

تأثیر عملیات حرارتی بر خواص ریزساختاری و مکانیکی کامپوزیت هیبریدی درجای Al / Al₃Zr + Al₃Ti تولیدشده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی

مجتبی زادعلی محمد کوتیانی* و خلیل رنجبر

گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز

(دریافت مقاله: ۱۳۹۷/۴/۲۸ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۷/۱۰/۲۵)

چکیده- در این پژوهش، کامپوزیت هیبریدی درجای تقویت شده با ذرات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) تولید شد. از ورق آلیاژ کار شده Al 3003-H14 به عنوان فلز پایه و پودر فلزی خالص زیرکونیم و تیتانیم به عنوان تقویت کننده استفاده شد. تعداد شش پاس فرایند اعمال شد. استحکام کششی و سختی فلز پایه و نمونه های تحت فرایند اصطکاکی اغتشاشی در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل اندازه گیری شد. ریزساختار توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی و همچنین شناسایی فازی توسط آنالیز پراش پرتو ایکس مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی های ریزساختاری نشان داد که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تغییر ریزساختار فلز پایه از دانه های بزرگ و کشیده به دانه های ریز و هم محور می شود. همچنین مشاهده شد که وقوع واکنش شیمیایی در فصل مشترک بین ذرات فلزی با زمینه آلومینیوم باعث تشکیل درجای ترکیبات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti می شود. انجام عملیات حرارتی آنیل منجر به تشدید واکنش های شیمیایی حالت جامد و تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی می شود. نتایج همچنین نشان داد که کامپوزیت های هیبریدی پس از اعمال عملیات حرارتی آنیل بالاترین استحکام کششی و سختی را از خود نشان می دهد. استحکام کششی در فلز پایه از ۱۱۰ مگاپاسکال به حدود ۱۹۵ مگاپاسکال پس از عملیات حرارتی آنیل ارتقا یافت.

واژه های کلیدی: فرایند اصطکاکی اغتشاشی، کامپوزیت هیبریدی درجای، عملیات حرارتی، ذرات تقویت کننده Al₃Zr و Al₃Ti.

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Al/Al₃Zr + Al₃Ti In-situ Hybrid Composite Fabricated by Friction Stir Processing

M. Zadali Mohammad kotiyani* and Kh. Ranjbar

Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

Abstract: In this research, an in-situ hybrid composite reinforced by Al₃Zr and Al₃Ti aluminide particles was fabricated by friction stir processing (FSP). The base metal was in the form of a rolled Al 3003-H14 alloy sheet, and zirconium and titanium metal powders were used as the reinforcements. Six passes of FSP were applied. Tensile strength and hardness of the base metal,

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: m.zadali1371@gmail.com

as well as FSPed samples before and after applying heat treatment, were determined. Microstructural examinations were performed using optical and scanning electron microscopy (SEM), and phase formation was identified by X-Ray diffraction. Microstructural examination revealed that by applying FSP, the prior large and elongated grains of the base metal were converted to the fine and equiaxed grains. It was also observed that chemical reactions occurred at the interface between the aluminum matrix and the metallic powders, forming in-situ aluminides of Al_3Zr and Al_3Ti . The post annealing heat treatment activated these solid state chemical reactions and more aluminides were formed. It was also found that the heat treated hybrid composite possessed the highest tensile strength and hardness values. The tensile strength in such samples reached 195 MPa, as compared to 110 MPa of the base metal.

Keywords: Friction stir processing, In-situ hybrid composite, Heat treatment, Al_3Zr and Al_3Ti reinforcement particles.

۱- مقدمه

زمینه تغییر شکل پلاستیک یافته و ذرات فلزی افزوده شده یا گاز تزریق شده به فلز پایه تشکیل می‌شوند. از جمله مزایای تولید ذرات تقویت‌کننده توسط این روش می‌توان به پیوند قوی‌تر بین ذرات و زمینه، پایداری ترمودینامیکی بیشتر ذرات، توزیع یکنواخت‌تر ذرات در زمینه و در نتیجه بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها را نام برد [۷ و ۸]. تاکنون کامپوزیت‌های درجای زمینه آلومینیومی تقویت‌شده با ذرات آلومینایدی مختلفی همچون Al_3Ti [۹]، Al_3Ni [۱۰] و Al_3Fe [۱۱] توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید شده است. در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی نیروی محرکه لازم برای وقوع واکنش‌های شیمیایی حالت جامد توسط تغییر شکل پلاستیکی شدید و بالا رفتن موضعی دما فراهم می‌شود که باعث می‌شود ترکیبات آلومینایدی در یک مدت زمان کوتاه در فصل مشترک ذرات و زمینه تشکیل شوند [۱۲]. بررسی پژوهش‌های انجام شده در این زمینه نشان می‌دهد با وجود اینکه واکنش شیمیایی بین ذرات تقویت‌کننده با زمینه آلومینیوم برای تولید کامپوزیت درجای توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی انجام می‌شود ولی بخش عمده‌ای از این ذرات به دلیل کافی نبودن حرارت به صورت واکنش نداده در ریزساختار باقی می‌مانند [۹-۱۱]. انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیت‌های تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی می‌تواند به عنوان یک روش مؤثر و کاربردی برای بهبود واکنش‌های درجای حالت جامد مورد استفاده قرار گیرد [۱۳-۱۵]. برای مثال، کی و همکاران [۱۳] تأثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار کامپوزیت درجای $Al-Ni/Al_3Ni$ تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی را بررسی کردند. گزارش‌های آنها حاکی از تشکیل ترکیب آلومینایدی Al_3Ni بعد از فرایند

کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت‌شده با ذرات به دلیل داشتن خواص مطلوب از جمله چگالی پایین، استحکام بالا و همچنین مقاومت به سایش مناسب به‌طور گسترده در صنایع خودرو و هواپیماسازی مورد استفاده قرار می‌گیرند [۱ و ۲]. دسته‌ای از این کامپوزیت‌ها که به کامپوزیت‌های هیبریدی معروف هستند از دو یا چند نوع ذره تقویت‌کننده مختلف تشکیل شده‌اند و خواص بهینه‌ای را نسبت به کامپوزیت‌های تک‌جزئی از خود نشان می‌دهند [۳]. فرایندهای متعددی همچون ریخته‌گری اغتشاشی، پاشش پلاسما، متالورژی پودر و به تازگی فرایند اصطکاکی اغتشاشی^۱ (FSP) به منظور تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت‌شده با ذرات مورد استفاده قرار می‌گیرند [۴ و ۵]. فرایند اصطکاکی اغتشاشی به عنوان یک تکنیک حالت جامد جدید و برگرفته از فرایند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی^۲ (FSW) برای تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته و عنوان بسیاری از پژوهش‌ها را به خود اختصاص داده است. در این فرایند ابزار در حال چرخش که حاوی شانه و پین است به یک طرف قطعه وارد شده به گونه‌ای که اصطکاک حاصل از چرخش پین و شانه با قطعه کار باعث گرم شدن و نرم‌شدگی موضعی قطعه می‌شود سپس با حرکت ابزار در جهت مشخص و به واسطه عمل اغتشاشی پین تمام جزء تقویت‌کننده در زمینه توزیع شده و ریزدانگی قابل توجهی ایجاد می‌شود [۶]. در روشی از این فرایند که در اصطلاح به آن فرایند اصطکاکی اغتشاشی واکنشی^۳ (RFSP) گفته می‌شود ذرات تقویت‌کننده به صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین

جدول ۱- ترکیب شیمیایی ورق آلیاژ آلومینیوم Al 3003-H14 (برحسب درصد وزنی)

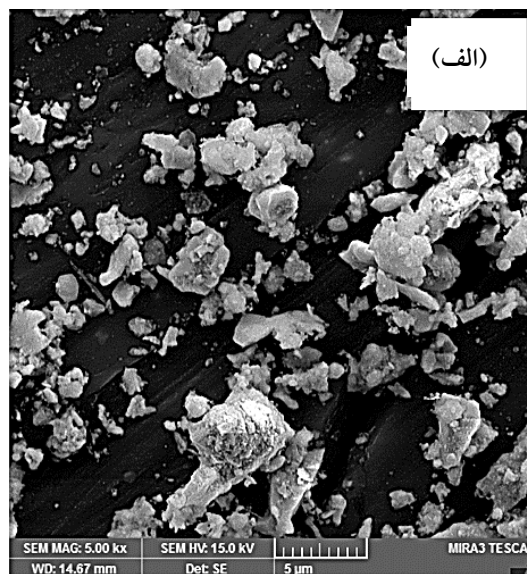
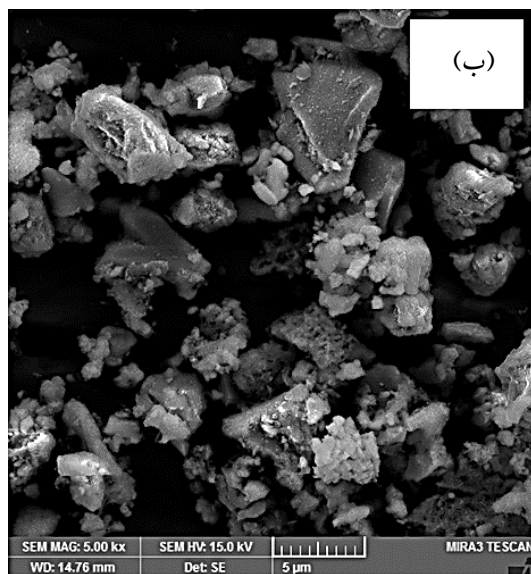
Al	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	Zn	Cr
۹۷/۹	۱/۰۹	۰/۴۸۵	۰/۱۶۴	۰/۱۵۷	۰/۰۲۱	۰/۰۱۶	۰/۰۱۱

