

## بررسی تاثیر پارامترهای فرآیند تولید بر رفتار کامپوزیت Al(Zn)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>x</sub>Cu<sub>y</sub> 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 Al(Zn)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>x</sub>Cu<sub>y</sub> 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 فوق 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 آسیا کاری تا ۶۰ ساعت برای نمونه‌های 10-20%wt. ZnO با مقادیر یکسان از 6%wt. CuO در نظر گرفته شده است. همچنین عملیات حرارتی بر روی پودرهای پرس شده در سه دمای ۶۵۰، ۹۲۰ و ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد در اتمسفر آرگون برای مدت زمان یک ساعت انجام شده است. اثر دمای عملیات حرارتی، میزان ZnO و زمان آسیا کاری بر روی ریزساختار، ترکیب فازی، تراکم پذیری و سختی نمونه‌های کامپوزیتی به ترتیب توسط مشاهدات میکروسکوپ الکترونی، آزمون تفرق اشعه X، روش ارشمیدس و سختی سنجی ویکرز مورد بررسی قرار گرفته است. با استفاده از روش روبه پاسخ (RSM) و با توجه به طراحی باکس بهینکن (سه فاکتور به بالا و هر فاکتور در سه سطح) بهینه سازی داده‌ها انجام گرفت. نتایج نشان می‌دهد که با افزایش زمان آسیا کاری، کرنش شبکه‌ای افزایش و اندازه کریستالیت‌ها به ۲۰ نانومتر کاهش می‌یابد. برای نمونه با شصت ساعت آسیا کاری پیک‌های Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> هر چند ضعیف بر روی الگوی XRD قابل مشاهده می‌باشد. بر اساس نتایج مدل RSM، با افزایش زمان آسیا کاری در شرایط دما و ترکیب ثابت دانسیته نمونه‌های کامپوزیتی کاهش اما سختی تا سقف ۲۹۵ ویکرز افزایش می‌یابد که مطابق با داده‌های تجربی می‌باشد. افزایش مقدار اکسید روی در شرایط زمان آسیا کاری 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 آسیا کاری دمای مربوط به شروع واکنش آلومینوترمیک و تشکیل ترکیبات بین فلزی کاهش یافته و در نتیجه می‌تواند کاهش دمای زینتر را به همراه داشته باشد.

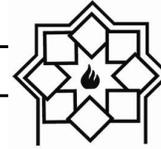
### اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳ مرداد ۱۳۹۴

پذیرش: ۲ دی ۱۳۹۴

### کلید واژه:

کامپوزیت درجا، سنتز احتراقی، سیستم Al- CuO- ZnO آسیا کاری، واکنش آلومینوترمیک



## 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 [۳-۶]. 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 گرمایی 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 ریزدانه‌گی به طور قابل توجهی بالاتر نسبت به روش متالوری پودر را دارا بوده و نانوکامپوزیتی با فازهای مورد نظر 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 گرمازا و خود پیش رونده (فرآیند سنتز خود احتراقی)<sup>۲</sup> موسوم به آلومینوترمیک رخ می‌دهد [۹]. از فرآیند سنتز احتراقی و واکنش آلومینوترمیک برای انواع کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی به روش درجا مورد استفاده قرار گرفته است که از جمله می‌توان به کامپوزیت‌های  $Al-TiB_2-Al_2O_3$  در سیستم  $Al-TiO_2$

کامپوزیت‌های زمینه فلزی آلومینیوم 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 آلومینیوم 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]. عمده‌ترین روش برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم متالورژی پودر می‌باشد، اما زمانی که فازهای زمینه و استحکام دهنده به طریق درجا<sup>۱</sup> در ضمن این فرآیند شکل می‌گیرند مرحله آسیاکاری نسبتاً طولانی بوده تا علاوه 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

