‌های ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت نمونه برداری شد. شکل ۳، مقایسه الگوی حاصل از پراش پرتو ایکس مخلوط پودری آلومینیوم و ذرات نیتريد آلومینیوم را در زمان‌های ۱ و ۲ ساعت نشان می‌دهد.

فازهای موجود از طریق مقایسه توسط نرم‌افزار کامپیوتری X-Pert HighScore شناسایی شد.

یکی از مشکلات آسیاب کردن، سایش گلوله‌ها و محافظه آسیاب و ورود ناخالصی‌هایی همچون آهن به پودر می‌باشد. ناخالصی‌های وارد شده تاثیر بسیاری بر ویژگی‌های نهایی پودر سنتز شده دارند. اگر پودر استفاده شده با گلوله‌ها و محافظه هم‌جنس باشد، ناخالصی‌های وارد شده، استوکیومتری پودر را بر هم می‌زنند و اگر هم‌جنس نباشند ترکیب شیمیایی را بر هم زده و ویژگی‌های پودر را از بین می‌برد.

اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش موجود در شبکه بلوری ذرات پودر با تکنیک پهن شدن پیک‌های پرتو ایکس بدست آمد. پیک‌های پرتو ایکس به دو دلیل پهن می‌شوند: (۱) کمتر از ۱۰۰ nm بودن بلورها و (۲) کرنش موجود در شبکه ماده. می‌توان اثرات موارد فوق بر روی پهن شدن پیک‌ها را با روش‌های استاندارد از یکدیگر تفکیک کرد. روش اول مورد بحث در این پژوهش بر اساس رابطه شرر می‌باشد [۲۲]:

$$d = 0.9\lambda / b\cos\theta \quad (1)$$

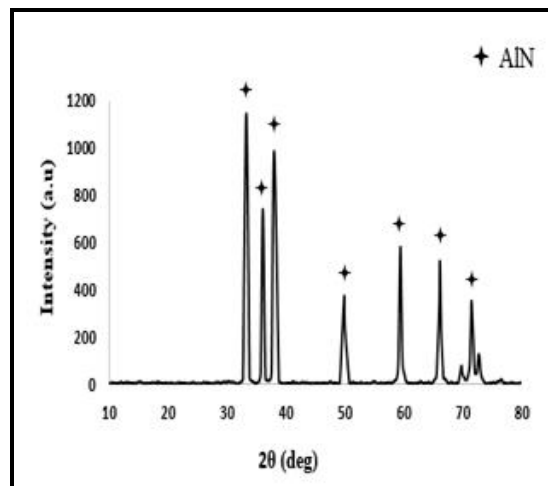
در این رابطه،  $b$  پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان،  $\lambda$  طول موج پراش پرتو ایکس استفاده شده بر حسب nm،  $d$  قطر متوسط دانه‌ها بر حسب nm و  $\theta$  زاویه پراش بلندترین پیک بر حسب رادیان می‌باشد. این رابطه هنگامی قابل استفاده است که اندازه دانه‌های بلوری کمتر از  $1 \mu\text{m}$  باشد. اندازه دانه‌های محاسبه شده با کمک رابطه شرر تخمینی خواهد بود. با اعمال نسبت‌های تصحیح مربوط به کرنش و خطای دستگاه می‌توان دقت این روش را بهبود داد. روش دوم که به هر سه عامل بالا توجه می‌کند، روش ویلیامسون-هال مطابق رابطه زیر است [۲۳، ۲۴]:

$$b\cos\theta = 0.9\lambda/d + 2\eta\sin\theta \quad (2)$$

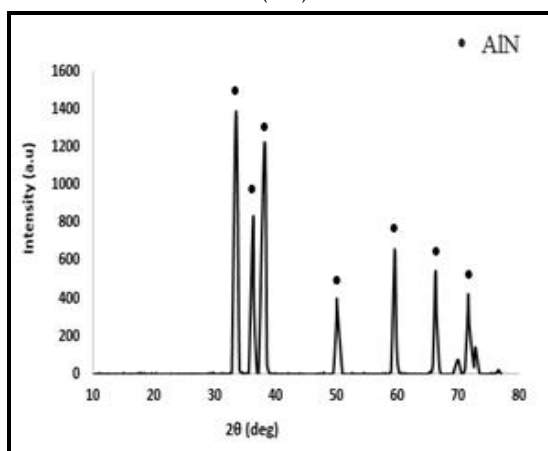
در این رابطه،  $\eta$  کرنش موجود در شبکه بلوری می‌باشد.

پهن شدگی پیک‌های حاصل از پراش پرتو ایکس (XRD)، نانوذرات کامپوزیت و نانوکامپوزیت AI-2.5wt.% AlN، را در زمان‌های مختلف آسیاکاری، نمایش می‌دهد.

