

بررسی تاثیر فرآیند اتصال نفوذی بر ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت هیبریدی لایه‌ای آلومینیم/نانوذرات زیر کونیا و نانوذرات آلومینا

صاحبعلی منافی*، سعید پورخیاط و سید حسین بدیعی

دانشکده فنی و مهندسی، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۴/۱۰/۱۶، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۱۱/۱۹، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۴/۱۲/۱۰

چکیده

در این پژوهش تاثیر فرآیند اتصال نفوذی و نحوه لایه‌نشانی نانوذرات تقویت کننده بر ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت لایه‌ای هیبریدی آلومینیم/نانوزیر کونیا و نانوالومینا بررسی گردید. در ابتدا سوسپانسیونی پایدار از نانوذرات با مقادیر مختلف وزنی روی ورقه‌های آلومینیمی لایه‌نشانی و پراکنده گردید. سپس ورقه‌های لایه‌نشانی شده در محدوده دمایی °C ۶۴۵-۶۳۵ حرارت داده شدند و در نهایت تحت پرس گرم قرار گرفتند. بررسی ریزساختار و نحوه توزیع نانوذرات تقویت کننده با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و بررسی خواص مکانیکی با انجام آزمون‌های استحکام کششی و میکروسختی مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج حاصل نشان داد که استفاده از فرآیند اتصال نفوذی سبب توزیع مناسب تر نانوذرات تقویت کننده، کاهش آگلومراسیون و افزایش خواص مکانیکی می‌شود. همچنین استفاده از محدوده دمایی پایین تر در این فرآیند نسبت به روش‌های حالت مایع، موجب حذف عیوب ناشی از واکنش‌های شیمیایی دما بالا و کاهش آخال‌های انقباضی می‌شود و در نتیجه باعث پایداری بیشتر، افزایش نانوذرات باقی مانده و بهبود استحکام کششی و میکروسختی نانوکامپوزیت می‌گردد.

واژه‌های کلیدی: نانوکامپوزیت هیبریدی، نانوذرات، اتصال نفوذی، خواص مکانیکی.

۱- مقدمه

سختی تولید می‌شوند، به کار می‌رود [۱،۲]. در این روش دو سطح یا دو ورقه فلزی با سطوح تمیز و ماشینکاری شده در زمان و دمای معین، منطبق با هم در کنار یکدیگر قرار می‌گیرند و تحت یک نیروی فشاری تحت اتمسفر معینی قرار می‌گیرند [۱]. در فرآیند تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی با تقویت کننده‌های سرامیکی، اعمال فشار باعث ایجاد

فرآیند اتصال نفوذی عمدتاً به منظور تولید مواد حساس به گرما، پوشش‌های با لایه اکسیدی سخت، کامپوزیت‌های تقویت شده با ذرات سرامیکی، الیاف یا با مواد غیر هم جنس و همچنین کامپوزیت‌هایی که با روش‌های دیگر به

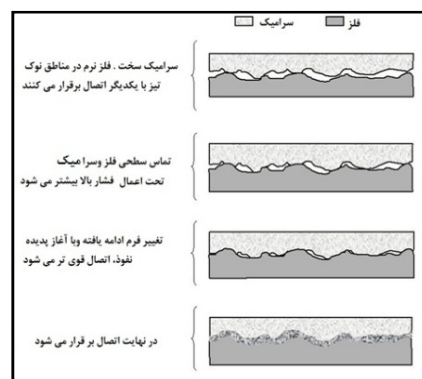
* عهده‌دار مکاتبات: صاحبعلی منافی

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، دورنگار: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، پست الکترونیکی: manafi@iau-shahrood.ac.ir