<sup>2</sup> Self- propagating High-temperature Synthesis

<sup>1</sup> In-Situ



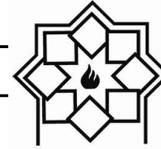
قرار گرفته است که از جمله می‌توان به به کامپوزیت  $Al-Si_3N_4$  [۳۲] و  $Al-SiC$  [۳۳] اشاره نمود. در مرجع [۳۲] تاثیر توام چهار متغیر میزان بار، درصد تقویت کننده، سرعت لغزش و فاصله لغزش و تعیین شرایط بهینه از متغیرهای فوق برای داشتن کمترین نرخ سایش کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفته است. در مرجع [۳۳] بهینه سازی پارامترهای زمان انحلال، دما و زمان پیرسازی در راستای ماکزیمم خواص مکانیکی انجام گرفته است. در این تحقیق از مدل RSM جهت بهینه سازی پارامترهای فرآیند تولید کامپوزیت  $Al(Zn)-Cu-Al_xCu_y-Al_2O_3$  به روش سنتز احتراقی (روش درجا) در سیستم  $Al-ZnO-CuO$  در راستای رسیدن به ماکزیمم 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  $(ZnO 20\%$  و  $15, 10$ )، زمان آسیاکاری به ساعت  $(60, 30, 0)$  و دمای عملیات حرارتی به درجه سانتی‌گراد  $(1150, 920, 690)$  ساخته و پس از بررسی فازی (XRD)، ریزساختاری (SEM, EDX) خواص چگالی و سختی مورد اندازه گیری قرار گرفتند و مجموعه داده‌ها به عنوان ورودی در مدل RSM مورد پردازش قرار گرفته و در جهت ماکزیمم مقدار سختی و چگالی بهینه سازی شدند.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق، پودرهای آلومینیوم (Merck) با خلوص  $99/8\%$  و اندازه متوسط  $50$  میکرومتر) اکسید روی (Loba) با خلوص  $99/5\%$  و اندازه متوسط  $18$  میکرومتر) و اکسید مس

$B_2O_3$  [۱۴-۱۰]،  $Al-Al_3Zr-Al_2O_3$  در سیستم  $Al-ZrO_2$  [۱۵]،  $Al-Al_3Zr-ZrC-ZrB-Al_2O_3$  در سیستم  $Al-Ni_xAl_y-Al_2O_3$  [۲۰-۱۶]،  $Al-ZrO_2-B_2O_3-C$  سیستم  $Al-NiO$  [۲۲-۲۱] و کامپوزیت  $Al-TiC-Al_2O_3$  در سیستم  $Al-TiO_2-C$  [۲۳] اشاره نمود. در سیستم  $Al-TiO_2-C$  برای کنترل دمای احتراق و دمای آدیباتیک (دمای ماکزیمم محفظه واکنش در شرایط آدیباتیک) از زیرکونیا استفاده گردیده است، به طوری که با حضور نانو ذرات زیرکونیا کاهش سرعت احتراق و کاهش شدت انجام واکنش آلومینوترمیک کاهش می‌یابد [۲۳]. در سیستم  $Al-ZnO$  و  $Al-CuO$  برای تولید کامپوزیت‌های به ترتیب  $Al-Zn-Al_2O_3$  و  $Al-Cu-Al_2O_3$  نیز مطالعاتی صورت گرفته است که در آن‌ها اثر مدت زمان آسیاکاری [۲۷-۲۵، ۲۴]، 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  $Al(Zn)-4Cu-Al_2O_3$  در سیستم  $Al-ZnO-CuO$  از 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  $Cu_9Al_{14}$ ،  $CuAl_{12}$ ،  $Cu_2$  و  $AlCu_4$  مطالعه شده است. در مطالعات دیگر مقاومت به خوردگی و رفتار سایشی کامپوزیت  $Al(Zn)-X-Al_2O_3$  مورد بررسی قرار گرفته است [۳۱]. در یک سری از مطالعات از مدل رویه پاسخ<sup>۳</sup> (RSM) برای بهینه سازی پارامترهای موثر بر خواص (سایشی و خوردگی و ...) تعدادی از کامپوزیت‌ها مورد مطالعه

<sup>3</sup> Response Surface Methodology



روبشی 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<sup>۵</sup> (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 فاکتوری 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 [۳۱-۳۰]:

C<sub>1</sub>: Al -10%wt ZnO -6%wt CuO , C<sub>2</sub>: Al -15%wt ZnO -6%wt CuO, C<sub>3</sub>:Al -20%wt ZnO-6%wt CuO

برای مدت زمان‌های مختلف تا حداکثر شصت ساعت در یک آسیای گلوله‌ای پر انرژی (مدل نانوشات PBM 210) با سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه، گلوله‌های آلومینایی با اندازه ۲۰-۱۰ میلی‌متر، نسبت گلوله به پودر ۱:۱۰ و اتمسفر آرگون آسیاکاری شدند. پودرهای آسیا شده با استفاده از پرس سرد تک محوری و با اعمال فشار ۴۵۰ مگا پاسکال به شکل قرص‌هایی با قطر ۱۳ میلی‌متر و ارتفاع ۴ میلی‌متر تبدیل شده و سپس در کوره لوله‌ای تحت اتمسفر آرگون در دماهای ۶۹۰، ۹۲۰ و ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند. تغییرات فازی حاصل شده در پودر و نمونه‌های زینتر شده توسط دستگاه پراش اشعه ایکس (Philips Xpert) با پرتو CuK<sub>α</sub> و طول موج ۱/۵۴۲ انگستروم مورد مطالعه قرار گرفته است. همچنین از مدل تفرق اشعه ایکس جهت محاسبه اندازه کریستالیت‌ها با استفاده از روش ویلیامسون- هال استفاده شده است [۳۵-۳۴].

