ISSN 2008 - 7462

دانشگاه فردوسی مشهد

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

(نشریه دانشکده مهندسی)

(علمی - پژوهشی)

شماره پیاپی: ۱۷

بررسی رفتار خمشی قطعات متالورژی پودر تهیه شده از پودرهای آلیاژی CZ۳۰۰۰ به روش تست درجا ۱

مهرداد موسی پور-مازیار آزادبه - احد محمدزاده

سنتز یک مرحله ای نانوسیلیکای آبگریز با استفاده از الکل زنجیر بلند-۱ اکتادکانول ۱۱

ملیحه درگاهی زابلی-اقبال صحرایی - بهزاد پورعباس-برایان کرگل

بررسی اثر متغیرهای جوشکاری بر اتصال غیر همجنس اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای ورق‌های Al-۵۰۸۳ و St-۱۲ ۲۱

اسکندر فریدونی-مجتبی موحدی -امیر حسین کوکبی

روش جدید در فراوری فولاد کم کربن با ساختار دوپلکس مارتنزیتی-فریتی ۳۳

مهدی شبان غازانی-حسین شکروش

بررسی مورفولوژی و رفتار خوردگی پوشش الکترولس Ni-P بر روی آلیاژ Mg-۷Li با استفاده از پیش عملیات مختلف ۴۳

محمد قادری -سید محمود منیرواقفی

بررسی اثر متغیرهای دما و زمان نگه¬داری فرایند SIMA بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤ ۵۳

پیام رئیسی گوجانی -مصطفی علیزاده

کامپوزیت-سازی درجای Al/Al_3Mg_2 بر سطح آلومینیوم ۱۰۵۰ توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی ۶۳

مسعود مصلایی پور-شاهین ارشدی راستابی

ارزیابی استحکام مکانیکی و انحلال پذیری داربست استخوانی تولید شده از هیدروکسی آپاتیت و فوم پلی یورتان ۷۹

مهدی جاویدی -علی جولاگاه

تاثیر حجم فاز مایع روی توزیع نانولوله کربنی در زمینه مس- کروم در فرآیند آسیاکاری گلوله‌ای تر ۸۹

مریم مسرور -سعید شیبانی -ابوالقاسم عطائی

سال ۲۹، شماره ۱

پاییز و زمستان، ۱۳۹٦

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

علمی ـ پژوهشی

ISSN: 2008-7462

سردبیر : جلیل وحدتی خاکی

مدیر مسئول: علی حائریان اردکانی

صاحب امتیاز : دانشگاه فردوسی مشهد

شماره نامه مجوز : ۱۴۸۴۲۳

هیئت تحریریه :

دکتر رسول آذری خسروشاهی	دانشیار	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز
دکتر رضا باقری	استاد	دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف
دکتر جعفر جوادپور	استاد	دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علی حائریان اردکانی	استاد	مشهد، دانشگاه صنعتی سجاد
دکتر محسن حداد سبزوار	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر سید مجتبی زبرجد	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز
دکتر سید عبدالکریم سجادی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر مهدی صالحی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر محمدرضا طرقی‌نژاد	دانشیار	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر حسین عربی	استاد	دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر مهرداد کاشفی تربتی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر علیرضا کیانی‌رشید	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر محمد مزینانی	دانشیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جلیل وحدتی خاکی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد

ویراستار متن : دکتر عطاءاله کامیابی گل

مسئول دفتر نشریه : تکتم هوشمند

ویرایش و صفحه‌آرایی: عفت گمرکی طهران

این نشریه در کتابخانه منطقه‌ای علوم و تکنولوژی شیراز (ISC) نمایه می‌شود. http://www.srlst.com

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

تلفن: ۳۸۸۰۶۰۲۴ پست الکترونیکی : **ejour@um.ac.ir** وب سایت : **http:// jmme.um.ac.ir**

چاپ : چاپخانه دانشگاه فردوسی مشهد

فهرست مطالب

بررسی رفتار خمشی قطعات متالورژی پودر تهیه شده از پودرهای آلیاژی CZ3000 به روش تست درجا	**مهرداد موسی پور- مازیار آزادبه احد محمدزاده**	۱
سنتز یک مرحله ای نانوسیلیکای آبگریز با استفاده از الکل زنجیر بلند ۱- اکتادکانول	**ملیحه درگاهی زابلی- اقبال صحرایی بهزاد پورعباس- برایان کرگل**	۱۱
بررسی اثر متغیرهای جوشکاری بر اتصال غیر همجنس اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای ورق‌های Al-۵۰۸۳ و St-۱۲	**اسکندر فریدونی- مجتبی موحدی امیر حسین کوکبی**	۲۱
روش جدید در فراوری فولاد کم کربن با ساختار دوپلکس مارتنزیتی- فریتی	**مهدی شبان غازانی- حسین شکروش**	۳۳
بررسی مورفولوژی و رفتار خوردگی پوشش الکترولس Ni-P بر روی آلیاژ Mg-7Li با استفاده از پیش عملیات مختلف	**محمد قادری - سید محمود منیرواقفی**	٤۳
بررسی اثر متغیرهای دما و زمان نگه‌داری فرایند SIMA بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤	**پیام رئیسی گوجانی - مصطفی علیزاده**	۵۳
کامپوزیت‌سازی درجای Al/Al_3Mg_2 بر سطح آلومینیوم ۱۰۵۰ توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی	**مسعود مصلایی پور- شاهین ارشدی راستابی**	٦۳
ارزیابی استحکام مکانیکی و انحلال‌پذیری داربست استخوانی تولید شده از هیدروکسی آپاتیت و فوم پلی‌یورتان	**مهدی جاویدی - علی جولاگاه**	۷۹
تاثیر حجم فاز مایع روی توزیع نانولوله کربنی در زمینه مس– کروم در فرآیند آسیاکاری گلوله‌ای تر	**مریم مسرور - سعید شیبانی ابوالقاسم عطائی**	۸۹

بررسی رفتار خمشی قطعات متالورژی پودر تهیه شده از پودرهای آلیاژی CZ3000 به روش تست درجا*

مهرداد موسی‌پور[۱] مازیار آزادبه[۲] احد محمدزاده[۳]

چکیده

افزایش فاز مایع باعث کاهش گرانروی قطعات می‌شود. تست خمش درجا روشی برای تعیین گرانروی قطعات است. هدف از این پژوهش بررسی رفتار خمشی تیرهای برنجی در دماها و زمان‌های مختلف است. به این منظور تیرها با ترکیب Cu-28Zn در محدوده‌ی دمایی ۹۵۰-۹۱۰ درجه سانتیگراد و در زمان‌های ۹۰-۰ دقیقه به روش خمش درجا مورد بررسی قرار گرفتند. برای محاسبه میزان خمش از نمونه‌ها عکس‌برداری شد. نتیجه شد که رفتار خمشی تیرهای برنجی برحسب دما خطی و بر حسب زمان غیرخطی است. علت این رفتار، پدیده‌ی تبخیر روی است که بر روی ترکیب شیمیایی آلیاژ و میزان فاز مایع تاثیر می‌گذارد.

واژه‌های کلیدی پودر آلیاژی برنج، تست خمش درجا، گرانروی، تبخیر روی.

Investigation of the Deflection Behavior of CZ3000 Prealloyed Powder Beam Using In-situ Bending Technique

M. Mousapour M. Azadbeh A. Mohammadzadeh

Abstract

The viscosity of the sample decreases with an increase in fraction of the liquid phase. Beam bending test is the technique used for measuring viscosity. In this paper, an investigation of the deflection behavior of Cu-28Zn beams at various temperatures and times ranging from 910 to 950 ℃ and 0 to 90 minutes was studied. The midpoint deflection was measured by in situ bending images. It is concluded that deflection of brass beam as a function of temperature is linear and is nonlinear in the case of time. This is due to zinc evaporation that effects the chemical composition and liquid volume fraction.

Key words Pre-alloyed Brass Powder, In-Situ Bending, Viscosity, Zinc Evaporation.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۷/۶ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۳/۹/۱۰ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱)دانش آموخته کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز.

(۲) نویسنده مسئول: دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز. Email : azadbeh@sut.ac.ir

(۳) دانشگاه آزاد اسلامی، واحد اهر، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، اهر، ایران.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.39152

مقدمه

تشکیل فاز مذاب در حین تف‌جوشی روشی معمول برای چگالش قطعات پودری است [1]. نوع خاصی از تف‌جوشی در فاز مایع که در نتیجه‌ی تف‌جوشی پودرهای پیش‌آلیاژی اتفاق می‌افتد را تف‌جوشی سوپرسالیدوس (SLPS) می‌گویند. فاز مایع به‌واسطه‌ی حرارت دادن این قطعات بین دماهای سالیدوس و لیکوئیدوس، در بین ذرات پودری، مرزدانه‌ها و داخل دانه‌ها تشکیل می‌شود[2,3]. چگالش پودرهای آلیاژی با اندازه ذرات درشت به راحتی و به کمک SLPS یا تف‌جوشی در حضور جریان ویسکوز انجام می‌گیرد [4]. گرانروی قطعات نیمه‌جامد پارامتری مهم برای تعیین نرخ چگالش و اعوجاج است. بنابراین درک چگونگی تغییرات گرانروی قطعه درحین تف‌جوشی لازم است. روش‌های مختلفی برای محاسبه‌ی گرانروی وجود دارد که یکی از آن‌ها استفاده از روش تست خمش درجاست. مقدار گرانروی از محاسبه نرخ خمش نقطه میانی حین تف‌جوشی به‌دست آورده می‌شود [5]. پودرهای برنجی معمولاً به روش افشانش و با ترکیب ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی روی تولید می‌شوند. تف‌جوشی پودرهای پیش‌آلیاژی برنجی، متناسب با ترکیب شیمیایی، عمدتا در محدوده‌ی دمایی ۹۲۵– ۸۱۵ درجه سانتیگراد انجام می‌گیرد[6,8] .

فرآیند تف‌جوشی که یک مرحله مهم در تولید قطعات برنجی می‌باشد با مشکلات فراوانی همراه است. مشکلات این مرحله مربوط به فشار بخار بالای روی و تمایل بالای این عنصر به اکسید شدن می‌باشد [9]. خواص قطعات تف‌جوشی شده‌ی برنجی به شدت تحت تاثیر دمای تف‌جوشی تغییر می‌کند [10,۱۲]. زمان‌های طولانی و دماهای بالای تف‌جوشی به‌علت تشکیل فاز مایع بیش‌تر، موجب رشد دانه‌ها، تشدید تبخیر روی، افزایش شکل‌گیری حفرات ثانویه و بروز گرادیان ریزساختاری و ترکیب شیمیایی در اثر جاذبه زمین می‌گردد که خواص مناسبی را در پی ندارد[13]. به عبارت دیگر، بهتر است به‌دلیل مسائل زیست محیطی و جلوگیری از تبخیر روی، صرفه‌جویی اقتصادی و جلوگیری از تغییر شکل و گرادیان ریزساختاری تف-جوشی در زمان‌ها و دماهای کم‌تر انجام گیرد [14].

در این پژوهش هدف بررسی تاثیر دما و زمان بر میزان تبخیر روی، بررسی رفتار خمشی و مطالعه گرادیان‌های ریزساختاری و ترکیب شیمیایی آلیاژ Cu-28Zn در دماهای بالاتر از دمای بهینه (۸۷۰–۸۸۰ درجه سانتی-گراد) است[7,8]. به همین منظور از روش خمش درجا برای بررسی رفتار خمشی و تاثیر جاذبه زمین استفاده شده است. همچنین جهت بررسی و آشکارسازی نحوه تبخیر عنصر روی و گرادیان‌های ریزساختاری و ترکیب شیمیایی از میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی استفاده شده است.

مواد و روش تحقیق

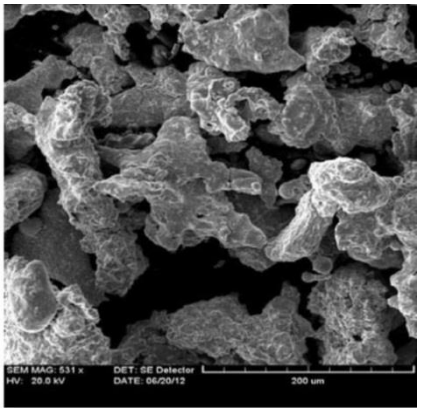
پودر پیش‌آلیاژی برنج با ترکیب Cu-28Zn به‌عنوان ماده اولیه مورد استفاده قرار گرفت. برای تعیین دقیق ترکیب، پودر مصرفی تحت آنالیز فلورسانس اشعه ایکس قرار گرفت که نتایج آنالیز شیمیایی و خواص پودر در جدول (۱) و مورفولوژی پودر در شکل (۱) ارائه شده است.

پودر پیش‌آلیاژی برنج مصرفی به همراه ۰/۷۵ درصد وزنی استئارات لیتیم به مدت ۲۰ دقیقه در همزن آزمایشگاهی V شکل با سرعت ٦٥ دور بر دقیقه مخلوط شد. این مخلوط به عنوان پودر اولیه مصرفی برای ساخت تمامی نمونه‌های آزمایشی مورد استفاده قرار گرفت. نمونه‌ها به شکل تیر به ابعاد ۱۰×۱۰×۵۵ میلی‌متر مکعب توسط پرس هیدرولیکی تک‌محوره با قالب متحرک تحت فشار ٦٠٠ مگاپاسکال با چگالی خام ٦/١٤ گرم بر سانتیمتر مکعب که به روش هندسی محاسبه شده تهیه شدند. شمایی از تیرهای برنجی مورد آزمایش در شکل (۲) آورده شده است. به این منظور از پایه‌ی آلومینایی با درصد خلوص ۹۵٪ و با طول تکیه-گاه ٤٢ میلی‌متر استفاده شد. مجموعه حاصل در یک کوره تیوبی افقی قرار داده شد. این درحالی است که در

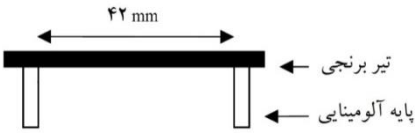
انتهای کوره، پنجره‌ای از جنس کوارتز جهت مشاهده‌ی خمش نمونه‌ها تعبیه شده است. شماتیک کوره و چرخه‌ی تف‌جوشی در شکل (۳) آورده شده است.

جدول ۱ مشخصات پودر برنجی Cu-28Zn

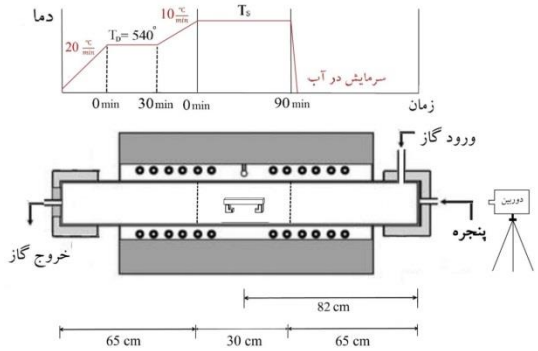
ترکیب شیمیایی (درصد وزنی)	
Cu	باقی مانده
Zn	۲۸/٦
Al	۰/۱٤
Fe	۰/۰۸۵
S	۰/۰٦۲
تست الک	
درصد وزنی	اندازه ذرات (میکرومتر)
۵۷/۹۱	٦۳-۱۸۰
٤۲/۰۹	<٦۳
خواص پودر	
چگالی ظاهری (g/cm^3)	۳/۲
سیالیت (sec/50g)	۲۱
شکل ذرات	نامنظم



شکل ۱ مورفولوژی پودر آلیاژی **Cu-28Zn**



شکل ۲ شمایی از تیر بر روی پایه آلومینایی مورد استفاده برای تست خمش درجا [5]



شکل ۳ شماتیک کوره و چرخه تف‌جوشی

تیرهای برنجی با نرخ گرمایشی۲۰ درجه بر دقیقه از دمای اتاق تا دمای۵٤۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شدند. به منظور روانساز زدایی، نمونه‌ها در این دما به مدت ۳۰ دقیقه نگه داشته شدند. سپس با نرخ۱۰ درجه بر دقیقه تا محدوده دمایی۹۵۰-۹۱۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شده و به مدت ۹۰ دقیقه تحت اتمسفر گاز نیتروژن با نرخ جریان ۲ لیتر بر دقیقه تف‌جوشی و سپس در آب کوئنچ شدند. میزان خمش تیرها در دما و زمان‌های مختلف به کمک نرم‌افزار Screen Ruler 2D، به‌دست آورده شد. ریزساختار نمونه‌های تف‌جوشی شده توسط میکروسکوپ نوری مدل Olympus PMG3 مورد بررسی قرار گرفت. همین‌طور مطالعات مربوط به آنالیز نقطه‌ای به‌منظور بررسی توزیع عناصر آلیاژی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل CAM SCAN MV2300 انجام گرفت.

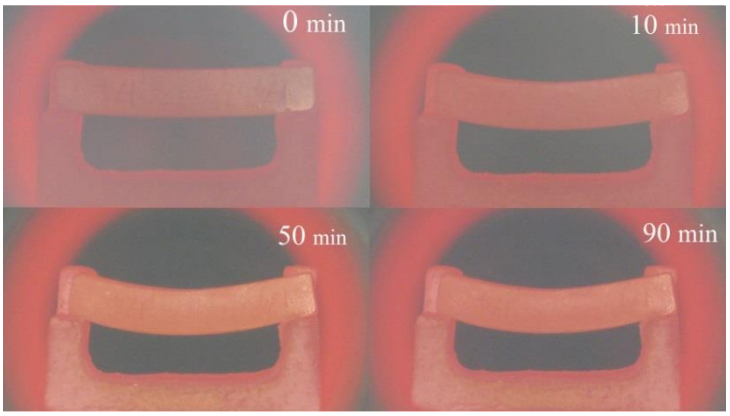
برای محاسبه‌ی میزان کاهش وزن قطعات از رابطه (۱) استفاده شد.

$$Weight\ loss(\%) = \frac{M_g - M_s}{M_g} \times 100 \qquad (۱)$$

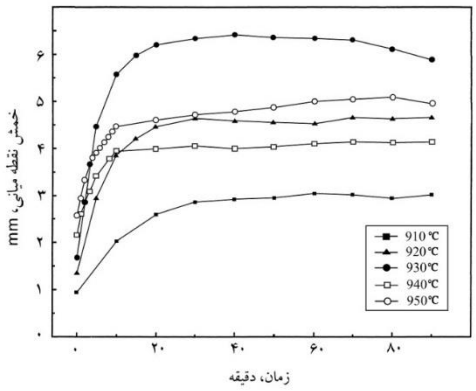
در رابطه فوق M_g جرم قطعه خام برحسب گرم (بدون احتساب جرم روانساز) و M_s جرم قطعه تف-جوشی شده بر حسب گرم می‌باشد.

نتایج و بحث

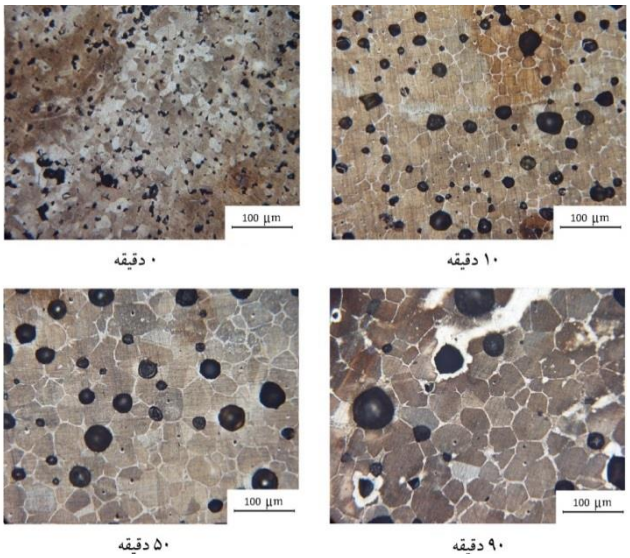
شکل (٤) تصاویر ثبت‌شده توسط دوربین در دمای ۹۲۰ درجه سانتیگراد و زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. خمش نقطه میانی تیرهای برنجی به‌عنوان تابعی از زمان در دماهای مختلف در شکل (۵) نشان داده شده است. با گذشت زمان، میزان خمش نقطه میانی افزایش پیدا کرده است. در دماهای ثابت، افزایش زمان باعث می‌شود که صلبیت و گرانروی نمونه‌ها کاهش یابد. در این شرایط تیرهای برنجی به‌دلیل از دست دادن استحکام ناشی از ته نشینی فاز مایع در اثر جاذبه زمین دچار خمش می‌شوند. شکل (٦) ریزساختار قسمت‌های پایینی تیرهای برنجی را در دمای ۹۲۰ درجه سانتیگراد و زمان‌های مختلف تف‌جوشی نشان می‌دهد. با گذشت زمان، ضخامت مرزدانه‌ها در اثر ته نشینی فاز مایع افزایش پیدا کرده است که این بیانگر افزایش فاز مایع در راستای نیروی جاذبه زمین و در نتیجه افزایش خمش نقطه میانی می‌باشد. این درحالی است که شیب نمودار خمش- زمان (نرخ خمش) با گذشت زمان تف-جوشی، کاهش پیدا می‌کند. این کاهش در نرخ خمش تا زمان مشخصی (زمان بحرانی) ادامه می‌یابد و بعد از این زمان بحرانی تغییر محسوسی در خمش تیرها مشاهده نمی‌شود و نرخ خمش به سمت صفر میل می-کند.



شکل ٤ تصاویر ثبت شده توسط دوربین از تیر Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دمای۹۲۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف در اتمسفر نیتروژن



شکل ۵ خمش نقطه میانی برحسب زمان برای تیر Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دماهای مختلف در اتمسفر نیتروژن



شکل ٦ ریزساختار قسمت‌های پایینی نمونه‌های Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دمای ۹۲۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف در اتمسفر نیتروژن

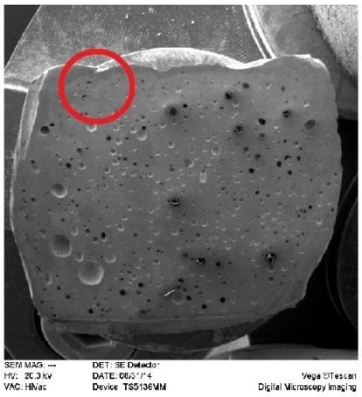
دلیل این موضوع را می‌توان ناشی از پدیده‌ی تبخیر روی عنوان کرد که به‌طور مستقیم بر ترکیب شیمیایی تیرهای برنجی تاثیر می‌گذارد. تبخیر روی باعث ایجاد گرادیان غلظتی از سطح تا مرکز قطعه شده و مقطع تیرهای برنجی به ۲ ناحیه‌ی داخلی و جداره‌ی نازک بیرونی تقسیم می‌شود.

از آن‌جایی‌که محدوده‌ی دمایی آزمایشات انجام گرفته بالاتر از نقطه جوش عنصر روی (حدود ۹۰۷ درجه سانتیگراد) می‌باشد، تبخیر روی در حین تف-جوشی نمونه‌ها صورت می‌گیرد. روی موجود در قسمت‌هایی از تیرهای برنجی که در سطح آزاد قرار دارند، با سرعت بیش‌تری نسبت به روی موجود در داخل نمونه‌ها تبخیر می‌شوند. این اتفاق باعث ایجاد گرادیان غلظتی از سطح به سمت مرکز تیرها می‌شود.

شکل (۷) آنالیز نقطه‌ای از سطح و داخل تیرها را نشان می‌دهد که درصد روی موجود در سطح نمونه‌ها به‌واسطه‌ی تبخیر روی بسیار کم‌تر از مقدار روی در داخل نمونه‌ها (مرکز) است. مطابق شکل (۸) در دمای ثابت و با گذشت زمان ترکیب شیمیایی جداره‌های بیرونی تیرها تغییر می‌کند و به سمت مقادیر کم‌تر روی پیش‌روی می‌کند. در این شرایط طبق دیاگرام فازی و قانون اهرم، از کسر حجمی مذاب کاسته و فاز جامد در این نواحی افزایش پیدا می‌کند. کاهش فاز مایع با گذشت زمان باعث افزایش صلبیت و گرانروی جداره-های نازک بیرونی و نهایتا کاهش نرخ خمش نمونه‌ها می‌شود.

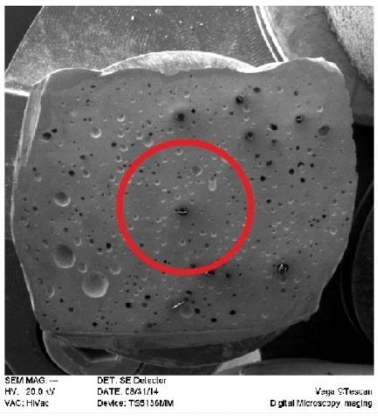
اما شرایط در نواحی داخلی تیرها متفاوت است. در این قسمت‌ها به‌دلیل بسته شدن مجاری حفرات در سطح قطعه، بخار روی موجود در نواحی داخلی و همچنین گاز نیتروژن محبوس در درون قطعات احتمالاً باعث درشت شدن حفرات می‌شوند (شکل ٦).

برخلاف جداره‌ی بیرونی تیرها که با گذشت زمان، کسر حجمی مذاب کاهش پیدا می‌کند، در قسمت‌های داخلی، به‌دلیل تغییر کمتر در ترکیب شیمیایی میزان فاز مایع تغییر چندانی نمی‌کند و فقط در اثر نیروی جاذبه فاز مایع بیشتری در قسمت‌های پایینی نمونه‌ها ته نشین می‌شود. شکل (۹) شماتیکی از این ۲ ناحیه را قبل و بعد از تف‌جوشی نشان می‌دهد که پوسته‌ای غنی از عنصر مس تشکیل شده است. همان-طور که گفته شد مطابق شکل (۷)، عامل اصلی کاهش نرخ خمش، تغییر ترکیب شیمیایی در جداره‌ی بیرونی تیرهای برنجی است.



Elements	Intensity	Weight %	Atomic %
Cu K	0.9824	92.70	78.83
Zn K	0.9843	1.36	1.12
O K	1.2380	5.94	20.05
Total		100.00	

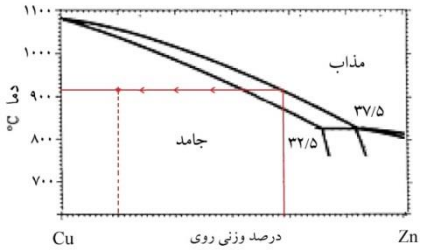
(الف)



Elements	Intensity	Weight %	Atomic %
Cu K	0.9984	65.73	66.01
Zn K	1.0010	34.09	33.28
O K	1.1462	0.18	0.71
Total		100.00	

(ب)

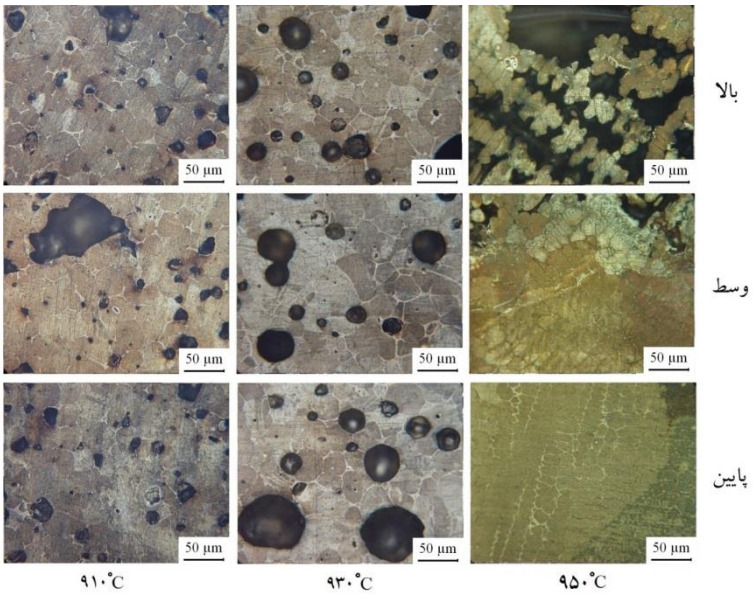
شکل ۷ آنالیز نقطه‌ای (الف) سطح و (ب) مرکز نمونه‌های تف-جوشی شده در دمای۹۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵۰ دقیقه در اتمسفر نیتروژن



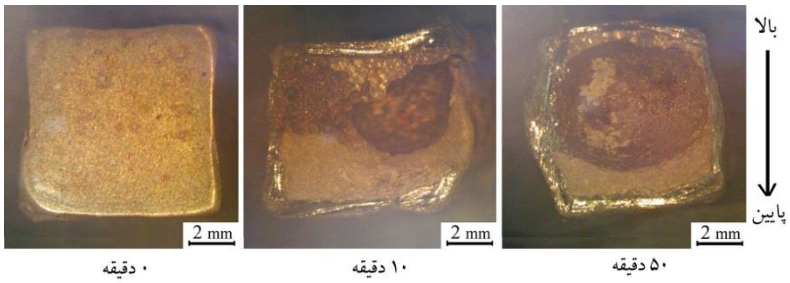
شکل ۸ بخشی از دیاگرام فازی مس–روی

شکل ۹ شماتیکی از جداره نازک و نواحی داخلی قطعات قبل و بعد از تف‌جوشی

شکل (۱۰) ریزساختار قسمت‌های مختلف تیرهای برنجی که در دماهای مختلف و به مدت ۱۰ دقیقه تف-جوشی شده‌اند را نشان می‌دهد. در این شکل افزایش کسر حجمی مذاب با افزایش دما مشهود است. فاز مایع به‌علت نیروی جاذبه زمین به سمت قسمت‌های پایینی نمونه‌ها کشیده می‌شود و باعث پر شدن حفرات می-شود. با افزایش دما رشد دانه (مخصوصاً در نواحی پایین) اتفاق افتاده است. حضور فاز مایع در نواحی پایینی باعث ایجاد ساختار دندریتی شده است. نیروی وزن قسمت‌های بالایی بر روی نواحی پایین‌تر باعث کشیده شدن بازوهای دندریتی در این نواحی در جهت افقی شده است. از طرفی ضخامت مرزدانه‌ها (نواحی سفید رنگ) افزایش پیدا کرده است. می‌توان نتیجه گرفت که افزایش دما موجب افزایش فاز مایع و در نهایت افزایش میزان خمش می‌شود. این در حالی است که بر اساس داده‌های موجود (شکل ۵)، در دمای ۹٤۰ درجه سانتیگراد میزان خمش کاهش پیدا کرده است. شکل (۱۱) تصاویر ماکروسکوپی مربوط به تیر برنجی در دمای ۹٤۰ درجه سانتیگراد و زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل پیداست، در زمان ۵۰ دقیقه حفره‌ی بسیار بزرگی، بیش‌تر نواحی مرکزی تیر را در برگرفته است. وجود این حفره به‌دلیل عدم خروج بخارات روی از داخل قطعه می‌باشد.

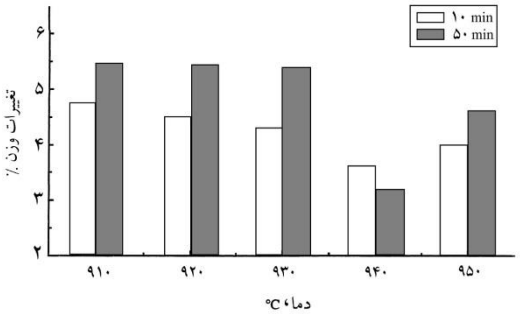


شکل ۱۰ ریزساختار نمونه‌های Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دماهای مختلف و زمان ۱۰ دقیقه در اتمسفر نیتروژن



شکل ۱۱ تصاویر ماکروسکوپی نمونه‌های Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دمای ۹۴۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف در اتمسفر نیتروژن

شکل (۱۲) تغییرات وزن قطعات را در دماها و زمان‌های مختلف تف‌جوشی نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که با افزایش دما میزان کاهش وزن کمتر شده است و مخصوصاً در دماهای ۹۴۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد میزان کاهش وزن یا تبخیر روی برخلاف انتظار نسبت به دماهای پایین‌تر کمتر است. در اینجا با افزایش دما عنصر روی در جداره قطعات (شکل ۱۱) سریع تبخیر شده و پوسته‌ای غنی از عنصر مس تشکیل شده است. بنابراین با ادامه فرآیند SLPS عنصر روی تبخیر شده در داخل نمونه‌ها می‌تواند حبس شود و باعث بروز چنین اختلافی در تغییرات وزن قطعات و رفتار خمشی باشد. واضح است که میزان بخار روی خارج شده در دمای ۹۴۰ درجه سانتیگراد بسیار کم‌تر از دماهای دیگر است. بنابراین در دمای ۹۴۰ درجه سانتیگراد به دلیل حضور حفره‌ی حاوی بخار روی خمش نقطه میانی نسبت به دمای پایین‌تر، کم‌تر است.



شکل ۱۲ تغییرات وزن نمونه‌های Cu-28Zn تف‌جوشی شده در دماها و زمان‌های مختلف در اتمسفر نیتروژن

نتیجه‌گیری

۱- تیرهای برنجی به‌دست آمده از پودر پیش‌آلیاژی با ترکیب Cu-28Zn تحت تست خمش درجا با طول تکیه گاه مشخص قرار گرفتند و در محدوده‌ی دمایی ۹۵۰-۹۱۰ درجه سانتیگراد خم شدند.

۲- رفتار خمشی تیرها برحسب دما، خطی و برحسب زمان، غیر خطی است که با گذشت زمان نرخ خمش کاهش پیدا کرده و به سمت صفر میل می‌کند. علت رفتار غیر خطی خمش بر حسب زمان، پدیده تبخیر روی می‌باشد که در محدوده‌ی دمای تف‌جوشی استفاده شده در آزمایش رخ می‌دهد.

۳- تبخیر روی باعث تغییر در ترکیب شیمیایی جداره‌ی نازک بیرونی تیرها می‌شود که به علت این تغییر کسر حجمی مذاب و نهایتا نرخ خمش کاهش می‌یابد.

٤- در دماهای ۹٤۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل حبس شدن بخارات روی و گاز نیتروژن در داخل قطعه و ایجاد حفره‌ی بسیار بزرگ در قسمت میانی، میزان فاز مایع کاهش پیدا کرده و روند افزایش خمش نقطه میانی با افزایش دما قطع می‌شود.

۵- کاهش دما و زمان تف‌جوشی به ترتیب باعث کاهش فاز مایع و ته نشینی فاز مایع و در نتیجه منجر به کاهش تبخیر روی و جلوگیری از گرادیان ساختاری می‌شود.

مراجع

1- Mohammadzadeh A., Azadbeh M., Danninger H., "New concept in analysis of supersolidus liquid phase sintering of alpha brass", *Powder Metallurgy*, In press, DOI: http:// dx.doi.org /10.1179/1743290114Y.0000000114, (2014).

2- German R.M., "Supersolidus Liquid Phase Sintering of Prealloyed Powders", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 28, pp. 1553-1567, (1997).

3- Liu Y., Tandon R., German R.M., "Modeling of Supersolidus Liquid Phase Sintering, Part I: Capillary Force", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 26 (A), pp. 2415-2422, (1995).

4- Lal A., German R.M., "The Role of Viscosity During Supersolidus Liquid Phase Sintering", *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, pp. 169-182, (2000).

5- Bollina R., German R.M., "In Situ Evaluation of Viscosity During Sintering of Boron Doped Stainless Steel Using Bending Beam Technique", *Euro PM 2004 Sintering*, Materials Research Institute Pennsylvania State University, University Park, PA, (2004).

6- Upadhyaya G.S., "Sintered metallic and ceramic materials: preparation, properties and applications", Wiley, New York, (1999).

7- Sabahi Namini A., Azadbeh M., Mohammadzadeh A., "Microstructure and Densification Behavior of Liquid Phase Sintering Cu-28Zn Prealloyed Powder", *Science of Sintering*, Vol. 45, pp. 351-362, (2013).

8- Mohammadzadeh A., Azadbeh M., Namini A., "Densification and Volumetric Change During

Supersolidus Liquid Phase Sintering of Prealloyed Brass Cu28Zn Powder: Modeling and Optimization", *Science of Sintering*, Vol. 46, pp. 23-35, (2014).

9- Terletskii V.E., "Investigation of Conditions of Production of Brass Powders and of the Sintering of Parts from Them", Author's Abstract of Candidate's Dissertation, Kiev, (1972).

10- Palmer E., Grimme D., "Investigation of the Possibility of Production of P/M Brass Parts, New Materials Produced by Powder Metallurgy Methods [Russian Translation]", *Metallurgy*, Moscow, pp. 137-146, (1966).

۱۱- قارونی جعفری م.، آزادبه م.، محمدزاده ا.، سلیمان‌نژاد باری ع.، " بررسی تغییرات خواص فیزیکی و مکانیکی آلیاژ Cu-20Zn نسبت به دمای تف‌جوشی"، همایش ملی مهندسی مواد، دانشگاه ملایر، (۱۳۹۱).

۱۲- صباحی ع.، آزادبه م.، "بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی آلیاژ Cu-20Zn تولید شده از پودر پیش‌آلیاژی به تغییرات جزیی دمای تف‌جوشی"، فصل‌نامه‌ی علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال چهارم شماره ۲، (۱۳۸۹).

13-Dovydenkova I.V., Radomyselskii I.D., "Production and Properties of Constructional Parts from Copper and Copper Alloy Powders: A review", *Poroshk. Metall*, Vol. 3 (255), pp. 56-64, (1984).

14-Azadbeh M., Danninger H., Gierl-Mayer C., "Macroscopic illustration of Zn evaporation during liquid phase sintering of Cu-28Zn prepared from prealloyed powder", Sintering, Atmosphere and Atmosphere Control, Euro PM, Manuscript refereed by Prof Francisco Castro, (2013).

سنتز یک مرحله ای نانوسیلیکای آبگریز با استفاده از الکل زنجیر بلند ۱-اکتادکانول*

ملیحه درگاهی زابلی[۱] اقبال صحرایی[۲] بهزاد پورعباس[۳] برایان کرگل[٤]

چکیده

در این مقاله، سنتز نانوذرات سیلیکا همزمان با اصلاح سطح آنها به کمک الکل زنجیره بلند ۱-اکتادکانول در دمای ۷۰ درجه سانتیگراد مطابق روش استوبر انجام شده است. میزان آبگریزی ذرات با افزایش درصد ۱-اکتادکانول تا رسیدن به غلظت ۷ درصد وزنی به میزان قابل توجهی افزایش یافته و اصلاح سطح در طول ۹۰ دقیقه اول واکنش کامل شده و زمان واکنش بیش از ۹۰ دقیقه تاثیر چندانی بر میزان آبگریزی ذرات نگذاشته است. حداکثر اصلاح سطح نانوذرات سیلیکا در pH حدود ۸ صورت پذیرفته است. اصلاح سطح با استفاده از آنالیز جذب اشعه مادون قرمز، آنالیز گرمایی TGA و بررسی زاویه تماس تأیید شده است. انکسار اشعه ایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری برای بررسی مورفولوژی و اندازه نانوذرات سیلیکا به کار گرفته شده است.

واژه‌های کلیدی سنتز یک مرحله‌ای، اصلاح سطح، نانوذرات سیلیکا، ۱-اکتادکانول، آبگریز، روش استوبر.

One-Pot Synthesis of Hydrophobic Silica Nano Particles with Long-Chain Alcohol 1-Octadecanol

M. Dargahi-Zaboli E. Sahraei B. Pourabbas B. Korgel

Abstract

In this work, one-pot synthesis of modified silica nanoparticles with long-chain alcohol 1-Octadecanol by stober method at 70 ℃ is presented. Hydrophobicity of particles increased dramatically by increasing the amount of 1-Octadecanol up to 7 wt.%. Surface modification was completed during the first 90 minutes. Additional reaction time had no further effect. The most possible modification was obtained when the reaction took place at pH=8. Successful surface modification was confirmed by FT-IR spectroscopy, thermogravimetric analyses and contact angle measurements. X-ray diffraction patterns indicate an amorphous structure which did not significantly change by surface modification. Transmission electron microscopy images were used to investigate the morphology and dimension of the silica particles.

Key words One-Pot Synthesis, Surface Modification, Silica Nanoparticles, Hydrophobic,1-Octadecanol, Stober Method

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۷/۱٦ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۷/۷ به دفتر نشریه رسیده است.

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

(۲) نویسنده مسئول: دانشیار، دانشکده مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی سهند تبریز . Email: sahraei@sut.ac.ir

(۳) استاد، دانشکده پلیمر، دانشگاه صنعتی سهند تبریز.

(٤) استاد، رئیس مرکز نانو و علم مولکولی دانشکده مهندسی شیمی دانشگاه آستین تکزاس آمریکا.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.40156

مقدمه

امروزه نانوذرات سیلیکا به علت دارا بودن خواص فیزیکی و شیمیایی ویژه توجه زیادی را به خود جلب کرده اند. مزیت اصلی سیلیکا در مقیاس نانو، مساحت سطح بالای این ماده است که باعث می‌شود در بستر مورد استفاده برهمکنش بیشتری از خود نشان دهد. پودر نانوسیلیکا را می‌توان؛ در امولسیون به عنوان پایدارکننده، در صنایع رنگ به عنوان مات کننده، افزایش دهنده غلظت، افزایش دهنده مقاومت محیطی و خواص سایشی رنگ؛ در صنعت لاستیک به عنوان پرکننده و افزایش دهنده استحکام و طول عمر لاستیک؛ و در سازه‌های بتنی و ترکیبات سیمانی به عنوان افزایش دهنده مقاومت محیطی بتن؛ استفاده نمود [1-3، 5-8].

باوجود این، گروه های هیدروکسیل (OH) بر سطح سیلیکا رطوبت را جذب کرده و باعث به هم پیوستن نانوذرات به یکدیگر می شوند. این به هم پیوستگی باعث پراکندگی ضعیف نانوذرات در محیط شده و به میزان زیادی کاربرد نانوذرات سیلیکا را محدود می‌کند. خوشبختانه، این مشکل با استفاده از روش های اصلاح سطح و عامل های اصلاح کننده مختلف قابل حل است [4-8].

روش های مختلفی برای اصلاح سطح نانوذرات توسعه یافته است، که عمدتاً شامل سل-ژل، رسوب گذاری در فاز مایع، رسوب شیمیایی بخار، رسوب فیزیکی بخار، پوشش‌دهی پلاسما و مایسل می‌باشند [11]. در بین روش‌های ذکر شده، روش فاز مایع به علت شرایط عملیاتی ساده‌تر و هزینه آزمایشگاهی پایین به میزان گسترده‌ای استفاده می‌شود [9-11].

از نقطه نظر تعداد مراحل، به طور کلی دو روش اصلاح سطح وجود دارد: ۱) روش دو مرحله‌ای که اصلاح سطح بر روی نانوذرات از پیش سنتز شده انجام می‌شود، و ۲) روش یک مرحله‌ای سنتز همزمان با اصلاح سطح. لذا در روش یک مرحله‌ای، دو مرحله جداگانه سنتز و اصلاح در یک مرحله خلاصه می‌گردد [17]. مطالعات نشان می‌دهد که در اکثر موارد اصلاح سطح بر روی سیلیکای سنتز شده انجام شده و یک مرحله‌ای نبوده است [8، 11، 13]. آن (An) و همکارانش روش جدیدی برای آبگریز کردن سطح سیلیکا ارائه کرده‌اند. در این روش سطح سیلیکای سنتز شده با انواع الکلهای زنجیره بلند اصلاح شده و سطح سیلیکا تا حدی آبگریز شده است [8]. ما (Ma) و همکارانش در یک روش دو مرحله‌ای با جذب سطحی CTAB بر نانوذرات سیلیکا سنتز شده، مانع لخته شدن و به هم پیوستن نانوذرات سیلیکا شده و به پخش بهتر آنها در مواد پلیمری کمک نموده است [11]. زو (Zou) و همکارانش در مطالعات خود، برای استفاده از ذرات سیلیکا در زمینه پلیمری، اصلاح سطح نانوذرات سیلیکا را بررسی نمودند. از جمله راه‌های اصلاح سطح پیشنهادی در این تحقیق، استفاده از CTAB بوده است [12]. بی (Bi) و همکارانش با جذب سطحی CTAB بر ذرات سیلیکا، ترشوندگی نانوذرات سیلیکا را تغییر داده و سپس اثر این نانوذرات را در ازدیاد برداشت نفت از مخازن تولیدی بررسی نمودند [13].

لازم به ذکر است که تعداد محدودی از محققین به صورت یک مرحله‌ای و در یک روش جدید نانوذرات سیلیکای اصلاح شده را سنتز نموده‌اند. مارینی (Marini) و همکارانش موفق شدند که برای اولین بار نانوذرات سیلیکای اصلاح شده به کمک گروه عاملی وینیل تری اتوکسی سیلان را در یک روش یک مرحله-ای سنتز کنند [19]. همچنین پورعباس و همکارش به طور مشابه نانوذرات سیلیکا را به کمک پلی پیرول در یک روش یک مرحله‌ای اصلاح نمودند [20]. علاوه بر موارد ذکر شده، عفتی و همکارش نانوذرات سیلیکا با سایز کمتر از ۵۰ نانومتر را به کمک گروه‌های عاملی وینیل تری متوکسی سیلان و اکریلیک برای اولین بار در یک روش یک مرحله ای سنتز نمودند [17].

از این رو در این تحقیق، برای رسیدن به نانوسیلیکای آبگریز، روش جدید یک مرحله‌ای

سنتز و اصلاح همزمان ارائه شده است. ۱-اکتادکانول (1-Octadecanol) به علت جرم مولکولی بالا با زنجیره بزرگ هیدروکربنی، بهترین انتخاب به عنوان عامل آبگریز کننده سطح نانوذرات سیلیکا بوده و به طور موفقیت آمیز برای اولین بار، نانوذرات سیلیکای آبگریز در یک مرحله سنتز، تولید شده است. همچنین، برای بررسی اثر پارامترهای مختلف، شرایط واکنش تغییر کرده و نتایج مقایسه شده است. بر اساس نتایج حاصل از تحقیقات محققین از جمله عفتی و همکارش، شرایط بهینه حاصل از تحقیق آنها بررسی، تأیید و در این تحقیق استفاده شده است [17]. بررسی نتایج بر اساس اندازه‌گیری‌های حاصل از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری و آنالیزهای جذب اشعه مادون قرمز، TGA، انکسار اشعه ایکس و زاویه تماس انجام شده است.

مواد و روش تحقیق

طراحی آزمایش‌ها در طراحی آزمایش برای بررسی تأثیر متغیرهای فرآیند (پارامترها) بر متغیر پاسخ، به جای انجام مطالعات جداگانه بر روی هر متغیر، همزمان چندین متغیر فرآیند بررسی شده و لذا تعداد آزمایش-های مورد نیاز به میزان قابل توجهی کاهش می‌یابد.

یک طرح آزمایش بهینه طرحی است که با کمترین تعداد آزمایش، داده‌ها و اطلاعات مورد نیاز برای انجام تجزیه و تحلیل و دستیابی به شرایط بهینه را فراهم کند. مطالعات نشان می‌دهد که تغییر پارامترها در دو سطح و یک نقطه میانی می‌تواند نتایجی قابل تحلیل ارائه دهد [17]. بنابراین در این تحقیق از طراحی آزمایش فاکتورهای جزئی در دو سطح همراه با نقطه میانی (با دو بار تکرار هر آزمایش) استفاده شده است [14].

مطالعات نشان داد که متغیرهای اصلی و اثرگذار در سنتز یک مرحله‌ای نانوذرات اصلاح شده، غلظت اصلاح کننده و زمان واکنش هستند که محدوده تغییر آن‌ها در جدول (۱) ارائه شده است [17، 20-19]. بنابراین در تمام آزمایش‌ها پارامترهای زیر در مقادیر بهینه زیر ثابت نگه داشته شده است: غلظت هیدروکسید آمونیوم و تترااتیل اورتوسیلیکات به ترتیب در ۰/۵ و ۰/۲۵ در حلال اتانول، نسبت آب به تترااتیل اورتوسیلیکات حدود ۳۸ و دمای کلیه آزمایش‌ها (در حداکثر ممکن باتوجه به نقطه جوش اتانول) ۷۰ درجه سانتیگراد[17,19,20].

مواد شیمیایی مواد شیمیایی اصلی که در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفته‌اند عبارتند از: اتانول (≤۹۹/۵ ٪، Sigma-Aldrich)، متانول (≤۹۹/۸ ٪، Sigma-Aldrich)، هیدروکسید آمونیوم (۲۹ ٪، Sigma-Aldrich)، اسید کلریدریک (۳۵ ٪، Sigma-Aldrich)، تترااتیل اورتوسیلیکات (TEOS، ≤۹۹ ٪، Sigma-Aldrich)، اکتادکانول (۹۹ ٪، Sigma-Aldrich) و آب دوبار تقطیر.

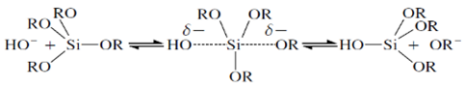
جدول ۱ سطوح تغییر متغیرهای اصلی

سطح تغییر / متغیر	بالا (+)	پائین (-)	نقطه میانی
غلظت اصلاح کننده ۱-اکتادکانول (wt٪)*	۷	۲	۵
زمان واکنش (دقیقه)	۱۸۰	۹۰	۱۲۰

* درصد وزنی نسبت به کل ذرات سیلیکا سنتز شده

سنتز نانوذرات سیلیکا روش سل- ژل در سه دهه اخیر به عنوان یک روش ساده و کاربردی شناخته شده است. نتایج حاصل از روش سل- ژل را می‌توان در دو مورد خلاصه نمود: ۱) بهبود فرایندها و خواص مواد رایج و ۲) ایجاد مواد جدید [15]. در میان مواد اولیه که برای تولید نانوذرات سیلیکا استفاده می شود، سیلیکون آلکوکسیدها مانند تری اتوکسی سیلان (TEOS) به میزان وسیعی به‌کار گرفته می‌شوند. ژل شدن محلول سیلیکون آلکوکسید نتیجه هیدرولیز سیلیکون آلکوکسید $Si(OR)_4$ و پلی کندانس یا آبگیری متعاقب آن است که منجر به تشکیل پلیمرها و ذرات با پیوند سیل اکسان می‌شود. در روش معروف استوبر (Stober) از هیدروکسید آمونیوم به عنوان کاتالیست استفاده شده است. در این تحقیق نیز این روش، به عنوان روش پایه سنتز نانوذرات سیلیکا به کار گرفته شده است [16]. واکنش‌های مرتبط بر اساس روابط (۱) الی (۳) بیان می‌گردد [9].

واکنش هیدرولیز:



(۱)

واکنش کندانس آب:

$$\equiv Si-OH + \equiv Si-OH \leftrightarrow \equiv Si-O-Si\equiv + H_2O \quad (۲)$$

واکنش کندانس الکل:

$$\equiv Si-OR + \equiv Si-OH \leftrightarrow \equiv Si-O-Si\equiv + ROH \quad (۳)$$

برای تهیه نانوذرات سیلیکا، ابتدا آب و اتانول به مدت ۵ دقیقه هم زده شده و سپس هیدروکسید آمونیوم اضافه می گردد. بعد از رسیدن به دمای ۷۰ درجه سانتیگراد، تترااتیل ارتوسیلیکات افزوده می‌شود. بعد از یک ساعت نانوذرات سیلیکا تهیه شده به کمک سانتریفیوژ با سرعت ۱۰،۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه ترسیب می‌شوند. رسوب حاصل به کمک ماوراء صوت در اتانول و آب پخش گردیده و دوباره رسوب داده می‌شود. این فرایند سه بار تکرار می‌گردد تا ذرات کاملا تمیز گردند. سرانجام ذرات در مقدار مشخصی اتانول پخش گردیده و نگه‌داری می‌شوند.

سنتز یک مرحله‌ای نانوذرات سیلیکا اصلاح شده به وسیله اکتادکانول نانوذرات سیلیکا به علت وجود گروه‌های هیدروکسیل بر سطح آنها، فعال و آبدوست هستند. یکی از عوامل اصلی موثر بر بار سطح ذرات در کلوئید سیلیکا، pH محیط است. برای اکسیدها در محلول الکترولیت ساده، در pH پایین بار سطح مثبت بوده و با افزایش pH منفی خواهد شد. تغییر بار سطح به علت رها کردن و گرفتن پروتون یا هیدروکسیل است[12,18,19]. معمولاً یونهای +H و -OH، عامل این تغییر هستند. همانند دیگر اکسیدهای معدنی، مکانیزم اصلی باردارشدن در محیط آبی از روابط (٤) و (٥) پیروی می‌کند[18,9].

$$SiOH + H^+ = SiOH_2^+ \quad (٤)$$

$$SiOH + OH^- = SiO^- + H_2O \quad (٥)$$

نقطه ایزوالکتریک سیلیکا تقریباً در pH ۲ اتفاق می‌افتد و بار سطح بین pH ٦ و pH ۱۱، منفی خواهد شد. بر طبق تحقیق انجام شده توسط ما (Ma) و همکارانش، بیشترین بارمنفی بر سطح سیلیکا تقریباً در pH ۸ رخ می دهد [11].

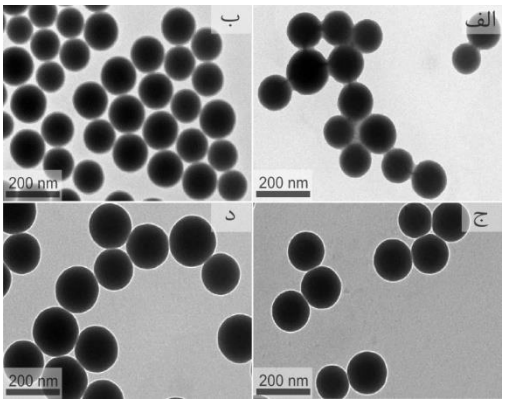
نانوذرات سیلیکای اصلاح شده به وسیله الکل زنجیره بلند ۱-اکتادکانول در سنتز یک مرحله‌ای مشابه سنتز نانوذرات سیلیکای بدون اصلاح سطح تهیه می‌گردند. در این سری آزمایش‌ها ابتدا مواد اولیه با هم مخلوط شده و واکنش شروع می‌شود. بعد از گذشت ۱۵ دقیقه pH واکنش به وسیله اسید کلریدریک یک مولار در مقدار ۸ تنظیم می‌گردد. سپس میزان مشخص ۱-اکتادکانول (مطابق جدول(۱))، در مقداری اتانول پخش شده و به واکنش افزوده می‌شود. واکنش ادامه می‌یابد تا به زمان مشخص شده در جدول (۱) برسد. پس از پایان آزمایش، جداسازی و شستشو انجام می-شود.

آنالیز نمونه‌ها و تعیین ویژگی‌ها برای بررسی مورفولوژی و ساختار نانوذرات سیلیکا از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده شد. مورفولوژی و ساختار نانوذرات به سادگی در تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری قابل رؤیت است. همچنین سایز آنها به کمک خط کش موجود در نرم افزار نصب شده بر روی میکروسکوپ الکترونی بدست آمده است.

