

# بررسی تغییر اندازه ذرات پودر نانو کامپوزیت Al/SiC تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی

محمد رضا دشت بیاض<sup>۱\*</sup>، محمد رضا عباسی<sup>۲</sup>

۱- استادیار، بخش مهندسی مکانیک، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهید باهنر، کرمان، ایران

۲- کارشناس ارشد، مهندسی مکانیک - ساخت و تولید، پژوهشکده تحقیقات کشاورزی، پزشکی و صنعتی، کرج، ایران

\*dashtbayazi@uk.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۲/۰۴/۱۵، تاریخ پذیرش: ۹۲/۰۹/۰۷)

## چکیده

پودر نانو کامپوزیت زمینه آلومینیم حاوی ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم با استفاده از آلیاژسازی مکانیکی تهیه شد. تصاویر TEM حضور ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم در درون نانوبلورهای آلومینیم را نشان داد. مقادیر گرایش به مرکز اندازه ذرات، شامل: مد، میانه و میانگین در شرایط مختلف آسیاب کاری شامل: زمان (۴ الی ۲۴ ساعت) و سرعت آسیاب کاری (۲۰۰ دور بر دقیقه) و نسبت وزنی گلوله‌ها به پودر (۴ الی ۱۴) بدست آمد. بیشترین و کمترین مقدار میانگین اندازه ذرات در شرایط مختلف آسیاب کاری به ترتیب ۶۲ و ۱۴ میکرومتر بودند. حداکثر و حداقل کاهش میانگین اندازه ذرات در شرایط مختلف آسیاب کاری به ترتیب ۷۰ و ۸ درصد بودند. دو مدل ریاضی ویبول سه عاملی (3-parameter Weibull) و کوچکترین مقدار کران (Smallest extreme value) برای تبیین توزیع اندازه ذرات انتخاب گردیدند. در نهایت مشخص شد که عامل حاصل ضرب زمان در سرعت آسیاب کاری نسبت به عامل نسبت وزنی گلوله‌ها به پودر، اثر بیشتری بر کاهش میانگین اندازه ذرات دارد.

## واژه‌های کلیدی:

نانو کامپوزیت زمینه آلومینیم، آلیاژسازی مکانیکی، اندازه ذرات، شرایط آسیاب کاری.

## ۱- مقدمه

شرایط سطحی ذرات متاثرند [۱]. خصوصیت‌هایی مانند چگالی ظاهری، سیالیت ذرات پودر متاثر از خصوصیات هندسی و ابعادی ذرات پودر هستند [۲]. خصوصیات شیمیایی پودر از جمله ناخالصی‌های موجود در آن بر قابلیت فشرده‌شدن و تف‌جوشی ذرات نیز موثرند [۳].

روش‌های مختلفی برای تولید ذرات در متالورژی پودر مورد استفاده است. از جمله روش‌های مرسوم برای تولید پودر مواد پیشرفته، فرایند آلیاژسازی مکانیکی است.

تولید قطعات بدون عیب در متالورژی پودر به مقدار زیادی به شناسایی و ارزیابی خواص فیزیکی و شیمیایی پودرهای مورد استفاده وابسته است. همچنین رابطه بین خواص ذرات پودر و رفتار آنها در ضمن عملیات فشرده‌کردن و تف‌جوشی در متالورژی پودر مهم است. عملیات فشرده‌کردن ذرات پودر و تف‌جوشی آنها برای رسیدن به قطعه نهایی از خصوصیات فیزیکی ذرات مانند: اندازه، توزیع اندازه، شکل، ساختار و

ذرات درشت تر را پر می کنند و این عمل باعث افزایش چگالی می شود [۱۰]. از آنجا که خصوصیات پودر تولید شده توسط فرایند آلیاژسازی مکانیکی به شکل های مختلف بر خواص محصول نهائی متالورژی پودر موثر است در نتیجه شناسائی و بررسی خصوصیات این پودر از جنبه های مختلف، خصوصاً از نظر ابعادی، قبل از تبدیل شدن به قطعات حجیم<sup>۳</sup> مهم است. بدین منظور نویسندگان در ادامه تحقیق قبلی در خصوص مدل سازی آماری فرایند تولید ذرات نانوکامپوزیت زمینه آلومینیم تقویت شده با ذرات کاربید سیلیسیم<sup>۴</sup> [۱۱]، توصیفی آماری از تغییرات ابعادی ذرات نانوکامپوزیت مذکور به عمل آورده اند. همچنین تغییرات منحنی توزیع اندازه ذرات در اثر تغییر شرایط آسیاب کاری مورد بررسی قرار گرفته و مدل های مناسب توزیع اندازه ذرات برای نمونه های مختلف نانوکامپوزیت به دست آمده است.

## ۲- روند تهیه نانوکامپوزیت

### ۲-۱- برنامه ریزی فرایند

به منظور کاهش تعداد آزمایش ها عوامل: ۱- نوع آسیاب ۲- اندازه تقویت کننده ۳- نوع تقویت کننده ۴- عامل کنترل کننده فرایند بدون تغییر در نظر گرفته شده اند. همچنین، با تحلیل ابعادی<sup>۵</sup>، عوامل باقیمانده به حداقل رسیده اند. تحلیل ابعادی روشی است که در آن به کمک بی بعدسازی، تعداد عوامل دخیل در یک فرایند را به حداقل مقدار خود می رسانند.

فرایندی است که در آن مخلوط پودر عناصر و یا ترکیبات اولیه در درون آسیابی با انرژی بالا و دارای اتمسفر کنترل شده ترکیب می شوند [۴]. عوامل موجود در فرایند آلیاژسازی مکانیکی شامل: ۱- نوع آسیاب ۲- محفظه آسیاب کاری ۳- سرعت آسیاب کاری ۴- زمان آسیاب کاری ۵- جنس، ابعاد و نحوه توزیع گلوله ها ۶- نسبت وزنی گلوله ها به پودر ۷- میزان پرشدن محفظه آسیاب ۸- اتمسفر آسیاب کاری ۹- عامل کنترل کننده فرایند و ۱۰- دمای آسیاب کاری هستند. محققین از روش آلیاژسازی مکانیکی برای تولید انواع نانوکامپوزیتهای زمینه فلزی به وفور استفاده کرده اند [۵]. در خصوص تاثیر عوامل آلیاژسازی مکانیکی بر خواص ریزساختاری و ریخت شناسانه<sup>۱</sup> نانوکامپوزیتهای زمینه آلومینیم تقویت شده با ذرات سرامیکی تحقیقات متنوعی انجام شده است [۶]. از خصوصیات پودر تولیدی توسط آلیاژسازی مکانیکی عدم یکسان بودن اندازه ذرات است. پس از انجام فرایند آلیاژسازی مکانیکی توزیعی متفاوت از ذرات ایجاد می گردد [۷]. اثر توزیع اندازه ذرات بر رفتار فیزیکی و شیمیائی قطعات تولید شده، مهم است [۸]. تفاوت اندازه ذرات بر چگونگی فشردشدن آنها در حین فرایند تولید قطعه موثر است [۹]. وجود ذرات با اندازه درشت، رسیدن به قطعه با چگالی کامل را با مشکل مواجه می کند. از طرف دیگر وجود ذرات ریز باعث افزایش اصطکاک بین خود ذرات و بین ذرات با دیواره قالب در حین پرکردن قالب می شود و فرایند فشردسازی را با مشکل مواجه می کند. در مقابل، حضور ذرات با اندازه های مختلف و توزیع دوگانه زنگوله ای<sup>۲</sup> باعث افزایش چگالی قطعات می شود زیرا ذرات ریزتر، فضای بین

جدول (۱): عوامل بی بعد و سطوح انتخابی آنها

سطوح						عامل بی بعد
۶	۵	۴	۳	۲	۱	
۲۸۸۰۰۰	۲۴۰۰۰۰	۱۹۲۰۰۰	۱۴۴۰۰۰	۹۶۰۰۰	۴۸۰۰۰	سرعت آسیاب کاری × زمان آسیاب کاری (TV)
۱۴	۱۲	۱۰	۸	۶	۴	نسبت وزنی گلوله ها به پودر (P <sub>1</sub> /P <sub>2</sub> )

جدول (۲): ماتریس طرح آزمایش‌ها

نمونه	TV*	P <sub>1</sub> /P <sub>2</sub> **	نمونه	TV	P <sub>1</sub> /P <sub>2</sub>
۱	۴۸۰۰۰	۴	۱۹	۴۸۰۰۰	۱۰
۲	۹۶۰۰۰	۴	۲۰	۹۶۰۰۰	۱۰
۳	۱۴۴۰۰۰	۴	۲۱	۱۴۴۰۰۰	۱۰
۴	۱۹۲۰۰۰	۴	۲۲	۱۹۲۰۰۰	۱۰
۵	۲۴۰۰۰۰	۴	۲۳	۲۴۰۰۰۰	۱۰
۶	۲۸۸۰۰۰	۴	۲۴	۲۸۸۰۰۰	۱۰
۷	۴۸۰۰۰	۶	۲۵	۴۸۰۰۰	۱۲
۸	۹۶۰۰۰	۶	۲۶	۹۶۰۰۰	۱۲
۹	۱۴۴۰۰۰	۶	۲۷	۱۴۴۰۰۰	۱۲
۱۰	۱۹۲۰۰۰	۶	۲۸	۱۹۲۰۰۰	۱۲
۱۱	۲۴۰۰۰۰	۶	۲۹	۲۴۰۰۰۰	۱۲
۱۲	۲۸۸۰۰۰	۶	۳۰	۲۸۸۰۰۰	۱۲
۱۳	۴۸۰۰۰	۸	۳۱	۴۸۰۰۰	۱۴
۱۴	۹۶۰۰۰	۸	۳۲	۹۶۰۰۰	۱۴
۱۵	۱۴۴۰۰۰	۸	۳۳	۱۴۴۰۰۰	۱۴
۱۶	۱۹۲۰۰۰	۸	۳۴	۱۹۲۰۰۰	۱۴
۱۷	۲۴۰۰۰۰	۸	۳۵	۲۴۰۰۰۰	۱۴
۱۸	۲۸۸۰۰۰	۸	۳۶	۲۸۸۰۰۰	۱۴

\*TV: حاصل ضرب زمان آسیاب کاری (T) بر حسب دقیقه در سرعت آسیاب کاری (V) بر حسب دور بر دقیقه P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>\*\*؛ نسبت وزنی گلوله‌ها (P<sub>1</sub>) به پودر (P<sub>2</sub>)