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

<sup>5</sup> Box-behnken design

<sup>4</sup> DTA:Differential thermal analysis



جدول ۱- نام و سطوح فاکتورهای تاثیر گذار

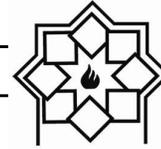
نام فاکتور	سطح پایین	سطح وسط	سطح بالا
دما تف جوشی (درجه سانتی‌گراد)	۶۹۰	۹۲۰	۱۱۵۰
زمان آسیاکاری (ساعت)	۰	۳۰	۶۰
میزان ZnO (درصد وزنی)	۱۰	۱۵	۲۰

در شدت پیک‌ها، به همراه افزایش در پهناي آنها می‌گردد و این شرایط به کاهش اندازه دانه و افزایش در کرنش شبکه نسبت داده شده است [۳۰]. پدیده دیگر جابه‌جایی پیک‌های آلومینیوم به زوایای کم‌تر است به طوری که برای نمونه  $C_1$  پیک  $Al(200)$  از  $2\theta = 44/81^\circ$  پس از سی و شصت ساعت آسیاکاری به ترتیب به زوایای  $44/79$  و  $44/39$  جابه‌جا 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 کوچکترین اندازه دانه مربوط به نمونه‌های شصت ساعت آسیاکاری شده می‌باشد که بهترین حالت در نمونه حاوی ۱۵٪ وزنی اکسید روی (نمونه  $C_2$ ) ارزیابی شد که کرنش شبکه و اندازه دانه حدود  $0/21$  و  $20$  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  $1250$  درجه سانتی‌گراد تحت اتمسفر گاز آرگون انجام گرفت که نتایج آن در شکل ۲ آمده است. بر اساس این شکل، پیک‌های گرماگیر  $667$ ،  $634$  و  $622$

