

# مطالعه تغییرات ساختاری مخلوط Cu-Ni-Zn در تولید آلیاژهای نیکل سیلور به روش آلیاژ سازی مکانیکی

مریم کرباسی\*، علی سعیدی\*\* و غلامرضا آریانپور\*\*\*  
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۸۴/۲/۲۶ - دریافت نسخه نهایی: ۸۶/۲/۱۸)

**چکیده** - در این تحقیق تغییرات ریز ساختاری مخلوط پودرهای مس، نیکل و روی برای تولید آلیاژهای نیکل سیلور به روش آلیاژ سازی مکانیکی بررسی شد. در این راستا تاثیر پارامترهایی نظیر مدت زمان آسیاکردن، نسبت وزن گلوله به پودر و ترکیب شیمیایی آلیاژ بر تغییرات ساختاری اجزا، فرایند آلیاژ سازی مکانیکی و رنگ محصول، مورد مطالعه قرار گرفت. نمونه‌های آسیا شده برای بررسی ساختار و روند آلیاژ سازی تحت آزمایش‌های XRD و SEM قرار گرفتند. نتایج به دست آمده نشان داد که تولید آلیاژهای نیکل سیلور در گستره وسیعی از ترکیب شیمیایی به خوبی میسر است و تعیین مقدار بهینه نسبت گلوله به پودر، انرژی آسیاکردن و مدت زمان آسیاکردن متضمن کیفیت بالای پودر تولیدی با اندازه دانه کریستالی زیر ۱۵ نانومتر است. درصد روی در مخلوط نیز تاثیر به‌سزایی در کاهش مدت زمان آلیاژ سازی مکانیکی دارد و نسبت گلوله به پودر بیشتر از ۲۵ تاثیر چندانی در کاهش حداقل زمان آلیاژ سازی مخلوط Cu-Ni-Zn ندارد.

واژگان کلیدی: نیکل سیلور، آلیاژ Cu-Ni-Zn، آلیاژ سازی مکانیکی.

## Study of Structural Changes in Cu-Ni-Zn Mixture in Producing of Nickel Silver Alloys by Mechanical Alloying

M. Karbasi, A. Saidi, and GH. Ariyanpour

Instructor, Professor, and Assistant Professor, respectively, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology

**Abstract:** Production of nickel-silvers by mechanical alloying was investigated. Effects of parameters such as milling duration, ball to powder weight ratio, and chemical composition on mechanical alloying process, and alloy's color and microstructure were studied. The milled powders were characterized, using XRD and SEM. Results showed that nickel-silvers

\*\*\* - استادیار

\*\* - استاد

\* - مربی

could be produced by mechanical alloying in a wide range of compositions. Alloyed powder with a bright silvery contrast and less than 15 nm grain size could be obtained by optimization of milling parameters. Zinc content of the powder mixture had a significant effect on the minimum alloying time. Ball to powder ratio up to 25 also reduced minimum alloying time but it had no significant effect above this value.

**Keywords:** Nickel-silver, Mechanical alloying (MA).

## ۱- مقدمه

نیکل سیلورها آلیاژیهای شامل مس، نیکل و روی هستند که قرن‌ها پیش در چین ساخته شدند و در ساخت لوازم خانگی و سکه کاربرد داشتند. نیکل سیلورها از استحکام و مقاومت به خوردگی بالایی برخوردارند و مانند نقره جلای فلزی و درخشنده دارند و به دلیل این خصوصیات نام نیکل سیلور برای آنها انتخاب شده و جایگزینی برای نقره به شمار می‌روند [۱]. امروزه آلیاژهای نیکل سیلور در پمپ‌های آب، لوازم آشپزخانه، اشیاء تزئینی، لوازم زینتی، تجهیزات اپتیکی - عکاسی، بویلرها، لوازم بهداشتی، صنایع الکترونیکی و مخابرات، اتصالات مکانیکی و ادوات موسیقی کاربرد وسیعی پیدا کرده‌اند [۱-۴]. ریخته‌گری این آلیاژها به دلیل دمای ذوب بالای  $1000^{\circ}\text{C}$  و دمای ریختن بالای  $1250^{\circ}\text{C}$  در شرایط ریخته‌گری آلیاژهای آهنی و چدنی قرار می‌گیرد و از این رو به مراتب مشکلتر از ریخته‌گری آلیاژهای آلومینیم خواهد بود. به دلیل تمایل بسیار بالای این آلیاژها به جذب گازها، عملیات ریخته‌گری آنها سخت تر از آلیاژهای برنج است. به علاوه نیکل موجود در نیکل سیلورها حلالیت نیدروژن را افزایش می‌دهد و دمای بالای ریختن آلیاژ مذکور نیز خود مانعی عظیم در برابر حذف نیدروژن جذب شده به حساب می‌رود [۵-۷]. مسئله اصلی در ریخته‌گری نیکل سیلورها جذب گاز در حین ذوب و سپس آزاد شدن آن در طول انجماد و به وجود آمدن حفرات گازی است که در حین ماشینکاری آشکار شده و باعث نقص محصول و از رده خارج شدن آن می‌شوند. همچنین خروج حبابهای گاز در طول انجماد ممکن است منجر به فوران مذاب و برگشت آن به سیستم راهگامی و نهایتاً به هم ریختگی شکل قطعه شود [۵].

