



تولید و بررسی تشکیل فازها در کامپوزیت در جای $Al/(Al_2O_3+Al_xV_y+Al_aNi_b)$

فاطمه میرعرب شاهی^۱، علیرضا مشرقی^{۲*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، یزد

۲- دانشیار، مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، یزد

*amashreghi@yazd.ac.ir • 741-89185 صندوق پستی

اطلاعات مقاله

دریافت: ۹۵/۶/۲۹

پذیرش: ۹۵/۱۱/۲۰

کلیدواژگان:

کامپوزیت درجا

تقویت کننده

ترکیبات بین فلزی و سرامیکی

سنتر احتراقی

چکیده

در این پژوهش تولید کامپوزیت $Al/(Al_2O_3+Al_xV_y+Al_aNi_b)$ به روش فعال سازی مکانیکی- حرارتی، در سیستم Al, V_2O_5, NiO مورد مطالعه قرار گرفت. بدین منظور مخلوط پودرهای Al, V_2O_5, NiO با دو نسبت وزنی مختلف ($P_0: Al-18.9 V_2O_5-7.9NiO$ و $P_1: Al-13.3V_2O_5-5.6NiO$) تحت آسیاکاری و سپس تراکم قرار گرفتند. جهت بررسی دماهای وقوع تحولات فازی از آنالیز حرارتی افتراقی استفاده شد. نمونه های خام با توجه به دمای پیک واکنش ها در آنالیز حرارتی افتراقی، تفجوشی شدند. نمونه های خام P_0 در دماهای ۷۲۵، ۷۷۰ و ۹۵۰ درجه سانتیگراد و نمونه های خام P_1 در دماهای ۷۲۵، ۸۳۰ و ۹۶۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شدند. نتایج آنالیز XRD و بررسی ریزساختاری پس از تفجوشی نمونه ها در دمای ۹۶۰ نشان داد که فازهای $Al_3V, Al_{23}V_4, \alpha-Al_2O_3, Al_2V_3$ در هر دو نمونه به عنوان تقویت کننده تشکیل شده است. با این تفاوت که در نمونه P_0 ، فاز $AlNi$ و در نمونه P_1 فاز Al_4Ni_3 وجود دارد. بررسی های سختی و چگالی نیز نشان دهنده افزایش این دو پارامتر با افزایش درجه حرارت پخت و افزایش درصد تقویت کننده می باشد. مقادیر سختی و چگالی در نمونه P_0 نسبت به P_1 به دلیل وجود ترکیبات بین فلزی بیشتر، بیشتر می باشد.

Fabrication and phases study in $Al/(Al_2O_3+Al_xV_y+Al_aNi_b)$ in situ composite

Fateme Mirarabshahi, Alireza Mashreghi*

Department of Mineral and Material Engineering, Yazd University, Yazd, Iran

* P.O.B. 741-89195 Yazd, Iran, amashreghi@yazd.ac.ir

Keywords

In-Situ Composite Reinforcement
Intermetallic and ceramic compounds
Combustion Synthesis

Abstract

In present study, production of $Al/(Al_2O_3+Al_xV_y+Al_aNi_b)$ composite in $Al-V_2O_5-NiO$ system with thermomechanical activation method has been investigated. For this purpose, the mixing of Al, V_2O_5 and NiO powders with two different weight fraction ($P_0: Al-18.9 V_2O_5-7.9NiO, P_1: Al-13.3V_2O_5-5.6NiO$) were grinded and densification was occurred. Differential thermal analysis method was used to investigation of phase transitions. Heat treatments was conducted on the raw comperest silenderical samples due to the peak temperature of the reactions, P_0 raw samples heated at temperatures of 725, 770 and 950 °C and P_1 raw samples at temperatures of 725, 830 and 960 °C. XRD analysis and the microstructure of the sintered samples at temperature of 960 showed that the phases $Al_3V, Al_{23}V_4, \alpha-Al_2O_3, Al_2V_3$ in both sample as reinforcement is formed in this temperature. The difference between P_0 and P_1 samples is that in the P_0 , $AlNi$ phase and in P_1 , Al_4Ni_3 phase formed. Studies also show that by increasing temperature we have increase in the hardness and density. In P_0 , hardness and density values in this sample where much more than of P_1 .

۱- مقدمه

فلزی^۱ و بخصوص کامپوزیت های زمینه آلومینیوم^۲ طی دو دهه گذشته بسیار مورد توجه قرار گرفته است [1-2].

ترکیباتی که در زمینه آلومینیوم به عنوان تقویت کننده استفاده می شوند، معمولاً ترکیبات اکسیدی، کاربیدی، نیتریدی و یا بین فلزی ها هستند. مهمترین مشکل این گونه کامپوزیت ها فقدان پیوندهای مناسب در فصل مشترک زمینه و تقویت کننده است. برخی تقویت کننده ها معمولاً تطابق خوبی با زمینه فلزی ندارند که باعث پیوندهای ضعیف در فصل مشترک و در نهایت کاهش خواص مکانیکی و افزایش حساسیت به خوردگی

در کامپوزیت های زمینه فلزی گستره وسیعی از فلزات و آلیاژها مانند آلیاژهای آلومینیوم، آلیاژهای مس، چدن، فولاد، آلیاژهای منیزیم، سوپرآلیاژهای پایه نیکل، آلیاژهای تیتانیوم، آلیاژهای روی و غیره کاربرد دارند. استحکام، سختی و سایر خواص مکانیکی آلومینیوم نسبت به فلزاتی چون آهن، نیکل و تیتانیوم ضعیف تر می باشد. لذا از آلومینیوم صرفاً به صورت آلیاژی یا زمینه کامپوزیت و یا از ترکیبی از این دو استفاده می شود تا از خواص مکانیکی بهتری برخوردار باشد. بر همین اساس کامپوزیت های زمینه

¹ Metal matrix composite(MMC)

² Aluminium matrix composite(AMC)

Please cite this article using:

Mirarabshahi, F. and Mashreghi, A., "Fabrication and phases study in $Al/(Al_2O_3+Al_xV_y+Al_aNi_b)$ in situ composite", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 3, pp. 303-310, 2017.