### ۳- نتایج و بحث

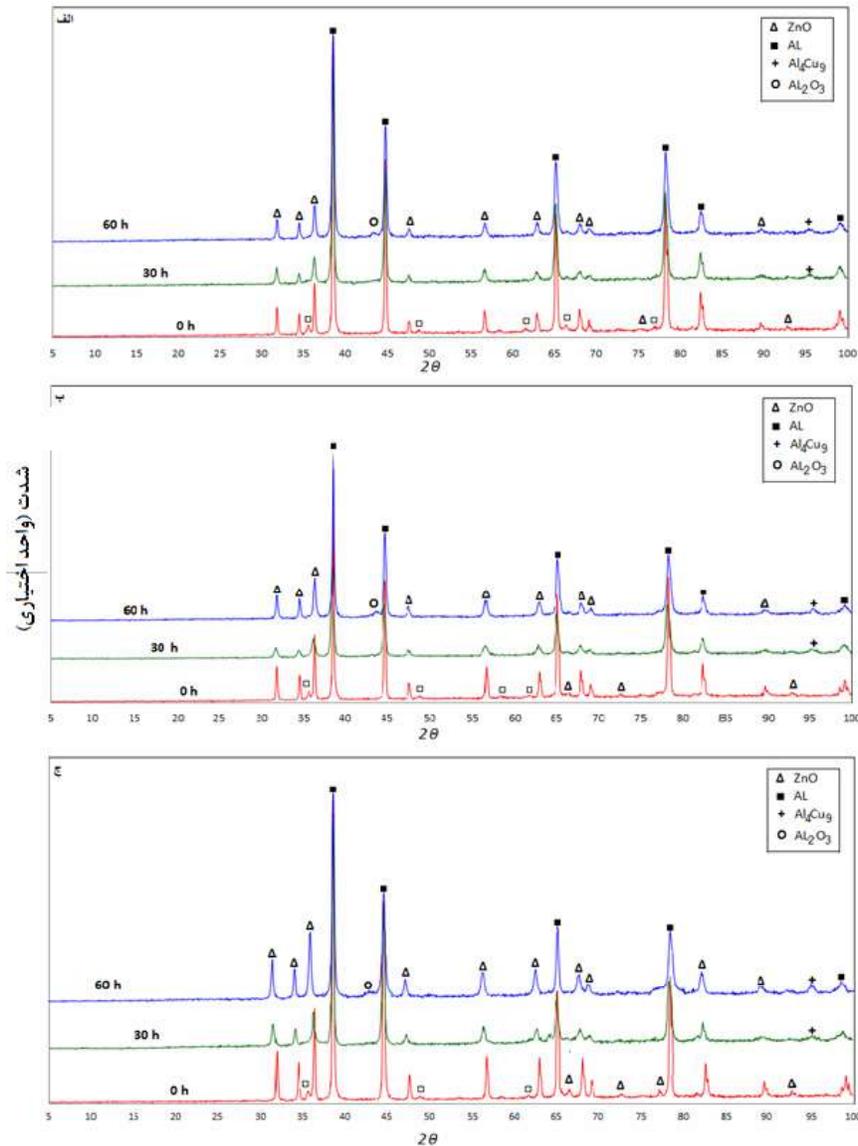
#### ۳-۱- آسیاکاری

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  $C_1$ ،  $C_2$  و  $C_3$  پس از زمان‌های صفر، سی و شصت ساعت آسیاکاری در شکل (۱) آمده است. با مقایسه شکل‌های (۱-الف) تا (۱-ج) تفاوت‌چندانی 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  $Al_2O_3$  و  $Al_4Cu_3$ ). 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 آسیابکاری شدت پیک‌های مربوط به ذوب آلومینیوم در منحنی DTA کاهش می‌یابد که نشان‌دهنده کاهش مقدار آلومینیوم و شرکت آن در واکنش آلومینوترمیک یا تشکیل ترکیبات بین فلزی با افزایش زمان آسیابکاری می‌باشد.

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



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس در زمان‌های مختلف آسیابکاری

(الف نمونه C<sub>1</sub> ب) نمونه C<sub>2</sub> ج) نمونه C<sub>3</sub> لازم به ذکر است که Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> از نوع کوروندم می‌باشد.

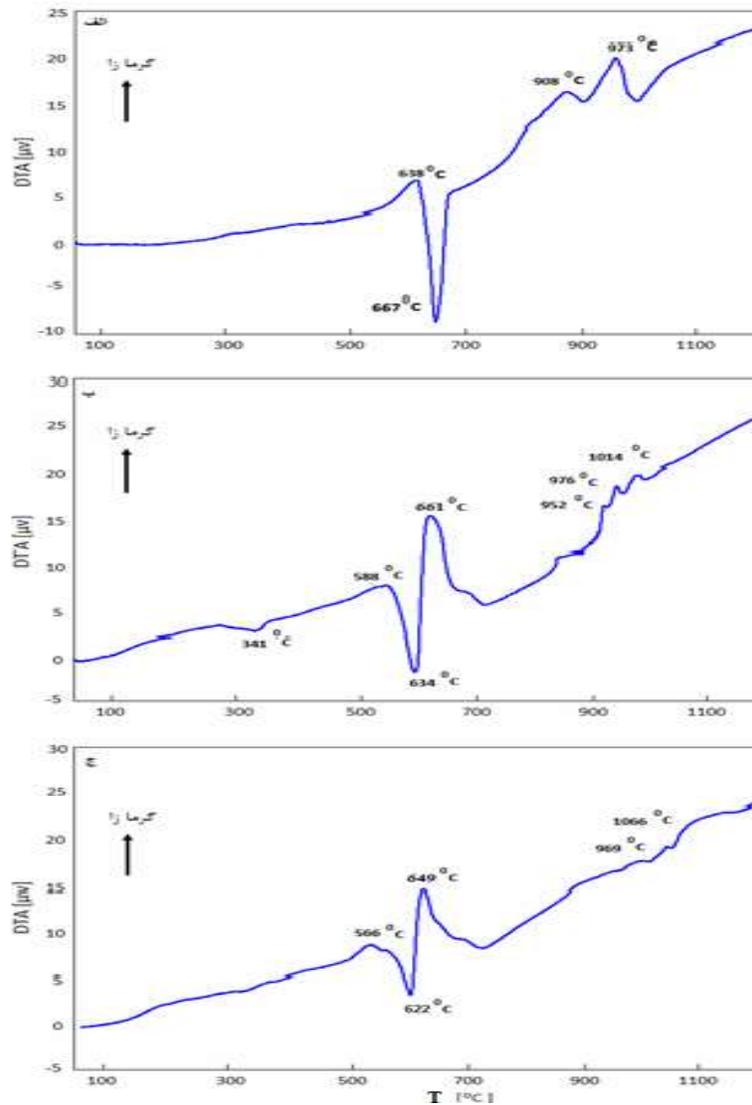


جدول ۲- تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه‌ای برای زمان‌های مختلف آسیاکاری

