

## تأثیر نانوذرات SiC و محیط نیتروژن مایع بر تحولات ریزساختاری آلومینیوم تغییرشکل شدید یافته حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

محمود سرکاری خرمی<sup>۱</sup>، محسن کاظمی نژاد<sup>\*۱</sup>، امیرحسین کوبی<sup>۱</sup>

<sup>۱</sup>دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی مواد، تهران، ایران.

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۴/۸/۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۵/۱۲/۹

**چکیده** ورق آلومینیوم ۱۰۵۰ تغییر شکل شدید یافته تحت فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در شرایط مختلف فرآوری بدون نانوذرات در دمای اتاق و فرآوری به همراه نانوذرات در محیط نیتروژن مایع قرار گرفت. بررسی‌های ریزساختاری نشان داد که پس از سه پاس فرآوری، توزیع مناسبی از نانوذرات در منطقه اغتشاش یافته حاصل می‌شود. همچنین مطالعات پراش الکترون‌های بازگشتی (EBSD) از منطقه مذکور مبین این مساله است که در مقایسه با نمونه تغییرشکل شدید یافته و فرآوری شده بدون نانوذرات و در دمای اتاق، فرآوری به همراه نانوذرات و در محیط نیتروژن مایع از وقوع رشد دانه شدید در منطقه اغتشاش یافته جلوگیری به عمل می‌آورد و ساختار بسیار ریزدانه حاصل می‌کند. به علاوه، استفاده از نانوذرات و محیط خنک‌کننده تغییر دهنده در جهت‌گیری ترجیحی دانه‌ها و سازوکار تبلور مجدد در منطقه اغتشاش یافته ایجاد نمی‌نماید. بررسی‌ها حاکی از آن است که سازوکار تبلور مجدد در منطقه اغتشاش یافته، بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی پیوسته می‌باشد و در شرایط فرآوری در محیط نیتروژن مایع، تبلور مجدد دینامیکی ناپیوسته نیز به طور محدودی اتفاق می‌افتد. نتایج سختی‌سنجی نشان داد که استفاده هم‌زمان محیط خنک‌کننده و نانوذرات تأثیر چشمگیری بر بهبود خواص مکانیکی ناحیه اغتشاش یافته دارد.

**کلمات کلیدی:** تغییرشکل پلاستیک شدید، فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، نانوذرات SiC، نیتروژن مایع، تبلور مجدد.

## The Effect of SiC Nanoparticles and Liquid Nitrogen Medium on Microstructure Evolutions of Severely Deformed Al During Friction Stir Processing

Mahmoud Sarkari Khorrami<sup>1</sup>, Mohsen Kazeminezhad<sup>\*1</sup>, Amir Hosein Kokabi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Sharif University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, Tehran, Iran.

**Abstract** The severely deformed 1050-aluminum sheet was processed by friction stir processing (FSP) at different conditions of processing without nanoparticles in the ambient temperature and with SiC nanoparticles in the liquid Nitrogen medium. Microstructural assessments indicated that the appropriate distribution of SiC nanoparticles was obtained after 3-passes of FSP. In addition, electron backscattered diffraction (EBSD) analysis manifested that using nanoparticles along with the liquid Nitrogen medium during FSP was able to prevent the intense grain growth in the stir zone which occurred in the case of FSP without nanoparticles in the ambient temperature. Neither the orientation of grains nor the mechanism of grain formation in the stir zone was different comparing two mentioned FSP conditions. The mechanism of grain formation in the stir zone was determined to be dynamic recovery (DRV) and continuous dynamic recrystallization (CDRX) phenomena. However, discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) mechanism was also evident in the limited extent in the case of FSP with SiC nanoparticles in the liquid Nitrogen medium. The microhardness results showed that the simultaneous use of SiC nanoparticles and liquid Nitrogen medium during FSP caused to the significant improvement in the mechanical properties of the stir zone.

**Keywords:** Severe plastic deformation, Friction stir processing, SiC nanoparticles, Liquid Nitrogen, Recrystallization.

## ۱- مقدمه

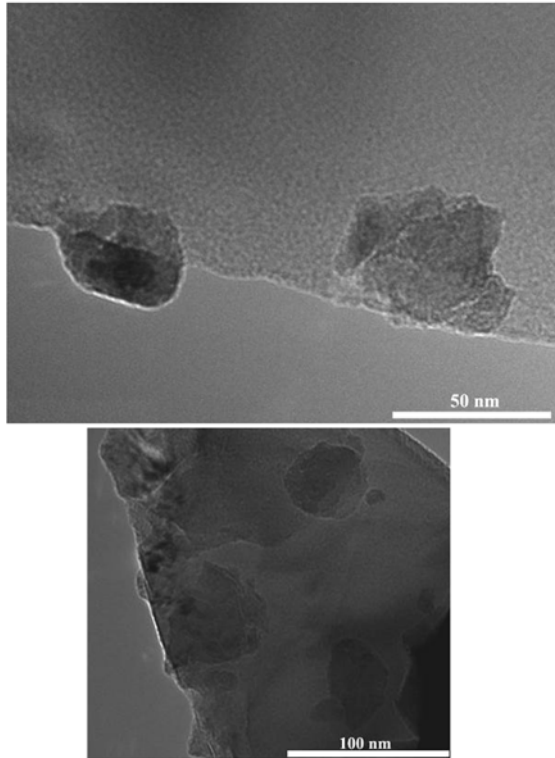
فرآیندهای تغییرشکل پلاستیک شدید<sup>۱</sup> از این جهت که منجر به کاهش اندازه دانه و در نتیجه بهبود نسبت استحکام به وزن می‌شوند در بسیاری از حوزه‌های صنعتی از جمله صنایع حمل و نقل و هوافضا مورد توجه قرار دارند [۱]. روش‌های متنوعی برای اعمال تغییرشکل پلاستیک شدید روی فلزات توسعه یافته است که از میان آنها، پیوند نوردی انباشتی<sup>۲</sup> [۲] و پرس کاری در قالب کنگره‌ای مقید<sup>۳</sup> [۳] برای اعمال کرنش روی ورق‌ها مناسب می‌باشند. سیر تحولات ریزساختاری حین تغییر شکل پلاستیک به این صورت است که در کرنش‌های کم، چگالی نابجایی‌ها افزایش یافته و سلول‌های نابجایی تشکیل می‌شود. سپس، با ادامه اعمال کرنش و افزایش مجدد چگالی نابجایی‌ها و با جذب نابجایی‌ها در مرزهای کم‌زاویه، بدآرایی در آنها افزایش یافته تا مرزهای با زاویه زیاد توسعه یابند و در نهایت، ساختار بسیار ریزدانه حاصل شود. البته مرزهای اصلی در این ساختار به‌طور عمده غیرتعادلی هستند. این مرزدانه‌ها در شرایطی ایجاد می‌شوند که در آنها نابجایی‌های اضافی که نقشی در افزایش بدآرایی ندارند و به‌طور اصطلاح لازم هندسی نیستند وجود داشته باشد [۴]. مطالعات نشان داده است که استفاده از فرآیند تغییرشکل پلاستیک شدید می‌تواند اندازه دانه حدود یک میکرومتر در آلیاژهای آلومینیوم، فولاد و مس ایجاد نماید [۲]. با این حال، فرآیندهای مذکور دارای محدودیت‌هایی نیز هستند از جمله این‌که با توجه به محدود بودن فشار اعمالی و صلیبیت تجهیزات، اغلب ابعاد محصولات فرآیندهای تغییرشکل پلاستیک شدید کوچک است [۵] و کاربرد صنعتی ندارند [۶]. همچنین تولید یک قطعه با ساختار ریزدانه با هندسه پیچیده به‌طور مستقیم از طریق فرآیندهای تغییرشکل پلاستیک شدید بسیار مشکل است [۷].

