بسم الله الرحمن الرحيم

گروه مواد و متالورژی

پایان نامه تحصیلی برای دریافت درجه کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد و متالورژی گرایش شناسایی و انتخاب مواد

بررسی رفتار عیب اکسید فیلم دولایه در مذاب Al-4.5wt% Mg و Al با خلوص تجاری

استاد راهنما:

دکتر رامین رئیس‌زاده

مؤلف:

فاطمه نجف‌زاده بختیارانی

دی ماه ۱۳۸۹

این پایان نامه به عنوان یکی از شرایط درجه کارشناسی ارشد به

گروه مهندسی مواد ومتالورژی

دانشکده فنی ومهندسی

دانشگاه شهید باهنر کرمان

تسلیم شده است و هیچگونه مدرکی به عنوان فراغت از تحصیل دوره مزبور شناخته نمی شود.

دانشجو : فاطمه نجف زاده بختیارانی

استاد راهنما : دکتر رامین رئیس زاده

داور ۱ : دکتر مرتضی زندرحیمی

داور۲ : دکتر شهریار شرفی

نماینده‌ی تحصیلات تکمیلی در جلسه دفاع: مهندس رنجبر

]معاونت پژوهشی و تحصیلات تکمیلی دانشکده : دکترحجت الله رنجبر

حق چاپ محفوظ و مخصوص به دانشگاه شهید باهنر کرمان است.

تقدیم به:

پدر و مادر مهربانم

که چه زیبا

گامهایتان، طنین شکفتن را جاری ساخت

و چه روشن

دستهایتان، تاریکی‌هایم را دور کرد.

تشکر و قدردانی:

سپاس ایزد منان را که توفیق اطاعت و بندگی به من عطا فرمود.

در این رهگذر به رسم ادب، خود را ملزم می‌دانم که با تواضع تام و از صمیم قلب تشکر و سپاس خالصانه خود را از:

اعضای خانواده‌ام، به خصوص **پدر و مادر عزیزم** که امکان تحصیل را برای من مشتاقانه فراهم کرده‌اند و دعای خیرشان همواره، همراه و پشتیبان من بود.

برترین سپاس‌ها را تقدیم استاد ارجمند جناب **دکتر رامین رئیس‌زاده** می‌نمایم که در انجام این پایان نامه صمیمانه مرا یاری فرمودند.

از تمامی اساتید محترم بخش مواد و متالورژی دانشگاه شهید باهنر کرمان که اینجانب افتخار شاگردیشان را داشته‌ام و خصوصاً از جناب **دکتر مرتضی زند رحیمی** و جناب **دکتر شهریار شرفی** که زحمت داوری این پایان نامه را بر عهده گرفته‌اند، صمیمانه تشکر می‌نمایم.

از جناب آقای **مهندس سلطانی**، مسئول کارگاه ریخته‌گری دانشگاه شهید باهنر کرمان به خاطر همکاری صمیمانه‌شان کمال تشکر را دارم.

از مسئولین محترم آزمایشگاه SEM دانشگاه شهید باهنر کرمان، سرکار خانم **مهندس بقایی** و سرکار خانم **مهندس دادگری** و آزمایشگاه متالوگرافی، سرکار خانم **مهندس افضلی** کمال تشکر را دارم.

در نهایت، از تمام کسانی که در طول دوره کارشناسی ارشد همواره مورد لطف‌شان بوده‌ام، صمیمانه تشکر و قدردانی می‌نمایم.

فاطمه نجف‌زاده بختیارانی

دی ماه ۸۹

چکیده

احتمال پیوند دولایه عیب فیلم اکسیدی دولایه هنگامیکه در مذاب Al-4.5wt% Mg و Al با خلوص تجاری نگه داشته شده‌اند، مورد بررسی قرار گرفت. این عیب، به وسیله نگهداری دولایه اکسید آلومینیوم در تماس با همدیگر در مذاب Al-4.5wt% Mg و Al با خلوص تجاری در دمای ۷۵۰°C و برای مدت زمان‌های متفاوت به صورت تجربی مدل سازی شد. تغییرات صورت گرفته در ترکیب شیمیایی و مورفولوژی لایه‌های اکسیدی به وسیله EDX، SEM و XRD مورد مطالعه قرار گرفتند. نتایج حاصل از بررسی رفتار عیب فیلم اکسید دولایه در مذاب Al-4.5wt% Mg نشان دادند که برخلاف بررسی‌های پیشین بر روی Al-0.3wt% Mg، که در آن دولایه اکسیدی بعد از ۵ ساعت نگهداری با همدیگر پیوند برقرار کردند، نگهداری دولایه اکسیدی در مذاب Al-4.5wt% Mg به مدت ۱۶ ساعت، باعث ایجاد پیوند بین دو لایه نگردید. عدم پیوند بین دولایه در این آلیاژ به فقدان یک دگرگونی فازی شامل آرایش مجدد اتم‌ها در سطح لایه‌های اکسیدی نسبت داده شد. همچنین نتایج حاصل از بررسی رفتار این عیب در مذاب Al با خلوص تجاری نشان دادند که پیوند دولایه اکسیدی تقریباً بعد از ۵ ساعت شروع شد و به تدریج با گذشت زمان نگهداری افزایش یافت. ایجاد پیوند بین دولایه در این آلیاژ به استحاله $\gamma - Al_2O_3$ به $\alpha - Al_2O_3$ نسبت داده شد. پیوند کامل بین لایه‌ها بعد از ۱۳ ساعت، وقتی که اکسیژن و نیتروژن محبوس بین دولایه مصرف شدند، ایجاد شد. نتایج همچنین نشان دادند که نیتروژن اتمسفر محبوس در عیب با مذاب Al پیرامون واکنش داده و AlN در فصل مشترک عیب و مذاب تشکیل شد.