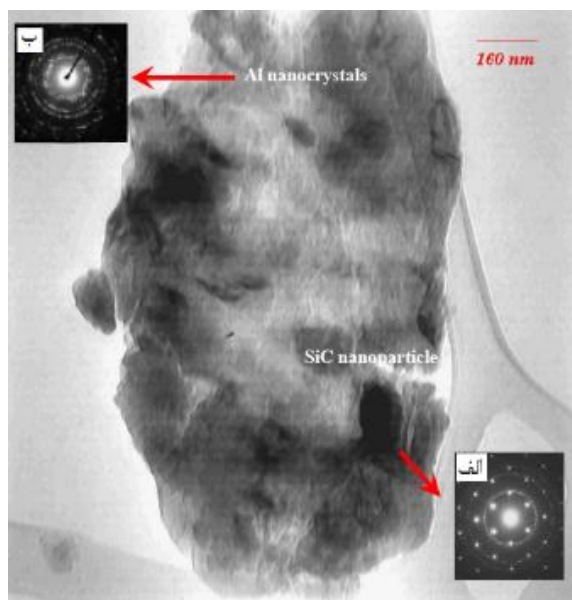
در بی‌بعدسازی، عوامل موجود در فرایند را به گونه‌ای با

یکدیگر ترکیب می‌کنند که از نظر ابعادی (واحد)، عامل ترکیبی بدون بعد شود. این عمل علاوه بر کاهش تعداد عوامل دخیل، باعث مقایسه آسان‌تر عوامل و ساده‌شدن بررسی تاثیر آنها بر خروجی فرایند می‌شود. عوامل فرایند برای بی‌بعدسازی: ۱: زمان آسیاب کاری (T) بر حسب دقیقه، ۲: سرعت آسیاب کاری (V) بر حسب دور بر دقیقه، ۳: وزن گلوله‌ها (P<sub>1</sub>) بر حسب گرم و ۴: وزن پودر (P<sub>2</sub>) بر حسب گرم انتخاب شده‌اند. نتیجه تحلیل ابعادی نشان داده است که در نهایت دو عامل بی‌بعد: ۱: حاصل ضرب زمان آسیاب کاری در سرعت آسیاب کاری (TV) و ۲: نسبت وزنی گلوله‌ها به پودر (P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>) بدست می‌آید [۱۱]. برای بررسی دقیق‌تر اثر دو عامل بی‌بعد بر محصول آلیاژسازی مکانیکی، شش سطح تغییر انتخاب شده است. جدول شماره ۱ عوامل بی‌بعد و سطوح انتخابی برای هر کدام از این عوامل را نشان می‌دهد. در کل تعداد نمونه‌های نانوکامپوزیت تهیه شده ۳۶ عدد بوده است. ماتریس طرح آزمایش‌ها در جدول شماره ۲

نشان داده شده است.

## ۲-۲- تولید نانوکامپوزیت

برای تهیه نانوکامپوزیت از پودر آلومینیم که توسط روش اتمیزاسیون با گاز نیتروژن تولید شده و دارای خلوص پودر ۹۹/۹۹ درصد و اندازه میانگین ذرات ۳۲ میکرومتر بوده و از پودر کاربید سیلیسیم به عنوان تقویت کننده با خلوص پودر ۹۹ درصد و اندازه میانگین ذرات ۲۱ میکرومتر استفاده شده است. پودرهای اولیه توسط دستگاه مخلوط‌کن تحت نام Turbula T2C mixer, Basel به مدت ۲۰ دقیقه مخلوط شدند. بر اساس داده‌های موجود در مقالات علمی مربوطه، ۱/۵ درصد وزنی اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل کننده فرایند به مخلوط اولیه‌ی پودرها اضافه گردید [۱۲]. از یک آسیاب سیاره‌ای تحت نام Planetary Mono Mill pulverisette 6 ساخت شرکت Fritsch استفاده شد. جنس ظرف آسیاب و گلوله‌های آن از فولاد ضد زنگ با قطر ۱۰ میلی‌متر انتخاب شد. نسبت وزنی گلوله‌ها به پودر (P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>) و حاصل ضرب زمان در سرعت



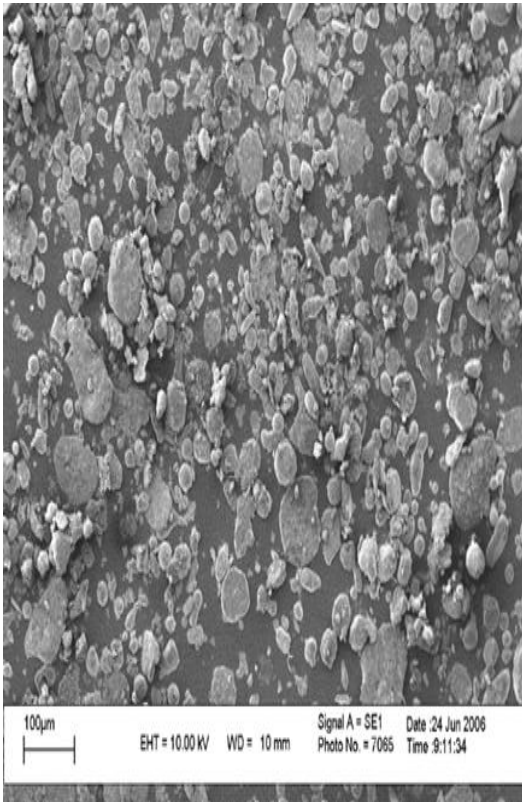
شکل (۱): تصویر TEM تهیه شده از نمونه پودر نانو کامپوزیت به همراه الگوهای پراش که نشان دهنده، الف) ذره نانومتری کاربید سیلیسیم و ب) نانوبلورهای آلومینیم است

### ۳- تحلیل توزیع اندازه ذرات

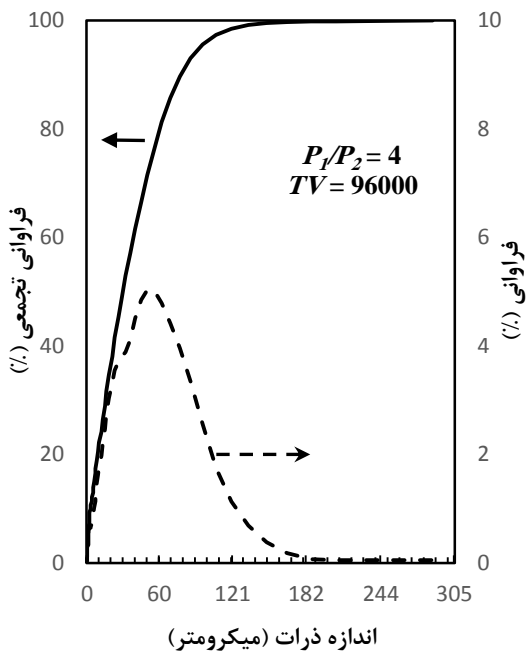
#### ۳-۱- نمودار فراوانی داده ها

نمودارهای درصد فراوانی و فراوانی تجمعی برای شش نمونه‌ی نانو کامپوزیت‌هایی که در تهیه آنها عامل بی بعد  $P_1/P_2$  مساوی چهار بوده و عامل بی بعد TV از ۴۸۰۰۰ الی ۲۸۸۰۰۰ تغییر نموده در شکل شماره ۲ نشان داده شده است. افزایش عامل بی بعد TV نشان دهنده افزایش شدت آسیاب کاری است زیرا این عامل بی بعد ترکیبی از دو عامل زمان و سرعت آسیاب کاری است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل شماره ۲، کاهش اندازه ذرات با افزایش مقدار عامل بی بعد TV را نشان می‌دهند. بین نمودارهای فراوانی تجمعی شش نمونه‌ی نانو کامپوزیت، در شکل شماره ۳ مقایسه‌ای انجام شده است. به طور کلی با مشاهده نتایج موجود در شکل شماره ۳ ملاحظه می‌شود که با افزایش شدت آسیاب کاری (افزایش عامل بی بعد TV)، توزیع اندازه ذرات به سمت ذرات با اندازه کمتر تمایل پیدا کرده است. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی موجود در شکل شماره ۲ مشاهده می‌شود که بر اساس نظریه موریس و کورتنی [۱۳] سازوکار تغییر شکل ذرات فاز نرم

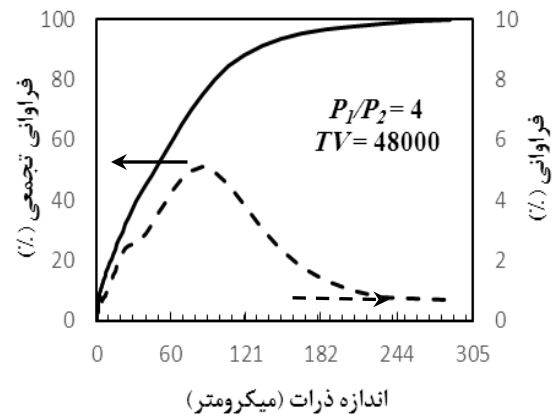
آسیاب کاری (TV) که در غالب متغیرهای بی بعد معرفی شدند با توجه به سطوح در نظر گرفته شده در جدول شماره ۱ تنظیم گردیده و عملیات آسیاب کاری انجام شد. به منظور محافظت مواد تحت آسیاب کاری در برابر گازهای موجود در اتمسفر، از گاز خنثی آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ درصد استفاده شد. بدین منظور در محیط خنثی گاز آرگون، مخلوط پودرهای آلومینیم و کاربید سیلیسیم به درون ظرف آسیاب وارد شدند و سپس درب آن به کمک یک سیستم قفل، کاملاً آب بندی گردید. خروج پودر نانو کامپوزیت از داخل ظرف آسیاب نیز در محفظه پر شده از گاز خنثی انجام گرفت. توسط دستگاه لیزری اندازه گیری ذرات تحت نام Laser Particle size Analyzer 22 شرکت Fritsch اندازه و توزیع ذرات پودرها به دست آمد. دستگاه لیزری اندازه گیری ذرات، توزیع اندازه ذرات را در محدوده ۰/۱ تا ۱۰۰۰ میکرومتر با دقت حدود  $\pm 0/01$  میکرومتر اندازه گیری کرد. برای استفاده از این دستگاه، ذرات پودر در داخل اتانول با ۹۹ درصد خلوص پخش شدند و برای پخش کامل ذرات از دستگاه التراسونیک به مدت ۲۰ دقیقه استفاده گردید. شکل هندسی ذرات توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با ولتاژ ۳۰ کیلوولت تحت نام LEO/ZIESS 1450VP مورد بررسی قرار گرفت. جهت بررسی حضور ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم در درون فاز آلومینیم، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) با ولتاژ ۱۲۰ کیلوولت تحت نام LEO/ZIESS 910 از پودر نانو کامپوزیت تصویر تهیه شد. شکل شماره ۱ تصویر TEM تهیه شده از ذرات نانو کامپوزیت را نمایش می‌دهد. با توجه به تصویر TEM، حضور ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم در درون فاز نانوبلور آلومینیم قابل مشاهده است. همچنین الگوهای پراش<sup>۶</sup> در شکل شماره ۱، نشان دهنده وجود نانوبلورهای آلومینیم و ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم هستند. حداقل اندازه نانوبلورهای آلومینیم و ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم به ترتیب در حدود ۲۰ و ۵۰ نانومتر بوده است.



