

بررسی اثر زمان آسیاکاری بر تغییرات ریزساختاری و آنالیز فازی پودر Mg-3Zn تولید شده به روش آسیاکاری مکانیکی

مرضیه یحیی ذمه^۱، مجید کاوانلوئی^{۱*}، مهرداد شهباز^۱ و یونس بیگی خسروشاهی^۲

۱- آذربایجان غربی، ارومیه، دانشگاه ارومیه، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد

۲- آذربایجان شرقی، تبریز، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی شیمی، دانشگاه شهید مدنی

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۳/۲۳؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۶/۲۰)

چکیده: در این تحقیق پودر Mg-3Zn با استفاده از آسیاب سیاره‌ای تحت اتمسفر آرگون تولید شد. هدف از این پژوهش بررسی اثر زمان آسیاکاری (۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت) بر روی تغییرات ریز ساختاری و مشخصات بلورشناسی Mg-3Zn است. برای بررسی فازهای ایجاد شده در طی زمان‌های مختلف آسیاکاری از آنالیز پراش پرتو ایکس استفاده شد. همچنین مورفولوژی پودرهای سنتز شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. مشخصه‌های بلوری پودرهای تولید شده کامپوزیتی مانند اندازه بلورک، کرنش و پارامتر شبکه با استفاده از روش‌های ویلیامسون-هال و روش ریتولد به‌طور کامل ارزیابی شد. اثر زمان آسیاکاری بر روی خواص مکانیکی پودرها با استفاده از آزمون میکروسختی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد با افزایش زمان آسیاکاری اندازه بلورک، پارامتر شبکه و سختی پودر Mg-Zn کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی: آلیاژسازی مکانیکی، Mg-3Zn، متالورژی پودر، آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: M.kavanlouei@urmia.ac.ir

Evaluating the Effect of Milling Time on the Microstructural Changes and Phase Analysis of Mg-3Zn Powder Synthesized by Mechanical Alloying

M. Yahyazameh¹, M. Kavanlouei^{*}, M. Shahbaz¹ and Y. Beygi-Khosrowshahi²

1- Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Urmia University, Urmia, Iran

2- Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Azarbaijan Shahid Madani University, Tabriz, Iran

ABSTRACT

In this study, Mg-3Zn nanocomposite powder was produced using planetary ball mill under argon atmosphere. The aim of this work was to study the effect of milling time (2.5, 5, 7.5, and 10 h) on the crystallographic features and microstructure of Mg-3Zn. X-Ray diffraction (XRD) was used to investigate phase analysis of various milled powders. Also, the morphology of different samples were observed by scanning electron microscopy (SEM). The crystallographic features of the composite powders such as crystallite size, strain, and lattice parameter were thoroughly characterized by Rietveld and Williamson-Hall methods. The effect of milling time on the mechanical properties of the powders was evaluated using microhardness test. The results declared that crystallite size, lattice parameter, and microhardness of Mg-Zn powder decreased with increasing milling time.

Keywords: Mechanical alloying; Mg-3Zn, Powder metallurgy, Planetary ball mill.

۱- مقدمه

فلزات زیست تخریب پذیر، فلزات یا آلیاژهایی هستند که به صورت ایمن در داخل بدن جذب یا تخریب می شوند. امروزه از این فلزات به طور گسترده به عنوان ایمپلنت های زیست تخریب پذیر استفاده می شود. این ایمپلنت ها به تدریج در داخل بدن خورده شده، و بافت میزبان به محصولات خوردگی آزاد شده توسط آن ها پاسخ مناسبی خواهد داد. از طرفی پس از انجام ماموریت و بهبود بافت آسیب دیده، ایمپلنت باقیمانده به طور کامل تخریب می شود (۱-۳). یکی از مزایای اصلی ایمپلنت های زیست تخریب پذیر، حذف جراحی نهایی برای برداشتن ایمپلنت پس از بهبودی کامل بافت است. در نتیجه مشکلات طولانی مدت ناشی از ایمپلنت های دائمی کاهش یافته و یا حذف می شود (۴-۵).

فلزات زیست تخریب پذیر که به عنوان ایمپلنت در درون بدن استفاده می شوند شامل فلزات خالص، آلیاژها و کامپوزیت های زمینه فلزی می باشند. در این میان آلیاژهای منیزیم به دلیل زیست سازگاری مناسب به طور گسترده در کاربردهای ارتوپدی استفاده می شوند (۶). در میان این مواد،

آلیاژهای منیزیم به دلیل چگالی کم، استحکام ویژه بالا، قابلیت ماشینکاری بالا و زیست سازگاری خوب از مزایای قابل توجهی نسبت به سایر آلیاژهای زیستی برخوردار هستند (۷). علیرغم مزایای ذکر شده برای منیزیم و آلیاژهای آن، سرعت خوردگی سریع، تضاد هیدروژن بالا و استحکام ضعیف در حالت ریخته گری از معایب آن می باشد (۸). این نقاط ضعف را می توان با استفاده از عناصر آلیاژی (Ca, Zn, Mn, Sr, Ag, Zr و ...) و روش های فرآوری مناسب (ریخته گری، اکستروژن، متالورژی پودر و ...) بهبود بخشید (۹-۱۰).

در میان عناصر آلیاژی مختلف ذکر شده، روی یکی از ضروری ترین مواد مغذی در بدن انسان بوده و امروزه آلیاژهای Mg-Zn از نظر کاربردهای پزشکی بسیار مورد توجه قرار گرفته اند. بیش از ۸۵ درصد روی در ماهیچه ها و استخوان ها وجود داشته و حد حلالیت آن در منیزیم ۶/۲ درصد وزنی است. افزودن روی به منیزیم می تواند منجر به افزایش مداوم تنش تسلیم شود. بنابراین، روی را می توان به عنوان یک عنصر آلیاژی از ۱ تا ۶ درصد وزنی اضافه کرد، اما میزان روی برای رسیدن به حداکثر UTS (۲۱۶/۸ MPa) و ازدیاد طول (۱۵/۸٪)

در مطالعه دیگری اثر همزمان عناصر آلیاژی روی و آلومینیوم بر خواص آلیاژ منیزیم به روش آسیاکاری مورد مطالعه و بررسی قرار گرفته است. نتایج آن‌ها نشان داد ترکیب بین فلزی تشکیل شده باعث افت خواص آلیاژ پایه منیزیم شده است (۲۲). اثر عنصر نقره (صفر تا ۳ درصد وزنی) بر خوردگی، خواص مکانیکی و زیست‌فعالی آلیاژ منیزیم-روی تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی نشان داد که نقره این خواص را بهبود می‌دهد (۲۳).

مطالعات و بررسی‌های صورت گرفته نشان داد، مطالعه جامع و کامل وجود ندارد که اثر زمان آسیاکاری بر تغییرات فازی، ریزساختاری و سختی آلیاژهای Mg-Zn تولید شده به روش آسیاکاری را بررسی کرده باشد. بنابراین هدف از انجام این پژوهش بررسی اثر زمان آسیاکاری بر فازهای ایجاد شده، اندازه بلورک، تغییرات مورفولوژی و تغییرات سختی می‌باشد.

