

بررسی رفتار خزش فروروندگی آلیاژهای منیزیم AZ61-0.7Si-xCa

نیکو برنجی طهرانی^۱، رضا محمودی^{۲*}، عبدالرضا گرنامیه ارومیه^۳
(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۱۱/۱۶، ش.ص: ۱۴-۱، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۲/۰۳)

چکیده

در این تحقیق رفتار خزش فروروندگی با فرورونده هرمی آلیاژهای AZ61-0.7Si-xCa, ($x = 0.2, 0.5, 1.0 \text{ wt}\%$) در شرایط ریختگی و تحت نیروی ثابت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بررسی‌های ریز ساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و پراش پرتو ایکس (XRD)، نشان دادند که افزودن کلسیم، با تشکیل فازهای پایدار در برابر حرارت CaMgSi و CaSi₂ و از طریق مکانیزم جوانه‌زنی ناهمگن، سبب تغییر در مورفولوژی فاز Mg₂Si از شکل حروف چینی به شکل چند وجهی و در نهایت، سبب بهبود خواص مکانیکی آلیاژ شده است. رفتار خزش فروروندگی این آلیاژها در محدوده دمایی ۴۴۸-۵۲۳ کلوین تحت نیروهای ثابت ۵ و ۱۵ نیوتن بررسی شد. در کلیه آلیاژها، در رژیم تنش پایین، توان تنش بین ۴-۷ و انرژی فعالسازی نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ از طریق هسته نابجایی‌های منیزیم، مکانیزم خزش را لغزش ویسکوز نابجایی‌ها معرفی می‌نماید. در رژیم تنش بالا، توان تنش بین ۱۱-۱۴ و انرژی فعالسازی بسیار نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ در خود منیزیم، مکانیزم غالب را، صعود نابجایی‌ها به همراه مقادیری تنش برگشتی، مشابه آنچه در آلیاژهای سخت شونده رسوبی مشاهده شده است، پیش‌بینی می‌کند. همچنین در تحقیق حاضر نشان داده شده است که آزمون خزش فروروندگی با نیروی ثابت می‌تواند در بررسی رفتار خزشی آلیاژهای ریختگی منیزیم، مورد استفاده قرار گیرد.

^۱ - گروه مهندسی مواد و متالورژی، واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
^۲ - دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران
^۳ - گروه مهندسی مکانیک، واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
* - نویسنده مسئول مقاله: mahmudi@ut.ac.ir

پیشگفتار

امروزه بحران انرژی، مسائل زیست محیطی و نیاز به ساخت وسایل نقلیه سبک‌تر با مصرف سوخت کم‌تر، نقش حیاتی آلیاژهای سبک را بیش از پیش نمایان ساخته است. در میان مواد مهندسی، آلیاژهای منیزیم به عنوان سبک‌ترین آلیاژهای تجاری شناخته شده‌اند و لذا از پتانسیل کاربردی بسیار بالایی در صنایع خودروسازی و هوافضا برخوردار هستند [۱-۴]. با این وجود تنها تعداد محدودی از قطعات وسایل نقلیه از این آلیاژها تهیه می‌شوند. بزرگ‌ترین مشکل عمده استفاده از این آلیاژها کاهش محسوس استحکام و مقاومت خزشی آن‌ها با افزایش درجه حرارت است و لذا طراحی آلیاژهای منیزیمی مقاوم در برابر خزش بیش از پیش مورد توجه محققین قرار گرفته است. در سال ۱۹۷۵ میلادی نهاد پژوهش‌های ملی ایالات متحده آمریکا، تحقیقاتی را پیرامون افزایش قابلیت کاربردی آلیاژهای منیزیم آغاز کرد و از آن پس، گروه‌های آلیاژی مختلفی با استحکام خزشی بالاتر معرفی شدند [۵]. در یک تقسیم بندی کلی، آلیاژهای منیزیم را می‌توان بر حسب میزان کاربرد به دو گروه اصلی آلیاژهای منیزیمی حاوی آلومینیم و فاقد آلومینیم تقسیم بندی نمود. در آلیاژهای ریختگی پایه منیزیم-آلومینیم، میزان آلومینیم محتوی بین ۳ تا ۹ درصد وزنی متغیر است. با افزایش مقدار آلومینیم به بیش از ۳ درصد وزنی، رسوب گذاری فاز $Mg_{17}Al_{12}$ (β) قابل مشاهده است. این فاز با ممانعت از حرکت نابجایی‌ها، عامل اصلی استحکام بخشی در دمای اتاق است [۶-۸]. در بین این گروه آلیاژها، آلیاژهای خانواده (AZ) $Mg-Al-Zn$ ، به علت حجم استفاده گسترده آن‌ها در صنایع خودروسازی، جایگاه منحصر به فردی دارند. داشتن خواص مکانیکی خوب در دمای محیط، قابلیت ریخته‌گری خوب و قیمت مناسب، از برجسته‌ترین مزایای این گروه از آلیاژهای ریختگی منیزیم هستند. عنصر آلیاژی روی علاوه بر این که سبب افزایش سیالیت مذاب می‌شود، تا حدی موجب استحکام بخشی به آلیاژهای منیزیم از طریق تشکیل محلول جامد و نیز رسوب سختی می‌شود [۵ و ۲]. در

آلیاژهای سری AZ، تشکیل فاز $Mg_{17}Al_{12}$ (β) در مرز دندریتها در درجه حرارت‌های نسبتاً کم، عامل استحکام بخشی در این آلیاژها شناخته شده است؛ اما این اثر تنها تا دمای $120^{\circ}C$ مشاهده می‌شود و پس از آن افت خواص مکانیکی آلیاژهای $Mg-Al-Zn$ به دلیل انحلال فاز $Mg_{17}Al_{12}$ اتفاق می‌افتد [۹]. این مشکل سبب شده است تا در سال‌های اخیر، بهبود خواص مکانیکی این آلیاژها در درجه حرارت‌های بالا به شدت مورد علاقه محققین قرار گیرد. این امر با افزودن عناصر آلیاژی سوم و چهارم محقق شده است. مطالعات اخیر نشان می‌دهند که افزودن عناصر آلیاژی مانند سیلیسیم به آلیاژ $Mg-Al-Zn$ می‌تواند در بهبود استحکام و سختی مؤثر باشد [۱۰ و ۱۱]. تحقیقات انجام شده نشان داده‌اند که افزودن عنصر سیلیسیم به این آلیاژ از طریق تشکیل فاز Mg_2Si با نقطه ذوب $1085^{\circ}C$ ، سبب بهبود خواص دمای بالای این آلیاژ می‌شود. این فاز به دلیل نقطه ذوب بالا، وزن مخصوص کم، مدول الاستیسیته بالا، ضریب انبساط حرارتی کم و سختی زیاد، از پایداری حرارتی خوبی برخوردار بوده و می‌تواند از لغزش مرزخانه‌ها در درجه حرارت‌های بالا جلوگیری کند [۱۱]. Yuan و همکارانش با بررسی تأثیر افزودن سیلیسیم بر AZ51 دریافتند که با افزودن ۱ درصد سیلیسیم به آلیاژ پایه، علاوه بر تشکیل فازهای بین دندریتی $Mg_{17}Al_{12}$ در زمینه، ذرات فاز Mg_2Si در ساختار ایجاد می‌شوند. همچنین، نشان داده شده است که انجام عملیات انحلال در $420^{\circ}C$ به مدت ۱۰ ساعت تنها باعث انحلال فاز $Mg_{17}Al_{12}$ شده و ذرات Mg_2Si بدون تغییر در ریزساختار باقی می‌مانند. این مطلب حاکی از پایداری حرارتی ذرات Mg_2Si در برابر حرارت است [۱۲]. به علاوه تحقیقات Lu و همکارانش نشان داده‌اند که در حضور سیلیسیم و با تشکیل Mg_2Si ، به دلیل اختلاف در ضریب انبساط حرارتی میان زمینه و رسوبات، دانسیته تشکیل نابجایی‌ها در مرز دانه‌ها افزایش یافته و لذا فاز $Mg_{17}Al_{12}$ ترجیحاً به صورت پیوسته شکل می‌گیرد [۱۳]. بنابراین ذرات Mg_2Si نقش مهمی را در بهبود پایداری حرارتی و خواص دما بالای آلیاژهای منیزیم ایفا می‌کنند. با

