

دانشکده فنرودی و مهندسی

## نشریه مهندسی

## متالورژی و مواد

(نشریه دانشکده مهندسی)

(علمی - پژوهشی)

- |    |  |
|----|--|
| ۱  | بررسی تأثیر فلز روی و عملیات حرارتی پیرسازی بر مقاومت به خروج فروروندگی در آلیاژ Mg-5%Sn<br>مهدی یداللهی - بهرام نامی - امیر عابدی   |
| ۱۵ | بررسی تشکیل فازهای مختلف در فرایند کلسینه شدن مخلوط کائولن و کلسیت<br>محمد صادق ساقیان - رحیم نقی زاده - حسین سربولکی  |
| ۲۰ | تأثیر متغیرهای فرایند نیتروژندهی در دروش نیتروژندهی پلاسمایی متداول و توری فعال بر خواص سطحی و لایه‌های نیتریدی در فولاد گرم کار AISI H13<br>کیانوش طاهرخانی - فرزاد محبوی |
| ۳۹ | بررسی رفتار فشاری نانوماده‌ی مرکب مستحکم با زمینه‌ی آلومینیم تقویت شده با نانوذرات آلومیناید منیزیم<br>اشکان ذوالریاستین - رسول آذری خسروشاهی                              |
| ۴۷ | تأثیر هم‌زمان ڈرات Mg-SiC بر روی خواص کششی ماده‌ی مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC تولید شده به روش اتصال نورد تجمعی (ARB)<br>شهلا ترابی - حبیب دانشمنش - محمد محسن مشکسار           |
| ۵۵ | بررسی خواص پوشش شیشه‌ی زیست فعال ۴۵۸۵ بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگ نزن L۳۱۶<br>سیپیده پورهاشم - عبدالله افشار  |
| ۶۵ | بررسی خواص سایشی ماده‌ی مرکب زمینه‌ی آلومینیم (AA2124) تقویت شده با ڈرات بین فلزی دی سیلیسید مولیبدن (یادداشت پژوهشی)<br>فاطمه پیاده - حسن عبدالله پور                     |
| ۷۵ | بررسی رفتار سیلان فولاد میکروآلیاژی Ti-Nb-V در آزمون فشار داغ (یادداشت پژوهشی)<br>محسن نصیریان - بهمن میرزاخانی - مصطفی منصوری نژاد  |



# نشریه مهندسی متالورژی و مواد

ISSN: 2008-7462

علمی-پژوهشی

شماره نامه مجوز: ۱۴۸۴۲۳

سدییر: جلیل وحدتی خاکی

مدیر مسؤول: علی حائریان اردکانی

صاحب امتیاز: دانشگاه فردوسی مشهد

## هیأت تحریریه:

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز	دکتر رسول آذری خسروشاهی	دانشیار
دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف	دکتر رضا باقری	استاد
دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران مشهد، مؤسسه آموزش عالی سجاد	دکتر جعفر جوادپور	استاد
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر علی حائریان اردکانی	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر محسن حداد سبزوار	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر سید مجتبی زبرجد	دانشیار
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان	دکتر سید عبدالکریم سجادی	دانشیار
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان	دکتر مهدی صالحی	استاد
دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران	دکتر محمد رضا طرقی نژاد	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر حسین عربی	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر مهرداد کاشفی تربیتی	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر علیرضا کیانی رشید	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر محمد هادی مؤید	دانشیار
گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد	دکتر جلیل وحدتی خاکی	استاد

مسوول دفتر نشریه: تکتم هوشمند

ویراستار متن: دکتر محمد مزینانی

این نشریه در کتابخانه منطقه‌ای علوم و تکنولوژی شیراز (ISC) نمایه می‌شود.

نشانی: مشهد - دانشگاه فردوسی مشهد - دانشکده مهندسی - دفتر نشریه - صندوق پستی: ۹۱۷۷۵-۱۱۱۱

تلفن: ۰۵۱۱-۸۷۶۳۳۰۱ فاکس: ۰۴۰۲۴ ejour@um.ac.ir و ب سایت: <http://jm.um.ac.ir>

چاپ: مؤسسه چاپ و انتشارات دانشگاه فردوسی مشهد

## فهرست مطالعه

۱	مهدی یدالهی - بهرام نامی - امیر عابدی	بررسی تأثیر فلز روی و عملیات حرارتی پیرسازی بر مقاومت به خوش فروروندگی در آلیاژ Mg-5%Sn
۱۵	محمد صادق ساقیان - رحیم نقی زاده - حسین سرپولکی	بررسی تشکیل فازهای مختلف در فرایند کلسینه شدن مخلوط کائولن و کلسیت
۲۵	کیانوش طاهرخانی - فرزاد محبوی	تأثیر متغیرهای فرایند نیتروزنده‌ی در دو روش نیتروزنده‌ی پلاسمایی متداوی و توری فعال بر خواص سطحی و لایه‌های نیتریدی در فولاد گرم کار AISI H13
۳۹	اشکان ذوالریاستین - رسول آذری خسروشاهی	بررسی رفتار فشاری نانوماده‌ی مرکب مستحکم با زمینه‌ی آلومینیم تقویت شده با نانوذرات آلومیناید منیزیم
۴۷	شهلا ترابی - حبیب دانشمنش - محمد محسن مشکسار	تأثیر هم‌زمان ذرات Mg و SiC بر روی خواص کششی ماده‌ی مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC تولید شده به روش اتصال نورد تجمعی (ARB)
۵۵	سپیده پورهاشم - عبدالله افشار	بررسی خواص پوشش شیشه‌ی زیست‌فقاًل 45S5 بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگکنن ۳۱۶L
۶۵	فاطمه پیاده - حسن عبدالله پور	بررسی خواص سایشی ماده‌ی مرکب زمینه‌ی آلومینیم (AA2124) تقویت شده با ذرات بین‌فلزی دی‌سیلیسید مولیبدن (یادداشت پژوهشی)
۷۵	محسن نصیریان - بهمن میرزاخانی - مصطفی منصوری نژاد	بررسی رفتار سیلان فولاد میکروآلیاژی Nb-V-Ti در آزمون فشار داغ (یادداشت پژوهشی)

## پرسی تأثیر فلز روی و عملیات حرارتی پیروزی بر مقاومت به خزش فروروندگی در آلیاژ $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$

امیر عابدی<sup>(۱)</sup> بهرام نامی<sup>(۲)</sup> مهدی یدالهی<sup>(۳)</sup>

### چکیده

در این تحقیق، تأثیر فلز روی و عملیات حرارتی پیروزی بر خواص خزشی فروروندگی در آلیاژ  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$  بررسی شده است. خواص خزشی با استفاده از روش خزش فروروندگی با استوانه‌ای شکل در محلوده تنش  $\sigma_{imp} < 450 \text{ MPa}$  و در دمای  $270 \text{ MPa}$  در  $150^\circ\text{C}$ ،  $175^\circ\text{C}$  و  $200^\circ\text{C}$  انجام شد. نتایج نشان دادند که فرایند پیروزی منجر به ایجاد رسوب‌های  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  درون دانه‌ها می‌شود و با افزودن فلز روی به آلیاژ پایه‌ی  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$  مقاومت به خزش بهبود می‌یابد. این بهبود مقاومت به خزش به افزایش میزان رسوب‌های  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  و تغییر جهت گیری آن‌ها نسبت داده شد. با محاسبه‌ی انرژی فعالسازی خزش و توان تنش، مشخص شد که در شرایط این تحقیق، خزش نابجایی کنترل شونده توسط صعود سازوکار غالب در تعییر شکل خزشی هر دو آلیاژ در حالت‌های ریختگی و پیر شده بوده است.

**واژه‌های کلیدی** آلیاژ منزیم-قلع، خزش فروروندگی، پیروزی، خزش نابجایی کنترل شونده توسط صعود.

## An Investigation into the Effect of Zinc and Age Hardening Treatment on Impression Creep Resistance of Mg-5%Sn Alloy

M. Yadollahi

B. Nami

A. Abedi

### Abstract

In this article, the effects of adding Zn and conducting age hardening treatment on impression creep properties of Mg-5%Sn alloy have been investigated. The creep tests were carried out using impression creep method in which a cylindrical punch was used to apply the stress in range of  $450 \text{ MPa} < \sigma_{imp} < 270 \text{ MPa}$  and at the test temperatures of  $150$ ,  $175$  and  $200^\circ\text{C}$ . The results showed that age hardening treatment can make the distribution of  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  precipitates more uniform within the grains. Additions of  $0.6\%$  Zn to the alloy improved its creep properties and this effect was attributed to the greater amount of precipitates formed on the non-basal planes and to their homogenous distribution in the microstructure. The values of stress exponent and activation energies determined in this investigation indicated that the pipe diffusion controlled by dislocation climb is the dominant creep mechanism for both Mg-5%Sn and Mg-5%Sn-0.6%Zn alloys under the conditions used in this study.

**Keywords** Mg-Sn alloy, Impression creep, Aging, Climb controlled dislocation creep.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۰/۱۰/۲۵ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۵/۶ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی

(۲) نویسنده‌ی مسئول، استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی

(۳) استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی

در دماهای بالا کار می‌کنند، در نظر گرفته شده‌اند. نتایج بررسی‌های قبلی نشان داده‌اند که سختی و استحکام خزشی آلیاژهای Mg-Sn با افزایش میزان قلع افزایش پیدا می‌کند، در حالی که استحکام کششی و ازدیاد طول نسبی تا ۵ درصد وزنی قلع افزایش و در مقادیر بالاتر قلع، منجر به کاهش آن‌ها می‌شود [8].

خواص خزش فشاری آلیاژ Mg-5%Sn در دو حالت ریختگی و پیرسازی شده توسط وی و همکاران، [2]، مطالعه شده است. آن‌ها بیان کرده‌اند که عملیات حرارتی پیرسازی منجر به بهبود خواص خزشی می‌شود. دلیل این رفتار به تشکیل رسوب‌های خزشی می‌شود. درون فاز زمینه نسبت داده شده است. ریز Mg<sub>2</sub>Sn درون فاز زمینه نسبت داده شده است. نتایج مطالعات قبلی، [9,11]، نشان داده‌اند که عناصری مانند نقره، روی، آلومینیم و سدیم باعث تسریع فرایند پیرسختی و افزایش سختی بیشینه در آلیاژهای Mg-Sn می‌شوند. دلیل آن به افزایش چگالی و کسر حجمی رسوب Mg<sub>2</sub>Sn و اصلاح و تغییر مورفولوژی این نوع رسوب نسبت داده شده است که در واقع، با اندرکنش با نابجایی‌ها در صفحه‌ی لغزش باعث بهبود خواص مکانیکی می‌شوند. در میان این عناصر، فلز روی جزو عناصر ارزان و در دسترس است. ساساکی و همکاران، [11]، نشان داده‌اند که افزودن روی تا ۰/۵ درصد وزنی باعث تسریع فرایند پیرسختی و افزایش سختی بیشینه می‌شود، در حالی که مقادیر بالاتر روی تأثیر اندکی بر سختی بیشینه دارد، ولی باعث کند شدن مرحله‌ی پیرسختی می‌شود. با توجه به اطلاعات محدود موجود در زمینه‌ی تأثیر روی بر خواص خزشی آلیاژ-Mg-Sn، در این تحقیق تأثیر فلز روی و عملیات پیرسازی بر خواص خزشی آلیاژ Mg-5%Sn به‌روش فروروندگی بررسی شده است.

### روش پژوهش

برای تهیی آلیاژ Mg-5%Sn، از شمش منیزیم با درجهٔ خلوص ۹۹/۵ درصد و قلع و روی با

### مقدمه

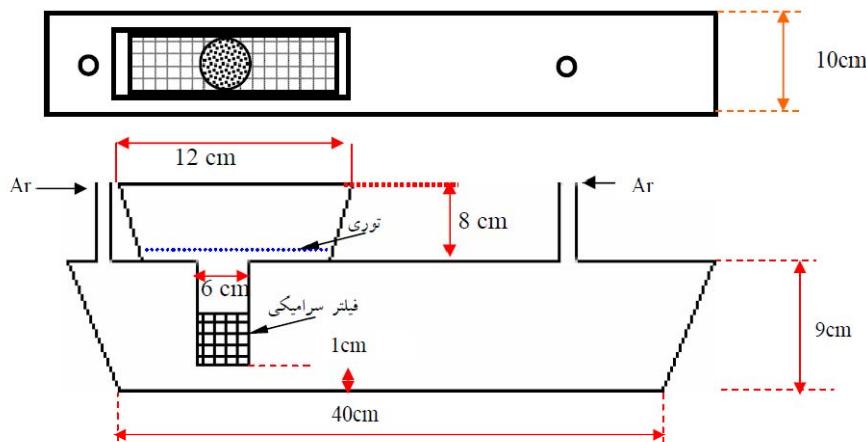
آلیاژهای منیزیم به‌دلیل چگالی پایین، پتانسیل بالای برای استفاده در صنعت خودروسازی را دارند. با در نظر گرفتن این موضوع و با توجه به تقاضای زیاد برای کاهش وزن وسایل نقلیه به‌منظور بهینه‌سازی مصرف سوخت، تحقیقات زیادی برای استفاده از آلیاژهای منیزیم با ترکیبات مختلف در این صنعت انجام گرفته است [1,2]. در میان آلیاژهای تجاری منیزیم، آلیاژهای سری AZ به‌دلیل قابلیت ریخته‌گری بالا کاربرد زیادی در صنایع خودرو دارند [1,3]. با این وجود، آلیاژهای سری AZ با مقادیر بالاتر آلومینیم مقاومت خزشی کم‌تری را در دماهای بالا دارند. دلیل آن را می‌توان به تشکیل فاز Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> در ریزساختار آلیاژ نسبت داد که مقاومت خوبی در دماهای بالا از خود نشان نمی‌دهد. به‌همین دلیل، انواع دیگر آلیاژی منیزیم مطرح شده‌اند [2]. یکی از مشخصه‌های مورد نیاز برای آلیاژهای به‌کار رفته در اجزای موتور خودروها، خواص مکانیکی مناسب در محدوده دمای ۱۵۰-۲۰۰°C و تنش ۵۰ تا ۷۰ مگاپاسکال است [4]. آلیاژهای مرسوم منیزیم-آلومینیم مانند AZ91 در حالت ریختگی تزریقی به‌دلیل نامطلوب بودن خواص مکانیکی در دماهای بالاتر از ۲۰°C، نمی‌توانند در تولید این قطعات مورد استفاده قرار گیرند [4,6].

در میان آلیاژهای منیزیم، آلیاژهای سری Mg-Sn جزو آلیاژهایی هستند که از سال ۲۰۰۰ به بعد مورد توجه ویژه‌ای قرار گرفته‌اند. فاز بین فلزی Mg<sub>2</sub>Sn در این آلیاژها، نقطه‌ی ذوب بالاتری (۷۷۰ °C) نسبت به فاز Mg<sub>12</sub>Al<sub>12</sub> (با نقطه‌ی ذوب ۴۶۹ °C) در آلیاژهای Mg-Al دارد. بنابراین، آلیاژهای Mg-Sn مقاومت به خزش بالاتری را نسبت به آلیاژهای Mg-Al در دماهای مختلف از خود نشان می‌دهند [2-7]. به‌دلیل کاهش حلالیت قلع در منیزیم با کاهش دما و ایجاد فاز Mg<sub>2</sub>Sn با پایداری حرارتی بالا، این آلیاژها به عنوان آلیاژهایی با مقاومت حرارتی بالا برای تولید قطعاتی که

گرافیت پوشانده شد و بر روی آن‌ها درپوش فلزی گذاشته شد. سپس، در ظروف توسط گل نسوز مسدود شد. عملیات محلول‌سازی بر روی نمونه‌ها به مدت زمان ۷۱ ساعت در دمای  $510^{\circ}\text{C}$  انجام گرفت و سپس نمونه‌ها در آب سریع سرد شدند. نمونه‌های محلول‌سازی شده، در دمای  $200^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷۰ ساعت پیر شدند. پس از انجام عملیات پیرسازی، دو سطح نمونه با استفاده از سمباده‌های  $200^{\circ}\text{C}$  تا  $1500^{\circ}\text{C}$  پرداخت شدند. برای انجام آزمایش خرز، یک دستگاه خرز از نوع فرورونده طراحی و ساخته شد. در شکل (۲)، تصویر دستگاه خرز فروروندگی نشان داده شده است. دقّت کوره‌ی استفاده شده در دستگاه  $1^{\circ}\text{C} \pm 1$  بود. به منظور اعمال نیرو، از فرورونده‌ی استوانه‌ای شکل از جنس کاربید تنگستن به قطر  $2\text{ mm}$  متر استفاده شد. عمق فرورفته توسط دستگاه مبدل اندازه گیری تغییرات خطی (LVDT) با دقّت  $1\text{ }\mu\text{m}$  میکرومتر اندازه گیری شد. آزمون‌های خرز فروروندگی در دماهای  $150^{\circ}\text{C}$ ،  $175^{\circ}\text{C}$  و  $200^{\circ}\text{C}$  و در محلوده تنشی  $\sigma_{\text{imp}} < 450\text{ MPa}$  انجام شدند و نمودارهای تغییرات عمق فرورفتگی بر حسب زمان به دست آمد. برای بررسی‌های ریزساختاری، سطح نمونه‌ها با سمباده‌های  $200^{\circ}\text{C}$  تا  $500^{\circ}\text{C}$  پرداخت شدند و برای صیقل‌کاری نهایی، از خمیر الماسه به اندازه ذرهی  $1\text{ }\mu\text{m}$  میکرومتر استفاده شد. برای حکاکی نمونه‌ها، از محلول نایتال  $2\text{ mm}$  درصد به مدت زمان  $5\text{ s}$  استفاده شد و ریزساختارها به کمک میکروسکوپ الکترونی مطالعه شدند. با توجه به وجود مقدار اندکی فاز  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  شدن، با توجه به صورت حل نشده در نمونه‌های عملیات حرارتی شده و برای حذف تأثیر آن بر روی سختی، سختی فاز زمینه با استفاده از روش ریزسختی سنگی ویکرز با نیروی  $25\text{ kg}$  اندازه گیری شد.

درجه‌ی خلوص  $99/9\%$  درصد وزنی استفاده شد. ابتدا مینزیم درون بوته‌ی گرافیتی پیش‌گرم شده تا دمای  $200^{\circ}\text{C}$  قرار داده شد و سپس، بوته در یک کوره‌ی مقاومتی با دمای  $770^{\circ}\text{C}$  و تحت محیط مخلوط هوا و گاز  $\text{SO}_2$  قرار گرفت. پس از ذوب شدن مینزیم، قلع به آن اضافه شد و برای به دست آوردن ترکیبی یکنواخت، مذاب به مدت زمان  $30\text{ s}$  هم زده شد. پس از آماده شدن مذاب، سرباره‌گیری در محیط  $\text{SO}_2$  انجام شد و مذاب در قالب فلزی پیش‌گرم شده تا دمای  $250^{\circ}\text{C}$  ریخته شد. در شکل (۱)، تصویر طرح گونه از قالب فلزی نشان داده شده است. به منظور ممانعت از اکسایش مذاب حین باریزی، گاز آرگون با دبی  $15\text{ l}/\text{min}$  در دقیقه درون قالب تزریق شد. برای افزودن روی به آلیاژ  $\text{Mg}-5\%\text{Sn}$ ، مراحل گفته شده تکرار شد و فلز روی در آخرین مرحله اضافه شد. در جدول (۱)، ترکیب شیمیایی دو آلیاژ آورده شده است. با توجه به درشت بودن ساختار شمش تولیدی و عدم یکنواختی ریزساختار در نقاط مختلف، نمونه‌هایی به ابعاد  $50 \times 50 \times 150\text{ mm}$  میلی‌متر از شمش‌ها جدا شدند و استوانه‌هایی از آن‌ها به قطر و ارتفاع به ترتیب  $36\text{ mm}$  و  $150\text{ mm}$  متر تهیه شد. سپس، نمونه‌های استوانه‌ای شکل در یک بوته‌ی فولادی به قطر  $38\text{ mm}$  و ارتفاع  $200\text{ mm}$  میلی‌متر قرار داده شد و بوته درون کوره‌ی مقاومتی در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  قرار داده شد. بعد از آماده شدن ذوب، بوته از کوره خارج شد و درون آب سریع سرد شد. سرعت بالای سرمایش نمونه‌ها موجب تشکیل ساختاری تقریباً یکنواخت و ریز می‌شود. نمونه‌های استوانه‌ای شکل به قطر  $38\text{ mm}$  و ارتفاع  $6\text{ mm}$  میلی‌متر از نمونه‌های سریع سرد شده تهیه شد.

برای انجام عملیات حرارتی، از یک کوره‌ی مقاومتی با تغییرات دمایی  $0^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  استفاده شد. برای جلوگیری از اکسایش هنگام عملیات حرارتی، نمونه‌ها درون ظروف آهنی قرار داده شدند و روی آن‌ها با پودر



شکل ۱ طرح وارهای از قالب مورد استفاده برای تولید شمش اولیه

جدول ۱ ترکیب شیمیابی آلیاژها

آلیاژ	Sn درصد وزنی	Zn درصد وزنی	Mg باقی مانده
Mg-5%Sn	5.2 ± 0.2	--	باقی مانده
Mg-5%Sn-0.6%Zn	4.9 ± 0.2	0.6	باقی مانده



شکل ۲ تصویر دستگاه خزش ساخته شده در این تحقیق

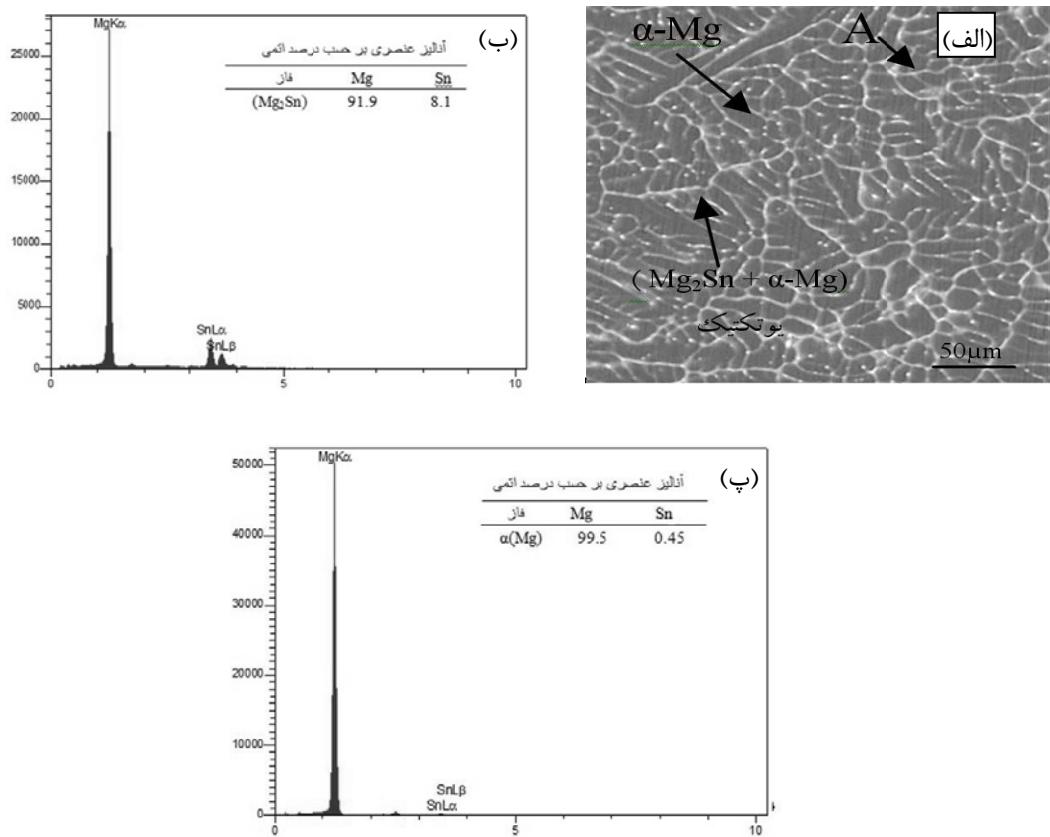
ریختگی آلیاژهای Mg-5%Sn و Mg-5%Sn-0.6%Zn به همراه طیف EDX از فازها را نشان می‌دهند. تصویرهای SEM از دو آلیاژ نشان‌دهنده‌ی وجود یک

نتایج و بحث  
بررسی ریزساختار. شکل‌های (۳) و (۴)، تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ی

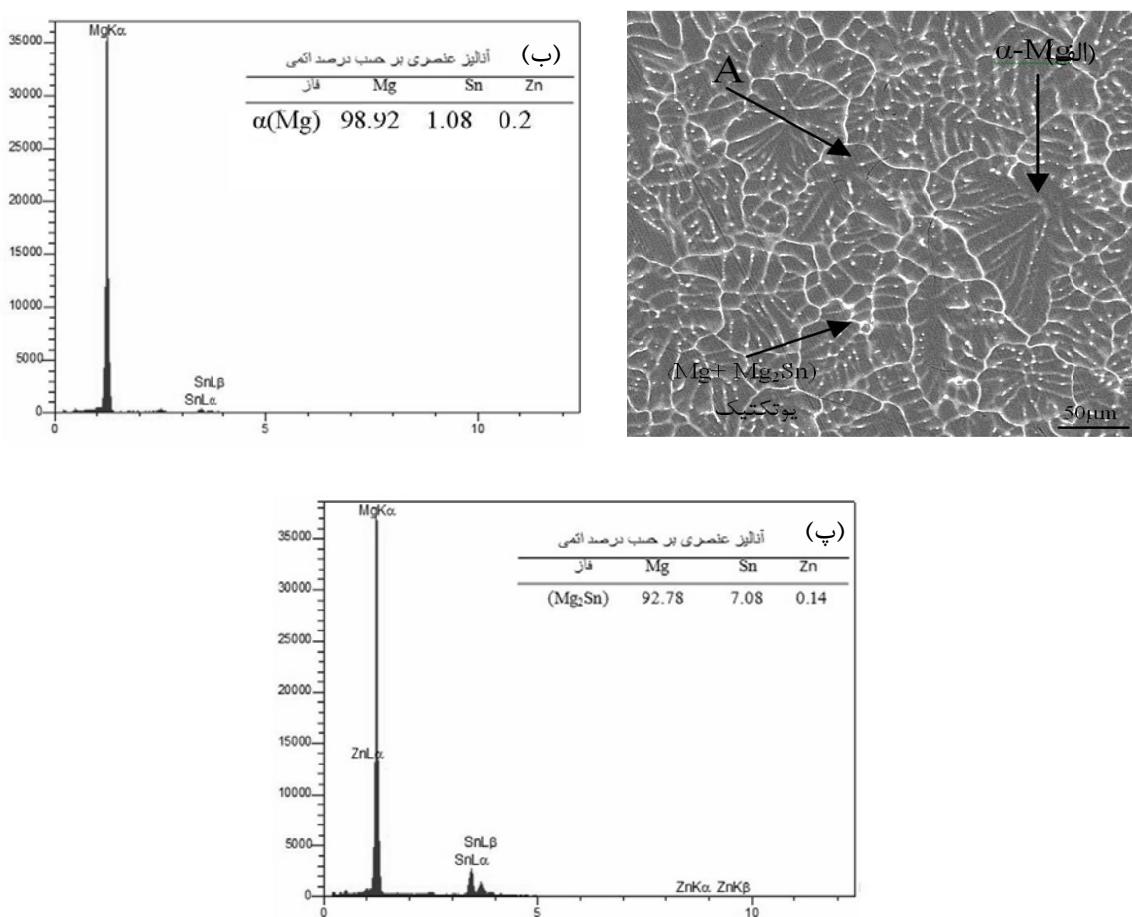
مربوط به آلیاژ Mg-5%Sn-0.6%Zn در حالت ریختگی در شکل (۵) آورده شده است. مطابق با جزئیات این طیف، ریزساختار آلیاژ از فاز زمینه  $\alpha(Mg)$  و ترکیب بین فلزی  $Mg_2Sn$  تشکیل شده است و با افزودن فلز روی به آلیاژ Mg-5%Sn، فاز جدیدی تشکیل نشده است.

شکل (۶) تصویر میکروسکوپ الکترونی SEM از آلیاژهای پرسازی شده در دمای  $200^{\circ}C$  به مدت زمان ۷۰ ساعت را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، ریزساختار به طور چشمگیری تغییر کرده است و رسوبات ریز در درون فاز زمینه  $\alpha(Mg)$  توزیع شده‌اند. افزون بر این، مقدار رسوبات در آلیاژ حاوی فلز روی بیشتر از آلیاژ دیگر است.

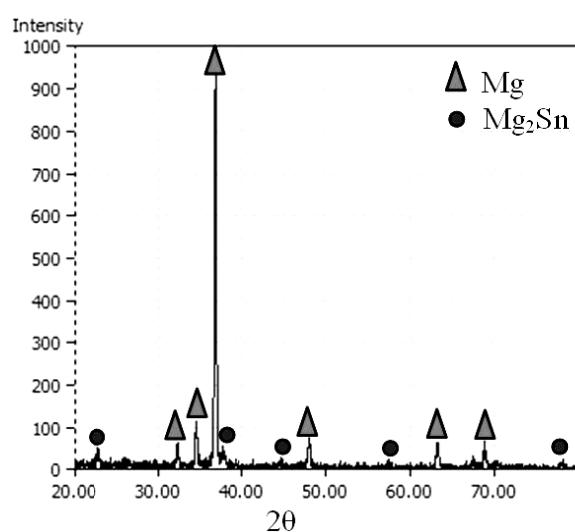
ساختار دندانی و مخلوط یوتکتیک در مناطق بین دندانی است. همان‌گونه که در این تصویرها دیده می‌شود، فلز روی تأثیر قابل توجهی بر ریزساختار آلیاژ Mg-5%Sn در حالت ریختگی نداشته است و ریزساختار دو آلیاژ شبیه به یکدیگرند. طیف EDX از فاز زمینه نشان‌دهنده حلالیت کم Sn در این فاز می‌باشد و بیشتر فلز روی در فاز بین فلزی توزیع شده است. با توجه به طیف EDX، ترکیبات موجود در مناطق بین فلزی در هر دو آلیاژ از فلزات منیزیم و قلع تشکیل شده‌اند. مشاهده می‌شود که فلز روی در هر دو فاز زمینه و ترکیبات غنی از قلع در آلیاژ Mg-5%Sn ۰.۶%Z توزیع شده است. به‌منظور شناسایی دقیق‌تر فازهای موجود در ریزساختار، طیف پراش اشعه X



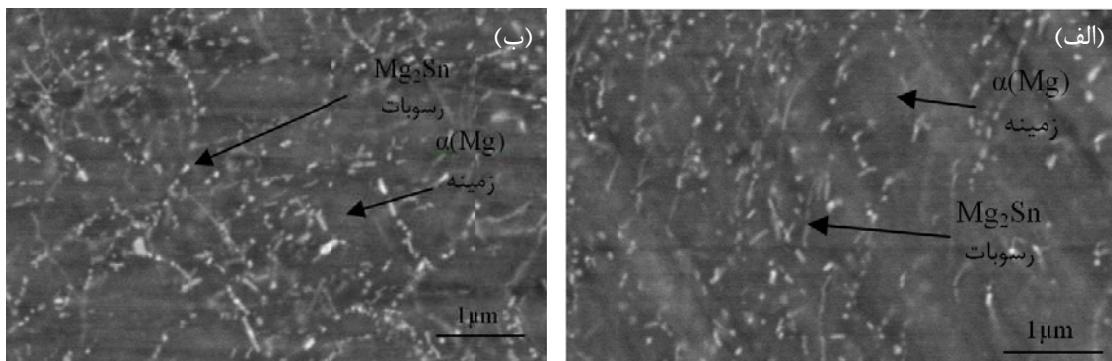
شکل ۳ تصویر SEM از آلیاژ ریختگی Mg-5%Sn: (الف) تصویر الکترون ثانویه، ب) طیف EDX از فاز زمینه و پ) طیف EDX مربوط به ترکیبات بین فلزی



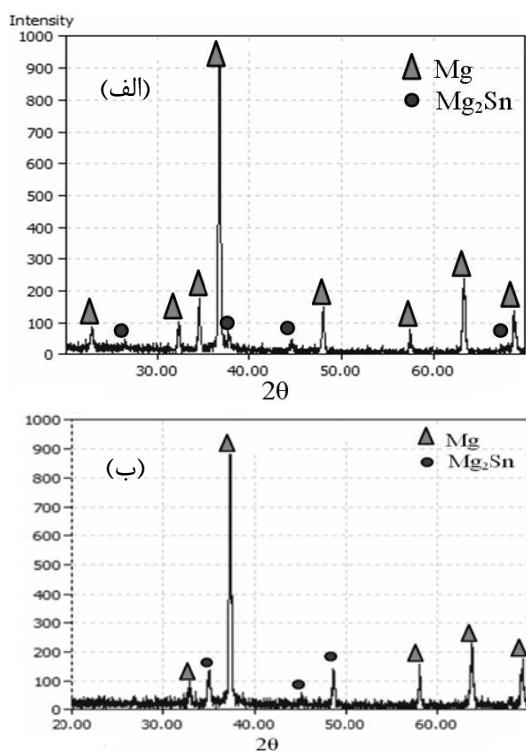
شکل ۴ تصویر SEM از آبیاز ریختگی Mg-5%Sn-0.6%Zn  
ب) طیف EDX از فاز زمینه و پ) طیف EDX مربوط به ترکیبات بین فلزی



شکل ۵ طیف پراش اشعه X مربوط به آبیاز Mg-5%Sn-0.6%Zn در حالت ریختگی

شکل ۶ تصویر SEM از آلیاژها بعد از عملیات حرارتی پرسازی در دمای  $200^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷۰ ساعت:

(الف) آلیاژ Mg-5%Sn-0.6%Zn و (ب) آلیاژ Mg-5%Sn

شکل ۷ الگوی پراش اشعه X مربوط به آلیاژها پس از پرسازی در دمای  $200^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷۰ ساعت:

(الف) آلیاژ Mg-5%Sn-0.6%Zn و (ب) آلیاژ Mg-5%Sn

که کسر حجمی رسوبات در آلیاژ حاوی فلز روی افزایش یافته است، و این انطباق خوبی با نتایج موجود در منابع دارد [9-11].

رفتار پیرسختی آلیاژ، تغییرات سختی آلیاژها در دمای  $200^{\circ}\text{C}$  بر حسب زمان در شکل (۸) نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، افزایش سختی آلیاژها بر حسب زمان قابل توجه نیست. نتایج

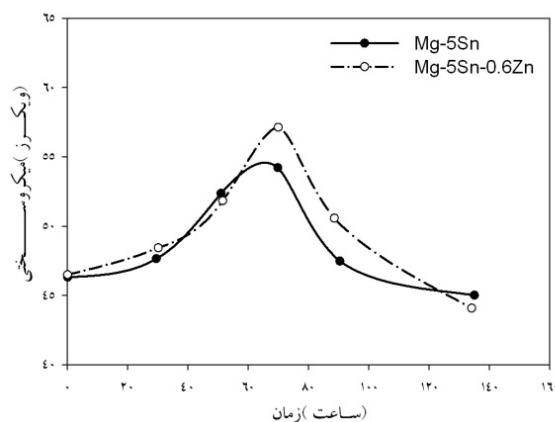
الگوی پراش اشعه X مربوط به آلیاژها پس از عملیات پرسازی در شکل (۷) نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که در هر دو آلیاژ پس از عملیات پرسازی، ریزساختار از دو فاز  $\alpha(\text{Mg})$  و  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  تشکیل شده است. مطابق با مطالب موجود در منابع، فاز بین فلزی  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  به صورت رسوبات لایه‌ای و کروی غیرپیوسته می‌تواند در ریزساختار وجود داشته باشد [9]. با مقایسه ریزساختارها مشخص می‌شود

ثانويه تشکيل شده است و مرحله‌ی سوم خرمش در آن‌ها دیده نمی‌شود. دليل عدم وجود ناحبه‌ی سوم خرمش در اين نمودارها، ماهيّت فشاری آزمایش و به‌كارگيری تنش ثابت می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، سرعت فرورونديگي با گذشت زمان کوتاه‌تر كاهش يافته است و پس از آن، به ميزان ثابتی رسيد. مشاهده است که اين بيان‌گر خرمش ثانويه می‌باشد. همان‌طور که آلياژ Mg-5%Sn باعث بهبود خواص خرمش آلياژ در حالت‌های مختلف شده است و اين افزایش در حالت پير شده بيشتر است. اين رفتار بيان‌گر تأثير متفاوت فلز روی و عملیات پيرسازی بر خواص خرمش می‌باشد، به‌گونه‌ای که با افروزنده فلز روی، فرورونده در يك زمان ثابت به مقدار کمتری در نمونه فرو رفته است.

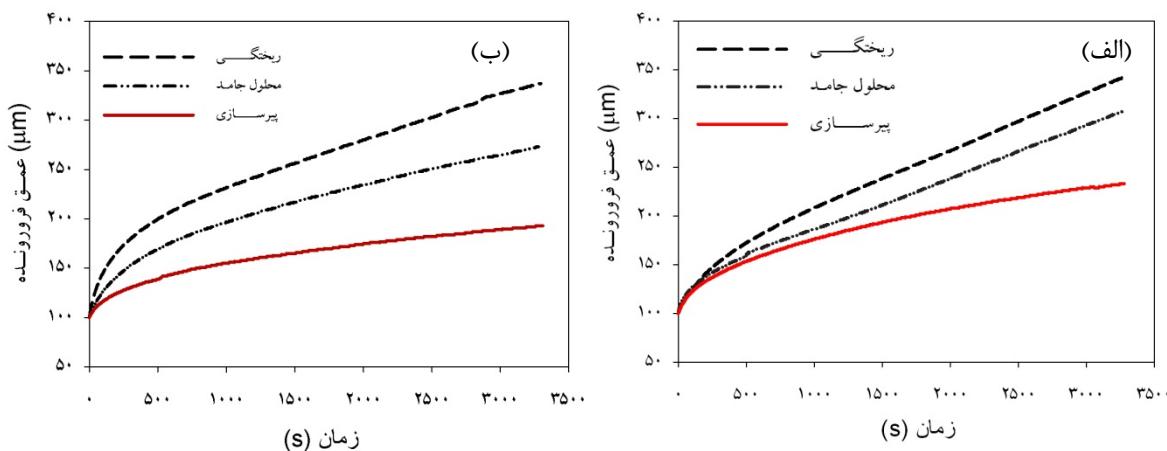
به‌منظور بررسی دقیق‌تر رفتار خرمش آلياژها، تغیيرات سرعت فرورفتن فرورونده بر حسب عمق فرورفته برای رفتار خرمش هر دو آلياژ در حالت‌های ریختگی و پيرسازی شده در دمای  $175^{\circ}\text{C}$  و تنش  $300 \text{ MPa}$  در شکل (۱۰) نشان داده شده است. با مقایسه‌ی نمودارها مشخص می‌شود که سرعت فرورفتن فرورونده در نمونه‌ی حاوي فلز روی کمتر است که اين بيان‌گر افزایش مقاومت به خرمش آلياژ می‌باشد.

مطالعات منديس و همکاران، [12]، در مورد رفتار پيرسختی آلياژ مشابه با آلياژ Mg-5%Sn در دمای  $200^{\circ}\text{C}$  نشان می‌دهد که تغیيرات سختی تا  $200$  ساعت ناچيز و در حد  $10$  ويکرز می‌باشد. در شکل (۸)، در ابتداي فرایند پيرسازی سختی دو آلياژ کمی افزایش يافته‌اند و با گذشت زمان، نمودار سختی به يك مقدار بيشينه رسيد و سپس، افت كرده است. رسيدن به بيشينه‌ی سختی را می‌توان به افزایش ميزان رسوبات همدوس  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  در مرز و درون دانه‌ها نسبت داد. افزایش سختی در آلياژ حاوي فلز روی کمی بيشتر است. دليل آن را می‌توان به تأثير مثبت فلز روی بر توزيع يكتواخت و افزایش چگالی رسوبات  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  مربوط دانست [9-11]. دليل كاهش سختی آلياژها پس از حدود  $70$  ساعت را نيز می‌توان به درشت شدن فاز  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  و تشکيل رسوبات ناهمسيما نسبت داد.

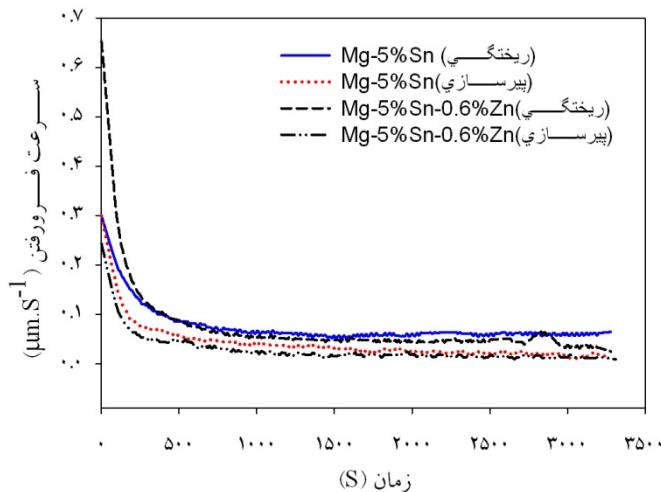
رفتار خرمش آلياژ. در شکل (۹)، نمودار خرمش آلياژهاي Mg-5%Sn-0.6%Zn و Mg-5%Sn در دمای  $175^{\circ}\text{C}$  و تنش فرورونديگي  $300 \text{ MPa}$  در حالت‌های ریختگی، محلول‌سازی شده و پير شده در کنار هم نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که برای هر دو آلياژ، نمودارها از دو منطقه‌ی خرمش اولیه و خرمش



شکل ۸ نمودار تغیيرات سختی بر حسب زمان پيرسازی در دمای  $200^{\circ}\text{C}$



شکل ۹ نمودار تغییرات عمق فرورفتن فرورونده با زمان برای دو آلیاژ در حالت‌های ریختگی، محلول‌سازی شده و پیر شده در دمای  $175^{\circ}\text{C}$  و تنش  $300 \text{ MPa}$  (الف) آلیاژ  $\text{Mg}-5\%\text{Sn}$  و (ب) آلیاژ  $\text{Mg}-5\%\text{Sn}-0.6\%\text{Zn}$



شکل ۱۰ مقایسه‌ی نمودار تغییرات سرعت فرورفتن فرورونده بر حسب زمان برای دو آلیاژ در حالت پیر شده و ریختگی در دمای  $175^{\circ}\text{C}$  و تنش فروروندگی  $300 \text{ MPa}$

نرخ خزش کمینه و تنش اعمالی برای موادی که رفتار خزشی آنها از قانون توانی پیروی می‌کند، به وسیله‌ی رابطه‌ی زیر با یکدیگر در ارتباطند [۱۳]:

$$\dot{\varepsilon} = A \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{GbD_0}{kT} \right) \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n \exp \left( - \frac{Q_c}{RT} \right) \quad (1)$$

در این رابطه،  $b$  بردار برگرس،  $d$  اندازه‌ی دانه،  $p$  ثابت بدون بعد،  $G$  مدول برشی،  $D_0$  ضریب فرکانس،  $k$  ثابت بولتزمن،  $T$  دما بر حسب کلوین،  $\sigma$  تنش اعمالی،  $n$  توان تنش،  $Q_c$  انرژی فعال‌سازی خزش،  $R$  ثابت گازها و  $A$  انرژی خطای چیدمان می‌باشد.

**تعیین سازوکار خزش.** به منظور افزایش مقاومت به خزش، تعیین سازوکارهای حاکم بر خزش ضروری است. با تعیین و تشخیص سازوکارهای خزش، می‌توان فرایندهای مؤثر بر کنترل سرعت تغییر شکل مواد را هنگام خزش تشخیص داد و با به تعویق انداختن آن، به افزایش چشم‌گیری در خواص خزشی دست یافت. سازوکار خزش به دو روش مطالعه‌ی ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری و یا تعیین توان تنش ( $n$ ) و انرژی فعال سازی ( $Q$ ) قابل تشخیص است.