فشار نیز عاملی بسیار تاثیرگذار است و نقش اصلی آن در فرآیند اتصال نفوذی شکستن لایه اکسیدی تشکیل شده روی سطح فلز است [۳]. فشار اعمالی در این فرآیند در پژوهش‌های مختلف معمولاً در محدوده ۰/۱ تا ۲۰ MPa متغیر بوده است [۷]. همچنین مدت زمان فرآیند و زمان نگهداری کامپوزیت در دمای مورد نظر، باید به اندازه کافی باشد تا نفوذپذیری مطلوب انجام شود. اما زمان زیاد و نگهداری بیش از حد در دمای مورد نظر نیز موجب کاهش خواص مکانیکی، فیزیکی و شیمیایی می‌شود. به دلیل اینکه این روش در مقایسه با روش‌های حالت مایع در محدوده دمایی پایین‌تری انجام می‌شود، میزان واکنش‌های ناخواسته فصل مشترک قابل صرف نظر کردن است. بهترین و شناخته‌شده‌ترین کامپوزیت‌های زمینه فلزی که با این روش تولید می‌شوند، کامپوزیت‌های زمینه نیکلی، مسی و به خصوص آلومینیمی می‌باشند [۱،۲]. همچنین پرس گرم یک مرحله بسیار مهم در فرآیند اتصال نفوذی برای کامپوزیت‌های زمینه فلزی می‌باشد. برای اعمال فشار می‌توان از پرس ایزواستاتیک یا پرس تک‌محوره استفاده کرد. در فرآیند پرس ایزواستاتیک گرم، امکان اعمال فشار در دماهای بالا و تولید اشکال پیچیده و متنوع نسبت به فرآیند پرس گرم آسان‌تر است [۲]. به منظور ایجاد یک اتصال قوی بین سطوح فلزی، آماده‌سازی سطح قبل از شروع عملیات اتصال نفوذی امری ضروری است. ایجاد سطحی بدون حضور آلودگی‌های سطحی مانند لایه‌های اکسیدی، تاثیر بسزایی در کیفیت اتصال دارد. یکی از پارامترهای مهم در فرآیند اتصال نفوذی، زبری سطح اتصال داده شده می‌باشد که بر میزان نفوذ متقابل عناصر در دماهای بالای اتصال‌دهی تاثیر خواهد داشت. تحقیقات نشان می‌دهد که سطوحی که دارای زبری کمتر و مناسبی هستند، دارای بیشترین مساحت جهت نفوذ لایه مشترک می‌باشند [۵]. وجود زبری در سطح تماس از تغییر شکل پلاستیک در مقیاس بالا در سطح جلوگیری می‌کند، زیرا فلز بین برآمدگی‌ها و فرورفتگی‌ها محدود می‌شود و سطح تماس بین

تغییر فرم پلاستیک شدید در فلز شده و وارد برآمدگی‌ها و فرورفتگی‌های فاز سرامیکی می‌گردد و در نهایت اتصال با استحکام بالا حاصل می‌شود. در شکل ۱ اتصال نفوذی و مراحل اتصال فلزات و سرامیک‌ها مشاهده می‌گردد [۳].



شکل ۱: شماتیک اتصال نفوذی و مراحل اتصال فلز و سرامیک [۳].

در این فرآیند سه پارامتر دما، فشار و زمان مهم هستند و بر یکدیگر تاثیر می‌گذارند. مهمترین عامل در این فرآیند، دما است، زیرا پدیده‌های مهم و تاثیرگذار در اتصال نفوذی مانند خزش، نفوذ بسیار حساس به دما هستند [۳]. همچنین مکانیزم‌های درگیر در این فرآیند از جمله تغییر فرم پلاستیک حالت‌های مختلف نفوذ و قانون خزش توانی، این مفهوم را می‌رساند که دما مهمترین پارامتر این روش می‌باشد [۴]. افزایش دمای عملیات حرارتی نفوذی، باعث افزایش حجم برهمکنش میان اتم‌های لایه پوشش و فلز پایه می‌شود. به طوریکه کاهش دمای فرآیند، موجب حذف منطقه نفوذی در فصل مشترک لایه‌های اتصالات می‌گردد [۵]. در این فرآیند افزایش دما، تحرک نابجایی‌های اتم‌ها را افزایش می‌دهد و برهمکنش آنها در فصل مشترک افزایش می‌یابد. دمای اتصال در این روش بین ۹۵-۶۰٪ دمای ذوب فاز زمینه می‌باشد [۱]. تحقیقات نشان داده است که استفاده از دماهای بالاتر به نفوذ اتم در فصل مشترک صدمه می‌زند و باعث تغییر شکل سطح تماس می‌شود. اما محدوده دمایی فرآیند باید به حدی باشد که حفره‌های گازی و انقباضی در منطقه تماس و فصل مشترک لایه‌ها پر شوند [۶].

