

ارزیابی ساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های تیتانیوم آلومینا تهیه شده توسط روش همزن اصطکاکی

عزیز شفیعی^۱، سید فرشید کاشانی بزرگ^{۱*}

^۱دانشگاه تهران، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، قطب علمی مهندسی سطح و حفاظت از خوردگی در صنایع، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۳/۶/۲۱، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۱/۱۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۴/۳/۹

چکیده در تحقیق حاضر با بکارگیری فرآیند همزن اصطکاکی بر زیر لایه تیتانیوم خالص تجاری، نانوکامپوزیت‌های تیتانیوم-آلومینا ایجاد گردید. به این منظور پودرهای آلومینا با اندازه‌های ۲۰ و ۸۰ نانومتر به صورت مجزا در داخل شکاف تعبیه شده بر سطح ورق‌های زیرلایه قرار گرفت و ابزار چرخان از میان آنها عبور داده شد. با تغییر ابعاد شکاف، کامپوزیت‌هایی با مقادیر مختلف کسر حجمی نانوذرات آلومینا در محدوده ۱/۸ تا ۵/۷ درصد تشکیل گردید. بررسی‌های ریزساختاری به کمک میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی عبوری مشخص کرد که مهمترین عامل تعیین کننده اندازه دانه‌های زمینه، فاصله نانوذرات تقویت کننده از یکدیگر و یا به عبارتی اندازه، کسر حجمی و نحوه توزیع آنها است. همچنین نتایج حاصل از آزمون‌های کشش و سختی سنجی به همراه بررسی مشخصه‌های ریزساختاری مشخص نمود که علاوه بر حضور ذرات سخت در زمینه، کاهش اندازه دانه زمینه و برهمکنش ذرات با ناپیوستگی‌های میکروسکوپی و ذاتی ریزساختار از قبیل مرز دانه‌ها و نابجایی‌ها موجب بهبود چشمگیر خواص مکانیکی شده است.

کلمات کلیدی: فرآیند همزن اصطکاکی، تیتانیوم، آلومینا، نانو کامپوزیت، ریزساختار، خواص مکانیکی.

Evaluation of Microstructure and Mechanical Properties of Ti-Al₂O₃ Nano-Composites Fabricated by Friction Stir Processing

Aziz Shafiei-Zarghani¹, Seyed Farshid Kashani-Bozorg^{*1}

¹University of Tehran, School of Metallurgy and Materials Engineering, Center of Excellence for Surface Engineering and Corrosion Protection of Industries, Tehran, Iran

Abstract Ti/Al₂O₃ nano-composites were fabricated using friction stir processing. In order to achieve nano-composites with different volume fraction and size of reinforcements, the rotating tool was travelled on the substrates along the grooves with various widths that were filled with 20 or 80nm sized Al₂O₃ powders. Nano-composites with Al₂O₃ volume fraction of 1.8 to 5.7% were resulted. Optical and transmission electron microscopy showed that the most effective factor on refining matrix grain size is the inter-reinforcements distance or in other words their volume fraction and dispersion. In addition, microstructural characterization and micro hardness and mechanical testing revealed that in addition to reinforcements, reduction of matrix grain size and interactions related to reinforcements/sub-grain features such as grain boundaries and dislocations are responsible for the enhancement of mechanical properties of the fabricated nano-composites.

Keywords: Friction stir processing, Ti, Alumina, Nano-composite, Microstructure, Mechanical properties.

۱- مقدمه

تیتانیومی، آنرا مورد تغییر شکل شدید قرار داده تا دانه های زمینه را ریز کند. همچنین ذرات سرامیکی آلومینا به ناحیه پلاستیک شده وارد و در اثر جریان‌های موجود زمینه پلاستیک شده که ناشی از حرکت ابزار است، در زمینه تیتانیومی هم‌خورده، لذا امکان از هم پاشی ذرات تجمع شده و توزیع آنها میسر می‌گردد. ذرات سرامیکی افزوده شده، یکی از موارد ریزساختاری مهم و تعیین کننده خواص کامپوزیت‌ها هستند. همچنین اندازه و میزان درصد حجمی آنها و فاصله بین ذرات، از عوامل موثر بر استحکام بخشی کامپوزیت، و نحوه توزیع ذرات تقویت کننده، اندازه و کسر حجمی آنها تعیین کننده این فاصله می‌باشند. بنابراین دو متغیر اساسی و تاثیرگذار بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها، اندازه ذرات تقویت کننده و کسر حجمی آنها است. در این تحقیق نانوکامپوزیت‌های زمینه تیتانیومی تقویت شده با مقادیر متفاوت درصد حجمی نانو ذرات آلومینا به کمک فرآیند همزن اصطکاکی ایجاد شد. علاوه بر کسر حجمی ذرات، اندازه ذرات تقویت کننده متغیر دیگری است که در تحقیق حاضر از آن در راستای بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت‌های ایجاد شده، بهره گرفته شد.

۲- روش تحقیق

در پژوهش حاضر از ورق تیتانیوم خالص تجاری Grade 2 به ضخامت ۵ میلیمتر به عنوان زیرلایه و زمینه کامپوزیت و پودرهای آلومینای (Al_2O_3) آلفا با اندازه‌های اسمی ۲۰ و ۸۰ نانومتر به عنوان ذرات تقویت کننده استفاده شد که به ترتیب از شرکتهای IMI-Birmingham انگلستان و Nano-structured & Amorphous Materials Inc ایالات متحده امریکا خریداری گردید. شکل ۱ ریزساختار ورق تیتانیوم و مورفولوژی نانو ذرات آلومینای به کار رفته را نشان می‌دهد. فرآیند همزن اصطکاکی به کمک ابزاری شامل یک شانه از جنس فولاد گرمکار عملیات حرارتی شده به قطر ۱۵ میلیمتر و پینی از جنس کاربید تنگستن به طول ۳ و قطر ۵ میلیمتر انجام شد. سرعت چرخشی ابزار ۵۰۰ دور بر دقیقه و سرعت حرکت آن ۱۵۰ میلیمتر بر دقیقه تنظیم شد. قبل از اعمال فرآیند همزن اصطکاکی، شیارهایی به عمق ۲/۵ میلیمتر و با پهنای ۰/۸، ۱/۲ و ۱/۶ میلیمتر در ورق‌ها (قطعات کار) تعبیه و خمیری متشکل