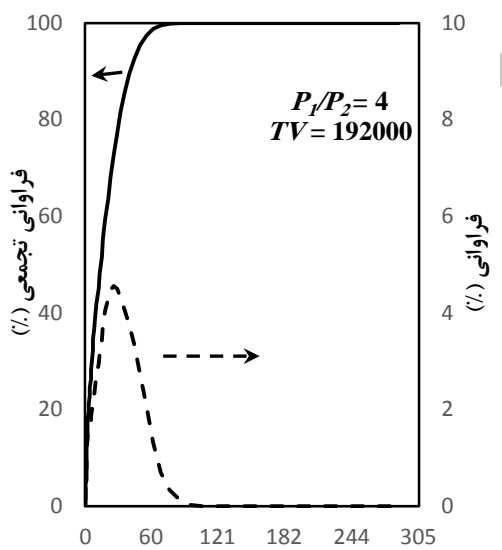
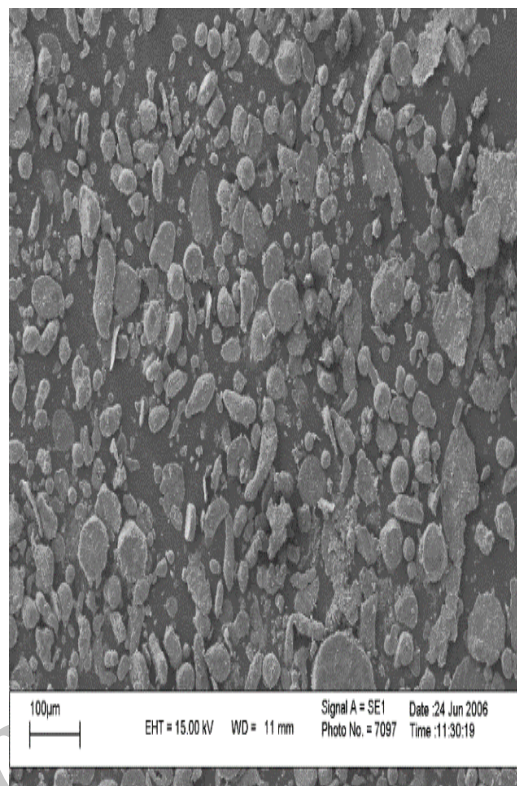
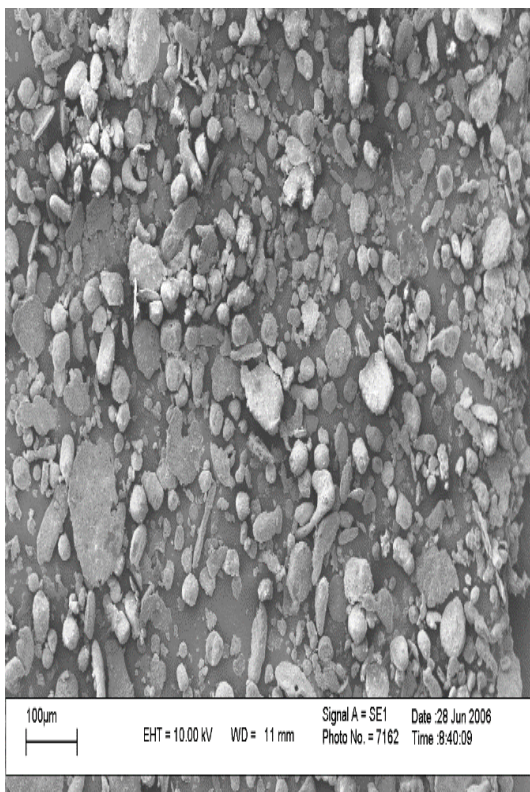
آلومینیم ریزآهنگری<sup>۸</sup> است به گونه‌ای که ذرات در اثر اعمال فشار گلوله‌ها تخت شده‌اند. با افزایش شدت آسیاب کاری (افزایش عامل بی‌بعد  $TV$ )، ذرات کارسخت می‌شوند و در آنها ترک‌هایی به وجود می‌آید. با رشد ترک‌ها، ذرات شکسته می‌شوند و اندازه آنها کاهش می‌یابد. نتایج مقادیر گرایش به مرکز<sup>۹</sup> شامل: مد<sup>۱۰</sup>، میانه<sup>۱۱</sup> و میانگین<sup>۱۲</sup> برای تمام نمونه‌های نانوکامپوزیت در جدول شماره ۳ نشان داده شده است. تفاوت موجود بین مقادیر گرایش به مرکز، نشان دهنده عدم تبعیت توزیع اندازه ذرات از توزیع زنگوله‌ای است.



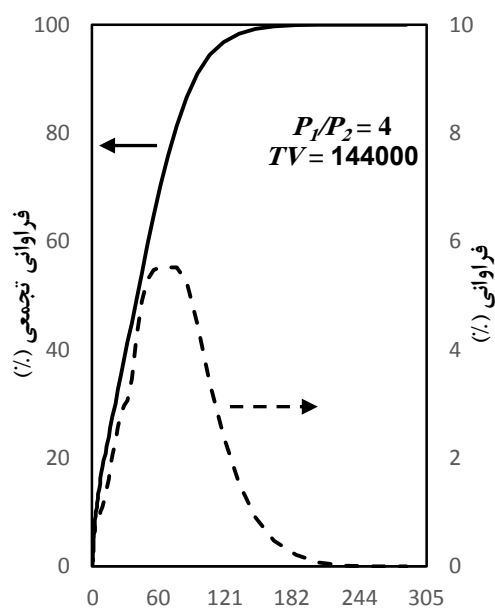
۲



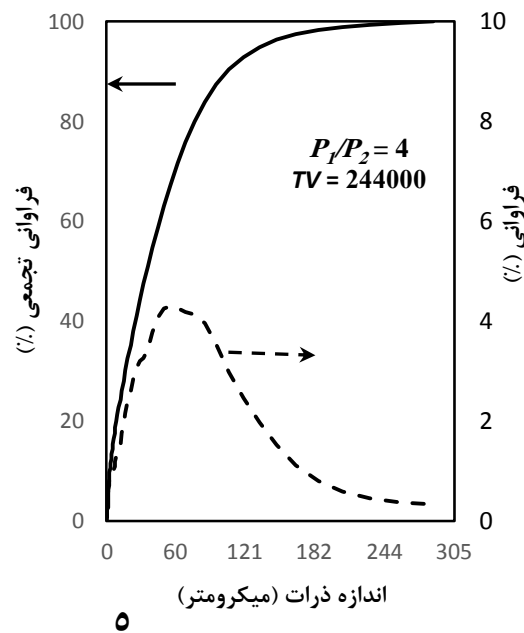
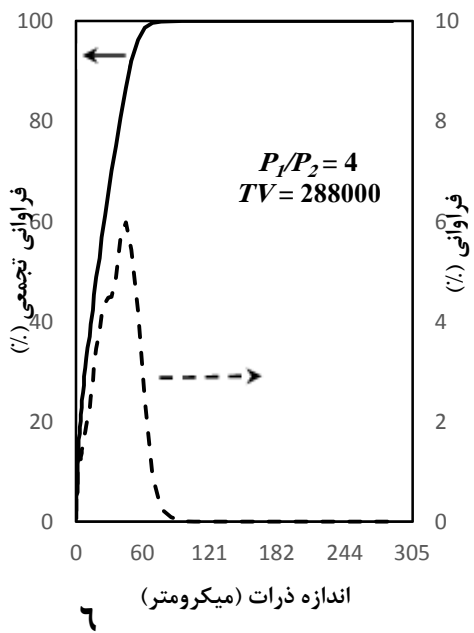
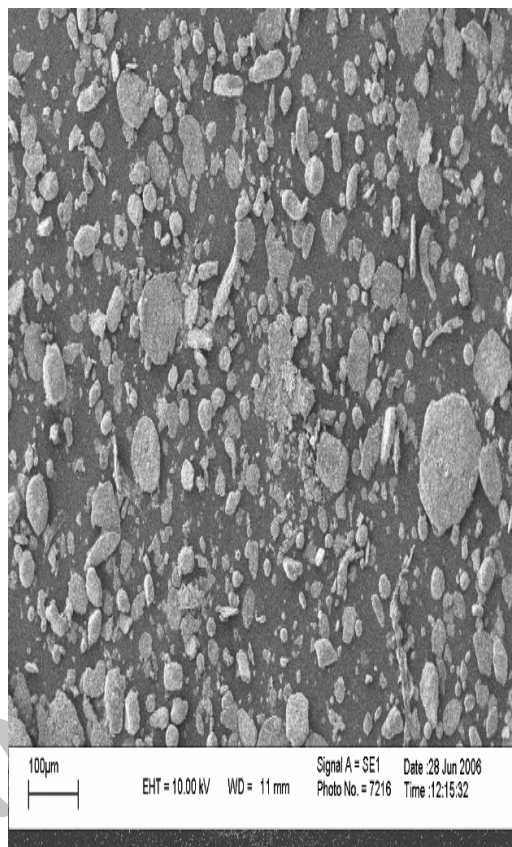
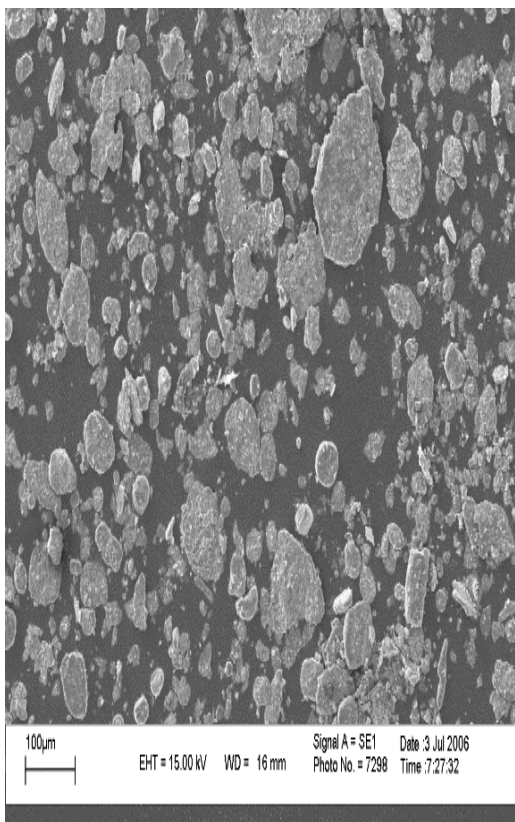
۱