مطابق با رابطه ویلیامسون-هال، دو نوع پهن شدگی در پیک‌ها اتفاق می‌افتد. پهن شدگی ناشی از کرنش شبکه و پهن شدگی ناشی از تغییر اندازه دانه که برای اندازه‌های کوچکتر از ۵۰۰ nm معتبر می‌باشد. به طور کلی، عوامل متعددی در پهن شدگی الگوی XRD پودرها تاثیر گذارند. برای مثال نقص شبکه، باعث افزایش پهن شدگی می‌گردد که ممکن است مستقل و یا وابسته به درجه بازتاب باشد. در صورتی که بلور در اثر وجود عیوبی مانند نابجایی‌ها، نقص چیده شدن و یا دوقلوبی‌ها به حوزه‌های کوچک‌تر تقسیم گردد. در این صورت پهن شدگی ناشی از کریستالیت‌ها روی می‌دهد. در حقیقت آنالیز اندازه کریستالیت‌ها در نمونه حاوی این عیوب، تخمین اندازه این حوزه‌ها می‌باشد. از طرف دیگر، نابجایی‌ها، جاهای خالی، اتم‌های بین‌نشین، اتم‌های جانشین و عیوبی از این قبیل، باعث پهن شدگی ناشی از کرنش می‌گردند. با این وجود هر دو نوع پهن شدگی مذکور به یکدیگر مرتبط می‌باشند. زیرا بطور مثال نابجایی‌ها منجر به ایجاد حوزه‌های پراشی متعدد می‌شوند و این حوزه‌ها منجر به پهن شدگی پیک‌های حاصل از الگوی XRD می‌گردند. به همین علت تعیین مقدار دقیق پهن شدگی پیک‌ها، بسیار مشکل می‌باشد. در آسیاکاری مکانیکی مخلوط پودری کامپوزیت و نانوکامپوزیت AI-2.5wt.% AlN، تغییر شکل پلاستیک ذرات پودر در ابعاد میکرومتری روی می‌دهد و به همین علت انرژی داخلی، دانسیته نابجایی‌ها و سایر عیوب، افزایش می‌یابد. علاوه بر این، کار سرد، باعث تغییر در پارامتر شبکه و فاصله بین صفحات اتمی می‌گردد. دانسیته بالای عیوب کریستالی تولید شده در اثر آسیاکاری مکانیکی سبب افزایش کارسختی ذرات پودر می‌گردد.



(الف)

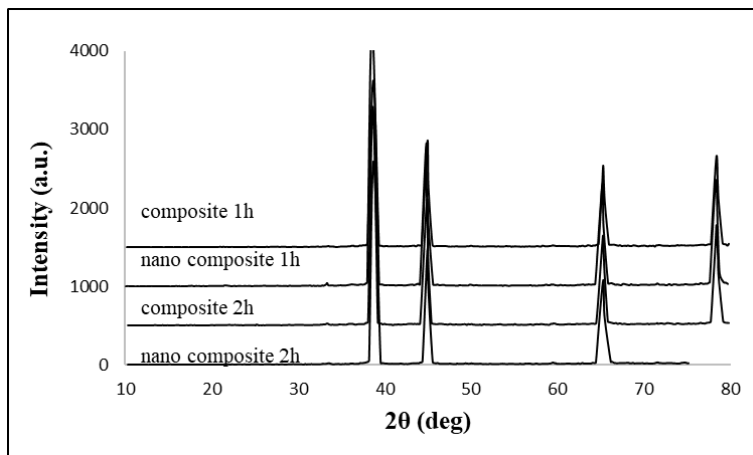


(ب)

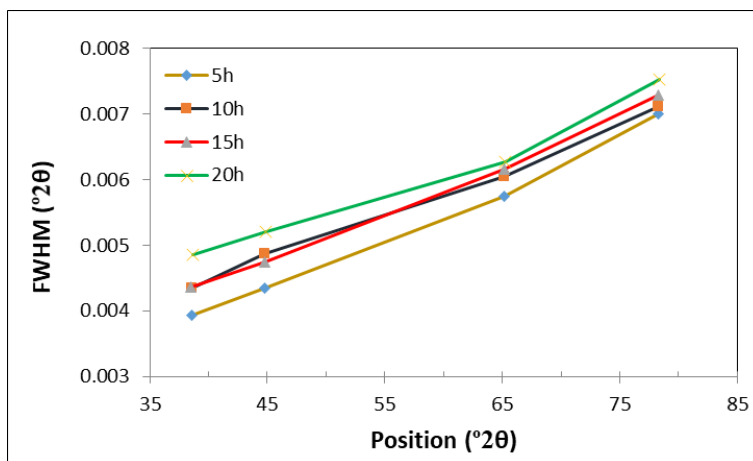
شکل ۲: الگوی پراش پرتو ایکس پودر نیتريد آلومینیوم (الف) ۱ میکرون و (ب) ۵۰ میکرون.

