

## سنتز پودر نانوکامپوزیتی پایه فلزی مس-آلومینا از پودرهای اکسید مس و آلومینیوم با استفاده از آسیاب سیاره‌ای پرنرژی

اشکان مؤتمن\* و اسماعیل صلاحی

پژوهشگاه مواد و انرژی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۴/۱۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۷/۱۱/۲۳، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۳/۵

**چکیده** در این پژوهش پودر نانوکامپوزیتی پایه فلزی مس- (۲۰٪ حجمی) آلومینا با استفاده از آسیاب سیاره‌ای پرنرژی، سنتز شد. تولید این پودر نانوکامپوزیتی در آسیاب مکانیکی مستقیم پودرهای اکسید مس و آلومینیوم ممکن نیست؛ زیرا واکنش بین پودرها بسیار گرم‌آزاست و احتمال انفجار در محفظه آسیاب وجود دارد. برای حل این مشکل، از محلول جامد مس-آلومینیوم استفاده شد. آسیاب مکانیکی پودرهای مس و آلومینیوم با نسبت اتمی ۶ به ۱، منجر به تشکیل محلول جامد مس-آلومینیوم می‌شود. پس از تشکیل پودر محلول جامد مس-آلومینیوم، این پودر به همراه پودر اکسید مس برای تولید پودر نانوکامپوزیت مس-آلومینا، آسیاب مکانیکی شد. در حین آسیاب مکانیکی پودرهای اکسید مس و محلول جامد مس-آلومینیوم، آلومینیوم حبس شده در ساختار مس، خارج می‌شود و با اکسیژن اکسید مس، ذرات آلومینا را تشکیل می‌دهد. از طرف دیگر، اکسید مس با ازدست دادن اکسیژن خود، به مس خالص تبدیل می‌شود. تصاویر TEM نمونه، نشانگر زمینه نانوکریستالی مسی است که نانوذرات آلومینا با اندازه‌ای بین ۵ تا ۵۰ نانومتر، درون زمینه مسی پخش شده‌اند.

**کلمات کلیدی** نانوکامپوزیت پایه فلزی مس-آلومینا، آسیاب مکانیکی، محلول جامد، آسیاب سیاره‌ای پرنرژی.

## Synthesys of Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Metal Matrix Nano Composite From CuO and Al Powders by Using High Energy Planetary Fast Milling

A. Motaman\* and E. Salahi

Materials and Energy Research Center

**Abstract** Cu-20%Vol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metal matrix nano composite powder has been synthesized by using of high energy planetary fast milling. Due to high exothermic reaction between CuO and Al powders, direct mixing of powders could not be done therefore, to solve this problem, Cu(Al) solid solution powder has been prepared to prevent against explosion in the milling chamber. It has to be mentioned that the mechanical alloying of Cu and Al (14% At.) with atomic ratio of 6:1 for 50 hours, cause to formation of Cu(Al) solid solution powder. After that CuO powder will be added to the powder mixture and milling will be continued to produce relevant composite after 100 hours. During this process, Al will be extracted from the Cu structure and with reaction by oxygen, will produce Alumina. In the other hand, Cu. (Al) solid solution turns back to the pure Cu. Presence of alumina particles (5~30 nm) have been demonstrated by TEM micrographs.

**Keywords** Cu-Alumina Metal Matrix Nano Composite, Mechanical Milling, Solid Solution, High Energy Planetary Milling.

\*عهده‌دار مکاتبات

نشانی: کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی.

تلفن: ۰۲۶۱-۶۲۰۴۱۳۱، دورنگار: ۰۲۱-۸۵۱۸۲۱۷۸، پیام‌نگار: Ashkan.Motaman@siemens.com

## ۱- مقدمه

در مقیاس نانو، که خواص کامپوزیت‌ها را ارتقاء داده‌اند. از آنجاکه تقویت‌کننده‌های کوچک‌تر، اثر تقویت‌کنندگی بهتری نسبت به اندازه بزرگ‌تر خود دارند، استفاده از تکنیک آسیاب گلوله‌ای، این مزایا را دارد:

۱. چون عمل آسیاب در این آسیاب‌ها در دمای اتاق انجام می‌شود، کاستی‌های روش ریخته‌گری مذاب را به همراه نخواهد داشت [۳].
۲. فرایندی که در این آسیاب‌ها انجام می‌شود در مقایسه با روش‌های مرسوم و سنتی ساخت کامپوزیت‌ها، پودرهای کامپوزیتی یا نانوکامپوزیتی همگنی تولید می‌کند.

## ۲- نحوه انجام آزمایش

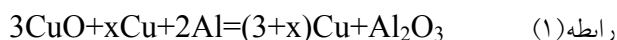
موضوع این مقاله، تهیه نانوکامپوزیت مس به همراه ۲۰٪ حجمی آلومینا به روش سنتز پودر نانو کامپوزیت مس-آلومینا، از مواد اولیه اکسید مس و آلومینیوم، به همراه واکنش احیایی هنگام انجام آسیاب مخلوط پودرها درون آسیاب سیاره‌ای است. بنابراین با توجه به محصول نهایی، پودرهای مس، آلومینیوم و اکسید مس دوظرفیتی با مشخصات زیر تهیه شد:

۱. پودر مس با خلوص بیش از ۹۹/۷٪، اندازه ذرات کوچک‌تر از ۶۳ میکرومتر (Merck, Art. No. 2715).
۲. پودر اکسید مس دوظرفیتی (CuO) با خلوص بیش از ۹۶٪، اندازه ذرات کوچک‌تر از ۱۶۰ میکرومتر (Merck, Art. No. 2761).
۳. پودر آلومینیوم با خلوص بیش از ۹۹/۹٪، اندازه ذرات کوچک‌تر از ۵۰ میکرومتر (Merck Art.No.1056).

