

## تولید کامپوزیت در جای $Al\ 3003/Al_3Ti$ با استفاده از ذرات عنصری تیتانیوم توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

مجتبی زادعلی محمدکوتیانی<sup>۱</sup>، خلیل رنجبر<sup>۲\*</sup>

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۰۴/۲۴، ش.ص ۵۷-۷۰، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۸/۰۸)

### چکیده

در این پژوهش، کامپوزیت درجای زمینه آلومینیومی تقویت شده با نانوذرات آلومینایدی  $Al_3Ti$  با استفاده از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) تولید شد. برای این منظور از آلیاژ کار شده  $Al\ 3003-H14$  به عنوان فلز پایه و پودر تیتانیوم با اندازه‌ی ذرات کوچک‌تر از ۴۵ میکرومتر به عنوان تقویت کننده استفاده گردید. استحکام کششی و سختی نمونه‌ی فلز پایه، فلز پایه FSP شده و کامپوزیت تولید شده تحت ۶ پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی اندازه‌گیری شد و ریزساختار توسط روش میکروسکوپی نوری و الکترونی و هم‌چنین آنالیز XRD بررسی و مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی‌های ریزساختاری نشان داد که اعمال فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به تغییر ریزساختار فلز پایه از دانه‌های بزرگ و کشیده به دانه‌های ریز و هم‌محور در نمونه‌ی کامپوزیتی می‌شود. هم‌چنین مشاهده شد که وقوع واکنش شیمیایی در فصل مشترک بین ذرات تیتانیوم افزوده شده و زمینه آلومینیوم باعث تشکیل ترکیبات آلومینایدی  $Al_3Ti$  به صورت یک لایه‌ی پوسته کروی می‌شود که در ادامه فرآیند این لایه شکسته شده و در سرتاسر زمینه به طور یکنواختی توزیع می‌شود. نتایج هم‌چنین نشان داد که استحکام کششی و سختی کامپوزیت نسبت به فلز پایه حدود ۳۰٪ افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی: فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، آلیاژ  $Al\ 3003-H14$ ، کامپوزیت درجا، آلومیناید  $Al_3Ti$ .

<sup>۱</sup> - کارشناس ارشد جوشکاری، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

<sup>۲</sup> - استاد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

\* - نویسنده مسئول مقاله: k\_ranjbar@scu.ac.ir

## بیشگفتار

آلومینیم و آلیاژهای آن به دلیل دارا بودن خواص منحصر به فردی هم چون نسبت استحکام به وزن بالا، دانسیته پایین و مقاومت به خوردگی بالا به طور گسترده در صنایع هوافضا و خودرو مورد استفاده قرار می گیرند. امروزه تکنولوژی کامپوزیت سازی توسط افزودن ذرات تقویت کننده سرامیکی سخت به زمینه به عنوان روشی مناسب جهت بهبود خواص مکانیکی آلیاژهای آلومینیم شناخته شده است. کامپوزیت های زمینه آلومینیمی در مقایسه با زمینه تقویت نشده دارای مدول الاستیک و استحکام کششی به مراتب بالاتری می باشند و به همین دلیل در چند دهه ی اخیر توجهات زیادی را به سمت خود جذب کرده اند [۱،۲]. فرآیند اصطکاکی اغتشاشی ( $FSP^1$ ) به عنوان یک تکنیک حالت جامد جدید و برگرفته از فرآیند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی اخیراً جهت تولید کامپوزیت های زمینه آلومینیمی مورد استفاده قرار می گیرد [۳]. در این فرآیند، ابزار در حال چرخش به یک طرف قطعه وارد شده و اصطکاک حاصل از چرخش پین و شانه با قطعه باعث گرم شدن و نرم شدگی موضعی زمینه می شود. سپس با حرکت ابزار در جهت مشخص و به واسطه عمل اغتشاشی پین تمام ذرات تقویت کننده در زمینه توزیع می شوند و به خاطر وقوع پدیده تبلور مجدد دینامیکی یک ساختار دانه ای بسیار ریز و هم محور ایجاد می گردد [۴،۵]. به طور کلی کامپوزیت های تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی براساس روش تولید به دو دسته کامپوزیت های درجای و غیر درجای دسته بندی می شوند. در کامپوزیت های غیر درجای، ذرات تقویت کننده از بیرون به فلز پایه اضافه می شوند در حالی که در کامپوزیت های درجای، ذرات تقویت کننده در حین فرآیند و به واسطه واکنش های شیمیایی یا واکنش های گرمای حالت جامد بین ذرات افزوده شده با زمینه به وجود می آیند. از جمله مزایای تولید کامپوزیت های درجای نسبت به غیر درجای می توان به پیوند قوی تر بین ذرات تقویت کننده و زمینه، پایداری ترمودینامیکی بیش تر ذرات تقویت کننده، توزیع یکنواخت تر ذرات در زمینه و خواص مکانیکی ویژه را نام

برد [۶،۷]. پژوهش های متعددی به منظور تولید کامپوزیت های درجای تقویت شده با ذرات آلومینیدی هم چون  $Al_3Ti$  [۸،۹]،  $Al_2Cu$  [۱۰]، و  $Al_3Ni$  [۱۱] توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی انجام شده است. در میان تمامی ترکیبات آلومینیدی، ترکیب  $Al_3Ti$  دارای خواص ویژه ای هم چون مدول الاستیک بالا (۲۱۶ Gpa)، دانسیته پایین ( $3/4 \text{ gr/cm}^3$ ) و نقطه ذوب بالا ( $1350^\circ C$ ) می باشد. لذا به همین دلیل این ترکیب آلومینیدی به عنوان یک تقویت کننده جذاب در زمینه آلومینیم شناخته می شود [۹]. هسو و همکاران [۸] موفق شدند، کامپوزیت درجای تقویت شده با نانوذرات آلومینیدی  $Al_3Ti$  را با استفاده از ترکیب دو فرآیند متالورژی پودر و فرآیند اصطکاکی اغتشاشی تولید کنند. آن ها در ابتدا مخلوط پودر  $Al$  و  $Ti$  را پرس کرده و در دمای  $550^\circ C$  به مدت ۲۰ دقیقه زینتر کردند و سپس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی را بر روی نمونه به دست آمده اعمال کردند. آن ها گزارش کردند که تغییر شکل پلاستیک شدید در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به شتابدهی سرعت تشکیل ترکیبات آلومینیدی، شکسته شدن و توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده در سرتاسر زمینه می شود. در شیوه متداول دیگر، کامپوزیت درجای توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و با اضافه کردن پودر تقویت کننده به شیار از قبل ایجاد شده در سطح فلز پایه کمک گرفته می شود که این کار، باعث حذف مرحله اضافی متالورژی پودر و در نتیجه صرفه جویی در مصرف انرژی و کاهش زمان تولید کامپوزیت می گردد [۱۲]. برای مثال، خدابخشی و همکاران [۹] کامپوزیت درجای  $Al/Al_3Ti$  را با استفاده از قراردادن ذرات  $Ti$  در شیار ایجاد شده در سطح ورق آلیاژ  $Al 5052$  تولید کردند. بررسی های ریزساختاری و خواص مکانیکی آن ها نشان داد که تشکیل نانوذرات درجای  $Al_3Ti$  با اندازه ی  $100 \text{ nm}$  ~ منجر به ریزدانگی قابل ملاحظه و افزایش در استحکام نسبت به فلز پایه تقویت نشده می شود. با این وجود تاکنون کامپوزیت تقویت شده با ذرات  $Al_3Ti$  بر روی ورق آلیاژ  $Al 3003$  توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی تولید نشده است. لذا هدف پژوهش حاضر، بررسی تأثیر حضور نانوذرات آلومینیدی  $Al_3Ti$  به عنوان محصول واکنش درجای بین ذرات تیتانیوم با زمینه آلومینیم بر خواص

<sup>1</sup> - Friction stir processing

ورق‌های مستطیل شکل کوچکی با ابعاد  $170 \times 100 \text{ mm}^2$  بریده شد و در مرکز سطوح آن‌ها یک شیار طولی با عرض  $1/4$  و عمق  $4 \text{ mm}$  ماشین‌کاری شد و بعد از زدودن آلودگی‌ها و تمیزکاری با استون داخل آن‌ها از پودر تیتانیم پر شد.