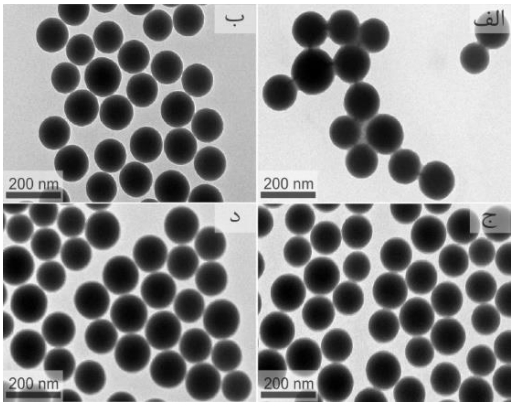
پیوندهای آلی و غیرآلی موجود در نانوذرات با استفاده از آنالیز جذب اشعه مادون قرمز (FT-IR) که اطلاعاتی درباره پیوندهای شیمیایی مختلف OH-، Si-OH، Si-O-Si، Si-C، C-H می‌دهد، در محدوده فرکانس cm^{-1} ۴۰۰۰-۶۵۰ مطالعه شد [22]. از پراش اشعه ایکس (XRD) برای مشخص شدن ساختار آمورف نانوذرات سیلیکا استفاده شده است. پرتو ایکس با برخورد به یک ماده الگوی تفرق آن ماده را مشخص می کند. حوزه‌های آمورف قله‌های پهن و حوزه‌های کریستالی قله‌های تیز که نشان دهنده الگوی تفرق کریستال در نمودار است را تشکیل می‌دهند [5]. محدوده زاویه پراش الگوی اشعه ایکس از °۵ تا °۴۰ با سرعت اسکن °۳ بر دقیقه است. آبگریزی نمونه‌ها با تعیین زاویه تماس آب با سطح پوشیده شده با نانوذرات سیلیکا تعیین شد. اندازه‌گیری زاویه تماس به وسیله یک ابزاردقیق آزمایشگاهی مجهز به دوربین (متصل شده به کامپیوتر) برای گرفتن تصاویر انجام شده است. بستر شیشه‌ای به روش دکتر بلید (Doctor blades) به کمک کلوئید مدنظر پوشانده می‌شود. بدین ترتیب که کلوئید نانوذرات در اتانول با غلظت تقریبی ۱۰ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر بر بستر شیشه‌ای چکانده شده (حجم تقریبی قطره ۲ میکرولیتر است) و فرایند پوشش دهی در دمای حدود ۷۸ درجه سانتیگراد (حدود نقطه جوش اتانول) انجام می‌گیرد. همچنین اندازه‌گیری‌ها در اتاق تمیز (Clean Room) صورت گرفته و متوسط حداقل ۵ اندازه‌گیری گزارش شده است [21]. کاهش وزن تفاضلی و تغییرات فازی نمونه‌ها در اثر تغییرات دما توسط تجزیه TGA در محیط هوا، از دمای ۳۰ تا ۶۰۰ درجه سانتیگراد و با نرخ حرارت دهی ۲۰ درجه بر دقیقه انجام شد [5، 17، 19، 20].

نتایج و بحث

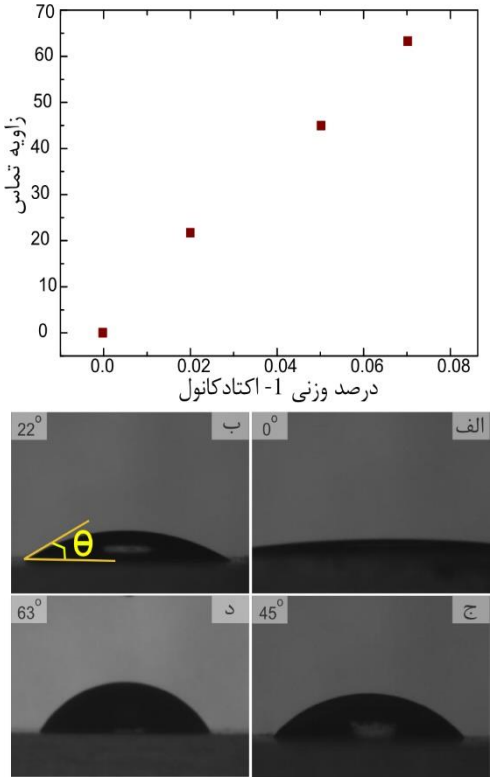
تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوذرات سیلیکای اصلاح شده و اصلاح نشده و نتایج اندازه گیری زاویه تماس در شکل‌های (۱)، (۲) و (۳) ارائه شده است [17، 20].



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوذرات سیلیکا، الف) اصلاح نشده؛ ب)، ج) و د)، اصلاح شده با wt٪ ۷، ۱- اکتادکانول به ترتیب در ۹۰، ۱۲۰ و ۱۸۰ دقیقه واکنش



شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوذرات سیلیکا، الف) اصلاح نشده؛ ب)، ج) و د)، اصلاح شده در مدت زمان واکنش ۹۰ دقیقه به ترتیب با ۲، ۵ و ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول

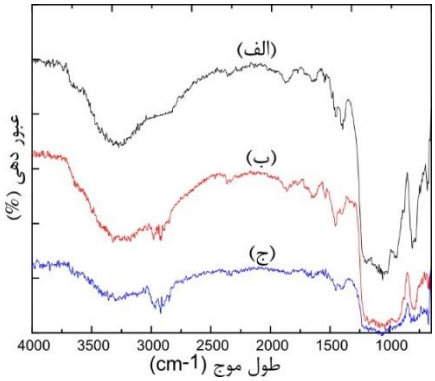


شکل ۳ (بالا) تغییرات زاویه تماس بر اساس درصد وزنی ۱- اکتادکانول؛ (پایین) تصاویر مربوطه به زاویه تماس نانوذرات سیلیکا، الف) اصلاح نشده؛ ب)، ج) و د)، اصلاح شده در مدت زمان واکنش ۹۰ دقیقه به ترتیب با ۲، ۵ و ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول

همانطور که مشاهده می‌شود پراکندگی نانوذرات با اصلاح سطح بهتر شده و نانوذرات اصلاح شده آبدوستی کمتری از خود نشان می‌دهند. بطوریکه در حالت سیلیکای اصلاح نشده سطح کاملا آبدوست بوده (زاویه تماس ۰ درجه) و در حالت سیلیکای اصلاح شده با ۷ درصد وزنی اکتادکانول، زاویه تماس ایجاد شده ۶۳ درجه می‌باشد. اما زمان واکنش تاثیر چندانی بر افزایش میزان آبگریزی نانوذرات نداشته و تنها باعث بزرگ‌تر شدن ذرات شده است، بدین ترتیب که محدوده سایز ذرات در زمانهای واکنش ۹۰، ۱۲۰ و ۱۸۰ به ترتیب ۱۲۰-۱۰۰، ۱۴۰-۱۲۰ و ۱۶۰-۱۳۰ نانومتر است.

این بدین معنی است که اصلاح سطح در طول ۹۰ دقیقه اول واکنش کامل شده و نیازی به ادامه واکنش بعد از ۹۰ دقیقه نیست. همچنین با افزایش درصد اصلاح کننده ۱-اکتادکانول از ۲ درصد وزنی به ۷، زاویه تماس از ۲۲ درجه به ۶۳ درجه افزایش یافته است. این تغییرات برای زمان واکنش ۹۰ دقیقه در شکل‌های (۲) و (۳) نشان داده شده است.

شکل (٤) طیف سنجی جذب اشعه مادون قرمز سیلیکای اصلاح نشده، سیلیکای اصلاح شده با ۵ درصد وزنی ۱-اکتادکانول و سیلیکای اصلاح شده با ۷ درصد وزنی ۱-اکتادکانول را نشان می‌دهد. پیک‌های موجود در طیف جذب اشعه مادون قرمز و گروه های عاملی مرتبط در جدول (۲) گردآوری شده است [22].



شکل ۳ طیف‌سنجی جذب اشعه مادون قرمز نانوذرات سیلیکا، الف) اصلاح نشده. اصلاح شده با، ب) ۵ و ج) ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول

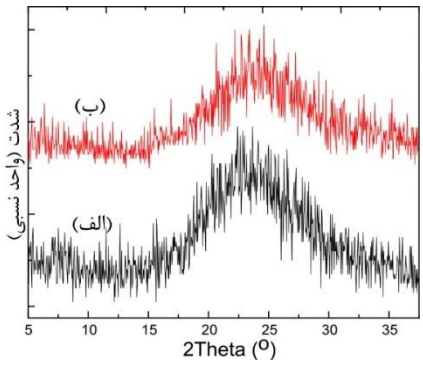
جدول ۲ گروه های عاملی مربوط به پیک‌های طیف‌سنجی شکل (٤)

طول موج طیف	گروه عاملی مرتبط
۷۰۰	Si-OEt
۹۸۰	Si-OH
۱۱۵۰-۱۱۰۰	Si-O-Si
۱۶۰۰-۱۷۰۰	physical adsorbed water
۲۹۸۰-۲۹۱۵	C-H
۳۵۰۰-۳۱۵۰	Si-OH and physical adsorbed water

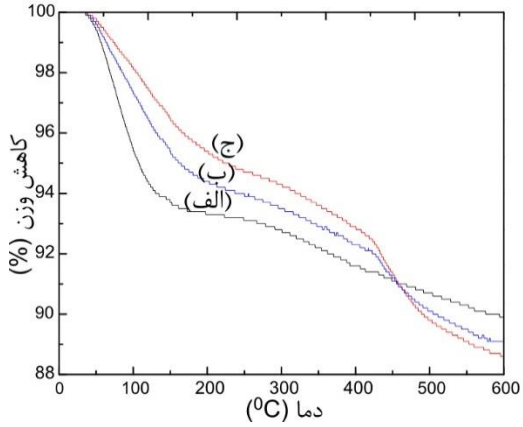
همانطور که مشاهده می‌شود پیک‌های مربوط به آب جذب شده و گروه‌های سیلانول با اصلاح سطح نانوسیلیکا به مقدار قابل توجهی خصوصاً در حالت ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول کاهش یافته‌اند. همچنین با اصلاح سطح و اضافه شدن مولکول‌های ۱- اکتادکانول به سطح سیلیکا پیک‌های مربوط به پیوندهای هیدروکربنی در طیف ظاهر شده‌اند. بنابراین طیف‌سنجی جذب اشعه مادون قرمز اصلاح سطح نانوذرات سیلیکا را تایید می‌کند.

شکل (۵) الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات سیلیکای اصلاح نشده و اصلاح شده با ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول را نشان می‌دهد. پیک گسترده نشان داده شده در شکل به معنی ساختار بی‌شکل سیلیکا است که در هر دوحالت اصلاح شده و اصلاح نشده مشاهده می‌شود. در واقع اصلاح سطح، ساختار سیلیکا را تغییر نداده است [5].

خواص گرمایی نانوذرات سیلیکای اصلاح نشده و اصلاح شده با ۵ و ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول به کمک آنالیز TGA بررسی شده و نتایج در شکل (٦) ارائه شده است. مقادیر ۱- اکتادکانول جذب سطحی شده توسط نانوذرات سیلیکا با بررسی میزان کاهش وزن قابل محاسبه می باشد. دو بخش کاهش وزن اصلی در شکل (٦) قابل مشاهده است، بطوریکه بخش اول مرتبط با تبخیر رطوبت جذب شده و تبخیر حلال باقیمانده است که در دمای پایین کمتر از ۲۰۰ درجه سانتیگراد رخ داده است. کاهش وزن در این ناحیه برای سیلیکای اصلاح شده با ۵ و ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول کمتر بوده که به وضوح قابل مشاهده است. این تفاوت کاهش وزن طبیعت آبگریز نانوذرات سیلیکای اصلاح شده را تایید می‌کند که در توافق با نتایج حاصل از زاویه تماس می‌باشد. همچنین کاهش وزن در حالت ۷ درصد وزنی به علت آبگریزی بیشتر نسبت به حالت ۵ درصد وزنی، کمتر است. بخش دوم کاهش وزن که در دمای بیش از ٤۰۰ درجه سانتیگراد رخ داده است به علت آبزدایی از گروه‌های سیلانول و تجزیه عامل اصلاح کننده یعنی اکتادکانول می‌باشد که در حالت سیلیکای اصلاح نشده تنها مربوط به آبزدایی گروه‌های سیلانول می‌باشد و بنابراین از دو حالت اصلاح شده کمتر است. کل درصد کاهش وزن در این ناحیه برای سیلیکای اصلاح نشده، اصلاح شده با ۷ درصدوزنی ۱- اکتادکانول و اصلاح شده با ۵ درصد وزنی ۱- اکتادکانول به ترتیب ۱٪، ٤٪ و ۳٪ وزنی می‌باشد. بنابراین درصد ۱- اکتادکانول جذب شده در دو حالت ۵ و ۷ درصد وزنی اصلاح کننده، به ترتیب ۲٪ و ۳٪ وزنی می‌باشد[5,17,19,20].



شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات سیلیکا، الف) اصلاح نشده؛ ب) سیلیکای اصلاح شده با ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول



شکل ٦ داده‌های TGA نانوسیلیکای، الف) اصلاح نشده. اصلاح شده با، ب) ۵ و ج) ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول

نتیجه‌گیری

در این تحقیق روش جدید یک مرحله‌ای سنتز همزمان با اصلاح سطح نانوذرات سیلیکا به کمک ۱- اکتادکانول ارائه شد. در این روش با استفاده از ۷ درصد جرمی ۱- اکتادکانول در شرایط دمای ۷۰ درجه سانتیگراد، ۸ pH، زمان واکنش ۹۰ دقیقه می‌توان از زاویه تماس صفر درجه (سیلیکای اصلاح نشده) به زاویه تماس ٦٣ درجه رسید که بدین معنی است که آبگریزی سیلیکا به میزان قابل توجهی افزایش یافته است. اصلاح سطح در طول ۹۰ دقیقه اول واکنش کامل شده و نیازی به ادامه واکنش بعد از ۹۰ دقیقه نیست. روند تغییرات زاویه تماس نشان می‌دهد که تغییرات در ابتدا زیاد بوده اما با افزایش غلظت به حدود ۷ درصد وزنی ۱- اکتادکانول روند تغییرات به سمت عددی ثابت میل می‌کند، لذا عدد ۷ به عنوان مقدار بهینه غلظت اصلاح کننده انتخاب شده است. درصد ۱- اکتادکانول جذب شده در این حالت ٪۳ وزنی می‌باشد.

مراجع

1- Zhang C., Zhang Sh., Laigui Y., Zhang Z., Zhishen W., Zhang P., “Preparation and tribological properties of water-soluble copper / silica nanocomposite as a water-based lubricant additive”, *Applied Surface Science*, Vol. 259, pp. 824-830, (2012).

2- Dittanet P., Pearson R.A., “Effect of silica nanoparticle size on toughening mechanisms of filled epoxy”, *Polymer*, Vol. 53, pp. 1890-1905, (2012).

3- Idrus S.S., Ismail H., Palaniandy S., “Study of the effect of different shapes of ultrafine silica as fillers in natural rubber compounds”, *Polymer Testing*, Vol. 30, pp. 251–259, (2011).

4- Ganbavle V.V., Bangi U.K.H., Latthe S.S., Mahadik S.A., Venkateswara Rao A., “Self-cleaning silica coatings on glass by single step sol–gel route”, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 205, pp. 5338–5344, (2011).

5- Park J.T., Seo J.A., Ahn S.H., Kim J.H., Kang S.W., “Surface modification of silica nanoparticles with hydrophilic polymers”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 16, pp. 517–522, (2010).

6- Gao L., He J., “Surface hydrophobic co-modification of hollow silica nanoparticles toward large-area transparent superhydrophobic coatings”, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 396, pp. 152–159, (2013).

7- Xue L., Li J., Fu J., Han Y., “Super-hydrophobicity of silica nanoparticles modified with vinyl groups”, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 338, pp. 15–19, (2009).

8- An D., Wang Z., Zhao X., Liu Y., Guo Y., Ren S., “A new route to synthesis of surface hydrophobic silica with long-chain alcohols in water phase”, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 369, pp. 218–222, (2010).

9- Brinker C.J., Scherer G.W., “Sol-gel science (the physics and chemistry of sol-gel processing)”, Academic Press Inc., (1990).

10- Bergna H.E., Roberts W.O., "Colloidal silica (Fundamentals and Applications)", CRC Press, (2006).

11- Ma X.K., Lee N.H., Oh H.J., Kim J.W., Rhee C.K., Park K.S., Kim S.J., "Surface modification and characterization of highly dispersed silica nanoparticles by a cationic surfactant", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 358, pp. 172–176, (2010).

12- Zou H., Wu S., Shen J., "Polymer/Silica Nanocomposites: Preparation, Characterization, Properties, and Applications", *Chem. Rev*., Vol. 108, pp. 3893–3957, (2008).

13- Bi Z., Liao W., Qi L., "Wettability alteration by CTAB adsorption at surfaces of SiO_2 film or silica gel powder and mimic oil recovery", *Applied Surface Science*, Vol. 221, pp. 25–31, (2004).

14- Montgomery D.C., "Design and analysis of experiments", 5th ed., *John Wiley & Sons* Inc., (2001).

15- Cannavale A., Fiorito F., Manca M., Tortorici G., Cingolani R., Gigli G., "Multifunctional bioinspired sol-gel coatings for architectural glasses, Building and Environment", Vol. 45, pp. 1233–1243, (2010).

16- Green D.L., Jayasundara S., Lam Yui-Fai, Harris M.T., "Chemical reaction kinetics leading to the first Stober silica nanoparticles – NMR and SAXS investigation", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 315, pp. 166–179, (2003).

17- Effati E., Pourabbas B., "One-pot synthesis of sub-50 nm vinyl- and acrylate-modified silica nanoparticles", *Powder Technology*, Vol. 219, pp. 276–283, (2012).

18- Paria S., Khilar K.C., "A review on experimental studies of surfactant adsorption at the hydrophilic solid–water interface", *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol. 110, pp. 75-95, (2004).

19- Marini M., Pourabbas B., Pilati F., Fabbri P., "Functionally modified core-shell silica nanoparticles by one-pot synthesis", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 317, pp. 473–481, (2008).

20- Pourabbas B., Pilati F., "Polypyrrole grafting onto the surface of pyrrole-modified silica nanoparticles prepared by one-step synthesis", *Synthetic Metals*, Vol. 160, pp. 1442–1448, (2010).

21- Xue L., Li J., Fu J., Han Y., "Super-hydrophobicity of silica nanoparticles modified with vinyl groups", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 338, pp. 15–19, (2009).

22- Socrates G., "Infrared Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts", *John Wiley & Sons*, New York, pp. 34−194, (1994).

بررسی اثر متغیرهای جوشکاری بر اتصال غیر همجنس اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای ورق‌های Al-۵۰۸۳ و St-۱۲*

اسکندر فریدونی[۱] مجتبی موحدی[۲] امیرحسین کوکبی[۳]

چکیده

هدف از این تحقیق، بررسی تاثیر متغیرهای سرعت چرخشی و زمان ماند بر استحکام اتصالات غیرهمجنس آلیاژهای آلومینیم Al-۵۰۸۳ و فولاد St-۱۲ می‌باشد که با فرآیند جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای و بدون ورود پین به ورق فولادی (ورق پایینی) به یکدیگر متصل شده‌اند. سرعت‌های چرخشی، ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان‌های ماند، ۵ الی ۱۵ ثانیه بودند. نتایج نشان داد که استحکام اتصالات با افزایش زمان ماند ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. علاوه بر این، استفاده از سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه اتصالات مستحکم‌تری را نسبت به سرعت ۱۱۰۰ دور بر دقیقه به همراه داشت.

واژه‌های کلیدی جوش اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای، سرعت چرخشی، زمان ماند، نیروی شکست.

Effect of Welding Parameters on Dissimilar Friction Stir Spot Welded Al-5083/St-12 Alloy Sheets

E. Fereiduni M. Movahedi A.H. Kokabi

Abstract

The present study investigates the effect of rotational speed and dwell time on the strength of Al-5083/St-12 friction stir spot joints. The welds were made using a newly developed FSSW process in which the tool pin did not penetrate into the lower steel sheet. Rotational speeds of 900 and 1100 rpm were applied in association with the dwell times in the range of 5-15 s. Results showed that the strength was first improved and then declined with increasing the dwell time. Furthermore, stronger joints were achieved at 900 rpm compared to the rotational speed of 1100 rpm.

Key words Friction stir spot welding, Rotational speed, Dwell time, Fracture load.

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۹/۶ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۴/۲/۲۲ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، گرایش جوشکاری، دانشگاه صنعتی شریف.

(۲) نویسنده مسئول: استادیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی شریف. Email: m_movahedi@sharif.edu

(۳) استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی شریف.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.41755

مقدمه

ایجاد اتصال بین قطعاتی از جنس آلیاژهای آلومینیم و فولاد در سازه‌های مختلف از اهمیت بالایی برخوردار است. در حالی که آلیاژهای فولادی، استحکام لازم برای سازه‌های یاد شده را تضمین می‌کنند، کاهش وزن و افزایش مقاومت به خوردگی آن‌ها به واسطه آلیاژهای آلومینیمی تضمین می‌شود [1].

به عنوان نوعی از فرآیندهای جوشکاری ذوبی، فرآیند جوشکاری مقاومتی نقطه‌ای به صورت گسترده‌ای به منظور اتصال ورق‌های آلومینیم به فولاد در صنایع مختلف استفاده می‌شود. اگرچه، این فرآیند برای اتصال‌دهی فلزات و آلیاژهای سبک دارای محدودیت‌هایی همچون هدایت حرارتی و الکتریکی بالای فلزات سبک، مستهلک و فرسوده شدن الکترودها حین ایجاد اتصال، اعوجاج حرارتی زیاد و استحکام پایین اتصال می‌باشد [2، 3 و 4]. از سوی دیگر، به عنوان نوعی از فرآیندهای جوشکاری ذوبی، استفاده از فرآیند جوشکاری مقاومتی نقطه‌ای به منظور ایجاد اتصال بین آلومینیم و فولاد منجر به تشکیل ترکیبات بین فلزی ترد و ضخیم شده که می‌تواند کارآیی اتصال را به شدت تحت تاثیر قرار دهد [2 و 3].

فرآیند جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای به عنوان یک فرآیند جوشکاری حالت جامد در چند سال اخیر به منظور اتصال ورق‌ها مورد توجه قرار گرفته است. در حقیقت، فرآیند یاد شده را می‌توان به عنوان شاخه‌ای از فرآیند جوشکاری اصطکاکی تلاطمی محسوب کرد. نحوه انجام این فرآیند به نحوی است که ابتدا ابزار در حال چرخش تا عمق مشخصی (عمق نفوذ) به درون ورق‌هایی که بر روی یکدیگر قرار گرفته‌اند وارد می‌شود. پس از گذشت زمان مشخص (زمان ماند)، ابزار از درون قطعه کار خارج شده و حفره‌ای را در محل خروج خود بر جای می‌گذارد. حرارت ایجاد شده در اثر اصطکاک بین پین و قطعه کار منجر به نرم شدن مواد اطراف پین می‌شود. در نتیجه مواد حرارت دیده و نرم شده، تغییر شکل پلاستیک داده و در نهایت اتصال حالت جامد در فصل مشترک ورق‌های بالایی و پایینی برقرار می‌شود [5].

به دلیل جدید بودن فرآیند جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای در اتصال آلیاژهای آلومینیم به فولاد، تاکنون مطالعات چندانی در این زمینه انجام نپذیرفته است. سان و همکارانش [6] به صورت موفقیت آمیزی ورق‌های آلومینیم آلیاژ Al-٦٠٦١ و فولاد ساده کربنی با ضخامت‌های ۱ میلی‌متر را با استفاده از این فرآیند به یکدیگر متصل نمودند. مشاهدات آن‌ها حاکی از آن است که سرعت چرخشی ۷۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۲ ثانیه حالت بهینه متغیرهای یاد شده برای دست‌یابی به حداکثر استحکام می‌باشد. بنابراین، آن‌ها سه ابزار با ارتفاع پین‌های متفاوت ۱، ۱/۳ و ۱/۵ میلی‌متر را به منظور جوشکاری ورق‌ها مورد استفاده قرار دادند. نتایج نشان داد که حداکثر نیروی شکست حاصل شده برابر با ۳۲۰۰ نیوتون بوده و با استفاده از ابزار با ارتفاع پین ۱ میلی‌متر بدست آمده است. علاوه بر این، مشاهدات حاکی از آن بود که هیچ‌گونه ترکیب بین فلزی آلومینیوم-آهن در فصل مشترک اتصال تشکیل نشده اگر چه ساختاری آمورف درون آلومینیم در نزدیکی فصل مشترک دیده شده است. محققین یاد شده معتقدند که برقراری یک اتصال اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای مستحکم در صورتی امکان پذیر خواهد بود که ترکیبات بین فلزی در امتداد فصل مشترک تشکیل نشده باشند. بوزی و همکارانش [7] به اتصال اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای آلیاژ آلومینیم Al-٦٠٦١ و فولاد عاری از عناصر بین‌نشین به ترتیب با ضخامت‌های ۱/۲ و ۲ میلی‌متر پرداخته‌اند. متغیرهای به کار گرفته شده در این تحقیق، سرعت چرخشی و عمق نفوذ ابزار بوده‌اند. بر

این اساس، سرعت‌های چرخشی ۲۰۰۰، ۳۰۰۰ و ۳۵۰۰ دور بر دقیقه به ترتیب با عمق نفوذ ۲/۵، ۲/۹ و ۲/۹ میلی‌متر مورد استفاده قرار گرفتند. نتایج حاکی از آن بود که در شرایط یاد شده ترکیبات بین فلزی به ترتیب با ضخامت‌های ۵، ۸ و ٤۲ میکرومتر در فصل مشترک اتصال شکل گرفته است. نیروی شکست نیز برابر با ٤۲۰۰ نیوتون و مربوط به نمونه جوشکاری شده با شرایط سرعت چرخشی ۳۰۰۰ دور بر دقیقه و عمق نفوذ ۲/۹ میلی‌متر بوده است. محققین یاد شده معتقدند که حضور بین فلزی‌ها در فصل مشترک به منظور دست‌یابی به استحکام مطلوب ضروری می‌نماید. مطابق اطلاع نگارنده، تاکنون پژوهشی در زمینه بررسی تاثیر همزمان متغیرهای سرعت چرخشی و زمان ماند بر روی استحکام جوش‌های اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای غیرهمجنس آلومینیم به فولاد صورت نپذیرفته است. علاوه بر این، همان‌گونه که ذکر شد، توافقی نیز در مورد تاثیر بین فلزی‌ها بر استحکام اتصالات اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای حاصل نشده است. در پژوهش حاضر، روشی جدید به منظور جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای ورق‌های غیر همجنس آلومینیمی به فولادی ارائه گردیده است که در آن، از ورود پین به درون ورق فولادی جلوگیری به عمل آمده است. علاوه بر این، سعی بر آن است تا تاثیر دو متغیر سرعت چرخشی و زمان ماند بر روی تشکیل بین فلزی‌ها و در نتیجه استحکام اتصالات مورد بررسی قرار گیرد.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از ورق‌های آلومینیم آلیاژ Al-۵۰۸۳-H۳۲۱ و فولاد St-۱۲ آنیل شده به ترتیب با ضخامت‌های ۳ و ۱ میلی‌متر استفاده شد. ترکیب شیمیایی و خواص مکانیکی ورق‌ها به ترتیب در جدول (۱) و جدول (۲) ارائه شده است. ابعاد هر کدام از ورق‌ها ۱۰۰×۳۵ میلی‌متر بود و سطوحی از آن‌ها که قرار بود به یکدیگر متصل گردند، توسط برس آماده‌سازی مکانیکی شدند و با میزان همپوشانی ۳۵ میلی‌متر بر روی یکدیگر گذاشته شدند به نحوی که ورق آلومینیمی در بالا و ورق فولادی در پایین قرار داشت. جوش‌ها در مرکز ناحیه همپوشانی یاد شده با ابعاد ۳۵×۳۵ میلی‌متر و با استفاده از دستگاه جوشکاری اصطکاکی تلاطمی به صورت نقطه‌ای انجام پذیرفت. حفره‌ای به قطر ۱/۵ میلی‌متر درون ورق فولادی ایجاد شد. فاصله مرکز حفره یاد شده تا مرکز جوش برابر با ۵ میلی‌متر بود و هدف از ایجاد آن، اندازه‌گیری تغییرات دمایی در فصل مشترک اتصال و در نزدیکی موضع جوشکاری بود. دمای فصل مشترک با استفاده از ترموکوپل نوع K اندازه‌گیری شد. ابزار مورد استفاده دارای قطر شانه، قطر پین و ارتفاع پینی به ترتیب برابر با ۲۰، ۵ و ۲/۸ میلی‌متر بود. جنس ابزار یاد شده نیز از فولاد ابزار۱۳-H عملیات حرارتی شده با سختی ۵۳ راکول C انتخاب گردید. سرعت‌های چرخشی ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه هر کدام برای زمان‌های ماند ۵، ۷، ۱۰، ۱۲ و ۱۵ ثانیه به منظور جوشکاری نمونه‌ها به کار گرفته شدند. نرخ فروروی ابزار درون ورق‌ها برابر با ۰/۱۱ میلی‌متر بر ثانیه بود. آزمون کشش نمونه‌ها توسط دستگاه کشش Instron و با نرخ کششی برابر با ۵ میلی متر بر دقیقه تعیین شد و نتایج به صورت حداکثر نیروی قابل تحمل جوش‌ها ارائه گردید. مقادیر نیروی گزارش شده برای هر کدام از حالت‌های جوشکاری مربوط به میانگین ۳ آزمون می‌باشد. به منظور جلوگیری از پیچش و عدم همراستایی ورق‌ها حین انجام آزمون کشش از قید و بند استفاده شد. پیش و پس از آزمون کشش، از مواضع شکست نمونه‌ها مقاطع عرضی تهیه شد. ورق‌های فولادی توسط محلول نایتال ۲ درصد حکاکی شدند در حالی که ورق‌های آلومینیمی با استفاده از محلول

بارکر (۵ میلی‌لیتر HBF٤ در ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر) در ولتاژ ۲۰ ولت و به مدت زمان ۳ دقیقه حکاکی الکتروشیمیایی گردیدند. مقاطع عرضی نمونه‌ها توسط میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی مشاهده گردید و ارتباط بین ریزساختار فصل مشترک اتصال و استحکام نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی ورق‌های آلومینیم ۵۰۸۳-H۳۲۱ و فولاد St-۱۲ مورد استفاده در این تحقیق (درصد وزنی)

۵۰۸۳-H۳۲۱	آهن	سیلیسیم	منگنز	منیزیم
	۰/۲	۰/٤۹	۰/٤۷	٤/٤۵
St-۱۲ آنیل شده	کربن	منگنز	سیلیسیم	فسفر و گوگرد
	کمتر از ۰/۱	۰/۵	۰/۰٤	کمتر از ۰/۵

جدول ۲ خواص مکانیکی ورق‌های آلومینیم ۵۰۸۳-H۳۲۱ و فولاد St-۱۲

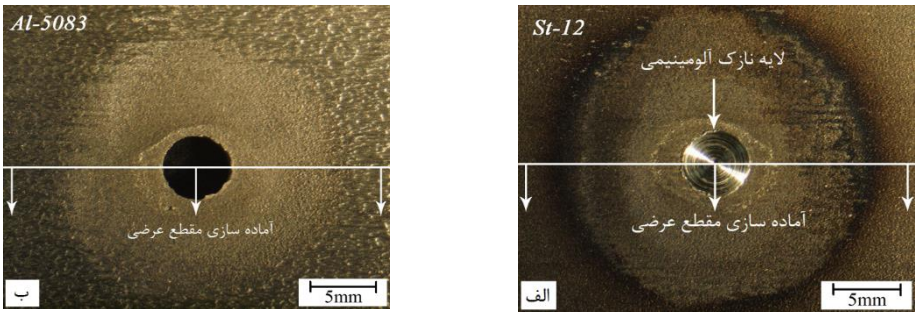
	سختی ویکرز (HV20Kg)	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	درصد ازدیاد طول
۵۰۸۳-H۳۲۱	۷۵	۲٦٤	۳۲۲	۷
St -۱۲ آنیل شده	۷٤	۱۹۳	۲۸٤	٤۸

نتایج و بحث

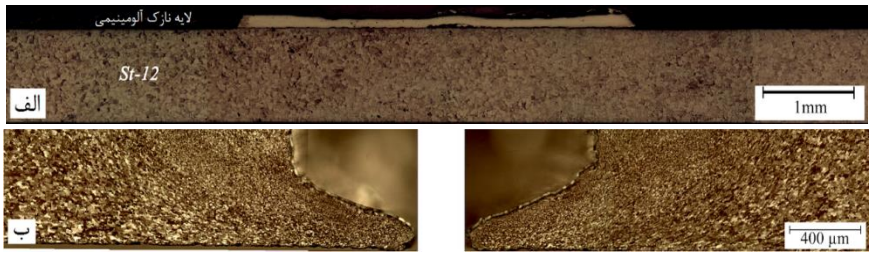
نمای ماکروسکوپی جوش شکل (۱-الف) نشان دهنده نما از بالای نمونه جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای است. همان‌گونه که دیده می‌شود، ورق آلومینیمی در بالا و ورق فولادی در پایین قرار دارند و جوش ایجاد شده نیز در مرکز ناحیه همپوشانی دو ورق واقع شده است. شکل (۱-ب) مقطع عرضی جوش قبل از آزمون کشش را نشان می‌دهد. همان‌گونه که دیده می‌شود، از ورود پین به درون ورق فولادی جلوگیری به عمل آمده است.

تصاویر مربوط به نما از بالای سطح رویی ورق فولادی و همچنین سطح زیرین ورق آلومینیمی پس از شکست ناشی از آزمون کشش به ترتیب در شکل‌های (۲-الف) و (۲-ب) نشان داده شده‌اند. بر این اساس می‌توان گفت که شکست نمونه‌ها به صورت بیرون آمدن دگمه‌ی جوش بوده و منجر به باقی ماندن یک لایه بسیار نازک و دایره‌ای شکل از آلومینیم بر روی ورق فولادی گردیده است. قطر لایه یاد شده برابر با قطر پین ابزار (۵ میلی‌متر) بود که بیانگر شکست نمونه‌ها از مناطق بسیار نزدیک به حفره به جای مانده از پین می‌باشد. پس از آزمون کشش، از هر دو ورق فولادی و آلومینیمی در امتداد مرکز جوش مقاطع عرضی تهیه شد. (شکل‌های (۲-الف) و (۲-ب)). ریزساختارهای بدست آمده به ترتیب در شکل‌های (۳-الف) و (۳-ب) ارائه گردیده‌اند.

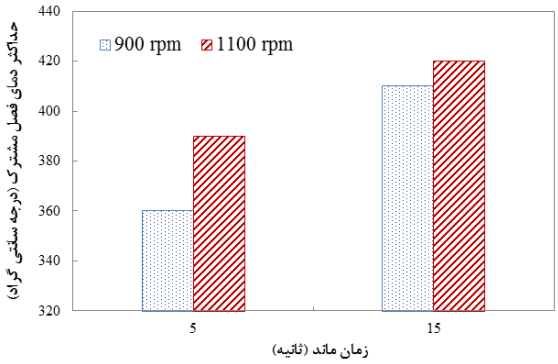
شکل ۱ (الف) نمای کلی از جوش اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای و (ب) نمای ماکروسکوپی از مقطع عرضی جوش پیش از آزمون کشش



شکل ۲ نما از بالای (الف) سطح رویی ورق فولادی و (ب) سطح زیرین ورق آلومینیمی پس از شکست ناشی از آزمون کشش



شکل ۳ مقاطع عرضی از (الف) ورق فولادی و (ب) ورق آلومینیمی پس از شکست ناشی از آزمون کشش



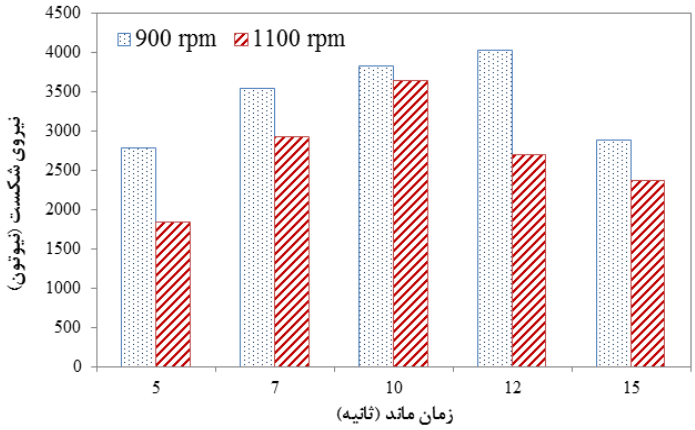
شکل ٤ حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال بر اساس سرعت چرخشی و زمان ماند اعمال شده

حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال نمونه‌ها. در این تحقیق سعی شد تا حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال تحت حالت‌های مختلف جوشکاری اندازه‌گیری شود. هدف، بررسی تاثیر متغیرهای سرعت چرخشی و زمان ماند بر روی تغییرات حداکثر دمای فصل مشترک بود. بدین منظور، سرعت‌های چرخشی ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه هر کدام با زمان‌های ماند ۵ و ۱۵ ثانیه مورد استفاده قرار گرفتند. نتایج مربوطه در شکل (٤) نشان داده شده است.

همان‌گونه که واضح است، با افزایش هر کدام از متغیرهای سرعت چرخشی و زمان ماند، حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال افزایش یافته است. افزایش حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک با افزایش سرعت چرخشی ابزار می‌تواند به دلیل اعمال تغییر شکل شدیدتر به مواد اطراف پین تحت این شرایط باشد. این در حالی است که روند افزایشی مشاهده شده برای حداکثر دمای فصل مشترک با افزایش زمان ماند می‌تواند به تولید حرارت ورودی بالاتر در اثر اعمال زمان‌های بالاتر نسبت داده شود.

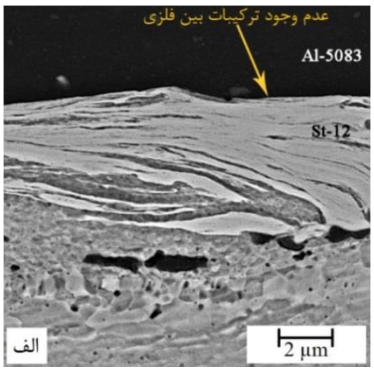
تغییرات نیروی شکست جوش‌ها بر اساس سرعت های چرخشی و زمان های ماند مورد استفاده. نتایج مربوط به میانگین حداکثر نیروی قابل تحمل جوش‌ها با توجه به متغیرهای مورد استفاده برای جوشکاری آن‌ها در شکل (۵) نشان داده شده است. شایان ذکر است که مقادیر نیروی شکست گزارش شده در این تحقیق مربوط به حداکثر نیروی مشاهده شده در منحنی نیرو بر حسب جابجایی است که از آزمون کشش- برش حاصل شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود، حداقل نیروی شکست در بین تمامی جوش‌ها مربوط به نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۵ ثانیه می‌باشد که برابر با ۱۸۳۰ نیوتون است. در همان سرعت چرخشی و با افزایش زمان ماند به ۷ و پس از آن به ۱۰ ثانیه، نیروی شکست افزایش یافت و به ترتیب به ۲۹۱۵ و ۳۶۳۲ نیوتون رسید. این در حالی است که با افزایش زمان ماند به مقادیر بیشتر از ۱۰ ثانیه، استحکام اتصالات روندی نزولی را از خود نشان داد به نحوی که در زمان‌های ماند ۱۲ و ۱۵ ثانیه به ترتیب مقادیر ۲۶۹۰ و ۲۳۶۳ نیوتون به دست آمد. بر اساس آنچه گفته شد، روند تغییرات نیروی شکست برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه به نحوی بود که حداکثر نیروی شکست به ازای زمان ماند ۱۰ ثانیه حاصل شد.

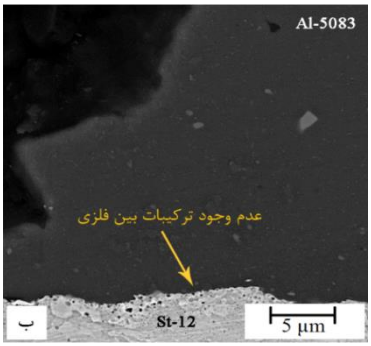
روند تغییرات نیروی شکست نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه نیز همچون نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه بود با این تفاوت که در زمان‌های ماند مشابه، اعمال سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه منجر به دست‌یابی به جوش‌های مستحکم‌تری گردید. حداقل نیروی شکست در بین نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه برابر با ۲۷۷٤ نیوتون بود که در زمان ماند ۵ ثانیه بدست آمد. با افزایش زمان ماند به ۷، ۱۰ و در ادامه به ۱۲ ثانیه، نیروی شکست جوش‌ها افزایش یافت و به ترتیب به ۳۵٤۲، ۳۸۲٤ و ٤۰۲۵ نیوتون رسید. این در حالی است که با افزایش بیشتر زمان ماند به ۱۵ ثانیه، نیروی شکست جوش به ۲۸۷۰ نیوتون نزول یافت. با توجه به روند تغییرات نیروی شکست برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه ملاحظه می‌شود که حداکثر نیروی شکست در زمان ماند ۱۲ ثانیه بدست آمده است.



شکل ۵ تغییرات حداکثر نیروی قابل تحمل جوش بر حسب سرعت چرخشی و زمان ماند اعمال شده

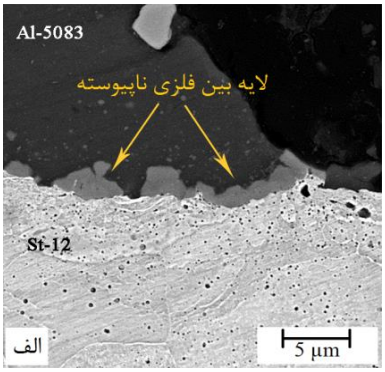
تغییرات ریزساختاری در فصل مشترک اتصال نمونه‌ها. به منظور دست‌یابی به دلایل منطقی برای تغییرات مشاهده شده در نیروی شکست اتصالات با توجه به متغیرهای مورد استفاده، تعدادی از نمونه‌ها پس از شکست مورد بررسی ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزگر EDS قرار گرفتند. ریزساختارهای مربوط به نواحی مختلف فصل مشترک اتصال پس از شکست ناشی از آزمون کشش برای ورق فولادی نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۵ ثانیه در شکل‌های (٦-الف) و (٦-ب) نشان داده شده است. شکل (٦-الف) مربوط به نواحی مرکزی لایه نازک باقی‌مانده بر روی سطح ورق فولادی پس از شکست ناشی از آزمون کشش می‌باشد (شکل (۳-الف)) در حالی که شکل (٦-ب) بیانگر ناحیه کناری آن است.

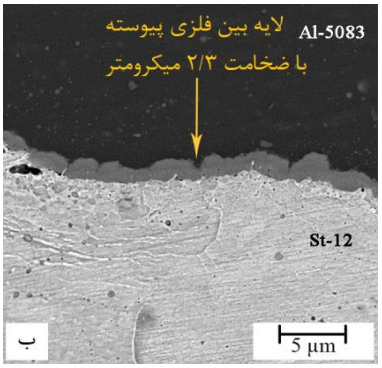


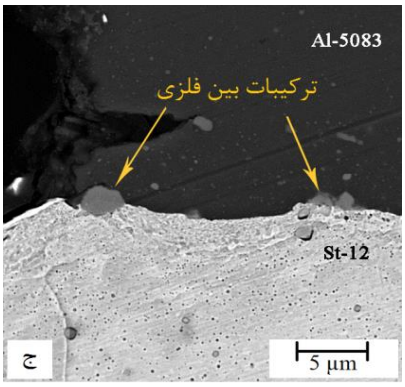


شکل ٦ مشاهدات ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی روبشی ورق فولادی پس از شکست آزمون کشش برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۵ ثانیه

همان‌گونه که دیده می‌شود، هیچ‌گونه ترکیب بین فلزی در فصل مشترک اتصال ورق‌ها تشکیل نشده است (شکل‌های (٦-الف) و (٦-ب)). این موضوع می‌تواند به دلیل زمان ماند کوتاه حین جوشکاری این نمونه باشد که در پی آن فرصت کافی به منظور نفوذ و جابجا شدن اتم‌های آهن و آلومینیم در امتداد فصل مشترک اتصال فراهم نبوده و ترکیبات بین فلزی به وجود نیامده‌اند. تصاویر مربوط به مقطع عرضی از نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۰ ثانیه در شکل (۷) نشان داده شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود، ترکیبات بین فلزی با مورفولوژی غیرپیوسته و با ضخامت تقریبی ۲/۳ میکرومتر در فصل مشترک اتصال تشکیل شده‌اند. علاوه بر این، تصاویر حاکی از حضور ترکیبات بین فلزی در فصل مشترک اتصال ورق‌ها در موضع شکست می‌باشند (شکل‌های (۷-الف) و (۷-ج)). نتایج آزمون EDS نشان داد که ترکیب بین فلزی مشاهده شده به ترتیب حاوی ۷۷ و ۲۳ درصد اتمی آلومینیم و آهن بود.

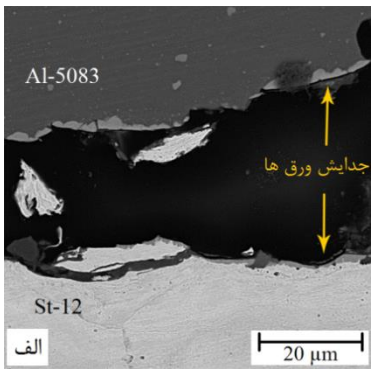


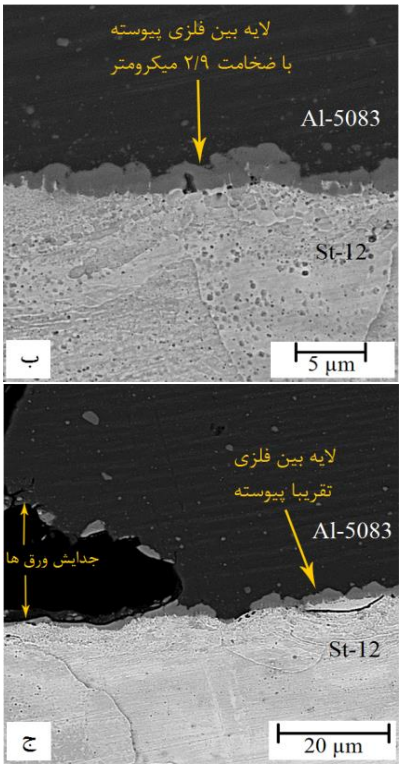




شکل ۷ مشاهدات ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی روبشی ورق فولادی پس از شکست آزمون کشش برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۰ ثانیه

ریزساختارهای مربوط به مقطع عرضی از نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه در شکل (۸) نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که در شکل‌های (۸–الف)، (۸–ب) و (۸–ج) دیده می‌شود، تحت شرایط جوشکاری یاد شده ترکیبات بین فلزی با مورفولوژی پیوسته‌تری نسبت به نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۰ ثانیه در فصل مشترک اتصال تشکیل شده‌اند به نحوی که می‌توان گفت پیوستگی تقریبا کاملی بین ورق‌های آلومینیمی و فولادی توسط لایه بین فلزی ایجاد شده است. پدیده جالبی که در این نمونه دیده شد و در مورد دو نمونه قبلی (نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان‌های ماند ۵ و ۱۰ ثانیه) مشاهده نگردید، نحوه شکست کاملا متفاوت این نمونه بود.



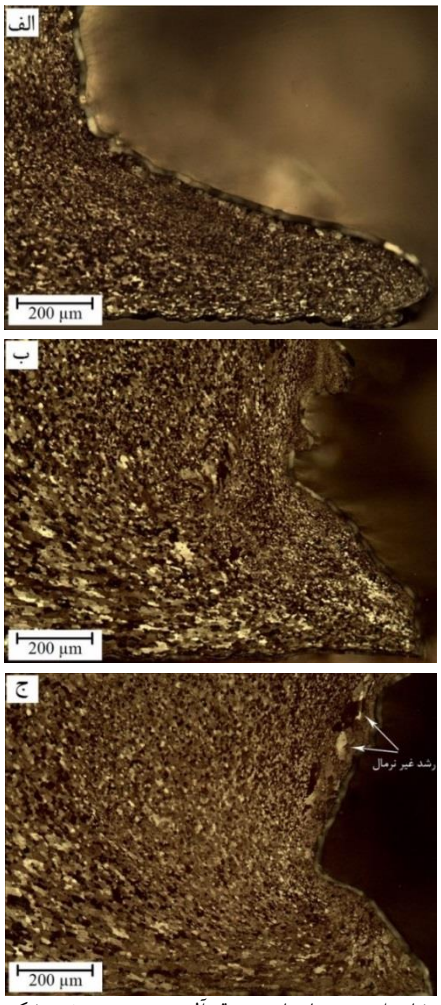


شکل ۸ مشاهدات ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی روبشی ورق فولادی پس از شکست آزمون کشش برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه

با توجه به ریزساختارهای ارائه شده در شکل (۵) برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۵ ثانیه دیده شد که هیچ گونه ترکیب بین فلزی در فصل مشترک اتصال تشکیل نشده بود. شکست نمونه یاد شده نیز به طور کامل از ورق آلومینیمی و در نواحی اطراف محل ورود پین رخ داده بود. ریزساختارهای ارائه شده در شکل (۷) برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۰ ثانیه نیز چنین نحوه شکستی را نشان داد با این تفاوت که در این شرایط، ترکیبات بین فلزی به صورت غیرپیوسته در فصل مشترک اتصال و در نزدیکی محل شکست حضور داشتند. در واقع، امکان دارد که جوانه‌زنی اولیه ترک‌ها برای این نمونه از ترکیبات بین فلزی موجود در این نواحی بوده باشد. اما همان‌گونه که در تصاویر موجود در شکل (۷) دیده

می‌شود، شاهدی مبنی بر اشاعه ترک در لایه بین فلزی غیرپیوسته در فصل مشترک اتصال وجود ندارد. این در حالی است که با توجه به شکل‌های (۸-الف) و (۸-ب) مشاهده می‌شود که در اثر بارگذاری نمونه حین انجام آزمون کشش- برش، ابتدا ورق‌های فولادی و آلومینیمی در نواحی اطراف حفره به‌جای‌مانده از پین و در امتداد فصل مشترک از یکدیگر جدا شده‌اند به نحوی که ورق آلومینیمی در راستایی عمود بر محور بارگذاری جابجا شده است. شایان ذکر است که راستای بارگذاری نمونه‌ها حین آزمون کشش عمود بر صفحه بوده است. علاوه بر این، همان‌گونه که شکل‌های (۸-الف) و (۸-ج) نشان می‌دهند، ترکیبات بین فلزی بر روی سطوح جدا شده هر دو ورق فولادی و آلومینیمی جدا شده حضور دارند. پدیده یاد شده نشان می‌دهد که در اثر بارگذاری ناشی از آزمون کشش، ترک‌ها از ترکیبات بین فلزی موجود در فصل مشترک جوانه زده‌اند و در ادامه در راستای لایه بین فلزی پیوسته موجود در فصل مشترک اتصال دو ورق اشاعه یافته‌اند. شکست نهایی نیز همچون نمونه‌های قبل، از ورق آلومینیم و در نواحی مجاور حفره به‌جای‌مانده از پین بوده است. نتایج آزمون EDS از لایه بین فلزی تشکیل شده با ضخامت ۲/۹ میکرومتر در فصل مشترک اتصال این نمونه نشان داد که ترکیب یاد شده به ترتیب حاوی ۷۸ و ۲۲ درصد اتمی آلومینیم و آهن می‌باشد. با مقایسه ترکیب شیمیایی بین فلزی‌های تشکیل شده در فصل مشترک اتصال نمونه‌ها می‌توان دریافت که اختلاف چندانی بین آن‌ها نبوده و در واقع از یک نوع می‌باشند.

تحولات ریزساختاری ورق آلومینیمی پس از شکست ناشی از آزمون کشش. به منظور آگاهی از تاثیر سرعت چرخشی ابزار بر روی تحولات ریزساختاری ورق آلومینیمی، از ورق‌های آلومینیمی جوش‌های ایجاد شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان‌های مانند ۵، ۱۰ و ۱۵ ثانیه مقاطع عرضی تهیه شد و بررسی‌های ریزساختاری توسط میکروسکوپ نوری و در حالت پلاریزه انجام پذیرفت. تصاویر مربوطه به ترتیب در شکل‌های (۹-الف) و (۹-ب) و (۹-ج) نشان داده شده‌اند.



شکل ۹ مشاهدات ریزساختاری ورق آلومینیمی در موضع شکست (مجاور حفره به‌جای‌مانده از پین) برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و مدت زمان‌های (الف) ۵ ثانیه، (ب) ۱۰ ثانیه و (ج) ۱۵ ثانیه

آن چنان که در تمامی نمونه‌ها دیده می‌شود، دانه‌های بسیار ریز و هم محور آلومینیم در مجاورت حفره به‌جای‌مانده از پین (موضع شکست) وجود دارند که معرف ناحیه هم‌زده (Stirred zone) می‌باشند. محققین معتقدند که تشکیل این ناحیه به پدیده‌ی تبلور مجدد دینامیکی برمی‌گردد و علت آن نیز به اثرات چرخشی پین در موضع اتصال و حرارت اصطکاکی ناشی از آن

نسبت داده شده است [8]. این در حالی است که با فاصله گرفتن از این ناحیه و دور شدن از موضع اتصال، شاهد حضور دانه‌های درشت‌تر آلومینیم می‌باشیم. موضوعی که در این ریزساختارها جلب توجه می‌کند، حضور دانه‌های درشت و خشن آلومینیمی است که در زمینه ریز و هم محور ناحیه هم‌زده نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه توزیع شده‌اند (شکل (۹-ج)). تشکیل دانه‌های یاد شده می‌تواند به دلیل بروز پدیده‌ی رشد غیر نرمال(Abnormal grain growth) دانه‌های آلومینیم برای نمونه یاد شده باشد.

ارتباط بین متغیرهای جوشکاری و نیروی شکست جوش‌های اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای. نیروی شکست پایین جوش‌های ایجاد شده در زمان ماند ۵ ثانیه و با سرعت‌های چرخشی ۱۱۰۰ و ۹۰۰ دور بر دقیقه را می‌توان بر اساس نظریه‌ی بوزی و همکارانش [7] توجیه کرد. آنها معتقدند که اگر ترکیبات بین فلزی به مقدار کافی در فصل مشترک اتصال آلومینیم و فولاد شکل نگرفته باشد، وقوع شکست سریع و با نیروی کم از احتمال بالایی برخوردار خواهد بود. دلیل این موضوع نیز به تغییر ناگهانی ترکیب شیمیایی در فصل مشترک اتصال و با حرکت از ورق آلومینیمی به فولادی نسبت داده شده است. افزایش نیروی شکست جوش‌ها با افزایش زمان ماند به تشکیل ترکیبات بین فلزی در فصل مشترک اتصال برمی‌گردد. در واقع، با افزایش زمان ماند پدیده‌های زیر رخ می‌دهد:

(الف) زمان‌های طولانی‌تری در اختیار اتم‌های آهن و آلومینیم جهت نفوذ در امتداد فصل مشترک گذاشته می‌شود و در پی آن امکان تشکیل ترکیبات بین فلزی افزایش می‌یابد.

(ب) حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال افزایش می‌یابد و این موضوع منجر به افزایش ثابت رشد لایه‌ی بین فلزی می‌گردد.

با افزایش زمان ماند از ۱۰ به ۱۵ ثانیه در سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه، نیروی شکست جوش به یکباره از ۳۶۳۲ به ۲۳۶۰ نیوتون کاهش یافت. تنها تفاوت نمونه‌های یاد شده مربوط به زمان ماند آن‌ها می‌باشد. همان‌گونه که قبلا ذکر شد، افزایش زمان ماند منجر به افزایش حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال می‌گردد (شکل (٤)). حداکثر دمای فصل مشترک اتصال برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه برابر با ٤۲۰ درجه سانتی‌گراد بود (شکل (٤)). بنابراین، قطعا دمای فصل مشترک اتصال برای نمونه جوشکاری شده در همین سرعت چرخشی و زمان ماند ۱۰ ثانیه کمتر از ٤۲۰ درجه سانتی‌گراد بوده است. بررسی‌های ریزساختاری فصل مشترک اتصال برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه صورت نپذیرفته است اما همان‌گونه که مشاهدات ریزساختاری نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه در شکل (۸) نشان داد، شکست نمونه یاد شده به نحوی بود که منجر به اشاعه ترک در امتداد لایه‌ی بین فلزی موجود در فصل مشترک اتصال با ضخامت ۲/۹ میکرومتر شده بود. شایان ذکر است که در مقایسه با حداکثر دمای ٤۱۰ درجه سانتی‌گراد برای نمونه جوشکاری شده در سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه، فصل مشترک اتصال نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه دمای بالاتری (٤۲۰ درجه سانتی‌گراد) را تجربه کرده است. این موضوع نشان می‌دهد که احتمال تشکیل لایه‌ی بین فلزی با ضخامت بیشتر از ۲/۹ میکرومتر نیز برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه وجود خواهد داشت. بر اساس آنچه ذکر شد، افت شدید نیروی شکست از ۳٦۳۲ به ۲۳٦۰ نیوتون با افزایش زمان ماند از ۱۰ به ۱۵ ثانیه در سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه می‌تواند به افزایش ضخامت لایه‌ی بین فلزی و اشاعه ترک در امتداد آن حین بارگذاری ناشی از آزمون کشش نسبت داده شود.

در سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور بر دقیقه، حداکثر نیروی شکست مربوط به نمونه جوشکاری شده با زمان ماند ۱۰ ثانیه بود. نمونه یاد شده از لایه بین فلزی با مورفولوژی غیرپیوسته و ضخامت ۲/۳ میکرومتری در فصل مشترک اتصال بهره می‌برد. بنابراین، می‌توان گفت که ضخامت یاد شده می‌تواند ضخامتی بهینه جهت دست‌یابی به حداکثر استحکام در سرعت چرخشی یاد شده باشد.

همان‌گونه که قبلا ذکر شد، حداکثر مقادیر نیروی شکست برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت‌های چرخشی ۱۱۰۰ و ۹۰۰ دور بر دقیقه به ترتیب در زمان‌های ماند ۱۰ و ۱۲ ثانیه بدست آمد. بر این اساس می‌توان گفت که در سرعت‌های چرخشی بالاتر (۱۱۰۰ دور بر دقیقه)، زمان ماند کمتری جهت دست‌یابی به حداکثر نیروی شکست لازم بوده است. در واقع می‌توان گفت که با افزایش سرعت چرخشی، حداکثر دمای ایجاد شده در فصل مشترک اتصال افزایش یافته و در پی آن زمان کمتری به منظور تشکیل ترکیبات بین فلزی با ضخامت بحرانی در فصل مشترک اتصال مورد نیاز بوده است.

همان‌گونه که در شکل (۹) نشان داده شد، برای نمونه جوشکاری شده با سرعت چرخشی ۱۱۰۰ دور در دقیقه و زمان ماند ۱۵ ثانیه شاهد رشد غیر نرمال دانه‌های آلومینیم در مجاورت حفره به‌جای‌مانده از پین بودیم. این در حالی بود که پدیده یاد شده برای نمونه‌های جوشکاری شده در همان سرعت چرخشی و زمان‌های ماند کوتاه‌تر ۵ و ۱۰ ثانیه مشاهده نگردید. در واقع، رخداد پدیده یاد شده به ایجاد دماهای نسبتا بالاتر در فصل مشترک اتصال نمونه یاد شده نسبت داده شد. با توجه به آنچه گفته شد می‌توان نتیجه گرفت که افت استحکام مشاهده شده با افزایش زمان ماند از ۱۰ به ۱۵ ثانیه در سرعت‌های چرخشی ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه به طور کامل مربوط به تغییرات ضخامت بین فلزی‌ها نبوده و بخشی از آن نیز به خسارت‌های حرارتی و رشد غیر نرمال دانه‌های آلومینیم در مجاورت حفره به‌جای‌مانده از پین بر می‌گردد. علاوه بر این، استحکام پایین‌تر نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت‌های چرخشی بالاتر در یک زمان ماند ثابت را نیز می‌توان با پدیده یاد شده مرتبط دانست. یافته‌های برخی از محققین در زمینه جوشکاری اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای همجنس آلیاژهای آلومینیم نیز بیانگر افت استحکام‌های برشی و حتی کششی با افزایش سرعت چرخشی ابزار می‌باشد [9 و 10]. آن‌ها این موضوع را با افزایش حرارت ورودی و رشد دانه ناشی از آن مرتبط دانسته‌اند.

نتیجه‌گیری

در این تحقیق، تاثیر متغیرهای سرعت چرخشی و زمان ماند ابزار بر روی نیروی شکست جوش‌های غیرهمجنس اصطکاکی تلاطمی نقطه‌ای Al-۵۰۸۳ و St-۱۲ مورد بررسی قرار گرفت. جوشکاری ورق‌ها با استفاده از روش جدیدی انجام پذیرفت که در آن از ورود ابزار به درون ورق فولادی جلوگیری شد. نتایج به دست آمده به شرح زیر می‌باشند:

(۱) در سرعت چرخشی ۹۰۰ دور بر دقیقه و در شرایطی که از زمان‌های ماند ۵ و ۱۵ ثانیه استفاده شد، فصل مشترک اتصال به ترتیب حداکثر دماهای ۳۶۰ و ۴۱۰ درجه سانتی‌گراد را نشان داد. این در حالی است که با افزایش سرعت چرخشی به ۱۱۰۰ دور بر دقیقه، حداکثر دماهای ۳۹۰ و ۴۲۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب در زمان ماندهای ذکر شده ثبت شد.

(۲) در هر دو سرعت چرخشی ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه نیروی شکست اتصالات ابتدا با افزایش زمان ماند افزایش یافت و پس از آن روند نزولی را دنبال نمود. حداکثر مقادیر نیروی شکست برای نمونه‌های جوشکاری شده با سرعت‌های چرخشی ۹۰۰ و ۱۱۰۰ دور بر دقیقه به ترتیب ۴۰۲۵ و ۳۶۳۲ نیوتون بود که به ترتیب در زمان‌های ماند ۱۲ و ۱۰ ثانیه به دست آمدند.

(۳) روند صعودی نیروی شکست با افزایش زمان ماند به تشکیل ترکیبات بین فلزی با ضخامت تقریبی ۲/۳ میکرومتر در فصل مشترک اتصال نسبت داده شد. این در حالی است که روند نزولی مشاهده شده برای نیروی شکست جوش‌ها در زمان‌های ماند طولانی به

وجود ترکیبات بین فلزی با ضخامت بالا (۲/۹ میکرومتر) در فصل مشترک اتصال و همچنین رشد غیر نرمال دانه‌های آلومینیم در مجاورت حفره به‌جای‌مانده از پین برمی‌گشت.

(٤) با افزایش سرعت چرخشی از ۹۰۰ به ۱۱۰۰ دور بر دقیقه، زمان ماند کمتری به منظور دست‌یابی به جوش با حداکثر نیروی شکست مورد نیاز بود.

مراجع

1. Connolly C., "Friction spot joining in aluminum car bodies", *Industrial Robot*, Vol. 34, pp. 17-20, (2007).
2. Jiang W.H., Kovacevic R., "Feasibility study of friction stir welding of 6061-T6 aluminum alloy with AISI 1018 steel", *Proceedings of the Institute of Mechanical Engineers*, Vol. 218, pp. 1323-1331, (2004).
3. Chen C.M., Kovacevic R., "Joining of Al 6061 alloy to AISI 1018 steel by combined effects of fusion and solid-state welding", *International Journal of Machine Tools Manufacturing*, Vol. 44, pp. 1205-1214, (2004).
4. Song J.L., Lin S.B., Yang C.L., Fan C.L., "Effects of Si additions on intermetallic compound layer of aluminum-steel TIG welding-brazing joint", *Journal of. Alloys and Compounds*, Vol. 488, pp. 217-222, (2009).
5. Lathabai S., Painter M.J., Cantin G.M.D., Tyagi V.K., "Friction spot joining of an extruded Al-Mg-Si alloy", *Scripta Materialia*, Vol. 55, pp. 899-902, (2006).
6. Sun Y.F., Fujii H., Takaki N., Okitsu Y., "Microstructure and mechanical properties of dissimilar Al alloy/steel joints prepared by a flat spot friction stir welding technique", *Materials Design*, Vol. 47, pp. 350-357, (2013).
7. Bozzi S., Helbert-Etter A.L., Baudin T., Criquic B., Kerbiguet G.J., "Intermetallic compounds in Al 6016/IF-steel friction stir spot welds", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 4505-4509, (2010).
8. Rosendo T., Parra B., Tier M.A.D., da Silva A.A.M., dos Santos J.F., Strohaecker T.R., et. al., "Mechanical and microstructural investigation of friction spot welded AA6181-T4 aluminium alloy", *Materials and Design*, Vol. 32, pp. 1094-1100, (2011).
9. Tozaki Y., Uematsu Y., Tokaji K., "Effect of processing parameters on static strength of dissimilar friction stir spot welds between different aluminium alloys", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials*, Vol. 30, pp. 143-148, (2007).
10. Merzoug M., Mazari M., Berrahal L., Imad A., "Parametric studies of the process of friction spot stir welding of aluminium 6060-T5 alloys", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3023-3028, (2010).

روش جدید در فراوری فولاد کم‌کربن با ساختار دوپلکس مارتنزیتی- فریتی*

مهدی شبان غازانی[۱] حسین شکروش[۲]

چکیده

در تحقیق حاضر یک نوع فولاد ساده کربنی با درصد وزنی کربن ۰/۰۳۳ تا دماهای مختلفی در ناحیه پایداری فاز آستنیت گرم شده و تحت اعمال فشار بالا، به صورت پیوسته از این ناحیه تا دمای محیط سرد شد. در نتیجه اعمال این فرایند، ساختاری شامل ۸۰٪ مارتنزیت لایه ای و ۲۰٪ فریت حاصل شد. نتایج حاصل نشان داد که تاثیر تغییرات فشار هیدرواستاتیکی بر روی دمای تعادلی شروع استحاله آستنیت به فریت (Ar_3) عامل تشکیل حجم بالای فاز مارتنزیت در این فولاد بوده است. در نهایت مکانیزم فرایند تشکیل مارتنزیت در این فولاد کم کربن به صورت شماتیک تشریح شد.

واژه‌های کلیدی فولاد کم کربن، مارتنزیت، ساختار دوپلکس، سرد شدن پیوسته تحت فشار.

Novel Procedure for Production of Duplex Martensitic-Ferritic Plain Low Carbon Steels

M. Shaban Ghazani H. Shokrvash

Abstract

In the present study, plain low carbon steel with 0.033 wt.% carbon content was subjected to severe pressure during continuous cooling from austenite region. The pressure was increased gradually and then suddenly released. As a result, a microstructure composed of 80% lath martensite and 20% ferrite was produced. Results showed that the martensite formation is not only a function of the cooling rate but also the hydrostatic pressure which effects the austenite to ferrite transformation start temperature (Ar_3).

Key words Plain Low Carbon steel, Duplex Microstructure, Martensite, Cooling Under pressure.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۱/۲ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/٤/۳۰ به دفتر نشریه رسیده است.

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

(۲) نویسنده مسئول: دانشکده مهندسی، دانشگاه مراغه.

Email: Mehdi.mse@gmail.com

DOI: 10.22067/ma.v0i29.43678

مقدمه

تاکنون جنبه‌های مختلف استحاله نفوذی آستنیت به فریت و پرلیت در مورد فولادهای میکروآلیاژی و کم کربن مورد بررسی محققین قرار گرفته است [1-5]. در مورد این فولادها نشان داده شده است که دمای شروع استحاله آستنیت به فریت (Ar_3) با افزایش سرعت سرد شدن کاهش پیدا می‌کند [6] و به عبارتی دیگر این استحاله با افزایش سرعت سرد شدن به تاخیر می‌افتد. در یک سرعت سرد شدن بحرانی که متناسب با دماغه منحنی TTT است، استحاله نفوذی آستنیت به فازهای تعادلی (فریت) متوقف می‌شود. در مورد فولادهای ساده کربنی با درصد کربن پایین تحقیقات انجام گرفته نشان داده است که به منظور توقف استحاله نفوذی آستنیت به فریت و تشکیل فاز مارتنزیت به اعمال سرعت‌های سرد شدن بسیار بالایی نیاز است. به عنوان مثال در مورد فولادی با ۰/۰۵ درصد وزنی کربن به اعمال سرعت سرد شدن بالاتر از ۱۰۰۰۰ درجه بر ثانیه نیاز است [7]. با استفاده از محیطهای سردکننده معمولی مانند آب دستیابی به چنین سرعت‌های بالایی امکان‌پذیر نیست. بنابراین در مورد این نوع فولادها، ریزساختار حاصل از سرد شدن در آب شامل محصولات حاصل از استحاله نفوذی آستنیت به فازهای دیگر است [7 و 8]. فشار هیدرواستاتیکی [9] و میدان مغناطیسی [10] از مهمترین پارامترهایی هستند که می‌توانند دمای شروع استحاله تعادلی آستنیت به فریت را تحت تاثیر قرار دهند. با افزایش فشار هیدرواستاتیکی دمای Ae_3 کاهش پیدا می‌کند [11]. به عبارت دیگر فاز آستنیت را می‌توان با اعمال فشار هیدرواستاتیکی در دماهای پایین‌تر از شرایط معمول (فشار جو که در حدود ۰/۱ مگاپاسکال است) پایدار نگه داشت. رابطه بین دمای تعادلی شروع استحاله آستنیت به فریت و فشار بصورت رابطه (۱) است زیر است [12]:

$$Ae_3 (P) = Ae_3 (P_0) -1100\times(P-P_0) \qquad (۱)$$

در این رابطه P_0 فشار اتمسفر و P فشار اعمالی می‌باشند (گیگاپاسکال). بنابراین، با افزایش تدریجی فشار اعمالی بر روی نمونه در طول مدت سرد شدن پیوسته از ناحیه پایداری فاز آستنیت، می‌توان دماهای بحرانی Ae_3 و Ar_3 را به صورت پیوسته کاهش داد. در طول فرایند سرد شدن همراه با اعمال فشار، از یک طرف دمای نمونه به صورت پیوسته کاهش می‌یابد و از طرفی دیگر دماهای بحرانی با افزایش تدریجی فشار اعمالی کاهش پیدا می‌کنند. بنابراین اگر مقدار فشار اعمالی کافی باشد، دمای نمونه در طول مدت سرد شدن بالاتر از دمای تعادلی استحاله آستنیت به فریت در فشار اعمالی مربوطه ($Ar_3(P)$) قرار می‌گیرد. تحت این شرایط استحاله آستنیت به فریت به تاخیر خواهد افتاد. اگر این شرایط را بتوان تا زمانی‌که دمای نمونه (T_S) به دماهای کمتر از دمای پایان استحاله آستنیت به فریت در فشار اتمسفر (Ar_1) می‌رسد ادامه داد، می‌توان با رها کردن آنی فشار هیدرواستاتیک فاز مارتنزیت را در این فولادها فراوری کرد.

در این تحقیق با اعمال شرایط توصیف شده در ابتدا ساختار دوپلکس فریتی- مارتنزیتی با کسر بالایی از فاز مارتنزیت در یک فولاد ساده کربنی با مقدار کربن پایین به دست آمد و در نهایت این فرایند با استفاده از دیاگرام TTT توصیف و مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش تحقیق

ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در این تحقیق در جدول (۱) نشان داده شده است. از آزمون پیچش داغ تحت سرد شدن پیوسته برای تعیین دماهای بحرانی فولاد مذکور استفاده شد [13-15] که در جدول (۱) این دماها آورده شده است. در ابتدا نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل با طول ٤۰ و قطر ١٤ میلیمتر از ورق فولادی اولیه بریده شدند. نمونه‌ها تا دماهای مختلفی (٦٥۰، ۹۳۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد) گرم شده و در داخل کانال قالب سرد قرار داده شدند. بعد از آن سنبه فولادی بر روی نمونه‌ها قرار داده شده و نمونه‌ها تحت فشار بالا قرار گرفتند. بعد از مدت ۲ ثانیه فشار اعمالی بر روی نمونه‌ها برداشته شده و نمونه‌ها در تماس با قالب

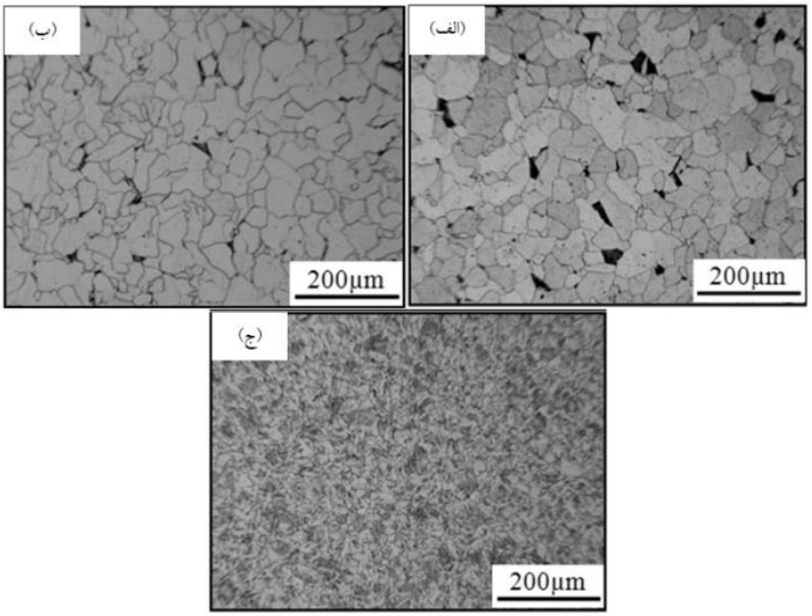
تا دمای محیط سرد شدند. به منظور مطالعه ساختار نمونه‌ها از میکروسکوپ نوری استفاده شد. بدین منظور نمونه‌ها از وسط به دو نیم شده و مطالعات میکروسکوپی از مرکز نمونه‌ها انجام گرفت. به منظور تشخیص فاز مارتنزیت و فریت در ساختار دوفازی از روش اچ رنگی دو مرحله‌ای استفاده شد. در این روش در مرحله اول، اچ در محلول نایتال ۲٪ و در مرحله دوم، اچ در محلول ۱۰٪ متا بی‌سولفیت سدیم انجام می‌گیرد. بعد از اچ در این محلول فاز فریت به صورت تیره رنگ و فاز مارتنزیت زرد رنگ مشاهده می‌شود. از میکروسختی‌سنجی و پراش پرتوی ایکس به منظور تشخیص فازهای حاصل از فرایند اعمالی و تایید نتایج حاصل از مطالعات ریزساختاری استفاده شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی (درصد وزنی) و دماهای بحرانی فولاد مورد استفاده در این تحقیق

0.033	0.12	0.8	0.008	0.007	0.024	0.0038
Ae_3	880°C	Ar_3	835 °C	Ar_1	745 °C	

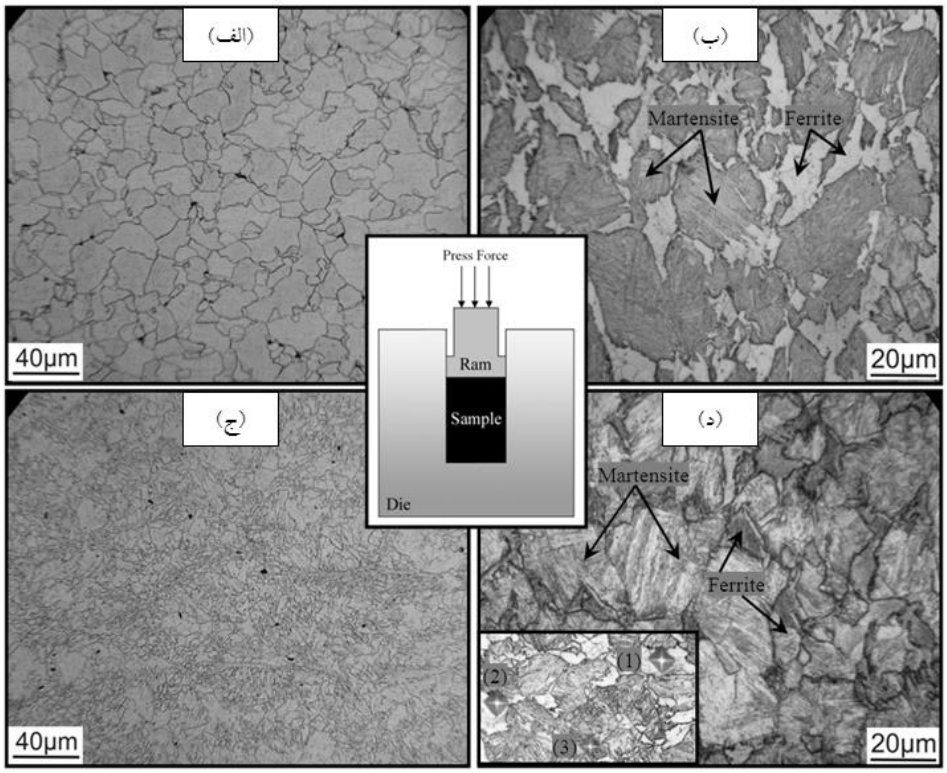
نتایج و بحث

استحاله تحت شرایط نرمال در شکل (۱-الف) ریزساختار اولیه فولاد مورد تحقیق نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، ریزساختار شامل ۹۵٪ فاز فریت با اندازه دانه متوسط ۳۲ میکرون و بقیه پرلیت است. در ابتدا نمونه‌های استوانه‌ای شکل با ابعاد ذکر شده تا دمای ۹۳۰ درجه سانتیگراد گرم شده و بعد از ۲۰ دقیقه نگهداری در این دما در محیط‌های مختلف سرد شدند. همانطور که در شکل (۱-ب) نشان داده شده است ساختار حاصل از سرد شدن در هوا فریت هم‌محور است. از طرفی ساختار حاصل از سرد شدن در آب مخلوطی از فریت ویدمن اشتاتن و فریت سوزنی است که در شکل (۱-ج) نشان داده شده است. نتایج مطالعات ریزساختاری تایید می‌کند که به دلیل کم بودن میزان کربن در این فولاد و نبود عناصر آلیاژی که بتوانند استحاله آستنیت به فریت را به تاخیر انداخته و دیاگرام TTT را به زمان‌های بالاتر انتقال دهند، تحت شرایط سرد شدن در محیطهای مختلف و در فشار یک اتمسفر امکان تشکیل فاز مارتنزیت در این فولاد وجود ندارد.

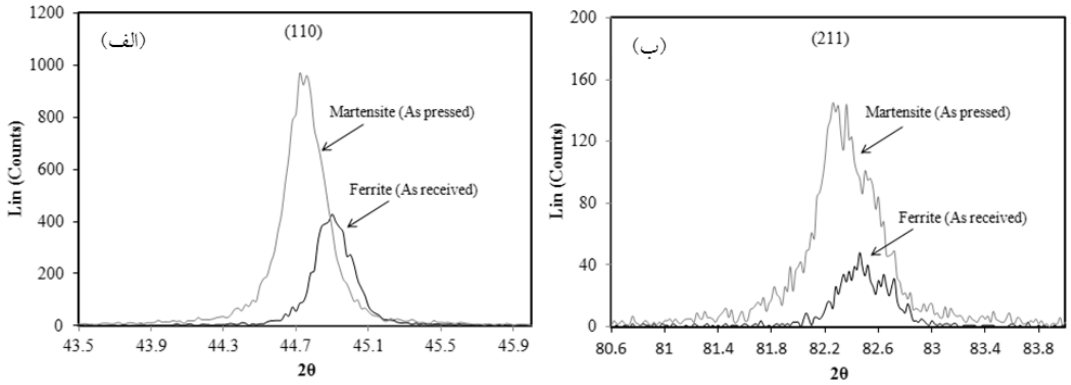


شکل ۱ تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار فولاد مورد تحقیق: الف) ساختار اولیه، ب) ساختار حاصل از سرد شدن از دمای ۹۳۰ درجه سانتیگراد در هوا و ج) ساختار حاصل از سرد شدن از دمای ۹۳۰ درجه سانتیگراد در آب

استحاله تحت فشار در شکل (۲) شماتیک دو بعدی از قالب مورد استفاده و همچنین ریزساختار حاصل از فرایند اعمالی در دماهای پیشگرم مختلف (۶۵۰، ۹۳۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد) نشان داده شده است. همانطورکه مشاهده می‌شود در دمای پیشگرم ۶۵۰ درجه سانتیگراد ریزساختار حاصله مشابه با ساختار اولیه و همچنین ساختار حاصل از سرد شدن در هوا دانه‌های هم محور فاز فریت است (شکل (۲-الف)). برعکس، زمانیکه دمای پیشگرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد انتخاب می‌شود ریزساختاری شامل ۲۰٪ فریت مرزدانه‌ای و ۸۰٪ مارتنزیت لایه‌ای حاصل می‌شود (شکل (۲-ب)). مقدار سختی فاز تیره رنگ درون دانه‌ای در حدود ۳۲۰ ویکرز (نقطه ۳ در شکل (۲-د)) و سختی فاز سفید رنگ مرزدانه‌ای در حدود ۲۳۵ ویکرز (نقطه ۱ و ۲ در شکل (۲-د)) اندازه‌گیری شد. فاز تیره رنگ در شکل (۲-ب) مارتنزیت لایه‌ای و فاز سفید رنگ مرزدانه‌ای فریت هستند. اچ رنگی ساختار مربوطه در محلول متا بی سولفیت سدیم در شکل (۲-د) نشان داده شده است. همانطور که این شکل نشان می‌دهد فاز مرزدانه‌ای به صورت تیره رنگ و فاز درون دانه‌ای به صورت زرد رنگ مشاهده می‌شود. به منظور تایید نتایج سختی‌سنجی و همچنین اچ رنگی، الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه اولیه و نمونه فراوری شده در دمای پیش‌گرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد با هم مقایسه شدند. در شکل (۳) پیک‌های (۱۱۰) و (۲۱۱) این نمونه‌ها در کنار هم نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که پیک‌های مربوط به نمونه سرد شده تحت فشار نسبت به پیک‌های نمونه سرد شده بدون اعمال فشار در حدود ۰/۲ درجه به سمت زاویه‌های کمتر شیفت پیدا کرده‌اند.



شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از ساختار فولاد فراوری شده به روش سرد شدن پیوسته تحت تغییرات فشار هیدرواستاتیکی: الف) دمای پیشگرم ۶۵۰ درجه سانتیگراد، ب) دمای پیشگرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد، ج) دمای پیشگرم ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد و د) اچ رنگی ریزساختار در دمای پیشگرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد به همراه محل‌های سختی‌سنجی

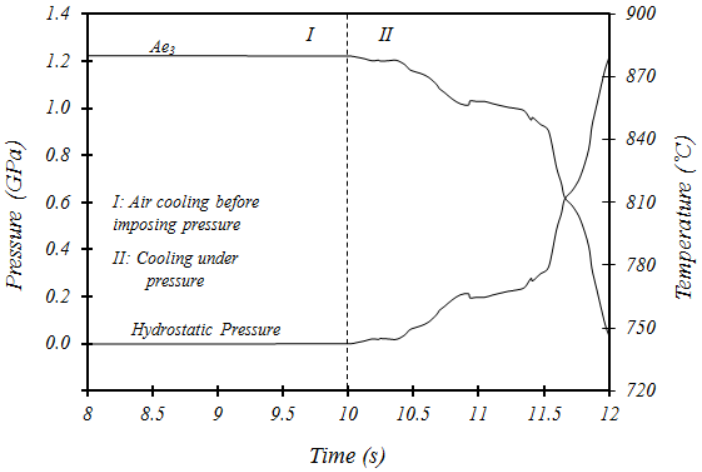


شکل ۳ مقایسه الگوهای پراش پرتوی ایکس نمونه اولیه و نمونه سرد شده از دمای ۹۳۰ درجه سانتیگراد تحت فشار هیدرواستاتیکی: الف) پیک (۱۱۰) و ب) پیک (۲۱۱)

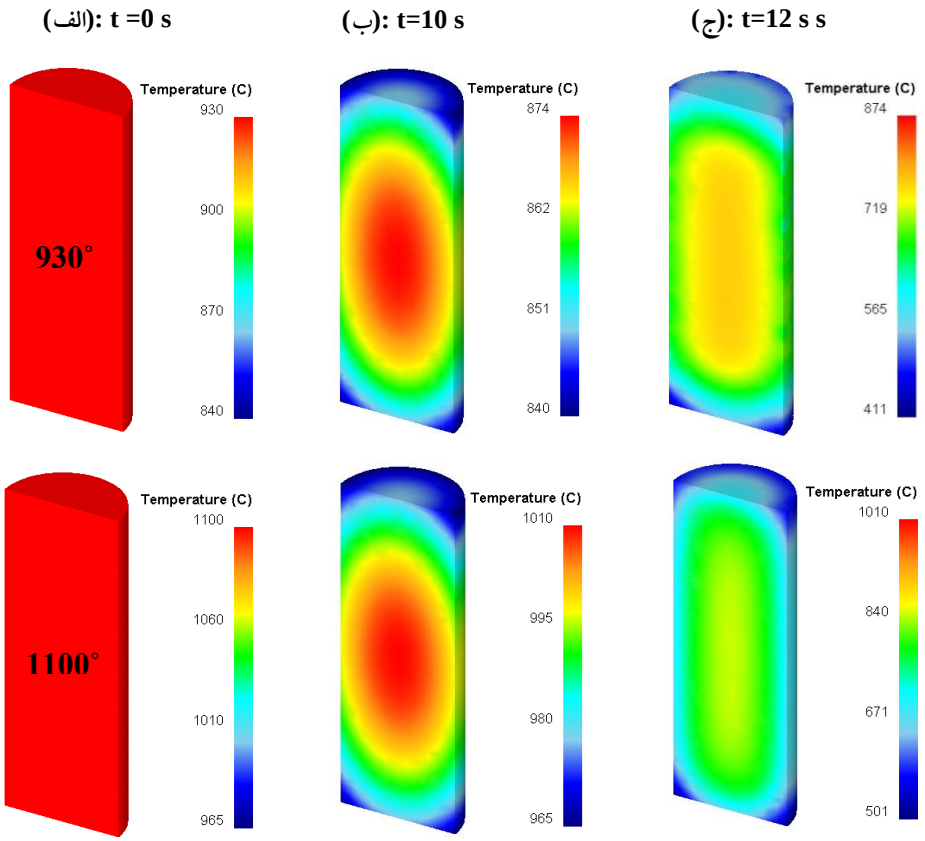
این شیفت به دلیل افزایش پارامتر شبکه ساختار بوده و در اثر قرار گرفتن و محبوس شدن اتمهای کربن در مکانهای بین نشین تتراهدرال و اکتاهدرال رخ داده است [16-18]. همانطور که قبلا مشاهده شد ریزساختار حاصل از سرد شدن در آب در این فولاد مخلوطی از فریت سوزنی و فریت ویدمن اشتاتن است. بنابراین تشکیل حجم بالایی از مارتنزیت لایه‌ای در سرعت سرد شدن پایین‌تر در این فولاد بسیار جالب بوده و نمی‌توان آن را به دلیل سرد شدن سریع دانست. به منظور تایید این گفته، در یک دمای پیشگرم بالاتر (۱۱۰۰ درجه سانتیگراد) نیز فرایند سرد شدن تحت اعمال فشار بر روی نمونه فولادی اعمال گردید و ساختار نهایی شامل ۱۰۰٪ فاز فریت حاصل شد. تصویر میکروسکوپ نوری از این ساختار در شکل (۲-ج) نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود ساختار شامل دانه‌های فریت می‌باشد که به دلیل سرعت سرد شدن بالا مرزها به صورت نامنظم می‌باشند. بنابراین اگر تشکیل مارتنزیت به دلیل سرد شدن سریع بود می‌بایستی در این دمای پیشگرم مارتنزیت بیشتری نسبت به دمای پیشگرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد تشکیل می‌شد زیرا سرعت سرد شدن در این دما به دلیل اختلاف دمایی بالاتر بین نمونه و قالب بیشتر است. این درحالیست که ساختار حاصله ۱۰۰٪ فاز فریت است.

تغییرات دمایی در نمونه در طول فرایند در شکل (٤) تغییرات فشار هیدرو استاتیکی به همراه تغییرات دمای شروع استحاله آستنیت به فریت در طول فرایند نشان داده شده است. قبل از اعمال فشار هیدرو استاتیکی و در ده ثانیه اول فرایند، دمای شروع استحاله آستنیت به فریت (Ae_3) در حدود ۸۸۰ درجه سانتیگراد است که توسط نرم افزار ترموکلک محاسبه شده است. همانطور که مشاهده می‌شود در طول فرایند و با افزایش تدریجی فشار هیدرواستاتیکی، دمای استحاله آستنیت به فریت به تدریج کاهش یافته و در لحظه برداشتن فشار، از ۸۸۰ درجه سانتیگراد به ۷۵۰ درجه سانتیگراد کاهش پیدا می‌کند. در شکل (۵) توزیع دما در نمونه برای دو دمای پیشگرم مختلف ۱۱۰۰ و ۹۳۰ درجه و در مراحل مختلف فرایند شامل دمای نمونه در داخل کوره (شکل (۵-الف))، دمای نمونه بعد از ده ثانیه سرد شدن در هوا (شکل (۵-ب)) و دمای نمونه درست در لحظه برداشتن فشار (شکل (۵-ج) نشان داده شده است. در شکل (٦) تغییرات دمایی در نقطه مرکزی نمونه در طی فرایند اعمالی و در دو دمای پیشگرم ۱۱۰۰ و ۹۳۰ درجه سانتیگراد نشان داده شده است. در دمای پیشگرم ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد، در طول ده ثانیه سرد شدن در هوا، دما از ۱۱۰۰ به ۱۰۱۰ درجه سانتیگرا کاهش پیدا می‌کند و بعد از دو ثانیه اعمال فشار به ۸٤۷ درجه سانتیگراد

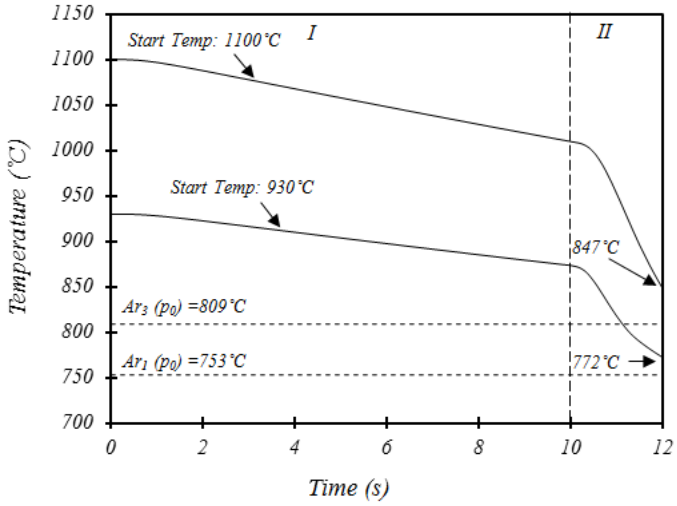
می‌رسد. این دما بالاتر از دمای استحاله استنیت به فریت در فشار یک اتمسفر است و در نتیجه تحت این شرایط فاز آستنیت پایدار است. در دمای پیشگرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد، در طول ده ثانیه سرد شدن در هوا، دما از ۹۳۰ به ۸۷۳ درجه سانتیگراد کاهش پیدا می‌کند و بعد از دو ثانیه اعمال فشار به ۷۷۲ درجه سانتیگراد می‌رسد. این دما در فشار یک اتمسفر، مابین دو دمای Ar_3 و Ar_1 است.



شکل ٤ تغییرات فشار هیدرو استاتیکی و دمای شروع استحاله آستنیت به فریت به صورت تابعی از زمان در طول فرایند



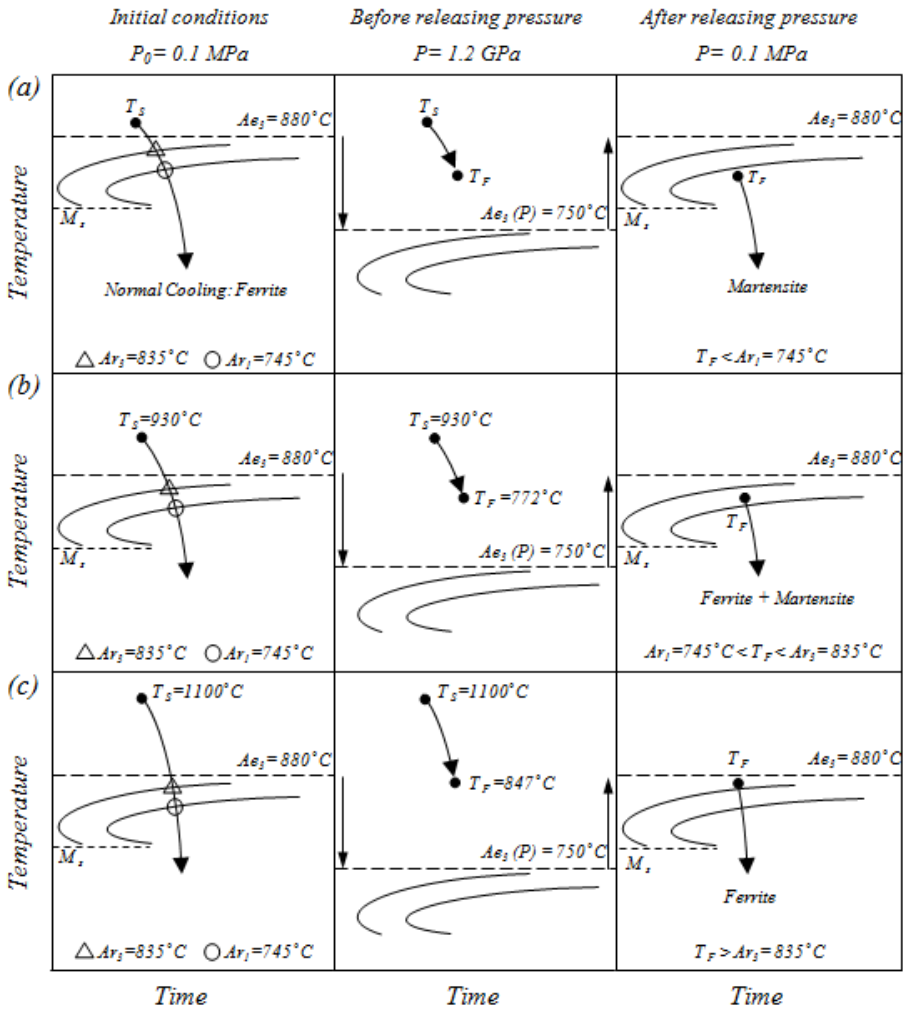
شکل ۵ توزیع دما در نمونه: الف) در کوره، ب) بعد از ده ثانیه سرد شدن در هوا و ج) درست در لحظه برداشتن فشار



شکل ٦ تغییرات دمایی در مرکز نمونه در طول فرایند و در دو دمای پیشگرم ۱۱۰۰ و ۹۳۰ درجه سانتیگراد

مکانیزم تشکیل فاز مارتنزیت سینتیک تشکیل مارتنزیت در فولادهای ساده کربنی توسط محققین مورد تحقیق و بررسی قرار گرفته است [19 و 20]. باید به این نکته اشاره کرد که تشکیل نشدن مارتنزیت در فولادهای ساده کربنی و با درصد کربن پایین در محیط‌های سردکننده معمولی مانند آب به این دلیل است که نمی‌توان دماغه منحنی‌های TTT را رد کرد و به دمای شروع تشکیل مارتنزیت (M_S) رسید. در اینجا مکانیزمی ارائه می‌شود که توسط آن حتی در سرعت‌های پایین سرد شدن می‌توان دماغه منحنی‌های TTT را رد کرد و با عبور از دمای M_S فاز مارتنزیت ایجاد کرد. در شکل (۷) شماتیکی از مکانیزم و نحوه تشکیل فاز مارتنزیت در حین فرایند سرد شدن پیوسته و تحت اعمال فشار نشان داده شده است. شرایط اولیه در ستون اول سمت چپ نشان داده شده است. در ابتدای فرایند با اعمال فشار هیدرو استاتیکی، دمای تعادلی استحاله آستنیت به فریت به دماهای پایین‌تر منتقل می‌شود. از آنجاییکه فشار هیدرواستاتیکی اعمالی در حدود ۱/۲ گیگاپاسکال است، میزان کاهش در دمای تعادلی استحاله در اثر این فشار که توسط رابطه (۱) محاسبه شده است ۱۳۰ درجه سانتیگراد است. بنابراین دمای تعادلی استحاله آستنیت به فریت از ۸۸۰ درجه سانتیگراد به ۷۵۰ درجه سانتیگراد کاهش می‌یابد. این حالت مربوط به شرایط قبل از رها کردن فشار و در ماکزیمم میزان فشار هیدرواستاتیکی اعمالی است که در ستون دوم نشان داده شده است. در انتهای فرایند، فشار به صورت آنی رها می‌شود که این عامل باعث می‌شود دمای تعادلی به صورت آنی از ۷۵۰ درجه سانتیگراد به دمای اولیه ۸۸۰ درجه سانتیگراد افزایش یابد. این شرایط در ستون سوم نشان داده شده است. همانطورکه مشاهده می‌شود دیاگرام TTT نیز با کاهش و افزایش دمای تعادلی استحاله به ترتیب به دماهای پایینتر و بالاتر منتقل می‌شود. در این شکل T_s دمای اولیه نمونه و T_f دمای نمونه درست قبل از رها شدن فشار هیدرواستاتیکی است. همانطورکه مشاهده می‌شود در تمامی موارد ساختار قبل از رها شدن فشار هیدرواستاتیکی آستنیت پایدار است (ستون دوم). ساختار نهایی حاصل از این فرایند به دمای نمونه درست قبل از رها شدن آنی فشار هیدرواستاتیکی(T_f) بستگی دارد. این دما خود با تغییر دمای اولیه نمونه و همچنین سرعت سرد شدن نمونه در تماس با قالب تغییر می‌کند. حال اگر دمای اولیه نمونه طوری انتخاب شود که دمای نمونه درست قبل از رها شدن فشار هیدرواستاتیکی کمتر از دمای پایان استحاله آستنیت به فریت در شرایط نرمال (بدون اعمال فشار،

(Ar_1) شود، در پایان فرایند ساختار کاملا مارتنزیتی حاصل خواهد شد (شکل (۷–الف)). اگر دمای اولیه نمونه کمی بالاتر انتخاب شود به طوریکه درست قبل از رها کردن فشار دمای نمونه مابین دمای شروع و پایان استحاله نرمال آستنیت به فریت قرار گیرد (شکل (۷–ب)) در این حالت ساختار حاصل از فرایند مخلوطی از فاز فریت و مارتنزیت خواهد بود. این شرایط در دمای پیش‌گرم ۹۳۰ درجه سانتیگراد حاصل شده و در نتیجه آن فولاد دوپلکس فریتی و مارتنزیتی فراوری شده است. در صورتی که دمای پیش‌گرم نمونه بالاتر در نظر گرفته شود به طوریکه دمای نمونه درست قبل از رها کردن آنی فشار بالاتر از دمای شروع استحاله نرمال آستنیت به فریت (شکل (۷–ج)) باشد ساختار کاملا فریتی حاصل خواهد شد. در این تحقیق این شرایط در دمای پیش‌گرم ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد حاصل شده است. در اینجا باید به این نکته مهم اشاره کرد که برداشتن فشار در پایان فرایند باید به صورت آنی اتفاق بیفتد. اگر فشار اعمالی به صورت پیوسته و کم کم از روی نمونه برداشته شود در این صورت امکان وقوع استحاله آستنیت به فریت در حین باربرداری وجود خواهد داشت که این امر باعث کاهش درصد حجمی مارتنزیت حاصل می‌شود.



شکل ۷ مکانیزم تشکیل مارتنزیت در فولاد ساده کربنی با درصد کربن پایین در حین سرد شدن پیوسته تحت فشار هیدرواستاتیکی

نتیجه‌گیری

۱- در اثر سرد شدن پیوسته فولاد ساده کربنی از دمای ۹۳۰ درجه سانتیگراد و تحت فشار هیدرواستاتیکی ساختاری شامل ۸۰ درصد مارتنزیت لایه‌ای و ۲۰ درصد فریت حاصل شد.

۲- در دمای پیش گرم ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد ساختار حاصل از فرایند سرد شدن پیوسته تحت فشار شامل ۱۰۰ درصد فاز فریت می‌باشد. با اینکه دمای پیشگرم و در نتیجه سرعت سرد شدن نسبت به دمای ۹۳۰ درجه بالاتر است ولی فاز مارتنزیت تشکیل نمی‌شود.

۳- مارتنزیت حاصل از این فرایند نه به دلیل بالا بودن سرعت سرد شدن نمونه بلکه به دلیل تاثیر فشار هیدرواستاتیکی بر روی دمای تعادلی شروع استحاله آستنیت به فریت است. که مکانیزم این فرایند به صورت کامل تشریح شد.

مراجع

1. Azghandi S.H., Ahmadabadi V.G., Raoofian I., Fazeli F., Zare M., Zabett A., Reihani H., "Investigation on decomposition behavior of austenite under continuous cooling in vanadium microalloyed steel", *Materials and design*, Vol. 88, pp. 751-758, (2015).
2. Digges T., "Influence of austenitic grain size on the critical cooling rate of high-purity iron-carbon alloys", *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Vol. 2, pp. 723-742, (1940).
3. Capdevila C., Caballero F.G., Anders C.G., "Austenite Grain Size Effects on Isothermal Allotriomorphic Ferrite Formation in 0.37C-1.45Mn-0.11V Microalloyed Steel", *Materials Transactions*, Vol. 44, pp. 1087-1095, (2003).
4. Carpenter K.R., Killmore C.R., "The Effect of Nb on the Continuous Cooling Transformation Curves of Ultra-Thin Strip CASTRIP© Steels", *Metals*, Vol. 5, pp. 1857-1877, (2015).
5. Bodnar R.L., Hansen S.S., "Effects of austenite grain size and cooling rate on Widmanstätten ferrite formation in low-alloy steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 25, pp. 665-675, (1994).
6. Wilson E.A.,"Theoretical calculations of kinetics of equiaxed ferrite transformations in Fe, Fe–Ni, and Fe–Cr alloys", *Materials Science and Technology*, Vol. 7, Issue 12, pp. 1089-1100, (1991).
7. Wilson E.A., "The $\gamma \rightarrow \alpha$ Transformation in Low Carbon Irons", *ISIJ International*, Vol. 34, pp. 615-630, (1994).
8. Mirzayev D.A., Schastlivtsev V.M., "The Influence of the Cooling Rate on the Kinetics of the Polymorphous Transformations in Metals", *ICOMAT 86*, Japan Institute of Metals, Sendai, pp. 282-290, (1986).
9. Merkel S., Wenk H.R., Gillet P., Mao H.K., Hemley R.J., "Deformation of polycrystalline iron up to 30GPa and 1000K", *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, Vol. 145, pp. 239-251, (2004).
10. Kakeshita T., Saburi T., Shimizu K., "Effects of hydrostatic pressure and magnetic field on martensitic transformations", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 273-275, pp. 21-39, (1999).

11. Zhang J., Guyot F., "Thermal equation of state of iron and Fe0.91Si0.09", *Physics and Chemistry of Minerals*, Vol. 26, pp. 206-211, (1999).
12. Tonkov E.Y., Ponyatovsky E.G., "Phase transformations of elements under high pressure", *CRC Press*, (2005).
13. Rakhshkhorshid M., Seyed H.H., Monajatzadeh H., "The use of hot torsion testing for determination of critical temperatures of API X65 steel", *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, pp. 291-29, (2015).
14. Alberto Moriera J.J., Henrique L., Balancin O., "Ultra Grain Refinement During the Simulated Thermomechanical-processing of Low Carbon Steel", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 1, pp. 141-147, (2012).
15. Gautam J., Miroux A., Moerman J., Barbatti C., Liempt P.V., Kestenes A., "Determination of the nonrecrystallisation temperature (Tnr) of austenite in high strength C–Mn steels", *Materials Science Forum*, Vol. 706-709, pp. 2722-2727, (2012).
16. Chen P.C., Winchell P.G., "Martensite lattice changes during tempering", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 11, pp. 1333-1339, (1980).
17. Michal G.M., Ernst F., Kahn H., Cao Y., Oba F., Agarwal N., Heuer A.H., "Carbon supersaturation due to paraequilibrium carburization: Stainless steels with greatly improved mechanical properties", *Acta Materialia*, Vol. 54, pp. 1597- 1066, (2006).
18. Chen P.C., Hall B.O., Winchell P.G., "Atomic displacements due to C in Fe Ni C martensite", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 11, pp. 1323- 1331, (1980).
19. Raghavan V., Cohen M., "Measurement and interpretation of isothermal martensitic kinetics", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 2, pp. 2409- 2418, (1971).
20. Bohemen S.M.C., Sietsma J., "Effect of composition on kinetics of athermal martensite formation in plain carbon steels", *Materials Science and Technology*, Vol. 25, pp. 1009-1012, (2009).

بررسی مورفولوژی و رفتار خوردگی پوشش الکترولس Ni-P بر روی آلیاژ Mg-7Li با استفاده از پیش عملیات مختلف*

محمد قادری[۱] سید محمود منیرواقفی[۲]

چکیده

در این پژوهش، مورفولوژی، خواص مکانیکی و خوردگی پوشش الکترولس Ni-P توسط پیش عملیات مختلف بر روی آلیاژ Mg-7Li (MA21) مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج نشان می‌دهد که افزودن ۱۲۵ گرم بر لیتر کروم تری‌اکسید (CrO_3) و ۱۱۰ میلی‌لیتر بر لیتر اسید نیتریک (HNO_3) به محلول اسیدشویی می‌تواند منجر به افزایش یکنواختی لایه میانی و کاهش تخلخل پوشش الکترولس شود. یکنواختی لایه LiF و MgF_2 منجر به افزایش تعداد مکان‌های جوانه‌زنی پوشش شده و مورفولوژی ظریف را ایجاد می‌کند. نرخ خوردگی نمونه MA21، نمونه با پوشش الکترولس Ni-P با دو پیش عملیات CrO_3: 180 g/l, KF: 1g/l (شماره ۱) و CrO_3: 125 g/l, HNO_3: 110 ml/l (شماره ۲) به ترتیب ۶۳، ۸۷ و ٤ میلی‌اینچ در سال بدست آمد. نتایج آزمون چسبندگی پوشش الکترولس با پیش عملیات شماره ۲ حدود ۲ برابر نسبت به پیش عملیات شماره ۱ افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی Mg-7Li، پوشش الکترولس Ni-P، پیش عملیات، خواص خوردگی، خواص چسبندگی پوشش.

Investigation of Morphology and Corrosion Behavior of Electroless Ni-P Coating on Mg-7Li Alloy with Different Pre-treatments

M. Ghaderi S.M. Monirvaghefi

Abstract

In this study, morphology, mechanical and corrosion properties of Ni-P electroless coating was investigated using different pre-treatments on the Mg-Li (MA21) alloy. The results show that adding 125 g/l chromium trioxide and 110 ml/l nitric acid to the pickling solution can increase the uniformity of the intermediate layer and reduce the porosity of the Ni-P electroless coating. The MgF_2 and LiF layer uniformity leads to the increase in the number of coating nucleation sites and a fine morphology. The corrosion rate of the MA21 sample, Ni-P electroless coating sample with 125 g/l CrO_3 and 110 ml/l HNO_3 was 63, 87 and 4 mpy, respectively. The test results of Ni-P electroless coating adhesion with pretreatment number 2 was double that of pretreatment number 1.

Key words Mg-7Li, Electroless Coating, Ni-P, Pre-treatment, Corrosion Properties, Coating Adhesion Properties

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۱/۳ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۳/٤ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱)نویسنده مسئول: دانش‌آموخته کارشناسی ارشد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

Email: mo.ghaderi@yahoo.com

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی اصفهان

DOI: 10.22067/ma.v0i29.43707

مقدمه

آلیاژهای منیزیم به‌ویژه آلیاژهای منیزیم-لیتیوم از جمله سبک‌ترین مواد فلزی می‌باشند که کاربردهای فراوانی در صنعت دارند. بطور کلی، چگالی این آلیاژها حدود ۱/۳۵ تا ۱/٦٥ گرم بر سانتیمتر مکعب می‌باشد. خواص آلیاژهای منیزیم-لیتیوم شامل استحکام متوسط، قابلیت جذب ارتعاش بالا و مقاومت در برابر نفوذ ذرات پرانرژی است [1]. از همین رو، آلیاژ منیزیم-لیتیوم کاربرد بسیار گسترده‌ای در صنایع هوافضا، اسلحه‌سازی، اتومبیل‌سازی، ارتباطات الکترونیکی و دیگر صنایع دارد [2 و 3]. پتانسیل الکترود استاندارد (EMF) منیزیم و لیتیم به‌ترتیب برابر ۲/۳۷- و ۳/۰۵ V- نسبت به الکترود کالومل اشباع است. لیتیم در منیزیم باعث کاهش وزن مخصوص آلیاژ و نیز افزایش دمای خزش می‌شود. به‌طور کلی، آلیاژهای منیزیم به‌ویژه آلیاژهای منیزیم-لیتیوم مقاومت به‌خوردگی بسیار پایینی دارد. محدوده دمای کاری پایین این آلیاژ به‌دلیل مقاومت به‌خوردگی ضعیف می‌باشد.

آلیاژهای منیزیم-لیتیوم با استفاده از عملیات سطحی در برابر خوردگی می‌تواند مقاومت پیدا کنند [4 و 5]. درحال حاضر روش‌های متعددی برای حفاظت سطحی آلیاژ منیزیم پیشنهاد شده که عبارت است از: عملیات تبدیل شیمیایی [6]، آندایزینگ [7]، آندایزینگ میکرو قوس [8]، آبکاری الکترولس [9]، رسوب الکتریکی [10]، پوشش‌های آلی [11]. بیشتر آلیاژهای منیزیم-آلومینیوم و منیزیم-لیتیوم به روش عملیات تبدیل شیمیایی و آندایزینگ میکروقوس پوشش‌دهی می‌شوند. بدلیل مقاومت به خوردگی ضعیف و مشکلات فرایند آبکاری آلیاژ منیزیم-لیتیوم، آبکاری الکترولس Ni-P در دو مرحله انجام می‌شود [12]. تحقیقات گسترده‌ای در مورد آبکاری الکترولس Ni-P بر روی آلیاژ منیزیم انجام شده است. مشکل بزرگ گزارش شده در این نوع آبکاری، ایجاد میکروحفرات طی فرایند آبکاری است که اکثراً به‌دلیل نامناسب بودن پیش عملیات و انتخاب نادرست لایه میانی تشکیل می‌شود [13]. وجود لایه میانی پیوسته باعث افزایش مقاومت به‌خوردگی آلیاژ می‌شود.

در این پژوهش تاثیر فرایند پیش عملیات مختلف قبل از آبکاری الکترولس بر روی آلیاژ Mg-7Li به‌منظور بررسی و مقایسه ساختار، میکروسختی و رفتار خوردگی پوشش در محیط ۳/۵ درصد کلرید سدیم انجام شده است.

مواد و روش‌ها

مواد آزمایش و فرایندها یک قطعه ورق اکستروژن آلیاژ MA21 به ابعاد ۲×۱۵×۱۵ میلی‌متر به‌عنوان زیرلایه بریده شد. ترکیب شیمیایی آلیاژ MA21 شامل Mg-7.5Li-2Al-1Zn بر حسب درصد وزنی می‌باشد. فرآیند پیش عملیات آبکاری شامل سنباده‌زنی، پولیش، شستشو با استن، چربی زدایی، اسید شویی و فعال‌سازی می‌باشد. فرآیندهای پیش عملیات و ترکیب شیمیایی حمام آبکاری بترتیب در جدول (۱) و (۲) آورده شده است.

