

فرآیندهای نوین در مهندسی مواد

ma.iaumajlesi.ac.ir

بررسی شرایط بهینه آسیاب کاری در تولید نانوکامپوزیت Mg-3Zn-1Mn

سعید جبارزاده^۱، حمیدرضا بخششی^۲، امیرعباس نوروبخش^{۳*}، تهمنه احمدی^۴

۱- دانشجوی دکترای مواد، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، اصفهان، ایران.

۲- استادیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجفآباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجفآباد، ایران.

۳- دانشیار، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، اصفهان، ایران.

۴- استادیار، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، اصفهان، ایران.

* Anourbakhs@yahoo.com

اطلاعات مقاله	چکیده
دریافت: ۱۳۹۹/۱۰/۲۵	یک روش برای تولید نانویوکامپوزیت Mg-3Zn-1Mn روش متالورژی پودر می‌باشد. پس از تهیه آلیاژ به روش آسیاب کاری، استحکام دهی طی فرآیند تف‌جوشی انجام می‌گیرد. شرط حصول به استحکام و بالطبع مقاومت خوردگی بالای نمونه‌های تف‌جوش داده شده توزیع یکنواخت عناصر روی و منگنز در زمینه منیزیم و کاهش حداکثری اندازه ذرات برای افزایش سطح می‌باشد. در این تحقیق تحت شرایط معین، فرآیند آسیاب کاری برای تولید این نانوکامپوزیت انجام گرفته است.
پذیرش: ۱۴۰۰/۰۱/۱۹	بررسی نتایج XRD برای نمونه‌ها بیانگر زمان بهینه آسیاب کاری ۲۵ ساعت می‌باشد. در این زمان اندازه دانه‌ها ۲۷ میکرومتر و اندازه کریستالیت‌ها ۲۴ نانومتر محاسبه گردید. بررسی نتایج XRD، XRF، TEM، HR-TEM، SEM و FE-SEM برای نمونه‌ها بیانگر توزیع یکنواخت ذرات روی و منگنز در زمینه منیزیم و تأییدکننده کاهش اندازه ذرات در حد نانو و شکل کروی برای محصول نانویوکامپوزیت می‌باشد.
کلید واژگان:	
نانوکامپوزیت منیزیم	
آسیاب کاری	
روی	
منگنز	

Investigation of Optimal Milling Conditions in the Production of Mg-3Zn-1Mn Nanocomposite

Saeid jabbarzare¹, Hamid Reza Bakhshesh-Rad², Amir Abbas Nourbakhs^{3*}, Tahmineh Ahmadi⁴

1- Ph.D. Student, Materials and Engineering, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Isfahan, Iran.

2- Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran.

3- Associate Professor, Department of Materials and Engineering, Shahreza Branch, Islamic Azad University, Shahreza, Isfahan, Iran.

4- Assistant Professor, Department of Materials, Shahreza branch, Islamic Azad University, Shahreza, Isfahan, Iran.

* Anourbakhs@yahoo.com

Article Information

Original Research Paper

Dor:

20.1001.1.24233226.1401.16.1.1.8

Keywords:

Magnesium Nanocomposite

Milling

Zinc

Manganese

Abstract

One approach for the preparation of Mg-3Zn-1Mn nanobiocomposite is powder metallurgy. After preparing the alloy by the milling process, hardening is conducted during the sintering process. The condition for obtaining high strength and corrosion resistance of as-sintered specimens is the uniform distribution of zinc and manganese elements in the magnesium matrix and the maximum particle size reduction to increase the surface area. In this research, under certain conditions, the milling process has been conducted to fabricate this nanocomposite. The result of XRD analysis exhibited that the optimal sample is obtained after 25 h milling. At this time, the grain size was 27 μm , and the crystallite size was 24 nm. Evaluation of X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF), transmission electron microscopy (TEM), high-resolution transmission electron microscopy (HR-TEM), scanning electron microscopy (SEM), and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) results for samples shows uniform distribution of zinc and manganese particles in the matrix of magnesium and confirms the reduction of particle size with spherical shape for nanobiocomposite specimens.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Saeid Jabbarzare, Hamid Reza Bakhshesh-Rad, Amir Abbas Nourbakhs, Tahmineh Ahmadi, Investigation of Optimal Milling Conditions in the Production of Mg-3Zn-1Mn Nanocomposite, New Process in Material Engineering, 2022, 16(1), 1-10.

۱- مقدمه

منیزیم به دلیل خواص زیست سازگاری و زیست تخریب پذیری بسیار مناسب در حوزه بیومواد بسیار مورد توجه می باشد. منیزیم از جمله عناصر مورد نیاز بدن انسان بوده که به خصوص در بافت استخوان وجود دارد. منیزیم به راحتی در بدن تخریب شده و توسط مایعات بدن انسان جذب شده بنابراین نیاز به جراحی دوم برای خروج آن از بدن نمی باشد [۱-۲]. البته سرعت تخریب منیزیم که توأم با کاهش خواص مکانیکی آن می باشد در محیط بیولوژیک بدن از سرعت بهبود بافت استخوانی بیشتر است از طرفی آزاد شدن گاز هیدروژن در سطح منیزیم نیز از جمله موارد محدودکننده استفاده منیزیم در محیط های پیچیده فیزیولوژیکی می باشد [۳-۴]؛ بنابراین لازم است در این شرایط به نحوی خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی نمونه منیزیمی افزایش یابد.

