

ارزیابی ریزساختاری و رفتار سایشی کامپوزیت سطحی درجای Al 3003/Al₃Ti تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی

مجتبی زادعلی محمد کوتیانی، خلیل رنجبر

دانشگاه شهید چمران اهواز، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی مواد

(دریافت مقاله: ۹۶/۰۶/۱۷ - پذیرش مقاله: ۹۷/۰۵/۰۹)

چکیده

در این مطالعه از یک ورق کار شده آلیاژ آلومینیم AA 3003-H14 به همراه پودر فلزی تیتانیم استفاده شد تا توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) کامپوزیت سطحی تقویت شده با نانوذرات آلومینایدی درجای Al₃Ti تولید گردد. ریزسختی و رفتار سایشی کامپوزیت و فلز پایه بعد از اعمال ۶ پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی اندازه گیری شدند. آنالیز فازی توسط پراش پرتو ایکس (XRD) و بررسی های ریزساختاری با استفاده از روش میکروسکوپی نوری (OM) و الکترونی روبشی (SEM) مجهز به آنالیز عنصری انجام شد. بررسی های ریزساختاری نشان داد که فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث ریزدانه شدن ریزساختار، توزیع همگن ذرات تقویت کننده و تشکیل درجای نانوذرات آلومینایدی Al₃Ti در فصل مشترک ذرات تیتانیم با زمینه آلومینیم می شود. همچنین مشاهده شد که نمونه کامپوزیتی نسبت به فلز پایه دارای ریزسختی و مقاومت به سایش به مراتب بالاتری است. مکانیزم سایش چسبان شدید برای فلز پایه و مکانیزم چسبان ملایم در کنار سایش خراشان برای نمونه کامپوزیتی بعنوان مکانیزم های غالب سایشی در نظر گرفته شدند.

واژه های کلیدی: آلیاژ Al 3003، فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، تشکیل درجای Al₃Ti، رفتار سایشی.

Microstructural Assessment and Wear Behavior of Al 3003/Al₃Ti In-Situ Formed Surface Composite Fabricated by Friction Stir Processing Technique

Mojtaba Zadali Mohammad Kotiyani, Khalil Ranjbar

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

(Received 8 September 2017, accepted 31 July 2018)

Abstract

In this study, a rolled AA3003-H14 Aluminum alloy sheet and the titanium metal powder were used to fabricate a surface composite reinforced with in-situ formed Al₃Ti aluminide nanoparticles using friction stir processing technique. The hardness and the wear behavior of the FSPed composite and the base metal were determined after six passes FSP. The phase analysis was done using X-ray diffraction (XRD) and the microstructural examinations were performed using an optical microscope (OM) and scanning electron microscope (SEM) equipped with microprobe elemental analysis. Microstructural studies revealed that FSP has resulted in grain refinement, uniform distribution of reinforcing particles, and in-situ formation of Al₃Ti aluminide nanoparticles at the interface between the Al-matrix and the Ti particles. The hardness and the wear resistance of the FSPed composite exhibited considerable improvement in comparison with the base metal. The dominant wear mechanisms identified as severe adhesive wear for the base metal, and mild adhesive and abrasive wear for the FSPed composite, respectively.

Keywords: Al 3003 alloy, Friction stir processing, In-situ formed Al₃Ti, wear behavior.

E-mail of Corresponding author: m.zadali1371@gmail.com.

مقدمه

به فلز پایه تشکیل می‌شوند [۸]. از جمله مزایای تولید ذرات تقویت کننده 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 و سایشی کامپوزیت‌ها را نام برد [۹]. یکی از مهم‌ترین واکنش‌های حالت جامد واکنش شیمیایی بین آلومینیم (Al) و فلزات واسطه (TM) است که منجر به تشکیل ترکیبات آلومینایدی Al_xTM_y می‌شود. این ترکیبات آلومینایدی بعنوان تقویت‌کننده‌هایی مناسب برای زمینه آلومینیم شناخته می‌شوند [۱۰]. تاکنون توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی تشکیل ترکیبات آلومینایدی مختلفی همچون Al_3Ti [۱۱]، Al_3Ni [۱۲] و Al_2Cu [۱۳] به ترتیب با استفاده از پودر فلزات Ti، Ni و Cu جهت تولید کامپوزیت‌های درجای انجام شده است. در میان ترکیبات آلومینایدی مختلف بعنوان ذرات تقویت کننده درجای در زمینه آلومینیم، ترکیب تری آلومیناید تیتانیم (Al_3Ti) به دلیل داشتن خواص مناسبی همچون مدول الاستیک بالا، دانسیته پایین، نقطه ذوب بالا و مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی عالی توجهات زیادی را بعنوان ذره تقویت‌کننده به خود جذب کرده است [۱۱]. در سال ۲۰۱۵ میلادی خدابخشی و همکاران [۱۱] کامپوزیت درجای Al/Al_3Ti را با استفاده از قراردادن ذرات Ti در شیار ایجاد شده در سطح ورق آلیاژ Al 5052 تولید کردند. گزارشات آن‌ها حاکی از تشکیل نانوذرات درجای Al_3Ti با اندازه ذرات ~ 100 nm در ریزساختار است که منجر به ریزدائگی قابل ملاحظه و افزایش در استحکام نسبت به فلز پایه تقویت‌نشده می‌شود. در پژوهش دیگری، دیناهاران و همکاران [۱۴] تاثیر فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر خواص ریزساختاری و سایشی کامپوزیت $Al 6061/Al_3Ti$ تولید شده توسط تکنیک ریخته‌گری درجای را مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها گزارش کردند که اعمال فرآیند FSP باعث شکسته و کروی شدن ترکیبات Al_3Ti به ذرات ریز و هم‌محور و همچنین توزیع یکنواخت آن‌ها در سرتاسر

کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی تقویت شده با ذرات^۱ نسبت به زمینه تقویت نشده دارای خواص مکانیکی از جمله مدول الاستیک، استحکام کششی و مقاومت به سایش بالاتری هستند و به همین دلیل مورد توجه محققان قرار گرفته و بطور گسترده در کاربردهایی همچون صنایع هوافضا و خودرو مورد استفاده قرار می‌گیرند [۲، ۱]. حضور ذرات تقویت کننده سرامیکی سخت در کامپوزیت‌ها اگرچه باعث بهبود خواص تریبولوژیکی می‌شوند ولی تردی و داکتیلیته پایین همیشه یکی از مهم‌ترین محدودیت‌ها در این کامپوزیت‌ها به شمار می‌رود. از آنجایی که سختی و مقاومت سایشی وابسته به سطح هستند، لذا می‌توان بجای کامپوزیت‌سازی تمام حجم ماده این عملیات را فقط در یک لایه سطحی انجام داد که در اصطلاح به آن‌ها کامپوزیت‌های سطحی گفته می‌شود [۵-۳]. با این وجود می‌توان گفت که کامپوزیت‌های سطحی دارای لایه‌ای سطحی با خواص تریبولوژیکی مطلوب و بخش‌های داخلی با خواص داکتیلیته بالا هستند. امروزه فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بعنوان یک روش حالت جامد جدید جهت تولید کامپوزیت‌های سطحی با توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده و یک ریزساختار بدون عیب مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این فرآیند پین در حال چرخش وارد یک طرف قطعه شده و در جهت مشخصی حرکت داده می‌شود. اصطکاک حاصل از چرخش ابزار با قطعه کار و تغییر شکل پلاستیکی شدید حاصل از عمل اغتشاشی پین باعث ایجاد ریزساختار ریز و توزیع ذرات تقویت‌کننده در سرتاسر زمینه می‌شود [۶-۷]. در روشی از این فرآیند که در اصطلاح به آن فرآیند اصطکاکی اغتشاشی واکنشی^۲ گفته می‌شود ذرات تقویت کننده به صورت درجای و در اثر واکنش شیمیایی بین زمینه تغییر شکل پلاستیک یافته و ذرات فلزی افزوده شده یا گاز تزریق شده

¹ Particles Reinforced Aluminium Matrix Composites (PRAMCs)

² Reactive Friction Stir Processing (RFSP)

سپس تحولات ریزساختاری و خواص سایشی این کامپوزیت بررسی شده و با فلز پایه و فلز پایه FSP شده بدون افزودن ذرات تقویت کننده مورد مقایسه قرار می‌گیرد.

