



تولید و مشخصه‌یابی کامپوزیت $Al-Mn-Al_2O_3$ تولید شده به روش درجا از طریق ریخته‌گری گردابی در سیستم $Al-MnO_2$

احسان عالمی اردکانی^۱، مهدی کلانتر^{۲*}، مسعود مصلاهی پور یزدی^۳، سید صادق قاسمی بنادکوکوی^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه یزد، یزد
۲- دانشیار، مهندسی مواد، دانشگاه یزد، یزد
۳- استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه یزد، یزد
mkalantar@yazd.ac.ir، ۸۹۱۹۵-۷۴۱

چکیده	اطلاعات مقاله
<p>در این پژوهش، نمونه‌های کامپوزیتی $Al-Mn+Al_2O_3+MnAl_6$ به روش ریخته‌گری گردابی با استفاده از مواد اولیه Al و MnO_2 تولید شده و سپس ریزساختار و خواص مکانیکی آن مورد مطالعه قرار گرفته است. به این منظور نمونه مخلوط پودری Al و MnO_2 به نسبت وزنی $\frac{MnO_2}{Al} = 7$ در یک آسیا همگن سازی شده و به میزان ۱، ۳، ۴ و ۷ درصد وزنی به همراه ۵ درصد وزنی منیزیم به عنوان عامل افزایش ترشوندگی، به آلومینیوم مذاب در حال تلاطم در دمای ۹۰۰ درجه سلسیوس افزوده شدند و در نهایت ریخته‌گری در قالب فولادی پیشگرم شده انجام گرفت. آنالیز حرارتی (DTA) روی مخلوط‌های پودری اولیه مورد نظر برای مطالعه واکنش آلومینوترمیک و دیگر واکنش‌ها و یا تغییرات فازی احتمالی، آنالیز XRD برای تعیین ترکیب فازی، مشاهدات میکروسکوپ الکترونی (SEM) و نوری به منظور بررسی ریزساختار و اندازه‌گیری خواص مکانیکی (سختی، استحکام و چقرمگی) نمونه‌های کامپوزیتی انجام گرفت. نتایج نشان می‌دهد که فازهای نهایی برای تمامی کامپوزیت‌ها، محلول جامد $Al-Mn$، آلومینا و ترکیب بین فلزی $MnAl_6$ است، اما با افزایش درصد وزنی MnO_2 ورودی به مذاب، مقدار ترکیب بین فلزی $MnAl_6$ در کامپوزیت افزایش می‌یابد. همچنین یک مقدار بهینه از MnO_2 وجود دارد که در آن خواص مکانیکی چون سختی و استحکام و چقرمگی در حد مطلوبی ایجاد می‌شود.</p>	<p>دریافت: ۹۴/۱۱/۱ پذیرش: ۹۵/۱/۲۵ کلیدواژگان: سیستم $Al-MnO_2$ کامپوزیت در جا $Al-Mn-Al_2O_3$ ریخته‌گری گردابی واکنش آلومینوترمیک خواص مکانیکی</p>

Production and characterization of in-situ $Al-Mn-Al_2O_3$ composite produced in $Al-MnO_2$ system

Ehsan Alemi Ardakani, Mahdi Kalantar*, Masoud Mosallae Pour, Seyed Sadegh Ghasemi Banad Kouki

Department of Material Engineering, Yazd University, Yazd, Iran
*P.O.B. 89195-741, Yazd, Iran, mkalantar@yazd.ac.ir

Keywords

$Al-MnO_2$ system
 $Al-Mn-Al_2O_3$ -In-Situ composite
Stir casting
Aluminothermic reaction
Mechanical properties

Abstract

In this research, the fabrication of in situ $Al-Mn-Al_2O_3$ composite samples from different composition of $Al-MnO_2$ as starting materials have been made by stir casting method. For this purpose, a mixture of Al and MnO_2 powders with weight ratio 1:7 was ball-milled. Then 1, 3, 4 and 7wt% of this mixture along with 5wt% Mg (to improve wettability) have been added to melted aluminum at 900 °C. The dispersion of added materials in molten of Al was made by using graphite stirrer during 8 minutes. The molten of composite was casted into a preheated steel mold. Differential thermal analysis (DTA) was conducted on starting powder mixtures to study the aluminothermic reaction and the possible other reaction or phase changes. XRD analysis and scanning electron microscopy (SEM) were used to investigate the microstructure and phase composition of composite samples. The results show that the final phase composition for all composites is solid solution of $Al-Mn$, ceramic phase of alumina and $MnAl_6$ intermetallic compound. The amount of $MnAl_6$ and Al_2O_3 particles in composite samples were increased by adding higher quantity of MnO_2 into molten of Al . Moreover there is an optimal amount of MnO_2 in which haighest mechanical properties such as hardness, strength and toughness is obtained for composite samples.

Please cite this article using:

Alemi Ardakani, E. Kalantar, M. Mosallae Pour, M. Ghasemi Banad Kouki, S. S., "Production and characterization of in-situ $Al-Mn-Al_2O_3$ composite produced in $Al-MnO_2$ system", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 3, pp. 277-284, 2016.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

۱- مقدمه

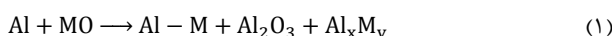
کامپوزیت‌های زمینه فلزی موادی هستند که به واسطه‌ی حضور استحکام دهنده‌های سرامیکی یا بین فلزی در زمینه‌ی فلزی یا زمینه‌ی آلیاژی استحکام افزایش می‌یابد. آلیاژهای آلومینیوم به دلیل دانسیته‌ی پایین، قابلیت استحکام بخشی با رسوبات، مقاومت به خوردگی خوب، مدول الاستیک کم و در نتیجه قابلیت استحکام بخشی قابل توجه با عوامل استحکام دهنده‌ی خارجی، قیمت مناسب و هدایت حرارتی و الکتریکی بالا کاملاً مورد نظر هستند [۱] و به طور گسترده‌ای در صنایع مختلف مانند صنایع نظامی، خودرو سازی و هوافضا مورد استفاده قرار می‌گیرند [۲-۵].

ذرات سرامیکی مانند SiC و Al₂O₃ و ذرات رسوبی ترکیبات بین فلزی بیشترین کاربرد به عنوان استحکام دهنده در آلیاژهای آلومینیوم دارند [۶]. تحقیقات نشان می‌دهد که کامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم تقویت شده با ذرات سرامیکی دارای خواص مکانیکی و سایشی قابل توجه بوده و از یکنواختی خوبی در خواص در جهت‌های مختلف برخوردار است [۷-۱۷]. در واقع ترکیبی از چقرمگی و چکش خواری زمینه و استحکام و پایداری ذرات تقویت کننده را داریم.

تفاوت در پلاستیسیته ذرات سخت و زمینه‌ی فلزی منجر به عدم تطابق و در نهایت شکست ذرات استحکام دهنده در ضمن بارگذاری نمونه‌ی کامپوزیتی می‌شود که افزایش استحکام و داکتیلیته را محدود می‌کند [۱۷]. با کاهش اندازه ذرات استحکام دهنده و افزایش استحکام برشی فصل مشترک بین ذرات و زمینه، می‌توان این مشکل را کاهش داد [۱۸].

