

## سنتز ترکیب بین فلزی نانو ساختار $Al_3Zr$ و مطالعه تاثیر افزودن آن بر خواص مکانیکی

### کامپوزیت زمینه آلومینیم

سید عبد المجید خادم<sup>۱</sup>، کریم زنگنه مدار<sup>۲</sup>، ابراهیم خزایی<sup>۳\*</sup> و تقی شجاعی<sup>۴</sup>

#### چکیده

در این پژوهش، سنتز ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  از مخلوط پودرهای آلومینیم و زیرکونیم و مطالعه تاثیر افزودن آن بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت زمینه آلومینیمی مورد بررسی قرار گرفت. ابتدا جهت سنتز ترکیب یاد شده پودرهای خام اولیه با نسبت استوکیومتری مشخص در کوره‌ای در دمای  $700^\circ C$  در اتمسفر آرگون قرار گرفتند. سپس ترکیب بالا که دارای ساختاری متراکم بود به ذرات پودر تبدیل شد. بمنظور بررسی فازی و ریخت شناسی ذرات پودری تشکیل شده، از آنالیز فازی XRD و میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مجهز به طیف‌سنج EDS استفاده شد. نتایج نشان دادند ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  با موفقیت تشکیل شده و هیچ فاز ناخواسته‌ای در ترکیب ظاهر نشده است. در مرحله بعد، پودر بدست آمده در درصدهای گوناگون (۱۰، ۱۵ و ۲۵ درصد وزنی) با پودر آلومینیم مخلوط و در یک آسیای سیاره‌ای جهت آسیاکاری قرار داده شد. آسیاکاری مکانیکی در اتمسفر آرگون و با نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱ و سرعت آسیاکاری ۳۰۰ دور بر دقیقه انجام شد. با استفاده از آنالیز XRD و از روش ویلیامسون-هال میانگین اندازه نانو بلورها برای نمونه‌های کامپوزیتی برابر ۵۶ نانومتر محاسبه گردید. سپس مخلوط حاصل به روش پرس گرم شکل داده شد. برای مقایسه خواص مکانیکی از آزمون استحکام فشاری و سختی استفاده شد. مقادیر بدست آمده از آزمون‌های انجام شده بیانگر این مطلب است که فرایند آسیای مکانیکی و افزایش درصد وزنی ذرات  $Al_3Zr$  باعث افزایش استحکام و سختی نانوکامپوزیت زمینه آلومینیمی می‌شوند، اما انعطاف‌پذیری کاهش می‌یابد. نتایج نشان داد نمونه کامپوزیتی با ۲۵ درصد وزنی ترکیب بین فلزی به ترتیب دارای استحکام فشاری و سختی برابر با ۴۹۸MPa و ۱۹۳ VHN می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$ ، آسیاکاری مکانیکی، نانوکامپوزیت، خواص مکانیکی.

۱- استادیار دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، گروه مهندسی مواد، ساوه، ایران.

۲- دانشیار گروه مهندسی مواد دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

۳- دانش آموخته کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، گروه مهندسی مواد، ساوه، ایران.

۴- مدرس گروه هوافضای مرکز تحقیقات آیرودینامیک قدر، دانشگاه جامع امام حسین (ع)، تهران، ایران.

\*- نویسنده مسئول مقاله: [Ebrahim\\_khazaei@ymail.com](mailto:Ebrahim_khazaei@ymail.com)

## پیشگفتار

آلومینیم و آلیاژهای آن به دلیل دارا بودن دانسیته کم و قابلیت شکل پذیری بالا کاربردی گسترده در صنایع گوناگون از جمله صنایع هوافضا، خودروسازی، الکترونیک و غیره دارد، اما از آنجایی که در برخی از کاربردهای مهندسی از استحکام مناسبی برخوردار نیستند، لذا پژوهش‌هایی گسترده در مورد افزایش استحکام آن‌ها انجام گرفته است که از جمله این پژوهش‌ها می‌توان به توزیع ذرات سخت شامل انواع کاربیدها، بوریدها، نیتريد‌ها، اکسیدها، سیلیسیدها و نیز استفاده از ترکیبات بین‌فلزی در زمینه آلومینیم و تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی اشاره کرد [۱-۲]. ترکیب‌های بین‌فلزی به دلیل دارا بودن خواص منحصر به فردی از جمله دمای ذوب بالا، استحکام بالا و سختی بالاتر نسبت به فلز خالص آلومینیم کاندیدایی مناسب برای دستیابی به این منظور می‌باشند. مهم‌ترین عضو این گروه ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  است [۱-۲]. این ترکیب به دلیل خصوصیات مناسبی که دارد می‌تواند به عنوان عامل تقویت‌کننده زمینه کامپوزیت عمل کند و از این‌رو، دارای کاربردهای فراوانی در پوشش فلزات و استفاده در صنایع هوافضا می‌باشد.

ژاوو و همکارانش در مورد کامپوزیت زمینه آلومینیمی تقویت شده با ذرات  $Al_2O_3$  و  $Al_3Zr$  به روش درجا پژوهش‌هایی را انجام دادند. نتایج آن‌ها نشان داد نانو بلورهای تقویت شده با توزیع یکنواختی در زمینه کامپوزیت پراکنده شده‌اند. هم‌چنین، مشخص گردید خواص مکانیکی کامپوزیت‌های تهیه شده به کمک جریان مغناطیسی بهبود می‌یابد [۳]. سنتز ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  و اکسید آلومینیم ( $Al_2O_3$ ) از مخلوط پودرهای  $ZrO_2$  و  $Al_2O_3$  به روش واکنش پرس گرم در دمای ۷۴۰ درجه سانتی‌گراد به وسیله کاوندران و همکارانش [۴] گزارش شده است. با استفاده از نتایج بدست آمده مشاهده گردید حضور نانو ذرات  $Al_3Zr$  و  $Al_2O_3$  در زمینه  $Al_2O_3$  در جهت افزایش استحکام موثر می‌باشند. در حالت کلی کامپوزیت‌های زمینه فلزی می‌توانند از روش‌های متنوعی هم در حالت مذاب و هم در حالت جامد تولید شوند. در روش مذاب، ذرات پیش از ریخته‌گری در درون قالب اضافه شده و در نتیجه، توزیع ذرات ناهمگن

است. در حالت جامد، فرایند متالورژی پودر مطرح می‌شود. یکی از فرایندهای تولید در حالت جامد برای ایجاد مواد همگن و ترکیب فازهای تعادلی و غیرتعادلی از مواد تجاری، آسیاکاری مکانیکی می‌باشد [۵].