(۱۲)، تغییرات سرعت فرورفتن بر حسب تنش اعمالی برای آلیاژهای ریختگی و پیر شده و در شکل ۱۳، تغییرات سرعت فرورفتن بر حسب  $1/T$  برای آلیاژهای پیرسازی شده نشان داده شده‌اند.

همان‌گونه که مشاهده می‌شود، در محدوده دمایی  $Mg-5\%Sn$  و  $Mg-5\%Sn-0.6\%Zn$  ۵%Sn در حالت‌های ریختگی و پیرشده، توان تنشی بین ۴ تا ۵/۹۴ تغییر می‌کند. اگرچه توان تنشی به دست آمده در این تحقیق نشان‌دهنده‌ی سازوکار خرزش نابجایی کترل شونده توسط صعود است، اما تعیین انرژی فعال‌سازی خرزش به منظور تعیین دقیق‌تر سازوکار و تشخیص مسیر نفوذ ضروری است. بررسی انرژی فعال‌سازی در شکل (۱۳) نشان می‌دهد که میانگین این انرژی برای آلیاژ  $Mg-5\%Sn$  و  $Mg-5\%Sn-0.6\%Zn$  در حالت پیر شده، به ترتیب برابر با  $98 \text{ kJ/mol}$  و  $83 \text{ kJ/mol}$  است که به انرژی فعال‌سازی برای نفوذ اتم‌های منیزیم در کانال نابجایی (۹۲ kJ/mol) نزدیک است [۱۴]. با توجه به این نتایج، می‌توان گفت که سازوکار خرزش در هر دو آلیاژ، خرزش نابجایی کترل شونده توسط صعود (dislocation) خرسانیده است و نفوذ در (creep controlled by climb) کانال نابجایی‌ها فرایند غالب نفوذی بوده است.

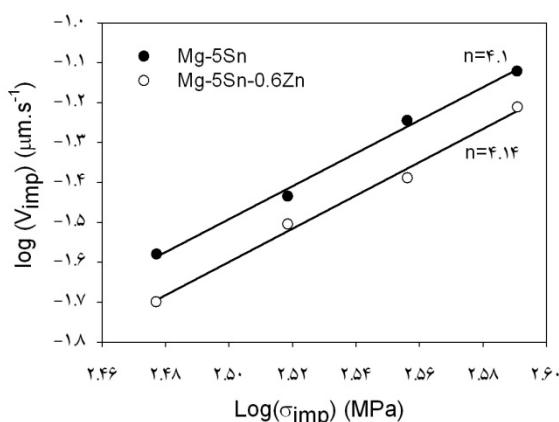
بررسی‌های انجام شده در زمینه‌ی رفتار خرزشی آلیاژ‌ها نشان داده‌اند که بین تنش  $\sigma$  و نرخ کرنش خرزشی  $\dot{\epsilon}$  در رفتار خرزش کششی و سرعت فرورونده و تنش اعمالی در رفتار خرزش فروروندگی با فرورونده‌ی استوانه‌ای، رابطه‌ی تجربی زیر برقرار است [۱۴, ۱۵]:

$$\sigma = \frac{4F}{c_1 \pi \varphi^2} = \frac{\sigma_{imp}}{c_1} \quad \dot{\epsilon} = \frac{dh/dt}{c_2 \varphi} = \frac{V_{imp}}{c_2 \varphi} \quad (2)$$

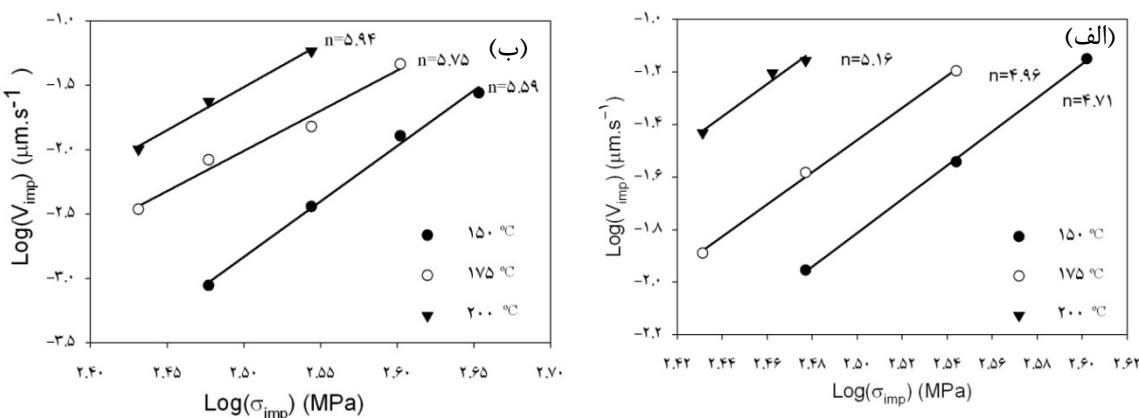
در این رابطه،  $c_1$  و  $c_2$  مقادیر ثابت،  $F$  نیروی اعمالی بر پانچ و  $\varphi$  قطر فرورونده است. با قراردادن رابطه‌ی ۲ در رابطه‌ی ۱ و مرتب کردن آن، ارتباط بین سرعت فرورونده با تنش اعمالی بر فرورونده به دست می‌آید:

$$\left( \frac{V_{imp} T}{G} \right) = A \left( \frac{\varphi c_2}{c_1^n} \right) \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{b D_0}{k} \right) \left( \frac{\sigma_{imp}}{G} \right)^n \exp \left( \frac{Q_c}{RT} \right) \quad (3)$$

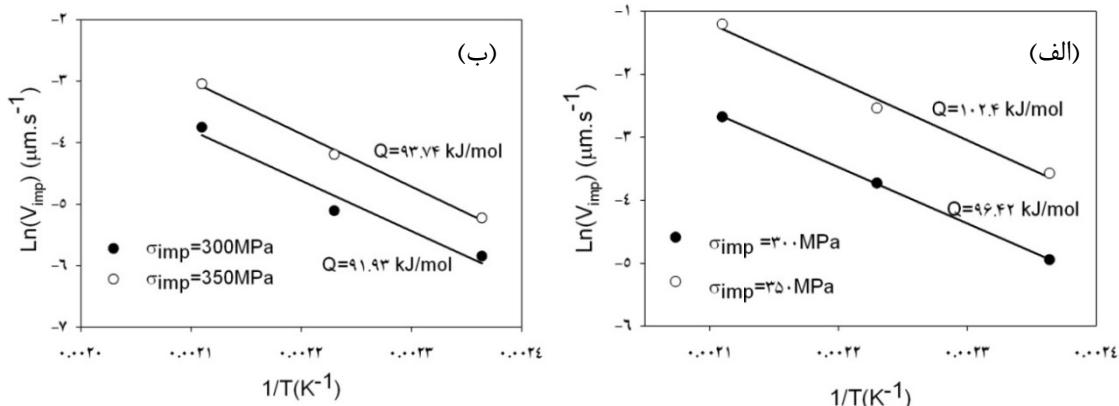
با محاسبه‌ی مقادیر  $n$  و  $Q$  در رابطه‌ی ۳ امکان تعیین سازوکار تغییر شکل خرزشی وجود دارد. با استفاده از معادله‌ی ۳، توان تنش  $n$  با محاسبه‌ی شبیه تغییرات سرعت فرورفتن ( $V_{imp}$ ) بر حسب تنش فروروندگی ( $\sigma_{imp}$ ) و انرژی فعال‌سازی ( $Q_c$ ) با ترسیم نمودار لگاریتمی تغییرات سرعت فرورفتن ( $V_{imp}$ ) بر حسب  $1/T$  و محاسبه‌ی شبیه نمودار که برابر با  $-Q_c/R$  است، به دست می‌آیند. در شکل‌های (۱۱) و



شکل ۱۱ تغییرات سرعت فرورفتن فرورونده ( $V_{imp}$ ) بر حسب تنش اعمالی برای آلیاژهای ریختگی در دمای  $175^\circ C$



شکل ۱۲ تغییرات سرعت فرورفتن فرورونده ( $V_{\text{imp}}$ ) بر حسب تنفس اعمالی برای آلیاژهای پیر شده در دمای مختلف:  
الف) آلیاژ Mg-5%Sn و ب) آلیاژ Mg-5%Sn-0.6%Zn



شکل ۱۳ تغییرات سرعت فرورفتن فرورونده ( $V_{\text{imp}}$ ) بر حسب  $1/T$  برای آلیاژهای پیر شده:  
الف) آلیاژ Mg-5%Sn و ب) آلیاژ Mg-5%Sn-0.6%Zn

مؤثر شامل ضریب نفوذ در شبکه ( $D_L$ ) و ضریب نفوذ در کانال نابجایی ( $D_p$ ) می‌باشد و از رابطه‌ی زیر به دست می‌آید [18]:

$$D_{\text{eff}} = D_L + \beta \left( \frac{\sigma}{G} \right)^2 D_p \quad (4)$$

در این رابطه،  $\beta$  عدد ثابت بوده و معمولاً در خرز نابجایی در شبکه HCP برای آلیاژهای منیزیم، برابر با  $0/12$  است [19]. در شکل (۱۴)، تغییرات نرخ کرنش خرزی نرماله شده بر حسب تنفس نرماله شده با در نظر گرفتن ضریب نفوذ مؤثر، رسم شده است. با اطباق مناسب‌ترین خط بر داده‌های هر آلیاژ و بر اساس محاسبات انجام شده با استفاده از معادله‌ی (۵)، مقادیر  $n$  و  $A$  برای هر سه آلیاژ در جدول (۲) آورده شده‌اند.

تعیین معادله‌ی تغییر شکل خرزشی. در معادله‌ی (۱)، رابطه‌ی کلی تغییر شکل خرزشی در رفتار خرزش کششی آلیاژها آورده شده است. در این رابطه، با محاسبه‌ی مقادیر  $n$  و  $A$  امکان تعیین معادله‌ی تغییر شکل خرزشی برای یک آلیاژ وجود خواهد داشت. با توجه به انجام آزمایشات خرزش به صورت فروروندگی، لازم است تا داده‌های به دست آمده در این تحقیق با استفاده از معادله‌ی (۲) به داده‌های خرزش کششی تبدیل شوند. در منابع موجود، [17]، مقادیر  $c_1$  و  $c_2$  برای آلیاژهای منیزیم به ترتیب برابر با  $3/5$  و  $0/5$  گزارش شده‌اند. برای تعیین دقیق معادله‌ی خرزش، استفاده از ضریب نفوذ مؤثر  $D_{\text{eff}}$  ضروری است. ضریب نفوذ

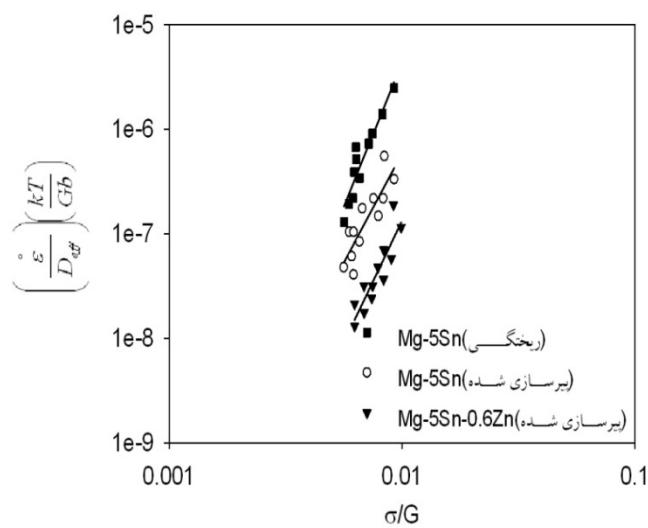
فاز زمینه می توانند باعث بهبود خواص خزشی آلیاژ شوند [16]. بنابراین، با بررسی این عوامل می توان به افزایش مقاومت به خزش آلیاژها در شرایط پیر شده و در حضور عنصر سوم پی برد.

ریزساختار آلیاژها در حالت پیر شده شامل فازهای  $\alpha(\text{Mg})$  و  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  می باشد. فاز  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  پایداری حرارتی بالایی (در دمای  $770^{\circ}\text{C}$ ) دارد. بنابراین، با افزایش میزان آن در ریزساختار مقاومت خزشی آلیاژ افزایش می یابد. همان‌طور که در شکل (۶) نشان داده شده است، فرایند پیرسازی منجر به ایجاد رسوب‌های ریز  $\text{Mg}_2\text{Sn}$  درون فاز زمینه شده است. با مقایسه‌ی شکل‌های (۶)-الف و ب، افزایش میزان رسوب‌ها در آلیاژ حاوی فلز روی قابل مشاهده است و این یکی از دلایل بهتر بودن خواص خزشی این آلیاژ نسبت به آلیاژ پایه است.

همان‌طور که در شکل (۱۴) مشاهده می‌شود، در تمام محلاًده‌های تنفسی استفاده شده، نمودار مربوط به آلیاژهای  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}-0.6\% \text{Zn}$  و  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$  پیر شده پایین‌تر از آلیاژ ریختگی  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$  می‌باشد و آلیاژ حاوی فلز روی بهترین مقاومت خزشی را دارد.

$$\varepsilon_s^\circ = A \left( \frac{Gb}{kT} \right)^n \left[ D_L + 0.12 \left( \frac{\sigma}{G} \right)^2 D_P \right] \quad (5)$$

**خواص خزشی.** همان‌طور که اشاره شد، تغییر شکل خزشی آلیاژهای مورد مطالعه در این تحقیق در شرایط دمایی و تنفس اعمالی، با سازوکار خزش ناجایی کنترل شونده توسط صعود انجام شده است. در این سازوکار خزش، عواملی مانند کاهش میزان فازهای نرم در ریزساختار، ایجاد رسوبات با پایداری حرارتی بالا درون دانه‌ها و مرزدانه‌ها، افزایش رسوبات در حضور عنصر سوم و کاهش انرژی خطای چیدمان



شکل ۱۴ تغییرات نرخ کرنش خزشی نرماله شده بر حسب تنفس نرماله شده برای آلیاژهای  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}$  و  $\text{Mg}-5\% \text{Sn}-0.6\% \text{Zn}$ .

جدول ۲ مقادیر  $n$  و  $A$  در معادله ۵ برای آلیاژها در حالت ریختگی و پیر شده

آلیاژ	A	n
Mg-5%Sn ریختگی	$3/11 \times 10^4$	۵/۶۷
Mg-5%Sn پیر شده	$3/16 \times 10^4$	۵/۴۴
Mg-5%Sn-0.6%Zn پیر شده	$2/75 \times 10^4$	۵/۵

حرارتی پیرسازی بر مقاومت به خزش از نوع فرووندگی در آلیاژ Mg-5%Sn مطالعه شد و نتایج زیر به دست آمد:

- ۱- با انجام عملیات حرارتی پیرسازی بر روی آلیاژ (Mg<sub>2</sub>Sn) کسر حجمی رسوب‌ها افزایش یافت و توزیع یکنواختی از آن‌ها درون دانه‌ها به دست آمد. این رسوب‌ها با ایجاد ممانعت در برابر حرکت نابجایی‌ها، سبب کاهش نرخ خزش حالت پایدار و بهبود مقاومت به خزش آلیاژ شدند.
- ۲- افزودن فلز روی به آلیاژ باعث افزایش مقاومت به خزش در حالت پیر شده شد. دلیل این رفتار به افزایش کسر حجمی رسوب‌ها و جهت‌گیری مناسب آن‌ها نسبت داده شد.
- ۳- مقدار عددی توان تنشی در آلیاژهای ریختگی و پیر شده در این تحقیق، بین ۴ تا ۶ به دست آمد که نشان‌دهنده وقوع خزش نابجایی کترل شونده توسط صعود نابجایی می‌باشد.
- ۴- معادله‌ی تغییر شکل برای آلیاژهای Mg-5%Sn و Mg-5%Sn-0.6%Zn تعیین شد. با استفاده از این معادله، امکان تعیین نرخ کرنش خزش ثانویه در سازوکار خزش نابجایی کترل شونده توسط صعود وجود خواهد داشت.

دلایل دیگر بالاتر بودن مقاومت به خزش آلیاژ حاوی فلز روی نسبت به آلیاژ Mg-5%Sn را می‌توان به تشکیل رسوب‌ها در صفحه‌های فرعی، توزیع یکنواخت و جهت‌گیری مناسب‌تر آن‌ها نسبت داد [9-12]. مِندیس و همکاران، [12]، بیان کرده‌اند که رسوب‌ها در آلیاژهای Mg-Sn به شکل صفحه‌ای و موازی با صفحه‌ی لغزش تشکیل می‌شوند. از طرف دیگر، در آلیاژ حاوی فلز روی سه نوع رسوب با جهت‌گیری مختلف تشکیل می‌شوند. یک گروه همانند آلیاژهای Mg-Sn، به شکل صفحه‌ای و در راستای صفحه‌ی لغزش تشکیل می‌شود. گروه دیگر با نسبت ابعادی کوچک‌تر نسبت به رسوب‌های نوع اول، در صفحه‌های منشوری و در جهت [0001] تشکیل می‌شوند. گروه سوم رسوب‌ها در صفحه‌های هرمی رشد می‌کنند. بر اساس اطلاعات موجود در منابع، [20]، رسوب‌های صفحه‌ای شکل و موازی با صفحات لغزش، کم‌ترین ممانعت را در برابر حرکت نابجایی از خود نشان می‌دهند و رسوب‌های عمود بر جهت لغزش (رسوب‌های نوع دوم) بهترین نوع برای بهبود خواص مکانیکی هستند. صفحه‌ی قاعده در آلیاژهای منیزیم، صفحه‌ی لغزش است. در نتیجه، رسوب‌های نوع دوم و سوم در آلیاژ حاوی فلز روی مقاومت خوبی در برابر حرکت نابجایی دارند و به این ترتیب، منجر به بهبود خواص خزشی می‌شوند.

### نتیجه‌گیری

در تحقیق حاضر، تأثیر فلز روی و عملیات

### مراجع

1. K.U.kainer, magnesium-Alloys and technologies, Germany, wiley-VCH, 1the edition,pp.1-15, (2003).
2. S.Wei, Y. Chen, Y. Tang, H. Liu, S. Xiao, G. Niu, X. Zhang, Y. Zhaoa, "Compressive creep behavior of as-cast and aging-treated Mg-5wt% Sn alloys", *Materials Science and Engineering, A* 492, PP. 20-23, (2008).
3. Z.Yang, J.P. Li, J.X. Zhang, G.W. Lori Mer, J. Robson, Review on research and development of magnesium alloy, *Acta Metal. Sin.(Engl.Lett)* 21, PP. 313-328, (2008).

4. M .O. Pekguleryuz, A.A. Kaya, Creep resistant magnesium alloys for Power train applications, Proceedings of the 6th International Conference Magnesium- Alloys and Their Applications, PP. 74-93, (2003).
5. M. Regev, E. Aghion, S. Berger, M. Bamberger, A. Rosen, Dislocation analysis of crept AZ91D ingot castings, Materials Science and Engineering, A 257, PP. 349–352, (1998).
6. F.H. Froes, D. Eliezer, E. Aghion, The science, technology, and applications of magnesium, JOM 50(9), PP. 30–34, (1998).
7. H. Liu, Y. Chen, Y. Tang, S. Wei, G. Niu, Tensile and indentation creep behavior of Mg–5% Sn and Mg–5% Sn–2% Di alloys, Materials Science and Engineering, A 464, PP. 124–128, (2007).
8. H. Liu, Y. Chen, Y. Tang, S. Wei, G. Niu, The microstructure, tensile properties, and creep behavior of as-cast Mg–(1–10)%Sn alloys, Journal of Alloys and Compounds 440, PP. 122–126, (2007).
9. T.T. Sasaki, K. Ohishi, T. Ohkubo, K. Hono, Enhanced age hardening response by the addition of Zn in Mg–Sn alloys, Scripta Materialia 55, PP. 251-254, (2006).
10. X. F. Huang, W. Z. Zhang, Improved age-hardening behavior of Mg–Sn–Mn alloy by addition of Ag and Zn, Materials Science and Engineering, A 552, PP. 211– 221, (2012).
11. T.T. Sasaki, T.D. Ju, K. Hono, K.S. Shin, Heat-treatable Mg–Sn–Zn wrought alloy, Scripta Materialia 61, PP. 80-83, (2009).
12. C.L. Mendis, C.J. Bettles, M.A. Gibson, C.R. Hutchinson, An enhanced age hardening response in Mg–Sn based alloys containing Zn, Materials Science and Engineering,A 435–436 , PP. 163–171, (2006).
13. M.E. Kissner , M.T.P. Prado, Fundamentals of creep in metals and alloys, Elsevier, (2004).
14. D.H. Sastry, Impression creep technique - An overview, Materials Science 12, PP.220-228, (1977).
15. S.N.G. Chu, J.C.M. Li, Impression creep; a new test, Materials Science and Engineering, A 322, PP. 23-42, (2002).
16. H. Somekawa, K. Hirai, H. Watanabe, Y. Takigawa, K. Higashi, Dislocation creep behavior in Mg-Al-Zn alloys, Materials Science and Engineering, A 407, PP. 53-61, (2005).
17. B. Nami, H. Razavi, S. Mirdamadi, S.G. Shabestari, S.M. Miresmaeili, Effect of Ca and Rare Earth Elements on Impression Creep Properties of AZ91 Magnesium Alloy, Metallurgical and Materials Transactions, A 41, PP. 1973-1982, (2010).
18. K. Hirai, H. Somekawa, Y. Takigawa, K. Higashi, Effects of Ca and Sr addition on mechanical properties of a cast AZ91 magnesium alloy at room and elevated temperature, Materials Science and Engineering, A 403, PP. 276–280, (2005).
19. F. Kabirian, R. Mahmudi, Impression creep behavior of a cast AZ91 magnesium alloy, Metallurgical and Materials Transactions, A 40, PP. 116- 127,(2009).
20. J.F. Nie, Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys, Scripta Materialia 48, PP. 1009–1015, (2003).



## بررسی تشکیل فازهای مختلف در فرایند گلسانه شدن مخلوط کائولن و گلسانیت\*

محمد صادق ساقیان<sup>(۱)</sup> رحیم نقی زاده<sup>(۲)</sup> حسین سرپولکی<sup>(۳)</sup>

### چکیده

در این تحقیق، تأثیر عوامل دما و زمان گلسانه شدن و فرایند آسیاکاری بر ترکیبات حاصل از واکنش حالت جامد مخلوط کائولن و گلسانیت بررسی شده است. بررسی پیک‌های حاصل از آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) و الگوی پراش اشعه‌ی X نشان داد که در حدود دمای  $990^{\circ}\text{C}$ ، ژلنیت به عنوان فاز اصلی تشکیل می‌شود و در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$ ، به فاز آنورتیت تبدیل می‌شود. تأثیر آسیاکاری بر تشکیل فازها بررسی شد و نتایج نشان دادند که با افزایش زمان آسیاکاری در دمای گلسانه شدن  $900^{\circ}\text{C}$ ، فاز آنورتیت که مطلوب است، به جای ژلنیت تشکیل می‌شود.

**واژه‌های کلیدی** آلمینوسیلیکات کلسیم، آسیاکاری، آنورتیت، ژلنیت.

## An Investigation into the Phase Formation during Calcination of Kaolin and Calcite Mixture

M. S Saghian

R. Naghizadeh

H. Sarpoolaky

### Abstract

In this research, the effects of temperature, time and grinding on the types of phases in the calcined kaolin and calcite mixture was investigated. Differential thermal analysis (DTA) and X-Ray diffraction of samples showed that gehlenite is formed at  $990^{\circ}\text{C}$  as the main phase which transforms into anorthite with an increase in the temperature to  $1200^{\circ}\text{C}$ . After grinding the mixture and with increasing the grinding time at the calcination temperature of  $900^{\circ}\text{C}$ , anorthite was recognized to be the main phase.

**Keywords** Calcium aluminosilicates, Planetary ball mill, Anorthite, Gehlenite

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۴/۱۷ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۵/۱۶ به دفتر نشریه رسیده است.

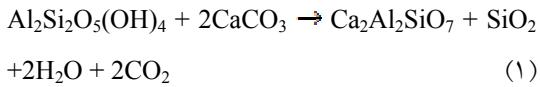
(۱) کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

(۲) نویسنده مسئول، استادیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

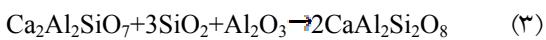
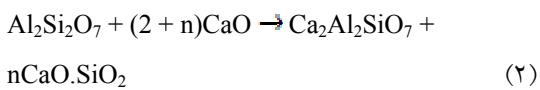
(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

در یک کار پژوهشی، فاز حاصل از کلسینه شدن مخلوط کاسیت و کائولن جورجیا با نسبت مولی ۱:۱ از  $\text{CaO}$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در  $900^\circ\text{C}$ , ژلینیت ( $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ) به همراه مقدار کمی آنورتیت با ساختار لایه‌ای بوده است. دلیل تشکیل ژلینیت علی‌رغم استفاده از مواد اولیه با نسبت استوکیومتری از آنورتیت، ناهمگنی پودر و در نتیجه، تمايل به تشکیل فازی غنی از کلسیم به دلیل بیش تر بودن ضریب نفوذ آن نسبت به آلومینیم و سیلیسیم ذکر شده است [7]. میزان  $\text{CaO}$  در فاز آنورتیت و ژلینیت به ترتیب  $20/2$  و  $40/9$  درصد وزنی می‌باشد.

واکنش تشکیل فاز ژلینیت توسط مکنزنی و همکارانش، [8]، مطابق با رابطه‌ی (۱) پیشنهاد شده است:



ترائره و همکارانش، [9]، واکنش متاکائولن و اکسید کلسیم را دو مرحله‌ای در نظر گرفته‌اند، به این صورت که در مرحله‌ی اول، فاز میانی ژلینیت از واکنش متاکائولینیت و اکسید کلسیم مطابق با رابطه‌ی ۲ تشکیل می‌شود. در مرحله‌ی بعدی، فاز آنورتیت طبق رابطه‌ی ۳ از واکنش ژلینیت با اکسید آلومینیم و اکسید سیلیسیم موجود در متاکائولینیت و کوارتز که به عنوان ناخالصی در متاکائولن وجود دارد، به دست می‌آید. افزون بر این، امکان تشکیل ترکیبات سیلیکات کلسیمی نیز وجود دارد [8].



جوریک و همکارانش، [10]، با توجه به رابطه‌ی ۴ فاز سیلیکات کلسیم ( $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ) را نیز در تشکیل آنورتیت از ژلینیت مؤثر دانسته‌اند، به این صورت که واکنش ژلینیت با متاکائولینیت باقی‌مانده و نیز، ترکیب سیلیکات کلسیم تشکیل شده حین گرمایش، منجر به تشکیل آنورتیت خواهد شد.

## مقدمه

مشکل آلودگی آب به‌ویژه با یون‌های فلزات سنگین، با گسترش شهرها و صنایع در حال افزایش است. فعالیت‌های صنعتی مثل معدن‌کاری، تغلیظ مواد معدنی، فلزکاری، ساخت باتری، ساخت کاغذ، تولید و مصرف کود، دباغی و مانند آن‌ها، موجب ورود عناصر و یون‌های مختلف به پساب‌ها می‌شود [1]. برای حذف فلزات سنگین از پساب‌ها، از روش‌های گوناگونی نظیر تبادل یونی، رسوب‌دهی شیمیایی، فیلتر کردن و جذب سطحی استفاده می‌شود. در روش تبادل یونی، از زئولیت‌ها به صورت گستره‌ای استفاده می‌شود، ولی تمايل زئولیت‌ها برای جذب فلزات قلیایی و قلیایی خاکی که در اکثر پساب‌ها وجود دارند، بیش از فلزات سنگین است [2,3].

جذب کاتیونی آلومینوسیلیکات‌های قلیایی و قلیایی خاکی مانند ترکیب‌های سنتز شده در سیستم  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ، قابل مقایسه با زئولیت‌ها می‌باشد. افزون بر این، وجود فلزات قلیایی در محیط‌های حاوی فلزات سنگین تأثیری بر کارکرد آن‌ها ندارد [3,5]. آنورتیت ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  یا  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ) یکی از این ترکیب‌ها است که دارای شبکه‌ی سه بعدی است که در آن، یون‌های  $\text{Al}^{3+}$  جای‌گزین برخی از یون‌های  $\text{Si}^{4+}$  می‌شوند و در نتیجه، شبکه دارای بار منفی می‌شود و با قرارگیری یون‌های کلسیم در مواضع بین شبکه‌ای، تعادل بار الکتریکی ایجاد می‌شود [6]. ترکیب  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  با ساختار لایه‌ای از لایه‌های تتراهردراal تشکیل شده است که در آن، چهار وجهی‌های  $\text{AlO}_4$  و  $\text{SiO}_4$  از گوشه به یکدیگر وصل شده‌اند. برای سنتز ترکیبات آلومینوسیلیکات کلسیمی، از کائولن استفاده شده است. کائولن حاوی کانی کائولینیت  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  به همراه ناخالصی‌های مختلف می‌باشد. دلیل استفاده از کائولن، نزدیک بودن نسبت مولی  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  در آن با نسبت مربوط به آنورتیت است [7].

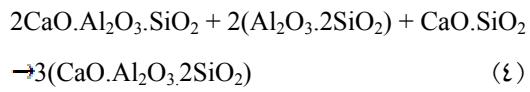
جدول ۱ آنالیز شیمیایی کائولن مصرفي

L.O.I	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	درصد وزنی نوع ماده
۱۲۰۲	۰/۵	۱/۶۰	۰/۲۳	۰/۷۹	۲۶/۶۷	۴۷/۱۸	کائولن Merck

ترکیب انتخاب شده حاوی  $44/01$  درصد  $\text{SiO}_2$ ,  $34/21$  درصد  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $18/87$  درصد  $\text{CaO}$  و  $2/91$  درصد سایر اکسیدها بود تا تشکیل فازهای سیلیکات کلسیمی و آلومینوسیلیکات کلسیمی مورد بررسی بیشتر قرار گیرد. ترکیب شیمیایی تصوری آنورتیت شامل  $20/2$  درصد وزنی  $\text{CaO}$ ,  $36/6$  درصد وزنی  $\text{Al}_2\text{O}_3$  و  $43/2$  درصد وزنی  $\text{SiO}_2$  بود و سعی شد تا با توجه به درجهٔ خلوص مواد اولیه، ترکیب انتخابی شبیه به آنورتیت باشد. برای تهیهٔ مخلوط  $10$  گرمی از مواد اولیه، مقادیر مناسبی از کلسیت و کائولن انتخاب شد و پس از توزین با ترازوی دیجیتالی با دقیق  $0/01$  گرم، مخلوط شدند. برای تعیین دماهای عملیات حرارتی، از دستگاه آنالیز حرارتی هم‌زمان TG و DTA ساخت شرکت NETZSCH مدل STA 409 PC با سرعت گرمایش  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  در محیط هوا استفاده شد. برای انجام آسیاکاری، از آسیای ماهواره‌ای مدل Vrej با ظرف پلی‌اتیلنی به حجم  $150$  میلی‌لیتر و گلوله‌ی آلومینا به قطر  $1$  سانتی‌متر با نسبت وزن گلوله به پودر  $11$  به  $1$  با سرعت  $200$  دور بر دقیقه استفاده شد. نمونه‌ی به‌دست آمده در کوره‌ی الکتریکی قرار گرفت و با سرعت  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$   $10$  گرم شد. سپس، در دمای نهایی به‌مدت زمان  $20$  دقیقه تا  $7$  ساعت نگهداری شد. برای بررسی فازی نمونه‌ها بعد از فرایند کلسینه شدن، الگوی پراش اشعه‌ی ایکس به‌وسیله‌ی دستگاه PHILIPS-PW1800 با تشعشع  $\text{Cu K}_{\alpha}$  و فیلتر نیکل تهیه شد. افزون بر این، به‌منظور بررسی ریزساختاری از میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN (SEM+EDX) مدل Vega استفاده شد.

### نتایج و بحث

بررسی نمودارهای TG و DTA. مطابق با شکل (۱)، نمودار TG نمونه دو مرحله کاهش وزن در محدوده



از میان بررسی‌های انجام گرفته توسط پژوهشگران بر روی نمودار آنالیز حرارتی افتراقی (Differential Thermal Analysis, DTA) حاوی کائولن و مواد اولیه‌ی حاوی اکسید کلسیم، می‌توان به پژوهش مکنیزی و همکارانش، [۸]، اشاره کرد که تشکیل فازهای آنورتیت و ژلینیت را بسیار آرام دانسته و به این نتیجه رسیده‌اند که پیک گرمایش تبدیل متابکائولن به فازهای اسپینل Al-Si و مولایت  $3:2$  پوشانده می‌شود. اکادا و همکارانش، [۷]، این پیک گرمایش را در همان دمایی که تبلور فاز اسپینل از متابکائولن پدید می‌آید، مشاهده کرده‌اند و دلیل تشکیل آن را به تبلور یک فاز آلومینوسیلیکات کلسیم نسبت داده‌اند.

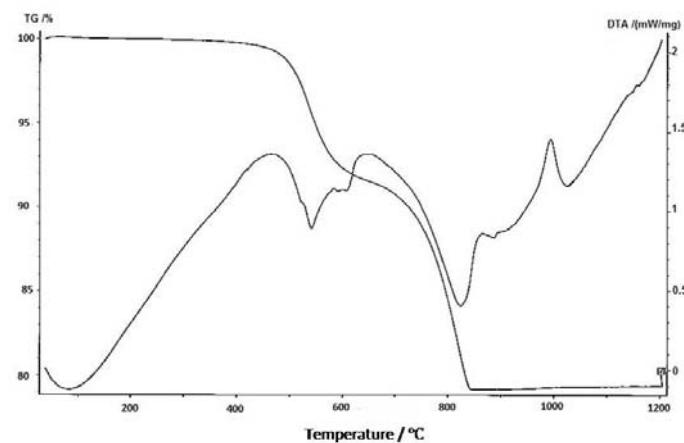
با توجه نتایج این پژوهش‌ها، به‌نظر می‌رسد که فازهای تشکیل شده‌ی  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$  تا دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به بررسی بیشتر نیاز دارند. بنابراین، در این تحقیق تلاش شده است که با استفاده از آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) مطالعه‌ی بیشتری در این زمینه صورت بگیرد و اثر دما، زمان کلسینه کردن و نیز، آسیاکاری بر محصولات نهایی واکنش مورد بررسی قرار گیرد.

### روش‌های تحقیق

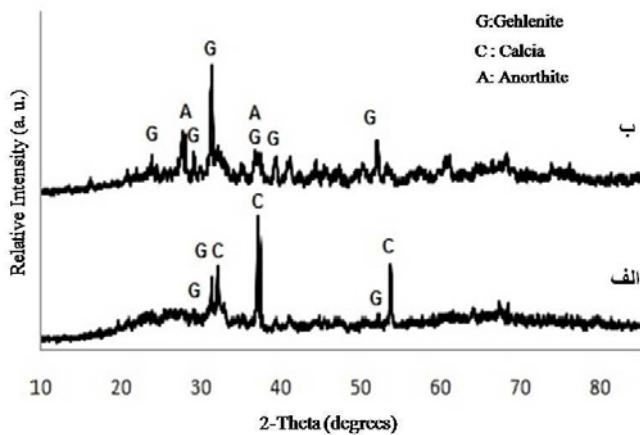
از ترکیب  $\text{CaCO}_3$  محصول شرکت مرك با کد  $102066$  و درجهٔ خلوص  $99/6$  درصد، به عنوان منبع اکسید کلسیم و از کائولن همین شرکت با کد  $10440$  برای تأمین اکسیدهای سیلیسیم و آلومینیم استفاده شد. در جدول (۱)، آنالیز شیمیایی کائولن به‌کار رفته در این تحقیق نشان داده شده است. کائولن خریداری شده از شرکت مرك مطابق با مشخصات شرکت مزبور، شامل کانی اصلی کائولینیت و مقادیر جزئی کانی‌های مسکویت و کوارتز بود.

وجود دارد. برای بررسی بیشتر، نمونه‌ی حاوی کائولن و گلسیت با همان ترکیب در کوره‌ی الکتریکی قرار داده شد و در دمایی در محدوده‌ی قله‌ی گرمایش ( $420^{\circ}\text{C}$ ) به مدت زمان ۲۰ دقیقه نگهداری شد و سپس، تا دمای محیط سرد گردید. الگوی XRD در شکل (۲-الف) مربوط به نمونه‌ی نگهداری شده در دمای  $420^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۲۰ دقیقه نشان می‌دهد که فاز اصلی  $\text{CaO}$  (شماره کارت ۳۷-۱۴۹۷) واکنش انجام نداده و در کنار آن، پیک‌های اصلی فاز ژلینیت (شماره کارت ۳۵-۷۵۵) قابل مشاهده‌اند. در نمودار DTA، پیک گرمایی ضعیفی در دمای  $1160^{\circ}\text{C}$  (D) دیده می‌شود که برای بررسی آن، نمونه‌ی خام به مدت زمان ۲۰ دقیقه در دمای  $1160^{\circ}\text{C}$  گلسینه شد و تا دمای محیط سرد شد. مطابق با نتایج شکل (۲-ب)، فازهای ژلینیت و آنورتیت (شماره کارت ۴۱-۱۴۸۶) در الگوی XRD مشاهده شده در نمودار DTA، مربوط به تبلور نمونه شناسایی شدند. بنابراین، گمان می‌رود که پیک مشاهده شده در نمودار DTA، مربوط به آنورتیت می‌باشد. در این شکل، پیک‌هایی هم در الگوی XRD نمونه مشاهده می‌شوند که با تطبیق آنها با اطلاعات کارت‌های JCPDS، احتمال تشکیل مولایت داده می‌شود. بنابراین، برای بررسی بیشتر نمونه‌ها، زمان‌های طولانی‌تر گلسینه شدن نیز در نظر گرفته شدند.

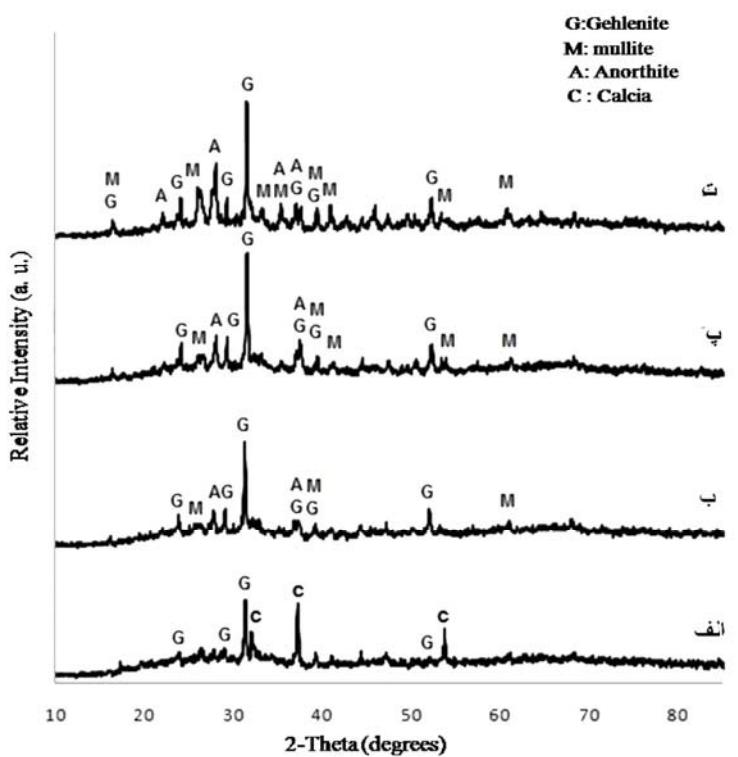
دمایی  $420^{\circ}\text{C}$  تا  $820^{\circ}\text{C}$  را نشان می‌دهد. نخستین کاهش وزن از حدود  $420^{\circ}\text{C}$  آغاز می‌شود که مربوط به خروج آب موجود در ساختار کائولینیت و تبدیل آن به متاکائولینیت است. در مرحله‌ی بعد، کاهش وزن مربوط به تجزیه‌ی کربنات کلسیم و خروج  $\text{CO}_2$  می‌باشد که در دمای  $820^{\circ}\text{C}$  پایان می‌پذیرد [۵]. در این نمودار، بیش از ۲۰ درصد افت وزنی کلی مشاهده می‌شود. با توجه به فرمول انتخابی که حاوی  $33/7$  درصد کربنات کلسیم و  $66/3$  درصد کائولن ساخت شرکت مِرک می‌باشد و با توجه به افت وزنی هر کدام از آنها، میزان افت وزنی این فرمول حدود ۲۳ درصد به دست می‌آید که تطابق خوبی با نمودار TG دارد. افزون بر این، در شکل (۱) نمودار حاصل از آنالیز حرارتی افتراقی نمونه‌ی حاوی کائولن مِرک و گلسیت تا دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  آورده شده است. پیک گرمایش در ناحیه‌ی A (حدود  $540^{\circ}\text{C}$ )، مربوط به تجزیه‌ی کائولن و پیک گرمایش B (حدود  $820^{\circ}\text{C}$ ) مربوط به تجزیه‌ی گلسیت می‌باشد. نتایج مربوط به نمودارهای DTA و TG با منابع مطالعاتی، مانند مرجع ۵ هم خوانی دارد، اما در محدوده پیک‌های گرمایش، پیک C در حدود دمای  $995^{\circ}\text{C}$  واقع شده است. در نمودار DTA مربوط به کائولن، پیک گرمایشی در این محدوده دمایی مربوط به تشکیل فاز اسپینلی که از متاکائولینیت متبلور می‌شود،



شکل ۱ نتایج حاصل از آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) و وزن سنجی (TG) نمونه تا دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  با نرخ گرمایش  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$



شکل ۲ الگوی پراش اشعه‌ی ایکس مربوط به نمونه‌های حرارت داده شده به مدت زمان ۲۰ دقیقه در دماهای:  
الف)  $995^{\circ}\text{C}$  و ب)  $1160^{\circ}\text{C}$ .



شکل ۳ الگوی پراش اشعه‌ی ایکس نمونه پس از تکلیس در دماها و زمان‌های مختلف: الف)  $995^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ ساعت،  
ب)  $995^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷ ساعت، پ)  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ ساعت و ت)  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷ ساعت.

کلسیت و کائولن انتخاب کردند. در پژوهش‌های دیگر، [4,9]، مطالعه‌ی چندانی بر روی عوامل دما و به خصوص زمان کلسینه کردن صورت نگرفته است. بنابراین، سعی شد تا از زمان‌های مختلف کلسینه کردن

تأثیر زمان‌های طولانی کلسینه شدن بر فازهای نهایی اکادا و همکارانش، [5]، زمان ۲۴ ساعت و دماهای تا  $1000^{\circ}\text{C}$  را برای کلسینه کردن مخلوط

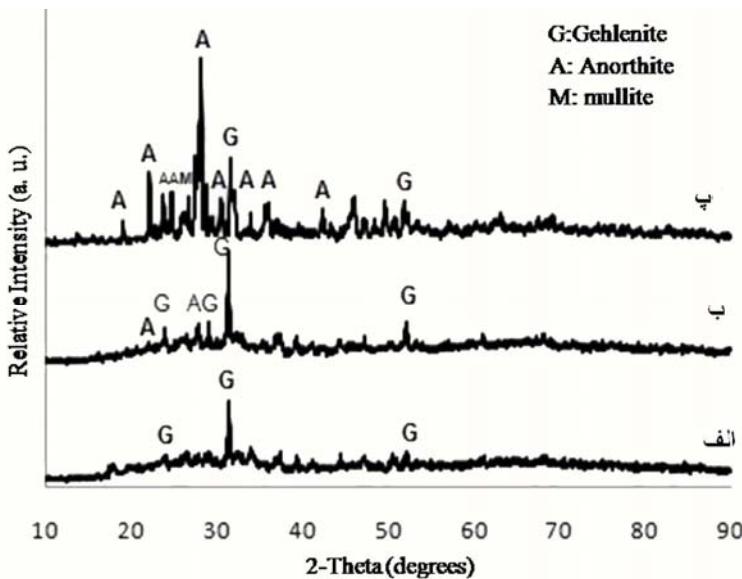
تبديل فازی آن بررسی کرد. برای این منظور، دمای پایین  $900^{\circ}\text{C}$  و مدت زمان طولانی ۶ ساعت برای گلسينه شدن نمونه‌ای که فاز اصلی آن ژلنيت بود، انتخاب شد (شکل ۴-الف). با افزایش زمان پخت به ۲۴ ساعت، پیک کوچکی در زاویه  $27/80^{\circ}$  در الگوی XRD مشاهده شد که با توجه به اطلاعات کارت‌های JCPDS به تشکیل آنورتیت مربوط بودند (شکل ۴-ب). در نهایت، برای بررسی تأثیر افزایش دما بر تشکیل آنورتیت، نمونه‌ای که در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به مدت ۶ ساعت گلسينه شده بود و حاوی فاز اصلی ژلنيت بود، مجدداً از دمای محیط با نرخ گرمایش  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  حرارت داده شد و پس از نگهداری در این دما به مدت زمان ۲ ساعت، تا دمای محیط سرد شد. با توجه به نتایج شکل (۴-پ)، فازهای حاصل فاز اصلی ژلنيت و فاز آنورتیت می‌باشند. بنابراین، وجود فاز میانی ژلنيت و تبدل بعدی آن به فاز اصلی آنورتیت در نمونه‌های مورد بررسی تأیید می‌شود. دلیل عدم مشاهده فاز مولايت در این نمونه‌ها نسبت به نمونه‌ی حرارت داده شده در دمای  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ و ۷ ساعت (شکل ۳)، این است که در این حالت با فراهم بودن زمان کافی برای نمونه در دمای  $900^{\circ}\text{C}$ ، فاز ژلنيت به مقدار کافی تشکیل شده است که پس از آن، با حرارت دهنی تبدل به آنورتیت می‌شود و متاکائولن فرصت تبدل به اسپینل و سپس مولايت را پیدا نمی‌کند. در یکی از مراجع، [8]، دلیل تشکیل ژلنيت قبل از تشکیل آنورتیت، شیاهت ساختاری ژلنيت و متاکائولینیت بیان شده است، اما اکادا و همکارانش، [7]، همگن نبودن مخلوط مواد را عامل تشکیل ژلنيت دانسته‌اند. بنابراین، در ادامه تأثیر آسیاکاری بر محصولات نهایی واکنش مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

استفاده شود. نمونه‌ها در دمای  $995^{\circ}\text{C}$  و  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان‌های ۱ و ۷ ساعت تکلیس شدند تا محصولات نهایی واکنش مشخص شوند. مقایسه‌ی شکل‌های (۳-الف) و (۲-ب) مشخص می‌شود که در دمای  $995^{\circ}\text{C}$ ، افزایش زمان از ۲۰ دقیقه به ۱ ساعت تغییر چندانی در پیک‌ها ایجاد نکرده است، اما با افزایش زمان از ۱ به ۷ ساعت، علاوه بر حذف پیک‌های مربوط به اکسید کلسیم و افزایش شدت پیک‌های مربوط به فاز ژلنيت، پیک‌های مربوط به فازهای آنورتیت و مولايت (شماره کارت ۱۵-۷۷۶) مشاهده می‌شوند (شکل ۳-ب).

الگوهای پراش اشعه‌ی ایکس مربوط به نمونه‌ی گلسينه شده در دمای  $995^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷ ساعت و نمونه‌ی گلسينه شده در دمای  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ ساعت مشابهند. در نهایت، در نمونه‌ی تکلیس شده در دمای  $1160^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۷ ساعت، شدت پیک آنورتیت و مولايت نسبت به نمونه‌های قبل افزایش یافته است (شکل ۳-ت). بنابراین، به طور کلی می‌توان نتیجه گرفت که افزایش دما و زمان گلسينه کردن سبب بیشتر شدن تبلور فاز آنورتیت می‌شود.

همان‌گونه که در مقدمه‌ی مقاله گفته شد، محققین مختلف ادعا کرده‌اند که در نمونه‌ی حاوی گلسينیت و کائولن با نسبت مولی مناسب، برای تشکیل آنورتیت ابتدا فاز ژلنيت تشکیل می‌شود. ترائوره و همکارانش، [9]، تشکیل آنورتیت را به واکنش ژلنيت و متاکائولن باقی‌مانده وابسته دانسته‌اند، اما جوریک و همکارانش، [10]، علاوه بر متاکائولن، فاز سیلیکات گلسينی را نیز در تشکیل آنورتیت مؤثر دانسته‌اند.

برای بررسی دقیق‌تر نقش فاز میانی ژلنيت در تشکیل آنورتیت، به نمونه‌ای نیاز بود که حاوی ژلنيت زیادی بوده و تأثیر دما یا زمان پخت را بتوان بر روی



شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به نمونه‌ها پس از تکلیس در دمایا و زمان‌های مختلف: (الف) ۹۰۰°C به مدت زمان ۶ ساعت، (ب) ۹۰۰°C به مدت زمان ۲۴ ساعت و (پ) ۱۲۰۰°C به مدت زمان ۲ ساعت.

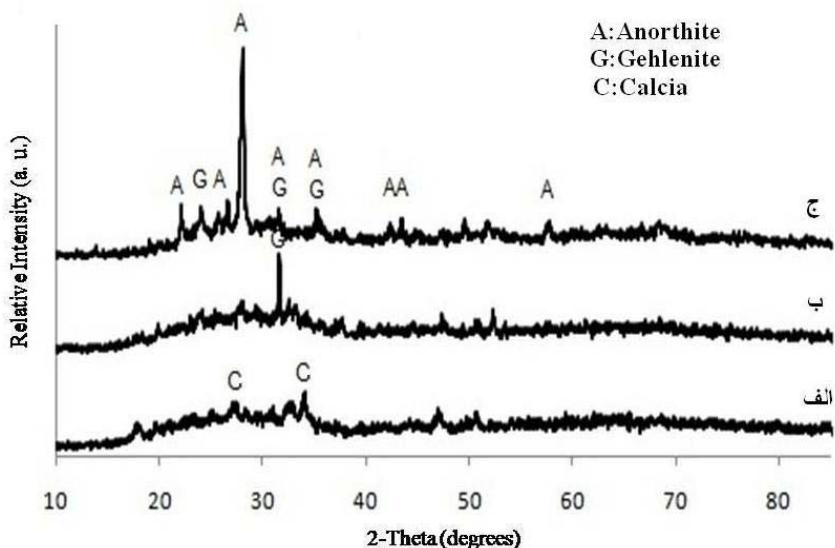
در الگوی XRD مربوط به نمونه‌ی آسیاکاری شده به مدت زمان ۱ ساعت (شکل ۵-ب) و در زاویه‌ی ۳۱/۵۴°، پیک اصلی مربوط به فاز ژلینیت دیده می‌شود. در نمونه‌ی دیگری که ۱۲ ساعت آسیاکاری شده است، فاز آنورتیت بسیار بیشتر از فاز ژلینیت تشکیل شده است. مقایسه‌ی شکل‌های (۴-ب) و (۵-پ) نشان می‌دهد که در نمونه‌ی آسیاکاری نشده، با افزایش زمان کلسینه شدن در دمای ۹۰۰°C و حتی تا ۲۴ ساعت محصول اصلی واکنش ژلینیت بوده و برای تشکیل آنورتیت، لازم است تا دما افزایش یابد، در حالی که در نمونه‌ی آسیاکاری شده به مدت زمان ۱۲ ساعت و پس از ۱ ساعت تکلیس شدن در دمای ۹۰۰°C، آنورتیت محصول اصلی واکنش است. بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که آسیاکاری با کاهش اندازه‌ی ذرات مواد اولیه، همگنی بیشتر و نیز اثرات مکانوشیمیایی، بر روی محصولات نهایی واکنش مؤثر است. تأثیر کاهش اندازه‌ی ذرات بر مواد اولیه را می‌توان در شکل (۶) مشاهده کرد. در شکل (۶-الف)،

#### بررسی تأثیر آسیاکاری

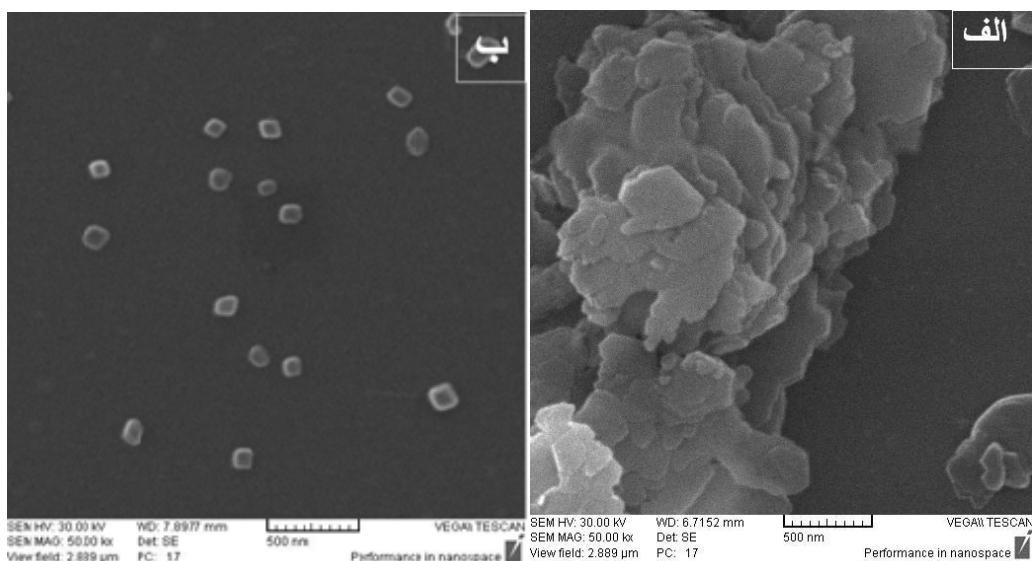
آسیاکاری به مدت زمان‌های طولانی با نسبت بالای گلوله به پودر و یا سرعت بالا سبب می‌شود تا غیر از کاهش اندازه‌ی ذرات، تغییراتی در وضعیت سطحی یا ساختار مواد اولیه و در نتیجه، واکنش‌پذیری آنها و محصولات نهایی واکنش‌ها پدید آید. در آسیاکاری ماهواره‌ای با سرعت‌های کم، سازوکار سایش و در سرعت‌های بالا، سازوکار برخورد غالب است و برخوردهای پر انرژی افزون بر کاهش اندازه‌ی ذرات، تغییراتی در ساختار مواد ایجاد می‌کنند [11]. به منظور بررسی تأثیر آسیاکاری، نمونه‌های آسیاکاری نشده و پس از آسیاکاری به مدت زمان‌های ۱ و ۱۲ ساعت در دمای ۹۰۰°C به مدت ۱ ساعت کلسینه شدند. در الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به نمونه‌ی آسیاکاری نشده در شکل (۵-الف)، اثری از فاز ژلینیت یا آنورتیت دیده نمی‌شود و پیک‌های کلسیا (CaO) و احتمالاً فاز بی‌شکل متاکائولن وجود دارند، اما اثر آسیاکاری را می‌توان در شکل‌های (۵-ب) و (۵-پ) مشاهده کرد.

ذرات کاهش یافته و حتی ذراتی در حدود ۱۰۰ نانومتر در تصویر دیده شوند. افرون بر این، مورفولوژی ذرات از حالت صفحه‌ای خارج شده است.

ذرات به صورت توده‌ای مشاهده می‌شوند. در این شکل، ذرات صفحه‌ای شکل کائولینیت و بقیه گلسیت می‌باشند. همان‌گونه که در شکل (۶-ب) مشاهده می‌شود، آسیاکاری سبب شده است تا اندازه‌ی میانگین



شکل ۵ الگوی پراش اشعه‌ی ایکس مربوط به نمونه‌های گلسیت شده در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ ساعت:  
الف) آسیا نشده، ب) آسیا شده به مدت زمان ۱ ساعت و پ) آسیا شده به مدت زمان ۱۲ ساعت



شکل ۶ تصویرهای SEM از مخلوط گلسیت و کائولن: (الف) قبل از آسیاکاری و (ب) بعد از آسیاکاری

افزایش انرژی درونی و تسهیل وقوع واکنش ذرات پودر شد. در نمونه‌های آسیاکاری نشده که در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  گلسانه شده بودند، عملاً ژلینیت فاز اصلی بود و افزایش زمان گلسانه شدن حتی تا ۲۴ ساعت، تأثیر چندانی بر تشکیل فاز آنورتیت نداشت. در این شرایط، لازم بود تا دمای گلسانه شدن تا  $1200^{\circ}\text{C}$  افزایش یابد، درحالی‌که در نمونه‌ی آسیاکاری شده تنها با ۱ ساعت تکلیس در دمای  $900^{\circ}\text{C}$ ، فاز اصلی آنورتیت در الگوی XRD نمونه‌ها دیده شد.

### نتیجه‌گیری

- ۱- بررسی پیک‌های گرمایی در نمودار DTA نمونه‌ها نشان داد که در دمای حدود  $990^{\circ}\text{C}$ ، ژلینیت ترکیب اصلی می‌باشد و با افزایش دما، آنورتیت و مولایت تشکیل می‌شوند.
- ۲- گلسانه شدن دوباره‌ی نمونه‌ی حاوی فاز ژلینیت در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$ ، منجر به تشکیل فاز آنورتیت شد، و این نشان می‌دهد که فاز ژلینیت به عنوان فاز میانی قبل از تشکیل آنورتیت تشکیل شده است.
- ۳- آسیاکاری علاوه بر کاهش اندازه‌ی ذرات، سبب

### مراجع

1. D.W. Oconnell, C.Birkinshaw and T.F.Odwyer, "Heavy metal adsorbents prepared from the modification of cellulose: A review", *Bioresource Technology*, Vol. 99, pp. 6709–6724, (2008) .
2. S.M .Auerbach, K. Carrado, P. Dutta, "Zeolite science and technology", Marcel Dekker INC,( 2003).
3. V.K. Jhaa, Y. Kameshima, A.Nakajima, K.Okadaa, K. J.D. MacKenzie, "Uptake properties of  $\text{Ni}^{2+}$  by  $n\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot2\text{SiO}_2$  ( $n = 1\text{--}4$ ) prepared from solid-state reaction of kaolinite and calcite", *Journal of Hazardous Materials*, B,Vol. 123, pp. 281–287, (2005).
4. M. S. Saghian, R. Naghizadeh, H. Sarpoolaky, "Cation uptake properties of calcium aluminosilicate", *Iranian journal of Materials Science and Engineering*, vol. 10, No. 2, pp. 39-47,(2013).
5. K. Okada, N. Watanabe, V. K. Jha, Y. Kameshima, A.Yasumor and J.D.Mackenzie, "Uptake of various cations by amorphous  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  prepared by solid-state reaction of kaolinite with  $\text{CaCO}_3$ ", *Journal of Material Chemistry*,vol.13, pp. 550-556, (2003).
6. W.D.Kingery, H.K Brown, D.R.Uhlmann, " *Introduction to Ceramics*", Wiley publication: (1975).
7. K.Okada, N.Watanabe, K.Jha, Y.Kameshima, V.Jha, Y.Kameshima, A.Yasumori and J.D. MacKenzie," Effects of grinding and firing conditions on  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  phase formation by solid-state reaction of kaolinite with  $\text{CaCO}_3$ ", *Applied Clay Science*,vol. 23, pp. 329– 336, (2003).
8. R.C.Mackenzie, A.A.Rahman and H.M.Moir, "Interaction of kaolinite with calcite on heating" , *Thermochimica Acta*, vol. 121, pp. 51-69, (1987).
9. K.Traore, T.S.Kabre and P.Blanchart, "Gehlenite and anorthite crystallization from kaolinite and calcite mix", *Ceramics International*,vol. 29, pp. 377–383, (2003).
10. M. Djuric, B. Zivanovic, L.P.Stojkanovic and J. Ranogajec, "Computerized thermodynamic analysis

- of reactions during sintering of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> system", Cement and Concrete Research, vol. 22, pp. 139-148 (1992).*
11. C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling" Progress in Materials Science, vol. 46 ,pp- 184(2001).

## تأثیر متغیرهای فرایند نیتروژندهی در دو روش نیتروژندهی پلاسمایی متداول و توری فعال بر خواص سطحی و لایه‌های نیتریدی در فولاد گرم کار \*AISI H13

فرزاد محبوبی<sup>(۱)</sup> کیانوش طاهرخانی<sup>(۲)</sup>

### چکیده

هدف از انجام این پژوهش، بررسی تأثیر متغیرهای فرایند نیتروژندهی، یعنی فرکانس و چرخه‌ی کاری، بر نمونه‌هایی با شیارهای مختلف در دو روش نیتروژندهی پلاسمایی متداول و با توری فعال می‌باشد. نمونه‌های اتصال یافته شامل بلوك فلزی از جنس فولاد ساده کربنی با شیارهای مکعب مستطیلی به عمق ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی‌متر، ارتفاع ۴۰ میلی‌متر و پهنای ۲۰ میلی‌متر و یک بلوك فلزی از جنس فولاد گرم کار AISI H13 به بعد  $10 \times 40 \times 60$  میلی‌متر تهیه شدند. نمونه‌های اتصال یافته در محیط ۷۵%H<sub>2</sub>-25%N<sub>2</sub>، دمای ۵۰۰°C، چرخه‌های کاری ۶۰ و ۱۰ درصد و فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز به مدت ۵ ساعت با دو روش متداول و توری فعال نیتروژندهی پلاسمایی شدند. خواص نمونه‌های نیتروژندهی شده با اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ی ترکیبی، عمق نفوذ نیتروژن، تعیین نوع ترکیبات فازی و تغییرات ریزساختی بررسی شدند. نتایج آزمایش‌ها نشان دادند که در روش نیتروژندهی پلاسمایی متداول و با چرخه‌ی کاری ۱۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر، پدیده‌ی کاتال تونخالی اتفاق می‌افتد، و این منجر به گرمایش بیشتر نمونه می‌شود. این در حالی است که پدیده‌ی کاتال تونخالی در روش نیتروژندهی پلاسمایی به روش توری فعال رخ نمی‌دهد. مورفولوژی سطح نمونه‌های نیتروژندهی شده به روش متداول شامل ذرات گل کلمی بودند، در حالی که سطح نمونه‌های نیتروژندهی شده به روش توری فعال، از ذرات نیتریدی به شکل شش وجهی با توزیع یکنواخت پوشیده شده بود.

### واژه‌های کلیدی

چرخه‌ی کاری، فرکانس، نیتروژندهی پلاسمایی متداول، نیتروژندهی پلاسمایی با توری فعال

## The Effects of Nitriding Parameters in Hot Working Steel AISI H13 on its Surface Properties and Nitride Layers during Conventional and Active Screen Plasma Nitriding Treatments

K. Taherkhani F. Mahboubi

### Abstract

The main aim of this research was to investigate the effects of plasma nitriding parameters including frequency and duty cycle for a series of test samples with different grooves during conventional plasma nitriding (CPN) and active screen plasma nitriding (ASPN) treatments. The sample assemblies were consisted of rectangular grooved steel blocks with different groove dimensions of 2, 4, 6, 8 and 10 millimeters (width), 40 millimeters (height), and 20 millimeters (length) and AISI H13 steel plates (as the substrate material) with dimensions of  $10 \times 40 \times 60$  mm<sup>3</sup>. The sample assemblies were processed in conventional and active screen plasma nitriding chamber at the atmosphere of 75%H<sub>2</sub>-25%N<sub>2</sub> with the temperature of 500 °C, the duty cycles of 40, 60, 80%, and the frequencies of 8, 10 kHz for 5 hours. The properties of processed substrates were investigated through the evaluation of the compound layer thickness, case depth, phase composition as well as the hardness profile. The results showed that the hollow cathode effect occurs during CPN method for a sample with 2 mm width groove and the duty cycle of 80% leading to the overheating of the sample. The surface morphology of the CPN treated samples was consisted of cauliflower shaped surface nitrides while the surface of the ASPNed samples were covered by the hexagonal particles with a uniform distribution.

**Keywords** Duty cycle, Frequency, Conventional Plasma Nitriding (CPN), Active Screen Plasma Nitriding (ASPN).

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۸/۸ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۹/۲۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده‌ی مسئول، کارشناسی ارشد شناسایی و انتخاب مواد مهندسی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

(۲) دانشیار، عضو هیأت علمی دانشگاه صنعتی امیرکبیر

متداول بیشترین استفاده را در روش‌های نیتروژن دهی فولاد دارد. با وجود تمام مزیت‌هایی که روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول (CPN) نسبت به روش‌های سنتی آن دارد، مشکلاتی از قبیل نگهداری و حفظ یکنواختی دما در محفظهٔ ورودی قطعه، محدودیت انجام عملیات بر روی قطعاتی با شکل‌های پیچیده، ایجاد لایه‌ی غیریکنواخت در سطح قطعه، خطر ایجاد آسیب قوس و پدیده‌ی کاتد توخالی (Hollow Cathode) حین وقوع فرایند وجود دارد. پدیده‌ی کاتد توخالی در نتیجه‌ی هم پوشانی پلاسمایی در دو طرف شیار و یا حفره به وجود می‌آید که باعث جلوگیری از ورود پلاسمایی به درون حفره یا شیار می‌شود. به این اثر، کاتد توخالی گفته می‌شود [8,9]. تلاش‌هایی که به منظور برطرف کردن عیوب‌های این روش صورت گرفته است، ضمن آن‌که منجر به توسعه‌ی روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول شده‌اند، باعث ابداع روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال (ASPН) یا (TC) نیز شده‌اند. روش کار در عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال همانند روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول است، با این تفاوت که در روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، با اتصال توری به قطب منفی و تشکیل پلاسمایی بر روی سطح توری (نه بر روی سطح قطعه‌کار) وظیفه‌ی تولید اجزای فعال نیتریدی و همچنین، گرم کردن نمونه‌ها که نسبت به کاتد در پتانسیل خشی قرار دارند، بر عهده‌ی توری فعال است [10,8]. نشان داده شده است که نیتروژن دهی به روش توری فعال می‌تواند نتایج مشابهی با نیتروژن دهی پلاسمایی متداول داشته باشد، ولی مشکلات موجود در روش نیتروژن دهی متداول نظری آسیب ناشی از قوس سطح، اثر لبه و پدیده‌ی کاتد توخالی را بر طرف می‌کند. با توجه به مشکلاتی که در روش نیتروژن دهی قطعات با شیارهای باریک و عمیق وجود دارند و نیاز به کیفیت سطحی بالا در قالب‌های

## مقدمه

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از فرایندهای اصلاح ساختاری سطوح فلزات می‌باشد که موجب بهبود مقاومت به سایش، خوردگی و خستگی قطعات صنعتی می‌شود و در نتیجه، باعث افزایش عمر و کارایی بهتر آن‌ها می‌شود [1]. به عبارت دیگر، این روش یکی از فرایندهای مهم مهندسی سطح می‌باشد که به‌کمک تخلیه‌ی تابان در دما و ترکیب مناسب از گاز نیتروژن و هیدروژن، نیتروژن جذب سطح شده و در عمق مورد نظر نفوذ می‌کند. به این ترتیب، سختی سطح و مقاومت به سایش انواع مختلف مواد مهندسی به ویژه فولادهای ابزار بهبود می‌یابد [2]. عملیات نیتروژن دهی فولادها به‌طور سنتی هنوز هم با یکی از روش‌های گازی یا مایع انجام می‌گیرد، اما استفاده از پلاسمایی در این عملیات با کترول بهتر فازهای سطحی تشکیل شونده و کیفیت بهتر سطوح قطعات، سبب کاهش مصرف گاز، کاهش انرژی مصرفی و نیز، کاهش آسیب‌های زیست محیطی می‌شود. روش سنتی نیتروژن دهی به‌دلیل این‌که تشکیل لایه‌ی نیتریدی تنها با فرایند نفوذ همراه است، انجام عملیات نیاز به دمای بالا و زمان زیادی دارد، اما در روش نیتروژن دهی پلاسمایی، با توجه به حضور یون‌ها و ذرات فعال نیتروژن، امکان انجام عملیات در دماهای پایین‌تر و زمان‌های کم‌تر وجود دارد [3]. در این فرایند، نیتروژن به داخل فولاد نفوذ می‌کند و سپس، با آهن و عناصر آلیاژی ترکیب شده و توزیع مناسبی از نیتریدهای فلزی را تشکیل می‌دهد. در نتیجه، یک لایه‌ی نازک از نیتریدهای آهن که شامل فازهای نیتریدی Fe<sub>2</sub>N و Fe<sub>4</sub>N<sup>e</sup>:<sup>γ</sup> است، در سطح فولاد تشکیل می‌شود. این لایه به لایه‌ی سفید و یا لایه‌ی ترکیبی معروف است [4,5]. خواص قطعات فولادی نیتروژن دهی شده با استحکام هسته، خصوصیات ساختاری لایه‌های ترکیبی و نفوذی تعیین می‌شود [6,7]. در حال حاضر، نیتروژن دهی پلاسمایی

در نظر گرفته شد. این محل در شکل (۱) با یک پیکان نشان داده شده است. شکل (۱) شمایی از نمونه‌ی تهیه شده را نشان می‌دهد. سطح مورد بررسی در این پژوهش، سطح بخش مشخص شده در قسمت (ب) از شکل (۱) و از جنس فولاد گرم کار AISI H13 می‌باشد. پس از آماده شدن نمونه‌ها، آن‌ها در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان یک ساعت آستینیت شدند و پس از آن، بالافاصله در روغن سریع سرد شدند. برای جلوگیری از وقوع هرگونه تغییر در ریزساختار فولاد هنگام نیتروژن‌دهی پلاسمایی، دمای بازپخت بالاتر از دمای نیتروژن‌دهی در نظر گرفته شد و نمونه‌ها برای این منظور، در دمای  $530^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان یک ساعت بازپخت شدند. سختی نمونه‌ها برابر با ۵۷ راکول سی به دست آمد. پس از آن، تمامی سطوح نمونه‌ها به منظور ایجاد سطوح صاف برای عملیات نیتروژن‌دهی، سنباده زده شدند و سپس، صیقل کاری انجام شد. برای انجام عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش معمولی و توری فعال، از دستگاه نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول مرحله‌ای استفاده شد (شکل (۲)). نیتروژن‌دهی به نمونه‌ها در محیطی حاوی ۲۵ درصد N<sub>2</sub> و ۷۵ درصد H<sub>2</sub> در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  با فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز در چرخه‌های کاری (نسبت پالس on به off) ۴۰، ۶۰ و ۸۰ درصد به مدت زمان ۵ انجام شد. برای عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش توری فعال، ورق مشبکی از جنس فولاد ساده کربنی به ضخامت ۰/۸ میلی‌متر که حاوی سوراخ‌های استوانه‌ای شکل به قطر ۸ میلی‌متر با توزیع یکنواخت بود، تهیه شد. در پوش مورد استفاده نیز از همان ورق تهیه شد. نمونه‌ها بر روی میز کار که یک عایق سرامیکی آن را از پتانسیل منفی (کاتد) جدا می‌کرد، قرار داده شدند (شکل (۳)). سپس، توری ساخته شده پس از چربی زدایی، اسیدشویی در محلول فروکیلین و خشک شدن، بر روی سکوی موجود در محفظه‌ی دستگاه قرار

حدیده‌کاری و ریخته‌گری تحت فشار که معمولاً هندسه‌ی پیچیده‌ای هم دارد، کترول عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی با تغییر عوامل مؤثر می‌تواند باعث کترول تأثیر پدیده‌ی کاتد توخالی در قطعاتی با هندسه‌ی پیچیده و افزایش صرفه‌جویی اقتصادی شود. این کار تاکنون بررسی نشده است. هدف اصلی از انجام این پژوهش، مطالعه و بررسی و مقایسه‌ی تأثیر عوامل فرکانس و چرخه‌ی کاری در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی پالسی به روش معمولی و توری فعال در قطعاتی با هندسه‌ی پیچیده از جنس فولاد گرم کار H13 (فولاد مورد استفاده در قالب‌های حدیده‌کاری) می‌باشد. افزون بر این، یافتن شرایط بهینه‌ی نیتروژن‌دهی برای جلوگیری از وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی در روش پلاسمایی متداول و اصلاح آن با استفاده از روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعال، از دیگر هدف‌های انجام این تحقیق است.

## مواد و روش تحقیق

ابتدا نمونه‌های مکعبی به ابعاد  $40 \times 40 \times 30$  میلی‌متر از جنس فولاد گرم کار H13 AISI ۱/۲۳۴۴ DIN با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول (۱)، با ماشین کاری تهیه شدند. سپس، شیارهایی در نمونه‌های مکعب مستطیل شکل آماده شده از جنس فولاد ساده کربنی به ارتفاع ثابت ۴۰ میلی‌متر و پهنای ثابت ۲۰ میلی‌متر و به عمق‌های ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی‌متر (نشان داده شده با T در شکل (۱)) ایجاد شدند. دلیل استفاده از نمونه‌هایی با عمق‌های مختلف شیار، به نوعی شبیه‌سازی قالب‌های حدیده‌کاری و ریخته‌گری تحت فشار با شکل هندسی پیچیده و حفره‌هایی به ابعاد متفاوت که باید در معرض عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی قرار گیرند، بوده است. افزون بر این، به منظور کترول دقیق دما حین وقوع فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی، درون نمونه‌ها محلی برای تعییه‌ی ترموموکوپل

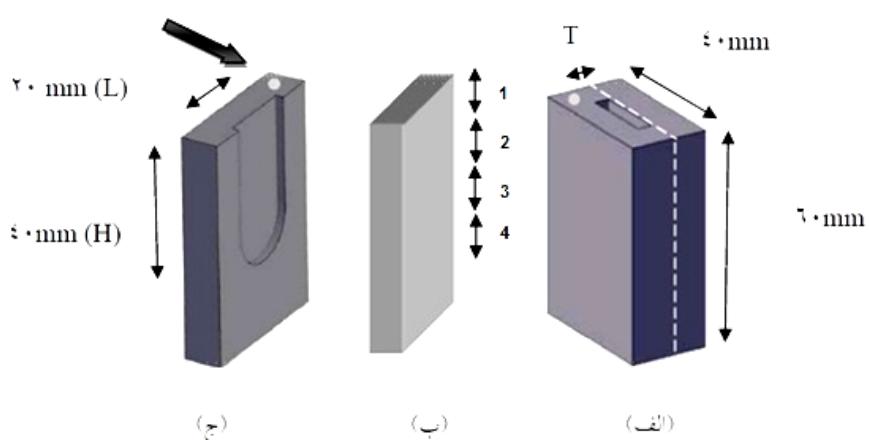
شد. پراش به دست آمده با استفاده از پرتوی  $\text{Cu} \text{ k}\alpha$  با ولتاژ ۴۰ کیلو ولت، جریان ۳۰ میلی آمپر و با زاویه  $\theta$  (۲۰) بین (۳۰) شروع) تا (۹۰ درجه (پایان) ایجاد شد. پس از عملیات نیتروژن دهی، نمونه ها از لبه شیار تا ته آن به فاصله ۱ سانتی متر جدا شدند و مناطق به ترتیب از بالا با شماره های ۱، ۲، ۳ و ۴ نام گذاری شدند. در این گزارش، نتایج مربوط به منطقه ۱ نزدیک به لبه شیار برای رویشی گزارش شده اند. در مرحله بعد، نمونه ها از مقطع عرضی برش داده شدند و سطوح برش خورده، از بالا با حرف های A و B نام گذاری شدند (شکل (۴)).

گرفت. در روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، با اتصال توری به قطب منفی (کاتد) پلاسما بر روی سطح توری تشکیل می شود. افزون بر این، تولید اجزای فعال نیتریدی و نیز گرم کردن نمونه ها، بر عهده توری فعال بود. در نهایت، برای بررسی ریز ساختار سطوح و مقاطع برش خورده شیارهای نمونه های نیتروژن دهی شده از تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی، برای اندازه گیری ضخامت لایه ترکیبی از میکروسکوپ نوری، و برای اندازه گیری ریز ساختی نمونه ها از روش سختی سنجی ویکرز با نیروی اعمالی ۵۰ گرم استفاده شد. به منظور بررسی فازهای ایجاد شده در سطح شیار، از دستگاه پراش پرتوی ایکس استفاده

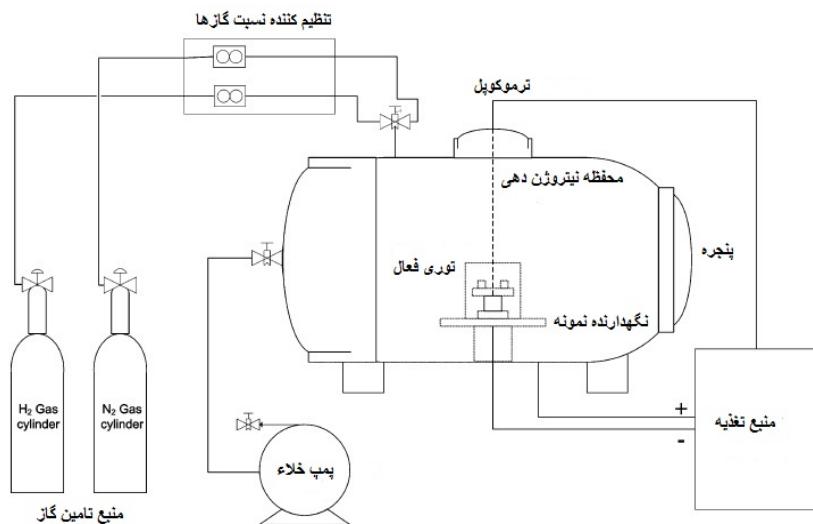
جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد گرم کار AISI H۱۳

(بر حسب درصد وزنی)

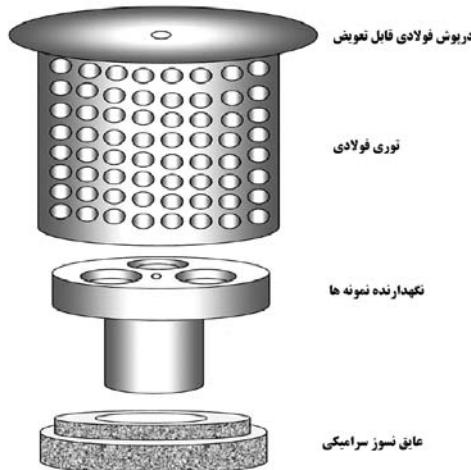
عنصر	C	Si	Mn	P	V	S	Cr	Mo
درصد وزنی	۰.۴۲	۰.۸۲	۰.۴۵	۰.۰۳	۰.۳	۰.۰۲	۴.۷	۱.۵۲



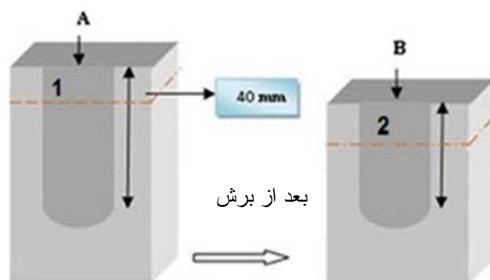
شکل ۱ شمایی از مجموعه نمونه نیتروژن دهی پلاسمایی شده (الف)، متشکل از سطح مورد آزمایش از جنس فولاد گرم کار AISI H۱۳ (ب) و سطح شیاردار که با پیچ و مهره بهم وصل شده اند (ب). پیکان بزرگ، محل استقرار ترموموپل را نشان می دهد.



شکل ۲ طرح‌واره‌ای از دستگاه نیتروژن‌دهی پلاسمایی مورد استفاده در این پژوهش.



شکل ۳ نمایی از قطعات توری، درپوش، پایه و عایق سرامیکی مورد استفاده در این پژوهش.



شکل ۴ نمایی از برش نمونه‌ها از مقطع عرضی قطعات عملیات شده

۶۰ و ۸۰ درصد و فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز با

عمق‌های ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی‌متر با دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی، در جدول (۲)، و

## نتایج و بحث

ضمایمات‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در دمای ثابت  $500^{\circ}\text{C}$  در چرخه‌های کاری ۴،

روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال در سطح A و B برابر با صفر می باشد. می توان نتیجه گرفت که در هر دو روش، ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A بیشتر از سطوح B می باشد. همچنین، در شیارهای نازک‌تر اختلاف ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A و B بیشتر می شود. ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح B در شیارهایی با ضخامت کوچک‌تر، کاهش بیشتری می یابد. افزون بر این، مشاهده می شود که ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی بیشتر از ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن دهی با توری فعال می باشد، و این به دلیل آن است که در روش معمولی، نمونه‌ها به طور مستقیم در معرض ذرات نیتریدی و اتم‌های نیتروژن هستند، ولی در روش نیتروژن دهی با توری فعال، توری نقش کاتد را دارد و در معرض مستقیم بمباران می باشد. همچنین، مشاهده می شود که در هر دو روش، افزایش چرخه‌ی کاری که منجر به افزایش بمباران سطحی می شود، ضخامت لایه‌ی ترکیبی را افزایش داده است. در هر دو روش، افزایش فرکانس از ۸ به ۱۰ کیلوهرتز، تأثیر زیادی بر روی ضخامت لایه‌ی ترکیبی ندارد و فقط به مقدار ناچیزی باعث افزایش ضخامت لایه‌ی ترکیبی می شود [7,13]. با توجه به نتایج بدست آمده از اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ی ترکیبی، می توان مشاهده کرد که یک پدیده‌ی قابل توجه در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی در نمونه‌ها به ازای چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر اتفاق افتاده است که در نهایت، باعث شده است تا ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد کم‌تر از چرخه‌ی کاری ۴۰ و ۶۰ درصد شود. سختی سطوح شیار نیز کاهش یافته است. دلیل آن را می توان به گرمایش بیشتر در نتیجه‌ی وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی نسبت داد که به دلیل کوچک بودن عمق شیار، پلاسمایی در دو طرف شیار هم‌پوشانی کرده و باعث گیر افتادن الکترون‌ها و یونش بیشتر می شود [11,14].

روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال، در جدول (۳) آورده شده‌اند. این نتایج با استفاده از میکروسکوپ نوری بدست آمده‌اند و هر یک از آن‌ها میانگین سه عدد می باشد. مشاهده می شود که ضخامت لایه‌ی ترکیبی با افزایش عمق شیار زیاد می شود، و این به دلیل افزایش بیشتر حضور نیتروژن درون شیار و افزایش بمباران یونی در سطح نمونه است. در هر دو روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی و توری فعال، ضخامت لایه‌ی ترکیبی به وسیله‌ی غلط نیتروژن کنترل می شود. ضخامت لایه‌ی ترکیبی با افزایش نیتروژن در مخلوط گازی افزایش می یابد، و این ناشی از افزایش نفوذ اتم‌های نیتروژن در زیر لایه می باشد. افزون بر این، ضخامت لایه‌ی نیتریدی تشکیل شده افزون بر این، ضخامت لایه‌ی نیتریدی تشکیل شده به چگالی اتم های فعال از قبیل یون های نیتروژن و یون های رادیکال آزاد بستگی دارد. [11,12]. به منظور بررسی خواص سطوح نمونه‌های پلاسمایی نیتراید شده، ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A و B (مناطق مختلف در سطوح آزمایش شده) در شکل (۴) اندازه‌گیری شده‌اند. در هر دو روش نیتروژن دهی پلاسمایی، ضخامت لایه‌ی ترکیبی تشکیل شده در منطقه‌ی دور از لبه‌ی B (درون شیار) نازک‌تر از منطقه‌ی نزدیک به لبه‌ی شیار) در سطح A می باشد. با توجه به نتایج ارائه شده در جدول (۲)، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۱۰ کیلوهرتز و عمق شیار ۱۰ میلی‌متر (بزرگ‌ترین شیار) در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی در سطح A برابر با ۱۰/۶ میکرومتر و در سطح B برابر با ۸/۴ میکرومتر، و در روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال در سطح A برابر با ۹/۵ میکرومتر و در سطح B برابر با ۷/۴ میکرومتر می باشد. افزون بر این، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۱۰ کیلوهرتز و عمق شیار ۲ میلی‌متر (کوچک‌ترین شیار) در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی در سطح A برابر با ۳/۸ میکرومتر و در سطح B برابر با صفر، و در

جدول ۲ ضخامت‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش معمولی

چرخه‌ی کاری		٪۸۰				٪۶۰				٪۴۰			
فرکانس (کیلو هرتز)	پهنه‌ی شیار (میلی‌متر)	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸
سطح		A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
۲		۳.۸	۰	۳.۷	۰	۴.۴	۰	۴.۲	۰	۴.۱	۰	۳.۹	۰
۴		۵.۱	۴.۴	۴.۷	۴.۴	۴.۷	۴.۳	۴.۵	۴.۲	۴.۴	۳.۸	۴.۳	۳.۶
۶		۶.۸	۶.۳	۶.۷	۶.۱	....	....	....	....	۵.۵	۴.۷	۵.۴	۴.۳
۸		۹.۸	۷.۸	۹.۵	۷.۴	....	....	....	....	۸.۱	۷.۳	۷.۸	۷.۴
۱۰		۱۰.۶	۸.۴	۱۰.۱	۸.۲	...	....	....	....	۸.۷	۸.۱	۸.۴	۷.۶

جدول ۳ ضخامت‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال

چرخه‌ی کاری		٪۸۰				٪۶۰				٪۴۰			
فرکانس (کیلو هرتز)	پهنه‌ی شیار (میلی‌متر)	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸	۱۰	۸
سطح		A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
۲		۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰
۴		۲.۹	۱.۹	۲.۷	۱.۸	۲.۴	۱.۶	۲.۱	۱.۵	۲.۱	۱.۲	۱.۸	۱.۱
۶		۵.۲	۴.۷	۴.۸	۴.۲	....	....	....	....	۳.۹	۳.۱	۳.۶	۲.۹
۸		۷.۶	۶.۸	۷.۴	۶.۵	....	....	....	....	۶.۱	۵.۴	۵.۹	۴.۸
۱۰		۹.۵	۷.۴	۹.۲	۷.۱	...	....	....	....	۷.۴	۶.۹	۷.۱	۶.۸

فاصله‌ای از سطح به مقدار ثابتی می‌رسد که این نشان‌دهنده‌ی توقف تشکیل نیتریدهای آهن و دیگر عناصر آلیاژی که عوامل افزایش سختی هستند، می‌باشد. به عبارت دیگر، از این فاصله به بعد نیتروژن نتوانسته است نفوذ کند و بنابراین، نقطه‌ی ثابت شدن سختی در نمودارهای تغییرات ریزسختی نشان‌دهنده‌ی مرز بین لایه‌ی نفوذی و بدنه‌ی نمونه می‌باشد [۸,11]. افروزن بر این، مشاهده می‌شود که با افزایش عمق شیار از ۲ به ۱۰ میلی‌متر، سختی سطح شیار و سختی از سطح به‌سمت بدنه در همه‌ی نمونه‌ها افزایش یافته است. از آنجا که غلاظت نیتروژن درون شیار با عمق ۱۰ میلی‌متر بیشتر است، درصد نیتریدهای تشکیل شده در آن بالاتر است. این موجب افزایش سختی سطح در

در شکل‌های (۵) و (۶)، ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده به روش معمولی و توری فعال با ضخامت‌های متفاوت شیار در فرکانس ۸ کیلوهertz، دمای  $500^{\circ}\text{C}$  و در چرخه‌های کاری ۴۰ و ۸۰ درصد نمایش داده شده است. در تغییرات ریزسختی مربوط به مقطع عرضی نمونه‌ها، یک شبیه میان پوسته و هسته مشاهده می‌شود. در این نمونه‌ها، سختی با افزایش فاصله از سطح کاهش پیدا کرده است. نفوذ نیتروژن از سطح فولاد شروع می‌شود و نیتریدهای آهن و عناصر آلیاژی در دانه‌های فولاد تشکیل و موجب افزایش سختی می‌شوند. در نتیجه، با فاصله گرفتن از سطح نیتریدهای کم‌تری تشکیل می‌شوند و سختی کاهش می‌یابد. در نهایت، سختی در

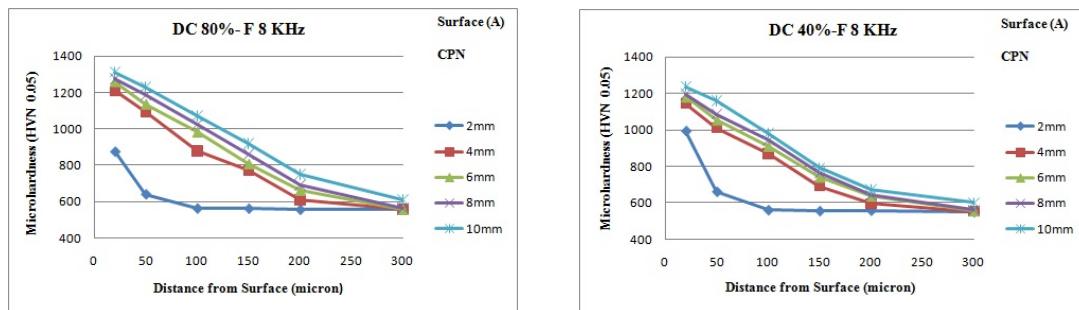
لایه‌ی نیتریدی تولید شده ضخیم‌تر از لایه‌های نیتریدی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعال است. در این تصویرها، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌ها با خطوطی نمایش داده شده است [16].

