

تولید کامپوزیت هیبریدی $Al7075/TiB_2-Al_2O_3$ به روش درجا با استفاده از ریخته‌گری گردابی

بهنام شریفیان، غلامحسین برهانی* و احسان محمدشریفی

دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، شاهین‌شهر، صندوق پستی ۸۳۱۴۵-۱۱۵

(دریافت مقاله: ۱۴۰۱/۳/۲۹ - دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۱/۹/۱۲)

چکیده- در این پژوهش جهت تشکیل ذرات تقویت‌کننده بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم به صورت درجا در زمینه آلومینیوم ۷۰۷۵، از افزودن ترکیب پودر آسیاب‌کاری شده $Al-24TiO_2-20B_2O_3$ wt% درون مذاب آلومینیوم ۷۰۷۵ استفاده شده است. برای یافتن دمای واکنش بین پودرهای آسیاب‌کاری شده آلومینیوم، اکسید تیتانیوم و اکسید بور از آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) بهره گرفته شد. نتایج آزمون پراش پرتوی ایکس مخلوط پودری آسیاب‌کاری شده که در کوره اتمسفر آرگون تحت دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفته بود، وجود ترکیبات بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم را نشان داد. همچنین نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از مخلوط پودری توزیع یکنواختی از ذرات اکسید تیتانیوم و اکسید بور در زمینه آلومینیوم را نشان داد. ۶ درصد وزنی از مخلوط پودری آسیاب‌کاری شده تحت اتمسفر محافظ نیتروژن، در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد به مذاب آلومینیوم ۷۰۷۵ اضافه شد. مذاب کامپوزیت هیبریدی آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم- اکسید بور داخل قالب مسی ریخته شد. عملیات اکستروژن گرم بر روی کامپوزیت‌های ریخته‌گری شده به روش ریخته‌گری گردابی، در دمای ۴۶۵ درجه سانتی‌گراد با نسبت اکستروژن ۶:۱ و سرعت اکستروژن ۵ میلی‌متر بر ثانیه انجام شد. میکرو ساختار و خواص مکانیکی نمونه‌ها مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نشان داد ذرات درجای بوراید تیتانیوم در ابعاد نانومتری تشکیل شده‌اند. استحکام کششی کامپوزیت اکستروژن شده به ۴۹۶ مگاپاسکال رسید که این مقدار حدوداً ۴ برابر بیشتر از استحکام کششی آلیاژ ریخته‌گری شده آلومینیوم ۷۰۷۵ بود.

واژه‌های کلیدی: بوراید تیتانیوم، اکسید آلومینیوم، آلومینیوم ۷۰۷۵، آسیاب‌کاری مکانیکی، درجا، کامپوزیت هیبریدی $Al7075/TiB_2-Al_2O_3$ ، ریخته‌گری گردابی، اکستروژن، استحکام کششی.

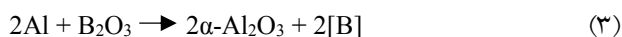
۱- مقدمه

افزایش استحکام می‌شود ولی در مقابل انعطاف‌پذیری زمینه را کاهش می‌دهد [۱ و ۲]. برخی از پژوهش‌های اخیر گزارش داده‌اند که افزودن ذرات تقویت‌کننده با اندازه‌های نانومتری به زمینه فلزی علاوه بر افزایش استحکام می‌تواند به بهبود انعطاف‌پذیری نیز کمک کند [۳ و ۴]. ریخته‌گری گردابی روشی

کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت شده با ذرات سرامیکی به سبب داشتن استحکام ویژه بالا به‌طور گسترده در صنایع هوایی و خودروسازی مورد استفاده قرار گرفته‌اند. اگرچه افزودن ذرات تقویت‌کننده سرامیکی به زمینه آلومینیومی موجب

* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: borhani_g@yahoo.co.uk

$$\Delta G_{298}^{\circ} = -500 \text{ kJ/mol}$$



$$\Delta G_{298}^{\circ} = -417 \text{ kJ/mol}$$

تیتانیوم و بور نیز تحت واکنش زیر و انرژی آزاد مشخص می‌توانند با هم واکنش داده و فاز بوراید تیتانیوم را تشکیل دهند [۷].



$$\Delta G = -319 \text{ kJ/mol}$$

کشاموورتی و همکاران [۸] خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه آلومینیوم ۷۰۷۵ تقویت شده با بوراید تیتانیوم را مورد ارزیابی قرار دادند. جهت تشکیل ذرات درجای بوراید تیتانیوم از آمیزان‌های آلومینیوم-تیتانیوم و آلومینیوم-بور استفاده شده است. نتایج پژوهش ایشان نشان می‌دهد تشکیل ذرات درجای بوراید تیتانیوم درون زمینه آلومینیومی سبب افزایش ۴۰ درصدی استحکام کششی شده است. عزت‌پور و همکاران [۹] خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه آلومینیوم ۷۰۷۵ تقویت شده با اکسید آلومینیوم را مورد ارزیابی قرار دادند. نتایج پژوهش ایشان نشان می‌دهد پس از افزودن ذرات تقویت کننده به زمینه و انجام عملیات اکستروژن گرم، استحکام کششی از ۶۰ به ۱۲۰ مگاپاسکال افزایش یافته است.

هدف از انجام این تحقیق بررسی تشکیل ذرات بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم به صورت درجا درون زمینه آلومینیوم ۷۰۷۵ با استفاده از مخلوط پودری آلومینیوم-اکسید تیتانیوم-اکسید بور آسیاب کاری شده و همچنین ارزیابی تأثیر اکستروژن گرم بر خواص مکانیکی کامپوزیت هیبریدی آلومینیوم ۷۰۷۵/بوراید تیتانیوم-اکسید بور است.

۲- مواد و روش تحقیق

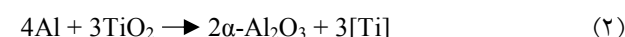
پودرهای آلومینیوم با متوسط اندازه دانه ۲۴۰ میکرومتر، اکسید تیتانیوم با متوسط اندازه دانه ۵۰۰ میکرومتر و اکسید بور با متوسط اندازه دانه ۱۰۰ میکرومتر طبق واکنش (۵) مخلوط شدند. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی^۱ پودرهای اولیه

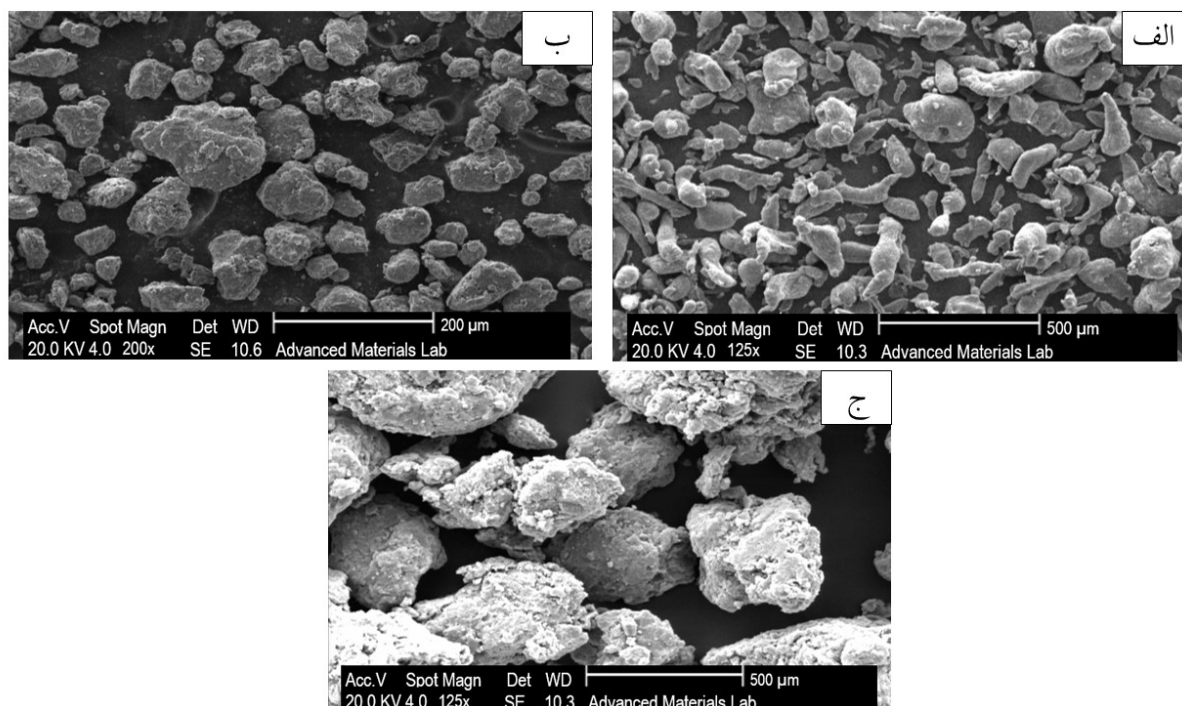
است که به طور گسترده جهت تولید کامپوزیت‌های ذره‌ای زمینه آلومینیومی مورد استفاده قرار می‌گیرد. یکی از مهم‌ترین چالش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی به روش ریخته‌گری گردابی امکان افت خواص مکانیکی به دلیل ترشوندگی پایین ذرات تقویت کننده با مذاب است [۵]. یکی از روش‌های بهبود ترشوندگی ذرات تقویت کننده با مذاب استفاده از روش درجا است. در این روش ذرات تقویت کننده به وسیله واکنش‌های شیمیایی درون زمینه فلزی تشکیل می‌شوند. پایداری ترمودینامیکی، فصل مشترک تمیز ذره-زمینه، اندازه ذرات ریز و توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده از مزایای استفاده از روش درجا است [۶]. ژو و همکاران کامپوزیت زمینه آلومینیوم تولید شده با استفاده از سیستم پودری آلومینیوم-اکسید تیتانیوم-اکسید بور را مورد بررسی قرار دادند. نمونه‌های فشرده سازی شده مخلوط پودری را به مدت ۱۰ دقیقه درون کوره خلاء در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، به منظور تشکیل فازهای درجای بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم نگهداری کردند. نتایج تحقیق آنها نشان می‌دهد زمانی که نسبت مولی اکسید بور به اکسید تیتانیوم در خلوط پودری برابر با یک انتخاب شود، فاز ترد و شکننده Al₃Ti که موجب افت خواص مکانیکی می‌شود، در میکروساختار نمایان نمی‌شود. نسبت پودرها در تحقیق آنها بر طبق واکنش زیر انتخاب شده است:



