

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

بیتا پوربهاری، 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. همچنان 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 300°C 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 مرزدانه‌ها 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: hmirzadeh@ut.ac.ir

فهرست علامت

دما (کلوین)	T	اندازه دانه اولیه (میکرومتر)	D.
دمای ذوب (کلوین)	T_m	متوسط اندازه دانه (میکرومتر)	D
دمای سالیدوس (درجه سانتی گراد)	T_L	توان رشد دانه	n
دمای لیکیدوس (درجه سانتی گراد)	T_s	پارامتر رشد دانه	P
زمان (دقیقه)	t	انرژی فعالسازی رشد دانه (کیلوژول بر مول)	Q_{GG}
		ثابت گازها (کیلوژول بر مول کلوین)	R

و روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید [۱۰] نیز برای ریزدانه‌سازی در حالت جامد بهره گرفته می‌شود. با وجود اینکه روش‌های متعددی برای ریزدانه‌سازی آلیاژهای منیزیم وجود دارد، پایداری و حفظ این ریزساختار در دمای‌های 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 آنلیل است. انرژی فعالسازی رشد دانه برابر با ۸۰/۸ کیلوژول بر مول به دست آمد که ۱۱ کیلوژول بر مول کمتر از منیزیم خالص در حالت ریختگی 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 باقیستی 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

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 وسائل حمل و نقل معطوف شده است. در این خصوص، آلیاژهای منیزیم به عنوان یکی از سبک‌ترین مواد فلزی مهندسی مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱]. منیزیم و آلیاژهای آن، به خصوص 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 درخور 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 به شمار می‌روند. از این‌رو تحقیقات زیادی جهت گسترش آلیاژهای منیزیم با خواص بهینه صورت گرفته است و آلیاژهای مختلفی مانند سری GZ (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 این‌رو، 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]

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 سانتی گراد حرارت داده شده و پس از آن در هوا سرد شدند. انتخاب این دماها بر اساس دمای ذوب منیزیم (۶۵۰ درجه سانتی گراد) در نظر گرفته شد که دمای ۱۸۹ درجه سانتی گراد معادل با نصف دمای ذوب در مقیاس کلوین ($T/T_m = 0.05$) است. لذا تمامی این دماها بالاتر از نصف نقطه ذوب هستند و طول گام ۱۰۰ درجه سانتی گراد برای انتخاب دماها در نظر گرفته شد. انتخاب زمان‌ها نیز بر اساس آزمایش‌های مقدماتی صورت گرفت.

۲-۱- منحنی‌های سرد شدن

برای انجام آزمایش آنالیز حرارتی (برای به دست آوردن منحنی‌های سرد شدن) از یک ترموموپل نوع K (کروم-آلومل) استفاده شد. قطر سیم ترموموپل 0.06 میلی‌متر بود. دستگاه آنالیز حرارتی مورد استفاده در این تحقیق یک دریافت کننده با قابلیت ثبت 20 داده در ثانیه بود. به‌منظور قابل مقایسه بودن نتایج، محل قرارگیری ترموموپل‌ها در تمام نمونه‌ها یکسان در نظر گرفته شد. پس از ریختن مذاب، منحنی سرد شدن مربوط به آنها ثبت و ترسیم شد.