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از ورق کار شده آلیاژ آلومینیم- منگنز Al 3003-H14 با ضخامت ۹ mm و ترکیب شیمیایی ارایه شده در جدول ۱ بعنوان زمینه استفاده شد.

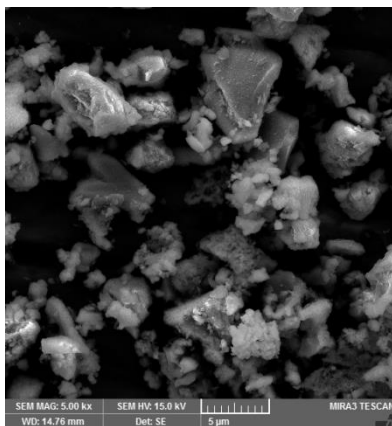
زمینه می‌شود. آن‌ها هم‌چنین بیان کردند که حضور ذرات تقویت کننده با مورفولوژی اصلاح شده باعث افزایش ریزسختی و بهبود مقاومت به سایش می‌شود، لذا تا آن‌جایی که دانش نویسندگان یاری می‌کند تاکنون رفتار سایشی کامپوزیت سطحی درجای Al 3003/Al₃Ti تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی انجام نشده است. بنابراین هدف پژوهش حاضر تولید درجای کامپوزیت سطحی تقویت شده با ذرات Al₃Ti با استفاده از ذرات عنصری تیتانیم در شیار ایجاد شده در سطح ورق Al 3003-H14 توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی است.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی ورق آلیاژ آلومینیم - منگنز Al 3003-H14 (برحسب درصد وزنی).

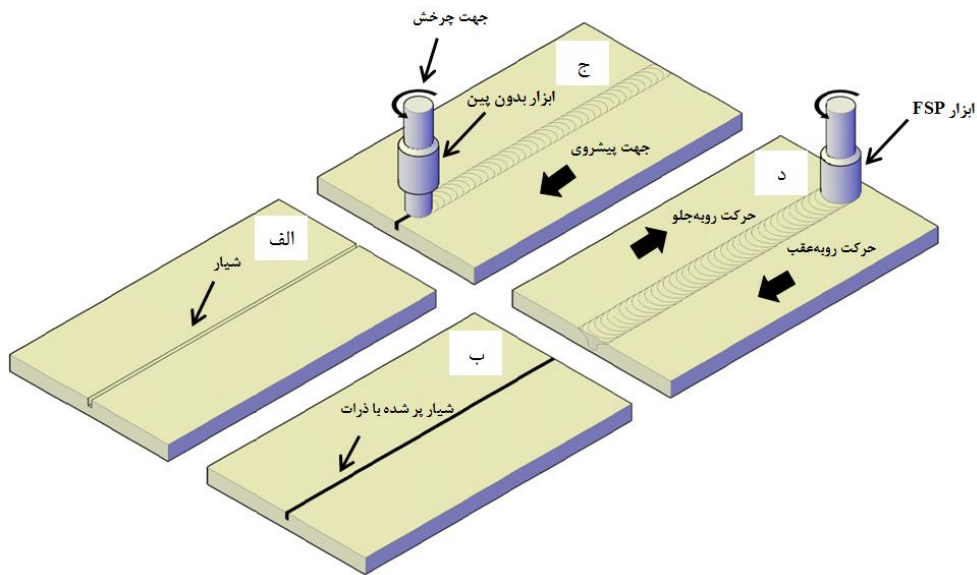
Al	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	Zn	Cr
۹۷/۹	۱/۰۹	۰/۴۸۵	۰/۱۶۴	۰/۱۵۷	۰/۰۲۱	۰/۰۱۶	۰/۰۱۱

چرخشی و پیشروی به ترتیب ۱۰۰۰ rpm و ۵۶mm/min انجام شد. فرآیند FSP با همان پارامترهای ذکر شده در فوق بر روی فلز پایه (این بار بدون افزودن ذرات تقویت کننده) نیز انجام شد. شماتیک مراحل فرآیند اصطکاکی اغتشاشی در شکل ۲ آورده شده است. جهت انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی از دستگاه فرزکاری عمودی استفاده شد.

از ورق مذکور نمونه‌های مستطیل شکل کوچکی با ابعاد ۹ mm × ۱۰۰ mm × ۱۷۰ mm³ بریده شده و یک شیار طولی با عرض ۱/۴ و عمق ۴ mm در مرکز سطوح آن‌ها بمنظور اعمال پودر ماشین‌کاری شد. از پودر عنصری تیتانیم با خلوص ۹۹/۹۹٪ در اندازه ذرات کوچک‌تر از ۴۵ میکرومتر و با مورفولوژی نشان داده شده در شکل ۱ بعنوان تقویت کننده استفاده شد. بعد از تمیزکاری داخل شیار با استون، ذرات بخوبی در داخل شیار فشرده شدند. از یک ابزار استوانه‌ای بدون پین با قطر شانه ۱۲ mm بمنظور بستن سطح شیار و جلوگیری از بیرون ریختن پودرها در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی استفاده شد. ابزار استوانه‌ای حاوی پین جهت انجام فرآیند اصطکاکی اغتشاشی از جنس فولاد گرم کار H13 عملیات حرارتی شده با سختی HRC ۵۵ با قطر شانه ۱۸ mm، قطر پین ۶mm، طول پین ۵ mm و زاویه ۳ درجه رو به جلو انتخاب شد. شش مرحله فرآیند اصطکاکی اغتشاشی رفت و برگشتی جهت تولید کامپوزیت سطحی با یک سرعت

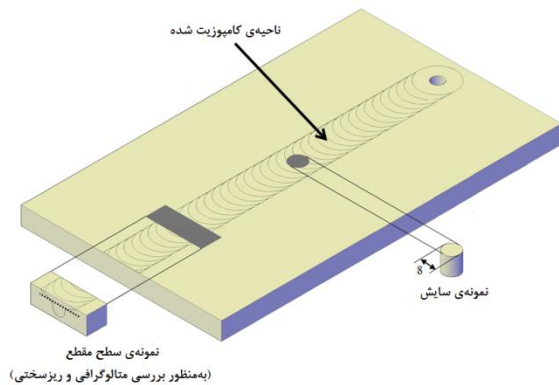


شکل ۱. تصویر SEM از مورفولوژی ذرات تیتانیم.



شکل ۲. شماتیک مراحل انجام فرآیند FSP شامل الف) ایجاد شیار در سطح ورق، ب) پرکردن شیار از ذرات تیتانیم، ج) پوشاندن سطح شیار بوسیله ابزار بدون پین و د) اعمال فرآیند FSP با ابزار پین دار.

