

# بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیه‌ی پودرهای کامپوزیتی منیزیم- کاربید سیلیسیوم از براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D

وحید پویافر<sup>۱\*</sup>، سمیه نیکمردان<sup>۱</sup>، محمدتقی همدانی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز

<sup>۲</sup> گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز، تبریز

\* pouyafar@tabrizu.ac.ir

## چکیده:

در این تحقیق از فرآیند آسیای مکانیکی به عنوان یک روش بازیافتی مؤثر در جلوگیری از مصرف زاید مواد خام و انرژی، برای تولید پودر از براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D با متوسط اندازه‌ی (۱×۲×۴) mm به دست آمد. آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای استفاده گردید. پودرهای بدست آمده با ۷۰ درصد وزنی (۵۷ درصد حجمی) کاربید سیلیسیوم در دو اندازه‌ی ریز و درشت توسط همان دستگاه، آلیاژسازی مکانیکی شد. تأثیر همزمان پارامترهای آسیا و آلیاژسازی مکانیکی (زمان، نسبت وزنی گلوله به پودر) بر پودرهای تولید شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روشنی نشر میدانی (FESEM) و دستگاه سنجش اندازه‌ی ذرات (PSA) مورد بررسی قرار گرفت. بازدهی پودر نیز به عنوان یکی از مهمترین شاخص‌ها در تخمین مقدار پودر حاصل پس از آسیای گلوله‌ای، در پودرهای آسیا شده تعیین شد. نتایج بدست آمده نشان می‌دهند در فرآیند آسیای مکانیکی با انتخاب نسبت وزنی گلوله به پودر بالا می‌توان در زمان‌های آسیای پایین تری به پودر با اندازه‌ی ذرات ریزتر، بازدهی بیشتر و توزیع یکنواخت تر ذرات کامپوزیتی دست یافت. بهترین نتیجه در مورد آسیای مکانیکی، در شرایط ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ و در مورد آلیاژسازی مکانیکی، هم برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و هم ۲۳۱ میکرونی، در شرایط ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ بدست آمد. الگوهای پراش اشعه ایکس (XRD) براده‌ها و پودر حاصل از آسیا و آلیاژسازی مکانیکی نشان دهنده‌ی عدم ایجاد فاز ناخواسته‌ای در این فرآیندها می‌باشد.

## اطلاعات مقاله:

دربافت: ۲۹ اردیبهشت ۱۳۹۷

پذیرش: ۲۴ شهریور ۱۳۹۷

## کلید واژه:

آلیاژ منیزیم AZ91D، آسیای مکانیکی براده‌ها، کاربید سیلیسیوم، آلیاژسازی مکانیکی

## ۱- مقدمه

### صنایع آلاینده پذیرفته شده‌اند. بخش عمده‌ی موضوعات

مورد بحث در رابطه با فرآوری / تولید فلزات، ماشین‌آلات و بخش‌های خودکار، مصرف مقادیر زیاد مواد خام و انرژی

فرآوری فلزات و صنایع مشابه مربوط به فرآیندهای ساخت از قبیل ماشین‌کاری، پرداخت سطح و رنگ‌زنی به عنوان



جوش خوردگی سرد مکرر ذرات و منجر به تولید پودرهای میکرونی و زیرمیکرونی می‌شود استفاده می‌کند [6,5]. آسیای مکانیکی یک جایگزین مهم برای سایر روش‌های تولیدی در آماده‌سازی پودرهای نانوکریستال، پودرهای نانو، پودرهای کامپوزیتی و ترکیبات بین فلزی با محدوده‌ی وسیعی از ترکیب و ساختار در سال‌های اخیر ایجاد کرده است. آسیای مکانیکی یک روش فرآوری پودر می‌باشد و به ویژه برای ساخت پودرهای کامپوزیتی و آلیاژی که تهیه کردن شان با فرآیندهای مرسوم به علت فشار بخار بالا یا اختلاف زیاد در دمای ذوب اجزا مشکل است، مفید می‌باشد [7,6]. آسیای مکانیکی پودرهایی با خواص فوق العاده مانند توزیع اندازه با گستره محدود در مقایسه با سایر روش‌های تولید پودر از قبیل اتمیزاسیون، رسوب‌دهی شیمیایی بخار و الکترولیز تولید می‌کند. علاوه، آسیای مکانیکی پتانسیل بالایی در ترکیب انواع مختلفی از پودرهای نانوکریستالین، پودرهای کامپوزیت زمینه فلز و پودرهای آلیاژی با خواص منحصر به‌فرد نشان داده است [9,8].

در سال‌های اخیر بررسی‌های بسیاری بر روی آلیاژها و کامپوزیت‌های زمینه فلزی تولید شده از طریق متراکم کردن براده‌های ماشین کاری با استفاده از روش آسیای مکانیکی و متالورژی پودر گزارش شده است. ثین و همکاران [10]، آسیاکاری مکانیکی را برای تولید پودر نانوکامپوزیت  $Mg-5\text{wt\%Al}-x\text{wt\%AlN}$  ( $x=1, 2$  and  $5$ ) با استفاده از براده‌های منیزیم بازیافتنی به کار برندند. پودرها تحت فرآیندهای پرس تک محوره، زیترینگ و اکستروژن گرم به منظور تولید نمونه‌های حجمی جامد قرار گرفتند و تأثیر آسیاکاری و درصد تقویت‌کننده‌ی نیترید آلمینیوم بر روی

می‌باشد [1]. با استفاده از روش‌های بازیافتنی مؤثر می‌توان از مصرف زاید مواد خام و انرژی جلوگیری کرد [3,2]. منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل وزن سبک و استحکام ویژه‌ی بالای شان اهمیت تکنولوژیکی قابل توجهی در صنایع اتومبیل، دفاعی و هواپیمایی دارند. ماشین کاری یکی از مهم‌ترین فرآیندهای مورد استفاده در ساخت محصولات نهایی و نیمه‌نهایی منیزیم و آلیاژهای منیزیم از طریق برداشتن قسمت‌های اضافی به شکل براده‌های ریز می‌باشد. مقدار براده‌های تولید شده در نتیجه‌ی فرآیند ماشین کاری بالاست به‌طوری‌که بازیافت براده‌های ماشین کاری به دلایل صنعتی و محیطی ضروری می‌باشد. عموماً ریخته‌گری به عنوان یک روش سنتی بازیافت براده در نظر گرفته می‌شود. با این وجود در دو دهه‌ی پیشین معلوم شده است که بازیافت براده‌ها از طریق ریخته‌گری، یک فرآیند انرژی‌بر، مخرب محیطی و با هزینه‌ی بالا می‌باشد. همچنین مشخص شده است که درصد بالایی از جرم براده‌ها حین بازیافت توسط فرآیند ریخته‌گری هدر می‌رود [4]. علاوه بر این، زنجیره‌ی فرآیند ریخته‌گری مرسوم شامل چهار مرحله‌ی اصلی می‌باشد: (۱) متراکم کردن براده‌های فلز، (۲) ذوب شمش براده‌ها با استفاده از کوره، (۳) اتمیزاسیون فلزات ذوب شده، (۴) آنالیز دانه‌بندی با الک<sup>۱</sup>. اما تولید پودرهای فلزی از براده‌ها می‌تواند با استفاده از آسیای مکانیکی<sup>۲</sup> (MM) در یک مرحله صورت گیرد.

