

مطالعه و بررسی آلیاژ آلومینیم AA7010 تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی

روح اله باقری^{۱*}، غلامحسین برهانی^۱، سعیدرضا بخشی^۱

^۱دانشگاه مالک اشتر شاهین شهر، دانشکده مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۹۲/۳/۲۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۹۲/۹/۱۳، تاریخ پذیرش قطعی: ۹۲/۹/۱۸

چکیده آلیاژسازی مکانیکی یکی از روشهای پرکاربرد در تولید آلیاژها و کامپوزیت‌های پودری است. در این تحقیق، آلیاژ آلومینیم AA7010 به روش آلیاژسازی مکانیکی و آسیابکاری پودرهای عنصری در یک آسیاب گلوله‌ای زگواری به مدت ۲۸ ساعت تولید گردید. نتایج نشان داد که میانگین اندازه ذرات پودر آلیاژی AA7010 پس از ۲۸ ساعت آسیابکاری به حدود ۶ میکرون رسیده است. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از پودرهای آسیاب شده نشان داد که پودر آلیاژی AA7010 با ذرات هم‌محور تولید شده است. آزمون پراش پرتو ایکس (XRD)، کاهش اندازه کریستالیت‌های آلومینیم را با افزایش زمان آسیابکاری تا ۵۳ نانومتر نشان داد. انجام عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰°C و محیط خنثی بر روی پودرهای آلیاژی پس از ۲۴ ساعت آسیابکاری موجب شکل‌گیری ترکیبات بین فلزی $MgZn_2$ ، Mg_2Zn_{11} ، Al_2Cu و Al_2CuMg شد. آزمون ریزسختی سنجی نشان داد که با ازدیاد زمان آسیابکاری، سختی پودرهای آلیاژی شده افزایش می‌یابد. همچنین، آغاز فرآیند ذوب شدن پودر آلیاژی AA7010 در دمای ۶۴۷°C به کمک آزمون گرماسنجی روبشی افتراقی (DSC) نشان داد که عملیات آلیاژسازی و کاهش دمای ذوب رخ داده است.

کلمات کلیدی: آلیاژهای آلومینیم 7xxx، آلیاژسازی مکانیکی، پراش پرتو ایکس

Study on AA7010 aluminum alloy processed by mechanical alloying

R. Bagheri^{1*}, G.H. Borhani¹, S.R. Bakhshi¹

¹Material science and engineering department, Malek-e-Ashtar university, Shahinshahr, Isfahan

Abstract Mechanical alloying is one of advanced methods in producing alloy and composites materials. In this paper, AA7010 alloy was produced from elemental powders through mechanical alloying under argon atmosphere. Particle size measurements showed The results showed that fine and equiaxed particles with mean particle size of 6μm were formed after 28 h milling. The equiaxed particles observed by SEM after mechanical alloying. X-ray diffraction results for milled powders showed that Al crystallite size reduced to 53nm. Different intermetallic compounds including $MgZn_2$, Mg_2Zn_{11} , Al_2Cu and Al_2CuMg were formed in 24 h mechanically alloyed AA7010 powder after annealing treatment at 550 °C in argon atmosphere. The microhardness of mechanically alloyed powders was increased with respect to milling time. Differential scanning calorimetry analysis on AA7010 aluminum alloy also indicated that melting point has reduced to 647 °C.

Keywords: 7xxx aluminum alloys, mechanical alloying, XRD

* عهده دار مکاتبات

نشانی: شاهین شهر، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد

شماره همراه: ۰۹۱۸۳۶۶۸۰۶۳، دورنگار: ۳۱۲-۵۲۲۵۰۰۴، پیام نگار: rohy_bagheri@yahoo.com

۱- مقدمه

آسیابکاری بر رفتار پودرها با آزمون پراش پرتو ایکس، ریزسختی سنجی و اندازه‌گیری میانگین اندازه ذرات مطالعه شده است. از میکروسکپ الکترونی روبشی نیز برای بررسی روند تغییرات ریزساختار و از گرماسنج روبشی افتراقی (DSC) جهت ارزیابی دمای تشکیل فازهای احتمالی بهره گرفته شده است.

۲- روش تحقیق

پودرهای عنصری آلومینیم، روی، منیزیم و مس با مشخصات مندرج در جدول (۱) مورد استفاده قرار گرفت. خلوص پودرهای فلزی مورد استفاده با دستگاه XRF مدل Philips PW1480 اندازه‌گیری شد. ۱۵۰ گرم از مخلوط پودرهای فلزی همراه با گلوله‌های فولادی از جنس AISI 52100 با قطر ۵ میلیمتر با نسبت گلوله به پودر ۱۰:۱ درون آسیاب گلوله‌ای زگواری ریخته شد. از گاز آرگون آزمایشگاهی با خلوص ۹۹/۹۹٪ بعنوان محیط عملیات آسیابکاری استفاده شد. جهت جلوگیری از افزایش جوش سرد و کنترل آن، مقدار ۲٪ وزنی اسید استناریک (عامل کنترل فرآیند) به مخلوط پودری اضافه شد. عملیات آسیابسازی مکانیکی پودرهای فلزی تا ۲۸ ساعت و با سرعت ۳۶۵ rpm انجام گرفت.

به منظور دنبال کردن تغییرات در مراحل مختلف آسیابسازی، در بازه‌های زمانی ۴ ساعته از پودر درون محفظه آسیاب نمونه‌گیری شد. جهت بررسی مورفولوژی و اندازه‌گیری ذرات پودری، نمونه‌ها پس از مانت و آماده‌سازی با سنباده‌زنی و پولیش با محلول هیدروفلوریک ۲٪ اچ گردیدند. برای تعیین میانگین اندازه ذرات از دستگاه تحلیل‌گر تصویر^۱ مدل Leica O500 استفاده شد. سختی پودرهای AA7010 آسیاب شده مطابق با استاندارد ASTM E384-11، توسط دستگاه ریزسختی سنج مدل Micromet با بار ۱۰ گرم و مدت زمان ۵ ثانیه انجام گرفت. تغییرات ریزساختاری با افزایش زمان آسیابکاری به کمک میکروسکپ الکترونی روبشی (مدل Cambridge S360) مورد مطالعه قرار گرفت.