آسیاکاری مکانیکی از انواع فرآیندهای غیرتعادلی است که در آن انرژی مکانیکی به عنوان نیروی محرکه فرآیند، استفاده می‌گردد. آسیاکاری مکانیکی منجر به افزایش نیروی محرکه ترمودینامیکی و همچنین افزایش سرعت فرآیند می‌گردد. این افزایش سرعت با کاهش ابعاد ذرات و حتی شکست پیوند بین اتم‌ها حاصل می‌گردد. البته عیوب ایجاد شده نیز سرعت فرآیند را افزایش می‌دهند [۲۱].

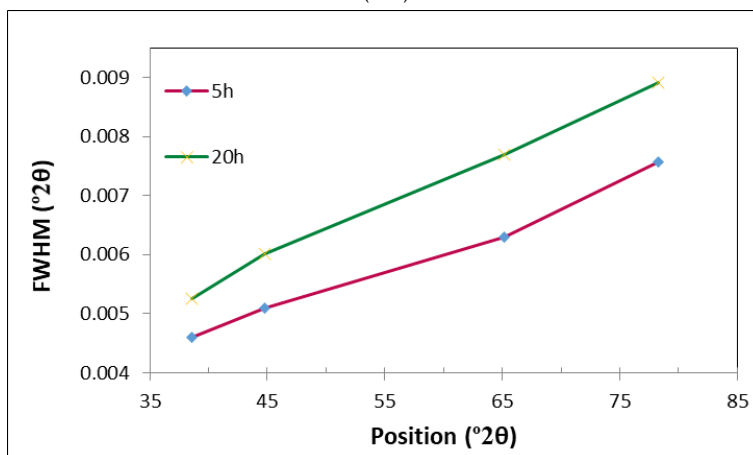
به منظور تعیین اندازه دانه به روش ویلیامسون-هال، می‌بایست از مقادیر پهن شدگی پیک‌ها استفاده نمود. شکل ۴، مقدار



شکل ۳: الگوی پراش پرتو ایکس از پودرهای کامپوزیتی ۱ و ۲ ساعت آسیاب شده.

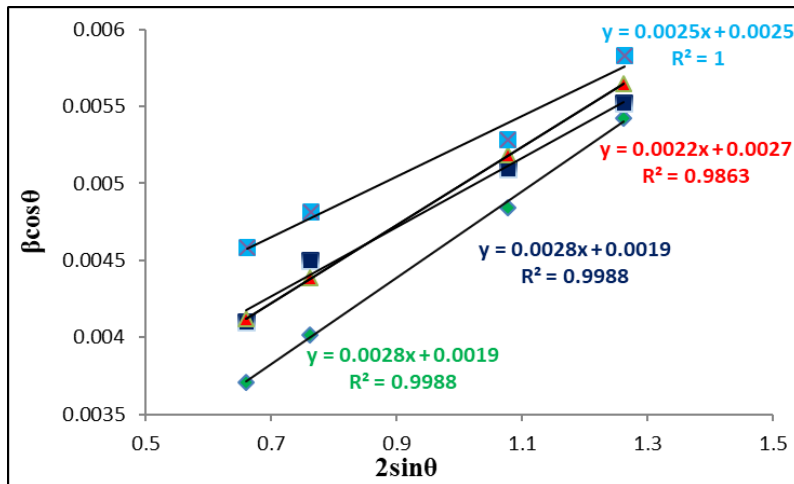


(الف)

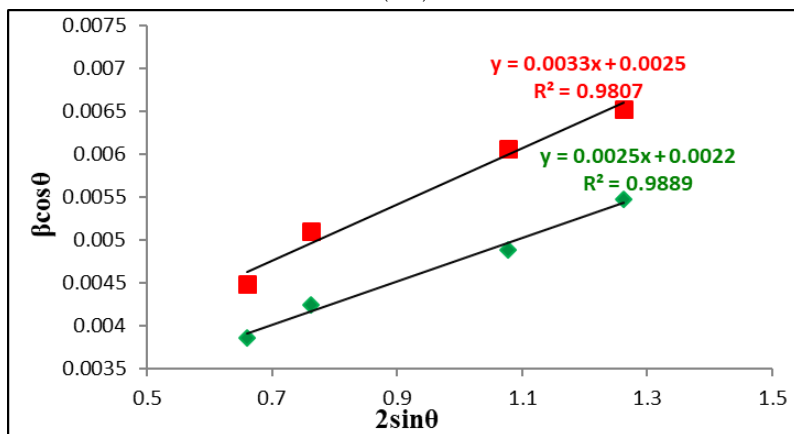


(ب)

شکل ۴: پهن‌شدگی پیک‌های XRD، در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری، (الف) نانو کامپوزیت Al-2.5wt.%AlN و (ب) کامپوزیت Al-2.5wt.%AlN.