آلیاژسازی و تولید کامپوزیت یک روش مناسب برای بهبود خواص منیزیم می باشد [۵-۶]. در انتخاب عناصر آلیاژی باید توجه داشت که عناصر نباید در بدن از خود سمیت نشان دهند از این جهت مطابق بررسی های انجام گرفته انتخاب عناصر آلیاژی محدود به تعداد معدودی از عناصر می گردد که برای بدن ضروری و مورد نیاز بوده و یا رفتار سمی در بدن از خود نشان نمی دهند [۷-۸]. روی و منگنز از جمله عناصر آلیاژی بوده که برای فرآیندهای زیستی بدن مورد نیاز بوده و روزانه لازم است یک حداقلی از این عناصر به بدن وارد گردد. عنصر روی بعد از آهن بیشترین فراوانی را در بدن دارد. این عنصر در ماهیچه ها ذخیره شده و در سلول های خونی، شبکیه چشم، استخوان ها، پوست، کلیه ها و کبد نیز وجود دارد. عنصر روی جزء ضروری برای رشد سلول ها و عنصر مهم در استخوان بدن می باشد. بررسی ها نشان داده روی باعث افزایش چسبندگی سلول استئوبلاست در سلول استخوانی و تکثیر و تمایز سلول می گردد [۹]. بررسی ها نشان داده که افزودن روی به منیزیم در محدوده ۱ تا ۵ درصد وزنی باعث بهبود خواص مکانیکی و مقاومت خوردگی آلیاژ می گردد. از طرفی در

بیشتر از این مقدار سرعت خوردگی افزایش یافته و خواص مکانیکی نمونه نیز کاهش می یابد [۱۰-۱۱]. در فرآیند خوردگی منیزیم در محیط بیولوژیک بدن ترکیب $Mg(OH)_2$ در سطح آلیاژ تشکیل شده که دارای مقاومت جزئی در برابر مایعات بیولوژیک بدن بوده و در حضور یون کلر سریع حل می گردد [۱۲]. در صورت حضور روی در آلیاژ این عنصر در لایه $Mg(OH)_2$ به صورت عنصری یا ترکیب هیدروکسید باعث افزایش استحکام و پیوستگی این لایه گردیده که نهایتاً باعث بهبود سرعت خوردگی آلیاژ می گردد [۱۳-۱۴].

منگنز نیز از جمله موارد ضروری برای بدن انسان می باشد. این عنصر در پایه ریزی بافت همبند چربی و کلسترول، استخوان، عوامل لخته شدن خون و در پروتئین نقش دارد. منگنز به منظور سلامتی ساختمان، متابولیسم استخوان و نیز کمک به ایجاد آنزیم های ضروری برای ساخت استخوان مورد نیاز است [۱۵]. بررسی ها نشان داده که تا نهایتاً ۱ درصد وزنی منگنز در منیزیم مقاومت خوردگی و خواص مکانیکی آلیاژ منیزیم افزایش یافته و در مقادیر بیشتر از این به دلیل تشکیل ترکیب های میانی و تشدید خوردگی میکروگالوانیک ما بین این ترکیب ها و زمینه منیزیم سرعت خوردگی افزایش می یابد. حضور منگنز به عنوان ذرات توزیع شده در زمینه آلیاژ و همچنین با حضور در لایه اکسیدی منیزیم سطحی ناشی از خوردگی و افزایش استحکام و پیوستگی این لایه، باعث بهبود خواص مکانیکی و مقاومت خوردگی آلیاژ منیزیم می گردد [۱۶-۱۸].

آلیاژ منیزیم حاوی ۳ درصد وزنی روی، ۱ درصد وزنی منگنز (Mg-3Zn-1Mn) به عنوان یک آلیاژ شناخته شده به عنوان ایمپلنت برای کاربردهای پزشکی در محیط بیولوژیکی بدن می باشد [۱۹]. در تهیه این آلیاژ با توجه به فعال بودن این عناصر، اختلاف بالای دمای ذوب مابین این عناصر، لزوم توزیع یکنواخت روی و منگنز در حجم منیزیم، پایین بودن درصد عناصر آلیاژی روی و منگنز و نهایتاً بالا بودن فشار بخار این عناصر روش متالورژی پودر توصیه می گردد [۲۰]. در فرآیند متالورژی پودر پس از تهیه

آلیاژ به روش آسیاب کاری نمونه با پرس کردن شکل و استحکام اولیه‌ای پیدا کرده که این استحکام صرفاً ناشی از اتصال فیزیکی ذرات می‌باشد. به منظور افزایش استحکام نمونه خام پرس شده با توجه به محدودیت در افزودن مواد اتصال‌دهنده به لحاظ کاربرد زیستی ایمپلنت فرآیند تف جوشی، حرارت دادن در دماهای بالا، انجام می‌گیرد. در فرآیند تف جوشی حرارت دادن در دمای کمتر از نقطه ذوب منیزیم انجام گرفته که در این شرایط با ذوب شدن روی و با در بر گرفتن ذرات جامد منیزیم و منگنز و در نهایت با سرد شدن و انجماد روی و با ایجاد اتصال شیمیایی مابین ذرات باعث افزایش استحکام نمونه می‌گردد [۲۱-۲۲]؛ بنابراین خواص نهایی محصول تابعی از شرایط فرآیند آسیاب کاری و تف جوشی می‌باشد. استحکام دهی در مرحله اول فرآیند یعنی آسیاب کاری با پرس و اتصال فیزیکی ذرات حاصل می‌گردد در حالی که در مرحله دوم فرآیند یعنی تف جوشی روی ذوب شده از یک طرف با انحلال عناصر آلیاژی منیزیم و منگنز و از طرف دیگر با پر کردن خلل و فرج و اتصال ذرات جامد به یکدیگر و در نهایت با انجام فرآیند انجماد و اتصال شیمیایی ذرات به یکدیگر باعث استحکام دهی می‌گردد. استحکام نهایی محصول بستگی به میزان استحکام دهی نمونه در مرحله پرس سرد و در نهایت استحکام دهی در مرحله تف جوشی دارد. در مرحله پرس سرد با کاهش اندازه ذرات و کنترل شکل ذرات و بالطبع افزایش سطح تماس ذرات به یکدیگر می‌توان استحکام اولیه نمونه را افزایش داد در حالی که کاهش اندازه ذرات می‌تواند باعث توزیع بهتر و یکنواخت‌تر عناصر در زمینه منیزیم نیز گردد که خود عامل مؤثری بر بهبود استحکام نمونه پس از فرآیند تف جوشی می‌باشد [۲۳]. در مرحله تف جوشی پارامترهایی همچون درجه حرارت و زمان تف جوشی همراه با فشار پرس سرد عوامل مؤثر بر استحکام نهایی محصول می‌باشند. به منظور حصول به حداکثر استحکام در مرحله تف جوشی لازم است ذرات دارای حداقل اندازه بوده تا علاوه بر توزیع یکنواخت در زمینه در مرحله ذوب و انجماد، اتصال ذرات به یکدیگر توسط فاز