کاربرد آلیاژهای پراستحکام 7xxx آلومینیم در صنایع هوایی و خودرو بدلیل نسبت استحکام به وزن بالا و بمنظور کاهش وزن و سبک‌سازی سازه‌ها در حال گسترش روزافزون است؛ بویژه اگر این آلیاژها به عنوان زمینه در کامپوزیتها مورد استفاده قرار بگیرند، می‌توانند خواص بسیار خوبی را ارائه دهند [۱-۴].

تولید این دسته از آلیاژها و کامپوزیتها با روشهای سنتی مانند ریخته‌گری نیازمند دمای بالا بوده و مشکلاتی از قبیل واکنش شیمیایی با محیط و ایجاد عیوب انجمادی مانند جدایش، مک‌گازی و مک انقباضی را به همراه دارد. اما روشهای فرآوری نوین در حالت جامد مانند آسیابسازی مکانیکی، علاوه بر تولید پودری با ساختار همگن و یکنواخت، می‌تواند گستره پهناوری از انواع ترکیبهای شیمیایی را نیز تولید کند [۵-۸].

انجام عملیات آسیابسازی مکانیکی بر روی پودرهای عنصری با ترکیب شیمیایی 0.16Cu ، 2.5Mg ، 5.6Zn ، 0.23Cr با زمینه آلومینیم به مدت زمانهای مختلف نشان داده است که پودر آلیاژی تشکیل شده است و ترکیب بین‌فلزی MgZn_2 ایجاد شده است [۱]. پژوهش دیگری نشان می‌دهد که اگر براده‌های پیش‌آلیاژی ۷۰۷۵ به مدت زمانهای مختلف تحت عملیات آسیابسازی مکانیکی قرار بگیرد باعث کاهش اندازه ذرات تا ۱۰ میکرون می‌گردد و اندازه کریستالیت آلومینیم به ۵۰ نانومتر رسیده است. [۲ و ۳]. فرآوری آلیاژ ۷۰۷۵ با درصد وزنی مختلف عنصر روی به روش آسیابسازی مکانیکی به مدت ۱۰ ساعت نشان داد که ریزسختی پودرها افزایش می‌یابد [۴]. یزدیان [۸] نیز با ساخت آلیاژ ۷۰۷۵ به کمک آسیابسازی مکانیکی، گزارش کرده است که انجام عملیات آنیل در دماها و زمانهای مختلف سبب تشکیل ترکیبات بین‌فلزی گوناگونی مانند Al_2CuMg ، MgZn_2 و Al_2Cu می‌گردد. کمرونو [۳] با ساخت آلیاژ ۷۰۱۵ به روش آسیابسازی مکانیکی و انجام آزمون گرماسنجی روبشی افتراقی سبب کاهش نقطه ذوب این آلیاژ شده است.

در این تحقیق، تولید آلیاژ آلومینیم AA7010 به روش آسیابسازی مکانیکی بررسی شده است. سپس تاثیر عملیات

1-Szegvari attritor mill

2- Image Analyzer

گرماسنجی روبشی افتراقی قرار گرفت. پودر آلیاژی AA7010 در دمای 550°C بمدت ۲ ساعت در اتمسفر آرگون عملیات حرارتی شد و سپس به کمک آزمون پراش پرتو ایکس مورد ارزیابی قرار گرفت.

امکان‌سنجی تشکیل فازهای بین‌فلزی در زمینه و اثر عناصر آلیاژی بر پراش اشعه ایکس به کمک دستگاه XRD مدل JEOL JDX8030 با فیلان Cu K α انجام شد. جهت بررسی شرایط واکنشهای احتمالی، پودر آلیاژی شده AA7010 در شرایط بهینه که بمدت ۲۴ ساعت آسیاب شده بود، در محیط گاز آرگون با سرعت جریان ۸۰ ml/min در گستره دمایی 70°C - 25°C و با نرخ گرمایش $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تحت آزمایش

جدول ۱. مشخصات پودرهای عنصری و سرامیکی مورد استفاده

Cu	Mg	Zn	Al	نام پودر
۹۹/۹	۹۸/۲	۹۹/۴	۹۹/۰	خلوص (%)
ALDRICH	CARLO EBRA	Merck	متالورژی پودرخراسان	شرکت تامین کننده
۱۷	۵۶	۳۸	۳۸	میانگین اندازه ذرات (μm)
٪۲/۰	٪۲/۶	٪۶/۷	مابقی	مقدار (درصد وزنی)

که آنرا می‌توان ناشی از به تعادل رسیدن فرآیندهای جوش سرد و شکست دانست. به نظر می‌رسد که مدت زمان ۲۸ ساعت آسیابکاری برای سیستم AA7010 به یک حالت اشباع نسبی از نظر اندازه ذرات رسیده باشد. چنین روندی در کاهش اندازه ذرات با افزایش مدت زمان آسیابکاری در پژوهشهای دیگر نیز آمده است [۱۵-۱۱]. هر چند، اندازه نهایی ذرات می‌تواند با متغیرهای فرآیند، افزودنی‌های پودری و نیز اندازه ذرات پودر اولیه، تغییر یابد. با توجه به نتایج بدست آمده در رسیدن به یک حالت اشباع، به نظر می‌رسد مدت زمان ۲۴ ساعت آسیابکاری یک حالت بهینه باشد و با افزایش زمان آسیابکاری نه تنها کاهش محسوسی در اندازه ذرات دیده نمی‌شود، بلکه موجب سایش بیشتر ساچمه‌ها به یکدیگر و محفظه می‌گردد که آلودگی پودری را بدنبال دارد. بنابراین، دیگر بررسی‌ها بر روی پودر آسیابکاری شده بمدت ۲۴ ساعت انجام گرفت.