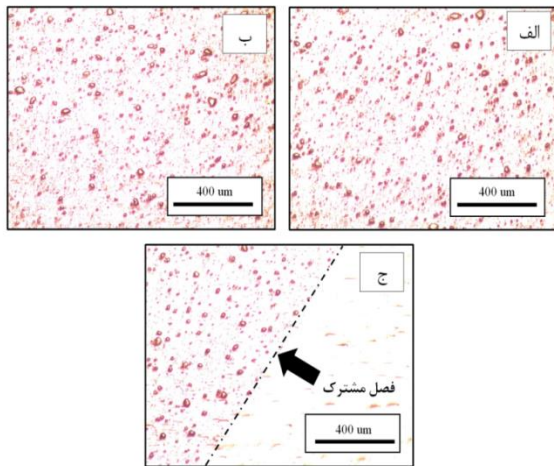
تهیه شدند. شماتیک چگونگی استخراج نمونه‌های سطح مقطع و سایش در شکل ۳ آورده شده است.



شکل ۳. شماتیک کامپوزیت تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و چگونگی استخراج نمونه‌های متالوگرافی-ریزسختی و تست سایش.

تست سایش برای تمامی نمونه‌ها تحت یک سرعت لغزشی ثابت 0.24 m/s ، نیروی عمودی 24 N و مسافت لغزشی 1000 m انجام شد. در نهایت سطوح سایش یافته و

جهت بررسی ریزساختاری، نمونه‌هایی با سطح مقطع عمود بر جهت فرآیند تهیه شد و ریزساختار توسط میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی مورد مطالعه قرار گرفت. همچنین از آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) و آنالیز عنصری طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) جهت بررسی فازهای احتمالی تشکیل شده در ریزساختار استفاده شد. رفتار سایشی نمونه‌ها توسط دستگاه سایش پین روی دیسک WAZAU TRIBO مدل TRM250 در دمای محیط انجام شد. لازم به ذکر است که دستگاه سایش، میزان کاهش ارتفاع بر حسب مسافت لغزشی را به صورت پیوسته و بدون توقف از ابتدا تا انتهای فرآیند رسم می‌کند که باعث کاهش قابل ملاحظه خطای آزمون می‌شود. از آنجایی که سطح مقطع پین سایشی ثابت است براحتی می‌توان نمودار کاهش حجم و به دنبال آن کاهش وزن نمونه بر حسب مسافت لغزشی را محاسبه نمود. دیسک سایشی از فولاد پولیش شده E52100 (100Cr6) با سختی HRC ۶۵-۶۲ انتخاب شد. نمونه‌های سایشی استوانه‌ای شکل با قطر 8 mm از مرکز ناحیه اغتشاشی



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپی نوری از نحوه توزیع ذرات تقویت کننده در مناطق مختلف ناحیه اغتشاشی کامپوزیت سطحی شامل الف) منطقه AS، ب) منطقه RS و ج) فصل مشترک کامپوزیت با زیرلایه.

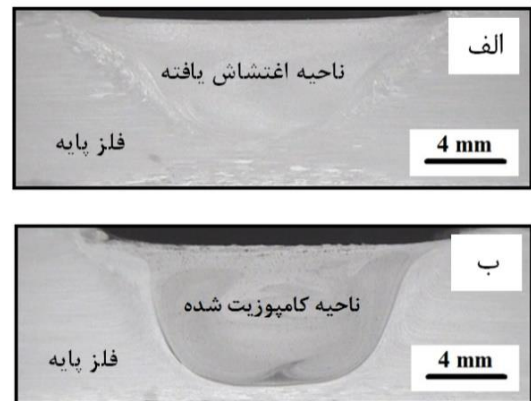
تصاویر میکروسکوپی نوری از نحوه توزیع ذرات تقویت کننده در مناطق مختلف ناحیه اغتشاشی کامپوزیت سطحی در شکل ۵ آورده شده است. مطابق با شکل های ۵ الف و ب اختلاف قابل ملاحظه ای در نحوه توزیع ذرات تقویت کننده در مناطق پیش رونده^۳ و پس رونده^۴ کامپوزیت مشاهده نمی شود و ذرات بطور یکنواخت در سرتاسر زمینه کامپوزیت توزیع شده اند. با این وجود به نظر می رسد که اعمال شش مرحله فرآیند اصطکاکی اغتشاشی جهت دستیابی به بهترین توزیع ذرات تقویت کننده کافی است. لازم به ذکر است که برخی از پژوهش های انجام شده تغییرات قابل ملاحظه ای را در توزیع ذرات تقویت کننده در مناطق مختلف ناحیه اغتشاشی گزارش کرده اند [۱۶، ۱۷]. در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی، ماده از قسمت RS کشیده شده و با حرکت از پشت بین به قسمت AS منتقل می شود، لذا انتظار می رود که تراکم ذرات تقویت کننده در ناحیه AS نسبت به RS بیش تر باشد [۱۲]. در این پژوهش با تغییر جهت پیشروی ابزار نسبت به پاس قبلی شرایطی به وجود می آید که بعد از هر پاس موقعیت مناطق RS و AS

همچنین ذرات سایشی بمنظور تعیین مکانیزم سایشی توسط میکروسکوپ SEM مورد مطالعه قرار گرفتند.

نتایج و بحث

بررسی ریزساختار

تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع نمونه فلز پایه FSP شده و کامپوزیت سطحی در شکل ۴ آورده شده است. با توجه به تصاویر مشاهده می شود که هندسه نواحی تحت اغتشاش بیش تر شبیه به ناحیه اغتشاشی تشتک شکل است. ناحیه اغتشاشی تشتک شکل یکی از دو هندسه شناخته شده (تشتک شکل و پیازی شکل) در فرآیند اصطکاکی اغتشاشی است [۶]. همچنین ملاحظه می شود که نواحی تحت اغتشاش فاقد هرگونه عیوب ماکروسکوپی از جمله حفره و تونل هستند. گزارش شده است که عدم تشکیل عیوب در ناحیه اغتشاشی می تواند به بهینه بودن پارامترهای فرآیند اصطکاکی اغتشاشی و در نتیجه آن حرارت ورودی و سیلان کافی ماده نسبت داده شود [۱۵].



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع نمونه های الف) فلز پایه FSP شده و ب) کامپوزیت سطحی.

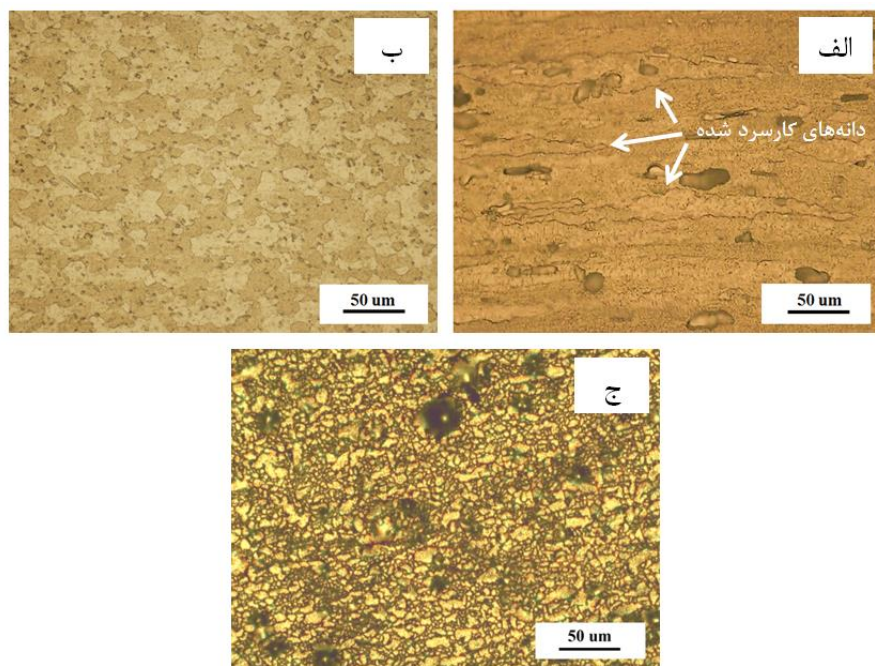
³ Advancing Side (AS)

