

## خواص کششی دمای بالای آلومینیم خالص نانو ساختار و نانو کامپوزیت Al-5vol%SiC اکستروود شده گرم

سید عبدالمجید خادم<sup>۱</sup>، سعید ناطق<sup>۲</sup> و حسین یوزباشی زاده<sup>۲</sup>

۱- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده مواد، تهران، ایران

۲- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده مواد، تهران، ایران

khadem@iau-saveh.ac.ir

nategh@sharif.edu

yoozbashi@sharif.edu

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۰۳/۰۳ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۵/۰۶)

### چکیده

پودر نانو کامپوزیت Al-5vol%SiC و پودر آلومینیم خالص نانو ساختار به کمک آسیاب سایشی و استفاده از پودر آلومینیم خالص با ابعاد ۲۰ تا ۵۰ میکرومتر و نانوذرات SiC با ابعاد ۲۰ تا ۵۰ نانومتر تولید گردید. سپس پودرهای تولید شده با روش اکستروژن گرم، منسجم سازی و مستحکم شدند. به کمک ماشین برش با سیم، نمونه‌های کششی مسطح از محصول فشار کاری شده تهیه گردید. نتایج آزمایشات کشش در دمای ۲۵ تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد نشان دادند که استحکام نمونه‌های آلومینیم نانو کامپوزیت در هر دمای بیشتر از نانو ساختار هستند و با افزایش دما استحکام آن‌ها کاهش می‌یابد. نتایج شکست نگاری مقاطع شکست، نشانگر شکست ترد برای نانو کامپوزیت و شکست نرم برای آلومینیم خالص نانو ساختار است.

### واژه‌های کلیدی:

آلیاژسازی مکانیکی، متالورژی پودر، نانو کامپوزیت، خواص دمای بالا، Al/SiC

### ۱- مقدمه

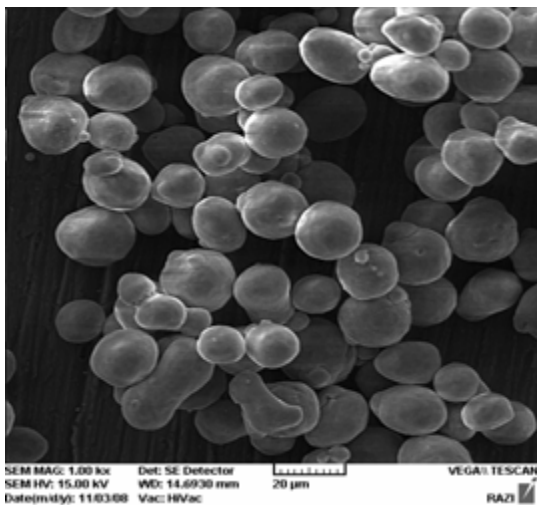
میکرونی دارای استحکام بالاتری می‌باشند [۷]. اطلاعات کمی در مورد استحکام کششی نانو کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی با تقویت کننده کاربید سیلیسیم منتشر شده است. تأثیر درجه حرارت روی استحکام فشاری نانو کامپوزیت Al-5vol.%SiC در حالت‌های مختلف با ذرات نانویی و ذرات میکرونی توسط کامرانی و همکارانش [۷] مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج تحقیقات آن‌ها نشان می‌دهد که در هر دو حالت افزایش درجه

آلیاژهای متداول آلومینیم از نظر سبک وزنی و کمی هزینه مطلوب هستند اما استفاده از آن‌ها گاهی بخاطر نرمی و خصوصیات آن در دماهای بالا، محدود می‌شود [۱]. تحقیقات نشان داده است که استفاده از ذرات تقویت کننده سرامیکی موجب بهبود استحکام کششی در دماهای مختلف شده می‌شود [۱ و ۶]. نانو کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی که دارای اجزائی با ابعاد نانو هستند نسبت به کامپوزیت‌های دارای تقویت کننده

