

## بررسی تاثیر سیکل دما-زمان بر توزیع اندازه و مورفولوژی ذرات پودر آلومینیم تولید شده به روش **SAMD**

پویا دلشاد خطیبی\* و فرشاد اخلاقی\*\*

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

(دریافت مقاله: ۸۷/۱/۱۱ - دریافت نسخه نهایی: ۸۷/۵/۳)

**چکیده** - **SAMD** روش نسبتاً جدیدی در تولید پودرهای فلزی است که در آن از هم‌پاشیدگی و تکه تکه شدن مذاب، در اثر انتقال انرژی سینتیک از پروانه همزن به مذاب از طریق یک ماده واسط جامد صورت می‌پذیرد و پس از انجماد قطرات مذاب حاصل و جدا کردن ماده واسط، پودر فلزی به دست می‌آید. در تحقیق حاضر، مقدار مشخصی از پودر نمک طعام به مذاب آلومینیم اضافه شد و مخلوط در دمای مشخص برای مدت زمان معین همزده شد تا قطرات فلزی به دست بیایند. سپس این مخلوط در آب کوئنچ شد و در نتیجه قطرات فلزی به پودر تبدیل شدند و نمک طعام در آب حل شد. پودر حاصل پس از جمع‌آوری، شستشو و خشک کردن تحت آزمایش‌های تعیین ابعاد ذرات به کمک اشعه لیزر و بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی قرار گرفت. در این تحقیق تاثیر سیکل دما-زمان مورد استفاده در هنگام همزدن مخلوط، بر اندازه و مورفولوژی پودر  $Al-6wt\%/Si$  تولید شده از این روش مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج نشان می‌دهند که کرویتترین ذرات پودری و حداقل اندازه متوسط ذرات آلومینیم با همزدن به مدت ۵ دقیقه در ۶۹۰ درجه سانتیگراد و سپس کوئنچ در آب به دست می‌آید.

واژگان کلیدی: روش **SAMD**، پودر آلومینیم، سیکل دما-زمان، مورفولوژی، توزیع اندازه ذرات

## Effect of Time-temperature Cycles on Size and Morphology of Al Powder Particles Prepared via SAMD

P. Delshad-Khatibi and F. Akhlaghi

School of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, University of Tehran

**Abstract:** *Solid Assisted Melt Disintegration (SAMD) is a relatively new method for producing metallic powder particles in which the kinetic energy transferred from a rotating impeller to the melt via a solid medium causes melt disintegration. These droplets are then solidified and separated from the media to obtain metallic powder particles. In the present study, sodium*

\*\*\* - دانشیار

\* - دانشجوی کارشناسی ارشد

*chloride (NaCl) was used to produce Al-6wt%Si powder particles. A specified amount of NaCl was introduced into the aluminum alloy melt and the slurry was stirred following a specified time-temperature regime to disintegrate the molten alloy into droplets. This blend was quenched in water to solidify Al powder particles and to dissolve NaCl in water. The Al powder particles were then collected, washed, dried, and subjected to laser particle size (LPS) analysis and scanning electron microscopy (SEM). The effects of different time-temperature regimes on the size and morphology of the resultant Al-6wt%Si powder particles were investigated and the optimum conditions for obtaining the finest spherical particles were established. It was concluded that the finest and most spherically shaped Al powder particles could be produced by stirring the slurry at 690 °C for 5 min followed by water quenching.*

**Keywords:** SAMD method, Aluminum powder, Time-temperature cycle, Morphology, Size distribution.

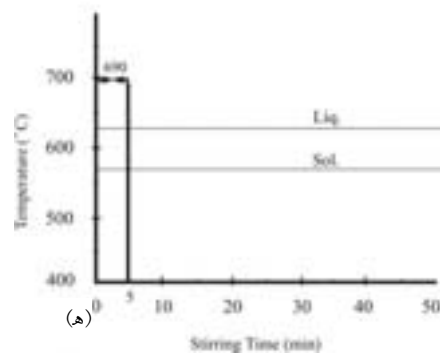
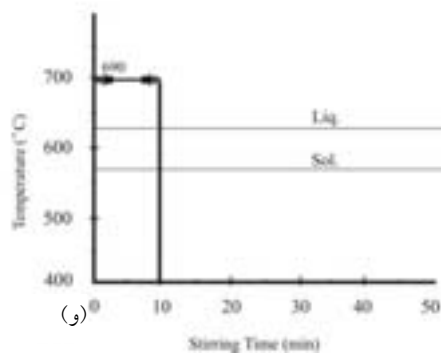
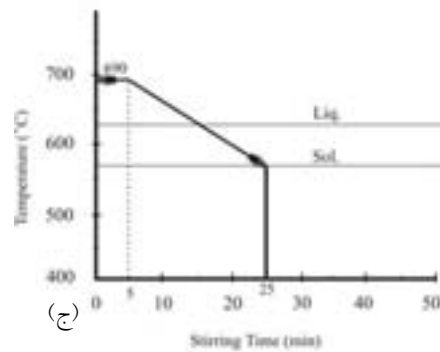
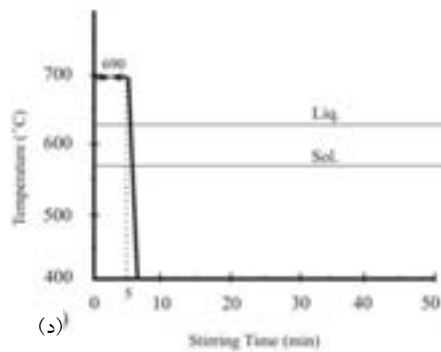
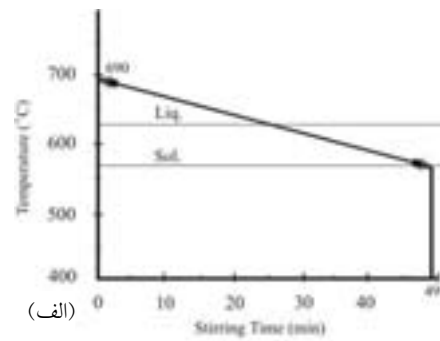
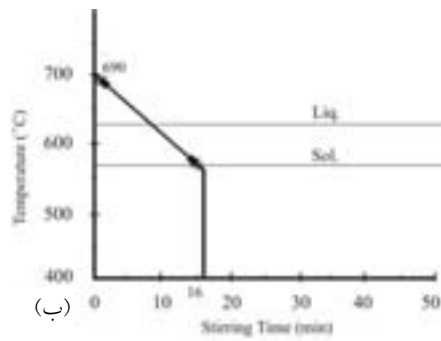
## ۱- مقدمه

در سالهای اخیر استفاده از روش متالورژی پودر در ساخت قطعات فلزی به دلیل خواص ویژه ریزساختاری پودر فلزات که منجر به خواص مطلوب مکانیکی و تریبولوژیکی قطعات نهایی می شود، مورد توجه بسیاری از محققان و صنعتگران در زمینه های مختلف قرار گرفته است. در حال حاضر روشهای عمده تولید پودر فلزات شامل افشانش گازی و یا افشانش آبی است که هر کدام دارای مزایا و محدودیتهایی هستند. در هر صورت قیمت نسبتاً بالای گاز خنثی مورد استفاده در افشانش گازی، سبب افزایش قیمت پودرهای تولیدی و در نتیجه بالا رفتن قیمت قطعات تولیدی از این پودرها می شود. لذا بررسی برای تکامل روشهای جایگزین تولید پودر با استفاده از تجهیزات و امکانات ارزان قیمت تر و کاهش قیمت نهایی قطعات تولیدی مهم جلوه می کند [۱-۴].

آلیاژهای آلومینیم - سیلیسیم دارای نسبت استحکام به وزن بالا، ضریب انبساط حرارتی کم و مقاومت به سایش بالایی اند که با تغییر میزان سیلیسیم می توان مقادیر استحکام و خواص سایشی آنها را بهینه کرد. این چنین خواصی سبب می شود که این آلیاژها برای صنایع خودرو سازی، الکتریکی و هوا-فضا مخصوصاً در شکل پودر کاربردهای گسترده ای داشته باشند. امروزه گسترده ترین روش برای تولید پودر فلزات فعال مثل آلومینیم، افشانش با گاز خنثی است که همان طور که اشاره شد به دلیل قیمت بالای گازهای خنثی مثل هلیم و آرگون، فرایندی گرانقیمت است [۵ و ۶].

