

تأثیر عملیات حرارتی بر خواص ریزساختاری و مکانیکی کامپوزیت هیبریدی درجای $Al / Al_3Zr + Al_3Ti$ 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 Al_3Zr و Al_3Ti 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 Al_3Zr و Al_3Ti 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 Al_3Zr و Al_3Ti .

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of $Al/Al_3Zr + Al_3Ti$ 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 Al_3Zr and Al_3Ti 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

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 به‌تازگی فرایند اصطکاکی اغتشاشی^۱ (FSP) به‌منظور تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی تقویت‌شده با ذرات مورد استفاده قرار می‌گیرند [۴ و ۵]. فرایند اصطکاکی اغتشاشی به‌عنوان 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 یک‌طرف قطعه وارد شده به‌گونه‌ای 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 اغتشاشی پین تمام جزء تقویت‌کننده در زمینه توزیع شده و ریزدانه‌گی 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 به‌صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین

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 آلومینیدی 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 آلومینیدی در یک مدت‌زمان 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 به‌دلیل کافی نبودن حرارت به‌صورت واکنش نداده در ریزساختار باقی می‌مانند [۹-۱۱]. انجام عملیات حرارتی آنیل روی کامپوزیت‌های تولید شده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی می‌تواند به‌عنوان 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 آلومینیدی Al_3Ni بعد از فرایند

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

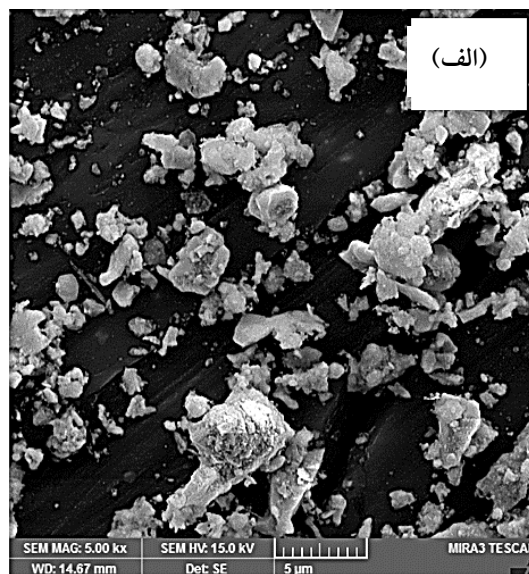
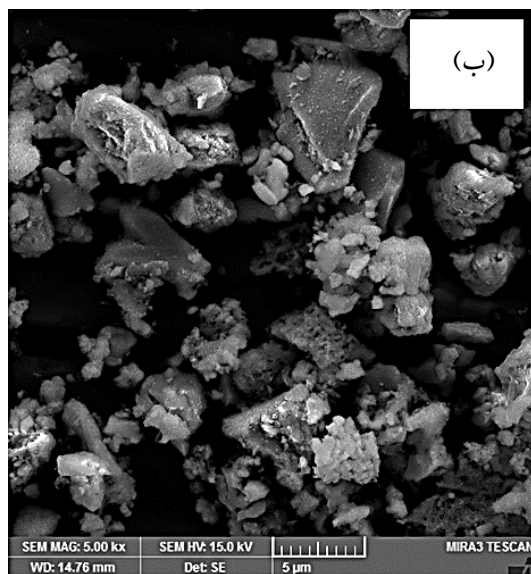
Al	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	Zn	Cr
۹۷/۹	۱/۰۹	۰/۴۸۵	۰/۱۶۴	۰/۱۵۷	۰/۰۲۱	۰/۰۱۶	۰/۰۱۱

اصطکاکي اغتشاشي با استفاده از ذرات فلزي، و عمليات حرارتي پس از آن انجام نشده است. لذا هدف پژوهش حاضر تشكيل درجاي ذرات آلومينايدي Al_3Zr و Al_3Ti براي توليد كامپوزيت هيبريدي با استفاده از ذرات زیرکونيم و تيتانيم توسط فرايند اصطکاکي اغتشاشي، و بررسي تأثير عمليات حرارتي آنيل بر تشكيل بيشتر ترکيبات آلومينايدي ذکر شده است. سپس، ريزساختار و خواص مکانيکي کامپوزيت هاي ساخته شده، قبل و بعد از عمليات حرارتي نيز بررسي و با فلز پايه مقايسه مي شوند.

۲- مواد و روش تحقيق

در اين پژوهش از ورق نورد شده آلياژ Al 3003-H14 با ضخامت نه ميلي متر و با ترکيب شيميائي ارائه شده در جدول (۱) به عنوان فلز پايه استفاده شد. نمونه هاي کوچکي با ابعاد 100×170 ميلي متر از ورق گفته شده تهيه شد و يك شيار طولي با عرض $1/4$ و عمق چهار ميلي متر در سطح ورق ماشين کاري شد. از پودر فلز خالص زیرکونيم و تيتانيم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد و اندازه ذرات کوچک تر از ۲۰ میکرون به عنوان ذرات تقويت کننده استفاده شد. مورفولوژي اين ذرات در شکل (۱) نشان داده شده است. بعد از تمیزکاري شيار با استون، ذرات تقويت کننده با نسبت حجمي مساوي به آن افزوده شده و فشرده شدند. از يك ابزار استوانه اي شکل با قطر شانه ۱۲ ميلي متر و سرعت چرخشي و پيشروي بهينه ابزار به ترتيب ۷۵۰ دور در دقيقه و ۴۰ ميلي متر بر دقيقه براي بستن سطح شيار و به منظور جلوگیری از بيرون ريختن پودرها در حين فرايند اصطکاکي اغتشاشي استفاده شد. ابزار استوانه اي شکل از جنس فولاد گرم کار H13 عمليات حرارتي شده با سختي HRC ۵۵ و با قطر شانه ۱۸ ميلي متر، قطر پين شش ميلي متر، طول پين پنج ميلي متر و زاويه سه درجه رو به جلو براي انجام فرايند اصطکاکي اغتشاشي انتخاب شد. تصوير