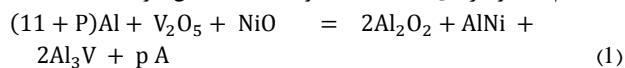
برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

می‌شود. افزودن ترکیبات بین فلزی به عنوان تقویت کننده، به علت سختی بسیار بالای آنها و قابلیت سازگاری‌شان مفید است. همچنین مقاومت به خوردگی و رفتار سایشی نیز بهبود می‌یابد که تمام این پدیده‌ها مربوط به فصل مشترک زمینه و تقویت کننده است [3]. کامپوزیت‌های تولید شده به روش درجا دسته جدیدی از کامپوزیت‌ها هستند که از پایداری شیمیایی بالایی برخوردار بوده و برای کاربردهای پیشرفته سازه‌ای و سایش بسیار مناسب می‌باشند [4-10]. در این روش ذرات فازهای تقویت کننده توسط واکنش‌های شیمیایی تولید می‌شود. کامپوزیت‌های درجا نسبت به غیر درجا مزایای جذابی دارند که عبارتند از:

- پایداری ترمودینامیکی تقویت کننده‌ها که منجر به افت کمتر خواص مکانیکی در دماهای بالا می‌گردد.
- تمیز بودن فصل مشترک زمینه با تقویت کننده‌ها که سبب بهبود استحکام فصل مشترک می‌شود.
- ریز بودن و پراکندگی یکنواخت ذرات تقویت کننده که منجر به خواص مکانیکی برتر در این نوع کامپوزیت می‌شود. علاوه بر این فرآیند درجا از لحاظ جنبه‌های اقتصادی یک روش مقرون به صرفه است، بنابراین مزایای قابل توجهی را جهت تولید مواد کامپوزیتی ارائه می‌دهد [11].

۲- مواد و روش تحقیق

جهت تولید کامپوزیت $Al_3V/Al_2O_3/Al_3Ni_2$ پودرهای آلومینیوم (با خلوص 99.5 درصد و میانگین اندازه ذرات 45 میکرون)، اکسید وانادیوم (با خلوص 99.2 درصد و میانگین اندازه ذرات 120 میکرون) به همراه اکسید نیکل (با خلوص 99.5 درصد با میانگین اندازه ذرات 20 میکرون) به عنوان مواد خام مورد استفاده قرار گرفت. به منظور ایجاد یک مخلوط همگن و فعال‌سازی شده، پودرها مطابق با رابطه (1)، در آسیای گلوله ای سیاره‌ای با محفظه تغلونی و گلوله‌های فولادی با قطر 20 میلی‌متر، تحت گاز آرگون به مدت زمان یک ساعت آسیاکاری شدند. انتظار می‌رود که در ترکیبات فوق واکنش (1) انجام شده و فازهای Al_3V ، $AlNi$ ، و Al_2O_3 تشکیل شوند.



در این پژوهش در راستای بررسی کسر حجمی ذرات بر خواص فیزیکی و مکانیکی از دو ترکیب $P_1=30$ و $P_0=15$ استفاده شده است که درصد وزنی فازها بصورت زیر می باشد $P_0=15(Al- 18.9 V_2O_5- 7.9NiO)$ و $P_1=30(Al- 13.3 V_2O_5- 5.6 NiO)$ استفاده شده است.

در طی آسیاکاری نسبت وزنی گلوله به پودر 4 به 1 و سرعت دورانی 250 دور بر دقیقه در نظر گرفته شد [22,23]. پارامترهای موثر در فرآیند آسیاکاری (زمان آسیاکاری، نسبت گلوله به پودر، اندازه گلوله‌ها، سرعت محفظه آسیاکاری و غیره) به گونه‌ای انتخاب گردید تا از انجام واکنش احتراق در محفظه آسیا جلوگیری به عمل آید تا تاثیر دما در مراحل مختلف تشکیل این کامپوزیت بررسی گردد.

جهت بررسی دماهای استتال و پیش بینی دمای واکنش‌ها، آزمون آنالیز حرارتی با استفاده از دستگاه Bahr Thermoanalyse (مدل STA504) از دمای محیط تا دمای حدود $1200^\circ C$ ، تحت گاز آرگون و سرعت گرم کردن $10^\circ C/min$ بر روی مقداری پودر آسیاکاری شده به وزن 100 میلی گرم انجام شد. مخلوط پودر به دست آمده از آسیاکاری تحت فشار 300 مگاپاسکال متراکم شد تا نمونه‌های استوانه ای با قطر 12 و ضخامت 5 میلی‌متر ساخته شود. نمونه‌های خام بعد از پرس سرد، در کوره لوله ای تحت اتمسفر آرگون و با سرعت $10^\circ C/min$ تا دمای مورد آزمایش گرم شدند و به مدت 20 دقیقه در آن دما نگهداری شدند.

افزودن ترکیبات بین فلزی به عنوان تقویت کننده، به علت سختی بسیار بالای آنها و قابلیت سازگاری‌شان مفید است. همچنین مقاومت به خوردگی و رفتار سایشی نیز بهبود می‌یابد که تمام این پدیده‌ها مربوط به فصل مشترک زمینه و تقویت کننده است [3]. کامپوزیت‌های تولید شده به روش درجا دسته جدیدی از کامپوزیت‌ها هستند که از پایداری شیمیایی بالایی برخوردار بوده و برای کاربردهای پیشرفته سازه‌ای و سایش بسیار مناسب می‌باشند [4-10]. در این روش ذرات فازهای تقویت کننده توسط واکنش‌های شیمیایی تولید می‌شود. کامپوزیت‌های درجا نسبت به غیر درجا مزایای جذابی دارند که عبارتند از:

- پایداری ترمودینامیکی تقویت کننده‌ها که منجر به افت کمتر خواص مکانیکی در دماهای بالا می‌گردد.
- تمیز بودن فصل مشترک زمینه با تقویت کننده‌ها که سبب بهبود استحکام فصل مشترک می‌شود.
- ریز بودن و پراکندگی یکنواخت ذرات تقویت کننده که منجر به خواص مکانیکی برتر در این نوع کامپوزیت می‌شود. علاوه بر این فرآیند درجا از لحاظ جنبه‌های اقتصادی یک روش مقرون به صرفه است، بنابراین مزایای قابل توجهی را جهت تولید مواد کامپوزیتی ارائه می‌دهد [11].

روش‌های متفاوتی برای تولید کامپوزیت به روش درجا استفاده می‌شود که می‌توان به یکی از آنها، فرآیند سنتز احتراقی است. فرآیند سنتز احتراقی که براساس خاصیت واکنش‌های گرمازا عمل می‌کند، روشی جدید، اقتصادی و جالب جهت تولید محدوده وسیعی از مواد نظیر سرامیک‌های پیشرفته، ترکیبات بین فلزی و کامپوزیت‌ها می‌باشد [12-17].

تا به حال کامپوزیت‌های درجای آلومینیومی با ذرات تقویت کننده بسیاری از جمله Al_2O_3 ، Al_3Zr ، Al_3V ، Al_3Ni ، Ni_2Al_3 و TiO_2 به روش‌های متعدد به صورت درجا تولید شده اند که هر کدام خواص و ویژگی‌های خاص خود را داشته اند.