آسیاکاری مکانیکی یکی از روش‌های ساخت پودرهای فلزی مرکب با ریزساختار بسیار ظریف است. با استفاده از این روش می‌توان موادی تولید کرد که یکنواختی ساختار آن‌ها در روش‌های عادی نظیر ذوب و ریخته‌گری در عمل قابل دستیابی نمی‌باشد. آسیاکاری مکانیکی در واقع فرایندی متشکل از شکست، تغییر شکل، جوش سرد و نفوذ در فواصل کم در بین لایه‌های پودر است که همگی در یک آسیا با انرژی بالا رخ می‌دهد [۶]. با استفاده از این روش حتی می‌توان در سیستم‌های مخلوط نشدنی محلول جامد فرا اشباع تولید کرد و می‌توان آلیاژهای نانو بلور، آلیاژهای آمورف و کامپوزیت‌هایی از آن‌ها را با طیف گسترده‌ای از تغییرات ریز ساختاری تهیه کرد [۷-۸]. در این روش مخلوط پودر عناصر اولیه در آسیای گلوله‌ای (یا میله‌ای) به مدت زمان مشخصی آسیا می‌شوند. عواملی مانند نسبت وزن گلوله به پودر مواد اولیه<sup>۱</sup> (BPR)، دمای محفظه آسیا، سرعت و مکانیزم حرکت محفظه آسیا و اندازه و جنس گلوله‌ها فرایند آسیاکاری مکانیکی را تحت تاثیر قرار می‌دهند [۹]. از جمله خصوصیات منحصر به فرد روش آسیاکاری مکانیکی؛ نیاز نداشتن به دماهای بالا، تجهیزات ساده و انجام عملیات تولید طی یک مرحله می‌باشد. از این‌رو، با استفاده از این روش می‌توان به نانو کامپوزیت‌های زمینه سبک، از جمله زمینه آلومینیمی دست یافت. در راستای پژوهش‌های انجام شده روی نانو کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی، ساساکی و همکارانش [۱۰] استحکام بسیار بالایی از آلیاژ نانو بلور Al-Fe را گزارش داده‌اند که به وسیله فرایند آلیاژسازی مکانیکی تولید شده است. این آلیاژ استحکام تسلیمی بیش از ۱GPa و مقدار بهینه مقاومت حرارتی را از خود نشان می‌دهد.

پژوهش‌هایی که تا کنون روی کامپوزیت زمینه آلومینیمی بمنظور سنتز ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  انجام شده است، از واکنش شمش فلز آلومینیم و کربنات

<sup>۱</sup> - Ball-to-Powder Weight Ratio

و بلافاصله به محفظه گلوباکس<sup>۱</sup> در اتمسفر آرگون انتقال داده و در یک هاون عقیق کوبیده شد تا به پودری با ذرات میکرونی تبدیل شود. بمنظور بررسی میکروساختار و آنالیز فازی بر روی ذرات پودری به ترتیب از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مجهز به طیف سنج (EDS) و دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) استفاده شد. جهت انجام فرایند آسیاکاری مکانیکی از آسیای سیاره‌ای مدل<sup>۲</sup> PMV2 استفاده شد. سرعت گردش آسیا ۳۰۰ دور بر دقیقه و نسبت گلوله به پودر برابر ۲۰:۱ در نظر گرفته شد. از اسید استتاریک به مقدار ۲ درصد وزنی به عنوان عامل کنترل کننده فرایند استفاده شد. آسیاکاری در دمای اتاق انجام گرفت و تمامی مراحل آسیاکاری در اتمسفر آرگون انجام شد. جنس محفظه استفاده شده فولاد ابزار T4 بوده و گلوله‌های استفاده شده از نوع فولاد پرکروم می‌باشد. گلوله‌های بکار رفته مخلوطی از ۶ گلوله ۲۰ میلی‌متری، ۶ گلوله ۱۵ میلی‌متری، ۱ گلوله ۱۲ میلی‌متری و ۱ گلوله ۱۰ میلی‌متری بود. آسیاکاری در زمان‌های ۵، ۱۵ و ۲۰ ساعت انجام گرفت. بمنظور بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت زمینه آلومینیمی، سه نمونه پودر با ترکیب گوناگون تهیه شد که مشخصات آن‌ها در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱- مشخصات ترکیب پودرها.

نمونه	Al ( Wt.%)	Al <sub>3</sub> Zr ( Wt.%)
NO. 1♦	۷۵	۲۵
NO. 2●	۸۵	۱۵
NO. 3▲	۹۰	۱۰

در این پژوهش جهت تعیین اندازه بلورها از روش ویلیامسون‌هال استفاده شد [۱۱]، به این صورت که از روی پهن‌شدگی پیک‌ها و با کمک رابطه (۱) اندازه بلورها محاسبه گردید. بر اساس نتایج بدست آمده، اندازه بلورهای Al<sub>3</sub>Zr پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری مکانیکی در حدود ۵۶ نانومتر بدست آمد.

زیرکونیم (Zr(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) بوده که به روش مغناطیس-شیمیایی انجام گرفته و یا از واکنش پودر آلومینیم و اکسید زیرکونیم (ZrO<sub>2</sub>) بوده که به روش پرس گرم بدست آمده است [۳-۴]. از این‌رو، با وجود پژوهش‌های انجام شده هنوز موردی از واکنش پودرهای خالص Al و Zr برای سنتز ترکیب Al<sub>3</sub>Zr، مشاهده نشده است. هدف اصلی این پژوهش، سنتز ترکیب بین‌فلزی نانوساختار Al<sub>3</sub>Zr از مخلوط پودرهای فلزی آلومینیم و زیرکونیم به روش واکنش مستقیم (روش ذوبی) و بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه آلومینیم می‌باشد که به روش آسیاکاری مکانیکی تهیه شده است.

### مواد و روش آزمایش‌ها

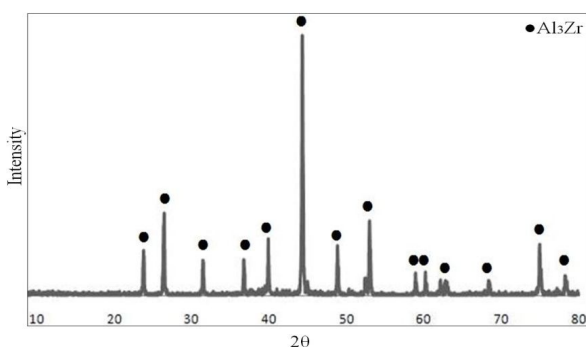
در این پژوهش برای تهیه ترکیب بین‌فلزی Al<sub>3</sub>Zr، پودرهای فلزی آلومینیم و زیرکونیم با خلوص (۹۹/۹۹٪) با اندازه ذرات کم‌تر از ۲۰ میکرون که به ترتیب ساخت شرکت های بایر آلمان و روسیه می‌باشند، به عنوان مواد اولیه انتخاب شدند. برای تهیه ترکیب بین‌فلزی Al<sub>3</sub>Zr، ابتدا پودر عناصر خالص آلومینیم و زیرکونیم با نسبت استوکیومتری مورد نظر به مدت ۱۵ دقیقه به وسیله مخلوط کن آزمایشگاهی مدل LM Mixer مخلوط شدند تا یک مخلوط همگن از آلومینیم و زیرکونیم بدست آید. سپس این مخلوط در کوره‌ای در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد بمنظور ذوب فلز آلومینیم و ایجاد یک بستر مذاب که منجر به افزایش واکنش پذیری بین مذاب و ذرات پودر فلز زیرکونیم می‌شود، قرار داده شد. فرایند بالا با نرخ گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انجام شد. دلیل کم بودن نرخ گرمایش به خاطر افزایش واکنش پذیری و نیز فرصت کافی جهت انجام واکنش‌های مورد نظر در طول فرایند می‌باشد. پس از رسیدن به دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد ترکیب بالا بمنظور نفوذ و چسبندگی ذرات به مدت ۲۰ دقیقه در این دما قرار داده شد. بمنظور جلوگیری از اکسیداسیون، تمامی مراحل انجام این فرایند در اتمسفر آرگون انجام گرفت. در ادامه ترکیب بدست آمده به آرامی در همان اتمسفر تا دمای محیط سرد شد. پس از این مرحله، ترکیب پودری بدست آمده از کوره خارج شده

<sup>1</sup> - Glove Box

<sup>2</sup> - Planetary Milling Vibrator 2 Cup

## نتایج و بحث

در شکل ۱ آنالیز XRD مربوط به ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  نشان داده شده است. آنالیز XRD به کمک نرم افزار X-pert مورد بررسی قرار داده شد. همان گونه که در شکل مشاهده می‌شود، تمامی پیک‌های حاصله مربوط به ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  می‌باشند و این نشان می‌دهد ترکیب  $Al_3Zr$  بدست آمده است. در این رابطه می‌توان گفت شرط لازم برای تشکیل یک ترکیب جدید حاصل از واکنش شیمیایی بین ذرات واکنش دهنده، برقراری تماس بین ذرات واکنش دهنده می‌باشد. از این رو، بستر مذاب فلز Al تماس بین ذرات Al و Zr را امکان‌پذیر می‌کند.