توزیع یکنواخت استحکام دهنده‌های خارجی در فلز زمینه کار آسانی نبوده و در اکثر موارد توزیع غیر یکنواختی را ایجاد می‌کنند که می‌تواند به دلیل آلودگی سطحی، ترشوندگی کم، اختلاف دانسیته، هم زدن نامناسب و سایر عوامل باشد. شکل‌گیری فاز استحکام دهنده به شکل درجا^۱ به واسطه‌ی انجام واکنش‌های شیمیایی در داخل زمینه، مشکل عدم یکنواختی را کاهش می‌دهد و پیوند قوی‌تری بین اجزای کامپوزیت برقرار می‌گردد که می‌تواند به دلیل حذف آلودگی سطحی در روش درجا باشد [۶]. از طرفی به دلیل استفاده از مواد اولیه‌ی ارزان‌تر و استفاده از انرژی و واکنش‌های گرمازا، فرآیند درجا به شکل سنتز احتراقی از لحاظ اقتصادی ارزان‌تر تمام می‌شود. از طرفی در روش درجا می‌توان به ذرات ریز استحکام دهنده در زمینه‌ی کامپوزیت رسید درحالی‌که در روش برون‌جا^۲ (افزودن ذرات استحکام دهنده) هزینه‌ی بالا و آلودگی در فرآیند آسیاکاری را به دنبال دارد [۱۹-۲۲].

معمولاً اکسیدهایی نظیر CuO [۲۳]، NiO [۲۴]، TiO₂ [۲۵]، SiO₂ [۲۶] به همراه آلومینیوم به عنوان مواد اولیه‌ی واکنش آلومینوترمیک مورد استفاده قرار می‌گیرند تا مطابق واکنش (۱) زمینه و استحکام دهنده‌های مورد نظر حاصل شوند [۱].



از جمله روش‌های تولید این نوع کامپوزیت‌ها می‌توان به فرآیند آسیاکاری پر انرژی [۲۷]، فرآیند سنتز حرارتی [۲۸]، فرآیند سنتز مکانیکی-حرارتی [۱] و فرآیند ریخته‌گری گردابی [۲۶، ۲۹-۳۱] نام برد که در این میان، ریخته‌گری گردابی مزایای سادگی، اقتصادی‌تر بودن و امکان تولید قطعات با اشکال پیچیده و بزرگ را دارد اما در عین حال، مشکل توزیع

نمودن ذرات و جلوگیری از ته نشین شدن یا شناور شدن ذرات استحکام دهنده در مذاب در طول فرآیند ریخته‌گری وجود دارد [۲۹].

تاکنون تحقیقات اندکی در مورد سیستم واکنشی Al-MnO₂ جهت تولید کامپوزیت‌های با زمینه‌ی آلیاژ Al-Mn و استحکام دهنده‌ی Al₂O₃ انجام شده است. در تحقیقات انجام گرفته، خواص سایشی [۳۲] و خواص کششی [۱۸] این نوع کامپوزیت با درصد پایین MnO₂ مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج تحقیقات فوق نشان داد که افزودن منگنز به آلومینیوم از طریق تشکیل محلول جامد و تشکیل استحکام دهنده‌های Al₂O₃ و MnAl₆ استحکام [۳۳، ۱۸] و مقاومت سایشی [۳۴، ۲۴] افزایش می‌یابد. هدف از این تحقیق تولید این نوع کامپوزیت به روش گردابی برای درصدهای بالاتر منگنز و ارزیابی ریزساختار، چگالی و خواص مکانیکی به خصوص چقرمگی است. در ضمن با استفاده از آنالیز حرارتی، واکنش آلومینوترمیک بین Al و MnO₂ مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از شمش آلومینیوم خالص تجاری، پودر آلومینیوم، پودر دی اکسید منگنز و پودر منیزیم با خلوص ۹۹/۹ درصد استفاده شد. جدول ۱ ترکیب شیمیایی شمش آلومینیوم خالص استفاده شده را نشان می‌دهد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی شمش آلومینیوم خالص مورد استفاده

عنصر	Al	Fe	Ni	Pb	Sn	Si	سایر
مقدار (درصد)	۹۹/۵	<۰/۲	<۰/۲	<۰/۰۲	<۰/۰۶	<۰/۰۷	بقیه

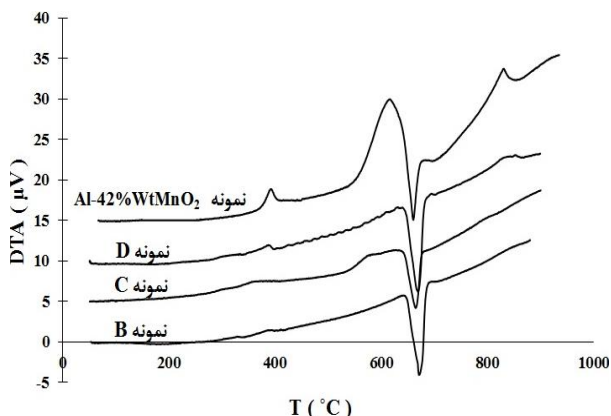
برای ساخت کامپوزیت از یک کوره مقاومتی، یک همزن مارپیچ گرافیتی که چهار شیار با زاویه ۴۵ درجه در آن ایجاد شد و یک بوته گرافیتی استفاده شد. ابتدا برای بررسی و چگونگی انجام واکنش آلومینوترمی بین آلومینیوم و دی اکسید منگنز و سایر واکنش‌ها یا تغییرات فازی احتمالی پودرهای Al و MnO₂ به نسبت‌های وزنی مختلف مورد آنالیز حرارتی^۳ (10 ، 502 ، STA , Ar ، °C/min) قرار گرفت. پودرهای دی اکسید منگنز و آلومینیوم به نسبت وزنی $\frac{MnO_2}{Al} = 7$ به مدت ۷/۵ ساعت با نسبت گلوله به پودر ۱:۳ تحت اتمسفر محافظ آرگون آسیاکاری شد تا ذرات آلومینیوم اطراف ذرات دی اکسید منگنز را گرفته و در هنگام افزودن به مذاب، از آگلومره شدن آن جلوگیری نماید.

برای ساخت نمونه‌ی کامپوزیتی در ابتدا حدود ۷۰۰ گرم شمش آلومینیوم تا دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد ذوب گردید و در خارج از کوره با استفاده از یک مشعل دمای آن ثابت نگه داشته شد. ضمن هم زدن مذاب با استفاده از یک همزن گرافیتی، مخلوط آسیاکاری شده با مقادیر وزنی مختلف مطابق با جدول ۲ با استفاده از یک ناودانی به تدریج به مذاب اضافه شد. به منظور افزایش ترشوندگی بین زمینه و ذرات استحکام دهنده حاصل از واکنش آلومینوترمی، مقدار ۵ درصد وزنی پودر منیزیم (مقدار ۳۰ درصد اضافی جهت اتلاف در نظر گرفته شده است) که درون فویل آلومینیوم پیچیده شده، به مذاب افزوده و هم زدن ادامه می‌یابد. مدت زمان هم زدن برای همه‌ی موارد، حدود ۸ دقیقه ثابت نگه داشته شد. در پایان، ریخته‌گری مذاب درون قالب فولادی پیشگرم شده انجام گرفت تا نمونه‌های به ابعاد به ابعاد ۱۸×۱×۱ سانتیمتر حاصل شود.

3. DTA: Differential Thermal Analysis

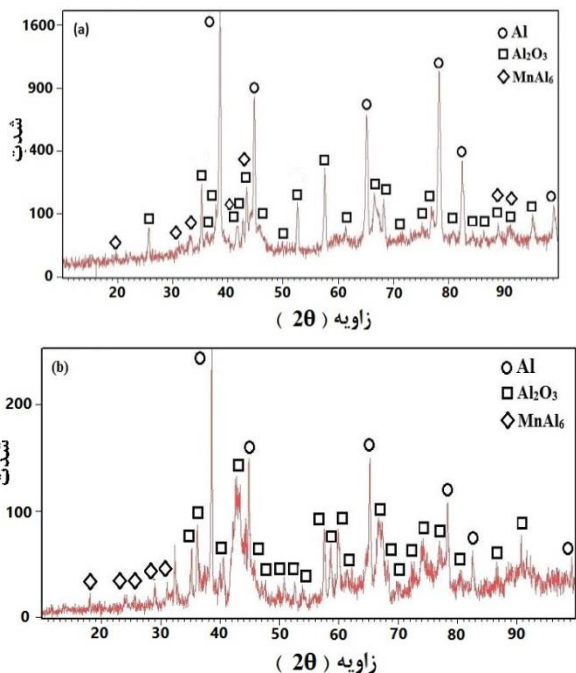
1. In-situ
2. Ex-situ

اکسید منگنز، شدت پیک‌ها افزایش می‌یابد که به معنی افزایش شدت واکنش‌های انجام شده است.



