

ارزیابی ریزساختار و خواص تریبولوژیکی نانوکامپوزیت مس-زیرکونیا تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی

سامان قفائی^۱ و امین ربیعی زاده^{۲*}

۱- گروه مهندسی مکانیک، واحد شیراز، دانشگاه آزاد اسلامی، شیراز، ایران

۲- باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد شیراز، دانشگاه آزاد اسلامی، شیراز، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۶/۰۶/۲۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۶/۰۸/۱۰، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۶/۱۰/۲۰

چکیده

در این پژوهش از یک ورق مس به عنوان فلز پایه استفاده شده است که با افزودن نانوپودر سرامیکی ZrO_2 به آن و استفاده از فرآوری اصطکاکی-اغتشاشی نانوکامپوزیت Cu/ZrO_2 ایجاد شده است. پس از آن خواص مکانیکی نانوکامپوزیت بوجود آمده بررسی و با فلز پایه مقایسه گردید. همچنین در بخشی دیگر از این پژوهش نمونه‌ای بدون استفاده از پودر ZrO_2 با شرایط مشابه تهیه و خواص آن به منظور مقایسه با دیگر نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از آزمون‌های سایش، ریزسختی و بررسی ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی، حاکی از آن است که خواص سایشی و سختی بسیار مطلوبی نسبت به فلز پایه به دست آمده و ریزدانه کردن مس که از پیش مد نظر بوده کاملاً بدست آمده است. در حالت چهارگذره فرآیند با نانوذرات، لایه کامپوزیتی فرآوری شده از یکنواختی و همگنی بیشتری برخوردار است و دارای خواص مکانیکی بالاتری نسبت به فلز پایه و نمونه‌های بدون پودر است. بر اساس نتایج، بیشترین میزان سختی بدست آمده در حالت چهارگذره با پودر و در حدود ۲۸۸ ویکرز بوده است که این مقدار در مقایسه با سختی فلز پایه که در حدود ۸۰ ویکرز بوده است افزایش بیش از ۳/۵ برابری را نشان می‌دهد. کمترین میزان ضریب اصطکاک مربوط به نمونه چهارگذر فرآیند با نانوذرات و با مقدار ۰/۴۷ است که این مقدار نسبت به ضریب اصطکاک فلز پایه که در حدود ۰/۸۱ بوده است، بهبود چشمگیری در خواص سایشی نشان می‌دهد.

واژه‌های کلیدی: فرآوری اصطکاکی اغتشاشی، نانوکامپوزیت، دی‌اکسید زیرکونیم، ریزساختار، خواص تریبولوژیکی.

۱- مقدمه

افزایش می‌یابد. این مصرف غیرمتعادل به صورت آشکار منجر به مسائلی از قبیل افزایش میزان انتشار دی‌اکسید کربن در اتمسفر که دلیل اصلی گرم شدن کره زمین و تغییرات آب و هوایی است، می‌شود. بنابراین تلاش‌های بسیاری در

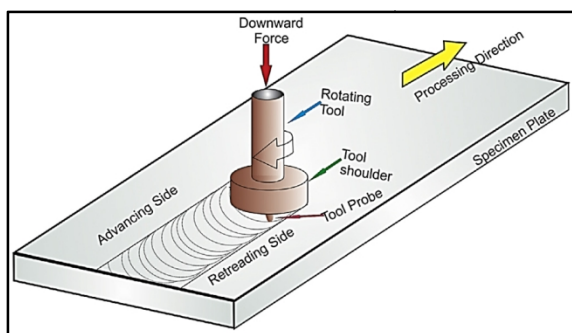
همگام با رشد جمعیت و توسعه صنعت، علیرغم میزان محدود سوخت‌های فسیلی، نیاز جهانی به انرژی به صورت پیوسته

* عهده‌دار مکاتبات: امین ربیعی زاده

نشانی: شیراز، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شیراز، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان

تلفن: ۰۷۱-۳۶۴۱۰۰۴۷، دورنگار: ۰۷۱-۳۶۴۱۰۰۴۷، پست الکترونیکی: rabieezadeh@iaushiraz.ac.ir

و کرنش پلاستیک در اثر دوران ابزار و سپس اکستروژن و تلاطم ماده از جلوی پین به پشت آن در اثر تلفیق حرکت دورانی و پیشروی ابزار را دارد (شکل ۱). مهمترین نقشی که شانه ابزار بر عهده دارد تمرکز حرارت اصطکاکی توسط جلوگیری از فرار و دور شدن ماده نرم شده از ناحیه تلاطم است [۱۳]. این فرآیند و فرآیندهای مبتنی بر مفهوم اصطکاکی اغتشاشی دارای ویژگی‌های منحصربفردی همچون مقدار کم حرارت تولید شده، جریان پلاستیک شدید ماده، اندازه دانه بسیار ریز در ناحیه اغتشاش یافته، بهبود عیوب و حفرات ریخته‌گری، جهت‌گیری تصادفی مرزهای دانه در ناحیه اغتشاش یافته، اختلاط مکانیکی لایه‌های سطحی و زیرسطحی [۱۴-۱۶].



شکل ۱: تصویر شماتیک فرآوری اصطکاکی اغتشاشی.

این فرآیند حالت جامد می‌تواند باعث به وجود آمدن دانه‌های ریز و همگن شود. دمای ایجاد شده ناشی از اصطکاک در این فرآیند حداکثر به ۸۰٪ دمای ذوب فلز پایه (۰.۸ Tm) خواهد رسید. این بدان دلیل است که هر چه دما بالاتر رود میزان نرمی و خمیری شدن ماده افزایش یافته و در نتیجه از ایجاد اصطکاک بیشتر جلوگیری می‌کند. بنابراین با پایین آمدن میزان اصطکاک، دمای ماده کاهش یافته و از ذوب شدن ماده جلوگیری می‌کند [۱۷-۱۹]. با اجرای این روش می‌توان به خواصی همچون افزایش استحکام کششی و نرخ کرنش، افزایش و بهبود چقرمگی و استحکام، تاثیرات سوپر پلاستیسته، بهبود مقاومت خستگی و افزایش مقاومت به خوردگی، حذف عیوب در قطعات ریخته‌گری دست یافت.

خصوص کشف و استفاده از منابع انرژی‌های تجدیدپذیر و توسعه سوخت‌های جایگزین غیر فسیلی به منظور غلبه بر معضل محدودیت انرژی‌های فسیلی و مسائل محیط زیست صورت گرفته است [۳-۱]. یکی از راهکارهای امکان‌پذیر و جذاب مصرف دی اکسید کربن زائد به عنوان واکنشگر تولید کننده متانول است؛ چرا که به صورت مستقیم به عنوان افزودنی سوخت یا به عنوان سوخت تمیز قابل استفاده بوده و قابل تبدیل به بنزین با اکتان بالا است. علاوه بر این متانول ماده شیمیایی اولیه برای تولید برخی مواد شیمیایی مهم نظیر اسید استیک، متیل تری-بوتیل اتر، فرمالدهید و کلرومتان است [۴،۵].

در دهه اخیر، پژوهش‌های متعددی در خصوص بهسازی سنتز متانول با هیدروژن‌زایی دی اکسید کربن انجام شده است که عمدتاً بر اساس بهبود عملکرد کاتالیست‌های پایه مس به همراه افزودنی‌های اکسیدی مختلف بوده است. از جمله این افزودنی‌ها می‌توان به Y_2O_3 ، Ga_2O_3 ، ZrO_2 ، Al_2O_3 ، ZnO ، TiO_2 و SiO_2 اشاره کرد [۶-۸]. اگر چه Cu/ZnO به عنوان کاتالیست متداول و فعال در زمینه هیدروژن‌زایی دی اکسید کربن است، اما معضل اصلی آن غیرفعال شدن سریع آن به دلیل پایداری حرارتی پایین آن است. از این رو کاتالیست‌های Cu/ZrO_2 بدلیل پایداری حرارتی بالاتر و اسیدیته سطحی بالای ZrO_2 به عنوان بهترین کاتالیست در فرآیند تولید متانول از طریق هیدروژن‌زایی دی اکسید کربن مطرح می‌باشند [۹-۱۲].

فرآوری اصطکاکی اغتشاشی (Friction Stir Processing) یک روش اغتشاش ماده است که اخیراً و با هدف تغییر و اصلاح ریزساختار و در نتیجه بهبود خواص مکانیکی مواد ابداع شده است. در این روش از یک ابزار استوانه‌ای شکل و دوار استفاده می‌شود که در هنگام نفوذ به قطعه کار، ابتدا پین و سپس شانه آن با سطح ماده تماس پیدا کرده و در اثر چرخش و اصطکاک ایجاد شده، ناحیه انتخاب شده گرم می‌شود. ابزار مورد استفاده در FSP از دو قسمت پین و شانه تشکیل شده است. پین ابزار وظیفه ایجاد حرارت اصطکاکی

جدول ۱: خلاصه‌ای از پژوهش‌های انجام شده در زمینه اعمال فرآوری اصطکاکی اغتشاشی روی فلز مس و آلیاژهای آن.

