



جلوگیری از اکسیداسیون سطحی پودر منیزیم توسط بهینه سازی در فرایند آسیاکاری با غوطه وری در اتیلن گلیکول

علیرضا رضایی^۱، ایمان مباشرپور^۲، سید محمد مهدی هادوی^۳، ابراهیم جباری^۴

^۱. پژوهشگاه مواد و انرژی (دانشجوی کارشناسی ارشد)

^۲. پژوهشگاه مواد و انرژی (استادیار)

^۳. دانشگاه مالک اشتر (دانشیار)

^۴. پژوهشگاه مواد و انرژی (کارشناس آزمایشگاه)

چکیده

منیزیم فلزی است که به دلیل خواص منحصر به فرد خود امروزه کاربردهای بسیاری در صنایع هوایی، خودرو سازی، الکترونیک و پزشکی پیدا کرده است. مشکل اصلی در استفاده از این فلز میل واکنش پذیری بالای آن در برابر اکسیژن و رطوبت است که در نتیجه منجر به تغییر خواص می گردد. به همین منظور روش های متعددی برای ایجاد مقاومت شیمیایی و اصلاح سطحی در سیستم پودری آن صورت گرفته است. از جمله روش های شیمیایی و الکتروشیمیایی که با ایجاد یک لایه محافظ و بی اثر بر روی سطح ذرات پودری منیزیم و از بین بردن تماس مستقیم با اکسیژن و مواد دیگر سعی در بهبود عملکرد قطعات، بدنه ها و پوشش های بر پایه منیزیم نموده اند. در این پژوهش پودرهای منیزیم با ابعاد میکرومتری توسط فرایند آسیاکاری همراه با غوطه وری در اتیلن گلیکول جهت جلوگیری از اکسیداسیون سطحی بهینه سازی گردید. همچنین از تکنیک پراش پرتو ایکس XRD به منظور بررسی ساختار فازی و تایید حضور فازهای مطلوب در ترکیب و میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM برای ارزیابی مورفولوژی و توزیع اندازه ذرات استفاده گردیده و در نهایت پودر منیزیم با کاهش اندازه میانگین ذرات از ۱۰۰ به ۱۰ میکرومتر بدون ایجاد لایه اکسیدی در سطح تهیه و مشاهده گردید.

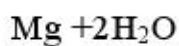
واژه های کلیدی: پودر منیزیم، آسیاکاری، اتیلن گلیکول، کاهش اندازه ذرات، اکسیداسیون سطحی.

¹. Alireza68rezaei@gmail.com

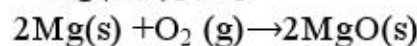
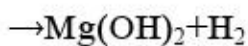
مقدمه

امروزه از روش آسیاکاری جهت اهداف مهم تری علاوه بر کاهش ابعاد ذرات برای تهیه مواد با خواص فیزیکی و مکانیکی مطلوب تر و در واقع مواد جدید مهندسی استفاده می شود به طور کلی آسیاکاری مکانیکی فرآیندی است که در آن پودری تحت تاثیر برخوردهای پرنرژی بین اجزای آسیا (گلوله ها و محفظه) قرار می گیرد [1]. در اواخر سال ۱۹۶۰ آسیاکاری پلیمر ها نیز با پوشش دهی پودرهای فلزی توسط پلیمر مورد استفاده واقع شد. همچنین آسیاکاری مکانیکی روشی مناسب به منظور تهیه نانو پودرها به صورت پایدار و نیمه پایدار در دمای اتاق محسوب می شود. مهم ترین مزیت این روش قابلیت تولید پودر در مقیاس صنعتی است [2].

منیزیم دارای نقطه ذوب 650°C است. استحکام آن خیلی کم و در مقابل اکسیداسیون و خوردگی از مقاومت پایینی برخوردار است. منیزیم به صورت براده، پودر و در حالت مذاب تحت تاثیر عوامل جوی به سرعت می سوزد. به همین دلیل باید سطح آن ها را با قشری محافظ پوشش داده و از واکنش منیزیم در حضور رطوبت و یا اکسیژن که به ترتیب به هیدروکسید منیزیم (رابطه ۱) و اکسید منیزیم (رابطه ۲) تبدیل می شود، جلوگیری نمود.



(رابطه ۱)



(رابطه ۲)

