

## **SPEX mechanical milling preparation of the Al metal matrix composite powders, reinforced by nanometer size SiC particles**

**M. R. Dashtebayazi<sup>1</sup>, A. Shekoohfar<sup>1</sup>, M. R. Alinejad<sup>2</sup>**

1- *Faculty of mechanical engineering, KNT university of Tehran, IRAN.*

2- *Dept of physics, Ferdowsi university of Mashad, IRAN.*

3- *E-mail: alinejad@ferdowsi.um.ac.ir*

(Received:2/3/2005, received in revised form:17/5/2006)

**Abstract:** The effect of SPEX mechanical milling on a mixture of Al-SiC composites has been investigated. Results of XRD, SEM and commulative size distribution analysis show that the size of crystallites is decreased as milling time increases to 12 hours, while lattice strains are increased. Meanwhile the crystallite size increases with increasing milling time between 12 and 24 hours, but the lattice strains decrease. In addition, average particle size of the composite decreases at initial 6 hours but increases for longer milling times. SEM and TEM micrographs of the productions indicate homogeneous distribution of 50 nm size SiC particles into Al matrix, where the homogeneity increases with increasing milling time.

**Keywords:** *Metal matrix composit, Mechanical mixing, SPEX milling. Al-SiC.*





## تهیه پودر ماده مرکب زمینه آلومنیوم تقویت شده با ذرات نانومتری SiC به روش آسیاب کاری مکانیکی SPEX

محمدرضا دشت بیاضی<sup>۱</sup>، علی شکوفه‌فر<sup>۱</sup>، محمدرضا علی‌نژاد<sup>۲</sup>

۱- دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، دانشکده مهندسی مکانیک، آزمایشگاه تحقیقاتی مواد پیشرفته و نانوتکنولوژی

۲- دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده علوم، گروه فیزیک، آزمایشگاه تحقیقاتی حالت جامد  
پست الکترونیکی: [alinejad@ferdowsi.um.ac.ir](mailto:alinejad@ferdowsi.um.ac.ir)

(دریافت مقاله ۱۳۸۴/۱۲/۱۱، دریافت نسخه نهایی ۱۳۸۵/۲/۲۷)

**چکیده:** مخلوط ماده مرکب زمینه آلومنیوم تقویت شده با SiC به روش آسیاب کاری SPEX تهیه و اثر زمان آسیاب کاری بر اندازه بلورکها، کرنش شبکه و اندازه ذرات بررسی شده است. نتایج به دست آمده نشان می‌دهند که افزایش زمان آسیاب کاری تا حدود ۱۲ ساعت موجب کاهش اندازه بلورکها و افزایش کرنش شبکه، و از ۱۲ تا ۲۴ ساعت باعث افزایش اندازه بلورکها و کاهش کرنش شبکه می‌شود. همچنین در ۶ ساعت اولیه آسیاب کاری، اندازه ذرات ماده مرکب کاهش می‌یابد، در حالی که تداوم آسیاب کاری تا ۲۴ ساعت، کلوخه‌ای شدن و افزایش اندازه ذرات را به دنبال دارد. بررسی ریزساختار نمونه‌ها با تصاویر TEM نمونه‌های آسیاب شده، نشان دهنده نفوذ همگن ذرات SiC با قطر حدود ۵۰ nm در فاز زمینه Al است که میزان همگنی با افزایش زمان آسیاب کاری بهبود می‌یابد.

**واژه‌های کلیدی:** ماده مرکب زمینه فلزی، مخلوط‌سازی مکانیکی، آسیاب کاری *Al-SiC SPEX*

## مقدمه

مواد مرکب زمینه فلزی<sup>۱</sup>، ترکیبهای دو فاز از یک فاز فلزی (ویا آلیاژی) همراه با ذرات ریز سرامیکی هستند که خواص مکانیکی و فیزیکی بهینه‌ای دارند [۱]. ماده مرکب متشکل از فلز آلومنیوم همراه با ذرات سرامیکی SiC، که نقش تقویت‌کننده<sup>۲</sup> را بر عهده دارند، نمونه‌ای از مواد مرکب زمینه فلزی است که کاربردهای گسترده‌ای در صنایع هوا - فضا و خودروسازی دارد. از جمله مهمترین خواص این ماده مرکب عبارتند از: استحکام و ثابت کشسانی<sup>۳</sup> مناسب، پایداری در دماهای بالا، ضریب انبساط دمایی پایین، و مقاومت خوب در برابر سایش [۲]. مواد مرکب زمینه آلومنیوم، یا به روش واکنش در فاز جامد (مانند متالورژی پودر) و یا استخراج از فاز مذاب (مانند ریخته‌گری) تهیه می‌شوند. با توجه به همگنی پایین و امکان حضور فازهای ناخالص (مثل  $Al_4C_3$ ) در نمونه‌های ساخته شده به روش ذوبی، معمولاً روش واکنش در فاز جامد ترجیح داده می‌شود [۳ و ۴]. روش واکنش در فاز جامد معمولاً مبتنی بر فرایند متالورژی پودر است که از مراحل مخلوط کردن، فشردن و شکل دادن، تشکیل می‌شود که مرحله مخلوط کردن نقشی اساسی را بر عهده دارد. با این وجود، مخلوط کردن مستقیم ذرات بسیار ریز تقویت‌کننده با زمینه، با مشکلاتی همراه بوده است [۵]. در واقع نتایج نشان داده‌اند که با کاهش اندازه دانه‌ها یا بلورکها و با افزایش همگنی، و نیز افزایش کرنش در شبکه بلوری آلومنیوم که بیشتر تابعی از روش مخلوط کردن هستند، خواص فیزیکی ماده مرکب Al+SiC بهبود می‌یابد [۶]. در مرحله مخلوط کردن، علاوه بر زمان سرعت و محیط آسیاب کاری، نوع آسیاب نیز اهمیت دارد [۷]. در این کار پژوهشی، اثر زمان آسیاب کاری با استفاده از یک آسیاب پرانرژی نوع SPEX بر مخلوط ماده مرکب آلومنیوم تقویت شده با SiC مطالعه شده است.