تیتانیوم یکی از مهمترین فلزات غیر آهنی به حساب می‌آید که به واسطه نسبت استحکام به وزن بالا همیشه مورد توجه بوده و به همین خاطر کاربرد بسیار زیادی در صنایع هواپیمایی و هوافضا پیدا نموده است. علاوه بر این، تیتانیوم و آلیاژهای آن دارای خواص مقاومت به خوردگی و چقرمگی عالی و نقطه ذوب نسبتاً بالا می‌باشند [۱]. کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات سرامیکی در مقایسه با آلیاژهای تقویت نشده، دارای استحکام بیشتر، مدول یانگ بالاتر و مقاومت به سایش، خزش و خستگی برتر می‌باشند. این مجموعه خواص برتر باعث انتخاب آنها جهت به کارگیری در صنایع حمل و نقل و هوافضا شده است. آلومینا یکی از ذرات سخت سرامیکی می‌باشد که به خاطر ویژگی‌هایی چون سختی و پایداری شیمیایی بالا و همچنین مقاومت به شوک حرارتی مناسب به عنوان یک تقویت کننده مطلوب برای زمینه‌های فلزی مختلف از جمله زمینه تیتانیومی مورد توجه بوده است [۲-۳]. بخصوص این‌که ضریب انبساط حرارتی آلومینا به تیتانیوم نزدیک بوده و مانع از گسستگی فصل مشترک آن با تیتانیوم در تغییرات دمایی می‌گردد [۳].

روش‌های سنتی تولید کامپوزیت‌ها عموماً براساس فرآیند فاز مایع در دماهای بالای ذوب انجام می‌شود و اضافه کردن ذرات تقویت کننده با ابعاد نانومتری به فاز زمینه بسیار مشکل و در اکثر موارد غیر ممکن است، زیرا به علت انرژی سطحی بالای ذرات در مقیاس نانومتری و گرمای فرآیند، ذرات خوشه‌ای شده و تجمع می‌نمایند و رسیدن به توزیع مناسب ممکن نمی‌گردد [۴]. علاوه بر این، روش‌های سنتی به دلیل پیچیدگی تجهیزات و مصرف بالای انرژی، پرهزینه هستند و همچنین کنترل بسیار دقیق متغیرهای فرآیند به‌منظور حصول ریزساختار منجمد شده مطلوب، بسیار مشکل می‌باشد [۵-۶].

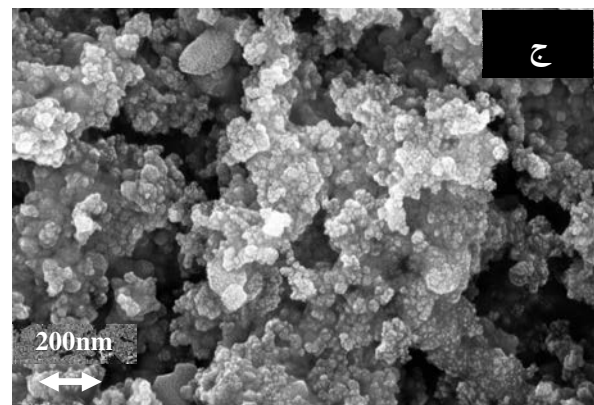
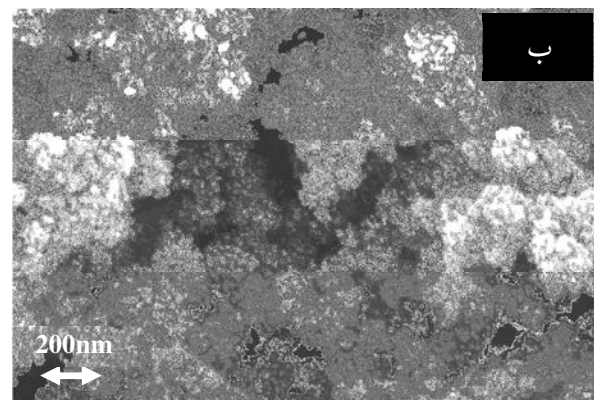
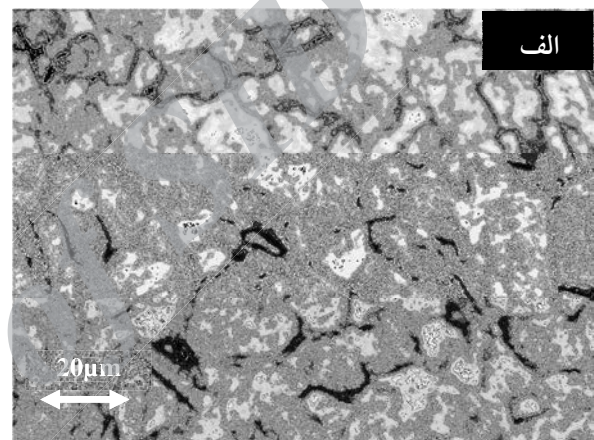
روش همزن اصطکاکی (Friction Stir Processing) که در سال‌های اخیر جهت تشکیل کامپوزیت‌های زمینه فلزی گوناگون مورد استفاده قرار گرفته، می‌تواند مشکلات مطرح در روش‌های سنتی را مرتفع نماید. در این روش حرکت چرخشی و طولی ابزار، علاوه بر پلاستیک نمودن زیرلایه

در ادامه تمامی قطعات کار فرآوری شده از مقطع عرضی برش داده شد و پس از سنباده زنی و حکاکی توسط محلول Kroll حاوی H_2O ، HNO_3 و HF در زیر میکروسکوپ نوری مورد مطالعه قرار گرفت. همچنین به منظور بررسی دقیق‌تر نحوه حضور نانوذرات در زمینه، فویل‌های نازکی به موازات سطح بالایی نمونه‌ها برای بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی عبوری، تهیه و پس از سنباده زنی و نازک نمودن، توسط روش سایش یونی نازک‌تر شده و در نهایت سوراخ شدند. جهت اندازه‌گیری‌های کمی ریزساختاری، تصاویر میکروسکوپی با استفاده از نرم‌افزار تحلیل تصویر Clemex مورد بررسی قرار گرفت. همچنین به منظور ارزیابی خواص مکانیکی کامپوزیت ایجاد شده، سه نمونه جهت آزمون کشش تحت نرخ کرنش 10^{-2} s^{-1} از هر قطعه کار فرآوری شده تهیه و میانگین مقادیر به دست آمده از آزمون‌ها محاسبه گردید. نمونه‌های آزمون کشش به ضخامت ۲ و پهنای ۶ میلیمتر و طول دهانه ۲۵ میلیمتر توسط ماشینکاری به روش تخلیه الکتریکی به صورت طولی (به موازات مسیر حرکت ابزار) از ناحیه همزده (کامپوزیت شده) تهیه شد لذا منطقه باقیمانده از زیر لایه و قسمت کمی از ناحیه فرآوری شده حین ماشینکاری حذف شد. سختی نمونه‌ها نیز از مقطع عرضی با فرورونده ویکرز و تحت بار اعمالی ۳۰۰ گرم اندازه‌گیری گردید.

