

بررسی تاثیر پارامترهای فرآیند تولید بر رفتار کامپوزیت به روش ترکیبی فعال سازی مکانیکی و سنتز احتراقی

آرش خسروی، مهدی کلانتر*

دانشکده معدن و متالورژی دانشگاه یزد

* mkalantar@yazd.ac.ir

چکیده:

کامپوزیت‌های $\text{Al}(\text{Zn})/\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_x\text{Cu}_y$ به علت ارزان بودن، پایداری شیمیایی بالا، مقاومت در مقابل اکسیداسیون و سایش و مقاومت در دماهای نسبتاً بالا از جایگاه ویژه‌ای برخوردار می‌باشند. تولید کامپوزیت فوچق با استفاده از پودرهای Al - ZnO و CuO به روش فعال سازی مکانیکی همراه با سنتز احتراقی مورد بررسی قرار گرفته است. در این راستا زمان‌های مختلف آسیاکاری تا ۶۰ ساعت برای نمونه‌های $\text{Al}-10\text{-}20\text{wt.\% ZnO}$ با مقادیر یکسان از CuO با ۶% در نظر گرفته شده است. همچنین عملیات حرارتی بر روی پودرهای پرس شده در سه دمای ۹۲۰، ۹۵۰ و ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد در اتمسفر آرگون برای مدت زمان یک ساعت انجام شده است. اثر دمای عملیات حرارتی، میزان ZnO و زمان آسیاکاری بر روی ریزساختار، ترکیب فازی، تراکم پذیری و سختی نمونه‌های کامپوزیتی به ترتیب توسط مشاهدات میکروسکوپ الکترونی، آزمون تفرق اشعه X روش ارثمهیدس و سختی سنجی و یکرزا مورد بررسی قرار گرفته است. با استفاده از روش رویه پاسخ (RSM) و با توجه به طراحی پاکس بهنکن (سه فاکتور به بالا و هر فاکتور در سه سطح) بهینه سازی داده‌ها انجام گرفت. نتایج نشان می‌دهد که با افزایش زمان آسیاکاری، کرنش شبکه‌ای افزایش و اندازه کریستالیتی‌ها به ۲۰ نانومتر کاهش می‌یابد. برای نمونه با شصت ساعت آسیاکاری پیک‌های Al_2O_3 و Al_xCu_y هر چند خعیف بر روی الگوی XRD قابل مشاهده می‌باشد. بر اساس نتایج مدل RSM، با افزایش زمان آسیاکاری در شرایط دما و ترکیب ثابت دانسیته نمونه‌های کامپوزیتی کاهش اما سختی تا سقف ۲۹۵ و یکرزا افزایش می‌باید که مطابق با داده‌های تحریبی می‌باشد. افزایش مقدار اکسید روی در شرایط زمان آسیاکاری و دمای عملیات حرارتی ثابت سبب افزایش دانسیته و سختی نمونه کامپوزیتی می‌شود. تغییرات دمای عملیات حرارتی روند معینی بر روی سختی ندارد. نتایج DTA نشان می‌دهد که افزایش زمان آسیاکاری دمای مربوط به شروع واکنش آلومنیوترمیک و تشکیل ترکیبات بین فازی کاهش یافته و در نتیجه می‌تواند کاهش دمای زینتر را به همراه داشته باشد.

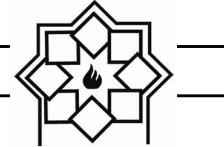
اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳۹۴ مرداد

پذیرش: ۲ دی ۱۳۹۴

کلید واژه:

کامپوزیت درجا، سنتز احتراقی،
 $\text{Al}-\text{CuO}-\text{ZnO}$ سیستم،
آسیاکاری، واکنش آلومنیوترمیک



۱- مقدمه

ریزتر شده و ذرات فاز ترد نیز با توزیع یکنواخت تری در درون این ساختار قرار می‌گیرند. سرانجام با رسیدن به حالت تعادلی، نرخ جوش خوردن و شکستن ذرات برابر می‌شود و شرایط ثبات اندازه ذرات و توزیع همگن ذرات تقویت‌کننده در درون فاز زمینه حاصل می‌شود [۶-۳]. مرحله فعال سازی مکانیکی به دو علت مورد توجه است. اول اینکه انرژی ذخیره شده در ماده در حین فرآیند آسیاکاری افزایش یافته به طوری که واکنش شیمیایی در مرحله سنتز احتراقی در دمای کمتر و با سرعت بیشتری انجام می‌گیرد. ثانیاً فعال-سازی مکانیکی مخلوطهای پودری می‌تواند امکان سنتز احتراقی برای مخلوطهای با گرمایشی ضعیف را نیز فراهم سازد. بدین ترتیب فرآیند فعال سازی مکانیکی (آسیاکاری) + سنتز احتراقی (عملیات حرارتی) توانایی ایجاد همزمان اجزاء زمینه و استحکام دهنده در کامپوزیت را داشته و علاوه بر صرفه‌جویی در زمان و انرژی، محصول نهایی همگنی و ریزدانگی به طور قابل توجهی بالاتر نسبت به روش متالورژی پودر را دارا بوده و نانوکامپوزیتی با فازهای موردنظر و با تراکم و خواص مکانیکی بالا را می‌دهد [۸-۷]. تفاوت دیگر روش درجا با روش سنتی متالورژی پودر در مرحله عملیات حرارتی می‌باشد (مرحله پخت) به طوری که در این مرحله واکنش‌های گرمایزا و خود پیش رونده (فرآیند سنتز خود احتراقی)^۲ موسوم به آلمینیوترمیک رخ می‌دهد [۹]. از فرآیند سنتز احتراقی و واکنش آلمینیوترمیک برای انواع کامپوزیت‌های زمینه آلمینیومی به روش درجا موردن استفاده قرار گرفته است که از جمله می‌توان به کامپوزیت‌های $\text{Al}-\text{TiO}_2$ - $\text{Al}-\text{TiB}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ در سیستم

کامپوزیت‌های زمینه فلزی آلمینیوم به دلیل ویژگی‌های مطلوب همچون استحکام، تافنس و مقاومت سایش بالا، وزن کم و هدایت حرارتی و الکتریکی خوب، موادی مناسب برای استفاده در کاربردهای مختلف صنعتی می‌باشند [۱]. تقویت کردن زمینه آلمینیوم با ذرات تقویت‌کننده‌ای همچون Al_2O_3 , SiC , AlN , TiC ترکیبی از خواص زمینه فلزی و ذرات تقویت‌کننده سرامیکی را بوجود می‌آورد که منجر به بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی کامپوزیت می‌شود [۲]. عمدترين روش برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه آلمینیوم متالورژی پودر می‌باشد، اما زمانی که فازهای زمینه و استحکام دهنده به طریق درجا^۱ در ضمن این فرآیند شکل می‌گیرند مرحله آسیا کاری نسبتاً طولانی بوده تا عله بر مخلوط کردن و همگن سازی عمل فعال سازی پودر به واسطه تنش دار شدن ذرات پودر و ذخیره انرژی کرنشی الاستیکی انجام گیرد که فعال سازی مکانیکی گفته می‌شود. در صورت انجام واکنش بین مواد اولیه و شکل‌گیری فازهای واسطه و یا فازهای نهایی کامپوزیت در مرحله آسیاکاری آلیاز سازی مکانیکی گفته می‌شود. در حین مرحله آسیاکاری، ذرات داکتیل زمینه در اثر ضربه ناشی از گلوله‌ها به شدت تغییر شکل یافته و به صورت پهن و ورقه‌ای درمی‌آیند. اما ذرات ترد خرد شده و در زمینه داکتیل فرو رفته و توسط آن احاطه می‌شوند. با افزایش زمان آسیاکاری، ذرات داکتیل دچار کار سختی شده و ذرات ترد در مرز بین لایه‌های جوش خورده فاز زمینه، محبوس می‌شوند. در ادامه، این ساختار لایه‌ای شکسته و