جدول ۱ مراحل و شرایط پیش عملیات آبکاری

فرایند	ترکیب محلول	شرایط
سنباده‌زنی و پولیش		سنباده آبساب SiC به شماره‌های ۲۰۰ تا ۳۰۰۰
شستشوی آلتراسونیک	$(CH_3)_2CO$	در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵ دقیقه
چربی زدایی	NaOH: 50 g/l, $Na_{12}PO_4$ 10 g/l	در دمای ٦٠ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵ دقیقه
اسیدشویی	CrO_3: 180 g/l, KF: 1g/l (شماره ۱)	در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵۰ ثانیه
	CrO_3: 125 g/l, HNO_3: 110 ml/l (شماره ۲)	
فعال سازی	HF (40%): 385 mL/l	در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ دقیقه

جدول ۲ ترکیب شیمیایی حمام آبکاری الکترولس Ni-P

ترکیب شیمیایی	مقدار	شرایط
$NiSO_4.6H_2O$	۰/۰۷۶ mol/l	دمای آبکاری ۸۵ درجه سانتیگراد، زمان آبکاری ۱ ساعت pH:۵/۵
$NaH_2PO_2.H_2O$	۰/۲۱۷ mol/l	
$C_6H_8O_7.H_2O$	۰/۰۲٤ mol/l	
NH_4HF_2	۰/۲٦۳ mol/l	
$NH_3.H_2O$	۳۰ mL/l	
HF (40%)	۱۲mL/l	
$SC(NH_2)_2$	۱ mg/l	
$CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$	۵ mg/l	

میکروساختار و خواص پوشش مورفولوژی و ترکیب پوشش توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) مدلMira 3-XMU به همراه طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) بررسی شد. فازهای پوشش توسط طیف سنجی پراش پرتو ایکس (XRD) توسط دستگاه مدل ARL 8410 شناسایی شد. رفتار پلاریزاسیون تافل نمونه MA21 و نمونه‌های پوشش الکترولس Ni-P توسط دستگاه CS-350 در محلول کلرید سدیم ۳/۵ درصد وزنی در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد بین ۰/۳- تا ۰/۹ ولت نسبت به پتانسیل مدار باز با سرعت روبش ۱ میلی‌ولت بر ثانیه انجام گرفت. اندازه‌گیری‌های الکتروشیمیایی با استفاده از سه الکترود شامل نمونه به‌عنوان الکترود کاری با مساحت ۱ سانتی‌متر مربع، الکترود اشباع شده Ag/AgCl به‌عنوان الکترود مرجع و الکترود پلاتین به‌عنوان الکترود شمارنده انجام شد. سختی پوشش توسط دستگاه میکروسختی Salu Tron-D500 به روش ویکرز با اعمال ۲ نیوتن بار به‌مدت ۱۰ ثانیه با ۵ مرتبه تکرارپذیری اندازه‌گیری شد. خواص چسبندگی پوشش با تست خراشنده (scratcher) مدل WS-2005 انجام شد. آهنگ بارگذاری، سرعت حرکت خراشنده و طول خراش به‌ترتیب ۵۰ نیوتن بر دقیقه، ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه و ۱۰ میلی‌متر تنظیم شد.

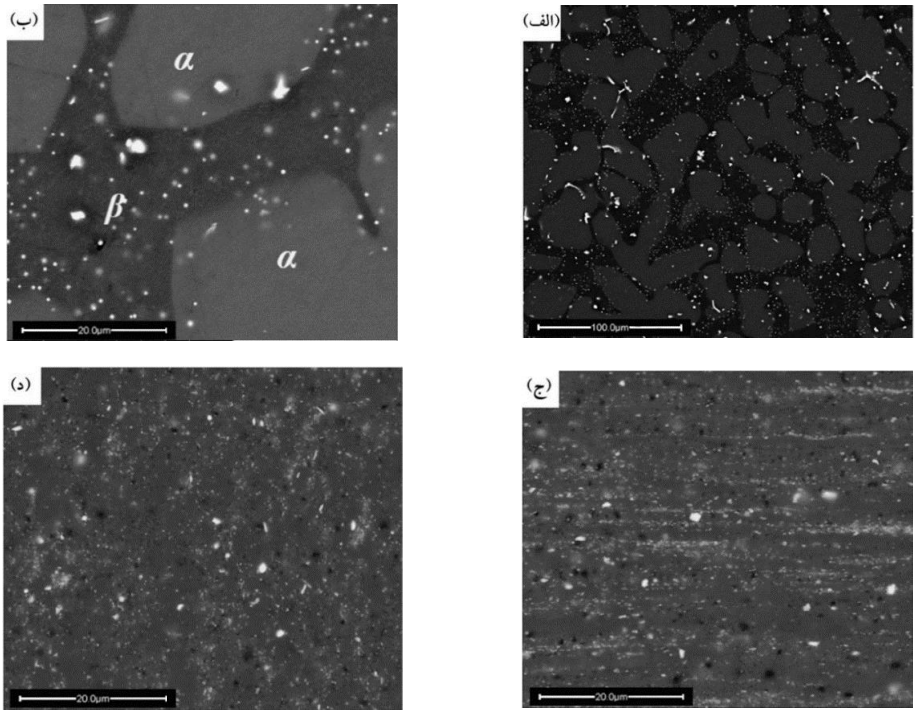
نتایج و بحث

میکرو ساختار زیرلایه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح آلیاژ MA21 در شکل (۱) نشان داده شده است. همانطور که در تصویر مشخص است، آلیاژ MA21 شامل دو فاز α-Mg و β–Li می‌باشد [3]. نسبت مقدار فازها بطور تقریبی ۱:۱ است. لکه‌های سفید رنگ نشان داده شده در شکل ۱–(ب)، ذرات سخت غنی از لیتیم در فاز β هستند. شکل ۱–(ج) و (د) بترتیب میکروساختار جهت‌دار شده طی فرایند مکانیکی اکستروژن را با دو برش طولی و عرضی نشان می‌دهد. میکروساختار آلیاژ MA21 در شرایط ریختگی برخلاف روش اکستروژن، دارای یکنواختی بیشتر است. میکروساختار آلیاژ منیزیم تاثیر زیادی در جوانه‌زنی و رشد پوشش دارد [14]. فازهای تشکیل شده در آلیاژ MA21 به دو روش ریخته‌گری و اکستروژن در شکل (۲) نشان داده شده است.

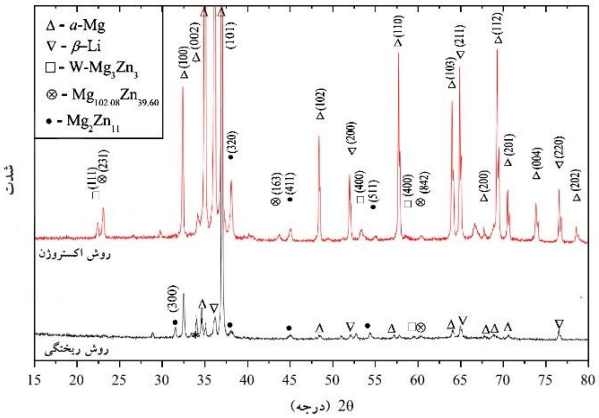
فازهای Mg_2Zn_{11}، $Mg_{102}.08Zn_{39.6}$، $AlMg_2Zn$، $Al1_2Mg_{17}$ و دیگر فازهای ناشناخته ایجاد شده است. اختلاف پتانسیل بین فازهای α-Mg و β-Li در آلیاژ منیزیم–لیتیوم زیاد است که مکان‌های مناسبی برای جوانه‌زنی همگن پوشش الکترولس Ni-P نمی‌باشد. اسیدشویی یکی از مراحل مهم در فرایند پیش عملیات آبکاری است. هدف از تشکیل فیلم MgF_2 بر روی سطح آلیاژ MA21، کاهش اختلاف پتانسیل دو فاز α-Mg وβ-Li و نیز افزایش مکان‌های جوانه‌زنی نیکل می‌باشد [15]. انتخاب درست فرایند پیش عملیات منجر به بهبود چسبندگی و افزایش مقاومت به خوردگی پوشش می‌شود.

آبکاری الکترولس Ni-P مورفولوژی سطح پوشش

الکترولس Ni-P با دو نوع پیش عملیات در شکل (۳) آورده شده است. جدول (۳) آنالیز کمی طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از سطح پوشش الکترولس Ni-P با دو نوع پیش عملیات را نشان می‌دهد. پوشش Ni-P دارای ساختار گل‌کلمی، همگن، متراکم و بدون نواقص عمده نظیر حفره، ترک و غیره می‌باشد. ساختار پوشش با پیش عملیات شماره ۲ (شکل (۳-ب)) بدون تخلخل می‌باشد؛ درحالی‌که مقادیری تخلخل در مرز دانه‌های پوشش با اسید شویی شماره ۱ بوجود آمده است. این نشان می‌دهد که فرایند اسیدشویی بطور مستقیم در ایجاد تخلخل پوشش نقش داشته و در نتیجه پوشش نمی‌تواند به‌خوبی زیرلایه را حفاظت کند. همانطور که در جدول (۳) مشاهده می‌شود، ترکیب شیمیایی پوشش شامل دو عنصر نیکل و فسفر است. مقدار فسفر رسوب یافته در پوشش با پیش عملیات شماره ۱ کمتر از پیش عملیات شماره ۲ است.



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح نمونه AM21؛ (الف) و (ب) در شرایط ریخته‌گری؛ ج) در شرایط اکستروژن با برش طولی؛ د) در شرایط اکسترون با برش عرضی

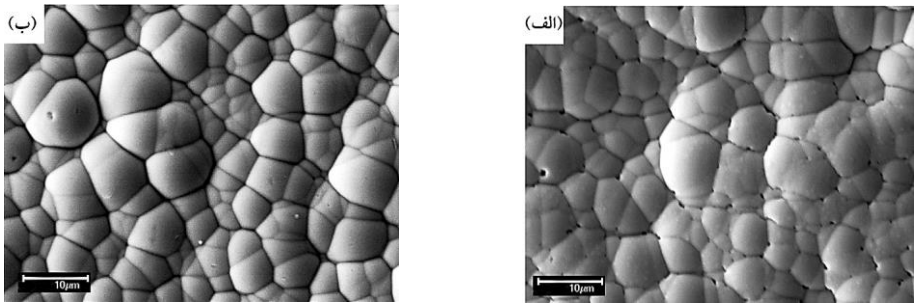


شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس آلیاژ AM21 تولید شده با دو روش ریختگی و اکستروژن

الگوی پراش اشعه ایکس پوشش الکترولس Ni-P در شرایط آبکاری در شکل (٤) نشان داده شده است. قله فاز منیزیم در پوشش الکترولس Ni-P با پیش عملیات شماره ۱ در زاویه‌های بین ۳۰ تا ٤۰ درجه در شکل (٤-الف) ایجاد شده است. با توجه به شکل (۳-الف)، احتمالاً مناطقی از سطح زیرلایه بر اثر عدم یکنواختی لایه میانی باعث شده که پوشش Ni-P کامل روی سطح ایجاد نشده است. از طرف دیگر در پوشش با پیش عملیات شماره ۲ به‌دلیل یکنواختی لایه میانی، تعداد موقعیت مکانی برای جوانه‌زنی نیکل بیشتر بوده و بنابراین تخلخل پوشش کاهش یافته است.

به‌طور کلی فرایند اسیدشویی، نسبت ترکیب شیمیایی حمام، دما و pH حمام آبکاری می‌تواند در مقدار فسفر پوشش تاثیر داشته و خواص پوشش را تغییر دهد [16]. نیکل دارای ساختار fcc می‌باشد و در حین فرایند آبکاری، فسفر احیا شده از سدیم هیپوفسفیت در مرکز وجه شبکه مکعبی نیکل جایگزین می‌شود. با افزایش مقدار فسفر، نظم کریستالی پوشش تحت تاثیر قرار گرفته و بدین ترتیب دانه پوشش نمی‌تواند بخوبی رشد کند و بتدریج ساختار پوشش از کریستالی به میکرو کریستالی و در نهایت به آمورف تبدیل می‌شود. گزارشات نشان می‌دهد که افزایش مقدار فسفر باعث افزایش سرعت پوشش‌دهی به دلیل افزایش واکنش احیای عامل احیا کننده می‌باشد [16].

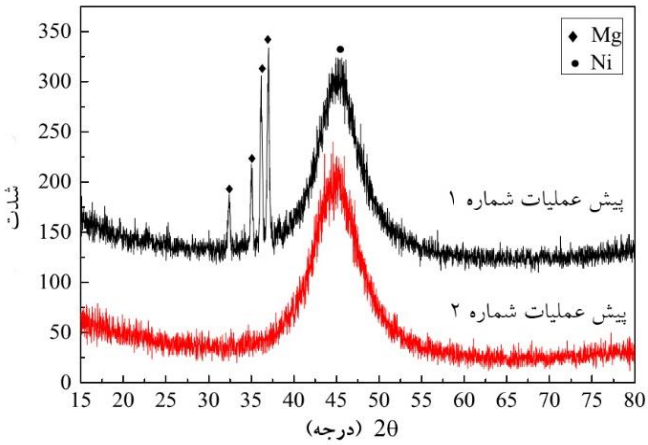
مقاومت به‌خوردگی و حفاظت آلیاژ MA21 به ساختار پوشش بستگی دارد. شکل (۵) تصاویر سطح مقطع پوشش به‌همراه آنالیز خطی EDS از فصل مشترک رزین-پوشش تا پوشش-زیرلایه را نشان می‌دهد. ضخامت پوشش با استفاده از پیش عملیات شماره ۱ حدود ۷ میکرومتر می‌باشد. لایه میانی بین پوشش الکترولس Ni-P و زیرلایه در شکل (۵-الف) بخوبی مشخص نمی‌باشد. بنظر می‌رسد نیکل و فسفر با توزیع یکنواخت‌تری در عرض پوشش رسوب کرده است. ضخامت پوشش با استفاده از پیش عملیات شماره ۲ حدود ۱۲ میکرومتر می‌باشد. لایه میانی بین پوشش و زیرلایه در شکل (۵-ج) کاملاً مشخص است.



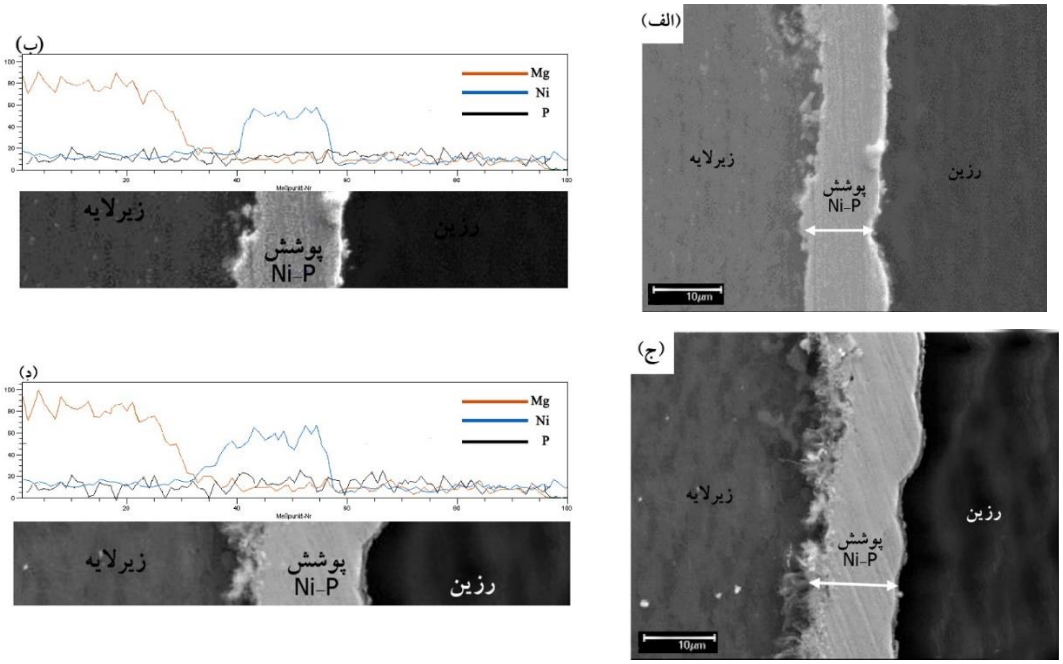
شکل ۳ مورفولوژی سطح پوشش الکترولس Ni-P با استفاده از پیش عملیات
الف) شماره ۱؛ ب) شماره ۲

جدول ۳ نتایج آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از سطح پوشش‌های الکترولس Ni-P

پوشش	عنصر	wt.%	at.%
پوشش با پیش عملیات شماره ۱	نیکل	۸۷/۷	۸۰/۲
	فسفر	۱۰/۲	۱۷/۸
	منیزیم	۲/۱	٤/۵
پوشش با پیش عملیات شماره ۲	نیکل	۸٦/۲	۷٦/۸



شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس پوشش الکترولس Ni-P با پیش عملیات متفاوت



شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع پوشش الکترولس Ni-P به همراه آنالیز EDS خطی؛ (الف) و (ب) پوشش با پیش عملیات شماره ۱؛ (ج) و (د) پوشش با پیش عملیات شماره ۲

خواص پوشش سختی شاخص مهمی برای اندازه‌گیری خواص پوشش می‌باشد. سختی می‌تواند معیاری از مقاومت به سایش نیز باشد. جدول (٤) نتایج میکروسختی آلیاژ AM21 و پوشش الکترولس Ni-P با استفاده از فرایندهای پیش عملیات متفاوت را نشان می‌دهد. سختی پوشش در مقایسه با آلیاژ AM21 بسیار بیشتر است. نتایج نشان می‌دهد که پوشش با دو نوع پیش عملیات مختلف باعث اختلاف در مقدار سختی پوشش شده است. سختی پوشش الکترولس Ni-P با افزایش مقدار فسفر کاهش می‌یابد. فسفر در حین فرایند آبکاری در شبکه کریستالی نیکل نفوذ کرده و محلول جامد فوق اشباع فسفر در نیکل (γ-Ni) را تشکیل می‌دهد [17]. هنگامی که مقدار فسفر در پوشش کم باشد، ساختار پوشش کریستالی بوده و در نتیجه سختی

پوشش بالا می‌باشد. با افزایش فسفر در پوشش، فاز آمورف γ-Ni درون فاز کریستالی β-Ni ظاهر می‌شود.

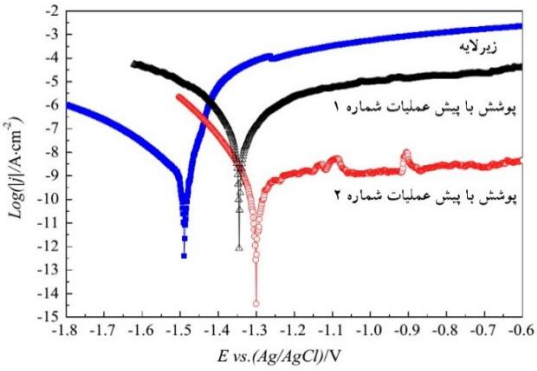
نیروی بحرانی (Fc) پوشش الکترولس Ni-P با فرایند پیش عملیات شماره ۱ و ۲ به‌ترتیب ۱۴ و ۲۲ نیوتن بوده است. این نشان می‌دهد که برای جدا کردن پوشش با فرایند پیش عملیات شماره ۲ نیروی بیشتری لازم است و چسبندگی بالاتری دارد. حضور پوسته‌های سطحی در پوشش با پیش عملیات شماره ۱ بعد از آزمون چسبندگی ناشی از عدم پیوند محکم بین پوشش و زیرلایه می‌باشد.

رفتار پلاریزاسیون تافلی نمونه MA21 و پوشش الکترولس Ni-P با دو فرایند پیش عملیات در محلول NaCl ۳/۵ درصد وزنی در شکل (۶) نشان داده شده است. داده‌های آزمون خوردگی در جدول (۵) دست آمده است.

پتانسیل خوردگی (E_{corr}) زیرلایه، پوشش با اسیدشویی شماره ۱ و ۲ به‌ترتیب ۱/۴۸۹-، ۱/۳۴۴- و ۱/۳۰۶-ولت می‌باشد. اختلاف پتانسیل خوردگی بین پوشش با دو پیش عملیات مختلف نا محسوس است. با توجه به جدول (۵)، نرخ خوردگی برای نمونه پوشش الکترولس Ni-P با پیش عملیات شماره ۱ بدلیل حضور میکروتخلخل‌ها در پوشش حتی از نمونه MA21 بدون پوشش نیز بیشتر بوده است.

جدول ۴ نتایج آزمون میکروسختی پوشش الکترولس Ni-P بر حسب ویکرز (HV200)

زیرلایه	پوشش الکترولس Ni-P	
	پوشش با پیش عملیات شماره ۱	پوشش با پیش عملیات شماره ۲
۶۷	۸۲۶	۷۴۷



شکل ۶ منحنی پلاریزاسیون تافل نمونه پوشش الکترولس با پیش عملیات‌های مختلف

جدول ۵ داده‌های آزمون پلاریزاسیون تافل

پارامترها	زیرلایه	پوشش الکترولس	
		پوشش با پیش عملیات شماره ۱	پوشش با پیش عملیات شماره ۲
E_{corr} (V)	-۱/۴۸۹	-۱/۳۴۴	-۱/۳۰۶
i_{corr} (A/cm^2)	۰/۰۰۱۲	۰/۰۰۴۴	۰/۰۰۰۷
β_a (V)	۰/۰۹۵	۰/۱۰۴	۰/۰۹۴
β_c (V)	۰/۱۸۸	۰/۱۲۰	۰/۱
نرخ خوردگی (mpy)	۶۳	۸۷	۴

مقاومت به خوردگی پوشش الکترولس Ni-P آمورف نسبت به پوشش الکترولس Ni-P کریستالی بالاتر می‌باشد. پوشش‌های آمورف به دلیل نداشتن مرز دانه، نابجایی‌ها، دوقلویی‌ها و دیگر نواقص، رفتار مقاوم در برابر خوردگی بالاتری از خود نشان می‌دهند [18]. نتایج تحقیقات هافمن در مورد پوشش الکترولس کریستالی و آمورف نشان می‌دهد که هر چه میزان فسفر پوشش زیادتر شود، ساختار پوشش آمورف می‌شود و در نتیجه مقاومت به خوردگی پوشش الکترولس افزایش می‌یابد [19]. مقاومت به خوردگی پوشش الکترولس Ni-P با استفاده از پیش عملیات شماره ۲ نسبت به پیش عملیات شماره ۱ بالاتر است که با نتایج هافمن مطابقت دارد. وجود مناطق غیر فعال در سطح لایه میانی که در طی فرایند پیش عملیات شماره ۱ باعث بوجود آمدن میکروتخلخل‌های سطحی می‌شوند در مقاومت به خوردگی پوشش تاثیر گذار هستند.

پیش عملیات و مکانیزم آبکاری فرایند اسیدشویی منجر به حذف لایه اکسیدی، حذف فلزات ناخالص، عاری کردن سطح فلز از آلودگی و آماده سازی برای آبکاری می‌شود. از سوی دیگر، فرایند اسیدشویی منجر به خورده شدن سطح نمونه نیز می‌شود. انتخاب درست زبری سطح برای بالا بردن خواص چسبندگی و خوردگی پوشش لازم است. دو فاز عمده در آلیاژ MA21 به نام‌های α-Mg و β-Li با پتانسیل الکترود متفاوت وجود دارد [14].

فرایند پیش عملیات شماره ۱ منجر به خوردگی غیریکنواخت بر روی سطح نمونه آلیاژ AM21 می‌شود. درحالی‌که فرایند پیش عملیات شماره ۲ با قدرت خوردگی بیشتری همراه است و سطح نمونه را به رنگ خاکستری تبدیل می‌کند. مکانیزم خوردگی سطح به صورت زیر معرفی شده است.

انحلال زمینه به عنوان واکنش آندی به صورت زیر صورت می‌گیرد.

$$\beta\text{-Li} \rightarrow Li^{+} + e \qquad (۱)$$

$$\alpha\text{-Mg} \rightarrow Mg^{2+} + 2e \qquad (۲)$$

CrO_3 موجود در فرایند اسیدشویی به CrO_4^{2-} تبدیل می‌شود. واکنش احیای هیدروژن بر روی فازهای نجیب‌تر نظیر Mg_2Zn_{11}، $Mg_{102.08}Zn_{39.6}$، $AlMg_2Zn$، $Al_{12}Mg_{17}$ به صورت زیر می‌باشد [20].

$$2H^{+} + 2e^{-} \rightarrow H_2\uparrow \qquad (۳)$$

سپس فازهای Mg2+ و Li+ توسط KF به منیزیم فلورید و لیتیم فلورید تبدیل می‌شوند.

$$Li^{+} + F^{-} \rightarrow LiF \qquad (٤)$$

$$Mg^{2+} + 2F^{-} \rightarrow MgF_2 \qquad (٥)$$

LiF و MgF_2 دو فاز نامحلول در آب هستند و بر روی سطح آلیاژ MA21 رسوب می‌کنند. بنابراین مانع از انحلال بیشتر فازهای زمینه α-Mg و β-Li شده و از خوردگی مرزدانه جلوگیری می‌کند. عدم خوردگی سطح نمونه بصورت یکنواخت منجر به ناپیوستگی فیلم فلورید می‌شود. وقتی غلظت مشخصی از اسید نیتریک به همراه اسید کرومیک به محلول اسیدشویی اضافه شود (پیش عملیات شماره ۲)، واکنش کاتدی به صورت زیر تشکیل می‌شود.

$$NO_3^{-} + 2H^{+} + 2e^{-} \rightarrow NO_2^{-} + H_2O \qquad (٦)$$

حضور نیتریک اسید در محلول اسیدشویی منجر به انحلال آند و خوردگی بیشتر دو فاز α-Mg و β-Li می‌شود (رابطه ٦).

فرایند فعال‌سازی بدلیل خود کاتالیست بودن آبکاری الکترولس Ni-P اهمیت زیادی دارد. در کل زمان اسیدشویی ۵۰ ثانیه و سپس شستشو با آب دی‌یونیزه و فعال سازی در محلول HF به مدت ۱۰ دقیقه می‌باشد.

در مورد پیش عملیات شماره ۱، هنگامی‌که نمونه از محلول فعال‌سازی خارج می‌شود احتمالاً مناطقی از زمینه بدلیل ناپیوستگی فلیم فلورید، در معرض هوا و محلول آبکاری هیدروکسید و اکسیدهای نظیر Li_2O، MgO، LiOH و $Mg(OH)_2$ روی سطح تشکیل می‌شود. با شروع فرایند آبکاری این فازها بدلیل عدم چسبندگی

کافی از سطح جدا شده و منجر به ایجاد میکروتخلخل در پوشش می‌شود.

نتیجه‌گیری

با افزودن نیتریک اسید (پیش عملیات شماره ۲) به محلول اسیدشویی، خوردگی یکنواخت سطح آلیاژ MA21 افزایش یافته و بستر مناسبی برای تشکیل لایه فلوریدی ایجاد می‌شود.

ایجاد لایه میانی پیوسته و یکنواخت روی سطح آلیاژ MA21 منجر به افزایش تعداد جوانه رسوب، کاهش تخلخل، افزایش سرعت پوشش‌دهی، افزایش مقدار رسوب فسفر، افزایش چسبندگی بین زیرلایه و پوشش و افزایش مقاومت به خوردگی پوشش الکترولس Ni-P می‌شود.

مراجع

1. Hamdy-Makhlouf A.S., "Intelligent Stannate-Based Coatings of Self-Healing Functionality for Magnesium Alloys", *Intelligent Coatings for Corrosion Control*, A. Butterworth-Heinemann: Boston, pp. 537-55, (2014).
2. Li J., et. al., "Topological origin of subgap conductance in insulating bilayer graphene", *Nature Physics*, Vol. 7, No. 1, pp. 38-42, (2011).
3. Liu T., et. al., "Microstructure evolution of Mg–14% Li–1% Al alloy during the process of equal channel angular pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 460-461, pp. 499-503, (2007).
4. Trojanová Z., et. al., "Deformation behaviour of Mg–Li alloys at elevated temperatures", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411, pp. 148-151, (2005).
5. Pekguleryuz M., "Alloying behavior of magnesium and alloy design, in Fundamentals of Magnesium Alloy Metallurgy", Woodhead Publishing: New York, pp. 152-196, (2013).
6. Yamauchi N., et. al., "DLC coating on Mg–Li alloy", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, No. 9-11, pp. 4913-4918, (2007).
7. Zhao M., et. al., "A chromium-free conversion coating of magnesium alloy by a phosphate–permanganate solution", Surface and Coatings Technology, Vol. 200, No. 18-19, pp. 5407-5412, (2009).
8. Yang L., et. al,." Electroless Ni–P plating with molybdate pretreatment on Mg–8Li alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 467, No. 1-2, pp. 562-566, (2009).
9. Li J., et. al., "Studies of the porosity in electroless nickel deposits on magnesium alloy", *Applied Surface Science*, Vol. 252, No. 8, pp. 2839-2846, (2006).
10. Qin T.-n., et. al., "An in-situ measure method to study deposition mechanism of electroless Ni-P plating on AZ31 magnesium alloy", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 21, No. 12, pp. 2790-2797, (2011).
11. Zhang Z., et. al., "Studies on influence of zinc immersion and fluoride on nickel electroplating on

magnesium alloy AZ91D", *Applied Surface Science*, Vol. 255, No. 17, pp. 7773-7779, (2009).

12. Luo H.-j., et. al., "Electroless Ni-P plating on Mg-Li alloy by two-step method", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 21, No. 10, pp. 2225-2230, (2011).
13. Anık M., E. Körpe, "Effect of alloy microstructure on electroless NiP deposition behavior on Alloy AZ91", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, No. 8, pp. 4702-4710, (2007).
14. Sun S., et. al., "A novel process for electroless nickel plating on anodized magnesium alloy", *Applied Surface Science*, Vol. 254, No. 16, pp. 5016-5022, (2008).
15. Zhang H., et. al., "Electroless Ni–P plating on Mg–10Li–1Zn alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 474, No. 1-2, pp. 306-310, (2009).
16. Henry J.R., "Electroless (autocatalytic) plating", *Metal Finishing*, Vol. 97, pp. 424-435, (1999).
17. Yli-Pentti A., "Electroplating and Electroless Plating", *Comprehensive Materials Processing*, Elsevier: Oxford, pp. 277-306, (2014).
18. Song G.L., "Electroless electrophoresis coatings to improve the corrosion resistance of magnesium (Mg) alloys", *Corrosion Prevention of Magnesium Alloys*, Woodhead Publishing, pp. 446-468, (2013.)
19. Hofmann U., Weil K.G., "On the oxidation of nickel/phosphorus alloys", *Corrosion Science*, Vol. 34, No. 3, pp. 423-431, (1993).
20. Liu Z., Gao W., "Electroless nickel plating on AZ91 Mg alloy substrate", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 200, No. 16-17, pp. 5087-5093, (2006).

بررسی اثر متغیرهای دما و زمان نگه‌داری فرایند SIMA بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤*

پیام رئیسی گوجانی[۱] مصطفی علیزاده[۲]

چکیده

در این پژوهش به بررسی تأثیر دما و زمان نگه‌داری فرایند شکل‌دهی نیمه‌جامد مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤ و مقایسه‌ی آن با عملیات حرارتی T6 پرداخته شده است. نتایج حاصل از بررسی‌های ریزساختاری انجام شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی نوری و روبشی و تحلیل طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس، نشان داد که با افزایش دما و زمان نگه‌داری، میزان کرویت ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد و همچنین ترکیبات یوتکتیک در مرزدانه‌ها پیوسته‌تر و میزان حفرات انقباضی نیز بیشتر شده‌اند. علاوه‌براین نتایج حاصل از تست کشش بیانگر افزایش ۱۱٦درصدی حالت بهینه‌ی ازدیاد طول و ٤٤درصدی چقرمگی در مقابل کاهش ۵٫۵درصدی استحکام و ۳٫۷درصدی سختی نسبت به عملیات T6 بوده است. این نتایج بیانگر تأثیر مثبت فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر روی خواص مکانیکی می‌باشد.

واژه‌های کلیدی آلیاژ آلومینیوم۲۰۲٤، فرایند SIMA، خواص مکانیکی.

Evaluation of the Effect of Holding Temperature and Time of SIMA Process on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy 2024

P. Raiesi Gojani M. Alizadeh

Abstract

This study aims to investigate the effect of holding temperature and time of semi-solid SIMA process on the microstructure and mechanical properties of aluminum alloy 2024 and to compare it with T6 heat treatment. The results of scanning electron microscopy, EDX analysis and metallographic techniques showed that an increase in holding temperature and holding time would first lead to an increase in sphericity and then a decrease is observed. This process led to an increased formation of continuous eutectic microconstituent in the grain boundaries and also more cavities. The optimum cases represented an increase of 116% in elongation and 44% in toughness, and a decrease of 3.7% in strength and 5.5% in hardness in comparison with T6 heat treated sample. The results indicated the positive effects of SIMA process on the mechanical properties.

Key words Aluminum Alloy 2024, SIMA Process, Mechanical Properties.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۱/٦ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٦/۱/۱۹ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱)نویسنده مسئول: دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده علوم و فناوری نوین، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فراوری پیشرفته کرمان.
Email: raiesi.payam@gmail.com
(۲)استادیار، دانشکده علوم و فناوری نوین، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فراوری پیشرفته کرمان.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.43794

مقدمه

از سال ۱۹۷۰ تکنولوژی نیمه جامد به طور سریعی گسترش یافت. قطعات گلوبولی تولیدی به این روش عموماً برای کاهش تنش‌های جریان و تولید قطعات نزدیک شکل نهایی استفاده می‌شود [1]. به طور کلی دو روش اصلی رئوفرمینگ و تیکسوفرمینگ برای تولید قطعات، توسط فناوری نیمه‌جامد وجود دارد [2-3]. در فرایندهای شکل‌دهی نیمه‌جامد از نوع تیکسوفرمینگ، ساختار گلوبولی تأثیر مهمی بر خواص محصول نهایی دارد [4-5]. برای دسترسی به این ساختار، از فرآیندهای مختلف هم‌زنی مکانیکی و مغناطیسی و روش‌های ترمومکانیکی، مثل مذاب فعال شده ناشی از کرنش (SIMA) و تبلور مجدد و ذوب جزئی (RAP) استفاده می‌شود. اغلب، فرآیند هم‌زنی مغناطیسی در حالت نیمه جامد به منظور شکستن دندریت‌ها استفاده می‌شود که این فرآیند دارای مشکلاتی از جمله عدم یکنواختی و باقی ماندن برخی از قسمت‌های شاخه مانند است. در واقع در این فرایند ساختار کاملاً گلوبولی بدست نمی‌آید [4]. برای تولید ماده نیمه‌جامد با همگنی و ساختار مناسب، روش مذاب فعال شده ناشی از کرنش بهترین گزینه است، چرا که در این روش علاوه بر تجهیزات ارزان قیمت، ماده‌ی نیمه‌جامد نیز به سادگی قابل دستیابی است [6]. فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش دارای دو یا سه مرحله‌ی اصلی است؛ در مرحله‌ی اول به منظور ذخیره کردن کرنش، کارسرد، اکستروژن یا نورد قطعه و یا شوکه کردن آن در دمای بالا، صورت می‌گیرد. در مرحله‌ی دوم برای آزادسازی تنش پسماند ذخیره شده در فلز بازگرمایش قطعه به محدوده‌ی دمای نیمه‌جامد و نگه‌داری هم‌دما به مدت زمان‌های کوتاه انجام می‌شود [6-7].

با وجود فواید بسیار فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر ریزساختار، تحقیقات انجام شده در زمینه‌ی تأثیر این فرایند بر خواص مکانیکی محدود است. در ادامه به برخی از مهمترین پژوهش‌های انجام شده در این راستا اشاره شده است.

در پژوهشی که بر روی ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم AA5013 تهیه شده با فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش انجام گرفت، نمونه‌های مختلف با ۳۰ و ۵۰٪ کارسرد در دما و زمان‌های مختلف نگه‌داری در دمای نیمه جامد قرار گرفتند. طبق نتایج به دست آمده در این پژوهش با افزایش زمان نگه‌داری در دمای ثابت مقدار سختی افزایش یافته است. این امر ممکن است به دلیل سختی محلول جامد AA5013 توسط عناصر جامد فاز ثانویه با افزایش زمان یا دمای نگه‌داری باشد. همچنین سختی نمونه‌های ۵۰٪ کارسرد از نمونه‌های ۳۰٪ بالاتر است که این امر را می‌توان ناشی از وقوع فرایند تبلور مجدد و کاهش کرنش شبکه و یا تنش باقیمانده با افزایش دما یا زمان نگه‌داری دانست. همچنین طبق نتایج این پژوهش نمونه با ۵۰٪ کرنش، تردی بیشتری نسبت به نمونه ۳۰٪ کرنش دارد [8].

در پژوهش دیگری، تأثیر پیش‌کرنش و عملیات حرارتی فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر روی ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم A319 بررسی گردیده است. در این تحقیق، بهترین خواص کششی، مربوط به نمونه‌ی با ۱۵ دقیقه نگه‌داری بوده است که این نمونه، نسبت به نمونه‌هایی با زمان‌های بالاتر، دارای دانه‌هایی با کرویت بالا، یکنواختی در پخش و اندازه دانه‌های کوچکتر می‌باشد. چون هر چه زمان نگه‌داری افزایش یافته، دانه‌ها درشت‌تر شده و خواص مکانیکی افت پیدا کرده است [6].

با توجه به تحقیقات محدود در زمینه‌ی تأثیر همزمان مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر خواص مکانیکی و ریزساختار در آلیاژهای آلومینیوم ۲۰۲٤، در این پژوهش سعی بر این است که به این مهم پرداخته شود.

در این راستا به منظور کاهش اثرات کارسخت و رسوب سختی و راحت‌تر اعمال کردن کارسرد بعدی، ابتدا بر روی آلیاژ مورد استفاده که به صورت ورق بوده آنیل کامل اعمال گردید. سپس به منظور اعمال تغییر

فرم یکنواخت، اعمال کرنش با استفاده از فشرده‌سازی انجام شد و در ادامه در دما و زمان‌های مختلف قرار گرفت. همچنین به منظور مقایسه‌ی خواص مکانیکی از نمونه‌ی استاندارد T6 استفاده گردید.

مواد و روش‌ها

برای انجام این پژوهش از ورق آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤ با ضخامت ٤/۸۵ میلیمتر و با ترکیب شیمیایی بیان شده در جدول (۱) استفاده شده است.

ورق مورد نظر تحت عملیات آنیل کامل (Full Aneal)، شامل حرارت دادن به مدت ۱۳۵ دقیقه در دمای ٤۱۵ درجه سانتیگراد و سپس سرد کردن با نرخ ۳۰ درجه بر ساعت قرار گرفت [9].

در این پژوهش، فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش شامل یک مرحله اعمال کرنش و سپس یک مرحله نگه‌داری در دمای نیمه‌جامد می‌باشد. برای بررسی تأثیر دما و زمان نگه‌داری بر روی ریزساختار و خواص مکانیکی، ابتدا نمونه‌ها تحت کرنش ثابت ٤۰٪ در دمای محیط، توسط دستگاه نورد دو غلتکی با سرعت چرخش غلتک‌های ۵ دور بر دقیقه نورد شدند. این نمونه‌های کرنش داده شده در دماهای مختلف نیمه جامد و زمان‌های مختلف درون کوره کنترل اتمسفر قرار گرفته که در جدول (۲) به تشریح کامل و نامگذاری آن‌ها پرداخته شده است. به منظور مقایسه خواص مکانیکی عملیات حرارتی T6 نیز آورده شده است. آزمون ماکروسختی ویکرز از نمونه‌ها به وسیله دستگاه اینسترون و با اعمال نیرویی معادل ۵ نیوتن و به مدت ۱۰ ثانیه از سطوح مقطع عرضی نمونه‌ها موازی با جهت نورد در ۱۰ نقطه انجام و میانگین آنها به عنوان سختی اعلام شد. برای متالوگرافی ابتدا نمونه‌ها مانت شده و سپس با کاغذ سمباده تا شماره ۲٤۰۰ سنباده و در ادامه با خمیر الماس ۱ میکرون پولیش و در محلول کلر با ترکیب 2ml HF(40%) + 3ml HCl(38%) + 5ml HNO_3 (70%) + 190ml H_2O اچ شدند. تصاویر ریزساختار توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی در بزرگ‌نمایی‌های مختلف تهیه شده است. برای تعیین میانگین اندازه دانه ابتدا از نمونه‌ها تصاویر متالوگرافی نوری تهیه شد و سپس با استفاده از نرم افزار Clemex و استاندارد ASTM E112 میانگین اندازه دانه تعیین گردید [10]. برای بررسی و مقایسه‌ی شکل دانه‌های هم محور، از ضریب شکل استفاده شد. ضریب شکل از میانگین اندازه‌گیری نسبت قطر کوچک به قطر بزرگ چندین دانه بدست آمده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیائی آلومینیوم ۲۰۲٤ بدست آمده از روش اسپکترومتری نشری (درصد وزنی)

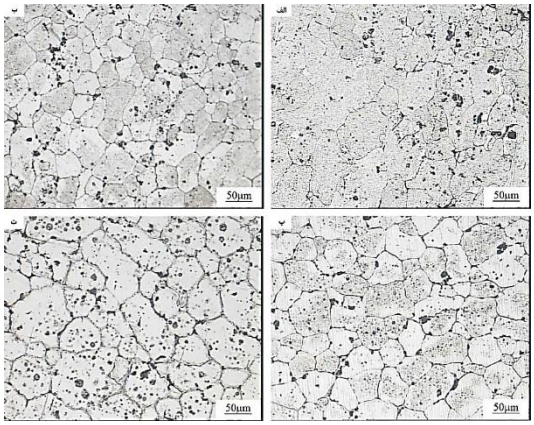
Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si
Base	٤/۸	۱/۳	۰/٦	۰/۳۰	۰/۳۰

جدول ۲ تشریح فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش

نام عملیات	تشریح عملیات
S575-5	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۵ دقیقه نگهداری در دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد
S595-5	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۵ دقیقه نگهداری در دمای ۵۹۵ درجه سانتیگراد
S610-5	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۵ دقیقه نگهداری در دمای ٦۱۰ درجه سانتیگراد
S620-5	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۵ دقیقه نگهداری در دمای ٦۲۰ درجه سانتیگراد
S575-10	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۱۰ دقیقه نگهداری در دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد
S575-15	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۱۵ دقیقه نگهداری در دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد
S575-30	٤۰٪ کرنش در دمای محیط، ۳۰ دقیقه نگهداری در دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد
T6	عملیات محلولی در ۵۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵۵ دقیقه، شوکه کردن در آب سرد، پیرسازی کامل در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد

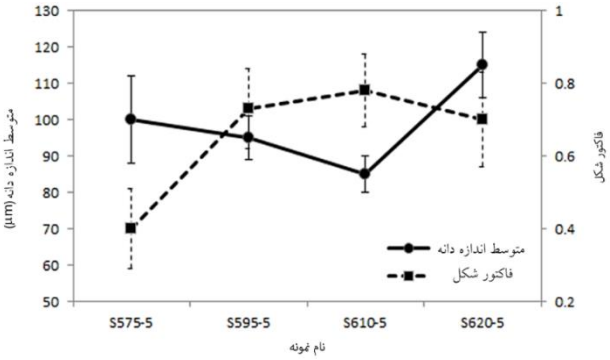
بحث و نتایج

بررسی‌های ریزساختاری و درشت ساختاری در شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه‌هایی با کرنش ۴۰٪ و زمان نگه‌داری ۵ دقیقه، در دماهای مختلف ۵۷۵، ۵۹۵، ۶۱۰ و ۶۲۰ درجه سانتیگراد، مشاهده می‌شود. تصاویر به دست آمده نشان می‌دهد در دمای ۵۷۵ درجه‌ی سانتی‌گراد ریزساختار کروی نشده است که این موضوع بیانگر کافی نبودن کسر مذاب و یا زمان نگه‌داری برای ایجاد ساختار کروی است. در این ساختار تا حدودی تبلور مجدد دیده می‌شود. به دلیل کم بودن کسر حجمی مذاب در این دما، فاز مذاب حجم مناسبی نداشته و مذاب حاصل، توانایی نفوذ در در مرزدانه‌ها، جهت خیس کردن و جدا کردن آنها از شاخه‌های دندریتی اولیه را نخواهد داشت. تعداد مرزهای خیس نشده در دمای ۵۷۵ درجه‌ی سانتی‌گراد زیاد است، ولی در دماهای بالاتر مذاب حاصل توانایی نفوذ و خیس کردن مرزدانه‌ها را خواهد داشت. با افزایش دما، میزان کرویت افزایش یافته ولی مرزدانه‌ها ضخیم‌تر شده‌اند. نتایج فاکتور شکل و اندازه‌ی دانه برای این چهار نمونه در شکل (۲) آورده شده است. همانطور که دیده می‌شود، افزایش دما تا ۶۱۰ درجه‌ی سانتی‌گراد باعث افزایش میزان کرویت شده ولی در دماهای بیشتر چون روی دانه‌های کروی جوانه‌زنی صورت می‌گیرد، بنابراین شکل دانه‌ها کمی از حالت کروی خارج شده و ضریب شکل کمی کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش کسر مذاب، اندازه دانه تا دمای ۶۱۰ درجه سانتی‌گراد کاهش یافته و سپس افزایش می‌یابد.



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به ریزساختار نمونه‌های با کرنش۶۰٪ و زمان ۵ دقیقه

الف) ۵۷۵ °C ب) ۵۹۵ °C پ) ۶۱۰ °C ت) ۶۲۰ °C



شکل ۲ فاکتور شکل و اندازه دانه نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش در دماهای مختلف

هر چه دما بیشتر می‌شود کسر حجمی مذاب در ساختار نیز بیشتر شده، بنابراین نفوذ و انتقال مواد از سطوح دانه‌های مجاور به یکدیگر راحت‌تر اتفاق افتاده و دانه‌های کروی‌تر و ریزتر تولید می‌شود. در دماهای بالاتر از ۶۱۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، علاوه بر کاهش ضریب شکل و افزایش اندازه‌ی دانه، اثرات مخربی از جمله ضخیم شدن مرزدانه و جدایش و تخلخل بر روی ریزساختار ایجاد می‌شود. پس حالت بهینه‌ی ریزساختار در این بخش دمای ۶۱۰ درجه سانتی‌گراد گزارش می‌شود.

علت گلوبولی شدن دانه‌ها با افزایش کسر مذاب را می‌توان بر اساس دو مدل ارائه شده توسط سیرونگ [11] و مکانیزم تکامل استوالد [12] بیان کرد. طبق مدل سیرونگ و همکاران، وقتی به نمونه‌ی تغییر شکل داده شده حرارت داده می‌شود، از آنجایی که مرزدانه‌ها غنی از عناصر آلیاژی هستند بنابراین مرزدانه‌ها زودتر از دانه‌ها ذوب شده و ساختار نیمه‌جامد شامل دانه‌های جامدی می‌شود که توسط مذاب احاطه شده‌اند. به نظر می‌رسد مدل سیرونگ در تمام حالت‌های فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش مشاهده می‌شود. ولی کروی‌تر شدن دانه‌ها با افزایش دما را می‌توان با مکانیزم تکامل استوالد توجیه کرد. بر اساس این مکانیزم، با افزایش دما، ذرات ریزتر و همچنین ذرات تبلور مجدد یافته حاصل از کرنش، ذوب شده و باعث کروی‌تر شدن ساختار می‌شوند. لذا بر اساس همین مکانیزم نیز می توان افزایش اندازه‌ی دانه در کسر مذاب‌های بالا را توجیه کرد. در شکل (۳) آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس برای نمونه S610-5 آورده شده است. نتایج حاصل در این نمونه بیانگر افزایش مس در نقاط سه گانه و همچنین کاهش منیزیم می‌باشد.

برای بررسی بهتر تأثیر زمان نگه‌داری در محدوده‌ی نیمه‌جامد، چهار زمان ۵ و ۱۰ و ۱۵و ۳۰ دقیقه انتخاب گردید. در شکل (٤) تصاویر میکروسکوپ نوری این چهار زمان مختلف آورده شده است.

هر چه زمان نگه‌داری افزایش می‌یابد، مرزهای خیس نشده به شدت کاهش یافته، ولی مرزدانه‌ها ضخیم‌تر، حفرات انقباضی به وجود آمده بیشتر و ترکیبات بین فلزی بر روی مرزدانه‌ها پیوسته‌تر می‌شود.

شکل (۵) میزان کرویت و اندازه‌ی دانه‌ی این چهار نمونه را نشان می‌دهد. با افزایش زمان نگه‌داری، میزان کرویت به طور چشم‌گیری افزایش یافته است. این افزایش چشمگیر میزان کرویت با افزایش زمان نگه‌داری را می‌توان با مکانیزم استوالد توجیه کرد. به نحوی که مذاب حاصل از ذوب مرزدانه‌های پر انرژی باعث انحلال لبه‌ها و گوشه‌های تیز دانه‌ها و رسوب مجدد در مناطق فرورفته شده و میزان کرویت را افزایش می‌دهد [13].

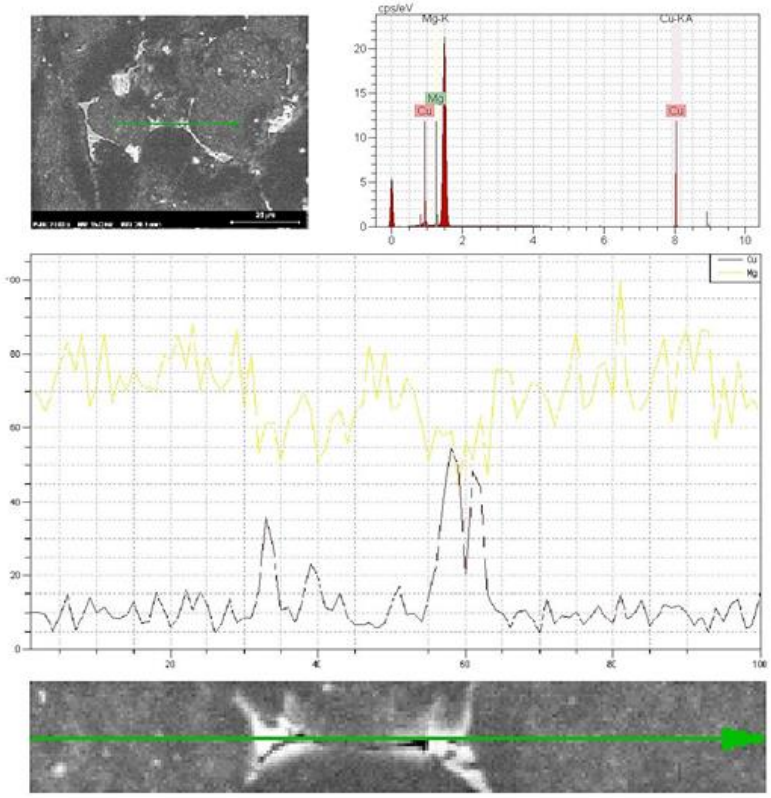
در زمان‌های نگه‌داری خیلی زیاد (۳۰ دقیقه)، میزان کرویت کاهش می‌یابد. کاهش کرویت در زمان‌های طولانی را می‌توان با مکانیزم به هم آمیختگی [14] توجیه کرد. از آنجا که دما ثابت و زمان نگه‌داری طولانی است، در نتیجه ذرات مواد نیمه جامد در حالت سکون قرار دارند. پس ذرات گلوبولی تمایل دارند به هم بپیوندند و بنابراین ویسکوزیته افزایش یافته و مکانیزم به هم آمیختگی صورت گیرد. پس با پیوستن دانه‌های گلوبولی به همدیگر میزان کرویت کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش زمان نگه‌داری، اندازه‌ی دانه همواره سیر صعودی داشته است. افزایش اندازه‌ی دانه را نیز می‌توان با استفاده از مکانیزم استوالد توجیه کرد.

به نحوی که با افزایش زمان، مذاب شکل گرفته حاصل از انحلال مرزدانه‌های پرانرژی، بر روی مناطق گود و فرورفتگی‌ها، رسوب کرده و با گذشت زمان رشد می‌کند.

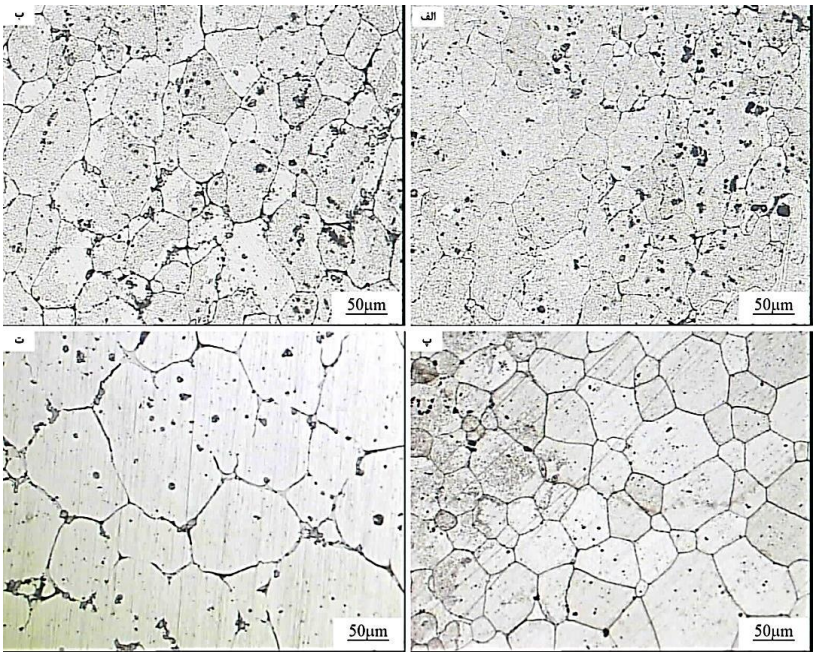
بررسی خواص مکانیکی

شکل (٦) نمودار حاصل از تست تنش- کرنش مهندسی بدست آمده با نرخ کرنش $۲/٦ \times ۱۰^{-٦}$ بر ثانیه برای نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش در

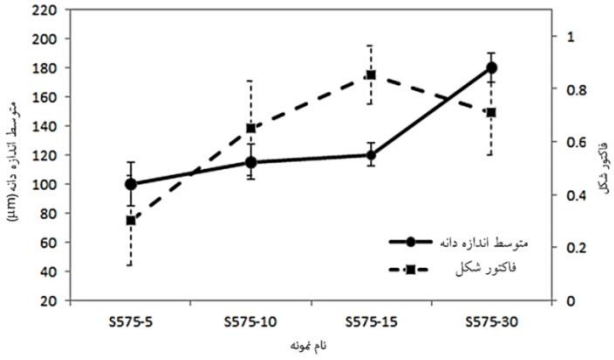
کسرهای مختلف مذاب (شکل ٦-الف) و دماهای حالت T6 مقایسه شده‌اند.
متفاوت (شکل ٦-ب) را نشان می‌دهد. این نمونه‌ها با



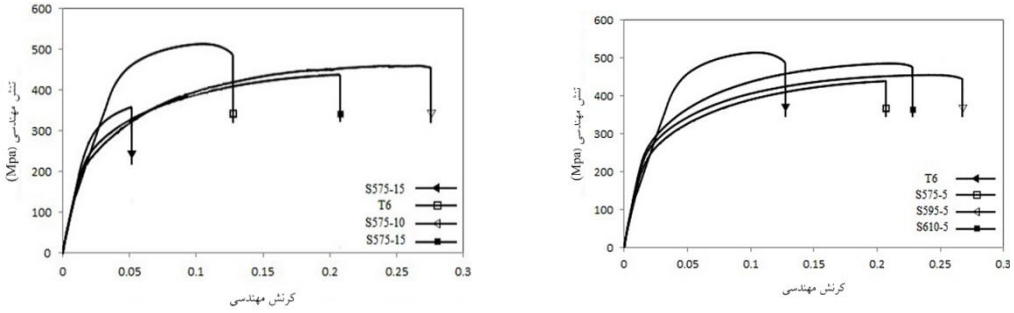
شکل ۳ نتایج آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس خطی از مرکز یک دانه تا دانه دیگر نمونه S610-5



شکل ٤ تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به ریزساختار نمونه‌های با کرنش ٦٠٪ و دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد
الف) ۵ دقیقه ب) ۱۰ دقیقه پ) ۱۵ دقیقه ت) ۳۰ دقیقه



شکل ۵ متوسط اندازه دانه و فاکتور شکل نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش در زمان‌های مختلف



شکل ٦ نمودار تنش-کرنش مهندسی مربوط به نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش : الف) در کرنش و زمان ثابت
ب) در کرنش و دمای ثابت

جدول ۳ نتایج حاصل از تست کشش نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش

نمونه	تنش تسلیم (Mpa)	استحکام کششی (Mpa)	درصد ازدیاد طول	چقرمگی ($Mpa.m^{1/2}$)
S575-5	۲۸۰	٤٦۰	۲۰/۷	۷٤/۷
S595-5	۳۰۰	٤۷۲	۲٦/۷	۲٦/۲
S610-5	۳۲۰	٤۸۵	۲۲/۸	۲۳/۳
S570-10	۲٦۵	٤٦۲	۲۷/۵	۲٦/۷
S570-15	۲٤۰	۳۸٦	۵/۱	۳/۳
T6	٤۵۰	۵۱۳	۱۲/۷	۵۲

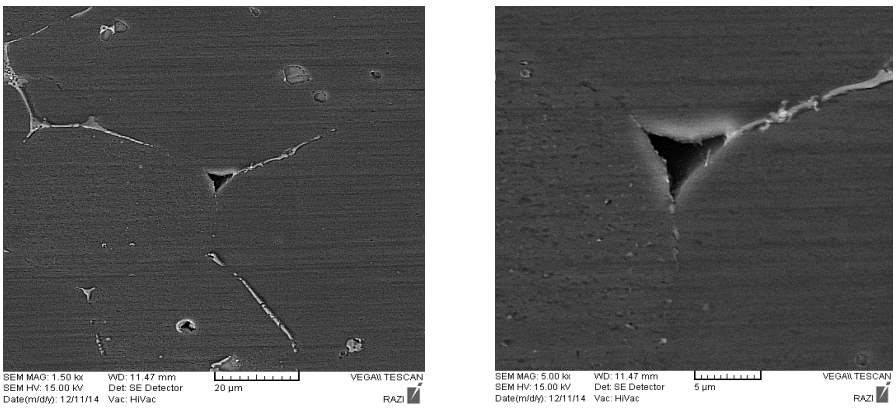
جدول (۳) نتایج حاصل از تست تنش- کرنش مهندسی را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش دما و به دنبال آن افزیش میزان کرویت، استحکام کششی افزایش و ازدیاد طول ابتدا افزایش و سپس کاهش یافته است. همچنین با افزایش دما چقرمگی کاهش می‌یابد. با افزایش زمان نگه‌داری میزان ازدیاد طول ابتدا افزایش و سپس به طور چشمگیری کاهش یافته است. این امر بیانگر تأثیر محسوس زمان نگه‌داری فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر روی خواص مکانیکی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤ است. علاوه بر این، با افزایش زمان نگه‌داری، استحکام کششی افزایش و چقرمگی کاهش می‌یابد.