(الف)



(ب)

شکل ۵: نمودار ویلیامسون-هال در زمان‌های مختلف آسیابکاری،  
 (الف) نانو کامپوزیت Al-2.5wt.%AIN و (ب) کامپوزیت Al-2.5wt.%AIN.

مقادیر اندازه دانه، تعیین گردید. شکل ۵، نمودار رابطه ویلیامسون-هال برای نانوذرات کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5wt.%AIN را نشان می‌دهد.

چنانچه از نمودار ویلیامسون-هال مشاهده می‌گردد، نقاط مشخص شده روی نمودار از تطابق (ضریب همبستگی) نسبتاً خوبی، برخوردار می‌باشند. به کمک عرض از مبدأ خطوط مشخص شده در نمودار ویلیامسون-هال، می‌توان اندازه دانه را بدست آورد. بدین صورت که مقدار عرض از مبدأ خطوط، بیانگر پهنای حقیقی مربوط به هر پیک می‌باشد [۲۵].

شکل ۶، مقادیر اندازه دانه بدست آمده بر حسب زمان را

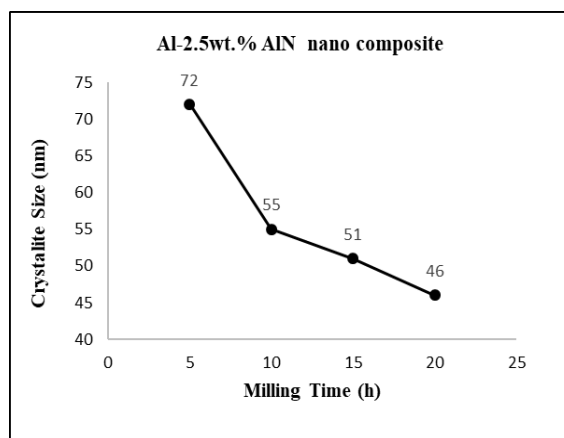
به دلیل تغییر شکل پلاستیکی شدید و شکست‌های مداوم، ابعاد کریستالی ذرات کاهش می‌یابد. پهن شدگی پیک‌های الگوی پراش پرتو ایکس، مبین این نکته می‌باشد. سطح زیاد ذرات پودر آسیابکاری شده، بیانگر مقدار زیاد انرژی ذخیره شده در ذرات است [۲۵]. در کنار تاثیرگذاری اندازه دانه‌ها و کرنش، بر روی پهن شدگی پیک‌های الگوی XRD، بایستی تاثیر خطای دستگاه را نیز بر روی پهن شدگی مدنظر داشت. خطای ناشی از توزیع طول موج و خطای هندسی به عنوان خطای دستگاه در نظر گرفته می‌شود. با استفاده از رابطه ویلیامسون-هال و به کارگیری مقادیر پهن شدگی پیک‌ها،

متوسط دانه در این ذرات پس از ۲۰ ساعت آسیاب از ۶۳ nm به ۵۵ nm کاهش یافته است. کاهش اندازه متوسط دانه‌ها در اثر افزایش مدت زمان آسیاکاری به وسیله دو فرآیند تولید نابجایی‌ها و حذف آن‌ها قابل توضیح می‌باشد. فرآیند تولید نابجایی‌ها به عواملی نظیر ساختار کریستالی و انرژی نقص در چیدن بستگی دارد. اما فرآیند حذف نابجایی‌ها توسط پدیده بازیابی با مکانیزم صعود صورت می‌گیرد که فرآیندی نفوذی (وابسته به دما و زمان) می‌باشد [۲۵].