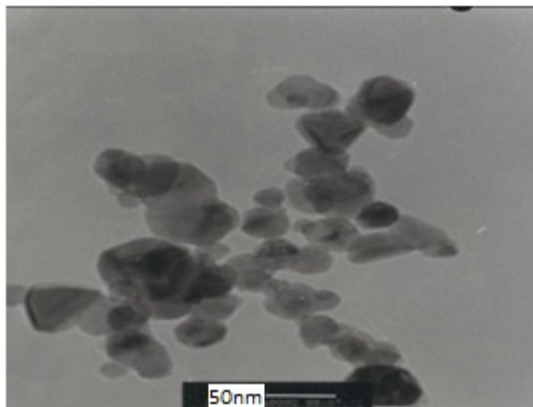
نانوذرات کاربید سیلیسیم و همچنین آلومینیم خالص و اکستروژن آن‌ها مواد نانو کامپوزیت و نانو ساختار از این مواد تولید گردید و خواص کششی دمای بالا برای آن‌ها مورد آزمایش قرار گرفت.

## ۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از پودر آلومینیوم تولید شده طبق شکل (۱) به عنوان ماده زمینه استفاده شده است. این پودر از طریق افشانش توسط گاز نیتروژن تولید شده است. از ذرات کاربید سیلیسیم به عنوان جزء تقویت کننده کامپوزیت استفاده شد که طبق شکل (۲) دارای ابعاد ۲۰ تا ۵۰ نانومتر بود.



شکل (۱): میکروگراف ذرات پودر آلومینیم خالص مصرفی

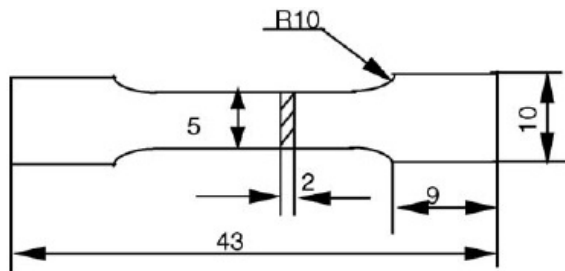


شکل (۲): تصویر میکروسکوپ عبوری (TEM) از پودر کاربید سیلیسیم مصرفی

حرارت موجب کاهش استحکام و افزایش انعطاف پذیری می‌گردد و برای ذرات نانویی به نسبت میکرونی استحکام بیشتری بدست می‌آید [۵ و ۷]. تأثیر دما روی خواص فشاری نانو کامپوزیت  $V_2O_5$  10% Al تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی و اکستروژن توسط بلاز و همکارانش [۸] مورد مطالعه قرار گرفت. آن‌ها تنش سیلان این نانو کامپوزیت را در محدوده ۶۲۳ تا ۹۲۳ کلوین بررسی کردند و مشاهده نمودند که با افزایش درجه حرارت حداکثر تنش سیلان کاهش می‌یابد. علیرغم کارسختی کمی که در دماهای ۹۰۳ و ۸۷۳ کلوین مشاهده شد، در سایر دماها سرعت کارنر می بیشتر از سرعت کارسخت است که علت آن به بازیابی دینامیکی در زمینه آلومینیم نسبت داده شده است. فرکل و همکارانش [۹] استحکام و سختی منیزیم تقویت شده با ذرات نانومتری SiC در دمای بالا را مورد بررسی قرار دادند. این نانو کامپوزیت با روش آسیاب مکانیکی و اکستروژن در دمای بالا تولید گردید. آن‌ها رفتار مکانیکی این نانو کامپوزیت‌ها را در دماهای ۱۰۰، ۲۰۰ و ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد بررسی کردند. نتیجه کاهش سختی و استحکام در دماهای بالا بود که به واکنش‌های احتمالی بین منیزیم و نانوذرات SiC و یا فرآیندهایی نظیر صعود و یا از بین رفتن نابجائیه‌ها نسبت داده شد و موجب کاهش چگالی نابجائیه‌ها می‌گردد. حسن و همکارانش [۱۰] نیز تحقیقاتی در مورد خواص کششی دمای بالای نانو کامپوزیت  $Mg-Al_2O_3$  انجام دادند. نتایج این تحقیق نشان داد که در دمای ۱۵۰ و ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد استحکام نانو کامپوزیت  $Mg-1.1Al_2O_3$  کاهش و انعطاف پذیری آن افزایش می‌یابد. کامرانی و همکارانش [۷] خواص فشاری دمای بالای نانو کامپوزیت آلومینیم با ذرات کاربید سیلیسیم را مورد مطالعه قرار دادند و نتایج مشابهی گرفتند.

