

## استفاده از متالورژی پودر در ساخت کامپوزیت‌های AA6061/SiCp به روش شکلدهی مخلوط جامد- مایع\*

سید محمد حسین میرباقری<sup>(۱)</sup>

**چکیده** هدف از پژوهش حاضر امکان‌سنجی ساخت صنعتی کامپوزیت‌های AA6061/SiCp بر مبنای متالورژی پودر توسط فرایند مخلوط جامد- مایع می‌باشد. به علت ویژگی‌های منحصر به فرد آلیاژ آلومینیم AA6061، کامپوزیت یاد شده کاربردهای گسترده‌ای در صنایع هوا- فضا و خودرو پیدا نموده است. در این پژوهش مخلوطی از ۳۳٪ پودر SiCp و پودر آلیاژ AA6061 برای ساختن کامپوزیت فوق تهیه شد. سپس دستگاه اکستروژدی که به سیستم ثبت اطلاعات برای رسم منحنی فشار- زمان مجهز بود، رفتار کامپوزیت مذکور را در فاصله بین خطوط لیکوئیدوس و سالیدوس ثبت نمود. در انتها با غوطه‌ور نمودن نمونه‌ها در آب، بعد از خنک شدن، با برش مقطع نمونه‌ها به کمک آزمایش‌های XRD, SEM, اثر دمای مخلوط نگهداری در محدوده مخلوط مایع- جامد، درصد فاز مایع و زمان نگهداری در کوره بر توزیع ذرات SiCp و اتصال آن با زمینه آلیاژی و همین‌طور ریزساختار کامپوزیت مورد بررسی و تحلیل قرار گرفت. نتایج نشان می‌دهد در تولید کامپوزیت‌های یاد شده، عوامل ترمودینامیکی و سینتیکی که در تشکیل فاز مضر Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> دخالت دارند، عامل اصلی کاهش خواص این کامپوزیت بوده و اصلی‌ترین این عوامل دمای بالا و زمان نگهداری طولانی فرایند تولید کامپوزیت می‌باشد. براین اساس در پژوهش حاضر، مرحله HIP در فرایندهای رایج متالورژی پودر، که بسیار هم انرژی بر است حذف شده و با جایگزین نمودن روش شکلدهی مخلوط جامد- مایع، البته در دمای پایین و نزدیک به خط سالیدوس، با کاهش دو عامل زمان و دمای فرایند، می‌توان به کامپوزیت‌هایی با ساختار مطلوب و با انرژی مصرفی بسیار کمتر از روش‌های معمولی متالورژی پودر، دست یافت.

**واژه‌های کلیدی** کامپوزیت، پودر SiC، نیمه جامد، اکستروژن، ریخته‌گری، آلومینیم، ریزساختار

### Fabrication of the AA6061/SiCp composites by the semi-solid formation method based on the powder metallurgy process

S.M.H. Mirbagheri

**Abstract** In this paper an experiment procedure was conducted to analyze the microstructure of SiC-particle reinforced Al-MMCs via forming temperatures. In this procedure, first the 6061-alloy powder is mixed by 33% SiC-particle reinforced in order to preparation of AA6061/SiC<sub>p</sub> composite. The obtained alloy powder is compressed into a cold die cylindrical mould at a pressure of 10.3MPa. The cylindrical samples were heated into an electrical furnace until the liquidus- solidus temperatures range of alloy. Just before the samples were transferred to extrusion press, the split die, which was preheated, was placed in the container of the extrusion press. The samples were then transferred from the furnace and placed on top of the split die and a pressure pad placed on top. A computer data logger then measured parameters such as load and extrusion time whilst the die was being filled. Finally, the samples quenched into cold water and were prepared for metallography test. Then was investigated the effect of forming temperature on the interface of reinforcement particles/Matrix and microstructure of semi-solid forming (SSF) samples. Results showed complete die filling was achieved only when the initial sample temperature was within the semi-solid temperature range. At temperatures close to the liquidus temperature of the alloy, reinforcement clustering and segregated regions of matrix occurred. The microstructures and coherency at interface between reinforcement and matrix of the SSF samples appeared to be dependant on the formation of aluminum carbide and the precipitation of silicon factors. Tests of the XRD, FEGSEM and light microscopy were used to verify the effects of these factors. Therefore based on the obtained results it is possible substitute the SSF instead of the HIP stage in the powder metallurgy process, without any aluminum carbide at the interface

**Key words** Composite, Powder SiC, Semi-Solid, Extrusion, Casting, Microstructure

\* نسخه اولیه مقاله در تاریخ ۸۵/۲/۲۴ و نسخه نهایی آن در تاریخ ۸۵/۷/۷ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) استادیار، دانشکده معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

## مقدمه

نیز تا حدود زیادی بهبود بخشید [2]. از این رو، تحقیقات زیادی در این زمینه انجام گرفته است. شاید بتوان حاصل این تحقیقات را در تنوع روش‌های اضافه نمودن فاز تقویت کننده به زمینه کامپوزیت‌های MMC بر اساس جدول (۱) خلاصه نمود [1,3].

از آنجا که در مقاله پیشرو هدف اصلی تحقیق، ارائه فرایندی بهبود یافته برای تولید کامپوزیت‌های AA6061/SiC<sub>p</sub> است به طوری که به کمک آن بتوان انرژی مصرفی فرایند را نسبت به سایر روش‌های رایج همانند متالورژی پودر شدیداً کاهش داد، لذا به نظر می‌رسد بیشتر فواید مطالعاتی پژوهش حاضر بایستی بر مکانیزم‌ها و خواص ترمودینامیکی - سینتیکی که در خلال فرایند تولید رخ می‌دهد، متمرکز شود. بنابراین مطالعه خواص مکانیکی قطعات تولید شده توسط این فرایند در مقاله‌ای مجزا ارائه خواهد شد.

شاید بتوان گفت نخستین نمونه‌های کامپوزیت‌های پایه فلزی ۷۰۰۰ سال قبل از میلاد توسط اقوام ترک Cayonu ساخته شد. در آن زمان قطعات مسی حاوی ناخالصی فراوان، آنقدر توسط آهنگری و ورقکاری تغییر شکل داده می‌شدند، تا ناخالصی‌ها خرد شده و به صورت پودر در زمینه مسی پراکنده شوند. در این صورت استحکام ورق‌های مسی شدیداً افزایش می‌یافت [1]. در واقع فرایند فوق یک روش تولید کامپوزیت پایه فلزی (Metal Matrix Composite) می‌باشد. امروزه کامپوزیت‌های پایه فلزی خصوصاً پایه آلومینیم به علت خواص مکانیکی بالای آنها یا نسبت استحکام به وزن بالای آنها، استفاده بسیار گسترده‌ای در صنایع هوا - فضا پیدا نموده اند. نتایج محققان نشان می‌دهد شکل هندسی، اندازه و پراکندگی فاز تقویت کننده در عین افزایش استحکام می‌تواند چقرمگی را

جدول ۱ انواع روش‌های تولید MMC بر مبنای شکل ظاهری فاز تقویت کننده [1]

| فرایند تولید MMC<br>(افزودن فاز تقویت کننده به زمینه) | شکل ظاهر فاز تقویت کننده      |                                |                        |                    |                     |
|---|-------------------------------|--------------------------------|------------------------|--------------------|---------------------|
|   | پیوسته                        |                                | ناپیوسته               |                    |                     |
|   | الیاف تک رشته‌ای <sup>۱</sup> | الیاف چند رشته‌ای <sup>۲</sup> | بافت مویی <sup>۳</sup> | ویسکر <sup>۴</sup> | ذره ای <sup>۵</sup> |
| پیش کوبشی تراوشی <sup>۶</sup>                         | ⊗                             | ●                              | ●                      | ●                  | ⊗                   |
| پوشش پاششی یا لایه گذاری <sup>۷</sup>                 | ●                             | ●                              | ×                      | ×                  | ●                   |
| همزدن در مذاب و ریخته گری <sup>۸</sup>                | ×                             | ×                              | ⊗                      | ⊗                  | ●                   |
| مخلوط نمودن پودر و اکستروژن <sup>۹</sup>              | ×                             | ×                              | ●                      | ●                  | ●                   |
| پوشش غوطه وری و پرس داغ <sup>۱۰</sup>                 | ⊗                             | ⊗                              | ×                      | ×                  | ×                   |
| لایه گذاری یک در میان و اتصال نفوذی <sup>۱۱</sup>     | ●                             | ×                              | ×                      | ×                  | ×                   |

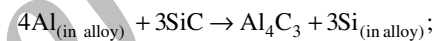
1-Mono-filament. 2-Multi-filament. 3-Staple fiber. 4-Whiskers. 5-paticulate. 6-Squeeze infiltrates. 7-Spray coat or co-deposit. 8-Stir mixing & casting. 9-Powder premix/extrude. 9-Slurry coat/hot press. 10interleaves/diffusion bond.

