

بررسی خواص میکروساختاری و مکانیکی نانوکامپوزیت پایه آلومینیوم تقویت شده با نانوذرات دی سولفید تنگستن

حسین صالحی وزیری^{۱*}، علی شکوه فر^۲، سید سلمان سید افقهی^۳

۱- دانشجوی دکترا، مهندسی مواد، دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

۲- استاد، مهندسی مواد، دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

۳- استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه امام حسین، تهران، ایران

*مسئول مکاتبات: hsalehi@mail.kntu.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۰۷/۰۳، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۹/۱۸)

چکیده: در این تحقیق ابتدا نانو ذرات دی سولفید تنگستن با اندازه کمتر از ۱۰۰ نانومتر با استفاده از روش هیدرو ترمال سنتز شد. سپس این نانوذرات به عنوان تقویت کننده طی مراحل آلتراسونیک، آسیاکاری و همزدن مکانیکی به پودر آلومینیوم اضافه گردید و نهایتاً ساخت نانوکامپوزیت از روش اسپارک پلاسما زینترینگ (SPS) انجام شد. جهت بررسی ریز ساختار نانوکامپوزیت از میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی (FESEM) استفاده شد. این بررسی ها نشان داد که نانوذرات به نحو مطلوبی در زمینه آلومینیوم پخش گردیده‌اند و دارای توزیع مناسبی می باشند. حضور نانوذرات در زمینه باعث کاهش اندازه دانه می گردد به طوری که با افزایش میزان نانوذرات اندازه دانه‌ها، به کمتر از ۲۰ میکرومتر می رسد. اندازه گیری دانسیته نمونه‌ها نشان داد که نانوکامپوزیت دارای تراکم پذیری بسیار خوبی است و دانسیته نسبی در نمونه با ۴ درصد وزنی دی سولفید تنگستن تا ۹۹ درصد رسید. جهت بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت از آزمون سختی و تست فشار استفاده گردید و تاثیر افزودن نانوذرات بر این خواص در آلومینیوم بررسی گردید. افزودن نانوذرات دی سولفید تنگستن اثر مستقیمی بر افزایش خواص مکانیکی نانوکامپوزیت دارد بطوریکه باعث افزایش استحکام تسلیم فشاری تا ۱۲۰ مگاپاسکال، حدود دو برابر فلز پایه، می گردد و سختی تا ۳۰ درصد افزایش می یابد.

واژه‌های کلیدی:

آلومینیوم، نانوکامپوزیت، دی سولفید تنگستن، نانوذرات، خواص مکانیکی.

۱- مقدمه

گرافن و نانو تیوب کربن در مقیاس میکرو و نانومتری و ساخت کامپوزیت های زمینه آلومینیوم بهبودهای زیادی در خواص این فلز ایجاد کرده‌اند [۲-۶]. این موضوع باعث افزایش تقاضای صنعت برای کامپوزیت های زمینه آلومینیوم در سال های اخیر شده است [۷]. تحقیقات انجام شده بر روی کامپوزیت های زمینه فلزی با تقویت کننده در ابعاد میکرونی نشان می‌دهد، حتی اگر

خواص خوب آلومینیوم و آلیاژهای آن نظیر سبکی و مقاومت در برابر خوردگی باعث شده است تا این فلز به طور وسیعی در صنایع مختلف استفاده شود. اگرچه ضعف هایی چون استحکام پایین مکانیکی و خواص ضعیف سایش در این فلز باید مورد توجه قرار گیرد [۱]. برای غلبه بر این ضعف ها محققین با افزودن انواع ذرات مانند کاربید سیلیسیوم، دی بوراید تیتانیوم، دی سولفید مولیبدن،

آمیزی نانو کامپوزیت آلومینیوم با تقویت کننده گرافن ساخته‌اند. در این تحقیق با استفاده از روش متالورژی پودر و سنتز گرافن با کمتر از پنج لایه با افزودن ۰/۳ درصد گرافن به آلومینیوم استحکام کششی تا ۶۲ درصد افزایش یافت و کاهش ۵۰ درصدی کرنش شکست را به همراه داشت. لی و همکاران [۲۴] با ساخت نانو کامپوزیت آلومینیوم/گرافن و افزودن ۰/۵ درصد گرافن به آلومینیوم، تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب ۸/۸ درصد و ۱۷/۷ درصد افزایش دادند. این بهبود استحکام می‌تواند به توزیع همگن گرافن در زمینه آلومینیوم و نیز تمیزی پروسه تهیه این نانو کامپوزیت وابسته باشد زیرا هیچ فاز کاربیدی در آنالیزهای انجام گرفته دیده نشد. ربا و همکاران دی سولفید مولیبدن را تا ۴ درصد وزنی به آلومینیوم ۲۰۲۴ اضافه نمودند و افزایش بیش از ۳۰ درصدی در میزان سختی و ۱۵ درصدی در استحکام را مشاهده نمودند [۲۵]. ناکامایا و همکاران دی سولفید تنگستن را در مقیاس میکرومتری به آلومینیوم اضافه کردند که تغییر محسوسی در استحکام کامپوزیت نسبت به آلومینیوم خالص دیده نشد [۲۶]. نانو ذرات در مقایسه با میکرو ذرات می‌توانند در حجم کمتر بهبود بیشتری را در خواص فلز پایه ایجاد نمایند. از این رو در این تحقیق با افزودن نانو ذرات دی سولفید تنگستن به آلومینیوم اثر افزودن دی سولفید تنگستن در مقیاس نانومتری بر خواص مکانیکی آلومینیوم بررسی شد و روشی جدید جهت رسیدن به توزیع مناسب ذرات در زمینه آلومینیومی مورد استفاده قرار گرفت.

۲- مواد و روش انجام تحقیق

۲-۱- سنتز نانو مواد

جهت تولید نانو ذرات دی سولفید تنگستن از روش هیدرو ترمال استفاده گردید برای این منظور ۵/۸۲۴ گرم Na_2WO_4 را به آب مقطر اضافه کرده و ۳۰ دقیقه در حمام آبی اولتراسونیک می‌شود. محلول مورد نظر روی همزن قرار گرفته و به ترتیب ۲/۵۵۹ گرم $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ و ۱۱/۸ گرم Na_2S ۳۵ درصد به آرامی به محلول اضافه می‌گردد و به هر ماده ۱۵ دقیقه زمان داده تا کاملاً در