هیل گسترش یافت. مدل دربی و هیل نه تنها به مکانیزم خزش و نفوذ جاهای خالی توجه کرد، بلکه مکانیزم‌های پدیده‌شناسی از قبیل فشار پروسه سیتترینگ و مکانیزم‌های نفوذ مرزدهانه‌ای را نیز بررسی کرد [۸-۳].

از مزایای فرآیند اتصال نفوذی می‌توان به سادگی روش، هزینه پایین، نسبت استحکام به وزن بالا، شکل‌پذیری، مقاومت به رشد ترک، چقرمگی بالای کامپوزیت تولیدی و کاهش واکنش‌های نامطلوب بین زمینه و تقویت‌کننده به علت دمای کاری پایین‌تر، توزیع یکنواخت، کاهش تشکیل فازهای ناخواسته و حذف عیوب انقباضی اشاره کرد. همچنین از این روش می‌توان در ساخت نانو کامپوزیت‌های زمینه فلزی و زمینه سرامیکی با خواص مکانیکی مطلوب و کنترل شده استفاده کرد [۶]. نانو کامپوزیت‌ها مواد مرکبی هستند که حداقل یکی از اجزای تشکیل دهنده آنها دارای ابعادی در محدوده نانومتری (۱ تا ۱۰۰ نانومتر) باشد. مواد در مقیاس نانو نسبت سطح به حجم بالایی دارند و کسر زیادی از اتم‌ها در سطح ذرات پودرهای نانو کامپوزیت و یا در مرزدهانه‌های ریزساختار نانو کامپوزیت‌ها قرار دارند. امروزه فناوری نانو به دلیل خواص منحصر بفردی که مواد در مقیاس نانو از خود نشان می‌دهند، بسیار کاربردی و در حال توسعه می‌باشد. در نانو کامپوزیت‌ها توزیع فاز تقویت‌کننده باعث افزایش خواص مکانیکی و دیگر خواص مورد نظر می‌شود. همچنین به دلیل امکان کنترل ریزساختار، بسیاری از مشکلاتی که در میکرو کامپوزیت‌ها وجود دارد، تا حد زیادی در نانو کامپوزیت‌ها رفع شده است [۶]. امروزه کاربرد نانو کامپوزیت‌های زمینه فلزی مقاوم شده با نانوذرات سرامیکی در اجزای ساختاری سازه‌های هوافضا، صنعت حمل و نقل و الکترونیک روز به روز در حال پیشرفت است [۹].

تحقیقات بسیاری در مورد اتصالات کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی و اتصال آلیاژهای مشابه و غیرمشابه صورت گرفته است. در تمام این تحقیقات روش‌های اتصالات به دو گروه جوش حالت مذاب و جوش حالت جامد تقسیم‌بندی می‌شوند. اما در روش‌های حالت مذاب مشکلات زیادی

فلز و سرامیک را محدود می‌کند. علاوه بر آن حفره‌های بزرگ به ندرت بسته می‌مانند. از این‌رو، به منظور افزایش سطح تماس لایه‌ها با یکدیگر و جلوگیری از ایجاد حفره‌های بزرگ، ضروری است که سطح نمونه قبل از اتصال، پولیش شود. از بین بردن زنگ‌زدگی‌ها و دیگر لایه‌های سطحی حاصل از خوردگی، و ایجاد یک توپوگرافی ماکروسکوپی و میکروسکوپی مناسب در سطح، می‌تواند به وسیله عملیات مکانیکی انجام شود. با استفاده از سمباده می‌توان سطحی تمیز و عاری از لایه‌های اکسیدی را به همراه زبری مناسب ایجاد نمود [۳]. در فرآیند اتصال نفوذی اگر سطوح متصل شونده عاری از آلودگی باشند، نیروی محرکه‌ای که باعث ایجاد اتصال می‌شود، کاهش انرژی سطحی است. چون سطوح کاملاً صاف نیستند با اعمال یک نیروی فشاری، تماس ابتدایی بین برآمدگی‌های سطوح برقرار می‌شود. سپس با تغییر شکل پلاستیک و لغزش برآمدگی‌ها، سطح تماس دو قطعه افزایش می‌یابد. با افزایش درجه حرارت میزان این تغییر شکل بیشتر شده و در همین هنگام نیز پدیده نفوذ در بین سطوح عاری از آلودگی، باعث حذف مرزها در فصل مشترک می‌شود [۱].