$$\Delta G_{298}^{\circ} = -2633.9 \text{ kJ/mol}$$

از نظر ترمودینامیکی اکسید آلومینیوم از اکسید تیتانیوم و اکسید بور پایدارتر بوده و دارای سطح انرژی آزاد کمتری است. در نتیجه آلومینیوم قادر خواهد بود TiO₂ و B₂O₃ را احیا کند. زمانی که مخلوط پودری آلومینیوم-اکسید تیتانیوم-اکسید بور به مرحله ذوب برسد، آلومینیوم در فاز مذاب به دلیل تمایل به اکسیداسیون بیشتر باعث احیای اکسید تیتانیوم و اکسید بور شده و موجب آزاد شدن تیتانیوم و بور به صورت اتمی و تشکیل اکسید آلومینیوم می‌شود (واکنش‌های ۲ و ۳):





شکل ۱- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای اولیه: الف) آلومینیوم ب) اکسید بور ج) اکسید تیتانیوم.

در شکل (۱) نمایش داده شده است. همان‌طور که اشاره شد چنانچه نسبت‌های مولی اکسید بور و اکسید تیتانیوم مساوی در نظر گرفته شود، فاز مخرب Al_3Ti تشکیل نخواهد شد. در تحقیقات گذشته معمولاً از ترکیب استوکیومتری واکنش (۱) جهت تشکیل درجای ذرات تقویت‌کننده بوراید تیتانیوم- اکسید آلومینیوم استفاده شده است [۷ و ۱۰]. اما در این تحقیق نسبت استوکیومتری آلومینیوم، در مقایسه با واکنش (۱) به میزان بیشتری در نظر گرفته شده است تا پودرهای اکسید بور و اکسید تیتانیوم بتوانند در حین آسیاب‌کاری مکانیکی توزیع مناسب‌تری در بین پودرهای آلومینیوم داشته باشند. در این حالت پودر آلومینیوم در حین رسیدن به مذاب، ذوب شده و شرایط برای احیای پودرهای اکسید بور و اکسید تیتانیوم فراهم می‌شود.



۱۰۰ گرم از پودر مخلوط شده با ترکیب ۵۶ درصد وزنی پودر آلومینیوم، ۲۴ درصد وزنی پودر اکسید تیتانیوم و ۲۰ درصد وزنی پودر اکسید تیتانیوم به مدت زمان‌های ۴، ۸ و ۱۰ ساعت

تحت عملیات آسیاب‌کاری قرار گرفت. برای عملیات آسیاب‌کاری، از یک دستگاه آسیاب شافتی با حجم محفظه ۲/۵ لیتری با قابلیت انجام عملیات تا سرعت ۱۲۰۰ دور بر دقیقه استفاده شد. نسبت وزنی گلوله به پودر و سرعت چرخش در عملیات آسیاب‌کاری به ترتیب برابر ۱:۱۰ و ۳۶۵ دور بر دقیقه در نظر گرفته شد. جهت بررسی دمای انجام واکنش در مخلوط پودری، آزمون حرارتی افتراقی^۲ به کمک دستگاه آنالیز حرارتی افتراقی مدل L81/1750 انجام شد. به منظور اطمینان از وقوع واکنش (۱) در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، یک نمونه از مخلوط پودری ۸ ساعت آسیاب‌کاری شده در کوره اتمسفر آرگون در این دما قرار داده شد. آزمون پراش پرتوی ایکس^۳ جهت ارزیابی پودرهای آسیاب‌کاری شده و عملیات حرارتی شده صورت گرفت. از دستگاه پراش سنجی پرتو ایکس مدل PW 3710 ساخت شرکت فیلیپس با هدف مسی و فیلتر نیکلی جهت انجام این آزمون استفاده شد. همچنین جهت بررسی یکنواختی توزیع پودرها از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA3-TESCAN استفاده شد. ترکیب شیمیایی آلومینیوم

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلومینیوم ۷۰۷۵

| وانادیوم | تیتانیوم | سیلیسیم | منگنز | کروم | نیکل | مس | منیزیم | روی | آلومینیوم |
|----------|----------|---------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-----------|
| ۰/۰۱۳ | ۰/۰۴۰ | ۰/۳۲۸ | ۰/۲۸۸ | ۰/۱۹۴ | ۰/۰۱۸ | ۱/۳۳۳ | ۲/۱۷۹ | ۵/۷۱۴ | ۸۹/۸۹۳ |



شکل ۲- قالب مسی.

میلی متر و ارتفاع ۱۰۰ میلی متر است. ماتریس قالب نیز به گونه ای طراحی شد تا با زاویه ۴۵ درجه قطر محصول اکستروژن را به ۱۰ میلی متر برساند. سه آزمون کشش از هر نمونه طبق استاندارد ASTM E8 subsize با سرعت کشش ۱ میلی متر بر دقیقه صورت گرفت و نتیجه آن گزارش شد. نمونه های کشش از وسط هر نمونه ریختگی و اکستروژن، ماشین کاری و تهیه شد. آزمون سختی توسط سختی سنج ویکرز مدل Emcotest M4U- 250 با بار ۵ کیلوگرم انجام شد. از سه ناحیه مختلف از هر نمونه سختی گرفته شد و میانگین آنها به عنوان سختی نمونه گزارش شد. همچنین میکروساختار ذرات درجا به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری^۴ مشخصه یابی شد.