کسر حجمی ذرات تیتانیم در نمونه کامپوزیتی حدود  $10\%$  حجمی اندازه‌گیری شد. برای این منظور از رابطه (۱) که توسط تانگراسو و همکاران [۱۳] ارائه شده است استفاده شد.

$$(1) \quad 100 \times \frac{\text{مساحت شیار}}{\text{سطح مقطع کامپوزیت}} = \text{کسر حجمی}$$

$$\text{عمق شیار} \times \text{عرض شیار} = \text{مساحت شیار}$$

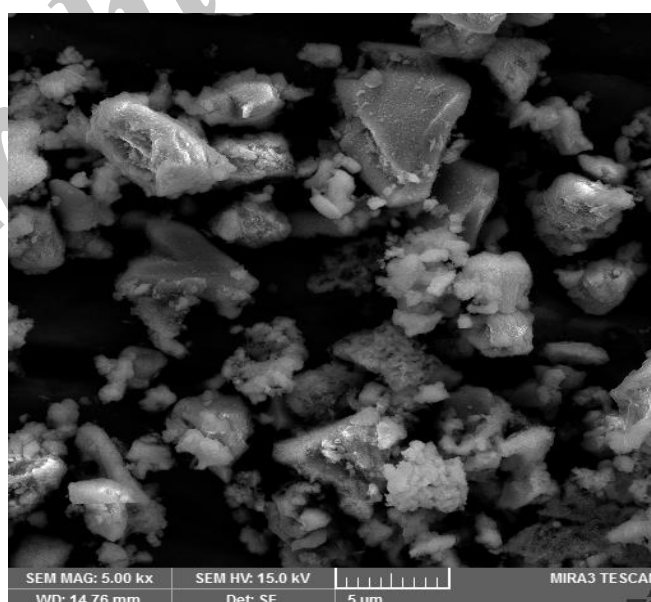
ریزساختاری و مکانیکی آلیاژ کار شده Al 3003-H14 می‌باشد. با توجه به مصارف و کاربردهای عمومی این آلیاژ پایه از جمله ورق‌های شیروانی، بدنه مخازن حمل و ذخیره مواد سوختی و روغنی، کاربردهای دریایی و با توجه به تجاری‌سازی فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، کامپوزیت کردن این آلیاژ می‌تواند اهمیت صنعتی زیادی داشته باشد.

## مواد و روش‌ها

در پژوهش حاضر، از ورق کار شده آلیاژ آلومینیم- منگنز Al 3003-H14 با ضخامت  $9 \text{ mm}$  و با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول ۱ به‌عنوان فلز پایه و همچنین از پودر تیتانیم با خلوص  $99/9\%$  و با اندازه ذرات کوچک‌تر از  $45$  میکرومتر مطابق با شکل ۱ به‌عنوان ذرات تقویت‌کننده استفاده شد.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی ورق آلیاژ آلومینیم - منگنز Al 3003-H14 (بر حسب 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



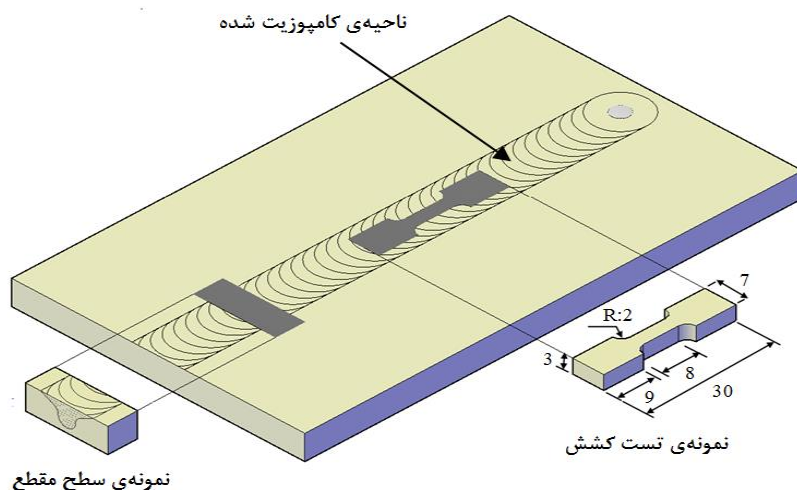
شکل ۱- تصویر SEM از مورفولوژی ذرات تیتانیم

و  $CrO_3$  گرم ۱۲ و به روش غوطه‌وری استفاده شد. به‌منظور بررسی ریزساختاری از میکروسکوپ نوری (OM) (Meiji Techno مدل IM 7200) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) (TE-SCAN) مدل MIRA3 بهره گرفته شد. هم‌چنین از آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) (مدل Philips Xpert-MPD) و تابش  $Cu\ K\alpha$  و آنالیز عنصری طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) جهت بررسی فازهای موجود در ریزساختار استفاده شد. سختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی سنج ویکرز (IPS مدل HVS 1000) تحت بار  $100\ gf$  و زمان ۱۵ ثانیه انجام شد. نمونه‌های کشش به‌صورت طولی شکل از مرکز ناحیه کامپوزیتی تهیه شدند و آزمون کشش توسط دستگاه سنتام (SANTAM-STM-50KN) در دمای محیط با نرخ کرنش اولیه  $30 \times 10^{-3}\ S^{-1}$  انجام شد و نتایج به‌صورت میانگینی از ۳ نمونه کششی ارائه شد. شمتایک چگونگی استخراج نمونه‌های متالوگرافی-ریزسختی و نیز تست کشش در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌گونه که در شکل نشان داده شده است، تمامی نواحی نمونه کشش تحت فرآیند بوده است.

به‌منظور جلوگیری از بیرون ریختن پودرها از داخل شیار در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی سطح شیار توسط یک ابزار بدون پین با قطر شولدر  $12\ mm$  پوشانیده شد. در این مرحله جهت دستیابی به حداقل لرزش میز دستگاه سرعت چرخشی و پیشروی بهینه شده به ترتیب  $1000\ rpm$  و  $40\ mm/min$  انتخاب شد. ابزار استوانه‌ای شکل جهت انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی از جنس فولاد گرم کار (H 13) با قطر شانه  $18\ mm$ ، قطر پین  $6\ mm$ ، طول پین  $5\ mm$  و زاویه  $3^\circ$  درجه روبه‌جلو انتخاب شد. شمتایک ابزارهای استفاده شده در این پژوهش در شکل ۲ نشان داده شده است. ۶ پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی جهت تولید کامپوزیت با یک سرعت چرخشی و پیشروی بهینه شده به ترتیب  $1000\ rpm$  و  $56\ mm/min$  انجام شد. هم‌چنین جهت مقایسه، فرآیند FSP تحت ۶ پاس با همان پارامترهای ذکر شده بدون حضور ذرات تقویت‌کننده روی فلز پایه نیز انجام شد. جهت بررسی ریزساختاری، نمونه‌هایی با سطح مقطع عمود بر جهت فرآیند تهیه شد. برای مشاهده دانه‌بندی نمونه‌های متالوگرافی از محلول اچ پولتون اصلاح‌شده ( $2/5$  میلی‌لیتر HF،  $30$  میلی‌لیتر HCL،  $40$  میلی‌لیتر  $HNO_3$ ،  $42/5$  میلی‌لیتر آب مقطر