اولین مدل اتصال نفوذی توسط پارک در سال ۱۹۵۳ ارائه شد. بر اساس این مدل مکانیزم اصلی اتصال، تبلور مجدد منطقه تغییر شکل یافته در هر دو سمت فصل مشترک خط اتصال بیان شد. اما تبلور مجدد فقط در پایان مکانیزم نفوذ اتفاق می‌افتد و مکانیزم مهمی نیست. در ادامه خزش به عنوان مکانیزم اصلی اتصال نفوذی بیان شد. بر این اساس اتصال نفوذی زمانی اتفاق می‌افتد که تغییر شکل فصل مشترک رخ دهد و متعاقب آن جریان ماده به علت خزش شروع شود. در سال ۱۹۷۰ بارتل فرض کرد مدل مکانیزم اتصال نفوذی، شامل مکانیزم خزش اولیه است که در ادامه با نفوذ جاهای خالی ادامه می‌یابد. بر اساس این مدل ابتدا حفره‌های بسته کامل می‌شوند، سپس اتصال از طریق فصل مشترک انجام می‌شود. دربی در سال ۱۹۸۰ به یک تغییر نگرش اساسی در مدل‌سازی اتصال نفوذی دست یافت، که بعد از او توسط

مانند تشکیل جوش نامناسب با خواص نامطلوب، انجماد غیرتعدالی در هنگام سرد شدن در حوضچه جوش، توزیع ناهمگن و یا جدایش ذرات تقویت کننده وجود دارد و در نتیجه عیوب فراوان ماکروسکوپی و میکروسکوپی، کاهش خواص مکانیکی و واکنش مذاب و ذرات تقویت کننده در منطقه جوش به وجود می آید. اما تحقیقات نشان داده است که در روش های اتصال حالت جامد، به دلیل تشکیل نشدن مذاب، خواص منطقه جوش بسیار خوب و کیفیت اتصال عالی حاصل می گردد [۱۰، ۱۱].

در فرآیند اتصال نفوذی کامپوزیت های زمینه آلومینیمی، آماده سازی سطح نمونه ها بایستی با دقت بالا انجام شود. این گونه عملیات شامل سنگ زنی و تمیز کاری، باید با فاصله کوتاهی پیش از قرار دادن نمونه ها در داخل کوره انجام شود. همچنین اعمال عملیات حرارتی های گوناگون از قبیل همگن سازی و پیرسختی، می تواند به صورت قابل ملاحظه ای باعث بهبود خواص جوش و کیفیت منطقه اتصال گردد [۱۲]. تاثیر گذارترین پارامترها بر رفتار مکانیکی کامپوزیت های زمینه فلزی، کسر حجمی، اندازه و شکل نانو ذرات تقویت کننده می باشد که در این میان مهمترین آنها کسر حجمی می باشد [۱۳]. نقش تقویت کننده به نوع ساختار کامپوزیت زمینه فلزی وابسته است. در کامپوزیت های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات، زمینه تحمل کننده بار اعمالی می باشد. نقش تقویت کننده ایجاد استحکام و سختی کامپوزیت به واسطه جلوگیری از تغییر شکل زمینه است، که این عمل با موانع فیزیکی ایجاد شده توسط تقویت کننده انجام می شود. این موانع عمدتاً تابعی از نسبت فاصله قرارگیری ذرات به قطر ذرات می باشد [۱۴].

