

## مقاله پژوهشی

## تهیه نانو کامپوزیت Al/B<sub>4</sub>C به روش آلیاژسازی مکانیکی و تاثیر دمای تفجوشی بر دانسیته آن‌ها

صاحبلی منافی\*

دانشکده فنی و مهندسی، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۴۰۰/۰۶/۱۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۴۰۰/۰۹/۲۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۴۰۰/۰۹/۳۰

## چکیده

نانو کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی در سال‌های اخیر به دلیل چگالی کم، استحکام بالا، مقاومت به خزش بالا و پایداری حرارتی مناسب، گسترش چشمگیری داشته‌اند. در این تحقیق، مخلوط پودر آلومینیوم و کاربید بور جهت تهیه نانو کامپوزیت Al/B<sub>4</sub>C استفاده شدند. سپس نمونه‌ها بوسیله پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) تحت بررسی‌های ساختاری و آنالیز عنصری قرار گرفتند. بررسی‌های فازی از مواد اولیه و نانو کامپوزیت‌های تهیه شده با استفاده از XRD انجام شد و اندازه دانه به همراه کرنش شبکه به روش ویلیامسون-هال تعیین گردید. سپس پودرهای بدست آمده جهت تهیه نمونه‌های حجمی، در قالب فولادی تحت پرس سرد قرار گرفتند. حضور ذرات سخت کاربید بور باعث سایش محفظه و گلوله‌ها می‌شود و در نتیجه آهن به صورت ناخالصی به سیستم وارد می‌گردد. نتایج بدست آمده توسط روش ویلیامسون-هال نشان داد که اندازه کریستالیت و کرنش شبکه زمینه آلومینیوم در کامپوزیت تقویت شده با ذرات تقویت کننده نانو، نسبت به ذرات تقویت کننده میکرونی کمتر است.

**واژه‌های کلیدی:** کاربید بور، کامپوزیت زمینه فلزی، Al/B<sub>4</sub>C، آلیاژسازی مکانیکی، دانسیته.

## ۱- مقدمه

می‌گیرند. این کامپوزیت‌ها به دلیل داشتن خواص بی‌نظیری مانند استحکام بالا، چگالی پایین، مقاومت به خوردگی خوب، قابلیت عملیات حرارتی‌پذیری، فرآیندهای تولید متنوع و غیره توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند، بطوریکه امروزه به عنوان یک ماده سازهای پیشرفته مورد استفاده قرار گرفته و حجم زیادی از تحقیقات را به خود اختصاص

کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی (Al-MMCs) تقویت شده با ذرات سرامیکی به دلیل خواص مکانیکی و فیزیکی مناسب بطور گسترده در صنایع مختلف مانند صنایع نظامی، خودروسازی، هوافضا و انرژی هسته‌ای مورد استفاده قرار

\* عهده‌دار مکاتبات: صاحبلی منافی

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شاهرود، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، دورنگار: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، پست الکترونیکی: a\_manafi@iau-shahrood.ac.ir

ترک می‌باشد. تمامی موارد گفته شده منجر به ارتقاء خواص مکانیکی کامپوزیت‌های تولید شده به روش آسیاکاری مکانیکی در مقایسه با روش‌های متالورژی پودر (PM) و ریخته‌گری گردابی می‌شود. فرآیند آسیاکاری مکانیکی در آسیاهای با انرژی بالا انجام می‌شود. آسیای پرانرژی نوعی آسیا است که به دلیل نوع طراحی خاص خود و سرعت چرخش بالای گلوله‌ها می‌تواند انرژی بالایی را به مواد آسیاشونده منتقل کند. انواع مختلفی از تجهیزات آسیا نمودن پرانرژی برای تولید پودرهای آسیا شده مکانیکی مورد استفاده قرار گرفته است. این آسیاها در مکانیزم، ظرفیت، کارایی و تجهیزات ثانویه برای سرد نمودن و حرارت دادن و غیره باهم تفاوت دارند [۱۸-۱۰]. از خواص دیگر  $B_4C$  وابسته بودن نقطه ذوب به نسبت بور به کربن می‌باشد به طوری که با افزایش نسبت بور به کربن نقطه ذوب نیز افزایش می‌یابد. از خواص مهم این ماده که کاربردهای آن را بسیار گسترش داده است دانسیته پایین کاربید بور می‌باشد به طوری که  $B_4C$  کمترین دانسیته را در بین مواد فوق‌العاده سخت دارد. همچنین دانسیته کاربید بور مانند نقطه ذوب آن تابعی از نسبت بور به کربن می‌باشد و نوساناتی بین ۲/۴۹ تا  $۲/۶۲ \text{ g/cm}^3$  دارد. خاصیت دیگر کاربید بور استحکام بالای آن می‌باشد. جدول ۱ استحکام خمشی و فشاری و مدول الاستیسیته چند ماده با سختی بالا را نشان می‌دهد [۴، ۱۹، ۲۰].

جدول ۱: استحکام خمشی، فشاری و مدول یانگ مواد سخت [۱۹].

| مواد               | استحکام خمشی<br>$\text{kg/mm}^2$ | استحکام فشاری<br>$\text{kg/mm}^2$ | مدول الاستیسیته<br>$\text{kg/mm}^2$ |
|--------------------|----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|
| کاربید بور         | ۳۰-۵۰                            | ۲۸۰                               | ۴۶۰۰۰                               |
| کاربید سیلیکون     | ۳۰-۴۰                            | ۱۵۰                               | ۴۸۰۰۰                               |
| کاربید تنگستن      | ۳۰-۵۰                            | ۳۰۰                               | ۷۲۰۰۰                               |
| کاربید تیتانیوم    | ۳۰-۴۰                            | ۳۰۰                               | ۴۰۰۰۰                               |
| دی بوراید تیتانیوم | ۳۰-۴۰                            | ۱۸۰                               | ۳۷۴۰۰                               |

داده‌اند. در واقع در این کامپوزیت‌ها زمینه داکتیل آلومینیومی با ذرات سرامیکی تقویت می‌شود که ترکیبی از خواص فلزی (داکتیلیته و تافنس) و خواص سرامیکی (استحکام و مدول بالا) را بوجود می‌آورد [۴-۱]. در بین ذرات سرامیکی، کاربید بور ( $B_4C$ ) به دلیل نقطه ذوب زیاد ( $۲۴۵۰^\circ \text{C}$ )، مدول بالا ( $۴۴۵ \text{ GPa}$ )، سختی بالا، مقاومت شیمیایی عالی، جذب بالای نوترون، و چگالی پایین ( $۲/۵۴ \text{ g/cm}^3$ )، به تقویت کننده‌ای مناسب در ساخت کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تبدیل شده است. علاوه بر این، به دلیل قابلیت بالای ایزوتوپ  $B_{10}$  در جذب نوترون، کامپوزیت‌های  $Al-B_4C$  کاربردهای ویژه‌ای در صنایع هسته‌ای پیدا کرده‌اند [۹-۵].

