

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

مجتبی زادعلیمحمد 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 AlaZI و AlaZI با استفاده از فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) تولید شد. از ورق آلیاژ کار شده AlaZI Alazous IA به عنوان فلز پایه و پودر فلزی خالص زیر کونیم 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. ریز ساختار توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی و همچنین شناسایی فازی توسط آنالیز پراش پرتو ایکس مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی های ریز ساختاری نشان داد که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تغییر ریز ساختار فلز پایه از دانه های بزرگ و کشیده به دانه های ریز ساختاری نشان داد که اعمال فرایند اصطکاکی واکنش شیمیایی در فصل مشترک بین ذرات فلزی با زمینه آلومینیوم باعث تشکیل درجای ترکیبات آلومینایدی می شود. انجام عملیات حرارتی آنیل منجربه تشدید واکنش های شیمیایی حالت جامد و تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی می شود. ندایج انجام عملیات حرارتی آنیل منجربه تشدید واکنش های شیمیایی حالت جامد و تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی می شود. نشان داد که کامپوزیت های هیبریدی پس از اعمال عملیات حرارتی آنیل بالاترین استحکام کششی و سختی نرکیبات آلومیناید می شده دند. انجام عملیات در از می 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 می شود. انجام عملیات حرارتی آنیل منجربه تشدید واکنش های شیمیایی حالت جامد و تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی می شود. نشان در شان داد که کامپوزیت های هیبریدی پس از اعمال عملیات حرارتی آنیل بالاترین استحکام کششی و سختی را از خود نشان می ده د.

واژههای 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, m.zadali1371@gmail.com : * : مسئول مكاتبات، يست الكترونيكي: m.zadali1371@gmail.com

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۸، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۸

as well as FSPed samples before and after applying heat treatment, were determined. Microstructural examinations were performed using optical and scanning electron microcopy (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 Al₃Zr and Al₃Ti. 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, Al₃Zr and Al₃Ti reinforcement particles.

۱ – مقدمه

زمينه تغيير شكل يلاستيك يافته و ذرات فلزي افزوده شده يا گاز تزریق شده به فلز پایه تشکیل می شوند. از جمله مزایای توليد ذرات تقويت كننده توسط اين روش مي توان به پيونيد قوىتر بين ذرات و زمينه، پايدارى ترموديناميكى بيشتر ذرات، توزيع يكنواختتر ذرات در زمينه و درنتيجه بهبود خواص مکانیکی کامیوزیت ها را نام برد [۷ و ۸]. تاکنون کامیوزیت های درجای زمینه آلومینیـومی تقویـتشـده بـا ذرات آلومینایـدی مختلفی همچون Al₃Ti [۹]، Al₃Ni [۰۱] و Al₃Fe [۱۱] توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید شده است. در هنگام فرایند اصطكاكي اغتشاشي نيروي محركه لازم براي وقوع واكنش هاي شيميايي حالت جامد توسط تغيير شكل يلاستيكي شديد و بالا رفتن موضعی دما فراهم میشود کے باعث مےشود ترکیبات آلومینایدی در یک مدتزمان کوتـاه در فصـل مشـترک ذرات و زمینه تشکیل شوند [۱۲]. بررسی پژوهش هـای انجـام شـده در این زمینه نشان میدهد با وجود اینکه واکنش شیمیایی بین ذرات تقویتکننده با زمینـه آلومینیـوم بـرای تولیـد کامپوزیـت درجای توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی انجام می شود ولی بخش عمدهای از این ذرات بهدلیل کافی نبودن حرارت بهصورت واکنش نداده در ریزساختار باقی میمانند [۱۱–۹]. انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیتهای تولید شده توسط فرايند اصطكاكي اغتشاشيي مييتوانيد بمعنوان ييك روش مؤثر و کاربردی برای بهبود واکنش های درجای حالت جامد مورد استفاده قرار گیرد [10–١٣]. برای مثال، کی و همکاران [١٣] تـ أثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار کامیوزیت درجای Al-Ni/Al₃Ni تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی را بررسی کردند. گزارش،ای آنها حاکی از تشکیل ترکیب آلومینایدی Al₃Ni بعد از فرایند