اصطکاکی اغتشاشی و همچنین تشکیل ترکیب جدید Al_3Ni_2 در فصل مشترک بین Al_3Ni و Ni پس از انجام عملیات حرارتی آنیل است. در پژوهش مشابه دیگری نیز خدابخشی و همکاران [۱۴] به بررسی تأثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت درجای $Al-TiO_2/Al_3Ti$ تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی پرداختند. آنها گزارش کردند که عملیات حرارتی آنیل باعث کامل شدن واکنش حالت جامد بین نانوذرات TiO_2 با زمینه آلومینیوم شده و منجر به بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت می‌شود. گزارش شده است که ترکیب آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به دلیل داشتن خواص منحصر به فردی همچون چگالی پایین، نقطه ذوب بالا، مدول الاستیک بالا و مقاومت به اکسیداسیون عالی به عنوان یک ترکیب جذاب در کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی شناخته می‌شود [۱۶]. تولید کامپوزیت‌های درجای زمینه آلومینیومی تقویت شده با ترکیبات Al_3Ti و Al_3Zr توسط سایر روش‌های ذوبی ساخت کامپوزیت همچون فرایند ریخته‌گری [۱۷ و ۱۸]، ریخته‌گری گریز از مرکز [۱۹] و نیز تابش پرتوهای پر انرژی لیزر [۲۰] انجام شده است. توزیع غیریکنواخت یا به عبارتی آگلومره شدن ذرات تقویت‌کننده به واسطه اختلاف چگالی بین زمینه آلومینیوم مذاب و ذرات تقویت‌کننده و همچنین تشکیل ترکیبات ناخواسته از مهم‌ترین محدودیت‌های فرایندهای ذوبی کامپوزیت‌سازی محسوب می‌شوند [۴]. این درحالی است که فرایندهای حالت جامد همچون فرایند اصطکاکی اغتشاشی که دمای فرایند آنها در پایین‌تر از دمای ذوب زمینه آلومینیوم قرار می‌گیرد به منظور غلبه بر مشکلات و محدودیت‌های فرایندهای ذوبی توسعه یافته‌اند. لذا تا آنجایی که دانش نویسندگان یاری می‌کند تولید کامپوزیت هیبریدی درجای $Al / Al_3Zr + Al_3Ti$ توسط فرایند

اصطکاکی اغتشاشی با استفاده از ذرات فلزی، و عملیات حرارتی پس از آن انجام نشده است. لذا هدف پژوهش حاضر تشکیل درجای ذرات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti برای تولید کامپوزیت هیبریدی با استفاده از ذرات زیرکونیم و تیتانیم توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی، و بررسی تأثیر عملیات حرارتی آنیل بر تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی ذکر شده است. سپس، ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت‌های ساخته شده، قبل و بعد از عملیات حرارتی نیز بررسی و با فلز پایه مقایسه می‌شوند.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از ورق نورد شده آلیاژ Al 3003-H14 با ضخامت نه میلی‌متر و با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول (۱) به عنوان فلز پایه استفاده شد. نمونه‌های کوچکی با ابعاد 100×170 میلی‌متر از ورق گفته شده تهیه شد و یک شیار طولی با عرض $1/4$ و عمق چهار میلی‌متر در سطح ورق ماشین‌کاری شد. از پودر فلز خالص زیرکونیم و تیتانیم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد و اندازه ذرات کوچک‌تر از ۲۰ میکرون به عنوان ذرات تقویت‌کننده استفاده شد. مورفولوژی این ذرات در شکل (۱) نشان داده شده است. بعد از تمیزکاری شیار با استون، ذرات تقویت‌کننده با نسبت حجمی مساوی به آن افزوده شده و فشرده شدند. از یک ابزار استوانه‌ای شکل با قطر شانه ۱۲ میلی‌متر و سرعت چرخشی و پیشروی بهینه ابزار به ترتیب ۷۵۰ دور در دقیقه و ۴۰ میلی‌متر بر دقیقه برای بستن سطح شیار و به منظور جلوگیری از بیرون ریختن پودرها در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی استفاده شد. ابزار استوانه‌ای شکل از جنس فولاد گرم کار H13 عملیات حرارتی شده با سختی HRC ۵۵ و با قطر شانه ۱۸ میلی‌متر، قطر پین شش میلی‌متر، طول پین پنج میلی‌متر و زاویه سه درجه رو به جلو برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی انتخاب شد. تصویر



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی الکترون ثانویه از مورفولوژی ذرات: الف) زیرکونیم و ب) تیتانیم

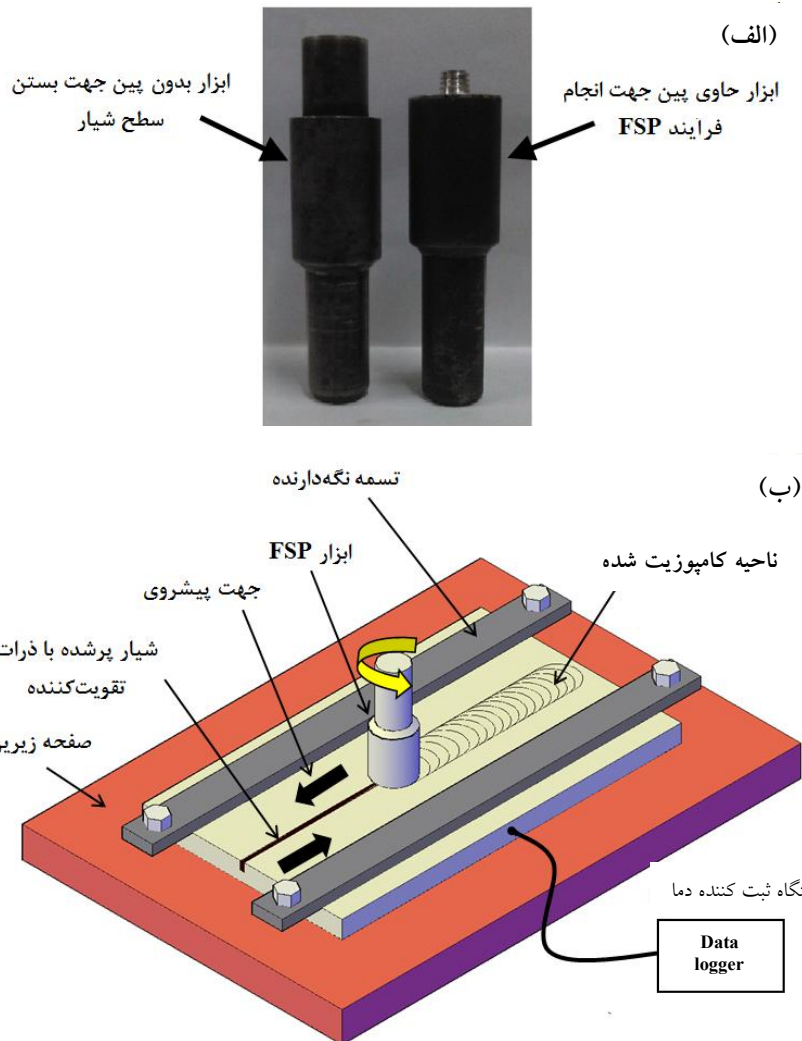
MIRA3) و همچنین به منظور شناسایی فازهای موجود در ریزساختار از آنالیز پراش پرتو ایکس^۶ (مدل Philips Xpert-MPD و تابش Cu Kα) استفاده شد. ریزسختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی سنچ ویکرز (IPS مدل HVS 1000) تحت بار ۱۰۰ گرم نیرو و زمان ۱۵ ثانیه انجام شد. نمونه‌های کشتی به صورت طولی شکل طبق استاندارد ASTM E8 به کمک وایرکات از مرکز ناحیه کامپوزیتی تهیه شدند و آزمون کشش توسط دستگاه ستام (SANTAM-STM-50 KN) در دمای محیط با نرخ کرنش اولیه 3×10^{-3} بر ثانیه انجام شد. شماتیک چگونگی استخراج نمونه‌های متالوگرافی برای بررسی‌های ریزساختاری و ریزسختی و همچنین آزمون کشش در شکل (۳) نشان داده شده است.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی‌های ریزساختاری

تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده بدون افزودن ذرات تقویت کننده در شکل (۴) نشان داده شده است. همان طور که دیده می‌شود، در منطقه اغتشاش یافته (شکل ۴- الف) هیچ گونه عیوب ماکروسکوپی از جمله تونل و حفره دیده نمی‌شود