روش‌های ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات سرامیکی از جمله کامپوزیت‌های  $Al-B_4C$  را می‌توان در دو گروه طبقه‌بندی نمود: روش‌های حالت مایع، مانند ریخته‌گری گردابی، روش‌های حالت جامد، مانند متالورژی پودر و آسیاکاری مکانیکی. بطور کلی، روش‌های حالت جامد مانند متالورژی پودر و آسیاکاری مکانیکی معمولاً برای تولید کامپوزیت‌های ذره‌ای با خواص مکانیکی بالا مورد استفاده قرار می‌گیرند. زیرا این روش‌ها توزیع یکنواختی از ذرات ثانویه در زمینه را ایجاد می‌کنند. بنابراین کامپوزیت‌های تولید شده با استفاده از این روش‌ها دارای خواص ایزوتروپ می‌باشند. علاوه بر این، چون دما در این روش‌ها نسبت به روش‌های حالت مایع (مانند ریخته‌گری گردابی) بسیار کمتر است؛ بنابراین از انجام واکنش‌های ناخواسته بین زمینه و تقویت کننده که معمولاً منجر به افت خواص مکانیکی می‌شوند، جلوگیری به عمل آمده و جدایش ذرات تقویت کننده به حداقل می‌رسد. یکی از مهمترین مزیت‌های روش آسیاکاری مکانیکی نسبت به سایر روش‌ها، دستیابی به توزیع کاملاً یکنواخت ذرات به دلیل ریزدانه شدن ساختار در حین انجام فرآیند است. همچنین فصل مشترک ذره و زمینه در روش آسیاکاری مکانیکی از کیفیت بسیار بالاتری برخوردار است؛ به عبارت بهتر، فصل مشترک بوجود آمده در این روش عاری از هرگونه حفره و

علیزاده و همکارانش [۲۴] در سال ۲۰۱۰ از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی برای سنتز نانوپودر آلومینیوم در آسیاب ماهواره‌ای تحت اتمسفر آرگون و به مدت ۲۰ ساعت استفاده کردند. همین فرآیند را نیز برای تولید نانوپودر کامپوزیتی Al-4%B<sub>4</sub>C به عنوان تقویت کننده در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی مورد استفاده قرار دادند. آن‌ها مشاهده کردند که افزودن ذرات کاربید بور باعث تسریع فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، افزایش نرخ کارسختی و شکسته شدن زمینه Al می‌شود و همچنین در مقایسه با Al نانو ساختار، با افزودن ۲ و ۴ درصد وزنی B<sub>4</sub>C به زمینه Al، استحکام تسلیم به ترتیب ۱۱ و ۱۷ درصد افزایش پیدا کرد در حالی که درصد ازدیاد طول به ترتیب ۳۸ و ۵۲ درصد کاهش داشته است.

در این پژوهش از روش آلیاژسازی مکانیکی که از متداول‌ترین تکنیک‌های متالورژی پودر است، برای ساخت پودر نانو کامپوزیتی زمینه فلزی Al/B<sub>4</sub>C استفاده شد و تاثیر دمای تف جوشی بر دانسیته و سایر خواص آن مورد ارزیابی قرار گرفت.

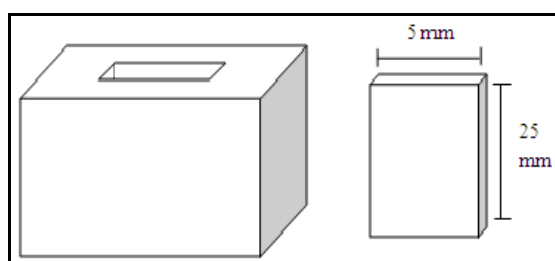
## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از پودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۷ درصد با اندازه دانه حدود ۲۰ میکرومتر به عنوان فاز زمینه و پودر کاربید بور با دو اندازه دانه ۵۰ نانومتر و ۳۰ میکرومتر با خلوص ۹۹/۵ درصد به عنوان فاز تقویت کننده استفاده شد. آنالیز پرتو ایکس (XRD) جهت تعیین ترکیب شیمیایی پودرهای اولیه انجام شد (شکل ۱a,b). به منظور تعیین شکل و مورفولوژی ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM-EDX) استفاده شد. پس از آسیاکاری مکانیکی پودرها، از روش پرس و تف جوشی به منظور چگالش استفاده شد. جهت تهیه روش نمونه‌های آزمایشگاهی، ابتدا دو بیج ۳۰ g از مواد اولیه تهیه و توزین گردید. پودر آلومینیوم یکبار با ۲/۵ درصد وزنی از پودر کاربید بور نانومتری و بار دیگر با پودر کاربید بور میکرومتری در آسیاب سیاره‌ای مخلوط گردید. به منظور مقایسه، زمان آسیاکاری برای هر

در سال ۲۰۱۳، Krishna و همکارانش [۲۱]، با استفاده از روش ریخته‌گری گردابی کامپوزیت‌های زمینه فلزی Al/B<sub>4</sub>C را با اندازه ذرات مختلف کاربید بور (۳۷، ۴۴، ۶۳، ۱۰۵ و ۲۵۰ میکرون) تهیه کردند و ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت را مورد بررسی قرار دادند. بر اساس نتایجی که از تست استحکام کششی بدست آوردند، کاربید بور با اندازه ۱۰۵ میکرون را انتخاب نموده و با درصد وزنی‌های ۶، ۸، ۱۰ و ۱۲ مورد بررسی قرار دادند. بیشترین استحکام کششی را برای کامپوزیت در اندازه ذره ۱۰۵ میکرومتر با مقدار ۱۷۶/۳۷ MPa گزارش کردند. اما در مورد درصد وزنی‌های مختلف، استحکام کششی برای ۶ و ۸ درصد وزنی B<sub>4</sub>C افزایش یافت ولی با افزایش درصد وزنی تقویت کننده به ۱۰ و ۱۲، استحکام کششی کاهش یافت. همچنین بیشترین مقدار سختی و یکرز را برای کامپوزیت با اندازه ذره (کاربید بور) ۲۵۰ میکرون گزارش نمودند. در سال ۲۰۱۲، Rama-Rao و همکارانش [۲۲] کامپوزیت Al/B<sub>4</sub>C را بوسیله روش ریخته‌گری گردابی تهیه کردند. در این روش ذرات کاربید بور پیش گرم شده و آلیاژ آلومینیوم ذوب شده به صورت دستی به مدت ۲۰ دقیقه باهم مخلوط شدند و به داخل قالب فولادی ریخته شدند و نمونه‌ها به شکل میله‌های ریخته‌گری آماده شدند. آن‌ها نتیجه گرفتند که توزیع یکنواختی از ذرات کاربید بور در ماتریس زمینه بدست آمد. همچنین مشاهده کردند که افزایش مقدار کاربید بور باعث افزایش سختی، مقاومت فشاری و کاهش چگالی کامپوزیت گردید [۲۲]. Abdullah و همکاران [۲۳]، در سال ۲۰۱۲ کامپوزیت Al/B<sub>4</sub>C را با استفاده از روش متالورژی پودر تهیه کردند. بدین منظور، پودرهای آلومینیوم و کاربید بور (با درصد‌های ۰، ۵ و ۱۰ درصد وزنی) را توسط بالمیل مخلوط کرده و پودرهای بدست آمده را در دمای ۸۵۰ °C به مدت ۲ ساعت زینتر کردند. آن‌ها پارامترها را در طول زمان‌های ۸ و ۱۶ ساعت کنترل می‌کردند. به عنوان یک نتیجه نشان دادند که سختی کامپوزیت‌ها با ۱۰ درصد وزنی B<sub>4</sub>C بیشتر از کامپوزیت با ۵ درصد وزنی B<sub>4</sub>C است.

