

## سینتیک رشد دانه در آلیاژهای منیزیم حاوی آلومینیوم و عنصر نادر خاکی گادولینیم

بیبا پوربهراری، حامد میرزاده\* و مسعود امامی

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده فنی، دانشگاه تهران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۶/۰۹/۲۱ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۷/۰۲/۰۲)

چکیده- تحولات ریزساختاری در حین عملیات آنیل دمای بالا برای آلیاژهای منیزیم حاوی آلومینیوم و گادولینیم پس از فرایند اکستروژن مورد ارزیابی قرار گرفت و با آلیاژ AZ61 مقایسه شد. با قرارگیری آلیاژها در دمای بالا مشخص شد که حضور فاز  $(Mg,Al)_3Gd$  که پس از اکستروژن به شکل ذرات ریز و پراکنده در ریزساختار قرار می‌گیرد اثر مثبتی بر جلوگیری از رشد دانه‌ها دارد. همچنین مشخص شد که ذرات  $Al_2Gd$  نمی‌توانند به شکل مؤثری جلوی رشد دانه را بگیرند. از طرف دیگر، رشد دانه در آلیاژ AZ61 به عنوان یک مشکل جدی مطرح شد که می‌تواند به دلیل حل شدن ذرات بین فلزی  $Mg_{17}Al_{12}$  در دماهای بالاتر از ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد باشد. در آلیاژهای منیزیم حاوی آلومینیوم و گادولینیم، بهبود پایداری آلیاژ در دمای بالا دیده شد که به افزایش دمای ذوب نسبت داده شد. در نهایت، رشد دانه غیریکنواخت در حضور ذرات  $Al_2Gd$  مشاهده شد که به اثر پین‌کنندگی غیریکنواخت مرزانه‌ها توسط این ترکیب بین فلزی مرتبط شد.

واژه‌های کلیدی: آلیاژهای منیزیم، عناصر نادر خاکی، ریزساختار، سینتیک رشد دانه.

## Grain Growth Kinetics of Magnesium Alloys Containing Aluminum and Rare-Earth Element Gadolinium

B. Pourbahari, H. Mirzadeh\*, and M. Emamy

School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Iran.

**Abstract:** Microstructural evolutions during the high-temperature annealing of Mg alloys containing Al and Gd and after the extrusion process were evaluated and compared to those of the AZ61 alloy. It was revealed that during exposure at the elevated temperatures, the presence of  $(Mg,Al)_3Gd$  phase, in the form of fine and dispersed particles in the matrix after the extrusion process, could be favorable for the inhibition of grain growth. It was also found that the  $Al_2Gd$  particles could not effectively retard the coarsening of grains. On the other hand, the grain growth of AZ61 alloy was found to be problematic, which was related to the dissolution of the  $Mg_{17}Al_{12}$  intermetallic phase at temperatures higher than 300°C. In the Mg alloys containing both Al and Gd elements, the increased thermal stability was observed, which was ascribed to the rise of the melting temperature. Finally, some abnormal grain growth was observed in the presence of  $Al_2Gd$  phase, which was attributed to the nonuniform pinning of grain boundaries by this intermetallic compound.

**Keywords:** Magnesium alloys, Rare-earth elements, Microstructure, Grain growth kinetics.

\*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: hmirezadeh@ut.ac.ir

D <sub>0</sub>	اندازه دانه اولیه (میکرومتر)	T	دما (کلوین)
D	متوسط اندازه دانه (میکرومتر)	T <sub>m</sub>	دمای ذوب (کلوین)
n	توان رشد دانه	T <sub>L</sub>	دمای سالیدوس (درجه سانتی گراد)
P	پارامتر رشد دانه	T <sub>S</sub>	دمای لیکیدوس (درجه سانتی گراد)
Q <sub>GG</sub>	انرژی فعال‌سازی رشد دانه (کیلوژول بر مول)	t	زمان (دقیقه)
R	ثابت گازها (کیلوژول بر مول کلوین)		

## ۱- مقدمه

با توجه به محدود بودن منابع طبیعی انرژی و به تبع آن افزایش شدید قیمت سوخت در سال‌های اخیر، توجه مهندسان به سمت امکان حصول کاهش وزن در وسایل حمل‌ونقل معطوف شده است. در این خصوص، آلیاژهای منیزیم به‌عنوان یکی از سبک‌ترین مواد فلزی مهندسی مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱]. منیزیم و آلیاژهای آن، به‌خصوص سری معروف منیزیم-آلومینیوم، ویژگی‌های مطلوبی از قبیل چگالی پایین، استحکام مخصوص بالا و قابلیت ریخته‌گری و ماشین‌کاری مطلوب دارند. اما این آلیاژها هنوز نتوانسته‌اند سهم درخورد و قابل توجهی در کاربردهای صنعتی در مقایسه با سایر فلزات از جمله آلومینیوم و فولاد داشته باشند [۲ و ۳]. قابلیت شکل‌پذیری ضعیف در دمای محیط و از دست دادن خواص استحکامی در دمای بالا مهم‌ترین عوامل ایجاد این محدودیت در کاربردهای صنعتی منیزیم به‌شمار می‌روند. از این رو تحقیقات زیادی جهت گسترش آلیاژهای منیزیم با خواص بهینه صورت گرفته است و آلیاژهای مختلفی مانند سری (Mg-Gd-Zn) [۴] و آلیاژهای Mg-Gd-Y-Zr [۵ و ۶] توسعه یافته‌اند.

ریزدانگی یکی از مؤثرترین مکانیزم‌ها در بهبود خواص مکانیکی آلیاژهای منیزیم است. از این رو، در طراحی ترکیب آلیاژها سعی می‌شود که از قابلیت جوانه‌زایی غیرهمگن و فاکتور محدود کننده رشد در حین انجماد استفاده شود [۷]. همچنین از روش‌های تغییر شکل داغ مانند اکستروژن [۸ و ۹]

و روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید [۱۰] نیز برای ریزدانه‌سازی در حالت جامد بهره گرفته می‌شود. با وجود اینکه که روش‌های متعددی برای ریزدانه‌سازی آلیاژهای منیزیم وجود دارد، پایداری و حفظ این ریزساختار در دماهای بالا و کنترل رشد دانه مسئله حیاتی برای حفظ خواص مکانیکی است [۱۱-۱۴].