۲- مواد و روش تحقیق

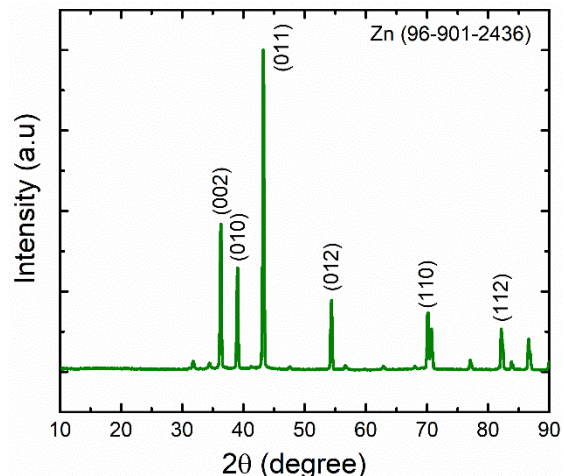
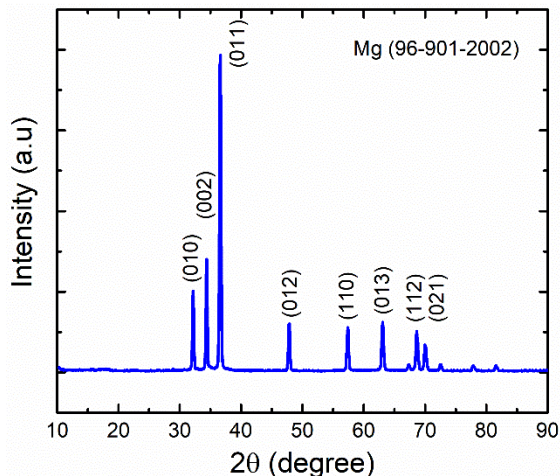
مخلوطی از پودرهای منیزیم با خلوص ۹۹/۹٪، روی با خلوص ۹۹/۷٪ و اسید استتاریک به‌عنوان مواد اولیه از شرکت سیگما آلد ریچ خریداری شدند. آلیاژسازی مکانیکی در آسیاب سیاره‌ای در دمای اتاق تحت اتمسفر آرگون انجام شد. محفظه آسیاکاری و گلوله‌های استفاده شده از جنس فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ سخت شده می‌باشد. از محفظه آسیاکاری با حجم ۲۵۰ mL و گلوله‌هایی با دو ابعاد متفاوت با قطرهای ۱۰ و ۱۴ mm استفاده شد. سرعت آسیاکاری (۳۰۰ rpm) و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۵ به ۱ (۱۵:۱) و میزان اسید استتاریک به‌عنوان عامل PCA (۱/۵ %wt) به‌عنوان پارامترهای ثابت در نظر گرفته شد و زمان آسیاکاری به‌عنوان پارامتر متغیر (۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت) در نظر گرفته شد. پارامترهای آسیاکاری در جدول (۱) نشان داده شده است.

برای شناسایی فازی نمونه‌های پودری آسیاکاری شده از ۱۰-۹۰= ۲θ و با زاویه گام ۰/۰۵ استفاده شد. برای شناسایی فازها از نرم‌افزار Xpert highscore plus استفاده شد. اندازه

باید به ۴ درصد وزنی محدود شود (۱۱-۱۳). طبق مطالعات انجام شده مقدار بهینه روی در آلیاژ Mg-3Zn برای کمترین مقدار خوردگی ۳ درصد وزنی می‌باشد (۱۴).

در روش‌های توسعه آلیاژهای منیزیم سه روش مؤثر شامل آلیاژسازی، علم مهندسی سطح و تشکیل بیوکامپوزیت‌های زمینه منیزیم برای کاهش سرعت تخریب منیزیم استفاده شده است. در این میان استفاده از مسیرهای متالورژی پودر (به‌عنوان مثال، آلیاژسازی مکانیکی^۱) یک رویکرد بالقوه برای ساخت کامپوزیت‌های مبتنی بر منیزیم است. روش آسیاکاری روش ارزان قیمت بوده و امروزه برای تولید انواع نانومواد، مواد آمورف و ترکیبات بین فلزی و کامپوزیتی با کاربردهای مختلف به‌طور صنعتی استفاده می‌شود. از مزایای دیگر این روش نسبت به سایر روش‌ها، امکان دستیابی به توزیع یکنواخت افزودنی نانو در زمینه و همچنین سهولت تولید مواد نانو ساختار با اندازه دانه‌های ریز می‌باشد. این مسئله در روش ریخته‌گری چالش به حساب می‌آید (۱۵-۱۸).

بر اساس مطالعات صورت گرفته در مقالات، خواص آلیاژهای منیزیم به عوامل مختلفی مانند روش تولید، نوع افزودنی استفاده شده و دمای تف‌جوشی بستگی دارد. از مطالعات صورت گرفته توسط زوهیلاواتی و همکاران (۱۹)، اثر زمان آسیاکاری بر آلیاژ منیزیم Mg-Zn می‌باشد. بر طبق این مطالعه پس از ۲ ساعت آسیاکاری فاز γ -MgZn₂ تولید شده و با افزایش زمان آسیاکاری به دلیل کاهش اندازه بلورک، دانسیته ($1/8 \text{ g.cm}^{-3}$) و سختی (۸۸/۷۲ Hv) افزایش می‌یابد. در مطالعه دیگری اثر عوامل آسیاکاری مانند نسبت گلوله به پودر، سرعت آسیاکاری، زمان آسیاکاری و درصد روی بر آلیاژ منیزیم Mg-Zn مورد مطالعه قرار گرفته است (۲۰). آن‌ها گزارش کردند که دانسیته آلیاژ منیزیم-روی تولید شده بین $1/8-1/99 \text{ g.cm}^{-3}$ بوده که نزدیک دانسیته استخوان بدن انسان می‌باشد. همچنین سختی منیزیم از ۲۷ Hv به ۵۴ Hv با افزودن ۳ تا ۱۰ درصد وزنی افزایش یافت (۲۰). گزارش شده که یک مقدار بهینه از افزودنی وجود دارد که می‌تواند خواص را افزایش دهد (۲۱).



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس از مواد پودری اولیه خریداری شده منیزیم و روی.

می‌باشد. با رسم پارامتر $\beta \cos\theta\lambda$ برحسب $\sin\theta\lambda$ خط مستقیمی به دست آمده که شیب خط مقدار میکرو کرنش و عکس عرض از مبدأ مقدار بلورک را نشان می‌دهد.

مورفولوژی و شکل پودرهای آسیاکاری شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی^۴ مدل MIRA3TESCAN- XMU مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. سختی پودرهای آسیاکاری شده پس از ماند کردن با استفاده از نیروی ۱۰ گرم و زمان ۱۰ ثانیه با استفاده از میکروسختی ویکرز اندازه‌گیری گردید. برای هر نمونه، پنج اندازه‌گیری انجام شده و گزارش شد. نمونه پودری بهینه با فشار ۴۰۰ مگاپاسکال فشرده و به صورت قرص با قطر ۱۰ میلی‌متر تولید گردید. نمونه تولید شده در دمای ۵۳۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت با استفاده از اتمسفر آرگون تحت فرآیند تفجوشی قرار گرفت و سپس مشخصه‌یابی شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی و مشخصه‌یابی پودرهای اولیه

شکل (۱) الگوی پراش اشعه ایکس از پودرهای اولیه خریداری شده را نشان می‌دهد. همه پیک‌ها با استفاده از قانون براگ^۵ اندیس‌گذاری شدند. همچنان که در این شکل مشخص است، برای هر ماده پیک‌های مربوط به همان ماده مشخص است و