۳- نتایج و بحث

در شکل (۲) تصاویر میکروسکوپ نوری از قسمت میانی ناحیه همزده برای نمونه‌های تیتانیوم تقویت نشده بعد از چهار پاس فرآیند و همچنین نمونه کامپوزیتی حاوی ذرات آلومینای ۸۰ نانومتری با کسر حجمی ۱/۸ درصد آورده شده است. برای هر دو نمونه تصویری با بزرگنمایی کم از مقطع عرضی نمونه که نشان‌دهنده درشت ساختار ناحیه همزده و همچنین تصویری از قسمت مشخص شده در ناحیه همزده با بزرگنمایی بالاتر و دربر دارنده ریزساختار ناحیه مربوطه آورده شده است. سمت چپ تصاویر درشت ساختار متناظر با سمت پیشرونده و سمت راست متناظر با سمت پسرونده است. برای هر دو نمونه سه ناحیه تفکیک شده در نمای کلی مقطع عرضی دیده می‌شود.

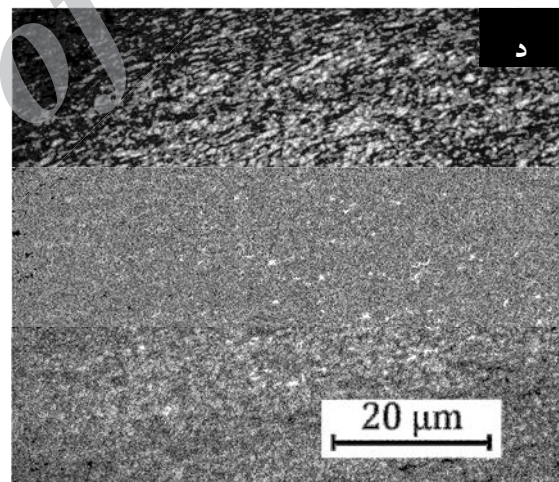
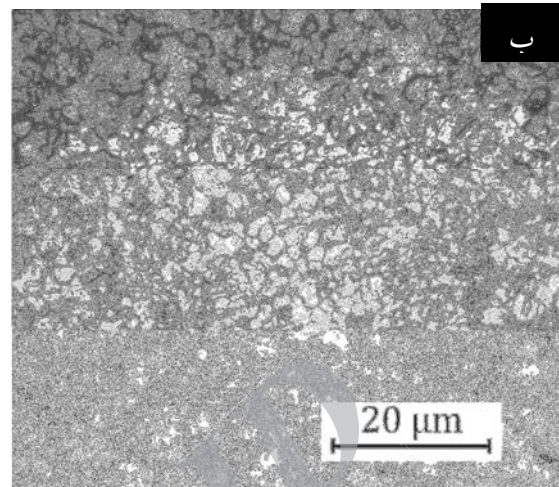
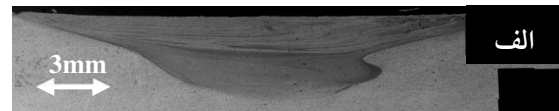
از پودرهای پخش شده دراتانول در شیار قرار گرفت. ترکیب سه پهنای مختلف شیار (به منظور تغییر درصد حجمی ذرات تقویت کننده) و استفاده از ذرات تقویت کننده در دو اندازه، مجموعاً شش نمونه کامپوزیتی حاصل شد. در راستای توزیع یکنواخت ذرات، کلیه قطعات کار مورد پاس‌های بعدی نیز قرار گرفتند. به منظور بررسی دقیق‌تر نقش ذرات تقویت کننده، فرآیند همزن اصطکاکی بر روی یک قطعه کار بدون تعبیه شیار و بدون اضافه کردن ذرات تقویت کننده نیز صورت گرفت و جهت یکسان بودن شرایط آزمون‌ها، سه پاس بعدی نیز روی آن اعمال گردید.



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از الف: ورق

تیتانیوم و نانو ذرات آلومینا با اندازه متوسط ب: ۲۰ نانومتر و ج: ۸۰ نانومتر.

همزن اصطکاکی باشد [۷]. هیچ گونه الگوی پوست پیازی در ناحیه همزده مشاهده نمی‌شود، اگرچه اختلاف روشنی در نواحی مختلف به وضوح دیده می‌شود به گونه ای که قسمت های پایینی ناحیه همزده تیره‌ترند. ناحیه همزده با فلز پایه در سمت پیشرونده کاملاً از یکدیگر تفکیک شده و فصل مشترک واضحی برای آنها وجود دارد. این درحالی است که در سمت پسرونده این دو ناحیه در یکدیگر ادغام شده و به طور کامل و مشخص قابل تفکیک نیستند. در تصاویر ریزساختاری موجود در شکل ۲ مشخص است که ریزساختار ناحیه همزده برای هر دو نمونه تقویت نشده و کامپوزیتی دربردارنده دانه‌های تبلور مجدد یافته و هم محور بوده که در مقایسه با ریزساختار تیتانیوم اولیه دارای بافت ظریف‌تری می‌باشند. این نکته قابل ذکر است که متوسط اندازه دانه‌های تیتانیوم اولیه حدود ۲۸ میکرون بوده و این در حالی است که این مقدار برای دو نمونه تیتانیوم بعد از چهار پاس فرآیند همزن اصطکاکی بدون افزودن ذرات و کامپوزیت حاوی ذرات آلومینای ۸۰ نانومتری با میزان کسر حجمی ۱/۸ درصد به ترتیب برابر با حدود ۲/۶ و ۱/۱۴ میکرون می‌باشد. کاهش قابل توجه اندازه دانه‌های زمینه تیتانیوم در نمونه‌های تیتانیم مورد فرآیند همزن اصطکاکی قرار گرفته (بدون حضور ذرات تقویت کننده) و همچنین نمونه های کامپوزیت شده در حضور نانو ذرات سرامیکی آلومینا در مطالعات مرتبط قبلی نیز گزارش شده است [۷-۱۱]. در تحقیقی که توسط Lee [۸] و همکارانش بر روی تیتانیوم خالص انجام گرفت، گزارش شد که ناحیه هم زده شامل دانه‌های هم محور و تبلور مجدد یافته‌ای است که درون آنها چگالی زیادی از دوقلوهای ناشی از تغییر شکل وجود داشته و چگالی بالایی از نابجایی‌ها نیز در آنها مشاهده می‌شود. آنان همچنین پیشنهاد کردند که چگالی بالای نابجایی‌ها و دیواره‌های نابجایی نشان دهنده آن است که پدیده بازیابی حین فرآیند همزن اصطکاکی به طور پیوسته و ناکامل انجام شده است. علاوه بر آن مراحل اولیه تغییر شکل