از سوی دیگر آلیاژسازی مکانیکی یک فرایند حالت جامد است که طی آن می‌توان عناصر با نقطه ذوب متفاوت مثل روی، مس و نیکل را آلیاژ کرد و لذا از مشکلات تولید به روش ریخته‌گری احتراز کرد. دو پدیده مهم در آلیاژسازی مکانیکی عبارت‌اند از: جوش خوردن و شکست مکرر ذرات پودر. اگر سرعت جوش خوردن ذرات با سرعت شکستن برابر باشد فرایند آلیاژسازی رخ می‌دهد. مواد اولیه مصرفی در فرایند آلیاژسازی مکانیکی معمولاً حاوی حداقل یک فلز شکل پذیر است. این فلز نقش متصل کننده و چسباننده سایر مواد را به یکدیگر ایفا می‌کند اما مطالعات نشان می‌دهد مواد ترد را نیز می‌توان برای تشکیل محلول جامد، ترکیبات بین فلزی و آلیاژهای آمورف آلیاژسازی مکانیکی کرد [۸]. مزیت بزرگ دیگر آلیاژسازی مکانیکی در تولید آلیاژ از عناصر فلزی امکان ایجاد ساختارهای نانوکریستالی است [۹-۱۱]. به طور کلی با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی می‌توان ساختارهای متنوعی مانند ترکیبات بین فلزی، مواد مرکب، محلولهای جامد فوق اشباع و همچنین مواد نانو کریستالی و آمورف تولید کرد [۱۲-۱۴]. با توجه به مشکلات ریخته‌گری آلیاژهای نیکل سیلور و با عنایت به مزیت‌های بالقوه آلیاژسازی مکانیکی و اینکه با این روش امکان تولید آلیاژ با ساختار نانو وجود دارد، لذا در این تحقیق ساخت آلیاژ فوق به روش آلیاژسازی مکانیکی مورد بررسی قرار می‌گیرد.

## ۲- روش آزمایش

آلیاژ سازی مکانیکی در یک آسیای گلوله ای - سیاره ای انجام شد. محفظه آسیا از جنس فولاد سخت پر کروم و گلوله‌های مورد استفاده از جنس فولاد پر کربن است.

جدول ۱- خلاصه مشخصات نمونه‌ها و شرایط انجام آزمایشها

زمان آسیا کردن (h)	گلوله‌ها		نسبت وزنی گلوله به پودر	کد نمونه
	وزن کل (gr)	تعداد		
۰/۵	۳۳	۵	۶/۶۶۸	A0.5
۲/۵	۳۳	۵	۸/۶۷	A2.5
۷	۳۳	۵	۱۱/۵۱	A7
۱۵	۳۳	۵	۱۲/۵۸	A15
۳۰	۳۳	۵	۱۴/۰۲	A30
۱۰۰	۳۳	۵	۱۸/۲۶	A100
۱۴/۵	۳۲/۴	۳	۱۰	B10
۸/۵	۳۲/۴	۵	۱۵	B15
۵	۳۲/۴	۶	۲۵	B25
۴	۳۲/۴	۶	۴۵	B45
۱/۵	۳۲/۴	۶	۲۵	1C1.5
۳/۵	۳۲/۴	۵	۲۵	1C3.5
۵/۵	۳۲/۴	۴	۲۵	1C5.5
۷/۵	۳۲/۴	۳	۲۵	1C7.5
۴	۳۲/۴	۶	۲۵	*H17

\*: ترکیب شیمیایی این نمونه ۱۴:۱۷:۶۹ درصد وزنی مس - نیکل - روی است در حالی که ترکیب شیمیایی نمونه‌های دیگر ۹:۲۲:۶۹ درصد وزنی مس - نیکل - روی است.

کریستالها (t) در نمونه‌های مختلف با استفاده از معادله شرر تعیین شد:

$$\beta = \frac{0.9\lambda}{t \cos \theta} \quad (1)$$

در این معادله  $\lambda$  طول موج Cu K $\alpha$ 1،  $\beta$  پهنای پیک تفرق با ماکزیمم ارتفاع (در نصف ارتفاع) و  $\theta$  زاویه تفرق پیک مذکور است.

علاوه بر نمونه‌های معرفی شده در جدول (۱) تعدادی نمونه نیز با هدف بررسی ریز ساختار ذرات پودر حین آلیاژسازی مکانیکی و تاثیر درصد روی بر مدت زمان تولید آلیاژ در شرایط مشابه نمونه‌های H17 و B25 تهیه شد. مشخصات

مواد اولیه شامل پودرهای مس با خلوص بیش از ۹۸٪ و دانه‌بندی زیر ۱۵۰ میکرومتر، نیکل با خلوص بیش از ۹۹/۹٪ و دانه‌بندی زیر ۱۰۰۰ میکرومتر و روی با خلوص بیش از ۹۹/۹٪ و دانه‌بندی زیر ۴۰۰ میکرومتر استفاده شد. مشخصات نمونه‌ها و شرایط انجام آزمایشها در جدول (۱) خلاصه شده‌اند.

از دستگاه‌های سیستم دیفراکتومتر اشعه ایکس (XRD) فیلیپس مدل MPD- X'PERT (CuK $\alpha$ ,  $\lambda = 0.154056$  nm) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) فیلیپس مدل XL30 برای ارزیابی نمونه‌های آلیاژشده و زینتر شده استفاده شد. اندازه

جدول ۲- معرفی نمونه‌های تهیه شده برای بررسی ساختار لایه‌ای ذرات پودر و تاثیر درصد روی ( سایر خصوصیات این نمونه‌ها همانند نمونه‌های B25 و H17 است)

کد نمونه	زمان آسیاکردن (h)
1B25	۱
2B25	۲
3B25	۳
4B25	۴
1H17	۱
2H17	۲
3H17	۳
4H17	۴

این نمونه‌ها در جدول (۲) خلاصه شده است.

