

تولید کامپوزیت پایه منیزیم AZ91D/SiC با حد بارگذاری بالای ذرات تقویت کننده، تهیه شده با استفاده از آسیاکاری مکانیکی براده و روش فرآوری نیمه جامد پودری

سمیه نیک مردان^۱، وحید پویافار^{۲*}

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۰۸/۳۰، ش.ص: ۳۲-۱۷، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۰۳/۲۰)

چکیده

فرآوری نیمه جامد پودری (SPP) روشی است که متالورژی پودر سنتی را با شیوه‌های شکل‌دهی نیمه جامد ترکیب کرده و می‌تواند کامپوزیت‌های زمینه فلزی را با هزینه پایین و کارایی بالا تولید کند. در این تحقیق روش SPP برای ساخت کامپوزیت پایه منیزیمی AZ91D تقویت شده با ذرات کاربید سیلیسیوم با حد بارگذاری بالا به کار برده شد. ابتدا به منظور تهیه پودر، براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D با متوسط اندازه (mm) $1 \times 2 \times 4$ توسط آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای، آسیاکاری مکانیکی شده و سپس به منظور آلیاژسازی مکانیکی، پودر به دست آمده به همراه ۵۰ درصد وزنی (۳۶ درصد حجمی) ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرونی، مجدداً آسیاکاری شدند. پودر آسیا شده و نیز پودر کامپوزیتی AZ91D/SiC توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)، دستگاه سنجش اندازه ذرات (PSA) و طیف‌سنجی پراش اشعه ایکس (XRD) مورد بررسی قرار گرفتند. دستگاه اسپارک پلاسما زینترینگ (SPS) برای زینتر پودر کامپوزیتی تهیه شده، با گرم کردن مخلوط پودر تا دماهای نیمه جامد 561°C (معادل ۳۰٪ کسر مذاب در کل نمونه) و 576°C (معادل ۴۰٪ کسر مذاب در کل نمونه) هم‌زمان با اعمال فشار به کار برده شد. ریزساختار، چگالی، سختی، استحکام فشاری و همچنین فازهای موجود در نمونه‌های زینتر شده مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج به دست آمده نشان می‌دهند، کامپوزیت‌هایی با تخلخل بسیار کم و خواص مکانیکی مناسب توسط روش SPP قابل تولید می‌باشند.

واژه‌های کلیدی: فرآوری نیمه جامد پودری، کامپوزیت پایه فلزی AZ91D/SiC، حد بارگذاری بالای ذرات تقویت کننده، آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای، اسپارک پلاسما زینترینگ.

^۱ - دانشجوی دکتری، دانشکده مهندسی مکانیک، گروه مهندسی ساخت و تولید، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران

^۲ - استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، گروه مهندسی ساخت و تولید، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران

* - نویسنده‌ی مسئول مقاله: pouyafar@tabrizu.ac.ir

پیشگفتار

با کشف پدیده افت ویسکوزیته با اعمال نیروی برشی^۱ و رفتار تیکسوتروپیک آلیاژهای نیمه جامد تحت شرایط هم‌زنی شدید، فصل جدیدی با عنوان فرآوری نیمه جامد فلزات (SSM Processing^۲) در تکنولوژی شکل‌دهی شروع شد. تکنولوژی جدید، چندین مزیت مهم را به همراه دارد: پر شدن بهتر قالب، کاهش به دام افتادن هوا و آخال‌های اکسیدی به دلیل ویسکوزیته بالاتر نسبت به فلزات کاملاً مذاب، افزایش طول عمر قالب، زمان انجماد کوتاه‌تر، کاهش زمان هر سیکل و بنابراین بهره‌وری بالاتر در نتیجه محتوای حرارتی کم‌تر و دمای فرایندی پایین‌تر و انقباضات کاسته شده و در نهایت دستیابی به قطعاتی نزدیک به ابعاد نهایی و یا حتی خود ابعاد نهایی به دلیل استفاده از مخلوط نیمه جامد فلزات [۱].

روش فرآوری نیمه جامد را می‌توان با بررسی استفاده از مواد پودری به جای مواد حجیم معمولی که امکان استفاده از متالورژی پودر را فراهم می‌کند بسط داد. شکل‌دهی جسم حجیم نیمه جامد نیازمند درهم شکستن ریزساختار دندریتی در مواد آلیاژی شارژ اولیه می‌باشد. جایگزین شدن مواد حجیم توسط پودرها امکان آمیختن پودرهای مختلف به منظور دستیابی به خواص بهبود یافته را فراهم و مراحل پس فرآورش مورد نیاز در مسیرهای متالورژی پودر را حذف می‌کند. فرآوری نیمه جامد پودری (SPP^۳) روش منحصر به فردی است که مواد کامپوزیتی را با استفاده از مخلوط‌های پودری در حالت نیمه جامد تولید می‌کند. فرآوری مواد پودری در حالت نیمه جامد پیشینه نسبتاً کوتاهی [۲، ۳] در مقایسه با فرآوری ماده حجیم کار شده معمول که از دهه ۱۹۷۰ شروع شده است [۴] دارد. روش فرآوری نیمه جامد پودری با موفقیت در فرآوری مواد آلیاژی و مواد کامپوزیتی به کار برده شده است. Wu و Kim [۵] رفتار تراکمی پودر Al6061 در حالت نیمه جامد را بررسی کردند. Javdani و همکاران [۶] از مخلوط پودرهای عناصر اولیه Al7075 و ذرات Al₂O₃، آلیاژسازی مکانیکی و فشرده‌سازی نیمه جامد آن‌ها برای

ساخت کامپوزیت Al7075/Al₂O₃ استفاده و تأثیر اندازه ذرات، کسر وزنی Al₂O₃ و فشار تراکم بر روی مورفولوژی، ریزساختار، مکانیزم فشرده‌سازی، چگالی، سختی، استحکام و مدول فشاری، و تشکیل فاز را بررسی کردند.

برای تولید پودرهای فلزی و کامپوزیتی با خواص مکانیکی (سختی) و خواص فیزیکی (چگالی ظاهری، اندازه و شکل) مناسب، روش‌های تولیدی مختلف از قبیل اتمیزاسیون گریز از مرکز [۷]، اتمیزاسیون آبی [۸]، رسوب‌دهی شیمیایی بخار (CVD^۴) [۹]، الکترولیز [۱۰] و آسیاکاری مکانیکی/ آلیاژسازی مکانیکی (MM^۵/MA^۶) [۱۱، ۱۲] استفاده شده‌اند. MM/MA جایگزین مهمی برای سایر روش‌های تولیدی در آماده‌سازی پودرهای نانوکریستال، پودرهای نانو، پودرهای کامپوزیتی و ترکیبات بین فلزی با محدوده وسیعی از ترکیب و ساختار در سال‌های اخیر ایجاد کرده است [۱۳]. تهیه پودر از براده‌های بازیافتی توسط روش آسیاکاری مکانیکی، روش تولید جدیدی است. Thein و همکاران [۱۴]، آسیاکاری مکانیکی را برای تولید پودر نانو کامپوزیت Mg-5wt% Al-xwt% AlN (x=1, 2 and 5) با استفاده از براده‌های منیزیم بازیافتی به کار بردند. Oginuma و Yuasa [۱۵] برای تهیه پودر از براده‌های آلیاژ منیزیم، پودر آلومینیوم و روی را با مقادیر مختلف به براده‌های ماشین‌کاری شده آلیاژ AZ31 اضافه و از آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای با زمان‌های مختلف آسیاکاری استفاده کردند.

