

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



Improvement of surface characteristics of AZ31 magnesium alloy by surface compositing with MWCNT using friction stir processing

Abstract

In this study surface composites of AZ31 magnesium alloy with multi wall carbon nano tube (MWCNT) was produced by friction stir processing (FSP) method. Investigated parameters included rotation speed (500-1500 rpm), transverse speed (12-44 mm/min), number of passes (1-4) and weight percentage of CNTs (0-2%). Micro-hardness test, optical metallography, fields emission scanning electron microscopy (FESEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis was used for characterization of the specimens. Proper range of rotational and transvers speeds were found to be 870-1140 rpm and 12-24 mm/min, respectively. The maximum hardness of unreinforced FSPed sample was about 60 HV and the grain size in the stir zone was less than 5 microns which were obtained at transverse speed of 24 mm/min and rotational speed of 870 rpm. Zener-Holloman parameters for experiments were calculated and the minimum value was related to the transverse speed of 12-24 mm/min and rotational speed of 870 rpm. Hence, the finest grain sample was realized experimentally and theoretically. The most homogenous structure was related to the 3 passes FSPed sample witch showed a hardness of 69 HV. The best CNT content was found to be 2 wt% which yielded the highest hardness in this study. FESEM micrographs confirmed the acceptable distribution of CNTs in the matrix after 3 FSP passes.

Keywords: Friction stir processing (FSP), cabon nano tube (CNT), Surface composite, Zener-Holloman parameter

بهبود خصوصیات سطحی آلیاژ منیزیم AZ31B با کامپوزیت سازی سطحی با نانولوله های کربنی به روش فرایند اصطکاکی اغتشاشی

چکیده

در این تحقیق به بررسی کامپوزیت سازی سطح آلیاژ منیزیم AZ31B با CNT به روش FSP پرداخته شد. پارامترهای مورد بررسی عبارت بودند از سرعت چرخش (500-1500 rpm)، سرعت پیشروی (12-44 mm/min)، تعداد پاس ها (4-1) و کسر وزنی CNT (2-0%). از تست میکروسختی سنجی، متالوگرافی نوری، FESEM و آنالیز EDS برای مشخصه یابی نمونه‌های تولیدی استفاده شد. محدوده مناسب سرعت پیشروی و سرعت چرخش به ترتیب برابر با 12-24 mm/min و 870-1140 rpm تعیین شد. بالاترین سختی در فرایند FSP بدون کامپوزیت سازی مربوط به سرعت های پیشروی 24 mm/min و سرعت چرخش rpm 870 با سختی حدود 60 ویکرز و اندازه دانه منطقه اغتشاش کمتر از 5 میکرون بود. پارامتر زنر-هولمن برای آزمایشات محاسبه شد و کمترین مقدار به شرایط سرعت های پیشروی 12-24 mm/min و سرعت چرخش rpm 870 مربوط بود و در نتیجه ریزدانه ترین نمونه ها از نظر تجربی و تئوری مشخص شد. همگن ترین ساختار با بیشترین سختی مربوط به حالت سه پاسه با سختی 69 ویکرز بود. بهترین میزان درصد وزنی CNT برابر با 2% وزنی بود که بالاترین سختی را به همراه داشت. تصاویر FESEM مؤید توزیع مناسب CNT ها در زمینه پس از انجام 3 پاس فرایند بود.

کلمات کلیدی: فرایند اصطکاکی - اغتشاشی (FSP)، نانو لوله کربنی (CNT)، کامپوزیت سازی سطحی، پارامتر زنر - هولمن

مقدمه

آلیاژهای منیزیم به دلیل دانسیته پایین و استحکام ویژه بالا، پتانسیل بالایی برای کاربرد در صنایع هوایی و اتومبیل سازی دارند (Zhang, Xiong, Zhang, Qui & Zhang, 2011). متأسفانه منیزیم دارای برخی خواص نامطلوب هم می باشد. از این جمله می توان به مقاومت به خوردگی و سایش ضعیف، مقاومت به خزش پایین، فعالیت شیمیایی بالا، سختی پایین، استحکام کششی کم و انعطاف پذیری پایین اشاره کرد (Gray & Luan, 2002). این عوامل مانع گسترش روز افزون کاربرد منیزیم می باشند. از جمله سختی و مقاومت به سایش در این آلیاژها، نسبت به دیگر فلزات در سطح خیلی پایینی قرار دارد. تحقیقات نشان داده است که با اصلاح شکل و کاهش اندازه دانه، می توان خواص مکانیکی این آلیاژها را بهبود داد (Zhang et al).

یکی از راه های اقتصادی برای استفاده بهینه از مواد، استفاده از زیرلایه هایی با خواص مکانیکی پایین و سطحی با خواص بالاتر است. کامپوزیت سازی سطحی یکی از روش های بهبود خواص سطحی می باشد که در آن سطح یک ماده با خواص مکانیکی معمولی را به روش های مختلفی مثل FSP با یک ماده تقویت کننده مثل ذرات اکسیدی، کاربیدی، نیتریدی، نانوتیوب کربنی و غیره کامپوزیت می کنند (Lim, Shibayanagi & Gerlich, 2009). در این حالت، سطحی سخت با خواص مکانیکی و مقاومت به سایش بالاتر به دست می آید.

در سال های اخیر تحقیقاتی بر روی FSP آلیاژهای منیزیم به مقاصد مختلف انجام شده است. اغلب این تحقیقات بر روی معروف ترین دسته آلیاژهای منیزیم یعنی آلیاژهای کار شده دسته AZxx (منیزیم - آلومینیوم - روی) انجام گردیده است (Woo, Choo, Brown, Liaw & Feng, 2006).

Woo و همکاران (2006) به بررسی تفاوت های بافت و تاثیر این تفاوت ها بر رفتار کششی آلیاژ منیزیم FSP AZ31 شده پرداختند. آنها دریافتند که FSP تاثیر بسزایی بر بافت در آلیاژهای منیزیم دارد و تفاوت بافت در منطقه FSP شده و منطقه انتقالی، تاثیر زیادی بر خواص مکانیکی خواهد گذاشت. Darras (2012) به ایجاد مدلی برای پیش بینی اندازه دانه در آلیاژ منیزیم FSP AZ31 شده پرداخت. به نظر وی یکی از مهمترین دلایلی که از استفاده وسیع FSP و اصلاح موثر ریزساختار جلوگیری می کند، عدم وجود ابرازی برای پیش بینی و انتخاب صحیح پارامترها برای رسیدن به اندازه دانه دلخواه است. Du & Wu (2009) به تولید آلیاژ AZ31 نانوساختار به روش FSP دو پاسه پرداختند. آنها توانستند به اندازه دانه 100 نانومتر بر روی سطح و سختی نهایی در حدود 3 برابر بیشتر از فلز پایه، دست یابند. مکانیزم پیشنهادی آنها برای ایجاد ساختار نانو، تبلور مجدد در دو مرحله FSP بود. Woo, Choo, Prime, Feng & Clausen (2008) در تحقیقی دیگر به بررسی ریزساختار، بافت و تنش باقیمانده در آلیاژ FSP AZ31 شده پرداختند. آنها دریافتند که هرچند FSP تغییر چندانی در سختی و ترکیب شیمیایی منطقه FSP شده و منطقه متأثر از حرارت بوجود نمی آورد، اما تاثیرات قابل توجهی در استحکام کششی، بافت و تنش های باقیمانده دارد. این محققان رابطه بین تغییرات بافت و کاهش استحکام کششی و تاثیر آن بر کاهش تنش باقیمانده در منطقه اغتشاش، را بررسی کردند.