آسیای مکانیکی از ضربه‌های با انرژی بالا بر روی ذرات از طریق برخورددهای گلوله - ذره - گلوله و گلوله - ذره - ظرف که باعث تغییرشکل پلاستیکی شدید، شکسته شدن و

<sup>1</sup> Sieve Analysis

<sup>2</sup> Mechanical Milling



افزایش و انعطاف‌پذیری کاهش یافت. سوگیاما و یان‌اگیموتو [13] براده‌های به دست آمده از ماشین کاری آلیاژ آلومینیوم A2011 را در قالب فلزی تا ۹۰٪ چگالی واقعی در دمای اتاق متراکم کرده و از فرآیند اکستروژن در محدوده‌ی نیمه‌جامد استفاده کردند. مشاهده شد که نیروی اکستروژن نیمه‌جامد در مقایسه با اکستروژن داغ حدود ۴۰ درصد پایین‌تر است و قطعات اکسترود شده‌ی نیمه‌جامد با نسبت‌های اکستروژن بیش‌تر از ۱۰ دارای خاصیت افزایش طول عالی در مقایسه با محصول تجاری شده می‌باشند.

همان‌طور که قبلاً اشاره شد با توجه به اهمیت تکنولوژیکی بالای منیزیم و آلیاژهای آن و لزوم بازیافت براده‌های تولیدی به دلایل صنعتی و محیطی و نیز استفاده از آسیای مکانیکی در تولید پودرهای فلزی از براده‌ها با خواصی منحصر به‌فرد، در تحقیق حاضر فرآیند آسیای مکانیکی براده‌های آلیاژ منیزیم و آلیاژسازی مکانیکی پودر بهینه‌ی حاصل همراه با ذرات تقویت کننده بررسی شده است. همچنین در سایر تحقیقات انجام شده تا به حال، مطالعه بر روی هر یک از پارامترهای این فرآیندها به صورت مجزا صورت گرفته است. در این تحقیق تأثیر همزمان پارامترهای فرایند بر پودرهای تولید شده قبل و بعد از آلیاژسازی مکانیکی مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- مواد

در این تحقیق از براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D ماشین کاری شده توسط دستگاه فرز با متوسط اندازه‌ی ۱×۲×۴ (mm) استفاده شد. برای جلوگیری از اشتعال براده‌ها حین ماشین کاری از آب صابون استفاده و در پایان براده‌ها

خواص مکانیکی مانند استحکام کششی و انعطاف‌پذیری بررسی شد. در نمونه‌های با ۱٪ و AlN ۳٪ حداکثر استحکام پس از ۱۰ ساعت آسیا و حداکثر انعطاف‌پذیری پس از ۳۰ ساعت آسیا به دست آمد؛ در نمونه‌های با AlN ۵٪ نیز حداکثر استحکام پس از ۱۰ ساعت آسیا ولی حداکثر انعطاف‌پذیری پس از ۲۰ ساعت آسیا حاصل شد. پراسویریا کاو [11] کامپوزیت‌های پایه مس تقویت شده با ۱۵-۳۵ درصد وزنی کاربید سیلیسیوم را با استفاده از براده‌های آسیا شده‌ی مس با اندازه‌ی کمتر از ۵۰۰۰ میکرومتر و ذرات کاربید سیلیسیوم ۱۰ میکرومتری توسط آلیاژسازی مکانیکی<sup>۱</sup> (MA) در یک آسیای سیاره‌ای و پرس کاری داغ تهیه کرد. در این تحقیق تأثیر مقدار SiC بر روی سختی، رسانایی الکتریکی، چگالی و ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌ها بررسی شد. با افزایش زمان آسیا و مقدار SiC (تا ۲۵٪ وزنی) به دلیل همگنی ریزساختار و ریز شدن ذرات تقویت کننده، سختی کامپوزیت افزایش یافت؛ ولی افزودن بیش از ۲۵٪ وزنی (۴۸٪ حجمی) مقدار SiC به علت کاهش شدید همگنی ریزساختاری و افزایش تخلخل نمونه‌های به دست آمده، باعث کاهش سختی کامپوزیت شد. رسانایی الکتریکی و ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌ها در سراسر محدوده‌ی حجمی SiC کاهش داشتند. شرافت و همکاران [12]، امکان بازیافت براده‌های آلیاژ AI7075 به کمک پودرهای آلومینیوم خالص تجاری، از طریق روش متالورژی پودر و فرآیند اکستروژن داغ را بررسی کردند. تأثیر پودرهای آلومینیوم و مقادیرشان بر روی خواص مکانیکی براده‌های بازیافتی مطالعه شد. طبق نتایج به دست آمده با افزایش مقدار براده در نمونه‌ها استحکام

<sup>۱</sup> Mechanical Alloying



شدن و آلودگی براده‌ها و پودرهای آسیای مکانیکی از گاز آرگون با فشار ۱۵۰–۲۰۰ میلی‌بار و برای جلوگیری از جوش سرد اضافی در حین فرآیند آسیاکاری از اسید استناریک به عنوان عامل کنترل کنندهٔ فرآیند<sup>۲</sup> (PCA) استفاده شد. براده‌ها در ۳ زمان و نسبت وزنی گوله به پودر<sup>۳</sup> (BPR) مختلف آسیا شده و پودر به دست آمده از لحاظ مورفولوژی<sup>۴</sup> توسط میکروسکوپ الکترونی روشی نشر میدانی<sup>۵</sup> (FESEM)، اندازهٔ ذرات توسط دستگاه سنجش اندازهٔ ذرات<sup>۶</sup> (PSA) و بازدهی پودر بررسی شد. شرایط فرآیند آسیاکاری در جدول ۲ آورده شده است. پودر بهینهٔ حاصل از این بخش به عنوان مادهٔ اولیه در تولید پودر کامپوزیتی AZ91D-SiC در بخش بعدی استفاده شده است.