علیرغم تحقیقات گسترده در زمینه‌های مختلف آسیاب کاری مکانیکی آلومینیم با ذرات کاربید سیلیسیم، اطلاعات کمی در مورد خواص مکانیکی دمای بالای آن‌ها منتشر شده است. در این تحقیق با روش آسیاب کاری مکانیکی پودر آلومینیم و

قالب به منظور همدمایی کامل، داخل کوره پیشگرم در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد به مدت حدود ۴۵ دقیقه پیشگرم شدند. سپس قوطی‌ها داخل محفظه اکستروژن قرار گرفتند. اکستروژن قوطی‌ها با نسبت ۹:۱ انجام شد. سطح مقطع بیلت‌های بدست آمده مستطیل شکل و با ابعاد ۱۵-۲۲ میلیمتر بود. به منظور انجام آزمون کشش محصول اکستروژن شده تولیدی توسط برش سیم (Wire Cut) به نمونه‌های صفحه‌ای کوچک با طول گیج ۲۰ میلیمتر و مقطع ۲ در ۵ میلیمتر مربع طبق شکل (۳) بریده شد. سپس نمونه‌های کشش مطابق استاندارد [ASTM E811] توسط برش سیم ایجاد شد.



شکل (۳): ابعاد نمونه کشش (کلیه ابعاد به میلیمتر)

از آنجایی که از روش برش سیم برای ساخت نمونه‌ها استفاده شد، ناصافی‌هایی روی سطح نمونه ایجاد می‌شود. لذا از سمباده با درجه ۱۲۰۰ برای برطرف کردن این اثرات استفاده شد. در نهایت به منظور حذف تنش‌های ناشی از عملیات ساخت، نمونه‌ها داخل کوره‌ای با اتمسفر آرگون به مدت ۲ ساعت در دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد تابکاری شدند.

جدول (۱): چگالی کامپوزیت Al-5vol%SiC و نمونه Al تولیدی به روش

آسیاب مکانیکی و اکستروژن گرم

اندازه	درصد	چگالی	چگالی	نمونه
(nm)	حفره‌ها	توری	نمونه	
		$gr/Cm^3$	$gr/Cm^3$	
۳۵	۰	۲/۷۲	۲/۷۲	Al-5vol.%SiC
۵۵	۰	۲/۷۰	۲/۷	Al

برای تولید پودر نانو کامپوزیت SiC 5vol.% Al، با توجه به وزن مخصوص مواد اولیه و کسر حجمی مد نظر، توزین پودرها توسط یک ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۱ گرم صورت گرفت. بدلیل استفاده از آسیاب مکانیکی در تولید پودر کامپوزیتی، نیاز به عامل کنترل کننده فرایند (PCA) بود. برای این منظور از اسید استتاریک که شایع‌ترین عامل کنترل کننده فرایند مصرفی در مورد کامپوزیت‌ها است، استفاده شد. میزان عامل کنترل کننده فرایند مصرفی دو درصدوزنی بود. پس از توزین دقیق مواد اولیه، مخلوط سازی پودرهای آلومینیوم، کاربید سیلیسیم و اسید استتاریک در داخل یک ظرف درب دار مناسب ریخته شده و به مدت ده دقیقه به صورت دستی مخلوط گردید و سپس به آسیاب اضافه گردید. برای آسیاب مخلوط‌های پودری، از یک آسیاب سایشی<sup>۲</sup> استفاده شد. از گلوله‌هایی از جنس فولاد و با قطر ۵-۶mm در آسیاب استفاده شد. نسبت وزنی بین گلوله و پودر ۲۰:۱ انتخاب شد. پس از پرشدن حدود یک سوم محفظه‌ها، درب آن‌ها بسته شده و گاز آرگون به عنوان اتمسفر محافظ به مدت ۱۵ دقیقه داخل محفظه‌ها دمیده شد. آسیاب کردن پودرها تا ۳۵ ساعت برای آلومینیم خالص و تا ۲۵ ساعت برای حالت کامپوزیتی ادامه یافت. ضمن آسیاب کاری، به صورت مداوم داخل محفظه‌ها گاز آرگون دمیده شد. پس از آسیاب پودرها، مخلوط‌های پودری داخل فویل‌هایی از جنس آلومینیوم پیچیده شد و به منظور حذف مواد فعال کننده موجود (اسید استتاریک) به مدت ۱ ساعت در کوره با اتمسفر گاز خنثی آرگون در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد ساعت حرارت داده شدند. پس از این مرحله، پودرها در قوطی‌هایی از جنس آلومینیوم با قطر داخلی حدود ۶۰mm و ارتفاع مناسب ریخته شده و طی دو مرحله آماده شدند. ابتدا با فشار حدود ۲۲۰MPa پرس سرد گردیدند تا چگالی افزایش یابد. این موضوع علاوه بر کمک به افزایش چگالی پس از اکستروژن گرم، مقدرار اکسیداسیون ذرات پودر آلومینیوم را هم کاهش می‌دهد. سپس در قوطی‌ها توسط اعمال فشار بسته و برای مرحله اکستروژن آماده شدند. قبل از آغاز عملیات اکستروژن قوطی‌ها، سنبه و