در زمینه کامپوزیت سازی سطحی نیز، تحقیقاتی بر روی برخی آلیاژهای خانواده AZxx از جمله AZ91 و AZ61 انجام شده است. Faraji, Dastani & Mousavi (2011) به بررسی تاثیر پارامترهای فرایند بر ریزساختار و سختی لایه کامپوزیتی AZ91/Al₂O₃ تولید شده به روش FSP پرداختند. در تحقیقی دیگر، Asadi, Faraji & Besharati (2010) به تولید لایه کامپوزیتی AZ91/SiC به روش FSP اقدام نمودند. همچنین در تحقیقی دیگر از Asadi, Faraji, Masoudi & Besharati Givi (2011) به بررسی تاثیر نوع

نانوذرات و تعداد پاس های فرایند در نانوکامپوزیت های تولید شده به روش FSP پرداخته شد. Lee, Huang & Hsieh (2006) نانوکامپوزیتی به روش FSP با استفاده از نانو ذرات SiO_2 (5-10% حجمی) در زیرلایه ای از آلیاژ AZ61 تولید کردند. پدیده کامپوزیت سازی سطحی برای بهبود خواص مکانیکی ورق های فلزی، رویکردی رو به پیشرفت دارد و همانطور که گفته شد، در سال های اخیر استفاده از مواد تقویت کننده نانومتری در این امر هم شروع شده است. نانولوله های کربنی (CNTs)¹ با خواص کم نظیری مثل نسبت سطح به حجم بسیار زیاد، رسانایی فوق العاده، پین کردن مرزخانه ها و بهبود سختی و خواص مکانیکی، پتانسیل بالایی برای استفاده در کامپوزیت سازی سطحی دارد. اگرچه تاکنون مطلبی در زمینه کامپوزیت سازی سطحی آلیاژهای منیزیم با CNT ها گزارش نشده است، اما چند مقاله در مورد کامپوزیت سازی سطحی آلیاژهای آلومینیوم با CNT به روش FSP چاپ شده است که بیانگر تلفیق علم مواد و نانو است (Izadi et al, 2012; Johannes et al, 2006; Lim et al, 2009; Liu et al, 2013). با توجه به آنچه گفته شد، تاکنون به طور کامل و جدی به بررسی کامپوزیت سازی سطحی آلیاژ AZ31B با CNT پرداخته نشده است. از اینرو در این تحقیق به بررسی کامپوزیت سازی سطحی آلیاژ منیزیم AZ31B با CNT پرداخته شد و تاثیر چهار پارامتر سرعت پیشروی ابزار، سرعت چرخش ابزار، درصد وزنی CNT و تعداد پاس ها بر روی دانه بندی و خواص مکانیکی کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفت.

روش پژوهش

ماده اولیه مورد استفاده در این تحقیق آلیاژ اکستروژنه شده منیزیم AZ31B با عرض 80 و ضخامت 20 میلیمتر بود که نمونه هایی به ابعاد $100 \times 40 \times 8 \text{ mm}^3$ از آن تهیه شد. این آلیاژ از دسته آلیاژهای محلول جامد و رسوب سخت شونده است (Lee, Huang & Hsieh, 2006). ترکیب شیمیایی تقریبی ورق توسط آنالیز EDS شناسایی شد و مقدار میانگین آن در جدول 1 ارائه شده است که مشابه با ترکیب استاندارد این آلیاژ بود (Housh & Mikucki, 1990).

جدول 1- ترکیب شیمیایی آلیاژ منیزیم AZ31B به روش EDS.

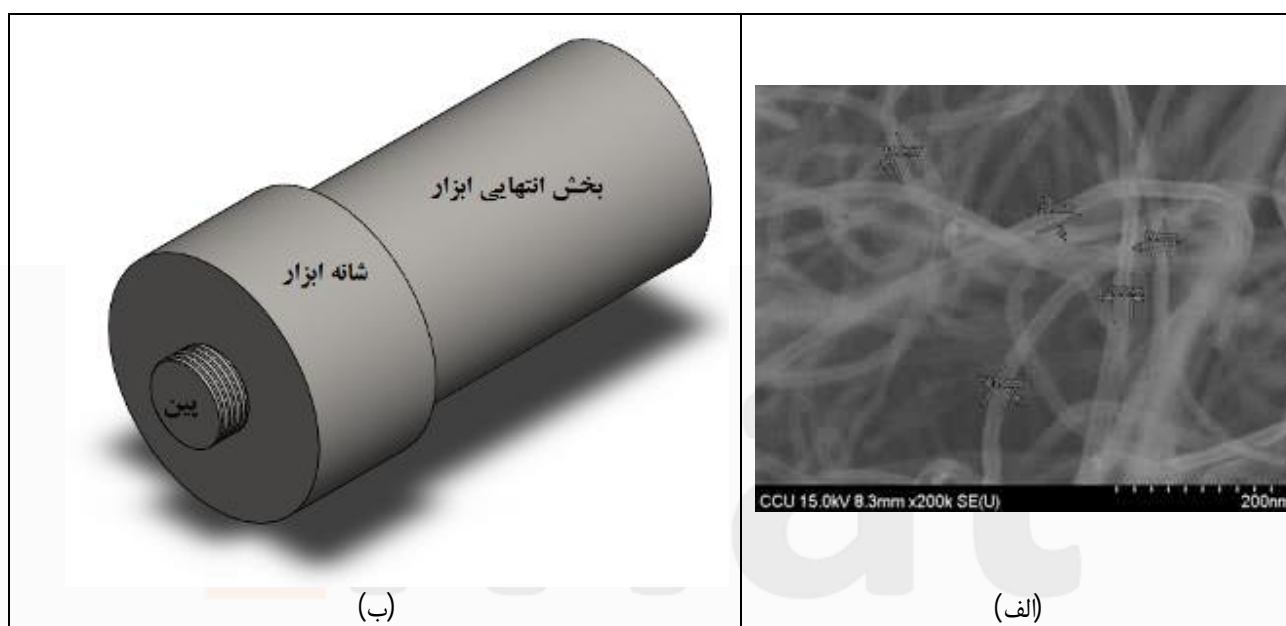
عنصر	Mg	Al	Zn	Si	Ca	Fe	Ni	Cu	Mn
درصد وزنی	94/32	3/61	1/03	0/57	0/13	0/16	0/07	0/09	0/02

تقویت کننده خریداری شده و مورد استفاده در این تحقیق نانوتیوب کربنی چند جداره (MWCNT^2) با خلوص 95% قطر خارجی 20-30 nm، قطر داخلی 5-10 nm، طول 10-30 میکرون، مساحت ویژه $110 \text{ m}^2/\text{g}$ و روش سنتز CVD تولیدی شرکت نوترینو بود. تصویر SEM این نانولوله ها در شکل 1 (الف) نشان داده شده است. پین مورد استفاده از جنس فولاد گرم کار AISI H13 (معادل DIN 1.2344) انتخاب شد. پین پس از آماده سازی و تراشکاری، مورد عملیات حرارتی سخت کاری استاندارد قرار گرفت (Becherer & Witheford, 2000) و سختی آن به حدود HRC 45 رسید. شکل نهایی پین در شکل 1 (ب) قابل مشاهده است. قطر بخش انتهایی

¹ Carbon Nano Tube

² Multi-Wall Carbon Nano Tube

ابزار 15 mm، قطر شانه³ ابزار 18 mm، ارتفاع پین 5 mm، قطر پین 6 mm و گام پیچ در پین برابر با 1 mm و جهت چرخش گام پین به سمت راست بود. دلیل استفاده از پین پیچ دار به دلیل ایجاد اغتشاش و سیلان بیشتر ماده در حین فرایند بر اساس تحقیقات قبلی (Azizieh et al, 2011; Kim et al, 2009; Yu et al, 2011) می باشد. دستگاه مورد استفاده یک دستگاه فرز بود و نمونه توسط فیکسچر دستگاه محکم نگه داشته می شد.



