

Investigation of microstructural and mechanical and properties of AZ31/GO nanocomposite produced by friction stir processing

Zoleikha Karimi¹, *Hamidreza Jafarian², Mohamad taghi Salehi², Alireza Eivani²

1- Master's student, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology (IUST), Narmak, Tehran, Iran

2- Associate Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology (IUST), Narmak, Tehran, Iran

Citation: Karimi Z, Jafarian H, Salehi M, Eivani A. Investigation of microstructural and mechanical and properties of AZ31/GO nanocomposite produced by friction stir processing, Metallurgical Engineering, 2025; 28(2):125 -141 <https://doi.org/10.22076/me.2025.2047222.1420>

doi: <https://doi.org/10.22076/me.2025.2047222.1420>

ABSTRACT

In this research, AZ31 alloy and AZ31 alloy reinforced with graphene oxide particles (i.e., AZ31-GO nanocomposite) were subjected to friction stir processing (FSP) and their microstructure and mechanical properties were compared. The FSP process was carried out under a constant advance speed of 85 mm/min, rotation speeds of 1180 and 1500 rpm, and shoulder diameters of 12 and 16 mm. After applying the FSP process, the grain size in the AZ31 and AZ31-GO nanocomposite samples reached from 80 micrometers to about 3.5 and 3.7 micron, respectively. Hardness in FSP samples increased by about 36% and in composite samples by about 28%, which increase in hardness can be attributed to fine graining through dynamic recrystallization, pinning of boundaries by secondary phase particles and reinforcement particles and prevention of dislocations climbing by reinforcing particles. Microstructural observations showed that increasing the rotation speed and shoulder diameter causes a homogeneous and uniform distribution of graphene oxide in the microstructure. The tensile test was performed with a strain rate of 0.05s^{-1} . Elongation and UTS in FSP and nanocomposite sample with 12 mm shoulder diameter reached from 38.082 and 212.8686 MPa to 37.5 %, 246.9484 MPa, and 31.74 %, 257.0776 MPa, respectively.

Keywords: Carbon nanotube, Twinning, Nano composite, Mechanical properties.

Received: December 1, 2024

Accepted: February 2, 2025

■ ■
***Corresponding Author:**

Hamidreza Jafarian, PhD

Address: School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology, Narmak, Tehran, Iran

Tel: +98 (21) 77240540

E-mail: jafarian@iust.ac.ir

بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری نانوکامپوزیت AZ31/GO تولید شده با استفاده از فرایند اصطکاکی

زلیخا کریمی^۱، * حمیدرضا جعفریان^۲، محمدتقی صالحی^۲، علیرضا ایوانی^۲

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

۲- دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

چکیده

در این پژوهش آلیاژ AZ31 و یک نانو کامپوزیت با زمینه‌ی آلیاژ مذکور همراه با ذرات تقویت‌کننده‌ی اکسید گرافن، تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار داده شدند و خواص مکانیکی و ریزساختاری آن‌ها با یکدیگر مقایسه شدند. فرایند اصطکاکی همزنی تحت سرعت پیشروی ثابت ۸۵ میلی‌متر بر دقیقه و سرعت‌های دوران ۱۱۸۰ و ۱۵۰۰ دور بر دقیقه و قطر شانه ۱۲ (12D) و ۱۶ (16D) میلی‌متر انجام شد. اندازه دانه در نمونه تحت فرایند اصطکاکی همزنی شده و نانوکامپوزیتی از ۸۰ میکرومتر به ترتیب به حدود ۳/۵ و ۳/۷ میکرومتر رسید. سختی در نمونه‌های تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته در حدود ۳۶ درصد و در نمونه‌های کامپوزیتی در حدود ۲۸ درصد افزایش پیدا کرد که این افزایش سختی را می‌توان به ریزدانه‌شدن از طریق تبلور مجدد دینامیکی، پین شدن مرزها توسط ذرات فاز ثانویه و ذرات تقویت‌کننده و جلوگیری از صعود نابجایی‌ها توسط ذرات تقویت‌کننده نسبت داد. مشاهدات ریزساختاری نشان داد که افزایش سرعت دوران و قطر شانه باعث توزیع همگن و یکنواخت اکسید گرافن در ریزساختار می‌شود. همچنین فرایند اصطکاکی همزنی از طریق تبلور مجدد دینامیکی باعث ایجاد دانه‌هایی همگن و هم‌محور می‌شود. آزمون تست کشش با نرخ کرنش ۰/۰۵ بر ثانیه انجام شد. ازدیاد طول و استحکام کششی نهایی در نمونه تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته و نانوکامپوزیتی با قطر شانه ۱۲ میلی‌متر از ۳۸/۰۸۲ و ۲۱۲/۸۶۸۶ مگاپاسکال به ترتیب به ۳۷/۵، ۲۴۶/۹۴۸۴، ۳۱/۷۴ و ۲۵۷/۰۷۷۶ مگاپاسکال رسید.

واژه‌های کلیدی: نانو کامپوزیت، دوقلویی، خواص مکانیکی، نانولوله کربنی.

دریافت: ۱۴۰۳/۰۹/۱۱ | پذیرش: ۱۴۰۳/۱۱/۱۴

۱. مقدمه

آلیاژهای منیزیم به دلیل داشتن ویژگی‌های شاخصی همچون وزن مخصوص پایین، استحکام ویژه بالا و قابلیت بازیافت بالا در صنایع خودرو و هوافضا مورد استفاده قرار می‌گیرند. همچنین به دلیل مسائل زیست محیطی نظیر کاهش مصرف سوخت‌های فسیلی و کاهش تولید آلاینده‌ها توجه ویژه‌ای به آلیاژهای منیزیم در صنایع خودروسازی معطوف شده است. با این حال، آلیاژهای منیزیم به دلیل داشتن ساختار هگزاگونال فشرده تعداد محدودی سیستم لغزش دارند که موجب شکل‌پذیری ضعیف آنها در دمای محیط می‌گردد. بسیاری از محققین بر این باور هستند که این عامل موجب عدم استفاده از آلیاژ منیزیم به صورت گسترده در صنایع خودرو می‌گردد [۱].

محققین بسیاری گزارش کرده‌اند که ریزدانه کردن به‌طور موثر می‌تواند خواص مکانیکی آلیاژهای منیزیم نظیر استحکام و پلاستیسیته را بهبود بخشد. از بین تمامی روش‌های ریزدانه کردن، روش تغییر شکل پلاستیک شدید در مقایسه با سایر روش‌ها مانند روش انجماد سریع از نظر صنعتی قابل اعتماد، قابل کنترل و همچنین نسبتاً ارزان قیمت است. با این حال، از اثرات دیگر مواد با تغییر شکل پلاستیک شدید، اصلاح بافت است که اثر بالقوه‌ای بر روی خواص مکانیکی مواد فلزی به ویژه آلیاژهای منیزیم دارد چرا که آلیاژهای منیزیم به دلیل داشتن ساختار بلوری هگزاگونال فشرده دارای خواص ناهمسانگرد و بافت ضعیفی هستند [۲].

* نویسنده مسئول:

دکتر حمیدرضا جعفریان

نشانی: تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

تلفن: ۷۷۲۴۰۵۴۰ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: jafarian@just.ac.ir

و سرعت دوران بر روی خواص مکانیکی و ریزساختاری نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده و نانوکامپوزیتی بررسی خواهد شد.

۲. مواد و روش تحقیق

آلیاژهای AZ31 رایج‌ترین آلیاژ کار شده منیزیم هستند که به دلیل شکل پذیری بالا و خواص مکانیکی خوب در بین آلیاژهای منیزیم تحقیقات زیادی بر روی آن انجام شده است. در این تحقیق از ورق منیزیم با ضخامت ۲ میلی‌متر با ترکیب شیمیایی (برحسب درصد وزنی) منیزیم - ۳/۰۳ آلومینیوم - ۰/۷۶ روی - ۰/۳۱۶ منگنز - ۰/۲۵۳۵ آهن و پودر اکسید گرافن استفاده شد. فلز پایه دارای یک ساختار دوگانه است که دانه‌های درشت با اندازه دانه ۵۰ میکرومتر و دانه‌های ریز تبلور مجدد یافته با اندازه دانه ۸ میکرومتر در ریزساختار توزیع شده‌اند. نمونه‌های منیزیمی در ابعاد $300 \times 65 \times 2$ میلی‌متر برش زده شدند. همچنین شیارهایی با ابعاد $300 \times 1 \times 1$ میلی‌متر در مرکز نمونه توسط دستگاه فرز ایجاد شدند. برای استفاده از فرایند اصطکاکی همزنی از ابزارهای فولادی H13 استفاده شد. شماتیکی از پروفیل ابزارهای فرایند اصطکاکی همزنی در شکل ۱ نشان داده شده است.

ابزارها با قطر شانه متفاوت ۱۶ و ۱۲ میلی‌متر، قطر پین ۴ میلی‌متر و ارتفاع پین ۱/۷ میلی‌متر انتخاب شدند. پین ابزار به دو صورت استوانه‌ای با رزوه و طول گام ۰/۳ میلی‌متر و بدون رزوه انتخاب گردید. همچنین زاویه ابزار ۲ میلی‌متر و میزان فروروی شانه ۰/۳ میلی‌متر و فرایند با سرعت پیشروی ثابت ۸۵ میلی‌متر بر دقیقه و سرعت ثابت دورانی ۱۵۰۰ دور بر دقیقه مطابق با جدول ۱ انجام شد. پس از ریختن پودر در شیارها ابتدا پیش از انجام فرایند یک پاس، جهت پوشاندن شیار و جلوگیری از اتلاف بیش از اندازه‌ی پودر با ابزاری از جنس مذکور و با قطرهای متفاوت ۱۲ و ۱۶ میلی‌متر فاقد پین انجام شد.

پس از انجام فرایند اصطکاکی همزنی نمونه‌هایی برای انجام متالوگرافی و بررسی ریزساختار با استفاده از وایرکات آماده‌سازی شدند. برای پولیش از محلول حاوی اتانول، گلیسرین و آلومینا و جلادهنده استفاده شد و از محلول پیکرال با ترکیب شیمیایی ۱۰ میلی‌لیتر استیک اسید، ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر، ۷۰ میلی‌لیتر اتانول و ۴/۲ گرم پیکریک اسید به عنوان محلول اچانت استفاده گردید. ریزسختی‌سنجی از نمونه‌ها در فاصله ۱ میلی‌متر از سطح و با بار اعمالی ۱۰۰ گرم نیرو به مدت ۱۵ ثانیه انجام شد. نمونه‌های تست کشش به صورت مینیاتوری به صورت موازی و عمود بر راستای فرایند (طول گیج ۱/۸ میلی‌متر، عرض گیج ۸/۰ میلی‌متر و ضخامت گیج ۵/۱ میلی‌متر) و نمونه‌های با ابعاد دیگر (طول گیج ۳۰ میلی‌متر، عرض گیج ۶ میلی‌متر و ضخامت گیج ۲ میلی‌متر) مطابق با شکل‌های ۲ و ۳ انتخاب شدند. فرایند تست کشش با نرخ کرنش اولیه ۰/۰۵ بر ثانیه انجام شد.