برای هر دو حالت نانو کامپوزیتی و خالص آسیاب شده (نانوساختار) کمتر از ۱۰۰ نانومتر است، بنابراین یک دلیل بالا بودن استحکام ریز بودن دانه‌ها است. بالا بودن میزان کارسختی (چگالی نابعائیه‌ها) نیز از عوامل دیگر بالا بودن استحکام است.

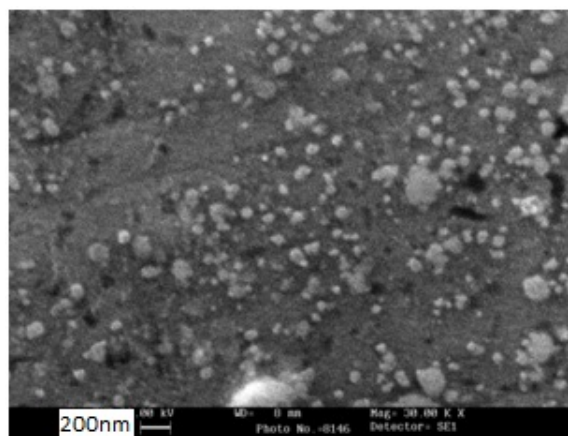
برای حالت نانو کامپوزیت، وجود ذرات ریز تقویت کننده نیز باعث افزایش و حفظ استحکام در دماهای بالا است. همه‌ی این عوامل موجب افزایش چندین برابری استحکام، نسبت به آلومینیم خالص با ابعاد دانه‌های میکرونی شده است که با روش اکستروژن مشابه سایر نمونه‌ها تولید شده ولی آسیاب نشده است. محققین دیگری نیز تأثیر آسیاب کاری و ایجاد نانو کامپوزیت را بطور مشابه گزارش نموده اند [۱۲ و ۱۴].

جدول (۲): تغییرات استحکام کامپوزیت Al-5 vol.%SiC و نمونه Al تولیدی به روش آسیاب مکانیکی و اکستروژن گرم

نمونه	درجه حرارت (oc)	استحکام تسلیم (Mpa)	استحکام نهائی (Mpa)	ازدیاد طول (%)
Al-5%SiC نانو کامپوزیت	۲۵	۵۰۰	۵۳۰	۱۷
Al-5%SiC نانو کامپوزیت	۱۵	-	۴۴۹	-
Al-5%SiC نانو کامپوزیت	۳۰	-	۲۲۵	-
آلومینیم خالص نانو ساختار	۲۵	۲۳۱	۴۶۳	۲۱
آلومینیم خالص نانو ساختار	۱۵	-	۳۶۸	-
آلومینیم خالص نانو ساختار	۳۰	-	۱۷۸	-
آلومینیم خالص آسیاب نشده با ساختار میکرونی	۲۵	۶۴	۸۸	۴۹

برای انجام آزمایش کشش در حالت گرم و دمای اتاق از دستگاه کشش مدل MST ساخت کشور آمریکا با ظرفیت ۱۵ تن استفاده گردید. چگالی نمونه Al-5vol.%SiC و نمونه Al توسط روش ارشمیدس محاسبه شد. جدول (۱) نتایج حاصل را نشان می‌دهد. به منظور تعیین چگالی تئوری از قانون مخلوط‌ها استفاده شده است. نتایج حاصل نشان می‌دهند که پس از اکستروژن تعداد زیادی از حفره‌ها حذف شده‌اند و چگالی به حد تئوری بسیار نزدیک است (>۹۹٪).