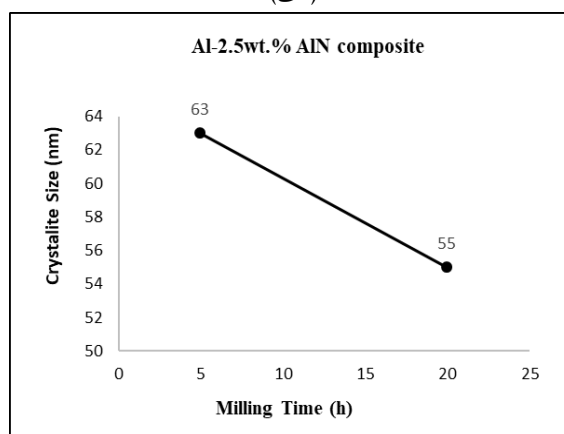
نرخ کاهش اندازه متوسط دانه‌ها علاوه بر موارد مذکور به مشخصات ذاتی ماده و تاریخچه پودر مواد اولیه مانند اندازه دانه‌ها، دانسیته نابجایی‌ها و میزان آلودگی‌های وارد شده در حین آسیاکاری نیز وابسته است. این ویژگی‌ها، فرآیندهای تولید و حذف نابجایی‌ها را به وسیله محدود کردن لغزش نابجایی‌ها و یا قفل کردن آن‌ها تحت تاثیر قرار می‌دهند [۲۱]. از مقایسه نرخ کاهش اندازه دانه‌ها مشخص می‌گردد که ذرات نانو کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN، با نرخ بیشتری دچار کاهش اندازه دانه شده‌اند. این بدان معناست که هر چه اندازه متوسط دانه در شروع فرآیند آسیاکاری بزرگتر باشد، در مدت زمان مشخصی از آسیاکاری نرخ کاهش اندازه دانه بیشتر خواهد بود و با کاهش اندازه دانه این روند شدت کمتری خواهد داشت. البته استفاده از انواع آسیاب با انرژی بالاتر و سرعت چرخش بیشتر، قطعاً سبب افزایش نرخ کاهش اندازه دانه‌ها خواهد شد. همچنین کاهش اندازه دانه‌ها تا یک مقدار مشخص میسر می‌باشد و پس از آن افزایش زمان آسیاب، هیچ تاثیری بر کاهش اندازه دانه نخواهد داشت [۲۵].

پس از انجام فرآیند پرس بر روی پودرهای نانو کامپوزیت و کامپوزیت Al/AlN، دانسیته بالک‌های حاصل با استفاده از روش غوطه‌وری (ارشمیدسی)، محاسبه گردید. جدول ۴، نتایج حاصل از اندازه‌گیری دانسیته نمونه‌ها را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۷ مشاهده می‌شود افزایش دما باعث افزایش دانسیته می‌گردد. هر چند با روش پرس سرد به دانسیته بالایی نرسیدیم ولی دمای بهینه برای سینتر

برای کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN، نمایش می‌دهد.



(الف)



(ب)

شکل ۶: نمودار اندازه دانه-زمان آسیاب. (الف) نانو کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN، (ب) کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN

لازم بذکر است با استفاده از این روش تنها مقدار اندازه دانه متوسط را می‌توان تعیین نمود و اطلاعاتی پیرامون نحوه توزیع و گستره اندازه دانه‌ها بدست نخواهد آمد [۲۵].

از نتایج نمودارهای شکل ۶، ملاحظه می‌گردد با افزایش زمان آسیاب، به مرور اندازه متوسط دانه‌ها دچار کاهش می‌گردند به گونه‌ای که در شروع فرآیند آسیاکاری اندازه متوسط دانه برای نانو کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN، برابر با ۷۲ nm بوده است که پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری اندازه متوسط دانه به ۴۶ nm می‌رسد. این روند کاهش اندازه متوسط دانه در کامپوزیت Al-2.5wt.% AlN هم مشاهده می‌گردد. اندازه



جدول ۵: دانسیته نمونه‌های ۲۰ ساعت آسیاب شده.

عنوان نمونه	درصد دانسیته نسبی
نانو کامپوزیت Al/AlN	۹۵
کامپوزیت Al/AlN	۹۴

اندازه‌گیری دانسیته نمونه‌ها بر اساس قانون ارشمیدس شامل درصدی خطا نیز می‌باشد [۲۵]، که این خطا ناشی از موارد زیر می‌باشد:

(۱) حضور حفرات و تخلخل‌ها، هر چه قدر میزان حفرات و تخلخل‌ها در ساختار نمونه‌های فشرده شده بیشتر باشد، سبب می‌گردد تا اختلاف موجود بین دانسیته نسبی با دانسیته تئوری افزایش یابد. همچنین این موضوع، تأثیر منفی بر خواص مکانیکی حاصل از نمونه‌ها خواهد داشت.

(۲) اندازه نمونه‌ها، هر چه اندازه نمونه‌ها بزرگتر باشد، دانسیته محاسبه شده دقیق‌تر است اما از طرفی هم بزرگتر بودن نمونه‌ها، سبب می‌گردد تا مقدار حفرات، تخلخل‌ها و عیوب موجود در ساختار نمونه‌ها هم بیشتر باشد که این امر بر روی نتایج خواص مکانیکی تأثیر نامطلوبی خواهد داشت.