از بین روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید که بر روی آلیاژهای منیزیم انجام شده است می‌توان به پرس زاویه‌ای کانال یکسان، فرایند اصطکاکی همزنی، پیچش تحت فشار بالا و نورد تجمعی پیوندی اشاره کرد [۳].

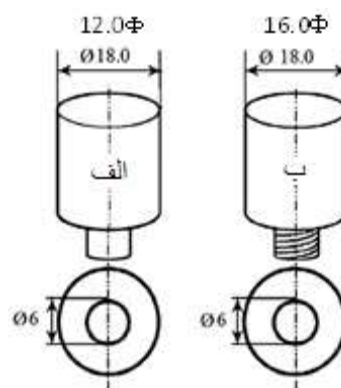
از میان روش‌های بالا فرایند اصطکاکی همزنی مؤثرترین روش برای ریزدانه کردن از طریق تبلور مجدد دینامیکی برای آلیاژهای منیزیم است. فرایند اصطکاکی همزنی همان روش جوشکاری اصطکاکی همزنی است که به منظور اصلاح ریزساختار مواد از طریق اصلاح دانه و همگن‌سازی ذرات رسوب صورت می‌گیرد [۴].

در سال‌های اخیر از فرایند اصطکاکی همزنی برای ساخت کامپوزیت‌های سطحی استفاده می‌گردد. به این صورت که فاز تقویت‌کننده به صورت مستقیم به زمینه فلزی اضافه می‌گردد. یکی از تقویت‌کننده‌ها برای بهبود خواص مکانیکی و افزایش مقاومت به سایش در آلیاژ AZ31، اکسید گرافن است. در ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی با تقویت‌کننده گرافنی در تکنولوژی ذوب و انجماد مشکلات بسیاری وجود دارد چرا که گرافن به شدت سبک است و به آسانی بر روی مذاب شناور باقی می‌ماند. بنابراین در حین ساخت کامپوزیت، گرافن دو اثر منفی دارد. اول این که مساحت سطح بزرگ‌تر شده و انرژی سطحی به راحتی باعث آگلومره شدن گرافن می‌شود. ثانیاً فلزات ذوب شده دمای بالایی دارند که گرافن را تخریب می‌کنند. همچنین گرافن یک ساختار صفحه‌ای دارد و به راحتی با بسیاری از فلزات مانند آهن، آلومینیوم و تیتانیوم واکنش نشان می‌دهد و کاربید فلزی را تشکیل می‌دهد. برای این نوع از فلزات، فرایندهای ساخت کامپوزیت دشوار است و گرافن به طور کامل به کاربید تبدیل می‌شود. چن^۱ و همکاران فرایند جدیدی را برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی نانو صفحات گرافنی در نظر گرفتند. در این روش ذوب و انجماد تنها بخش کوچکی از فرایند بود. آنها با استفاده از التراسونیک، گرافن را در منیزیم مذاب پراکنده کردند؛ سپس مذاب را در قالب‌های مخصوصی منجمد کردند. بعد از آن، به منظور پراکندگی بهتر گرافن در زمینه از فرایند اصطکاکی همزنی استفاده کردند. استفاده از اکسید گرافن توسط بسیاری از محققین به منظور بهبود پیوند گرافن با زمینه فلزی به کار گرفته شده است. گفته شده است که به جای استفاده از نانو صفحات گرافنی در زمینه برخی فلزات مانند مس، نیکل و آهن از اکسید گرافن استفاده کردند. آنها گزارش کردند که احتمالاً به علت حضور اکسیژن باقی‌مانده از گروه‌های تابع گرافن احیا شده که پیوندهای کووالانسی با اتم‌های فلزی دارند، در فصل مشترک پیوندها به خوبی بهبود یافته و به طور قابل توجهی استحکام کامپوزیت زمینه فلزی را افزایش می‌دهند [۵].

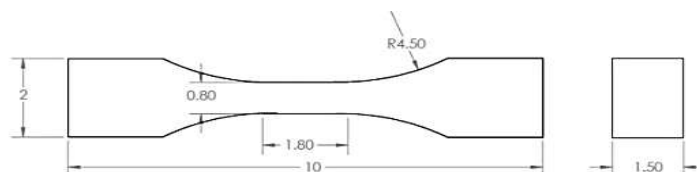
هدف از این تحقیق ساخت نانوکامپوزیت‌های AZ31/GO با استفاده از فرایند اصطکاکی همزنی و بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری و مقایسه نتایج آنها با نمونه فرایند اصطکاکی همزنی شده بدون اضافه کردن پودر است. سپس اثر قطر شانه

جدول ۱: متغیرهای فرایند اصطکاکی همزنی

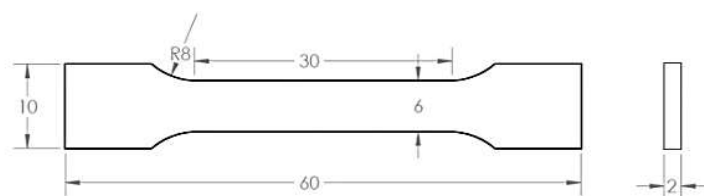
نمونه	سرعت دوران (دور بر دقیقه)	قطر شانه (میلی متر)
A	۱۱۸۰	۱۲
A-com	۱۱۸۰	۱۲
B	۱۱۸۰	۱۶
B-com	۱۱۸۰	۱۶
C	۱۵۰۰	۱۲
C-com	۱۵۰۰	۱۲
D	۱۵۰۰	۱۶
D-com	۱۵۰۰	۱۶



شکل ۱: ابزارهای فولادی برای انجام فرایند اصطکاکی همزنی
الف) شانه با قطر ۱۲ میلی متر و ب) شانه با قطر ۱۶ میلی متر.



شکل ۲: ابعاد نمونه‌ی تست کشش مطابق با استاندارد ASTM-E8.



شکل ۳: ابعاد نمونه‌ی تست کشش مطابق با استاندارد ASTM-E8.

۳. نتایج و بحث

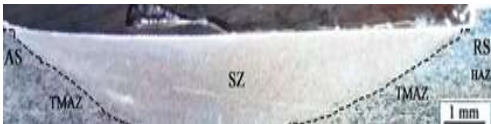
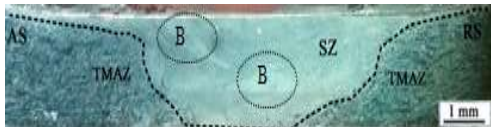
جدول ۲ درشت ساختار نمونه‌ها را تحت پارامترهای متفاوت نشان می‌دهد. همانطور که در جدول ۲ مشاهده می‌شود در فرایند اصطکاکی همزنی حین سیلان مواد نواقصی در برخی از نمونه‌ها همچون عدم پر شدن سطح به علت چسبیده شدن مواد به پین در نمونه C و نمونه C-com و نوار فلش^۲ (پلیسه شدن) به علت زمان ساکن ماندن بیش از حد در تمام نمونه‌ها به جز نمونه A ایجاد می‌شود. در واقع هنگامی که بعد از فرو رفتن اولیه پین، مدت زمان طولانی تری در داخل نمونه بماند موجب تولید حرارت بیشتری می‌شود و در نتیجه سیالیت را افزایش می‌دهد. این سیال اضافی (فلز) از ناحیه جوش جدا شده و موجب این عیب می‌شود. همچنین خراش سطح در نمونه D مشاهده می‌شود. تمامی این نقص‌ها خواص مکانیکی را کاهش می‌دهند [۶].

شایان ذکر است که علت انتخاب دو نمونه تست کشش با ابعاد مختلف، بررسی و تحلیل مشخصه‌های مختلف خواص مکانیکی نظیر استحکام و انعطاف‌پذیری، بررسی اثرات پارامترهای فرایند اصطکاکی همزنی بر روی خواص نهایی مواد (با توجه به تفاوت در ابعاد قطر شانه طبیعتاً نواحی همزنی متفاوتی ایجاد خواهد شد)، توسعه و بهینه‌سازی فرایند به منظور شناسایی بهترین شرایط برای تولید مواد با خواص مطلوب، بررسی تأثیرات مقیاس بر روی خواص نهایی مواد (که این موضوع به ویژه در کاربردهای صنعتی که ممکن است ابعاد متفاوتی داشته باشند، اهمیت دارد) و تعیین یکنواختی و کیفیت خواص در ابعاد مختلف می‌باشد. در نهایت، تنوع در ابعاد نمونه‌ها باعث می‌شود که اطلاعات جامع‌تری درباره عملکرد و قابلیت‌های فرایند اصطکاکی همزنی به دست آید و امکان توسعه مواد جدید با ویژگی‌های بهبود یافته فراهم شود.

جدول ۲: تصاویر ساختار نمونه‌ها

نمونه	تصاویر ماکروسکوپی مربوط به نمونه‌های تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته	عمق نفوذ (میلی‌متر)
A		۰/۳
A-com		۰/۳
C		ابتدا ۰/۱ و انتها ۰/۳
C-com		ابتدا ۰/۱ و انتها ۰/۳
D		۰/۳

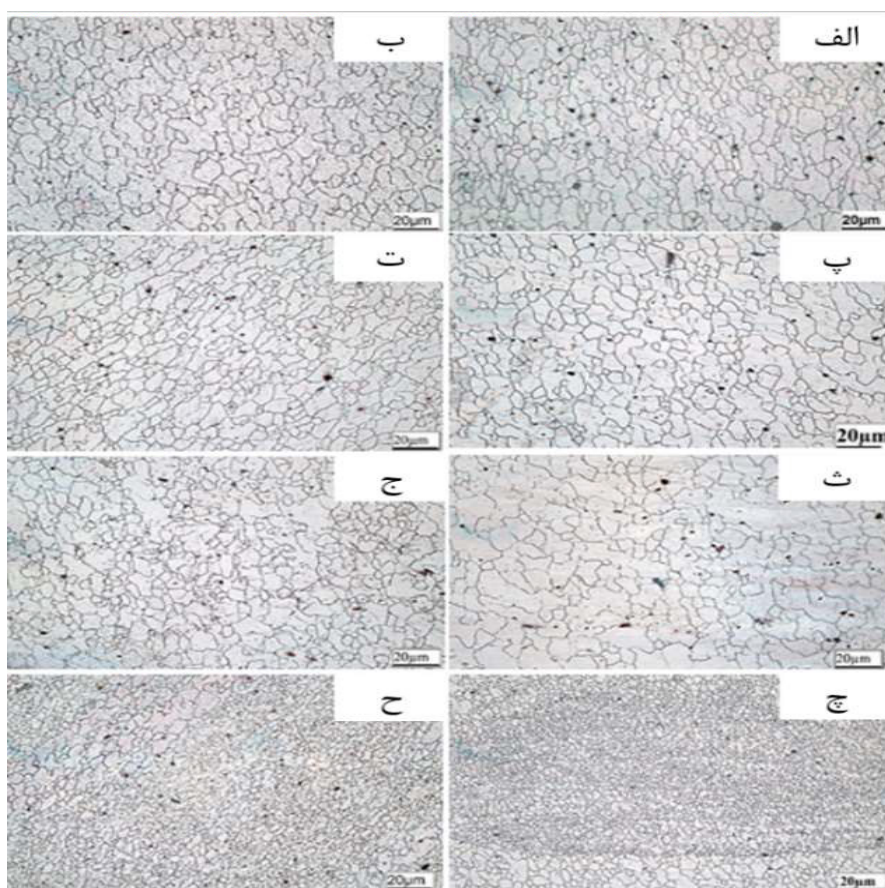
جدول ۳: سطح مقطع نمونه‌های تحت فرایند اصطکاکی همزنی