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$ .

از سوی دیگر، بر اساس روابط ثابت شده متالورژیکی که بین پودر Zr و مذاب Al حاکم است، Zr زمانی که به صورت ذرات پودری به مذاب افزوده می‌شود، تجزیه می‌شود [۱۲] که در اثر این تجزیه فازهای جدیدی بدست می‌آید [۱۲]. در ادامه مذاب Al با مرزهای بیرونی فازهای به وجود آمده حاصل از تجزیه Zr، واکنش داده و بین آن‌ها فرایند نفوذ و چسبندگی رخ خواهد داد و در نهایت، ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  بدست خواهد آمد. وانگ و همکارانش بمنظور سنتز ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  و اکسید آلومینیم ( $Al_2O_3$ ) در زمینه آلومینیمی به روش الکترومغناطیسی پژوهش‌هایی را انجام دادند. آن‌ها ابتدا با استفاده از یک کوره الکتریکی تحت اتمسفر آرگون شمش Al را ذوب کرده و پس از آن مذاب حاصل در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد نگاه‌داشته شد. سپس پودر زیرکونیم را به مذاب Al افزودند و بمنظور افزایش واکنش‌پذیری بین ذرات پودری و مذاب از یک میدان الکترومغناطیسی با فرکانس کم استفاده کردند. نتایج

$$BCos\theta = \frac{0.9\lambda}{d} + 2\eta Sin\theta \quad (1)$$

در رابطه بالا طول موج پراش ایکس ( $\lambda=0.178$  nm) و ثابت شرر  $K=0.9$  است [۱۱].  $\theta$  زاویه تفرق،  $\eta$  کرنش شبکه، B پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان و d میانگین اندازه ذرات بر حسب نانومتر است.

برای ارزیابی خواص مکانیکی از آزمون فشار و سختی‌سنجی استفاده شد. جهت تهیه نمونه‌های آزمون فشار از یک قالب فولاد ابزار (H13) استفاده شد. قطر و ارتفاع نمونه‌ها بر اساس استاندارد E9-89a به ترتیب برابر ۱۰ و ۱۵ میلی‌متر در نظر گرفته شد. فشار و دمای اعمالی در نظر گرفته شده بمنظور انجام فرایند پرس گرم<sup>۱</sup> جهت ساخت نمونه‌های کامپوزیتی به ترتیب برابر ۴۰۰ مگاپاسکال و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان زینتر بمنظور کامل شدن پدیده‌ها ۲۰ دقیقه انتخاب شد. جهت جلوگیری از بزرگ شدن اندازه بلورک‌ها و تسریع در زینترینگ نمونه‌ها نرخ گرمایش بالایی برابر  $20^\circ C/min$  در نظر گرفته شد. پس از پایان زینترینگ، نمونه‌ها به آهستگی تا دمای محیط سرد شدند. نرخ سرد شدن قالب، بمنظور جلوگیری از بروز هرگونه شوک حرارتی به نمونه‌های زینتر شده، حدود ۵-۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انتخاب گردید.

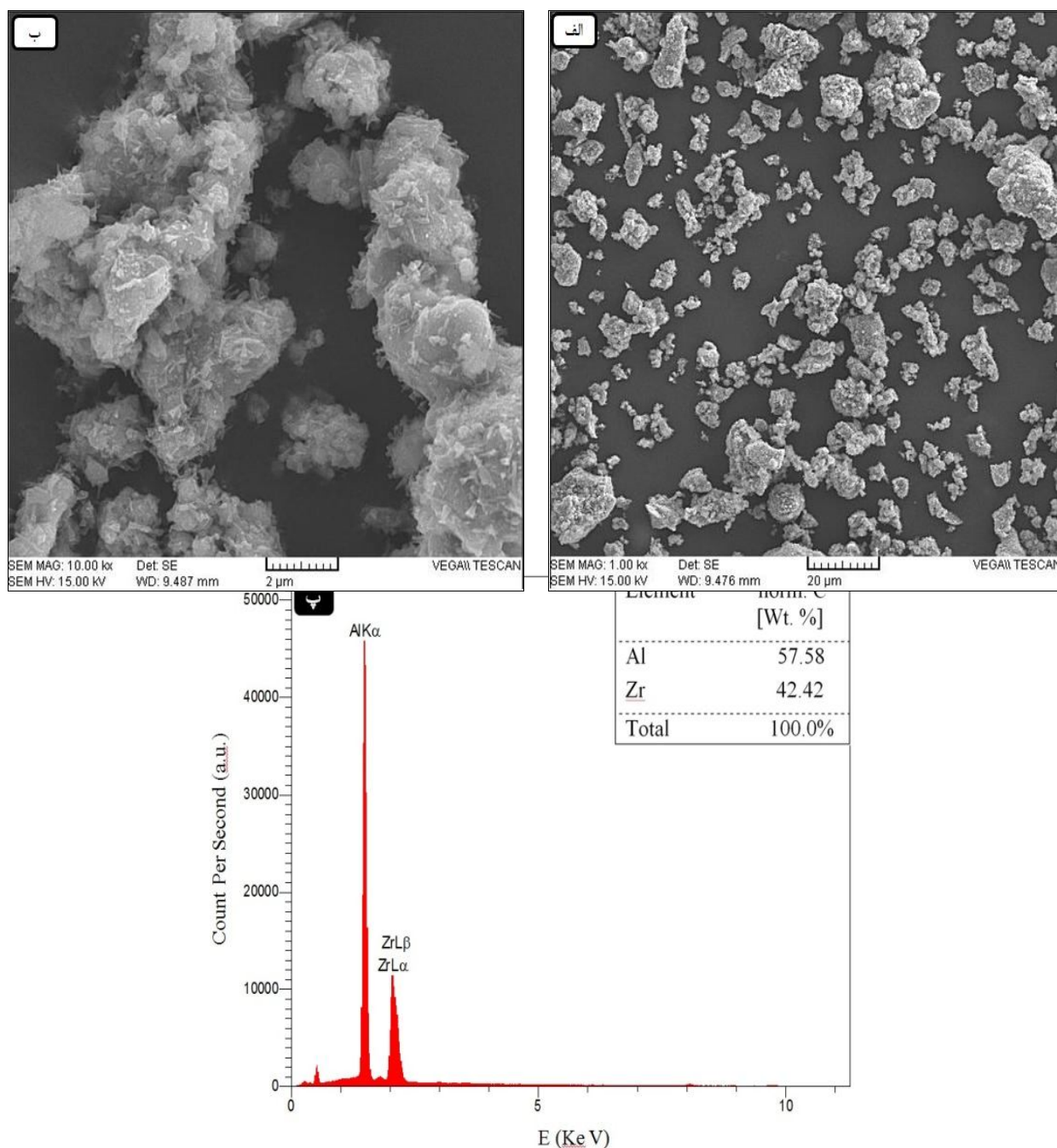
آزمون فشار به وسیله دستگاه اندازه‌گیری استحکام چند منظوره ساخت شرکت Instron مدل HSC13303000 انجام گرفت. آزمون سختی سنجی به وسیله دستگاه MVK-H21 ساخت کارخانه Akashi محصول کشور ژاپن با نیروی ۵ کیلوگرم انجام شد. برای هر نمونه ۳ مرتبه سختی‌سنجی صورت گرفت که در نهایت، میانگین عدد بدست آمده به عنوان سختی نمونه‌ها در نظر گرفته شد. بررسی‌های فازی به وسیله دستگاه پراش سنج پرتو ایکس مدل PW3710-Philips ساخت کشور هلند با آند  $Co\ ka$  ( $\lambda=1.78\text{\AA}$ ) انجام شد. جهت بررسی ریزساختار و ریخت شناسی ذرات پودری از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA\TESCAN استفاده گردید.