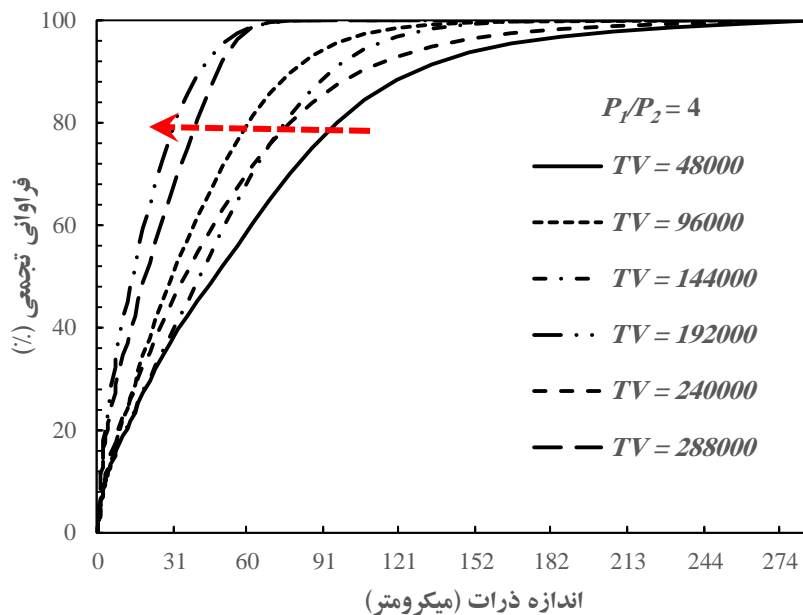
۴ اندازه ذرات (میکرومتر)



۳ اندازه ذرات (میکرومتر)



شکل (۲): تصاویر SEM و نمودارهای توزیع فراوانی در حالتی که عامل بی بعد  $P_1/P_2 = 4$  و عامل بی بعد TV تغییر کرده است



شکل (۳): تغییرات فراوانی تجمعی اندازه ذرات برای عامل بی‌بعد  $P_1/P_2 = 4$  در برابر تغییرات عامل بی‌بعد TV

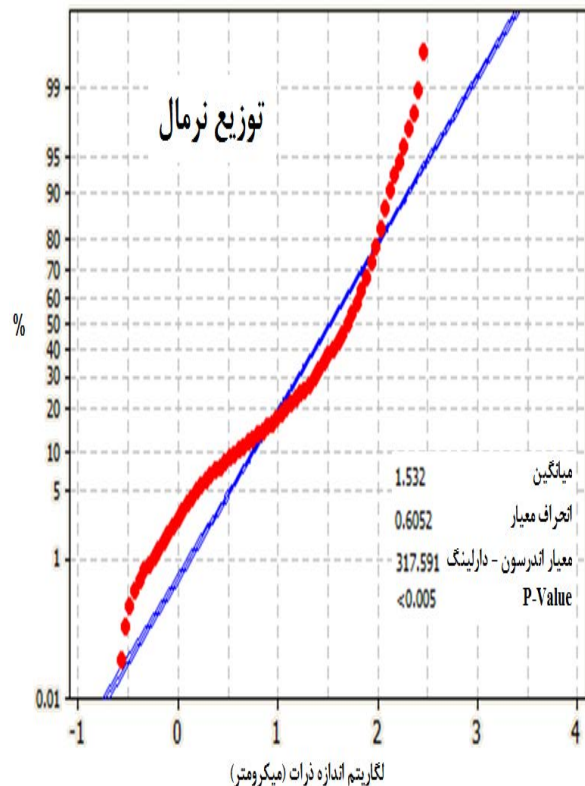
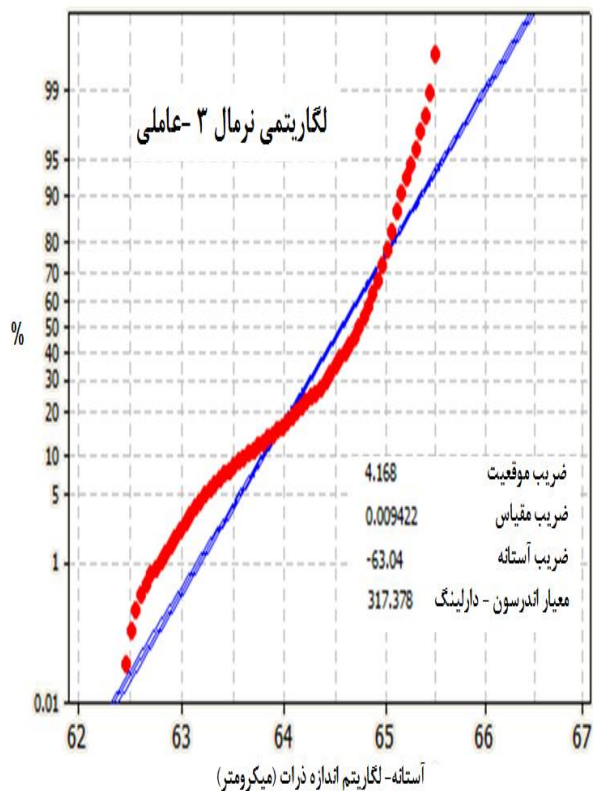
جدول (۳): نتایج مقادیر گرایش به مرکز برای نمونه‌های پودر نانو کامپوزیت