مرجع	توضیحات	سال	محققین
[۲۴]	تولید لایه سطحی نانو ساختار بر روی مس با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۱	دهقانی و همکارش
[۲۵]	تولید کامپوزیت Cu/SiC با استفاده از فرآوری چند پاسه اصطکاکی اغتشاشی و ارزیابی ریزساختار، تخلخل، رفتار مکانیکی و الکتریکی	۲۰۱۱	بارموز و همکارش
[۲۶]	توسعه و بهبود استحکام و رسانایی مس از طریق فرآیند اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۱	سورخا و همکارش
[۲۷]	ارزیابی تاثیر اندازه ذرات و کسر حجمی فاز تقویت کننده بر خواص مکانیکی کامپوزیت مس-آلومینا تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۱	بارموز و همکاران
[۲۸]	ارزیابی رفتار اصطکاکی و سایشی کامپوزیت سطحی مس-گرافیت تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۳	سرمدی و همکاران
[۲۹]	ارزیابی ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه فلزی مس/کاربید سیلیسیم تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۳	اکرامی فرد و همکاران
[۳۰]	تولید کامپوزیت سطحی مس-کاربید بور به صورت درجا به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۳	ساتیس کومار و همکاران
[۳۱]	تولید ریزساختار ریزدانه در مس خالص با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۳	صلاحی و همکاران
[۳۲]	ایجاد کامپوزیت‌های سطحی بر روی مس تقویت شده با ذرات گوناگون سرامیکی همچون SiC، TiC، WC، B ₄ C و Al ₂ O ₃ با استفاده از روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۴	ساتیس کومار و همکاران
[۳۳]	تولید کامپوزیت سطحی مس-آلومینا به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۴	راجو و همکارش
[۳۴]	ارزیابی نوع ذرات سرامیکی (SiC، Al ₂ O ₃ ، B ₄ C و TiC) بر ریزساختار و خواص کامپوزیت‌های زمینه مس تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۶	دیناهاران و همکاران
[۳۵]	ارزیابی ریزساختار و رفتار سایشی کامپوزیت سطحی مس-نیترات آلومینیم تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۷	ساروانا کومار و همکاران
[۳۶]	بررسی ریزساختار و رفتار سایش لغزنده کامپوزیت مس-دی بورید تیتانیم تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۷	دیناهاران و همکاران
[۳۷]	بررسی ریزساختار و رفتار سایشی کامپوزیت مس-سبوس برنج تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی	۲۰۱۷	دیناهاران و همکاران

از این رو طول عمر قطعات در معرض سایش و بالطبع دوره تعمیر، نگهداری و تعویض آنها افزایش یافته و در هزینه‌های مربوطه صرفه‌جویی قابل توجهی می‌شود [۲۳-۲۰].

فرآوری اصطکاکی اغتشاشی به صورت گسترده‌ای در جهت بهبود خواص و رفتار تریبولوژیکی آلیاژهای بر پایه آلومینیم مورد استفاده قرار گرفته است. در این میان پژوهش‌های محدودی نیز در زمینه بهبود خواص بر آلیاژهای بر پایه تیتانیم، آهن، منیزیم، مس و نیکل نیز صورت گرفته است. خلاصه‌ای از پژوهش‌هایی که تاکنون در زمینه فرآوری اصطکاکی اغتشاشی بر فلز مس انجام گرفته است در جدول ۱ نشان داده شده است.

همانطور که مشاهده می‌شود، پژوهش‌های انجام شده به‌طور عمده در دو زمینه اصلی تولید ساختار ریزدانه و یا تولید کامپوزیت بر پایه مس می‌باشد. در این میان اثر افزودن ذرات

مختلف در ابعاد میکرومتری و نانومتری به منظور بهبود رفتار مکانیکی، سایشی و الکتریکی صورت پذیرفته است. زیرکونیا (ZrO₂) یکی از سرامیک‌های مهندسی پر کاربرد است که افزودن آن به مس سبب تولید کاتالیست و بهبود رفتار تریبولوژیکی مس می‌شود. با توجه به اینکه در پژوهش‌های به عمل آمده تاکنون تولید ماده مرکب بر پایه مس با نانوذرات تقویت کننده زیرکونیا به روش فرآوری اصطکاکی اغتشاشی مورد بررسی قرار نگرفته است، در پژوهش حاضر این امکان‌سنجی بررسی و ارزیابی می‌شود. علاوه بر این اثر تعداد گذرها بر ریزساختار نانو کامپوزیت حاصل ارزیابی شده است. به منظور مقایسه، فرآوری اصطکاکی اغتشاشی روی مس بدون ذرات تقویت کننده نیز اعمال و ویژگی‌های ریزساختاری و تریبولوژیکی آنها ارزیابی شده است.

۲- فعالیت‌های تجربی

در پژوهش پیش رو، فرآوری اصطکاکی اغتشاشی بر یک ورق از جنس مس به ضخامت ۵ میلی‌متر انجام شده است. برای انجام فرآیند مورد نظر، ابتدا یک نمونه ورق مسی با اندازه 70×400 میلی‌متر تهیه گردید. در ابتدا قطعه مسی با استفاده از گیربندی مناسب به خوبی روی میز ماشین بسته و سطح قطعه به منظور حذف چربی، گرد و غبار و دیگر آلودگی‌ها با الکل به خوبی تمیز شد. پس از آن ابزار در ابزارگیر ماشین بسته و به محور چرخنده (کلگی) ماشین، ۳ درجه انحراف داده شد. در این حالت شانه ابزار در حدود $0/1$ تا $0/15$ میلی‌متر در ورق نفوذ خواهد کرد. سرعت چرخش و سرعت پیشروی ابزار در کلیه قطعات فرآوری شده به ترتیب 700 rpm و 14 mm/min است. از نانوذرات زیرکونیا با میانگین اندازه ذرات 100 nm برای تولید نانو کامپوزیت مورد استفاده قرار گرفت.

پیش از بررسی ریزساختاری، ابتدا قطعه فرآوری شده در جهت عرضی و عمود بر مسیر ابزار، برش خورده و به نمونه‌های کوچکتر تقسیم گردید. به منظور دستیابی به صافی مناسب سطوح مورد نظر، سطح مقطع عرضی تمامی نمونه‌ها، ابتدا با استفاده از کاغذهای سنباده و پس از آن با استفاده از صفحات نمادی پرداخت کاری گردید. در گام پایانی، سطوح پرداخت شده با استفاده از محلول مناسب تحت عملیات حکاکی (Etching) قرار گرفت. ترکیب وزنی مواد تشکیل دهنده محلول حکاکی عبارت از 30 میلی‌لیتر HCl، 10 گرم $FeCl_3$ و 120 میلی‌لیتر H_2O است. پس از آماده‌سازی، نمونه‌ها به منظور بررسی ریزساختاری، با استفاده از میکروسکوپ نوری (OM: Optical Microscope) مورد تصویربرداری قرار گرفت. همچنین جهت بررسی ریزساختاری و اندازه‌گیری دانه‌بندی به‌طور دقیق‌تر و با بزرگنمایی بیشتر، از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مدل FESEM TESCAN-MIRA3 (Field Emission Scanning Electron Microscope) استفاده شده است.

سختی نمونه‌ها از طریق آزمون ریزسختی ویکرز و با استفاده از دستگاه سختی سنج مدل DHV-1000 تعیین گردید. در این آزمون از نمونه‌های تهیه شده در مرحله متالوگرافی که دارای صافی سطح مناسبی بودند استفاده شده است. سنجش سختی نواحی مختلف حاصل از فرآیند FSP در نمونه‌ها، در مقطع عرضی قطعات انجام گردیده است. میزان نیروی وارده و مدت زمان اعمال نیرو توسط دستگاه به ترتیب یک کیلوگرم و 15 ثانیه انتخاب گردید.

به منظور سنجش مقاومت به سایش و تعیین ضریب اصطکاک نمونه‌ها، روش پین روی دیسک (Pin-on-Disk) بکار گرفته شده است، بدین صورت که ابتدا یک پین استوانه‌ای شکل به قطر 5 میلی‌متر و به ضخامت قطعه کار با استفاده از ماشین برش سیمی با تخلیه الکتریکی (Wire EDM) از ناحیه فرآوری شده نمونه‌ها جدا گردید. در گام بعد سطوح مورد نظر از پین‌های تهیه شده تحت عملیات سنباده‌زنی و پرداخت کاری قرار گرفت. هر یک از پین‌ها، با استفاده از محلول استون و در دستگاه پاک‌کننده فراصوت Ultrasonic Cleaner تمیزکاری و پس از آن با دقت $0/001$ گرم وزن شد. به منظور مقایسه نتایج با فلز پایه، یک پین با اندازه مذکور و شرایط یکسان نیز از فلز پایه تهیه شد.

شرایط و متغیرهای لازم برای آزمون سایش بر اساس استاندارد ASTM G99-05 در نظر گرفته شده است. این شرایط عبارت از نیروی 10 N، سرعت $0/5$ ms⁻¹، مسافت لغزش 1000 m و شعاع مسیر 15 mm است. لازم به ذکر است که پین‌های آماده‌سازی شده بر یک صفحه از جنس فولاد 52100 با سختی حدود 800 ویکرز مورد آزمایش قرار گرفت.