روش تولید مناسب و کنترل شده ایی هم اتخاذ شود تا توزیع یکنواخت ذرات اتفاق بیافتد بازهم بازده کمتری نسبت به استفاده از ذرات نانومتری وجود خواهد داشت [۸]. اثر ذرات تقویت کننده در کامپوزیت آلومینیوم با تقویت کننده اکسید آلومینیوم بررسی شده است که افزایش استحکام آلومینیوم در میزان تقویت کننده مساوی با کاهش اندازه ذرات تقویت کننده را در برداشته است [۹]. به صورت کلی ذرات با اندازه بزرگتر از ۱/۵ میکرومتر تمایل به ورقه ورقه شدن را افزایش می‌دهند و ذرات بین ۲۰۰ تا ۱۵۰۰ نانومتر باعث ایجاد حفره در فصل مشترک می‌شوند. ولی برای ذرات با اندازه کمتر از ۲۰۰ نانومتر اتصال قابل قبولی بین زمینه و تقویت کننده ایجاد می‌شود که باعث افزایش خواص مکانیکی خواهد شد [۱۰]. مکانیزم های مختلفی برای استحکام بخشی ذرات در زمینه فلزی ارائه شده است که شامل انتقال بار از زمینه به ذره، اثر کاهش اندازه دانه ها (معادله هال-پیچ)، مکانیزم اوروان و عدم انطباق ضریب انبساط حرارتی و مدول زمینه و تقویت کننده است [۱۱-۱۴]. روش های متعددی برای ساخت کامپوزیت های زمینه آلومینیوم وجود دارد که به نوع فاز تقویت کننده بستگی دارد که البته به طور کلی به دو روش حالت جامد و حالت مذاب تقسیم بندی می‌شوند. در ساخت کامپوزیت های ذره ایی باید به این نکته توجه کرد که ذره در فرآیند تولید آسیب نبیند. مهم ترین روش حالت مذاب، ریخته گری همراه با همزدن مدام است. روش های حالت جامد بر پایه فرآوری پودر با استفاده از روش های متالورژی پودر استوار است [۱۵-۱۶]. روش متالورژی پودر به طور وسیعی برای تولید کامپوزیت های زمینه آلومینیوم استفاده شده است. این فرآیند یک روش بالا به پایین برای ساخت نانو کامپوزیت ها است که ارزان تر می باشد [۱۷]. در سال های اخیر مواد لایه ایی دو بعدی مانند گرافن، دی سولفید مولیبدن، دی سولفید تنگستن و نیتريد بور [۴-۵] به عنوان تقویت کننده جهت بهبود خواص مکانیکی و سایشی آلومینیوم استفاده شده است. در این مواد پیوند اتمی در هر لایه از اتم ها به صورت کووالانسی است و هر لایه توسط پیوندهای واندروالس به هم پیوند یافته اند [۱۸-۲۲]. وانگ و همکاران [۲۳] به طور موفقیت

می شود که ۳ الی ۴ بار با اتانول و آب مقطر شسته و خشک می گردد. پودر مورد نظر را در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت در آون خلاء قرار گرفته تا خشک شود.

۲-۲- پودر آلومینیوم

پودر آلومینیوم مورد استفاده در این تحقیق با اندازه زیر ۲۰ میکرومتر است. که ترکیب عناصر آن به شرح جدول (۱) می باشد.

جدول (۱): ترکیب پودر آلومینیوم

| Al | Mg | Fe | Na | Ti | Mn | P |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 99 | 0.432 | 0.364 | 0.096 | 0.019 | 0.016 | 0.013 |

نمونه‌ها پس از پولیش و اچ نمودن سطح نمونه‌ها در محلول ۲ درصد وزنی HF از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) استفاده شد. سختی نمونه از روش ویکرز اندازه گیری شد بار اعمالی در این روش ۱۰ نیوتن در نظر گرفته شد. خواص فشاری نانو کامپوزیت‌ها با دستگاه اینسترون با بار اعمالی ۱۵ نیوتن و سرعت ۱ میلیمتر بر دقیقه مورد سنج قرار گرفت.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی ساختاری

۳-۱-۱- مورفولوژی دی سولفید تنگستن سنتز شده

شکل (۱) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) از نانوذرات تولیدی را نشان می دهد که به وضوح تولید ذرات با اندازه کمتر از ۱۰۰ نانومتر قابل مشاهده است. ساختار صفحه ای و گوشه ای نانوذرات موجود در شکل (۱) مختص نانو ذرات هگزاگونال دی سولفید تنگستن است. انرژی سطحی بالای نانوذرات تجمع آنها را باعث می شود که در این شکل نیز مشاهده می شود. روش تولید مورد استفاده به دلیل به کارگیری اتوکلاو که واکنش تولید دی سولفید تنگستن در فشار بالا انجام می شود، باعث کاهش سایز ذرات به زیر ۱۰۰ نانومتر می شود. علاوه بر این وجود CTAB به عنوان کاتالیزور در واکنش در مقادیر مختلف

محلول حل شود. محلول آماده شده به مدت ۱ ساعت همزده می - شود. در مرحله بعد مقدار ۰/۵۲۹ گرم CTAB را به محلول اضافه کرده و به مدت ۱ ساعت همزده می شود. pH محلول را با هیدروکلریک اسید ۲ مولار به ۶ رسانده و به مدت ۲ ساعت همزده می شود. مخلوط را در اتوکلاوی با پوشش تفلونی به حجم ۳۵۳ میلی لیتر ریخته و در آون در دمای ۱۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت قرار می گیرد و زمان کافی داده می شود تا به آرامی سرد شده و به دمای اتاق برسد. پودری مشکی رنگ تولید

۳-۲- روش تولید نانو کامپوزیت

برای تولید نانو کامپوزیت Al/WS_2 ابتدا پودر آلومینیوم به صورت جداگانه در استن به مدت ۲۰ دقیقه تحت التراسونیک قرار گرفت سپس به صورت آرام آرام نانو ذرات دی سولفید تنگستن به محلول اضافه شد و پودرها به مدت ۲ ساعت التراسونیک شد. جهت تثبیت ذرات در سطح ذرات آلومینیوم و نیز نزدیک شدن نسبت پودر محلول داخل آسیاب سیاره ای ریخته شد و به مدت دو ساعت و با نسبت پودر به گلوله ۱۰:۱ تحت آسیاب قرار گرفت. سپس محلول به داخل بشر داخل حمام آب با دمای ۷۰ درجه قرار گرفت و تا تبدیل شدن به حالت خمیری تحت همزن مکانیکی قرار گرفت. سپس مخلوط خمیری در داخل آون خلا قرار گرفت و در دمای ۷۰ درجه سانتیگراد خشک شد. مخلوط پودری حاصله در قالب گرافتی و تحت بار ۴۰ مگا پاسکل با روش اسپارک پلازما زینتریگ (SPS) به قرص های با شعاع ۲/۵ سانتیمتر و ارتفاع ۱ سانتیمتر تبدیل شد. ترکیب نانو کامپوزیت های تولیدی به ترتیب ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ درصد وزنی دی سولفید تنگستن در نظر گرفته شد.