در این تحقیق از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای مدل P5 جهت آلیاژسازی مکانیکی استفاده شد. یکی از ویژگی‌های آسیاب سیاره‌ای چرخش مجموعه دستگاه و محفظه پودرها در دو جهت متفاوت است. همین امر باعث جدا شدن گلوله‌ها از دیواره آسیاب و پرتاب آن‌ها در محفظه می‌شود.

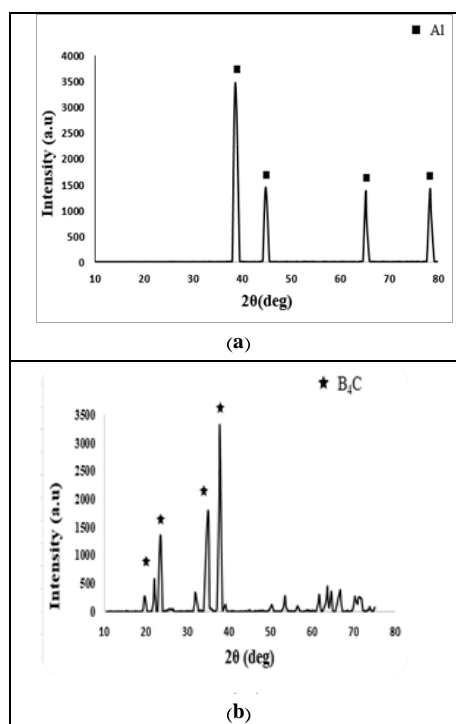
پس از انجام عملیات آسیابکاری مکانیکی نمونه‌ها تحت پرس تک محوره با فشار ۲۰۰ MPa قرار گرفتند. در نهایت شمش‌های مستطیلی با ابعاد  $3 \times 5 \times 25 \text{ mm}^3$  بدست آمد. تصویر شماتیک از قالب پرس در شکل ۲ نمایش داده شده است.



شکل ۲: قالب مکعبی استحکام خمشی استفاده شده برای پرس.

آزمایش‌های پراش پرتو ایکس (XRD) جهت بررسی‌های ساختاری نمونه‌های تولید شده با استفاده از لامپ مس انجام شد. از الگوی پراش پرتو ایکس می‌توان اطلاعاتی نظیر پارامتر شبکه کریستالی، اندازه کریستال‌ها و میکرو کرنش‌ها را استخراج کرد. اصولاً کوچک شدن اندازه دانه‌ها و افزایش میکرو کرنش‌های داخلی سبب پهن شدن پیک‌ها می‌شود. البته در کنار این دو عامل، پهن شدن پیک‌ها ناشی از خطای دستگاهی نیز مهم می‌باشد. اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش موجود در شبکه بلوری ذرات پودر با تکنیک پهن شدن پیک‌های پرتو ایکس بدست آمد. پیک‌های پرتو ایکس به دو دلیل پهن می‌شوند: (۱) کمتر از  $100 \text{ nm}$  بودن بلورها و (۲) کرنش موجود در شبکه ماده. می‌توان اثرات موارد فوق بر روی پهن شدن پیک‌ها را با روش‌های استاندارد از یکدیگر تفکیک کرد. روش اول مورد بحث در این پژوهش بر اساس رابطه شرر می‌باشد:

ترکیب، ۱ و ۲ ساعت در نظر گرفته شد. از اسید استناریک به عنوان PCA و به منظور جلوگیری از جوش سرد اضافی در آسیابکاری استفاده شد. پارامترهای آسیابکاری در جدول ۲ آورده شده است. جهت جلوگیری از اکسیداسیون پودرها، اتمسفر Ar حین آسیابکاری استفاده شد.



شکل ۱: XRD از مواد اولیه، (a) پودر Al و (b) کاربرد بور میکرونی.

جدول ۲: پارامترهای آسیابکاری.

|   |                           |
|---|---------------------------|
| جنس و محفظه گلوله‌ها                      | فولاد ضد زنگ              |
| مقدار پودر در هر مرحله                    | ۳۰ g                      |
| نسبت وزنی گلوله به پودر                   | ۷:۱                       |
| سرعت چرخش محفظه                           | ۲۷۰ rpm                   |
| وزن گلوله‌ها در هر مرحله                  | ۲۱۰ g                     |
| اتم‌سفر آسیاب                             | گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹  |
| مقدار و نوع عامل کنترل کننده فرآیند (PCA) | ۲ درصد وزنی اسید استناریک |
| زمان آسیاب                                | ۱ و ۲ ساعت، ۲۰ ساعت       |

آسیاکاری مکانیکی سه مکانیزم اصلی بر مورفولوژی ذرات پودر حاکم است که عبارتند از: (۱) مکانیزم تغییر شکل پلاستیک، (۲) مکانیزم شکست و (۳) مکانیزم جوش سرد [۲۴]. به عبارت بهتر پودر آلومینیوم اولیه که داکتیل و دارای مورفولوژی کروی هستند، در اثر برخورد های شدید گلوله ها، بین آن ها محبوس شده و تغییر شکل می دهند و به صورت لایه ای یا ورقه ای در می آیند (شکل ۳a). ذرات B<sub>4</sub>C نیز که ترد هستند در اثر ضربات وارده، خرد شده و به ذرات ریزتری تبدیل می شوند. با ادامه فرآیند آسیاکاری، ذرات ورقه ای شکل آلومینیوم تحت ضربات بیشتر قرار گرفته و دچار تغییر شکل بیشتری می شوند. مکانیزم جوش سرد فعال شده و پودر های ورقه ای آلومینیوم را به هم متصل می کند. ذرات خرد شده B<sub>4</sub>C نیز بین ورقه های Al محبوس می شوند. بعد از مدتی ذرات Al به دلیل کار سختی زیاد ناشی از کار زیاد و پخش شدن ذرات ریز B<sub>4</sub>C در داخل آن ها، ترد شده و به ذرات کوچکتری می شکنند (شکل ۳b,c). با استفاده از آنالیز طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS)، مشاهده می شود که با افزایش زمان آسیاکاری شدت پیک های آلومینیوم کاهش می یابد. این کاهش شدت پیک به افزایش عیوب و مرز دانه ها در اثر آسیاب نسبت داده می شود. کار سرد شدید هنگام آسیاکاری کردن باعث پدید آمدن نابجایی می شود. با افزایش کار سرد و پیوستن نابجایی ها به این شبکه ها، مرز دانه های فرعی و سپس اصلی تشکیل می شود. در کنار کاهش اندازه دانه، عیوب نقطه ای، نقص در چیده شدن و نابجایی ها نیز باعث کاهش شدت پیک خواهند شد [۲۵]. واضح است که کاهش اندازه ذرات سرامیکی به پودر آلومینیوم باعث پهن شدن پیک می شود. همچنین تغییر مکان پیک های الگوی پراش پرتو ایکس، نشان دهنده انحلال ناخالصی ها در شبکه آلومینیوم می باشد [۲۵]. ضربات پیوسته و مداوم به دیواره آسیاب و گلوله ها می تواند باعث ورود ناخالصی آهن به سیستم شود. در سیستم حاوی Al خالص، وجود ذرات نرم آلومینیوم قادر به سایش محفظه نمی باشد.