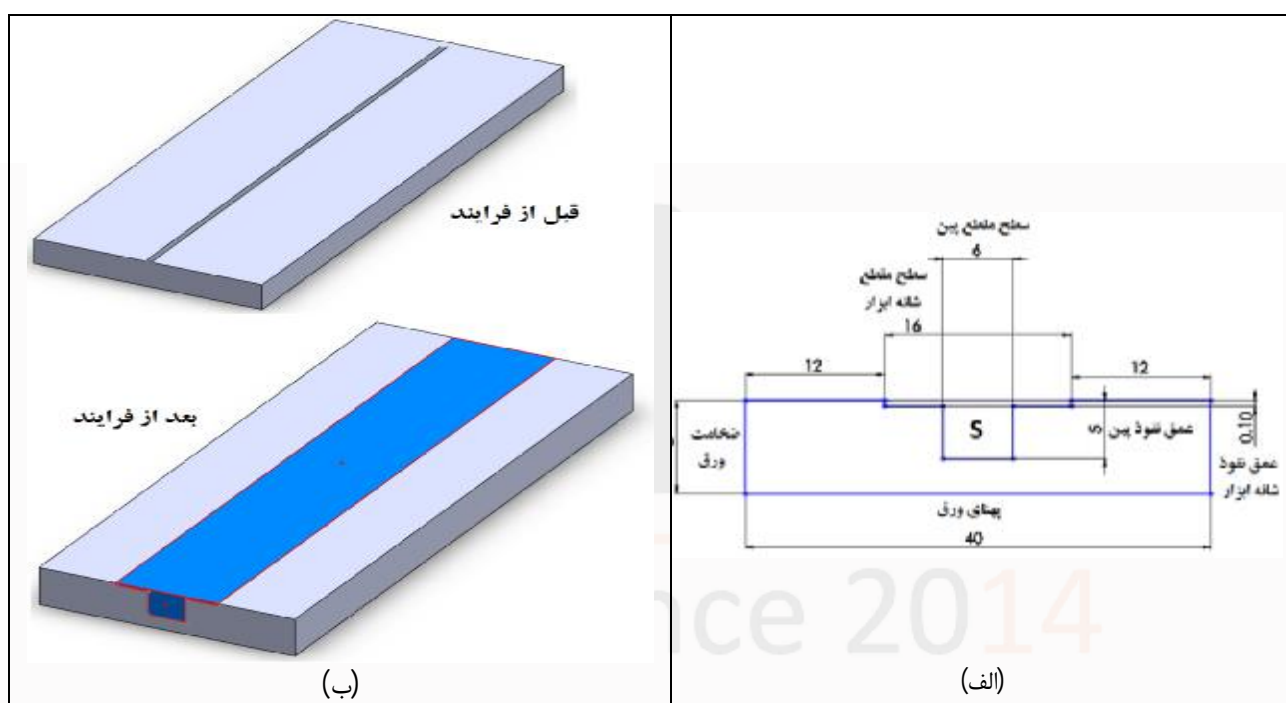
شکل ۱- الف. تصویر SEM از نانولوله های کربنی و ب. تصویر شماتیک پین پیچی مورد استفاده در این تحقیق.

قبل از شروع هر آزمایش، سطح نمونه به خوبی با استفاده از الکل و استون تمیزکاری و چربی زدایی می شد. سپس نانولوله ها در داخل شیار سراسری به عرض 1 mm و عمق 4 mm روی سطح قطعه قرار می گرفت. برای بستن شیار و ممانعت از خروج CNT ها در مرحله FSP از ابزاری بدون پین استفاده می شد (سرعت پیشروی 24 mm/min و سرعت چرخش 870 rpm) که یک بار بر روی نمونه حرکت می کرد. در مرحله بعدی این کار با استفاده از پین اصلی تحت شرایط مشخص شده انجام می شد. جهت خنک کاری از هوای فشرده استفاده شد که به زیر قطعه دمیده می شد. در برخی از منابع، حضور منبع خنک کننده منجر به بهبود خواص مکانیکی شده است (Alavi Nia et al, 2013; Chang et al, 2008; Chang et al, 2007). عمق نفوذ شانه ابزار 0/1 mm میلیمتر و زاویه انحراف ابزار 2 درجه انتخاب شد. جهت چرخش پین راست گرد انتخاب شد چون که در جهت چپ گرد سطح قطعه دچار عیب تونلی می شد.

پارامترهای مورد بررسی سرعت چرخش (870-1140 rpm)، سرعت پیشروی (12-24 mm/min)، کسر وزنی CNT (تا 2% وزنی) و تعداد پاس ها (3-1 پاس) بود که پس از مطالعات زیاد از منابع مختلف استخراج شد.

³ Shoulder

برای کامپوزیت سازی و مشخص کردن میزان وزن CNT مورد استفاده، ابتدا حجم و وزن منطقه کامپوزیتی مشخص شد (این کار در شکل 2 (الف) نشان داده شده است). با انجام محاسبات مربوط به حجم و داشتن چگالی ماده ($1/77 \text{ gr/cm}^3$ برای آلیاژ AZ31B) می توان وزن CNT مناسب را محاسبه کرد. همانطور که در این شکل دیده می شود، منطقه S منطقه کامپوزیت سازی است و از دو مکعب مستطیل تشکیل شده است. باید توجه نمود که پس از عملیات FSP، وسعت منطقه FSP شده ممکن است به دلیل ذوب موضعی کمی بزرگتر شود که در درصد ماده تقویت کننده کمی خطا ایجاد می کند. تصویر نمادین نمونه در قبل و بعد از FSP در شکل 2 (ب) نشان داده شده است.



شکل 2- تصویر نمادین الف. منطقه تحت FSP و ب. نمونه در قبل و پس از FSP با نانولوله کربنی.

پس از انجام آزمایش ها، مقطع عرضی نمونه بریده شده و تست میکروسختی و متالوگرافی بر روی آن انجام می شد. از هر نمونه 7 سختی در منطقه ناگت گرفته و مقدار میانگین گزارش شد. برای بررسی ریزساختاری، نمونه ها تا سنباده با مش 4000 مسطح شده و با پودر آلومینا پالیش می شد. محلول اچ مورد استفاده عبارت بود از $4/2$ گرم پیکریک اسید، 10 میلی لیتر استیک اسید، 70 میلی لیتر اتانول و 10 میلی لیتر آب مقطر (Alavi Nia et al, 2013). نمونه به مدت 30 تا 60 ثانیه در محلول اچ قرار می گرفت. تصویربرداری توسط میکروسکوپ نوری (Nikon Epiphot 300) و میکروسختی سنجی به روش ویکرز با بار 50 گرم از فاصله 1 میلیمتری از سطح با مدت زمان اعمال بار 20 ثانیه (Buehler Micromet 5101) انجام شد. سطوح نمونه های انتخاب شده توسط FESEM آنالیز شد. همچنین به منظور تعیین آنالیز شیمیایی از برخی مناطق آنالیز EDS گرفته شد.