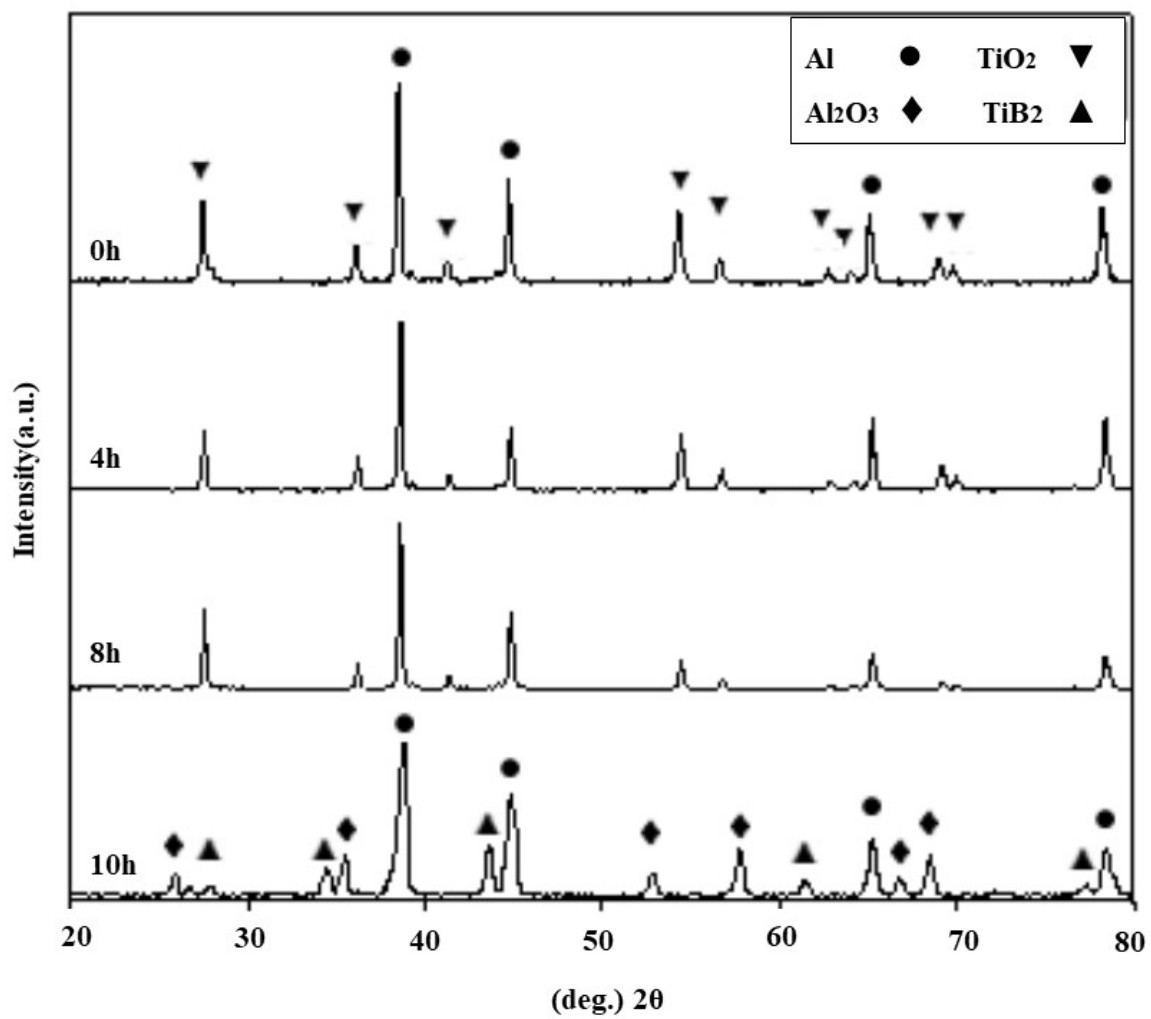
۳- بحث و نتایج

شکل (۴) الگوی پراش پرتوی ایکس مخلوط پودری آسیاب کاری شده در مدت زمان های مختلف ۰، ۴، ۸ و ۱۰ ساعت را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود بعد از ۱۰ ساعت آسیاب کاری، قله های اکسید تیتانیوم و اکسید بور در الگوی پراش وجود ندارند و محصولات واکنش (بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم) تشکیل یافته اند. به دلیل اینکه تشکیل ذرات تقویت کننده باید به صورت درجا در حین عملیات ریخته گری صورت پذیرد، مدت زمان آسیاب کاری دارای محدودیت بوده و بایستی کمتر از ۱۰ ساعت انجام شود. غیاب قله های اکسید بور در الگوها نیز می تواند به دلیل شدت کم آنها نسبت به پیک های اکسید تیتانیوم و آلومینیوم باشد [۱۲]. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۸ ساعت تغییرات قابل توجهی در ارتفاع و پهنای قله ها ملاحظه شد. کاهش ارتفاع و افزایش پهنای قله ها به علت ریز شدن ذرات پودر و افزایش کرنش در آنها است [۱۳]. نتایج گزارش شده توسط شریفی و همکاران [۱۴] کاهش ارتفاع و

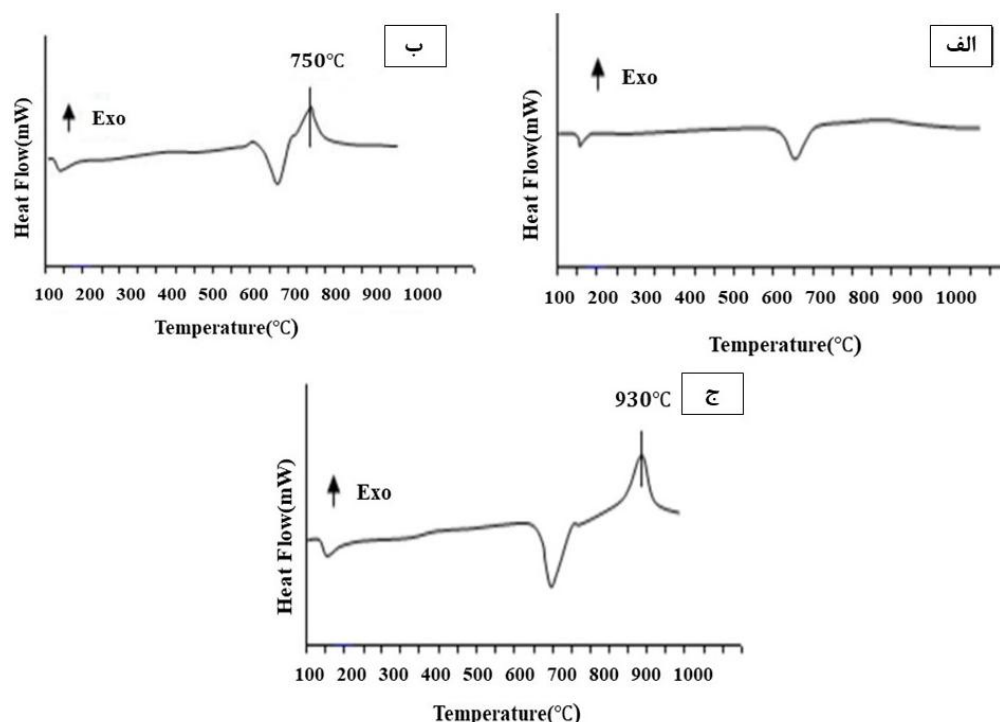
۷۰۷۵ مورد استفاده به عنوان زمینه در جدول (۱) گزارش شده است. جهت تولید نمونه کامپوزیتی، ۶ درصد وزنی از پودر ۸ ساعت آسیاب کاری شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد تحت اتمسفر نیتروژن به مذاب آلومینیوم ۷۰۷۵ شد. افزودن پودر به مذاب در حالی صورت گرفت که مذاب توسط یک همزن گرافیتی با سرعت چرخشی ۶۰۰ دور بر دقیقه هم زده می شد. انتظار می رود پس از افزودن ۶ درصد وزنی پودر تقویت کننده به مذاب، مقدار ۳ درصد وزنی Al_2O_3 و ۱/۲۵ درصد وزنی TiB_2 در زمینه آلومینیومی تشکیل شود. مذاب آلیاژ و کامپوزیت درون قالب های مسی ریخته شدند تا نمونه هایی با قطر ۲۵ میلی متر و ارتفاع ۴۰ میلی متر تهیه شود. شکل (۲) تصویر قالب مسی استفاده شده در این تحقیق را نشان می دهد. نمونه های ریختگی در دمای ۴۶۵ درجه سانتی گراد با نسبت ۶:۱ و سرعت ۵ میلی متر بر ثانیه تحت عملیات اکستروژن قرار گرفتند. شرایط اکستروژن با توجه به نتایج تحقیقات انجام شده توسط ریزانه و همکاران [۱۱] انتخاب شدند. جهت انجام عملیات اکستروژن از یک دستگاه فشار ۱۰۰ تن استفاده شد و برای گرم کردن نمونه ها و قالب از یک کوره مقاومتی استوانه ای شکل که به دور قالب قرار می گرفت بهره گرفته شد. شکل (۳) قالب اکستروژن پس از انجام عملیات اکستروژن را نشان می دهد که شامل محفظه استوانه ای با قطر داخلی ۲۵ میلی متر، قطر خارجی ۱۰۰



شکل ۳- قالب اکستروژن پس از انجام عملیات اکستروژن.



