نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری **کامیوز ی** http://jstc.iust.ac.ir



مقایسه ریزساختار، مقاومت سایشی و خوردگی کامپوزیتهای سطحی AZ31B/SiO₂، AZ31B/graphite و AZ31B/SiO₂/graphite توليد شده به روش اصطكاكي اغتشاشي

مهدی رضائیان دلوئی'، حسن عبدالله یور*۲، محمد تجلی۳، سیدمصطفی موسویزاده نوقابی۴

۱ - دانشجوی دکتری، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه سمنان، سمنان ۲- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مواد و متالوژی، دانشگاه سمنان ۳- دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مواد و متالوژی، دانشگاه سمنان ۴- استادیار، دانشکده مهندسی، مجتمع آموزش عالی گناباد، گناباد

* سمنان، كديستى habd@semnan.ac.ir ،3513119111 *

چکیدہ	اطلاعات مقاله
هدف از این پژوهش مقایسهٔ ریزساختار، ریزسختی، مقاومت به سایش، و مقاومت به خوردگی سه کامپوزیت سطحی حاوی نانوذرات	دريافت: 97/12/22
سیلیکا، نانوذرات گرافیت و مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت تولیدشده به روش اصطکاکی اغتشاشی بر سطح آلیاژ منیزیم AZ31B بود.	پذيرش: 98/04/21
نتایج، پس از چهار پاس انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی، نشان داد متوسط اندازه دانه برای کامپوزیت حاوی سیلیکا، گرافیت، و مخلوط	
سیلیکا و گرافیت در ناحیه همزده به ترتیب 82%، 70% و 80% نسبت به آلیاژ منیزیم اولیه کاهش یافت. بهعلاوه، ریزسختی به ترتیب	کلید واژگان:
33%، 18.8% و 20.6% نسبت به ألياژ منيزيم اوليه افزايش يافت. اگرچه گرافيت، به عنوان يک جامد روانكار و نرم، باعث كاهش سختي	ی رو ک فرایند اصطکاکی اغتشاشی
شد، نتایج آزمون سایش نشان داد نرخ سایش برای نمونههای حاوی گرافیت و مخلوط گرافیت و سیلیکا تقریباً مشابه نمونه حاوی	ريانوکاميوزيت سطحي
سیلیکاست. بررسی تصاویر TEM نشان داد اندازه دانههای فرعی برای نمونه حاوی مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت نسبت به نمونه	رفتار مکانیکی
حاوی نانوذرات سیلیکا بیش از ۱8% کوچکتر است. بر طبق نتایج آزمون خوردگی، جریان خوردگی نمونه حاوی نانوذرات سیلیکا نسبت به	آزمون سایش
آلیاژ اولیه بیش از %89 کاهش یافت و نمونه حاوی مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت نجیبترین پتانسیل خوردگی را داشت	

Comparison of microstructure, wear resistance, and corrosion behavior of AZ31B/SiO₂, AZ31B/graphite, and AZ31B/SiO₂/graphite surface composite produced by friction stir processing (FSP)

Mehdi Rezaeian-delouei¹, Hassan Abdollah-Pour^{*1}, Mohammad Tajally¹, Seyed Mostafa Mousavizade Noghabi²

1- Faculty of Materials & Metallurgical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran 2- Department of Engineering, University of Gonabad, Gonabad, Iran

*P.O.B. 3513119111, Semnan, Iran, habd@semnan.ac.ir

Keywords Abstract In this research, silica nanoparticles, graphite nanoparticles, and a mixture of silica and graphite Friction stir processing (FSP) nanoparticles were used to fabricate surface composites on AZ31B by the use of friction stir Surface nanocomposite processing (FSP). The results after 4 passes indicated that, in comparison with as-received AZ31B, Mechanical behavior the mean grain size in the sir zone for AZ31B/SiO2, AZ31B/graphite, and AZ31B/SiO2/graphite Wear test decreased about 82%, 70%, and 80% respectively. Furthermore, in comparison with as-received AZ31B, microhardness increased 33%, 18.8%, and 20.6% respectively. Although graphite, as a solid lubricant, decreased hardness, the results of wear test indicated that wear rate of AZ31B/graphite and AZ31B/SiO₂/graphite is almost similar to wear rate of AZ31B/SiO₂. The investigation of TEM images indicated that the size of sub-grains for AZ31B/SiO2/graphite was 18% smaller than AZ31B/SiO2. Furthermore, the results of the corrosion test indicated that the corrosion current of AZ31B/SiO₂ reduced over 89% compared with as-received AZ31B, and AZ31B/SiO₂/graphite had the highest corrosion potential.

Please cite this article using:

د کامپوزیت

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید: Rezaei-delouei, M. Abdollah-pour, H. Tajally, M. Mousavizade Noghabi, S.M., "Comparison of microstructure, wear resistance, and corrosion behavior of AZ31B/SiO2, AZ31B/graphite, and AZ31B/SiO2/graphite surface composite produced by friction stir processing (FSP)", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites,