روش از هم گسیختگی مذاب توسط مواد جامد (SAMD)، فرایند نسبتاً جدیدی است که در حدود شش سال پیش در

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه تهران ابداع شده و در آن از هم پاشیدگی و تکه تکه شدن مذاب، توسط انرژی سیتیک به وجود آمده توسط پروانه همزن صورت می گیرد که این انرژی، توسط یک ماده واسط جامد (آلومینا یا نمک طعام) به مذاب منتقل می شود. اصول این روش در تولید کامپوزیت آلومینیم-گرافیت با نام متالورژی پودر درجا تبیین شده [۷-۱۰] و در ادامه پودر آلیاژ  $Al_{356}$  توسط ماده واسط جامد آلومینا با این روش تولید شده است [۱۱ و ۱۲]. این روش دارای برخی مزایا نسبت به فرایندهای سنتی متمایز است. که از آن جمله می توان به اقتصادی بودن (به دلیل عدم نیاز به گاز متمایز کننده و نیز قابلیت بازیابی پودر جامد واسطه)، سادگی روش و عدم وجود تخلخل در پودرها اشاره کرد. در تحقیقات انجام گرفته قبلی بر روی روش SAMD، تاثیر برخی پارامترهای تولید از جمله سرعت همزدن مخلوط، نسبت آلومینا به آلومینیم در مخلوط، زمان همزدن و اندازه ذرات آلومینا بر اندازه ذرات پودر آلومینیم  $Al_{356}$  مورد مطالعه قرار گرفته است. همچنین با استفاده از ماده واسطه نمک طعام، بررسیهای مختلفی بر روی تاثیر سرعت همزدن [۱۳]، نسبت وزنی نمک طعام به آلومینیم [۱۴]، درصد سیلیسیم موجود در آلیاژ  $Al-Si$  [۱۵] و تاثیر فسفر بر بهسازی آلیاژ هایپریونکتیک  $Al-20\%Si$  [۱۶] انجام شده است. در تحقیق حاضر به منظور درک بهتر این فرایند، با استفاده از ماده واسطه نمک طعام، از شش سیکل متفاوت دما-زمان استفاده شده و شرایط بهینه مشخص شد که در دو سیکل، عمل سرد شدن مخلوط پس از قطع عملیات همزدن به جای هوا در آب صورت پذیرفته است. با مطالعه توزیع اندازه و مورفولوژی پودرهای حاصل، سعی شد تا مکانیزمهای از هم گسیختگی و الحاق قطرات مذاب، در حین همزدن در شرایط متفاوت و نیز نحوه کروی شدن



شکل ۱- سیکل‌های استفاده شده در تولید پودر آلیاژ  $Al-6wt\%/Si$ : الف) همزدن مخلوط از دمای  $690^{\circ}C$  تا دمای منحنی جامد در کوره در بسته، ب) همزدن مخلوط از دمای  $690^{\circ}C$  تا دمای منحنی جامد در کوره در باز، ج) ۵ دقیقه همزدن در  $690^{\circ}C$  و سپس همزدن تا دمای منحنی جامد در کوره در باز، د) ۵ دقیقه همزدن در دمای  $690^{\circ}C$  و سپس سرد کردن در هوا، ه) ۵ دقیقه همزدن در  $690^{\circ}C$  و سرد کردن در آب، و) ۱۰ دقیقه همزدن در  $690^{\circ}C$  و سرد کردن در آب

گرافیتی ذوب شده و دمای آن تا  $690^{\circ}C$  بالا برده شد. برای کنترل و بررسی تأثیر نوع سیکل بر روی توزیع اندازه و مورفولوژی و خواص پودر تولیدی از ۶ سیکل دما-زمان استفاده شد که این سیکل‌ها در زمان همزدن و نحوه خنک کردن مخلوط با هم تفاوت دارند، شکل (۱).

در تمام این چرخه‌ها دمای اولیه مذاب در شروع سیکل  $690^{\circ}C$

ذرات پودر (در اثر نیروهای کشش سطحی) که تحت تاثیر شرایط مختلف انتقال حرارت در هنگام سرد شدن هستند، مورد مطالعه و تجزیه و تحلیل قرار بگیرند.

## ۲- روش تحقیق

در این تحقیق حدود ۴۰ گرم از شمش آلیاژ  $Al-6Si$  در بوت

بوده و از نمک طعام با اندازه ذرات  $D_{50}=255\mu\text{m}$  و نسبت وزنی نمک طعام به AI برابر با ۴ استفاده شده و عمل همزدن با استفاده از همزن گرافیتی ماریچ با قطر  $d=30\text{mm}$  و در دور همزدن  $1400\text{rpm}$  صورت پذیرفته است. در پایان عمل همزدن، با حل کردن نمک طعام در آب، پودر آلومینیم تولید شده پس از شستشوی جمع آوری شده و از سرندهایی با اندازه  $710\mu\text{m}$  و  $500\mu\text{m}$  عبور داده شدند. بر روی پودرهای کوچکتر از  $500\mu\text{m}$ ، تحلیل لیزری اندازه ذره<sup>۲</sup> انجام شد. با استفاده از نمودار توزیع تجمعی ذرات پودر، مقادیر  $D_{10}$ ،  $D_{50}$  و  $D_{90}$  که به ترتیب عبارت از اندازه متناظر با ۱۰، ۵۰ و ۹۰ درصد در توزیع تجمعی اند، محاسبه شدند. همچنین میانگین حسابی اندازه ذرات پودر ( $D_m$ ) از معادله (۱) محاسبه شد [۱۷]:

$$D_m = \sum \frac{n_i m_i}{100} \quad (1)$$

که  $n_i$  درصد ذرات پودر با اندازه متوسط  $m_i$  است. همچنین کمیت انحراف معیار هندسی<sup>۳</sup> ( $\delta$ ) که بیانگر میزان توزیع و پراکندگی اندازه ذرات است از معادله (۲) محاسبه شده است [۱۸ و ۱۹]:

$$\delta = \frac{D_{84/1}}{D_{50}} \quad (2)$$

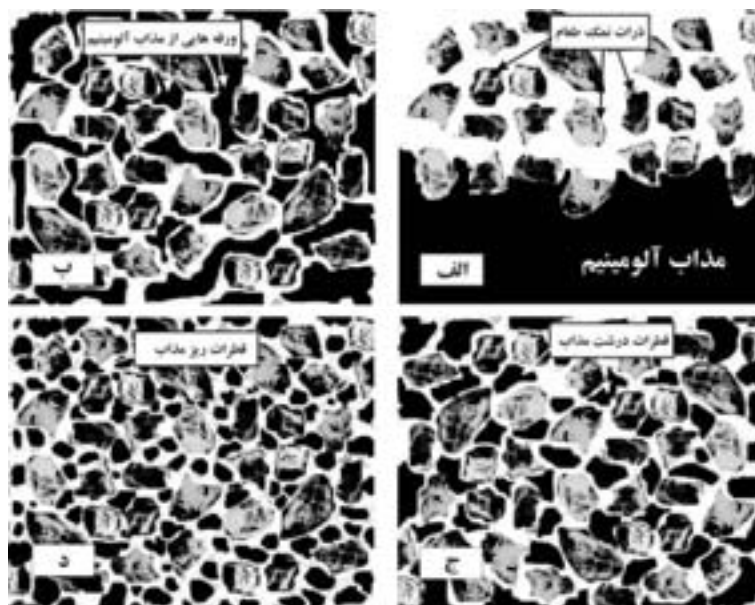
به منظور بررسی شکل و مورفولوژی سطحی، برخی پودرها در اندازه‌های مختلف پس از اعمال پوشش طلا تحت بررسی میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)<sup>۴</sup> قرار گرفتند.

### ۳- نتایج و بحث

در هنگام همزدن مخلوط مذاب و ذرات جامد، با توجه به صلب بودن ذرات، انرژی جنبشی همزن از طریق این ذرات به مذاب آلومینیم اعمال شده و با ایجاد نیروی برشی، منجر به متلاشی شدن توده مذاب و تشکیل سطوح جدیدی می‌شود. همزن مورد نظر باید این قابلیت را داشته باشد که بتواند حداکثر انرژی را به ذرات ماده جامد واسط و مذاب آلومینیم منتقل کند و مجموعه را به حرکت در آورد. در واقع سایش ذرات ماده جامد واسط روی هم باعث متلاشی شدن قطرات محبوس در

بین این ذرات می‌شود. شرایط همزدن از جمله سرعت و دمای همزدن، نوع ماده جامد واسطه، میزان ذرات ماده جامد واسط و دیگر عوامل باید طوری انتخاب شوند که از تشکیل مناطق مرده (مناطق که مخلوط ذرات ماده جامد واسط و آلومینیم ساکن‌اند) جلوگیری شود.