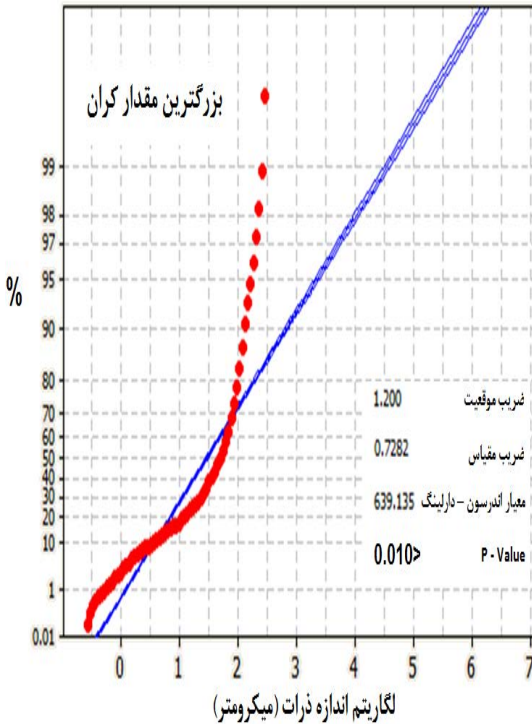
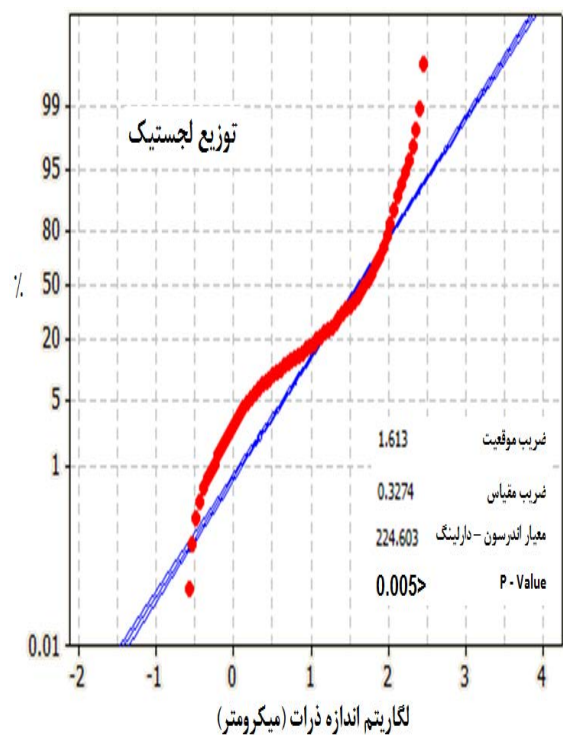
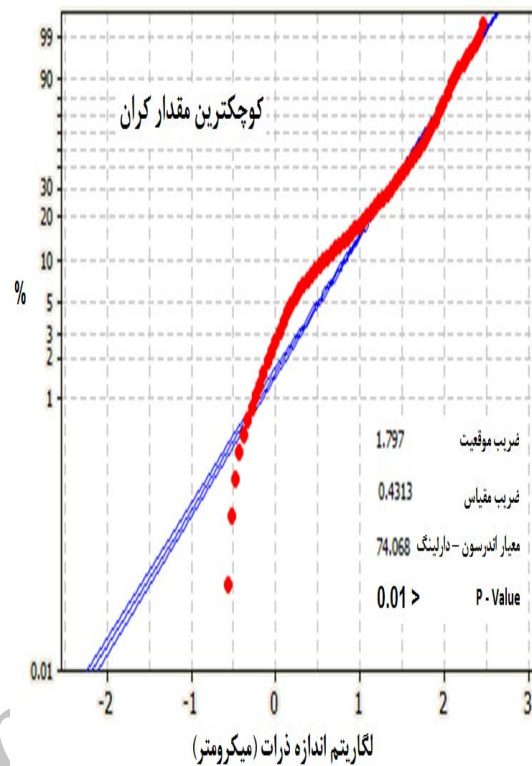
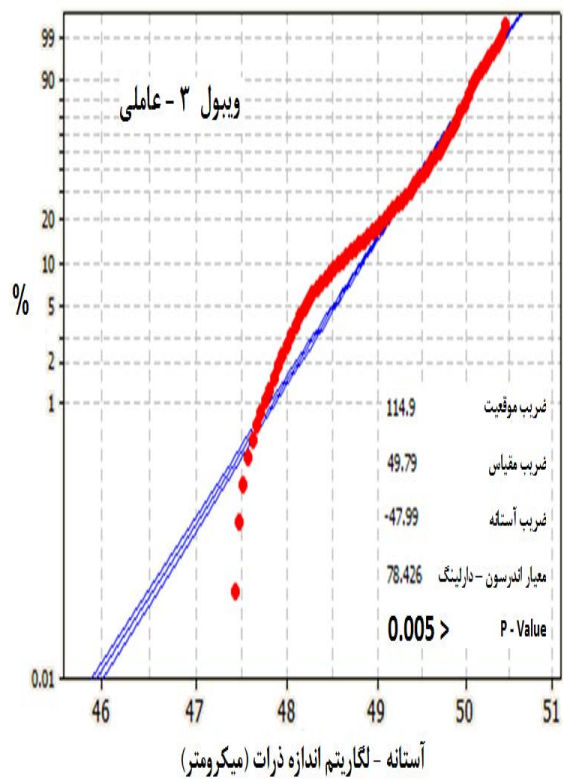
میانگین حسابی ( $\mu\text{m}$ )	میانه ( $\mu\text{m}$ )	مد ( $\mu\text{m}$ )	$P_1/P_2$	TV	نمونه	میانگین حسابی ( $\mu\text{m}$ )	میانه ( $\mu\text{m}$ )	مد ( $\mu\text{m}$ )	$P_1/P_2$	TV	نمونه
۶۲/۱۴	۶۱/۶۸	۸۵/۱۱	۱۰	۴۸۰۰۰	۱۹	۶۲/۱۹	۴۹/۹۷	۸۵/۵۷	۴	۴۸۰۰۰	۱
۶۱/۱۰	۶۰/۲۰	۸۵/۱۱		۹۶۰۰۰	۲۰	۳۸/۹۲	۳۱/۵۸	۵۲/۷۶		۹۶۰۰۰	۲
۵۷/۱۲	۵۲/۵۲	۸۷/۳۲		۱۴۴۰۰۰	۲۱	۴۸/۴۳	۴۳/۵۶	۷۶/۳۷		۱۴۴۰۰۰	۳
۵۶/۳۹	۵۳/۹۰	۸۷/۳۲		۱۹۲۰۰۰	۲۲	۱۹/۲۳	۱۵/۲۴	۲۶/۶۶		۱۹۲۰۰۰	۴
۳۸/۰۳	۳۰/۹۴	۶۵/۸۵		۲۴۰۰۰۰	۲۳	۴۹/۹۴	۳۷/۱۷	۵۵/۸۵		۲۴۰۰۰۰	۵
۲۳/۴۶	۲۱/۷۷	۳۹/۶۸		۲۸۸۰۰۰	۲۴	۲۳/۶۸	۲۰/۶۰	۴۴/۴۸		۲۸۸۰۰۰	۶
۵۴/۳۶	۴۸/۹۸	۷۳/۹۵	۱۲	۴۸۰۰۰	۲۵	۵۰/۶۶	۳۵/۹۹	۸۰/۸۴	۶	۴۸۰۰۰	۷
۳۶/۸۳	۳۴/۳۸	۵۸/۳۴	۱۲	۹۶۰۰۰	۲۶	۳۳/۱۸	۲۷/۲۹	۵۹/۱۲	۶	۹۶۰۰۰	۸
۵۰/۴۱	۴۳/۷۷	۷۱/۱۲		۱۴۴۰۰۰	۲۷	۵۸/۶۵	۵۴/۹۵	۸۳/۱۷		۱۴۴۰۰۰	۹
۳۲/۷۶	۲۵/۹۳	۴۷/۱۸		۱۹۲۰۰۰	۲۸	۵۶/۳۹	۴۲/۰۹	۸۰/۸۴		۱۹۲۰۰۰	۱۰
۳۲/۳۵	۲۹/۹۲	۴۷/۱۶		۲۴۰۰۰۰	۲۹	۴۵/۳۹	۳۲/۴۵	۸۰/۸۴		۲۴۰۰۰۰	۱۱
۲۷/۸۳	۲۳/۲۷	۳۹/۴۸		۲۸۸۰۰۰	۳۰	۵۸/۰۳	۴۹/۸۵	۸۰/۸۴		۲۸۸۰۰۰	۱۲
۵۵/۱۴	۵۰/۸۸	۵۰/۹۵		۴۸۰۰۰	۳۱	۴۸/۷۳	۴۲/۹۱	۷۳/۰۶		۴۸۰۰۰	۱۳
۳۷/۶۷	۳۵/۱۷	۶۱/۹۰	۱۴	۹۶۰۰۰	۳۲	۶۴/۱۱	۵۲/۹۰	۸۶/۲۷	۸	۹۶۰۰۰	۱۴
۳۹/۶۱	۳۶/۱۳	۵۸/۳۴		۱۴۴۰۰۰	۳۳	۴۴/۱۲	۴۲/۰۵	۵۴/۴۰		۱۴۴۰۰۰	۱۵
۳۲/۹۷	۲۸/۹۱	۴۰/۹۳		۱۹۲۰۰۰	۳۴	۵۲/۸۵	۵۱/۷۳	۷۸/۴۷		۱۹۲۰۰۰	۱۶
۳۲/۶۷	۲۵/۸۵	۴۰/۳۳		۲۴۰۰۰۰	۳۵	۵۵/۵۰	۵۳/۷۷	۸۸/۳۵		۲۴۰۰۰۰	۱۷
۱۶/۸۷	۱۴/۹۸	۲۰/۷۵		۲۸۸۰۰۰	۳۶	۲۶/۴۸	۱۸/۷۰	۵۸/۳۴		۲۸۸۰۰۰	۱۸



### ۲-۳- انتخاب نمودار توزیع فراوانی مناسب

شکل و حالت منحنی‌های توزیع فراوانی، اطلاعات با ارزشی در خصوص توزیع اندازه ذرات در اختیار قرار می‌دهند. برای درک بهتر توزیع اندازه ذرات پودر، علاوه بر مقایسه کیفی، توزیع‌ها به صورت کمی نیز تحلیل شده‌اند. بدین منظور با توجه به شکل توزیع، چگونگی توزیع و مقادیر درصد فراوانی اندازه ذرات، یک منحنی بر هر توزیع برازش<sup>۳</sup> شده است. جهت برازش منحنی بر توزیع اندازه ذرات از نرم‌افزار Minitab استفاده شده است. سپس نمودارهای احتمال<sup>۴</sup> تغییرات اندازه ذرات برای هر کدام از نمونه‌ها ترسیم شده است. برای انتخاب توزیع مناسب، ۸ توزیع شامل: ۱- زنگوله‌ای، ۲- لگاریتمی نرمال سه عاملی<sup>۵</sup>، ۳- بزرگ‌ترین مقدار کران<sup>۶</sup>، ۴- کوچک‌ترین مقدار کران<sup>۷</sup>، ۵- لجستیک<sup>۸</sup>، ۶- ویبول سه عاملی<sup>۹</sup>، ۷- نمائی دو عاملی<sup>۱۰</sup> و ۸- لجستیک نمائی سه عاملی<sup>۱۱</sup> در نظر گرفته شده‌اند. در شکل شماره ۴ نمودارهای احتمال جهت تشخیص نوع توزیع در حالتی که (عامل بی بعد  $P_1/P_2 = 4$  و عامل بی بعد TV از ۴۸۰۰۰ الی ۲۸۸۰۰۰ تغییر کرده) ترسیم شده است. استنباط کیفی که از نمودارهای احتمال شکل شماره ۵ می‌توان داشت این است که با توجه به خطوط برازش شده (خط مستقیم در هر نمودار)، هر کدام از توزیع‌ها که نقاط آن در راستای این خط قرار داشته باشند از دقت بیشتری در تبیین توزیع اندازه ذرات برخوردارند. به منظور بررسی کمی مناسب بودن توزیع‌ها، از دو معیار اندرسون - دارلینگ<sup>۱۲</sup> و ضریب همبستگی<sup>۱۳</sup> استفاده شده است [۱۴]. در برازش یک توزیع نمونه، هر چه معیار اندرسون - دارلینگ کوچک‌تر و یا به صفر نزدیک‌تر باشد و هر چه معیار ضریب همبستگی بزرگ‌تر و به یک نزدیک‌تر باشد، آنگاه مدل توزیع آماری، به توزیع واقعی نزدیک‌تر است [۱۵].





جدول (۴): مقادیر معیار اندرسون - دارلینگ و ضرایب همبستگی

برای بررسی انواع توزیع اندازه در نمونه شماره ۱

ضریب	معیار اندرسون -	توزیع
۰/۹۴۹	۳۱۷/۵۹۱	نرمال
۰/۹۸۶	۷۸/۴۲۶	ویبول سه عاملی
۰/۰۰۰	۲۲۹۹/۶۲۶	نمائی دو عاملی
۰/۹۴۷	۳۱۷/۳۷۸	لگاریتمی نرمال
۰/۹۴۴	۲۲۴/۶۰۳	لجستیک
۰/۹۴۳	۲۳۰/۷۱۳	لجستیک نمائی
۰/۹۸۷	۷۴/۰۶۸	کوچک ترین
۰/۹۳۲	۶۳۹/۱۳۵	بزرگ ترین