با توجه به محدودیت‌های مذکور، اتصال فلزات با ساختار بسیار ریزدانه موضوع مهمی به‌نظر می‌رسد. با توجه به ویژگی‌هایی که برای ساختار مواد تغییرشکل شدید یافته اشاره گردید، جوشکاری این فلزات با چالش‌های جدی مواجه است.

با توجه به غیرتعادلی بودن وضعیت مرزدانه‌ها، این فلزات اغلب نسبت به اعمال حرارت حساس هستند. از این‌رو، اتصال این مواد با فرآیندهای جوشکاری ذوبی که حرارت ورودی بسیار زیادی دارند افت شدید خواص مکانیکی در منطقه جوش و نواحی اطراف را به دنبال خواهد داشت [۸]. بنابراین، به‌نظر می‌رسد که فرآیندهای جوشکاری حالت جامد مانند فرآیند اصطکاکی اغتشاشی برای این منظور مناسب‌تر باشند [۹]. با این حال، نتایج تحقیقات گذشته نشان داده است که حتی استفاده از این روش برای جوشکاری آلومینیوم بسیار ریزدانه که اغلب ساختار ظریف ایجاد می‌کند [۱۰]، مشکل رشد دانه و در نتیجه افت خواص مکانیکی در مناطق جوش و اطراف آن را به دنبال دارد [۱۱، ۱۲]. این مشکلات نه تنها در فلزات تغییرشکل شدید یافته بلکه در آلیاژهایی که تحت کار سرد مکانیکی معمولی نظیر نورد سرد قرار گرفته‌اند نیز می‌تواند خود را نشان دهد. از این جهت، به‌نظر می‌رسد دست‌یابی به روشی که بتواند مانع از افت خواص مکانیکی منطقه جوش در فلزات کار شده شود از اهمیت قابل توجهی برخوردار باشد. مطالعات محققین نشان می‌دهد که حضور فازهای ثانویه یا ذرات ریز در ساختار حین جوشکاری می‌تواند مانع از مهاجرت مرزدانه‌ها گردد که با اثر قفل کردن<sup>۴</sup> شناخته می‌شود [۱۳-۱۶]. با این حال دیدگاه فوق زمانی مؤثر است که ذرات بسیار ریز با توزیع یکنواخت در ساختار موجود باشد [۱۷]. البته به این موضوع باید توجه داشت که توزیع یکنواخت ذرات نانومتری بسیار دشوار است [۱۸] چون بین این ذرات جاذبه زیادی وجود دارد و همواره تمایل به تجمع و خوشه‌ای شدن ذرات دیده می‌شود [۱۹]. روش‌های متنوعی برای تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیوم تقویت شده با ذرات وجود دارد، از جمله ریخته‌گری اغتشاشی<sup>۵</sup> و متالورژی پودر [۲۰، ۲۱]. در روش‌های حالت مذاب به دلیل دمای زیاد فرآیند، مشکلات واکنش‌های فصل‌مشترکی تقویت‌کننده - زمینه و در نتیجه ایجاد فازهای مضر وجود دارد [۱۷، ۲۲]. در روش آلیاژسازی مکانیکی<sup>۶</sup> (که زیرمجموعه روش‌های متالورژی پودر است) نیز در فصل مشترک ذره - زمینه اغلب آلودگی‌هایی مشاهده می‌شود [۲۳] که کاهش پیوستگی فصل‌مشترک و افت تحمل بار<sup>۷</sup> از زمینه

<sup>۵</sup> Stir casting<sup>۶</sup> Mechanical alloying (MA)<sup>۷</sup> Load bearing<sup>۱</sup> Severe plastic deformation (SPD)<sup>۲</sup> Accumulative roll bonding (ARB)<sup>۳</sup> Constrained groove pressing (CGP)<sup>۴</sup> Pinning effect

داخل محفظه آببندی شده قرار گرفت. پس از ورود ابزار به سطح نمونه، نیتروژن مایع روی نمونه ریخته شد و فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در شرایطی که نمونه به طور کامل در مایع غوطه‌ور باشد، انجام گردید. فرآیند اصطکاکی اغتشاشی سه مرتبه در محیط نیتروژن مایع اجرا شد.



شکل ۱. تصویر TEM از نانوذرات SiC مورد استفاده در این پژوهش.