سازی سیلیسیم و ایجاد فاز Mg_2Si با پایداری حرارتی بالا و نیز اضافه سازی کلسیم به منظور ایجاد تغییر در مورفولوژی ذرات Mg_2Si به توان مقاومت خزشی آلیاژهای خانواده AZ را افزایش داد. هدف از پژوهش حاضر، بررسی ریزساختار و رفتار خزشی آلیاژهای منیزیم، $AZ61-0.7Si-xCa$ ($x = 0.2, 0.5, 1.0$ wt%) در حالت ریختگی با استفاده از آزمون‌های موضعی خزش فروروندگی است. آزمون‌های موضعی امروزه با توجه به مصرف کم ماده و نیز عدم نیاز به ماشین کاری زیاد جهت نمونه سازی، از جایگاه معتبری در بررسی رفتار مکانیکی مواد برخوردارند. این روش‌ها بخصوص زمانی اهمیت ویژه می‌یابند که ماده مورد نظر ارزشمند و گران‌بها بوده و یا مقدار کمی ماده جهت بررسی در اختیار باشد [۲۱]. در تحقیقات انجام شده تاکنون رفتار خزش فروروندگی آلیاژهای $AZ61-0.7Si$ حاوی کلسیم بررسی نشده و لذا این پژوهش می‌تواند به‌عنوان اولین تحقیق رسمی در زمینه بررسی رفتار خزشی این آلیاژها با آزمون‌های موضعی محسوب شود.

مواد و روش‌ها

به منظور آلیاژسازی از شمش منیزیم، آلومینیم، روی و کلسیم به ترتیب با خلوص ۹۹/۹۰، ۹۹/۹۵، ۹۹/۸۴، ۹۹/۹۰ درصد وزنی استفاده شده است. همچنین آمیزان $Al-12\%Si$ جهت اعمال سیلیسیم مورد استفاده قرار گرفت. جدول ۱ ترکیب شیمیایی آلیاژهای مورد استفاده را نشان می‌دهد.

این وجود مشاهده شده است که در سرعت‌های انجماد کم‌تر، در شرایط ریخته‌گری در ماسه و یا قالب‌های فلزی پیشگرم شده، ذرات Mg_2Si ضمن درشت شدن، با مورفولوژی به شکل حروف چینی در می‌آیند که منجر به تخریب مجدد خواص مکانیکی آلیاژ می‌شوند. این موضوع ناشی از مورفولوژی نامناسب ذرات Mg_2Si است که سبب رشد و گسترش راحت ترک در فصل مشترک دو فاز $\alpha-Mg$ و Mg_2Si می‌شود [۱۴-۱۶].

Mahmudi و Geranmayeh گزارش کرده‌اند که با افزودن ۰/۷ درصد سیلیسیم به آلیاژ AZ61، ذرات Mg_2Si با مورفولوژی به شکل حروف چینی تشکیل می‌شوند [۱۷]. Srinivasan و همکارانش ضمن بررسی ساختار میکروسکوپی و خواص مکانیکی آلیاژ AZ91 در حضور عنصر سیلیسیم دریافتند که افزودن سیلیسیم، باعث تشکیل ذرات درشت Mg_2Si به شکل حروف چینی در امتداد رسوبات $Mg_{17}Al_{12}$ در مرزدندریته‌ها می‌شود. بنابراین بهسازی و ظریف کردن فاز Mg_2Si می‌تواند یک روش مؤثر برای بهبود خواص مکانیکی آلیاژهای منیزیم حاوی سیلیسیم در نظر گرفته شود. گزارش شده است که افزودن آنتیموان به آلیاژ AZ91 حاوی سیلیسیم، سبب تغییر مورفولوژی فاز Mg_2Si از حروف چینی به چندوجهی ظریف در کنار توزیع آن-ها در امتداد مرزدندریته‌ها شده و در نتیجه خواص مکانیکی در دمای بالا حفظ می‌شود [۱۶، ۱۸ و ۱۹].

همچنین در گزارش دیگری آمده است؛ کلسیم و فسفر نیز می‌توانند به‌عنوان بهساز فاز Mg_2Si عمل کنند [۲۰]. به این ترتیب انتظار می‌رود تا با اضافه

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژهای مورد استفاده

آلیاژ	عنصر (wt%)				
	Al	Zn	Si	Ca	Mg
AZ61-0.7Si-0.2Ca	6.0	1.0	0.7	0.2	Bal.
AZ61-0.7Si-0.5Ca	6.0	1.0	0.7	0.5	Bal.
AZ61-0.7Si-1.0Ca	6.0	1.0	0.7	1.0	Bal.

بر حسن بزرگ روش‌های آزمون‌های موضعی در بررسی خواص آلیاژها است.

آزمون خزش فروروندگی با نیروی ثابت توسط یک دستگاه یونیورسال ۲۰ KN SANTAM، مجهز به کوره سه منطقه‌ای، در محدوده دمایی ۴۴۸-۵۲۳ K به مدت زمان‌های ۰/۵، ۲، ۵، ۱۵، ۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه بر روی نمونه‌ها، انجام و نتایج حاصله مقایسه شدند. دقت نیرو سنج (Load Cell) دستگاه برابر با ۰/۱ N بود. یک فرورونده هرمی (ویکرز) از جنس کاربید تنگستن بر روی بازویی از جنس فولاد زنگ نزن ۳۱۶L که مستقیماً با نیروسنج دستگاه در تماس بود، سوار شد. مجموعه‌ی نمونه و فرورونده در حین آزمون داخل کوره قرار گرفت. به منظور هم‌دما شدن نمونه، قبل از شروع آزمون، نمونه‌ها به مدت ۱۵ دقیقه در کوره نگاه داشته شد. نیروهای ۵ و ۱۵ نیوتن با سرعت پیشروی 0.5 mm min^{-1} در مدت زمان‌های مذکور بر نمونه‌ها اعمال شد. لازم به ذکر است که در بررسی‌های خزشی صورت گرفته‌ی قبلی از طریق آزمون‌های خزش موضعی و غیر موضعی دیگر بر روی آلیاژ پایه (AZ61-0.7Si)، دو رژیم مختلف در محدوده تنش‌های پایین و بالا در دماهای مختلف مشاهده شده است [۱۷]. از این رو در پژوهش حاضر از دو نیروی ۵ و ۱۵ نیوتن برای انجام بررسی رفتار خزشی، استفاده شده است. بعد از هر بارگذاری نمونه از محیط آزمون خارج شده و قطر اثر فرورونده توسط میکروسکوپ نوری مشاهده و اندازه‌گیری شد. اقطار اندازه‌گیری شده، میانگین حداقل ۳ آزمون بر روی نمونه‌هاست.

آنالیز خزش فروروندگی با فرورونده هرمی^۱

در این آزمون یک فرورونده کاربید تنگستن تحت بار ثابت بر روی سطح نمونه فرو می‌رود و به منظور بررسی رفتار خزشی نتیجه آزمون به صورت میزان عمق فرورفته و یا سطح مقطع اثر فرورونده توسط تابعی از زمان ثبت می‌شود.