### ۳- نتایج و بحث

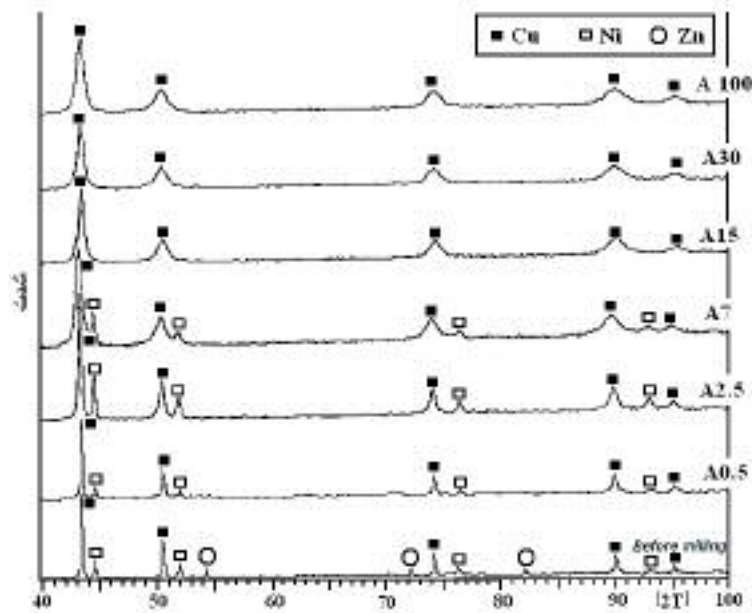
#### ۳-۱- بررسی تغییرات ساختاری مخلوط پودرهای مس،

##### نیکل و روی حین آسیاکردن

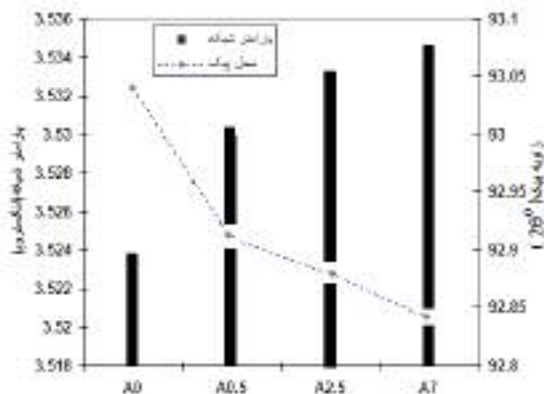
در این بخش با هدف امکان سنجی تولید آلیاژ نیکل سیلور و کسب دیدگاه‌های کلی نسبت به تغییرات ایجاد شده در ساختار پودر، نمونه‌های سری A شامل A0.5، A2.5، A7، A15، A30 و A100، جدول (۱)، که تحت شرایط افزایش تدریجی نسبت وزنی گلوله به پودر و زمان آسیاکردن تهیه شده‌اند مورد توجه قرار می‌گیرند. در این سری از آزمایشها با توجه به نمونه‌برداری از پودر مورد آزمایش در فاصله زمانهای مختلف ضمن افزایش زمان آزمایش، نسبت وزنی گلوله به پودر (B/P) نیز افزایش یافته است. همان‌طور که گفته شد این آزمایشها برای کسب دیدگاه‌های کلی صورت گرفت و تاثیر زمان بر آلیاژسازی در آزمایشهای سری C با ثابت نگه داشتن نسبت B/P بررسی شده است.

شکل (۱) الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودر مواد اولیه با ترکیب ۶۹ : ۲۲ : ۹ درصد وزنی مس - نیکل - روی را پیش از

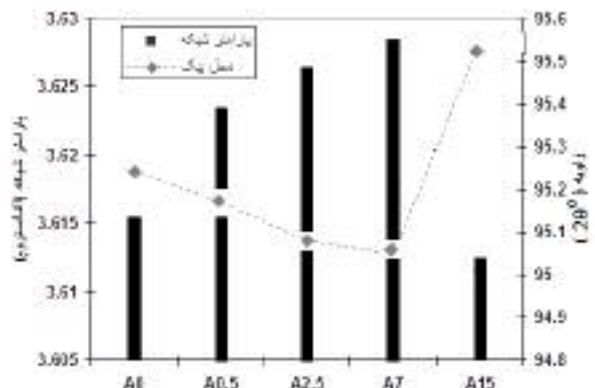
آسیاکردن و الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های تهیه شده در مراحل مختلف آسیاکردن را نشان می‌دهد. در الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودر مواد اولیه پیکهای مربوط به هریک از عناصر اولیه مشاهده می‌شود. لازم به ذکر است که ضعیف بودن پیکهای روی ناشی از درصد کمتر آن است. با افزایش زمان آسیاکردن مشاهده می‌شود که در نمونه A0.5 اکثر پیکهای روی به دلیل انحلال عنصر مذکور در مس و نیکل، حذف شده‌اند به طوری که با ادامه آسیاکردن در نمونه A2.5 ارتفاع پیکهای نیکل و مس افزایش داشته‌اند و به زوایای کمتر انتقال یافته‌اند در حالی که پیکهای روی حذف شده‌اند که نشان دهنده حلالیت روی در مس و نیکل در نمونه A2.5 است. با افزایش زمان آسیاکردن از شدت پیکهای نیکل نیز کاسته شده و بر شدت پیکهای مس افزوده می‌شود به طوری که پس از ۱۵ ساعت آسیاکردن (نمونه A15) پیکهای نیکل کاملاً حذف شده و تنها پیکهای مس باقی می‌مانند که نشان دهنده حلالیت کامل نیکل در مس است. شکل (۱) همچنین نشان می‌دهد که در حین آلیاژسازی مکانیکی فاز جدیدی به وجود نمی‌آید به طوری که در سیستم مورد بحث با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی تا ۱۰۰ ساعت و نسبت وزنی گلوله به پودر تا ۱۸/۲۶ (نمونه A100) به غیر از تغییرات پهنای و شدت پیکهای مربوط



شکل ۱- الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به مخلوط پودری با ترکیب ۶۹ : ۲۲ : ۹ درصد وزنی مس- نیکل- روی: پیش از آسیاکردن و در مراحل مختلف آسیاکردن



(ب)



(الف)

