

ساخت کامپوزیت سطحی $AZ91/Mg_xCu_y$ ، با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی و بررسی رفتار سایشی آن پس از عملیات حرارتی T6

مهديه فرقدانی، فتح اله کریمزاده و محمد حسین عنایتی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله ۹۴/۰۱/۲۴ - پذیرش مقاله : ۹۵/۰۵/۲۶)

چکیده

در این پژوهش کامپوزیت سطحی بر پایه سیستم $Mg-Cu$ ، و با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی به صورت درجا بر سطح آلیاژ AZ91C ایجاد شد. بررسی میکروساختار منطقه اغتشاش پس از شش پاس فرایند نشان‌دهنده تشکیل ترکیب بین فلزی Mg_2Cu در کامپوزیت AZ91/Cu است. بعد از عملیات حرارتی T6 با افزایش درصد حجمی ذرات تقویت‌کننده و تشکیل ترکیب بین فلزی $MgCu_2$ ، سختی نمونه کامپوزیتی افزایش یافت. بررسی ذرات و سطوح سایشی، وقوع مکانیزم‌های سایش خراشان و ورقه‌ای در نمونه سایش فلز پایه را نشان داد. نتایج EDS و میکروسختی کامپوزیت AZ91/Cu، نشان‌دهنده افزایش سختی و پایداری لایه اکسید سطحی در نمونه کامپوزیتی نسبت به نمونه فلز پایه است که نرخ سایش این کامپوزیت نسبت به زمینه را کاهش داده است. نتایج آزمون سایش نشان داد که پس از عملیات حرارتی T6، رفتار سایشی نسبت به نمونه‌ای که تحت عملیات حرارتی قرار نگرفته ضعیف‌تر شده است. این افزایش نرخ سایش در نمونه کامپوزیتی به دلیل تشکیل میکروترک‌ها در حین عملیات حرارتی می‌باشد که منجر به پدیده ورقه‌ای شدن در این نمونه سایش شده است.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت سطحی بر پایه منیزیم، فرایند اصطکاکی اغتشاشی، رفتار سایشی.

Formation of surface metal matrix composite AZ91/ Mg_xCu_y and its wear behavior after T6 heat treatment

F. Farghdani, F.A. Karimzadeh and M.H. enayati

Department of materials engineering, Isfahan university of technology

(Received 13 April 2015, accepted 16 August 2016)

Abstract

in this study, in situ surface composite based on $Mg-Cu$ system produced on AZ91C alloy by friction stir processing. Microstructural studing in the 6 passes friction stirred zone, revealed the presence of Mg_2Cu intermetallic phase in AZ91/Cu nanocomposite. after T6 heat treatment, microhardness value within the stirred zone increased due to increasing volume fraction of hard intermetallics and formation of $MgCu_2$ phase in the composite. Wear surface and debris observation indicated that abrasion and delamination wear mechanisms occurred in AZ91C alloy. The results of EDS and microhardness test on AZ91/Cu sample revealed that hardness and durability of oxide film on wear surface was more than that of the base alloy, which led to decrease wear mass loss of the composite in comparison with base metal. the results of wear test revealed that T6 heat treatment weakened wear properties, compared with not heat treated composite. composite samples Wear rate increased because of microcrack formation during heat treatment which caused delamination occurrence in this wear sample.

Key words: Magnesium-base nanocomposite, Friction stir processing, wear behavior

E-mail of corresponding author: m.farghdani@ma.iut.ac.ir

مقدمه

منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل استحکام ویژه‌ی بالا، خاصیت جذب ارتعاش و چگالی کم نسبت به فولاد و آلومینیوم گزینه‌ی مناسبی در کاربردهای نظامی، صنایع هوافضا و اتوموبیل‌سازی به شمار می‌روند. در کنار خواص مطلوب منیزیم، چالش‌هایی نظیر استحکام و انعطاف‌پذیری پایین به همراه مقاومت کم در برابر سایش و خزش استفاده از این آلیاژ را محدود می‌سازد؛ این عیوب با افزودن عناصر آلیاژی تا حدودی اصلاح شده، اما به منظور بهبود بیشتر خواص از روش‌های کاهش اندازه دانه، ایجاد ساختارهای هم‌محور و کامپوزیتی کردن سطح و بالک استفاده می‌گردد. افزودن ذرات تقویت‌کننده برای ساخت کامپوزیت‌های سطحی به دو روش صورت می‌گیرد: ۱) ذرات تقویت‌کننده به صورت مستقیم به زمینه اضافه شده، یا به عبارت دیگر ذرات تقویت‌کننده قبل از کامپوزیت‌سازی ایجاد شده باشند. ۲) به صورت درجا و در حین کامپوزیت‌سازی ایجاد شوند. از مزیت‌های روش دوم احتمال تولید ذرات تقویت‌کننده‌ی نانومتری، قوی بودن فصل مشترک ذره‌ی تقویت‌کننده و زمینه، توزیع مناسب و یکنواخت تقویت‌کننده‌ها و دستیابی به ریزساختار پایدار ترمودینامیکی می‌باشد. به منظور بهبود خاصیت مقاومت به سایش منیزیم از روش‌های پوشش‌دهی زیادی استفاده شده است. از جمله‌ی این روش‌ها می‌توان به استفاده از قوس پلاسما^۱، لایه‌نشانی با لیزر و به منظور ایجاد کامپوزیت سطحی با ذرات Ni ، TiN ، Cu و $CrNi$ بر سطح آلیاژ $AZ91$ اشاره کرد. به‌کارگیری روش‌های ذوبی در کامپوزیت‌سازی سطحی به دلیل معایبی چون ایجاد فاز مذاب، عدم کنترل فرایند، عدم توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده در زمینه و ایجاد

ریزساختار غیرهمگن و دندریتی محدود شده است [۱ و ۲]. یکی از روش‌های آسان و مقرون به صرفه‌ی حالت جامد در تولید کامپوزیت سطحی، فرایند اصطکاکی اغتشاشی^۲ می‌باشد که علاوه بر اصلاح ریزساختار، بهبود خواص مکانیکی، حذف عیوب ساختار ریختگی و تولید ترکیبات بین‌فلزی، امکان ایجاد نانوکامپوزیت‌های سطحی و بالک را در کوتاه‌ترین زمان ممکن فراهم می‌سازد. جباری^۳ و همکارانش با ساخت نانوکامپوزیت سطحی بر پایه‌ی سیستم سه‌تایی $Al-Ni-O$ (با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی)، مقاومت به سایش این کامپوزیت نسبت به فلز پایه را تا حدود زیادی بهبود دادند [۳]. سایر تحقیقات انجام گرفته در زمینه‌ی توسعه‌ی نانو کامپوزیت‌های حاوی ذرات سرامیکی معطوف به ساخت نانوکامپوزیت‌های سطحی به صورت غیر درجا بوده است. موريسادا^۴ و همکاران با تولید نانوکامپوزیت $AZ31/MWCNT$ به روش اصطکاکی اغتشاشی، سختی و خواص مکانیکی این آلیاژ را بهبود دادند [۴]. اسدی^۵ و همکاران نیز با ساخت نانوکامپوزیت $AZ91/SiC$ و انجام ۸ پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی اندازه دانه‌های زمینه را از ۱۵۰ میکرومتر به حدود ۷ میکرومتر کاهش دادند [۵]. در پژوهش دیگری سینگ^۶ و همکاران با بررسی رفتار سایشی نانوکامپوزیت $AZ31/TiC$ ثابت کردند که نرخ سایش این کامپوزیت در حدود ۰/۰۴ برابر نرخ سایش آلیاژ منیزیم است [۶]. با توجه به آنکه برخی بررسی‌ها حاکی از تأثیر مناسب ترکیبات بین‌فلزی Mg_xCu_y در زمینه‌ی منیزیم است [۷] و [۸]، در این پژوهش سعی می‌شود نانوکامپوزیت سطحی حاوی ترکیبات بین‌فلزی مربوط به سیستم $Mg-Cu$ به صورت درجا بر سطح آلیاژ $AZ91$ ایجاد گشته و در

²Friction stir processing

³Jabbari

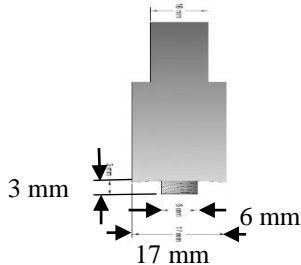
⁴Morisada

⁵Asadi

⁶Singh

¹Plasma-Arc glow

مشخصات هندسی ابزار مورد استفاده در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱. ابزار مورد استفاده برای فرایند اصطکاکی اغتشاشی در این پژوهش.