$$d = 0.9\lambda / b \cos\theta \quad (1)$$

در این رابطه،  $b$  پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان،  $\lambda$  طول موج پراش پرتو ایکس استفاده شده بر حسب  $nm$ ،  $d$  قطر متوسط دانه ها بر حسب  $nm$  و  $\theta$  زاویه پراش بلندترین پیک بر حسب رادیان می باشد. این رابطه هنگامی قابل استفاده است که اندازه های دانه های بلوری کمتر از  $0.1$  میکرون باشد. اندازه دانه های محاسبه شده با کمک رابطه شرر تخمینی خواهد بود. با اعمال نسبت های تصحیح مربوط به کرنش و خطای دستگاه می توان دقت این روش را بهبود داد.

روش دوم که به هر سه عامل بالا توجه می کند، روش ویلیامسون-هال مطابق رابطه زیر است:

$$b \cos\theta = 0.9\lambda / d + 2\eta \sin\theta \quad (2)$$

در این رابطه،  $\eta$  کرنش موجود در شبکه بلوری می باشد. طبق رابطه بالا،  $b \cos\theta$  بر حسب  $2\sin\theta$  رسم می شود. شیب خط نشان دهنده کرنش موجود در شبکه و عرض از مبدا آن، اندازه متوسط دانه ها را نشان می دهد.

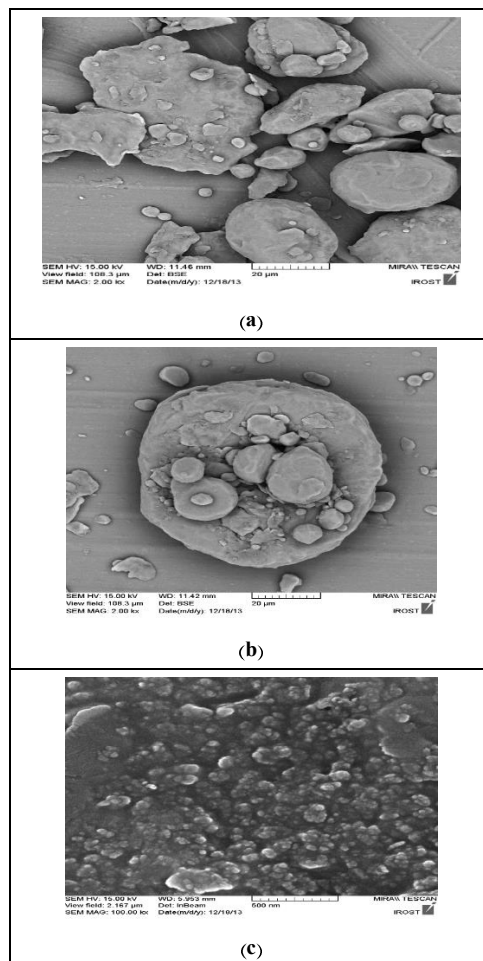
تغییرات ایجاد شده در ریخت ذرات پودر پس از آلیاژسازی ارزیابی شد. با استفاده از این تغییرات می توان زمان پایا برای آسیاکاری را بدست آورد. به این منظور از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل MIRA\TESCAN با ولتاژ کاری  $15 \text{ kV}$  استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

به منظور بررسی تاثیر زمان آسیاکاری بر روی مورفولوژی همانطور که قبلا اشاره شد، پودرها به مدت ۲ ساعت و ۲۰ ساعت آسیاکاری گردیدند. شکل ۳a-c مورفولوژی ذرات پودر های کامپوزیتی پس از ۲ ساعت آسیاکاری را با بزرگنمایی های مختلف نشان می دهد. بطور کلی در فرآیند

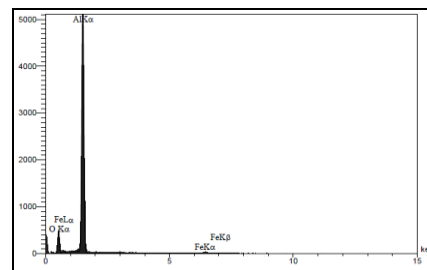
اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش موجود در شبکه ذرات پودر با روش ویلیامسون-هال محاسبه شد. شکل ۵ مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) مربوط به پودر کامپوزیت و نانو کامپوزیت  $Al-2.5\%B_4C$ ، پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری را نشان می‌دهد. به منظور تعیین اندازه دانه به روش ویلیامسون-هال، می‌بایست از مقادیر پهن شدگی پیک‌ها استفاده نمود. شکل ۶a-b، مقدار پهن شدگی پیک‌های حاصل از پراش پرتو ایکس (XRD)، کامپوزیت و نانو کامپوزیت  $Al-2.5\%B_4C$ ، را در زمان‌های مختلف آسیاکاری، نمایش می‌دهد. شیب خط بیان‌کننده میزان کرنش موجود در پودر می‌باشد.

همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاکاری شیب خطوط زیاد می‌شود و در عین حال خطوط مقادیر بالاتری از عرض از مبدا محور Y را قطع می‌کنند. به این ترتیب با افزایش زمان آسیاکاری کرنش شبکه افزایش و اندازه دانه کاهش می‌یابد. همانطور که دیده می‌شود سرعت کاهش اندازه دانه با افزایش زمان آسیاب بیشتر مقدار خود را در زمان‌های اولیه آسیاکاری دارد و پس از آن به حالت پایا می‌رسد. اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش‌های محاسبه شده بر اساس این گراف‌ها در جدول ۳ آورده شده است. با افزایش زمان آسیاکاری، اندازه دانه‌ها کاهش و میزان میکروکرنش افزایش می‌یابد. در مورد مکانیزم کاهش اندازه دانه‌ها می‌توان گفت که در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات پودر در زمان‌های اولیه آلیاژسازی مکانیکی باعث افزایش عیوب کریستالی، بویژه نابجائی‌ها لغزش انجام می‌شود. با تغییر شکل بیشتر، لغزش اریب اتفاق افتاده و فرآیند تکثیر نابجائی‌ها انجام می‌گیرد. در نتیجه مناطقی با دانسیته بالای نابجایی (کلاف) تشکیل می‌گردد. این مناطق سپس به شبکه‌هایی از کلاف‌های درهم نابجائی‌ها تبدیل می‌شود. در اثر فرآیندهای بازیابی این ساختار سلولی به تدریج به دانه‌هایی با مرزهای فرعی تبدیل می‌شود. به این ترتیب دانه‌های اولیه توسط مرزهای فرعی به دانه‌های ریزتر تبدیل می‌شوند.