×: غیر عملی ⊗: غیر مرسوم ●: در حال ترویج

آلیاژ AA6061 و همزدن آن ریخته گری شده است [6]. مطالعه تحقیقات انجام شده در این موضوع نشان می‌دهد دمای بالای  $660^{\circ}\text{C}$  و زمان طولانی فرایند دو عامل اصلی در ایجاد فاز مضر  $\text{Al}_4\text{C}_3$  هستند. بنابراین کاهش دمای فرایند و زمان تماس ذرات  $\text{SiC}$  با زمینه آلیاژی می‌توانند از جمله عوامل اصلی در طراحی فرایندهای جدید (فرایندهای بهبود یافته) و از جمله فرایند پژوهش حاضر باشند.

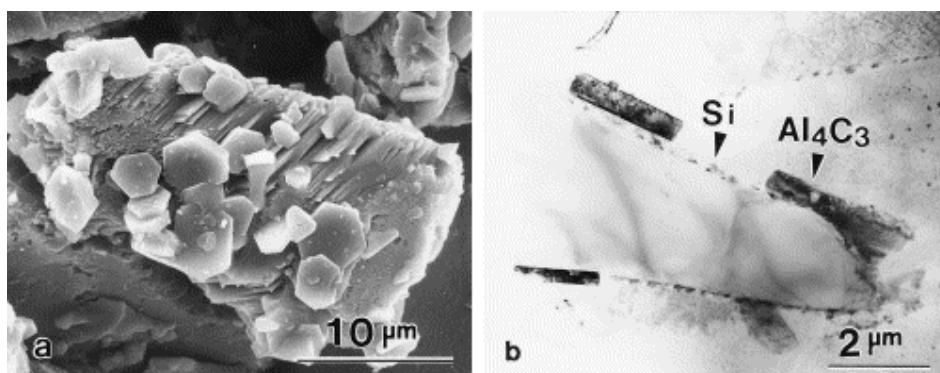
اما گروه دیگری از محققان برای افزایش چسبندگی فاز تقویت کننده به زمینه از ایجاد یک نوع واکنش در فصل مشترک و تشکیل یک فاز جدید به عنوان اتصال (چسبندگی حاصل از واکنش شیمیایی) سخن به میان آورده‌اند. مطالعه کارهای این محققان در زمینه کامپوزیت AA6061/SiC نشان می‌دهد دو تکنیک عمده وجود دارد [4,9,11]. در تکنیک اول با حرارت دادن پودر  $\text{SiC}$  و ایجاد فاز جدید  $\text{SiO}_2$  در فصل مشترک اتصال فاز تقویت کننده و زمینه افزایش می‌یابد. در تکنیک دوم با افزایش  $\text{Si}$  و یا  $\text{Mg}$  به آلیاژ زمینه می‌توان با کاهش اکتیویته آلومینیم آلیاژی، از ایجاد فاز مخرب  $\text{Al}_4\text{C}_3$  در فصل مشترک جلوگیری نمود. حضور  $\text{Mg}$  افزون بر کاهش اکتیویته آلومینیم در جلوگیری از ایجاد فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  می‌تواند با ایجاد رسوب‌های  $\text{Mg}_2\text{Si}$  سبب پیرسختی و در نتیجه افزایش استحکام کامپوزیت نیز شود. ولی علی‌رغم تحقیقات انجام شده در این زمینه، هنوز در مورد نسبت  $\text{Mg/Si}$  تفاوت آرا وجود دارد و برخی آنرا در حدود  $1/73$  پیشنهاد نموده‌اند. زیرا افزایش  $\text{Mg}$  تا مقداری که دمای خط لیکوئیدوس را کاهش دهد، می‌تواند به علت کاهش دمای فرایند به زیر  $660$  درجه سانتیگراد علاوه بر صرف جویی انرژی از تشکیل فاز مخرب  $\text{Al}_4\text{C}_3$  جلوگیری نماید. از این رو، در پژوهش حاضر از مقادیری  $\text{Mg}$  در آلیاژ زمینه استفاده شده است.

مطالعه کارهای انجام شده در این مورد نشان می‌دهد عامل اصلی در فرایندهای تولید MMC، واکنش سطحی بین ذرات تقویت کننده و زمینه فلزی می‌باشد. از این رو، در کار حاضر بررسی واکنش بین ذرات  $\text{SiCp}$  و زمینه آلیاژ AA6061 از اهمیت بسزایی برخوردار است. نتایج محققان نشان می‌دهد در صورت ایجاد اتصال قوی در فصل مشترک فاز تقویت کننده و زمینه، افزایش مدول الاستیک به همراه بهبود خواص مکانیکی و حرارتی می‌تواند باعث افزایش کیفیت کامپوزیت یاد شده و در نتیجه توسعه کاربرد صنعتی آن شود [4,5]. مشکل اصلی در ضعف اتصال فصل مشترک فاز تقویت کننده و زمینه، تشکیل فاز مضر کاربرد آلومینیم مطابق واکنش زیر در فصل مشترک مذکور است [6].



$$\Delta G = -885 \text{ KJ/mol} - 0\text{K}; (900 \text{ } ^{\circ}\text{K})$$

از آنجا که ذرات  $\text{Al}_4\text{C}_3$  به صورت ورقه‌های شش وجهی مجزا در فصل مشترک یاد شده رسوب می‌کنند و از طرفی  $\text{Si}$  حل شده در آلیاژ اطراف فصل مشترک، غلظت آنرا به ترکیب فاز یوتکتیک  $\text{Al-Si}$  می‌رساند، اثر مخربی بر چسبندگی فاز تقویت کننده به زمینه دارد. زیرا فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  سبب کاهش شدید مقاومت به خوردگی شده و فاز یوتکتیک  $\text{Al-Si}$  اطراف آن سبب افزایش غیر همگنی خواص در جهات مختلف می‌شود [7,8]. از این رو، هر عامل ترمودینامیکی و یا سینتیکی که بتواند باعث جلوگیری از واکنش فوق شود می‌تواند سبب افزایش خواص کامپوزیت مذکور شود. شکل (۱) اثر مخرب تشکیل فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  در فصل مشترک  $\text{SiC}$  را در آلیاژ Duralcan نشان می‌دهد. این کامپوزیت پس از اضافه نمودن پودر  $\text{SiC}$  به مذاب



شکل ۱ اثر مخرب تشکیل فاز  $Al_4C_3$  در فصل مشترک SiC در آلیاژ Duralcan [۶]  
 (الف) صفحات شش وجهی فاز  $Al_4C_3$  روی سطح یک ذره SiC. (ب) تشکیل فاز مضر  $Al_4C_3$  در فصل مشترک SiC / Al توسط میکروسکوپ TEM