⁴ Retreating Side (RS)

اصطکاکی اغتشاشی به دانه‌های ریز و هم‌محور با متوسط اندازه دانه ۴۸ ~ میکرومتر تغییر پیدا می‌کند. چنین تغییرات ریزساختاری می‌تواند به وقوع مکانیزم تبلور مجدد دینامیکی در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شود [۷]. این درحالی است که بررسی‌های ریزساختاری کامپوزیت سطحی مطابق با شکل ۶ ج نشان می‌دهد که افزودن ذرات تقویت‌کننده باعث افزایش شدت ریزدائگی تا حدود ۷ میکرومتر می‌گردد. در نمونه کامپوزیت سطحی حضور ذرات تقویت‌کننده در زمینه با فعال کردن دو مکانیزم جوانه‌زنی و جلوگیری از رشد دانه‌ها می‌توانند به ترتیب بعنوان محل‌هایی مناسب جهت افزایش جوانه‌زنی دانه‌های جدید در حین تبلور مجدد دینامیکی و نیز بعنوان موانعی مناسب در برابر رشد دانه‌ها عمل نمایند که منجر به ریزدائگی قابل ملاحظه‌ای در این نمونه می‌شود [۱۱].

جایجا شده و ذرات بطور یکنواخت در سرتاسر ناحیه اغتشاشی توزیع گردند [۱۸]. علاوه بر این نیز تصویر فصل مشترک کامپوزیت سطحی با فلز پایه در شکل ۵ ج آورده شده است که نشان می‌دهد یک پیوند مناسب بین کامپوزیت سطحی و زیرلایه برقرار شده است و ناحیه کامپوزیتی توسط یک خط کاملاً پیوسته از فلز پایه مجزا شده است و در فصل مشترک آن‌ها هیچ‌گونه ترک یا حفره‌ای دیده نمی‌شود.

تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار فلز پایه، فلز پایه FSP شده و کامپوزیت سطحی 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 کارسرد با اندازه متوسط ۱۵۰ میکرون و نسبت طول به عرض حدود ۱۲ است. مطابق با شکل ۶ ب ملاحظه می‌شود که ریزساختار فلز پایه بعد از اعمال فرآیند



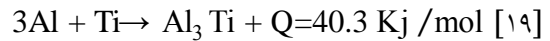
شکل ۶ تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار (الف) فلز پایه، (ب) فلز پایه FSP شده و (ج) کامپوزیت سطحی.

بمنظور بررسی جزئیات و مطالعه فصل مشترک ذرات تیتانیم افزوده شده با زمینه آلومینیم تصاویر SEM از ریزساختار کامپوزیت تهیه شده و در شکل ۷ آورده شده است. مطابق با تصویر ۷ الف سه منطقه کاملاً متمایز از

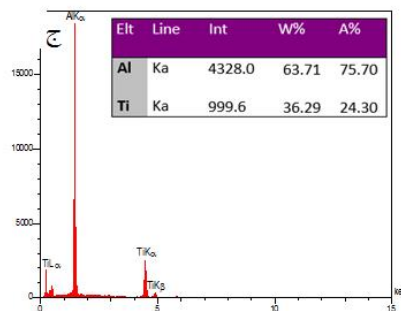
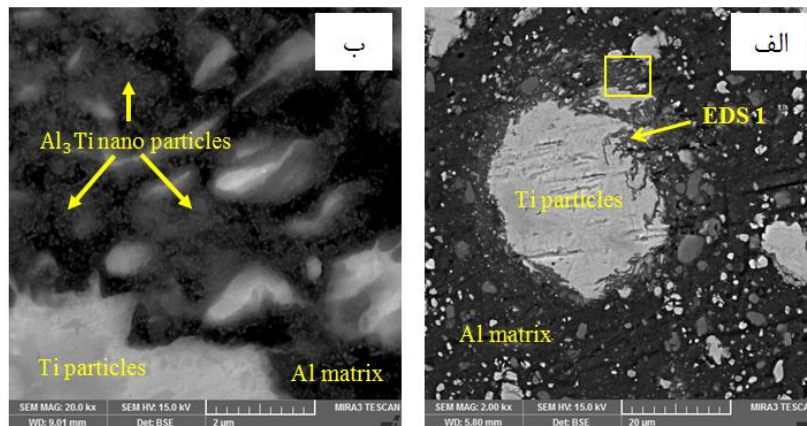
لحاظ کنتراست رنگی قابل مشاهده است. با توجه به این تصاویر، زمینه آلومینیم به رنگ سیاه دیده می‌شود که ذرات سفید رنگ تیتانیم موجود در آن توسط یک نوار خاکستری رنگ بطور کامل احاطه شده‌اند. آنالیز EDS از این نواحی

و بعنوان یک مانع و مرز عمل کرده و از تماس مستقیم بین ذرات تیتانیم و زمینه آلومینیم جهت واکنش جلوگیری خواهد کرد. در ادامه فرآیند اصطکاکی اغتشاشی (مطابق با شکل ۷ ب) این ترکیبات آلومینایدی نواری شکل در اثر اغتشاش حاصل از چرخش ابزار شکسته شده و به صورت نانوذرات آلومینایدی در سرتاسر زمینه توزیع می‌شوند. خدابخشی و همکاران [۱۱] در پژوهشی مشابه گزارش کردند که تشکیل لایه آلومینایدی Al_3Ti به صورت لایه پوسته کروی شکل در اطراف ذرات تیتانیم می‌تواند منجر به ایجاد تنش‌های کششی در این لایه و ایجاد میکروت ترک گردد، لذا حضور این میکروت ترک‌ها و تغییر شکل پلاستیکی شدید در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی منجر به شکسته شدن و تشکیل نانوذرات آلومینایدی در اطراف ذرات تیتانیم می‌شود.

(شکل ۷ ج) نشان می‌دهد که این مناطق نواری شکل ترکیب آلومینایدی Al_3Ti است که مطابق با رابطه زیر در اثر واکنش نفوذی بین ذرات تیتانیم و زمینه آلومینیم تشکیل شده است.



از آنجایی که در دماهای پایین، آلومینیم ضریب نفوذ بالاتری نسبت به تیتانیم دارد، لذا در کوپل نفوذی سریع‌تر نفوذ می‌کند و همان‌طور که دیده می‌شود این ترکیبات در فصل مشترک با نفوذ آلومینیم به داخل ذرات تشکیل می‌شوند [۲۰]. همچنین با توجه به تصاویر می‌توان دید که بخش‌های مرکزی ذرات تیتانیم با زمینه آلومینیم وارد واکنش نشده‌اند، لذا این رفتار می‌تواند بخاطر کافی نبودن حرارت ورودی و نیز تشکیل خود ترکیب آلومینایدی Al_3Ti باشد چرا که یک بار در فصل مشترک تشکیل شده



شکل ۷. الف و ب) تصاویر SEM از ریزساختار کامپوزیت سطحی تولیدشده و ج) آنالیز EDS از نقطه مشخص شده با پیکان در تصویر الف.