اصطکاکي اغتشاشي و همچنين تشكيل ترکيب جديد Al_3Ni_2 در فصل مشترک بين Al_3Ni و Ni پس از انجام عمليات حرارتي آنيل است. در پژوهش مشابه ديگري نيز خدابخشي و همکاران [۱۴] به بررسي تأثير عمليات حرارتي آنيل بر ريزساختار و خواص مکانيکي کامپوزيت درجاي $Al-TiO_2/Al_3Ti$ توليد شده توسط فرايند اصطکاکي اغتشاشي پرداختند. آنها گزارش کردند که عمليات حرارتي آنيل باعث کامل شدن واکنش حالت جامد بين نانوذرات TiO_2 با زمينه آلومينيوم شده و منجر به بهبود خواص مکانيکي کامپوزيت مي شود. گزارش شده است که ترکيب آلومينايدي Al_3Zr و Al_3Ti به دليل داشتن خواص منحصر به فردي همچون چگالي پايين، نقطه ذوب بالا، مدول الاستيک بالا و مقاومت به اکسيداسيون عالي به عنوان یک ترکيب جذاب در کامپوزيت هاي زمينه آلومينيومي شناخته مي شود [۱۶]. توليد کامپوزيت هاي درجاي زمينه آلومينيومي تقويت شده با ترکيبات Al_3Ti و Al_3Zr توسط ساير روش هاي ذوبي ساخت کامپوزيت همچون فرايند ريخته گري [۱۷ و ۱۸]، ريخته گري گريز از مرکز [۱۹] و نيز تابش پرتو هاي پر انرژي ليزر [۲۰] انجام شده است. توزيع غير يکنواخت يا به عبارتي آگلومره شدن ذرات تقويت کننده به واسطه اختلاف چگالي بين زمينه آلومينيوم مذاب و ذرات تقويت کننده و همچنين تشكيل ترکيبات ناخواسته از مهم ترين محدوديت هاي فرايندهاي ذوبي کامپوزيت سازي محسوب مي شوند [۴]. اين درحالي است که فرايندهاي حالت جامد همچون فرايند اصطکاکي اغتشاشي که دماي فرايند آنها در پايين تر از دماي ذوب زمينه آلومينيوم قرار مي گيرد به منظور غلبه بر مشکلات و محدوديت هاي فرايندهاي ذوبي توسعه يافته اند. لذا تا آنجايي که دانش نويسندگان ياري مي کند توليد کامپوزيت هيبريدي درجاي $Al/Al_3Zr + Al_3Ti$ توسط فرايند



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

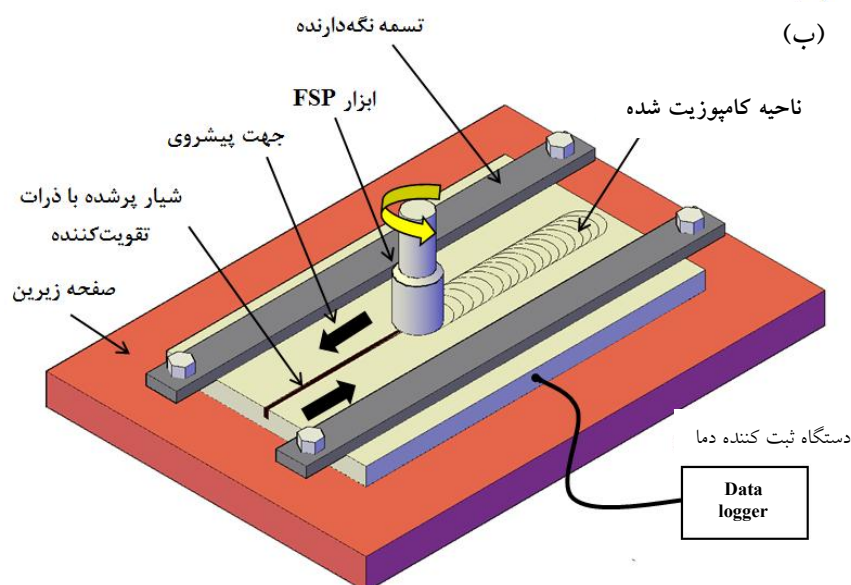
MIRA3 و همچنین به منظور شناسایی فازهای موجود در ریزساختار از آنالیز پراش پرتو ایکس^۶ (مدل Philips Xpert-MPD و تابش Cu Kα) استفاده شد. ریزسختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی سنج ویکرز (IPS مدل HVS 1000) تحت بار ۱۰۰ گرم نیرو و زمان ۱۵ ثانیه انجام شد. نمونه‌های کششی به صورت طولی شکل طبق استاندارد ASTM E8 به کمک وایرکات از مرکز ناحیه کامپوزیتی تهیه شدند و آزمون کشش توسط دستگاه ستام^۳ (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. همان‌طور که دیده می‌شود، در منطقه اغتشاش یافته (شکل ۴- الف) هیچ گونه عیوب ماکروسکوپی از جمله تونل و حفره دیده نمی‌شود