<sup>۱</sup> -Hot Press

آنالیز EDS تهیه شد. شکل (۲-پ) نتایج آنالیز EDS ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  را نشان می‌دهد. با توجه به نتایج بدست آمده از آنالیز EDS مشاهده می‌شود تنها عناصر فلزی  $Al$  و  $Zr$  در ساختار حضور دارند و هیچ عنصر ناخواسته‌ای همچون اکسیژن مشاهده نمی‌شود. در ادامه می‌توان گفت نتایج آنالیز EDS و نتایج بدست آمده از آنالیز XRD، سنتز ترکیب  $Al_3Zr$  را تایید می‌کنند. در این پژوهش در مورد عدم تشکیل فازهای ناخواسته در طی سنتز می‌توان به استفاده از گاز آرگون اشاره داشت که از بروز واکنش ناخواسته بین عناصر آلومینیم و زیرکونیم با اکسیژن جلوگیری می‌کند. در مواردی، فازهای ناخواسته  $Al_3Zr$ ،  $ZrC$ ،  $ZrH_2$  و  $Al_6Fe$  به دلیل واکنش بین مواد اولیه و عامل کنترل کننده فرآیند و آلودگی ناشی از محافظه آسیا تشکیل شده‌اند [۱۳].

نکته دیگر این‌که بر اساس آنالیز EDS عناصر  $Al$  و  $Zr$  به ترتیب با ۵۷،۵۸ و ۴۲،۴۲ درصد وزنی در ساختار ترکیب بالا حضور دارند که این مسئله با دیاگرام فاز  $Al-Zr$  کاملا مطابقت دارد [۱۳]. از این‌رو، می‌توان دریافت نسبت استوکیومتری به دقت رعایت شده است. شکل ۲ تصاویر SEM ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  را نشان می‌دهد. در بزرگنمایی بالاتر (شکل ۲-ب) دندریتهایی در تصویر مشاهده می‌شود که وجود آن نشان دهنده ترد بودن ترکیب بالا می‌باشد [۱۳].

بدست آمده از آنالیز XRD نشان داد دو فاز  $Al_3Zr$  و  $Al_2O_3$  با موفقیت در زمینه آلومینیمی بدست آمده‌اند [۱۲]. کاوندران و همکارانش نیز از مخلوط پودرهای آسیاکاری شده  $Al_2O_3$  و  $ZrO_2$  با استفاده از روش پرس گرم در دمای ۷۴۰ درجه سانتی‌گراد، موفق به سنتز ترکیب بین فلزی  $Al_3Zr$  و اکسید آلومینیم ( $Al_2O_3$ ) شدند. آن‌ها بمنظور جلوگیری از بروز واکنش‌های ناخواسته و ایجاد آلودگی در ذرات پودری در حین آسیاکاری از گاز آرگون استفاده کردند. نتایج آن‌ها نشان داد هیچ‌گونه آلودگی در طی آسیاکاری و سنتز به وجود نیامده است [۴]. در مورد شکل ۱ نکته دیگر این‌که تنها پیک‌های مربوط به فاز  $Al_3Zr$  مشاهده می‌شود و هیچ پیک دیگری مربوط به اکسیداسیون و یا حضور ناخالصی مشاهده نمی‌شود. به بیان دیگر، می‌توان این‌چنین بیان کرد که هیچ فاز ناخواسته‌ای در طی سنتز ترکیب  $Al_3Zr$  به وجود نیامده است. از سوی دیگر، توجه به این نکته که عناصر  $Al$  و  $Zr$  تمایل شدیدی به واکنش‌پذیری با اکسیژن دارند، دارای اهمیت است. بنابراین، احتمال تشکیل اکسید آلومینیم ( $Al_2O_3$ ) و اکسید زیرکونیم ( $ZrO_2$ ) دور از انتظار نیست و ممکن است اکسیدهای ذکر شده در درصدهای کمتری نسبت به ترکیب  $Al_3Zr$  تشکیل شده باشند که آنالیز XRD قادر به نشان دادن آن‌ها نمی‌باشد. از این‌رو، بمنظور اطمینان از درستی آنالیز XRD، از ذرات پودری



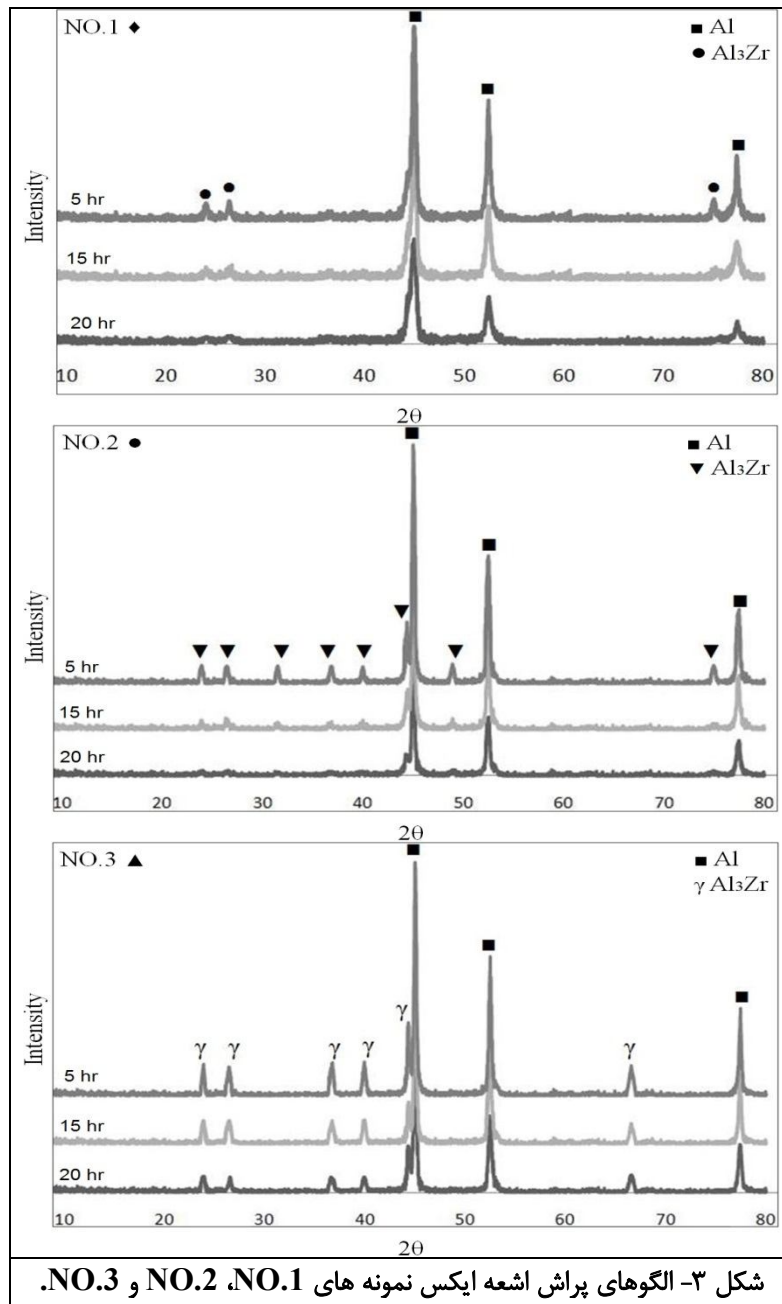
شکل ۲- تصاویر SEM و آنالیز EDS از ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  الف و ب) در دو بزرگنمایی گوناگون، پ) آنالیز EDS.