شکل ۲- (a) آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای و (b) کاپ‌های آسیا شامل گلوله‌ها، براده و پودر

<sup>2</sup> Process Control Agent

<sup>3</sup> Ball to Powder Ratio

<sup>4</sup> Field Emission Scanning Electron Microscope

<sup>5</sup> Particle Size Analyzer

شستشو داده شد. شکل ۱ تصویر این براده‌ها را نشان می‌دهد. آنالیز ترکیب شیمیایی آلیاژ مورد نظر توسط تکنیک طیف‌سنجی پلاسمای کوپل شدهٔ القایی<sup>۱</sup> (ICP) بر روی براده‌ها انجام شد. درصد وزنی عناصر موجود در این آلیاژ در جدول ۱ آورده شده است. پودر کاربید سیلیسیوم با ساختار بلوری از نوع آلفا و در دو اندازهٔ ذرات ۲ و ۲۳۸ میکرون به عنوان تقویت کننده به کار رفت. میزان SiC مورد استفاده، ۷۰ درصد وزنی (۵۷ درصد حجمی) انتخاب گردید.



شکل ۱- براده‌های ماشین‌کاری شدهٔ آلیاژ منیزیم AZ91D

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ منیزیم AZ91D (درصد وزنی)

Ni	Fe	Cu	Si	Mn	Zn	Al	Mg
0.0004	0.003	0.004	0.008	0.2	0.5	8.53	فلز پایه

## ۲-۲- آسیای مکانیکی براده‌ها و بررسی پودر تولید شده

به منظور انجام فرآیند آسیای مکانیکی و همچنین آلیاژسازی مکانیکی از آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای که در شکل ۲ نشان داده شده است استفاده شد. این آسیا دارای دو کاپ فولادی به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر می‌باشد. برای جلوگیری از اکسید

<sup>1</sup> Inductively Coupled Plasma



جدول ۳- شرایط فرآیند آلیاژسازی مکانیکی

نوع / مقدار	پارامتر
فولاد ابزار	جنس کاپها
استیل با روکش کروم سخت	جنس گلوله‌ها
۲cm	قطر گلوله‌ها
۵ و ۱۰ ساعت	زمان آسیا
۱۰:۱ و ۲۰:۱	نسبت وزنی گلوله به پودر
۳۰۰ گرم	وزن گلوله‌ها در هر کاپ
۲۰۰rpm	سرعت چرخش
اسید استئاریک	عامل کنترل کننده‌ی فرآیند
گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹	اتمسفر آسیا

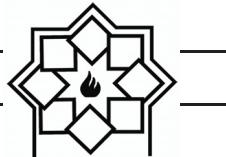
### ۳-۲- آلیاژسازی مکانیکی پودر حاصل از آسیا و ذرات تقویت کننده و بررسی

#### پودر مخلوط شده

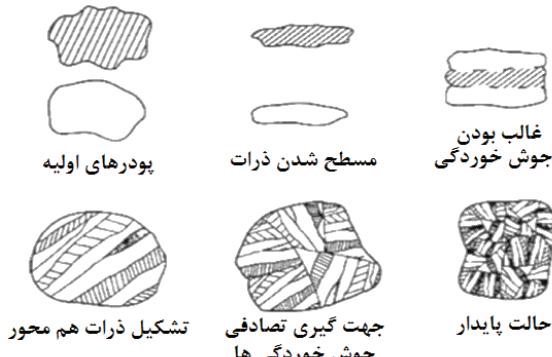
جهت تولید پودر کامپوزیتی AZ91D-SiC، پودر بهینه‌ی حاصل از آسیای براده‌ها به همراه ذرات سرامیکی SiC در ۲ اندازه‌ی ریز و درشت و در ۲ زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف توسط آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای مخلوط شدند. به دلیل بالا بودن انرژی آسیا، پودر عمل آمده آلیاژسازی مکانیکی می‌گردد؛ بدین صورت که ذرات پودر در اثر برخوردۀای انرژی بالا به صورت اتمی در یکدیگر نفوذ کرده و باعث افزایش کیفیت نهایی کامپوزیت پایه فلزی ساخته شده می‌شود. کیفیت نهایی کامپوزیت ساخته شده بستگی به پارامترهای آسیای مکانیکی دارد و بنابراین پودر حاصل از لحاظ مورفولوژی توسط میکروسکوپ الکترونی رویشی نشر میدانی (FESEM) و اندازه‌ی ذرات توسط دستگاه سنجش اندازه‌ی ذرات (PSA) بررسی شد. الگوی پراش اشعه‌ی ایکس مربوط به براده‌ها و پودرها قبل و بعد از آلیاژسازی مکانیکی با یکدیگر مقایسه شدند. شرایط فرآیند آلیاژسازی در جدول ۳ آورده شده است.

جدول ۲- شرایط فرآیند آسیای مکانیکی

نوع / مقدار	پارامتر
فولاد ابزار	جنس کاپها
استیل با روکش کروم سخت	جنس گلوله‌ها
۲cm	قطر گلوله‌ها
۵ و ۱۰ ساعت	زمان آسیا
۱۰:۱ و ۲۰:۱	نسبت وزنی گلوله به پودر
۳۰۰ گرم	وزن گلوله‌ها در هر کاپ
۲۰۰rpm	سرعت چرخش
اسید استئاریک	عامل کنترل کننده‌ی فرآیند
گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹	اتمسفر آسیا



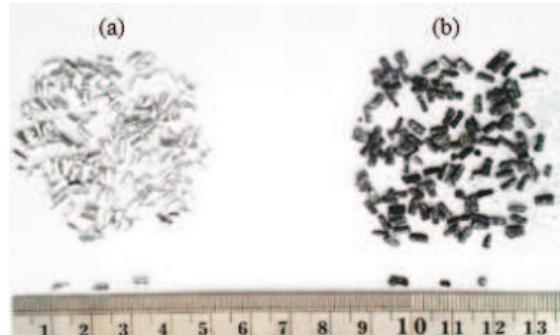
شکل ۵ مراحل مختلف آسیا کردن مکانیکی برای یک سیستم داکتیل - داکتیل (وقتی تمامی ذرات پودر داخل ظرف از نوع داکتیل بوده و ذرات ترد تقویت کننده حضور ندارند) را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، در مرحله‌ی ابتدایی آسیاکاری مکانیکی از هم محور به مسطح تغییر می‌کند. مکانیزم جوش‌خوردگی، غالب می‌شود که باعث تشکیل ذرات هم محور در مرحله‌ی دوم می‌گردد. در این مرحله مرزهای بین‌وجهی جهت‌دار مشاهده می‌شود. سپس مکانیزم‌های جوش‌خوردگی و شکست به تعادل می‌رسند و ذرات با مرزهای بین‌وجهی که به طور تصادفی جهت‌دار شده‌اند تشکیل می‌شوند. مرحله‌ی پایانی، فرآیند حالت پایا نامیده می‌شود که در آن اصلاح ریزساختاری می‌تواند ادامه یابد ولی اندازه‌ی ذره و توزیع اندازه تقریباً بدون تغییر باقی می‌مانند [15].