۳- نتایج و بحث

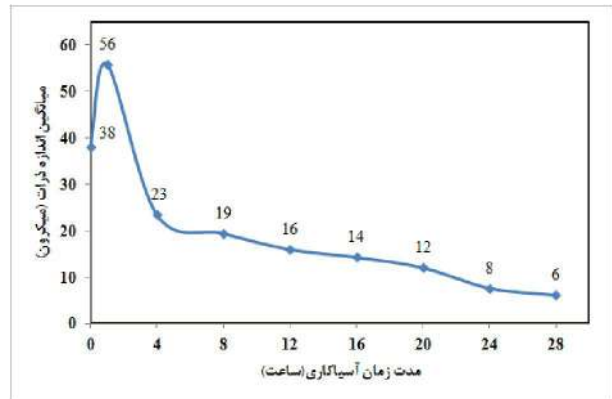
۳-۱- میانگین اندازه ذرات

نمودار شکل (۱) روند تغییرات میانگین اندازه ذرات پودری AA7010 را با گذشت زمان آسیابکاری نشان می‌دهد. در آغاز فرآیند، میانگین اندازه ذرات ۳۸ میکرون است، اما با گذشت ۱ ساعت بدلیل اینکه پودرهای اولیه نرم هستند، پدیده جوش خوردن ذرات بر شکسته شدن آنها غالب شده و ذرات با پهن شدن و چسبیدن به یکدیگر، ساختاری پولکی شکل پیدا می‌کنند که باعث افزایش چشمگیری در اندازه آنها - تا ۵۰٪ بزرگتر از اندازه اولیه- شده است. اما پس از ۴ ساعت، به یکباره میانگین اندازه ذرات به ۲۳ میکرون کاهش یافته است و همان طور که دیگر پژوهشگران گزارش کرده‌اند، ناشی از پیشی گرفتن پدیده شکستن ذرات بر جوش خوردن و نیز تاثیر عامل کنترل فرآیندگزارش شده است [۹ و ۱۰]. این کاهش با شیب مناسبی تا پایان فرآیند آلیاژسازی مکانیکی ادامه یافته است که می‌توان آنرا به برتری نسبی شکست ذرات بر جوش خوردن آنها نسبت داد. پس از ۲۸ ساعت عملیات آلیاژسازی مکانیکی میانگین اندازه ذرات در حدود ۶ میکرون اندازه‌گیری شده است. میانگین اندازه ذرات پس از ۲۸ ساعت آسیابکاری تغییر چندانی را نسبت به مدت زمان ۲۴ ساعت نشان نمی‌دهد

۳-۳- پراش پرتو ایکس

نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس آلیاژ AA7010 در مدت زمانهای مختلف آسیابکاری در شکل (۳) آمده است. خطوط پراش مربوط به عناصر آلیاژی روی، منیزیم و مس پس از ۱ ساعت از گذشت عملیات آسیابکاری آشکارا دیده می شود، اما با افزایش زمان، ارتفاع آنها کم شده و به نظر می رسد که پس از ۲۰ ساعت عملیات آلیاژسازی مکانیکی، تمامی خطوط پراش مربوط به عناصر آلیاژی محو شده اند. شاید این رخداد در نتیجه انحلال عناصر آلیاژی در زمینه آلومینیم و تشکیل آلیاژ باشد. البته ریز شدن این ذرات موجب کاهش پراش پرتو ایکس و افزایش پهنای خط پراش شده که می تواند تشخیص فاز را با مشکل روبرو سازد و یا عبارتی دیگر، توسط دستگاه پرتو ایکس قابل شناسایی نباشد [۷]. انجام فرایند آلیاژسازی مکانیکی با نسبت گلوله به پودر ۱:۱۴ بر روی پودرهای عنصری جهت ساخت آلیاژ ۷۰۷۵ ثابت کرد که خطوط پراش عناصر آلیاژی پس از ۱۰ ساعت بطور کامل ناپدید شده است [۲]. همچنین گزارش شده است که با انجام آلیاژسازی مکانیکی بر روی آلیاژ ۷۰۷۵ بمدت ۱۲ ساعت نه تنها آلیاژ شکل گرفته است، که ترکیبهای بین فلزی $MgZn_2$ و $CuAl_2$ نیز تشکیل شده اند [۴].

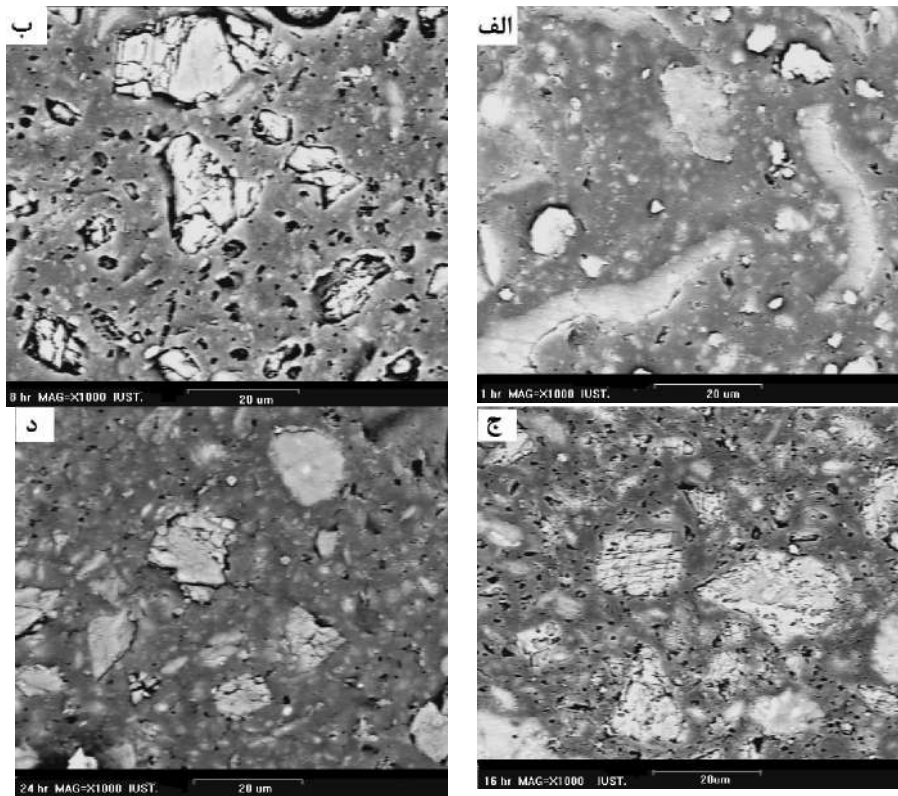
افزایش زمان عملیات آسیابکاری باعث کاهش ارتفاع خطوط پراش آلومینیم و پهن شدن آنها شده است. برای روشتر شدن این موضوع، تغییرات نصف ارتفاع این خطوط برای صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) آلومینیم در شکل (۴) نمایش داده شده است. از دلایل اصلی این پدیده می توان به تغییر در پارامتر شبکه آلومینیم بدلیل ریزکرنش های شبکه ای، کارسختی و تشکیل محلول جامد فوق اشباع در نتیجه نفوذ عناصر آلیاژی در آلومینیم و نیز کاهش اندازه دانه آلومینیم اشاره کرد [۵، ۱۷، ۱۶، ۱۱ و ۱۸]. به نظر می رسد میزان این تغییرات پس از ۲۰ ساعت کمتر شده است که شاید در نتیجه تکمیل فرایند آلیاژسازی مکانیکی باشد.