به منظور بررسی ریزساختار با میکروسکوپ نوری، سطح مقطع از منطقه اغتشاش یافته تهیه گردید و پس از مراحل آماده‌سازی، الکتروچ در محلول ۲/۵ درصد HBF<sub>4</sub> در ولتاژ ۲۰ ولت انجام شد. هم‌چنین برای بررسی جزئیات ریزساختاری اعم از جهت‌گیری دانه‌ها و مرز دانه‌های فرعی و اصلی، آزمون پراش الکترون‌های بازگشتی<sup>۹</sup> انجام گردید. برای این منظور، پس از آماده‌سازی با محلول سوسپانسیون حاوی ذرات سیلیکا با ابعاد ۵۰ نانومتر، الکتروپولیش در محلول محتوی متانول، آب و پرکلریک اسید (HClO<sub>4</sub>) در ولتاژ ۱۵ ولت انجام گردید. به‌علاوه، زیرساختار منطقه اغتشاش یافته توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری<sup>۱۰</sup> در ولتاژ ۱۰۰ کیلوولت مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور، ابتدا دیسکی به قطر سه میلی‌متر و ضخامت ۱۰۰ میکرومتر از ناحیه مورد نظر از نمونه جدا شد و

را موجب می‌شود [۲۴]. تحقیقات نشان می‌دهد که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی<sup>۱</sup> که براساس فرآیند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی طراحی شده است روش بسیار مناسبی برای ایجاد نانوکامپوزیت‌های حجمی و سطحی است و توزیع ذرات یکنواختی می‌تواند ایجاد کند [۲۵].

از آنجا که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در آلومینیوم آنیل شده موجب ریزدانه شدن و بهبود خواص مکانیکی می‌گردد [۲۶] و در مقابل منجر به رشد دانه در آلومینیوم تغییرشکل شدید یافته می‌شود، هدف این پژوهش پایدار کردن مرز دانه‌ها و بهبود خواص مکانیکی منطقه اغتشاش یافته حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی روی ورق‌های آلومینیوم تغییرشکل شدید یافته با بهره‌گیری از نانوذرات SiC است. هم‌چنین در این پژوهش اثر هم‌زمان استفاده از محیط خنک‌کننده نیتروژن مایع نیز بر تحولات ریزساختاری و سازوکار تبلور مجدد در منطقه اغتشاش یافته مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- روش تحقیق

به منظور اعمال تغییرشکل پلاستیک شدید، ورق آلومینیوم ۱۰۵۰ آنیل شده تحت دو پاس فرایند پرس‌کاری در قالب کنگره‌ای مقید، معادل کرنش ذخیره شده ۲/۳۲ قرار گرفت. جزئیات این فرآیند در تحقیقات پیشین به تفصیل شرح داده شده است [۳، ۲۷]. پس از اعمال تغییرشکل پلاستیک شدید، روی سطح ورق شیاری به عرض یک و عمق ۱/۵ میلی‌متر ایجاد گردید و درون آن ۰/۱۲ گرم نانوذرات SiC با ابعاد تقریبی ۵۰ نانومتر (شکل ۱) قرار داده شد. در ابتدا، به منظور بستن سطح شیار، فرآیند اصطکاکی اغتشاشی با ابزار بدون پین صورت گرفت. ابزار مورد نظر از فولاد گرم‌کار H13 با قطر شانه ابزار ۱۲ میلی‌متر تهیه گردید. سپس در مرحله بعد، فرآیند اصطکاکی اغتشاشی با ابزار دارای پین انجام شد. ابزار دارای شانه به قطر ۱۲ میلی‌متر و پین به قطر سه و ارتفاع ۲/۱ میلی‌متر بود. هم‌چنین زاویه محور ابزار نسبت به بردار عمود بر ورق سه درجه تنظیم گردید. سرعت دورانی و انتقالی ابزار به ترتیب ۱۲۰۰ دور بر دقیقه و ۵۰ میلی‌متر بر دقیقه در نظر گرفته شد. برای ایجاد شرایط فرآوری در محیط خنک‌کننده نیتروژن مایع، نمونه به همراه قید

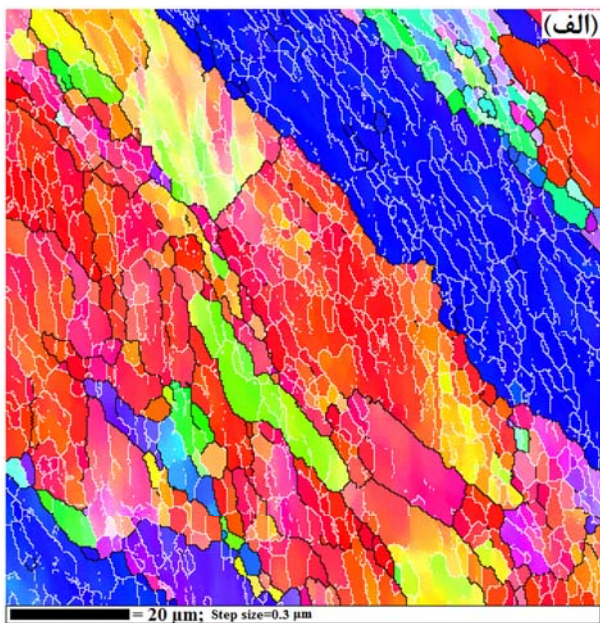
<sup>۹</sup> Electron backscattered diffraction (EBSD)

<sup>۱۰</sup> Transmission electron microscopy (TEM)

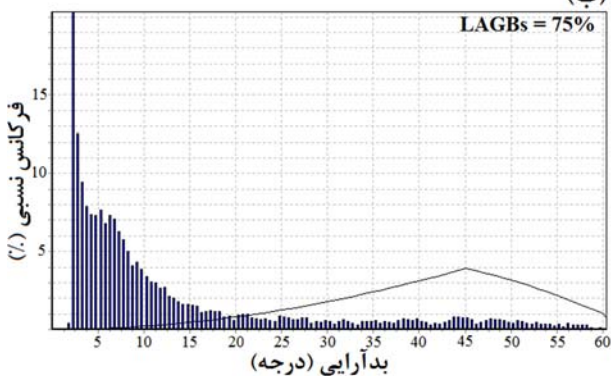
<sup>۱</sup> Friction stir processing (FSP)

مربوط می‌شود. این میزان از انرژی کرنشی ذخیره شده، نیروی محرکه برای رشد دانه شدید را پس از تبلور مجدد دینامیکی فراهم می‌آورد. لذا می‌توان گفت که آلومینیوم به شدت تغییر-شکل یافته نسبت به فرآیندهای ترمومکانیکی مثل فرآیند اصطکاکی اغتشاشی ناپایدار است. نتایج مشابهی در تحقیقات مرتبط با اثر فرآیند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی روی آلومینیوم پیوند نوردی انباشتی شده گزارش گردیده است [۵].

