

تاریخ دریافت: ۱۳۸۸/۰۹/۳۰

تاریخ پذیرش: ۱۳۸۸/۱۱/۰۵

## تاثیر افزایش منیزیم بر ریزساختار و مورفولوژی کامپوزیت نانو ساختار Al-۵wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> حین آلیاژسازی مکانیکی

جمال صفری<sup>۱</sup>، غلامحسین اکبری<sup>۲</sup>

دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه شهید باهنر کرمان

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد ۲- دانشیار

### چکیده

در تحقیق حاضر اثر افزایش منیزیم به مقدار ۰ و ۲۰ درصد وزنی بر اندازه دانه، مورفولوژی، شکل و اندازه ذرات پودر کامپوزیت Al-۵wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> حین فرایند آلیاژسازی مکانیکی در یک آسیای سیاره‌ای انرژی بالا برای زمان‌های مختلف تا ۲۰ ساعت بررسی شد. تکنیک XRD برای تعیین اندازه دانه و تشخیص فازهای تشکیل شده در پودرها استفاده شد. از SEM برای بررسی تغییرات مورفولوژی و شکل ذرات پودر کامپوزیتی استفاده شد. اندازه ذرات پودر توسط روش مماسی از روی تصاویر SEM محاسبه شد. نتایج XRD کاهش اندازه دانه کریستالی کامپوزیت تا حد نانومتری را با افزایش زمان آسیاکاری و افزایش درصد منیزیم نشان می‌دهد. نتایج SEM نشان داد که با اضافه کردن ۲۰ درصد منیزیم بعد از ۲۰ ساعت آسیاکاری یک حالت پایا در اندازه ذرات پودر حاصل می‌شود. همچنین منیزیم باعث کاهش اندازه ذرات پودر در زمان‌های مختلف آسیا و تسریع مراحل فرایند آسیاکاری مکانیکی می‌شود.

**کلمات کلیدی:** کامپوزیت نانو ساختار، آلیاژسازی مکانیکی، منیزیم، آلومینیم

### ۱- مقدمه

خودرو و صنایع هوافضا کاربرد وسیعی پیدا کرده‌اند [۷-۴]. کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت شده با ذرات سرامیکی تهیه شده توسط فرایند آلیاژسازی مکانیکی به دلیل همگن بودن خواص آنها در جهات مختلف و قابلیت شکل‌پذیری خوب این مواد [۸] به طورگسترده مورد بررسی و مطالعه قرار گرفته‌اند. در این میان کامپوزیت های Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> بخاطر قابلیت کاربرد در صنایع خودرو و صنایع هوافضا از اهمیت ویژه‌ای برخوردار می‌باشد [۷،۵،۴].

فرایند آلیاژسازی مکانیکی یک فرایند انرژی بالا است که برای ساخت مواد متنوعی از قبیل آلیاژهای آمورف، مواد نانو کریستال، کامپوزیت‌ها، ترکیبات بین فلزی محلولهای جامد فوق اشباع و فازهای شبه پایدار با موفقیت استفاده شده است [۴-۱].

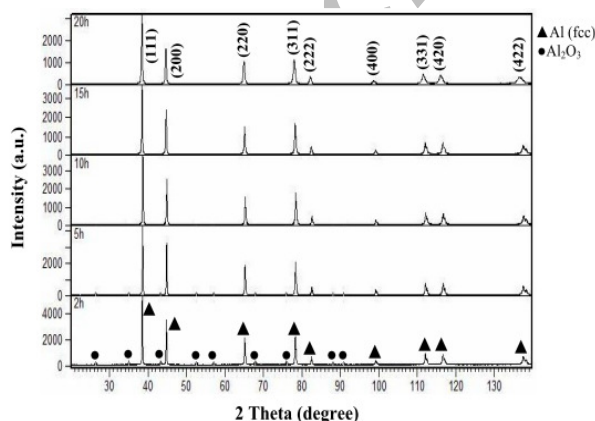
کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی به دلیل خواص مطلوبی چون وزن سبک، استحکام بالا، مدول ویژه بالا، مقاومت به سایش خوب و هدایت الکتریکی و حرارتی بالا در صنایع

پودر استفاده شد. تمام نمونه‌ها به ترتیب به مدت ۲، ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت آسیا شدند.