برشی قرار می‌گیرد تا فاز جامد به صورت ذرات تقریباً کروی و غیر دندرتنی با پراکندگی یکنواخت درآید. در نتیجه ویسکوزیته آلیاژ خمیری (رفتار Thixotropic) بسته به درصد فاز جامد آن متفاوت خواهد بود. حال با تغییر شکل این آلیاژ خمیری در قالب‌های ویژه، قطعات صنعتی تولید می‌شوند. اما برای تولید کامپوزیت‌های MMC در مقیاس صنعتی بر اساس روش SSF دو تکنیک رایج وجود دارد: ۱- Thixocasting، ۲- Thixoforging [13,17]. در روش اول ابتدا ذرات تقویت کننده را به مذاب افزوده و پس از هم زدن دمای آنرا به زیر خط لیکوئیدوس رسانده تا با تشکیل ذرات جامد؛ آلیاژ خمیری شود. سپس خمیر حاصل را توسط دستگاه ریخته گری تحت فشار (Die cast) به داخل قالب تزریق می‌نمایند. دمای این فرایند نسبت به متالورژی پودر بالاتر است ولی در عوض فشار اعمالی از مرحله HIP بسیار کمتر است. اما در روش دوم، دما را به مقدار بیشتری کاهش داده که اندکی بالاتر از خط سالییدوس باشد. در این حالت چون فاز مذاب بسیار اندک است، خمیر حاصل می‌تواند با حفظ شکل ظاهری خود (بدون اینکه جاری شود) به صورت

از طرف دیگر مطالعه روند فرایندی تولید کامپوزیت‌های MMC نشان می‌دهد دو روش رایج در صنعت تولید کامپوزیت وجود دارد: یکی روش صنعتی متالورژی پودر (PM) و دیگری روش‌های مبتنی بر مخلوط جامد - مایع (SSF) Semi Solid Forming [10,12]. بررسی فرایند متالورژی پودر نشان می‌دهد که فرایند صنعتی کامپوزیت‌ها به روش مذکور، مطابق مراحل نشان داده شده در شکل (۲) می‌باشد. همان طور که واضح است در فرایند یاد شده مرحله HIP مقدار انرژی زیادی مصرف می‌نماید که قیمت محصول نهایی را به طور قابل توجهی افزایش می‌دهد؛ اگرچه خواص مکانیکی و ساختاری بسیار مطلوب محصول به دست آمده از این فرایند، مدیون همین مرحله می‌باشد

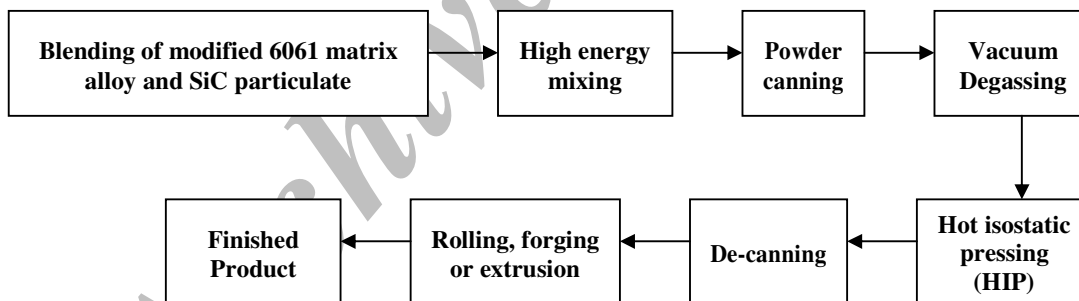
اما در روش‌هایی که مبتنی بر تغییر شکل مخلوط جامد - مایع هستند (SSF)، دمای آلیاژ در محدوده بین خطوط لیکوئیدوس و سالییدوس یا همان بُرد انجماد قرار می‌گیرد؛ به طوری که مخلوطی از مایع و جامد همزمان تشکیل شوند. با کنترل دما می‌توان درصد فازهای جامد یا مایع را تعیین نمود. سپس توسط همزن مکانیکی یا القایی مخلوط حاصل آنقدر تحت تنش

که با ایجاد اندکی فاز مایع بدون اینکه نمونه خود به خود جاری شود، بتوان آنرا با انتقال به دستگاه اکستروژن با قالب پیشگرم، به شکل مورد نظر تغییر شکل داد. بنابراین در این فرایند توانسته ایم دو عامل زمان و دمای فرایند را که هر دو انرژی بر هستند به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش دهیم؛ بدون اینکه فاز مضر  $Al_4C_3$  در فصل مشترک فاز تقویت کننده و زمینه به وجود آید.

### روش آزمایش

در پژوهش حاضر ابتدا قالب استوانه ای از جنس فولاد H13 به قطر ۶۰ mm، به منظور پرس سرد پودر کامپوزیت تراشکاری و ساخته شد. سپس ۳۳٪ پودر SiC مش ۸۰ با ۶۷٪ پودر آلیاژ AA6061 با اندازه متوسط ذرات  $3\mu m$  توسط همزن‌های برقی به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط شدند. ترکیب شیمیایی پودر آلیاژ مطابق جدول (۲) و بُرد انجماد آن بین ۵۸۲ الی ۶۵۲ درجه سانتیگراد می‌باشد.

بلوک‌های مکعبی تهیه شود. سپس بلوک خمیری به داخل دستگاه فورج منتقل و آنقدر آهنگری می‌شود تا شکل محفظه قالب فورج را پر نماید. در این روش دما نسبت به روش اول کمتر ولی فشار بالاتر است. اما نسبت به مرحله HIP فشار بسیار پایین تر خواهد بود. لذا در پژوهش حاضر به دنبال یافتن روشی هستیم که فشار آنقدر بالا نباشد و در ضمن دما هم آنقدر بالا نرود که مقدار فاز مذاب؛ بیش از حد حاصل شود و از حالت دو فازی بودن خارج شود. چراکه این دو مورد می‌توانند انرژی فرایند را به شدت کاهش دهند. از این رو در پژوهش حاضر روشی توسعه داده شده است که تقریباً نیمی از آن معادل فرایند PM و نیمی دیگر SSF است. در اصل در فرایند حاضر، ابتدا مکانیکی پودر فاز تقویت کننده SiC و پودر آلیاژ AA6061 انجام می‌گیرد. سپس مخلوط حاصل پرس سرد شده و نمونه حاصل در کوره تا حد فاصل بُرد انجماد داغ شده به طوری



شکل ۲ مراحل تولید صنعتی کامپوزیت MMC در فرایند متالورژی پودر [۱۰]

جدول ۲ ترکیب شیمیایی آلیاژ AA6061

| عنصر | Al    | Mg   | Si   | Cu   | Cr   |
|------|-------|------|------|------|------|
| %wt  | 98.14 | 0.96 | 0.65 | 0.31 | 0.04 |

آن در شکل (۳) نمایش داده شده است و در کف دارای سوراخ ۱۲ mm می‌باشد، تا ۵۱۰ درجه پیشگرم شده بود. سپس با اعمال فشار سمبه دستگاه اکستروژن (Enfco-5MN)، نمونه استوانه ای خمیری و به دما رسیده از سوراخ کف به سمت محفظه اصلی قالب (که دیسکی به قطر ۵۰ و ارتفاع ۳۰ mm بود) جاری می‌شد. سرعت بازوی اکستروژن برابر ۳ mm/sec انتخاب شد. تغییرات فشار اعمالی با زمان به طور زنده توسط نیروسنج دیجیتالی که به سیستم ثبت اطلاعات وصل بود، در کامپیوتر ذخیره و منحنی فشار - زمان رسم می‌شد. هنگامی که قالب پر شود، منحنی مذکور به طور ناگهانی بالا رفته و نشان دهنده زمان پایان اکستروژن است. در این لحظه بارگذاری قطع و نمونه بلافاصله در آب کونچ می‌شد. در مرحله نهایی نمونه در جهت طولی و عرضی بریده و برای نمونه سازی میکروسکوپ الکترونی روشی SEM (Leo-1524FEGSME) و همین طور آزمون XRD آماده سازی شدند. پس از پولیش نمونه‌ها تصاویر ساختار میکروسکوپی توسط میکروسکوپهای نوری در بزرگنمایی‌هایی که ذرات SiC قابل رؤیت باشند تهیه شد.