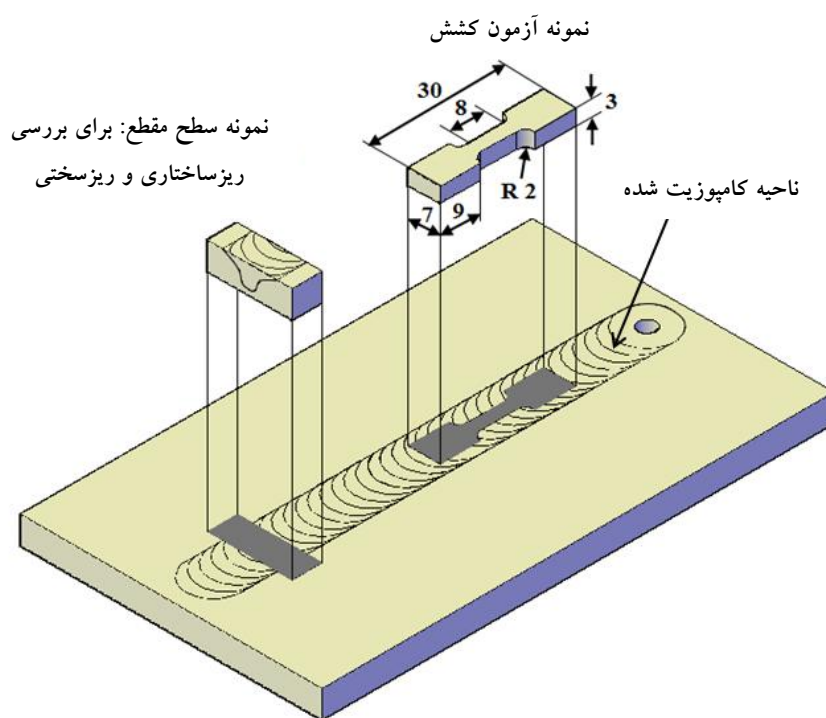
ابزارهای استفاده شده در این پژوهش در شکل (۲- الف) نشان داده شده است. برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی سرعت چرخشی و پیشروی بهینه ابزار به ترتیب ۱۰۰۰ دور در دقیقه و ۵۶ میلی‌متر بر دقیقه با استفاده از روش سعی و خطا انتخاب شد. تعداد شش پاس فرایند به گونه‌ای که جهت هر پاس برخلاف پاس قبلی باشد برای تولید کامپوزیت انجام شد. یک مرحله عملیات حرارتی آیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان چهار ساعت روی کامپوزیت تولید شده نیز انجام شد. فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی فلز پایه با همان پارامترهای ذکر شده این بار بدون افزودن ذرات تقویت کننده نیز صورت گرفت. برای تهیه دوره حرارتی در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی از یک کابل ترموکوپل نوع K با قطر ۱/۶ میلی‌متر و دستگاه دیتالاگر استفاده شد. کابل ترموکوپل در ضخامت ورق به گونه‌ای قرار داده شد تا رأس کابل با ناحیه تحت اغتشاش در تماس باشد. شماتیک فرایند اصطکاکی اغتشاشی و نیز موقعیت ترموکوپل در شکل (۲- ب) نشان داده شده است. بررسی‌های ریزساختاری توسط میکروسکوپی نوری^۴ (OM) (Meiji Techno مدل IM 7200) و میکروسکوپی الکترونی روبشی^۵ (SEM) (TE-SCAN مدل



شکل ۲- الف) تصویر ابزارهای استفاده شده در این پژوهش و ب) نمادین فرایند اصطکاکی اغتشاشی و موقعیت قرارگیری ترموکوپل برای تهیه سیکل حرارتی

نسبت طول به عرض حدود ۱۲ است درحالی که اعمال فرایند اغتشاشی و سیلان کافی ماده در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [۲۱]. در شکل (۴-ب) مشاهده می‌شود که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تشکیل سه ناحیه مجزا شامل: ناحیه اغتشاش یافته^۷ (SZ)، ناحیه ترمومکانیکال^۸ (TMAZ) و ناحیه متأثر از حرارت^۹ (HAZ) در داخل فلز پایه^{۱۰} (BM) شده است. شکل (۴-د) نشان می‌دهد که فلز پایه دارای ریزساختاری حاوی دانه‌های بزرگ و کشیده شده در جهت نورد با اندازه طول متوسط ۱۵۰ میکرومتر و

چنین رفتاری می‌تواند به بهینه‌بودن پارامترهای فرایند و در نتیجه اغتشاش و سیلان کافی ماده در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [۲۱]. در شکل (۴-ب) مشاهده می‌شود که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تشکیل سه ناحیه مجزا شامل: ناحیه اغتشاش یافته^۷ (SZ)، ناحیه ترمومکانیکال^۸ (TMAZ) و ناحیه متأثر از حرارت^۹ (HAZ) در داخل فلز پایه^{۱۰} (BM) شده است. شکل (۴-د) نشان می‌دهد که فلز پایه دارای ریزساختاری حاوی دانه‌های بزرگ و کشیده شده در جهت نورد با اندازه طول متوسط ۱۵۰ میکرومتر و



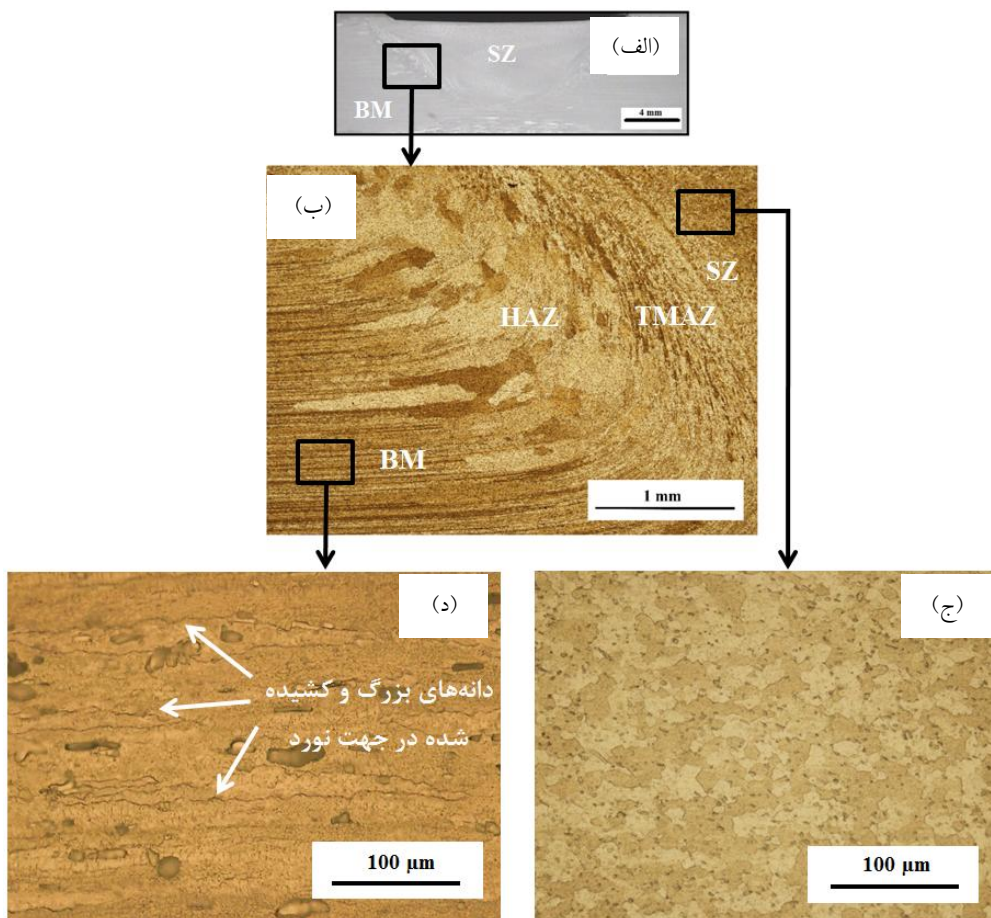
شکل ۳- نمادین کامپوزیت تولیدشده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی و موقعیت استخراج نمونه‌های متالوگرافی- ریزسختی و تست کشش

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی الکترون برگشتی از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی تولید شده در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی آنیل در شکل (۶) نشان داده شده است. مطابق با این تصاویر مشاهده می‌شود که ذرات تقویت‌کننده در سرتاسر زمینه به خوبی توزیع شده و هیچ‌گونه منطقه آگلومره شده‌ای دیده نمی‌شود. با مقایسه هر دو شکل (۶- الف) و (۶- ب) ملاحظه می‌شود که ذرات زیرکونیم و تیتانیم در زمینه کامپوزیت هیبریدی به شکل ذراتی سفیدرنگ دیده می‌شوند در حالی که این ذرات بعد از عملیات حرارتی آنیل به ذراتی عمدتاً خاکستری رنگ تبدیل می‌شوند.