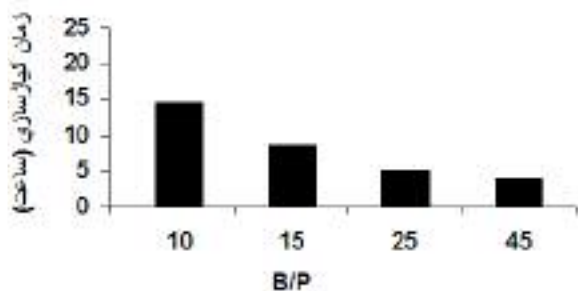
شکل ۲- تغییرات پارامتر شبکه و محل پیکها با پیشرفت آلیاژسازی مکانیکی الف) مس پیک (222). ب) نیکل پیک (311)

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

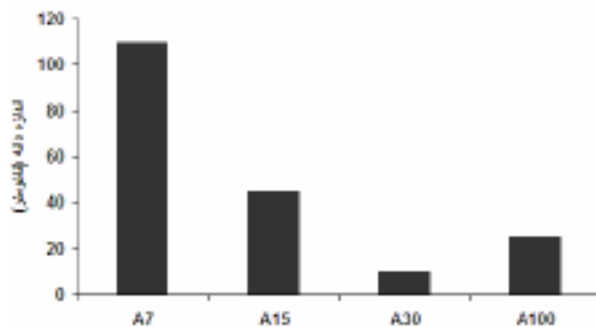
محاسبه شد. در این معادله  $a$  پارامتر شبکه،  $h$ ،  $k$  و  $l$  اندیس میلر صفحات و  $d$  فاصله صفحات است. تغییرات پارامتر شبکه مس و زاویه پیک (۲۲۲) بر حسب زمان آسیاکردن در شکل (۲- الف) نشان داده شده است. ملاحظه می شود در ابتدا پارامتر شبکه مس به دلیل حل شدن روی (با شعاع اتمی بزرگتر از Cu) افزایش

به مس تغییرات دیگری مشاهده نمی شود.

حلالیت روی در نیکل و مس در ۲/۵ ساعت اول آسیا کردن و سپس حل شدن نیکل در مس را می توان با توجه به جابه جایی پیکهای مس و نیکل به زوایای کوچکتر یا بزرگتر، که ناشی از تغییر پارامتر شبکه است نیز توضیح داد. برای این منظور پارامتر شبکه نیکل و مس در زمانهای مختلف آسیاب کردن با استفاده از معادله (۲):



شکل ۴- روند کاهش حداقل زمان تولید آلیاز با افزایش نسبت گلوله به پودر



شکل ۳- روند تغییر اندازه دانه‌ها با پیشرفت عملیات آسیاکردن

توسط این معادله کمتر از مقدار واقعی است.

با پیشرفت آلیازسازی مکانیکی از مرحله تهیه نمونه A15 تا A30 اندازه دانه‌های کریستالی کاهش می‌یابد و پس از ۳۰ ساعت به حدود ۱۰ نانومتر می‌رسد اما با افزایش زمان آسیاکردن به دلیل پیشی گرفتن فرایندهای بازیابی بر مکانیزمهای ایجاد عیوب کریستالی، اندازه دانه‌ها افزایش می‌یابد، به طوری که پس از ۱۰۰ ساعت آسیاکردن به حدود ۲۵ نانومتر می‌رسد این موضوع در نتایج تحقیقات دیگر محققان نیز مشاهده شده است [۱۸ و ۱۹].

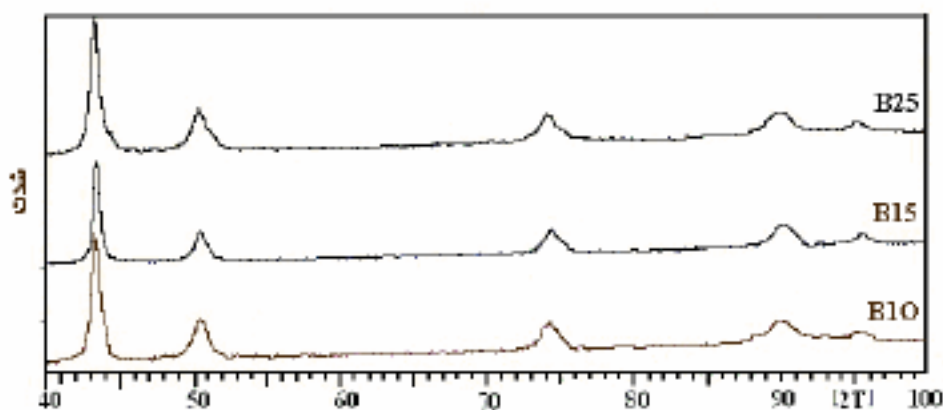
### ۳-۲- بررسی تاثیر نسبت گلوله به پودر بر حداقل زمان تشکیل آلیاز (انحلال کامل Ni و Zn در مس) و خواص محصول

به منظور تعیین اثر نسبت گلوله به پودر (B/P) بر حداقل زمان آلیاز شدن چهار نمونه با نسبت‌های مختلف B/P تهیه شد (نمونه‌های B10 تا B45 در جدول ۱). با مشاهده رنگ نمونه‌ها در فاصله زمان‌های مختلف آسیاکردن محدود زمان تشکیل آلیاز به دست آمد و سپس با نمونه برداری و تحلیل XRD زمان دقیق (با دقت ۰/۵ ساعت) حل شدن کامل نیکل و روی در مس تعیین شد. تاثیر B/P بر حداقل زمان لازم برای ایجاد آلیاز نیکل سیلور در شکل (۴) نشان داده شده است همان‌طور که مشاهده می‌شود افزایش مقدار B/P از ۲۵ به بالا تاثیر چندانی در کاهش زمان تولید آلیاز ندارد به طوری که در ابتدا با افزایش

یافته و لذا پیک مربوطه به زوایای کمتر منتقل شده است. سپس پارامتر شبکه مس به دلیل حل شدن نیکل (با شعاع اتمی کوچکتر از Cu) در آن کاهش یافته و پیک (۲۲۲) مس به زوایای بزرگتر منتقل می‌شود. شکل (۲-ب) نشان می‌دهد که زاویه پیک (۳۱۱) نیکل در ساعت اول آسیا کاری کاهش یافته است. این کاهش زاویه ناشی از افزایش پارامتر شبکه نیکل است که در شکل (۲-ب) نشان داده شده است. همان‌طور که در مورد مس نیز اشاره شد عامل افزایش پارامتر شبکه نیکل حل شدن روی (با شعاع اتمی بزرگتر از نیکل) در آن بوده است.