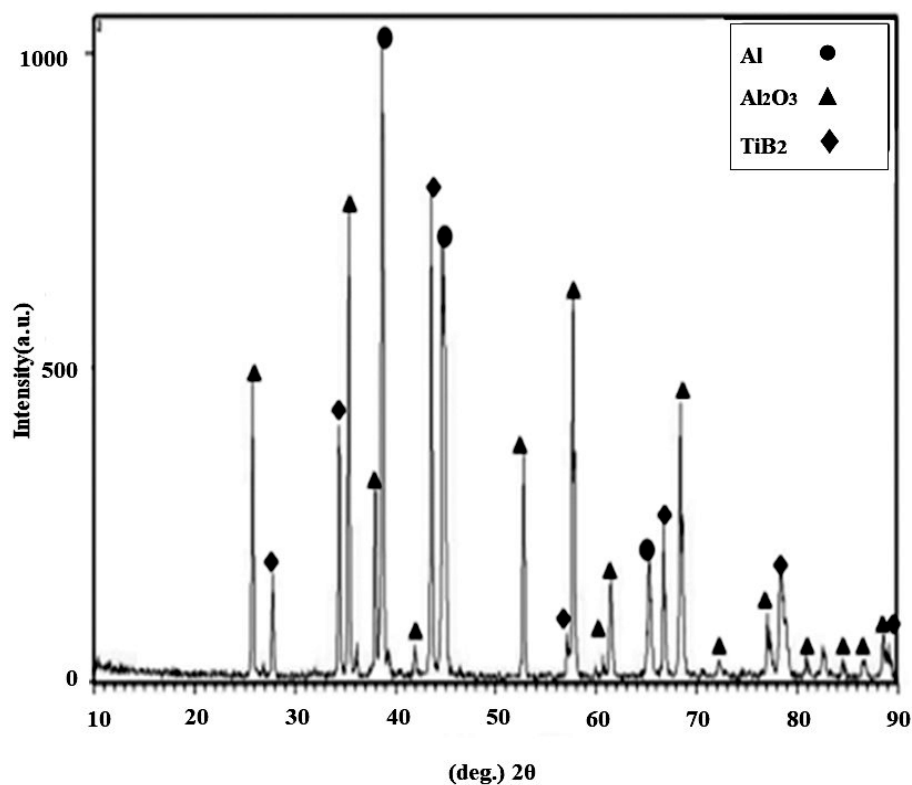
شکل ۴- نمودار پراش پرتوی ایکس پودرهای آسیاب کاری شده در مدت زمانهای مختلف.



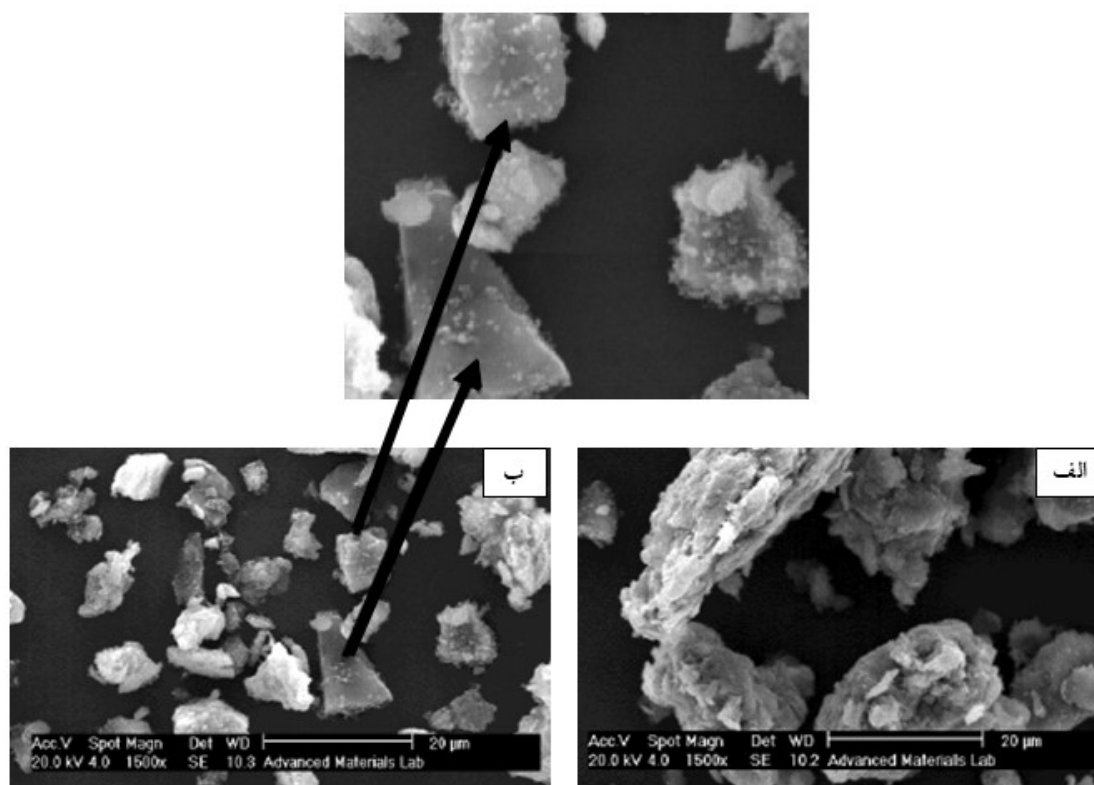
شکل ۵- نتایج آزمون حرارتی افتراقی مخلوط پودری: (الف) آسیاب کاری نشده (ب) ۴ ساعت آسیاب کاری (ج) ۸ ساعت آسیاب کاری.

دمای 750°C درجه سانتی گراد را نشان می‌دهد. حضور قله‌های بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم در این الگو قابل مشاهده هستند و این نشان می‌دهد واکنش درجا در دمای 750°C درجه سانتی گراد اتفاق افتاده است. بنابراین با افزودن مخلوط پودری ۸ ساعت آسیاب کاری شده به مذاب، فازهای درجا درون زمینه تشکیل خواهند شد. مقدم [۱۶] مخلوط پودری آلومینیوم-اکسید تیتانیوم-بور را جهت تولید کامپوزیت آلومینیوم/بوراید تیتانیوم-اکسید آلومینیوم مورد آزمایش و بررسی قرار داد. نتایج پژوهش او نشان می‌دهد بدون انجام عملیات آسیاب کاری مکانیکی، دماهای بالایی (900°C الی 1200°C درجه سانتی گراد) مورد نیاز است تا فازهای درجا درون زمینه آلومینیومی تشکیل شوند. شکل (۷) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی مخلوط پودری آسیاب کاری شده در مدت زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. با افزایش زمان آسیاب کاری به مدت ۴ ساعت ابتدا جوش سرد ذرات آلومینیوم اتفاق افتاده و متوسط اندازه آنها افزایش یافته است. در همین حال ذرات ترد اکسید تیتانیوم و اکسید بور تحت خردایش قرار گرفته و در زمینه ذرات پودر آلومینیوم توزیع شده‌اند.