شکل ۱ منحنی آنالیز حرارتی DTA برای مخلوط پودری نمونه‌های B، C، D و E

شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه‌های DTA را نشان می‌دهد. نتیجه این آنالیز نشان دهنده‌ی انجام واکنش آلومینوترمی احیای دی اکسید منگنز توسط آلومینیوم است که منجر به ایجاد فاز استحکام دهنده‌ی آلومینا می‌شود.



شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه‌های (a) DTA، (b) نمونه C، (c) نمونه E

با توجه به نتایج XRD می‌توان گفت که دو پیک گرمای اول و دوم در منحنی DTA مربوط به احیای دی اکسید منگنز توسط آلومینیوم می‌باشد به گونه‌ای که در مرحله اول احیای دی اکسید منگنز به طور کامل انجام نشده و به اکسید درجه‌ی پایین‌تر تبدیل می‌شود [۳۶] (MnO₂ به MnO). دلیل عدم احیای کامل دی اکسید منگنز در مرحله‌ی اول می‌تواند تشکیل آلومینا در سطح ذرات اکسیدی باشد. این فاز به عنوان یک مانع، باعث به تاخیر افتادن

جدول ۲ درصد اکسید منگنز در مخلوط پودری اولیه برای وارد شدن به مذاب

آلومینیوم برای نمونه‌های مختلف کامپوزیتی					
نمونه	A	B	C	D	E
میزان مخلوط پودری (%Wt)	۱	۳	۴	۷	۴۸
مقدار MnO ₂ (%Wt)	۰/۸۷	۲/۶۲	۳/۵	۶/۱۲	۴۲

نمونه‌های کامپوزیتی ساخته شده مورد آنالیز تفرق اشعه‌ی ایکس^۱ (مدل Philips کشور هلند با آند مسی، ولتاژ شتاب دهنده‌ی ۴۰ کیلوولت، زمان هر گام ۱ ثانیه و محدوده بررسی ۱۰ تا ۱۱۰ درجه) جهت تعیین ترکیب فازی و مورد مشاهدات میکروسکوپ نوری^۲ (مدل lympos PMG3) و الکترونی جارویی^۳ (مدل Phenom pro X) جهت بررسی ریزساختار قرار گرفتند.

برای تعیین چگالی نمونه‌ها، از روش غوطه وری ارشمیدس استفاده شد. مقدار تقریبی تخلخل از رابطه‌ی (۲) تعیین شد.

$$\text{درصد تخلخل} = (\rho_{th} - \rho_{exp}) / \rho_{th} \times 100 \quad (2)$$

ρ_{th} : دانسیته‌ی تئوری کامپوزیت طبق قانون مخلوط‌ها

ρ_{exp} : دانسیته‌ی تجربی به دست آمده از روش ارشمیدس

عدد سختی نمونه‌های کامپوزیتی با استفاده از آزمون سختی سنجی با فرورونده‌ی برینل (مدل Insrton Wolpert) و نیروی اعمالی ۳۱/۲۵ کیلوگرم و میانگین ۵ اندازه‌گیری به دست آمده است. آزمون فشار توسط دستگاه فشار تک محوری بر روی نمونه‌های استوانه‌ای کوتاه با نسبت طول به قطر ۲ (طبق استاندارد ASTM E9-89a) در دمای اتاق انجام گرفت. آزمون خمش توسط دستگاه خمش سه نقطه‌ای بر روی نمونه‌های مکعب مستطیل به ابعاد ۱۰×۱۲×۵۰ میلی‌متر و فاصله‌ی تکیه‌گاهی ۳۴ میلی‌متر در دمای اتاق انجام گرفت.

چقرمگی^۴ نمونه‌ها با استفاده از فرورونده‌ی ویکرز با نیروی ۰/۰۵ کیلوگرم طبق رابطه‌ی (۳) محاسبه شد [۳۵].

$$K_{IC} = 0.079 \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \log \left(4.5 \frac{a}{c} \right) \quad (3)$$

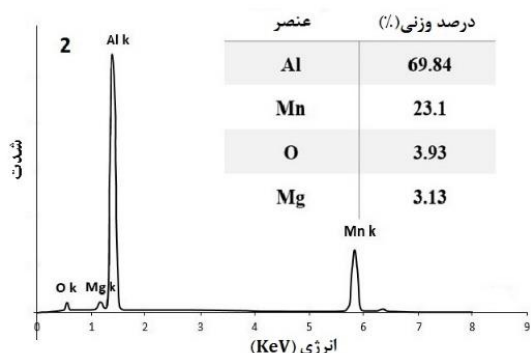
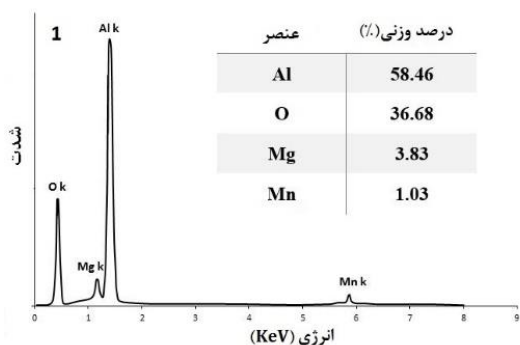
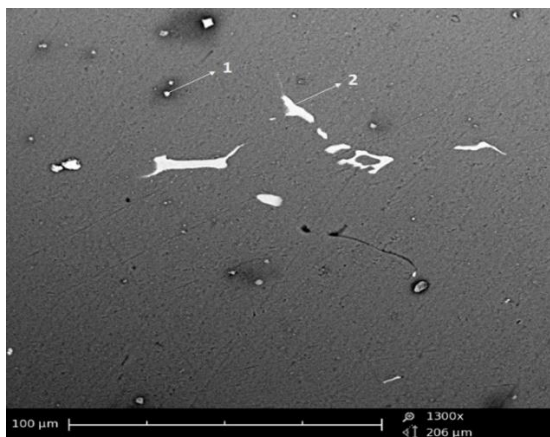
که در آن K_{IC} چقرمگی شکست بر حسب $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ، P میزان بارگذاری الماس ویکرز بر حسب N، C مقدار طول ترک بر حسب mm و a نصف بخش فرو رفته در نمونه بر حسب mm است.

۳- نتایج و بحث

شکل ۱ نتایج آنالیز حرارتی برای نمونه‌های با درصد‌های وزنی مختلف دی اکسید منگنز را نشان می‌دهد.