شکل ۱. نمودار تغییرات میانگین اندازه ذرات برحسب زمان آسیابکاری

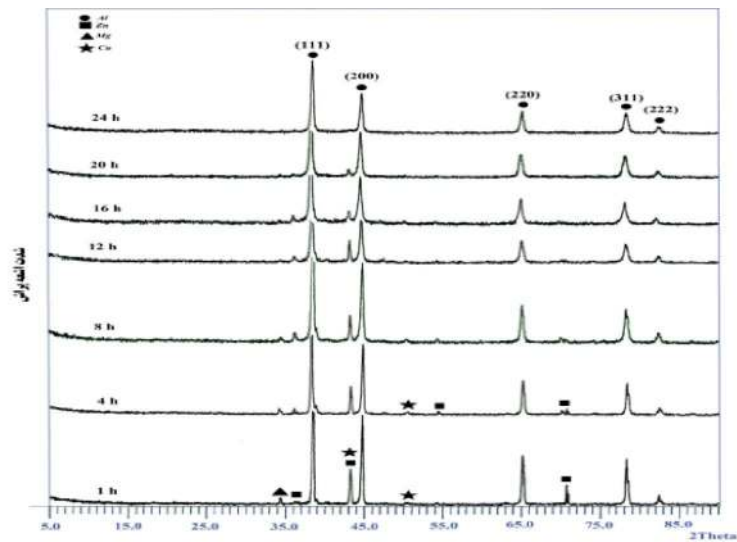
۳-۲- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی

شکل (۲) تصاویر میکروسکوپی الکترونی پودرهای AA7010 آلیاژسازی مکانیکی شده را با افزایش زمان آسیابکاری نشان می دهد. پس از گذشت ۱ ساعت از عملیات آسیابکاری، در اثر قرارگیری ذرات پودری نرم اولیه بین گلوله های خردایش و نیز تمایل زیاد آنها برای جوش خوردن به یکدیگر، ذراتی کشیده تشکیل می گردد که بر اساس برخی مراجع [۱۵] این ذرات دارای ساختاری چندلایه و جهت یافته هستند. در این مرحله، نسبت طول به عرض ذرات افزایش یافته و طول برخی از آنها به حدود ۷۰ میکرون هم می رسد. با افزایش زمان عملیات، عامل کنترل فرایند کمک می کند تا پدیده جوش خوردن ذرات کاهش پیدا کند و از طرفی، بدلیل کارسختی ذرات ناشی از اعمال کار سرد مکانیکی، تمایل به شکسته شدن ذرات بیشتر شده و در نتیجه افزایش فرایند شکستن ذرات، هم محور شدن آنها رخ می دهد. پدیده هم-محور شدن ذرات پس از ۱۶ ساعت به خوبی آشکار است. به نظر می رسد که با گذشت ۲۴ ساعت از عملیات آلیاژسازی مکانیکی، تعادل بین فرایندهای جوش سرد و شکسته شدن بوجود می آید که نشان دهنده تکمیل فرایند آلیاژسازی مکانیکی بوده و اندازه ذرات کاهش بسیار اندکی را دارد. چنین روندی تکاملی در شکل ذرات پس از آسیابکاری آلیاژهای ۷۰۷۵ و ۷۰۱۵ نیز گزارش شده است [۸ و ۳].

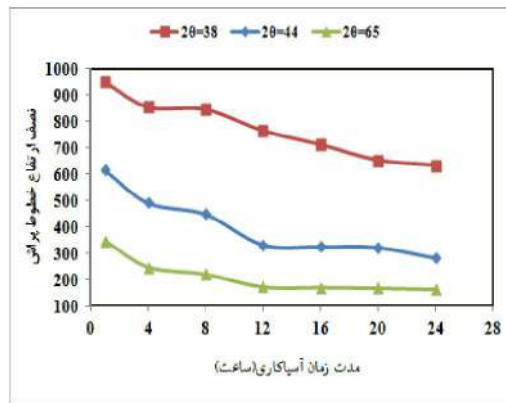


شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی پودرهای AA7010 آلیاژسازی مکانیکی شده با گذشت زمان:

(الف) ۱ ساعت، (ب) ۸ ساعت، (ج) ۱۶ ساعت و (د) ۲۴ ساعت



شکل ۲. پراش پرتو ایکس آلیاژ AA7010 پس از انجام عملیات آلیاژسازی مکانیکی در مدت زمانهای مختلف



شکل ۳. تغییرات نصف ارتفاع خطوط پراش برای صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰)

موثر می‌باشد، وجود عناصر آلیاژی عنوان شده است که بعنوان سدی در برابر آنها عمل کرده و موجب افزایش طول آنها می‌گردند [۱۳]. روند بسیار کند در کاهش اندازه کریستالیت پس از ۱۲ ساعت آسیابکاری توسط پروین و همکارانش [۱۴] نیز مشاهده شده است که علت آن را در هم‌محور شدن ذرات در حالت اشباع دانسته‌اند.