شکل ۳ نمای یک لنگه از قالب اکستروژن گرم و سوراخ کف آن برای برآورد نسبت تغییر شکل خمیر کامپوزیت (75/12).  
برای وضوح بالاتر و تشخیص کیفیت فصل مشترک AA6061/SiCp، از نمونه‌های میکروسکوپ

سپس ۳۰۰ گرم از مخلوط پودر کامپوزیتی فوق در قالب استوانه ای ریخته شد و توسط پرس سرد تک محوره؛ با فشاری معادل 10.5MPa به اندازه ۷۵٪ فشرده شد. شکل (۳) نمونه پودری استوانه ای به قطر ۶۰ mm را که پس از فشردن ارتفاع آن به ۵۵ mm رسیده نشان می‌دهد. همان طور که در مقدمه اشاره شد دما و زمان، دو عامل اصلی در جلوگیری از تشکیل فاز مضر  $Al_4C_3$  می‌باشند. از این رو آزمایش‌های پژوهش حاضر براساس کاهش دما و زمان نگهداری فرایند در محدوده بُرد انجمادی آلیاژ فوق طراحی شدند. برای بررسی اثر دمای فرایند، آزمایش‌ها به این صورت طراحی شدند که نمونه‌های استوانه ای پرس شده، قبل از ورود به دستگاه اکستروژن، با توجه به بُرد انجماد آلیاژ فوق به ترتیب از دمای ۵۶۵ با گام‌های ۲۵ درجه تا دمای ۶۴۰ درجه توسط کوره‌های الکتریکی مقاومتی داغ شوند. زیرا در بالای این دما امکان ذوب و فروپاشی نمونه‌های استوانه ای بسیار بالا است و در صورت افزایش دما با افزایش درصد فاز مذاب، امکان جاری شدن نمونه فراهم شده که باعث آسیب جدی در کوره خواهد شد. برای اندازه گیری دما توسط ترموکوپل، سوراخ کوچکی به قطر ۱ و عمق ۵ میلی‌متر در مرکز وجه بالایی نمونه ایجاد شد. دمای نمونه توسط ترموکوپلی که در این سوراخ محکم شده بود و سر دیگر آن به یک سیستم ثبت اطلاعات (شامل کارت PLC با قدرت ثبت ۱۲۸ داده بر ثانیه و نرم افزار مربوطه) وصل شده بود، به طور زنده در کامپیوتر ضبط می‌شد. پس از اینکه نمونه‌ها به دماهای طراحی شده رسیدند، توسط یک زمانسنج دیجیتالی مدت زمان نگهداری برابر ۵ دقیقه تنظیم و سپس نمونه سریعاً به داخل قالب دو تکه ای با قطر ۷۵ mm (برابر قطر سمبه دستگاه اکستروژن) منتقل می‌شد. قالب دو تکه که نیمی از

با حرارت تولیدی  $q = m C_p \Delta T$  نشان می‌داد که فشار اعمالی بایستی دما را حدود  $29^\circ\text{C}$  افزایش دهد که در این صورت می‌بایستی مقداری فاز مذاب تولید می‌شد. ولی در عمل به علت وجود بعضی از ملاحظات آزمایشگاهی این افزایش دما رخ نداد و همین امر باعث شد به خاطر عدم وجود فاز مذاب، پرشدن کامل قالب محقق نشود. در صورتی که برای سایر نمونه‌ها به علت افزایش دما و وجود فاز مذاب یعنی ایجاد حالت خمیری برای کامپوزیت، قالب‌ها کاملاً پر شده و سطح نمونه‌ها از کیفیت صافی مناسبی برخوردار است. مقدار فلز مذاب در هر دما، توسط ترموکوپل‌هایی که در نمونه‌ها جاگذاری شده بود، قابل محاسبه می‌باشد. این کار توسط یک نرم افزاری مخصوص که قادر بود درصد فاز جامد فاز تقویت کننده را از فاز جامد آلیاژ زمینه در هر دما کم نماید، انجام شد. زیرا فاز جامد کل هیچگاه از ۳۳ درصد که مقدار فاز تقویت کننده  $\text{SiC}$  است، کمتر نخواهد شد. نمودار شکل (۵) حاصل این کار را نشان می‌دهد. در این نمودار فقط کسر جامد آلیاژی زمینه در کامپوزیت MMC بر حسب دمای فرایند، رسم شده است. مقدار کسر جامد با افزایش دمای فرایند از  $565^\circ\text{C}$ ،  $590^\circ\text{C}$ ،  $615^\circ\text{C}$  و  $640^\circ\text{C}$  به ترتیب به مقادیر  $100$ ،  $99/89$ ،  $94/10$  و  $68/64$  درصد کاهش می‌یابد. با کمی دقت در نمودار فوق مشخص می‌شود که کسرهای جامد کمتر از ۶۰ درصد (برخلاف کسرهای جامد بالاتر) در محدود دمای بسیار کوچک  $12^\circ\text{C}$ ، یعنی بین دمای  $562^\circ\text{C}$  الی  $640^\circ\text{C}$  رخ می‌دهند (افت شدید منحنی در این محدوده دما). لذا به عنوان دمای فرایند، کنترل دمای سیستم به طوری که در این محدود قرار گیرد، کار بسیار دشواری خواهد بود و به همین خاطر فرایند یاد شده در کسرهای جامد بالاتر از ۶۰ درصد که دمای فرایند نیز پایین‌تر است، انجام گرفته است [15].

الکترونی روبشی، پس از پوشش دهی کربنی، توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی Leo-1524FEFSME تصویر برداری شدند. در انتها توسط دستگاه Phillips/X-Ray آنالیز XRD انجام و پراش‌های مربوطه از نمونه‌ها برای تحلیل نتایج فرایند تولید کامپوزیت‌های MMC حاضر تهیه شدند.

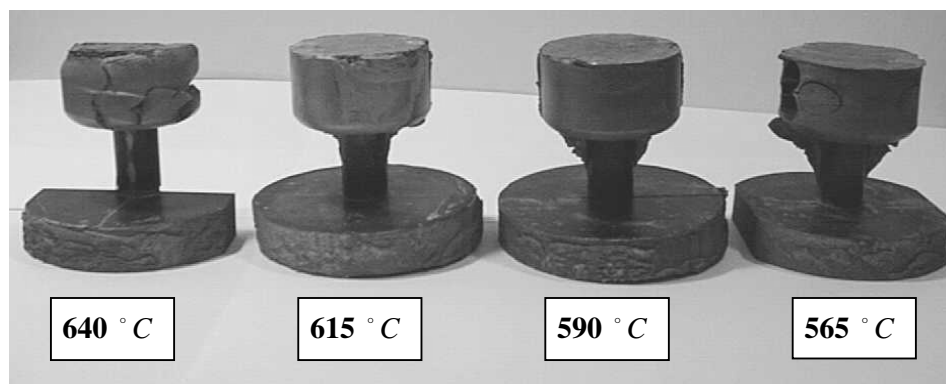
### نتایج و بحث

در این قسمت ابتدا نتایج حاصل از سیستم ثبت اطلاعات (Data Acquisition System)، جهت بررسی رفتار کامپوزیت MMC تولیدی، طی فرایند SSF در پژوهش حاضر، ارائه می‌شود. سپس تصاویر ریز ساختار نمونه‌ها برای بررسی نوع، مورفولوژی و توزیع ذرات تقویت کننده MMC مورد مطالعه و ارزیابی قرار می‌گیرد. در انتها نتایج آنالیزهای تفرق و X-Ray در تحلیل فازهای به وجود آمده در ریزساختار MMC آورده خواهد شد.