جهت انجام فرایند ذوب مواد اولیه از یک کوره الکتریکی و یک بوتله گرافیتی به حجم ۲۵۰cc استفاده شد. جهت محافظت مذاب از اکسیداسیون در این پژوهش از فلاکس محافظ MAGREX-36 استفاده گردید. جهت جلوگیری از ورود اکسیژن، دهانه بوتله توسط در پوش گرافیتی پوشیده شد تا ضمن جلوگیری از ورود اکسیژن و ممانعت از سوختن مذاب، با سوختن گرافیت و تولید CO_2 ، اتمسفر محافظی نیز برای مذاب ایجاد نماید. عملیات ذوب در دمای ۱۰۲۳ K (750°C) انجام شد. پس از ذوب منیزیم خالص، عناصر آلیاژی Al, Zn و آمیزان ۱۲Si-%Al به مذاب اضافه شد. فاصله زمانی بین هر بار اضافه‌سازی ۱۰ دقیقه بود و پس از هر مرحله اضافه‌سازی، مذاب توسط میله‌ای از جنس فولاد زنگ نزن کاملاً هم زده شد. پیش از ریخته‌گری نیز مذاب یک بار دیگر هم زده شد و سرباره آن گرفته شد. پس از اتمام مرحله آلیاژسازی، مذاب در قالبی Y شکل با دمای پیشگرم 200°C ، ریخته‌گری گردید. برای جلوگیری از اغتشاش و محبوس شدن گاز از روش ریخته‌گری چرخان (Tilt) استفاده شد که در آن مذاب به آرامی و با حرکت بر روی دیواره قالب، محفظه قالب را پر می‌کند.

با عملیات برشکاری، نمونه‌هایی به ابعاد $10 \times 10 \times 3$ میلی‌متر تهیه شد و سپس هر یک از آلیاژها با سمباده شماره‌های ۴۰۰ تا ۲۰۰۰، با آب و بدون اضافه‌سازی ماده ساینده پولیش شدند. جهت تشخیص فازهای تشکیل‌دهنده ساختار، نمونه‌ها به وسیله دستگاه پراش‌سنجی اشعه ایکس (XRD)، ساخت شرکت Philips مورد بررسی قرار گرفتند. همچنین به منظور بررسی جزئیات ساختاری از قبیل اندازه، مورفولوژی ذرات و نحوه‌ی بهسازی ساختاری و ترکیب شیمیایی ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA-TESCAN مجهز به طیف سنج پراش انرژی (EDS)، استفاده گردید. ترکیب محلول اچ مورد استفاده در جدول ۲ آمده است. لازم به ذکر است که از هر ترکیب، آلیاژی به وزن ۱۵۰ گرم جهت انجام بررسی‌های ساختاری و خواص مکانیکی کفایت می‌کند و این خود شاهدی

جدول ۲- ترکیب محلول اچ مورد استفاده

اسید پیکریک (g)	اسید استیک (mL)	آب (mL)	اتانول (mL)
۴	۱۰	۵	۵۰

فعال‌سازی، قبلا در مقالات علمی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته‌اند [۲۳-۲۵]. بر این اساس با رسم نمودار قطر اثر فرورونده بر حسب زمان، می‌توان مقدار n را محاسبه نمود [۲۴]. انرژی فعال‌سازی از رسم منحنی‌های $\ln(t)$ بر حسب $1/T$ در سختی ثابت محاسبه می‌شود. شیب این منحنی برابر Q/R است [۲۵].

نتایج و بحث

بررسی‌های ریز ساختمانی

الگوی پراش اشعه ایکس (XRD)، برای تعیین فازهای موجود در ساختار آلیاژهای AZ61-0.7Si حاوی کلسیم در شکل (۱) نشان داده شده است.

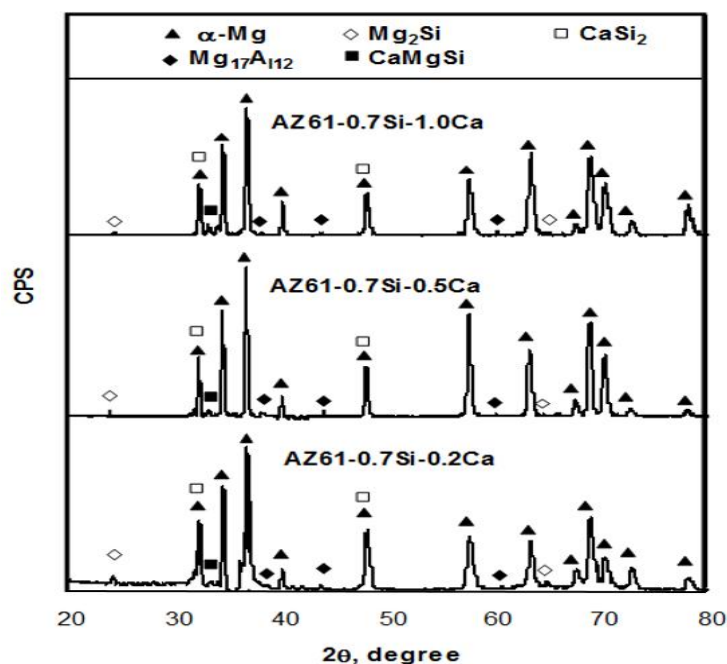
نتایج حاصل از الگوی پراش آلیاژها، حاکی از حضور فازهای (α -Mg) و ترکیبات بین فلزی Mg_2Si ، $Mg_{17}Al_{12}$ و $CaMgSi$ و $CaSi_2$ و $CaSi_2$ به ترتیب با نقاط ذوب $1234^\circ C$ [۲۶] و $1033^\circ C$ [۲۷] هستند. همچنین ملاحظه می‌شود که با افزایش میزان کلسیم از ۰/۲ به ۱/۰ درصد وزنی شدت پیک‌های $CaMgSi$ افزایش یافته است.

بررسی ریزساختار آلیاژهای حاوی ۰/۲، ۰/۵ و ۱ درصد کلسیم با میکروسکوپ الکترونی روبشی صورت گرفت و نتایج آن در شکل (۲) ارائه شده است.

منحنی ایده‌آل خزش در حالت کشش شامل ۳ مرحله‌ی؛ خزش مقدماتی، خزش پایدار و گلوئی شدن است. در حالت فشاری مرحله سوم مشاهده نمی‌شود. لازم به ذکر است برای محدوده وسیعی از دماها و تنش‌ها، بیش‌ترین قسمت تغییر شکل در مرحله دوم خزش که سرعت تغییر شکل تقریباً ثابت است، اتفاق می‌افتد. معادله بنیادینی که رفتار تغییر شکل فلزات خالص و آلیاژها را در مرحله دوم خزش توضیح می‌دهد، رابطه معروف توانی است و به صورت رابطه (۱) بیان می‌شود [۲۲]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGbD_0}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1)$$

در این رابطه $\dot{\epsilon}$ نرخ خزش، σ تنش اعمالی، G مدول برشی، b بردار برگرز، D_0 ثابت نفوذ، k ثابت بولتزمن، T دمای مطلق آزمون، d میانگین اندازه دانه، p توان معکوس اندازه دانه، n توان تنش، Q انرژی فعال‌سازی خزش، R ثابت جهانی گازها و A ثابت بدون بعد است. اغلب از این قانون برای تبیین فرآیند خزش در دمای بالا استفاده می‌شود. همچنین مکانیزم‌های تغییر شکل خزشی مواد توسط دو مقدار توان خزش (n) و انرژی اکتیواسیون خزش (Q_c) قابل شناسایی و تفکیک است. تحلیل‌های متفاوتی برای بررسی این دو پارامتر مهم در خزش فروروندگی با فرورونده هر می مطرح شده است که در این تحقیق از روش کلاسیک توانی استفاده شده است. محاسبات مربوط به این روش در تعیین توان تنش و انرژی