ترکیبات آلومینات نیکل از جمله ترکیباتی هستند که به دلیل نقطه ذوب بالا، دانسیته نسبتاً پایین، استحکام بالا و همچنین مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون بالا مطرح هستند. اولین پژوهش در زمینه تولید ترکیبات آلومینات نیکل توسط ایوانو¹ و همکارانش انجام شد. که توسط آلیاژسازی مکانیکی فاز $NiAl$ با آزادسازی انرژی ذخیره شده حین آسیاکاری، تولید شد [18].

در تحقیقی دیگر، انوری و همکارانش از آسیاکاری مخلوط پودری Al ، NiO و Ni در مدت زمان‌های آسیاکاری متفاوت، فاز Al_2O_3 و $NiAl$ را بدست آوردند. در این تحقیق اثر مدت زمان آسیاکاری بر اندازه فازهای تشکیل شده بررسی شد و دیده شد که با افزایش مدت زمان آسیاکاری، اندازه ذرات تشکیل شده کاهش یافته است [19].

کامپوزیت تولید شده از Al و V دارای خصوصیتی از جمله فازهای بین فلزی پایدار با ساختار تتراگونال و داکتیلیته کم، می‌باشند. در پژوهشی یزدیان و همکارانش فاز Al_3V را با استفاده از آسیاکاری پودر Al و V_2O_5 تولید کردند. در این تحقیق اثر زمان آسیاکاری را بر میزان فاز Al_3V و اندازه ذرات این فاز بررسی کردند. آنها با افزایش زمان آسیاکاری فاز Al_3V ریزتری را به دست آوردند [20].

در پژوهشی دیگر، عبد الناصر² و همکارانش با آسیاکاری پودرهای Al ، V_2O_5 به مدت 6 ساعت و اضافه کردن مخلوط پودری به مذاب آلومینیوم،

¹ Ivanov

² Abdel-Nasser

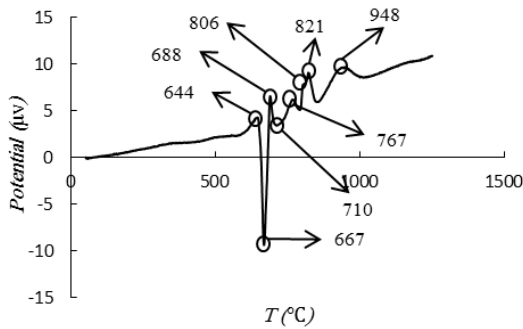


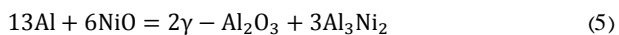
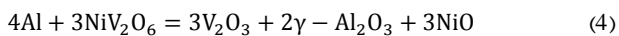
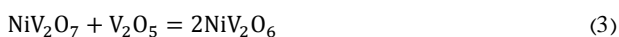
Fig. 2 differential thermal analysis for P₁ sample

شکل ۲ آنالیز حرارتی افتراقی نمونه P₁

شکل 3-A الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₀ پس از آسیاکاری را نشان می‌دهد. این پراش نشان می‌دهد که هیچ فازی در حین آسیاکاری تشکیل نشده است که دلیل آن می‌تواند پارامترهای وابسته به آسیاکاری مانند زمان آسیاکاری، نوع آسیا، سرعت دورانی، نسبت وزنی گلوله به پودر و درصد نسبی واکنش دهنده‌ها و غیره باشد. فرآیند آسیاکاری جهت همگن کردن پودر و فعال سازی مخلوط پودرهای واکنش دهنده صورت گرفت. لذا هیچ واکنشی تحت شرایط آسیاکاری رخ نداد و دلیل آن هم مقدار انرژی کم انتقال یافته به ذرات پودر، به علت کوچک بودن انرژی جنبشی گلوله‌ها قبل از برخورد است.

در شکل 3-B الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₀ پس از حرارت دادن در دمای 725 درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. در آنالیز حرارتی افتراقی سه پیک گرمازا در درجه حرارت‌های 600، 626 و 711 درجه سانتیگراد دیده می‌شود. پیک مشاهده شده در دمای 600 و 626 درجه سانتیگراد به ترتیب مربوط به تشکیل فازهای Ni₂V₂O₇ و NiV₂O₆ می‌باشد [27]. که این دو فاز طی واکنش (2) و (3) ایجاد می‌شوند. درجه حرارت 711 درجه سانتیگراد مربوط به انجام واکنش‌های (4) و (5) و تشکیل فاز Al₃Ni₂ و می‌باشد.

در شکل 3-B فازهای V₂O₃, γ-Al₂O₃, Al₃Ni₂ علاوه بر Al دیده می‌شود. در این شکل شدت پیک مربوط به آلومینیوم به دلیل انجام واکنش‌های (4) و (5) و تشکیل ترکیبات بین فلزی آلومینیوم و نیکل و اکسید آلومینیوم کمتر شده است.



در شکل 3-C الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₀ پس از حرارت دادن در دمای 770 درجه سانتیگراد دیده می‌شود. در این شکل فازهای قبلی وجود دارد به جز اینکه به جای فاز Al₃Ni₂، Al₄Ni₃ تشکیل شده است. این فاز می‌تواند مطابق واکنش (6) ایجاد شده باشد.



در این درجه حرارت شدت پیک‌های مربوط به فاز V₂O₃ نسبت به دمای قبل تغییری نکرده است. می‌توان متوجه شد که انجام احیای اکسید وانادیوم (V₂O₅) و تشکیل فاز V₂O₃ به طور کامل صورت گرفته و اکسید وانادیوم دارای اندازه تقریباً یکسانی بوده و تماماً به V₂O₃ در دمای 725 درجه سانتیگراد تبدیل شده است. در این دما به دلیل انجام واکنش (6) اولاً شدت پیک مربوط به آلومینیوم بیشتر شده، ثانیاً شدت دو فاز Al₃Ni₂

تغییرات فازی نمونه‌ها پس از حرارت دادن در دماهای مختلف با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس (مدل Philips PW3040) مجهز به تولید کننده پرتو Cu-kα و با ولتاژ شتاب دهنده 40KV و جریان 20mA بررسی شد. این آنالیز با گام 0.02 درجه و زمان نگهداری 1 ثانیه در هر گام در گستره تفرق از زاویه 10 تا 80 درجه بررسی شد. همچنین ریزساختار نمونه‌ها نیز با میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی (مدل Phenom pro X (2013)) مجهز به آنالیزگر تفکیک انرژی (EDS) در ولتاژ 15Kv مورد بررسی قرار گرفت. آزمون سختی سنجی به روش ویکرز و با نیروی اعمالی 10 کیلوگرم و از میانگین 6 اندازه گیری برای هر نمونه توسط دستگاه Instron wolpert تعیین گردید. چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس مطابق با استاندارد ASTM C373 اندازه گیری شد [24].

