



ساخت آلیاژ آلومینیوم سری ۷۰۶۸ تقویت شده با نانو لوله‌های کربنی چند جداره به روش SPS

مهدی حیدری^{۱*}، فرزانه براتی^۲
 Mehdiheidari65@Yahoo.com
 Farzanbarati@Yahoo.com

چکیده:

در سال‌های اخیر توجه زیادی به نانو مواد، بخصوص نانو مواد یک بعدی (OD)^۳ شده است. یکی از مهمترین موادی که در این زمینه توجه محققان را به خود جلب کرده، نانو لوله‌های کربنی می‌باشد، که به دلیل داشتن همزمان خواص مکانیکی، فیزیکی و الکترونیکی مطلوب، یک ماده‌ی منحصر به فرد به شمار می‌آیند. بنابراین تأثیر خواص این ماده به عنوان فاز تقویت کننده بر کامپوزیت‌های زمینه فلزی (MMC)^۴ دنیای جدید و فعالی را بر روی نانو تکنولوژی گشوده است، اما بدلیل وجود مشکلاتی در دستیابی به توزیع یکنواخت نانو لوله‌های کربنی در آلیاژ پایه و عدم دستیابی به چگالی بالا در برخی از روش‌های متالورژی پودر جهت ساخت این نوع کامپوزیت‌ها کار بر روی آنها نسبتاً محدود شده است. لذا در پژوهش حاضر با استفاده از روش (SPS)^۵ که یکی از روش‌های نوین تفجوشی پودرهای فلزی است، کامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم سری ۷۰۶۸ تقویت شده با نانو لوله‌های کربنی چند جداره (MWCNTs) تولید شده است. به منظور تولید کامپوزیت‌های ذکر شده ابتدا پودر آلومینیوم سری ۷۰۶۸ خالص را به همراه افزودن درصد مشخصی از اتانول به عنوان ایستگاه کنترل فرآیندی (PCA)^۶ با دو دسته از نانو لوله‌های کربنی چند جداره دارای متوسط قطرهای داخلی ۱۰ nm و ۶۵ nm با درصدهای وزنی مختلف (۲-۰ wt%) با استفاده از آسیابکاری سیاره‌ای به مدت ۲۴ ساعت با هم مخلوط کرده، سپس عملیات تفجوشی پودر مخلوط شده‌ی آلومینیوم- نانو لوله‌های کربنی چند جداره (Al-MWCNTs) را با استفاده از دستگاه SPS با اعمال فشار تک محوری ۳۰ Mpa و جریان الکتریکی مستقیم پالسی با چگالی ۷ A/mm²، به مدت ۴۵۰ s در دمای ۳۹۰ °C انجام شد. مشخصات نانو لوله‌های کربنی استفاده شده در ساخت کامپوزیت‌های مورد نظر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری و همچنین ریز ساختار کامپوزیت ساخته شده و چگونگی توزیع نانو لوله‌های کربنی با میکروسکوپ الکترونی روبشی مطالعه گردید. آنالیز فازی نمونه‌ها با استفاده از الگوی پراش اشعه ایکس صورت گرفت. نتایج حاکی از آن است که انتخاب پارامترهای مناسب در زمان آسیابکاری پودر مواد باعث توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده در فاز زمینه می‌شوند. و چگالی نسبی تمامی نمونه‌های با تقویت کننده نانو لوله کربنی بیشتر از نمونه خالص آلیاژ پایه آلومینیوم ۷۰۶۸ است، و نیز بیشترین چگالی بدست آمده برابر ۹۷/۲۶ درصد مقدار چگالی تئوری است. پس روش SPS، روش مناسبی برای ساخت کامپوزیت‌های مورد نظر است.

واژه‌های کلیدی: نانو لوله‌های کربنی، نانو کامپوزیت، آسیاب سیاره‌ای، تفجوشی با جرقه‌ی پلاسما.

- ۱- و * نویسنده مسئول: کارشناس ارشد مکانیک دانشگاه آزاد اسلامی واحد همدان ۰۹۰۱۲۲۲۲۹۰۶
 ۲- عضو هیئت علمی گروه مکانیک، دانشکده فنی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد همدان ۰۹۱۸۳۱۱۳۶۲۶

- 3 -One Dimensional
 4- Metal Matrix Composite
 5 -Spark Plasma Sintering
 6 -Processing Control Agent



۱- مقدمه

در ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی گستره وسیعی از فلزات و آلیاژها مانند آلیاژهای آلومینیوم، آلیاژهای مس، چدن، فولاد، آلیاژهای منیزیم، سوپر آلیاژهای پایه نیکل، آلیاژهای تیتانیوم، آلیاژهای روی و... کاربرد دارند. استحکام و سختی و سایر خواص مکانیکی آلومینیوم نسبت به فلزاتی چون آهن، نیکل و تیتانیوم ضعیف‌تر می‌باشد. لذا آلومینیوم صرفاً به صورت آلیاژی یا به عنوان کامپوزیت و یا ترکیبی از این دو استفاده می‌شود تا از خواص مکانیکی بهتری برخوردار باشد (رضوی حسابی و همکاران، ۲۰۰۶: ۱۶۸-۱۵۹، دورای و همکاران، ۲۰۰۷: ۱۰۵-۱۰۰). همچنین آلیاژهای آلومینیوم سری ۷۰۰۰ به علت مقاومت زیاد نسبت به وزنشان کاربرد گسترده‌ای در صنایع نظامی و صنایع هوا و فضا دارند (هاج و همکاران ۱۹۸۴، جانسون و همکاران، ۲۰۰۳: ۲۲۵). مقاومت این آلیاژ با افزودن عناصر آلیاژی مس و روی به علت رسوب ترکیبات بین فلزی افزایش پیدا می‌کند (فارین هولتز و همکاران، ۲۰۰۲: ۲۰۸-۱۵۵، پالومینو و همکاران، ۲۰۰۶: ۲۰۸). بر همین اساس کامپوزیت‌های زمینه فلزی (MMCs) و به خصوص کامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم (AMCs) طی دو دهه گذشته بسیار مورد توجه قرار گرفته است.