نمونه	سطح مقطع نمونه‌های تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته
A	
A-com	
C	
C-com	

مشاهدات ریزساختاری

مطالعه تصاویر میکروسکوپی از ناحیه همزنی ریزساختار در نمونه‌های مختلف در شکل ۴ نشان داد که این ناحیه شامل دانه‌های جدید تبلور یافته با توزیع اندازه دانه یکنواخت است (جدول ۴). به وجود آمدن دانه‌های متبلور و همگن در ناحیه همزنی به دلیل تأثیر همزمان گرما و تغییر شکل پلاستیک شدید ناشی از فرایند اصطکاکی همزنی است که موجب ایجاد تبلور مجدد دینامیکی می‌شود. بررسی‌ها نشان داده است که اندازه‌ی دانه تبلور مجدد دینامیکی در فلزات مکعبی تنها تحت شرایط تغییر شکل مانند دما و نرخ کرنش، بدون در نظر گرفتن اندازه دانه اولیه کنترل می‌شود. با این وجود در آلیاژهای منیزیم اندازه دانه تبلور مجدد دینامیکی نه تنها به شرایط تغییر شکل بلکه به اندازه دانه اولیه هم بستگی دارد [۸].

خطوط خط‌چین در تصاویر درشت ساختار در جدول ۳ مرز ناحیه همزنی موسوم به SZ (Stirring Zone)، ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی (Thermomechanical Affected Zone) و فلز پایه را نشان می‌دهد. شکل ناحیه همزنی به صورت تشک مانند است که در نواحی نزدیک به سطح به اندازه قطر شانه پهن می‌شود. تماس شانه با سطح سبب می‌شود که نواحی نزدیک سطح تحت تأثیر چرخش شانه قرار گرفته و تغییر شکل پیدا کنند، اما به‌طور کلی بیشترین اختلاط توسط چرخش پین و در مرکز ناحیه فرایند صورت می‌گیرد اما در نمونه فاقد پودر با سرعت دوران ۱۵۰۰ دور بر دقیقه و قطر شانه ۲ میلی‌متر چون نمونه بیشتر تحت تأثیر پین ابزار قرار می‌گیرد؛ بنابراین تقریباً دارای ساختار حلقه پیازی است [۷]. همچنین مطابق با جدول ۳ در نمونه‌های C و C-com ساختار نواری مشاهده گردید.



شکل ۴: تصاویر میکروسکوپی از ناحیه همزنی در نمونه‌های مختلف (الف) نمونه A، (ب) A-com، (پ) B، (ت) B-com، (ث) C، (ج) C-com، (چ) D، (ح) D-com.

جدول ۴: توزیع اندازه دانه تحت شرایط مختلف

نمونه	پایه	A	A-com	B	B-com	C	C-com	D	D-com
اندازه دانه (میکرومتر)	۸۵۰	۵/۴	۵/۴۲	۴/۴۷	۵	۳/۵	۳/۷	۶	۵

اساس دمای تبلور مجدد دینامیکی برای آلیاژ منیزیم AZ31 که دمای ذوب آن معمولاً بین ۵۳۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد است؛ در حدود ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد خواهد بود. از آنجایی که دمای فرایند اصطکاکی همزنی بالاتر از دمای تبلور مجدد دینامیکی و کمتر از دمای ذوب است؛ در نتیجه گرمای ورودی باعث رشد دانه‌های تبلور مجدد دینامیکی می‌شود [۹].

تبلور مجدد در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی

ریزساختار ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی همه‌ی نمونه‌ها در ناحیه پیشرو مورد بررسی دقیق قرار گرفت. همانطور که در شکل ۵ نشان داده شده است؛ با توجه به این که در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی، مواد به طور مستقیم تحت تأثیر حرارت و فشار ناشی از ابزار قرار می‌گیرند و معمولاً دما و تنش‌های بیشتری را تجربه می‌کنند؛ به همین دلیل، تغییرات ساختاری و خواص مواد در این ناحیه بیشتر است. لذا ریزساختار در این ناحیه شامل دانه‌های هم‌محور بوده که می‌توان علت این موضوع را به تبلور مجدد دینامیکی نسبت داد. در سرعت‌های چرخشی متفاوت اندازه دانه در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی به دلیل دمای کمتر، کوچک‌تر از ناحیه همزنی و متفاوت بوده که علت این موضوع را می‌توان به مقدار کم حرارت و تغییر شکل پلاستیک ایجاد شده در اثر اصطکاک و سرعت دوران در ناحیه‌ی متأثر از فرایند ترمومکانیکی نسبت داد [۱۰].

به‌طور خاص، تغییر شکل پلاستیک در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی خیلی کمتر از ناحیه همزنی بوده و بنابراین می‌توان حدس زد که کرنش در ناحیه‌ی متأثر از فرایند ترمومکانیکی در سرعت‌های چرخشی متفاوت کمی متنوع‌تر است. به‌طور کلی می‌توان ریز ساختار این ناحیه را تبلور یافته جزئی در نظر گرفت که با افزایش گرمای ورودی، مشاهده این ناحیه کمتر است. از آنجایی که در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی شارش کلی مواد صورت نمی‌گیرد و تنها کرنش کمی نسبت به ناحیه‌ی همزنی در ناحیه‌ی متأثر از فرایند ترمومکانیکی وجود دارد؛ لذا انرژی لازم جهت تبلور مجدد همه‌ی دانه‌ها فراهم نشده و به همین دلیل بعضی از دانه‌ها بدون تبلور مجدد و دارای دوقلویی و برخی دیگر تبلور مجدد یافته هستند. مقدار زیادی دانه‌های ریز در تقاطع مرزدانه‌ها تشکیل شده‌اند و ساختار گردن‌بندی را در امتداد مرزدانه‌ها تشکیل داده‌اند. همچنین چون سیلان مواد در قسمت بالای نمونه تحت تأثیر شانه ابزار است و در قسمت پایین نمونه تحت تأثیر پین ابزار می‌باشد؛ بنابراین تنوع اندازه دانه به وضوح دیده می‌شود [۱۱].

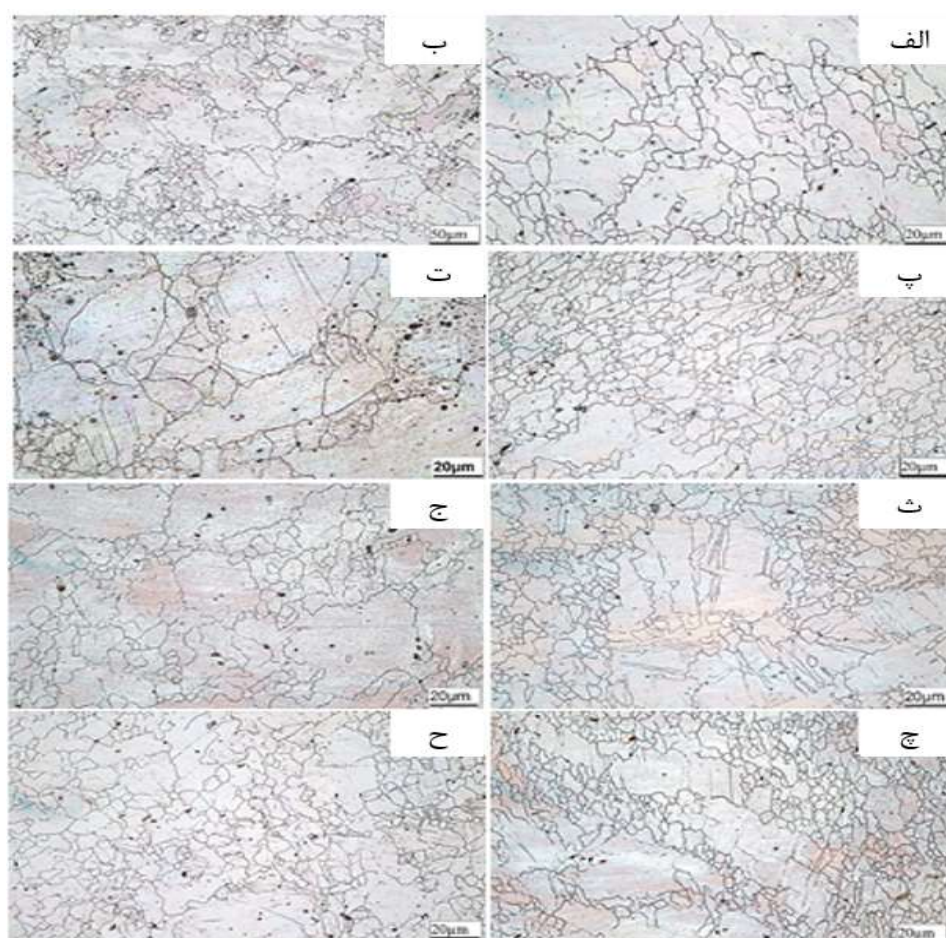
به‌طور کلی مکانیزم‌های تغییر شکل فلزات شامل دوقلویی و لغزش است. در دماهای پایین و نرخ کرنش بالا مکانیزم غالب در تغییر شکل دوقلویی است. از این رو وجود دوقلویی در ریزساختار نمونه‌های با اندازه قطر شانه ۱۲ میلی‌متر نشان می‌دهد که دانه‌ها تحت تغییر شکل پلاستیک در دمای پایین و نرخ کرنش بالا قرار گرفته‌اند [۱۲].

اساساً تأثیر نانوذرات گرافن بر اندازه دانه آلیاژ منیزیم در فرایند اصطکاکی همزنی به مجموعه‌ای از عوامل مرتبط با عملکرد این نانوذرات بستگی دارد. نانوذرات گرافن به عنوان هسته‌های نانومتری می‌توانند مرزهای دانه را تثبیت کنند و از رشد آنها جلوگیری نمایند. این تثبیت مرزها به کاهش اندازه دانه‌ها و بهبود خواص مکانیکی آلیاژ منجر می‌شود. علاوه بر این، گرافن با تأثیر بر جریان مواد، دما و فرایند انجماد، می‌تواند به بهتر توزیع شدن مواد و کنترل دما کمک کند و در نتیجه اندازه دانه‌ها را کاهش دهد.