کاهش اندازه دانه‌های کریستالی باعث افزایش پهنای پیکهای XRD می‌شود بنابراین تغییرات پهنای پیکها را می‌توان به عنوان معیاری برای سنجش تغییر اندازه دانه در نظر گرفت [۱۷]. لازم به ذکر است با افزایش عیوب ناشی از آلیازسازی مکانیکی امکان ایجاد کرنش الاستیک ناهمگن در ساختار کریستالی و افزایش ناهمگن فواصل صفحات کریستالی در نقاط مختلف و به دنبال آن پهن شدن و کاهش شدت پیکهای XRD نیز وجود دارد.

با استفاده از معادله شرر اندازه تقریبی دانه‌ها در زمانهای مختلف آسیاکردن به دست آمد. روند تغییرات اندازه دانه‌ها در شکل (۳) نشان داده شده است. لازم به ذکر است که معادله مذکور برای اندازه‌های کریستالی کوچکتر از ۰/۱ میکرون معتبر بوده و باید توجه داشت تاثیر کرنش الاستیک ناهمگن در معادله شرر در نظر گرفته نشده است لذا اندازه دانه‌های به دست آمده



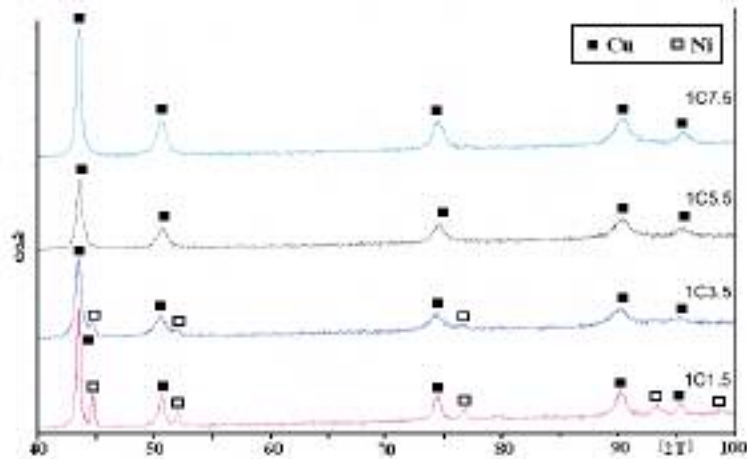
شکل ۵- الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به پودرهای آلیاژی تولید شده با نسبتهای گلوله به پودر مختلف. (همه پیکها مربوط به مس هستند.)

### ۳-۳- تاثیر زمان آسیاکردن بر ساختار آلیاژ تولیدی

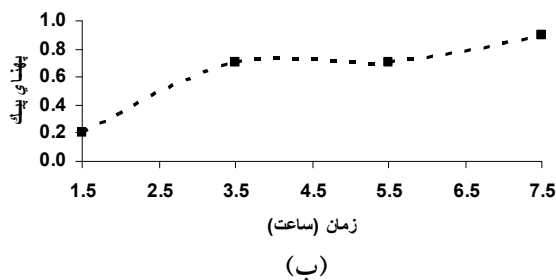
با هدف بررسی تغییرات رخ داده حین آسیاکردن در مرحله تولید آلیاژ، الگوهای پراش اشعه ایکس (XRD) مربوط به ۴ نمونه با زمان آسیاشدن ۱/۵ تا ۷/۵ ساعت (نمونه‌های 1C1.5، 1C3.5، 1C5.5 و 1C7.5) مورد بررسی قرار گرفت، شکل (۶). برای این منظور به فاصله ۲ ساعت آزمایش متوقف شد و نمونه برداری شد. برای حفظ نسبت B/P با توجه به وزن نمونه برداشته شده در هر مرحله یکی از تعداد گلوله‌ها کم شد. با توجه به شکل (۶) ملاحظه می‌شود که پیک نیکل پس از ۳/۵ ساعت آسیاکردن بسیار ضعیف شده و پس از ۵/۵ ساعت به طور کامل حذف شده است که نشان دهنده تکمیل آلیاژسازی است. نقره ای بودن رنگ آلیاژ نیز این موضوع را تایید می‌کند. در شکل (۷-الف) تغییرات محل پیک (۲۲۰) مس در حین تولید آلیاژ نیکل سیلور نشان داده شده است. با توجه به قطر اتمی اجزای آلیاژ و نمودار مذکور می‌توان گفت حلالیت روی در مراحل اولیه تولید آلیاژ اتفاق می‌افتد که منجر به انتقال پیکهای مس به زوایای کمتر می‌شود و پس از این مرحله حلالیت موثر نیکل اتفاق می‌افتد. در شکل (۷-ب) تغییرات پهنای پیک (۲۲۰) مس در زمانهای مختلف آسیاکردن نشان داده شده است. افزایش پیوسته پهنای پیکها نشانگر کاهش پیوسته اندازه دانه در حین آسیاکردن تا تولید آلیاژ نیکل سیلور است.