روند افزایشی در مقدار کرنش شبکه آلومینیم با زیاد شدن مدت زمان آسیابکاری تا ۱۲ ساعت نشان می‌دهد که عیوب شبکه‌ای مانند تهی‌جاها، نابجایی‌ها، نقصهای چیدن و نیز مرزهای دانه در اثر تغییر شکل مومسان افزایش یافته‌اند. البته این افزایش پس از ۱۶ ساعت با شیب کمتری ادامه پیدا کرده است که می‌توان آنرا به رخداد پدیده بازبایی در اثر افزایش موضعی دما دانست.

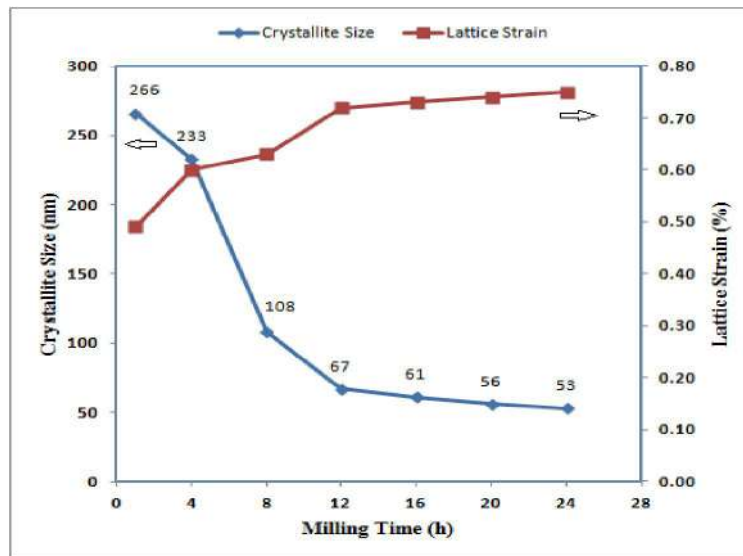
به منظور بررسی تغییرات در جابجایی خطوط پراش آلومینیم، نمودار جابجایی خط پراش صفحه (۱۱۱) آلومینیم از نظر زاویه پراش نسبت به زمان آسیابکاری در شکل (۶) رسم شده است. **Error! Reference source not found.** این تغییرات می‌تواند ناشی از انحلال عناصر آلیاژی در زمینه آلومینیم و در نتیجه تغییر پارامتر شبکه آن باشد و خود تاییدی بر تشکیل محلول جامد در شبکه آلومینیم است [۱۶ و ۱۹]. هراندز^۳ [۱۱] نیز با افزودن عناصر آلیاژی مس و منیزیم به آلومینیم مشاهده کرد که خطوط پراش مربوط به صفحه (۱۱۱) آلومینیم در اثر آلیاژسازی مکانیکی بمدت ۱۰ ساعت تغییر

اندازه کریستالیت و مقدار کرنش شبکه آلومینیم با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی به کمک رابطه ویلیامسون-هال^۱ [۲۲] محاسبه گردید.

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{d} + 2\epsilon \sin \theta \quad (\text{معادله ۱})$$

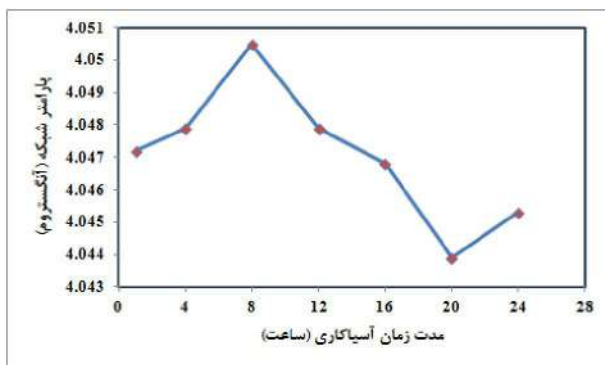
در این رابطه، β مقدار پهن‌شدگی خط پراش، θ زاویه پراش، k ضریبی ثابت برابر با 0.91 ، λ طول موج پرتو ایکس برای فیلامان مسی (0.15404 nm)، d اندازه کریستالیت و ϵ کرنش شبکه می‌باشد. اندازه کریستالیت آلومینیم (شکل ۵) پس از ۸ ساعت آسیابکاری در حدود 108 nm اندازه‌گیری شد. این عدد با افزایش مدت زمان آسیابکاری به ۲۴ ساعت کاهش چشمگیری را تا تقریباً 53 نانومتر نشان داد. کاهش این پارامتر در آغاز بسیار سریع و با شیب تندی انجام می‌گیرد، اما پس از ۱۲ ساعت روندی آهسته به خود می‌گیرد. بدین معنا که با ریز شدن اندازه ذرات، اندازه کریستالیت‌های آلومینیم نیز کاهش پیدا کرده است. عملیات آسیابکاری باعث افزایش عیوب نقطه‌ای و نابجاییها شده و در نتیجه، افزایش کرنش شبکه و انرژی داخلی را بهمراه دارد که موجب ناپایداری شبکه می‌گردد. در چنین شرایطی، نابجاییها مرزهای فرعی را ایجاد می‌کنند و با افزایش زمان آسیابکاری، عدم جهت‌گیریهای مناسب^۲ بین مرزهای فرعی زیاد شده و تمایل نابجاییها برای تشکیل مرزهای پرزاویه زیاد می‌شود و بنابراین ریز شدن کریستالیت‌ها اتفاق می‌افتد. یک عامل دیگر که در افزایش شمار نابجاییها

کرده است و آنرا در نتیجه انحلال این عناصر در ساختار آلومینیم دانسته است.