با این حال، در برخی شرایط از جمله پژوهش حاضر که نتایج آن در جدول ۴ ارائه گردیده است؛ نانوذرات گرافن تأثیر چندانی در بهبود ریزدانه‌ی ناحیه همزنی نداشته‌اند که علل مختلفی را می‌توان برای رخداد این شرایط برشمرد. به عنوان نمونه، این نانوذرات ممکن است به صورت توده‌های بزرگتر تجمع یابند و نتوانند به طور یکنواخت در ماتریس منیزیم توزیع شوند. این تجمع می‌تواند مانع از تأثیر مثبت آنها بر کاهش اندازه دانه‌ها شود. همچنین ممکن است نانوذرات گرافن با ماتریس منیزیم سازگاری کافی نداشته باشند، یا دما و زمان پردازش در فرایند اصطکاکی همزنی به رشد دانه‌ها منجر شود و اثر کاهش‌دهنده آنها را خنثی کند. غلظت نانوذرات نیز می‌تواند تعیین‌کننده باشد؛ چرا که مقدار بسیار کم یا بسیار زیاد نانوذرات می‌تواند تأثیر آنها را کم‌رنگ کند.

به‌طور کلی، استفاده از نانوذرات گرافن در فرایند اصطکاکی همزنی می‌تواند خواص مکانیکی آلیاژهای منیزیم را بهبود بخشد و آنها را برای کاربردهای صنعتی مناسب‌تر سازد. از سوی دیگر، عدم توجه به عواملی مانند تجمع نانوذرات و عدم سازگاری آنها با ماتریس نیز می‌تواند این پتانسیل‌ها را محدود نماید.

شکل ۴ تصاویر میکروسکوپی از ناحیه همزنی تحت شرایط مختلف را نشان می‌دهد. همانطور که از شکل ۴ مشخص است، وجود دانه‌های ریز در ریزساختار نشان‌دهنده وقوع تبلور مجدد دینامیکی می‌باشد. به‌طور کلی در منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل انرژی نقص چیده شدن نسبتاً کم، نرخ نفوذ بالای مرز و همچنین عدم وجود سیستم لغزشی که به راحتی فعال شود تبلور مجدد دینامیکی به راحتی اتفاق می‌افتد. در واقع کرنش اعمالی منجر به ایجاد مرزدانه‌های با زاویه‌ی کم که برای جوانه‌زنی مناسب هستند؛ می‌شود. سپس مرزدانه‌های با زاویه کم به مرزدانه‌های با زاویه زیاد تغییر کرده و دانه‌های جدید هم‌محور را ایجاد می‌کند. تغییر مرز با زاویه کم به مرز با زاویه زیاد نقش نیروی محرکه برای تبلور مجدد دینامیکی را ایفا می‌کند. شایان ذکر است که دمای تبلور مجدد دینامیکی به طور کلی در فلزات به عواملی مانند نوع فلز، شرایط فرایند (مانند سرعت تغییر شکل و دما) و میزان تغییر شکل وابسته است و در حالت کلی دمای تبلور مجدد دینامیکی معمولاً بین ۰/۳ تا ۰/۶ دمای ذوب مطلق فلزات مختلف قرار دارد. بر همین

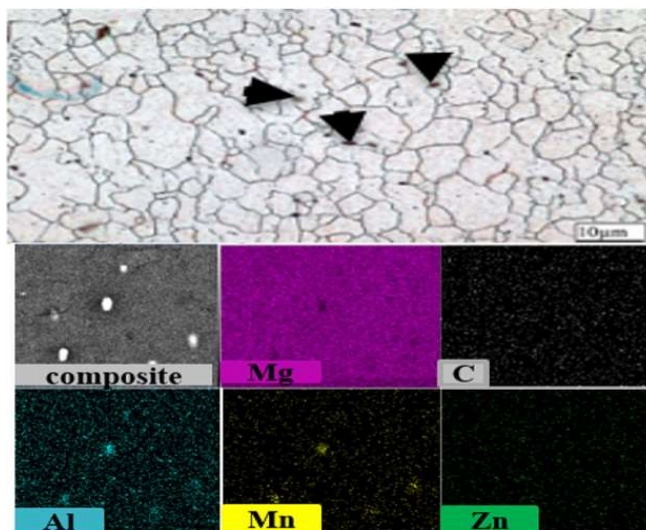


شکل ۵: تصاویر میکروسکوپی از ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی در نمونه‌های مختلف (الف) نمونه A، (ب) A-com، (پ) B، (ت) B-com، (ث) C، (ج) C-com، (چ) D، (ح) D-com.

شکل ۵ دوقلویی‌ها در اثر تغییر شکل و گرما ایجاد شده‌اند که این دوقلویی‌ها با ادامه فرایند اصطکاکی همزنی با استفاده از تبلور مجدد دینامیکی پیوسته باعث تسریع در تولید دانه‌های هم‌محور می‌شوند [۱۳].

در ریزساختار اولیه دو فاز $Mg_{17}Al_{12}$ و $Al-Mn$ در زمینه وجود داشتند اما بعد از فرایند اصطکاکی همزنی فاز $Mg_{17}Al_{12}$ در زمینه حل شد. به‌طور کلی فرایند اصطکاکی همزنی از طریق افزایش دانسیته نابجایی می‌تواند از طریق نفوذ پایپ سبب تسریع در فرایند انحلال گردد. در نتیجه انحلال بیشتر فازهای $Mg_{17}Al_{12}$ در مدت زمان کوتاهی انجام می‌شود. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که انحلال فاز $Mg_{17}Al_{12}$ در داخل زمینه منیزیم در یک نرخ نفوذ بالا در اثر تغییر شکل پلاستیک شدید به راحتی صورت می‌گیرد اما ترکیبات بین فلزی $Al-Mn$ به دلیل نقطه ذوب بالا در زمینه حل نمی‌شوند. همچنین حین فرایند اصطکاکی همزنی چرخش ابزار سبب تغییر شکل دانه‌ها و فازها می‌گردد، اما از آنجایی که ترکیبات بین فلزی $Al-Mn$ فازهایی ترد هستند، تغییر شکل آنها مشکل بوده و فرایند اصطکاکی همزنی سبب تمرکز تنش در این فازها می‌شود [۱۴].

سرعت دوران و اندازه قطر شانه بزرگ‌تر سبب ایجاد گرمای بیشتر و نرم شدن مواد و تغییر شکل پلاستیک آسان در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی می‌گردد. در شکل ۵ به‌طور واضح دیده می‌شود که مرز دانه‌های اصلی دانه‌دار شده‌اند و در برخی مناطق برآمدگی‌هایی دیده می‌شود که نشان از تبلور مجدد دینامیکی غیر پیوسته است. تبلور مجدد دینامیکی غیر پیوسته در دمای بالاتری نسبت به تبلور مجدد دینامیکی پیوسته به وجود می‌آید که به‌طور واضح نشان می‌دهد که با اندازه قطر بزرگ‌تر و سرعت دورانی بالاتر، گرما و کرنش بیشتر شده و میزان تبلور مجدد دینامیکی غیر پیوسته افزایش می‌یابد. همچنین در شکل ۵ به خوبی نشان داده شده است که دانه‌های درشت در امتداد خط سیلان کشیده شده‌اند. علاوه بر این گزارش شده است که دمای ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی بیشتر از دمای تبلور مجدد دینامیکی (۲۵۰ درجه سانتی‌گراد) و کمتر از دمای نقطه ذوب است. بنابراین بر اساس ریزساختار دانه، در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی نتیجه‌گیری می‌شود که تبلور مجدد دینامیکی در ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی تحت اثر ترکیبی تغییر شکل و گرما قرار گرفته و دانه‌های هم‌محور ریزی را تولید می‌کند. همچنین در



شکل ۶: تصویر میکروسکوپی و نقشه و آنالیز طیفسنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس در نمونه D-com.

ارتفاع تشکیل می‌شود. در تضاد با لغزش، دوقلویی از طریق جهت‌گیری دوباره شبکه کرنش برشی را فراهم می‌کند. به عنوان یک پیامد از این جهت‌گیری دوباره، رفتار تغییر شکل ناحیه دوقلویی شده از دانه اصلی متفاوت خواهد شد. بنابراین تنش سیلان و نرخ کار سختی یک ماده به وسیله جهت‌گیری دوباره مواد به یک جهت‌گیری سخت‌تر که موردی برای دوقلویی‌های کششی {۱۰۲} است، یا یک جهت‌گیری دوباره به یک جهت‌گیری نرم‌تر، همانند دوقلویی انقباضی {۱۱۲} تحت تأثیر قرار می‌گیرد. چندین محقق، جوانه‌زنی و تکثیر دوقلوییها در شرایط مختلف را مشاهده کرده‌اند [۱۷]. زمانی که یک دوقلویی در مرزدانه جوانه‌زنی می‌کند تنش متقابلی ایجاد خواهد کرد که باعث ترغیب دوقلویی در داخل دانه همسایه می‌شود. با افزایش کرنش، دوقلویی جوانه زده در میان دانه‌ها سریعاً تکثیر شده به سمت مرز دانه پیشروی می‌کند و به علت کوچک بودن اندازه دانه بر روی مرز قرار می‌گیرد. همانند مکانیزم ذکر شده زمانی که دوقلویی مجدداً به مرز می‌رسد، تمرکز تنشی را ایجاد خواهد کرد و موجب ترغیب دوقلویی دیگری در دانه همسایه می‌شود. این فرایند در مرزدانه‌ها انتقال دوقلویی- دوقلویی نامیده می‌شود. به اندازه کوچک دانه و طول مرز کوتاه، نوسان تنش در مکان جوانه‌زنی دوقلویی یا مکان اندرکنش دوقلویی- مرزدانه می‌تواند مانع از جوانه‌زنی دوقلویی‌های متنوع دیگر در همان دانه‌ها شود. بنابراین دانه‌هایی با دوقلویی متنوع چندگانه در نمونه‌های با اندازه دانه ریز (کمتر از ۱۰ میکرومتر) به ندرت یافت می‌شود. تنوع دوقلویی می‌تواند بر روی رفتار تغییر شکل بعدی تأثیر بگذارد. دوقلویی‌ها توسط جهت‌گیری دانه کنترل می‌شوند. تغییرهای سیستم تنش و یا جهت بارگذاری در آلیاژهای منیزیم ساختارهای متنوع دوقلویی را نشان داده است. آرایش تیغه‌های دوقلویی متفاوت است و

هنگامی که تنش ایجاد شده بر روی این فاز بیش از استحکام شکست آن فاز باشد ذرات خرد شده و با ابعاد کوچک‌تری در زمینه پراکنده می‌شوند. آنالیز طیفسنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس مطابق با شکل ۶ حضور ذرات Al-Mn در ریزساختار را بعد از انجام فرایند اصطکاکی همزنی نشان می‌دهد. معمولاً ذرات فاز ثانویه می‌توانند یا از طریق جوانه‌زنی ترغیب شده در اثر رسوب موجب پیشرفت تبلور مجدد دینامیکی شوند و یا از طریق اثر پینکنندگی زهر موجب پین شدن مرزها و عدم رشد دانه‌ها گردند و در نهایت تبلور مجدد را به تعویق اندازند. ماهیت، اندازه ذرات، شکل و فاصله ذرات تعیین‌کننده اثر ذرات بر روی تبلور مجدد هستند [۱۵].

