

تولید و مشخصه‌یابی کامپوزیت نانو ساختار $Al_2O_3/3 \text{ wt.}\%$ $Al-Mg-Zn$ به وسیله زمینه پیش آسیا شده توسط آلیاژسازی مکانیکی

محسن حاجی‌زمانی^{۱*}، مصطفی علیزاده^۱، سید احمد جنابعلی جهرمی^۲ و علی علیزاده^۳
۱- گروه فلزات، پژوهشکده مواد، پژوهشگاه علوم و تکنولوژی پیشرفته و علوم محیطی،
دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان
۲- دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز
۳- مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۴/۰۷/۰۲ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۵/۰۴/۰۹)

چکیده - پودر کامپوزیتی نانو ساختار $Al_2O_3/3 \text{ wt.}\%$ $Al-Zn-Mg$ از طریق آلیاژسازی مکانیکی تولید شد. ابتدا، اجزای میکرومتری زمینه آلیاژ 7014 برای 20 ساعت در یک آسیای سیاره‌ای آسیا شده و سپس سه درصد وزنی ذرات میکرومتری آلومینا به زمینه افزوده شده و پودر کامپوزیتی نانو ساختار در زمان‌های مختلف آسیاکاری برای بررسی اثر زمان آسیاکاری بر مشخصات پودر تولید شده نظیر مورفولوژی، اندازه کریستالیت، کرنش شبکه و میکروسختی تولید شد. نتایج مشخصه‌یابی نشان داد تولید پودر نانو ساختار کامپوزیتی با مقدار کمی تقویت کننده میکرومتری علاوه بر زمینه پیش آسیا شده ممکن است. همچنین، تولید پودری با کمینه اندازه کریستالیت 24 نانومتر و کمینه اندازه ذرات 5 میکرومتر تأیید گردید. علاوه بر این، حالت پایا پس از حدود 20 ساعت آسیاکاری رخ داد و آسیاکاری بیشتر بر مشخصات پودر به جز اندازه کریستالیت، کرنش شبکه و میکروسختی اثرگذار نبود. همچنین، نشان داده شد که با افزایش زمان آسیاکاری، قابلیت تف جوشی به دلیل کاهش اندازه ذرات افزایش یافت. اما پس از حالت پایا قابلیت تف جوشی تغییر نکرد.

واژه‌های کلیدی: آلیاژسازی مکانیکی، زمینه پیش آسیا شده، پودر نانو ساختار، قابلیت تف جوشی.

Synthesis and Characterisation of $Al-Zn-Mg/3 \text{ wt.}\%$ Al_2O_3 Nanostructured Composite using a Pre-milled Matrix Through Mechanical Alloying

M. Hajizamani^{1*}, M. Alizadeh¹, S.A. Jenabali-Jahromi² and A. Alizadeh³

1. Department of Metals, Materails Devision, Institute of Science and High Technology and Environmental Sciences, Graduate University Kerman, Iran
2. School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran
3. Faculty of Materials & Manufacturing Processes, Malek-e-Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

Abstract: *Al-Zn-Mg/3 wt-% Al_2O_3 nanostructured composite powder was synthesized through Mechanical Alloying (MA). At*

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: mohsen.hajizamani@gmail.com

first, the 7014 alloy matrix constituents were milled in a planetary ball mill for 20 hours. Then, 3 wt.% $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3$ particles were added to the pre-milled matrix and the nanostructured composite powder was produced at different MA times to investigate the effects of MA time on the characteristics of the produced composite powders such as morphology, crystallite size, lattice strain and microhardness. The characterization results proved that synthesizing nanostructured composite powder with a low amount of micrometric reinforcements in addition to pre-milled micrometric matrix is possible. Also, synthesis of the nanostructured composite powder with the minimum crystallite size of 24 nm and the minimum mean particle size of 5 μm was confirmed. Moreover, the steady state occurred after around 20 hours milling and further milling did not affect the powder characteristics excluding crystallite size, lattice strain and microhardness. In addition, sinterability of the composite powders increased with increasing the milling time due to decreased average particle size. However, after the steady state, the sinterability did not change.

Keywords: Mechanical Alloying, Pre-Milled Matrix, Nanostructured Powder, Sinterability.

۱- مقدمه

تا پودر کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al-Al}_2\text{O}_3$ را تولید کنند. اگر چه هر ناندز ریورا و همکاران [۱۲]، پودر خام آلیاژ ۲۰۲۴ را علاوه بر مقادیر کم آلومینا یعنی یک و دو درصد وزنی برای ساخت پودر کامپوزیتی نانو ساختار به کار بردند اما کمینه اندازه کریستالیت به دست آمده حدود ۵۰ نانومتر گزارش شد. مباشرپور و همکاران [۱۳]، پودر پیش آلیاژ شده ۷۰۷۵ و مقادیر کم ذرات نانومتری آلومینا را برای دستیابی به کمینه اندازه کریستالیت ۳۲ نانومتر استفاده نمودند. بنابراین، به نظر می رسد تاکنون در هیچ مطالعه ای، گزارشی از تولید پودر نانو ساختار کامپوزیتی با استفاده از زمینه دارای اجزای میکرومتری و تقویت کننده میکرومتری موجود نباشد. در نتیجه، این پژوهش بر آن است که نشان دهد به دست آوردن پودرهای کامپوزیتی نانو ساختار لزوماً به استفاده از اجزای نانومتری یا همگن نیازی ندارد.

در این پژوهش، تلاش بر آن بوده است که پودر نانو ساختار کامپوزیتی با استفاده از ذرات زمینه میکرومتری به علاوه ذرات تقویت کننده میکرومتری تولید و مشخصه یابی شود. به دلیل خواص منحصر به فرد آلیاژهای سری ۷۰۰۰ مانند وزن ویژه پایین، مقاومت به خوردگی خوب و استحکام بالا، آلیاژی از این سری برای تولید پودر نانو ساختار کامپوزیتی برگزیده شد. اهمیت پژوهش حاضر در آن است که می تواند به شناخت رفتار تولید ذرات و قابلیت تفجوشی آنها که در ساخت قطعات از این طریق مؤثر می باشد کمک نماید. در واقع، در بخش تولید ذرات از طریق آلیاژسازی مکانیکی، این پژوهش نشان می دهد که حصول ذراتی کامپوزیتی تا اندازه متوسط ۴ میکرومتر و کریستالیت های نانومتری با استفاده از ذرات اولیه با اندازه های

آلیاژسازی مکانیکی (MA) یک روش فرآوری متالورژی پودر است که توسط آن می توان مواد همگن مختلفی شامل آلیاژهای بلوری و بی شکل [۱ و ۲]، کامپوزیت ها [۳ و ۴]، پودرهای مغناطیسی [۵]، پودرهای بین فلزی [۶] و سرمته ها [۷ و ۸] را تولید نمود. پژوهش های بسیار زیادی با موضوعات متفاوت بر فرایند آلیاژسازی مکانیکی تمرکز داشته اند که این موضوع، توانایی ها و سهولت استفاده از این روش را نشان می دهد. یکی از قابلیت های بسیار استفاده شده روش آلیاژسازی مکانیکی، تولید پودرهای کامپوزیتی نانو ساختار با ترکیب های مختلف زمینه و تقویت کننده می باشد؛ به ویژه کامپوزیت های زمینه آلومینیومی که به دلیل خواص جالب آنها مانند وزن سبک، رسانایی الکتریکی بالا، مقاومت به خوردگی و خواص سایشی خوب و سفتی بالا مورد توجه بسیار قرار گرفته اند [۹]. از سوی دیگر، به دلیل اثر کریستالیت های نانومتری بر اساس رابطه شناخته شده هال-پچ^۱، پودرهای نانو ساختار منجر به خواص مکانیکی بهتری می شوند [۱۰].