افزایش زمان آسیاکاری (۱۵ و ۲۰ ساعت) از شدت پیک‌های کاسته می‌شود و به تدریج پهنای پیک‌ها افزایش می‌یابد. درحالی‌که با ادامه فرایند آسیاکاری پیک‌های مربوط به آلومینیم با وجود کاهش در شدت آن‌ها، در مقایسه با پیک‌های ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$ ، هنوز هم از شدت بیشتری برخوردارند. در مورد بروز این پدیده

نتایج XRD نمونه‌ها که در زمان‌های ۱۵، ۲۰ و ۳۰ ساعت آسیاکاری شده‌اند در شکل ۳ نشان داده شده است. در شکل پیک‌هایی مربوط به Al و ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  وجود دارد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، پیک‌های حاصله برای هر سه نمونه در زمان‌های ابتدایی آسیاکاری (۵ ساعت)، دارای شدت بیشتری می‌باشند و در ادامه با

این‌رو، فرایند نفوذ به سرعت رخ می‌دهد و از سوی دیگر، ذرات آلومینیمی طی فرایند آسیاکاری به صورت ورقه‌هایی در آمده که در اثر ضربه پهن شده و کار سخت می‌شوند.

می‌توان به این نکته اشاره داشت که  $Al_3Zr$  در مقایسه با عنصر Al یک فاز ترد می‌باشد که این مسئله باعث می‌شود اندازه ذرات ترکیب بین‌فلزی طی فرایند آسیاکاری در زمان‌های کم‌تری به کوچک‌ترین حد خود برسند و از



بلوری بویژه نابه‌جایی‌ها باعث افزایش کرنش‌های الاستیک می‌شود که در ادامه در اثر افزایش درجه حرارت ذرات پودر، نابه‌جایی‌ها بتدریج آرایش جدید به صورت مرزدانه به خود می‌گیرند تا انرژی آزاد کل سیستم را کاهش دهند.

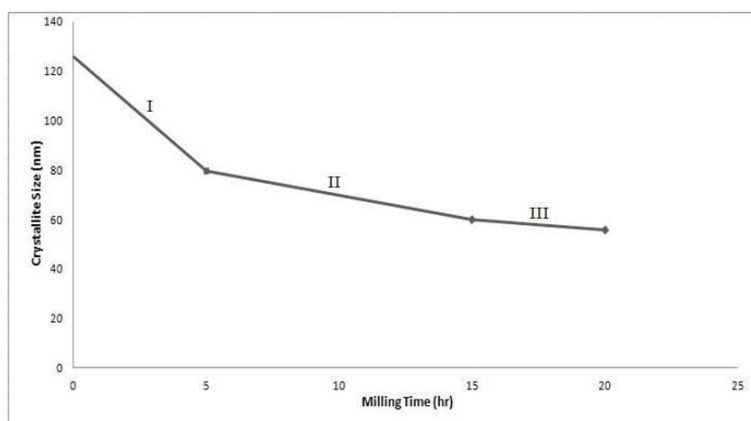
این مسئله باعث می‌شود که ذرات آلومینیمی دیرتر شکسته شده و به ذرات ریزتری تبدیل شوند که در نهایت، منجر به افزایش شدت پیک‌های آن‌ها در مقایسه با ترکیبات بین فلزی می‌گردد [۱۳]. افزایش دانسیته نواقص

در عملیات آسیاکاری مکانیکی مجموعه‌ای از ذرات پودر هنگامی که دو گلوله با هم برخورد می‌کنند، بین دو گلوله به دام می‌افتند که در حدود ۱۰۰۰ ذره می‌باشند و تشکیل یک کلوخه با وزن تقریبی ۰/۲ میلی‌گرم می‌دهند. در این حالت ذرات به دام افتاده در اثر ضربه گلوله‌ها تغییر شکل زیادی متحمل شده و روی هم پهن می‌شوند [۱۸].

در شکل ۴ نمودار تغییرات اندازه بلورها بر حسب زمان آسیاکاری مکانیکی نشان داده شده است. با توجه به شکل اندازه بلورها در زمان‌های اولیه آسیاکاری (مرحله I) با سرعت بیش‌تری کاهش می‌یابد و در ادامه با افزایش زمان آسیاکاری (II و III) کاهش در اندازه بلورها سرعت کم‌تری خواهد داشت. با توجه به شکل، نمودار در مرحله (III) نسبت به مراحل I و II شیب کم‌تری را از خود نشان می‌دهد و تقریباً با محور افقی برابری می‌کند. در این حالت در اندازه دانه‌ها کاهش محسوسی بوجود نخواهد آمد، به بیان دیگر، اندازه دانه‌ها به یک مقدار تعادلی رسیده‌اند.

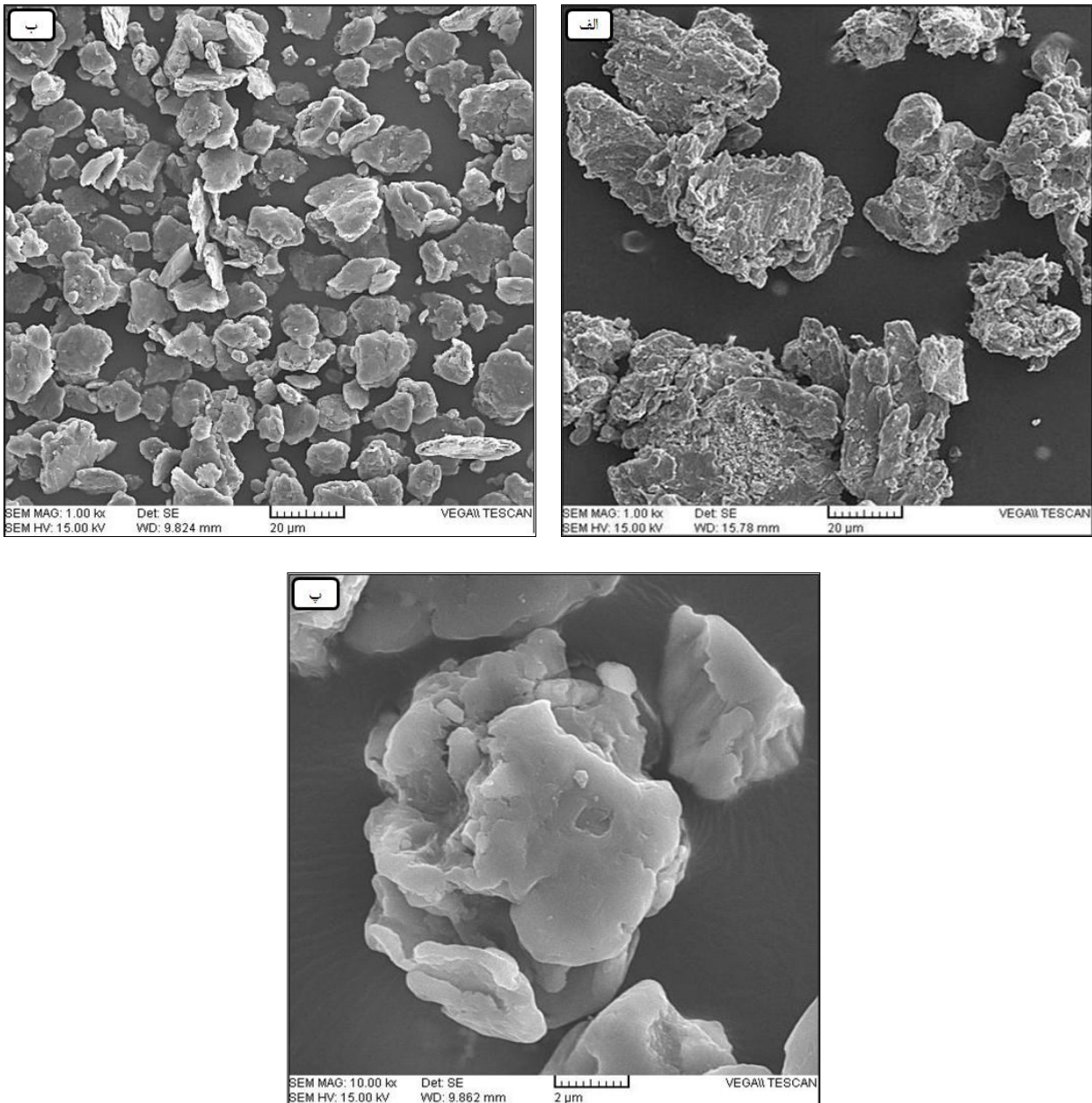
به این ترتیب، آسیاکاری مکانیکی منجر به ریز شدن اندازه دانه‌ها تا حد نانومتر می‌گردد [۱۵-۱۴]. از سوی دیگر، نفوذ عناصر در حین فرایند آسیاکاری مکانیکی به دلیل افزایش شدید نقص‌های بلوری، کاهش اندازه دانه‌ها و هم‌چنین، افزایش آنی و موضعی دمای ذرات پودر در خلال برخورد با گلوله‌ها، کاملاً امکان‌پذیر می‌باشد [۱۶]. ادامه فرایند آسیاکاری مکانیکی تغییری عمده در الگوی XRD ایجاد نمی‌کند و باعث افزایش ناچیزی در پهنای پیک‌های ترکیب بین‌فلزی و آلومینیم می‌گردد.

