## بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>p</sup>/Al با استفاده از لایه واسطه مس

## سید شهاب سیدین، حمیدرضا سلیمی جزی<sup>\*</sup>، محمدرضا طرقینژاد و فتح اله کریم زاده دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۰۶/۲۱ – دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۱/۱۰/۲۶)



\* : مسئول مكاتبات، پست الكترونيكي: hrjazi@cc.iut.ac.ir

## Analyzing Mechanical Properties of Transient Liquid Phase Bonding of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>p</sup>/Al Nanocomposite Using Copper Interlayer

S.S. Sayyedain, H.R. SalimiJazi<sup>\*</sup>, M.R. Toroghinejad and F. Karimzadeh.

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 84156-83111, Iran

**Abstract:** Due to their superior properties such as high specific strength, high creep resistance and high strength at elevated temperatures, aluminum composites reinforced with alumina nano particles are widely used for advanced purposes such as aerospace and auto industries. Lack of an appropriate welding process limits their applications. Transient liquid phase (TLP) bonding is one of the state-of-the-art joining processes. It is used for welding composites and advanced materials. Microstructure and mechanical properties of TLP bonding depend on the bonding time and temperature. In the current study, the effect of bonding time on the microstructure and bonding strength of the TLP diffusion bonded of  $Al_2O_3^P/Al$  nanocomposite was investigated. A thin layer of copper deposited by electroplating was used as an interlayer. The bonding times of 20 and 40 min were not sufficient for completing the isothermal solidification, and the bonding strengths were not satisfactory. By increasing the bonding time to 60 min at constant bonding temperature of 580 °C, the isothermal solidification was completed and the final joint microstructure consisted of soft a-Al phase with dispersed CuAl<sub>2</sub> precipitated particles. Decreasing the amount of brittle eutectic structures in the joint seam by increasing the bonding time was the main reason for improvement of the joint shear strength was achieved at 580 °C for 60 min which was about 85% of the shear strength of the base material.

Keywords: Al matrix Nanocomposite, TLP diffusion bonding, Isothermal solidification, Microstructure

مذاب در حوضچهی جوش و عیوبی از قبیل تخلخا، برای اتصال این گونه مواد پیشرفته ناکارآمد بوده است [۵-۷]، لـذا برای اتصال این گونه مواد، فرایندهای اتصال حالت جامد توسعه یافتهاند. از میان روش های اتصال حالت جامد، روش اتصال نفوذي با استفاده از فاز مايع گذرا' (TLP )، جهت اتصال کامیوزیت های زمینه ی آلومینیومی به طور گستردهای استفاده شده است [۸ و ۹]. در فرایند اتصال نفوذی TLP اتصالی متالورژیکی بین فلزات پایا ایجاد می گردد، بدین صورت که در اثر در هم نفوذی اتمهای لایه واسطه و اتمهای فلز پایه، در ابتدا یک لایه مذاب در درز اتصال ایجاد می شود. این لایه مذاب قادر به حل کردن اکسیدهای سطحی سطوح اتصال بوده، لذا براي كاميوزيتهاي زمينه آلومينيومي كه لايـه اکسید چسبندهای روی سطوح خود دارند، وجود این لایه مذاب یک مزیت بزرگ محسوب می گردد. لایه مذاب تمامی سطوح اتصال را تر کرده، با گذشت زمان و در هم نفوذی بیشتر اتمها در دمای اتصال، انجماد همدما کرخ می دهد. به

۱– مقدمه

امروزه کامپوزیت های زمینه ی آلومینیومی به دلیل دارا بودن خواص مطلوبی از قبیل نسبت استحکام به وزن بالا، چگالی پایین، سختی بالا و مقاومت بالا به اکسیداسیون و سایش، در صنایع هوا- فضا، اتومبیل سازی، الکترونیک و به طور کلی صنایعی که به نوعی نیاز به مواد سبک و در عین حال مستحکم دارند، به شدت مورد توجه قرار گرفته اند. این خواص مطلوب در کامپوزیت های با ساختار نانو بسیار پشم گیرتر و شاخص تر است. با این حال، عدم وجود و یا فقدان روش مناسب، اقتصادی و قابل اعتماد برای اتصال این گونه مواد، موجب شده که کاربردهای این مواد پیشرفته این گونه مواد، مغید بوده و گامی مهم و مؤثر در جهت کاربردی کردن این مواد برای استفاده در صنایع محسوب میشود، [۱-۴]. فرایندهای اتصال ذوبی به دلیل واکنش های نامطلوب بین زمینه و ذرات تقویت کننده، سیالیت پایین



شکل ۱- مونتاژ قطعات قبل از فرایند اتصال

طور كلى فرايند اتصال TLP شامل چهار مرحله به ترتيب زير است [١٠ و ١١] : ١. انحلال لايه واسطه ٢. عريض شدن لايه مذاب ايجاد شده و همگن شدن تركيب شيميايي آن

- ۳. انجماد همدما
- ۴. همگن شدن ناحیه اتصال

دو مرحلهی اول توسط نفوذ در فاز مایع کنترل شده و در حدود چند دقیقه به طول میانجامد، در حالی که دو مرحلهی بعد توسط نفوذ در حالت جامد کنترل شده و برای کامل شدن، چندین ساعت زمان نیاز دارد.