تجزیه و تحلیل داده ها

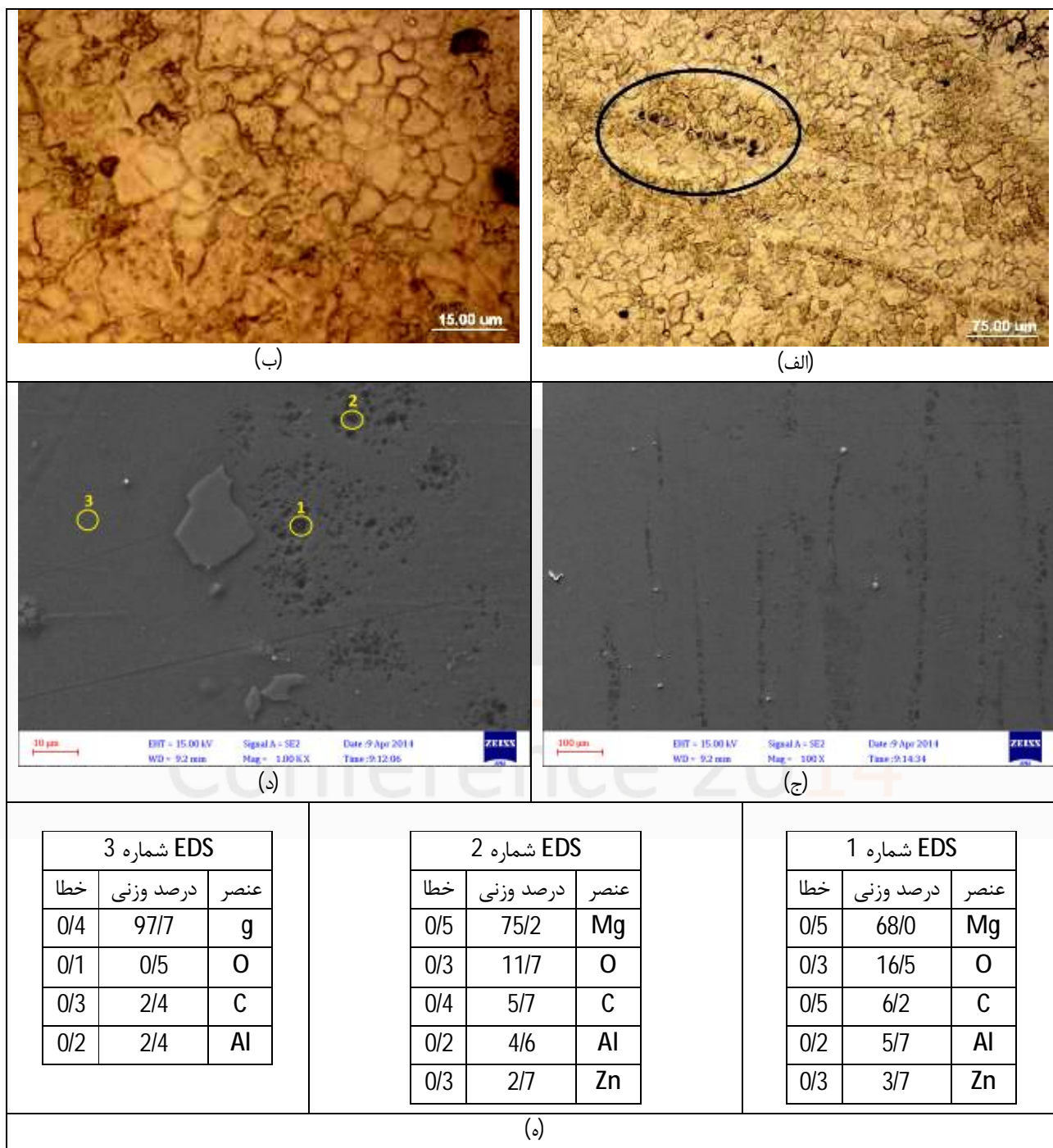
بررسی نمونه خام

پس از سختی سنجی، سختی نمونه خام برابر با 57/3 HV بود. تصاویر متالوگرافی نوری نمونه خام در شکل 3 (الف) و (ب) نشان داده شده است. موردی که در تصاویر (الف) و (ب) می توان مشاهده کرد، وجود یک سری مسیر های با کنتراست های رنگ متفاوت است. این مسیر ها در نمونه قبل از متالوگرافی وجود نداشت و با تکرار عملیات پالیش و اچ از بین نرفتند. احتمال داده می شود این مسیر ها در اثر فرایند شکل دهی قبلی باشد. این فرایند می تواند نورد یا اکستروژن باشد و به همین دلیل منجر به جهت دار شدن ساختار شده است. به نظر می رسد این جهت گیری ساختار منجر به خوردگی ترجیحی در حین فرایند اچ کردن و خورده شدن راحت تر مسیرهای پررنگ، و خوردگی کمتر مسیر های کم رنگ شده اند. برای اطمینان از صحت این فرضیه، تصویربرداری FESEM و آنالیز EDS انجام شد (شکل 3 ج) تا (ه)). به نظر می رسد مسیر های سیاه رنگ ترکیب های اکسیدی و کاربیدی هستند که احتمالاً در هنگام فرایند شکل دهی به سطح قطعه وارد شده اند. البته نکته ای که حائز اهمیت این است که این ترکیبات فقط بر روی سطح نیستند بلکه در بالک نمونه هم وجود دارد زیرا که حتی در مقاطع عرضی متالوگرافی شده هم دیده می شدند. احتمال دیگر، تشکیل این اکسیدها در هنگام ریخته گری شمش اولیه است که البته اطلاعی از آن در دسترس نیست.

آزمایش های مرحله اول (FSP بدون کامپوزیت سازی)

آزمایش های مرحله اول جهت مشخص شدن محدوده دقیق تر پارامترها اولیه (از محدوده سرعت پیشروی 12-44 mm/min و سرعت چرخش 550-1500 rpm) انجام شد تا از عدم ایجاد عیوبی نظیر تونلی شدن، ذوب شدن، افت خواص و غیره اطمینان حاصل شود. این آزمایش ها در یک پاس انجام شد. در این مرحله مشخص شد که در صورت چرخش چپ گرد پین، عیب تونلی سرباز ایجاد می شد. در حالتیکه پین به سمت راست بچرخد، سیلان ماده به سمت بالا می باشد و توسط شانه ابزار مهار می شود. همچنین در این مرحله مشخص شد که سرعت های چرخش 500 rpm و 660 و سرعت های پیشروی 32-44 mm/min به دلیل ایجاد حرارت ناکافی، حالت نیمه جامد ایجاد نمی کنند، اصلاح دانه به خوبی انجام نمی شود و آلیاژ به شدت به اطراف پین می چسبد. در سرعت های پیشروی کمتر از 12 mm/min و سرعت های چرخش بالاتر از 1140 rpm، حالت ذوب شدگی در قطعه ایجاد می شود و حرارت ورودی بسیار بالا است. در انتهای این مرحله مشخص شد که شرایط 870 rpm و 24 mm/min نتایج قابل قبولی ارائه می دهد. نتایج سختی این آزمایش ها در جدول 2 و تصاویر متالوگرافی آنها در شکل 4 نشان داده شده است. همانطور که در جدول 2 دیده می شود، بهترین نتایج در محدوده سرعت پیشروی 12-24 mm/min و سرعت چرخش 870-1140 rpm می باشد. از اینرو این محدوده برای ادامه کار انتخاب شد.

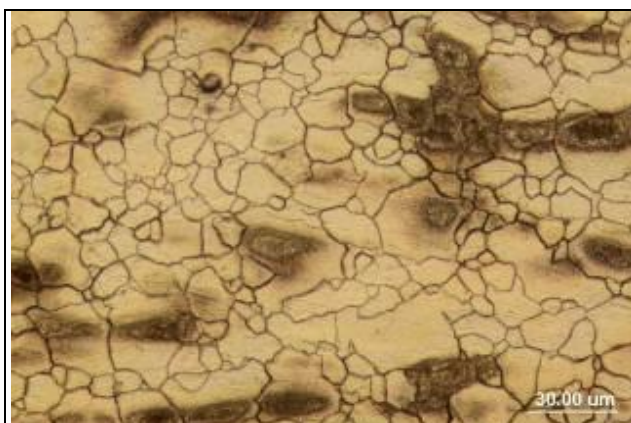
منطقه اغتشاش در نمونه A-1 و A-2 به خوبی ریزدانه شده است و می توان گفت میانگین اندازه دانه های کمتر از 5 میکرون است. از طرفی در HAZ رشد دانه دیده می شود و احتمالاً تبلور مجدد نیز رخ داده است. در نمونه A-6 اندازه دانه های منطقه اغتشاش در حدود 10 میکرون است و بزرگتر از نمونه A-1 و A-2 است. می توان نتیجه گرفت که پس از تبلور مجدد در منطقه اغتشاش، رشد دانه هم صورت گرفته است. همچنین در HAZ به دلیل حرارت ورودی، دانه ها رشد کرده اند.