² Self-propagating High-temperature Synthesis

¹ In-Situ



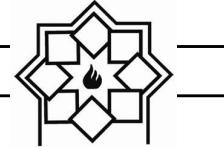
قرار گرفته است که از جمله می‌توان به به کامپوزیت Al-Si₃N₄ [۳۲] و Al-SiC [۳۳] اشاره نمود. در مرجع [۳۲] تاثیر توأم چهار متغیر میزان بار، درصد تقویت کننده، سرعت لغزش و فاصله لغزش و تعیین شرایط بهینه از متغیرهای فوق برای داشتن کمترین نرخ سایش کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفته است. در مرجع [۳۳] بهینه سازی پارامترهای زمان انحلال، دما و زمان پیرسازی در راستای ماکریم خواص مکانیکی انجام گرفته است. در این تحقیق از مدل RSM جهت بهینه سازی پارامترهای فرآیند تولید کامپوزیت Al(Zn)-Cu-Al_xCu_y-Al₂O₃ به روش سنتز احتراقی (روش درجا) در سیستم Al-ZnO-CuO در راستای رسیدن به ماکریم سختی و دانسیته استفاده گردیده است. پارامترهای مورد بررسی ترکیب کامپوزیت، زمان آسیاکاری و دمای عملیات حرارتی می‌باشد به طوری که نمونه‌های مختلف کامپوزیتی در پانزده شرایط مختلف از ترکیب (ZnO ۱۵٪ و ۲۰٪)، زمان آسیاکاری به ساعت (۳۰، ۶۰، ۹۰، ۱۱۵۰) و دمای عملیات حرارتی به درجه سانتی‌گراد (۴۰، ۷۰) ساخته و پس از بررسی فازی (XRD)، ریزساختاری (SEM، EDX) خواص چگالی و سختی مورد اندازه‌گیری قرار گرفته و مجموعه داده‌ها به عنوان ورودی در مدل RSM مورد پردازش قرار گرفته و در جهت ماکریم مقدار سختی و چگالی بهینه سازی شدند.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق، پودرهای آلمینیوم Merck با خلوص ۸/۹۹٪ و اندازه متوسط ۵ میکرومتر) اکسید روی Loba با خلوص ۵/۹۹٪ و اندازه متوسط ۱۸ میکرومتر) و اکسید مس

Al-Al₃Zr-Al₂O₃ [۱۰-۱۴] B₂O₃ Al-Al₃Zr-ZrC-ZrB-Al₂O₃ [۱۵] ZrO₂ در Al-Ni_xAly-Al₂O₃ [۱۶-۲۰] Al-ZrO₂-B₂O₃-C سیستم Al-TiC-Al₂O₃ [۲۱-۲۲] و کامپوزیت Al-TiO₂-C [۲۳] اشاره نمود. در سیستم Al-TiO₂-C برای کنترل دمای احتراق و دمای آدیاباتیک (دمای ماکریم محفظه واکنش در شرایط آدیاباتیک) از زیرکونیا استفاده گردیده است، به طوری که با حضور نانوذرات زیرکونیا کاهش سرعت احتراق و کاهش شدت انجام واکنش آلمینوترومیک کاهش می‌یابد [۲۳]. در سیستم Al-CuO و ZnO برای تولید کامپوزیت‌های به ترتیب Al-Cu-Al₂O₃ و Zn-Al₂O₃ نیز مطالعاتی صورت گرفته است که در آن‌ها اثر مدت زمان آسیاکاری [۲۴، ۲۵-۲۷] دمای عملیات حرارتی [۲۸] و نرخ حرارتی [۲۹] بر روی ترکیب فازی نهایی و خواص کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفته است. در یک مطالعه تحقیقاتی ساخت کامپوزیت Al-ZnO-CuO در سیستم Al(Zn)-4Cu-Al₂O₃ روش‌های مختلف فعال سازی مکانیکی، سنتز احتراقی و ترکیب مورد بررسی قرار گرفته است [۳۰] و در آن اثر زمان آسیاکاری بر روی ترکیب فازی کامپوزیت به خصوص ترکیبات AlCu₄, Cu₉Al₁₄ و AlCu₂ مطالعه شده است. در مطالعات دیگر مقاومت به خوردگی و رفتار سایشی کامپوزیت Al(Zn)-X-Al₂O₃ مورد بررسی قرار گرفته است [۳۱]. در یک سری از مطالعات از مدل رویه پاسخ^۳ (RSM) برای بهینه سازی پارامترهای موثر بر خواص (سایشی و خوردگی و ...) تعدادی از کامپوزیت‌ها مورد مطالعه

^۳ Response Surface Methodology



روشی ساخت شرکت Philips مدل XL30 SERIES مجهز به آنالیزگر EDX استفاده شد. آزمون سختی سنجی با فرو رونده ویکرز و نیروی اعمالی ۵ کیلوگرم و چگالی نمونه‌ها با استفاده از روش ارشمیدس مورد ارزیابی قرار گرفت. با استفاده از نرم افزار Minitab نتایج سختی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته و بهینه سازی مطابق با روش رویه پاسخ، با توجه به طراحی باکس بهنکن^۵ (سه فاکتور به بالا و هر فاکتور در سه سطح) انجام گرفته است. سه فاکتور مورد عمل در این پژوهش زمان آسیاکاری، دمای تف جوشی و میزان درصد ZnO بوده که در سه سطح مورد بررسی قرار گرفته است در ضمن سختی و دانسیته به عنوان پاسخ مورد مطالعه قرار گرفت (جدول ۱). بدین ترتیب تعداد آزمایش‌ها برای این طراحی ۱۵ آزمایش بوده که شامل ۳ نقطه مرکزی (سه آزمایش مشابه در مرکز سطوح: ردیف ۷، ۸ و ۱۰ در جدول ۳) و ۱۲ نقطه فاکتوربلی می‌باشد. علت این تکرار در مرکز داده‌ها، بررسی میزان خطای آزمایش به عنوان معیاری جهت ارزیابی تفاوت‌های مشاهده شده است که توسط تکرار طرح امکان پذیر می‌باشد. این تکرار برای محاسبات واریانس (مقادیر P) نیز ضروری است.