کامپوزیت‌های زمینه‌فلزی از ادغام دو یا چند ماده با خواص سازگار با یکدیگر تشکیل می‌شوند که مزایای هر دو فاز زمینه فلزی و تقویت‌کننده دارند. کامپوزیت‌های زمینه مسی، در صنایع دفاعی، هوافضا، حمل و نقل (نظیر بخش‌هایی از سیم‌پیچ‌های موتورهای اتومبیل)، الکترودها، ترمینال‌های تماسی و بسته‌بندی الکترونیکی به کار می‌روند. نانوکامپوزیت‌های مس-آلومینا شامل ویژگی‌های هر دو فاز مس و آلومینا هستند؛ بدین معنی که هدایت الکتریکی و حرارتی بالا از فاز مس، و استحکام زیاد و پایداری شیمیایی و حرارتی بالا از فاز آلومینا تأمین می‌شود. هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، مقاومت سایشی مناسب، پایداری در برابر گرما، رفتار خستگی پرچرخه بهتر نسبت به مس تقویت‌نشده و سوپرپلاستیسیته در سرعت‌های کرنشی بالا مهم‌ترین دلایل برای این کاربردهاست. کامپوزیت‌های زمینه مس تقویت‌شده با ذرات آلومینا چقرمگی شکست بالایی دارند که این چقرمگی شکست با کوچک‌تر شدن اندازه ذرات آلومینا در ساختار مس افزایش می‌یابد. گزارش شده است که این خواص به دلیل قفل شدن مرزانه‌های زمینه مسی با ذرات آلومیناست. برخلاف روش‌های مذاب، تکنیک آلیاژسازی/آسیاب مکانیکی، روش مطلوبی برای پخش یکنواخت ذرات در زمینه فلزی است [۲،۱]. برخی واکنش‌ها که در شرایط عادی به سختی انجام می‌شوند، به کمک این تکنیک رخ می‌دهند. طبیعت فرآیند آلیاژسازی مکانیکی (MA) اجازه می‌دهد که مقدار زیادی فاز تقویت‌کننده در داخل هر ذره فلزی، در حالت جامد آمیخته شود و ذرات کامپوزیتی تشکیل شوند. جنبه اصلی این فرآیند، شکست و جوش ذرات است؛ بدین معنی که فاز ذرات تقویت‌کننده در داخل هر ذره قرار می‌گیرد. بنابراین ساختار به دست آمده در مقابل آنیل دمای بالا برای زمان‌های طولانی پایدار است. به خصوص بحث بهره‌گیری از تقویت‌کننده‌های

## ۱-۲- تولید محلول جامد مس-آلومینیوم

برای تولید نانوکامپوزیت، باتوجه به این که آسیاب کردن مخلوط پودرهای اکسید مس (دوظرفیتی) با پودر فلزی آلومینیوم به شدت گرمزاست و احتمال انفجار در محفظه آسیاب وجود دارد، از مخلوط کردن و آسیاب مستقیم این دو پودر باید پرهیز کرد. برای رفع این مشکل، چندین روش وجود دارد؛ از جمله تهیه محلول جامد مس-آلومینیوم، تولید ترکیب بین فلزی مس-آلومینیوم یا افزودن مس اضافه بر ترکیب استوکیومتری [۲،۱]. در این مقاله، از تولید محلول جامد مس-آلومینیوم برای رفع این مشکل استفاده شد. در مقاله‌های گوناگون ذکر شده است که آلیاژسازی مکانیکی پودرهای مس و آلومینیوم با نسبت اتمی مس به آلومینیوم ۶ به ۱، سبب تشکیل محلول جامد مس-آلومینیوم می‌شود [۳]. شکل ۱ نمودار تعادلی فازی دوجزئی مس-آلومینیوم را برحسب درصد اتمی و درصد وزنی نشان می‌دهد. برای به دست آوردن نسبت وزنی اجزای تشکیل دهنده نانوکامپوزیت مس-آلومینا از این فرمول استفاده شد:



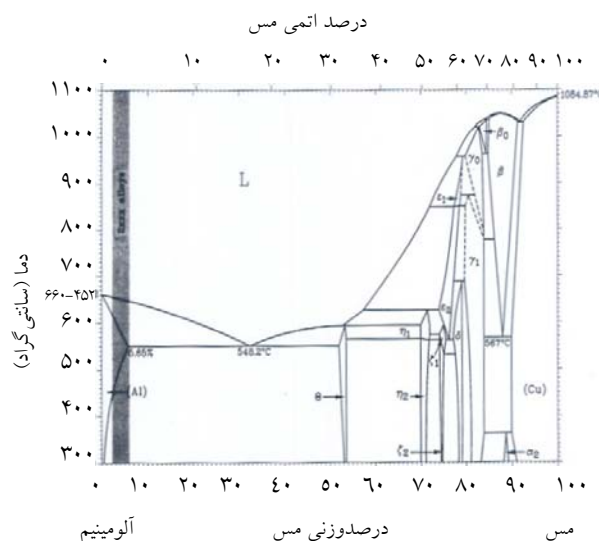
اگر عدد ۱۲ جایگزین متغیر X شود، فرمول به این صورت درمی‌آید:



که نشان دهنده نسبت اتمی ۶ به ۱ مس به آلومینیوم است. بنابراین باحضور ۲۰٪ حجمی آلومینا در پودر نهایی و همچنین فرمول بالا، نسبت وزنی اجزای تشکیل دهنده باتوجه به مشخصات شیمیایی مواد به دست آمد.