در شکل (۸)، تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی با بزرگنمای ۲۰۰۰ برابر از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش متداول با چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۸ کیلوهرتز و در دمای ثابت ۵۰۰°C بهازی عمق‌های شیار ۲ میلی‌متر (کوچک‌ترین ضخامت شیار) و ۱۰ میلی‌متر (بزرگ‌ترین عمق شیار)، نمایش داده شده‌اند. افزون بر این، در شکل (۹) تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی با بزرگنمای ۵۰۰۰ برابر از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش توری فعال در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۸ کیلوهرتز، دمای ثابت ۵۰۰°C و در عمق‌های شیار ۲ و ۱۰ میلی‌متر نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که در تصویرهای شکل‌های (۸) و (۹) مشاهده می‌شود، سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش متداول به‌وسیله‌ی ذرات گل گلمی و سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش توری فعال با ذرات نیتریدی شش وجهی پوشیده شده است. افزون بر این، ذرات گل گلمی تشکیل شده در روش نیتروژن‌دهی متداول ناشی از کندوپاش و رسوب دوباره‌ی اتم‌های سطح توسط اتم‌ها یا یون‌های نیتروژن‌هیین این فرایند می‌باشد. در هر دو روش نیتروژن‌دهی، مشاهده می‌شود که با افزایش ضخامت شیار، ذرات نیتریدی درشت‌تر، سطح فلز ناهموارتر و زبرتر می‌شود. هم‌چنین، با کاهش ضخامت شیار، سطح هموارتر شده و ذرات نیتریدی کوچک‌تر می‌شوند. مشاهده می‌شود که سطوح نیتروژن‌دهی شده بهروش توری فعال هموارتر و یکنواخت‌تر از سطوح نیتروژن‌دهی شده بهروش متداول می‌باشد [17, 18]. افزون بر این، وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی در روش نیتروژن‌دهی متداول بهازی

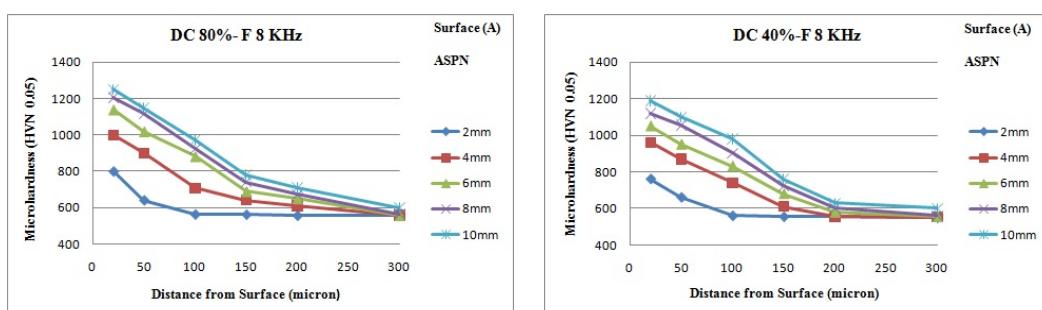
عمق ۱۰ میلی‌متری می‌شود. با توجه به نتایج به‌دست آمده، سختی سطح در نمونه‌ی نیتروژن‌دهی شده به روش معمولی با عمق شیار ۲ میلی‌متر تحت چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد کم‌ترین سختی را دارد. دلیل آن را می‌توان به وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی نسبت داد. همان طور که گفته شد، سطح این نمونه بیشتر گرم شده است و این باعث رشد ناگهانی ذرات نیتریدی می‌شود. در نتیجه، سختی سطوح کاهش می‌یابد. این در حالی است که در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعال، اثری از پدیده‌ی کاتد توخالی مشاهده نمی‌شود [15]. افزون بر این، مشاهده می‌شود که در هر دو روش نیتروژن‌دهی معمولی و توری فعال، ریزسختی با افزایش چرخه‌ی کاری از ۴۰ به ۸۰ درصد از سطح به‌سمت بدنه در تمام شیارها به جز عمق شیار ۲ میلی‌متری، افزایش یافته است، زیرا با افزایش چرخه‌ی کاری انرژی یون‌ها و فعالیت آن‌ها بیش‌تر می‌شود و ضریب نفوذ نیتروژن افزایش پیدا می‌کند. با افزایش ضریب نفوذ، نیتروژن تا عمق بیش‌تری از سطح نفوذ می‌کند و این باعث می‌شود تا نیترید آهن و عناصر آلیاژی بیش‌تری تشکیل شود که موجب افزایش سختی می‌شوند [7]. هم‌چنین مشاهده می‌شود که ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش معمولی بیش‌تر از ریزسختی نمونه‌هایی است که بهروش توری فعال نیتروژن‌دهی شده‌اند [16]. در شکل (۷-الف) و (۷-ب)، تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده بهروش معمولی و توری فعال با عمق شیار ۴ میلی‌متر در دمای ۵۰۰°C تحت چرخه‌های کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز آورده شده است. تصویرهای گرفته شده مربوط به سطوح منطقه‌ی A در شکل (۴) می‌باشند. با توجه به نتایج در جدول‌های (۲) و (۳) و شکل (۷)، می‌توان دریافت که با وجود کندوپاش سطوح در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی بهروش معمولی، ضخامت

روبشی از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال، مشاهده می‌شود که پدیده‌ی کاتد توخالی در شیار ۲ میلی‌متر به‌ازای چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد رخ نداده است [16].

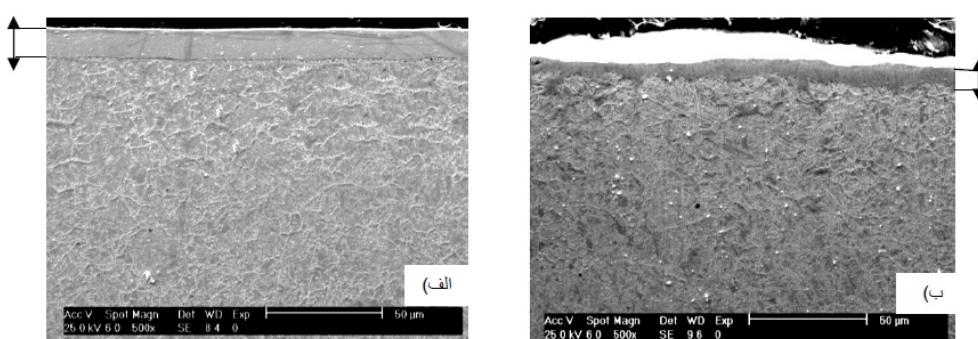
عمق شیار ۲ میلی‌متر و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد باعث شده است تا اندازه‌ی ذرات گل گلمی در شیار ۲ میلی‌متر بزرگ‌تر و درشت‌تر از شیار ۱۰ میلی‌متری شود. با توجه به تصویرهای میکروسکوپ الکترونی



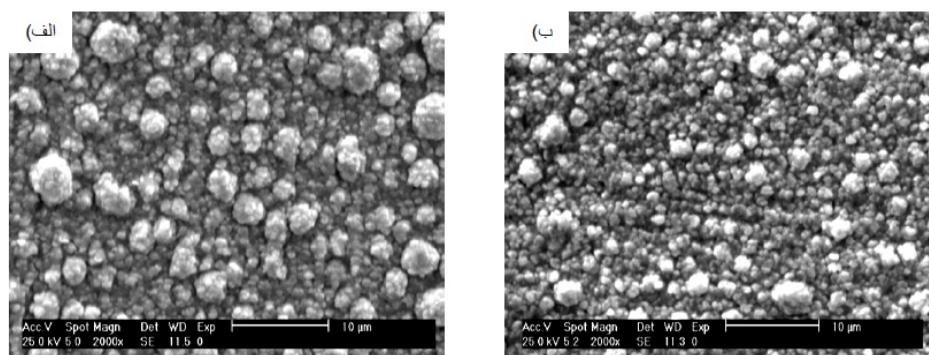
شکل ۵ تغییرات ریزساختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش معمولی در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۴۰ درصد (الف) و ۸۰ درصد (ب).



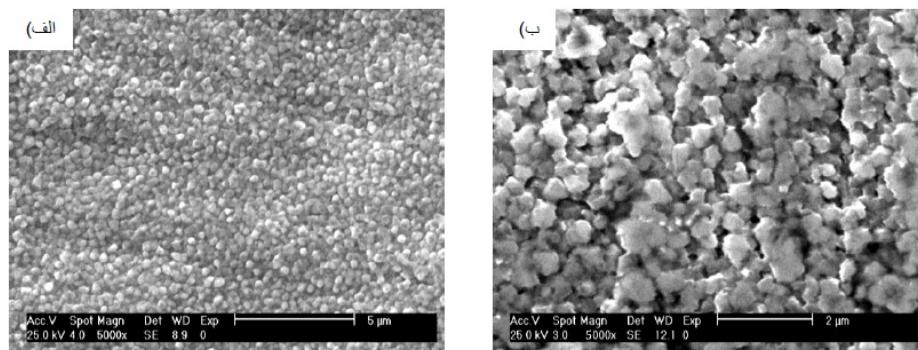
شکل ۶ تغییرات ریزساختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۴۰ درصد (الف) و ۸۰ درصد (ب).



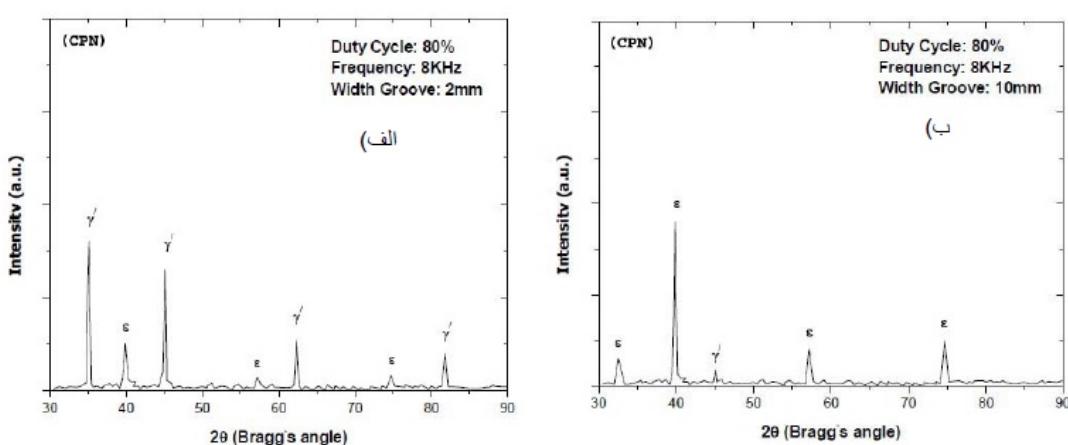
شکل ۷ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی رویشی از مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده با عمق شیار ۱۰ میلی‌متر در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به روش معمولی (الف) و توری فعال (ب).



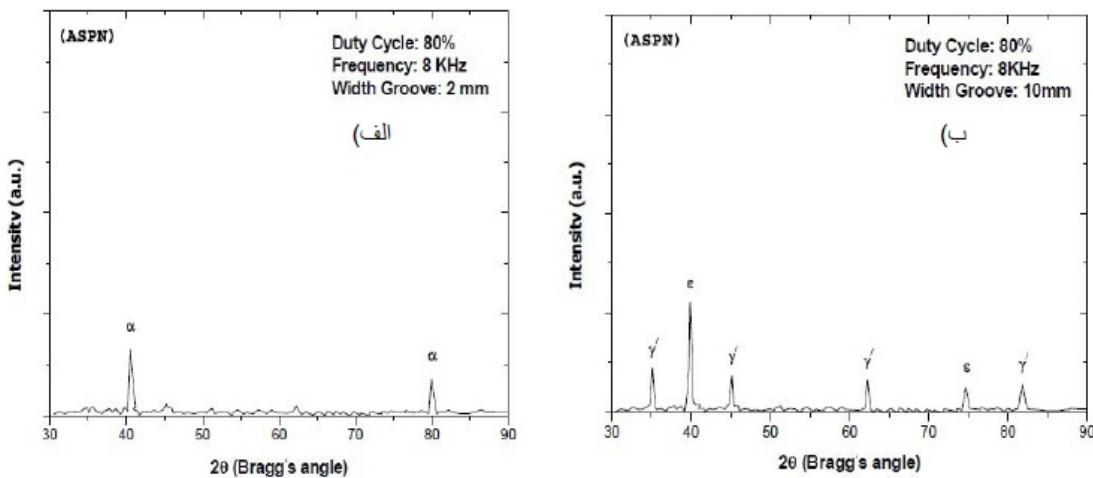
شکل ۸ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های نیتروژن دهی شده به روش متداول در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و در عمق‌های ۲ میلی‌متری (الف) و ۱۰ میلی‌متری (ب)



شکل ۹ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های نیتروژن دهی شده به روش توری فغال در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و در عمق‌های ۲ میلی‌متری (الف) و ۱۰ میلی‌متری (ب)



شکل ۱۰ نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن دهی شده در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول برای ضخامت‌های ۲ میلی‌متر (الف) و ۱۰ میلی‌متر (ب)



شکل ۱۱ نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعال برای ضخامت‌های ۲ میلی‌متر (الف) و ۱۰ میلی‌متر (ب).

به فاز ۴ در روش توری فعال نسبت به روش متداول کاهش یافته است و بر عکس، شدت فاز  $\gamma$  افزایش یافته است. دلیل این رفتار به حضور بیش‌تر نیتروژن و نیتریدها درون شیارها در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول نسبت داده می‌شود [7]. در نهایت، می‌توان نتیجه گرفته که نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش توری فعال به دلیل جلوگیری از قوع پدیده‌ی کاتد توخالی، ایجاد لایه‌ی یکنواخت در سطح، تشکیل فازهای نیتریدی به طور یکنواخت و منظم در سطح و امکان نیتروژن‌دهی قطعات با شیارهای نازک و عمیق، نسبت به روش متداول برتری دارد.

### نتیجه‌گیری

- ۱- ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول بیش‌تر از ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعال است.
- ۲- در هر دو روش نیتروژن‌دهی، افزایش چرخه‌ی کاری منجر به افزایش بمباران سطحی شد و ضخامت لایه‌ی ترکیبی را افزایش داد. در هر دو روش، افزایش فرکانس از ۸ به ۱۰ کیلوهرتز تأثیر

شکل‌های (۱۰) و (۱۱)، نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش معمولی و توری فعال را در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و برای عمق‌های شیار ۲ و ۱۰ میلی‌متر نشان می‌دهند. در سطح همه‌ی نمونه‌ها فازهای  $\gamma$  و  $\epsilon$ : $\text{Fe}_2\text{-}3\text{N}$  تشکیل شده‌اند [19,20]. با افزایش عمق شیار در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول، مقدار فاز ۴ (فاز غنی از نیتروژن) افزایش پیدا کرده است که می‌تواند به دلیل افزایش حضور نیتروژن درون شیار و کندوپاش بیش‌تر سطح با افزایش ضخامت باشد [15]. به‌طور مشابه، در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال، مقدار فاز نیترید آهن با بزرگ‌تر شدن عمق شیار افزایش یافته است. با این حال، نیتریدهای آهن تشکیل شده در سطح نمونه‌ی با عمق شیار ۲ میلی‌متر بسیار ناچیز است و به‌وسیله‌ی پراش پرتوی ایکس تشخیص داده نشده است. در این حالت، تنها پیک  $\alpha\text{-Fe}$  به‌وضوح مشاهده می‌شود. افزون بر این، با مقایسه‌ی نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش متداول و توری فعال، مشاهده می‌شود که شدت مربوط

- سختی بالاتری داشتند.
- ۶- سطح نمونه‌های نیتروژن دهی شده به روش متداول به وسیله‌ی ذرات گل کلمی و سطح نمونه‌های نیتروژن دهی شده به روش توری فعال با ذرات نیتریدی شش وجهی با توزیع یکنواخت پوشیده شده بود.
- ۷- در سطح کلیه‌ی نمونه‌ها، فازهای  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>N و  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N تشکیل شدند. با افزایش ضخامت شیار، شدت فازهای  $\epsilon$  به  $\gamma$  افزایش یافت. در سطح نمونه‌ی نیتروژن دهی شده با توری فعال با عمق شیار ۲ میلی‌متر، تنها فاز  $\alpha$  مشاهده شد. با افزایش ضخامت و کاهش چرخه‌ی کاری، نسبت فازهای  $\epsilon$  به  $\gamma$  افزایش یافت، اما افزایش فرکانس تأثیر قابل توجهی بر مقدار فازهای تشکیل شده نداشت.
- زیادی بر ضخامت لایه‌ی ترکیبی نداشت و تنها به مقدار ناچیزی باعث افزایش ضخامت لایه‌ی ترکیبی شد.
- ۳- در روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول، پدیده‌ی کاتد توالی در نمونه‌های با چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر اتفاق افتاد و باعث شد تا ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد کم‌تر از چرخه‌های کاری ۴۰ و ۶۰ درصد شود. سختی سطوح شیار نیز کاهش یافت.
- ۴- در هر دو روش نیتروژن دهی پلاسمایی، سختی سطح شیارها با افزایش عمق شیار و افزایش چرخه‌ی کاری بیش‌تر شد. سختی سطح نمونه‌های نیتروژن دهی شده در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی بیش‌تر از سختی سطح در روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال به دست آمد.
- ۵- نقطه‌هایی از سطح شیار که به لبه نزدیک‌تر بودند،

## مراجع

1. Olzon-Dionysio, M., Campos, M., Kapp, M. and Souza, S.D.E., "Influences of plasma nitriding edge effect on properties of 316 L stainless steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 204, pp. 3623-3628, (2010).
2. Berg, M., Budtz, C.V., Reitz, H., Schweitz, K.O. and Chevallier, J., "on Plasma nitriding of steels", Surface and Coating Technology, Vol. 124, pp. 25-31, (2000).
3. Ozbaysal, K. and Inal, O.T., "Structure and properties of ion nitrided stainless steel", Material Science and Engineering, Vol. 21, pp. 4318, (1986).
4. Ochoa, E.A., Wisnivesky, D., Minea, T., Ganciu, M., Tauziede, C., Chapon, P. and Alvarez, F. "Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma nitriding in steel gear", Surface and Coatings Technology, Vol. 1203, pp. 157-1461, (2009).
5. Sirin, S.Y., Sirin, K. and Kaluc, E., "Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel", Material Characterization, Vol. 59, pp. 351-358, (2008).
6. Ashrafizade, F., "Influence of plasma and gaz nitriding on fatigue resistance of plain carbon steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 173-174, pp. 1196-1200, (2003).
7. Jeong, B.Y. and Kim, M.H., "Effect of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface

- characteristics of plasma nitrided stainless steel”, Surface and Coatings Technology, Vol. 137, pp. 249-254, (2001).
8. Li, CZ. and Bell, T., “Principals mechanisms and applications of active screen plasma nitriding”, Heat Treatment of Metal, Vol. 30, pp. 1-7, (2003).
9. Shen, L., Wang, L. and Xu, J., “Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel assisted with hollow cathode effect”, Surface and Coatings Technology, (2012).
10. Gorges, J., "TC plasma nitriding", Plasma Metal, proceeding of 12<sup>th</sup> IFHTSE Congress, Melbourne, Australia, International Federation of Heat Treating and Surface Engineering, Vol. 3, pp. 225-229, (2000).
11. De Sousa, R.R.M., De Araújo, F.O., Da Costa, J.A.P., Dumelow, T., De Oliveira, R.S. and Alves Jr, C., “Nitriding in cathodic cage of stainless steel AISI 316 influence of sample position”, Vacuum, Vol. 83, pp. 1402-1405, (2009).
12. Wierzchon, T., Rudnicki, J., Hering, M. and Niedbala, R., “Formation and properties of nitrided layers produced in pulsed plasma at a frequency between 10 and 60 kHz”, Vacuum, Vol. 48, pp. 499-502, (1997).
13. Jeong, G.H., Hwang, M.S., Jeong, Y., Hokim, M. and Lee, C., “Effect of the duty factor on the surface characteristics of the plasma nitride and diamond-like carbon coated high-speed steel”, Surface and Coatings Technology, Vol. 124, pp. 222-227, (2000).
14. Alves Jr, C., Rodrigues, J.A. and Martinelli, A.E., “The effect of pulse width on the microstructure of d.c.-plasma-nitrided layers”, Surface and Coatings Technology, Vol. 122, pp. 112-117, (1999).
15. Ahangarani, SH., Mahboubi, F. and Sabour, AR., "Effect of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel", Vacuum, Vol. 1032, pp. 1-7, (2006).
16. Soltani Asadi, Z. and Mahboubi, F., "Effect of component geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340", Materials and Design, Vol. 43, pp. 1-6, (2011).
17. Zaho, C., Li, C.X., Dong, H. and Bell, T., "Study on the active screen plasma nitriding and it is nitriding mechanism", Surface and Coatings Technology, Vol. 201, pp. 15-20, (2006).
18. Ahangarani, SH., Sabour, AR. and mahboubi, F., "Surface modification of 30Cr Ni Mo8 low-alloy steel by active screen step and conventional plasma nitriding metods", Surface and Coatings Technology, Vol. 254, pp. 27-35, (2007).
19. Nishimoto, A., Nagatsuka, K., Narita, R., Nii, H. and Akamatsu, K., "Effect of the distance between screen and sample on active screen plasma nitriding properties", Surface and Coatings Technology, Vol. 205, pp. 365-368, (2010).

20. Mahboubi, F., Samandi, M., Dunne, D., Bloyce A. and Bell, T., "Plasma nitriding of microalloyed steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 71, pp. 135-141, (1995).

## بررسی رفتار فشاری نانوماده‌ی مرکب مستحکم با زمینه‌ی آلومینیم تقویت شده با نانوذرات آلومیناید منیزیم\*

اشکان ذوالریاستین<sup>(۱)</sup>رسول آذری خسروشاهی<sup>(۲)</sup>

### چکیده

در این پژوهش، نوع جدیایی از نانوماده‌ی مرکب با زمینه‌ی آلومینیم تقویت شده با نانوذرات با ترکیب پیچیاده‌ی بین فلزی  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  به روش متالورژی پودر تهیه شد. نخست و به منظور تولید نانوذرات، پودر شمش پیش آلیاژ شده‌ی  $\text{Al}-40 \text{ wt.\% Mg}$  به مدت زمان ۱۰۰ ساعت آسیاکاری مکانیکی شد و نانوذرات به دست آمده با اندازه‌ی حدود ۲۵ نانومتر و مقادیر مختلف پودر آلومینیم، به مدت زمان ۱۰ ساعت آسیا شاند و در ادامه، برای تهیه نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب، در دمای  $400^\circ\text{C}$  و با فشار  $600 \text{ MPa}$  فشرده (پرس‌کاری) شاند. نتایج چگالی سنجی، کاهش وزن نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب بهمراه کاهش چگالی نسبی را نشان دادند و این به سبک‌تر شدن نانوماده‌ی مرکب با افزودن نانوذرات سبک آلومیناید منیزیم نسبت داده شد. نتایج بررسی‌های مکانیکی، افزایش چشم‌گیر و پیوسته سختی و استحکام را با افزایش میزان نانوذرات نشان دادند. با افزودن ۲۰ Wt.% تقویت کننده، سختی و استحکام تسلیم بهترتبی از حدود ۳۵ بریل و  $87 \text{ MPa}$  برای آلومینیم خالص به حدود ۱۷۶ بریل و  $625 \text{ MPa}$  افزایش یافت، ولی با توجه به کاهش انعطاف‌پذیری نمونه‌ها با افزودن فاز تقویت کننده، میزان ۱۰ درصد وزنی تقویت کننده به عنوان مقدار بهینه انتخاب شد.

**واژه‌های کلیدی:** نانوماده‌ی مرکب، نانوذرات، آلومیناید منیزیم، آسیاکاری مکانیکی.

## Compressive Behavior of a High-Strength Al-Based Nanocomposite Reinforced with Magnesium Aluminide Nanoparticles

A. Zolriasatein

R. Azari Khosroshahi

### Abstract

In this work, a new aluminum matrix nanocomposite reinforced with beta-magnesium aluminide nanoparticles was produced by powder metallurgy technique. The prealloyed  $\text{Al}-40 \text{ wt.\% Mg}$  intermetallic ingot was milled for 100 hours to synthesize  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  nanoparticles with the average size of 25 nm. Different amounts of nanoparticles were added to Al matrix powder and the mixture was then milled for 10 hours.  $\text{Al}/\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  nanocomposite samples were prepared by hot pressing of the composite powders in a uniaxial die at  $400^\circ\text{C}$  under the constant pressure of  $600 \text{ MPa}$  for 2 hours. The results of density measurements revealed that both the density and relative density of nanocomposite samples decrease due to the usage of superlight  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  reinforcement. Mechanical properties of the nanocomposites were significantly improved with increasing the reinforcement content. Increasing the amount of  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  nanoparticles continuously improved the hardness and yield strength of composites from 35 BHN and  $87 \text{ MPa}$  for pure aluminum to approximately 176 BHN and  $625 \text{ MPa}$  for the sample containing 20 wt.%  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  nanoparticles, respectively. However, the addition of more reinforcement particles up to 20 wt.% resulted in a decrease in the ultimate strain of the samples, and hence, 10 wt.% nanoparticles was considered to be the optimum content of the reinforcement component.

**Keywords** Nanocomposite, Nanoparticle, Magnesium Aluminide, Mechanical milling.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۸/۲۰ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۷/۲۲ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی دکتری، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، دانشکده مهندسی مواد

(۲) نویسنده‌ی مسئول، دانشیار، دانشگاه صنعتی سهند تبریز، دانشکده مهندسی مواد

شده است. افزون بر این، اخیراً از تقویت کننده‌های غیرمتداول مانند نانولوله‌ها و نانوساختارهای کربنی، [11]، فلزات بی‌شکل و شبه‌بلورها، [6]، استفاده شده است. به تازگی مبحث جدیدی در علم مهندسی مواد مطرح شده است که به بررسی ساختارهای پیچیده‌ی بلورین می‌پردازد.

ترکیبات پیچیده‌ی فلزی (Complex metallic alloys) نوعی از ترکیبات بین فلزی هستند که در ساختار بلوری خود دارای سلول‌های واحد بسیار بزرگی مشتمل بر هزاران اتم هستند. از این‌رو، دارای شبکه‌های بلوری بسیار بزرگ با پارامتر شبکه‌ای در حدود نانومتر می‌باشند [12].

یکی از کاربردهای نوینی که می‌توان برای ترکیبات فوق‌الذکر در نظر گرفت، استفاده از آن‌ها به عنوان فاز تقویت کننده در مواد مرکب و نانومواد مرکب است. برخورداری از خواص مهمی نظیر نسبت بالای استحکام به وزن، مقاومت به اکسایش و استحکام در دمای بالا، آن‌ها را به جای گزینی مناسب برای سرامیک‌های قدیمی به عنوان فاز تقویت کننده در نانومواد مرکب تبدیل کرده است. بهین ترتیب می‌توان مواد مرکب سبک‌تر، مستحکم‌تر و با کارایی بهتر تولید کرد که در صنایع گوناگون حمل و نقل و هوافضا کاربرد دارد [13]. در میان ترکیبات CMA، فاز بتای آلومیناید منیزیم ( $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ ) با ترکیب شیمیایی در محدوده ۳۶/۱ تا ۳۷/۸ درصد وزنی منیزیم (مطابق با شکل ۱-الف)، و دارا بودن ۱۱۶۸ اتم در هر سلول واحد و پارامتر شبکه در حدود ۲/۸ نانومتر، یکی از بزرگ‌ترین و پیچیده‌ترین ترکیبات CMA می‌باشد (شکل ۱-ب) [14,15].

توجه به روش ساخت، ساختار، خواص و کاربرد این ترکیب بیشتر از سایر ترکیبات CMA بوده است و نتایج بالارزشی برای آن به دست آمده است [15]. این ترکیب دارای خواصی است که آن را به بهترین گزینه برای استفاده به عنوان تقویت کننده در

## مقدمه

محققین در تلاشند تا به منظور کاهش میزان مصرف سوخت و جلوگیری از گسترش آلودگی‌ها، وسائل نقلیه‌ی سبک‌تری تولید کنند. برای این منظور لازم است تا به جای مواد متداول، از مواد جدید و سبک‌تر و با کارایی بهتر استفاده کرد [1,2]. در این میان، مواد مرکب زمینه فلزی (metal matrix composites) و به خصوص زمینه آلمینیمی آن، بسیار مورد توجه محققین قرار گرفته‌اند. این مواد مرکب به دلیل داشتن خواص مهمی از جمله چگالی کم، استحکام بالا و مقاومت به خستگی و خوردگی مناسب، مورد توجه قرار گرفته‌اند [3,4].

نقش ذرات تقویت کننده در خواص مواد مرکب اهمیت بسیاری دارد. شکل، اندازه، مورفولوژی و ترکیب شیمیایی این ذرات تأثیر زیادی بر روی خواص مواد مرکب دارند. در میان تقویت کننده‌های ناپیوسته، تقویت کننده‌های ذره‌ای به دلیل روش‌های تولید ارزان‌تر و ساده‌تر و خواص هم‌سان‌گردد، در مقایسه با تقویت کننده‌های پیوسته توجه بیشتری را به خود جلب کرده‌اند [4]. مواد مرکب با تقویت کننده‌های ذره‌ای را می‌توان به خوبی با روش‌های متالورژی پودر تولید کرد. مزیت روش‌های پودری در مقایسه با روش‌های ذوبی را می‌توان به امکان کنترل ریزساختار، کسر حجمی، اندازه و مورفولوژی فازهای زمینه و تقویت کننده مربوط دانست. از طرف دیگر، به دلیل پایین بودن دمای کارکرد آن‌ها، از وقوع واکنش‌های ناخواسته بین زمینه و تقویت کننده در فصل مشترک آن‌ها که منجر به افت خواص مکانیکی می‌شود، جلوگیری به عمل می‌آید [5,6].

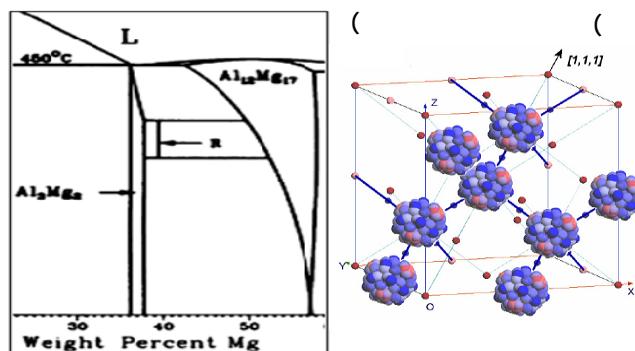
از مواد مختلفی می‌توان به عنوان فاز تقویت کننده استفاده کرد. تاکنون بیشتر از تقویت کننده‌های سرامیکی متداول مانند کاربیدهای (TiC, B<sub>4</sub>C)، [۸و۷]، نیتریدهای (AlN)، [9]، و اکسیدهای فلزی (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)، [10]، با اندازه‌های نانومتری و یا میکرومتری استفاده

## روش تحقیق

در این پژوهش، نخست به ساخت شمشی از CMA از طریق ذوبی و آلیاژسازی با ترکیب Al-40wt%Mg احتساب ۲ درصد اتلاف منیزیم با وجود انجام عملیات در محیط گاز آرگون، پرداخته شد. در ادامه، شمش‌ها خرد و سرند شدند تا پودر اولیه‌ی میکرونی از ترکیب موردنظر تهیه شود. سپس، نانوذرات با ترکیب پیچیده‌ی  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  به روش آسیاکاری مکانیکی با شرایط ذکر شده در جدول ۱، تولید شد تا در مرحله‌ی ساخت نانوماده‌ی مرکب، پودر آلومینیم با درصدهای وزنی مختلف (۰، ۱، ۳، ۵، ۷، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد) به زمینه اضافه شود.

نانوماده‌ی مرکب تبدیل ساخته است. از جمله‌ی این خواص می‌توان به چگالی پائین (در حدود  $2/25 \text{ g/cm}^3$ ) و استحکام در دمای بالا ( $300 \text{ MPa}$  در دمای  $573 \text{ K}$ ) [۱۳, ۱۷] اشاره کرد.

پس از تحقیقات اسکودینو و همکارانش بر روی ماده‌ی مرکب  $\text{Al}/\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  [۱۳]، نانوماده‌ی مرکب زمینه آلومینیمی با نانوذرات  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  برای نخستین بار به روش آلیاژسازی مکانیکی و پرس گرم تهیه شد [۱۸]. هدف از انجام این تحقیق، بررسی تأثیر میزان فاز تقویت کننده بر چگالی، سختی و استحکام فشاری نانوماده‌ی مرکب با زمینه‌ی آلومینیم که به روش متالورژی پودر، آسیاکاری مکانیکی و پرس گرم تهیه شده است، می‌باشد.



شکل ۱. (الف) ساختار خوشای اتمی در شبکه‌ی بلوری ترکیب  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  [۱۵]، (ب) بخشی از نمودار فازی تعادلی Al-Mg [۱۶].

جدول ۱. شرایط آسیاکاری برای ساخت نانوپودر از پودر اولیه‌ی پیش آلیاژ شده با ترکیب  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$

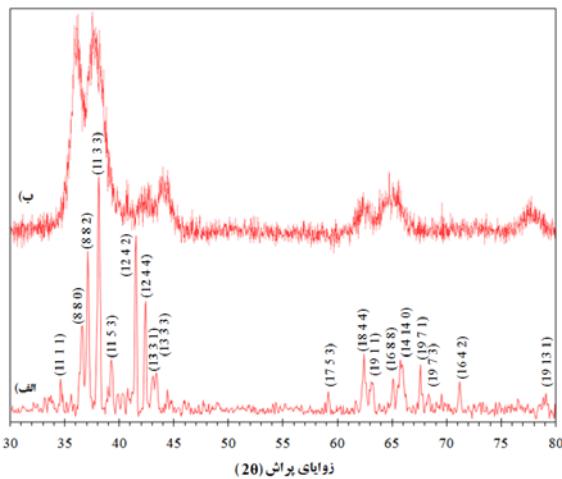
مواد اولیه‌ی ورودی به آسیا	پودر پیش آلیاژ شده با ترکیب $\text{Al}_{60}\text{Mg}_{40}$ با اندازه ذرات $250 \mu\text{m}$
نوع آسیا	آسیا گلوله‌ای سایشی
زمان آسیاکاری	۱۰۰ h
سرعت گردش آسیا	۲۷۰ RPM
محیط آسیا	گاز آرگون با فشار ۱ bar
نسبت وزن گلوله به پودر	۱ به ۱۲
عامل کترل فرایند	اسید استماریک (۲wt.%)
دماه آسیاکاری	کنترل شده با سیستم آب گرد

## نتایج و بحث

در این بخش، نخست به مشخصه‌یابی نانوذرات ساخته شده که به عنوان تقویت کننده در نانوماده‌ی مرکب زمینه آلومینیمی به کار رفته است، پرداخته می‌شود و در ادامه، نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب از دیدگاه‌های چگالی، سختی و خواص فشاری مورد بررسی قرار می‌گیرند.

### مشخصه‌یابی نانوذرات $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$

در شکل (۲-الف)، الگوی پراش اشعه‌ی ایکس از پودر اولیه‌ی ترکیب Al-40wt%Mg دیده می‌شود. همان‌طور که در تصویر XRD مشاهده می‌شود، تنها پیک‌های مربوط به ترکیب  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  وجود دارند. در شکل (۲-ب)، محصول فرایند آسیاکاری مکانیکی بر روی پودر اولیه به مدت زمان ۱۰۰ ساعت، نشان داده شده است.



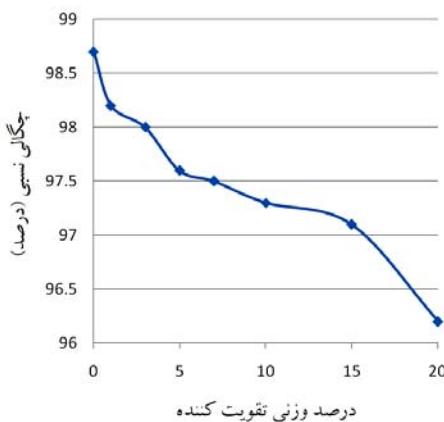
شکل ۲ الگوی پراش اشعه‌ی ایکس، (الف) پودر اولیه‌ی  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ ، (ب) پودر آسیاکاری شده  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  به مدت زمان ۱۰۰ ساعت

همان‌گونه که مشاهده می‌شود، با انجام عملیات آسیاکاری مکانیکی، پیک‌های الگوی پراش اشعه‌ی ایکس به شدت پهن شده‌اند، شدت تمامی پیک‌ها کاهش یافته‌اند و پیک‌هایی با شدت کمتر حذف

شروع در نظر گرفته شده در آسیاکاری مخلوط نانوماده‌ی مرکب، در جدول (۲) آورده شده است. در این میان، بررسی‌های فازی و ریزساختاری بر روی نانوذرات تولید شده با فرایند آسیاکاری مکانیکی، به‌وسیله‌ی روش پراش اشعه‌ی ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) انجام شدند. در ادامه، به‌منظور تولید نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب، مخلوط پودر تحت فرایند فشردن (پرسکاری) گرم در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  و فشار  $600\text{ MPa}$  به مدت زمان ۲ ساعت قرار گرفت. در نهایت، چگالی و خواص مکانیکی از جمله سختی و ویژگی‌های فشاری نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب تولید شده، اندازه‌گیری شدند. چگالی به دو روش هندسی و ارشمیدس اندازه‌گیری شد. از آزمون سختی سنجی نوع بربنل با قطر ساقمه‌ی فرورونده برابر با  $2/5\text{ mm}$  و نیروی  $30\text{ kg}$  استفاده شد. به‌منظور انجام آزمون فشار، نمونه‌هایی با نسبت طول به قطر (L/D) برابر با  $1/4$  (قطر  $10\text{ mm}$  و طول  $14\text{ mm}$ ) از نمونه‌های پرس گرم شده با عملیات تراشکاری ساخته شد. از دستگاه آزمون کشش/فشار با ظرفیت ۷ تن و سرعت حرکت فک  $0/2\text{ mm/min}$  استفاده شد.

جدول ۲ شرایط آسیاکاری برای ساخت مخلوط پودر نانوماده‌ی مرکب  $\text{Al}/\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$

مواد اولیه‌ی ورودی به آسیا	پودر آلمینیم خالص ( $99.9\text{ wt.\%}$ ) نانوپودر ( $150\text{ }\mu\text{m}$ )
نوع آسیا	$\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ ( $27\text{ nm}$ )
زمان آسیاکاری	آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای
سرعت گردش آسیا	$10\text{ h}$
محیط آسیا	$300\text{ RPM}$
نسبت وزن گلوله به پودر	گاز آرگون با فشار $1\text{ bar}$
عامل کنترل فرایند	$1\text{ bar}$
دمای آسیاکاری	اسید استئاریک ( $1.5\text{ wt.\%}$ )
متغیر	متغیر



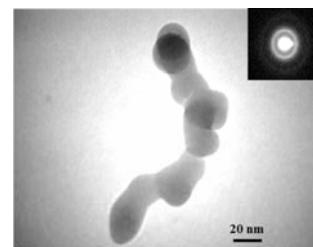
شکل ۵ چگالی نسبی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب فشرده شده‌ی گرم بر حسب درصد وزنی فاز تقویت کننده

افزایش درصد تقویت کننده منجر به کاهش میزان فشردگی نانوماده‌ی مرکب به ازای فشار ثابت در فرایند فشردن گرم شده است. این کاهش چگالی نسبی را می‌توان به کاهش قابلیت فشردگی پودر با در نظر گرفتن فشار ثابت در فشردن گرم مربوط دانست. استحکام مخلوط پودر با افزایش میزان فاز تقویت کننده افزایش می‌یابد. سطح ویژه مخلوط پودر نیز با افزایش میزان نانوذرات افزایش می‌یابد و این منجر به افزایش تخلخل موجود در نانوماده‌ی مرکب می‌شود. از سوی دیگر، آگشته شدن سطح پودر زمینه‌ی آلومنیمی به این نانوذرات، از رخداد پدیده‌ی جوش سرد حین آسیاکاری جلوگیری می‌کند.

#### بررسی سختی

در شکل (۶)، تأثیر افزایش میزان تقویت کننده بر سختی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب دیده می‌شود. همان‌طور که مشاهده می‌شود، سختی با افزایش درصد وزنی تقویت کننده به‌طور پیوسته افزایش می‌یابد، به‌طوری که از مقدار میانگین ۳۵ برینل برای پودر آلومنیم خالص بدون تقویت کننده  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  تا حدود ۱۷۶ برینل برای نمونه‌ی محتوی ۲۰ درصد تقویت کننده افزایش یافته است.

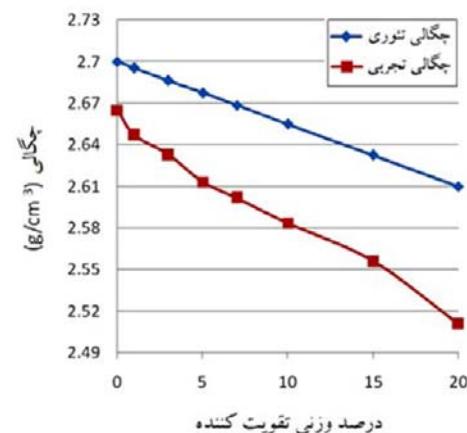
شده‌اند. این نتایج نشان‌دهنده‌ی کاهش اندازه‌ی بلورها تا مقادیر نانومتری است. اندازه‌ی بلورهای ترکیب  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  با استفاده از روش ویلیامسون-هال [۷]، در حدود ۲۱ nm محاسبه شد. در شکل (۳)، تصویر TEM از نانوذرات حاصل با اندازه‌ی حدود ۲۵nm به‌شکل کروی دیده می‌شود.