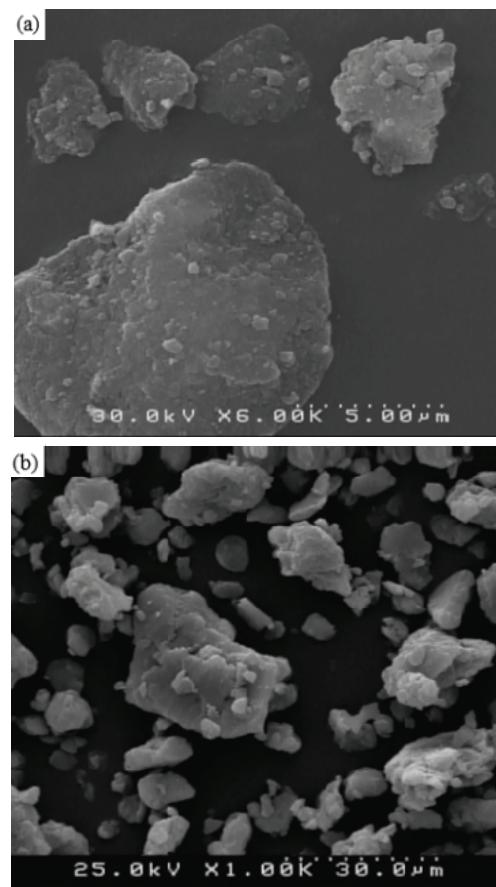
شکل ۵- مراحل مختلف آسیای مکانیکی برای یک سیستم داکتیل - داکتیل [17]

در شکل ۶ مراحل مختلف آسیای مکانیکی براده‌های ماشین‌کاری شده، نشان داده شده است. آسیای براده شامل چهار مرحله‌ی اصلی است. مرحله‌ی ابتدایی آسیای براده را

ترتیب با نسبت‌های وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ و ۲۰:۱ را نشان می‌دهد.



شکل ۳- (a) براده‌های اولیه و (b) براده‌ها پس از ساعت آسیا با BPR 15:1

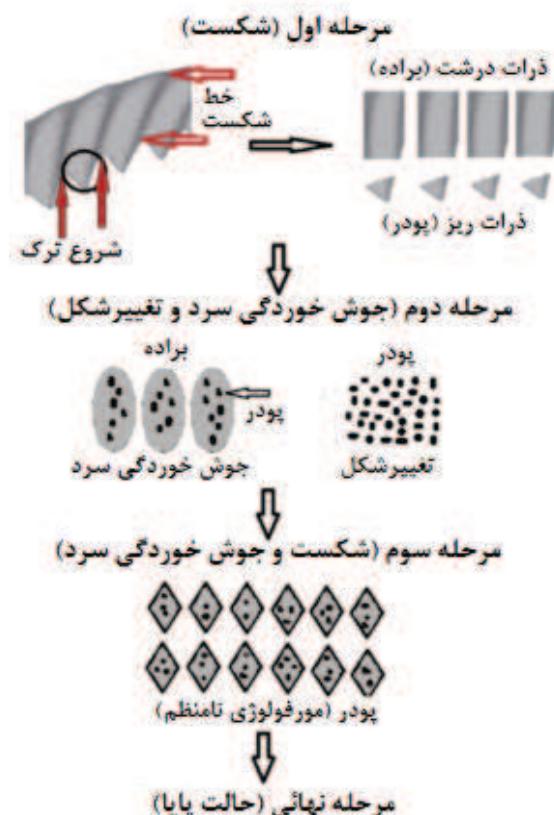


شکل ۴- تصاویر SEM پودر آلیاژ منیزیم (a):AZ91D پس از ۱۰ ساعت آسیا با BPR 25:1 و (b) پس از ۱۵ ساعت آسیا با BPR 20:1



اندازه‌ی ذرات تا یک زمان آسیای مشخص یک توزیع دو نمایی<sup>۱</sup> از براده و پودر را نشان می‌دهد. مقدار براده‌ها با افزایش زمان آسیا کاهش، درحالی که مقدار پودر افزایش می‌یابد. افزایش مقدار این پودرها می‌تواند به نرخ کار سختی ذرات براده و اثر برخورد گلوله‌ها روی آن‌ها بستگی داشته باشد. براده‌ها به علت فرآیند آسیای مکانیکی، تغییرشکل پلاستیکی چشمگیری پس از گذشت زمان آسیاکاری بحرانی که در آن مورفولوژی براده (شکل مقطع) به مورفولوژی پودر (شکل نامنظم) تغییر می‌یابد نشان می‌دهند. دو فرآیند مهم آسیای مکانیکی، جوش خوردگی سرد (به علت ضربه‌های گلوله - پودر - گلوله) و شکست (به دلیل تردی ناشی از کارسختی پودرها) می‌باشند [۱۸, ۱۴]. فرآیند جوش خوردگی سرد باعث کلخه‌ای شدن و در نتیجه افزایش اندازه‌ی ذرات می‌شود؛ بر عکس، فرآیند شکست سبب شکستگی ذرات پودر و بنابراین باعث کاهش اندازه‌ی ذرات می‌گردد. برتری نسبی این پدیده‌ها بستگی به مشخصات پودر و شرایط آسیاکاری دارد [۲۰, ۱۹]. زمان آسیا یکی از مهمترین پارامترهای فرآیند آسیاکاری است. به عنوان یک قانون کلی می‌توان دریافت که زمان رسیدن به یک حالت پایا بین شکستگی و جوش خوردگی سرد ذرات پودر در آسیاهای انرژی بالا، کوتاه و برای یک آسیای انرژی پایین، بلندتر است [۱۴]. نتایج حاصل از آزمایش‌های انجام گرفته توسط کانکسی و وارل [۱۶] نشان می‌دهند متوسط اندازه‌های ذرات به طور محسوسی برای زمان‌های مختلف آسیا متفاوت است که دلالت بر چشمگیر بودن اثر زمان آسیا دارد.

می‌توان شکست در اثر جدا شدن مناطق شکسته شده بدنی اصلی نامید. جوش خوردگی سرد بین براده و پودرها فرآیند غالب در مرحله‌ی دوم آسیای براده است. بعلاوه، فرآیند تغییرشکل که جوش خوردگی سرد را شامل نمی‌شود در این مرحله مشاهده می‌گردد. در مرحله‌ی سوم آسیای براده، مورفولوژی تمامی براده‌ها تغییر کرده و در اثر تغییرشکل، پودرها تشکیل می‌شوند. به عبارت دیگر، کل براده‌های داخل ظرف به پودر تبدیل می‌شوند که مهم‌ترین اتفاق مشاهده شده در مرحله‌ی سوم است. دیده می‌شود که یک تعادل بین فرآیندهای شکست و جوش خوردگی سرد در مرحله‌ی پایانی آسیا وجود دارد [۱۶].