کامیوزیتهای زمینه آلومینیومی تقویت شده با ذرات بهدلیل داشتن خواص مطلوب از جمله چگالی پایین، استحکام بالا و همچنین مقاومت به سایش مناسب بـهطور گسترده در صـنایع خودرو و هواپیماسازی مورد استفاده قرار می گیرند [۱ و ۲]. دستهای از این کامیوزیت ها که به کامیوزیت های هیبریدی معروف هستند از دو يا چند نوع ذره تقويتكننده مختلف تشکیل شدهاند و خواص بهینهای را نسبت به کامیوزیت، ای تکجزئی از خود نشان میدهند [۳]. فرایندهای متعددی همچون ریختهگری اغتشاشی، پاشش پلاسما، متالورژی پودر و به تازگی فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) به منظور تولید کامپوزیتهای زمینه آلومینیومی تقویتشده با ذرات مورد استفادہ قرار مے گیرنے [۴ و ۵]. فراینے اصطکاکی اغتشاشے بهعنوان یک تکنیک حالت جامد جدید و برگرفته از فرایند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی (FSW) برای تولید کامپوزیتهای زمینه آلومینیومی مورد توجـه پژوهشـگران قـرار گرفته و عنوان بسیاری از پژوهش ها را به خود اختصاص داده است. در این فرایند ابزار در حال چـ خش کـه حـاوی شـانه و يين است به يکطرف قطعه وارد شده به گونهاي که اصطکاک حاصل از چرخش پین و شانه با قطعهکار باعث گرمشدن و نرمشدگی موضعی قطعه میشود سپس با حرکت ابزار در جهت مشخص و بهواسطه عمل اغتشاشي پين تمام جزء تقويتكننده در زمینه توزیع شده و ریزدانگی قابل تـوجهی ایجـاد مـیشـود [۴]. در روشبی از ایـن فراینـد کـه در اصطلاح بـه آن فراینـد اصطكاكي اغتشاشي واكنشي" (RFSP) گفته مي شود ذرات تقویت کننده به صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین

DOI: 10.29252/jame.38.1.49

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

Al	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	Zn	Cr
٩٧/٩	١/•٩	۰/۴۸۵	0/19F	•/10V	•/•Y1	۰/۰ <i>\۶</i>	۰/۰۱۱

اصطکاکی اغتشاشی با استفاده از ذرات فلزی، و عملیات حرارتی پس از آن انجام نشده است. لذا هدف پژوهش حاضر تشکیل درجای ذرات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti 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 می شوند.

۲– مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از ورق نورد شده آلیاژ H14-3003 Al با ضـخامت نه میلیمتر و با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول (۱) بهعنوان فلز پایه استفاده شد. نمونههای کوچکی با ابعاد ۱۰۰ × ۱۷۰ میلیمتر از ورق گفته شده تهیه شد و یک شیار طولی با عرض ۱/۴ و عمق چهار میلیمتر در سطح ورق ماشینکاری شد. از پودر فلـز خـالص زیرکونیم و تیتانیم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد و اندازه ذرات کوچکتر از ۲۰ میکرون بهعنوان ذرات تقویتکننده استفاده شد. مورفولوژی این ذرات در شکل (۱) نشان داده شده است. بعد از تمیزکاری شیار با استون، ذرات تقویت کننده 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 بهینـه ابزار به ترتیب ۷۵۰ دور در دقیقه و ۴۰ میلی متر بر دقیقه برای بستن سطح شیار و بهمنظور جلوگیری از بیرون ریختن پودرها در حین فرايند اصطكاكي اغتشاشي استفاده شد. ابزار استوانهاي شكل از جنس فولاد گرم کار H13 عملیات حرارتی شدہ با سختی ۵۵ HRC و با قطر شانه ۱۸ میلی متر، قطر پین شــش میلــی متـر، طول پین پنج میلیمتر و زاویه سه درجه رو به جلو برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی انتخاب شد. تصویر