با توجه به نتایج ذکر شده در جدول (۳) در حالت بهینه‌ی چقرمگی، افزایش ٤٤٪ را نسبت به حالت T6 را داریم که نشان دهنده‌ی تأثیر مثبت فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر روی افزایش چقرمگی می‌باشد. اگرچه حالت بهینه‌ی استحکام کششی آلیاژ در فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش نسبت به نمونه T6 مقدار کمی کاهش یافته، اما افزایش چشمگیر ازدیاد طول و چقرمگی نیز نشان‌دهنده‌ی تأثیر مثبت فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش بر روی خواص کششی آلیاژ می‌باشد.

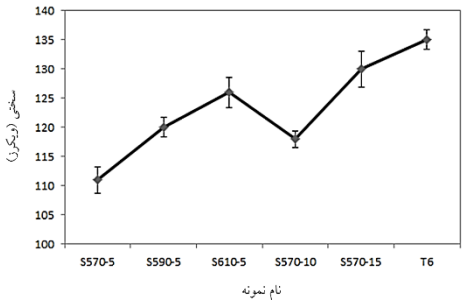
عواملی که می‌تواند بر روی خواص کششی تأثیرگذار باشد، اندازه دانه، میزان کرویت، مورفولوژی رسوبات و حفرات موجود در مرزدانه‌ها می‌باشد. همانطور که دیده می‌شود کمترین استحکام تسلیم و کششی مربوط به نمونه مذاب فعال شده ناشی از کرنش دمای ۵۷۵ درجه سانتیگراد و زمان ۱۵ دقیقه است. این نمونه بیشترین اندازه دانه را دارد. برای ارتباط دادن اندازه دانه و خواص مکانیکی می‌توان از معادله هال-پچ استفاده کرد. طبق این معادله، با کاهش اندازه دانه، موانع در برابر نابجایی‌ها افزایش و لذا تنش تسلیم و استحکام تسلیم افزایش می‌یابد [9]. با افزایش زمان نگه‌داری حفرات انقباضی بیشتر شده که این دلیل کاهش محسوس استحکام نهایی و ازدیاد طول نمونه‌ی ۱۵ دقیقه نگه‌داری می‌باشد. شکل (۷) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از حفره انقباضی تشکیل شده با افزایش زمان نگه‌داری را نشان می‌دهد.

نتایج حاصل از تست سختی در شکل (۸) آورده شده است. در یک دمای مشخص، با افزایش زمان نگه‌داری و یا دما مقدار سختی افزایش یافته است. با افزایش دما و یا زمان نگهداری، تبلور مجدد پیشرفت کرده لذا کرنش شبکه یا تنش باقیمانده کاهش یافته و سختی افزایش می‌یابد. همچنین با افزایش دما یا زمان، میزان ترکیبات بین فلزی سخت و شکننده نیز افزایش یافته است. پس در هر صورت برای آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲٤، تلاش برای کروی کردن ریزساختار با افزایش دما یا زمان، باعث افزایش سختی می‌شود.

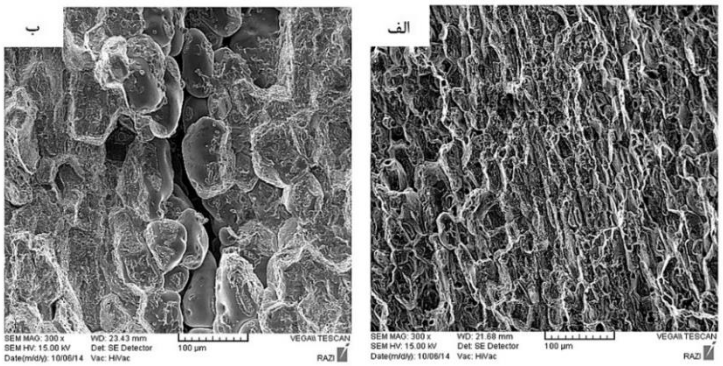
در شکل (۹) تصاویر سطح مقطع شکست نمونه‌های S575-5 و S575-15 پس از آزمون کشش، نشان داده شده است. در سطح شکست نمونه‌ی S575-5 ترک بین دانه‌ای و درون دانه‌ای مشاهده می‌شود. در نمونه‌ی S575-15 ترک بین دانه‌ای با پهنای خیلی بزرگ به وضوح مشاهده می‌شود. وجود جدایش مرزدانه‌ای مشخص در این نمونه را می‌توان علت کاهش استحکام و ازدیاد طول این نمونه دانست. همچنین در سطح مقطع شکست نمونه‌ی S575-15 دانه‌های گلوبولی به وضوح دیده می‌شود.



شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از حفره انقباضی نمونه S575-15 در دو بزرگ‌نمایی مختلف



شکل ۸ نمودار سختی مربوط به نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش



شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع شکست نمونه‌های الف) S575-5 ب) S575-15

نتیجه‌گیری

۱- در دمای ۵۷۵ درجه سانتی‌گراد و زمان ۵ دقیقه و کرنش ثابت ۴۰ درصد، ریزساختار کروی نشده، که این امر بیانگر کافی نبودن کسر مذاب و یا زمان نگه‌داری برای ایجاد ریزساختار کروی است. در این دما، به دلیل پائین بودن کسر حجمی مذاب، مذاب حاصل توانایی نفوذ در مرزدانه‌ها جهت خیس کردن و جدا کردن آنها از شاخه های دندریتی اولیه را نخواهد داشت.

۲- با افزایش دمای نیمه جامد، فاکتور شکل ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. کاهش فاکتور شکل را می‌توان ناشی از جوانه‌زنی روی دانه‌های کروی در دماهای بالا دانست.

۳- با افزایش دمای نیمه جامد، اندازه‌ی دانه ابتدا کاهش و سپس افزایش یافته است.

۴- نتایج حاصل از آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نمونه‌های مذاب فعال شده ناشی از کرنش، بیانگر وجود فاز یوتکتیک در مرزدانه‌ها می‌باشد.

۵- با افزایش زمان نگه‌داری، میزان کرویت افزایش یافته ولی مرزدانه‌ها ضخیم‌تر، حفرات انقباضی بیشتر و ترکیبات بین فلزی بر روی مرزدانه‌ها پیوسته‌تر شده است. ولی در زمان‌های نگه‌داری خیلی زیاد، میزان کرویت به دلیل مکانیزم به هم آمیختگی کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش زمان نگه‌داری، اندازه‌ی دانه همواره سیر صعودی داشته است.

۶- فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش، به دلیل ایجاد ترکیبات بین فلزی پیوسته بر روی مرزدانه‌ها در حین سرد شدن از دمای نیمه‌جامد، باعث کاهش استحکام می‌گردد ولی تأثیر مثبتی بر روی ازدیاد طول داشته است.

۷- در فرایند مذاب فعال شده ناشی از کرنش، تبلور مجدد بیشتری صورت گرفته، لذا کرنش شبکه یا

تنش باقیمانده کاهش یافته و سختی افزایش می‌یابد.

مراجع

1. Choi J.C., Park H.J., "Microstructural Characteristics of Aluminum 2024 by Cold Working in the SIMA Process", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 82, pp. 107-116, (1998).
2. Hang T., Kapranos P., "Thixoforming of Laminate Made From Semi-Solid Cast Strips", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 157, pp. 508-512, (2004).
3. Hang T., Kapranos P., "Billetless Simple Thixoforming Process", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 130, pp. 581-586, (2002).
4. Rikhtegar F., Ketabchi M., "Investigation of Mechanical Properties of 7075 Al Alloy Formed by Forward Thixoextrusion Process", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3943-3948, (2010).
5. Atkinson H.V., Burke K., Vaneetveld G., "Recrystallization in the Semi-Solid State in 7075 Aluminum Alloy", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 490, pp. 266-276, (2008).
6. Arami H., Khalifehzadeh R., Keyvan H., Khomamizadeh F., "Effect of Predeformation and Heat Treatment Conditions in the SIMA Process on Microstructural and Mechanical properties of A319 Aluminum Alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 468, pp. 130-135, (2009).
7. Bolouri A., Shahmiri M., Kang C.G., "Study on the Effects of the Compression Ratio and Mushy Zone Heating on the Thixotropic Microstructure of AA 7075 Aluminum Alloy via SIMA Process", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 402-408, (2011).
8. Saklakoglu N., Saklakoglu I.E., Tanoglu M., Oztas O., Cubukcuoglu O., "Mechanical Properties and Microstructural Evaluation of AA5013 Aluminum Alloy Treated in the Semi-Solid state by SIMA Process", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 148, pp. 103-107, (2004).
9. Totten G., MacKenzie D., "Handbook of Aluminum", *Physical Metallurgy and Processes*, Vol. 1, (2003).
10. E112-96, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size", (1996).
11. Sirong Y., Dongcheng L., Kim N., "Microstructure evolution of SIMA processe d Al2024", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 420, pp.165-170, (2006).
12. Ratke L., Voorhees P.W., "Growth and Coarsening: Ostwald Ripening in Material Processing", Springer, (2002).
13. Yan G., Zhao S., Ma S., Shou H., "Microstructure Evolution of A356.2 Alloy Prepared by the SIMA Process", *Materials Characterization*, Vol. 69, pp. 45-51, (2012).
14. Chen G., Jiang J., Du Z., Cao Q., Li H., Zhang X., "Formation of Fine Spheroidal Microstructure of Semi-Solid Al-Zn-Mg-Cu Alloy by Hyper Thermally and Subsequent Isothermally Reheating", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 29, pp. 979-982, (2013).

کامپوزیت‌سازی درجای Al/Al_3Mg_2 بر سطح آلومینیوم ۱۰۵۰ توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی*

مسعود مصلایی پور[۱] شاهین ارشدی راستابی[۲]

چکیده

به منظور اصلاح ساختار و بهبود خواص مکانیکی سطحی آلیاژ آلومینیوم ۱۰۵۰، کامپوزیت آلومینیوم-منیزیوم توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر سطح آلیاژ مذکور ایجاد شد. مطالعات ساختاری نشان داد که با اعمال یک پاس بر زیرلایه آلومینیوم دریافتی، دانه‌بندی از حالت ستونی و کشیده به دانه‌های هم‌محور تبدیل می‌شود. مطالعات انجام شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیز نقطه‌ای و آنالیز فازی پراش اشعه ایکس حاکی از تشکیل ترکیب بین فلزی Al_3Mg_2 در نمونه‌ی کامپوزیت شده با چهارپاس بود. مطالعات انجام شده دلالت بر تاثیر قابل ملاحظه‌ی تعداد پاس‌های فرایند و استفاده از پودر منیزیوم بر دانه‌بندی ناحیه‌ی کامپوزیت شده داشت. به عبارت دیگر متوسط اندازه دانه‌ی ناحیه کامپوزیت شده از ۱۰±۵۰ میکرومتر در نمونه‌ی کامپوزیت شده با یک پاس بدون پودر به ۲±۶ میکرومتر در نمونه‌ی کامپوزیت شده با چهار پاس حاوی پودر منیزیوم، کاهش یافت. بررسی‌های استحکام کششی نیز حاکی از بهبود ٪۷۰ استحکام کششی نمونه‌های کامپوزیت شده در مقایسه با استحکام کششی فلزپایه بود.

واژه‌های کلیدی فرایند اصطکاکی اغتشاشی، کامپوزیت، آلومینیوم، منیزیوم، سختی، استحکام.

In-situ Composition of Al/Al_3Mg_2 on Al-1050 Surface by Friction Stir Processing

M. Mosalaeepour Sh. Arshadi Rastabi

Abstract

In order to improve the structural and mechanical properties of Al-1050, Al/Mg composite was processed on the surface of this alloy by using friction stir processing. Structural studies showed that one pass FSP on the as-received aluminum substrate changed the grain shape from stretched grains to equiaxed. Microstructural studies by scanning electron microscope equipped with EDS spot analysis and X-ray diffraction phase analysis revealed the formation of Al_3Mg_2 intermetallic compound in the 4-pass FS-processed sample. Microstructural studies revealed the significant effect of number of FSP passes and using of Mg particles on the grain size of the FSP area, i.e. grain size in this area changed from 50±10 μm in the FS-processed sample with one pass and without Mg particles to 6±2 μm in FS-Processed sample with four passes and Mg particles. Tensile strength test showed a 70% improvement of tensile strength of the composite compared to that of the base metal.

Key words FSP, Composite, Al, Mg, Hardness, Strength.

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۲/٤ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۷/۷ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

(۲) نویسنده مسئول: دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

Email: shaahinarshadi98@gamil.com

DOI: 10.22067/ma.v0i29.44646

مقدمه

امروزه بسیاری از پژوهشگران در تلاش‌اند موادی با استحکام بالا و وزن کم تولید کنند. آلومینیوم و آلیاژهای آن از جمله موادی است که دارای استحکام ویژه مناسبی می‌باشد، از این‌رو تلاش برای بهبود خواص این آلیاژها می‌تواند زمینه‌ساز استفاده گسترده از آن‌ها در صنایع مختلف باشد [1 و 2]. کامپوزیت‌سازی یکی از روش‌های بهبود خواص آلیاژهای آلومینیوم می‌باشد [3-6]. یکی از این تکنیک‌های کامپوزیت‌سازی، فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) است. این روش اگرچه در مقیاس آزمایشگاهی مورد توجه بسیاری از محققین واقع شده است ولی به خاطر سهولت در انجام فرایند و مزایای آن، پتانسیل زیادی برای استفاده گسترده در صنعت را نیز دارد [7].

جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی برای اولین بار در موسسه‌ی جوشکاری انگلستان (TWI) در سال ۱۹۹۱ به عنوان تکنیک جوشکاری در حالت جامد ابداع شد و برای آلیاژهای آلومینیوم به کار رفت [8]. فرایند اصطکاکی اغتشاشی یک تکنیک حالت جامد بر پایه‌ی جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی (FSW) به منظور اصلاح ساختار، همگن کردن ساختار و ایجاد کامپوزیت سطحی به صورت درجا می‌باشد که توسط میشرا و همکارانش [9 و 10] توسعه یافته است. در این فرایند از یک ابزار شامل پین و شانه استفاده می‌شود که شانه عمل تولید حرارت و پین عمل هم زدن ماده را بر عهده دارد، که نتیجه‌ی آن وارد شدن ذرات تقویت‌کننده به داخل زمینه و تولید کامپوزیت است.

اخیرا انوری و همکارانش [11] با اضافه کردن پودر اکسید کروم به زمینه‌ی آلومینیوم توانستند کامپوزیت زمینه فلزی با ترکیبات بین فلزی $Al_{13}Cr_2$ و $Al_{11}Cr_2$ تولید کنند که منجر به افزایش سختی و استحکام فلز پایه شد. در این تحقیق با ایجاد حرارت در قطعه‌ی آلومینیومی ناشی از چرخش ابزار روی قطعه و تغییر فرم پلاستیک شدید اکسید کروم تجزیه شده و کروم با فلز آلومینیوم ترکیبات بین فلزی تشکیل دادند. عامل اصلی افزایش سختی و استحکام، تشکیل ترکیبات بین فلزی آلومینیوم-کروم بیان شده است. تحقیقات زیادی در خصوص کامپوزیت‌سازی درجای سطحی توسط عملیات FSP ارائه شده است [12-15]. کِی و همکاران [12] با استفاده از پودر فلز نیکل و انجام فرایند FSP در سه پاس روی زیرلایه آلومینیومی، توانستند ترکیب بین فلزی Al_3Ni را ایجاد و سختی سطحی زیرلایه را افزایش دهند. در پژوهشی دیگر لی و همکاران [13] با جایگذاری ذرات فلز مولیبدن موفق به تشکیل ترکیبات بین فلزی غنی از آلومینیوم-مولیبدن در سطح زیرلایه شدند که بواسطه آن افزایش محسوس سختی و استحکام زیرلایه آلومینیومی را در پی داشت.

پودر منیزیم در ساخت کامپوزیت‌های درجا استفاده‌ی زیادی شده است. محققان در ساخت کامپوزیت بیشتر از پودر منیزیم به منظور جذب اکسیژن از اکسید فلزاتی چون اکسید مس [14] و اکسید تیتانیوم [15] و افزایش واکنش فلز ثانویه با زمینه استفاده کرده‌اند. از طرفی فلز منیزیم بدلیل واکنش‌پذیری خوبی که با آلومینیوم دارد به عنوان عامل اصلی استحکام‌دهندگی در آلیاژهای آلومینیوم سری 5xxx به شمار می‌رود [16]. عدم استفاده از پودر منیزیم به عنوان تقویت‌کننده‌ی اصلی موجب شد در این پژوهش به منظور بهبود خصوصیات سطحی زمینه‌ی آلومینیوم ۱۰۵۰ برای اولین بار از پودر منیزیم به عنوان ذرات تقویت‌کننده استفاده شد.

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از آلیاژ آلومینیوم ۱۰۵۰ با ضخامت ۸ میلیمتر به عنوان زیرلایه و پودر منیزیوم با اندازه ذرات کوچکتر از ٤٠ میکرومتر به عنوان ذرات تقویت‌کننده و با هدف کامپوزیت‌سازی سطحی استفاده شد. تست کوانتومتری گرفته شده از زیرلایه‌ی آلومینیومی حضور Si۰/۲۵wt%، Fe۰/٤wt%، Cu۰/۰۵wt%، Ti۰/۰۳wt% و Mn۰/۰۵wt% در زمینه آلومینیوم را نشان داد.

به منظور کامپوزیت‌سازی، ورق آلومینیومی در ابعاد ٤٠×۱۷۰ میلیمتر مربع برش و برای اضافه کردن مقادیر

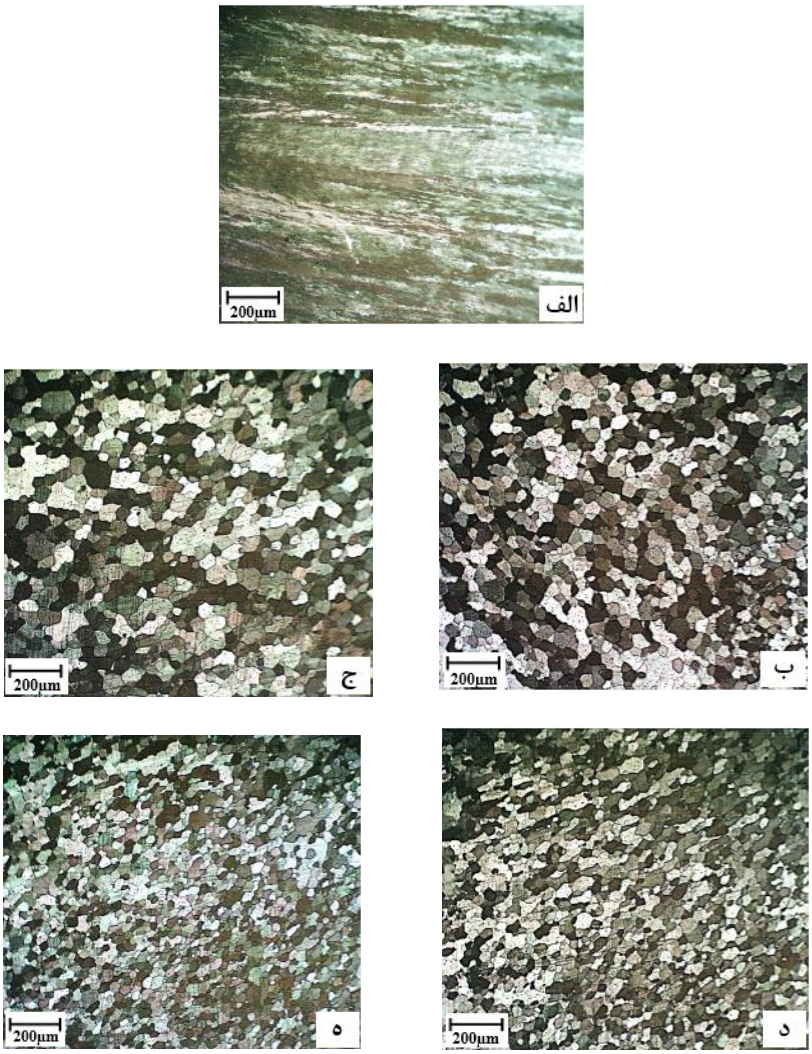
مختلف پودر منیزیوم، شیارهایی با عمق متفاوت به ابعاد ۱/۲×۱×۱۷۰ و ۱/۲×۲×۱۷۰ و ۱/۲×۳×۱۷۰ میلیمتر مکعب روی ورق ایجاد شد. سپس پودر درون شیار ریخته و با اعمال FSP توسط ابزار بدون پین دهانه شیار بسته شد. در ادامه با ابزار پین‌دار کامپوزیت سازی سطحی انجام شد. در حالت‌های چند پاس، پاس‌ها به صورت رفت و برگشتی و پس از سرد شدن کامل نمونه اعمال شد. کامپوزیت‌سازی در تعداد پاس‌های یک تا چهار پاس انجام گرفت. به منظور واکنش بیشتر منیزیم با زمینه، کامپوزیت ٤ پاس با شیار به عمق ۲ میلیمتر به مدت ۱ ساعت و دمای ۳٦۰ درجه سانتیگراد عملیات حرارتی شد.

در این تحقیق، از دستگاه فرز به منظور انجام FSP استفاده شد. فولاد H13 جهت ساخت ابزار مخروطی رزوه‌دار (قطر شانه ۱۸ میلیمتر، قطر پین ٦ میلیمتر و ارتفاع پین ۳ میلیمتر) مورد استفاده قرار گرفت. بر اساس مطالعات صورت گرفته، سرعت ۷۱۰ دور بر دقیقه برای چرخش، سرعت ۲۰ میلیمتر بر دقیقه برای پیشروی و زاویه‌ی انحراف ۳ درجه برای ابزار انتخاب شد [17].

بررسی‌های میکروسکوپی از مقطع عرضی نمونه‌ها و با هدف بررسی ساختار و مشاهده‌ی ذرات تقویت کننده صورت گرفت. از محلول بارکر با ترکیب HBF_4 ۵ گرم و ۲۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر جهت حکاکی نمونه‌ها به منظور مشاهده‌ی دانه‌بندی استفاده شد. عملیات حکاکی به صورت الکترواچ با کاتد فولاد زنگ نزن و آند قطعه‌کار با ولتاژ ۱۵ ولت و مدت زمان ۳ دقیقه انجام گرفت. اندازه‌گیری دانه‌ها در این تحقیق با استفاده از نرم‌افزار Clemex انجام شد. مطالعات ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل PHENOM مجهز به آنالیزگر نقطه‌ای (EDS) و میکروسکوپ نوری پلاریزه مدل OLYMPUS BX60M صورت گرفت. آنالیز فازی پراش اشعه ایکس به منظور تعیین نوع ترکیبات و فازهای تشکیل شده در محل اغتشاش یافته تحت پرتو Cu-Kα با طول موج ۱/٥٤ نانومتر و نرخ روبشی ۱ درجه بر دقیقه انجام شد. بررسی‌های سختی به منظور تعیین سختی کامپوزیت با استفاده از دستگاه میکروسختی مدل THV-501E و با میزان بار ۱/۹٦ نیوتن و مدت زمان بارگذاری ۲۰ ثانیه انجام شد. برای ارزیابی خواص کششی، نمونه‌های کشش از مرکز ناحیه‌ی اغتشاش یافته و با طول سنجه ۲٦ میلیمتر در امتداد مسیر FSP تهیه شد. آزمون کشش با نرخ کرنش 10^{-3} بر ثانیه توسط دستگاه آزمون کشش مدل STM150 طبق استاندارد ASTM-E8 انجام شد و متوسط خصوصیات کششی سه نمونه به عنوان خصوصیات کششی آن نمونه در نظر گرفته شد.

نتایج و بحث

تاثیر منیزیم بر ناحیه‌ی اغتشاش‌یافته (SZ). ساختار فلزپایه دریافتی و تاثیر تعداد پاس FSP بر ساختار ناحیه اغتشاش‌یافته (SZ) در شکل (۱) نشان داده شده است. همان طور که در شکل (۱-الف) مشاهده می‌شود دانه‌بندی فلزپایه به صورت دانه‌هایی ستونی و کشیده در جهت نورد می‌باشد، در حالی که ساختار زیرلایه، با اعمال یک پاس FSP، از حالت ستونی و کشیده به ساختاری با دانه‌بندی هم‌محور تبدیل شده است (شکل ۱-ب). همچنین با اعمال پاس‌های دوم، سوم و چهارم ساختار اغتشاش‌یافته ریزدانه‌تر شده است (اشکال ۱-ج، ۱-د و ۱-ه). علت تغییر شکل دانه‌ها از حالت کشیده به هم‌محور بعد از عملیات FSP، تبلور مجدد دینامیکی رخ داده حین عملیات FSP در زیرلایه‌ی آلومینیومی می‌باشد [18]. هامفری [۱۹] گزارش نمود با تکرار پاس، بدلیل افزایش مکان‌های مناسب جوانه‌زنی (مرزدانه‌ها)، جوانه‌های بیشتری تشکیل شده و فضا برای رشد دانه محدود می‌شود. بعبارت دیگر با افزایش تعداد پاس دانه‌ها ریزتر می‌شود. در جدول (۱) تاثیر تعداد پاس بر اندازه‌ی دانه‌ی اغتشاش‌یافته را نشان می‌دهد.



شکل ۱ تاثیر عملیات FSP بر ساختار آلومینیوم ۱۰۵۰ الف) دانه‌بندی فلز پایه دریافتی، ب) نمونه FSP شده در ۱ پاس، ج) نمونه FSP شده در ۲ پاس، د) نمونه FSP شده در ۳ پاس و ه) نمونه FSP شده در ٤پاس

جدول ۱ اندازه‌ی دانه ناحیه‌ی اغتشاش‌یافته در نمونه‌های تک پاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

نمونه	تک‌پاس	۲ پاس	۳ پاس	٤ پاس
اندازه‌ی دانه در اغتشاش‌یافته (میکرومتر)	۵۰±۱۰	٤٦±۸	۳۸±۵	۳۲±٤

انرژی نقص در چیده شدن بالای آلومینیم (۱۰۳ میلی‌ژول بر متر مربع برای آلومینیوم خالص) [20]، موجب حرکت آسان نابجایی‌ها (صعود و یا لغزش) می‌شود. بدلیل ایجاد تغییر فرم پلاستیک زیاد همراه با FSP دانسیته نابجایی‌ها افزایش یافته، نابجایی‌ها حرکت کرده و آرایش مجدد می‌یابند که مرزهای فرعی را تشکیل می‌دهند. بعبارتی بازیابی دینامیکی در ماده اتفاق می‌افتد. بدلیل زیاد بودن انرژی نقص در چیده شدن آلومینیوم، بازیابی شدت زیادی داشته و تبلور مجدد به تاخیر می‌افتد [21-23]. با اضافه شدن پودر منیزیم به زمینه آلومینیم، انرژی نقص در چیده شدن کاهش می‌یابد [24]. کاهش در انرژی نقص در چیده

شدن باعث مشکل شدن حرکت نابجایی‌ها شده که تشکیل مرزهای فرعی را مشکل می‌کند بنابراین شدت بازیابی کمتر از حالت بدون منیزیم شده و شدت تبلور مجدد دینامیکی افزایش می‌یابد [20].

رابطه (۱) تاثیر اضافه شدن منیزیوم بر آلومینیم را نشان می‌دهد [20]:

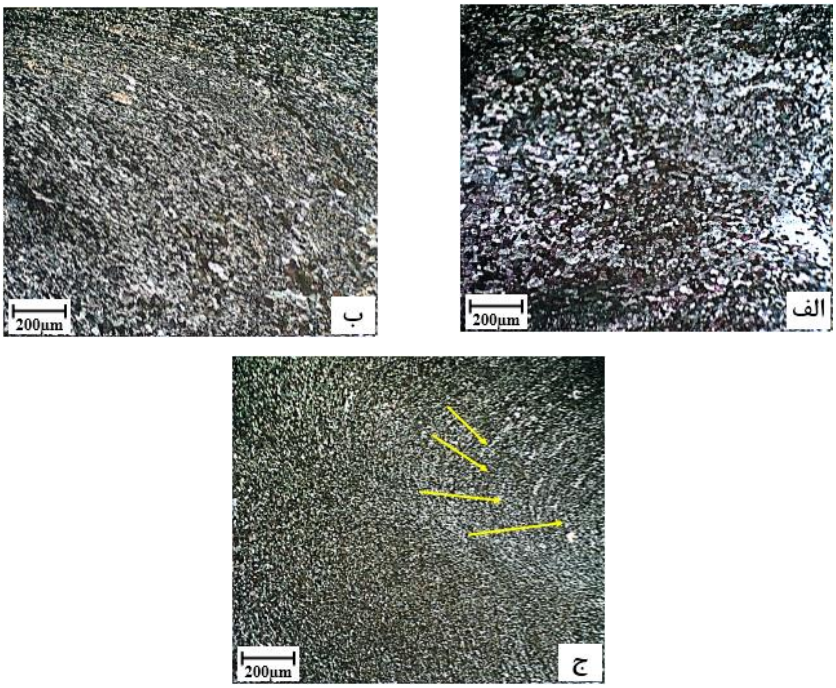
$$Ln\ (\gamma/\gamma_0) = K_\gamma\ [C/(1+C)] \quad (۱)$$

در رابطه (۱) C نسبت تراکم نامیده می‌شود که می‌تواند به فرم X_{Mg}/X^*_{Mg} نیز نوشته شود. که در آن X_{Mg} کسر حجمی منیزیوم و X^*_{Mg} حد حلالیت منیزیم در آلومینیوم است. γ و γ_0 به ترتیب انرژی نقص در چیده شدن در حضور و عدم منیزیم (فلز خالص) و K_γ عدد ثابت می‌باشد. بنابراین رابطه‌ی (۱) به فرم رابطه (۲) قابل بازنویسی است:

$$\gamma_{Al\text{-}Mg}= \gamma_0\times\exp\{K_\gamma[(X_{Mg}/X^*_{Mg})\div(1+ X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\} \quad (۲)$$

با توجه به مطالعات انجام شده مقدار K_γ برابر ۲۵/٦- و مقدار X^*_{Mg} برابر ٪۱۸/٦ می‌باشند [20]. با جایگذاری مقادیر فوق در رابطه (۲) و فرض وارد شدن تمام منیزیوم به داخل زیرلایه، مقدار انرژی نقص در چیده شدن برای ۱۰٪ منیزیم (نمونه با عمق شیار ۱ میلیمتر)، ٤/٥ میلی‌ژول بر متر مربع و برای ۱۵٪منیزیم (نمونه با عمق شیار ۲ میلیمتر) برابر ۰/٦۲ میلی‌ژول بر متر مربع بدست آمد. یعنی کاهش انرژی نقص چیده شدن با اضافه شدن مقدار منیزیم. به طور مشابه سالیمان [24] گزارش نمود که با اضافه شدن منیزیوم در آلیاژ آلومینیوم-منیزیوم مقدار انرژی نقص در چیده شدن کاهش می‌یابد.

بررسی سطح فوقانی نمونه‌های FSP شده حاکی از کامپوزیت‌سازی موفق با عمق شیارهای ۱ و ۲ میلیمتر بود. اما بررسی کامپوزیت‌سازی با عمق شیار ۳ میلیمتر نشان داد که شیار بسته نشده و کامپوزیت‌سازی با موفقیت صورت نگرفته است. شکل (۲) و شکل (۳) تاثیر تعداد پاس بر ریزساختار اغتشاش‌یافته در دو وضعیت همراه با پودر منیزیوم بدون پودر منیزیوم را به ترتیب نشان می‌دهد.



شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از منطقه اغتشاشی در نمونه‌های FSP شده حاوی پودر منیزیوم:
الف) تک پاس، ب) ۲ پاس و ج) ٤ پاس

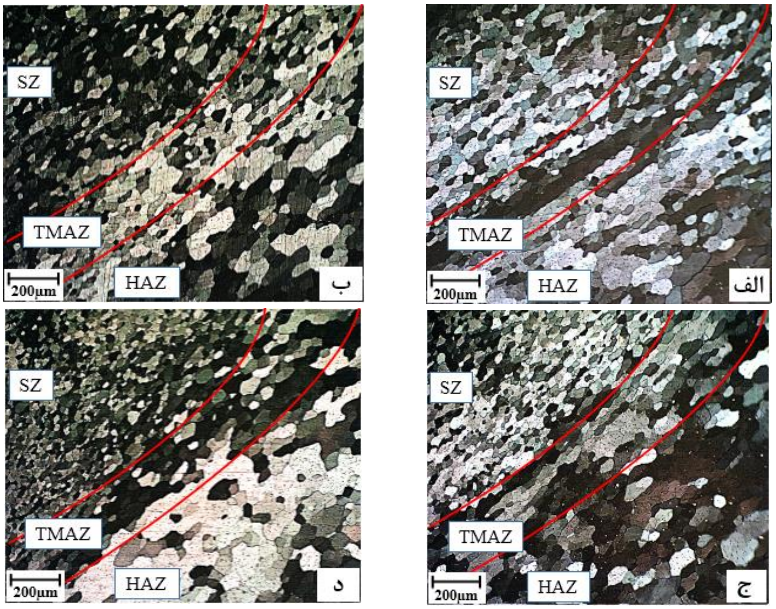
مقایسه‌ی شکل (۲) و شکل (۳) نشان می‌دهد که اضافه کردن پودر منیزیوم، ساختار ٪۳۰۰ تا ٪۶۰۰ ریزدانه‌تر از نمونه‌های FSP شده بدون پودر کرده است. با افزایش تعداد پاس، توزیع ذرات منیزیم بهتر شده و مکان‌های مناسب برای تبلور مجدد که این مکان‌ها همان ذرات منیزیم باشند افزایش یافته است. از طرفی حضور ذرات منیزیم مانع رشد دانه‌های تبلور مجدد یافته شده است [18]. به این ترتیب با افزایش تعداد پاس ساختار ریزدانه‌تری مشاهده گردید. همان‌طورکه در شکل (۲-الف) دیده می‌شود اندازه‌ی دانه‌ها یکنواخت و هم‌اندازه نیستند که علت آن عدم توزیع مناسب ذرات منیزیم در زمینه در حالت تک پاس است. با افزایش تعداد پاس تا دو پاس، دانه‌ها یکنواخت‌تر شده که توزیع مناسب‌تر ذرات منیزیم بعد از اعمال دو پاس را نشان می‌دهد (شکل ۲-ب). در نمونه‌ی ٤پاس توزیع دانه‌بندی بهتر شده و اندازه‌دانه‌ها در حدود همدیگر شده‌اند. شکل (۲-ج) ساختار نمونه‌ی ٤پاس را نشان می‌دهد که علائم حلقه‌های پیازی (Onion ring) نیز در آن قابل مشاهده است. کاهش اندازه‌ی دانه در حضور پودر منیزیم را با استفاده از رابطه (۳) که به رابطه‌ی زنر معروف است می‌توان توجیه کرد [25]:

$$d_z = 4\ r/3\ V_f \qquad (۳)$$

در رابطه (۳)، d_z اندازه‌ی دانه، r اندازه‌ی آگلومره‌ها و V_f کسر حجمی ذرات است. با افزایش تعداد پاس توزیع ذرات بهتر شده و اندازه‌ی دسته‌های تجمع یافته ذرات کاهش یافته است. از این‌رو با توجه به رابطه‌ی زنر هر چه اندازه‌ی آگلومره‌های منیزیم کوچک‌تر شود اندازه‌ی دانه نیز کوچک‌تر خواهد شد. جدول (۲) اندازه‌ی دانه را در نمونه‌های FSP شده حاوی پودر، بر حسب تعداد پاس را نشان می‌دهد.

جدول۲ تاثیر تعداد پاس بر اندازه‌ی دانه در نمونه‌های FSP شده حاوی ذرات منیزیم

نمونه	تک‌پاس و شیار ۲ میلیمتر	۲پاس و و شیار ۲ میلیمتر	٤پاس و و شیار ۲ میلیمتر	٤پاس و شیار ۱ میلیمتر
اندازه‌ی دانه(میکرومتر)	۱۸±۸	۱۵±۵	٦±۲	۱۰±۳



شکل ۳ تاثیر تعداد پاس بر ناحیه‌ی متاثر از حرارت و کار مکانیکی، الف) تک‌پاس، ب) ۲ پاس، ج) ۳ پاس و د) ٤ پاس

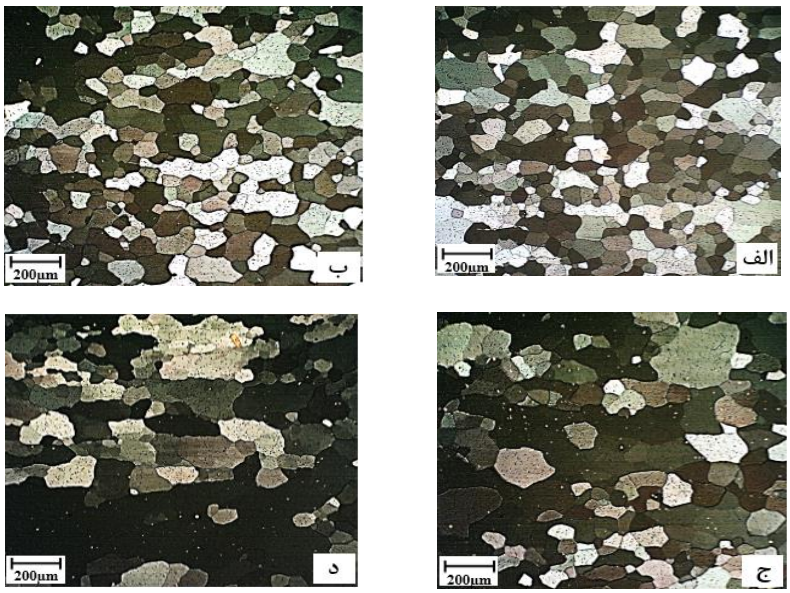
بررسی منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی (TMAZ) حاکی از تشکیل دانه‌بندی درشت‌تر و کشیده در این ناحیه نسبت به دانه‌بندی اغتشاش‌یافته است. در منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی تنش و دما به اندازه‌ی اغتشاش‌یافته بالا نبوده از این رو نیروی محرکه لازم برای تبلورمجدد دینامیکی در این ناحیه نسبت به اغتشاش‌یافته کمتر و تبلور مجدد دینامیکی در این ناحیه از شدت کمتری برخوردار است. شکل (۳) دانه‌بندی منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی را در پاس‌های مختلف نشان می‌دهد.

بررسی‌های میکروسکوپ نوری نشان داد با افزایش تعداد پاس، اندازه‌ی دانه در این ناحیه افزایش یافته است. بدلیل کم بودن شدت تبلور مجدد در این ناحیه، تبلور مجدد با تعداد جوانه‌های کمتری انجام می‌گیرد بنابراین امکان رشد دانه فراهم است. دما نیز، در این ناحیه بالاست که به رشد دانه کمک می‌کند. جدول (۳) اندازه‌ی دانه در منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی را در تعداد پاس‌های مختلف نشان می‌دهد.

ریزساختار ناحیه متاثر از حرارت (HAZ) فقط متاثر از حرارت فرایند FSP است و تنش چندانی از جانب حرکت ابزار به این ناحیه وارد نمی‌شود. شکل (٤) تاثیر تعدادپاس بر اندازه دانه در ناحیه متاثر از حرارت را نشان می‌دهد. بررسی ناحیه متاثر از حرارت نشان داد با اعمال یک پاس FSP دانه‌ها از حالت ستونی به شکل هم‌محور تبدیل شده‌اند (شکل ٤-الف). علت را می‌توان وقوع تبلور مجدد برای آزاد شدن تنش باقیمانده ناشی از نورد قبلی در اثر افزایش دما در ناحیه متاثر از حرارت دانست. در این ناحیه به دلیل کم بودن تنش و دما نسبت به نواحی قبلی (اغتشاش‌یافته و منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی)تبلور مجدد با شدت کمتری انجام شده و این ناحیه نسبت به آن دو ناحیه دانه‌بندی درشت‌تری دارد. همچنین بررسی‌ها نشان داد با افزایش تعداد پاس اندازه‌ی دانه در این ناحیه افزایش یافته است (شکل ٤). جدول (٤) نیز اندازه‌ی دانه را در این ناحیه در تعداد پاس‌های متفاوت نشان می‌دهد.

جدول ۳ اندازه‌ی دانه منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی در نمونه‌های تک‌پاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

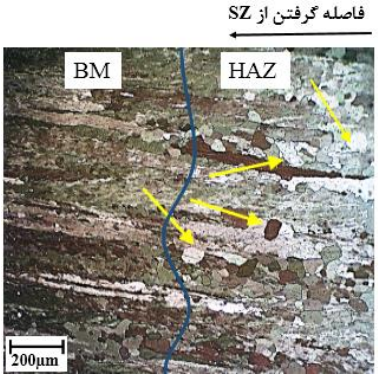
نمونه	تک‌پاس	۲ پاس	۳ پاس	٤ پاس
اندازه‌ی دانه (میکرومتر)	۱۰±٦۲	۱۰±٦۸	۱۲±۷٦	۱٤±۷۸



شکل ٤ تاثیر تعداد پاس بر دانه‌بندی ناحیه‌ی متاثر از حرارت. الف) تک‌پاس، ب) ۲ پاس، ج) ۳ پاس و د) ٤ پاس

جدول ٤ اندازه‌ی دانه ناحیه‌ی متاثر از حرارت در نمونه‌های تک‌پاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

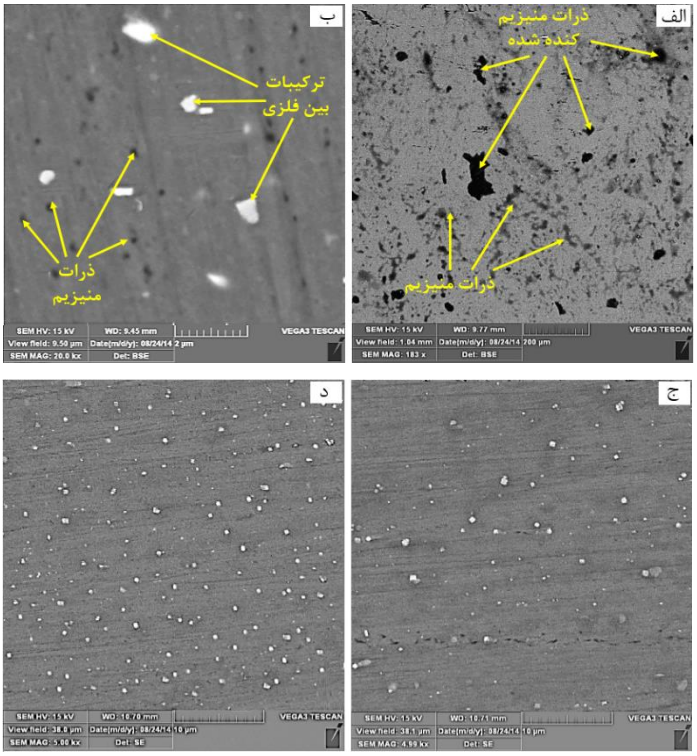
نمونه	تک پاس	۲ پاس	۳ پاس	٤ پاس
اندازه‌ی دانه (میکرومتر)	۸۲±۱۰	۸٦±۱۲	۱۰۵±۱۵	۱۲۵±۲۰

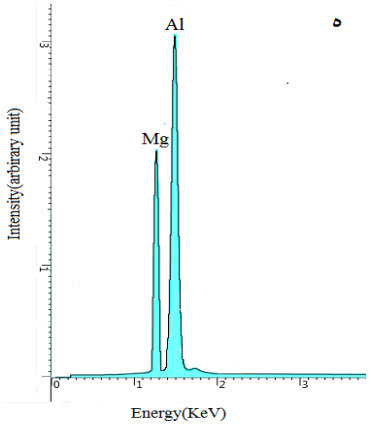


شکل ٥ دانه‌بندی در مرز بین فلز پایه و منطقه‌ی متاثر از حرارت

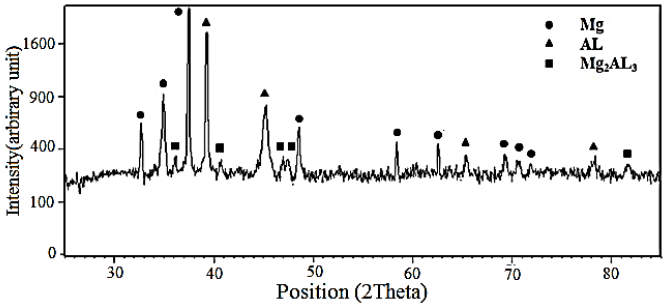
با دور شدن از ناحیه متاثر از حرارت و نزدیک شدن به سمت فلزپایه، به دلیل عدم رسیدن حرارت کافی از سوی فرایند FSP، تنش پسماند ناشی از نورد اعمالی بر زیرلایه دریافتی قادر به آزاد شدن نبوده و از شدت تبلور مجدد کاسته شده است. بنابراین تعداد جوانه‌های بسیار کمتری ایجاد شده است، به طوری که در این ناحیه دانه‌بندی ستونی فلزپایه قابل مشاهده می‌باشد. شکل (٥) مرز بین ناحیه متاثر از حرارت و فلز پایه را نشان می‌دهد که تعدادی از دانه‌های ایجاد شده در اثر تبلور مجدد، با فلش در این شکل نشان داده شده‌اند.

تاثیر تعداد پاس و عملیات حرارتی بر تصویر الکترونی روبشی منطقه‌ی اغتشاشی نمونه‌ها در شکل (٦) نشان داده شده است. با توجه به شکل (٦-الف) و مقایسه آن با ساختار فلز پایه (شکل ۱-الف) مشخص می‌شود که نقاط سیاه و خاکستری رنگ در شکل (٦-الف) همان پودر منیزیوم جدا شده حین پولیش از سطح می‌باشد. همانگونه که از قسمت‌های مختلف شکل (٦) استنباط می‌شود با اعمال پاس اول FSP ذرات منیزیوم با توزیع نسبتاً غیریکنواختی وارد زمینه شده‌اند، اما با اعمال پاس دوم توزیع یکنواخت‌تر و پودر منیزیوم با زمینه واکنش داده است. نقاط روشن در شکل (٦-ب) همان ترکیب بین فلزی ایجاد شده حین FSP هستند. با افزایش تعداد پاس تا ٤ پاس، مشاهده شد توزیع مناسبی از ذرات بدست آمده است (شکل ٦-ج). همچنین مشاهده شد واکنش بیشتری بین ذرات منیزیوم با زمینه رخ داده است [25 و 26]. بررسی الگوی تفرق اشعه‌ی ایکس حاکی از تشکیل ترکیب Al_3Mg_2 در نمونه‌ی ٤ پاس بود (شکل ۷). آنالیز نقطه‌ای (EDX) گرفته شده از نقاط روشن تشکیل ترکیب بین فلزی Al_3Mg_2 را تائید نموده است (شکل ٦-ه). علت واکنش بیشتر منیزیوم با زمینه را در پاس‌های بیشتر می‌توان کوچکتر شدن ذرات منیزیم و خرد شدن آن‌ها دانست که باعث افزایش سطح آزاد آن‌ها شده و تمایل به واکنش منیزیوم را بالا برده است [27]. از طرفی افزایش دمای وارده به نمونه با اعمال پاس بیشتر، فرصت نفوذ را در ماده فراهم می‌کند که باعث افزایش واکنش گردیده است [20]. با انجام عملیات حرارتی روی نمونه‌ی ٤ پاس ترکیب بین فلزی بیشتری تشکیل شد که علت آن فرصت کافی برای نفوذ می‌باشد (شکل ٦-د).





شکل ٦ تاثیر تعداد پاس بر ریزساختار نمونه‌های FSP شده. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) تک پاس، ب) ۲ پاس، ج) ٤ پاس، د) ٤ پاس عملیات حرارتی شده و ه) آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از نقاط روشن



شکل ۷ الگوی تفرق اشعه‌ی ایکس از منطقه‌ی اغتشاشی در نمونه‌ی ٤پاس

بررسی‌های میکروسختی ارزیابی سختی نمونه‌ی FSP شده تک پاس بدون پودر و سختی فلزپایه نشان داد که FSP باعث افزایش سختی می‌شود. بررسی سختی نمونه‌های FSP شده بدون پودر حاکی از افزایش سختی با افزایش تعداد پاس بود، به طوری که میانگین سختی در نمونه تک‌پاس از ۲۵±۲ HV به ۳۰±۲ HV در نمونه ٤ پاس رسیده است. به طور کلی می‌توان رابطه استحکام تسلیم با اندازه دانه را توسط رابطه هال-پچ بیان نمود [28]:

$$\sigma_y=\sigma_0+K_y d^{-1/2} \quad (٤)$$

در صورت عدم حضور کارسختی قابل ملاحظه، رابطه (۵) می‌تواند به صورت رابطه (۵) بیان شود [28]:

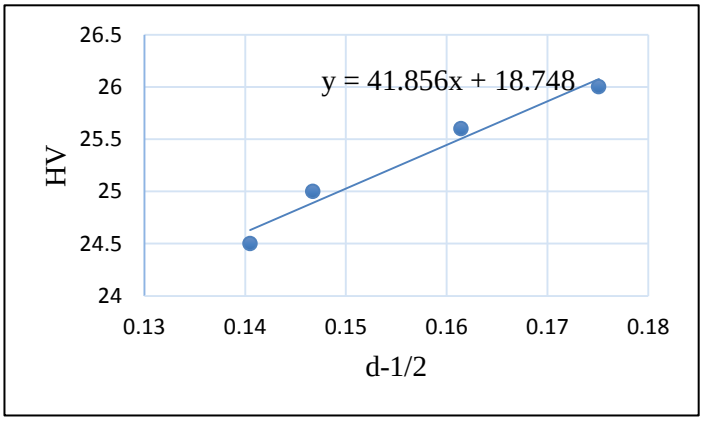
$$H_v = H_{v0} + Kd^{-1/2} \quad (۵)$$

در رابطه (۵)، K و H_{v0} ضرایب ثابت هستند. با رسم نمودار H_v بر حسب $d^{-1/2}$ معادله خطی بدست می‌آید که ارتباط بین اندازه دانه و سختی را نشان می‌دهد. شکل (۸) منحنی رابطه‌ی اندازه دانه را با سختی نشان می‌دهد که رابطه‌ی آن به صورت رابطه (٦) است.

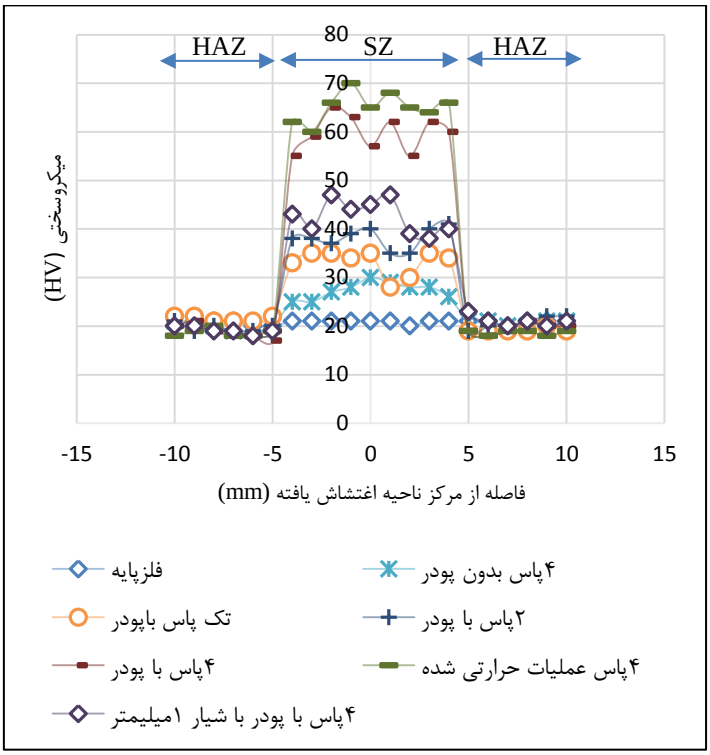
$$y = 41.856x + 18.748 \quad (٦)$$

شکل (۹) منحنی سختی را در نمونه‌های فلزپایه، FSP شده با پودر و بدون پودر نشان می‌دهد. با اضافه شدن پودر منیزیم به زمینه‌ی آلومینیومی مشاهده شد سختی نسبت به حالت‌های FSP شده بدون پودر افزایش یافته است. همچنین با افزایش تعداد پاس سختی منطقه‌ی FSP شده افزایش یافته است. افزایش سختی‌های مذکور در هماهنگی با مطالعات ساختاری می‌باشد. به عبارت دیگر علت این افزایش سختی را می‌توان به ریزدانگی منطقه FSP شده و تشکیل ترکیبات بین فلزی Al_3Mg_2 در این منطقه نسبت داد. انجام عملیات حرارتی حاکی از تشکیل بیشتر ترکیب بین فلزی بوده و در نتیجه‌ی آن سختی به ٦۵±۵ HV رسیده است.

با جایگذاری مقدار عددی اندازه دانه‌ی نمونه‌ی ٤پاس با پودر با شیار ۲ میلیمتر (±٦ میکرومتر) در رابطه (٦) سختی برابر ۳۵HV بدست می‌آید درحالی که حداکثر سختی در این نمونه ٦۵HV بدست آمد که نشان‌دهنده تاثیر بیشتر ترکیب بین فلزی Al_3Mg_2 در افزایش سختی نسبت به کاهش اندازه دانه است. بررسیها نشان داد که در نمونه‌های بدون پودر اندازه دانه بیشترین تاثیر را بر سختی داشته و در نمونه‌های همراه با پودر منیزیم تشکیل ترکیب Al_3Mg_2 بیشترین تاثیر را در بهبود سختی داشته است.