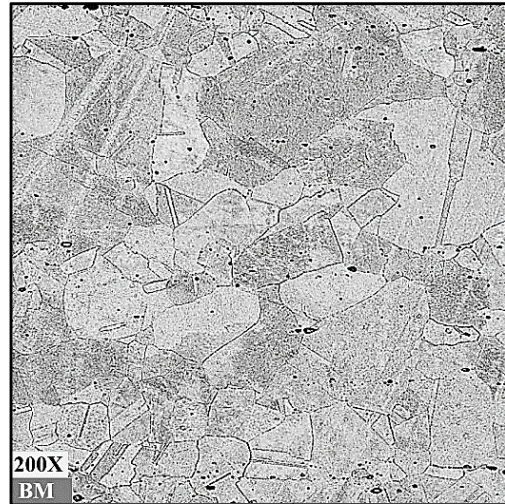
۳- نتایج و بحث

در شکل‌های ۲ تا ۶ تصاویر مشاهده شده از ریزساختار فلز پایه و نواحی فرآوری شده در نمونه‌های بدون ذرات تقویت‌کننده و نمونه‌های حاوی ذرات تقویت‌کننده با استفاده

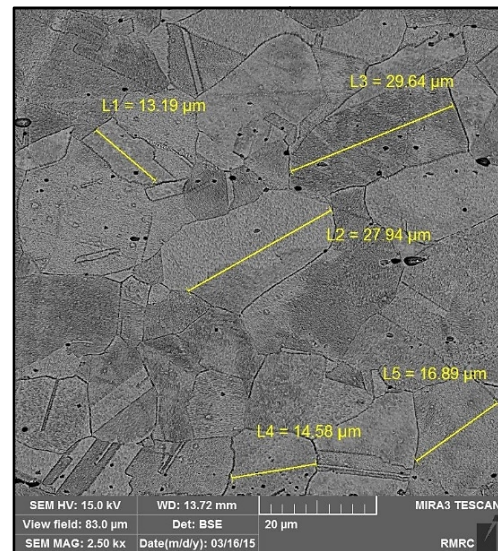
دانه بندی اولیه بسیار ریزتر و یکنواخت تر شده است. همچنین در شکل های ۵ و ۶ که مربوط به نمونه های حاوی ذرات تقویت کننده است مشاهده می شود که با هر بار گذر ابزار از تجمع ذرات بکار رفته کاسته شده و با یکنواختی بیشتر در فلز پایه پراکنده شده اند. وجود ذرات زیر کونیا سبب می شود که از رشد دانه های تبلور مجدد یافته دینامیکی در اثر تغییر شکل شدید جلوگیری شود. همچنین این ذرات محل های بیشتری برای افزایش میزان جوانه زنی در ساختار ایجاد کرده و موجب شکستن و تبدیل دانه های بزرگتر به دانه های کوچکتر می گردد. از این رو با افزایش تعداد گذر ابزار و به دنبال آن پراکندگی بیشتر ذرات در زمینه و جلوگیری از رشد دانه ها، اندازه دانه بندی بسیار کوچکتر می شود.

ماده در ناحیه فرآوری شده متحمل تغییر شکل پلاستیک شدید شده و منجر به تشکیل ساختار دانه ریز تبلور مجدد یافته دینامیکی می شود. استفاده از واژه دینامیک بدین منظور است که تبلور مجدد، پیوسته در حین تغییر شکل پلاستیک رخ می دهد. با اعمال تنش برشی توسط دوران ابزار به ماده در هنگام فرآوری اصطکاکی اغتشاشی، دانه های بزرگ شکسته شده و به دانه های کوچکتر تبدیل می شود. همچنین تبلور مجدد دینامیکی در حین فرآوری اصطکاکی اغتشاشی محل های جدیدی را برای هسته گذاری ایجاد می کند که این خود سبب بوجود آمدن دانه های ریزتر می شود [۲۴، ۳۱، ۳۸].

بدلیل ریز شدن اندازه دانه و عدم توانایی میکروسکوپ نوری در بررسی اندازه دانه های ریز تولید شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی برای ارزیابی ریزساختار استفاده شد. در شکل ۷ تصاویر مشاهده شده از ریزساختارهای ناحیه اغتشاشی (SZ) و ناحیه متأثر از حرارت (HAZ) (Heat Affected Zone) در نمونه های فرآوری شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی آورده شده است. با بررسی اندازه دانه ها توسط نرم افزار ImageJ در تصاویر تهیه شده توسط FESEM، جدول ۱ قابل ارائه است. با توجه به بررسی ها مشاهده می شود که با هر بار گذر ابزار دانه بندی کوچکتر و ماده از همگنی بیشتری برخوردار شده است و



(الف)

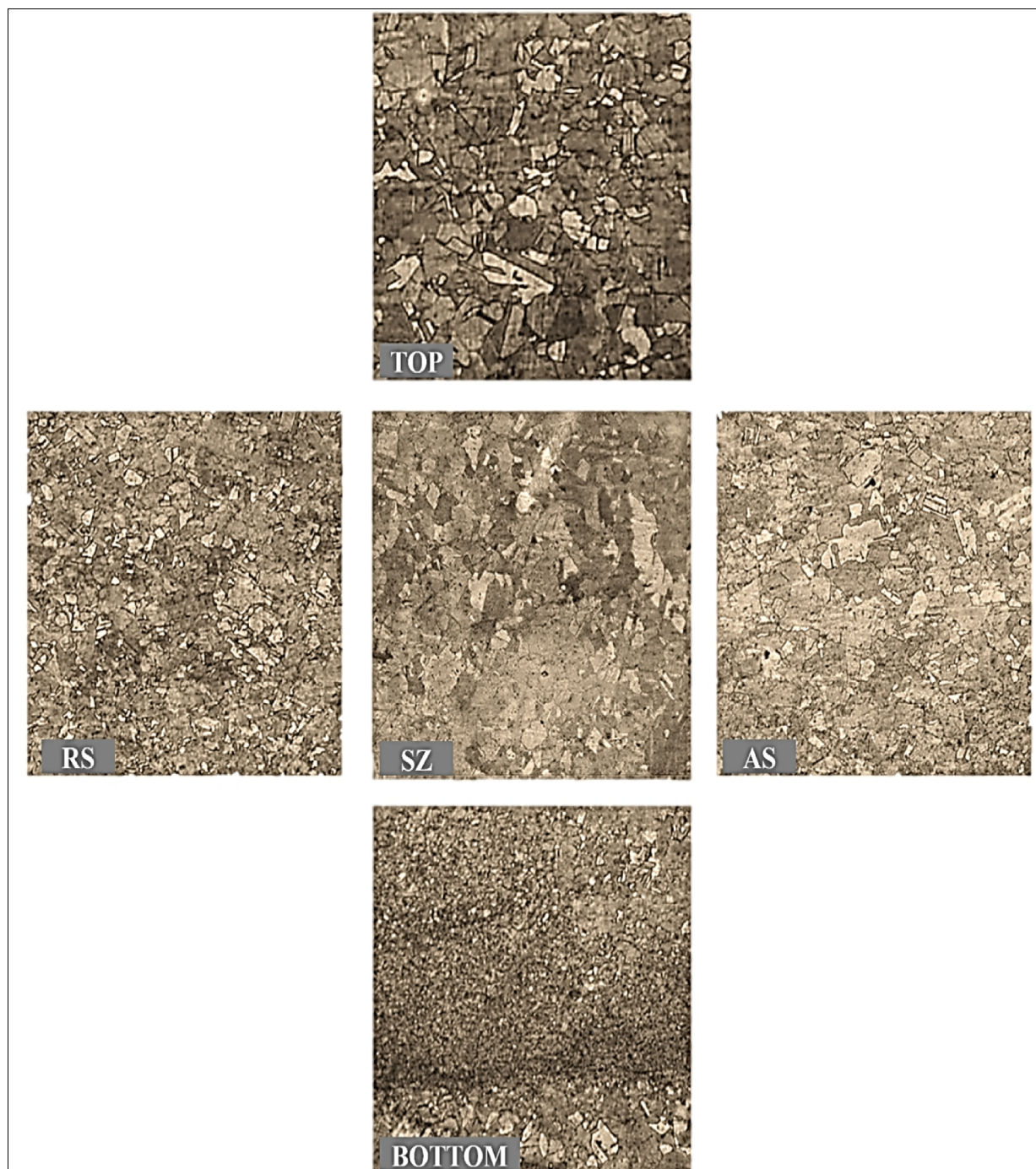


(ب)

شکل ۲: تصویر ریزساختار فلز پایه، (الف) میکروسکوپ نوری و (ب) میکروسکوپ الکترونی روبشی.

از میکروسکوپ نوری و با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر نشان داده شده است.