در مراحل اولیه همزدن، در اثر اعمال نیروی برشی، ابتدا مذاب آلومینیم به ورقه‌ها و لایه‌هایی تبدیل می‌شود، شکل (۲-ب). در این مرحله، انرژی وارد شده به سیستم سبب جدا شدن لایه‌های مذاب از یکدیگر شده و در نتیجه حرکت‌های شعاعی و عمودی، مخلوطی از مذاب متلاشی شده و ماده جامد واسط تشکیل می‌شود. در این مرحله چنانچه عمل همزدن متوقف شود، قطرات مذاب با توجه به نیروی ثقل، از بین فواصل موجود در بین ذرات ماده جامد واسط عبور کرده و به یکدیگر می‌پیوندند و نهایتاً به صورت توده مذاب در کف بوتله تجمع می‌کنند، شکل (۲-الف). با ادامه همزدن و در مرحله میانی این قطرات مذاب در اثر نیروهای برشی اعمال شده توسط همزن و ذرات ماده جامد واسط به قطرات ریزتر مذاب تبدیل می‌شوند، شکل (۲-ج). وجود ذرات ماده جامد واسط باعث ایجاد فاصله بین آنها و جلوگیری از به هم پیوستن قطرات مذاب می‌شود. با ادامه عمل همزدن، قطرات مذاب به تدریج ریزتر می‌شوند. در مراحل پایانی به دلیل ریزتر شدن قطرات و اختلاف سرعت حرکت ذرات ماده جامد واسط و قطرات مذاب در نقاط مختلف بوتله، قطرات مذاب باز هم ریزتر و از یکدیگر جدا می‌شوند، شکل (۲-د). لذا این ذرات می‌توانند با اعمال نیروی برشی، قطرات مذاب را باز هم متلاشی کنند. باید توجه داشت که در طی این فرایند علاوه بر از هم گسیختگی قطرات مذاب، امکان برخورد و به هم پیوستن قطرات مذاب نیز به صورت هم‌زمان وجود دارد. ولی پس از اینکه قطرات مذاب حاصل در میان توده‌ای از پودر ذرات ماده جامد واسطه پراکنده شدند، امکان به هم پیوستن آنها به حداقل می‌رسد. البته ادامه همزدن در مراحل نهایی، ممکن است سبب به هم پیوستن ذرات ریز و تشکیل ذرات درشت‌تر شود.



شکل ۲- نمایش تصویری مکانیزم تشکیل قطرات مذاب در حین فرایند

این احتمال وجود دارد که زمان کروی شدن<sup>۵</sup> قطرات از زمان انجماد<sup>۶</sup> آنها بیشتر باشد. لذا ذرات پودر ریز دارای شکلهای نامنظم اند. اما برای قطرات درشت تر، به دلیل محتوی حرارتی بالاتر، زمان انجماد نیز طولانی تر است. بنابراین به دلیل وجود زمان کافی برای کروی شدن، ابتدا قطرات مذاب از طریق کروی شدن انرژی سطحی خود را کاهش می دهند و سپس منجمد می شوند. در شکل (۲) مکانیزم تشکیل پودر در روش SAMD به طور شماتیک نشان داده شده است.

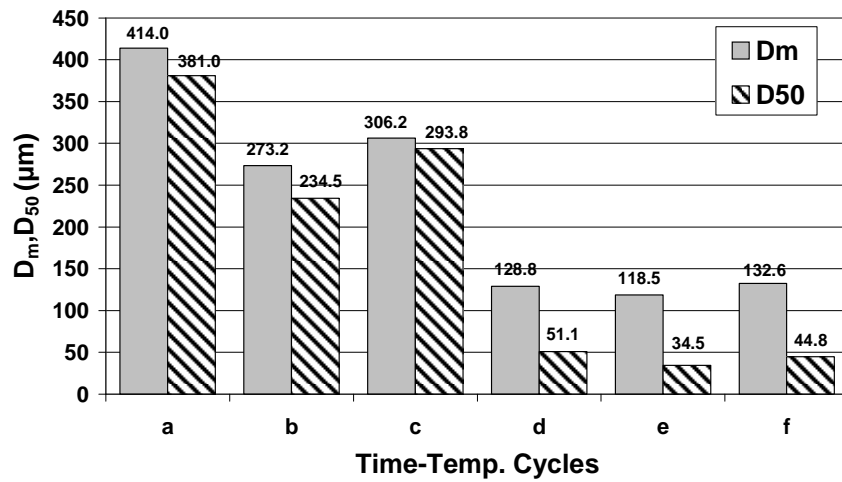
با توجه به مطالب مذکور، عواملی از قبیل دمای مخلوط در هنگام هم زدن، مدت زمان هم زدن و سرعت سرد کردن مخلوط پس از قطع عمل هم زدن می توانند تاثیر زیادی روی اندازه و مورفولوژی پودر حاصل داشته باشند لذا در این تحقیق از شش سیکل متفاوت دما-زمان برای تولید پودر استفاده شده و تاثیر متغیرهای مذکور مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است.

نتایج حاصل از تحلیل اندازه ذرات پودرهای تولید شده در شکلهای (۳) تا (۶) نشان داده شده اند.

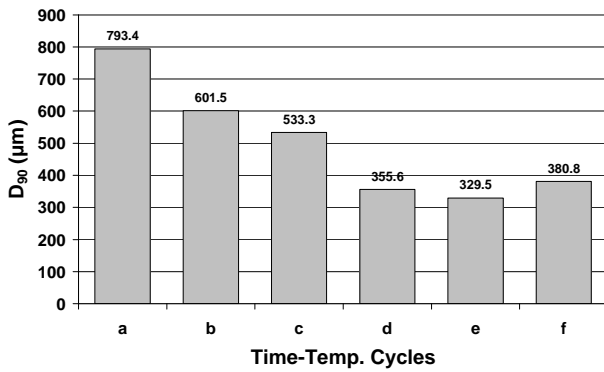
با توجه به شکل (۱) و نتایج موجود در شکلهای (۳) تا (۶) دیده می شود که در سیکل (الف) به دلیل طولانی بودن زمان هم زدن در حالت مذاب و نیز هم زدن برای مدتی در حالت

پس از تشکیل قطرات ریز و مجزای مذاب و محبوس شدن آنها در بین ذرات ماده جامد واسطه، چنانچه این مخلوط تا دمایی کمتر از دمای منحنی جامد آلیاژ سرد شود، قطرات مذاب منجمد شده و به پودر تبدیل می شوند. پس از توقف عمل هم زدن با توجه به عدم ترشوندگی ذرات ماده جامد واسطه توسط آلومینیم، این امکان وجود دارد که قطرات درشت تر در اثر نیروی جاذبه به سمت پایین حرکت کنند و در ته ظرف تجمع کنند و یا اینکه در مسیر عبور به قطرات مذاب برخورد کنند و به آنها بپیوندند. اما با توجه به اینکه قطرات مذاب در داخل شبکه ای از ذرات ماده جامد واسطه به دام افتاده اند، مجموعه پیچیده ای از تنشهای سطحی، از جهات متفاوت بر آنها وارد می شود که این تنشها حرکت قطرات مذاب و به هم پیوستن آنها را مختل می کنند. به علاوه با کاهش دما، سیالیت قطرات مذاب نیز کمتر می شود و لذا عمل الحاق قطرات مذاب به سختی صورت می پذیرد.

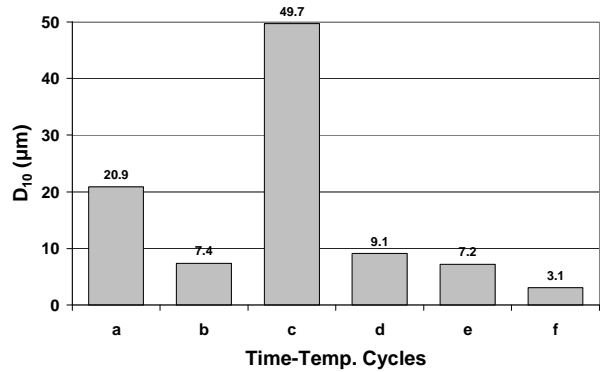
قطرات کوچکتر به دلیل محتوی حرارتی کمتر، سریعتر منجمد می شوند و به دلیل محدودیت زمانی، فرصت کافی برای کروی شدن و کاهش انرژی سطحی را ندارند و لذا این ذرات به صورت نامنظم شکل می گیرند. در واقع در مورد قطرات ریز



شکل ۳- تاثیر سیکل دما-زمان بر مقادیر D<sub>m</sub> و D<sub>50</sub> پودرها

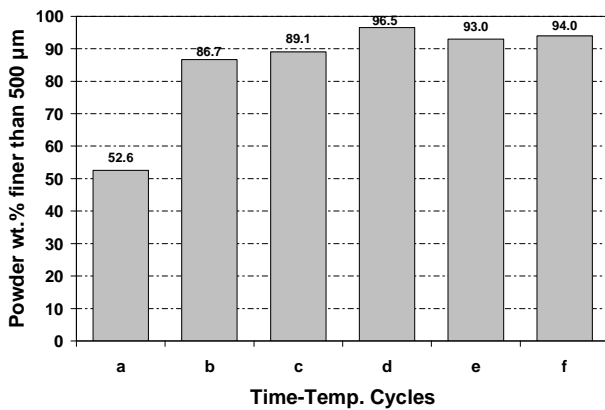


(ب)

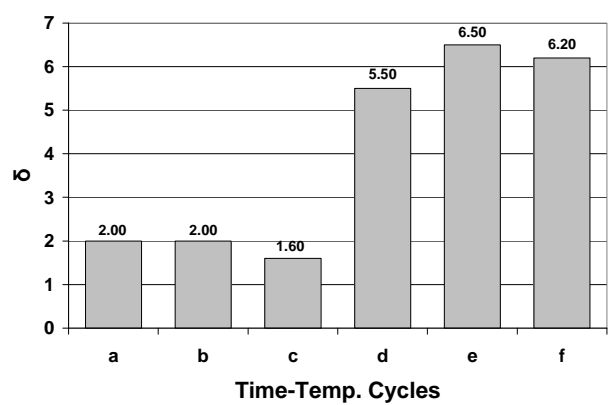


(الف)