واژه‌های کلیدی: عیب اکسید فیلم دولایه، آلیاژ آلومینیوم، مکانیزم ترمیم، ریخته‌گری

فهرست مطالب:

فصل ۱- مقدمه..... ۱

فصل ۲- تئوری و مروری بر تحقیقات گذشته..... ۶

۲-۱- عیب اکسید فیلم دولایه..... ۷

۲-۱-۱- آخال‌ها..... ۷

۲-۱-۲- تلاطم سطحی..... ۹

۲-۱-۳- سرعت بحرانی مایع..... ۱۱

۲-۱-۴- تشکیل عیب فیلم اکسید دولایه..... ۱۲

۲-۱-۵- پیامد غوطه‌ور شدن فیلم‌ها در مذاب..... ۱۶

۲-۲- مکانیزم ترمیم فیلم اکسید دولایه..... ۱۷

۲-۳- اکسیداسیون آلومینیوم و تأثیر پارامترهای مختلف بر روی آن..... ۲۱

۲-۳-۱- اکسیداسیون آلومینیوم مذاب..... ۲۱

۲-۳-۲- تأثیر دما بر روی سینتیک اکسیداسیون آلومینیوم..... ۲۴

۲-۳-۳- تأثیر عناصر آلیاژی بر روی اکسیداسیون آلومینیوم ۲۵

۲-۳-۴- تأثیر منیزیم..... ۲۷

۲-۴- تأثیر مقدار جزئی منیزیم در مذاب بر مکانیزم ترمیم اکسید فیلم دولایه..... ۳۴

فصل ۳- روش تحقیق..... ۳۷

۳-۱- آلیاژ مورد استفاده..... ۳۸

۳-۲- طراحی و روش آزمایش..... ۳۸

۳-۳- کشش نمونه‌ها..... ۴۰

۳-۴- بررسی ظاهری اکسید فیلم دولایه..... ۴۱

۳-۵- آزمایش اشعه ایکس..... ۴۱

۳-۶- میکروسکوپ الکترونی روبشی..... ۴۱

فصل ۴- ارائه نتایج..... ۴۲

۴-۱- نتایج حاصل از آزمایش‌های انجام گرفته برای بررسی رفتار اکسید فیلم دولایه در مذاب Al-4.5wt% Mg ۴۳

۴-۱-۱- قبل از ذوب میله‌ها..... ۴۳
۴-۱-۱-۱- نمونه‌هایی که به مدت ۲ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۴۳
۴-۱-۱-۲- نمونه‌هایی که به مدت ۴ دقیقه در کوره نگه داشته شدند..... ۴۶
۴-۱-۲- بعد از ذوب میله‌ها..... ۵۲
۴-۱-۲-۱- نمونه‌هایی که به مدت ۷ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۴۹
۴-۱-۲-۲- نمونه‌هایی که به مدت ۳۰ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۵۱
۴-۱-۲-۳- نمونه‌هایی که به مدت ۱ ساعت در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۵۳
۴-۱-۲-۴- نمونه‌هایی که به مدت ۵ ساعت در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۵۳
۴-۱-۲-۵- نمونه‌هایی که به مدت ۱۶ ساعت در کوره نگه داشته شده‌اند..... ۵۶
۴-۲- نتایج حاصل از آزمایش‌های انجام گرفته برای بررسی رفتار فیلم اکسید دولایه در مذاب آلومینیوم با خلوص تجاری..... ۵۸
۴-۲-۱- نمونه‌هایی که به مدت ۷ دقیقه در مذاب نگه داشته شده‌اند..... ۵۸
۴-۲-۲- نمونه‌هایی که به مدت ۱ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند..... ۶۱
۴-۲-۳- نمونه‌هایی که به مدت ۵ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند..... ۶۳
۴-۲-۴- نمونه‌هایی که در مذاب به مدت ۱۶ ساعت نگه داشته شده‌اند..... ۶۶
۴-۲-۵- نمونه‌هایی که در مذاب به مدت ۴۸ ساعت یا بیشتر نگه داشته شدند..... ۶۹
۴-۲-۶- نمونه‌هایی که به مدت ۷۲ ساعت در مذاب نگه داشته شدند..... ۷۳

فصل ۵- بحث..... ۷۴

۵-۱- بحث بر روی نتایج به دست آمده از رفتار فیلم اکسید دولایه در مذاب Al-4.5wt%Mg ۷۵

۵-۲- بحث بر روی نتایج به دست آمده از رفتار فیلم اکسید دولایه در مذاب Al با خلوص تجاری..... ۷۷

فصل ۶- نتیجه‌گیری و پیشنهادات..... ۸۲

۶-۱- نتیجه‌گیری کلی از رفتار اکسید فیلم دولایه در مذاب Al-4.5wt% Mg..... ۸۳

۶-۲- نتیجه‌گیری کلی از رفتار اکسید فیلم دولایه در مذاب Al با خلوص تجاری..... ۸۳

۶-۳- پیشنهادات..... ۸۴

فصل ۷- منابع..... ۸۵

فهرست اشکال و جداول:

شکل ۲-۱- اثر غلظت آخال بر دانسیته و دانسیته حفره نمونه‌های منجمد شده در فشار کاهش یافته آلیاژ A236 در حد هیدروژن ۰/۲۲ ml / ۱۰۰ gr.....۸
شکل ۲-۲- اثر آخال‌های اکسیدی بر روی سیالیت آلیاژ A356 .....۹
شکل ۲-۳- تعادل نیروها در سطح یک مایع.....۱۱
شکل ۲-۴- ثبت ویدوئویی چگونگی حرکت فلز مایع در سرعت‌های (الف) ۰/۵۵ (ب) m/s ۰/۶۶.....۱۳
شکل ۲-۵- شکل‌گیری عیب اکسید فیلم دوتائی.....۱۴
شکل ۲-۶- غوطه‌وری یک تکه اکسید درون مذاب آلومینیوم.....۱۴
شکل ۲-۷- (الف) تصویر سطح شکست یک نمونه از جنس Al-7Si-0.3Mg که در آن اکسید فیلم‌ها در دوطرف یک منطقه دیده می‌شوند. (ب) و (ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی SEM از عیوب اکسید فیلم به ترتیب در چپ و راست.....۱۵
شکل ۲-۸- تصویر سطوح شکست یک نمونه از جنس Al-Si-Mg که دولایه اکسیدی متقارن در دو طرف در محل یکسان را نشان می‌دهد ۱۶
شکل ۲-۹- مقاومت خمشی یک قطعه ریختگی 99.5Al به عنوان تابعی از سرعت که در آن فلز به داخل قالب قطعه ریخته‌گری به ضخامت صفحه ۵ و ۱۰ میلی‌متر وارد می‌شود.....۱۷
شکل ۲-۱۰- (الف) میکروگراف نوری، نشان دهنده شبکه فیلم اکسیدی درهم پیچیده و (ب) تصویر الکترون ثانویه میکروسکوپ الکترونی روبشی یک فیلم اکسیدی دولایه نشان دهنده طبیعت ترک‌وار عیب.....۱۷
جدول ۲-۱- مقدار مواد موجود در اتمسفر محبوس (در حجم هوایی که در ۱۵°C و فشار ۱۰۱۳۲۵ اتمسفر).....۱۸
شکل ۲-۱۱- شماتیک مکانیزیم ترمیم فیلم اکسید دوتائی در آلیاژهای آلومینیوم.....۱۹
شکل ۲-۱۲- تصویر آلومینیوم منجمد شده که جایگزین هوای به‌دام افتاده در لوله شده بود.....۲۰
شکل ۲-۱۳- تغییر در حجم هوای به‌دام افتاده با زمان برای آلومینیوم خالص.....۲۱
شکل ۲-۱۴- منحنی وزن اکسید- زمان برای آلومینیوم در هوای خشک در ۷۵۰°C ۲۲

شکل ۲-۱۵- تصاویر SEM از رشد اکسیدی در آلومینیوم خالص در ۷۵۰°C برای نقاط منحنی ۲-۱۷ .(الف) بعد از یک ساعت، (ب) بعد از ۵ ساعت که گسترش رشد اکسیدی را نشان می‌دهد، (ج) سطح رشد بعد از ۲۴ ساعت، (د) افزایش در مقدار رشد بعد از ۷۰ساعت.....۲۳
شکل۲- ۱۶- منحنی‌های اکسیداسیون برای آلومینیوم با خلوص بالا در اکسیژن خشک ۱۶۰۰۰ Pa در دماهای مختلف.....۲۴
شکل ۲-۱۷- تأثیر افزودن ۱٪ از عناصر آلیاژی بر روی اکسیداسیون آلومینیوم خالص در ۷۰۰°C. مساحت سطح $8/5\ cm^2$ بود.....۲۶
شکل ۲-۱۸- تأثیر افزودن ۱٪ از عناصر آلیاژی مختلف بر روی اکسیداسیون آلومینیوم خالص در ۸۰۰°C . مساحت سطح $8/5\ cm^2$ بود.....۲۶
شکل ۲-۱۹- منحنی وزن اکسید- زمان برای آلیاژ آلومینیوم شامل ۵٪ وزنی Mg در دمای ۷۵۰°C در هوای خشک.....۲۷
شکل ۲-۲۰- تصاویر SEM از نقاط منحنی ۲-۱۹ برای رشد اکسیدی در آلیاژ Al-5wt%Mg در دمای ۷۵۰°C (الف) بعد از ۵ دقیقه (ب) بعد از ۵ ساعت، نشان دهنده گسترش کریستال‌های $MgAl_2O_4$ (ج) نشان دهنده افزایش اکسیداسیون فلز به‌دام افتاده بعد از ۵ ساعت (د) نشان دهنده افزایش اکسیداسیون فلز به‌دام افتاده بعد از ۲۰ ساعت (ر) رشد شدید اکسید بر روی سطح.....۲۸
شکل ۲-۲۱- اثر فشار اکسیژن بر شکل گیری اکسید در ۷۲۵ °C ۲۹
شکل ۲-۲۲- (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی از آلیاژ Al-5wt%Mg که کریستال‌های بزرگ $MgAl_2O_4$ و کریستال‌های منیزیم ثانویه را نشان می‌دهد (ب) کریستال‌های $MgAl_2O_4$ در فصل اکسید- مذاب از طرف سطح اکسیدی.....۳۰
شکل ۲-۲۳- رفتار کلی اکسیداسیون در مذاب Al-Mg ۳۱
شکل ۲-۲۴- جرم اکسیدی آلیاژهای Al-Mg اکسید شده در هوا به مدت ۳ ساعت برای دماهای مختلف.....۳۲
شکل ۲-۲۵- پایداری ترمودینامیکی اکسیدهای Al-Mg در آلیاژ مذاب Al-Mg ۳۲
شکل ۲-۲۶- دیاگرام ترمودینامیکی پایداری فازهای MgO، Al_2O_3 و اسپینل بر حسب اکتیویته منیزیم در ۷۰۰ °C.....۳۳
شکل ۲-۲۷- پیشرفت تدریجی فیلم اکسیدی.....۳۴
شکل ۲-۲۸- تصاویر SEM به دست آمده از لایه‌های اکسیدی نگه‌داشته شده در مذاب (الف) به مدت ۳۰ ثانیه، که چین‌خوردگی‌های شدید و مناطق برآمده گل رزی شکل (لایه اسپینل) را نشان