۱– مقدمه

وزن و میزان مصرف سوخت شاخصی مهم برای انتخاب مواد در صنایع هوافضا و حمل و نقل است. چگالی آلیاژهای منیزیم 1.74 g/cm3 است که 4.5 برابر سبکتر از فولاد و 1.5 برابر سبکتر از آلیاژهای آلومینیوم است. بنابراین، آلیاژهای منیزیم سبک است؛ اما سختی و مقاومت به سایش آنها کم است [1, 2]. تقویت این آلیاژها با ذرات سرامیکی و ایجاد ساختار کامپوزیتی سبب بهبود این ویژگیها میشود [3, 4]. از طرف دیگر، از آنجاکه فرایندهای سایش در سطح رخ میدهد، سخت کردن سطح میتواند با حفظ انعطاف پذیری، مقاومت به سایش را افزایش دهد. برای ایجاد ساختار کامپوزیتی در سطح قطعات، از روشهای مختلف استفاده میشود. از این میان، فرایندهایی نظیر ریخته گری [5]، پاشش حرارتی [6] و یا پوشش دهی با استفاده از لیزر [7]، به علت دمای کاری بالا، فازهای نامطلوب در ریزساختار ایجاد میکند. فرایند اصطکاکی اغتشاشی ایکی از روشهای حالت جامد برای ساخت کامپوزیتهای سطحی است که به علت دمای کاری پایین مورد توجه قرار گرفته و منجر به تولید فازهای نامطلوب در ریزساختار نمى شود [8, 9]. همچنين در اين روش، مشكل عدم توزيع يكنواخت ذرات تقويت كننده به حداقل مىرسد [8, 10].

جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی اولین بار در سال 1991 در انگلستان به عنوان یکی از فرایندهای حالت جامد برای اتصال آلیاژهای آلومینیوم استفاده شد [11]. در این روش، ابزاری غیرمصرفی و چرخان شامل پین و شانه وارد نمونه شده به طوری که شانه در تماس با سطح نمونه قرار می گیرد. گرمای ایجاد شده در اثر اصطکاک شانه و نمونه و نیز تغییر فرم پلاستیک، قطعه را بدون رسیدن به دمای ذوب نرم و شرایط را برای پیشروی ابزار فراهم می کند [10, 12]. موفقیت این روش در اتصال قطعات مختلف حوزه کاربرد آن را به تولید کامپوزیتهای سطحی نیز رساند. در سالهای اخیر، پژوهشهای گستردهای برای تولید کامپوزیتهای سطحی به روش اصطکاکی اغتشاشی انجام شده است [13, 1415,]. اسدی و همکاران [16] کامپوزیت سطحی آلیاژی از منیزیم (AZ91) و کاربید سیلیسیم را با این روش تهیه کردند و نتيجه گرفتند كه استفاده از نانوذرات كاربيد سيليسيم باعث كاهش اندازه دانه از 150 به 5 میکرومتر و افزایش سختی از 63 به HV 69 می شود. خيامين و همكاران [17] كامپوزيت پايه منيزيم (AZ91) تقويتشده با سیلیکا با استفاده از ابزار مربعی تولید و کاهش اندازه دانه به میزان %94 را گزارش کردند. عزیزیه و همکاران [18] سختی کامپوزیت پایه منیزیم (AZ31) تقویت شده با آلومینا را بررسی کردند و نشان دادند که افزایش تعداد پاس های فرایند اصطکاکی اغتشاشی باعث افزایش سختی می شود. آنها همچنین بیان کردند که ابزار بدون رزوه باعث سیلان نامناسب مواد شده و حفراتی در نمونه به وجود میآورد. سلیمانی و همکاران [19] از دو نوع ذره تقويت كننده براى توليد كامپوزيت هيبريدى Al5083/SiC/MoS₂ استفاده و گزارش کردند مقاومت سایشی نمونه حاوی ذرات سخت کاربید سیلیسیم و ذرات نرم سولفيد موليبدن در مقايسه با حالتي كه فقط كاربيد سيليسيم حضور دارد افزایش می یابد. احمدی فرد و همکاران [20] نیز بهبود خواص سایشی کامپوزیت A356 Aluminium alloy/TiO₂ در حضور روانکار گرافیت را گزارش کردهاند.

در این پژوهش، برای غلبه بر سختی و مقاومت به سایش کم آلیاژهای منیزیم، کامپوزیت سطحی تقویتشده با سیلیکا، تقویتشده با گرافیت و تقویتشده با مخلوط سیلیکا و گرافیت در سطح آلیاژ منیزیم (AZ31B) توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید شد. از آنجا که بررسیهای اولیه نشان داد به کمک ابزار بدون رزوه میتوان کامپوزیت بدون عیب تولید کرد، در این پژوهش از این نوع ابزار استفاده شد. همچنین، برای اولین بار، از ذرات سیلیکا (به عنوان جزء دارای سختی بالا) و از گرافیت (به عنوان جزء روانکار) به صورت همزمان استفاده شد.

2- مواد و روش تحقيق

در این پژوهش، از آلیاژ AZ31B با ضخامت 3.5 میلیمتر به عنوان زمینه استفاده شد (آلیاژ منیزیم AZ31B حاوی 2.8 درصد وزنی آلومینیوم و 0.9 درصد وزنی روی است). از سیلیکای آمورف با اندازه ذرات 30-20 نانومتر و گرافیت با اندازه ذرات 80-10 نانومتر (هر دو محصول یو-اس ریسرچ و نانومتریال) به عنوان تقویت کننده استفاده شد. (شکل 1 تصویر میکروسکوپ الکترونی این نانوذرات را نشان میدهد.) سپس، برای افزودن ذرات تقویت کننده، شیارهایی توسط فرز پولکی با ضخامت 0.6 و عمق mm 2 در سطح ورقهای منیزیم ایجاد شد و ذرات تقویت کننده در داخل شیار ایجاد شده قرار گرفت. برای نمونه حاوی مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت، نسبت وزنی سیلیکا به گرافیت برابر 2 بود.

برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی، از ماشین فرز مدل FP4M ساخت ماشینسازی تبریز و ابزاری به شکل مخروط ناقص استفاده شد. (تصویر شماتیک ابزار در شکل 2 آمده است.) با بررسیهای مقدماتی و نیز پیشینه پژوهش [16, 17] سرعت چرخش ابزار pm 1250، سرعت حرکت خطی mm/min 50 و زاویه بین ابزار و نمونه 3 درجه انتخاب شد. شکل 3 سطح نمونههای فراوری شده را نشان میدهد.

برای بررسی نقش ذرات تقویت کننده، نمونه هایی بدون حضور این ذرات نیز تولید شد. به منظور سهولت در نامگذاری، از حرف M برای این نمونه استفاده شد. همچنین از حرف S برای نمونه تولیدشده در حضور سیلیکا، از حرف G برای نمونه تولیدشده در حضور گرافیت و از حروف SG برای نمونه تولیدشده در حضور مخلوط سیلیکا و گرافیت استفاده شد.

نمونهبرداری حداقل 2 معد از محل شروع پاس با استفاده از اره دستی به آرامی انجام شد تا از گرم شدن بیش از حد نمونهها جلوگیری شود. دستی به آرامی انجام شد تا از گرم شدن بیش از حد نمونهها جلوگیری شود. پس از آن، پرداخت سطح نمونهها تا سنباده 5000 انجام شد. برای آشکارسازی ریزساختار، نمونهها به مدت 4 تا 6 ثانیه در محلول پیکرال (gr 0.28 معلی اسید پیکریک، co 10 اتانول %66، co 1.4 اسید استیک و 4.2 آب مقطر) قرار داده شد. برای تهیه تصاویر ریزساختار، از میکروسکوپ نوری مدل otad, قرار داده شد. برای تهیه تصاویر ریزساختار، از میکروسکوپ نوری مدل و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل فنوم (15kV) مجهز به EDS و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل فنوم (15kV) مجهز بعد و میکروسکوپ الکترونی مدل فنوم (15kV) مجهز بعد عرضی از میکروسکوپ الکترونی مدل فنوم (15kV) مجهز به EDS و میکروسکوپ الکترونی مدل مدل قدوم (15kV) مجهز به تولید شد. همچنین برای تهیه الگوی پراش الکترون و به در ای از مقطع عرضی، از میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل 1420 در ولتاژ کاری kV ای 100 استفاده شد. الگوی پراش اشعه ایکس توسط دستگاه مدل 80 با استفاده شد. الگوی میزاش اشعه ایکس توسط دستگاه مدل 80 در وبش 20-80 استفاده شد. الگوی در محدوده زاویه 20-80° با نرخ روبش 20 م م عرافزار Xpert ولتاژ VI می میز میدانی با استفاده از نرمافزار 20 د ولتاژ kV 35 و جریان μ 30 م م توسط و تایج با استفاده از نرمافزار 200 توسط ولتاژ سکا 35 در محدوده زاویه 20%

نشریه علوم و فناوری **کا** *م***پو زیت**

¹ Friction Stir Processing (FSP)

دستگاه میکروسختی سنج مدل Buehler انجام شد. آزمون سایش به روش پین روی دیسک مطابق استاندارد ASTM G99-05 [21] در شرایط خشک، دمای محیط C^o 00 و رطوبت نسبی 30% انجام شد. قطر پین فولادی mm 2 و سختی آن NB HRC ، سرعت پیشروی m/sec، نیروی عمودی N 7.5، مسافت انجام آزمون m 500 و قطر چرخش پین mm 9 بود. سطح ساییده و براده ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی و EDS بررسی شد. به علاوه، رفتار خوردگی نمونه ها در دمای اتاق با استفاده از نمودارهای پلاریزاسیون توسط دستگاه مدل اریگالیس با نرخ روبش mV/sec در محدوده پتانسیل 1700- تا m000 - نسبت به الکترود مرجع کالومل و با استفاده از الکترود شمارنده پلاتینی بررسی شد. الکترولیت مورد استفاده محلول آبی حاوی 0.4 درصد وزنی سولفات آمونیوم و 0.05 درصد وزنی کلرید سدیم بود.



Fig. 1 (a) TEM micrograph of SiO₂ nanoparticles and (b) SEM micrograph of graphite nanoparticles شکل 1 (a) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوذرات سیلیکا و (b)تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نانوذرات گرافیت





شکل 2 شکل هندسی ابزار فرایند اصطکاکی اغتشاشی

مہدی رضائیان دلوئی و ھمکاران



Fig. 3 Surface of FSPed samples

شکل3 سطح نمونههای فراوری شده

3–نتايج و بحث

1-3- بررسی ریزساختار در ناحیه همزده

شکل 4 ریزساختار آلیاژ AZ31B را نشان میدهد. این ریزساختار شامل دانههایی با اندازه μm 6-80 و متوسط اندازه دانه μm 33.5 (مطابق استاندارد

ASTM E112) است. آنالیز EDS زمینه و ترکیبات بینفلزی این آلیاژ در جدول 1 آمده است.