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

ظهور پیک‌های گرمازا 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 پراورزی 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 شیب 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

ذوب شدن فعال تر شده و درجه واکنش‌دهی آن افزایش می‌یابد. با افزایش زمان آسیاکاری شدت پیک‌های گرمازا مربوط به تشکیل ترکیبات بین فلزی در منحنی‌های DTA کاهش می‌یابد که می‌تواند به دلیل فعال‌سازی بیشتر پودر و وارد شدن عناصر آلیاژی روی و مس به داخل شبکه آلومینیوم و شکل‌گیری محلول جامد Al-Zn-Cu باشد. با افزایش زمان آسیاکاری شیب 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 آلومینوترمیک بین ذرات جامد آلومینیوم و اکسیدهای مس و روی نسبت داده می‌شود.



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

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

تکمیل 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

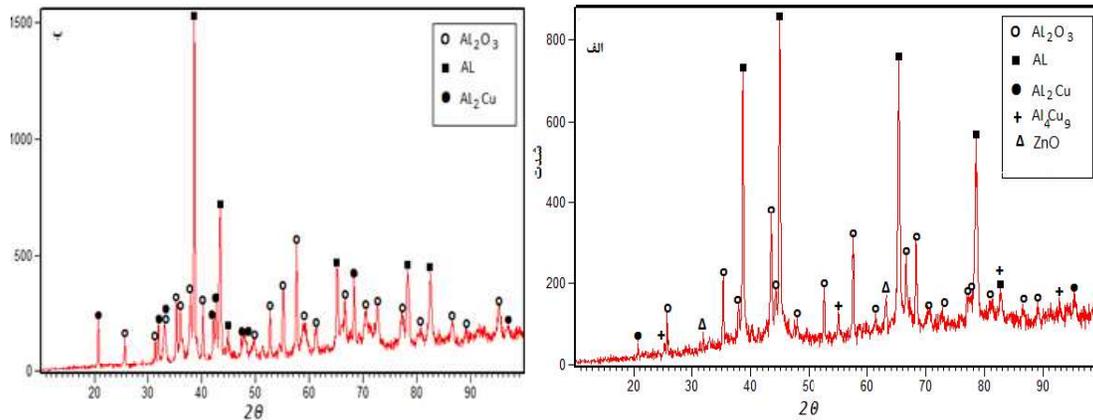
### ۳-۲- آسیاکاری + زینتر شدن

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 سانتی‌گراد حرارت دیده‌اند را نشان می‌دهد. حضور ZnO در نمونه آسیا نشده بیان‌گر عدم



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

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

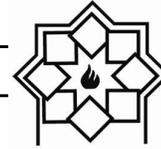


شکل ۳- الگوی پراش اشعه ایکس

الف) آسیاکاری نشده زینتر شده در دمای ۹۲۰°C (ب) شصت ساعت آسیاکاری شده زینتر شده در دمای ۹۲۰°C

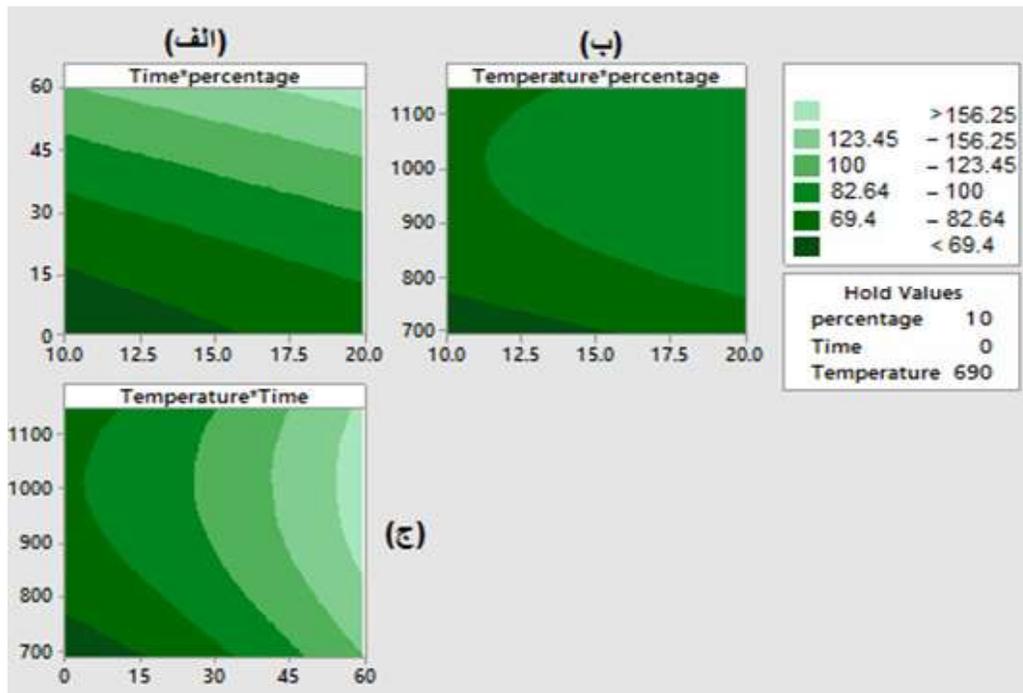
جدول ۳- سختی و دانسیته اندازه‌گیری شده در شرایط مختلف زمان آسیاکاری و دمای زینتر