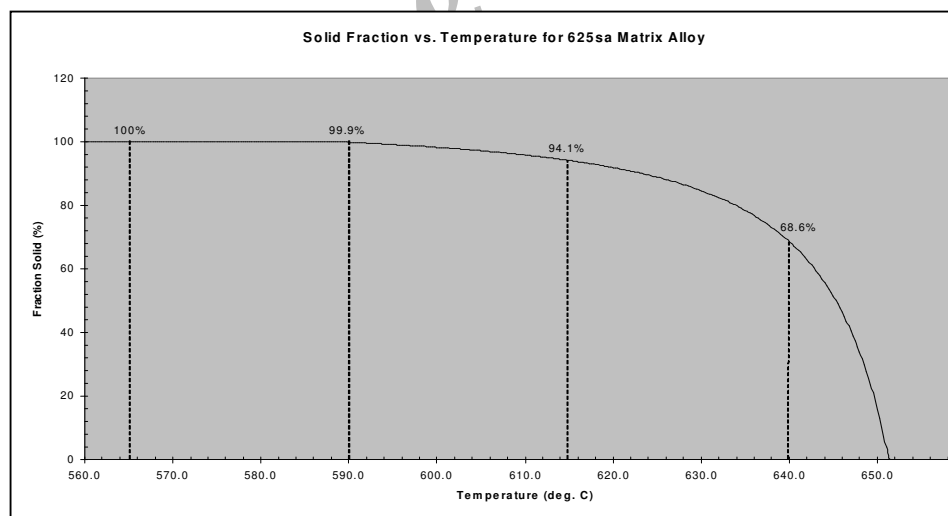
**الف) بررسی رفتار نمونه‌ها در فرایند SSF** شکل (۴) تصاویر نمونه‌های SSF را پس از خروج از قالب در دماهای طراحی شده بین خطوط لیکوئیدوس و سالییدوس که در قسمت روش آزمایش شرح داده شد، نشان می‌دهد. همان طور که ملاحظه می‌شود در مورد نمونه‌ای که در  $565^\circ\text{C}$  داغ شده بود، طی فرایند SSF نتوانسته است قالب اکستروژن را پر نماید. ولی سایر نمونه‌ها در دماهای  $590^\circ\text{C}$ ،  $615^\circ\text{C}$  و  $640^\circ\text{C}$  بخوبی محفظه قالب را پر نموده‌اند. دمای  $565^\circ\text{C}$  حدود ۱۷ درجه زیر دمای سالییدوس است. علت انتخاب این دما، براساس افزایش دما در اثر فشار اکستروژن بود. زیرا محاسبات انرژی حاصل از تغییر شکل (مساوی قرار دادن نصف مساحت سطح زیر منحنی تنش - کرنش =

نماید، مقدار نیرو برابر  $3/20$  MN به دست آمد که جزء خطای آزمایش می‌باشد. شکل (۶) نمودار تغییرات نیروهای یاد شده را با دمای فرایند نشان می‌دهد.

اثر فشار اعمالی در فرایند SSF در نمونه‌های تهیه شده در دماهای  $590^{\circ}\text{C}$ ،  $615^{\circ}\text{C}$  و  $640^{\circ}\text{C}$  به ترتیب برابر نیروهای  $2/42$ ،  $3/03$  و  $3/31$  ثبت شد. اما برای نمونه‌ای که در دمای  $565^{\circ}\text{C}$  نتوانست قالب را پر

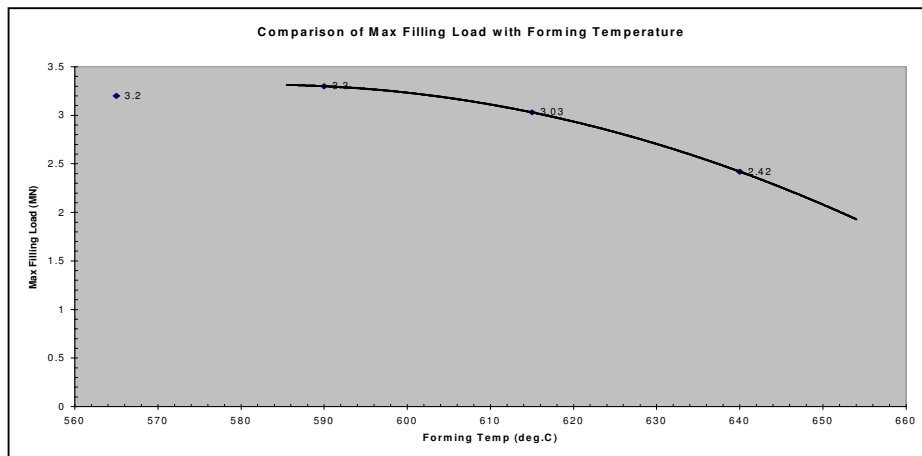


شکل ۴ تصاویر ظاهری نمونه‌های SSF در دماهای مختلف شکلهی پس از اکستروژن

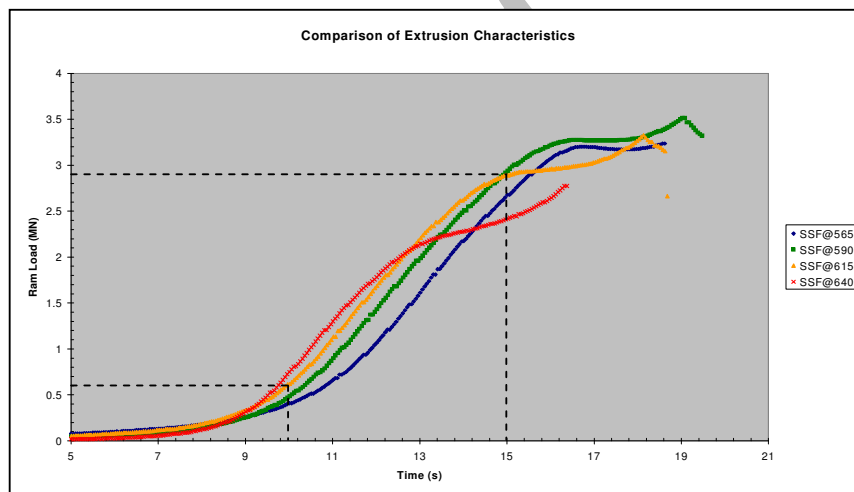


شکل ۵ نمودار کسر جامد آلیاژ زمینه بر حسب دمای فرایند SSF در کامپوزیت AA6061/SiC<sub>p</sub>





شکل ۶ نمودار نیروی تغییر شکل بر حسب دمای فرایند SSF در کامپوزیت AA6061/SiC<sub>p</sub>.



شکل ۷ نمودار نیروی تغییر شکل بر حسب زمان در فرایند SSF برای کامپوزیت AA6061/SiC<sub>p</sub>.