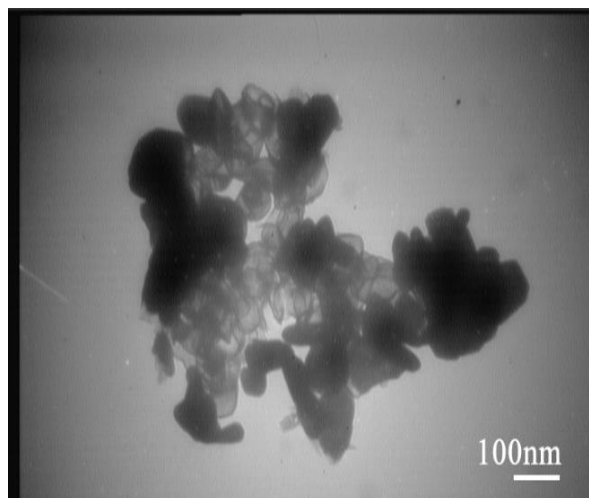
۲-۴- بررسی خواص

دانشیه نمونه‌ها به روش ارشمیدوسی انجام شد به این ترتیب که ابتدا وزن نمونه در هوا و سپس در آب اندازه گیری و نهایتاً از فرمول (۱) دانشیه نمونه‌ها به دست آمد. جهت بررسی ریزساختار

۳-۱-۲- ساختار میکروسکوپی نانوکامپوزیت

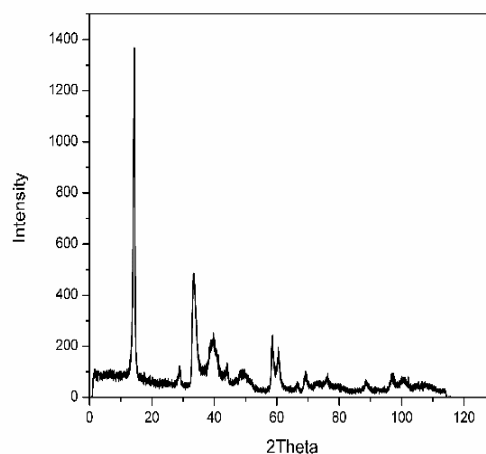
بررسی فازهای تشکیل شده در نانوکامپوزیت، نحوه توزیع آنها و آنالیز ساختار میکروسکوپی نمونه‌های نانوکامپوزیت با استفاده از میکروسکوپ نوری، الکترونی و آزمون‌های XRD و EDS انجام شد. بررسی ریز ساختار نمونه بعد از پولیش به وسیله میکروسکوپ نوری انجام شد. در این آنالیز ریزساختار نمونه خالص به عنوان نمونه مرجع بررسی و با سایر نمونه‌ها مورد مقایسه قرار گرفت. در بررسی میکروسکوپی سطح نمونه‌ها به غیر از فاز آلومینیوم زمینه و تجمعاتی از ذرات دی سولفید تنگستن در مرز دانه‌ها فاز دیگری مشاهده نشد. در شکل (۳) ساختار میکروسکوپی نمونه‌های Al، WS_2 -2% و WS_2 -8% Al نشان داده شده است اگرچه در نمونه خالص دانه‌های درشت و غیر یکنواخت زیاد است اما با افزایش میزان تقویت کننده ساختار به سمت دانه‌های ریز و هم محور سوق پیدا کرده است. یافته‌های میکروسکوپ نوری از سطح تمام نمونه‌ها نشان می‌دهد با افزایش میزان نانوذرات دی سولفید تنگستن در نمونه‌ها، اندازه دانه‌ها کاهش یافته است. بطوریکه در نمونه‌های با غلظت بیش از ۸ درصد وزنی دی سولفید تنگستن اندازه دانه‌ها تا زیر ۲۰ میکرومتر کاهش یافته است. این موضوع به این دلیل است که نانوذرات در فرآیند ساخت خصوصاً زمان اختلاط و آسیاکاری تمام سطح دانه‌های آلومینیوم را پوشانده‌اند و بنابراین هنگام فرآیند زینترینگ نانوذرات در مرز دانه‌ها وجود دارند که مانع از حرکت مرز دانه‌ها شده و از رشد آنها در طول فرآیند تولید جلوگیری می‌نماید. در حقیقت نانوذرات به عنوان مانع در برابر حرکت مرز دانه‌ها عمل نموده و از رشد دانه در طول فرآیند زینترینگ جلوگیری می‌نمایند. این موضوع توسط سایر محققین نیز خصوصاً در زمان‌های کوتاه آسیاکاری مشاهده شده است [۲۷-۲۸]. در زمان‌های زیاد آسیاکاری به دلیل ایجاد کارسختی و نیز وجود تنش بالای پسماند ذخیره شده در کاهش سایز دانه‌ها موثر است ولی در زمان‌های کم عامل اصلی در جلوگیری از رشد دانه در فرآیند تولید نانوکامپوزیت‌ها وجود نانوذرات در بین ذرات زمینه و جلوگیری از حرکت مرز دانه توسط آنها است.

باعث تولید نانوذرات در مورفولوژی‌های مختلف خواهد شد که مقدار این ماده طوری انتخاب شد که به تولید نانوذرات هم محور در واکنش منجر شود.

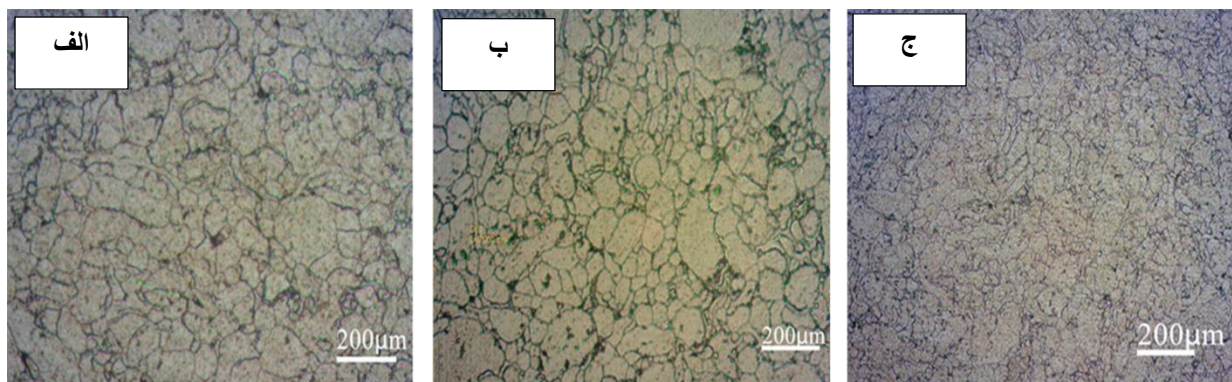


شکل (۱): تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوذرات دی سولفید تنگستن تولید شده

شکل (۲) آنالیز XRD از نانوذرات سنتز شده دی سولفید تنگستن را نشان می‌دهد. پیک‌های موجود در (002) $17/14^\circ$ ، (011) $16/33^\circ$ و (013) $14/39^\circ$ تولید موفقیت آمیز WS_2 را تایید می‌نماید. این سه پیک مشخصه ذرات دی سولفید تنگستن با ساختار هگزاگونال است. با توجه به شکل (۱) و نیز آنالیز اشعه ایکس می‌توان تولید نانوذرات دی سولفید تنگستن را تصدیق نمود.