در مرحله‌ی بعد، پودر مس در شیارها ریخته شده و به خوبی متراکم می‌شود. در این پژوهش اغتشاش به وسیله‌ی دستگاه ماشین فرزی که به منظور انجام فرآیندهای اصطکاکی اغتشاشی تجهیز شده است روی نمونه‌ها اعمال می‌شود. ابتدا با نصب ابزار بدون پین به قطر شانه‌ی ۱۸ میلی‌متر، شیارهای حاوی پودر بسته می‌شوند. با توجه به مطالعات انجام شده‌ی قبلی در زمینه‌ی آلیاژ $AZ91C$ پارامتر مناسب برای انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی سرعت چرخشی ۱۰۰۰ دور بر دقیقه و سرعت حرکت خطی ۳۰ میلی‌متر بر دقیقه می‌باشد [۹]، که با اعمال این پارامترها روی کامپوزیت، عیب پوسته‌ای شدن^۱ در نمونه‌ها مشاهده شد. با تغییر پارامترها به منظور رفع این عیب، سرعت چرخشی ۱۰۰۰ دور بر دقیقه و سرعت پیش‌روی ۴۰ میلی‌متر بر دقیقه به عنوان پارامتر بهینه انتخاب شده و تمامی نمونه‌های مورد استفاده در این پژوهش تحت شرایط یکسان و با استفاده از این پارامتر تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفتند.

ارزیابی‌های متالورژیکی

به منظور بررسی ریزساختار و توزیع ذرات در کامپوزیت $AZ91/Cu$ از میکروسکوپ نوری استفاده شد. بدین منظور مقاطعی از نمونه‌ها به طول ۳ سانتی‌متر بریده شد،

نهایت به منظور بررسی اثر رسوبات فاز β بر ریزساختار و خواص سایشی، نمونه‌های ساخته شده با استفاده از فرایند FSP تحت عملیات حرارتی T6 قرار گرفتند.

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از ورق‌های ریختگی به ضخامت یک سانتی‌متر استفاده شد. ترکیب شیمیایی این ورق‌های ریختگی در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱. نتایج آنالیز کوانتومتری آلیاژ $AZ91C$.

درصد وزنی (wt%)	عناصر
۹۰/۶	Mg
۸/۶۳	Al
۰/۵۹	Zn
۰/۱۷	Mn
<۰/۰۵۹	Fe

به منظور ایجاد کامپوزیت سطحی $AZ91/Mg_xCu_y$ از پودر مس با اندازه ذرات حدود ۲۰ میکرومتر استفاده شد. روی سطح ورق‌های آلیاژ $AZ91C$ که مستطیل شکل و با ابعاد 9×11 سانتی‌متر می‌باشند، شیارهایی به فاصله‌ی ۳ سانتی‌متر از هم و با عمق و عرض به ترتیب، ۲ و ۳ میلی‌متر و با طول ۷ سانتی‌متر، ایجاد شده است. نمونه‌ها به منظور چربی‌زدایی در استون غوطه ور شده و بلافاصله تحت فرآیند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفتند. ابزار مورد استفاده در این فرآیند که عامل اصلی ایجاد اغتشاش در نمونه است از دو قسمت شانه و پین تشکیل شده و از جنس فولاد سخت شده‌ی H13 می‌باشد. قطر شانه و پین در این ابزار به ترتیب ۱۷ و ۶ میلی‌متر به صورت استوانه‌ای و رزوه‌دار با جهت پیچش ساعت‌گرد می‌باشد.

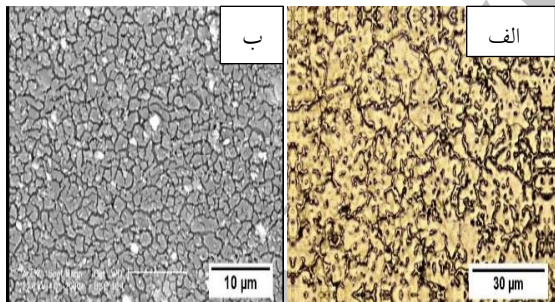
¹Galling

مسافت ۱۱۰۰ متر، با استفاده از پینی از جنس فولاد ۵۲۱۰۰ و با سختی ۶۴ راکول C بر نمونه‌ها اعمال شد. سرعت حرکت خطی دستگاه ثابت و حدود ۰/۱ متر بر ثانیه می‌باشد. نتایج بدست آمده از کاهش وزن نمونه‌ها بعد از طی هر ۱۰۰ متر اندازه‌گیری و ثبت می‌شود. مسیر سایش روی نمونه و ذرات سایشی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی گردید.

نتایج و بحث

بررسی‌های ریزساختاری

به منظور بررسی اثر فرایند اصطکاکی اغتشاشی و کامپوزیت‌سازی بر ریزساختار منطقه‌ی اغتشاش از تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نوری استفاده شد. اندازه دانه‌های غیرهمگن و تا حدودی هم‌محور فلز پایه مطابق شکل ۲-الف حدود ۳۰ میکرومتر می‌باشد. بعد از کامپوزیت‌سازی و استفاده از پارامترهای بهینه، اندازه‌ی دانه‌ها به حدود ۴ میکرومتر کاهش یافت (شکل ۲-ب).



شکل ۲. تصویر میکروسکوپ نوری از الف) ریزساختار فلز پایه AZ91، ب) ناحیه‌ی اغتشاش در کامپوزیت AZ91/Cu بعد از شش پاس اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی.

همان‌طور که در این تصاویر مشاهده می‌شود رسوبات یوتکتیک و ناپیوسته‌ی فاز β به صورت درشت و کشیده در مرزدهانه‌ها تشکیل شده‌اند. آنالیز نقطه‌ای (EDS) روی این رسوبات نیز حضور فاز β را ثابت می‌کند. (شکل ۳).

طوری‌که شامل سه منطقه‌ی اغتشاش^۱، منطقه‌ی تحت اثر مکانیکی - حرارتی^۲ و متأثر از حرارت^۳ باشد. سپس نمونه‌ها مانت شده و با استفاده از ساینده‌های آغشته به WC تا شماره‌ی ۴۰۰۰ سمباده زنی می‌شوند. بعد از این مرحله برای حذف کامل خطوط سمباده و ایجاد سطحی کاملاً یکنواخت و صاف روی نمونه‌ها از نم‌د و محلول آلومینای ۰/۰۵ میکرونی استفاده شد. به منظور اچ نمونه‌ها از محلول اچ شامل ۷۰ میلی‌لیتر اتانول، ۷۰ میلی‌لیتر آب مقطر، ۲۰ میلی‌لیتر استیک اسید و ۴/۲ گرم پیکریک اسید استفاده شد. نمونه‌ها به مدت ۱ تا ۳ ثانیه در این محلول نگهداری شده و سپس با الکل شسته و خشک می‌شوند. به منظور بررسی اندازه دانه در تصاویر میکروسکوپی از روش Linear intersection استفاده شد. همچنین به منظور بررسی ریزساختار و اندازه دانه در ناحیه‌ی اغتشاش از میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مدل Leo Philips استفاده شد. آنالیز عنصری ذرات و مناطق مختلف نمونه‌های مورد بررسی، توسط دستگاه EDX مدل Seron ASI 2300 مشخص شده و به منظور بررسی اندازه ذرات تقویت‌کننده‌ی کوچکتر در ابعاد نانومتری از میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FESEM)، مدل Mira 3-XMU استفاده شد.