اگرچه از معرفی فرایند SPP بیش‌تر از ۲۵ سال می‌گذرد؛ اما تحقیقات در رابطه با بارگذاری حجم بالایی از تقویت‌کننده‌ها بسیار محدود می‌باشد. فلزات تقویت شده با مقدار بالای تقویت‌کننده به علت خواص اصلاح شده از قبیل استحکام و مدول بالا، ضریب انبساط حرارتی پایین و رسانایی حرارتی افزایش یافته بسیار مطلوب هستند [۱۶، ۱۷].

آلیاژ منیزیم AZ91D به دلیل ترکیب خوب خواص مکانیکی و خوردگی در مقایسه با سایر آلیاژهای پایه منیزیم، کاربرد وسیعی در صنایع خودرو، حمل و نقل و هوافضا دارد.

^۴ -Chemical Vapor Deposition

^۵ - Mechanical Milling

^۶ -Mechanical Alloying

^۱ -Shear Thinning

^۲ - Semi-Solid Metal Processing

^۳ -Semi-Solid Powder Processing

فرآیندهای آسیاکاری مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی در دمای اتاق با استفاده از آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای NARYA-MPM 2*250 H که در شکل ۳ نشان داده شده است انجام شد. این آسیا دارای دو کاپ فولادی به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر می‌باشد. برای جلوگیری از اکسید شدن و آلودگی براده‌ها و پودرها، کاپ‌ها از گاز آرگون با خلوص بالا و با فشار ۱۵۰-۲۰۰ میلی‌بار پر شدند. اسید استئاریک به عنوان عامل کنترل کننده فرآیند (PCA^۳) به منظور کاهش آگلومراسیون به پودرها اضافه شد. برای جلوگیری از جوش سرد اضافی و گرمایش بیش از حد در حین فرآیندهای MM و MA، آسیا توسط یک پنکه خنک و به صورت تناوبی (هر ۱۵ دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه) متوقف شد. شرایط این فرآیندها در جدول ۲ آورده شده است. براده‌ها در مدت زمان ۱۰ ساعت با نسبت وزنی گلوله به پودر (BPR^۴) ۲۵:۱ آسیا شده و پودر به دست آمده از لحاظ مورفولوژی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM^۵) از نوع HITACHI S-4160 و اندازه ذرات توسط دستگاه سنجش اندازه ذرات (PSA^۶) از نوع SYMPATEC HELOS بررسی شد.

جهت تولید پودر کامپوزیتی AZ91D/SiC، پودر حاصل از آسیای براده‌ها در مدت زمان ۳۰-۱۰ ساعت پس از الک با مش ۱۴۰ به همراه ذرات سرامیکی کاربید سیلیسیوم ۲ میکرونی در مدت زمان ۵ ساعت با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ توسط آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای مخلوط شدند. مورفولوژی و اندازه ذرات پودر کامپوزیتی حاصل بررسی شد. آنالیز فازی پودرها قبل و بعد از آلیاژسازی مکانیکی توسط طیف‌سنج پراش اشعه‌ی ایکس (XRD) از نوع PHILIPS PW1730 با استفاده از تابش پرتو $\text{Cu K}\alpha$ (Å) (۱,۵۴)، در ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ mA انجام گرفت. الگوهای پراش اشعه‌ی ایکس در دمای اتاق و با اندازه گام 0.05° و زمان توقف در هر گام ۱ s در محدوده‌ی زاویه‌ی پراش (2θ) بین 8.0° - 20° ثبت و با یکدیگر مقایسه شدند.

در بین تقویت کننده‌های سرامیکی استفاده شده در کامپوزیت‌های پایه منیزیم نیز، ذرات کاربید سیلیسیوم به دلیل میزان پایداری و ترشوندگی بالا در زمینه منیزیم رواج بیشتری دارند [۱۸]. در این تحقیق ابتدا به منظور تهیه پودر، براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D توسط آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای، آسیاکاری مکانیکی شده و سپس به منظور آلیاژسازی مکانیکی، پودر به دست آمده به همراه ۵۰ درصد وزنی (۳۶ درصد حجمی) ذرات کاربید سیلیسیوم، مجدداً آسیاکاری شدند. پودرهای به دست آمده توسط FESEM، PSA و XRD بررسی شدند. سپس روش SPP برای ساخت کامپوزیت پایه منیزیمی تقویت شده با ذرات SiC با حد بارگذاری بالا توسط دستگاه اسپارک پلاسما زینترینگ (SPS^۱) به کار برده شد. چگالی تجربی، تخلخل ظاهری، سختی، استحکام فشاری و همچنین فازهای موجود در نمونه‌های کامپوزیتی زینتر شده در محدوده دمایی نیمه‌جامد تعیین شدند.

مواد و روش‌ها

مواد

در این تحقیق از براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D ماشین‌کاری شده توسط دستگاه فرز با متوسط اندازه (mm) $1 \times 2 \times 4$ که از کشور چین تهیه شده است، استفاده شد (شکل ۱). درصد وزنی عناصر موجود در این آلیاژ که توسط تکنیک طیف‌سنجی نشری پلاسما کوپل شده القایی (ICP-OES^۲) تعیین شد، در جدول ۱ آورده شده است. اندازه متوسط و کسر وزنی ذرات تقویت کننده پودر کاربید سیلیسیوم با ساختار بلوری از نوع آلفا که تصویر میکروسکوپ نوری آن‌ها در شکل ۲ آورده شده است به ترتیب ۲ میکرون و ۵۰٪ انتخاب گردید.

آماده‌سازی پودرها

⁴ -Ball to Powder Ratio

⁵ -Field Emission Scanning Electron Microscope

⁶ -Particle Size Analyzer

¹ -Spark Plasma Sintering

² -Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy

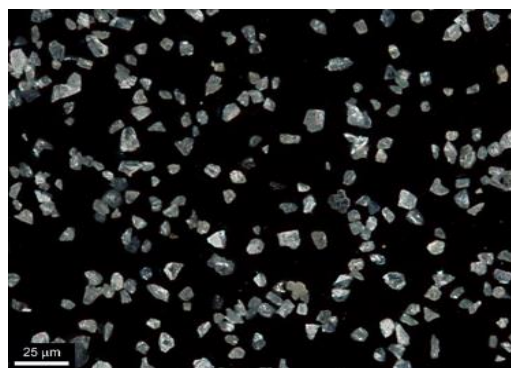
³ -Process Control Agent



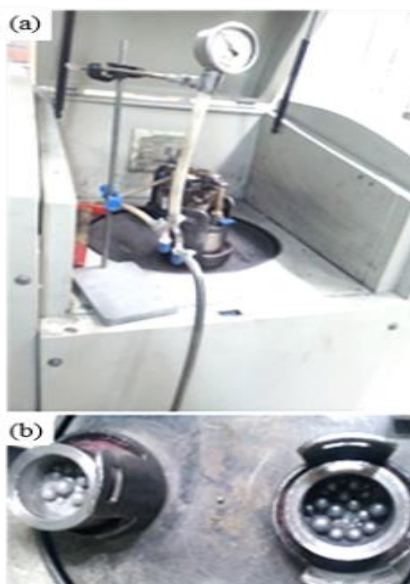
شکل ۱- براده‌های ماشین کاری شده‌ی آلیاژ منیزیم AZ91D

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ منیزیم AZ91D (درصد وزنی)

Ni	Fe	Cu	Si	Mn	Zn	Al	Mg
۰,۰۰۰۴	۰,۰۰۳	۰,۰۰۴	۰,۰۰۸	۰,۲	۰,۵	۸,۵۳	فلز پایه



شکل ۲- تصویر میکروسکوپ نوری ذرات SiC-2 μm



شکل ۳- (a) آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای و (b) کپ‌های آسیا شامل گلوله‌ها، براده و پودر