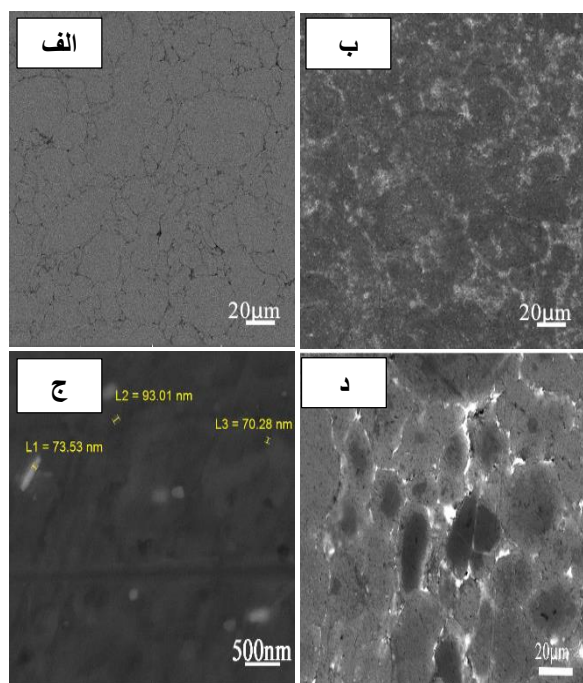


شکل (۲): نتایج آنالیز XRD دی سولفید تنگستن سنتز شده



شکل (۳): تصویر میکروسکوپ نوری از سطح: (الف): نمونه خالص آلومینیوم، (ب): نمونه Al-2% WS₂ و (ج): نمونه Al-8% WS₂

تجمع نانوذرات در مرز دانه ها افزایش یافته و افزایش حفرات در سطح نمونه مشاهده می شود.



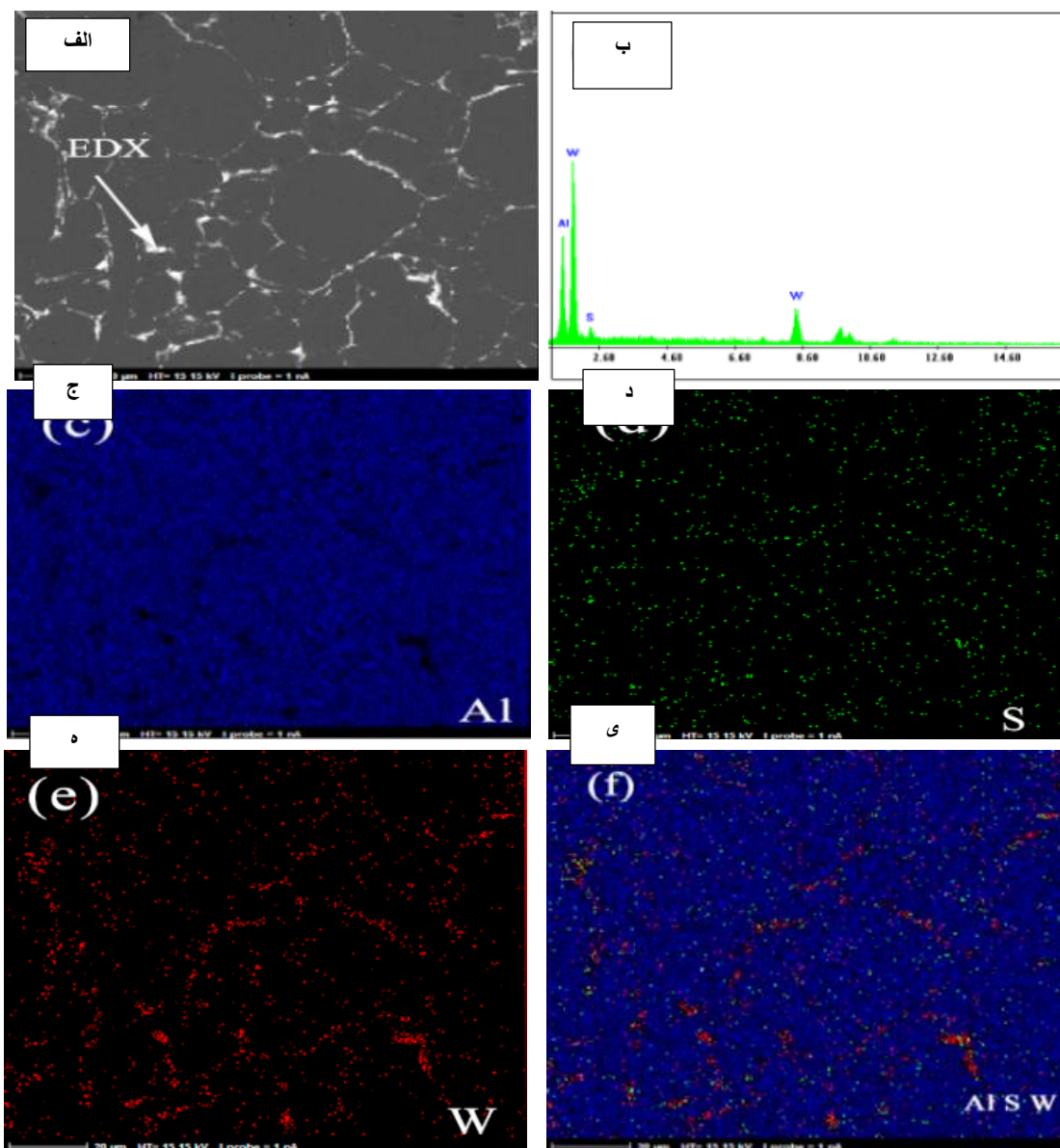
شکل (۴): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح نمونه: (الف): Al، (ب): Al-4% wt. WS₂، (ج): Al-8% wt. WS₂ و (د): Al-16% wt. WS₂

ساختار نمونه Al-16% WS₂ نشان می دهد که توده ای شدن نانوذرات در ساختار به شدت افزایش یافته که خود باعث افزایش حفرات در ساختار می شود. به دلیل سطح ویژه بسیار بالای

جهت بررسی چگونگی توزیع نانوذرات در ساختار نانوکامپوزیت از میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) استفاده شد. شکل (۴-الف) ساختار آلومینیوم خالص را نشان می دهد چنانچه از این تصویر مشخص است وجود حفرها در منطقه مرزی بین دانه ها به وضوح قابل مشاهده است. شکل (۴-ب) از سطح مقطع نمونه Al-4% WS₂ گرفته شده است که نشان می دهد نانوذرات به شکل مناسبی در ساختار پخش شده است علاوه بر مشاهده نانوذرات در مرز دانه، نانوذرات دی سولفید تنگستن در داخل دانه ها نیز نفوذ کرده و کل ساختار را تحت تاثیر خود قرار داده اند. در مقایسه با شکل (۴-الف) ملاحظه می شود که حفرات به نحو قابل توجهی در این تصویر کاهش یافته اند و به نظر می رسد نانوذرات با پر کردن حفرات به کاهش حفرات بین دانه ای کمک کرده اند. ساختار نمونه Al-4% WS₂ (شکل ۴-ب) به وضوح توزیع و پراکنندگی مناسب فاز دوم در ساختار را نمایش میدهد. علاوه بر این می توان گفت به دلیل حضور نانو ذرات در ساختار، ساختار مترامی ایجاد شده است. این پدیده توسط سایر محققین نیز گزارش شده است [۴]. شکل (۴-ج) سطح مقطع نمونه Al-8% WS₂ در بزرگ نمایی های بالا است. چنانچه از این شکل مشخص است نانوذرات مورفولوژی خود را در نمونه نانوکامپوزیت نیز حفظ کرده اند و علاوه بر سطح در درون دانه ها نیز نفوذ نموده اند. شکل (۴-د) سطح مقطع نمونه Al-16% WS₂ را نشان می دهد چنانچه در این شکل به وضوح قابل مشاهده است،

کاهش تراکم و قابلیت زینتر ذرات آلومینیوم می‌گردد. بنابراین با افزایش غلظت نانوذرات در ساختار نانوکامپوزیت توزیع غیر یکنواخت و افزایش حفرات مشاهده می‌گردد [۲۹-۳۱].

