

تبلور مجدد و سینتیک درشت شدن ساختار آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ در طی فرایندهای سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید

بهزاد بینش*

مهرداد آقایی خفری

استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه بناب، بناب، ایران

استاد، گروه مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی، تهران، ایران

چکیده

در این پژوهش رفتار تبلور مجدد و سینتیک درشت شدن ساختار آلیاژ ۷۰۷۵ در حین فرایندهای ترمومکانیکی سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید مورد بررسی قرار گرفت. فرایند سیمای مرسوم با اعمال کرنش فشاری تک محوری به میزان ۵۵٪-۱۰ در دمای محیط و سپس ذوب مجدد جزئی در دماها و زمان‌های مختلف انجام پذیرفت. فرایند سیمای اصلاح شده جدید با بکارگیری فرایند پرس-اکستروژن مکرر برای اولین بار جهت تهیه شمش نیمه جامد آلیاژ ۷۰۷۵ توسعه داده شد. نمونه‌ها ابتدا تحت سیکل‌های مختلف فرایند پرس-اکستروژن مکرر در دمای ۲۵۰ °C و سپس تحت عملیات حرارتی نیمه جامد قرار گرفتند. نتایج مطالعات ریزساختاری مشخص نمود که در نمونه‌های تهیه شده توسط فرایند سیمای اصلاح شده جدید سرعت تبلور مجدد بیشتر بوده و متوسط اندازه دانه به میزان قابل توجهی کاهش و میزان کرویت دانه‌ها بهبود می‌یابد. از رابطه لیفشیتز-اسلیوزوف-واگنر (LSW) جهت مطالعه فرایند درشت شدن ریزساختار نمونه‌های نیمه جامد استفاده شد. نرخ درشت شدن دانه‌های جامد در فرایند سیمای اصلاح شده جدید در مقایسه با فرایند سیمای مرسوم به میزان قابل توجهی کندتر است.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ ۷۰۷۵، تبلور مجدد، نیمه جامد، فرایند سیمای، سینتیک درشت شدن.

Recrystallization and Coarsening Kinetics of 7075 Al Alloy during Conventional and New Modified SIMA Processes

B. Binesh

Department of Mechanical Engineering, University of Bonab, Bonab, Iran

M. Aghaie-Khafri

Department of Materials Science and Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran, Iran

Abstract

In this research, recrystallization behavior and coarsening kinetics of 7075 alloy were investigated during conventional and newly modified SIMA processes. The conventional SIMA process consisted of applying 10-55% uniaxial compression strain at ambient temperature and subsequent semi-solid treatment at various temperatures and times. A new modified SIMA process was developed by introducing repetitive upsetting-extrusion (RUE) for the first time for semi-solid processing of 7075 Al alloy. Specimens of 7075 alloy were subjected to different RUE cycles at 250 °C, and then the semi-solid treatment was carried out. Microstructural studies revealed that the recrystallization rate is accelerated, the average grain size is reduced considerably and the sphericity of solid grains is improved by the newly modified SIMA process. Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW) theory was used to describe the coarsening process of the semi-solid slurries. Coarsening rate of the solid grains in the newly modified SIMA process was slower than the conventional SIMA process.

Keywords: 7075 Alloy, Recrystallization, Semi-solid, SIMA Process, Coarsening kinetics.

[۳و۴]. دستیابی به ریزساختار روان‌ور^۲ شامل دانه‌های جامد ریز و کروی توزیع شده به طور یکنواخت در زمینه فاز مایع، عامل کلیدی در فرایند شکل دهی نیمه جامد می‌باشد [۵]. تا کنون روش‌های مختلفی جهت تولید آلیاژهای آلومینیوم، منیزیم، سرب و همچنین آلیاژهای آهنی با ریزساختار روان‌ور توسعه پیدا کرده است که از آن جمله می‌توان به فرایندهای هم زدن مکانیکی یا مغناطیسی-هیدرودینامیکی، فرایند ترمومکانیکی سیمای^۳ (SIMA) و ریخته‌گری افشانشی اشاره نمود [۸-۶].

فرایند سیمای در مقایسه با سایر فرایندهای تولید شمش نیمه جامد دارای مزایایی از قبیل سادگی و هزینه پایین تجهیزات مورد استفاده، عدم نیاز به کار با فلز مذاب و همچنین قابلیت به کارگیری آلیاژهای با

۱- مقدمه

فرایند شکل‌دهی نیمه جامد فلزات^۱ فرایندی تک مرحله‌ای جهت ساخت و تولید قطعات فلزی نزدیک به شکل نهایی می‌باشد که در محدوده دمایی نیمه جامد انجام می‌پذیرد [۲و۱]. نتایج تحقیقات انجام شده نشان داده است که فرایند شکل دهی نیمه جامد در مقایسه با فرایندهای مرسوم ریخته‌گری، آهنگری و متالورژی پودر دارای مزایای متعددی از قبیل میزان تخلخل کمتر، کاهش جدایش‌های ماکروسکوپی و ترک‌های سطحی، دقت ابعادی بالای قطعات تولیدی، افزایش عمر قالب شکل دهی در اثر کاهش دما و نیروی مورد نیاز شکل دهی، پر شدن یکنواخت قالب و کاهش مراحل و هزینه‌های ساخت می‌باشد

^۲ Thixotropic

^۳ Strain Induced Melt Activation

^۱ Semi-solid metal forming

دمای محیط و سپس عملیات ذوب مجدد جزئی و فرایند سیمای اصلاح شده جدید با ترکیب فرایندهای RUE و ذوب مجدد جزئی جهت تهیه شمش نیمه جامد آلیاژ ۷۰۷۵ با خواص روان‌وردی مناسب استفاده شده است. رفتار تبلور مجدد و مشخصات ریزساختاری نمونه‌های سیمای با یکدیگر مقایسه شده و مکانیزم‌های درشت شدن ساختار در طی عملیات حرارتی نیمه جامد مورد بحث قرار گرفته است.

۲- روش تحقیق

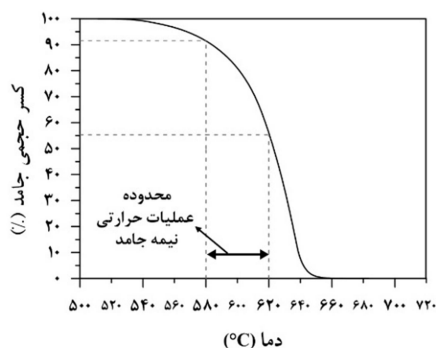
۲-۱- مواد

در این تحقیق آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ کار شده در حالت T6 و با ترکیب شیمیایی اسمی مطابق جدول ۱ مورد استفاده قرار گرفت.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی اسمی آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ (درصد وزنی)

آلومینیوم	منگنز	آهن	کروم	مس	منیزیم	روی
باقی‌مانده	۰/۲۸	۰/۲۷	۰/۱۳	۱/۵۸	۲/۴۱	۵/۳۱

جهت تعیین دماهای مناسب عملیات حرارتی در محدوده نیمه جامد، آزمایش آنالیز حرارتی با استفاده از دستگاه کالریمتری روبشی تفاضلی (DSC) مدل Mettler (SW10) انجام پذیرفت. برای انجام این آزمایش ۳۰ میلی‌گرم از ماده در بوتله آلومینیایی قرار گرفته و تحت اتمسفر گاز نیتروژن با نرخ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای 750°C حرارت داده شد. دماهای حد جامد و حد مایع آلیاژ ۷۰۷۵ بر اساس نتایج آزمایش آنالیز حرارتی به ترتیب برابر 486°C و 645°C تعیین شد. منحنی کسر جامد (f_s) بر حسب دما از روی منحنی DSC و با انتگرال‌گیری از سطح زیر منحنی مطابق شکل ۱ بدست آمد و بر اساس آن دماهای مناسب جهت عملیات حرارتی و ذوب مجدد جزئی، همانطور که در شکل ۱ نیز مشخص شده است، انتخاب گردید.