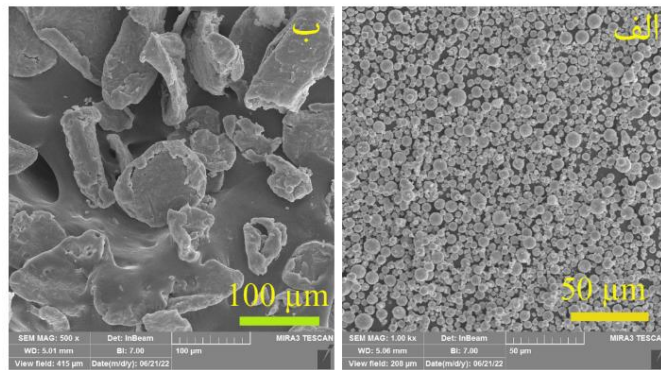
جدول ۱- پارامترهای آسیاکاری

محفظه آسیاکاری	فولاد کربنی سخت شده
حجم محفظه آسیاکاری	۲۵۰ ml
جنس گلوله‌ها	فولاد کربنی سخت شده
ابعاد گلوله‌ها	۱۴-۱۰ mm [۱۸]
اتمسفر	آرگون
سرعت آسیاکاری	۳۰۰ rpm [۱۹]
نسبت وزن گلوله به پودر	۱۵:۱ [۱۸]
مجموع وزن پودر	۲۵ gr
زمان آسیاکاری	۱۰-۷/۵-۵-۲/۵ [۲۰] h
اسید استتاریک	۱/۵ wt% [۱۸]

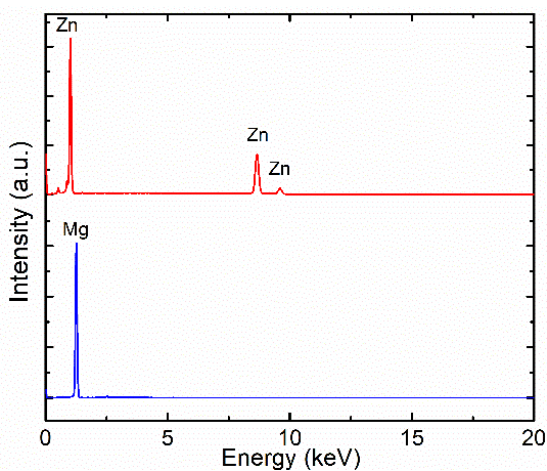
بلورک، کرنش شبکه و پارامتر شبکه از طریق آنالیز ریتولد^۲ محاسبه شدند. اندازه بلورک و کرنش شبکه با استفاده از روش ویلیامسون-هال نیز طبق معادله (۱) محاسبه شدند (۲۴).

$$\beta \cos\theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\epsilon \sin\theta \quad (1)$$

که در این رابطه β بیشترین پهنا در نصف پیک ماکزیمم (FWHM)، λ طول موج پراش اشعه ایکس، K ثابت شرر برابر دستگاه پراش پرتو ایکس^۳ D8-Advanced Bruker AXS در محدوده زاویه با مقدار ۰/۹، D اندازه بلور و ϵ میکرو کرنش



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای اولیه خریداری شده (الف) روی و (ب) منیزیم.



شکل ۳- آنالیز عنصری EDS از پودرهای اولیه منیزیم و روی.

۲-۳- اثر زمان آسیاکاری بر آنالیز فازی و ریزساختار Mg-3Zn

شکل (۴) الگوی پراش اشعه ایکس پودر نمونه ۳ درصد وزنی آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف (۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت) را نشان می‌دهد. همان‌طور که از شکل مشاهده می‌شود، پس از ۲/۵ ساعت آسیاکاری پیک‌ها پهن‌تر شده و ارتفاع آن‌ها کاهش یافته‌است. این روند با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت ادامه دارد. در طی آسیاکاری به دلیل تغییر شکل مکانیکی وارد شده بر پودر و در اثر برخورد مکرر گلوله به پودر، کریستال‌ها و ذرات ریز و ظریف شده و کرنش شبکه‌ای افزایش می‌یابد. این دو عامل می‌تواند دلیل پهن شدن پیک‌ها و در نتیجه کاهش ارتفاع آن‌ها باشد. پس از ۲/۵ ساعت آسیاکاری علاوه بر

آلودگی خاصی وجود ندارد. اگر هم آلودگی وجود دارد میزان آن کمتر از حد آشکارسازی آزمون XRD می‌باشد. برای منیزیم الگوی پراش منطبق بر فایل مرجع JCPDS 96-901-2002 بوده و برای روی نیز منطبق با JCPDS 96-901-2436 می‌باشد.

مورفولوژی و اندازه ذرات پودرهای اولیه خریداری شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل (۲) نشان داده شده‌است. همان‌طور که در این شکل مشخص است (شکل ۲-الف) ذرات منیزیم چند ضلعی و ورقه‌ای شکل بوده در حالی که ذرات روی کروی شکل (شکل ۲-ب) می‌باشند. اندازه‌گیری اندازه ذرات با استفاده از نرم‌افزار ImageJ نشان داد که اندازه متوسط ذرات برای منیزیم ۵۰ میکرومتر و برای روی ۱۰ میکرومتر می‌باشد. همچنین ذرات روی نسبت به منیزیم از توزیع یکنواخت‌تری برخوردار هستند.

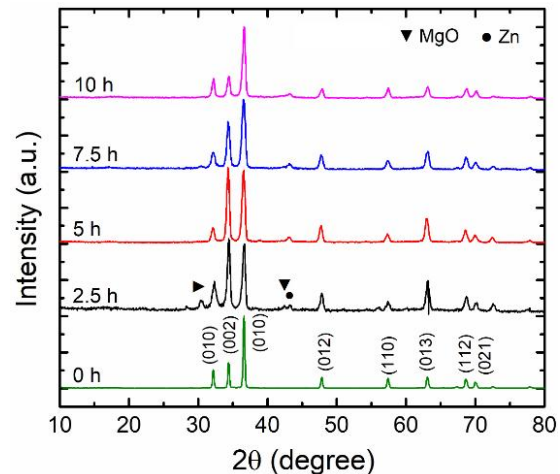
همچنین به منظور بررسی آنالیز عنصری پودرهای اولیه از آنالیز طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^۵ استفاده شد که در شکل (۳) نشان داده شده‌است. همانند الگوی پراش اشعه ایکس (شکل ۱) این شکل نیز تأیید می‌کند که هیچ‌گونه ناخالصی در پودرهای اولیه وجود ندارد و پیک‌های مشاهده شده مربوط به ماده اولیه می‌باشند. علاوه بر پیک‌های اصلی مواد اولیه منیزیم و روی پیک اکسیژن نیز مشاهده شده که احتمالاً مربوط به اکسید سطحی پودرها در هنگام آنالیز می‌باشند.

نسبت به منیزیم (157 pm)، در شبکه Mg جایگزین شده و با کاهش پارامتر شبکه این جایجایی پیک که در شکل (5) مشاهده می شود اتفاق افتاده است.

برای بررسی دقیق تر کاهش پارامتر شبکه که گفته شد به دلیل تشکیل محلول جامد و جایگزینی اتم های Zn در شبکه میزبان Mg می باشد، از آنالیز ریتولد استفاده شد. آنالیز ریتولد انجام شده روی الگوی پراش اشعه ایکس و انطباق آن با داده های آزمایشگاهی تجربی در شکل (6- الف، ب، ج، د و ه) نشان داده شده است. همان طور که در این شکل مشاهده می شود انطباق خوبی بین داده های آزمایشگاهی و برازش شده با استفاده از روش ریتولد وجود دارد. مقادیر R_{wp} و R_{exp} که به ترتیب فاکتور باقیمانده پروفایل توزین شده و فاکتور باقی مانده مورد انتظار کمتر از 10 درصد می باشند، که نشان دهنده کیفیت خوب مدل برازش شده می باشد.