ریزسختی سنجی و آزمون سایش

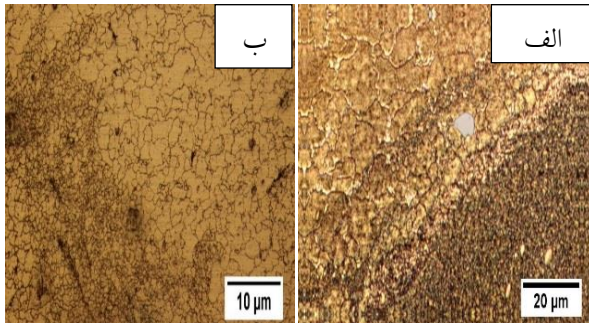
در این پژوهش سختی متوسط نمونه‌ها با دستگاه Koopa مدل MH3 اندازه‌گیری شده که ایندنتور این دستگاه هرم مربع القاعده‌ای با زاویه‌ی سطحی جانبی ۱۳۶ درجه می‌باشد و نیروی ۱۰۰ گرمی را در مدت ۱۰ ثانیه بر نمونه‌ها اعمال می‌کند. آزمون سایش لغزشی نیز توسط یک دستگاه رفت و برگشتی با بار ۱۵ نیوتن و طی

¹Nugget zone

²Thermomechanical affected zone

³Heat affected zone

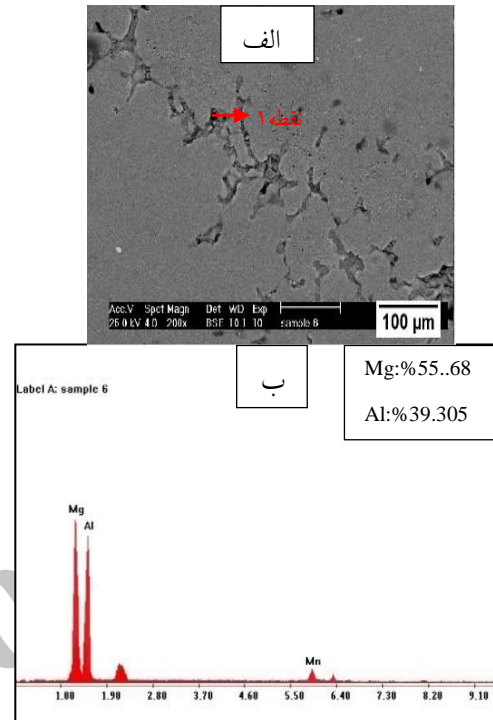
مکانیکی حرارتی و اغتشاش بعد از آماده‌سازی و اچ به صورت واضح در شکل ۵-الف قابل تشخیص است. علاوه بر این در حین این فرایند عیوب ساختار ریختگی آلیاژ AZ91C، نظیر حفرات میکرونی نیز از بین می‌روند.



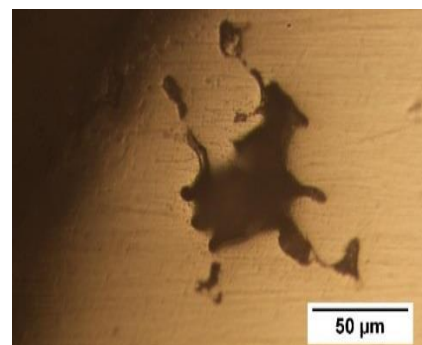
شکل ۵. تصویر میکروسکوپ نوری (الف) مرز بین ناحیه‌ی اغتشاش و ناحیه TMAZ (ب) ناحیه TMAZ.

علاوه بر این در پاس‌های ابتدایی، لایه‌ای از ترکیبات بین‌فلزی ترد اطراف ذرات مس تشکیل می‌شود. این لایه با افزایش تعداد پاس و تغییر شکل پلاستیک شدید شکسته شده، و مسیر ورود زمینه به درون ذرات تقویت‌کننده و در نتیجه تسریع روند واکنش زمینه و ذرات مس فراهم می‌شود. به این ترتیب ذرات آگلومره‌ی درشت نیز راحت‌تر شکسته و در ساختار پخش می‌شوند، در نتیجه شیب غلظتی در فصل مشترک به صورت پیوسته زیاد شده و نیرو محرکه‌ی نفوذ و انجام واکنش درجا افزایش می‌یابد [۱۰]. حضور ذرات آگلومره‌ی مس در منطقه‌ی اغتشاش کامپوزیت $AZ91/Cu$ پس از ۴ پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی در شکل ۶-الف نشان داده شده است. پس از شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی منطقه‌ی اغتشاش فاقد ذرات آگلومره است و توزیع یکنواختی از ذرات تقویت‌کننده در منطقه‌ی اغتشاش ایجاد شده است (شکل ۶-ب) و به عنوان تعداد پاس بهینه روی تمام نمونه‌ها اعمال گردید. عبدالهی و همکاران نیز با انجام پنج پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی به توزیع مناسبی از ذرات تقویت‌کننده در کامپوزیت $AZ31/Ni$ دست یافتند [۱۱]. مطابق تحقیقات قبلی صورت گرفته در

علاوه بر این حضور حفرات کلوخه‌ای و میکرونی به عنوان عیوب ساختار ریختگی آلیاژ AZ91C در شکل ۴ نشان داده شده است.



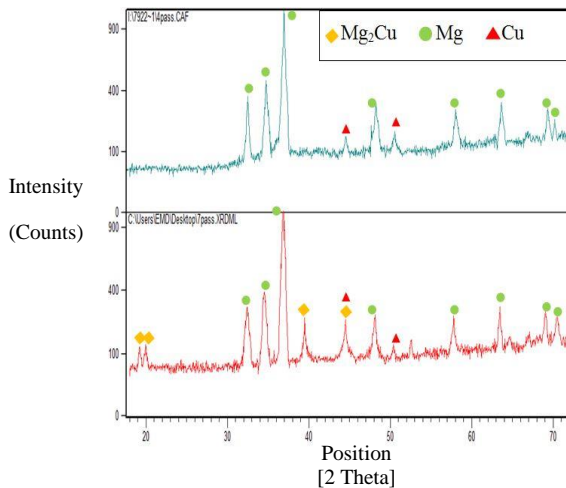
شکل ۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی رسوبات فاز β در نمونه فلز پایه AZ91 و (ب) نتایج مربوط به آنالیز EDS نقطه ۱.



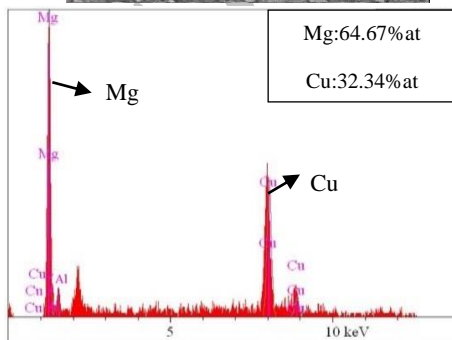
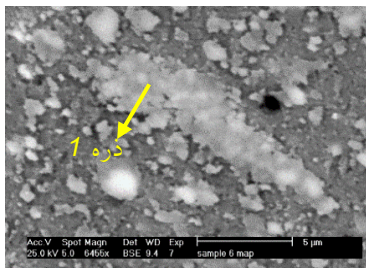
شکل ۴. تصویر میکروسکوپ نوری از حفرات میکرونی ساختار فلز پایه.