منیزیم در صنعت به صورت های مختلف خالص، اکسید منیزیم و آلیاژ کاربرد دارد. منیزیم خالص به دلیل استحکام کمی که دارد در صنعت برای ساخت قطعات صنعتی مورد استفاده قرار نمی گیرد و از آن جا که این فلز به راحتی می سوزد و نور درخشانی از خود منتشر می کند به عنوان بمب های آتش زار، سوخت جنگ افزارها، تصویربرداری نظامی استفاده می شود [3]. همچنین در فیلرهای پیروتکنیکی که در تولید نورافشان های فریب دهنده حسگرهای حرارتی که از هوایما به بیرون پرتاب شده و سبب فریب موشک ردیاب و فریب آن ها به سمت نورافشان می شوند کاربرد وسیعی پیدا نموده اند، بدین صورت که این سیستم ها به دلیل سهولت در جابه جایی ساخت آسان، سهولت در عملکرد منحرف نمودن موشک و ارزان بودن اجزای تشکیل دهنده آن ها می باشد امکان قابلیت نصب بر روی هوایما، ناوها، تانک ها را دارد [4]. فلز منیزیم به عنوان یک فلز صنعتی مزایای جالبی نسبت به سایر فلزات صنعتی نظیر آلومینیوم و فولاد در قطعات صنایع هوایی و خودروسازی دارد. منیزیم دارای وزن بسیار کمی بوده به طوری که چگالی آن $\frac{2}{3}$ چگالی آلومینیوم است. این فلز دارای بالاترین نسبت استحکام به وزن در میان تمام فلزات صنعتی است، قابلیت ماشین کاری بالا و دقت ابعادی مناسبی دارد. از منیزیم به عنوان یک فلز آلیاژی در آلیاژهای آلومینیم و مس نیز به کار می رود [5]. با توجه به موارد گفته شده و مباحث اقتصادی به اهمیت حل مشکلات استفاده از منیزیم در صنایع مختلف مشخص می گردد. روش های متفاوتی برای جلوگیری از اکسیداسیون پودرهای منیزیم استفاده می گردد که بسته به کاربرد و نوع منیزیم مورد استفاده تغییر می یابد، برای مثال استفاده از اتمسفر خنثی، عملیات شیمیایی (برای مثال نیتروژن مایع گاز نیتروژن)،

روش های الکتروشیمیایی و ایجاد لایه منیزیم اکسید، آسیاکاری (تر، تحت خلا)، استفاده از یستر کرین، پوشش هیدرید، آندایزینگ، پوشش تبدیل اکسیداسیون الکترولیتی پلاسما، پوشش اسپری حرارتی و پوشش پلیمر آلی و... می باشد [6,7]. روشی که برای ریزدانه کردن و جلوگیری از اکسیداسیون پودرهای منیزیم با اندازه ذرات در مقیاس نانو و میکرو انجام می گیرد همراه با مدنظر قرار دادن کاهش هزینه تولید، آسان بودن انجام فرایند، در دسترس بودن تجهیزات و مواد مصرفی به صورت بهینه کردن فرایند آسیاکاری با استفاده از غوطه وری پودر منیزیم در یک محیط مایع صورت می گیرد. در این پژوهش اتیلن گلیکول به منظور غوطه وری پودر منیزیم می باشد [7,8].

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از پودر منیزیم با متوسط اندازه دانه ۱۰۰ میکرومتر با خلوص ۹۹ درصد محصول شرکت مرک و به منظور جلوگیری از اکسیداسیون سطحی از اتیلن گلیکول با درجه خلوص ۹۹ درصد محصول شرکت مرک استفاده شد. برای توزین ترازوی با دقت ۰/۱ میلی گرم مورد استفاده قرار گرفت. جهت بررسی مورفولوژی پوشش ایجاد شده دستگاه میکروسکوپ الکترونی رومی SEM مدل (Cambridge stereo scan) 360,UK و به منظور بررسی ساختار فازی و تعیین فازهای تشکیل شده، پراش پرتوی ایکس با دستگاه XRD مدل Siemens ۵۰۰-D ساخت کشور آلمان به کار گرفته شد. آسیاکاری با استفاده از آسیاب سیاره ای با انرژی متوسط و در دمای محیط انجام گردید (شکل ۱). گلوله های مورد استفاده در این روش از جنس اکسید زیر کونیوم و به منظور ایجاد حداکثر ارتعاش و جلوگیری از غلبه نیروی گریز از مرکز از گلوله هایی با قطر متفاوت استفاده گردید. به منظور بالابردن مقاومت به سایش بالا و جلوگیری از ایجاد آلودگی، از محفظه زیر کونیومی استفاده شد. معمولاً برای جلوگیری از وارد شدن آلودگی به ترکیب پودر، در آسیاکاری محفظه و گلوله ها از یک جنس انتخاب می شوند. در قسمت آسیاکاری دستیابی به مواردی مانند پودر با اندازه ذرات یکنواخت و مورفولوژی کرووی لازم به بررسی دقیق و انجام فرایند طبق دستور العمل هایی می باشد که در ادامه توضیح داده می شود.

مورد اول: در حالتی که از گلوله غیر هم جنس با محفظه استفاده شود ناخالصی هایی ناشی از برخورد گلوله و محفظه به دلیل متفاوت بودن خواص سایشی آنها وارد سیستم می شود به همین دلیل از گلوله و محفظه هم جنس استفاده گردید تا ناخالصی ناشی از برخوردهای گلوله و محفظه به حداقل برسد.

مورد دوم: به علت آن که انتخاب تعداد گلوله تاثیر قابل توجهی در کاهش اندازه ذرات و یکنواخت بودن گستره ی اندازه ذرات و انجام فرایند با کاهش اتلاف انرژی و زمان و کاهش ناخالصی های ناشی از آسیاکاری دارد. انتخاب بهینه تعداد گلوله های قابل استفاده بر اساس حجم محفظه صورت می گیرد. در (جدول ۱) تعداد گلوله های پیشنهادی نسبت به حجم ظرف ذکر شده است، مقادیر اشاره شده در (جدول ۱) حداقل مقادیر هستند و بسته به خواص ماده تحت آسیاکاری، امکان افزایش این مقادیر وجود دارد تا انتخاب بهتری انجام گیرد.