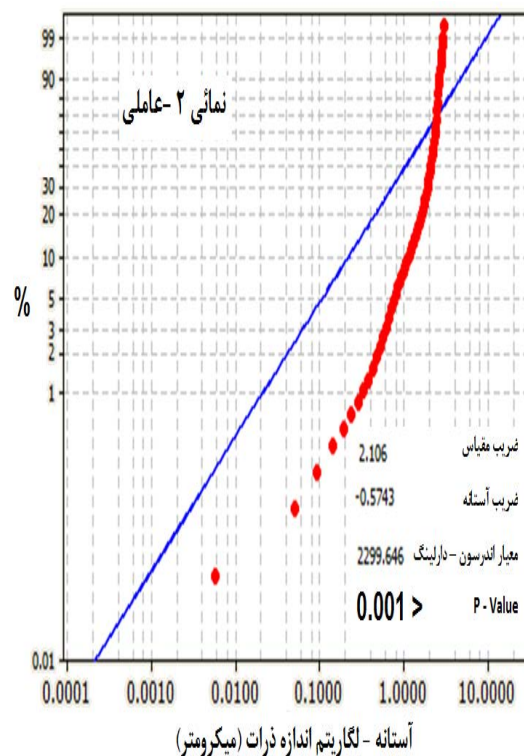
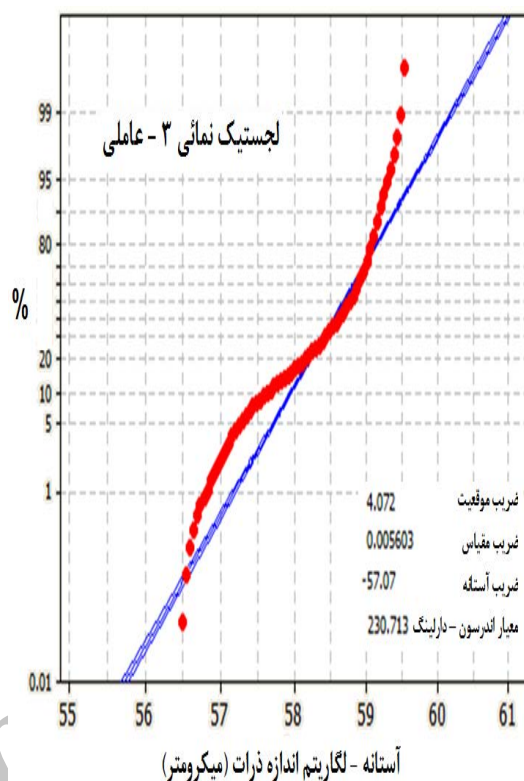
نتایج اعمال معیارهای اندرسون - دارلینگ و ضریب همبستگی برای توزیع اندازه ذرات در نمونه نانوکامپوزیت شماره ۱، در جدول شماره ۴ نشان داده شده است. با توجه به نتایج موجود در جدول شماره ۴ برای معیار اندرسون - دارلینگ و ضریب همبستگی، دو توزیع ویبول سه عاملی و کوچک ترین مقدار کران، نزدیک ترین توزیع های آماری به توزیع اندازه ذرات نمونه ها بوده اند. تابع چگالی احتمال  $F(t)$  برای توزیع ویبول سه عاملی به این صورت بیان می شود [۱۶]:

$$F(t) = \frac{\beta}{\alpha} \left( \frac{t-\lambda}{\alpha} \right)^{\beta-1} \times \exp \left( - \left( \frac{t-\lambda}{\alpha} \right)^{\beta} \right) \quad (1)$$

$\alpha$  ضریب مقیاس<sup>۲۵</sup>،  $\beta$  ضریب شکل<sup>۲۶</sup>،  $\lambda$  ضریب آستانه<sup>۲۷</sup> هستند. همچنین تابع توزیع تجمعی<sup>۲۸</sup>  $F(x)$  توزیع ویبول سه عاملی به صورت زیر بیان می شود [۱۶]:

$$F(x) = 1 - \exp \left( - \left( \frac{x-\lambda}{\alpha} \right)^{\beta} \right) \quad (2)$$

با توجه به تحلیل های آماری فوق الذکر، برازش منحنی از نوع ویبول سه عاملی، برای تمامی نمونه های ۳۶ گانه نانوکامپوزیت انجام شده است. به عنوان نمونه تصویر منحنی توزیع برازش شده ویبول سه عاملی برای نمونه شماره ۱ در شکل شماره ۵ نشان داده شده است.



شکل (۴): نمودارهای احتمال جهت تشخیص نوع توزیع اندازه ذرات در نمونه ی نانوکامپوزیت شماره ۱

مقدار کران به صورت زیر بیان می‌شود [۱۶]:

$$F(t) = \frac{1}{\gamma} \times \exp \left\{ -\left( \frac{t-\eta}{\gamma} \right) - \exp \left( -\left( \frac{t-\eta}{\gamma} \right) \right) \right\} \quad (۳)$$

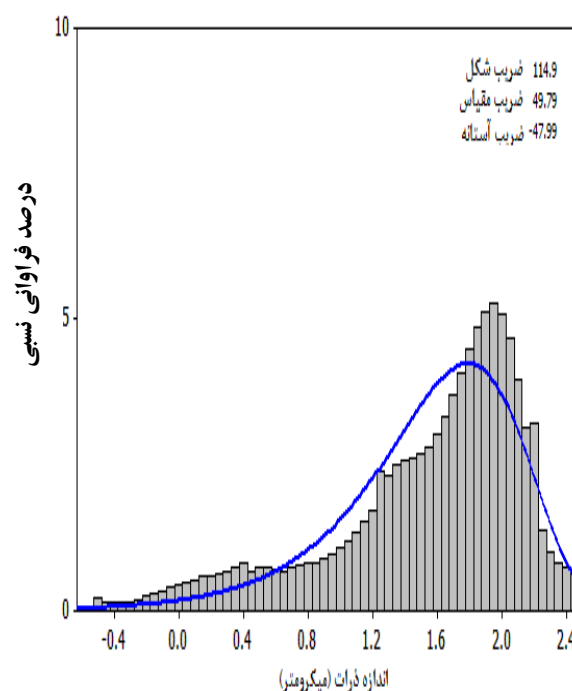
$\gamma$  ضریب موقعیت<sup>۱۹</sup> و  $\eta$  ضریب مقیاس<sup>۲۰</sup> هستند. همچنین تابع توزیع تجمعی  $F(x)$  توزیع کوچک‌ترین مقدار کران به صورت زیر بیان می‌شود [۱۶]:

$$F(x) = 1 - \exp \left( -\exp \left( \frac{t-\eta}{\gamma} \right) \right) \quad (۴)$$

نتیجه‌ی تحلیل بر روی توزیع اندازه ذرات نمونه نانوکامپوزیت شماره ۱، با استفاده از توزیع کوچک‌ترین مقدار کران در شکل شماره ۶ نشان داده شده است. به عنوان نمونه معادله منحنی توزیع کوچک‌ترین مقدار کران برای آزمایش شماره ۱ به این صورت به دست آمده است:

$$F(t) = \frac{1}{0.0000004310} \times \exp \quad (۵)$$

ضرایب موقعیت و مقیاس برای توزیع کوچک‌ترین مقدار کران، در بعضی از نمونه‌های نانوکامپوزیت که با استفاده از نرم‌افزار Minitab محاسبه شده در جدول شماره ۶ نشان داده شده است.



شکل (۵): هیستوگرام و منحنی توزیع برازش شده از نوع ویبول سه عاملی برای نمونه ذرات نانوکامپوزیت شماره ۱

ضرایب مقیاس، شکل و آستانه برای منحنی توزیع داده ویبول سه عاملی در بعضی از نمونه‌های نانوکامپوزیت که با استفاده از نرم‌افزار Minitab محاسبه شده در جدول شماره ۵ نشان داده شده است. تابع چگالی احتمال  $F(t)$  برای توزیع کوچک‌ترین

جدول (۵): ضرایب توزیع ویبول ۳- عاملی برازش شده برای بعضی از نمونه‌های نانوکامپوزیت

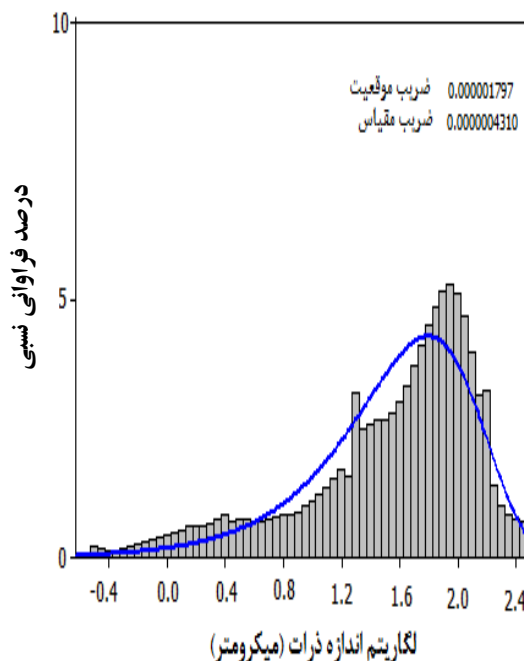
ضرایب			نمونه	ضرایب			نمونه
آستانه	مقیاس	شکل		آستانه	مقیاس	شکل	
-۴۵/۵۲	۴۷/۲۱	۱۰۱/۵	۷	-۴۷/۹۹	۴۹/۷۹	۱۱۴/۹	۱
-۴۷/۷۸	۴۹/۳۱	۱۲۳/۰	۸	-۴۵/۹۷	۴۷/۵۸	۱۲۱/۳	۲
-۴۹/۵۷	۵۱/۳۶	۱۳۱/۱	۹	-۵۱/۷۸	۵۳/۴۹	۱۴۰/۸	۳
-۴۵/۷۶	۴۷/۴۹	۹۷/۸	۱۰	-۴۳/۶۹	۴۴/۹۸	۱۰۹/۳	۴
-۴۸/۲۱	۴۹/۸۴	۹۹/۲	۱۱	-۴۴/۹۶	۴۶/۶۶	۱۰۴/۶	۵
-۴۸/۶۴	۵۰/۴۲	۱۲۴/۳	۱۲	-۴۷/۷۷	۴۹/۱۶	۱۲۳/۱	۶

همدیگر جوش می‌خورند و سپس در اثر کارسختی شکسته می‌شوند و دوباره به هم جوش می‌خورند. همچنین ذرات فاز سخت کاربید سیلیسیم در اثر ضربات گلوله‌ها شکسته می‌شوند و با افزایش شدت آسیاب کاری به درون فاز نرم وارد می‌شوند.