ردیف آزمایش	درصد وزنی اکسید روی	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای زینتر (درجه سانتی‌گراد)	مقدار سختی (ویکرز)	دانسیته gr/cm <sup>3</sup>
۱	۱۵	۰	۱۱۵۰	۸۰	۲/۶۷۵
۲	۲۰	۰	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	۰	۹۲۰	۷۶	۲/۷۵۱
۱۰	۱۵	۳۰	۹۲۰	۱۱۷	۲/۶۹۲
۱۱	۱۵	۰	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

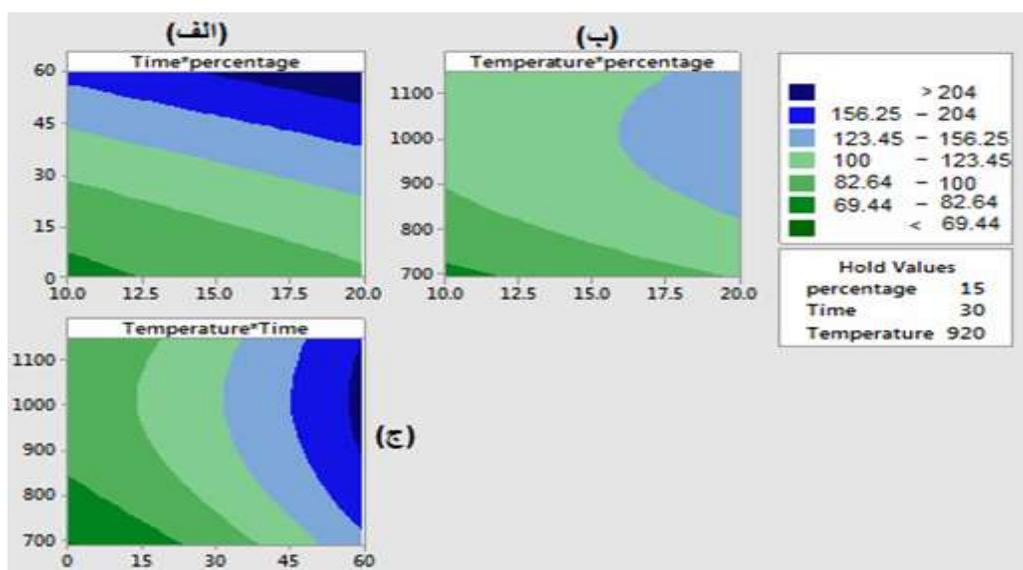
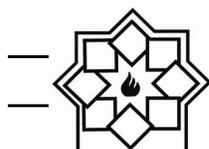


ثابت اکسید روی و افزایش میزان اکسید روی در مقادیر ثابت زمان آسیاکاری سختی همواره افزایش یافته است. در شکل‌های (۴-ب) تا (۶-ب) با افزایش میزان اکسید روی در مقادیر ثابت دما همواره سختی افزایش می‌یابد، اما در مقادیر ثابت میزان اکسید روی با افزایش دمای زینتر همواره سختی افزایش نیافته و دارای روند معینی نیست.