۲-۲- مشخصه‌یابی ریزساختارها

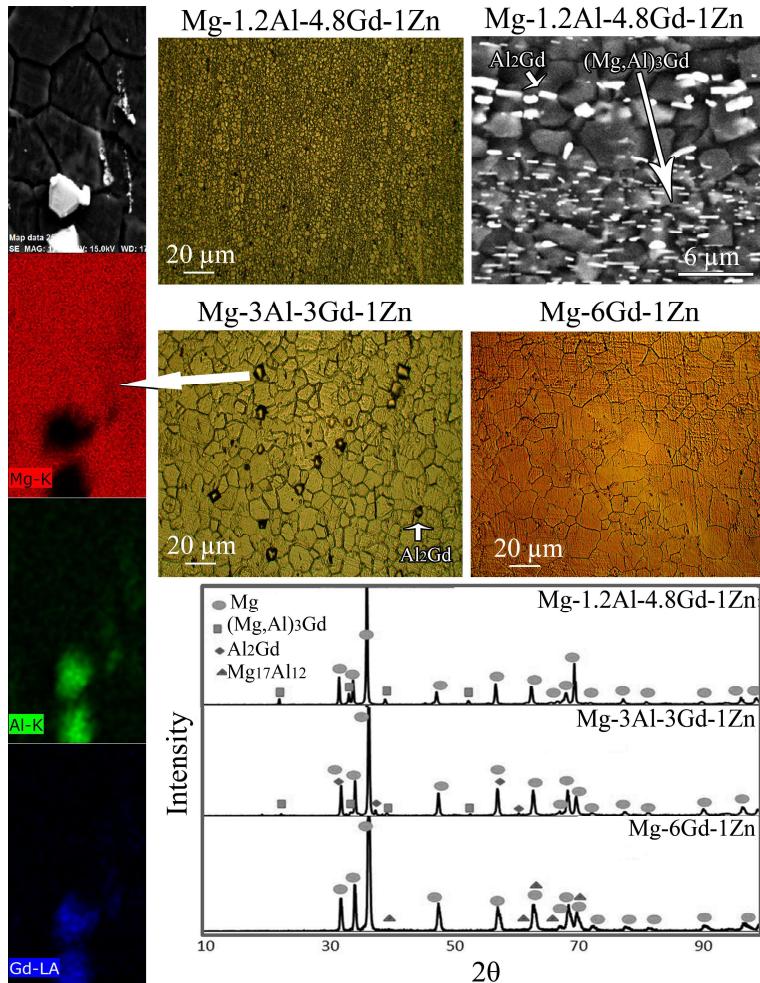
به‌منظور بررسی ریزساختارهای حاصل، نمونه‌ها در راستای اکستروژن مقطع زده شدند. صیقل کاری با سنباده‌های ۱۲۰، ۲۴۰، ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۲۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ و ۵۰۰۰ انجام گرفت و برای صیقل کاری نهایی از پارچه‌های ماهوتی و پودر Al_2O_3 استفاده شد. برای آشکارسازی ریزساختار نمونه‌ها از محلول استیک پیکرال شامل یک 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^۱ و میکروسکوپ الکترونی روبشی^۲ Vega Tescan استفاده شد و محاسبه اندازه دانه بر اساس روش خطوط متقاطع با استفاده

جونه‌زایی غیرهمگن توسط تشکیل Al_2Gd و فاکتور محدود کننده رشد عناصر آلومینیوم و روی به خوبی استفاده شده است [۱۵]. وجود فازهای مختلف بین فلزی سبب شده است که پس از اکستروژن داغ نیز ریزدانگی قابل توجهی به دست 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 موفق این سری یعنی $\text{Mg}-4/8\text{Gd}-1/2\text{Al}-1\text{Zn}$ و $\text{Mg}-3\text{Gd}-3\text{Al}-1\text{Zn}$ (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 به عنوان 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 بوته گرافیتی با ظرفیت یک کیلوگرم توسط کوره القایی ذوب شد به‌شکلی که در هنگام عملیات ذوب، سطح مذاب منیزیم توسط گاز محافظ حاوی 95 درصد CO_2 و 5 درصد SF_6 محافظت می‌شد. عناصر روی، آلومینیوم و گادولینیم به ترتیب توسط آمیزش‌های $\text{Mg}-50\text{Zn}$ و $\text{Mg}-10\text{Gd}$ به‌منظور دستیابی به آلیاژهای $\text{Mg}-4/8\text{Gd}-1/2\text{Al}-1\text{Zn}$ ، $\text{Mg}-3\text{Gd}-3\text{Al}-1\text{Zn}$ و $\text{AZ61}(\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Zn})$ (اعداد بیانگر درصد وزنی هستند) اضافه شدند. مذاب پس از همزدن و سرباره‌گیری از دمای 770 درجه سانتی گراد به درون قالب فلزی پیش‌گرم شده تا 100 درجه سانتی گراد ریخته شد. به‌منظور عملیات همگن‌سازی، نمونه‌ها در دمای 400 درجه سانتی گراد به مدت 14 ساعت نگهداری و سپس در کوره سرد شدند. لقمه‌های روزنرانی به طول 30 میلی‌متر و قطر 28 میلی‌متر تراشکاری شدند. گرگن الکتریکی را برای رساندن مجموعه به 385 درجه سانتی گراد در اطراف محفظه قرار داده و پس از گذشت 60 دقیقه، فرایند روزنرانی آغاز شد. نمونه‌ها با نسبت $12:1$ تحت عملیات روزنرانی قرار گرفته و به عنوان