شکل ۲- ابزارهای فرآیند اصطکاکی اغتشاشی استفاده شده در این پژوهش



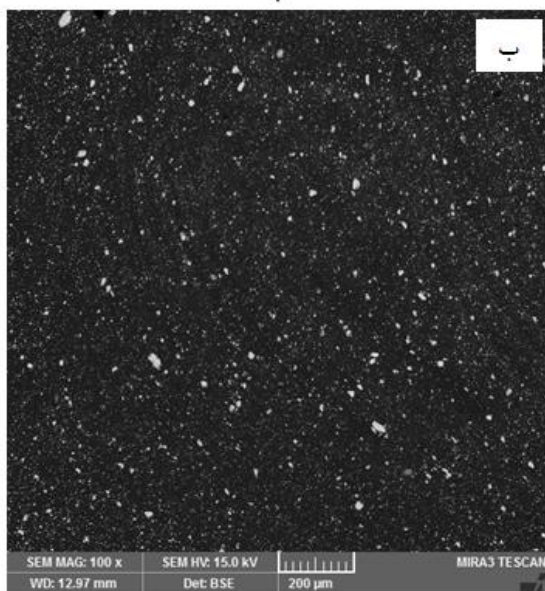
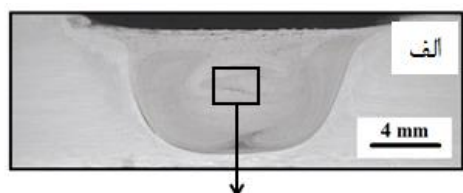
شکل ۳- شمانیک کامپوزیت تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و چگونگی استخراج نمونه‌های متالوگرافی- ریزسختی و تست کشش

## نتایج و بحث

### بررسی ریزساختار

تصویر ماکروسکوپی نوری از سطح مقطع کامپوزیت تولید شده و نیز تصویر SEM از نحوه‌ی توزیع ذرات تقویت‌کننده در ناحیه کامپوزیتی در شکل ۴ آورده شده است.

همان‌گونه که دیده می‌شود، در منطقه کامپوزیت شده (ناحیه تیره رنگ در شکل ۴ الف) هیچ‌گونه عیوب ماکروسکوپی از جمله تونل و حفره دیده نمی‌شود. چنین رفتاری می‌تواند به بهینه بودن پارامترهای فرآیند و در نتیجه اغتشاش و سیلان کافی ماده در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود. گزارش شده است که عدم انتخاب بهینه پارامترهای فرآیند می‌تواند عیوب مختلفی را در ناحیه تحت اغتشاش ایجاد کند [۱۴]. علاوه بر این مشاهده می‌شود که اثری از کلوخه شدن و تجمع ذرات تقویت‌کننده در ناحیه کامپوزیتی نیست (شکل ۴ ب) و به‌نظر می‌رسد که تعداد ۶ پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی می‌تواند توزیع بسیار مناسب ذرات تقویت‌کننده در سرتاسر ناحیه کامپوزیتی را به‌همراه داشته باشد. مطالعات پیشین هم نشان می‌دهد که افزایش تعداد پاس در این فرآیند به توزیع بهتر ذرات تقویت‌کننده کمک زیادی می‌کند [۱۷-۱۵].

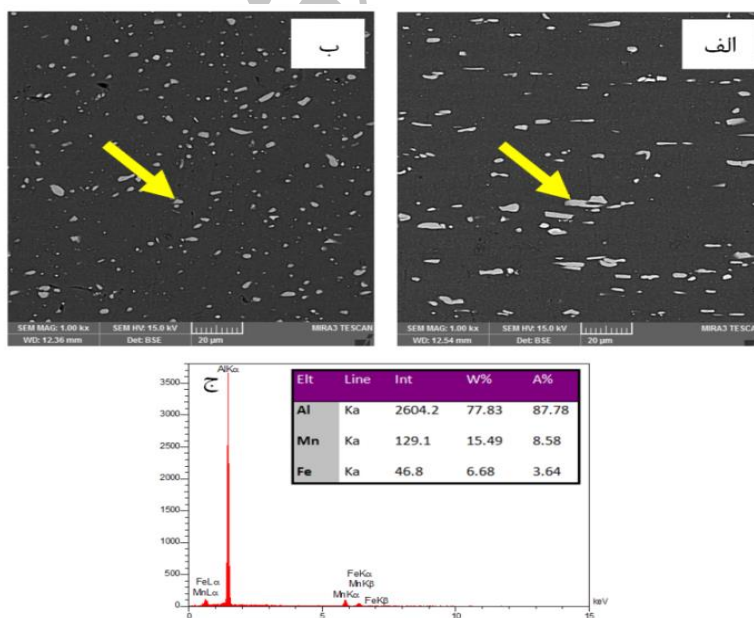


شکل ۴- الف) تصویر ماکروسکوپی نوری از سطح مقطع کامپوزیت تولید شده و ب) تصویر SEM از نحوه‌ی توزیع ذرات تقویت‌کننده در ریزساختار کامپوزیت

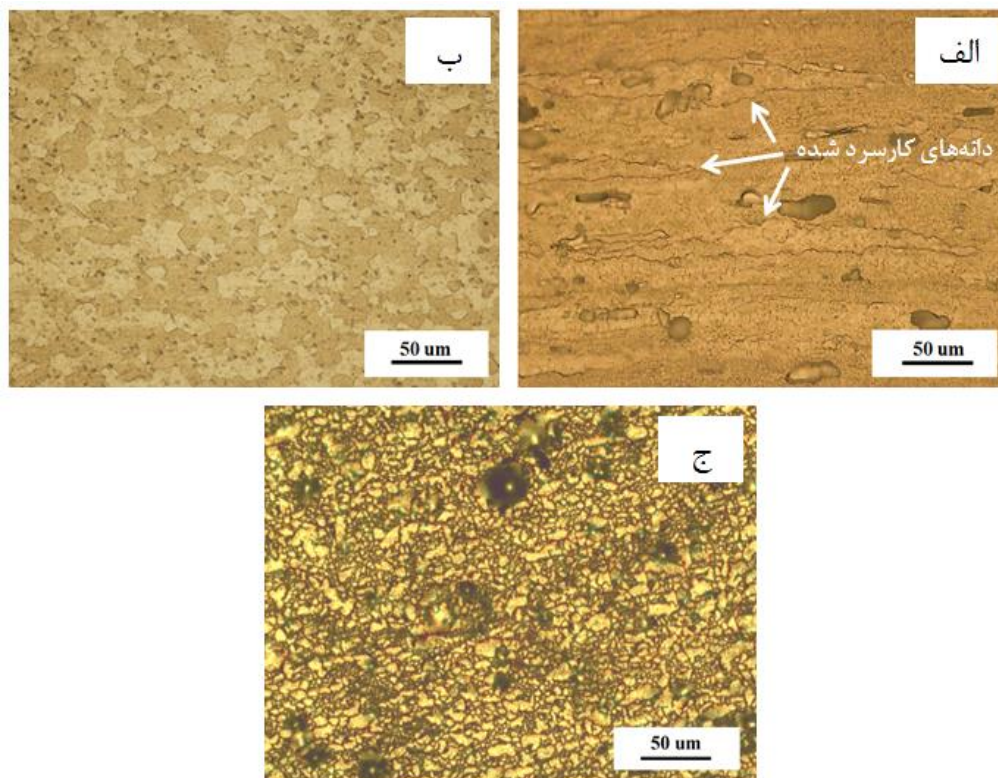
کامپوزیت تولید شده در شکل ۶ نشان داده شده است. همان‌طور که از شکل ۶ الف دیده می‌شود فلز پایه دارای ریزساختاری حاوی دانه‌های بزرگ و کشیده شده در جهت نورد با اندازه طول متوسط ۱۵۰ میکرومتر و نسبت طول به عرض حدود ۱۲ می‌باشد. مطابق با شکل ۶ ب ملاحظه می‌شود که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث تغییر ریزساختار به دانه‌های ریز و هم‌محور با متوسط اندازه دانه  $\sim 48$  میکرون می‌شود. این در حالی است که متوسط اندازه‌ی دانه برای نمونه‌ی کامپوزیتی حدود  $7 \sim$  میکرون اندازه‌گیری شد (شکل ۶ ج) که بیان‌گر افزایش شدت ریزدانگی در حضور ذرات تقویت‌کننده می‌باشد. وقوع تبلور مجدد دینامیکی به دلیل تغییر شکل پلاستیک شدید و افزایش دما در ناحیه‌ی اغتشاشی عامل تغییر ریزساختار فلز پایه به ساختاری ریزدانه در نظر گرفته می‌شود [۴].