سینتیک رشد دانه در آلیاژ منیزیم AZ31 در حالت نورد گرم بررسی شده است و مشخص شده است که اثر دما بر اندازه دانه بیشتر از اثر زمان آویل است. انرژی فعال‌سازی رشد دانه برابر با ۸۰/۸ کیلوژول بر مول به‌دست آمد که ۱۱ کیلوژول بر مول کمتر از منیزیم خالص در حالت ریخته‌گری بوده است [۱۱]. پایداری حرارتی ریزساختاری آلیاژ AZ31 بعد از تغییر شکل شدید بررسی شده است و انرژی اکتیواسیون رشد نمونه‌های تغییر شکل شدید یافته کاهش محسوسی نشان داده است [۱۲]. رشد دانه در آلیاژ GZ31 بررسی شده است و یک تغییر حالت رشد دانه از یکنواخت به غیریکنواخت مشاهده شده است که به دلیل وجود ناخالصی‌هایی است که مرز دانه را قفل می‌کنند [۱۳]. این موارد برای آلیاژهای جدید منیزیم نیز بایستی مورد بررسی قرار بگیرد.

تلاش زیادی برای توسعه آلیاژهای جدید شده است. در این میان، آلیاژهای Mg-Gd-Al-Zn با توجه به دو سری AZ و GZ توسعه یافته‌اند که خواص مکانیکی برتری را نسبت به دو سری اصلی از خود نشان داده‌اند [۱۵]. در این آلیاژها از قابلیت

جوانه‌زایی غیرهمگن توسط تشکیل  $Al_2Gd$  و فاکتور محدود کننده رشد عناصر آلومینیوم و روی به‌خوبی استفاده شده است [۱۵]. وجود فازهای مختلف بین فلزی سبب شده است که پس از اکستروژن داغ نیز ریزدانگی قابل توجهی به‌دست آید [۱۶]. این آلیاژها اصولاً برای کاربردهای دمای بالا نیز مناسب هستند. لذا لازم است که پایداری آنها نسبت به پدیده رشد دانه در دمای بالا مورد ارزیابی قرار گیرد. در پژوهش حاضر، فرایند رشد دانه برای آلیاژهای موفوق این سری یعنی  $Mg-3Gd-3Al-1Zn$  و  $Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn$  (همه اعداد بر اساس درصد وزنی هستند) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین برای بررسی بهتر تأثیر حضور ترکیبات بین فلزی حاوی  $Al$  و  $Gd$ ، آلیاژ AZ61 نیز به‌عنوان یک آلیاژ شناخته شده صنعتی در کنار دو آلیاژ نامبرده بررسی شد.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- ریخته‌گری، اکستروژن و عملیات رشد دانه

منیزیم خالص در بوتنه گرافیتی با ظرفیت یک کیلوگرم توسط کوره القایی ذوب شد به‌شکلی که در هنگام عملیات ذوب، سطح مذاب منیزیم توسط گاز محافظ حاوی ۹۵ درصد  $CO_2$  و ۵ درصد  $SF_6$  محافظت می‌شد. عناصر روی، آلومینیوم و گادولینیم به ترتیب توسط آمیزان‌های  $Mg-10Gd$  و  $Mg-50Al$ ،  $Mg-50Zn$  و  $Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn$ ،  $Mg-3Gd-3Al-1Zn$  و  $AZ61(Mg-6Al-1Zn)$  (اعداد بیانگر درصد وزنی هستند) اضافه شدند. مذاب پس از هم‌زدن و سرباره‌گیری از دمای  $770^\circ C$  درجه سانتی‌گراد به درون قالب فلزی پیش‌گرم شده تا  $100^\circ C$  درجه سانتی‌گراد ریخته شد. به‌منظور عملیات همگن‌سازی، نمونه‌ها در دمای  $400^\circ C$  درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۴ ساعت نگهداری و سپس در کوره سرد شدند. لقمه‌های روزنرانی به طول ۳۰ میلی‌متر و قطر ۲۸ میلی‌متر تراشکاری شدند. گرم‌کن الکتریکی را برای رساندن مجموعه به  $385^\circ C$  درجه سانتی‌گراد در اطراف محفظه قرار داده و پس از گذشت ۶۰ دقیقه، فرایند روزنرانی آغاز شد. نمونه‌ها با نسبت ۱۲:۱ تحت عملیات روزنرانی قرار گرفته و به‌عنوان

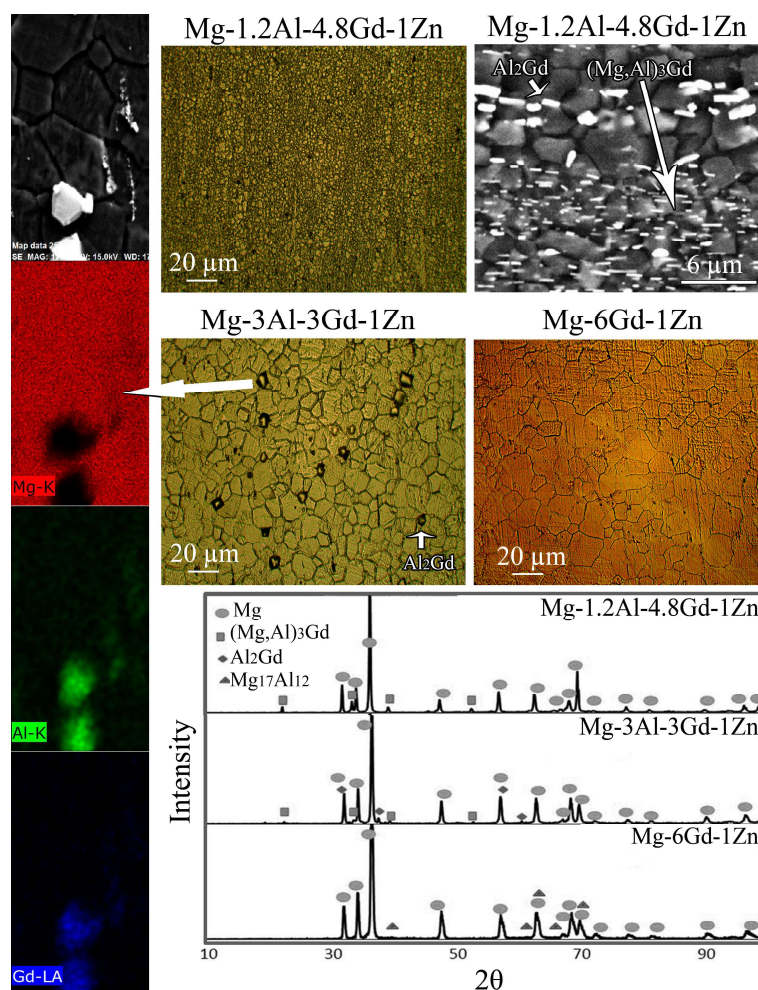
نمونه‌های اولیه برای مطالعه رشد دانه در نظر گرفته شدند. در ادامه نمونه‌ها در زمان‌های مختلف ۱۵، ۳۰، ۶۰، ۱۲۰ و ۲۴۰ دقیقه و در دماهای ۲۰۰، ۳۰۰، ۴۰۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شده و پس از آن در هوا سرد شدند. انتخاب این دماها بر اساس دمای ذوب منیزیم ( $650^\circ C$  درجه سانتی‌گراد) در نظر گرفته شد که دمای ۱۸۹ درجه سانتی‌گراد معادل با نصف دمای ذوب در مقیاس کلونین ( $T/T_m = 0.5$ ) است. لذا تمامی این دماها بالاتر از نصف نقطه ذوب هستند و طول گام  $100^\circ C$  درجه سانتی‌گراد برای انتخاب دماها در نظر گرفته شد. انتخاب زمان‌ها نیز بر اساس آزمایش‌های مقدماتی صورت گرفت.