بدیهی است نسبت گلوله به پودر بیش‌تر سبب افزایش انرژی ضربه در حین فرایند آسیاکاری مکانیکی می‌شود، این در حالی است که با کاهش نسبت وزنی گلوله به پودر مواد اولیه، مقدار انرژی جنبشی گلوله‌ها که در هنگام برخورد به واحد جرم پودر مواد اولیه منتقل می‌شود، کاهش می‌یابد که این مسئله سرعت فرایندهایی را که در حین آسیاکاری مکانیکی رخ می‌دهد، کند می‌سازد [۱۷]. از این‌رو، در این پژوهش شمار گلوله‌های ۲۰ و ۱۵ میلی‌متری بیش‌تر از گلوله‌های ۱۰ و ۱۲ میلی‌متری انتخاب شد که این مسئله باعث می‌شود انرژی ضربه و هم‌چنین، مقدار پودری که بین گلوله‌ها گیر می‌افتد، بیش‌تر باشد.



شکل ۴- اندازه بلورها بر حسب زمان آسیاکاری مکانیکی.





شکل ۵- تصاویر SEM تغییرات ریخت شناسی ذرات پودر نمونه NO<sub>2</sub> در زمانهای گوناگون آسیا کاری (الف) صفر ساعت ب و پ) ۲۰ ساعت در دو بزرگ‌نمایی گوناگون.

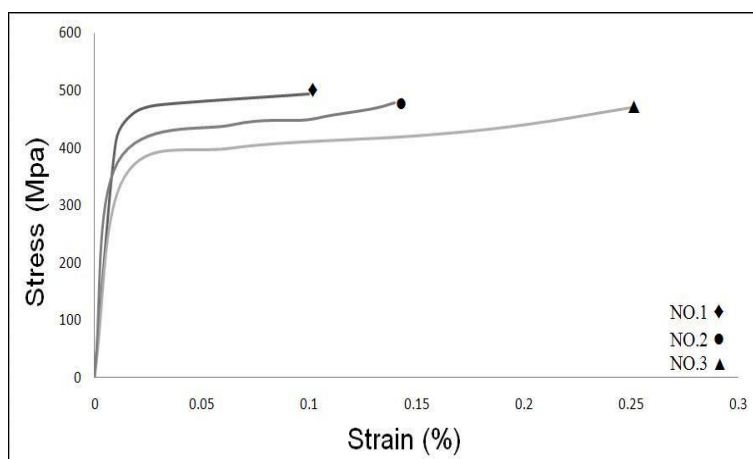
می‌یابد. برخورد بین گلوله-پودر-گلوله از جمله دلایل بروز چنین تغییراتی در ریخت شناسی ذرات می‌باشد. در اثر ضربه گلوله‌ها، ذرات پودر تغییر شکل زیادی را متحمل شده و روی هم پهن می‌شوند. در این حالت نسبت سطح به حجم ذرات افزایش می‌یابد و در ادامه پوسته اکسیدی سطح ذرات شکسته شده و سطح آزاد فلز زیرین آزاد می‌شود و در نتیجه اتصال فلز-فلز بین ذرات گوناگون پودر ایجاد شده و در اصطلاح "جوش سرد" بین آنها به وجود

در شکل ۵ تصاویر SEM مربوط به ذرات پودر نمونه NO<sub>2</sub> آورده شده است. تصاویر (الف) و (ب) به ترتیب مربوط به زمان‌های اولیه آسیاکاری و ۲۰ ساعت آسیاکاری می‌باشند. تصویر (پ) نیز مربوط به مدت زمان ۲۰ ساعت آسیاکاری در بزرگ‌نمایی بالاتر می‌باشد. با مقایسه تصاویر (الف) و (ب)، شاهد ریز شدن اندازه ذرات بوده و از سوی دیگر، ریخت شناسی ذرات نیز به حالت صفحه‌ای تغییر

شکل ۶ منحنی تنش- کرنش در آزمون فشار برای نمونه‌های NO.1، NO.2، و NO.3 می‌باشد. همان گونه که در شکل مشاهده می‌شود، هر سه نمونه دارای استحکام تسلیمی بالای  $350\text{MPa}$  می‌باشند. از سوی دیگر، نمونه شماره ۱ در مقایسه با دو نمونه دیگر دارای استحکام تسلیم بالاتری است. این درحالیست که درصد تغییرات کرنشی در نمونه‌های شماره ۲ و ۳ نسبت به نمونه شماره ۱ بیش‌تر بوده و نمونه شماره ۱ دارای بیش‌ترین تغییرات کرنشی زیر  $0.1$  درصد می‌باشد و این حاکی از شکست ترد این نمونه در مقایسه با دیگر نمونه‌ها می‌باشد. بالا بودن استحکام تسلیم و نیز داشتن کم‌ترین مقدار درصد تغییرات کرنشی برای نمونه شماره ۱ می‌تواند ناشی از این باشد که نمونه یاد شده دارای بیش‌ترین مقدار تقویت‌کننده در مقایسه با سایر نمونه‌هاست.

می‌آید [۱۸]. با ادامه فرایند آسیاکاری مکانیکی و افزایش مقدار کارسرد، سختی ذرات پودر افزایش یافته و در اثر ضربه ناشی از گلوله‌ها شکست ذرات پودر نیز رخ می‌دهد. تکرار این دو پدیده یعنی اتصال و شکست ذرات پودر، در حین آسیاکاری مکانیکی، منجر به تشکیل ساختار لایه‌ای می‌گردد که به مرور زمان لایه‌ها باریک‌تر می‌شوند.