[۲۹]



(ب)



شکل ۲. (الف) تصویر EBSD و (ب) توزیع بدآرایی در فلز پایه تغییرشکل شدید یافته با دو پاس فرآیند پرس کاری در قالب کنگره‌ای مقید.

### ۳-۳ ریزساختار نمونه فرآوری شده بدون نانوذرات در دمای اتاق

اتاق

به منظور رفع مشکل رشد دانه در منطقه اغتشاش یافته آلومینیوم تغییرشکل شدید یافته، در این پژوهش از نانوذرات و محیط خنک‌کننده نیتروژن مایع حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

پس از نازک‌کاری با غلتک و ذرات ساینده، در میانه دیسک حفره‌ای توسط بمباران یونی متمرکز<sup>۱</sup> ایجاد گردید به طوری که تنش و کرنش اضافی به نمونه اعمال نشود. در نهایت، بررسی‌ها در اطراف حفره که ضخامت تقریبی ۱۰۰ نانومتر دارد صورت گرفت. هم‌چنین به منظور بررسی خواص مکانیکی منطقه اغتشاش یافته، آزمون ریزسختی سنجی با نیروی ۱۰۰ گرم و مدت زمان اعمال نیرو ۱۵ ثانیه انجام گردید.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱ ریزساختار فلز پایه

ریزساختار فلز پایه دو پاس تغییر شکل شدید یافته در شکل ۲ (الف) نشان داده شده است. هم‌چنین توزیع بدآرایی مربوطه در شکل ۲ (ب) ارائه شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، ریزساختار فلز پایه از دانه‌های اصلی کشیده شده با اندازه دانه متوسط هشت میکرومتر به همراه ساختار دانه‌های فرعی با ابعاد یک میکرومتر داخل آنها تشکیل شده است به طوری که ۷۵ درصد مرز دانه‌ها ماهیت کم‌زاویه دارند. با توجه به این که دو پاس از فرآیند پرس کاری در قالب کنگره‌ای مقید (با کرنش معادل ۲/۳۲) به عنوان تغییر شکل پلاستیک شدید با کرنش کم (کمتر از سه) محسوب می‌گردد، درصد زیاد مرزهای فرعی داخل باندهای برشی به عنوان ریزساختار غالب مورد انتظار است [۲۸].

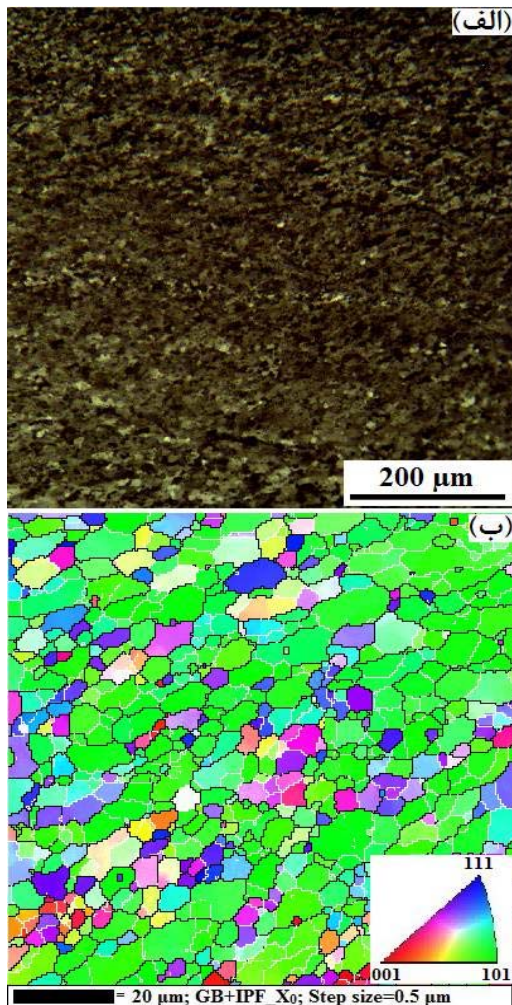
#### ۳-۲ ریزساختار نمونه فرآوری شده بدون نانوذرات در دمای اتاق

اتاق

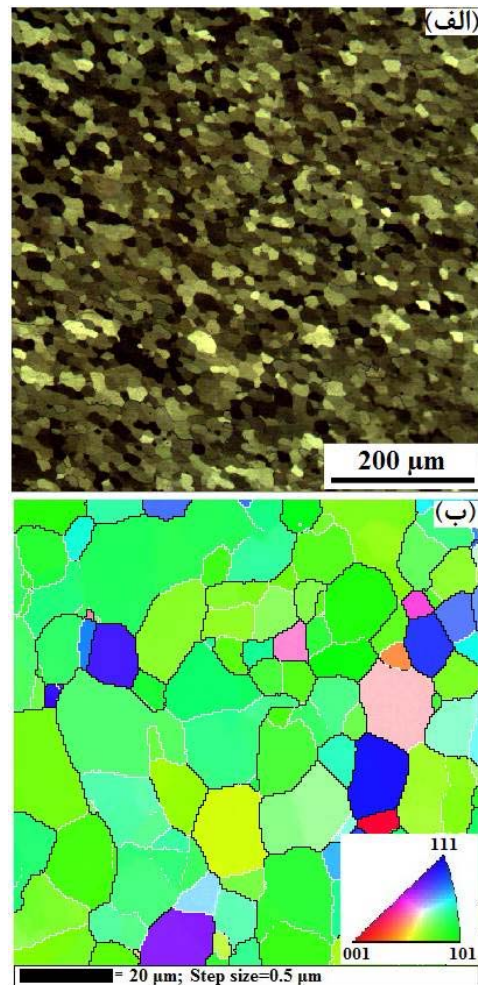
نتایج بررسی‌های ریزساختاری حاصل از میکروسکوپ نوری و EBSD از منطقه اغتشاش یافته نمونه فرآوری شده در دمای اتاق و بدون نانوذرات در شکل ۳ (الف) ارائه شده است. مشاهده می‌گردد که اندازه دانه متوسط ۱۳/۲ میکرومتر در منطقه اغتشاش یافته پس از یک پاس فرآوری حاصل شده است. از مقایسه اندازه دانه در منطقه اغتشاش یافته و ساختار فلز پایه، نتیجه می‌شود که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به ایجاد دانه‌های هم‌محور و با اندازه بیشتر نسبت به فلز پایه می‌شود. علت افزایش اندازه دانه در منطقه اغتشاش یافته به مقدار قابل توجه انرژی کرنشی ذخیره شده در آلومینیوم تغییرشکل شدید یافته