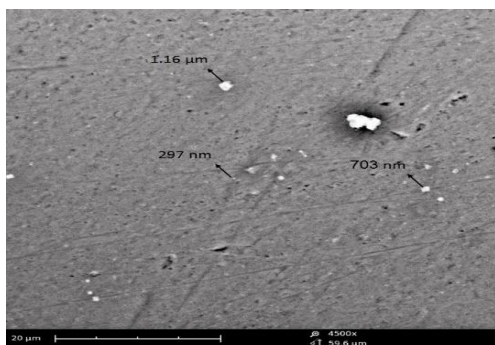
مطابق شکل مشاهده می‌شود در محدوده دمایی ۳۵۰ تا ۴۰۰ و ۵۵۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد دو پیک گرمای پهن و در دمای ۶۶۰ درجه یک پیک گرمای مربوط به ذوب آلومینیوم وجود دارد. همچنین یک پیک گرمای در دمای ۸۴۰ درجه در منحنی DTA مربوط به نمونه D و نمونه‌ی حاوی مقادیر بالاتر از دی اکسید منگنز مشاهده می‌شود. این پیک گرمای برای نمونه‌های B و C به دلیل کم بودن مقدار دی اکسید منگنز قابل مشاهده نیستند. از مقایسه‌ی این منحنی‌ها مشاهده می‌شود با افزایش مقدار دی

1. XRD: X-Ray Diffraction
2. OM: Optical Microscope
3. SEM: Scanning Electron Microscope
4. Toughness



شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی همراه با آنالیز EDAX مربوط به نمونه B

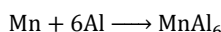
در شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به نمونه B آمده است که مطابق آن ذرات استحکام دهنده آلومینا در اندازه‌های مختلف از نانو تا میکروسایز مشاهده می‌شود. ذرات نانو می‌تواند مربوط به آلومینای تولیدی حاصل از واکنش آلومینوترمی و ذرات میکرو مربوط به آلومینای تولیدی حاصل از اکسیداسیون مستقیم مذاب باشد [۱۸].



شکل ۵ تصویر SEM مربوط به نمونه B

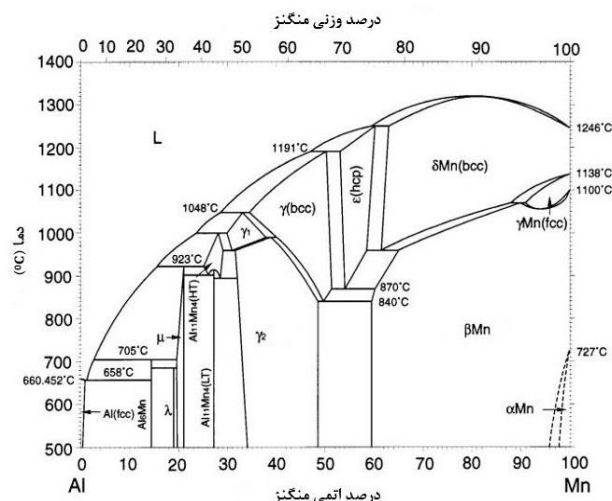
واکنش احیاء خواهد شد. همچنین به دلیل پایین بودن دما، نفوذ به خوبی صورت نمی‌گیرد. بنابراین پیک گرمای اولیه می‌تواند مربوط به احیای دی اکسید منگنز به اکسید میانی MnO باشد. با افزایش دما، نفوذ راحت‌تر انجام شده و احیا به طور کامل انجام می‌شود به طوری که در نزدیکی دمای ذوب آلومینیوم، نفوذ به شدت افزایش یافته و اکسیدهای میانی به طور کامل احیا می‌شوند. این موضوع به وضوح در منحنی مربوط به نمونه‌ی ۴۲ درصد وزنی دیده می‌شود.

با احیاء کامل اکسیدهای منگنز و آزاد شدن عنصر منگنز در مجاورت آلومینیوم، امکان شکل‌گیری فاز بین فلزی MnAl₆ مطابق دیاگرام فازی دو تایی Al-Mn (شکل ۳) فراهم می‌شود به طوری که پیک گرمای سوم در دمای حدود ۸۴۰ درجه مربوط به شکل‌گیری این ترکیب است. لازم به ذکر است که این فاز در این دما از لحاظ ترمودینامیکی پایدار است [۳۷].



$$\Delta H_{1113\text{K}}^0 = -110000 \text{ j} \quad \Delta S_{1113\text{K}}^0 = -25.32 \text{ j}$$

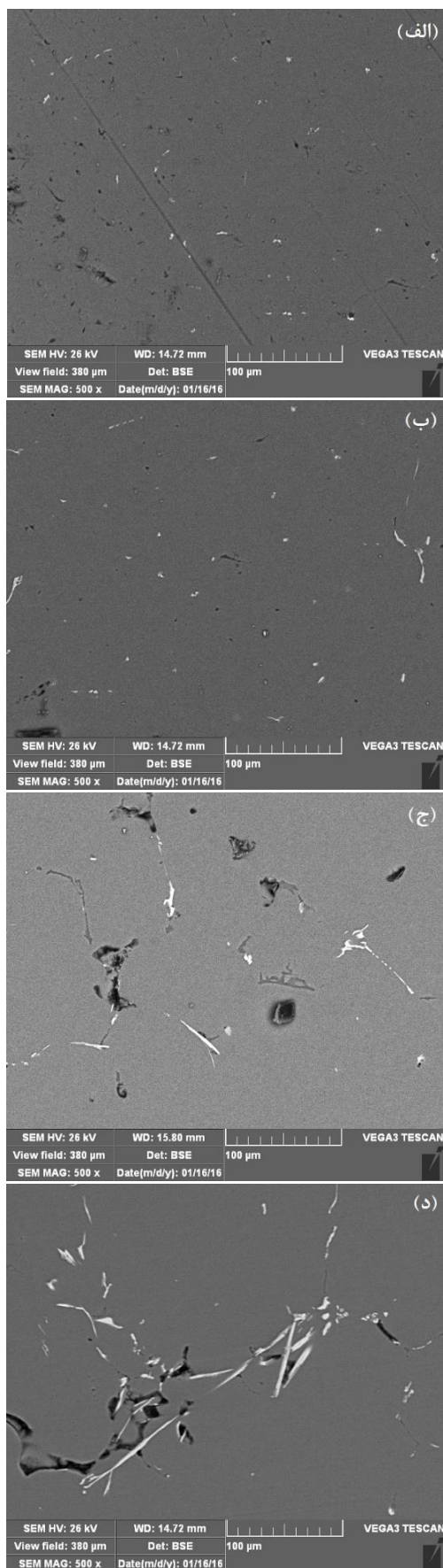
$$\Delta G_T^0 = \Delta H_T^0 - T\Delta S_T^0 \xrightarrow{T=1113\text{K}} \Delta G_{1113\text{K}}^0 = -81819 \text{ j} \quad (۴)$$



شکل ۳ دیاگرام فازی Al-Mn

در نتایج XRD مشاهده می‌شود شدت پیک‌های مربوط به آلومینا و فاز بین فلزی MnAl₆ در نمونه‌ی ۴۲ درصد وزنی دی اکسید منگنز نسبت به نمونه‌ی C افزایش یافته است که نشان می‌دهد با افزایش دی اکسید منگنز واکنش احیایی افزایش یافته است. شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی همراه با آنالیز EDAX مربوط به نمونه‌ی B تولید شده از طریق ریخته‌گری را نشان می‌دهد.