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ نوری به ترتیب شامل درشت ساختار ناحیه همزده و ریز ساختار منطقه منتخب داخل آن برای نمونه فرآوری شده به روش همزن اصطکاکی بدون حضور ذرات تقویت کننده (الف و ب) و در حضور ذرات آلومینا با میزان ۱/۸ درصد حجمی (ج و د) بیانگر کاهش اندازه دانه‌های زمینه تیتانیومی با ورود نانوذرات به داخل ناحیه همزده.

ناحیه همزده، فلز پایه و ناحیه نازک بین آنها که به اصطلاح ناحیه متأثر از عملیات ترمومکانیکی نامیده می‌شود. ناحیه همزده کاسه ای شکل بوده و از یک سمت به طور قابل توجهی به طرف بالا کشیده شده است. این کشیدگی ممکن است ناشی از اثر شدید شانه ابزار بر جریان مواد حین فرآیند

آن، روشن می‌شود. به بیان دیگر حین پیدایش دانه های هم محور تبلور مجدد یافته و همچنین به هنگام رشد دانه ها در حین سرد شدن، این نانوذرات از مهاجرت مرزهای دانه ممانعت نموده‌اند. به منظور بررسی نقش دقیق‌تر حضور نانوذرات در کاهش اندازه دانه‌های زمینه، در این بخش به نحوه توزیع نانو ذرات تقویت کننده پرداخته می‌شود.

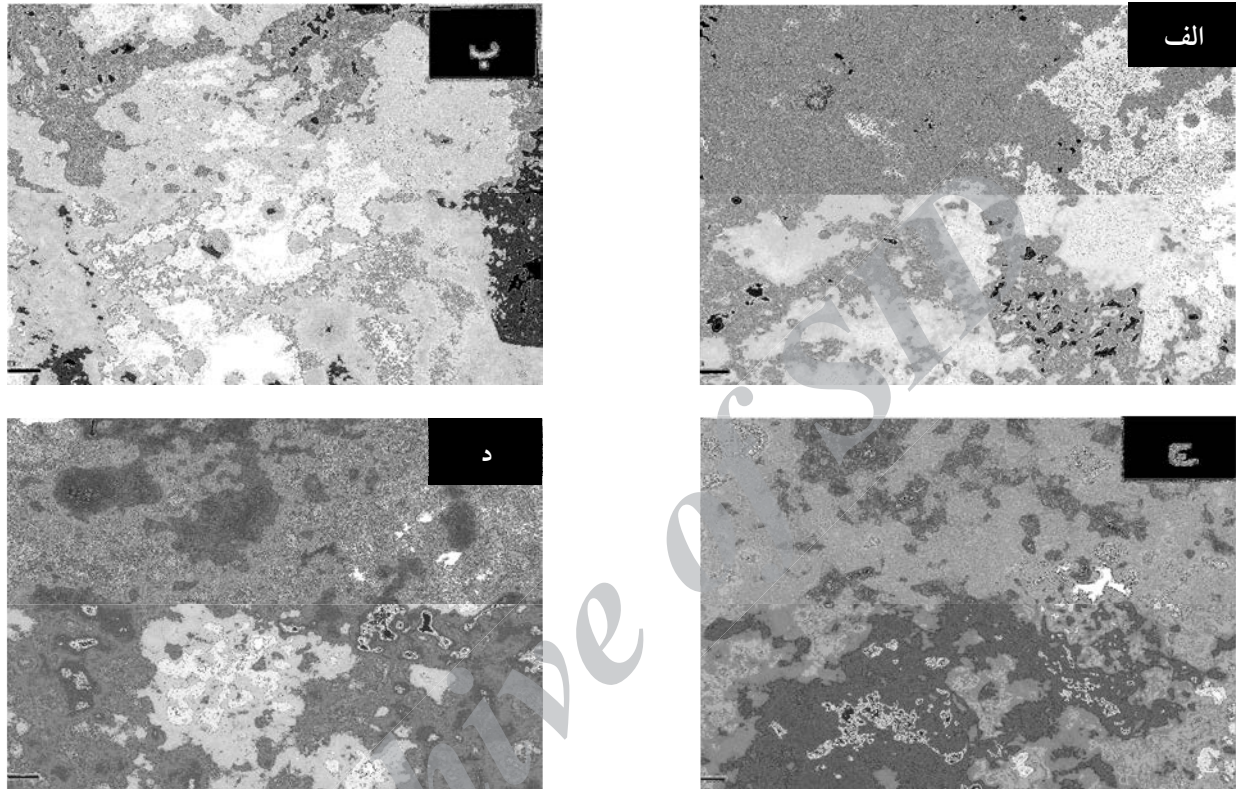
بررسی تصاویر متعدد میکروسکوپی الکترونی عبوری نمونه‌های کامپوزیتی (شکل ۳) و تجزیه و تحلیل آنها به کمک نرم‌افزار تحلیل تصاویر (Clemex) مشخص کرد که کمترین درصد حجمی ذرات تقویت کننده مربوط به نمونه ایجاد شده با به کارگیری شیار $0/8$ میلیمتری و ذرات 80 نانومتری بوده که حدود $1/8$ ٪ است و بیشترین میزان درصد حجمی مربوط به نمونه تقویت شده با ذرات 20 نانومتری و به کارگیری شیار $1/6$ میلیمتری بوده که حدود $5/7$ ٪ می‌باشد. همان‌گونه که انتظار می‌رفت و از قبل نیز پیش‌بینی می‌شد، با افزایش پهنای شیار حاوی ذرات، درصد حجمی تقویت کننده ها افزایش یافته است. درصد حجمی ذرات تقویت کننده در کامپوزیت‌های حاوی ذرات 20 نانومتری حدود $2/2$ ، $3/9$ و $5/7$ درصد و برای کامپوزیت‌های تقویت شده با ذرات 80 نانومتری حدود $1/8$ ، $2/9$ و $4/1$ درصد بوده است. نمونه ای از توزیع نانوذرات را می‌توان در تصاویر میدان روشن میکروسکوپی الکترونی عبوری نمونه‌های کامپوزیتی در شکل (۳) مشاهده نمود. دو تصویر الف و ب به ترتیب مربوط به نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ذرات 80 نانومتری با مقادیر کسر حجمی حدود $2/9$ و $4/1$ درصد و تصاویر ج و د به ترتیب مربوط به نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ذرات تقویت کننده 20 نانومتری با مقادیر کسر حجمی حدود $2/2$ و $3/9$ درصد هستند. در تمامی چهار تصویر مشاهده می‌شود که در بعضی از نواحی نانو ذرات به یکدیگر چسبیده و در نواحی دیگر از میزان تجمعات کاسته شده و ذرات به خوبی از یکدیگر