مورد سوم: استفاده از گلوله‌های با ابعاد یکسان نتایج مطلوبی را به همراه نداشته به این دلیل که گلوله‌های اکسیدی چگالی کمتری نسبت به گلوله‌های کاربید تنگستن دارد. به منظور بر طرف شدن این مشکل گلوله‌هایی با ابعاد مختلف برای افزایش انرژی ضربه بدون افزایش سرعت چرخش و کاهش مدت زمان آسیاکاری و در نتیجه کاهش اندازه ذرات تا مقیاس نانو مورد استفاده گرفت.

مورد چهارم: میزان پرکردن محفظه نیز از جمله عوامل موثر بر راندمان آسیاکاری است. مقادیر توصیه شده بر اساس ظرفیت محفظه در (جدول ۲) ارائه شده است. طبق این موارد هر چه نسبت گلوله به پودر افزایش می‌یابد کاهش اندازه ذرات محسوس‌تر بوده و با انجام فرایند در زمان‌های کمتر توانسته نمونه پودری با مورفولوژی کروی مدنظر تولید کند که در کاربردهای متالورژی پودر و پایدارسازی بهتر منیزیم در سوسپانسیون نقش مهمی را ایفا می‌کند. با توجه به موارد ذکر شده با افزایش زمان و چرخش آسیاکاری و استفاده از گلوله و محفظه یکسان و چگالی بالاتر، نتایج به مراتب بهتر دور از دسترس نمی‌باشد.

مراحل انجام فرایند به این صورت می‌باشد که با نسبت گلوله به پودر ۱:۳۰ از ۱۳ گلوله زیر کونیایی با اندازه‌های متفاوت استفاده شده و در ادامه پودر منیزیم به محفظه اضافه شده و در حجم باقی مانده ظرف اتیلن گلیکول ($C_2H_6O_2$) افزوده و عملیات آسیاکاری انجام گردید. در مرحله اول پودرها به مدت ۱۰ ساعت با دور ۳۱۰ rpm و در مرحله دوم به مدت ۲۰ ساعت با دور ۳۱۰ rpm تحت عملیات آسیاکاری قرار گرفته و سپس به منظور بررسی اکسیداسیون پودرهای آسیاکاری شده به مدت ۱۲ ساعت در خشک کن با دمای $75^{\circ}C$ قرار داده تا تاثیر اولیه فرایند بررسی شود. پودرهای آگلومره شده ناشی از خشک شدن توسط هاون کوبیده شده تا یکنواخت شوند. از آنجا که در تماس پودر با هوا، امکان واکنش پذیری افزایش می‌یابد، آنالیزهای XRD و SEM تکرار می‌گردد. همچنین به صورت موازی پودرهای بدست آمده، در دماهای $200^{\circ}C$ (دمای تیخیر اتیلن گلیکول) و $650^{\circ}C$ (دمای ذوب منیزیم) تحت عملیات پخت به مدت ۳ ساعت قرار گرفته و آنالیزهای مذکور تکرار می‌گردد. لازم به ذکر است که گلوله‌ها و محفظه قبل از انجام فرایند به طور کامل با آب مقطر و الکل شستشو و خشک گردید.

نتایج و بحث

نتایج الگوی پراش اشعه ایکس

شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس پودر منیزیم خالص با اندازه ذره متوسط ۱۰۰ میکرومتر و الگوی مرجع پراش منیزیم و پودر منیزیم آسیاکاری خشک شده در دمای $75^{\circ}C$ با اندازه ذره متوسط ۱۰ میکرومتر را نشان می‌دهد. با مقایسه الگوی منیزیم خالص و مرجع این نتیجه حاصل می‌شود که پودر اولیه بدون هیچگونه فاز اکسیدی و هیدروکسیدی و دیگر فازهای منیزیم بوده و تطابق بسیار خوبی با الگوی مرجع داشته است. همچنین با مقایسه پودر اولیه و آسیاکاری شده پیک‌های ملایمی در موقعیت بین 32° و 39° مشاهده می‌شود که نشان دهنده وجود ماده‌ای آمورف می‌باشد که همان اتیلن گلیکول است که عامل بازدارنده فرایند اکسیداسیون بوده و بیانگر این

شازدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

مهم می‌باشد که هنوز بعد از خشک شدن در دمای 75°C هیچگونه پیک که نشان‌دهنده وجود اکسید و هیدروکسید منیزیم باشد مشاهده نمی‌گردد.

شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس پودر منیزیم آسیاکاری کوره گذاشته شده در دمای 200°C و پودر منیزیم آسیاکاری و کوره گذاشته شده در دمای 650°C را نشان می‌دهد. لازم به ذکر می‌باشد که دمای تبخیر اتیلن گلیکول 200°C و دمای ذوب منیزیم 650°C می‌باشد. همچنین با مقایسه پودر اولیه و 200°C پیک‌های تپه ماندی در موقعیت بین 32° و 39° مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده وجود ماده ای آمورف می‌باشد که همان اتیلن گلیکول است که عامل بازدارنده اکسیداسیون بوده و بیانگر این مهم می‌باشد که هنوز بعد از کوره گذاشته شدن در دمای 200°C هیچگونه پیک که نشان‌دهنده وجود اکسید و هیدروکسید منیزیم باشد مشاهده نمی‌گردد. با مقایسه الگوی پودر 200°C و 650°C ، پیک‌های آمورف در الگوی 650°C دیده نشده و پیک‌های اکسید منیزیم و کمی منیزیم دیده می‌شود که بیانگر از بین رفتن عامل جلوگیری از اکسیداسیون می‌باشد.