شکل ۸ منحنی ارتباط سختی و اندازه‌ی دانه



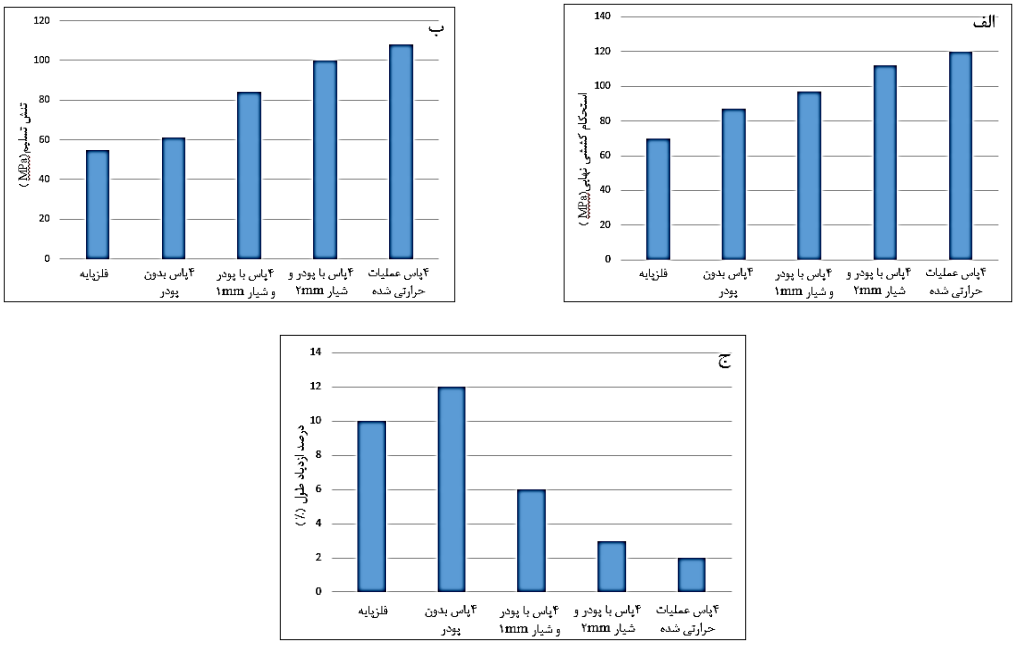
شکل ۹ پروفیل سختی در امتداد مقطع عرضی نمونه‌های FSP شده در فاصله‌ی ۲ میلیمتر از سطح فوقانی

بررسی استحکام در شکل (۱۰) تاثیر عملیات FSP، مقدار پودر منیزیوم و تشکیل ترکیبات بین فلزی Al_3Mg_2 بر خصوصیات کششی نمونه‌ها ارائه شده است. همان‌طور که از شکل(۱۰-الف) و شکل (۱۰-ب) برداشت می شود با اعمال ٤ پاس روی زیرلایه‌ی آلومینیومی، استحکام کششی به میزان ٪۲٤ و استحکام تسلیم به میزان ٪۷ افزایش یافته است. که این افزایش‌ها را می‌توان به ظریف‌تر شدن ساختار نسبت داد [30]. با اضافه شدن منیزیم و اعمال ٤ پاس FSP، استحکام کششی به ۵±۱۱۰ مگاپاسکال در نمونه‌ی ٤ پاس با شیار ۲ میلیمتر و ۳±۹۵ مگاپاسکال در نمونه‌ی ٤ پاس با شیار ۱ میلیمتر رسیده است. طبق مطالعات انجام شده [31 و 32] موارد زیر را می‌توان از علل افزایش این استحکام دانست: الف) استحکام‌دهی اوراوان ناشی از تجمع نابجایی‌ها در پشت ذرات تقویت‌کننده (Al_3Mg_2 در اینجا)، ب) استحکام ناشی از اصلاح دانه (ریز شدن ساختار) و ج) ایجاد تنش‌های پسماند بین ذرات تقویت‌کننده و زمینه بدلیل عدم تطابق ضرایب انبساط حرارتی.

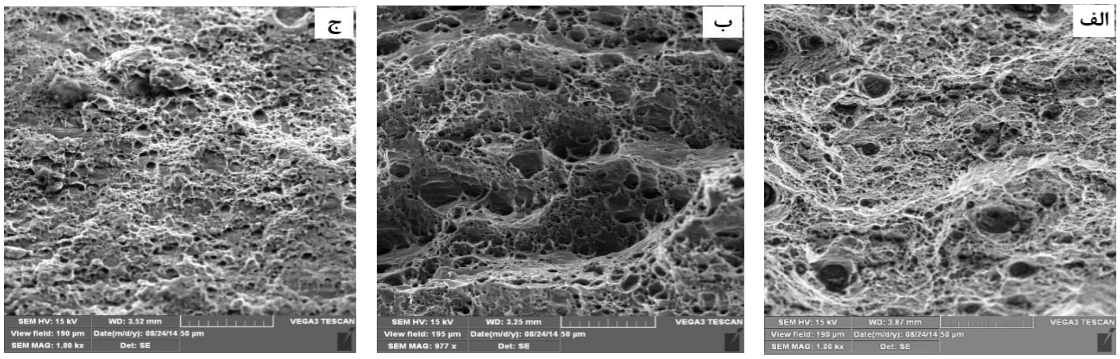
با توجه به شکل (۱۱-ج) درصد ازدیاد طول در فلز پایه ٪۱۰ است، در حالی که این مقدار در نمونه ٤ پاس بدون پودر در حدود ٪۱۲ می‌باشد. علت این افزایش در درصد ازدیاد طول را می‌توان ریزدانه بودن نمونه‌ی ٤ پاس دانست که باعث ایجاد یک شکست نرم در ماده شده است [30]. این در حالی است که درصد ازدیاد طول کامپوزیت‌ها با کاهش روبرو شده است. علت این کاهش را می‌توان دانسیته‌ی زیاد نابجایی‌ها و قفل شدن آن‌ها در پشت ذرات تقویت کننده بیان نمود. به عبارت دیگر با قفل شدن نابجایی در پشت موانع (ذرات تقویت کننده)، حرکت آن‌ها دشوار شده در نتیجه قابلیت تغییر فرم پلاستیک کاهش می‌یابد [31]. مقایسه بین کامپوزیت‌های ٤ پاس با شیار ۱ میلیمتر و ٤ پاس با شیار ۲ میلیمتر نشان داد با افزایش مقدار منیزیم، استحکام بیشتر شده اما درصد ازدیاد طول کاهش یافته است. علت این کاهش را می‌توان حضور بیشتر تقویت-

کننده‌ها در نمونه‌ی ٤ پاس دانست چرا که تحرک نابجایی‌ها که یکی از عوامل موثر تغییر فرم پلاستیک است با افزایش درصد تقویت‌کننده‌ها کاهش می‌یابد. در نمونه عملیات حرارتی شده نیز افزایش استحکام و کاهش درصد ازدیاد طول مشاهده شد که علت آن افزایش تشکیل ذرات تقویت‌کننده سخت (Al_3Mg_2) می‌باشد.

بررسی سطوح شکست نمونه‌های کشش در شکل (۱۱) نشان داده شده است. حضور دیمپل‌ها در سطح شکست فلزپایه دلالت بر شکست نرم این نمونه دارد (شکل ۱۱–الف). دیمپل‌های تشکیل شده در نمونه‌ی ٤ پاس بدون پودر تا حدودی نسبت به فلزپایه بزرگ‌تر شده و همچنین تغییر فرم‌های ایجاد شده در سطح شکست این نمونه نیز نسبت به فلز پایه تشدید شده است که دلالت بر شکست نرم‌تر این نمونه دارد (شکل ۱۱–ب). همانگونه که در شکل (۱۱–ج) مشاهده می‌شود با اضافه شدن منیزیم، دیمپل‌های تشکیل شده در سطح شکست ظریف‌تر و کم عمق‌تر شده که دلالت بر تغییر فرم پلاستیک کمتر این نمونه نسبت به نمونه‌های قبلی دارد.



شکل ۱۱ الف) نمودار استحکام کششی نهایی، ب) تنش تسلیم و ج) درصد ازدیاد طول



شکل ۱۲ شکست نگاری از سطوح شکست نمونه‌های کشش. الف) فلزپایه، ب) ٤ پاس بدون پودر و ج) ٤ پاس با پودر

نتیجه‌گیری

۱) مطالعات ساختاری نشان داد با اعمال یک پاس FSP دانه‌ها از حالت کشیده به فرم هم‌محور تبدیل می‌شوند.

۲) ارزیابی تاثیر تعداد پاس FSP بر دانه‌بندی مناطق مختلف FSP شده نشان داد که برخلاف نواحی متاثر از حرارت و کار مکانیکی و متاثر از حرارت، دانه‌بندی اغتشاش‌یافته با افزایش تعداد پاس ظریف‌تر می‌شود.

۳) بررسی‌های سختی نشان داد با اعمال FSP سختی افزایش می‌یابد. افزایش تعداد پاس‌های FSP و استفاده از پودر منیزیوم موجب افزایش قابل ملاحظه سختی تا حدود ۳۰۰٪ نسبت به سختی فلزپایه می‌شود.

٤) ارزیابی استحکام کششی نمونه‌ها نشان داد که با اعمال عملیات FSP و کامپوزیت‌سازی سطحی استحکام نمونه‌ها تا حدود ۲۵٪ افزایش می‌یابد.

۵) هرچند عملیات FSP موجب افزایش درصد ازدیادطول نسبی نمونه‌ها می‌شود اما با کامپوزیت-سازی و تشکیل رسوبات Al_3Mg_2 تا حدی در صد ازدیاد طول نسبی نمونه‌ها کاهش می‌یابد.

تقدیر و تشکر

از مدیریت محترم شرکت الکترود یزد و تمامی مهندسین و پرسنل این شرکت که در انجام آزمایشهای این پژوهش با نویسندگان همکاری داشته‌اند، تشکر و قدردانی می‌گردد.

مراجع

1. Mehta D.S., Masood S.H., Song, W.Q. “Investigation of wear properties of magnesium and aluminum alloys for automotive applications”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 155, pp. 1526-1531, (2004).

2. Qin Q.D., Zhao Y.G., Zhou W. “Dry sliding wear behavior of Mg 2 Si/Al composites against automobile friction material”, *Wear*, Vol. 264, No. 7, pp. 654-661, (2008).

3. Majumdar J.D., Kumar A., Li L., “Direct laser cladding of SiC dispersed AISI 316L stainless steel”, *Tribology International*, Vol. 42, No. 5, pp. 750-753, (2009).

4. Hwang J.R., Fung C.P. “Effect of electron beam surface hardening on fatigue crack growth rate in AISI 4340 steel”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 80, No. 3, pp. 271-278, (1996).

5. Yuan-Fu L., De-Qiang C., Jian-Min H., Hao W., Xiang-Yang X., Si-Ze Y. “Microstructure and Properties of Cr3Si/γ-Fe Composite Coating Prepared by Plasma Transferred Arc Cladding Technique”, *Chinese Physics Letters*, Vol. 26, No, 9, 095202, (2009).

6. Dyuti S., Mridha S., Shaha S.K., “Surface modification of mild steel using tungsten inert gas torch surface cladding”, *American Journal of Applied Sciences*, Vol. 7, No. 6, pp. 815, (2010)

7. Zhang Q., Xiao B.L., Wang D., Ma, Z.Y. “Formation mechanism of in situ Al 3 Ti in Al matrix during hot pressing and subsequent friction stir processing”, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 130, No. 3, pp. 1109-1117, (2011).

8. Mishra R.S., Ma Z.Y., “Friction stir welding and processing”, *Materials Science and Engineering: R:*

Reports, Vol. 50, No. 1, pp. 1-78, (2005).

9. Charit I., Mishra R.S., Mahoney M.W., "Multi-sheet structures in 7475 aluminum by friction stir welding in concert with post-weld superplastic forming", *Scripta Materialia*, Vol. 47, No. 9, pp. 631-636, (2002).
10. Mishra R.S., Mahoney M.W., "Friction stir processing: a new grain refinement technique to achieve high strain rate superplasticity in commercial alloys", *Materials Science Forum*, Vol. 357, pp. 507-514, (2001, January).
11. Anvari S.R., Karimzadeh F., Enayati M.H., "A novel route for development of Al–Cr–O surface nano-composite by friction stir processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 562, pp. 48-55, (2013).
12. Ke L., Huang C., Xing L., Huang K., "Al–Ni intermetallic composites produced in situ by friction stir processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 503, No. 2, pp. 494-499, (2010).
13. Lee I.S., Kao P.W., Chang C.P., Ho N.J., "Formation of Al–Mo intermetallic particle-strengthened aluminum alloys by friction stir processing", *Intermetallics*, Vol. 35, pp. 9-14, (2013).
14. You G.L., Ho N.J., Kao P.W., "Aluminum based in situ nanocomposite produced from Al–Mg–CuO powder mixture by using friction stir processing", *Materials Letters*, Vol. 100, pp. 219-222, (2013).
15. Zhang Q., Xiao B.L., Ma Z.Y., "In situ formation of various intermetallic particles in Al–Ti–X (Cu, Mg) systems during friction stir processing", *Intermetallics*, Vol. 40, pp. 36-44, (2013).

۱۶. معطوفی ف، "کلید آلومینیوم و آلیاژهای وابسته"، انتشارات فدک ایساتیس، (۱۳۸۵).

۱۷. دهقان م، "بهبود خواص سطحی آلیاژ آلومینیوم ۱۱۰۰ توسط اصلاح ریزساختاری آن به کمک فرایند اصطکاکی اغتشاشی"، دانشگاه یزد، (۱۳۹۲).

18. Porter D.A., Easterling K.E., Sherif M., "Phase Transformations in Metals and Alloys", CRC press, (2011).
19. Humphreys F.J., "The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium", *Acta Metallurgica*, Vol. 25, No. 11, pp. 1323-1344, (1977).
20. Morishige T., Hirata T., Uesugi T., Takigawa Y., Tsujikawa M., Higashi K., "Effect of Mg content on the minimum grain size of Al–Mg alloys obtained by friction stir processing", *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 4, pp. 355-358, (2011).
21. Humphreys F.J., Hatherly M., "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Elsevier, Oxford, (2004).
22. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen D.J., Kassner M.E., Rollett A.D., "Current issues in recrystallization: a review", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 238, No.

2, pp. 219-274, (1997).

23. McQueen H.J., Blum W., “Dynamic recovery: sufficient mechanism in the hot deformation of Al (< 99.99)”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 290, No. 1, pp. 95-107, (2000).
24. Soliman M.S., “Effect of Cu concentration on the high-temperature creep behavior of Al-Cu solid solution alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 201, No. 1, pp. 111-117, (1995).
25. Martin J.W., Doherty R.D., Cantor B., “Stability of microstructure in metallic systems” Cambridge University Press, (1997).

۲۶. داوسون گ.، ترجمه‌ی علی حائریان اردکانی چاپ اول، "متالورژی پودر"، مرکز نشر دانشگاهی، (۱۳۷۲).

۲۷. فریتس وی. ل.، ترجمه‌ی دکتر پروین عباچی چاپ اول، "متالورژی پودر"، موسسه انتشارات علمی، (۱۳۸۱).

28. Zohoor M., Givi M.B., Salami P., “Effect of processing parameters on fabrication of Al–Mg/Cu composites via friction stir processing”, *Materials & Design*, Vol. 39, pp. 358-365, (2012).
29. Hirata T., Oguri T., Hagino H., Tanaka T., Chung S.W., Takigawa Y., Higashi K., “Influence of friction stir welding parameters on grain size and formability in 5083 aluminum alloy”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 456, No. 1, pp. 344-349, (2012).

۳۰ دیتر ج. ای.، مترجم: شهره شهیدی، "متالورژی مکانیکی" ، چاپ سوم، ویرایش اول، مرکز نشر دانشگاهی. (۱۳۸۷).

31. Zhang Q., Xiao B.L., Wang W.G., Ma Z.Y., “Reactive mechanism and mechanical properties of in situ composites fabricated from an Al–TiO2 system by friction stir processing”, *Acta Materialia*, Vol. 60, No. 20, pp. 7090-7103, (2012).
32. Rollett A., Humphreys F.J., Rohrer G.S., Hatherly M., “Recrystallization and related annealing phenomena”, Elsevier, (2004).

ارزیابی استحکام مکانیکی و انحلال‌پذیری داربست استخوانی تولید شده از هیدروکسی آپاتیت و فوم پلی‌یورتان*

مهدی جاویدی[۱] علی جولاگاه[۲]

چکیده

ساخت و ارزیابی خواص داربست استخوانی هیدروکسی آپاتیت طبیعی و فوم پلی یورتان مورد بررسی قرار گرفت. ترکیب شیمیایی و ریزساختار داربست به همراه خواص مکانیکی، پایداری حرارتی و همچنین درصد تخلخل، سختی، استحکام خمشی و خواص زیست سازگاری و تخریب‌پذیری مورد مطالعه قرار گرفت. داربست‌ها استحکام فشاری بالا همراه با درصد تخلخل مناسب از خود نشان دادند. با افزایش درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت از ٤٥ به ٦٥، چگالی داربست‌ها از ۱/۳۷ به ۱/۵۷ گرم بر سانتی‌متر مکعب و استحکام فشاری از ۰/۸۲به ۱/۷ مگاپاسکال افزایش و درصد تخلخل از ۵۷/۸ به ۳٤/۳۹ کاهش پیدا کرد.

واژه‌های کلیدی داربست، هیدروکسی آپاتیت، پلی وینیل الکل، زیست فعالی، زیست تخریب پذیری، فوم پلی یورتان.

Investigating the Mechanical Strength and Degradation of Bone Scaffold Fabricated from Hydroxyapatite and Polyurethane Foam

M. Javidi A. Jolagah

Abstract

The fabrication and characterization of bone scaffold which was produced from hydroxyapatite and polyurethane foam were investigated. Thermal and mechanical properties of the scaffolds were studied via X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and compression test and thermogravimetry technique. Also, hardness test, three-point bending and investigation of biological behavior were employed. The fabricated scaffolds showed high compressive strength with favorable percentage of porosity. Thus, it might be concluded that the polymer foam fabrication technique can be appropriate for producing bone scaffolds. By increasing the weight percentage of hydroxyapatite from 45 to 65, the density of the scaffold increased from 1.37 to 1.57 g/cm^3 and compressive strength increased from 0.82 to 1.7 MPa while the porosity decreased from 57.8 to 34.39.

Key Words Scaffold, Polyvinyl Alcohol, Hydroxyapatite, Biodegradability, Bioactivity, Polyurethane Foam

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۲/۱۳ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۱۰/۲۳ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: دانشیار بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز. Email: mjavidi@shirazu.ac.ir

(۲) کارشناس ارشد، بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.44869

مقدمه

مهندسی بافت علمی است که اصول مهندسی و علوم زیستی را در جهت گسترش جایگزین های بیولوژیکی با هدف بازسازی، ترمیم و حفظ یا ارتقا بافت بکار می گیرد [۱]. در بین بافت های بدن انسان، استخوان پتانسیل بالایی برای تولید مجدد دارد و از این رو یک نمونه مناسب برای مهندسی بافت به شمار می رود. در شکستگی ها و عیوب کوچک روند درمان توسط بدن می تواند منجر به ترمیم بافت شود ولی در شکستگی ها و عیوب بزرگ، روند درمان توسط بدن کارساز نبوده و عملیات پیوند استخوان لازم می‌شود [2]. در طول سال های گذشته سه روش برای ترمیم بافت بدن انسان معرفی شده است: ۱- بافت سالم از بدن خود بیمار گرفته شود ۲- بافت از یک اهداء کننده گرفته شود ۳- ماده مصنوعی شبه استخوان استفاده شود. هینگ و همکاران [3] نشان دادند که به علت محدودیت در برداشت بافت از بدن، تعداد دفعات انجام عمل جراحی و احتمال انتقال بیماری، دو روش اول کمتر مورد استفاده قرار میگیرد. در طول ۳۰ سال گذشته استفاده از ایمپلنت مصنوعی برای ترمیم بافت استخوان انسان مورد توجه قرار گرفته است [4]. یک جزء کلیدی در مهندسی بافت برای بازسازی استخوان، استفاده از داربست است که به عنوان یک قالب برای فعل و انفعالات و تشکیل استخوان و تامین زیر ساخت خارجی سلول و ارائه ساختاری برای حمایت از بافت تازه می باشد [5]. داربستی که برای بازسازی بافت استخوان مورد استفاده قرار می گیرد می بایست دارای یک سری خواص باشد که از آن جمله می توان به موارد زیر اشاره نمود: ۱- خواص مکانیکی (شبیه به استخوان ترمیم شده باشد) ۲- خواص زیست سازگاری و ۳- تخریب پذیر در یک میزان متناسب با مدت زمان مورد نیاز برای بازسازی استخوان [5]. خواص داربست در درجه اول تحت تاثیر نوع بیومواد به کار رفته در آن و سپس به روند ساخت بستگی دارد. وجود تخلخل در داربست استخوانی لازم می‌باشد [6]. وجود تخلخل موجب می‌شود که سلول‌های استئوبلاست و مزامشیمال به این تخلخل ها مهاجرت کرده و بافت استخوانی را تشکیل دهند [7]. حداقل منافذ مورد نیاز برای داربست که بتواند موجب بازسازی استخوان شود را می توان در حدود ۱۰۰ میکرومتر در نظر گرفت [8]. در تحقیقات انجام شده، داربست‌هایی با زمینه پلیمری و سرامیکی ساخته شده‌اند و هر کدام دارای مزایا و معایبی هستند که با توجه به اهمیت زیست فعالی در مهندسی بافت استخوان، بهتر است از داربست های زمینه سرامیکی استفاده شود [9,10]. ساخت داربست متخلخل از ماده هیدروکسی آپاتیت مورد توجه محققان بوده است [11]. هیدروکسی آپاتیت به عنوان یک ماده زیست فعال و بخاطر شباهت ترکیب شیمیایی آن به جزء اصلی تشکیل دهنده استخوان در ساخت کاشتنی‌های مورد استفاده در ارتوپدی کاربرد دارد [12]. داربست هیدورکسی آپاتیت متخلخل را می‌توان با روش‌هایی از جمله روش اسفنج پلیمری، روش تثبیت نشاسته، پردازش ماکروویو، روش ریخته‌گری، روش الکتروفورتیک تولید نمود [13]. یکی از روش‌های ساخت داربست، تکنیک اسفنج پلیمری می‌باشد که در آن برای ایجاد ساختار متخلخل از اسفنج پلی‌یورتان استفاده می‌شود [14]. سون و همکاران [15] با پودر هیدروکسی آپاتیت آماده شده به روش تر و به وسیله تکنیک فوم اسفنجی داربست استخوانی را تولید کردند که میزان تخلخل آن ٦٠ درصد بوده و اندازه تخلخل ۱۲۵-۲۵۰ میکرون و میزان استحکام فشاری ۰/۸۲ مگاپاسکال بدست آمد. تکسیرا و همکاران [16] با استفاده از هیدورکسی آپاتیت سنتز با روش اسفنج پلیمری و با استفاده از اسفنج پلی یورتان آغشته شده به دوغاب سرامیکی و سینتر در دمای ۱۳۰۰ سانتیگراد داربست‌هایی را تولید کرده و با استفاده از میکروسکوپ الکترونی، پراش پرتو ایکس و تست فشار مورد مطالعه قرار دادند که طبق این تحقیق اندازه تخلخل‌ها بین ۱۰۰-۳۰۰ میکرون بوده است. هاسنا و همکاران [17] با استفاده از نانوالیاف هیدروکسی آپاتیت و با استفاده از روش ترکیب ریختگی و تکنیک اسفنج پلیمری داربست را تهیه کرد، الیاف نانوهیدروکسی آپاتیت موجب افزایش استحکام مکانیکی داربست شد خواص داربست

توسط اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی و استحکام فشاری بررسی گردید و مشخص شد که استحکام فشاری این داربست بین ۲ تا ۱۰ مگاپاسکال بوده است. میزان تخلخل، توزیع اندازه تخلخل، پیوستگی تخلخل-ها و خواص مکانیکی داربست تاثیر زیادی بر روند رشد بافت در داربست استخوانی دارد. در این تحقیق ابتدا پودر هیدروکسی آپاتیت از استخوان قلم گاو به روش تجزیه گرمایی تهیه و سپس به روش اسفنج پلیمری داربست استخوانی متخلخل ساخته شد. میزان تخلخل، خواص مکانیکی، زیست سازگاری و زیست تخریب پذیری داربست تولید شده مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش ها

تولید پودر هیدروکسی آپاتیت. هیدروکسی آپاتیت طبیعی مطابق با روش ارایه شده توسط بحرالعلوم و همکاران تولید شد [18]. برای این منظور ابتدا استخوان قلم گاو به اندازه های کوچک بریده شده و در درون آب به مدت ۲ ساعت جوشانده تا تمام چربی و بافت-های آن جدا شود. استخوان‌ها به مدت ۱۰روز در هوای آزاد قرار داده تا کاملاً خشک شوند. سپس در هوا به مدت ۳ ساعت با مشعل تا دمای ٤۰۰ درجه سانتی گراد حرارت داده تا ترکیبات آلی آن تجزیه شوند. مواد حاصل در درون کوره به مدت ۲ ساعت و در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شد و به این ترتیب ماده سفید رنگی استخراج گردید که همان هیدروکسی آپاتیت می‌باشد. سپس با استفاده از آسیاب و با روش تر و گذراندن از الک مش ۲۳۰ اندازه ذرات هیدرکسی آپاتیت به کمتر از ٦٤ میکرون رسانده شد.

ساخت داربست هیدروکسی آپاتیت. ابتدا ذرات پلی وینیل الکل (PVA) به آب مقطر دو بار تقطیر اضافه شد و دمای آن به ۷۰ درجه سانتیگراد رسانده شد تا چسب بطور کامل در آب حل شود. سپس ذرات هیدروکسی آپاتیت به محلول اضافه شد. ترکیب شیمیایی دوغاب اولیه در جدول (۱) نشان داده شده است. سپس دوغاب حاصل با همزن (۳۰۰ دور در دقیقه) به مدت ۲۰ دقیقه همزده شده تا کاملاً همگن شود. پس از همگن سازی، اسفنج تجاری پلی یورتان با ابعاد (۱×۱×۱ سانتیمتر مکعب) برش داده شده ودر دوغاب غوطه ور شد. برای اینکه تمام حفرات اسفنج پر از دوغاب شود. چند بار اسفنج در دوغاب فشرده شد. بعد از خروج از دوغاب،اسفنج در وسط دو عدد شیشه قرار داده شد و با اعمال نیرو دوغاب اضافی از آن خارج گردید. سپس در درون خشک کن با دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲٤ ساعت قرار گرفت تا کاملا خشک شود. بعد از این داربست‌ها را در درون کوره و با نرخ ۳ درجه سانتی گراد بر دقیقه تا دمای ٦۰۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شد تا اسفنج بطور کامل سوخته و از داربست خارج شود. به منظور اطمینان کامل از خروج اسفنج داربست به مدت یک ساعت در دمای ٦۰۰ درجه سانتیگراد نگهداری شد. پس از آن دما با نرخ ۵ درجه سانتیگراد بر دقیقه افزایش یافته و در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت عملیات سینترینگ انجام گرفت.

مشخصه‌یابی نمونه‌ها. برای ارزیابی ترکیب شیمیایی و تعیین فازهای موجود در ساختار داربستها، از تکنیک پراش پرتو ایکس استفاده شد. این ارزیابی توسط دستگاه Advance D8 شرکت Bruker آلمان با فیلتر Cu Kα و λ=1.54 A° با ولتاژ ٤۰ کیلوولت وآمپر ٤۰ میلی آمپر صورت گرفت. جهت بررسی روند سوختن و خروج اسفنج پلی یورتان از داربست، نمونه‌ها تحت آزمون گرما وزن سنجی قرار گرفتند. این بررسی ها به وسیله دستگاه Mettler Toledo مدل TGA/DSC ساخت کشور سوئیس در اتمسفر هوا با نرخ گرم کردن ٤ درجه سانتیگراد بر دقیقه انجام گرفت. برای تعیین استحکام فشاری و خمشی داربست ها، نمونه‌های آزمون مطابق با استاندارد ASTM F2150 تهیه و توسط دستگاه Santam-STM –۲۰ ساخت ایران و در اتمسفر هوا با نرخ ۰/۵ میلی‌متر بر دقیقه مورد آزمایش قرار

گرفتند. برای تعیین سختی داربست ها، آزمون میکرو سختی در اتمسفر هوا با نیروی ۲۰ نیوتن و زمان اعمال ۱۵ ثانیه توسط دستگاه میکروسختی مورد آزمایش قرار گرفت. جهت اندازه‌گیری چگال نسبی و درصد تخلخل داربست های تولید شده، از روش جابه جایی مایعات استفاده شد. برای این منظور از اتانول به عنوان مایع استفاده شد زیرا به راحتی به درون حفره‌های داربست نفوذ می‌کند. ابتدا وزن خشک هر نمونه با ترازو و با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم اندازه گیری شد (W_o) سپس نمونه در یک استوانه مدرج حاوی مقدار مشخص اتانول (V_1) به مدت ۵ دقیقه غوطه ور شد تا اتانول به درون حفره‌ها نفوذ کند. حجم اتانول و داربست اشباع از اتانول اندازه گیری شد، (V_2) اختلاف حجم V_1و V_2 حجم داربست می‌باشد. داربست اشباع شده از اتانول از استوانه مدرج خارج و حجم اتانول باقیمانده تعیین گردید، سپس چگالی و درصد تخلخل نمونه‌ها اندازه‌گیری شد [19].

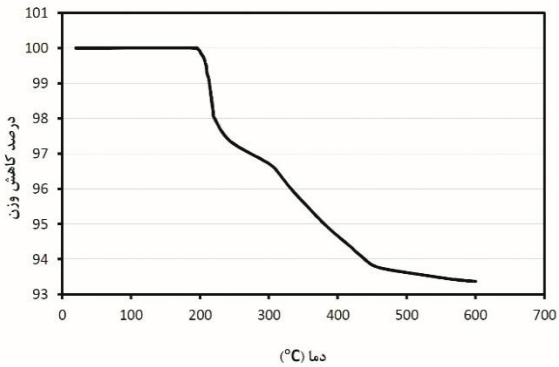
مورفولوژی و ساختار داربست ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Cambridge-S360 ساخت انگلیس با ولتاژ شتاب دهنده ۲۰ کیلو ولت و فاصله کاری ۹- ۱۲ میلی‌متر مورد مطالعه قرار گرفتند. به منظور بررسی زیست تخریب پذیری داربست ها، نمونه ها در محلول بافر فسفات سالین (PBS, Phosphate Buffered Saline) با pH=7.4 و دمای ۱±۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۷ روز قرار گرفت. سپس نمونه‌ها از محلول بیرون آورده شده و خشک شدند و میزان کاهش وزن اندازه‌گیری شد. به منظور بررسی زیست فعالی داربست‌های تولید شده، نمونه-هایی در محلول (Simulated Body Fluid, SBF) با pH=7.4 و دمای ۱±۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۷ روز قرار داده شد و نمونه ها پس از بیرون آوردن از محلول خشک شده و میزان افزایش وزن اندازه‌گیری گردید.

جدول ۱ استحکام فشاری، دانسیته و درصد تخلخل داربست سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد

شماره نمونه	ترکیب دوغاب			داربست سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد		
	درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت	درصد وزنی آب	درصد وزنی PVA	استحکام فشاری(MPa)	چگالی (g/cm^3)	درصد تخلخل
۱	۶۹	۳۰	۱	۱/۱۳	۱/۴۸	۴۲/۱۷
۲	۶۸	۳۰	۲	۱/۳۶	۱/۵۱	۴۰/۴۵
۳	۶۷	۳۰	۳	۱/۵۲	۱/۵۲	۳۶/۷۰
۴	۶۵	۳۰	۵	۱/۷۰	۱/۵۷	۳۴/۳۹
۵	۵۹	۴۰	۱	۰/۸۷	۱/۳۸	۵۶/۳۰
۶	۵۸	۴۰	۲	۰/۹۳	۱/۴۱	۵۵/۷۰
۷	۵۷	۴۰	۳	۱/۰۳	۱/۴۲	۵۲/۳۰
۸	۵۵	۴۰	۵	۱/۱۵	۱/۴۴	۴۸/۴۰
۹	۴۹	۵۰	۱	۰/۶۲	۱/۲۶	۶۴/۳۰
۱۰	۴۸	۵۰	۲	۰/۶۹	۱/۳۱	۶۱/۷۰
۱۱	۴۷	۵۰	۳	۰/۷۶	۱/۳۵	۵۹/۵۰
۱۲	۴۵	۵۰	۵	۰/۸۲	۱/۳۷	۵۷/۸۰

نتایج و بحث

آنالیز گرما وزن سنجی. به منظور اطمینان از محدوده دمایی خارج شدن اسفنج پلی یورتان از ساختار داربست حین عملیات تف جوشی، نمونه ها تحت آنالیز حرارتی گراویمتری قرار گرفتند. بطور کلی تجزیه حرارتی پلیمر نقش حیاتی در تولید داربست به کمک مواد پلیمری ایفا می کند. با استفاده از آزمون گراویمتری دمای سوختن اسفنج تعیین گردید. با توجه به شکل (۱) تجزیه اسفنج در دو مرحله صورت می گیرد. مرحله اول از دمای ۱۸۰ درجه سانتی گراد و تا دمای ۳۲۰ درجه سانتی‌گراد ادامه دارد، به دلیل ایجاد گاز در اثر اکسید شدن پلی یورتان، کاهش وزن ٤/٥ درصد در این مرحله مشاهده گردید.



شکل ۱ روند کاهش وزن در اثر تجزیه حرارتی اسفنج پلی یورتان داربست نمونه ۱۱ (٤٧٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت)

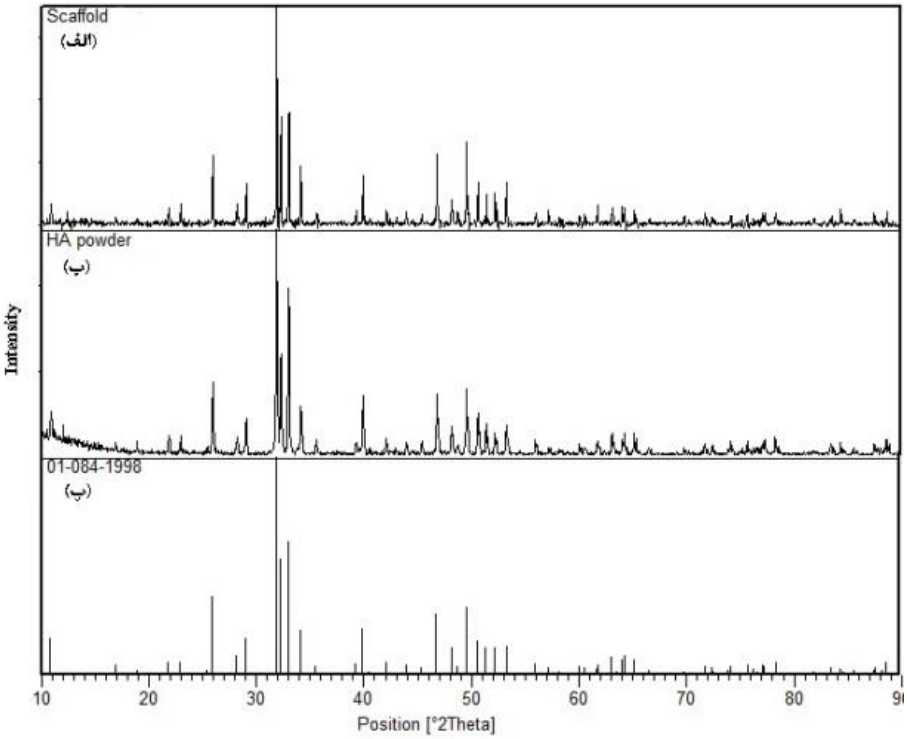
مرحله دوم دمایی از ٣٦٠ تا ٦٠٠ درجه سانتی-گراد می‌باشد. کاهش وزن ۲ درصد در این مرحله رخ داده است. در نظر گرفتن سرعت گرمایش آهسته در این مراحل برای جلوگیری از تخریب ساختار امری ضروری می باشد. بنابراین در این تحقیق سرعت گرمایش ۳ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انتخاب شد. تجزیه حرارتی اسفنج بطور کامل در دمای ٦٠٠ درجه سانتیگراد انجام می شود. بنابراین مدت ۱ ساعت داربست در این دما نگهداری شد تا تمام کربن‌های اکسید شده از داربست خارج شود [20].

مشخصه یابی پراش اشعه ایکس. در شکل (۲) طیف-های پراش اشعه ایکس پودر هیدروکسی آپاتیت تف جوشی شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد و داربست متخلخل هیدروکسی آپاتیت سنتز شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و کارت استاندارد ۱۹۹۸-۰۸٤-۰۱ برای هیدروکسی آپاتیت نشان داده شده است. همان طور که در شکل مشاهده می شود، همه پیک های اصلی هیدروکسی آپاتیت بین 2θ برابر با ۳۰ تا ۳۵ درجه می‌باشد. پیک‌های داربست و پودر هیدروکسی آپاتیت با کارت مرجع همخوانی دارد. در پودر هیدروکسی آپاتیت بخاطر کم بودن دمای تف جوشی، دانه‌ها فرصت رشد نداشته در نتیجه پیک‌های مربوط به پودر هیدروکسی آپاتیت دارای پهن شدگی بیشتری نسبت به داربست می باشد.

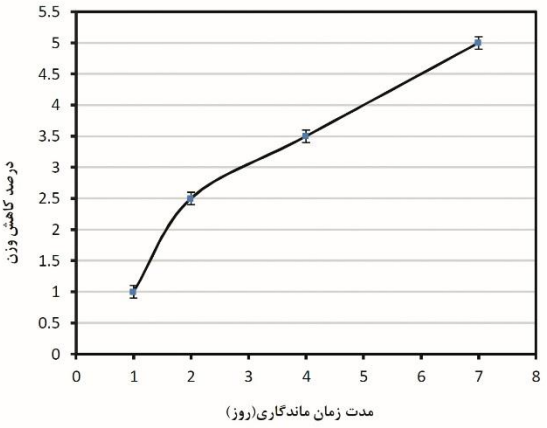
خواص مکانیکی و درصد تخلخل. نتایج به دست آمده در خصوص استحکام فشاری و درصد تخلخل نمونه ها در جدول (۱) ارایه شده است. با توجه به نتایج مشاهده می‌شود که با افزایش درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت در دوغاب از ٤٥ به ٦٩ درصد وزنی، استحکام فشاری داربست افزایش و درصد تخلخل کاهش می‌یابد. با افزایش درصد مواد جامد در دوغاب مقدار ماده جامد بیشتری وارد اسفنج شده در نتیجه تراکم و استحکام فشاری افزایش می یابد. همچنین با افزایش درصد وزنی PVA استحکام فشاری داربست افزایش و میزان تخلخل کاهش می‌یابد، با افزایش درصد وزنی PVA خاصیت چسبندگی دوغاب افزایش می‌یابد و به این ترتیب با غوطه‌ور نمودن فوم اسفنجی در دوغاب، با توجه به چسبندگی بالا، مقدار دوغاب بیشتری در درون اسفنج باقی می‌ماند [21]. آزمون استحکام خمشی برای نمونه‌های مناسب از نظر درصد تخلخل و استحکام فشاری انجام شد. میزان استحکام خمشی نمونه‌ها بین ٤ تا ٦ مگاپاسکال اندازه-گیری شد. برای داربست با ۳ درصد وزنیPVA و ٤٧ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت استحکام خمشی ٤/٦٤ مگاپاسکال می‌باشد. کاویسریچان و همکاران [22] برای داربست استخوانی ۸۰٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت و ۲۰٪ وزنی تری کلسیم فسفات ساخته شده از روش

پرس و زینترینگ در دمای ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد به تخلخل ٦۰٪ و استحکام خمشی ۵ مگاپاسکال رسیدند. همچنین ایشان چنین نتیجه‌گیری کردند که با افزایش میزان تری کلسیم فسفات، استحکام خمشی افزایش ولی داربست زودتر در بدن تجزیه شده به نحوی که اجازه تشکیل بافت را نمی داد. از طرفی با توجه به اینکه استحکام خمشی استخوان اسفنجی بین ۲ تا ۱۵ مگاپاسکال می‌باشد [23]، به این ترتیب مقدار استحکام خمشی به دست آمده در این تحقیق مناسب می باشد. نتایج آزمون میکروسختی برای داربست نمونه ۱۱ (٤۷٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت) بیانگر سختی ۱/۳ گیگاپاسکال بوده که مقدار خیلی کمتری نسبت به هیدروکسی آپاتیت متراکم می‌باشد. علت این کاهش سختی، متخلخل بودن ساختار داربست می‌باشد. زیرا وقتی تخلخل در مجاورت محل تاثیر ابزار تعیین کننده سختی در آزمون میکروسختی قرار گیرد، این امر منجر به کاهش در نتایج عدد سختی می‌شود.

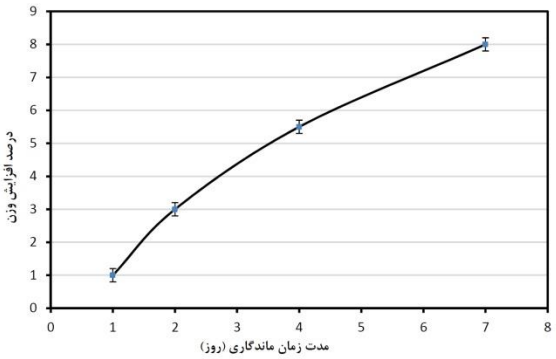
زیست تخریب پذیری و زیست فعالی. آزمون زیست تخریب پذیری برای داربست نمونه ۷ (۵۷٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت) در محلول بافر سالین بیانگر افزایش افت وزن نمونه با مدت زمان ماندگاری است، شکل (۳). به عبارتی هر چه داربست مدت زمان بیشتری در تماس با محلول باشد، یون های بیشتری از داربست جدا شده و وارد محلول می شود و به این ترتیب وزن داربست کاهش پیدا می کند. همچنین با افزایش مدت زمان ماندگاری pH محلول افزایش می یابد. با قرار گیری داربست در محلول یون‌های کلسیم و گروه هیدروکسیدی از داربست جدا شده و وارد محلول شده و باعث قلیایی کردن محلول‌ها می‌شود [24].



شکل۲ الگوی پراش پرتو اشعه ایکس، الف: داربست متخلخل هیدروکسی آپاتیت سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، ب: پودر هیدروکسی آپاتیت تف جوشی شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد و پ: مطابقت آنها با کارت استاندارد ۱۹۹۸-۰۸٤-۰۱ برای هیدروکسی آپاتیت

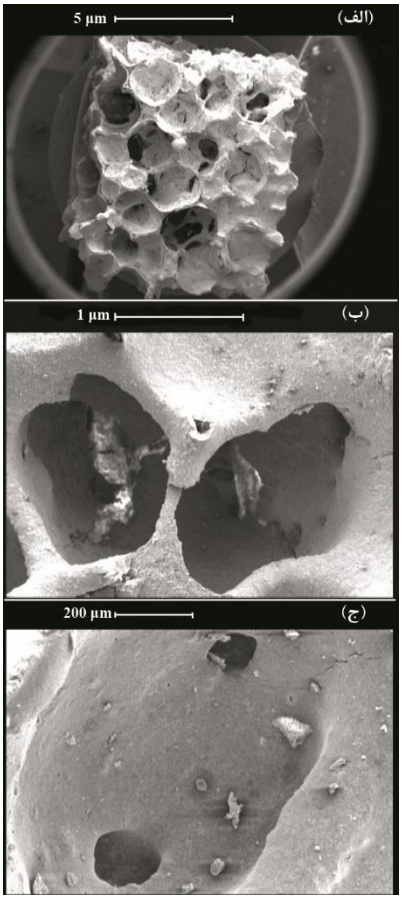


شکل۳ تغییرات درصد کاهش وزن با مدت زمان ماندگاری در آزمون زیست تخریب پذیری برای داربست نمونه ۷ (٪۵۷ وزنی هیدروکسی آپاتیت) سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد



شکل٤ تغییرات درصد افزایش وزن با مدت زمان ماندگاری در آزمون زیست سازگاری برایداربست نمونه ۹ (٪٤۹ وزنی هیدروکسی آپاتیت) سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد

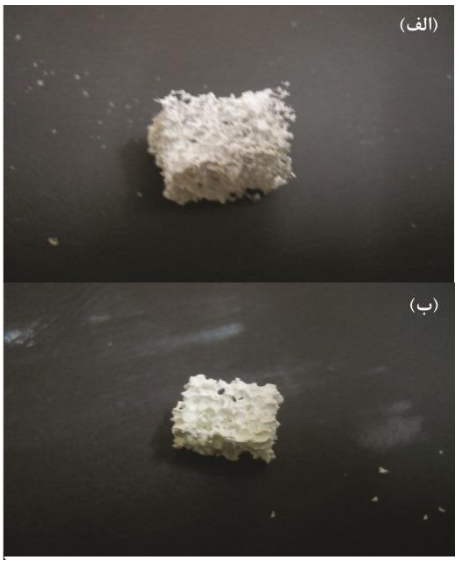
نتایج مربوط به تغییرات افزایش وزن با مدت زمان ماندگاری در محلول SBF در آزمون بررسی زیست فعالی برای داربست نمونه ۹ (٪٤۹ وزنی هیدروکسی آپاتیت)، سینترشده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد در شکل (٤) نشان داده شده است. نتایج بیانگر آن است که با قرار گیری داربست ها در محلولSBF یون های کلسیم و فسفات بر روی داربست نشسته و آپاتیت کلسیم فسفات غنی و فقیر از کلسیم بر روی سطح تشکیل می‌شود. سپس این لایه روی سطح داربست رشد کرده و با افزایش مدت زمان ماندگاری در محلول SBF، این لایه ضخیم تر شده و منجر به افزایش وزن داربست می‌شود [24].



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی. الف) ساختار فومی داربست نمونه ۷ (٪۵۷ هیدروکسی آپاتیت)، ب) تخلخل‌های ماکروسکوپی و میکروسکپی داربست نمونه ۷ (٪۵۷ وزنی هیدروکسی آپاتیت) سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، ج) تخلخل‌های میکروسکوپی داربست نمونه ۳ (٪٦۷ وزنی هیدروکسی آپاتیت) سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد

مورفولوژی. تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شده از داربست‌ها در شکل (۵) نشان داده شده و بیانگر آن است که داربست های تولید شده در این تحقیق دارای تخلخل‌های ماکروسکوپی (۲۰۰ تا ٤۰۰ میکرون) و میکروسکوپی (۲۰-۱۰۰ میکرون) می‌باشند. حضور تخلخل‌های ماکروسکوپی و میکروسکوپی در ساختار داربست استخوانی امکان رشد بافت استخوانی در داربست را فراهم آورده و منجر به بهبود روند ترمیم بافت مجاور خود می‌شود. همچنین شکل ظاهری داربست ها بعد از خارج شدن از دوغاب

و همچنین بعد از عملیات سینترینگ در ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد در شکل (٦) نشان داده شده است.



شکل ٦ الف) شکل ظاهری داربست نمونه ۷ (۵۷٪ هیدروکسی آپاتیت) بعد از خارج شدن از دوغاب، ب) بعد از عملیات سینترینگ در ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد

نتیجه گیری

در این تحقیق داربست استخوانی سرامیکی با ۵۰ ، ٦۰ و ۷۰ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت با استفاده از اسفنج پلی یورتان و با تخلخل نزدیک به استخوان طبیعی ساخته شد. نتایج به دست آمده در این تحقیق بیانگر آن است که استحکام خمشی و سختی داربست ساخته شده برای استفاده در بدن مناسب بوده و همچنین داربست ساخته شده دارای خواص زیست تخریب پذیری و زیست فعالی مناسبی می باشد. با توجه به درصد تخلخل و استحکام فشاری داربست نمونه ۱۱ (٤۷٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت) به عنوان داربست بالقوه برای ترمیم بافت استخوانی معرفی می-شود.

مراجع

۱- ربیعی م.، اعظمی، بنکدارش، "کاربرد پلیمرها در پزشکی،"انتشارات دانشگاه صنعتی امیرکبیر، (۱۳۸۷).

2- Jeffrey O., Einhorn T., Doll B., Charles S., "Bone Tissue Engineering", CRC Press, pp. 54-55, (2005).

3- Hing K.A., Best S.M., Bonefield W., "Characterization of porous hydroxyapatite", *Journal of Material Science*,Vol. 10, pp. 135-145, (1999).

4- Sikavitsas V., Temenoff J., Mikos A., "Biomaterial and bon mechano transduction", *Biomaterial*, Vol. 22, pp. 2581-2593, (2001).

5- Groeneveld E.H., Van den Bergh J.P., Holzmann P., Bruggenkate C.M., Tuinzing D.B., Burger E.H., "Mineralization processes in de-mineralized bone matrix grafts in human maxillary sinus floor elevations", *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol. 48, No. 4, pp. 393–402, (1999).

6- Hulbert S.F., Young F.A., Mathews R.S., Klawitter J.J., Talbert C.D., Stelling F.H., "Potential of ceramic materials as permanently implantable skeletal prostheses", *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol. 4, No. 3, pp. 433-456, (1970).

7- Leon C.A., "New perspectives in mercury porosimetry", *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol. 76-77, pp. 341-372, (1998).

8- Itala A.I ., Ylanen H.O., Ekholm C., Karlsson K.H., Aro H.T., "Pore diameter of more than 100 micron is not requisite for bone ingrowth in rabbits", *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol. 58, No. 6, pp. 679–683, (2001).

9- Burg K.J.L., Porter S.T., Kellam J.F., "Developments for bone tissue engineering", *Biomaterials*, Vol. 21, pp. 2347-2359, (2000).

10-Suchanek W., Yoshimura M., "Processing and properties of hydroxyapatite-based biomaterials for use as hard tissue replacement implants", *Journal of Materials Research*, Vol. 13, pp. 94-117, (1998).

11- Arita H., Castono V.M., Wilkinson D.S., "Synthesis and processing of hydroxyapatite ceramic tapes with controlled porosity", *Journal of MaterialScience*, Vol. 6, pp. 19-23, (1995).

12- Hench L., "Bioceramics: from concept to clinic", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 74, No. 7, pp. 1487-1510, (1991).

13- Sopyan I., Mel M., Ramesh S., "Porous hydroxyapatite for artificial bone applications", *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 8, pp. 116-123, (2007).

14- Queiroz A.C., Teixeira S., Santos J.D., Monteiro F.J., "Production of porous hydroxyapatite with potential for controlled drug delivery", *Advanced Materials Forum*, Vol. 455–456, pp. 358–360, (2004).

15- Swain S.K., Sarkar D., Bhattacharyya S., "Preparation of porous scaffold from hydroxyapatite powders", *Materials Science and Engineering C*, Vol. 31, pp. 1240-1244, (2011).

16- Teixeira S., Rodriguez M.A., Pena P., De Aza A.H., De Aza, S., Ferraz M.P., Monteiro F.J., "Physical characterization of hydroxyapatite porous scaffolds for tissue engineering", *Materials Science and Engineering C*, Vol. 29, pp. 1510-1514, (2009).

17-Hassna R., Ramay R., "Biphasic calcium phosphate nanocomposite porous scaffolds for load-bearing bone tissue engineering", *Journal Biomaterial*, Vol. 25, pp. 5171–5180, (2003).

18-Bahrololoom M.E., Javidi M., Javadpour S., Ma J., "Characterisation of natural hydroxyapatite extracted from bovine cortical bone ash", *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 10, pp.129-138, (2009).

19- El-Kady A.M., Saad E.A., "Synthesis of silicate glass/poly(L-lactide) composite scaffolds by freeze-extraction technique: Characterization and in vitro bioactivity evaluation", *Ceramics International*, Vol. 36, pp. 995-1009, (2010).

20- Kim H., Nirmala R., Navamathavan R., "Hydroxyapatite Mineralization on the Calcium Chloride Blended Polyurethane Nanofiber via Biomimetic Method", *Nanoscale Research Letters*, Vol. 6, pp.1-8, (2011).

21-Soon-Ho K., Youn-Ki J., Seong-Hyeon H., In-Seop L., Hyoun-He K., Ye Yeon W., "Calcium Phosphate Bioceramics with Various Porosities and Dissolution Rates", *Journal of the American*

Ceramic Society, Vol. 85, pp. 3129–3131, (2002).

22- Kaewsrichan J., Kaewsichan L., Riyapan D., Prommajan P., "Effects of sintering temperatures on micro-morphology, mechanical properties, and bioactivity of bone scaffolds containing calcium silicate", *Journal of the Science Asia*, Vol. 37, pp. 240-246, (2011).

23- Hench L., Wilson J., "An introduction to bioceramics", *World scientific*, Singapore, pp. 1-24, (1993).

24- Xu L., Xiong Z., Yang D., Zhang L.F., Chang J., Xiong C.D., "Preparation and in vitro degradation of novel bioactive polylactide/wollastonite scaffolds", *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 114, pp. 3396-3406, (2009).

25- Martinez A.B., Carbajal J., Moller A., Esparza H.E., Espinosa M.A., "Study of bioactivity, biodegradability and mechanical properties of polyurethane/nano-hydroxyapatite hybrid composites", *Journal of the Physical Sciences*, Vol. 6, pp. 6681-6691, (2011).

تاثیر حجم فاز مایع روی توزیع نانولوله کربنی در زمینه مس–کروم در فرآیند آسیاکاری گلوله‌ای تر*

مریم مسرور[۱] سعید شیبانی[۲] ابوالقاسم عطائی[۳]

چکیده

پودر نانوکامپوزیت مس- ۱٪ کروم- ۵٪ نانولوله کربنی در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری و در دو حجم متفاوت از فاز مایع تولید گردید. تحولات ساختاری و تشکیل محلول جامد توسط طیف‌سنج پراش پرتو ایکس و تغییرات میکروساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. همچنین خواص مکانیکی نمونه‌ها با روش میکروسختی‌سنجی ارزیابی شد. میانگین اندازه کریستالیت‌ها بسته به شرایط آسیاکاری و حجم فاز مایع در محدوده‌ی ۹۴-٤٤ نانومتر به دست آمد. آسیاکاری تر در سطوح انرژی بالاتر و حجم فاز مایع کمتر ۱۰ میلی‌لیتر، روشی موثر در تولید نانوکامپوزیت زمینه مس با توزیع بهینه نانولوله‌های کربنی و کمترین آسیب وارد شده به آنها است. سختی حداکثر ۸۸ ویکرز در این شرایط بهینه به دست آمد.

واژه‌های کلیدی آسیاکاری تر، نانولوله کربنی، مس، نانوکامپوزیت

Pool Volume Influence on Carbon Nanotube Dispersion in Cu-Cr Matrix by Wet Ball Milling

M. Masroor S. Sheibani A. Ataie

Abstract

In this paper, the production of Cu-1wt%Cr-5wt%CNT nano-composites by wet milling process at three different levels of milling energy and two different pool volumes was investigated. The structural evolution and solid solution formation were evaluated by X-ray diffraction technique. The microstructure was characterized by scanning electron microscopy. The mechanical properties were also investigated by microhardness testing. The mean crystallite size was in the range of 44-94 nm depending on pool volume of milling medium and milling energy. It was found that wet milling at higher levels of milling energy and lower pool volumes of 10 ml can be a beneficial method of producing the nano-composite with the least damage introduction on homogeneously dispersed carbon nanotubes. Maximum hardness of 88 HV was obtained under optimum conditions.

Key Words Wet milling, Carbon Nanotube, Copper, Nano-Composite.