اصطکاکی اغتشاشی و همچنین تشکیل ترکیب جدید Al₃Ni₂ در فصل مشترک بین Ni و Al₃Ni پس از انجام عملیات حرارتی آنیل است. در پژوهش مشابه دیگـری نیـز خدابخشـی و همکاران [۱۴] به بررسی تأثیر عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار و خرواص مکانیکی کامپوزیت درجای Al-TiO₂/Al₃Ti تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی پرداختند. آنها گزارش کردند که عملیات حرارتی آنیل باعث کامل شدن واکنش حالت جامد بین نانوذرات TiO₂ با زمینه آلومینیوم شده و منجر به بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت می شود. گزارش شده است که ترکیب آلومینایدی Al₃Zr و AlaTi بەدلىل داشتن خواص منحصر بەفردى ھمچون چگالى يايين، نقطه ذوب بالا، مدول الاستيك بالا و مقاومت به اکسیداسیون عالی بهعنوان یک ترکیب جذاب در کامپوزیتهای زمينه ألومينيومي شناخته ميشود [١۶]. توليـد كامپوزيـتهـاي درجای زمینه آلومینیومی تقویتشده با ترکیبات Al₃Zr و Al₃Ti توسط سایر روشهای ذوبی ساخت کامپوزیت همچـون فراینـد ریخته گری [۱۷ و ۱۸]، ریخته گری گریز از مرکز [۱۹] و نیز تابش پرتوهای پر انرژی لیزر [۲۰] انجام شده است. توزیع غيريكنواخت يا بـ معبارتي أكلومره شدن ذرات تقويتكننده بهواسطه اختلاف چگالی بین زمینه آلومینیوم مذاب و ذرات تقویتکننده و همچنین تشکیل ترکیبات ناخواسته از مهمترین محدوديتهاي فرايندهاي ذوبي كامپوزيت سازي محسوب می شوند [۴]. این درحالی است که فرایندهای حالت جامد همچون فرایند اصطکاکی اغتشاشی که دمای فرایند آنها در پايين تر از دماى ذوب زمينه آلومينيوم قرار مى گيرد بهمنظور غلبه بر مشکلات و محدودیتهای فرایندهای ذوبی توسعه یافتهاند.

لـذا تـا آنجـایی کـه دانـش نویسـندگان یـاری مـیکنـد تولیـد کامپوزیـت هیبریـدی درجـای Al /Al₃Zr + Al₃Ti توسـط فراینـد



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 ایکس⁹ (مدل Cu Kα) توسط دستگاه و تابش Cu Kα) استفاده شد. ریزسختی نمونه ها توسط دستگاه میکروسختی سنج ویکرز (IPS مدل 1000 HVS) تحت بار ۱۰۰ گرم نیرو و زمان ۱۵ ثانیه انجام شد. نمونه های کششی به صورت طولی شکل طبق استاندارد E8 ASTM به کمک وایرکات از مرکز ناحیه کامپوزیتی تهیه شدند و آزمون کشش توسط دستگاه سنتام (SANTAM-STM-50 KN) در دمای محیط با نرخ کرنش اولیه ^{۳-0} IX۰۰۳ بر ثانیه انجام شد. شماتیک چگونگی استخراج نمونه های متالو گرافی برای بررسی های ریزساختاری و ریزسختی و همچنین

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 می شود، در منطقه اغتشاشیافته (شکل ۴- الف) هیچ گونه عیوب ماکروسکوپی از جمله تونل و حفره دیده نمی شود