باتوجه به محدودیت محفظه آسیاب، وزن کل پودرهای مخلوطی ۱۰ گرم بود. از طرفی با مشخص بودن درصد وزنی مواد اولیه، به راحتی وزن هریک از مواد اولیه در مخلوط ۱۰ گرمی به دست آمد. برای به دست آوردن محلول جامد مس-آلومینیوم، پودرهای مس و آلومینیوم باتوجه به ترکیب استوکیومتری فرمول بالا (برای مقدار ۱۰ گرم پودر از مواد واکنش کننده با یکدیگر) برای زمان‌های ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت به وسیله آسیاب سیاره ای، آسیاب شدند. آسیاب سیاره ای مدل Fritsch 6 و محفظه آسیاب، دو فنجان از جنس فولاد ضدزنگ با حجم ۲۵۰ سانتی متر مکعب و شش گلوله فولادی با قطر ۲۰ میلی‌متر و سرعت چرخش آسیاب ۲۷۵ دور بر دقیقه، برای آسیاب مخلوط پودرها استفاده شد. نسبت وزنی گلوله به پودر در عمل آسیاب مخلوط پودرها، ۲۳/۲۶ بود.

علت آسیاب این پودرها در زمان‌های مختلف، بررسی فازی به کمک الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) و انجام آنالیز حرارتی هم‌زمان (STA) بود، تا از تشکیل محلول جامد اطمینان به دست آید. آنالیز فازی به کمک دستگاه پراش پرتو ایکس ساخت شرکت زیمنس<sup>۱</sup> و آنالیز حرارتی هم‌زمان، با دستگاه مدل STA 1640 ساخت شرکت پلیمر لابراتواریز<sup>۲</sup> کشور انگلیس انجام شد.



شکل ۱. نمودار دوجزئی مس-آلومینیوم.

## ۲-۲- تولید نانو کامپوزیت مس-آلومینا

۱-۲-۲- سنتز پودر نانو کامپوزیت از اکسید مس و آلومینیوم به همراه واکنش احیایی با استفاده از آسیاب سیاره‌ای

پس از به تعادل رسیدن واکنش آسیاب پودرهای مس و آلومینیوم به مدت ۵۰ ساعت، پودر اکسید مس دو ظرفیتی به مقدار استوکیومتری به دست آمده از واکنش ۲ به محلول جامد اضافه شد. سپس مخلوط کل پودر به مدت ۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ ساعت با آسیاب سیاره‌ای آسیاب شدند. مخلوط پودر جدید در شرایط یکسان با قبل، فقط با نسبت گلوله به پودر ۱۸ آسیاب شد. مشابه حالت قبل، علت آسیاب مخلوط کل پودرها در زمان‌های مختلف، بررسی فازی به کمک الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) و آنالیز حرارتی هم‌زمان (STA) بود، تا بتوان از تشکیل کامپوزیت مس-آلومینا اطمینان حاصل کرد.

## ۳-۲- بررسی ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

پودر نانو کامپوزیت تهیه شده برای بررسی ریزساختار به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) آماده سازی شد. همچنین برای بررسی مورفولوژی ذرات پودر نانو کامپوزیت، از پودر آسیاب شده، در زمان‌های ۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ ساعت تصاویر SEM گرفته شد.

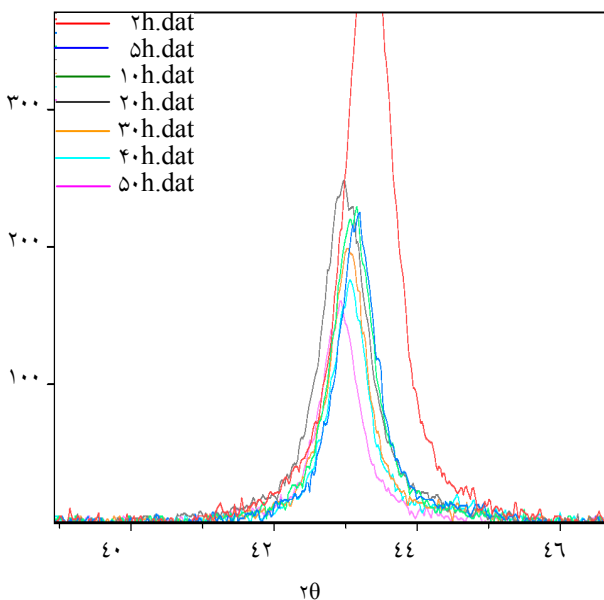
## ۴-۲- بررسی ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

برای بررسی ابعاد ذرات نانو کامپوزیت، تصاویری با میکروسکوپ الکترونی عبوری (مدل PHILIPS-CM200FEG) تهیه شد.