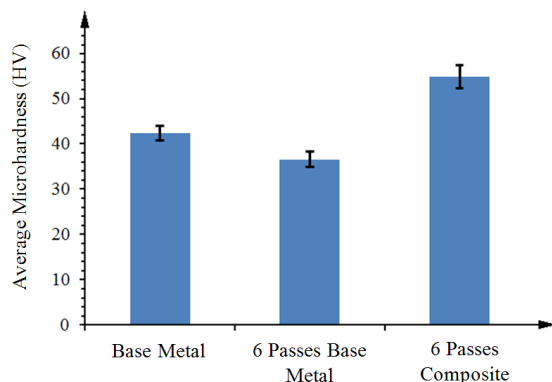
پین و سرعت پیشروی ابزار است [۲۱]. که با توجه به پارامترهای انتخاب شده در این پژوهش می‌توان زمان فرآیند را حدود ۴۰ ثانیه در نظر گرفت. تشکیل ترکیبات

در فرآیند اصطکاکی اغتشاشی مدت زمانی که ماده تحت شرایط ترمومکانیکال قرار می‌گیرد بسیار اندک است و معمولاً در حد چند ثانیه است. زمان فرآیند وابسته به قطر

ترکیبات آلومینایدی ملاحظه می‌شود که پیک‌های پراش مربوط به ذرات تیتانیوم نیز در الگو دیده می‌شوند. مطابق با شکل ۷ و توضیحات گفته شده در فوق، چنین پیک‌هایی در الگو می‌تواند بخاطر حضور ذرات تیتانیوم موجود در ریزساختار نسبت داده شوند که در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی موفق به واکنش با آلومینیم نشده و به صورت ذرات واکنش داده نشده در ریزساختار باقی می‌مانند.

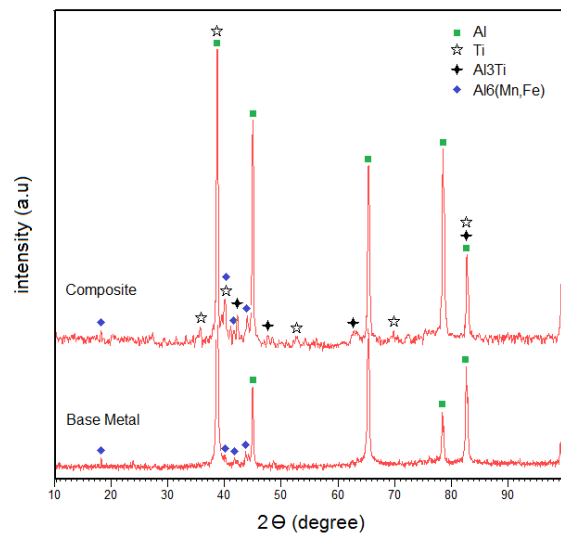
ریزسختی

متوسط ریزسختی اندازه‌گیری شده برای فلز پایه، فلز پایه FSP شده و کامپوزیت سطحی در شکل ۹ آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود اعمال فرآیند اصطکاکی اغتشاشی بر روی فلز پایه منجر به افت ۱۵ درصدی ریزسختی و تولید کامپوزیت سطحی باعث افزایش قابل توجه ریزسختی (تا حدود ۳۰٪) شده است. با توجه به پژوهش‌های قبلی و با توجه به بررسی‌های ریزساختاری کاهش ریزسختی در نمونه فلز پایه FSP شده می‌تواند بخاطر آنیل شدن ریزساختار و کاهش چگالی نایبجایی‌ها در ناحیه اغتشاشی باشد [۲۳]. در این نمونه با وجود ریزدانه شدن ریزساختار نسبت به فلز پایه به نظر می‌رسد که نرمی حاصل از آنیل شدن ریزساختار بر سخت شدگی حاصل از ریزدانه‌گی غالب شده است.



شکل ۹. متوسط ریزسختی اندازه‌گیری شده برای فلز پایه، فلز پایه FSP شده و کامپوزیت سطحی.

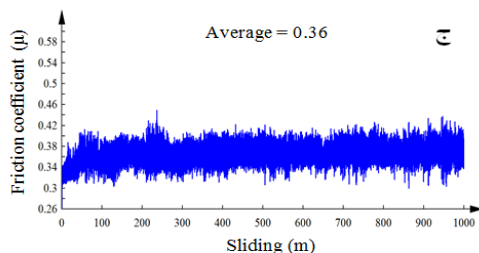
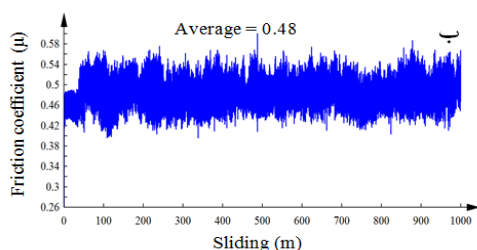
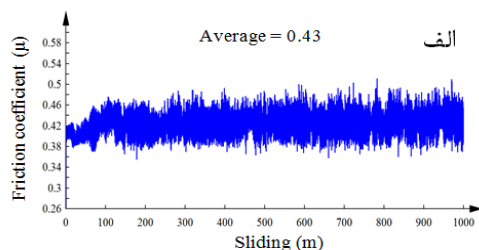
Al_3Ti در مدت زمان کوتاه در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی به شرایط ترمومکانیکال فعال کننده یعنی تغییر شکل پلاستیکی شدید، بالا رفتن دما بخاطر گرمای اصطکاکی، ریزدانه‌گی و افزایش سطوح مرزدانه‌ها، گرمای آزاد شده حاصل از واکنش گرمای تیتانیوم و آلومینیم و نیز افزایش چگالی نایبجایی‌ها که شرایط را برای نفوذ آلومینیم به داخل ذرات تیتانیوم تسهیل می‌نمایند می‌توان نسبت داد. الگوهای XRD تهیه شده از فلز پایه و نمونه کامپوزیت سطحی در شکل ۸ آورده شده است.



شکل ۸. الگوی XRD تهیه شده از فلز پایه و کامپوزیت سطحی.

همان‌طور که دیده می‌شود در الگوی فلز پایه علاوه بر پیک‌های پراش مربوط به زمینه آلومینیم نیز پیک‌های مربوط به ترکیبات اینترمتالیک اولیه $Al_6(Mn,Fe)$ موجود در ریزساختار دیده می‌شود. از آنجایی که دمای انحلال این ترکیبات حدود $635^{\circ}C$ [۲۲] بوده و بیش‌ترین دمای ثبت شده در حین فرآیند اصطکاکی اغتشاشی حدود $500-400^{\circ}C$ [۶] است، لذا این ترکیبات در زمینه حل نشده و در ریزساختار باقی می‌مانند. در الگوی نمونه کامپوزیتی حضور پیک‌های پراش متعدد مربوط به ترکیب آلومینایدی Al_3Ti می‌تواند تأییدی بر واکنش درجای بین ذرات تیتانیوم افزوده شده با زمینه آلومینیم باشد. علاوه بر حضور

سایشی با دیسک ساینده و تجمع و از بین رفتن دوره‌ای ذرات سایشی در لابلای سطوح پین و دیسک ساینده نسبت داده شود [۲۵].



شکل ۱۰. منحنی‌های تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزشی (الف) فلز پایه، (ب) فلز پایه FSP شده و (ج) کامپوزیت سطحی.