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 بهترتیب ۱۰۰۰ دور در دقیقـه و ۵۶ میلی متر بر دقیقه با استفاده از روش سعی و خطا انتخاب شد. تعداد شش پاس فرایند بهگونهای که جهت هر پاس برخلاف پاس قبلی باشد برای تولید کامپوزیت انجام شد. یک مرحله عملیات حرارتی آنیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد بهمدت زمان چهار ساعت روى كامپوزيت توليد شده نيز انجام شد. فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی فلز پایه با همان پارامترهای ذکر شده اینبار بدون افزودن ذرات تقویتکننده نیز صورت گرفت. برای تهیه دوره حرارتی درحین فرایند اصطکاکی اغتشاشی از یک کابل ترموکوپل نوع K بـا قطـر ۱/۶ میلیمتر و دسـتگاه دیتـالاگر اسـتفاده شـد. کابـل ترموکوبـل در ضخامت ورق به گونهای قرار داده شد تـا رأس كابـل بـا ناحيـه 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 نــــوری^{*} (IM 7200 مــــدل IM مـــدل IM مـــد ميكروسكويي الكتروني روبشي⁶ (SEM) (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 اصطکاکی اغتشاشی (شکل ۴ – ج) منجر به ریز و هم محور شدن دانه ها با متوسط اندازه دانه ۴۸ میکرومتر می شود. چنین تغییرات ریزساختاری می تواند به وقوع مکانیزم تبلور مجدد دینامیکی^{۱۱} (DRX) درحین فرایند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [۲۲]. ناحیه ترمومکانیکال که در مجاورت ناحیه اغتشاش یافته قرار می گیرد با وجود اینکه دما و تغییر شکل پلاستیکی به نسبت بالایی را همانند ناحیه اغتشاش یافته تجربه می کند ولی این میزان برای وقوع کامل تبلور مجدد دینامیکی چنین رفتاری می تواند به بهینهبودن پارامترهای فرایند و درنتیجه اغتشاش و سیلان کافی ماده در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [۲۱]. در شکل (۴- ب) مشاهده می شود که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تشکیل سه ناحیه مجزا شامل: ناحیه اغتشاش یافته (SZ)، ناحیه ترمومکانیکال⁽ (TMAZ) و ناحیه متأثر از حرارت^۹ (HAZ) در داخل فلز پایه ^{۱۰} (BM) شده است. شکل (۴- د) نشان می دهد 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

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

مطابق با شکل (۵) مشاهده می شود که شدت ریزدانگی در نمونه کامپوزیتی (حدود پنج میکرومتر) به مراتب بیشتر از فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده است. دلیل چنین ریزدانگی می تواند به حضور ذرات تقویت کننده نسبت داده شود چرا که این ذرات مطابق با مکانیزم جوانه زنی تحریک ذره ای^{۱۲} (PSN) می توانند به عنوان محل هایی مناسب برای افزایش جوانه زنی دانه های جدید در حین تبلور مجدد دینامیکی و نیز می توانند مطابق با مکانیزم بازدارندگی زنر – هولو مان^{۱۳} (ZHP) به عنوان محل هایی برای جلوگیری از رشد دانه ها عمل کند که منجر به ریزدانگی قابل ملاحظه ای در این نمونه می شود [۹].

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 هیچ گونه 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 می شوند درحالی که این ذرات بعد از عملیات حرارتی آنیل به ذراتی عمدتاً خاکستری رنگ تبدیل می شوند.