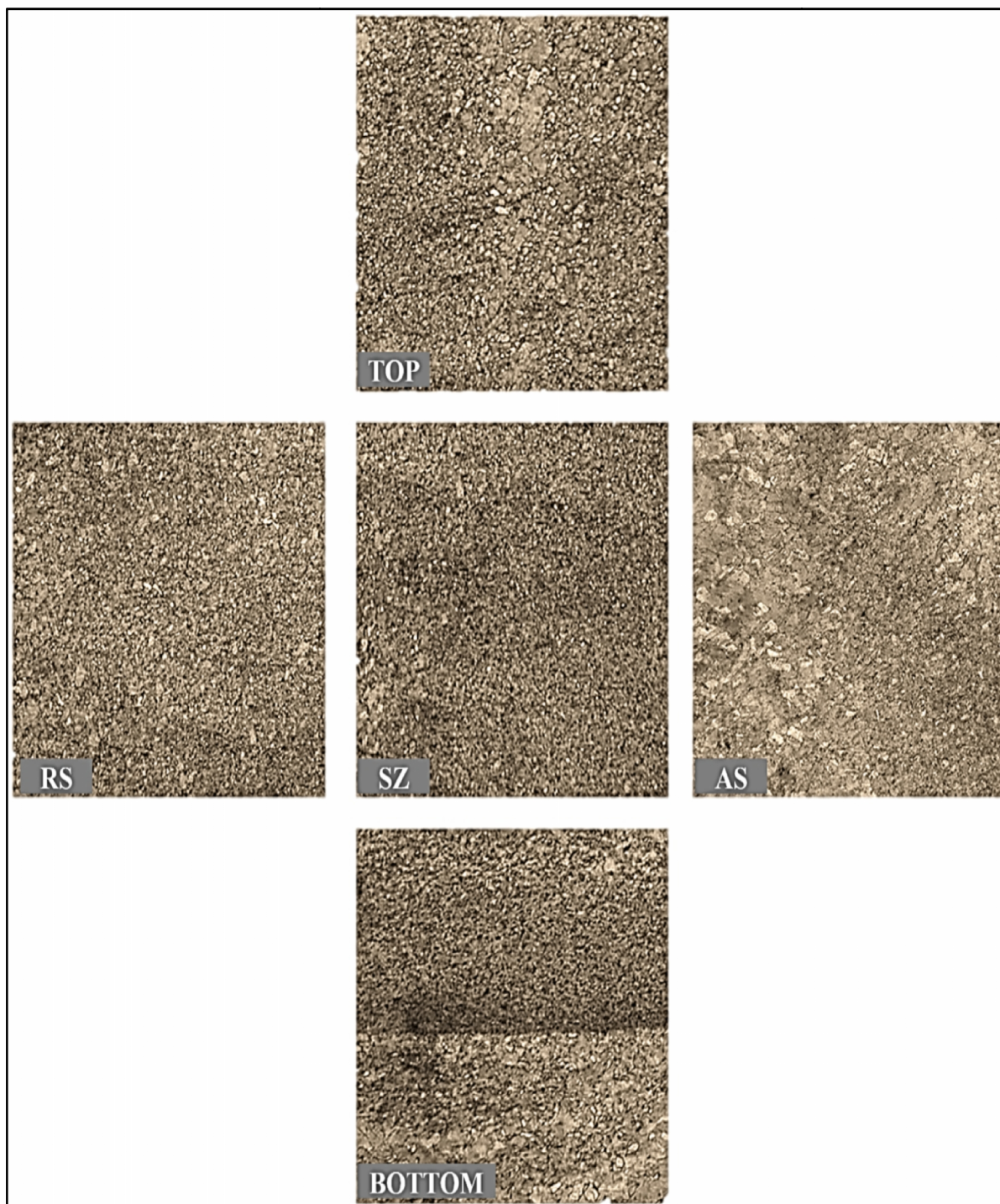
مس خالص دارای ریزساختار خشن، اندازه دانه های غیریکنواخت و به طور میانگین ۲۲ میکرون است (شکل ۲). در شکل های ۳ و ۴ به روشنی مشخص است که بدلیل تغییر شکل پلاستیک شدید در اثر فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و مکانیزم تبلور مجدد در هر بار گذر ابزار، اندازه دانه های موجود در نواحی فرآوری شده کوچکتر و یکنواخت تر شده است به طوری که در گذر چهارم ابزار اندازه دانه ها نسبت به



شکل ۳: ریزساختار نواحی فرآوری شده در نمونه بدون ذرات تقویت کننده و در گذر اول ابزار با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر (Advancing Side) AS: سمت پیش رو، (Stir Zone) SZ: ناحیه اغتشاش، (Retreating Side) RS: سمت پس رو).

مرکب نسبت عکس دارد. خوشه‌ای شدن ذرات تقویت کننده با ابعاد نانو امبری مسلم و قابل انتظار است. با افزایش تعداد پاس‌های فرآوری اصطکاکی اغتشاشی، اندازه خوشه‌ها کاهش یافته و منجر به توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده

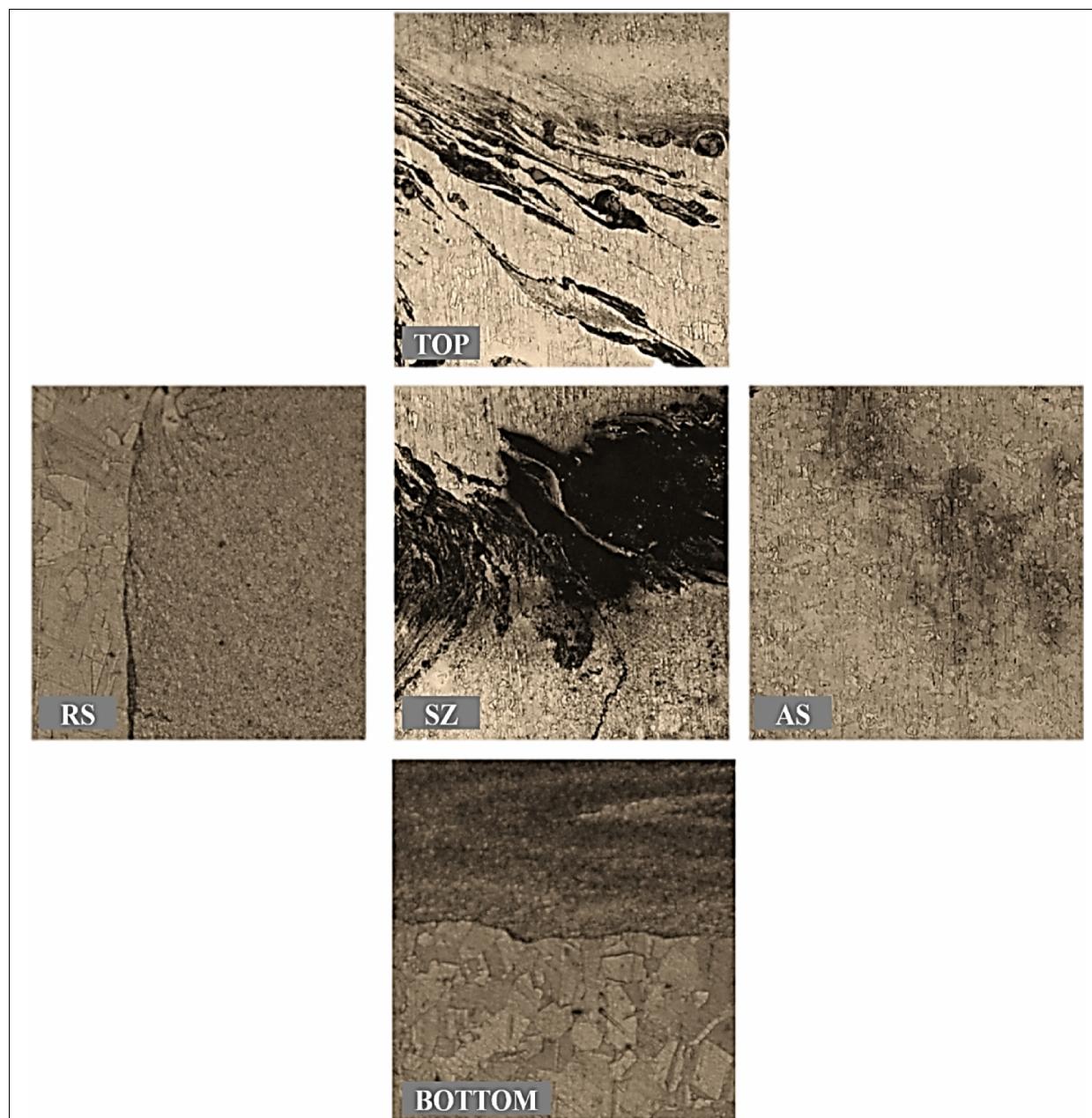
همانطور که پیش‌تر بیان شد می‌توان علت این امر را تغییر شکل پلاستیک شدید و تبلور مجدد دینامیکی در هر بار گذر ابزار دانست. تجمع و خوشه‌ای شدن ذرات تقویت کننده موضوع اصلی تولید مواد مرکب بوده که با استحکام ماده



شکل ۴: ریزساختار نواحی فرآوری شده در نمونه بدون ذرات تقویت کننده و در گذر چهارم ابزار با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر (AS: سمت پیش رو، SZ: ناحیه اغتشاش، RS: سمت پس رو).

دانه‌ها میزان سختی افزایش پیدا می‌کند. نابجایی‌هایی که در نتیجه توزیع ناهمگن ذرات نانو در زمینه فلزی ایجاد می‌شوند موجب افزایش در سختی می‌شوند. ذرات تقویت کننده تاثیری دوچندان بر میزان سختی دارند. هم خود ذرات سختی