از زمان کشف نانو لوله‌های کربنی که خواص مکانیکی، الکتریکی و حرارتی بی‌همتایی را دارا می‌باشند، تلاش‌هایی برای توسعه کامپوزیت‌های پیشرفته با افزودن این نانو لوله‌ها به فازهای فلزی صورت گرفته است تا به ویژگی‌های ایجاد شده نسبت به کامپوزیت‌های قدیمی پی برده شود. در حالی که تحقیقات بر روی کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با نانو لوله‌های کربنی نسبتاً محدود بوده است، که این امر عمدتاً به دلیل وجود مشکلاتی در دستیابی به توزیع یکنواخت نانو لوله‌های کربنی در آلیاژ پایه مربوط می‌شود، آگلومره شده تقویت کننده‌ها در فاز زمینه کامپوزیت نیز باعث افت خواص مکانیکی می‌شود. آسیابکاری با انرژی بالا روشی است که توزیع ذرات بسیار همگنی را ایجاد می‌کند و اولین نیاز یک کامپوزیت برای نشان دادن کارایی بالای آن که توزیع یکنواخت فاز تقویت کننده است را حل می‌کند (فاگاگونال و همکاران، ۲۰۰۳: ۱۴۳-۱۳۱). و به همین دلیل در سال‌های اخیر روش‌هایی مانند آلیاژسازی مکانیکی برای تولید کامپوزیت‌های پایه فلزی گسترش یافته است. اندازه ذرات تقویت کننده و اندازه دانه فاز زمینه ماده مرکب از جمله عوامل موثر در خواص مکانیکی این نوع از مواد می‌باشند (وایو و همکاران، ۲۰۰۷: ۲۱۳-۲۰۶).

خواصی که در کاربرد انواع کامپوزیت‌ها بسیار موثر است عبارتند از چگالی، سختی و استحکام آنهاست. در قطعات تولید شده به روش متالورژی پودر به علت خلل و فرج موجود، چگالی و سختی بالا به راحتی قابل حصول نمی‌باشد، به همین دلیل استفاده از روش نوین زینترینگ با جرقه پلاسما (SPS) که یکی از روش‌های متالورژی پودر برای متراکم کردن پودر فلزات، سرامیک‌ها و یا مواد دیگر با اعمال جرقه‌ی پلاسما تحت فشار پرس و تفجوشی مورد اسفاده قرار می‌گیرد. در این روش توانایی دستیابی به ادغام و یکپارچه‌سازی پودر بدون ذوب کردن آن و از طریق فعال سازی حرارتی فرآیند انتقال جرم ناشی از کاهش سطح و انرژی مرز دانه امکان پذیر می‌باشد (یاداو و همکاران، ۲۰۱۱، کوریتا و همکاران، ۲۰۱۱: ۱۹۶۵-۱۹۶۰).

گروهی از محققان بیان کرده‌اند که آسیابکاری مکانیکی باعث ایجاد مقدار زیادی تغییر فرم، چگالی بالایی از نابعایی‌ها و توزیع ذرات تقویت کننده در فاز زمینه می‌شود که سختی را افزایش می‌دهد و همچنین ریز شدن میکروساختار باعث بهبود خواص مکانیکی می‌شود (لتی و همکاران، ۱۹۹۶: ۴۶۴-۴۵۳، آدامیاک و همکاران، ۲۰۰۴: ۲۰۰۶-۲۰۰۲). و گروهی دیگر دریافته‌اند که تغییرات پودرها در فرآیند آسیابکاری موجب تغییر نامطلوب خواص فیزیکی و مکانیکی مواد پس از تولید قطعه می‌شود، به عنوان مثال چگالی و سختی به دست آمده از فشردن گرم پودرهای Ni و Al آسیابکاری شده کمتر از پودرهای آسیابکاری نشده است، علت این پدیده ناشی از عیوبی است که در اثر برخورد‌های متوالی گلوله‌ها به ذرات پودر در ماده ایجاد می‌شود (مینگ و همکاران، ۲۰۰۶: ۲۰۳-۲۰۰). در تحقیق صورت گرفته دیگر ۹۸ درصد پودر آلومینیوم خالص و ۲ درصد وزنی



از نانو لوله‌های کربنی چند جداره را آماده و پس از آسیابکاری مخلوط حاصل در یک قالب استوانه‌ای تحت فشار ۳۷۵ مگا- پاسکال فشرده شده و در نهایت در کوره‌ی معمولی زینتر شده است، مشاهده شده است که قطعه‌ی حاصل نسبت به قطعه‌ی بدون نانو لوله‌های کربنی از نظر سختی ویکرز با افزایش بیش از ۲ برابر روبرو شده و استحکام نهایی و تسلیم آن نیز افزایش یافته است (وانگ و همکاران، ۲۰۰۹: ۳۴۳۳-۳۴۲۷). در پژوهشی کامپوزیت‌هایی با فاز زمینه آلومینیوم ۲۰۲۴ و فاز تقویت-کننده‌ی نانو لوله‌های کربنی به روش متالوژی پودر ساخته شدند و توزیع یکنواخت نانو لوله‌ها در آلیاژ حاصل شده بود، نتایج بدست آمده نشان از افزایش قابل توجهی در سختی بود که این افزایش تابعی از درصد وزنی نانو لوله‌های به کار رفته بوده است، علت این افزایش قابل توجه را، توزیع مناسب نانو لوله‌ها در آلیاژ پایه است (پرزپوستامانت و همکاران، ۲۰۱۳: ۱۹-۱۳).