توزیع ذرات اینترمتالیک موجود در نمونه فلز پایه و فلز پایه FSP شده به ترتیب در شرایط قبل و بعد از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در شکل ۵ آورده شده است. همان‌طور که از تصویر شکل ۵ الف مشاهده می‌شود ریزساختار فلز پایه آلیاژ Al 3003-H14 دارای مقادیر زیادی از ذرات اینترمتالیکی کشیده شده در جهت نورد می‌باشد. آنالیز EDS (شکل ۵ ج) نشان می‌دهد که این ذرات اینترمتالیک از نوع ترکیبات غنی از منگنز و آهن  $Al_6(Mn,Fe)$  می‌باشند که به صورت غیریکنواخت در زمینه توزیع شده‌اند. این در حالی است که شکل ۵ ب نشان می‌دهد فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر شکل، اندازه و توزیع این ترکیبات اثرگذار بوده است به گونه‌ای که چرخش و اغتشاش شدید ابزار در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به شکسته شدن این ترکیبات به ذرات کوچک‌تر و هم‌محور و نیز توزیع بهتر آن‌ها در زمینه می‌شود. از آنجایی که دمای انحلال این رسوبات  $635^\circ C$  است [۱۸] و بیش‌ترین دمای ثبت شده در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی حدود  $400^\circ C$  - $500^\circ C$  می‌باشد لذا این رسوبات در حین فرآیند حل نخواهند شد و در ریزساختار باقی می‌مانند.

تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار فلز پایه، فلز پایه FSP شده و



شکل ۵- تصاویر SEM از نحوه‌ی توزیع ترکیبات اینترمتالیک موجود در ریزساختار: الف) فلز پایه، ب) فلز پایه FSP شده و ج) آنالیز EDS از این ذرات که با پیکان در تصویر مشخص شده است



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار: الف) فلز پایه، ب) فلز پایه FSP شده و ج) نمونه‌ی کامپوزیتی

عمل کرده و همچنین به‌عنوان موانعی در برابر رشد دانه‌های تازه تشکیل شده عمل می‌نمایند که منجر به ریزدانه‌گی قابل ملاحظه‌ای در این نمونه می‌شود [۲۰،۲۱]. تصاویر SEM از ریزساختار کامپوزیت تولیدشده در شکل ۷ آورده شده است. همان‌گونه که از شکل ۷ (الف) ملاحظه می‌شود، ذرات تیتانیوم به رنگ سفید و زمینه آلومینیم به رنگ سیاه دیده می‌شوند. علاوه بر این نیز یک لایه خاکستری رنگ در اطراف ذرات تیتانیوم مشاهده می‌شود که به‌صورت پوسته کروی در سرتاسر فصل مشترک تشکیل شده است (شکل ۷ ب). آنالیز EDS از این لایه (مشخص شده با پیکان در تصویر ب) نشان می‌دهد که این نواحی ترکیب آلومینایدی  $Al_3Ti$  می‌باشد که به‌صورت درجای و به‌واسطه نفوذ اتم‌های آلومینیم به درون ذرات تیتانیوم یا به عبارتی واکنش نفوذی این دو جزء تشکیل شده است. به‌منظور بررسی جزئیات این لایه واکنشی تصویر با بزرگنمایی بالاتر تهیه شده و در شکل ۷ (ج) آورده شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود این نواحی خاکستری رنگ از تجمع

به‌طور کلی عامل ریزدانه شدن ریزساختار آلومینیم و آلیاژهای آن در هنگام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی توسط مکانیزم‌های مختلفی هم‌چون بازیابی دینامیکی ( $DRV^1$ )، تبلور مجدد دینامیکی ناپیوسته ( $DDR^2$ ) و تبلور مجدد دینامیکی هندسی ( $GDR^3$ ) انجام می‌شود؛ اما از آن‌جایی که آلیاژهای آلومینیم دارای انرژی نقص در چیده شدن بالایی می‌باشند، به‌نظر می‌رسد که بازیابی دینامیکی و تبلور مجدد دینامیکی هندسی احتمال وقوع بیشتری داشته باشند [۱۹]. علاوه بر تاثیر وقوع تبلور مجدد دینامیکی بر ریزشدن دانه‌ها نیز حضور ذرات تقویت‌کننده می‌تواند عامل موثر دیگری بر ریزدانه‌گی ریزساختار در نظر گرفته شود. به‌عبارتی دیگر، ذرات تقویت‌کننده به‌عنوان محل‌هایی مناسب جهت جوانه‌زنی دانه‌های جدید در حین تبلور مجدد دینامیکی