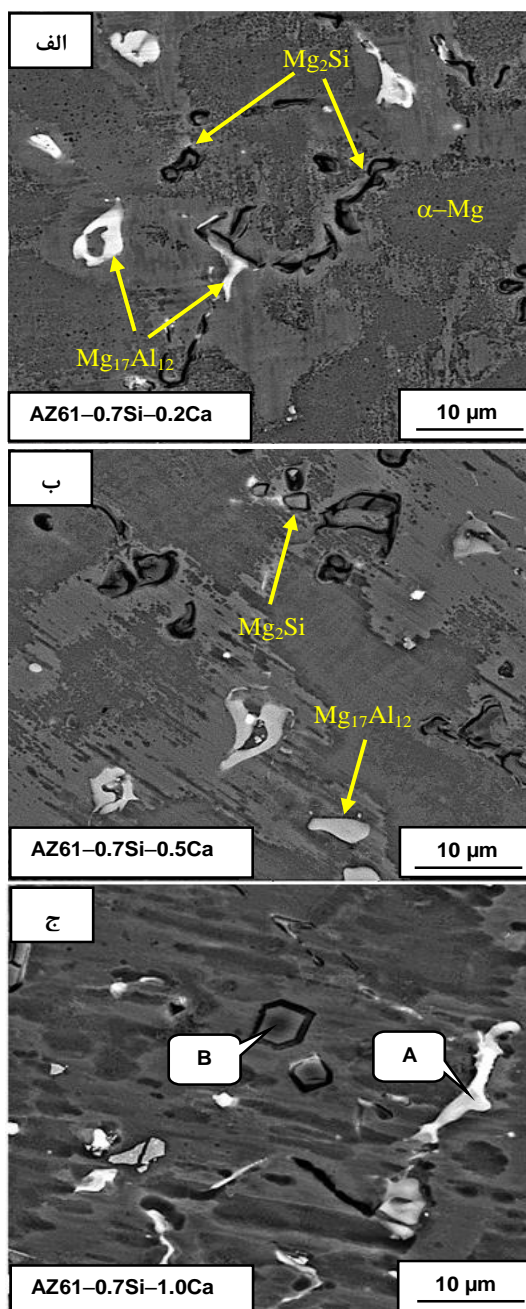
شکل ۱- نتایج XRD آلیاژهای حاوی درصد‌های مختلف کلسیم

دیگر که بر روی ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ $Mg-6Zn-1Si-0.25Ca$ صورت پذیرفته است، مجدداً تاثیر حضور ذرات $CaSi_2$ به عنوان محل‌های مناسب برای جوانه زنی غیرهمگن Mg_2Si گزارش شده است [۲۸]. Kim و همکاران نیز در بررسی بهسازی مورفولوژی Mg_2Si در آلیاژ $Mg-5Al-1Zn-0.7Si-0.2Ca$ تولید شده به روش ریخته‌گری کوبشی که با میکروسکوپ الکترونی عبوری انجام دادند؛ با اثبات وجود الگوی تفرق دوگانه، ترکیب زیر لایه‌ای که به عنوان محلی مناسب برای جوانه‌زنی غیرهمگن Mg_2Si عمل نموده است را، $CaSi_2$ گزارش کرده‌اند [۲۹].

بررسی ریزساختار آلیاژهای مورد بحث، به وضوح بیانگر تغییر در مورفولوژی ذرات Mg_2Si در ساختار است. همان‌گونه که در شکل ۲- (الف) مشاهده می‌شود، با افزودن ۰/۲ درصد وزنی کلسیم، مورفولوژی به شکل حروف چینی ذرات Mg_2Si شکسته می‌شود و این ذرات با وجود شکل تیغه‌ای، شکل حروف چینی خود را تا حدودی از دست می‌دهند.

همان‌گونه که مشاهده می‌شود، ریزساختار شامل ذرات پراکنده ترکیبات بین فلزی در مرز دندریته‌های $\alpha-Mg$ است. این ذرات پراکنده در ساختار به رنگ‌های سفید و خاکستری تیره در ریزساختار قابل مشاهده هستند. نتایج حاصل از آنالیز EDS در آلیاژ $AZ61-0.7Si-1.0Ca$ مطابق جدول ۳ نشان می‌دهد که نقطه A، معرف فاز $Mg_{17}Al_{12}$ است. نقطه B، حاوی عناصر Mg و Si است که با توجه به نتایج XRD به نظر می‌رسد که این فاز Mg_2Si بوده که با مورفولوژی چند وجهی بر روی فازهای $CaSi_2$ و $CaMgSi$ ایجاد شده است [۱۲، ۲۸، ۲۹]. لازم به ذکر است که اختلاف اندک نتایج حاصل از آنالیز EDS با درصد اتمی فازهای Mg_2Si ، $Mg_{17}Al_{12}$ ناشی از دریافت سیگنال‌های اضافی از فاز زمینه منیزیم است که در زیر فاز مورد نظر قرار دارد.

Yuan و همکارانش در بررسی ریزساختار آلیاژ $AZ51-1.0Si$ حاوی ۰/۲ درصد وزنی کلسیم، علت تغییر مورفولوژی Mg_2Si را تشکیل فاز اولیه‌ای با ترکیب $CaSi_2$ گزارش کرده‌اند [۱۲]. در تحقیقی



شکل ۲- تصویرالکترون‌های برگشتی از ذرات ایجاد شده در آلیاژ AZ61-0.7Si حاوی مقادیر مختلف کلسیم

جدول ۳- ترکیب شیمیایی ذرات نشان داده شده در شکل ۲- (ج) برای آلیاژ AZ61-0.7Si-1.0Ca حاصل از EDS

Phase/Particle	Element (at. %)				
	Mg	Al	Si	Zn	Ca
Mg ₁₇ Al ₁₂ (A)	59.2	40.1	-	0.7	-
Mg ₂ Si (B)	61.1	-	30.4	-	8.5