نانوذرات تمایل به توده‌ایی شدن در آنها بسیار بالا است. با افزایش میزان نانوذرات در ساختار نانوکامپوزیت این موضوع به شدت افزایش می‌یابد علاوه بر این با افزایش سطح تماس زیاد بین نانو ذرات و ذرات آلومینیوم و خود ذرات با یکدیگر، نیروی اصطکاک بین ذره‌ایی در ساختار به شدت بالا می‌رود که باعث



شکل (۵): آنالیز نقطه‌ایی و نقشه کلی توزیع عناصر در نمونه نانوکامپوزیت WS₂-8%wt. Al

مشخص تایید می‌کند که فاز سفید موجود در ساختار همان نانو ذرات WS₂ هستند. شکل (۵-الف) ساختار نمونه

آنالیز EDS و نیز نقشه توزیع فازها با استفاده از میکروسکوپ FESEM در شکل (۵) نشان داده شده است. این تصویر به طور

نانوکامپوزیت موفقیت آمیز بوده است. در صورت ترکیب آلومینیوم با فاز تقویت کننده عموماً فازهای ترد در نمونه ایجاد می شود که باعث کاهش خواص مکانیکی نانو کامپوزیت خواهد شد. نبود فازهای مخرب در نمونه به دلیل روش ساخت مناسب نانو کامپوزیت است. اولاً دمای زیتتر نمونه ها ۵۰۰ درجه است در حالیکه واکنش بین آلومینیوم و گوگرد بیش از ۸۰۰ درجه است. ثانياً زمان کم آسیاکاری (۲ ساعت) در جلوگیری از واکنش های ناخواسته تاثیر گذار است.

۳-۲- بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی

۳-۲-۱- تغییرات دانسیته

برای تعیین دانسیته نانو کامپوزیت از روش ارشمیدوس استفاده گردید. در این روش وزن نمونه در هوا و سپس بصورت غوطه ور در آب اندازه گیری می شود و بر اساس فرمول (۱) دانسیته نمونه محاسبه می گردد برای جلوگیری از نفوذ آب در خلل و فرج سطحی، نمونه با وکس مخصوص پوشش داده شد.

$$\rho_{cx} = \frac{\rho_w W_a}{W_a - W_w} \quad (1)$$

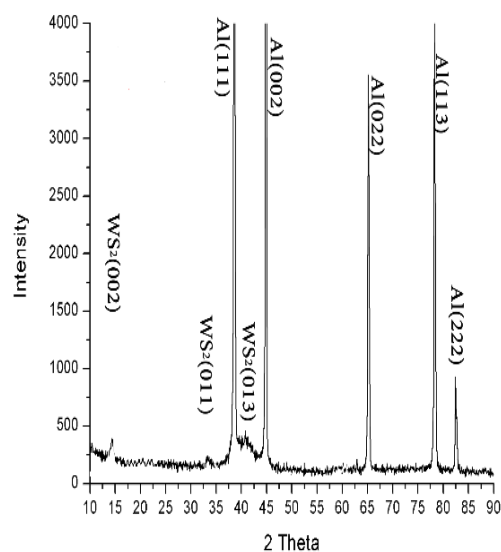
در این فرمول ρ_{cx} دانسیته تجربی نمونه ها، ρ_w دانسیته آب مقطر در دمای آزمایش، W_a وزن نمونه ها در هوا و W_w وزن نمونه ها در آب است. جهت محاسبه دانسیته نسبی نمونه ها از فرمول های زیر استفاده شد.

$$\rho_{ct} = V_{Al} \rho_{Al} + V_{WS2} \rho_{WS2} \quad (2)$$

$$\rho_R = \frac{\rho_{cx}}{\rho_{ct}} \quad (3)$$

در فرمول بالا V کسر حجمی فازها و ρ_{ct} و ρ_R به ترتیب دانسیته تئوری و دانسیته نسبی نانو کامپوزیت است. شکل (۷) تغییرات دانسیته نسبی با میزان غلظت نانو ذرات را نشان می دهد. دانسیته نسبی شاخصی برای درصد حفرات (porosity) است که با کاهش آن درصد حفرات ساختار افزایش می یابد. چنانچه مشخص است

Al-8%wt. WS₂ را نشان می دهد که از نقطه ایی که با فلش مشخص شده است آنالیز EDS گرفته شده است همان طور که از پیک های موجود در شکل (۵-ب) مشخص است درصد تنگستن و گوگرد در این نقطه بسیار بالا است که نشان دهنده وجود غلظت بالایی از فاز دی سولفید تنگستن در این نقطه است در ادامه شکل های (۵-ج، د، ه، ی) نقشه توزیع عناصر از تصویر (۵-الف) را نشان می دهد که به وضوح توزیع مناسب فاز دی سولفید تنگستن را در زمینه نشان می دهد و فاز سفید رنگ را به عنوان فاز تقویت کننده دی سولفید تنگستن مشخص می نماید با توجه به دانسیته بالاتر دی سولفید تنگستن نسبت به آلومینیوم نیز این انتظار وجود دارد که این فاز با رنگ روشن در ساختار آلومینیوم پدیدار شود. که یافته های تجربی نیز این موضوع را با توجه به شکل (۵) اثبات می نماید. با بررسی یافته های آنالیز XRD برای نمونه نانو کامپوزیت، شکل (۶) به غیر از آلومینیوم و دی سولفید تنگستن پیک دیگری در نمودار وجود ندارد.



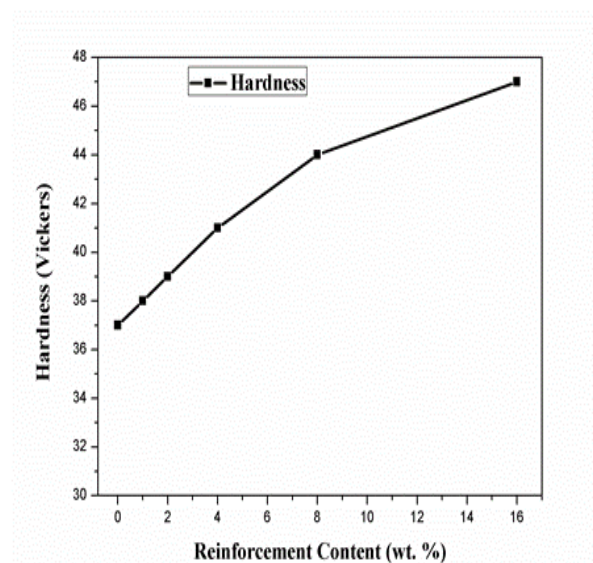
شکل (۶): نتایج آنالیز XRD نانو کامپوزیت با ۸ درصد تقویت کننده دی سولفید تنگستن

بنابراین می توان گفت ترکیب بین فازی یا ناخالصی دیگری در نمونه وجود ندارد یا مقدار آن بسیار کم است. بنابراین تولید

به صورت عکس عمل می نماید. تمایل ذرات به توده ایی شدن باعث افزایش حفرات می شود. ضمن اینکه باعث کاهش پیوند بین زمینه و ذرات تقویت کننده خواهد شد و فصل مشترک ضعیف را به دنبال خواهد داشت که هر دو عامل در افزایش حفرات در ساختار تاثیر گذار خواهند بود.