در تصویر (پ) کلوخه‌ای شدن ذرات پودر رخ داده که دلیل این مسئله می‌تواند ناشی از حضور آلومینیم در ساختار باشد، چرا که آلومینیم فلز نرمی است و در اثر برخورد گلوله‌ها به حالت کلوخه‌ای در آمده و از آنجایی که در ساختار هر سه نمونه، آلومینیم بیش‌ترین مقدار درصد وزنی را در مقایسه با تقویت‌کننده دارا می‌باشد، لذا در ذرات پودری اگلومره شدن رخ می‌دهد.



شکل ۶- منحنی تنش- کرنش در آزمون فشار نمونه‌های NO.1، NO.2 و NO.3.

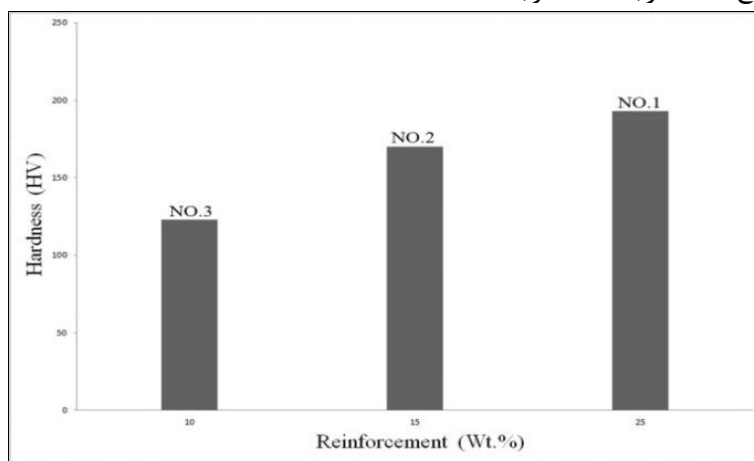
که افزایش آن‌ها از یک سو سبب افزایش استحکام تسلیم و از سوی دیگر، به خاطر ترد بودن ساختارشان سبب کاهش درصد کرنش می‌شود [۱۳].

باتوجه به شکل ۶ نمونه‌های NO.1 و NO.3 به ترتیب دارای بیش‌ترین و کم‌ترین مقدار سطح زیر منحنی تنش-کرنش می‌باشند. از این‌رو، نمونه‌ای که دارای بیش‌ترین سطح زیر منحنی باشد، بیش‌ترین مقدار درصد ازدیاد طول و نمونه‌ای که دارای کم‌ترین سطح زیر منحنی باشد کم‌ترین مقدار درصد ازدیاد طول را دارد. افزایش درصد ازدیاد طول را می‌توان به حرکت نابه‌جایی‌ها در

بیان شده که در کامپوزیت‌ها تنش اعمالی به نمونه، بین زمینه و ذرات تقویت‌کننده تقسیم می‌شود و سهم زیادی از آن به وسیله ذرات تقویت‌کننده تحمل می‌شود. در کامپوزیت آسیاکاری شده، به دلیل ریز شدن ساختار زمینه و ذرات تقویت‌کننده و توزیع کاملاً یکنواخت ذرات تقویت‌کننده در زمینه، استحکام افزایش یافته است [۱۹]. با افزایش مقدار تقویت‌کننده ترکیب بین‌فلزی در ساختار کامپوزیت، با وجود افزایش استحکام تسلیم، شاهد کاهش در تغییرات کرنشی هستیم. بروز چنین حالت دوگانه‌ای می‌تواند به دلیل ماهیت ساختاری ترکیبات بین‌فلزی باشد

هال-پیچ می‌باشد که بر اساس این رابطه، با کاهش اندازه دانه تنش تسلیم افزایش می‌یابد [۲۱]. به بیان دیگر، هر چه ساختار ریز دانه‌تر شود چگالی مرزدانه افزایش یافته و از آنجایی که مرزدانه‌ها به عنوان مانع در برابر حرکت ناب‌جایی‌ها عمل می‌کنند، با افزایش مرزدانه موجود در مسیر حرکت ناب‌جایی‌ها افزایش یافته و در این حالت ناب‌جایی‌ها به تدریج در پشت مرزدانه‌ها متمرکز می‌شوند و حرکت آن‌ها کند شده و تنش لازم برای عبور ناب‌جایی‌ها از بین موانع افزایش یافته و در نهایت، استحکام زیاد می‌شود [۲۰ و ۲۲ و ۲۳].

نتایج بدست آمده از آزمون سختی سنجی بر حسب درصد وزنی تقویت کننده در شکل ۷ آورده شده است. نتایج نشان می‌دهند نمونه‌های کامپوزیتی NO.1، NO.2 و NO.3 به ترتیب دارای سختی ۱۹۳HV و ۱۷۰HV و ۱۲۳HV می‌باشند. از این رو، نمونه ۱ با دارا بودن بیشترین مقدار تقویت کننده از سختی بیش‌تری برخوردار بوده و نمونه ۳ با کم‌ترین مقدار تقویت کننده، دارای سختی کم‌تری نسبت به دیگر نمونه‌هاست.



شکل ۷- تغییرات سختی بر حسب درصد وزنی  $Al_3Zr$  به عنوان فاز تقویت کننده.

کرد [۲۶]. چرا که حضور ذرات سخت تقویت کننده از یک سو و پراکنده شدن آن‌ها به صورت یکنواخت در زمینه آلومینیمی از سوی دیگر منجر به ایجاد موانع متعدد در مقابل حرکت ناب‌جایی‌ها می‌شوند و بر اساس رابطه (۲) با ریز شدن ساختار، تنش تسلیم افزایش می‌یابد. به همین

ساختار نسبت داد [۲۰]. در مورد این پدیده می‌توان این چنین بیان کرد که حضور ذرات  $Al_3Zr$  در ساختار کامپوزیت سبب می‌شود تا موانع موجود در مسیر حرکت ناب‌جایی‌ها بیش‌تر شود و نمونه‌ای که دارای بیش‌ترین مقدار تقویت کننده باشد (NO.1) طبیعتاً موانع بیش‌تری داشته و دارای کم‌ترین مقدار ازدیاد طول است [۲۰]. سیرنیواسارو و همکارانش [۱۳] نشان دادند در مواردی که درصد وزنی تقویت کننده ترکیب بین‌فلزی به ۴۰ درصد برسد، در تمامی کامپوزیت‌ها می‌توان به استحکام فشاری بالا (۱GPa) دست یافت، اما از سوی دیگر، در همان نمونه‌ها تغییرات کرنشی به مقدار ۱۰٪ بدست آمد که نشان دهنده پایین بودن درصد تغییرات کرنشی نمونه‌های بالا در مقایسه با دیگر نمونه‌ها بود.

نکته دیگر این‌که تنش تسلیم در فلزات چند بلوری متأثر از اندازه دانه است. در رابطه زیر ارتباط بین تنش تسلیم و اندازه دانه آورده شده است [۲۱].

$$\sigma_Y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (2)$$

در رابطه بالا  $\sigma_Y$  تنش تسلیم،  $\sigma_0$  تنش اصطکاکی،  $d$  اندازه دانه و  $K$  ثابت هال-پیچ است. رابطه (۲) رابطه

در مورد علت این پدیده می‌توان به این نکته اشاره کرد که ترکیبات بین‌فلزی خواصی مشابه سرامیک‌ها داشته و همچون سرامیک‌ها با وجود ترد بودن از سختی بالایی برخوردارند [۲۴-۲۵]. از جمله دلایل افزایش سختی می‌توان به توزیع یکنواخت تقویت کننده‌ها در زمینه اشاره

۳) نمونه‌هایی که دارای بیش‌ترین درصد وزنی ترکیب بین‌فلزی هستند، از خواص مکانیکی بهتری نظیر استحکام تسلیم و سختی برخوردارند.