مرحلهی سوم وقتی کامل می گردد که تمام ناحیهی اتصال به صورت همدما منجمد شده باشد. در صورتی که شرایط برای کامل شدن انجماد همدما کافی نباشد، مذاب باقی مانده در درز اتصال، به هنگام سرد شدن به صورت معمولی منجمد می شود. عوامل موثر در این مرحله، زمان اتصال و دمای اتصال اند که برای رسیدن به خواص مطلوب باید به صورت بهینه انتخاب شوند [۱۲ و ۱۳].

در این پژوهش قابلیت اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با استفاده از لایه واسطهی مسمی بررسمی شده و تاثیر زمان اتصال بر ریزساختار، استحکام برشمی و در نهایت مکانیزم شکست اتصالها مورد مطالعه قرار گرفته است.

#### ۲- مواد و روشها

در ایــــن پــــژوهش ابتـــدا قطعـــات نانوکـــامپوزیتی Al-10%wtAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با استفاده از فرایند آلیاژســازی مکــانیکی و

پرس گرم تولید شدند. بدین صورت که مقادیر مناسبی پودر Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> نانومتری (۳۰–۲۰ نانومتر) با پودر آلومینیوم (خلوص ۱۹۹/۹۹٪) مخلوط و در محیط گاز آرگون و در دمای محیط آسیاب کاری شد. آلیاژسازی مکانیکی در آسیاب گلولهای سیارهای با محفظهای از جنس فولاد سخت پر کروم حاوی ۱۹ گلوله فولادی با قطر ۲۰ میلیمتر و مدت زمان ۷ ساعت، انجام شد که نسبت وزنی گلولهها به پودر ۱۰ به ۱ و سرعت چرخش آسیاب ۲۵۰ دور بر دقیقه بود.

قالب پرس گرم شامل المنت مقاومتی به عنوان منبع گرمایی، تجهیزات کنترل کننده دما، سمبه و ماتریس از جنس فولاد گرم کار H13 بود. به منظور تولید قطعات بالک نانوکامپوزیت، پودرهای به دست آمده از مرحلهی قبل در دمای ۵۰۵ درجهی سانتی گراد و تحت فشار ۴۵۰ مگاپاسکال، پرس گرم شدند. نمونههای حاصل در ابعاد ۲۰mm<sup>2</sup> × ۵ و به ضخامت ۵ میلی متر بریده شده، پس از آمادهسازی سطوح مورد نظر به وسیله سنبادهزنی تا سنبادهی ۲۰۰۰، پولیش و شستشو با الکل و استون، لایهای از فلز مس به ضخامت ۲۵ میکرون با استفاده از فرایند آبکاری الکتریکی بر روی یکی از سطوح آماده سازی شده، ایجاد شد. در ادامه نمونهها مطابق شکل (۱) در دمای محیط برای انجام فرایند اتصال مونتاژ شدند.

از آنجایی که فلز پایه نانوکامپوزیت است، لذا برای جلوگیری از رشد دانههای زمینه در آن، سعی بر آن بوده که دمای اتصال طوری انتخاب شود که در آن دما، انجماد همدما در حداقل زمان ممکن انجام گردد. بنابراین مطابق شکل (۲)،



شکل ۲- تاثیر دمای اتصال بر زمان لازم برای انجماد همدما در سیستمهای یوتکتیک مختلف [۱۱]



شکل ۳- نمایی از فیکسچر استحکام برشی

دمای اتصال در مینیمم نمودار مربوط به Al-Cu انتخاب شـد که حدود ۳۰ درجهی سانتی گراد بالای دمای یوتکتیک Al-Cu (T<sub>E</sub>=548°C) است، لذا دمای اتصال ۵۸۰ درجهی سانتی گـراد در نظر گرفته شد.

بنابراین فرایند اتصال نفوذی TLP قطعات در دمای ۵۸۰ در جدای ۹۵۸ درجهی سانتی گراد، در خلأ حدود <sup>۲</sup> ۱۰ میلی بار (حدود ۱ پاسکال) و تحت فشار ثابت ۹۸۶ ۰ مگاپاسکال درکوره خلأ (VAS) و در زمانهای ۲۰، ۴۰ و ۶۰ دقیقه انجام شد. بعد از اتمام زمان اتصال نمونهها در کوره تا دمای محیط سرد شدند. نمونههای اتصال یافته در چهار قسمت مساوی، عمود بر درز

اتصال بریده شدند که سه قسمت آن برای بررسی استحکام برشی و قسمت باقی مانده برای بررسی های ریز ساختاری مورد استفاده قرار گرفت. سطح مقطع اتصال ها برای بررسی های ریز ساختاری، پولیش و سپس در محلول کلر <sup>7</sup>، اچ شدند. برای بررسی های ریز ساختاری درز اتصال ها در شرایط زمانی مختلف، از میکروسکوپ نوری استفاده شد و ریز ساختار قطعات بالک نانو کامپوزیت (فلز پایه) توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری و روبشی مورد مطالعه قرار گرفت. استحکام برشی اتصال ها، توسط فیکسچر مخصوصی که در شکل (۳) نشان داده شده، با ماشین آزمون کشش (HOUNSFIELD) مدل STELD) و با سرعت اعمال بار ۱ میلی متر بر دقیقه، ارزیابی شد. استحکام برشی اتصال ها با تقسیم نمودن حداکثر ارزیابی شده بر سطح مقطع اتصال قابل محاسبه است. در نهایت سطوح شکست اتصال ها، بوسیله ی میکروسکوپ در نهایت سطوح شکست اتصال ها، بوسیله ی میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد مطالعه قرار گرفت.