شکل ۵. تغییرات اندازه کریستالیت و کرنش شبکه آلومینوم نسبت به زمان آسیابکاری

در $1/332 \text{ } ^\circ\text{A}$ دانست که کوچکتر از شعاع اتمی آلومینیم است. در این بازه زمانی، کاهش اندازه کریستالیت با نرخ بسیار کمتری صورت می‌گیرد که این عامل هم می‌تواند به کاهش پارامتر شبکه کمک کند. روند مشابهی در کاهش اندازه پارامتر شبکه آلومینیم در آلیاژ 7075 نیز گزارش شده است که ناشی از انحلال عناصر آلیاژی مس و روی در آلومینیم بوده است [۲]. پس از ۲۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی، پارامتر شبکه تمایل به افزایش دارد که شاید ناشی از رخداد پدیده بازیابی و در نتیجه، میل به زیاد شدن پارامتر شبکه باشد.

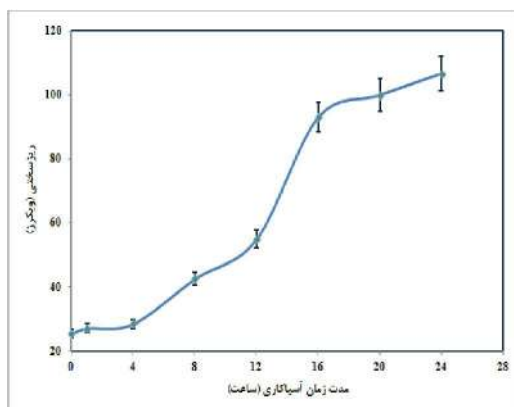


شکل ۷. نمودار تغییرات پارامتر شبکه آلومینوم نسبت به مدت زمان آسیابکاری

جهت محاسبه پارامتر شبکه آلومینیم و ارزیابی تغییرات آن با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی، از رابطه نلسون-ریلی^۱ استفاده شده است [۲۰]. تغییرات پارامتر شبکه آلومینیم نسبت به مدت زمان آسیابکاری در شکل (۷) آمده است. این الگو با روند تغییرات خط پراش صفحه (۱۱۱) آلومینیم بسیار سازگار است؛ بطوری که با افزایش پارامتر شبکه تا ۸ ساعت آسیابکاری، خط پراش آلومینیم بر اساس قانون براگ به زاویه-های کمتر جابجا می‌شود که می‌توان آنرا به نفوذ و انحلال عنصر منیزیم با شعاع اتمی $1/604 \text{ } ^\circ\text{A}$ درون شبکه آلومینیم با شعاع اتمی $1/432 \text{ } ^\circ\text{A}$ نسبت داد. در الگوی پراش شکل (۳) نیز پس از ۸ ساعت آسیابکاری، خط پراش عنصر منیزیم تقریباً حذف شده است. صفری [۱۳] نیز با افزودن منیزیم به آلومینیم به روش آلیاژسازی مکانیکی، افزایش در پارامتر شبکه را مشاهده کرده است و علت آنرا ورود اتمهای بزرگتر منیزیم به شبکه آلومینیم و ریز شدن دانه‌ها دانسته است. با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی تا ۲۰ ساعت، پارامتر شبکه روندی کاهشی را نشان می‌دهد و خط پراش آلومینیم بسمت زاویه‌های بیشتر جابجا شده است که شاید بتوان آنرا ناشی از انحلال عناصر آلیاژی مس و روی با شعاع اتمی بترتیب $1/278 \text{ } ^\circ\text{A}$ و

۳-۴- ریزسختی سنجی

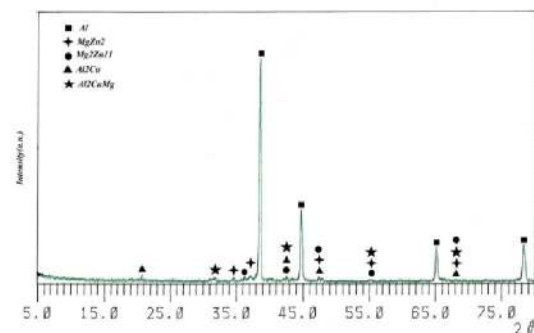
نتایج سختی سنجی بر روی پودرهای AA7010 پس از مدت زمانهای مختلف عملیات آلیاژسازی مکانیکی در نمودار شکل (۹) آمده است. ریزسختی پودرها در آغاز با شیب نسبتاً کمی افزایش می‌یابد که می‌توان آنرا در نتیجه تغییرشکل مومسان ناشی از قرارگیری ذرات پودری بین گلوله‌ها و ذرات و برخورد آنها با دیواره محفظه آسیاب دانست. این تغییرشکل مومسان سبب افزایش عیوب شبکه‌ای مانند تهی‌جاها و نابجایی‌ها شده و افزایش میزان سختی را بدنبال دارد. همچنین، کاهش اندازه کریستالیت آلومینیم نیز از عوامل مهمی است که موجب افزایش سختی می‌گردد [۱۱]. در بازه زمانی ۱۲ تا ۱۶ ساعت، شیب نمودار به یکباره زیاد شده و مقدار سختی افزایش چشمگیری یافته است. به نظر می‌رسد که علاوه بر کارسختی در اثر تغییرشکل مومسان، مکانیزم دیگری نیز در این مرحله فعال شده است که همان نفوذ عناصر آلیاژی در زمینه آلومینیم و تشکیل محلول جامد می‌باشد. اما پس از گذشت ۲۰ ساعت از عملیات بدلیل تکمیل فرآیند آلیاژی شدن و ایجاد تعادل بین جوش سرد و شکسته شدن ذرات، سختی به حد اشباع رسیده است. برخی از پژوهشگران [۱۳]، علت دیگر اشباع سختی را به بازیابی دینامیکی ایجاد شده هنگام ایجاد کارسختی شدید در زمینه آلومینیم و نیز بازیابی استاتیکی و یا حتی بازبلوری آلومینیم در اثر افزایش موضعی دما به حدود 200°C - 100°C در خلال فرآیند آسیابکاری نسبت داده‌اند.