جدول (۶): ضرایب توزیع کوچک‌ترین مقدار کران برازش شده برای بعضی از نمونه‌های نانوکامپوزیت

ضرایب		نمونه	ضرایب		نمونه
مقیاس	موقعیت		مقیاس	موقعیت	
۰/۴۶۳۰	۱/۶۹۴	۷	۰/۴۳۱۰	۱/۷۹۷	۱
۰/۳۹۸۹	۱/۵۳۶	۸	۰/۳۹۰۶	۱/۶۰۸	۲
۰/۳۸۹۲	۱/۷۸۵	۹	۰/۳۷۷۸	۱/۷۰۶	۳
۰/۴۸۳۳	۱/۷۳۱	۱۰	۰/۴۰۹۷	۱/۲۹۶	۴
۰/۴۹۹۸	۱/۶۳۱	۱۱	۰/۴۴۴۲	۱/۶۹۶	۵
۰/۴۰۳۴	۱/۷۷۶	۱۲	۰/۳۹۷۲	۱/۳۹۰	۶

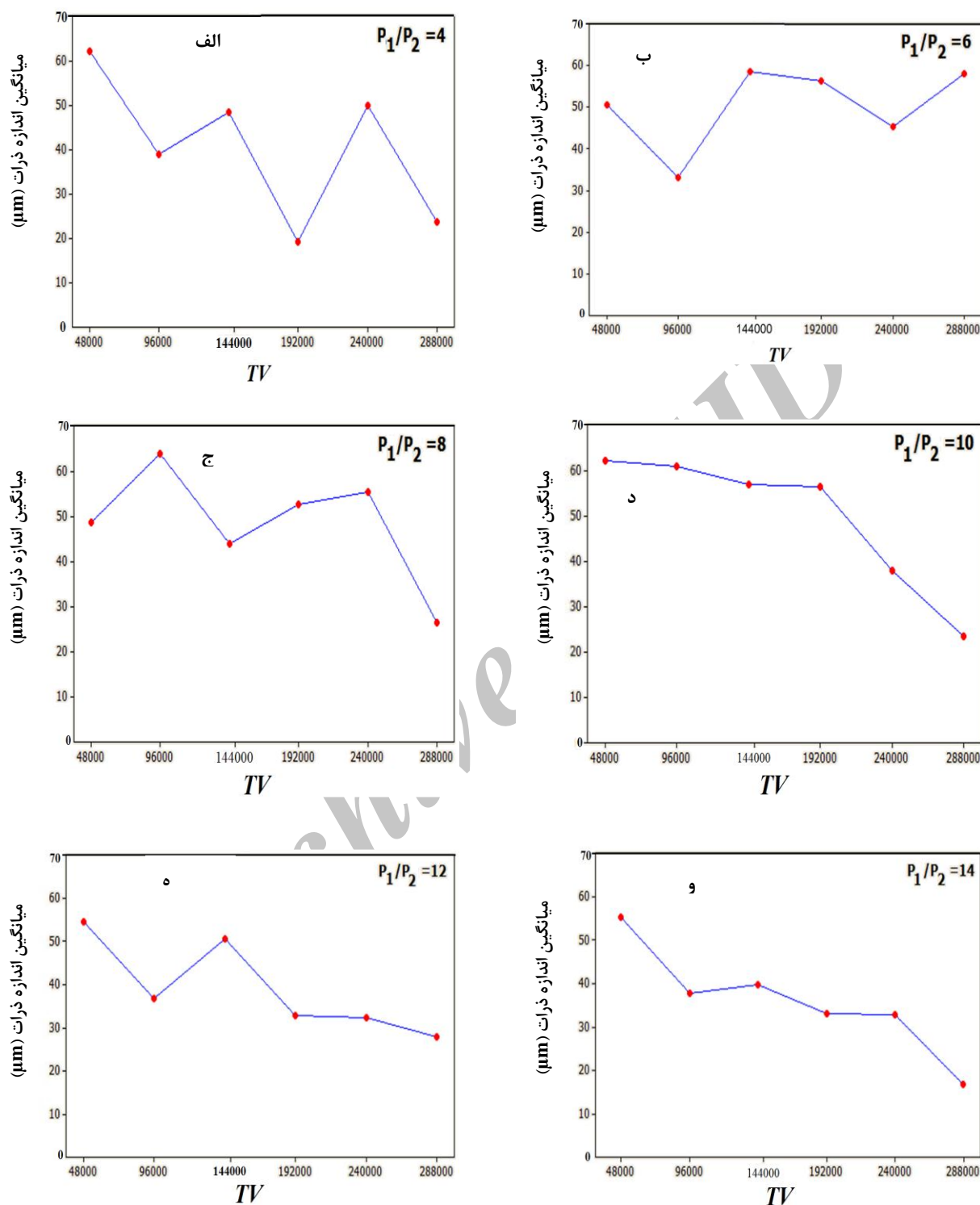
با توجه به تغییرات میانگین اندازه ذرات در نمودارهای شکل شماره ۷ و با در نظر گرفتن سازوکار آلیاژسازی مکانیکی در حالت نرم - ترد، می‌توان فرایند جوش خوردن ذرات فاز نرم را علت افزایش میانگین اندازه ذرات دانست و در مقابل فرایند شکسته شدن این ذرات را علت کاهش میانگین اندازه ذرات دانست. از عوامل مهم در جوش خوردن ذرات، افزایش موضعی دما در محل برخورد گلوله‌ها به یکدیگر است. به هر صورت، ذراتی که به یکدیگر جوش می‌خورند در اثر ادامه تغییر شکل پلاستیک دچار کارسختی می‌شوند و با ادامه آسیاب کاری به دلیل ترد شدن فاز نرم در اثر کارسختی، دچار شکست می‌شوند و میانگین اندازه ذرات کاهش پیدا می‌کند تا در نهایت به یک حد اشباع می‌رسد. حد اشباع جایی است که نرخ جوش خوردن ذرات و شکسته شدن آنها با یکدیگر برابر می‌شود.



شکل (۶): هیستوگرام و منحنی برازش شده با استفاده از توزیع کوچک‌ترین مقدار کران برای نمونه ذرات نانوکامپوزیت شماره ۱

### ۳-۳- تغییرات میانگین اندازه ذرات

نتایج مقایسه میانگین اندازه ذرات در نمونه‌هایی که عامل بی‌بعد  $P_1/P_2$  ثابت بوده و عامل بی‌بعد TV از ۴۸۰۰۰ الی ۲۸۸۰۰۰ تغییر نموده است در نمودارهای شکل شماره ۷ نشان داده شده‌اند. به طور کلی به جز نمودار (۷-ب) که در نهایت در میانگین اندازه ذرات ۱۶ درصد افزایش نشان داده است، مشاهده می‌شود با افزایش عامل بی‌بعد TV، میانگین اندازه ذرات کاهش پیدا کرده است. حداکثر کاهش میانگین اندازه ذرات در نمودار (۷-و) و ۷۰ درصد و حداقل کاهش میانگین اندازه ذرات در نمودار (۷-ج) ۴۵ درصد است. با این وجود در بعضی از شرایط میانی آسیاب کاری، در بعضی از نمودارها (۷-الف، ۷-ب، ۷-ه)، میانگین اندازه ذرات، افزایش یافته است. سازوکار آلیاژسازی مکانیکی با توجه به وجود دو فاز نرم آلومینیم و فاز سخت کاربید سیلیسیم، از نوع نرم - ترد است [۱۷]. در این حالت، در ضمن آسیاب کاری، ذرات پودر فاز نرم آلومینیم به طور مکرر تحت اعمال ضربات گلوله‌های آسیاب تخت می‌شوند و به

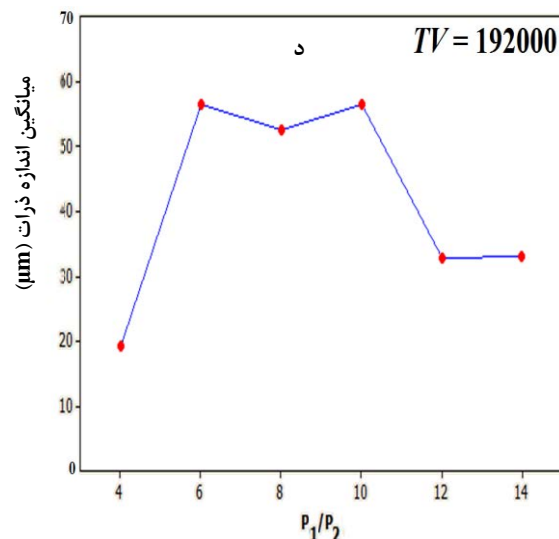
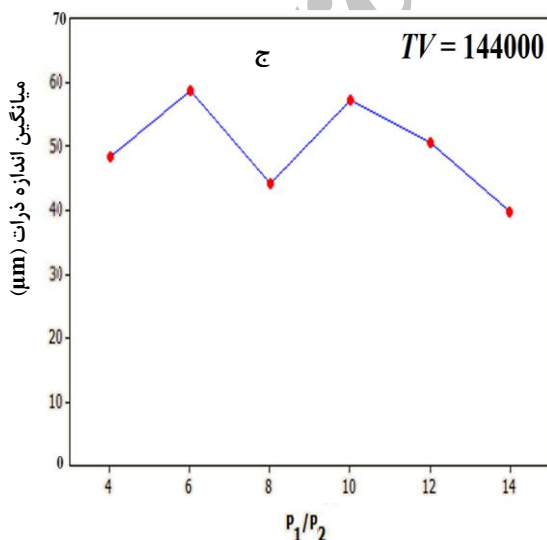
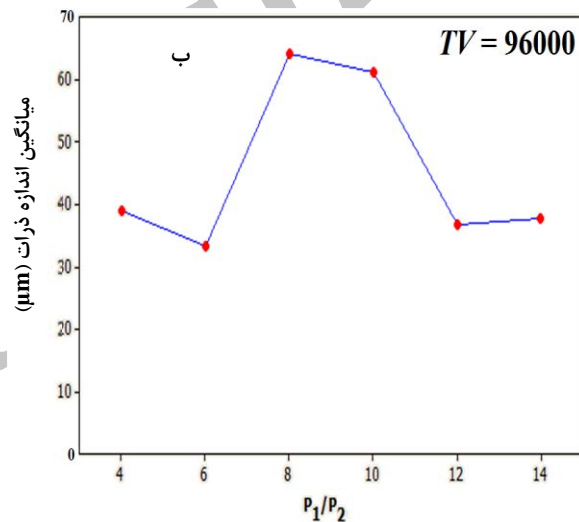
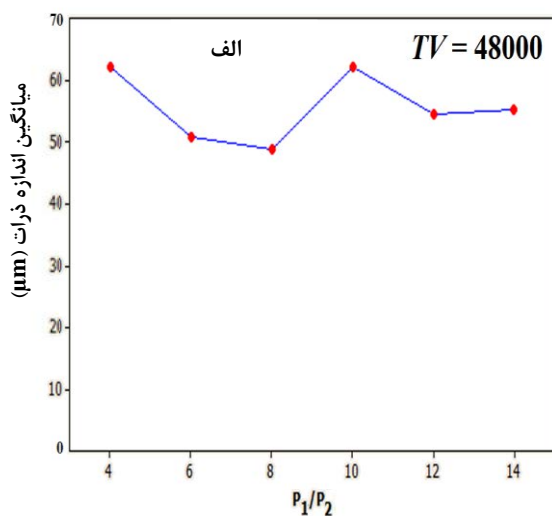