در اثر انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی و به دنبال آن تحولات ساختاری در آلیاژ AZ91، مناطق اغتشاش، نواحی تحت اثر مکانیکی حرارتی و متأثر از حرارت شکل گرفته است (شکل ۵). مرز بین مناطق تحت اثر

است. آنالیز EDS روی ذرات خاکستری پراکنده در این کامپوزیت در شکل ۸ نیز حضور این فاز، بعد از شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی را ثابت نموده است.



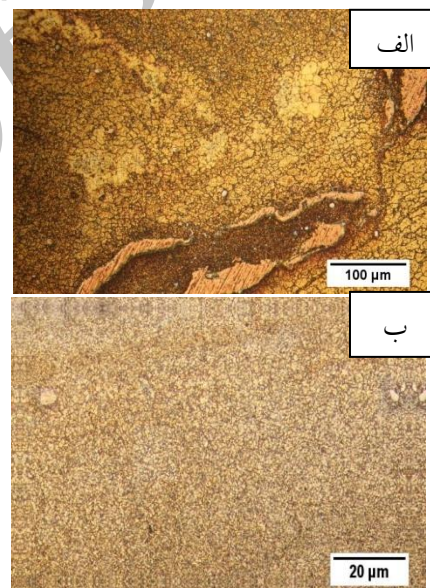
شکل ۷. الگوهای XRD مربوط به نمونه‌ی کامپوزیتی AZ91/Cu تولید شده پس از الف) ۴ پاس و ب) ۶ پاس.



شکل ۸. آنالیز EDS مربوط به ذره شماره ۱ در کامپوزیت AZ91/Cu پس از شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی.

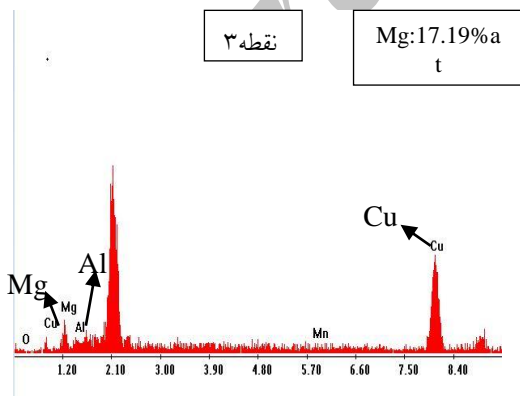
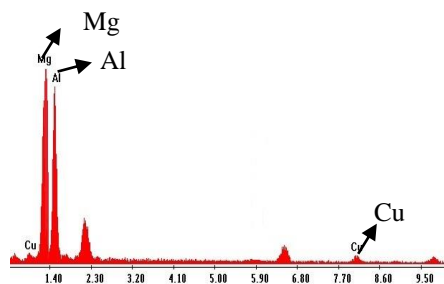
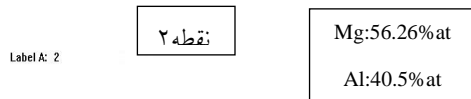
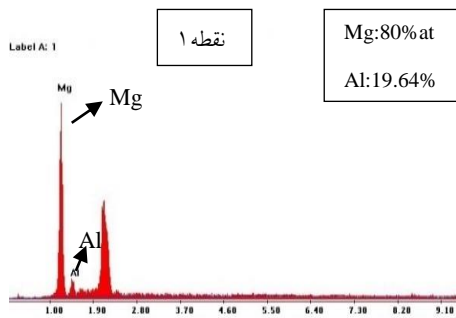
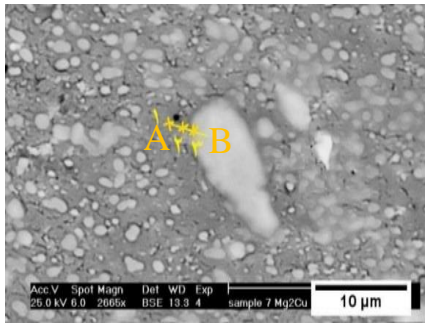
پس از انجام عملیات حرارتی T6 روی این کامپوزیت تغییرات فازی و ریزساختاری، مورد بررسی قرار گرفت.

زمینه تأثیر فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر آلیاژ AZ91، با انجام شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی رسوبات فاز β در مرزخانه‌ها شکسته شده و در زمینه‌ی فاز α حل می‌شوند. چانگ و همکاران در بررسی تغییرات ریزساختاری آلیاژ AZ91 پس از دو پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی به نتایج مشابهی دست یافتند که نشان‌دهنده‌ی حل شدن رسوبات فاز β در زمینه‌ی α و ایجاد محلول جامد Mg-Al می‌باشد [۱۲]. الگوی پراش نمونه‌ی فلز پایه و کامپوزیت AZ91/Cu بعد از شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی و فازهای شناسایی شده در منطقه‌ی اغتشاش این نمونه‌ها در شکل ۷ نشان داده شده است.



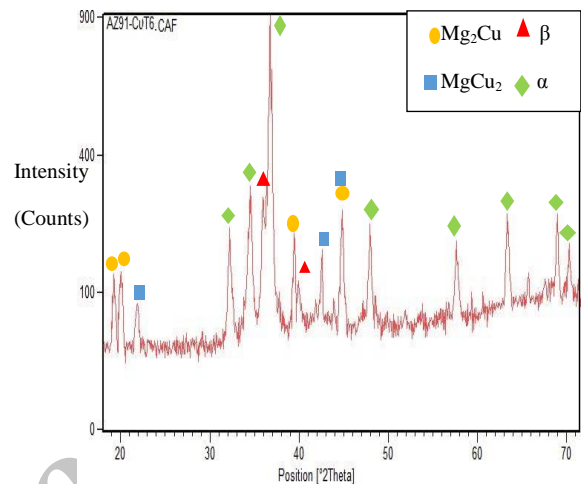
شکل ۶. تصویر میکروسکوپ نوری از منطقه‌ی اغتشاش کامپوزیت AZ91/Cu پس از الف) ۴ پاس ب) ۶ پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی.

همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود نمونه فلز پایه شامل فازهای α (محلول جامد Al در Mg) و β است. همان‌طور که در شکل ۷ نشان داده شده با انجام شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی کامپوزیت AZ91/Cu پیک‌های اصلی فاز Mg_2Cu ظاهر شده و در مقابل، شدت پیک فازهای α و β و مس کاهش یافته



شکل ۱۰. آنالیز EDS نقاط ۱ تا ۳ در راستای خط AB از زمینه تا درون ذره تقویت کننده در کامپوزیت AZ91/Cu پس از عملیات حرارتی T6.

در حین ۲۷ ساعت فرایند انحلال حین عملیات حرارتی T6 فرصت لازم برای نفوذ، واکنش و در نتیجه افزایش شدت پیک‌های مربوط به فاز Mg_2Cu و ظاهر شدن پیک‌های اصلی فاز $MgCu_2$ فراهم می‌شود (شکل ۹).



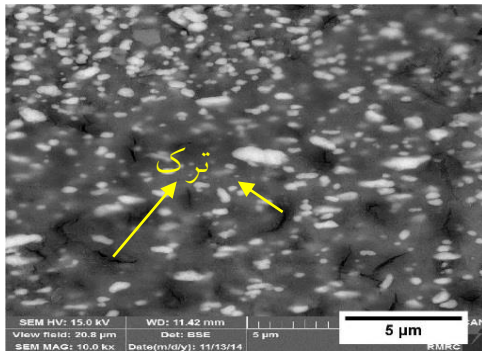
شکل ۹. الگوهای XRD مربوط به نمونه‌ی کامپوزیتی AZ91/Cu بعد از عملیات حرارتی T6.