(۳) اثرات سطحی و حرارتی، این اثرات عموماً به دلیل تنش‌های به جای مانده از فرآیندهای مکانیکی تولید و یا عملیات حرارتی انجام گرفته بر روی نمونه‌ها می‌باشد.

لازم بذکر است که، مقدار حداکثر خطای ایجاد شده در محاسبه دانسیته بر اساس روش غوطه‌وری در آب، مطابق با قانون ارشمیدس، در حدود  $\pm 2\%$  درصد می‌باشد.

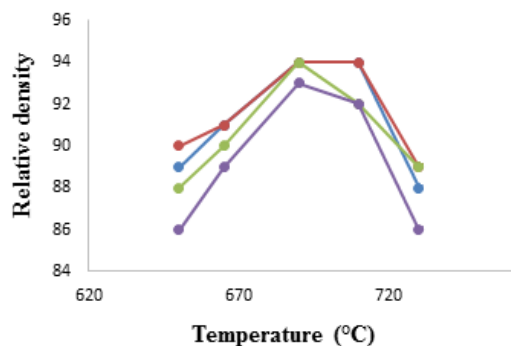
فشار اعمالی به دلیل تأثیر بر مکانیزم فشرده شدن ناشی از انعطاف پذیری و نفوذ تحت تنش فشاری، منجر به ترغیب فرآیند سینترینگ می‌گردد. هر دو عامل مذکور، نرخ چگالش را افزایش می‌دهند.

اجرای موفقیت‌آمیز عملیات فشرده‌سازی پودرهای کامپوزیت و نانو کامپوزیت تولید شده، فرآیند بسیار دشواری می‌باشد.

کامپوزیت‌ها را دمای  $690^\circ\text{C}$  در نظر گرفتیم زیرا در دماهای بالاتر دلیل ذوب آلومینیوم امکان سینتر وجود نداشت.

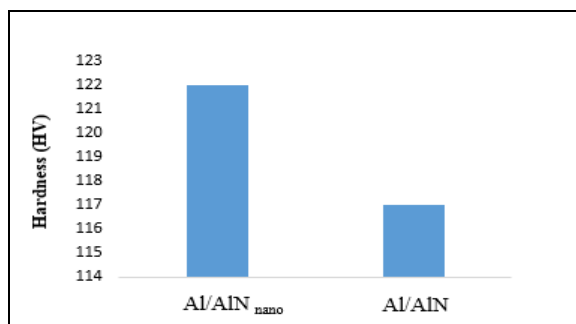
جدول ۴: درصد دانسیته نسبی نمونه‌های کامپوزیتی Al-2.5wt.%AlN، ۱ و ۲ h آسیاکاری با اندازه دانه مختلف تقویت کننده در دماهای مختلف ( $^\circ\text{C}$ ).

کد نمونه	۶۵۰	۶۶۵	۶۹۰	۷۱۰	۷۳۰	۷۶۰
(۱)	۸۹	۹۱	۹۴	۹۴	۸۸	۹۴
(۲)	۹۰	۹۱	۹۴	۹۴	۸۹	۹۳
(۳)	۸۸	۹۰	۹۴	۹۲	۸۹	۹۲
(۴)	۸۶	۸۹	۹۳	۹۲	۸۶	۸۹



شکل ۷: نمودار مقایسه دانسیته نسبی کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5wt.%AlN پس از ۱ و ۲ h آسیاکاری.

جدول ۵ دانسیته نمونه‌های کامپوزیتی و نانو کامپوزیتی را پس از ۲۰ ساعت آسیاب نشان می‌دهد. همانطور که ذکر شد، دانسیته نسبی نمونه‌های نانو کامپوزیت Al-2.5wt.%AlN به طور میانگین برابر ۹۵ درصد و دانسیته نسبی نمونه‌های کامپوزیت Al-2.5wt.%AlN هم بطور میانگین برابر ۹۴ درصد محاسبه گردید. علت بهبود دانسیته نمونه‌های نانو کامپوزیت، کاهش اندازه ذرات و همچنین کاهش فاصله بین ذرات فاز تقویت کننده آن می‌باشد. همچنین با کاهش اندازه ذرات پودر، فضاهای خالی بیشتری توسط ذرات پودر پر می‌شود و تمایل ذرات پودر به انقباض بیشتر پس از اعمال فشار و دما به بیشتر می‌گردد. این موضوع در دانسیته نمونه‌ها نمود پیدا می‌کند [۲۱].



شکل ۹: نمودار سختی ویکرز برای نمونه‌های نانو کامپوزیت و کامپوزیت Al/AlN.