همچنین از نمودارها مشاهده می‌شود که نوسانات در ضریب اصطکاک برای نمونه فلز پایه FSP شده نسبت به فلز پایه و کامپوزیت سطحی شدیدتر است. دلیل تشکیل چنین نوسانات شدیدی در ضریب اصطکاک برای این نمونه می‌تواند بخاطر تماس چسبان شدید سطح با دیسک ساینده باشد به گونه‌ای که جدا شدن ذرات سایشی درشت در حین تست سایش منجر به ایجاد فاصله بین سطح نمونه و دیسک ساینده می‌شود [۲۶].

نمودارهای کاهش وزن بر حسب مسافت لغزشی برای نمونه‌ها در شکل ۱۱ الف نشان داده شده است.

افزایش قابل ملاحظه ریزسختی در نمونه کامپوزیت سطحی را می‌توان به دلایلی که در ادامه گفته خواهد شد نسبت داد. ذرات تقویت‌کننده تیتانیم (۱۰۰ ~ ویکرز) و به‌ویژه نانوذرات درجای Al_3Ti (۵۶۰ ~ ویکرز) دارای ریزسختی به مراتب بیش‌تر از زمینه آلومینیم (۴۲ ~ ویکرز) هستند، لذا با توجه به قاعده ترکیب^۵ در کامپوزیت‌ها منطقی است که کامپوزیت سطحی ریزسختی بالاتری داشته باشد. توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده بویژه نانوذرات آلومینایدی در سرتاسر زمینه بعنوان موانعی در برابر حرکت نابجایی‌ها عمل کرده که می‌توانند مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان را فعال نمایند. نمونه کامپوزیت سطحی نسبت به زمینه آلومینیم دارای دانه‌هایی با اندازه به مراتب کوچک‌تر است، لذا این ریزدانه‌گی با توجه به رابطه هال-پچ می‌تواند باعث بهبود ریزسختی شود. علاوه بر این نیز، اختلاف زیاد در ضریب انبساط حرارتی ذرات تقویت‌کننده و زمینه آلومینیم می‌تواند مطابق با مکانیزم کوئچ هاردنینگ منجر به افزایش چگالی نابجایی‌ها در ریزساختار و افزایش ریزسختی شوند.

ارزیابی رفتار سایشی

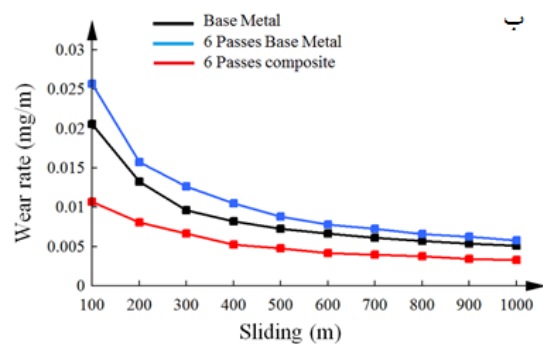
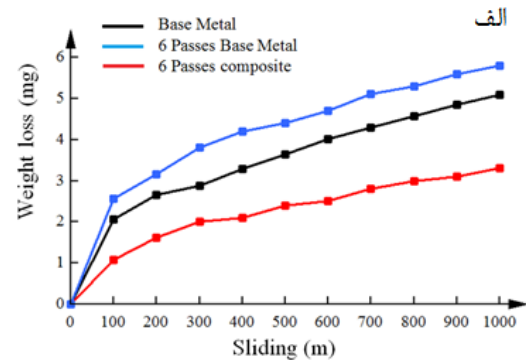
منحنی‌های تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزشی برای نمونه‌ها در شکل ۱۰ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود متوسط ضریب اصطکاک برای لایه کامپوزیت سطحی (۰/۳۶) به مراتب کم‌تر از فلز پایه (۰/۴۳) و فلز پایه FSP شده (۰/۴۸) است.

کاهش قابل ملاحظه ضریب اصطکاک برای نمونه کامپوزیتی می‌تواند به توزیع یکنواخت ذرات تقویت‌کننده و سختی بالاتر کامپوزیت سطحی نسبت داده شود که منجر به کاهش سطوح تماس بین نمونه و دیسک ساینده می‌شود [۲۴]. علاوه بر این، در تمامی نمونه‌ها نوسانات شدیدی در ضریب اصطکاک دیده می‌شود که دلیل چنین رفتاری می‌تواند بخاطر جوش خوردن موضعی سطوح

⁵ rule of mixture

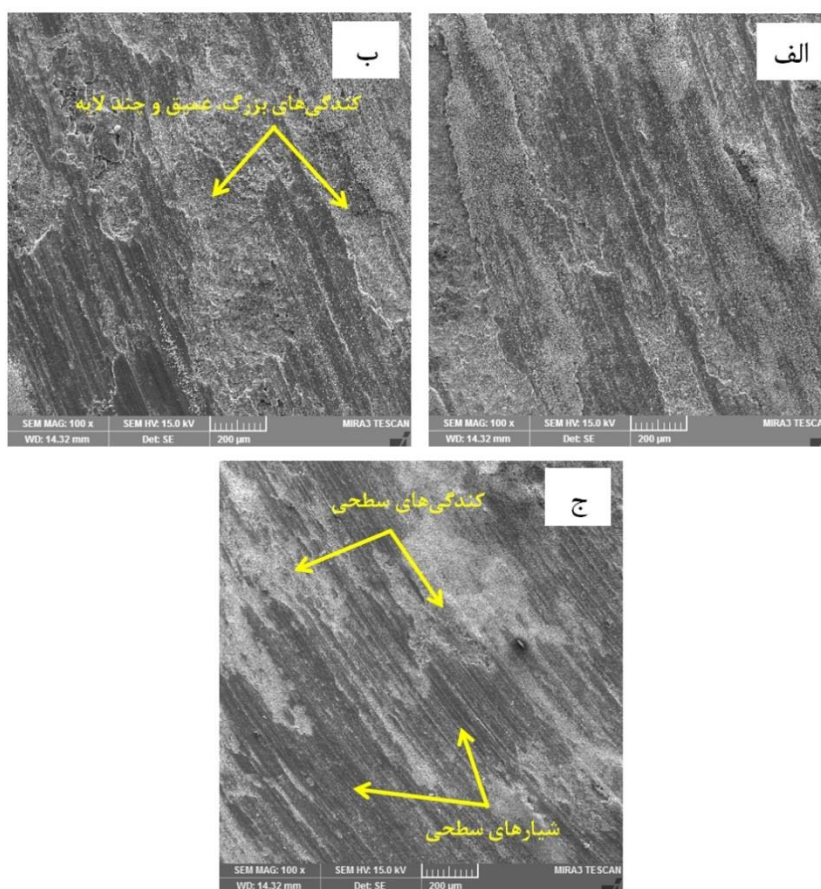
نیز رسم شده و در شکل ۱۱ ب آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود نمونه کامپوزیتی نرخ سایش به مراتب کمتری را نسبت به دیگر نمونه‌ها از خود نشان می‌دهد و تقریباً از همان ابتدای شروع آزمون نرخ سایش حالت پایداری را ارایه می‌دهد. این در حالی است که نمونه فلز پایه و فلز پایه FSP شده در مراحل ابتدایی فرآیند نرخ سایش بالایی را تجربه می‌کنند و تقریباً بعد از گذشت مسافت حدود ۴۰۰ متر به حالت سایش پایدار می‌رسند، لذا با توجه به تاثیر سختی بر روی رفتار سایشی می‌توان مقاومت سایشی بالای نمونه کامپوزیتی را به سختی بالاتر آن نسبت داد. علاوه بر این، حضور ذرات تقویت‌کننده در نمونه کامپوزیتی به دلیل تحمل بار بیشتر و جلوگیری از تماس مستقیم بین زمینه نرم آلومینیم با دیسک ساینده باعث جلوگیری از تغییر شکل پلاستیکی و بهبود مقاومت سایشی می‌شوند. پیوند قوی بین نانوذرات آلومینایدی Al_3Ti با زمینه آلومینیم به دلیل ماهیت تشکیل در جای آن‌ها نیز می‌تواند بعنوان عامل موثر دیگری در بهبود مقاومت سایشی کامپوزیت سطحی در نظر گرفته شود [۲۷،۲۸].