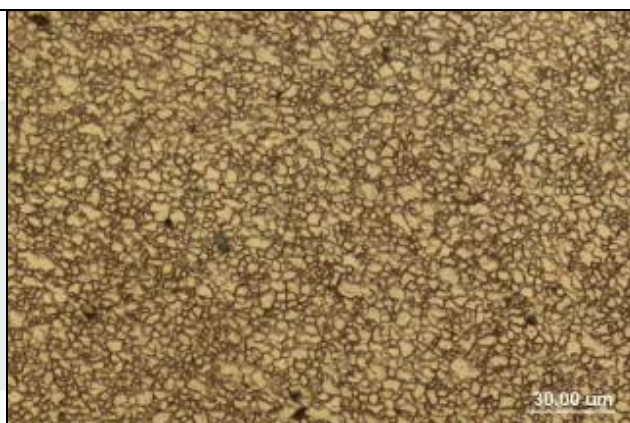
شکل 3- الف و ب. تصویر متالوگرافی نوری از نمونه خام در بزرگنمایی‌های متفاوت؛ ج و د. تصویر FESEM از سطح نمونه خام؛ ه. آنالیز عنصری EDS از سطح نمونه خام (شماره‌های مشخص شده در تصویر (د))

جدول 2- سختی نمونه ها در شرایط مختلف سرعت پیشروی و سرعت چرخش.

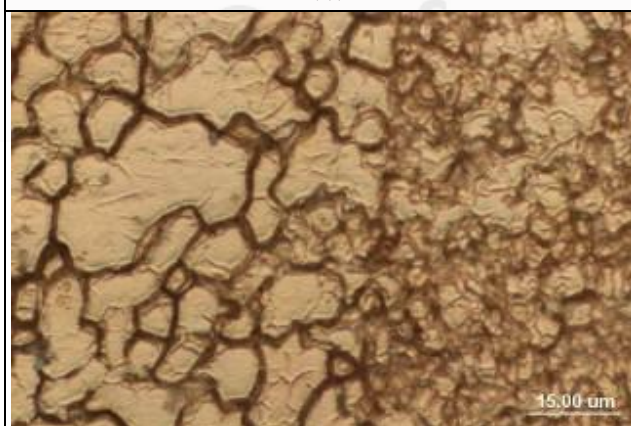
سختی ویکرز			سرعت چرخش (rpm)	سرعت پیشروی (mm/min)	شماره آزمایش
منطقه اغتشاش	فصل مشترک	HAZ			
53/7	49/3	60/4	870	12	A-1
59/1	53/2	52/9	870	24	A-2
42/3	43/0	45/3	870	32	A-3
48/4	51/2	43/6	1140	12	A-4
46/1	51/3	48/8	1500	32	A-6



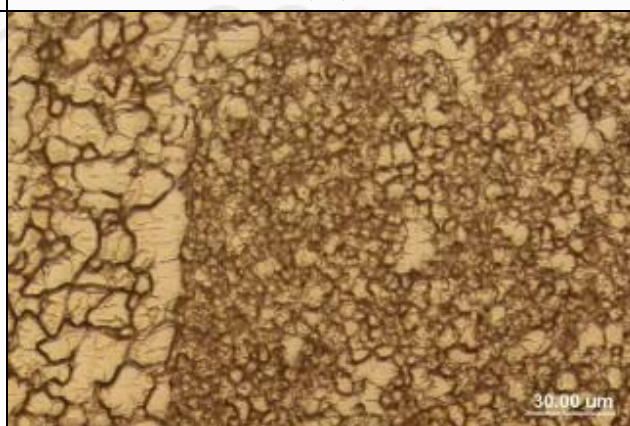
(ب)



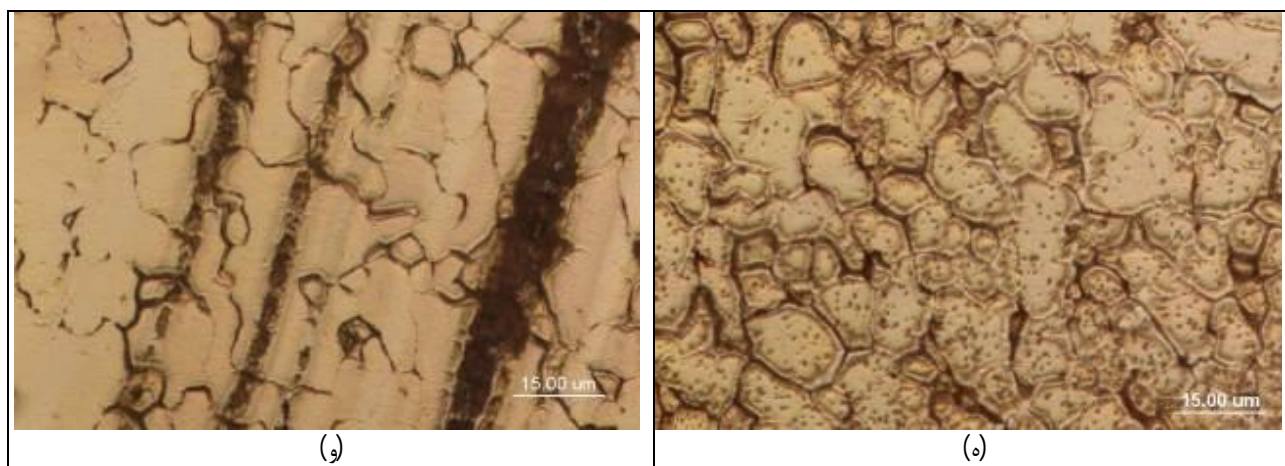
(الف)



(د)



(ج)



شکل 4- تصاویر متالوگرافی الف. آزمایش A-1 از منطقه اغتشاش، ب. آزمایش A-1 از HAZ، ج و د. آزمایش A-2 منطقه اغتشاش و HAZ، ه. آزمایش A-6 از منطقه اغتشاش، و. آزمایش A-6 از HAZ.

پارامتر زینر-هولمن⁴

از این پارامتر برای تخمین اندازه دانه و محاسبه میزان ریزدانه‌گی استفاده می‌شود. دو متغیر مهم ترمومکانیکی در FSP که در فرمول زینر-هولمن به کار برده می‌شود، نرخ کرنش $\dot{\epsilon}$ (1/s) و پیک دمایی T (K) است که طبق فرمول زیر، منجر به مشخص شدن Z (1/s) می‌شود (Yu, Feng, Vogel, 2010):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

در حالتیکه R ثابت گازها و Q انرژی اکتیواسیون است. در مورد آلیاژ AZ31، Q برابر با 135 kJ/mol (برای نفوذ در خود) است (Yu et al, 2010). نکته ای که باید ذکر شود این است که کمترین تغییری در مقدار Q منجر به جابجاشدن مقادیر Z می‌شود. در تحقیقات انجام شده، هدف نهایی به دست آوردن دقیق Z نبوده است، بلکه نمایش سیستماتیک تغییرات بافت با تغییر در پارامترهای ترمومکانیکی است. پس به طور مستقیم می‌توان گفت که پارامتر Z متأثر از تغییر در ورودی‌های فرایند است که در اینجا، سرعت چرخش و پیشروی هستند. برای تخمین پارامتر Z در حین FSP، ابتدا باید تخمینی از میانگین ماکزیمم دما در دسترس باشد. به این منظور از یک مدل حرارتی (رابطه 2) که برای آلیاژهای آلومینیوم ارائه شده است، استفاده گردید (Yu et al):

$$\frac{T}{T_m} = K \left(\frac{\omega^2}{2.262v \times 10^4} \right)^\alpha \quad (2)$$