در یک آسیاب پرانرژی SPEX، مخلوط پودری فاز فلزی (Al) همراه با ذرات سرامیک تقویت‌کننده (SiC) در معرض برخورد گلوله‌های فولادی قرار می‌گیرند. با انتخاب آسیابی با سرعت مشخص و انتخاب گلوله‌هایی با جرم مناسب، ذرات فاز نرم Al در اثر ضربه گلوله‌ها پی در پی دستخوش تغییر شکل شدید پلاستیکی شده، شکسته می‌شوند، و جوش می‌خورند، که ساختار لایه‌ای و چین‌دار، از جمله مشخصات ظاهری ذرات فاز نرم پس از این مرحله است [۸].

1- Metal Matrix Composites

2- Reinforcement

3- Specific stiffness

این در حالی است که، ذرات فاز تقویت‌کننده SiC که یک فاز ترد است، تنها شکسته شده و به تدریج به اندازه کمینه‌ای با بیشترین سختی می‌رسند. در شرایط بهینه انتظار می‌رود که ذرات ریز فاز تقویت‌کننده بدون واکنش شیمیایی، به تدریج بین لایه‌های فاز فلزی نرم محبوس شوند. در این شرایط، تداوم آسیاب‌کاری منجر به تشکیل پودری یکنواخت از ذرات ریز SiC در زمینه Al خواهد شد که قطعات ساخته شده از آن خواص فیزیکی و مکانیکی بهینه‌ای خواهند داشت [۹]. گرچه نتایج عملیات مخلوط‌سازی مکانیکی ماده مرکب Al-SiC با استفاده از آسیاب‌های سیاره‌ای در مراجع دیده می‌شود [۱۰]، اما اثر آسیاب‌کاری به وسیله آسیاب پرانرژی SPEX بر این ماده تاکنون گزارش نشده که در این کار پژوهشی بررسی شده است. با توجه به انرژی زیاد حین برخورد گلوله‌ها در این نوع آسیاب، در صورت انتخاب شرایط بهینه می‌توان پودر به مراتب همگن‌تری در مقایسه با سایر روشهای دیگر به دست آورد که در آن ذرات بسیار ریز SiC در مقیاس نانومتری در بدنه دانه‌های فاز زمینه (Al) نفوذ کرده‌اند. در ادامه پس از شرح روش آزمایشها، اثر زمان آسیاب‌کاری SPEX در محیط آرگون بر اندازه بلورکها، کرنش شبکه و اندازه ذرات ماده مرکب Al-SiC گزارش می‌شود.

#### روشهای تجربی

برای تهیه پودری همگن از ذرات Al و SiC، پودر آلومینیم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد و ذراتی به قطر متوسط ۳۲ میکرون با پودر سرامیک SiC با خلوص ۹۹ درصد و ذراتی به قطر متوسط ۲۱ میکرون به وسیله مخلوط‌کن به مدت ۲۰ دقیقه مخلوط شدند. نسبت وزنی پودر زمینه (Al) به پودر تقویت‌کننده (SiC) برابر با ۹ به ۱ انتخاب شد. به منظور جلوگیری از جوش خوردن ذرات فاز زمینه و کلوخه‌ای شدن آنها، ۱/۵ درصد وزنی اسید استئاریک به عنوان عامل کنترل‌کننده فرآیند به مخلوط اولیه پودر ماده مرکب اضافه کردیم.

مخلوط همگن پودرهای اولیه همراه با ۶۰ گلوله فولادی با قطر ۸ میلیمتر (نسبت وزنی گلوله به پودر ۸ به ۱ بوده است)، در محیط گاز آرگون در ظرف فولادی مخصوص آسیاب قرار داده شدند و درپوش ظرف با نوار تفلون کاملاً آب‌بندی شد. سپس ظرف محتوی مواد و گلوله‌ها در محل خود در آسیاب پرانرژی SPEX قرار داده شدند و عملیات آسیاب‌کاری با موتور ۱۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۲۴ ساعت انجام گرفت. در این نوع آسیاب، عملیات آسیاب‌کاری با حرکت ارتعاشی ظرف آسیاب در سه جهت عمود بر هم به صورت دورانی و رفت و برگشتی انجام می‌شود. برای جلوگیری از افزایش بی‌رویه دمای ظرف، آسیاب‌کاری پس از هر نیم ساعت به مدت ۱۵ دقیقه متوقف می‌شد تا ظرف آسیاب سرد شود. به منظور بررسی تغییرات

ریزساختاری و اندازه ذرات ماده مرکب، پس از ۶، ۱۲، ۱۸ و ۲۴ ساعت آسیاب کاری، نمونه‌هایی را از محفظه آسیاب در محیط گاز خنثی آرگون خارج کردیم. ضمن این که برای حفظ نسبت وزنی گلوله به پودر در مقدار ۸ به ۱، پس از هر مرحله نمونه‌برداری به مقدار مناسب از تعداد گلوله‌ها کاسته می‌شد.

بررسی‌های ریزساختاری و آنالیز فازی نمونه‌ها با پراش پرتو ایکس زیر تابش  $\text{Cu-K}\alpha$  و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) در دانشگاه تربیت مدرس تهران، و نیز میکروسکوپ الکترونی تراکسیلی (TEM) در دانشگاه فردوسی مشهد انجام شد. توزیع اندازه ذرات با استفاده از دستگاه لیزری آنالیز شد و اندازه و توزیع ذرات مدل Fritsch به دست آمد. این دستگاه قادر است توزیع اندازه ذرات را در بازه ۰/۱ تا ۱۰۰۰ میکرون با دقتی در حدود  $\pm 0.1$  میکرون بررسی کند.