## ۳– نتايج و بحث

### ۳-۱- ریزساختار اتصالها

در ابتدا لازم است که شناخت صحیحی از فلز پایه کـه از جنس نانوکامپوزیت زمینهی آلومینیومی حاوی ۱۰ درصــــد



شکل ۴– تصویر میکروسکوپ الکترونی الف) عبوری و ب)روبشی از فلز پایه



شکل ۵– تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ساختار درونی پودر نانوکامپوزیت Al-10%wtAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

وزنی ذرات آلومینای نانومتری است، بهدست آید، لذا تـصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری فلز پایـه، در شـکل (۴) نشان داده شده است.

با توجه به شکل (۴ – الف)، دیده می شود که ذرات تقویت کننده ی آلومینا با اندازه ی ذراتی در حدود ۲۰ تا ۳۰ نانومتر، در زمینه ی نرم آلومینیوم به خوبی پراکنده شده اند. در درون فلز زمینه نیز شبکه های درهم تنیده ی نابه جایی ها دیده می شود. در بعضی از نواحی، سلول ها و دانه های فرعی با اندازه ای کم تر از ۱۰۰ نانومتر نیز به چشم می خورد. این مناطق درواقع فضاهایی عاری از نابه جایی اند که توسط دیواره ای از نابه جایی ها از هم جدا شده اند. در جداره ی این دانه های فرعی ذرات نانومتری آلومینا نیز دیده می شود. با توجه به تصویر میکروس کوپ الکترنی روب شی فلز پایه (قطعه بالک

نانوکامپوزیت Al-10%wtAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> که در شکل (۴- ب) آورده شده است، دیده می شود که فلز پایه دارای تخلخل هایی است که ناشی از دو عامل است؛ یکی تخلخل هایی که در فرایند پرس گرم و هنگام تفجوشی ذرات پودری به وجود می آیند و دیگری تخلخل های نواری و لایه ای شکل اند که ناشی از فرایند آسیاب کاری مکانیکی است. درواقع در فرایند آسیاب کاری مکانیکی، در اثر برخورد گلوله ها به ذرات پودر آلومینیوم، این فرات لهیده شده، به صورت لایه لایه بر روی هم جوش سرد و شکست در درون هر کدام از ذرات پودر محصول، ساختارهای شکست در درون هر کدام از ذرات پودر محصول، ساختارهای لایه ای شکلی ایجاد می شود. این ساختار لایه ای را در درون یک

با توجه به تصاویری که در شکل (۶) دیده می شود ، درز اتصال به سختی قابل رویت بوده و در مواردی حذف شده است. از طرفی فازهایی با رنگ روشن تر از فلز پایه در درز اتصال و در داخل تخلخلهای فلز پایه در حوالی درز اتصال، دیده می شود که برای توضیح آن لازم است ، در ابتدا مکانیزم انجام اتصال نفوذی TLP به درستی درک شود.

## TLP در کامپوزیته ای TLP در کامپوزیتهای زمینه آلومینیومی با لایه واسطهی مس

در اتصال فلزات پایه آلومینیومی با لایه واسطه مس، فرایند اتصال بدین صورت خواهد بود که پس از قرارگیری قطعات

www.SID.ir



شکل ۶– تصاویر میکروسکوپ نوری درز اتصالهای انجام شده در دمای ۵۸۰ درجهی سانتیگراد و زمان



(الف) ۲۰، (ب) ۴۰ و (ج) ۶۰ دقيقه



با ادامه یافتن بیشتر اتمهای مس به فلز پایه، ترکیب این نواحی از مقدار<sup>LD</sup> بیشتر می شود. در نتیجه این نواحی ذوب شده، لایه مذابی بین فلز پایه و لایه واسطه ایجاد و رفته رفته پهن تر می شود. از آنجایی که فلز پایه ساختاری متخلخل دارد (شکل ۴- ب)، مذاب ایجاد در درز اتصال در اثر نیروی مویینگی ناشی از تخلخل های فلز پایه، سریعاً به درون آنها جاری می شود. این پدیده باعث می شود که مذاب نه تنها سطح ظاهری اتصال را تر کند، بلکه مقدار اضافهی آن سریعاً به درون تخلخل هایی که به سطح اتصال راه دارند جاری

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۳، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۳

در دمای اتصال، نفوذ اتمهای مس از لایه واسطه به درون فلز پایه و اتمهای آلومینیم از فلز پایه به لایه واسطه، انجام می گیرد. این نفوذ در محلهایی که تماس واقعی و نزدیک اتم به اتم بین فلز پایه و لایه واسطه برقرار است، انجام می گیرد واین نقاط همان پستی و بلندیهایی هستند که در اثر زبری و ناهمواریهای موجود در سطوح اتصالی، بر روی هم واقع شدهاند. با ادامهی یافتن نفوذ در این نواحی، ترکیب فلز پایه در این نواحی بر طبق نمودار فازی Al-Cu، به مقدار <sup>CaL</sup> نشان داده شده در شکل (۷) می رسد.

شده، لذا بیرون زدگی مذاب از درز اتصال مشاهده نمی شود. در صورتی که فلز پایه مورد استفاده، کامپوزیتی با ذرات تقویت کننده ی میکرونی باشد، هنگام به وجود آمدن فاز مذاب در درز اتصال، ذرات تقویت کننده که قبلاً در زمینه محبوس بودند، اکنون با ذوب شدن زمینه در حوالی درز اتصال، آزاد شده، در درز اتصال تجمع می کنند.