شکل ۴- تاثیر سیکل دما-زمان بر مقدار الف (D<sub>10</sub>) و ب (D<sub>90</sub>) پودرها



شکل ۶- تاثیر سیکل دما-زمان بر درصد وزنی مقدار پودرهای ریزتر از ۵۰۰ میکرومتر



شکل ۵- تاثیر سیکل دما-زمان بر مقدار δ

نیمه جامد، قطرات اولیه تشکیل شده در اثر متلاشی شدن مذاب (به خصوص قطرات درشت‌تر)، مجدداً فرصت پیدا کرده‌اند تا به هم متصل شده و قطرات درشت‌تری را تشکیل دهند. لذا مقدار  $D_{90}$  افزایش چشمگیری را نسبت به سایر سیکلها نشان می‌دهد. به همین دلیل قطرات ریز نیز در این مدت فرصت پیدا کرده‌اند تا حرکت کرده و به هم متصل شوند. همچنین به‌طوری‌که در ادامه اشاره خواهد شد، به دلیل کنده شدن پوسته‌هایی از ذرات درشت‌تر و قرارگیری این پوسته‌ها در گستره پودرهای ریز، درصد پودرهای ریز افزایش پیدا کرده است. در مجموع تولید پودر در سیکل (الف) سبب کاهش کلی درصد پودرهای کوچکتر از  $500 \mu m$  میکرومتر شده است، شکل (۶). البته باید توجه داشت که به دلیل حذف پودرهای خیلی ریز در اثر الحاق به پودرهای دیگر، در مجموع مقدار گستردگی توزیع اندازه ( $\delta$ )، در حد نسبتاً پایینی قرار گرفته است.

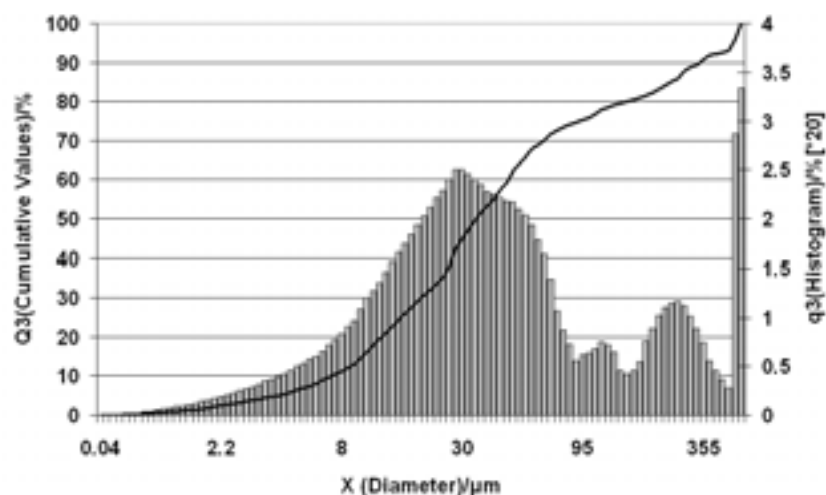
در سیکل (ب) عمل همزدن در کوره در باز انجام شده است و در نتیجه سرعت سرد شدن بیشتر بوده و تولید پودر در مدت زمان کمتری انجام شده است. در نتیجه عمل به هم پیوستن ذرات کمتر رخ داده و درصد وزنی پودرهای  $500 \mu m <$  افزایش چشمگیری نسبت به سیکل (الف) نشان می‌دهد، شکل (۶) و در مجموع اندازه ذرات نسبت به سیکل (الف) ریزتر شده است.

در سیکل (ج) به دلیل اینکه همزدن اولیه در حالت مذاب و در دمای ثابت و نسبتاً بالا انجام شده است، لذا عمل ریز شدن اولیه قطرات به طور موثرتری نسبت به سیکل (ب) انجام شده است و لذا درصد پودرهای کوچکتر از  $500 \mu m$  میکرومتر تا حدودی افزایش یافته است. اما به دلیل اینکه بعد از همزدن ایزوترم ۵ دقیقه‌ای مجدداً مخلوط مذاب تا رسیدن به دمای انجماد زمان نسبتاً طولانی را طی کرده است، قطرات مجدداً فرصت کرده‌اند تا به هم ملحق شوند که این امر سبب افزایش  $D_{50}$  و  $D_m$  شده است. نکته قابل توجه در این سیکل افزایش چشمگیر  $D_{10}$  نسبت به سیکل‌های دیگر به خصوص سیکل (ب)

است. دلیل این موضوع را می‌توان به انجماد ذرات ریز تشکیل شده در مدت ۵ دقیقه اول همزدن نسبت داد. در واقع به دلیل اینکه دمای مخلوط فقط تا  $50^\circ$  درجه سانتیگراد بالای دمای منحنی مایع آلیاژ بوده و جهت حرکت هم زن به نحوی بوده که یک حرکت پایین به بالا را در ارتفاع بوته ایجاد می‌کرده، این امکان وجود داشته است که در حین همزدن، قطرات ریزی که به روی سطح می‌آیند، منجمد شوند که این مورد در سیکل (ج) به شدت رخ داده است. در مجموع کاهش نسبی پودرهای درشت و افزایش مقدار  $D_{50}$  سبب شده که در سیکل (ج)،  $\delta$  حداقل مقدار را در بین سیکل‌های مورد مطالعه داشته باشد، شکل (۵).

در سیکل (د) به دلیل همزدن موثر به مدت ۵ دقیقه در دمای ثابت و در حالت مذاب و سپس سرد کردن سریع در هوا، فرصت آگلومره شدن به قطرات داده نشده و لذا اندازه ذرات کاهش یافته است. کاهش چشمگیر اندازه ذرات ( $D_m$  و  $D_{50}$ )، در این سیکل در مقایسه با سه سیکل قبلی، به دلیل جلوگیری از به هم پیوستن قطرات مذاب یا ذرات نیمه جامد قبل از ختم عمل انجماد بوده است. همچنین کاهش چشمگیر مقدار  $D_{50}$  سبب شده تا مقدار  $\delta$  به طور چشمگیری افزایش نشان دهد.

سیکل (ه) در مقایسه با سیکل (د) به دلیل کوانچ مخلوط در آب، در ریزکردن اندازه ذرات موثرتر عمل کرده و سبب کاهش بیشتر اندازه ذرات پودری شده است. در حقیقت در فاصله زمانی قطع عمل همزدن و ختم انجماد، اگر مخلوط در هوا باشد امکان دارد که برخی از قطرات مذاب که هنوز منجمد نشده‌اند، به هم متصل شده و تا حدی سبب بزرگ شدن اندازه کلی ذرات شوند. اما اگر مخلوط در آب کوانچ شود، سرعت انجماد به قدری زیاد است که قطرات نیمه جامد بلافاصله منجمد می‌شوند و فرصت الحاق به یکدیگر را ندارند. همچنین سرد شدن ناگهانی مخلوط از دمای بالا، سبب متلاشی شدن برخی از آگلومره‌های با اتصال ضعیف که در فاصله قطع عمل همزدن و ریختن در آب تشکیل شده‌اند، می‌شود و این امر نیز می‌تواند سبب کاهش اندازه ذرات در سیکل (ه) شود. به



شکل ۷- توزیع ذرات پودر آلومینیم تولید شده توسط سیکل (و)

در روش SAMD در تحقیقات قبلی هم گزارش شده است [۱۱].