با این حال تاکنون بررسی‌های کمی روی تاثیر درصد افزایش فاز تقویت‌کننده‌ی نانو لوله‌های کربنی و نیز اثر تغییر قطر آنها بر فاز زمینه آلومینیوم سری ۷۰۶۸ صورت گرفته است، به همین دلیل در این مقاله به ساخت کامپوزیت‌هایی با فاز زمینه آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ به روش SPS، با درصد و قطرهای متفاوتی از تقویت‌کننده‌ی نانو لوله‌های کربنی، خواهیم پرداخت.

۲- روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

در این پژوهش از پودر آلومینیوم با خلوص بیش از ۹۹ درصد و اندازه دانه کمتر از ۱۰۰ میکرومتر و همچنین عناصر آلیاژی منیزیم، روی و مس با خلوص بالای ۹۷ درصد که همه این پودرها ساخت شرکت (Merck) آلمان می‌باشند و همچنین از ذرات تقویت‌کننده‌ی نانو لوله‌های کربنی چند جداره (MWCNTs) ساخته شده در شرکت نانو مواد آمریکا (US Nano Materials Inc) با متوسط قطر ۱۰ و ۶۵ نانومتر و خلوص بالای ۹۵ درصد استفاده شده است. جدول (۱) مشخصات ساختاری نانو لوله‌های کربنی، جدول (۲) مشخصات فیزیکی و خواص مکانیکی نانو لوله‌های کربنی و جدول (۳) ترکیبات شیمیایی آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ را نشان می‌دهند.

جدول ۱- مشخصات ساختاری نانو لوله‌های کربنی

نانو لوله‌های کربنی چند جداره (MWCNTs)		جزئیات
نمونه		
۲	۱	
>۹۵wt%	>۹۸ wt%	خلوص (ذرات نانو کربن)
>۹۷wt%	>۹۹wt%	خلوص (عنصر کربن)
۵۰-۸۰ (nm)	۵-۱۵ (nm)	قطر خارجی
۵-۱۵ (nm)	۳-۵ (nm)	قطر داخلی
۱۰-۲۰ (μm)	۵۰ (μm)	طول
<۱/۵wt%	<۱/۵wt%	خاکستر
CVD	CVD	روش ساخت



جدول ۲- مشخصات فیزیکی و خواص مکانیکی نانولوله های کربنی

نانو لوله های کربنی چند جداره (MWCNTs)		جزئیات
نمونه	۱	
۲		مدول یانگ
(۱۲۰۰ Gpa)	(۱۲۰۰ Gpa)	استحکام کششی
(۱۵۰ Gpa)	(۱۵۰ Gpa)	رسانندگی گرمایی
۳۰۰۰(w/m.k)	۳۰۰۰(w/m.k)	هدایت الکتریکی
>۱۰۰(s/cm)	>۱۰۰(s/cm)	چگالی
۲/۶(g/cm ³)	۲/۶(g/cm ³)	

جدول ۳- ترکیب شیمیایی آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸

Mg	Cu	Zn	Al	جزء
۲/۲-۳	۱/۶-۲/۴	۷/۳-۸/۳	۸۵/۴-۸۸/۱۴	درصد وزنی

۲-۲- روش تولید

در این پژوهش هدف ساخت هفت قطعه است، قطعه اول آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ (ترکیبی از آلومینیوم خالص و عناصر آلیاژی روی، منیزیم و مس)، می باشد و سایر قطعات به ترتیب ترکیباتی از آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ با نیم، یک و دو درصد وزنی از نانولوله های کربنی چند جداره با قطرهای متوسط ۱۰ و ۶۵ نانومتر می باشند. پس از آماده سازی پودرها و نانولوله ها بر حسب درصدهای وزنی مورد نیاز، آن ها را در ظرفی حاوی اتانول قرار می دهیم و سپس با دستگاه اولتراسونیک شیکر، تحت امواج شدید فراصوت قرار داده تا به خوبی در اتانول پخش و همگن گردند و از هرگونه تجمع پودرها جلوگیری به عمل آید. در ادامه مخلوط حاصل را در کوره و در دمای ۳۲۳ درجه کلین برای مدت ۲۴ ساعت قرار داده تا تقریباً همه اتانول و رطوبت آن حذف گردد. در مرحله بعد برای اختلاط پودرها، از آسیاب سیاره ای با انرژی بالا (شکل ۱) استفاده می شود. بنابراین جهت انجام فرآیند اختلاط، پودرهای توزین شده به داخل محفظه آسیابکاری (کاپ های فولادی) ریخته می شوند. جهت جلوگیری از به هم چسبیدن ذرات پودر و تشکیل کلوخه در داخل آسیاب، از اتانول به عنوان عامل کنترل کننده ی فرآیند استفاده می شود. شایان ذکر است که در این مرحله برای این که هیچ گونه تغییر شکلی در ریزساختار پودرها در حین فرآیند اختلاط به وجود نیاید، نسبت وزنی گلوله به پودر، به صورت ۱۰ به ۱ می باشد (وزن گلوله ها ۱۰ برابر وزن پودر است). هم چنین سرعت چرخش دیسک برابر ۲۵۰ rpm می باشد. مدت زمان اختلاط تحت شرایط مذکور، با توجه به قطر متوسط پودرهای آلومینیوم و نانولوله های کربنی، برابر با ۲۴ ساعت انتخاب شده است. از گاز آرگون نیز جهت جلوگیری از هرگونه اکسیداسیون ذرات در حین فرآیند اختلاط استفاده می شود (پارامترهای مرحله آسیابکاری در جدول (۴) نشان داده شده است). بعد از فرآیند اختلاط، مقدار اندکی از پودر برای انجام آنالیز پراش پرتوی ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی، نمونه برداری می شود. در صورتی که نتایج حاصل از این دو آنالیز، رضایت بخش باشد، در مرحله بعدی نوبت به فرآیند تفجوشی نمونه ها با استفاده از روش نوین و سریع تفجوشی با جرقه ی پلاسما می رسد. در این مرحله عملیات تفجوشی مخلوط پودرهای آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸



و نانو لوله‌های کربنی چند جداره را با استفاده از دستگاه SPS (شکل ۲) با اعمال حاکثر فشار مکانیکی تک محوری ۳۰ Mpa، جریان الکتریکی مستقیم پالسی با چگالی $7A/mm^2$ ، به مدت زمان ۴۵۰ ثانیه در دمای ۳۹۰ درجه سانتی‌گراد انجام گردید (پارامترهای مرحله تفجوشی در جدول (۶) نشان داده شده است)، سپس بعد از پولیش‌کاری نمونه‌های ساخته شده جهت حصول اطمینان از فرآیند سنتز و تشکیل فاز مورد نظر، آنالیز پراش پرتوی ایکس و آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام گردید. در جدول (۵) نحوه‌ی کد گذاری نمونه‌های ساخته شده طبق مواد تشکیل دهنده‌ی آنها بیان شده است.

جدول ۴- پارامترهای موثر در آسیابکاری پودر AIY۰۶۸-MWCNTs

۲۵۰ rpm	سرعت آسیابکاری
۲۴h	زمان آسیابکاری
۱۰:۱	نسبت وزن گلوله به پودر
۲۰ mm	قطر گلوله
فولاد زنگ نزن	جنس مواد گلوله
اتانول	عامل کنترل فرآیندی
آرگون	اتمسفرکاری



شکل ۱- دستگاه آسیابکاری ساخت شرکت Retsch آلمان استفاده شده در این پژوهش (پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران).



جدول ۵- نحوه شماره گذاری نمونه های ساخته شده براساس مقدار مواد ترکیبی در آنها

شماره نمونه	شرح
S _{0,0}	قطعه ای شامل آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ بدون نانولوله های کربنی.
S _{0,5,10}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و نیم درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر
S _{1,10}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و یک درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر
S _{2,10}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و دو درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر
S _{0,5, 65}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و نیم درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۶۵ نانومتر
S _{1, 65}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و یک درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۶۵ نانومتر
S _{2, 65}	کامپوزیت با زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و دو درصد وزنی نانولوله های کربنی با قطر متوسط ۶۵ نانومتر

جدول ۶- پارامترهای موثر در تفجوشی نمونه ها توسط دستگاه SPS

۳۰ Mpa	حداکثر فشار مکانیکی
۳۹۰°C	دمای تفجوشی
۷A/mm ²	جریان الکتریکی
۴۵۰s	زمان تفجوشی



شکل ۲- تصویر دستگاه تفجوشی با جرقه پلاسما (SPS) استفاده شده در این پژوهش (پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران).



۲-۳- تست چگالی نمونه‌ها

چگالی تمامی نمونه‌ها به دو روش هندسی و غوطه‌وری در آب بر حسب قانون ارشمیدوس و طبق رابطه (۱) محاسبه گردید.

$$\rho = M_1 / (M_2 - M_3) \quad (1)$$

M_1 : جرم نمونه خشک

M_2 : جرم نمونه‌ی ترشده

M_3 : جرم نمونه غوطه‌ور در آب

ρ : چگالی نمونه

در رابطه (۱) برای محاسبه جرم نمونه‌ی تر شده، نمونه مورد نظر را به مدت ۴ ساعت در آب می‌جوشانیم و سپس نمونه را در همان آب به مدت ۲۴ ساعت نگه می‌داریم تا منافذ موجود در آن پر از آب شود، بعد از این مرحله نمونه را از آب خارج کرده و با دستمال آب روی سطح آن را پاک می‌کنیم، جرم نمونه در این حالت برابر جرم نمونه تر است. برای محاسبه جرم نمونه‌ی غوطه‌ور در آب از ترازوی ارشمیدوسی شکل (۳) استفاده شد. و همچنین جهت محاسبه چگالی نظری نمونه‌های کامپوزیتی از رابطه (۲) استفاده می‌شود.

$$\rho = \sum \rho_i \times x_i \quad (2)$$

ρ_i : چگالی فاز i

x_i : درصد فاز i در نمونه



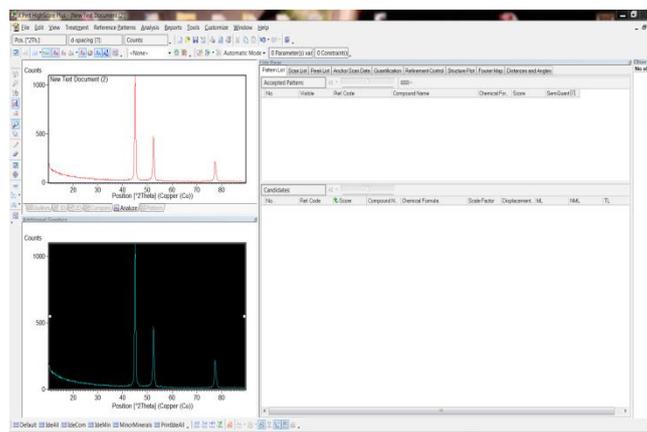
شکل ۳- ترازوی ارشمیدوس استفاده شده در این پژوهش (پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران).