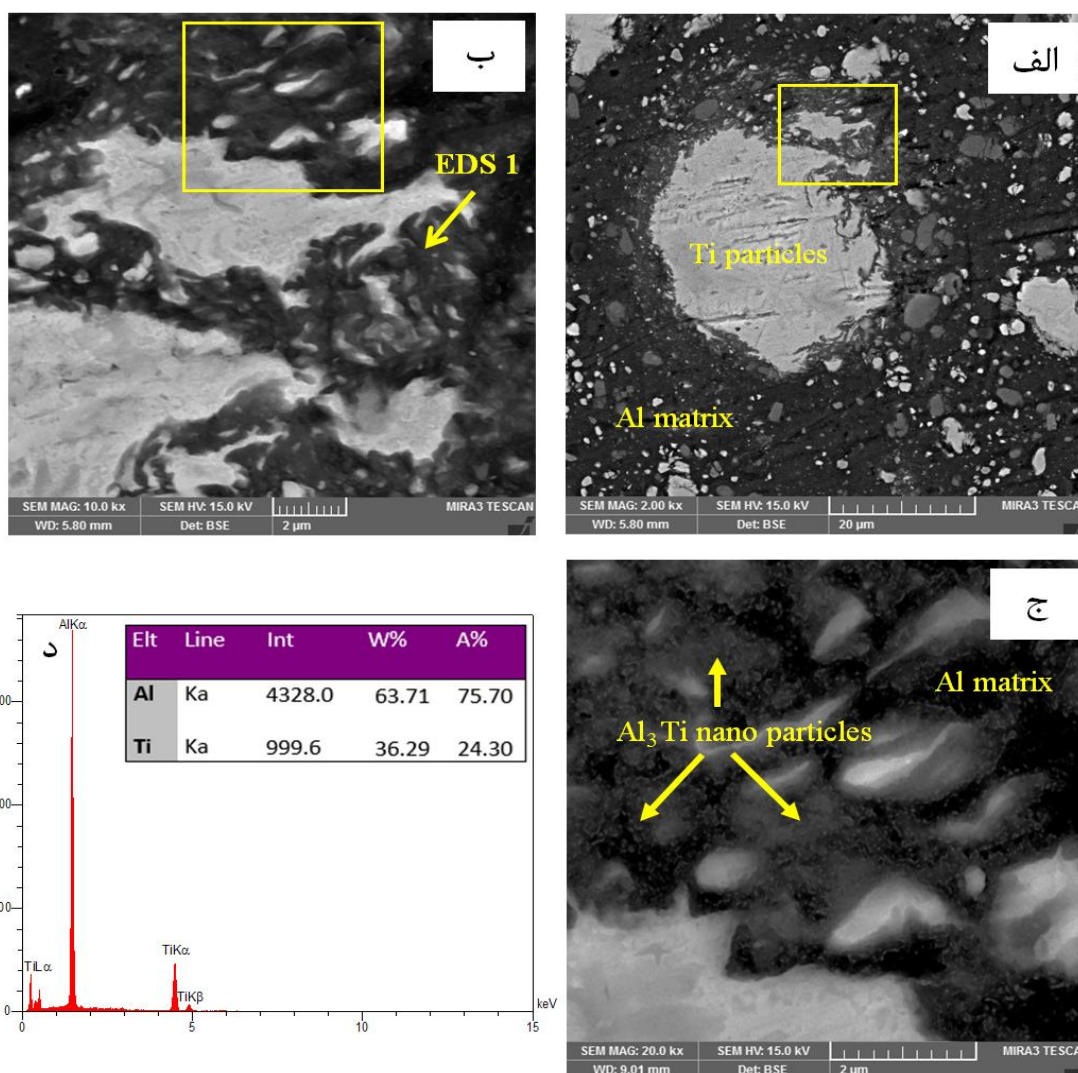
<sup>1</sup> - Dynamic Recovery

<sup>2</sup> - Discontinuous Dynamic Recrystallization

<sup>3</sup> - Geometric Dynamic Recrystallization

فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در پژوهش‌های قبلی نیز گزارش شده است [۸,۹]. مطابق با شکل ۷ (الف)، علاوه بر حضور ذرات تیتانیوم به رنگ سفید نیز یک‌سری ذرات به رنگ خاکستری تیره در ریزساختار دیده می‌شوند که مطابق با توضیحات داده شده در بخش‌های قبلی این ذرات از نوع ترکیبات اولیه  $Al_6(Mn,Fe)$  موجود در ریزساختار فلز پایه بوده که در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی شکسته شده و در سرتاسر زمینه توزیع شده‌اند.

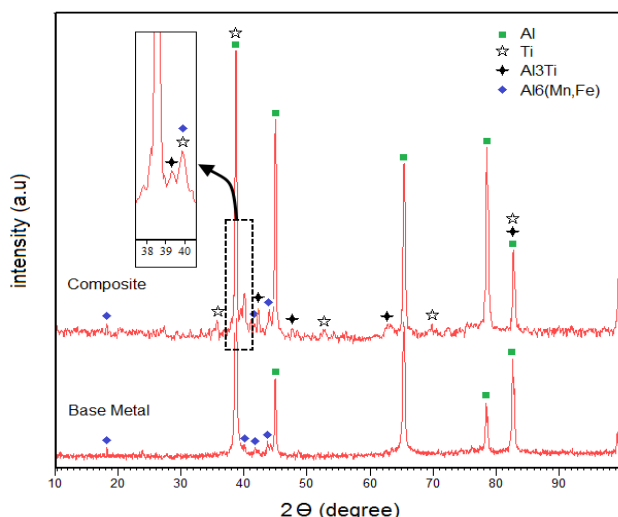
نانوذرات آلومینایدی  $Al_3Ti$  تشکیل شده‌اند. تغییر شکل پلاستیکی شدید حاصل از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی می‌تواند عامل شکسته شدن لایه آلومینایدی و تشکیل این نانوذرات آلومینایدی در نظر گرفته شود. علاوه بر این وجود میکرو ترک‌های به‌وجود آمده در اثر تنش‌های کششی در لایه آلومینایدی تشکیل شده نیز می‌تواند عامل مؤثر دیگری در بیش‌تر ریزتر شدن این ترکیبات آلومینایدی در نظر گرفته شود [۹]. تشکیل چنین نانوذرات آلومینایدی در اطراف ذرات تیتانیوم در حین



شکل ۷- (الف) تصویر SEM از ریزساختار کامپوزیت تولیدشده، (ب) تصویر با بزرگنمایی بالاتر (مربع مشخص شده در تصویر الف) از فصل مشترک ذرات تیتانیوم با زمینه، (ج) تصویر با بزرگنمایی بالاتر (مربع مشخص شده در تصویر ب) از لایه‌ی خاکستری رنگ و (د) آنالیز EDS از نقطه مشخص شده با پیکان در تصویر ب



ماهیتا گرمازا هستند، می‌توانند در شتابدهی سرعت واکنش فوق موثر باشند. با توجه به اینکه Al نسبت به Ti ضریب نفوذ بالاتری را دارا می‌باشد [۲۲]. لذا ترکیب آلومینایدی  $Al_3Ti$  به صورت یک پوسته کروی شکل در لایه‌ی بیرونی ذرات تیتانیوم مطابق با شکل ۷ (الف) تشکیل شده و به طرف بخش‌های مرکزی ذرات رشد می‌نماید. در ادامه فرآیند این پوسته‌های ترد  $Al_3Ti$  به راحتی می‌توانند توسط کرنش پلاستیکی شدید حاصل از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی شکسته شده و در سرتاسر زمینه توزیع شوند و تماس بین ذرات تیتانیوم با زمینه آلومینیم جهت واکنش مجدد فراهم می‌گردد. از آنجایی که شکسته شدن و جابه‌جایی ذرات از فصل مشترک و همچنین توزیع آن‌ها در زمینه خیلی سریع اتفاق می‌افتد. لذا رشد این ذرات محدود می‌شود و مطابق با شکل ۷ (ج) به صورت ذراتی با ابعاد نانومتر در زمینه باقی می‌مانند. [۸].



شکل ۸- الگوی XRD تهیه شده از فلز پایه و کامپوزیت تولید شده

### خواص مکانیکی

منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی فلز پایه، فلز پایه FSP شده و نیز کامپوزیت تولیدشده در شکل ۹ آورده شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود، فلز پایه استحکام کششی حدود ۱۱۵ Mpa و ازدیاد طول حدود ۲۷٪ را از خود نشان می‌دهد در حالی که اعمال ۶ پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر روی فلز پایه، منجر به افت

الگوی XRD تهیه شده از فلز پایه و نمونه کامپوزیتی در شکل ۸ نشان داده شده است. در الگوی فلز پایه علاوه بر پیک‌های پراش مربوط به زمینه آلومینیم نیز پیک‌های ترکیبات اینترمتالیک  $Al_6(Mn,Fe)$  نیز دیده می‌شوند. این در حالی است که در الگوی نمونه کامپوزیتی علاوه بر حضور این ترکیبات اینترمتالیک نیز پیک‌های پراش مربوط به ذرات تیتانیوم و همچنین ترکیبات آلومینایدی  $Al_3Ti$  قابل مشاهده هستند. پیک‌های پراش متعدد مربوط به  $Al_3Ti$  می‌تواند تاییدی بر حضور مقادیر قابل توجهی از این ترکیب در زمینه باشد که به صورت درجای در فصل مشترک بین ذرات تیتانیوم و زمینه آلومینیم تشکیل شده است. از طرفی دیگر نیز پیک‌های مربوط به تیتانیوم در الگو می‌تواند به ذرات تیتانیوم واکنش نداده موجود در ریزساختار نسبت داده شوند که به دلیل کافی نبودن زمان فرآیند و گرمای تولید شده موفق به واکنش با زمینه آلومینیم نشده و به صورت واکنش نداده در ریزساختار باقی می‌مانند.