شکل (۴) نیز نشان دهنده ریزساختار نانو کامپوزیت Al-5vol.%SiC در بزرگنمایی بالا است. اندازه‌گیری اندازه رسوبات به کمک این شکل بخوبی توزیع مناسبی از ذرات نانو را نشان می‌دهد و همخوانی خوبی با اندازه اولیه ذرات SiC دارد.



شکل (۴): میکرو گراف مربوط به نانو کامپوزیت اکستروژن شده

### ۳- نتایج و بحث

جدول (۲) نتایج آزمایش کشش برای نمونه‌ها را در دمای اتاق و دماهای بالا نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که اولاً استحکام کششی نمونه‌های آلومینیم خالص آسیاب شده و نانو کامپوزیتی نسبت به آلومینیم خالص آسیاب نشده (با اندازه دانه میکرونی) که با همان شرایط تولید شده است، بسیار بالاتر است.

ثانیاً استحکام نمونه‌های نانو کامپوزیتی بالاتر از نمونه‌های آلومینیم خالص نانو ساختار است. با توجه به اینکه اندازه دانه‌ها

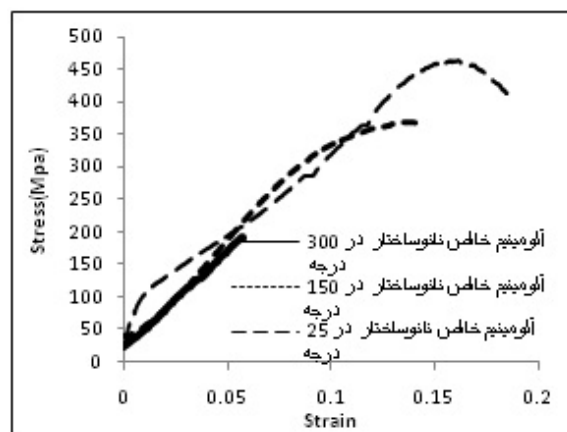
اشکال (۵) و (۶) منحنی‌های تنش- کرنش را برای حالت‌های آلومینیم خالص آسیاب شده و نانو کامپوزیت در دماهای مختلف نشان می‌دهد.

همچنین شکل (۷) نشان دهنده تغییرات استحکام کششی بر حسب دما است. شکل (۷) نشان می‌دهد که استحکام کششی با افزایش دما کاهش می‌یابد ولی، در عین حال نانو کامپوزیت‌ها در هر دمائی دارای استحکام بیشتری نسبت به آلومینیم خالص نانو ساختار هستند. دلایل زیادی برای کاهش استحکام با افزایش دما، بیان شده است.

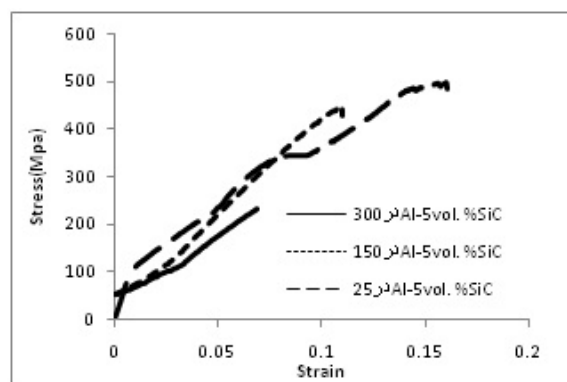
بازیک  $[1]^3$  و ژائو  $[15]^4$  بیان کردند که با افزایش دما، زمینه نرمتر شده و تمرکز تنش در اطراف ذرات در اثر مقادیر مختلفی از ضرایب انبساط حرارتی زمینه و تقویت کننده بوجود آمده است، که این اتفاق نسبت به دمای اتاق، راحت تر رخ می‌دهد. در چنین شرایطی در فصل مشترک ذرات و زمینه یک فرآیند بازیابی دینامیکی، ایجاد می‌شود و بنابراین انتظار می‌رود که هرگونه اختلاف تنشی یا کرنش نامتناسب را بتوان با استفاده از یک فرآیند احیاء و بازیابی به حالت آرامش و آزادی رساند.