شکل ۳ تصویر TEM از نانوذرات  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$

#### بررسی چگالی

یکی از ویژگی‌های تقویت کننده‌ی  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  چگالی کمتر آن ( $2/25 \text{ g/cm}^3$ ) نسبت به زمینه‌ی آلومنیم ( $2/73 \text{ g/cm}^3$ ) است و این منجر به کاهش وزن نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب با افزایش درصد وزنی آن می‌شود. چگالی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب فشرده شده‌ی گرم به‌روش ارشمیدس محاسبه شد تا اثر میزان فاز تقویت کننده بر چگالی و فشردگی آن‌ها بررسی شود. تغییرات چگالی تئوری، عملی در شکل (۴) و تغییرات چگالی نسبی بر حسب درصد وزنی تقویت کننده در نمونه‌ها، در شکل ۵ نشان داده شده‌اند.

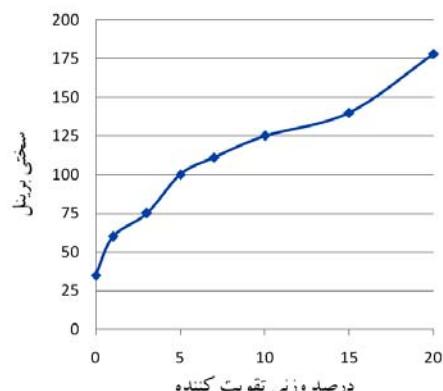


شکل ۴ مقادیر چگالی تئوری و تجربی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب فشرده شده‌ی گرم بر حسب درصد وزنی فاز تقویت کننده

جدول ۳ نتایج آزمون فشار بر روی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب

فسرده شده‌ی گرم با مقادیر مختلف فاز تقویت کننده

(wt.%)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	$\epsilon_f$
۰	۸۷	۱۰۴	۰/۸
۱	۲۴۴	۲۹۵	۰/۱۱۲
۳	۳۱۰	۳۵۵	۰/۱۱۰۵
۱۰	۴۲۰	۴۷۵	۰/۱۱۰۱
۱۵	۴۷۰	۵۶۰	۰/۰۹۴
۲۰	۶۲۵	۶۸۵	۰/۰۸۸



شکل ۶ تأثیر افزایش درصد وزنی فاز تقویت کننده بر سختی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب

افزایش کسر حجمی فاز تقویت کننده از یک سو، با کاهش فاصله‌ی میان نانوذرات تقویت کننده ( $\lambda$ ) منجر به افزایش استحکام با ممانعت از حرکت نابجایی‌ها می‌شود. به این ترتیب، تنش لازم برای حرکت نابجایی‌ها افزایش می‌یابد. همان‌طور که دیده می‌شود، وجود نانوذرات باعث افزایش چشم‌گیر کارسختی نمونه‌ها شده است. کاهش انعطاف‌پذیری نانوماده‌ی مرکب حاوی مقادیر بالای نانوذرات را می‌توان به افزایش بیش از حد تخلخل با افزایش فاز تقویت کننده مربوط دانست، چرا که میزان بالای تخلخل در نمونه‌ها می‌تواند منجر به کاهش چقلمگی شود. از سوی دیگر، با افزایش بیش از حد میزان نانوذرات، احتمال خوش‌های شدن نانوذرات درون زمینه بیش‌تر می‌شود و این می‌تواند باعث افت خواص مکانیکی نانوماده‌ی مرکب شود.

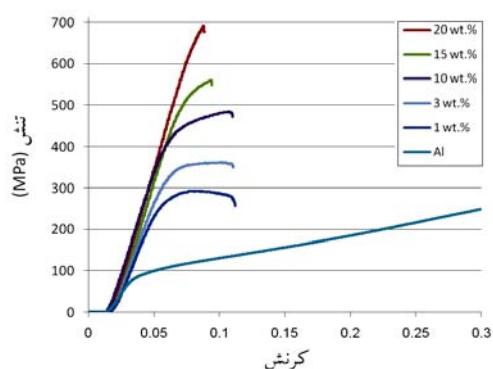
### نتیجه‌گیری

۱- در فرایند آسیاکاری مکانیکی پودر اولیه‌ی شمش پیش آلیاژ شده، نانوذرات  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  با اندازه‌ی میانگین ۲۵ نانومتر را می‌توان پس از ۱۰۰ ساعت آسیاکاری با سرعت ۲۷۰ دور در دقیقه و نسبت وزن گلوله به پودر ۱۲ به ۱، سنتز کرد.

۲- تولید نانوماده‌ی مرکب  $\text{Al}\text{-}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  با خواص

### بررسی استحکام فشاری

در شکل (۷)، نتایج آزمون‌های فشار برای نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب به صورت نمودارهای تنش - کرنش حقیقی ارائه شده است. در جدول (۳)، مقادیر استخراج شده از نتایج آزمون فشار آورده شده‌اند. روند افزایشی استحکام تسلیم و استحکام فشاری با افزایش درصد وزنی فاز تقویت کننده به خوبی دیده می‌شود. از طرف دیگر، افزوده شدن نانوذرات  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  منجر به تردی و کاهش کرنش نهایی شده است. این کاهش به‌ازای مقادیر بیش از ۱۰ درصد وزنی بسیار بیش‌تر است. سازوکار استحکام بخشی در این نانوماده‌ی مرکب، تشکیل حلقه‌های نابجایی اُرُوان می‌باشد. پس از عبور نابجایی، حلقه‌ی نابجایی در اطراف ذره‌ی تقویت کننده باقی می‌ماند و این منجر به افزایش استحکام می‌شود.



شکل ۷ نمودارهای تنش - کرنش حقیقی برای نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب با درصدهای وزنی مختلف فاز تقویت کننده

کرنش نهایی، به خصوص برای مقادیر بیش از ۱۰ درصد وزنی فاز تقویت کننده، کاسته شد که این نشان دهنده‌ی ترد بودن نانوماده‌ی مرکب است.

۴- چگالی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب به تدریج با افزایش درصد وزنی نانوذرات تقویت کننده‌ی  $\beta$ - $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  کاهش یافت. از سوی دیگر، با افزایش میزان این فاز، بهویژه در مقادیر بالاتر از ۱۰ درصد وزنی، میزان تخلخل و حفره‌های درون زمینه در نتیجه‌ی کاهش قابلیت فشردگی پودر افزایش و چگالی نسبی کاهش یافت.

mekanikي مطلوب با آلياًزاساري مکانيكى و فشردن (پرس‌کاري) گرم امکان‌پذير است. با افزودن تقویت کننده می‌توان سختی نمونه‌های نانوماده‌ی مرکب زمینه آلومینیمی از حدود ۳۵ برینل برای آلومینیم خالص به حدود ۱۷۶ برینل افزایش داد.

۳- خواص مکانیکی ماده‌ی مرکب تحت تنش‌های فشاری مانند تنش تسلیم و تنش فشاری، با افزایش میزان فاز تقویت کننده افزایش یافت. تنش تسلیم از حدود ۸۷ MPa برای آلومینیم خالص تا حدود ۶۲۵ MPa برای ماده‌ی مرکب  $\text{Al}$ -wt.%  $\beta$ - $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  افزایش یافت، اما در مقابل، از میزان

## مراجع

1. Cole, G. S., Sherman AM. "Light weight materials for automotive applications". Materials Characterization, Vol. 35, Issue 1, pp. 3-9, (1995).
2. Harris, B., Engineering composite materials. Second Edition; IOM communications editors, pp. 20-27, (1999).
3. Miracle, D. B., Metal matrix composites – From science to technological significance. Composites Science and Technology, Vol. 65, pp. 2526–2540, (2005).
4. Clyne, T. W. and Withers, P. J., An introduction to metal matrix composites. Cambridge: Cambridge University Press; (1993).
5. Slipenyuk, A., Kuprin, V., Milman, Y., Goncharuk, V. and Eckert, J., Properties of P/M processed particle reinforced metal matrix composites specified by reinforcement concentration and matrix-to-reinforcement particle size ratio. Acta Materialia, Vol. 54, pp. 157–166, (2006).
6. Scudino, S., Liu, G., Prashanth, K. G., Bartusch, B., Surreddi, K. B., Murty, B. S. and Eckert, J., Mechanical properties of Al-based metal matrix composites reinforced with Zr-based glassy particles produced by powder metallurgy. Acta Mater, Vol. 57, pp. 2029–2039, (2009).
7. Khakbiz, M. and Akhlaghi, F., Synthesis and structural characterization of Al-B4C nanocomposite powders by mechanical alloying. J Alloy Compd, Vol. 479, pp. 334–341, (2009).
8. Nemati, N., Khosroshahi, R., Emamy, M. and Zolriasatein, A., Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al-4.5wt.%Cu-TiC nanocomposites produced by mechanical milling. J Mater Des, Vol., 32, pp. 3718–3729, (2011).
9. Liu, Y. Q., Conga, H. T., Wang, W., Sun, C. H. and Cheng, H. M., AlN nanoparticle-reinforced nanocrystalline Al matrix composites: Fabrication and mechanical properties. Mater Sci Eng A, Vol.

- 505, pp. 151–156, (2009).
10. Poirier, D., Drew, R. A. L., Trudeau M. L. and Gauvina R. Fabrication and properties of mechanically milled alumina/aluminum Nanocomposites, Mater Sci Eng A, Vol. 527, pp.7605–7614, (2010).
  11. Perez-Bustamante, R., Estrada-Guel, I., Antunez-Flores, W., Miki-Yoshida, M., Ferreira, P. J. and Martinez-Sanchez, R., Novel Al-matrix nanocomposites reinforced with multi-walled carbon nanotubes, J Alloy Compd, Vol. 450, pp. 323–326, (2008).
  12. Urban, K. and Feuerbacher, M., Structurally complex alloy phases, J Non-Cryst Solids, Vol. 334&335, pp. 143–150, (2004).
  13. Scudino, S., Liu, G., Sakaliyska, M., Surreddi, K.B. and Eckert, J., Powder metallurgy of Al-based metal matrix composites reinforced with  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> intermetallic particles: Analysis and modeling of mechanical properties, Acta Mater, Vol. 57, pp. 4529–4538, (2009).
  14. Chwalek, M. L., Balanetskyy, S., Thomas, C., Roitsch, S. and Feuerbacher, M., Single-crystal growth of the complex metallic alloy phase  $\beta$ -Al-Mg, Intermetallics, Vol. 15, pp. 1678-1685, (2007).
  15. Sikora, W., Malinowski, J., Kuna, A. and Pytlik, L., Symmetry analysis in the investigation of clusters in complex metallic alloys, J Phys doi:10.1088/1742-6596/104/1/012023.
  16. Murray, J.L., Al-Mg (aluminium magnesium). In: Nayeb-Hashemi, A. A. and Clark, J. B., editors. Phase diagrams of binary magnesium alloys. Metals Park, Ohio: ASM International, pp. 17-34, (1988).
  17. Roitsch, S., Heggen, M., Lipinska-Chwalek, M. and Feuerbacher, M., Single-crystal plasticity of the complex metallic alloy phase  $\beta$ -Al-Mg, Intermetallics, Vol. 15, pp. 833-837, (2007).
  ۱۸. ذوالیاستین، ا.، آذری خسروشاهی، ر. و امامی، م.، ساخت نانو کامپوزیت های مستحکم و سبک زمینه آلومینیومی با نانوذرات تقویت-کننده بین فلزی  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> به روش آلیاژ سازی مکانیکی و پرس گرم، ثبت اختصاری با شماره ثبت: ۷۱۴۲۷، (۱۳۹۰).

## تأثیر همزمان ذرات Mg و SiC بر روی خواص کششی ماده‌ی مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC تولید شده به روش اتصال نورد تجمعی (ARB)\*

شهلا ترابی<sup>(۱)</sup>حبيب دانشمنش<sup>(۲)</sup>محمد محسن مشکسرا<sup>(۳)</sup>

### چکیده

فرایند اتصال نورد تجمعی به عنوان یک روش تغییر شکل شدید برای تولید ورق‌های ماده‌ی مرکب با ریزساختار فوق ریزدانه مورد استفاده قرار گرفته است. در پژوهش حاضر، از فرایند نورد تجمعی به منظور بررسی همزمان تأثیر ذرات Mg و SiC بر خواص کششی ماده‌ی مرکب هیبریدی- Al-Mg-SiC است. ماده‌ی مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC با مقادیر مختلفی از ذرات Mg و SiC با فرایند نورد تجمعی ساخته شد و تغییرات خواص مکانیکی در حالت‌های مختلف توسط آزمون کشش اندازه‌گیری و بررسی شد. نتایج نشان دادند که با فروزنده مخلوط ذرات Mg و SiC، انعطاف‌پذیری و استحکام به طور همزمان افزایش می‌یابند. افزون بر این، بهزای کسر حجمی ثابت ذرات، مواد مرکب Al-Mg-SiC از استحکام و انعطاف‌پذیری بالاتری نسبت به مواد مرکب Al-SiC و Al-Mg برخوردارند. بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطوح شکست نمونه‌ها پس از آزمون کشش نشان دادند که سازوکار شکست در نمونه‌های ماده‌ی مرکب تولیدی در این تحقیق، از نوع شکست نرم بر بشی همراه با تشکیل فرورفتگی‌هایی کم‌عمق و کشیده بوده است.

**واژه‌های کلیدی** فرایند اتصال نورد تجمعی، ماده‌ی مرکب هیبریدی، آزمون کشش، سطح شکست.

### The Simultaneous Effects of Mg and SiC Particles on Tensile Properties of Al-Mg-SiC Hybrid Composite Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process

S. Torabi      H. Danesh Manesh      M. M. Moshksar

#### Abstract

Accumulative Roll Bonding (ARB) process was used as a severe plastic deformation technique to produce aluminum composite sheets with ultrafine grain structure. In this study, the simultaneous effects of Mg and SiC particles as reinforcing constituents on tensile properties of Al-Mg-SiC hybrid composite have been studied. Al-Mg-SiC hybrid composite samples with different amounts of Mg and SiC were fabricated and the variation of their mechanical properties was examined by tensile test. Results showed a simultaneous increase in both the strength and ductility of composite samples with the addition of SiC and Mg particles. In addition, for the same volume fraction of particles, Al-Mg-SiC composites showed a higher strength and ductility as a comparison with Al-Mg and Al-Si composites. The examination of fracture surfaces of the tensile samples by scanning electron microscope showed a ductile shear fracture mode with shallow and elongated dimples formed on the fracture surfaces.

**Keywords** Accumulative roll bonding (ARB), Hybrid composite, Tensile test, Fracture surface.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۱۱/۲۹ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۹/۱۰ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول، دانشجوی کارشناسی ارشد شکل‌دهی فلزات، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شیراز

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شیراز

(۳) استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شیراز

جمله‌ی آن‌ها می‌توان به متالورژی پودر و ریخته‌گری اشاره کرد. در این فرایندها، رسیدن به خواص مطلوب با محدودیت‌هایی همراه است. افزون بر این، از این روش‌ها نمی‌توان به تنهایی برای تولید ورق‌های ماده‌ی مرکب استفاده کرد. در این موارد، به انجام عملیات بعدی نیاز است و این عملیات منجر به افزایش هزینه‌های تولید می‌شود [2,3].

در این راستا، محققان روش‌های متفاوتی را برای ساخت و تولید مواد نانوساختار ارائه کرده‌اند. یکی از روش‌های بسیار مرسوم، استفاده از روش تغییر شکل موسمان شدید (SPD) می‌باشد. در این روش، با اعمال تغییر شکل‌های زیاد در چند مرحله می‌توان اندازه‌ی دانه‌ی فلز را به‌بعداً فوق ریز (با میانگین کمتر از ۱ میکرومتر) و یا حتی نانو (با میانگین کمتر از ۱۰۰ نانومتر) رساند [4,5].

اخیراً، از فرایند اتصال نورد تجمعی (Accumulative Roll Bonding) تغییر شکل شدید برای ساخت ورق‌های ماده‌ی مرکب استفاده شده است. با توجه به ماهیت این روش نسبت به روش‌های دیگر، تعداد عیب‌هایی مانند حفره‌ها کاهش می‌یابد و با شکسته شدن خوش‌های ذرات، توزیع یکنواخت‌تری از آن‌ها در زمینه ایجاد می‌شود. افزون بر این، با بهبود استحکام فصل مشترک ذره و زمینه، خواص مکانیکی قابل قبولی حاصل می‌شود [۶]. بر اساس تحقیقات انجام شده توسط نویسنده‌گان این حاضر، تحقیق منسجمی که در آن ماده‌ی مرکب هیبریدی  $Al-1\%Vol\ Mg-1\%Vol\ SiC$  به روش نورد تجمعی تولید و تأثیر همزمان فلز منیزیم و  $SiC$  بررسی شده باشد، مشاهده نشده است. بنابراین، هدف از انجام تحقیق حاضر، پر کردن بخشی از خلاً موجود در تحقیقات در این زمینه می‌باشد.

## مواد و روش‌ها

مواد مورد استفاده در این تحقیق، ورق آلمینیم خالص

## مقدمه

مواد مرکب هیبریدی (ترکیبی) یکی از جدیدترین انواع مواد مرکب در حال توسعه می‌باشند. مواد مرکب هیبریدی به موادی گفته می‌شود که بیش از یک نوع فاز تقویت‌کننده یا بیش از یک نوع فاز زمینه و یا از هر دو نوع در آن وجود داشته باشد. این مواد مرکب با ترکیبات متفاوتی از صفحه‌های یکپارچه، ورق‌های نازک و یا ترکیبی از صفحه‌ها و ورق‌های نازک به‌همراه مواد مرکب الیافی، در کنار یکدیگر قرار می‌گیرند.

مواد مرکب هیبریدی از نقطه نظرات اقتصادی و فنی بر دیگر مواد مرکب ارجحیت دارند. یکی از دلایل ترکیبی (هیبرید) کردن مواد مرکب، بهبود مقاومت به ضربه با افزودن مقداری الیاف نرم به مواد مرکبی که با الیاف سخت مستحکم شده‌اند، می‌باشد. افزون بر این، کاهش وزنی که با استفاده از مواد هیبریدی به دست می‌آید دلیل دیگری برای هیبرید کردن مواد مرکب است. این کار در صنایع حمل و نقل و هوافضا که در آن‌ها بهینه‌سازی مصرف سوخت اهمیت زیادی دارد، از ارزش بسیاری برخوردار است. یکی دیگر از نتایج هیبرید کردن مواد مرکب، مهار کردن آسیب‌های مکانیکی میکروسکوپی در آنهاست. هم‌چنین، با توجه به گستره‌ی وسیع انتخاب مواد برای هیبرید کردن مواد مرکب، امکان تولید ترکیب‌های بسیار متنوع با گستره‌ی وسیعی از خواص و ارزان قیمت وجود دارد [۱].

در دهه‌های اخیر، استفاده از مواد مرکب زمینه آلمینیم به دلیل خواص فیزیکی و مکانیکی مطلوب، در کاربردهای مهندسی مورد توجه بسیاری قرار گرفته است. از این‌رو، توسعه‌ی روش‌های جدید برای تولید این‌گونه از مواد مرکب اهمیت یافته است. دانش فنی تولید نقش مهمی در کیفیت فصل مشترک بین ذرات و زمینه، نحوه‌ی توزیع ذرات و نوع عیب‌های ایجاد شده در ماده‌ی مرکب ایفا می‌کند. تاکنون، از روش‌های مختلفی برای تولید این مواد مرکب استفاده شده‌اند. از

ابتدا ورق‌های آلومینیمی در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان ۶۰ دقیقه تابکاری شدند. خواص مکانیکی ورق‌های تابکاری شده در جدول (۲) آورده شده‌اند. در مرحله‌ی دوم و به‌منظور اختلاط پودر منزیم و SiC، میزان‌های مورد نظر از این مخلوط پودر به مدت ۱ ساعت با سرعت ۴۰۰ دور در دقیقه و در محیط گاز آرگون آسیاکاری شدند. در شکل (۱)، تصویر میکروسکوپ الکترونی رویشی از مخلوط‌های پودر آسیاکاری شده نشان داده شده است. در نهایت، نمونه‌های ماده‌ی مرکب هیبریدی مطابق با شرایط ارائه شده در جدول (۳)، با فرایند نورد تجمعی تولید شدند.

جدول ۳ نمونه‌های ماده‌ی مرکب هیبریدی ساخته شده در تحقیق حاضر

1	Al- 2Vol.%Mg
2	Al-1.5Vol.%Mg-0.5Vol.%SiC
3	Al-1Vol.%Mg-1Vol.%SiC
4	Al-0.5Vol.%Mg-1.5Vol.%SiC
5	Al-2Vol.%SiC

برای ساخت ماده‌ی مرکب و به‌منظور از بین بردن آلودگی‌ها و لایه‌های اکسیدی سطحی که مانع از ایجاد جوش سرد بین لایه‌های فلزی می‌شوند، ورق‌ها با آستن شسته شدند و سپس، سطح آن‌ها با برس فولادی برسکاری شدند. پس از آن، میزان ۲ درصد حجمی از مخلوط پودر مورد نظر با استفاده از آلک بین این دو ورق به‌شکلی یکنواخت پراکنده شد. به‌منظور جلوگیری از حرکت ورق‌ها، دو انتهای آن‌ها با سیم مسی به‌یکدیگر بسته شدند و ورق‌ها به‌منظور ایجاد جوش سرد مناسب، به میزان ۶۶ درصد نورد شدند (این مرحله به عنوان مرحله‌ی صفر از فرایند نام‌گذاری می‌شود). در نهایت، ورق نورد شده به دو نیمه بریده شدند و پس از آماده‌سازی سطحی، به میزان کاهش

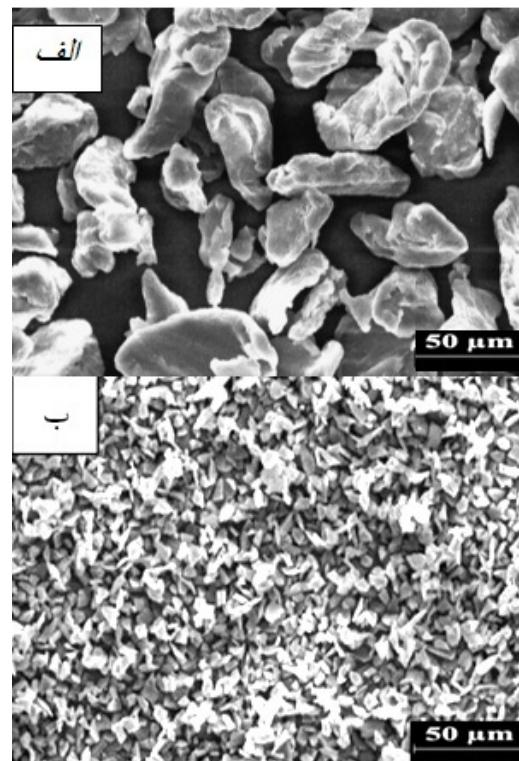
تجاری نوع ۱۰۵۰ به‌ضخامت ۰.۵ میلی‌متر با ترکیب نشان داده شده در جدول (۱)، پودر منزیم با اندازه‌ی ذرات ۵ میکرومتر و پودر SiC با اندازه‌ی ذرات ۵ میکرومتر می‌باشند.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی آلومینیم ۱۰۵۰ استفاده شده در این تحقیق

عنصر	Mn	Cu	Bi	Fe	Si	Al
درصد وزنی	<۰/۰۰۱	۰/۰۰۵	۰/۱	۰/۱۲	۰/۰۴	۹۹/۵

جدول ۲ خواص مکانیکی ورق آلومینیم تابکاری شده که در این تحقیق از آن استفاده شده است

ازدیاد طول کل (%)	سختی (HV 0.025)	استحکام تسیلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)
۴۳	۲۵	۲۴	۴۹.۱۸



شکل ۱ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی رویشی از پودر منزیم (الف) و پودر SiC (ب).

۵، ساخته شدند. میزان از دیدار طول سنجه بعد از انجام آزمایش با نشانه گذاری بر روی نمونه ها بدست آمد. به منظور بررسی دقیق تر کیفیت اتصال ایجاد شده در فصل مشترک و چگونگی شکست ورق های تولید شده، سطوح شکست نمونه های آزمون کشش در مراحل مختلف فرایند نورد تجمعی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Leica Cambridge S) (360 بروزی شدند.

### نتایج و بحث

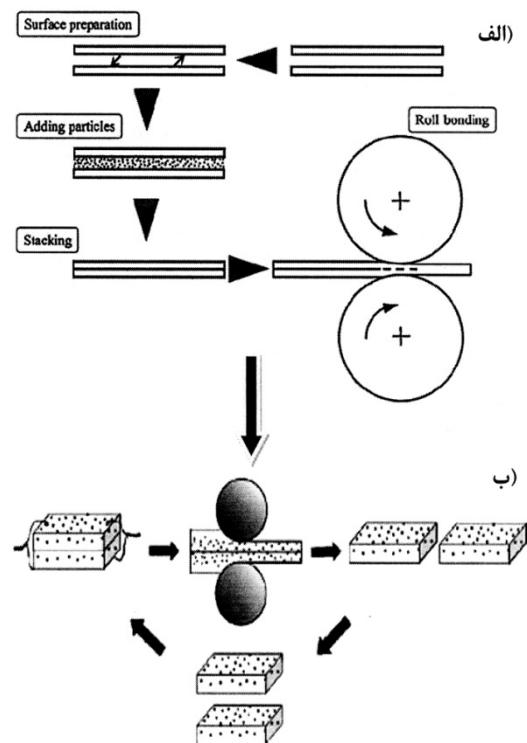
تغییرات استحکام کششی و انعطاف پذیری نمونه های مواد مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC پس از گذر هشتم نورد، به ترتیب در شکل های (۳) و (۴) نشان داده شده است. همان طور که ملاحظه می شود، استحکام کششی و انعطاف پذیری نمونه های مرکب بیشتر از Al-Mg و Al-SiC و بازای درصد های حجمی مشابه می باشد. این نشان دهنده وقوع پدیده ای تشدید اثر متقابل (Synergistic Effect) مطلوب به دلیل استفاده هیبریدی هم زمان از پودرهای منیزیم و SiC در مواد مرکب هیبریدی است [7].

در حقیقت، برای پیش بینی خواص مکانیکی مواد مرکب در یک مجموعه هیبریدی مانند زمینه آلومنینیم تقویت شده با ذرات A و B، می توان از قانون مخلوط ها بهره گرفت [7]:

$$P_H = P_A V_A + P_B V_B \quad (1)$$

که در آن،  $P_H$  خاصیت مکانیکی ماده هی مرکب هیبریدی،  $P_A$  خاصیت مکانیکی مجموعه ای اول (مانند ماده هی مرکب Al-A)،  $P_B$  خاصیت مکانیکی مجموعه ای دوم (مانند ماده هی مرکب Al-B)،  $V_A$  و  $V_B$  به ترتیب کسر حجمی مجموعه ای اول و دوم می باشد ( $V_A + V_B = 1$ ). اثر هیبریدی مطلوب یا نامطلوب به صورت انحراف مثبت یا منفی از قانون مخلوط ها تعریف می شود. به این رفتار، تشدید اثر متقابل مطلوب یا نامطلوب گفته می شود (شکل ۵) [7,8]. در میان نتایج

سطح مقطع ۵۰ درصد نورد شدند. این کار تا ۸ مرحله تکرار شد. در شکل (۲)، طرح وارهای از فرایند نورد تجمعی برای تولید این ماده هی مرکب نشان داده شده است. عمل نورد در دمای اتاق و بدون استفاده از روان کار با استفاده از دستگاه نورد آزمایشگاهی به ظرفیت ۲۰ تن و غلتک هایی به قطر ۱۷۰ و طول ۱۱۰ میلی متر انجام شد.

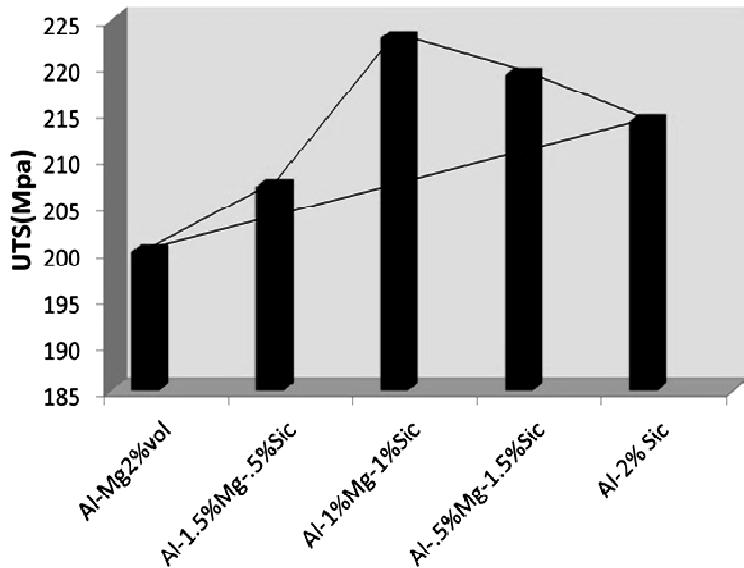


شکل ۲ طرح وارهای از فرایند نورد تجمعی؛ (الف) مرحله ای اول فرایند با اعمال ۶۶ درصد کاهش ضخامت، و (ب) مرحله دوم فرایند با اعمال ۵۰ درصد کاهش ضخامت.

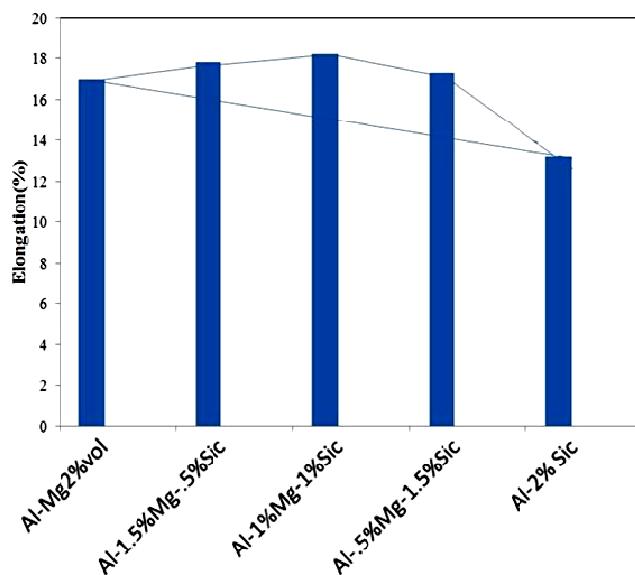
به منظور بررسی خواص مکانیکی مواد مرکب تولید شده توسط فرایند نورد تجمعی (استحکام تسلیم، استحکام کششی نهایی و درصد از دیدار طول نسبی)، آزمون کشش ورق ها در دمای اتاق و با سرعت حرکت فک های برابر با  $0/2$  میلی متر بر دقیقه توسط دستگاه کشش اینسترون انجام شد. نمونه های آزمون کشش به اندازه هی یک پنجم اندازه هی موجود در استاندارد JIS

این تحقیق، ترکیب Al-1Vol.%Mg-4.53 برابر بیشتر از ورقهای آلومینیم تابکاری شده است.

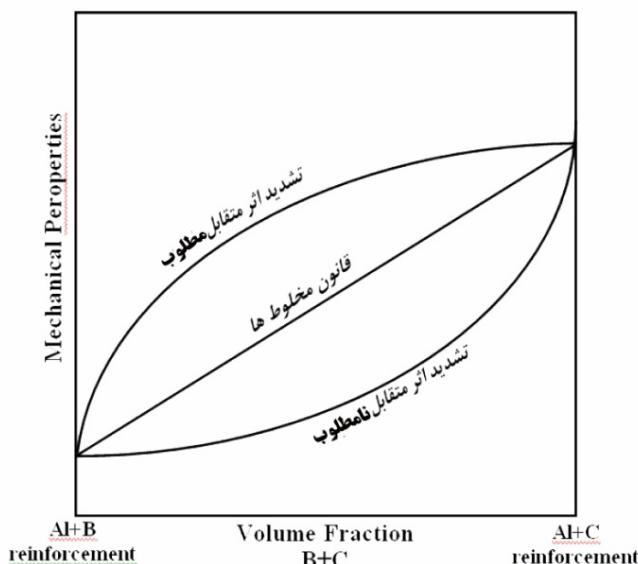
این تحقیق، ترکیب Al-1Vol.%Mg-1Vol.%SiC دارای بیشترین استحکام و انعطافپذیری میباشد. استحکام کششی ماده‌ی مرکب 1Vol.%SiC



شکل ۳ نمودار تغییرات استحکام کششی مواد مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC پس از گذر هشتم از فرایند نورد تجمیعی

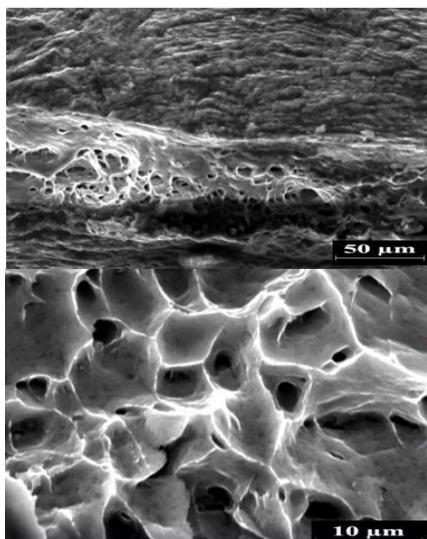


شکل ۴ نمودار تغییرات انعطافپذیری مواد مرکب Al-Mg-SiC پس از گذر هشتم از فرایند نورد تجمیعی



شکل ۵ رفتار تشدید اثر متقابل مطلوب و نامطلوب در مواد مرکب هیبریدی [7].

هستند. این نوع شکست در موادی که تحت فرایند تغییر شکل مومسان شدید قرار گرفته‌اند نیز گزارش شده است [10].



شکل ۶ تصویر SEM از سطح شکست آلمینیم تاب کاری شده با بزرگنمایی‌های مختلف.

شکست در این حالت‌ها، به دلیل به هم پیوستن ریزحفره‌ها و جاهای خالی به یکدیگر در جلوی ترک

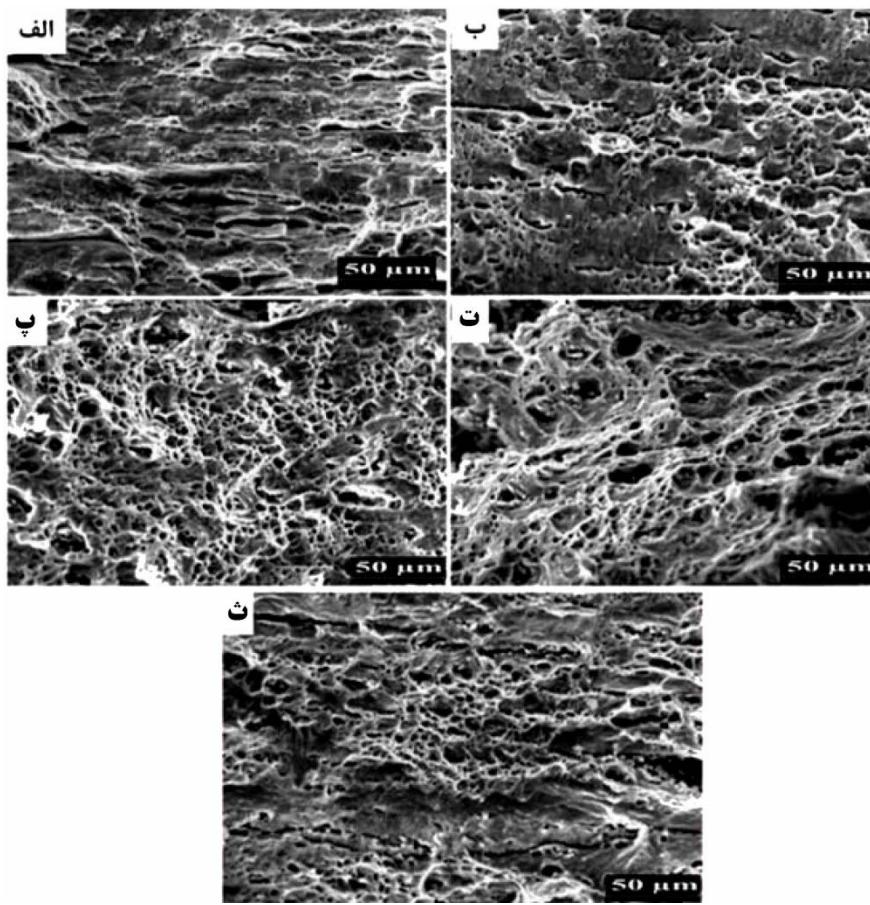
به منظور بررسی کامل‌تر شرایط اتصال ایجاد شده در فصل مشترک و چگونگی شکست ورق‌های تولیدی در فرایند نورد تجمعی، سطوح شکست نمونه‌های آزمون کشش پس از مرحله‌ی هشتم فرایند با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی ارزیابی شدند (شکل ۶) و (۷). همان‌گونه که در شکل (۶) مشاهده می‌شود، سطح شکست آلمینیم تاب کاری شده از نوع شکست نرم همراه با فرورفتگی‌های (dimples) عمیق و هم محور و مناطق برشی هستند. به طور کلی، سطح شکست ماده در شکست نرم به صورت الیافی و خاکستری رنگ همراه با فرورفتگی‌هایی به شکل هم محور یا بیضی شکل تشخیص داده می‌شوند. بیان شده است که شکل فرورفتگی‌ها به نحوه‌ی اعمال نیرو و چگونگی گسترش ریزحفره‌های به هم پیوسته بستگی دارد [9].

افرون بر این، در شکل (۷) مشاهده می‌شود که بعد از فرایند نورد تجمعی، نمونه‌های ماده‌ی مرکب همانند ورق‌های آلمینیم تاب کاری شده، دارای ظاهر شکست نرم همراه با فرورفتگی‌ها و مناطق برشی

می باشد. در این نوع شکست، برش درونی بین حفره‌ای اتفاق می‌افتد که منجر به شکست می‌شود. این نوع شکست، در مواد مرکب Al-SiC در تحقیق رضایت و همکارانش، [11]، و Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> در تحقیق جماعتی و همکارانش نیز گزارش شده است [12]. افرون بر این، همان‌طور که در شکل ۷-ب، پ و ت مشاهده می‌شود، تعداد مناطق برشی به علت حضور همزمان فلز منیزیم و SiC نسبت به شکل‌های (الف) و (ث) بیشتر است.

و فعالیت‌های محدود نابجایی‌ها می‌باشد [9]. به طور کلی، دو نوع سازوکار شکست نرم وجود دارد. نوع اوّل از رشد و بهم پیوستن حفره‌ها و سازوکار دوم از برش پیوندهای حفره‌ای داخلی ناشی می‌شود. این دو سازوکار در شرایط مختلف یا با یکدیگر همراه می‌شوند و یا با هم رقابت می‌کنند.

در حضور تنفس برشی، سازوکار تجمع برش منجر به تشکیل فرورفتگی‌های کشیده و کوچک می‌شود. به این ترتیب، شکست نمونه‌های نورد تجمعی شده از نوع شکست نرم برشی است که علامت مشخصه‌ی آن، فرورفتگی‌های کم عمق و کشیده



شکل ۷ تصویرهای SEM از سطح شکست مواد مرکب هیبریدی پس از مرحله‌ی هشتم فرایند نورد تجمعی؛

، Al-1.5Vol.%Mg-0.5Vol.%SiC (الف)، Al-2Vol.% Mg

Al-2Vol.%SiC (ث)، Al-0.5Vol.%Mg-1.5Vol.%SiC (ت)، Al-1Vol.%Mg-1Vol.%SiC (پ)

### نتیجه‌گیری

- ۱- به دلیل حضور ذرات فلز  $Mg$  و  $SiC$ ، رفتار مطلوب Al-Mg-SiC تشدید اثر متقابل در ماده‌ی مرکب مشاهده شد.
  - ۲- با افزودن مخلوط ذرات  $Mg$  و  $SiC$ ، انعطاف‌پذیری و استحکام ماده‌ی مرکب به طور همزمان افزایش یافت.
  - ۳- استحکام و انعطاف‌پذیری بهینه در ماده‌ی مرکب MPa Al-Vol.%Mg-Vol.%SiC و به ترتیب برابر با  $223$  و  $18/3$  درصد به دست آمد.
- ۴- استحکام کششی ماده‌ی مرکب Al-Vol.%Mg-Vol.%SiC به میزان  $4/53$  برابر آلومینیم تاب کاری شده به دست آمد.
- ۵- بررسی سطوح شکست مواد مرکب هیبریدی Al-Mg-SiC پس از آزمون کشش، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی بیان گر وقوع شکست نرم از نوع برشی بود. افزون بر این، تعداد مناطق برشی به علت حضور همزمان ذرات  $Mg$  و  $SiC$  افزایش یافته بود.

### مراجع

۱. زبرجد، م.، خدیوی آیسک، ح.، ساسانی، ن.، وحید کریمی، ا.، "مقدمه‌ای بر مواد پیشرفته" یوکا بد، (۱۳۸۸).
2. Kamat, SV., Hirth, JP and Mehrabian ,R ., "Mechanical properties of particulate reinforced aluminum-matrix composite". Acta metall VOL.37,pp.2395-2402 .(1989).
3. Kok, M., "Production and mechanical properties of  $Al_2O_3$  particle-reinforced 2024 aluminium alloy composites", Journal of materials processing technology ,VOL.161, pp.381-387, (2005).
4. Murday,James S., " the coming revolution-Science and technology of nanoscale structures" , The Ampitac Newsletter, VOL.6, pp.1-10, (2002).
5. Valiev,R.Z., Islamgaliev, R.K.,and Alexandrov, I.V., "Bulk Nanostructured Materials from severe plastic deformation" Progress in Materials Science 45, pp.103-189,(2000).
۶. خلخالی، م.، "تولید فوم و کامپوزیت زمینه فلزی به وسیله فرایند اتصال نورده انباشتی". پایان‌نامه کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شریف، (۱۳۸۷).
7. Himani Joshi., Purnima,J. "Development of glass fiber, wollastonite reinforced polypropylene hybridcomposite: Mechanical properties and morphology" Materials Science and Engineering A,VOL. 527 ,pp1946–1951, (2010).
8. Mohana,R.,Kishore "Compressive strength of Jute-glass hybrid fiber composites", Material Science Letters 2, pp 99-102, (1983).
9. Hasnaoui,A.,VanSwygenhoven,H., Derlet,P.M " Dimples on nanocrystalline fracture Surfaces as evidence for Shear plane Formation "Science ,VOL.300,pp1550-1552. .,(2003)
10. Eizadrou,M., Danesh Manesh,H., Janghorban,K., "Microstructure and mechanical properties of ultra-fine grains (UFGs) aluminum strips produced by ARB process". Journal of Alloys and Compounds,VOL. 474,pp.406-415, (2009).
11. Rezayat, M., Akbarzadeh,A., Owhadi, A., " Production of high strength Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite by accumulative roll bonding" ,composites.part A, VOL.43, pp.261-267, (2012).
12. Jamaati, R., Toroghinejad, M.R., "Manufacturing of high-strength aluminum/alumina composite by accumulative roll bonding " Materials science and engineering A, VOL.527, pp.4146-4151, (2010).



## بررسی خواص پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگ‌زن 316L\*

سپیده پور‌هاشم<sup>(۱)</sup>عبدالله افشار<sup>(۲)</sup>

### چکیده

به منظور افزایش عمر اعضای پیوندی، بر روی سطح آن‌ها پوشش‌های مانند شیشه‌های زیست‌فعال ایجاد می‌شود تا از خوردگی آن‌ها در محیط‌های بیولوژیکی جلوگیری شود. در این تحقیق، پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگ‌زن 316L به روش مسل‌ژل ایجاد شد و خواص و ویژگی‌های پوشش با روش‌های مختلف بررسی شد. با توجه به نتایج آزمون XRD پوشش تفجوشی شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۵ ساعت، از نوع بی‌شکل حاوی مقادیر اندازکی از فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  بود. تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان دادند که با افزایش تعداد مراحل غوطه‌وری، ترک‌هایی بر روی سطح پوشش ایجاد می‌شود. نتایج آزمون پلاریزاسیون پتانسیوبدینامیک در محلول SBF در دمای  $37^{\circ}\text{C}$  نیز نشان‌دهنده‌ی افزایش مقاومت به خوردگی زیرلایه‌ی پوشش داده شده با شیشه‌ی زیست‌فعال بود.