بیشتر مطالعات انجام شده روی تولید پودرهای کامپوزیتی پایه آلومینیومی، از درصدهای بالای ذرات تقویت کننده و یا از ذرات همگن زمینه استفاده کرده اند. برای مثال، علیزاده و همکاران [۱۱]، کامپوزیت نانو ساختار $\text{Al-Al}_2\text{O}_3$ را با استفاده از پودر آلومینیوم خالص به عنوان زمینه و درصدهای حجمی بالا از آلومینا شامل ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ درصد به عنوان تقویت کننده ساختند. رضوی توسی و همکاران [۱۰]، ۲۰ درصد وزنی ذرات آلومینا را به عنوان تقویت کننده به پودر آلومینیوم خالص افزودند

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ ۷۰۱۴ به کار رفته در این پژوهش به همراه شرکت سازنده پودر هر عنصر

عنصر	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Ti	Ni	Al
درصد وزنی	۵/۲-۶/۲	۲/۲-۳/۲	۰/۳-۰/۷	۰/۵	۰/۵	۰/۳-۰/۷	۰/۲	۰/۱	باقی
D _{۵۰}	۲۶	۱۸	۲۲	۶۷	۱۳	۱۳	۷	۱۰	۵۰
شرکت سازنده	Merck	Scharlau	Merck	Merck	Merck	Merck	Merck	Chem-Lab	Scharlau

جدول ۲- علائم اختصاری به کار رفته در این مطالعه برای نمونه‌های تولید شده

علائم اختصاری	نمونه
MIX	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه بدون تقویت کننده
MAMC-۰	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه + آسیابکاری بدون تقویت کننده برای ۲۰ ساعت
MAMC-۱۰	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه + آسیابکاری بدون تقویت کننده برای ۲۰ ساعت + آسیابکاری در حضور تقویت کننده برای ۱۰ ساعت
MAMC-۲۰	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه + آسیابکاری بدون تقویت کننده برای ۲۰ ساعت + آسیابکاری در حضور تقویت کننده برای ۲۰ ساعت
MAMC-۳۰	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه + آسیابکاری بدون تقویت کننده برای ۲۰ ساعت + آسیابکاری در حضور تقویت کننده برای ۳۰ ساعت
MAMC-۴۰	مخلوط شده برای ۴۵ دقیقه + آسیابکاری بدون تقویت کننده برای ۲۰ ساعت + آسیابکاری در حضور تقویت کننده برای ۴۰ ساعت

تحت اتمسفر آرگون و با نسبت گلوله به پودر (BPR) ۲۰ به یک و سرعت چرخش ۴۰۰ دور در دقیقه به مدت ۲۰ ساعت انجام شد. سپس، سه درصد وزنی ذرات آلومینا ساخت شرکت شارلور^۳ اسپانیا (میکرومتر $8 < D_{50}$) به آلیاژ پیش آسیا شده اضافه شد تا پودر نانو ساختار کامپوزیتی $Al-Zn-Mg/3wt.\% Al_2O_3$ بدون تغییر در پارامترهای فنی فرایند یعنی نسبت گلوله به پودر و سرعت چرخشی آسیا تولید شود. برای بررسی اثر زمان آسیابکاری، چهار نمونه پودری کامپوزیتی در زمان‌های ۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰ ساعت آسیابکاری تولید شد. دو درصد وزنی استتاریک اسید^۴ به عنوان عامل کنترل کننده فرایند (PCA) نیز به محفظه افزوده شد تا از وقوع جوش سرد نامناسب جلوگیری کند. برای ساده سازی، علائم اختصاری برای نمونه‌ها در نظر گرفته شد که در جدول ۲ آورده شده است.

مشاهده مورفولوژی نمونه‌ها و نیز ساختار تف‌جوشی به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی^۵ (SEM, Vega/Tescan) در ولتاژ کاری ۱۵ کیلوولت و تصویربرداری از نمونه MAMC-۳۰، توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری^۶ در ولتاژ کاری ۱۲۰ کیلوولت (TEM, Phillips CM ۱۲۰) انجام گرفت. نحوه

مختلف کاملاً ممکن است. در بخش بررسی رفتار تف‌جوشی، نقش ذرات تقویت کننده و ساعات آسیابکاری مشخص می‌شود. در حقیقت، می‌توان از نتایج به دست آمده، ارتباط میان ساعات‌های مختلف آسیابکاری و قابلیت تف‌جوشی را در چنین کامپوزیت‌هایی که دارای چندین عنصر تشکیل دهنده هستند بهتر درک نمود. این موضوع می‌تواند در تولید قطعات از چنین کامپوزیت‌هایی که معمولاً از طریق تف‌جوشی صورت می‌گیرد کمک نماید.

۲- مواد و روش تحقیق

آلیاژسازی مکانیکی پودرهای خالص (با خلوص بیش از ۹۹ درصد) میکرومتری مطابق ترکیب آلیاژ ۷۰۱۴ که در جدول ۱ ارائه شده است انجام شد. در این جدول، به شرکت‌های سازنده این پودرهای فلزی نیز اشاره شده است. برای تولید پودر زمینه، ابتدا پودرها در یک آسیای سیاره‌ای^۲ آزمایشگاهی (Fritsch GmbH, model 'Pulverisette۶') درون یک محفظه فولادی سخت شده با کروم بدون حضور گلوله به مدت ۴۵ دقیقه مخلوط شدند. پس از آن، فرایند آلیاژسازی در همان آسیا و

قانون براگ^۹ محاسبه گردید [۱۵]:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (3)$$

که در این معادله، θ زاویه پراش و λ طول موج پرتوی ایکس می‌باشد. چون شبکه آلومینیوم، مکعبی با وجوه مرکز پر^{۱۰} می‌باشد بنابراین پارامتر شبکه (a)، با دانستن اندیس میلر صفحه مربوطه یعنی h, k و l به شکل زیر محاسبه می‌شود [۴]:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (4)$$

در نهایت، میکروسختی پودرهای فرآوری شده با استفاده از روش ویکرز و نیروی ۲۴۵ میلی‌نیوتن و زمان توقف ۵ ثانیه پس از حداقل ۶ بار تکرار گزارش شد. برای اندازه‌گیری میکروسختی، پودرها مانت سرد شده و پولیش شدند.

برای بررسی قابلیت تف‌جوشی نمونه‌های فرآوری شده، پودرها ابتدا در قالب با روانکاری گرافیت و با نیروی سه تن (معادل تقریباً ۱۱۵ مگاپاسگال)، پرس‌کاری شدند و سپس در کوره تحت اتمسفر آرگون و در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه تف‌جوشی شدند و سپس در دمای اتاق و تحت اتمسفر آرگون سرد شدند. قالب به‌کار رفته از جنس فولاد ابزار با قطر ۷ سانتی‌متر و ارتفاع ۱۰ سانتی‌متر استفاده شد و قطعاتی خام به شکل دیسک و با ابعاد تقریبی $18 \times 7/5$ میلی‌متر تولید شد. دیسک‌های به‌دست آمده برای به‌دست آوردن قابلیت تف‌جوشی به‌کار برده شدند. چگالی پودر پرس‌کاری شده قبل از تف‌جوشی شده یا همان چگالی خام، از طریق روش حجمی یعنی اندازه‌گیری دقیق جرم و ابعاد نمونه به‌دست آمد، اما چگالی پودر پرس‌کاری شده پس از تف‌جوشی، از طریق روش ارشمیدس^{۱۱} حاصل شد.

۳- نتایج و بحث

شکل (۱)، مورفولوژی پودرهای اولیه، آلیاژی و کامپوزیتی را نشان می‌دهد. شکل (۱-الف) مورفولوژی نمونه MIX، که عمدتاً کروی یا هم‌محور بودند را نشان می‌دهد. پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری یعنی در نمونه MAMC-۰، ترکیبی از ذرات ورقه‌ای و هم‌محور مشاهده می‌شود زیرا شکست، مکانیزم غالب تغییر شکل ذرات بوده است. پس از افزودن ذرات آلومینا

آماده‌سازی نمونه برای تصویربرداری توسط میکروپ الکترونی عبوری (TEM) به این ترتیب بود که مقداری پودر در اتانول ریخته شد و ترکیب پودر به‌علاوه اتانول در دستگاه مافوق صوت قرار گرفت و بعد از ۳۰ دقیقه، قطره‌ای از اتانول شامل پودر معلق برداشته شده و روی گرید مسی دارای پوشش کربن ریخته شده و زیر لامپ فروسرخ، اتانول موجود خشک شده و پودر در دستگاه میکروسکوپ قرار داده شد. متوسط اندازه ذرات و کریستالیت‌ها از روی تصاویر مربوطه توسط نرم‌افزار ImageJ و با اندازه‌گیری قطر حداقل ۷ ذره انجام شد.