۳- نتایج و مباحث

۳-۱- تولید پودر آلیاژ فاز زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸

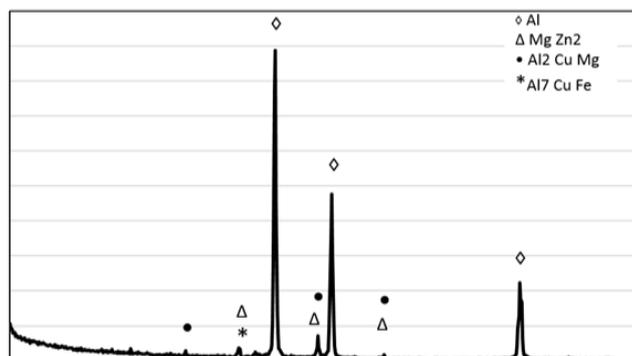
همانطور که در بخش قبل اشاره شد، آلیاژسازی آلومینیوم ۷۰۶۸ که شامل پودر آلومینیوم و عناصر آلیاژی روی، منیزیم و مس است با روش آسیابکاری مکانیکی انجام گرفت. از آنجایی که انتخاب صحیح مدت زمان فرآیند آلیاژسازی جهت دستیابی به پودری با بهترین مورفولوژی و خواص از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است، بر همین اساس آسیابکاری برای تولید آلومینیوم ۷۰۶۸ در مدت زمان ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت انجام و سپس از هر یک از پودرهای حاصل الگوی پراش پرتو ایکس گرفته و توسط نرم افزار expert (شکل ۴) تحلیل شد. همانطور که شکل (۵) مشاهده می‌شود، در نمونه‌ای با ۶ ساعت زمان آسیاب، علاوه بر آلیاژ آلومینیوم چند آلیاژ دیگر که ترکیباتی چند جزئی از عناصر پایه آلیاژ می‌باشند، نیز تشکیل شده‌اند که این امر بدلیل کم بودن زمان آسیاب و به حالت پایدار نرسیدن پودر مذکور است. و همچنین شکل (۶) الگوی پراش اشعه ایکس را برای مدت زمان ۶، ۱۲ و ۲۴ آسیابکاری را نشان می‌دهد، نمودار (a) مربوط به پودری با ۶ ساعت آسیاب است که علاوه بر پیک آلیاژ آلومینیوم مورد نظر چند پیک دیگر که مربوط به ترکیبات دیگر می‌باشند نیز تشکیل شده‌اند، در حالی که در نمودار (b) با ۱۲ ساعت آسیابکاری شدت پیک ترکیبات نامطلوب کاهش و در نمودار (c) با ۲۴ ساعت آسیابکاری فقط آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ مشاهده می‌شود و دیگر ترکیبات نامطلوب موجود در نمودارهای (a) و (b) در نمودار (c) وجود ندارند. پس زمان ۲۴ ساعت برای آلیاژسازی مکانیکی زمان بهینه‌ای است و در آزمایشات تجربی مورد استفاده قرار گرفت.



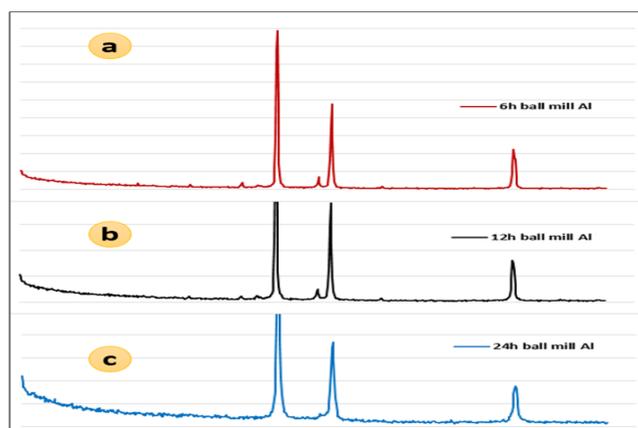
شکل ۴- تحلیل منحنی‌های الگوی پراش اشعه ایکس برای پودر آلومینیوم ۷۰۶۸ توسط نرم افزار expert high score.



6h ball mill Al



شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس برای پودر آلومینیوم ۷۰۶۸ با مدت زمان ۶ ساعت آسیابکاری را نشان می‌دهد.



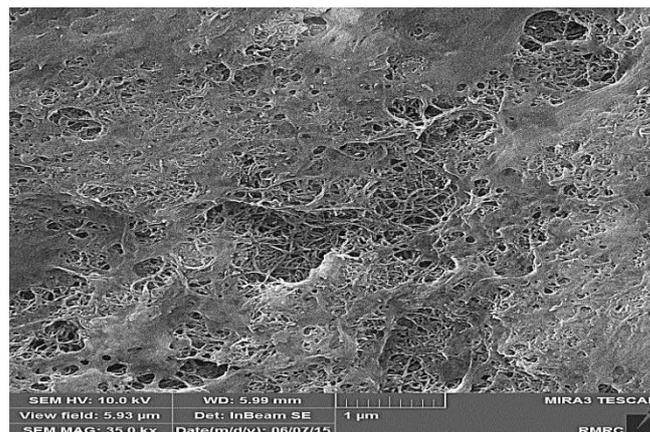
شکل ۶- الگوی پراش اشعه ایکس برای پودر آلومینیوم ۷۰۶۸ با مدت زمان ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت آسیابکاری را نشان می‌دهد.