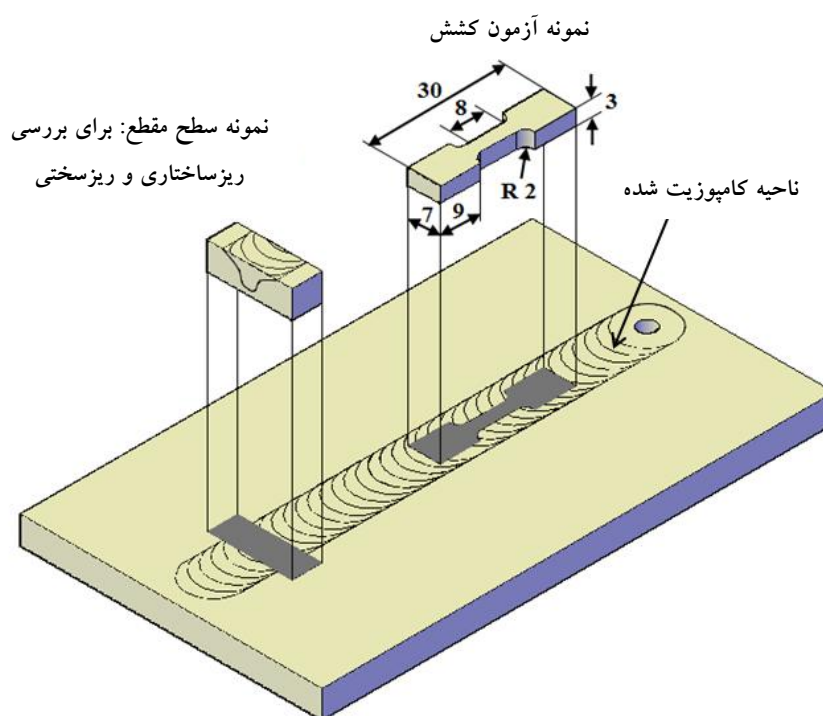
ابزارهای استفاده شده در این پژوهش در شکل (۲- الف) نشان داده شده است. برای انجام فرایند اصطکاکی اغتشاشی سرعت چرخشی و پیشروی بهینه ابزار به ترتیب ۱۰۰۰ دور در دقیقه و ۵۶ میلی‌متر بر دقیقه با استفاده از روش سعی و خطا انتخاب شد. تعداد شش پاس فرایند به گونه‌ای که جهت هر پاس برخلاف پاس قبلی باشد برای تولید 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 اصطکاکی اغتشاشی (شکل ۴-ج) منجر به ریز و هم‌محور شدن دانه‌ها با متوسط اندازه دانه ۴۸ میکرومتر می‌شود. چنین تغییرات ریزساختاری می‌تواند 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 می‌گیرد با وجود اینکه دما و تغییر شکل پلاستیکی به نسبت بالایی را همانند ناحیه اغتشاش یافته تجربه می‌کند ولی این میزان برای وقوع کامل تبلور مجدد دینامیکی

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



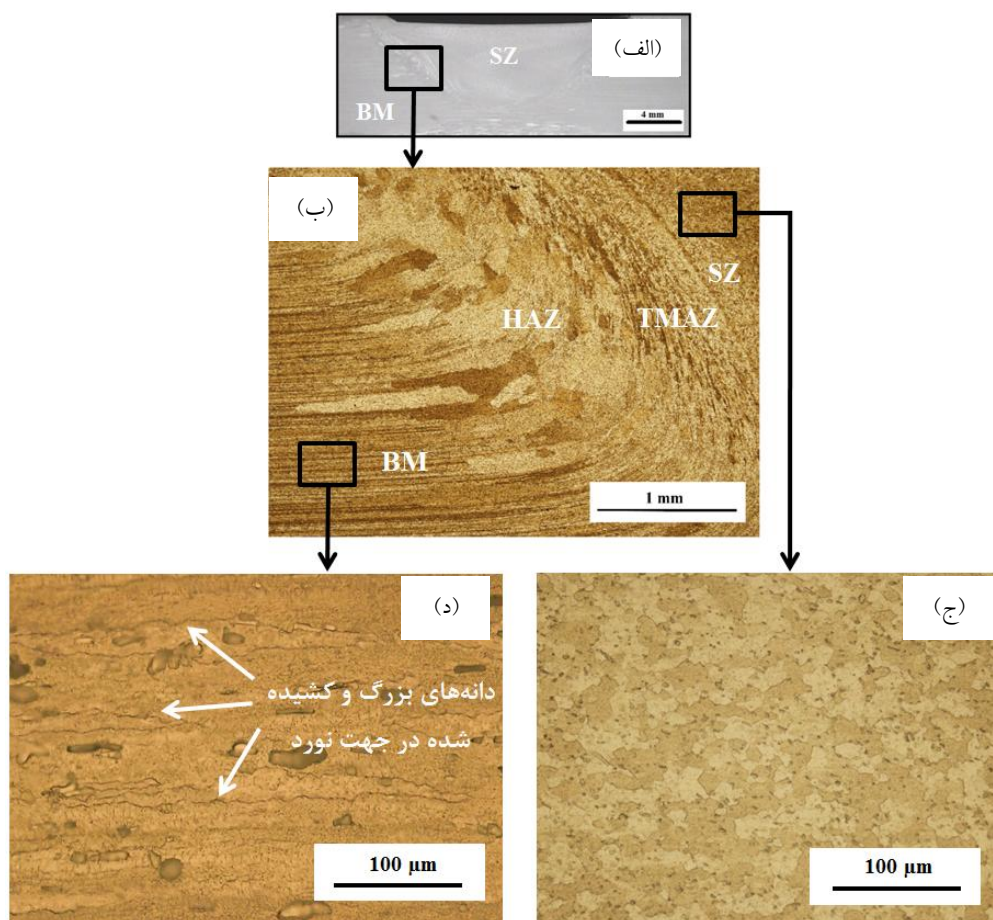
شکل ۳- نمادین کامپوزیت تولیدشده توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی و موقعیت استخراج نمونه‌های متالوگرافی- ریزسختی و تست کشش