در حالتیکه T_m (°C) دمای ذوب، و برای آلیاژ منیزیم AZ31B با استفاده از روش کالریمتری روبشی دیفرانسیلی⁵ (DSC) برابر با 606 °C است. ω (rpm) و v (mm/s) به ترتیب سرعت چرخش و سرعت پیشروی ابزار در حین FSP هستند. K و α هم ثوابتی هستند که به ترتیب برابر با 0/494 و 0/083 تخمین زده شده اند و از طریق تطبیق خواص آلیاژ AZ31 که در مراجع گزارش شده

⁴ Zener Hollomon Parameter

⁵ Differential Scanning Calorimetry

است، استخراج شده اند (Hu et al, 2010). همچنین میانگین نرخ کرنش ($1/s$) در منطقه اغتشاش در حین FSP با استفاده از رابطه 3 تخمین زده شد (Hu et al):

$$\dot{\epsilon} = \frac{\pi \cdot \omega \cdot r^2}{L} = 3.05 \times 10^{-2} \omega \quad (3)$$

جاییکه r و L به ترتیب میانگین شعاع و عمق منطقه اغتشاش مشاهده شده در صفحه FSP شده هستند. با استفاد از فرمول 2 و 3 می توان پارامتر Z را به عنوان تابعی از ω و v به دست آورد. علاوه بر پارامتر Z ، گام فاصله⁶ نیز برای نمایش پارامترهای FSP به کار می رود. این مفهوم اساساً برای تعریف حرارت ورودی، ارائه شده است. نتایج تحقیقات قبلی نشان داده است با افزایش Z ، تغییرات شدیدی در بافت رخ می دهد (Hu et al, 2010). همچنین نتایج تست کشش در منطقه اغتشاش، وابسته به پارامتر Z می باشد. هرچه عدد Z بیشتر شود، استحکام تسلیم کاهش می یابد و چقرمگی افزایش می یابد (Hu et al). در جدول 3، پارامتر Z ، نرخ کرنش و گام فاصله برای آزمایش های انجام شده ارائه شده است.

جدول 3- خلاصه پارامترهای FSP و مقادیر تخمینی برای پارامتر زنز-هولمن (Z).

ω (rpm)	v (mm/s)	نرخ کرنش ($1/s$)	ماکزیمم دما ($^{\circ}C$)	Z ($1/s$)
870	0/2	26/5	432	$2/67 \times 10^{11}$
870	0/4	26/5	430	$2/85 \times 10^{11}$
870	0/53	26/5	422	$3/71 \times 10^{11}$
1140	0/2	34/8	479	$8/3 \times 10^{11}$
1500	0/53	45/8	462	$1/8 \times 10^{11}$

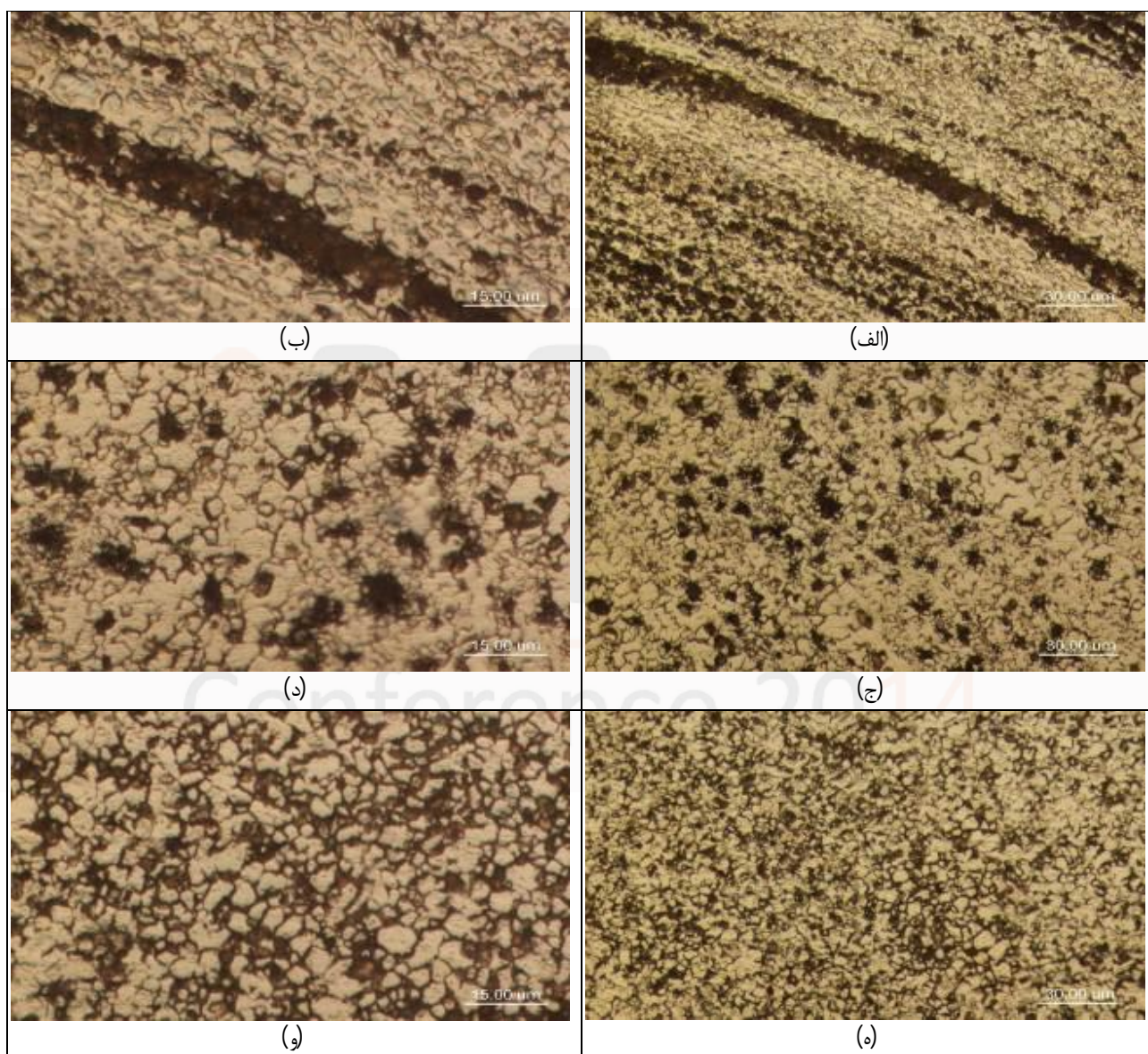
آزمایش های مرحله دوم (کامپوزیت سازی و تغییر تعداد پاس ها)

در این مرحله 1% وزنی CNT در داخل شیار سراسری نمونه قرار داده شد و پس از درزبندی شیار با ابزار بدون پین سه نمونه آماده سازی شد. سپس سه آزمایش با تعداد پاس های متفاوت (1، 2 و 3 پاس) انجام شد. تصاویر متالوگرافی نوری این سه آزمایش در شکل 5 مشاهده می شود. با توجه به سختی نمونه خام اولیه ($53/4$ برینل) و سختی $69/0$ در منطقه اغتشاش، $57/0$ در منطقه فصل مشترک و $53/4$ برینل در HAZ برای نمونه 3 پاسه می توان گفت که در نمونه 3 پاسه سختی به طور کلی افزایش یافته است. علاوه بر نمونه 3 پاسه، یک نمونه در شرایط 4 پاسه هم زده شد که افت سختی را به همراه داشت. به نظر می رسد در در نمونه 4 پاسه به دلیل حرارت ورودی زیاد، احتمال تشکیل ترکیبات کاربیدی و انهدام CNT بالا می رود (Johannes et al, 2006). از طرف دیگر در نمونه تک پاسه اختلاط به طور کامل انجام نشده بود که سطح نمونه پس از سنباده زنی حاکی از این موضوع بود..