در کامپوزیت های زمینه فلزی تقویت شده با الیاف یکپارچه، تقویت کننده، جزء اصلی تحمل کننده بار اعمالی است. زمینه فلزی در این کامپوزیت ها برای نگهداری الیاف تقویت کننده در کنار هم و توزیع هر چه بهتر بار در کامپوزیت، به خدمت گرفته می شوند. از الیاف بلند استفاده شده می توان به الیاف کربنی، کاربید سیلیسیم و انواع اکسیدها اشاره کرد [۱۵]. طبق

تحقیقات ذرات در ابعاد نانو نسبت به ابعاد میکرو، استحکام کامپوزیت با مقدار فاز تقویت کننده یکسان را بیشتر افزایش می دهند، که این پدیده به وسیله مکانیزم استحکام دهی اوراوان توجیه می شود. همچنین چقرمگی بالاتر نانو کامپوزیت ها نسبت به میکرو کامپوزیت ها در دمای بالا را این گونه می توان توجیه کرد، که نانو ذرات با توجه به اندازه کوچک تری که دارند، نابعایی هایی که تولید می کنند مکان های مستعدتری برای تبلور مجدد در دماهای بالا ایجاد می کنند و تبلور مجدد فاز زمینه در دمای پایین تری نسبت به میکرو کامپوزیت ها رخ می دهد، که باعث نرمی و چقرمگی بیشتر می شود [۱۴، ۱۵].

شیائو کین شن و همکاران فرآیند اتصال نفوذی در محیط خلاء را به منظور اتصال کامپوزیت سرامیکی Al_2O_3-TiC و فولاد W18Cr4V به کار بردند. اتصال تحت شرایط خلاء 10^{-5} - 10^{-4} Pa انجام شد و در نهایت ساختار همگن و با کیفیت حاصل گردید. میکروسختی منطقه اتصال خیلی بیشتر از میکروسختی فولاد W18Cr4V بود و فرآیند تغییر شکل در ۵ مرحله انجام پذیرفت [۱۶]. ثابت قدم و همکاران به بررسی تغییرات ریزساختاری و مکانیکی اتصال حالت جامد فولاد زنگ نزن گرید ۴۱۰ به مس، ناشی از تغییرات فشار و زمان پرداختند. اتصال فوق با روش جوشکاری نفوذی و با استفاده از یک فویل نیکلی به ضخامت ۳۰۰ میکرومتر به عنوان میان لایه انجام پذیرفت. اتصال ها در دمای $900^\circ C$ ، تحت فشار تک محوری و در زمان های ۳۰ و ۶۰ دقیقه ایجاد شدند. نتایج به دست آمده، نشان دهنده بهبود خواص ریزساختاری و مکانیکی اتصال ها با افزایش زمان و فشار آزمایش ها می باشد [۱۷].

همچنین این نویسندگان تاثیر زبری سطح فولاد زنگ نزن مارتزیتی گرید ۴۲۰ و نیز دمای عملیات حرارتی، بر نفوذ نیکل پوشش داده شده با ضخامت های مختلف را بررسی کردند. نیکل یک میان لایه متداول در فرآیند اتصال نفوذی می باشد و در اتصال انواع فولادهای زنگ نزن به فلزات دیگر مانند مس و تیتانیوم استفاده می شود. نتایج آنالیزهای EPMA و

شنگ و همکاران تاثیر فرآیند اتصال نفوذی را بر تغییرات فازی آلیاژ آلومینیم-تیتانیم حاوی ناویم بالا و سوپر آلیاژ نیکل-کروم-تنگستن بررسی کردند. اتصال بین دو آلیاژ تحت دمای 1000°C و تحت فشار 50 MPa و در مدت زمان 60 دقیقه انجام پذیرفت. نتایج نشان داد که نفوذ سطحی انجام شده و فاز مشترکی که در منطقه نزدیک به سوپر آلیاژ نیکل-کروم-تنگستن تشکیل شده است، در ساختار از تشکیل میکروتراک جلوگیری می کند [۲۰].

۲- فعالیت های تجربی

در این پژوهش از ورق های آلومینیمی صنعتی با خلوص 98% ، ابعاد $100 \times 60\text{ mm}^2$ و با ضخامت 1 mm به عنوان زمینه نانو کامپوزیت استفاده گردید. همچنین نانوذرات زیر کونیا با چگالی $5/89\text{ g/cm}^3$ ، اندازه 45 نانومتر و خلوص 99% و نانوذرات آلومینا با چگالی $3/96\text{ g/cm}^3$ ، اندازه 40 نانومتر و خلوص 99% به عنوان تقویت کننده استفاده شدند. نانوذرات زیر کونیا و آلومینا با خلوص بالا از شرکت US Research Nanomaterials Inc تهیه شدند. ترکیب شیمیایی و درصد وزنی نانوذرات زیر کونیا و آلومینا به ترتیب در جدول ۱ و جدول ۲ مشاهده می شود.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی نانو پودر زیر کونیا (مونو کلینیک) (wt.%).