با بررسی الگوهای پراش پودر باقیمانده حاصل از آسیاکاری به مدت ۳۰ ساعت این نتیجه حاصل می‌شود که به دلیل وجود اتیلن گلیکول در فرایند آسیاکاری مقاومت به واکنش‌پذیری پودر باقیمانده افزایش یافته و مخلوط پودر یکنواخت شده و پودر منیزیم با کاهش اندازه میانگین ذرات از ۱۰۰ به ۱۰ میکرومتر بدون ایجاد لایه اکسیدی در سطح ایجاد گردید. اتیلن گلیکول احتمالاً به صورت فیزیکی روی سطح ذرات منیزیم قرار گرفته است.

آنالیز انجام شده نقش اتیلن گلیکول را نمایان می‌کند، وقتی در محیطی بدون اکسیژن مثل اتیلن گلیکول منیزیم آسیاکاری شود دیگر اکسیژن یا رطوبتی موجود نمی‌باشد که با منیزیم واکنش دهد همچنین اکسیژن موجود در ساختار اتیلن گلیکول امکان واکنش با منیزیم را نداشته، به همین منظور از لحاظ ترمودینامیکی به بررسی انجام واکنش (رابطه ۲) برای ۱ مول منیزیم از طریق بررسی انرژی آزاد گیبس پرداخته می‌شود که طبق (رابطه ۳) بدست می‌آید و دارای سه حالت تعادلی، انجام واکنش و انجام ناپذیر بودن واکنش می‌باشد.

در حالت شرایط تعادلی، با فرض این که اکتیویته اجزا جامد خالص برابر با یک می‌باشد و انرژی آزاد کل برابر صفر بوده و طبق محاسبات فشار تعادلی اکسیژن بر اساس ΔG° واکنش (رابطه ۲) موجود در جداول ترمودینامیکی به صورت زیر بدست می‌آید (رابطه ۴).

$$\Delta G^\circ = -RT \ln \frac{a_{mgo}}{a_{mg} \cdot P_{O_2}^{1/2}}, \quad R = 8/13 \left(\frac{J}{mol \cdot k} \right), \quad T$$

$$= 473^\circ K \quad (\text{رابطه 4})$$

با در نظر گرفتن فرضیات رابطه ۵ بدست می آید:

$$\Delta G^\circ = -RT \ln \frac{1}{P_{O_2}^{1/2}}$$

$$= RT \ln P_{O_2}^{1/2} \quad (\text{رابطه 5})$$

ΔG° در رابطه ۳ از طریق رابطه ۶، ۷، ۸ محاسبه کرده:

$$\Delta G_2^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ = -608.088 - (11.715T \ln T) + (4.602 \times 10^{-3} \times T^2) + (5.224 \times 10^5 / T) + 189.844T$$

(رابطه ۶)

$$\Delta H_2^\circ = -608.088 + 11.715T - (4.602 \times 10^{-3} \times T^2) + (10.447 \times 10^5 / T)$$

(رابطه ۷)

$$\Delta S_2^\circ = (11.715 \ln T) - (9.204 \times 10^{-3} T) + (5.224 \times 10^5 / T^2) - 178.129$$

(رابطه ۸)

مقادیر انرژی آزاد استاندارد برحسب $\left(\frac{J}{mol}\right)$ ، فشار اکسیژن تعادلی برحسب atm با جایگذاری دمای 473k در روابط بالا به شرح زیر می باشد:

$$\Delta G_2^\circ = -559400, \quad P_{O_2}^e = 10^{-1.34}$$

از طرفی طبق رابطه وانتروف رابطه ۸ مقدار $\ln k_p$ بدست آورده، در رابطه ۳ جایگذاری نموده و ΔG محاسبه گردید.

$$\frac{\partial \ln k_p}{\partial T} = \frac{\Delta H_2^\circ}{RT^2} \quad (\text{رابطه 8})$$

برای بررسی نحوه تاثیر فشار جزئی اکسیژن محیط و فشار اکسیژن تعادلی و اینکه واکنش اکسیداسیون در چه شرایطی انجام می شود می توان رابطه انرژی آزاد را به صورت زیر نوشت:

$$\Delta G_1 = \Delta G_4^\circ + RT \ln \frac{a_{mgo}}{a_{mg} \cdot P_{O_2}^{1/2}} \approx 8200$$

(رابطه ۹)

که در رابطه ۹ $P_{O_2}^e$ فشار اکسیژن رابطه ۲ می باشد. با توجه به فرمول ΔG سه حالت مختلف برای اکسیداسیون پیش می آید:

(۱) اگر $P_{O_2}^e > P_{O_2}$ باشد، در نتیجه $\Delta G > 0$ می شود و اکسیداسیون رخ نمی دهد.

(۲) اگر $P_{O_2}^e < P_{O_2}$ باشد، آنگاه $\Delta G < 0$ می شود و اکسیداسیون رخ می دهد.