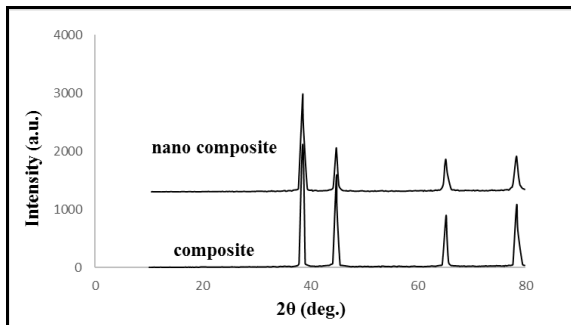
شکل ۳: مورفولوژی ذرات پودر کامپوزیتی پس از ۲ ساعت آسیاکاری در دو بزرگنمایی، (a,b) برای ۲۰۰ و (c) برای ۱۰۰۰ برابر.

در صورتیکه در سیستم‌های کامپوزیتی ذرات سخت کاربرد بور مقدار سایش را شدیداً افزایش می‌دهد. شکل ۴ آنالیز کمی EDS از نمونه کامپوزیتی را در زمان ۲۰ ساعت آسیاکاری نشان می‌دهد که وجود ناخالصی آهن را در زمینه آلومینیوم تایید می‌کند.

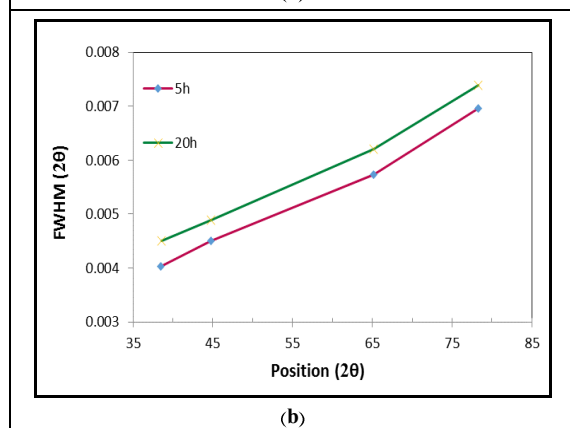
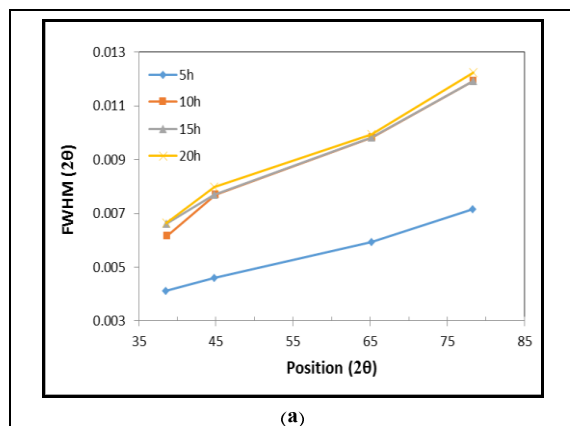


شکل ۴: حضور پیک آهن و اکسیژن در آنالیز کمی EDS از نمونه پودر نانو کامپوزیتی  $Al-B_4C$  در زمان ۲۰ ساعت آسیاکاری.

[۲۷]. با افزایش دانسیته نابعائی‌ها، ریز شدن دانه‌ها سرعت می‌یابد. در این صورت با بکار بردن ذرات کاربید بور نانوسایز، فاصله بین ذرات کاهش می‌یابد که این به معنی برخورد بیشتر بین نابعائی‌ها و ذرات شده و بنابراین دانسیته نابعائی‌ها افزایش می‌یابد. در نتیجه ریز شدن دانه در پودرهای نانو کامپوزیت سرعت می‌یابد [۲۷].



شکل ۵: مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C پس از ۲۰ h آسیابکاری.



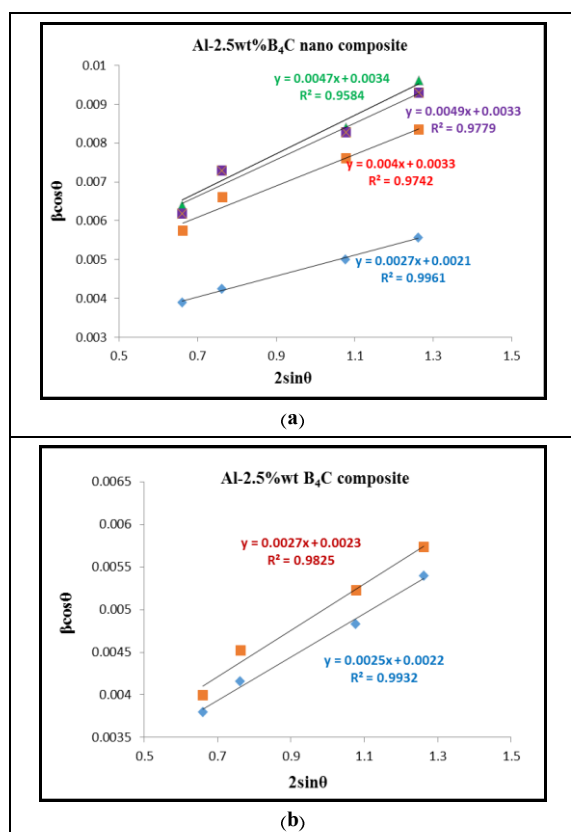
شکل ۶: پهن شدگی پیک‌های XRD در زمان‌های مختلف آسیابکاری، (a) نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C و (b) کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C.

جدول ۳: اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش‌های شبکه محاسبه شده توسط روش ویلیامسون-هال.

| نوع پودر         | Al-2.5%B <sub>4</sub> C | Al-2.5%B <sub>4</sub> C <sub>nano</sub> |
|------------------|-------------------------|---|
| اندازه دانه (nm) | ۶۰                      | ۴۰                                      |
| کرنش شبکه (%)    | ۰/۰۰۱۳۵                 | ۰/۰۰۲۳۵                                 |