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 درحالی که این ذرات بعد از عملیات حرارتی آنیل به ذراتی عمدتاً خاکستری رنگ تبدیل می‌شوند.

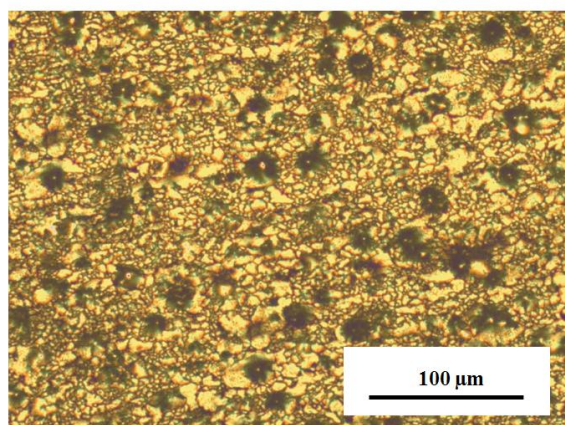
تصاویر با بزرگنمایی بالاتر از ریزساختار کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۷) آورده شده است. با توجه به تصاویر، زمینه آلومینیوم به رنگ سیاه دیده می‌شود که ذرات سفیدرنگ زیرکونیم و تیتانیم موجود در آن توسط یک نوار خاکستری رنگ احاطه شده‌اند. آنالیز عنصری طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^{۱۴} از این نواحی (نقاط

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].

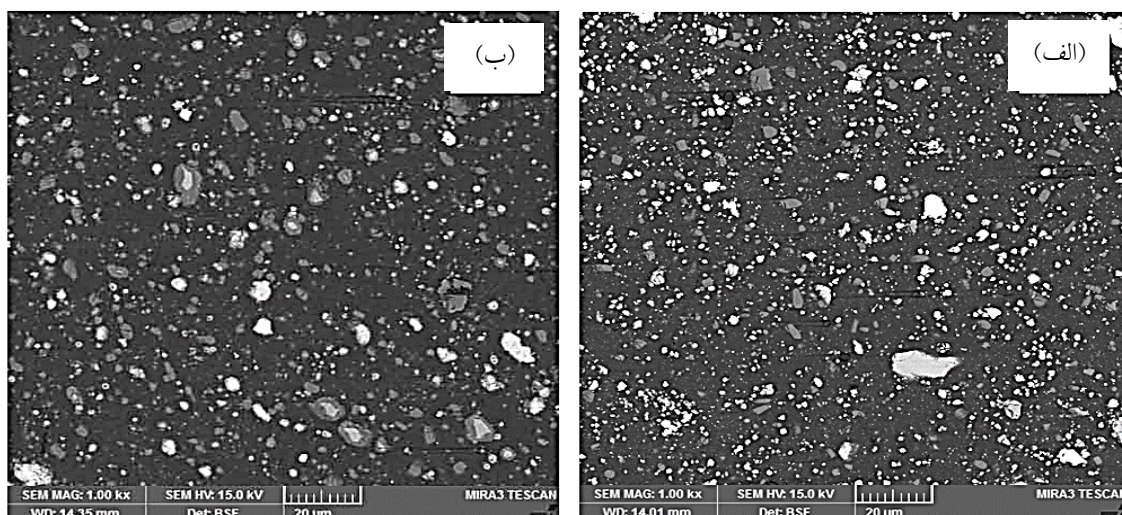
مطابق با شکل (۵) مشاهده می‌شود که شدت ریزدانگی در نمونه کامپوزیتی (حدود پنج میکرومتر) به مراتب بیشتر از فلز پایه اصطکاکی اغتشاشی شده است. دلیل چنین ریزدانگی می‌تواند به حضور ذرات تقویت‌کننده نسبت داده شود چرا که این ذرات مطابق با مکانیزم جوانه‌زنی تحریک ذره‌ای^{۱۲} (PSN) می‌توانند به عنوان محل‌هایی مناسب 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