### مکانیزم تشکیل نانو ذرات آلومینایدی $Al_3Ti$

در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی ذرات تیتانیوم موجود در شیار به دلیل تغییر شکل پلاستیکی شدید حاصل از چرخش ابزار با فلز پایه مخلوط می‌شوند و توسط زمینه آلومینیم نرم شده به طور کامل احاطه می‌شوند. کرنش پلاستیکی شدید حاصل از این فرآیند که حدود ۴۰٪ می‌باشد، باعث شکسته شدن پوسته اکسیدی احتمالی در اطراف ذرات تیتانیوم شده که در نتیجه تماس مناسب‌تری بین این ذرات با زمینه آلومینیم برقرار می‌شود [۸]. سپس گرمای ایجاد شده حاصل از اصطکاک بین ابزار و زیرلایه و همچنین تغییر شکل پلاستیکی شدید شرایط را برای وقوع واکنش شیمیایی گرمازا بین ذرات تیتانیوم با زمینه آلومینیم فراهم می‌نماید. البته چند عامل دیگر وقوع این واکنش را تشدید می‌کنند. با توجه به ماهیت فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، ریز شدن دانه‌های زمینه به دلیل تبلور مجدد دینامیکی و در نتیجه افزایش مرزدانه‌ها و سطوح نفوذ، خرد شدن و توزیع بهتر ذرات تقویت‌کننده و همچنین گرمای آزاد شده حاصل از واکنش آلومینیم و تیتانیوم که

افت قابل ملاحظه سختی نسبت به فلز پایه مشاهده می‌شود که مطابق با توضیحات داده شده چنین رفتاری می‌تواند به آنیل شدن ریزساختار کارسرد شده و کاهش چگالی نابه‌جایی‌ها نسبت داده شود به گونه‌ای که در این مناطق سختی تا حدود ۳۶ ویکرز کاهش یافته است. در این نمونه با وجود ریزدانه شدن ریزساختار نسبت به فلز پایه به‌نظر می‌رسد که نرمی حاصل از آنیل شدن ریزساختار بر سخت شدگی حاصل از ریزدانه‌نگی غالب شده است. بهبود ریزسختی و استحکام کششی در کامپوزیت 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؛

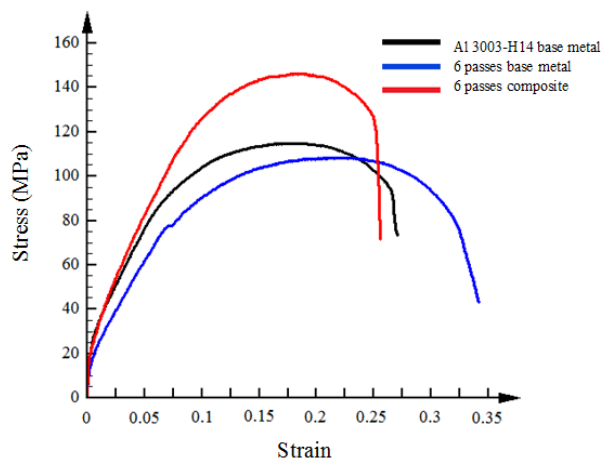
(۲) ریزدانه‌نگی ریزساختار با توجه به رابطه هال-پچ؛

(۳) اختلاف زیاد در ضریب انبساط حرارتی بین زمینه و ذرات تقویت‌کننده؛

(۴) کرنش الاستیکی در فصل مشترک ذرات تقویت‌کننده و زمینه که به‌عنوان موانعی در برابر حرکت نابه‌جایی‌ها عمل کرده و همچنین منجر به افزایش چگالی نابه‌جایی‌های موجود در ریزساختار می‌شوند به‌عنوان مهم‌ترین مکانیزم‌های استحکام‌دهی در نظر گرفته می‌شوند [۲۴].

علاوه بر مکانیزم‌های یادشده نیز حضور ذرات اینترمتالیک  $Al_6(Mn,Fe)$  موجود در ریزساختار که توسط چرخش ابزار حاصل از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی شکسته شده و به‌خوبی در زمینه توزیع شده‌اند، می‌توانند به‌عنوان مکانیزم استحکام‌دهی دیگری در نظر گرفته شود. این مکانیزم استحکام‌دهی توسط حسینی و همکاران [۲۵] در زمینه کامپوزیت زمینه آلومینیومی  $Al 5083$  نیز گزارش شده است. در این پژوهش با توجه به بررسی‌های ریزساختاری مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان به علت حضور نانوذرات آلومینایدی  $Al_3Ti$  تشکیل شده به‌صورت در جای (شکل ۷ ج) در زمینه، ریزدانه‌نگی ریزساختار (شکل ۶ ج) و ترکیبات اینترمتالیک شکسته شده  $Al_6(Mn,Fe)$  (شکل ۵ ب) به‌عنوان مهم‌ترین مکانیزم‌های استحکام‌دهی جهت توجیه افزایش استحکام کششی و ریزسختی کامپوزیت نسبت به فلز پایه در نظر گرفته می‌شوند.

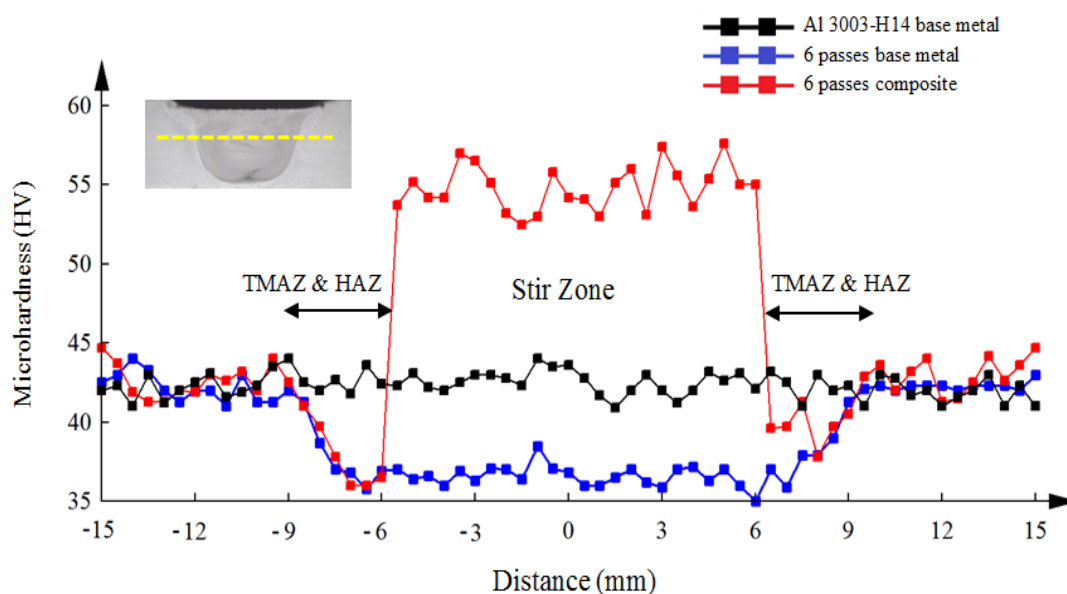
استحکام کششی تا ۱۰۰ مگاپاسکال و بهبود ازدیاد طول تا ۳۵٪ شده است. آنیل شدن و کاهش چگالی نابه‌جایی‌های حاصل از کار سرد در فلز پایه می‌تواند مهم‌ترین دلیل کاهش در استحکام فلز پایه در نظر گرفته شود که قبلاً نیز گزارش شده است [۲۳]. این در حالی است که حضور ذرات تقویت‌کننده در نمونه کامپوزیتی، منجر به افزایش قابل ملاحظه استحکام کششی تا حدود  $150 \text{ Mpa}$  و افت اندک ازدیاد طول تا حدود ۲۵٪ شده است. با این وجود هر سه نمونه فلز پایه، فلز پایه FSP شده و کامپوزیت تولید شده ازدیاد طول قابل توجهی را تجربه کرده و رفتار شکست داکتیل<sup>۱</sup> را از خود نشان می‌دهند.