**واژه‌های کلیدی** شیشه‌ی زیست‌فعال، فولاد زنگ‌زن 316L، پوشش‌دهی، مسل‌ژل، خوردگی

## Evaluation of the Properties of 45S5 Bioglass Coating on 316L Stainless Steel Substrate

S. Pourhashem

A. Afshar

### Abstract

In order to increase the life span of implants, coatings such as bioglass are applied on implants' surfaces to prevent their corrosion in biological fluids. In this research, 45S5 bioglass coatings were applied on 316L stainless steel substrate by sol-gel method and coating's properties were examined by different analyses. According to the XRD results, an amorphous compound containing  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  crystalline phase is obtained by sintering the coated substrates at  $600^{\circ}\text{C}$  for 5 h. The results of SEM examination showed that cracks appear on the coat by increasing the number of dipping stages. Furthermore, the results of potentiodynamic polarization tests in SBF solution at  $37^{\circ}\text{C}$  showed that 316L stainless steel substrate coated by 45S5 bioglass has a higher corrosion resistance.

**Key words** Bioglass, 316L Stainless Steel, Coating, Sol-gel, Corrosion

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۸/۲۵ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۵/۶ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانش آموخته‌ی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف.

(۲) نویسنده‌ی مسئول، استاد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف.

مختلف شیمیایی می‌باشد [7]. از جمله مزیت‌های آن می‌توان به دمای کمتر فرایند، امکان تهیهٔ مواد با خلوص بالا، همگنی بهتر در ترکیب و پوشش‌های ایجاد شده، کترول ریزساختار، پوشش‌دهی یکنواخت زیرلایه‌هایی با شکل‌های نامعمول و ارزان‌تر بودن نسبت به روش‌هایی مانند فریندهای فاز بخار و پاشش، اشاره کرد [8,9].

در تحقیقاتی که توسط گراسیا و همکاران، [10]، و فتحی و همکاران، [11,12]، انجام شده است، پوششی از شیشه‌ی زیست‌فعال به روش غوطه‌وری در مجموعه‌ی سه جزئی  $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  با ترکیب  $57/44$  درصد مولی  $\text{CaO}$ ،  $35/42$  درصد مولی  $\text{SiO}_2$  و  $7/15$  درصد مولی  $\text{P}_2\text{O}_5$  بر روی زیرلایه‌هایی از جنس فولاد زنگنزن ۳۱۶L اعمال کرده‌اند. نتایج این تحقیقات نشان دادند که فولاد زنگنزن پوشش داده شده مقاومت به خوردگی بهتری دارد و زیست‌سازگار است [10,12]. در تحقیقی دیگر که توسط نصراصفهانی و همکاران، [13]، انجام شده است، شیشه‌ی زیست‌فعال  $58S$  و دی‌اکسید تیتانیم به روش سُل-ژل سنتز شده‌اند و سپس، سُل تیتانیا حاوی ذرات شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی فولاد زنگنزن ۳۱۶L به روش غوطه‌وری پوشش داده شده است. در این تحقیق، پوشش‌هایی از ماده‌ی مرکب زیست‌فعال بدون ترک‌های درشت و با چسبندگی مناسب بر روی فولاد زنگنزن به دست آمده است [13]. افزون بر این، نصراصفهانی و همکاران، [14]، سه نوع پوشش نانوساختار از شیشه‌ی زیست‌فعال ( $45S$ ،  $49S$  و  $58S$ ) به روش لایه‌نشانی چرخشی بر روی فولاد زنگنزن ۳۱۶L ایجاد کرده‌اند که پوشش‌های حاصل، بی‌شکل، همگن، بدون ترک و با چسبندگی مناسب بر روی زیرلایه بوده‌اند. نتایج مربوط به زیست‌فعالی آن‌ها نشان‌دهنده‌ی تشكیل لایه‌ی کربناتی حاوی آپاتایت در سطح پوشش  $45S$  و تشکیل ناقص این لایه بر روی شیشه‌های نوع  $49S$  و  $58S$  بوده است [14].

در این تحقیق، تلاش شده است تا پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال  $45S5$  بر روی زیرلایه‌ی فولاد

## مقدمه

بعضی از ترکیبات شیشه‌ها می‌توانند به شکل شیمه‌یابی به استخوان پیوند بخورند. به این نوع از شیشه‌های، شیشه‌های زیست‌فعال می‌گویند. شیشه‌های زیست‌فعال توانایی تشکیل پیوند با بافت موجود زنده را دارند و در اثر تماس با سیال‌های بیولوژیکی، لایه‌ای از هیدروکسی آپاتایت شبیه به فاز مینرالی استخوان بر سطح آن‌ها تشکیل می‌شود. در نتیجه، اتصال عالی بین عضو پیوندی و بافت ایجاد می‌شود و از حرکت نسبی در فصل مشترک آن‌ها جلوگیری می‌شود. افزون بر این، شیشه‌های زیست‌فعال دارای عناصر سمی برای بدن نیستند [1,2].

اولین شیشه‌ی زیست‌فعال مورد استفاده، شیشه‌ی نوع  $45S5$  با ترکیب شیمه‌یابی  $45$  درصد وزنی  $\text{SiO}_2$   $24/5$  درصد وزنی  $\text{CaO}$ ،  $6$  درصد وزنی  $\text{Na}_2\text{O}$  و  $6$  درصد وزنی  $\text{P}_2\text{O}_5$  بوده است که زیست‌فعالی آن زیاد بوده و به بافت‌های نرم و سخت پیوند می‌خورده است. امروزه، شیشه‌ی زیست‌فعال  $45S5$  به طور گستردگی در دندان و گوش میانی به کار می‌رود و در مقایسه با هیدروکسی آپاتایت، کاربردهای زیستی بیشتری دارد [1,3].

شیشه‌های زیست‌فعال خواص مکانیکی خوبی ندارند و نمی‌توان از آن‌ها به شکل ماده‌ی حجیم در مواردی که نیرو اعمال می‌شود، استفاده کرد. بنابراین، کاربرد اصلی آن‌ها به عنوان پوشش بر روی عضوهای پیوندی فلزی است که با این‌کار می‌توان به خواص مکانیکی، مقاومت به خوردگی و زیست‌فعالی مطلوب در یک مجموعه رسید. در این میان، فولاد زنگنزن ۳۱۶L یکی از آلیاژهایی است که به دلیل ارزانی، ویژگی‌های مناسب ساخت و در دسترس بودن، اغلب در عضوهای پیوندی در پزشکی به کار می‌شود [4,6].

پوشش شیشه‌های زیست‌فعال را می‌توان با روش‌های مختلفی اعمال کرد. در میان این روش‌ها، روش سُل-ژل روش مناسبی برای ایجاد پوشش‌هایی با ترکیبات

زنجن L ۳۱۶ به روش سل - ژل ایجاد شود و خواص سنباده‌زنی و صیقل‌کاری با ذرات آلومینا برای ایجاد سطح کاملاً آبینه‌ای، ۲) ماسه‌پاشی سطح با ذرات سیلیکا ( $\mu\text{m}$ )، ۳) فرارگیری زیرلایه‌ی ماسه‌پاشی شده در محلول اسید نیتریک ۲۵ درصد به مدت ۱۲ ساعت. زیرلایه‌های آماده شده با استفاده از سل شیشه‌ی زیست‌فعال که در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  پیر شده بودند، با روش پوشش‌دهی غوطه‌وری با سرعت ۵ سانتی‌متر در دقیقه پوشش داده شدند و نمونه‌های به دست آمده پس از خشک شدن در دمای محیط، با استفاده از کوره‌ی الکتریکی در محیط هوا عملیات حرارتی شدند. افزون بر این، به منظور ایجاد پوشش‌های چند لایه پس از هر بار غوطه‌وری، نمونه‌ی مورد نظر در دمای محیط خشک شد و سپس عمل پوشش‌دهی غوطه‌وری تکرار شد. عمل غوطه‌وری سه بار تکرار شد و پس از پوشش‌دهی نهایی، نمونه‌ها داخل کوره‌ی عملیات حرارتی قرار داده شدند. با توجه به نتایج به دست از آزمون XRD، دمای کوره برای عملیات حرارتی با سرعت  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا  $600^{\circ}\text{C}$  افزایش یافت و نمونه‌ها به مدت زمان ۵ ساعت در این دما نگهداری شدند.

**مشخصه‌یابی پوشش.** خواص پوشش با آزمون‌های پراش پرتوی ایکس (XRD) در دستگاه Philips PW3040 با استفاده از آند مسی ( $\lambda = 1/54^{\circ}\text{A}$ )، متالوگرافی با میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) (Jadakden (pull off) مطابق با استاندارد ASTM D4541 بررسی شد. ضخامت پوشش با دستگاه Dual Scope به وسیله‌ی جریان‌های گردابی و زبری سطح زیرلایه‌ی ماسه‌پاشی شده با دستگاه زبری سنج (EMD-1500-31) اندازه‌گیری شد.

آزمون پلاریزاسیون پتانسیوبدینامیک در محلول SBF (محلول شبیه‌سازی بدن) با pH ۷/۴ و دمای  $37^{\circ}\text{C}$  به وسیله‌ی پتانسیواستات/گالوانواستات نوع N 302N Autolab GSTAT انجام شد. در این آزمون،

زنگن L ۳۱۶ به روش سل - ژل ایجاد شود و خواص و ویژگی‌های پوشش مورد بررسی قرار گیرد تا به این وسیله، پوششی با ویژگی‌های مطلوب ایجاد شود.

### روش تحقیق

تهیه‌ی سل شیشه‌ی زیست‌فعال نوع ۴۵S5 برای تهییه سل شیشه‌ی زیست‌فعال نوع ۴۵S5 ابتدا ۴/۱ مول تترا اتیل اورتوسیلیکات (TEOS) به اسید نیتریک  $0/1$  مولار (نسبت مولی اسید نیتریک به TEOS برابر با  $30^{\circ}$  در نظر گرفته شد) اضافه شد و مخلوط به دست آمده به مدت زمان ۱ ساعت در دمای اتاق هم‌زده شد تا TEOS هیدرولیز شود. سپس، واکنش‌گرهای زیر به ترتیب با فاصله زمانی ۱ ساعت به سل اضافه شدند:  $2/6$  مول تری‌اتیل فسفات (TEP)،  $26/9$  مول کلسیم نیترات چهار آبه و  $24/4$  مول سدیم نیترات. پس از افزودن ماده‌ی نهایی، سل مجدداً به مدت ۱ ساعت هم‌زده شد (مواد اولیه‌ی مصرفی از تولیدات شرکت مِرک آلمان بوده‌اند). [15,16]

سل تهیه شده به مدت زمان ۱۰ روز درون یک ظرف در بسته در دمای اتاق نگهداری شد تا واکنش‌های هیدرولیز و پلی‌مرشدن روی دهنده و ژل به دست آید. ژل حاصل به مدت ۷۲ ساعت در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  و سپس،  $48$  ساعت در دمای  $120^{\circ}\text{C}$  حرارت داده شد تا تمام آب موجود در آن خارج شود. ژل خشک شده در دمای  $700^{\circ}\text{C}$ ،  $800^{\circ}\text{C}$  و  $100^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱ ساعت نگهداری شد و در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۵ ساعت تفجوشی شد. از نمونه‌های تفجوشی شده در شرایط مختلف برای بررسی‌های XRD استفاده شد تا به این وسیله، دمای مناسب برای تفجوشی شیشه‌ی زیست‌فعال به منظور به دست آوردن ساختار بی‌شکل عاری از نیترات‌ها تعیین شود.

**ایجاد پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال ۴۵S5 بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگن L ۳۱۶.** برای پوشش‌دهی، زیرلایه‌هایی از جنس فولاد زنگن L ۳۱۶ به ابعاد  $0/5$

تفجوشی به  $700^{\circ}\text{C}$ ، شدّت پیک‌های مربوط به فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  افزایش یافته است و پیک‌های مربوط به فاز نیترات حذف شده‌اند که این نشان‌دهنده‌ی خروج کامل نیترات است. افرون بر این، فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$  نیز ظاهر شده است. با تفجوشی در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  بهمدّت ۱ ساعت، شدّت پیک‌های دو فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  و  $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$  افزایش بیش‌تری یافته است که این بیان‌گر افزایش میزان فاز بلورین در نمونه‌ها می‌باشد.

شیشه‌های حاوی مقدار زیادی مواد قلیایی معمولاً دمای شروع بلورینگی کمتری دارند و حضور یون‌ها  $[\text{OH}^-]$  بر روی سطح پودر شیشه‌های زیست‌فعال باعث افزایش وقوع تبلور می‌شود [4]. تفجوشی در دماهای بالا موجب تشکیل فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  از  $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 3\text{SiO}_2$  شیشه‌ای با ترکیب شیمیایی بین  $1\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 3\text{SiO}_2$  و  $1.5\text{Na}_2\text{O} \cdot 1.5\text{CaO} \cdot 3\text{SiO}_2$  می‌شود [18]. وجود فسفات و سیلیکا در شبکه‌ی شیشه‌های زیست‌فعال و احتمال جدایی دو فاز در مقیاس درشت در نتیجه‌ی عملیات حرارتی، یکی از دلایل تبلور آسان شیشه‌های زیست‌فعال است. افزودن  $\text{P}_2\text{O}_5$  به ترکیب شیشه‌های سیلیکاتی باعث جوانه‌زنی حجمی و تشکیل شیشه-سرامیک می‌شود. بلورهای فسفات رسوب می‌کنند و به عنوان محل‌های جوانه‌زنی ناهمگن برای بیش‌تر فازها عمل می‌کنند [19].

با انجام عملیات حرارتی در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  بهمدّت ۱ ساعت، نیترات در نمونه وجود دارد و کاملاً خارج نشده است. با انجام عملیات حرارتی در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  بهمدّت  $800^{\circ}\text{C}$  ۱ ساعت، درصد فاز بلورین در نمونه بهشّدت افزایش یافته است. از طرف دیگر، پایین بودن دمای تفجوشی تا حد ممکن همواره مطلوب است، زیرا دمای بالا باعث وقوع تغییرات فازی در ریزساختار زیرلایه و افت خواص مکانیکی می‌شود [20]. بنابراین، نمونه‌ای از شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  بهمدّت زمان ۵ ساعت عملیات

نمونه (زیرلایه‌ی دارای پوشش یا بدون پوشش) به عنوان الکترود کاری، الکترود گرافیت به عنوان الکترود کمکی و الکترود کالومل اشباع (SCE) به عنوان الکترود مرجع به کار رفت. در آزمون‌های پلاریزاسیون، سرعت اسکن  $1\text{ mV/s}$  و سطح الکترود کاری برای سرعت  $1\text{ cm}^2$  در نظر گرفته شد. محلول SBF مطابق با روش ارائه شده توسط گُکوبو و تاکاداما، [17]، آماده شد. ترکیب شیمیایی و ترتیب افزودن مواد اولیه برای تهییه ۱ لیتر از محلول SBF، در جدول (۱) آمده است.

جدول ۱ ترتیب افزودن، مقدار، خلوص و وزن مولکولی مواد اولیه مورد استفاده برای تهییه ۱۰۰۰ میلی‌لیتر

SBF محلول

ردیف	مواد اولیه	مقدار	خلوص (%)	وزن مولکولی (g/mol)
۱	NaCl	۸/۰۳۵ g	۹۹/۵	۵۸/۴۴
۲	NaHCO <sub>3</sub>	۰/۳۵۵ g	۹۹/۵	۸۴/۰
۳	KCl	۰/۲۲۵ g	۹۹/۵	۷۴/۵۵
۴	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ·3H <sub>2</sub> O	۰/۲۳۱ g	۹۹/۰	۲۲۸/۲۲
۵	MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	۰/۳۱۱ g	۹۸/۰	۲۰۲/۳۰
۶	1.0 M HCL	۳۹ ml	-	-
۷	CaCl <sub>2</sub>	۰/۲۹۲ g	۹۵/۰	۱۱۰/۹۸
۸	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	۰/۰۷۲ g	۹۹/۰	۱۴۲/۰۴
۹	Tris	۷/۱۱۸ g	۹۹/۰	۱۲۱/۱۴
۱۰	1.0 M HCl	۰-۵ ml	-	-

## نتایج و بحث

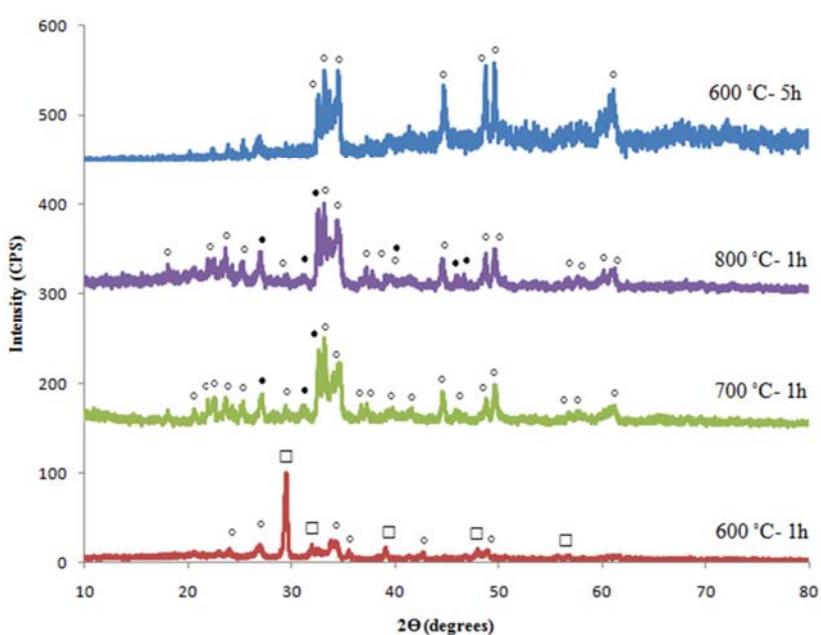
تأثیر عملیات حرارتی بر ساختار شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 شکل (۱)، نتایج آزمون XRD مربوط به شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 را پس از تفجوشی در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  بهمدّت زمان ۱ ساعت نشان می‌دهد. در الگوی پراش پرتوی ایکس این نمونه، پیک‌های نیترات و فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  مشاهده می‌شود. با افزایش دمای

ماسه‌پاشی تولید شده‌اند پس از قرارگیری در محلول اسید نیتریک ۲۵ درصد به مدت ۱۲ ساعت به ترتیب برابر با  $0.5 \text{ MPa}$ ,  $0.5 \text{ MPa}$  و  $0.5 \text{ MPa}$  بوده است آمد. در نتیجه، چسبندگی پوشش بر روی زیرلایه‌ی ماسه‌پاشی شده پس از قرارگیری در محلول اسید نیتریک بیشتر است. چسبندگی اغلب پوشش‌ها در نتیجه‌ی قفل شدن مکانیکی و تشکیل پیوند شیمیایی بین پوشش و زیرلایه است [7]. با ماسه‌پاشی زیرلایه و افزایش زبری سطح آن، چسبندگی به دلیل قفل شدن مکانیکی افزایش می‌یابد.

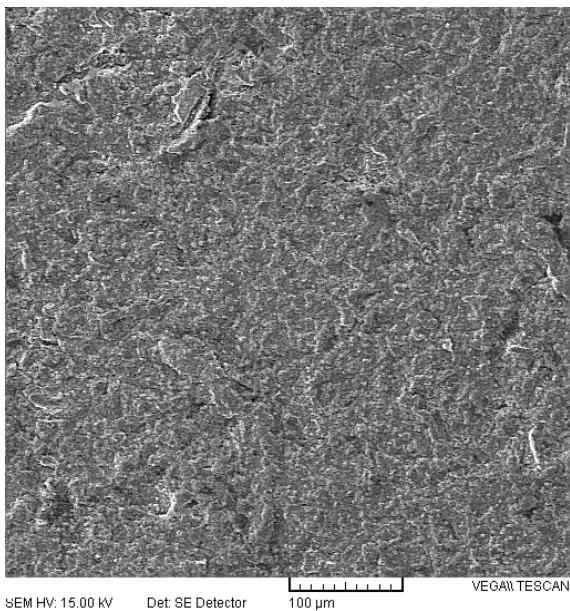
**تأثیر تعداد مراحل غوطه‌وری درون سُل بر کیفیت پوشش.** در این بخش، تأثیر دفعات غوطه‌وری درون سُل بر کیفیت پوشش‌های ایجاد شده بررسی می‌گیرد. با افزایش تعداد مراحل غوطه‌وری درون سُل از ۱ به ۳ بار، ضخامت پوشش از ۳ به ۷ میکرومتر افزایش و چسبندگی پوشش به زیرلایه از  $0.5 \text{ MPa}$  به  $4/5 \text{ MPa}$  کاهش یافته است.

حرارتی شد. الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به شیشه‌ی زیستفعال 45S5 که در دمای  $600^\circ\text{C}$  به مدت ۵ ساعت تفجوشی شده است (شکل ۱)، دارای زمینه‌ی نفوذی است که این نشان‌دهنده‌ی حضور فاز بی‌شکل است. در این الگو، پیک‌های فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  نیز وجود دارند، ولی پیک‌های مربوط به نیترات مشاهده نمی‌شوند که این نشان‌دهنده‌ی خروج کامل نیترات است. سیلیکات‌های کلسیم و سدیم-کلسیم معمولاً در مواد زیستفعال استفاده می‌شوند. تشکیل فازهای بلورین مانع از بروز رفتار زیستفعالی در شیشه‌ی 45S5 نمی‌شود [21]. در نتیجه، زیرلایه‌های پوشش داده شده با سُل شیشه‌ی زیستفعال در دمای  $600^\circ\text{C}$  به مدت زمان ۵ ساعت تفجوشی شدند.

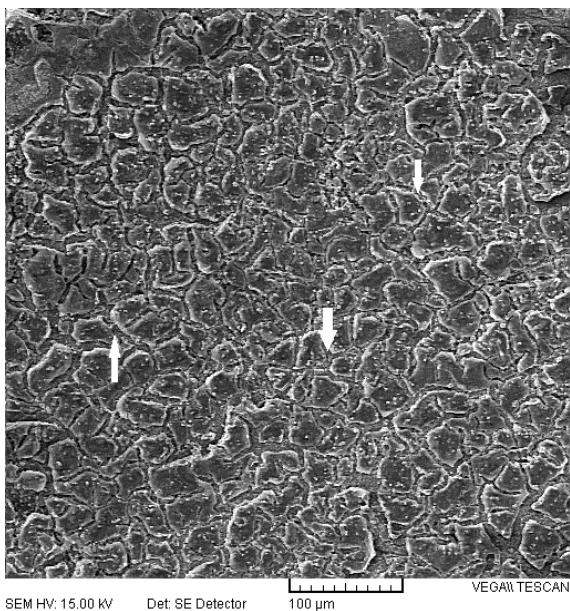
**تأثیر آماده‌سازی سطح بر خواص پوشش.** کیفیت ظاهری پوشش ایجاد شده بر روی زیرلایه‌های ماسه‌پاشی شده بهتر بوده است و پوشش یکنواخت‌تری بر روی این زیرلایه‌ها تشکیل شده است. چسبندگی پوشش به زیرلایه که با روش‌های صیقلکاری و



شکل ۱ الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به شیشه‌ی زیستفعال 45S5 ( $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$  •,  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_9$  °,  $\text{NaNO}_3$  □)



(الف)



(ب)

شکل ۲ تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگ‌نزن L۳۱۶. (الف) ۱ بار غوطه‌وری و (ب) ۳ بار غوطه‌وری.

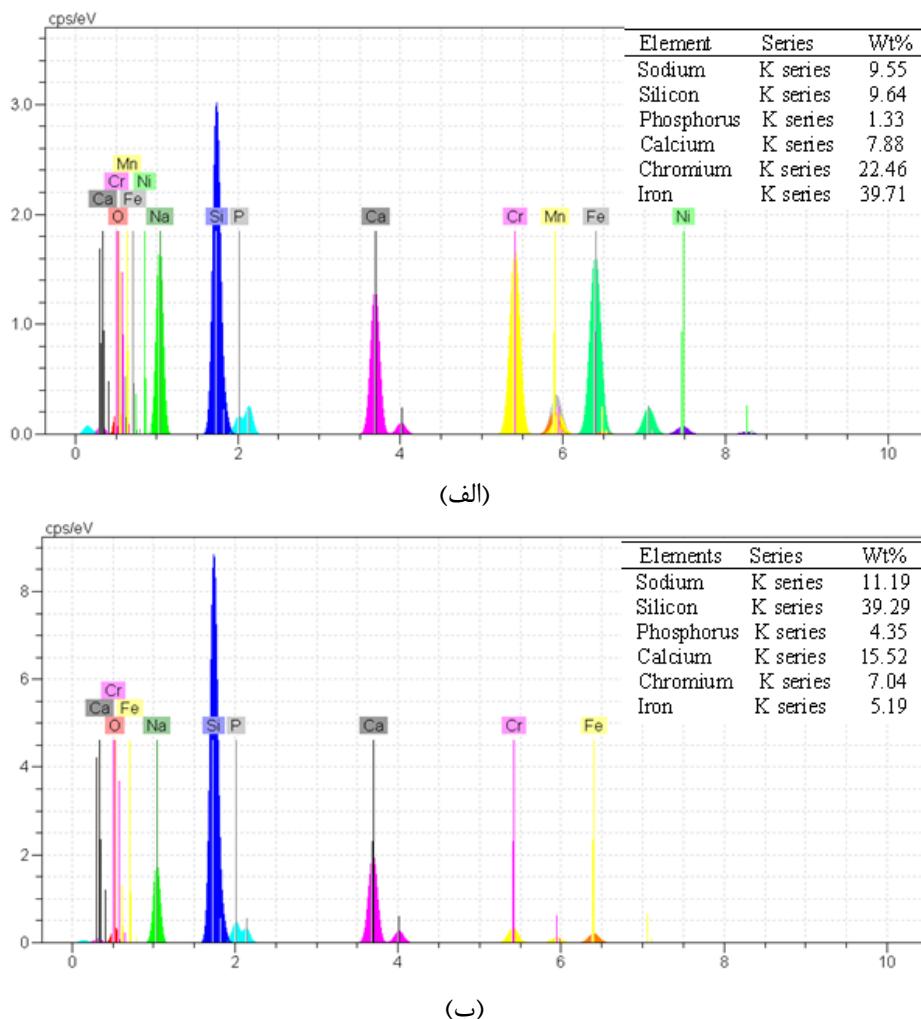
شده بر روی زیرلایه با یکبار غوطه‌وری، کاملاً یکنواخت و عاری از هرگونه ترک و عیب است. با افزایش مراحل غوطه‌وری، پوشش ترک‌دار می‌شود. اختلاف بین ضریب انبساط حرارتی پوشش و زیرلایه

شکل (۲)، تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی تهیه شده از سطح پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگ‌نزن L۳۱۶ پس از ۱ و ۳ بار غوطه‌وری درون سُل را نشان می‌دهد. پوشش ایجاد

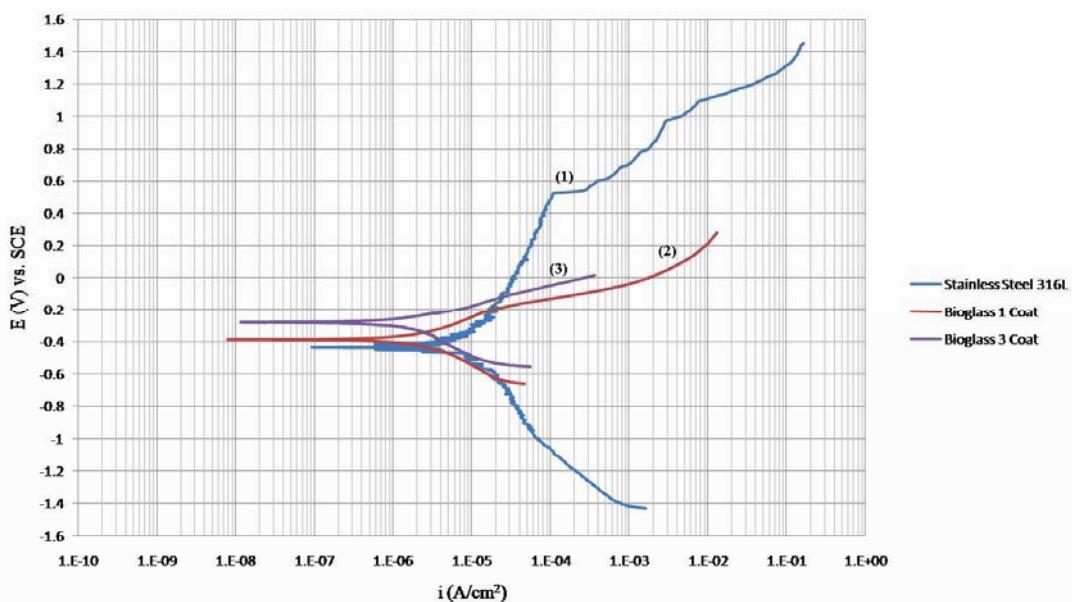
در صد آهن و کروم در پوشش‌های حاصل از یکبار غوطه‌وری زیاد است و با افزایش مراحل غوطه‌وری، میزان آنها درون پوشش کاهش می‌یابد. این کاهش نتیجه‌ی افزایش ضخامت پوشش است. هر چه پوشش ضخیم‌تر باشد، مانع بهتری در برابر نفوذ یون  $\text{Fe}^{3+}$  است و میزان آهن موجود در سطح کم‌تر خواهد بود. پوشش‌ها مانع خوبی در برابر نفوذ آهن از زیرلایه به سمت پوشش هستند، زیرا آهن از رفتار زیست‌فعالی جلوگیری می‌کند [22].

باعث تجمع تنش باقی‌مانده و در نتیجه، تشکیل ترک هنگام سرد شدن می‌شود [21]. افزون بر این، نتایج تحقیقات نشان داده‌اند که پوشش زیست‌فعال بر روی فولاد زنگنزن L ۳۱۶ دارای یک ضخامت بحرانی است ( $5 \mu\text{m}$ ) و این ضخامت به عنوان بیشترین ضخامت پوشش بدون ترک تعریف می‌شود. افزایش ضخامت موجب افزایش تنش‌های باقی‌مانده در پوشش و در نهایت، ایجاد ترک در آن می‌شود [7].

شکل (۳)، نتایج آزمون EDX مربوط به پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی سطح فولاد زنگنزن ۳۱۶L را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود،



شکل ۳ نتایج آزمون EDX مربوط به پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال ۴۵۸۵ بر روی زیرلایه فولاد زنگنزن L ۳۱۶؛  
 (الف) ۱ بار غوطه‌وری و (ب) ۳ بار غوطه‌وری.



شکل ۴ نمودارهای پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک در محلول SBF در دمای  $37^{\circ}\text{C}$  (۱) فولاد زنگنزن ۳۱۶L بدون پوشش، (۲) فولاد زنگنزن ۳۱۶L با پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال ۴۵S۵ ۱ بار پوشش داده شده و (۳) فولاد زنگنزن ۳۱۶L با پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال ۴۵S۵ ۳ بار پوشش داده شده.

جدول ۲ نتایج به دست آمده از نمودارهای پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک در محلول SBF در دمای  $37^{\circ}\text{C}$

نمونه	پتانسیل خوردگی (V. vs. SCE)	چگالی جریان خوردگی ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	مقاومت پلاریزاسیون ( $\text{M}\Omega \text{ cm}^2$ )
بدون پوشش	-۰/۴۲	۱/۳	۰/۱۴
۱ بار پوشش داده شده	-۰/۳۸	۰/۰۶۷	۰/۶۳
۳ بار پوشش داده شده	-۰/۲۸	۰/۰۲۸	۱/۳

با اعمال پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی زیرلایه، پتانسیل خوردگی به سمت مقادیر مثبت تر (نجیب‌تر) می‌کند و چگالی جریان خوردگی کاهش می‌یابد، و این نشان‌دهنده‌ی افزایش مقاومت به خوردگی زیرلایه‌ها پس از پوشش دهنده با شیشه‌ی زیست‌فعال است. افزون بر این، با افزایش تعداد مراحل غوطه‌وری سرعت خوردگی کاهش یافته است. اگرچه با افزایش تعداد مراحل غوطه‌وری، ترک‌هایی بر روی سطح مشاهده شدند، اما چگالی جریان خوردگی کاهش یافته است، زیرا با افزایش تعداد مراحل پوشش دهنده، ضخامت پوشش افزایش و میزان نفوذ الکتروولیت به

بررسی رفتار خوردگی پوشش در محلول شبیه‌سازی شده‌ی بدنه در شکل (۴) و در جدول (۲)، نتایج آزمون پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک بر روی فولاد زنگنزن ۳۱۶L بدون پوشش و پوشش داده شده در محلول SBF در دمای  $37^{\circ}\text{C}$  نشان داده شده‌اند. پتانسیل خوردگی ( $E_{\text{corr}}$ )، چگالی جریان خوردگی ( $i_{\text{corr}}$ ) و شب آندی/کاتدی تافل ( $\beta_a$  و  $\beta_c$ ) با استفاده از روش برون‌یابی تافل تعیین شدند. سپس، مقاومت پلاریزاسیون ( $R_p$ ) از رابطه‌ی استرن-گیری به شکل زیر، محاسبه شد:

$$R_p = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 i_{\text{corr}} (\beta_a + \beta_c)} \quad (1)$$

نتایج پوشش دهنده شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی زیرلایه‌ی فولاد زنگنزن L ۳۱۶ نشان دادند که با استفاده از سل شیشه‌ی زیست‌فعال پس از پرسازی در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  و زیرلایه‌های ماسه‌پاشی شده و قرار گرفته در محلول اسید نیتریک، پوشش‌های تکلایه‌ی همگن و بدون ترک با چسبندگی  $6\text{ MPa}$  به دست می‌آید. با افزایش تعداد مراحل غوطه‌وری درون سل از یکبار به سه بار، چسبندگی پوشش تا مقدار  $4/5\text{ MPa}$  کاهش یافت و ترک‌ها در پوشش ظاهر شدند. افزون بر این، پوشش شیشه‌ی زیست‌فعال بر روی زیرلایه فولاد زنگنزن L ۳۱۶، مقاومت به خوردگی زیرلایه را در محلول شیشه‌سازی شده بدن افزایش داد.

زیرلایه کاهش یافته است.

### نتیجه‌گیری

نتایج حاصل از تحلیل فازی شیشه‌ی زیست‌فعال 45S5 نشان دادند که با افزایش دمای تفجوشی از  $600^{\circ}\text{C}$  به  $700^{\circ}\text{C}$  با زمان نگهداری ۱ ساعت، نیترات از ساختار شبیه خارج می‌شود و فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_6$  در کنار فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$  ظاهر می‌شود. افزون بر این، با تفجوشی در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  با زمان نگهداری ۵ ساعت، فاز بی‌شکل به همراه فاز بلورین  $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_3\text{O}_6$  به دست می‌آید. بنابراین، زیرلایه‌های پوشش داده شده با شبیه‌ی زیست‌فعال 45S5 در این شرایط تفجوشی شدند.

### مراجع

1. Hench, L.L., "The story of Bioglass", Materials Science: Materials in Medicine, Vol. 17, pp. 967–978, (2006).
2. Ma, J., Chen, C.Z., Wang, D.G., Meng, X.G. and Shi, J.Z., "Influence of the sintering temperature on the structural feature and bioactivity of sol-gel derived  $\text{SiO}_2\text{--CaO--P}_2\text{O}_5$  bioglass", Ceramics International, Vol. 36, pp. 1911–1916, (2010).
3. Jurczyk, K., Niespodziana, K., Jurczyk, M.U. and Jurczyk, M., "Synthesis and characterization of titanium- 45S5 Bioglass nanocomposites", Materials and Design, Vol. 32, pp. 2554-2560, (2011).
4. Lopez-Esteban, S., Saiz, E., Fujino, S., Oku, T., Saganuma, K. and Tomsia, A.P., "Bioactive glass coatings for orthopedic metallic implants", European Ceramic Society, Vol. 23, pp. 2921–2930, (2003).
5. Schrooten, J. and Helsen, J.A., "Adhesion of bioactive glass coating to Ti6Al4V oral implant", Biomaterials, Vol. 21, pp. 1461-1469, (2000).
6. Singh, R. and Dahotre, N.B., "Corrosion degradation and prevention by surface modification of biometallic materials", Materials Science: Materials in Medicine, Vol. 18, pp. 725–751, (2007).
7. Mazar Atabaki, M., Jafar, R. and Idris, J., "Sol-gel bioactive glass coating for improvement of biocompatible human body implant", Metalurgija, Vol. 16, pp. 149-163, (2010).
8. Hench, L.L., Jones, J.R. and Sepulveda, P., "Bioactive materials for tissue engineering scaffolds", Future strategies for tissue and organ replacement, World Scientific Pub. Co Inc., Singapore, pp. 3–24, (2002).

9. Barry, C.C. and Grant, N.M., "Ceramic Materials, Science and engineering", Springer, pp. 400-411, (2007).
10. Garcia, C., Cere, S. and Duran, A., "Bioactive coatings prepared by sol-gel on stainless steel 316L", Non-Crystalline Solids, Vol. 348, pp. 218–224, (2004).
11. Fathi, M.H. and Doostmohammadi, A., "Bioactive glass nanopowder and bioglass coating for biocompatibility improvement of metallic implant", Materials Processing Technology, Vol. 209, pp. 1385–1391, (2009).
12. Fathi, M.H. and Doost Mohammadi, A., "Preparation and characterization of sol-gel bioactive glass coating for improvement of biocompatibility of human body implant", Materials Science and Engineering: A, Vol. 474, pp. 128–133, (2008).
13. نصر اصفهانی، م.، ابراهیمی، ر.، داداش، م.، صن. و کرباسی، س.، "مقایسه خواص فیزیکی - شیمیایی پوشش نانوکامپوزیت شیشه زیستفعال- دی اکسید تیتانیم و زیستفعال آنها"، فصلنامه مهندسی مواد مجلسی، شماره دوم، صفحه ۱-۸، (۱۳۸۹).
14. نصر اصفهانی، م.، فتحی، م. ح. و ادریس، ح.، "مقایسه خواص فیزیکی - شیمیایی سه نوع پوشش نانوساختار شیشه زیستفعال و زیستفعال آنها"، فصلنامه مهندسی مواد مجلسی، شماره سوم، صفحه ۲۹-۳۵، (۱۳۸۸).
15. Siqueira, R. L., Peitl, O. and Zanotto, E. D., "Gel-derived  $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$  bioactive powders: Synthesis and in vitro bioactivity", Materials Science and Engineering C, Vol. 31 , pp. 983-991, (2011).
16. Chen, Q., Li, Y., Jin, L., Quinn, J. and Komesaroff, P. A., "A new sol-gel process for producing  $\text{Na}_2\text{O}$ -containing bioactive glass ceramics", Acta Biomaterialia, Vol. 6, pp. 4143–4153, (2010).
17. Kokubo, T. and Takadama, H., "How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity?", Biomaterials, Vol. 27, pp. 2907–2915, (2006).
18. Qian, J., Kang, Y., Wei, Z. and Zhang, W., "Fabrication and characterization of biomorphic 45S5 bioglass scaffold from sugarcane", Materials Science and Engineering C, Vol. 29, pp. 1361–1364, (2009).
19. ElBatal, H.A., Azooz, M.A., Khalil, E.M.A., Monem, A.S. and Hamdy, Y.M., "Characterization of some bioglass-ceramics", Materials Chemistry and Physics, Vol. 80, pp. 599–609, (2003).
20. Aksakal, B. and Hanyaloglu, C., "Bioceramic dip-coating on Ti-6Al-4V and 316L SS implant Materials", Materials Science: Materials in Medicine, Vol. 19, pp. 2097–2104, (2008).
21. Cannillo, V. and Sola, A., "Different approaches to produce coatings with bioactive glasses: Enamelling vs plasma spraying", European Ceramic Society, Vol. 30, pp. 2031–2039, (2010).
22. Galliano, P., Damborenea, J. J., Pascual, M. J. and Duran, A., "Sol-gel coatings on 316L steel for clinical applications", Sol-Gel Science and Technology, Vol. 13, pp. 723–727, (1998).

## بررسی خواص سایشی ماده‌ی مرکب زمینه آلیاژ آلومینیم (AA2124) تقویت شده با ذرات بین‌فلزی دی‌سیلیسید

مولیدن\*

(یادداشت پژوهشی)

حسن عبدالله پور<sup>(۲)</sup>فاطمه پیاده<sup>(۱)</sup>

## چکیده

در این پژوهش، ماده‌ی مرکب دارای زمینه‌ی آلیاژ آلومینیم ۲۱۲۴ تقویت شده با ۲۵ درصد حجمی ذرات دی‌سیلیسید، مولیدن تولید و خواص سایشی آن مورد ارزیابی قرار گرفت. تولید این ماده‌ی مرکب به روش متالورژی پودر انجام شد. پودر زمینه بهوسیله‌ی ریزافشانی گازی و ذرات تقویت کننده به روش سنتز در دمای بالا به شکل خود پیش رو نمایه (SHS) تولید شدند. پس از مخلوط شدن پودرهای زمینه و تقویت کننده توسط آسیای گلوله‌ای، حدیده‌کاری گرم انجام شد و به این ترتیب، یک ماده‌ی مرکب با توزیع یکنواختی از ذرات تقویت کننده در زمینه تولید شد. نمونه‌های حدیده‌کاری شده عملیات حرارتی نوع T6 شدند. و آزمون سایش بهوسیله‌ی دستگاه سایش سوزن بر روی صفحه در دو حالت قبل و پس از عملیات حرارتی انجام شد. خریب اصطکاک و خریب سایش ابعادی نمونه‌های ماده‌ی مرکب به دست آمدند و رفتار سایشی با تعیین میزان کاهش وزن سوزن‌های از جنس ماده‌ی مرکب بررسی شد. سطوح سایش این سوزن‌ها و صفحه با میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) و انجام بررسی‌های EDS مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج نشان دادند که سازوکار عملده‌ی سایش از نوع سایش چسبنده بوده است، ولی سازوکارهای سایش اکسیدی و ساینده نیز به مقایر جزئی مشاهده شد. عملیات حرارتی نیز باعث بهبود مقاومت به سایش نمونه‌های ماده‌ی مرکب به میزان ۲۵ درصد شد.

**واژه‌های کلیدی** آلیاژ آلومینیم، MoSi<sub>2</sub>، ۲۱۲۴، عملیات حرارتی T6، سایش.

## An Investigation into the Wear Behaviour of Aluminum (AA2124) Matrix Composite Reinforced with Intermetallic MoSi<sub>2</sub> Particles

F. Piadeh,

H. Abdollah-pour

**Abstract**

In the present work, the AA2124/25vol.%MoSi<sub>2</sub> composite was produced by powder metallurgy technique. The aluminum alloy 2124 powder was produced by gas atomization method and the MoSi<sub>2</sub> intermetallic particles were produced through combustion synthesis. The AA2124 matrix powder was mechanically blended with 25vol.%MoSi<sub>2</sub> using a ball milling mixer. The blended powder mixture was encapsulated and then hot extruded to composite bars. The heat treatment T6 was carried out on some of the composite samples. Wear tests were performed on both as-extruded and heat-treated samples using a 'pin on disk' apparatus with a tool steel counterpart, a track length of 1000 m, and a speed of 0.1 m/sec. The friction coefficient was measured and the wear mechanism was determined through the evaluation of weight loss of the composite samples. A complete study was done using the scanning electron microscopy (SEM) and EDS analyzing of the worn surfaces. The results indicated that the main wear mechanism is the adhesive wear, however, the oxide and abrasive wear mechanisms were observed to slightly happen. The heat treatment improved the wear resistance of the composite samples for 25 percent in comparison with the as-extruded samples.