توسط لغزش انجام شده، اما با توجه به محدودیت سامانه لغزشی بلور هگزاگونال تیتانیوم، با توقف روبرو شده و سپس تغییر شکل توسط دوقلوبی‌ها پیش رفته است. در تحقیق دیگری [۹] نیز با استفاده از همین استنباط چنین نتیجه گیری شد که وجود توده‌های نابجایی دلیلی بر ناقص و پیوسته بودن پدیده بازیابی در فرآیند همزن اصطکاکی است. اما از طرف دیگر در دو تحقیق جداگانه Zhang و همکارانش [۱۰] و همچنین Lienert [۱۲] گزارش کردند که ناحیه همزده در ساختار جوشکاری همزن اصطکاکی شده تیتانیوم خالص تجاری دارای تراکم ناچیزتری از دوقلوبی‌ها است. در اینجا نیز در تصاویر میکروسکوپ نوری در نمونه‌های مورد همزن اصطکاکی واقع شده، بدون حضور نانوذرات تقویت کننده و نمونه‌های کامپوزیتی، دوقلوبی‌های تغییرشکل به چشم نمی‌خورند. با همه این تفاسیر ریزتر شدن دانه‌ها و روی دادن پدیده تبلور مجدد دینامیکی در حین فرآیندهای همزن اصطکاکی تیتانیوم پیچیده بوده و تکامل ریزساختار مستلزم بررسی تغییرات بافت می‌گردد. همچنین اثرات هندسی کرنش و تبلور مجدد ناپیوسته از دیگر عوامل تعیین کننده به شمار می‌آیند [۱۳].

در رابطه با نمونه‌های کامپوزیتی، حضور نانو ذرات تقویت کننده تکامل ریزساختار را در مقایسه با نمونه های تقویت نشده پیچیده‌تر می‌کند. در بسیاری از تحقیقات انجام شده در زمینه کامپوزیت‌ها و ساختارهای حاوی رسوب و یا فاز ثانویه، به نقش ذرات در ممانعت از مهاجرت مرز دانه ها و قفل کردن آنها تاکید شده است [۱۱-۱۴]. در اینجا نیز با توجه به تفاوت قابل توجه متوسط اندازه دانه‌های زمینه نمونه‌های کامپوزیتی (شکل ۲. د) با نمونه های فرآوری شده بدون حضور ذرات تقویت کننده (شکل ۲. ب)، تاثیر حضور نانوذرات در جلوگیری از رشد مرزهای دانه حین انجام پدیده تبلور مجدد دینامیکی ناشی از فرآیند همزن اصطکاکی و بعد از

(متوسط اندازه خوشه‌های تشکیل شده از ذرات تقویت کننده) با استفاده از نرم افزار تحلیل گر تصاویر محاسبه و در شکل (۴) آورده شده و تغییرات متوسط اندازه ذرات تقویت کننده بر حسب کسر حجمی آنها نیز رسم شده است.

جدا شده اند. ولی به هر حال توزیع ذرات به طور کامل یکنواخت نبوده و در تمام نمونه های کامپوزیتی اندازه متوسط ذرات تقویت کننده بزرگتر از اندازه اولیه ذرات پودرها است. با بررسی تصاویر متعدد میکروسکوپی الکترونی عبوری، متوسط اندازه ذرات تقویت کننده در زمینه تیتانیومی

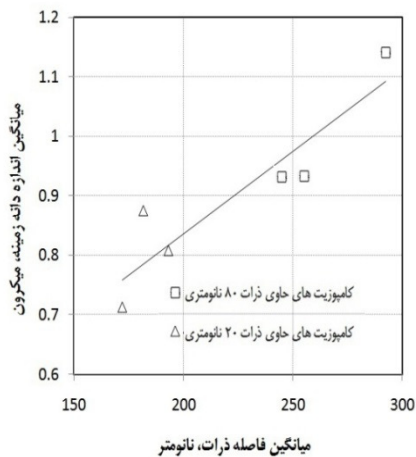


شکل ۳. تصاویر در میدان روشن میکروسکوپی الکترونی عبوری نشان دهنده نانو ذرات توزیع شده در زمینه تیتانیومی برای نمونه‌های تقویت شده با ذرات ۸۰ نانومتری آلومینا به ترتیب با کسرهای حجمی ۲/۹ (الف) و ۴/۱ درصد (ب)؛ و نمونه‌های تقویت شده با ذرات ۲۰ نانومتری آلومینا به ترتیب با کسرهای حجمی ۲/۲ (ج) و ۳/۹ درصد (د).



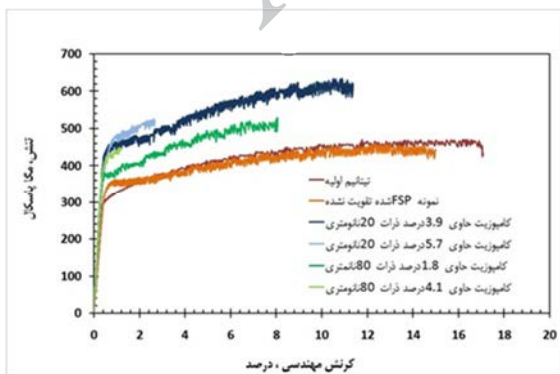
شکل ۴. تغییرات میانگین اندازه ذرات تقویت کننده بر حسب کسر حجمی ذرات مختلف.

گواهی بر نظریه Zener [۱۶] می‌باشد که بر اساس اندرکنش بین نابجایی‌ها و نانوذرات عنوان می‌کند در یک ساختار حاوی نانوذرات پخش شده، با کاهش اندازه ذرات و افزایش درصد حجمی آنها میانگین اندازه دانه های زمینه کاهش پیدا می‌کند. در شکل (۵) هر دو متغیر اندازه ذرات تقویت کننده و کسر حجمی آنها به صورت یکجا و در قالب یک متغیر (λ) لحاظ شده است.