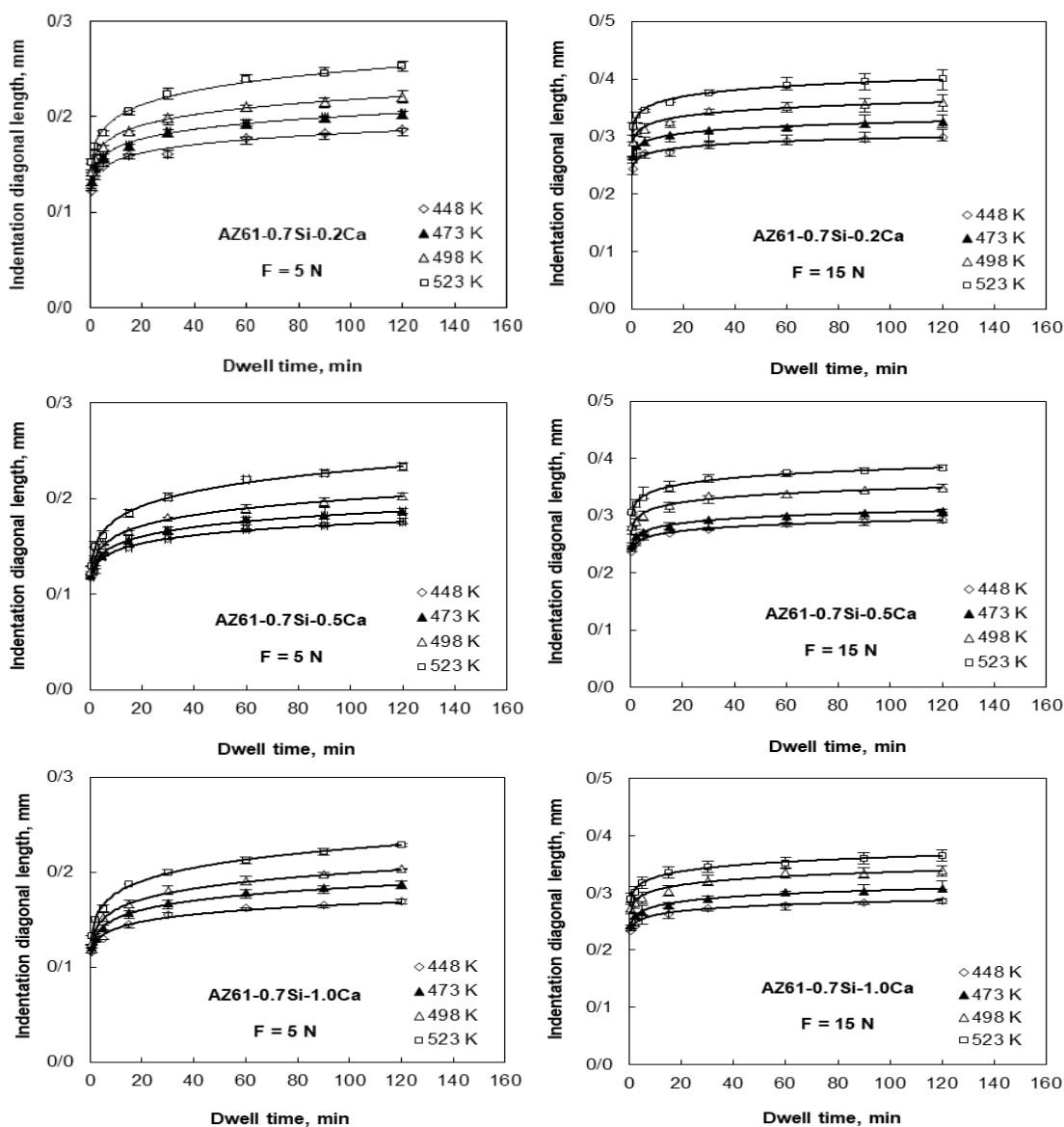
منحنی‌های مربوط به روش کلاسیک توانی برای نمونه‌های مختلف آزمایش شده در نیروهای ۵ N و ۱۵ در شکل (۵) آورده شده است. در این روش با مقایسه منحنی‌های خزش ترسیم شده در هر یک از نیروهای اعمالی، مشاهده می‌شود که در یک دمای ثابت، با افزایش مقدار کلسیم از ۰/۲ به ۱ درصد وزنی، قطر اثر فرورونده کاهش یافته است که این امر به معنای افزایش مقاومت آلیاژ به خزش است. با نگاهی دقیق‌تر به مقادیر توان تنش بدست آمده، ملاحظه می‌شود که مقادیر توان تنش با افزایش دما از ۴۴۸ به ۵۲۳ K کاهش می‌یابند. تغییر توان تنش در دماهای مختلف می‌تواند به دلیل ناپایداری ریزساختار ضمن خزش باشد. همچنین تغییرات شدید توان تنش در آلیاژهای خانواده AZ61-0.7Si-xCa حکایت از دو رژیم متفاوت در تنش پایین و بالا دارد؛ به طوری که مقادیر (n) در تنش پایین در محدوده ۴-۷ و در تنش بالا در محدوده ۱۱-۱۴ قرار دارد. همچنین با رسم نتایج $\ln(t)$ بر حسب $1/T$ در سختی ثابت و محاسبه شیب منحنی‌های حاصله، انرژی فعالسازی محاسبه می‌شود که نتایج آن در شکل (۶) مشاهده می‌شوند. ملاحظه می‌شود، شیب این منحنی‌ها نیز دو رژیم مختلف را نشان می‌دهند. در رژیم اول که در تنش پایین غالب است، انرژی فعالسازی متوسط معادل برای آلیاژهای AZ61-0.7Si-0.2Ca، AZ61-0.7Si-0.5Ca، AZ61-0.7Si-1.0Ca به ترتیب (kJ/mol) ۹۴/۰، ۸۹/۵، ۸۸/۹ به دست آمده که بسیار کم‌تر از انرژی فعالسازی نفوذ در خود منیزیم ($Q_{ld} = 135$ kJ/mol) است. این مقادیر کم انرژی فعالسازی نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ از طریق هسته ناپجایی‌های منیزیم (Q_{pd}) است که حدوداً ۰/۷ مقدار انرژی فعالسازی نفوذ در خود یعنی $Q_{pd} = 95$ kJ/mol است [۳۰]. همچنین در رژیم تنشی بالا، مقادیر انرژی فعالسازی متوسط به ترتیب به (kJ/mol) ۱۳۸/۷، ۱۳۶/۸، ۱۳۳/۴ می‌رسد که این مقادیر با تفاوت اندکی، بسیار نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ در خود منیزیم (Q_{ld}) هستند.

طبق شکل ۲- (ب)، افزایش میزان کلسیم به ۰/۵ درصد وزنی، باعث بروز و شکل‌گیری فازهای چند - وجهی شکل در ساختار می‌شود. با افزایش مقادیر بیش‌تر کلسیم تا میزان ۱ درصد وزنی، تشکیل فازهای چند وجهی شکل Mg_2Si به خوبی در شکل ۲- (ج) قابل مشاهده است.

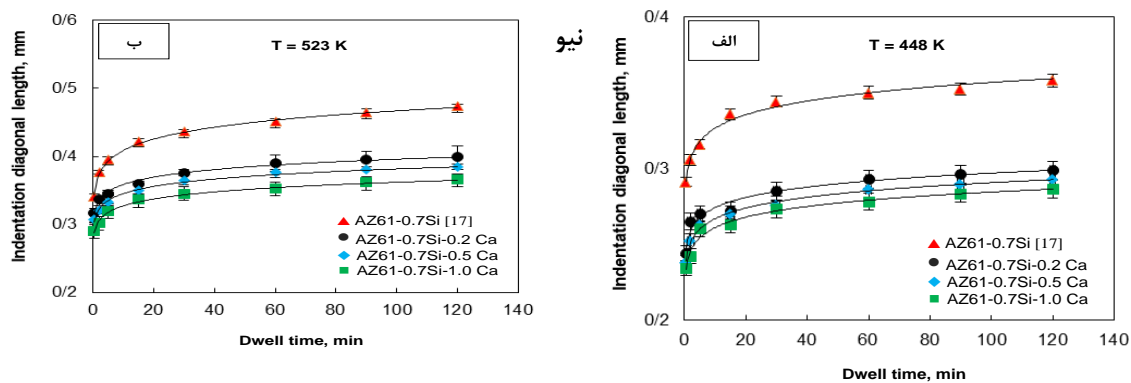
آزمون خزش فرورونده

آزمون خزش فروروندگی با فرورونده هرمی شکل، بر روی هر سه آلیاژ انجام شد. نتایج بدست آمده از آزمون با نیروهای ۵ و ۱۵ نیوتن و زمان‌های ۱۲۰-۰/۵ دقیقه به صورت نمودارهای تغییرات قطر اثر بر حسب زمان در دماهای ۴۴۸ K، ۴۷۳، ۴۹۸ و ۵۲۳ رسم شده و در شکل (۳) آورده شده است. با توجه به شکل دو ناحیه مجزا در منحنی‌ها مشاهده می‌شود. ناحیه اول که شامل یک افزایش ناگهانی قطر اثر با زمان است و در ادامه، قطر اثر با زمان به طور خطی و با شیب کم‌تر افزایش می‌یابد و به مقدار ثابت کم‌ترین نرخ کرنش و یا کم‌ترین نرخ تغییر شکل می‌رسد و به دلیل ماهیت فشاری این آزمون و عدم گلوئی شدن و پارگی، ناحیه سوم خزش که در منحنی‌های متداول خزش وجود دارد، دیده نمی‌شود. در هر یک از دماهای مورد بررسی و در زمان ثابت، با افزایش مقادیر کلسیم از ۰/۲ به ۱/۰ درصد وزنی، قطر اثر فرورونده کاهش می‌یابد که نشان دهنده مقاومت به خزش آلیاژ با افزایش میزان کلسیم است. Geranmayeh و Mahmudi، به بررسی رفتار خزشی آلیاژ AZ61-0.7Si از طریق آزمون خزش فروروندگی موضعی پرداخته‌اند [۱۷]. شکل (۴) مقایسه‌ای کلی بین نتایج حاصل از بررسی این محققین با پژوهش حاضر را نشان می‌دهد. همان‌گونه که ملاحظه می‌شود، نمای کلی منحنی‌های خزش این خانواده مشابه آلیاژ AZ61-0.7Si است. همچنین آثار مفید افزایش کلسیم در بهبود رفتار خزشی به خوبی مشهود است.