جدول ۲- شرایط فرآیندهای MA و MM

پارامتر	نوع / مقدار
جنس کاپها	فولاد ابزار
جنس گلولهها	استیل با روکش کروم سخت
قطر گلولهها	۲ cm
وزن گلولهها در هر کاپ	۳۰۰ گرم
سرعت چرخش	۲۰۰ rpm
عامل کنترل کنندهی فرآیند	اسید استتاریک
اتمسفیر آسیا	گاز آرگون با خلوص ۹۹,۹۹۹

که در آن نیازی به جابجایی ماده برای همگن سازی نیست آسیاکاری مکانیکی نامیده می شود. از طرف دیگر، آلیاژسازی مکانیکی به فرآیندی گفته می شود که در آن مخلوطی از پودرها (از فلزات یا آلیاژها/ ترکیبات مختلف) با هم آسیا می شوند. این فرآیند مستلزم جابجایی ماده برای به دست آمدن یک آلیاژ همگن می باشد [۱۸]. شکل ۴ تصویر SEM پودر به دست آمده از آسیای براده ها پس از ۱۰h با BPR ۲۵:۱ را نشان می دهد. همان گونه که مشاهده می شود، ذرات پودر حاصل ورقه ای شکل می باشند به طوری که ذرات ریزتر به ذرات بزرگتر چسبیده اند. به هنگام آسیا ذرات ورقه ای شکل به یکدیگر جوش خورده و ذرات بزرگتر را تشکیل می دهند. با ادامه فرآیند، سخت شدن ذرات در اثر کارسختی و ایجاد ضربه بر روی آنها، باعث شکسته شدن ذرات بزرگ و ایجاد ذرات ریزتر با شکل نامنظم می شوند. باید توجه شود که مراحل مشاهده شده حین آسیای براده های داکتیل توسط آسیاکاری مکانیکی، متفاوت از مراحل دیده شده در حالتی است که از ذرات پودر به عنوان ماده اولیه استفاده شود. روش تولید یکی از تفاوت های مهم بین براده و پودر است. اکثر پودرهای فلزی توسط روش انجماد سریع تولید می شوند؛ اما براده ها از فلزات تولید شده به روش ریخته گری به دست می آیند. تفاوت های قابل توجهی بین خواص پودر و براده از قبیل ریزساختار، خواص فیزیکی و مکانیکی به علت تفاوت در روش تولید وجود دارد که در فرآیند MM تأثیر می گذارند.

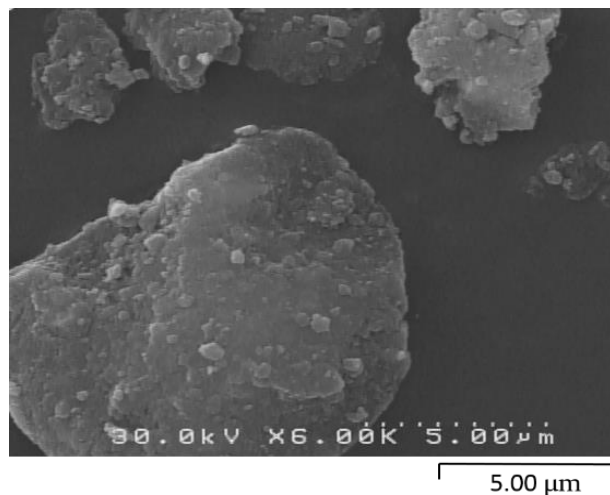
زیتر نمونه ها توسط اسپارک پلازما زینترینگ در محدوده نیمه جامد

دستگاه SPS 60-10 ساخته شده در دانشگاه صنعتی مالک اشتر به منظور زینتر نمونه ها در محدوده نیمه جامد استفاده شد. پودر کامپوزیتی به دست آمده از مرحله آلیاژسازی مکانیکی در یک قالب گرافیتی به قطر ۱۰ میلی متر ریخته و تا دماهای نیمه جامد 561°C و 576°C با نرخ گرمایش حدود $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ گرماء داده شد. زمان نگه داری ۸ min و ۶ min انتخاب شد. فشار اعمالی از ابتدای فرآیند زینترینگ که در خلا انجام شد، در حدود ۴۰ MPa و ۳۰ MPa در نظر گرفته شد. دما توسط ترموکوپل واقع در مرکز قالب اندازه گیری شد. نمونه های زینتر شده توسط SPS دارای قطر و ارتفاع تقریبی ۱۰ میلی متر هستند. ریزساختار و ترکیب فازی نمونه ها توسط FESEM و XRD بررسی شدند. چگالی تجربی نمونه ها نیز با استفاده از قانون ارشمیدس و غوطه وری در آب مقطر تعیین شدند. مقدار سختی نمونه های زینتر شده توسط تست سختی سنجی ویکرز (HV) با استفاده از دستگاه سختی سنج ESEWAY و اعمال بار ۱۰ kg به مدت ۱۰s اندازه گیری شد.

نتایج و بحث

بررسی پودرهای به دست آمده از فرآیندهای MM و MA

فرآیند آسیاکاری پودرهای با ترکیب یکنواخت، مانند پودرهای فلزات خالص، ترکیبات بین فلزی یا پیش آلیاژ شده،

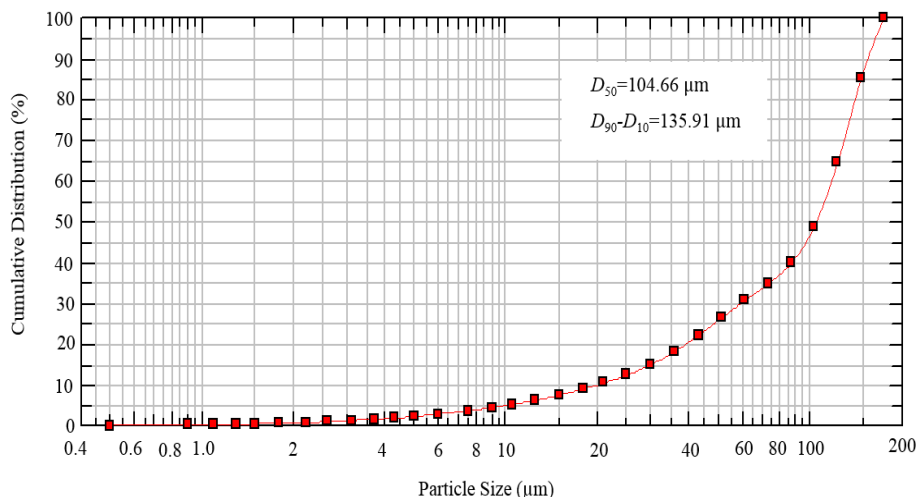


شکل ۴- تصویر FESEM پودر حاصل از آسیای مکانیکی براده‌های AZ91D پس از ۱۰ h آسیا با ۲۵:۱ BPR

منتقل می‌شود و بنابراین فرآیندهای MM و MA سریع‌تر اتفاق می‌افتد.

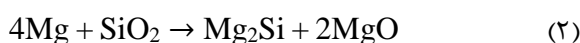
منحنی توزیع اندازه ذرات پودر به دست آمده در شکل ۵ آورده شده است. D_{50} به معنای حداقل قطر معادل ۵۰٪ ذرات و $D_{90}-D_{10}$ نشان‌دهنده گستره توزیع اندازه ذرات می‌باشد. همان‌طور که قبلاً ذکر شد، به علت چسبیدن ذرات ریزتر به ذرات بزرگ‌تر و تشکیل آگلومره، ذراتی با اندازه بزرگ نیز در پودر وجود دارد. پودرهای با توزیع اندازه محدود به دلیل قابلیت زینتر شدن بالا و کنترل ریزساختار قطعات متراکم‌شده نسبت به پودرهای تک اندازه یا با توزیع اندازه وسیع ترجیح داده می‌شوند [۲۱].