مابع با توجه به کاهش اندازه ذرات به یکدیگر بهتر انجام گرفته تا از یک طرف ترکیب شیمیایی یکنواخت‌تر در حجم آلیاژ وجود داشته و از طرف دیگر با اتصال‌های شیمیایی بیشتر بین ذرات به استحکام نهایی مطلوب دست یافت [۲۲]. در این تحقیق مسئله مورد نظر بررسی شرایط در فرآیند آسیاب کاری برای آلیاژ منیزیم حاوی ۳ درصد وزنی روی و ۱ درصد وزنی منگنز به منظور تحقق توزیع یکنواخت عناصر آلیاژی در زمینه و کاهش حداکثری اندازه ذرات و دستیابی به شکل مناسب جهت دستیابی به استحکام سرد حداکثری و همین‌طور بیشترین استحکام در مرحله تف جوشی می‌باشد. برای این منظور زمان بهینه برای دستیابی به حداقل اندازه ذرات و توزیع یکنواخت ذرات روی و منگنز در زمینه منیزیم بررسی گردید. در فرآیند متالورژی پودر در تهیه آلیاژ پس از آسیاب کاری فرآیند تف جوشی به منظور استحکام دهی انجام می‌گیرد. بررسی نقش و تأثیر آماده‌سازی مواد اولیه در فرآیند آلیاژسازی از لحاظ توزیع عناصر آلیاژی در زمینه منیزیم و کاهش اندازه ذرات و کریستالیت‌ها که در فرآیند تف جوشی مورد استفاده قرار می‌گیرند نوع آوری و اهمیت کار بوده است. لازم به ذکر است بررسی شرایط بهینه در فرآیند تف جوشی از ماده بهینه حاصل از این تحقیق که به صورت جداگانه ارائه می‌گردد تکمیل‌کننده این بررسی خواهد بود.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد اولیه

در این بررسی از منیزیم، روی و منگنز خالص آزمایشگاهی با مشخصات مطابق جدول ۱ برای تولید کامپوزیت منیزیم-روی - منگنز استفاده شده است.

جدول (۱): مشخصات مواد اولیه برای ساخت کامپوزیت

ماده	مشخصات مواد	شرکت سازنده
منیزیم	متوسط اندازه ذرات ۵۰، خلوص ۹۹٫۸ درصد	سیگما-آلدريج
روی	متوسط اندازه ذرات ۷۵، خلوص ۹۹٫۸ درصد	سیگما-آلدريج
منگنز	متوسط اندازه ذرات ۶٫۵، خلوص ۹۹٫۹ درصد	سیگما-آلدريج

۲-۲- آسیاب کاری

آسیاب کاری در آسیاب سیاره‌ای مدل PF4 ساخت شرکت فراپژوهش زاینده‌رود ایران با نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱ و ساچمه‌های فولادی با اندازه ۱۰ و ۲۰ میلی‌متر در محفظه به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر انجام گرفته است. سرعت چرخش آسیاب ۲۵۰ rpm و در هر نوبت ۳۰ گرم آلیاژ تهیه شده است. به منظور ممانعت از اتصال و آگلومره شدن ذرات از ترکیب اسید استتاریک در مخلوط استفاده شده است. به منظور جلوگیری از اکسیداسیون مواد اولیه هوا از درون محفظه‌ها خارج و گاز خنثی، آرگون، جایگزین آن شده است. آسیاب کاری در زمان‌های ۵، ۲۰، ۳۰ و ۵۰ ساعت برای تولید نانوکامپوزیت Mg-3Zn-Mn، MZM، انجام گرفته است. مراحل کار برای تولید نانوکامپوزیت به صورت شماتیک در شکل (۱) نشان داده شده است.



شکل (۱): شکل شماتیک مراحل تولید نانوکامپوزیت MZM [۲۴]

۲-۳- مشخصه یابی

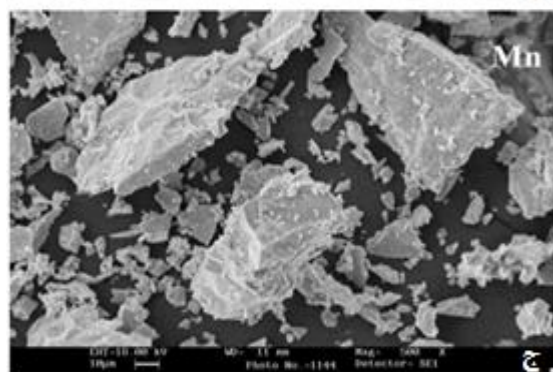
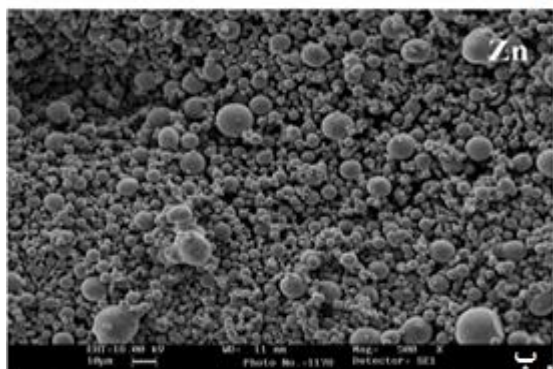
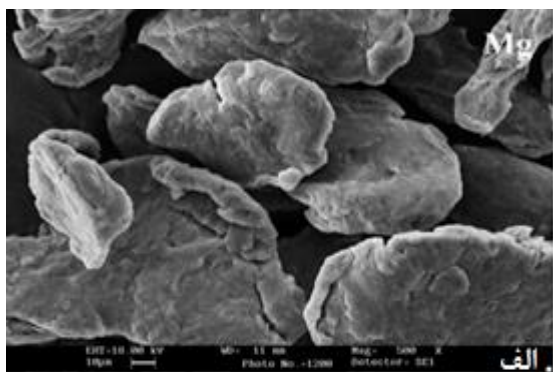
بررسی ساختار و مورفولوژی مواد اولیه با بررسی تصاویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل JEOL JSM-6380LA انجام گرفته است. بررسی تغییرات فازی توسط پراش اشعه ایکس تهیه شده توسط دستگاه مدل PW3040 ساخت کشور هلند انجام شده است. به منظور تکمیل مطالعه ساختاری بررسی Map FESEM و EDX توسط دستگاه مدل MIRA3 TESCAN-XMU ساخت کشور چک، بررسی Map HR-TEM توسط دستگاه مدل HR-TEM