<sup>1</sup> Focused ion beam (FIB)

بهره گرفته شده است.

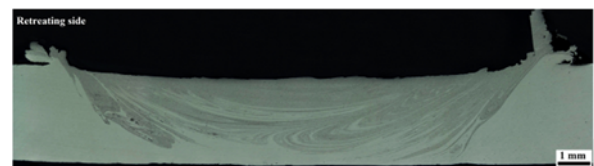


شکل ۵. (الف) تصویر میکروسکوپ نوری و (ب) تصویر EBSD از منطقه اغتشاش یافته نمونه فرآوری شده با سه پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در محیط نیتروژن مایع به همراه نانوذرات.



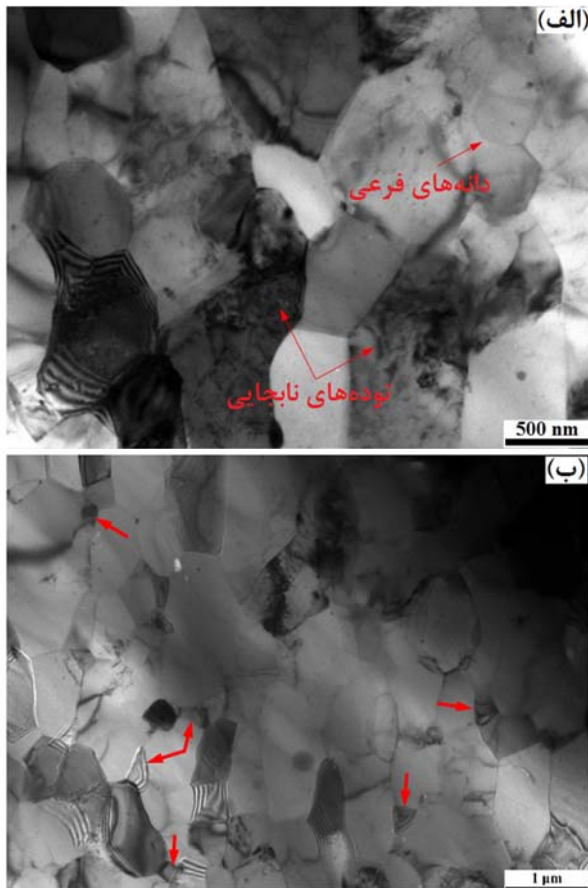
شکل ۳. تصویر (الف) میکروسکوپ نوری و (ب) EBSD از منطقه اغتشاش یافته نمونه فرآوری شده در دمای اتاق و بدون نانوذرات.

ملاحظه می‌شود که در مقایسه با فرآوری در دمای اتاق و بدون نانوذرات، انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در نیتروژن مایع به همراه نانوذرات به‌طور مؤثری اندازه دانه را در منطقه اغتشاشی کاهش داده است. نانوذرات از طریق قفل کردن مرزخانه‌ها از مهاجرت بلنددامنه و کوتاه‌دامنه مرزخانه‌ها ممانعت به‌عمل می‌آورد و در نتیجه جلوی پدیده رشد دانه را می‌گیرد. هم‌چنین فرآوری در محیط نیتروژن مایع از طریق افزایش نرخ سرد شدن موجب می‌شود ماده در منطقه اغتشاش یافته در مدت زمان طولانی در دمای بالا ضمن فرآیند اصطکاکی اغتشاشی قرار نگیرد و از این لحاظ کاهش رشد دانه را در پی خواهد داشت. مقایسه مشخصات ریزساختاری فرآوری در هر دو شرایط و هم‌چنین فلز پایه تغییرشکل شدید یافته در جدول (۱) نشان داده شده است. ملاحظه می‌شود که کسر مرزهای فرعی در منطقه اغتشاش یافته نسبت به فلز پایه کاهش شدید داشته است که



شکل ۴. سطح مقطع نمونه فرآوری شده با سه پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در محیط نیتروژن مایع به همراه نانوذرات SiC.

شکل (۴) تصویر ماکروسکوپی را از سطح مقطع نمونه فرآوری شده تحت شرایط فوق پس از سه پاس فرآوری نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، توزیع مناسبی از نانوذرات SiC در منطقه اغتشاش یافته ایجاد شده است. به منظور بررسی میزان مؤثر بودن تمهیدات مذکور، ریزساختار منطقه اغتشاش یافته با استفاده از میکروسکوپ نوری و EBSD مورد مطالعه قرار گرفته است. نتایج مربوط به این بررسی‌ها در شکل (۵) قابل مشاهده است.



شکل ۶. تصاویر TEM از منطقه اغتشاش یافته نمونه فرآوری شده با سه پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در محیط نیتروژن مایع به همراه نانوذرات.