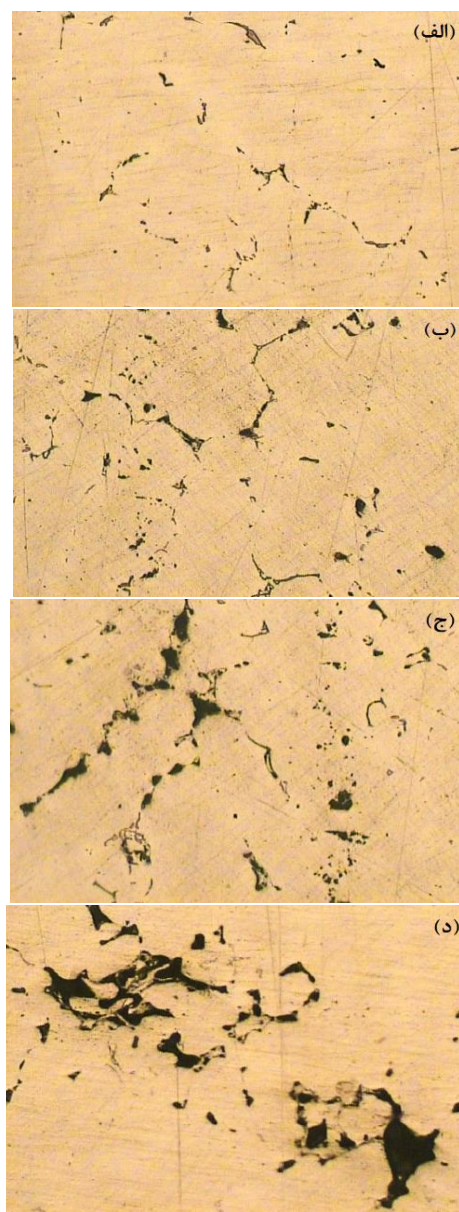
آنالیز EDAX برای نقطه‌ی ۱ نشان دهنده‌ی وجود فاز استحکام دهنده‌ی آلومینا بوده و نقطه‌ی ۲ نشان دهنده‌ی ترکیب بین فلزی MnAl₆ است که در آن نسبت مولی آلومینیوم (^{69/84}/₂₇) به منگنز (^{23/1}/₅₅) تقریباً ۶ است. به عبارتی دو استحکام دهنده‌ی Al₂O₃ و MnAl₆ در زمینه‌ی آلیاژی Al-Mn وجود خواهد داشت. این آنالیز نشان دهنده‌ی تولید موفقیت آمیز این کامپوزیت به روش ریخته‌گری است. لازم به ذکر است که ترکیب بین فلزی یاد شده، ترد و شکننده بوده و تا یک مقدار بحرانی خواص فیزیکی و مکانیکی را افزایش داده اما در فراتر از آن کاهش می‌دهد که بحث آن در ادامه خواهد آمد.



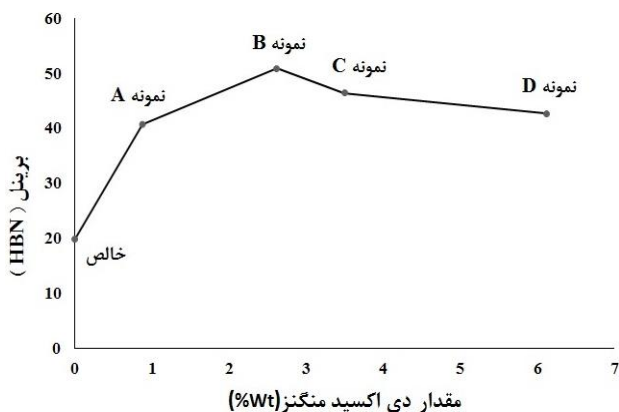
شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به نمونه‌های (الف) نمونه A، (ب) نمونه B، (ج) نمونه C و (د) نمونه D با بزرگنمایی ۵۰۰X

شکل‌های ۶ و ۷ به ترتیب تصاویر میکروسکوپ نوری و الکترونی مربوط به نمونه‌های A، B، C و D بدون اچ را نشان می‌دهند. مناطق تیره در تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به فاز استحکام دهنده و فاز بین فلزی بوده اما بعضاً می‌تواند مربوط به تخلخل باشد [۳۲].

در تصاویر میکروسکوپ الکترونی، مناطق روشن ذرات استحکام دهنده‌ی آلومینا و فاز بین فلزی $MnAl_6$ هستند. مطابق تصاویر ۶ و ۷، با افزایش درصد MnO_2 ، میزان فاز استحکام دهنده و بین فلزی و همین‌طور به دلایلی نظیر ترشوندگی کم فاز آلومینا و فاز بین فلزی با مذاب آلومینیوم، میزان تخلخل در ساختار نهایی کامپوزیت افزایش می‌یابد و ریز ساختار از حالت توزیع یکنواخت به حالت کلوخه‌ای و نامنظم خارج می‌شود (شکل ۶ و ۷ قسمت د) که نقش منفی در خواص کامپوزیت خواهد داشت که در ادامه بحث خواهد شد. در جدول ۳ خواص فیزیکی و مکانیکی به‌دست آمده از کامپوزیت‌ها خلاصه شده است.



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه‌های (الف) نمونه A، (ب) نمونه B، (ج) نمونه C و (د) نمونه D با بزرگنمایی ۱۰۰X

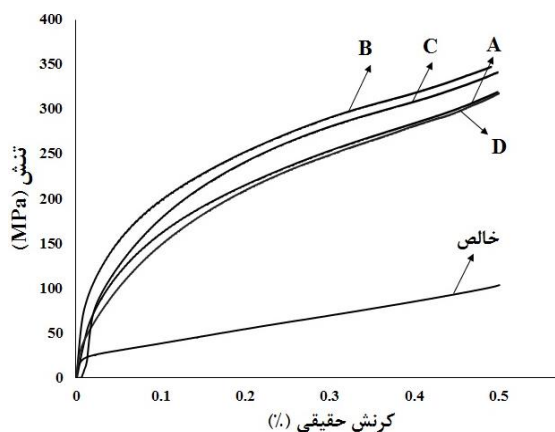


شکل ۹ نمودار تغییرات سختی برینل نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش مقدار MnO₂ در مخلوط پودری اولیه

وجود تخلخل و وجود حفره در اطراف ذرات آلومینا و همچنین کاهش توزیع یکنواخت ذرات، منجر به کاهش سختی می‌شود [۴۱،۴۰]. به عبارتی برای نمونه‌های کامپوزیت C و D، تاثیر تخلخل در کاهش سختی بر افزایش سختی ناشی از افزایش عامل استحکام دهنده غالب است.

در شکل ۱۰ نتایج مربوط به تست فشار برای کامپوزیت‌های مختلف نشان داده شده است. مطابق این شکل، کامپوزیت B نسبت به بقیه نمونه‌ها استحکام فشاری بیشتری را از خود نشان می‌دهد. دلیل کاهش استحکام فشاری در نمونه‌های C و D مربوط به ترد شدن و ایجاد ریزساختار ناهمگن در درصد‌های بالاتر منگنز است.

نمودار مربوط به نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای روی کامپوزیت‌های مختلف در شکل ۱۱ نشان می‌دهد که استحکام خمشی کامپوزیت از مقدار ۹۸ مگاپاسکال مربوط به نمونه‌ی A تا مقدار ۳۶۰ مگاپاسکال مربوط به نمونه‌ی B افزایش می‌یابد اما در ادامه استحکام خمشی کاهش یافته و به مقدار ۳۱۳ مگاپاسکال برای نمونه‌ی C و برای نمونه‌ی D به مقدار ۲۴۳ مگاپاسکال می‌رسد. بدین ترتیب مشاهده می‌شود که برای کلیه‌ی خواص مکانیکی اعم از سختی، استحکام فشاری و استحکام خمشی، نمونه‌ی B بالاترین مقادیر را دارد و با افزایش درصد منگنز برای نمونه‌های C و D خواص مکانیکی کاهش می‌یابد. با توجه به آنچه در مطالب قبلی بیان شد، با افزایش درصد منگنز مقدار تخلخل و فاز بین فلزی ترد افزایش می‌یابد و در درصد‌های بالا منجر به یک ریزساختار خشن و نامنظم می‌شود که سبب کاهش خواص مکانیکی می‌شود.