FEI TEC9G20 ساخت کشور آمریکا و تصاویر TEM توسط دستگاه مدل Hitachi HT7700 ژاپن انجام شده است.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مواد اولیه

بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های خام مطابق شکل (۲) برای منیزیم بیانگر ساختار ورقه‌ای و غیر یکنواخت، برای روی بیانگر ساختار کروی با دانه‌بندی متفاوت و برای منگنز نیز بیانگر ساختار ورقه‌ای غیر یکنواخت با اندازه و دانه‌بندی متفاوت می‌باشد.

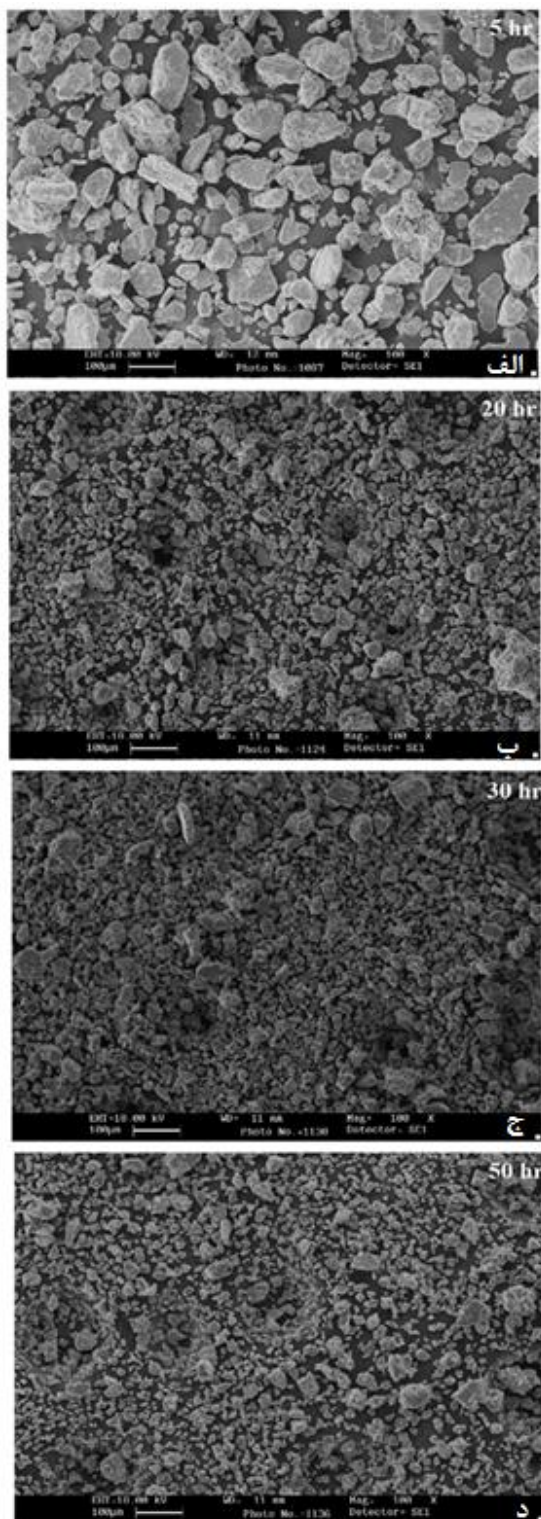


شکل (۲): تصویر تهیه شده توسط SEM از مواد اولیه: الف) منیزیم،

ب) روی و ج) منگنز

۲-۳- آسیاب کاری

در فرآیند آسیاب کاری خرد شدن و کاهش اندازه ذرات به صورت پیوسته و در نتیجه حرکت آسیاب بوده و طی این فرایند ضربه گلوله‌ها به مواد در هنگام سقوط و یا اعمال نیرو بر ذرات در قرارگیری آن‌ها مابین گلوله‌ها و مابین گلوله‌ها و دیواره محفظه آسیاب انجام می‌گیرد. سطوح جدید ناشی از شکست ذرات به واسطه جوش سرد به یکدیگر متصل شده و باعث آگلومره شدن ذرات می‌گردد. بنابراین طی فرآیند آسیاب کاری از یک طرف خرد شدن و کاهش اندازه ذرات و از طرف دیگر جوش سرد و درشت شدن اندازه ذرات انجام می‌گیرد. در مراحل اولیه آسیاب کاری سرعت کاهش اندازه ذرات از سرعت اتصال ذرات بیشتر خواهد بود ولی با گذر زمان این شرایط تعدیل شده و نهایتاً بعد از یک زمان در فرآیند آسیاب کاری سرعت خردایش و کاهش اندازه ذرات و سرعت جوش سرد و اتصال ذرات با یکدیگر برابر خواهد شد که در این صورت با ادامه فرآیند آسیاب کاری عملاً کاهش اندازه برای ذرات انجام نمی‌گیرد [۲۵]. بررسی مورفولوژی و اندازه‌گیری متوسط اندازه ذرات برای زمان‌های مختلف فعال‌سازی با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مطابق شکل (۳) و تعیین اندازه ذرات به توسط نرم‌افزار آنالیز تصاویر میکروسکوپی، MIP، انجام گرفته و رسم این تغییرات در شکل (۴) بیانگر زمان بهینه ۲۵ ساعت برای آسیاب کاری می‌باشد. عملاً مشاهده می‌گردد که در زمان‌های بیشتر آسیاب کاری کاهش، اندازه ذرات چندان قابل توجه نمی‌باشد.