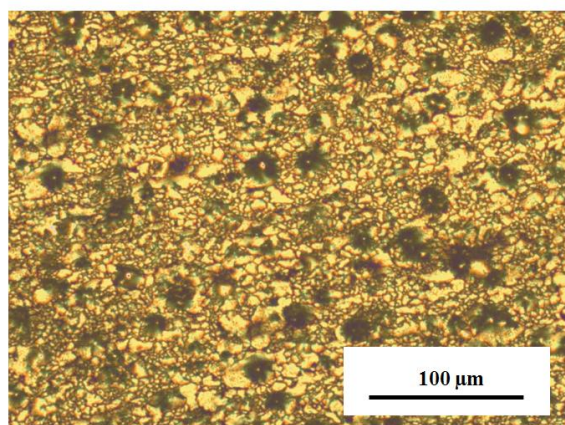
تصاویر با بزرگنمایی بالاتر از ریزساختار کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۷) آورده شده است. با توجه به تصاویر، زمینه آلومینیوم به رنگ سیاه دیده می‌شود که ذرات سفیدرنگ زیرکونیم و تیتانیم موجود در آن توسط یک نوار خاکستری رنگ احاطه شده‌اند. آنالیز عنصری طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^{۱۴} از این نواحی (نقاط

کافی نیست لذا این ناحیه دچار تبلور مجدد دینامیکی و ریزدانگی جزئی می‌شود. این درحالی است که ناحیه متأثر از حرارت برخلاف دو ناحیه قبلی هیچ‌گونه تغییر شکل پلاستیکی را تجربه نمی‌کند و بالا رفتن دمای ناشی از فرایند منجر به رشد دانه‌ها در این ناحیه می‌شود [۲۳].

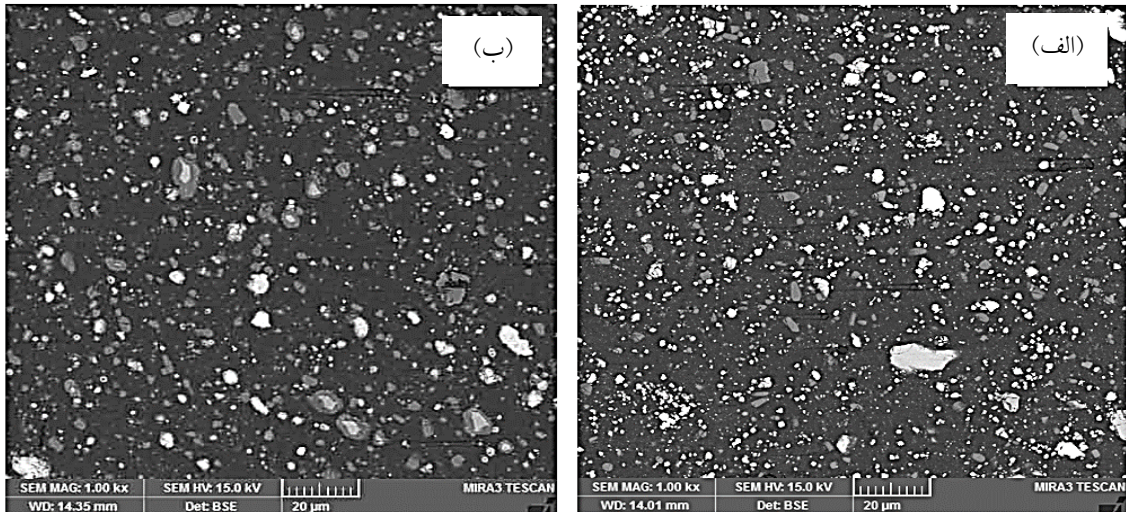
مطابق با شکل (۵) مشاهده می‌شود که شدت ریزدانگی در نمونه کامپوزیتی (حدود پنج میکرومتر) به مراتب بیشتر از فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده است. دلیل چنین ریزدانگی می‌تواند به حضور ذرات تقویت‌کننده نسبت داده شود چرا که این ذرات مطابق با مکانیزم جوانه‌زنی تحریک ذره‌ای^{۱۲} (PSN) می‌توانند به عنوان محل‌هایی مناسب برای افزایش جوانه‌زنی دانه‌های جدید در حین تبلور مجدد دینامیکی و نیز می‌توانند مطابق با مکانیزم بازدارندگی زهر- هولومان^{۱۳} (ZHP) به عنوان محل‌هایی برای جلوگیری از رشد دانه‌ها عمل کند که منجر به ریزدانگی قابل ملاحظه‌ای در این نمونه می‌شود [۹].



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی نوری از فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده شامل: الف) سطح مقطع فلز پایه و ناحیه اغتشاش یافته، ب) فصل مشترک فلز پایه و ناحیه اغتشاش یافته که نشان‌دهنده سه ناحیه مجزا شامل: SZ، TMAZ، HAZ در فلز پایه است، ج) ناحیه اغتشاش یافته با دانه‌های ریز و هم‌محور و د) فلز پایه حاوی دانه‌های بزرگ و کشیده شده



شکل ۵- تصویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی الکترون برگشتی از نحوه توزیع ذرات تقویت کننده در ریزساختار: الف) کامپوزیت هیبریدی و ب) کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی آنیل شده

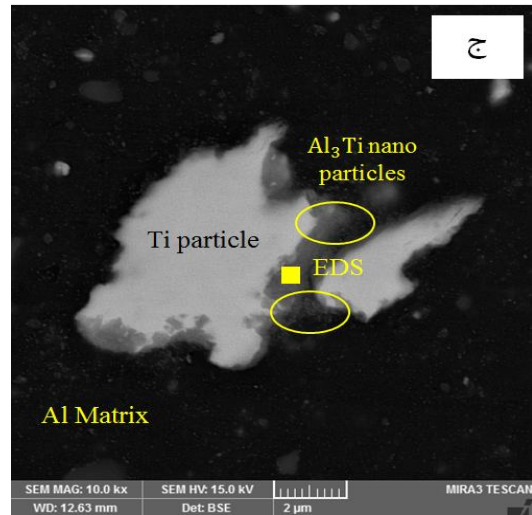
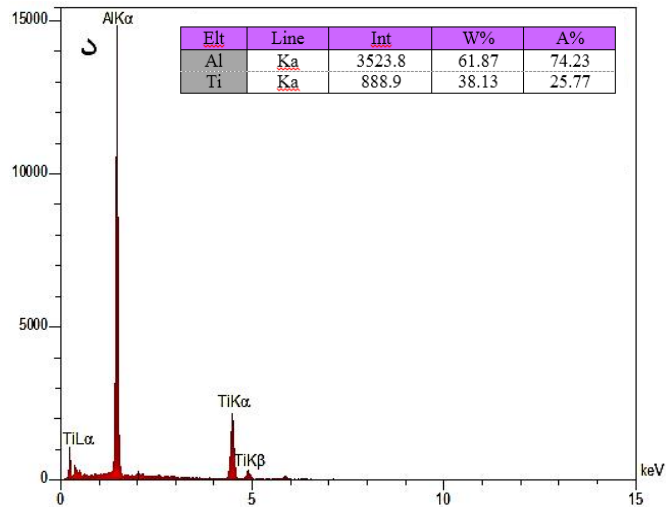
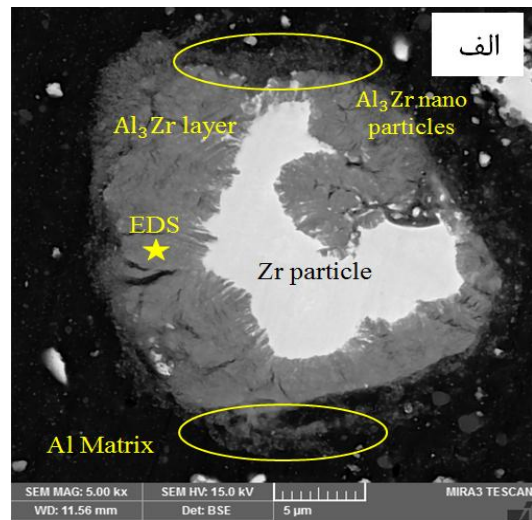
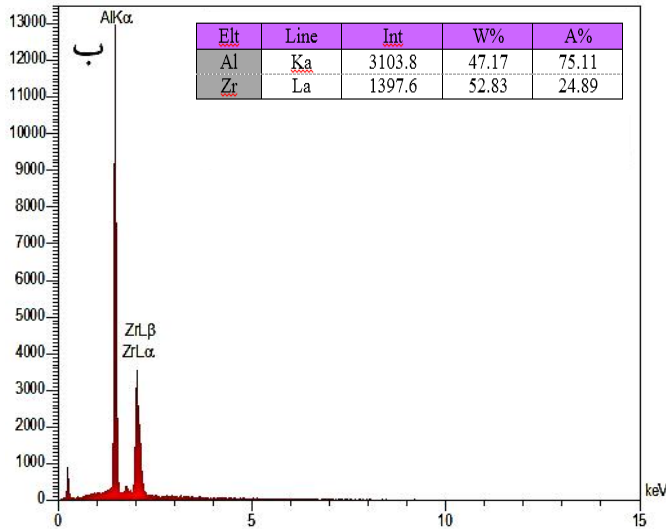
برحسب دما در زیر آورده شده است [۲۶ و ۲۷]:

$$\Delta G_{Al_3Zr}^{\circ} = -47381 - 24.373T + 3.894T \quad (J/mol) \quad (1)$$