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



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 نشان دهنده سه ناحیه مجزا شامل: HAZ ،TMAZ ،SZ در فلز پایه است، ج) ناحیه اغتشاش یافته با دانه های ریز و هم محور و د) فلز پایه حاوی دانه های 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 تقویتکننده در ریزساختار: الف) کامپوزیت هیبریدی و ب) کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی آنیل شده

برحسب دما در زیر آورده شده است [۲۶ و ۲۷]: $\Delta G^{\circ}_{Al_{2}Zr} = -\ 47381 - 24.373T + 3.894T \ (J \ / \ mol)$ (1) $\Delta G^{\circ}_{Al_{3}Ti} = -\ 40349.6 + 10.36525T \quad (J \,/\,mol)$ (٢) همان طور که دیده می شود در دمای ۴۱۰ درجه سانتی گراد (بیشــترین دمـای ثبــت شــده در ایــن پــژوهش مطـابق با سیکل حرارتی نشان داده شده در شکل (۸)) بەمقدار قابل ملاحظە
ای منفیتـر $\Delta G^{Al_3Zr}_{683k} = -46669~J/mol$ از است که می تواند بیانگر وجود $\Delta G_{683k}^{Al_3Ti} = -33270$ J/mol است که ا نيروى محركه ترموديناميكي قوىترى براي واكنش زمينه آلومینیوم با ذرات زیرکونیم نسبت به ذرات تیتانیم باشد. در جوانهزنی و رشد ترکیب آلومینایدی در یک زوج نفوذی عـلاوه بر ترموديناميک نيز سينتيک هم بههمان اندازه مهم است. تشكيل محلول جامد فوق اشباع اوليه، اولين مرحله جوانهزني و رشد فاز آلومینایدی است. در هر دو سیستم دو جزئی آلومینیوم – زیرکونیم و آلومینیـوم – تیتـانیم و در دمـای ۴۱۰ درجـه سانتی گراد به ترتیب محلـول جامـدهای زیرکـونیم در آلومینیـوم Al (Zr) و تيتـانيم در ألومينيـوم Al (Ti) بـهعنـوان محلـول 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 میدهد که این مناطق بەرنگ خاکستری ترکیبات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti هستند که بهصورت درجای و بهواسطه نفوذ اتمهای آلومینیوم به درون ذرات زیرکونیم و تیتانیم تشکیل شدهاند. تغییر شکل پلاستیکی شدید حاصل از فرایند اصطکاکی اغتشاشی می تواند باعث شكسته شدن لايه ألومينايدي بهصورت ذراتي بسيار ريز شده (مناطق مشخص شده با بیضی) و این ذرات را در سرتاسر زمینه توزیع کند. تشکیل چنین ذرات آلومینایدی در اطراف ذرات فلزی درحین فرایند اصطکاکی اغتشاشی در پژوهش های قبلی نیز گزارش شده است [۲۴ و ۲۵]. با مقایسه ذرات زیرکونیم و تیتانیم مشاهده میشود که بخش قابل توجهی از ذرات زیرکونیم با زمینه آلومینیوم واکنش داده است در حالی کـه ایـن واکنش برای ذرات تیتانیم فقط در لایه بسیار کوچکی اتفاق افتاده است. مهم ترین دلیل برای توجیه چنین رفتاری می تواند به فعالتر بودن زیرکونیم نسبت به تیتانیم و میل بیشتر ایـن فلـز 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 Al₃Zr و Al₃Ti بـهصورت تـابعی

DOR: 20.1001.1.2251600.1398.38.1.5.6



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



آنجایی که حد حلالیت محلول جامد (Zr) Al (۶۰ درصد) کمتر از نصف حد حلالیت محلول جامد (Ti) Al (۲i) م درصد) است لذا سرعت اشباع شدن محلول جامد (Zr) Al بیشتر بوده و درنتیجه جوانهزنی و رشد ترکیب آلومینایدی Al₃Zr با سرعت بیشتری انجام خواهد گرفت.