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹٤/۵/۲۱ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/۱/۳۱ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

(۲) نویسنده مسئول استادیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

Email: ssheibani@ut.ac.ir

(۳) استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.49072

مقدمه

کامپوزیت‌های هیبریدی زمینه مس تقویت شده با ذرات سرامیکی و فلزی در سال‌های اخیر توجه پژوهشگران را به دلیل ویژگی‌های قابل توجه‌شان از جمله، خواص مکانیکی مناسب، هدایت الکتریکی و حرارتی بالا به خود جلب نموده‌اند. در این میان کامپوزیت مس-کروم یک کامپوزیت درجا محسوب می‌شود. با این حال کروم در زمینه مس به دلیل گرمای اختلاط مثبت، حد حلالیت اندکی دارد که این پدیده منجر به تولید محلول جامد فوق اشباع مس-کروم می‌گردد [1-3]. از سوی دیگر نانولوله‌های کربنی (Carbon Nanotubes) به دلیل ویژگی‌های منحصر به فرد انتخاب مناسبی برای استفاده در کامپوزیت‌های زمینه فلزی، پلیمری و سرامیکی به حساب می‌آیند. به طور مثال، مدول الاستیک این مواد تا ۱/۲ تراپاسکال گزارش شده است، که قابل مقایسه با مدول الماس است و همچنین استحکامی در حدود ۱۰-۱۰۰۰ برابر فولادهای با استحکام بالا دارند [4]. تاکنون اغلب پژوهش‌هایی که بر روی کامپوزیت‌های تقویت شده با نانولوله‌های کربنی صورت گرفته است، بر روی کامپوزیت‌های زمینه پلیمری و سرامیکی بوده و پژوهش‌های اندکی بر روی کامپوزیت‌های زمینه‌فلزی تقویت شده با این مواد صورت گرفته است. علت این امر را می‌توان دشواری در توزیع یکنواخت نانولوله‌ها در زمینه فلزی دانست. زیرا این مواد به دلیل پیوند ضعیف‌شان با زمینه فلزی و همچنین اختلاف در چگالی با زمینه، تمایل به کلوخه‌ای شدن (Agglomeration) دارند [5]. در سال‌های اخیر تعدادی پژوهش بر روی توزیع نانولوله‌ها در زمینه مس به روش‌های متفاوت صورت گرفته است. یانگ و همکارانش [6] نانوکامپوزیت زمینه مس تقویت شده با نانولوله‌ها را به روش اختلاط در سطح مولکولی تولید کردند و نشان دادند که نانولوله‌ها در زمینه مس توزیع یکنواختی دارند. سای و همکارانش [7] کامپوزیت مس-نانولوله کربنی را با روش منحصر به فردی از فشرده‌سازی پودر و پیچش تحت فشار بالا (High Pressure Torsion) تولید کردند و نشان دادند که حضور نانولوله‌ها نقش اساسی در خواص مکانیکی کامپوزیت ایفا می‌کند. علاوه بر حضور نانولوله‌ها به عنوان تقویت‌کننده، این امکان نیز وجود دارد که با بکاربردن عنصر دیگر مانند کروم به عنوان عنصر آلیاژی و تشکیل دهنده رسوب فلزی کامپوزیت هیبریدی تولید کرد. ضمنا حضور عنصر آلیاژی، فصل مشترک مس و نانولوله‌ها را بهبود بخشید. چو و همکارانش [8] کامپوزیت مس-کروم - نانولوله کربنی را تولید کرده و نشان دادند که تشکیل لایه‌ی کاربیدی کروم در فصل مشترک مس و نانولوله‌های کربنی باعث بهبود این فصل مشترک می‌شود.

در میان روش‌های متفاوت تولید نانوکامپوزیت‌ها، آسیاکاری مکانیکی روشی ساده و کم هزینه است. از سوی دیگر این روش قابلیت تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با نانولوله‌های کربنی با توزیع مناسب را دارد [7,9,10]. در مقابل این ویژگی‌های روش آسیاکاری مکانیکی، آگلومره شدن و آسیب‌های وارده به نانولوله‌ها حین این فرآیند، مورفولوژی و خواص مکانیکی و فیزیکی آنها را تحت تاثیر قرار می‌دهد [11,12]. آسیاکاری تر و روش‌های عامل‌دار کردن از جمله روش‌های دیگری هستند که به منظور توزیع بهینه نانولوله‌ها در زمینه مورد استفاده قرار می‌گیرند [13,14]. با این حال روش‌های عامل‌دار کردن نیاز به دانش بالایی از شیمی سطحی نانولوله‌ها دارد و در مقایسه با آسیاکاری در محیط تر روش زمان‌بری است. ستوده‌نیا و همکارانش [15] با افزودن نانولوله‌ها به زمینه فلزی آهن و انجام آسیاکاری تر نشان دادند که در حضور فاز مایع نانولوله‌ها به صورت همگنی در ساختار توزیع شده‌اند، که این امر موجب بهبود خواص کامپوزیت می‌گردد. همچنین ژو و همکارانش [16] توانستند نانولوله‌های کربنی را به صورت یکنواخت در زمینه آنتیموان در حضور فاز مایع استون به کمک آسیاکاری تر توزیع

کنند. با توجه به مطالعات انجام شده دیده شده است که پژوهش‌های اندکی در مورد روش آسیاکاری تر به منظور بهبود توزیع نانولوله‌های کربنی صورت گرفته است، اما پژوهشی که تاثیر میزان فاز مایع را بر روی نحوه‌ی توزیع نانولوله‌های کربنی در روش آسیاکاری تر نشان دهد گزارش نشده است. در این پژوهش نانوکامپوزیت زمینه مس حاوی ۱ درصد وزنی کروم و ۵ درصد وزنی نانولوله کربنی به روش آسیاکاری تر، در حضور اتانول به عنوان فاز مایع در دو میزان متفاوت تولید شد. تاثیر میزان اتانول در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری بر نحوه‌ی توزیع نانولوله‌های کربنی و خواص مکانیکی کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفته است.

روش انجام آزمایش

مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش شامل، پودر مس (٪۹۹/۵، اندازه ذرات بیش از ۷۵ میکرون)، پودر کروم (٪۹۹/۵، اندازه ذرات بیش از ۷۵ میکرون) و نانولوله‌ی کربنی چند دیواره (طول حدود ۱۰ میکرون، قطر حدود ۱۰-۳۰ نانومتر) با خلوص ۹۰٪ است. نانولوله‌ها ابتدا به مدت ۹۰ دقیقه اولتراسونیک شده تا آگلومره‌های اولیه از بین برود. مدل دستگاه التراسونیک مورد استفاده UltraVGT-17300TV با فرکانس ٤٠ کیلوهرتز و توان مصرفی ۱۲۰ وات بوده است. در مرحله اول آلیاژ زمینه مس – کروم به صورت محلول جامد تهیه شد. بدین منظور مخلوط پودر مس و کروم به کمک آسیای سیاره‌ای پرانرژی (مدل PM2400) در محفظه‌ی فولادی، تحت گاز آرگون به منظور جلوگیری از اکسیداسیون و با حضور ۱٪ وزنی تولوئن به عنوان عامل کنترل کننده فرآیند، آسیا شدند. نسبت وزنی گلوله به پودر برابر ۳۰ به ۱ و سرعت چرخش دستگاه ۳۰۰ دور بر دقیقه تنظیم شدند. در مرحله اول آسیاکاری تا ۳۰ ساعت ادامه یافت و با استفاده از نتایج بدست آمده از پراش اشعه ایکس نمونه‌ی پودری، ۲۰ ساعت به عنوان زمان کافی به منظور رسیدن به شرایط پایدار تشکیل محلول جامد مس- کروم انتخاب شد.

در مرحله‌ی دوم محلول جامد مس-کروم به همراه ۵ ٪ وزنی نانولوله کربنی به مدت ۵ ساعت در حضور ۱۰ و ۲۵ میلی‌لیتر اتانول تحت آسیاکاری تر قرار گرفت. شایان ذکر است که شرایط آسیاکاری در مرحله دوم در سه سطح متفاوت از شدت انرژی انجام گرفت تا اثر همزمان میزان فاز مایع و شدت آسیاکاری بر توزیع نانو لوله‌ها مورد بررسی قرار گیرد. پس از پایان فرآیند آسیاکاری، نمونه لجن مانند حاصل بر روی صفحه‌ی داغ (Hot Plate) تا دمای ۸۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شد تا الکل تبخیر شود. انواع نمونه تولید شده به تفکیک شرایط تولید در جدول (۱) خلاصه شده است.

جدول ۱ نمونه‌های تولید شده تحت شرایط متفاوت شدت آسیاکاری و میزان فاز مایع

نمونه	سرعت چرخش (دور بر دقیقه)	نسبت وزنی گلوله به پودر	حجم فاز مایع (میلی‌لیتر)
WM1	۲۰۰	۱۰	۱۰
WM2	۲۰۰	۱۰	۲۵
WM3	۳۰۰	۱۰	۱۰
WM4	۳۰۰	۱۰	۲۵
WM5	۳۰۰	۳۰	۱۰
WM6	۳۰۰	۳۰	۲۵

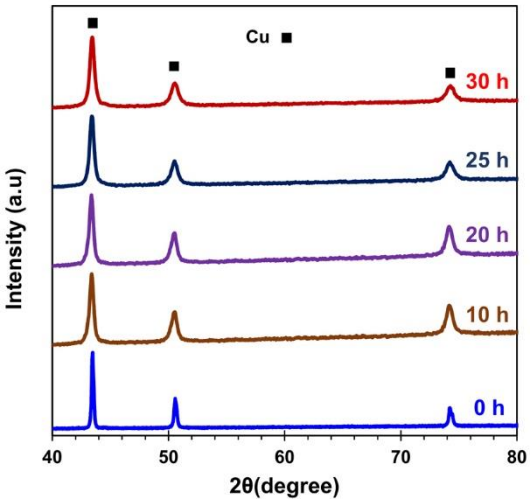
تغییرات ساختاری در پودرها حین آسیاکاری توسط دستگاه پراش اشعه ایکس (X-Ray Diffraction, XRD) (Philips PW3170) با اشعه $Cu\text{-}K_\alpha$ مورد بررسی قرار گرفت. پارامتر شبکه مس مربوط به نمونه‌های پودری با توجه به میزان انتقال پیک‌های مس در الگوهای پراش پرتو ایکس محاسبه گردید [1]. همچنین میانگین اندازه کریستالیت نیز توسط نمودار ویلیامسون-هال (Williamson-Hall) بدست آمد [16]. میکروساختار نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبش میدانی (Scanning Electron

(Microscopy, SEM) (Camscan MV2300) مورد بررسی قرار گرفت. به منظور بررسی میکروسختی نمونه‌ها، دستگاه WOLPERT-WERKE GMBH D-6700 استفاده شد. به این منظور ابتدا پودرها مانت و سپس پولیش شدند. اندازه‌گیری میکروسختی برای ۱۰ نقطه‌ی متفاوت از نمونه‌ها تحت بار ۱۰۰ گرم و به مدت ۱۵ ثانیه صورت گرفت. همچنین سطوح شدت انرژی آسیاکاری بنابر پارامترهای آسیاکاری و مطابق با مدل برخورد [17-19] به سه سطح انرژی کم (سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱)، متوسط (سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱) و زیاد (سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۳۰ به ۱) تقسیم‌بندی شدند.

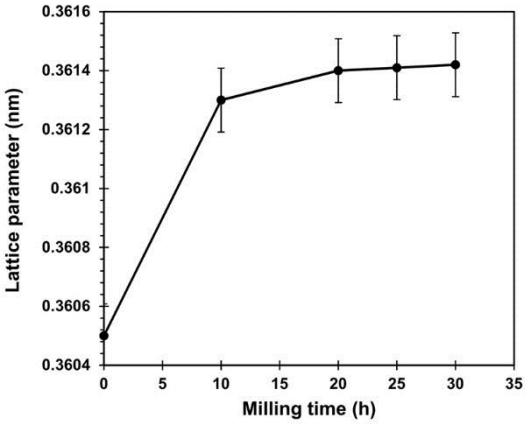
نتایج و بحث

نتایج ساختاری: شکل (۱) الگوهای پراش پرتو ایکس مخلوط پودری مس همراه با ۱ درصد کروم آسیا شده برای مدت زمان تا ۳۰ ساعت را نشان می‌دهد. ملاحظه می‌شود که با گذشت زمان آسیاکاری پیک‌های مربوط به مس با افزایش زمان آسیاکاری پهن‌تر می‌شوند. دلیل این امر را می‌توان به تغییرشکل پیوسته پودرها حین آسیاکاری ارتباط داد که باعث ایجاد عیوب ساختاری می‌شود. علاوه بر این پیک‌ها به سمت زوایای کمتر جابجا شده‌اند، که دلیل این امر را می‌توان افزایش پارامتر شبکه‌ی مس دانست [20].

به منظور بررسی زمان انحلال ۱ درصد وزنی کروم در شبکه‌ی مس و تشکیل شدن محلول جامد مس – کروم، پارامتر شبکه مس از الگوهای پراش پرتو ایکس محاسبه شده است. شکل (۲) تغییرات پارامتر شبکه مس بر حسب زمان آسیاکاری را نشان می‌دهد. افزایش قابل توجه پارامتر شبکه تا ۲۰ ساعت آسیاکاری و عدم تغییر محسوس پس از ۲۰ ساعت نشان می‌دهد که، محلول جامد در مدت زمان حدود ۲۰ ساعت تشکیل شده است. از طرف دیگر به منظور اطمینان از انحلال کامل ۱ درصد وزنی کروم، پارامتر شبکه نهایی مس آسیا شده به مدت ۲۰ ساعت با پارامتر شبکه محلول جامد مس – ۱ درصد وزنی کروم تهیه شده از انجماد سریع [1] مقایسه شده و ملاحظه شد که مطابقت کافی بین پارامترهای شبکه وجود دارد.



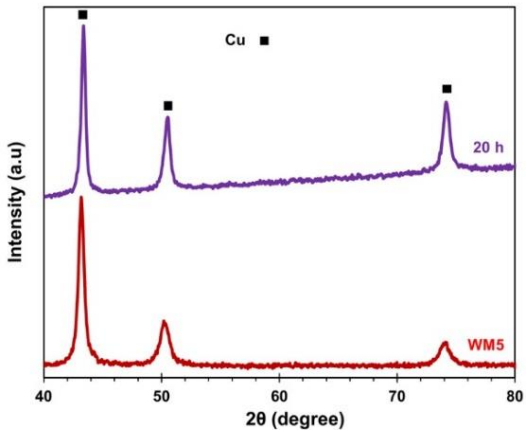
شکل ۱ الگوهای پراش پرتو ایکس مخلوط پودری نمونه مس– ۱ درصد وزنی کروم برحسب زمان آسیاکاری



شکل ۲ پارامتر شبکه مس بر حسب زمان آسیاکاری

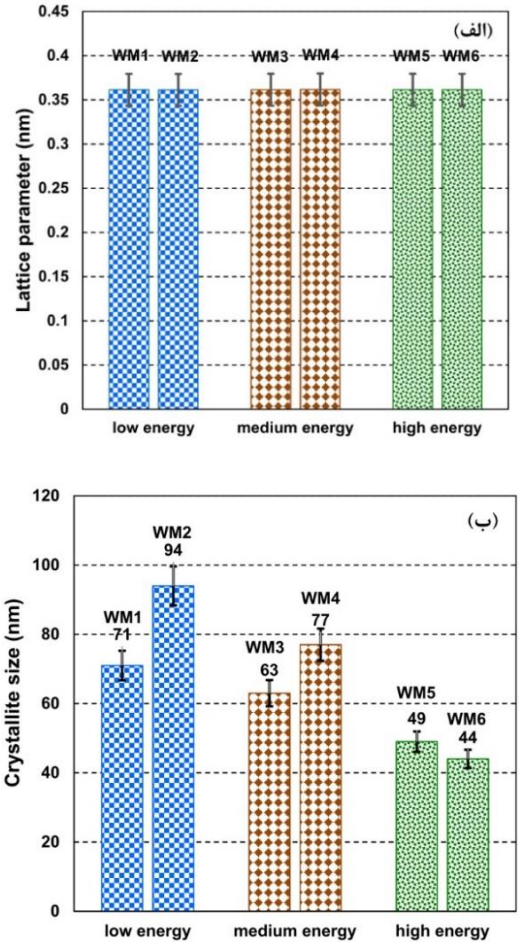
بنابر نتایج به دست آمده از شکل (۲)، آلیاژ محلول جامد مس – ۱ درصد وزنی کروم تهیه شده پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری پودر به عنوان آلیاژ زمینه به منظور افزودن ۵ درصد وزنی نانولوله کربنی در نظر گرفته شد. آسیاکاری در حضور ۱۰ و ۲۰ میلی لیتر اتانول تا ۵

ساعت دیگر ادامه پیدا کرد. به منظور بررسی تغییرات ساختاری ناشی از آسیاکاری تر، الگوهای پراش پرتو ایکس یکی از نمونه‌ها (WM5) در مقایسه با نمونه‌ی ۲۰ ساعت آسیا شده در شکل (۳) نشان داده شده است. لازم به ذکر است با توجه به تشابه الگوی پراش نمونه‌های آسیاکاری تر شده تحت شرایط متفاوت، تنها الگوی پراش نمونه‌ی WM5 به عنوان نمونه در شکل (۳) مقایسه شده است. ملاحظه می‌شود که آسیاکاری تر پودر آلیاژی زمینه با نانولوله‌ها تاثیر قابل توجهی بر تغییرات ساختاری نمونه نداشته است. لازم به ذکر است، علت مشاهده نشدن پیک‌های مربوط به کروم و نانولوله کربنی، عدم توانایی روش پراش اشعه ایکس در تشخیص عناصر با درصد وزنی کم است. ضمنا ریز بودن اندازه نانولوله‌های کربنی و قرارگیری آنها در زمینه مس هم دلیل دیگری مبنی بر عدم مشاهده پیک آنها است [21].



شکل ۳ مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس نمونه WM5 در مقایسه با نمونه‌ی ۲۰ ساعت آسیا شده

به منظور بررسی‌های بیشتر بر روی اثر همزمان شرایط آسیاکاری و میزان فاز مایع بر توزیع نانولوله‌ها در زمینه نانوکامپوزیت، پارامتر شبکه و اندازه کریستالیت‌ها بر حسب سطوح مختلف شدت انرژی آسیاکاری در شکل (٤) مقایسه شده‌اند. شکل (٤-الف) نشان می‌دهد که پارامترهای شبکه تقریباً برابرند و در حدود ۰/۳٦۱۵ نانومتر است. لذا ۵ ساعت آسیاکاری تر با حضور نانولوله‌های کربنی تاثیری بر حلالیت کروم در مس ندارد.



شکل ٤ الف) تغییر پارامتر شبکه مس و ب) میانگین اندازه کریستالیت‌ها بر اساس سطوح مختلف شدت انرژی آسیاکاری

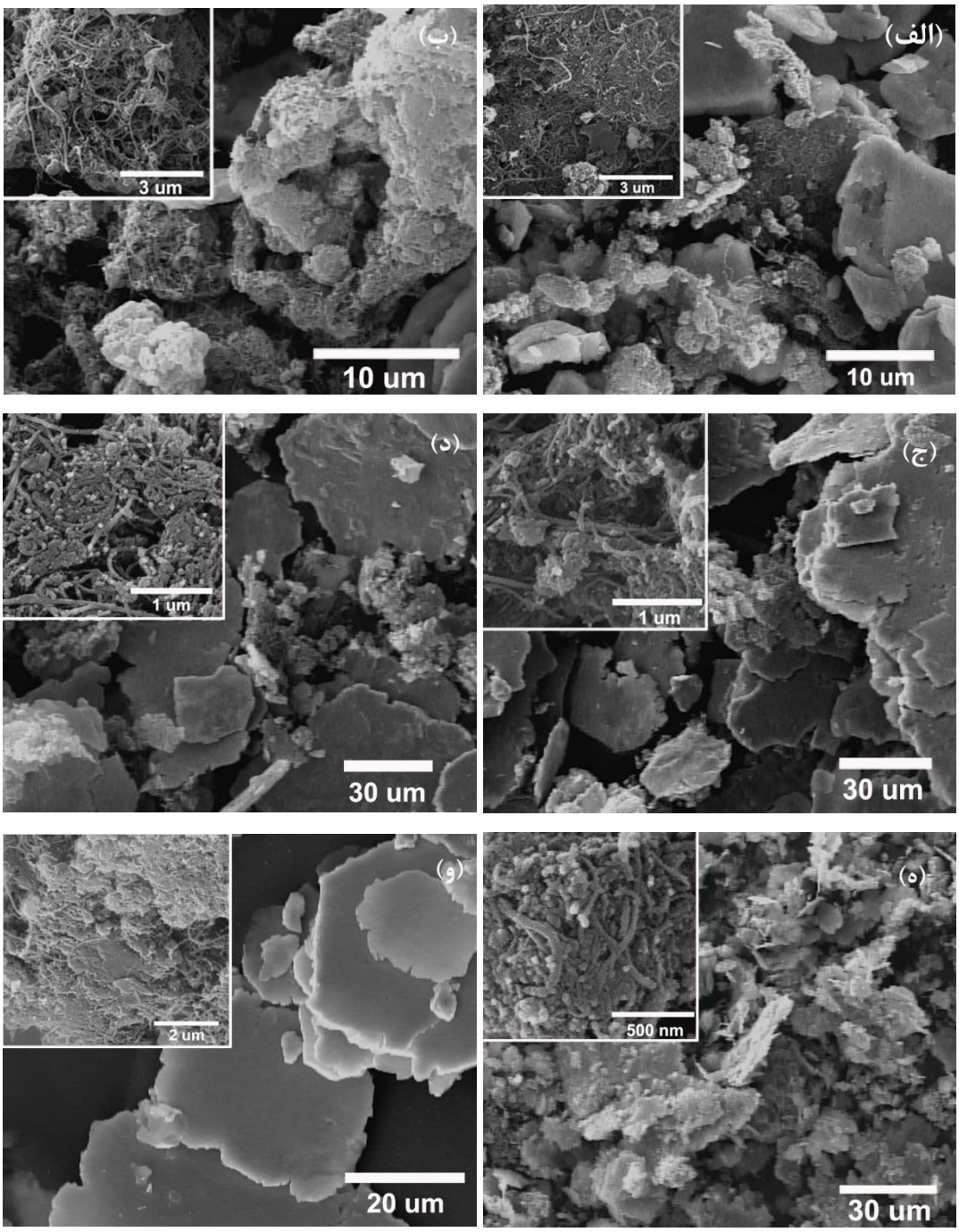
با توجه به شکل (٤ – ب) می‌توان مشاهده کرد که به طور کلی با افزایش شدت انرژی آسیاکاری، اندازه کریستالیت‌ها کاهش یافته است. دلیل این موضوع به صرف شدن انرژی مکانیکی آسیاکاری به صورت عیوب شبکه‌ای مانند مرزدانه‌ها و نابجایی‌ها در ساختار ماده مربوط می‌شود که کاهش اندازه کریستالیت‌ها را به دنبال دارد [20]. همچنین حضور نانولوله کربنی می‌تواند یکی از عوامل موثر بر کاهش اندازه کریستالیت‌ها باشد. در بررسی قبلی انجام شده [22]،

رفتاری مشابه مشاهده شده است.

از طرف دیگر در آسیاکاری تر، تاثیر حجم فاز مایع روی اندازه کریستالیت با افزایش شدت انرژی آسیاکاری کاهش می‌یابد. به عبارت دیگر در سطوح شدت انرژی آسیاکاری کم و متوسط، اندازه کریستالیت‌ها پس از ۵ ساعت آسیاکاری با حضور فاز مایع بیشتر (۲۵ میلی‌لیتر) نسبت به فاز مایع کمتر (۱۰ میلی‌لیتر) افزایش یافته است. علت احتمالا به انتقال انرژی کمتر از سیستم آسیاکاری مکانیکی (حاصل از برخورد گلوله‌ها) به مخلوط پودری با حضور حجم زیاد اتانول مربوط می‌شود. با این حال در شرایط آسیاکاری با شدت انرژی بیشتر، اندازه کریستالیت پس از ۵ ساعت آسیاکاری با حضور فاز مایع زیاد (۲۵ میلی‌لیتر) و کم (۱۰ میلی‌لیتر) تفاوت قابل ملاحظه‌ای نشان نمی‌دهد و احتمالا در شرایط آسیاکاری با شدت زیاد، انرژی مکانیکی منتقل شده به مخلوط پودر در دو حالت تفاوت چندانی نداشته است.

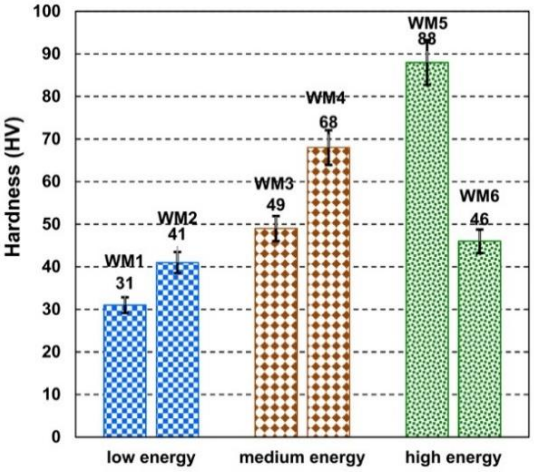
نتایج میکروسکوپی به منظور ارزیابی اثر شرایط آسیاکاری تر روی میکروساختار، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های آسیاکاری شده تحت شرایط مختلف در شکل (۵) نشان داده شده است.

شکل‌های (۵- الف و ۵- ب) مربوط به نمونه‌های آسیاکاری شده در سطح انرژی آسیاکاری کم هستند. همان‌طور که از مورفولوژی نمونه WM1 در شکل (۵- الف) مشخص است، این شرایط آسیاکاری با انرژی کم برای توزیع نانولوله‌ها در ساختار زمینه کافی نیست. شکل (۵- ب) نیز همین موضوع برای نمونه WM2 که با حجم اتانول بیشتری آسیا شده را نشان می‌دهد. با این وجود حجم بیشتر فاز مایع (۲۵ میلی‌لیتر) حین آسیاکاری سبب شده آسیب کمتری به نانولوله وارد شود. شکل‌های (۵-ج) و (۵-د) به ترتیب مربوط به نمونه‌های WM3 و WM4 آسیا شده در سطح انرژی متوسط هستند. با توجه به اعمال شدت انرژی آسیاکاری بیشتر در این حالت، به نظر می‌رسد نانولوله‌ها بهتر داخل ساختار آلیاژ زمینه قرار گرفته‌اند. با این حال هنوز در مناطقی از نمونه نانولوله‌های کلوخه‌ای شده مشاهده می‌شود. شکل‌های (۵- ه) و (۵- و) به ترتیب مربوط به نمونه‌های WM5 و WM6 آسیا شده در سطوح شدت انرژی آسیاکاری زیاد هستند. همان‌طور که در شکل (۵-ه) دیده می‌شود در مقایسه با حالت انرژی کم و متوسط، توزیع مطلوبی از نانولوله‌ها در میان آلیاژ زمینه به دست آمده است. با این حال مشابه نمونه‌های WM2 و WM4 با آسیاکاری در حجم اتانول بیشتر، علی‌رغم آسیب‌دیدگی کمتر نانولوله‌ها، کلوخه‌ای شدن آنها در مناطقی از شکل (۵- و) هم دیده می‌شود. بنابراین برای آسیاکاری تر، در سطوح انرژی آسیاکاری زیاد و حجم فاز مایع کمتر، توزیع و قرارگیری بهینه نانولوله‌ها در ساختار را به دنبال دارد. ضمن آنکه آسیب دیدگی قابل توجهی هم به نانولوله‌ها وارد نشده است. به طور کلی، توزیع بهتر نانولوله‌ها در حجم اتانول کمتر تنها در سطح انرژی زیاد دیده شده است. دلیل این امر احتمالا کافی بودن انرژی آسیاکاری در این سطح انرژی به منظور توزیع نانولوله‌ها است. در واقع در سطوح انرژی کم و متوسط، حجم اتانول بیشتر می‌تواند به توزیع بهتر نانولوله¬ها کمک کند. با این حال در سطوح انرژی بالاتر، نقش اتانول در توزیع نانولوله‌ها کمتر شده و روی جلوگیری از آسیب‌دیدگی نانولوله‌ها موثرتر خواهد بود.



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های الف) WM1، ب) WM2، ج) WM3، د) WM4، ه) WM5 و و) WM6

نتایج میکروسختی میکروسختی نمونه‌های مختلف در شکل (٦) مقایسه شده است. همچنین برای مقایسه بهتر، متوسط سختی مربوط به ذرات آلیاژی آسیاکاری شده بدون نانولوله کربنی حدود ۲۳ HV بوده است. همان‌طور که دیده می‌شود با افزایش شدت انرژی آسیاکاری میزان سختی افزایش یافته است. این رفتار افزایشی به نتایج قبلی بیان شده یعنی روند کاهشی اندازه کریستالیت، توزیع بهتر نانولوله‌ها و همچنین کارسختی حاصل از افزایش سطح انرژی آسیاکاری مربوط است.



شکل ٦ مقایسه میکروسختی نمونه‌های مختلف

موضوع دیگر در ارتباط با شرایط آسیاکاری با شدت انرژی کم و متوسط، سختی بیشتر نمونه‌های آسیا شده در حجم اتانول ۲۵ میلی‌لیتر (WM1 و WM3) نسبت به حجم اتانول ۱۰ میلی‌لیتر (WM2 و WM4) است. علت این موضوع احتمالا به آسیب کمتر وارد شده به نانولوله‌ها در شرایط آسیاکاری در حجم محلول بیشتر مربوط می‌شود. نکته قابل توجه در شکل (٦) در مورد نتایج مربوط به شرایط آسیاکاری با شدت انرژی زیاد است که رفتاری معکوس دیده می‌شود. زیرا علی‌رغم تفاوت نه چندان زیاد اندازه کریستالیت در این حالت برای آسیاکاری در حجم اتانول کم و زیاد (نمونه‌های WM5 و WM6 در شکل ٤-ب) اما سختی نمونه WM5 که در حجم اتانول کمتر آسیا شده حدود دو برابر نمونه WM6 است که در حجم محلول زیاد آسیا شده است. علت این موضوع را می‌توان به توزیع بسیار بهتر و مطلوب نانولوله‌های کربنی در نمونه WM6 مربوط دانست که در شکل (۵- ه) دیده شد. لذا می‌توان نتیجه گرفت که علاوه بر تاثیر اندازه کریستالیت و میزان آسیب‌دیدگی روی سختی، نحوه توزیع نانولوله‌ها می‌تواند سهم قابل توجهی در سختی نمونه‌ها داشته باشد. لذا در شرایط آسیاکاری تر با شدت انرژی زیاد و حجم اتانول ۱۰ میلی‌لیتر، نقش توزیع بهینه نانولوله‌ها اهمیت بیشتری پیدا کرده است.

نتیجه‌گیری

پودر نانوکامپوزیت مس- ۱٪ کروم- ۵٪ نانولوله‌کربنی در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری و در دو حجم اتانول ۱۰ و ۲۵ میلی‌لیتر به عنوان فاز مایع تحت آسیاکاری تر، تولید شد. دیده شد که با تغییر شدت آسیاکاری میزان اتانول، پارامتر شبکه نمونه‌های کامپوزیتی تقریبا برابر هستند. در صورتی که میانگین اندازه کریستالیت‌ها یکسان نیست. در سطوح انرژی کم و متوسط، با افزایش میزان فاز مایع و در واقع کاهش انرژی مکانیکی منتقل شده به مخلوط پودری میانگین اندازه کریستالیت‌ها کاهش یافته است. طبق نتایج بدست آمده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، با افزایش شدت انرژی آسیاکاری در حجم فاز مایع کمتر، توزیع یکنواخت‌تری از نانولوله‌ها در زمینه آلیاژی به دست می‌آید. همچنین نتایج آزمون میکروسختی نشان داد که در سطوح انرژی بالاتر به دلیل کافی بودن انرژی لازم برای توزیع نانولوله‌ها، در مقادیر کمتری از فاز مایع می‌توان به سختی بالا دست یافت. به طور کلی آسیاکاری تر با شرایط کنترل شده روشی مناسب به منظور بهبود توزیع یکنواخت نانولوله‌های کربنی در زمینه فلزی مس و همچنین با حداقل آسیب به نانولوله‌های کربنی است.

مراجع

1. Correia J., Davies H.C., Sellars C.M., "Strengthening in rapidly solidified age hardened Cu-Cr and Cu-Cr-Zr alloys", *Acta Materialia*, Vol. 45, No. 1, pp. 177-190, (1997).

2. Jin Y., Adachi K., Takeuchi T., Suzuki H.G., "Ageing characteristics of Cu–Cr in situ composite", *Materials Science*, Vol. 33, pp. 1333–1341, (1998).
3. Gao N., Huttunen-Saarivirta E., Tiainen T., Hemmila M., "Influence of prior deformation on the age hardening of a phosphorus-containing Cu-0.61 wt.% Cr alloy", *Mateials Science and Engineering A*, Vol. 342, pp. 270–278, (2003).
4. Akbarpour M.R., Salahi E., Alikhani Hesari F., Simchi A., Kim H.S., "Fabrication, characterization and mechanical properties of hybrid composites of copper using the nanoparticulates of SiC and carbon nanotubes", *Materials science and engineering A*, Vol. 572, pp. 83-90, (2013).
5. Cho S., Kikuchi K., Kawasaki A., "On the role of amorphous intergranular and interfacial layers in the thermal conductivity of a multi-walled carbon nanotube–copper matrix composite", *Acta Materialia*, Vol. 60, No. 2, pp. 726-736, (2012).
6. Kim K., Eckert J., Liu G., Prak J., Lim B., Hong S., "Influence of embedded-carbon nanotubes on the thermal properties of copper matrix nanocomposites processed by molecular-level mixing", *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 2, pp. 181-184, (2011).
7. Tsai P.C., Jeng Y.R., "Experimental and numerical investigation into the effect of carbon nanotube buckling on the reinforcement of CNT/Cu composites", *Composites Science and Technology*, Vol. 79, pp. 28-34, (2013).
8. Chu K., Jia C., Jiang L.K., Li W., "Improvement of interface and mechanical properties in carbon nanotube reinforced Cu–Cr matrix composite", *Materials & Design*, Vol. 45, pp. 407-411, (2013).
9. Kim B., Oh S., Yun H., Ki J., Kim C., Baik S., Lim B., "Synthesis of Cu–CNT Nanocomposite Powder by Ball Milling", *Nanoscience and nanotechnology*, Vol. 9, No. 12, pp.7393-7397, (2009).
10. Yadav T.P., Yadav R.M., Singh D.P., "Mechanical milling: a top down approach for the synthesis of nanomaterials and nanocomposites", *Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 2, No. 3, pp. 22-48, (2012).
11. Zhang S., Yuhua C., Bin W., Song R., Song H., Zhou J., Chen X., Liu J., Cao L., "Control of graphitization degree and defects of carbon blacks through ball-milling", *RSC Advances*, Vol. 4, No. 1, pp. 505-509, (2014).
12. Tao Z., Geng H., Yu K., Yang Z., Wang Y., "Effects of high-energy ball milling on the morphology and the field emission property of multi-walled carbon nanotubes", *Materials Letters*, Vol. 58, No. 27, pp. 3410-3413, (2004).
13. Zhou X., Dai Z., Bao J., Guo Y., "Wet milled synthesis of a Sb/MWCNT nanocomposite for improved sodium storage", *Materials Chemistry A*, Vol. 1, No. 44, pp. 13727-13731, (2013).
14. Ozkan A., Yekeler M., Calkaya M., "Kinetics of fine wet grinding of zeolite in a steel ball mill in comparison to dry grinding", *Mineral Processing*, Vol. 90, No. 1, pp.67-73, (2009).

15. Sotoudehnia M.M., Paúl A., "Dispersion of carbon nanotubes in iron by wet processing for the preparation of iron–carbon nanotube composites", *Powder Technology*, Vol. 258, pp. 1-5, (2014).
16. Williamson G., Hall W., "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram", *Acta metallurgica*, Vol. 1, No. 1, pp. 22-31, (1953).
17. Burgio N., Iasonna A., Magini M., Martelli S., Padella F., "Mechanical alloying of the Fe_Zr system Correlation between input energy and end products", *Il Nuovo Cimento D*, Vol. 13, pp. 459-476, (1991).
18. Magini M., Iasonna A., Padella F., "Ball milling: an experimental support to the energy transfer evaluated by the collision model", *Scripta Materialia*, Vol. 34, pp. 13-19, (1996).
19. Murty B., Mohan Rao M., Ranganathan S., "Milling maps and amorphization during mechanical alloying", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 43, pp. 2443-2450, (1995).
20. Suryanarayana C., "Mechanical alloying and milling", *CRC Press Publication*, (2004).
21. Guinier A., Dexter D.L., "X-Ray Studies of Materials", *Interscience Publishers*, (1963).
22. Wang L., Choi H., Myoung J.M., Lee W., "Mechanical alloying of multi-walled carbon nanotubes and aluminium powders for the preparation of carbon/metal composites", *Carbon*, Vol. 47, pp. 3427-3433, (2009).

weakened in the highest level of milling energy. FESEM images showed that wet milling at high levels of milling energy and less pool volume can be considered as the most efficient way to reach perfectly embedded CNTs. This result can be attributed to the fact that this level of milling energy is sufficient for dispersing of CNTs. Indeed, at low and medium levels of milling energy, higher pool volume can guarantee the dispersion of CNTs, but at higher levels of milling energy the effect of pool volume is weakened and it can be more effective on having less damaged imbedded CNTs in the composite matrix.

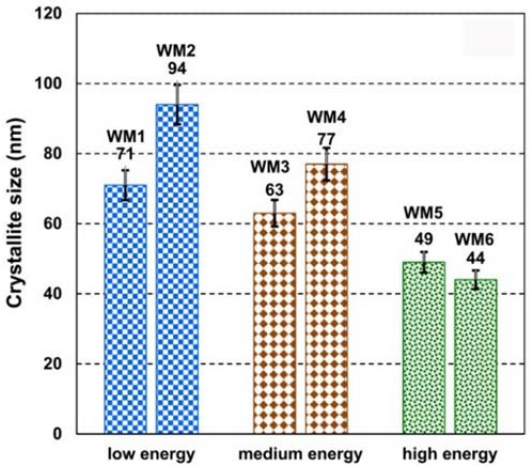


Fig. 1 Changes of crystallite size as function of milling energy for different samples

Fig. 2 shows the FESEM image of WM5 sample with the best dispersion of minimum damaged CNTs in comparison to other samples with different milling conditions.

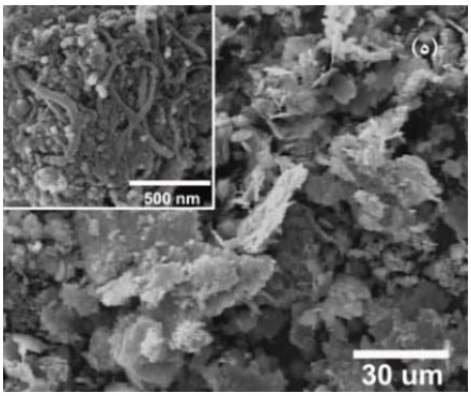


Fig 2 FESEM image of WM5 sample

The results of microhardness test (Fig. 3) corresponds to other results and the microhardness result verifies the best dispersion of CNTs in WM5 sample since this sample has the highest hardness.

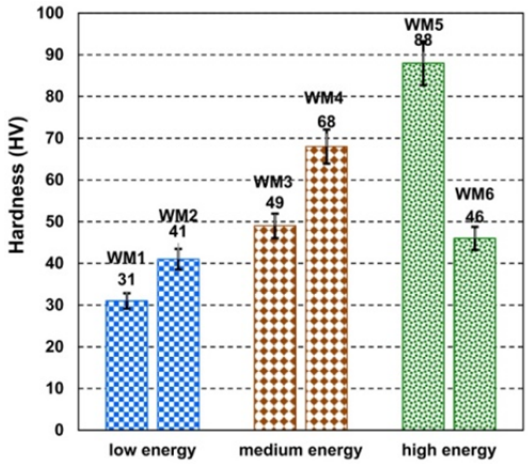


Fig 3 Microhardness values of different samples as a function of milling energy

4- Conclusions

Cu-1wt.%Cr-5wt.%CNT nano-composites by wet milling process at three different levels of milling energy and 10 ml and 25 ml of ethanol were fabricated. According to FESEM images which were in agreement with microhardness test results, wet milling at high level of milling energy and smaller pool volumes is an efficient way for dispersing CNTs while introducing less damage on them. Finally, it can be concluded that wet milling with controlled milling parameters can be an effective way for dispersing CNTs in Cu matrix composites.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Pool Volume Influence on Carbon Nanotube Dispersion in Cu-Cr Matrix by Wet Ball Milling

M. Masroor[1] S. Sheibani[2*] A. Ataie[3]

1- Introduction

Copper matrix hybrid composites reinforced with ceramic and metallic precipitates, have received considerable interest in researches due to their favorable properties, namely good mechanical properties, high electrical and thermal conductivity. Among copper matrix composites, Cu-Cr is an in-situ composite. Chromium has a small solid solubility in copper matrix because of its positive heat of mixing which its formation results from decomposition of supersaturated Cu-Cr solid solution. On the other hand, carbon nanotubes (CNTs) are good candidates to be used as reinforcements in polymer, ceramic and metallic composites due to their valuable properties. So far, most of the investigations on CNT composites have been focused on polymer matrix composites and ceramic matrix composites compared to metal matrix composites because of difficulty in homogeneous dispersion of CNTs in the metal matrix due to their agglomeration, density mismatch and weak interface bonding with metallic matrices. Among different approaches for fabricating hybrid nano-composites, ball milling is a simple, low cost and high yield method. Also, it is an efficient way for producing CNT strengthened alloys due to the possibility of dispersing carbon nano-tubes as reinforcement elements in metal matrix composites. Despite these advantages, agglomeration and defects introduced on CNTs during ball milling have negative effects on their morphology, mechanical and physical properties. Wet milling in presence of a liquid phase is an efficient method that can be used to enhance the dispersion of CNTs in metal matrix composites. In this study, the preparation of Cu-1wt.%Cr-5wt.%CNT nano-composite by wet milling process at three different levels of milling energy and two different pool volumes was investigated and the effect of pool volume on the CNTs dispersion and mechanical property have been investigated.

2- Experimental

Starting materials used in this research were commercially pure Cu, Cr and multi-walled CNTs. It should be mentioned that CNTs were sonicated in ethanol for 90 minutes, to break up the CNT agglomerates. Powder mixtures were mechanically milled in a planetary high energy ball mill (PM2400) with hardened steel vial and balls under argon atmosphere. In the first step, Cu-1wt.%Cr solid solution was prepared as the matrix phase. The ball-to-powder weight ratio (BPR) and milling speed were 30:1 and 300 rpm, respectively. 1wt.% of toluene was used as a process control agent. In the second step, Cu-Cr solid solution alloy together with 5wt.% of CNTs was wet milled for 5 h. The milled samples were dried on hotplate for about an hour at 80°C to evaporate the ethanol. Table 1 summarizes milling conditions of different samples. The structural evolution and solid solution formation were evaluated by X-ray diffraction technique. The microstructure was characterized by scanning electron microscopy. Also, the mechanical property was investigated by microhardness test.

Table 1 Milling conditions of different samples

Sample	Rotation speed (rpm)	BPR	Pool volume(ml)
WM1	200	10	10
WM2	200	10	25
WM3	300	10	10
WM4	300	10	25
WM5	300	30	10
WM6	300	30	25

3- Results and Discussion

According to the XRD patterns and the calculation of lattice parameter of Cu, it was concluded that Cu-1wt.%Cr solid solution was formed after 20 h. Based on the results of first milling step, 5wt.% of CNTs were added to 20 h milled Cu-Cr solid solution sample and milling was continued for 5 h in wet milling medium. To have a detailed study on the effect of milling conditions and pool volume on the Cu structure at the same time, the Cu mean crystallite size changes as a function of milling energy for different samples were calculated and are shown in Fig. 1. It can be seen that the mean crystallite size of samples decreases as the milling energy increases which is due to the formation of defects such as grain boundaries and dislocations in the structure. Also, the presence of well-dispersed CNTs can be another reason for this decrease. However, in wet milled samples at higher pool volumes, less energy is attributed to the changing in crystallite size which is

[1] M.Sc., School of metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran.
[2] *Corresponding author, Assistant professor, School of metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran, ssheibani@ut.ac.ir
[3] Professor, School of metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran

simulated body fluid (SBF) under same conditions and investigating the weight gain of the samples.

3- Results and Discussion

Fig. 1 shows the result of the thermogravimetric analysis which shows burning of the polyurethane foam at two temperature ranges of 180-320 and 360-600 °C.

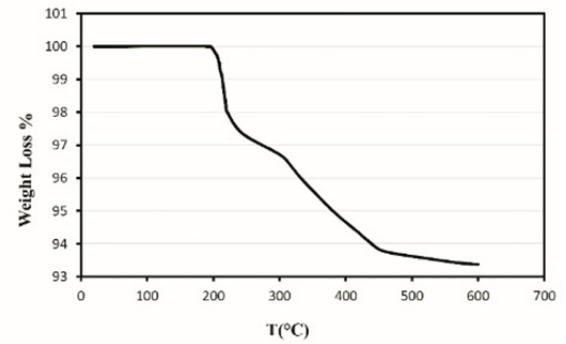


Fig. 1 Thermogravimetry result for the scaffold

The results of the XRD analysis are shown in Fig. 2 which shows the compatibility of the composition of the extracted hydroxyapatite and also the scaffold with standard hydroxyapatite card.

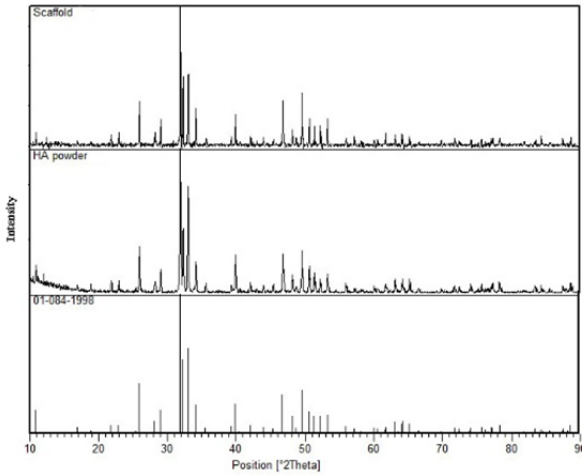


Fig. 2 Comparison of the XRD pattern of natural hydroxyapatite and the studied scaffold with the standard hydroxyapatite

As can be seen from Table 1, the fabricated scaffolds showed high compressive strength with favorable percentage of porosity. By increasing the weight percentage of hydroxyapatite from 45 to 65, the density of the scaffold was increased from 1.37 to 1.57 g/cm^3 and the compressive strength increased from 0.82 to 1.7 MPa while the porosity decreased from 57.8 to 34.4.

Fig. 3 and Fig. 4 show the results of the biodegradability and biocompatibility tests on the studied bone scaffold (sample 7). As can be seen the weight loss of the sample in phosphate buffered saline indicates the biodegradability and also the weight gain of the sample in SBF solution proves the biocompatibility of the investigated bone scaffold.

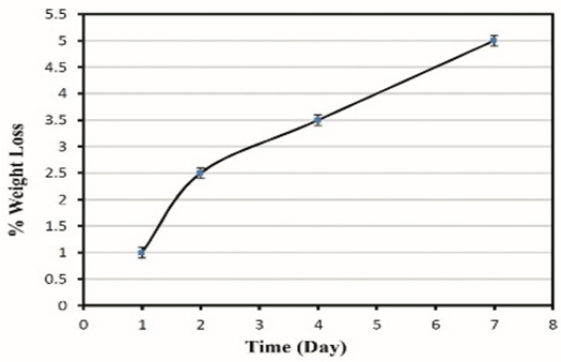


Fig. 3 Weight loss percent (biodegradability) trend of the bone scaffold sample 7 in phosphate buffered saline

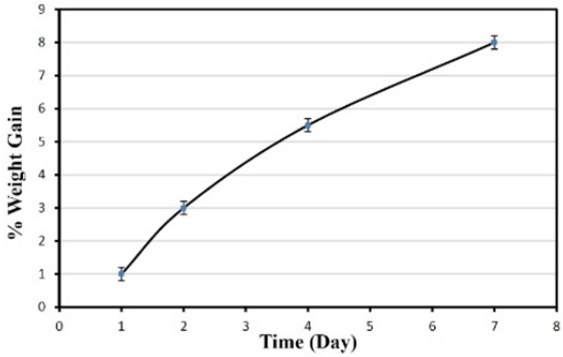


Fig. 4 Weight gain percent (biodegradability) trend of the bone scaffold sample 7 in phosphate buffered saline

The porous structure of the investigated bone scaffold is shown in Fig. 5 which indicates the presence of macroscopic porosity in the range of 200 to 400 µm and also microscopic porosity in the range of 2-100 µm which can promote bone ingrowth.

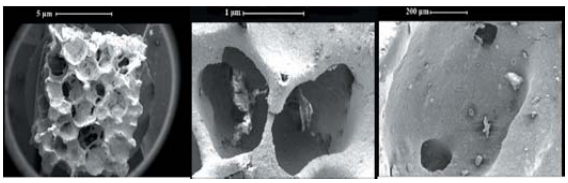


Fig. 5 SEM photomicrograph of the investigated bone scaffold

4- Conclusions

In this study, the fabrication and characterization of bone scaffold which was produced from natural hydroxyapatite and polyurethane foam were investigated. The fabricated scaffolds showed high compressive strength with favorable percentage of porosity. The biodegradability and biocompatibility of the investigated bone scaffold were presented by in vivo investigations. It can be concluded that polymer foam fabrication technique can be an appropriate technique for producing bone scaffold.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Investigating the Mechanical Strength and Degradation of Bone Scaffold Fabricated from Hydroxyapatite and Polyurethane Foam

M. Javidi[*1] A. Jolagah[2]

1- Introduction

Tissue engineering is the use of a combination of cells, engineering and materials methods, and suitable biochemical and physicochemical factors to improve or replace biological functions. In the human body, bones have a great tendency toward reproduction and thus is a subject of study in tissue engineering. Small fractures in the human bone can be healed by the healing process of the body. However, bone grafting may be required in huge fractures. In the last thirty years the use of artificial implants in bone restoration has been attractive to researchers. One of the key factors in tissue engineering is the use of bone scaffold in the field of improving the bone healing process. The scaffolds should have similar mechanical properties as the bone and also have appropriate biocompatibility and bio-degradability in the human body during bone healing. The properties of the scaffolds are mainly affected by its materials and the main of these properties is the porosity. The use of hydroxyapatite as a material for bone scaffold has been studied by researchers. Hydroxyapatite is a biocompatible material and because of its similar chemical composition to the human bone has been mainly used as material in orthopedic applications.

2- Experimental

In this study, the fabrication and characterization of bone scaffold which was produced from natural hydroxyapatite and polyurethane foam were investigated. Bovine femur was chosen for extraction of hydroxyapatite. The spongy bones were discarded and the cortical bone was de-fleshed. The bone marrow and all pieces of meat and fat were removed and the bone pieces put in fresh air for 10 days. By using a gas torch and applying direct flame to the cleaned bone, organic components were burned for 3 hours at 400 °C. The product of this thermal process contained some char due to burning of organic components. To remove the remaining char, the black powder (bone ash) was placed in an air furnace at different temperatures between 800 °C for 2 hours and finally it was cooled inside the furnace. Following this process, the black ash turned into a white granular powder. The product which is natural hydroxyapatite was then sieved via 230 mesh to reach a powder particle size of under 65 µm.

For the fabrication of the bone scaffold, polyvinyl alcohol was dissolved in double distilled water at 70°C and then hydroxyapatite powder was added to prepare a slurry with the chemical composition shown in Table 1. slurry was mixed for 20 minutes. Polyurethane sponge was used for the preparation of the scaffold and the slurry was poured on the sponge and after drying at 80 °C for 2 hours they were placed in an air furnace and heated to 600 °C to burn the sponge and then sintered at 1200 °C for 4 hours.

Thermal and mechanical properties of the scaffolds were studied via X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), compression test and thermogravimetry technique. Also hardness test, three-point bending and investigation of biological behavior were employed. The chemical composition of the slurry and also the mechanical properties of the resulted scaffolds are presented in Table 1.

Table. 1. The chemical composition of the slurry and mechanical properties of the studied scaffold sintered at 1200 °C

Sample No.	Slurry Composition (Wt.%)			Properties		
	Hydroxyapatite	H_2O	PVA	Compression Strength (MPa)	Density (g/cm^3)	% Porosity
1	69	30	1	1.13	1.48	42.17
2	68	30	2	1.36	1.51	40.45
3	67	30	3	1.52	1.52	36.70
4	65	30	5	1.7	1.57	34.39
5	59	40	1	0.87	1.38	56.30
6	58	40	2	0.93	1.41	55.70
7	57	40	3	1.03	1.42	52.30
8	55	40	5	1.15	1.44	48.40
9	49	50	1	0.62	1.26	64.30
10	48	50	2	0.96	1.31	61.70
11	47	50	3	0.76	1.35	59.50
12	45	50	5	0.82	1.37	57.80

The biodegradability of the studied scaffold was performed via considering the weight loss of sample 7 by putting it in phosphate buffered saline with pH=7.4 at 37±1 °C for 7 days. Furthermore, the biocompatibility was studied by placing sample 7 in

[1] [*]Corresponding author, Associate professor, Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.
Email: mjavidi@shirazu.ac.ir.
[2] M.Sc., Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

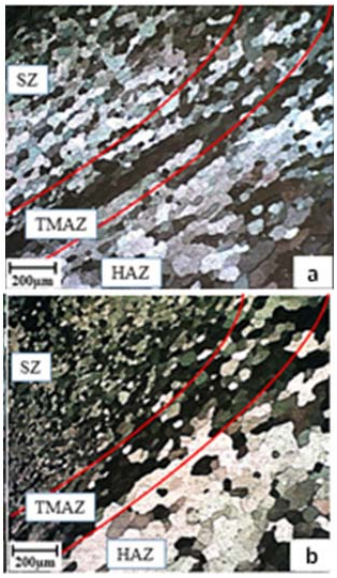


Fig. 2 Effect of number of FSP passes on grain size of different zones (a) 1st pass; (b) 4th pass

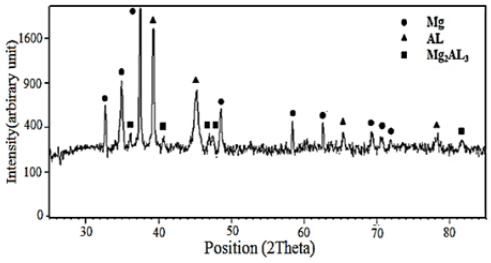


Fig. 3 XRD diffraction pattern of the 4pass FS-processed sample

Microhardness results showed that maximum hardness of samples without magnesium to be 27±3Hv and the maximum hardness of samples with magnesium to be 60±5Hv, while the base metal had a hardness value of 20±5Hv. Tensile tests also indicated an improvement in strength from 55±3MPa in the base metal to 60±3MPa after applying 4 FSP passes. Also, tensile strength increased to 110±5MPa by adding magnesium powder and 4 passes of FSP.

4- Conclusions

Friction stir processing was carried out successfully to develop in-situ Al/Mg composite on the surface of Al-1050 substrate. FSP with addition of magnesium to the surface of Al-1050 substrate caused grain refinement and formation of equiaxed gains in the stirred zone. Evaluation of mechanical properties indicated the significant improvement of hardness and tensile strength of the FS-processed sample containing magnesium particles.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

In Situ production of Al/Al_3Mg_2 Composite on Al-1050 via Friction Stir Processing

M.Mosallaee[1*] S. Arshadi[2]

1- Introduction

In general, aluminum alloys are used in industry because of their low weight and good strength. The properties of these materials are very important. The FSP was developed in England in 1991 as an efficient method for improving the properties of aluminum. In this method, a hard tool is used to rotate on a piece of aluminum causing stirring and severe plastic deformation and recrystallization which results in better properties in the friction stir processed zone. In recent years, many researchers have focused on the procedure. They have realized that by adding ceramic or metallic powders, an alloy can be obtained with better properties. In this project it is intended to add magnesium metallic powder to Al-1050 alloy and study the in-situ formation of Al-Mg intermetallic to improve the mechanical properties of the alloy.