Loba) با خلوص ۹۹٪ و اندازه متوسط ۱۰ میکرومتر) به عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفته‌اند. مخلوط پودر مواد اولیه با ترکیب درصد مختلف [۳۰-۳۱]:

C₁: Al -10%wt ZnO -6%wt CuO , C₂: Al -15%wt ZnO -6%wt CuO, C₃: Al -20%wt ZnO-6%wt CuO

برای مدت زمان‌های مختلف تا حداقل شصت ساعت در یک آسیای گلوله‌ای پر انرژی (مدل نانوشات 210 PBM) با سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه، گلوله‌های آلومینیمی با اندازه ۱۰-۲۰ میلیمتر، نسبت گلوله به پودر ۱۰:۱ و اتمسفر آرگون آسیاکاری شدن. پودرهای آسیا شده با استفاده از پرس سرد تک محوری و با اعمال فشار ۴۵۰ مگا پاسکال به شکل قرص‌های با قطر ۱۳ میلیمتر و ارتفاع ۴ میلیمتر تبدیل شده و سپس در کوره لوله‌ای تحت اتمسفر آرگون در دماهای ۹۲۰ و ۱۱۵۰ درجه‌سانتی‌گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند. تغییرات فازی حاصل شده در پودر و نمونه‌های زیتر شده توسط دستگاه پراش اشعه ایکس (Philips Xpert) با پرتو $\text{CuK}\alpha$ و طول موج ۱/۵۴۲ nm با استفاده از روش ویلیامسون- هال استفاده شده است [۳۵-۳۶].

آنالیز حرارتی^۴ (BAHR Thermoanalyse, STA504) در دامنه دمایی از دمای محیط تا ۱۲۵۰ °C تحت گاز آرگون انجام گرفت. به منظور مشاهده مرفوولوژی و ریز ساختار نمونه‌های کامپوزیتی از میکروسکوپ الکترون

⁵ Box-behnken design

⁴ DTA:Differential thermal analysis



جدول ۱- نام و سطوح فاکتورهای تاثیر گذار

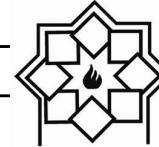
نام فاکتور	سطح پایین	سطح وسط	سطح بالا
دما تف جوشی (درجه سانتی گراد)	۶۹۰	۹۲۰	۱۱۵۰
زمان آسیاکاری (ساعت)	.	۳۰	۶۰
میزان ZnO (درصد وزنی)	۱۰	۱۵	۲۰

در شدت پیک‌ها، به همراه افزایش در پهنه‌ی آن‌ها می‌گردد و این شرایط به کاهش اندازه دانه و افزایش در کرنش شبکه نسبت داده شده است [۳۰]. پدیده دیگر جابه جایی پیک‌های آلومینیوم به زوایای کمتر است به طوری که برای نمونه C₁ پیک (200) Al از $\theta=44^\circ/81^\circ$ ۲۰ پس از سی و شصت ساعت آسیاکاری به ترتیب به زوایای ۴۴/۷۹ و ۴۴/۳۹ جابه جا شده‌اند که این پدیده را می‌توان به انحلال روی یا مس در شبکه آلومینیوم نسبت داد [۳۷-۳۹]. در جدول ۲ اندازه دانه و کرنش شبکه در زمان‌های مختلف آسیاکاری برای آلومینیوم و اکسید روی نشان داده شده است. با توجه به نتایج جدول فوق، حداکثر کرنش و کوچکترین اندازه دانه مربوط به نمونه‌های شصت ساعت آسیاکاری شده می‌باشد که بهترین حالت در نمونه حاوی ۱۵٪ وزنی اکسید روی (نمونه C₂) ارزیابی شد که کرنش شبکه و اندازه دانه حدود ۰/۲۱ و ۲۰ نانومتر می‌باشد. به منظور بررسی میزان تاثیر زمان آسیاکاری بر دمای انجام واکنش‌های آلومینوترمیک یا تشکیل ترکیبات بین فلزی برای مخلوط‌های پودری با ترکیب متفاوت، آزمون DTA تا دمای بالای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد تحت اتمسفر گاز آرگون انجام گرفت که نتایج آن در شکل ۲ آمده است. بر اساس این شکل، پیک‌های گرماسیگر ۶۳۴، ۶۶۷ و ۶۲۲