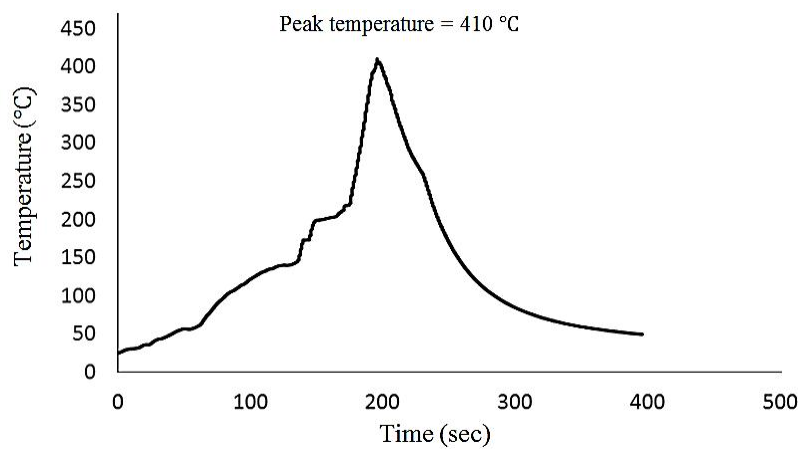
$$\Delta G_{Al_3Ti}^{\circ} = -40349.6 + 10.36525T \quad (J/mol) \quad (2)$$

همان طور که دیده می شود در دمای ۴۱۰ درجه سانتی گراد (بیشترین دمای ثبت شده در این پژوهش مطابق با سیکل حرارتی نشان داده شده در شکل (۸))
 $\Delta G_{683k}^{Al_3Zr} = -46669 \text{ J/mol}$ به مقدار قابل ملاحظه ای منفی تر از $\Delta G_{683k}^{Al_3Ti} = -33270 \text{ J/mol}$ است که می تواند بیانگر وجود نیروی محرکه ترمودینامیکی قوی تری برای واکنش زمینه آلومینیوم با ذرات زیرکونیم نسبت به ذرات تیتانیم باشد. در جوانه زنی و رشد ترکیب آلومینایدی در یک زوج نفوذی علاوه بر ترمودینامیک نیز سینتیک هم به همان اندازه مهم است. تشکیل محلول جامد فوق اشباع اولیه، اولین مرحله جوانه زنی و رشد فاز آلومینایدی است. در هر دو سیستم دو جزئی آلومینیوم - زیرکونیم و آلومینیوم - تیتانیم و در دمای ۴۱۰ درجه سانتی گراد به ترتیب محلول جامدهای زیرکونیم در آلومینیوم Al (Zr) و تیتانیم در آلومینیوم Al (Ti) به عنوان محلول جامدهای فوق اشباع اولیه در فصل مشترک بین آلومینیوم با ذرات زیرکونیم و تیتانیم تشکیل می شوند. از

مشخص شده با ستاره و مربع) نشان می دهد که این مناطق به رنگ خاکستری ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti هستند که به صورت درجای و به واسطه نفوذ اتم های آلومینیوم به درون ذرات زیرکونیم و تیتانیم تشکیل شده اند. تغییر شکل پلاستیکی شدید حاصل از فرایند اصطکاکی اغتشاشی می تواند باعث شکسته شدن لایه آلومینایدی به صورت ذراتی بسیار ریز شده (مناطق مشخص شده با بیضی) و این ذرات را در سرتاسر زمینه توزیع کند. تشکیل چنین ذرات آلومینایدی در اطراف ذرات فلزی در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی در پژوهش های قبلی نیز گزارش شده است [۲۴ و ۲۵]. با مقایسه ذرات زیرکونیم و تیتانیم مشاهده می شود که بخش قابل توجهی از ذرات زیرکونیم با زمینه آلومینیوم واکنش داده است در حالی که این واکنش برای ذرات تیتانیم فقط در لایه بسیار کوچکی اتفاق افتاده است. مهم ترین دلیل برای توجیه چنین رفتاری می تواند به فعال تر بودن زیرکونیم نسبت به تیتانیم و میل بیشتر این فلز به واکنش با آلومینیوم نسبت داده شود. واکنش پذیری بالاتر زیرکونیم با آلومینیوم نسبت به تیتانیم از دیدگاه ترمودینامیک و سینتیک نیز می تواند توجیه شود. تغییرات انرژی آزاد گیبس تشکیل ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به صورت تابعی



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی الکترون برگشتی از فصل مشترک ذرات: الف) زیرکونیم و ج) تیتانیوم موجود در ریزساختار کامپوزیت هیبریدی (پس از فرایند اصطکاکی اغتشاشی) و همچنین ب و د) به ترتیب پراش انرژی پرتو ایکس از مناطق مشخص شده با علامت ستاره و مربع



شکل ۸- سیکل حرارتی اندازه گیری شده در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی

آنجایی که حد حلالیت محلول جامد (Zr) Al (۰/۰۶ درصد) کمتر از نصف حد حلالیت محلول جامد (Ti) Al (۰/۱۴ درصد) است لذا سرعت اشباع شدن محلول جامد (Zr) Al بیشتر بوده و در نتیجه جوانه‌زنی و رشد ترکیب آلومینایدی Al_3Zr با سرعت بیشتری انجام خواهد گرفت.

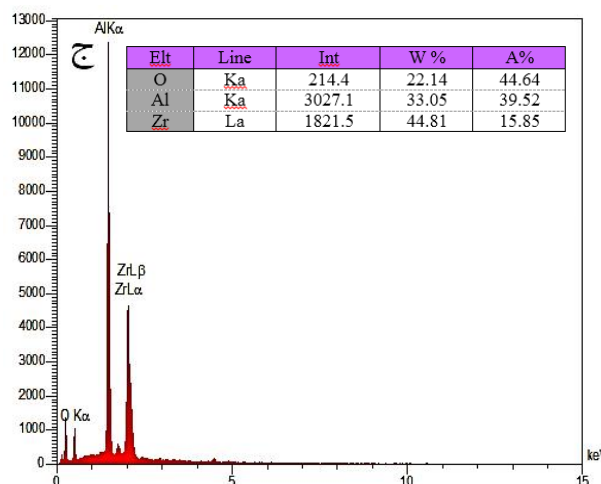
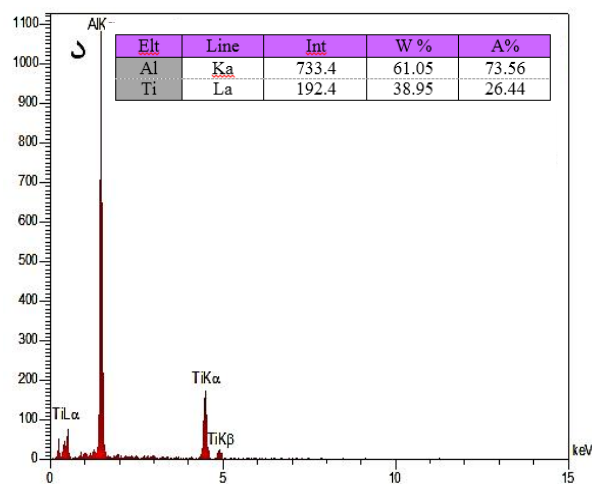
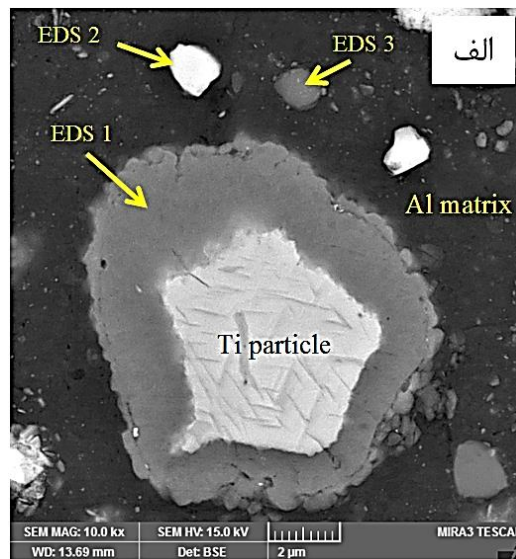
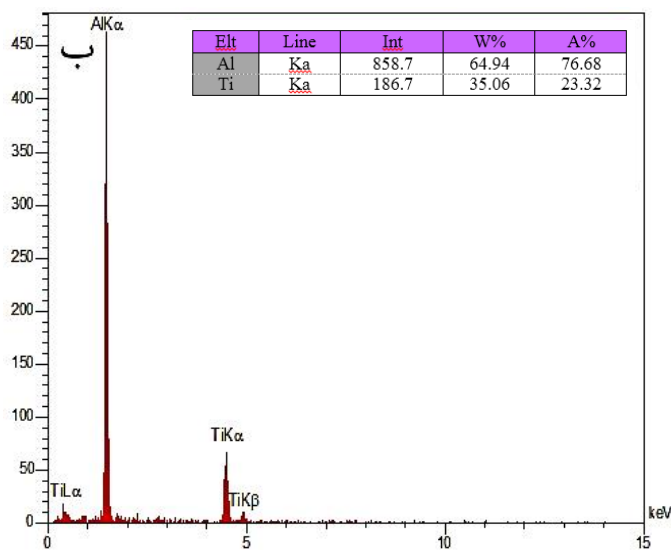
در فرایند اصطکاکی اغتشاشی مدت زمانی که ماده تحت شرایط ترمومکانیکال قرار می‌گیرد خیلی اندک است و معمولاً در حد چند ثانیه است. زمان فرایند وابسته به قطر پین و سرعت پیشروی ابزار است [۲۴] که با توجه به پارامترهای انتخاب شده در این پژوهش می‌توان زمان فرایند را حدود ۴۰ ثانیه در نظر گرفت. تشکیل ترکیبات Al_3Ti و Al_3Zr در مدت‌زمان کوتاه در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی به شرایط ترمومکانیکال فعال‌کننده یعنی بالارفتن دما به‌خاطر گرمای اصطکاکی، تغییر شکل پلاستیکی شدید، ریزدانه‌گی و افزایش سطوح مرزخانه‌ها، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها و نیز گرمای آزاد شده حاصل از واکنش گرمای زیرکونیم و تیتانیم با آلومینیوم که شرایط را برای نفوذ آلومینیوم به‌داخل ذرات زیرکونیم و تیتانیم تسهیل می‌کند می‌توان نسبت داد. با متمرکز شدن روی ذرات سفیدرنگ و نواحی اطراف آنها (شکل ۷) مشاهده می‌شود که واکنش شیمیایی حالت جامد در ابتدا در فصل مشترک بین ذرات زیرکونیم/تیتانیم با زمینه آلومینیوم اتفاق افتاده و سپس به‌طرف مراکز داخلی ذرات پیشرفت کرده است. با این وجود هنوز هم بخش‌هایی از ذرات به‌صورت واکنش داده نشده در ریزساختار دیده می‌شود که می‌تواند بیانگر کافی نبودن شرایط ترمومکانیکال برای پیشرفت واکنش تا رسیدن به بخش‌های مرکزی ذرات باشد.