مطابق با شکل ۶ اکثر فازهای ثانویه (Al-Mn) بر روی مرزدانه‌ها قرار دارند. بر اساس تحقیقات پیشین این ذرات ثانویه می‌توانند اثر پین‌کنندگی بر روی مرزدانه‌ها را داشته باشند و بر روی سینتیک رشد دانه تأثیر بگذارند. همچنین این ذرات به دلیل ماهیت منگنز نمی‌توانند به عنوان مکان‌هایی برای جوانه‌زنی غیرهمگن عمل کنند و در نتیجه نمی‌توانند در فرایند جوانه‌زنی ترغیب شده در اثر رسوب شرکت کنند [۱۶].

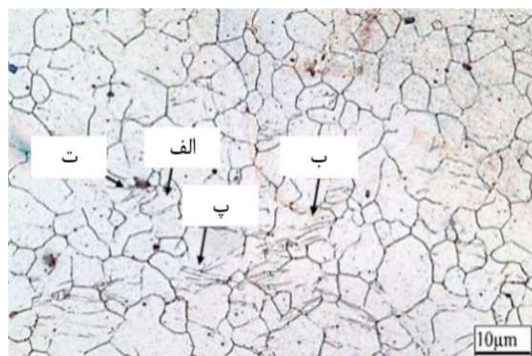
بر اساس معیار ون میزز برای تغییر شکل پلاستیک پنج سیستم لغزش مستقل مورد نیاز است. از این‌رو تغییر شکل دوقلویی نقش مهمی را در تغییر شکل پلاستیک آلیاژهای منیزیم پلی کریستال در دمای اتاق و کمتر از آن ایفا می‌کند. در فلزات با ساختار کریستالی هگزاگونال فشرده برای مثال (منیزیم، زیرکونیوم، تیتانیوم)، رایجترین نوع دوقلویی، حالت دوقلویی {۱۰۲} است. در فلزاتی با نسبت ارتفاع به ضلع قاعده^۲ کمتر از ۱/۶۳۳ مانند منیزیم، دوقلویی کششی {۱۰۲} به سهولت در بافت آلیاژهای منیزیم به وسیله کشش موازی با محور ارتفاع در ساختار کریستالی هگزاگونال فشرده یا انقباض عمود بر محور

این ذرات برای کاستن انرژی خود تمایل شدیدی به آگلومره شدن دارند. این آگلومره‌ها موجب تخلخل و افزایش فاصله بین ذرات شده که باعث کاهش استحکام می‌شود. همچنین با مقایسه ریزساختاری به خوبی مشاهده گردید که آگلومره‌های اکسید گرافن با تغییر در سرعت دوران و قطر شانه، با اندازه‌های مختلف و در مکان‌های مختلفی قرار می‌گیرند. نحوه‌ی توزیع ذرات فاز ثانویه در شکل ۸ نشان داده شده است. شایان ذکر است که با بهره‌گیری از نرم افزار imagej، درصد حجمی ذرات گرافن در ناحیه همزنی کمتر از دو درصد حجمی تشخیص داده شده است. در ناحیه همزنی که به عنوان ناحیه اصلی و مرکزی فرایند شناخته می‌شود، توزیع گرافن معمولاً یکنواخت‌تر و متراکم‌تر است. حرارت و فشار بالا در این ناحیه باعث می‌شود که گرافن به خوبی در ماتریس فلزی توزیع شده و پیوندهای قوی‌تری با فلز برقرار کند. همچنین در ناحیه متأثر از فرایند ترمودینامیکی، توزیع گرافن ممکن است کمی غیر یکنواخت‌تر باشد. در واقع این اختلاف در توزیع فاز تقویت‌کننده را می‌توان به اختلاف در نرخ سیلان مواد در هنگام چرخش پین ابزار نسبت داد [۱۹].

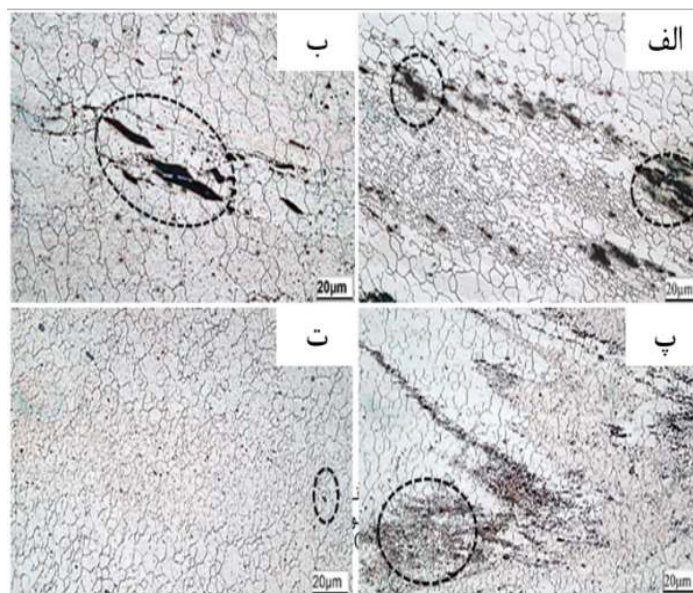
مطابق با شکل ۷ عمدتاً شامل موارد زیر است:
الف) تنها یک تیغه دوقلویی در یک دانه‌ی خاص تولید می‌شود که به ندرت قابل مشاهده است. ب) چندین تیغه در یک دانه که متعلق به همان نوع دوقلویی است خود را به صورت موازی سازماندهی می‌کنند. ج) چندین تیغه به صورت صلیب مرتب می‌شوند که این دوقلوها متفاوت هستند. د) جوانه‌زنی یک دوقلویی در یک دانه که باعث تحریک دوقلویی در دانه مجاور شده است. همراه با افزایش کرنش، تیغه‌های دوقلویی‌های مختلف ذکر شده در بالا ممکن است که در حین رشد و تکثیر به ناچار به هم برخورد کنند. در نتیجه، برخی از خواص مکانیکی می‌توانند به وسیله چنین برخوردی تحت تأثیر قرار گیرند [۱۸].

توزیع فاز تقویت‌کننده در نمونه‌های کامپوزیتی

مشاهده‌های ریزساختاری نشان داد که در نمونه‌های کامپوزیتی فاز تقویت‌کننده به خوبی در زمینه‌ی همه‌ی نمونه‌ها پخش نشده است و به صورت آگلومره است. در واقع در نمونه‌های کامپوزیتی نانوذرات به علت داشتن سطح آزاد بسیار زیاد، از انرژی بسیار بالایی برخوردارند.



شکل ۷: ریزساختار ناحیه همزنی از نمونه D-com الف) وجود داشتن تنها یک دوقلویی در داخل دانه ب) وجود تیغه‌های موازی در داخل دانه پ) رشد تیغه‌ها و برخورد آن‌ها با یکدیگر ت) جوانه زنی یک دوقلویی که باعث تحریک دوقلویی در دانه مجاور شده است.



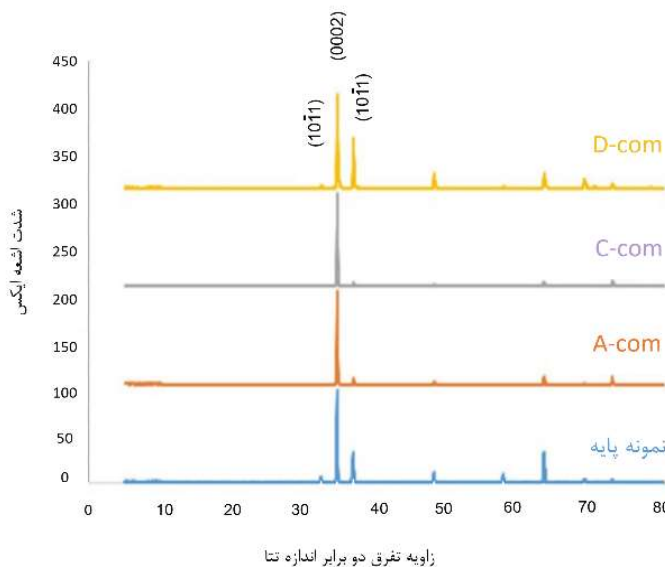
شکل ۸: نحوه‌ی توزیع ذرات فاز ثانویه در نمونه‌ی نانوکامپوزیت الف و ب) در سمت پیشرو در ناحیه‌ی همزنی پ) در قسمت پایین ناحیه‌ی همزنی به صورت پراکنده و ت) به صورت آگلومره‌های بسیار ریز.

ایجاد خوشه‌هایی به صورت نوار را دارند که به این نوار، ناحیه برش نرم می‌گویند [۲۰].

آنالیز پراش اشعه ایکس

آنالیز پراش اشعه ایکس برای سطح مقطع عرضی نمونه‌های کامپوزیتی و فلز پایه در شکل ۹ آورده شده است. در این نمودارها علاوه بر پیک‌های قوی منیزیم به عنوان فاز زمینه، پیک‌های دیگری نیز در سراسر ناحیه فرایند اصطکاکی همزنی قابل مشاهده است. با انجام آنالیز پراش اشعه ایکس مشخص شد که در نمونه‌های کامپوزیتی ترکیبات بین فلزی جدیدی تشکیل نشده است. همچنین با مقایسه نمودارها با یکدیگر می‌توان مشاهده کرد که در سرعت‌های دوران متفاوت، شدت برخی از پیک‌ها کم است که این مورد نشان دهنده انحلال فاز $Mg_{17}Al_{12}$ است. همچنین در کامپوزیت‌هایی که تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته‌اند، پیک (۰۰۲) از پیک (۱۰۱۰) قویتر است که نشان می‌دهد که جهت‌گیری ترجیحی دانه (بافت) (۰۰۲) هنوز هم وجود دارد. گزارش‌های قبلی نشان داده‌اند که تشکیل بافت قاعده‌ای قوی به سیلان شدید مواد و تنش برشی ایجاد شده توسط چرخش بین استوانه‌ای نسبت داده شده است و بنابراین (۰۰۲) تقریباً موازی با سطح بین استوانه‌ای است. در سرعت دوران ۱۵۰۰ و قطر شانه ۱۶ شدت پیک (۱۰۱۰) نسبت به نمونه‌های کامپوزیتی دیگر بیشتر شده است که نشان می‌دهد با افزایش دما تبلور مجدد دینامیکی کامل‌تر شده است و در نتیجه جهت‌گیری تصادفی بیشتر می‌گردد [۲۱].