در فرایند اصطکاکی اغتشاشی مدت زمانی که ماده تحت شرایط ترمومکانیکال قرار می گیرد خیلی اندک است و معمولاً در حد چند ثانیه است. زمان فرایند وابسته به قطر پین و سرعت پیشروی ابزار است [۲۴] کـه بـا توجـه بـه پارامترهـای انتخاب شده در این پژوهش می توان زمان فرایند را حدود ۴۰ ثانیه درنظر گرفت. تشکیل ترکیبات Al₃Zr و Al₃Ti در مدتزمان کوتاه درحین فرایند اصطکاکی اغتشاشی به شرایط ترمومكانيكال فعالكننده يعني بالارفتن دما بهخاطر كرماي اصطکاکی، تغییر شکل پلاستیکی شدید، ریزدانگی و افزایش سطوح مرزدانهها، افزایش چگالی نابهجاییها و نیز گرمای آزاد شده حاصل از واکنش گرمازای زیرکونیم و تیتانیم بـا آلومینیـوم که شرایط را برای نفوذ آلومینیـوم بـهداخـل ذرات زیرکـونیم و تیتانیم تسهیل میکنند میتوان نسبت داد. بـا متمرکزشـدن روی ذرات سفیدرنگ و نواحی اطراف آنها (شکل ۷) مشاهده می شود که واکنش شیمیایی حالت جامد در ابتدا در فصل مشترك بين ذرات زيركونيم/تيتانيم با زمينه ألومينيوم اتفاق افتاده و سپس بهطرف مراکز داخلی ذرات پیشرفت کرده است. با این وجود هنوز هم بخشهایی از ذرات بـهصورت واکـنش داده نشده در ریزساختار دیده میشود که میتواند بیانگر كافىنبودن شرايط ترمومكانيكال براي پيشرفت واكنش تا رسیدن به بخشهای مرکزی ذرات باشد.

تصاویر و آنالیزهای تهیه شده از ریزساختار کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی شده مطابق با شکل (۹) نشان می دهد که فرایند آنیل به واسطه مهیاکردن شرایط نفوذ باعث تبدیل بخش قابل توجهی از ذرات درشت تیتانیم به ترکیب Al₃Ti شده است درحالی که شرایط برای ذرات ریزتر تیتانیم اندکی متفاوت بوده چرا که کوتاه بودن فاصله نفوذ باعث تبدیل تمام بخش های این

ذرات به ترکیب آلومینایدی شده است. ژانگ و همکاران [۸۸] 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 نشان میدهد 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 می تواند مهم ترین دلیل برای توجیه چنین رفتاری درنظر گرفته شود.

۳–۲– شناسایی فازها با الگوی پراش پرتو ایکس

الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) از ریزساختار فلز پایه و کامپوزیت،های هیبریدی در شکل (۱۰) آورده شده است. همانگونه که از الگوی فلز پایه دیـده مـیشـود در ریزسـاختار فلز پایه ترکیبات اینترمتالیکی از نوع Al₆(Mn,Fe) حضور داشته که بهدلیل دمای انحلال بهنسبت بالای آنها (حدود ۶۳۵ درجه سانتی گراد) حتی بعداز فراین*د اصطکاکی اغتشاشی* نیـز در زمینه حل نشده و در ریزساختار باقی میمانند. مطابق با الگوی کامپوزیت هیبریدی پیکهای پراش متعدد مربوط به ترکیب Al₃Zr و Al₃Ti در الگو میتواند تأییدی بر واکنش درجای بین ذرات زیرکونیم و تیتانیم افزوده شده با زمینـه آلومینیـوم 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 می شوند. 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 آلومینیـوم نشـده و بـهصـورت ذرات واکـنش داده نشـده 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

حرارتی آنیل روی کامپوزیت هیبریدی منجر به تشکیل ترکیب آلومینایدی جدیدی در ریزساختار نشده است ولی افزایش تعداد و شدت پیکهای پراش ترکیبات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti به وضوح قابل مشاهده است. مطابق با این الگو دیده می شود که تمامی پیکهای مربوط به ذرات زیرکونیم ناپدید شده که می تواند بیانگر واکنش یا مصرف کامل ذرات زیرکونیم موجود در ریزساختار و تشکیل درجای ترکیب آلومینایدی مشاهده نشد ولی می توان دید که عملیات حرارتی آنیل منجر به