می‌دهد. (ب) به مدت ۱۳ دقیقه که نشان دهنده دگرگونی لایه $MgAl_2O_4$ به MgO را می‌باشد (ج) به مدت ۵ ساعت، که لایه صاف و متخلخل MgO را نشان می‌دهد.....۳۶
جدول ۳-۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ آلومینیوم با خلوص تجاری مورد استفاده در آزمایش‌ها.....۳۸
جدول ۳-۲- ترکیب شیمیایی آلیاژ Al-4.5wt% Mg مورد استفاده در آزمایش‌ها.....۳۸
شکل ۳-۱- تصویر شماتیک لوله فولادی و دو میله در درون آن. بعد از ذوب، لایه اکسیدی ۱ و ۲ و اتمسفر محبوس بین آنها، عیب اکسید فیلم دولایه را در مذاب مدل سازی می‌کنند.....۳۹
شکل ۴-۱- تصویر سطح لایه‌های اکسیدی که به مدت ۲ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند. تغییر آشکاری در سطح این نمونه به جز تغییر رنگ در برخی از نواحی روی سطح مشاهده نشد.....۴۳
شکل ۴-۲- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نشان داده شده در شکل ۴-۱. تعدادی ناپیوستگی در لایه اکسیدی قابل رؤیت است. تصویر SEM ناحیه A با بزرگنمایی بالاتر در شکل ۴-۳ نشان داده شده است.....۴۴
شکل ۴-۳- تصویر SEM با بزرگنمایی بالاتر از ناحیه A در شکل ۴-۲. ترک موجود در این شکل احتمالاً در اثر انبساط لایه اکسیدی طی گرمایش تشکیل شده است. طیف‌های EDX به دست آمده از نقاط P1 و P4 در شکل ۴-۴ نشان داده شده است. غلظت عناصر در نقاط P1 تا P4، در جدول ۴-۱ آورده شده‌اند.....۴۵
شکل ۴-۴- آنالیز EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P4 بر روی شکل ۴-۳. غلظت عناصر در جدول ۴-۱ داده شده‌اند.....۴۵
جدول ۴-۱- ترکیب نقاط P1 تا P4 مشخص شده در شکل ۴-۳.....۴۶
شکل ۴-۵- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی که به مدت ۴ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند.....۴۶
شکل ۴-۶- تصویر SEM با بزرگنمایی بالاتر ازشکل ۴-۵. آنالیز EDX گرفته شده از نقاط P1 تا P3 در شکل ۴-۷ نشان داده شده‌اند.....۴۷
شکل ۴-۷- آنالیز EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 (Mg =4.6% ,O =9.0% ,Mg/O =0.5) (ب) P2 (Mg =10.3% ,O =21.0% ,Mg/O =0.5) و (ج) P3 (Mg =5.5% ,O =8.8% ,Mg/O =0.63) نشان داده شده در شکل ۴-۶. همه غلظت‌ها برحسب درصد وزنی هستند ۴۷
شکل ۴-۸- طیف XRD گرفته شده از لایه اکسیدی که به مدت ۲ دقیقه در کوره نگه داشته شده است.....۴۸

شکل ۴-۹- طیف XRD گرفته شده در زاویای مابین ۶۴ و ۸۴ درجه از سطح لایه اکسیدی که به مدت ۴ دقیقه در کوره نگه داشته شده است..... ۴۸
شکل ۴-۱۰- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۷ دقیقه (۳۰ ثانیه بعد از ذوب کامل میله‌ها) در کوره نگه داشته شده‌اند. منطقه تاریکی در مرکز لایه‌های اکسیدی ظاهر شده است..... ۴۹
شکل ۴-۱۱- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه اکسیدی نشان داده شده در شکل ۴-۱۰. آنالیز EDX گرفته شده از ناحیه A و نقطه B در شکل ۴-۱۲ نشان داده شده‌اند..... ۵۰
شکل ۴-۱۲- آنالیز EDX گرفته شده از (الف) ناحیه A و (ب) نقطه B بر روی شکل ۴-۱۱. ترکیب در ناحیه A (همه بر حسب درصد وزنی) ۹/۲ ٪ Mg و ۱۳/۴ ٪ O و در نقطه B، ۲۱/۶ ٪ Mg و ۲۹/۳ ٪ O اندازه‌گیری شد..... ۵۰
شکل ۴-۱۳- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۳۰ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند. ترکهای زیادی روی لایه‌های اکسیدی قابل رؤیت هستند..... ۵۱
شکل ۴-۱۴- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در کوره به مدت ۳۰ دقیقه، که ترک‌هایی را بر روی لایه اکسیدی نشان می‌دهد. آنالیز EDX گرفته شده از نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۱۵ آورده شده‌اند..... ۵۲
شکل ۴-۱۵- آنالیز EDX گرفته شده از (الف) نقطه P1 و (ب) نقطه P2 در شکل ۴-۱۴. ترکیب در نقطه P1 (همه بر حسب درصد وزنی) ۲۰/۱ ٪ Mg، ۲۵/۵ ٪ O و ۲/۹ ٪ Fe و در نقطه P2، ۵/۴ ٪ Mg ، ۷/۶ ٪ O و ۲/۴ ٪ Fe اندازه‌گیری شد..... ۵۲
شکل ۴-۱۶- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۶۰ دقیقه در کوره نگه داشته شده‌اند. اندازه منطقه تاریک بر روی لایه‌های اکسیدی افزایش یافته است..... ۵۶
شکل ۴-۱۷- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نشان داده شده در شکل ۴-۱۶، که نشان می‌دهد اندازه و تعداد ترک‌ها در مقایسه با نمونه‌ای که به مدت ۳۰ دقیقه در کوره نگه داشته شده است افزایش یافته است. غلظت عناصر تعیین شده توسط آنالیز EDX در نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۱۸ آورده شده‌اند..... ۵۴
شکل ۴-۱۸- آنالیز EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P2 مشخص شده در شکل ۴-۱۷. ترکیب در نقطه P1 (همه بر حسب درصد وزنی) ۳۱/۵ ٪ Mg ، ۳۵/۷ ٪ O و ۰/۵۸ ٪ Fe و در نقطه P2، ۴/۵ ٪ Mg و ۶/۴ ٪ O اندازه‌گیری شد..... ۵۴