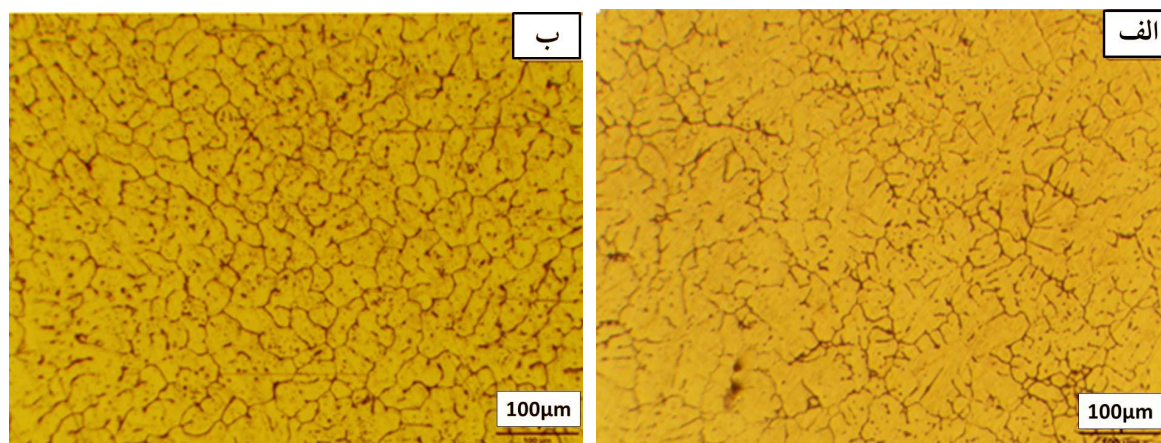
افزایش پهنای قله‌های آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در اثر افزایش زمان آسیاب کاری را نشان می‌دهد. شکل (۵-الف) نمودار آنالیز حرارتی افتراقی مخلوط پودری آسیاب کاری نشده را نشان می‌دهد. در نزدیکی 100°C درجه سانتی گراد یک قله گرماگیر و یک قله گرماگیر دیگر در 650°C درجه سانتی گراد وجود دارد. قله اول ممکن است به علت بخار رطوبت مخلوط پودری و قله دوم مربوط به ذوب شدن آلومینیوم باشد [۱۰]. منحنی آنالیز حرارتی افتراقی مخلوط پودری آسیاب کاری به مدت ۴ ساعت (شکل ۵-ب) نشان می‌دهد علاوه بر قله‌های گرماگیر یک قله گرماده در حدود 930°C درجه سانتی گراد وجود دارد که ممکن است مربوط به تشکیل فازهای بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم باشد. منحنی آنالیز حرارتی افتراقی پودرهای آسیاب کاری شده به مدت ۸ ساعت (شکل ۵-ج) نشان می‌دهد واکنش گرماده در دمای 750°C درجه سانتی گراد اتفاق افتاده است. علت کاهش دمای واکنش در اثر افزایش زمان آسیاب کاری، افزایش چگالی عیوب بلوری است [۱۵]. شکل (۶) الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودری ۸ ساعت آسیاب کاری و عملیات حرارتی شده در



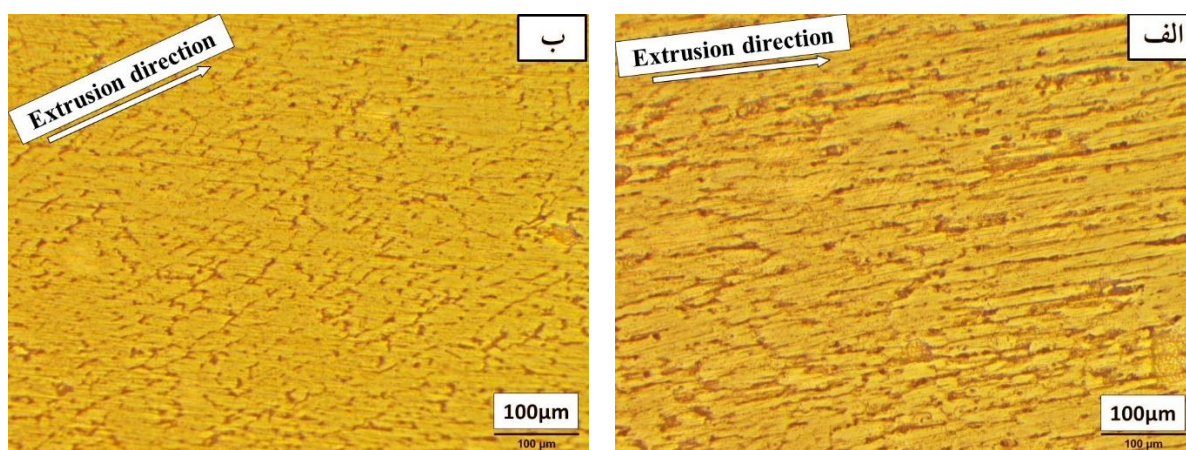
شکل ۶- الگوی پراش پرتوی ایکس پودر ۸ ساعت آسیاب کاری شده و عملیات حرارتی شده.



شکل ۷- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از مخلوط پودری: الف) ۴ ساعت آسیاب کاری شده ب) ۸ ساعت آسیاب کاری شده.



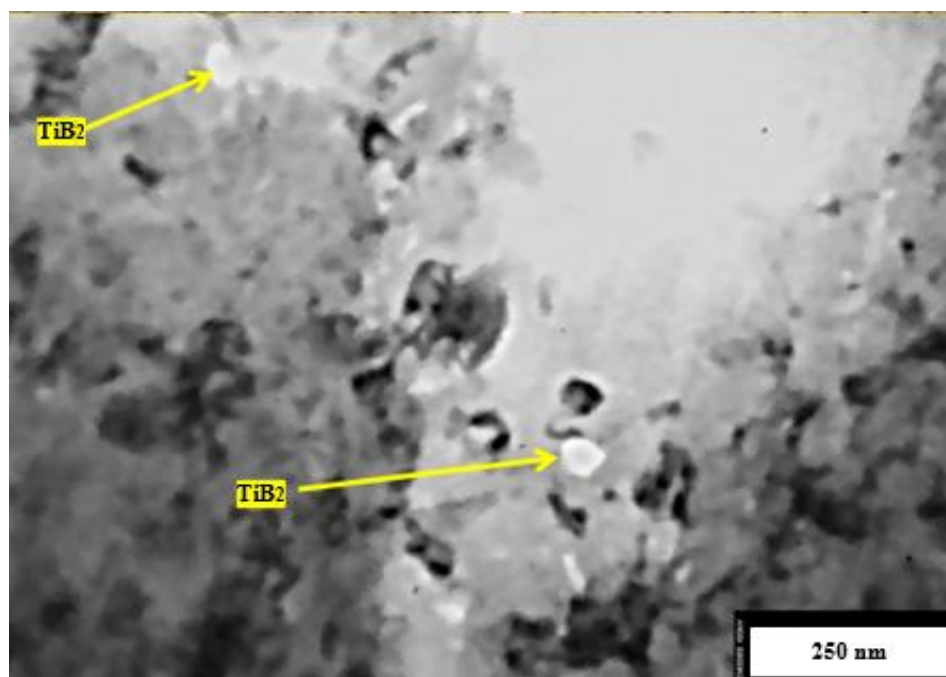
شکل ۸- ریزساختار میکروسکوپی نوری: الف) آلیاژ ریختگی آلومینیوم ۷۰۷۵ و ب) کامپوزیت ریختگی آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم-اکسید آلومینیوم.



شکل ۹- ریزساختار مقطع عرضی میکروسکوپی نوری: الف) آلیاژ اکستروود شده آلومینیوم ۷۰۷۵ و ب) کامپوزیت اکستروود شده آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم-اکسید آلومینیوم.

اندازه دانه‌ها از ۳۸ میکرون به ۲۷ میکرون کاهش یافته و همچنین اندازه آنها یکنواخت‌تر شده است. دلیل اصلاح ریزساختار می‌تواند عملکرد ذرات درجای تشکیل شده در مذاب به‌عنوان هسته‌های اولیه انجمادی باشد. شکل (۹) میکروساختار مقطع عرضی آلیاژ اکستروود شده و کامپوزیت اکستروود شده را نشان می‌دهد. کشیدگی دانه‌ها در نمونه کامپوزیتی کمتر است. به نظر می‌رسد ذرات تقویت‌کننده به‌عنوان موانعی در برابر کشیده شده دانه‌ها عمل کرده‌اند. شکل (۱۰) ریزساختار حاصل از میکروسکوپی الکترونی عبوری نمونه کامپوزیتی است. با استفاده از الگوی پراش الکترونی^۵

با ادامه آسیاب‌کاری و کار سخت شدن آلومینیوم، شکست و خردایش آلومینیوم بر جوش سرد آن غلبه کرده و سبب شده است اندازه ذرات پودری کاهش یابد. همان‌طور که در شکل (۷-ب) مشاهده می‌شود ذرات اکسید تیتانیوم و اکسید بور توزیع مناسب و یکنواختی در زمینه آلومینیومی دارند و این نشان می‌دهد پس از ۸ ساعت انجام عملیات آسیاب‌کاری اندازه ذرات شروع به کاهش یافتن کرده است. میکروساختار آلیاژ ریختگی آلومینیوم ۷۰۷۵ و کامپوزیت ریختگی آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم-اکسید آلومینیوم در شکل (۸) نشان داده شده است. با افزودن ذرات تقویت‌کننده به زمینه آلومینیومی، متوسط



شکل ۱۰- ریزساختار میکروسکوپی الکترونی عبوری کامپوزیت آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم- اکسید آلومینیوم.