تشخیص فازهای تشکیل شده در نمونه‌های تولید شده به‌علاوه محاسبه اندازه کریستالیت و کرنش شبکه از طریق روش ویلیامسون-هال^۷ از طریق الگوهای پراش پرتوی ایکس^۸ (XRD) به‌دست آمده در محدوده 2θ شامل زوایای ۹۰-۲۰ درجه با اندازه گام ۰/۰۵ درجه صورت گرفت (Bruker D8 advance diffractometer) and (۴۰ میلی‌آمپر و ۴۰ کیلوولت) $\text{Cu K}\alpha$ radiation ($\lambda = 0.154$ نانومتر)) تشخیص فازهای ذکر شده در این پژوهش توسط نرم‌افزار X'Pert HighScore انجام شده است.

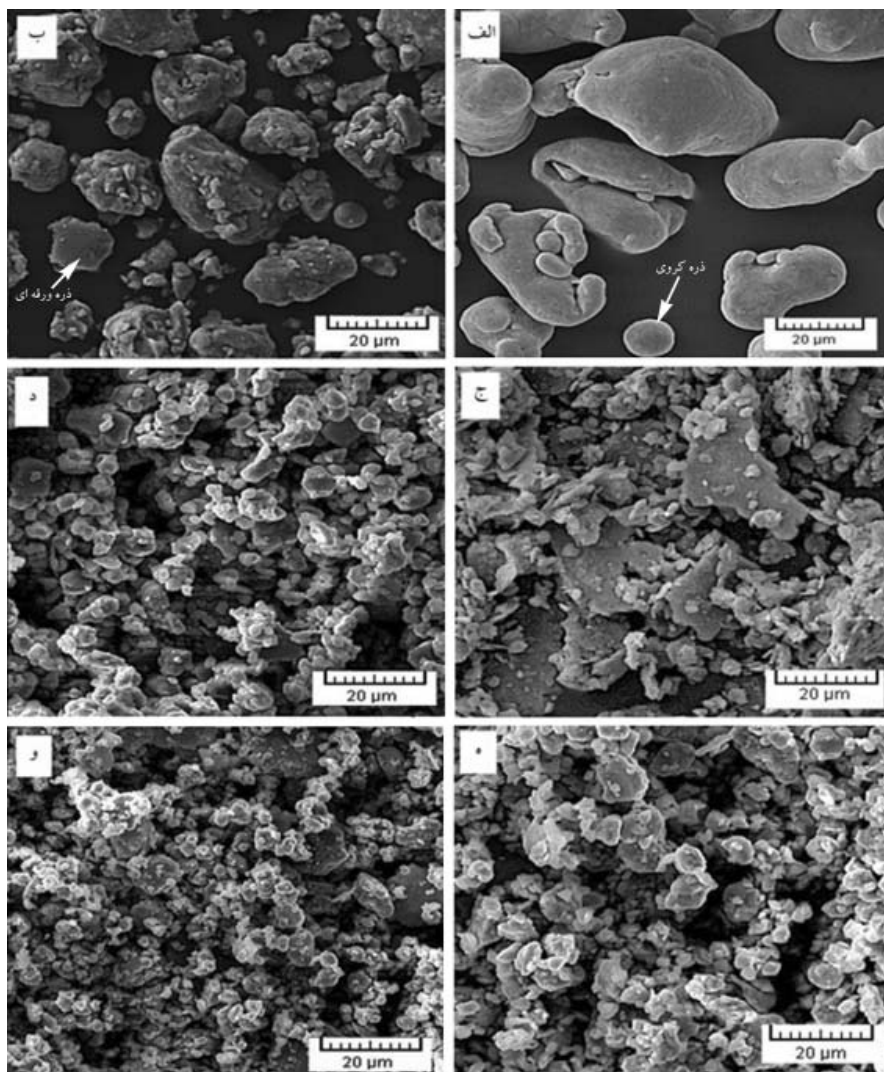
اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه پودرهای فرآوری شده به روش ویلیامسون-هال (W-H) برای حداقل سه قله به‌وسیله معادله (۱) محاسبه گردید [۱۴]:

$$\beta_s \cos \theta = \frac{0.9\lambda}{d} + \varepsilon \sin \theta \quad (1)$$

که در آن β_s پهنا در نصف قله بیشینه برحسب رادیان، θ زاویه پراش، λ طول موج پرتوی ایکس (معادل ۱/۵۴۰۶ آنگستروم)، d اندازه کریستالیت و ε کرنش شبکه می‌باشد. β_s را می‌توان از معادله (۲) محاسبه کرد:

$$\beta_s^2 = \beta_e^2 - \beta_i^2 \quad (2)$$

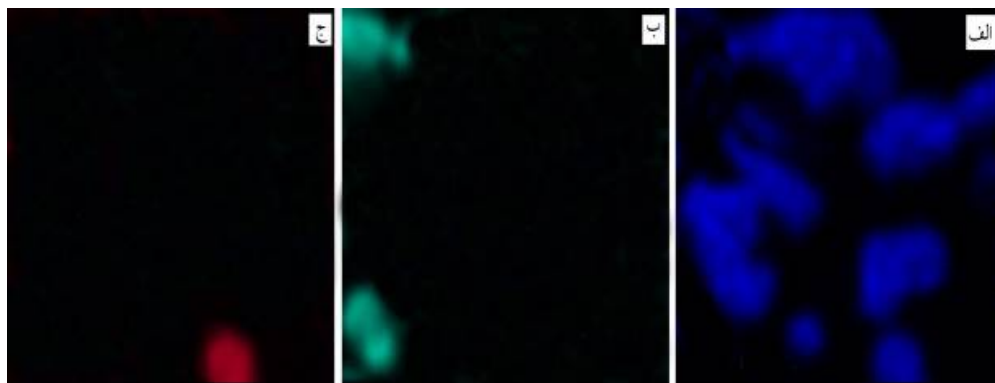
که در آن، β_i پهنا در نصف قله بیشینه مربوط به قله‌های پودر Si است که برای کالیبراسیون استفاده می‌شود و β_e پهنا کلی می‌باشد. بنابراین، با رسم نمودار $\beta_s \cos \theta$ برحسب $\sin \theta$ خطی راست با شیب ε و عرض از مبدأ $0.9\lambda/d$ به‌دست می‌آید. همچنین، پارامتر شبکه آلومینیوم برای همه نمونه‌ها از طریق



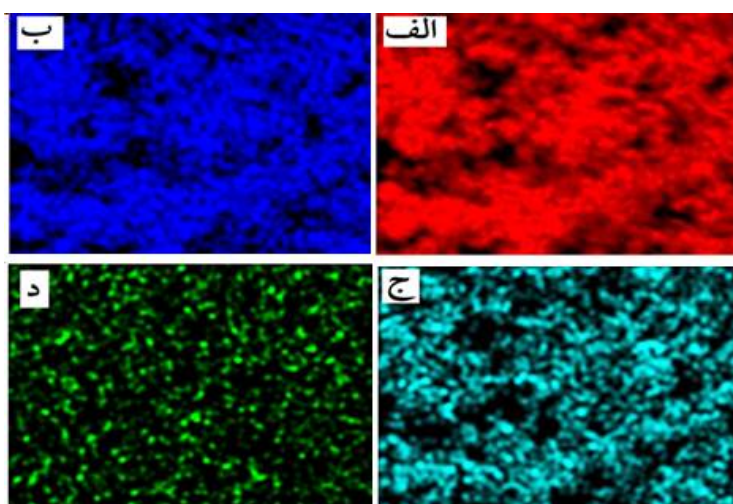
شکل ۱- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از مورفولوژی نمونه‌های فرآوری شده: الف) MIX، ب) MAMC-۰، ج) MAMC-۱۰، د) MAMC-۲۰، ه) MAMC-۳۰ و ز) MAMC-۴۰