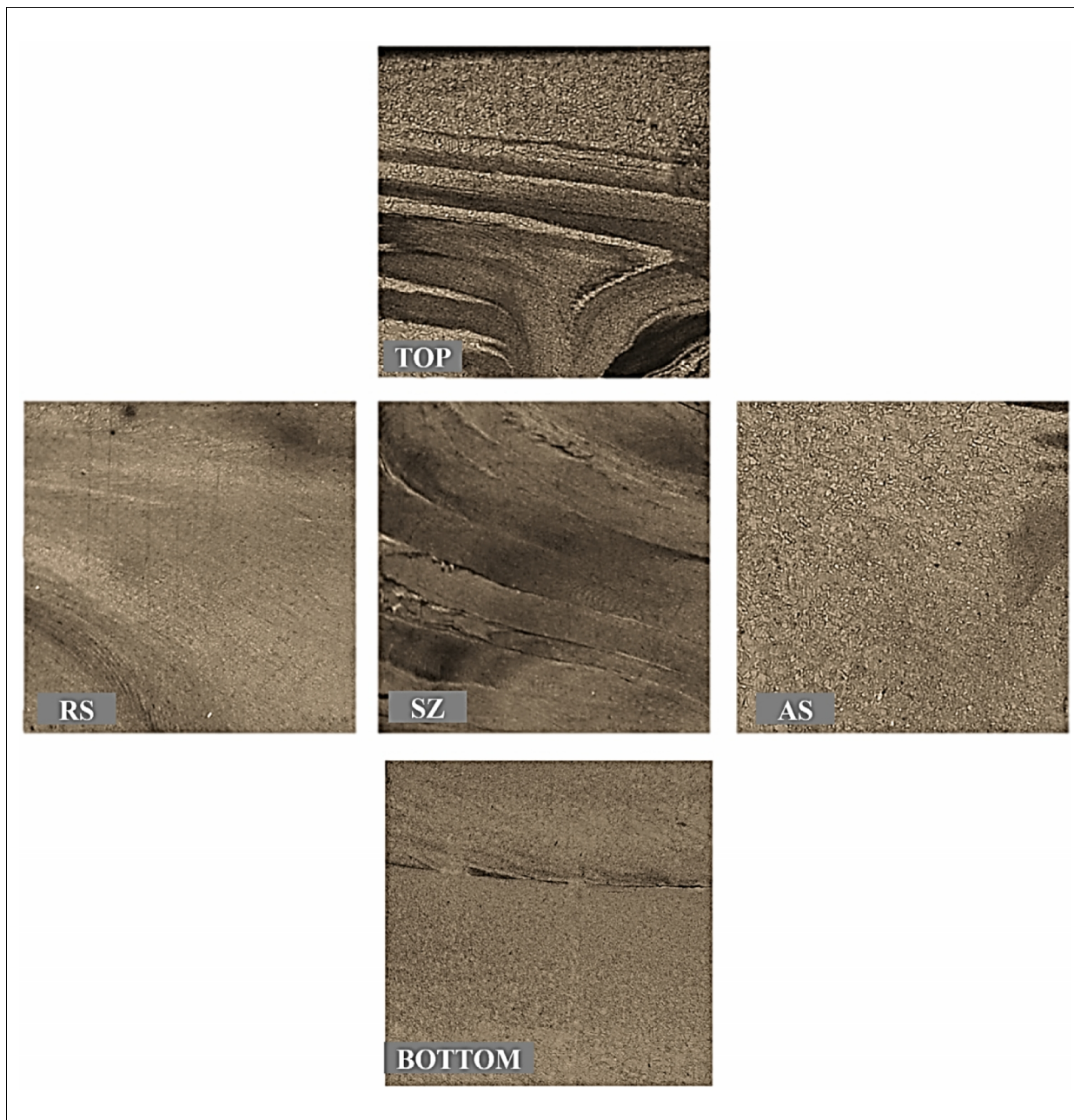
می‌شود که به نوبه خود سبب کاهش اندازه دانه می‌شود. در مواد مرکب سطحی تولید شده به روش فرآوری اصطکاکی چگالی نابجایی‌ها، ذرات نانو تقویتی و گرمای ورودی به این ناحیه بستگی دارد. با توجه به رابطه هال-پیچ، با کاهش اندازه



شکل ۵: ریزساختار نواحی فرآوری شده در نمونه حاوی ذرات تقویت کننده ZrO_2 و در گذر اول ابزار با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر (AS: سمت پیش رو، SZ: ناحیه اغتشاش، RS: سمت پس رو).

استحکام بخشی مرزدانه‌ای یا رفتار هال-پیچ، به پدیده افزایش تنش تسلیم مواد با کاهش اندازه دانه گفته می‌شود. این اثر در نتیجه انباشتگی نابجایی‌ها در مرزدانه‌ها قابل تفسیر است که با کاهش اندازه دانه انباشتگی نابجایی در مرزدانه محدود شده و لذا منجر به محدودیت پخش نابجایی‌ها در حجم اجسام می‌گردد. بر این اساس با کاهش اندازه دانه،

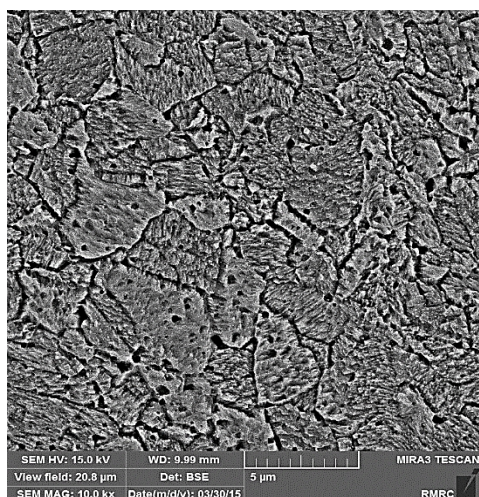
بالایی دارند و هم اثری که در نتیجه پینینگ می‌گذراند موجب می‌شود که سختی نمونه‌ها افزایش یابد. بر این اساس، تمامی نمونه‌ها از مقطع عرضی تحت آزمون ریزسختی ویکرز قرار گرفتند. فلز پایه با دارا بودن ریزساختاری با دانه‌های درشت و خشن دارای سختی در حدود ۸۰ ویکرز است. طبق رابطه هال-پیچ، میزان سختی با اندازه دانه رابطه عکس دارد.



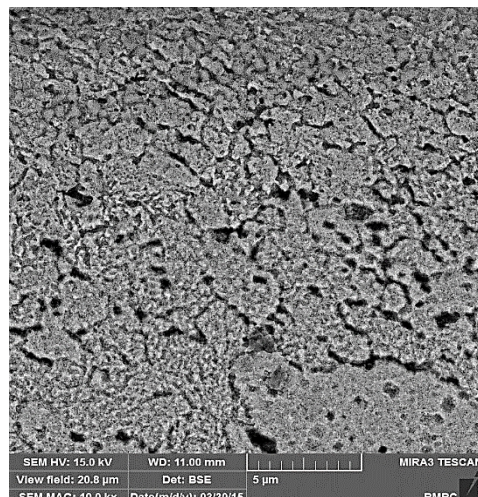
شکل ۶: ریزساختار نواحی فرآوری شده در نمونه حاوی ذرات تقویت کننده ZrO_2 و در گذر چهارم ابزار با بزرگنمایی ۲۰۰ برابر، (AS: سمت پیش رو SZ: ناحیه اغتشاش، RS: سمت پس رو).

جدول ۱: میانگین اندازه دانه‌ها در فلز پایه و نواحی اغتشاشی در نمونه‌های فرآوری شده.

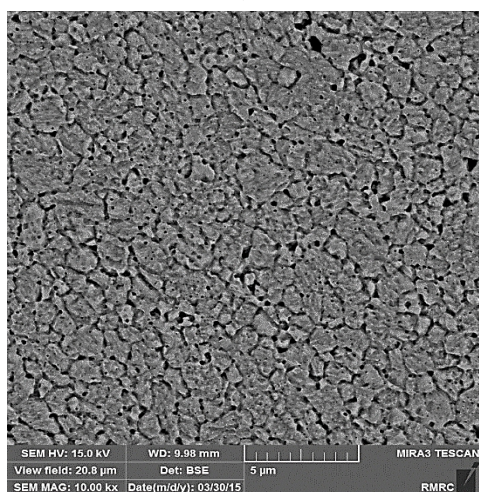
میانگین اندازه دانه‌ها بر حسب میکرومتر (μm)						
با ذرات تقویت کننده			بدون ذرات تقویت کننده			فلز پایه
گذر اول ابزار	گذر دوم ابزار	گذر چهارم ابزار	گذر اول ابزار	گذر دوم ابزار	گذر چهارم ابزار	
۰/۷۵	۰/۶۱	۰/۴۳	۰/۸۰	۱/۲۳	۲/۲۰	۲۲



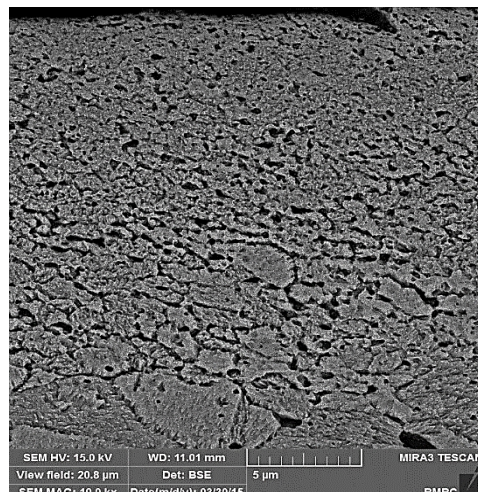
ب



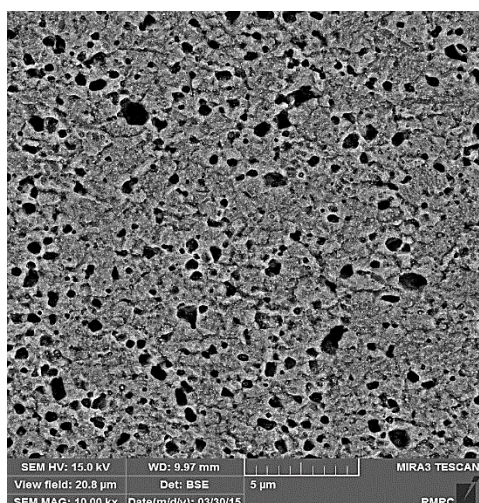
الف



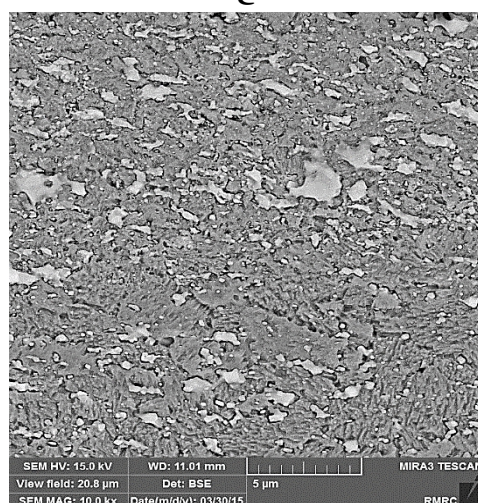
د



ج



و



ه

شکل ۷: تصویر میکروسکوپ الکترونی ریزساختار ناحیه اغتشاشی: بدون نانو ذرات، الف) گذر اول، ب) گذر اول، ج) گذر دوم، ه) گذر چهارم، با نانوذرات تقویت کننده، د) گذر دوم و و) گذر چهارم.