تصاویر SEM از سطوح سایش نمونه‌ها در شکل ۱۲ آورده شده است. مورفولوژی سطوح سایش برای فلز پایه و فلز پایه FSP شده که به ترتیب در شکل‌های ۱۲ الف و ب آورده شده‌اند، نشان می‌دهد که سطوح سایش یافته خشن بوده و کندگی‌های موجود در سطوح سایش (بویژه برای فلز پایه FSP شده) به صورت تکه‌هایی بزرگ، عمیق و چند لایه‌ای است.



شکل ۱۱. نمودار الف) کاهش وزن و ب) نرخ سایش بر حسب مسافت لغزشی نمونه‌ها.

همان‌طور که از شکل مشاهده می‌شود اعمال فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث کاهش مقاومت به سایش فلز پایه شده است چرا که در مقایسه با فلز پایه کاهش وزن بیشتری را از خود نشان داده است. این رفتار همان‌گونه که در بخش قبل گفته شد بواسطه نرم شدن حاصل از آنیل شدن ریزساختار است. این در حالی است که نمونه کامپوزیتی کم‌ترین کاهش وزن را نسبت به دیگر نمونه‌ها از خود نشان می‌دهد. نمودار نرخ سایش نمونه‌ها نیز که حاصل تقسیم کاهش وزن بر حسب مسافت لغزشی است



شکل ۱۲. تصاویر SEM از سطوح سایش (الف) فلز پایه، (ب) فلز پایه FSP شده و (ج) کامپوزیت سطحی.

هموارتر بوده که خود بیانگر مقاومت بیش تر ماده در برابر تغییر شکل پلاستیک و در نتیجه بهبود مقاومت سایشی است. بررسی ها همچنین نشان می دهد که سطوح سایش حاوی کندگی هایی کم عمق به صورت تکه های کوچک و همچنین شیارهای سطحی موازی با جهت سایش است که می تواند تاییدی بر تغییر مکانیزم سایشی چسبان شدید به چسبان ملایم^۷ و نیز سایش خراشان^۸ در این نمونه باشد. وطن خواه و همکاران [۳۰] در ارزیابی رفتار سایشی کامپوزیت $Al-Al_2O_3/TiB_2$ تولید شده توسط فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نیز تغییر مکانیزم سایشی از حالت چسبان برای فلز پایه به چسبان و خراشان برای نمونه کامپوزیتی را گزارش کردند.

دلیل چنین رفتاری می تواند بخاطر استحکام کم تر و انعطاف پذیری بیش تر آلیاژ آلومینیم نسبت به صفحه سایشی و همچنین بخاطر چسبیدن آلیاژ آلومینیم به دیسک ساینده فولادی نسبت داده شود. در حین سایش این سطوح دچار کرنش سختی و در ادامه دچار پارگی شده به گونه ای که جدا شدن تکه های چسبیده شده از بخش های عمیق نمونه اتفاق می افتد و سایش چسبان شدید^۶ را در سطوح سایش به وجود می آورند. قنبری و همکاران [۲۹] نیز تشکیل کندگی های عمیق و چند لایه ای را در سطوح سایش یافته آلیاژ $Al 2024$ را بعنوان مکانیزم غالب سایش چسبان شدید گزارش کرده اند. این در حالی است که بررسی سطوح سایش برای کامپوزیت سطحی که در شکل ۱۲ ج آورده شده است نشان می دهد که سطوح سایش یافته نسبت به نمونه فلز پایه FSP شده صاف تر و

⁷ - Mild Adhesive Wear

⁸ - Abrasive Wear

⁶ - Severe Adhesive Wear

نتیجه گیری

در پژوهش حاضر، با استفاده از پودر عنصری تیتانیم و فرآیند اصطکاکی اغتشاشی واکنشی کامپوزیت سطحی تقویت شده با ذرات آلومینایدی Al_3Ti بر روی زیرپایه آلیاژ آلومینیم Al 3003-H14 تولید شد. تحولات ریزساختاری و نیز رفتار سایشی کامپوزیت مورد مطالعه قرار گرفت. اهم نتایج حاصله به قرار زیر است:

۱- اعمال شش پاس فرآیند اصطکاکی اغتشاشی باعث ریزدانه‌گی قابل ملاحظه ریزساختار و نیز توزیع کاملاً یکنواخت ذرات تقویت کننده در سرتاسر زمینه کامپوزیت شد.

۲- مشاهده شد که تشکیل ترکیبات آلومینایدی Al_3Ti در فصل مشترک ذرات تیتانیم با زمینه آلومینیم شروع شده و سپس به درون ذرات پیشروی می کنند بنحوی که بخشی از ذرات تیتانیم به صورت واکنش نداده باقی می ماند.

۳- تشکیل ترکیبات آلومینایدی Al_3Ti در یک مدت زمان کوتاه ($sec \sim 40$) به شرایط ترمومکانیکال فعال کننده حاصل از فرآیند اصطکاکی اغتشاشی نسبت داده شد.

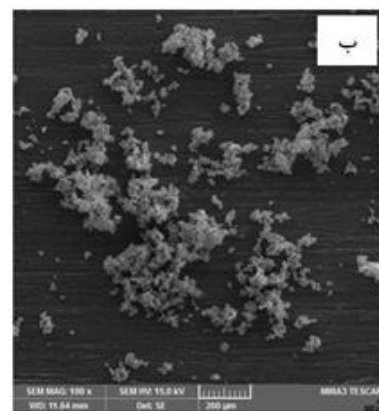
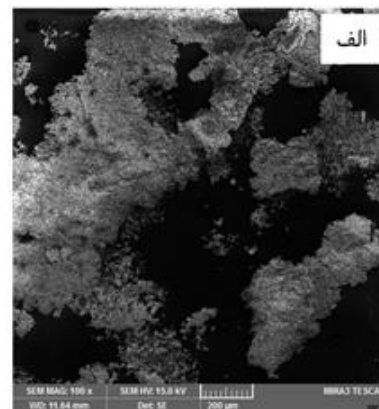
۴- نمونه کامپوزیت سطحی ریزسختی و مقاومت به سایش به مراتب بالاتری نسبت به زمینه تقویت نشده از خود نشان داد.

۵- مکانیزم سایشی غالب برای فلز پایه تقویت نشده سایش چسبان شدید و برای نمونه کامپوزیت سطحی مکانیزم سایش چسبان ملایم و خراشان تعیین شد.

مراجع

1. R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, *Friction stir processing: a novel technique for fabrication of surface Composite*, Materials Science and Engineering A, 341 (2003)307-310.
2. 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, 641 (2015)380–390.