شکل ۱- منحنی کسر حجمی جامد بر حسب دما بدست آمده از روی منحنی DSC برای آلیاژ ۷۰۷۵

۲-۲- فرایندهای سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید

در این پژوهش از فرایند ترمومکانیکی سیمای به منظور تهیه شمش نیمه جامد آلیاژ ۷۰۷۵ استفاده شد. جهت انجام فرایند سیمای مرسوم ابتدا نمونه‌های استوانه‌ای به قطر ۳۰ و ارتفاع ۳۵ میلی‌متر از ماده اولیه تهیه شده و در دمای 460°C به مدت ۱ ساعت تنش‌زدایی و سپس در هوا سرد شدند. سپس نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پتک با نرخ کرنش

نقطه ذوب بالا و پایین می‌باشد [۷]. فرایند سیمای برای اولین بار توسط یانگ و همکارانش [۹] مطرح گردید. این فرایند شامل یک مرحله اعمال کار سرد مکانیکی و سپس گرما دهی و ذوب مجدد جزئی در محدوده نیمه جامد است. در صورتی که انرژی کرنش ذخیره شده در نتیجه کار سرد کافی باشد، تبلور مجدد در ساختار آلیاژ اتفاق افتاده و منجر به تشکیل دانه‌های ریز هم محور در ریزساختار می‌شود. مکانیزم تغییرشکل- تبلور مجدد، مکانیزم اصلی ایجاد ریزساختار کروی در طی فرایند سیمای می‌باشد [۱۰]. فرایند سیمای اصلاح شده با تغییرات اندکی نسبت به فرایند سیمای مرسوم توسط سانگ و همکارانش [۱۱] توسعه پیدا کرده است. فرایند سیمای اصلاح شده شامل همگن‌سازی و کار گرم به جای کار سرد می‌باشد. در پژوهش انجام گرفته توسط علیپور و همکارانش [۱۲] و میرجوادی و همکارانش [۱۳] از فرایند سیمای اصلاح شده و افزودن مواد جوانه‌زای Al-8B و Al-5Ti-1B به ترکیب آلیاژ Al-Zn-Mg-Cu قبل از مرحله کارگرم و ذوب مجدد جزئی جهت تهیه شمش نیمه جامد با خواص روان‌وردی مطلوب استفاده شده است. میزان پیش کرنش ایجاد شده در فرایند سیمای عامل بسیار مهمی در کنترل خواص روان‌وردی ریزساختار می‌باشد. در طی سال‌های اخیر، استفاده از فرایندهای تغییر شکل مومسان شدید^۱ (SPD) نظیر پرس در کانال‌های هم مقطع زاویه‌دار^۲ (ECAP) به‌منظور دستیابی به یک ساختار تغییر شکل یافته با میزان کرنش بالا قبل از عملیات ذوب مجدد جزئی در طی فرایند سیمای اصلاح شده به‌عنوان یکی از روش‌های مؤثر تهیه شمش نیمه جامد با دانه‌های ریز هم‌محور مطرح شده است [۱۴-۱۶]. جیانگ و همکارانش [۱۴]، آشوری و همکارانش [۱۵] و فو همکارانش [۱۷] با استفاده از فرایند ECAP در طی فرایند سیمای ریزساختارهای نیمه جامد ایده‌آل به ترتیب در مورد آلیاژهای AZ91D، A356 و 7075 بدست آوردند. تأثیر فرایند فورج قالب بسته تناوبی^۳ (CCDF) و گرما دهی در دمای نیمه جامد بر ریزساختار آلیاژ AM60B توسط ژائو و همکارانش [۱۸] مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بدست آمده نشان داد که ریزساختار نیمه جامد مناسب با استفاده از چهار پاس فرایند CCDF و سپس عملیات ذوب مجدد جزئی قابل تهیه می‌باشد. یان و همکارانش [۱۰] ترکیبی از فرایندهای نورد گوه عرضی^۴ (CWR) و فشار جهت تغییر شکل آلیاژ آلومینیوم A356.2 در طی فرایند سیمای استفاده نمودند. اخیراً، فرایند پرس-اکستروژن مکرر^۵ (RUE) به‌طور موفقیت‌آمیزی توسط چن و همکارانش [۱۹] جهت تغییر شکل آلیاژ منیزیم AZ80 قبل از عملیات حرارتی نیمه جامد مورد استفاده قرار گرفته است. اما با این وجود، فرایند RUE برخلاف سایر فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید تا به امروز مورد بررسی کاملی جهت استفاده در فرایندهای نیمه جامد قرار نگرفته است. با در نظر گرفتن فرایند نیمه جامد آلیاژهای فلزی، بررسی دقیق‌تر برخی موضوعات نظیر تحولات ریزساختاری و بررسی سینتیک درشت شدن ساختار در حین عملیات حرارتی نیمه جامد ضروری به نظر می‌رسد. در این پژوهش از فرایند سیمای مرسوم شامل پرس نمونه‌ها در

¹ Sever Plastic Deformation

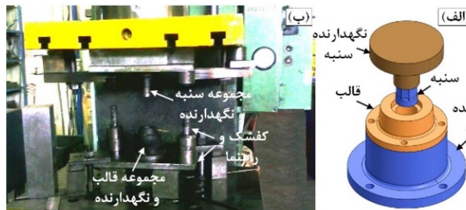
² Equal Channel Angular Pressing

³ Cyclic Closed Die Forging

⁴ Cross wedge rolling

⁵ Repetitive upsetting-extrusion

نمونه‌ها بلافاصله پس از عملیات تغییر شکل در آب سرد شدند. شکل ۴ نمونه‌های استوانه‌ای اولیه و تغییر شکل داده شده توسط فرایند RUE را نشان می‌دهد. نمونه‌های استوانه‌ای به قطر ۱۵ میلی‌متر و ارتفاع ۱۰ میلی‌متر از مرکز نمونه‌های تغییر شکل داده شده جهت دستیابی به ناحیه دارای کرنش یکنواخت ماشین‌کاری شدند. عملیات حرارتی هم‌دما در دماهای ۶۲۰-۵۸۰ °C با دقت ±۵ °C به مدت زمان‌های ۲-۳۵ دقیقه در کوره مقاومتی انجام پذیرفت. چرخه‌های حرارت دهی پس از اتمام زمان نگهداری قطع شده و نمونه‌ها جهت مطالعات ریزساختاری در آب سرد شدند.



شکل ۳- مجموعه قالب فرایند پرس- اکستروژن مکرر (الف) مدل سه بعدی و (ب) نصب شده بر روی دستگاه پرس هیدرولیک



شکل ۴- نمونه‌های استوانه‌ای اولیه و چهار سیکل RUE آلیاژ ۷۰۷۵

۳-۲- مشخصه‌یابی ریزساختار

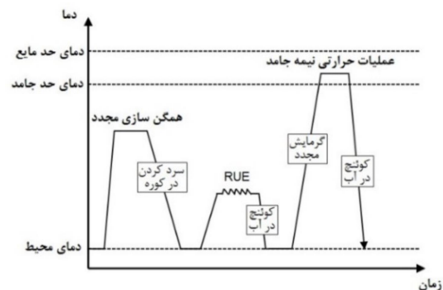
نمونه‌های سیما با روش استاندارد متالوگرافی و با استفاده از ورق‌های سنبداده SiC با شماره‌های مختلف سنبداده زنی شده و در نهایت توسط خمیر الماسه ۰/۲۵ μm پولیش شدند. نمونه‌ها با محلول کلر (keller) با ترکیب ۱۷۵ ml H₂O - ۲۰ ml HNO₃ - ۲ ml HCl - ۲ ml HF اچ شده و بررسی‌های ریزساختاری با استفاده از دستگاه میکروسکوپ نوری مدل NEOPHOT 32 و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA@TESCAN (با ولتاژ کاری ۱۵ kV) مجهز به سیستم طیف سنجی پراش انرژی اشعه ایکس (EDS) جهت انجام آنالیز عنصری صورت پذیرفت. جهت تعیین اندازه دانه از روش تقاطع خطوط استفاده شد. برای این منظور تعداد ۸ خط مستقیم با طول معین بر روی تصاویر میکروسکوپ نوری هر یک از نمونه‌ها ترسیم شده و اندازه دانه متوسط با تقسیم طول خط (L) بر تعداد دانه‌های قطع شده توسط خط مستقیم (N) تعیین شد. اندازه‌گیری کمیت فاکتور شکل بر روی تصاویر میکروسکوپ نوری به کمک نسخه حرفه‌ای نرم‌افزار کلمکس و با استفاده از رابطه (۱) انجام گرفت [۱۰]:

$$F = \frac{\sum_{N=1}^N 4\pi A/P^2}{N} \quad (1)$$

در رابطه فوق، A و P به ترتیب مساحت و محیط دانه‌ها و N تعداد

بالا (۱۵ s⁻¹) به مقدار ۱۰، ۲۰، ۴۰ و ۵۵ درصد در دمای محیط به روش فشار تک محوری کاهش ارتفاع داده شدند. پس از انجام عملیات فشار سرد، نمونه‌های استوانه‌ای به قطر ۱۵ و ارتفاع ۱۰ میلی‌متر از مغز نمونه‌های پرس شده به منظور دستیابی به مقطع دارای کرنش یکنواخت با استفاده از عملیات ماشین‌کاری تهیه شدند. در مرحله بعد به منظور ایجاد ریزساختار کروی و هم محور، نمونه‌ها با استفاده از کوره مقاومتی تحت عملیات حرارتی نیمه جامد در دماهای ۶۲۰-۶۰۰ °C با دقت ±۵ °C به مدت زمان‌های ۳۵-۵ دقیقه قرار گرفتند.

در پژوهش حاضر به‌منظور بهبود خواص روان‌وردی آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵، فرایند ترمومکانیکی سیمای مرسوم مورد بازبینی قرار گرفته و فرایند سیمای اصلاح شده جدید معرفی گردید. فرایند سیمای اصلاح شده جدید با به‌کارگیری فرایند RUE در مرحله کارگرم مطابق چرخه نشان داده شده در شکل ۲ انجام شد.