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مکانیزم تولید

منحنی آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) به دست آمده از حرارت دهی نمونه خام P₀ و P₁ به ترتیب تا دماهای 1050 و 1250 درجه سانتیگراد در شکل‌های 1 و 2 دیده می‌شود. در شکل 2 پنج پیک گرمازا در دماهای 600، 626، 711، 820 و 882 درجه سانتیگراد و همچنین یک پیک گرماگیر در دمای 665 درجه سانتیگراد دیده می‌شود. در شکل 2 منحنی دارای پنج پیک گرمازا در دماهای 644، 688، 767، 821 و 948 درجه سانتیگراد و دو پیک گرماگیر در دماهای 667 و 710 درجه سانتیگراد می‌باشد. وجود پیک‌های گرمازا بیانگر وقوع واکنش‌های متعدد و تشکیل فازها و ترکیبات میانی و انتقالی در حین تحولات ساختاری این کامپوزیت است. اولین پیک گرماگیر در دو نمودار را با توجه به مشخصات فیزیکی مخلوط‌ها و همچنین پژوهش‌های مشابه مورد بررسی، می‌توان به ذوب آلومینیوم [25] و ذوب اکسید وانادیوم باقی مانده بعد از دو واکنش گرمازای قبل نسبت داد. نقطه ذوب آلومینیوم، 660 و نقطه ذوب اکسید وانادیوم 670 درجه سانتیگراد می‌باشد [26]. دومین پیک گرماگیر در هر دو نمودار مربوط به ذوب یکی از ترکیبات بین فلزی می‌باشد که در ادامه بحث می‌شود. در هر دو شکل 1 و 2 یک روند افزایشی در راستای گرمازایی دیده می‌شود. لذا انتظار می‌رود در طی گرم شدن یک واکنش پیوسته گرمازا رخ دهد.

شکل 3 مربوط به الگوی پراش پرتوی ایکس برای نمونه آسیاکاری شده P₀ و همچنین نمونه‌های تفجوشی شده آن در دماهای مختلف می‌باشد. جدول 1 مشخص کننده تمام فازهای مشاهده شده در نمونه P₀ پس از تفجوشی در دماهای مختلف، می‌باشد.

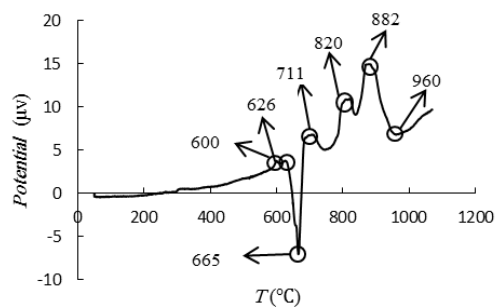


Fig. 1 differential thermal analysis for P₀ sample

شکل ۱ آنالیز حرارتی افتراقی نمونه P₀

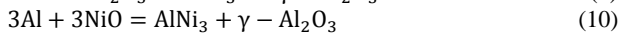
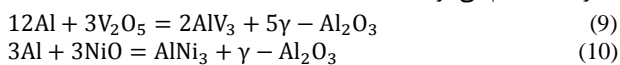
جدول ۱ فازهای مشاهده شده پس از حرارت دادن نمونه P₀ در درجه حرارت های مختلف

Table 1 Different phases of P₀ after heating in different degree

فازهای بین فلزی مشاهده شده	درجه حرارت پخت (°C)
Al + V ₂ O ₅ + NiO	پس از آسیاکاری
Al + V ₂ O ₅ + Al ₃ Ni ₂ + γ-Al ₂ O ₃	725
Al + V ₂ O ₅ + Al ₄ Ni ₃ + γ-Al ₂ O ₃	780
Al + Al ₃ V + Al ₂ V ₃ + Al ₂₃ V ₄ + AlNi + α-Al ₂ O ₃	950

همچنین جدول ۲ تمام فازهای بین فلزی پس از تفجوشی نمونه‌های P₁ را نشان می‌دهد. شکل ۴-A الگوی پراش اشعه ایکس نمونه پس از آسیاکاری را نشان می‌دهد. همانند شکل ۳-A هیچ فاز در طی آسیاکاری تشکیل نشده است.

در شکل ۴-B الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₁ پس از حرارت دادن در دمای 725 درجه سانتیگراد دیده می‌شود. در این شکل فازهای Al₃Ni₂, Al₃Ni₃, γ-Al₂O₃ و Al دیده می‌شوند. در آنالیز حرارتی افتراقی برای این نمونه دو پیک گرمزا و یک پیک گرمگیر به ترتیب در دماهای 644 و 688 و 667 درجه سانتیگراد دیده می‌شود که پیک‌های گرمزا مربوط به تشکیل ترکیبات بین فلزی AlNi₃ و AlV₃ بوده و پیک گرمگیر به دلیل ذوب آلومینیوم و اکسید وانادیوم می‌باشد. در این درجه حرارت دو واکنش (9) و (10) انجام می‌شود.



در این نمونه دو اکسید نیکل و وانادیوم به طور کامل احیا شده و فازهای بین فلزی AlV₃ و AlNi₃ تشکیل می‌شوند. شدت پیک آلومینیوم نسبت به شکل ۳-A کمتر شده است که به دلیل انجام واکنش‌های (9) و (10) می‌باشد. در نمودار آنالیز حرارتی افتراقی در درجه حرارت 710 درجه سانتیگراد دیده می‌شود که بنا بر بررسی‌های انجام شده نقطه ذوب این فازها، مربوط به ذوب AlV₃ می‌باشد.

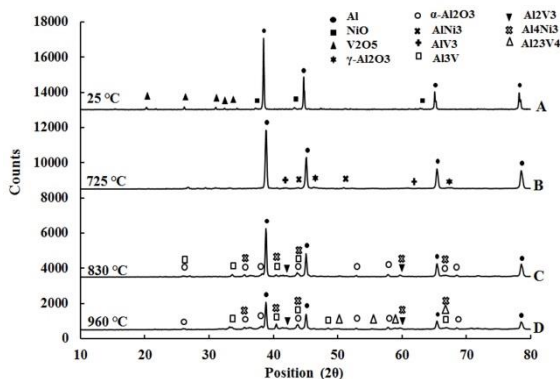


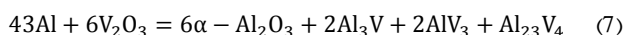
Fig. 4 XRD diagram of P₁ sample heating in different temperature

شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₁ پس از حرارت دادن در دماهای مختلف

در این نمونه در حدود دمای 600 درجه سانتیگراد همانند نمونه P₀ فاز NiV₂O₆, Ni₂V₂O₇ وجود ندارد که به دلیل داشتن آلومینیوم اضافی می‌باشد که فاز کمپلکسی از اکسیدها تشکیل نمی‌شود.