شدن ذرات ورقه‌ای منتهی شده است. علت ریزتر شدن ذرات هم‌محور احتمالاً به علت تمایل بیشتر ذرات آلومینا به برهمکنش با این ذرات به علت نزدیک‌تر بودن اندازه آنها به یکدیگر می‌باشد (همان‌طور که پیش‌تر بیان شد در ذرات آلومینا میکرومتر $D_{50} < 8$)، در نتیجه، شکست در این ذرات در ابتدا بیشتر مشاهده می‌شود. اما ذرات ورقه‌ای به علت درگیری بیشتر با گلوله‌های فولادی و محفظه آسیا بیشتر دچار کار سختی و جوش سرد با یکدیگر می‌شوند و متوسط اندازه ذرات ورقه‌ای

برای تولید پودر کامپوزیتی، یعنی در نمونه MAMC-۱۰، باز هم ترکیبی از ذرات ورقه‌ای و هم‌محور دیده می‌شود اما در این نمونه، ذرات ورقه‌ای به مراتب درشت‌تر از ذرات ورقه‌ای در نمونه MAMC-۰ می‌باشد در حالی که ذرات هم‌محور ریزتر هستند. علت این موضوع آن است که مکانیزم غالب تغییرشکل در ۱۰ ساعت اولیه شکست بوده است که با آهنگ سریع‌تری رخ داده و منجر به ریزتر شدن ذرات هم‌محور شده است در حالی که جوش سرد با آهنگی کندتر اتفاق افتاده و به درشت



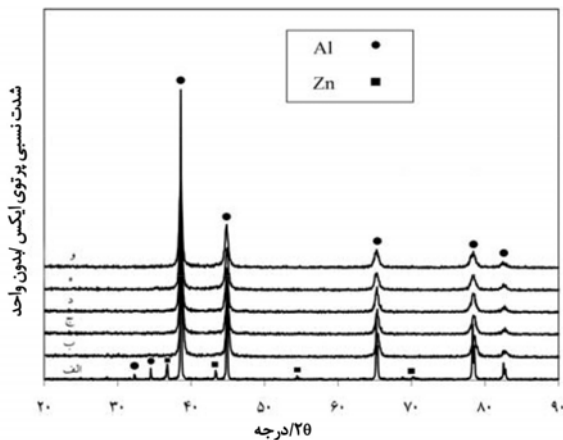
شکل ۲- نقشه‌های پرتوی ایکس عناصر مختلف در نمونه MIX: الف) Al، ب) Zn و ج) Mg



شکل ۳- نقشه‌های پرتوی ایکس عناصر مختلف در نمونه MAMC-۴۰: الف) Al، ب) Zn، ج) Mg و د) O

ذرات در این سه نمونه بدون تغییر باقی مانده است. بنابراین، می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که در ۱۰ ساعت‌های سوم و چهارم شکست در تعادل با جوش سرد رخ داده است یعنی حالت پایا رخ داده است. در نتیجه، با افزایش زمان آسیاکاری مورفولوژی و متوسط اندازه ذرات پودرهای کامپوزیتی تولید شده ثابت ماند. شکل‌های (۲) و (۳)، توزیع عناصر اصلی را به ترتیب برای نمونه‌های MIX و MAMC-۴۰ نشان می‌دهند. از شکل (۲) آشکارا می‌توان فهمید که توزیع ابتدایی ذرات کاملاً غیریکنواخت بوده است در حالی که در نمونه پس از حالت پایا یعنی MAMC-۴۰ (شکل ۳)، توزیع آلومینیوم، روی و منیزیم به‌عنوان عناصر اصلی موجود در کامپوزیت تولید شده کاملاً یکنواخت شده است. به‌علاوه توزیع عنصر اکسیژن که

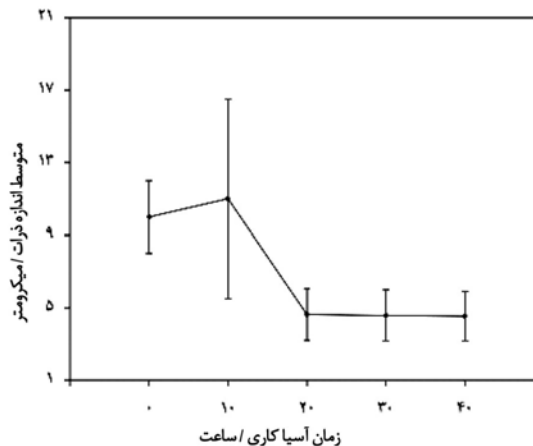
افزایش می‌یابد. اما در ادامه، با افزایش زمان آسیاکاری، چقرمگی شکست این ذرات کاهش یافته و شکست این ذرات نیز افزایش می‌یابد. متوسط اندازه ذرات ورقه‌ای در نمونه‌های MAMC-۰ و MAMC-۱۰ به ترتیب حدود ۱۲ میکرومتر و ۱۶ میکرومتر است. بالعکس، متوسط اندازه ذرات هم‌محور در نمونه MAMC-۰ معادل ۱۰ میکرومتر و در نمونه MAMC-۱۰ (شکل ۱-ج) معادل ۳ میکرومتر می‌باشد. در ۱۰ ساعت دوم، هنوز هم شکست غالب بوده است و در نتیجه، مورفولوژی در نمونه MAMC-۲۰ کاملاً هم‌محور شده و متوسط اندازه ذرات به حدود ۴ میکرومتر کاهش یافته است. با دقت به شکل (۱) می‌توان گفت مورفولوژی هم‌محور در نمونه‌های MAMC-۳۰ و MAMC-۴۰ با مورفولوژی نمونه MAMC-۲۰ یکسان است و متوسط اندازه



شکل ۵- الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌های فرآوری شده: الف) MIX، ب) MAMC-۰، ج) MAMC-۱۰، د) MAMC-۲۰، ه) MAMC-۳۰، و) MAMC-۴۰

مشابهی در تمامی نمونه‌های آسیاکاری شده را می‌توان مشاهده نمود. دلیل این تشابه آن است که به دلیل کم بودن مقدار ذرات آلومینا، هیچ قله‌ای از این فاز در نمونه‌های کامپوزیتی دیده نمی‌شود. همچنین، در الگوی مربوط به MIX، علاوه بر قله آلومینیوم، قله‌های مربوط به عنصر روی را که مقداری بالاتر از ۵ درصد وزنی دارد می‌توان مشاهده نمود. اما، سایر قله‌های متناظر با عناصر آلیاژی موجود در آلیاژ ۷۰/۱۴ غایب هستند که علت آن کم بودن مقدار این عناصر در نمونه MIX و مهم‌تر از آن درباره دو عنصر روی و منیزیم، تشکیل محلول جامد این عناصر در آلومینیوم پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری اولیه یعنی تولید نمونه MAMC-۰ و دیگر نمونه‌های کامپوزیتی است.