Fig. 4 OM images of as-received AZ31B alloy شكل 4 تصوير ميكروسكوپ نورى آلياژ اوليه AZ31B

AZ31B جدول 1 أناليز EDS تركيبات بين فلزى و زمينه آلياژ اوليه Table 1. Result of EDS analysis of intermetallic particles and matrix related to the as-received AZ31B alloy

Element (%wt)	Mg	Al	Zn	Mn	Other elemen ts	Phase
Intermetallic particles	32.5	26.5	0.4	30.2	9	Al ₈ Mn ₅
Matrix	90.7	2.8	0.8	0.2	5.5	α

شکل 5 تصویر میکروسکوپ نوری در ناحیه همزده نمونههایی را نشان میدهدکه 4 پاس تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفتند. علت انتخاب 4 پاس این بود که بر طبق بررسیهای اولیه، ذرات پس از 4 پاس در ریزساختار توزیع شدند. مطابق این شکل، در ریزساختار عیوبی مانند حفره

دیده نشد. این درحالی است که بر طبق برخی از گزارشهای قبلی [17, 22, 23]، توليد كامپوزيت سطحى به روش اصطكاكى اغتشاشى با استفاده از ابزار بدون رزوه منجر به تولید عیبهای ریزساختاری می شود. همچنین، مطابق شکل 5، در اثر فرایند اصطکاکی اغتشاشی، اندازه دانه به شدت کاهش یافت به گونهای که متوسط اندازه دانه نمونههای G ·S ·M، و SG به ترتیب به 6.7 ، 6 ، 13.5 و μm و 6.7 μm رسید. کاهش اندازه دانه برای نمونههای G ،S و SG که در حضور ذرات تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفتند به مراتب بیشتر از نمونه M بود زیرا برای تمام نمونههایی که تحت فرایند اصطكاكي اغتشاشي قرار مي گيرند، توليد گرما ناشي از تغيير فرم پلاستيك و اصطكاك ابزار و نمونه باعث تبلور مجدد و كاهش اندازه دانه مي شود [24]. اما در حضور ذرات تقویت کننده، علاوه بر این مکانیزم، مکانیزم قفل کنندگی زنر نیز باعث کاهش بیشتر اندازه دانه می شود. مطابق اثر قفل کنندگی زنر، ذرات توزیع شده در ریزساختار از مهاجرت مرزدانه و رشد دانه جلوگیری میکنند. در حضور ذرات تقویت کننده با اندازه کمتر از یک میکرومتر تبلور مجدد نیز به تاخیر می افتد. [22]. با کاهش اندازه دانه، دوقلوییها در ریز ساختار حذف شدند. پژوهش های قبلی نیز انتقال از دوقلویی به لغزش را با کاهش اندازه دانه گزارش کردهاند [25].





Fig.5 OM images of the stir zone of (a) Un-reinforcemented sample (M) (b) composite containing SiO₂ (S) (c) composite containing graphite (G) and (d) composite containing both SiO₂ and graphite (SG) شكل 5 تصوير ميكروسكوپ نورى در ناحيه همزده نمونههاى (الف) غيركامپوزتى (M)، (ب) كامپوزيتى تقويت شده با سيليكا (S)، (ج) كامپوزيتى تقويت شده با رگرافيت (G) و (د) كامپوزيتى هيبريدى تقويت شده با سيليكا و گرافيت (SG)

شکل 6 پراکندگی اندازه دانه را نشان میدهد. مطابق این شکل، فرایند اصطکاکی اغتشاشی، علاوه بر کاهش اندازه دانه، باعث توزیع یکنواخت اندازه دانه شد (یعنی اختلاف بین کمترین و بیشترین اندازه دانه کمتر شد). نمونههای S و SS توزیع اندازه دانه یکنواختتری از دیگر نمونهها داشتند.

شکل 7 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی نمونههای S و SG را نشان میدهد. پخش ذرات در نمونهها تقریباً مناسب و اندازه ذرات تجمعیافته در نمونه S بین 150 تا nm 350 و در نمونه SG بین 100 تا nm 350 است.



Fig. 6 grain size variation of as-received AZ31B alloy (AZ31B), Unreinforcemented sample (M), composite containing $SiO_2(S)$, composite containing graphite (G) and composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شکل 6 تغییرات اندازه دانه نمونههای آلیاژ اولیه، غیرکامپوزتی (M)، کامپوزیتی تقویت شده با سیلیکا (S)، کامپوزیتی تقویت شده با گرافیت (G) و کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)

¹ Zener pinning effect



Fig. 7 FESEM images of (a) composite containing $SiO_2(S)$, (b) composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شکل 7 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (الف) نمونه کامپوزیتی تقویت شده با سیلیکا (S) و (ب) نمونه کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)

3-2- سختی و مقاومت به سایش

(1)

رابطه هالیچ، ارتباط اندازه دانه و تنش تسلیم را به صورت کلی زیر
بیان می کند:
$$\sigma_{22} = \sigma_0 + k d^{-0.5}$$

$$b_y = b_0 + ku$$

در این رابطه، *τ*σ تنش تسلیم نمونه، σ₀ تنش اصطکاکی، *k* ثابت (پارامتر قفل شدن) و d متوسط اندازه دانه است. مطابق رابط ه هال _ پچ، با انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی و کاهش اندازه دانه، تـنش تسلیم نمونه افـزایش یافته و با توجه به رابطه مستقیم بین تـنش تسلیم و سختی، سختی نیـز افزایش می یابد. شکل 8 متوسط سختی و دامنه تغییرات سختی را در ناحیـه همزده نشان می دهد. همانطور که در این شکل دیده می شود، سختی همـه نمونهها در مقایسه با آلیاژ منیزیم اولیه (48HV) افزایش یافته است. افـزایش سختی برای نمونههای S G G یشتر از نمونه M است زیرا ایـن نمونـه ها اندازه دانه کوچکتر از نمونه M دارند. کاهش اندازه دانه یکی از مکانیزمهای استحکامدهـی و افـزایش سختی مـواد است [23] امـا هنگامیکـه ذرات ضریب انبساط حرارتی بین ذرات تقویت کننده و زمینه باعث افزایش دانسیته تقویت کننده در زمینه حضور داشته باشند، علاوه بر این مکانیزم، اخـتلاف در نابجاییها شده و استحکام و سختی را افزایش می دهد. همچنین حضـور ذرات تقویت کننده باعث فعال شدن مکانیزم اوروان^۱ و افـزایش بیشـتر استحکام و