شکل ۲- مراحل انجام فرایند سیمای اصلاح شده جدید

در این فرایند، نمونه‌های استوانه‌ای به قطر ۳۰ و ارتفاع ۴۵ میلی‌متر از ماده اولیه تهیه شده و سپس در دمای ۴۸۵ °C به مدت ۳ ساعت در کوره تحت عملیات همگن‌سازی مجدد قرار گرفتند. پس از کامل شدن زمان عملیات حرارتی، نمونه‌ها در داخل کوره سرد شدند. نمونه‌ها پس از عملیات حرارتی همگن‌سازی مجدد توسط فرایند RUE تغییر شکل مومسان داده شدند. طرح و ابعاد قالب RUE مورد استفاده در این تحقیق مطابق [۲۰] می‌باشد. جهت انجام فرایند، قطعات مختلف قالب بر روی یک دستگاه پرس هیدرولیک تک محوری ۲۵۰ تن و با در نظر گرفتن تجهیزات مناسب (کفشک و راهنما) نصب شد (شکل ۳). سرعت حرکت فک‌های دستگاه پرس جهت انجام فرایند حدود ۱۰ mm/s تنظیم شد. قبل از انجام فرایند، نمونه‌ها و قالب به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۲۵۰ °C پیش گرم شدند. از اسپری دی-سولفید مولیبدن (MoS₂) به‌عنوان روان‌ساز جهت کاهش اصطکاک بین نمونه‌ها و قالب در حین شکل‌دهی استفاده شد. فرایند RUE به تعداد چرخه‌های یک، دو، سه و چهار بر روی نمونه‌ها انجام گرفت و مرحله آخر در هر سیکل، فرایند اکستروژن در نظر گرفته شد. مقدار کرنش مؤثر برای تعداد n چرخه فرایند RUE با استفاده از رابطه $\epsilon = 4n \ln(D/d)$ محاسبه می‌باشد [۲۱]. با توجه به اینکه در این تحقیق D برابر ۴۲/۴۳ میلی‌متر و d برابر ۳۰ میلی‌متر می‌باشد [۲۰]، بیشترین میزان کرنش اعمال شده برای نمونه‌های یک، دو، سه و چهار چرخه RUE به ترتیب برابر ۱/۳۸، ۲/۷۷، ۴/۱۶ و ۵/۵۴ خواهد بود.

دانه‌های جامد می‌باشد. برای هر نمونه، اندازه‌گیری از کل سطح مقطع شامل ۴۰۰-۳۰۰ دانه جامد صورت پذیرفت.

۳- نتایج و بحث

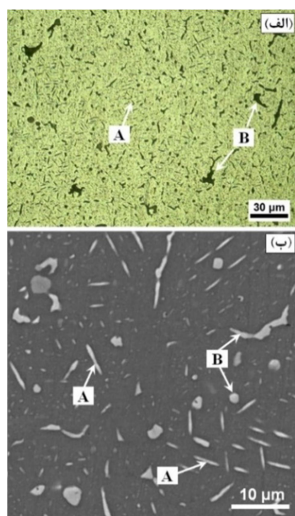
۳-۱- تحولات ریزساختاری در حین عملیات حرارتی

نیمه جامد

تصاویر میکروسکوپ SEM آلیاژ ۷۰۷۵ پس از انجام عملیات همگن‌سازی مجدد در دمای °C ۴۸۵ به مدت ۳ ساعت و سرد شدن در محیط کوره در شکل ۵ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، پس از عملیات حرارتی همگن‌سازی مجدد توزیع تقریباً یکنواختی از ذرات رسوب در ریزساختار ایجاد شده است. براساس بررسی‌های ریزساختاری دو نوع رسوب قابل شناسایی می‌باشند: (۱) رسوبات سوزنی شکل در داخل دانه‌ها (ناحیه A در شکل ۵) و (۲) رسوبات درشت با شکل‌های نامنظم که معمولاً در مرز دانه‌ها تشکیل می‌شوند (رسوبات نشان داده شده با حرف B در شکل ۵). نتایج آنالیز SEM-EDS نشان داد که رسوبات سوزنی شکل A ترکیبی نزدیک به فاز $MgZn_2$ دارند و رسوبات درشت B با شکل‌های نامنظم (که معمولاً در مرز دانه‌ها تشکیل می‌شوند) شامل $Al_6(Cu,Fe)$ ، Al_2CuMg ، Mg_3Si و Al_7Cu_2Fe می‌باشند. با انجام عملیات حرارتی همگن‌سازی، علاوه بر رسوبات B که در ریزساختار نمونه ۷۰۷۵ کار شده اولیه نیز وجود دارند [۲۲]، تشکیل رسوبات $MgZn_2$ سوزنی توسعه پیدا کرده است. این ذرات دارای توزیع یکنواختی در ریزساختار بوده و در حین تغییر شکل مومسان شدید به‌عنوان مکان‌های مستعد جهت انباشت انرژی کرنشی عمل می‌کنند. این امر می‌تواند به میزان قابل توجهی بر فرایند تبلور مجدد در حین عملیات حرارتی نیمه جامد و ریز شدن اندازه دانه‌ها براساس مکانیزم جوانه‌زنی متأثر از ذرات^۱ [۲۲] تأثیر گذار باشد.

ریزساختار نمونه‌های سه سیکل RUE پس از عملیات حرارتی هم‌دمای در دمای °C ۶۰۰ برای مدت زمان‌های مختلف در طی فرایند سیمای اصلاح شده جدید در شکل ۶ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، با گرما دهی و ذوب مجدد جزئی در دمای °C ۶۰۰، دانه‌های جامد در ریزساختار به صورت تدریجی به دانه‌های کروی و هم‌محور تبدیل می‌شوند. با توجه به شکل ۶-الف، گرما دهی نمونه در دمای °C ۶۰۰ به مدت ۲ دقیقه تغییر محسوسی را در ریزساختار ایجاد نمی‌کند. با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دمای به ۵ دقیقه مطابق شکل ۶-ب، دانه‌های جامد چندوجهی در برخی نواحی ریزساختار تشکیل شده است. این موضوع نشان می‌دهد که تبلور مجدد در ریزساختار اتفاق افتاده و هم‌زمان نیز فازهای با نقطه ذوب پایین در بین دانه‌های جامد به دلیل بالا رفتن دما ذوب می‌شود. با ادامه گرما دهی نمونه به مدت ۱۰ دقیقه، کل ریزساختار در نتیجه جدایش و افزایش مقدار فاز مایع به ریزساختار کروی تبدیل می‌شود. با افزایش بیشتر زمان نگهداری (شکل‌های ۶-د تا و)، متوسط اندازه و میزان کروییت دانه‌های جامد افزایش قابل توجهی پیدا می‌کند. بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که تشکیل دانه‌های جامد چند وجهی با گرما دهی در دمای °C ۶۰۰ به مدت ۵ دقیقه شروع شده و نگهداری به مدت طولانی‌تر در دمای

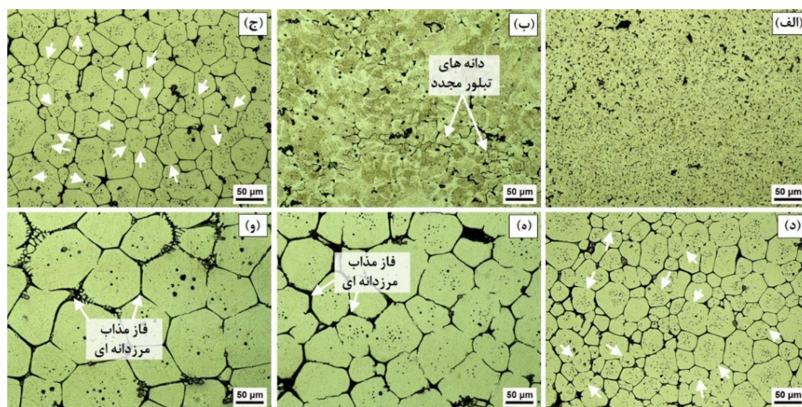
مذکور منجر به تشکیل دانه‌های درشت‌تر و کروی‌تر در ریزساختار می‌شود. بررسی دقیق‌تر تصاویر میکروسکوپی در شکل‌های ۶-ج و د نشان داد که تعداد زیادی از دانه‌های جامد در نتیجه مکانیزم به هم پیوستن ذرات، همان‌طور که با علائم پیکان بر روی تصاویر مشخص شده است، با یکدیگر اتصال دارند. افزایش زمان نگهداری به ۲۵ دقیقه منجر به کاهش اتصال بین دانه‌ها به دلیل افزایش کسر فاز مایع می‌شود (شکل ۶-ه). در طی گرما دهی در بازه زمانی ۲۵ تا ۳۵ دقیقه، کسر فاز مایع همچنان افزایش می‌یابد به‌طوری‌که در نهایت منجر به تشکیل مناطق یوتکتیک ضخیم در نمونه عملیات حرارتی شده به مدت ۳۵ دقیقه می‌گردد (شکل ۶-و).