الگوی تفرق اشعه ایکس (XRD) برای تعیین نوع فازهای تشکیل شده و اندازه دانه کریستال‌ها استفاده شد. مورفولوژی و شکل ذرات پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Cam Scan MV2300 مورد مطالعه قرار گرفت. همچنین اندازه ذرات پودر به روش مماسی از روی تصاویر SEM محاسبه شد.

### ۳- نتایج و بحث

شکل ۱ الگوی XRD نمونه بدون منیزیم را برای ساعت‌های مختلف آسیاکاری نشان می‌دهد. در ۲ ساعت اول پیک‌های آلومینیم با ارتفاع زیاد و پهنای کم با ساختار کریستالی FCC دیده می‌شوند. همچنین پیک‌های آلومینا نیز در شکل مشاهده می‌شوند. با افزایش زمان آسیا پیک‌های آلومینا ناپدید می‌شوند که این به دلیل کاهش اندازه ذرات آلومینا تا زیر یک میکرون می‌باشد [۱۵]. با افزایش زمان آسیا تا ۲۰ ساعت پیک‌های XRD پهن‌تر و ارتفاع آنها کاهش می‌یابد. نکته قابل توجه در این جا رابطه شدت و پهنای پیک‌های XRD با اندازه دانه و کرنش شبکه می‌باشد. به‌طور کلی، کاهش شدت پیک‌ها و افزایش پهنای آنها افزایش کرنش شبکه و کاهش اندازه دانه زمینه را نشان می‌دهد.



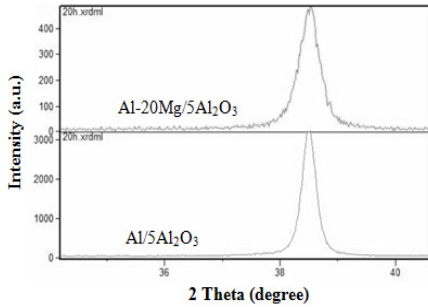
شکل (۱): آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه پودری  $Al/5Al_2O_3$  آسیا شده در زمان‌های مختلف

در این میان کامپوزیت‌های  $Al-Al_2O_3$  بخاطر قابلیت کاربرد در صنایع خودرو و صنایع هوافضا از اهمیت ویژه‌ای برخوردار می‌باشد [۷،۵،۴]. به همین دلیل مطالعات مفصلی در زمینه ارتباط بهبود رفتار و خواص مکانیکی این کامپوزیت‌ها تا کنون انجام شده است.

تحقیقات انجام شده نشان می‌دهد که افزایش منیزیم به آلومینیم باعث بهبود هم‌زمان استحکام و داکتیلیته می‌شود [۹]. مقدار تعادلی حلالیت منیزیم در آلومینیم در دمای اتاق زیر یک درصد اتمی گزارش شده است [۱۰]. از طرفی حلالیت منیزیم در آلومینیم به کمک فرایند آلیاژسازی مکانیکی افزایش زیادی داشته است تا جایی که برای آلیاژ  $Al-50at\%Mg$  تا ۴۵ درصد اتمی [۱۱] گزارش شده است. در فرایند آلیاژسازی مکانیکی عوامل مختلفی مثل دمای آسیاکاری، زمان آسیاکاری و درصد منیزیم اولیه در مقدار حلالیت منیزیم در آلومینیم تاثیر گذار می‌باشند [۱۱]. هرچند تحقیقات زیادی در مورد بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های  $Al-Al_2O_3$  انجام شده است [۶،۷،۱۴-۱۲] ولی به افزایش منیزیم به کامپوزیت  $Al-Al_2O_3$  و بررسی تغییر در رفتار این کامپوزیت مورد توجه قرار نگرفته است. بر همین اساس هدف از تحقیق حاضر بررسی اثر افزایش منیزیم بر تغییر رفتار پودر کامپوزیت  $Al-Al_2O_3$  به روش آلیاژسازی مکانیکی است.