سختی نیز میشود[22]. افزایش سختی در ساختارهای کامپوزیتی، علاوه بر مکانیزم استحکام بخشی مرزدانه، ناشی از اندرکنش نابجایی و ذرات تقویتکننده است. ذرات تقویت کننده به دو طریق حرکت نابجاییها را به تأخیر میاندازند: نابجایی این ذرات را بریده و یا آنها را دور میزند. اگر ذرات تقویت کننده سخت باشند، نابجایی نمیتواند آنها را برش دهد و باید از آنها عبور کند و مکانیزم اوروان حاکم میشود.

 $\Delta \sigma = rac{0.13 \ {
m Gb}}{\lambda} \ {
m Ln} \ rac{r}{b}$ در این رابطه λ فاصله بین ذرات، G مدول برشی زمینه، b برای برگرز

و r شعاع متوسط ذرات است. مطابق این رابطه توزیع ذرات و کاهش فاصله بین آنها باعث افزایش استحکامدهی، ناشی از مکانیزم اوروان میشود. بنابراین سختی بیشتر نمونههای ۵، 6و SG نسبت به نمونه M به دلیل اثر مکانیزم اوروان علاوه بر مکانیزم کاهش اندازه دانه است.

(٢)

مطابق شکل 8 کوچک بودن دامنه تغییرات اعداد سختی (اختلاف بین حداقل و حداکثر سختی) برای تمامی نمونهها و توزیع یکنواخت اندازه دانه و ذرات تقویت کننده نتیجه دیگر فرایند اصطکاکی اغتشاشی است. دامنه تغییرات اعداد سختی نمونههای SG و SG از نمونه M بزرگتر است زیرا با توجه به اینکه آزمون ریزسختیسنجی محل کوچکی از نمونه را بررسی می کند سختیسنجی روی ذرات سخت سیلیکا و یا ذرات نرم گرافیت باعث پراکندگی نتایج سختیسنجی می شود.

شکل 9 متوسط سختی و کاهش وزن نمونههایی را نشان میدهد که تحت آزمون سایش قرار گرفتهاند. اصلاح ریزساختار و کاهش اندازه دانه باعث افزایش مقاومت به سایش نمونهها نسبت به آلیاژ اولیه شد. نمونههای G ،S و SG وزن سایشیافته کمتر از نمونه M داشتند. توزیع ذرات سخت سیلیکا، به عنوان تحمل کننده بارهای وارد بر نمونه، تنش وارد به آنها را کاهش داده و باعث کاهش وزن سایشیافته نمونه S شد. برای نمونههای حاوی گرافیت، لایهای از گرافیت بر سطح نمونه تشکیل می شود که از تماس فلز با فلز جلوگیری کرده و باعث کاهش تنش برشی بین پین و سطح نمونه می شود [26]. بنابراین اگرچه سختی این نمونه B بود.



Fig. 8 Comparison of microhardness of the stir zone of Unreinforcemented sample (M), composite containing $SiO_2(S)$, composite containing graphite (G) and composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شکل 8 متوسط سختی در ناحیه همزده نمونههای غیرکامپوزتی (M)، کامپوزیتی تقویت شده با سیلیکا (S)، کامپوزیتی تقویت شده با گرافیت (G) و کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)

¹ Orowan mechanism



Fig.9 Microhardness and weight loss of samples after 500 m of asreceived AZ31B alloy (AZ31B), Un-reinforcemented sample (M), composite containing SiO_2 (S), composite containing graphite (G) and composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شکل 9 ریزسختی و میزان کاهش وزن پس از 500 متر نمونههای آلیاژ اولیه، غیرکامپوزتی (M)، کامپوزیتی تقویت شده با سیلیکا (S)، کامپوزیتی تقویت شده با گرافیت (G) و کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)

شكل 10 سطح ساييده شده نمونه ها را نشان مي دهد. آناليز EDS نواحي تیره رنگ در این شکلها نشان داد در این نواحی اکسید منیزیم تشکیل شده است. لایه اکسیدی تشکیل شده بر سطح نمونه های حاوی نانوذرات پایداری بیشتری داشته و باعث کاهش نرخ سایش شد. برای آلیاژ منیزیم اولیه، سایش چسبان و اکسید شدن براده های جدا شده از سطح باعث افزایش میزان سایش خراشان شد. نتیجه مشابه را فرجی و همکاران [23] نیز گزارش كردهاند. مطابق شكل 10، ميزان سايش چسبان براى نمونه هاى حاوى ذرات کاهش یافت. به طور کلی، حضور ذرات توزیعشده در ریزساختار، از تماس مستقیم سطح نمونه و پین جلوگیری کرده و وزن سایشیافته را کاهش میدهد. حضور ترکها عمود بر مسیر سایش و برادههای ورقهای شکل جدا شده از سطح انجام مکانیزم سایش لایهای شدن (delamination) برای نمونه ها را نشان میدهد. همچنین براده های جداشده از نمونه های حاوی گرافیت حاوی رشته های طویل بوده (شکل 10 (و)) که مکانیزم کندگی (cutting) را نشان میدهد. شانتی و همکاران [27] دلیل وقوع مکانیزم کندگی در کامپوزیت AZ31B/Al₂O₃ را ترد بودن منیزیم به دلیل داشتن ساختار بلورى هگزاگونال فشرده عنوان كردهاند.