شکل ۱- تصاویر ریزساختاری و الگوهای پراش پرتوی ایکس برای سه آلیاژ پس از فرایند اکستروژن (آنالیز عنصری ترکیب بین فلزی Al_2Gd نیز نشان داده شده است) (رنگی در نسخه الکترونیکی)

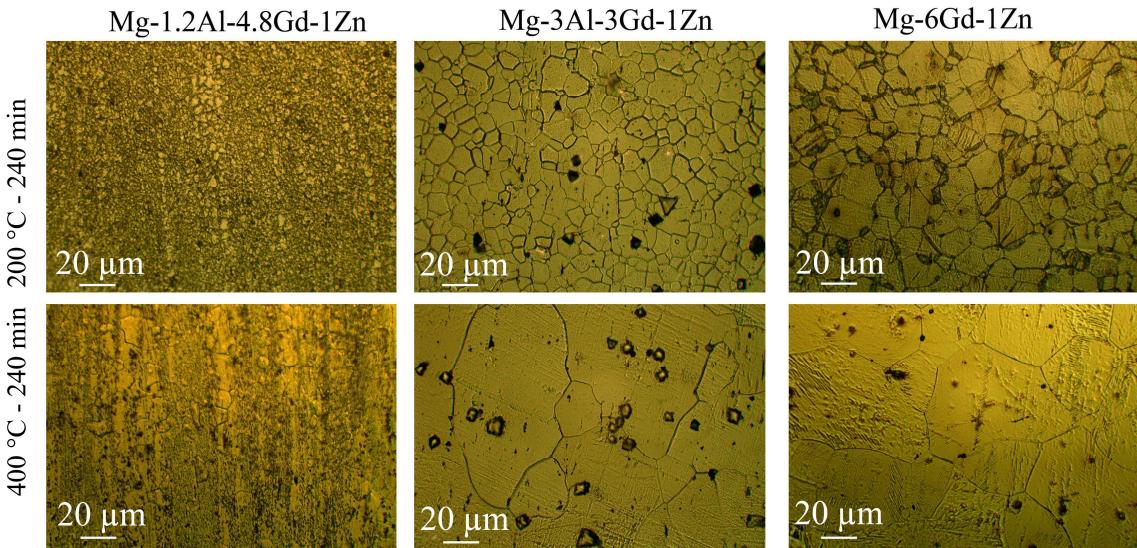
اکسترود شده در شکل (۱) نشان داده شده‌اند. در آلیاژ $\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Zn}$ زمینه‌ای از $\alpha\text{-Mg}$ وجود دارد و ساختار یوتکنیک $\alpha\text{-Mg} + \beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ در مرزها در اثر قرارگیری در دمای بالا از بین رفته است و شدت پیک پراش پرتوی ایکس آن بسیار پایین است [۱۲]. در دو آلیاژ $\text{Mg}-4/8\text{Gd}-1/2\text{Al}-1\text{Zn}$ و $\text{Mg}-3\text{Gd}-3\text{Al}-\text{Zn}$ نیز فازهای Al_2Gd و $(\text{Mg},\text{Al})_3\text{Gd}$ فازهای غالب و اصلی هستند که در پژوهش‌های پیشین مورد بحث قرار گرفته‌اند و آنالیز عنصری طیفسنجی توزیع انرژی^۴ برای ترکیب بین فلزی Al_2Gd 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 $\text{Mg}-4/8\text{Gd}-1/2\text{Al}-1\text{Zn}$ [۱۵]