زمان آسیا یکی از مهم‌ترین پارامترهای فرآیند MM است. به عنوان یک قانون کلی می‌توان دریافت که زمان رسیدن به یک حالت پایا بین شکستگی و جوش خوردگی سرد ذرات پودر در آسیاهای انرژی بالا، کوتاه و برای یک آسیای انرژی پایین، بلندتر است [۱۹]. نتایج حاصل از آزمایش‌های انجام گرفته توسط کانکسی و وارل [۲۰] نشان می‌دهند، متوسط اندازه‌های ذرات به‌طور محسوسی برای زمان‌های مختلف آسیا متفاوت است که دلالت بر چشمگیر بودن اثر زمان آسیا دارد. در BPR بالاتر، زمان لازم کوتاه‌تر است. با افزایش درصد وزنی گلوله‌ها تعداد برخوردها در واحد زمان افزایش می‌یابد و در نتیجه انرژی بیشتری به ذرات پودر



شکل ۵- منحنی توزیع اندازه‌ی ذرات پودر حاصل از آسیای مکانیکی براده‌های AZ91D پس از ۱۰ h آسیا با ۲۵:۱ BPR

فاز $Mg_{17}Al_{12}\beta$ - و ذرات تقویت کننده SiC را نشان می دهد (شکل ۸). آسیای مکانیکی، به علت کاهش اندازه دانه کریستالی و افزایش ریز-کرنش شبکه در مرز دانه ها که افزایش در سختی را سبب می شود، باعث پهن شدن پیک ها می شود. همان طور که مشاهده می گردد، پیک جدیدی در الگوی پراش پودر آلیاژ منیزیم AZ91D طی فرآیند MM ظاهر نشده است. در الگوی پراش پودر کامپوزیتی AZ91D/SiC مقدار جزئی فاز بین فلزی Mg_2Si به علت ورود Si آزاد از ذرات تقویت کننده به پودر کامپوزیتی پس از فرآیند MA نمایان شده است. اساساً دو واکنش احتمالی برای تشکیل فاز Mg_2Si وجود دارد [۲۳].



تغییرات انرژی آزاد گیبس این واکنش ها در محدوده دمایی $25^\circ C - 650^\circ C$ منفی است [۲۴, ۲۵]. آنتالپی استاندارد تشکیل Mg_2Si ، -77.3 kJ/mol می باشد و بنابراین این واکنش ها خودبه خود انجام پذیرند. در حالت واکنش (۲)، MgO محصول دیگر واکنش می باشد که پیک مربوط به آن در الگوی پراش مشاهده نشد.

بررسی نمونه های زینتر شده

پودر کامپوزیتی $SiC-2\mu m-50wt\%$ AZ91D توسط دستگاه SPS در محدوده نیمه جامد زینتر شد. کسر مایع موجود در محدوده نیمه جامد در هر دمای T معمولاً توسط معادله شیل محاسبه می گردد که در آن فرض می شود، همگنی مایع کامل، بدون هیچ نفوذی در جامد است:

$$f_L = \left(\frac{T_M - T_L}{T_M - T} \right)^{1/(1-K_0)} \quad (3)$$

که در آن T_M دمای ذوب فلز خالص، T_L دمای ذوب آلیاژ و K_0 ضریب توزیع تعادلی می باشد [۲۶]. آنالیز گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) بر روی براده های آلیاژ AZ91D با

پودر حاصل از آسیای براده ها پس از الک با مش $140\mu m$ ، با 50% درصد وزنی پودر کاربید سیلیسیوم $2\mu m$ میکرونی در همان آسیای گلوله ای سیاره ای آلیاژسازی شد. شکل ۶ تصویر FESEM و آنالیز EDS پودر کامپوزیتی AZ91D/SiC پس از $5h$ آلیاژسازی با $1:20$ BPR را نشان می دهد. ذرات AZ91D مسطح و ورقه ای شکل و ذرات SiC دارای شکل نامنظم با زوایای تیز هستند. در مرحله ابتدایی آسیا، ذرات داکتیل دستخوش تغییر شکل شده، در حالی که ذرات ترد متحمل خردشدگی می شوند. در ادامه فرآیند، زمانی که ذرات داکتیل شروع به جوش خوردن می کنند، ذرات ترد در لحظه برخورد گلوله ها بین دو یا چند ذره داکتیل به دام می افتند. در نتیجه ذرات تقویت کننده خرد شده در مرزهای سطح مشترک ذرات فلزی جوش خورده، قرار می گیرند و باعث تشکیل یک ذره ی کامپوزیتی واقعی می شوند. هنگامی که جوش خوردگی مکانیزم غالب در فرآیند است، مورفولوژی ذرات با انباشته شدن ذرات ورقه ای تغییر می یابد. این پدیده ها، تغییر شکل، جوش خوردگی و پراکندگی ذرات جامد، باعث سخت شدن ماده و افزایش فرآیند شکست که به مورفولوژی ذرات هم محور نیز کمک می کند می شوند. در نهایت مکانیزم های جوش خوردگی و شکست به تعادل می رسند.

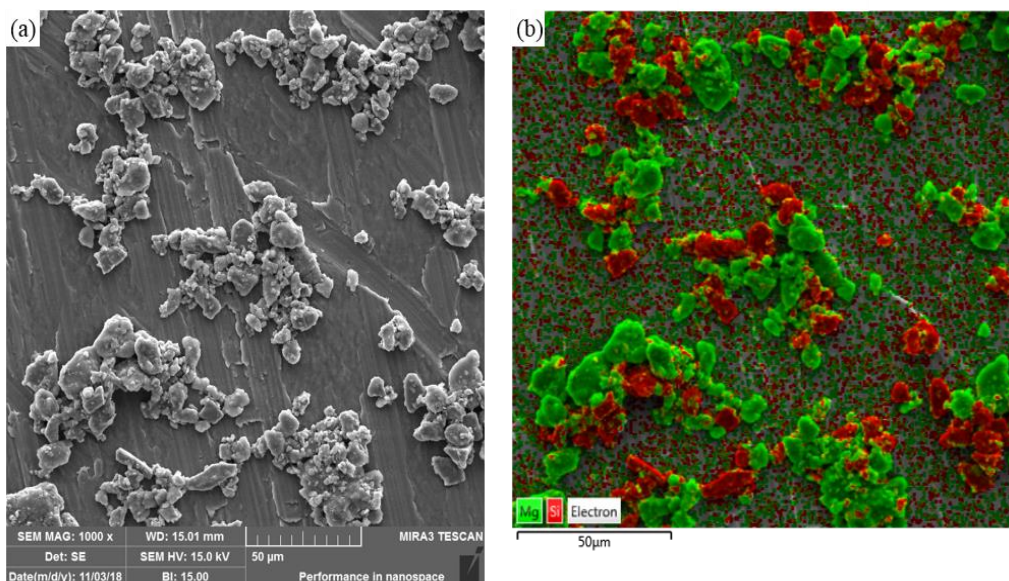
فرآیند MA با انرژی بالا اندازه تقویت کننده ها را کاهش می دهد و تمایل به حذف عیوب و لبه های تیز تقویت کننده ها و ایجاد مورفولوژی گردتر آن ها دارد که باعث بهبود خواص کامپوزیت می شود [۲۲]. همان گونه که در شکل ۶- (b) مشاهده می شود با استفاده از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی می توان توزیع نسبتاً یکنواخت ذرات SiC در زمینه آلیاژ منیزیم AZ91D را پس از 5 ساعت آسیا به دست آورد. منحنی توزیع اندازه ذرات پودر کامپوزیتی AZ91D/SiC در شکل ۷ آورده شده است. با توجه به منحنی به دست آمده می توان دریافت ذرات ریز با توزیع اندازه محدود توسط فرآیند MA قابل دستیابی است.