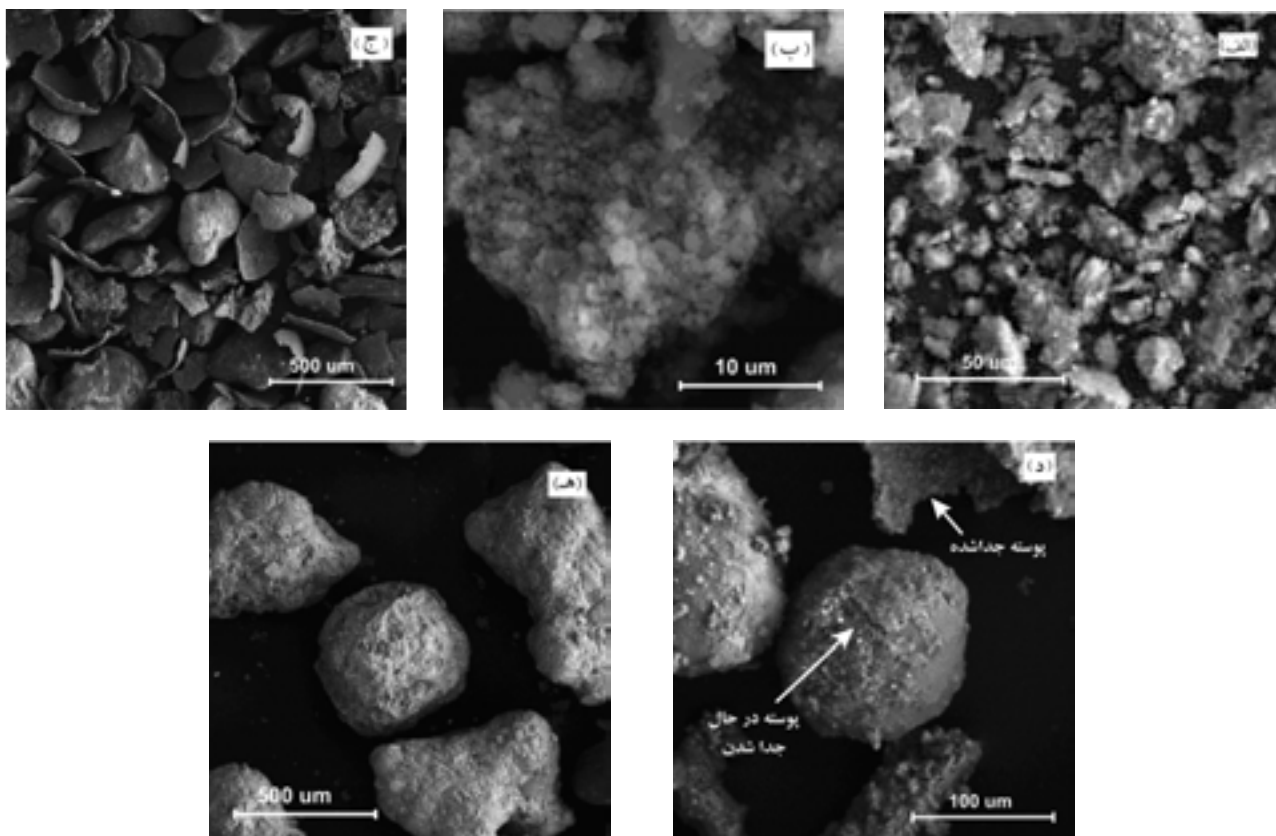
با توجه به نتایج حاصله از توزیع اندازه ذرات پودر حاصله از سیکل‌های (الف) تا (و)، مشاهده می‌شود که سیکل (ه) به دلیل کمترین میانگین اندازه ذرات، سیکل مناسبی برای تولید پودرهای ریز باشد. همچنین زمان کلی تهیه پودر در این سیکل حدود ۵ دقیقه است که از سیکل‌های دیگر کوتاهتر است که همین امر می‌تواند سبب کوتاه شدن در زمان تولید و در نتیجه صرفه اقتصادی بیشتر در این سیکل شود. شکل (۷) نمودار توزیع اندازه ذرات پودر آلومینیم تهیه شده توسط سیکل (ه) نشان داده شده است. به طوری که ملاحظه می‌شود این نمودار چند قله‌ای است. در واقع اگر فرایند اتمیزه کردن مذاب به صورت کامل انجام شود نمودار توزیع اندازه پودر حاصل به صورت توزیع نرمال و یک قله‌ای خواهد بود [۱۷] و وجود چند قله در شکل (۷) بیانگر این موضوع است که علاوه بر سیکل دما-زمان سایر پارامترهای این روش نیاز به بهینه سازی دارند.

در شکل (۸) تصاویر SEM پودرهای تهیه شده به روش SAMD توسط سیکل (الف) در بزرگنماییهای مختلف نشان داده شده‌اند.

طوری که در شکل (۵) نشان داده شده است، مقدار  $\delta$  در این سیکل بالاترین مقدار را دارد که دلیل آن پایین ترین مقدار  $D_{50}$  این سیکل در بین سیکل‌های مورد مطالعه است.

نحوه سرد کردن مخلوط در سیکل (و) مشابه با سیکل (ه) است (کوئچ در آب)، اما با توجه به طولانی‌تر بودن مدت زمان همزدن در حالت مذاب، به نظر می‌رسد که عمل الحاق ذرات قدری بیشتر انجام شده و ذرات تا حدی درشت‌تر شده‌اند. ولی درصد وزنی پودر ریزتر از  $50^\circ$  میکرومتر در هر دو سیکل (ه) و (و) تقریباً برابر است. نکته قابل توجه در این سیکل، وجود پایتترین مقدار  $D_{10}$  در بین سیکل‌های مطالعه شده است. دلیل این موضوع این است که ذرات ریزی که در مراحل اولیه همزدن تشکیل می‌شوند، همان‌طوری که قبلاً اشاره شد در صورت قرارگیری در سطح مخلوط در حین همزدن منجمد می‌شوند و در مراحل بعدی در صورتی که موقعیت فراهم شود به ذرات بزرگتر (مایع یا نیمه جامد) ملحق شده و از گستره ذرات ریز خارج می‌شوند. چون در سیکل (و)،  $10^\circ$  دقیقه همزدن در دمای ثابت  $690^\circ$  درجه سانتیگراد انجام شده، این فرصت بیشتر فراهم شده و لذا ذرات ریز بیشتری به ذرات دیگر چسبیده‌اند و لذا  $D_{10}$  کاهش یافته است. وجود یک زمان بهینه برای همزدن به منظور حصول حداقل اندازه ذرات پودر

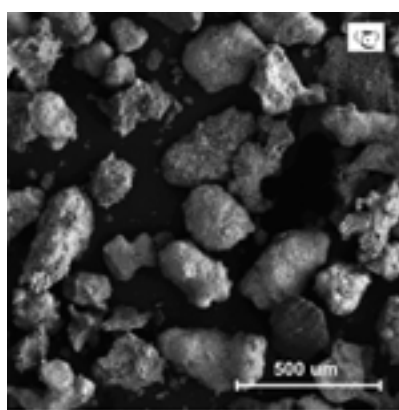
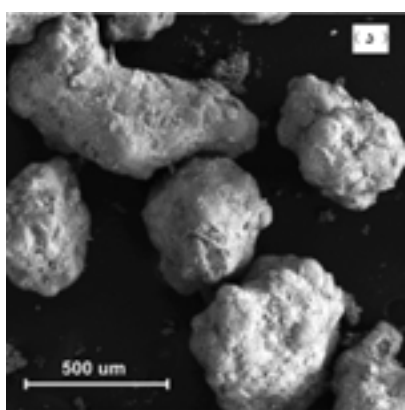
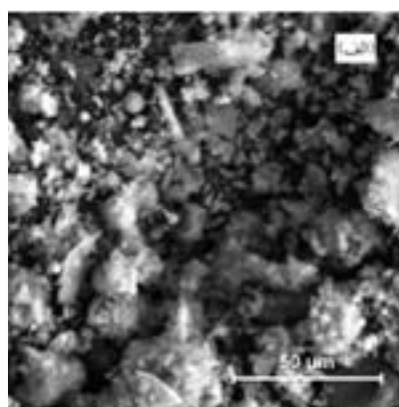
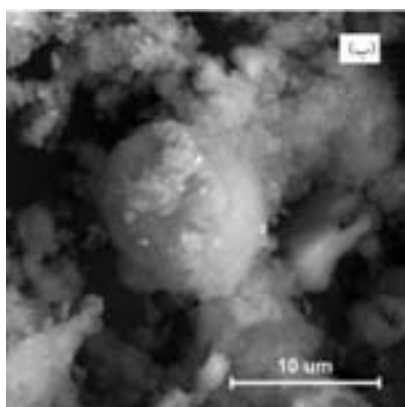




شکل ۸- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-6wt%/Si الف و ب) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، ج و د) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و ه) ۵۰۰-۳۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (الف)

پودرهای در اندازه ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر به صورت پوسته‌ها و صفحات انحناداری می‌باشد. با توجه به زمان طولانی همزدن در این سیکل و در نتیجه همزدن طولانی در حالت نیمه‌جامد و نظر به اینکه انجماد ابتدا از سطح قطره مذاب آغاز شده است، پوسته‌های جامدی روی سطح این قطرات تشکیل شده است که در اثر عمل همزدن از سطح قطرات جدا شده‌اند، شکل (۸-د). همچنین در پودرهای درشت، شکل (۸-ه) نیز آگلومره شدن ذرات به خوبی قابل مشاهده است. اما چون این آگلومره شدن و پیوستن و آگلومره شدن در دمای نسبتاً بالا و مدت زمان طولانی انجام شده است، مرزهای بین ذرات در آگلومره‌ها از بین رفته و ذرات تا حدی یکپارچه شده‌اند. در مجموع به طوری که ملاحظه می‌شود، پودرهای درشت‌تر تا حدی کروی شده‌اند.