از نرم‌افزار ImageTool نسخه ۳ اجرا شد. برای بررسی فازهای تشکیل شده و ترکیبات بین فلزی موجود در آلیاژهای مختلف از دستگاه پراش پرتو ایکس^۳ محصول شرکت PHILIPS با طول ۵۴۱/۰۲۰ نانومتر = $\text{K}\alpha$ مس استفاده شد. میکروسکوپ الکترونی رویشی مجهز به طیفسنجی توزیع انرژی^۴ نیز برای آنالیز عنصری استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تحولات ریزساختاری

تصاویر ریزساختاری و الگوهای پراش پرتوی ایکس سه آلیاژ



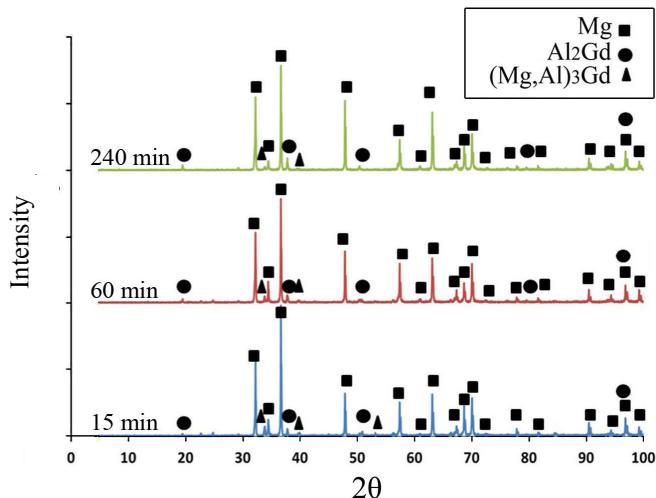
شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی نوری در حالت آنیل در دما و زمان‌های مختلف

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

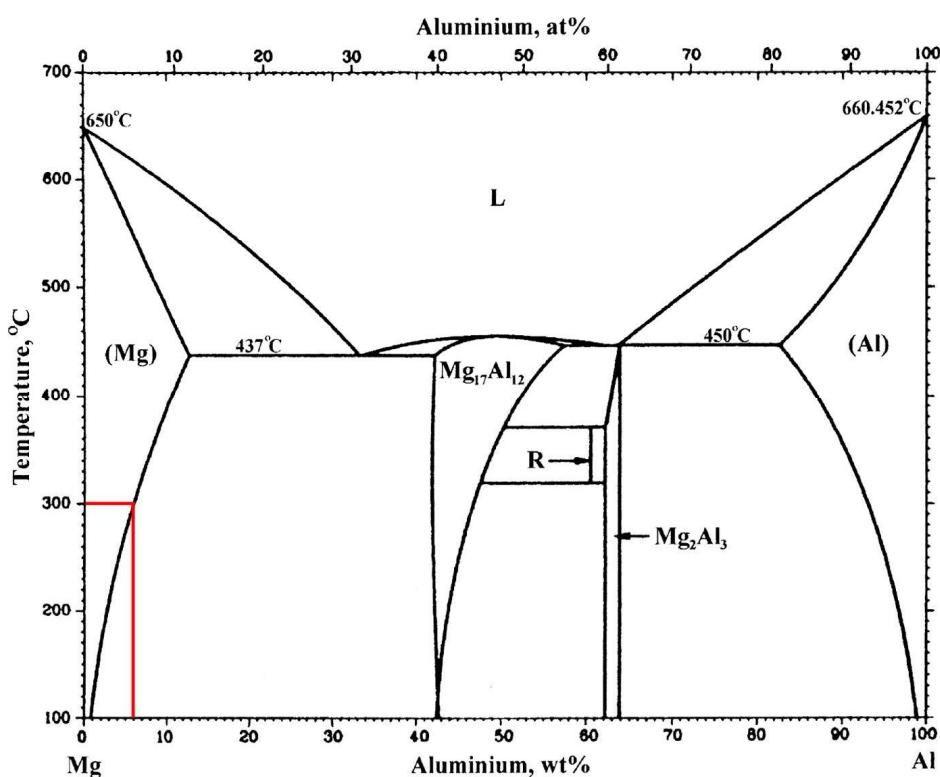
برای تأیید این مشاهدات، نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس از آلیاز Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn پس از قرار گیری در دمای بسیار بالا (۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) برای زمان‌های مختلف در شکل (۳) ارائه شده است. می‌توان مشاهده کرد که الگوهای پراش کاملاً به یکدیگر شباهت داشته که می‌تواند نشان‌دهنده آن باشد که ترکیبات بین فلزی تحت 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 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_2$ در آلیاز Mg-6Al-1Zn، با توجه نمودار فازی مینیزم-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 آلیاز وجود ندارد که جلوی رشد دانه را بگیرد.