شکل ۱۰ نتایج تست فشار برای نمونه‌های مختلف کامپوزیتی

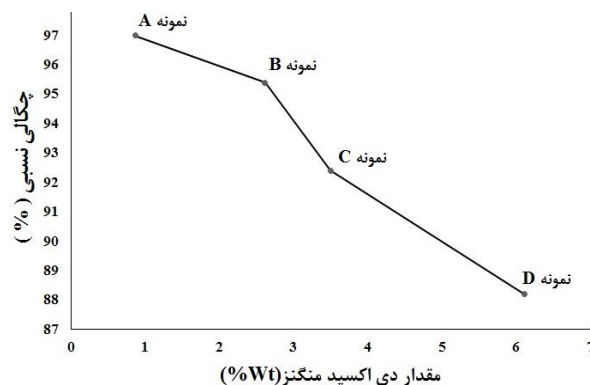
جدول ۳ مقادیر مربوط به خواص فیزیکی و مکانیکی به‌دست آمده از کامپوزیت‌ها

نوع کامپوزیت	A	B	C	D
مخلوط پودری افزوده شده (%Wt)	۱	۳	۴	۷
مقدار MnO ₂ (%Wt)	۰/۸۷	۲/۶۲	۳/۵	۶/۱۲
چگالی نسبی (g/cm ³)	۰/۹۷	۰/۹۵	۰/۹۲	۰/۸۸
تخلخل (%)	۳	۴/۶	۷/۶	۱۱/۸
سختی (HBN)	۴۰/۹	۵۱	۴۶/۵	۴۲/۸
استحکام خمشی (Mpa)	۹۸/۵۸	۳۶۰/۴۷	۳۱۳/۲۸	۲۴۳/۴۴
چقرمگی (Mpa√m)	۳۱/۵۸	۳۶/۳۷	۲۵/۶۷	۲۱/۲۵

شکل ۸ نمودار تغییرات چگالی نسبی نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش درصد MnO₂ را مطابق جدول ۳ نشان می‌دهد.

طبق نمودار، با افزایش درصد دی اکسید منگنز، چگالی نسبی کاهش می‌یابد که می‌تواند به دلیل ترشوندگی کم فاز تقویت کننده و بین فلزی با مذاب آلومینیوم باشد. همچنین با افزایش درصد فازهای استحکام دهنده، پتانسیل جوانه زنی حباب‌های گازی در داخل مذاب افزایش می‌یابد چرا که با حضور آن‌ها، ویسکوزیته مذاب افزایش یافته و نفوذ مذاب بین ذرات کاهش می‌یابد، بنابراین قابلیت خروج گازها کاهش می‌یابد. از طرفی با افزایش درصد ذرات استحکام دهنده در مذاب، فواصل بین ذرات کاهش یافته تا جایی که به علت ترشوندگی ضعیف ذرات توسط مذاب، فیلم بین ذرات حالت جمع شدگی و کلوخه‌ای شدن به خود گرفته و زمینه برای شکل‌گیری حفره‌ها مساعد می‌گردد و به این ترتیب درصد تخلخل کامپوزیت افزایش می‌یابد [۳۸]. از طرفی اختلاف در میزان انقباض بین ذرات استحکام دهنده و زمینه در حین سرد شدن منجر به شکل‌گیری ریز ترک می‌شود [۳۹]. نتایج مربوط به چگالی نسبی تایید کننده‌ی مشاهدات میکروسکوپی است.

شکل ۹ نمودار تغییرات سختی برینل برای نمونه‌های کامپوزیت با مقدار دی اکسید منگنز را نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهد سختی ابتدا تا مقدار ۵۰ برینل برای کامپوزیت B افزایش یافته اما در ادامه با کاهش سختی برای کامپوزیت‌های C و D روبرو هستیم. با توجه به اینکه با افزودن بیشتر دی اکسید منگنز، افزایش فاز استحکام دهنده آلومینا را خواهیم داشت، انتظار می‌رود سختی کاملاً صعودی باشد اما با توجه به نمودار، در کامپوزیت B بیشترین سختی حاصل شده است اما برای نمونه‌های کامپوزیتی با درصد منگنز بالاتر سختی کاهش می‌یابد.



شکل ۸ نمودار تغییرات چگالی نسبی نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش مقدار MnO₂

کسر حجمی تقویت کننده
فاصله‌ی بین ذرات و استحکام ذرات
توزیع ذرات
ریزساختار زمینه و ناحیه‌ی فصل مشترک

ارسنالت و همکاران [۴۵] تاثیر اندازه‌های مختلف استحکام دهنده بر چقرمگی را بیان کرده‌اند. نشان داده‌اند که در مورد ذرات بزرگ، شکست ذرات سبب رشد ناپایدار ترک و کاهش شدید چقرمگی می‌شود و در ذرات با قطر کمتر، جدا شدگی فصل مشترک ذره از زمینه رخ می‌دهد. همچنین در صورتی که ترشوندگی ذرات تقویت کننده به خوبی توسط زمینه‌ی آلومینیوم صورت گرفته باشد، در فصل مشترک ریز ترک‌هایی ایجاد می‌شود [۴۶]. این عامل باعث کاهش قدرت پیوند در فصل مشترک می‌شود.

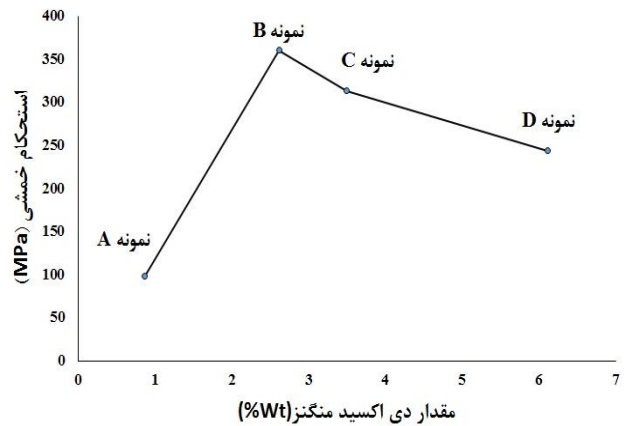
در کامپوزیت‌های تولید شده در این پژوهش، کلیه‌ی کامپوزیت‌ها به دلیل یکسان بودن شرایط ساخت، شامل مقدار یکسانی از ذرات آلومینای درشت حاصل از اکسیداسیون مستقیم مذاب هستند اما مقدار آلومینای حاصل از واکنش آلومینوترمی با افزایش مقدار دی اکسید منگنز افزایش می‌یابد. همان‌طور که بیان شد، آلومینای درجای حاصل از واکنش آلومینوترمی ریز بوده و فصل مشترکی تمیز و پیوند قوی با زمینه ایجاد می‌کند. ترک هنگام رشد وقتی به ذرات تقویت کننده‌ی ریز موجود در زمینه کامپوزیت می‌رسد مجبور به تغییر مسیر شده و ذره را دور می‌زند [۴۶]. حضور ذرات ریز آلومینای تشکیل شده از واکنش آلومینوترمی می‌تواند از رشد ترک‌ها جلوگیری کرده و با افزایش مسیر طول ترک از شکست زودرس جلوگیری نماید و بدین ترتیب چقرمگی را افزایش می‌دهد. بنابراین افزایش چقرمگی کامپوزیت B نسبت به کامپوزیت A می‌تواند ناشی از حضور ذرات آلومینای ریز بیشتر در ساختار و جلوگیری از رشد ترک باشد اما برای نمونه‌ی C و D، ذرات استحکام دهنده نسبتاً درشت‌تر بوده همان‌طور که تصاویر میکروسکوپی در شکل ۶ تایید می‌نماید بنابراین اثر استحکام دهنده‌ی آن‌ها در جلوگیری از افزایش طول ترک، کاهش می‌یابد. از طرفی در مقادیر قابل توجه از ذرات استحکام دهنده، اثر تردی و خوشه‌ای شدن آن‌ها غالب شده و چقرمگی را کاهش می‌دهد (خشن و نامنظم شدن ریز ساختار در شکل ۶ به خوبی قابل مشاهده است).