### ۲- مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از پودر آلومینیم و منیزیم با خلوص بالای ۹۹٪ و پودر آلومینا ( $Al_2O_3$ ) استفاده شد. پودر آلومینیم با ۵ درصد وزنی آلومینا به ترتیب با ۰ و ۲۰ درصد وزنی منیزیم در یک آسیای سیاره‌ای انرژی بالا (Fritsch p6) تحت اتمسفر آرگون آسیا شد. نسبت گلوله به پودر ۱ : ۲۰ و سرعت حرکت محفظه آسیا ۲۵۰ دور بر دقیقه انتخاب شد. به منظور خنک شدن ظرف آسیا و جلوگیری از افزایش دما در پودرها آسیا هر ۳۰ دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه متوقف شد. از اسید استاریک به عنوان عامل کنترل فرایند، به منظور جلوگیری از افزایش بیش از حد جوش سرد و آگلومره شدن ذرات پودر، به مقدار ۲ درصد وزنی کل

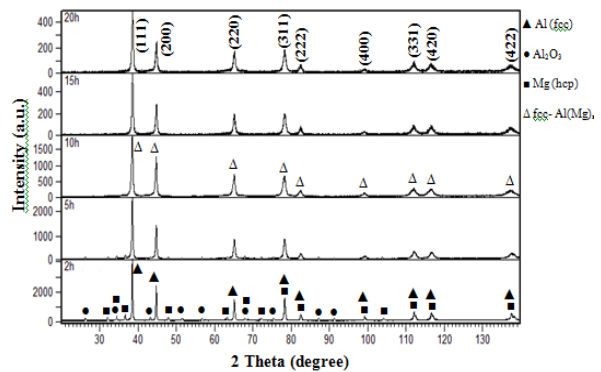


شکل (۳): آنالیز تفرق اشعه ایکس دو نمونه پودری با و بدون منیزیم آسیا شده تا ۲۰ ساعت

به طور کل با افزایش زمان آسیا به دلیل ایجاد تغییر فرم پلاستیک شدید دانسیته عیوب و ناهنجاری‌ها افزایش می‌یابد و از همراستا شدن ناهنجاری‌ها مرزهای فرعی تشکیل می‌شود. از طرفی حل شدن منیزیم در آلومینیم باعث افزایش کارسختی در ذرات پودر و افزایش دانسیته ناهنجاری‌ها می‌شود [۱۶]. افزایش دانسته ناهنجاری‌ها منجر به تبدیل مرز دانه‌های زاویه کوچک به مرزهای زاویه بزرگ در زمان‌های خیلی کمتر می‌شود که این باعث تسریع فرایند ریز دانه شدن می‌شود. بنابراین حضور منیزیم فرایند ریزدانه شدن را تسریع می‌کند.

شکل ۳a تصویر SEM پودر Al خالص آسیا نشده را نشان می‌دهد که ذرات آلومینیم با اشکال نامنظم در شکل دیده می‌شوند. شکل‌های ۳(b-f) تصویر SEM پودر کامپوزیتی Al/5Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> آسیا شده در زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. تصویر SEM نمونه آسیا شده به مدت ۲ ساعت (شکل ۳b) نشان می‌دهد که تغییر زیادی در مورفولوژی ذرات پودر ایجاد نمی‌شود. با ادامه یافتن آسیاکاری تا ۵ ساعت (شکل ۳c) در اثر برخورد پودرهای نرم زمینه با گلوله‌ها و ظرف آسیا ذرات به شدت تحت تغییر شکل قرار گرفته یک مورفولوژی تخت و پولکی شکل حاصل می‌شود. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ و ۱۵ ساعت (شکل ۳d و ۳e) همچنان پهن و پولکی شدن ذرات ادامه دارد که این امر بیانگر فرایند جوش سرد در آلیاژسازی مکانیکی و انعطاف‌پذیری پودر آلومینیم می‌باشد. در نهایت با ۲۰ ساعت آسیاکاری (شکل ۳f) با ایجاد تغییر فرم زیاد در ذرات پودر دانسیته ناهنجاری‌ها در ذرات افزایش یافته و این منجر به افزایش کارسختی در ذرات پودر و ترد شدن پودرها می‌شود. همچنین ذرات تقویت کننده شکسته شده در فصل مشترک