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

ریزساختار سه آلیاز مذکور حاصل از حرارت دادن در دمایهای مختلف در زمان ۲۴۰ دققه در شکل (۲) نشان داده شده‌اند. می‌توان مشاهده کرد که در دمای ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، دانه‌ها کمی در مقایسه با حالت اکسترود شده در شکل (۱) رشد کرده‌اند. با افزایش دمای آنیل از ۲۰۰ تا ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، متوسط اندازه دانه‌های Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn به ترتیب ۴/۳، ۳/۲ 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 ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد (نسبت T/T_m در حدود ۰/۷۵) بسیار متفاوت است. نکته جالب به‌دست آمده حاکی از آن است که آلیاز Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn که دارای کوچک‌ترین اندازه دانه اولیه است و بنابرین دارای انرژی بیشتری است و تمایل به رشد به منظور کاهش انرژی در آن باید نسبت به بقیه آلیازها بیشتر باشد، سرعت رشد دانه پایین‌تری را از خود نشان می‌دهد. این مسئله می‌تواند به‌دلیل حضور ذرات شکسته شده $(\text{Mg}, \text{Al})_3\text{Gd}$ 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

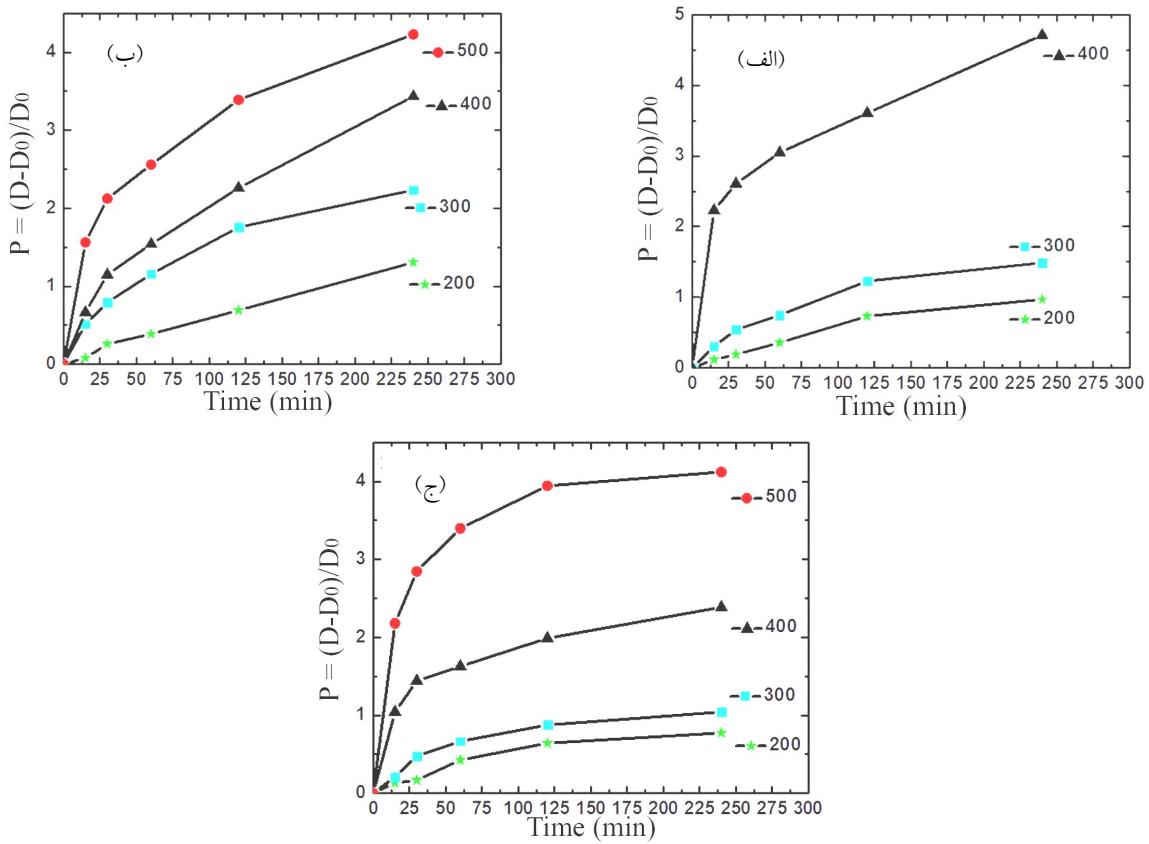


شکل ۴- نمودار فازی منیزیم-آلومینیوم [۱۸]

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

که در آن، D متوسط اندازه دانه بعد از عملیات حرارتی به مدت 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 به طور کلی این پارامتر برای آلیاژ

۲-۳- رشد دانه
برای مطالعه رفتار رشد دانه و حذف اثر اندازه دانه اولیه (D_0) آلیاژها، پارامتر رشد دانه به شکل زیر تعریف شد:
$$P = (D - D_0) / D_0 \quad (1)$$



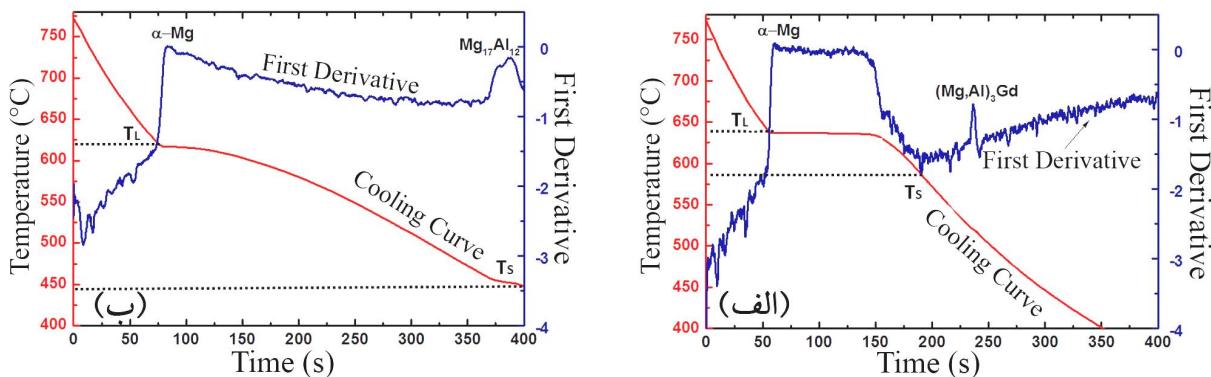
شکل ۵- تغییرات پارامتر رشد دانه بر حسب زمان آنیل در دمای گوناگون برای آلیاژهای (الف) Mg-6Al-1Zn، (ب) Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn و (ج) Mg-3Gd-3Al-1Zn

لازم به ذکر است که در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد، 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^۵ (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 سانتی گراد بیشتر از آلیاژ Mg-6Al-1Zn است.