۲-۳- بررسی ریز ساختار و مورفولوژی

پس از ساخت نمونه‌ها توسط دستگاه تفجوشی با جرقه پلاسما (مطابق جدول ۵) و آماده‌سازی آنها جهت انجام تست فیزیکی و مکانیکی برای بررسی ریز ساختار و مورفولوژی که شامل نحوه توزیع نانو لوله‌های کربنی در آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸، شکل نانو لوله‌ها و میزان حفره‌های موجود در نانو کامپوزیت‌های ما، اقدام به گرفتن عکس‌هایی با بزرگنمایی‌های مختلف در حد میکرومتر و نانومتر توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی-گسیل میدانی از برخی نمونه‌ها کرده‌ایم. با توجه به تکنیک‌هایی که برای ساخت قطعات در مرحله قبل از آسیاب با قرار دادن پودرها تحت امواج مافوق صوت و پس از آن در مرحله آسیاب با افزودن درصد مشخصی از اتانول به عنوان ایستگاه کنترل فرآیندی برای برقراری توازن میان جوش سرد و شکست به کار بردیم، اکنون می‌توانیم در صورت موثر بودن آن تکنیک‌ها، اثرشان را در ریز ساختار قطعات مشاهده کنیم. شکل (۷) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی-گسیل میدانی با بزرگنمایی ۱ میکرومتر از قطعه‌ای با فاز زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ تقویت شده با نیم درصد نانو لوله‌های کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر، شکل (۸) تصویری با بزرگنمایی ۵ میکرومتر از قطعه‌ای با فاز

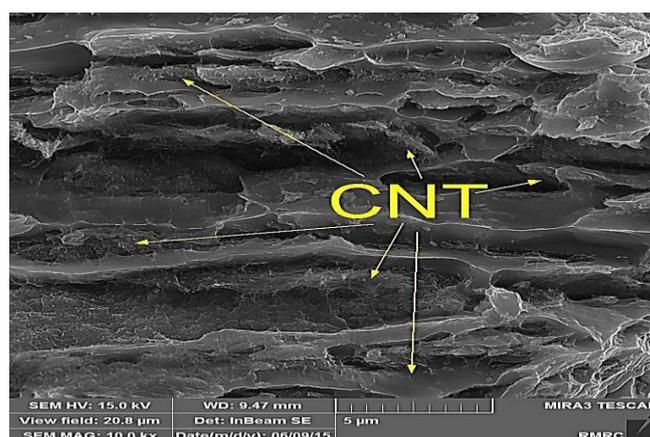


زمینه آلیاژ آلومینیوم ۷۰۶۸ تقویت شده با دو درصد وزنی نانولوله‌های کربنی چند جداره با قطر متوسط ۶۵ نانومتر به نمایش گذاشته شده است.



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی-گسیل میدانی با بزرگنمایی ۱ میکرومتر از توزیع نانولوله‌های کربنی در آلیاژ پایه مربوط به کامپوزیتی با ۱٪ وزنی نانولوله کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر (مرکز پژوهش متالورژی رازی، کرج، ایران).

با توجه به تصاویر میکروسکوپی می‌توان دریافت که نانولوله‌های کربنی چند جداره به عنوان فاز تقویت کننده تقریباً به طور یکنواخت در سرتاسر آلیاژ پایه توزیع شده‌اند و حفره‌های نسبتاً کمی در نمونه‌های ساخته شده مشاهده می‌شود که نشان از یک چگالی نسبتاً ایده‌آل، امکان بهبود خواص مکانیکی در مراحل بعدی و اثر مثبت تکنیک‌های استفاده شده در ایجاد یک مخلوط همگن را تایید می‌کند. کلیه‌ی تصویر موجود در این بخش توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی-گسیل میدانی و از سطح مقطع شکست نمونه‌های کامپوزیتی گرفته شده تا اطلاعات دقیق‌تری را در مورد نحوه‌ی توزیع نانولوله‌های کربنی در زمینه‌ی آلومینیومی به دست ما برساند.





شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی-گسیل میدانی با بزرگنمایی ۵ میکرومتر از کامپوزیت بیبا ۲٪ وزنی نانولوله با قطر متوسط ۶۵ نانومتر (مرکز پژوهش‌های نانو، کرج، ایران).

۳-۳- خواص فیزیکی و مکانیکی

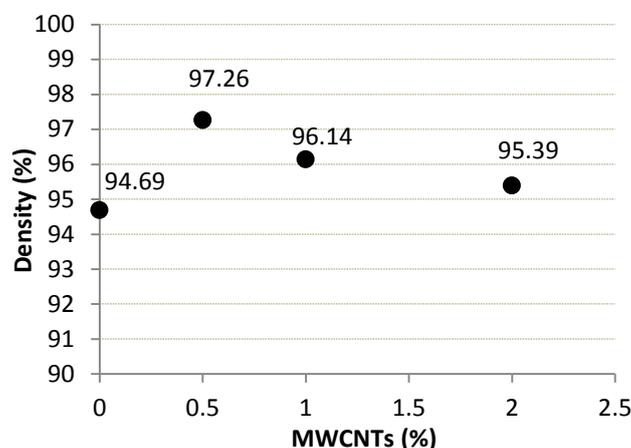
۳-۳-۱- بررسی و تحلیل چگالی

با استفاده از روشی که قبلاً برای محاسبه چگالی بیان شد، چگالی تئوری و تجربی برای هفت نمونه کامپوزیتی ساخته شده، محاسبه و در جدول (۷) بیان شد.