شکل ۹. نمودار تغییرات ریزسختی پودر AA7010 برحسب زمان آسیابکاری

پراش پرتو ایکس نمونه ای که پس از ۲۴ ساعت عملیات آسیابکاری تحت عملیات حرارتی در دمای 550°C بمدت ۲ ساعت قرار گرفت (شکل ۸)، نشان می‌دهد که ترکیبهای بین‌فلزی Al_2Cu ، $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$ ، MgZn_2 و Al_2CuMg در آلیاژ AA7010 تشکیل شده‌اند که از محلول جامد فوق اشباع رسوب یافته‌اند و می‌توانند بعنوان هسته‌های استحکام-بخش در آلیاژ واقع شوند. وجود ترکیب بین‌فلزی MgZn_2 پس از عملیات آلیاژسازی مکانیکی بمدت ۱۰ ساعت در آلیاژ آلومینیم ۷۰۷۵ مشاهده شده است [۲]. فلورس [۱] نیز حضور این ترکیب را پس از آلیاژسازی مکانیکی و همچنین پس از اکستروژن گرم در آلیاژ ۷۰۷۵ گزارش کرده است. بنظر می‌رسد که بدلیل بالاتر بودن درصد وزنی روی و مس در آلیاژ ۷۰۱۰، احتمال تشکیل دیگر فازهای بین‌فلزی دور از انتظار نباشد. گرچه معمولاً تشکیل این فازها پس از انجام عملیات پیرسختی در آلیاژهای تجاری 7xxx گزارش شده است [۲۴ و ۲۵].

محاسبه پارامتر شبکه پس از عملیات حرارتی نشان داد که این عدد ($4/050\text{nm}$) با پارامتر شبکه آلومینیم خالص در دمای اتاق ($4/050\text{nm}$) هیچ اختلافی ندارد. پس می‌توان گفت که عملیات تابکاری باعث شده است که عناصر آلیاژی از شبکه بلوری آلومینیم خارج شده و اعوجاج شبکه در اثر کرنشهای اعمالی آلیاژسازی مکانیکی به کمترین مقدار خود رسیده است.



شکل ۸. پراش پرتو ایکس آلیاژ AA7010 آلیاژسازی مکانیکی شده بمدت ۲۴ ساعت پس از تابکاری در دمای 550°C

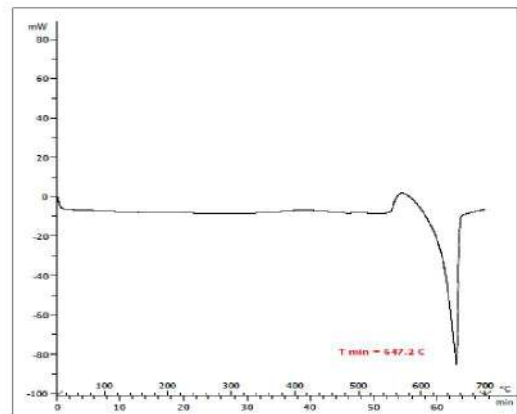
۳-۵- گرماسنجی روبشی افتراقی (DSC)

کند. همچنین، میانگین اندازه ذرات این پودر آلیاژی پس از ۲۸ ساعت آسیابکاری به ۶ میکرون می‌رسد. افزایش ریزسختی ذرات پودری با افزایش مدت زمان آسیابکاری نشان دهنده آن است که آلیاژ ۷۰۱۰ تشکیل می‌شود. بررسی این پودر آلیاژی به کمک آزمون گرماسنجی روبشی افتراقی نیز نمایانگر این است که محلول جامد فوق اشباع آلومینیم شکل گرفته است و دمای ذوب آلیاژ AA7010 به 647°C کاهش یافته است.

مراجع

1. R. Flores-Campos, I. Estrada-Guel, M. Miki-Yoshida, R. Martínez-Sánchez, J.M. Herrera-Ramírez, "Microstructure and mechanical properties of 7075 aluminum alloy nanostructured composites processed by mechanical milling and indirect hot extrusion", *Materials Characterisation*. 63 (2012) 39 – 46.
2. R. Deaquino-Lara, I. Estrada-Guel, G. Hinojosa-Ruiz, R. Flores-Campos, J.M. Herrera-Ramírez, R. Martínez-Sánchez, "Synthesis of aluminum alloy 7075-graphite composites by milling processes and hot extrusion", *Journal of Alloys and Compounds*. 509S (2011) 284–289.
3. L.E.G. Cambronero, E. Sánchez, J.M. Ruiz-Roman, J.M. Ruiz-Prieto, "Mechanical characterisation of AA7015 aluminium alloy reinforced with ceramics", *Journal of Materials Processing Technology*. 143–144 (2003) 378–383.
4. R. Sankar, Paramanand Singh, "Synthesis of 7075 Al/SiC particulate composite powders by mechanical alloying", *Materials Letters*. 36 (1998) 201–205.
5. M.D. Salvador, V. Amigó, N. Martínez, C. Ferrer, "Development of Al-Si-Mg alloys reinforced with diboride particles", *Material Processing Technology*. 143-144 (2003) 598-604.
6. J. Oñoro, High-temperature mechanical properties of aluminium alloys reinforced with titanium diboride (TiB₂) particles, *RARE METALS*. 30[2] (2011) 200-205.
7. H. Arik, "Production and characterization of in situ Al₄C₃ reinforced aluminum-based composites produced by mechanical alloying technique", *Materials and Design*. 25[1] (2004) 31-34.
8. N. Yazdian, F. Karimzadeh, M. Tavoosi, Microstructural evolution of nanostructure 7075 aluminum alloy during isothermal annealing, *Journal of Alloys and Compounds*, 493 (2010) 137-141.
9. Fogagnolo J.B, Velasco F, M.H. Robert, J.M. Torralba, "Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminum matrix composite powders", *Material Science and Engineering A*, 2003, 342, 131-143