این پدیده منجر به کاهش استحکام و سختی می‌شود. اونورو  $[2]^5$  بیشتر بودن استحکام دمای بالا در کامپوزیت‌ها نسبت به حالت غیر کامپوزیتی را به ذرات تقویت کننده نسبت می‌دهد که از طریق انتقال نیرو به ذرات صورت می‌گیرد. ذرات تقویت کننده در دماهای بالا نیز مانع درشت شدن دانه‌ها می‌شود و موجب افزایش بیشتر استحکام کامپوزیت‌ها می‌شود. نقش ریزذرات در جلوگیری از رشد دانه‌ها در نانو کامپوزیت‌های آلومینیم با نانو ذرات کاربید سیلیسیم از یافته‌های کامرانی [۷] نیز می‌باشد که عامل استحکام بالاتر نانو کامپوزیت‌ها در دماهای بالا است.

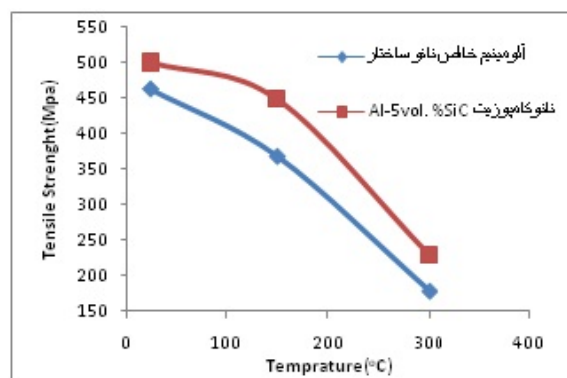
شکست نگاری از مقاطع شکست نشان می‌دهد که برای نانو کامپوزیت، نوع شکست در تمام شرایط عمدتاً حالت ترد است، اما برای آلومینیم خالص از نرمی بالاتری برخوردار است و با کاهش دما تردی بیشتر می‌شود (اشکال ۸ و ۹).