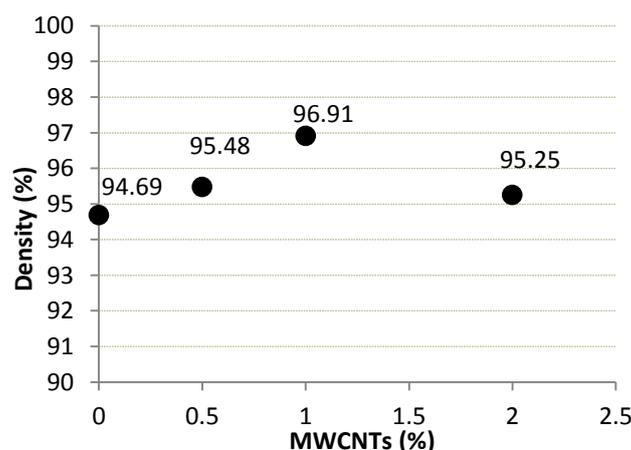
جدول ۷- اطلاعات مربوط به دانسیته و مقدار آن در نمونه‌ها

کد نمونه	جرم نمونه غوطه- ور در آب (gr)	جرم نمونه خشک (gr)	جرم نمونه تر شده (gr)	اختلاف جرم تر و خشک نمونه (gr)	چگالی (gr/c تجربی) (m^3)	چگالی (تجربی)/چگالی $\times 100$ (تئوری)
S _{0,0}	۳۴/۴۷۵۸	۵۰/۳۶۳۷	۵۳/۱۳۸۰	۲/۷۷۴۳	۲/۶۹۸۷	۹۴/۶۹
S _{0,5,10}	۳۶/۹۷۶۲	۵۵/۸۴۵۸	۵۷/۱۲۳۹	۱/۲۷۸۱	۲/۷۷۱۸	۹۷/۲۶
S _{1,10}	۳۴/۱۴۲۵	۵۰/۵۲۴۹	۵۲/۵۸۲۷	۲/۰۵۷۸	۲/۷۳۹۹	۹۶/۱۴
S _{2,10}	۳۱/۹۸۷۲	۴۶/۶۷۹۲	۴۹/۱۵۷۴	۲/۴۷۸۲	۲/۷۱۶۶	۹۵/۳۹
S _{0,5,65}	۳۱/۷۱۶۳	۴۶/۴۱۸۰	۴۸/۷۷۴۱	۲/۳۵۶۱	۲/۷۲۱۲	۹۵/۴۸
S _{1,65}	۳۸/۷۳۷۲	۵۸/۲۴۹۳	۵۹/۸۲۷۳	۱/۵۷۸۰	۲/۷۶۱۹	۹۶/۹۱
S _{2,65}	۳۴/۵۷۷۶	۵۱/۱۵۴۲	۵۳/۴۲۱۵	۲/۲۶۷۳	۲/۷۱۴۶	۹۵/۲۵

در ستون آخر جدول (۷) مشخص است که در هر یک از نمونه‌های ساخته شده به چند درصد از چگالی تئوری دست یافته‌ایم. علاوه بر جدول فوق که شامل اطلاعات جامعی در مورد خواص فیزیکی از جمله وزن ظاهری، وزن تر، وزن خشک و همچنین دانسیته در قطعات ساخته شده می‌باشد، در شکل‌های (۹) و (۱۰) نمودارهای درصد چگالی‌های بدست آمده نسبت به چگالی تئوری برای دو قطر مختلف نانولوله‌ها به تصویر کشیده شده است.



شکل ۹- نمودار چگالی نسبی کامپوزیت‌های آلومینیوم ۷۰۶۸- نانولوله‌های کربنی با قطر متوسط ۱۰ نانومتر.



شکل ۱۰- نمودار چگالی نسبی کامپوزیت‌های آلومینیوم ۷۰۶۸- نانولوله‌های کربنی با قطر متوسط ۶۵ نانومتر.

همان طور که ملاحظه می‌شود، در تمامی قطعات ساخته شده به یک درصد قابل قبولی از چگالی تئوری دست یافته‌ایم (بالای نود و چهار درصد)، که این نشان از انتخاب داده‌های بهینه برای خواص مختلف از قبیل دما، فشار، زمان و غیره در دو بخش آسیاب سیاره‌ای با انرژی بالا و تفجوشی با جرقه‌ی پلاسما می‌باشد. افزون بر این، دستیابی به چنین چگالی‌های بالایی موجب می‌شود که خواص مکانیکی و فیزیکی مورد مطالعه در این پژوهش تا حد بسیار زیادی به آنچه در حقیقت وجود دارد نزدیک باشند. بالاترین چگالی بدست آمده در کامپوزیت‌هایی با زمینه‌ی آلومینیوم ۷۰۶۸ و فاز تقویت کننده‌ی نانوله کربنی با قطر متوسط ۱۰ و ۶۵ نانومتر، به ترتیب مربوط به آلیاژهای آلومینیوم ۷۰۶۸ تقویت شده با ۵/۱ و ۱ درصد وزنی نانولوله‌های کربنی می‌باشد.

۴- نتیجه‌گیری

انجام این پژوهش به نتایج زیر منجر شد.