2- Experimental

In this study, Al-1050 alloy with Al-0.25Si-0.40Fe-0.5Cu-0.03Ti-0.05Mn (wt.%) and <40μm Mg powder were used as the substrate and secondary hardening particles, respectively. Friction Stir Processing (FSP) was carried out via milling machine and H13 tool. The effect of number of FSP passes on the structure and developed phases was studied. Furthermore, FSP samples were subjected to post-FSP heat treatment (1 hour at 360ºC) to increase the reaction between magnesium and aluminum.

Metallographic samples were cut perpendicular to the FSP path and electro-etched after surface preparation via 5^{ml} HBF_4+200^{ml} distilled water at 15V for 180 seconds. Microstructural studies were carried out by using optical and scanning electron microscopes. The phases in the FSP area were studied via XRD analysis and their chemical composition was determined via EDS analysis.

Micro-hardness and tensile tests were used to evaluate the mechanical properties of FS-processed samples.

3- Results and Discussion

Al-1050 is non-heat treatable, and therefore, we have tried to improve its surface property via developing an Al/Mg composite. Al/Mg composite was successfully formed on the surface via FSP. Optical studies from the stirred zone (SZ) showed that by applying one pass FSP without magnesium, the column structure of the base metal changed to fine equiaxed grains with a diameter of 50±10μm. The grain size of the SZ decreased by number of passes (32±4μm in the 4th-pass FSP samples). Microstructural studies showed that the addition of magnesium resulted in further grain refinement of the SZ down to 6±2μm after the 4 FSP passes with Mg (Fig. 1).

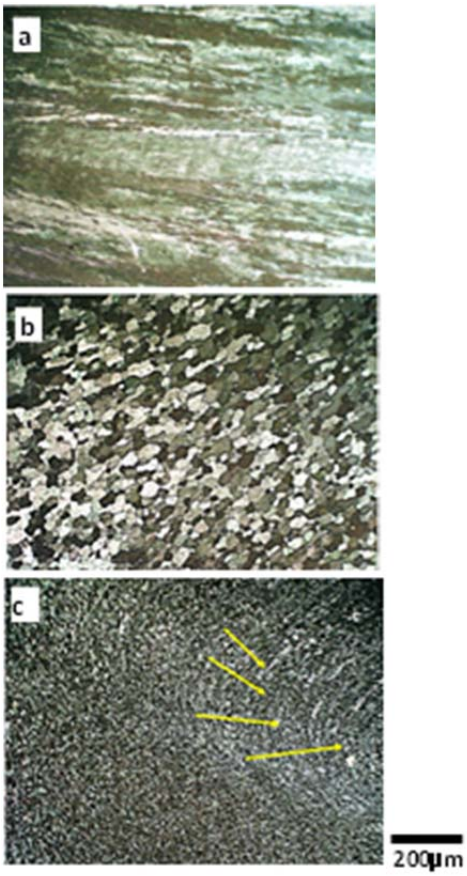


Fig. 1 Optical images of the microstructure of (a) base metal; (b) SZ of 4-pass FSP sample, (c) SZ of 4-pass FSP sample with Mg particles; arrows in (c) indicate onion rings

Grain coarsening occurred in TMAZ with increasing the number of FSP passes (62±10μm after first pass to 78±14μm after 4 passes), as shown in Fig. 2. This could be related to the increased heat input by increasing the number of FSP passes.

Scanning electron microscopy with EDX studies showed the formation of intermetallic Al_3Mg_2 after applying 4 passes of FSP. XRD phase analysis also confirms the formation of this phase in the sample (Fig. 3).

[1*] Corresponding Author, Associate professor, Department of Materials Science, Engineering Faculty, Yazd University.
Email: mosal@yazd.ac.ir
[2] M.S. Student, Department of Materials Science, Engineering Faculty, Yazd University.

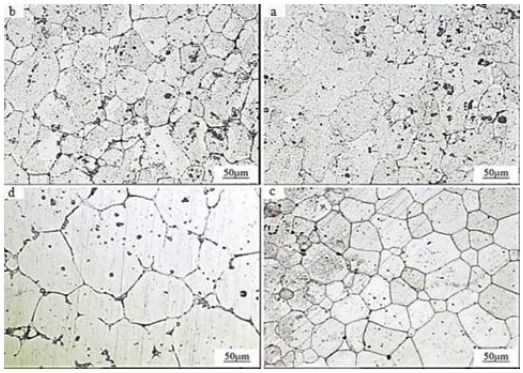


Fig. 2 Optical microscope images related to the microstructure of the samples with 60% strain and temperature of 575 °C; a) 5 min; b) 10 min; c) 15 min; and d) 30 min

Based on the results mentioned in Table 2, we witness a 44% increase in the optimal toughness mode relative to T6 state, which suggests the positive impact of the SIMA process on increased toughness. Although the optimum tensile strength of the alloy in the SIMA process has slightly decreased compared to T6 sample, the significant increase in elongation and toughness also represents the positive effect of the SIMA process on tensile properties of the alloy.

Table 2 Results of SIMA sample tensile test

Sample	Summary of operations	Yield stress (Mpa)	Tensile strength (Mpa)	Elongation percentage	Toughness (Mpa.m$^{1/2}$)
S575-5	40% strain at ambient temp, 5 min of holding at 575° C	280	460	20.7	74.7
S595-5	40% strain at ambient temp, 5 min of holding at 595° C	300	472	26.7	26.2
S610-5	40% strain at ambient temp, 5 min of holding at 610° C	320	485	22.8	23.3
S570-10	40% strain at ambient temp, 10 min of holding at 575° C	265	462	27.5	26.7
S570-15	40% strain at ambient temp, 15 min of holding at 575° C	240	386	5.1	3.3
T6	55 min of solution making at 500°C, quench in cold water, aging at 190°C	450	513	12.7	52

Results of hardness test have been presented in Fig. 3. At a specified temperature, the hardness has increased with increasing holding time or temperature. Thus, regarding the 2024 aluminum alloy, an attempt to spheroidize the microstructure by increasing temperature or time has led to increased hardness.

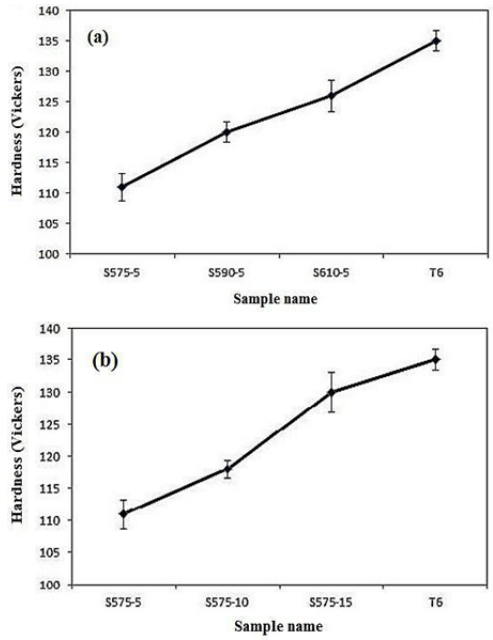


Fig. 3 Hardness chart of SIMA samples: a) In constant strain and time; b) In constant strain and temperature

4- Conclusions

1. With increasing semisolid temperature, sphericity is first increased and then reduced and the grain size first decreased and then increased.
2. With increasing holding time, the grain size showed an increasing regime. By increasing the holding time, the rate of sphericity increased but the grain boundaries became thicker and intermetallic compounds on the grain boundaries became more interconnected. However, after long holding times, the rate of sphericity has decreased.
3. SIMA process has reduced the overall strength but has had a positive effect on elongation and hardness.

Evaluation of the Effect of Holding Temperature and Time of SIMA Process on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy 2024

P. Raiesi Goojani[1] M. Alizadeh[2]

1- Introduction

To produce homogeneous semisolid materials with proper structure, SIMA method is the best option since in this method, the semisolid material is easily accessible in addition to inexpensive equipment. Due to limited research on the impact of SIMA on mechanical properties and microstructure in 2024 aluminum alloys, attempt has been made in this study to address this important issue and examine the effect of semisolid process specifications (temperature and holding time at this stage). The obtained results are compared with mechanical properties resulting from T6 standard operations in order to evaluate the efficiency of the process.

2- Experimental

In this study, SIMA process includes one stage of applying strain followed by one stage of retention at semisolid temperature. To apply strain, the samples were rolled to 40% at ambient temperature. The samples were then placed in a furnace with an argon-controlled atmosphere at different times and temperatures within the temperature range of the semisolid. In this research, 2024 aluminum sheet with a thickness of 4.85 mm and chemical composition stated in Table 1 was used.

Table 1 Chemical composition of 2024 aluminum alloy obtained through emission spectrometry method

Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si
Base	4.8	1.3	0.6	0.30	0.30

To check the hardness of the samples, Vickers microhardness test was employed. To assess the mechanical behavior of the samples, uniaxial tensile test with the strain rate of 2.6×10^{-6} was applied. For metallography, samples were etched in chlorine solution (2 ml of HF (40%) + a3 ml of HCl (38%) + 5 ml of HNO_3 (70%) + 190 ml H_2O). Microstructure images were prepared using optical microscope and scanning electron microscope (SEM) at different magnifications.

3- Results and Discussion

Optical microscope images related to the samples kept for 5 minutes at different temperatures of 575, 595, 610 and 620 °C are presented In Fig. 1. As can be seen, increasing the temperature up to 610 °C caused an increase in the rate of sphericity, but at 620 °C, sphericity slightly decreased. Additionally, with increasing melt fraction, the grain size is reduced up to 610 °C and then increased. At temperatures above 610 °C, in addition to decreasing the shape factor and increasing the grain size, destructive effects including the thickening of the grain boundaries and separation and porosity in the microstructure are observed. The optimal state of microstructure in this section is reported to be obtained at 610 °C.

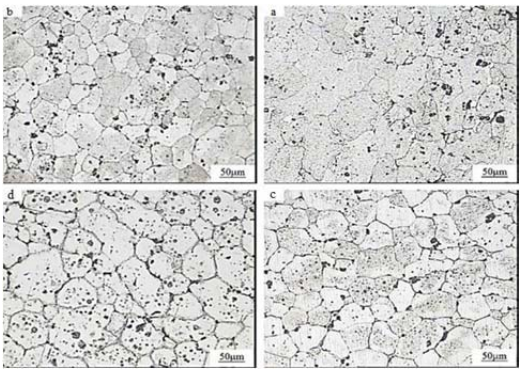


Fig. 1 Optical microscope images related to the microstructure of the samples with 60% strain and time of 5 minutes; a) 575 °C; b) 595 °C; c) 610 °C; and d) 620 °C

To better evaluate the effect of holding time within the semisolid range, four holding times of 5, 10, 15 and 30 minutes were chosen. Optical microscope images of these four different times at 575 °C are presented in Fig. 2. With increasing holding time, the rate of sphericity has dramatically increased. At very high holding times (30 minutes), the rate of sphericity decreased.

Table 2 displays the results of engineering tensile test. As can be observed, with the temperature rise and subsequent increase in the sphericity, tensile strength increases and elongation is first increased and then reduced. On the other hand, toughness decreases with increasing temperature. By increasing the holding time, elongation first increases and then decreases significantly. This indicates the sensible effect of holding time on mechanical properties of 2024 alloy in the SIMA process. Moreover, with increasing holding time, tensile strength is increased and toughness reduced.

[1] Corresponding Author, M.Sc. Student, Department of Materials Engineering, Faculty of New Sciences and Technologies, Kerman Graduate University of Advanced Technology.
Email: raiesi.payam@gmail.com

[2] Department of Metals, Materials Research Center, Research Institute of Advanced Sciences and Technologies and Environmental Sciences, Kerman Graduate University of Advanced Technology.

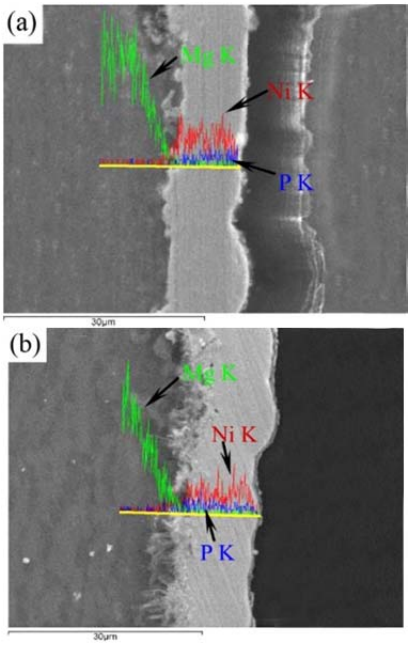


Fig. 2 Cross-section morphologies and EDX spectrum of electroless Ni-P coating with different pickling: (a) pickling #1; (b) pickling #2

Table 1 Dynamic parameters of the corrosion process by liner regression

Parameters	substrate	Electroless coating	
		Picking #1	Picking #2
E_{corr} (V)	-1.489	-1.344	-1.306
i_{corr} (A/cm^2)	0.0012	0.0044	0.0007
β_a (V)	0.095	0.104	0.094
β_c (V)	0.188	0.120	0.1
Corrosion rate (mpy)	63	87	4

The electroless Ni coatings have excellent corrosion resistance due to amorphous structure and surface passivation film. The amorphous coating is without grain boundaries, dislocation and other defects, and exhibits relatively well corrosion resistance. The dynamic parameters of the corrosion process by liner regression are shown in Table 1.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Investigation of Morphology and Corrosion Behavior of Electroless Ni-P Coating on Mg-7Li Alloy with Different Pre-treatments

M. Ghaderi[1*] S. M. Monirvaghefi[2]

1- Introduction

Mg-Li alloys have the lightest density amongst all metal structural materials. Their density is between 1.3-1.6 g/cm^3, and only accounts for 1/4-1/3 of conventional Mg alloys. Magnesium-lithium alloys have high specific strength, stiffness, excellent sound damping capabilities and resistance to penetration of high-energy particles. The application fields of Mg-Li alloys have been limited because of the chemical activeness, and poor corrosion resistance with micro-electrochemical cell. Due to poor corrosion resistance of Mg-Li alloys such as MA21 and certain difficulties of Ni-P plating, two-step complex electroless Ni-P plating process is carried out and should be further investigated. In this work, $NiSO_4$ is the main salt for electroless Ni process on the surface of Mg-7.5Li (MA21), and the influence of different pretreatment processes on the coating structure, micro-hardness and corrosion behavior in synthetic seawater solution are investigated. The nickel electroless plating is prepared on the surface of MA21 alloys with different pickling processes.

2- Experimental

In this work, Extruded (EX) MA21 alloy plates (15×15×2 mm) were used as the substrates, with a nominal chemical composition (wt.%) of 7.5Li-2Al-1Zn and balance Mg. Pretreatments before electroless plating include mechanical sandpaper polishing, cleaning in acetone, alkaline degreasing, acid etching and HF acid activation. Using 125 g/L CrO_3 (#2) and 110 ml/L HNO_3 then using 180 g/L CrO_3 and 1 g/L KF (#1) during pre-treatment.

3- Results and Discussion

The result show that the MA21 alloy mainly consists of (α-Mg and β-Li) dual phase matrix, and the content ratio of phases is approximately 1:1. A large number of strengthening particles can be seen in the lithium rich β-phase while α-phase is free of these particles. The electrode potential difference between α-Mg and β-Li phases of MA21 alloy matrix is large, which is not conducive to homogeneous nucleation of electroless nickel coating. Pickling is an important pre-processing step, aimed at forming a fluoride film on the surface of MA21 alloy to reduce the difference in the electrode potential between α-Mg and β-Li phases, so as to be beneficial to depositing on the matrix. The SEM image shown in Fig. 1 reveals that the structure with metallic luster is homogeneous, compact, bright and smooth, without obvious defects such as peeling, pitting, cracking, bubbling, delamination or nodulation. Cellular structure of the coating is compact without apparent porosity defects with pickling #2, so as to protect the substrate well, which is shown in Fig. 1. A few porosities exist on the boundary of coating cellular with pickling #1.

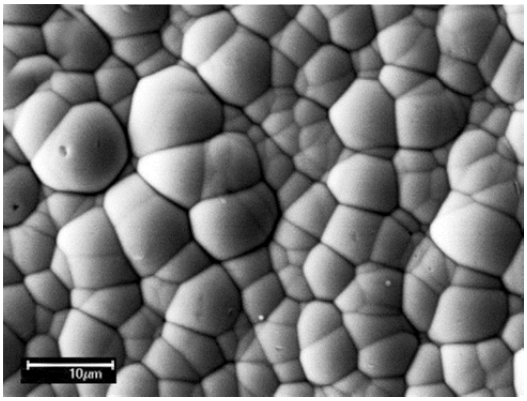


Fig.1 Surface morphology of electroless Ni coating with pickling #2

Fig. 2 shows the cross-section morphologies and EDX spectrum of Ni-P electroless coating. The transitional pre-coating between the coating and matrix is not very clear with pickling #1, and the thickness of the coating is about 7 μm, shown in Fig. 2(a). It can be seen from Fig. 2(b) that the P content close to the substrate is very low, while the P content of the coating surface is the highest.

Therefore, the coating and the substrate could be adhered well with pickling #2.

The potentiodynamic polarization behaviors show that the E_{corr} of electroless Ni-P coating is greater than that of the substrate, and the corresponding corrosion current density significantly increases with pickling #1, while it decreases a little with pickling #2. The corrosion potential of the coating is improved, and the corrosion current density with pickling #2 is lower than the substrate. Thus, the electroless nickel coating has good corrosion resistance. Therefore, the MA21 alloy can be protected effectively.

1* Corresponding Author, M.Sc. Student, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran.
Email: mo.ghaderi@yahoo.com.
2 Associate Professor, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology.

lath martensite and light grain boundary phase is ferrite. Hardness of the dark inter-granular phase was measured as 320 HV and for the grain boundary light phase this value was about 235 HV. The final microstructure after water quenching is composed of acicular and widmanstaten ferrite. Therefore, the formation of 80% lath martensite in plain low carbon steel with 0.033 wt.% C is surprising and could not be attributed to the effect of cooling rate. For further confirmation, a higher starting temperature (Ts=1100°C) was selected and a ferrite phase was obtained after processing (Fig. 2(c)). Martensite phase is not observed in the obtained microstructure with starting temperature of 1100°C. It is worth noting that the cooling rate at 1100°C must be higher than 930°C due to the higher temperature difference between the die and specimen.

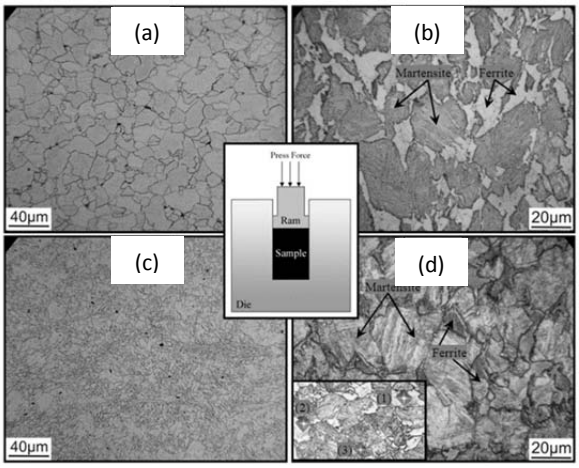


Fig. 2 Microstructures produced by cooling under severe pressure at starting temperature of a) 650˚C; b) 930˚C; c) 1100˚C; and d) 930°C color etching

The schematic representation of the mentioned mechanism is shown in Fig. 3. In this process, γ→α transformation is suppressed due to decreasing $Ae_3(P)$ temperature by imposing hydrostatic pressure during continuous cooling. Then, hydrostatic pressure is released suddenly at the end of process. If the sample temperature (T_f) is lower than Ar_1 at the moment of pressure release, full martensite will be formed. Also, a duplex microstructure consisting of martensite and ferrite phases is developed when the sample temperature is between Ar_3 and Ar_1 (Fig. 2(b)). This condition is achieved at 930°C in the present work. If the starting temperature is high enough, the sample temperature (T_f) immediately before releasing the pressure will be higher than Ar_3. In this case, the final microstructure is 100% ferrite phase (Fig. 2(c)). This case occurred at preheating temperature of 1100°C. It is worth noting that the key point in this work is a sudden release of pressure at the end of the process. If pressure is released gradually then there will be sufficient time for γ→α transformation to occur.

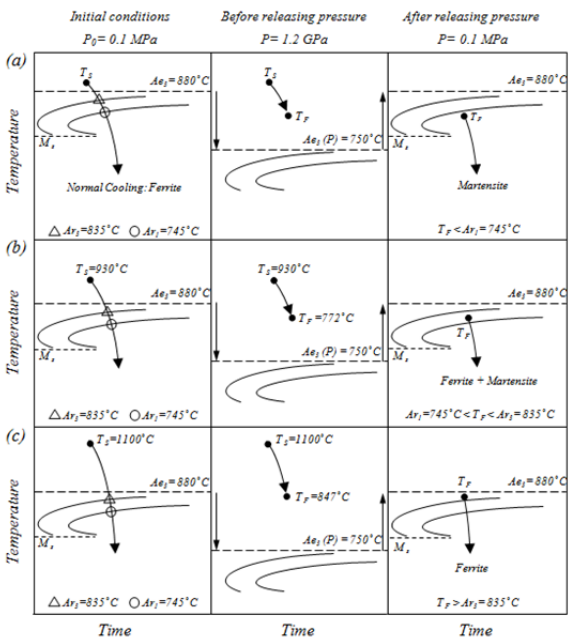


Fig. 3 Mechanism of martensite formation in plain low carbon steels by applying hydrostatic pressure during continuous cooling from austenite region

4- Conclusions

In the present study, hydrostatic pressure was imposed on a plain low carbon steel during cooling from the austenite region. A mixture of 80% martensite and 20% ferrite was produced at starting temperature of 930°C. In contrast, a microstructure consisting of 100% ferrite phase was developed at 1100°C. It was inferred that martensite phase is formed not due to the effect of cooling rate but the effect of hydrostatic pressure on the austenite to ferrite transformation start temperature.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Novel Procedure for Production of Duplex Martensitic-Ferritic Plain Low Carbon Steels

M. Shaban Ghazani[1] H. Shokrvash[2*]

1- Introduction

The γ→α transformation start temperature (Ar_3) decreases with increasing cooling rate. Then, at a critical cooling rate corresponding to the nose of the 'c' curve on a TTT diagram, transformation is suppressed. In plain low carbon steels, it was previously demonstrated that very high cooling rates are required to suppress γ→α transformation and produce martensite phase. For example, in low carbon steel with 0.05 wt.% carbon content cooling rates higher than 10000 K/s is required to produce lath martensite. These high cooling rates cannot be achieved by normal quenching media such as water and brine. Therefore, microstructures obtained after water quenching always contain products of diffusional transformation. Hydrostatic pressure is another important factor that can affect γ→α transformation temperature. The Ae_3 temperature decreases with increasing imposed hydrostatic pressure. In other words, austenite phase can be stabilized at lower temperatures compared with normal conditions (P=0.1 MPa) by imposing hydrostatic pressure. The Ae_3 temperature can be measured using Equation 1:

$$Ae_3(P) = Ae_3(P_0) - 1100\times(P-P_0) \quad (1)$$

where, P_0 is atmospheric pressure and P is the imposed hydrostatic pressure (GPa).

By gradual increase of hydrostatic pressure, the Ae_3 and Ar_3 temperatures decrease progressively. On the other hand, the specimen temperature decreases with time. If the amount of pressure is enough compared to the cooling rate so that the specimen temperature remains greater than $Ae_3(P)$ during process, the γ→α transformation is delayed. If this condition lasts up to the time that $Ae_3(P)$ and specimen temperature become lower than Ar_1 (P=1atm), then full martensite can be formed by sudden release of hydrostatic pressure. This procedure will be explained using schematic TTT diagrams in conjunction with experimental results confirming the claimed approach.

2- Experimental

The chemical composition of the steel used in the present study was 0.033C, 0.12Si, 0.8Mn, 0.008S, 0.007P, 0.004N and balance Fe. Cylindrical samples with 40 mm length and 14 mm diameter were cut from as received plate. Specimens were heated to the selected temperatures (650, 930 and 1000°C) and then inserted into a channel of a cold die. Afterwards, a punch was inserted into the channel and then samples were subjected to severe compression until the breakdown of ram under pressure. Samples were cooled in contact with die after releasing pressure. Optical microscopy was then used to reveal the final microstructure of the samples. For this reason, samples were cut into two halves and optical micrographs were taken from the center of each sample.

3- Results and Discussion

3-1-Normal transformation

Fig. 1(a) shows the initial microstructure of the steel used in the present study. As it is seen, the microstructure is composed of 95% ferrite with mean grain size of 32μm and the remaining is pearlite. The cylindrical specimens were heated to 930°C and cooled in different medium after 20-minute soaking. As shown in Fig. 1(b), the final microstructure after air cooling is polygonal ferrite with grain size of 21μm. In addition, the microstructure comprising of widmanstaten and acicular ferrite was developed after water quenching from 930°C (Fig. 1(c)).

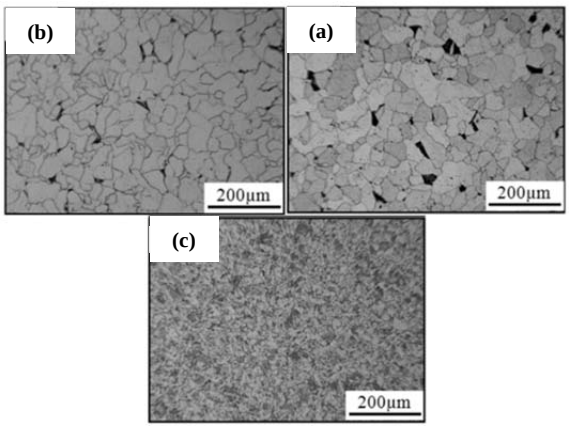


Fig. 1 a) Initial microstructure; b) Microstructure after air cooling from 930°C; and c) Microstructure after water quenching from 930°C

3-2- Transformation under pressure

Fig. 2 shows the final microstructure obtained by the mentioned procedure at different starting temperatures (Ts=650, 930 and 1100°C). As it is shown, when the starting temperature is selected to be 650°C, a microstructure consisting of polygonal ferrite grains is produced similar to the initial or air-cooled conditions (Fig. 2(a)). In contrast, a mixture of 20% grain boundary ferrite and 80% lath martensite is produced when the starting temperature is 930°C (Fig. 2(b)). The dark phase in this figure is

[1] Ilkhchi Branch, Islamic Azad University, Ilkhchi, Iran.
[2*]Corresponding Author, Faculty of Engineering, Maragheh University, Maragheh, Iran.
Email: Hsh190@gmail.com.

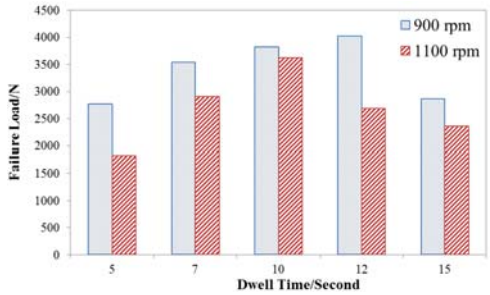


Fig. 3 Variation of the joint failure loads as a function of rotational speed and dwell time

The joint interfaces of 1100 rpm- 5 s, 1100 rpm- 10 s and 900 rpm- 15 s samples were observed by SEM. The associated microstructures are shown in Figs. 4(a), (b) and (c), respectively. The joint interface of 1100 rpm- 5 s specimen was free of IMC while the samples with the welding conditions of 1100 rpm- 10 s and 900 rpm- 15 s had IMCs with the thicknesses of 2.3 and 2.9 µm at their joint interfaces, respectively.

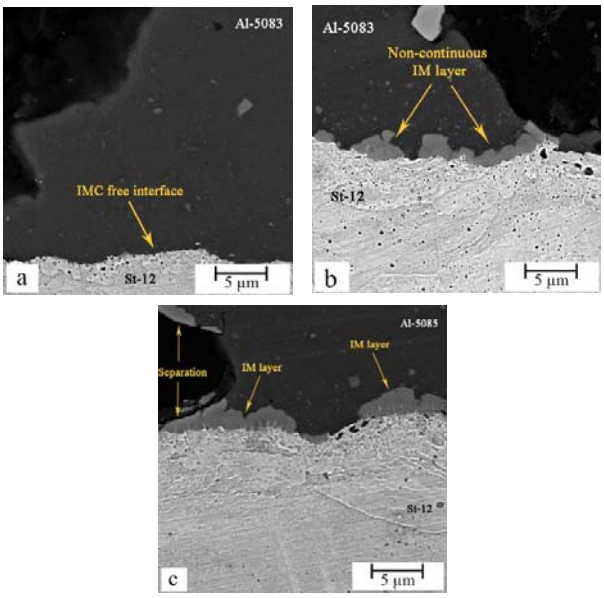


Fig. 4 SEM images of the joint cross-section after failure for specimens with the welding conditions of: (a) 1100 rpm- 5 s, (b) 1100 rpm- 10 s and (c) 900 rpm- 15 s

The Al microstructure of the 1100 rpm- 15 s specimen directly adjacent to the weld exit-hole, where the final fracture occurred, is presented in Fig. 5. As the general feature of the micrograph shows, very fine and equiaxed grains have been formed adjacent to the weld exit-hole which is the characteristic of the stirred zone (SZ) and can be attributed to the dynamic recrystallization (DRX). DRX occurred as a result of the simultaneous effects of the pin stirring and frictional heat during the FSSW process.

Microstructural analysis indicated the formation of some relatively coarse grains distributed in a matrix of finer grains which could be caused by abnormal grain growth phenomenon.

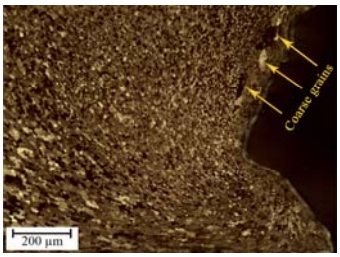


Fig. 5 The microstructure of the aluminum region adjacent to the exit-hole periphery of the 1100 rpm- 15 s specimen

The low fracture loads for the welds with the processing conditions of 900 rpm– 5 s and 1100 rpm- 5 s could be attributed to their IMC free interfaces since a sudden change in the chemical composition occurs at the joint interface by moving from the Al sheet towards the steel side. As the dwell time increased from 5 to 10 s at the rotational speed of 1100 rpm, a thin IMC layer with the thickness of 2.3 µm was formed at the joint interface and consequently the failure load improved from 1830 to 3632 N which was approximately twice as much. Achievement of stronger joints under longer dwell times (10 s compared to 5 s) may be attributed to the formation of IMCs at the joint interface which was affected by the following phenomena:

(i) A longer diffusion time was provided for Al and Fe atoms to move through the joint interface and form IMCs.
(ii) The maximum temperature at the joint interface increased with increased dwell time. Consequently, the growth constant of the IMC layer increased.

It is noteworthy that compared to the samples with the dwell time of 10 s, the joint strength decreased gradually for the specimens with the dwell time of 15 s. The sharp loss of the joint strength for the specimens with longer dwell times may be related to the formation of a relatively thick IMC layer at the joint interface as well as the grain growth of Al sheet adjacent to the weld exit-hole.

4- Conclusions

In this work, a FSSW process in which the tool pin did not penetrate into the lower steel sheet was used to join Al-5083/St-12 alloy sheets. The effect of the rotational speed and dwell time on the formation of the Al/Fe IMC layers as well as the joint strength was explored. The results showed that the joint strength first improved and then declined with increase in the dwell time. The increasing trend in the tensile-shear strength as a function of the dwell time was attributed to the formation of IMC layers with the thicknesses less than 2.3 µm at the joint interface. The decreasing trend was also related to the formation of IMC layer with the thickness of 2.9 µm and the growth of Al grains adjacent to the weld exit-hole.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Effect of Welding Parameters on Dissimilar Friction Stir Spot Welded Al-5083/St-12 Alloy Sheets

E. Fereiduni[1] M. Movahedi[2] A. H. Kokabi[3]

1- Introduction

Joining of aluminum (Al) to steel is of a great technical interest since it provides the production of Al/steel hybrid parts in a wide range of industrial applications such as transportation systems and aerospace industries. However, producing a strong joint between Al and steel by conventional fusion welding processes is a technological issue because of the obstacles resulting from the major difference between the melting points of Al and steel alloys as well as the formation of thick and brittle intermetallic compounds (IMC) at the joint interface. Compared to fusion welding processes, solid state welding processes seem to be more applicable for joining of Al to steel mainly due to their lower heat input.

Friction stir spot welding (FSSW), a newly invented solid-state spot welding technique, is expected to be a more appropriate approach for joining of parts made of lightweight metals due to its advantages over the resistance spot welding (RSW) including lower heat distortion and superior mechanical properties.

2- Experimental

In the present study, lap joining of Al and steel sheets was performed using a newly developed friction stir spot welding (FSSW) process in which the welding tool tip did not penetrate into the lower steel sheet. The thicknesses of Al-5083 aluminum and St-12 steel sheets were 3 and 1 mm, respectively. The base sheets were cut with the length and width of 100 and 35 mm, respectively. Prior to welding, the faying surfaces of the sheets were wire brushed to develop a suitable surface quality resulting in superior joining of the sheets. The Al-5083 alloy sheet was placed on the St-12 alloy sheet with an overlapped area of 35×35 mm^2 and the welds were located at the center of the overlapped area. Furthermore, a hole with the diameter of 1.5 mm having a distance of 5 mm from the center of the weld was drilled in the lower steel sheet to record the temperature variation at the joint interface during the process using a K-type thermocouple. The length of the tool pin was 2.8 mm. Accordingly, as the tool shoulder touched the upper surface of the Al sheet, a thin Al layer with the thickness of 0.2 mm was left on the steel surface. The applied welding process paved the way for the formation of metallurgical bonds as well as intermetallic compounds at the joint interface which subsequently resulted in the joining of the sheets.

The effect of the rotational speed and dwell time on the joint interface microstructure and tensile-shear strength of friction stir spot welded sheets was investigated. The applied rotational speeds were 900 and 1100 rpm while the dwell times were selected in the range of 5 to 15 s to weld the samples. Tensile tests were carried out using an Instron tensile testing machine under the crosshead speed of 5 mm min^{-1}. In the tensile-shear testing procedure, the fixtures were used to reduce the eccentricity of the loading path. Interfacial microstructure, formation of intermetallic compounds at the joint interface and the fracture locations were studied using stereo, optical and scanning electron microscopy (SEM).

3- Results and Discussion

Fig. 1 presents a typical cross-section of the weld zone. As can be seen, the tool penetration depth was controlled which resulted in the remaining of a thin Al layer with a thickness of ~0.2 mm under the tool pin and on the steel sheet.

Fig. 1 Macroscopic cross-section of the FSSW specimen

The maximum temperatures generated at the joint interface for different welding conditions are presented in Fig. 2. As can be seen, increase in the tool rotational speed and dwell time led to an increase in the maximum interface temperature.

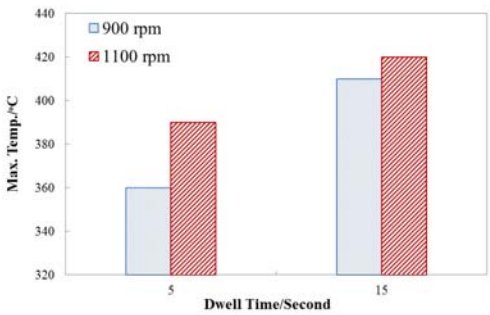


Fig. 2 The maximum temperature at the joint interface

The average failure load of the samples welded with different processing conditions are shown in Fig. 3. According to the results, for both of the applied rotational speeds, failure load first increased and then declined with increasing dwell time.

[1] M.Sc. Student, Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology

[2*] Corresponding Author, Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology.
Email: m_movahedi@sharif.edu

[3] Professor, Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology.

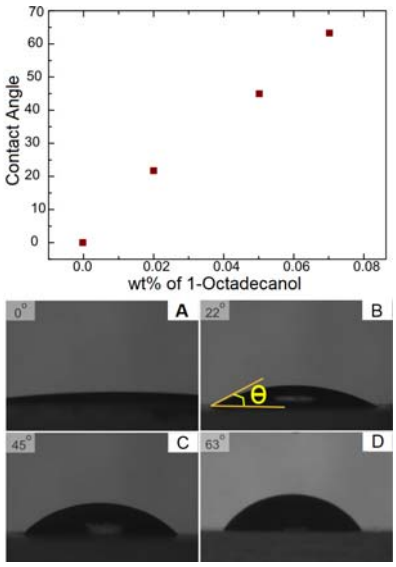


Fig. 2 (Top) Variation of contact angles; (Bottom) Images of nanosilica, A) Unmodified; Modified for 90 min with, B) 2, C) 5 and D) 7 wt% of 1-Octadecanol

Fig. 3 shows FT-IR spectra for nanosilica produced with and without the addition of 1-Octadecanol. The observed peaks and related functional groups are presented in Table 2.

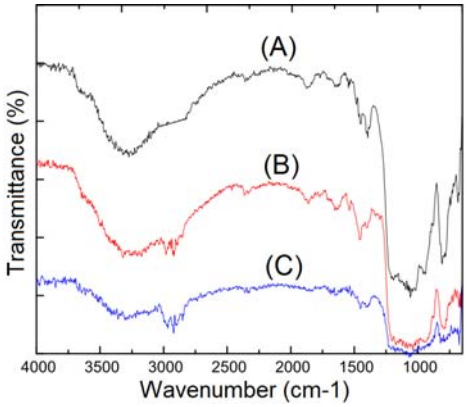


Fig. 3 FTIR spectra of nanosilica, A) Unmodified; Modified for 90 min with, B) 5 and C) 7 wt% of 1-Octadecanol

Table 2 Functional groups of FTIR spectra of silica nanoparticles

Wavenumber	Functional groups
700	Si-OEt
980	Si-OH
1150-1100	Si-O-Si
1700-1600	physical adsorbed water
2980-2915	C-H
3500-3150	Si-OH & physical ads. water

Table 2 indicates that the adsorbed water peaks and silanol groups have been reduced significantly by modifying the surface of the nanosilica, especially with 7 wt.% 1-Octadecanol. It also appears to have corrected peak levels of hydrocarbon bonds in the spectrum, which confirms the correction of the surface.

The results of TGA in Fig. 4 show two main weight loss events corresponding to the evaporation of absorbed moisture and trapped solvent below 200 °C and then silanol dehydration and pyrolysis of the organic surface modifier above 400 °C. The first part is related to the evaporation of moisture and solvent, which is lower for the hydrophobic modified silica; the second part is due to dehumidification of the silanol groups and decomposition of 1-Octadecanol indicating that higher 1-octadecanol concentration led to more adsorbed organic surface species.

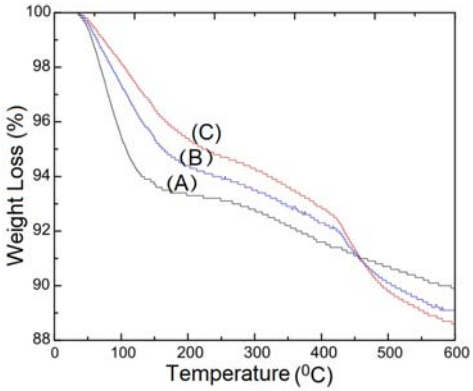


Fig. 4 TGA data for nanosilica, A) Unmodified; Modified with, B) 5 and C) 7 wt% of 1-Octadecanol

4- Conclusions

We have reported a straightforward single-step synthetic route to produce hydrophobic silica nanoparticles using 1-Octadecanol. TGA and contact angle measurements show that for 90 min time of reaction, the hydrophobicity of the nanoparticles is increased systematically with increasing 1-Octadecanol concentration used in the reaction.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

One-Pot Synthesis of Hydrophobic Silica Nanoparticles with Long-chain Alcohol 1-Octadecanol

M. Dargahi-Zaboli[1] E. Sahraei[2]
B. Pourabbas[3] B. A. Korgel[4]

1- Introduction

Nano silica particles, due to their special physical and chemical properties and high surface area, have been widely studied and used: as a stabilizer in emulsion systems; as a concentration enhancer in the paint industry; as filler in the rubber industry, etc. Nevertheless, hydroxyl groups (OH) absorb moisture on the surface of the nanosilica, causing them to coalesce together and weakly disperse in the environment which greatly limits their application. For the vast majority of this problem, the surface of the nanoparticles should be modified toward hydrophobic nature using various surface modification agents. Surface modification by sol-gel process has been extensively used due to simpler operating conditions and low laboratory cost.

Here, we show that silica nanoparticles can be produced directly from on-pot synthesis with tunable hydrophobicity by adding long-chain alcohol 1-Octadecanol. Particle characterization data from transmission electron microscopy (TEM), Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, thermal gravimetric analysis (TGA), and contact angle measurements are presented.

2- Experimental

In the current work, fractional factorial experimental design was used at two levels with two repetitions of each experiment. The main variables are shown in Table 1.

Table 1 Main variables

Level	High (+)	Low (-)	Center point
Concentration of modifier [wt%]	7	2	5
Time of reaction [min]	180	90	120

[1] Department of Chemical Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

[2] *Corresponding Author, Department of Chemical Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

Email: sahraei@sut.ac.ir

[3] Department of Polymer Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

[4] McKetta Department of Chemical Engineering, University of Texas at Austin, US.

2-1- Silica nanoparticle synthesis

Silica nanoparticles were prepared by hydrolysis of TEOS in water/ethanol mixtures, similar to the approach of Stöber, but with the addition of 1-Octadecanol as a surface modifier. All reactions were carried out a few degrees below the boiling temperature of the mixture (about 70 °C), with a TEOS and NH_4OH concentration of 0.25M and 0.5M, respectively and a water/TEOS molar ratio of 38. A range of 1-Octadecanol concentration and time of reaction were explored (Table 1).

In a typical preparation procedure, a mixture of water and ethanol is first mixed for 5 min. A solution of water and NH_4OH (0.5M) is then added to the alcohol mixture under vigorous stirring. The reaction mixture is heated to about 70 °C under N_2 atmosphere followed by dropwise addition of TEOS. For surface modification, the pH of the mixture after 15 min is adjusted at 8 by adding hydrochloric acid 1M followed by dropwise addition of 1-Octadecanol. After 60 – 90 min, the resulting silica nanoparticles were precipitated by centrifugation at 10,000 rpm for 10 min. The supernatant was discarded and the nanoparticles were dispersed in water and EtOH with brief sonication. This washing procedure was repeated twice before dispersing the nanoparticles in EtOH.

3- Results and Discussion

TEM images of the modified and unmodified silica nanoparticles synthesized at various reaction times (Fig. 1) shows this fact that during the first 90 minutes, surface modification has been completed and continuing the reaction only resulted in increasing the size of the nanoparticles. Considering 90 min time of reaction, with increasing 1-Octadecanol concentration from 2 wt.% to 7 wt.%, in addition to improving the dispersion of the nanoparticles, the contact angle increased from 22° to 63°. These changes are highlighted in Fig. 1 and Fig. 2.

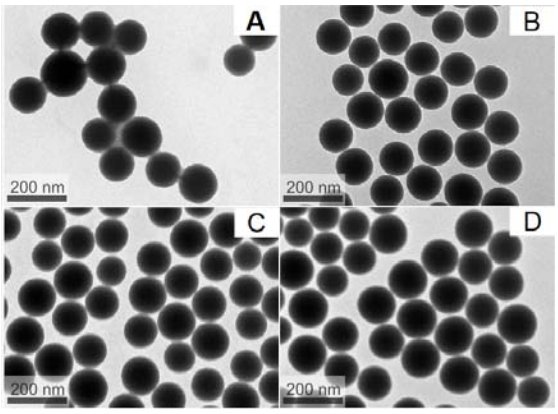


Fig. 1 TEM images of nanosilica, A) Unmodified; Modified for 90 min with, B) 2, C) 5 and D) 7 wt% of 1-Octadecanol

volume fraction of the beams increases with increased temperature, which lowered the viscosity and rigidity of the samples. For the most common alloys, the beams failed at high temperature and short time due to high fraction of liquid volume, but for the brass, this did not occur even at high temperature and long time. In fact, despite high deflection of the brass beam which indicates high liquid phase content, failure did not occur.

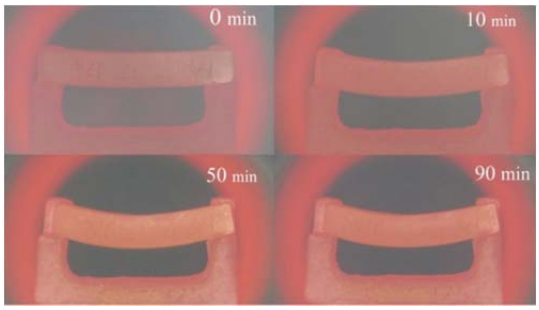


Fig. 2 In situ bending images showing beam deflection at 920 °C and various times

The mid-point deflection of the beam as a function of time and various temperatures is shown in Fig. 3. The deflection increased with sintering time while the deflection rate decreased at constant temperature. This reduction continued until a specific time and after that, deflection rate changes were negligible (slope tends to zero). This behavior can be attributed to zinc evaporation which directly affects the chemical composition of the brass samples. It seems that changes in the chemical composition due to zinc evaporation influence the liquid volume fraction in various zones of the brass beam which involves viscosity of the sample. For better illustration of Zn evaporation, the samples can be divided into: (a) core region and (b) outside thin wall (rim) region.

In order to investigate both surface and core regions, point analysis at the surface and core zones of the samples (sintered at 920 °C for 50 min and sectioned at mid-point of the beam) are shown in Fig. 4. Zn content in the surface zone is less than that in the center zone due to zinc evaporation. According to the phase diagram and lever rule, liquid volume fraction decreases with increasing time and zinc evaporation, and so causes an increase in viscosity and rigidity, which finally reduces the mid-point deflection.

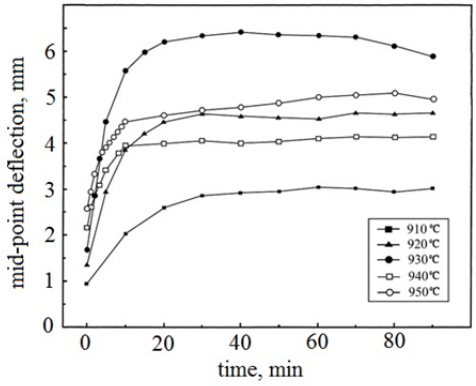
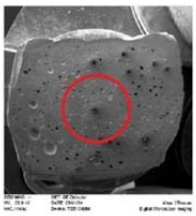


Fig. 3 Mid-point deflection versus time during sintering at various temperatures

Elements	Intensity	Weight %	Atomic %
Cu K	0.9824	92.70	78.83
Zn K	0.9843	1.36	1.12
O K	1.2380	5.94	20.05
Total		100.00	

(a)



Elements	Intensity	Weight %	Atomic %
Cu K	0.9984	65.73	66.01
Zn K	1.0010	34.09	33.28
O K	1.1462	0.18	0.71
Total		100.00	

(b)

Fig. 4 Point analysis from a) surface and b) core areas of Cu-28Zn beam at 920°C for 50 min

4- Conclusion

Mid-point deflection of brass beam shows a non-linear behavior with sintering time. The fracture did not occur for brass beams even at high temperature and long time periods.

The different deflection behavior of the brass beams can be attributed to zinc evaporation. Changes in chemical composition due to zinc evaporation influence the liquid volume fraction in various zones of the brass beam which affects the viscosity of the sample, a more rigid “case” being formed at the surface.

Journal of Metallurgical and Materials Engineering, Vol.29, No.1, 2018.

Investigation of the Deflection Behavior of CZ3000 Prealloyed Powder Beam Using In-situ Bending Technique

M. Mousapour[1] M. Azadbeh[2]* A. Mohammadzadeh[3]

1- Introduction

The formation of a liquid phase during sintering is a common technique to enhance densification. A variant to traditional liquid phase sintering (LPS) is to use prealloyed powders, which are heated to a temperature between the liquidus and solidus. The liquid forms inside the particles and spreads to the particle contacts during heating, resulting in capillary force acting on the semisolid particles. This process is termed supersolidus liquid phase sintering (SLPS). Full density or near full density products using coarse prealloyed particles can be obtained via SLPS. A beam bending technique to measure the macroscopic apparent viscosity of semisolid Cu-10Sn prealloyed powder was first used by Lal and German. During this test, they plotted the measured mid-point deflection versus sintering time and found that the slopes of curves (deflection rates) are constant and apparently independent of time. This means that the deflection is a linear function of the sintering time. Investigation on boron doped stainless steel 316L sheets showed different results. Here, the response of the deflection rate as a function of time was nonlinear. It seems that there are some factors such as thickness, powder preparation conditions and even type of alloy which directly affect the deflection behavior. In order to investigate the effects of chemical composition and type of material on the deflection behavior, Cu-28Zn (CZ3000) was studied. The chemical composition of the brass alloy is varied by zinc evaporation during sintering. Recently, the influence of zinc evaporation on sintering processes and properties of brass alloys have been shown by Azadbeh et al. In the present work, the effect of sintering time and temperature on zinc evaporation, and microstructure evolution were evaluated using in situ beam bending test.

2- Experimental

Water atomized pre-alloyed brass powder was mixed with 0.75 wt.% lithium stearate as lubricant in a V-shaped mixer at 65 rpm for a period of 20 min. Rectangular test specimens, 55×10×10 mm^3 (DIN ISO 5754) in size were fabricated from this mixed powder. Compaction was carried out uniaxially in pressing tools with floating die at a pressure of 600 MPa.

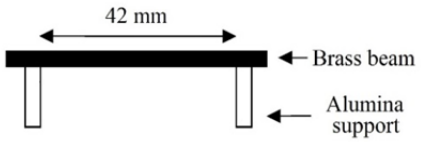


Fig. 1 Schematic view of the bending beam on supports

The compacted samples were used as beams for beam bending test, the initial geometry during the tests is shown in Fig. 1. The setup which consists of rectangular beams on alumina support (95% purity) with the span length of 42 mm, was placed in a horizontal tube furnace (TFS/25-1250). In order to monitor beam bending during sintering, a glass window with 10 mm thickness was applied to the entrance of furnace, and the in-situ images from the samples were taken by a digital camera (Canon: Power shot ELPH 135). The samples were heated at the rate of 20 K/min from room temperature to 540 °C and dwelled at this temperature for 30 min for lubrication removal. Brass beams were then heated at 10 K/min to the sintering temperature ranging from 910 to 950 °C, and the isothermal soaking time range from 0 to 90 min. A flow of N_2 gas (technical quality) of 2 l/min, was maintained throughout the entire cycle. All of the compacts were quenched after sintering by quickly pulling out the alumina support and dropping them into the water to preserve the microstructure.

The midpoint deflection of the beams at various sintering temperatures and times was calculated by Screen Ruler 2D software. The sintered specimens were sectioned in parallel to the pressing direction, polished and etched (8 g $FeCl_3$, 25 ml HCl, 50 ml H_2O). Microstructural examination of the etched specimens was conducted using an optical microscope (PMG3). In order to show the alloying element content in the microstructure, point analysis of the samples was performed using a SEM (CAM SCAN MV2300) equipped with an energy dispersive X-ray (EDX) micro-analyzer. In order to measure the mass loss, equation (1) was used:

$$\text{Mass loss} = [(M_g - M_s) / M_g] \times 100 \qquad (1)$$

where, M_g and M_s are the mass of green and sintered compacts, respectively.

3- Results and Discussion

The in-situ bending images of the brass beam at 920°C and various times are shown in Fig. 2. Beam bending occurred during sintering since the liquid

[1] Department of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

[2] *Corresponding Author, Department of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.
Email: azadbeh@sut.ac.ir

[3] Young Researchers and Elite Club, Ahar branch, Islamic Azad University, Ahar, Iran.

CONTENTS

Investigation of the Deflection Behavior of CZ3000 Prealloyed Powder Beam Using In-situ Bending Technique	M. Mousapour - M. Azadbeh A. Mohammadzadeh	1
One-Pot Synthesis of Hydrophobic Silica Nano Particles with Long-Chain Alcohol 1-Octadecanol	M. Dargahi-Zaboli - E. Sahraei B. Pourabbas - B. Korgel	11
Effect of Welding Parameters on Dissimilar Friction Stir Spot Welded Al-5083/St-12 Alloy Sheets	E. Fereiduni - M. Movahedi A.H. Kokabi	21
Novel Procedure for Production of Duplex Martensitic-Ferritic Plain Low Carbon Steels	M. Shaban Ghazani - H. Shokrvash	33
Investigation of Morphology and Corrosion Behavior of Electroless Ni-P Coating on Mg-7Li Alloy with Different Pre-treatments	M. Ghaderi - S.M. Monirvaghefi	43
Evaluation of the Effect of Holding Temperature and Time of SIMA Process on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy 2024	P. Raiesi Gojani - M. Alizadeh	53
In-situ Composition of Al/Al_3Mg_2 on Al-1050 Surface by Friction Stir Processing	M. Mosalaeepour - Sh. Arshadi Rastabi	63
Investigating the Mechanical Strength and Degradation of Bone Scaffold Fabricated from Hydroxyapatite and Polyurethane Foam	M. Javidi - A. Jolagah	79
Pool Volume Influence on Carbon Nanotube Dispersion in Cu-Cr Matrix by Wet Ball Milling	M. Masroor - S. Sheibani - A. Ataie	89

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:

R. Azari khosroshahi	Associate Professor	Sahand University of Technology
R. Bagheri	Professor	Sharif University of Technology
J. Javadpour	Professor	Iran University of Science & Technology
A. Haerian Ardakani	Professor	Sadjad University of Technology
M. Haddad Sabzevar	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
S. M. Zebarjad	Professor	Shiraz University
S. A. Sajjadi	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
M. Salehi	Professor	Isfahan University of Technology
M. R. Torroghinejad	Associate Professor	Isfahan University of Technology
H. Arabi	Professor	Iran University of Science & Technology
M. Kashefi Torbati	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
A. R. Kiani Rashid	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
M. Mazinani	Associate Professor	Ferdowsi University of Mashhad
J. Vahdati Khaki	Professor	Ferdowsi University of Mashhad

Text Editor: A. kamyabigol **Administrative Director:** T. Hooshmand
Typist: A. Gomroki

Journal of Metallorgical and Materials Engineering
Department of Materials Science and Engineering, Ferdowsi University of Mashhad,
P. O. Box. 91775-1111, Mashhad, I.R.IRAN
Tel: +98 51 38763301; Fax: +98 51 38806024; Email: ejour@um.ac.ir
Web site: http://jmme.um.ac.ir

ISSN 2008 -7462

Ferdowsi University
of Mashhad

JOURNAL OF METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

(Journal of School of Engineering)

Serial No. 17

Investigation of the Deflection Behavior of CZ3000 Prealloyed Powder Beam Using In-situ Bending Technique 1
M. Mousapour - M. Azadbeh - A. Mohammadzadeh

One-Pot Synthesis of Hydrophobic Silica Nano Particles with Long-Chain Alcohol 1-Octadecanol 11
M. Dargahi-Zaboli - E. Sahraei - B. Pourabbas - B. Korgel

Effect of Welding Parameters on Dissimilar Friction Stir Spot Welded Al-5083/St-12 Alloy Sheets 21
E. Fereiduni - M. Movahedi - A.H. Kokabi

Novel Procedure for Production of Duplex Martensitic-Ferritic Plain Low Carbon Steels 33
M. Shaban Ghazani - H. Shokrvash

Investigation of Morphology and Corrosion Behavior of Electroless Ni-P Coating on Mg-7Li Alloy with Different Pre-treatments 43
M. Ghaderi - S.M. Monirvaghefi

Evaluation of the Effect of Holding Temperature and Time of SIMA Process on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy 2024 53
P. Raiesi Gojani - M. Alizadeh

In-situ Composition of Al/Al3Mg2 on Al-1050 Surface by Friction Stir Processing 63
M. Mosalaeepour - Sh. Arshadi Rastabi

Investigating the Mechanical Strength and Degradation of Bone Scaffold Fabricated from Hydroxyapatite and Polyurethane Foam 79
M. Javidi - A. Jolagah

Pool Volume Influence on Carbon Nanotube Dispersion in Cu-Cr Matrix by Wet Ball Milling 89
M. Masroor - S. Sheibani - A. Ataie

Vol. 29, No. 1
Autumn & Winter 2018