تصاویر و آنالیزهای تهیه شده از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده مطابق با شکل (۹) نشان می‌دهد که فرایند آنیل به‌واسطه مهیا کردن شرایط نفوذ باعث تبدیل بخش قابل توجهی از ذرات درشت تیتانیم به ترکیب Al_3Ti شده است درحالی که شرایط برای ذرات ریزتر تیتانیم اندکی متفاوت بوده چرا که کوتاه بودن فاصله نفوذ باعث تبدیل تمام بخش‌های این

ذرات به ترکیب آلومینایدی شده است. ژانگ و همکاران [۲۸] نیز چنین رفتاری را برای ذرات تیتانیم در کامپوزیت تولید شده توسط فرایند پرس گرم مشاهده کردند. آنالیز عنصری طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از ذرات کوچک سفیدرنگ نشان می‌دهد که این ذرات به‌طور عمده ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr هستند که به‌واسطه انجام فرایند آنیل مقدار زیادی از اتم‌های اکسیژن به‌درون آنها نفوذ کرده است. چنین رفتاری نیز برای ذرات درشت زیرکونیم مطابق با شکل (۶-ب) (ذرات درشت سفید رنگ) مشاهده شد. فعالیت بالای زیرکونیم از نظر شیمیایی و تمایل شدید این فلز به واکنش با اکسیژن می‌تواند مهم‌ترین دلیل برای توجیه چنین رفتاری در نظر گرفته شود.

۳-۲- شناسایی فازها با الگوی پراش پرتو ایکس

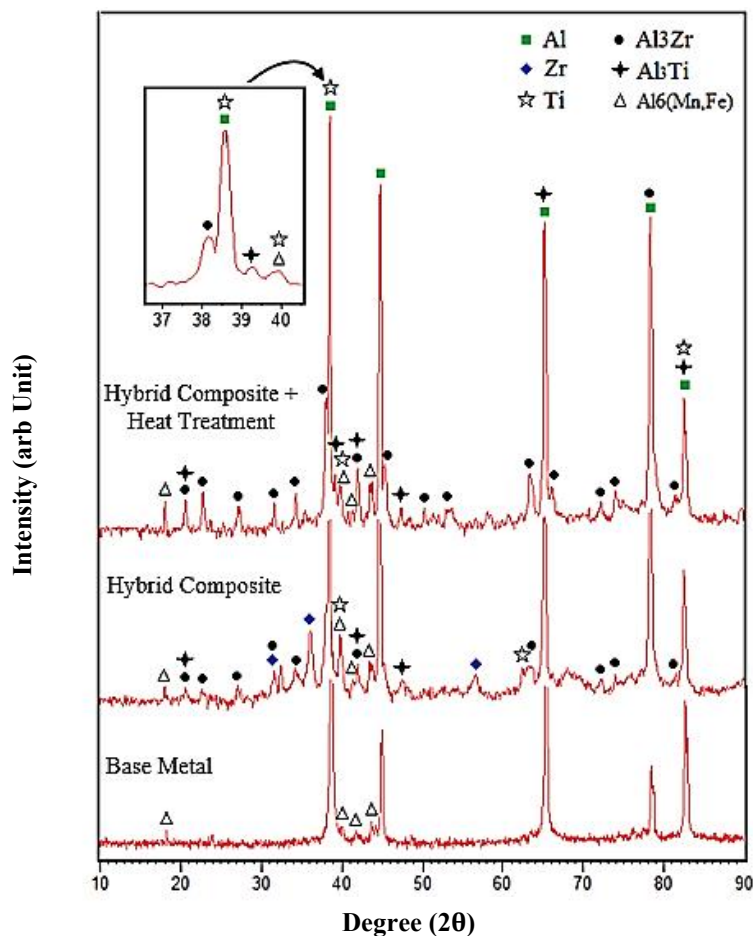
الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) از ریزساختار فلز پایه و کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۱۰) آورده شده است. همان‌گونه که از الگوی فلز پایه دیده می‌شود در ریزساختار فلز پایه ترکیبات ایترومتالیکی از نوع $Al_6(Mn,Fe)$ حضور داشته که به‌دلیل دمای انحلال به‌نسبت بالای آنها (حدود ۶۳۵ درجه سانتی‌گراد) حتی بعد از فرایند اصطکاکی اغتشاشی نیز در زمینه حل نشده و در ریزساختار باقی می‌مانند. مطابق با الگوی کامپوزیت هیبریدی پیک‌های پراش متعدد مربوط به ترکیب Al_3Zr و Al_3Ti در الگو می‌تواند تأییدی بر واکنش درجای بین ذرات زیرکونیم و تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیوم در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی باشد. علاوه بر حضور ترکیبات آلومینایدی ملاحظه می‌شود که پیک‌های پراش مربوط به ذرات زیرکونیم و تیتانیم نیز در الگوی ذکر شده دیده می‌شوند. مطابق با شکل‌های (۷-الف) و (۷-ج) و توضیحات گفته شده، چنین پیک‌هایی در الگوی پراش پرتو ایکس می‌تواند به‌خاطر حضور ذرات زیرکونیم و تیتانیم موجود در ریزساختار نسبت داده شوند که در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی موفق به واکنش با آلومینیوم نشده و به‌صورت ذرات واکنش داده نشده در ریزساختار باقی می‌مانند. این درحالی است که انجام عملیات



شکل ۹- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی الکترون برگشتی با بزرگنمایی بالاتر از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی (پس از اصطکاکی اغتشاشی) و سپس عملیات حرارتی آنیل شده طیف پراش انرژی پرتو ایکس از نقاط: ب) EDS 1، ج) EDS 2 و د) EDS 3

مصرف بخش عمده‌ای از ذرات تیتانیم موجود در ریزساختار و تشکیل مقادیر قابل ملاحظه‌ای ترکیب آلومینایدی Al_3Ti شده است. با مقایسه الگوهای کامپوزیتی می‌توان تأثیر عملیات حرارتی آنیل را بر کاهش شدت پیک‌های مربوط به تیتانیم و افزایش شدت پیک‌های مربوط به ترکیب آلومینایدی Al_3Ti را به‌وضوح مشاهده کرد. همان‌طور که دیده می‌شود در الگوی کامپوزیت هیبریدی در بازه زاویه تفرق $40^\circ-37^\circ$ درجه شدت پیک مربوط به ذرات تیتانیم بالا بوده و هیچ پیکی از Al_3Ti دیده نمی‌شود درحالی که بعد از عملیات حرارتی آنیل شدت

حرارتی آنیل روی کامپوزیت هیبریدی منجر به تشکیل ترکیب آلومینایدی جدیدی در ریزساختار نشده است ولی افزایش تعداد و شدت پیک‌های پراش ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr و Al_3Ti به‌وضوح قابل مشاهده است. مطابق با این الگو دیده می‌شود که تمامی پیک‌های مربوط به ذرات زیرکونیم ناپدید شده که می‌تواند بیانگر واکنش یا مصرف کامل ذرات زیرکونیم موجود در ریزساختار و تشکیل درجای ترکیب آلومینایدی Al_3Zr باشد. با وجود اینکه چنین رفتاری برای ذرات تیتانیم مشاهده نشد ولی می‌توان دید که عملیات حرارتی آنیل منجر به