این مشاهدات بیانگر وقوع بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی پیوسته می‌باشد. در واقع وجود توده‌های نابجایی داخل برخی دانه‌ها و ایجاد زیرساختار دانه‌های فرعی داخل دانه‌های دیگر می‌تواند با وقوع بازیابی دینامیکی در ارتباط باشد. در واقع، توسعه بازیابی دینامیکی در دانه‌های مختلف با توجه به وجود شیب کرنش اعمالی و حرارتی ناشی از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی متفاوت است و در نتیجه دانه‌ها در مراحل مختلف بازیابی دینامیکی قرار دارند. وقوع این مکانیزم حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی با توجه به زیاد بودن انرژی نقص چیدمانی آلومینیوم در تحقیقات دیگر نیز گزارش شده است [۳۰]. در شکل ۶ (الف) هم‌چنین برخی از دانه‌های خالی از نابجایی و زیرساختار مشاهده می‌گردد. این دانه‌ها می‌توانند از طریق سازوکار تبلور مجدد دینامیکی پیوسته ایجاد شده باشند. در واقع، ادامه اعمال کرنش ناشی از ابزار در فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، می‌تواند منجر به افزایش بدآرایی در مرزهای فرعی شکل گرفته در اثر بازیابی دینامیکی گردد و در نتیجه مرزهای اصلی توسعه یابند. افزایش بدآرایی در مرزهای فرعی و در نتیجه توسعه

نشان می‌دهد ساختار کار شده فلز پایه از بین رفته است. از طرف دیگر، اختلاف قابل توجهی بین کسر مرزهای فرعی منطقه اغتشاش یافته در دو شرایط مختلف مشاهده نمی‌گردد.

جدول ۱. مشخصات ریزساختاری فلز پایه و منطقه اغتشاش یافته در شرایط مختلف فرآوری.

نمونه	اندازه دانه متوسط (nm)	درصد مرزدانه‌های فرعی (%)
فلز پایه تغییر شکل شدید یافته	۸	۷۵
فرآوری بدون ذرات در دمای اتاق	۱۳/۲	۴۰
فرآوری با نانوذرات در نیتروژن مایع	۵/۲	۳۳

موضوع دیگری که از مقایسه نتایج EBSD نمونه‌های فرآوری شده در شرایط فرآوری در دمای اتاق بدون نانوذرات و فرآوری در نیتروژن مایع با نانوذرات (شکل ۳ و ۵) حائز اهمیت می‌باشد، جهت‌گیری دانه‌های ایجاد شده در این دو حالت است. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، در هر دو حالت عمده دانه‌ها جهت‌گیری یکسان  $\langle 101 \rangle$  دارند. این نکته مبین آن است که سازوکار ایجاد عمده دانه‌ها در هر دو حالت یکسان است و استفاده از محیط خنک‌کننده و نانوذرات تغییر چندانی در آن ایجاد ننموده است. با این حال، زمانی که فرآوری در محیط نیتروژن مایع به همراه نانوذرات SiC انجام شده باشد، ایجاد دانه‌هایی با جهت‌گیری متفاوت و اتفاقی بیشتر به چشم می‌خورد. به نظر می‌رسد تحت این شرایط سازوکارهای دیگری نیز در ایجاد دانه‌ها مؤثر باشد. به منظور بررسی دقیق‌تر سازوکار ایجاد دانه‌ها در منطقه اغتشاش یافته، ریزساختار و زیرساختارهای شکل گرفته در منطقه مذکور در نمونه فرآوری شده با نانوذرات در محیط خنک‌کننده مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج این بررسی‌ها در شکل (۶) ارائه شده است.

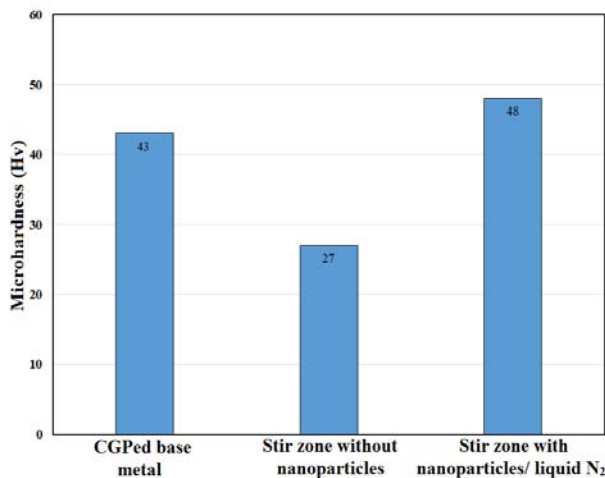
همان‌طور که در شکل ۶ (الف) قابل مشاهده است، داخل برخی از دانه‌ها، توده‌های نابجایی شکل گرفته است؛ این در حالی است که در برخی مکان‌های دیگر، ساختار سلولی و مرزهای فرعی داخل دانه‌های نسبی بزرگ ایجاد شده است. هم‌چنین وجود دانه‌هایی که خالی از نابجایی و هرگونه زیرساختاری هستند مشهود می‌باشد.

سازوکارهای بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی پیوسته باشد.

### ۳-۴ بررسی سختی سنجی

نتایج سختی سنجی از منطقه اغتشاش یافته نمونه‌های فرآوری شده بدون نانوذرات در دمای اتاق و فرآوری شده با نانوذرات در نیتروژن مایع در شکل (۷) ارائه شده است. همچنین به منظور مقایسه، نتایج مربوط به فلز پایه نیز آورده شده است. ملاحظه می‌گردد که فرآوری بدون نانوذرات در دمای اتاق منجر به کاهش قابل توجه سختی منطقه اغتشاش یافته در مقایسه با فلز پایه شده است. این موضوع می‌تواند به دلیل رشد دانه و کاهش شدید چگالی نابجایی‌ها باشد.