تجمع این ذرات در درز اتصال موجب کاهش پیوندهای «زمینه- زمینه» شده و از طرفی به دلیل ایجاد تمرکز تنش در درز اتصال، استحکام اتصالات را به شدت کاهش می دهند [۷]. اگرچه در نانوکامپوزیت مورد استفاده در این پژوهش، هنگام ایجاد فاز مذاب در درز اتصال و حل شدن فلز زمینه در حوالی درز اتصال ، ذرات نانومتری آلومینا که در زمینهی آلومینیوم پخش شده بودند، با حل شدن زمینه، وارد مذاب می شوند، ولی از آنجایی که این ذرات ابعاد بسیار درون تخلخلهای فلز پایه، این ذرات نیز به راحتی همراه با مذاب به درون تخلخلها راه یافته و با سیلان مذاب چه در درز اتصال و چه درون تخلخلها، به راحتی جابه جا می شوند. این عامل موجب می شود که رفتار ذرات تقویتکننده نانومتری در این کامپوزیت با کامپوزیتهای که در تقویتکننده می می درند، متفاوت باشد.

با ادامه یافتن نفوذ به نحوی که بیان شد، لایه واسطه ی مس و بخشی از فلز پایه که قبلاً در تماس با لایه واسطه بوده کاملاً حل شده و مذاب حاصل شده در درز اتصال از لحاظ ترکیب شیمیایی، ترکیبی بین <sup>ΔL</sup> و <sup>ΔL</sup> طبق شکل (۷) خواهد داشت که از لحاظ میزان اتمهای مس، نسبت به فلز پایه که در تماس با این مذاب است، غنی تر است. این عامل باعث می شود که نفوذ اتمهای مس از مذاب به فلز پایه همچنان انجام گرفته و سطوحی از فلز پایه که در تماس با این مذاب است (این سطوح می تواند هم سطح درز اتصال و هم سطوح تخلخلها باشد که با مذاب در تماس هستند)، از لحاظ شیمیایی ترکیبی معادل با <sup>ΔL</sup>

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۳، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۳

سطوح هم ترکیب همگن C<sup>La</sup> پیدا کند. از این لحظه به بعد، انجماد همدما با ایجاد جوانههای جامد بر روی سطوح فلز پایه آغاز میشود. جوانههای ایجاد شده که ترکیبی معادل با C<sup>αL</sup> (طبق نمودار فازی شکل(۷)) دارند، وارد مرحلهی رشـد میشوند. در این مرحله در واقع جابهجایی فصل مشترک جامد/ مذاب سعی در حفظ تعادل ترمودینامیکی بین C<sup>La</sup> مذاب و C<sup>aL</sup> جامد دارد ولی از آنجایی که برقراری این تعادل نیازمند به نفوذ در فاز جامد است، سرعت آن بسیار کم است، لذا این مرحله بسیار زمانبر است. البته انتظار میرود در این نانوکامپوزیت به دلیل وجود ساختارهای نانو و بالا بودن ضریب نفوذ در آن، سرعت رشد (که به نـوعی زمـان تکمیـل شدن انجماد هم دما را معلوم می کند) بیش تـر باشـد. بـهدلیـل زمانبر بودن این مرحله (مرحلهی انجماد همدما)، در صورتی که زمان به اندازهی کافی در اختیار باشد، مذاب کاملاً به صورت همدما منجمد میشود و ساختار نهایی حاصل از انجماد همدمای مذاب، فاز جامدی با ترکیب C<sup>aL</sup> خواهد بود. اما اگر زمان اتصال، کافی نباشد مذاب تا زمانی که در دمای اتصال بوده، به انجماد همدماي خود ادامه مي دهد. وقتى زمان اتصال به پایان می رسد و دمای اتصال افت می کند، مذاب از این لحظه به بعد به صورت معمولی و در اثر سرد شدن منجمد می شود. لذا مذاب باقی مانده در بین جامدهای ایجاد شده به روش انجماد همدما، با سرد شدن مطابق با نمودار فازی، جامد اولیهی ۵ و در نهایت با شرکت در واکنش یوتکتیک، به صورت یوتکتیک منجمل میشود و ساختار نهایی ایجاد شده شامل مقداری جامد α (ایجاد شده در مرحله انجماد همدما)، مقداری جامد α اولیه (ناشی از سرد شدن مذاب با ترکیب C<sup>La</sup> از دمای اتصال تا دمای یوتکتیـک) و در نهایت جامد یوتکتیک α+CuAl<sub>2</sub> (در اثر انجماد یوتکتیک مذاب در دمای یوتکتیک) است. لذا تکمیل نشدن انجماد همدما میتواند در درز اتصال و دیگر نواحی که انجماد همدما کامل نشده، شبکهی پیوستهای از α+CuAl<sub>2</sub> به صورت ساختار يوتكتيكي ايجاد كند كه بهدليل دارا بودن ساختارهاي ورقهاي