تصاویر SEM از مورفولوژی ذرات سایشی برای فلز پایه FSP شده و کامپوزیت سطحی در شکل ۱۳ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود ذرات سایشی برای فلز پایه FSP شده (شکل ۱۳ الف) به صورت تکه های بزرگ و ضخیم هستند که خود مطابقت خوبی با نمودار نرخ سایش دارند. چنین مورفولوژی ذرات سایشی می توانند تاییدی بر مکانیزم غالب چسبان شدید در این نمونه باشد. با مقایسه ذرات سایشی برای نمونه فلز پایه FSP شده (۱۳ الف) و نمونه کامپوزیتی (۱۳ ب) ملاحظه می شود که ذرات سایشی برای نمونه کامپوزیت سطحی ریزتر و یکنواخت تر است، لذا با توجه به مورفولوژی ذرات سایشی و سطوح سایش یافته کامپوزیت سطحی می توان مکانیزم غالب سایشی را سایش چسبان ملایم و خراشان در نظر گرفت.



شکل ۱۳. تصاویر SEM از ذرات سایشی الف) فلز پایه FSP شده و ب) کامپوزیت سطحی.

- by friction stir processing, *Scripta Materialia*, 53 (2005)341–345.
14. I. Dinaharan, G. Ashok Kumar, S.J. Vijay, N. Murugan, *Development of Al₃Ti and Al₃Zr intermetallic particulate reinforced aluminum alloy AA6061 in situ composites using friction stir processing*, *Materials and Design*, 63 (2014)213–222.
 15. Y.G. Kima, H. Fujii, T. Tsumura, T. Komazaki, K. Nakata, *Three defect types in friction stir welding of aluminum die casting alloy*, *Materials Science and Engineering A*, 415 (2006)250–254.
 16. S. Sahraeinejad, H. Izadi, M. Haghshenas, A.P. Gerlich, *Fabrication of metal matrix composites by friction stir processing with different Particles and processing parameters*, *Materials Science and Engineering A*, 626 (2015)505-513.
 17. Guoqiang Huang, Yifu Shen, Rui Guo, Wei Guan, *Fabrication of tungsten particles reinforced aluminum matrix composites using multi-pass friction stir processing: Evaluation of microstructural, mechanical and electrical behavior*, *Materials Science and Engineering A*, 674 (2016)504-513.
 18. M. Amra, Kh. Ranjbar, R. Dehmlaei, *Mechanical Properties and Corrosion Behavior of CeO₂ and SiC Incorporated Al5083 Alloy Surface Composites*, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24 (2015)3169-31798.
 19. U. R. Kattner, J. C. Lin, Y. A. Chang, *Thermodynamic Assessment and Calculation of the Ti-Al System*, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 23(1992)2081-2090.
 20. Q. Zhang, B.L. Xiao, D. Wang, Z.Y. Ma, *Formation mechanism of in situ Al₃Ti in Al matrix during hot pressing and subsequent friction stir processing*, *Materials Chemistry and Physics*, 130(2011) 1109-1117.
 21. C.J. Hsu, C.Y. Chang, P.W. Kao, N.J. Ho, C.P. Chang, *Al–Al₃Ti nanocomposites produced in situ by friction stir processing*, *Acta Materialia*, 54(2006) 5241–5249.
 22. 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*, 32 (2001)3033-3042.
 23. B. Abnar, M. Kazeminezhad, A. H. Kokabi, *Effects of heat input in friction stir welding on*
 3. A. Shafiei-Zarghani, S.F. Kashani-Bozorg, A. Zarei- Hanzaki, *Wear assessment of Al/Al₂O₃ nano-composite surface layer produced using friction stir processing*, *Wear*, 270 (2011)403–412.
 4. S. Soleymani, A. Abdollah-zadeh, S.A. Alidokht, *Microstructural and tribological properties of Al5083 based surface hybrid composite produced by friction stir processing*, *Wear*, 278– 279 (2012)41– 47.
 5. Essam R.I. Mahmoud, Makoto Takahashib, Toshiya Shibayanagi, Kenji Ikeuchi, *Wear characteristics of surface-hybrid-MMCs layer fabricated on aluminum plate by friction stir processing*, *Wear*, 268 (2010)1111–1121.
 6. R.S. Mishra, Z.Y. Ma, *Friction stir welding and processing*, *Materials Science and Engineering R*, 50 (2005)1-78.
 7. 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*, 31 (2010)1231-1236.
 8. Ghasem Azimi-Roeen, Seyed Farshid Kashani-Bozorg, Martin, Nosko, Peter Švec, *Reactive mechanism and mechanical properties of in-situ hybrid nano-composites fabricated from an Al–Fe₂O₃ system by friction stir processing*, *Materials Characterization*, 127 (2017)279-287.
 9. S.C. Tjong, Z.Y. Ma, *Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites*, *Materials Science and Engineering*, 29 (2000)49-113.
 10. I.S. Lee, P.W. Kao, C.P. Chang, N.J. Ho, *Formation of Al-Mo intermetallic particle-strengthened aluminum alloys by friction stir processing*, *Intermetallics*, 35 (2013)9-14.
 11. F. Khodabakhshi, A. Simchi, AH. Kokabi, A.P. Gerlich, *Friction stir processing of aluminum matrix nanocomposites by pre-placing elemental titanium powder: In-situ formation of Al₃Ti nanoparticles and metallurgical characteristics*, *Materials Characterization*, 108 (2015)102-114.
 12. J.Qian, J. Li, J. Xiong, F. Zhang, X. Lin, *In situ synthesizing Al₃Ni for fabrication of intermetallic-reinforced aluminum alloy composites by friction stir processing*, *Materials Science and Engineering A*, 550 (2012)279– 285.
 13. C.J. Hsu, P.W. Kao, N.J. Ho, *Ultrafine-grained Al–Al₂Cu composite produced in situ*

- microstructure and mechanical properties of AA3003-H18 plates*, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 25 (2015)2147- 2155.
24. N. Hosseini, F. Karimzadeh , M.H. Abbasi, M.H. Enayati, *Tribological properties of Al6061-Al₂O₃ nanocomposite prepared by milling and hot pressing*, Materials and Design, 31 (2010)4777–4785.
25. B. Zahmatkesh, M.H. Enayati, F. Karimzadeh, *Tribological and microstructural evaluation of friction stir processed Al2024 alloy*, Materials and Design, 31 (2010)4891–4896.
26. H. Rana, V. Badheka, *Influence of friction stir processing conditions on the manufacturing of Al-Mg-Zn-Cu alloy/boron carbide surface composite*, Journal of Materials Processing Technology, 255 (2018)795-807.
27. S. Kumar, V. Subramanya Sarma, B.S. Murty, *Influence of in situ formed TiB₂ particles on the abrasive wear behaviour of Al-4Cu alloy*, Materials Science and Engineering A, 465 (2007)160–164.
28. S.R. Anvari, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, *Wear Characteristics of Al-Cr-O Surface Nano-composite Layer Fabricated on Al6061 Plate by Friction Stir Processing*, Wear, 304 (2013)144–151.
29. D. Ghanbari, M. Kasiri Asgarani, K. Amini, Farhad Gharavi, *Influence of Heat Treatment on Mechanical Properties and Microstructure of the Al2024/SiC Composite Produced by Multi-Pass Friction Stir Processing*, Measurement, 104(2017)151-158.
30. R. Vatankhah Barenji, V. M Khojastehnezhad, H. H Pourasl, A. Rabiezadeh, *Wear properties of Al-Al₂O₃/TiB₂ surface hybrid composite layer prepared by friction stir process*, Journal of Composite Materials, 50(2016)1457–1466.