در مقابل، فرآوری در محیط نیتروژن مایع به همراه نانوذرات، سختی منطقه اغتشاش یافته را بهبود داده است و حتی به بیش از سختی فلز پایه رسیده است. عوامل مختلفی در بهبود سختی نمونه فرآوری شده با نانوذرات دخیل هستند. این عوامل عبارتند از: نظریه اوروان<sup>۱</sup> (پین کردن نابجایی‌ها توسط نانوذرات)، کاهش اندازه دانه با توجه به اثر پین کنندگی نانوذرات، ایجاد نابجایی حین سرد شدن به دلیل اختلاف میزان انقباض زمینه و نانوذرات (ایجاد نابجایی‌های لازم هندسی به منظور جبران اختلاف در میزان انقباض بین دو فاز)، کارسختی ناشی از عدم تطابق کرنش بین ذره الاستیک و زمینه پلاستیک [۱۳، ۱۷، ۲۰].



شکل ۷. سختی فلز پایه تغییر شکل شدید یافته و منطقه اغتشاش یافته.

مرزهای اصلی از طریق یکسری سازوکارها امکان‌پذیر است. افزایش بدآرایی می‌تواند ناشی از لغزش نابجایی‌ها و جذب آنها در مرزهای فرعی، لغزش مرزدانه‌ها و یا رشد دانه‌های فرعی باشد [۳۱]. برخی محققین بر این باور هستند که لغزش نابجایی‌ها در اثر کرنش اعمالی ناشی از ابزار می‌تواند در جایگزینی دانه‌های فرعی توسط دانه‌های اصلی مؤثر باشد [۳۲]. نتایج EBSD از منطقه اغتشاش یافته در هر دو حالت (شکل ۳ و ۵) نیز مؤید وقوع سازوکارهای بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی پیوسته است؛ درصد نسبی زیاد کسر مرزهای فرعی (حدود ۴۰ درصد) و مشاهده مرزهای اصلی در ادامه مرزهای فرعی نشان‌دهنده توسعه تدریجی مرزهای اصلی از افزایش بدآرایی در مرزهای فرعی می‌باشد [۳۳]. وقوع سازوکارهای مذکور با توجه به یکسان بودن جهت‌گیری دانه‌ها و کسر مرزهای فرعی، در هر دو شرایط فرآوری بدون نانوذرات در دمای اتاق و فرآوری با نانوذرات در محیط نیتروژن مایع محتمل است با این تفاوت که مرحله رشد دانه پس از تبلور مجدد دینامیکی در شرایط فرآوری با نانوذرات در نیتروژن مایع محدودتر است.

مطابق شکل ۶ (ب) ملاحظه می‌شود که برخی دانه‌های اصلی با ابعاد تقریبی ۲۰۰ نانومتر در منطقه اغتشاش یافته در شرایط فرآوری در محیط نیتروژن مایع و استفاده از نانوذرات ایجاد شده است. از آنجا که دانه‌های فرعی و ساختار سلولی ایجاد شده در منطقه اغتشاش یافته ابعاد تقریبی ۴۰۰ نانومتر دارند، ایجاد دانه‌های اصلی با ابعاد ۲۰۰ نانومتر نمی‌تواند از طریق سازوکار بازیابی دینامیکی و سازوکار تبلور مجدد دینامیکی ناپیوسته توضیح داده شود.

به نظر می‌رسد که سازوکار تبلور مجدد دینامیکی ناپیوسته نیز به‌طور محدودی در این شرایط رخ داده باشد. از آنجا که مشخصه اصلی این سازوکار، جوانه‌زنی و رشد است انتظار می‌رود که جهت‌گیری دانه‌های ایجاد شده توسط این سازوکار به صورت اتفاقی باشد. این دانه‌ها در تصویر EBSD نشان داده شده در شکل ۵ (ب) قابل تمایز از دانه‌ها با جهت‌گیری <101> هستند. ساختار نهایی در منطقه اغتشاش یافته می‌تواند حاصل از رشد دانه‌های ایجاد شده توسط این سازوکار و همچنین

<sup>1</sup> Orowan theory

## ۴- نتیجه گیری

مهم ترین نتایج حاصل از این پژوهش عبارتند از:

- ۱- فرآوری بدون نانوذرات در دمای اتاق منجر به ایجاد ساختار نسبی درشت دانه در منطقه اغتشاش یافته آلومینیوم تغییر شکل شدید یافته می شود.
- ۲- بهره گیری از نانوذرات SiC و محیط خنک کننده نیتروژن مایع در کاهش قابل توجه اندازه دانه در منطقه اغتشاش یافته مؤثر است.
- ۳- سازوکار تشکیل عمده دانه ها در منطقه اغتشاش یافته در هر دو حالت فرآوری در دمای اتاق و نیتروژن مایع، بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی پیوسته است.
- ۴- فرآوری در نیتروژن مایع و استفاده از نانوذرات تغییر چندانی در سازوکار ایجاد دانه ها در منطقه اغتشاش یافته ایجاد نمی نماید و تنها شواهدی بر وقوع محدود تبلور مجدد دینامیکی ناپیوسته در شرایط فرآوری در نیتروژن مایع به همراه نانوذرات مشاهده گردید.

## سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله از معاونت پژوهشی دانشگاه صنعتی

- شریف و همچنین از دکتر Miyashita و دکتر Saito در Nagaoka University of Technology (کشور ژاپن) برای فراهم نمودن امکانات آزمایشگاهی مورد نیاز برای این پژوهش مراتب سپاسگزاری را ابراز می دارند.