شکل ۸- ریزساختار مذاب منجمد شده در تخلخل های فلز پایه

و ترد CuAl<sub>2</sub> و از طرفی قرارگیری این ترکیبات در خط مركزى اتصال، باعث كاهش استحكام اتصالات مي شود، لذا برای رسیدن به استحکام بالا، کامل شدن انجماد همدما ضروری به نظر میرسد. بعد از کامل شدن انجماد همدما، مرحلهی همگن شدن بهوقوع خواهد پیوست که در این مرحله با گذشت زمان کافی، ترکیب شیمیایی جامد ایجاد شده در انجماد همدما که معادل C<sup>aL</sup> است، با نفوذ اتمهای مـس از  $\mathbf{C}^{lpha \mathbf{L}}$  آن به درون فلز پایه در نواحی دورتر، رفته رفته از مقدار کاهش یافته، به غلظتهای بسیار کم در حدود صفر میل می کند. بدین ترتیب جامد حاصل، با زمینهی فلز پایه از لحاظ تركيب شيميايي و دماي ذوب فرقي نداشته، دقيقاً همانند فلـز زمینه شده است. از آنجایی که این مرحله همگن شدن بسیار زمانبر است معمولاً در زمان اتصال، فرصت کافی برای کامل شدن این مرحله وجود ندارد اغلب به صورت جزیم انجام می شود. همین عامل موجب می شود که ترکیب جامد ایجاد شده در درز اتصال و تخلخل ها در حدود C<sup>aL</sup> و یا قدری کمتر از آن باقی بماند. بعد از اتمام فرایند اتصال و قرارگیری قطعات اتصال یافته در دمای محیط چنانچه میزان مس موجود در فاز جامد مذکور بیش تر از حد حلالیت آن در دمای محیط باشد، با گذشت زمان، (طبق نمودار فازی) ذرات رسوبی CuAl<sub>2</sub> در زمینهی فاز جامد مذکور پدیدار خواهد شد. لازم به ذکر است

که ذرات نانومتری آلومینا که در زمینهی فاز جامد ۵-۸۱ قرار گرفتهاند، می توانند در جوانهزنی این ذرات رسوبی نقش مهمی داشته باشند و موجب تسريع جوانهزني و توزيع مناسب اين جوانهها شوند. با توجه به توضيحات بيان شده، فازهايي كه با رنگ روشن تر از فلز پایه در درز اتصال و در داخل تخلخل های فلز پایه ، مشاهده شده، جامدی است که در مرحله ی انجماد همدمای مذاب، ایجاد شده است. در واقع مذاب ایجاد شده در درز اتصال پس از مکیده شدن به درون تخلخلها و تمام حفراتی که به نوعی به سطح اتصال راه داشتهاند، با گذشت زمان، به صورت همدما منجمد شده و فاز جامد بر جا مانده، محلول جامد آلومینیوم حاوی مقداری مس است (که این مقـدار مس، بسته به دمای اتصال و زمان اتصال متفاوت است). در بزرگنمایی بالاتر می توان این فاز را با جزییات بیش تر در شکل (۸)، مشاهده نمود. با توجه به شکل(۸)، می توان ذرات رسوبی CuAl<sub>2</sub> را در زمینهی فاز α-Al مشاهده نمود. ساختار لایهای فلز پايه (سمت چپ تصوير) نيز به خوبي مشهود است و ميتوان فازهایی با رنگ روشن را در درون آنها دید که در واقع همان مذاب منجمد شده (a-Al) است.

### ۳–۱–۲– تاثیر زمان اتصال بر ریزساختار اتصالها

زمان اتصال می تواند بر ریزساختار نهایی اتصال بسیار مؤثر باشد. در صورتی که زمان برای تکمیل شدن انجماد همدما کافی نباشد، در ریزساختار نهایی، مقادیری ترکیب یوتکتیک μ-CuAl در بین جامدهای ایجاد شده (توسط انجماد همدما) مشاهده خواهد شد. به عنوان مثال در نمونهی اتصال یافته در دمای ۵۸۰ درجهی سانتی گراد و زمان ۴۰ دقیقه مشاهده می شود که بین فازهای جامد ایجاد شده، مذاب باقی مانده به صورت یوتکتیک منجمد شده است. این انجماد یوتکتیک در شکل (۹)، نشان داده شده است. این پدیده نشان می دهد که در دمای اتصال ۵۸۰ درجهی سانتی گراد، زمان بیش تری (بیش تر از ۴۰ دقیقه) برای تکمیل شدن انجماد هم دما مورد نیاز است. از آنجایی که در زمان اتصال ۶۰ دقیقه

مشاهده می شود که استحکام اتصال های انجام شده در زمان ۲۰ و ۴۰ دقیقه نزدیک به هم بوده، تفاوت معناداری با هم ندارند، ولى با افزايش زمان اتصال به ۶۰ دقيقه افزايش چشمگیر و قابل ملاحظهای در استحکام برشبی اتصال ها مشاهده می شود. لذا احتمالاً مکانیزم شکست اتصال های انجام شده در زمان ۲۰ و ۴۰ شبیه به هم است و مکانیزم شکست اتصال های انجام شده در زمان ۶۰ دقیقه متفاوت از آن ها بوده است. در زمان های اتصال ۲۰ و ۴۰ دقیقه، زمان لازم برای انجماد همدمای مذاب هنوز کم است و مذاب باقی مانده در درز اتصال، در نهایت با شرکت در واکنش یوتکتیک، شبکهای از ترکیبات یوتکتیکی ترد در درز اتصال برجا می گذارد (شکل (۹)). از آنجایی که شکست اتصال ها در موارد فوق از ميان اين تركيبات ترد يوتكتيكي انجام مي شود لـذا اسـتحكام اتصالها در این دو زمان به هم نزدیک و همچنین کم است. با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه، استحکام اتصالها به طور چشم گیری افزایش یافته است، که این افزایش قابل ملاحظه در استحکام دلالت بر عدم حضور شبکهای پیوسته از ساختارهای ترد یـوتکتیکی در درز اتـصال دارد. از طرفـی در ريزساختار أنها نيز تركيبات ترد به صورت ساختار يوتكتيكي مشاهده نشدند، لذا مي توان اين گونه نتيجه گرفت كه با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه، زمان لازم مهیا شده و مذاب بهصورت کاملاً همدما منجمد شده است. به عبارتی دیگر، اتصال TLP این نانوکامپوزیت در دمای ۵۸۰ درجـه سانتی گراد و زمان ۶۰ دقیقه بهخوبی انجام می پذیرد. لازم به ذکر است که این زمان در مقایسه با زمان لازم جهت اتصال های TLP کامپوزیتهای زمینه آلومینیومی معمولی، کمتر است. مـــثلاً در پژوهـــشي [١٧]، اتــصالTLP کامپوزيـــت زمينــه آلومینیومی انجام و زمان لازم برای تکمیل انجماد هـمدمـا در دمای ۵۸۰ درجهی سانتی گراد، حدود ۱۲۰ دقیقه گزارش شده است. علت كاهش زمان لازم براي انجماد همدما در نانوکامپوزیت مورد استفاده در این پژوهش را می تـوان در دو عامل مهم خلاصه نمود. اول آن که نانوکامپوزیت مورد