### نتایج

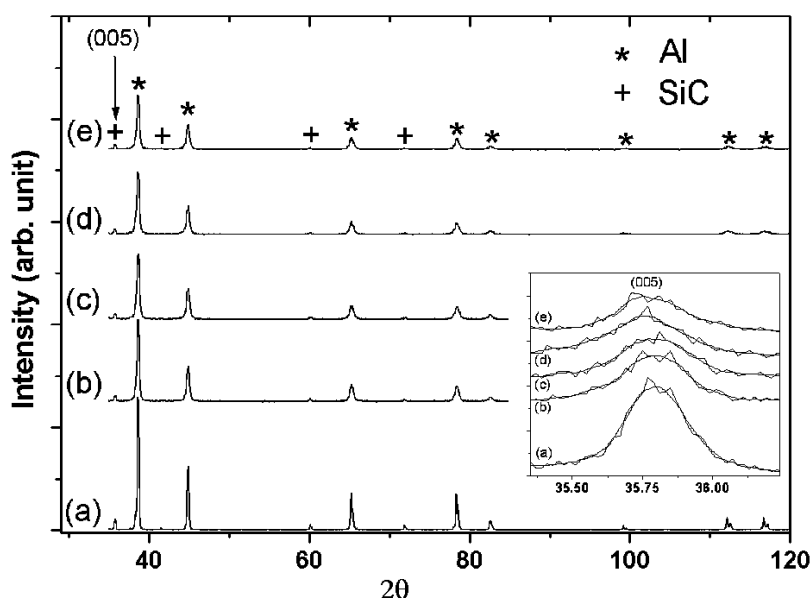
نقشهای پراش پرتو X به دست آمده از مخلوط همگن اولیه و آسیاب کاری شده به مدت ۶، ۱۲، ۱۸ و ۲۴ ساعت در شکل ۱ نشان داده شده‌اند. شکل ۲ که در آن نقش پراش پرتو X نمونه آسیاب کاری شده به مدت ۲۴ ساعت رسم شده است، نشان می‌دهد که فازهای ناخالص (مثل  $\text{Al}_4\text{C}_3$  یا  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) تشکیل نشده‌اند و نمونه به شکل یک ماده مرکب متشکل از Al و SiC است. شکل ۱ نشان می‌دهد که با افزایش زمان آسیاب کاری، پهنای قله‌های پراش مربوط به هر یک از دو فاز Al و SiC افزایش و شدت آنها کاهش می‌یابد. این مهم می‌تواند ناشی از کاهش اندازه بلورکها و نیز افزایش کرنش در شبکه بلوری باشد. برای بررسی این مسئله، اندازه بلورکها و کرنش شبکه به روش ویلیامسون و هال تعیین شدند [۱۱]. بدین منظور، نخست به پودر آلومینیم به اندازه کافی گرما داده شد، به طوری که انتظار می‌رفت شبکه بلوری‌اش تحت کرنش قابل ملاحظه‌ای نباشد، سپس نقش پراش پرتو X آن اندازه‌گیری شد. با اندازه‌گیری پهنای شدیدترین قله پراشی در نیم ارتفاع ( $B_0$  بر حسب رادیان)، خطای دستگاه مورد استفاده بر پهنای قله‌های براگ به دست آمد. سپس، پهنای شدیدترین قله‌های پراش در نیم‌ارتفاع در الگوی پراش پرتو X هر یک از نمونه‌ها اندازه‌گیری شد ( $B_m$  بر حسب رادیان). در روش ویلیامسون و هال، رابطه تعمیم یافته شرر به شکل خطی زیر بازنویسی می‌شود:

$$Y = C \sin\theta + A \quad (1)$$

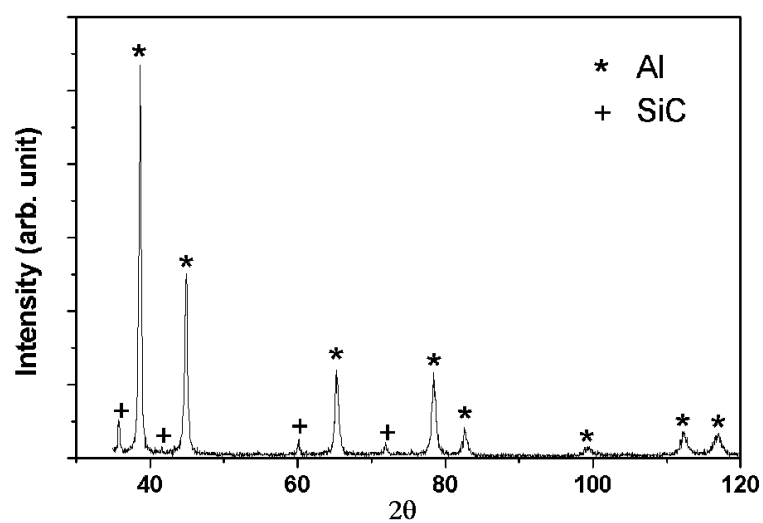
که در آن، کمیت‌های Y و A به شکل زیر بر حسب  $B_0$ ،  $B_m$ ، طول موج پرتو X ( $\lambda$ ) و قطر بلورکها ( $d_c$ ) تعریف شده‌اند:

$$Y = \sqrt{B_m - B_0} \quad A = \frac{V}{d_c} \quad (2)$$

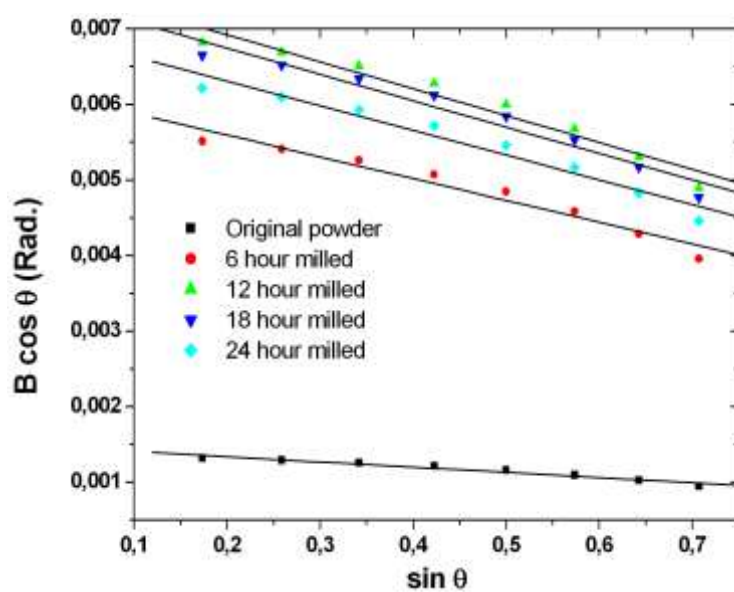
کمیت‌های  $\theta$  و  $C$  در رابطه ۱ به ترتیب نشان دهنده زاویه براگ قله پراش با پهنای  $B_m$  بر حسب رادیان و کرنش شبکه بلوری هستند. در عمل با اندازه‌گیری  $B_m$  و  $\theta$  شدیدترین قله‌های پراش موجود در نقش پراش هر نمونه و ترسیم مقادیر  $Y$  بر حسب  $\sin\theta$  و تطبیق رابطه ۱ با آنها، شیب و عرض از مبدا خط که به ترتیب نشان دهنده کرنش شبکه و اندازه بلورکها هستند به دست می‌آیند. خطوط رسم شده به این ترتیب بر اساس قله‌های پراش مربوط به فاز Al در شکل ۳ نشان داده شده‌اند. تغییر اندازه بلورکها به دست آمده به این روش در شکل ۴ نشان می‌دهد که با افزایش مدت آسیاب کاری، اندازه بلورکهای Al در ۱۲ ساعت اول آسیاب کاری کاهش و از ۱۲ تا ۲۴ ساعت کمی افزایش می‌یابد. به علاوه، مقادیر کرنشها در شکل ۴ نشان می‌دهند که کرنش شبکه بلوری Al در ۱۲ ساعت اول آسیاب کاری در حدود ۰/۱۸٪ افزایش و پس از آن با ادامه آسیاب کاری تا ۲۴ ساعت در حدود ۰/۰۳٪ کاهش می‌یابد.



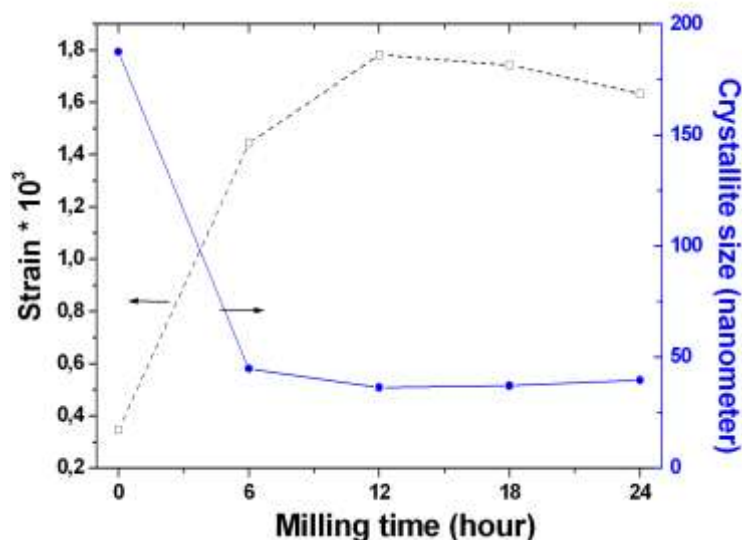
شکل ۱ نقشه‌های پراش پرتو ایکس از نمونه‌های Al + SiC اولیه (a)، و آسیاب‌شده به مدت (b) ۶ ساعت، (c) ۱۲ ساعت، (d) ۱۸ ساعت و (e) ۲۴ ساعت. بخش داخلی: تصویر درشت شده ناحیه  $2\theta < 36.5^\circ$  که تحول قله پراش ترکیب SiC با زمان آسیاب کاری را نشان می‌دهد.



شکل ۲ نقش پراش پرتو ایکس از پودر ماده مرکب  $\text{Al} + \text{SiC}$  که به مدت ۲۴ ساعت آسیاب کاری شده است.



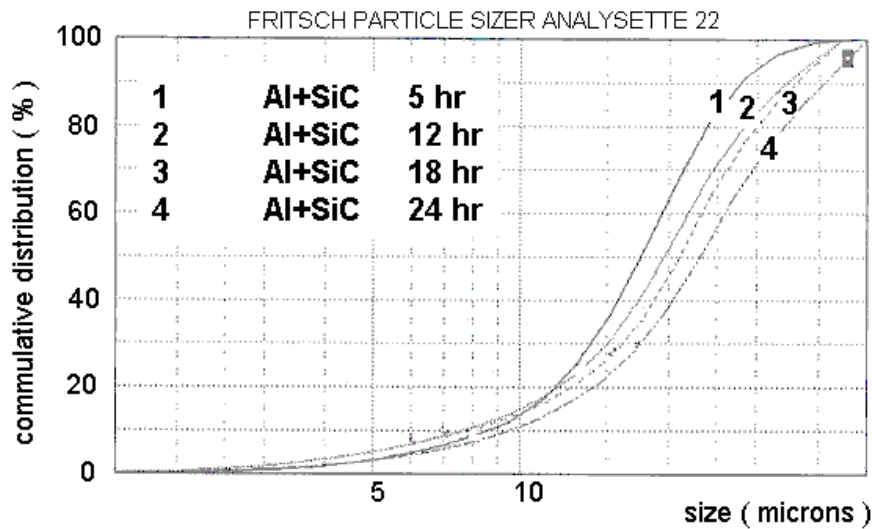
شکل ۳ نمودار ویلیامسون و هال برای نمونه‌های  $\text{Al} + \text{SiC}$  اولیه و آسیاب شده.