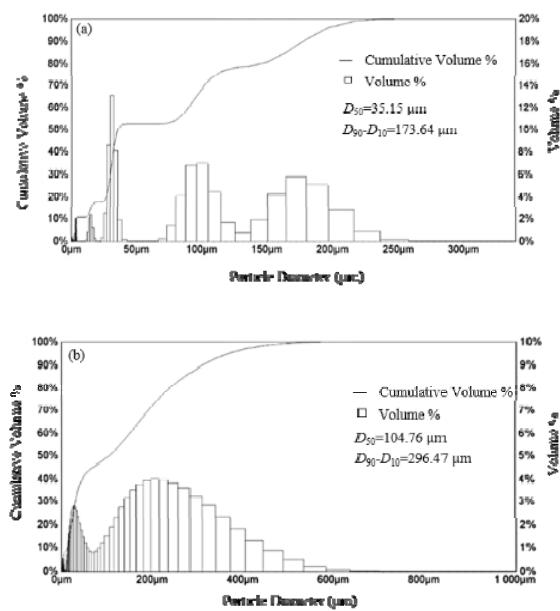


شکل ۶- مراحل مختلف آسیای مکانیکی براده‌های ماشین‌کاری شده [۱۶]

<sup>۱</sup> Bimodal Distribution



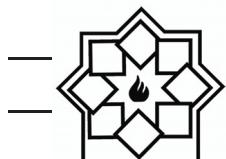
آسیا شده حین آسیای گلوله‌ای را نتیجه می‌دهد. پودرهای ریز شده به طور خود به خود به دلیل افزایش فعالیت سطحی، تمایل به یک جا جمع شدن و ایجاد لایه‌ای بر روی گلوله‌های آسیا و ظرف دارند [22]. بازدهی فرآیند آسیای مکانیکی به صورت نسبت وزنی بین کل پودر قرار داده شده در داخل ظرف آسیا و پودر جمع‌آوری شده در انتهای فرآیند محاسبه می‌شود. باید توجه شود که چون آسیای مکانیکی اتلاف ذوب را شامل نمی‌شود، بازدهی پودرها در مقایسه با روش‌های اتمیزاسیون بالا و با تلفات کمتر می‌باشد. این پارامتر برای شرایط ۱۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱، ۰/۹۷۹ و برای شرایط ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱، ۰/۹۹۶ محاسبه شد.



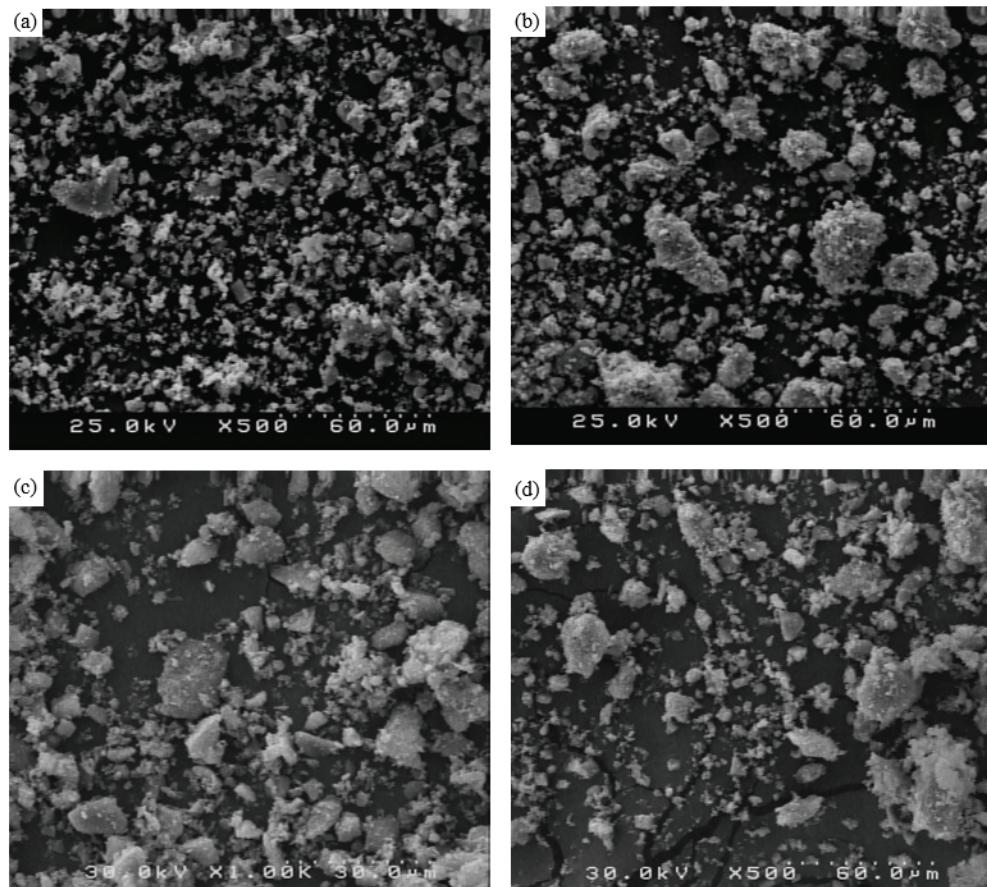
شکل ۷- منحنی‌های توزیع اندازه‌ی ذرات پودرهای به دست آمده: (a) پس از ۱۰ ساعت آسیا با ۱:۲۵ BPR و (b) پس از ۱۵ ساعت آسیا با ۱:۲۰ BPR

منحنی توزیع اندازه‌ی ذرات پودرهای به دست آمده پس از ۱۰ و ۱۵ ساعت آسیا به ترتیب با نسبت‌های وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ و ۲۰:۱ در شکل ۷ آورده شده است.  $D_{50}$  به معنای حداقل قطر معادل ۵۰٪ ذرات و  $D_{90}-D_{10}$  نشان‌دهنده گستره‌ی توزیع اندازه‌ی ذرات می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در منحنی ۷-(a) نسبت به منحنی ۷-(b)، با افزایش ۲۵ درصدی BPR و کاهش ۳۳ درصدی زمان، مقدار  $D_{50}$ ، ۶۶ درصد کاهش داشته است. گستره‌ی توزیع اندازه‌ی ذرات نیز ۴۱ درصد محدودتر شده است. مواد با توزیع اندازه‌ی محدود کمتر مستعد جدایش هستند. هر چند برای یک سیستم پودری مشخص، توزیع اندازه‌ی ذرات بهینه، بسته به شرایط و روش متراکم‌سازی مورد استفاده، می‌تواند متفاوت باشد. پودرهای با توزیع اندازه‌ی محدود به دلیل قابلیت زینتر شدن بالا و کنترل ریزساختار قطعات متراکم‌شده نسبت به پودرهای تک اندازه یا با توزیع اندازه‌ی وسیع ترجیح داده می‌شوند [21]. به عنوان یک نتیجه‌گیری کلی، با انتخاب نسبت وزنی گلوله به پودر بالا می‌توان در زمان‌های آسیا پایین‌تری به پودر با اندازه‌ی ذرات ریزتر و توزیع اندازه‌ی محدودتر دست یافت.