به طوری که در شکل (۸-الف) دیده می‌شود، پودرهای کوچکتر از ۳۸ میکرومتر به صورت آگلومره شده هستند و شکل نامنظم دارند. با توجه به شکل (۸-ب) در بزرگنمایی بیشتر به وضوح مشاهده می‌شود که این پودرها خود از الحاق ذرات بسیار ریز با اندازه در حدود ۱ میکرومتر تشکیل شده‌اند. در ضمن این پودرهای چسبیده شده به هم (پودرهای حدود یک میکرومتری) تا حدودی شکل کروی دارند. این موضوع ثابت می‌کند که در این سیکل، پودرهای بسیار ریز تشکیل شده‌اند ولی به صورت آگلومره شده هستند و در واقع به نوعی پیش سینتر شده‌اند. در ضمن به دلیل بسته بودن درب کوره در هنگام همزدن، حتی این پودرهای بسیار ریز هم قبل از انجماد به دلیل سرعت سرد شدن پایین، فرصت کروی شدن را داشته‌اند. با توجه به شکل (۸-ج) مورفولوژی



شکل ۹- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-۶wt%/Si (الف و ب) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، (ج) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و (د) ۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (ب)

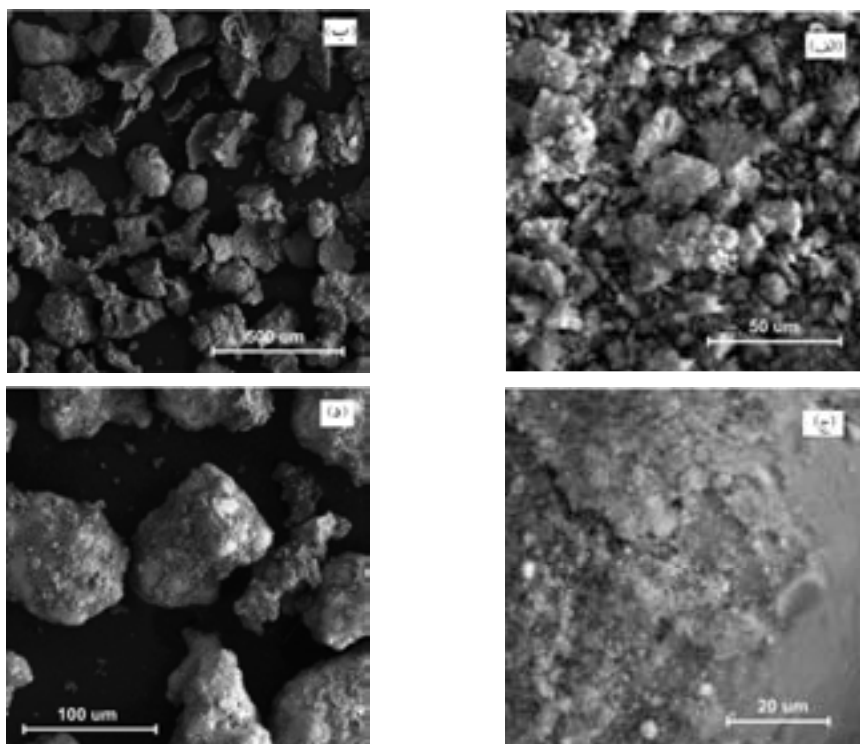
را نشان می‌دهد که تا حدودی کروی‌اند.

با توجه به شکل (۱۰-الف)، نامنظم بودن شکل پودرها با اندازه کوچکتر از ۳۸ میکرومتر تولید شده توسط سیکل (ج)، نیز به خوبی مشهود است. با توجه به اینکه در این سیکل هم زمان نسبتاً طولانی همزدن در حالت نیمه‌جامد انجام شده، مشابه با سیکل (الف) پوسته‌های انحنادار، مجدداً دیده می‌شوند، شکل (۱۰-ب و ج). همچنین به دلیل همین زمان نسبتاً طولانی همزدن در حالت نیمه‌جامد، قطرات فرصت الحاق پیدا کرده و باز هم پودرهای آگلومره به خوبی قابل مشاهده‌اند، شکل (۱۰-د).

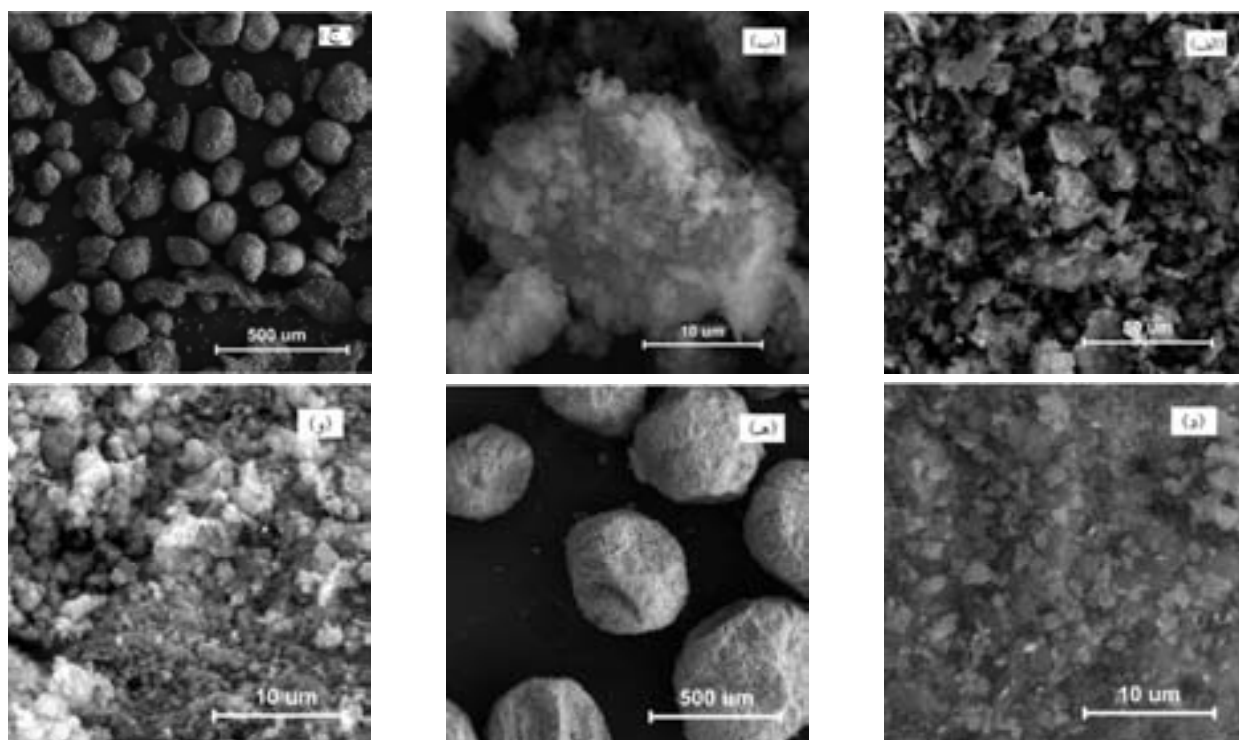
به طوری که در شکل‌های (۱۱-الف و ب) نشان داده شده، پودرهای کوچکتر از ۳۶ میکرومتر حاصل از سیکل (د)، به صورت ورقه‌هایی‌اند که از آگلومره شدن پودرهای

در شکل (۹)، تصاویر SEM پودرهای تهیه شده به روش SAMD توسط سیکل (ب) در بزرگنماییهای مختلف آورده شده است.

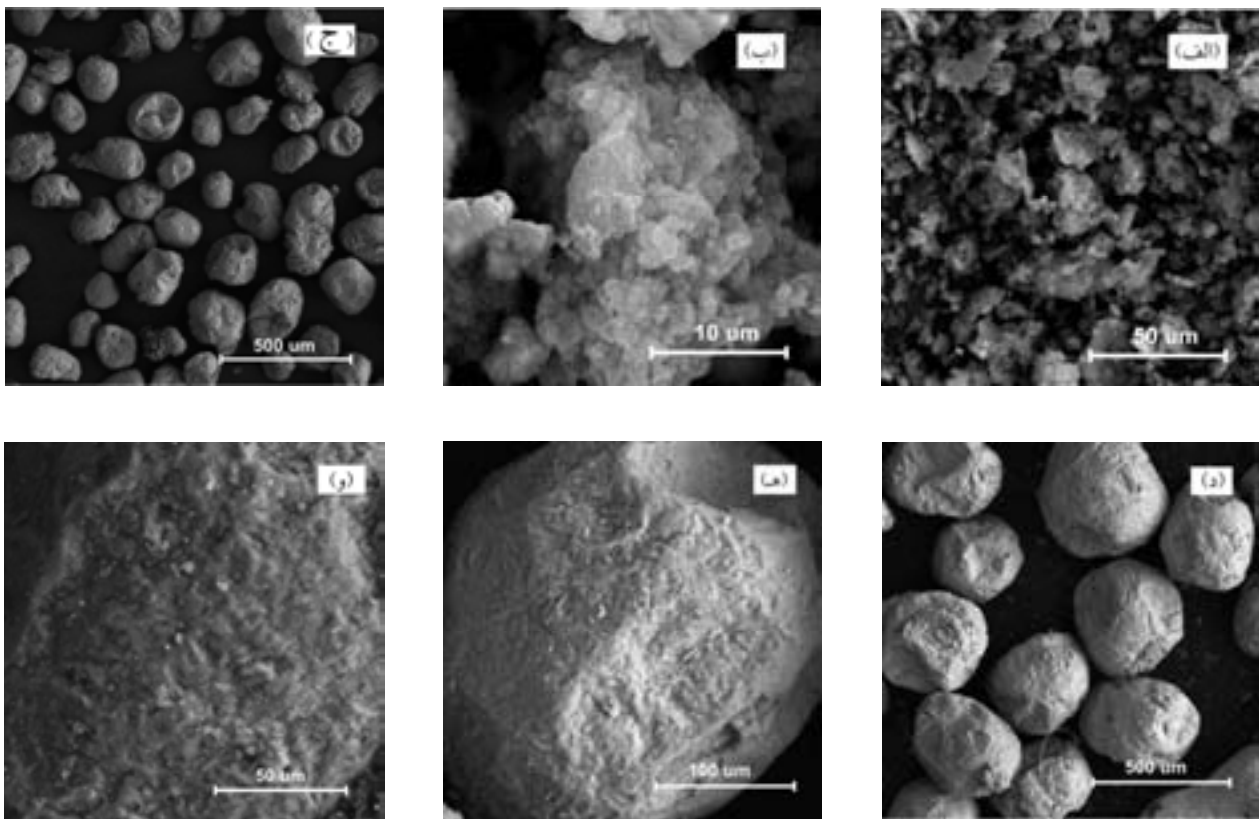
به طوری که در شکل (۹-الف و ب) مشاهده می‌شود، پودرهای کوچکتر از ۳۸ میکرومتر به شکل آگلومره و نامنظم‌اند، اما در مقایسه شکل‌های (۸-الف) و (۹-الف) ریزتر بودن پودرها در گستره کوچکتر از ۳۸ میکرومتر در سیکل (ب) مشهود است که دلیل آن سرعت سردشدن بیشتر و الحاق کمتر پودرها به یکدیگر است. شکل (۹-ج) نشان می‌دهد که بر خلاف سیکل (الف)، در این سیکل پودرهای ورقه‌ای تشکیل نشده‌اند که دلیل آن همزدن به مدت کمتر در حالت خمیری بوده است. شکل (۹-د) پودرهای با اندازه ۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر



شکل ۱۰- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-6wt%/Si (الف) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، ب و ج) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و (د) ۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (ج)



شکل ۱۱- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-6wt%/Si (الف و ب) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، ج و د) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و (ه و و) ۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (د)



شکل ۱۲- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-6wt%/Si الف و ب) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، ج) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و د و ه و و) ۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (ه)

جالب توجه است که این پودرهای ریز به دلیل مجاورت با قطره درشت و در اثر قرار گرفتن در محیط نسبتاً گرم در حین انجماد، کروی شده‌اند. در مجموع می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که به دلیل کوتاه بودن زمان همزدن در سیکل (د)، ذرات ریز تشکیل شده، فرصت کافی برای الحاق به یکدیگر در حالت مایع را نداشته و برخی از آنها توانسته‌اند در حین انجماد به سایر پودرهای در حال انجماد ملحق شوند و برخی نیز به صورت منفرد باقی مانده‌اند که نتیجه آن کاهش اندازه کلی ذرات پودر بوده است.

با توجه به شکل‌های (۱۲-الف و ب) مشاهده می‌شود که پودرهای کوچکتر از ۳۸ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (ه) نیز دقیقاً مشابه پودرهای سیکل (د) در همین اندازه‌اند و از اتصال پودرهای بسیار ریزتر با اندازه حدود ۱ میکرومتر

ریز ورقه‌ای (پخش شده) ایجاد شده‌اند. در حقیقت به دلیل سرعت سرد کردن زیاد، این ورقه‌های کوچک قادر به کروی شدن نبوده و در حین عملیات و پس از قطع عمل همزدن، به هم متصل شده‌اند. این ذرات ریز به پودرهای درشت‌تر نیز چسبیده‌اند و به طوری که در شکل (۱۱-ج و د) دیده می‌شود، سطح پودرها را زبر کرده‌اند. در حقیقت چون پودرها در هوا سرد می‌شوند، برخی پودرهای درشت هنوز به طور کامل منجمد نشده‌اند و لذا پودرهای ریز که قبلاً منجمد شده‌اند به آنها متصل می‌شوند و پس از انجماد پودرهای درشت، سطح این پودرها به صورت زبر نمایان می‌شود. در ضمن پودرهای درشت (۳۰۰-۵۰۰ میکرومتر) تا حدودی کروی‌اند، شکل (۱۱-ه)، ولی در بزرگنماییهای بیشتر، شکل (۱۱-و) مشاهده می‌شود که سطح این پودرها هم انباشته از پودرهای ریز است.

تشکیل شده‌اند. در حقیقت می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که برای پودرهای بسیار ریز به قدری سرعت سرد شدن بالاست که پودرهای ریزتر در همان لحظات اولیه در حین همزدن و یا قطع همزدن و قبل از اینکه مخلوط پودری در آب ریخته شود، منجمد می‌شوند و حال اگر پودر درشت‌تری در کنار آنها باشد، پودرهای بسیار ریز منجمد شده به این پودر بزرگتر که هنوز به طور کامل منجمد نشده است متصل می‌شوند و سبب به وجود آمدن این گونه مورفولوژی در پودرهای ریز می‌شوند و لذا تفاوتی نمی‌کند که مخلوط در هوا یا آب سرد شود. لازم به توضیح است که با توجه به تحقیقات انجام شده در مورد سرعت سرد شدن پودرهای آلومینیم در اندازه‌های متفاوت تولید شده از روش SMD، پودرهای کوچکتر از ۳۸ میکرومتر با سرعتی بیش از ۱۶۰۰ درجه کلون بر ثانیه منجمد شده‌اند [۱۲]. باید توجه داشت که به دلیل هم زدن مذاب در یک مدت نسبتاً طولانی در محیط هوا اکسیداسیون آلومینیم اجتناب ناپذیر است. با این حال نتایج آزمایشهای تفرق اشعه X بر روی پودرهای تولید شده وجود اکسید آلومینیم را تایید نکرد [۱۱]. همچنین کروی شدن پودرهای درشت‌گویای این حقیقت است که ضخامت قشر اکسید تشکیل شده به قدری ناچیز بوده که نتوانسته مانع از کروی شدن قطره مذاب در اثر نیروی کشش سطحی بشود.

همچنین از مقایسه شکل‌های (۱۲-ج) و (۱۱-ج) مشاهده می‌شود که میزان کروی شدن پودرهای ۱۰۶-۲۱۲ میکرومتری در این دو سیکل تقریباً مشابه هم هستند و در ضمن سطح پودرهای سیکل (ه) نیز دارای زبری اندکی است که البته در مقایسه با سطح پودرهای سیکل (د) این زبری بسیار کمتر است. در سیکل (ه) چون سرد شدن مخلوط در آب صورت می‌گیرد، می‌توان چنین تصور کرد که قبل از ورود به آب، پوسته جامد در روی سطح پودر تشکیل شده و عمل کروی شدن در هوا و قبل از ورود به آب انجام شده است، شکل (۱۲-د). ولی بر خلاف پودرهای سیکل (د)، سطح این پودرها زبری کمتری دارد،

شکل (۱۲-ه). احتمالاً در حین ورود قطرات درشت نیمه‌جامد به داخل آب و انقباض ناگهانی، پودرهای ریز چسبیده شده از آنها جدا شده‌اند و شاید این موضوع یک دلیل برای کاهش اندازه کلی اندازه ذرات پودر در سیکل (ه) در مقایسه با سیکل (د) باشد.

به طوری که در شکل (۱۳) مشاهده می‌شود برخی از پودرهای کوچکتر از ۳۸ میکرومتر حاصل از سیکل (و)، به صورت کلوخه‌های نسبتاً درشت درآمده‌اند، شکل‌های (۱۳-الف و ب) که علت این امر طولانی‌تر بودن زمان همزدن نسبت به سیکل (ه) است. در این سیکل هم پودرهای ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتری نسبتاً کروی بوده و سطح آنها زیر است که دلیل آن وجود مقدار نسبتاً زیاد پودرهای ریز در مخلوط و چسبیده شدن آنها به این پودرهاست، شکل‌های (۱۳-ج و د) و در این مورد نیز پودرهای درشت نسبتاً کروی‌اند، شکل (۱۳-ه).