شکل ۴ تغییرات کرنش و اندازه بلورکهای Al ماده مرکب Al + SiC با زمان آسیاب‌کاری.

نمودار توزیع تجمعی اندازه ذرات در هر یک از نمونه‌ها در شکل ۵ نشان داده شده است. برخی مقادیر عددی حاصل از این نمودارها در جدول ۱ ارائه شده‌اند. نماد  $D_x$  در این جدول معرف این است که  $x$  درصد از ذرات دارای قطری کوچکتر از  $D$  هستند. تغییر مقادیر  $D_{10}$  که به عنوان قطر متوسط ذرات در نظر گرفته می‌شود، بر حسب زمان آسیاب‌کاری در شکل ۶ نشان داده شده است. دیده می‌شود که ۶ ساعت اول آسیاب‌کاری با کاهش سریع اندازه ذرات همراه است در حالی که با افزایش زمان آسیاب‌کاری از ۶ تا ۲۴ ساعت، اندازه متوسط ذرات کمی افزایش یافته است. بررسی نتایج ارائه شده در جدول ۱ نشان می‌دهد که به طور کلی اندازه ذرات با ادامه آسیاب‌کاری طولانی‌تر از ۶ ساعت، افزایش یافته است.

شکل ۷ تصویر SEM پودرهای اولیه را نشان می‌دهد. ذرات آلومینیم که به روش بمباران اتمی تولید شده‌اند دارای شکل تقریباً کروی با قطر متوسط حدود ۳۲ میکرون هستند. ذرات SiC گوشه‌دارند که اندازه متوسط آنها در حدود ۲۱ میکرون است. چنانکه تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌های آسیاب‌شده در شکل ۸ نشان می‌دهد، در ۶ ساعت اول آسیاب‌کاری ذرات شکسته شده و ریزتر می‌شوند، در حالی که با افزایش مدت آسیاب‌کاری به بیش از ۶ ساعت ذرات به تدریج کلوخه‌ای شده اندازه آنها افزایش می‌یابد. اندازه متوسط ذرات به دست آمده از تحلیل این تصاویر توسط Leica MW با نتایج حاصل از روش لیزری (شکل ۶) همخوان است.

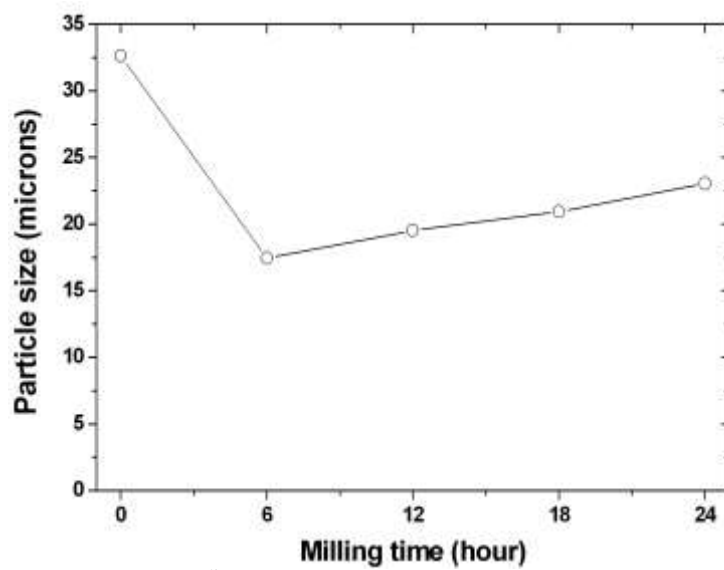


شکل ۵ نمودار توزیع تجمعی اندازه ذرات در نمونه‌های آسیاب‌کاری شده با بازه‌های زمانی مشخص شده در شکل.

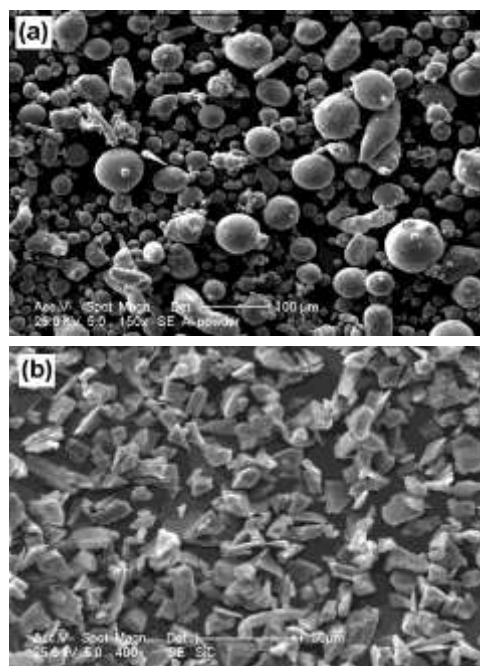
تصاویر TEM نمونه آسیاب‌شده به مدت ۲۴ ساعت نشان‌دهنده کاهش اندازه ذرات SiC تا حدود ۵۰ نانومتر است که با لایه‌ای از فاز فلزی زمینه (Al) پوشیده شده‌اند. در تهیه این تصاویر تلاش شد تا ذرات مختلف پودر که گمان می‌شد در مراحل متفاوت تغییر و تحول خود باشند انتخاب شوند. به این ترتیب، مجموعه تصاویر حاصل، نفوذ تدریجی ذرات SiC به درون فاز Al در تصاویر TEM نمونه‌های آسیاب‌شده را در شکل ۹ نشان می‌دهند.