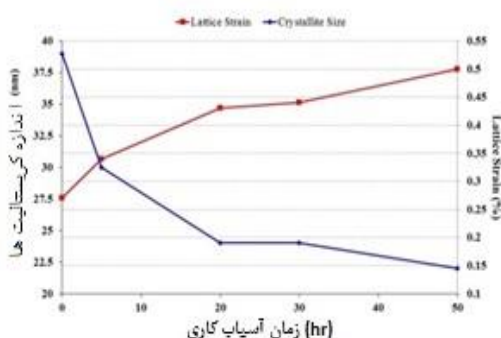


شکل (۳): تصویر تهیه شده توسط SEM از نمونه‌های فعال شده در بزرگنمایی ۱۰۰ در زمان‌های: الف) ۵ hr ب) ۲۰ hr ج) ۳۰ hr و د) ۵۰ hr

مطابق رابطه ۱ می‌توان متوسط اندازه کریستالیت‌ها و میانگین کرنش شبکه‌ای را محاسبه نمود. در این رابطه β پهنای پیک در نصف شدت ماکزیمم، θ زاویه براگ، λ طول موج اشعه ایکس، d میانگین اندازه ذرات، ε متوسط کرنش شبکه‌ای و K مقدار ثابت می‌باشد. در رسم تغییرات $\cos\theta$ برحسب $\sin\theta$ به ترتیب شیب و عرض از مبدأ تغییرات بیانگر میانگین کرنش شبکه‌ای و متوسط اندازه ذرات خواهد بود.

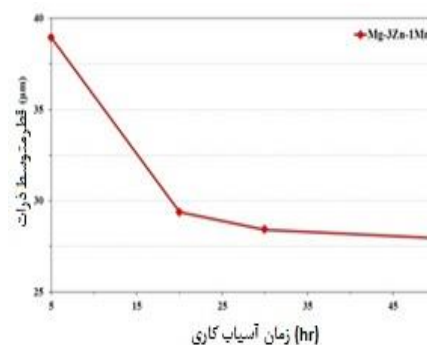
$$\beta \cos \theta = K \frac{\lambda}{d + 4\varepsilon \sin \theta} \quad \text{رابطه (۱)}$$

رسم اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه‌ای در زمان‌های مختلف آسیاب کاری مطابق شکل (۶) انجام گرفته که بیانگر کاهش اندازه بلورک‌ها در حد ۲۴ نانومتر در زمان آسیاب کاری ۲۵ ساعت می‌باشد. در زمان‌های اولیه آسیاب کاری تا ۲۰ ساعت، بیشترین خردایش دانه در برخورد با جداره و گلوله و خردایش توسط گلوله‌ها وجود دارد که نتیجه آن کاهش اندازه ذرات و کریستالیت‌ها می‌باشد. درحالی‌که در زمان‌های طولانی‌تر آسیاب کاری به دلیل برقراری حالت تعادل، خردایش یا ریز شدن دانه‌ها به کندی صورت می‌گیرد به طوری که با افزایش زمان تا ۵۰ ساعت دیگر ریز شدن دانه‌ها و کاهش اندازه کریستالیت‌ها در اثر افزایش زمان آسیاب کاری وجود نخواهد داشت.



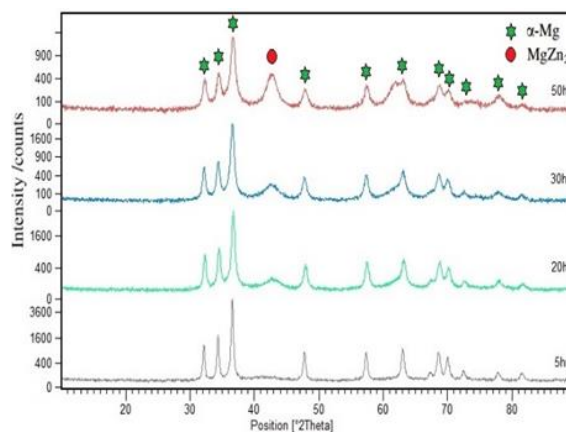
شکل (۶): تغییرات اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه‌ای برای زمان‌های مختلف آسیاب کاری

به منظور اطمینان از توزیع یکنواخت عناصر روی و منگنز در زمینه منیزیم برای نمونه‌های آسیاب شده در زمان ۲۵



شکل (۴): تغییرات متوسط اندازه ذرات برحسب زمان فعال‌سازی

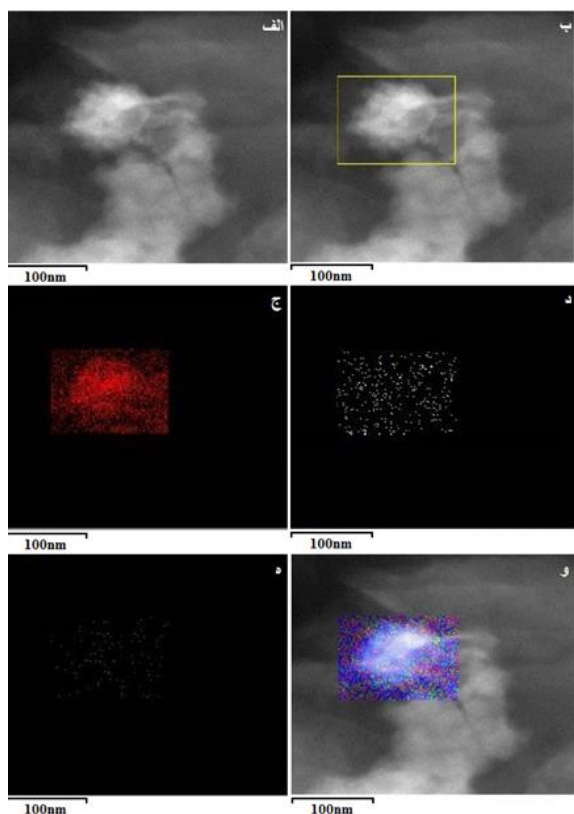
پراش اشعه ایکس برای نمونه‌های آسیاب شده در زمان‌های مختلف مطابق شکل (۵) بیانگر تشکیل محلول جامد منیزیم بوده که این مهم با توجه به پهن شدن، کاهش شدت و جابجایی پیک‌های مشخصه منیزیم تأیید می‌گردد. البته مقداری از این تغییرات نیز می‌تواند ناشی از کرنش شبکه‌ای باشد. با توجه به درصد عناصر آلیاژی روی و منگنز اثری از پیک‌های مشخصه این عناصر وجود ندارد ولی تشکیل ترکیب میان $MgZn_{12}$ مطابق شکل در این فرآیند تأیید می‌گردد. در بررسی‌های انجام گرفته توسط محققین نیز تشکیل این ترکیب در فرآیند آسیاب کاری منیزیم و روی تأیید شده است [۲۰-۲۱].