شکل ۵. متوسط اندازه دانه‌های زمینه نمونه های نانو کامپوزیتی برحسب میانگین فاصله نانو ذرات از یکدیگر.

در شکل (۶) نمودار تنش- کرنش مهندسی برای نمونه تیتانیوم اولیه، نمونه تیتانیوم فرآوری شده بدون حضور ذرات تقویت کننده و تعدادی از نمونه‌های کامپوزیتی آورده شده است.



شکل ۶. نمودارهای تنش و کرنش مهندسی برای نمونه های تیتانیوم اولیه، تیتانیوم فرآوری همزن اصطکاکی شده بدون حضور نانو ذرات و در حضور مقادیر مختلف از پودرهای آلومینای ۲۰ و ۸۰ نانومتری.

در تصاویر میکروسکوپی الکترونی عبوری در شکل (۳) ملاحظه شد که در هر دو گروه از کامپوزیت‌های ایجاد شده با پودرهای ۲۰ و ۸۰ نانومتری، بسیاری از ذرات با اندازه‌ای نزدیک به اندازه اسمی پودر اولیه حضور داشته و کاملاً از هم جدا شده‌اند. با این حال در شکل (۴) مشاهده می‌شود که میانگین اندازه ذرات تقویت کننده در تمام کامپوزیت‌ها به شکل قابل توجهی بیشتر از اندازه اسمی پودرهای اولیه است.

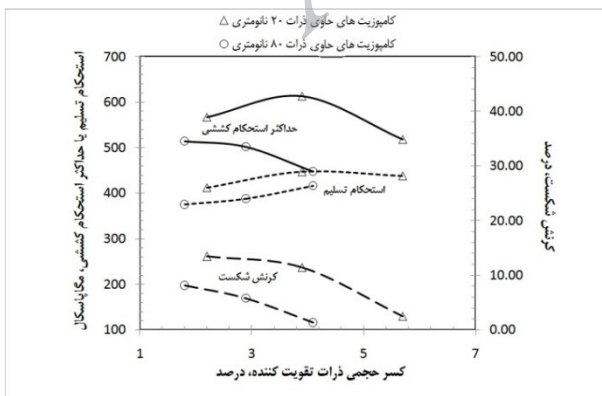
این اختلاف با افزایش درصد فاز تقویت کننده بیشتر نیز می‌شود، به عبارت دیگر در درصد‌های پایین‌تر، اندازه متوسط ذرات تقویت کننده به اندازه اولیه ذرات نزدیک‌تر می‌باشد. نتیجه دیگر این است که با افزایش درصد نانوذرات، به تعداد ذرات به هم چسبیده درشت افزوده می‌شود. با توجه به یکسان بودن شرایط تلاطمی برای هر شش نمونه کامپوزیتی (یکسان بودن متغیرها و تعداد پاس‌های فرآیند) می‌توان چنین نتیجه گرفت که مقدار ذرات اضافه شده عامل تعیین کننده نحوه توزیع ذرات است. توضیح بیشتر آن‌که با افزایش کسر حجمی ذرات، پراکنده کردن آنها به شکل یکنواخت در زمینه تیتانیومی مشکل‌تر شده و برعکس با کاهش مقدار نانو ذرات توزیع آنها همگن تر می‌گردد. علاوه بر اندازه متوسط خوشه‌های تشکیل شده، میانگین فاصله ذرات تقویت کننده نیز مشخصه مناسبی برای بررسی کمی نحوه توزیع ذرات می‌باشد. مقدار متوسط فاصله ذرات از یکدیگر (λ) را می‌توان با استفاده از درصد حجمی ذرات (V_p) و میانگین اندازه آنها (d_p) با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کرد [۱۵]:

$$\lambda = d_p [\pi(6V_p)^{-2/3} - 1] \quad (۱)$$

برای روشن شدن بهتر نقش نانوذرات در کاهش اندازه دانه‌های نمونه های کامپوزیتی، تغییرات، تغییرات متوسط اندازه دانه‌های زمینه بر حسب λ در شکل (۵) رسم شده است. همانگونه که مشاهده می‌شود با بیشتر شدن فاصله ذرات از یکدیگر، اندازه دانه‌های زمینه نیز بیشتر شده، این مطلب

افزایش استحکام تسلیم شده است. در نمونه های تقویت شده نیز کاهش اندازه دانه از طریق رابطه هال - پیچ موجب بهبود خواص مکانیکی شده است. با این حال بهبود بیشتر خواص مکانیکی نمونه های کامپوزیتی در مقایسه با نمونه تیتانیومی فرآوری شده بدون ذرات، در واقع بیان کننده میزان نقش سایر عوامل استحکام دهی بجز اثر هال-پیچ (کاهش اندازه دانه) نیز می باشد. این مکانیزم ها در پی حضور نانوذرات تقویت کننده در زمینه تیتانیومی فعال می شوند. در شکل (۷) مقادیر بدست آمده از آزمون کشش برای نمونه های کامپوزیتی، شامل استحکام تسلیم 0.2% ، حداکثر استحکام کششی و درصد ازدیاد طول برحسب کسر حجمی نانوذرات تقویت کننده آورده شده است.

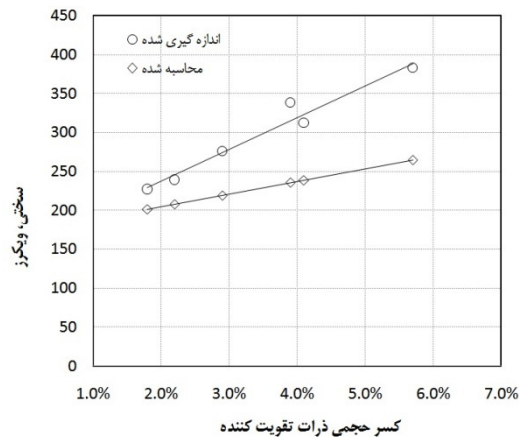
در رابطه با هر دو گروه از کامپوزیت های تقویت شده با ذرات 20 nm و 80 nm نانومتری، روند کلی تغییرات استحکام کششی و استحکام تسلیم به این صورت است که، در ابتدا با افزایش کسر حجمی ذرات تقویت کننده مقادیر استحکام تسلیم و استحکام کششی بهبود یافته ولی در ادامه با افزایش میزان ذرات تقویت کننده روند افزایش استحکام تسلیم متوقف شده و استحکام کششی کاهش می یابد. نتیجه دیگر آن که افزایش کسر حجمی ذرات تقویت کننده در هر دو گروه از کامپوزیت ها موجب شکست در مقادیر کرنش های پایین تر شده است.