جدول ۱ اندازه ذرات نمونه‌های ماده مرکب.

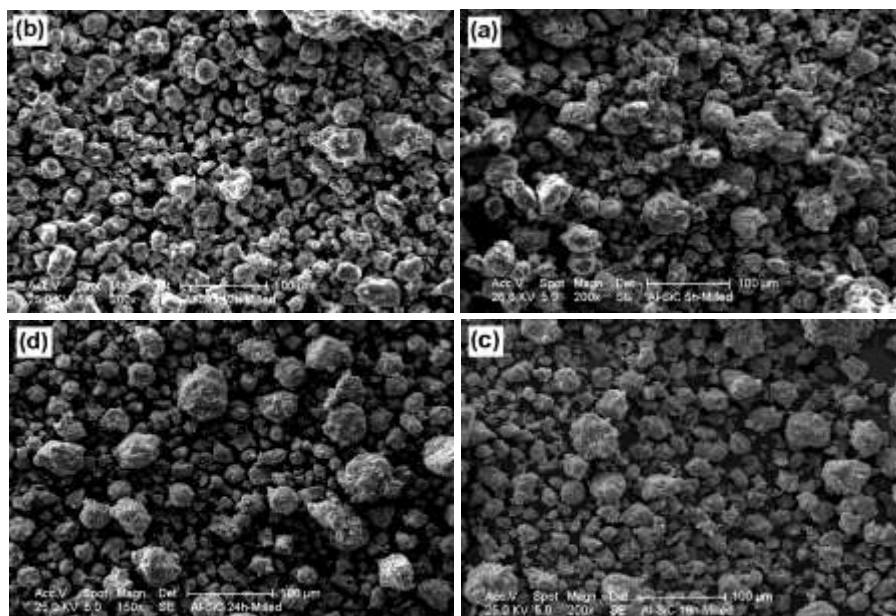
| زمان آسیاب‌کاری (ساعت) | $D_{90}(\mu\text{m})$ | $D_{50}(\mu\text{m})$ | $D_{10}(\mu\text{m})$ |
|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| صفر                    | ۵۷٫۲۶                 | ۳۲٫۶۵                 | ۱۱٫۵۶                 |
| ۶                      | ۲۷٫۶۰                 | ۱۷٫۴۷                 | ۸٫۶۳                  |
| ۱۲                     | ۳۴٫۱۸                 | ۱۹٫۵۴                 | ۷٫۶۶                  |
| ۱۸                     | ۳۵٫۷۰                 | ۲۰٫۹۵                 | ۷٫۸۴                  |
| ۲۴                     | ۴۰٫۶۹                 | ۲۳٫۰۶                 | ۹٫۴۸                  |



شکل ۶ تغییر اندازه متوسط ذرات ( $D_{50}$ ) با زمان آسیاب‌کاری.



شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودرهای اولیه (a) آلومینیم و (b) SiC.



شکل ۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های  $\text{Al} + \text{SiC}$  آسیاب‌کاری شده به مدت (a) ۶، (b) ۱۲، (c) ۱۸ و (d) ۲۴ ساعت.

#### بحث و برداشت

به طور کلی پهنای قله‌های پراشی براگ در الگوهای پراش پرتو  $X$  می‌تواند ریشه در هر یک از عوامل زیر داشته باشد: (۱) کاهش اندازه بلورکها، (۲) ایجاد کرنش در شبکه بلوری، و (۳) خطای دستگاهی (مربوط به پهنای طول موج پرتو  $X$  و توان تفکیک آشکارساز) [۱۲]. در این کار پژوهشی، خطاهای دستگاهی با استفاده از روش ویلیامسون و هال حذف شدند. لذا افزایش پهنای قله‌های پراش براگ باید ناشی از کاهش اندازه بلورکها و افزایش کرنش شبکه باشد که در شکل ۴ دیده می‌شود. تغییرات مشاهده شده در این شکل را می‌توان بر اساس نتایج بررسی‌های انجام شده در زمینه سازوکار تشکیل نانوساختارها در آلیاژسازی مکانیکی در مرجع [۱۳] توصیف کرد. بر اساس این نتایج، در مراحل اولیه آسیاب‌کاری که با تغییر شکل‌های پلاستیکی شدید همراه است، نوارهای برشی به پهنای ۰/۵ تا ۱ میکرومتر در ذرات ایجاد می‌شوند. گسترش این نوارها که حاوی چگالی بالایی از نابجایی‌ها هستند، با افزایش کرنش در شبکه بلوری نیز همراهی می‌شوند. با افزایش کرنش، انرژی کشسانی ذخیره شده در بلور