۳-۲-۲- سختی

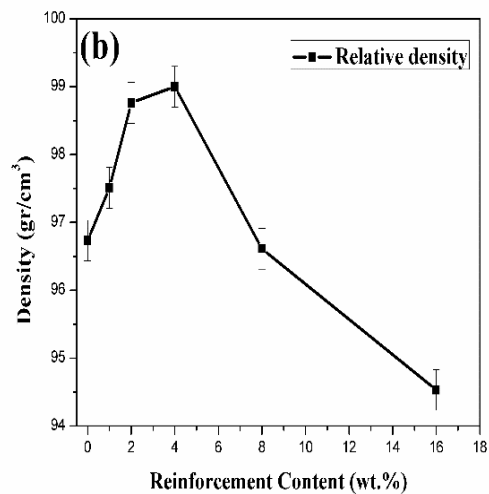
تغییرات سختی نانو کامپوزیت بر حسب غلظت تقویت کننده در شکل (۸) نشان داده شده است.



شکل (۸): تغییرات سختی نانو کامپوزیت بر اساس درصد نانو ذرات دی سولفید تنگستن

میزان سختی با افزایش میزان نانو ذرات افزایش می یابد و نهایتاً نمونه با ۱۶ درصد تقویت کننده بیش از ۳۰ درصد افزایش نشان می دهد. سختی در کامپوزیت های ساخته شده به روش آسیاکاری می تواند تحت تاثیر ۴ عامل کاهش اندازه بلورک ها، کارسختی، حضور ذرات و تشکیل فازهای دیگر مانند محلول های جامد باشد [۳۳] علاوه بر این سختی در کامپوزیت ها از قانون مخلوط ها پیروی می کند. بر اساس قانون مخلوط ها در کامپوزیت ها چون سختی دی سولفید تنگستن کمتر از آلومینیوم است انتظار می رود سختی کاهش یابد اما افزایش سختی در نمونه

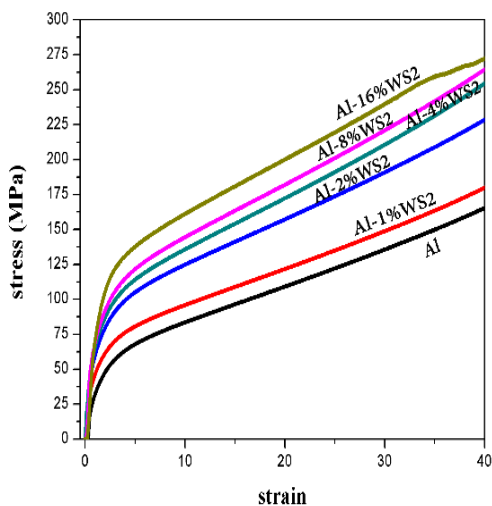
در ابتدا با افزایش غلظت نانو ذرات افزایش دانسیته نسبی اتفاق می افتد که تا ۴ درصد وزنی این روند ادامه دارد و دانسیته به دانسیته تئوری بسیار نزدیک می گردد. با افزایش غلظت، روند کاهش دانسیته نسبی شروع خواهد شد.



شکل (۷): تغییرات دانسیته نسبی با میزان غلظت دی سولفید تنگستن در نانو کامپوزیت

دلیل این موضوع افزایش حفرات در ساختار به دلیل توده ایی شدن نانو ذرات است. در حقیقت به دلیل توده ایی شدن ذرات در مرز دانه های آلومینیوم، میزان جدایش بین توده های نانو ذره و نیز ذرات آلومینیوم زیاد شده و تشکیل حفره ها اجتناب ناپذیر خواهد بود. ضمن اینکه افزایش غلظت نانو ذرات تراکم پذیری و زینتر پذیری را کاهش می دهد. با افزایش میزان نانو ذرات آگلومریشن بیشتری در ساختار اتفاق می افتد و باعث بزرگتر شدن ذرات در زمینه و غیر یکنواختی توزیع می شود در کامپوزیت ها ذرات فاز دوم کوچک تر و با توزیع یکنواخت تر حفرات ریزتر و یکنواخت تر و ذرات بزرگ تر حفرات بزرگ تر و با توزیع بد تولید می کنند [۳۲] این نتایج با بررسی ساختاری نمونه ها که در بخش قبل توضیح داده شد نیز منطبق است. چنانچه در شکل (۳) نیز توضیح داده شد نانو ذرات در ابتدا باعث پر شدن حفرات خواهند شد که با افزایش میزان آنها و توده ایی شدن ذرات، این اثر از بین رفته و

چنانچه مشاهده می شود اگر چه مطابق با شکل (۷) در نمونه با بیش از ۴ درصد وزنی دی سولفید تنگستن کاهش در دانسیته نمونه ها رخ می دهد ولی سختی و استحکام فشاری در تمام نمونه ها روند افزایشی داشته است (شکل (۸) و (۹)). در خصوص رابطه دانسیته و خواص مکانیکی باید گفت خواص مکانیکی با کاهش دانسیته افت خواهد کرد این در صورتی است که سایر عوامل که در افزایش خواص مکانیکی موثر هستند، ثابت باشند در حالی که در نمونه های نانو کامپوزیت تولیدی کاهش اندازه دانه ها در تمام نمونه ها دیده می شود. از طرفی فاز دوم باعث افزایش خواص مکانیکی از طریق کند کردن حرکت نابجایی ها از طریق مکانیزم اوروان خواهند شد. کاهش در شیب نمودار سختی در شکل (۸) با توجه به اثر تقابلی کاهش خواص مکانیکی بر اثر کاهش دانسیته در برابر افزایش خواص مکانیکی در اثر کاهش اندازه دانه ها و افزایش غلظت فاز دوم قابل توجیه است.



شکل (۹): نمودار تنش - کرنش فشاری نانو کامپوزیت

مکانیزم های استحکام بخشی ذرات در زمینه فلزی، شامل انتقال بار از زمینه به ذره، اثر کاهش اندازه دانه ها (معادله هال-پیچ)، مکانیزم اوروان و عدم انطباق ضریب انبساط حرارتی و مدول فلز زمینه و فاز تقویت کننده است. بازده بیشتر مکانیزم اوروان که با کوچکتر شدن سایز ذرات تقویت کننده اتفاق می افتد و سطح

ها مشاهده می گردد. این افزایش سختی در نمونه ها با توجه به اینکه فاز تقویت کننده سختی کمتری نسبت به آلومینیوم دارد، می تواند به دلیل جلوگیری از حرکت نابجایی ها توسط نانوذرات و نیز وجود مرزدانه های بیشتر در ساختار نانو کامپوزیت به دلیل اندازه کوچک تر دانه ها باشد که بر اساس رابطه Hall -Petch افزایش سختی در نانو کامپوزیت مورد انتظار است [۳۳].