۳- نتایج و بحث

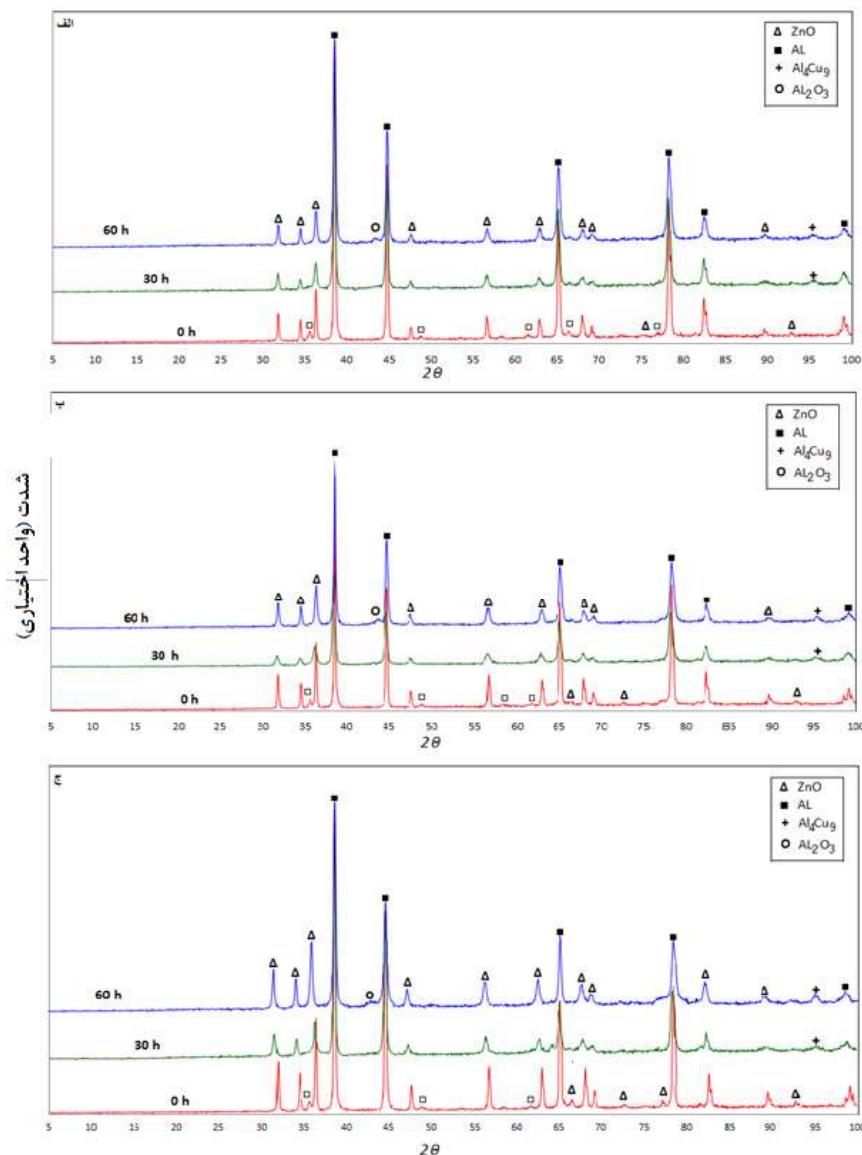
۳-۱- آسیاکاری

چگونگی پیشرفت واکنش‌های آلومینوترمیک و واکنش‌های احتمالی دیگر مانند تشکیل ترکیبات بین فلزی در حین آسیاکاری بر اساس نتایج منحنی‌های DTA و الگوی پراش اشعه ایکس مورد مطالعه قرار گرفته است. الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به نمونه‌های C₁, C₂ و C₃ پس از زمان‌های صفر، سی و شصت ساعت آسیاکاری در شکل (۱) آمده است. با مقایسه شکل‌های (۱-الف) تا (۱-ج) تفاوت چندانی در نحوه پیشرفت واکنش در نمونه‌ها با توجه به درصدهای مختلف اکسید روی مشاهده نمی‌شود. از طرفی مشاهده می‌شود که حتی بعد از شصت ساعت آسیاکاری به میزان جزئی واکنش‌های احیاء انجام گرفته است (وجود دو پیک با شدت کم از Al₂O₃ و Al₄Cu₃). این در حالی است که تمام پیک‌های CuO به طور کامل حذف شده‌اند که می‌تواند به دلیل آمورف شدن آن باشد [۳۶]. نوع ترکیبات بین فلزی ایجاد شده در این مطالعه با نتایج کارهای مشابه متفاوت است [۳۰] که می‌تواند به دلیل تفاوت در متغیرهای مربوط به آسیاکاری همچون نوع آسیا، سرعت دورانی، تعداد گلوله و.... باشد. افزایش زمان آسیاکاری سبب کاهش شدید



می‌باشد، از طرفی با افزایش زمان آسیاکاری شدت پیک‌های مربوط به ذوب آلومینیوم در منحنی DTA کاهش می‌یابد که نشان‌دهنده کاهش مقدار آلومینیوم و شرکت آن در واکنش آلومینوترومیک یا تشکیل ترکیبات بین فلزی با افزایش زمان آسیاکاری می‌باشد.

درجه سانتی‌گراد به ترتیب برای نمونه‌های صفر، سی و شصت ساعت آسیاکاری مربوط به ذوب آلومینیوم می‌باشد که به دماهای پایین‌تر انتقال یافته است. علت این موضوع به فعال سازی مکانیکی پودر و وارد شدن عناصر آلیاژی به داخل آلومینیوم در ضمن آسیاکاری و عملیات حرارتی



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس در زمان‌های مختلف آسیاکاری

الف) نمونه C_1 (ب) نمونه C_2 (ج) نمونه C_3 لازم به ذکر است که Al_2O_3 از نوع کوروندم می‌باشد.

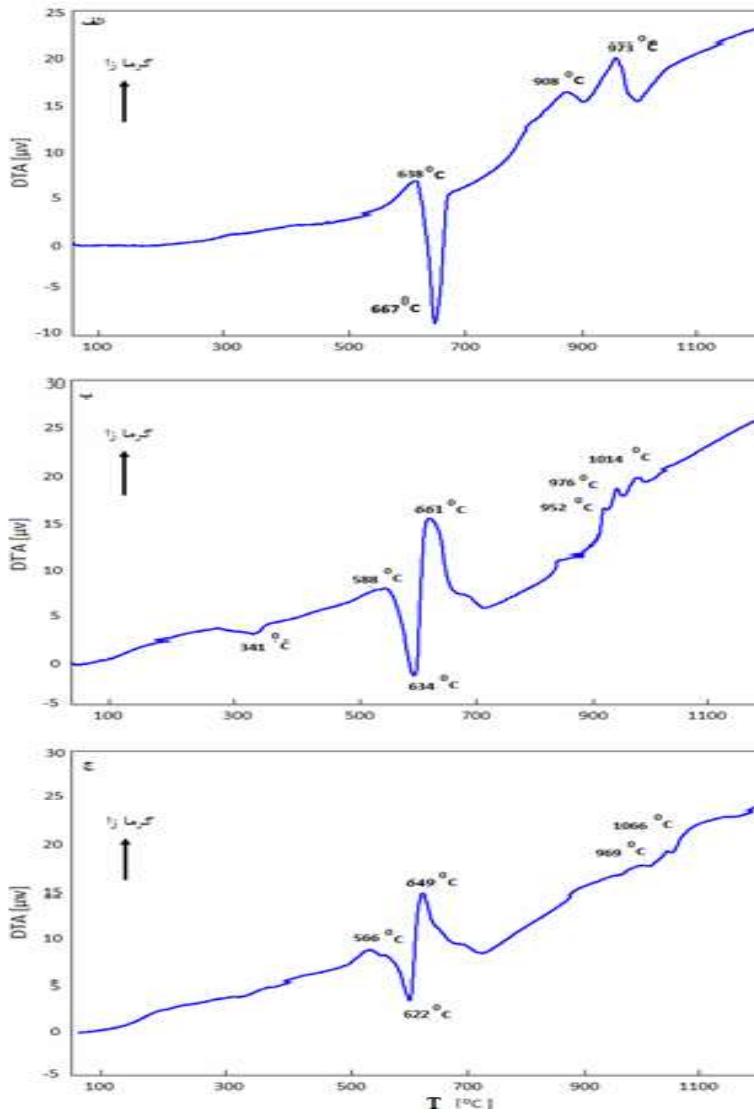
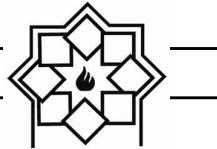


جدول ۲- تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه‌ای برای زمان‌های مختلف آسیاکاری

نمونه	(ساعت)	(نانومتر)	آلومینیوم (%)	کرنش شبکه دانه اکسید روی	اندازه دانه آلومینیوم	زمان آسیاکاری
		(فانو متر)	روی (%)	روی (%)	دانه اکسید روی	کرنش شبکه
C ₁	۳۰	۳۰	۰/۰۷	۰/۱۳	۳۹	۰/۱۳
C ₁	۶۰	۲۱	۰/۰۹	۰/۱۷	۲۴	۰/۱۷
C ₂	۳۰	۳۰	۰/۰۶	۰/۱۳	۳۵	۰/۱۳
C ₂	۶۰	۲۰	۰/۰۹	۰/۲۱	۲۰	۰/۲۱
C ₃	۳۰	۳۰	۰/۰۵	۰/۱۳	۳۸	۰/۱۳
C ₃	۶۰	۲۳	۰/۰۸	۰/۱۹	۲۳	۰/۱۹

ذوب شدن فعال‌تر شده و درجه واکنش‌دهی آن افزایش می‌یابد. با افزایش زمان آسیاکاری شدت پیک‌های گرمایش DTA مربوط به تشکیل ترکیبات بین فلزی در منحنی‌های کاهش می‌یابد که می‌تواند به دلیل فعال‌سازی بیشتر پودر وارد شدن عناصر آلیاژی روی و مس به داخل شبکه آلومینیوم و شکل گیری محلول جامد Al-Zn-Cu باشد. با افزایش زمان آسیاکاری شبیب منحنی در مرحله قبل از ذوب شدن آلومینیوم به تدریج افزایش یافته که به فعال شدن ذرات مخلوط پودری و در نتیجه فعال شدن واکنش آلومینو ترمیک بین ذرات جامد آلومینیوم و اکسیدهای مس و روی نسبت داده می‌شود.