### ۲-۲- منحنی‌های سرد شدن

برای انجام آزمایش آنالیز حرارتی (برای به‌دست آوردن منحنی‌های سرد شدن) از یک ترموکوپل نوع K (کرومیل-آلومیل) استفاده شد. قطر سیم ترموکوپل  $0.6$  میلی‌متر بود. دستگاه آنالیز حرارتی مورد استفاده در این تحقیق یک دریافت کننده با قابلیت ثبت  $20^\circ C$  داده در ثانیه بود. به‌منظور قابل مقایسه بودن نتایج، محل قرارگیری ترموکوپل‌ها در تمام نمونه‌ها یکسان در نظر گرفته شد. پس از ریختن مذاب، منحنی سرد شدن مربوط به آنها ثبت و ترسیم شد.

### ۲-۳- مشخصه‌یابی ریزساختارها

به‌منظور بررسی ریزساختارهای حاصل، نمونه‌ها در راستای اکستروژن مقطع زده شدند. صیقل کاری با سنباده‌های  $120$ ،  $240$ ،  $400$ ،  $600$ ،  $800$ ،  $1200$ ،  $2000$ ،  $2500$ ،  $3000$  و  $5000$  انجام گرفت و برای صیقل کاری نهایی از پارچه‌های ماهوتی و پودر  $Al_2O_3$  استفاده شد. برای آشکارسازی ریزساختار نمونه‌ها از محلول استیک پیکرال شامل یک گرم اسید پیکریک،  $2/5$  میلی‌لیتر اسید استیک،  $17$  میلی‌لیتر الکل و  $2/5$  میلی‌لیتر آب استفاده شد. جهت بررسی تصاویر ریزساختاری از میکروسکوپ نوری<sup>۱</sup> و میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۲</sup> Vega Tescan استفاده شد و محاسبه اندازه دانه بر اساس روش خطوط متقاطع با استفاده



شکل ۱- تصاویر ریزساختاری و الگوهای پراش پرتوی ایکس برای سه آلیاژ پس از فرایند اکستروژن (آنالیز عنصری ترکیب بین فلزی Al, Gd نیز نشان داده شده است) (رنگی در نسخه الکترونیکی)

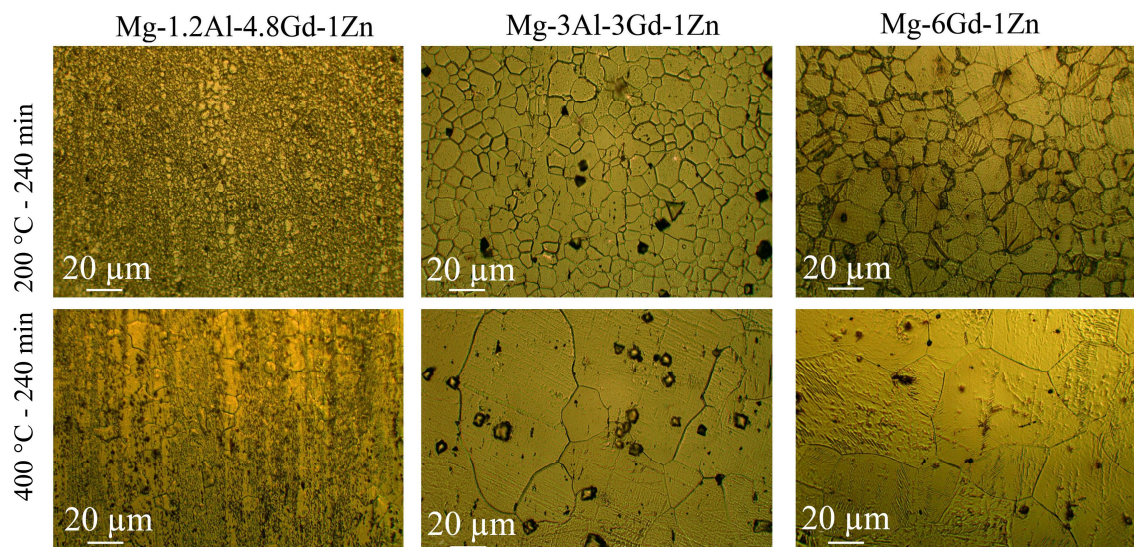
اکستروژن شده در شکل (۱) نشان داده شده‌اند. در آلیاژ Mg-6Al-1Zn زمینه‌ای از  $\alpha$ -Mg وجود دارد و ساختار یونکتیک  $\alpha$ -Mg +  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> در مرزها در اثر قرارگیری در دمای بالا از بین رفته است و شدت پیک پراش پرتوی ایکس آن بسیار پایین است [۱۲]. در دو آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn و Mg-3Gd-3Al-Zn نیز فازهای Al<sub>2</sub>Gd و (Mg,Al)<sub>3</sub>Gd فازهای غالب و اصلی هستند که در پژوهش‌های پیشین مورد بحث قرار گرفته‌اند و آنالیز عنصری طیف‌سنجی توزیع انرژی<sup>۴</sup> برای ترکیب بین فلزی Al<sub>2</sub>Gd در شکل (۱) آورده شده است و تأیید می‌کند که این فاز غنی از عناصر Al و Gd بوده و فقیر از Mg است [۱۵]. متوسط اندازه دانه آلیاژهای Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn

از نرم‌افزار ImageTool نسخه ۳ انجام شد. برای بررسی فازهای تشکیل شده و ترکیبات بین فلزی موجود در آلیاژهای مختلف از دستگاه پراش پرتو ایکس<sup>۳</sup> محصول شرکت PHILIPS با طول گام ۰/۰۲ درجه و پرتو ایکس با طول موج مربوط به  $K\alpha = 1.5418$  آنگستروم مس استفاده شد. میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به طیف‌سنجی توزیع انرژی<sup>۴</sup> نیز برای آنالیز عنصری استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- تحولات ریزساختاری

تصاویر ریزساختاری و الگوهای پراش پرتوی ایکس سه آلیاژ



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی نوری در حالت آئیل در دما و زمان‌های مختلف

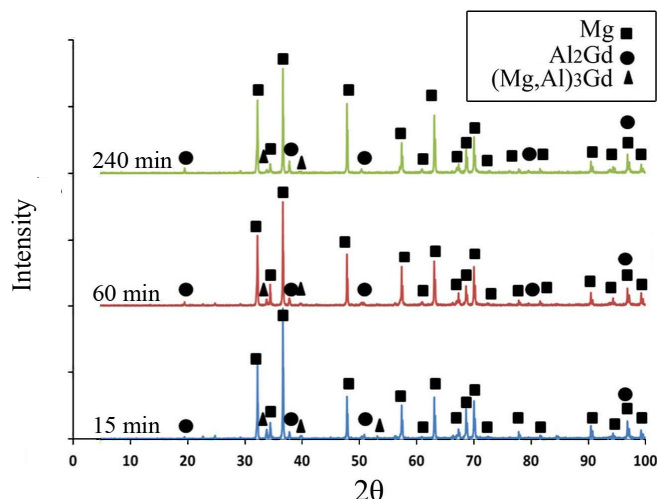
میکروسکوپ الکترونی در شکل (۱)). این ذرات به شکل مؤثری مرزدانه‌ها را پین کرده و از رشد آنها جلوگیری می‌کنند. در مورد آلیاژ Mg-3Gd-3Al-1Zn در شکل (۱) مشاهده می‌شود که دانه‌ها به خوبی با ترکیبات بین فلزی  $Al_2Gd$  قفل نشده‌اند و لذا ممانعت از رشد دانه کمتر خواهد بود. پدیده رشد دانه برای آلیاژ Mg-6Al-1Zn بسیار شدید بوده زیرا هیچ نوع ترکیب بین فلزی در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در این آلیاژ وجود ندارد.

برای تأیید این مشاهدات، نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس از آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn پس از قرار گیری در دمای بسیار بالا (۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) برای زمان‌های مختلف در شکل (۳) ارائه شده است. می‌توان مشاهده کرد که الگوهای پراش کاملاً به یکدیگر شباهت داشته که می‌تواند نشان‌دهنده آن باشد که ترکیبات بین فلزی تحت تأثیر قرار نگرفته‌اند و به شکل غیرمستقیم گواهی بر پایداری ترکیبات بین فلزی در دمای بالاست. حضور ترکیبات بین فلزی Gd-Al در دمای بالا در پژوهش‌های پیشین نیز تأیید شده است [۱۷]. اما در مورد فاز  $Mg_{17}Al_{12}$  در آلیاژ Mg-6Al-1Zn، با توجه نمودار فازی منیزیم-آلومینیوم [۱۸]، این فاز در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد ناپدید می‌شود شکل (۴) و لذا ترکیب بین فلزی در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در این آلیاژ وجود ندارد که جلوی رشد دانه را بگیرد.

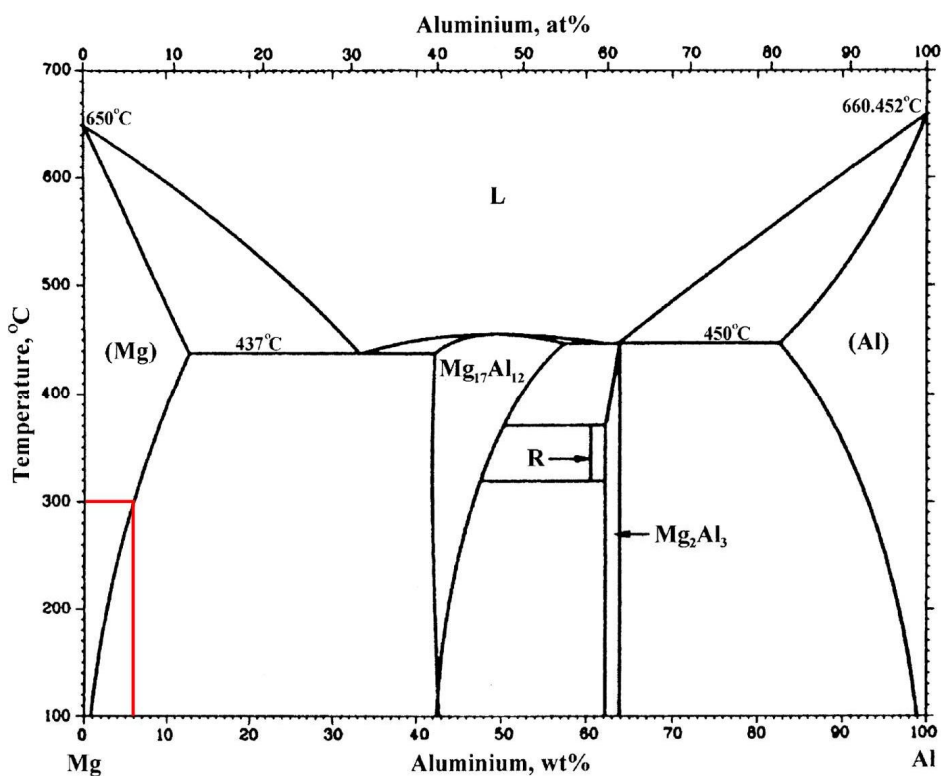
Mg-6Al-1Zn و Mg-3Gd-3Al-1Zn به ترتیب برابر با ۲/۴، ۱۰/۱ و ۱۳/۴ میکرومتر به دست آمد که به عنوان اندازه دانه اولیه برای مطالعات رشد دانه استفاده شد.