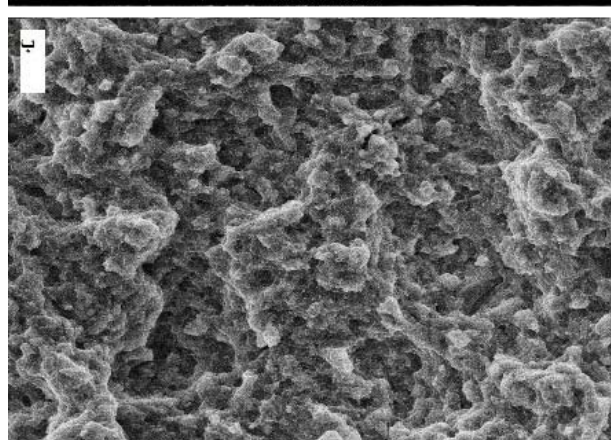
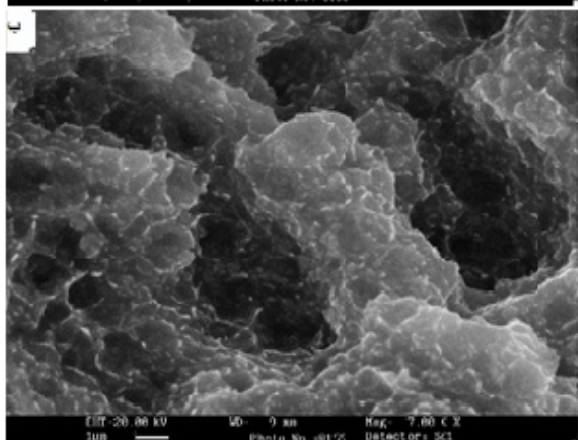
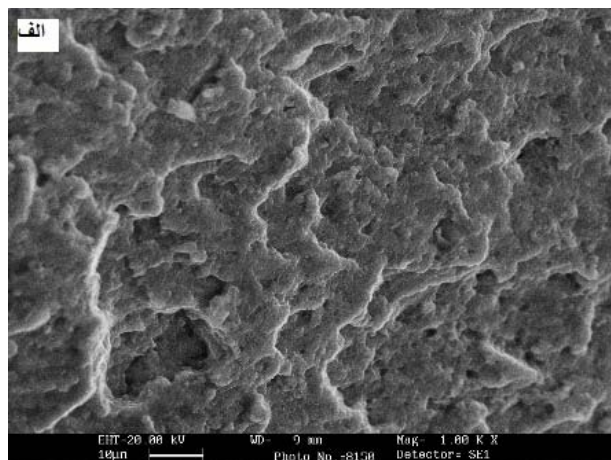
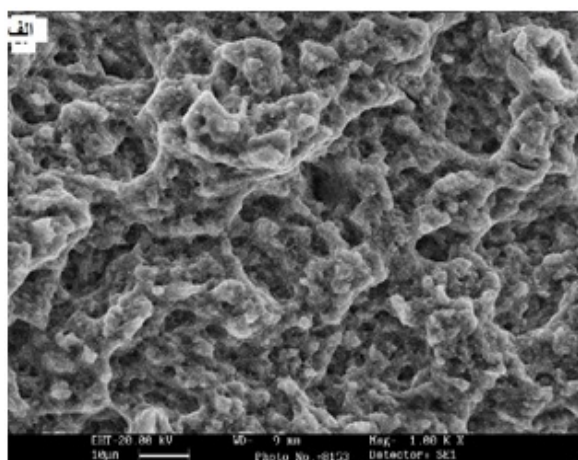
شکل (۵): منحنی‌های تنش- کرنش بر حسب زمان آسیاب برای نمونه‌های آلومینیم خالص نانو ساختار در دماهای مختلف



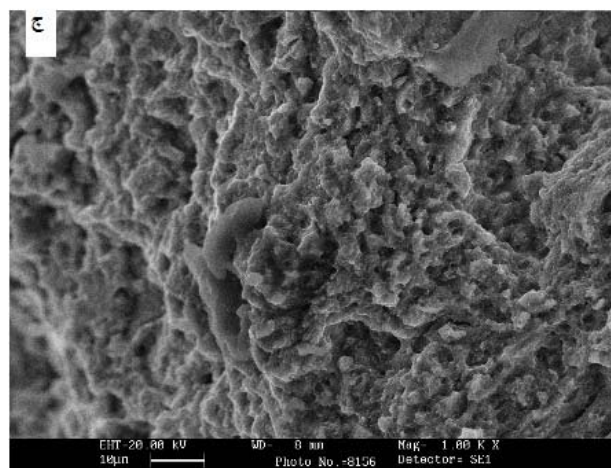
شکل (۶): منحنی‌های تنش- کرنش بر حسب زمان آسیاب برای نمونه‌های نانو کامپوزیت در دماهای مختلف



شکل (۷): تغییرات استحکام نهائی بر حسب زمان آسیاب، برای نمونه‌های آلومینیم خالص نانو ساختار و نانو کامپوزیت در دماهای مختلف



شکل (۹): مقطع شکست نمونه آلومینیم خالص نانو ساختار پس از آزمایش کشش در دمای ۳۰۰ درجه سانتی گراد در ۲ بزرگنمایی مختل



شکل (۸): سطح مقطع شکست نمونه‌های نانوکامپوزیتی پس از آزمایش کشش در دمای (الف): ۳۰۰، (ب): ۱۵۰ و (ج): ۲۵ درجه سانتی گراد

#### ۴- نتیجه گیری

۱- فرآیند آسیاب کاری پودر قبل از تولید قطعه موجب افزایش بسیار زیاد استحکام قطعات تولیدی از طریق متالورژی پودر می‌شود.