ZrO ₂	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Cl ₂
99%	0/26%	0/05%	0/06%	0/03%	0/5%

جدول ۲: ترکیب شیمیایی نانوذرات آلومینا (wt.%).

Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
99%	0/63%	0/08%	0/08%	0/16%

در ابتدا به منظور افزودن نانوذرات تقویت کننده به زمینه آلومینیم، سوسپانسیونی پایدار حاوی مقادیر مشخصی از نانوذرات تقویت کننده در حجم 150 میلی لیتر آب مقطر دوبار تقطیر تهیه شد.

EDX جهت بررسی تغییرات غلظت عناصر Fe، Ni و Cr بعد از عملیات حرارتی در فصل مشترک و در زبری های مختلف سطحی نشان داد، در سطحی که با سمباده 1500 آماده سازی نهایی شده بود، نفوذ عناصر فوق بیشتر مشاهده گردید [۱۷].

نامی و همکاران تاثیر دما و مدت زمان اتصال دهی بر ساختار میکروسکوپی و خواص مکانیکی اتصالات نفوذی حالت جامد، در کامپوزیت های آلومینیم حاوی ذرات تقویت کننده Mg_2Si را مورد بررسی قرار دادند. اتصال نفوذی در فشار ثابت 6 MPa و در دماها و زمان های مختلف در محفظه خلاء انجام گردید. با توجه به تصاویر میکروسکوپی، یکنواختی بیشتری در ناحیه اتصال در دماهای بالاتر مشاهده شد. همچنین افزایش دمای اتصال باعث افزایش استحکام برشی اتصالات گردید. در حالیکه با افزایش مدت زمان اتصال دهی تاثیر چندانی بر خواص مکانیکی مشاهده نشد. نتایج به دست آمده نشان می دهند که اتصال این کامپوزیت ها از طریق روش اتصال نفوذی حالت جامد رضایت بخش می باشد. همچنین آنها کامپوزیت زمینه فلزی $\text{Al/Mg}_2\text{Si}$ با لایه های میانی مس را به روش اتصال نفوذی تولید کردند. کامپوزیت با مقدار 15% از Mg_2Si و تحت خلاء پایین تولید شد. نتایج نشان داد که بالاترین استحکام برشی هنگامی حاصل شد، که اتصال در دمای 580°C و در مدت زمان 120 دقیقه انجام پذیرفت. همچنین میکروسختی بالا و ریزساختار یکنواخت، با افزایش مدت زمان فرآیند اتصال نفوذی افزایش یافت و در محدوده دمایی $580-560^{\circ}\text{C}$ بهینه ترین ساختار همگن و با خواص مکانیکی مطلوب حاصل گردید [۱۸].

یانگ و همکاران آلیاژ Tungsten/Steel با لایه های میانی چند لایه Cu/W و Ni/Ni را با فرآیند اتصال نفوذی تولید کردند. فرآیند در دمای 1150°C و تحت فشار 5 MPa به مدت 60 دقیقه انجام شد و مقاومت برشی و استحکام کششی افزایش چشمگیری داشت. همچنین کیفیت ساختار به دست آمده مطلوب و فصل مشترکی همگن و عاری از عیوب مشاهده گردید [۱۹].

بررسی چگونگی توزیع نانوذرات تقویت کننده و ریزساختار سطحی و مقطع عرضی نمونه‌های پولیش شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل LEO 1455 VP بررسی شد. همچنین به منظور تعیین ترکیب ساختار تشکیل شده و آنالیز عنصری نمونه‌های نانوکامپوزیتی از طیف سنجی تفکیک انرژی (EDS) و نحوه توزیع دقیق و محل پراکندگی نانوذرات زیرکونیا و آلومینا به وسیله آنالیز تحلیل عنصری سطحی (MAP) بررسی گردید. به منظور انجام آزمون استحکام کششی نیز، نمونه‌های آزمون کشش طبق استاندارد ASTM تهیه شدند. در این پژوهش از دستگاه کشش Instron مدل ۴۲۰۸ ساخت انگلستان استفاده شد. همچنین آزمون سختی سنجی ویکرز به منظور تعیین سختی نانوکامپوزیت‌های تولید شده با استفاده از دستگاه Instron wolpert مدل Diatestor-751 ساخت انگلستان انجام شد و میانگین ۵ اندازه‌گیری به عنوان عدد سختی میانگین هر یک از نمونه‌های پولیش شده با درصدهای مختلف وزنی گزارش شد. به منظور بررسی تاثیر نانوذرات زیرکونیا و آلومینا بر سختی نانوکامپوزیت در مناطق فصل مشترک نیز، آزمون میکروسختی ویکرز توسط دستگاه Struers مدل Duramim، ساخت دانمارک انجام گردید.