بازدهی پودر یکی از مهمترین شاخص‌ها در تخمین مقدار پودر آسیا شده حاصل پس از آسیای گلوله‌ای است که معمولاً به صورت نسبت بین وزن پودرها بعد و قبل از آسیای گلوله‌ای بیان می‌شود. همچنین بازدهی پودر می‌تواند به طور کمی انعکاس دهنده‌ی درجه‌ی چسبندگی پودرها حین آسیای مکانیکی باشد. برخورد بین گلوله‌های آسیا، پودرها و ظرف آسیا، تغییر شکل پلاستیکی پودرهای



در صد وزنی پودر کاربید سیلیسیوم ۲ و ۲۳۸ میکرونی در آسیای گلوله‌ای سیاره‌ای آلیاژسازی شد. شکل ۸ تصاویر SEM پودرهای کامپوزیتی AZ91D-SiC را پس از ۵ و ۱۰ ساعت آلیاژسازی به ترتیب با نسبت‌های وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ و ۱۰:۱ نشان می‌دهد.

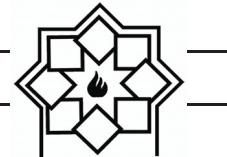


شکل ۸- تصاویر SEM پودرهای کامپوزیتی AZ91D-70 wt.% SiC: (a) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرون، ۵ ساعت آسیا با ۱:۲۰ BPR، (b) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۵ ساعت آسیا با ۱:۲۰ BPR، (c) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با ۱:۱۰ BPR و (d) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با ۱:۱۰ BPR.

BPR 10:1

تقویت‌کننده که با ذرات پودر آلیاژ منیزیم مخلوط شده است، طبقه‌بندی آلیاژسازی / آسیاکاری مکانیکی را از سیستم داکتیل - داکتیل به یک سیستم داکتیل - جزء ترد تغییر

همان‌طور که مشاهده می‌شود یکنواختی توزیع ذرات در شرایط ۵ ساعت آلیاژسازی با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰ بیشتر است (تصاویر ۸-(a) و ۸-(b)). حضور ذرات

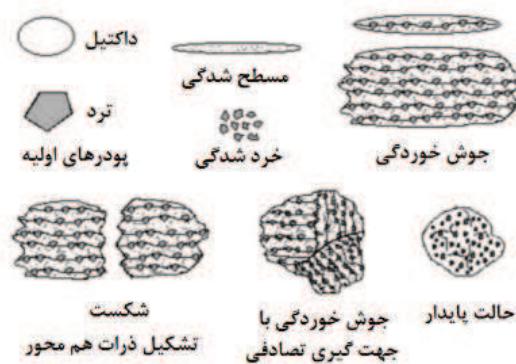


تصادفی را توسعه می‌دهند. در حالت پایا، ریزساختار دستخوش یک اصلاح شدیدی شده و دیگر مرزهای مشترک با میکروسکوپ نوری قابل مشاهده نیستند [15]. فرآیند آسیاکاری با انرژی بالا اندازهٔ تقویت‌کننده‌ها را کاهش می‌دهد و تمایل به حذف عیوب و لبه‌های تیز تقویت‌کننده‌ها و ایجاد مورفولوژی گردتر آن‌ها دارد که باعث بهبود خواص کامپوزیت می‌شود [15]. منحنی‌های AZ91D-SiC در شکل ۱۰ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در منحنی‌های ۱۰-(a) و ۱۰-(b) نسبت به منحنی‌های ۱۰-(c) و ۱۰-(d)، با افزایش ۱۰۰ درصدی D<sub>90</sub>-D<sub>10</sub> و کاهش ۵۰ درصدی زمان، مقادیر D<sub>50</sub> و BPR به ترتیب ۹۸ درصد و ۹۰ درصد برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و ۵۸ درصد و ۹۷ درصد برای ذرات کاربید ۲۳۸-میکرونی کاهش داشته است. در منحنی‌های ۱۰-(c) و ۱۰-(d) اندازهٔ ذرات به علت آگلومراسیون، بزرگ‌تر شده است. بنابراین دیده می‌شود نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتر تأثیر بیشتری بر یکنواختی توزیع ذرات پودر کامپوزیتی در مقایسه با زمان‌های بالا دارد.

### ۳-۳- الگوهای پراش اشعه‌ی ایکس براده‌ها و پودرهای حاصل از آسیا و آلیاژسازی مکانیکی

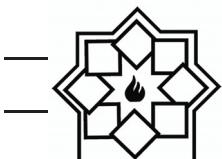
در شکل ۱۱ الگوهای پراش اشعه‌ی ایکس براده‌های آلیاژ منیزیم AZ91D و پودر حاصل از آسیا آن‌ها پس از الک با مش ۱۴۰ و بعد از آلیاژسازی با ۷۰٪ وزنی پودر کاربید سیلیسیوم نشان داده شده است. آلیاژ منیزیم AZ91D آلیاژی دو فازی شامل زمینه‌ای از فاز  $\alpha\text{-Mg}$  (اولیه و

می‌دهد. در شکل ۹ یک طرح شماتیکی احتمالی برای فرآیند آلیاژسازی مکانیکی این سیستم پیشنهاد داده شده است.