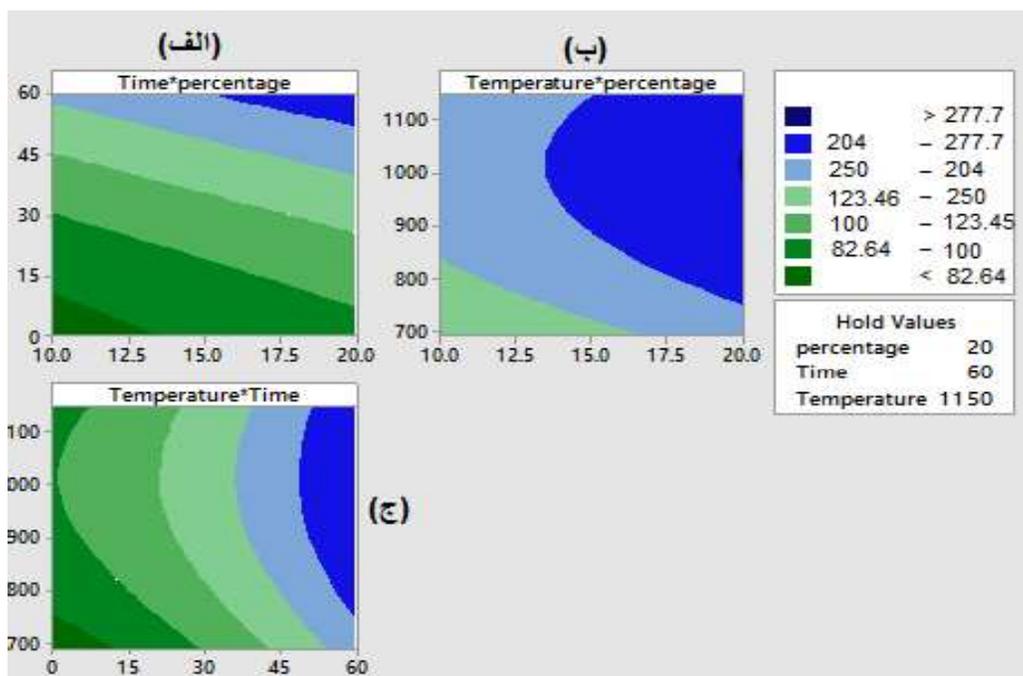
شکل‌های ۴، ۵ و ۶ نمودار هم‌تراز مربوط به سختی بر حسب پارامترهای الف) زمان- ترکیب درصد با ثابت نگهداشتن دما، ب) دما- ترکیب درصد با ثابت نگهداشتن زمان و ج) دما- زمان با ثابت نگهداشتن ترکیب درصد اکسید روی را نشان می‌دهد. با مقایسه شکل‌های (۴-الف)، (۵-الف) و (۶-الف) با افزایش زمان آسیاکاری در مقادیر



شکل ۴- نمودار هم‌تراز سختی بر حسب پارامترهای دمای زینتر، زمان آسیاکاری و درصد اکسید روی در شرایط: الف) دمای زینتر  $690^{\circ}\text{C}$ ، 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  $920^{\circ}\text{C}$ ، (ب) ۳۰ ساعت آسیاکاری و (ج) ۱۵٪ اکسید روی.

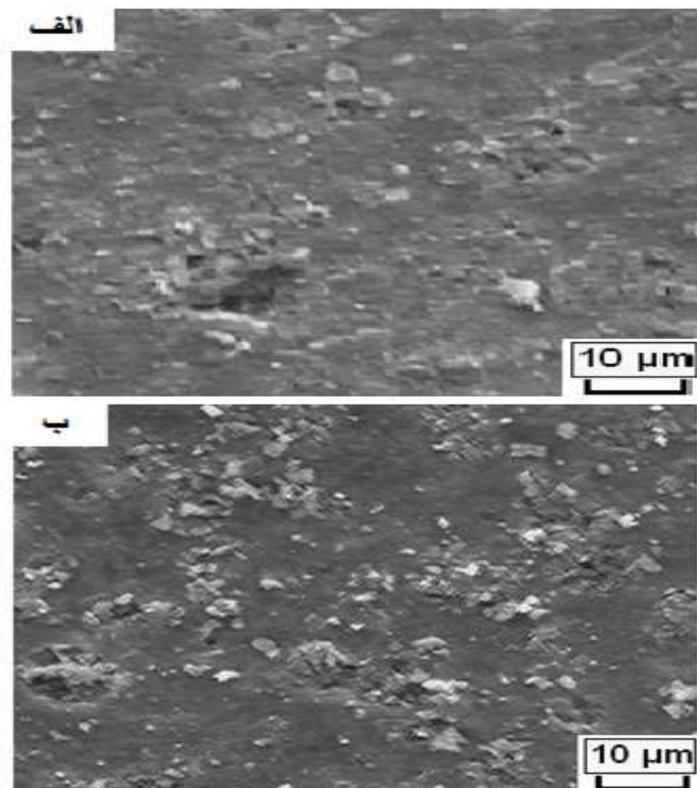


شکل ۶- نمودار هم تراز سختی بر حسب پارامترهای دمای زینتر، زمان آسیاکاری و درصد اکسید روی در شرایط (الف) دمای زینتر  $1150^{\circ}\text{C}$ ، (ب) ۶۰ ساعت آسیاکاری و (ج) ۲۰٪ اکسید روی.