همانطور که در شکل ۸ در قسمت الف مشاهده می‌شود؛ در دانه‌های تبلور مجدد دینامیکی رشد صورت نگرفته است. عدم رشد دانه‌های تبلور مجدد دینامیکی را می‌توان احتمالاً به اثر بین‌کنندگی زهر نسبت داد چرا که ذرات با اندازه کمتر از ۱ میکرومتر بر روی مرز دانه‌ها اثر بین‌کنندگی زهر را دارند. در واقع این ذرات ریز با جلوگیری از صعود نابجایی‌ها مانع از مهاجرت مرز دانه‌های با زاویه زیاد شده و رشد دانه را محدود می‌کنند. علاوه بر اثر زهر می‌توان این دانه‌های ریز را به سیلان موضعی ورق در اثر تشکیل باندهای برشی نسبت داد. با ادامه تغییر شکل و اعمال کرنش بالاتر، دانه‌هایی که جهت‌گیری ترجیحی برای دوقلویی را دارند به صورت جزئی دوباره جهت‌گیری می‌کنند به گونه‌ای که لغزش قاعده‌ای به راحتی فعال شود. در چنین دانه‌هایی، تقاطع باند دوقلویی و مرز دانه‌ها و همچنین فعالیت بالاتر سیستم‌های لغزش ممکن است منجر به ایجاد بیشتر دانه‌های جدید از طریق تبلور مجدد دینامیکی گردد. اگر باند برشی به مناطق بدون کار سختی برسد، ممکن است با ایجاد یک پل به محل دانه‌های جدید کشیده شوند. لازم به ذکر است که این باندهای مشاهده شده در یک ماده ایزوتروپیک ناشی از بیثباتی پلاستیک به دلیل محدودیت‌های تغییر شکل است. برخی از محققین پیشنهاد کردند که این باندها نتیجه تبلور مجدد چرخشی در هنگام کار داغ است. عملکرد سیستم‌های غیرقاعده‌ای در دانه‌های جدید تشکیل شده ممکن است که موجب چرخش دانه‌ها در مجاورت مرز دانه‌ها شوند و با تغییر شکل تحمیلی سازگار شوند. دانه‌های متبلور شده تمایل به



شکل ۹: آنالیز پراش اشعه ایکس برای نمونه پایه و نمونه‌های کامپوزیتی.

بررسی خواص مکانیکی

ارتباط بین اندازه دانه و سختی

چهار مکانیزم برای استحکام‌دهی کامپوزیت‌های تولید شده به وسیله ذرات تقویت‌کننده پیشنهاد شده است. استحکام‌دهی از طریق مرزدانه (هال-پچ)، پین شدن نابجایی‌ها توسط ذرات، اختلاف انبساط حرارتی بین زمینه و تقویت‌کننده، رفتار تغییر شکل غیرمشابه بین زمینه و تقویت‌کننده. در آلیاژ AZ31 مقدار کمی فاز رسوبی وجود دارد. بنابراین مقدار سختی از طریق اندازه دانه و چگالی نابجایی‌ها به دست می‌آید. معادله زیر توسط برخی محققین برای سختی آلیاژ AZ31 برای نمونه‌های با اندازه دانه کمتر از ۸ میکرومتر تحت فرایند اصطکاکی همزنی گزارش شده است. از اینرو می‌توان مقدار سختی را به صورت تئوری محاسبه کرد سپس با مقدار تجربی مقایسه کرد.

معادله ۱ برای استحکام‌دهی از طریق مرزدانه است و دارای وابستگی مستقیم به اندازه دانه (d) در ناحیه همزنی می‌باشد. مقدار تجربی سختی تحت تأثیر استحکام‌دهی از طریق مرزدانه و نابجایی‌های ناشی از اختلاف ضریب انبساط حرارتی زمینه و تقویت‌کننده قرار می‌گیرد [۲۲].

بر اساس معادله ۱ سختی قبل و بعد از تولید کامپوزیت در جدول ۵ آورده شده است. مطابق با جدول ۵ مقادیر سختی تئوری با سختی تجربی یا به صورت حدودی با هم برابر بوده و یا اختلاف بسیار زیادی با هم دارند.

$$H_V = 40 + 72d^{1/2} \quad (1)$$

نمونه‌های کامپوزیتی به علت داشتن سطح آزاد بسیار زیاد، از انرژی بسیار بالایی برخوردارند. این ذرات برای کاستن انرژی خود تمایل شدیدی به آگلومره شدن دارند. در صورت استفاده از روش شیار باریک و اضافه کردن مستقیم ذرات تقویت‌کننده درون این شکاف، احتمال آگلومره شدن ذرات بسیار بالا خواهد بود. از آنجا که توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده درون ساختار بر خواص کامپوزیت نهایی بسیار مؤثر است، لذا آگلومره شدن ذرات تقویت‌کننده با افزایش اندازه مؤثر ذرات، موجب کاهش خواص نهایی و کارایی آنها خواهد شد [۲۳].

مقایسه‌ی نمونه‌ها در جدول ۵ نتیجه‌گیری شد که میزان سختی در نمونه‌های فاقد پودر در حدود ۳۶ درصد و در نمونه‌های کامپوزیتی در حدود ۲۷/۵۷ درصد افزایش یافته است. با مشاهده تصاویر ریزساختاری از نمونه‌های کامپوزیتی و مقایسه میزان سختی آنها نتیجه‌گیری شد که در نمونه‌های C-com و D-com میزان آگلومره‌ها نسبت به سایر نمونه‌ها کمترین میزان خود را داشته چرا که اختلاط تقریباً به صورت کامل انجام شده است.

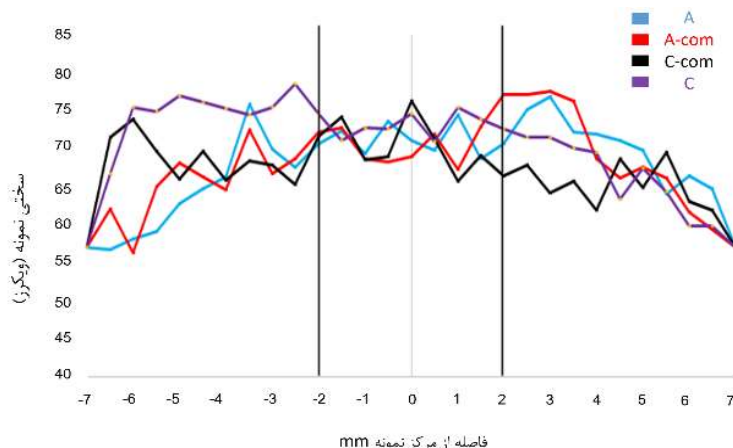
همچنین مقایسه‌ی نمونه‌ها در جدول ۵ نشان می‌دهد که نمی‌توان رابطه‌ای بین اندازه دانه و سختی پیدا کرد. پژوهش‌های پیشین نشان دادند که به علت تنش برشی بحرانی مختلف در صفحات و جهات بلوری متفاوت، جهت‌گیری بلوری بر روی مقادیر سختی تأثیرگذار می‌باشد. همچنین در ناحیه همزنی به دلیل سیکل حرارتی و همزدن مکانیکی فاز $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ در زمینه حل می‌شود که به صورت غیرمستقیم باعث کاهش میکروسختی در ناحیه همزنی می‌شود. با توجه به پروفیل سختی در شکل ۱۰ و شکل ۱۱ از بین فازهای سخت، اندازه دانه و جهت‌گیری بلوری و چگالی نابجایی‌ها که همگی بر روی سختی تأثیر گذارند، فاکتور تعیین‌کننده‌ای در افتی که در انتهای پین در بعضی از نمونه‌ها مشاهده می‌گردد قابل شناسایی نیست [۲۴].

به منظور بررسی خواص مکانیکی از نمونه‌های تست کشش استفاده شد. خواص کششی به فاکتورهای ریزساختاری مختلفی از جمله اندازه دانه، دانسیته نابجایی‌ها و تقابل بین زمینه و تقویت‌کننده و جهت‌گیری بلوری بستگی دارد. جهت‌گیری بلوری در طول تست کشش بر روی تغییر شکل پلاستیک تأثیر به‌سزایی دارد. زیرا تغییر شکل پلاستیک از لغزش در صفحه‌های فشرده با حداکثر تنش برشی تفکیک شده بحرانی ناشی می‌شود [۲۵].

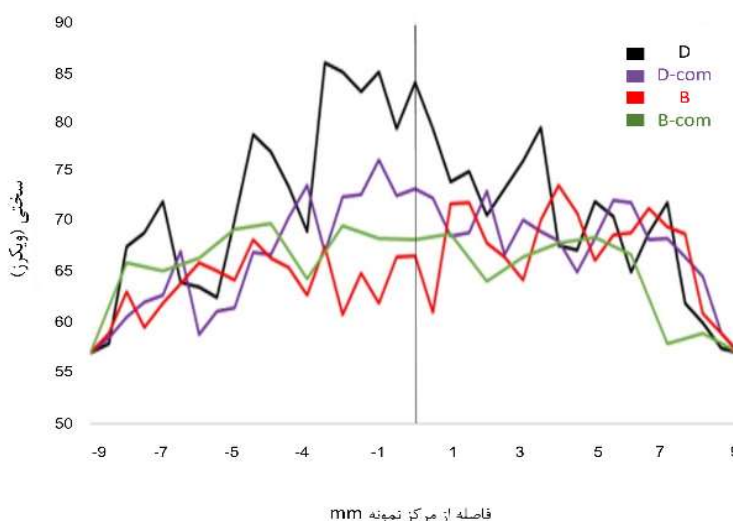
شکل ۱۲ نمودارهای الف) انعطاف‌پذیری، ب) تنش تسلیم و ج) استحکام تسلیم را برای نمونه‌های مختلف تحت شرایط متفاوت نشان می‌دهد. مقایسه نمونه‌ها با نمونه پایه مطابق با شکل ۱۲ نشان می‌دهد که در یک سرعت دوران ثابت با افزایش قطر شانه انعطاف‌پذیری کاهش پیدا می‌کند. همچنین افزودن پودر به نمونه‌ها باعث کاهش بیشتر انعطاف‌پذیری می‌گردد.

جدول ۵: توزیع اندازه دانه و مقدار سختی تحت پارامترهای مختلف

نمونه	پایه	اول	اول کامپوزیتی	دوم	دوم کامپوزیتی	سوم	سوم کامپوزیتی	چهارم	چهارم کامپوزیتی
اندازه دانه (میکرومتر)	۵۰ و ۸	۵/۴	۵/۴۲	۴/۴۷	۵	۳/۵	۳/۷	۶	۵
سختی تئوری (ویکرز)	-	۷۱/۱	۷۰/۹	۷۳/۲	۷۲/۲	۷۵/۱	۷۷/۴	۶۹/۳۹	۷۲/۲



شکل ۱۰: نمودار میکروسختی برای نمونه‌های کامپوزیتی و فاقد پودر با قطر شانه ۱۲ میلی‌متر.



شکل ۱۱: نمودار میکروسختی برای نمونه‌های کامپوزیتی و فاقد پودر با قطر شانه ۱۶ میلی‌متر.