(۳) اگر $P_{O_2}^e = P_{O_2}$ باشد، در نتیجه $\Delta G = 0$ می‌شود و واکنش اکسیداسیون در حالت تعادل است.

آنگاه فشار جزئی تجزیه اکسید منیزیم در دمای 200°C معادل $10^{-13.4}$ اتمسفر می‌شود. یعنی پوششی که بر سطح منیزیم تشکیل می‌شود مانع از نفوذ اکسیژن به زیر آن حتی $10^{-13.4}$ اتمسفر می‌شود. دیاگرام الینگهام نیز این اعداد را تایید می‌کند. دقت شود که در دیاگرام ΔG° بر حسب ژول بر مول برای 2MgO است که در محاسبه فشار تجزیه اکسید مشکلی ایجاد نمی‌کند چرا که باید در محاسبه ضریب ۲ نیز لحاظ گردد. به طور فرضی در یک سیستم A شامل منیزیم با مول a و سیستم B شامل منیزیم با مول a و اتیلن گلیکول با مول b طبق قانون دالتون (رابطه ۱۰) مقدار مول اکسیژن سیستم B کمتر از سیستم A می‌باشد. فشار کل ثابت می‌باشد [11,12].

$$P_B = \frac{n_A}{n_A + n_B}$$

نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترونی روشی

همانطور که در شکل ۴ مشاهده می‌شود مورفولوژی پودرهای منیزیم به صورت شبه کروی و با اندازه ذرات ۱۰۰ میکرومتر بوده که نشان دهنده حالت پلاستیسیته ذرات فلزی می‌باشد. شکل ۵ نشان دهنده خردایش و کاهش اندازه ذرات و ایجاد مورفولوژی تیز و غلبه بر حالت پلاستیک می‌باشد. با مقایسه شکل ۶ و شکل ۷ مشهود است که اندازه ذرات به میانگین ۱۰ میکرومتر کاهش یافته، ضمن اینکه ذرات به شکل آگلومره مشاهده می‌شود. به دلیل اکسیداسیون پودر آسیاکاری شده و کوره گذاشته شده در دمای 650°C این نمونه تحت آنالیز SEM قرار نگرفت.

شکل ۴ مورفولوژی و اندازه ذرات منیزیم قبل از آسیاکاری را نشان می‌دهد. به طور کلی در فرآیند آسیاکاری سه مکانیزم بر تغییرات مورفولوژی ذرات حاکم است که عبارتند از تغییر شکل پلاستیک، شکست و جوش سرد. در هر سه مرحله هر سه مکانیزم اتفاق می‌افتد اما غلبه ی هر یک از مکانیزم‌ها بر دیگری موجب تغییر مورفولوژی ذرات خواهد شد. شکل ۵ مورفولوژی نمونه ای شامل منیزیم و اتیلن گلیکول که به مدت ۳۰ ساعت آسیاکاری مکانیکی شده را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود پس از ۳۰ ساعت آسیاکاری اندازه ذرات کاهش یافته است. تغییر شکل به همراه جوش خوردگی ذرات به هم موجب می‌گردد تا محدوده وسیعی از ذرات ایجاد شود که در شکل ۵ و ۷ این نکته واضح است. در ادامه به دلیل کارسخت شدن ناشی از تغییر شکل پلاستیک ذرات، تمایل به شکست آن‌ها در اثر اعمال ضربه در حین آسیاکاری توسط گلوله‌ها و برخورد با دیواره محفظه‌ها افزایش یافته و به همین دلیل اندازه ذرات به مرور زمان کاهش می‌یابد و با گذشت زمان یکنواخت می‌گردد. غالب بودن مکانیزم شکست بر جوش سرد به وضوح در شکل ۵ و ۷ قابل مشاهده است. در فرآیند آسیاکاری، تغییر شکل پلاستیک موجب می‌گردد تا چگالی نایجایی‌ها افزایش یافته و در اثر اندرکنش بین ذرات و نایجایی‌ها، مرزهای فرعی به وجود آیند و با ادامه فرآیند آسیاکاری این مرزهای فرعی به مرزهای باز (بزرگ زاویه) تبدیل می‌شوند که در شکل ۸ این فرآیند نشان داده شده است [13]. با ادامه عملیات آسیاب

اگر چه ساختار بطور مداوم ریز می شود ولی اندازه ذرات ثابت می ماند. به علاوه فاصله بین لایه ای کاهش یافته و تعداد لایه ها در یک ذره پودر افزایش می یابد [۱۴].