حاصل می‌شود [۱۶]. در پژوهش حاضر با توجه به ثابت بودن کسر حجمی ذرات تقویت کننده، استفاده از نانو ذرات زیر کونیا با توجه به رابطه ۱، تولید ساختاری ریزدانه تر نسبت به حالتی که از ذرات تقویت کننده استفاده نمی‌شود را تایید می‌کند.

با توجه به بررسی‌های فوق مشاهده می‌شود که با هر بار گذر ابزار دانه بندی کوچکتر، از میزان تجمع پودر کاسته و ماده از همگنی بیشتری برخوردار شده است و همانطور که پیش تر بیان شد می‌توان علت این امر را تغییر شکل پلاستیک شدید، شکسته شدن ذرات ZrO_2 در هر بار گذر ابزار و همچنین جدا شدن ذرات پودر از یکدیگر و جلوگیری از رشد دانه‌های تبلور مجدد یافته دانست. همان گونه که انتظار می‌رفت طبق معادله هال-پچ با ریز شدن دانه بندی در نواحی اغتشاش یافته، سختی این نواحی در مقایسه با ماده خام بیشتر شده است. همچنین ملاحظه می‌شود که با تعداد گذر بیشتر ابزار و به دنبال آن توزیع یکنواخت نانو ذرات افزوده شده، سختی افزایش یافته است به طوری که این ذرات توانسته‌اند مانع رشد دانه‌های تبلور مجدد یافته دینامیکی پدید آمده در

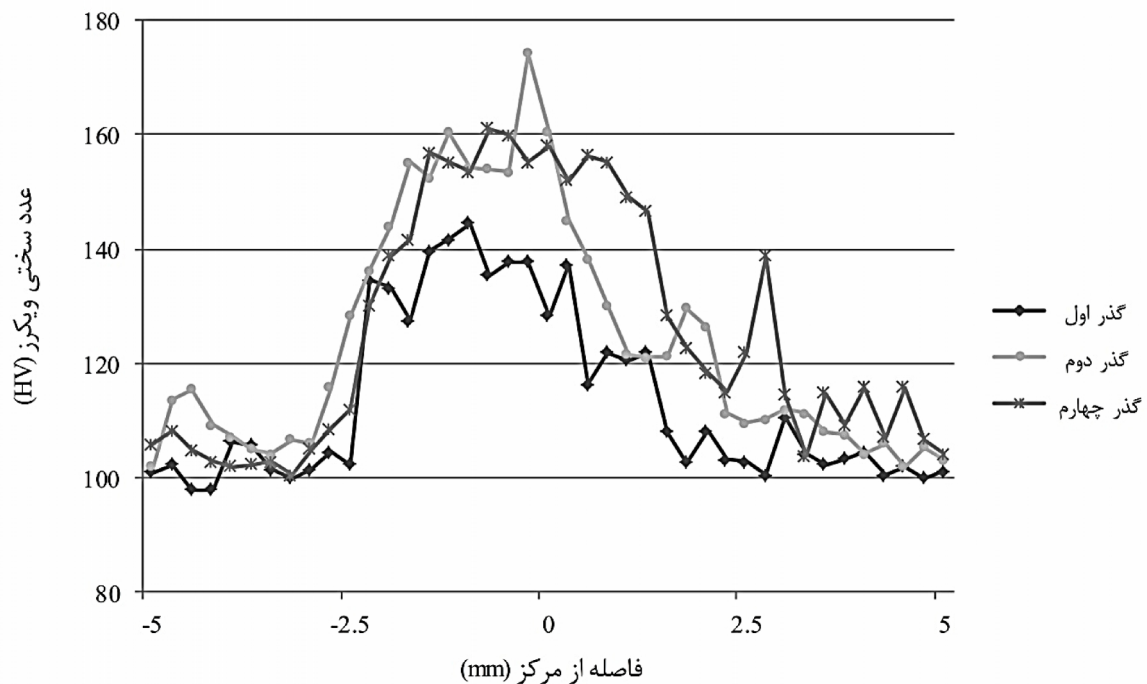
تنش تسلیم افزایش می‌یابد و با توجه به ارتباط مستقیم تنش تسلیم و میزان سختی، متعاقباً سختی نیز افزایش می‌یابد. از این رو کاهش اندازه دانه در ناحیه تحت فرآیند نسبت به ماده اولیه، می‌تواند سبب افزایش سختی شود.

شکل‌های ۸ و ۹ نمودارهای تغییرات سختی در نمونه‌های فرآوری شده بدون ذرات تقویت کننده و حاوی ذرات تقویت کننده را نشان می‌دهد. در جدول ۲ نیز میانگین سختی بدست آمده از هر نمونه آورده شده است.

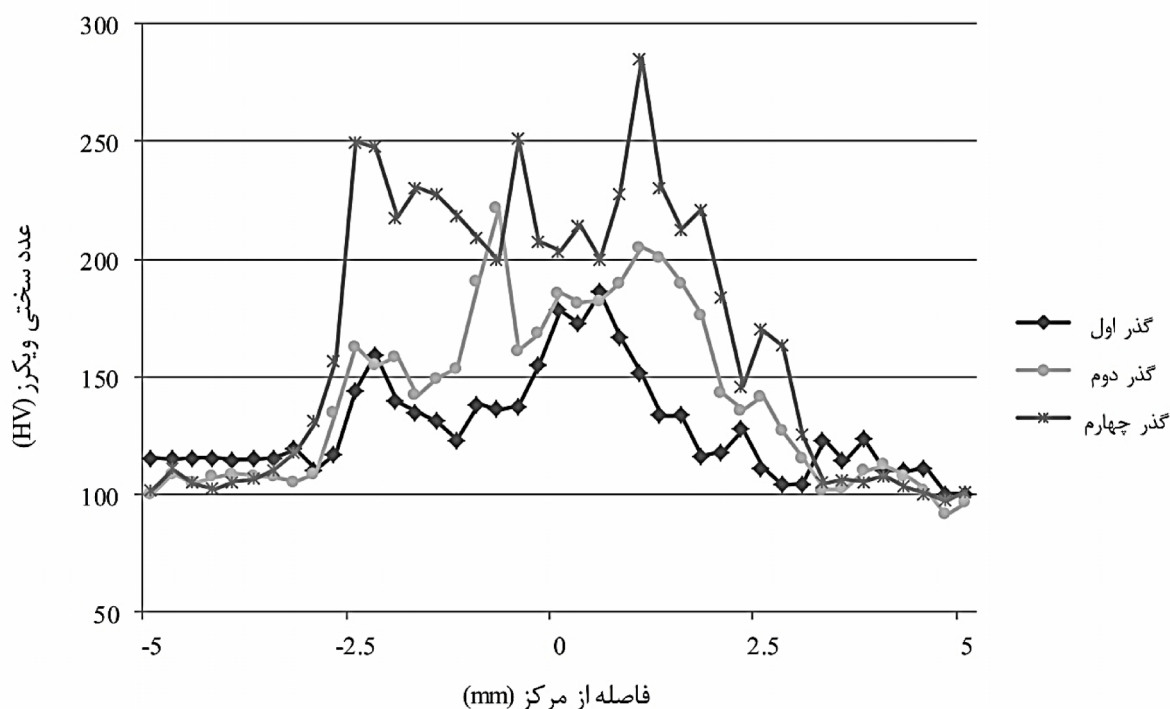
فرآوری اصطکاکی اغتشاشی و ذرات تقویت کننده را با هم دارند. بر اساس قانون زرنر، حضور ذرات فاز دوم، جابجایی مرزدانه‌ها در نتیجه تبلور مجدد و رشد دانه می‌تواند توسط ذرات ریز فاز دوم قفل شود. بر این اساس، اندازه دانه زرنر بر اساس رابطه ۱ بیان می‌شود:

$$d_z = 4r/3V_f \quad (1)$$

که، r و V_f به ترتیب شعاع و کسر حجمی ذرات فاز دوم می‌باشند. بر اساس رابطه ۱، با کاهش اندازه دانه و افزایش کسر حجمی ذرات تقویت کننده، ریزساختار ریزدانه تری



شکل ۸: مقایسه نمودارهای ریزسختی بدست آمده از نمونه‌های بدون ذرات تقویت کننده.



شکل ۹: مقایسه نمودارهای ریزسختی بدست آمده از نمونه‌های حاوی ذرات تقویت کننده.

جدول ۲: میانگین ریزسختی نمونه‌ها.