شکل ۴-۱۹- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی، که به مدت ۵ ساعت در کوره نگه داشته شده‌اند. طیف EDX گرفته شده از نقطه P1 در شکل ۴-۲۰ نشان داده شده است.....۵۵
شکل ۴-۲۰- طیف EDX گرفته شده از نقطه P1 بر روی شکل ۴-۱۹. پیک اکسیژنی در طیف به دست آمده یافت نشده است.....۵۵
شکل ۴-۲۱- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۱۶ ساعت در کوره نگه داشته شده‌اند. جداشدن لایه اکسیدی از کنار میله توسط پیکان نشان داده شده است.....۵۶
شکل ۴-۲۲- غلظت متوسط O ، Mg و نسبت Mg/O لایه‌های اکسیدی که در کوره برای مدت زمان‌های مختلف نگه داشته شده‌اند.....۵۷
شکل ۴-۲۳- غلظت متوسط اکسیژن، متوسط نرخ تغییر غلظت اکسیژن و نسبت Mg/O در لایه های اکسیدی که در کوره برای مدت زمان‌های مختلف نگه داشته شده‌اند.....۵۷
شکل ۴-۲۴- تصویر دولایه اکسیدی که به مدت ۷ دقیقه در مذاب نگه داشته شده‌اند. دو محلی که لایه‌های اکسیدی با یکدیگر پیوند برقرار کرده‌اند، توسط پیکان نشان داده شده‌اند.....۵۸
شکل ۴-۲۵- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی، که به مدت ۷ دقیقه در مذاب نگه داشته شده‌اند. تعدادی ناپیوستگی در لایه اکسیدی قابل رؤیت است. تصویر با بزرگنمایی بالاتر از این لایه اکسیدی در شکل ۴-۲۶ آورده شده است.....۵۹
شکل ۴-۲۶- تصویر SEM با بزرگنمایی بالاتر از لایه اکسیدی نشان داده شده در شکل ۴-۲۴. آنالیز EDX گرفته شده از نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۲۷ نشان داده شده است.....۶۰
شکل ۴-۲۷- طیف‌های EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P2 در شکل ۴-۲۶. نقطه P1 شامل ۳/۲ درصد وزنی و نقطه P2 شامل ۳۸/۶ درصد وزنی اکسیژن است.....۶۰
شکل ۴-۲۸- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی که به مدت ۷ دقیقه در مذاب نگه داشته شده‌اند.....۶۱
شکل ۴-۲۹- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۱ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند.....۶۱
شکل ۴-۳۰- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۱ ساعت که یکی از نقاط پیوند خورده در شکل ۴-۲۹ را نشان می‌دهد. غلظت عناصر تعیین شده توسط آنالیز EDX در نقاط P1، P2 و P3 در شکل ۴-۳۱ آورده شده است.....۶۲
شکل ۴-۳۱- آنالیز EDX از نقاط (الف)P1 ، (ب) P2 و (ج) P3 بر روی شکل ۴-۳۰. غلظت اکسیژن در نقاط P1 ، P2 و P3 به ترتیب ۸/۴، ۴۹/۴ و ۲۱/۶ درصد وزنی اندازه‌گیری شد.....۶۳