جدول ۲- نتایج آزمون سختی سنجی و کشش نمونه‌ها

| نمونه | سختی (ویکرز) | استحکام تسلیم (مگاپاسکال) | استحکام کششی نهایی (مگاپاسکال) | متوسط درصد ازدیاد طول |
|--------------------|-----------------|------------------------------|-----------------------------------|-----------------------|
| آلیاژ ریختگی | 54 ± 6 | 115 ± 12 | 133 ± 13 | ۳ |
| کامپوزیت ریختگی | 85 ± 4 | 186 ± 14 | 225 ± 15 | ۴ |
| آلیاژ اکستروژنه | 97 ± 6 | 220 ± 15 | 263 ± 16 | ۴ |
| کامپوزیت اکستروژنه | 170 ± 5 | 446 ± 13 | 496 ± 12 | ۵ |

(SAD) مشخص شد ذرات نشان داده شده در تصویر ذرات بوراید تیتانیوم هستند. همان‌طور که مشاهده می‌شود فازهای درجای بوراید تیتانیوم در اندازه‌های نانومتری تشکیل شده‌اند. همچنین با توجه به اینکه کسری از فاز اکسید آلومینیوم تشکیل شده دارای ساختار آمورف بود، تفکیک آن از ذرات اکسید آلومینیوم کریستالی و تعیین آن در ریزساختار ممکن نیست. جدول (۲) نتایج آزمون‌های سختی سنجی و کشش نمونه‌های ریختگی و اکستروژنه را نشان می‌دهند. همان‌طور که مشاهده می‌شود کامپوزیت اکستروژنه بیشترین سختی را در بین نمونه‌ها دارد (۱۷۰ ویکرز) که این مقدار بیش از سه برابر

سختی آلیاژ زمینه است. حضور ذرات سخت بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم در زمینه نرم آلومینیوم، اصلاح اندازه دانه زمینه و ایجاد کرنش سختی در اثر عملیات اکستروژن، علل افزایش سختی هستند. گاجاکوش [۱۷] و همکاران برای کامپوزیت نورد گرم شده زمینه آلومینیوم ۷۰۷۵ تقویت شده با بوراید تیتانیوم به مقدار سختی ۸۰ ویکرز دست یافتند. استحکام کششی نهایی کامپوزیت اکستروژنه آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم- اکسید آلومینیوم بدون کاهش در درصد ازدیاد طول به ۴۹۶ مگاپاسکال رسیده است که این مقدار حدوداً چهار برابر بیشتر از استحکام آلیاژ زمینه است. احمد و همکاران [۱۸] در تحقیقی به بررسی

۴- نتیجه گیری

۱. ذرات اکسید تیتانیوم و اکسید بور پس از ۸ ساعت عملیات آسیاب کاری به صورت یکنواختی درون زمینه آلومینیومی توزیع شدند.
۲. فازهای تقویت کننده (بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم) از مخلوط پودری ۸ ساعت آسیاب کاری و عملیات حرارتی در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد تشکیل شدند.
۳. با افزودن ذرات تقویت کننده به آلومینیوم ۷۰۷۵، متوسط اندازه دانه زمینه کاهش یافت و اندازه آنها یکنواخت تر شد.
۴. ذرات درجای بوراید تیتانیوم در اندازه های نانومتری درون زمینه آلومینیومی تشکیل شدند.
۵. سختی و استحکام کششی نهایی کامپوزیت اکستروژن شده به ترتیب به ۱۷۰ ویکرز و ۴۹۶ مگاپاسکال رسید بدون اینکه درصد ازدیاد طول کاهش یابد.

تشکر و سپاسگزاری

نویسندگان مقاله از حمایت های مالی دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد کمال تشکر را دارند.

خواص مکانیکی کامپوزیت هیبریدی آلومینیوم ۷۰۷۵/ بوراید تیتانیوم-گرافیت پرداختند و به استحکام کششی ۲۰۶ مگاپاسکال دست یافتند. سه سازوکار استحکام بخشی برای بهبود استحکام کششی می توان نسبت داد: (۱) تفاوت ضریب انبساط حرارتی ذرات تقویت کننده و زمینه منجر به افزایش چگالی نابجایی ها به عنوان موانع حرکت نابجایی ها می شود [۱۹]. ضریب انبساط حرارتی آلومینیوم ۷۰۷۵، $\alpha_{\text{Al}} = 23 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ و ضریب انبساط حرارتی بوراید تیتانیوم و اکسید تیتانیوم به ترتیب برابر $\alpha_{\text{TiB}_2} = 7/4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ و $\alpha_{\text{TiO}_2} = 5/4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ است [۲۰، ۲۱ و ۲۲]. (۲) افزودن ذرات تقویت کننده باعث اصلاح دانه های زمینه شده است و بر طبق تئوری هال-پچ کاهش اندازه دانه موجب افزایش استحکام می شود [۲۳]. (۳) طبق سازوکار ارووان^۶ مدول یانگ بالای ذرات تقویت کننده موجب تشکیل حلقه های نابجایی در اطراف ذرات شده که این حلقه ها به عنوان موانعی در برابر حرکت نابجایی ها عمل می کنند [۲۴]. مدول یانگ آلومینیوم ۷۰۷۵ ریخته گری، بوراید تیتانیوم و اکسید آلومینیوم به ترتیب برابر ۷۶ GPa و ۵۶۰ GPa و ۳۸۰ GPa گزارش شده است [۲۱، ۲۲ و ۲۵].

واژه نامه

1. Scanning Electron Microscopy
2. Differential Thermal Analysis
3. X-ray Diffraction

4. Transmission Electron Microscope
5. Selected Area Diffraction
6. Hall-Petch theory

مراجع

1. Ray, S., "Synthesis of Cast Metal Matrix Particulate Composites", *Journal of materials science*, Vol. 28, No.20, pp 5397-5413, 1993.
2. Chawla, N. and Chawla, K., "Metal-Matrix Composites in Ground Transportation", *JoM*, Vol. 58, No.11, pp. 67-70, 2006.
3. Thostenson, E.T., Li, C., and Chou, T.W., "Nanocomposites in Context", *Composites Science and Technology*, Vol. 65, No.3-4, pp. 491-516, 2005.
4. Casati, R. and M. Vedani, "Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles—a Review", *Metals*, Vol. 4, No.1, pp. 65-83, 2014.
5. Ali, M., "Review of Stir Casting Technique and Technical Challenges for Ceramic Reinforcement Particulate and Aluminium Matrix Composites", *Epitoanyag-Journal of Silicate Based & Composite Materials*, Vol. 72, No.6, pp. 198-204, 2020.
6. Tjong, S. and Ma, Z., "Microstructural and Mechanical Characteristics of In Situ Metal Matrix Composites", *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Vol. 29, No.3-4, pp 49-113, 2000.
7. Zhu, H., Wang, H., Ge, L., Xu, W., and Yuan, y., "Study of The Microstructure And Mechanical Properties of Composites Fabricated By The Reaction Method In An Al-TiO₂-B₂O₃ System", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 478, pp. 87-92, 2008.
8. Keshavamurthy, R., Mageri, S., Raj, G., Naveenkumar,