الگوی پراش اشعه ی ایکس پودر آلیاژ منیزیم AZ91D و پودر کامپوزیتی $SiC-50wt\%$ AZ91D وجود فاز $Mg\alpha$ ،

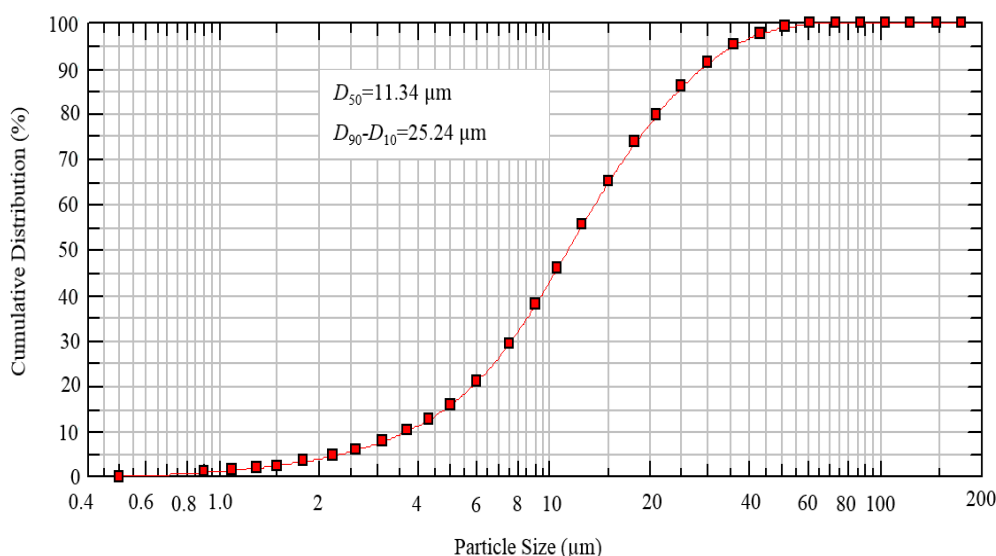
1- Differential Scanning Calorimetry

تولید کامپوزیت پایه منیزیم AZ91D/SiC با حد بارگذاری بالای ذرات تقویت کننده، تهیه شده با استفاده از...
 نرخ سردسازی $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و تحت اتمسفر گاز نیتروژن انجام شد (شکل ۹) و مقادیر $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ برای T_M ، $595\text{ }^{\circ}\text{C}$ برای T_L و 0.36 برای K_0 در نظر گرفته شد. دو دمای زینترینگ در محدوده نیمه جامد انتخاب شد: $561\text{ }^{\circ}\text{C}$ (معادل 40% کسر مذاب در کل نمونه) و $576\text{ }^{\circ}\text{C}$ (معادل 40% کسر مذاب در کل نمونه). مقادیر زمان نگهداری و فشار اعمالی برای نمونه زینتر شده در دمای پایین به ترتیب 8 min و 40 MPa و برای نمونه زینتر شده در دمای بالا به ترتیب 6 min و 30 MPa انتخاب شدند. برای متراکم سازی مخلوط پودری با دمای کم تر و کسر حجمی SiC بالاتر فشار بالاتری مورد نیاز است. روش SPP می تواند کامپوزیت های دارای چگالی 100% را با استفاده از مخلوط های پودری در حالت نیمه جامد و با فشارهای نسبتاً پایین تولید نماید.

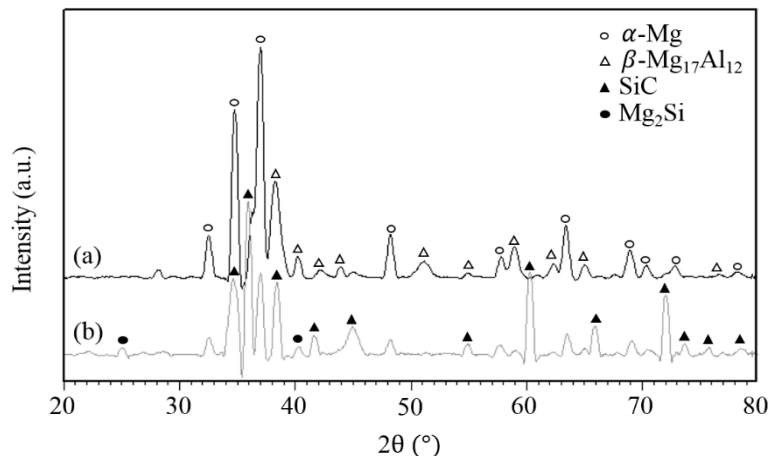
تولید کامپوزیت پایه منیزیم AZ91D/SiC با حد بارگذاری بالای ذرات تقویت کننده، تهیه شده با استفاده از...
 نرخ سردسازی $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و تحت اتمسفر گاز نیتروژن انجام شد (شکل ۹) و مقادیر $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ برای T_M ، $595\text{ }^{\circ}\text{C}$ برای T_L و 0.36 برای K_0 در نظر گرفته شد. دو دمای زینترینگ در محدوده نیمه جامد انتخاب شد: $561\text{ }^{\circ}\text{C}$ (معادل 40% کسر مذاب در کل نمونه) و $576\text{ }^{\circ}\text{C}$ (معادل 40% کسر مذاب در کل نمونه). مقادیر زمان نگهداری و فشار اعمالی برای نمونه زینتر شده در دمای پایین به ترتیب 8 min و 40 MPa و برای نمونه زینتر شده در دمای بالا به ترتیب 6 min و 30 MPa انتخاب شدند. برای متراکم سازی مخلوط پودری با دمای کم تر و کسر حجمی SiC بالاتر فشار بالاتری مورد نیاز است. روش SPP می تواند کامپوزیت های دارای چگالی 100% را با استفاده از مخلوط های پودری در حالت نیمه جامد و با فشارهای نسبتاً پایین تولید نماید.



شکل ۶- (a) تصویر FESEM و (b) آنالیز EDS پودر کامپوزیتی AZ91D/50wt.% SiC



شکل ۷- منحنی توزیع اندازه ی ذرات پودر کامپوزیتی AZ91D/50wt.% SiC



شکل ۸- الگوی پراش اشعه‌ی ایکس (a) پودر آلیاژ منیزیم AZ91D و (b) پودر کامپوزیتی AZ91D/50wt.% SiC

وقتی کسر مایع فاز زمینه پایین است، چگالی نسبی نهایی کامپوزیت‌ها با افزایش کسر مایع، افزایش می‌یابد. افزایش مقدار مایع به‌طور قابل ملاحظه‌ای به تراکم مخلوط پودری کمک می‌کند و تقریباً چگالی کاملی را می‌توان به‌دست آورد؛ ولی وقتی کسر مایع فاز زمینه بیش‌تر از مقدار بهینه باشد، چگالی‌های کم‌تری به‌دست می‌آید؛ زیرا مقدار مایع بیش‌تری به بیرون فشرده می‌شود. وقتی کسر مایع در زمینه پایین است (<10٪) فاز مایع در داخل ذرات زمینه محبوس می‌باشد. در کسر مایع بالاتر (>10٪)، فاز مایع به‌هم‌پیوسته بوده و می‌تواند آزادانه داخل قطعه متراکم‌شده پودری جریان یابد [۲۹].