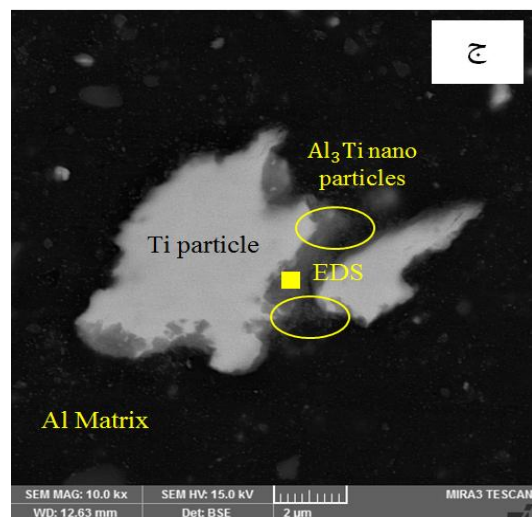
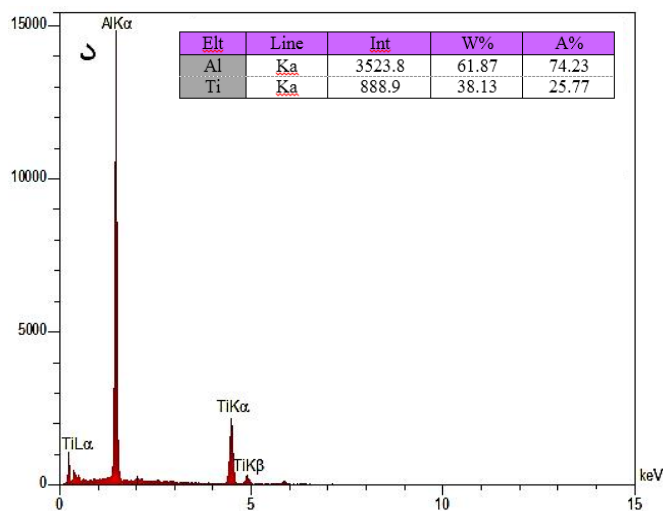
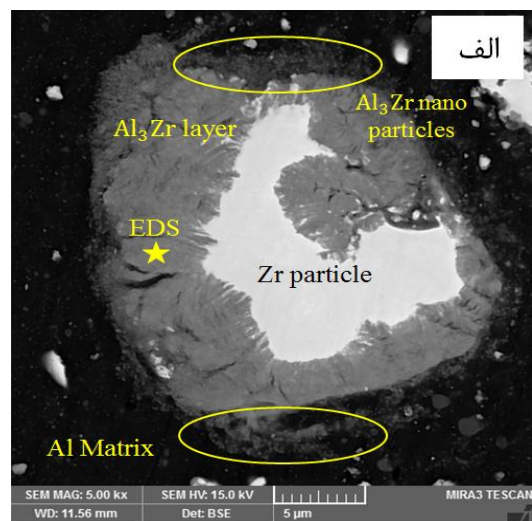
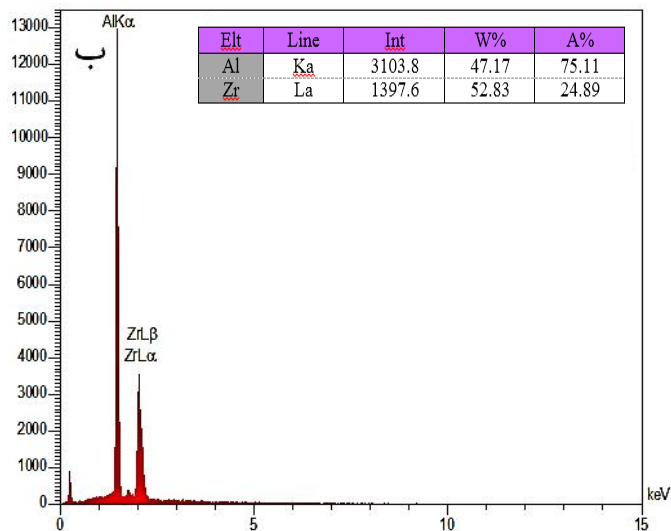
برحسب دما در زیر آورده شده است [۲۶ و ۲۷]:

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

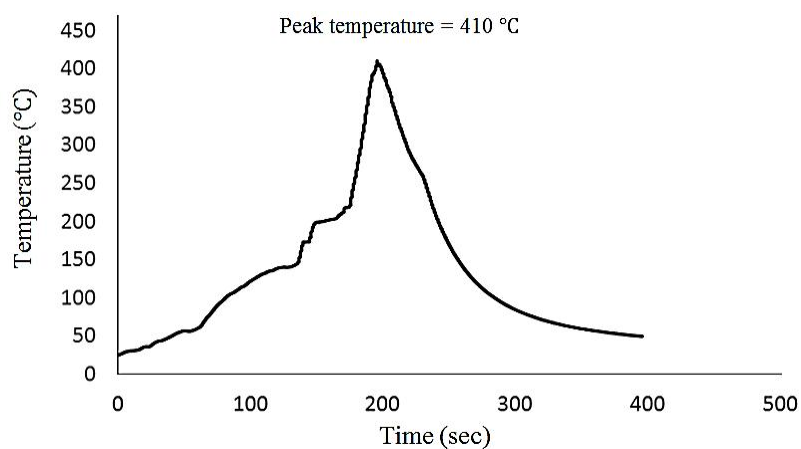
$$\Delta G_{Al_3Ti}^{\circ} = -40349.6 + 10.36525T \quad (J/mol) \quad (2)$$