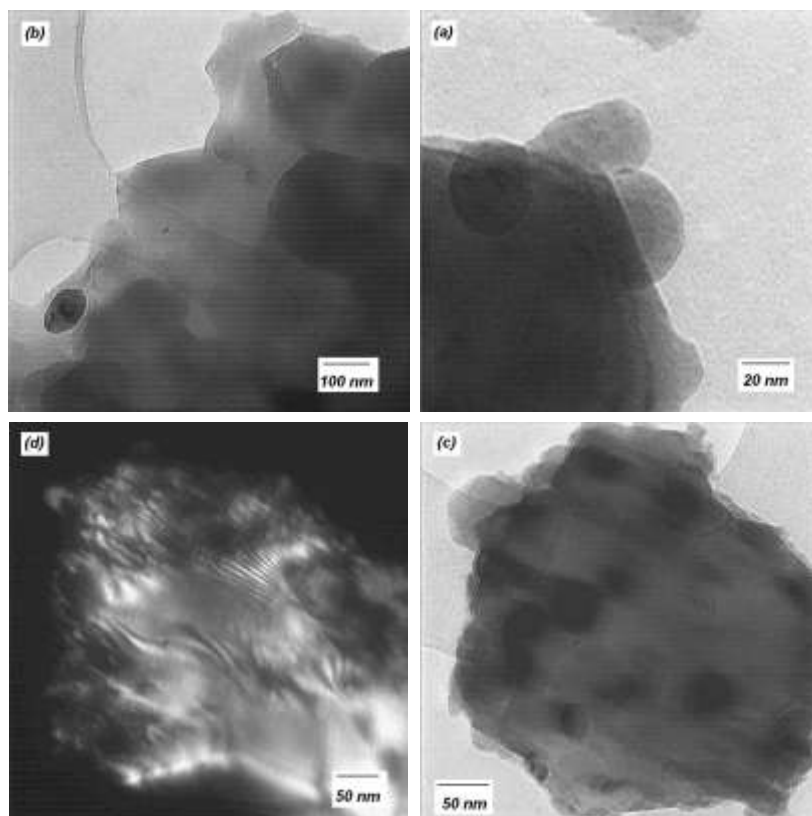
افزایش می‌یابد. برای کاهش این انرژی کشسانی و رسیدن به پایداری بیشتر، تقارن بلوری در محل نوارها شکسته می‌شود و ریزدانه‌ها شکل می‌گیرند که مرزدانه‌هایی با زاویه کوچک دارند. با تداوم آسیاب‌کاری و رسیدن به بلورکهایی با اندازه بحرانی، پیوندهای برشی به تدریج کنار هم جمع می‌شوند به نحوی که مرزدانه‌های زاویه کوچک جانشین مرز دانه‌های با زاویه بزرگ می‌شوند. در نهایت بلورکهای نانومتری عاری از نابجائی شکل می‌گیرند. البته نمودارهای شکل ۴، کمی افزایش در اندازه بلورکها و کاهش در کرنش را در مراحل پایانی آسیاب‌کاری نشان می‌دهند. این پدیده می‌تواند ناشی از اثر متقابل افزایش چگالی نابجائی‌ها (حاصل از تغییر شکل‌های پلاستیکی)، و فرایندهای بازگردان (حاصل از افزایش دما) باشد [۱۳].

برای توصیف تغییر اندازه ذرات با زمان آسیاب‌کاری در شکل ۸ بایستی به سازوکار فرایند آلیاژسازی مکانیکی توجه کرد. فرایند آلیاژسازی مکانیکی متشکل از دو رخداد شکسته‌شدن و جوش‌خوردن ذرات است [۱۳]، که در شرایط تعادلی آهنگ جوش‌خوردن و شکسته‌شدن ذرات یکسان می‌شود [۸]. با توجه به انرژی زیاد تولید شده در آسیاب‌های نوع SPEX و چکش‌خوار بودن ذرات آلومنیوم، این ذرات تمایل زیادی به تجمع و کلوخه‌ای شدن دارند. در این کار پژوهشی، برای کاهش احتمال جوش‌خوردن ذرات آلومنیوم از اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل‌کننده فرایند استفاده شد، که با نشستن بر سطح ذرات Al، انرژی سطحی آنها را کاهش داده و مانع چسبیدن آنها به هم می‌شود. به این ترتیب، احتمال شکسته‌شدن ذرات Al بیش از احتمال جوش‌خوردن آنهاست به نحوی که در مراحل اولیه آسیاب‌کاری شاهد کاهش اندازه ذرات هستیم.

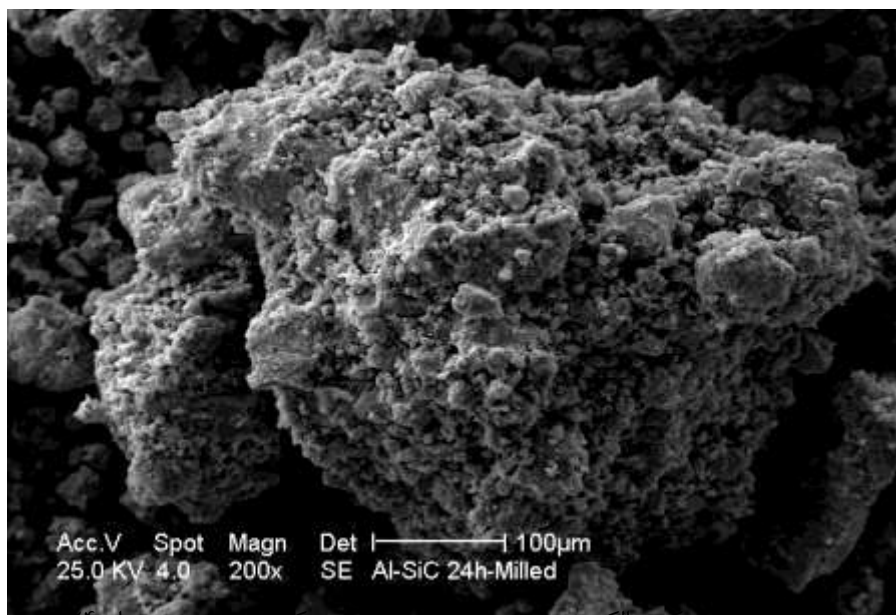
با افزایش زمان آسیاب‌کاری از ۶ تا ۲۴ ساعت، درصد اسید استتاریک به تدریج کاهش می‌یابد به نحوی که آهنگ جوش‌خوردن ذرات بیشتر از آهنگ شکسته‌شدن آنها شده و در نتیجه ذرات کلوخه‌ای می‌شوند. کاهش عامل کنترل‌کننده فرایند می‌تواند ریشه در تبخیر تدریجی و اکسایش آن داشته باشد، ضمن این که تغییر درصد آن حین نمونه‌برداری را نباید از یاد برد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ارائه شده در شکل ۱۰، کلوخه‌ای شدن ذرات Al پس از ۲۴ ساعت آسیاب‌کاری را نشان می‌دهد. برآوردهای اولیه بر اساس نمودارهای توزیع تجمعی ذرات نشان می‌دهد که تا ۱۲ ساعت آسیاب‌کاری، کمتر از ۱۰ درصد ذرات کلوخه‌ای می‌شود. گرچه با افزایش درصد عامل کنترل‌کننده فرایند، می‌توان پدیده کلوخه‌ای شدن را کنترل کرد، اما نباید این عمل موجب آلودگی پودر و کاهش خواص آن شود. آزمایشهای انجام شده با بیش از ۱/۵ درصد اسید استتاریک نشان دادند که این عمل موجب ناپایداری محصولات

آسیاب کاری می شود به نحوی که بلافاصله پس از خروج از ظرف آسیاب و قرار گرفتن در هوا، شعله ور و اکسید می شدند.