مصرف بخش عمدهای از ذرات تیتانیم موجود در ریزساختار و تشکیل مقادیر قابل ملاحظهای ترکیب آلومینایدی Al₃Ti شده است. با مقایسه الگوهای کامپوزیتی می توان تأثیر عملیات حرارتی آنیل را بر کاهش شدت پیکهای مربوط به تیتانیم و افزایش شدت پیکهای مربوط به ترکیب آلومینایدی Al₃Ti را بهوضوح مشاهده کرد. همان طور که دیده می شود در الگوی کامپوزیت هیبریدی در بازه زاویه تفرق ۲۰–۳۷ درجه شدت پیک مربوط به ذرات تیتانیم بالا بوده و هیچ پیکی از Al₃Ti دیده نمی شود در حالی که بعد از عملیات حرارتی آنیل شدت

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۸، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۸



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

پیک تیتانیم به طور قابل ملاحظه ای کاهش یافته و پیک مربوط به Al₃Ti ظاهر شده است. کی و همکاران [۱۳] نیز در پژوهش مشابهی مصرف بخش عمده ای از ذرات Ni واکنش نداده موجود در ریزساختار و تشکیل مقادیر قابل ملاحظه ای از ترکیبات Al₃Ni را بعد از انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیت Al/Al₃Ni گزارش کردند.

۳-۳- خواص مکانیکی

منحنی های تنش – کرنش مهندسی برای فلز پایه، فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده و نیز کامپوزیت های هیبریدی در شکل (۱۱) آورده شده است. همان طور که دیده می شود فلز پایه استحکام کششی حدود ۱۱۰ مگاپاسکال و ازدیاد طول حدود ۲۷ درصد را از خود نشان می دهد در حالی که اعمال

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 نابهجاییهای حاصل از کار سرد میتواند مهم ترین دلیل کاهش در استحکام فلز پایه درنظر 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 بهمراتب بالاتری بهترتیب ۱۹۵ و ۱۹۵ مگاپاسکال نسبت به فلز پایه از خود نشان می دهند. 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 او خود اینکه





کامپوزیت هیبریدی ازدیاد طول قابل توجهی را تجربه کرده و رفتار شکست نرم را از خود نشان می دهند ولی نمونه کامپوزیت عملیات حرارتی شده به خاطر حضور ترکیبات سخت و ترد Al₃Zr و Ta₁Al رفتار شکست تردی را از خود نشان می دهد. در پژوهش مشابه انجام شده توسط خرمی و همکاران [۱۱] نیبز وقوع شکست ترد در کامپوزیت درجای Al/Al₃Fe تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی به علت حضور ترکیبات سخت و ترد Al₃Fe در ریزساختار به ویژه در فصل مشترک بین ذرات Fe

پروفیل های ریزسختی اندازه گیریشده برای فلز پایه، فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده و کامپوزیت های هیبریدی در شکل (۱۲) آورده شده است. همان طور که دیده می شود فلز پایه ریزسختی حدود ۲H ۲۷ ویکرز را از خود نشان می دهد درحالی که اعمال فرایند اصطکاکی اغتشاشی روی آن منجر به افت ریزسختی تا ۳۶ ویکرز در ناحیه اغتشاشی می شود. همان طور که در بخش قبل گفته شد دلیل چنین رفتاری می تواند به خاطر آنیل شدن ریزساختار در ناحیه اغتشاشی باشد.