اگرچه اساساً گرافن معمولاً با اهدافی نظیر تقویت خواص مکانیکی، کاهش وزن (نسبت به سایر افزودنی‌ها برای ساخت کامپوزیت)، بهبود خواص حرارتی (به دلیل هدایت حرارتی بالا)، بالا بردن مقاومت در برابر خوردگی و افزایش طول عمر ماده در محیط‌های خورنده، ایجاد پیوندهای قوی‌تر بین ذرات و ماتریس در اثر توزیع یکنواخت و کاهش دمای مورد نیاز برای انجام فرایند اصطکاکی همزنی به آلیاژهای منیزیم اضافه می‌شود اما تحت شرایطی نظیر آنچه در شکل ۱۲ مشخص است؛ ممکن است افزودن ذرات گرافن به آلیاژ منیزیم در حین انجام فرایند اصطکاکی همزنی منجر به کاهش خواص مکانیکی گردد. از جمله این دلایل می‌توان به موارد ذیل اشاره نمود: الف) آگلومره شدن ذرات گرافن؛ یکی از مشکلات رایج در افزودن ذرات نانومواد گرافن، تمایل آن‌ها به آگلومره شدن است. این تجمع می‌تواند منجر به توزیع غیریکنواخت و کاهش سطح تماس بین ذرات گرافن و ماتریس آلیاژ منیزیم شود که در نتیجه تأثیر مثبت آن‌ها بر خواص مکانیکی را کاهش می‌دهد.

مطابق با شکل ۱۲ افزایش قطر شانه، تنش تسلیم و استحکام نهایی را افزایش می‌دهد. با توجه به رابطه هال-پچ، تنش تسلیم به عنوان تابعی از اندازه دانه معرفی می‌شود. در واقع با کاهش اندازه دانه تنش تسلیم افزایش می‌یابد. همچنین تنش تسلیم بر اساس مقدار فاکتور اشمید و تنش برشی تفکیک شده بحرانی تعیین می‌شود. در حالی که استحکام کششی عمدتاً تحت تأثیر کار سخت شدن و رفتار شکست در مناطق ضعیف قرار دارد. مقایسه نمودارها نشان می‌دهد که نمونه C-com با انعطاف‌پذیری، تنش تسلیم و استحکام کششی به ترتیب ۳۱/۷۴، ۲۳۶/۹۱ و ۲۵۷/۰۷۷۶ مگاپاسکال بهترین خواص مکانیکی را دارد. این ویژگی‌ها را می‌توان به به بهبود ریزساختار نظیر پراکنده شدن تقویت‌کننده به طور یکنواخت که باعث افزایش موانع برای حرکت نابجایی‌ها و عدم آگلومره و پیوند خوب بین تقویت‌کننده و زمینه می‌گردد؛ نسبت داد چراکه آگلومره‌های گرافن موجب ایجاد تخلخل و عدم سیلان یکنواخت در هنگام تغییر شکل پلاستیک می‌شوند [۲۶].

نمونه پایه و نمونه C دارای دو مرحله کارسختی متفاوت هستند. به اینصورت که با افزایش کرنش، یک افزایش ناگهانی در توان کرنش سختی وجود دارد و عدد اندازه دانه نسبتاً بالا است. دلیل آن را می‌توان به مکانیزم‌های مختلفی که در محدوده کرنش بالا عمل می‌کنند مرتبط کرد. با توجه به پژوهش‌های پیشین در کرنش بالاتر، با تکثیر بیشتر نابجایی‌ها و پتانسیل بافت قاعده‌ای دوباره تکامل یافته، مکانیزم دیگری مانند دوقلویی انقباضی و لغزش در راستای قطر وجوه جانبی هرم ساختار کریستالی هگزاگونال درگیر می‌شوند که ممکن است به طور قابل توجهی توان کارسختی را افزایش دهند [۲۷].

شکل ۱۴ و جدول ۷ به ترتیب منحنی تنش-کرنش مهندسی فلز پایه و برخی از نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده تحت شرایط مختلف و محل شکست نمونه‌ها را نشان می‌دهند. همانطور که در جدول ۷ مشاهده می‌گردد محل شکست در ناحیه‌ای بین ناحیه‌ی همزنی و ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی است. طبق نتایج محققین پیشین، شکست در نمونه‌های آلیاژ AZ31 لزوماً در مناطقی که کمترین سختی را دارند اتفاق نمی‌افتد و علاوه بر فاکتور سختی، بافت نیز تعیین‌کننده‌ی منطقه شکست است. مطابق با نتایج گزارش شده شکست در ناحیه‌ای بین ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی و ناحیه همزنی به علت تغییرات قابل توجه بافت که ناشی از ناسازگاری تغییر شکل پلاستیک است؛ اتفاق می‌افتد. همچنین فرایند اصطکاکی همزنی باعث جهت‌گیری مناسب بیشتر دانه‌ها در ناحیه اطراف ناحیه همزنی برای لغزش قاعده‌ای و دوقلویی کششی می‌شود. به همین دلیل در نمونه‌های تست کشش عرضی نرمترین بخش اطراف ناحیه همزنی است و در نتیجه مرز میان ناحیه متأثر از فرایند ترمومکانیکی و ناحیه همزنی محل شکست در نمونه‌های تست کشش عرضی است [۲۸].

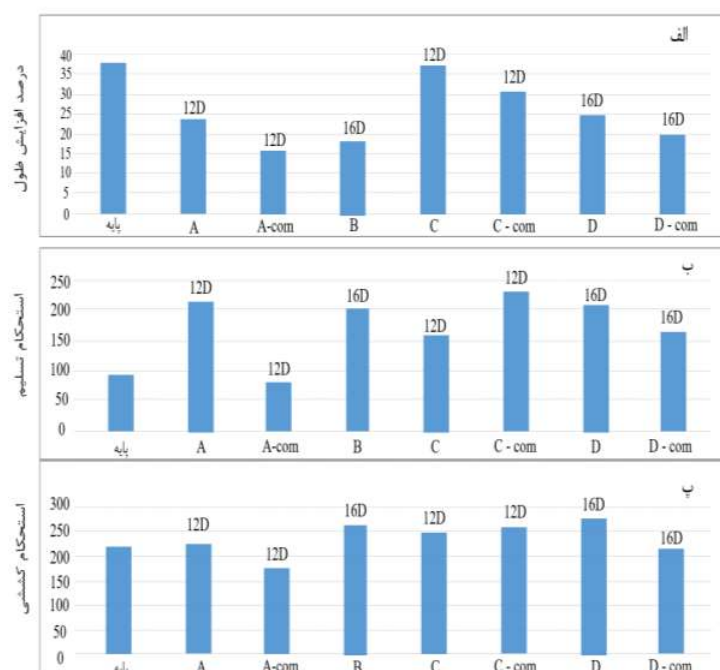
ب) عدم انحلال مناسب: در فرایند اصطکاکی همزنی، اگر ذرات گرافن به طور مناسب در ماتریس آلیاژ منیزیم توزیع نشوند، نمی‌توانند به خوبی با ساختار کریستالی آلیاژ تعامل کنند. این موضوع می‌تواند منجر به کاهش اثر تقویت‌کنندگی گرافن شود.

پ) تأثیر حرارت بر خواص گرافن: در طی فرایند اصطکاکی همزنی، حرارت بالا می‌تواند باعث تخریب یا تغییر ساختار ذرات گرافن شود. این حرارت بالا نیز می‌تواند خواص مکانیکی گرافن را تحت تأثیر قرار دهد و باعث کاهش اثر تقویت‌کنندگی آن گردد.

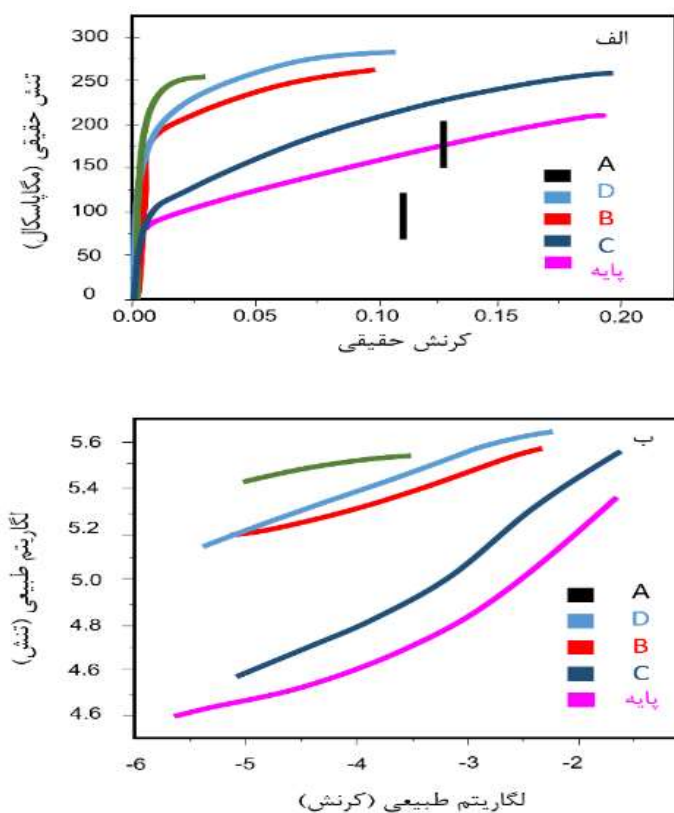
ت) تداخل با ساختار کریستالی: افزودن ذرات گرافن می‌تواند به ایجاد تنش‌های داخلی و اختلال در ساختار کریستالی آلیاژ منیزیم منجر شود. این تنش‌ها نیز ممکن است مانع از بهبود خواص مکانیکی شوند.