۴) با افزایش درصد وزنی ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  در زمینه آلومینیومی، با توجه به ترد بودن ترکیب بین‌فلزی، انعطاف پذیری کاهش می‌یابد یا به بیان دیگر، سبب کاهش تغییر شکل پلاستیک نمونه‌ها در آزمون فشار می‌شود.

### سپاسگزاری

نویسندگان مقاله بر خود لازم می‌دانند که از ستاد توسعه فناوری نانو و معاونت پژوهشی دانشگاه آزاد اسلامی واحد ساوه، به خاطر تأمین هزینه‌های انجام این پژوهش، سپاسگزاری کنند.

### References

- 1- I.A. Ibrahim, F.A. Mohamed, and E.J. Lavemi, "Particulate Reinforced Metal Matrix Composite", *Journal of Mater Science*, 26, pp. 1137-1156, 1991.
- 2- Y.X. Lu, X.M. Meng, and C.S. Lee, "Microstructure and Mechanical Behavior of a SiC Particles Reinforced Al-5Cu Composite Under Dynamic Loading", *Journal of Mater Processing Technology*, 94, pp. 175-178, 1999.
- 3- Z. Yu-Tao, Z. Song-Li, and CHEN Gang, "Aluminum Matrix composites reinforced by in situ  $Al_2O_3$  and  $Al_3Zr$  Particles Fabricated Via Magnetochemistry Reaction", *Trans. Nonferrous Met. Soc. Chi* 08/9\*-/[\*]= M na 20. 2129-2133, 2010.
- 4- B. Kaveendran, G.S. Wang, L.J. Huang, L. Geng, H.X. Peng. , " In Situ ( $Al_3Zr + Al_2O_3$ np)/2024Al Metal Matrix Composite with Novel Reinforcement Distributions Fabricated by Reaction Hot Pressing", *Journal of Alloys and Compounds* 581, pp. 16-22, 2013.
- 5- J.S. Benjamin, E. Artz, and C. Schultz, "New Materials by Mechanical Alloying Techniques", *Colw-Hirson (FRG)*, pp. 3-19, 1998.
- 6- Y. Chank, S. Berger, B. Z. Weiss, and Broolc-Levinson, "Solid State

دلیل نمونه شماره ۱ که دارای مقدار ترکیب بین‌فلزی بیش‌تری نسبت به دو نمونه دیگر بوده از سختی بالاتری برخوردار است و نمونه شماره ۳ با کم‌ترین مقدار ترکیب بین‌فلزی سختی کم‌تری دارد.

### نتیجه‌گیری

۱) از مخلوط پودرهای فلزی آلومینیوم و زیرکونیم با نسبت استوکیومتری و قرار دادن آن‌ها در کوره تحت اتمسفر آرگون در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد پس از گذشت مدت زمان ۲۰ دقیقه، ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Zr$  بدست آمد.

۲) با افزایش زمان آسیاکاری مکانیکی (زمان ۲۰ ساعت) می‌توان به نانوکامپوزیت Al- $Al_3Zr$  زمینه آلومینیومی با نانو بلورهایی کم‌تر از ۱۰۰ نانومتر دست یافت.

Amorphization by Mechanical Alloying- an Atomistic Model", *Acta Matter*, vol. 42, No. 11, pp. 3679-3685, 1994.

7- C. Suryanarayana, *Mechanical Alloying and Milling*, Marcel Dekker, New York, 2004.

8- K.I. Moon, K.S. Lee, and J. "Study of the Microstructure of Nanocrystalline Al-Ti Alloys Synthesized by Ball Milling in a Hydrogen Atmosphere and Hot Extrusion," *Alloy. Compd.* 291, pp. 312-321, 1999.

10- T.T. Sasaki, T. Mukai, and K. Hono, "A High-Strength Bulk Nanocrystalline Al-Fe alloy Processed by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering", *Scripta Mater.* 57, pp. 189-192, 2007.

12- H. Wang, G. Li, Y. Zhao, and Z. Zhang. , " Microstructure, Billet Surface Quality and Tensile Property of ( $Al_2O_3 + Al_3Zr$ )p/Al Composites in Situ Synthesized with Electromagnetic Field", *Journal of Alloys and Compounds* 509, pp. ) 5696-5700, 2011.

13- B. Srinivasarao, C. Suryanarayana, K. Oh-ishi, K. Hono, "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Zr Nanocomposite Materials", *Materials*

- Science and Engineering A 518, pp. 100-107, 2009.
- 14- Koch, C.C., "The Synthesis and Structure of Nanocrystalline, Material Produced by Mechanical Attrition" Nanostructured Materials, Vol. 2, pp. 109-129, 1993.
- 15- Fecht, H.J., Helstern, E., Fu, Z., and Johnson, W.L., "Nanocrystalline Metals Prepared by High-Energy Ball Milling", Metallurgical Transaction A, Vol. 21A, pp. 2333-2337, 1990.
- 16- Bhattacharya, A.K., and Arzt, E., "Plastic Deformation and Its Influence on Diffusion Process During Mechanical Alloying", Scripta Metallurgica et Materialia Vol. 28, pp. 3895-4000, 1993.
- 17- C.Suryanarayana, G.H. Chen, and F.H. Froes, Milling Maps for Phase Identification During Mechanical Alloying , Scr. Mater. 26, pp. 1727-1732, 1992.
- 18- C. Suryanarayana, "Mechanical Alloying and Milling", Progress in Materials Science, 46, pp. 1-184, 2001.
- 19- Z. RazaviHesabi, H.R. Hafizpour and A. Simchi, "An Investigation on the Compressibility of Aluminum/Nano-Alumina Composite Powder Prepared by Blending and Mechanical Milling", Materials Science and Engineering A 454-455, pp. 89-98, 2007.
- 20- M. Rahimian, N. Parvin, and N. Ehsani, "Investigation of Particle Size and Amount of Alumina on Microstructure and Mechanical Properties of Al Matrix Composite Made by Powder Metallurgy"; Mater. Sci. Eng. A 527, pp. 1031-1038, 2010.
- 21- G. E. Dieter, "Mechanical Metallurgy", Third Edition, Mc Graw-Hill, 1976.
- ۲۲- ع. عبدالهی و ع. علیزاده، "تولید نانوکامپوزیت دو جزئی فوق مستحکم زمینه آلومینیومی به روش آلیاژسازی مکانیکی و اکستروژن داغ و بررسی خواص مکانیکی آن"، مجله مواد نوین، جلد ۴، شماره ۱، ص ۸۳-۹۸، پاییز ۱۳۹۲.
- 23- A. Alizadeh, and E. Taheri-Nassaj, "Mechanical properties and Wear Behavior of Al-2 wt.% Cu Alloy Composites Reinforced by B<sub>4</sub>C Nanoparticles and Fabricated by Mechanical Milling and Hot Extrusion"; Mater. Charact. 67, pp. 119-128, 2011.
- 24- N. Al-Aqeelia, G. Mendoza-Suarez, C. Suryanarayana, and R.A.L. Drewa, "Development of New Al-Based Nanocomposites by Mechanical Alloying;" Mater. Sci. Eng. A. 480: Issues 1-2, Pages 392-396, 15 May 2008.
- 25- Deng, C.F., Wang, D.Z., Zhang, X.X., and Li, A.B., "Processing and Properties of Carbon Nanotubes Reinforced Aluminum Composites," Mater. Sci. Eng. A, Vol. 444, pp. 138-145, 2007.
- 26- Shewmon, P. G., Transformations in Metals, Mc Graw-Hill, New York, 1969