## ۳- نتایج و بحث

### ۳-۱- محلول جامد مس-آلومینیوم

مطابق نتایج الگوهای پراش پرتوی ایکس (XRD)، با افزایش زمان آسیاب مخلوط پودرهای مس - آلومینیوم برای تهیه محلول جامد، شیفیت پیک‌ها به سمت  $2\theta$  های کمتر قابل تشخیص است (شکل ۲). این موضوع نشان می‌دهد که هرچه عمل آسیاب کردن ادامه می‌یابد، آلومینیوم بیشتری در ساختار مس وارد می‌شود و چون با قرارگرفتن آلومینیوم در ساختار مس، ثابت شبکه مس افزایش می‌یابد، در نتیجه پیک‌های XRD با افزایش ثابت شبکه به سمت چپ، یعنی  $2\theta$  های کمتر انتقال می‌یابند. همان‌طور که از الگوی XRD در ۱۰ ساعت مشخص است، نمی‌توان پیک آلومینیوم را تعیین کرد. یعنی در همان



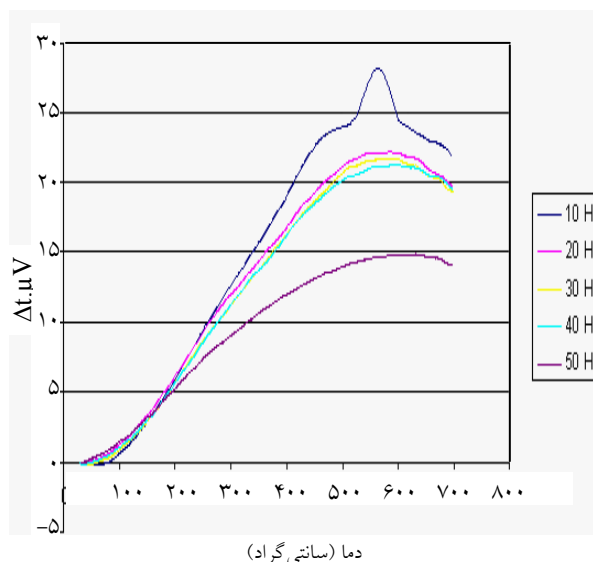
شکل ۲. شیفیت پیک‌های پراش پرتو ایکس (XRD) مخلوط آسیاب شده پودرهای مس و آلومینیوم به سمت چپ با افزایش زمان آسیاب.

در فصل مشترک بین واکنشگرها تشکیل می‌شود و با پیشرفت آسیاب، سرعت واکنش نیز کاهش می‌یابد [۴]. این موضوع نشان‌دهنده تشکیل محلول جامد است. از طرفی برای اطمینان بیشتر از تشکیل محلول جامد مس-آلومینیوم، آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) از نمونه‌های آسیاب‌شده در زمان‌های مختلف تهیه شد (شکل ۴).

مطابق شکل ۴، در زمان‌های اولیه آسیاب یک پیک گرمایگر مشخص است. علت وجود این پیک گرمایگر در دمای حدود  $550^{\circ}\text{C}$  به علت انجام واکنش حالت جامد بین پودرهای مس و آلومینیوم است. با افزایش زمان آسیاب بیش از ۱۰ ساعت، پیک گرمایگر از بین می‌رود که نشان می‌دهد تقریباً تمامی آلومینیوم وارد ساختار مس شده است.

### ۲-۳- نانوکامپوزیت مس-آلومینا

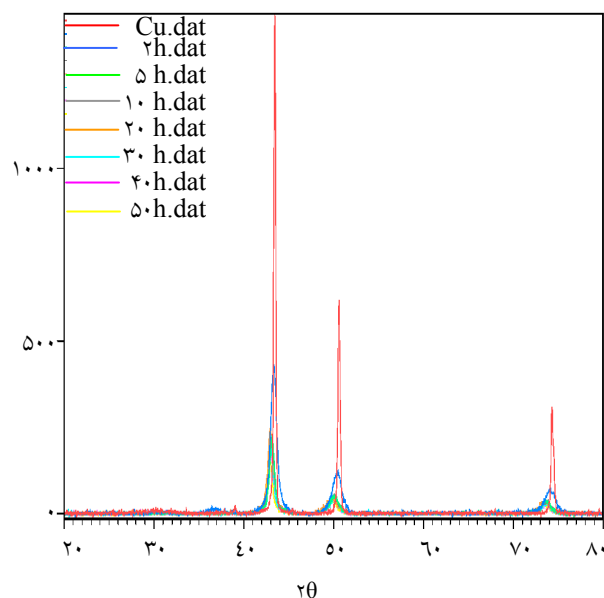
پس از تشکیل محلول جامد مس-آلومینیوم، عمل آسیاب



شکل ۴. نمودارهای آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) محلول جامد مس-آلومینیوم در زمان‌های آسیاب مختلف.

زمان ۱۰ ساعت اولیه، آلومینیوم با مس وارد واکنش شده است. با مقایسه پیک صفحه (۱۱۱) مس خالص با پیک صفحه (۱۱۱) مس آسیاب‌شده پس از ۵۰ ساعت، مشخص است که ۲۵ از  $43/391$  درجه به  $42/937$  درجه انتقال یافته است (شکل ۳) که تأییدی بر نفوذ آلومینیوم درون ساختار مس است.