۳-۲-۳- مقاومت فشاری

جهت بررسی خواص فشاری نانو کامپوزیت از قرص های تولیدی، نمونه هایی به قطر ۴ میلیمتر و ارتفاع ۸ میلیمتر با وایرکات جدا گردید. با توجه به درصد تغییر طول بالای آلومینیوم در آزمون فشار، آزمون تا کرنش ۴۵ درصد ادامه داده شد و سپس بار فشاری قطع شد. چنانچه از نمودار مشخص است با افزایش میزان فاز تقویت کننده، استحکام تسلیم فشاری افزایش یافت به طوری که برای نمونه با ۱۶ درصد وزنی دی سولفید تنگستن استحکام فشاری به ۱۲۰ مگاپاسکال، بیش از دو برابر مقدار نمونه خالص، رسید. کرنش در نمونه ها نیز تا ۸ درصد وزنی به طور مداوم افزایش یافت. ولی کرنش در نمونه ۱۶ درصد وزنی تقویت کننده کاهش نشان می دهد که نشان دهنده تمایل نانو کامپوزیت به تردی با افزایش فاز دوم دارد. رفتار فشاری نانو کامپوزیت در مقایسه با سایر نانو کامپوزیت های تقویت شده با ذرات سخت از بهبود کمتری برخوردار است. کاهش اندازه دانه ها بر اساس رابطه هال-پیچ و نیز مکانیزم استحکام دهی اوروان مهم ترین دلایل بهبود خواص فشاری است. وجود نانوذرات ضمن قفل نمودن نابجایی ها و ممانعت در برابر حرکت آنها باعث کاهش اندازه دانه نیز می شوند که خود باعث افزایش استحکام خواهد شد. البته به دلیل استحکام پایین ذرات دی سولفید تنگستن نسبت به سایر ذرات سخت مانند اکسید آلومینیوم یا کابید بور این استحکام بخشی کمتر است. انرژی نابجایی ها صرف دور زدن و بریدن ذرات دی سولفید تنگستن می شود ضمن اینکه پیوندها و گیرهای فیزیکی بین نانوذرات و نابجایی ها حرکت آنها را در ساختار کندتر می کند و باعث افزایش استحکام خواهد شد.

- [3] S. Gopalakrishnan & N. Murugan, "Production and wear characterisation of AA 6061 matrix titanium carbide particulate reinforced composite by enhanced stir casting method", *composites part B*, Vol. 43, No. 2, pp. 302–308, 2012.
- [4] S. Rengifo, C. Zhang, S. Harimkar, B. Boesl & A. Agarwal, "Effect of WS₂ Addition on Tribological Behavior of Aluminum at Room and Elevated Temperatures", *Tribology Letters*, Vol. 65, pp. 76–86, 2017.
- [5] J. Wozniak, M. Kostecki, T. Cygan, M. Buczek & A. Olszyna, "Self-lubricating aluminium matrix composites reinforced with 2D crystals", *Composites Part B*, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.11.054, 2016.
- [6] C. U. I. Jirang & J. R. Hans, "Recycling of automotive aluminum", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 20, pp. 2057–2063, 2010.
- [7] B. Bhushan, "Introduction to tribology", John Wiley & Sons, New York, USA, 2002.
- [8] C. Borgonovo & D. Apelian, "Manufacture of aluminum nanocomposites: a critical review", *Materials Science Forum*, Vol. 678, pp. 1–22, 2011.
- [9] E. S. Youssef, E. Kady, T. S. Mahmoud & M. A. Sayed, "Elevated temperatures tensile characteristics of cast A356/Al₂O₃ nanocomposites fabricated using a combination of rheocasting and squeeze casting techniques", *Materials Sciences and Applications*, Vol. 2, pp. 390–398, 2011.
- [10] H. R. Shakeri & Z. Wang, "Effect of alternative aging process on the fracture and interfacial properties of particulate Al₂O₃-reinforced Al (6061) metal matrix composite", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33, pp. 1699–1713, 2002.
- [11] Z. Zhang & D. L. Chen, "Contribution of orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 483–484, pp. 148–152, 2008.
- [12] Z. Zhang & D. L. Chen, "Consideration of orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting

ویژه بالای نانوذرات که باعث ایجاد فصل مشترک قوی تر بین ذرات فلز زمینه و فاز تقویت کننده می شود و بهبود انتقال بار از فاز زمینه به ذرات تقویت کننده را در پی دارد، دو عامل مهم افزایش بازده نانوکامپوزیت ها نسبت به میکروکامپوزیت ها می باشد. معمولاً با درصد کمتری از فاز تقویت کننده می توان خواص بهتری را نسبت به میکروکامپوزیت ها انتظار داشت [۱۱–۱۴].

۴- نتیجه گیری

با بررسی میکروسکوپی ساختار نانوکامپوزیت مشخص شد که توزیع مناسبی از ذرات در زمینه ایجاد شده است بنابراین می توان نتیجه گرفت روش ارائه شده در این پژوهش جهت تولید نانوکامپوزیت مناسب است. از طرفی با اندازه گیری دانسیته نمونه ها در نمونه با ۴ درصد تقویت کننده دانسیته نسبی به ۹۹ درصد افزایش یافت که به دلیل پر کردن حفرات توسط نانوذرات دی سولفید تنگستن در نمونه است. افزودن نانوذرات دی سولفید تنگستن باعث افزایش سختی نانو کامپوزیت شد که به دلیل جلوگیری نانوذرات از رشد دانه ها و کندی و توقف حرکت نابجایی ها در ساختار است که بر اساس مکانیزم اوروان باعث افزایش استحکام نمونه ها میگردد. افزودن نانوذرات دی سولفید تنگستن باعث افزایش استحکام مکانیکی آلومینیوم می گردد به طوری که تا بیش از دو برابر استحکام تسلیم فشاری نسبت به نمونه خالص آلومینیوم افزایش می یابد. افزایش مقدار دی سولفید تنگستن تا ۱۶ درصد وزنی باعث تردی نانو کامپوزیت می گردد.

۵- مراجع

- [1] Y. Iwai, H. Yoneda & T. Honda, "Sliding wear behavior of Sic whisker-reinforced aluminum composite", *Wear*, Vol. 181–183, pp. 594–602, 1995.
- [2] S. Kumar, M. Chakraborty, V. S. Sarma & B. S. Murty, "Tensile and wear behaviour of in situ Al–7Si/TiB₂ particulate composites", *Wear*, Vol. 265, pp. 134–142, 2008.