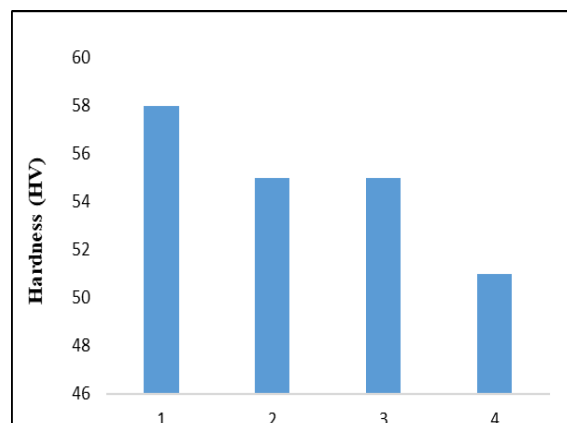
جدول ۶: نتایج سختی‌سنجی مقیاس ویکرز نمونه‌ها.

ردیف	عنوان نمونه	میانگین سختی ویکرز (HV)
۱	نمونه ۱	۵۸
۲	نمونه ۲	۵۵
۳	نمونه ۳	۵۵
۴	نمونه ۴	۵۱
۵	نمونه نانو کامپوزیتی Al/AlN	۱۲۲
۶	نمونه کامپوزیتی Al/AlN	۱۱۷

نمونه‌های کامپوزیتی برابر با ۱۱۷ ویکرز می‌باشد. این مقادیر حاکی از بالاتر بودن سختی نمونه‌های نانو کامپوزیتی است. کاهش اندازه ذرات تقویت کننده در نانو کامپوزیت Al/AlN، سبب توزیع این ذرات در فواصل کمتر نسبت به کامپوزیت آن می‌گردد. بنابراین نمونه‌های نانو کامپوزیت نسبت به کامپوزیت از سختی بالاتری برخوردار می‌باشند. سختی تحت تاثیر اندازه دانه می‌باشد و با کاهش اندازه دانه‌ها، سختی افزایش می‌یابد.

افزایش دانسیته نمونه‌های نانو کامپوزیت Al/AlN، نسبت به کامپوزیت آن می‌تواند یکی دیگر از دلایل افزایش سختی این نمونه‌ها باشد.

زیرا در عین اینکه بایستی محصول، متراکم و عاری از تخلخل باشد، نایستی رشد دانه صورت گیرد. روش‌های مرسوم فشرده‌سازی برای رسیدن به محصول متراکم، انجام فشرده‌سازی گرم، اکستروژن گرم و فشار ایزواستاتیک گرم است که نیاز به اعمال فشار و دماهای بالا و مدت زمان طولانی دارند. متأسفانه این شرایط، منجر به رشد شدید دانه‌ها و درشت شدن آن‌ها و متعاقباً با از دست رفتن خواص منحصربفرد حاصل از ساختار نانومتری همراه خواهد بود. از طرفی، اگر بخواهیم برای حفظ ساختار نانو عملیات فشرده‌سازی در دمای پایین انجام شود، امکان تشکیل پیوندهای بین ذره‌ای و به دنبال آن استحکام یافتن محصول وجود ندارد. شکل ۸، نمودار سختی‌سنجی ویکرز برای نمونه‌های ۱ و ۲ آسیاکاری با اندازه دانه مختلف از تقویت کننده و شکل ۹ نمودار سختی‌سنجی ویکرز برای نانو کامپوزیت و کامپوزیت Al/AlN، را نمایش می‌دهد. میانگین عدد سختی نمونه‌ها در جدول ۶ ملاحظه می‌گردد.



شکل ۸: نمودار سختی ویکرز برای نمونه‌های مختلف با ۱ و ۲ ساعت آسیاکاری Al/AlN.

همان‌گونه که از نتایج حاصل از سختی‌سنجی میکروز مشاهده می‌گردد، میانگین سختی مقیاس ویکرز نمونه‌های نانوذرات کامپوزیتی در حدود ۱۲۲ ویکرز و این مقدار برای