ریزساختار سه آلیاژ مذکور حاصل از حرارت دادن در دماهای مختلف در زمان ۲۴۰ دقیقه در شکل (۲) نشان داده شده‌اند. می‌توان مشاهده کرد که در دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، دانه‌ها کمی در مقایسه با حالت اکستروود شده در شکل (۱) رشد کرده‌اند. با افزایش دمای آئیل از ۲۰۰ تا ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، متوسط اندازه دانه‌های Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn، Mg-6Al-1Zn و Mg-3Gd-3Al-1Zn به ترتیب ۳/۳، ۴ و ۵/۷ برابر می‌شوند. دیده می‌شود که سرعت رشد دانه‌ها در ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد (نسبت  $T/T_m$  در حدود ۰/۵) با سرعت رشد در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد (نسبت  $T/T_m$  در حدود ۰/۷۵) بسیار متفاوت است. نکته جالب به دست آمده حاکی از آن است که آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn که دارای کوچک‌ترین اندازه دانه اولیه است و بنابراین دارای انرژی بیشتری است و تمایل به رشد به منظور کاهش انرژی در آن باید نسبت به بقیه آلیاژها بیشتر باشد، سرعت رشد دانه پایین تری را از خود نشان می‌دهد. این مسئله می‌تواند به دلیل حضور ذرات شکسته شده  $(Mg,Al)_3Gd$  باشد که دارای توزیع یکنواخت در سیستم است (تصویر





شکل ۳- الگوی پراش پرتو ایکس آلیاژ Mg-4.8%Gd-1.2%Al-1%Zn آنیل شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد در زمان‌های مختلف



شکل ۴- نمودار فازی منیزیم- آلومینیوم [۱۸]

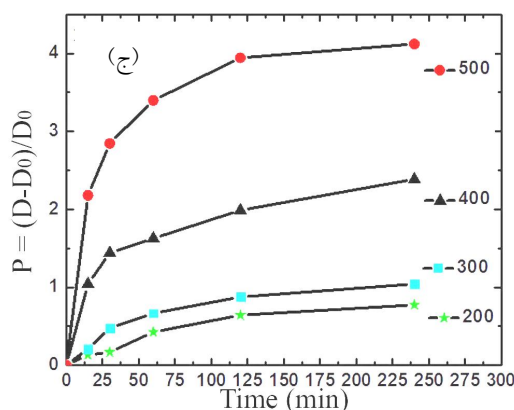
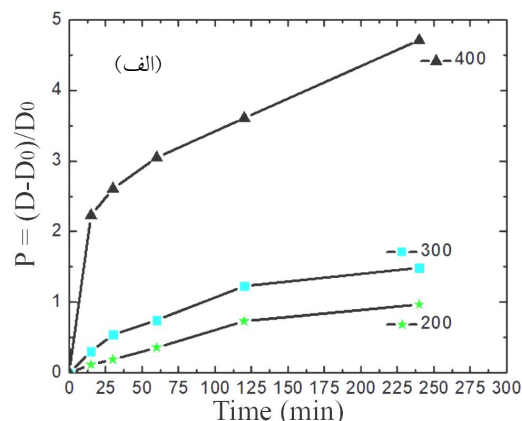
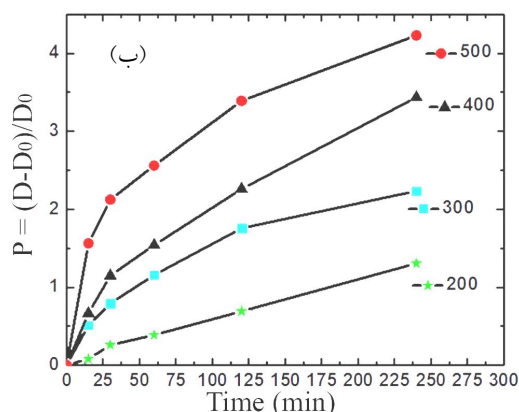
(خط نشان داده شده بیانگر ترکیب Mg-۶Al است که دمای انحلال کامل فاز  $Mg_{17}Al_{12}$  برای آن حدود ۳۰۰ درجه سانتی گراد است)

که در آن،  $D$  متوسط اندازه دانه بعد از عملیات حرارتی به مدت زمان  $t$  است. نتایج رشد دانه در زمان‌ها و دماهای مختلف در شکل (۵) نشان داده شده است. می‌توان مشاهده کرد که با افزایش دما و زمان، متغیر  $P$  افزایش یافته و به‌طور کلی این پارامتر برای آلیاژ

### ۳-۲- رشد دانه

برای مطالعه رفتار رشد دانه و حذف اثر اندازه دانه اولیه ( $D_0$ ) آلیاژها، پارامتر رشد دانه به شکل زیر تعریف شد:

$$P = (D - D_0) / D_0 \quad (1)$$



شکل ۵- تغییرات پارامتر رشد دانه برحسب زمان آنیل در دماهای گوناگون برای آلیاژهای: الف) Mg-6Al-1Zn، ب) Mg-3Gd-3Al-1Zn و ج) Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn

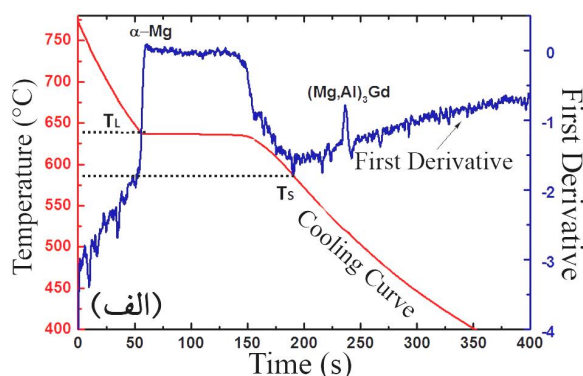
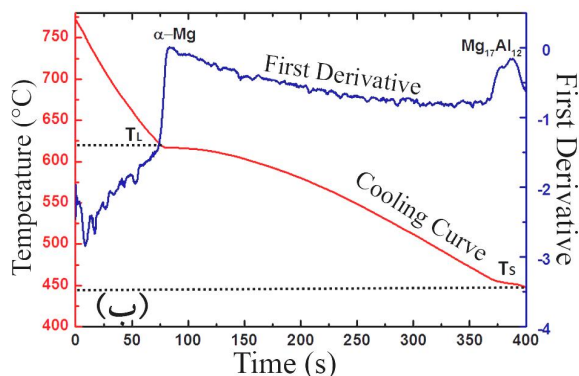
لازم به ذکر است که در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، آلیاژ Mg-6Al-1Zn شروع به ذوب سطحی و تخریب کرد و لذا رشد دانه در این دما قابل بررسی نبود. این در حالی است که آلیاژهای دیگر جامد و سالم باقی ماندند. این پدیده می‌تواند به دلیل افزایش دمای سالیدوس<sup>۵</sup> (Ts) در حضور عنصر Gd باشد. این مسئله در منحنی سرد شدن شکل (۶) نشان داده شده است. دیده می‌شود که دمای سالیدوس آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn حدود ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد بیشتر از آلیاژ Mg-6Al-1Zn است.

### ۳-۳- سنتتیک رشد دانه

سنتتیک رشد دانه به کمک رابطه مشهور پارابولیکی زیر مورد مطالعه قرار گرفت:

$$D^n - D_0^n = kt \quad (2)$$

Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn کمتر از آلیاژ Mg-3Gd-3Al-1Zn است. علت این پدیده را باید در اثر قفل‌کنندگی عالی مرزهای دانه توسط ترکیبات بین‌فلزی در آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn جستجو کرد. این شکل همچنین نشان می‌دهد که آلیاژ Mg-6Al-1Zn نمی‌تواند پایداری اش در مقابل رشد دانه را در دماهای بالای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد حفظ کند، دمایی که حل شدن فاز Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> در آن قطعی است. همچنین قابل مشاهده است که در دماهای پایین (۲۰۰ درجه سانتی‌گراد) در زمان‌های طولانی، تفاوت چشمگیری بین آلیاژها دیده نمی‌شود. اما در مقابل، تفاوت بین آلیاژهای شامل عناصر Al و Gd و آلیاژ خالی از عنصر Gd در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل حل شدن ترکیبات بین‌فلزی قابل توجه است. بنابراین حضور هم‌زمان Al و عنصر نادرخاکی Gd برای کمک به پایداری حرارتی آلیاژهای منیزیم مفید است.



شکل ۶- منحنی سرمایش آلیاژهای: الف) Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn و ب) Mg-6Al-1Zn در کنار منحنی‌های مشتق اول

جدول ۱- توان رشد دانه در دماهای مختلف برای آلیاژهای مورد بررسی در پژوهش حاضر

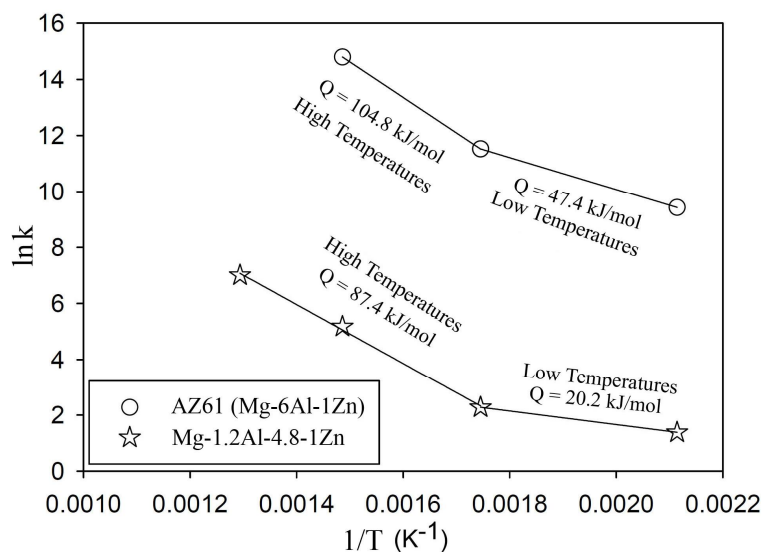
n at ۷۷۳ K (۵۰۰ درجه سانتی گراد)	n at ۶۷۳ K (۴۰۰ درجه سانتی گراد)	n at ۵۷۳ K (۳۰۰ درجه سانتی گراد)	n at ۴۷۳ K (۲۰۰ درجه سانتی گراد)	آلیاژ
۴/۱	۵/۶	۸/۴	۵/۳	Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn
۵/۲	۳/۶	۴/۴	۳/۷	Mg-3Gd-3Al-Zn
-	۴/۸	۲/۲۳	۴/۴	Mg-6Al-1Zn

خط راستی که بر داده‌ها منطبق می‌شود به دست آورد. انرژی فعال‌سازی برای نفوذ مرزدانه‌ای و نفوذ حجمی در منیزیم به ترتیب ۹۲ و ۱۳۵ کیلوژول بر مول گزارش شده است [۲۲]. با توجه به نتایج به دست آمده در این پژوهش قابل مشاهده است که برای آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn در دماهای بالا، انرژی فعال‌سازی در حدود ۸۷/۴ کیلوژول بر مول است که نزدیک به نفوذ مرزدانه‌ای است. اما برای آلیاژ AZ61 در دماهای بالا، انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه در حدود ۱۰۴/۸ کیلوژول بر مول و در دماهای پایین در حدود ۴۷/۴ کیلوژول بر مول است. این تفاوت با انرژی نفوذ مرزدانه‌ای و حجمی توسط دیگر پژوهشگران نیز تأیید شده است [۲۲]. برای مثال انرژی فعال‌سازی در حدود ۱۱۱ کیلوژول بر مول برای آلیاژ AZ31 شامل ذرات تقویت کننده  $Al_2O_3$  [۲۳] و در حدود ۱۰۹ کیلوژول بر مول برای آلیاژ AZ31 [۲۴] گزارش شده است. همچنین انرژی فعال‌سازی پایین‌تر نیز در دماهای پایین (مثلاً در حدود ۳۲ کیلوژول بر مول برای آلیاژ AZ31 در دمای زیر ۳۵۷ درجه سانتی‌گراد [۲۳]) گزارش شده است. بنابراین، انرژی‌های