پس از برقراری تعادل بین جوش سرد و شکست، ذرات ریزتر دیگر شکسته نشده و به ذرات بزرگتر می پیوندند و ذراتی با اندازه متوسط بدست می آید. در این مرحله هر ذره دارای اجزای اولیه پودر و با همان نسبت ترکیب شده می باشد و ذرات به سختی اشباع شده خود در اثر ذخیره انرژی کرنشی می رسند. در ضمن تغییرات اندازه ذرات نیز محدود می باشد، زیرا ذرات بزرگتر از اندازه متوسط، اندازه شان کاهش می یابد و ذرات کوچکتر از اندازه متوسط، آگلومره شده و بزرگتر می شوند. در روش آسیاکاری مکانیکی تغییر شکل های بسیار سنگین اتفاق می افتد. با حضور عیوب بلوری مانند نابجائی ها، جاهای خالی، نقص در چیده شدن اتمی و افزایش مرز دانه، وجود تغییر شکل های شدید سنگین تایید می شود. به علاوه عیوب بلوری موجود در ساختار، نفوذ عنصر محلول را در زمینه افزایش می دهند. همچنین تغییرات ریز ساختاری باعث کاهش فاصله نفوذ می شود و در ضمن افزایش دما باعث افزایش نفوذ شده که همه موارد اشاره شده باعث آلیاژ سازی در دمای اتاق می شود. بعضی مواقع یک آیل دمای بالا برای بدست آوردن ساختار مورد نظر، بخصوص زمانی که تشکیل ترکیبات بین فلزی مورد نظر باشد، لازم است. زمان لازم برای رسیدن به ساختار مورد نظر در هر سیستم تابع اندازه ذرات و رفتار اجزای تشکیل دهنده آن است [۱۴].

نتیجه گیری

- ۱) استفاده از عامل بازدارنده اکسیداسیون سطحی و یا تغییر شرایط آسیاکاری از خشک به تر برای جلوگیری از چسبیدن پودر به گلوله و محفظه آسیاکاری و افزایش بازدهی آسیاکاری به شدت موثر است.
- ۲) به منظور جلوگیری از اکسیداسیون پودر منیزیم حین آسیاکاری، استفاده از اتیلن گلیکول پیشنهاد می شود.
- ۳) استفاده هم زمان عامل جلوگیری از اکسیداسیون و آسیاکاری تاثیر مثبت در فرایند داشته و حتی فرایند به صورت بهینه انجام گرفته است.

مراجع

۱. C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling", Progress in Materials Science, 46, 2001, 1-184
۲. Julie Patricia Martin " An Investigation of the microstructure and properties of a cryogenically mechanically alloyed polycarbonate-poly(ether ether ketone)system doctor of philosophy" material science-virginia university, 10-50, 2001
۳. Conceicao, T. F. "Corrosion Protection of Magnesium Alloy AZ ۳۱ Sheets by Spin Coating Process with Poly (ether imide)" Corrosion Science , 52, 2010, 2079-2066
4. Koch, E. C. "Review on Pyrotechnic Aerial Infrared Decoys" PropellExplos Pyrotechnics, 26, 2001, 3-11.

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

5. Kulekci, Mustafa Kemal. "Magnesium and its alloys applications in automotive industry." *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 39.9-10, 2008, 851-865.

6. جی. ویرتی بیستک ترجمه دکتر عبدالله افشار، پوشش های تبدیلی شیمیایی و الکترولیتی، ۱۳۷۹، موسسه

انتشارات علمی دانشگاه شریف.

7. Gupta, Manoj, and Nai Mui Ling Sharon. *Magnesium, magnesium alloys, and magnesium composites*. 2011, John Wiley & Sons.

8. Mordike, B. L., and Tü Ebert. "Magnesium: properties—applications—potential." *Materials Science and Engineering: A*, 302.1, 2001, 37-45.

9. راندال ام جرمن. ترجمه ناصریان مجتبی حائریان اردکانی علی، علم متالورژی پودر، ۱۳۸۷، دانشگاه فردوسی

مشهد.

۱۰. سوریانارایانا. ترجمه غلامحسین اکبری، مجید تقیان دهاقانی، آلیاژسازی مکانیکی و آسیاب کاری، ۱۳۸۸،

انتشارات دانشگاه شهید باهنر کرمان

11. Gaskell, David R. *Introduction to the Thermodynamics of Materials*. 2008, CRC Press.

12. Rao, Y. Kris. *Stoichiometry and thermodynamics of metallurgical processes*. 1985, CUP

Archive.

1۳. C.Suryanarayana, Prog. Mater. Sci.46 (2001) 1-184

۱۴. M. Sherif El-Eskandarany, Mechanical alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials, William Andrew Inc, New York, 2001

جدول ۱: تعداد گلوله های پیشنهادی نسبت به حجم ظرف [10]

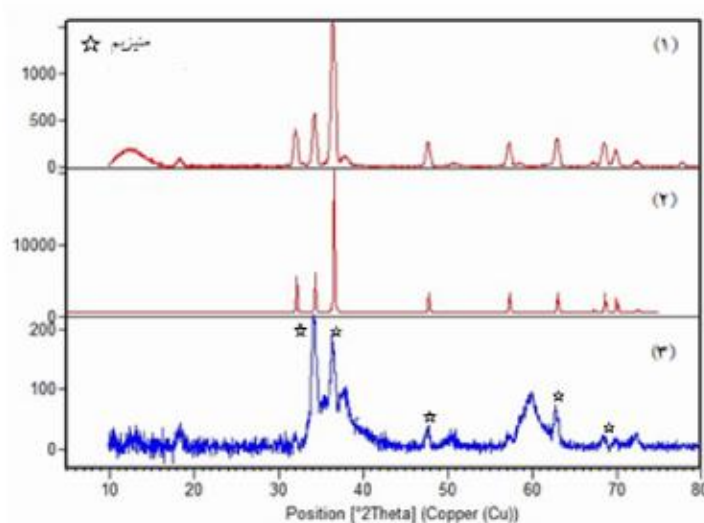
ابعاد گلوله (میلیمتر)	۸۰	۲۵۰	۵۰۰
ابعاد گلوله (میلیمتر)			
۵	۲۵۰	۱۲۰۰	۲۰۰۰
۱۰	۳۰	۵۰	۱۰۰
۱۵	۱۰	۴۵	۷۰
۲۰	۵	۱۵	۲۵
۳۰		۶	۱۰
۴۰			۴