شکل ۵- تصاویر (الف) میکروسکوپ نوری و (ب) SEM ریزساختار نمونه ۷۰۷۵ پس از عملیات حرارتی همگن‌سازی مجدد؛ A ذرات رسوب سوزنی شکل و B رسوبات درشت با شکل نامنظم

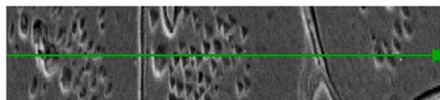
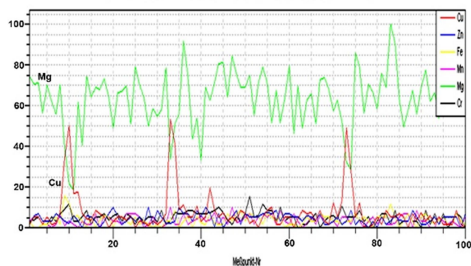
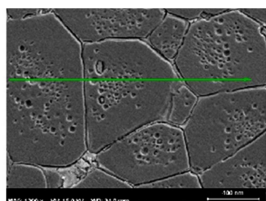
شکل ۷ ریزساختار نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده آلیاژ ۷۰۷۵ پس از نگهداری هم‌دمای در دمای نیمه جامد °C ۶۰۰ در مدت زمان‌های مختلف در طی فرایند سیمای مرسوم را نشان می‌دهد. مطابق شکل ۷-الف، ریزساختار نمونه پرس شده شامل دانه‌های تغییر شکل پلاستیک یافته می‌باشد که پس از گرمادهی و ذوب مجدد جزئی در دمای °C ۶۰۰ به تدریج به ریزساختار نیمه جامد با دانه‌های هم‌محور و کروی تبدیل می‌شود. با توجه به شکل‌های ۷-الف و ب مشخص می‌گردد که با گرمادهی نمونه به مدت ۵ دقیقه در دمای °C ۶۰۰، تغییر قابل ملاحظه‌ای در ریزساختار صورت نگرفته و اثری از تبلور مجدد مشاهده نمی‌شود. با افزایش زمان گرما دهی تا ۱۰ دقیقه، فاز مایع در بین دانه‌های جامد به وجود آمده و ریزساختار نزدیک به هم‌محور شامل دانه‌های جامد کشیده و چند وجهی تشکیل می‌شود که نشان دهنده تبلور مجدد ساختار می‌باشد (شکل‌های ۷-ج و د). در حین گرمادهی فاز با نقطه ذوب پایین در بین دانه‌های جامد تشکیل شده و به علت بالا رفتن دمای نمونه به حالت مایع درمی‌آید. اما با این وجود، نفوذ فاز مایع در مرز دانه‌ها به‌طور کامل صورت نگرفته و باعث می‌شود که مرز دانه به صورت ناقص توسط مایع خیس شود. با افزایش بیشتر زمان نگهداری هم‌دمای، ریزساختار در نتیجه تفکیک

¹ Particle stimulated nucleation (PSN)



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه سه چرخه RUE (کرنش مؤثر ۴/۱۶) پس از عملیات حرارتی در دمای ۶۰۰ °C به مدت (الف) ۲، (ب) ۵، (ج) ۱۰، (د) ۱۵، (ه) ۲۵، و (و) ۳۵ دقیقه

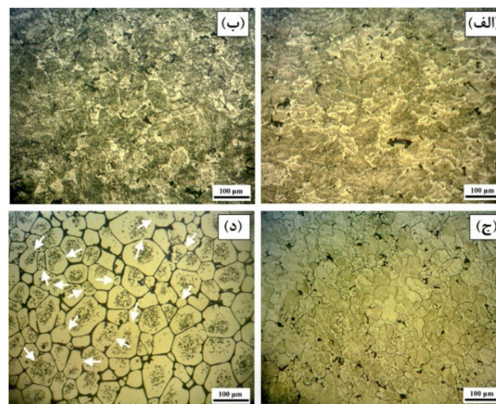
شیمیایی در مرزدانه‌ها به ترکیب یوتکتیک Al-Cu نزدیک می‌شود.



شکل ۸- آنالیز خطی SEM نمونه نیمه جامد سیمای مرسوم با نسبت پرس ۴۰٪ پس از عملیات حرارتی در دمای ۶۱۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه

مقایسه ریزساختار نمونه‌های سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید در شکل‌های ۶ و ۷ نشان می‌دهد که زمان مورد نیاز نگهداری هم‌دا جهت شروع تبلور مجدد و تشکیل دانه‌های جامد کروی و هم‌محور در فرایند سیمای اصلاح شده جدید کمتر بوده و به عبارتی کروی شدن ساختار در زمان کمتری اتفاق می‌افتد. علت این موضوع را می‌توان به میزان کرنش بیشتر ایجاد شده در ساختار نمونه‌ها با انجام سه چرخه فرایند RUE (کرنش مؤثر ۴/۱۶) در مقایسه با فرایند پرس تک‌محوری (کرنش مؤثر ۰/۵۵) مربوط دانست. مقدار کرنش ایجاد شده در ساختار آلیاژ در اثر تغییر شکل مومسان نقش بسیار مهمی در کروی شدن ریزساختار در حین عملیات حرارتی نیمه جامد دارد. در اثر تغییر شکل مومسان ایجاد شده در ساختار، انرژی کرنش داخلی در نتیجه افزایش دانسیته نابجایی‌ها و تشکیل عیوب شبکه کریستالی نظیر جاهای خالی افزایش پیدا کرده و نیروی محرکه لازم جهت بازیابی و تبلور مجدد در

دانه‌های جامد و افزایش کسر حجمی فاز مایع به‌طور کامل به دانه‌های کروی مجزا تبدیل می‌شود (شکل ۷-د). تحت این شرایط، اندازه دانه‌ها و همچنین میزان کروییت آنها در مقایسه با ریزساختار تبلور مجدد یافته اولیه (شکل ۷-ج)، افزایش قابل توجهی پیدا کرده است. با توجه به ریزساختار نمونه‌های عملیات حرارتی شده، می‌توان نتیجه گرفت که تبلور مجدد و تفکیک ریزساختار، پدیده غالب در طی نگهداری به مدت ۵ تا ۱۰ دقیقه بوده و پس از آن پدیده درشت شدن غالب می‌باشد. بنابراین می‌توان دریافت که در طی مرحله درشت شدن، کسر فاز مایع نسبتاً پایین بوده و دانه‌های جامد مجاور هم، تنها توسط لایه نازکی از فاز مایع از هم جدا شده‌اند (شکل‌های ۷-ج و د).



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده (کرنش ۰/۵۵) و عملیات حرارتی شده در دمای ۶۰۰ °C به مدت (الف) صفر، (ب) ۵، (ج) ۱۰، (د) ۱۵

نتایج آنالیز خطی انجام شده توسط میکروسکوپ SEM مطابق شکل ۸ نشان داد که نواحی مرزدانه‌ها دارای غلظت بالای عنصر مس می‌باشند. همچنین با توجه به شکل فوق، کاهش مقدار منیزیم در مرزدانه‌ها نیز قابل توجه می‌باشد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که دانه‌های جامد در طی عملیات حرارتی هم‌دما در اثر جدایش مس در مرزدانه‌ها از این عنصر تخلیه می‌شود که این موضوع بر اساس دی‌گرام فازی دوتایی Al و Cu [۲۳]، منجر به افزایش دمای حد جامد دانه‌های α-Al و کاهش دمای ذوب مناطق مرزدانه‌ای می‌گردد. در نهایت ترکیب

چند وجهی و ۴) درشت شدن دانه‌های کرووی. بازبایی، تبلور مجدد و تفکیک ساختار بلوری عمدتاً در مراحل ابتدایی عملیات حرارتی هم‌دما اتفاق می‌افتد. در حین بازبایی و تبلور مجدد، جاهای خالی به همدیگر پیوسته و نایجایی‌ها توسط صعود یا لغزش مقاطع به شکل ساختارهایی با انرژی پایین آرایش مجدد پیدا می‌کنند و مرز دانه‌های فرعی را تشکیل می‌دهند. در این مرحله، دانه‌های شامل چگالی بالای نایجایی توسط دانه‌های فرعی با چگالی کمتر نایجایی جایگزین می‌شوند. همچنین با توجه به اینکه دمای نگهداری بالاتر از خط یوتکتیک است، فرایند ذوب مجدد جزئی نیز اتفاق می‌افتد [۲۴]. نشان داده شده است که زمانی که زاویه مرز دانه‌های فرعی بزرگ‌تر از ۲۰ درجه باشد، انرژی سطحی مرز دانه بزرگ‌تر از دو برابر انرژی فصل مشترک جامد/مایع می‌باشد. در صورتی که این مرز دانه‌ها با فاز مایع تماس پیدا کنند، توسط لایه نازکی از مایع جایگزین می‌شوند. اما در شرایط عکس حالت مذکور (انرژی سطحی مرز دانه کوچک‌تر از دو برابر انرژی فصل مشترک جامد/مایع)، مرز دانه‌های کم انرژی تشکیل خواهند شد که توسط فاز مایع خیس نمی‌شوند. زمانی که دو دانه جامد از طریق این مرز کم انرژی به هم برسند، می‌توانند به هم متصل شده و فرایند به هم پیوستن دانه‌های جامد را توسعه دهند [۲۵].