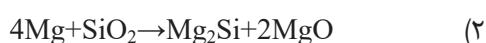
شکل ۹- مراحل مختلف یک سیستم داکتیل - ترد حین آلیاژسازی مکانیکی [15]

در مرحله‌ی ابتدایی آسیا، ذرات داکتیل دستخوش تغییرشکل شده، درحالی که ذرات ترد متholm خردشده‌گی می‌شوند. در ادامه‌ی فرآیند زمانی که ذرات داکتیل شروع به جوشخوردن می‌کنند ذرات ترد در لحظه‌ی برخورد گلوله‌ها بین دو یا چند ذره‌ی داکتیل به دام می‌افتد. در نتیجه ذرات تقویت‌کننده‌ی خرد شده در مرزهای سطح مشترک ذرات فلزی جوشخوردگه، قرار می‌گیرند و باعث تشکیل یک ذره‌ی کامپوزیتی واقعی می‌شوند. هنگامی که جوشخوردگی مکانیزم غالب در فرآیند است مورفولوژی ذرات با انباسته شدن ذرات ورقه‌ای تغییر می‌یابد. این پدیده‌ها، تغییرشکل، جوشخوردگی و پراکندگی ذرات جامد، باعث سخت شدن ماده و افزایش فرآیند شکست که به مورفولوژی ذرات هم محور نیز کمک می‌کند می‌شوند. در نهایت مکانیزم‌های جوشخوردگی و شکست به تعادل می‌رسند که تشکیل ذرات کامپوزیتی دارای مرزهای مشترک با جهت‌گیری

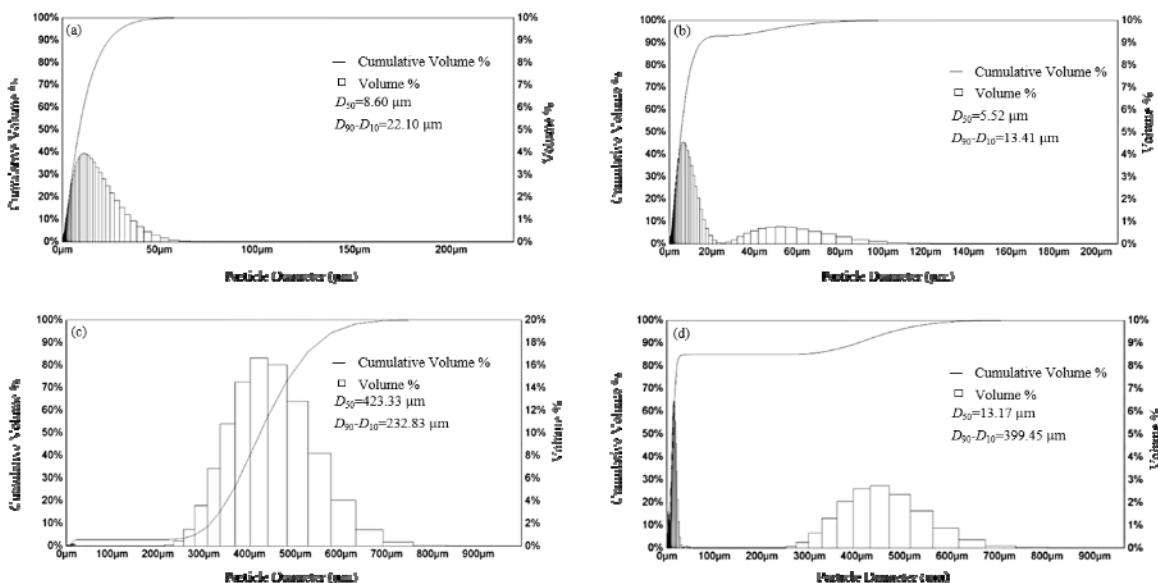


که پیک مربوط به آن در الگوی پراش مشاهده نشد. آلودگی از کاپ‌ها و گلوله‌های آسیا یکی از مشکلات بسیار مهم در فرآیند آسیا و آلیاژسازی مکانیکی هنگامی که از زمان‌های آسیای طولانی، سرعت آسیای بالا و ترکیبات سخت استفاده می‌شود، می‌باشد. باید توجه شود که پودرهای فلزی می‌توانند به آسانی بر روی سطوح گلوله‌های آسیا و دیواره‌های داخلی کاپ، پوشش نازکی را تشکیل دهند که این پوشش باعث کاهش مقدار آلودگی از طریق ممانعت محیط آسیا از تماس با پودرهای آسیا شده می‌شود. با مشاهده‌ی الگوهای پراش مشخص می‌شود فاز ناخواسته‌ای با کسر حجمی بالای ۵ درصد (با توجه به دقت XRD در تعیین فازها) حین انجام فرآیندهای آسیا و آلیاژسازی مکانیکی تحت اتمسفر گاز آرگون در پودرها به وجود نیامده است.

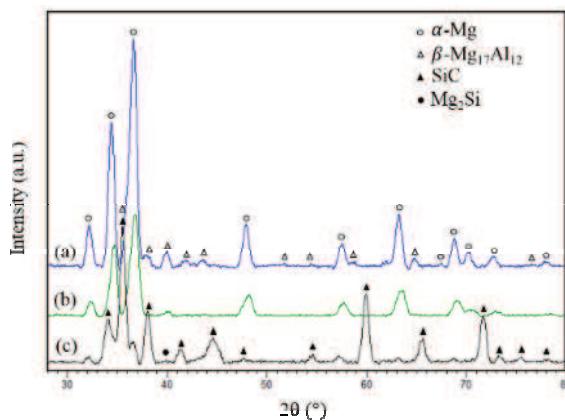
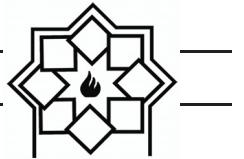
یوتکتیک) و فاز  $\alpha\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  (ذرات یوتکتیک و رسوبات لایه‌ای) می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود پیک‌ها پهن‌تر شدت آن‌ها کم‌تر و در نهایت بیشتر آن‌ها با ادامه‌ی فرآیند آسیا ناپدید می‌شوند. افزایش پهنای پیک پراش اشعه‌ی ایکس نشان‌دهنده‌ی تشکیل فاز آمرف، ریز‌شدن دانه‌های کریستالی و/ یا افزایش چگالی عیوب می‌باشد. در الگوی پراش پودر کامپوزیتی AZ91D-SiC پیک جدید فاز بین فلزی  $\text{Mg}_2\text{Si}$  به علت ورود عنصر Si از ذرات تقویت‌کننده به پودر کامپوزیتی نمایان شده است. اساساً دو واکنش احتمالی برای تشکیل فاز  $\text{Mg}_2\text{Si}$  وجود دارد [23]



در حالت واکنش ۲  $\text{MgO}$  محصول دیگر واکنش می‌باشد



شکل ۱ - منحنی توزیع اندازه‌ی ذرات پودرهای کاربید سیلیسیوم ۲ میکرون، ۵ ساعت آسیا با BPR 20:1، (b) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۵ ساعت آسیا با BPR 20:1، (c) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با BPR 10:1 و (d) اندازه‌ی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۲۰ ساعت آسیا با BPR 10:1



شکل ۱۱- الگوی پراش اشعه ایکس (a) برادههای AZ91D، (b) پودر حاصل از آسیای برادهها با BPR 25:1 و ۱۰-۳۰ ساعت آسیا پس از الک با مش ۱۴۰ و (c) پودرهای کامپوزیتی AZ91D-70 wt.% 2 $\mu$ m SiC پس از ۵ ساعت آلیاژسازی با BPR 20:1

کاربید سیلیسیوم ریز و درشت در دو زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف، نشان می‌دهد نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتر تأثیر بیشتری بر یکنواختی توزیع ذرات پودر کامپوزیتی در مقایسه با زمان‌های بالا دارد. بهترین حالت هم برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و هم ۲۳۸ میکرونی در شرایط ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ به دست آمد.