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

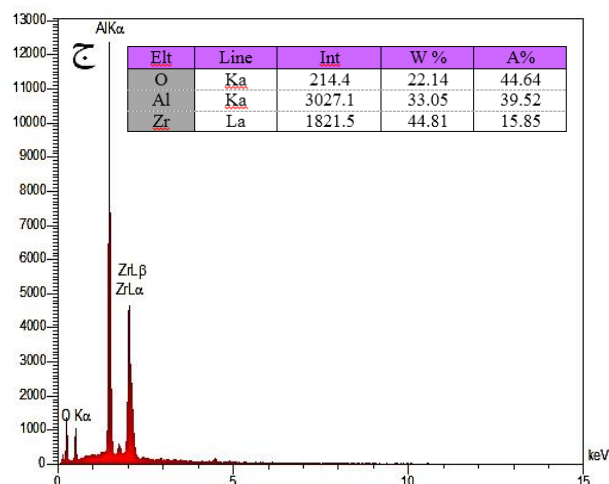
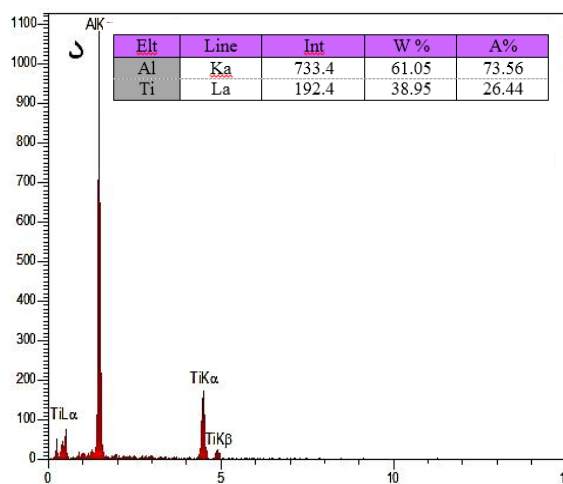
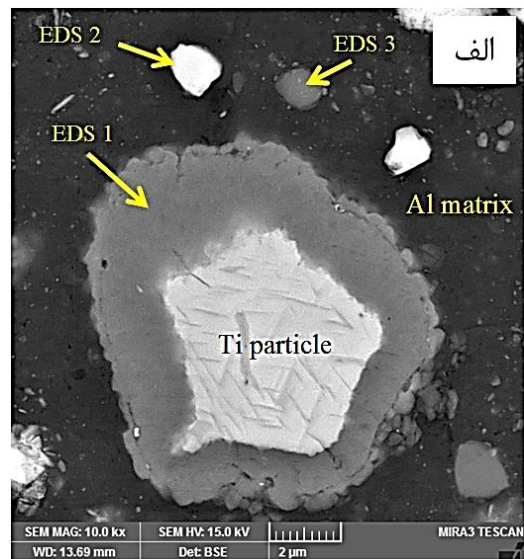
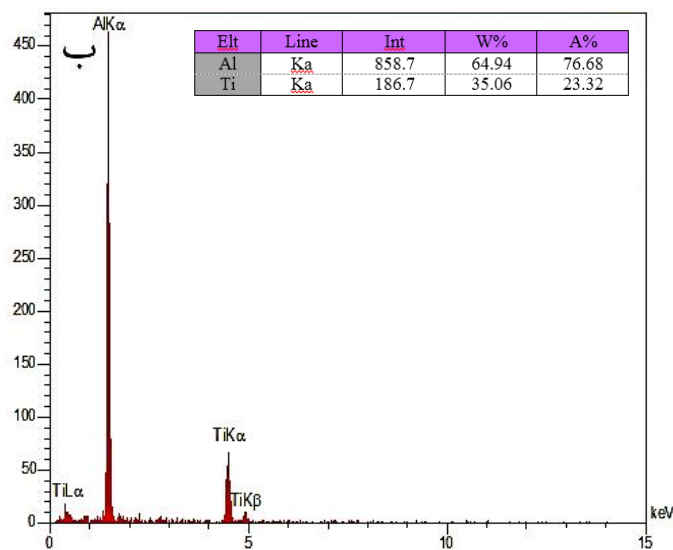
در فرایند اصطکاکی اغتشاشی مدت زمانی که ماده تحت شرایط ترمومکانیکال قرار می گیرد خیلی اندک است و معمولاً در حد چند ثانیه است. زمان فرایند وابسته به قطر پین و سرعت پیشروی ابزار است [۲۴] که با توجه به پارامترهای انتخاب شده در این پژوهش می توان زمان فرایند را حدود ۴۰ ثانیه در نظر گرفت. تشکیل ترکیبات Al_3Ti و Al_3Zr در مدت زمان کوتاه در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی به شرایط ترمومکانیکال فعال کننده یعنی بالارفتن دما به خاطر گرمای اصطکاکی، تغییر شکل پلاستیکی شدید، ریزدانه‌گی و افزایش سطوح مرز دانه‌ها، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها و نیز گرمای آزاد شده حاصل از واکنش گرمای زیرکونیم و تیتانیم با آلومینیوم که شرایط را برای نفوذ آلومینیوم به داخل ذرات زیرکونیم و تیتانیم تسهیل می کند می توان نسبت داد. با متمرکز شدن روی ذرات سفیدرنگ و نواحی اطراف آنها (شکل ۷) مشاهده می شود که واکنش شیمیایی حالت جامد در ابتدا در فصل مشترک بین ذرات زیرکونیم/تیتانیم با زمینه آلومینیوم اتفاق افتاده و سپس به طرف مراکز داخلی ذرات پیشرفت کرده است. با این وجود هنوز هم بخش‌هایی از ذرات به صورت واکنش داده نشده در ریزساختار دیده می شود که می تواند 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 می دهد که فرایند آنیل به واسطه 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 می دهد که این ذرات به طور عمده ترکیبات آلومینایدی Al_3Zr هستند که به واسطه انجام فرایند آنیل مقدار زیادی از اتم‌های اکسیژن به درون 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 توجه چنین رفتاری در نظر گرفته شود.