نتیجه‌ی آنالیز نقطه‌ای EDS روی نقاط ۱ تا ۳ در راستای خط AB در شکل ۱۰ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با حرکت در زمینه از نقطه‌ی ۱ به سمت نقطه‌ی ۳ (درون ذره تقویت کننده‌ی شکل ۱۰) غلظت Al کاهش یافته است؛ در مرز بین زمینه و ذره تقویت کننده این غلظت به بیشترین مقدار خود رسیده و دوباره در منطقه‌ی درون ذره مس کاهش یافته است. لین^۱ و همکارانش با ساخت کامپوزیت $AZ91/Al_2O_3$ بررسی‌های ریزساختاری آن پس از عملیات حرارتی به نتایج مشابهی در زمینه‌ی رسوب فاز β در مرزها دست یافتند [۱۳].

به این ترتیب رسوبات فاز β به صورت غیرهمگن در مرز بین زمینه و ذرات تقویت کننده تشکیل می‌گردد. در واقع

¹Lin

چگالی بالای نابه‌جایی در فصل مشترک ذره و زمینه شرایط نفوذ آلومینیوم به این منطقه را فراهم کرده و منجر به رسوب‌گذاری غیرهمگن فاز β در این مناطق مرزی شده است. این رسوبات با قفل نمودن نابه‌جایی‌ها باعث بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت نظیر استحکام و سختی می‌شوند (هر چند رسوبات مرزدانه‌ای نسبت به نوع پیوسته و درون‌دانه‌ای، موانع ضعیف‌تری برای حرکت نابه‌جایی‌ها به شمار می‌آیند).



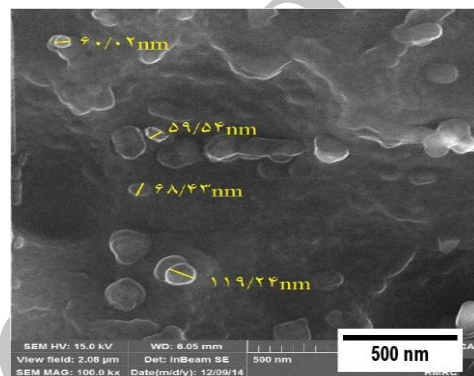
شکل ۱۲. ترک‌های تنشی در اطراف ذرات تقویت‌کننده در کامپوزیت AZ91/Cu پس از عملیات حرارتی T6.

آزمون میکروسختی و سایش

در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی پدیدهای آنیل شدن منجر به کاهش چگالی نابه‌جایی‌ها و حل شدن رسوبات و در نتیجه کاهش سختی نمونه‌ی (AZ91C) فاقد ذرات تقویت‌کننده) می‌شود؛ به این ترتیب اثر فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر افزایش سختی نمونه‌ی فلز پایه مربوط به کاهش اندازه‌ی دانه‌ها می‌باشد که سختی این آلیاژ را از 68 ± 12 ویکرز تا حدود ۸۲ ویکرز افزایش داده است. نمودار ریزسختی نمونه‌های کامپوزیتی AZ91/Cu، قبل و بعد از عملیات حرارتی T6 در شکل ۱۳ نشان داده شده است.

در کامپوزیت AZ91/Cu، به دلیل وجود ذرات تقویت‌کننده‌ی نانومتری سختی بهبود قابل توجهی یافته است. این ذرات مانع از حرکت نابه‌جایی‌ها در حین تغییر شکل پلاستیک شده و به دلیل اختلاف انقباض حرارتی با زمینه و فعال کردن مکانیزم اوروان^۲ دانسیته‌ی نابه‌جایی‌ها را افزایش می‌دهند، علاوه بر این با قفل کردن مرزدانه‌ها از

تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی از ذرات نانومتری در کامپوزیت AZ91/Cu. اندازه‌های ذرات به صورت ۶۰/۰۲ nm، ۵۹/۵۴ nm، ۶۸/۴۳ nm، و ۱۱۹/۲۲ nm مشخص شده‌اند. یک ۵۰۰ nm مقیاس نوار در پایین سمت راست دیده می‌شود.



شکل ۱۱. تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی از ذرات نانومتری در کامپوزیت AZ91/Cu.

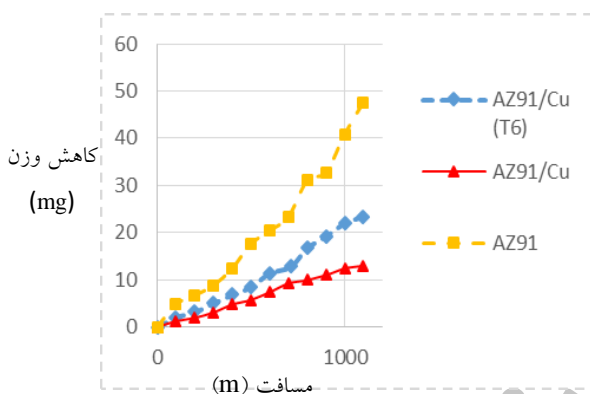
بررسی تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FESEM)^۱ از منطقه‌ی اغتشاش در شکل ۱۱ نشان‌دهنده‌ی وجود ذرات تقویت‌کننده با ابعاد نانومتری در ساختار کامپوزیت AZ91/Cu بعد از عملیات حرارتی T6 می‌باشد.

بررسی شکل ۱۲ وجود ترک‌های میکرونی در اطراف ذرات تقویت‌کننده بعد از عملیات حرارتی T6 را نشان می‌دهد. منشأ این عیوب وجود تنش در ساختار کامپوزیت است که منجر به ایجاد میکروتورک‌هایی با گوشه‌های تیز شده است. اختلاف ضریب انبساط حرارتی زمینه و ذرات تقویت‌کننده، و یا تفاوت دانسیته بین ترکیبات بین‌فلزی و دو فاز واکنش دهنده‌ی مس و منیزیم همگی از عوامل ایجاد تنش کششی در زمینه و ایجاد ترک می‌باشند. ایجاد ترک‌های مرزی به دلایل گفته شده، در ساخت

^۲Orowan

^۱ Field Emission Scanning Electron Microscope

کامپوزیتی با تشکیل ترکیبات بین فلزی، مقاومت به سایش بهبود قابل توجهی از خود نشان می‌دهد. در نمونه‌ی فلز پایه سایش در کل مسافت سایش حالت ناپایدار دارد و در مسافت‌های بیشتر نیز روند صعودی در منحنی کاهش وزن ادامه می‌یابد. این در حالیست که رفتار سایشی کامپوزیت‌های FSP شده بر پایه‌ی سیستم Mg-Cu پایدارتر است و در مسافت‌های بالاتر، شیب مثبت منحنی کاهش وزن این کامپوزیت به آرامی کاهش می‌یابد (منحنی قرمز رنگ در شکل ۱۴).

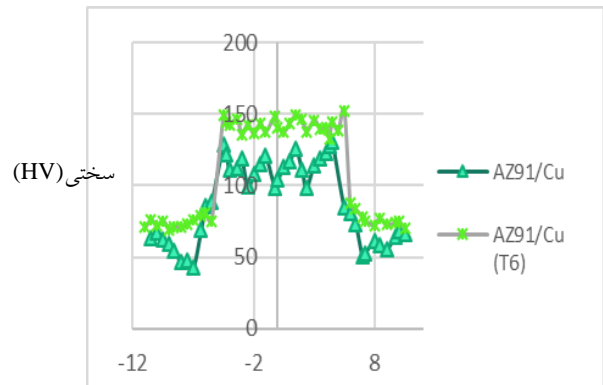


شکل ۱۴. نمودار کاهش وزن نمونه‌ی فلز پایه و کامپوزیت‌های مختلف در شرایط اعمال بار ۱۵ نیوتن در مسافت ۱۱۰۰ متر.

نمودار نرخ سایش بر حسب مسافت طی شده برای کامپوزیت‌های تولید شده و فلز پایه در شکل ۱۵ مشاهده می‌گردد. همان‌طور که در این شکل نشان داده شده در فلز پایه تا مسافت حدود صد متر شاهد افزایش شدید نرخ سایش می‌باشیم.