شکل ۹– ایجاد ساختار یوتکتیک در بین دانههای منجمد شده در



## شکل ۱۰– نمودار استحکام برشی اتصالات در دمای ۵۸۰ درجه سانتیگراد و زمانهای مختلف

چنین ساختارهایی مشاهده نشد، لذا می توان این گونه برداشت کرد که زمان اتصال ۶۰ دقیقه، احتمالاً برای کامل شدن انجماد همدما کافی بوده است.

# ۲-۳ خواص مکانیکی اتصالها ۲-۳ استحکام برشی اتصالها

شکل (۱۰)، نمودار استحکام برشی اتصالات انجام شده در دمای ۵۸۰ درجه سانتی گراد، را بر حسب زمان اتصال نشان می دهد.



شکل ۱۱- سطح شکست فلز پایه، (الف) بزرگنمایی بالا و (ب) بزرگنمایی پایین

استفاده در این پژوهش همان طور که در قسمت های قبل بیان شد، متخلخل است، لذا مذاب ایجاد شده در درز اتصال بهدلیل داخل شدن در این تخلخلها، در سطح بسیار وسيعتري از سطح ظاهري اتصال، با فلز پايه در تماس است. این افزایش سطح تماس مذاب با فلز پایه باعث میشود که ضخامت لايه مذاب در تماس با فلز پايه كاهش يافته، لـذا بـا كاهش ضخامت لايه مذاب، زمان لازم براي كامل شدن انجماد همدما کاهش یابد (معادلـهی (۱)) [۱۱]. دوم آن کـه سـاختار فلز پایه شامل دانههای نانومتری، مرزهای وسیع و ذرات ریـز آلومینا است که همگی باعث بالا رفتن ضریب نفوذ مس در فلز پایه شده است، لذا ضریب نفوذ مس در این نانوکامپوزیت بهمراتب بالاتر از كامپوزیتهای معمولی خواهد بود. بالا بودن ضریب نفوذ مس در فلز پایه، نیز می تواند با توجه به معادلهی (۱) موجب كاهش زمان لازم براي انجماد همدما شود. تـأثير ضخامت لایه مذاب در تماس با فلز پایه و ضریب نفـوذ بـر زمان تکمیل شدن انجماد همدما، را می توان در معادلهی (۱)، مشاهده نمود:

$$t = \frac{W'\pi}{D_{cu}^{\alpha}} \left( \frac{C^{L\alpha}}{C^{\alpha L}} \right) \tag{1}$$

 $D^{lpha}{}_{Cu}$  که در آن W ضخامت لایه مذاب در تماس با فلـز پایـه،  $D^{lpha}{}_{Cu}$  ضریب نفوذ مس در فلز پایه و t زمان لازم جهت کامل شـدن

انجماد همدما است. با توجه به معادلهی (۱) مشاهده می شود که با کاهش W و افزایش D<sup>a</sup>Cu، زمان t کاهش می یابد.

۲-۲-۲ سطوح شکست اتصالها

برای مقایسهی سطوح شکست اتصالها با سطح شکست فلز پایه و تعیین مکانیزم شکست در اتصالها، در ابتـدا سطح شکست فلز پایه بررسی شـد. شـکل (۱۱)، سطوح شکست مربوط به فلز پایه قبل از اتصال را نشان میدهد.

با توجه به تصاویر (۱۱)، دیده می شود که گسیختگی فلز پایه در اثر نیروهای برشی، در برخی از نواحی، میان ذرات تفجوشی شده است و در برخی از نواحی گسیختگی از درون هرکدام از ذرات پودر که ساختاری لایهای دارند اتفاق افتاده است، به طوری که لایه ها از هم جدا شدهاند (که با پیکان نشان داده شده است). همچنین درسطح شکست فلز پایه، ترکها و تخلخلهایی نیز قابل مشاهده است. تصاویر مربوط به سطوح شکست اتصالهای انجام شده در شرایط گوناگون زمانی، در شکل (۱۲) نشان داده شده است. تصاویر انجام شده در زمانهای ۲۰ و ۲۰ دقیقه را نشان می دهد. با توجه به این تصاویر دیده می شود که در برخی نواحی، شکست بی مربوحی نواحی،



شکل ۱۲– سطوح شکست اتصال.های انجام شده در دمای ۵۸۰ درجهی سانتی گراد و زمان (الف) ۲۰ (ب) ۴۰ و (ج)۶۰ دقیقه