شکل ۴-۳۲- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۵ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند. تعداد نقاط پیوند خورده با یکدیگر به طور قابل ملاحظه‌ای در مقایسه با نمونه‌های قبلی افزایش پیدا کرده است.....۶۳
شکل ۴-۳۳- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نگهداری شده در مذاب به مدت ۵ ساعت، که نشان می‌دهد لایه اکسیدی در ناحیه A کنده شده است و یک بخشی از لایه اکسیدی طرف مقابل در ناحیه B با این سطح اکسیدی پیوند برقرار کرده است.....۶۴
شکل ۴-۳۴- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۵ ساعت که کنده شدن لایه اکسیدی از سطح اکسیدی را نشان می‌دهد.....۶۵
شکل ۴-۳۵- تصویر SEM از سطح لایه اکسیدی شکل ۴-۳۲،که ترک تشکیل شده بر روی لایه اکسیدی (شاید در حین انجماد نمونه) را نشان می‌دهد. طیف EDX گرفته شده از نقطه P1 در شکل ۴-۳۶ آورده شده است.....۶۵
شکل ۴-۳۶- آنالیز EDX به دست آمده از نقطه P1 بر روی شکل ۴-۳۷. عدم وجود پیک اکسیژن در این طیف نشان داد که اکسیژن اتمسفر محبوس در این عیب در زمان نگهداری ۵ ساعت به طور کامل مصرف شده است.....۶۶
شکل ۴-۳۷- تصویر گرفته شده از لایه‌های اکسیدی که به مدت ۱۶ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند. مناطق سفیدرنگ وسیعی روی یک طرف لایه اکسیدی مشاهده می‌گردد، که با مناطق تیره‌رنگ در طرف مقابل لایه اکسیدی انطباق دارد.....۶۶
شکل ۴-۳۸- تصویر SEM به دست آمده از ناحیه سفیدرنگ در شکل ۴-۳۷، که فاز AlN را بر سطح دندریت‌های آلومینیومی نشان می‌دهد. طیف EDX گرفته شده از نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۳۹ آورده شده است.....۶۷
شکل ۴-۳۹- طیف EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P2 مشخص شده بر روی شکل ۴-۳۸. ترکیب (همگی بر حسب درصد وزنی) در نقطه P1، ۷۰/۷٪ Al، ۹/۵٪ O، ۱۶/۸٪ N و ۳٪ Fe و در نقطه P2، ۱۰۰٪ Al اندازه‌گیری شد.....۶۸
شکل ۴-۴۰- تصویر SEM دیگری از لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۱۶ ساعت، که فاز AlN را بر سطح دندریت‌های آلومینیومی نشان می‌دهد.....۶۸
شکل ۴-۴۱- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۴۸ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند. مناطق متناسب سفید و تیره رنگی مشاهده می‌گردد، به طوریکه نواحی سفیدرنگ براق‌تر و واضح‌تر هستند.....۶۹

شکل ۴-۴۲- تصویر SEM به دست آمده از سطح لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۴۸ ساعت، که لایه اکسیدی را روی لایه AlN نشان می‌دهد. آنالیز EDX گرفته شده از نقاط P1 تا P3 بر روی این شکل، در شکل ۴-۴۳ نشان داده شده است..... ۷۰
شکل ۴-۴۳- طیف EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 (ب) P2 و (ج) P3 نشان داده شده بر روی شکل ۴-۴۲. ترکیب (همه بر حسب درصد وزنی) در نقطه P1 (۶۵/۷٪ Al، ۱۵/۹٪ O و ۱۸/۵٪ N) در نقطه P2 (۷۵/۳٪ Al، ۲۱/۴٪ O و ۳/۹٪ Fe) و در نقطه P3 (۷۵/۲٪ Al، ۲۰/۵٪ O و ۴/۳٪ Fe) اندازه‌گیری شد..... ۷۰
شکل ۴-۴۴- تصویر SEM به دست آمده از لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۴۸ ساعت، که ریزساختار مشابه با ریزساختار نشان داده شده در شکل ۴-۳۸ (نواحی AlN بر سطح دندریت‌های Al زمینه) را نشان می‌دهد. طیف‌های EDX گرفته شده از نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۴۵ آورده شده است..... ۷۱
شکل ۴-۴۵- آنالیز EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P2 بر روی شکل ۴-۴۴. ترکیب (همه بر حسب درصد وزنی) در نقطه P1، ۶۴٪ Al، ۱۲/۲٪ O، ۱۸/۹٪ N و ۴/۸٪ Fe و در نقطه P2، ۱۰۰٪ Al اندازه‌گیری شد..... ۷۱
شکل ۴-۴۶- تصویر SEM دیگری از سطح لایه‌های اکسیدی نگه داشته شده در مذاب به مدت ۴۸ ساعت، که دندریت‌های آلومینیوم باقی‌مانده بر روی لایه AlN پس از کشیدن میله‌ها توسط دستگاه کشش را نشان می‌دهد. طیف‌های EDX گرفته شده از نقاط P1 و P2 در شکل ۴-۴۷ آورده شده است..... ۷۲
شکل ۴-۴۷- آنالیز EDX گرفته شده از نقاط (الف) P1 و (ب) P2 بر روی شکل ۴-۴۶. ترکیب (همه بر حسب درصد وزنی) در نقطه P1، ۷۰/۲٪ Al، ۸/۳٪ O، ۲۰/۶٪ N و ۰/۹٪ Fe و در نقطه P2، ۱۰۰٪ Al اندازه‌گیری شد..... ۷۲
شکل ۴-۴۸- تصویر لایه‌های اکسیدی که به مدت ۷۲ ساعت در مذاب نگه داشته شده‌اند. اندازه مناطق سفیدرنگ افزایش یافته است..... ۷۳
شکل ۵-۱- تصویر شماتیک حالت‌هایی که دو میله آلومینیومی طی جداسازی دو میله توسط دستگاه کشش از همدیگر جدا شدند. (الف) قبل از جداسازی میله‌های آلومینیومی (ب) لایه AlN از فلز جدا شده است و (ج) دولایه اکسیدی در برخی نقاط بایکدیگر پیوند نخوردند، با وجود این، لایه آلومینا از لایه AlN در مناطقی که پیوند ایجاد شد، جدا شده است..... ۸۱