در کامپوزیت‌های زمینه فلزی (MMCs^۱) تقویت شده با ذرات سرامیکی، اثر تقویت‌کننده بر روی خواص کامپوزیت متأثر از شکل فاز تقویت‌کننده، استحکام اتصال بین فازهای زمینه و تقویت‌کننده و سطح تماس کل بین فازها می‌باشد [۳۰، ۳۱]. وقتی اندازه ذرات SiC کوچک‌ترند، سطح تماس بین فازهای سرامیک و زمینه بسیار بزرگ‌تر است به‌طوری‌که تأثیر استحکام‌بخشی بهتری را فراهم می‌کند. به‌علاوه، ذرات SiC ریز قادر به نفوذ در داخل ذرات فاز زمینه هستند که باعث ایجاد سطح تماس جدید بین فاز زمینه و ذرات SiC می‌شود. از طرفی هنگامی که مقدار ذرات SiC به بیش از حد ماکسیمم بارگذاری افزایش یابد، فاز زمینه برای پر کردن

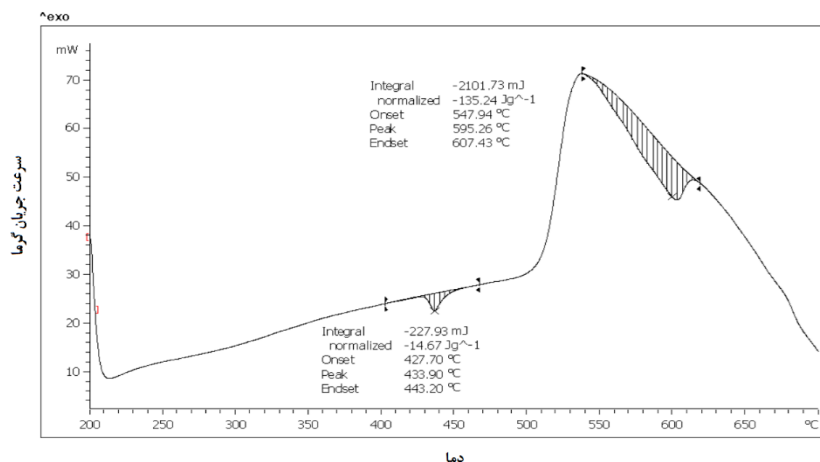
شکل ۱۰ تصاویر FESEM و آنالیز EDS کامپوزیت‌های AZ91D/SiCp را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، تخلخل بسیار کمی در ریزساختار وجود دارد. چگالی تجربی، تخلخل ظاهری و سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی در جدول ۳ آورده شده است. چگالی تجربی هر دو نمونه بیشتر از چگالی تئوری آن‌ها (۲,۳۱ g/cm^۳) است. دلیل این امر می‌تواند افزایش مقدار آهن در پودر کامپوزیتی حین فرآیند MA با توجه به جنس فولادی کاپ‌ها و سختی بالای ذرات SiC (۳۳۳۵ HV) باشد. ذرات آهن در تصاویر FESEM قابل مشاهده هستند (شکل‌های ۱۰- (a) و ۱۰- (d)). نتایج تست ICP-OES نشان می‌دهند، درصد وزنی عنصر آهن در پودر کامپوزیتی بعد از فرآیند MA به مقدار ۵,۶ رسیده است؛ در صورتی‌که این مقدار در براده‌های AZ91D و ذرات تقویت‌کننده‌ی SiC به ترتیب ۰,۰۰۳٪ و ۰,۳٪ بوده است (جداول ۱ و ۴). مشخص شده است انرژی و زمان آسیای بالاتر، منجر به نرخ سایش بالاتر کاپ و گلوله‌ها می‌شود [۲۷]. خوشبختانه پودرهای فلزی می‌توانند به آسانی بر روی سطوح گلوله‌های آسیا و دیواره‌های داخلی کاپ، پوشش نازکی را تشکیل دهند که این پوشش، باعث کاهش مقدار آلودگی از طریق ممانعت محیط آسیا از تماس با پودرهای آسیا شده می‌شود [۲۸].

^۱ -Metal Matrix Composites

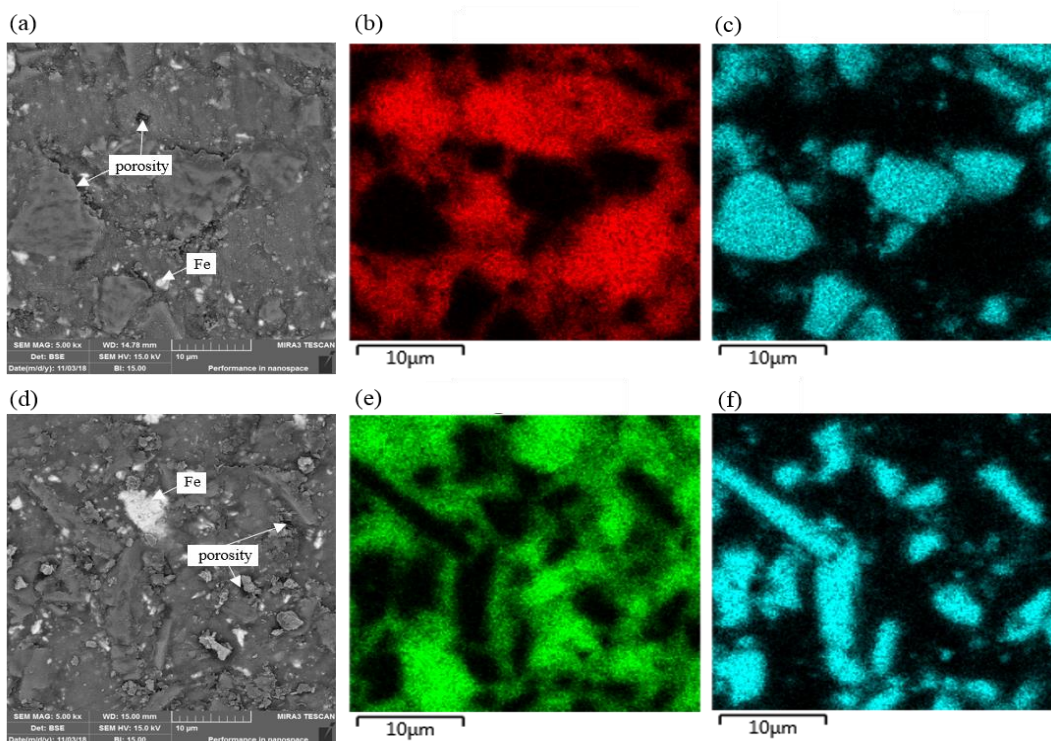
کاهش یافته است؛ اگرچه شاید عکس این نتیجه مورد انتظار بود. پدیده‌ای که احتمالاً رخ داده است رهاسازی کرنش شبکه‌ای و در نهایت افت سختی در دماهای بالاست. منحنی تنش-کرنش فشاری مهندسی در دمای محیط و الگوی پراش اشعه‌ی ایکس مربوط به نمونه‌های کامپوزیتی به ترتیب در شکل‌های ۱۱ و ۱۲ آورده شده است.

کامل شبکه متخلخل تشکیل شده توسط فاز SiC کافی نخواهد بود و بنابراین اتصال بین SiC و زمینه ضعیف‌تر می‌شود.