۵۰ درصدی B/P در هر مرحله نسبت به مرحله قبل، زمان ۳۲ درصد و سپس ۴۱ درصد کاهش می‌یابد و این در حالی است که در نسبت گلوله به پودر ۴۵ با افزایش ۸۰ درصدی B/P نسبت به مرحله قبل، زمان تولید آلیاژ تنها ۲۰ درصد کاهش می‌یابد. به طور کلی می‌توان گفت با افزایش نسبت B/P از ۲۵ (در شرایط آزمایشهای انجام شده) تاثیر B/P بر حداقل زمان ایجاد آلیاژ بسیار ناچیز می‌شود، شکل (۴). در واقع در نسبتهای زیاد B/P به علت حجم کم پودر نسبت به گلوله‌ها انرژی جنبشی گلوله‌ها بیشتر به انرژی گرمایی ناشی از برخورد گلوله‌ها به هم و دیواره ظرف تبدیل می‌شود و لذا زمان لازم برای آلیاژسازی متناسب با افزایش B/P کاهش نمی‌یابد. بدیهی است اعداد گزارش شده برای شرایط این آزمایش (اندازه گلوله‌ها و محفظه آسیاب) صحیح است و در شرایط دیگر شرایط تاثیر B/P متفاوت خواهد بود.

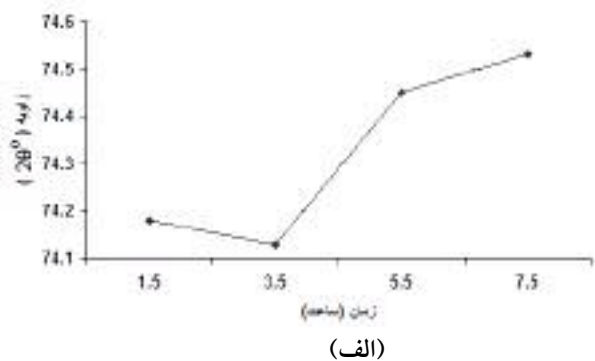
الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) سه نمونه از نمونه‌های تهیه شده در آزمایشهای مورد بحث در شکل (۵) نشان داده شده‌اند. همان‌طور که ملاحظه می‌شود در همه این نمونه‌ها، آلیاژسازی کامل شده است و تنها پیک مربوط به Cu ملاحظه می‌شود. بنابراین با افزایش نسبت B/P از ۱۰ به ۲۵ زمان لازم برای کامل شدن آلیاژسازی از ۱۴/۵ ساعت به ۵ ساعت کاهش می‌یابد.



شکل ۶ - الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به مخلوط پودری با ترکیب ۶۹:۲۲:۹ درصد وزنی مس- نیکل- روی در زمانهای مختلف آسیاکردن (محدوده زمانی تولید آلیاژ)



شکل ۷- الف) تغییرات محل پیک (۲۲۰) مس با افزایش زمان آسیاکردن.



ب) تغییرات پهنای پیک (۲۲۰) مس با افزایش زمان آسیاکردن (در محدوده زمانی تولید آلیاژ نیکل سیلور)

نمونه برداری در فاصله زمانهای معینی زمان کامل شدن آلیاژ در نمونه (H17) ۴ ساعت به دست آمد و سپس آزمایش برای این زمان تکرار شد و روی نتیجه، آزمایش XRD به عمل آمد. الگوی پراش پرتو X مربوط به این نمونه‌ها در شکل (۸) نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل ملاحظه می‌شود الگوی XRD نمونه B25 با زمان آسیاکاری ۵ ساعت بسیار شبیه نمونه H17 با زمان آسیاکاری ۴ ساعت است. تنها پهنای پیکها در نمونه H17 به مقدار بسیار نامحسوس پهن تر از نمونه B25 است که می‌تواند به علت ریزتر شدن کریستالهای آلیاژ H17 باشد. دلیل کاهش زمان آلیاژ شدن با افزایش

در جدول (۳) تغییرات اندازه دانه‌های کریستالی مس در حین آسیاکردن تا تولید آلیاژ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود کمترین اندازه دانه حدود ۱۱ نانومتر است.

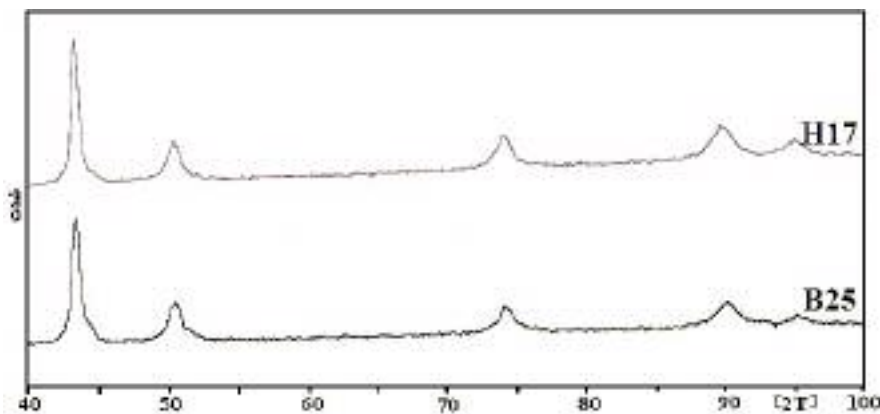
### ۳-۴- تاثیر مقدار نیکل و روی بر شرایط تولید و رنگ آلیاژهای نیکل سیلور

با هدف بررسی تاثیر تغییر ترکیب شیمیایی بر خواص پودر آلیاژی تولیدی به روش آلیاژ سازی مکانیکی یک نمونه پودری (H17) با ترکیب ۶۹: ۱۷: ۱۴ درصد وزنی مس- نیکل- روی در شرایط یکسان با نمونه B25 تولید شد. با توقف آسیا و



جدول ۳ - اندازه دانه به دست آمده در زمانهای مختلف آسیا کردن (محدوده زمانی تولید پودر آلیاژی)

کد نمونه	زمان آسیا کردن (ساعت)	اندازه دانه (نانومتر)
1C1.5	۱/۵	۴۹
1C3.5	۳/۵	۱۴
1C5.5	۵/۵	۱۴
1C7.5	۷/۵	۱۱