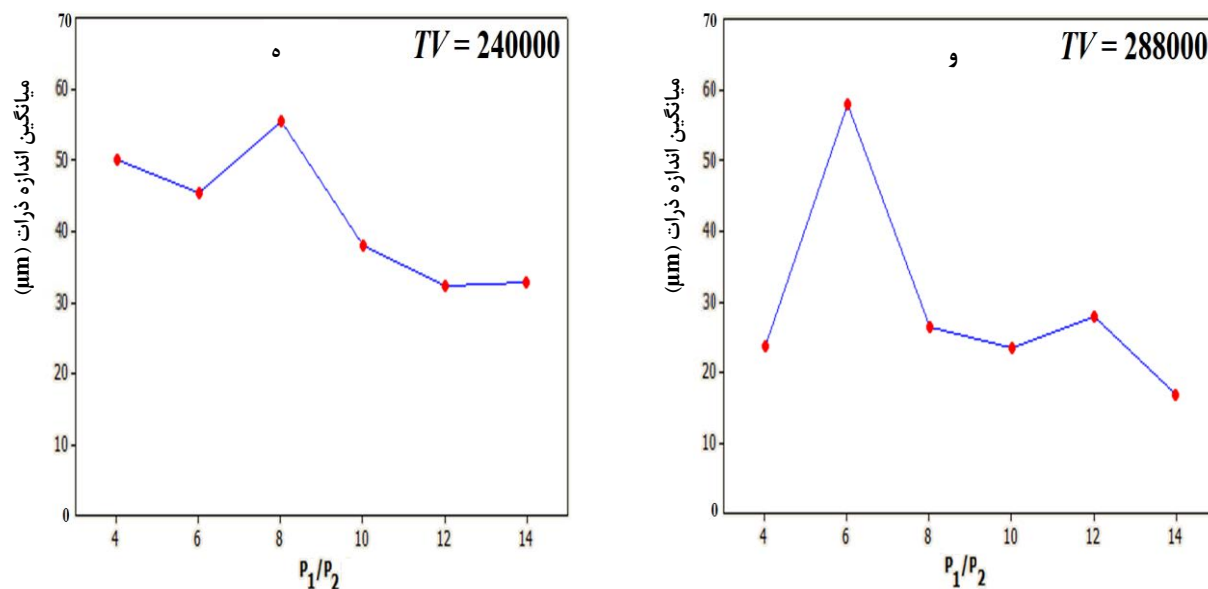
شکل (۷): منحنی‌های تغییرات میانگین اندازه ذرات در حالتی که عامل بی بعد ثابت و TV متغیر بوده است.

شکل شماره ۸ تغییرات میانگین اندازه ذرات را هنگامی که عامل بی بعد TV ثابت بوده و عامل بی بعد  $P_1/P_2$  از ۴ الی ۱۴ تغییر

نموده است را نمایش می دهد. بر خلاف تغییرات میانگین اندازه ذرات در حالتی که عامل بی بعد  $P_1/P_2$  ثابت و عامل بی بعد TV متغیر بوده است (نمودارهای شکل شماره ۷)، در نمودارهای شکل شماره ۸، میانگین اندازه ذرات کاهش محسوسی نشان نداده است. همچنین در نمودار (۸-د)، مشاهده می شود که میانگین اندازه ذرات به میزان ۴۷ درصد افزایش پیدا کرده است. حداکثر کاهش میانگین اندازه ذرات در نمودار (۸-ه) ۵۰ درصد و حداقل آن در نمودار (۸-ب) ۸ درصد است. به عبارت دیگر در صورتی که دو عامل بی بعد TV و  $P_1/P_2$  را به عنوان نمادی از شدت آسیاب کاری در گرفته شده، تغییرات عامل بی بعد TV در

مقایسه با عامل بی بعد  $P_1/P_2$  در صورتی که دیگری ثابت فرض می گردد. از شدت بیشتری برخوردار است. در نتیجه در بیشتر موارد عامل بی بعد TV باعث کاهش بیشتر میانگین اندازه ذرات شده است. در هر حال تغییرات میانگین اندازه ذرات در بعضی از شرایط میانی آسیاب کاری در نمودارهای شکل شماره ۸ (شامل نمودارهای ۸-الف، ۸-ب، ۸-ج و ۸-ه) افزایش نشان داده است، که علت آن می تواند تجمع و جوش خوردن ذرات در آن شرایط بوده باشد.





شکل (۸): منحنی‌های تغییرات میانگین اندازه ذرات در حالتی که عامل بی بعد TV ثابت و متغیر بوده است

#### ۴- نتیجه‌گیری

پودر نانو کامپوزیت زمینه آلومینیم تقویت شده با ذرات نانومتری کاربید سیلیسیم با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی تولید گردید. متفاوت بودن مقادیر اندازه گرایش به مرکز شامل: مد، میانه و میانگین نشان داد که توزیع اندازه ذرات از نوع زنگوله‌ای نیست. برای تبیین منحنی توزیع اندازه ذرات، توزیع ویبول سه عاملی و توزیع کوچک‌ترین مقدار کران به عنوان توزیع مناسب انتخاب گردیدند. تغییرات میانگین اندازه ذرات در شرایط مختلف آسیاب کاری مورد بررسی قرار گرفت و مشاهده شد که عامل بی بعد حاصل ضرب زمان در سرعت آسیاب کاری (TV) نسبت به عامل بی بعد نسبت وزنی گلوله‌ها به پودر ( $P_1/P_2$ ) اثر بیشتری بر کاهش میانگین اندازه ذرات نانو کامپوزیت دارد.

#### ۵- مراجع

- [3] W. B. Eisen, B. L. Ferguson, R. M. German, R. Iacocca, P. W. Lee, D. Madan, K. Moyer, H. Sanderow & Y. Trudel, "ASM Handbook Powder Metal Technologies and Applications", ASM International, Vol. 7, p. 209, 1998.
- [4] C. Suryanarayana, Non-equilibrium Processing of Materials, pp. 49-88, Elsevier Science, Oxford, 1999.
- [5] C. Suryanarayana & N. Al-Aqeeli, "Mechanically Alloyed Nanocomposites", Progress in Materials Science, Vol. 58, pp. 383-502, 2013.
- [6] S. A. Khadem, S. Nategh & H. Yoozbashizadeh, "Structural and Morphological Evaluation of Al-5 vol.%SiC Nanocomposite powder Produced by Mechanical Milling", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 509, pp. 2221-2226, 2011.
- [7] J. M. Arsuaga, A. Sotto, G. del Rosario, A. Martínez, S. Molina, S. B. Teli & J. de Abajo, "Influence of the Type, Size, and Distribution of Metal Oxide Particles on the Properties of Nanocomposite Ultrafiltration Membranes", Journal of Membrane Science, Vol. 428, pp. 131-141, 2013.
- [8] N. G. Stanley-Wood & R. W. Lines, Particle Size Analysis, Royal Society of Chemistry, Cambridge,
- [1] G. S. Upadhyaya, "Powder Metallurgy Technology", Cambridge International Science Publishing, Cambridge, pp. 1-3, 2002.
- [2] M. G. Randall, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, Princeton, pp. 1-50, 1984.



- 3- Bulk
- 4- Silicon Carbide
- 5- Dimensional Analysis
- 6- Nanocrystal
- 7- Selected Area Diffraction Pattern (SADP)
- 8- Microforging
- 9- Central Tendency
- 10- Mode
- 11- Median
- 12- Mean
- 13- Fitting
- 14- Probability Plots
- 15- 3-parameter Lognormal
- 16- Largest Extreme Value
- 17- Smallest Extreme Value
- 18- Logistic
- 19- 3-parameter Weibull
- 20- 2-Parameter Exponential
- 21- 3-parameter Loglogistic
- 22- Anderson-Darling Criteria
- 23- Correlation Coefficient
- 24- Probability Density Function
- 25- Scale Parameter
- 26- Shape Parameter
- 27- Threshold Parameter
- 28- Cumulative Distribution Function
- 29- Location Parameter
- 30- Scale Parameter

pp. 1-13, 1992.

[9] S. Sivasankaran, K. Sivaprasad, R. Narayanasamy & V. K. Iyer, "An Investigation on Flowability and Compressibility of AA 6061<sub>100-x</sub>-xwt.% TiO<sub>2</sub> Micro and Nanocomposite Powder Prepared by Blending and Mechanical Alloying", Powder Technology, Vol. 201, pp. 70-82, 2010.

[10] J. L. Shi & J. D. Zhang, "Compaction and Sintering Behavior of Bimodal Alumina Powder Suspensions by Pressure Filtration", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 83, pp. 737-742, 2000.

[۱۱] م. ر. دشت بیاض و م. ر. عباسی، "مدل سازی آماری فرایند تولید ذرات نانوکامپوزیت پایه آلومینیم تقویت شده با ذرات SiC به روش آلیاژسازی مکانیکی"، مجله مدل سازی در مهندسی، دوره ۱۰، شماره ۲۹، ص. ۴۵-۵۵، ۱۳۹۱.

[12] A. Shokuhfar, M.R. Dashtbayazi, M. R. Alinejad & T. Shokuhfar, "Characterization of Al/SiC Nanocomposite Prepared by Mechanical Alloying Method", Materials Science Forum, Vol. 553, pp. 257-265, 2007.

[13] D. Maurice & T. H. Courtney, "Modeling of Mechanical Alloying: Part I. Deformation, Coalescence, and Fragmentation Mechanisms" Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 25A, pp. 147-158, 1994.

[14] D. C. Montgomery & G. C. Runger, Applied Statistics and Probability for Engineers, John Wiley & Sons, New York, 3rd ed, PP. 259, 2002.

[15] K. Zaven & J. D. Edward, Handbook of Fitting Statistical Distributions with R, CRC Press, New York, PP. 416, 2010.

[16] K. Krishnamoorthy, "Handbook of Statistical Distributions with Applications", Chapman & Hall/CRC, New York, pp. 263-267, 2006.

[17] C. Suryanarayana, "Mechanical Alloying and Milling", Marcel Dekker, Orlando, New York, pp. 32-39, 2004.

۶- پی نوشت

- 1- Morphological
- 2- Bimodal Normal Distribution