در واقع درگیری ناهمگونی‌های سطحی قطعه و پین، و تغییر شکل و جدایش این برجستگی‌های کوچک سطحی باعث افزایش شیب صعودی نرخ سایش، در نمونه‌ی فلز پایه شده است. بعد از اینکه سطوح در مقابل یکدیگر سازگاری لازم را به دست آوردند و درگیری‌های مکانیکی کاهش یافت، نرخ سایش نیز کم شده و روند نزولی در منحنی سایش مربوط به این نمونه مشاهده می‌شود (منحنی زرد رنگ در شکل ۱۵). این در حالیست که در

رشد دانه در اثر افزایش دمای فرایند جلوگیری می‌کنند [۱۵].



فاصله از مرکز ناگت (mm)

شکل ۱۳. توزیع سختی در کامپوزیت‌های بر پایه‌ی AZ91/Cu، قبل و بعد از عملیات حرارتی T6.

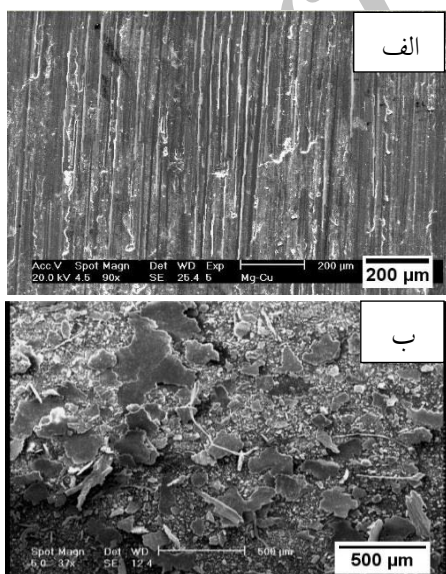
به همین دلیل سختی نمونه‌ی کامپوزیتی AZ91/Cu نسبت به فلز پایه‌ای که تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفته مقدار بیشتری را نشان می‌دهد. سختی متوسط کامپوزیت AZ91/Cu حدود $114 \pm 16/3$ اندازه‌گیری شده است. عملیات حرارتی T6، از یک طرف منجر به رسوب‌گذاری ناهمگن ذرات فاز β در مرز بین ذرات تقویت‌کننده و زمینه شده و غلظت آلومینیوم در زمینه را کاهش می‌دهد و از طرف دیگر با فراهم کردن فرصت لازم جهت تکمیل فرایند تشکیل ترکیبات بین فلزی میزان سختی نمونه‌ی کامپوزیتی را افزایش داده است. افزایش سختی فلز پایه و ناحیه‌ی متأثر از حرارت (منطقه با کمینه‌ی مقدار سختی در شکل ۱۳) در این کامپوزیت به دلیل ایجاد رسوبات فاز β ، در اثر عملیات حرارتی T6 می‌باشد.

شکل ۱۴ نمودار کاهش وزن نمونه‌های مختلف طی این آزمون را نشان می‌دهد. با توجه به نتایج بهبود سختی در کامپوزیت‌های ساخته شده نسبت به فلز پایه و رابطه‌ی مستقیم سختی و بهبود رفتار سایشی که در تحقیقات گذشته ثابت شده است [۱۶]، می‌توان انتظار داشت که نرخ سایش در این کامپوزیت‌ها کاهش یابد. در نمونه‌های

ریز نسبت به کامپوزیت‌های AZ91/Cu رفتار سایشی ضعیف‌تری دارد.

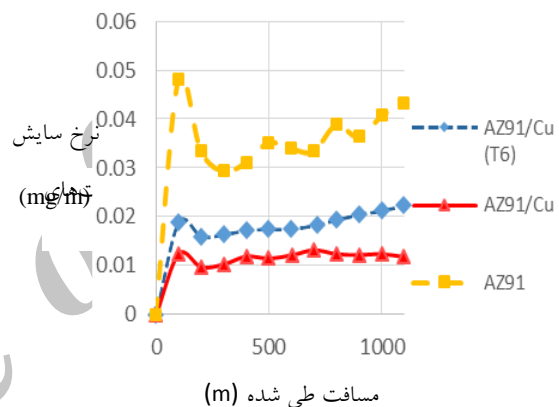
بررسی مکانیزم حاکم بر سایش

در شکل ۱۶-الف سطح سایش مربوط به فلز پایه و شیارهای عمیق ناشی از آزمون سایش نشان داده شده است. در فلز پایه ابتدا سایش خراشان با مکانیزم خیش رخ داده سپس به دلیل تجمع نابجایی‌ها و پدیده‌ی کارسرد در سطح ماده در حین فرایند لغزش، مکانیزم سایش خراشان تغییر کرده و ذرات سایشی ریز و کشیده ایجاد شده است که دلیلی بر سایش خراشان با مکانیزم لبه و برش می‌باشد. در مسافت‌های بالاتر با افزایش دما و تغییر شکل پلاستیک زمینه شرایط برای وقوع مکانیزم ورقه‌ای شدن فراهم می‌شود [۱۹]. در بررسی ذرات سایشی نمونه‌ی فلز پایه وجود ذرات ورقه‌ای بزرگ و ترک‌های عمود بر مسیر سایش روی سطح نمونه، نشان‌دهنده‌ی وقوع این مکانیزم است که نرخ سایش را به صورت قابل توجهی افزایش داده است (شکل ۱۶-ب).



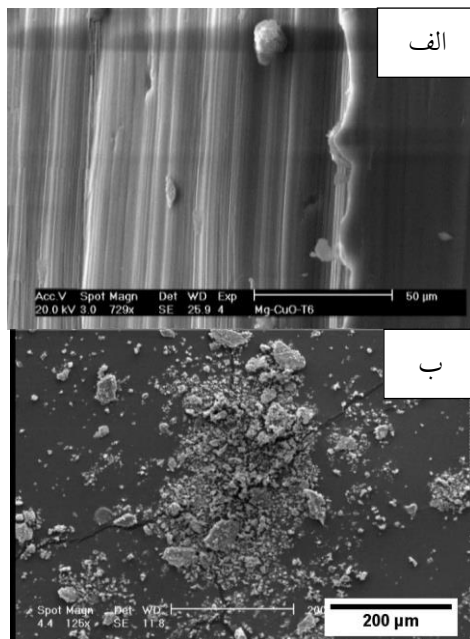
شکل ۱۶. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) از سطح و (ب) ذرات سایشی نمونه‌ی فلز پایه بعد از آزمون سایش.

نمونه‌ی کامپوزیتی، تغییر شکل و جدایش ناهمگونی‌های سطحی ذکر شده، رخ نمی‌دهد. در این آزمون که میزان بار اعمالی کمتر از تنش برشی نمونه است، نرخ سایش روند کاهشی داشته و در غیر این صورت این روند صعودی خواهد بود [۱۷]. در نمونه‌های کامپوزیتی به دلیل وجود منابع فرانک رید و تکثیر بیشتر تابه‌جایی‌ها، پدیده‌ی کارسختی به مراتب بیشتر رخ داده است. با افزایش درصد حجمی ذرات تقویت‌کننده در زمینه، شدت این کارسختی در نمونه نیز افزایش یافته است [۱۸].

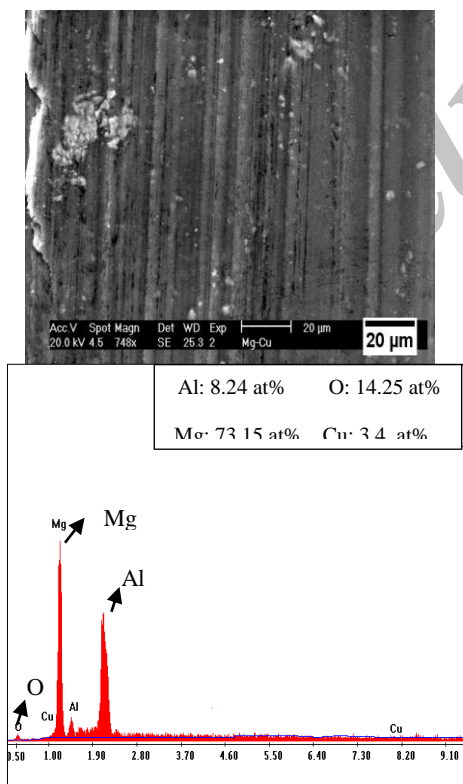


شکل ۱۵. نمودار نرخ سایش نمونه‌ی فلز پایه و کامپوزیت‌های مختلف در بار اعمالی ۱۵ نیوتن در آزمون سایش.