۲- افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم تأثیر قابل ملاحظه‌ای در افزایش استحکام دمای بالا و دمای اتاق با فرآیند آسیاب کاری و اکستروژن پودر نسبت به آلومینیم خالص آسیاب شده دارد که می‌توان دلیل آن را وجود نانوذرات سرامیکی کاربید سیلیسیم و انتقال نیرو به آن‌ها دانست.

۳- شکست نگاری نمونه‌ها نشان دهنده شکست ترد برای نانوکامپوزیت و شکست نرم برای آلومینیم خالص نانو ساختار است.

## ۵- مراجع

- [8] L. Blaz a, Z. Sierpinski a, M. Tumidajewicz a, J. Kaneko b, M. Sugamata, "Structures and hot deformation of Al-V2O5 Mechanically Alloyed Composite," Journal of Alloys and Compounds , vol. 378, pp. 343-346, 2004.
- [9] H. Ferkel , B.L. Mordike, "Magnesium Strengthened by SiC Nanoparticles," Materials Science and Engineering A, vol. 298, pp. 193-199, 2001.
- [10] S.F. Hassan , M.J. Tan , M. Gupta b, "High-temperature Tensile Properties of Mg/Al2O3 Nanocomposite," Materials Science and Engineering A, Vol. 486, pp. 56-62, 2008.
- [11] Annual Book of ASTM Standards , Vol.01.02, 1999.
- [12] M. Sherif EL-Eskandarany, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials. New York, U.S.A.: ,William Andrew Publishing , 2000.
- [13] M.A. Meyers , A. Mishra, D.J. Benson, "Mechanical Properties of Nanocrystalline Materials," Progress in Materials Science , Vol. 51, pp. 427-556, 2006.
- [14] F.Tang, M Hagiwara , Julie M. Schoenung, "Microstructure and Tensile Properties of Bulk Nanostructured Al-5083/SiCp Composites Prepared By Cryomilling," Materials Science and Engineering A, Vol. 407, pp. 306-314, 2005.
- [15] D. Zhao, F. R. Tuler, J. Loyd,"Fracture at Elevated Temperatures In A Particle Reinforced Composite"Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 42, pp. 2525, 1994
- [1] D. Božića, M. Vilotijević, V. Rajkovićb and Ž. Gnjidić, "Mechanical and Fracture Behaviour of a SiC-Particle-Reinforced Aluminum Alloy at High Temperature," Materials Science Forum , Vol. 494, pp. 487-492, 2005.
- [2] J. Oñoroa, M.D. Salvadorb, L.E.G. Cambroneroc, "High-Temperature Mechanical Properties of Aluminium Alloys Reinforced with Boron Carbide Particles," Materials Science and Engineering A, vol. 499, pp. 421-426, 2009.
- [3] M. Khakbiz, F. Akhlaghi,"Synthesis and Structural Characterization of Al-B4C Nano-Composite Powdersby Mechanical Alloying," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 479, pp. 334-341, 2009.
- [4] M. Tavoosi, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A. Heidarpour, "Bulk Al-Zn/Al2O3 Nanocomposite Prepared By Reactive Milling And Hot Pressing Methods," Journal of Alloys and Compounds, Vol. 475, pp. 198-201, 2009.
- [5] S. Kamrani, R. Riedel, S.M. Seyed Reihani and H.J. Kleebe, "Effect of Reinforcement Volume Fraction on the Mechanical Properties of Al\_SiC Nanocomposites Produced by Mechanical Alloying and Consolidation," Journal of Composite Materials, Vol. 44, pp. 313-326, 2010.
- [6] U. Cocen and K. Onel, "Ductility and Strength of Extruded SiCp/Aluminum-Alloy Composites," Composites Science and Technology, Vol. 652, pp. 275-282, 2002.
- [۷] سپیده کامرانی، پایان نامه دکتری، "بررسی تأثیر کسر حجمی نانوذرات تقویت کننده بر رفتار رشد دانه‌ها و خواص فشاری نانو کامپوزیت"،  
Al-SiC دانشگاه صنعتی شریف، ۱۳۸۷

## ۶- پی نوشت

- 1- Process control agent
- 2- Attritor
- 3- Bozic
- 4- zhao
- 5- Oñoroa