100 µm

نشریه علوم و فناوری **کا میو** *ز***یت**

مہدی رضائیان دلوئی و همکاران



Fig. 11 Electron diffraction pattern of composite containing both ${\rm SiO}_2$ and graphite (SG)

شکل 11 الگوی تفرق نمونه کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)



Fig. 12 (a) TEM images for composite containing SiO_2 (S) and (b) TEM images for composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شكل 12 (الف) تصوير TEM نمونه كامپوزيتى تقويت شده با سيليكا (S) و (ب) تصوير TEM نمونه كامپوزيتى هيبريدى تقويت شده با سيليكا و گرافيت (SG)



Fig.10 (a) Worn surface of as-received AZ31B, (b) Worn surface of Un-reinforcemented sample (M), (c) Worn surface of composite containing $SiO_2(S)$, (d) Worn surface of composite containing graphite (G), (e) Worn surface of composite containing both SiO_2 and graphite (SG), and (f) wear debris of composite containing both SiO_2 and graphite (SG)

شکل 10 (الف) سطح سائیده شده نمونهها پس از آزمون سایش آلیاژ منیزیم اولیه، (ب) سطح نمونه غیرکامپوزتی (M)، (ج) سطح نمونه کامپوزیتی تقویت شده با سیلیکا (S)، (د) سطح نمونه کامپوزیتی تقویت شده با گرافیت (G)، (ه) سطح نمونه کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)، و (و) برادههای جدا شده از سطح نمونه کامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG)

بنابراین برای تمام نمونهها، مکانیزم سایش خراشان مشاهده شد و مکانیزم لایهای شدن نیز در کاهش وزن همه نمونهها نقش داشت، اما مکانیزم کندگی صرفاً در نمونه بدون ذرات و نمونههای حاوی گرافیت دیده شد.

3-3- میکروسکوپ الکترونی عبوری

شکل 11 الگوی تفرق نمونه SG را نشان میدهد. بررسی الگوی تفرق نشان داد ذرات سیلیکا که به حالت آمورف استفاده شدند در حین انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی حالت آمورف خود را حفظ کرده و بلوری نشدهاند. نتیجه مشابهی توسط لی و همکاران [11] گزارش شده است. حضور حلقههای Siو Mg2Si انجام واکنش بین سیلیکا و زمینه منیزیمی را تأیید کرد. ترکیب بین فلزی آلیاژ منیزیم اولیه (شکل 3)AlsMn5است.

شکل 12 تصویر TEM نمونه SG را نشان میدهد. تعداد زیادی سل با اندازه کوچکتر از 150 نانومتر در این تصویر دیده می شود. متوسط اندازه سل برای نمونه S 27 نانومتر و برای نمونه SG، 59 نانومتر بود.

4-3- مقاومت به خوردگی

نمودار پلاریزاسیون نمونهها در شکل 13 آمده است. با استفاده از مدل برونیابی نمودارهای پلاریزاسیون، جریان خوردگی آلیاژ اولیه، نمونههای M، S G و S به ترتیب اعداد 15، 18، 16، 9 و 12 میکروآمپر بر سانتیمتر مربع بهدست آمد. بنابراین جریان خوردگی نمونه S کمترین مقدار است که نسبت به آلیاژ اولیه بیش از %89 کاهش یافته است.



Fig. 13 Potentiodynamic polarization curves of as-received AZ31B alloy (AZ31B), un-reinforcemented sample (M), composite containing $SiO_2(S)$, composite containing graphite (G) and composite containing both SiO_2 and graphite (SG)the in 0.4 % wt(NH₄)₂SO₄ and 0.05 % wt NaCl solution

شکل 13 نمودار پلاریزاسیون نمونههای آلیاژ اولیـه، غیرکـامپوزتی (M)، کـامپوزیتی تقویت شده بـا سـیلیکا (S)، کـامپوزیتی تقویـت شـده بـا گرافیـت (G) و کـامپوزیتی هیبریدی تقویت شده با سیلیکا و گرافیت (SG) در محلول حـاوی 0.4 درصـد وزنـی سولفات آمونیوم و 0.05 درصد وزنی کلرید سدیم

مقایسه شاخه آندی نمونههای مختلف نشان میدهد با افزایش پتانسیل، جریان این شاخه برای نمونههایی که تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی قرار گرفتهاند کاهش بیشتری نسبت به آلیاژ پایه دارد که با توجه به ماهیت محصولات تشکیل شده در سطح آلیاژ منیزیم در محیط آبی و عملکرد فرایند اصطکاکی اغتشاشی قابل توجیه است. مطابق واکنش زیر، در محیط آبی هیدروکسید منیزیم در سطح نمونه تشکیل میشود: (۳)

این لایه غیرفعال و در محدوده وسیعی از pH پایدار است اما در زمانهای طولانی نمی تواند از فلز محافظت کند. پژوهشهای قبلی نشان دادند در صورتی که آلیاژ منیزیم حاوی عناصر آلیاژی آلومینیوم و روی و نیز ساختار ریزدانه باشد، این لایه توانایی حفاظت از سطح را دارد[28]. همچنین پژوهشها نشان دادهاند که حضور دانههای ریز و درشت در ریزساختار، به خصوص در محیط حاوی یون کلر، پایداری لایه غیرفعال را کاهش می دهد [29, 00]. بنابراین می توان گفت کاهش اندازه دانه و توزیع یکنواخت اندازه دانه علت پایداری لایه هیدروکسید منیزیم و کاهش جریان خوردگی در این پژوهش است.جریان خوردگی پایین برای نمونه S می تواند به دلیل پایداری بیشتر لایه هیدروکسید منیزیم تشکیل شده در سطح باشد. نتایج پژوهش اروراو همکارانش [31] برای آلیاژ منیزیم AE42 در توافق با نتایج این پژوهش است.