انتقال و پهن‌شدگی قله اصلی آلومینیوم با گذشت زمان آسیاکاری در شکل (۶) و مقدار کمی این پهن‌شدگی در جدول ۳ ارائه شده است. ابتدا، انتقال قله اصلی Al به زوایای کوچک‌تر، انحلال عناصر آلیاژی با شعاع اتمی بزرگ‌تر یعنی روی، منیزیم، مس، آهن، تیتانیوم، منگنز و نیکل در شبکه آلومینیوم و تشکیل یک محلول جامد را ثابت می‌کند. سپس، پهن‌شدگی قله به معنای تشکیل کریستالیت‌های ریز و به وجود آمدن چگالی بالایی از نقایص به وسیله کرنش در ذرات می‌باشد [۱۶]. اما پس از رخ دادن حالت پایا، از میزان انتقال قله اصلی

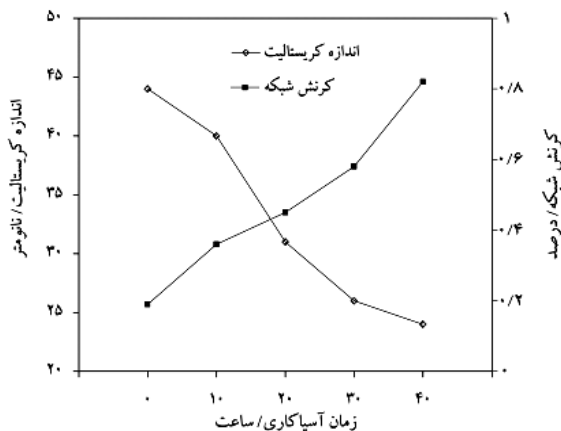


شکل ۴- تغییرات متوسط اندازه ذرات با افزایش زمان آسیاکاری

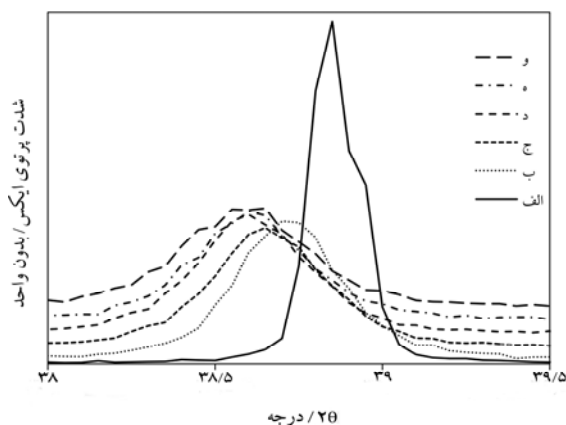
می‌تواند بیانگر توزیع تقویت کننده آلومینا در این نمونه باشد نیز کاملاً یکنواخت دیده می‌شود. در نتیجه از این طریق نیز وقوع حالت پایا اثبات می‌شود.

تغییرات متوسط اندازه ذرات پودر کامپوزیتی برحسب زمان آسیاکاری در شکل (۴) آمده است. همان‌طور که قبلاً گفته شد افزایش متوسط اندازه ذرات در نمونه MAMC-۱۰ به دلیل جوش سرد ذرات ورقه‌ای بوده است. افزایش متوسط اندازه ذرات در فرایند آلیاژسازی با نتایج گزارش شده از دیگر پژوهشگران [۱۰ و ۱۲] سازگار است. شایان ذکر است که یکنواختی اندازه ذرات در پودر کامپوزیتی با افزایش زمان آسیاکاری افزایش یافته است. این موضوع را می‌توان از مقدار نوار خطای شکل (۴) نتیجه‌گیری نمود. واضح است که در نمونه MAMC-۱۰، به دلیل حضور ذرات درشت ورقه‌ای و ذرات ریز هم‌محور، بیشینه انحراف معیار اتفاق افتاده است. اما با افزایش زمان آسیاکاری یعنی در نمونه‌های MAMC-۲۰، MAMC-۳۰ و MAMC-۴۰ انحراف معیار به شدت کاهش یافته و تغییر محسوسی به دلیل وقوع حالت پایا و یکنواختی در اندازه ذرات به دست آمده نداشته است.

الگوهای پراش پرتوی ایکس (XRD) نمونه‌های تولید شده در شکل (۵) نشان داده شده است. مشخص است که قله‌های



شکل ۷- تغییر اندازه کریستالیت و کرنش شبکه نمونه‌های فرآوری شده با افزایش زمان آسیاکاری



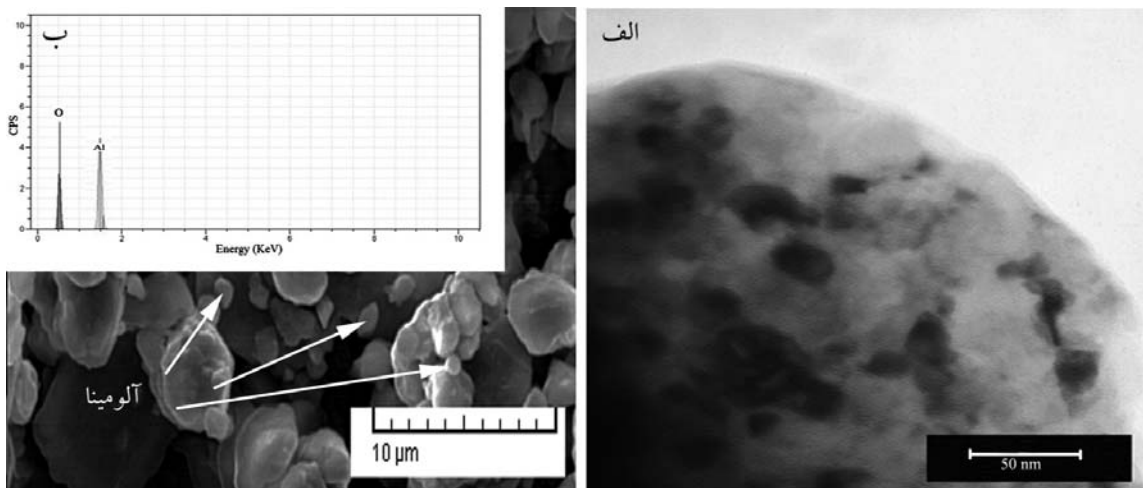
شکل ۶- انتقال و پهن شدگی قله اصلی آلومینیوم در نمونه‌های فرآوری شده نمونه‌های: الف) MIX، ب) MAMC-۰، ج) MAMC-۱۰، د) MAMC-۲۰، ه) MAMC-۳۰ و و) MAMC-۴۰

جدول ۳- پهنای قله‌های نشان داده شده در شکل (۵) و پارامتر شبکه آلومینیوم برای هر نمونه

پارامتر شبکه آلومینیوم (نانومتر)	پهنای قله (2θ)	نمونه
0.4021 ± 0.002	۰/۶	MIX
0.4027 ± 0.003	۰/۹	MAMC-۰
0.4033 ± 0.004	۰/۹۵	MAMC-۱۰
0.4036 ± 0.003	۰/۹۵	MAMC-۲۰
0.4038 ± 0.002	۱/۰۵	MAMC-۳۰
0.4039 ± 0.003	۱/۱۰	MAMC-۴۰

کاهش اندازه کریستالیت‌ها پس از حالت پایا تأیید شده است. نتیجه‌گیری مهم دیگر از این شکل آن است که با وجود افزایش متوسط اندازه ذرات در ده ساعت اول، اندازه کریستالیت کاهش یافت. این موضوع نشان می‌دهد که ارتباط مستقیمی میان تغییرات اندازه ذرات و کریستالیت‌ها وجود نداشته است. همچنین، افزایش کرنش شبکه با گذشت زمان آسیاکاری را نیز می‌توان در شکل (۵) مشاهده نمود. همان‌طور که توسط صفری و همکاران مورد بحث قرار گرفته [۱۸] و به‌وسیله سایر پژوهشگران نیز گزارش شده است [۱۹ و ۲۰] این افزایش کرنش شبکه را می‌توان با برهمکنش عناصر آلیاژی نفوذ کرده به درون شبکه آلومینیوم با ناهنجاری‌ها در طول فرایند آلیاژی‌سازی که منجر به افزایش چگالی ناهنجاری می‌گردد

آلومینیوم کاسته شده است که به دلیل تشکیل یک محلول جامد فوق اشباع پس از حالت پایا، ریز شدن کریستالیت‌ها کاهش یافته است. این آهسته‌تر ریز شدن کریستالیت‌ها پس از حالت پایا به دلیل آن است که نرخ تولید ناهنجاری با نرخ از بین رفتن ناهنجاری برابر شده است [۱۷]. تغییرات اندازه کریستالیت و کرنش شبکه با گذشت زمان فرایند (که به روش ویلیامسون-هال محاسبه شده) در شکل (۷) آمده است. اندازه کریستالیت در نمونه MAMC-۰ معادل ۴۴ نانومتر بوده و به ۳۴ نانومتر در نمونه MAMC-۱۰ کاهش یافته است. در MAMC-۲۰، MAMC-۳۰ و MAMC-۴۰ یعنی پس از حالت پایا، اندازه کریستالیت به ترتیب به ۳۰، ۲۷ و ۲۴ نانومتر کاهش یافت. بنابراین، تشکیل یک پودر کامپوزیتی نانوساختار و نیز کند شدن