انجام آزمون گرماسنجی روبشی افتراقی (DSC) بر روی پودر آلیاژ AA7010 پس از ۲۴ ساعت آسیابکاری (شکل ۱۰) نشان داد که هیچ واکنش گرمازا یا گرماگیری انجام نشده است که نمایانگر تشکیل یا انحلال فاز خاصی باشد. تنها می‌توان آغاز فرآیند ذوب این آلیاژ را در دمای 647°C مشاهده کرد. شاید بتوان یک دلیل آنرا این طور بیان کرد که نسبت به عملیات تابکاری، زمان کافی در اختیار اتمهای آلیاژی قرار نگرفته است تا بتوانند از محلول جامد فوق اشباع خارج شده و فازهای بین‌فلزی تشکیل دهند. از طرف دیگر، تشکیل اکسیدها هنگام انجام عملیات DSC با ایجاد واکنشهای گرمازا همراه است [۲۶]، اما چون این عملیات در محیط آرگون انجام شده است، تشکیل اکسید نیز در نتایج آزمایش دیده نمی‌شود. همچنین، با توجه به نمودارهای فازی، تشکیل محلول جامد موجب پایین آمدن دمای ذوب می‌گردد و در واقع، انجام ذوب در این دما که پایینتر از نقطه ذوب آلومینیم خالص (660°C) است، خود تاییدی بر تشکیل محلول جامد فوق اشباع با انجام عملیات آلیاژسازی مکانیکی است.



شکل ۱۰. منحنی DSC آلیاژ AA7010 پس از ۲۴ ساعت عملیات

۴- نتیجه گیری

تولید آلیاژ AA7010 به روش آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از پودرهای عنصری Al, Zn, Mg و Cu بمدت ۲۴ ساعت، نشان می‌دهد که اندازه کریستالیت آلومینیم به ۵۳ nm رسیده است. بررسی تغییرات پراش اشعه ایکس این آلیاژ در بازه‌های زمانی متوالی، تشکیل محلول جامد فوق اشباع آلومینیم را تایید می‌-

- by mechanical alloying and press-forming, *Materials Science and Engineering A.*, 550 (2012) 51–54.
23. X. Li and M.J. Starink, Analysis of Precipitation and Dissolution in Overaged 7xxx Aluminium Alloys Using DSC, *Materials Science Forum.* 331-337 (2012) 1071-1076.
 24. X.M. Li and M.J. Starink, DSC Study on Phase Transitions and Their Correlation with Properties of Overaged Al-Zn-Mg-Cu Alloys, *Journal of Materials Engineering and Performance.* 21[6] (2012) 977-984.
 25. J. L. Hernandez R., J. J. Cruz R., C. Gomez Y., O. Coreno A. and R. Martinez-Sanchez, Synthesis of Graphite Reinforced Aluminum Nanocomposite by Mechanical Alloying, *Materials Transactions.* 51[6] (2010) 1120-1126.
 10. M. Khakbiz, F. Akhlaghi, "Synthesis and structural characterization of Al-B₄C nanocomposite powders by mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds.* 479 (2009) 334–341.
 11. J.L. Hernandez Rivera, J.J. Cruz Rivera, V. Paz delingel, V. Garibay Febles, O. Coreo Alonso, R. Martnez-Sanchez," Structural and morphological study of a 2024 Al–Al₂O₃ composite produced by mechanical alloying in high energy mill", *Materials and Design.* 37 (2012) 96–101.
 12. H. Kaftelen, M. Lutfi Ovecoglu, ZrC particle reinforced Al-4 wt.% Cu alloy composites fabricated by mechanical alloying and vacuum hot pressing: Microstructural evaluation and mechanical properties, *Materials Science and Engineering A.*, 527 (2010) 5930–5938.
 13. J. Safari ,G.H. Akbari, A. Shahbazkhan, M. Delshad Chermahini, Microstructural and mechanical properties of Al-Mg/Al₂O₃ nanocomposite prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds.* 509 (2011) 9419– 9424.
 14. N. Parvin, R. Assadifard, P. Safarzadeh, S. Sheibani, P. Marashi, Preparation and mechanical properties of SiC-reinforced Al6061 composite by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A.*,492 (2008) 134–140
 15. C. Suryanarayana, *Mechanical Alloying and Milling*, 1st ed., MARCEL DEKKER, NEW YORK. (2001).
 16. H. Ahamed, V. Senthilkumar, Role of nano-size reinforcement and milling on the synthesis of nano-crystalline aluminium alloy composites by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds.* 505 (2010) 772–782.
 17. A.L. Ortiz, L. Shaw, "X-ray diffraction analysis of a severely plastically deformed aluminum alloy", *Acta Materialia.* 52 (2004) 2185–2197.
 - A. Calka and A.P. Radlinski, "Formation of AlPd and Al₃Pd₅ intermetallic phases by MA of elemental powders", *Scripta Metallurgica.* 23 (1989) 1497-1502.
 18. S. Sivasankaran, K. Sivaprasad, R. Narayanasamy, P.V. Satyanarayana, "X-ray peak broadening analysis of AA 6061100 –x–x wt.% Al₂O₃ nanocomposite prepared by mechanical alloying", *Materials Characterization* 62 (2011) 661-672.
 19. B.D. Cullity, "Elements of X-ray diffraction", 2nd ed., Addison-Wesley publishing company. (1978).
 20. Y. Zhou, Z.Q. Li, "Structural characterization of a mechanical alloyed Al–C mixture", *Journal of Alloys and Compounds.* 414[1–2] (2006) 107-112.
 21. K. Williamson, W.H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metallurgica.* 1 (1953) 22–31.
 22. [23] H. Tanga, Zh. Chengb, J. Liua, X. Ma, Preparation of a high strength Al-Cu-Mg alloy