شکل ۷. تغییرات استحکام تسلیم، حداکثر استحکام کششی و کرنش شکست برحسب کسر حجمی نانوذرات تقویت کننده.

با توجه به شکل (۶) ملاحظه می شود که نمودار تنش - کرنش نمونه تقویت نشده تفاوت چندانی با نمودار تیتانیوم اولیه ندارد و استحکام تسلیم آن به مقدار ناچیزی از نمونه اولیه بیشتر است، به طوری که تنش تسلیم 0.2% درصد محاسبه شده از این نمودارها برای نمونه اولیه برابر با حدود 305 MPa و برای نمونه تیتانیوم فرآوری شده بعد از چهار پاس بدون افزودن ذرات برابر با حدود 326 MPa یا به عبارتی حدود $6/9\%$ درصد بیشتر از استحکام تسلیم نمونه تیتانیوم اولیه است. این در حالی است که در نمونه های تقویت شده استحکام تسلیم 0.2% درصد در مقایسه با تیتانیوم اولیه افزایش قابل توجهی دارد، به طوری که برای نمونه های حاوی ذرات 20 nm نانومتری بیشترین افزایش استحکام تسلیم مربوط به نمونه تقویت شده با حدود $3/9\%$ درصد ذرات آلومینا است. استحکام تسلیم این نمونه برابر با حدود 447 MPa می باشد که به میزان 142 MPa (46% درصد) بیشتر از استحکام تسلیم تیتانیوم اولیه است. در مورد کامپوزیت های تقویت شده با ذرات 80 nm نانومتری، بیشترین افزایش استحکام تسلیم در مقایسه با نمونه خام 111 MPa (یا 36% درصد) بوده که مربوط به نمونه حاوی حدود $4/1\%$ درصد نانو ذرات آلومینا است.

نکته دیگر این که بیشترین درصد ازدیاد طول (انعطاف پذیری) مربوط به نمونه تیتانیوم اولیه با مقدار حدود 17% درصد و کمترین آن مربوط به نمونه کامپوزیتی تقویت شده با $4/1\%$ درصد حجمی از ذرات 80 nm نانومتری بوده و برابر با حدود $1/3\%$ درصد است. در رابطه با نمونه فرآوری شده در غیاب نانوذرات تقویت کننده، بهبود کم رنگ خواص مکانیکی در مقایسه با تیتانیوم اولیه را می توان مرتبط با ریز شدن دانه ناشی از انجام فرآیندهای بازیابی در حین فرآیند همزن اصطکاکی دانست. این مطلب در تحقیقات انجام شده توسط دیگران بر روی جوشکاری همزن اصطکاکی و سطح کاری همزن اصطکاکی تیتانیوم نیز گزارش شده است [۱۰-۱۱]. در اصل ریزتر شدن دانه ها از طریق رابطه هال - پیچ موجب



شکل ۸. تغییرات میانگین سختی اندازه گیری شده و مقادیر سختی محاسبه شده از قانون مخلوطها برحسب کسر حجمی ذرات تقویت کننده آلومینای ۲۰ یا ۸۰ نانومتری.

مقادیر رسم شده در شکل (۸) مشخص می‌کند که با افزایش میزان درصد حجمی ذرات تقویت کننده، میانگین مقادیر اندازه گیری شده سختی افزایش یافته است که این روند در مورد مقادیر محاسبه شده نیز به چشم می‌خورد. نکته قابل توجه این‌که، در تمام مقادیر کسر حجمی ذرات، مقادیر سختی اندازه گیری شده بیشتر از مقادیر محاسبه شده هستند. بنابراین، می‌توان چنین استنباط کرد که افزایش سختی نانو کامپوزیت‌های تولید شده، در کنار حضور ذرات سخت (که تاثیر آن در قانون مخلوطها لحاظ شده) به عوامل و مکانیزم‌های دیگری نیز مربوط می‌شود. به بیان دیگر، در اینجا تنها حضور ذرات سخت‌تر از زمینه باعث بهبود خواص مکانیکی نشده است. مکانیزم‌های دیگری نظیر کاهش اندازه دانه (هال-پچ) و همچنین پدیده برهمکنش ذرات با نایجایی‌ها (همان‌گونه که قبلاً هم مورد بحث قرار گرفتند)، در بهبود خواص مکانیکی دخیل هستند. در شکل ۸ ملاحظه می‌شود که با افزایش درصد حجمی ذرات، اختلاف مقادیر سختی اندازه گیری شده و مقادیر محاسبه شده بیشتر می‌شود. توضیح بیشتر آن‌که، با افزایش درصد ذرات تقویت کننده نقش مکانیزم‌های کاهش اندازه دانه و برهمکنش نایجایی‌ها با ذرات در افزایش سختی پررنگ‌تر می‌گردد.

محاسبه مقادیر میانگین سختی ناحیه همزده برای نمونه های ساخته شده نشان دهنده این است که با انجام چهار پاس فرآیند همزن اصطکاکی بدون اضافه کردن نانوذرات آلومینا، مقادیر میانگین سختی ناحیه همزده در مقایسه با سختی تیتانیوم اولیه (حدود HV۱۷۲) افزایش ناچیزی داشته و به حدود HV۱۹۳ رسیده است. بنابراین می‌توان چنین گفت که در غیاب ذرات تقویت کننده، انجام فرآیند همزن اصطکاکی با وجود کاهش اندازه دانه تاثیر قابل توجهی در افزایش سختی ناحیه همزده نداشته است. این در حالی است که متوسط مقادیر سختی مربوط به نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ذرات ۸۰ نانومتری و ۲۰ نانومتری نشان دهنده افزایش قابل توجه سختی نسبت به تیتانیوم اولیه می‌باشند. این مقادیر برحسب درصد ذرات تقویت کننده در شکل (۸) رسم شده است.

مقادیر سختی محاسبه شده از طریق قانون مخلوطها با احتساب سختی زمینه (حدود ۱۷۲ ویکرز)، سختی تقویت کننده آلومینا (حدود ۱۸۰۰ ویکرز [۱۷]) و کسر حجمی ذرات نیز برحسب کسر حجمی ذرات تقویت کننده در نمودار شکل (۷) آورده شده است. مقادیر محاسبه شده با استفاده از معادله (۲) بدست آمده‌اند:

$$H_c = H_p \times V_p + H_m(1 - V_p) \quad (2)$$

که در آن H_c برابر با سختی کامپوزیت، H_m بیان کننده سختی زمینه، H_p سختی ذرات تقویت کننده و V_p کسر حجمی ذرات است.