فصل اول

مقدمه

فلزات نقش بسیار مهمی در توسعه تمدن ایفا می‌کنند. از میان فلزات گوناگون چه از نظر کیفیت و چه از نظر ارزش، آلومینیوم و آلیاژهای آن به دلیل مشخصه‌ها و خواص بی‌نظیری همچون: نقطه ذوب نسبتاً کم (۶۶۰ درجه سانتی‌گراد)، وزن مخصوص کم، قابلیت الکتریکی و گرمایی مناسب، خواص الاستیسیته مناسب، حلالیت بسیار ناچیز برای اکثر گازها به‌جز هیدروژن، مقاومت زیاد در برابر خوردگی، داشتن سیالیت خوب و همچنین پذیرفتن عملیات حرارتی و مکانیکی، کاربردهای ریخته‌گری فراوانی داشته‌اند و روز به روز موارد مصرف این آلیاژها توسعه می‌یابند. آلومینیوم خالص نرم و ضعیف است اما می‌تواند آلیاژهایی را با مقادیر مختلف منیزیم و دیگر عناصر به وجود آورد که ویژگی‌های مفید گوناگونی را دربر می‌گیرند و می‌توانند اجزای مهم هواپیماها و راکت‌ها را بسازند. از جمله کاربردهای مهم و فرآوان آلومینیوم و آلیاژهای آن عبارت‌اند از: حمل و نقل (اتومبیل‌ها، هواپیماها، کشتی‌ها و ...) بسته‌بندی، ساختمان، کالاهای بادوام مصرف کننده، خطوط انتقال الکتریکی و ماشین آلات [۱].

یکی از قدیمی‌ترین روش‌ها از بین روش‌های مختلفی که برای تولید قطعات فلزی وجود دارد، روش ریخته‌گری است. طراحان اغلب استفاده از روش‌های شکل‌دهی فلزات را به دلیل قابلیت تولید مجدد و اطمینان از خواص محصولات تولید شده به روش ریخته‌گری به خاطر تولید محصولاتی با خواص مکانیکی متفاوت ترجیح می‌دهند. با این حال، انعطاف‌پذیری در شکل، حجم و وزن محصولات تولیدی، قابلیت کنترل ترکیب شیمیایی، سهولت روش و عدم نیاز به سرمایه‌گذاری اولیه بالا و سایر خصوصیات روش ریخته‌گری باعث گردیده تا همچنان حجم بالایی از قطعات توسط این روش تولید شوند. مضاف براینکه برای تولید برخی از قطعات خاص همچنان تنها روش تولید، روش ریخته‌گری است.

طبیعی است که به دست آوردن قطعات ریختگی با کیفیت مناسب و خواص تکرارپذیر، یکی از دشوارترین مسائلی است که کاربران ریخته‌گری با آن مواجه هستند. یکی از فاکتورهای بسیار مهم و تأثیرگذار بر کیفیت قطعات ریختگی، کیفیت فلز مذاب بوده که خود توسط سه فاکتور کنترل می‌شود: غلظت عناصر جزئی مانند آهن، مقدار هیدروژن محلول در مذاب و تعداد آخال‌های غیر فلزی موجود در مذاب. بدین منظور، گاززدایی مذاب و حذف کردن آخال‌ها دو عمل بسیار مهمی هستند که اگر به طور صحیح انجام شوند، می‌توانند کیفیت مذاب و به دنبال آن کیفیت قطعات ریختگی را به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش دهند.

برای تولید قطعاتی با قابلیت اطمینان مناسب، عیوب داخلی و عوامل ایجاد شکست در آلیاژها باید شناخته شوند. بررسی‌های اخیر [۲] نشان دادند که یکی از دلایل شکست محصولات آلومینیومی ریخته‌گری شده، عیب فیلم اکسیدی دولایه است که باعث تضعیف خواص مکانیکی و کاهش قابلیت اطمینان به قطعات ریخته‌گری می‌شود. عیب اکسید فیلم دولایه دارای طبیعتی اتفاقی است و در اکثر قطعات ریختگی آلومینیوم (و سایر آلیاژهایی که لایه اکسیدی پایدار دارند) یافت می‌شود. این عیب هنگامی ایجاد می‌گردد که لایه اکسید موجود بر سطح مذاب در طول بارریزی متلاطم شده و در اثر تلاطم بر روی خود برگشته و در حالی که لایه‌ای از هوا را در خود محبوس می‌نماید به درون مذاب وارد گردد. این امر ممکن است در حین آماده سازی مذاب و یا در اثر نامناسب بودن طراحی سیستم راهگاهی و ایجاد تلاطم در آن به وجود آید [۲]. این عیب که از دولایه اکسید آلومینیوم خشک و مقداری گاز در بین آن تشکیل شده است، لزوماً همانند یک ترک در مذاب آلومینیوم عمل می‌کند، که نه تنها باعث کاهش خواص مکانیکی قطعه ریختگی می‌شود، بلکه می‌تواند به عنوان مکانی برای تشکیل سایر عیوب، همچون تخلخل هیدروژنی [۳، ۴] و فازهای غنی از آهن [۵]، قبل از انجماد عمل نماید.

رفتار عیب اکسید فیلم دولایه و تأثیر آن بر خواص مکانیکی قطعات ریختگی [۶]، امکان حذف این عیب به وسیله فیلترهای سرامیکی و همچنین به وسیله نگهداری در مذاب [۷]، اخیراً توسط محققین مورد بررسی قرار گرفته است.