Al₄Ni₃ یکسان و ثالثا شدت پیک اکسید آلومینیوم نسبت به دمای قبل نیز یکسان می‌باشد.

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₀ پس از حرارت دادن در دمای 950 درجه سانتیگراد در شکل 3-D با فازهای Al₂O₃, Al₂₃V₄, Al₃Ni₂, Al₃Ni₃, AlV₃ و Al دیده می‌شود. در آنالیز حرارتی افتراقی نمونه P₀ دو پیک گرمزا بعد از درجه حرارت 770 درجه سانتیگراد دیده می‌شود که در 820 و 882 درجه سانتیگراد واقع شده است. به نظر می‌رسد پیک گرمزای مشاهده شده در دمای 820 مربوط به تشکیل فاز Al₄Ni₃ باشد که مقداری از این فاز در درجه حرارت 770 درجه سانتیگراد تشکیل شده است. در آنالیز حرارتی افتراقی این نمونه در شکل 1 دیده می‌شود که تشکیل این فاز از دمای 745 درجه سانتیگراد شروع شده و در دمای 820 درجه سانتیگراد به میزان حداکثر خود رسیده است و میزان گرمای بیشتری را در این دما آزاد کرده است. البته در شکل 3-D فازهای Al₃Ni₂, Al₃Ni₃, AlV₃, AlNi₃, Al₃V₃ نیز دیده می‌شود که دو پیک گرمزای مشاهده شده در دماهای 820 و 882 درجه سانتیگراد ممکن است برای تشکیل یکی از این فازها یا چند فاز با هم باشد. به نظر می‌رسد واکنش تشکیل فاز Al₄Ni₃ در این دماها کامل شده باشد.



تحول تبدیل فاز γ-Al₂O₃ به فاز α-Al₂O₃ پیوسته بوده و در دمای 950 درجه سانتیگراد قابل تشخیص می‌باشد. فاز α-Al₂O₃ که با نام کورانوم نیز شناخته می‌شود پایدارترین شکل آلوتروپیک از اکسیدهای آلومینیوم می‌باشد. در دماهای پایین راحت‌تر از α-Al₂O₃ شکل می‌گیرد که علت آن را می‌توان به ساختار کریستالی مکعبی با پارامتر شبکه 7/9 آنگستروم این فاز نسبت داد [28]. γ-Al₂O₃ به‌عنوان یک فاز انتقالی اکسید آلومینیوم، ناپایدار است و به راحتی در دماهای نزدیک 1000 درجه سانتیگراد به α-Al₂O₃ تبدیل می‌شود. اما به علت ماهیت گرمزای واکنش آلومینیوم با اکسیدهای وانادیوم، استحاله γ به α در دمای پایین‌تر نیز انجام شده است.

شکل 4 مربوط به الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه P₁ بعد از آسیاکاری و همچنین نمونه‌های تفجوشی شده در دماهای ذکر شده را نشان می‌دهد.

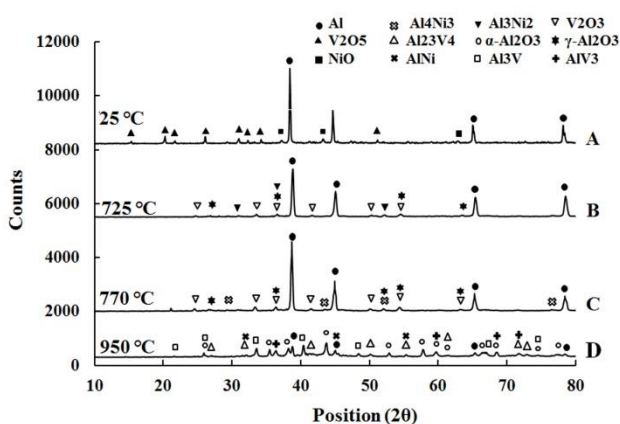


Fig. 3 diagram of XRD analysis for P₀ in different degrees

شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₀ پس از حرارت دادن در درجه حرارت‌های مختلف

فراهم شده و به دلیل کاهش انرژی سطحی به فرم میله ای درون زمینه تشکیل شده اند. فازهای مشخص شده پس از آنالیز EDS در جدول 3 دیده می شود. همینطور که در آنالیز EDS از این تصویر مشخص است، زمینه دارای ساختار مورد نظر اکسید آلومینیوم و ترکیبات بین فلزی مورد نظر در این دما همانند پیک‌های نشان داده شده در الگوی پراش اشعه ایکس فازهای مذاب در تمام نمونه پخش شده است، درصدهای آنالیز EDS در جدول 3 همواره مقداری آلومینیوم بیشتر از درصد فاز مورد نظر را نشان می دهد. دیده می شود نقاط 1 و 4 دارای رنگی مشابه هستند که به دلیل یکسان بودن عدد اتمی آنها می باشد.

ب- نمونه P₁:

در شکل 7 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی دیده می شود. در این تصویر همانند شکل 8 سه ناحیه خاکستری و سفید و سیاه دیده می شود. درون نواحی خاکستری فازهای بسیار ریز بین فلزی با رنگ سفید مشخص شده اند و به علاوه درون نواحی سفید نیز فازهایی به صورت میله ای با رنگ سفیدتر از زمینه مشخص می شوند، فاز میله ای همان فاز Al₂₃V₄ می باشد که در الگوی پراش اشعه ایکس پس از حرارت دادن نمونه تا درجه حرارت 960 درجه سانتیگراد دیده شده است و این فاز درون فاز بین فلزی Al₂V₃ تشکیل شده است. فازهای مشاهده شده پس از آنالیز EDS در جدول 4 دیده می شود.

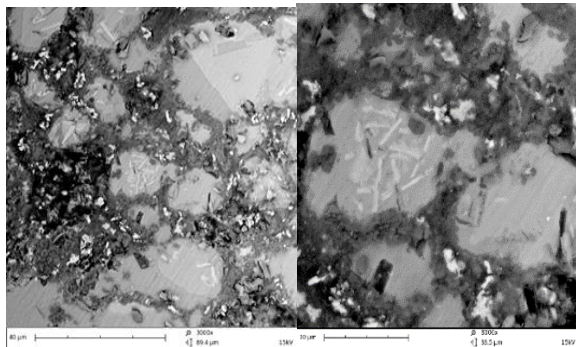


Fig. 5 SEM of P₀ sample after heating at 950°C

شکل 5 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه P₀ پس از حرارت دادن در دمای 950 درجه سانتیگراد در بزرگنمایی های مختلف