- transistors”, *Nature Nanotechnology*, Vol. 6, No. 3, pp. 147-150, 2011.
- [23] J. Wang, Z. Li, G. Fan, H. Pan & et al, “Reinforcement with graphene nanosheets in aluminum matrix composites”, *Scripta Materialia*, Vol. 66, pp. 594-597, 2012.
- [24] J. L. Li, Y. C. Xiong, X. D. Wang, S. J. Yan, C. Yang, W. W. He, J. Z. Chen, S. Q. Wang, X. Y. Zhang & S. L. Dain, “Microstructure and tensile properties of bulk nanostructured aluminum/graphene composites prepared via cryomilling”, *Materials Science & Engineering A*, Vol. 626, pp. 400-405, 2015.
- [25] B. Rebba & N. Ramanaiyah, “Evaluation of mechanical properties of aluminium alloy (Al-2024) reinforced with molybdenum disulphide (MoS₂) metal matrix composites”, *Procedia Materials Science*, Vol. 6, pp. 1161-1169, 2014.
- [26] N. Nakayama, S. Sakagami, M. Horita, H. Miki, A. Takahashi & K. Hashimoto, “Fabrication of WS₂-dispersed Al Composite Material by Compression Shearing Method at Room Temperature”, *Key Engineering Materials*, Vol. 622-623, pp. 1066-107, 2014.
- [27] N. Nemati, R. Khosroshahi, M. Emamy & A. Zolriasatein, “Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al-4.5 wt.% Cu-TiCnanocomposites produced by mechanical milling”, *Materials and Design*, Vol. 32, pp. 3718-3729, 2011.
- [28] م. ا. شافعی، س. ج. حسینی پور و م. رجبی، "اثر افزودن زیرکونیوم بر ریزساختار و سختی آلیاژ Cu.1-5Mg.2-6Zn-Al۵ تولیدی به روش آلیاژ سازی مکانیکی"، فصلنامه علمی- پژوهشی فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۹، شماره ۴، صفحه ۲۲۵-۲۳۵، ۱۳۹۴.
- [29] M. Tabandeh Khorshid, S. A. Jenabali Jahromi & M. M. Moshksar, “Mechanical properties of trimodal Al matrix composites reinforced by nano and submicron-sized Al₂O₃ particulates attrition milling and hot extrusion developed by wet”, *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3880-3884, 2010
- [30] M. Rahimian, N. Parvin & N. Ehsani, “Investigation of particle size and amount of alumina on their yield strength”, *Scripta Materialia*, Vol. 54, pp. 1321-1326, 2006.
- [13] S. Zadeh, “Comparison between current models for the strength of particulate-reinforced metal matrix nanocomposites with emphasis on consideration of Hall-Petch effect”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 531, pp. 112-118, 2012.
- [14] P. Luo, D. T. McDonald, W. Xu, S. Palanisamy, M. S Dargusch & K. A Xia, “Modified hall-petch relationship in ultrafine-grained titanium recycled from chips by equal channel angular pressing”, *Scripta Materialia*, Vol. 66, pp. 785-788, 2012
- [15] Y. C. Kang & S. L. Chan, “Tensile properties of nanometric Al₂O₃ particulate reinforced aluminum matrix composites”, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 85, pp. 438-443, 2004.
- [16] Y. Wang, W. M. Rainforth, H. Jones & M. Lieblch, “Dry wear behaviour and its relation to microstructure of novel 6092 aluminium alloy-Ni 3 Al powder metallurgy composite”, *Wear*, Vol. 251, pp. 1421-1432, 2001.
- [17] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling”, *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp. 184, 2001.
- [18] K. Miyoshi & M. Dekker, “Solid lubricant-fundamentals and applications”, Inc, New York, USA, 2001.
- [19] Sorrentino, C. Altavilla, M. Merola, A. Senatore, P. Ciambelli & S. Iannace, “Nanosheets of MoS₂ - oleylamine as hybrid filler for self-lubricating polymer composites: Thermal, tribological, and mechanical properties”, *Polymer Composites*, Vol. 36, No. 6, pp. 1124-1134, 2015.
- [20] Y. Zhang, J. Ye, Y. Matsushashi & Y. Iwasa, “Ambipolar MoS₂ thin flake transistors”, *Nano Letter*, Vol. 12, No. 3, pp 1136-1140, 2012.
- [21] K. Broniszewski, J. Wozniak, K. Czechowski, L. Jaworska & A. Olszyna, “Al₂O₃-Mo cutting tools for machining hardened stainless steel”, *Wear*, Vol 303, pp. 87-9, 2013.
- [22] B. Radisavljevic, A. Radenovic, J. Brivio, V. Giacometti & A. Kis, “Single-layer MoS₂

microstructure and mechanical properties of Al matrix composite made by powder metallurgy”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, pp. 1031–8, 2010.

[31] Slipenyuk, V. Kuprin, Y. Milman, V. Goncharuk & J. Eckert, “Properties of P/M processed particle reinforced metal matrix composites specified by reinforcement concentration and matrix-to-reinforcement particle size ratio”, *Acta Materialia*, Vol. 54, pp. 157–66, 2006.

[۳۲] ی. صابری کاخکی، س. ناطق، ش. ا. میردامادی، "بررسی خواص کامپوزیت متخلخل زمینه آلومینیوم تقویت شده با نانوذرات کاربید سیلیسیم با روشهای مختلف ارزیابی خواص خزشی"، فصلنامه علمی- پژوهشی فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۱۱، شماره ۲، صفحه ۴۱-۵۶، ۱۳۹۶.

[۳۳] د. داوودی، س. ا. ح. امامی و ع. سعیدی، "تولید و بررسی خواص مکانیکی پودر نانو کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۱۴/آلومینا به روش آلیاژسازی مکانیکی"، فصلنامه علمی- پژوهشی فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۹، شماره ۴، صفحه ۹۳-۱۰۶، ۱۳۹۳.

Investigation of microstructural and mechanical properties of tungsten disulfide (WS₂) /Aluminum matrix nanocomposite

Hossein Salehi Vaziri^{1,*}, Ali Shokuhfar², Seyyed Salman Seyyed Afghahi³

1- PhD Student, Advanced Materials and Nanotechnology Research Laboratory, Faculty of Materials Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

2- Assistant Professor, Advanced Materials and Nanotechnology Research Laboratory, Faculty of Materials Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

3- Professor, Faculty of Materials Science and Engineering, Department of Engineering, Imam Hossein University, Tehran, Iran

*Corresponding Author: hsalehi@mail.kntu.ac.ir

Abstract

In this research, WS₂ nanoparticles were synthesized using hydrothermal method and then added to aluminum matrix as reinforcement. Nanocomposites were fabricated by powder metallurgy processing followed by Spark Plasma Sintering (SPS) consolidation. Transmission electron microscopy (TEM) and XRD of synthesized powder showed WS₂ nanoparticles were synthesized successfully. Microstructural properties of nanocomposites were investigated using optical microscopy (OM), field emission scanning electron microscopy (FESEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS). Nanoparticles were well distributed in the aluminum matrix and have a good dispersion. The presence of nanoparticles in the matrix reduces the size of the grain less than 20 μm so that the size of the grain becomes smaller by increasing the amount of nanoparticles. The density of the sample showed that the nanocomposite had a very good compressibility and relative density reach to near 99% in 4wt. %WS₂. Hardness and compressive strength of nanocomposites were evaluated. Mechanical evaluations indicated that, the increase in weight fraction of WS₂ nanoparticles, resulted in improvement of hardness and compressive strength of aluminum. Concentration of tungsten disulfide nanoparticles has a direct effect on increasing the mechanical properties of nanocomposite. The compressive strength increased up to 120 MPa, about twice the base metal, and the hardness raised up to 30%.

Keywords: Aluminum, Nanocomposites, WS₂ Nanoparticles, Mechanical Properties.

Journal homepage: ma.iaumajlesi.ac.ir

Please cite this article using:

Hossein Salehi Vaziri, Ali Shokuhfar, Seyyed Salman Seyyed Afghahi, Investigation of microstructural and mechanical properties of tungsten disulfide (WS₂) /Aluminum matrix nanocomposite, New Process in Material Engineering, 2020, 14(1), 1-13.