این نتایج نشان می‌دهند که آسیاب مکانیکی پودرهای مس و آلومینیوم (۱۴٪ اتمی) به تشکیل محلول جامد Cu(Al) منجر می‌شود. کاهش شدت پیک‌های مس با افزایش زمان آسیاب کمتر می‌شود و نشان می‌دهد که سرعت واکنش با افزایش زمان آسیاب، کاهش می‌یابد. یعنی هرچه زمان آسیاب کردن بیشتر می‌شود، مقدار موادی که هنوز با یکدیگر واکنش نکرده‌اند، کاهش می‌یابد. سرعت واکنش بالاتر در مراحل ابتدایی می‌تواند به مقدار بیشتر واکنش‌گرهای موجود در مراحل اولیه آسیاب و در تماس بودن بیشتر واکنش‌گرها نسبت داده شود. با ادامه آسیاب و پیشرفت واکنش، فازهای محصول



شکل ۳. شیف‌های پیک‌های پراش پرتوی ایکس (XRD) ترکیب مس و آلومینیوم به سمت چپ با افزایش زمان آسیاب نسبت به مس خالص.

پراش پرتو ایکس (XRD)، درصد وزنی کم آلومینا در نانوکامپوزیت حاصل است؛ ولی وجود آلومینا در الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) تهیه شده از قرص تفجوشی شده به وضوح مشخص است [۵].

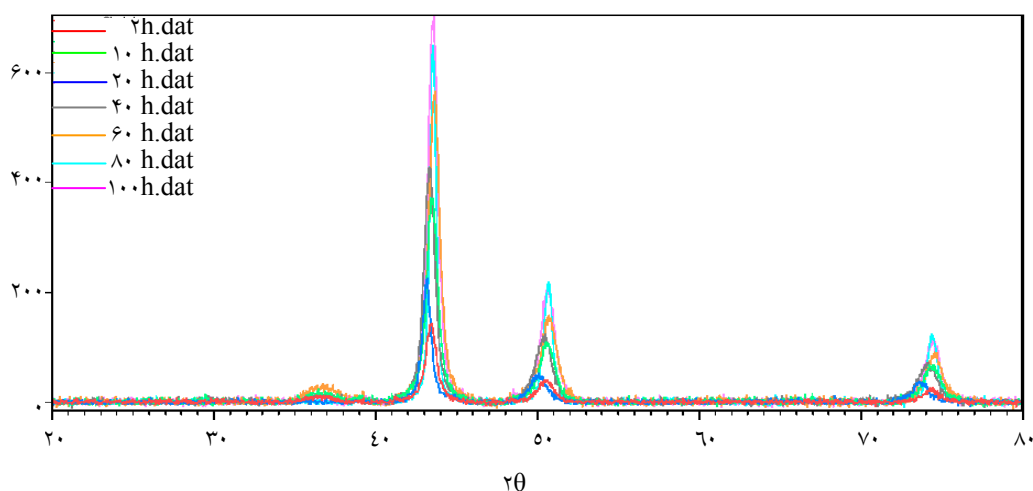
از طرف دیگر، نتایج آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) این نانوکامپوزیت (شکل ۶) پایان واکنش را تأیید می‌کند. همانطور که در زمان‌های اولیه آسیاب مشخص است، دو پیک گرماگیر در دماهای مختلف ظاهر شده است که اثری از آنها در زمان ۶۰ ساعت آسیاب و بعد از آن مشاهده نمی‌شود.

باتوجه به واکنش‌های حالت جامد می‌توان پیک دمای پایین‌تر را به آزاد شدن مس از واکنش بین محلول جامد CuO و Cu(Al) و پیک دمای بالاتر را به تشکیل آلومینا نسبت داد. باید اشاره کرد که علت آسیاب کردن تا زمان‌های بالاتر، ریزتر شدن پودر نانوکامپوزیت حاصل و اطمینان از انجام واکنش است؛ زیرا در الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) شیفیت هرچه بیشتر پیک‌ها به سمت راست با افزایش زمان آسیاب مشاهده شد.

اندازه ذرات مس در نانوکامپوزیت مس-آلومینا

کردن با افزودن پودر اکسید مس ادامه یافت و برای بررسی نتایج، در زمان‌های ۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ ساعت نمونه‌گیری انجام شد.

از مقایسه الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) در زمان‌های مختلف آسیاب کردن (شکل ۵)، این موضوع کاملاً مشخص است که ۲θ صفحه (۱۱۱) مس در محلول جامد Cu(Al) از ۴۲/۹۳۷ درجه به ۴۳/۳۸۰ درجه انتقال یافته است. علت منطبق نبودن زاویه پراش مس در نانوکامپوزیت با مس خالص، خارج نشدن کامل آلومینیوم از ساختار مس است. همان‌گونه که در آزمایشات نیز مشخص شد با ادامه عمل آسیاب نیز مقدار ۲θ تغییر نکرد. البته باید گفت این اختلاف کم در ۲θ نشان می‌دهد که قسمت عمده آلومینیوم از ساختار مس خارج شده است. همچنین علت دیگر خارج نشدن کامل آلومینیوم از ساختار مس را می‌توان به کمتر بودن انرژی آسیاب سیاره‌ای پراش پرتو ایکس نسبت به آسیاب‌های با انرژی بالاتر دانست. دلیل دیگر عدم دقت دستگاه XRD است. انتقال پیک‌های پراش پرتو ایکس (XRD) به سمت راست به معنی خارج شدن آلومینیوم از ساختار مس است. علت ظاهر نشدن پیک‌های آلومینا در الگوی



شکل ۵. شیفیت پیک‌های پراش پرتوی ایکس (XRD) به سمت راست با افزایش زمان آسیاب برای تولید نانوکامپوزیت مس-آلومینا.