۳-۲- شناسایی فازها با الگوی پراش پرتو ایکس

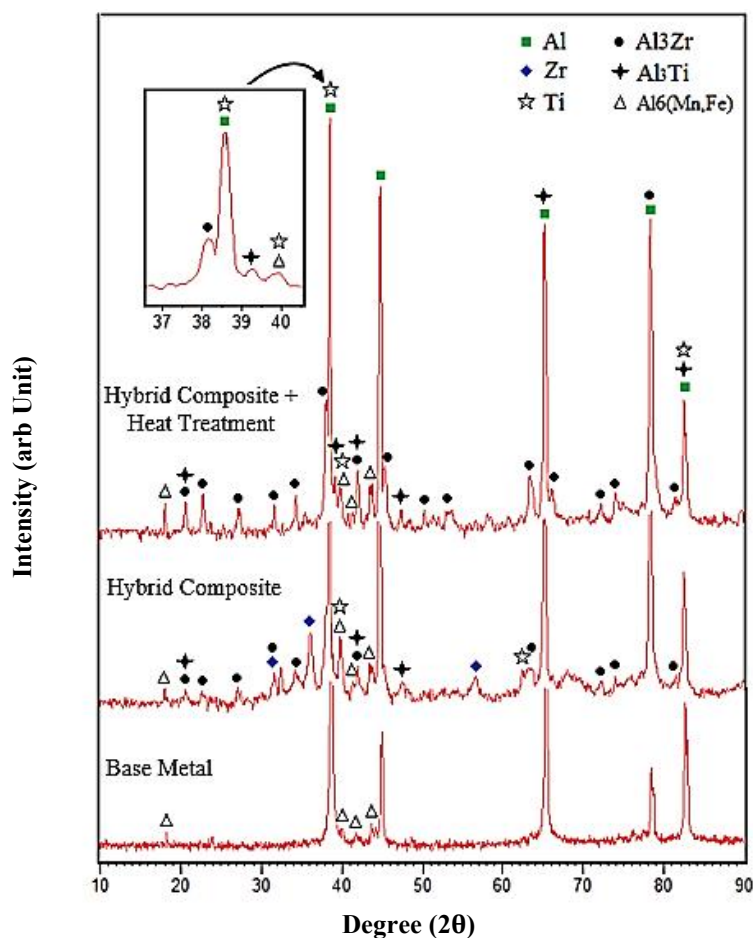
الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) از ریزساختار فلز پایه و کامپوزیت‌های هیبریدی در شکل (۱۰) آورده شده است. همان گونه که از الگوی فلز پایه دیده می شود در ریزساختار فلز پایه ترکیبات ایترومتالیکی از نوع $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ حضور داشته که به دلیل دمای انحلال به نسبت بالای آنها (حدود ۶۳۵ درجه سانتی گراد) حتی بعد از فرایند اصطکاکی/اغتشاشی نیز در زمینه حل نشده و در ریزساختار باقی می ماند. مطابق با الگوی کامپوزیت هیبریدی پیک‌های پراش متعدد مربوط به ترکیب Al_3Ti و Al_3Zr در الگو می تواند 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 می شود 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 می تواند به خاطر حضور ذرات زیرکونیم و تیتانیم موجود در ریزساختار نسبت داده شوند که در حین فرایند اصطکاکی اغتشاشی موفق به واکنش با آلومینیوم نشده و به صورت ذرات واکنش داده نشده در ریزساختار باقی می ماند. 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 $37-40^\circ$ 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