۳- نتایج و بحث

یکی از مهمترین مشکلات در ساخت نانوکامپوزیت‌ها عدم توزیع یکنواخت نانوذرات تقویت کننده است. در شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نحوه توزیع نانوذرات تقویت کننده لایه‌نشانی شده بر ورقه‌های آلومینیمی قبل از فرآیند اتصال نفوذی مشاهده می‌شود. همان‌طور که در شکل ۲-الف مشاهده می‌شود، در مقادیر کمتر توزیع نانوذرات به صورت تقریباً یکنواخت می‌باشد و ذرات شکل کروی خود را تقریباً حفظ کرده‌اند. اندازه نانوذرات آلومینا و زیرکونیا قبل از فرآیند اتصال نکرده است و میزان آگلومراسیون خیلی زیاد نمی‌باشد.

جهت پایداری نانوذرات تقویت کننده، مقدار ۲ درصد وزنی سورفکتانت سولفونیک اسید به سوسپانسیون اضافه گردید و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای محیط توسط همزن مغناطیسی مخلوط گردید. ورقه‌های آلومینیمی سمباده کاری و توسط الکتروپولیش آماده‌سازی سطحی شدند. سپس سوسپانسیون مورد نظر روی ورقه‌های آلومینیمی به کمک اولتراسونیک لایه‌نشانی شد. به منظور کاهش زمان خشک شدن و جلوگیری از صدمات احتمالی، ظرف شیشه‌ای حاوی ورقه‌ها در دمای 60°C و در مدت زمان ۳۰ دقیقه خشک شد. سپس ورقه‌های لایه‌نشانی شده وارد قالب گردید. طراحی درب قالب طوری بود که وظیفه انتقال بار و فشار حاصل از فرآیند پرس گرم را نیز بر عهده داشت. هر نمونه نانوکامپوزیت لایه‌ای هیبریدی شامل سه ورقه بود، که به صورت ساندویچی و مرتب روی هم قرار گرفتند. ورقه وسط خام و خالص آلومینیمی بود و در بین فصل مشترک ورقه‌های لایه‌نشانی شده قرار گرفت.

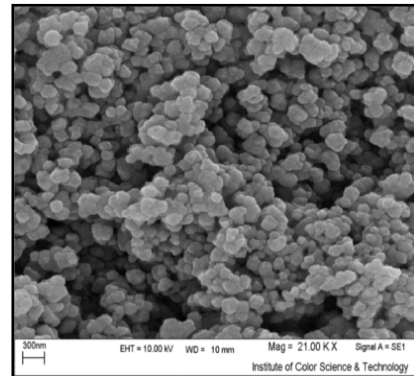
آزمایش‌های زیادی برای دستیابی به دمای بهینه برای انجام فرآیند انجام شد. پس از بررسی میزان استحکام فصل مشترک ورقه‌های نانوکامپوزیتی در دماهای مختلف، دمای بهینه فرآیند در این پژوهش $645-635^{\circ}\text{C}$ انتخاب گردید. همچنین آزمایشات نشان داد که پس از گذشت تقریباً ۷۰ دقیقه کوره به دمای مورد نظر می‌رسد. نمونه‌ها پس از قرارگیری در قالب، به کوره منتقل شدند و با نرخ $8/5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای مورد نظر تحت حرارت قرار گرفتند و به مدت ۱۵ دقیقه در آن دما نگهداری شدند. پس از آن نمونه‌ها از کوره خارج شده و بلافاصله همراه با قالب به مدت ۳ دقیقه، تحت فشار ۱۸-۱۵ MPa پرس گرم قرار گرفتند. سپس نمونه‌ها از قالب خارج شده و برای بررسی ریزساختار و انجام آزمون‌های خواص مکانیکی در ابعاد مناسب تهیه شدند. در این پژوهش ۳ نمونه با مقادیر مختلف وزنی متفاوت از نانوذرات آلومینا و نانوذرات زیرکونیا تولید و مورد بررسی قرار گرفتند.