با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی و افزایش کرنش ذرات پودر، این فرآیند ادامه یافته و اندازه دانه‌ها به تدریج کاهش می‌یابد و با جذب نابعائی‌های جدید به مرزهای فرعی، مرزدانه با زاویه زیاد تشکیل می‌شوند. اما در نهایت اندازه دانه‌ها به مقدار ثابتی می‌رسد، زیرا بین سرعت بوجود آمدن نابعائی‌ها در اثر کرنش و سرعت حذف آن‌ها در اثر فرآیند بازیابی، تعادل ایجاد می‌شود. لازم به توضیح است که بدلیل دانسیته بالای عیوب کریستالی و افزایش موضعی درجه حرارت ذرات پودر، نفوذ و در نتیجه بازیابی نابعائی‌ها در حین آلیاژسازی مکانیکی امکان‌پذیر است. حداقل اندازه دانه‌ای که با این فرآیند قابل حصول است در نتیجه تعادل بین سرعت بوجود آمدن نابعائی‌ها و سرعت بازیابی و تبلور مجدد ماده تعیین می‌شود. کوچک شدن اندازه دانه‌ها خود عامل محدود کننده‌ای برای ریزتر شدن دانه‌هاست، زیرا در صورتی که دانه‌ها با اندازه نانومتر بدست آید، تغییر شکل از طریق لغزش مرزدانه‌ها انجام شده که منجر به ریز شدن دانه‌ها نخواهد شد. عوامل ذکر شده باعث افزایش مسیرهای مناسب برای دیفوزیون و در نتیجه انتقال سریع ماده می‌شود. نانو ساختار بدست آمده باعث بهبود خواص مکانیکی خواهد شد [۲۶]. پیشرفت ریز شدن دانه با افزودن ذرات کاربید بور به ایجاد نابعائی‌های زیاد، برخورد بین ذرات سخت و نابعائی‌ها نسبت داده می‌شود [۲۶]. به علت اینکه ذرات کاربید بور سخت و غیرشکل پذیر هستند، در نتیجه می‌تواند مانع حرکت نابعائی و افزایش دانسیته نابعائی‌ها شوند. در صورتی که این ذرات تقویت کننده به حدی کوچک باشند (زیر میکرون) مکانیزم خم شدن اوراوان باعث افزایش نابعائی می‌گردد

خطای دستگاه را نیز بر روی پهن شدگی مدنظر داشت. خطای ناشی از توزیع طول موج و خطای هندسی را به عنوان خطای دستگاه در نظر گرفته می‌شود. با استفاده از رابطه ویلیامسون-هال و به کارگیری مقادیر پهن شدگی پیک‌های XRD و مقادیر اندازه دانه، تعیین گردید. شکل Va-b، نمودار ویلیامسون-هال (W-H) برای کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C را نشان می‌دهد.



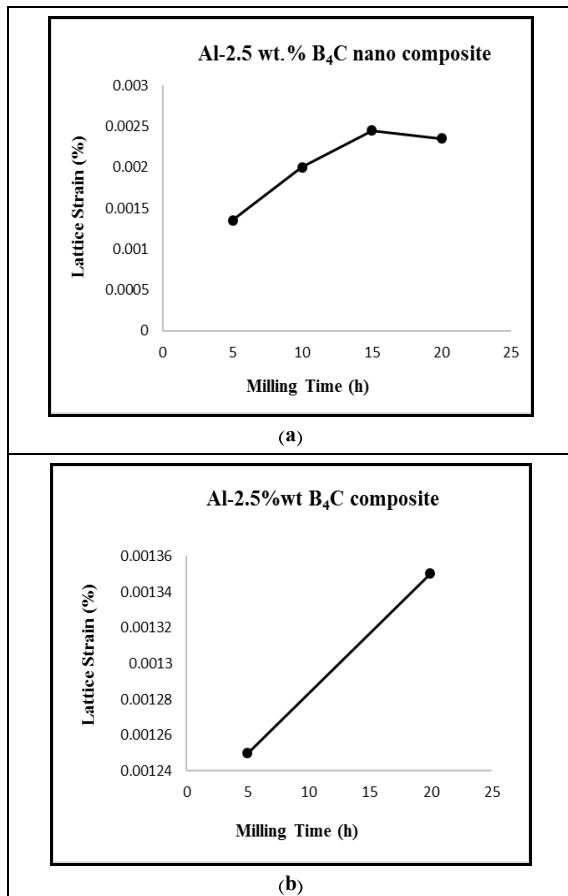
شکل ۷: نمودار ویلیامسون-هال در زمان‌های مختلف آسیاکاری، (a) نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C و (b) کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C.

چنانچه از نمودار ویلیامسون-هال مشاهده می‌گردد، نقاط مشخص شده روی نمودار از تطابق (ضریب همبستگی) نسبتاً خوبی، برخوردار می‌باشند. به کمک عرض از مبدا خطوط مشخص شده در نمودار ویلیامسون-هال، می‌توان اندازه دانه را بدست آورد. بدین صورت که مقدار عرض از مبدا خطوط، بیانگر پهنای حقیقی مربوط به هر پیک می‌باشد [۲۸]. شکل ۸a-b، مقادیر اندازه دانه بدست آمده بر حسب زمان را

مطابق با رابطه ویلیامسون-هال، دو نوع پهن شدگی در پیک‌ها اتفاق می‌افتد. پهن شدگی ناشی از کرنش شبکه و پهن شدگی ناشی از تغییر اندازه دانه که برای اندازه دانه‌های کوچکتر از ۵۰۰ نانومتر معتبر می‌باشد. بطور کلی، عوامل متعددی در پهن شدگی الگوی (XRD) پودرها تاثیر گذارند. برای مثال نقص شبکه، باعث افزایش پهن شدگی می‌گردد که ممکن است مستقل و یا وابسته به درجه بازتاب باشد. در صورتی که بلور در اثر وجود عیوبی مانند نابجایی‌ها، نقص چیده شدن و یا دوقلوبی‌ها به حوزه‌های کوچکتر تقسیم گردد. در این صورت پهن شدگی ناشی از کریستالیت‌ها روی می‌دهد. در حقیقت آنالیز اندازه کریستالیت‌ها در نمونه حاوی این عیوب، تخمین اندازه این حوزه‌ها می‌باشد. از طرف دیگر، نابجایی‌ها، جاهای خالی، اتم‌های بین‌نشین، اتم‌های جانشین و عیوبی از این قبیل، باعث پهن شدگی ناشی از کرنش می‌گردند. با این وجود هر دو نوع پهن شدگی مذکور به یکدیگر مرتبط می‌باشند. زیرا بطور مثال نابجایی‌ها منجر به ایجاد حوزه‌های پرآشی متعدد می‌شوند و این حوزه‌ها منجر به پهن شدگی پیک‌های حاصل از الگوی XRD می‌گردند. به همین علت تعیین مقدار دقیق پهن شدگی پیک‌ها، بسیار مشکل می‌باشد. در آسیاکاری مکانیکی مخلوط پودری کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C، تغییر شکل پلاستیک ذرات پودر در ابعاد میکرومتری روی می‌دهد و به همین علت انرژی داخلی، دانسیته نابجایی‌ها و سایر عیوب، افزایش می‌یابد. علاوه بر این، کار سرد، باعث تغییر در پارامتر شبکه و فاصله بین صفحات اتمی می‌گردد [۲۸]. دانسیته بالای عیوب کریستالی تولید شده در اثر آسیاکاری مکانیکی سبب افزایش کارسختی ذرات پودر می‌گردد. به دلیل تغییر شکل پلاستیکی شدید و شکست‌های مداوم، ابعاد کریستالی ذرات کاهش می‌یابد. پهن شدگی پیک‌های الگوی پراش پرتو ایکس، مبین این نکته می‌باشد. سطح زیاد ذرات پودر آسیاکاری شده، بیانگر مقدار زیاد انرژی ذخیره شده در ذرات است [۲۸]. در کنار تاثیر گذاری اندازه دانه‌ها و کرنش، بر روی پهن شدگی پیک‌های الگوی XRD، بایستی تاثیر