- [3] G. Bhaskaran, P. Singh, Y. Yuan, R. Mohanty, R. Kamat, T. Piroteala, *Effect of Copper on the Localized Corrosion and Stress Corrosion Resistance of High Strength Aluminum Alloys*. *The Electrochemical Society*, 838-838, 2019.
- [4] J.S. Benjamin, *Metall. Trans.*, **1**, 1970, 2943.
- [5] E.P. Busso, F.A. McClintock, *International Journal of Plasticity*, **12**, 1996, 1.
- [6] S. Qu, X.H. An, H.J. Yang, C.X. Huang, G. Yang, Q.S. Zang, Z.G. Wang, S.D. Wu, Z.F. Zhang, *Acta Materialia*, **57**, 2009, 1586.
- [7] M.Z. Mehrizi, R. Beygi, M. Velashjerdi, F. Nematzadeh, *Advanced Powder Technology*, **30**, 2019, 311.
- [8] M.Z. Mehrizi, M.R. Momeni, R. Beygi, B.H. Kim, S.K. Kim, *Ceramics International*, **45**, 2019, 11833.
- [9] C. Suryanarayana, *Advanced Materials Research*, **Vol**, 2019, 4219812.
- [10] M. Vaitya, G.M. Muralikrishna, B.S. Murty, *Journal of Materials Research*, **34**, 2019, 664.
- [11] Y. Someno, M. Sasaki, T. Hirai, *Japanese journal of applied physics*, **30**, 1991, 1792.
- [12] P.W. Li, C.B. Wang, H.X. Liu, Q. Shen, L.M. Zhang, *Advances in Applied Ceramics*, **16**, 2019, 1.
- [13] Y.U. Huashun, C.H. Hongmei, M.A. Rendianand M.I. Guanghui, *Rare Metals*, **25**, 659.
- [14] G.J. Zhang, J.F. Yang, M. Ando, T. Ohji, *Journal of the American Ceramic Society*, **85**, 2002, 2938.
- [15] L. Katsarou, M. Mounib, W. Lefebvre, S. Vorozhtsov, M. Pavese, C. Badini, J.M. Molina-Aldareguia, C.C. Jimenez, M.T. Prado, H. Dieringa, *Materials Science and Engineering: A*, **659**, 2016, 84.
- [16] L.M. Svedberg, K.C. Arndt, M.J. Cima, *Journal of the American Ceramic Society*, **83**, 2000, 41.
- [17] Q. Yuan, J. Doll, H. Romanus, H. Wang, H. Bartsch, A. Albrecht, M. Hoffmann, P. Schaaf, D. Wang, *ACS Applied Nano Materials*, **1**, 2018, 1124.
- [18] C. Wang, Z. Li, W. Wang, R. Xia, X. Ling, *Journal of Materials Chemistry A*, **7**, 2019, 13080.
- [19] A. Riquelme, P. Rodrigo, M.D. Escalera-Rodriguez, J. Rams, *Journal of Manufacturing Processes*, **46**, 2019, 271.
- [20] J. Lakshmiathy B. Kulendran, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, **46**, 2014, 137.
- [21] E.S. Caballero, F.G. Cuevas, F. Ternero, R. Astacio, J.M. Montes, *J. Cintas, Gas. Materials (Basel)*, **11**, 2018, 823.
- [22] P. Scherrer, "Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen, Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften, Göttingen", 1918, pp 98-100.
- [23] M. Hosseinzadeh, O. Mirzaee, H.R. Mohammadian-Semmani, *Journal of Alloys and Compounds*, **782**, 2019: 995.
- [24] B.D. Cullity, S.R., Stock, *Elements of X-ray Diffraction* New Jersey: Prentice Hall, 2001.
- [25] M. Dyzia, J. Eleziona, *International Scientific Journal*, **1**, 2008, 17.

## ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، با استفاده از آسیاب سیاره‌ای، کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با فاز تقویت کننده نیتريد آلومینیوم بوسیله روش فعال سازی مکانیکی تولید شدند. بررسی تغییرات ساختاری سیستم آلومینیوم-۲/۵ درصد وزنی نیتريد آلومینیوم در حین فعال سازی مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج قابل توجهی از آسیاب کردن پودر کامپوزیتی و مقایسه آن‌ها باهم بدست آمد که به شرح زیر است:

- عوامل مختلفی چون تجزیه عامل کنترل فرآیند، کاهش اندازه دانه و حل شدن ناخالصی در زمینه، ثابت شبکه آلومینیوم را تحت تاثیر قرار می‌دهد.

- حضور ذرات نیتريد آلومینیوم باعث سایش بدنه و گلوله‌ها می‌شود که در نتیجه ناخالصی وارد سیستم می‌شود. آهن پس از فرآیند زیتتر کردن با تشکیل ذرات بین فلزی در زمینه مشخص می‌باشد.

- استحکام نمونه‌های کامپوزیتی با اندازه دانه ۱ میکرون برای فاز تقویت کننده نسبت به اندازه ۵۰ میکرون فاز تقویت کننده در کامپوزیت بیشتر است.

- گسیختگی نمونه‌ها با زمان آسیاب افزایش می‌یابد.

## مراجع

- [1] K.V. Marathe, V.M. Nimbalkar, B.R. Rao, V.P. Deshmukh, N.E. Prasad, *Journal of Material & Metallurgical Engineering*, **2**, 2019, 65.
- [2] F. Yang, Q. Qin, T. Shi, C. Chen, Z. Guo, *Ceramics International*, **45**, 2019, 4243.