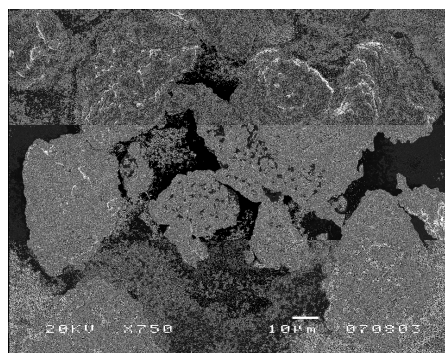
منحنی‌ها از محدوده ۰/۶ تا ۲/۹ MN به صورت تقریباً خطی و تند افزایش یافته و سپس به حد اشباع می‌رسد زیرا قالب در این موقع کاملاً پر می‌شود. در مرحله ۰ تا ۰/۶ به علت گذر ماده از سوراخ قالب به مخزن دستگاه نایستی در محاسبات لحاظ شود چون پر شدن قالب هنوز شروع نشده است. و در لحظات آخر که

شکل (۷) نتایج داده‌های به دست آمده از سیستم ثبت اطلاعات متصل به دستگاه اکسترودر را طی فرایند SSF نشان می‌دهد. در این منحنی، فشار بازوهای دستگاه اکسترودر به صورت مستقیم از طریق کارت سخت افزار PLC به کامپیوتر منتقل و بر حسب زمان رسم شده است. همان طور که مشاهده می‌شود شیب

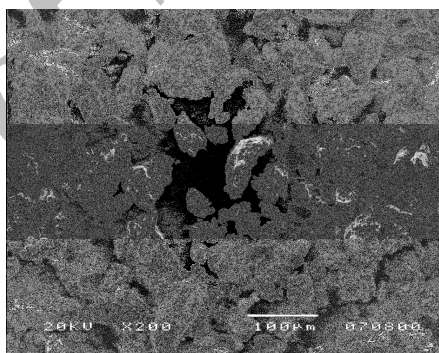
خود باعث سهولت تغییر شکل در فرایند SSF می‌شود. شکل (۸) تصاویر SEM مربوط به پودر مخلوط مکانیکی کامپوزیت یاد شده را نشان می‌دهد. تصویر (الف) میزان پراکنندگی ذرات مخلوط پودری را در بزرگنمایی  $100\ \mu\text{m}$  نشان می‌دهد. تصویر (ب) شکل ظاهری ذرات را در بزرگنمایی  $10\ \mu\text{m}$  نشان می‌دهد و تصویر (ج) تصویری از فصل مشترک زمینه آلیاژ که سطح آن توسط ذرات SiC پوشیده شده است را نشان می‌دهد. نتایج اندازه گیری ذرات نشان می‌دهد اندازه‌ها از  $10\ \mu\text{m}$  الی  $100\ \mu\text{m}$  متغیر است. این تفاوت در اندازه ذرات در تصویر (۸-الف) قابل مشاهده و تأیید است. بعضی از محققان نشان داده اند اندازه ذرات با قدرت سرمایه‌ش در عملیات SSF رابطه لگاریتمی دارد.

قالب پرشد، نوسانات شروع می‌شود لذا باز این ناحیه قابل قبول نیست و نایستی در محاسبات و مدل‌سازی وارد شود.

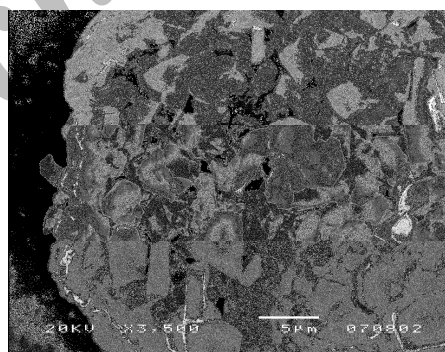
(ب) بررسی ریزساختار نمونه‌ها در فرایند SSF همان طور که قبلاً شرح داده شد، استوانه های کامپوزیتی MMC توسط متراکم نمودن مخلوط مکانیکی پودر فاز تقویت کننده SiC و ذرات آلیاژ AA6061 در پرس سرد تک محوره تهیه شدند. این عمل به علت شکسته شدن لایه های اکسیدی موجود بر سطح پودر آلیاژ باعث می‌شود تا در فرایند بعدی یعنی فرایند پیشگرم، به هنگام گرم شدن، گوشه های تیز (و عاری از پوسته اکسیدی) زودتر ذوب شده و ذرات به صورت کروی شکل درآمده و این مطلب



ب



الف



ج

شکل ۸ تصاویر SEM مربوط به پودر خام کامپوزیت AA6061/SiC<sub>p</sub> (الف توزیع ذرات (ب) شکل ذرات (ج) فصل مشترک

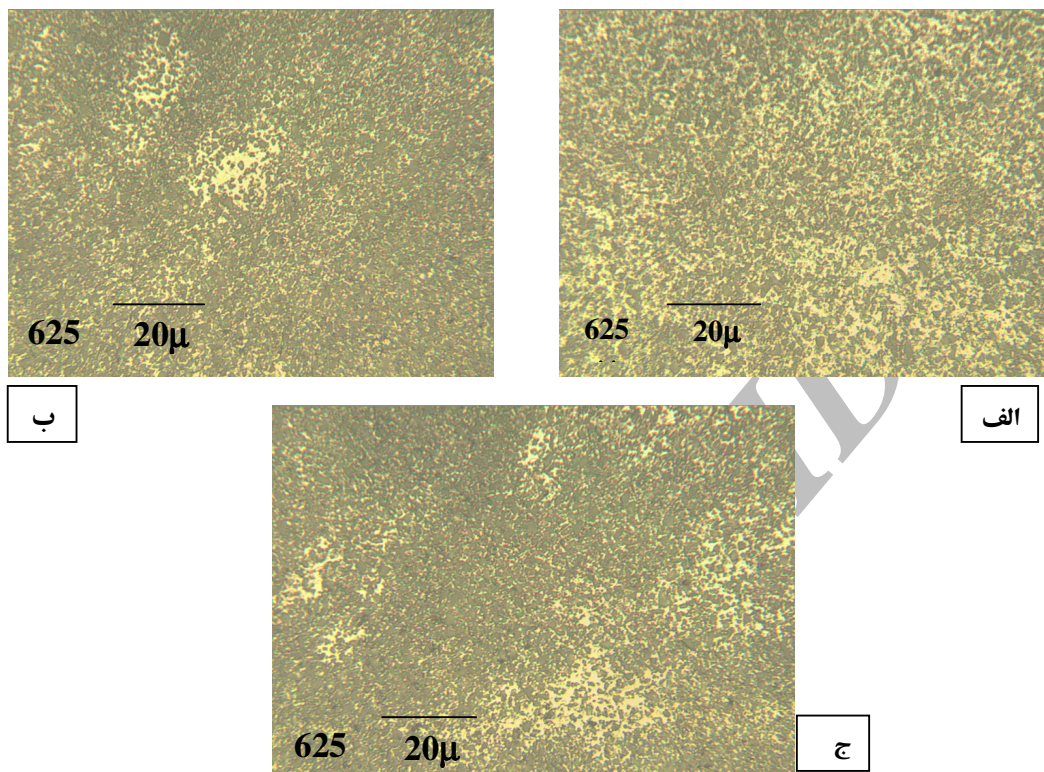
AA6061/SiC<sub>p</sub>

تنش در خوشه‌های یاد شده، می‌تواند سبب ایجاد محیطی مناسب برای اشاعه ترک شود.

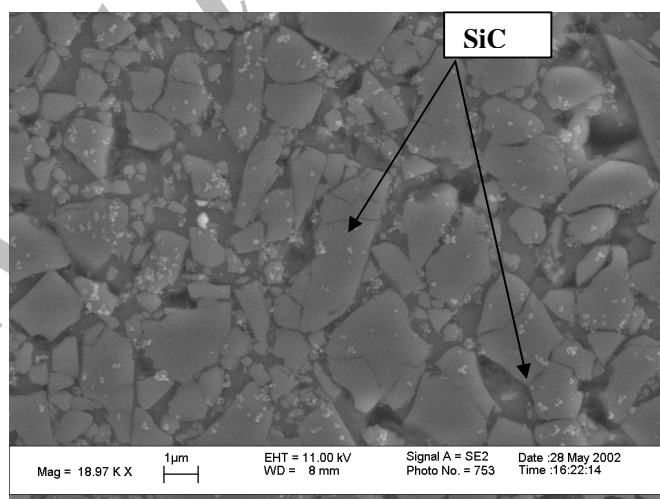
تصویر شکل (۱۰) که توسط میکروسکوپ وضوح بالای FEGSEM از نمونه تغییر شکل داده شده در دمای  $590^{\circ}\text{C}$  تهیه شده است، نشان می‌دهد که ذرات SiC دارای ترک‌های بسیار ریز و سرتاسری می‌باشند. وجود این ترک‌ها می‌تواند عامل بسیار مضر برای رشد ترک در داخل زمینه باشد. تکرار آزمایش‌ها نشان داد که ترک‌های یاد شده را می‌توان با کنترل زمان اختلاط مکانیکی، حذف نمود.