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  $920^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد حاصل شده‌اند در شکل ۷ آمده است.

در شکل‌های (۴-ج) تا (۶-ج) با افزایش زمان آسیاکاری در مقادیر ثابت دمای زینتر همواره سختی افزایش می‌یابد 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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 تف‌جوشی شده در  $920^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد الف)  $C_1$  ب)  $C_3$

آن محبوس شدن گاز و آلودگی‌ها می‌باشد که در نمونه  $C_3$  به علت بیشتر بودن مقدار ZnO و انجام شدیدتر واکنش آلومینوترمیک 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 تف‌جوشی با سرعت زیاد می‌باشد که نتیجه



## مراجع

- [1] Prabhu, B. Suryanarayana, C. Ana, 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", *Material Science Engineering A*, Vol. 425, pp. 192-200, 2006.
- [2] Lai, M.O. Lu, L. and Laing, W., "Formation of magnesium nanocomposite 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-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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

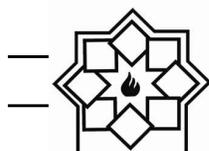
می‌باشد. مطابق نتایج بدست آمده از کارهای مشابه انجام شده [۳۰]، وجود ذرات روشن در زمینه تیره مربوط به ترکیبات بین فلزی یا فاز سرامیکی آلومینا به عنوان فازهای استحکام دهنده می‌باشد و محدوده تیره رنگ مربوط به زمینه آلومینیوم یا آلیاژی از آلومینیوم با مس و روی می‌باشد. همانطور که مشاهده می‌شود فاز روشن به طور یکنواخت در زمینه آلومینیوم کندانند که در زمینه تیره رنگ کامپوزیت توزیع و پراکنده شده‌اند. میزان فاز روشن ذرات در نمونه C<sub>3</sub> بیشتر از نمونه C<sub>1</sub> می‌باشد که با توجه به ترکیب نمونه‌ها علت آن بیشتر بودن مقدار ZnO و در نتیجه تشکیل درصد بالاتری از اکسید آلومینیوم است.

## ۴- نتیجه‌گیری

- ۱- افزایش میزان اکسید روی از ۱۰ به ۱۵ و ۲۰ درصد وزنی تفاوتی در پیشرفت واکنش ایجاد نمی‌کند.
- ۲- پس از شصت ساعت آسیا کاری به مقدار جزئی ترکیبات Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به شکل درجا در مخلوط پودری شکل می‌گیرد.
- ۳- افزایش زمان آسیا کاری تا شصت ساعت موجب افزایش کرنش و کاهش اندازه دانه تا ۲۰ نانومتر در آلومینیوم و اکسید روی می‌شود. به طوری که در نمونه حاوی ۱۵٪ اکسید روی دارای ریزترین اندازه دانه و بیشترین کرنش شبکه می‌باشد.
- ۴- با افزایش زمان آسیا کاری و درصد اکسید روی میزان سختی نمونه‌های زینتر شده در یک دمای معین افزایش می‌یابد. تغییر در دمای زینتر در شرایط میزان اکسید روی و زمان آسیا کاری ثابت روند معینی از افزایش و یا کاهش را نشان نمی‌دهد.



- 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Ni<sub>3</sub>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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Ni<sub>x</sub>Al<sub>y</sub> 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<sub>2</sub> nanoparticles on TiO<sub>2</sub>-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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites mechanical alloying" *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<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 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 reaction 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 dispersion 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiB<sub>2</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiB<sub>2</sub> 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-TiB<sub>2</sub> system for producing in situ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiB<sub>2</sub>)/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 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + AlZr)/Al composites in an Al-Zr system", *Composites Science and Technology*, Vol. 70, pp. 2183-89, 2010.
- [17] Zhu, H. YaO, Y. Li, J. and Chen S. "Study on the reaction mechanism and mechanical properties of aluminum matrix composites fabricated in an Al-ZrO<sub>2</sub>-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-ZrO<sub>2</sub>-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 Material*, 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/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al-Zn-X/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (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.
- Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites" *Science*, Vol. 464, pp. 225-32, 2007.
- [28] Gang, C. and Guo-Xiong, S. "study on in situ reaction processed Al-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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)- /Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 Ni<sub>3</sub>Al/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