**Keywords** 2124 Aluminium alloy, MoSi<sub>2</sub>, T6 heat treatment, wear.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۶/۱۸ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۹/۲۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول، مریبی، دانشکده فنی و مهندسی، مجتمع آموزش عالی اسفراین.

(۲) استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه سمنان.

این تقویت کننده‌ی بین‌فلزی است. سختی و استحکام بالا از یک سو و ماهیت بین‌فلزی (یا سازگاری بیشتر آن با زمینه‌ی فلزی) و پایداری حرارتی آن از سوی دیگر، این ترکیب بین‌فلزی را قابل رقابت با SiC کرده است.

در این پژوهش، رفتار سایشی آلیاژ آلمینیم ۲۱۲۴ تقویت شده با ذرات ترکیب بین‌فلزی MoSi<sub>2</sub> که به روش متالورژی پودر تولید شده‌اند و نیز، تأثیر عملیات حرارتی بر روی آن، مطالعه شده است.

### مواد و روش تحقیق

در تولید نانوماده‌ی مرکب AA2124/25vol.%MoSi<sub>2</sub> از پودر آلیاژ آلمینیم ۲۱۲۴ با اندازه‌ی ذرات کمتر از ۶۰ میکرون تولید شده به روش ریزافشانی گازی (محصول شرکت ALPOCO انگلیس) و ذرات پودر MoSi<sub>2</sub> تولید شده به روش سنتز احتراقی (محصول شرکت INASMET اسپانیا) استفاده شد. اندازه‌ی میانگین ذرات MoSi<sub>2</sub> به وسیله‌ی آسیای مکانیکی دیسکی، به کمتر از ۲۵ میکرون رسانده شد. پودرهای آلمینیم و تقویت کننده با نسبت ۲۵ درصد حجمی MoSi<sub>2</sub> در آسیای گلوله‌ای با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه به مدت زمان ۴ ساعت مخلوط شدند و پس از آن، مخلوط پودر ماده‌ی مرکب حاصله درون یک استوانه‌ی آلمینیمی قرار داده شد و در دمای ۱۵۰°C به مدت ۴۵۰ دقیقه با سرعت ۰/۴ میلی‌متر بر ثانیه و با نسبت حدیده‌کاری (اکستروژن) ۱:۱۴، به یک میله تبدیل شد. نمونه‌هایی با ابعاد یکسان (قطر و ارتفاع ۱۰ میلی‌متر) برای عملیات حرارتی T6 (شامل محلول‌سازی در دمای ۴۹۵°C به مدت ۱ ساعت و پیرسازی مصنوعی در دمای ۱۹۰°C به مدت ۵ ساعت، [3,14]) انتخاب شدند. سختی‌سنجی توسط دستگاه Alph Durometer مدل ۲۵۳۰۱ بر حسب برینل (نیروی ۱۲۵ کیلوگرم و قطر ساقمه‌ی ۵ میلی‌متر) انجام شد. ماده‌ی مرکب تولید شده در شرایط بعد از حدیده‌کاری و بعد از

### مقدمه

علی‌رغم مزایای بسیاری که استفاده از آلیاژهای آلمینیم در کاربردهای مختلف دارد، مقاومت به سایش این آلیاژها بسیار اندک است. تقویت آلمینیم به وسیله‌ی ذرات سخت سرامیکی یکی از روش‌های افزایش سختی و مقاومت به سایش این آلیاژها در دهه‌های اخیر بوده است. امروزه، این مواد مرکب کاربردهای بسیاری در صنایع مختلف دارند. به عنوان مثال، مواد مرکب زمینه آلمینیم تقویت شده با ذرات سرامیکی کاربید سیلیسیم و یا آلمینیم، در ترمز خودرو (دیسک ترمز، لست ترمز و جداره‌ی پیستون) یا در هواپیما به کار می‌روند و عمل کرد سایشی نسبتاً خوبی همراه با افزایش سختی و کاهش وزن را به دنبال داشته‌اند [1-13]. با این حال، گزارش‌هایی نیز وجود دارند که عمل کرد سایشی این مواد مرکب را در مقایسه با خواص سایشی آلیاژهای آلمینیم، چندان مطلوب آمیز نشان نمی‌دهند، [4-7]، و حتی برخی از محققان، [8-11]، نشان داده‌اند که سرامیک‌های سخت به دلیل ماهیت ساینده‌ی خود، مقاومت به سایش را در این مواد مرکب کاهش می‌دهند. ترکیب‌های بین‌فلزی به عنوان گروه جدیدی از تقویت‌کننده‌ها در سال‌های اخیر مورد توجه بوده‌اند. از مهم‌ترین این تقویت‌کننده‌ها می‌توان به ترکیب‌های آلمینیایدی و سیلیسییدی اشاره کرد [12-2,3,8]. مطالعات اندکی در زمینه مقاومت به سایش مواد مرکب تقویت شده با این ذرات وجود دارد [3]. گزارش شده است که ترکیب‌های بین‌فلزی Ni<sub>3</sub>Al و NiAl همانند مقاومت به سایش آلیاژهای آلمینیم را افزایش می‌دهند [13,3]. از میان ترکیب‌های بین‌فلزی MoSi<sub>2</sub> به دلیل داشتن مدول کش‌سان بالا [3]، و شباهت بسیار زیاد خواص به SiC، [8]، می‌تواند جانشین مناسبی برای سرامیک‌ها باشد. افزون بر این، MoSi<sub>2</sub> ماده‌ای با مقاومت به حرارتی بسیار بالایی است [9]. بنابراین، پایداری حرارتی در دمای بالا یکی دیگر از مزیت‌های

مرکب، در مقاله‌ی قبلی نویسنده‌گان این مقاله آمده است [۱۴].

جدول ۱ نتایج سختی‌سنجی نمونه‌های ماده‌ی مرکب

		AA2124/vol%25MoSi <sub>2</sub>
(HB)		شرايط
۱۶۱		حدیده کاری شده
۱۹۶		عملیات حرارتی شده (T6)

جدول ۲ تغییرات کاهش وزن بر حسب مسافت لغزش در نمونه‌های ماده‌ی مرکب AA 2124/vol%25MoSi<sub>2</sub> به ازای نیروهای مختلف و در شرایط بعد از حدیده کاری و بعد از انجام عملیات حرارتی T6.

نیروی اعمالی ۶۰N	نیروی اعمالی ۴۰N	نیروی اعمالی ۲۰N	مسافت لغزش (m)	شرایط
۱/۴	۰/۸	۰/۵	۱۰۰	حدیده کاری شده
۲/۷	۱/۸	۱	۲۰۰	
۴	۲/۹	۱/۶	۳۰۰	
۵/۲	۴/۲	۲/۳	۴۰۰	
۷/۴	۵/۳	۳/۱	۵۰۰	
۷/۹	۷/۳	۳/۸	۶۰۰	
۹/۱	۷/۴	۴/۳	۷۰۰	
۱۰/۵	۸/۲	۴/۹	۸۰۰	
۱۱/۴	۹/۲	۵/۵	۹۰۰	
۱۲/۱	۱۰/۱	۶	۱۰۰۰	
۰/۵	۰/۵	۰/۳	۱۰۰	عملیات حرارتی شده (T6)
۱/۵	۱/۱	۰/۷	۲۰۰	
۲/۸	۱/۸	۱/۲	۳۰۰	
۳/۲	۲/۵	۱/۷	۴۰۰	
۴/۴	۳/۱	۲/۲	۵۰۰	
۷/۲	۴/۵	۲/۶	۶۰۰	
۷/۸	۵/۵	۳/۳	۷۰۰	
۹	۶/۴	۳/۹	۸۰۰	
۱۰/۴	۷/۱	۴/۶	۹۰۰	
۱۱/۱	۸/۲	۵/۳	۱۰۰۰	

در جدول (۲)، تغییرات کاهش وزن نمونه‌های ماده‌ی مرکب بر حسب مسافت لغزش نشان داده شده است. با بررسی داده‌های این جدول مشخص می‌شود که با افزایش مسافت لغزش و افزایش نیروی اعمالی، میزان کاهش وزن افزایش یافته است، اما پس از

عملیات حرارتی T6، تحت آزمون سایش قرار گرفت. آزمون‌های سایش با توجه به استاندارد (G99-ASTM 95) و به وسیله‌ی دستگاه سایش ترکیبی انجام شد.

در این تحقیق، آزمون سایش از نوع سوزن بر روی صفحه در شرایط خشک و در محیط هوا با دمای بین ۱۹ °C تا ۲۱ °C و رطوبت ۳۹ تا ۴۰ درصد انجام شد. برای انجام آزمون‌های سایش، نیروهای عمودی ۲۰، ۴۰ و ۶۰ نیوتون و سرعت لغزش ثابت ۱/۰ متر بر ثانیه انتخاب شدند. مسافت لغزش برای همه‌ی نمونه‌ها ۱۰۰۰ متر در نظر گرفته شد [۱۵]. نمونه‌ی صفحه‌ای که به عنوان سطح مقابل نمونه‌های ماده‌ی مرکب در آزمون‌های سایش استفاده شد، از جنس فولاد ابزار T4 با سختی ۶۵ راکول‌سی بود. نمونه‌های ماده‌ی مرکب به شکل سوزن‌هایی به قطر ۵ میلی‌متر و ارتفاع ۳۰ میلی‌متر تراش کاری شدند. قبل از انجام هر آزمون و برای هر ۱۰۰ متر مسافت لغزش طی شده، کاهش وزن بر نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. نمودار تغییرات کاهش وزن بر حسب مسافت لغزش برای نمونه‌ها رسم شد. تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش حین انجام آزمون اندازه‌گیری و ثبت شد. عامل ضریب سایش ابعادی نیز با استفاده از معادله‌ی آرکارد، [۳]، محاسبه شد:

$$\text{ضریب سایش ابعادی} = \left( \frac{mm}{N.Km} \right) = \frac{\text{(mm)}^3}{\frac{\text{(mm3)}}{\text{(Km)}} \times \text{(N)}} \quad (1)$$

به منظور تعیین سازوکار سایش، از ساییدگی نمونه‌های ماده‌ی مرکب با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی از نوع Philips XL30 تصویرهایی تهیه شد. افرون بر این، از روش آزمون EDS (Rontec) هم استفاده شد.

## نتایج و بحث

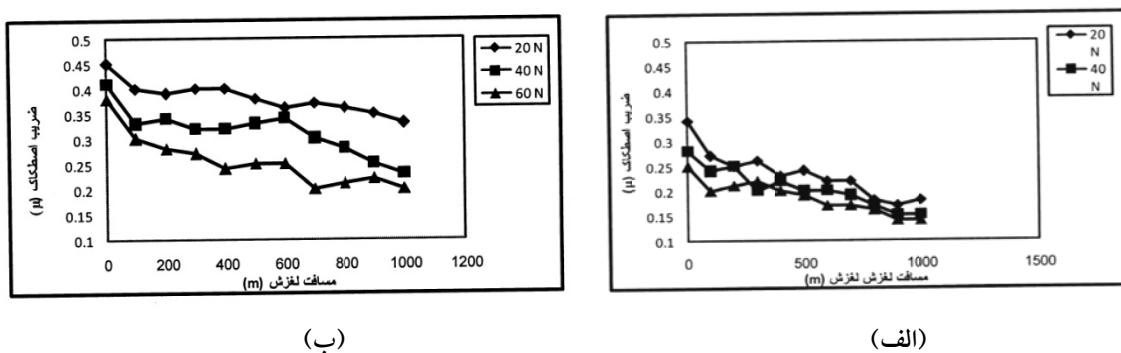
جدول (۱) نتایج سختی‌سنجی بر روی نمونه‌های ماده‌ی مرکب را نشان می‌دهد. افزایش سختی بعد از عملیات حرارتی، ناشی از رسوب فازهای ثانویه درون زمینه می‌باشد. تحلیل رفتار عملیات حرارتی این ماده‌ی

کوچک بودن سطح تماس و زمان کوتاه آزمون سایش، قادر به خروج از سطح نبوده و بنابراین، باعث نرم شدن زمینه‌ی آلیاژ شده است. نرم شدن زمینه‌ی آلیاژ در نیروی اعمالی بالاتر اتفاق افتاده است و به‌این ترتیب، تأثیر عملیات حرارتی که افزایش سختی زمینه است کاهش می‌یابد و تفاوت زیادی بین میزان کاهش وزن در دو حالت قبل و پس از عملیات حرارتی در نیروی اعمالی بالاتر مشاهده نمی‌شود.

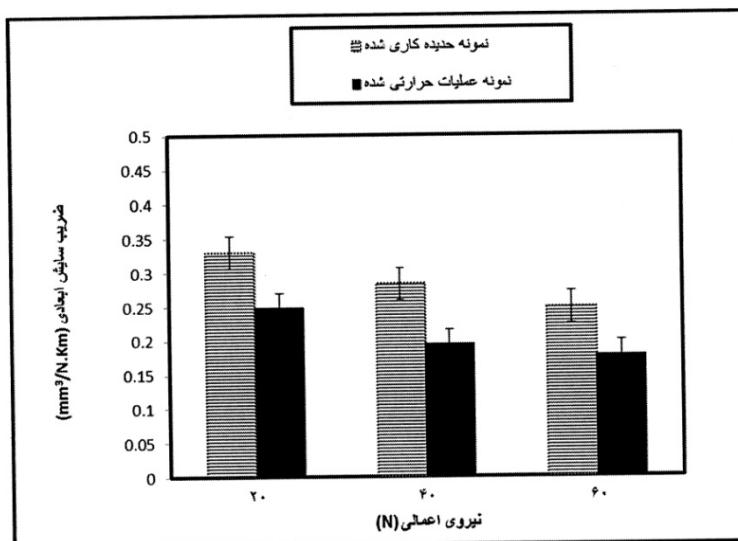
تغییرات ضرب اصطکاک نمونه‌های ماده‌ی مرکب بر حسب مسافت لغزش شکل (۱) نشان می‌دهد که با افزایش مسافت لغزش و نیروی اعمالی، ضرب اصطکاک کاهش یافته است. این روند را در تحقیقات سایرین، [۱۰, ۱۶, ۱۷] نیز می‌توان مشاهده کرد. علت این کاهش، بالا بودن ضرب اصطکاک در لحظه‌ی شروع حرکت است. در این حالت، چون دو جسم از حالت سکون شروع به حرکت می‌کنند، پیوندهای تشکیل شده میان دو سطح باید شکسته شوند تا حرکت شروع شود. بنابراین، اصطکاک ابتدا ناشی از چسبندگی میان سطوح زیاد است و نیاز به نیروی بیشتری برای غلبه بر آن است، ولی در ادامه‌ی حرکت، امکان چسبندگی سطوح کم‌تر می‌شود و ضرب اصطکاک (از نوع جنبشی) کاهش می‌یابد. با وجودی که در مسافت‌های لغزش اولیه، دما در سطح تماس افزایش چندانی نمی‌یابد، دما در ادامه‌ی فرایند لغزش در محل اتصال افزایش می‌یابد و محل اتصال دچار اکسایش بیشتری می‌شود. از آنجا که استحکام چسبندگی اکسید با صفحه کم است، این اکسید به سطح نمونه منتقل می‌شود [۱۵, ۱۶]. با توجه به اتصال ضعیف بین اکسید بر روی سطوح تماس، تنش برشی کم‌تر می‌شود، [۱۸ و ۱۹] و در نتیجه، نیروی اصطکاک و به طبع آن، ضرب اصطکاک کاهش یافته است. پس از عملیات حرارتی نیز مقدار ضرب اصطکاک کم‌تر است، زیرا سختی افزایش می‌یابد و بنابراین، نیروی اصطکاک و در نتیجه، ضرب اصطکاک کاهش یافته است.

عملیات حرارتی، این میزان کاهش وزن کاهش یافته است. روند کاهش وزن بر حسب مسافت لغزش در این تحقیق مشابه نتایج سایر محققان در این زمینه [۳, ۷]، می‌باشد.

در مراحل اولیه‌ی آزمون سایش، مساحت ناحیه‌ی واقعی تماس کم است، بنابراین، تنش به‌ازای نیروی ثابت زیاد می‌باشد. با این حال، با ساییده شدن سطح و افزایش سطح تماس (با وجود آنکه انتظار می‌رود با قرارگیری سطح بزرگ‌تری از نمونه در معرض ساییدگی، میزان کاهش وزن بیشتر باشد)، به‌علت اینکه در نیروی ثابت با افزایش سطح تماس تنش کاهش می‌یابد، میزان کاهش وزن تغییر چندانی نمی‌کند و حتی در برخی از موارد کم‌تر هم شده است (جدول ۲). افزون بر این، در نقطه‌های تماس به‌خصوص پس از طی مسافت لغزشی مشخص با افزایش دما، احتمال تشکیل لایه‌های اکسیدی نیز وجود دارد و این لایه‌ها می‌توانند روان‌کار خشک عمل کرده و به کاهش سایش کمک کنند [۳]. با افزایش نیروی عمودی، میزان کاهش وزن نمونه‌های ماده‌ی مرکب افزایش می‌یابد، زیرا با افزایش نیرو به‌دلیل افزایش بیشتر دما، احتمال تشکیل لایه‌ی انتقالی از اکسید بیشتر می‌شود، اما در این حالت تنش موضعی افزایش می‌یابد و احتمال اینکه بخشی از لایه‌ی انتقالی با ترک‌خوردگی کنده شود، بیشتر می‌شود [۱۶]. میزان کاهش وزن پس از عملیات حرارتی کم‌تر است جدول (۲) و دلیل آن سختی بالاتر نمونه‌ی عملیات حرارتی شده می‌باشد. این نتیجه با نتیجه‌ی کار سایر محققان، [۱۵, ۱۷] هم خوانی دارد. با توجه به نتایج ارائه شده در جدول (۲)، در نیروهای اعمالی ۲۰ و ۴۰ نیوتن و پس از عملیات حرارتی T6، میزان کاهش وزن به‌ترتیب ۱۲ و ۱۸ درصد کاهش یافته است، ولی در نیروی بالاتر (۶۰ نیوتن) کاهش وزن پس از عملیات حرارتی ۸ درصد بوده است. به‌نظر می‌رسد که در نیروهای اعمالی بالاتر، تغییر شکل مومنان شدیدتر در ناحیه‌ی سطح و زیر سطح سایش باعث افزایش دما در فرایند سایش لغزشی خشک شده باشد. حرارت ایجاد شده به‌علت



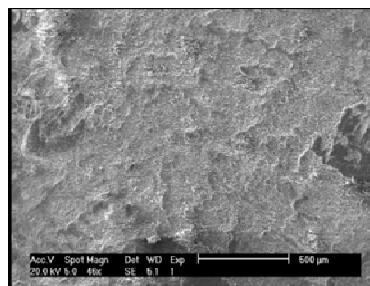
شکل ۱ تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش در نمونه‌ی ماده‌ی مرکب AA2124/vol%25MoSi<sub>2</sub>:  
الف) پس از اکستروژن و ب) پس از عملیات حرارتی T6.



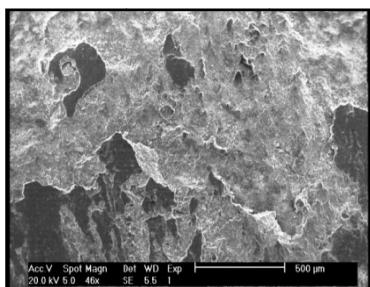
شکل ۲ تغییرات ضریب سایش ابعادی بر حسب نیروی اعمالی در نمونه‌های ماده‌ی مرکب AA 25MoSi<sub>2</sub> پس از حدیده کاری و پس از عملیات حرارتی T6.

نواحی روشن در تصویرها حاوی ۱۳ درصد وزنی عنصر اکسیژن می‌باشند. با توجه به این‌که آلومینیم و آلیاژهای آن به سرعت با اکسیژن واکنش می‌دهند و لایه‌ی اکسیدی نازک و بی‌رنگی تشکیل می‌دهند که با سطح آلومینیم یا آلیاژ آن پیوند محکمی ایجاد می‌کند، [۲۰]، نواحی روشن همان لایه‌های اکسید آلومینیم هستند. جابجایی دائمی و شکل‌گیری لایه‌های جدید اکسیدی بر روی سطح تماس، شکلی از سایش است که به سایش نوع اکسیدی معروف است [۲۱]. این لایه‌ی کسیدی حین لغزش می‌تواند از سطح سوزن کنده شده و مجددًا تشکیل شود. با افزایش نیرو، تنش

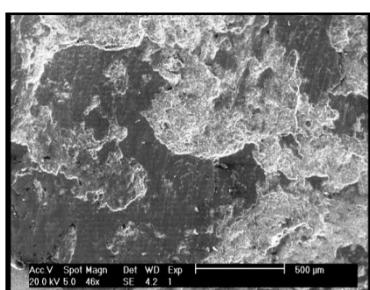
تغییرات ضریب سایش بر حسب مسافت لغزش بسیار ناچیز است و روند خاصی را دنبال نمی‌کند. بنابراین، تنها مقدار میانگین ضریب سایش برای هر نمونه‌ی ماده‌ی مرکب در نیروهای مختلف محاسبه شده است (شکل ۲). با افزایش نیروی اعمالی، هر چند که میزان کاهش حجم افزایش می‌یابد، تأثیر عامل نیروی اعمالی در معادله‌ی آرکارد بیشتر است. مشاهده‌ی سطح سایش در نمونه‌های ماده‌ی مرکب شکل (۳) نشان می‌دهد که سطح سایش از نواحی روشن و تیره تشکیل شده است. نتیجه‌ی آزمون EDS از این سطوح در شکل (۴) نشان می‌دهد که



(ب)



(پ)

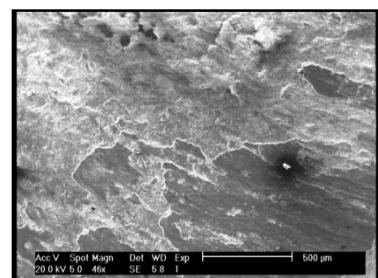


(ت)

شکل ۳ تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطوح سایش در نمونه‌های ماده‌ی مرکب AA2124/vol%25MoSi<sub>2</sub> در نیروهای مختلف؛ (الف) ۴۰ نیوتن پس از حدیده‌کاری، (ب) ۶۰ نیوتن پس از حدیده‌کاری، (پ) ۴۰ نیوتن پس از عملیات حرارتی T6 و (ت) ۶۰ نیوتن پس از عملیات حرارتی T6.

ممکن است که ذرات سایشی تحت تأثیر نیروی اعمالی دوباره در سطح فرو رفته و مقاومت به سایش را بهبود ببخشدند. این روند توسط واکر و همکارانش، [3]، نیز گزارش شده است. دلیل روند کند سایش در نمونه‌ها پس از طی مسافت لغزش مشخص، احتمالاً فرورفتن دوباره ذرات سایشی حاوی ذرات تقویت کننده به سطح نمونه می‌باشد. این ذرات سخت با

هم زیاد شده است و احتمال چسبندگی سطوح بیشتر و ناحیه‌ی تماس نمونه با صفحه افزایش یافته است. به دنبال آن، بخش بزرگ‌تری از نمونه به صفحه چسبیده است و گودال‌های عمیق‌تری بر روی سطح ایجاد شده‌اند (نواحی تیره در شکل‌های (۳و۴)). با توجه به روند جدا شدن ذرات تقویت کننده در مواد مركب، با افزایش نیرو احتمال جدا شدن تعدادی از ذرات تقویت کننده از سطح سایش بیشتر می‌شود و به همین دلیل، میزان ذرات تقویت کننده بین ذرات سایشی و بر روی صفحه بیشتر می‌شود. این نتیجه مشابه نتیجه‌ی گزارش شده توسط سایر محققان، [18]، است. شاید بتوان گفت که ذرات تقویت کننده‌ی جدا شده در ایجاد شیارهای بیشتر و عمیق‌تر بر روی سطح دخالت داشته‌اند و این منجر به وقوع مقدار جزئی سایش ساینده نیز شده است. با افزایش نیرو، احتمال جدا شدن بخش‌های بزرگ‌تری از ذرات تقویت کننده شده است و ترک‌ها به سرعت در زمینه پیشرفت کرده‌اند. این ترک‌ها در نقاط مختلف سطح به هم پیوسته‌اند و سرانجام، بخش بزرگ‌تری از سطح نمونه کند شده است و گودال عمیق‌تری ایجاد شده است. روند مشابه‌ای در تحقیقات دیاز و همکارانش، [18]، مشاهده شده است. در صورت مخلوط شدن بخش‌های جدا شده با ذرات سایشی، اندازه و مقدار ذرات سایشی جمع آوری شده افزایش یافته است. این نتیجه در تحقیقات سایرین، [7,18]، نیز مشاهده شده است.

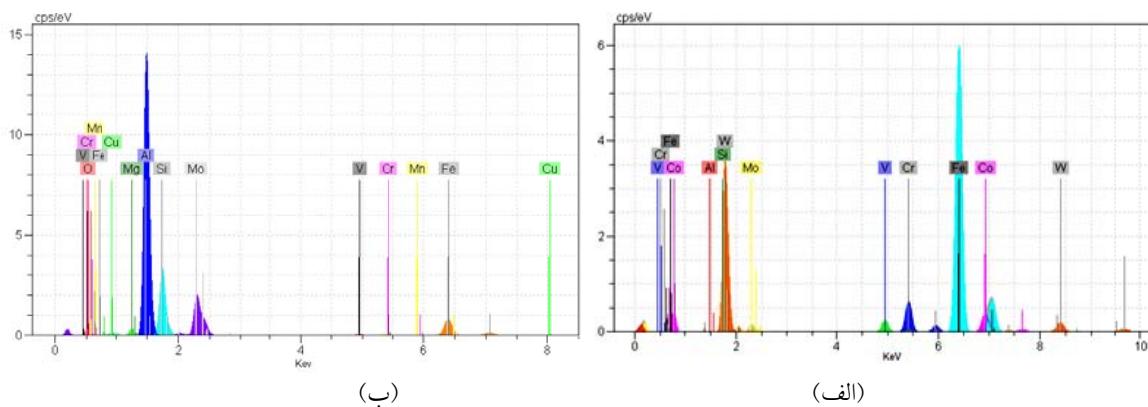
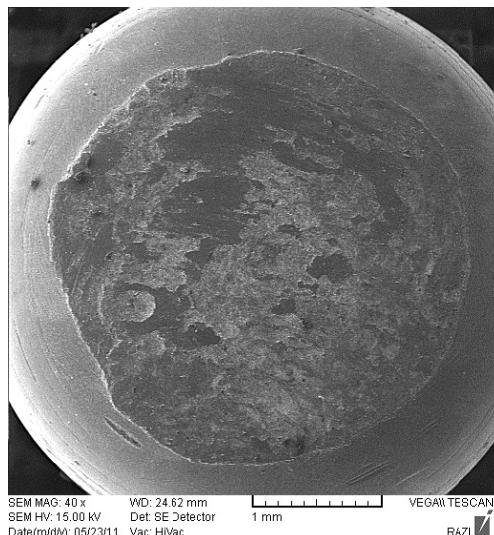


(الف)

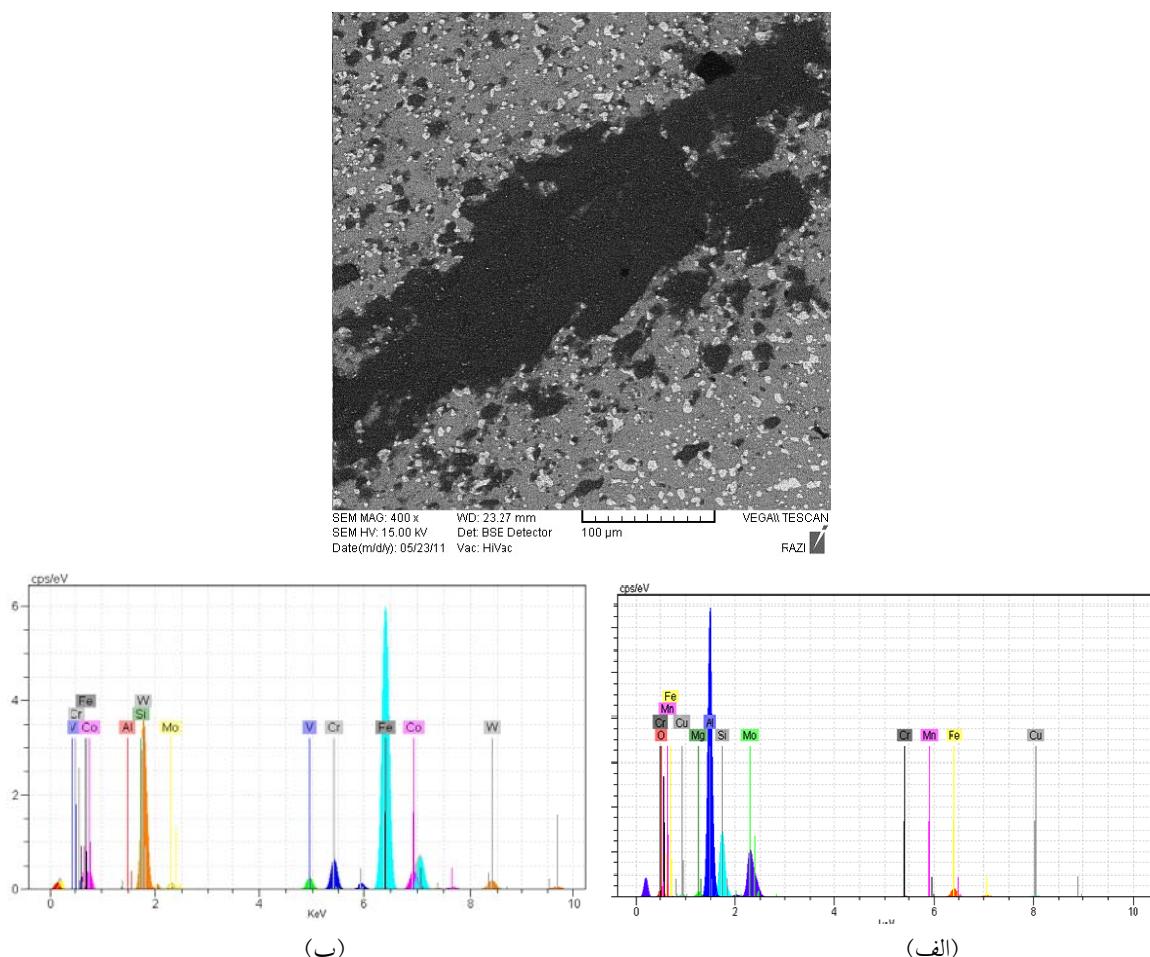
سطح مقابل فولادی و نواحی تیره مربوط به سطح ماده‌ی مرکب است که حاوی ۱۲ درصد وزنی مولیبدن، ۱۱ درصد وزنی سیلیسیم و ۴۰ درصد وزنی آلومینیم می‌باشد. نتیجه‌ی آزمون EDS از سطح سوزن‌های ماده‌ی مرکب (شکل ۴) نشان می‌دهد که سطح آن‌ها پس از سایش در یک نقطه حاوی ۸ درصد وزنی عنصر آهن می‌باشد. با توجه به این‌که ذراتی از هر یک از سطوح کنده شده‌اند و به صورت دائم و یا موقت به سطح دیگر منتقل شده‌اند، سازوکار سایش از نوع سایش چسبنده بوده است.

فرورفتمن در سطح نمونه‌های ماده‌ی مرکب، باعث افزایش کسر حجمی تقویت کننده در سطح و در نتیجه، افزایش سختی سطح شده‌اند. به‌این ترتیب، مقاومت به سایش را بهبود بخشیده‌اند.

بررسی سطح صفحه‌ی استفاده شده برای سایش نمونه‌های ماده‌ی مرکب پس از طی مسافت لغزش ۱۰۰۰ متر با میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد که قسمتی از سطح صفحه که در تماس با سوزن از جنس ماده‌ی مرکب قرار گرفته است، از نواحی روشن و تیره پوشیده شده است (شکل ۵). نتیجه‌ی آزمون EDS از سطح صفحه نشان می‌دهد که نواحی روشن مربوط به



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نتایج آزمون EDS از ناحیه‌ی تیره (الف) و ناحیه‌ی روشن سطح سایش نمونه‌ی ماده‌ی مرکب AA 2124/vol%25MoSi<sub>2</sub> (ب).



شکل ۵. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نتایج آزمون EDS از سطح سایش صفحه مربوز به ناحیه‌ی تیره (الف) و ناحیه‌ی روشن (ب).

- ماده‌ی مرکب به میزان ۲۵ درصد شده است.
- با افزایش نیروی اعمالی به میزان سه برابر و به دلیل افزایش تنفس، میزان کاهش وزن نمونه‌ها تا دو برابر افزایش یافت.
- وجود عناصر موجود در ساختار ماده‌ی مرکب بر روی سطح صفحه ۱۲ درصد وزنی مولیبدن، ۱۱ درصد وزنی سیلیسیم و ۴۰ درصد وزنی آلومینیم در یک نقطه از سطح صفحه) و ۸ درصد وزنی آهن بر روی یک نقطه از سطح سوزن از نوع ماده‌ی مرکب نشان داد که سازوکار سایش از نوع چسبنده بوده است. با این حال، سازوکارهای سایش اکسیدی و ساینده نیز به مقدار جزئی مشاهده شدند.

### نتیجه‌گیری

- در این تحقیق، مقاومت به سایش لغزشی خشک ماده‌ی مرکب AA2124/vol%25MoSi<sub>2</sub> تولید شده به روش متالورژی پودر قبل و پس از عملیات حرارتی T6 مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر به دست آمد:
- عملیات حرارتی T6 باعث افزایش سختی ماده‌ی مرکب با سازوکار رسوب سختی شد.
- آزمون سایش به روش سوزن روی صفحه با تحلیل متغیرهای مختلف سایشی از قبیل کاهش حجم، ضریب اصطکاک، شکل بُراشه‌ها و سطح صفحه انجام شد. نتایج سایش نشان دادند که انجام عملیات حرارتی باعث بهبود مقاومت به سایش

## مراجع

1. Muratoglu, M. and Aksoy, M., "Abrasive wear of 2124 Al-SiC composites in the temperature range 20-200 °C", Materials Processing Technology, Vol. 174, pp. 272-276, (2006).
2. Torralba, J. M., Velasco, F., Costa, C. E., Vergara, I. and Caceres, D., "Mechanical behaviour of the interphase between matrix and reinforcement of Al 2014 matrix composites reinforced with (Ni<sub>3</sub>Al)<sub>p</sub>", Composites, Part A: applied science and manufacturing, Vol. 33 pp. 427-434, (2002).
3. Walker, J. C., Rainforth, W. M. and Jones, H., "Lubricated sliding wear behaviour of aluminium alloy composites", Wear, Vol. 259 pp. 577-589, (2005).
4. Alpas, T. and Zhang, J., "Effect of microstructure (particulate size and volume fraction) and counter face material on the sliding wear resistance of particulate-reinforced Aluminum matrix composites", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25, pp. 969-983, (1994) .
5. Chen, R., Iwabuchi, A., Shimizu, T., Shin, H. S. and Mifune, H., "The sliding wear resistance behavior of NiAI and SiC particles reinforced aluminum alloy matrix composites", Wear, Vol. 213, pp. 175-184, (1997).
6. Alpas, A. T. and Embury, J. D., "Sliding and abrasive wear behavior of an aluminum (2014)-SiC particle reinforced composite" Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 24, pp. 931-935, (1990) .
7. Wang, Y., Rainforth, W.M., Jones, H. and Lieblich, M., "Dry wear behaviour and its relation to microstructure of nivel 6092 aluminium alloy Ni<sub>3</sub>Al powder metallurgy composite", Wear, Vol. 25, pp. 1421-1432, (2001).
8. Torres, B., Lieblich, M., Ibanez, J. and Garcia-Escorial, A., "Mechanical properties of some PM aluminid and silicide rienforced 2124 aluminium matrix composites", Scripta materialia, Vol. 47 , pp. 45-49, (2002).
9. Torres, B., Lieblich, M., "Room and high temperature tensile behavior of a P/M 2124/MoSi<sub>2</sub> composite at different heat treatment conditions", J MATER SCI, Vol. 41, pp. 3493–3500, (2006).
10. Corrochano, J., Lieblich M. and Ibez, J., "On the role of matrix grain size and particulate reinforcement on the hardness of powder metallurgy Al-Mg-Si/MoSi<sub>2</sub> composites" Composites Science and Technology, Vol. 69 pp. 1818–1824, (2009).
11. Pour, H. A., Lieblich, M., Shabestari, S. G. and Salehi, M.T. , " Influence of pre-oxidation of NiAl intermetallic particles on thermal stability of Al/NiAlp composites at 500°C", Scripta Materialia, Vol. 53pp. 977–982, , (2005).
12. Pour, H. A., Lieblich, M., Lopez, A. J., Rams, J., Salehi, M. T. and Shabestari, S. G., "Assessment of tensile behaviour of an Al-Mg alloy composite reinforced with NiAl and oxidized NiAl powder particles helped by nanoindentation", Science and Manufacturing, Vol. 38, pp. 2536-2540, (2007).
13. Min, Z., Gaohui, W., Longtao, J. and Zuoyong, D., "Friction and wear properties of TiB<sub>2</sub>P/Al composite", Composites: Part A, Vol. 37, pp. 1916–1921, (2006).

۱۴. ف. پیاده، و عبدالله پور، ح، "ساخت و بررسی تأثیر عملیات حرارتی پیرسختی بر کامپوزیت ذرهای AA2124/25vol%MoSi<sub>2</sub>"، دهمین همایش ملی - دانشجویی مهندسی مواد و متالورژی، (۱۳۹۰).
15. Lashgari, H. R., Zangeneh, Sh., Shahmir, H., Saghafi, M. and Emamy, M., "Heat treatment effect on the microstructure, tensile properties and dry sliding wear behavior of A356-10%B4C cast composites ", Materials and Design, Vol. 31, pp. 4414–4422, (2010).
16. Tyagi, R., "Synthesis and tribological characterization of in situ cast Al-TiC composites", Wear, Vol. 259, pp. 569–576, (2005).
17. Sameezadeh, M., Emamy M. and Farhangi, H., "Effects of particulate reinforcement and heat treatment on the hardness and wear properties of AA 2024-MoSi<sub>2</sub> nanocomposites", Materials and Design, Vol. 32, pp. 2157-2164, (2011).
18. Uyyuru, R. K, Surappa, M. K. and Brusethaug, S., "Effect of reinforcement volume fraction and size distribution on the tribological behavior of Al-composite/brake pad tribo-couple", Wear, Vol. 260, pp. 1248–1255, (2006).
19. Diaz, C., Gonzalez, J. L., Carrasco, J. L., Caruana, G. and Lieblich, M., "Ni<sub>3</sub>Al intermetallic particles as wear resistant reinforcement for Al-base composites processed by powder metallurgy", Metallurgical and materials transactions A, Vol. 27, pp. 3259-3266, (1996).
20. Keicher, D. M., Romero, J. A., Atwood, C. L., Griffith, M. L., Harwell, F. P., Greene, D. L. and Smugresky, J. E., "free form fabrication using the laser engineered net shaping LENS process", world congress on powder metallurgy and particulate materials, metal powder industries federation, Washington, (1996).
۲۱. رستگار مقدم، م، ح، "فرسایش مواد و کنترل آن توسط مهندسی سطح"، موسسه چاپ و انتشارات دانشگاه امام حسین (ع)، (۱۳۸۴)

## بررسی رفتار سیلان فولاد میکروآلیاژی Nb-V-Ti در آزمون فشار داغ\*

(یادداشت پژوهشی)

محسن نصیریان<sup>(۱)</sup>بهمن میرزاخانی<sup>(۲)</sup>مصطفی متصوری نژاد<sup>(۳)</sup>**چکیده**

رفتار سیلان فولاد به تحولات ریزساختاری در آن حین تغییر شکل داغ که به طور پیوسته تغییر می‌کند، بستگی زیادی دارد. در حین تغییر شکل داغ، دو پدیده‌ی مهم متالورژیکی، بازیابی و تبلور مجدد، در کنار متغیرهای ترکیب شیمیایی و عوامل ترمومکانیکی شامل کرنش، نرخ کرنش و دما، تنش سیلان فولاد را تحت تأثیر خود قرار می‌دهند. افزون بر این، ریزساختار و خواص نهایی فولاد به میزان زیادی به وقوع این دو پدیده‌ی متالورژیکی وابسته‌اند. هدف از انجام این تحقیق، بررسی رفتار نرم شدن یک فولاد ریزآلیاژی Nb-V-Ti و رفتار سیلان داغ آن در آزمون فشار داغ می‌باشد. برای این منظور، تأثیر متغیرهای فرایند بر تنش سیلان و موقعیت تبلور مجدد دینامیکی در آزمون فشار داغ مورد بررسی و مطالعه قرار گرفت و مدل‌های موجود برای بیان تنش سیلان داغ ارائه شدند.

**واژه‌های کلیدی** تنش سیلان، تبلور مجدد دینامیکی، فولاد ریزآلیاژی

## A Study of the Flow Behaviour of a Nb-V-Ti Microalloyed Steel during Hot Compression Test

M. Nasirian

B. Mirzakhani

M. Mansourinejad

**Abstract**

The flow stress of steel depends significantly on microstructural changes taken place during hot deformation processes. In hot deformation processes, the flow stress of steel is influenced by two main metallurgical phenomena, i.e. recovery and recrystallization, along with its chemical composition and thermo-mechanical parameters. The final mechanical properties of steel are also determined by microstructural evolution during hot deformation process. In this paper, dynamic softening and flow behaviour of a Nb-V-Ti microalloyed steel during hot deformation process was investigated. The effects of temperature, strain and strain rate on hot flow stress of this steel and onset of dynamic recrystallization were studied during hot compressive loading. In addition, the semi-empirical models of dynamic recovery and recrystallization were developed for the investigated steel.

**Keywords** Flow stress, Dynamic recrystallization, Microalloyed steel

---

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۵/۳۱ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۹/۲۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) کارشناس، پاپلیکیشن جوان، دانشگاه آزاد اسلامی واحد دزفول.

(۲) نویسنده مسئول، استادیار، دانشگاه اراک، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد و متالورژی.

(۳) مریمی، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد دزفول.

### کترل بافت فولاد خواهد شد.

امروزه برای اغلب مواد با استفاده از روش‌های تغییر شکل مانند کشش، فشار و پیچش داغ، تنش سیلان برای دامنه‌ی گسترده‌ای از کرنش‌های اعمالی، نرخ‌های کرنش و دمایا به دست می‌آید. استفاده از این روش‌های تغییر شکل در کنار مدل‌سازی، راه نسبتاً ارزانی برای تحلیل رفتار سیلان فلز در فرایند شکل‌دهی در سالهای اخیر بوده‌اند [12-3]. لی و همکاران، [9]، یک مدل تحلیلی را برای محاسبه‌ی کرنش مؤثر میانگین در مراحل مختلف نورد مقاطع به صورت هم‌دما و غیر هم‌دما ارائه کردند. آن‌ها هم‌چنین، تأثیر کرنش باقی‌مانده در سیستمک نرم شدن و تبلور مجدد جزئی را در مراحل مختلف در نظر گرفته‌اند. کاگلر، [10]، از روش ریاضی برای بررسی تنش سیلان و تبلور مجدد دینامیکی و تغییر اندازه‌ی دانه‌ی آستینیت حین تغییر شکل داغ فولاد استفاده کرده است. پنديت و همکاران، [11]، به کمک آزمون رهایی تنش و میکروسکوپ الکترونی عبوری، پدیده‌های نرم شدن استاتیکی و رسوب‌گذاری در اثر القای کرنش را در دو نوع فولاد ریزآلیاژی Nb-V و Ti-V بررسی کرده‌اند. زنگ و همکاران، [12]، برای پیش‌بینی رفتار تبلور مجدد آستینیت در نورد چند مرحله‌ای تسممی فولادی، از مدل‌های پایه فیزیکی استفاده کردند. در این مقاله، با استفاده از آزمون فشار داغ تأثیر تحولات ریزساختاری حین تغییر شکل داغ بر تنش سیلان یک فولاد ریزآلیاژی Nb-V-Ti مطالعه شده است. افزون بر این، مدل‌های ریزساختاری برای تقریب تنش سیلان داغ برای این فولاد ارائه خواهد شد.