ظهور پیک‌های گرمایش درست بعد از ذوب شدن آلومینیوم در ۶۶۱ و ۶۴۹ درجه‌سانتی‌گراد به ترتیب برای نمونه‌های آسیاکاری در سی و شصت ساعت می‌باشد (شکل ۲ ب و ج) که علت آن می‌تواند به دلیل فعال شدن و پر انرژی شدن پودر و در نتیجه ناپایداری آن باشد که زمینه را برای انجام واکنش آلومینوترمیک با شدت بالاتر فراهم می‌سازد به طوری که تشکیل Al_2O_3 به صورت پیک ظاهر می‌شود. اما در نمونه عدم آسیاکاری تشکیل اکسید آلومینیوم به تدریج و به شکل شبیب مثبت در منحنی انجام می‌گیرد که مطابق نتایج کار مشابه انجام گرفته در این زمینه می‌باشد [۴۰]. لازم به ذکر است که آلومینیوم بعد از



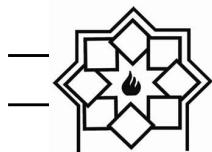
شکل ۲- نمودار DTA مخلوط پودری با ترکیب C_3 آسیاکاری شده به مدت

(الف) عدم آسیاکاری (ب) سی ج) شصت بر حسب ساعت

تمکیل واکنش در این دما می‌باشد، در حالی که برای نمونه شصت ساعت آسیا شده واکنش به شکل کامل انجام شده است (البته در حد تشخیص اشعه X) که نشان دهنده کاهش دمای سنتز احتراقی در ضمن مرحله عملیات حرارتی با افزایش زمان آسیاکاری می‌باشد. جدول ۳ نتایج سختی و

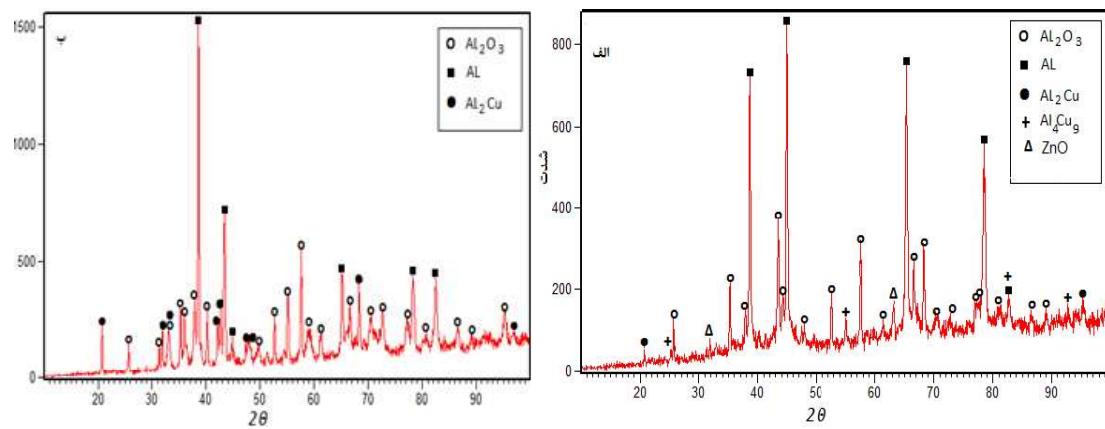
۲-۳- آسیا کاری + زینتر شدن

شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس را برای نمونه C_3 در حالت‌های عدم آسیاکاری و شصت ساعت آسیاکاری شده که در دمای ۹۲۰ درجه سانتی گراد حرارت دیده‌اند را نشان می‌دهد. حضور ZnO در نمونه آسیا نشده بیان گر عدم



ساخته شده اند را نشان می‌دهد. این نتایج با استفاده از نرمافزار Minitab مورد ارزیابی و تحلیل قرار گرفته است.

دانسیته اندازگیری شده برای نمونه‌های مختلف کامپوزیتی که در شرایط متفاوت زمان آسیاکاری، دمای زینتر و ترکیب



شکل ۳- الگوی پراش اشعه ایکس

الف) آسیاکاری نشده زینتر شده در دمای ۹۲ °C ب) شست ساعت آسیاکاری شده زینتر شده در دمای ۹۲ °C

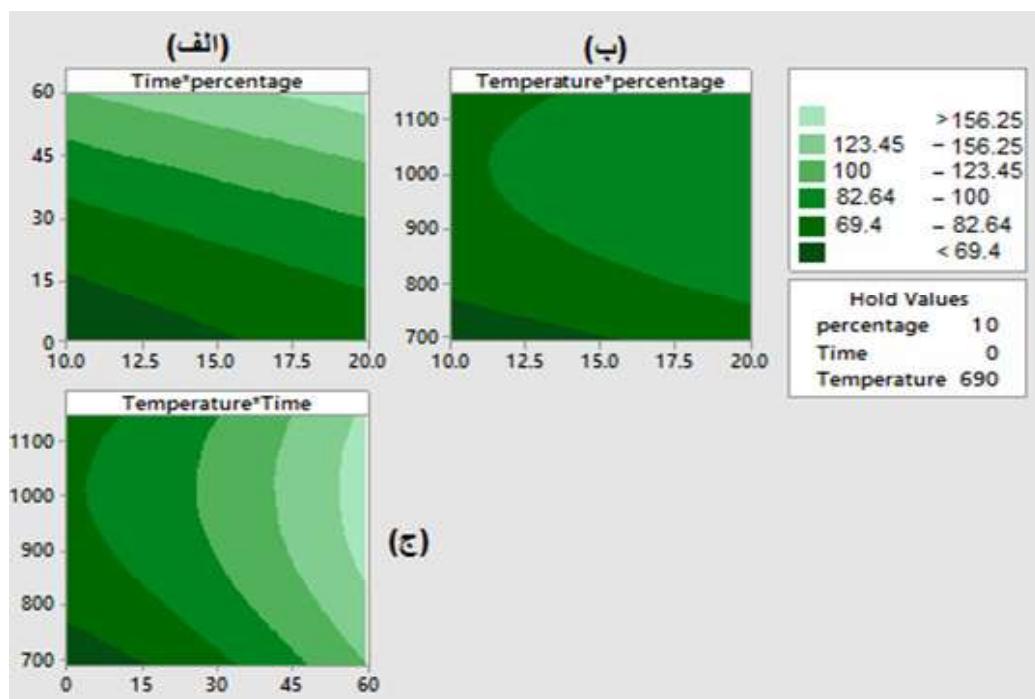
جدول ۳- سختی و دانسیته اندازگیری شده در شرایط مختلف زمان آسیاکاری و دمای زینتر

ردیف آزمایش	ردیف درصد وزنی اکسید روی	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای زینتر (درجه سانتی گراد)	مقدار سختی (ویکرز)	دانسیته gr/cm ³
۱	۱۵	.	۱۱۵۰	۸۰	۲/۶۷۵
۲	۲۰	.	۹۲۰	۱۱۲	۲/۹۲۰
۳	۱۰	۳۰	۶۹۰	۸۴	۲/۶۳۸
۴	۲۰	۳۰	۱۱۵۰	۱۲۰	۲/۵۴۸
۵	۲۰	۶۰	۹۲۰	۲۹۴	۲/۷۱۰
۶	۱۰	۶۰	۹۲۰	۱۴۳	۲/۵۶۲
۷	۱۵	۳۰	۹۲۰	۱۱۲	۲/۷۴۵
۸	۱۵	۳۰	۹۲۰	۱۱۷	۲/۷۶۳
۹	۱۰	.	۹۲۰	۷۶	۲/۷۵۱
۱۰	۱۵	۳۰	۹۲۰	۱۱۷	۲/۶۹۲
۱۱	۱۵	.	۹۲۰	۶۵	۲/۷۹۹
۱۲	۱۵	۶۰	۱۱۵۰	۲۰۷	۲/۶۲۰
۱۳	۱۰	۳۰	۱۱۵۰	۱۱۳	۲/۶۹۲
۱۴	۱۵	۶۰	۶۹۰	۱۵۸	۲/۶۲۰
۱۵	۲۰	۳۰	۶۹۰	۹۱	۲/۷۲۷