شکل (۵): تغییرات پراش اشعه ایکس برای نمونه‌های فعال شده در زمان‌های مختلف

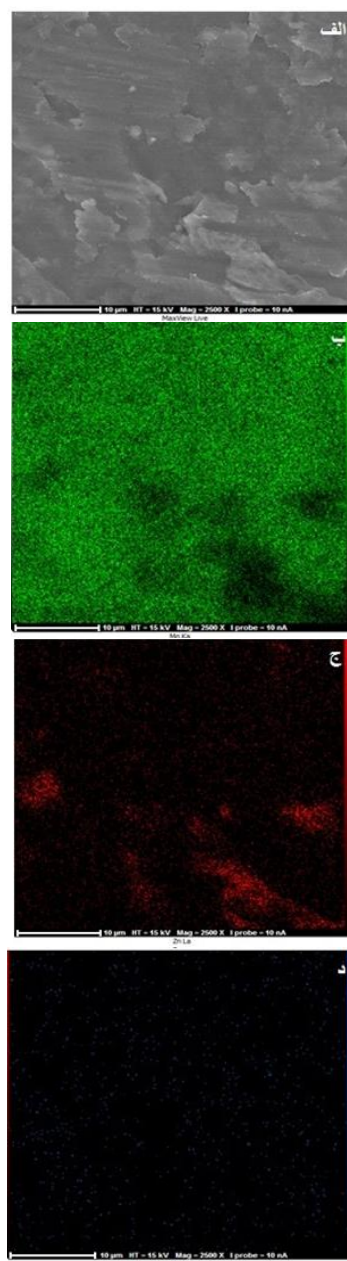
به کمک رابطه ویلیامسون- هال اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه‌ای اندازه‌گیری شده است بر اساس این رابطه با توجه به الگوی تفرق اشعه ایکس مطابق شکل (۵) و با اندازه‌گیری پهنای پیک‌ها در نصف شدت ماکزیمم و

در شکل (۸) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با وضوح بسیار بالا نیز بیانگر و تأییدکننده توزیع یکنواخت عناصر روی و منگنز در زمینه منیزیم می باشد. آنالیز نقطه‌ای برای نمونه آسیاب شده در زمان ۲۵ ساعت نیز مطابق شکل (۹) بیانگر توزیع و پخش شدن یکنواخت عناصر در زمینه منیزیم می باشد.



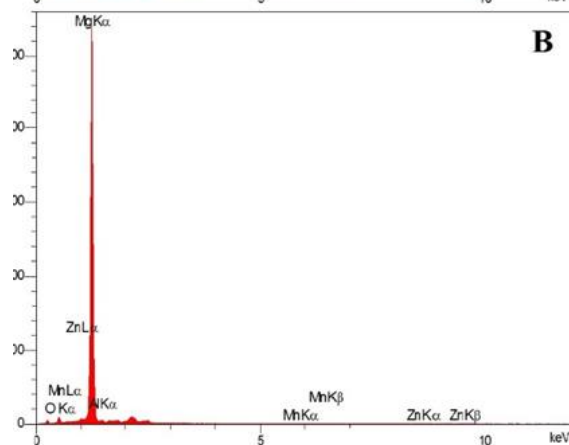
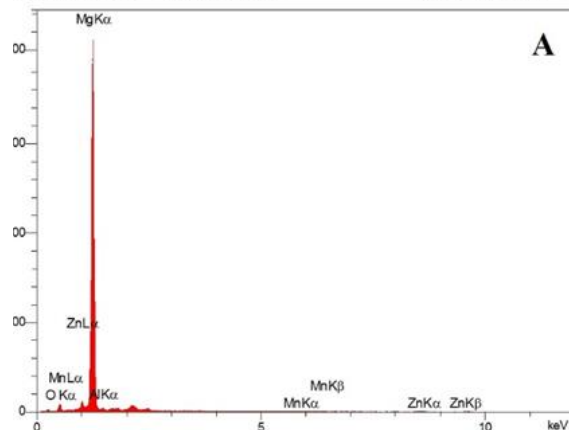
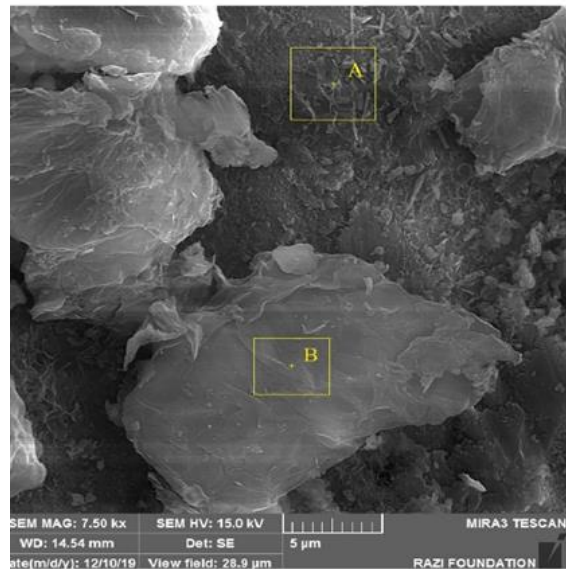
شکل (۸): آنالیز Map HR-TEM برای نمونه آسیاب کاری شده در زمان ۲۵ ساعت. الف) سطح اولیه، ب) سطح انتخاب شده، ج) توزیع عنصر منیزیم، د) توزیع عنصر روی، ه) توزیع عنصر منگنز و و) توزیع مجموع عناصر