۳-۳- سنیتیک رشد دانه
سنیتیک رشد دانه به کمک رابطه مشهور پارabolیکی 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 علت این پدیده را باید در اثر قفل کنندگی عالی مرزهای دانه توسط ترکیبات بین فلزی 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 دمای بالای ۳۰۰ درجه سانتی گراد حفظ کند، دمایی که حل شدن فاز $Mg_{17}Al_{12}$ در آن قطعی است. همچنین قابل مشاهده است که در دمای پایین (۲۰۰ درجه سانتی گراد) در زمان‌های طولانی، تفاوت چشمگیری بین آلیاژها دیده نمی‌شود. اما در مقابل، تفاوت بین آلیاژهای شامل عناصر Gd و آلیاژ خالی از عنصر Gd در دمای ۴۰۰ درجه سانتی گراد به دلیل حل شدن ترکیبات بین فلزی قابل توجه است. بنابراین حضور هم‌زمان Al و عنصر نادرخاکی Gd برای کمک به پایداری حرارتی آلیاژهای مینیزم مفید است.



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

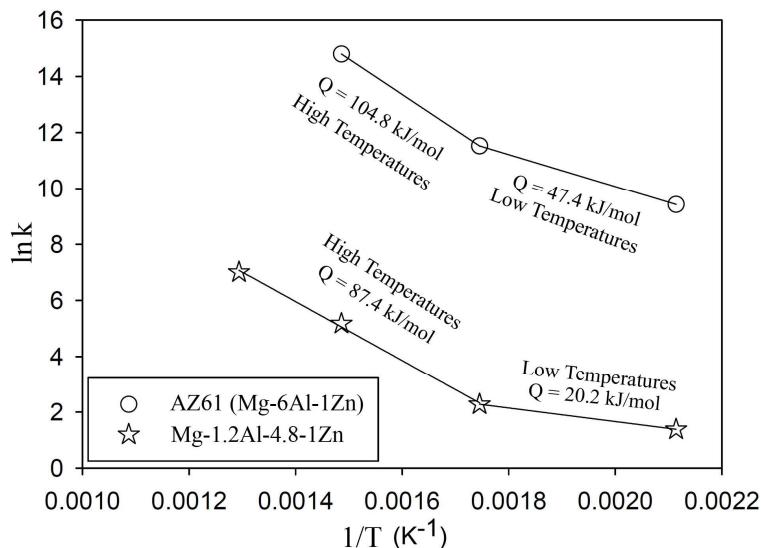
جدول ۱- توان رشد دانه در دماهای مختلف برای آلیاژهای مورد بررسی در پژوهش حاضر

آلیاژ	n at 773 K	n at 673 K	n at 573 K	n at 473 K
Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn	٤/١	٥/٦	٨/٤	٥/٣
Mg-3Gd-3Al-Zn	٥/٢	٣/٦	٤/٤	٣/٧
Mg-6Al-1Zn	-	٤/٨	٢/٢٣	٤/٤