میانگین سختی ویکرز (HV)						فلز پایه
با ذرات تقویت کننده			بدون ذرات تقویت کننده			
گذر چهارم ابزار	گذر دوم ابزار	گذر اول ابزار	گذر چهارم ابزار	گذر دوم ابزار	گذر اول ابزار	۸۰
۱۶۶/۱۹	۱۴۰/۳۵	۱۲۸/۰۵	۱۲۵/۸۸	۱۲۳/۹۶	۱۱۳/۴۸	

بیش از ۳/۵ برابر سختی فلز پایه است. در حالی که سووارنا و همکارش در نتیجه افزودن ذرات Al_2O_3 با میانگین اندازه ذرات ۲۰ میکرومتر به مس با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی توانستند تنها به سختی HV ۱۳۷ دست یابند [۳۳]. دیناهاران و همکارانش توانستند با افزودن B_4C به مس به عنوان ماده تقویت کننده با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی به سختی HV ۱۳۵ نائل شوند [۳۴]. ساتیس کومار و همکارانش با تغییر متغیرهای فرآوری اصطکاکی اغتشاشی توانستند با افزودن ذرات ۴ میکرومتری B_4C به بیشینه سختی HV ۱۹۸ دست یابند [۳۹]. سرمدی و همکارانش توانستند با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی ذرات گرافیت با اندازه دانه میانگین ۵ میکرومتر را

اثر تغییر شکل پلاستیک شدید ناشی از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و نیز محلی برای ترغیب جوانه زنی و در نهایت سبب ریزدانه شدن ساختار زمینه شوند. در این پژوهش با انتخاب مقادیر ۷۰۰ دور بر دقیقه برای پیشروی ابزار، سختی فلز پایه در گذر چهارم ابزار و بدون حضور ذرات تقویت کننده تا حدود ۱۲۵ ویکرز و در گذر چهارم ابزار با حضور ذرات تقویت کننده تا حدود ۱۶۶ ویکرز افزایش یافته است که این مقدار نشان دهنده افزایش میزان سختی فلز پایه تا دو برابر مقدار اولیه خود است. لازم به ذکر است که بیشینه سختی برای نمونه‌های فاقد ذرات تقویت کننده بعد از چهار گذر ابزار، HV ۱۷۴ و برای نمونه‌های حاوی نانوذرات تقویت کننده، HV ۲۸۸ است که به ترتیب بیش از ۲ برابر و

به زمینه مس اضافه نموده و به بیشینه سختی HV ۱۴۰ دست یابند [۲۸].

به منظور بررسی رفتار سایشی و خواص تریبولوژیکی نمونه‌ها، از آزمون پین بر روی دیسک استفاده شده است. این آزمون در سرعت ۰/۵ متر بر ثانیه، با نیروی ۱۰ نیوتن و در مسافت ۱۰۰۰ متر بر روی نمونه خام، نمونه‌های بدون ذرات تقویت کننده و نمونه‌های حاوی ذرات تقویت کننده انجام گردید.

در شکل ۱۰ نمودارهای ضریب اصطکاک حاصل از نمونه خام، نمونه‌های یک، دو و چهار گذره بدون ذرات تقویت کننده و نمونه‌های یک، دو و چهار گذره با ذرات تقویت کننده نشان داده شده است. در جدول ۳ نیز میانگین ضرایب اصطکاک نمونه‌ها آورده شده است.

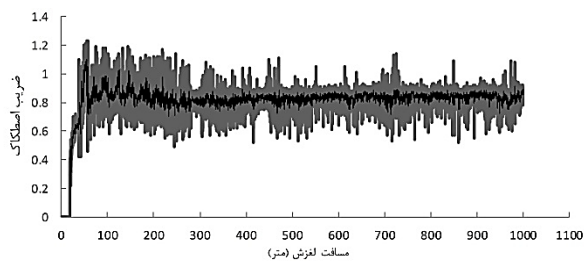
با توجه به مقادیر میانگین بدست آمده از ضرایب اصطکاک نمونه‌ها، واضح است که بیشترین ضریب اصطکاک مربوط به فلز پایه و در حدود ۰/۸۱ است که بدلیل ریزساختار درشت حاصل از روش تولید آن است. تمامی نمونه‌های فرآوری شده بدلیل تصحیح ریزساختار و ریزدانه شدن در طی فرآیند FSP، دارای ضریب اصطکاک پایین تر نسبت به فلز پایه هستند. در بین ضرایب اصطکاک، مشاهده می شود که کمترین کاهش، مربوط به نمونه‌های فرآوری شده بدون ذرات تقویت کننده و بیشترین کاهش مربوط به نمونه‌های حاوی ذرات ZrO_2 است، به طوری که در گذر چهارم ابزار ضریب اصطکاک به طور چشمگیری و تا حدود ۰/۴۷ کاسته شده است. با در نظر گرفتن نمودارهای سختی ارائه شده می توان میزان تفاوت در میانگین ضرایب اصطکاک نمونه‌ها را توجه کرد. بر اساس نمودارهای مذکور، میزان سختی نمونه کامپوزیتی چهار گذره از دیگر نمونه‌ها بالاتر است و در نتیجه دارای میانگین ضریب اصطکاک پایین تری نسبت به دیگر نمونه‌ها است.

در این پژوهش به منظور تعیین مقدار سایش نمونه‌ها، از روش وزن کردن نمونه استفاده شده است. شکل ۱۱ نمودار حاصل از کاهش وزن نمونه‌ها در طی آزمون سایش را نشان می دهد.

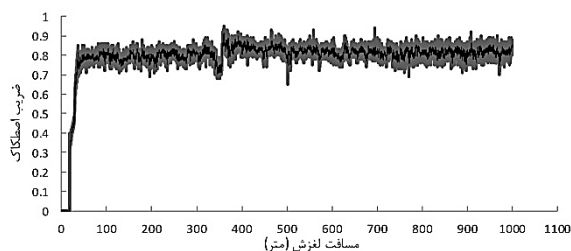
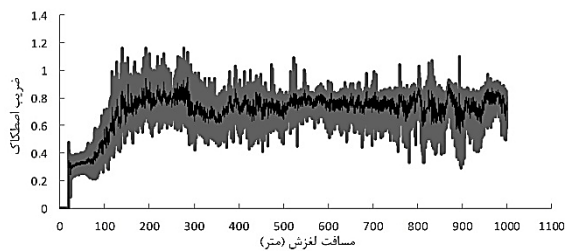
با توجه به این نمودار و نمودارهای تغییرات ضریب اصطکاک می توان دریافت که با کاهش ضرایب اصطکاک در نمونه‌های فرآوری شده، مقدار سایش نیز به طور متناظر کاهش یافته و متعاقباً از کاهش وزن نمونه‌ها نیز کاسته شده است. همانطور که در این نمودار مشاهده می شود بیشترین کاهش وزن مربوط به فلز پایه با بیشترین ضریب اصطکاک است و از طرفی کمترین کاهش وزن مربوط به نمونه کامپوزیتی چهار گذره با کمترین ضریب اصطکاک است. در خصوص ارتباط بین ذرات تقویت کننده به کار رفته و افزایش مقاومت به سایش در نمونه‌های فرآوری شده با تعداد بیشتر گذر ابزار، می توان این گونه بیان کرد که وجود ذرات تقویت کننده در فلز پایه علاوه بر این که مانع از رشد بیشتر دانه‌ها شده و سبب ریزدانه شدن ساختار می گردد که این موضوع به نوبه خود منجر به افزایش سختی ماده و کاهش اصطکاک می شود به عنوان یک واسط نیز عمل کرده و سبب می شود که از تماس دانه‌ها با سطح ساینده جلوگیری و در نتیجه ماده با سایش کمتری مواجه شود. از این رو با پراکندگی و توزیع یکنواخت تر این ذرات در زمینه ماده با هر بار گذر ابزار، از مقدار ماده‌ای که با سطح ساینده در تماس است کاسته شده و بنابراین ماده دچار سایش کمتری خواهد شد.

۴- نتیجه گیری

- نانو کاتالیست Cu/ZrO_2 با استفاده از فرآوری اصطکاکی اغتشاشی با پارامترهای سرعت دورانی ۷۰۰ دور بر دقیقه و سرعت پیشروی ۱۴ میلی متر بر دقیقه با موفقیت تولید شد.
- افزایش تعداد مراحل فرآوری اصطکاکی اغتشاشی با گذر ابزار از یک به چهار گذر، سبب کاهش تجمع ذرات تقویت کننده شده و با پراکندگی یکنواخت تر ذرات موجب تشکیل ساختاری همگن تر می شود.
- استفاده از ذرات تقویت کننده ZrO_2 به منظور تولید نانو کامپوزیت Cu/ZrO_2 به وسیله فرآوری اصطکاکی اغتشاشی سبب کاهش بیشتر اندازه دانه زمینه نسبت به

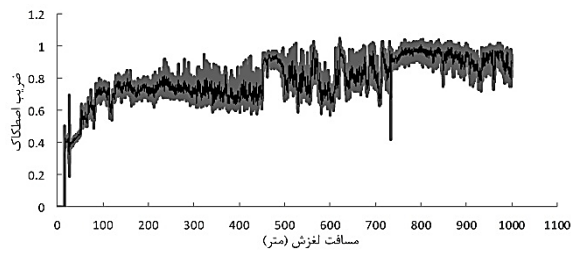
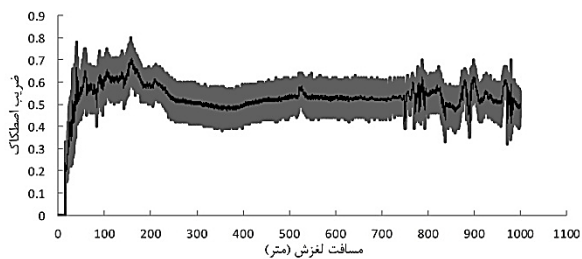