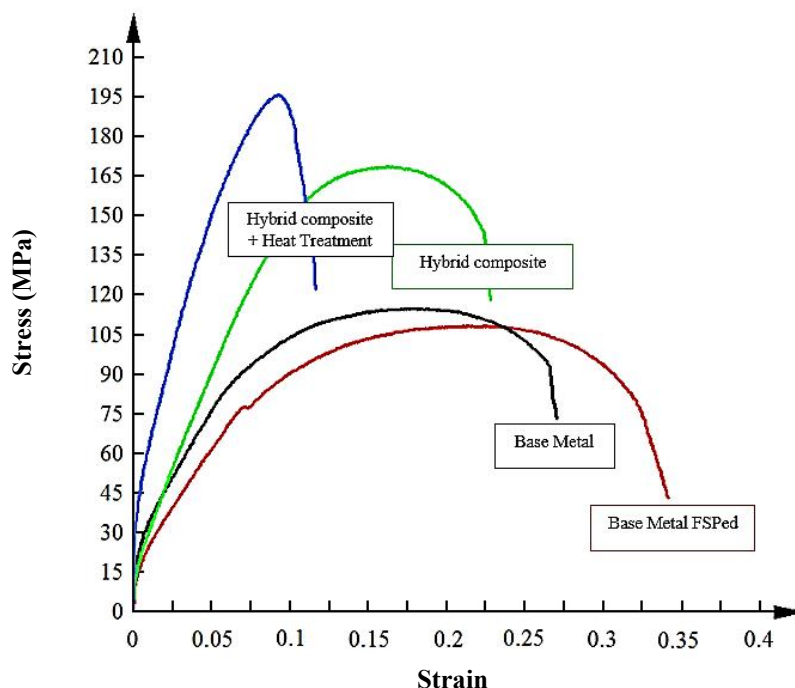
شکل ۱۰- الگوهای پراش پرتو ایکس تهیه شده از ریزساختار فلز پایه، کامپوزیت هیبریدی و کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی آنیل شده

شش پاس فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی فلز پایه منجر به افت استحکام کششی تا ۱۰۰ مگاپاسکال و بهبود ازدیاد طول تا ۳۵ درصد شده است. آنیل شدن ریزساختار و کاهش چگالی نابه جایی‌های حاصل از کار سرد می‌تواند مهم‌ترین دلیل کاهش در استحکام فلز پایه در نظر گرفته شود که قبل از این نیز توسط آبنار و همکاران [۲۹] گزارش شده است. این درحالی است که کامپوزیت هیبریدی تولید شده و نیز کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی آنیل شده استحکام کششی به مراتب بالاتری به ترتیب ۱۶۵ و ۱۹۵ مگاپاسکال نسبت به فلز پایه از خود نشان می‌دهند. افزایش استحکام کششی در نمونه کامپوزیتی عملیات حرارتی شده نسبت به کامپوزیت هیبریدی می‌تواند به تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی نسبت داده شود [۱۴]. با وجود اینکه هر سه نمونه فلز پایه، فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده و

بیک تیتانیم به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش یافته و بیک مربوط به Al_3Ti ظاهر شده است. کی و همکاران [۱۳] نیز در پژوهش مشابهی مصرف بخش عمده‌ای از ذرات Ni واکنش نداده موجود در ریزساختار و تشکیل مقادیر قابل ملاحظه‌ای از ترکیبات Al_3Ni را بعد از انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیت Al/Al_3Ni گزارش کردند.

۳-۳- خواص مکانیکی

منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی برای فلز پایه، فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده و نیز کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۱۱) آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود فلز پایه استحکام کششی حدود ۱۱۰ مگاپاسکال و ازدیاد طول حدود ۲۷ درصد را از خود نشان می‌دهد درحالی که اعمال

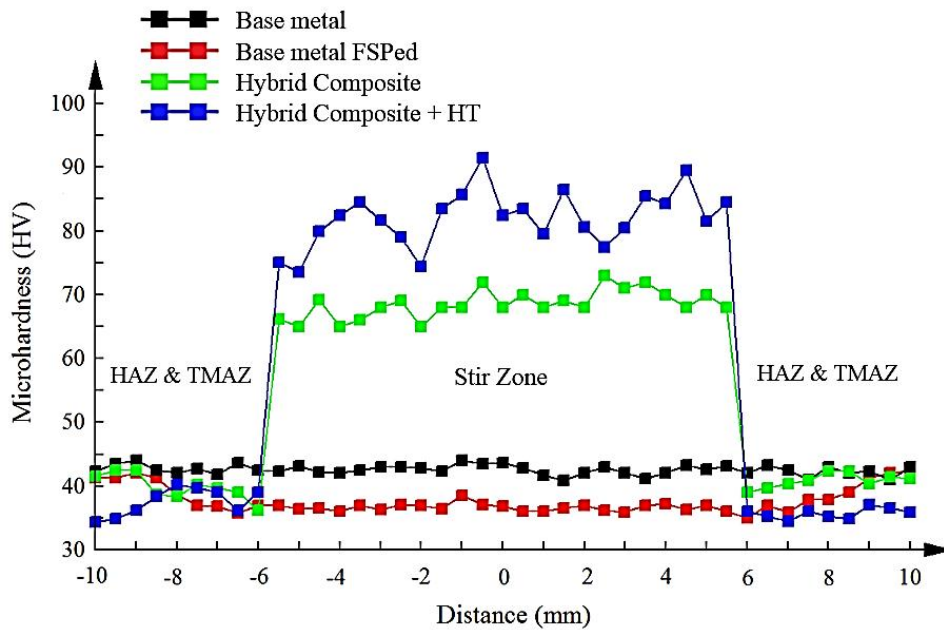


شکل ۱۱- نمودارهای تنش - کرنش مهندسی نمونه‌ها

این درحالی است که کامپوزیت هیبریدی و کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده به ترتیب متوسط ریزسختی حدود ۶۸ و ۸۲ ویکرز را نشان می‌دهند. افزایش قابل ملاحظه ریزسختی برای نمونه کامپوزیت عملیات حرارتی شده نسبت به کامپوزیت هیبریدی می‌تواند به تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی سخت با سختی به مراتب بالاتر (ترکیبات Al_3Zr و Al_3Ti با سختی به ترتیب حدود ۶۰۰ و ۵۶۰ ویکرز) نسبت داده شود. بهبود ریزسختی و استحکام کششی در کامپوزیت‌های هیبریدی تولید شده می‌تواند به حضور ذرات تقویت‌کننده و در نتیجه فعال کردن مکانیزم‌های مختلف استحکام‌دهی نسبت داده شود. در کامپوزیت‌های تقویت‌شده با ذرات چهار مکانیزم شامل: (۱) مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان، (۲) ریزدانگی ریزساختار با توجه به رابطه هال-پچ، (۳) اختلاف زیاد در ضریب انبساط حرارتی بین زمینه و ذرات تقویت‌کننده و (۴) کرنش الاستیکی در فصل مشترک ذرات تقویت‌کننده و زمینه که به‌عنوان موانعی در برابر حرکت ناب‌جایی‌ها عمل کرده و همچنین منجر به افزایش چگالی نابجایی‌های موجود در

کامپوزیت هیبریدی ازدیاد طول قابل توجهی را تجربه کرده و رفتار شکست نرم را از خود نشان می‌دهند ولی نمونه کامپوزیت عملیات حرارتی شده به‌خاطر حضور ترکیبات سخت و ترد Al_3Ti و Al_3Zr رفتار شکست تردی را از خود نشان می‌دهد. در پژوهش مشابه انجام شده توسط خرمی و همکاران [۱۱] نیز وقوع شکست ترد در کامپوزیت درجای Al/Al_3Fe تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی به‌علت حضور ترکیبات سخت و ترد Al_3Fe در ریزساختار به‌ویژه در فصل مشترک بین ذرات Fe با زمینه آلومینیوم نسبت داده شده است.

پروفیل‌های ریزسختی اندازه‌گیری شده برای فلز پایه، فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده و کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۱۲) آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود فلز پایه ریزسختی حدود ۴۲ HV ویکرز را از خود نشان می‌دهد درحالی که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی آن منجر به افت ریزسختی تا ۳۶ ویکرز در ناحیه اغتشاشی می‌شود. همان‌طور که در بخش قبل گفته شد دلیل چنین رفتاری می‌تواند به‌خاطر آنیل شدن ریزساختار در ناحیه اغتشاشی باشد.



شکل ۱۲- پروفیل ریزسختی نمونه‌ها

به دانه‌های ریز و هم‌محور شد. حضور ذرات تقویت‌کننده به‌واسطه تأثیر جوانه‌زایی و جلوگیری از رشد دانه‌ها منجر به افزایش شدت ریزدانه‌گی در کامپوزیت شد.

۲- واکنش‌های شیمیایی گرمای حالت جامد بین ذرات فلزی زیرکونیم و تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیوم در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تشکیل درجای ذرات آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti شد.

۳- ترکیبات آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti ابتدا در فصل مشترک بین ذرات فلزی زیرکونیم و تیتانیم با زمینه آلومینیوم تشکیل شده، و درحین فرایند شکسته شده و توزیع یکنواختی در زمینه پیدا می‌کنند.

۴- انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیت هیبریدی منجر به تشدید واکنش‌های شیمیایی حالت جامد شده به‌گونه‌ای که تقریباً تمامی ذرات زیرکونیم و بخش عمده‌ای از ذرات تیتانیم واکنش نداده موجود در ریزساختار به‌ترتیب با ترکیبات آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti جایگزین شدند. درنتیجه استحکام کششی و ریزسختی نسبت به فلز پایه بهبود قابل توجهی پیدا می‌کند.