جدول ۲: مقدار بهینه پر کردن محفظه آسیاب کاری [10]

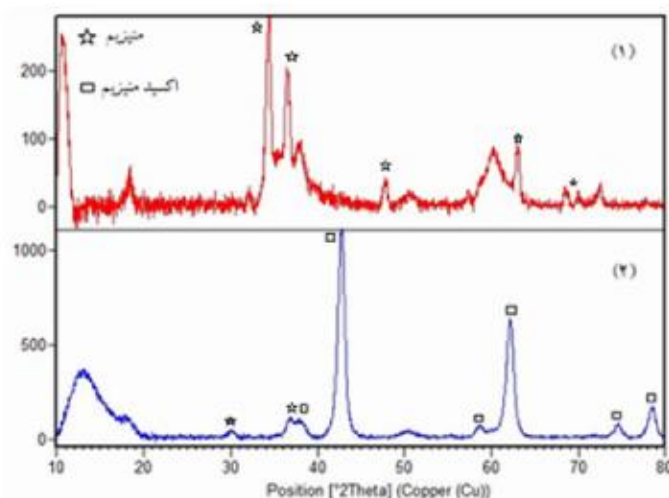
حجم محفظه (میلیمتری)	حداقل ظرفیت (میلی متر)	حداکثر ظرفیت (میلیمتر)
۵۰۰	۸۰	۲۲۵
۲۵۰	۳۰	۱۲۵
۸۰	۱	۳۰



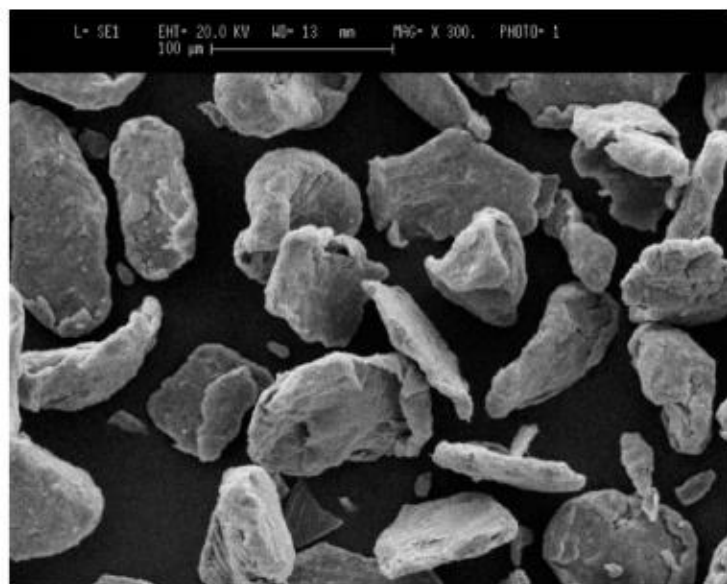
شکل ۱: (1) نمونه از آسیاب سیاره‌ای مجهز به چهار محفظه (2) شماتیک عملکرد و نحوه حرکت اجزای آسیاب [10].



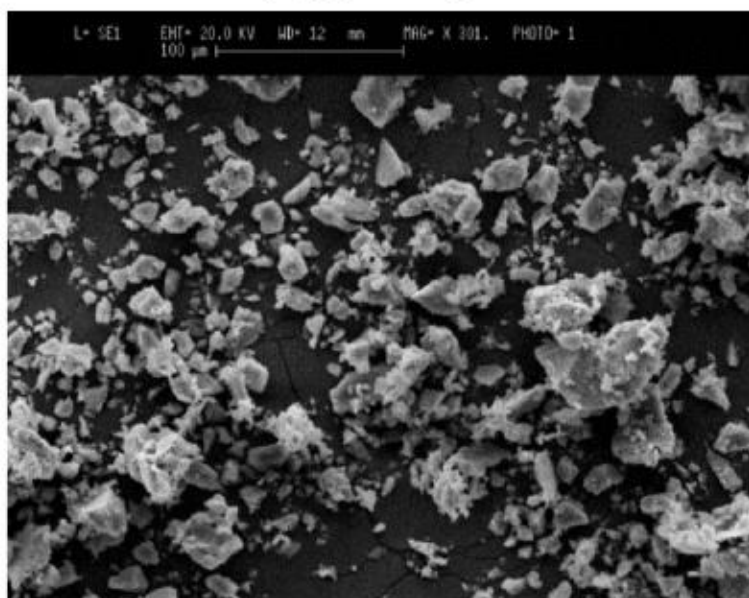
شکل ۲: الگوی پراش اشعه ایکس (۱) پودر منیزیم خالص با اندازه ذره متوسط ۱۰۰ میکرو متر (۲) الگوی مرجع پراش منیزیم (۳) پودر منیزیم آسیابکاری با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۳۰ در زمان ۳۰ ساعت و دور ۳۰۰ rpm و خشک شده در دمای ۷۵ °C با اندازه ذره متوسط ۱۰ میکرو متر