- B., Kadakol, P.M., and Vasu, k., "Microstructure and Mechanical Properties of Al7075-TiB_2 In-Situ Composite", *Research Journal of Material Sciences ISSN*, Vol. 2320, pp. 6055, 2013.
9. Ezatpour, H., Torabi-Parizi, M., and Sajjadi, S.A., "Microstructure and Mechanical Properties of Extruded $\text{Al/Al}_2\text{O}_3$ Composites Fabricated by Stir-Casting Process", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 23, No.5, pp. 1262-1268, 2013.
 10. Lakra, S., Bandyopadhyay, T., Das, S., and Das, K., "In Situ Dual Matrix Composite With Segregated Microstructure Fabricated From $\text{Al-TiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$ System By Mechanical Thermal Process", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 860, pp. 158527, 2021.
 11. Rizaneh, S., Borhani, G.H., and Tavoosi, M., "Synthesis And Characterization of $\text{Al (Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2\text{/Fe)}$ Nanocomposite By Means of Mechanical Alloying And Hot Extrusion Processes", *Advanced Powder Technology*, Vol. 25, No.6, pp. 1693-1698, 2014.
 12. Sharifi, E.M., Karimzadeh, F., and Enayati, M., "Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ Nanocomposite Powder by Mechanochemical Reaction Between Al , B_2O_3 and Ti ", *Advanced Powder Technology*, Vol. 22, No.4, pp. 526-531, 2011.
 13. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, No.1-2, pp. 1-184, 2001.
 14. Sharifi, E.M., Karimzadeh, F., and Enayati, M., "Synthesis of Titanium Diboride Reinforced Alumina Matrix Nanocomposite by Mechanochemical Reaction of $\text{Al-TiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$ ", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 502, No. 2, pp. 508-51, 2010.
 15. Takacs, L., "Self-Sustaining Reactions Induced by Ball Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 47, No.4, pp. 355-414, 2002.
 16. Moghdam, A.D., In-situ Synthesis of Aluminum-Titanium Diboride Metal Matrix Hybrid Nanocomposite, Doctoral Dissertation The University of Wisconsin-Milwaukee, 2016.
 17. Gajakosh, A.K., Keshavamurthy, R., Ugrasen, G., and Adarsh, H., "Investigation on Mechanical Behavior of Hot Rolled Al7075-TiB_2 In-Situ Metal Matrix Composite", *Materials Today: Proceedings*, Vol. 5, No.11, pp. 25605-25614, 2018.
 18. Ahmed, S.S., and Girisha, H., "Experimental Investigations on Mechanical Properties of $\text{Al7075/TiB}_2\text{/Gr}$ Hybrid composites". *Materials Today: Proceedings*, Vol. 46, pp. 6041-6044, 2021.
 19. Huang, G., Wu, J., Hou, W., and Shen, Y., "Microstructure, Mechanical Properties and Strengthening mechanism of Titanium Particle Reinforced Aluminum Matrix Composites Produced By Submerged Friction Stir Processing", *Materials Science and Engineering: A*, 2018. 734: p. 353-363.
 20. Mutyhy, K.S., Girish, D.P., Keshamavurthy, R., Varol, T., and Coppad, P., "Mechanical and Thermal Properties of $\text{AA7075/TiO}_2\text{/Fly Ash}$ Hybrid Composites Obtained By Hot Forging", *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 27, pp. 474-481, 2017.
 21. Popov, O., Avramenco, T., and Vishnyakov, V., "Thermal Conductivity And Thermal Shock Resistance of TiB_2 -Based UHTCs Enhanced By Graphite Platelets", *Materials Today Communications*, Vol. 26, No.1, pp. 101756, 2021.
 22. El-Mahallawi, I.S., Shash, A.Y., and Amer, A.E., "Nanoreinforced Cast Al-Si Alloys With Al_2O_3 , TiO_2 and ZrO_2 Nanoparticles", *Metals*, Vol. 5, No.2, pp. 802-821, 2015.
 23. Lee, I.S., Hsu, C.J, Chen, C.F., Ho, N.J., and Kao, P.W., "Particle-Reinforced Aluminum Matrix Composites Produced From Powder Mixtures Via Friction Stir Processing", *Composites Science and Technology*, Vol. 71, No.5, pp. 693-698, 2011.
 24. Jayalakshmi, S., Gupta, S., Sankaranarayanan, S., Sahu, S., and Gupta, M., "Structural and Mechanical Properties of Ni60Nb40 Amorphous Alloy Particle Reinforced Al -Based Composites Produced by Microwave-Assisted Rapid Sintering", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 581, pp. 119-127, 2013.
 25. Ezhil Vannan, S., and Paul Vizhian, S., "Microstructure and Mechanical Properties of As Cast Aluminium Alloy 7075/Basalt Dispersed Metal Matrix Composites", *Journal of Biosciences and Medicines*, Vol. 2, No.3, pp. 182-193, 2014.

Synthesis of Al7075/TiB₂-Al₂O₃ In-Situ Hybrid Composite by Stir Casting Method

B. Sharifian, G. H. Borhani and E. Mohammad Sharifi

Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Isfahan, Iran

(Received: 19 June 2022; Accepted: 3 December 2022)

ABSTRACT

In this study, mechanically milled (MM) Al-24TiO₂-20B₂O₃ powder in molten Al7075 matrix was used in order to fabricate in-situ TiB₂ and Al₂O₃ reinforcements in Al7075 matrix. Differential thermal analysis (DTA) examination was adopted to find reaction temperature between milled Al, TiO₂, and B₂O₃ powders. X-Ray Diffraction (XRD) patterns showed the existence of TiB₂ and Al₂O₃ peaks (750 °C at Ar atmosphere) in MM powder. Scanning Electron Microscopy (SEM) results revealed the uniform distribution of TiO₂ and B₂O₃ particles in the aluminum matrix. 6 wt.% MM powder was added to molten Al7075 at 750 °C. The molten Al7075/TiB₂-Al₂O₃ composite was poured in copper mold. The stir casted composites were hot extruded at 465 °C with extrusion ratio of 6:1 and ram speed of 5 mm/s. The microstructures (optical microscopy and TEM) and mechanical properties (hardness and tensile testing) of samples were evaluated. TEM results showed that in-situ TiB₂ nanoparticles were formed. The tensile strength of extruded Al7075/TiB₂-Al₂O₃ composite was reached the value of 496 MPa. This result was around four times greater than that of the as cast Al7075 alloy.

Keywords: Mechanical mill, In-situ, Al7075/TiB₂-Al₂O₃ hybrid composite, Stir cast, Extrusion, Tensile strength.

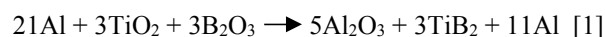
1. Introduction

Aluminum-based metal matrix composites reinforced by hard ceramic particles have been widely used in the aerospace and automotive industries due to their high specific strength. Although the strength increases with the addition of ceramic reinforcement particles to the aluminum matrix, the ductility of the composite decreases[1, 2]. Stir casting is the most widely used method of producing aluminum-based composites. One of the main problems in the production of metal matrix composites by stir casting method is the weak wettability of reinforcement particles with melt, which reduces the mechanical properties[3]. Using the in-site method is one of the ways to improve wettability of the reinforcement with melt. In-situ technique involves production of reinforcement particle in metallic matrix by chemical reactions. This technique exhibits deferent advantages such as thermodynamically stable formation of reinforcement in the matrix, clean reinforcement-matrix interface and finer in size and more

uniform distribution reinforcement[4]. The aim of this study was to evaluate the in-situ TiB₂ and Al₂O₃ formation in aluminum matrix and investigate the effect of hot extrusion process on mechanical properties of the Al7075/TiB₂-Al₂O₃ hybrid composite.

2. Materials and Methods

TiO₂, B₂O₃, and Al powders with average size of 100 µm were mixed according to reaction (1) for the next mechanical milling process:



100 g of the mixed powder was ball milled with 56 wt. % of aluminum, 24 wt. % of TiO₂, and 20 wt.% of B₂O₃ for 4, 8, and 10 h, respectively. The ball to powder ratio and rotating speed kept constant at 10:1 and 365 rpm, respectively. Differential Thermal Analysis (DTA) was performed to study the reaction temperature of Al-TiO₂-B₂O₃ mixture. The mechanically milled powders investigated by X-Ray Diffraction (XRD) analysis. Scanning Electron Microscopy (SEM) was used to study the uniformity of milled powders. 8-hour mechanically milled powders were added to

*Corresponding author; borhani_g@yahoo.co.uk

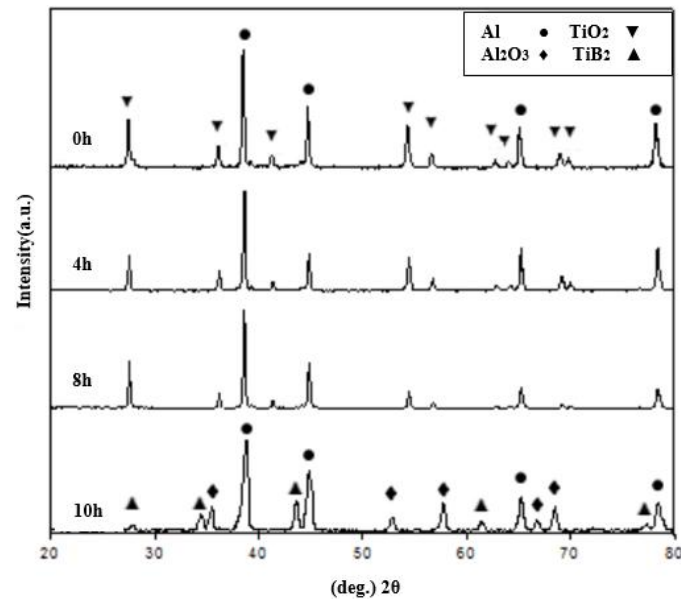


Figure 1. XRD patterns of powder mixture under different mechanical milling times.