با افزایش زمان نگهداری هم‌دما، کسر حجمی مایع افزایش پیدا کرده و دانه‌های جامد چند وجهی مجزا تشکیل می‌شوند (شکل ۶-ب و ج، شکل ۷-ج). با ادامه فرایند گرمادهی در دمای نیمه جامد، این دانه‌ها رشد کرده و درشت می‌شوند (شکل ۶-د تا و، شکل ۷-د). فرایند رشد و درشت شدن دانه‌های جامد در طی فرایند سیما توسط دو مکانیزم به هم پیوستن^۱ و خشن شدن استوالد^۲ کنترل می‌شود [۱۸]. در حین رشد و درشت شدن ریزساختار، نفوذ ذرات جامد از نواحی با انحنای زیاد به نقاط دارای انحنای کم بر اساس رابطه (۲) اتفاق می‌افتد [۱۰]. این امر نیروی محرکه مورد نیاز جهت کرووی شدن دانه‌های جامد را فراهم می‌سازد:

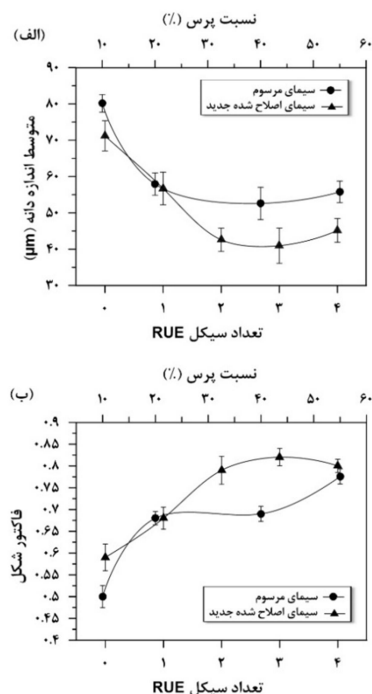
$$\Delta T_r = - \frac{2\sigma T_m V_s k}{\Delta H} \quad (2)$$

در این رابطه $\Delta T_r = T_m - T$ بیان کننده میزان کاهش نقطه ذوب تعادلی، T_m دمای استتال تعادلی، k متوسط انحنای سطحی ذرات جامد، σ نیروی کشش سطحی و ΔH یک مقدار منفی بوده و نشان دهنده تغییرات آنتالپی جامد و مایع و V_s کسر جامد می‌باشد.

مطابق شکل‌های ۶ و ۷، تا زمانی که دانه‌های جامد در طی عملیات حرارتی نیمه جامد به شکل کرووی درنیامده‌اند، فرایند کرووی شدن منجر به تغییر شکل ذرات جامد از چندوجهی به کرووی می‌شود. این در حالی است که تعداد آنها در واحد حجم ثابت باقی می‌ماند. با ادامه این شرایط، دانه‌های ریزتر که بر اساس رابطه (۲)، دارای نقطه ذوب پایین‌تری هستند به نفع دانه‌های بزرگ‌تر ذوب شده و تعداد دانه‌ها در واحد حجم کاهش می‌یابد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که تحول ریزساختاری نمونه‌هایی که در معرض ذوب مجدد جزئی در طی فرایند سیما قرار گرفته‌اند، بسته به میزان کرووی دانه‌ها و مقدار کسر

حین گرمادهی هم‌دما تأمین می‌شود [۱۰]. با ایجاد تغییر شکل مومسان شدید توسط فرایند RUE، انرژی کرنش بیشتری در ساختار ذخیره شده و ناپایداری ترمودینامیکی افزایش می‌یابد که این امر منجر به افزایش سرعت تبلور مجدد می‌گردد. افزایش انرژی کرنش شبکه باعث کاهش اندازه بحرانی دانه‌های تبلور مجدد یافته و به طور همزمان افزایش تعداد آنها می‌شود [۴].

شکل ۹ تغییرات متوسط اندازه دانه و فاکتور شکل برای نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای ۶۰۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه بر حسب نسبت پرس و تعداد سیکل RUE به ترتیب در فرایندهای سیمای مرسوم و سیمای اصلاح شده جدید را نشان می‌دهد.



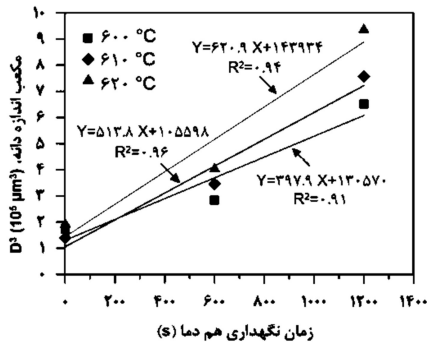
شکل ۹- تغییرات (الف) متوسط اندازه دانه و (ب) فاکتور شکل بر حسب نسبت پرس (فرایند سیمای مرسوم) و تعداد سیکل RUE (فرایند سیمای اصلاح شده جدید)

متوسط اندازه دانه و فاکتور شکل با افزایش نسبت پرس و تعداد سیکل RUE افزایش می‌یابد. همان‌گونه که در شکل ۹ مشخص است، متوسط اندازه دانه نمونه‌های نیمه جامد تهیه شده با استفاده از فرایند سیمای اصلاح شده جدید در مقایسه با نمونه‌های تهیه شده به روش سیمای مرسوم ریزتر بوده و میزان کرووی آنها بیشتر است. قابلیت تبلور مجدد و کرووی شدن بالاتر ریزساختار نمونه‌های آلیاژ در طی فرایند سیمای اصلاح شده جدید را می‌توان به وجود مکان‌های مستعد جوانه‌زنی بیشتر در ریزساختار و انرژی کرنش ذخیره شده بالاتر نسبت داد [۱۶].

با توجه به نتایج بررسی‌های ریزساختاری، سینتیک تحولات ریزساختاری نمونه‌های آلیاژ ۷۰۷۵ در طی فرایند سیما را می‌توان به چهار مرحله تقسیم نمود: (۱) بازبایی، تبلور مجدد و تفکیک ساختار، (۲) درشت شدن دانه‌های جامد چند وجهی، (۳) کرووی شدن دانه‌های جامد

¹ Coalescence

² Ostwald Ripening



شکل ۱۰- تغییرات مکعب متوسط اندازه دانه برحسب زمان نگهداری هم‌دما در نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده و دماهای گرمادهی ۶۰۰-۶۲۰ °C (R^2 ضریب رگرسیون می‌باشد).

به‌طور معمول، انتظار می‌رود که با افزایش دمای نگهداری هم‌دما، نرخ درشت شدن ذرات جامد در اثر توسعه مسیره‌های نفوذ سریع (به دلیل افزایش کسر حجمی فاز مایع) تسریع شود. آنواراپو و دوهرتی [۲۷] نشان دادند که نرخ درشت شدن با افزایش کسر جامد (f_s) برای کسرهای جامد بالاتر از ۰/۶ افزایش می‌یابد. آنها مدل حرکت فیلم مایع را برای فرایند درشت شدن دانه‌های جامد در حالت نیمه جامد پیشنهاد دادند. با این وجود، پژوهش صورت گرفته توسط مانسون-ویتون و همکارانش [۲۸] نتایج متفاوتی را برای کسرهای حجمی جامد بالاتر ($f_s \geq 0.7$) در مورد آلیاژ نیمه جامد Al-4%Cu تهیه شده به روش افشاشنی نشان داد. بنابراین، آنها مدل اصلاح شده حرکت فیلم مایع را با در نظر گرفتن اثر اتصال بین دانه‌های جامد در طی درشت شدن و تعریف یک کسر جامد گذرا مطرح نمودند. آنها دریافتند که (۱) مدل حرکت فیلم نازک تنها برای کسرهای جامد کمتر از مقدار گذرا ($f_s \approx 0.7$) معتبر می‌باشد، (۲) نرخ درشت شدن با افزایش کسر جامد افزایش می‌یابد، و (۳) برای کسرهای جامد بالاتر از مقدار گذرا، مقدار k با افزایش کسر جامد کاهش پیدا می‌کند که این موضوع با مدل حرکت فیلم نازک در تناقض می‌باشد. بررسی‌های میکروسکوپی انجام گرفته توسط مانسون-ویتون و همکارانش [۲۸] نشان دادند که در کسرهای جامد بالاتر از ۰/۷، تعداد قابل توجهی از دانه‌های جامد به جای جدا شدن توسط فیلم مایع، در تماس با یکدیگر بوده و مرزدانه‌های جامد-جامد تشکیل می‌دهند. از طرفی، کیم و همکارانش [۲۹] و بوتینگر و همکارانش [۳۰] مشاهده کردند که فرایند درشت شدن در آلیاژهای Mo-Ni-Fe و Al-Sn دارای کسر جامد بالا عمدتاً توسط نفوذ از طریق فاز مایع به جای اتصال ذرات جامد صورت می‌پذیرد. بنابراین، ایجاد اتصال بین ذرات جامد منجر به کاهش ثابت نرخ درشت شدن به دلیل کاهش سطح فصل مشترک جامد/مایع می‌شود.