**ج) بررسی XRD نمونه‌ها در فرایند SSF.** آنالیز XRD از نمونه‌ها در هر چهار شرایط مختلف SSF برای ردیابی فاز مضر  $\text{Al}_4\text{C}_3$  و فاز  $\text{Si}$  آلیاژی اطراف آن، انجام گرفت. همان طور که در مقدمه آورده شد اگر دما و زمان فرایند زیاد نباشد، شرایط ایجاد فازهای مضر فوق در فصل مشترک  $\text{AA6061/SiC}_p$  میسر خواهد شد. شکل (۱۱) نتایج آنالیز XRD را برای هر چهار نمونه یاد شده نشان می‌دهد. در این آزمایش زاویه‌های Bragg که در آن فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  تفرق‌های (پیک‌ها) با شدت‌های ۱۰۰، ۸۶ و ۸۳ درصد از خود نشان می‌دهد، به ترتیب، برابر زاویه‌های  $31/7$ ،  $55/0$  و  $40/0$  درجه تعیین شد. متأسفانه این گروه از پیک‌ها خیلی نزدیک به پیک SiC می‌باشند، به طوری که تشخیص فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  از فاز SiC را بسیار دشوار می‌کند. ولی از آنجا که صفحات  $\text{Al}_4\text{C}_3$  در فصل مشترک، بسیار ریزتر از ذرات SiC هستند با اختلاف کمتر از ۱۰٪ می‌توان آنها را بادستگاه دیفراکتومتر Phillips تشخیص داد. از طرفی دیگر بررسی‌های تفرق سنجی نشان می‌دهد در صورت تشکیل  $\text{Al}_4\text{C}_3$  بایستی Si در اطراف فاز یاد شده جدایش نماید. لذا پیک یا پرش مربوط به Si نیز می‌تواند وجود فاز  $\text{Al}_4\text{C}_3$  را به طور غیرمستقیم بیان نماید. Si در زاویه  $28/4$  درجه صد درصد تفرق داشته و پیک از خود نشان می‌دهد.

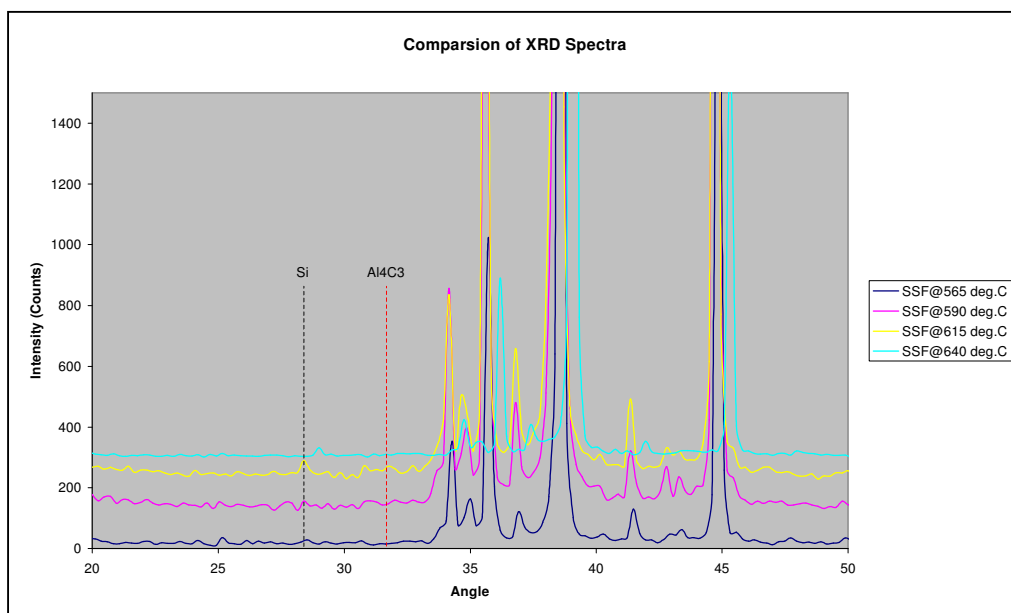
به طوری که کاهش اندازه ذرات باعث افزایش شدت انتقال حرارت می‌شود. از این رو، در مواردی اندازه ذرات مناسب برای عملیات SSF را پیش‌بینی نموده اند [16]. در پژوهش حاضر وجود تنوع ذرات با قبول فرض ذوب شدن گوشه‌های تیز آنها و در نتیجه لغزش کره‌های کوچک در فضای بین کره‌های بزرگتر، باعث سهولت تغییر شکل در طی عملیات SSF می‌شود؛ اما به شرطی که مقدار فاز مذاب بتواند تمام ذرات SiC را خیس نماید. زیرا همان طور که در تصویر (۸-ب و ج) دیده می‌شود ذرات فاز تقویت‌کننده که تمام سطح ذرات زمینه را پوشانده‌اند، تقریباً دارای اندازه یکسانی هستند و اگر فاز مذاب نتواند همه آنها را خیس کند؛ مذاب در فضای بسیار ریزی که در سطح تصویر (۸-ج) مشهود است، نفوذ نموده و باعث جلوگیری از لغزش و سیالیت خمیر کامپوزیت می‌شود. همان طور که در نمونه  $565^{\circ}\text{C}$  دیده شد کمبود فاز مذاب و در نتیجه کاهش سیالیت نتوانست قالب را پر نماید. تصاویر میکروسکوپ نوری در شکل (۹) در بزرگنمایی‌های  $\times 625$ ، برای نمونه‌های تهیه شده در دماهای  $590$ ،  $615$  و  $640^{\circ}\text{C}$ ، به نحوی گرفته شده‌اند که بتوان ذرات SiC را در زمینه مشاهده نمود. در این تصاویر مناطق روشن، زمینه آلیاژی و مناطق تاریکتر، ذرات SiC می‌باشند. تصویر (۹-الف) که از ریزساختار نمونه تغییر فرم داد شده در دمای  $590^{\circ}\text{C}$  گرفته شده است، توزیع بسیار خوبی از فاز تقویت‌کننده SiC در زمینه را نشان می‌دهد. اما ریزساختار نمونه‌های تغییر شکل داد شده در دماهای  $615$  و  $640^{\circ}\text{C}$  در تصاویر (۹-ب و ج) نشان می‌دهد که میزان خوشه‌ای شدن فاز زمینه (مناطق عاری از SiC) با بالا رفتن دمای فرایند SSF، افزایش یافته است. شاید علت آن افزایش دما در اثر فشار فرایند SSF به بالای خط لیکوئیدوس در این مناطق باشد، چرا که دو دمای اخیر بسیار نزدیک به خط لیکوئیدوس می‌باشند. جدایش ذرات SiC در این مناطق مضر می‌باشد زیرا در عمل پدیده تمرکز



شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ نوری در بزرگنمایی‌های (الف) نمونه  $590^{\circ}\text{C}$  (ب) نمونه  $615^{\circ}\text{C}$  (ج)  $640^{\circ}\text{C}$



شکل ۱۰ ریزساختار ذرات SiC ترک خورده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی وضوح بالای FEGSEM در کامپوزیت AA6061/SiC<sub>p</sub> تهیه شده در دمای  $590^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد



شکل ۱۱ آنالیز XRD کامپوزیت AA6061/SiCp در دماهای ۵۶۵، ۵۹۰، ۶۱۵ و ۶۴۰ °C تهیه شده در فرایند SSF

زاویه ۴۰/۱ درجه ۱۰۰ درصد شدت داشته و پیک از خود نشان خواهد داد. بنابراین در نمونه‌های پژوهش حاضر، هیچگونه رسوب  $Mg_2Si$  وجود ندارد. بدین ترتیب خواص مکانیکی به دست آمده ناشی از وجود پدیده پیر سختی و ایجاد فاز  $Mg_2Si$  نبوده بلکه ناشی از قدرت چسبندگی خوب فصل مشترک فاز تقویت کننده با زمینه کامپوزیت فوق می‌باشد.