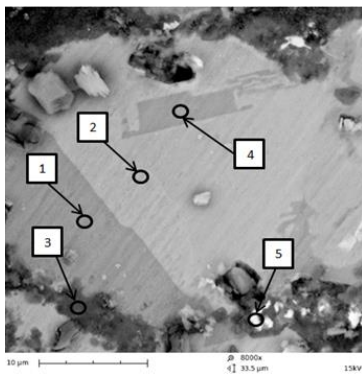
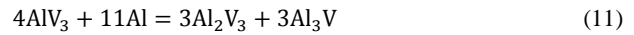


Fig. 6 EDS analysis of P₀ sample after heating at 950°C

شکل 6 آنالیز EDS از نمونه P₀ پس از حرارت دادن در درجه حرارت 950 درجه سانتیگراد

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₁ پس از حرارت دادن در دمای 830 درجه سانتیگراد در شکل C-4 با فازهای Al₂O₃, Al₂V₃, Al₃V, Al₄Ni₃ و Al دیده می شود. در این شکل، دو فاز بین فلزی AlNi₃ و AlV₃ به فازهای Al₂V₃, Al₃V, Al₄Ni₃ طی واکنش های (11) و (12) تبدیل شده اند که به دلیل درجه حرارت بالاتر و در نتیجه شدت نفوذ بیشتر آلومینیوم به داخل فازهای قبلی موجب تشکیل فاز جدید با میزان آلومینیوم بیشتر می شود.



در آنالیز حرارتی افتراقی نمونه P₁ سه پیک گرمازا در دماهای 767 و 806 و 821 درجه سانتیگراد دیده می شود که به دلیل تشکیل ترکیبات بین فلزی ذکر شده می باشد. در این شکل تحول تبدیل فاز γ -Al₂O₃ به فاز α -Al₂O₃ اتفاق می افتد که تحولی پیوسته بوده و در دمای 830 درجه سانتیگراد قابل تشخیص می باشد.

در شکل D-4 الگوی پراش اشعه ایکس نمونه P₁ پس از حرارت دادن در درجه حرارت 960 درجه سانتیگراد دیده می شود. در شکل D-4 فازهای Al, Al₃V, α -Al₂O₃, Al₂V₃, Al₄Ni₃, Al₂₃V₄ به وسیله انجام واکنش (13) از فاز Al₃V تشکیل می شود. در این شکل شدت فاز Al₃V و آلومینیوم کمتر شده است و دیگر فازها دارای شدت یکسانی با درجه حرارت قبل می باشند.



جدول 2 فازهای بین فلزی مشاهده شده در نمونه P₁ پس از حرارت دادن در درجه حرارت های مختلف

Table 2 Intermetallic phases in P₁ sample after heating in different degree

فازهای مشاهده شده	درجه حرارت پخت (°C)
Al + V ₂ O ₅ + NiO	پس از آسیابکاری
Al + AlV ₃ + AlNi ₃ + γ -Al ₂ O ₃	725
Al + Al ₃ V + Al ₂ V ₃ + Al ₄ Ni ₃ + α -Al ₂ O ₃	830
Al + Al ₃ V + Al ₂ V ₃ + Al ₂₃ V ₄ + Al ₄ Ni ₃ + α -Al ₂ O ₃	960

۳-۲- بررسی ساختاری

الف- نمونه P₀:

شکل 5 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ساختار کامپوزیت به دست آمده در دمای 950 درجه سانتیگراد را در دو بزرگنمایی مختلف نشان می دهد. در این تصویر زمینه خاکستری رنگ همراه با فاز سیاه و فاز سفیدی دیده می شود. فاز سیاه رنگ همان تخلخلها هستند که در تصویر میکروسکوپ نوری نیز به شکل نواحی سیاه رنگ دیده می شد. فاز سفید دارای طیفی از رنگ از خاکستری تا کاملاً سفید است که ناشی از وجود فازهای متفاوت با عدد اتمی متفاوت در کنار هم می باشد. درون زمینه نیز فازهای خیلی ریزی (در حد تقریباً یک میکرون)، تشکیل شده است که این فازها به صورت پراکنده پخش شده اند. به علاوه درون فازهای بین فلزی نیز فاز سیاهی به چشم می خورد. درون رسوبات سفید رنگ، نواحی سفیدتری با شکل میله ای دیده می شود. در این نواحی شرایط برای تشکیل فاز بین فلزی از طریق نفوذ

۳-۳- خواص مکانیکی

معمولا مواد ساخته شده به روش متالورژی پودر دارای مقادیری تخلخل هستند که باعث سختی پایین تر آنها نسبت به نمونه بالک و پراکندگی زیاد در نتایج سختی سنجی می شود.

جدول ۳ فازهای مشاهده شده پس از آنالیز EDS نمونه P_0

Table 3 Different phases after EDS of P_0 sample

شماره نقطه	آنالیز	فاز
1	65.4Al+34.6V	Al_3V
2	82.1Al+27.9V	$Al_{23}V_4$
3	52.2Al+47.8O	A- Al_2O_3
4	37.4Al+63.6Ni	AlNi
5	20Al+80V	AlV_3

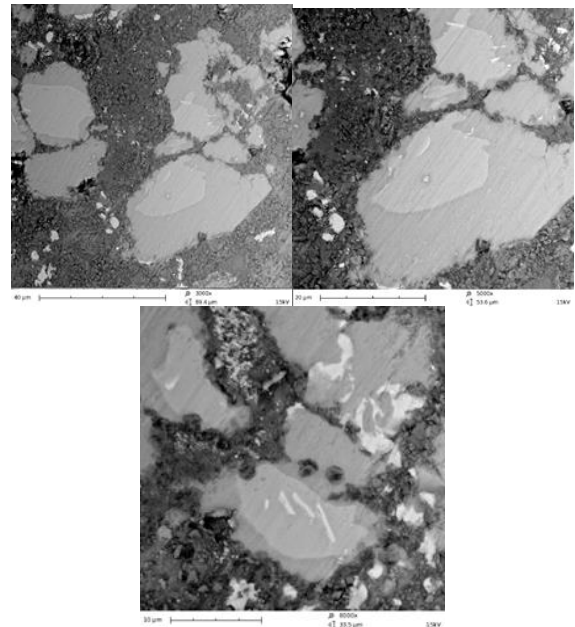


Fig. 7 SEM photo of P_1 sample after 960°C

شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه P_1 پس از حرارت دادن در درجه حرارت 960 درجه سانتیگراد در بزرگنمایی های مختلف

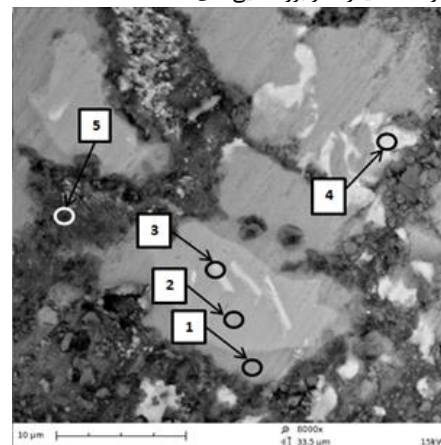


Fig. 8 EDS analysis of P_1 sample after heating at 960 °C

شکل ۸ آنالیز EDS از نمونه P_1 پس از حرارت دادن در درجه حرارت 960 درجه سانتیگراد

نمودار تغییرات سختی برحسب دمای زینترینگ نمونه های آزمایش شده در این تحقیق برای دو ترکیب P_0 و P_1 در شکل 9 نشان داده شده است. همانطور که از شکل 9 مشخص می باشد، با افزایش درجه حرارت پخت به دلیل افزایش فازهای اکسیدی و بین فلزی که از زمینه سختی بسیار بالاتری دارند و کمتر شدن تخلخل، سختی در هر دو نمونه در حال افزایش می باشد. نمونه P_1 به دلیل داشتن آلومینیوم بیشتر، دارای سختی کمتری نسبت به نمونه P_0 می باشد.