۴- نتیجه‌گیری

- ۱- با افزودن پودر دی اکسید منگنز به درون مذاب آلومینیوم با دمای ۹۰۰ درجه‌ی سانتی گراد واکنش آلومینوترمی با ایجاد نور خیره کننده انجام شده و ذرات تقویت کننده‌ی آلومینا در مذاب تشکیل می‌شوند. منگنز احیا شده با آلومینیوم تشکیل یک محلول جامد و فاز بین فلزی MnAl₆ می‌دهد.
- ۲- بررسی‌های ریزساختاری نشان می‌دهد در ابتدا یک ریزساختار از نانو تا میکرو ذرات از آلومینا و MnAl₆ را داده اما به تدریج افزایش ورود MnO₂ به داخل مذاب به یک ساختار خشن، نامنظم و متخلخل منجر می‌شود.
- ۳- بالاترین خواص مکانیکی برای کامپوزیت نوع B با ۲/۶۲ درصد دی اکسید منگنز به عنوان ماده‌ی اولیه‌ی ورودی به مذاب حاصل می‌شود.

۵- مراجع

- [1] Reddy, B. S. B. Karabi, D. and Siddhartha, D., "A Review on the Synthesis of In-situ Aluminum Based Composites by Thermal, Mechanical and

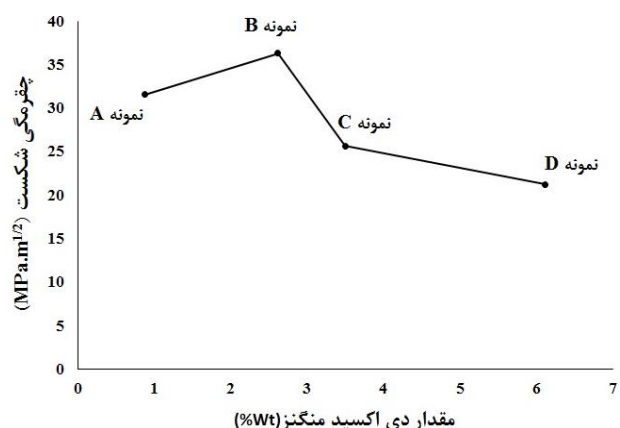


شکل ۱۱ نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای برای نمونه‌های مختلف کامپوزیتی به عنوان تابعی از مقدار MnO₂ در مخلوط پودری اولیه

برای نمونه‌ی B وجود ذرات استحکام دهنده‌ی Al₂O₃ و MnAl₆ مانعی برای حرکت نابجایی‌ها بوده و کار سختی زمینه‌ی آلیاژ افزایش می‌یابد. از طرفی شکل‌گیری محلول جامد Al-Mn نیز استحکام کامپوزیت را افزایش می‌دهد. لازم به ذکر است ترکیبات بین فلزی Al_xMn_y بسیار ترد بوده که در فصل مشترک ذره و زمینه شکل می‌گیرند و در مقادیر بیش از حد بحرانی باعث تضعیف فصل مشترک شده و به عنوان مراکز تمرکز تنش عمل می‌کنند و منجر به کاهش استحکام کامپوزیت می‌شوند [۴۲،۴۱،۳۸].

حضور تخلخل در فصل مشترک بین ذرات استحکام دهنده و زمینه نیز محلی برای تمرکز تنش بوده و موجب کاهش در استحکام کامپوزیت می‌شود [۴۳،۴۰]. از طرفی افزایش مقدار ذرات استحکام دهنده بیش از حد بحرانی، احتمال خوشه‌ای شدن آن‌ها را نیز افزایش داده و حالت کلوخه‌ای به آن‌ها می‌دهد و دیگر به عنوان موانع قوی عمل نمی‌کنند و در نتیجه استحکام کاهش می‌یابد [۴۱،۳۸].

شکل ۱۲ نمودار تغییرات چقرمگی شکست را برای نمونه‌های کامپوزیتی مختلف نشان می‌دهد. با توجه به نمودار، چقرمگی شکست نیز ابتدا برای کامپوزیت B افزایش یافته اما در ادامه برای کامپوزیت‌های C و D کاهش می‌یابد.



شکل ۱۲ نمودار تغییرات چقرمگی شکست نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش مقدار MnO₂ در مخلوط پودری اولیه

چقرمگی شکست کامپوزیت‌های زمینه‌ی فلزی ذره‌ای تحت تاثیر عوامل گوناگونی است [۴۴]. این عوامل عبارتند از:

- [28] Gotman, I. Koczak, M.J. and Shtessel, E., "Fabrication of Al Matrix In-situ Composites via Self-propagating Synthesis," *Materials Science and Engineering*, pp. 189-199, 1994.
- [29] Hashim, J. Looney, L. and Hashmi, M. S. J., "Metal Matrix Composite Production by the Stir Casting Method," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 92-93, pp. 1-7, 1999.
- [30] Shirvani Moghaddam, K. Abdizadeh, H. Bahravandi, H. R. Ehsani, N. Abdi, F. and Fateh, O., "Assessment of Microstructural Observation of Aluminum Composite Reinforced With Three Different Ceramic Reinforcement by Vortex Method," In Persian, 11th Congress of the Iranian Metallurgical Society, 2007.
- [31] Mahmoudi, M., "Fabrication of Al-SiC Composite by Mix Casting and The Effect of Magnesium on the SiC Particle Wettability," In Persian, 11th Congress of the Iranian Metallurgical Society, 2007.
- [32] Abdulhaqq, A. H. Ghosh, P.K. Jain, S.C. and Ray, S., "Influence of Particle Content and Porosity on The Wear Behavior of Cast In-situ Al(Mn)-Al₂O₃(MnO₂) Composite," *Wear*, Vol. 260, pp. 368-378, 2006.
- [33] Polmear, I. and John, D., "Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals," Butterworth-Heinemann, 2006.
- [34] Smith, W. F., "Structure and Properties of Engineering Alloys", McGraw-Hill, 1993.
- [35] Evanse, A. G. and Wilshaw, T. R., "Quasi-static Solid Particle Damage In Brittle Solid -I. Observation Analysis and Implication", *Acta Metallurgica*, Vol. 24, pp.939- 956, 1976.
- [36] Zaki, M. I. Hasan, M. A. Pasupulety, L. and Kumari, K., "Thermochemistry of Manganese Oxide in Reactive Gas Atmospheres: Probing Redox Compositions in the Decomposition Course MnO₂=MnO," *Thermochimica Acta*, Vol. 303, pp. 171-181, 1997.
- [37] Shukla, A. and Pelton, A. D., "Thermodynamic Assessment of the Al-Mn and Mg-Al-Mn Systems," *Jpedav*, Vol. 30, pp. 28-39, 2009.
- [38] Kalantar, M. Mashreghi, A. R. and Solimani, S. M., "Investigation the Influence of Type and Amount of Reinforcement Particles and Processing Parameters on the Micro Structure and Mechanical Properties of Aluminum Matrix Composites," In Persian, *Journal of Metallurgical And Materials Engineering*, No. 2, 2010.
- [39] Vafaie, L. Monshi, A. and Karamian, E., "Investigation of Microstructure, Mechanical and Wear Properties of Nanocomposite Al-5%Cu/SiC Produced by Powder Metallurgy Method," In Persian, *Journal of Advanced Materials and Technologies*, Vol. 2, No. 4, pp. 27-34, 2013.
- [40] Damavandi, E. Nourouzi, S. and Rabiee, S. M., "Effect of Porosity on Microstructure and Mechanical Properties of Al₂O_{3(p)}/Al-A356 MMC," In Persian, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 15, No. 3, pp. 243-250, 2015.
- [41] Alizadeh, A. Abdollahi, A. R. and Nasiri, Z., "Compare Microstructure and Mechanical Properties of Al-B₄C Nanocomposite Produced by Casting Methods, Stir Casting, Powder Metallurgy and Mechanical Alloying," In Persian, *Advanced Processes in Materials*, Vol. 8, No. 1, pp. 243-250, 2014.
- [42] Baharvandi, H. R. Nasiri, Z. Saeidi, M. and Maheri, H., "The Effect of Particle Size and Temperature on The Microstructure and Mechanical Properties of Al-Al₂O₃ Metal Matrix Composite Produced by Stir Casting," In Persian, *Advanced Processes in Materials*, Vol. 8, No. 2, 2014.
- [43] Al-Jarrah, J. A. Ray, S. and Ghosh, P. K., "Solidification Processing of Al-Al₂O₃ Composite Using Turbine Stirrer", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 29A, pp. 1711-1718, 1998.
- [44] Baghchesara, M. A. Abdizadeh, H. and Baharvandi, H. R., "Investigate of Tensile Strength and Fracture Surface of the Al/ZrO₂ Composite Made by Direct Mixing", In Persian, 2th International Conference and 8th Conference on Manufacturing Engineering, Iran University of Science and Technology, 2007.
- [45] Arsenault, R. and Shi, N., "Dislocation Generation Due to Differences Between the Coefficient of Thermal Expansion," *Material science and Engineering*, Vol. 81, pp. 175-198, 1986.
- [46] Ranjbaran, M. Najafi, M. T. Etaee, M. and Amini, R., "Experimental Investigation of Mechanical Failure in the Aluminum Matrix Composites Containing Fifteen Percent Silicon Carbide Particles", In Persian, *Journal of Solid Mechanics*, Vol. 2, No. 2, 2009.
- Mechanical-Thermal Activation of Chemical Reactions," *J Mater Sci*, Vol.42, pp. 9366-9378, 2007.
- [2] Rawal, S., "Metal-Matrix Composites for Space Applications," *MMCs for Space*, JOM, Vol. 53, pp. 14-17, 2001.
- [3] Prasad, S. V. and Asthana, R., "Aluminum Metal-Matrix Composites for Automotive Applications: Tribological Considerations," *Tribology Letters*, Vol. 17, pp. 445-453, 2004.
- [4] Miracle, D. B., "Aeronautical Applications of Metal-Matrix Composites," *Air Force Research Laboratory*, pp. 1043-1049, 2001.
- [5] Suresh, S. Mortensen, A. and Needleman, A., "Fundamentals of Metal-Matrix Composites," Butterworth-Heinemann, London, 1993.
- [6] Torralba, J. M. Costa, C. E. and Velasco, F., "P/M Aluminum Matrix Composites," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 133, pp. 203-206, 2003.
- [7] Mcdanel, D. L., "Analysis of Stress-Strain Fracture and Ductility Silicon Carbide," *Metall Trans*, Vol. 16, pp. 1105-1115, 1985.
- [8] Alpas, A. T. and Zhang, J., "Wear Rate Transitions in Cast Aluminum - Silicon Alloys Reinforced with SiC Particles," *Scripta Metall Mater*, Vol. 26, pp. 505-509, 1992.
- [9] Akbulut, H. Durman, M. and Yilmaz, F., "Dry Wear and Friction Properties of Al₂O₃ Short Fiber Reinforced Al-Si (LM 13) Alloy Metal Matrix Composites," *Wear*, Vol. 215, pp. 170-179, 1998.
- [10] Skolianos, S. and Kattamis, T. Z., "Tribological Properties of SiC-Reinforced Al-4.5%Cu-1.5%Mg Alloy Composites," *Mater Science and Engineering A*, Vol. 163, pp. 107-113, 1993.
- [11] Sahin, Y. Kok, M. and Celik, H., "Tool Wear and Surface Roughness of Al₂O₃ Particle-Reinforced Aluminum Alloy Composites," *J Mater Process Technol*, Vol. 128, pp. 280-291, 2002.
- [12] Surappa, M. K. Prasad, S. V. and Rohatgi, P. K., "Wear and Abrasion of Cast Al-Alumina Particle Composites," *Wear*, Vol. 77, pp. 295-312, 1982.
- [13] Sato, A. and Mehrabian, R., "Aluminum Matrix Composite: Fabrication and Properties," *Metall Trans B*, Vol. 7, pp. 443-451, 1976.
- [14] Kwok, J. K. M. and Lim, S. C., "High-speed Tribological Properties of Some Al/SiC Composites," *Wear Mechanisms*, *Composite Science and Technology*, Vol. 59, pp. 65-75, 1999.
- [15] Kwok, J. K. M. and Lim, S. C., "High-speed Tribological Properties of Some Al/SiC Composites: Frictional and Wear-Rate Characteristics," *Composite Science and Technology*, Vol. 59, pp. 55-63, 1999.
- [16] Sajjadi, S. A. Ezatpour, H. R. and Beygi, H., "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Al₂O₃ Micro and Nano Composites Fabricated by Stir Casting," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528, pp. 8765- 8771, 2011.
- [17] Ezatpour, H.R. Beygi, H. Sajjadi, S. A. and Torabi parizi, M., "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Al₂O₃ Micro and Nano Composites Fabricated by a Novel Stire Casting Route," In Persian, 2th Conferences on Application of nanotechnology in Science, Engineering and Medicine, 2011.
- [18] Ghanaraja, S. Nath, S. K. and Ray, S., "Processing and Mechanical Properties of Cast Al(Mg,Mn)-Al₂O₃(MnO₂) Composites Containing Nanoparticles and Larger Particles," *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, Vol. 45, pp. 3467-3480, 2014.
- [19] Maity, P. C. Panigrahi, S. C. and Chakraborty, P.N., "Preparation of Aluminium-Alumina In-situ Particle Composite by Addition of Titania to Aluminium Melt", *Scr. Metall. Mater*, Vol. 28, pp. 549-552, 1993.
- [20] Maity, P. C. Chakraborty, P. N. and Panigrahi, S.C., "Preparation of Al-MgAl₂O₄- MgO In-situ Particle-Composites by Addition of MnO₂ Particles to Molten Al-2 wt% Mg Alloys," *Mater Letters*, Vol. 20, pp. 93-97, 1994.
- [21] Henger, C. H. Brimhall, J. L. and Hirth, J. P., "Synthesis of a MoSi₂-SiC Composite In-situ Using a Solid State Displacement Reaction," *Materials Science and Engineering*, Vol. 155, pp. 109-114, 1992.
- [22] Ashnagar, M. Mashreghi, A. and Kalantar, M., "Production of Al/(Al₂O₃+Al_xV_y) In-situ Composites, Investigation Phase Transformations, Structure and Mechanical Properties," In Persian, *Iranian Journal of Ceramic Science & Engineering*, Vol. 2, pp. 57-72, 2013.
- [23] Wu, J. M. and Li, Z. Z., "Nanostructured Composite Obtained by Mechanically Driven Reduction Reaction of CuO and Al Powder Mixture," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 299, pp. 9-16, 2000.
- [24] Najarian, A. R. and Emadi, R., "Microstructural Investigation of As Cast Aluminum Matrix Nanocomposite Reinforced by In-situ Al₂O₃/Al₃Ni Hybrid Particles," In Persian, 5th Joint Conference of Iranian Metallurgical Engineers Society and Iranian Foundry men's Society," 2011.
- [25] Forouzanmehr, N. Karimzadeh, F. and Enayati, M. H., "Synthesis of TiAl-10%wt Al₂O₃ Nanocomposite Powders by Mechanical Alloying," In Persian, 2th Student Conference on Nanotechnology, University of Kashan, 2006.
- [26] Hoseini, M. Ghasemi, S. and Meratian, M., "Fabrication of Aluminium-Alumina In-situ Composite," In Persian, 10th Congress of the Iranian Metallurgical Society, Ferdowsi University of Mashhad, 2006.
- [27] Arami, H. Simchi, A. and Seyed Reihani, S. M., "Mechanical Induced Reaction in Al-CuO System for In-situ Fabrication of Al Based Nanocomposite," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 465, pp. 151-156, 2008.