منحنی‌های کرنش سختی

استحکام کششی تحت تأثیر کرنش سختی نمونه‌ها قرار دارد. به‌منظور تعیین کرنش سختی، نمونه‌های تست کشش موازی با راستای ناحیه فرایند اصطکاکی همزنی شده و از مرکز این ناحیه انتخاب شدند، چرا که در این ناحیه توزیع اندازه دانه همگن بود. با توجه به نمودارهای تست کشش مشاهده گردید که انعطاف‌پذیری نمونه‌ها نسبت به نمونه‌ی پایه کاهش پیدا کرده است. کاهش انعطاف‌پذیری را می‌توان به ریزدانه شدن نمونه‌ها به دلیل مکانیزم تبلور مجدد نسبت داد. در واقع با کاهش اندازه دانه‌ها، مرزدانه‌ها بیشتر شده و میانگین حرکت نابجایی‌ها کاهش پیدا می‌کند. در نتیجه تجمع نابجایی‌ها در مرزدانه‌ها شروع می‌شود. فاصله حرکت نابجایی‌ها تعیین‌کننده توان کارسختی است که با کاهش اندازه دانه، کم می‌شود. کاهش توان کار سختی نشان‌دهنده کاهش تمایل نمونه‌ها برای تغییر شکل پلاستیک است. همانطور که در شکل ۱۳ و جدول ۶ مشاهده می‌گردد



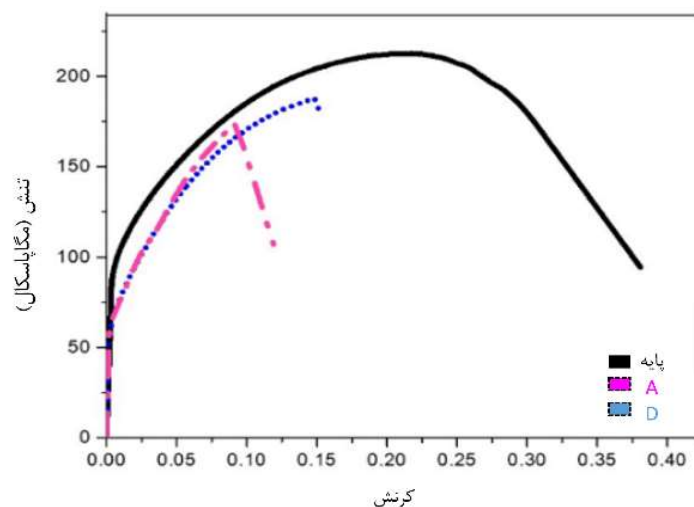
شکل ۱۲: نمودارهای الف) ازدیاد طول، ب) تنش تسلیم و پ) استحکام تسلیم برای نمونه‌های مختلف.



شکل ۱۳: منحنی تنش-کرنش حقیقی و ب) نمودار لگاریتم طبیعی تنش-کرنش نمونه پایه و نمونه تحت فرایند اصطکاکی همزنی قرار گرفته با سرعت دوران و قطر شانه متفاوت و سرعت پیشروی ثابت.

جدول ۶: توان کارسختی نمونه‌های مختلف

نمونه	پایه	A	B	C	D
توان کارسختی	۰/۳۶ و ۰/۲	۰/۱	۰/۱۳	۰/۱۴ و ۰/۳۸	۰/۱۱



شکل ۱۴: منحنی تنش-کرنش مهندسی نمونه پایه و نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده تحت پارامترهای مختلف.

جدول ۷: تصاویری از ناحیه شکست نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده

نمونه/ خواص	استحکام کششی نهایی (مگاپاسکال)	افزایش طول (میلی‌متر)
A	۱۷۳/۱۲۷۷	۰/۱۱۹۱
		
D	۱۸۷/۳۱۶۲	۰/۱۵۲۲
		

References

- [1] Froes FH, Eliezer D, Aghion E. The science, technology, and applications of magnesium. JOM. 1998 Sep 1;50(9):30-4.
- [2] Zhou T, Yang M, Zhou Z, Hu J, Chen Z. Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified/powder metallurgy Mg-6Zn and Mg-6Zn-5Ca at room and elevated temperatures. Journal of Alloys and Compounds. 2013 Feb 5; 560:161-6.
- [3] Mironov S, Onuma T, Sato YS, Yoneyama S, Kokawa H. Tensile behavior of friction-stir welded AZ31 magnesium alloy. Materials Science and Engineering A. 2016 Oct 16; 679:272-81.
- [4] Mironov S, Onuma T, Sato YS, Kokawa H. Microstructure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy. Acta Materialia. 2015 Sep 5; 100:301-12.
- [5] Bagheri B, Abbasi M, Abdollahzadeh A. Microstructure and mechanical characteristics of AA6061-T6 joints produced by friction stir welding, friction stir vibration welding and tungsten inert gas welding: A comparative study. International Journal of Minerals Metallurgy and Materials. 2021 Mar 1;28(3):450-61.
- [6] Fakih MA, Mustapha S, Tarraf J, Ayoub G, Hamade R. Detection and assessment of flaws in friction stir welded joints using ultrasonic guided waves: experimental and finite element analysis. Mechanical Systems and Signal Processing. 2017 Sep 23; 101:516-34.
- [7] Yang J, Wang D, Xiao BL, Ni DR, Y Z MA. Effects of rotation rates on microstructure, mechanical properties, and fracture behavior of friction Stir-Welded (FSW) AZ31 magnesium alloy. Metallurgical and Materials Transactions A. 2012 Aug 21;44(1):517-30.
- [8] Yang XY, Miura H, Sakai T. Dynamic Nucleation of New Grains in Magnesium Alloy during Hot Deformation. Materials Science Forum. 2003 Mar 15;419-422:515-20.
- [9] Navazani M, Dehghani K. Investigation of microstructure and hardness of MG/TiC surface composite fabricated by friction stir processing (FSP). Procedia Materials Science. 2015 Jan 1; 11:509-14.
- [10] Yang J, Xiao BL, Wang D, Ma ZY. Effects of heat input on tensile properties and fracture behavior of friction stir welded Mg-3Al-1Zn alloy. Materials Science and Engineering A. 2009 Oct 1;527(3):708-14.

۴. نتیجه‌گیری

فرایند اصطکاک همزنی باعث ایجاد ساختار ریزدانه و همگن در همه‌ی نمونه‌ها شد. در نمونه‌های با سرعت دوران بالاتر اکسید گرافن به صورت کاملاً یکنواخت و همگن در زمینه پراکنده شد. اندازه دانه در نمونه‌ها به حدود ۳/۵-۶ میکرومتر رسید. افزایش قطر شانه باعث افزایش گرمای ورودی و در نتیجه رشد دانه‌ها گردید. در نمونه‌ی D-com به دلیل سرعت دوران و قطر شانه بالا در ناحیه همزنی دوقلوئی مشاهده گردید. افزایش سختی در نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده به حدود ۳۶ درصد و در نمونه‌های کامپوزیتی به حدود ۲۸ درصد رسید. مقایسه نتایج تست کشش مربوط به نمونه‌های فرایند اصطکاکی همزنی شده با نمونه‌های نانوکامپوزیتی نشان داد که در یک سرعت دوران ثابت با افزایش قطر شانه انعطاف‌پذیری کاهش پیدا می‌کند. همچنین افزودن پودر به نمونه‌ها باعث کاهش بیشتر انعطاف‌پذیری می‌گردد. علاوه بر این افزایش قطر شانه در یک سرعت دوران ثابت باعث افزایش استحکام کششی می‌شود. در نمونه‌ی C-com انعطاف‌پذیری به اندازه ۱۶ درصد کاهش و استحکام کششی در حدود ۲۱ درصد افزایش پیدا کرد که می‌توان علت این موضوع را به بهبود ریزساختار نظیر پراکنده شدن ذرات تقویت‌کننده به طور یکنواخت در زمینه که باعث افزایش موانع برای حرکت نابجایی‌ها می‌گردد و همچنین عدم ایجاد آگلومره و پیوند خوب بین تقویت‌کننده و زمینه نسبت داد.

- [11] Peng J, Zhang Z, Liu Z, Li Y, Guo P, Zhou W, et al. The effect of texture and grain size on improving the mechanical properties of Mg-Al-Zn alloys by friction stir processing. *Scientific Reports*. 2018 Mar 2;8(1).
- [12] Huang K, Logé RE. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*. 2016 Sep 9; 111:548–74.
- [13] Elangovan K, Balasubramanian V. Influences of tool pin profile and tool shoulder diameter on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminum alloy. *Materials & Design (1980-2015)*. 2007 Feb 23;29(2):362–73.
- [14] Wen W, Kuaishu W, Qiang G, Nan W. Effect of friction stir processing on microstructure and mechanical properties of cast AZ31 magnesium alloy. *Rare Metal Materials and Engineering*. 2012 Sep 1;41(9):1522–6.
- [15] Xiao L, Liu L, Zhou Y, Esmaeili S. Resistance-Spot-Welded AZ31 Magnesium Alloys: Part i. Dependence of fusion zone microstructures on Second-Phase particles. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2010 Mar 26;41(6):1511–22.
- [16] Sadeghi A, Pekguleryuz M. Recrystallization and texture evolution of Mg–3%Al–1%Zn– (0.4–0.8) %Sr alloys during extrusion. *Materials Science and Engineering A*. 2010 Nov 4;528(3):1678–85.
- [17] Dixit N, Xie KY, Hemker KJ, Ramesh KT. Microstructural evolution of pure magnesium under high strain rate loading. *Acta Materialia*. 2015 Jan 23; 87:56–67.
- [18] Hou D, Liu T, Luo L, Lu L, Chen H, Shi D. Twinning behaviors of a rolled AZ31 magnesium alloy under multidirectional loading. *Materials Characterization*. 2016 Dec 23; 124:122–8.
- [19] Saikrishna N, Reddy GPK, Munirathinam B, Dumpala R, Jagannatham M, Sunil BR. An investigation on the hardness and corrosion behavior of MWCNT/Mg composites and grain refined Mg. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2018 Mar 1;6(1):83–9.
- [20] Hofstetter J, Rüedi S, Baumgartner I, Kilian H, Mingler B, Povoden-Karadeniz E, et al. Processing and microstructure–property relations of high-strength low-alloy (HSLA) Mg–Zn–Ca alloys. *Acta Materialia*. 2015 Aug 12; 98:423–32.
- [21] Xin R, Li B, Liao A, Zhou Z, Liu Q. Correlation between texture variation and transverse tensile behavior of Friction-Stir-Processed AZ31 mg alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2012 Mar 7;43(7):2500–8.
- [22] Azizieh M, Kokabi AH, Abachi P. Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al₂O₃ nanocomposites fabricated by friction stir processing. *Materials & Design (1980-2015)*. 2010 Nov 30;32(4):2034–41.
- [23] Baig Z, Mamat O, Mustapha M. Recent progress on the dispersion and the strengthening effect of carbon nanotubes and Graphene-Reinforced metal nanocomposites: a review. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences/CRC Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*. 2016 Dec 20;43(1):1–46.
- [24] Lan FY, Chen HM, Guo WP, Zhang J, Jin YX. Effects of friction stir processing on mechanical properties and damping capacities of AZ31 magnesium alloys. *IOP Conference Series Materials Science and Engineering*. 2017 Sep 1; 230:012013.
- [25] Park SHC, Sato YS, Kokawa H. Effect of micro-texture on fracture location in friction stir weld of Mg alloy AZ61 during tensile test. *Scripta Materialia*. 2003 May 13;49(2):161–6.
- [26] Liu D, Tang Y, Shen M, Hu Y, Zhao L. Analysis of Weak Zones in Friction Stir Welded Magnesium Alloys from the Viewpoint of Local Texture: A Short Review. *Metals*. 2018 Nov 20;8(11):970.
- [27] Nieto A, Bisht A, Lahiri D, Zhang C, Agarwal A. Graphene reinforced metal and ceramic matrix composites: a review. *International Materials Reviews*. 2016 Oct 27;62(5):241–302.
- [28] Woo W, Choo H, Prime MB, Feng Z, Clausen B. Microstructure, texture and residual stress in a friction-stir-processed AZ31B magnesium alloy. *Acta Materialia*. 2008 Feb 7;56(8):1701–11.