### نتیجه‌گیری

۱- به منظور تهیه کامپوزیت AA6061/SiCp دمای تغییر شکل در محدوده نزدیک به خط سالییدوس مناسب تر خواهد بود، چرا که از به وجود آمدن فازهای  $Mg_2Si$  و  $Al_4C_3$  جلوگیری می‌نماید.  
 ۲- فرایند SSF پژوهش حاضر نشان داد که دماهای نمونه‌های تهیه شده در ۶۱۰، ۵۹۰ و ۶۴۰ درجه سانتیگراد می‌توانند پر شدن قالب با سطوح دارای کیفیت بالا را تضمین کنند، بر خلاف نمونه ۵۶۵ درجه

شکل (۱۱) محدوده پیک موردنظر را برای هر ۴ نمونه مورد آزمایش در کار حاضر را نشان می‌دهد. واضح است که کوچک بودن ارتفاع پیک در آزمایش XRD مربوط به مقدار بسیار کم Si می‌باشد.

در شکل (۱۱) خط سیاه مربوط به زاویه تفرق Si و خط قرمز مربوط به تفرق فاز مضر  $Al_4C_3$  می‌باشد. همان طور که ملاحظه می‌شود برای دو نمونه‌ای که در دمای پایین تر تغییر شکل داده شده‌اند پیک‌های Si و  $Al_4C_3$  در فصل مشترک فاز زمینه و تقویت کننده مشاهده نمی‌شود. در صورتی که در دو نمونه‌ای که در دماهای بالاتر تغییر شکل داده شده‌اند، در نزدیکی زاویه ۴۸/۴ درجه پیک کوچکی مشاهده می‌شود. در مورد نمونه  $660^\circ C/SSF$  پیک یاد شده به علت وجود تمرکز تنش در فصل مشترک، ناشی از عملیات تغییر شکل، کمی به سمت راست منتقل شده است. همچنین نتایج XRD نشان می‌دهد که رسوب  $Mg_2Si$  در زمینه ظاهر نشده است. زیرا این فاز در

که بر حضور فازهای  $Mg_2Si$  و  $Al_4C_3$  دلالت کند، وجود ندارد. ولی در مورد نمونه‌های تولید شده در دماهای ۶۱۵ و ۶۴۰ درجه سانتیگراد، به علت ایجاد پیک‌های کوچک در این آزمون، فازهای یاد شده به وجود آمده‌اند که باز مؤید مناسب بودن دمای پایین برای فرایند SSF در کامپوزیت حاضر می‌باشد.

۵- روش فوق که تلفیقی از متالورژی پودر و شکلدهی مخلوط جامد - مایع است، به علت حذف مرحله HIP به همراه کاهش دما و زمان فرایند می‌تواند روشی اقتصادی تر نسبت به روش‌های رایج در صنایع تولید کامپوزیت‌های MMC باشد

از این رو کنترل دمای فرایند SSF باید به گونه‌ای باشد که کسر جامد از ۶۰ درصد کمتر نشود. در اصل محدوده دمای فرایند نسبت به کسر جامد به صورت لگاریتمی تغییر می‌کند از این رو، کالیبراسیون دمای فرایند بسیار حساس و دشوار خواهد بود.

۳- بررسی ریزساختاری نشان داد که در مورد نمونه ۵۹۰ درجه سانتیگراد، توزیع ذرات فاز تقویت کننده بسیار همگن و یکنواخت است، بر خلاف نمونه‌های دیگر که با افزایش دمای فرایند، مناطق خوشه‌ای و عاری از ذرات SiC به وجود می‌آیند.

۴- بررسی نتایج XRD نشان داد که در مورد نمونه‌های تولید شده در دمای پایین، هیچگونه مدرکی

## مراجع

1. Clyne T.W., and Withers, P.J., "An Introduction to Metal Matrix Composites", Cambridge University press, (1995).
2. Suresh, S., Martensen, A. and Needleman, A. "Fundamental of Metal-Matrix Composites", Butterworth-Heinemann, (1993).
3. Shen, Y.-L., Williams, J.J., Piotrowski, G., Chawla, N. and Guo, Y.L., "Correlation Between Tensile and Indentation Behavior of Particle-Reinforced Metal Matrix Composites: An Experimental and Numerical Study", Acta Mater., 49, pp. 3219-3229, (2001).
4. Tham, L.M., Gupta, M., and Cheng, L., "Effect of Limited Matrix-Reinforcement Interfacial Reaction On Enhancing the Mechanical Properties of Aluminium-Silicon Carbide Composites", Acta Mater., 49, pp. 3243-3253, (2001).
5. Doel, T.J.A., and Bowen, P., "Tensile Properties of Particulate-Reinforced Metal Matrix Composites", Compos. Part A, 27A, pp. 655-665, (1996).
6. Lee, J. C., Seok, H. K. and H.I. Lee, "Alloy Design of Thixoformable Wrought SiC/Al Alloy Composites", Mater. Res. Bull. 34, pp.35-42, (1999).
7. Lee, J. C., Byun, J.Y., and Park, S.B., and H.I. Lee, "Prediction of Si Contents to Suppress the Formation of  $Al_4C_3$  in the SiCP/Al Composite", Acta Mater., 46, pp.1771-1780, (1998) .
8. Lee, J. C., S Park, B., Seok, H. K., Oh C. S., and Lee H.I., "Prediction of Si Contents to Suppress the Interfacial Reaction in the SiCP/2014 Al Composite" Acta Mater., 46, pp. 2635-2643, (1998).

9. Lee, J. C., Byun, J. Y., Oh, C. S., Seok, H. K., Lee, H.I., "Effect of Various Processing Methods on the Interfacial Reactions in SiCP/2024 Al Composites", *Acta Mater.*, 45, pp. 5303-5315, (1997).
10. Tan, M. J., and Zhang, X., "Powder Metal Matrix Composites: Selection and Processing", *Mater. Sci. and Eng.*, A244, pp. 80-85, (1998).
11. Ward, P. J., Atkinson, H. V., Anderson, P. R. G., Elias L.G., Garcia, B., Kahlen, L., and Rodriguez-Ibabe, J. M., "Semi-Solid Processing of Novel MMCs Based on Hypereutectic Aluminium-Silicon Alloys", *Acta Mater.*, 44, pp. 1717-1727, (1996).
12. W. Zhou, and Xu Z.M., "Casting of SiC Reinforced Metal Matrix Composites". *J. Mater. Proc. Tech.*, vol. 63, pp. 358-363, (1997).
13. Spencer, D. B., Mehrabian, R., and Flemings, M. C., "Rheological Behavior of Sn-15 Pct Pb in the Crystallization Range", *Metall. Trans.*, 3, pp. 1925-1932, (1972).
14. Tzimas, E., and Zavaliangos, A., "Materials Selection for Semisolid Processing", *Mater. Manufac. Procs.*, 14, pp. 217-230, (1999).
15. Flemings M. C., " Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State", *Metallu. Trans. A*, 22, pp. 957-981, (1991).
16. Mehrabian R., Riek R.G., and Flemings M.C., "Preparation and Casting of Metal-Particulate Non-Metal Composites", *Metallu. Trans.* 5, pp.1899-1905, (1974).
17. Zhang H., and Wang J.N., "Thixoforming of Spray-Formed 6066 Al/SiCP Composites", *Compos. Scie. Tech.*, 61, pp. 1233-1238. (2001).

Archive of SID