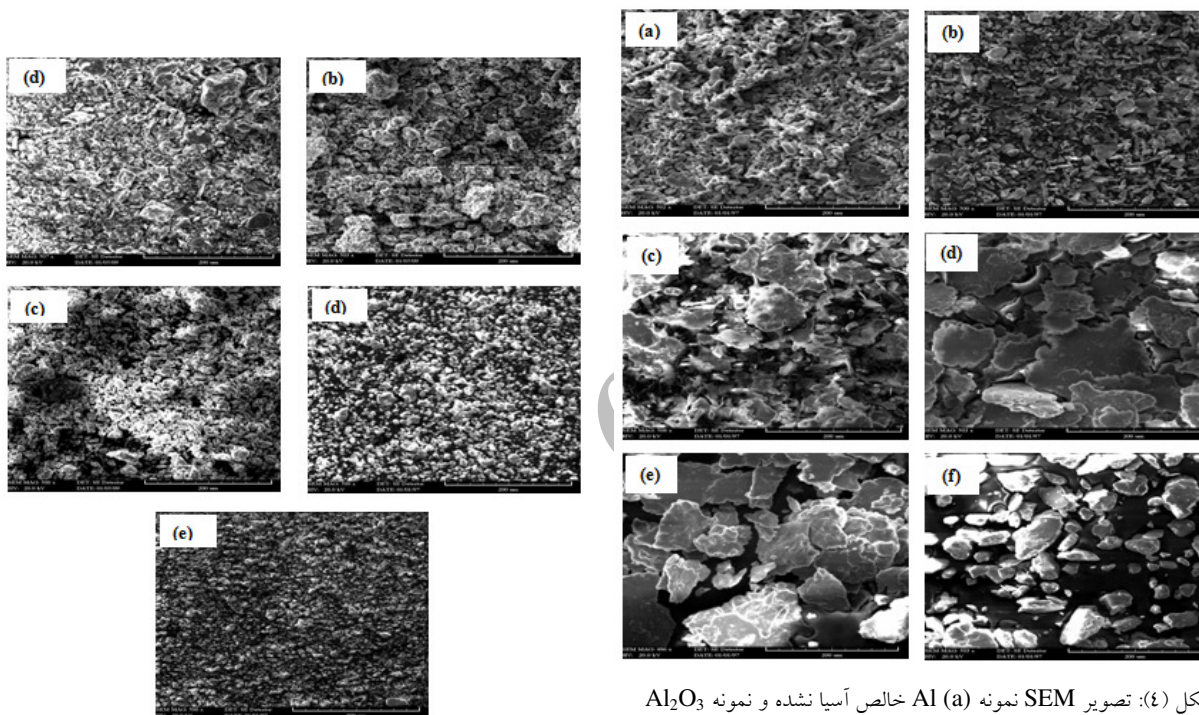
شکل ۲ الگوی XRD نمونه دارای ۲۰ درصد وزنی منیزیم را برای ساعت‌های مختلف آسیاکاری نشان می‌دهد. در این شکل در ۲ ساعت اول تمام پیک‌ها مربوط به آلومینیم با ساختار بلوری FCC، پیک‌های منیزیم با ساختار بلوری HCP و پیک‌های آلومینا دیده می‌شوند. با افزایش زمان آسیا علاوه بر ناپدید شدن پیک‌های آلومینا، شدت پیک‌ها منیزیم با ساختار HCP نیز کمتر و در نهایت به طور کامل ناپدید شده و تنها پیک‌های مربوط به آلیاژ آلومینیم-منیزیم (Al-Mg) با ساختار FCC مشاهده می‌شود که این دلیل بر تشکیل محلول جامد آلومینیم-منیزیم با ساختار FCC می‌باشد [۹، ۱۶]. در این شکل نیز مشخص است که با افزایش زمان آسیا پیک‌ها پهن‌تر شده که نشان دهنده کاهش اندازه دانه و افزایش کرنش شبکه است. همچنین از مقایسه پیک‌های نمونه بدون منیزیم و نمونه دارای منیزیم (شکل ۳) اثر افزایش منیزیم بر کاهش اندازه دانه مشخص است. با افزایش منیزیم پیک‌ها پهن‌تر شده و شدت آنها کم‌تر شده است. در نمونه بدون منیزیم پس از ۲ ساعت آسیاکاری اندازه دانه کریستال‌ها تا زیر ۷۳ نانومتر کاهش یافت. با افزایش زمان آسیا تا ۲۰ ساعت برای این نمونه اندازه دانه تا ۴۵ نانومتر کاهش یافت. با افزایش ۲۰ درصد منیزیم کاهش اندازه دانه سریع‌تر بود تا جایی که بعد از ۲ ساعت تا ۵۳ نانومتر و پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری تا ۲۱ نانومتر کاهش یافت. همچنین کرنش شبکه زمینه با افزودن منیزیم پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری از ۰/۵ درصد تا ۰/۹ درصد افزایش یافت.