بعد از انجام عملیات حرارتی T6 روی نمونه‌ها، فرصت و انرژی لازم برای واکنش هر چه بیشتر زمینه و ذرات تقویت‌کننده فراهم می‌شود. بعد از عملیات حرارتی، ترک‌های ریز تنشی ناشی از اختلاف ضریب انبساط حرارتی زمینه و ذرات تقویت‌کننده افزایش یافته و در حین عملیات حرارتی به منظور کاهش انرژی سطحی به هم متصل می‌شوند. گوشه‌های تیز این ترک‌ها محل مناسبی برای تمرکز تنش، رشد و اشاعه‌ی ترک و تشدید پدیده‌ی ورقه‌ای شدن در این کامپوزیت محسوب می‌شود. به این ترتیب هر چند کامپوزیت AZ91/Cu عملیات حرارتی شده سختی بالاتر و تغییر شکل پلاستیک کمتری از خود نشان می‌دهد ولی به دلیل حضور این ترک‌های



شکل ۱۷. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) سطح سایش و ب) ذرات سایشی کامپوزیت AZ91/Cu حاصل از آزمون سایش در بار ۱۵ نیوتن.



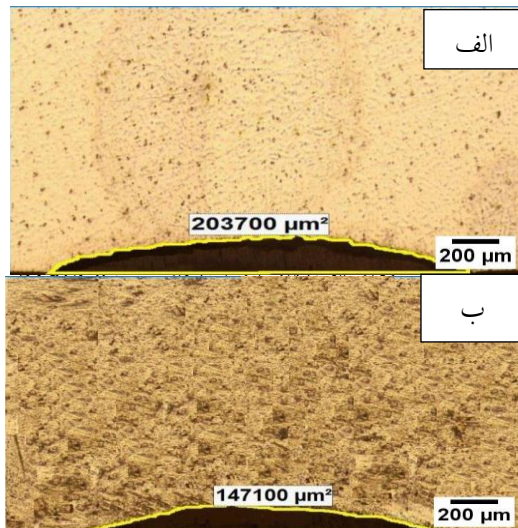
شکل ۱۸. تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونهی AZ91/Cu و نتیجهی آنالیز EDS از سطح این کامپوزیت.

یکی دیگر از دلایل سایش ورقه‌ای در مسافت‌های بالاتر پدیده‌ی خستگی سطحی است. در این پدیده جوانه‌زنی و رشد ترک‌های حاصل از خستگی منجر به کندگی عمیق از سطح نمونه‌ی فلز پایه می‌گردد.

با بیشتر شدن میزان کارسختی در اثر افزودن ذرات Cu به زمینه، اندازه ذرات سایشی کوچکتر خواهد شد. همان‌گونه که در شکل ۱۷-الف نشان داده شده، شیارهای ناشی از سایش خراشان در کامپوزیت AZ91/Cu نسبت به آثار سایش خراشان در فلز پایه (شکل ۱۶-الف) عمق و پهنای کمتری دارد. وجود ذرات تقویت‌کننده با ترکیب بین‌فلزی در صورتی که پیوند مناسبی با زمینه داشته باشند به دلیل کم نمودن قابلیت تغییر شکل پلاستیک زمینه از جوانه‌زنی و انتشار ترک جلوگیری می‌کنند به همین دلیل و با توجه به شکل ۱۷-ب ورقه‌ای شدن در کامپوزیت AZ91/Cu کاهش می‌یابد. با این وجود ذرات آگلومره و نقاط ضعیف اتصال ذره و زمینه مکان‌های مستعد جوانه‌زنی و رشد ترک محسوب می‌شوند. با وجود این عیوب، پدیده‌ی ورقه‌ای شدن به صورت جزئی در این کامپوزیت رخ داده است. به این ترتیب مکانیزم غالب مشاهده شده در نمونه‌ی کامپوزیتی AZ91/Cu، سایش خراشان می‌باشد.

وجود لایه‌ای سفید رنگ بر سطح سایش کامپوزیت‌های AZ91/Cu دلیلی بر تشکیل لایه‌ی اکسیدی و پایداری آن بر سطح نمونه‌ها است. ذرات تقویت‌کننده با کاهش میزان تغییر شکل، پایداری لایه‌ی اکسیدی روی سطح نمونه‌ها را افزایش داده و به همین دلیل نرخ سایش را کاهش می‌دهد [۲۰]. نتایج آنالیز EDS به دست آمده از سطح نمونه‌های کامپوزیتی AZ91/Cu تشکیل لایه‌ی اکسیدی بر سطح کامپوزیت‌ها در حین آزمون سایش را ثابت می‌کند (شکل ۱۸).

سطح مقطع نمونه‌های AZ91 (فلز پایه) و کامپوزیت AZ91/Cu، بعد از برش مقطعی و آماده‌سازی در شکل ۲۰ نشان داده شده و مساحت ناحیه‌ی سطحی تخریب‌شده در نمونه‌های مختلف حین آزمون سایش با استفاده از نرم‌افزار Clemex اندازه‌گیری شده است. همان‌گونه که در این شکل مشاهده می‌شود میزان فرورفتگی بین در فلز پایه حین آزمون سایش تقریباً ۱/۴ برابر فرورفتگی در کامپوزیت AZ91/Cu بوده است. به این ترتیب مقایسه‌ی نتایج به دست آمده بر مبنای عمق و پهنای فرورفتگی نیز رفتار سایشی بهتر کامپوزیت AZ91/Cu را ثابت می‌نماید.

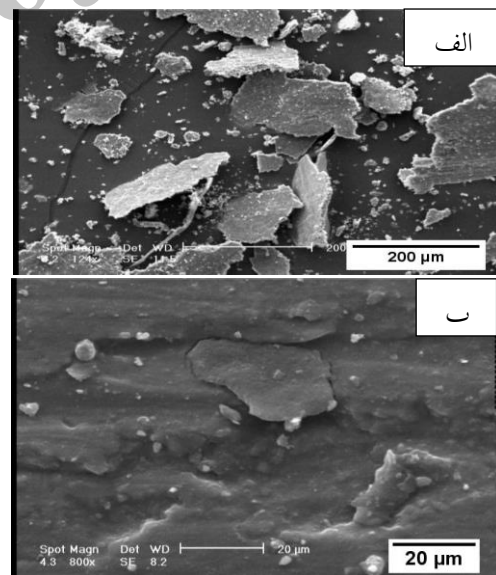


شکل ۲۰. تصویر میکروسکوپ نوری از اثر فرورفتگی روی سطح مقطع نمونه‌های الف) فلز پایه، ب) کامپوزیت AZ91/Cu.