## مراجع

- Development of nanocrystalline structure in Cu during friction stir processing (FSP), *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2011) 458-464.
7. Ueji, R., Fujii, H., Cui, L., Nishioka, A., Kunishige, K., Nogi, K., Friction stir welding of ultrafine grained plain low-carbon steel formed by the martensite process, *Materials Science and Engineering: A*, 423 (2006) 324-30.
8. Lilleby, A., Grong, Ø., Hemmer, H., Cold pressure welding of severely plastically deformed aluminium by divergent extrusion, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 1351-1360.
9. Topic, I., Höppel, H.W., Göken, M., Friction stir welding of accumulative roll-bonded commercial-purity aluminium AA1050 and aluminium alloy AA6016, *Materials Science and Engineering: A*, 503 (2009) 163-166.
10. Nikulin, I., Malopheyev, S., Kipelova, A., Kaibyshev, R., Effect of SPD and friction stir welding on microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Mg-Ag sheets, *Materials Letters*, 66 (2012) 311-313.
11. Malopheyev, S., Mironov, S., Kulitskiy, V., Kaibyshev, R., Friction-stir welding of ultra-fine grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 624 (2015) 132-139.
12. Sarkari Khorrami, M., Kazeminezhad, M., Kokabi, A.H., Microstructure evolutions after friction stir welding of severely deformed aluminum sheets, *Materials & Design*, 40 (2012) 364-372.
13. Azizieh, M., Kokabi, A.H., Abachi, P., Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites fabricated by friction stir processing, *Materials & Design*, 32 (2011) 2034-2041.
14. Faraji, G., Asadi, P., Characterization of AZ91/alumina nanocomposite produced by FSP, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2011) 2431-2440.
15. Hsu, C.J., Chang, C.Y., Kao, P.W., Ho, N.J., Chang, C.P., Al-Al<sub>3</sub>Ti nanocomposites produced in situ by friction stir processing, *Acta Materialia*, 54 (2006) 5241-5249.
16. Shafiei-Zarghani, A., Kashani-Bozorg, S.F., Hanzaki, A.Z., Wear assessment of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano-composite surface layer produced using friction stir processing, *Wear*, 270 (2011) 403-412.
17. Shafiei-Zarghani, A., Kashani-Bozorg, S.F., Zarei-Hanzaki, A., Microstructures and mechanical properties of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface nano-composite layer produced by friction stir processing, *Materials Science and Engineering: A*, 500 (2009) 84-91.
18. Chang, C.I., Wang, Y.N., Pei, H.R., Lee, C.J., Du, X.H., Huang, J.C., Microstructure and Mechanical Properties of Nano-ZrO<sub>2</sub> and Nano-SiO<sub>2</sub> Particulate Reinforced AZ31-Mg Based Composites Fabricated by Friction Stir Processing, *Key Engineering Materials*, 351 (2007) 114-119.
19. Asadi, P., Faraji, G., Masoumi, A., Besharati Givi, M.K., Experimental Investigation of Magnesium-Base Nanocomposite Produced by Friction Stir Processing: Effects of Particle Types and Number of Friction Stir Processing Passes, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42 (2011) 2820-2832.
20. Mazaheri, Y., Karimzadeh, F., Enayati, M.H., A novel technique for development of A356/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface nanocomposite by friction stir processing, *Journal of Materials Processing Technology*, 211 (2011) 1614-1619.
21. Asadi, P., Givi, M.K.B., Abrinia, K., Taherishargh, M., Salekrostam, R., Effects of SiC Particle Size and Process Parameters on the Microstructure and Hardness of AZ91/SiC Composite Layer Fabricated by FSP, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 20 (2011) 1554-1562.
1. Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D.Y., Micari, F., Lahoti, G.D., et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 57 (2008) 716-735.
2. Saito, Y., Tsuji, N., Utsunomiya, H., Sakai, T., Hong, R.G., Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scripta Materialia*, 39 (1998) 1221-1227.
3. Shin, H.D., Park, J.J., Kim, Y.S., Park, K.T., Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum, *Materials Science and Engineering A*, 328 (2002) 98-103.
4. Starink, M.J., Qiao, X.G., Zhang, J., Gao, N., Predicting grain refinement by cold severe plastic deformation in alloys using volume averaged dislocation generation, *Acta Materialia*, 57 (2009) 5796-811.
5. Sun, Y., Fujii, H., Takada, Y., Tsuji, N., Nakata, K., Nogi, K., Effect of initial grain size on the joint properties of friction stir welded aluminum, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2009) 317-321.
6. Su, J-Q., Nelson, T.W., McNelley, T.R., Mishra, R.S.,



22. Mishra, R.S., Ma, Z.Y., Friction stir welding and processing, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 50 (2005) 1-78.
23. Zhang, Q., Xiao, B.L., Wang, W.G., Ma, Z.Y., Reactive mechanism and mechanical properties of in situ composites fabricated from an Al-TiO<sub>2</sub> system by friction stir processing, *Acta Materialia*, 60 (2012) 7090-7103.
24. Ajayan, P.M., Schadler, L.S., Braun, P.V., *Nanocomposite Science and Technology*, Germany-Weinheim: WILEY; 2003.
25. Barmouz, M., Asadi, P., Besharati Givi, M.K., Taherishargh, M., Investigation of mechanical properties of Cu/SiC composite fabricated by FSP: Effect of SiC particles' size and volume fraction, *Materials Science and Engineering :A*, 528 (2011) 1740-1749.
26. Khorrani, M.S., Kazeminezhad, M., Kokabi, A.H., Mechanical properties of severely plastic deformed aluminum sheets joined by friction stir welding, *Materials Science and Engineering: A*, 543 (2012) 243-248.
27. Zrník, J., Kovarik, T., Novy, Z., Cieslar, M., Ultrafine-grained structure development and deformation behavior of aluminium processed by constrained groove pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 503 (2009)126-129.
28. Zrník, J., Dobatkin, S.V., Mamuzic, I., Processing of metals by severe plastic deformation (SPD)-structure and mechanical properties respond, *Metalurgija*, 47 (2008) 211-216.
29. Sato, Y.S., Kurihara, Y., Park, S.H.C., Kokawa, H., Tsuji, N., Friction stir welding of ultrafine grained Al alloy 1100 produced by accumulative roll-bonding, *Scripta Materialia*, 50 (2004) 57-60.
30. Fonda, R.W., Bingert, J.F., Colligan, K.J., Development of grain structure during friction stir welding, *Scripta Materialia*, 51 (2004) 243-248.
31. Su, J-Q., Nelson, T.W., Sterling, C.J., Microstructure evolution during FSW/FSP of high strength aluminum alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 405 (2005) 277-286.
32. Gourdet, S., Montheillet, F., A model of continuous dynamic recrystallization, *Acta Materialia*, 51 (2003) 2685-2699.
33. Pirgazi, H., Akbarzadeh, A., Petrov, R., Kestens, L., Microstructure evolution and mechanical properties of AA1100 aluminum sheet processed by accumulative roll bonding, *Materials Science and Engineering: A*, 497 (2008) 132-138.