شکل (۲): آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه پودری Al - ۲۰ Mg/۵ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> آسیا شده در زمان‌های مختلف

می‌شوند و به دلیل غلبه فرایند شکست بر فرایند جوش سرد پودرها ریزتر و توزیع اندازه ذرات یکنواخت تر و یک مورفولوژی تقریباً هم محور تشکیل می‌شود. در نهایت بعد از ۲۰ ساعت (شکل ۴e) مکانیزیم‌های جوش سرد و شکست به تعادل می‌رسند که یک مورفولوژی کاملاً هم محور با ذرات ریز و توزیع اندازه ذرات یکنواخت تشکیل می‌شود. این امر نشان می‌دهد که بعد از ۲۰ ساعت یک حالت پایا در مورفولوژی ذرات پودر حاصل شده است.

ذرات فلزی جوش خورده قرار می‌گیرند که این امر منجر به افزایش بیشتر کارسختی زمینه می‌شود. بنابراین به دلیل ترد شدن ذرات پودر با افزایش کارسختی آنها شکسته می‌شوند و اندازه ذرات پودر کاهش می‌یابد. با شکسته شدن ذرات پودر صفحه‌ای و عدم جوش سرد، مورفولوژی از حالت تخت به یک حالت تقریباً هم محور تبدیل می‌شود ولی با این وجود حالت پایا در ذرات پودر ایجاد نمی‌شود.

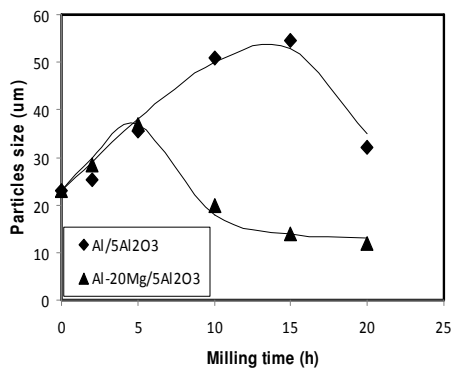


شکل ۴: تصویر SEM نمونه Al خالص آسیا نشده و نمونه  $Al_2O_3$  / ۵ Al بعد از (b) ۲ (c) ۵ (d) ۱۰ (e) ۱۵ (f) ۲۰ ساعت آسیاکاری

شکل ۵: تصویر SEM نمونه  $Al_2O_3$  / ۵ Mg - ۲۰ Al بعد از (a) ۲ (b) ۵ (c) ۱۰ (d) ۱۵ (e) ۲۰ ساعت آسیاکاری

تاثیر حضور منیزیم بر تغییرات مورفولوژی کاملاً مشخص است. با اضافه شدن منیزیم بعد از ۵ ساعت مورفولوژی تخت و پولکی شکل تبدیل به یک مورفولوژی لایه‌ای و گرد شده می‌شود. ایجاد ساختار لایه‌ای می‌تواند به دلیل داکتیل بودن هر دوی Al و Mg (سیستم داکتیل-داکتیل) باشد. در حین آسیاکاری به دلیل افزایش موضعی دما در محل برخورد گلوله‌ها با ذرات پودر، اتم‌های منیزیم در شبکه آلومینیم نفوذ کرده و موجب افزایش کارسختی ذرات پودر زمینه و در نتیجه افزایش دانسیته نابعجایی‌ها می‌شود. از طرفی به دلیل بزرگتر بودن شعاع