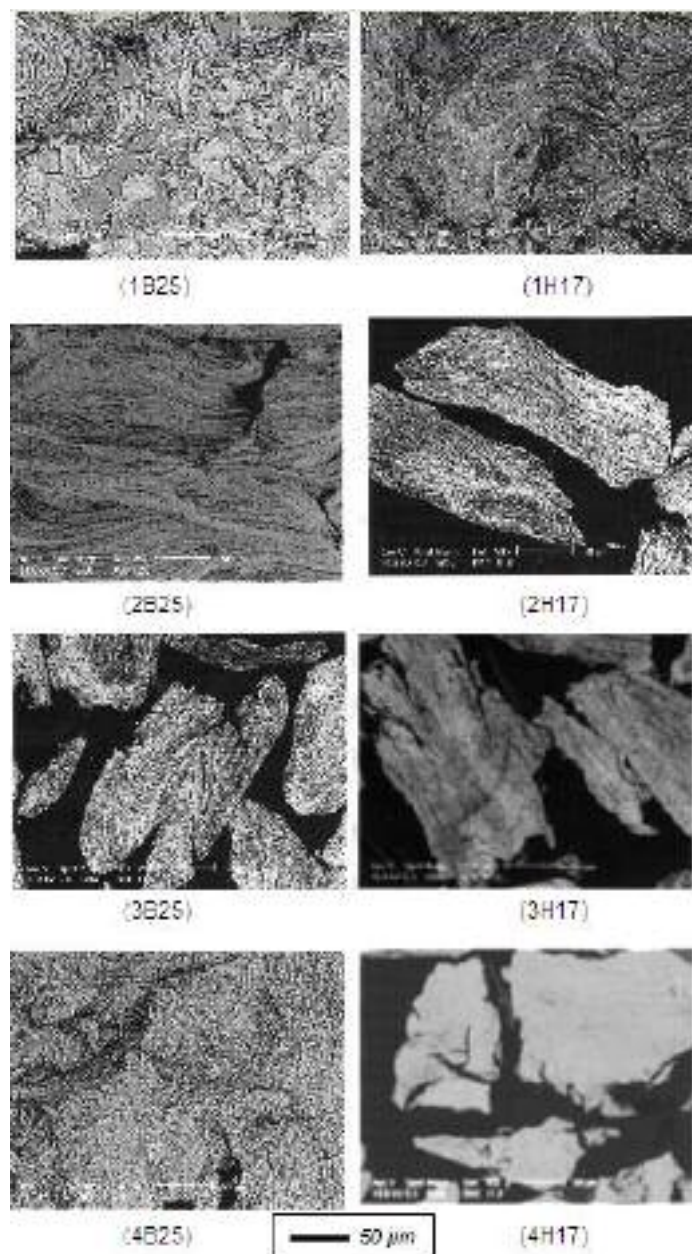


شکل ۸- الگوهای پراش مربوط به پودرهای آلیاژی با ترکیب شیمیایی مختلف. (همه پیکها مربوط به مس است)

مقدار Zn در آلیاژ می‌تواند به این علت باشد که روی در مقابل مس و نیکل از داکتیلیتی کمتری برخوردار است و فرایند آلیاژسازی مکانیکی در سیستم‌های ترد - داکتیل بسیار موثرتر انجام می‌شود. مکانیزم تشکیل آلیاژ و تاثیر روی (به عنوان یک ماده ترد در مقابل مس و نیکل) بر آن با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز مورد بررسی قرار گرفت. شکل (۹) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 1B25 و 1H17 را نشان می‌دهد که در شرایط یکسان و پس از یک ساعت آسیا کردن تهیه شده‌اند، همان‌طور که مشاهده می‌شود در 1B25 ساختار هنوز به صورت لایه‌ای در نیامده و ذرات نیکل در زمینه مسی کاملاً قابل تشخیص‌اند اما در 1H17 ساختار لایه‌ای تشکیل شده است به طوری که تشخیص لایه‌های نیکلی و مسی به سختی ممکن است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 2B25 و 2H17 (در شرایط یکسان و

پس از دو ساعت آسیا کردن) نشان می‌دهند که در 2B25 ساختار لایه‌ای شکل گرفته است اما در 2H17 لایه‌ها بسیار نازکتر از لایه‌های نمونه 2B25 هستند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 3B25 و 3H17 (پس از سه ساعت آسیا کردن) نشان می‌دهند که در 3B25 لایه‌ها به شدت ریز شده‌اند در حالی که در 3H17 بخشهایی لایه‌ها تقریباً از بین رفته‌اند و ساختاری با ترکیب شیمیایی همگن در محل حذف لایه‌ها وجود دارد که خود نشانگر قرارگرفتن عملیات در مراحل نهایی تولید آلیاژ است. در تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 4B25 و 4H17 (پس از ۴ ساعت آسیا کردن) مشاهده می‌شود که در 4B25 لایه‌ها به شدت ریز شده‌اند و بخشهایی از لایه‌ها تقریباً از بین رفته‌اند و ساختاری با ترکیب شیمیایی همگن در محل حذف لایه‌ها وجود دارد اما در 4H17 ساختار لایه‌ای کاملاً از بین رفته و پودر آلیاژی تولید شده

مقدار Zn در آلیاژ می‌تواند به این علت باشد که روی در مقابل مس و نیکل از داکتیلیتی کمتری برخوردار است و فرایند آلیاژسازی مکانیکی در سیستم‌های ترد - داکتیل بسیار موثرتر انجام می‌شود. مکانیزم تشکیل آلیاژ و تاثیر روی (به عنوان یک ماده ترد در مقابل مس و نیکل) بر آن با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز مورد بررسی قرار گرفت. شکل (۹) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 1B25 و 1H17 را نشان می‌دهد که در شرایط یکسان و پس از یک ساعت آسیا کردن تهیه شده‌اند، همان‌طور که مشاهده می‌شود در 1B25 ساختار هنوز به صورت لایه‌ای در نیامده و ذرات نیکل در زمینه مسی کاملاً قابل تشخیص‌اند اما در 1H17 ساختار لایه‌ای تشکیل شده است به طوری که تشخیص لایه‌های نیکلی و مسی به سختی ممکن است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع ذرات پودر نمونه‌های 2B25 و 2H17 (در شرایط یکسان و



شکل ۹ - تصاویر میکروسکوپی الکترونی از سطح مقطع ذرات پودر با درصد مختلف روی و نیکل در چهار مرحله آسیاکردن.