با توجه به شکل (۲۱ – الف) می توان مسیر پیشروی ترک از نواحی شکست ترد را به وضوح ملاحظه نمود. تصویر (۲۱ – ج) سطح شکست مربوط به اتصال انجام شده در زمان ه۶ دقیقه است. با توجه به این شکل دیده می شود که شکست به صورت نرم بوده، دیمپلهای برشی به وضوح قابل مشاهدهاند. هم چنین ذرات رسوبی cuAl2 به صورت نقاطی روشن در حوالی دیمپلهای برشی قابل مشاهدهاند. همان طور که قبلاً بیان شد، در زمان ۶۰ دقیقه انجماد هم دما کامل می شود و در درز اتصال فاز AL بر جا می ماند. این فاز پس از سرد شدن تا دمای محیط از مس فوق اشباع شده، لذا تمایل به

برشی به وضوح دیده می شوند، ولی در بعضی از نواحی که دیمپلهای برشی دیده نمی شود، شکست به صورت ترد انجام شده است. نواحی شکست ترد، احتمالاً ناشی از شکست از میان ترکیبات ترد یو تکتیکی است که به صورت جزیره هایی در درز اتصال دیده می شود (به شکل (۹) مراجعه شود). همان طور که قبلاً بیان شد، در زمان های اتصال ۲۰ و ۴۰ دقیقه به دلیل کافی نبودن زمان لازم جهت کامل شدن انجماد همدما، ساختارهای ترد یو تکتیکی در درز اتصال به صورت شبکه هایی دیده می شود که هم استحکام اتصال ها و هم مکانیزم شکست اتصال ها را تحت تأثیر قرار می دهد. از طرفی



شکل ۱۳– الگوی پراش پرتو ایکس انجام شده روی سطح شکست اتصال انجام شده در دمای ۵۸۰ درجهی سانتیگراد و زمان ۶۰ دقیقه

رسوب ذرات CuAl<sub>2</sub> خواهد داشت. در نهایت ذرات CuAl<sub>2</sub> به صورت ذرات CuAl<sub>2</sub> عیکنواخت در زمینه ی نرم به صورت ذراتی مجزا و با توزیع یکنواخت در زمینه ی نرم ه-Al رسوب میکنند. وقتی که درز اتصال تحت نیروی برشی قرار میگیرد، فاز نـرم Al–Ω که در درز اتصال وجود دارد، پیرامون ذرات تـرد cuAl ( کـه در زمینه ی Al–Ω پخش شدهاند) کشیده و در نهایت گسیخته می شود، لذا دیمپل هایی به وجود می آورد که در انتهای آن ها ذرات cuAl

شکل (۱۳) الگوی پراش پرتو ایکس که بر روی سطوح شکست انجام شده، را نشان میدهد. با توجه به الگوی پراش، فاز آلومینیوم ناشی از فلز پایه و α-Al و فاز CuAl ناشی از ذرات رسوبی به وضوح قابل تشخیص اند.

#### ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش خواص مکانیکی و ریزساختاری اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت AI–10% wtAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با استفاده از لایه واسطهی مس مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر حاصل شد:

- ۱) نتایج این پژوهش نشان میدهد که اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت Al-10%wtAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با استفاده از لایه واسطهی مس با موفقیت قابل انجام است.
- ۲) فلز پایه دارای تخلخل هایی است که ناشی از دو عامل است، یکی تخلخل هایی که در فرایند پرس گرم ذرات پودری به وجود می آیند و دیگری تخلخل های لایه ای شکل هستند که ناشی از فرایند آسیاب کاری مکانیکی است.
- ۳) با حل شدن فلز زمینه در حوالی درز اتصال ، ذرات نانومتری آلومینا وارد مذاب می شوند. این ذرات، ابعاد بسیار کوچکی در حدود ۲۰ تا ۳۰ نانومتر دارند. از این رو، با سیلان مذاب به درون تخلخلهای فلز پایه، این ذرات نیز بهراحتی همراه با مذاب به درون تخلخلها راه یافته، با سیلان مذاب بهراحتی جابهجا می شوند. این عامل موجب می شود که رفتار ذرات تقویتکننده ی نانومتری در این کامپوزیت با کامپوزیتهایی که ذرات تقویتکننده ی میکرونی دارند، متفاوت باشد.
- ۴) زمان اتصال بر ریزساختار نهایی و استحکام اتصالها بسیار موثر است. در زمانهای اتصال ۲۰ و ۴۰ دقیقه، زمان کافی

برای انجماد همدمای مذاب مهیا نیست و ریزساختار نهایی، شامل مقداری جامد α (ایجاد شده در مرحله انجماد همدما)، مقداری جامد α اولیه ( ناشی از سرد شدن مذاب از دمای اتصال تا دمای یوتکتیک) و در نهایت جامد یوتکتیک 2-4 (در اثر انجماد یوتکتیک مذاب در دمای یوتکتیک) است. از آنجایی که شکست اتصالها در موارد فوق از میان این ترکیبات ترد یوتکتیکی انجام میشود لذا استحکام اتصالها در این دو زمان کم است. با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه، زمان لازم مهیا شده، مذاب به صورت کاملاً همدما منجمد می گردد. در نتیجه ریزساختار نهایی شامل فاز نرم AI-۵ است، لذا به دلیل عدم حضور شبکهای پیوسته از ساختارهای ترد یوتکتیکی در درز اتصال، استحکام اتصالها به طور چشم گیری افزایش می یابد.