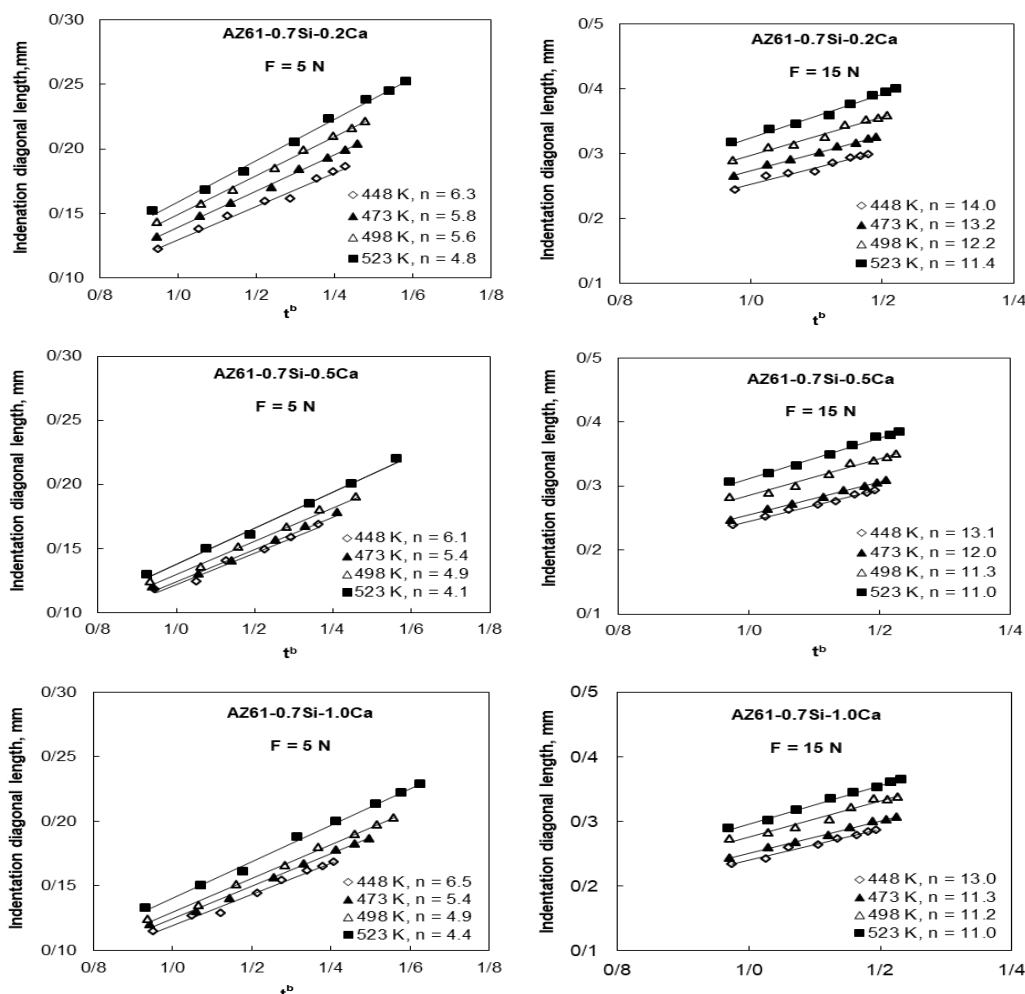
تحلیل رفتار خزشی



شکل ۳- منحنی‌های قطر اثر فرورونده بر حسب زمان برای آلیاژهای AZ61-0.7Si-xCa در نیروهای ۵ و ۱۵



شکل ۴- مقایسه‌ی قطر اثر فرورونده هرمی بر حسب زمان برای آلیاژهای AZ61-0.7Si-0.2Ca, AZ61-0.7Si-0.5Ca و AZ61-0.7Si-1.0Ca در دمای الف) ۴۴۸ K و ب) ۵۲۳ K در نیروی ۱۵ N



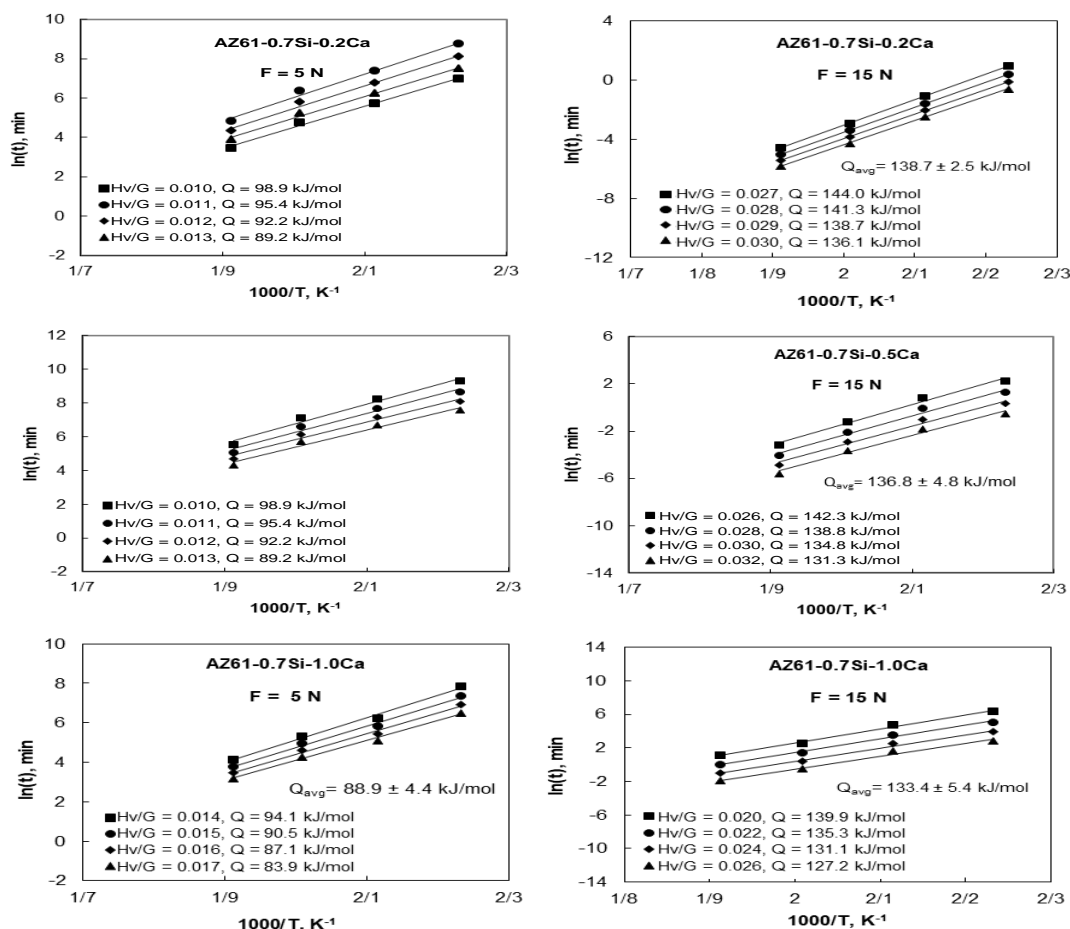
شکل ۵- منحنی‌های خزش فروروندگی به روش کلاسیک توانی برای آلیاژهای AZ61-0.7Si-xCa در نیروهای ۵ و ۱۵ نیوتن