ساعت با توجه به اینکه آلیاژ حاصل پس از این مرحله به منظور استحکام دهی لازم است فرآیند تف‌جوشی را نیز طی نماید آنالیز عنصری انجام گرفته است. در شکل (۷) نقشه تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از عناصر منیزیم، روی و منگنز نشان داده شده است. ملاحظه می گردد علیرغم مقدار اندک روی و منگنز توزیع این عناصر به صورت یکنواخت در زمینه منیزیم انجام شده است.

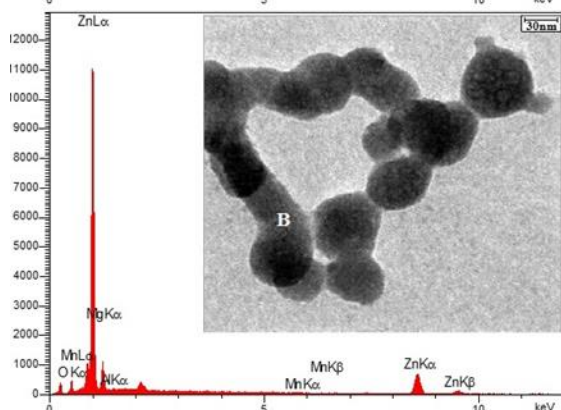
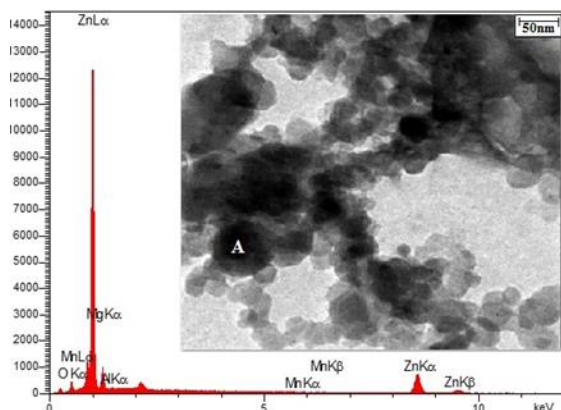


شکل (۷): آنالیز Map FESEM برای نمونه آسیاب کاری شده در زمان ۲۵ ساعت. الف) سطح اولیه، ب) توضیح عنصر منیزیم، ج) توضیح عنصر روی و د) توضیح عنصر منگنز

می‌گردد در آنالیز نقطه‌ای برای نقاط تعیین شده حضور تمام عناصر تأیید شده است علاوه بر این تصاویر بیانگر کاهش اندازه ذرات آلیاژ در حد نانومتر می‌باشد. از آنجایی که میکروسکوپ الکترونی روبشی قابلیت تشخیص ذرات آگلومره و به هم متصل شده با اندازه‌های میکرونی را داشته و تشخیص اندازه ذرات به صورت جداگانه توسط این روش امکان‌پذیر نبوده و اینکه اندازه ذرات بر روی خواص مکانیکی نقش به سزایی دارند به منظور تعیین اندازه و بررسی مورفولوژی ذرات تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانو ذرات گرفته شده است. نتایج نشان داد ذرات آگلومره فوق دارای اندازه‌ای در محدوده نانو و حدوداً کمتر از ۵۰ نانومتر با مورفولوژی کروی بوده که این اندازه و مشخصه ظاهری باعث بهبود قابلیت اتصال ذرات در زمان زینتر شدن و متعاقباً بهبود خواص مکانیکی نمونه‌های نانوکامپوزیتی می‌گردد.



شکل (۹): آنالیز EDX از نقاط A و B برای نمونه آسیاب کاری شده در زمان ۲۵ ساعت



شکل (۱۰): تصاویر TEM و آنالیز نقطه‌ای از نقاط A و B برای نمونه آسیاب کاری شده در زمان ۲۵ ساعت

مطابق شکل (۱۰) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نمونه‌ها بیانگر شکل تقریباً یکنواخت و کروی مواد پس از فرآیند آسیاب کاری و توزیع مناسب و یکنواخت عناصر آلیاژی روی و منگنز در زمینه منیزیم می‌باشد. ملاحظه