- ۱- در فرآیند آسیابکاری، سرعت بالا موجب جوش سرد بهتر و نسبت گلوله به پودر بالا موجب شکست بیشتر می‌شود، در نتیجه با انتخاب حد بالای پارامترهای مذکور تعادل مناسبی بین شکست و جوش سرد به وجود می‌آید.
- ۲- در این تحقیق نشان داده شد که با اعمال امواج فراصوت به مخلوط مورد نظر از پودرهای آلیاژی قبل از مرحله‌ی آلیاژسازی مکانیکی، می‌توان از تجمع پودرهای آلیاژی جلوگیری کرد و مانع ایجاد خوشه‌ها، شد. علاوه بر این، توزیع مناسب نانولوله‌ها در فاز زمینه از مزایای دیگر اعمال آن امواج است که موجب می‌شود ساختارشان در مرحله‌ی آلیاژسازی مکانیکی، تقریباً دست نخورده باقی بماند.
- ۳- استفاده از اتانول به عنوان فاز کنترل فرایندی در مرحله آسیاب نه تنها تعادل بین جوش سرد و شکست در پودرها را برقرار می‌کند، بلکه از بوجود آمدن فاز بین فلزی در این مرحله جلوگیری می‌کند.
- ۴- در این پژوهش به این نتیجه رسیدیم که استفاده از روش SPS جهت تف‌جوشی و ساخت قطعات کامپوزیتی با فاز زمینه‌ی آلومینیوم و تقویت کننده‌ی نانو لوله‌های کربنی چند جداره روش مناسبی است و این ادعا را می‌توان با توجه به چگالی بالای نمونه‌های ساخته شده اثبات کرد (بالای ۹۴/۶۹ درصد).
- ۵- بیشترین چگالی نسبی بدست آمده برابر ۹۷/۲۶ درصد برای نمونه‌ای با فاز زمینه آلومینیوم ۷۰۶۸ و مقدار ۰/۵ درصد وزنی تقویت کننده نانو لوله‌های کربنی با قطر ۱۰ نانومتر است.
- ۶- چگالی نسبی تمام نمونه‌های کامپوزیتی آلومینیوم ۷۰۶۸- نانو لوله کربنی بیشتر از نمونه خالص آلومینیوم ۷۰۶۸ است.

منابع

- 1-Adamiak, M., Fogagnolo, J.B., Ruiz-Navas,E.M., Dobrzanski,L.A., and Torralba,J.M. (2004).*Mechanically milled AA6061/(Ti3Al)P MMC reinforced with intermetallics – the structure and properties*,Journal of Materials Processing Technology 155–156, pp. 2002-2006.
- 2-Durai,T. G., Karabi, D., and Siddhartha, D. (2007).*Synthesis and Characterization of Al Matrix Composites Reinforced by in Situ Alumina Particulates*, Materials Science and Engineering A, Vol. 445-446, pp. 100-105.
- 3-Fahrenholtz, W. G., O’Keefe, M. J., Zhou, H., and Grant, J. T. (2002).*Characterization of Cerium Based Conversion Coatings for Corrosion Protection of Aluminum Alloys*, J. Surf. Coat. Technol, Vol. 2, pp. 155-208.
- 4-Fogagnolo, J.B., Velasco, F., Robert, M.H., and Torralba, J.M. (2003).*Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders*, Materials Science and Engineering A 342, pp. 131-143.
- 5-Hatch, J. E. (1984). *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*,ASM.
- 6-Johnson, B. Y., Edington, J., and O’Keefe, M. J. (2003). *Effect of Coating Parameters on the Microstructure of Cerium Oxide Conversion Coating*, J. Materials Science and Engineering A361, Vol. 7, pp. 225.
- 7-Kurita, H., Kwon, H., Estili, M., and Kawasaki, A. (2011).*Multi-walled carbon nanotubes-aluminum matrix composites prepared by combination of hetero-agglomeration method, spark plasma sintering and hot extrusion*, Materials transactions A 10, Vol. 52, pp. 1960-1965.
- 8-Lti, L., Lai, M.O., and Li, G. (1996).*Influence of sintering process on the mechanical property and microstructural of ball milled composite compacts*, Materials Research Bulletin, 31, pp. 453-464
- 9-Meng, J., Jia, C., and He, Q. (2006). *Effect of mechanical alloying on the structure and property of Ni3Al fabricated by hot pressing*, Journal of Alloys and Compounds 421, 200-203.



First International Comprehensive Competition Conference
on Engineering Sciences in Iran

September 2016
Anzali - Iran

اولین مسابقه کنفرانس بین المللی جامع علوم مهندسی در ایران

10-Palomino, L. E. M., Aoki, I. V., and de Melo, H. G. (2006). *Microstructural and Electrochemical Characterization of Ce Conversion Layers Formed on Al Alloy 2024-T3 Covered with Cu-rich Smut*, J. Electrochim. A 51, Vol. 3, pp. 208.

11-Perez-bustamante, R., Miki-Yoshida, M., and Martínez-Sánchez, R. (2013). *Effect of milling time and CNT concentration on hardness of CNT/AL2024 composites, produced by mechanical alloying*, Materials Characterization 75(2013) 13-19.

12-Razavi Hesabi, Z., Simchi, A., and Reihani, S. M. (2006). *Structural Evolution During Mechanical Milling of Nanometric and Micrometric Al₂O₃ Reinforced Al Matrix Composites*, Materials Science and Engineering A, Vol. 428, pp. 159-168.

13-Wang, L., Choi, H., Myoung, J. M., and Lee, W. (2009). *Mechanical alloying of multi-walled carbon nanotubes and aluminium powders for the preparation of carbon/metal composites*, C A R B O N 4 7 (2009) 3427–3433.

14-Yadav, V. (2011). *Spark plasma sintering of aluminum matrix composites (Master of science)*, Oklahoma state university.

15-Yu, P., Zhang, L.C., Zhang, W.Y., Das, J., Kim, K.B., and Eckert, J. (2007). *Interfacial reaction during the fabrication of Ni60Nb40 metallic glass particles-reinforced Al based MMCs*, Materials Science and Engineering A 444, pp. 206-213.