- ۵۸ حداکثر استحکام برشی اتصالها در دمای اتصال ۵۸۰ درجهی سانتی گراد، در زمان اتصال ۶۰ دقیقه حاصل شده است که در حدود ۸۵٪ استحکام برشی فلز پایه است.
- ۶) سـیلان مـذاب ایجـاد شـده در درز اتـصال، بـه درون تخلخلهای فلز پایه باعث افزایش سطح تماس واقعی لایه مذاب با فلز پایه میشود و ضخامت لایه مذاب در تمـاس

واژەنامە

با فلز پایه کاهش مییابد. از طرفی به دلیل وجود ساختارهای نانو در فلز پایه از قبیل دانه های نانومتری، مرزهای وسیع و ذرات نانومتری آلومینا، ضریب نفوذ مس در این نانوکامپوزیت بهمراتب بالاتر از کامپوزیت های معمولی خواهد بود. مجموعهی این دو عامل مهم موجب کاهش زمان لازم برای انجماد همدما در این نانوکامپوزیت نسبت به کامپوزیت های زمینه یآلومینیومی معمولی شده است.

- ۷) سطوح شکست اتصالهای انجام شده در زمانهای ۲۰ و ۴۰ دقیقه، در برخی نواحی به صورت نرم و در بعضی از نواحی به صورت ترد است. نواحی شکست ترد احتمالاً ناشی از شکست میان ترکیبات ترد یوتکتیکی است که به صورت جزیرههایی در درز اتصال دیده می شود. از طرفی مسیر پیشروی ترک از نواحی شکست ترد بوده است. هرچند سطح شکست اتصالهای انجام شده در زمان ۶۰ دقیقه به صورت نرم بوده و دیمپلهای برشی به وضوح قابل مشاهدهاند. هم چنین ذرات رسوبی LuAl به صورت زرجان. و زراکنده در حوالی دیمپلهای برشی قابل فراتی مجزا و پراکنده در حوالی دیمپلهای برشی قابل توجهاند.
- 1. transient liquid phase diffusion bonding

 Keller: 2 ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO<sub>3</sub> and 190 ml H<sub>2</sub>O

2. isothermal solidification

- مراجع 3. Ellis, MBD., "Joining of Metal-Matrix Composites:
- Moya, J. S., Esteban, S. L., C. Pecharroma, "The Challenge of Ceramic/Metal Microcomposites and Nanocomposites", *Progress in Materials Science*, Vol. 52, pp. 1017–1090, 2007.
- Tabandeh Khorshid, M., JenabaliJahromi, S. A., Moshksar, M.M., "Mechanical Properties of Tri-Modal Al Matrix Composites Reinforced by Nanoand Submicron-Sized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particulates Developed by Wet Attrition Milling and Hot Extrusion", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3880–3884, 2010.
- Ellis, MBD., "Joining of Metal–Matrix Composites: a Review," *Materials and Manufacturing Process TWI J*, Vol. 6, pp. 69–128, 1997.
- Kumar Pal, T., "Joining of Aluminum Metal–Matrix Composites", *Materials Manufacture Processes*, Vol. 20, pp. 717-726, 2005.
- Muratoglu, M., Yilmaz, O., Aksoy, M., "Investigation on Diffusion Bonding Characteristics of Aluminum Metal Matrix Composites (Al/SiC<sub>p</sub>) with Pure Aluminum for Different Heat Treatments",

Materials Processing Technology, Vol. 178, pp. 211-217, 2006.

- Arik, H., Aydin, M., Kurt, A., Turker, M., "Weldability of Al4C3–Al Composites Via Diffusion Welding Technique", *Materials & Design*, Vol. 26, p.p. 555-560, 2005.
- Zhang, G., Zhang, J., Pei, Y., Li, S., Chai, D., "Joining of Al2O3p/Al Composites by Transient Liquid Phase (TLP) Bonding and a Novel Process of Active-Transient Lquid Phase (A-TLP) Bondin", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 488, pp. 146–156, 2008.
- Huibin, X., Jiuchun, Y., Zhiwu, X., Baoyou, Z., Shiqin, Y., "Interface Structure Changes During Vibration Liquid Phase Bonding of SiCp/A356 Composites in Air," *Composite Part A*, Vol. 37, pp. 1458-1463, 2006.
- Xu, Z., Yan, J., Wu, G., Kong, X., Yang, S., "Interface Structure and Strength of Ultrasonic Vibration Liquid Phase Bonded Joints of

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061Al Composites", *Scripta Materialia*, Vol. 53, pp. 835-839, 2005.

- MacDonald, W. D., Eagar, T. W., "Transient Liquid Phase Bonding", *Annual Reviews Materials Science*, Vol. 22, pp. 23-46, 1992.
- 11. Tuah-Poku, I., Dollar, M., Massalski, T. B., "A Study of the Transient Liquid Phase Bonding Process Applied to a Ag/Cu/Ag Sandwich Joint", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 19A, pp. 675-686, 1988.
- Shirzadi, A. A., Assadi, H., Wallach, E.R., "Interface Evolution and Bond Strength When Diffusion Bonding Materials with Stable Oxide Films", Surface Interface Analysis, Vol. 31, pp. 609-618, 2001.
- Padron, T., Khan, T. I., Kabir, M. J., "Modeling the Transient Liquid Phase Bonding Behaviour of a Duplex Stainless Steel Using Copper Interlayers", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 385, pp. 220–228, 2004.