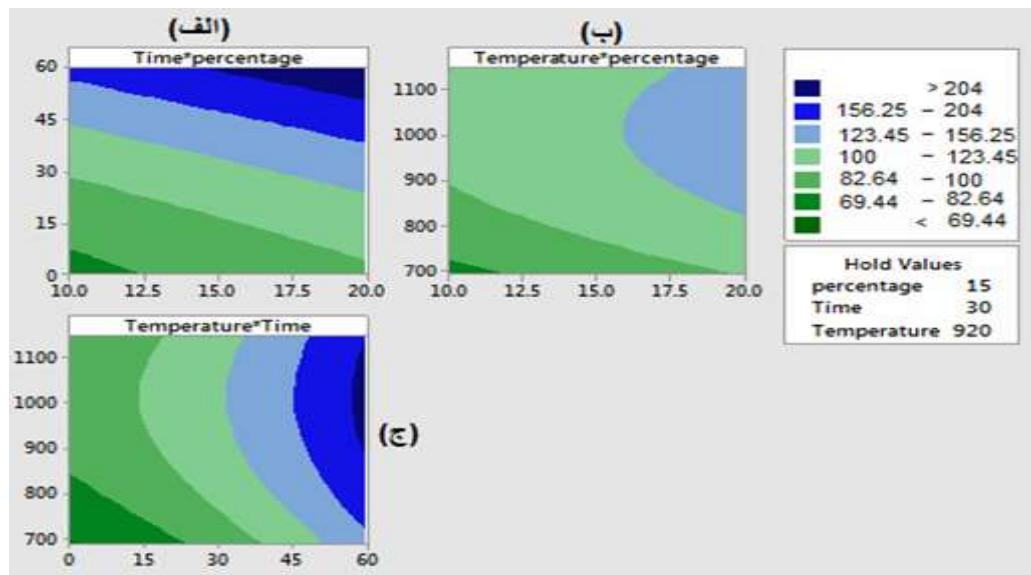
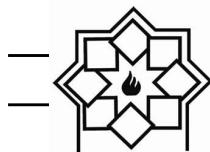


ثابت اکسید روی و افزایش میزان اکسید روی در مقادیر ثابت زمان آسیاکاری سختی همواره افزایش یافته است. در شکل‌های (۴-ب) تا (۶-ب) با افزایش میزان اکسید روی در مقادیر ثابت دما همواره سختی افزایش می‌یابد، اما در مقادیر ثابت اکسید روی با افزایش دمای زینتر همواره سختی افزایش نیافته و دارای روند معینی نیست.

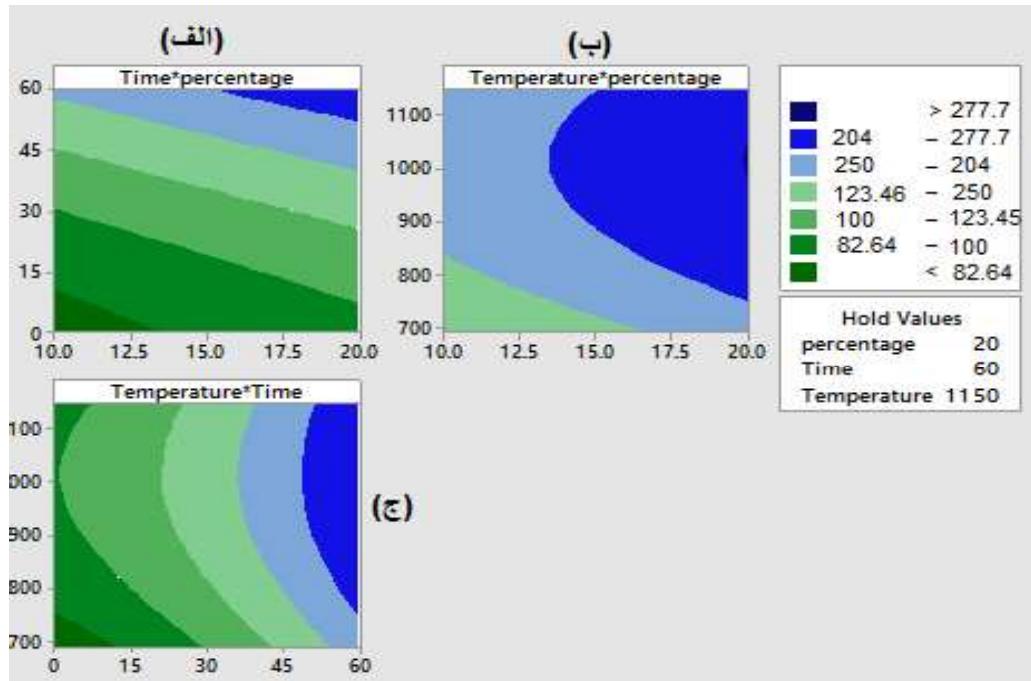
شکل‌های ۴، ۵ و ۶ نمودار هم تراز مربوط به سختی بر حسب پارامترهای (الف) زمان- ترکیب درصد با ثابت نگهداشتن دما، (ب) دما - ترکیب درصد با ثابت نگهداشتن زمان و (ج) دما - زمان با ثابت نگهداشتن ترکیب درصد اکسید روی را نشان می‌دهد. با مقایسه شکل‌های (۴-الف)، (۵-الف) و (۶-الف) با افزایش زمان آسیاکاری در مقادیر



شکل ۴- نمودار هم تراز سختی بر حسب پارامترهای دمای زینتر، زمان آسیاکاری و درصد اکسید روی در شرایط:
الف) دمای زینتر 69°C ، ب) آسیاکاری نشده و (ج) ۱۰٪ اکسید روی.



شکل ۵- نمودار هم تراز سختی بر حسب پارامترهای دمای زینتر، زمان آسیاکاری و درصد اکسید روی در شرایط
الف) دمای زینتر 920°C ، ب) ۳۰ ساعت آسیاکاری و ج) ۱۵٪ اکسید روی.