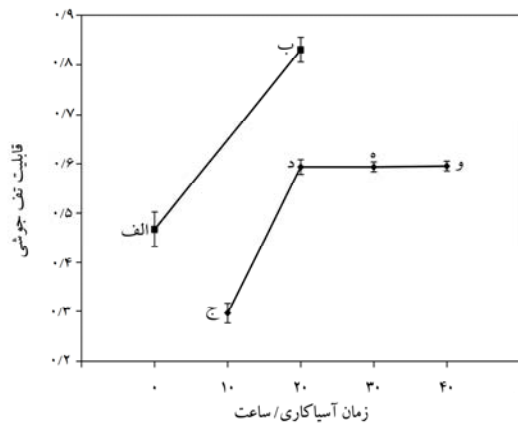
شکل ۸- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه MAMC-۳۰

می شود کریستالیت باشد و احتمال اینکه ذره باشند تا حدی ضعیف است. البته این احتمال نیز وجود دارد که مقدار بسیار کمی از ذرات (به ویژه آلومینا) در حین فرایند آسیاکاری به اندازه نانومتری برسند، در این صورت چنانچه اندازه آنها به ۳۰ نانومتر برسد که تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری نشان می دهد می توان گفت که به تک کریستال تبدیل شده اند. زیرا نتایج پراش پرتوی ایکس نیز حدود ۳۰ نانومتر را نشان می دهد. از سوی دیگر، موارد مشابهی نیز در مقالات وجود دارد که از این مناطق به عنوان کریستالیت یاد شده است [۱۲ و ۱۳]. بنابراین، احتمال کریستالیت بودن مناطق یاد شده در تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری ارائه شده بسیار بیشتر است.

کمینه اندازه کریستالیت به دست آمده در این پژوهش کوچکتر از مقادیر گزارش شده در پژوهش های مشابه است. به عنوان مثال، با وجود استفاده از تقویت کننده نانومتری پس از ۲۰ ساعت اندازه کریستالیت ۳۲ نانومتر در پودر کامپوزیت Al_2O_3 ۷۵/۵ vol. % توسط مباشرپور و همکاران [۱۳]، به دست آمد. همچنین، رسیدن به کمینه اندازه کریستالیت ۵۰ نانومتر پس از ۱۰ و ۲۰ ساعت به ترتیب توسط هرماندز ریورا و همکاران [۱۲] و رضوی توسی و همکاران [۱۰] گزارش شد. به علاوه، توسط علیزاده و همکاران [۱۱]، دستیابی به کمینه اندازه کریستالیت حدود ۹۰ نانومتر با ۴۰ درصد حجمی

توضیح داد. همچنین، جدول ۳، تغییرات پارامتر شبکه آلومینیوم را برای نمونه های مختلف نشان می دهد. مطابق این مقادیر محاسبه شده، پارامتر شبکه به دلیل ورود اتم های منیزیم و تیتانیوم با شعاع اتمی بزرگتر به درون شبکه Al و کاهش اندازه دانه/ کریستالیت، افزایش می یابد. علت افزایش پارامتر شبکه با کاهش اندازه دانه/ کریستالیت، افزایش کسر حجمی مرز دانه ها است. این موضوع منجر به اعمال فشار بر فصل مشترک ها و مقداری تنش کششی بر شبکه می شود که متعاقباً منتهی به افزایش پارامتر شبکه می شود [۱۸].

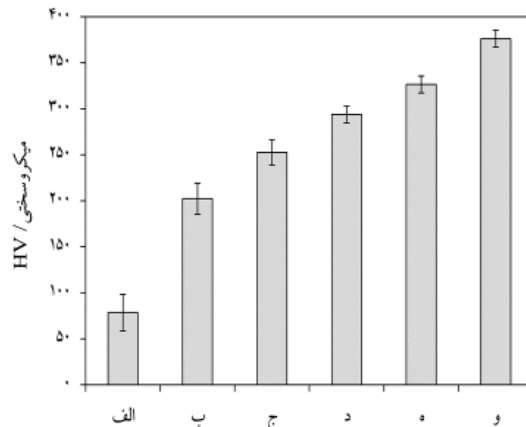
شکل (۸- الف)، تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری از نمونه MAMC-۳۰ را نشان می دهد. مناطق تیره رنگ مشخص در این شکل به احتمال فراوان کریستالیت ها هستند که متوسط اندازه آنها حدود ۳۰ نانومتر می باشد. این مقدار، دقت محاسبه اندازه کریستالیت ها را از روش ویلیامسون- هال نشان می دهد. بدیهی است که هنگامی که ذرات در زمینه نانومتر باشند کریستالیت یا کریستالیت های موجود در ذرات نیز نانو هستند. اما از آنجایی که در تحقیق حاضر از ذرات میکرومتری (هر دوی ذرات زمینه و تقویت کننده) استفاده شده است و بر اساس تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (شکل ۸- ب) پس از آسیاکاری نیز این ذرات به حد نانو نرسیده است، لذا به نظر می رسد که آنچه در تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری دیده



شکل ۱۰- تغییرات قابلیت تف‌جوشی نمونه‌های فرآوری شده با افزایش زمان

آسیاکاری نمونه‌های: الف) MIX، ب) MAMC-۰، ج) MAMC-۱۰،

د) MAMC-۲۰، ه) MAMC-۳۰، و) MAMC-۴۰



شکل ۹- تغییرات میکروسختی نمونه‌های فرآوری شده با افزایش زمان

آسیاکاری نمونه‌های: الف) MIX، ب) MAMC-۰، ج) MAMC-۱۰،

د) MAMC-۲۰، ه) MAMC-۳۰، و) MAMC-۴۰

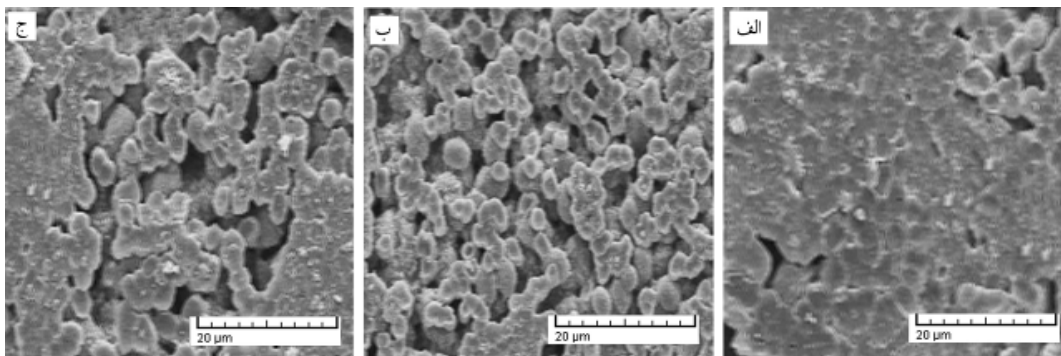
افزایش پیوسته، کوچک شدن اندازه کریستالیت‌ها، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها، سخت شدن ناشی از تشکیل محلول جامد و انباشت کرنش است [۲۱]. به علاوه، با افزایش زمان فرایند، ذرات میکرومتری آلومینا دچار شکست شده و در نتیجه تعداد مکان‌های حضور این ذرات سخت افزایش یافته است. بنابراین، مقادیر سختی و یکنواختی اندازه‌گیری افزایش نشان می‌دهد. یکنواختی مقادیر سختی را می‌توان از کاهش انحراف معیار در شکل (۹) فهمید. با افزایش زمان فرایند و رخ دادن حالت پایا، مقادیر انحراف معیار نیز تقریباً ثابت مانده است زیرا مورفولوژی نمونه‌ها پس از حالت پایا یکسان بوده است.