مقدار سختی نمونه‌ها در مقایسه با سختی آلیاژ AZ91D که در حدود ۷۱ HV می‌باشد بالاست. با افزایش دمای زینترینگ از ۵۶۱°C به ۵۷۶°C، سختی از ۱۸۲ به ۱۵۷ HV



شکل ۹- منحنی DSC انجام شده بر روی براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D



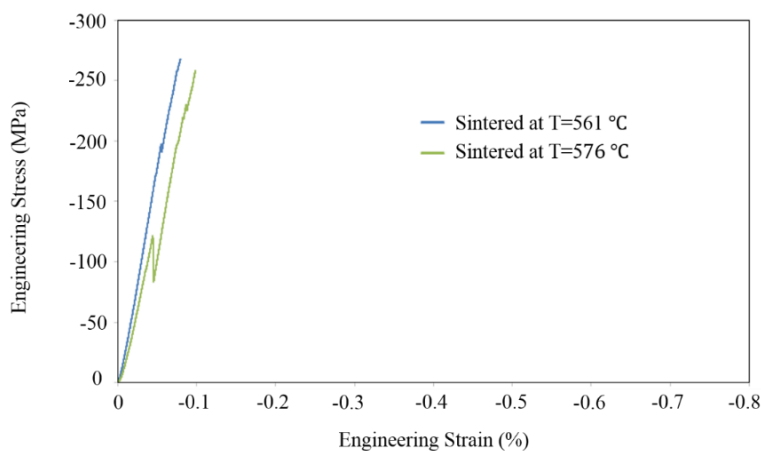
شکل ۱۰- تصاویر FESEM و آنالیز EDS کامپوزیت‌های AZ91D/SiCp. ردیف اول: زینتر شده در دمای ۵۶۱°C تصویر (a) تصویر FESEM. (b) نقشه‌ی توزیع عنصر Mg و (c) نقشه‌ی توزیع عنصر Si؛ ردیف دوم: زینتر شده در دمای ۵۷۶°C تصویر (d) تصویر FESEM. (e) نقشه‌ی توزیع عنصر Mg و (f) نقشه‌ی توزیع عنصر Si

جدول ۳- چگالی تجربی، تخلخل ظاهری و سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی

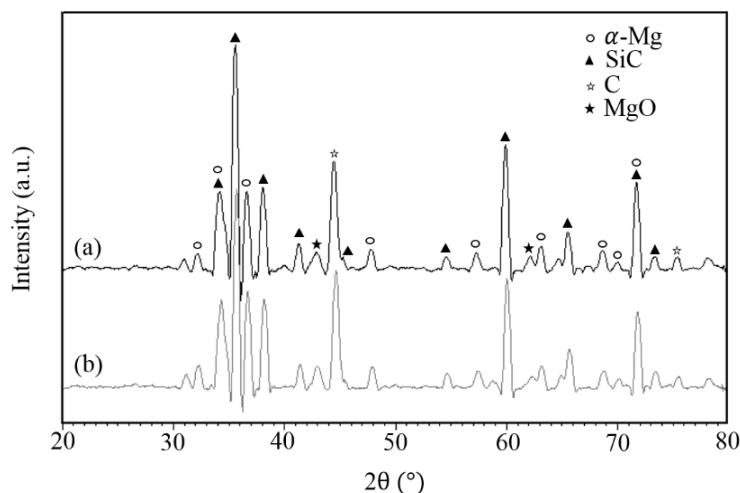
نمونه‌ی کامپوزیتی	چگالی تجربی (g/cm ³)	تخلخل ظاهری (%)	سختی ویکرز (HV ₁₀)
AZ91D-50 wt.% 2μm SiC (زینتر شده در دمای ۵۶۱ °C)	۲,۴۶	۳	۱۸۲
AZ91D-50 wt.% 2μm SiC (زینتر شده در دمای ۵۷۶ °C)	۲,۵۱	۲	۱۵۷

جدول ۴- نتایج تست ICP-OES برای تعیین درصد وزنی عنصر آهن در ذرات SiC و پودر کامپوزیتی حاصل از فرآیند MA

نوع ماده	درصد وزنی عنصر آهن
ذرات SiC	۰,۳
پودر کامپوزیتی حاصل از فرآیند MA	۵,۶



شکل ۱۱- منحنی‌های تنش- کرنش مهندسی به دست آمده تحت فشار در دمای محیط و در نرخ کرنش $2 \times 10^{-2} s^{-1}$



شکل ۱۲- الگوی پراش اشعه‌ی ایکس نمونه‌های زینتر شده در دمای ۵۶۱ °C (a) و ۵۷۶ °C (b)

متوسط اندازه‌ی (mm) $1 \times 2 \times 4$ پس از ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۵ به دست آمد.

۲- توزیع یکنواختی از ذرات تقویت کننده $2 \mu\text{m}$ - 50 wt.% SiC در زمینه‌ی آلیاژ AZ91D توسط فرآیند آلیاژسازی مکانیکی پس از ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ حاصل شد. مقدار جزئی فاز بین فلزی Mg_2Si در پودر کامپوزیتی پس از فرآیند MA توسط XRD شناسایی شد.

۳- نمونه‌های کامپوزیتی SiC 50 wt.% AZ91D توسط اسپارک پلاسما زینترینگ در دو دمای نیمه جامد 561°C (معادل ۳۰٪ کسر مذاب در کل نمونه) و 576°C (معادل ۴۰٪ کسر مذاب در کل نمونه) با تخلخل بسیار کم در ریزساختار و خواص مکانیکی مناسب تولید شدند.

۴- چگالی تجربی هر دو نمونه زینتر شده بیش تر از چگالی تئوری آنهاست. علت این امر افزایش در مقدار آهن پودر کامپوزیتی حین فرآیند MA به دلیل افزایش نرخ سایش کاپ و گلوله‌ها با افزایش انرژی و زمان آسیاست.

۵- با افزایش دمای زینترینگ از 561°C به 576°C ، سختی از ۱۸۲ به ۱۵۷ HV کاهش یافته است؛ پدیده‌ای که احتمالاً رخ داده است رهاسازی کرنش شبکه‌ای و در نهایت افت سختی در دماهای بالاست. منحنی‌های تنش-کرنش به دست آمده این ایده را تأیید می‌کنند.

۶- الگوی پراش نمونه‌های زینتر شده، غیر از پیک‌های مربوط به C و MgO، پیک جدیدی را پس از انجام فرآیند SPS در نمونه‌ها نشان ندادند.

استحکام فشاری نهایی کامپوزیت زینتر شده در دمای 561°C ، ۲۶۸ MPa و زینتر شده در دمای 576°C ، ۲۵۸ MPa به دست آمد. منحنی‌های تنش-کرنش نیز رهاسازی کرنش شبکه‌ای در نمونه زینتر شده در دمای 576°C را تأیید می‌کنند. با توجه به الگوهای پراش مشخص می‌شود پیک‌های مربوط به C و MgO، حین انجام فرآیند زینترینگ در نمونه‌ها ظاهر شده است. با توجه به این که تجزیه SiC در دماها و فشارهای بسیار بیش تر از مقادیر استفاده شده در تحقیق حاضر، اتفاق می‌افتد، فاز کربن احتمالاً از قالب گرافیتی و ورقه‌های گرافیتی که به منظور خروج راحت نمونه از قالب SPS، بین قالب و پانچ قرار داده می‌شود به مقدار تقریباً یکسان وارد سطح هر دو نمونه شده است. این پدیده در تحقیقات انجام شده‌ی قبلی تأیید شده است [۳۲].