نتایج آنالیز ریتولد و داده های به دست آمده از این آنالیز در شکل (7 و 8) نشان داده شده است. همان طور که در این شکل مشاهده می شود با افزایش زمان آسیاکاری تا 10 ساعت پارامتر شبکه و حجم سلول واحد کاهش پیدا کرده اند. این مساله به این دلیل است که در حین عملیات آسیاکاری با جایگزین شدن عنصر Zn با شعاع اتمی کوچکتر به جای Mg در شبکه منیزیم، پارامتر شبکه و حجم سلول کاهش پیدا کرده است. این مسئله از انتقال پیک های الگوی پراش به زوایای بالاتر نیز قابل تأیید می باشد.

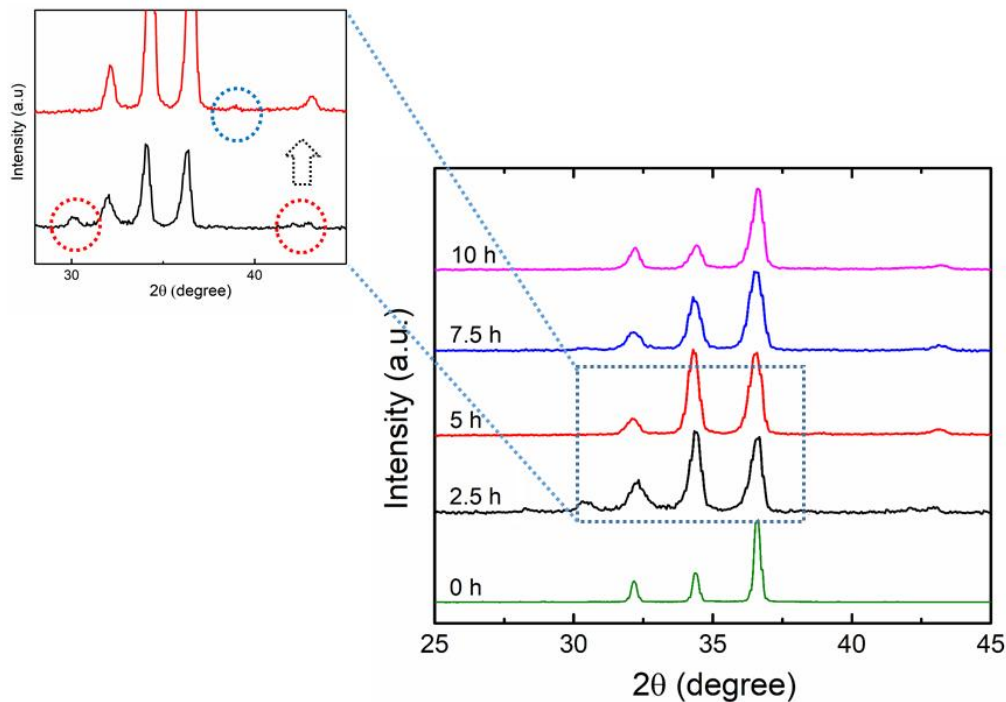
در شکل (9) منحنی های ویلیامسون-هال⁶ نشان داده شده است. در این منحنی ها اندازه بلورک از عرض از مبدا منحنی خطی انطباق داده شده و کرنش نیز از شیب آن به دست می آید. همچنین تغییرات اندازه بلورک و کرنش داخلی شبکه برای همه نمونه های پودری با استفاده از رابطه ویلیامسون-هال محاسبه شد. اندازه بلورک پس از 10 ساعت آسیاکاری به زیر 19/5 nm و میزان کرنش شبکه به 0/05 درصد رسیده است. این فرآیند را می توان این گونه تحلیل کرد: ذرات پودر طی آلیاژسازی مکانیکی در معرض تغییر شکل پلاستیک شدید قرار می گیرند.



شکل 4- الگوی پراش اشعه ایکس از پودرهای آسیاکاری شده در زمان های مختلف.

پیک های مربوط به منیزیم، پیک های اضافه و ریزی در زوایای $\theta_1 = 30/07$ ، $\theta_2 = 43/10$ و $\theta_3 = 43/10$ مشاهده می شوند. این پیک ها احتمالاً مربوط به اکسیدهای منیزیم می باشند. در واقع درصد بسیار کم اکسیژن می تواند مسئول تشکیل این ترکیبات باشد، اما به دلیل کسر وزنی کمی با افزایش زمان آسیاکاری حذف شده اند. با افزایش زمان آسیاکاری شدت برخی از پیک ها بیش از بقیه تغییر نموده که می تواند مربوط به تشکیل بافت باشد.

همان طور که در شکل (5) با بزرگنمایی بالاتر مشخص است، با افزایش زمان آسیاکاری پیک های منیزیم به سمت زوایای θ_2 بالاتر انتقال پیدا کرده اند. انتقال این پیک ها به سمت راست می تواند مربوط به تشکیل محلول جامد منیزیم باشد. از طرفی هم حذف پیک های ریز (احتمالاً مربوط به اکسید منیزیم) می تواند به دلیل تشکیل محلول جامد منیزیم یا آمورف شدن در حین آسیاکاری باشد. در حین فرآیند آسیاکاری تغییر شکل پلاستیک شدید روی پودرها منجر به عیوب ساختاری بسیاری شده که این عیوب با کاهش مسیرهای نفوذ در کنار افزایش دمای موضعی ایجاد شده می توانند به تشکیل محلول جامد و حلالیت بیشتر عنصر آلیاژی در زمینه فلزی کمک کنند. ذرات روی به عنوان عنصر آلیاژی با شعاع اتمی کوچکتر (134 pm)