شکل ۹- نمودارهای تنش - کرنش مهندسی نمونه‌ها

پروفیل‌های ریزسختی به‌دست آمده از سطح مقطع نمونه‌ها در شکل ۱۰ آورده شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود، فلز پایه در طول سطح مقطع ریزسختی یکنواختی را نشان می‌دهد و دارای میانگین ریزسختی حدود ۴۲ ویکرز می‌باشد. این در حالی است که ناحیه کامپوزیت شده به‌دلیل حضور ذرات تقویت‌کننده تیتانیوم و به‌ویژه تشکیل در جای ترکیبات سخت  $Al_3Ti$  متوسط ریزسختی بالاتری (۵۵ ویکرز) را از خود نشان می‌دهد که حدود ۳۰٪ افزایش در ریزسختی نسبت به فلز پایه می‌باشد. برخلاف نمونه کامپوزیتی در فلز پایه FSP شده

<sup>1</sup> - Ductile



شکل ۱۰- پروفیل‌های ریزسختی نمونه‌ها

### نتیجه‌گیری

در این پژوهش، کامپوزیت درجای  $Al/Al_3Ti$  به‌طور موفقیت آمیزی بر روی ورق  $Al\ 3003-H14$  توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی تولید شد. نتایج ریزساختاری و خواص مکانیکی به‌دست آمده به‌صورت زیر خلاصه می‌شوند:

۱- فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، باعث تغییر ریزساختار فلز پایه از دانه‌های بزرگ و کشیده شده به دانه‌های ریز و هم‌محور در ناحیه کامپوزیتی شد. این رفتار به وقوع تبلور مجدد دینامیکی و حضور ذرات تقویت‌کننده به‌عنوان مکان‌هایی مناسب برای جوانه‌زنی دانه‌های جدید و جلوگیری از رشد دانه‌ها نسبت داده شد.

۲- اعمال شش پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی به‌دلیل سیلان و تغییر شکل پلاستیکی کافی ماده، باعث توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده در سرتاسر زمینه کامپوزیت شد.

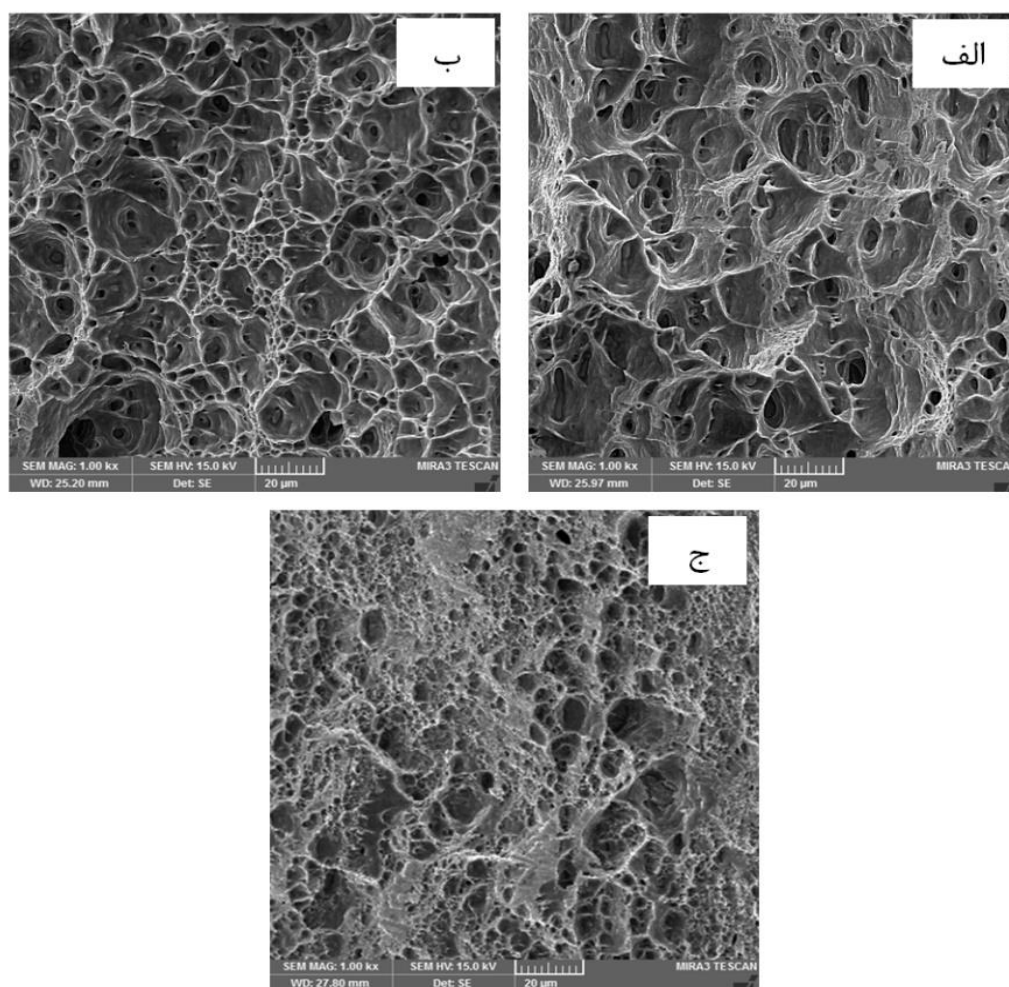
۳- مشاهده شد که ترکیبات آلومینایدی  $Al_3Ti$  در فصل مشترک بین ذرات تیتانیوم و زمینه آلومینیم به‌صورت یک لایه پوسته‌کروی شکل تشکیل شده و اغتشاش حاصل از چرخش پین، باعث شکسته شدن این لایه و توزیع آن به‌صورت ذراتی با ابعاد نانومتر در سرتاسر زمینه می‌شود.