همانطور که در تصویر 5 دیده می شود نمونه 1 پاسه همگنی مناسبی ندارد. همچنین در نمونه دو پاسه نیز مقداری ناهمگنی دیده می شود و به وضوح مشخص است که اختلاط به طور کامل انجام نشده است. نمونه 3 همگنی مناسبی دارد و در تصاویر به خوبی نمایان است. نتایج سختی سنجی نشان داد که سختی نمونه 2 و 4 پاسه تقریباً مشابه است. به علاوه زیاد شدن تعداد پاس ها، علاوه بر

⁶ Pitch Distance

افزایش هزینه ها، منجر به حرارت ورودی بیشتر و رشد دانه در مناطق دورتر می شود. از اینرو حالت 3 پاسه به عنوان شرایط بهتر انتخاب شد.



شکل 5- تصاویر متالوگرافی در بزرگنمایی های متفاوت از الف و ب. نمونه یک پاسه، ج و د. نمونه 2 پاسه، ه و و. نمونه 3 پاسه (سرعت پیشروی 24 mm/min، 870 rpm، زاویه انحراف 2 درجه، و جهت چرخش راست گرد).

آزمایش های مرحله سوم (تغییر درصد CNT)

در این مرحله برای کسر وزنی CNT ها در کامپوزیت، سه درصد 0، 1 و 2 انتخاب شد. همان گونه که گفته شد، در نمونه های CNT دار یک شیار سراسری زده شد. عمق شیار در نمونه 1% برابر 2 میلیمتر و برای نمونه 2% وزنی CNT برابر با 4 میلیمتر بود. جدول سختی مناطق مختلف برای این سه نمونه در جدول 4 نشان داده شده است.

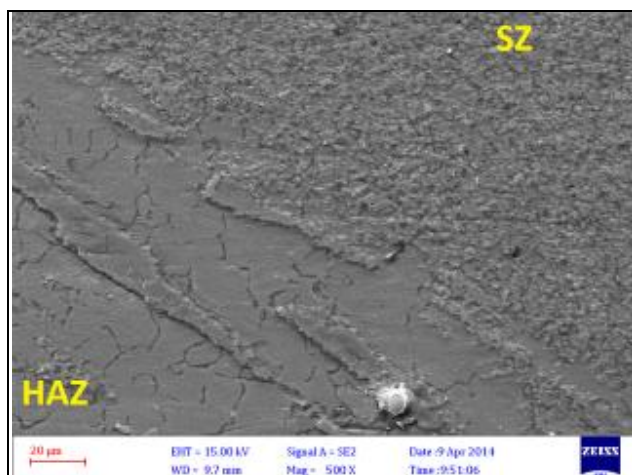
جدول 4- سختی نمونه ها در مقادیر مختلف CNT (سه پاس، 24 mm/min، 870 rpm)

سختی ویکرز			درصد وزنی CNT	شماره نمونه
HAZ	فصل مشترک	منطقه اغتشاش		
41/9	53/9	53/1	0	1
51/6	60/9	62/3	1	2
61/6	57/6	66/1	2	3

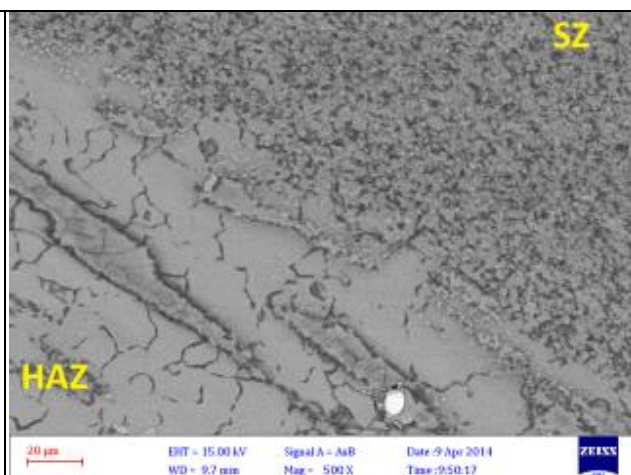
با نگاه کلی به شکل 5 و جدول 4 می توان گفت که با افزایش تعداد پاس ها و کسر وزنی CNT ها، سختی منطقه جوش بهبود یافته است. هرچه تعداد پاس ها بیشتر باشد، همگنی ساختار بیشتر شده و آگلومره های CNT از هم باز می شوند. در نتیجه مکانیزم استحکام بخشی در مقیاس نانو (مکانیزم آروان) بهتر عمل می کند. همچنین با زیاد شدن وزن CNT، میزان فاز تقویت کننده بیشتر شده و استحکام بخشی بیشتر می شود.

در مورد سختی بخش فصل مشترک نیز می توان گفت که اختلاط جزئی CNT ها در این منطقه منجر به افزایش سختی شده است. به نظر می رسد در نمونه شماره 1 و 2 به دلیل تاثیر حرارت و رشد دانه ها، سختی از فلز پایه کاهش یافته اما مقدار کاهش به اندازه ای بوده که سختی HAZ بیشتر از SZ است. اما در در نمونه 3، به دلیل استحکام بخشی مناسب، سختی SZ از دو منطقه دیگر بالاتر می باشد.

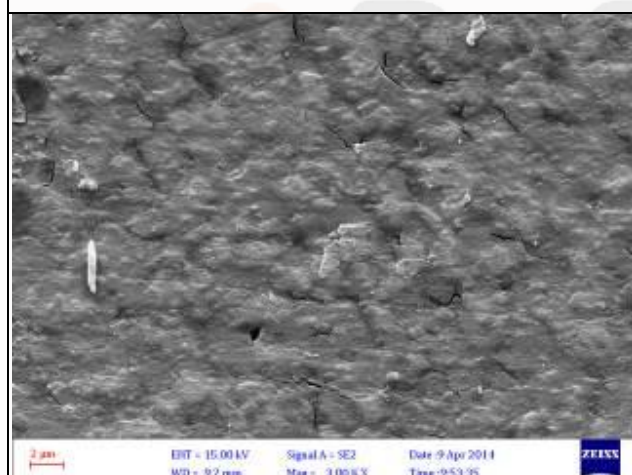
شکل 6، تصاویر SEM و آنالیز EDS نمونه کامپوزیتی سه پاسه را نشان می دهد. در تصویر (الف) که حالت الکترون برگشتی است، به خوبی می توان همگن شدن ریزساختار و توزیع یکنواخت تر عناصر را در منطقه اغتشاش مشاهده کرد. در تصویر (ب) در HAZ منطقه اکسیدی به صورت جزیره هایی باقی مانده اند که ناشی از ماهیت اکسیدی آنها و مقاومت بیشتر در برابر خورده شدن است. این جزیره ها به خوبی در منطقه اغتشاش، همگن شده اند. تصاویر (ج) و (د) هم بزرگنمایی های بالاتر از SZ است که هم از لحاظ توزیع عناصر (حالت الکترون برگشتی) و هم از لحاظ مورفولوژی سطحی و خوردگی یکنواخت در سطح (حالت الکترون ثانویه) همگن تر است. آنالیز های EDS هم بیانگر افزایش درصد کربن در زمینه می باشد. اما چیزی که مشخص است (مخصوصاً از آنالیز EDS دایره 2، تصویر (و)) آگلومره ماندن مقداری از CNT هاست. زیرا افزایش 5% کربن نمی تواند ناشی از توزیع یکنواخت باشد. به هر حال با توجه به آنچه گفته شد و بررسی خواص مکانیکی، حالت 3 پاسه، نتایج سختی بسیار خوبی دارد به علاوه اینکه توزیع عناصر یکنواخت تر و اندازه دانه ها کمتر از قبل می باشد.