4- نتیجه گیری

در این پژوهش با استفاده از نانوذرات سیلیکا، نانوذرات گرافیت و مخلوط این دو ذره، نانوکامپوزیت پایه منیزیم به روش اصطکاکی اغتشاشی تولید شد. نتایج نشان داد:

- کاهش چشم گیری در اندازه دانه نسبت به آلیاژ پایه رخ میدهـد و ریزساختار نمونههای تولیدی دارای دانههای ریز هممحور است.
- بر طبق بررسیهای ریزساختاری، پس از چهار پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی، اندازه دانه نمونه بدون ذرات 59.7 درصد، نمونه کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با نانوذرات سیلیکا 82 درصد، نمونه کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با مانوذرات گرافیت 70 درصد، و نمونه کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت 80 درصد نسبت به آلیاژ پایه کاهش یافت.
- بر طبق نتایج سختی سنجی، پس از چهار پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی، ریزسختی نمونه بیدون ذرات 10 درصد، نمونه کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با نانوذرات سیلیکا 33 درصد و کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با نانوذرات گرافیت 18.8 درصد و نمونه کامپوزیتی منیزیم تقویتشده با مخلوط نانوذرات سیلیکا و گرافیت 20.6 درصد نسبت به آلیاژ پایه افزایش یافت.
- بر طبق نتایج آزمون سایش، برای نمونه ای حاوی ذرات، توزیع
 ذرات در ریزساختار، از تماس مستقیم سطح نمونه و پین
 جلوگیری کرده و نرخ سایش را کاهش میدهند.
- سایش تمام نمونهها با مکانیزم خراشان و ورقهای شدن و برای نمونههای حاوی گرافیت و نمونه بدون ذرات، علاوه بر آن، مکانیزم کندگی نیز رخ داد.
- آزمون خوردگی نشان داد کمترین جریان خوردگی مربوط به نمونه حاوی نانوذرات سیلیکا است که نشان میدهد لایه هیدروکسید منیزیم تشکیل شده بر سطح این نمونه پایدارتر از بقیه نمونهها است.

5- تشكر و قدرداني

نویسندگان مراتب تشکر خـود را از حمایـت دانشـگاه سـمنان (پـارک علـم و فناوری، معاونت آموزشی و معاونت پژوهشی) برای انجـام ایـن پـژوهش اعـلام میکنند.

7- مراجع

- Kumar, A., Kumar, S. and Mukhopadhyay, N. K., "Introduction to Magnesium Alloy Processing Technology and Development of Low-Cost Stir Casting Process for Magnesium Alloy and Its Composites" Journal of Magnesium and Alloys, Vol. 6, No. 3, pp. 245-254, 2018.
- [2] Babu, J., Anjaiah, M. and Mathew, A., "Experimental Studies on Friction Stir Processing of AZ31 Magnesium Alloy" Materials Today: Proceedings, Vol. 5, No. 2, Part 1, pp. 4515-4522, 2018.
- [3] Rathee, S., Maheshwari, S., Siddiquee, A. N. and Srivastava, M., "A Review of Recent Progress in Solid State Fabrication of Composites and Functionally Graded Systems Via Friction Stir Processing" Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, Vol. 43, No. 4, pp. 334-366, 2018.
- [4] Masroor, H., Janghorban, K. and Danesh manesh, H., "Investigation of microstructure and hardness of surface composite AA5086(H116)/ZrO₂ and surface hybrid composite AA5086(H116)/ZrO₂/Gr fabricated by friction stir processing," In persian, Journal of New Materials, Vol. 6, No. 3, pp. 101-114, 2016.
- [5] Lu, Y., Li, J., Yang, J. and Li, X., "The Fabrication and Properties of the Squeeze-Cast Tin/Al Composites" Materials and Manufacturing Processes, Vol. 31, No. 10, pp. 1306-1310, 2016.
- [6] Shi, J., Yan, H., Su, B., Chen, J., Zhu, S. and Chen, G., "Preparation of a Functionally Gradient Aluminum Alloy Metal Matrix Composite Using the Technique of Spray