شکل ۴(a-e) تصویر SEM پودر کامپوزیتی  $Al_2O_3$  / ۵ Mg - ۲۰ Al آسیا شده در زمان‌های گوناگون را نشان می‌دهد. با افزایش منیزیم به میزان ۱۰ درصد بعد از ۲ ساعت آسیاکاری (شکل ۴a) در اثر برخورد ذرات پودر با گلوله‌ها و ظرف آسیا ذرات درشت‌تر می‌شوند. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۵ ساعت (شکل ۴b) به دلیل غالب بودن نرخ فرایند جوش سرد، اندازه ذرات درشت‌تر شده و یک مورفولوژی لایه‌ای از ذرات پودر حاصل می‌شود. با افزایش زمان تا ۱۰ ساعت (شکل ۴c) ساختار لایه‌ای ظرفیت‌تر و ریزتر می‌شوند. با ادامه آسیاکاری از ۱۰ تا ۱۵ ساعت (شکل ۴d)، ساختار لایه‌ای ناپدید شده و در اثر کارسختی به وجود آمده در پودرها، آنها مستعد به شکست



شکل (۶): اندازه ذرات پودرهای کامپوزیتی بر حسب زمان آسیا

#### ۴- نتیجه گیری

- ۱- آسیاکاری پودر  $Al/5wt\%Al_2O_3$  تا ۲۰ ساعت موجب تشکیل کامپوزیت نانوساختار با اندازه دانه تا ۴۵ نانومتر می شود. افزایش منیزیم فرایند کاهش اندازه دانه را تسریع کرده و بعد از ۲۰ ساعت تا ۲۱ نانومتر کاهش پیدا می کند.
- ۲- آسیاکاری پودر  $Al/5wt\%Al_2O_3$  تا ۲۰ ساعت موجب تغییر مورفولوژی پودر از حالت تخت به یک مورفولوژی هم محور می شود ولی حالت پایا در ذرات پودر ایجاد نمی شود.
- ۳- با اضافه کردن منیزیم به پودر کامپوزیتی مورفولوژی از حالت تخت و پولکی شکل به یک مورفولوژی لایه ای تبدیل می شود و در نهایت بعد از ۲۰ ساعت یک حالت پایا در ذرات پودر حاصل می شود.
- ۴- افزودن منیزیم موجب کاهش اندازه ذرات پودر در زمان های مختلف آسیاکاری می شود که این امر نشان می دهد که مراحل آسیاکاری مکانیکی با افزایش منیزیم تسریع می یابد.

اتمی اتم های منیزیم نسبت به آلومینیم، اتم های منیزیم ترجیح می دهند که در امتداد نابجایی ها در شبکه  $Al$  نفوذ کنند بنابراین افزایش دانسیته نابجایی ها منجر به حل شدن بیشتر منیزیم در زمینه  $Al$  می شود. نفوذ بیشتر منیزیم در شبکه آلومینیم منجر به افزایش بیشتر کارسختی در ذرات پودر و تردتر شدن آنها می شود. این امر منجر به تسریع مراحل آسیاکاری مکانیکی و ایجاد یک حالت پایا در ذرات پودر بعد از ۲۰ ساعت می شود.

شکل ۵ اندازه ذرات پودر با ترکیب های مختلف را نشان می دهد. این شکل نشان می دهد که برای پودر کامپوزیتی  $Al/5Al_2O_3$  با افزایش زمان آسیا تا ۱۵ ساعت به دلیل غالب بودن فرایند جوش سرد اندازه متوسط ذرات پودر تا ۵۴ میکرون افزایش می یابد و سپس بعد از ۲۰ ساعت آسیاکاری به دلیل غالب بودن فرایند شکست تا ۳۲ میکرون کاهش می یابد. نرخ شدید کاهش اندازه ذرات پودر تا ۲۰ ساعت بیانگر این مطلب است که برای دست یابی به حالت پایا نیاز به آسیاکاری در زمان های بیشتر از ۲۰ ساعت است. اما برای کامپوزیت  $Al-20Mg/5Al_2O_3$  اندازه متوسط ذرات پودر بعد از ۵ ساعت تا ۳۶ میکرون افزایش و سپس با افزایش زمان آسیا تا ۱۰ ساعت به سرعت کاهش می یابد. از ۱۰ تا ۲۰ ساعت اندازه ذرات پودر با نرخ خیلی کم تری تا ۱۲ میکرون کاهش می یابد که این امر نشان دهنده ایجاد حالت پایا در ذرات پودر است. همچنین در اثر حضور منیزیم ماکزیمم اندازه ذرات پودر کوچک تر و زمان رسیدن به حداکثر اندازه ذرات پودر کاهش می یابد که این نشان می دهد منیزیم باعث تسریع فرایند آسیاکاری مکانیکی می شود.