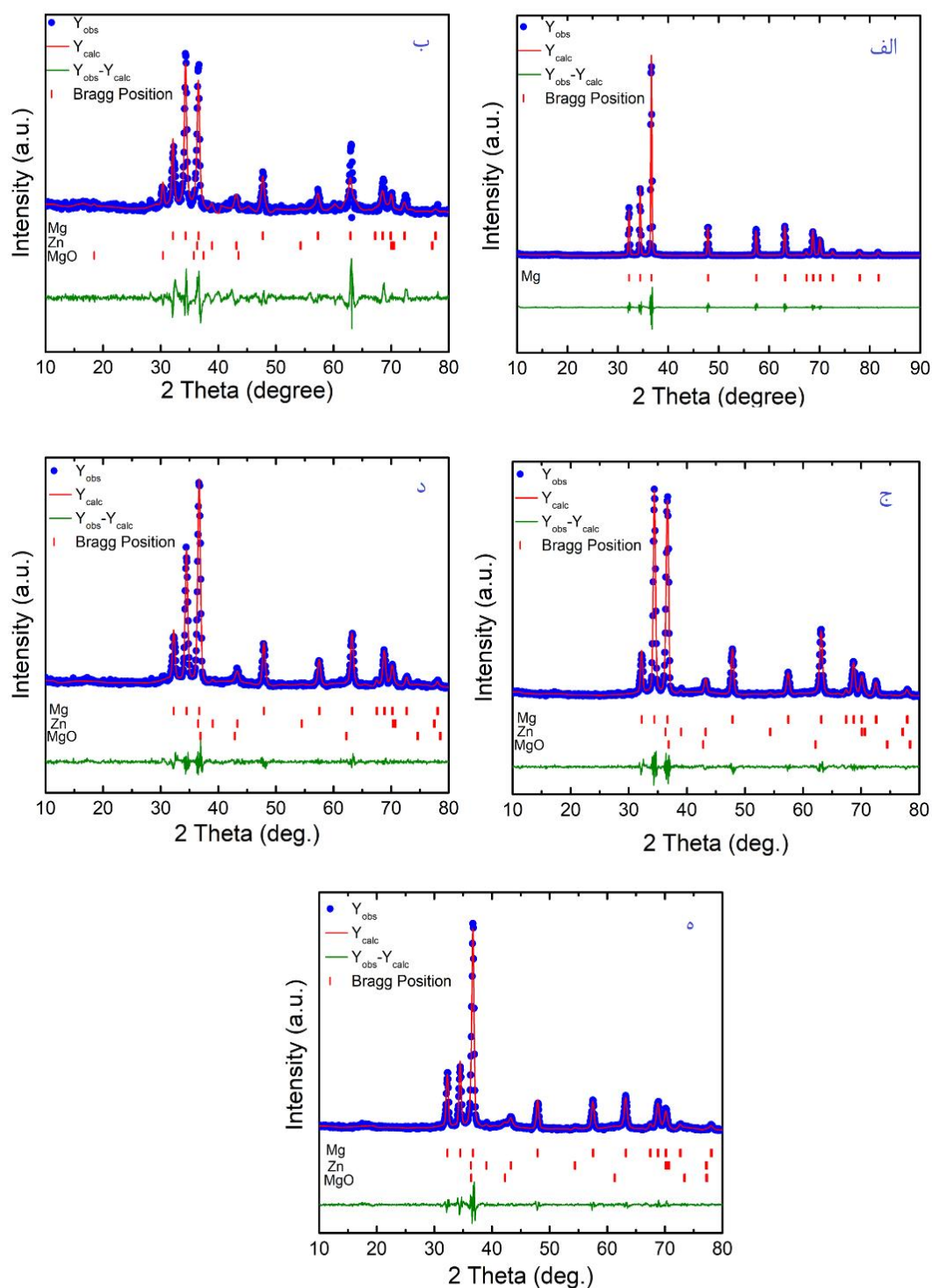
شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس از پودرهای آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف با بزرگنمایی بالاتر.

همان‌طور که از شکل مشخص است، در مراحل اولیه آسیاکاری (شکل ۱۰-الف) ذرات تمایل به جوش خوردن به یکدیگر و تشکیل ذرات بزرگ‌تر را دارند. بنابراین پس از ۲/۵ ساعت آسیاکاری اندازه ذرات بزرگ‌تر از ذرات اولیه و مورفولوژی آنها ورقه‌ای شکل می‌باشند (شکل ۱۰-ب). با افزایش زمان آسیاکاری تغییر شکل ذرات ادامه یافته و در اثر برخورد های متوالی گلوله و پودر ذرات کار سخت می‌شوند. ذرات کار سخت شده از طریق سازوکاری مانند شکست خستگی خرد شده و تمایل به شکست بر جوش سرد غلبه می‌کند. در این مرحله ذرات نه تنها ریز شده بلکه مورفولوژی آنها از حالت ورقه‌ای به حالت کروی تغییر می‌یابند. همچنین کسر حجمی ذرات ریز با افزایش زمان آسیاکاری افزایش می‌یابد (شکل ۱۰-ج).

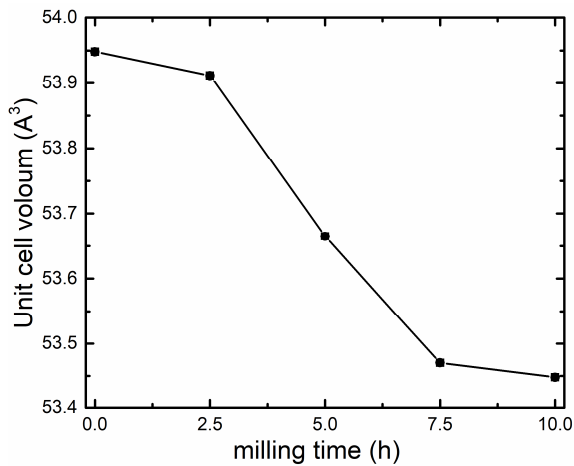
در آسیاکاری تقابل بین دو فرآیند جوش سرد و شکست تعیین کننده اندازه نهایی ذرات خواهد بود. همان‌طور که از شکل (۱۰-الف) مشخص است، در زمان‌های پایین آسیاکاری سازوکار غالب جوش سرد بوده و اندازه ذرات بزرگ‌تر شده و در زمان‌های بالای آسیاکاری سازوکار غالب شکست ذرات بوده

تحت این شرایط دانسیته نابجایی‌ها افزایش یافته و باندهای برشی شامل نابجایی با چگالی بالا در ساختار تشکیل می‌شود. با ادامه فرآیند آسیاکاری کرنش شبکه از طریق افزایش دانسیته نابجایی افزایش یافته و سلول‌های نابجایی تشکیل شده و مرزهای فرعی توسط مرزدانه‌های کم زاویه جدا می‌شوند (فرآیند بازیابی رخ می‌دهد). در ادامه تبدیل مرزهای کم زاویه به مرزدانه با زاویه زیاد از طریق چرخش دانه صورت گرفته و ریزدانه شدن تا برقراری تعادل بین فرآیند سخت شدن و بازیابی ادامه پیدا می‌کند. دانسیته نابجایی‌ها، نرخ تولید و بازیابی آنها و تبلور مجدد دینامیکی و سخت شدن ناشی از کرنش می‌تواند روی اندازه بلورک و کرنش شبکه به دست آمده در حین آسیاکاری اثر داشته باشد. همچنین کارسرد ایجاد شده و تغییر فرم پلاستیکی شدید ذرات در حین آسیاکاری منجر به عیب نقص در چیده شدن اتمی شده و حضور این عیب می‌تواند منجر به کاهش اندازه بلورک با افزایش زمان آسیاکاری شود.

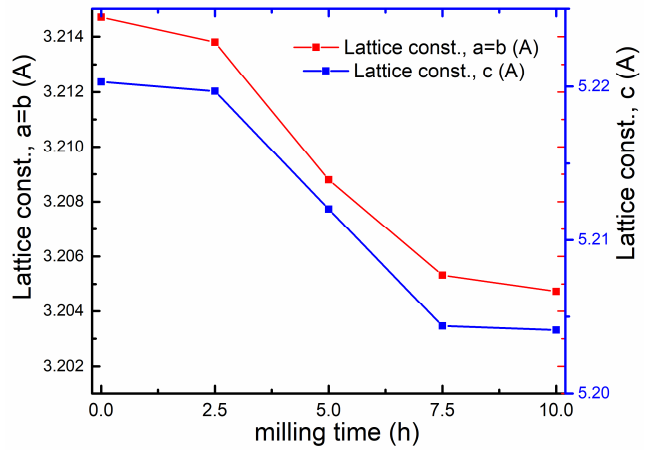
تغییرات مورفولوژی و شکل پودرها در طی زمان‌های مختلف آسیاکاری در شکل (۱۰) نشان داده شده است.