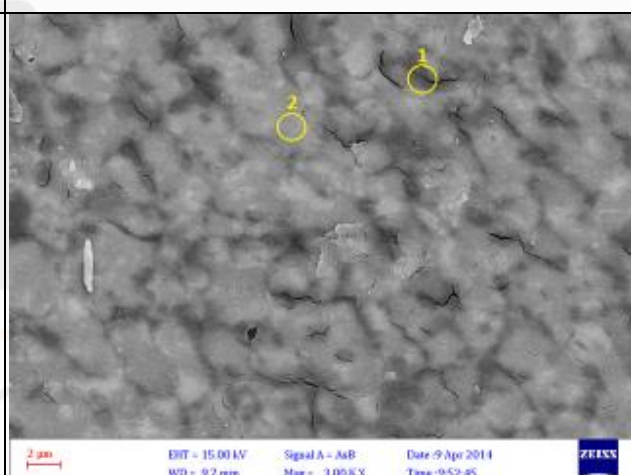
(ب)



(ف)



(د)



(ج)

EDS شماره 2		
خطا	درصد وزنی	عنصر
0/6	76/7	Mg
0/6	15/2	O
0/3	5/8	C
0/2	2/3	Al

EDS شماره 1		
خطا	درصد وزنی	عنصر
0/4	93/1	Mg
0/2	2/9	O
0/3	1/4	C
0/4	1/4	Al
0/3	1/2	Zn

(و)

شکل ۶- الف و ب. تصویر SEM منطقه فصل مشترک نمونه ۳ پاسبه با ۱٪ CNT در دو حالت الکترون برگشتی و ثانویه، ج و د بزرگنمایی بالاتر از SZ در دو حالت الکترون برگشتی و ثانویه، ه و و. آنالیز EDS دایره‌های زرد رنگ داخل تصویر (ج)، به ترتیب ۱ و ۲.

نتیجه گیری

- در این تحقیق به بررسی کامپوزیت سازی سطحی آلیاژ منیزیم AZ31B با CNT به روش FSP پرداخته شد. پارامترهای مورد بررسی عبارت بودند از سرعت چرخش، سرعت پیشروی، تعداد پاس ها و کسر وزنی CNT ها.
- محدوده مناسب سرعت پیشروی و سرعت چرخش به ترتیب برابر با 12-24 mm/min و 870-1140 rpm تشخیص داد شد. بالاترین سختی در فرایند بدون کامپوزیت سازی سطحی مربوط به سرعت های پیشروی 24 mm/min و سرعت چرخش 870 rpm با سختی حدود 60 ویکرز و اندازه دانه منطقه اغتشاش کمتر از 5 میکرون بود.
- پارامتر زهر-هولمن برای آزمایشات محاسبه شد و کمترین مقدار به شرایط سرعت های پیشروی 12-24 mm/min و سرعت چرخش 870 rpm مربوط بود و در نتیجه ریزدانه ترین نمونه ها از نظر تجربی و تئوری مشخص شد.
- تاثیر تعداد پاس های (1، 2 و 3) برای کامپوزیت سازی بررسی شد و همگن ترین ساختار با بیشترین سختی مربوط به حالت سه پاسبه با سختی 69 ویکرز بود.
- بهترین میزان درصد وزنی CNT ها برابر با 2٪ وزنی بود که بالاترین سختی را به همراه داشت. انجام 3 پاس فرایند، به خوبی CNT ها را در زمینه پخش کرده بود.

منابع

- Alavi Nia, A., Omidvar, H. & Nourbakhsh, S. H. (2013) "Investigation of the effects of thread pitch and water cooling action on the mechanical strength and microstructure of friction stir processed AZ31". *Materials & Design*, Vol. 52, Pp. 615-620.
- Asadi, P., Faraji, G. & Besharati, M. K. (2010) "Producing of AZ91/SiC composite by friction stir processing (FSP)". *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol. 51, Pp. 247-260.
- Asadi, P., Faraji, G., Masoudi, A. & Besharati Givi, M. K. (2011) "Experimental investigation of magnesium-base nanocomposite produced by friction stir processing: effects of particle types and number of friction stir processing passes". *Metallurgical and Material Transactions A*, Vol. 42A, Pp. 2820-2832.
- Azizieh, M., Kokabi, A. H. & Abachi, A. (2011) "Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al₂O₃ nanocomposites fabricated by friction stir processing". *Materials and Design*, Vol. 32, Pp. 2034-2041.
- Becherer, B. A. & Witheford, T. J. (1991) "ASM Handbook Vol 4 - Heat treating: Heat Treating of Ultrahigh-Strength Steels". United States of America: ASM International.
- Chang, C. I., Du, X. H. & Huang, J. C. (2008) "Producing nanograined microstructure in Mg-Al-Zn alloy by two-step friction stir processing". *Scripta Materialia*, Vol. 59, No. 3, Pp. 356-359.
- Chang, C. I., Du, X. H. & Huang, J. C. (2007) "Achieving ultrafine grain size in Mg-Al-Zn alloy by friction stir processing". *Scripta Materialia*, Vol. 57, No. 3, Pp. 209-212.

Darras, B. M. (2012) "A model to predict the resulting grain size of friction-stir-processed AZ31 magnesium alloy". *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 21, No. 7, Pp. 1243-1248.

Du, X. H. & Wu, B.L. (2009) "Using two-pass friction stir processing to produce nanocrystalline microstructure in AZ61 magnesium alloy". *Science in China Series E: Technological Sciences*, Vol. 52, No.6, Pp. 1751-1755.

Faraji, G., Dastani, O. & Akbari Mousavi, S. A. A. (2011) "Effect of process parameters on microstructure and micro-hardness of AZ91/Al₂O₃ surface composite produced by FSP". *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 20, No. 9, Pp. 1583-1590.

Gray, J. E. & Luan, B. (2002) "Protective coatings on magnesium and its alloys — a critical review". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 336, Pp. 88-113.

Housh, S. & Mikucki, B. (1990) "ASM Handbook Vol 2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials: Selection and Application of Magnesium and Magnesium Alloys". United States of America: ASM International.

Izadi, H. & Gerlich, A. P. (2012) "Distribution and stability of carbon nanotubes during multi-pass friction stir processing of carbon nanotube/aluminum composites". *Carbon*, Vol. 50, pp. 4744-4749.

Johannes, L. B., Yowell, L. L., Sosa, E., Arepalli, S. & Mishra, R. S. (2006) "Survivability of single-walled carbon nanotubes during friction stir processing". *Nanotechnology*, Vol. 17, Pp. 3081-3084.

Lee, C. J. , Huang, J. C. & Hsieh, P. J. (2006) "Mg based nano-composites fabricated by friction stir processing". *Scripta Materialia*, Vol. 54, Pp. 1415-1420.

Lim, D. K., Shibayanagi, T. & Gerlich, A. P. (2009) "Synthesis of multi-walled CNT reinforced aluminium alloy composite via friction stir processing". *Materials Science and Engineering A*, Vol. 507, Pp. 194-199.

Liu, Q., Ke, L., Liu, F., Huang, C. & Xing, Li. (2013) "Microstructure and mechanical property of multi-walled carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing". *Materials and Design*, Vol. 45, Pp. 343-348.

Woo, W., Choo, H., Prime, M. B., Feng, Z. & Clausen, B. (2008) "Microstructure, texture and residual stress in a friction-stir-processed AZ31B magnesium alloy". *Acta Materialia*, Vol 56, Pp. 1701-1711.

Woo, W., Choo, H., Brown, D. W., Liaw, P. K. & Feng, Z. (2006) "Texture variation and its influence on the tensile behavior of a friction-stir processed magnesium alloy". *Scripta Materialia*, Vol. 54, Pp. 1859-1864.

Yu, Z., Zhang, W., Choo, H. & Feng, Z. (2011) Transient heat and material flow modeling of friction stir processing of magnesium alloy using threaded tool". *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 43, Pp. 724-737.

Yu, Z., Choo, H., Feng, Z. & Vogel, S. C. (2010) "Influence of thermo-mechanical parameters on texture and tensile behavior of friction stir processed Mg alloy". *Scripta Materialia*, Vol. 63, No. 11, Pp. 1112-1115.

Zhang, D. T., Xiong, F., Zhang W. W., Qui, C. & Zhang, W. (2011) "Superplasticity of AZ31 magnesium alloy prepared by friction stir processing". *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 21, Pp. 1911-1916.