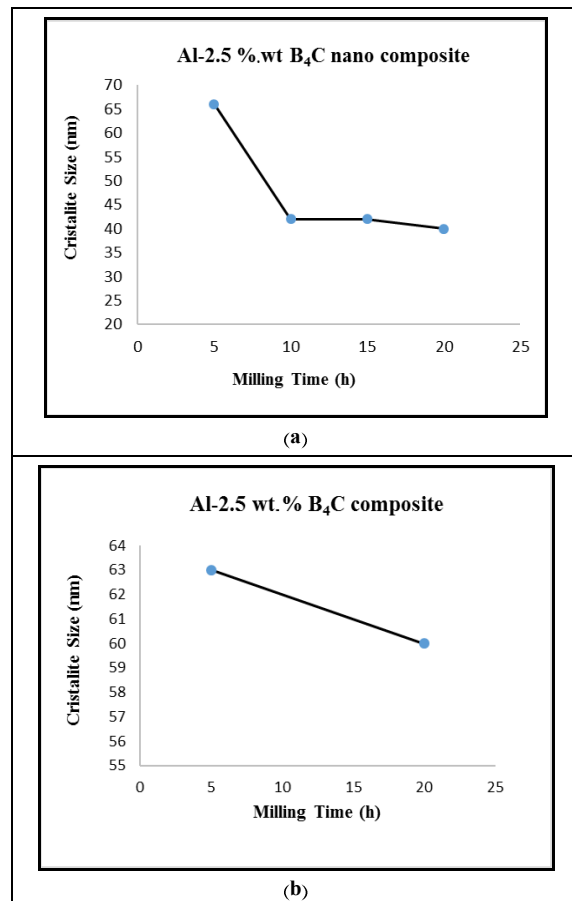
نمودار تغییرات کرنش شبکه بر حسب زمان آسیاکاری نشان می‌دهد، در زمان‌های اولیه آسیاکاری، نرخ افزایش کرنش ایجاد شده، شدت بیشتری داشته و با افزایش زمان آسیاب، این روند با شدت کمتری افزایش یافته است.



شکل ۹: نمودار تغییرات کرنش شبکه بر حسب زمان آسیاب، (a) نانو کامپوزیت B<sub>4</sub>C و (b) ذرات میکرومتری B<sub>4</sub>C.

تف‌جوشی یکی از مهمترین مراحل در ساخت قطعات به روش متالورژی پودر می‌باشد و انجام صحیح آن تاثیر به سزایی بر خواص قطعه حاصله دارد. پارامتر مهم در مرحله تف‌جوشی، دما می‌باشد. برای بررسی تاثیر دما، تف‌جوشی روی نمونه‌ها بین ۶۵۰ تا ۷۶۰ °C صورت گرفت. که نتایج مربوط به تف‌جوشی نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در شکل ۱۰ نشان داده شده است. از آنجائیکه تهیه نمونه‌ها با دانسیته کاملا یکسان، با توجه به امکانات موجود غیرممکن بود، بررسی به صورت نسبی انجام گردید.

برای برای کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C، نمایش می‌دهد.



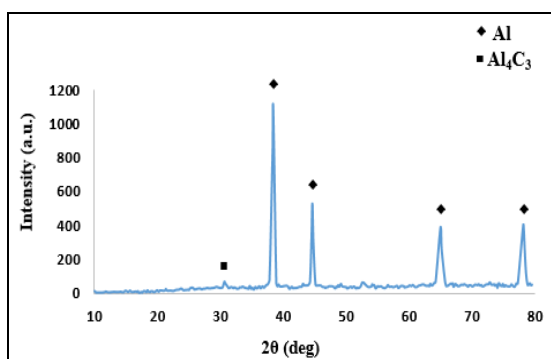
شکل ۸: نمودار اندازه دانه-زمان آسیاب، (a) نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C و (b) کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C.

شکل ۹a-b، نمودار کرنش شبکه بر حسب زمان آسیاکاری را برای کامپوزیت و نانو کامپوزیت Al-2.5%B<sub>4</sub>C، نشان می‌دهد. چنانچه مشاهده می‌شود، با کاهش اندازه متوسط دانه‌ها، مقدار کرنش ایجاد شده در شبکه افزایش می‌یابد. وجود این کرنش در شبکه به دلیل تغییر شکل‌های الاستیکی است که در اثر فرآیند غیرتعادلی آسیاکاری ایجاد می‌گردد [۲۸، ۲۹]. روند کاهش اندازه دانه نشان می‌دهد در زمان‌های اولیه آسیاکاری، کاهش اندازه متوسط دانه‌ها نرخ بیشتری داشته و با افزایش زمان آسیاکاری با مرور این روند به پایداری بیشتری رسیده است. این موضوع در مورد نرخ افزایش کرنش ایجاد شده در شبکه نیز صادق می‌باشد.

برای اطمینان بیشتر و با توجه به اینکه نمونه کامپوزیتی می‌باشد، زمان تف‌جوشی ۲ h در نظر گرفته شد. یکی از مزایای متالورژی پودر نسبت به روش‌های ذوبی ایجاد محدود واکنش شیمیایی در فصل مشترک زمینه و تقویت‌کننده می‌باشد. مهمترین واکنش شیمیایی که در فصل مشترک Al و B<sub>4</sub>C ایجاد می‌شود واکنش زیر است:



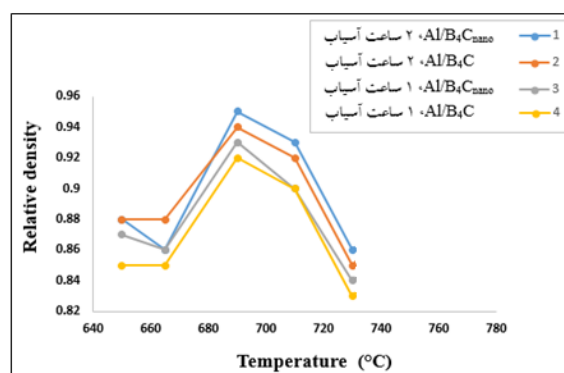
که منجر به تشکیل B و فاز مخرب Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> می‌شود. ترکیب Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> در فصل مشترک زمینه و تقویت‌کننده ایجاد شده و باعث پایین آمدن استحکام و خواص مکانیکی و همچنین کاهش مقاومت به خوردگی می‌گردد.



شکل ۱۱: الگوی XRD یک نمونه تف‌جوشی شده در دمای ۷۱۰ °C.