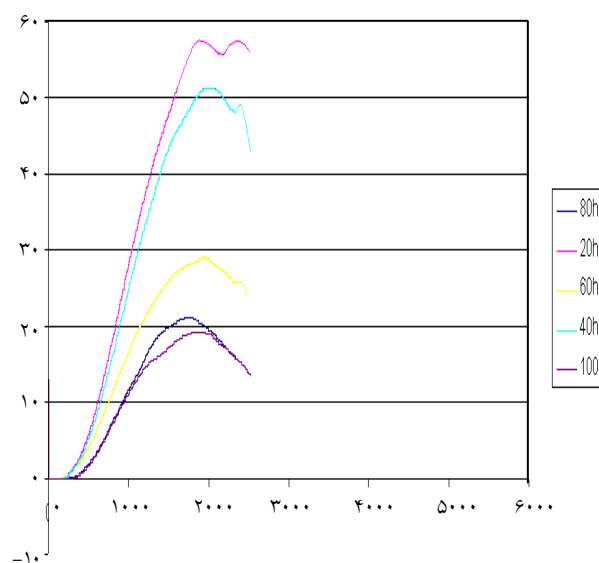
- تنظیم زمینه در اندازه پهنای پیک در نصف شدت بیشینه اثرگذار است؛ بنابراین باید زمینه در بهترین حالت تنظیم شود [۶].

چون، درحین آسیاب مکانیکی پودرها، تنش زیادی در اثر برخورد گلوله‌ها به ذرات پودر انتقال می‌یابد، کرنش زیادی در ذرات پودر باقی می‌ماند. کرنش ذرات پودر در نانوکامپوزیت، ۱/۸٪ است.

### ۳-۳- بررسی ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

چون زمینه نانوکامپوزیت، فلزی و از جنس مس (که فلز نرمی است) می‌باشد، در نتیجه به‌هنگام آسیاب، دانه‌های مس به یکدیگر می‌چسبند (جوش خورده) و ذرات مس<sup>۳</sup> را تشکیل می‌دهند، نه دانه‌های مس<sup>۴</sup>. از طرف دیگر دلیل استفاده نکردن از عامل کنترل فرایند، جلوگیری از ورود آلودگی در پودر حاصل است. بنابراین مطابق تصاویر SEM امکان یافتن ذرات نانوی مس وجود ندارد. از طرف دیگر به‌علت درصد وزنی پایین آلومینا در پودر نانوکامپوزیت به‌دست‌آمده و همچنین ریزبودن بیش‌ازحد اندازه ذرات آلومینا و باتوجه‌به اینکه میکروسکوپ الکترونی روبشی قابلیت نمایش تصاویر از لایه‌های سطحی را دارد، امکان تشخیص این ذرات به‌کمک SEM فراهم نشد.

مورفولوژی پودر نانوکامپوزیت در زمان‌های مختلف آسیاب (۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ ساعت) بررسی شد. در بررسی مورفولوژی ذرات پودر نانوکامپوزیت در زمان‌های مختلف آسیاب (شکل ۷)، مشخص است که پس‌از ۲۰ ساعت آسیاب، ذرات پودر تاحدی جوش سرد خورده‌اند. با ادامه آسیاب تا ۴۰ ساعت، ذراتی که جوش سرد خورده‌اند، در اثر برخورد با گلوله‌ها ورقه‌ای می‌شوند. پس‌از ۶۰ ساعت



شکل ۶. نتایج آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) از پودر نانوکامپوزیت در زمان‌های مختلف.

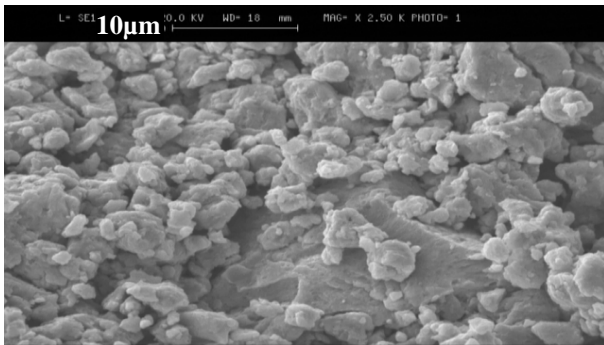
با استفاده از فرمول ویلیامسون-هال به‌صورت زیر محاسبه شد:

$$B \cos\theta = K\lambda / d + 2\eta \sin\theta \quad \text{رابطه (۳)}$$

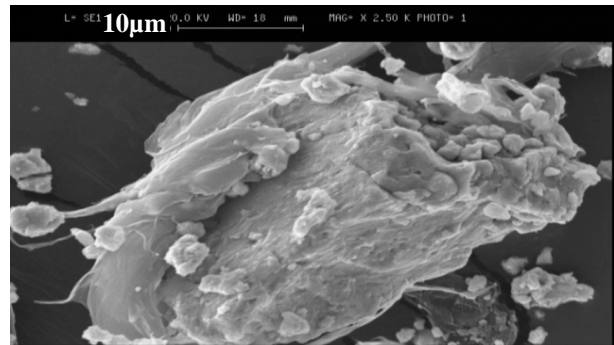
در این رابطه  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس ( $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$ )،  $K$  ثابت شکل (که با فرض کروی بودن ذرات، ۰/۸۹ است)،  $d$  اندازه کریستالیت،  $\theta$  زاویه براگ،  $\eta$  کرنش داخلی و  $B$  پهنای پیک در نصف شدت بیشینه (FWHM) است. طبق این رابطه اندازه کریستالیت مس، ۲۱ نانومتر به دست آمد.