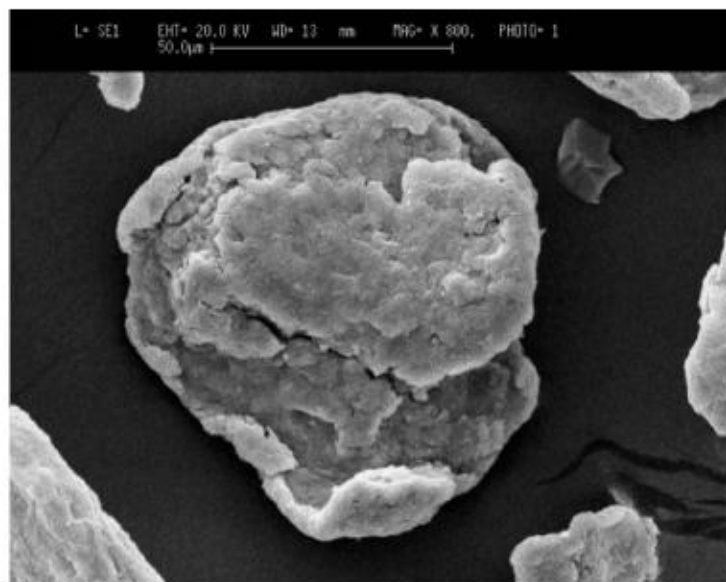
شکل ۳: الگوی پراش اشعه ایکس (۱) پودر منیزیم آسیاکاری با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۳۰ در زمان ۳۰ ساعت و دور ۳۰۰ rpm و کوره گذاشته شده در دمای ۲۰۰°C با اندازه ذره متوسط ۱۰ میکرومتر (۲) پودر منیزیم آسیاکاری با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۳۰ در زمان ۳۰ ساعت و دور ۳۰۰ rpm و کوره گذاشته شده در دمای ۶۰۰°C با اندازه ذره متوسط ۱۰ میکرومتر



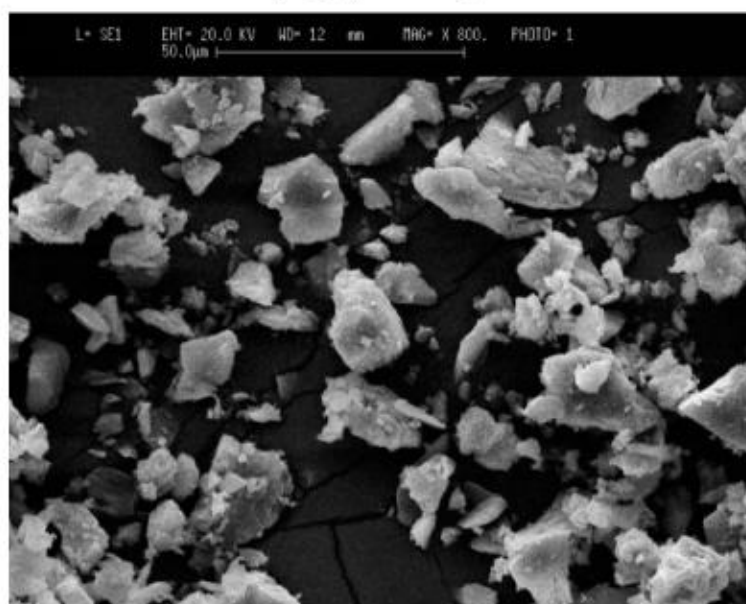
شکل ۴: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگ نمایی ۱۰۰ میکرومتر از پودر منیزیم خالص با اندازه ذره متوسط ۱۰۰ میکرومتر



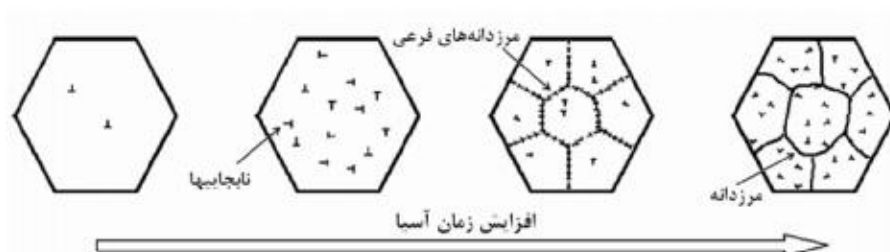
شکل ۵: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگ نمایی ۱۰۰ میکرومتر پودر آسیاکاری شده و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۳۰ به مدت ۳۰ ساعت با دور ۳۰۰ rpm و تحت عملیات پخت با دمای ۲۰۰°C



شکل ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگ‌نمایی ۵۰ میکرومتر از پودر متیزیم خالص با اندازه ذره متوسط ۱۰۰ میکرومتر



شکل ۷: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگ‌نمایی ۵۰ میکرومتر پودر آسیاکاری شده و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۳۰ به مدت ۳۰ ساعت با دور ۳۰۰ rpm و تحت عملیات پخت با دمای ۲۰۰ °C



شکل ۸: فرآیند ریزدانه شدن ساختار در حین فرآیند آسیاکاری [10]