نتیجه گیری

در این تحقیق فرآیند آسیای مکانیکی براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D، آلیاژسازی مکانیکی پودر حاصل همراه با ۵۰٪ وزنی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرونی و اسپارک پلاسما زینترینگ پودر کامپوزیتی به دست آمده در محدوده نیمه جامد مورد مطالعه قرار گرفت و نتایج زیر حاصل گردید:

۱- با استفاده از آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای، پودری با مقادیر D_{90} - D_{10} و D_{50} به ترتیب برابر ۱۰۴,۶۶ میکرومتر و ۱۳۵,۹۱ میکرومتر از براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D با

References:

- Hirt, G. and Kopp, R., eds, Thixoforming: Semi-solid metal processing, John Wiley & Sons Weinheim, 2009.
- Young, R. M. K. and Clyne, T. W., "A powder-based approach to semisolid processing of metals for fabrication of die-castings and composites", Journal of Materials Science, Vol. 21, no. 3, pp. 1057-1069, 1986.
- Young, R. M. K. and Clyne, T. W., "A Powder Mixing and Preheating Route to Slurry Production for Semisolid Diecasting", Powder metallurgy, Vol. 29, no. 3, pp. 195-199, 1986.
- Spencer, D. B., Mehrabian, R. and Flemings, M. C., "Rheological behavior of Sn-15 pct Pb in the crystallization range", Metallurgical Transactions, Vol. 3, no. 7, pp. 1925-1932, 1972.

- 5- Wu, Y. and Kim, G.-Y., "Compaction behavior of Al6061 powder in the semi-solid state", Powder Technology, Vol. 214, no. 2, pp. 252-258, 2011.
- 6- Javdani, A., et al., "Blended powder semisolid forming of Al7075/Al₂O₃ composites: Investigation of microstructure and mechanical properties", Materials & Design, Vol. 109, pp. 57-67, 2016.
- 7- Plookphol, T., Wisutmethangoon, S. and Gonsrang, S., "Influence of process parameters on SAC305 lead-free solder powder produced by centrifugal atomization," Powder Technol., Vol. 214, pp. 506-512, 2011.
- 8- Liu, Y., et al., "Preparation of amorphous Fe-based magnetic powder by water atomization", Powder Technol., Vol. 213, pp. 36-40, 2011.
- 9- Kim, K.H., et al., "Synthesis of nickel powders from various aqueous media through chemical reduction method", Mater. Chem. Phys., Vol. 86, pp. 420-424, 2004.
- 10- Orhan, G. and Hapçı, G., "Effect of electrolysis parameters on the morphologies of copper powder obtained in a rotating cylinder electrode cell", Powder Technol., Vol. 201, pp. 57-63, 2010.
- 11- Varol, T. and Canakci, A., "Effect of weight percentage and particle size of B₄C reinforcement on physical and mechanical properties of powder metallurgy Al2024- B₄C composites", Met Mater Int., Vol. 19, pp. 1227-34, 2013.
- 12- Canakci, A., Varol, T. and Ozsahin, S., "Analysis of the effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measurement and modeling", Measurement, Vol. 46, pp. 1818-27, 2013.
- ۱۳- بهادری یکتا، ا.، تقوایی، ا. ح.، شرفی، ش.، "اثر افزودن عامل کنترل کننده بر ریزساختار و خواص مغناطیسی آلیاژ جدید آمورف/نانوبلور پایه آهن تولیدشده به روش آلیاژسازی مکانیکی،" فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین، جلد ۹، شماره ۳۴، ص. ۶۰-۴۵، ۱۳۹۷.
- 14- Thein, M. A., Lu, L. and Lai, M. O., "Effect of milling and reinforcement on mechanical properties of nanostructured magnesium composite", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, no. 9, pp. 4439-4443, 2009.
- 15- Oginuma, H. and Yuasa, E., "Crystal Structure Formed in Mechanical Alloying Process of Mg-Al-Zn Powder Mixture Using Magnesium Alloy Machined Chips", JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering, Vol. 48, no. 4, pp. 381-386, 2005.
- 16- Kunze, J. M. and Bampton, C. C., "Challenges to developing and producing MMCs for space applications", JOM, Vol. 53, no. 4, pp. 22-25, 2001.
- 17- Miserez, A., et al., "Particle reinforced metals of high ceramic content", Materials Science and Engineering: A, Vol. 387, pp. 822-831, 2004.
- 18- Viswanath, A., et al., "Investigation on mechanical properties and creep behavior of stir cast AZ91-SiCp composites", Journal of Magnesium and Alloys, Vol. 3,

- no. 1, pp. 16-22, 2015.
- 19- Canakci, A., et al., "Determining the effect of process parameters on particle size in mechanical milling using the Taguchi method: measurement and analysis", *Measurement*, Vol. 46, no. 9, pp. 3532-3540, 2013.
- 20- Canakci, A. and Varol, T., "A novel method for the production of metal powders without conventional atomization process", *Journal of Cleaner Production*, Vol. 99, pp. 312-319, 2015.
- 21- Ma, J. and Lim, L. C., "Effect of particle size distribution on sintering of agglomerate-free submicron alumina powder compacts", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 22, no. 13, pp. 2197-2208, 2002.
- 22- Fogagnolo, J. B., et al., "Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 342, no. 1-2, pp. 131-143, 2003.
- 23- Inem, B. and Pollard, G., "Interface structure and fractography of a magnesium-alloy, metal-matrix composite reinforced with SiC particles", *Journal of Materials Science*, Vol. 28, no. 16, pp. 4427-4434, 1993.
- 24- Miglietta, D., "Magnesium Silicide: a novel, Silicon-based material for printable thermoelectric devices", Master Thesis, Polytechnic University of Turin, Italy, 2018.
- 25- Nadiradze, A., et al., "Thermodynamic Probability of Realization of the Process of Silicon Dioxide Reduction by Magnesium at High Temperatures", *Bulletin of the Georgian National Academy of Sciences*, Vol. 3, no. 2, 2009.
- 26- Hong, T. W., et al., "Microstructural evolution and semisolid forming of SiC particulate reinforced AZ91HP magnesium composites", *Materials science and technology*, Vol. 16, no. 7-8, pp. 887-892, 2000.
- 27- Keneshloo, M., Paidar, M. and Taheri, M., "Role of SiC ceramic particles on the physical and mechanical properties of Al-4% Cu metal matrix composite fabricated via mechanical alloying", *Journal of Composite Materials*, Vol. 51, no. 9, pp. 1285-1298, 2017.
- 28- Luo, X. T., Li, C. J. and Yang, G. J., "Correlations between milling conditions and iron contamination, microstructure and hardness of mechanically alloyed cubic BN particle reinforced NiCrAl matrix composite powders", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 548, pp. 180-187, 2013.
- 29- Wu, Y., et al., "Experimental Study on Viscosity and Phase Segregation of Al-Si Powders in Microsemisolid Powder Forming", *Journal of Manufacturing Science and Engineering, Transactions of the ASME*, Vol. 132, no. 1, pp. 011003:1-011003:7, 2010.
- 30- Qin, S., et al., "The effect of particle shape on ductility of SiCp reinforced 6061 Al matrix composites", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 272, pp. 363-370, 1999.
- 31- Chawla, N., et al., "Effect of SiC volume fraction and particle size on the fatigue resistance of a 2080 Al/SiCp composite", *Metallurgical and Materials Transactions*

A, Vol. 29, no. 11, pp. 2843-2854, 1998.

32- Mackie, A. J., et al., "Carbon uptake and distribution in spark plasma sintering

(SPS) processed $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Cu}, \text{Zr})_z$ "
Materials Letters, Vol. 171, pp. 14-17,
2016.