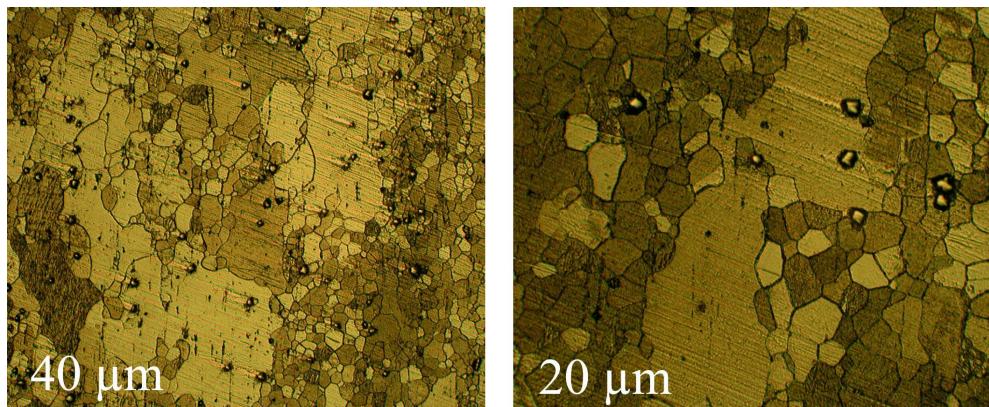
خط راستی که بر داده‌ها منطبق می‌شود به دست آورد. انرژی فعال‌سازی برای نفوذ مرزدانه‌ای و نفوذ حجمی در مینیزیم به ترتیب ۹۲ و ۱۳۵ کیلوژول بر مول گزارش شده است [۲۲]. با توجه به نتایج به دست آمده در این پژوهش قابل مشاهده است که برای آلیاژ Mg-4/8Gd-1/2Al-1Zn در دماهای بالا، انرژی فعال‌سازی در حدود $87/4$ کیلوژول بر مول است که نزدیک به نفوذ مرزدانه‌ای است. اما برای آلیاژ AZ61 در دماهای بالا، انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه در حدود $104/8$ کیلوژول بر مول و در دماهای پایین در حدود $47/4$ 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 Al₂O₃ [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، D₀ اندازه دانه اولیه، t زمان، k = k₀ exp(-Q_{GG} / RT) انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه، و n توان رشد دانه است [۱۹-۲۱]. برای به دست آوردن توان n، مشابه روش معمول [۱۹-۲۱]، از اندازه دانه اولیه D₀ صرف نظر شد و از دو طرف رابطه لگاریتم گرفته شد. لذا با رسم نمودار lnD_t در مقابل lnD₀ مقدار توان n محاسبه شد که نتایج آن در جدول (۱) نشان داده شده است. برای فلزات خالص مقدار n برابر با دو درنظر گرفته می‌شود [۲۰]؛ در حالی که n به دست آمده در این پژوهش بالاتر است. این تفاوت برای آلیاژهای مینیزیم 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 lnk 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 (۷) نوشت و لذا با رسم نمودارهای lnk = ln k₀ - (Q_{GG} / R)(1/T) می‌توان مقدار Q/R را از شبیه



شکل ۷- منحنی های انرژی فعال سازی برای آلیاژ های $\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Zn}$ و $\text{Mg}-4/8\text{Gd}-1/2\text{Al}-1\text{Zn}$



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپی نوری نشان دهنده رشد دانه های غیر یکنواخت در آلیاژ $\text{Mg}-3\text{Gd}-3\text{Al}-\text{Zn}$ در دو بزرگنمایی متفاوت

این دارند که این دانه های رشد یافته از به هم پیوستن چند دانه قبلی به وجود آمده اند. نیروی محرکه برای رشد غیر یکنواخت همانند رشد یکنواخت را می توان به کاهش انرژی مرز دانه ای نسبت داد. رشد غیر یکنواخت هنگامی پدید می آید که تعداد کمی از دانه ها دارای مزایای ویژه برای رشد نسبت به دیگر دانه ها هستند. رشد غیر یکنواخت را می توان به اثر ذرات فاز دوم، بافت و اثرات سطح نسبت داد [۲۰]. اثر پین کنندگی غیر یکنواخت ترکیب بین فلزی Al_2Gd موجود در مرز دانه ها می تواند دلیل ایجاد رشد دانه غیر یکنواخت در تحقیق حاضر باشد.

فعال سازی به دست آمده از آلیاژ های مورد استفاده در تحقیق حاضر با تحقیقات پیشین در تطابق خوبی هستند.

۴-۴- رشد دانه غیر یکنواخت

در این پژوهش در دمای 400°C درجه سانتی گراد در آلیاژ $\text{Mg}-3\text{Gd}-3\text{Al}-\text{Zn}$ رشد غیر یکنواخت مشاهده شد که در تصاویر میکروسکوپی نوری در شکل (۸) نشان داده شده اند. با توجه به شکل، در اطراف دانه های رشد یافته غیر یکنواخت، دانه های ریزی دیده می شوند، همچنین در وسط دانه های غیر یکنواخت ترکیبات بین فلزی هم دیده می شوند که نشان از

درآلیاژ Mg-6Al-1Zn بسیارشدید بود که می‌تواند به دلیل حل شدن ذرات بین فلزی $Mg_{17}Al_{12}$ در دماهای بالا باشد.

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

- 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.

۴- نتیجه‌گیری

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

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

واژه‌نامه

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_2O_3 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.