- magnesium alloys", *Materials Chemistry B*, vol. 2, pp. 1912-1933, 2014.
- [8] F. Witte, N. Hort, C. Vogt, S. Cohen, K. Ulrich Kainer, R. Willumeit & F. Feyerabend, "Degradable biomaterials based on magnesium corrosion", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 12, pp. 63-72, 2008.
- [9] N. Roohani, R. Hurrell, R. Kelishadi & R. Schulin, "Zinc and its importance for human health", *Research in Medical Sciences*, vol. 18, pp. 144-157, 2013.
- [10] U. Riaz, I. Shabib & W. Haider, "The current trends of Mg alloys in biomedical applications", *Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, vol. 107, pp. 1970-1996, 2018.
- [11] E. Koç, M. B. Kannan, M. Unal & E. Candan, "Influence of zinc on the microstructure, mechanical properties and in vitro corrosion behavior of magnesium-zinc binary alloys", *Alloys and Compounds*, vol. 648, pp. 291-296, 2015.
- [12] J. H. Chu, L. B. Tong, Z. H. Jiang, D. N. Zou, Q. J. Wang, S. F. Liu & H. J. Zhang, "A comparison study of Ce/La and Ca microalloying on the bio-corrosion behaviors of extruded Mg-Zn alloys", *Magnesium and Alloys*, vol. 8, pp. 1269-1280, 2019.
- [13] R. Ramkumar, G. Arunkumar, K. Radhakrishnan & S. V. Kajendra Kumar, "Studies on mechanical, microstructure and corrosion properties on biodegradable Mg-Zn", *Alloys Materials Today: Proceedings*, 2020.
- [14] D. Drozdenko, M. Yamasaki, K. Mathis, P. Dobroň, P. Lukač, Sh. Inoue, Y. Kawamura & N. Kizu, "Optimization of mechanical properties of dilute Mg-Zn-Y alloys prepared by rapid solidification", *Materials and Design*, vol. 181, pp. 1-12, 2019.
- [15] P. Chen, J. Bornhorst & M. Aschner, "Manganese metabolism in humans", *Frontiers in Bioscience*, vol. 711, pp. 1655-1679, 2018.
- [16] X. Gu, Y. Zheng, Y. Cheng, Sh. Zhong & T. Xi, "In vitro corrosion and biocompatibility of binary magnesium alloys", *Biomaterials*, vol. 30, pp.484-498, 2009.
- [17] F. Cao, Zhi. Shi, G-L. Song, M. Liu & A. Atrens, "Corrosion behaviour in salt spray and in 3.5% NaCl solution saturated with Mg(OH)₂ of as-cast and solution heat-treated binary Mg-
- ۴- نتیجه گیری**
- ۱- زمان بهینه برای آسیاب کاری مخلوط Mg-3Zn-1Mn برای دستیابی به نانو ساختار ۲۵ ساعت بوده که در این زمان متوسط اندازه ذرات ۲۷ میکرومتر و اندازه کریستالیت ها ۲۴ نانومتر می باشد.
- ۲- آنالیز به روش Map FESM، Map HR-TEM و EDX تأییدکننده توزیع یکنواخت عناصر روی و منگنز در زمینه منیزیم در زمان بهینه آسیاب کاری می باشد.
- ۳- بررسی تصاویر TEM بیانگر کاهش اندازه ذرات در حد نانومتر و همچنین تأییدکننده توزیع یکنواخت عناصر در زمینه نانوکامپوزیت منیزیم می باشد.
- ۶- مراجع**
- [1] S. Kamran & C. Fleck, "Biodegradable magnesium alloys as temporary orthopaedic implants", *Biometals*, vol. 32, pp.185-193, 2019.
- [2] Y. Chen, J. Dou, H. Yu & C. Chen, "Degradable magnesium-based alloys for biomedical applications: The role of critical alloying elements" *Biomaterials Applications*, vol. 33, pp. 1301-1313, 2019.
- [3] M. Sankar, J. Vishnu, M. Gupta & G. Manivasagam, "Magnesium-based alloys and nanocomposites for biomedical application", *Applications of Nanocomposite Materials in Orthopedics*, pp. 83-109, 2019.
- [4] A. H. M. Sanchez, B. J. C. Luthringer, F. Feyerabend & R. Willumeit, "Mg and Mg alloys: How comparable are in vitro and in vivo corrosion rates?" *Acta Biomaterialia*, vol. 13, pp. 16-31, 2015.
- [5] Ch. Liu, Zh. Ren, Y. Xu, S. Pang, X. Zhao & Y. Zhao, "Biodegradable Magnesium Alloys Developed as Bone Repair Materials" *Scanning*, Received 28 July 2017, vol. 2018, pp. 1-15, 2018.
- [6] M. Murad Ali, A. Hussein & N. Al-Aqeeli, "Magnesium-based composites and alloys for medical applications: A review of mechanical and corrosion properties", *Alloys and Compounds*, Vol. 792, pp. 1162-1190, 2019.
- [7] Y. Ding, C. Wen, P. Hodgson & Y. Li, "Effects of alloying elements on the corrosion behavior and biocompatibility of biodegradable

- X alloys: X = Mn, Sn, Ca, Zn, Al, Zr, Si, Sr", Corrosion Science, vol. 76, pp. 60-97, 2013.
- [18] M. Sanjay Dani, V. J. Rao & I. B. Dave, "A Review in Corrosion behaviour of Mn added Magnesium and its alloys", International Advanced Research Journal in Science, Engineering and Technology, vol. 2, pp. 71-77, 2015.
- [19] Y. Dong-Song, Z. H. Er-Lin & Z. Song-Yan, "Effect of Zn on mechanical property and corrosion property of extruded Mg-Zn-Mn alloy", Trans. Nonferrous Met. Soc. China, vol. 18, pp.763-768, 2008.
- [20] P. Morcos, K. I. ElKhodary & H. G. Salem, "Mechanically Alloyed Magnesium Based Nanostructured Alloy Powders for Biomedical Applications", Magnesium Technology, pp. 35-41, 2017.
- [21] X. Luo, Ch. Fang, F. Yao, H. Zhao & Sh. Yan, "Effect of Sintering Parameters on the Microstructure and Mechanical Properties of Medical Mg-3Mn and Mg-3Zn Prepared by Powder Metallurgy", Trans Indian Inst Met, vol. 72, pp. 1791-1798, 2019.
- [22] P. Burke, G. J. Kipouros, D. Fancelli & V. Laverdiere, "Sintering fundamentals of magnesium powders", Canadian metallurgical quarterly, vol. 48, pp. 123-132, 2009.
- [۲۳] م. ح. شیرانی، ع. سعیدی، م. کثیری و ا. ر. شیرانی، "اثر فعال سازی مکانیکی بر تف جوشی و خواص مکانیکی کامپوزیت Fe-50Ni-TiC"، فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال ۶، شماره ۱، صفحه ۶۲-۵۷، ۱۳۹۱.
- [24] S. Jabbarzare, H. R. Bakhsheshi-Rad, A. A. Nourbakhsh, T. Ahmadi & F. Berto, " Effect of graphene-oxide on corrosion, mechanical and biological properties of Mg-based nanocomposite", Int. J. Miner. Metall. Mater. <https://doi.org/10.1007/s12613-020-2201-2> .
- [25] M. A. Taha, R. A. Youness and M.F. Zawrah," Review on nanocomposites fabricated by mechanical alloying", Int. J. Miner. Metall. Mater, vol. 26, no. 9, pp. 1047-1058, 2019.