۸/۱ و مقادیر انرژی فعال‌سازی (kJ/mol) ۱۴۱/۹ در خزش فشاری و ۱۴۰/۵ (kJ/mol) در خزش با فرورونده استوانه‌ای و ۱۳۶/۸ (kJ/mol) در خزش با فرورونده هرمی رسیده است که نتایج حاصل از این آزمون‌ها، مکانیزم غالب خزش را در محدوده تنش‌های پایین، لغزش ویسکوز نابجایی‌ها و در محدوده تنش‌های بالا صعود نابجایی‌ها معرفی می‌نماید. همچنین در تحقیق وسیعی که Mahmudi و Nayyeri [۳۲-۳۴]، جهت بررسی رفتار خزشی آلیاژهای ریختگی خانواده Mg-5Sn انجام داده‌اند؛ دو رژیم مختلف نیز مشاهده شده است که در آن‌ها در تنش‌های پایین، مقادیر توان تنشی و انرژی فعال‌سازی به ترتیب در محدوده ۲/۹-۵/۶ و ۲/۳-۹۵/۹۸ (kJ/mol) و در تنش‌های بالا به ترتیب در محدوده‌ی ۱۰-۱۲/۶ و ۱۰-۱۳/۵ (kJ/mol)

نتایج توان تنشی و انرژی فعال‌سازی بدست آمده در تطابق نسبتاً بالا با نتایج گزارش شده در ادبیات علمی جهان است. Geranmayeh و Mahmudi [۳۱، ۱۷]، در تحقیقاتی که بر روی رفتار خزشی آلیاژ AZ61-0.7Si از طریق آزمون‌های خزش فشاری، فروروندگی با فرورونده استوانه‌ای و هرمی در محدوده دمای ۴۲۳-۵۲۳ K انجام داده‌اند؛ مقادیر توان تنش در تنش‌های پایین در هریک از آزمون‌های خزشی را به ترتیب در محدوده‌های ۴-۵/۲، ۴/۷-۵/۱ و ۵/۵-۵/۳ و مقادیر انرژی فعال‌سازی متناظر را ۹۰/۷، ۸۹/۷ و ۸۲/۳ (kJ/mol) گزارش کرده‌اند. همچنین با افزایش تنش اعمالی، تغییر شدیدی در مقادیر این پارامترها مشاهده شده است، به طوری که مقادیر توان تنشی به ترتیب در محدوده‌های ۸/۱-۱۰، ۱۲-۱۰/۴ و ۱۳/۵-

هسته نابجایی‌های منیزیم، مکانیزم غالب عمل کننده، لغزش ویسکوز نابجایی‌ها تحت کنترل نفوذ از طریق هسته نابجایی‌ها و در رژیم تنشی بالا با توان تنشی بالا و انرژی فعال‌سازی نزدیک به انرژی فعال‌سازی نفوذ در خود منیزیم، صعود نابجایی‌ها به همراه مقادیری تنش برگشتی مشابه آنچه در آلیاژهای سخت شونده رسوبی مشاهده می‌شود، مکانیزم‌های غالب پیشنهادی باشند. همچنین در مقایسه‌ای که با آلیاژ AZ61-0.7Si صورت پذیرفته، مشاهده شده است که مکانیزم‌های مطرح شده در دو رژیم تنشی پایین و بالا در این آلیاژ مشابه با مکانیزم‌های پیشنهادی آلیاژهای تحقیق حاضر است؛ به این معنا که افزودن عنصر آلیاژی کلسیم به آلیاژ AZ61-0.7Si با حفظ مکانیزم تغییرشکل، از طریق تغییر در اندازه و مورفولوژی ذرات Mg_2Si سبب بهبود مقاومت خزشی آلیاژ در دماهای بالا خواهد شد.

گزارش شده است. مکانیزم خزش در این خانواده‌ها در محدوده تنش‌های پایین، لغزش ویسکوز نابجایی‌ها از طریق هسته نابجایی‌ها و در محدوده تنش‌های بالا صعود نابجایی با مقداری تنش-های برگشتی مشابه آنچه در آلیاژهای پیرسخت شونده دیده می‌شود، گزارش گردیده است. همچنین در ادبیات علمی تحقیقات مشابه دیگری نیز که از طریق آزمون‌های خزش کششی و فروروندگی بر روی آلیاژهای منیزیم صورت پذیرفته است، وجود دارد که با نتایج تحقیق حاضر مطابقت دارد [۳۷-۳۵]. با توجه به مطالب ارائه شده پیرامون نحوه تشخیص مکانیزم خزش [۳۸] و نتایج گزارش شده مشابه در ادبیات علمی می‌توان استنباط نمود؛ در کلیه آلیاژهای تنشی پایین و بالا فعال است؛ به گونه‌ای که در رژیم تنشی پایین با توان‌های تنشی در محدوده صعود نابجایی‌ها و انرژی فعال‌سازی نزدیک به نفوذ از طریق



شکل ۶- منحنی‌های محاسبه انرژی فعال‌سازی برای آلیاژهای AZ61-0.7Si-xCa در نیروهای ۵ و ۱۵ نیوتن

نتیجه گیری

با مطالعه ریزساختار و بررسی رفتار خزشی آلیاژ AZ61-0.7Si حاوی ۰/۲، ۰/۵ و ۱/۰ درصد وزنی کلسیم نتایج زیر حاصل شد:

۱- ریزساختار آلیاژ حاوی ترکیبات بین فلزی β -Mg₁₇Al₁₂، Mg₂Si، CaMgSi، CaSi₂، در زمینه α -Mg است.

۲- رفتار خزشی آلیاژ AZ61-0.7Si حاوی ۰/۲، ۰/۵ و ۱/۰ درصد وزنی کلسیم، به دو رژیم تنش مختلف تقسیم می‌شود. در رژیم تنش پایین، توان تنش بین ۴-۷ و انرژی فعالسازی نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ از طریق هسته نابجایی‌های منیزیم است و در رژیم تنش بالا، توان تنش بین ۱۱-۱۴ و انرژی فعالسازی بسیار نزدیک به انرژی فعالسازی نفوذ در خود منیزیم به دست آمده‌اند که با اطلاعات موجود در ادبیات علمی جهان مطابقت دارد.

۳- براساس مقادیر توان‌های تنش و انرژی فعالسازی محاسبه شده، در رژیم تنش پایین، مکانیزم غالب عمل کننده، لغزش ویسکوز نابجایی‌ها تحت کنترل Vol. 29, pp. 5259-5271.

6-K.U. Kainer, Magnesium Alloys and Technology, Wiley-VCH, Weinheim, 2003, pp. 1-23.

7-F. Kabirian, R. Mahmudi, "Effects of Zr Additions on the Microstructure and Impression Creep Behavior of AZ91 Magnesium", Metallurgical and Materials Transactions A, 2010, Vol. 41A, pp. 3488-3498.

8-M.O. Pekguleryuz and A.A. Kaya, "Creep resistance magnesium alloys for power train applications", Advanced Engineering Materials, 2003, Vol. 5, pp. 866-879.

9-I.J. Polmear, Light Alloys, 2nd ed., Chapman and Hall Inc., New York, 1989, pp. 170-188.

10-H. Gjestland, G. Nussbaum, G. Regazzoni, O. Lohne, O. Bauger, Stress-relaxation and creep behaviour

نفوذ از طریق هسته نابجایی‌ها در رژیم تنش بالا، صعود نابجایی‌ها به همراه مقادیری تنش برگشتی مشابه آنچه در آلیاژهای سخت شونده رسوبی مشاهده می‌شود، به عنوان مکانیزم غالب پیشنهاد می‌شود.