در پژوهش حاضر، ثوابت نرخ درشت شدن محاسبه شده برای نمونه‌های ۵۵-۱۰٪ پرس شده آلیاژ ۷۰۷۵ (شکل ۱۱) نشان می‌دهد که مقادیر k به شدت به دمای نگهداری هم‌دما و نسبت پرس بستگی دارد. افزایش دمای نگهداری هم‌دما (کاهش کسر حجمی جامد) در نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده، افزایش پیوسته ثابت نرخ رشد را نتیجه می‌دهد. اما، در مورد نمونه‌های با نسبت پرس کمتر (۴۰-۱۰٪)، مقدار k با افزایش دمای نگهداری هم‌دما تا ۶۱۰ °C (معادل با کسر جامد ۰/۷) کاهش یافته و سپس با افزایش بیشتر دما تا ۶۲۰ °C (معادل با

حجمی مایع، توسط یکی از مکانیزم‌های مذکور صورت می‌پذیرد. از آنجایی که فرایند خشن شدن استوالد یک مکانیزم کنترل شونده نفوذی است و به‌عنوان مکانیزم غالب در کسرهای فاز مایع بالا، یعنی دماهای گرمادهی بالا و زمان‌های طولانی نگهداری عمل می‌نماید، لذا این مکانیزم در رشد دانه‌ها کمتر مؤثر بوده اما تأثیر قابل توجهی بر کروی شدن دانه‌های جامد دارد. از طرف دیگر مکانیزم به هم پیوستن که نیاز به زمان‌های نگهداری کوتاه‌تر و مقادیر کسر مایع کمتر دارد، بر رشد دانه‌ها تأثیر بیشتری داشته و بر فرایند کروی شدن آنها کمتر تأثیر گذار است [۲۶].

زمانی که کسر فاز مایع کم باشد (مراحل ابتدایی عملیات گرمادهی)، دانه‌های جامد به راحتی با یکدیگر در تماس بوده و مکانیزم به هم پیوستن به‌عنوان مکانیزم غالب در طی فرایند درشت شدن ریزساختار عمل می‌کند. این موضوع به وضوح با توجه به تصاویر میکروسکوپی نشان داده شده در شکل‌های ۶-ج و د و شکل ۷-د قابل اثبات می‌باشد. علامت‌های پیکان بر روی تصاویر نشان می‌دهد که مرزدانه‌ها در برخی نقاط در نتیجه به هم پیوستن دانه‌ها از بین رفته و اتصال بین دانه‌ها ایجاد شده است. با افزایش بیشتر زمان نگهداری (شکل‌های ۶)، کسر مایع در ریزساختار افزایش پیدا کرده و مکانیزم خشن شدن استوالد تأثیر بیشتری بر فرایند درشت شدن دانه‌ها دارد. هنگامی که اکثر دانه‌های جامد در نتیجه تأثیر این دو مکانیزم اتحنای سطحی یکنواختی پیدا می‌کنند، رشد و درشت شدن دانه‌ها شروع می‌شود. بنابراین انتظار می‌رود کروی شدن و رشد بیشتر دانه‌های جامد توسط دو مکانیزم مذکور که در رقابت با یکدیگر می‌باشند، صورت گیرد.

۲-۳- سینتیک درشت شدن ساختار

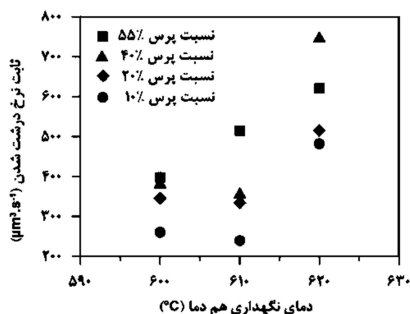
مکانیزم خشن شدن استوالد مکانیزم غالب جهت درشت شدت ذرات جامد می‌باشد. سینتیک درشت شدن ذرات جامد می‌تواند توسط رابطه لیفیشیتز-اسلیوزوف-واگنر (LSW) بیان گردد [۲۵]:

$$D^n - D_0^n = kt \quad (3)$$

در این رابطه D و D_0 به ترتیب اندازه دانه نهایی و اولیه، t زمان نگهداری هم‌دما، k ثابت نرخ درشت شدن و n ضریب توان می‌باشند. مشخص شده است که مقدار n برای سیستم‌های کنترل شونده نفوذی در حالت نیمه جامد برابر سه می‌باشد [۱۰].

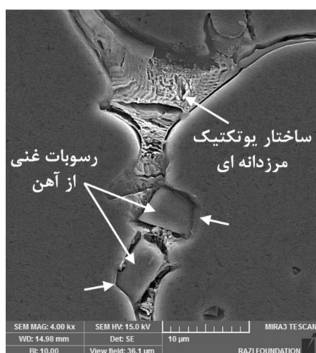
در این پژوهش، ثابت نرخ درشت شدن (k) با برازش یک رابطه توانی بر نتایج تجربی محاسبه گردید. شکل ۱۰، تغییرات مکعب اندازه دانه برحسب زمان نگهداری هم‌دما را برای نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده و گرمادهی شده در دماهای ۶۰۰، ۶۱۰ و ۶۲۰ °C نشان می‌دهد. جهت محاسبه ثوابت نرخ درشت شدن، مقدار D_0 برابر اندازه دانه در زمان نگهداری ۱۵ دقیقه در نظر گرفته شد. همان‌طور که مشخص است، ضریب رگرسیون معادلات برازش شده نزدیک به یک می‌باشد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که سینتیک درشت شدن دانه‌های جامد در طی عملیات حرارتی هم‌دما نمونه‌های پرس شده آلیاژ ۷۰۷۵ در محدوده دمای نیمه جامد انطباق بسیار خوبی با معادله LSW دارد.

کسر جامد (۰/۵۵) به‌طور قابل ملاحظه‌ای افزایش پیدا کرد.



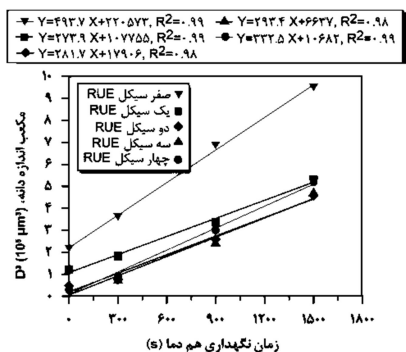
شکل ۱۱- تغییرات ثابت نرخ درشت شدن نمونه‌های پرس شده با درصد‌های مختلف برحسب دمای نگهداری هم‌دمای

همچنین نقاط اتصال دانه‌ها، مشخصه اصلی ریزساختارهای نیمه جامد ایجاد شده در دماهای پایین حرارت دهی می‌باشد (شکل ۱۲). نتایج آنالیز EDS نشان داد که این رسوبات ترکیبی نزدیک به فاز بین فلزی $Al_6(Cu,Fe)$ دارند. ذرات فاز $Al_6(Cu,Fe)$ در ریزساختار نیمه جامد آلیاژ ۷۰۷۵ در مرزدانه‌ها در دماهای پایین عملیات حرارتی در طی فرایند سیما رسوب می‌کنند (شکل ۱۲). این رسوبات باعث پیچ خوردن مرزدانه‌ها (در شکل ۱۲ با علامت پیکان نشان داده شده است) می‌شوند، که این موضوع نشان دهنده کند شدن و قفل شدن حرکت فیلم مایع در مرزدانه‌ها توسط این رسوبات در طی درشت شدن دانه‌های جامد می‌باشد. تأثیر وجود رسوبات بین فلزی از نوع Al_6FeNi و $AlFeMn$ در مرزدانه‌ها همچنین توسط مانسون-ویتون و همکارانش [۲۸] و فریتاس و همکارانش [۳۲] نیز گزارش شده است. نتایج بدست آمده در پژوهش حاضر نشان داد که رسوبات $Al_6(Cu,Fe)$ معمولاً با افزایش دمای حرارت دهی تا $620^\circ C$ حل شده و یا اندازه آنها تا حدی کوچک‌تر می‌شوند که از ضخامت فیلم مایع در مرزدانه‌ها کمتر باشند. بنابراین، تحرک مرزدانه‌ها می‌تواند به آسانی صورت گیرد که این امر مقادیر ثابت نرخ درشت شدن بزرگ‌تری را نتیجه می‌دهد.



شکل ۱۲- تصویر SEM الکترون‌های ثانویه از ریزساختار نمونه ۴۰٪ پرس شده و عملیات حرارتی شده در $610^\circ C$ به مدت ۲۵ دقیقه.