مقادیر میکروسختی کمتری (کمتر از ۲۰۰ ویکرز) را در موارد مشابه توسط دیگر پژوهشگران گزارش شده است [۱۲، ۱۸ و ۲۱]. این موضوع را می‌توان به استفاده از آلیاژ Al-Zn-Mg یعنی سری ۷۰۰۰ که از سختی ذاتی بالاتری نسبت به دیگر آلیاژهای آلومینیوم برخوردار است نسبت داد. همچنین، توزیع یکنواخت‌تر ذرات تقویت کننده در این پژوهش می‌تواند نقشی کلیدی در افزایش مقادیر سختی داشته باشد.

شکل (۱۰)، تغییرات قابلیت تف‌جوشی نمونه‌های تولید شده و پرس‌کاری شده را با زمان آسیاکاری نشان می‌دهد. قابلیت تف‌جوشی مطابق رابطه (۵) محاسبه می‌گردد [۲۲]:

آلومینا در زمان‌های کم آسیاکاری (زیر ۵ ساعت) گزارش شد. در حالی که در پژوهش حاضر، با استفاده از مواد اولیه ناهمگن میکرومتری و مقدار کم آلومینای میکرومتری، اندازه کریستالیتی به مراتب کوچک‌تر به دست آمده است. علت این موضوع را می‌توان به تفاوت موجود در پارامترهای فنی آسیاکاری و افزایش زمان آسیاکاری نسبت داد. در حالی که در این پژوهش از نسبت گلوله به پودر ۲۰ به ۱ و سرعت چرخشی آسیا معادل ۴۰۰ دور در دقیقه استفاده شد، در پژوهش مباشرپور و همکاران [۱۳] و نیز رضوی توسی و همکاران [۱۰]، این پارامترها به ترتیب برابر با ۱۵ به ۱ و ۲۵۰ دور در دقیقه بودند. هرناندز ریورا و همکاران نیز از نسبت گلوله به پودر ۱۳/۳ به ۱ استفاده نمودند. همچنین، علیزاده و همکاران [۱۱]، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ و سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه را در پژوهش خود به کار برده بودند. بنابراین، ملاحظه می‌شود که در حالت استفاده از مواد اولیه ناهمگن میکرومتری و/یا مقدار کم ذرات تقویت کننده، می‌توان با تغییر پارامترهای فنی آسیا و نیز افزایش زمان آسیاکاری، به اندازه کریستالیت بسیار کوچک دست یافت.

تغییرات میکروسختی با افزایش زمان آسیاکاری در شکل (۹) نشان داده شده است. می‌توان گفت که با افزایش زمان، میکروسختی به‌طور پیوسته افزایش یافته است. علت این



شکل ۱۱- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه‌های: الف) MAMC-۰، ب) MAMC-۱۰ و

ج) MAMC-۴۰ پس از انجام تفجوشی

کاهش نشان می‌دهد [۲۴]. دیگر نتیجه شکل (۱۰) آن است که قابلیت تفجوشی با افزایش زمان آسیاکاری افزایش یافته و بعد از رسیدن به حالت پایا بدون تغییر مانده است. این افزایش به دلیل کاهش متوسط اندازه ذرات با افزایش زمان آسیاکاری است و از آنجا که پس از حالت پایا، متوسط اندازه ذرات و مورفولوژی تغییر نکرده است قابلیت تفجوشی نیز ثابت مانده است. شکل (۱۱)، تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه‌های MAMC-۰، MAMC-۱۰ و MAMC-۴۰ را پس از انجام تفجوشی نشان می‌دهد. این تصاویر به خوبی نتایج به دست آمده از محاسبه قابلیت تفجوشی ارائه شده در شکل (۱۰) را تأیید می‌نمایند. در تصویر مربوط به نمونه MAMC-۱۰، حفرات و تخلخل‌های بزرگی وجود دارند و در عین حال، میزان پیوند کمتری میان ذرات به وجود آمده که قابلیت تفجوشی بسیار ضعیف در این نمونه را ثابت می‌کند. اما در نمونه MAMC-۰ که دارای بهترین قابلیت تفجوشی می‌باشد کمترین میزان حفره دیده می‌شود و بیشترین میان ذرات پودر به وجود آمده است. اما با افزایش زمان آسیاکاری، در نمونه MAMC-۴۰، حالت بینابینی به وجود آمده و درصد بیشتری از ذرات نسبت به نمونه MAMC-۱۰ دارای پیوند شده‌اند و تخلخل کمتری نیز نسبت به این نمونه دیده می‌شود اما نسبت به نمونه MAMC-۰، تعداد پیوندها بسیار کمتر و میزان تخلخل بسیار بیشتر شده است.

$$s = \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_{th} - \rho_g} \quad (5)$$

در رابطه (۵)، s قابلیت تفجوشی، ρ_s چگالی پودر پرس کاری شده پس از تفجوشی شده، ρ_g چگالی پودر پرس کاری شده قبل از تفجوشی و ρ_{th} چگالی نظری ماده مورد بحث می‌باشد. در واقع شکل (۱۰)، از دو بخش تشکیل می‌گردد. نخست بخش آلیاژی که در آن نمونه MIX و MAMC-۰ حضور دارند. در این بخش قابلیت تفجوشی MAMC-۰ بسیار بیشتر از نمونه MIX بوده است که دلیل آن مطابق شکل (۱)، یکنواختی و ریزتر بودن ذرات در این نمونه است. ذرات ریزتر حفره‌های کوچک‌تری را به جا می‌گذارند و در هنگام تفجوشی، این حفره‌ها راحت‌تر پر می‌شوند [۲۳]. در نتیجه چگالی تفجوشی شده در صورت کسر رابطه افزایش می‌یابد و بالطبع، قابلیت تفجوشی بهبود می‌یابد. نمونه MAMC-۰، در مقایسه با نمونه‌های کامپوزیتی نیز، بیشینه مقدار قابلیت تفجوشی را داشته است. علت این موضوع، حضور ذرات آلومینا در نمونه‌های کامپوزیتی است. با اینکه متوسط اندازه ذرات در نمونه‌های MAMC-۲۰، MAMC-۳۰ و MAMC-۴۰ کوچک‌تر از نمونه MAMC-۰ بوده است اما حضور ذرات آلومینا باعث شده که قابلیت تفجوشی کمتری در نمونه‌های کامپوزیتی رخ دهد. زیرا مطابق گزارش عبدلی و همکاران، تخلخل در حضور ذرات تقویت کننده افزایش می‌یابد و در نتیجه چگالش قطعات

۴- نتیجه گیری

پودر کامپوزیتی نانوساختار $Al-Zn-Mg/3 \text{ wt. \% } Al_2O_3$ از طریق آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از اجزای میکرومتری و زمینه پیش آسیا شده تولید شد. مهم ترین نتایج این پژوهش عبارتند از:

۱- امکان تولید پودر کامپوزیتی نانوساختار از اجزای غیرهمگن میکرومتری وجود دارد. همچنین، تشکیل کامپوزیت نانوساختار به وسیله محاسبه اندازه کریستالیت ها و تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری تأیید می شود.

۲- در این پژوهش، حالت پایا پس از حدود ۲۰ ساعت مشاهده شده زیرا مورفولوژی پودرها به علاوه متوسط اندازه ذرات پس از ۲۰ ساعت تغییر نکرده است. به علاوه، توزیع عناصر اصلی نیز پس از این مقدار آسیاکاری، کاملاً یکنواخت شده است. پس از حالت پایا، ریز شدن کریستالیت ها، افزایش کرنش شبکه و افزایش میکروسختی ادامه داشته است اما نرخ این تحولات کاهش نشان می دهد. اما انحراف معیار از متوسط میکروسختی و متوسط اندازه ذرات پس از حالت پایا ثابت است.

۳- کمینه اندازه ذرات کامپوزیتی در این پژوهش، حدود ۴ میکرومتر و کمینه اندازه کریستالیت ها پس از ۴۰ ساعت آسیاکاری که از طریق روش ویلیامسون- هال به دست آمد برابر با ۲۴ نانومتر و اندازه متوسط کریستالیت ها با

اندازه گیری از طریق تصویر میکروسکوپی الکترونی عبوری معادل به ۳۰ نانومتر می باشد.