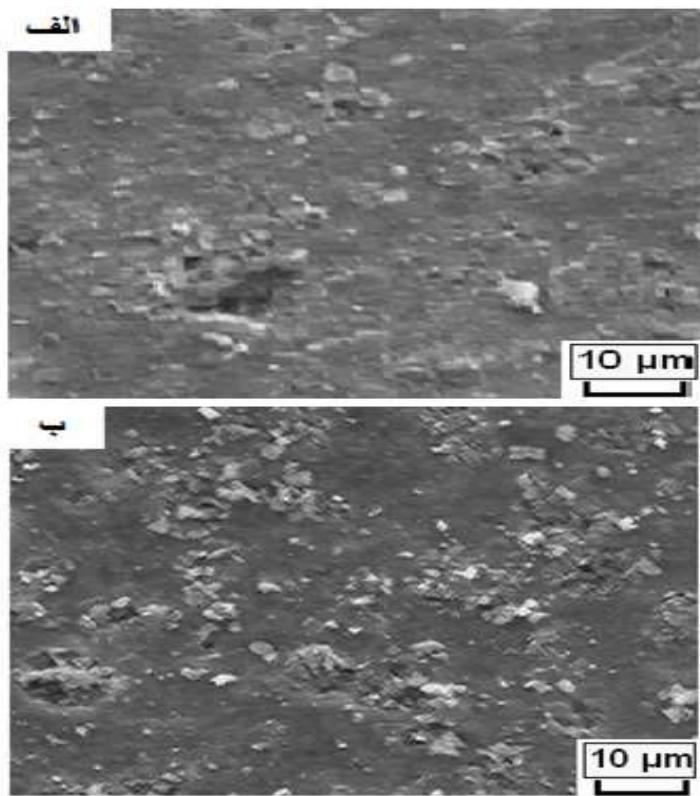


شکل ۶- نمودار هم تراز سختی بر حسب پارامترهای دمای زینتر، زمان آسیاکاری و درصد اکسید روی در شرایط
الف) دمای زینتر 1150°C ، ب) ۶۰ ساعت آسیاکاری و ج) ۲۰٪ اکسید روی.



حجمی می‌باشد. همچنین افزایش زمان آسیاکاری به علت ریزتر شدن ذرات پودر، پراکندگی یکنواخت و ایجاد ذرات ثانویه به صورت درجا در زمینه و کاهش فاصله بین ذرات موجب افزایش سختی شده است. تصاویر SEM از ریزساختار نمونه‌های کامپوزیت C_1 و C_3 که پس از آسیاکاری به مدت شصت ساعت و زینتر در دمای ۹۲۰ درجه سانتیگراد حاصل شده‌اند در شکل ۷ آمده است.

در شکل‌های (۶-ج) تا (۶-ج) با افزایش زمان آسیاکاری در مقادیر ثابت دمای زینتر همواره سختی افزایش می‌باید اما در مقادیر ثابت زمان آسیاکاری با افزایش دمای زینتر همواره سختی افزایش پیدا نمی‌کند و دارای روند معینی نمی‌باشد. علت افزایش سختی با افزایش میزان درصد اکسید روی مربوط به افزایش کسر حجمی ذرات Al_2O_3 برای نمونه‌های C_1 , C_2 و C_3 از ۱۵ به ۲۰ و ۲۵ درصد



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه کامپوزیتی شصت ساعت آسیاکاری شده و تف جوشی شده در ۹۲۰ درجه سانتیگراد (الف) C_1 (ب) C_3

آن محبوس شدن گاز و آلدگی‌ها می‌باشد که در نمونه C_3 به علت بیشتر بودن مقدار ZnO و انجام شدیدتر واکنش آلمینوترمیک مقادیر این حفرات و تخلخل‌ها بیشتر

برای هر دو نمونه C_1 و C_3 ریزساختار شامل مقادیری حفره و تخلخل نیز می‌باشد که علت آن واکنش‌های شدید احتراقی و عمل تف جوشی با سرعت زیاد می‌باشد که نتیجه



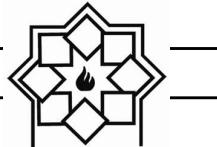
مراجع

- [1] Prabhu, B. Suryanarayana, C. Ana, L. Vaidyanathan, R., "Synthesis and characterization of high volume feraction Al-Al₂O₃ nanocomposite powders by high-energy milling", Material Science Engineering A, Vol. 425, pp. 192–200, 2006.
- [2] Lai, M.O. Lu, L. and Laing, W., "Formation of magnesium nano-composite via mechanical milling", Composite Structure, Vol. 66, pp. 301-304, 2004.
- [3] Benjamin, J. S. and Bamford, M. J., "Strengthened aluminum made by mechanical alloying", Metal Transaction A, Vol. 8, pp. 1301–1305, 1997.
- [4] Ruiz-Navas, E.M. Fogagnolo, J. B. Velasco, F. and Froyn, L., "One step production of aluminum matrix composite powders by mechanical alloying", Composite Part A, Vol. 37, pp. 2114-2120, 2006.
- [5] Suryanarayana, C., "Mechanical alloying and milling", Progress Material Science, Vol. 6, pp. 1-184, 2001.
- [6] Zebarjad, S.M. and Sajjadi, S.A., "Dependency of physical and mechanical properties of mechanical alloyed Al-Al₂O₃ composite on milling time", Materials Design, Vol. 28, pp. 2113-2120, 2007.
- [7] Korchagin, M. A. and Lyakhov, N.Z., "Self-Propagating High-Temperature Synthesis in Mechano activated Compositions", Russian Journal of Physical Chemistry B, Vol. 2, No. 1, pp. 77-82, 2008.
- [8] Kochetov, N.A. Shkodich, N.F. and Rogachev, A.S., "Effect of Some Mechanical Activation Parameters on the SHS Characteristics", Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, Vol. 72, No. 8, pp. 1059–1061, 2008.
- [9] Yi, H. C. and Moore, J. J., "Review Self-Propagating High Temperature (Combustion) Synthesis (SHS) of

می باشد. مطابق نتایج بدست آمده از کارهای مشابه انجام شده [۳۰]، وجود ذرات روشن در زمینه تیره مربوط به ترکیبات بین فلزی یا فاز سرامیکی آلومینیا به عنوان فازهای استحکام دهنده می باشد و محدوده تیره رنگ مربوط به زمینه آلومینیوم یا آلیاژی از آلومینیوم با مس و روی می باشد. همانطور که مشاهده می شود فاز روشن به طور یکنواخت در زمینه آلومینیوم کنند که در زمینه تیره رنگ کامپوزیت توزیع و پراکنده شده اند. میزان فاز روشن ذرات در نمونه C₃ بیشتر از نمونه C₁ می باشد که با توجه به ترکیب نمونه ها علت آن بیشتر بودن مقدار ZnO و در نتیجه تشکیل درصد بالاتری از اکسید آلومینیوم است.

۴- نتیجه گیری

- ۱- افزایش میزان اکسید روی از ۱۰ به ۱۵ و ۲۰ درصد وزنی تفاوتی در پیشرفت واکنش ایجاد نمی کند.
- ۲- پس از شصت ساعت آسیا کاری به مقدار جزئی ترکیبات Al₂O₃ و Al₄Cu₉ به شکل درجا در مخلوط پودری شکل می گیرد.
- ۳- افزایش زمان آسیا کاری تا شصت ساعت موجب افزایش کرنش و کاهش اندازه دانه تا ۲۰ نانومتر در آلومینیوم و اکسید روی می شود. به طوری که در نمونه حاوی ۱۵٪ اکسید روی دارای ریزترین اندازه دانه و بیشترین کرنش شبکه می باشد.
- ۴- با افزایش زمان آسیا کاری و درصد اکسید روی میزان سختی نمونه های زیتر شده در یک دمای معین افزایش می یابد. تعییر در دمای زیتر در شرایط میزان اکسید روی و زمان آسیا کاری ثابت روند معینی از افزایش و یا کاهش را نشان نمی دهد.