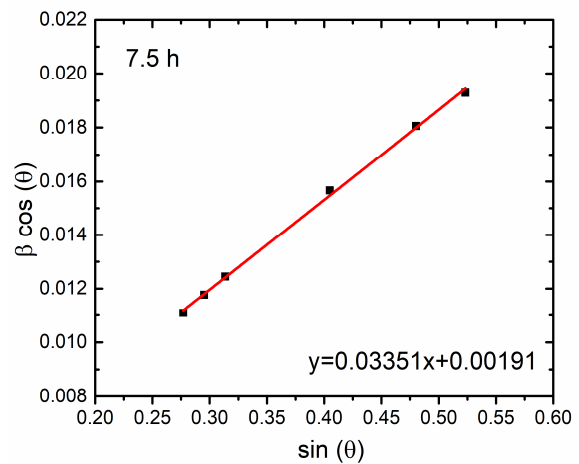
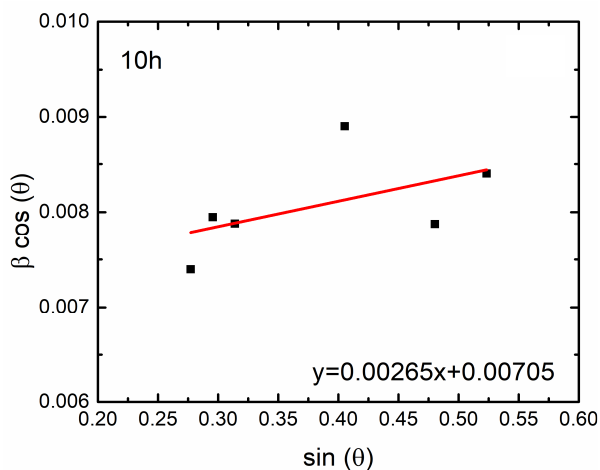
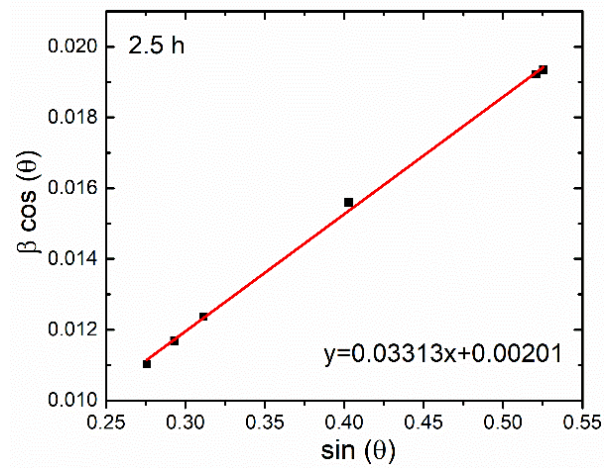
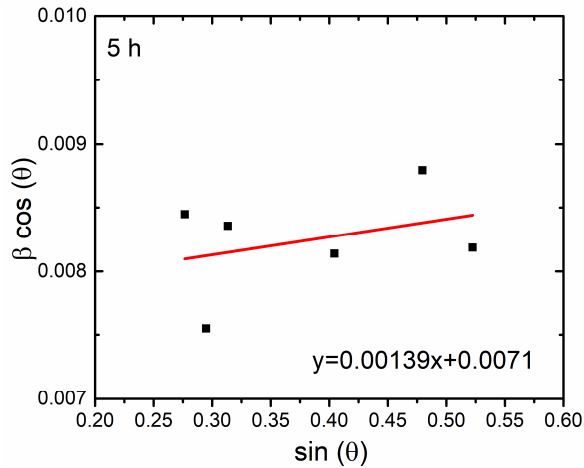
شکل ۶- آنالیز ریتولد از الگوی پراش اشعه ایکس پودرهای آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف و برازش شده توسط نرم‌افزار Fullprof. اختلاف بین الگوی آزمایشگاهی و آنالیز شده نیز برای مقایسه بهتر رسم شده است.



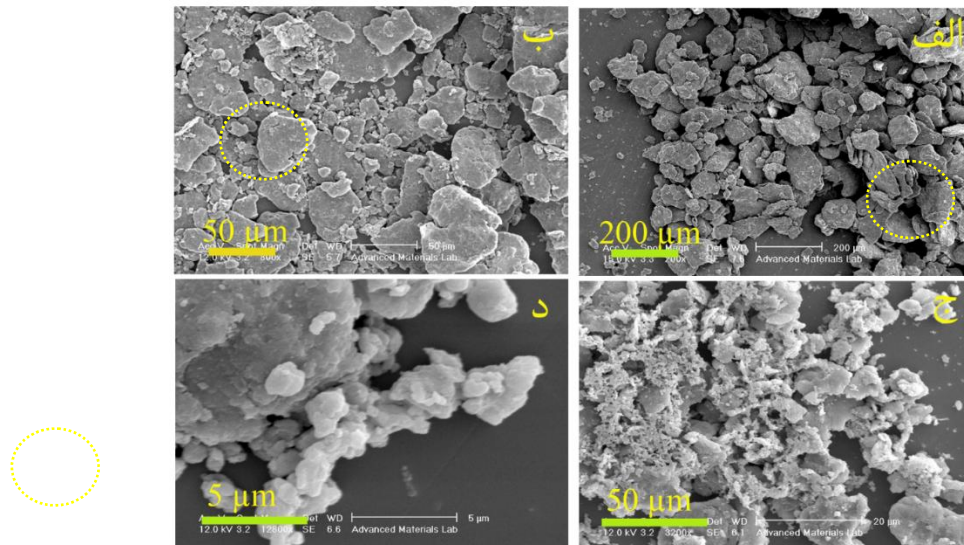
شکل ۸- حجم سلول شبکه هگزاگونال به دست آمده با استفاده از آنالیز ریتولد بر حسب زمان آسیاکاری.



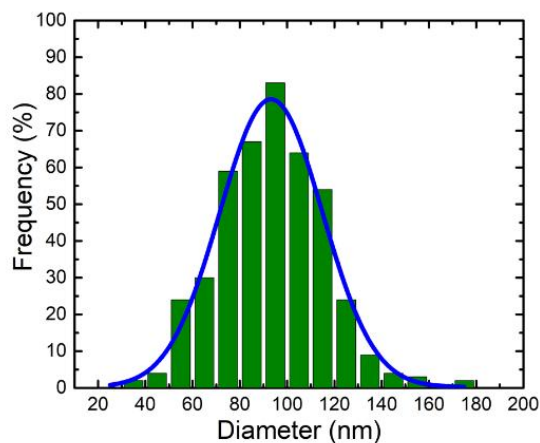
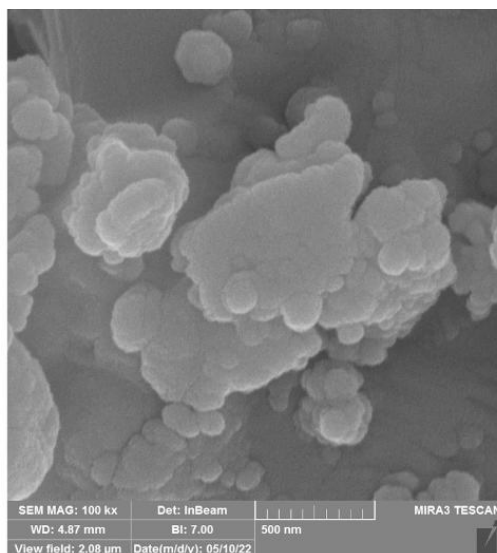
شکل ۷- پارامتر شبکه محاسبه شده با استفاده از آنالیز ریتولد بر حسب زمان آسیاکاری.



شکل ۹- نمودارهای ویلیامسون-هال برای نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری.