باید گفت به‌دست‌آوردن اندازه کریستالیت از روی پهنای پیک دقت زیادی ندارد؛ زیرا عوامل بسیاری بر آن اثرگذار است؛ از جمله:

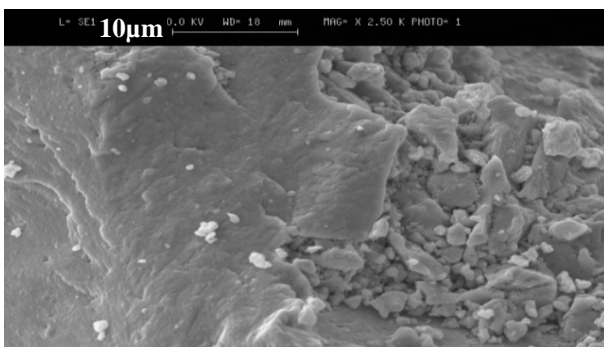
- تنش‌های داخلی درمورد پودرهای آسیاب‌شده سبب پهن‌شدگی پیک می‌شود [۶].



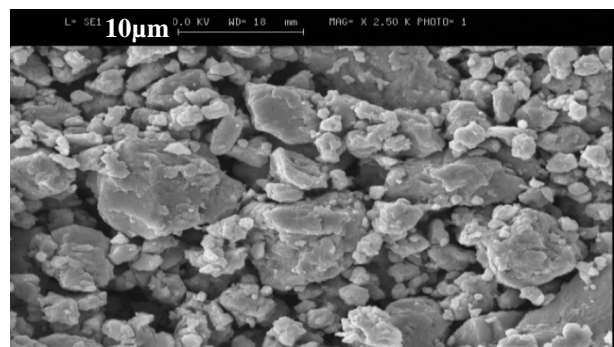
(ب)



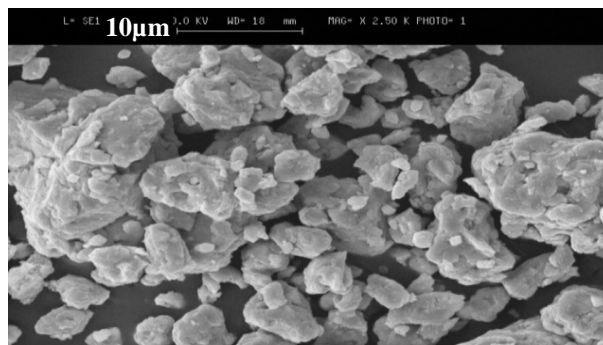
(الف)



(د)



(ج)



(ه)

شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از پودر نانوکامپوزیت در ساعات مختلف آسیاب کردن. الف. پس از ۲۰ ساعت، ب. پس از ۴۰ ساعت، ج. پس از ۶۰ ساعت، د. پس از ۸۰ ساعت و ه. پس از ۱۰۰ ساعت.

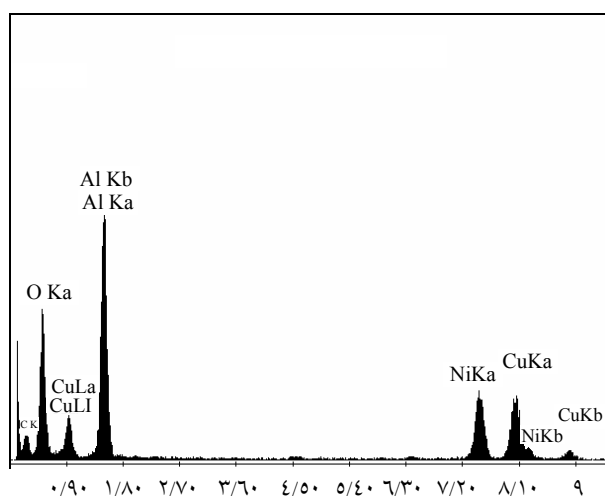
پس از ۱۰۰ ساعت آسیاب، جدایش و تاحدودی  
 کروی شدن در عمده ذرات پودر حاصل شده است؛ ولی برای  
 رسیدن به جدایش و کروی شدن کامل باید عمل آسیاب  
 ادامه یابد.

آسیاب، (مطابق تصاویر SEM)، تمامی ذرات پودر ورقه‌ای  
 شده‌اند. پس از ۸۰ ساعت آسیاب، ذرات پودر شروع به  
 خرد شدن و جدایش می‌کنند؛ ولی همچنان تعدادی از ذرات به صورت  
 ورقه‌ای وجود دارند.

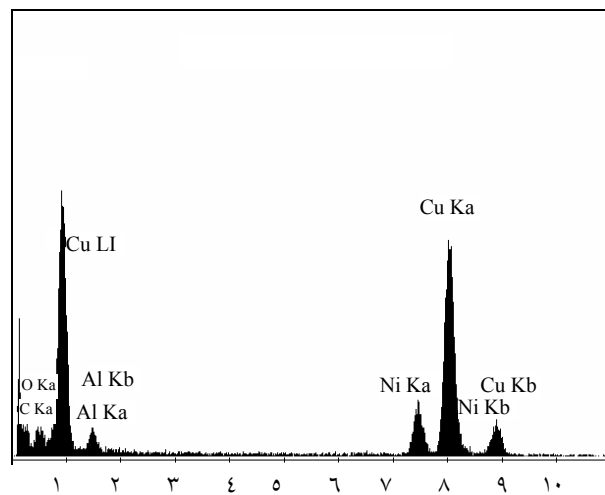


تصویر و نتیجه‌گیری اشتباه وجود دارد؛ بنابراین تصویر زمینه تاریک که نشانگر حضور دو فاز مختلف در نانوکامپوزیت بود، نیز تهیه شد.