ریزساختار می‌شوند به‌عنوان مهم‌ترین مکانیزم‌های استحکام‌دهی در نظر گرفته می‌شوند [۳۰]. در این پژوهش با توجه به بررسی‌های ریزساختاری مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان به‌علت حضور ذرات بسیار ریز آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti تشکیل شده به‌صورت درجای در زمینه (شکل ۷) و ریزدانه‌گی ریزساختار (شکل ۵) به‌عنوان مهم‌ترین مکانیزم‌های استحکام‌دهی برای توجیه افزایش استحکام کششی و ریزسختی کامپوزیت نسبت به فلز پایه در نظر گرفته می‌شوند.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، کامپوزیت هیبریدی درجای تقویت‌شده با ذرات آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti بر روی ورق آلیاژ آلومینیوم Al 3003-H14 توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید و به‌دنبال آن عملیات حرارتی آنیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان چهار ساعت روی کامپوزیت انجام شد. نتایج به‌دست آمده به‌صورت زیر خلاصه می‌شوند:

۱- تبلور مجدد دینامیکی حاصل از فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تغییر ریزساختار از دانه‌های بزرگ و کشیده شده

1. friction stir processing
2. friction stir welding
3. reactive friction stir processing
4. stir zone
5. thermo mechanically affected zone

6. heat affected zone
7. base metal
8. dynamic recrystallization
9. particulate stimulated nucleation
10. zener-holloman pinning

مراجع

1. Maxwell Rejil, C., Dinaharan, I., Vijay, S. J., and Murugan, N., "Microstructure and Sliding Wear Behavior of AA6360/(TiC + B₄C) Hybrid Surface Composite Layer Synthesized by Friction Stir Processing on Aluminum Substrate", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 552, pp. 336-344, 2012.
2. Zhao, Y. T., Zhang, S. L., and Chen, G., "Aluminum Matrix Composites Reinforced by in Situ Al₂O₃ and Al₃Zr Particles Fabricated via Magnetochemistry Reaction", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 20, pp. 2129-2133, 2010.
3. Amra, M., Ranjbar, Kh., and Dehmlaei, R., "Mechanical Properties and Corrosion Behavior of CeO₂ and SiC Incorporated Al5083 Alloy Surface Composites", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24, pp. 3169-3179, 2015.
4. Narimani, M., Lotfi, B., and Sadeghian, Z., "Evaluation of Thermostructure and Wear Behaviour of AA6063-B₄C/TiB₂ Mono and Hybrid Composite Layers Produced by Friction Stir Processing", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 285, pp. 1-10, 2016.
5. Panwar, N., and Chauhan, A., "Fabrication Methods of Particulate Reinforced Aluminium Metal Matrix Composite-A Review", *Materials Today: Proceedings*, Vol. 5, pp. 5933-5939, 2018.
6. Hossieni, S. A., Ranjbar, K., Dehmlaei, R., and Amirani, A. R., "Fabrication of Al5083 Surface Composites Reinforced by CNTs and Cerium Oxide Nano Particles via Friction Stir Processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 622, pp. 725-733, 2015.
7. Azimi-Roeeen, G., Kashani-Bozorg, S. F., Nosko, M., and Svec, P., "Reactive Mechanism and Mechanical Properties of In-situ Hybrid Nano-composites Fabricated From an Al-Fe₂O₃ System by Friction Stir Processing", *Materials Characterization*, Vol. 127, pp. 279-287, 2017.
8. Tjong, S. C., and Ma, Z. Y., "Microstructural and Mechanical Characteristics of In-situ Metal Matrix Composites", *Materials Science and Engineering*, Vol. 29, pp. 49-113, 2000.
9. Khodabakhshi, F., Simchi, A., Kokabi, A. H., and Gerlich, A. P., "Friction Stir processing of Aluminum Matrix Nanocomposites by Pre-placing Elemental Titanium Powder: In-situ Formation of Al₃Ti Nanoparticles and Metallurgical Characteristics", *Materials Characterization*, Vol. 108, pp. 102-114, 2015.
10. Qian, J., Li, J., Xiong, J., Zhang, F., and Lin, X., "In-situ Synthesizing Al₃Ni for Fabrication of Intermetallic-reinforced Aluminum Alloy Composites by Friction Stir Processing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 550, pp. 279-285, 2012.
11. Sarkari Khorrami, M., Samadi, S., Janghorban, Z., and Movahedi, M., "In-situ Aluminum Matrix Composite Produced by Friction Stir Processing using Fe Particles", *Materials Science & Engineering A*, Vol. 641, pp. 380-390, 2015.
12. Khodabakhshi, F., Simchi, A., Kokabi, A. H., Svec, P., Simancik, F., and Gerlich, A. P., "Effects of Nanometric Inclusions on the Microstructural Characteristics and Strengthening of a Friction-stir Processed Aluminum-magnesium Alloy", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 642, pp. 215-229, 2015.
13. Ke, L., Huang, C., Xing, L., and Huang, K., "Al-Ni Intermetallic Composites Produced in Situ by Friction Stir Processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 503, pp. 494-499, 2010.
14. Khodabakhshi, F., Simchi, A., Kokabi, A. H., Gerlich, A. P., and Nosko, M., "Effects of Post Annealing on the Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Processed Al-Mg-TiO₂ Nanocomposites", *Materials & Design*, Vol. 63, pp. 30-41, 2014.
15. Lee, I. S., Kao, P. W., Chang, C. P., and Ho, N. J., "Formation of Al-Mo Intermetallic Particle-Strengthened Aluminum Alloys by Friction Stir Processing", *Intermetallics*, Vol. 35, pp. 9-14, 2013.
16. Varin, R. A., "Intermetallic-reinforced Light-metal Matrix In-situ Composites", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33, pp. 193-201, 2002.
17. Gautam, G., and Mohan, A., "Wear and Friction of AA5052-Al₃Zr In-situ Composites Synthesized by Direct Melt Reaction", *Journal of Tribology*, Vol. 138, pp. 1-12, 2015.

18. Liu, Z., Rakita, M., Wang, X., Xu, W., and Han, Q., "In-situ formed Al₃Ti Particles in Al Alloy Matrix and Their Effects on the Microstructure and Mechanical Properties of 7075 Alloy", *Materials Research Society*, Vol. 29, pp. 1354-1361, 2014.
19. Ferreira, S. C., Rocha, L. A., Ariza, E., Sequeira, P. D., Watanabe, Y., and Fernandes, J. C. S., "Corrosion Behaviour of Al/Al₃Ti and Al/Al₃Zr Functionally Graded Materials Produced by Centrifugal Solid-particle Method: Influence of the Intermetallics Volume Fraction", *Corrosion Science*, Vol. 53, pp. 2058-2065, 2011.
20. Uenishi, K. F., and Kobayashi, K., "Formation of Surface Layer Based on Al₃Ti on Aluminum by Laser Cladding and Its Compatibility with Ceramics", *Intermetallics*, Vol. 7, pp. 553-559, 1999.
21. Kim, Y. G., Fujii, H., Tsumura, T., Komazaki, T., and Nakata, K., "Three Defect Types in Friction Stir Welding of Aluminum Die Casting Alloy", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 415, pp. 250-254, 2006.
22. Su, J. Q., Nelson, T. W., and Sterling, C. J., "Microstructure Evolution During FSW/FSP of High Strength Aluminum Alloys", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 405, pp. 277-286, 2005.
23. Zheng, F. Y., Wu, Y. J., Peng, L. M., Li, X. W., Fu, P. H., and Ding, W. J., "Microstructures and Mechanical Properties of Friction Stir Processed Mg-2.0 Nd-0.3 Zn-1.0 Zr Magnesium Alloy", *Journal of Magnesium and Alloys*, Vol. 1, pp. 122-127, 2013.
24. Hsu, C. J., Chang, C. Y., Kao, P. W., Ho, N. J., and Chang, C. P., "Al-Al₃Ti Nanocomposites Produced In-situ by Friction Stir Processing", *Acta Materialia*, Vol. 54, pp. 5241-5249, 2006.
25. Lee, I. S., Kao, P. W., and Ho, N. J., "Microstructure and Mechanical Properties of Al-Fe In-situ Nanocomposite Produced by Friction Stir Processing", *Intermetallics*, Vol. 16, pp. 1104-1108, 2008.
26. Wang, T., Jin, Z., and Zhao, J. C., "Thermodynamic Assessment of the Al-Zr Binary System", *Journal of Phase Equilibria*, Vol. 22, pp. 544-551, 2001.
27. Kattner, U. R., Lin, J. C., and Chang, Y. A., "Thermodynamic Assessment and Calculation of the Ti-Al System", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 23, pp. 2081-2090, 1992.
28. Zhang, Q., Xiao, B. L., Wang, D., and Ma, Z. Y., "Formation Mechanism of In-situ Al₃Ti in Al Matrix During Hot Pressing and Subsequent Friction Stir Processing", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 130, pp. 1109-1117, 2011.
29. Abnar, B., Kazeminezhad, M., and Kokabi, A. H., "Effects of Heat Input in Friction Stir Welding on Microstructure and Mechanical Properties of AA3003-H18 Plates", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 25, pp. 2147-2155, 2015.
30. Lloyd, D. J., "Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites", *Journal of International Materials Reviews*, Vol. 39, pp. 1-23, 1991.