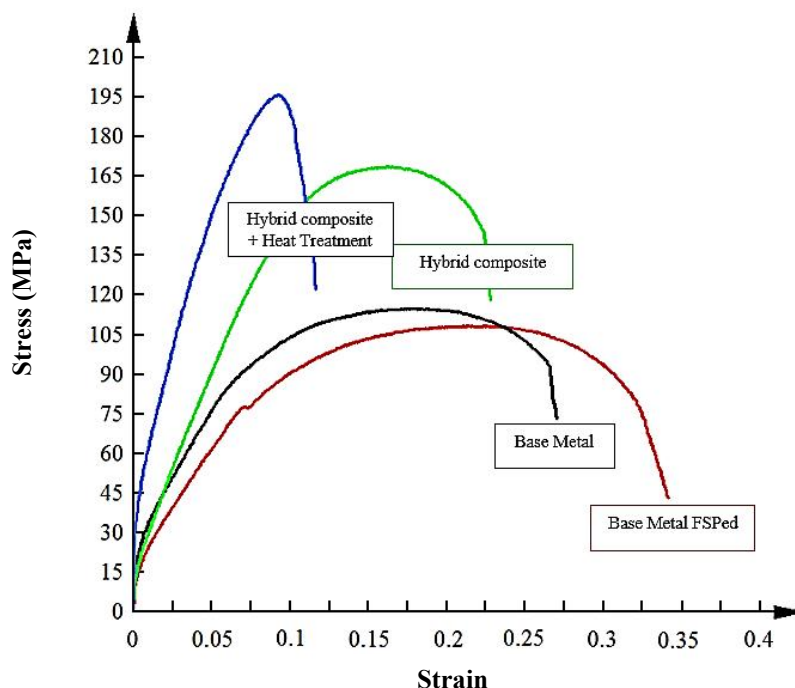
شکل ۱۰- الگوهای پراش پرتو ایکس تهیه شده از ریزساختار فلز پایه، کامپوزیت هیبریدی و کامپوزیت هیبریدی عملیات حرارتی آنیل شده

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 نابه‌جایی‌های 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 به‌مراتب 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

پیک تیتانیم به‌طور قابل ملاحظه‌ای کاهش یافته و پیک 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 $\text{Al}/\text{Al}_3\text{Ni}$ 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

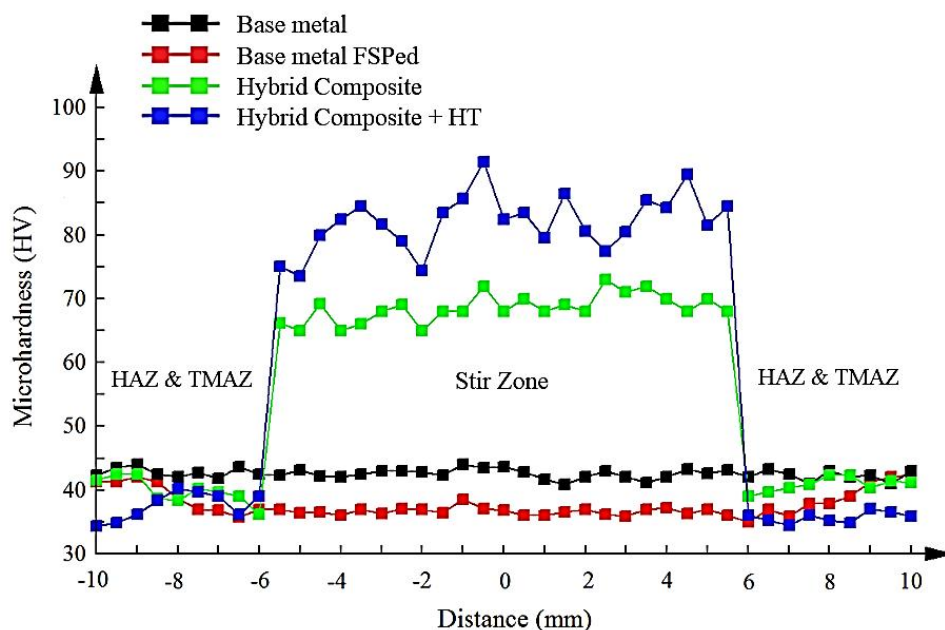


شکل ۱۱- نمودارهای تنش - کرنش مهندسی نمونه‌ها

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 به عنوان 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 به خاطر 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 به علت 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 به خاطر آنیل شدن ریزساختار در ناحیه اغتشاشی باشد.



شکل ۱۲- پروفیل ریزسختی نمونه‌ها

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

۲- واکنش‌های 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 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 به گونه‌ای که تقریباً تمامی ذرات زیرکونیم و بخش عمده‌ای از ذرات تیتانیم واکنش نداده موجود در ریزساختار به ترتیب با ترکیبات آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti جایگزین شدند. در نتیجه استحکام کششی و ریزسختی نسبت به فلز پایه بهبود قابل توجهی پیدا می‌کند.

ریزساختار می‌شوند به عنوان مهم‌ترین مکانیزم‌های استحکام‌دهی در نظر گرفته می‌شوند [۳۰]. در این پژوهش با توجه به بررسی‌های ریزساختاری مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان به علت حضور ذرات بسیار ریز آلومیناییدی Al_3Zr و Al_3Ti تشکیل شده به صورت درجای در زمینه (شکل ۷) و ریزدانه‌گی ریزساختار (شکل ۵) به عنوان 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 به دنبال آن عملیات حرارتی آنیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان چهار ساعت روی کامپوزیت انجام شد. نتایج به دست آمده به صورت 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 Dehmolaie, 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., Dehmolaie, 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 Al_3Ti 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/ Al_3Ti and Al/ Al_3Zr 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 Al_3Ti 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- Al_3Ti 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 Al_3Ti 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.