این درحالی است که کامپوزیت هیبریدی و کامپوزیت هیبریدی عمليات حرارتي شده بهترتيب متوسط ريزسختي حدود ۶۸ و ۸۲ ویکرز را نشان میدهند. افزایش قابل ملاحظه ریزسختی برای نمونیه کامیوزیت عملیات حرارتے شدہ نسبت به کامپوزیت هیبریدی میتواند به تشکیل بیشتر ترکیبات آلومینایدی سخت با سختی بهمراتب بالاتر (ترکیبات Al₃Zr و Al₃Ti با سختی به ترتیب حدود ۵۶۰ و ۵۶۰ ویکرز) نسبت داده شود. بهبود ریزسختی و استحکام کششی در کامپوزیتهای هيبريدي توليد شده مي تواند به حضور ذرات تقويت كننده و درنتيجه فعال كردن مكانيزمهاي مختلف استحكامدهمي نسبت داده شود. در کامیوزیتهای تقویتشده با ذرات چهار مکانیزم شامل: ۱) مکانیزم استحکامدهی اوراوان، ۲) ریزدانگی ریزساختار با توجه به رابطـه هـال- پـچ، ۳) اخـتلاف زیـاد در ضريب انبساط حرارتي بين زمينه و ذرات تقويت كننده و ۴) کرنش الاستیکی در فصل مشترک ذرات تقویتکننده و زمینه که بهعنوان موانعي در برابر حركت نابهجاييها عمل كرده و همچنین منجر بـه افـزایش چگـالی نابجـاییهـای موجـود در

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۸، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۸

[DOR: 20.1001.1.2251600.1398.38.1.5.6]



ریزساختار میشوند بهعنوان مهمترین مکانیزمهای استحکامدهی درنظر گرفته می شوند [۳۰]. در این پژوهش با توجه به بررسیهای ریزساختاری مکانیزم استحکامدهی اوراوان بهعلت حضور ذرات بسیار ریز آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Tl تشکیل شده بهصورت درجای در زمینه (شکل ۷) و ریزدانگی ریزساختار (شکل ۵) بهعنوان مهمترین مکانیزمهای استحکامدهی برای توجیه افزایش استحکام کششی و ریزسختی کامپوزیت نسبت به فلز پایه درنظر گرفته می شوند.

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، کامپوزیت هیبریدی درجای تقویتشده با ذرات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti بر روی ورق آلیاژ آلومینیوم Al 3003-H14 توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی تولید و بهدنبال آن عملیات حرارتی آنیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد 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

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

- ۲- واکنش های شیمیایی گرمازای حالت جامد بین ذرات فلزی زیرکونیم و تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیوم در هنگام فرایند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تشکیل درجای ذرات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Zr شد.
- ۳- ترکیبات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti 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 واکنش های شیمیایی حالت جامد شده به گونهای که تقریباً تمامی ذرات زیرکونیم و بخش عمدهای از ذرات تیتانیم واکنش نداده موجود در ریزساختار به ترتیب با ترکیبات آلومینایدی Al₃Zr و Al₃Ti جایگزین شدند. درنتیجه استحکام کششی و ریزسختی نسبت به فلز پایه بهبود قابل توجهی پیدا میکند.

- 1. friction stir processing
- 2. friction stir welding
- 3. reactive friction stir processing
- 4. stir zone
- 5. thermo mechanically affected zone
- 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.
- 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.
- Amra, M., Ranjbar, Kh., and Dehmolaei, 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.
- Narimani, M., Lotfi, B., and Sadeghian, Z., "Evaluation of Themicrostructure Andwear Behaviour of AA6063-B₄C/TiB₂ Mono and Hybrid Composite Layers Produced by Friction Stir Processing", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 285, pp. 1-10, 2016.
- 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.
- Hossieni, S. A., Ranjbar, K., Dehmolaei, 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.
- Azimi-Roeen, 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.
- 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

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

مراجع

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.

- Qian, J., Li, J., Xiong, J., Zhang, F., and Lin, X., "Insitu 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., Simancík, 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.
- 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.
- Varin, R. A., "Intermetallic-reinforced Light-metal Matrix In-situ Composites", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33, pp. 193-201, 2002.
- 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.

۶٣

- 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.
- 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.
- Lloyd, D. J., "Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites", *Journal of International Materials Reviews*, Vol. 39, pp. 1-23, 1991.