۴- نتیجه گیری

غالب ریزشیدن دانه‌ها و حضور ذرات سخت جهت نمونه های همزن اصطکاکی دارد. هرچند که افزون بر این‌ها موارد محتمل دیگری نیز دخیل هستند.

سپاسگزاری

بدین وسیله از ستاد فناوری نانو معاونت علمی ریاست جمهوری و دانشگاه تهران به دلیل کمک‌های مالی در راستای تحقق این پژوهش تشکر و سپاسگزاری می‌نماید.

مراجع

1. Donachie, M. J., Titanium: A Technical Guide, ASM International, 2nd Edition, 2000.
2. Matsunaga, K., Nakamura, A., Yamamoto, T., Ikuhara, Y., Theoretical study of defect structures in pure and titanium-doped alumina, *Solid State Ion.*, 2004, 172, 155-158.
3. Das, K., Choudhury, P., Das, S., The Al-O-Ti (Aluminum-Oxygen-Titanium) System, *J. of Phase Equilibria*, 2002, 23, 525-536.
4. Lee, C. J., Huang, J. C., Hsieh, P. J., Mg based nano-composites fabricated by friction stir processing, *Scrip. Mater.*, 2006, 54, 1415-1420.
5. Tomoshige, R., Goto, T., Matsushita, T., Imamura, K., Chiba, A., Fujita, M., High-temperature-shock compaction of ceramics/silicide composites produced by combustion synthesis, *J. Mater. Process. Technol.*, 1999, 85, 100-104.
6. Welham, N. J., Willis, P. E., Kerr, T., Mechanochemical formation of metal-ceramic composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 2000, 83, 33-40.
7. Hamilton, C., Dymek, S., Blicharski, M., A model of material flow during friction stir welding, *Materials Characterization*, 2008, 59, 1206-1214.
8. Lee, W., Lee, C., Chang, W., Yeon, Y., Jung, S., Microstructural investigation of friction stir welded pure titanium, *Mater. Lett.*, 2005, 59, 3315-3318.
9. Fujii, H., Sun, Y., Kato, H., Nakata, K., Investigation of welding parameter dependent microstructure and mechanical properties in friction stir welded pure Ti joints, *Mater. Sci. Eng. A*, 2010, 527, 3386-3391.
10. Zhang, Y., Sato, Y., Kokawa, H., Park, S., Hirano, S., Stir zone microstructure of commercial purity titanium friction stir welded using pcBN tool, *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 488, 25-30.
11. Shamsipur, A., Kashani-Bozorg, S. F., Zarei-Hanzaki, A., The effects of friction-stir process parameters on the fabrication of Ti/SiC nano-composite surface layer, *Surf. & Coat. Tech.*, 2011, 206, 1372-1381.
12. Lienert, T. J., In: R.S. Mishra, M.W. Mahoney, editors. "Friction stir welding and processing", *ASM International*, 2007. 123.

۱- لایه های نانوکامپوزیت تیتانیوم-آلومینا با توزیع تقریباً یکنواخت ذرات آلومینا با بکارگیری فرآیند همزن اصطکاکی بر زیرلایه تیتانیوم خالص تجاری و با قراردادن دو پودر آلومینا با اندازه‌های ۲۰ و ۸۰ نانومتر در داخل شکاف تعبیه شده بر سطح که در مقابل حرکت ابزار قرار می‌گرفت، بعد از چهار پاس ایجاد شدند.

۲- تغییر در اندازه شکاف و به عبارتی میزان ذرات محتوی آن موجب تشکیل لایه های نانوکامپوزیت سطحی حاوی مقادیر کسر حجمی مختلف از نانوذرات آلومینا در محدوده ۱/۸ تا ۵/۷ درصد گردید.

۳- فرآیند همزن اصطکاکی موجب ریز شدن دانه‌های زمینه تیتانیومی از ۲۸ میکرومتر به ۲/۶ میکرومتر بعد از چهار پاس شد اما با ورود ذرات ۸۰ نانومتری آلومینا با میزان کسر حجمی ۱/۸ درصد، میانگین اندازه دانه‌های تیتانیوم به میزان ۱/۱۴ میکرومتر کاهش یافت.

۴- علیرغم کاهش میانگین اندازه دانه‌های تیتانیوم در اثر فرآیند همزن اصطکاکی، میزان سختی آن افزایش چشمگیری نشان نداد (حدود ۱۹۳ در مقابل ۱۷۲ ویکرز) لیکن با ورود ذرات نانومتری آلومینا، سختی زمینه تقویت شده تا حدود ۳۸۰ ویکرز افزایش یافت.

۵- استحکام تسلیم نمونه همزن اصطکاکی شده (بدون ذرات آلومینا) نسبت به تیتانیوم اولیه به مقدار ناچیزی به دست آمد (۳۲۶ در مقابل با حدود ۳۰۵ MPa). این درحالی است که در نمونه های تقویت شده استحکام تسلیم ۰/۲ درصد در مقایسه با تیتانیوم اولیه افزایش قابل توجهی داشته است، به طوری که برای نمونه‌های حاوی ذرات ۲۰ نانومتری بیشترین استحکام تسلیم به میزان حدود ۴۴۷ MPa درخصوص نمونه تقویت شده با حدود ۳/۹ درصد حجمی ذرات آلومینا حاصل گشت.

۶- محاسبات نظری براساس قانون مخلوط‌ها و ریز شدن دانه ها بر مبنای رابطه هال-پچ حاکی از مکانیزم مقاوم سازی

15. Martin, J. W., "Micromechanisms in Particle Hardened Alloys", Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1980, 60-98.
16. Humphreys, F. J., Hatherly, M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Oxford, Pergamon, 1995.
17. Figiel, P., Rozmus, M., Smuk, B., Properties of alumina ceramics obtained by conventional and non-conventional methods for sintering ceramics, *J. of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 2011, 48, 29-34.
13. Mirono, S., Sato, Y. S., Kokawa, H., Development of grain structure during friction stir welding of pure titanium, *Acta Mater.*, 2009, 57, 4519 - 4528.
14. Li, B., Shen, Y., Luo, L., Hu, W., Fabrication of $TiC_p/Ti-6Al-4V$ surface composite via friction stir processing (FSP): Process optimization, particle dispersion-refinement behavior and hardening mechanism, *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 574, 75-85.

Archive of SID