روند افزایش سختی با افزایش درجه حرارت در کامپوزیت آلومینیوم-اکسید وانادیوم که توسط آقای آشناگر انجام شده است نیز مشاهده شده است [23].

جدول ۴ آنالیز EDS وفازهای مختلف در نمونه P_1

Table 4 Different phases after EDS analysis in P_1 sample

شماره نقطه	آنالیز	فاز
1	68.72Al+31.28V	Al_3V
2	26.37Al+73.63V	Al_2V_3
3	79.52Al+30.48V	$Al_{23}V_4$
4	42.9Al+57.1Ni	Al_4Ni_3
5	51.9Al+48.1O	$\alpha-Al_2O_3$

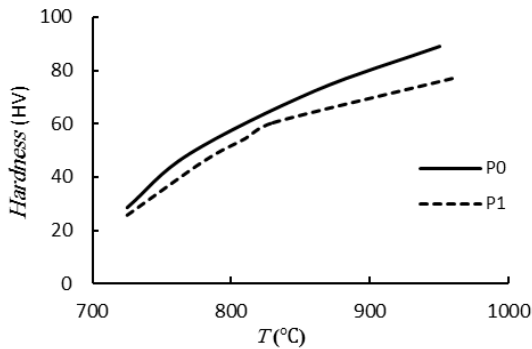


Fig. 9 diagram of hardness unto temperature for P_0 , P_1 samples

شکل ۹ نمودار سختی نمونه های P_0 و P_1 برحسب درجه حرارت داده شده به نمونه

۳-۴- خواص فیزیکی

بررسی های چگالی نمونه های P_0 و P_1 در شکل 10 نشان داده شده است. از این نمودار متوجه می شویم که با افزایش درجه حرارت پخت در هر دو ترکیب P_0 و P_1 چگالی نیز افزایش می یابد که دلیل آن می تواند تشکیل فاز چگال تر باشد. دیده می شود که چگالی نمونه P_0 از P_1 بیشتر می باشد که به دلیل بیشتر بودن فاز بین فلزی که دارای سختی بالاتری از اکسید آلومینیوم هستند، در این ترکیب می باشد.

نمودار درصد تخلخل در دو نمونه در شکل 11 نشان داده شده است. طبق این نمودار تخلخل در دو نمونه با هم یکسان است و تفاوت چگالی در دو نمونه به چگالی ترکیبات موجود از جمله ترکیبات بین فلزی و میزان ترکیبات در نمونه بر می گردد.

روند افزایش چگالی و کاهش درصد تخلخل با افزایش درجه حرارت پخت در پژوهشی که توسط آقای صحرانژاد بر کامپوزیت آلومینیوم-آلومینا انجام شده است نیز مشاهده شده است [29].

۴- نتیجه گیری

در پژوهش حاضر تولید کامپوزیت درجا به روش سنتز احتراقی آلومینوترمیک در سیستم $Al-V_2O_5-NiO$ مورد بررسی قرار گرفت. مهمترین نتایج

- [3] Torralba, J. M. Velasco, F. and Costa, C. E., "Mechanical Behavior of The Interphase Between Matrix and Reinforcement of Al 2014 Matrix Composites Reinforced With (Ni3Al)p", composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 33, pp. 427-434, 2002.
- [4] Schaffer, G. B. and Hall, B. J., "The Influence of The Atmosphere on The Sintering of Aluminum", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 33, pp. 3279-3284, 2002.
- [5] Yang, B. Chen, G. and Zhang, J., "Effect of Ti/C Additions on the Formation of Al₃Ti of in Situ TiC/Al Composites", Materials and Design, Vol. 22, pp. 645-650, 2001.
- [6] Zhao, D. G. Liu, Pan, X. F. and Y. C. Bian, "Microstructure and Mechanical Properties of in Situ Synthesized (TiB₂+Al₂O₃)/Al-Cu Composites", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 189, pp. 237-241, 2007.
- [7] Zhou, Y. Yu, Z. Zhao, N., "Microstructure and Properties of in Situ Generated MgAl₂O₄ Spinel Whisker Reinforced Aluminum Matrix Composites", Materials and Design, Vol. 46, pp. 724-730, 2013.
- [8] Zheng, R. and Yang, H., "Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy Matrix Composites Reinforced With Fe-Based Metallic Glass Particles", Materials and Design, Vol. 53, pp. 512-518, 2014.
- [9] Zhang, L. Gan, G. S. and Yang, B., "Microstructure and Property Measurements on in Situ TiB₂/70Si-Al Composite for Electronic Packaging Applications", Materials and Design, Vol. 36, pp. 177-181, 2012.
- [10] Lekatou, A. Karantzalis, A. E. and Evangelou, A., "Aluminium Reinforced by WC and TiC Nanoparticles (ex-situ) and Aluminide Particles (in-situ): Microstructure Wear and Corrosion Behavior", Materials and Design, Vol. 65, pp. 1121-1135, 2015.
- [11] Zhong-Chun, C. Takenobu, T. and Keisuke, I., "Microstructural Evolution of Reactive-Sintered Aluminum Matrix Composites", Composites Science and Technology, Vol. 68, pp. 2245-2253, 2008.
- [12] Woo, K. Kim, J. and Kwon, E., "Fabrication of Al Matrix Composite Reinforced With Submicrometer- Sized Al₂O₃ Particles Formed by Combustion Reaction Between HEMM Al and V₂O₅ Composite Particles During Sintering" Metals and Materials International, Vol. 16, pp. 213-218, 2010.
- [13] Mousavian, R. T. Sharafi, S. and Shariat, M. H., "Microwave-Assisted Combustion Synthesis in a Mechanically Activated Al-TiO₂-H₃BO₃ System", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol.29, pp. 281-288, 2011.
- [14] Rosenband, V. Torkar, M. and Gany, A., "Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Complex Nitrides of Intermetallics", Intermetallics, Vol. 14, pp 551-559, 2006.
- [15] Wang, L. and Arsenault, R. J., "Interfaces in XD Processed TiB₂/NiAl Composites", Metallurgical Transactions A, Vol.22A, pp. 3013-3018, 1991.
- [16] Dilip, J. J. S. Reddy, B. S. B. and Das, S., "Mechanical Thermal Synthesis of in Situ Al Based Hybrid Nanocomposites in Al-Ni-Ti-O System", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 490, pp. 103-109, 2010.
- [17] Ai, T. T., "Microstructures and Mechanical Properties of in-Situ Al₂O₃/TiAl Composites by Exothermic Dispersion Method", Acta Metallurgica Sinica, Vol. 21, pp. 437-443, 2008.
- [18] Ivanov, E. and et al., "Synthesis of Nickel Aluminides by Mechanical Alloying", Materials Letters, Vol. 7, pp. 51-54, 1988.
- [19] Anvari, S. Z. Karimzadeh, F. and Enayati, M. H., "Synthesis and Characterization of NiAl-Al₂O₃ Nanocomposite Powder by Mechanical Alloying", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 477, pp. 178-181, 2009.
- [20] Yazdian, N. Karimzadeh, F. and Enayati, M. H., "In-Situ Fabrication of Al₃V/Al₂O₃ Nanocomposite through Mechanochemical Synthesis and Evaluation of Its Mechanism", Advanced Powder Technology, Vol. 24, pp. 106-112, 2013.
- [21] Omran, A. N. M., "Fabrication and Characterization of Al-Based In situ Composites Reinforced by Al₃V Intermetallic Compounds", Journal of Scientific Research, pp. 26-34, 2014.
- [22] Ashnagar, M., "The Study of Reaction Mechanism, Microstructure and Mechanical Properties of in-Situ Composite Produced in Al-V₂O₅ System", Journal of Metallurgy and Science Engineering, Vol. 27, No 1, pp 51-64, 2016. (In Persian)