شکل ۱۳ تغییرات مکعب متوسط اندازه دانه برحسب زمان نگهداری هم‌دمای در $600^\circ C$ برای نمونه‌های آلیاژ ۷۰۷۵ با سیکل‌های مختلف RUE را در فرایند سیمای اصلاح شده جدید نشان می‌دهد.



شکل ۱۳- تغییرات مکعب اندازه دانه برحسب زمان نگهداری هم‌دمای برای نمونه‌های RUE در دمای $600^\circ C$ (ضریب رگرسیون می‌باشد)

[۲۲]

نتایج بدست آمده نشان داد که فرایند درشت شدن ذرات جامد در نمونه‌های پرس شده به میزان ۴۰-۱۰٪ در کسرهای جامد بالاتر از ۰/۷ مشابه مدل ارائه شده توسط مانسون-ویتون و همکارانش [۲۸] می‌باشد. اما یک افزایش دور از انتظار در مقادیر k در کسرهای جامد کمتر از ۰/۷ مشاهده شد که مشابه نتیجه گزارش شده توسط بلوری و همکارانش [۳۱] برای نمونه ۳۰٪ پرس شده آلیاژ ۷۰۷۵ می‌باشد. بنابراین، بر اساس نتایج تجربی بدست آمده در پژوهش حاضر، مقدار کسر جامد گذرا را می‌توان برابر با ۰/۸ برای نمونه‌های نیمه جامد در نظر گرفت.

با توجه به شکل ۱، به نظر می‌رسد که با افزایش دما تا $610^\circ C$ (کاهش کسر جامد به ۰/۷) تأثیر مکانیزم به هم پیوستن ذرات در مقایسه با دمای $600^\circ C$ و به دلیل تعداد اتصالات کمتر بین دانه‌های جامد تا حدود زیادی کاهش می‌یابد. بنابراین، ثابت نرخ درشت شدن به‌طور محسوسی کاهش پیدا می‌کند. نتیجه متفاوت مشاهده شده در مورد نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده را می‌توان به مقادیر کسر فاز مایع بالاتر تشکیل شده در این نمونه‌ها نسبت داد. ژانگ و همکارانش [۴] نشان دادند که افزایش نسبت پرس در مورد آلیاژ AZ91D موجب تشکیل کسر فاز مایع بیشتر در ریزساختار نیمه جامد می‌شود. تعداد نواحی مرزدانه و لذا مسیرهای ذوب سریع در اثر افزایش میزان کرنش و کاهش اندازه دانه‌ها افزایش پیدا می‌کند که این امر در نهایت منجر به تشکیل کسر حجمی مایع بیشتر در طی گرمادهی می‌شود. بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده دارای کسر مایع بیشتر در مقایسه با نمونه‌های پرس شده به مقدار ۴۰-۱۰٪ در شرایط یکسان عملیات حرارتی می‌باشند. لذا، در نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده، نفوذ اتمی بالاتر و تشکیل کسر مایع بیشتر در اثر افزایش دما به $610^\circ C$ می‌تواند عدم اثر بخشی مؤثر مکانیزم به هم پیوستن ذرات را جبران نماید و باعث افزایش ثابت نرخ درشت شدن شود [۲۸].

افزایش قابل توجه مقادیر ثابت نرخ درشت شدن با افزایش دمای نگهداری تا $620^\circ C$ (معادل با کسر جامد ۰/۵۵) را می‌توان به افزایش بیشتر میزان نفوذ اتمی در اثر افزایش کسر فاز مایع و بیشتر شدن میزان اثر بخشی مکانیزم خشن شدن استوالد نسبت داد. دلیل دیگر افزایش شدید نرخ درشت شدن می‌تواند ناشی از کاهش اثر تأخیری ذرات رسوب بر حرکت مرزدانه‌ها با افزایش دمای نگهداری باشد [۲۸]. وجود ذرات رسوب مربعی شکل غنی از آهن در طول مرزدانه‌ها و

ریزساختار می‌شود.

مقایسه تغییرات ثابت نرخ درشت شدن نمونه‌های نیمه جامد برحسب نسبت‌های پرس مختلف در فرایند سیمای مرسوم و تعداد سیکل‌های RUE در فرایند سیمای اصلاح شده جدید در جدول ۲ آورده شده است.

جدول ۲- مقادیر ثابت نرخ درشت شدن ریزساختار نمونه‌های نیمه جامد عملیات حرارتی شده در دمای ۶۰۰ °C در فرایندهای سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید

فرایند سیمای مرسوم		فرایند سیمای اصلاح شده جدید	
تعداد سیکل RUE	k ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)	نسبت پرس (%)	k ($\mu\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)
۱	۲۷۴	۱۰	۲۴۴
۲	۲۸۲	۲۰	۳۴۵
۳	۲۹۴	۴۰	۳۸۰
۴	۳۳۲	۵۵	۳۹۸

در مورد هر دو فرایند مقدار k با افزایش میزان کرنش در ساختار آلیاژ افزایش می‌یابد. در فرایند سیمای مرسوم حداکثر مقدار k مربوط به نمونه‌های ۵۵٪ پرس شده و برابر $398 \mu\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ می‌باشد و در فرایند سیمای اصلاح شده جدید بیشترین مقدار k در نمونه‌های چهار سیکل RUE برابر $332 \mu\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ مشاهده شد.

مقایسه مقادیر k نمونه‌های نیمه جامد تهیه شده با استفاده از هر دو فرایند نشان می‌دهد که نرخ درشت شدن دانه‌های جامد در فرایند سیمای اصلاح شده جدید در مقایسه با فرایند سیمای مرسوم به میزان قابل توجهی کندتر است. نتایج مشابهی نیز توسط جیانگ و همکارانش [۱۶] در ارتباط با کاهش نرخ درشت شدن دانه‌های جامد آلیاژ منیزیم AM60 تهیه شده توسط روش جدید SIMA که در آن از فرایند ECAP استفاده شده است در مقایسه با روش مرسوم گزارش شده است. بنابراین با توجه به مطالب بحث شده می‌توان نتیجه گرفت که فرایند سیمای اصلاح شده جدید به‌طور مؤثری می‌تواند درشت شدن دانه‌ها را در حین عملیات حرارتی نیمه جامد کنترل نموده و قابلیت شکل‌پذیری نیمه جامد قطعه نهایی را بهبود دهد.

۴- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر تبلور مجدد و سینتیک درشت شدن ساختار آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ در طی فرایندهای سیمای مرسوم و اصلاح شده جدید مورد بررسی قرار گرفت. فرایند سیمای اصلاح شده جدید با بکارگیری فرایند پرس-اکستروژن مکرر (RUE) توسعه داده شد. نتایج بدست آمده از بررسی‌های ریزساختاری به شرح ذیل می‌باشد:

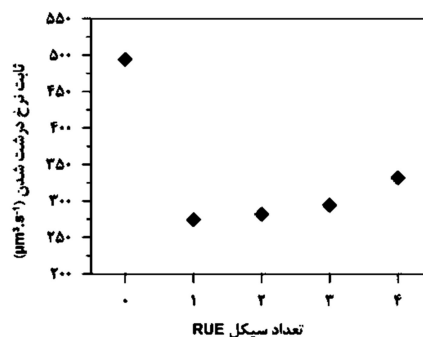
- تحولات ریزساختاری در طی فرایند سیمای شامل چهار مرحله (۱) تبلور مجدد و تفکیک ریزساختار، (۲) درشت شدن دانه‌های جامد چند وجهی، (۳) کروی شدن دانه‌های چند وجهی و (۴) درشت شدن دانه‌های کروی می‌باشد.

- کسر حجمی جامد گذرا بر اساس مدل اصلاح شده حرکت فیلم مایع برابر ۰/۸ تعیین شد.

- ثابت نرخ درشت شدن نمونه‌های سیمای اصلاح شده جدید با انجام یک سیکل RUE کاهش نسبتاً شدیدی را نشان داد اما در ادامه با

در ترسیم نمودار فوق مقدار D_0 برابر متوسط اندازه دانه در زمان نگهداری ۱۰ دقیقه در نظر گرفته شده است. روابط برآزش شده بر نتایج تجربی اندازه دانه نمونه‌ها با چرخه‌های مختلف RUE جهت محاسبه مقادیر ثابت نرخ درشت شدن (k) در شکل ۱۳ آورده شده است. ضرایب رگرسیون معادلات برآزش شده، همان‌طور که در شکل ۱۳ مشاهده می‌شود، نزدیک به یک است که نشان دهنده انطباق مناسب سینتیک درشت شدن ریزساختار نمونه‌های RUE آلیاژ ۷۰۷۵ در طی حرارت دهی هم‌دما در محدوده نیمه جامد با رابطه LSW می‌باشد.

مقادیر k محاسبه شده از روی شیب خطوط مستقیم برآزش شده بر تغییرات مکعب اندازه دانه در طی نگهداری هم‌دما در شکل ۱۴ نشان داده شده است.