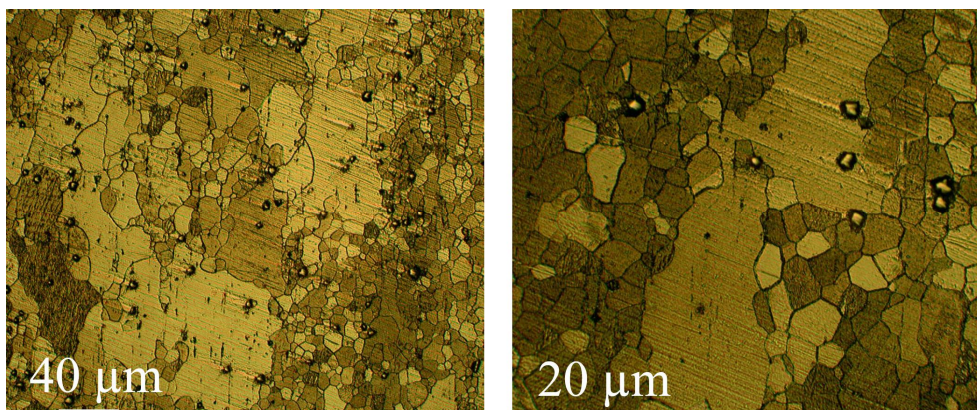
که در آن،  $D$  اندازه دانه،  $D_0$  اندازه دانه اولیه،  $t$  زمان،  $Q_{GG}$  انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه، و  $n$  توان رشد دانه است [۲۱-۱۹]. برای به دست آوردن  $n$  مشابه روش معمول [۲۱-۱۹]، از اندازه دانه اولیه  $D_0$  صرف‌نظر شد و از دو طرف رابطه لگاریتم گرفته شد. لذا با رسم نمودار  $\ln t$  در مقابل  $\ln D$  مقدار  $n$  محاسبه شد که نتایج آن در جدول (۱) نشان داده شده است. برای فلزات خالص مقدار  $n$  برابر با دو در نظر گرفته می‌شود [۲۰]؛ در حالی که  $n$  به دست آمده در این پژوهش بالاتر است. این تفاوت برای آلیاژهای منیزیم رایج است [۲۱ و ۲۲]. توان  $n$  تحت تأثیر پارامترهای گوناگون در آلیاژ قرار می‌گیرد. وجود ذرات فاز دوم و عناصر محلول از پارامترهای مؤثر بر توان  $n$  هستند [۲۰].

شکل (۷) نشان‌دهنده نمودارهای  $\ln k$  بر حسب  $1/T$  است که با استفاده از آنها مقدار انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه قابل محاسبه است. لازم به ذکر است که رابطه فوق را می‌توان به شکل  $\ln k = \ln k_0 - (Q_{GG}/R)(1/T)$  نوشت و لذا با رسم نمودارهای  $\ln k$  بر حسب  $1/T$  می‌توان مقدار  $Q/R$  را از شیب





شکل ۷- منحنی‌های انرژی فعال‌سازی برای آلیاژهای Mg-6Al-1Zn و Mg-1.2Al-4.8-1Zn



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپی نوری نشان‌دهنده رشد دانه‌های غیریکنواخت در آلیاژ Mg-3Gd-3Al-Zn در دو بزرگنمایی متفاوت

این دارند که این دانه‌های رشد یافته از به هم پیوستن چند دانه قبلی به وجود آمده‌اند. نیروی محرکه برای رشد غیریکنواخت همانند رشد یکنواخت را می‌توان به کاهش انرژی مرزدانه‌ای نسبت داد. رشد غیریکنواخت هنگامی پدید می‌آید که تعداد کمی از دانه‌ها دارای مزایای ویژه برای رشد نسبت به دیگر دانه‌ها هستند. رشد غیریکنواخت را می‌توان به اثر ذرات فاز دوم، بافت و اثرات سطح نسبت داد [۲۰]. اثر پین‌کنندگی غیریکنواخت ترکیب بین فلزی  $Al_2Gd$  موجود در مرزدانه‌ها می‌تواند دلیل ایجاد رشد دانه غیریکنواخت در تحقیق حاضر باشد.

فعال‌سازی به دست آمده از آلیاژهای مورد استفاده در تحقیق حاضر با تحقیقات پیشین در تطابق خوبی هستند.

### ۳-۴- رشد دانه غیریکنواخت

در این پژوهش در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در آلیاژ Mg-3Gd-3Al-Zn رشد غیریکنواخت مشاهده شد که در تصاویر میکروسکوپی نوری در شکل (۸) نشان داده شده‌اند. با توجه به شکل، در اطراف دانه‌های رشد یافته غیریکنواخت، دانه‌های ریزی دیده می‌شوند، همچنین در وسط دانه‌های غیریکنواخت ترکیبات بین فلزی هم دیده می‌شوند که نشان از

## ۴- نتیجه گیری

تحولات ریزساختاری در حین قرارگیری آلیاژهای منیزیم حاوی آلومینیم و گادولینیم در دمای بالا مورد ارزیابی قرار گرفت و با آلیاژ AZ61 نیز مقایسه شد. از مجموع این بررسی ها نتایج زیر را می توان استنتاج کرد:

۱- حضور ذرات ریز و توزیع شده  $(Mg,Al)_3Gd$  اثر مثبتی بر جلوگیری از رشد دانه ها در دمای بالا داشت اما ذرات  $Al_2Gd$  نتوانستند همانند ذرات  $(Mg,Al)_3Gd$  باعث قفل شونده شدن مرزهای دانه شده و جلوی رشد دانه را بگیرند. رشد دانه

در آلیاژ Mg-6Al-1Zn بسیار شدید بود که می تواند به دلیل حل شدن ذرات بین فلزی  $Mg_{17}Al_{12}$  در دماهای بالا باشد.

۲- حضور همزمان Al و Gd در کنار هم، به دلیل افزایش دمای سالیدوس آلیاژهای منیزیم اثر خوبی بر بهبود پایداری در دمای بالا داشت.

۳- سنیتیک رشد دانه به وسیله رابطه  $D^n - D_0^n = Kt$  مورد بررسی قرار گرفت. توان رشد دانه برابر با دو به دست نیامد که این مسئله به وجود ذرات فاز دوم و عناصر محلول نسبت داده شد.