الف



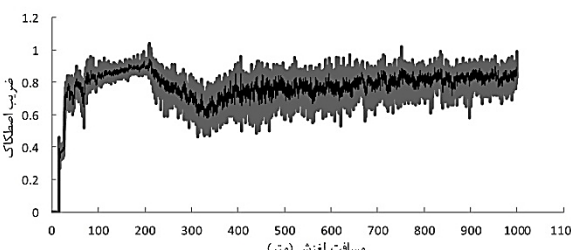
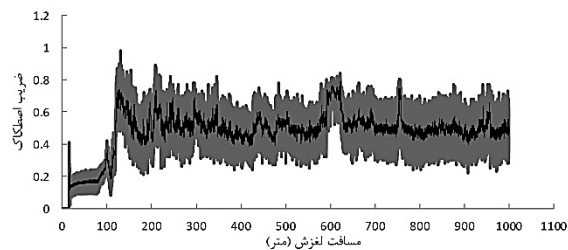
و

ب



د

ه



ج

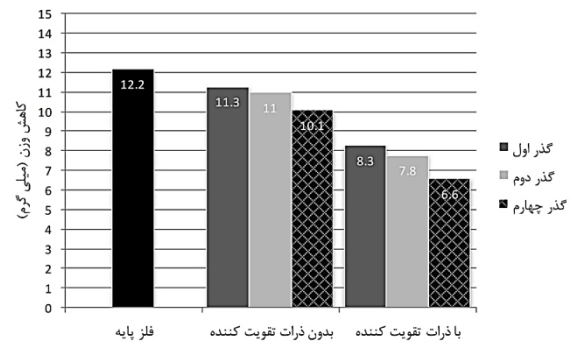
ز

شکل ۱۰: نمودار تغییرات ضریب اصطکاک، الف) فلز پایه، بدون ذرات تقویت کننده، ب) یک گذر، ج) دو گذر، د) چهار گذر، با ذرات تقویت کننده و) یک گذر، ه) دو گذر و ی) چهار گذر.

جدول ۳: میانگین ضرایب اصطکاک نمونه‌ها.

میانگین ضریب اصطکاک						
با ذرات تقویت کننده			بدون ذرات تقویت کننده			فلز پایه
گذر چهارم ابزار	گذر دوم ابزار	گذر اول ابزار	گذر چهارم ابزار	گذر دوم ابزار	گذر اول ابزار	
۰/۴۷	۰/۶۳	۰/۷۰	۰/۷۶	۰/۷۸	۰/۷۹	۰/۸۱

- [9] M. Rhodes, K. Pokrovski, A. Bell, *Journal of Catalysis*, **233**, 2005, 210.
- [10] K. Samson, M. Sliwa, R.P. Socha, K. Gora-Marek, D. Mucha, D. Rutkowska-Zbik, *ACS Catalysis*, **4**, 2014, 3730.
- [11] V.G. Deshmane, Y.G. Adewuyi, *Microporous and Mesoporous Materials*, **148**, 2012, 88.
- [12] J. Xiao, D. Mao, X. Guo, J. Yu, *Applied Surface Science*, **338**, 2015, 146.
- [13] H.S. Arora, H. Singh, B.K. Dhindaw, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **61**, 2011, 1043.
- [14] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, *Materials Science and Engineering: A*, **341**, 2003, 307.
- [15] Z.Y. Ma, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **39**, 2008, 642.
- [16] V. Sharma, U. Prakash, B.V.M. Kumar, *Journal of Materials Processing Technology*, **224**, 2015, 117.
- [17] R. Salek, M.K. Besharati Givi, *Producing of composite layer of SiC/Al5083 via friction stir processing*, 2010.
- [18] P. Heurtier, M.J. Jones, C. Desrayaud, J.H. Driver, F. Montheillet, D. Allehaux, *Journal of Materials Processing Technology*, **171**, 2006, 348.
- [19] C.J. Hsu, C.Y. Chang, P.W. Kao, N.J. Ho, C.P. Chang, *Acta Materialia*, **54**, 2006, 5241.
- [20] R.S. Mishra, P.S. De, N. Kumar, "Friction Stir Processing" in *Friction Stir Welding and Processing: Science and Engineering*, Eds., ed Cham: Springer International Publishing, 2014.
- [21] C. Rhodes, *Scripta Materialia*, **48**, 2003, 1451.
- [22] P.B. Berbon, W.H. Bingel, R.S. Mishra, C.C. Bampton, M.W. Mahoney, *Scripta Materialia*, **44**, 2001, 61.
- [23] I. Charit, R.S. Mishra, *Materials Science and Engineering: A*, **359**, 2003, 290.
- [24] K. Dehghani, M. Mazinani, *Materials and Manufacturing Processes*, **26**, 2011, 922.
- [25] M. Barmouz, M.K.B. Givi, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **42**, 2011, 1445.
- [26] K. Surekha, A. Els-Botes, *Materials & Design*, **32**, 2011, 911.
- [27] M. Barmouz, P. Asadi, M.K. Besharati Givi, M. Taherishargh, *Materials Science and Engineering: A*, **528**, 2011, 1740.
- [28] H. Sarmadi, A.H. Kokabi, S.M. Seyed Reihani, *Wear*, **304**, 2013, 1.
- [29] H.R. Akramifard, M. Shamanian, M. Sabbaghian, M. Esmailzadeh, *Materials & Design*, **54**, 2014, 838.
- [30] R. Sathiskumar, N. Murugan, I. Dinaharan, S.J. Vijay, *Materials Characterization*, **84**, 2013, 16.
- [31] S. Salahi, V. Rezazadeh, A. Sharbatzadeh, A. Iranizad, H. Bouzary, *Advanced Materials Research*, **787**, 2013, 256.
- [32] R. Sathiskumar, N. Murugan, I. Dinaharan, S.J. Vijay, *Materials & Design*, **55**, 2014, 224.
- [33] L.S. Raju, A. Kumar, *Procedia Materials Science*, **5**, 2014, 434.
- [34] I. Dinaharan, R. Sathiskumar, N. Murugan, *Journal of Materials Research and Technology*, **5**, 2016, 302.
- [35] S. Saravanakumar, S. Gopalakrishnan, I. Dinaharan, K. Kalaiselvan, *Surface and Coatings Technology*, **322**, 2017, 51.
- [36] I. Dinaharan, S. Saravanakumar, K. Kalaiselvan, S. Gopalakrishnan, *Journal of Asian Ceramic Societies*, **18**, 2017, 1.
- [37] I. Dinaharan, K. Kalaiselvan, E.T. Akinlabi, J.P. Davim, *Journal of Alloys and Compounds*, **718**, 2017, 150.
- [38] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **50**, 2005, 1.
- [39] R. Sathiskumar, I. Dinaharan, N. Murugan, S.J. Vijay, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **25**, 2015, 95.



شکل ۱۱: نمودار میزان کاهش وزن نمونه‌ها در آزمون سایش.

نمونه‌های فرآوری شده بدون ذرات ZrO_2 گردید.

– ریزدانه شدن ریزساختار در طی فرآوری اصطکاکی اغتشاشی سبب افزایش سختی در نمونه‌های فرآوری شده نسبت به فلز پایه می‌شود، به طوری که بیشترین سختی در نمونه چهارگذره با سختی ۱۷۴ ویکرز بدست آمد که افزایش قابل توجهی را نشان می‌دهد. با افزودن نانوذرات زیرکونیا میزان سختی در نمونه چهار گذره به ۲۸۸ ویکرز افزایش یافت.

– فرآوری اصطکاکی اغتشاشی می‌تواند با افزایش سختی و کاهش ضریب اصطکاک نمونه، سبب افزایش مقاومت به سایش آن شود، به طوری که نمونه با چهار مرحله فرآوری در حضور نانوذرات، بیشترین مقاومت سایشی را دارد.

مراجع

- [1] T. Witoon, T. Permsirivanich, N. Kanjanasontorn, C. Akkaraphataworn, A. Seubsai, K. Faungnawakij, *Catal. Sci. Technol.*, **5**, 2015, 2347.
- [2] J. Kim, S.A. Hong, J. Yoo, *Chemical Engineering Journal*, **266**, 2015, 179.
- [3] S. Stroeve, K. Hayes, J.L. Hice, G. Baldauf, C. Woodard, R. Martin, *American Journal of Infection Control*, **43**, 2015, 12.
- [4] J.F. Haw, W. Song, D.M. Marcus, J.B. Nicholas, *Accounts of Chemical Research*, **36**, 2003, 317.
- [5] X.M. Liu, G.Q. Lu, Z.F. Yan, J. Beltramini, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **42**, 2003, 6518.
- [6] F. Arena, K. Barbera, G. Italiano, G. Bonura, L. Spadaro, F. Frusteri, *Journal of Catalysis*, **249**, 2007, 185.
- [7] H. Ren, C.H. Xu, H.Y. Zhao, Y.X. Wang, J. Liu, J.Y. Liu, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **28**, 2015, 261.
- [8] K.A. Ali, A.Z. Abdullah, A.R. Mohamed, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, **44**, 2015, 508.