یکی از مسائل مهم در تف‌جوشی نمونه‌ها در دمای بالا که باید توجه داشت این است که مقدار Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> نباید از یک حد معین بیشتر شود. برای تعیین مقدار این ترکیب از آنالیز XRD کمک گرفته می‌شود. لازم بذکر است که شدت پیک‌ها در منحنی‌های XRD متناسب با مقدار آن‌ها در نمونه است. از طرفی با توجه به اینکه آنالیز XRD حساسیت پایینی دارد در نتیجه بطور قطعی نمی‌توان از عدم فاز Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> مطلع شد و نیاز به آنالیز گر حساس‌تری دارد. همانطور که در شکل ۱۱ دیده می‌شود در دمای ۷۱۰ °C پیک‌های فاز Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> دیده می‌شود.

در تف‌جوشی بدیهی است که هر چه دما بالاتر انتخاب شود، ذرات پودر بهتر به هم خواهند چسبید و خواص بهتری به قطعه خواهند داد پس تا آنجائیکه ممکن است باید دما را بالا برد. اما در انتخاب دمای بالا مسائل و مشکلاتی بوجود می‌آید که باید مدنظر قرار گیرند که از آن جمله می‌توان به ذوب شدن پودر زمینه، تغییر شکل زیاد و اعوجاج نمونه، اکسید شدن بیش از حد و ایجاد فازهای مخرب در فصل مشترک زمینه و تقویت‌کننده اشاره نمود. نکته جالب در تف‌جوشی نمونه‌های کامپوزیتی این است، نمونه‌هایی که بالای نقطه ذوب زمینه تف‌جوشی شده‌اند شکل کلی خود را از دست نداده‌اند و فقط مقداری آلومینیوم به صورت قطره‌ای از نمونه بیرون زده شده است. علت این پدیده را اینگونه می‌توان توضیح داد که به علت ریز ریز بودن ذرات کاربرد بور و پراکندگی خوب در زمینه، فاصله بین ذرات کم است بنابراین ذرات B<sub>4</sub>C یک شبکه صلب ایجاد می‌کنند و هر چه مقدار ذرات B<sub>4</sub>C بیشتر باشد صلیبیت نمونه افزایش می‌یابد و در دمای بالای نقطه ذوب آلومینیوم، اگرچه آلومینیوم زمینه ذوب می‌شود ولی نمی‌تواند سیلان یافته و از نمونه خارج شود.



شکل ۱۰: تغییرات دانسیته نمونه‌های ۱ و ۲ آسیاکاری با دمای تف‌جوشی.

معمولا در روش متالورژی پودر، زمان تاثیر چندانی بر روی تف‌جوشی ندارد و دما تعیین‌کننده می‌باشد. در این پژوهش

- Samuel, *International Journal of Cast Metals Research*, **26**, 2013, 364.
- [8] A. Ramanathan, P.K. Krishnan, R. Muraliraja, *Journal of Manufacturing Processes*, **42**, 2019, 213.
- [9] R. Praveen Kumar, P. Periyasamy, S. Rangarajan, T. Sathish, *Materials Today Proceedings*, **21**, 2020, 504.
- [10] T. Adithiyaa, D. Chandramohan, T. Sathish, *Materials Today Proceedings*, **21**, 2020, 882.
- [11] E. Camci, F. Findik, *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*, **7**, 2019, 1329e44.
- [12] C. Kaboglu, I. Mohagheghian, J. Zhou, Z. Guan, *Journal of Materials Science*, **53**, 2018, 4209e28.
- [13] C. Zhang, Q. Zhu, T.Q. Bui, *International Journal of Damage Mechanics*, **18**, 2020, 1056789519900784.
- [14] C. Suryanarayana, *Progress in Materials Science*, **46**, 2001, 25.
- [15] C. Suryanarayana, C.C. Koch, *Hyperfine Interactions*, **130**, 2000, 5.
- [16] C. Suryanarayana, *International Materials Reviews*, **40**, 1995, 41.
- [17] S.C. Tjong, H. Chen, *Materials Science and Engineering R*, **45**, 2004, 1.
- [18] K.A. Padmanabhan, *Materials Science and Engineering A*, **304**, 2001, 200.
- [19] L. Sigl, *Journal of the European Ceramic Society*, **18**, 1998, 1521.
- [20] A. Lipp, *Technological Review*, **14**, 1995, 28.
- [21] G. Krishna, S. Rao, *International Journal of Metallurgical & Materials*, **3**, 2013, 41.
- [22] S. Rama-Rao, G. Padmanabhan, *International Journal of Materials and Biomaterials Applications*, **23**, 2012, 115.
- [23] Y. Abdullah, *Journal of Nuclear Related Technologies*, **9**, 2012, 293.
- [۲۴] علی علیزاده، "ساخت و بررسی خواص مکانیکی و سایشی نانو کامپوزیت Al/B<sub>4</sub>C"، پایان نامه دکتری، دانشکده مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس، ۱۳۹۰.
- [25] K. Sama-Raju, V.V. Bhanu, G.B. Rudrakshi, S.N. Oih, *Powder Metallurgy*, **46**, 2003, 219.
- [26] K.H. Chang, J. He, D.H. Shin, H.M. Schoenung, *Materials Science and Engineering A*, **356**, 2003, 21.
- [27] Y.C. Kang, S.L. Cha, *Chemical Physics*, **85**, 2004, 438.
- [28] M. Khakbiz, F. Akhlagi, *Journal of Alloys and Compounds*, **479**, 2009, 334.
- [29] M.E. Sharifi, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, *Materials and Design*, **32**, 2011, 63.

## ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، کامپوزیت های Al/B<sub>4</sub>C به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه و ریزساختار اثر زمان و اندازه دانه تقویت کننده بر روی خواص نهایی پودر مورد ارزیابی قرار گرفت. همچنین نمونه های کامپوزیتی با استفاده از روش آسیاکاری مکانیکی و پرس سرد تولید شدند. مطالعات انجام شده نشان داد که با استفاده از پرس سرد نمی توان به دانسیته های بالا رسید. نتایج بدست آمده به شرح زیر است:

- آلیاژسازی مکانیکی منجر به ریز شدن ذرات آلومینیوم و توزیع یکنواخت فاز تقویت کننده در زمینه می گردد.

- پس از رسیدن به مرحله پایداری آلیاژسازی مکانیکی کلیه خواص ریزساختاری مانند اندازه پودر، شکل و توزیع کاربرد بور در زمینه آلومینیوم، ثابت می ماند.

## مراجع

- [1] A. Sinha, *Journal of Nuclear Materials*, **301**, 2002, 165.
- [2] V. Shorokhod, M.D. Kristic, *Material Science Forum*, **283**, 1998, 219.
- [3] L. Shi, *Solid State Communications*, **128**, 2003, 5.
- [4] F. Therenot, *Journal of the European Ceramic Society*, **6**, 1990, 205.
- [5] B. Park, D. Lee, S.B. Lee, S.K. Lee, S. Cho, *Composite Part B*, **181**, 2020, 107584.
- [6] V. Auradi, G.L. Rajesh, S.A. Kori, *Materials and Manufacturing Processes*, **29**, 2014, 194.
- [7] M.F. Ibrahim, H.R. Ammar, A.M. Samuel, M.S. Soliman, F.