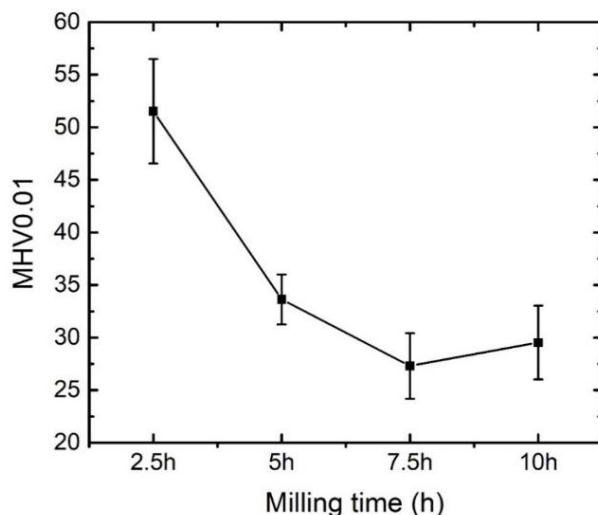
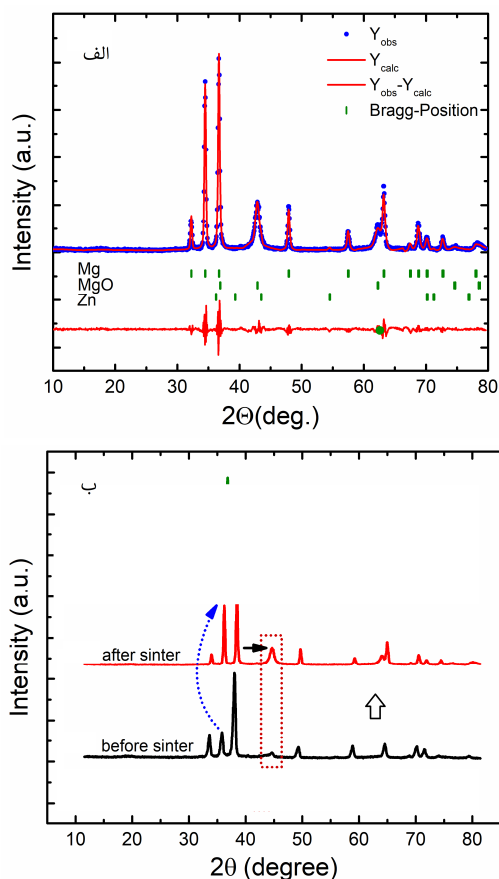
شکل ۱۰- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف: (الف) ۲/۵ ساعت، (ب) ۵ ساعت، (ج) ۷/۵ ساعت و (د) ۱۰ ساعت.



شکل ۱۱- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای آسیاکاری شده در زمان ۱۰ ساعت به همراه نمودار توزیع اندازه.

بنابراین پودرها باید در طول زمانی مناسب آسیاکاری شوند. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای آسیاکاری شده در زمان ۱۰ ساعت به همراه توزیع اندازه ذرات در شکل (۱۱) نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود ذرات به شدت آگلومره بوده و به یکدیگر چسبیده‌اند. همچنین توزیع اندازه نشان‌دهنده این است که ذرات در محدوده زیر ۱۰۰ نانومتر می‌باشند.

و ذرات ریز شده‌اند. بنابراین زمان آسیاکاری یک پارامتر مهم برای رسیدن به اندازه بهینه ذرات است. این زمان باید به گونه‌ای انتخاب شود که حالتی پایدار بین شکست و جوش سرد به وجود آید (قسمت ۱۰-د). در زمان‌های آسیاکاری پایین احتمال آلیاژسازی و تشکیل محلول جامد پایین بوده و از طرفی اگر زمان آسیاکاری از حد لازم زیادتر گردد، موجب افزایش سطح آلودگی و تشکیل بعضی از فازهای ناخواسته می‌شود.



شکل ۱۲- میکروسختی پودرها بر حسب زمان آسیاکاری.

۳-۳- اثر زمان آسیاکاری بر میکروسختی پودرهای آسیاکاری شده Mg-3Zn

میکروسختی پودرهای سنتز شده Mg-3Zn در زمان‌های مختلف آسیاکاری در شکل (۱۲) نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل مشخص است با افزایش زمان آسیاکاری سختی پودرها کاهش پیدا می‌کند. میکروسختی پودرهای آسیاکاری شده با افزایش زمان آسیاکاری از ۲/۵ به ۱۰ ساعت از ۹۶/۴±۵/۵۱ به ۲۷/۳±۳/۱۲ کاهش پیدا کرده است. افزایش دمای موضعی در حین آسیاکاری در اثر افزایش زمان آسیاکاری و نرم شدن ذرات در اثر حذف نابجایی‌ها و کاهش کرنش شبکه می‌تواند مسئول کاهش سختی در نمونه‌های پودری با افزایش زمان آسیاکاری باشد. همچنین بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد نیز می‌تواند رخ داده و منجر به کاهش سختی شده باشد.

۳-۴- اثر فرآیند تف جوشی بر پودرهای آسیاکاری شده Mg-3Zn

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه پودری Mg-3Zn آسیاکاری شده به مدت زمان ۱۰ ساعت و سپس تف‌جوشی شده در شکل (۱۳) نشان داده شده است. هم‌چنان که در این شکل مشاهده می‌شود پس از فرآیند تف‌جوشی موقعیت پیک‌ها چندان تغییر

شکل ۱۳- الف) الگوی پراش و آنالیز ریتولد از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه پودری آسیاکاری شده در زمان ۱۰ ساعت و سپس تف‌جوشی شده. ب) الگوی پراش پرتو ایکس قبل از تف‌جوشی (مشکی) و پس از تف‌جوشی (قرمز).

نکرده و شدت آن‌ها تغییر کرده است. همچنین چند پیک جدید در اثر تف‌جوشی ایجاد شده‌اند. بررسی‌های نرم افزای نشان داد این پیک‌های جدید همگی مربوط به فاز MgO می‌باشند. در الگوی پراش نمونه تف‌جوشی شده نیز علاوه بر دو فاز MgO (96-151-2520) و Zn (96-901-2436) به‌راحتی قابل مشاهده است. همچنین شدت پیک مربوط به این فاز (۴۲/۷۴) در اثر عملیات تف‌جوشی افزایش پیدا کرده است و پیک جدیدی در زوایای $\theta = 62^\circ$ ایجاد شده است. آنالیز ریتولد بر الگوی پراش اشعه ایکس نمونه تف‌جوشی شده نیز نشان داد پارامتر شبکه افزایش پیدا کرده است. از نمونه پودری ۱۰ ساعت آسیاکاری شده و سپس تف‌جوشی

در اثر افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت هیچ‌گونه فاز ثانویه مشاهده نشد و نتایج آنالیز XRD نشان داد که محلول جامد منیزیم تشکیل شده است. اگر هم فاز ثانویه یا آمورف تشکیل شده مقدار آن کمتر از حد آشکارسازی آزمون XRD می‌باشد.

(۱) نتایج مربوط به آنالیز ریتولد و ویلیامسون- هال نشان داد، با افزایش زمان آسیاکاری پارامتر شبکه و حجم سلول کاهش یافته است. همچنین اندازه بلورک با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت کاهش و به زیر ۱۰۰ نانومتر رسیده است.

(۲) بررسی شکل و مورفولوژی پودرها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد در زمان‌های اولیه آسیاکاری ذرات بزرگ‌تر شده و ورقه‌ای شکل می‌باشند که به تدریج با افزایش زمان آسیاکاری ریزتر و شبه کروی شکل شده‌اند.