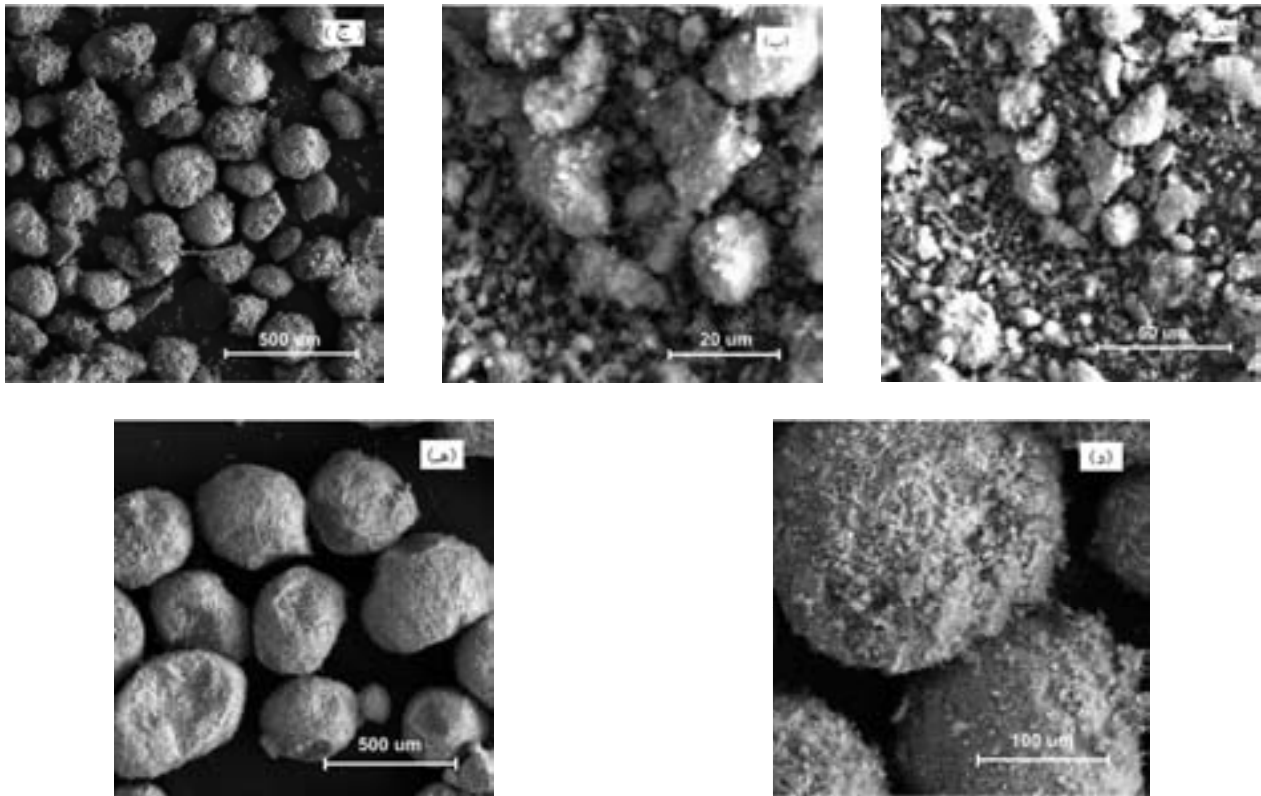
لازم به توضیح است که تکرار پذیری نتایج این فرایند در تحقیقات قبل مورد بررسی و تایید قرار گرفته است [۷].

#### ۴- نتایج

۱- در روش نسبتاً جدید SMD در تولید پودرهای آلومینیم، توزیع اندازه ذرات و مورفولوژی آنها تحت تاثیر فرایند از هم‌پاشیدگی و تکه تکه شدن مذاب و نیز سرعت سرد شدن قطرات مذاب قرار می‌گیرد و در نتیجه با اعمال سیکل‌های مختلف دم-زمان در حین فرایند می‌توان این موارد را کنترل کرد.

۲- ریزترین پودرها به همراه کروی‌ترین آنها با همزدن مخلوط نمک طعام و آلومینیم در دمای ۶۹۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه و سپس کوئچ در آب به دست می‌آید.

۳- کاهش زمان همزدن در حالت مذاب مانع از الحاق قطرات مذاب و آگلومره شدن ذرات پودری می‌شود و در نتیجه اندازه ذرات پودری کاهش می‌یابد.



شکل ۱۳- تصاویر SEM ذرات پودر آلیاژ Al-۶wt%Si الف و ب) در گستره زیر ۳۸ میکرومتر، ج و د) ۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و ه) ۵۰۰-۳۰۰ میکرومتر تهیه شده توسط سیکل (و)

کلوخه‌ای و در ذرات درشت‌تر (۲۱۲-۱۰۶ میکرومتر و ۵۰۰-۳۰۰ میکرومتر) عمدتاً به صورت نسبتاً کروی است.

۴- مورفولوژی پودرهای تولید شده توسط روش SAMD در این تحقیق در گستره ریزتر از ۳۸ میکرومتر به صورت ذرات

## واژه نامه

1. Solid assisted melt disintegration
2. Laser particle size analysis
3. Geometric standard deviation
4. Scanning electron microscopy
5. Spheroidization time
6. Solidification time

## مراجع

1. Verlinden, B., and Froyen, L., "Aluminum Powder Metallurgy," TALAT Lecture 1401, EAA European Aluminum Association, University of Leuven, Belgium, 1994.
2. Steven, P. M., and Settles G. S., "A Study of the Twin Fluid Atomization of Liquid Metals," *Proceeding of the Eighth International Conference on Liquid Atomization and Spray Systems, Pasadena, CA, USA*, pp. 416-423. July 2000.
3. Suryanarayana, C., *Mechanical Alloying and Milling*, Marcel Dekker, New York, 2004.
4. Jones, H., "Gas-Atomized Aluminum Alloy Powders and their Products: an update 1996-2001," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 375-377, pp. 104-111, 2004.
5. Satoh, T. K., and Okimoto, Nishida, S., "High-Temperature Deformation Behavior of Aluminum Alloys Produced from Centrifugally-Atomized Powders," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 68, pp. 221-228, 1997.
6. Chen, C. M., and Yang, C. C., "A Novel Method for Net-shape Forming of Hypereutectic Al-Si Alloys by

- Thixocasting with Powder Preforms,” *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 167, pp. 103-109, 2005.
7. Akhlaghi F., and Pelaseyyed, S. A., “Characterization of Aluminum/graphite Particulate Composites Synthesized Using a Novel Method Termed In-situ Powder Metallurgy,” *Materials Science and Engineering A*, Vol. 385, pp. 258-266, 2004.
  8. زارع بیدکی، آ و اخلاقی، ف.، “بهینه‌سازی روش متالورژی پودر درجا جهت تولید کامپوزیت‌های آلومینیم-گرافیت، دهمین کنگره سالیانه انجمن مهندسين متالورژی ایران، دانشگاه شیراز، ۲۳ تا ۲۵ آبان ۱۳۸۴.
  9. زارع بیدکی، آ و اخلاقی، ف.، “بررسی رفتار سیتترینگ و عملیات حرارتی کامپوزیت‌های Al/Gr تولید شده به روش متالورژی پودر درجا”، اولین کنگره بین‌المللی (هفدهمین کنگره ملی) مهندسی ساخت و تولید، دانشگاه تربیت مدرس، آذرماه ۱۳۸۴.
  ۱۰. زارع بیدکی، آ. و اخلاقی، ف.، “بررسی رفتار تراکم پذیری و سیتترینگ کامپوزیت‌های Al(۲۰۲۴)/Gr تولید شده به روش متالورژی پودر درجا، ”سومین کنفرانس شکل‌دهی مواد و فلزات ایران، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه تهران، ۱۸ تا ۲۰ اردیبهشت ۱۳۸۵.
  11. Akhlaghi, F., and Esfandiari, H., “Aluminum Powder Particles Produced by SAMD Technique: Typical Characteristics and Correlations Between Processing Conditions and Powder Size,” *Materials Science and Technology*, Vol. 23, No. 6, pp. 646-652, 2007.
  12. Akhlaghi, F., and Esfandiari, H., “Solid-assisted Melt Disintegration (SAMD), a Novel Technique for Metal Powder Production,” *Materials Science and Engineering A*, Vol. 452-453, pp. 70-77, 2007.
  13. Delshad-Khatibi, P., and Akhlaghi, F., “Effect of Processing Condition on Size and Morphology of Aluminum Powder Particles Prepared via SAMD Technique,” *6th International Conference on Materials Processing Properties and Performance (MP3 2007)*, Beijing, China, 13-16 Sept 2007.
  ۱۴. دلشاد خطیبی، پ و اخلاقی، ف.، “بررسی تاثیر برخی پارامترهای فرایند بر توزیع اندازه و مورفولوژی ذرات پودر آلومینیم تولید شده به روش SAMD، ”اولین همایش مشترک نوزدهمین سمینار انجمن علمی ریخته‌گری ایران و یازدهمین کنگره سالانه انجمن مهندسان مواد و متالورژی ایران، شرکت سهامی ذوب آهن اصفهان، ۱ تا ۳ آبان‌ماه ۱۳۸۶.
  15. Delshad-Khatibi, P., and Akhlaghi, F., “Effect of Melt Chemical Composition on the Characteristics of Al-Si Powder Particles Produced by SAMD Method,” *International Conference on Mechanical and Manufacturing Engineering (ICME2008) 21<sup>st</sup>-23<sup>rd</sup>*, Johor Bahru, Johor, Malaysia, Paper ID. 0335. May 2008.
  16. Delshad-Khatibi, P., and Akhlaghi, F., “Ultrafine Primary Silicon Particles in Un-modified and Phosphorus-modified Hypereutectic Al-Si alloy Powders Produced by SAMD method,” *1<sup>st</sup> International Conference on Ultrafine Grained and Nanostructured Materials (UFGNSM 2007)*, Tehran, Iran, 17-18 November 2007.
  17. Akhlaghi F., “Spray Forming of Aluminum Alloys and Aluminum Based Metal Matrix Composites,” Ph.D. Thesis, University of Sheffield, 1991.
  18. Allen T., *Particle Size Measurement*, Fifth Edition, Chapman and Hall, USA, pp. 74-188, 1997.
  19. Jilavenkatesa, A., and Lum L. H., *Particle Size Characterization*, Special Publication, National Institute of Standards and Technology, USA, pp. 132-138, 2001.