۴- افزایش همزمان افزایش متوسط اندازه ذرات و کاهش اندازه کریستالیت در طول ۱۰ ساعت اول آسیاکاری پودر کامپوزیتی نشان می دهد که ارتباط مستقیمی میان اندازه ذره و اندازه کریستالیت وجود ندارد.

۵- بهترین قابلیت تفجوشی در میان نمونه ها متعلق به نمونه آلیاژی با ۲۰ ساعت آسیاکاری بوده است چرا که این نمونه بدون تقویت کننده بوده است.

۶- در نمونه های کامپوزیتی، با افزایش زمان آسیاکاری، قابلیت تفجوشی به دلیل کاهش اندازه ذرات افزایش یافته و پس از حالت پایا به دلیل ثابت ماندن متوسط اندازه ذرات و مورفولوژی، قابلیت تفجوشی بدون تغییر باقی می ماند.

قدردانی

نویسندگان این مقاله، مراتب قدردانی و سپاس خود را از حمایت های انجام شده توسط پژوهشگاه علوم، تکنولوژی پیشرفته و علوم محیطی، دانشگاه تحصیلات تکمیلی و فناوری پیشرفته کرمان و همچنین، صندوق حمایت از پژوهشگران و فناوران کشور (شماره طرح ۹۲۰۰۶۴۷۱) ابراز می دارند.

واژه نامه

1. Hall-Petch equation
2. planetary mill
3. Scharlau
4. stearic acid
5. scanning electron microscope
6. transition electron microscope

7. Williamson-Hall method
8. X-ray diffraction
9. Bragg's law
10. face centered cubic
11. Archimedes method

مراجع

1. Mostaan, H., Karimzadeh, F., and Abbasi, M., "Thermodynamic Analysis of Nanocrystalline and Amorphous Phase Formation in Nb-Al System During Mechanical Alloying", *Powder Metallurgy*, Vol. 55, pp. 142-147, 1984.
2. Nowroozi, M. A., and Shokrollahi, H., "Magnetic and Structural Properties of Amorphous/Nanocrystalline $Fe_{42}Ni_{28}Zr_8Ta_2B_{10}C_{10}$ Soft Magnetic Alloy Produced by Mechanical Alloying", *Advanced Powder Technology*, Vol. 24,

- pp. 1100-1108, 2013.
3. Zarezadeh Mehrizi, M., Shamanian, M., and Saidi, A., "Synthesis of CoWSi-WSi₂ Nanocomposite by Mechanical Alloying and Subsequent Heat Treatment", *Ceramics International*, Vol. 40, pp. 9493-9498, 2014.
 4. Zawrah, M. F., Essawy, R. A., Zayed, H. A., Abdel Fattah, A. H., and Taha, M. A., "Mechanical Alloying, Sintering and Characterization of Al₂O₃-20wt.%-Cu Nanocomposite", *Ceramics International*, Vol. 40, pp. 31-38, 2014.
 5. López, M., Núñez, V., Koduri, R., Gómez, M., Jiménez, J., and Reyes, D., "Soft Magnetic Cu-Co-Ni Composite Materials Produced by Mechanical Alloying, Cold Compaction and Sintering", *Powder Metallurgy*, Vol. 55, pp. 148-153, 2012.
 6. Song, H., Wu, Y., Yuan, S., Gong, Q., Park, S. J., and German, R. M., "Mechanical Alloying of FeAl Intermetallic Powder for Metal Injection Moulding Process", *Powder Metallurgy*, Vol. 53, pp. 208-212, 2010.
 7. Restivo, T. A. G., and Mello-Castanho, S. R. H., "Cu-Ni-YSZ Anodes for Solid Oxide Fuel Cell by Mechanical Alloying Processing", *International Journal of Materials Research*, Vol. 101, pp. 128-132, 2010.
 8. Seon Hong, H., Lee, S., and Sunyong Lee, C., "Characterization of (Ni-Cu)/YSZ Cermet Composites Fabricated using High-Energy Ball-Milling: Effect of Cu Concentration on the Composite Performance", *Ceramics International*, Vol. 41, pp. 6122-6126, 2015.
 9. Suryanarayana, C., and Al-Aqeeli, N., "Mechanically Alloyed Nanocomposites", *Progress in Materials Science*, Vol. 58, pp. 383-502, 2013.
 10. Razavi Tousi, S. S., Yazdani Rad, R., Salahi, E., Mobasherpour, I., and Razavi, M., "Production of Al-20 wt.% Al₂O₃ Composite Powder using High Energy Milling", *Powder Technology*, Vol. 192, pp. 346-351, 2009.
 11. Alizadeh, M., and Aliabadi, M. M., "Synthesis Behavior of Nanocrystalline Al-Al₂O₃ Composite During Low Time Mechanical Milling Process", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 4978-4986, 2011.
 12. Hernández Rivera, J. L., Cruz Rivera, J. J., Paz del Ángel, V., Garibay Febles, V., Coreño Alonso, O., and Martínez-Sánchez, R., "Structural and Morphological Study of a 2024 Al-Al₂O₃ Composite Produced by Mechanical Alloying in High Energy Mill", *Materials & Design*, Vol. 37, pp. 96-10, 2012.
 13. Mobasherpour, I., Tofigh, A. A., and Ebrahimi, M., "Effect of Nano-Size Al₂O₃ Reinforcement on the Mechanical Behavior of Synthesis 7075 Aluminum Alloy Composites by Mechanical Alloying", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 138, pp. 535-541, 2013.
 14. Williamson, G. K., and Hall, W. H., "X-ray Line Broadening from Filed Aluminium and Wolfram", *Acta Metallurgica*, Vol. 1, pp. 22-31, 1953.
 15. Woolfson, M. M., *An Introduction to X-ray Crystallography*, 2nd ed., p. 69, Cambridge University Press, 1997.
 16. Sivasankaran, S., Sivaprasad, K., Narayanasamy, R., and Satyanarayana, P. V., "X-ray Peak Broadening Analysis of AA 6061_{100-x} wt.% Al₂O₃ Nanocomposite Prepared by Mechanical Alloying", *Materials Characterization*, Vol. 62, pp. 661-672, 2011.
 17. Tavooosi, M., Enayati, M. H., and Karimzadeh, F., "Softening Behaviour of Nanostructured Al-14wt.% Zn Alloy During Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 464, pp. 107-110, 2008.
 18. Safari, J., Akbari, G. H., Shahbazkhan, A., and Delshad Chermahini, M., "Microstructural and Mechanical Properties of Al-Mg/Al₂O₃ Nanocomposite Prepared by Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 9419-9424, 2011.
 19. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.
 20. Gubicza, J., Kassem, M., Ribárik, G., and Ungár, T., "The Microstructure of Mechanically Alloyed Al-Mg Determined by X-ray Diffraction Peak Profile Analysis", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 372, pp. 115-122, 2004.
 21. Safari, J., Akbari, G. H., and Delshad Chermahini, M., "The Effect of Reinforcement Content and Milling Time on Microstructure and Mechanical Properties of Al-10Mg/xAl₂O₃ Nanocomposites", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 590, pp. 86-91, 2013.
 22. Sivasankaran, S., Sivaprasad, K., Narayanasamy, R., and Iyer, V. K., "Synthesis, Structure and Sinterability of 6061 AA100-xwt.% TiO₂ Composites Prepared by High-Energy Ball Milling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 491, pp. 712-721, 2010.
 23. Karunanithi, R., Ghosh, D., Ghosh, K. S., and Bera, S., "Influence of Particle Size of the Dispersoid on Compressibility and Sinterability of TiO₂ Dispersed Al 7075 Alloy Composites Prepared by Mechanical Milling", *Advanced Powder Technology*, Vol. 25, pp. 1500-1509, 2014.
 24. Abdoli, H., Asgharzadeh, H., and Salahi, E., "Sintering Behavior of Al-AlN-Nanostructured Composite Powder Synthesized by High-Energy Ball Milling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 473, pp. 116-122, 2009.