### سطوح شکست

تصاویر SEM از سطوح شکست نمونه‌های کششی در شکل ۱۱ نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که از شکل ۱۱(الف) دیده می‌شود، سطوح شکست فلز پایه حاوی دیمپل‌های درشت و عمیق می‌باشد در حالی که اعمال فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر روی فلز پایه مطابق با شکل ۱۱(ب)، باعث همگن‌تر شدن و ریزتر شدن دیمپل‌ها در سطح شکست می‌شود. این رفتار می‌تواند به تغییر ریزساختار و ریزدانه شدن نسبی حاصل از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و هم‌چنین شکسته شدن ترکیبات  $Al_6(Mn,Fe)$  موجود در ریزساختار نسبت داده شود. تصویر سطوح شکست نمونه کامپوزیتی که در شکل ۱۱(ج) آورده شده است نشان می‌دهد که حضور ذرات تقویت‌کننده، باعث تشکیل دیمپل‌های بیش‌تر، کوچک‌تر و سطحی شدن دیمپل‌ها نسبت به نمونه تقویت‌نشده (شکل ۱۱ ب) می‌گردند و بیان‌گر این واقعیت می‌باشد که تشکیل دیمپل‌ها حاصل جوانه‌زنی، رشد و به هم پیوستن میکروتورک‌ها در فصل مشترک ناخالصی‌ها و ذرات ثانویه می‌باشد [۱۹].

می‌دهد. این رفتار به ریزدانه‌گی ریزساختار و حضور نانوذرات آلومیناییدی  $Al_3Ti$  نسبت داده شد. آنیل شدن ریزساختار و از بین رفتن اثر کارسرد در نمونه فلز پایه FSP شده بدون افزودن ذرات تقویت‌کننده، باعث افت ریزسختی در این نمونه شد.

حضور این ترکیب آلومیناییدی در ریزساختار توسط SEM-EDS و XRD تایید شد. ۴- مشاهده شد که نمونه کامپوزیتی استحکام کششی و ریزسختی ( $150 \text{ Mpa}$  و  $55 \text{ HV}$ ) به مراتب بالاتری را نسبت به فلز پایه ( $115 \text{ Mpa}$  و  $42 \text{ HV}$ ) از خود نشان



شکل ۱۱- تصاویر SEM از سطوح شکست: الف) فلز پایه، ب) فلز پایه FSP شده و ج) نمونه‌ی کامپوزیتی

### References:

1- M. Salehi, M. Saadatmand, J. Aghazadeh mohandesi, "Optimization of process parameters for producing AA6061/SiC nanocomposites by friction stir processing", Trans. Nonferrous Met. Soc. China, Vol. 22, pp. 1055-1063, 2012.

2- I. Sudhakar, V. Madhu, G. Madhusudhan reddy, K. Srinivasa roa, "Enhancement of wear and ballistic resistance of armour grade AA7075 aluminium alloy using friction stir processing", Vol.11, pp.10-17, 2015.

3- R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, "Friction stir processing: a novel

- technique for fabrication of surface Composite", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 341, pp. 307- 310, 2003.
- 4- R.S. Mishra, Z.Y. Ma, "Friction stir welding and processing", *Materials Science and Engineering R*, Vol. 50, pp. 1-78, 2005.
- 5- Ehab A. El-Danaf, Magdy M. El-Rayes, Mahmoud S. Soliman, "Friction stir processing: An effective technique to refine grain structure and enhance ductility", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 1231-1236, 2010.
- 6- Arora H.S., Singh H., Dhindaw B.K, "Composite fabrication using friction stir processing- a review", *Int J Adv Manuf Technol*, Vol. 61, pp.1043-1055, 2012.
- 7- S.C. Tjong, Z.Y. Ma, "Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites", *Materials Science and Engineering*, Vol. 29, pp. 49-113, 2000.
- 8- C.J. Hsu, C.Y. Chang, P.W. Kao, N.J. Ho, C.P. Chang, "Al–Al<sub>3</sub>Ti nanocomposites produced in situ by friction stir processing", *Acta Materialia*, Vol. 54, pp. 5241-5249, 2006.
- 9- F. Khodabakhshi, A. Simchi, A.H. Kokabi, A.P. Gerlich, "Friction stir processing of aluminum matrix nanocomposites by pre-placing elemental titanium powder: In-situ formation of Al<sub>3</sub>Ti nanoparticles and metallurgical characteristics", *Materials Characterization*, Vol. 108, pp. 102-114, 2015.
- 10- C.J. Hsu, P.W. Kao, N.J. Ho, "Ultrafine-grained Al–Al<sub>2</sub>Cu composite produced in situ by friction stir processing", *Scripta Materialia*, Vol. 53, pp. 341-345, 2005.
- 11- J.Qian, J. Li, J. Xiong, F. Zhang, X. Lin, "In situ synthesizing Al<sub>3</sub>Ni for fabrication of intermetallic-reinforced aluminum alloy composites by friction stir processing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 550, pp. 279-285, 2012.
- 12- M. Sarkari Khorrami, S. Samadi, Z. Janghorban, M. Movahedi, "In-situ aluminum matrix composite produced by friction stir processing using Fe particles", *Materials Science & Engineering A*, Vol. 641, pp. 380-390, 2015.
- 13- A.Thangarasu, N.Murugan, I.Dinakaran S.J.Vijay, "Synthesis and characterization of titanium carbide particulate reinforced AA6082 aluminium alloy composites via friction stir processing", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, Vol.15, pp. 324-334, 2015.
- 14- M. Narimani, B. Lotfi, Z. Sadeghian, "Evaluation of the microstructure and wear behaviour of AA6063-B<sub>4</sub>C/TiB<sub>2</sub> mono and hybrid composite layers produced by friction stir processing", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 285, pp.1-10, 2016.
- 15- A. Shafiei-Zarghani, S.F. Kashani-Bozorg, A. Zarei-Hanzaki, "Microstructures and mechanical properties of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface nano-composite layer produced by friction stir processing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 500, pp. 84-91, 2009.
- 16- N. Yuvaraj, S. Aravindan, Vipin, "Fabrication of Al<sub>5083</sub>/B<sub>4</sub>C surface composite by friction stir processing and its tribological characterization", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 4, pp. 398-410, 2015.
- 17- P. asadi, G. faraji, A. masoumi, M.K. besharati givi, "Experimental

Investigation of Magnesium-Base Nanocomposite Produced by Friction Stir Processing: Effects of Particle Types and Number of Friction Stir Processing Passes", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 42, pp. 2820-2832, 2011.

18- Y. S. Sato, S. H. C. Park, H. Kokawa, "Microstructural Factors Governing Hardness in Friction-Stir Welds of Solid-Solution-Hardened Al Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32, pp. 3033-3042, 2001.

19- M. Amra, Kh. Ranjbar, R. Dehmlaei, "Mechanical Properties and Corrosion Behavior of  $CeO_2$  and  $SiC$  Incorporated Al5083 Alloy Surface Composites", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24, pp. 3169-31798, 2015.

20- T.R. Mcnelley, S. Swaminathan, J.Q. Su, "Recrystallization mechanisms during friction stir welding/processing of aluminum alloys", *Scripta Materialia*, Vol. 58, pp. 349-354, 2008.

21- A.H. Ammouri, G. Kridli, G. Ayoub, R.F. Hamade, "Relating grain size to the Zener-Hollomon parameter for twin-roll-

cast AZ31B alloy refined by friction stir processing", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 222, pp.301-306, 2015.

22- Q. Zhang, B.L. Xiao, D. Wang, Z.Y. Ma, "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.

23- B. Abnar, M. Kazeminezhad, A.H. Kokabi, "Effects of heat input in friction stir welding on microstructure and mechanical properties of AA3003-H18 plates", *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol. 25, pp. 2147-2155, 2015.

24- D.J. Lloyd, "Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites", *Journal of International Materials Reviews*, Vol. 39, pp. 1-23, 1991.

25- S.A. Hossieni, K. Ranjbar, R. Dehmlaei, A.R. Amirani, "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.