Nyahumwa [۸، ۹] پیشنهاد کرد که مذاب Al می‌تواند اکسیژن و نیتروژن اتمسفر داخلی‌اش را پس از یک زمان نهفتگی مصرف نماید. این زمان نهفتگی برای استحاله آلومینای آمورف به $\gamma - Al_2O_3$ یا $\alpha - Al_2O_3$ ضروری است که نتیجه آن، ایجاد تنش در فیلم و تشکیل ترک بوده و باعث می‌شود که اتمسفر داخلی و مذاب در تماس با همدیگر قرار گیرند. اخیراً Raiszadeh و Griffiths [۶]، مصرف هوای محصور بین اکسید فیلم دولایه را مورد بازبینی قرار دادند و هیچ‌گونه زمان تأخیری قبل از شروع مصرف هوای محبوس مشاهده نکردند و پیشنهاد کردند که ترک‌های تشکیل شده روی لایه‌های اکسیدی طی حرکتشان در مذاب (به عنوان مثال در حین بارریزی)، مسیرهای لازم برای تماس اتمسفر داخلی و مذاب را فراهم می‌کنند. آن‌ها همچنین توسط یک مدل ریاضی نیمه تجربی [۱۰] نشان دادند که اکسیژن و نیتروژن هوای محصور شده (بسته به ابعاد عیب) در ظرف کمتر از چند ثانیه تا دو دقیقه مصرف می‌گردد.

بعد از مصرف اکسیژن و نیتروژن، تنها گاز باقی‌مانده آرگون (که تقریباً ۱٪ حجم هوا را تشکیل می‌دهد) بوده که خنثی است و درون مذاب آلومینیوم حل نمی‌گردد. وقتی دو سطح ترنشده عیب در تماس باهم قرارگرفتند، ممکن است در اثر تغییرات ایجاد شده در طبیعت لایه‌های اکسیدی با گذشت زمان، دولایه در برخی نقاط باهمدیگر پیوند برقرار کنند و این عیب به صورت جزئی (یا شایدکلی) غیر فعال شده و آثار زیان بارش به عنوان ترک کاهش یابد [۸].

اولین مشاهده تجربی برای این فرضیه توسط Nyahumwa و همکارانش [۹] ارائه شد. آن‌ها اثر فشار ایزواستاتیک گرم (HIPping) را بر روی رفتار خستگی آلیاژ A356 مورد بررسی قرار دادند و دریافتند که عملیات HIPping در دمایی نزدیک به دمای یوتکتیک آلیاژ بر روی قطعاتی که به طور متلاطم ریخته شده‌اند، سبب می‌شود که ترک‌ها و حفره‌ها در شبکه اکسید فیلم‌ها از بین رفته و سطحشان با هم پیوند برقرار کنند. آن‌ها پیوند ایجاد شده را به دگرگونی Al_2O_3 به $MgAl_2O_4$، که باعث کاهش حجم و آرایش مجدد اتمی می‌شود، نسبت دادند.

مشاهده تجربی دیگر برای این فرضیه اخیراً توسط آریافر و رئیس‌زاده [۷] ارائه گردید. آنها احتمال پیوند دولایه از عیب اکسید فیلم را که در مذاب آلیاژ A356 (حاوی 0.3wt% Mg) نگه داشته شدند، مورد بررسی قرار دادند. این عیب به وسیله نگهداری دولایه اکسید آلومینیوم در تماس با همدیگر در مذاب آلیاژ A356 برای مدت زمان‌های مختلف مابین ۳۰ ثانیه تا ۴۸ ساعت به‌صورت تجربی مدل‌سازی شد. نتایج آنها نشان دادند که دولایه عیب اکسید فیلم دولایه ممکن است توسط دو مکانیزم متفاوت با یکدیگر پیوند برقرار کنند، یکی در طول دگرگونی Al_2O_3 به $MgAl_2O_4$ (اسپینل) در زمان‌های نگهداری کوتاه و دیگری در طول تبدیل تدریجی اسپینل به MgO در زمان‌های طولانی‌تر، که سبب ایجاد پیوند مستحکم بین دولایه خواهد شد. نشان داده شد که هر گونه پیوندی ضرورتاً هنگامی می‌تواند اتفاق بیفتد که اکسیژن و نیتروژن اتمسفر به‌دام افتاده به اتمام رسیده باشد.

از آنجایی که ترمودینامیک و سینتیک اکسیداسیون آلیاژهای Al-Mg با مقدار منیزیم بالا و پایین (به عنوان مثال آلیاژ آلومینیوم حاوی ۴/۵ و ۰/۳ درصد وزنی Mg) متفاوت است، رفتار عیوب اکسید فیلم دولایه غوطه‌ور در این دو گروه آلیاژ (به عنوان مثال پیوند ایجاد شده بین دولایه اکسیدی) نیز ممکن است متفاوت باشد. همچنین از آنجایی که آلیاژ آلومینیوم با خلوص تجاری حاوی منیزیم نبوده، از این رو مکانیزم‌های پیشنهاد شده برای آلیاژهای حاوی منیزیم ممکن است در مورد آن صادق نباشد.

هدف از این تحقیق، بررسی احتمال ترمیم عیب اکسید فیلم دولایه در آلیاژهای Al-4.5wt% Mg و آلومینیوم با خلوص تجاری است. در این تحقیق، روش تجربی به کار برده شده توسط آریافر و رئیس‌زاده [۷]، برای بررسی احتمال پیوند بین دولایه یک عیب فیلم اکسیدی دولایه معلق در آلیاژهای Al-4.5wt% Mg و آلومینیوم با خلوص تجاری مورد استفاده قرار گرفت و تغییر در ترکیب شیمیایی و مورفولوژی لایه‌های اکسیدی با گذشت زمان بررسی شد.