۴- در بررسی رفتار خزشی آلیاژهای AZ61-0.7Si-xCa مشاهده شد که با افزایش درصد کلسیم تا ۱ درصد، قطر اثر فرورونده کاهش می‌یابد که این امر به معنای افزایش مقاومت خزشی آلیاژ حاوی ۱ درصد کلسیم است.

۵- در مقایسه‌ای که با آلیاژ AZ61-0.7Si صورت پذیرفته، مشاهده شده است که افزودن عنصر آلیاژی کلسیم به آلیاژ AZ61-0.7Si با حفظ مکانیزم خزش، از طریق تغییر در اندازه و مورفولوژی ذرات Mg₂Si، سبب بهبود مقاومت خزشی آلیاژ در دماهای بالا خواهد شد.

References:

1- I.J. Polmear, Light Alloys, Metallurgy of light metals, 3rd ed., Arnold, London, 1995.

2-Y.C. Lee, A.K. Dahle, D.H. StJohn, "The role of solute in grain refinement of magnesium", Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, Vol. 31, pp. 2895-2906.

3-A.A. Lou, "Magnesium: Current and potential automotive applications", Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 2002, Vol. 54, pp. 42-48.

4-B.L. Mordike, "Development of highly creep resistant magnesium alloys", Journal of Materials Processing Technology, 2001, Vol. 117, pp. 391-394.

5-A. Luo, and M.O. Pekguleryuz, "Review-Cast magnesium alloys for elevated temperature applications", Journal of Materials Science, 1994,

- of some rapidly solidified magnesium alloys, *Materials Science and Engineering A*, 1991, Vol. 134, pp. 1197–1200.
- 11-L. Liao, X. Zhang, H. Wang, “Precipitation behavior and damping characteristic of Mg–Al–Si alloy”, *Materials Letters*, 2005, Vol. 59, pp. 2702–2705.
- 12-G.Y. Yuan, Z.L. Liu, Q.D. Wang, W.J. Ding, “Microstructure refinement of Mg–Al–Zn–Si alloys”, *Materials Letters*, 2002, Vol. 56, pp. 53–58.
- 13-Y. Lu, Q. Wang, X. Zeng, W. Ding, Y. Zhu, “Effect of Si on the precipitation behavior of Mg–6Al alloy”, *Journal of Materials Science Letters*, 2001, Vol. 20, pp. 397–399.
- 14-M.O. Pegguleryuz, “Development of Creep Resistant Magnesium Diecasting Alloys”, *Materials Science Forum*, 2000, Vol. 350–351, pp. 131–140.
- 15-M.B. Yang, J. Shen, L. Bai, F.S. Pan, “Effects of Sr on the microstructure, tensile and creep properties of AZ61–0.7Si magnesium alloy”, 2009, Vol. 16, pp. 89–95
- 16-A. Srinivasan, U.T.S. Pillai and B.C. Pai, “Microstructure and mechanical properties of Si and Sb added AZ91 magnesium alloy”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, Vol. 36A, pp. 2235–2243.
- 17-A.R. Geranmayeh, R. Mahmudi, “Indentation creep of a cast Mg–6Al–1Zn–0.7Si alloy”, *Materials Science and Engineering A*, 2014, Vol. 614, pp. 311–318.
- 18-A. Srinivasan, J. Swaminathan, M.K. Gunjan, U.T.S. Pillai and B.C. Pai, “Effect of intermetallic phases on the creep behavior of AZ91 magnesium alloy”, *Materials Science and Engineering A*, 2010, Vol. 527, pp. 1395–1403.
- 19-A. Srinivasan, J. Swaminathan, U.T.S. Pillai, K. Guguloth and B.C. Pai, “Effect of combined addition of Si and Sb on the microstructure and creep properties of AZ91 magnesium alloy”, *Materials Science and Engineering A*, 2008, Vol. 485, pp. 86–91.
- 20-J.J. Kim, D.H. Kim, K.S. Shin, N.J. Kim, “Modification of Mg₂Si morphology in squeeze cast alloys by Ca or P addition”, *Scripta Materialia*, 1999, Vol. 41, pp. 333–340.
- 21-A. Juhasz, P. Tasnadia and I. Kovacs, “Superplastic indentation creep of lead-tin eutectic”, *Journal of Materials Science Letters*, 1986, Vol. 5, pp. 35–36
- 22-A.K. Mukherjee, J.E. Bird, J.E. Dorn, “Experimental correlation for high temperature creep”, *Trans. Am. Soc. Met. Trans. ASM*, 1969, Vol. 62, pp. 155–179.
- 23-R. Roumina, B. Raesinia, R. Mahmudi, “Indentation creep of antimonial lead alloys”, *Journal of Materials Science Letters*, 2003, Vol. 22, pp. 1435–1437.
- 24-A. Juhasz, P. Tasnadia, I. Kovacs, “Superplastic indentation creep of lead-tin eutectic”, *Journal of Materials Science Letters*, 1986, Vol. 5, pp. 35–36.
- 25-P.M. Sargent, M. Ashby, “Indentation creep”, *Materials science and technology*, 1992, Vol. 8, pp. 594–601.
- 26-N. Miyazaki, N. Adachi, Y. Todaka, H. Miyazaki, Y. Nishino, “Thermoelectric property of bulk CaMgSi intermetallic compound”, *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, Vol. 08, p. 227.

- 27-J. Grobner, I. Chumak, R. Schmid-Fetzer, "Experimental study of ternary Ca-Mg-Si phase equilibria and thermodynamic assessment of Ca-Si and Ca-Mg-Si systems", *Journal of Intermetallics*, 2003, Vol. 11, pp. 1065-1074.
- 28-Y. Guangyin, L. Manping, D. Wenjiang, A. Inoue, "Microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Si-based alloys", *Materials Science and Engineering A*, 2003, Vol. 357, pp. 314-320.
- 29-J. Kim, D. Kim, K.S. Shin and N.J. Kim, "Modification of Mg₂Si morphology in squeeze cast Mg-Al-Zn-Si by Ca or P addition", *Scripta Materialia*, 1999, Vol. 41, pp. 333-340.
- 30-J.P. Poirier, *Creep of Crystals, High Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals*, Cambridge University Press, New York, 1985, pp. 94-144.
- 31-A. R. Geranmayeh, R. Mahmudi, "Compressive and impression creep behavior of a cast Mg-Al-Zn-Si alloy", *Materials Chemistry and Physics*, 2013, vol. 139, pp. 79-86.
- 32-G. Nayyeri and R. Mahmudi, "Enhanced creep properties of a cast Mg-5Sn alloy subjected to aging-treatment", *Materials Science and Engineering A*, 2010, Vol. 527, pp. 4613-4618.
- 33-G. Nayyeri and R. Mahmudi, "The microstructure, creep resistance, and high-temperature mechanical properties of Mg-5Sn alloy with Ca and Sb addition, and aging treatment", *Materials Science and Engineering A*, 2010, Vol. 527, pp. 5353-5359.
- 34-G. Nayyeri and R. Mahmudi, "The microstructure and impression creep behavior of cast Mg-5Sn-xCa alloys", *Materials Science and Engineering A*, 2010, Vol. 527, pp. 2087-2098.
- 35-B. Kondori and R. Mahmudi, "Impression creep characteristics of a cast Mg alloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, Vol. 40A, pp. 2007-2015.
- 36-H. Somekawa, K. Hirai, H. Watanabe, Y. Takigawa, K. Higashi, "Dislocation creep behavior in Mg-Al-Zn alloys", *Materials Science and Engineering A*, 2005, Vol. 407, pp. 53-61.
- 37-E. Mohammadi Mazraeshahi, B. Nami, S.M. Miresmaeili, Investigation on the impression creep properties of a cast Mg-6Al-1Zn magnesium alloy, *Materials & Design*, 2013, Vol. 51, pp. 427-431.
- 38-O.D. Sherby and P.M. Burke, "Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature", *Progress in Materials Science*, 1968, Vol. 13, pp. 323-390.