## واژه نامه

1. optical microscopy
2. scanning electron microscopy
3. X-ray diffractometer
4. energy-dispersive spectroscopy
5. solidus temperature

## مراجع

1. Kubota, K., Mabuchi, M., and Higashi, K., "Review: Processing and Mechanical Properties of Fine-Grained Magnesium Alloys", *Journal of Materials Science*, Vol. 34, pp. 2255-2262, 1999.
2. Mirzadeh, H., "Constitutive Analysis of Mg-Al-Zn Magnesium Alloys During Hot Deformation", *Mechanics of Materials*, Vol. 77, pp. 80-85, 2014.
3. Wei, Y. h., Hou, L. f., Yang, L. J., Xu, B. S., Kozuka, M., and Ichinose, H., "Microstructures and Properties of Die Casting Components with Various Thicknesses made of AZ91D Alloy", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209, pp. 3278-3284, 2009.
4. Mirzadeh, H., Roostaei, M., Parsa, M. H., and Mahmudi, R., "Rate Controlling Mechanisms During Hot Deformation of Mg-3Gd-1Zn Magnesium Alloy: Dislocation Glide and Climb, Dynamic Recrystallization, and Mechanical Twinning", *Materials and Design*, Vol. 68, pp. 228-231, 2015.
5. Wang, Q., Mu, Y., Lin, J., Zhang, L., and Roven, H. J., "Strengthening and Toughening Mechanisms of an Ultrafine Grained Mg-Gd-Y-Zr Alloy Processed by Cyclic Extrusion and Compression", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 699, pp. 26-30, 2017.
6. Mirzadeh, H., "Quantification of the Strengthening Effect of Rare Earth Elements During Hot Deformation of Mg-Gd-Y-Zr Magnesium Alloy", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 5, pp. 1-4, 2016.
7. Lee, Y. C., Dahle, A. K., and Stjohn, D. H., "The Role of Solute in Grain Refinement of Magnesium", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31, pp. 2895-2906, 2000.
8. Bu, F., Yang, Q., Guan, K., Qiu, X., Zhang, D., Sun, W., Zheng, T., Cui, X., Sun, S., Tang, Z., Liu, X., and Meng, J., "Study on the Mutual Effect of La and Gd on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Al-Zn Extruded Alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 688, pp. 1241-1250, 2016.
9. Shahbeigi Roodposhti, P., Sarkar, A., Murty, K. L., and Scattergood, R. O., "Effects of Microstructure and Processing Methods on Creep Behavior of AZ91 Magnesium Alloy", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 25, pp. 3697-3709, 2016.
10. Kim, W. J., An, C. W., Kim, Y. S., and Hong, S. I., "Mechanical Properties and Microstructures of an AZ61 Mg Alloy Produced by Equal Channel Angular Pressing", *Scripta Materialia*, Vol. 47, pp. 39-44, 2002.
11. Miao, Q., Hu, L., Wang, X., and Wang, E., "Grain Growth Kinetics of a Fine-Gained AZ31 Magnesium Alloy Produced by Hot Rolling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 493, pp. 87-90, 2010.
12. Young, J. P., Askari, H., Hovanski, Y., Heidena, M. J., and Field, D. P., "Thermal Microstructural Stability of AZ31 Magnesium After Severe Plastic

- Deformation”, *Materials Characterization*, Vol. 101, pp. 9-19, 2015.
13. Roostaei, M., Shirdel, M., Parsa, M. H., Mahmudi, R., and Mirzadeh, H., “Microstructural Evolution and Grain Growth Kinetics of GZ31 Magnesium Alloy”, *Materials Characterization*, Vol. 118, pp. 584-592, 2016.
  14. Pourbahari, B., Mirzadeh, H., and Emamy, M., “Elucidating the Effect of Intermetallic Compounds on the Behavior of Mg-Gd-Al-Zn Magnesium Alloys at Elevated Temperatures”, *Journal of Materials Research*, Vol. 32, pp. 4186-4195, 2017.
  15. Pourbahari, B., Emamy, M., and Mirzadeh, H., “Synergistic Effect of Al and Gd on Enhancement of Mechanical Properties of Magnesium Alloys”, *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 27, pp. 228-235, 2017.
  16. Pourbahari, B., Mirzadeh, H., and Emamy, M., “Toward Unraveling the Effects of Intermetallic Compounds on the Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Gd-Al-Zn Magnesium Alloys in the As-Cast, Homogenized, and Extruded Conditions”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 680, pp. 39-46, 2017.
  17. Pourbahari, B., Mirzadeh, H., and Emamy, M., “The Effects of Grain Refinement and Rare Earth Intermetallics on Mechanical Properties of As-cast and Wrought Magnesium Alloys”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 27, pp. 1327-1333, 2018.
  18. Dahle, A. K., Lee, Y. C., Nave, M. D., Schaffer, P. L., and Stjohn, D. H., “Development of the As-Cast Microstructure in Magnesium-Aluminium Alloys”, *Journal of Light Metals*, Vol. 1, pp. 61-72, 2001.
  19. Naghizadeh, M., and Mirzadeh, H., “Elucidating the Effect of Alloying Elements on the Behavior of Austenitic Stainless Steels at Elevated Temperatures”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 47, pp. 5698-5703, 2016.
  20. Humphreys, F. J., and Hatherly, M., “Recrystallization and Related Annealing Phenomena”, Elsevier, 2012.
  21. Bhattacharyya, J. J., Agnew, S. R., and Muralidharan, G., “Texture Enhancement During Grain Growth of Magnesium Alloy AZ31B”, *Acta Materialia*, Vol. 86, pp. 80-94, 2015.
  22. Alizadeh, R., Mahmudi, R., Ngan, A. H. W., and Langdon, T. G., “Microstructural Stability and Grain Growth Kinetics in an Extruded Fine-Grained Mg-Gd-Y-Zr Alloy”, *Journal of Materials Science*, Vol. 50, pp. 4940-4951, 2015.
  23. Radi, Y., and Mahmudi, R., “Effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano-Particles on the Microstructural Stability of AZ31 Mg Alloy After Equal Channel Angular Pressing”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 2764-2771, 2010.
  24. Kim, H. K., and Kim, W. J., “Microstructural Instability and Strength of an AZ31 Mg Alloy After Severe Plastic Deformation”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 385, pp. 300-308, 2004.