- 2011.
- [19] Zhu, H. Min, M. Ai, Y. and Wang H. "The reaction mechanism and mechanical properties of the composites fabricated in an Al-ZrO-C system ", Materials Science and Engineering, Vol. 527, pp. 6178-83, 2010.
- [20] Zhu, H. Min, M. Ai, Y. Wu, Q. and Wang H. "Dry sliding wear behavior of Al- based composites fabricated by exothermic dispersion reaction in an Al-ZrO-C system ", Wear, Vol. 268, pp. 1465-71, 2010.
- [21] Song, C.J. XU, Z. M. and Li, J. G. " In situ fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Ni}_3\text{Al}$ reinforced aluminum matrix composites in an Al-NiO system", Materials Science and Engineering A, Vol. 446, pp. 148-59, 2007.
- [22] Pengo, LM. Wang, JH. M. and Li, H." Microstructure and mechanical behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Ni}_x\text{Al}_y$ in situ composites by pre oxidation followed by hot pressed reactive sintering", Materials Science and Engineering A, Vol. 425, pp. 339-45, 2006.
- [23] Dong, Q. Tang, Q. and Li, W. C." The effect of ZrO_2 nanoparticles on $\text{TiO}_2\text{-Al-C}$ combustion synthesis system", Materials Letters, Vol. 55, pp. 259-64, 2002.
- [24] Tavooai, M. Karimzadeh, F. and Enayati, M. H." Fabrication of Al-Zn/ Al_2O_3 nanocomposites mechanialalloying" Materials Letters, Vol. 62, pp. 282-285, 2008.
- [25] Hedayati, A. Golestan, Z. Ranjbar, KH. Borhani G. H." Effect of ball milling on formation of ZnAl_2O_4 by reduction of ZnO and Al powder mixture" Springer, Vol. 50, pp. 82-85, 2011.
- [26] Arami, H. Simchi, A. and Seyed Rayhani S. M., " Mechanical induced reactin in Al- CuO system for in-situ fabrication of Al based nanocomposites" J. Alloys and Compound, Vol. 465, pp. 151-59, 2008.
- [27] Arami, H. and Simchi, A.," Reactive milling synthesis of nanocrystalline Al Compacted Materials", Journal of Materials Science, Vol. 25, pp. 1159-1168, 1990.
- [10] Kuruvilla, A. K. Prasad, K. S. and Bhanuprasad, V. V. "Wear properties of the composites fabricated by exothermic disperion reaction synthesis in an Al-Ti-B system", Scripta Metall. Mater., Vol. 24, pp. 15-31, 1990.
- [11] Chun Chen, Zh. Takeda, T. and Ikeda, K. "Microstructural evaluation of reactive sintered aluminum matrix composites", Composites Science and Technology., Vol. 68, pp. 2245-55, 2008.
- [12] Zy, M. Li, J. H. and Luo, M. "In situ formed Al_2O_3 and TiB_2 particulates mixture-reinforced aluminum composite", Scripta Metall. Mater, Vol. 31, pp. 635-39, 1994.
- [13] Feng, C. and Froyen, L. "In situ synthesis of Al_2O_3 and TiB_2 particulates mixture-reinforced aluminum composite", Scripta Metall. Mater, Vol. 36, pp. 467-73, 1997.
- [14] Feng, C. and Froyen, L. "On the reaction mechanism of an Al-TiB₂ system for producing in situ ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiB}_2$)/Al composites", Scripta Metall. Mater, Vol. 39, pp. 109-118, 1998.
- [15] Varin, R. A. "Intermetallic-reinforced light metal matrix in situ composites", Metallurgical and Materials Transaction, Vol. 33A, pp. 345-50, 2002.
- [16] Zhu, H. A. Min, M. Li, J. and Ai J. "In situ fabrication of ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{AlZr}$)/Al composites in an Al-Zr system", Composites Scence and Technology, Vol. 70, pp. 2183-89, 2010.
- [17] Zhu, H. YaO, Y. Li, J. and Chen S. "Study on thr reaction mechanism and mechanical properties of aluminum matrix composites fabricated in an Al-ZrO₂-B system", Materials Chemistry and Physics, Vol. 127, pp. 179-84, 2011.
- [18] Zhu, H. Min, M. Li, J. and YaO Y. "Influence of B/Zr molar ratios on the ambient temperature wear properties of composites made by an Al-ZrO₂-B system", Wear, Vol. 271, pp. 635-39,



- Pabi, S. K., "A measure of enhanced diffusion kinetics in mechanical alloying of Cu-18at. % Al by planetary ball milling", *Scripta Materialia*, Vol. 41, pp. 861-866, 1999.
- [37] Bensebaa, Z. Bouzabata, B. and Otmani, A., "Study of nanocrystalline FeSi alloys prepared by mechanical alloying", *J. Alloys and Compound*, Vol. 469, pp. 24-27, 2008.
- [38] Ying, Y. and Zhang, D.L., "Solid-state reactions between Cu and Al during mechanical alloying and heat treatment", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 311, pp. 275-282, 2000.
- [39] Durai, T.G. Das, K. and Das S., "Corrosion behavior of Al-Zn/Al₂O₃ and Al-Zn-X/Al₂O₃ (X = Cu, Mn) composites synthesized by mechanical-thermal treatment", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 462, pp. 410-415, 2008.
- [40] Korchagin, M. A. and Lyakhov, N. Z., "Self-Propagating High-Temperature Synthesis in Mechanoactivated Compositions", *Russian Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 2, No. 1, pp. 77-82, 2008.
- [28] Gang, C. and Guo-Xoing, S." study on in situ reaction processed Al-Zn/Al₂O₃ composites" *Materials Science and Engineering A*, Vol. 244, pp. 291-95, 1998.
- [29] Ge, Z. and Zhiming, S. "Effect of the heating rate on the microstructure of in situ Al₂O₃ particle-reinforced Al matrix composite prepared via displacement reaction in an Al-CuO system" *Materials and Design*, Vol. 144, pp. 191-97, 2014.
- [30] Durai, T.G. Das, K. and Das, S. "Al (Zn)-4Cu/Al₂O₃ in-situ metal matrix composite synthesized by displacement reactions" *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 457, pp. 435-439, 2008.
- [31] Durai, T.G. Karabi, D. and Siddhatha, D. "Wear behavior of nano structured Al (Zn)- /Al₂O₃ composite materials synthesized by mechanical and thermal process" *Materials Science and Engineering*, Vol. 471, No. 1, pp. 88-94, 2007.
- [32] Sharma, P. Khanduja, D. and Sharma, S."Parametric study or dry sliding wear of Aluminum metal matrix composites by response surface methodology" *Materials Science*, Vol. 171, pp. 2687-97, 2015.
- [33] Vembu, V. and Ganesan, D. "Heat treatment optimization for tensile properties of 8011 Al/15%SiC metal matrix composite using response surface methodology" *Science and Engineering*, Vol. 11, pp. 390-95, 2015.
- [34] Abassi, M. Sajadi, A. and Azdbeh, M., "Effect of ball-milling on physical properties of Ni₃Al/Al composites", The third common conference of foundry and materials engineering association, Iran, kerman university of Bahonar, 1388.
- [35] Williamson, G.K. and Hall, W.H., "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram", *Acta Metallurgica*, Vol. 1, pp. 22-31. 1953.
- [36] Das, D. Chatterjee, P. P. Manna, I. and Cu/Al₂O₃ nanocomposites" *Science*, Vol. 464, pp. 225-32, 2007.