#### مراجع

- 1- Suryanarayana C., "Mechanical alloying and milling" Journal of Progress in Materials Science, 46, 1-184, 2001.
- 2- Fogagnolo J.B., Ruiz-Navas E.M., Robert M.H., Torralba J.M., "The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder", journal of Materials Science and Engineering A 355 (2003) 50-55.
- 3- Fogagnolo J.B., Robert M.H., Torralba J.M., "Mechanically alloyed AlN particle-reinforced Al-6061 matrix composites: Powder processing, consolidation and mechanical strength and hardness of the as-extruded materials", journal of Materials Science and Engineering A 426 (2006) 85-94.
- 4- Tavooosi M., Karimzadeh F., Enayati M.H., " Fabrication of Al-Zn/a-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite by mechanical alloying" Journal of Materials Letters, 62, 282-285, 2008.
- 5- Huo H., Woo K. D., "In situsynthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particulate-reinforced Al matrix composite by low temperature sintering" Journal of Materials Science and Engineering, 41, 3249-3253, 2006.

- 6- Razavi Hesabi Z., Simchi A., Seyed Reihani S.M., " Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced Al matrix composites" *Journal of Materials Science and Engineering A*, 428, 159–168, 2006.
- 7- Zebarjad S.M., Sajjadi S.A., " Dependency of physical and mechanical properties of mechanical alloyed Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite on milling time" *Journal of Materials and Design*, 28, 2113–2120, 2007.
- 8- Bhanu Prasad V.V., Bhat B.V.R., Mahajan Y.R., Ramakrishnan P., "Structure-/property correlation in discontinuously reinforced aluminium matrix composites as a function of relative particle size ratio" *Journal of Materials Science and Engineering A*, 337, 179-/186, 2002.
- 9- Youssef K.M., Scattergood R.O., Murty K.L., Koch C.C., " Nanocrystalline Al–Mg alloy with ultrahigh strength and good ductility" *Journal of Scripta Materialia*, 54, 251–256, 2006.
- 10- Massalski T. B., *Binary alloy phase diagrams*, ASM international p. 170, 1991.
- 11- Swati M. Umbrajkar, Mirko Schoenitz, Steven R. Jones, Edward L. Dreizin, "Effect of temperature on synthesis and properties of aluminum–magnesium mechanical alloys" *Journal of Alloys and Compounds*, 402, 70–77, 2005.
- 12- Prabhu B., Suryanarayana C., An L., Vaidyanathan R., "Synthesis and characterization of high volume fraction Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powders by high- energy milling", *Journal of Materials Science and Engineering A* 425, 192-200, 2006.
- 13- Ozdemir Ismail, Ahrens Sascha, Mucklich Silke, Wielage Bernhard, "Nanocrystalline Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p and SiCp composites produced by high-energy ball milling", *Journal of materials processing technology*, 205, 111-118, 2008.
- 14- Zebarjad S.M., Sajjadi S.A., "Microstructure evaluation of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite produced by mechanical alloyed method", *Journal of Materials and Design*, 27, 684-688, 2006.
- 15- Zhao Lidong, Zwick Jochen, Lugscheider Erich, " The influence of milling parameters on the properties of the milled powders and the resultant coatings" *Journal of Surface and Coatings Technology*, 168, 179–185, 2003.
- 16- Gubicza J., Kassem M., Ribárik G., Ungar T., "The microstructure of mechanically alloyed Al–Mg determined by X-ray diffraction peak profile analysis" *Journal of Materials Science and Engineering A*, 372, 115–122, 2004.