چنانکه تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسلی شکل ۹ نشان می دهند، ماده مرکب نانومتری زمینه فلزی Al-SiC آسیاب کاری SPEX به طور موفقیت آمیزی ساخته شده است. بر اساس این تصاویر می توان گفت که گرچه تداوم آسیاب کاری در زمانهای طولای تر از ۶ ساعت موجب افزایش اندازه ذرات Al می شود، اما با نفوذ بیشتر ذرات SiC و توزیع همگن تر آنها در فاز Al همراه است.



شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسلی از ذرات مختلف پودر آسیاب شده به مدت ۲۴ ساعت که سیر تحول تدریجی آمیخته شدن ذرات Al و SiC را نشان می دهند. تصویر a: ذرات شبه کروی Al بر سطح ذرات لبه دار SiC، تصویر b: مرحله اولیه استتار ذرات SiC توسط Al، تصویر c: توزیع تقریباً همگن ذرات SiC در Al، تصویر d: تصویر منطقه تاریک از لایه های Al بر روی ذرات SiC.



شکل ۲۰ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی یک ذره آلومینیم کلوخته‌ای شده پس از ۲۴ ساعت آسیاب‌کاری.

#### برداشتهای پایانی

- ۱- آسیاب‌کاری SPEX می‌تواند روش مناسبی برای تولید مواد مرکب زمینه آلومینیم تقویت شده با ذرات سرامیکی SiC در مقیاس نانومتری باشد.
- ۲- با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۱۲ ساعت، اندازه بلورکها کاهش، و از ۱۲ تا ۲۴ ساعت اندکی افزایش می‌یابد که این افزایش ناشی از اثر متقابل پیدایش ناراستیها در شبکه بلوری و فرایندهای بازگردانی است.
- ۳- با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۱۲ ساعت، کرنش ذخیره شده در بلورکها افزایش و از ۱۲ تا ۲۴ ساعت کاهش می‌یابد.
- ۴- با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۶ ساعت اندازه ذرات ماده مرکب تولیدی کاهش می‌یابد و توزیع آنها همگن‌تر می‌شود. ولی با تداوم آسیاب‌کاری به زمانهای طولانی‌تر از ۶ ساعت، افزایش اندازه ذرات به علت سازوکار کلوخته‌ای شدن رخ می‌دهد.
- ۵- پس از ۲۴ ساعت آسیاب‌کاری، اندازه ذرات SiC به حدود ۵۰ نانومتر کاهش می‌یابد، ضمن این که این ذرات در لایه‌ای از فاز Al محبوس می‌شوند. افزایش زمان آسیاب‌کاری موجب توزیع همگن‌تر ذرات SiC در فاز زمینه خواهد شد.

## مراجع

- [1] S. Suresh, A. Mortensen, A. Needleman, "Fundamental of Metal Matrix Composites", Batterworth-Heineman (1993).
- [2] J. W. Kaczmar, K. Pietrzak, W. Wlosinski, "The Production and Application of Metal Matrix Composite Materials", Journal of Materials Processing Technology 106 (2000) pp. 58-67.
- [3] K. C. Ramesh, R. Sagar, "Fabrication of Metal Matrix Composite Automotive Parts", International of Advanced Manufacturing Technology 15 (1999) pp. 114-118.
- [4] J. C. Lee, J. I. Lee, H. I. Lee, "Methodologies to Observe and Charactrize Interfacial Reaction Products in  $(Al_2O_3)_p/Al$  and  $SiC_p/Al$  Composites – using SEM, XRD, TEM", Scripta Materialia 35 (1996) pp. 721-726.
- [5] S. J. Hong, P. W. Kao, "SiC-Rainforced Aluminum Composite Made by Resistance Sintering of Mechanically Alloyed Powders", Materials Science and Engineering, A119 (1989) pp. 153-159.
- [6] M. S. El-Eskandarani, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materiasl", Noyes Publications (2001).
- [7] K. D. Woo, D. L. Zhang, "Fabrication of Al-7wt%Si-0.4wt%Mg/SiC Nanocomposite Powders and Bulk Nanocomposites by High Energy Ball milling and Powder Metallurgy", Cuurent Applied Physics 4 (2004) pp. 175-178.
- [8] J. S. Benjamin, T. E. Volin, "The Mechanism of Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions 5 (1974) pp. 1929-1934.
- [9] M. S. El-Eskandarani, "Mechanical Solid State Mixing for Synthesizing of  $SiC_p/Al$  Nanocomposites", Journal of alloys and Compounds 279 (1998) pp. 263-271.
- [10] L. Lu, M. O. Lai, C. W. Ng, "Enhanced Mechanical Properties of an Al Based Metal Matrix Composite Prepared Using Mechanical Alloying", Materials Science and Engineering A252 (2003) pp. 203-211.
- [11] L. Lu, M. O. Lai, "Mechanical Alloying", Kluwer Academic Publisher (1998).
- [12] B. D. Cullity, S. R. Stock, S. Stock, "Elements of X-Ray Diffraction (3rd Edition)", Prentice Hall (2001).

- [13] C. Suryanarayana, "*Mechanical Alloying and Milling*", Progress in Materials Science 46 (2001) pp. 1-184.