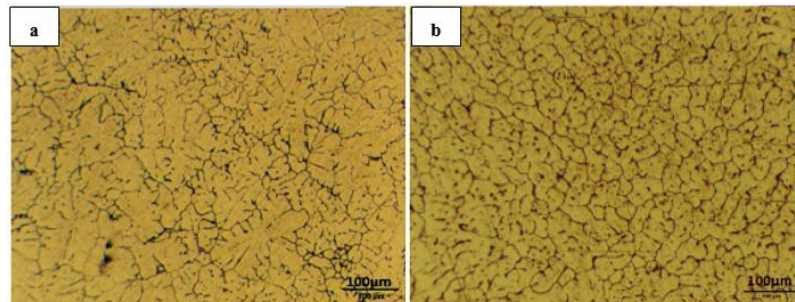


Figure 2. structure of: a) as-cast Al7075; b) as-cast Al7075/ Al₂O₃-TiB₂ composite.

melted Al7075 at 750 °C, shielded by 6 wt. % nitrogen gas atmosphere to prepare Al7075/TiB₂-Al₂O₃ composite. The casted composite was hot extruded at 465 °C with extrusion ratio of 6:1 and ram speed of 5 mm/s. The tensile tests were performed according to the ASTM E08-8 standard. The specimens' hardness was measured by a Vickers' hardness tester at a load of 5 kg. The hardness test was carried out at three different locations and the average of these three readings was taken as the hardness of the samples.

3. Results and Discussion

Figure 1 shows the XRD patterns of the milled powders after 0, 4, 8, and 10 h. The materials in powder mixture were recognized by XRD before milling (0h), except B₂O₃. There was some significant changes in height reduction and broadening of the peaks with increasing the milling time up to 8 h. This behavior was due to the reduction of powder size and increasing the

strain in powders during the milling time[5]. The reaction between the Al, TiO₂, and B₂O₃ was started after 10 h of milling. The Al₂O₃ and TiB₂ were the reaction products.

Microstructure of as-cast Al7075 and Al7075/Al₂O₃-TiB₂ composite are shown in Figure 2. The dendritic microstructure was transformed into equiaxed grains by adding reinforcement particles to the aluminum matrix. This could be due to the formation of in-situ particles that form after the reaction in the melt, and act as a primary solidification nuclei and cause microstructure modification.

Figure 3 shows the cross-section microstructure of the extruded Al7075 and extruded composite. Grain elongation was less in composite sample. It seems the reinforcement particles have been acted as a barrier against the elongation of the grains.

Table 1 shows the data extracted from hardness, yield, and ultimate tensile strength

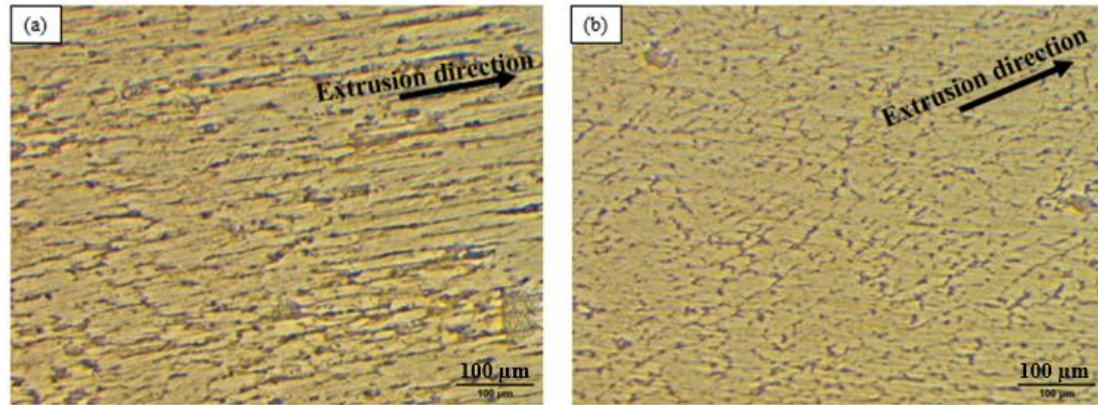


Figure 3. cross section microstructure of: (a) extruded Al7075; (b) extruded composite.

Table 1. Mechanical properties of samples

| Sample | Yield strength (MPa) | Ultimate strength (MPa) | Hardness (HV) | Elongation (%) |
|--------------------|----------------------|-------------------------|---------------|----------------|
| As-cast 7075 | 115±12 | 133±13 | 54±6 | 3 |
| As-cast composite | 186±14 | 225±15 | 85±4 | 4 |
| Extruded 7075 | 220±15 | 263±16 | 97±6 | 4 |
| Extruded composite | 446±13 | 496±12 | 170±5 | 5 |

testing of the casted and extruded samples. As seen in the Figure 8a, the extruded Al7075/Al₂O₃-TiB₂ composite showed the highest hardness (170 HV) which was 68 % greater than that of the Al7075 matrix. Hardness improvement could be attributed to the presence of hard TiB₂ and Al₂O₃ particles in the soft matrix alloy and refinement in grain size of Al7075 matrix. The ultimate tensile strength (UTS) of extruded Al7075/Al₂O₃-TiB₂ was reached the value of 503 MPa (74 % greater than that of the as-cast alloy) without any significant changes in elongation results. Enhancement of strength could be attributed to three strengthening mechanisms:

- (1) Difference in the thermal expansion coefficient between the matrix and the reinforcement particles leads to the increase in dislocations' density which is called CTE strengthening [6];
- (2) Addition of reinforcement particles leads to refined the grains of the aluminum matrix followed by grain refinement strengthening[7];
- (3) The high young's modulus of reinforcement particles make loop dislocations around the particles which prevent dislocations movement (Orwan strengthening) [8].

4. Conclusions

1. TiO₂ and B₂O₃ particles were distributed uniformly in the aluminum matrix after 8 h of milling.
2. Reinforcement phases (TiB₂ and Al₂O₃) were formed at 750 °C after 8 h milling of Al-TiO₂-B₂O₃ powder mixture.
3. The average grain sizes were decreased by adding reinforcement particles to the aluminum matrix.
4. In-situ TiB₂ nanoparticles were formed in the aluminum matrix.
5. Hardness and ultimate tensile strength of extruded composite reached the value of 170 HV and 496 MPa, respectively without reduction in elongation result.

Acknowledgement

We acknowledge Malek Ashtar University of Technology for financial support.

Conflict of Interests

The authors declare that there is no conflict of interest for this research.

References

1. Ray, S., "Synthesis of Cast Metal Matrix Particulate Composites", *Journal of Materials Science*, Vol. 28, No. 20, pp. 5397-5413, 1993.
2. Chawla, N. and Chawla, K., "Metal-matrix Composites in Ground Transportation", *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS) JoM*, Vol. 58, No. 11, pp. 67-70, 2006.
3. Ali, M., "Review of Stir Casting Technique and Technical Challenges for Ceramic Reinforcement Particulate and Aluminium

- Matrix Composite”, *Epitoanyag-Journal of Silicate Based & Composite Materials*, Vol. 72, No. 6, pp. 198-204, 2020.
4. Tjong, S., and Ma, Z., “Microstructural and Mechanical Characteristics of in Situ Metal Matrix Composites”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Vol. 29, No. 3-4, pp. 49-113. 2000
 5. Suryanarayana, C., “Mechanical Alloying and Milling”, *Progress in Materials Science*, Vol. 46, No. 1-2, pp. 1-184, 2001.
 6. Huang, G., Wu, J., Hou, W., and Shen, Y., “Microstructure, Mechanical Properties and Strengthening Mechanism of Titanium Particle Reinforced Aluminum Matrix Composites Produced by Submerged Friction Stir Processing”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 734, pp. 353-363, 2018.
 7. Lee, I.S., Hsu, C.J, Chen, C.F., Ho, N.J., and Kao, P.W., “Particle-Reinforced Aluminum Matrix Composites Produced from Powder Mixtures via Friction Stir Processing”, *Composites Science and Technology*, Vol. 71, No. 5, pp. 693-698, 2011.
 8. Jayalakshmi, S., Gupta, S., Sankaranarayanan, S., Sahu, S., and Gupta, M., “Structural and Mechanical Properties of Ni₆₀Nb₄₀ Amorphous Alloy Particle Reinforced Al-Based Composites Produced by Microwave-Assisted Rapid Sintering”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 581, pp. 119-127, 2013.