### مواد و روش آزمایش

در تحقیق حاضر، فولاد ریزآلیاژی Ti-Nb-V-Ti برای مطالعه و بررسی انتخاب شد. ترکیب شیمیایی این فولاد در جدول (۱) آورده شده است. این فولاد مطابق با استاندارد API (American Petroleum Institute)،

### مقدمه

فرایند ترمومکانیکی به طور وسیعی در سراسر جهان برای تولید فولادهای ریزآلیاژی (microalloyed) به کار می‌رود. با کترول شرایط تغییر شکل داغ و سرد کردن پس از آن در این فرایند، ریزساختار و خواص مورد نظر به دست می‌آیند. هدف اصلی از انجام عملیات ترمومکانیکی روی فولادهای ریزآلیاژی، اصلاح ساختار دانه به منظور رسیدن به ترکیب بهینه‌ای از استحکام و چقرمگی می‌باشد [1].

در فرایندهای تغییر شکل داغ، به علت تغییر تنش سیلان ماده در نتیجه‌ی وقوع تحولات ریزساختاری، رفتار تغییر شکل از پدیده‌های متالورژیکی تأثیر می‌پذیرد. در فرایند تولید فولادهای ریزآلیاژی، فولاد پس از پیش‌گرمایش تحت تغییر شکل مومسان قرار می‌گیرد. تغییر شکل مومسان نقش مهمی در تغییر و اصلاح ریزساختار فولاد دارد. تغییر شکل معمولاً در فاز آستینیت انجام می‌شود و سبب کارسخت شدن فولاد در نتیجه‌ی افزایش عیوب‌های بلوری از جمله نابجایی‌ها، می‌شود. با این سازوکار، انرژی درونی ماده افزایش می‌یابد. هم‌زمان با کارسخت شدن فولاد حین تغییر شکل مومسان در دمای‌های بالا، فرایندهای نرم شدن (softening) که شامل بازیابی و تبلور مجدد است، فعال می‌شوند و موجب کاهش انرژی درونی آستینیت می‌شوند. اگر بازیابی و تبلور مجدد حین تغییر شکل انجام شوند، به آن‌ها بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی و در صورتی که پس از پایان تغییر شکل انجام شوند، به آن‌ها بازیابی و تبلور مجدد استاتیکی گفته می‌شود [2]. رقابت میان دو پدیده‌ی کارسختی و کارنرمی در نتیجه‌ی بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی، میزان تنش سیلان ماده را حین تغییر شکل مومسان داغ تعیین می‌کند. فرایندهای نرم شدن دینامیکی از نقطه نظر صنعتی اهمیت زیادی دارند، زیرا تنش سیلان را کاهش می‌دهند و تغییر شکل را آسان می‌سازند. افزون بر این، کترول آن‌ها منجر به اصلاح مؤثر اندازه‌ی دانه‌ها و در نهایت، افزایش هم‌زمان استحکام و چقرمگی و

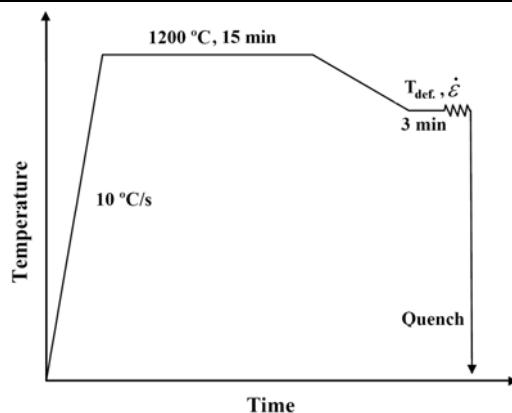
آزمون فشار داغ با استفاده از دستگاه شبیه‌ساز ترمومکانیکی 1500 Gleeble انجام شد. در این دستگاه، نمونه‌ها به روش مقاومتی فرکانس پایین داغ می‌شوند و کنترل دما به وسیله‌ی سیم ترموکوپل نوع K که به نمونه جوش داده می‌شود، انجام می‌گیرد. افزون بر این، با دمتش گاز آرگون در طول انجام آزمایش از اکسایش نمونه‌ها جلوگیری شد.

در آزمون فشار داغ مطابق با شکل (۱)، ابتدا نمونه‌ها در دمای  $0^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱۵ دقیقه پیش گرم شدند. پس از پیش گرم شدن، نمونه‌ها با سرعت  $1^{\circ}\text{C/sec}$  تا دمای تغییر شکل مورد نظر سرد شدند و در این دما برای یکنواختی دما، به مدت ۳ دقیقه نگه داشته شدند. سپس، تا میزان کرنش حقیقی  $0.8\%$  با سرعت‌های مختلف فشرده شدند و در نهایت، با پاشش سریع آب تا دمای محیط سریع سرد شدند. نمونه‌ها در دماهای  $0^{\circ}\text{C}$ ,  $900^{\circ}\text{C}$ ,  $950^{\circ}\text{C}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $1050^{\circ}\text{C}$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$  و  $1150^{\circ}\text{C}$  و با میانگین نرخ‌های کرنش  $3\text{s}^{-1}$ ,  $0.001\text{s}^{-1}$ ,  $0.01\text{s}^{-1}$  و  $0.1\text{s}^{-1}$  تغییر شکل داده شدند. در پایان، نمودارهای تنش-کرنش در شرایط مختلف ترسیم و ارزیابی شدند.

فولاد ریزآلیاژی کلاس X70 می‌باشد که در ساخت لوله‌های قطرهای نفت و گاز به کار می‌رود. مطالعه‌ی نرم شدن فاز آستینیت در فولاد حین انجام عملیات ترمومکانیکی و تأثیر عناصر ریزآلیاژی بر این پدیده، در طراحی فرایندهای نورد و آهنگری کنترل شده برای فولادهای ریزآلیاژی نقش مهمی دارد. امروزه در مراکز تحقیقاتی جهان، از آزمون‌های پیچش و فشار داغ به عنوان فرایندهای مشابه نورد و آهنگری کنترل شده برای بررسی متغیرهای مختلف عملیات ترمومکانیکی بهره گرفته می‌شود. در پژوهش حاضر، پدیده‌های نرم شدن دینامیکی فولاد و تأثیر آن‌ها بر تشنج سیلان با استفاده از آزمون فشار داغ بررسی شده‌اند. برای این منظور، نمونه‌های استوانه‌ای شکل به قطر  $10$  و ارتفاع  $12$  میلی‌متر از صفحه‌ی فولادی و در جهت نورد تهییه شدند. در منابع مرتبط، نسبت ارتفاع به قطر نمونه‌های فشار بین  $1/2$  تا  $1/5$  گزارش شده است [13]. این نسبت در تحقیق حاضر برابر با  $1/2$  در نظر گرفته شد. کوچک بودن اندازه‌ی نمونه‌ها سبب می‌شود تا شبیب دمایی ناچیزی در نمونه‌ها ایجاد شود. خمیری از نیکل و گرافیت به عنوان روان‌کار برای جلوگیری از بشکه‌ای شدن نمونه‌ها به کار برده شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در تحقیق حاضر بر حسب درصد وزنی (wt.%)

C	Si	Mn	S	P	Nb	V	Ti	Al	N	Fe
۰/۰۹	۰/۳۲	۱/۶۳	۰/۰۰۳	۰/۰۰۹	۰/۰۴	۰/۰۵	۰/۰۱	۰/۰۳	۰/۰۰۲	بقیه



شکل ۱ فرایند ترمومکانیکی انجام شده در آزمون فشار داغ.

کارسختی را نشان می‌دهند. از نقطه نظر ریزساختاری، نمودار سیلان داغ با وقوع تبلور مجدد دینامیکی را می‌توان به سه مرحله یا ناحیه‌ی متواالی تقسیم‌بندی کرد. در مرحله‌ی اول و یا در کرنش‌های نسبتاً کم، کارسختی و بازیابی دینامیکی رخ می‌دهند. مشخصه‌ی این مرحله افزایش چگالی نابجایی‌ها، کشیده شدن دانه‌ها، تشکیل ساختار دانه‌بندی پهن شده (pancake) و دانه‌های فرعی درون دانه‌های تغییر شکل یافته می‌باشد. در کرنش‌های زیاد، نمودار تنش - کرنش روندی پایدار به خود می‌گیرد و ریزساختار نهایی به‌شکل دانه‌های هم محور تبدیل می‌شود. در این ناحیه، بین کارسختی دانه‌های تبلور مجدد یافته و رشد دانه‌های جدید عاری از کرنش، توازن وجود دارد. بین این دو ناحیه، یک ناحیه‌ی میانی و گذار وجود دارد که با کاهش تنش همراه است و بیان‌گر وقوع فرایند تبلور مجدد دینامیکی می‌باشد [2].

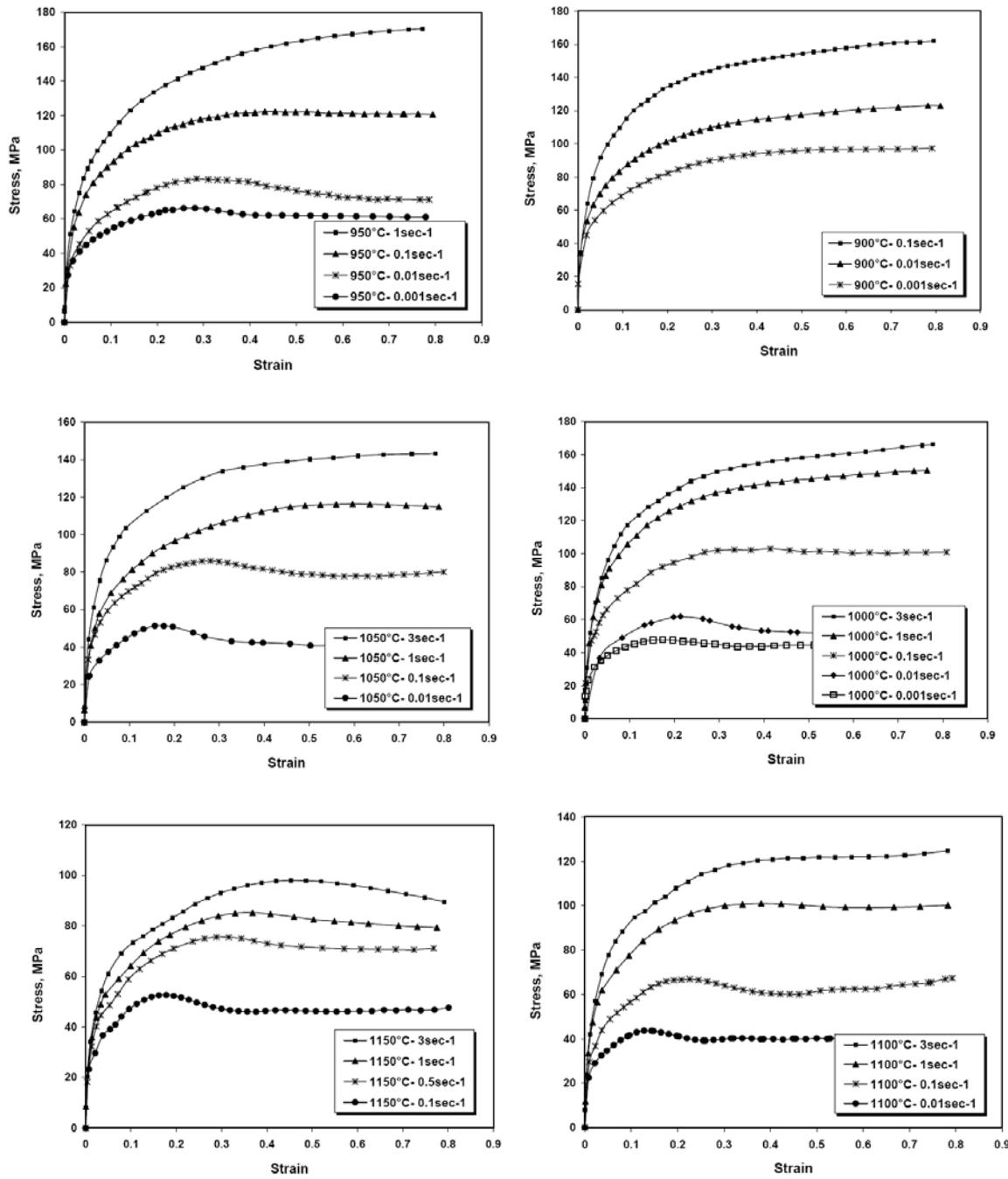
همان‌گونه که در شکل (۲) مشاهده می‌شود، تنش سیلان در یک دما و کرنش معین با افزایش سرعت تغییر شکل بالا می‌رود. برخلاف تأثیر دما، نرخ‌های کرنش بالا سبب می‌شود تا فرایند تبلور مجدد دینامیکی در کرنش‌های بیشتری به‌وقوع بپیوندد. تأثیر نرخ کرنش بر تنش سیلان به افزایش نرخ کارسختی ماده در تغییر شکل‌های سریع و نیز، کاهش زمان برای وقوع تبلور مجدد مربوط می‌شود. در نمودارهای شکل (۳)، تأثیر دما بر تغییر شکل بر رفتار سیلان ماده قابل بررسی است. همان‌طور که انتظار می‌رود، تنش سیلان در یک کرنش و نرخ کرنش مشخص، با افزایش دما کاهش می‌یابد. افزون بر این، کاهش دما پدیده‌ی تبلور مجدد دینامیکی را به تأخیر می‌اندازد و ملاحظه می‌شود که با کاهش دما، قله‌ی نمودار در کرنش‌های بیشتری ظاهر می‌شود. تأثیر دما بر تنش سیلان با این واقعیت که دو سازوکار ترمیم، یعنی بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی، که هر دو پدیده‌های متأثر از دما هستند، قابل تفسیر است. با افزایش دما، نرخ تشکیل دانه‌های فرعی در نتیجه‌ی بازچینی نابجایی‌ها (بازیابی)

## نتایج و بحث

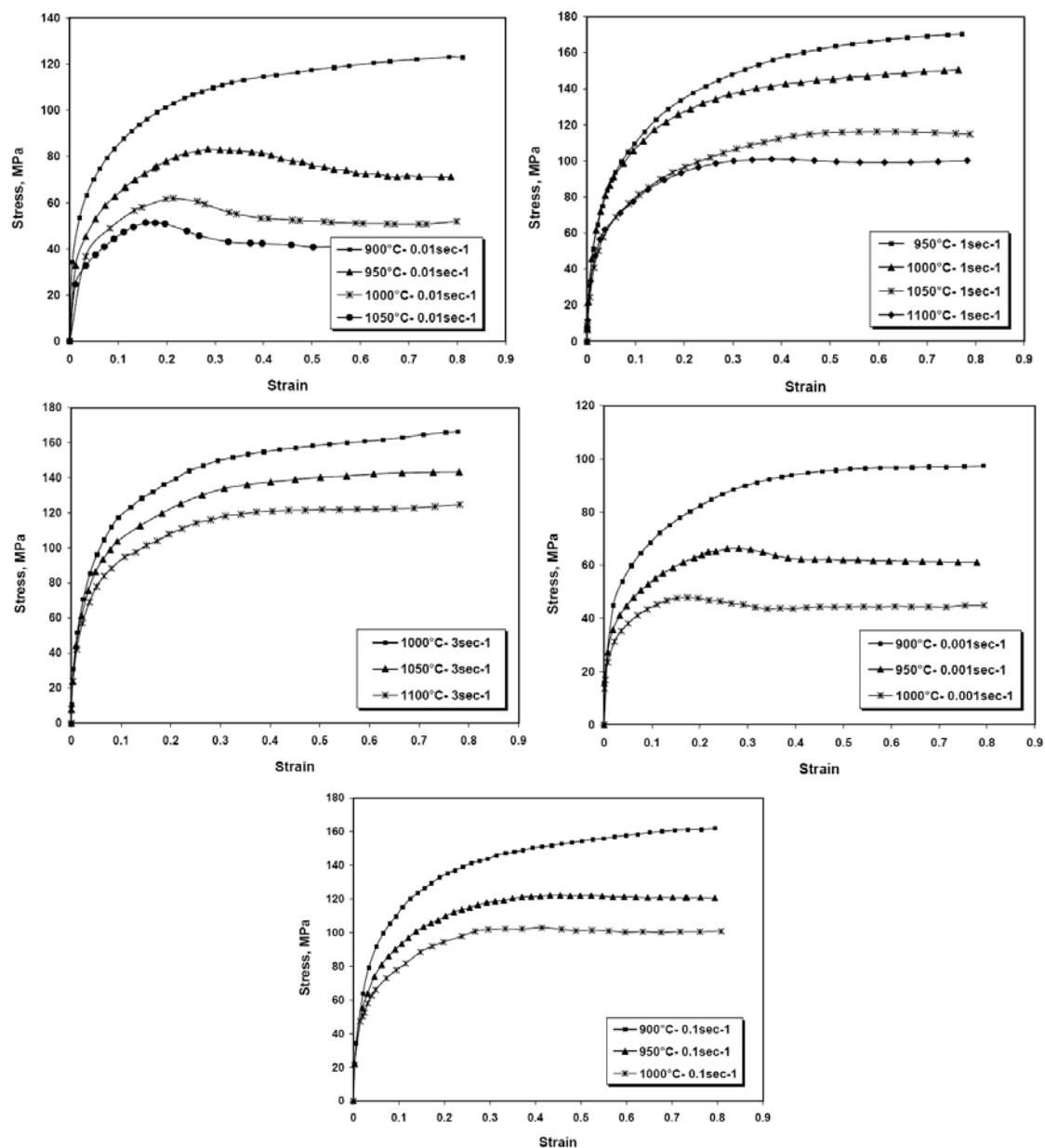
مراحل ابتدایی عملیات ترمومکانیکی و تغییر شکل شمشهای فولادی مانند نورد، معمولاً در حالت داغ انجام می‌شود، زیرا نیروی مورد نیاز برای انجام مراحل اولیه‌ی تغییر شکل مومسان شمشهای زیاد است. در این شرایط، تنش سیلان ماده و نیروی مورد نیاز برای انجام نورد به میزان تغییر شکل، سرعت تغییر شکل، دما و تحولات ریزساختاری بستگی دارد. نمودارهای تنش - کرنش حقیقی حاصل از آزمون فشار داغ در شکل‌های (۲) و (۳) به ترتیب برای بررسی تأثیر دما و نرخ کرنش بر رفتار سیلان فولاد مورد آزمایش آورده شده‌اند. این نتایج مربوط به نمونه‌هایی هستند که بعد از بیش‌گرم شدن در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱۵ دقیقه، مطابق با نمودار گرمایش شکل (۱)، تغییر شکل یافته‌اند. لازم به ذکر است که برای این دما و زمان پیش‌گرم شدن، میانگین اندازه‌ی دانه‌ی آستانیت اولیه برابر با  $102$  میکرومتر بود. تصویر متالوگرافی از مرز دانه‌های آستانیت در شکل (۴) نشان داده شده است. اندازه‌ی دانه‌ی آستانیت اولیه در نمونه‌ها به‌روش تقاطع خطی میانگین (Mean Linear Intersection) تعیین شد. همان‌طور که در نمودارهای شکل‌های (۲) و (۳) دیده می‌شود، تنش سیلان با افزایش کرنش به‌علت کار سختی، ابتدا افزایش می‌یابد و به نقطه‌ی بیشینه‌ی خود می‌رسد. پس از آن، به‌دلیل شروع تبلور مجدد دینامیکی و نرم شدن فولاد، تنش سیلان کاهش می‌یابد. افت تنش و ظاهر شدن قله در نمودار تنش - کرنش، نشان‌دهنده‌ی وقوع تبلور مجدد دینامیکی است [۷, ۸]. در اغلب نمودارهای شکل‌های (۲) و (۳)، تبلور مجدد تکمیل شده است و تنش به حالت پایدار خود رسیده است. در نمودارهای مربوط به نمونه‌های تغییر شکل یافته در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به‌ازای نرخ‌های کرنش مختلف، دمای  $950^{\circ}\text{C}$  در نرخ کرنش  $1\text{ s}^{-1}$ ، دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  در نرخ‌های کرنش  $1\text{ s}^{-1}$  و  $3\text{ s}^{-1}$ ، و دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  به‌ازای نرخ کرنش  $3\text{ s}^{-1}$ ، نقطه‌ی بیشینه‌ی تنش مشاهده نمی‌شود و نمودارهای سیلان

غالب باشد. یکی از رابطه‌های کلاسیک برای تحریج رفتار سیلان ماده در شرایط تغییر شکل داغ و خوش، رابطه‌ای از نوع سینوس هیپربولیک است [16,17].

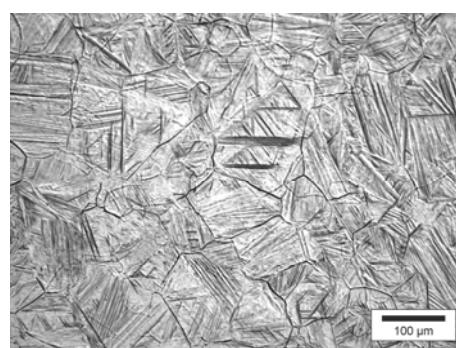
و نیز، نرخ جوانه‌زنی و رشد دانه‌های عاری از کرنش (تبلور مجدد)، تحریج می‌شود، زیرا افزایش دما منجر به نفوذ سریع‌تر و تحرک بیش‌تر مرزهای دانه می‌شود. بنابراین، به‌نظر می‌رسد که در دمای بالا پدیده‌ی نرم شدن و در دمای پایین، پدیده‌ی کارسختی سازوکار



شکل ۲ نمودارهای سیلان به‌دست آمده از آزمون فشار داغ در دمای ثابت و نرخ‌های کرنش مختلف.



شکل ۳ نمودارهای سیلان به دست آمده از آزمون فشار داغ در نرخ کرنش ثابت و دماهای مختلف.



شکل ۴ تصویر میکروسکوپ نوری از ساختار آستینیت اولیه قبل از شروع آزمون فشار داغ.

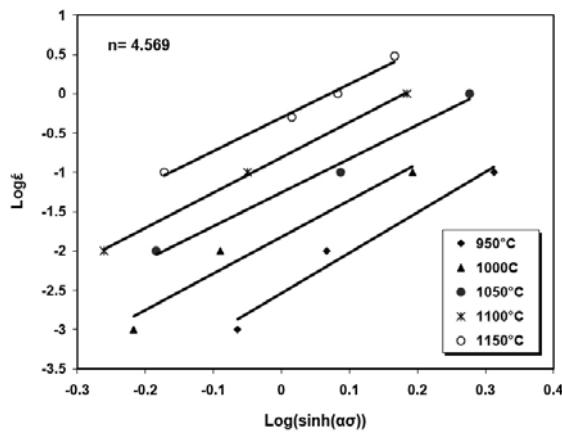
۴/۵۶۹ و ۳/۲۱۱ به دست آمد. افرون بر این، مقدار  $\alpha$  که بهترین انطباق داده‌های آزمون و رابطه‌ی (۱) را می‌دهد، به ترتیب برای تنش قله و تنش پایا برابر با  $MPa^{-1}$  و  $MPa^{-1}$  به دست آمد. این مقادیر در محدوده‌ی مقادیر گزارش شده در مراجع برای فولادهای ریزآلیاژی است [۳ و ۴ و ۱۸ و ۱۹]. هم‌چنین، شب خطر حاصل از رسم تغییرات  $\log(\sinh \alpha \sigma)$  بر حسب  $T/1$ ، مقدار عددی انرژی فعال‌سازی را نشان می‌دهد. این نمودارها در شکل (۶) برای تنش‌های قله و پایا ارائه شده‌اند. به‌این ترتیب، مقادیر میانگین انرژی فعال‌سازی تغییرشکل برای تنش‌های قله و پایا به ترتیب برابر با  $360\text{ kJ/mol}^{-1}$  و  $351\text{ kJ/mol}^{-1}$  به دست آمدند.

این رابطه در محدوده‌ی وسیعی از دما و نرخ کرنش قابل استفاده است. افرون بر این، برای بیان تنش حالت پایدار در تبلور مجدد دینامیکی ( $\sigma_{ss}$ ) و تنش قله ( $\sigma_p$ ) نیز استفاده می‌شود:

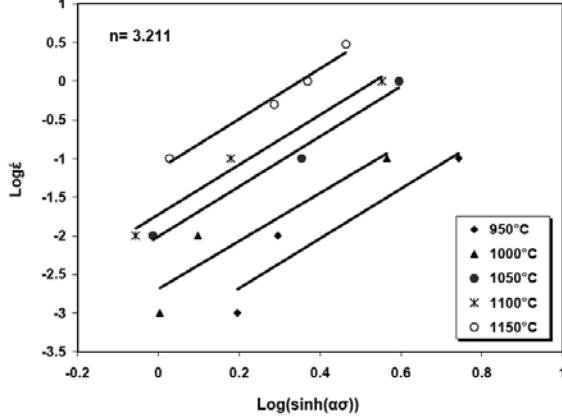
$$\dot{\epsilon} = A(\sinh \alpha \sigma)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

$$\log \dot{\epsilon} = \log A + n \log(\sinh \alpha \sigma) - \frac{Q}{2.3RT}$$

در رابطه‌ی (۱)،  $A$ ،  $n$  و  $\alpha$  مقادیر ثابت مستقل از دما و تنش هستند و  $Q$  انرژی فعال‌سازی تغییر شکل داغ می‌باشد. مقدار عددی این ثابت‌ها به نوع ماده بستگی دارد. به‌کمک رابطه‌ی (۱) و ترسیم نمودار تغییرات لگاریتم نرخ کرنش با  $\log(\sinh \alpha \sigma)$  در چند دمای ثابت (مطابق با شکل (۵)، مقدار میانگین ثابت  $n$  به ترتیب برای تنش قله و تنش پایا برابر با

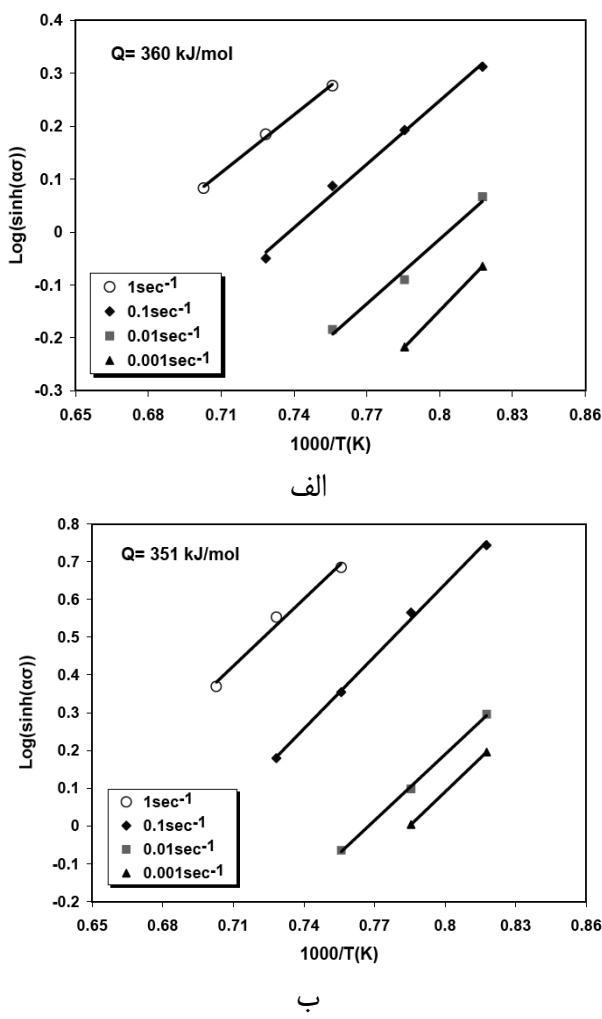


الف



ب

شکل ۵ تغییرات  $\log \dot{\epsilon}$  با  $\log(\sinh \alpha \sigma)$  برای تنش قله (الف) و تنش پایا (ب) در دمای‌های ثابت مختلف.



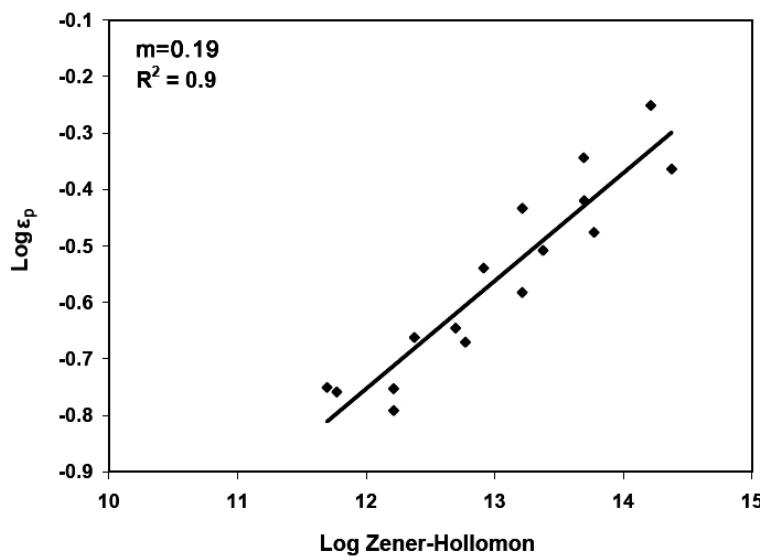
شکل ۶ تغییرات  $\log(\sinh \alpha\sigma)$  با عکس دما (بر حسب دمای مطلق) برای تنش قله (الف) و تنش پایا (ب) در نرخ‌های کرنش ثابت.

نرخ کرنش،  $Q$  انرژی فعال‌سازی تغییر شکل،  $T$  دمای تغییر شکل (بر حسب دمای مطلق) و  $R$  ثابت جهانی گازها هستند. ارتباط کرنش قله در نمودارهای سیلان مربوط به آزمون‌های تغییر شکل داغ با عامل زنر- هولومان، در شکل (۷) نشان داده شده است. با استفاده از رابطه‌ی (۲) و مقادیر کرنش قله در شرایط مختلف تغییر شکل داغ، مقادیر  $m$  و  $k$  به ترتیب برابر با  $۹/۰ \times 10^{-۴}$  و  $۰/۱۹$  به دست آمدند. بنابراین، رابطه‌ی (۲) به شکل رابطه‌ی (۳) بازنویسی می‌شود.  $Q$  در این رابطه، انرژی فعال‌سازی به دست آمده در بخش قبلی مربوط به قله نمودارهای تنش- کرنش در شکل‌های (۲) و (۳) می‌باشد.

برای وقوع تبلور مجدد دینامیکی لازم است تا چگالی نابجایی‌ها و میزان تغییر شکل موسمان در ماده به حد بحرانی برسند. به طور تجربی معلوم شده است که کرنش قله در نمودار تنش- کرنش با توجه به رابطه‌ی (۲)، به شرایط تغییر شکل داغ بستگی دارد [۲, ۲۰, ۲۱]:

$$\epsilon_p = kZ^m \quad (2)$$

که در این رابطه،  $Z$  عامل زنر- هولومان، و  $k$  و  $m$  مقادیر ثابتی هستند. هنگام وقوع عملیات شکل دهنده داغ، تغییرات ریزساختاری افزون بر میزان کرنش، به دمای تغییر شکل و نرخ کرنش نیز بستگی دارد. عامل زنر- هولومان،  $Z = \exp(Q/RT)$ ، برای نمایش همزمان این دو متغیر تعریف شده است. در این رابطه،



شکل ۷ تغییرات کرنش قله مربوط به نمودارهای سیلان با عامل زنر- هولومان.

نمودارهای سیلان به دست آمده از آزمون‌های فشار داغ در شرایط مختلف تغییر شکل، معادله‌های بنیادین توصیف کننده‌ی تنش پایا در فرایند تبلور مجدد دینامیکی و تنش قله برای فولاد مورد بررسی به دست آمدند.

۳- رابطه‌ی تعیین کرنش لازم برای شروع فرایند تبلور مجدد دینامیکی در فولاد مورد مطالعه به دست آمد.

**تشکر و قدردانی**  
نوسیندگان این مقاله، از باشگاه پژوهشگران جوان در دانشگاه آزاد اسلامی واحد ذوقول به دلیل حمایت مالی به منظور انجام این تحقیق، تشکر و قدردانی می‌کنند.

$$\epsilon_p = 9.04 \times 10^{-4} \left( \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{36000}{RT}\right) \right)^{0.19} \quad (3)$$

#### نتیجه‌گیری

با بررسی رفتار سیلان داغ یک فولاد ریزآلیاژی Nb-V-Ti در شرایط مختلف تغییر شکل داغ، نتایج کلی زیر به دست آمدند:

- ۱- کاهش دمای تغییر شکل و افزایش نرخ کرنش، سبب افزایش کرنش بحرانی برای وقوع فرایند تبلور مجدد دینامیکی شد. در نمودارهای سیلان این فولاد در دمای ۹۰۰ °C و در تمامی نرخ‌های کرنش، دمای ۹۵۰ °C و نرخ کرنش ۱ s<sup>-1</sup>، دمای ۱۰۰۰ °C و نرخ‌های کرنش ۱ s<sup>-1</sup> و ۳ s<sup>-1</sup> و دمای ۱۰۵۰ °C به‌ازای نرخ کرنش ۳ s<sup>-1</sup>، کارسختی مشاهده شد و این نشان‌دهنده‌ی عدم وقوع فرایند تبلور مجدد دینامیکی بود.

- ۲- با استفاده از یک رابطه‌ی سینوس هیپربولیک و

#### مراجع

1. Ouchi C., "Development of Steel Plates by Intensive Use of TMCP and Direct Quenching Processes", ISIJ Int., 41, 542- 553, (2001).
2. Humphreys F.J. and Hatherly M., "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Second ed.,

- Elsevier, Oxford, (2004).
3. Samuel F.H., Yue S., Jonas J.J. and Zbinden B.A., "Modeling Testing of Flow Stress and Rolling Load of a Hot Strip Mill by Torsion", *ISIJ Int.*, 29, pp. 878-886, (1989).
  4. Carsí M., López V., Peñalba F. and Ruano O.A., "The Strain Rate as a Factor Influencing the Hot Forming Simulation of Medium Carbon Microalloyed Steels", *Mater. Sci. Eng.*, 216A, pp. 155-160, (1996).
  5. Kuc D., Niewielski G., and Cwajna J., "Influence of Deformation Parameters and Initial Grain Size on the Microstructure of Austenitic Steels after Hot-Working Processes", *Mater. Charact.*, 56, pp. 318-324, (2006).
  6. Abad R., Fernández A.I., López B., and Rodríguez J.M., "Interaction between Recrystallization and Precipitation during Multi-Pass Rolling in a Low Carbon Niobium Microalloyed Steel", *ISIJ Int.*, 41, pp. 1373-1382, (2001).
  7. Hodgson P.D., Collinson D.C. and Perrett B., "The use of Hot Torsion to Simulate the Thermomechanical Processing of Steel", Proceedings of the 7<sup>th</sup> International Symposium on Physical Simulation, Suzuki, A.G., Sakai, T. and Matsuda, F., (Eds.), Dynamic Systems Inc. & NRIM, Japan, 219-229, (1997).
  8. Mirzakhani B., Arabi H., Salehi M.T., Khoddam S., Seyedein S.H. and Aboutalebi M.R., "Investigation of Dynamic and Static Recrystallization Behavior During Thermomechanical Processing in API-X70 Microalloyed Steel", *J. Mater. Eng. Perform.*, 18, pp. 1029-1034, (2009).
  9. Lee Y., Cho S. and Hodgson P.D., "Analytical Model of Pass-by-Pass Strain in Rod (or Bar) Rolling and its Applications to Prediction of Austenite Grain Size", *Mater. Sci. Eng.*, 336A, pp. 177-189, (2002).
  10. Kugler G. and Turk R., "Modeling the Dynamic Recrystallization under Multi-Stage Hot Deformation", *Acta Mater.*, 52, pp. 4659-4668, (2004).
  11. Pandit A., Murugaiyan A., Podde, A.S., Haldar A., Bhattacharjee D., Chandra S., and Ray R.K., "Strain Induced Precipitation of Complex Carbonitrides in Nb-V and Ti-V Microalloyed Steels", *Scripta Mater.*, 53, pp. 1309-1314, (2005).
  12. Zheng C., Xiao N., Li D. and Li Y., "Microstructure Prediction of the austenite Recrystallization during Multi-Pass Steel Strip Hot Rolling: A Cellular automaton Modeling", *Comput. Mater. Sci.*, 44, pp. 507-514, (2008).
  13. Dieter G., Howard A., S. Kuhn and Semiatin L., "Handbook of Workability and Process Design", ASM, Materials Park, Ohio, (2003).
  14. Luton M.J. and Sellars C.M., "Dynamic Recrystallization in Nickel and Nickel-Iron Alloys during High-Temperature Deformation", *Acta Metall.*, 17, pp. 1033-1043, (1969).
  15. Honeycombe R.W.K. and Pethen R.W., "Dynamic Recrystallization", *J. Less-Common Metals*, 28,

- 201-212, (1972).
16. Roberts W.L., "Deformation, Processing, and Structure", ASM Materials Science Seminar, Krauss G. (Ed.), ASM, pp. 109-121, (1982).
  17. Sellars C.M., and Tegart W.J., "Hot Workability", Int. Metall. Rev., 17, pp. 1-23, (1972).
  18. Laasraoui A., and Jonas, J.J., "Prediction of Steel Flow Stresses at High Temperatures and Strain Rates", Metall. Trans. A, 22, pp. 1545-1558, (1991).
  19. Cho S-H., Kang K-B. and Jonas J.J., "The Dynamic, Static and Metadynamic Recrystallization of a Nb-microalloyed Steel", ISIJ Int., 41, pp. 63-69, (2001).
  20. Jonas J.J. and Sakai T., "Deformation, Processing, and Structure", Krauss, G. (Ed.), ASM Materials Science Seminar, ASM, Ohio, Missouri, USA, pp. 185-194, (1982).
  21. Sakai T. and Jonas J.J., "Overview no. 35 Dynamic Recrystallization: Mechanical and Microstructural Considerations", Acta Metall., 32, pp. 189-209, (1984).

## CONTENTS

<b>An Investigation into the Effect of Zinc and Age Hardening Treatment on Impression Creep Resistance of Mg-5%Sn Alloy</b>	M. Yadollahi - B. Nami - A. Abedi	1
<b>An Investigation into the Phase Formation during Calcination of Kaolin and Calcite Mixture</b>	M. S Saghian - R.Naghizadeh H. Sarpoolaky	15
<b>The Effects of Nitriding Parameters in Hot Working Steel AISI H13 on its Surface Properties and Nitride Layers during Conventional and Active Screen Plasma Nitriding Treatments</b>	F. Mahboubi - K. Taherkhani	25
<b>Compressive Behavior of a High-Strength Al-Based Nanocomposite Reinforced with Magnesium Aluminide Nanoparticles</b>	A. Zolriasatein- R. Azari Khosroshahi	39
<b>The Simultaneous Effects of Mg and SiC Particles on Tensile Properties of Al-Mg-SiC Hybrid Composite Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process</b>	S. Torab - H. Danesh Manesh M. M. Moshksar	47
<b>Evaluation of the Properties of 45S5 Bioglass Coating on 316L Stainless Steel Substrate</b>	S. Pourhashem - A. Afshar	55
<b>An Investigation into the Wear Behaviour of Aluminum (AA2124) Matrix Composite Reinforced with Intermetallic MoSi<sub>2</sub> Particles</b>	F. Piadeh - H. Abdollah-pour	65
<b>A Study of the Flow Behaviour of a Nb-V-Ti Microalloyed Steel during Hot Compression Test</b>	M. Nasirian - B. Mirzakhani - M. Mansourinejad	75



# JOURNAL OF METALLORGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

## FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD

Ferdowsi University of Mashhad

ISSN 2008-7462

**General Director:** A. Haerian Ardakani

**Editor-Chief :** J. Vahdati Khaki

**Published:** Ferdowsi University of Mashhad

---

### Editorial Board:

<b>R. Azari khosroshahi</b>	Associate professor	Sahand University of Technology
<b>R. Bagheri</b>	Professor	Sharif University of Technology
<b>J. Javadpour</b>	Professor	Iran University of Science & Technology
<b>A. Haerian Ardakani</b>	Professor	Sadjad Institute of higher Education
<b>M. Haddad Sabzevar</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>S. M. Zebarjad</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>S. A. Sajjadi</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>M. Salehi</b>	Professor	Isfahan University of Technology
<b>M. R. Torroghinejad</b>	Associate professor	Isfahan University of Technology
<b>H. Arabi</b>	Professor	Iran University of Science & Technology
<b>M. Kashefi Torbati</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>A. R. Kiani Rashid</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>M. H. Moayed</b>	Associate professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>J. Vahdati Khaki</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad

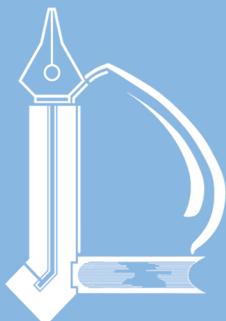
---

**Text Editor :** M. Mazinani

**Administrative Director:** T. Hooshmand

---

Journal of Metallurgical and Materials Engineering  
Department of Materials Science and Engineering, Ferdowsi University of Mashhad,  
P. O. Box. 91775-1111, Mashhad, I.R.IRAN  
Tel: +98 511 8763301 ; Fax: +98 511 8806024 ; Email: ejour@um.ac.ir  
Web site : <http://jm.um.ac.ir>



Ferdowsi University  
of Mashhad

JOURNAL OF  
METALLURGICAL  
AND MATERIALS  
ENGINEERING

(Journal of School of Engineering)

<b>An Investigation into the Effect of Zinc and Age Hardening Treatment on Impression Creep Resistance of Mg-5%Sn Alloy</b> M. Yadollahi - B. Nami - A. Abedi	1
<b>An Investigation into the Phase Formation during Calcination of Kaolin and Calcite Mixture</b> M. S Saghian - R.Naghizadeh -H. Sarpoolaky	15
<b>The Effects of Nitriding Parameters in Hot Working Steel AISI H13 on its Surface Properties and Nitride Layers during Conventional and Active Screen Plasma Nitriding Treatments</b> F. Mahboubi - K. Taherkhani	25
<b>Compressive Behavior of a High-Strength Al-Based Nanocomposite Reinforced with Magnesium Aluminide Nanoparticles</b> A. Zolriasatein- R. Azari Khosroshahi	39
<b>The Simultaneous Effects of Mg and SiC Particles on Tensile Properties of Al-Mg-SiC Hybrid Composite Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process</b> S. Torab - H. Danesh Manesh M. M. Moshksar	47
<b>Evaluation of the Properties of 45S5 Bioglass Coating on 316L Stainless Steel Substrate</b> S. Pourhashem - A. Afshar	55
<b>An Investigation into the Wear Behaviour of Aluminum (AA2124) Matrix Composite Reinforced with Intermetallic MoSi<sub>2</sub> Particles</b> F. Piadeh - H. Abdollah-pour	65
<b>A Study of the Flow Behaviour of a Nb-V-Ti Microalloyed Steel during Hot Compression Test</b> M. Nasirian - B. Mirzakhani - M. Mansourinejad	75