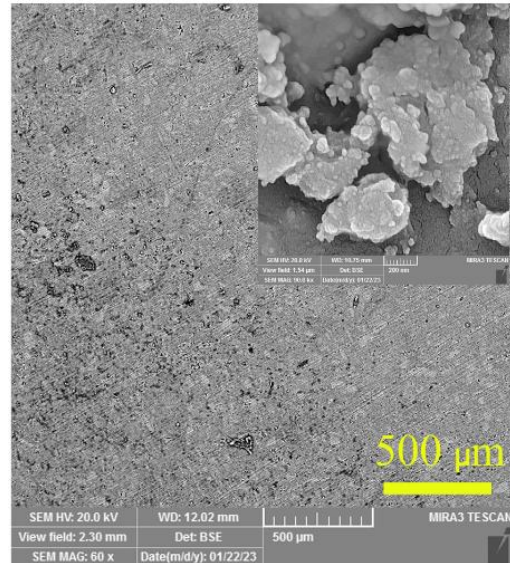
(۳) با افزایش زمان آسیاکاری سختی پودرها کاهش پیدا کرده که احتمالاً به دلیل نرم شدن ناشی از حذف نابجایی‌ها در اثر گرمای موضعی ایجاد شده در زمان‌های بالای آسیاکاری و یا پدیده تبلور مجدد می‌باشد.

تشکر و سپاسگزاری

این تحقیق حمایت خاصی از مؤسسات عمومی، صنعتی و غیرانتفاعی دریافت نکرده است.

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.



شکل ۱۴- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه پودر آسیاکاری شده در زمان ۱۰ ساعت و سپس تف‌جوشی شده.

شده تصاویر میکروسکوپی الکترونی تهیه شد که در شکل (۱۴) نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود دانه‌ها کروی شکل بوده و در اثر فرآیند تف‌جوشی به یکدیگر چسبیده‌اند. می‌توان گفت در اثر فرآیند تف‌جوشی و افزایش دما نفوذ رخ داده و باعث چسبیدن دانه‌ها به یکدیگر می‌شود. همچنین در قسمت‌های از نمونه تخلخل نیز مشاهده می‌شود.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، پودر آلیاژی Mg-3Zn با استفاده از روش آسیاکاری سیاره‌ای تحت اتمسفر گاز آرگون تولید شده و اثر آسیاکاری بر مشخصات ریزساختاری مورد بررسی قرار گرفت که نتایج به صورت زیر می‌باشد:

واژه‌نامه

1. mechanical alloying (MA)
2. Rietveld analysis
3. X-Ray diffraction (XRD)
4. scanning electron microscopy (SEM)
5. energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
6. Williamson-Hall method

مراجع

1. Prakasam M, Locs J, Salma-Ancane K, Loca D, Largeteau A, Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants—a review. *Journal of functional biomaterials* 2017;8(4):44.
2. Maurus PB, Kaeding CC. Bioabsorbable implant material review. *Operative Techniques in Sports Medicine* 2004;12(3):158-60.
3. Li X, Liu X, Wu S, Yeung KW, Zheng Y, Chu PK. Design of magnesium alloys with controllable degradation for biomedical implants: From bulk to surface. *Acta biomaterialia* 2016;45:2-30.
4. Ramkumar T, Selvakumar M, Vasanthankar R, Sathishkumar AS, Narayanasamy P, Girija G. Rietveld refinement of powder X-ray diffraction, microstructural and mechanical studies of magnesium matrix composites processed by high energy ball milling. *Journal of magnesium and alloys* 2018;6(4):390-8.
5. Deng Y, Yin Z, Zhao K, Duan J, He Z. Effects of Sc and Zr microalloying additions on the microstructure and mechanical properties of new Al–Zn–Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 2012;530:71-80.
6. Singh R, Bathaei MJ, Istif E, Beker L. A review of bioresorbable implantable medical devices: Materials, fabrication, and implementation. *Advanced Healthcare Materials* 2020;9(18):2000790.
7. Zheng YF, Gu XN, Witte F. Biodegradable metals. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 2014;77:1-34.
8. Xing F, Li S, Yin D, Xie J, Rommens PM, Xiang Z, Liu M, Ritz U. Recent progress in Mg-based alloys as a novel bioabsorbable biomaterials for orthopedic applications. *Journal of Magnesium and Alloys* 2022;10(6):1428-56.
9. Atrens A, Shi Z, Mehreen SU, Johnston S, Song GL, Chen X, Pan F. Review of Mg alloy corrosion rates. *Journal of Magnesium and Alloys* 2020;8(4):989-98.
10. Liu C, Xin Y, Tian X, Chu PK. Degradation susceptibility of surgical magnesium alloy in artificial biological fluid containing albumin. *Journal of Materials Research* 2007;22(7):1806-14.
11. Li N, Zheng Y. Novel magnesium alloys developed for biomedical application: a review. *Journal of Materials Science & Technology* 2013;29(6):489-502.
12. Loukil N. Alloying elements of magnesium alloys: a literature review. *Magnesium alloys structure and properties* 2021;17:58-78.
13. Qian X, Dong Z, Jiang B, Lei B, Yang H, He C, Liu L, Wang C, Yuan M, Yang H, Yang B. Influence of alloying element segregation at grain boundary on the microstructure and mechanical properties of Mg–Zn alloy. *Materials & Design* 2022;224:111322.
14. Gu X, Zheng Y, Cheng Y, Zhong S, Xi T. In vitro corrosion and biocompatibility of binary magnesium alloys. *Biomaterials* 2009;30(4):484-98.
15. Maleki-Ghaleh H, Shakeri MS, Dargahi Z, Kavanlouei M, Garabagh HK, Moradpur-Tari E, Yourdkhani A, Fallah A, Zarrabi A, Koç B, Siadati MH. Characterization and optical properties of mechanochemically synthesized molybdenum-doped rutile nanoparticles and their electronic structure studies by density functional theory. *Materials Today Chemistry* 2022;24:100820.
16. Akhgar BN, Kavanlouei M, Kazemi H, Ghavidel S, Dardman S. Effect of synthesis routes on the microstructural properties of nano zero-valent metals of Fe and Cu synthesized from the industrial copper solvent extraction process. *Materials Chemistry and Physics* 2023;302:127704.
17. Mehr ME, Maleki-Ghaleh H, Yarahmadi M, Kavanlouei M, Siadati MH. Synthesis and characterization of photocatalytic zinc oxide/titanium oxide (core/shell) nanocomposites. *Journal of Alloys and Compounds* 2021;882:160777.
18. Suryanarayana C, Ivanov E, Boldyrev VV. The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A* 2001;304:151-8.
19. Salleh EM, Ramakrishnan S, Hussain Z. Synthesis of biodegradable Mg–Zn alloy by mechanical alloying: effect of milling time. *Procedia Chemistry* 2016;19:525-30.
20. Salleh EM, Zuhailawati H, Ramakrishnan S, Gepreel MA. A statistical prediction of density and hardness of biodegradable mechanically alloyed Mg–Zn alloy using fractional factorial design. *Journal of Alloys and Compounds* 2015;644:476-84.
21. Sun Y, Zhang B, Wang Y, Geng L, Jiao X. Preparation and characterization of a new biomedical Mg–Zn–Ca alloy. *Materials & Design* 2012;34:58-64.
22. Gu XN, Li N, Zheng YF, Ruan L. In vitro degradation performance and biological response of a Mg–Zn–Zr alloy. *Materials Science and Engineering: B* 2011;176(20):1778-84.
23. Razzaghi M, Kasiri-Asgarani M, Bakhsheshi-Rad HR, Ghayour H. In Vitro Degradation, Antibacterial Activity and Cytotoxicity of Mg-3Zn-xAg Nanocomposites Synthesized by Mechanical Alloying for Implant Applications. *Journal of Materials Engineering and Performance* 2019;28(3):1441-55.
24. Williamson GK, Hall WH. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta metallurgica* 1953;1(1):22-31.