میسر است و حداقل زمان لازم برای تشکیل آلیاژ علاوه بر ترکیب آلیاژ به پارامترهای آسیا کاری بستگی دارد.  
 ۲- افزایش درصد روی در ترکیب نیکل سیلورها منجر به کاهش حداقل زمان آسیا کردن و کاهش جزیی اندازه دانه کریستالی می‌شود. افزایش روی در مخلوط اولیه به میزان ۵ درصد در شرایط این تحقیق باعث شد زمان لازم برای

است. به بیان دیگر پس از ۴ ساعت آسیاکردن در شرایط مذکور، آلیاژسازی H17 به پایان می‌رسد در حالی که B25 در ابتدای مرحله حذف لایه‌ها و تولید آلیاژ قرار دارد.

#### ۴- نتیجه گیری

۱- تولید آلیاژهای نیکل سیلور به روش آلیاژ سازی مکانیکی

تشکیل آلیاژ ۲۵ درصد کاهش یابد.

دانه کریستالی قابل دسترسی در اثر آسیاکردن پر انرژی حدود ۱۰ نانومتر است.

۳- افزایش نسبت وزنی گلوله به پودر باعث کاهش زمان تشکیل آلیاژ می‌شود و در شرایط این تحقیق نسبت وزنی گلوله به پودر بیش از ۲۵ تاثیر چندانی بر زمان لازم برای تشکیل آلیاژ ندارد.

### قدردانی

بدین وسیله از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه صنعتی اصفهان به خاطر تامین اعتبار این کار تحقیقاتی تشکر و قدردانی می‌شود.

۴- در مورد مخلوط پودری انتخابی با ۶۹ درصد وزنی مس، ۲۲ درصد وزنی نیکل و ۹ درصد وزنی روی حداقل اندازه

### مراجع

1. [microstructure.copper.org](http://microstructure.copper.org)
2. Laing, J., and Rolfe, R. T., *Non-Ferrous Casting Practice*, Chapman & Hall Ltd., London, 1940.
3. Habashi, F., *Alloys: Preparation, Properties, Application*, 1<sup>st</sup> Edition, Weinhrim, Toronto: Wiley-VCH, 1998.
4. Smith, F. W., *Structure and Properties of Engineering Alloys*, McGraw-Hill Book Company, U.S.A., 1981.
5. حجازی، ج، "ریخته‌گری فلزات غیر آهنی"، دانشگاه علم و صنعت، ۱۳۷۵.
6. حجازی، ج، "انجماد و اصول متالورژی ریخته‌گری"، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ۱۳۷۴.
7. Metals Handbooks, Vol. 15: Casting, 9<sup>th</sup> Edition, ASM Int., U.S.A., 1988.
8. Lu, L., and Lai, M. O., *Mechanical Alloying*, Kluwer Academic Publisher, Boston, 1998.
9. Fecht, H.J., Hellstem, E., Fu, Z., and Johnson, W.L., "Nanocrystalline Metals Prepared by High Energy Ball Milling," *Met. Trans. A*, Vol. 21A, pp. 2333-2337, 1990.
10. Eckert, J., Holzer, J.C., Krill, C.E., and Johnson W. L., "Structural and Thermodynamics Properties of Nanocrystalline FCC Metals Prepared by Mechanical Alloying," *J. Mater. Res.*, Vol. 7, pp. 1751 – 1761, 1992.
11. Gaffet, E., and Malhouroux, N., "Nanocrystalline MoSi<sub>2</sub> Phase Formation Induced by Mechanically Activated Annealing," *J. Alloys Comp.*, Vol. 205, pp. 27-34, 1994.
12. Murty, B. S., and Ranganathan, S., "Novel Materials Synthesis by Mechanical Alloying /Milling," *Int. Mater. Rev.*, Vol. 43, No. 3, pp. 101-141, 1998.
13. Froes, F. H., Suryanarayana, S., Russell, K., and Li, C. G., "Synthesis of Intermetallics by Mechanical Alloying," *Mater. Sci. Eng. A*, Vols. 192 – 193, pp. 612 – 623, 1995.
14. Koch, C. C., "Review: Intermetallic Matrix Composites Prepared by Mechanical Alloying," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 224, pp. 39-48, 1998.
15. Nasu, T., Tokumitsu, K., Konno, T., and Suzuki K., "Reducing of Iron – Oxide by Ball Milling with Hydrogen Gas Flow," *Mater. Sci. Forum*, Vols. 343 – 346, pp. 435 – 440, 2000.
16. Koch, C. C., "Mechanical Milling and Alloying," *Mater. Sci. Tech. A: Comprehensive Treatment*, VCH Publishers Inc., Vol. 15, pp. 193-245, 1991.
17. Dong, Y., Ma, X., Yang, Y., Liu, F., and Wang, G., "Mechanically Driven Alloying and Structural Evolution of Nanocrystalline Fe<sub>60</sub> Cu<sub>40</sub> Powder," *J. Mater. Sci. Tech.*, Vol. 13, pp. 354- 358, 1997.
18. Pabi, S. K., Jordar, J. Manna, I., and Murty, B. S. "Nanocrystalline Phase in Cu-Zn, Cu-Ni and Ni-Al Systems by Mechanical Alloying," *Nano Structured materials*, Vol. 9, pp. 149-152, 1997.
19. Pabi, S. K. Jordar J., and Murty, B. S. "Formation of Nanocrystalline Phases in the Cu-Zn System During Mechanical Alloying," *J. Mater. Sci.*, Vol. 31, pp. 3207-3210, 1996.