- مقایسه الگوهای پراش اشعه ایکس برادهها و پودرهای حاصل از آسیا و آلیاژسازی مکانیکی نشان می‌دهند که با انجام این فرآیندها پیک‌ها پهن‌تر، شدت آن‌ها کمتر و در نهایت بیشتر آن‌ها با ادامه فرآیند ناپذید می‌شوند.

- در فرآیند آسیای مکانیکی به عنوان یک جایگزین مهم برای سایر روش‌های تولید پودر از براده و آماده‌سازی پودرهای کامپوزیتی، با انتخاب نسبت وزنی گلوله به پودر بالا می‌توان در زمان‌های آسیای پایین‌تری به پودر با اندازه‌ی ذرات ریزتر، بازدهی پودر بیشتر و توزیع یکنواخت‌تر ذرات کامپوزیتی دست یافت.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق فرآیند آسیای مکانیکی برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D و آلیاژسازی مکانیکی پودر حاصل همراه با ذرات کاربید سیلیسیوم مورد مطالعه قرار گرفت و نتایج زیر حاصل گردید:

- مقایسه‌ی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و منحنی‌های توزیع اندازه‌ی ذرات مربوط به پودرهای حاصل از آسیای برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D در سه زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف نشان می‌دهد نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتر تأثیر بیشتری بر ریز شدن ذرات آسیا شده در مقایسه با زمان‌های بالا دارد. بازدهی پودر نیز در نسبت‌های وزنی بالاتر مقدار بیشتری دارد. بهترین حالت در شرایط ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ به دست آمد.

- مقایسه‌ی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و منحنی‌های توزیع اندازه‌ی ذرات مربوط به پودرهای حاصل از آلیاژسازی پودر آلیاژ منیزیم AZ91D و ذرات



## مراجع

- composite powder based on AlSi5Cu2 alloy chips modified by SiC particles, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 58, No. 2, pp. 437-441, 2013.
- [10] M. A. Thein, L. Lu, M. O. Lai, Effect of milling and reinforcement on mechanical properties of nanostructured magnesium composite, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, No. 9, pp. 4439-4443, 2009.
- [11] A. S. Prosviryakov, SiC content effect on the properties of Cu-SiC composites produced by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 632, pp. 707-710, 2015.
- [12] Z. Sherafat, M. H. Paydar, R. Ebrahimi, Fabrication of Al7075/Al, two phase material, by recycling Al7075 alloy chips using powder metallurgy route, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 487, No. 1-2, pp. 395-399, 2009.
- [13] S. Sugiyama, J. Yanagimoto, Solidification and Forming Technology of Minute Scrap Metal by Semisolid Process, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol. 3, No. 2, pp. 227-235, 2009.
- [14] A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, A. Patir, Determining the effect of process parameters on particle size in mechanical milling using the Taguchi method: measurement and analysis, Measurement, Vol. 46, No. 9, pp. 3532-3540, 2013.
- [15] J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert, J. M. Torralba, Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, Materials Science and Engineering: A, Vol. 342, No. 1-2, pp. 131-143, 2003.
- [16] A. Canakci, T. Varol, A novel method for the production of metal powders without conventional atomization process, Journal of Cleaner Production, Vol. 99, pp. 312-319, 2015.
- [17] B. J. M. Aikin, T. H. Courtney, The kinetics of composite particle formation during mechanical alloying,
- [1] E. Alkaya, G. N. Demirer, Greening of production in metal processing industry through process modifications and improved management practices, Resources, Conservation and Recycling, Vol. 77, pp. 89-96, 2013.
- [2] H. Hatayama, I. Daigo, Y. Matsuno, Y. Adachi, Evolution of aluminum recycling initiated by the introduction of next-generation vehicles and scrap sorting technology, Resources, Conservation and Recycling, Vol. 66, pp. 8-14, 2012.
- [3] S. Koyanaka, K. Kobayashi, Automatic sorting of lightweight metal scrap by sensing apparent density and three-dimensional shape, Resources, Conservation and Recycling, Vol. 54, No. 9, pp. 571-578, 2010.
- [4] M. Samuel, A new technique for recycling aluminium scrap, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 135, No. 1, pp. 117-124, 2003.
- [5] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in materials science, Vol. 46, No. 1-2, pp. 1-184, 2001.
- [6] S. N. Alam, Synthesis and characterization of W-Cu nanocomposites developed by mechanical alloying, Materials Science and Engineering: A, Vol. 433, No. 1-2, pp. 161-168, 2006.
- [7] B. S. Murty, S. Ranganathan, Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling, International materials reviews, Vol. 43, No. 3, pp. 101-141, 1998.
- [8] M. Suśniak, P. Pałka, J. Karwan-Baczewska, Influence of Milling Time on the Crystallite Size of AlSi5Cu2/SiC Composite Powder, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 61, No. 2, pp. 977-980, 2016.
- [9] M. Śusniak, J. Karwan-Baczewska, J. Dutkiewicz, M. A. Grande, M. Rosso, Structure investigation of ball milled



Metallurgical transactions A, Vol. 24, No. 3, pp. 647-657, 1993.

- [18] A. Canakci, T. Varol, S. Ozsahin, Analysis of the effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measurement and modeling, Measurement, Vol. 46, No. 6, pp. 1818-1827, 2013.
- [19] T. Varol, A. Canakci, Effect of weight percentage and particle size of B<sub>4</sub>C reinforcement on physical and mechanical properties of powder metallurgy Al2024-B<sub>4</sub>C composites, Metals and Materials International, Vol. 19, No. 6, pp. 1227-1234, 2013.
- [20] A. K. Shukla, N. Nayan, S. V. S. N. Murty, K. Mondal, S. C. Sharma, K. M. George, S. R. Bakshi, Processing copper–carbon nanotube composite powders by high energy milling, Materials characterization, Vol. 84, pp. 58-66, 2013.
- [21] J. Ma, L. C. Lim, Effect of particle size distribution on sintering of agglomerate-free submicron alumina powder compacts, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 22, No. 13, pp. 2197-2208, 2002.
- [22] S.G. Zhu, C.X. Wu, Y.L. Luo, Effects of stearic acid on synthesis of nanocomposite WC-MgO powders by mechanical alloying, Journal of Materials Science, Vol. 45, pp. 1817-1822, 2010.
- [23] B. Inem, G. Pollard, Interface structure and fractography of a magnesium-alloy, metal-matrix composite reinforced with SiC particles, Journal of Materials Science, Vol. 28, No. 16, pp. 4427-4434, 1993.