نتیجه‌گیری

در این پژوهش با انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی، نانوکامپوزیت سطحی بر پایه‌ی عناصر موجود در سیستم‌های آلیاژی Mg-Cu به صورت درجا بر سطح آلیاژ AZ91C ایجاد شد. سپس نمونه‌ها تحت عملیات حرارتی T6 قرار گرفته و ریزساختار و خواص سایشی آن‌ها مورد ارزیابی و مقایسه قرار گرفت. نتایج بررسی‌های فازی کامپوزیت AZ91/Cu نشان داد که پس از شش

بررسی نتایج آزمون سایش در کامپوزیت AZ91/Cu بعد از عملیات حرارتی T6 نشان می‌دهد که در اثر پدیده‌ی ورقه‌ای شدن نرخ سایش نسبت به کامپوزیت عملیات حرارتی نشده افزایش یافته است. تمرکز تنش در گوشه‌های تیز ترک‌هایی که نزدیک و موازی سطح قرار دارند منجر به برش و در نهایت گسترش آن‌ها به سمت سطح آزاد نمونه شده و لایه‌ی سطحی از کامپوزیت جدا می‌شود. مشخصه‌ی ظاهری اصلی سایش ورقه‌ای حضور ترک‌ها و ریزترک‌ها مطابق شکل ۱۹ بر سطح نمونه‌های کامپوزیتی است. مکانیزم غالب سایش در این کامپوزیت مانند سایر کامپوزیت‌ها خراشان و ورقه‌ای است، با این تفاوت که با توجه به مقایسه‌ی ذرات سایشی نمونه‌ی عملیات حرارتی شده و سایر نمونه‌ها سهم سایش ورقه‌ای در کاهش وزن نمونه‌ی عملیات حرارتی شده نسبت به کامپوزیت‌های دیگر، افزایش یافته است.



شکل ۱۹. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ذرات سایشی نمونه‌ی کامپوزیتی AZ91/CuO پس از عملیات حرارتی T6. ب) تصویر ترک‌ها بر سطح ذرات سایش ورقه‌ای.

به علت تفاوت زیاد چگالی منیزیم و مس میزان فرورفتگی بین در نمونه‌ها برحسب عمق و عرض مسیر سایش مورد بررسی قرار گرفت. تصاویر میکروسکوپی

۳. جباری حسین، ساخت درجای نانوکامپوزیت $(Al-Ni/Al_2O_3)$ با استفاده از فرایند ترکیبی نورد تجمعی و فرایند اصطکاکی اغتشاشی و بررسی مکانیزم تشکیل آن، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۹۳.

4. Y. Morisada, H. Fuji, T. Nagaoka, M. Fukusumi, *MWCNTs/AZ31 surface composites fabricated by friction stir processing*, *Materials Science and Engineering A*, 419(2006)344–348.

5. P. Asadi, G. Faraji, M.K. Besharati, *Producing of AZ91/SiC composite by friction stir processing (FSP)*, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 51(2010)247–260.

6. J. Singh, H. Lal, N. Bala, *Investigations on the Wear Behaviour of Friction Stir Processed Magnesium Based AZ91 Alloy*, *Mechanical Engineering and Robotics Research*, 2(2013)271–274.

7. H. S. Chou, J. C. Huang, Y. H. Lai, *Amorphous and nanocrystalline sputtered Mg-Cu thin films*, *Alloys and Compounds*, 483(2009)341–345.

8. Y. Zhiyong, Z. Yuhua, C. Weili, Z. Jinshan, W. Yinghui, *Effect of Cu addition on microstructure and properties of Mg-10Zn-5Al-0.1 Sb high zinc magnesium alloy*, *Research & Development*, 41(2012)16–22.

۹. حسنی بهزاد، بررسی تأثیر فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر ریزساختار و خواص مکانیکی منطقه‌ی جوش آلیاژ ریختگی منیزیم AZ91C، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۹۳.

10. L. Ke, C. Huang, L. Xing, K. Huang, *Al-Ni intermetallic composites produced in situ by Friction Stir Processing*, *Journal of Alloys and Compounds*, 503(2010)494–499.

۱۱. عبداللهی هادی، توسعه نانو کامپوزیت هیبریدی بر پایه سیستم سه تایی $Al-Ni-O$ بر سطح آلیاژ منیزیم AZ31 طی فرایند اصطکاکی اغتشاشی و بررسی مکانیزم تشکیل آن، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۹۱.

12. Chang, C., Du, X.H., Huang, J.C., *Producing nanograined microstructure in Mg-Al-Zn alloy by two-step friction stir processing*, *Scripta Materialia*, Vol. 59, pp. 356–359, 2008.

پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی پیک‌های مربوط به ترکیب بین‌فلزی Mg_2Cu در الگوی پراش اشعه‌ی X آشکار شده است. بعد از انجام عملیات حرارتی T6 روی این نمونه‌ها علاوه بر تشکیل ترکیب بین‌فلزی جدید $MgCu_2$ و تکمیل فرایند تشکیل ترکیب Mg_2Cu ، رسوبات ناهمگن و ناپیوسته‌ی فاز β در مرز بین ذرات تقویت‌کننده و زمینه آشکار شد. به دلیل همین افزایش درصد حجمی ذرات تقویت‌کننده، سختی نمونه‌های کامپوزیتی پس از عملیات حرارتی به بیش از دو برابر سختی فلز پایه رسیده است. نتایج آزمون سایش در بار اعمالی ۱۵ نیوتن و طی مسافت ۱۱۰۰ متر نشان داد که نرخ سایش کامپوزیت $AZ91/Mg_xCu_y$ قبل و بعد از عملیات حرارتی T6 از فلز پایه کمتر است. بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطوح و ذرات سایشی نشان داد که مکانیزم غالب سایش در فلز پایه، خراشان از نوع برش و مکانیزم ورقه‌ای شدن می‌باشد. برای نمونه‌های کامپوزیتی به دلیل افزایش سختی و پایداری لایه‌ی اکسید سطحی روی نمونه‌ها میزان سایش خراشان و ورقه‌ای کاهش یافته است. پس از عملیات حرارتی T6 به دلیل ظاهر شدن میکروتُرک‌ها در ساختار، پدیده‌ی ورقه‌ای شدن بیشتر شده و نرخ سایش را افزایش داده است. به این ترتیب انجام عملیات حرارتی T6 راه حل مناسبی به منظور بهبود خواص سایشی کامپوزیت به شمار نمی‌رود.

مراجع

1. R. Galun, A. Weisheit, B. L. Mordike, *Improving the Surface Properties of Magnesium by Laser Alloying*, *Corrosion Reviews*, 16(1998)53–74.
2. Q. Miao, C. Cui, J. Pan, L. Duan, Y. Liu, *Tribological Behavior of Magnesium Alloy AZ91 Coated with TiN/CrN by Arc-glow Plasma Depositing*, *Aeronautics*, 19(2006)266–270.

13. P. C Lin, S. J. Huang, P. S. Hong, *Formation of magnesium metal matrix composites $Al_2O_3/p/AZ91D$ and their mechanical properties after heat treatment*, Acta Metallurgica Slovaca, 16(2010)237–245.
14. D. P. Myriounis, S.T. Hasan, *Heat Treatment and Interface Effects on the Mechanical Behavior of SiC-Particle Reinforced Aluminium Matrix Composites*, ASTM International, 5(2008).
15. R. Sathiskumar, N. Murugan, I. Dinaharan, S. J. Vijay, *Fabrication and Characterization of Cu/B_4C Surface Dispersion Strengthened Composite using Friction Stir Processing*, Archives of Metallurgy and Materials, 59(2014)83–87.
16. J. Archard, *Contact and rubbing of flat surfaces*, applied physics, 24(1953)981–988.
17. K. Holmberg, A. Matthews, *Coating Tribology (Properties, Mechanisms, Techniques, Applications)*, Tribology and Interface Engineering Services, 56(2009) 153.
18. A. C. Reddy, *strengthening mechanisms and fracture behavior of 7072Al / Al_2O_3 metal matrix composites*, International Journal of Engineering Science and Technology, 3(2011)6090–6100.
19. H. Chen, a. T. Alpas, *Sliding wear map for the magnesium alloy Mg-9Al-0.9Zn (AZ91)*, Wear, 246(2000)106–116.
20. H. Yan, J. Wan, Q. Nie, *Wear behavior of extruded nano-SiCp reinforced AZ61 magnesium matrix composites*, Advances in Mechanical Engineering, 2013(2013)1–6.