شکل ۱۴- مقادیر نرخ درشت شدن (k) نمونه‌های RUE برحسب تعداد چرخه RUE در حین عملیات حرارتی در دمای ۶۰۰ °C [۲۲]

با توجه به تغییرات مقدار k برحسب تعداد چرخه RUE مشاهده می‌شود که: (۱) مقدار k با انجام یک چرخه RUE بر روی نمونه‌ها به‌شدت کاهش یافته و (۲) در ادامه با افزایش بیشتر تعداد چرخه‌ها به چهار، افزایش اندکی نشان می‌دهد. مقدار k بالای نمونه بدون تغییر شکل اولیه (بدون انجام فرایند RUE) می‌تواند به دلیل عدم تبلور مجدد مؤثر ریزساختار در حین عملیات حرارتی باشد. با توجه به اینکه در نمونه فاقد تغییر شکل پلاستیک اولیه، انرژی کرنش داخلی مؤثر به‌عنوان نیروی محرکه تبلور مجدد و تشکیل دانه‌های جامد ریز و کروی وجود ندارد، ساختار آلیاژ نرخ درشت شدن بالایی را تجربه می‌کند. این نتایج مطابق با یافته‌های جیانگ و همکارانش [۱۶] در مورد آلیاژ منیزیم AM60 می‌باشد. آنها نشان دادند که نرخ درشت شدن ریزساختار در آلیاژ تغییر شکل داده شده توسط فرایند ECAP کندتر از نرخ درشت شدن ریزساختار نمونه ریخته‌گی بدون تغییر شکل پلاستیک شدید در حین عملیات حرارتی در طی فرایند سیمای مرسوم می‌باشد. افزایش مقادیر k با افزایش تعداد سیکل‌های RUE از یک تا چهار را می‌توان به مقدار بیشتر فاز مایع تشکیل شده در ریزساختار در حین نگهداری هم‌دما نسبت داد. افزایش تعداد چرخه‌های RUE منجر به افزایش تعداد مرز دانه‌های اصلی در طی تبلور مجدد در ریزساختار می‌شود که این امر موجب توسعه مسیرهای ذوب در اثر کاهش اندازه دانه‌ها می‌شود. این عامل در نهایت باعث افزایش کسر حجمی مایع در طی عملیات حرارتی می‌گردد. تشکیل مقدار فاز مایع بیشتر در ریزساختار منجر به افزایش میزان نفوذ اتمی و بنابراین افزایش نرخ درشت شدن

- predeformed by ECAP method, In *Materials Science and Technology conference*, Utah, USA, 2016.
- [18] Zhao Z. D., Chen Q., Tang Z. J., Hu C. K., Microstructural evolution and tensile mechanical properties of AM60B magnesium alloy prepared by the SIMA route, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 497, pp. 402-411, 2010.
- [19] Chen Q., Zhao Z., Zhao Z. H., Hu C. H., Shu D., Microstructure development and thixoextrusion of magnesium alloy prepared by repetitive upsetting-extrusion, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 7303-7315, 2011.
- [20] Binesh B., Aghaie-Khafri M., Daneshi M., Simulation and experimental study of severe plastic deformation of 7075 Al alloy processed by repetitive upsetting-extrusion, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, pp. 323-332, 2017.
- [21] Zaharia L., Comaneci R., Chelariu R., Luca D., A new severe plastic deformation method by repetitive extrusion and upsetting, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 595, pp. 135-142, 2014.
- [22] Binesh B., Aghaie-Khafri M., RUE-based semi-solid processing: Microstructure evolution and effective parameters, *Materials and Design*, Vol. 95, pp. 268-286, 2016.
- [23] ASM Handbook, Alloy phase diagrams, 3ASM International, Materials Park, OH, 2004.
- [24] Doherty R. D., Lee H. -I., Feest E. A., Microstructure of stir-cast metals, *Materials Science and Engineering*, Vol. 65, pp. 181-189, 1984.
- [25] Fan Z., Semisolid metal processing, *International Materials Reviews*, Vol. 47, pp. 49-85, 2002.
- [26] Tzimas E., Zavaliangos A., Evolution of near-equiaxed microstructure in the semisolid state, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 289, pp. 228-240, 2000.
- [27] Annavarapu S., Doherty R. D., Inhibited coarsening of solid-liquid microstructures in spray casting at high volume fractions of solid, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 43, pp. 3207-3230, 1995.
- [28] Manson-Whitton E. D., Stone I. C., Jones J. R., Grant P. S., Cantor B., Isothermal grain coarsening of spray formed alloys in the semi-solid state, *Acta Materialia*, vol. 50, pp. 2517-2535, 2002.
- [29] Kim S. S., Yoon D. N., Coarsening behavior of Mo grains dispersed in liquid matrix, *Acta Metallurgica*, Vol. 31, pp. 1151-1157, 1983.
- [30] Boettinger W. J., Voorhees P. W., Dobbyn R. C., Burdette H. E., A study of the coarsening of liquid-solid mixtures using synchrotron radiation microradiography, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18A, pp. 487-490, 1987.
- [31] Bolouri A., Shahmiri M., Kang C. G., Coarsening of equiaxed microstructure in the semisolid state of aluminum 7075 alloy through SIMA processing, *Journal of Materials Science*, Vol. 47, pp. 3544-3553, 2012.
- [32] De Freitas E. R., Ferracini Jr., E., Ferrante, M., Microstructure and rheology of an AA2024 aluminium alloy in the semi-solid state and mechanical properties of a back-extruded part, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 146, pp. 241-249, 2004.
- افزایش بیشتر تعداد سیکل RUE، ثابت نرخ درشت شدن به طور آهسته افزایش یافت.
- نرخ درشت شدن ساختار در فرایند سیمای اصلاح شده جدید در مقایسه با فرایند سیمای مرسوم به میزان قابل توجهی کاهش می‌یابد.

۵- مراجع

- [1] Kirkwood D.H., Suery M., Kapranos P., Atkinson H.V., *Semi-solid processing of alloys*, Springer, Berlin Heidelberg, 2009.
- [2] Flemings M.C., Behavior of metal alloys in the semisolid state, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 22A, pp. 957-981, 1991.
- [3] Koeune R., Semi-solid Constitutive Modeling for the Numerical Simulation of Thixoforming Processes, PhD Thesis, University of Liege, 2011.
- [4] Zhang Q.Q., Cao Z.Y., Zhang Y.F., Su G.H., Liu Y.B., Effect of compression ratio on the microstructure evolution of semisolid AZ91D alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 184, pp. 195-200, 2007.
- [5] Chen T.J., Hao Y., Sun J., Microstructural evolution of previously deformed ZA27 alloy during partial remelting, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 337, pp. 73-81, 2002.
- [6] Tzimas E., Zavaliangos A., A comparative characterization of near-equiaxed microstructures as produced by spray casting, magnetohydrodynamic casting and the stress induced melt activated process, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 289, pp. 217-227, 2000.
- [7] Lin H.Q., Wang J.G., Wang H.Y., Jiang Q.C., Effect of predeformation on the globular grains in AZ91D alloy during strain induced melt activation (SIMA) process, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 431, pp. 141-147, 2007.
- [8] Rikhtegar F., Ketabchi M., Investigation of mechanical properties of 7075 Al alloy formed by forward thixoextrusion process, *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3943-3948, 2010.
- [9] Young K.P., Kyonka C.P., Courtois J.A. Fine grained metal composition, US Patent No. 4 415 374, 1983.
- [10] Yan G., Zhao S.H., Ma S.H., Shou H., Microstructural Evolution of A356.2 Alloy Prepared by the SIMA Process, *Materials Characterization*, Vol. 69, pp. 45- 51, 2012.
- [11] Song Y. B., Park, K. T., Hong, C. P., Recrystallization behavior of 7175 Al alloy during modified strain-induced melt-activated (SIMA) process, *Materials Transactions*, vol. 47, pp. 1250-1256, 2006.
- [12] Alipour M., Emamy M., Effects of Al-5Ti-1B on the structure and hardness of a super high strength aluminum alloy produced by strain-induced melt activation process, *Materials and Design*, Vol. 32, pp. 4485-4492, 2011.
- [13] Mirjavadi S. S., Alipour M., Hamouda A. M. S., Besharati Givi M. K., Emamy M., Investigation of the effect of Al-8B master alloy and strain-induced melt activation process on dry sliding wear behavior of an Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Materials and Design*, Vol. 53, pp. 308-316, 2014.
- [14] Jiang J., Wang Y., Luo Sh., Application of equal channel angular extrusion to semi-solid processing of magnesium alloy, *Materials Characterization*, Vol. 58, pp. 190-196, 2007.
- [15] Ashouri S., Nili-Ahmadabadi M., Moradi M., Iranpour M., Semi-solid microstructure evolution during reheating of aluminum A356 alloy deformed severely by ECAP, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 466, pp. 67-72, 2008.
- [16] Jiang J., Wang Y., Qu J., Du Zh., Sun Y., Luo Sh., Microstructure evolution of AM60 magnesium alloy semisolid slurry prepared by new SIMA, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 497, pp. 62-67, 2010.
- [17] Fu J., Wang K., Li X., Microstructure evolution and coarsening mechanism of 7075 semi-solid aluminum alloy