نشریه علوم و فناوری **کا** *می***و زیت**

- [25]Yu, Z., "Dependence of Microstructure Evolution, Texture, and Mechanical Behavior of a Mg Alloy on Thermo-Mechanical Input During Friction Stir Processing", 2010.
- [26]Devaraju, A., Kumar, A. and Kotiveerachari, B., "Influence of Addition of Gr_p/Al₂O_{3p} with SiC_p on Wear Properties of Aluminum Alloy 6061-T6 Hybrid Composites Via Friction Stir Processing" Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 23, No. 5, pp. 1275-1280, 2013.
- [27]Shanthi, M., Nguyen, Q. B. and Gupta, M., "Sliding Wear Behaviour of Calcium Containing AZ31B/Al₂O₃ Nanocomposites" Wear, Vol. 269, No. 5, pp. 473-479, 2010.
- [28]Ma, A. and Jiang, J., "Bulk Ultrafine-Grained Magnesium Alloys by Spd Processing: Technique, Microstructures and Properties" in: Magnesium Alloys-Design, Processing and Properties, Eds.: InTech, 2011.
- [29]Hamu, G. B., Eliezer, D. and Wagner, L., "The Relation between Severe Plastic Deformation Microstructure and Corrosion Behavior of AZ31 Magnesium Alloy" Journal of Alloys and Compounds, Vol. 468, No. 1, pp. 222-229, 2009.
- [30]Saikrishna, N., Pradeep Kumar Reddy, G., Munirathinam, B. and Ratna Sunil, B., "Influence of Bimodal Grain Size Distribution on the Corrosion Behavior of Friction Stir Processed Biodegradable AZ31 Magnesium Alloy" Journal of Magnesium and Alloys, Vol. 4, No. 1, pp. 68-76, 2016.
- [31]Arora, H. S., Singh, H. and Dhindaw, B. K., "Corrosion Behavior of a Mg Alloy AE42 Subjected to Friction Stir Processing" Corrosion, Vol. 69, No. 2, pp. 122-135, 2012.

Deposition" Materials and Manufacturing Processes, Vol. 26, No. 10, pp. 1236-1241, 2011.

- [7] Quazi, M., Fazal, M., Haseeb, A., Yusof, F., Masjuki, H. H. and Arslan, A., "Laser-Based Surface Modifications of Aluminum and Its Alloys" Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, Vol. 41, No. 2, pp. 106-131, 2016.
- [8] Morisada, Y., Fujii, H., Nagaoka, T. and Fukusumi, M., "Effect of Friction Stir Processing with SiC Particles on Microstructure and Hardness of AZ31" Materials Science and Engineering: A, Vol. 433, No. 1–2, pp. 50-54, 2006.
- [9] Dinaharan, I. and Akinlabi, E. T., "Low Cost Metal Matrix Composites Based on Aluminum, Magnesium and Copper Reinforced with Fly Ash Prepared Using Friction Stir Processing" Composites Communications, Vol. 9, pp. 22-26, 2018.
- [10]Mishra, R. S. and Ma, Z. Y., "Friction Stir Welding and Processing" Materials Science and Engineering: R: Reports, Vol. 50, No. 1–2, pp. 1-78, 2005.
- [11]Lee, C. J., Huang, J. C. and Hsieh, P. J., "Mg Based Nano-Composites Fabricated by Friction Stir Processing" Scripta Materialia, Vol. 54, No. 7, pp. 1415-1420, 2006.
- [12] Givi, M., Ghasemi, A. H., and Abbasi, M., "The effect of friction stir vibration processing on microstructure and mechanical
- properties of Al5052/SiC surface nano composite,"In persian, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 6, No. 1, pp. 1-11, 2018.
- [13]khodabakhshi, A., Kazemi, Sh. and Ahmadifard, S., "Investigation the mechanical and microstructural propreties of copper surface composite Cu/SiO₂ fabricated by friction stir processing," In persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 4, pp. 426-433, 2018
- [14] Yousefpour, H. and Akbari Mousavi, S. A., "Investigations on microstructure, wear behavior and corrosion resistance of brass/graphite composite produced by friction stir processing," In persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 3, No. 3, pp. 253-260, 2016.
- [15] Ahmadifard, S., Shahin, N., Kazemi, Sh., Heidarpour, A. and Shirazi, A., "Fabrication of A5083/SiC surface composite by friction stir processing and its characterization,"In persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 4, pp. 31-36, 2015.
- [16]Asadi, P., Faraji, G. and Besharati, M. K., "Producing of AZ91/Sic Composite by Friction Stir Processing (Fsp)" The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 51, No. 1, pp. 247-260, 2010/11/01, 2010.
- [17]Khayyamin, D., Mostafapour, A. and Keshmiri, R., "The Effect of Process Parameters on Microstructural Characteristics of AZ91/SiO₂ Composite Fabricated by Fsp" Materials Science and Engineering: A, Vol. 559, No. 0, pp. 217-221, 2013.
- [18]Azizieh, M. and Boroujerdnia, M., "Feasibility Study of AZ31/Al₂O₃ Surface Nanocomposite Fabrication Via Friction Stir Processing," In persian, Journal of New Materials, Vol. 6, No. 2, pp. 65-78, 2016.
- [19]Soleymani, S., Abdollah-zadeh, A. and Alidokht, S. A., "Microstructural and Tribological Properties of Al5083 Based Surface Hybrid Composite Produced by Friction Stir Processing" Wear, Vol. 278–279, No. 0, pp. 41-47, 2012.
- [20] Ahmadifard, S., Roknian, M., Khodaee, M. and Heidarpour, A., "Fabrication and investigation of microstructutr and mechanical properties of A356-TiO₂-Gr surface hybrid nanocomposite by friction stir processing," In persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 5, No. 1, pp. 61-68, 2018.
- [21] ASTM G99-05, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2005
- [22]Azizieh, M., Kokabi, A. H. and Abachi, P., "Effect of Rotational Speed and Probe Profile on Microstructure and Hardness of AZ31/Al₂O₃ Nanocomposites Fabricated by Friction Stir Processing" Materials & Design, Vol. 32, No. 4, pp. 2034-2041, 2011.
- [23]Faraji, G. and Asadi, P., "Characterization of AZ91/Alumina Nanocomposite Produced by FSP" Materials Science and Engineering: A, Vol. 528, No. 6, pp. 2431-2440, 2011.
- [24]Gerlich, A. P., "Critical Assessment: Friction Stir Processing, Potential, and Problems" Materials Science and Technology, Vol. 33, No. 10, pp. 1139-1144, 2017.