حاصل از آزمون‌های گرماسنجی، پراش پرتو ایکس، چگالی‌سنجی، سختی سنجی و بررسی‌های متالوگرافی نمونه‌های ساخته شده عبارتند از:

1- با افزایش دمای زینتر نمونه‌ها، میزان شدت پیک آلومینیوم کاهش یافته و شدت پیک ترکیبات بین فلزی بیشتر می‌شود.

2- با افزایش دمای زینتر نمونه‌ها، مقدار فاز α -Al₂O₃ تشکیل شده بیشتر می‌شود.

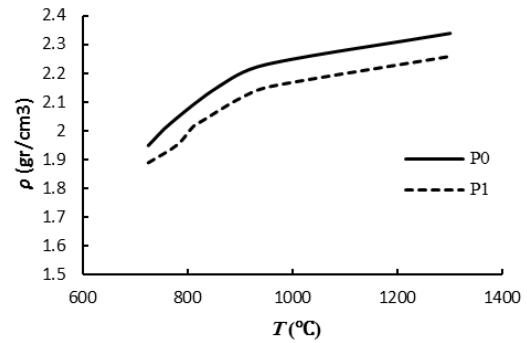


Fig. 10 Diagram of density unto temperature in tow samples

شکل 10 نمودار تغییرات چگالی برحسب دمای پخت نمونه‌ها در دو ترکیب P₀ و P₁

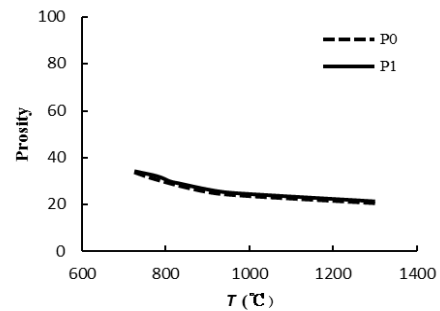


Fig. 11 Diagram of porosity in temperature for tow samples

شکل 11 نمودار تغییرات درصد تخلخل بر حسب دمای پخت نمونه‌ها در دو ترکیب P₀ و P₁

3- پس از حرارت دادن نمونه P₀ تا درجه حرارت ۹۵۰°C، فازهای Al₂₃V₄، AlNi، AlV₃ و Al₃V به عنوان تقویت کننده و فاز α -Al₂O₃ به همراه آلومینیوم اضافی ذوب شده به عنوان زمینه دیده می‌شوند.

4- پس از حرارت دادن نمونه P₁ تا ۹۶۰°C، فازهای Al₃V و Al₂V₃ و Al₂₃V₄ و Al₄Ni₃ به عنوان تقویت کننده و فاز α -Al₂O₃ به همراه آلومینیوم اضافی ذوب شده به عنوان زمینه دیده می‌شوند.

5- از بررسی‌های سختی و چگالی متوجه شدیم که با افزایش درجه حرارت زینترینگ، سختی و همچنین چگالی افزایش می‌یابد.

۵- مراجع

- [1] Razavi Hesabi, Z. Simchi, A. and Reihani, S. M. S., "Structural Evolution during Mechanical Milling of Nanometric and Micrometric Al₂O₃ Reinforced Al Matrix Composites", Materials Science and Engineering A, Vol. 428, pp.159-168, 2006.
- [2] Durai, T. G. and Das, K., "Synthesis and Characterization of Al Matrix Composites Reinforced by in Situ Alumina Particulates", Materials Science and Engineering A, Vol. 445-446, pp. 100-105, 2007.

- [23] Ashnagar, M., "Production of Al/ ($Al_2O_3+Alxvy$) Composite", Journal of Science and Ceramic Engineering, Vol. 2, No 3, pp 57-72, 2014. (In Persian)
- [24] Delgado, J., "Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products", ASTM C373-88, 2006.
- [25] Zhu, H. and et al., "The Reaction Mechanism and Mechanical Properties of The Composites Fabricated in an Al-ZrO₂-C System", Materials Science and Engineering A, Vol. 527, pp. 6178-6183, 2010.
- [26] Metals Handbook, American Society for Metals, Vol. 3, p 282 and 1262. 1992.
- [27] Mirarabshahi, F., "Investigation of Reaction Mechanism, Structure and Mechanical Properties of the in-Situ Composites Produced in Al-V₂O₅-NiO System", Journal of Fundamental Metal For Engineering, Vol 35, No 4, pp 69-81, 2017. (In Persian)
- [28] Yang, H. Mccormic, P. G., "Mechanochemical reduction of V₂O₅", Journal of solid state chemistry, Vol. 110, pp. 136-141, 1994.
- [29] Sahra Nejad, N., "Study Important Factors for Production and Properties of Al-Al₂O₃ Composite", Journal of Iran Ceramic, Vol 18, pp 35-57, 2010. (in Persian)