از فازهای مختلف تصاویر زمینه تاریک TEM، آنالیز



(الف)



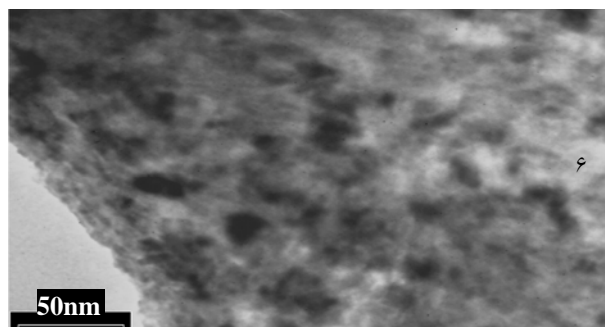
(ب)

شکل ۹. آنالیز EDAX از دو نقطه مشخص شده در تصویر TEM بالا در نانوکامپوزیت.

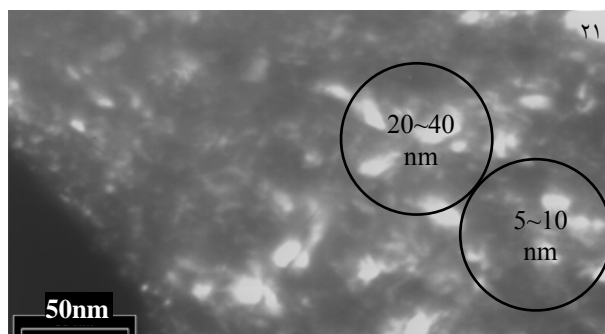
### ۴-۳- بررسی ریزساختار به کمک میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

بررسی ریزساختار بر روی دانه‌های مس و همچنین بر روی ذرات آلومینای پخش شده در زمینه مس انجام شد. اندازه کریستالیت حاصل به روش ویلیامسون - هال، کوچک‌تر از اندازه کریستالیت تصاویر TEM است که این موضوع طبیعی است.

حضور و اندازه ذرات آلومینا در ساختار نانوکامپوزیت توسط TEM (شکل ۸) به روشنی دیده می‌شود به علت اختلاف در ضخامت قسمت‌های مختلف پودر در تصویربرداری با زمینه روشن، امکان تیره و روشن شدن



(الف)



(ب)

شکل ۸. الف و ب، تصاویر TEM از نانوکامپوزیت در دو زمینه الف. روشن و ب. تیره.

## مراجع

1. Schaffer, G.B. and McCormick, P.G., "Anomalous Combustion Effects During Mechanical Alloying", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 22 No. 12 (1991) 3019-3024.
2. Zhang, D.L. and Richmond, J.R., "Microstructural Evolution During Combustion Reaction between Cu and Al Induced by High Energy Ball Milling", *J. of Materials Science*, Vol. 34 No. 4 (1999) 701-706.
3. Cao, G., *Nanostructures and Nanomaterials*, Imperial College Press, London, ISBN-10: 1860944809 (2004) 74-78.
4. Venugopal, T., Prasad Rao, K. and Murty, B.S., "Synthesis of Copper-Alumina Nanocomposite by Reactive Milling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 393 Issues 1-2 (2005) 382-386.
5. Ying, D.Y. and Zhang, D.L., "Processing of Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Metal Matrix Nanocomposite Materials by Using High Energy Ball Milling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 286 Issue 1 (2000) 152-156.
6. Hwang, J. and Lee, J.H., "Mechanochemical Synthesis of Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites Seung", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 405 Issues 1-2 (2005) 140-146.
7. Hwang, S.J., Ph.D. Thesis, The Microstructure and Mechanical Properties of Mechanically Alloyed NiAl Based Alloys, Illinois Institute of Technology, Chicago, IL, USA, May (1992) 114-118.

EDAX (شکل ۹) انجام شد، که نشان‌دهنده حضور ذرات آلومینا در زمینه مس بودند. علاوه بر پیک‌های مس، آلومینیوم و اکسیژن، پیک‌های کربن و نیکل نیز دیده می‌شود. وجود پیک‌های کربن و نیکل به علت استفاده از توری نگهدارنده پودر، (شامل کربن و نیکل) است.

مطابق تصاویر TEM دو اندازه مختلف (۱۰-۵ و ۴۰-۲۰ نانومتر) از ذرات آلومینا وجود دارد. توزیع دو اندازه‌ای از ذرات آلومینا را می‌توان به این دلیل دانست که ذرات درشت در مراحل اولیه سنتز، به کمک آسیاب مکانیکی و دماهای بالا و در برخوردهای شدید گلوله‌ها با مخلوط پودر به وجود آمده‌اند؛ درحالی‌که ذرات ریز در مراحل بعدی و دماهای کمتر و در سرعت‌های کنترل‌شده تولید می‌شوند [۶، ۷]. وجود تمامی ذرات ریز را نمی‌توان به علت شکسته شدن از ذرات درشت دانست؛ زیرا اگر چنین بود، توزیع یکنواخت و پهن‌تری از اندازه ذرات پخش شده دیده می‌شد [۶].