اما با افزایش مقدار نانوذرات تقویت کننده، همان طور که در شکل ۲-ب مشاهده می شود، تجمع ذرات لایه نشانی شده روی سطح نسبتاً افزایش می یابد و نانوذرات به صورت جزیره ای بر سطح پراکنده شده اند.

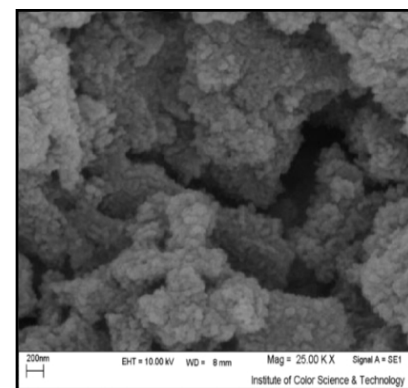
اما با افزایش درصد نانوذرات آگلومراسیون رخ می دهد. همچنین نانوذرات با تجمع بر یکدیگر، خلل و فرج های زیاد و کوچکی ایجاد می کنند و اتصال بین آنها کاهش می یابد. این پدیده در تصویر مقطع جانبی نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۱٪ نانوزیرکونیا در شکل ۳-ب به خوبی مشاهده می شود. از سوی دیگر این پدیده مسافت نفوذ در فرآیند اتصال نفوذی را افزایش می دهد، که باعث اختلال در فرآیند اتصال شده و خواص مکانیکی نانو کامپوزیت را کاهش می دهد. حتی در نمونه هایی با درصد وزنی بیشتر از ۳٪ وزنی این پدیده از تشکیل شدن نانو کامپوزیت جلوگیری کرده و لایه ها به راحتی از هم جدا می شدند. در نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۵٪ نانوزیرکونیا (شکل ۳-ج) با توجه به اینکه درصد وزنی نانوذرات تقویت کننده پایین تر بوده است، توزیع نانوذرات بهتر می باشد. بدین منظور روی نمونه های پولیش شده، پوششی ۱۰ نانومتری از طلا به روش کند و پاش ایجاد شد تا نمونه ها تصاویر واضح تری از محل و توزیع ذرات تقویت کننده ارائه کنند.

در شکل ۴ طیف تحلیل عنصری سطحی نانو کامپوزیت هیبریدی لایه ای تقویت شده با ۱٪ نانوزیرکونیا و ۵٪ نانوآلومینا و همچنین درصد وزنی و اتمی هر کدام از آنها آورده شده است. با استفاده از این تکنیک آنالیزهای کمی و کیفی روی نمونه های نانو کامپوزیتی انجام پذیرفت و نوع و میزان عناصر موجود در هر نمونه مشخص گردید. با توجه به طیف EDS نانو کامپوزیت حضور پیک در نواحی های ۲/۳، ۱/۷ و ۰/۲۵ keV، به ترتیب وجود عناصر زیرکونیم، آلومینیم و اکسیژن را در ساختار نانو کامپوزیت تایید می کنند. همچنین در شکل ۵ تحلیل عنصری سطحی نانو کامپوزیت تقویت شده با ۱٪ نانوزیرکونیا و ۵٪ نانوآلومینا آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود، نقشه عنصری تراکم و توزیع تقریباً یکنواخت را در ساختار نشان می دهد. بنابراین مشخص می شود که فرآیند تولید نانو کامپوزیت به روش اتصال نفوذی در توزیع یکنواخت

اما با افزایش مقدار نانوذرات تقویت کننده، همان طور که در شکل ۲-ب مشاهده می شود، تجمع ذرات لایه نشانی شده روی سطح نسبتاً افزایش می یابد و نانوذرات به صورت جزیره ای بر سطح پراکنده شده اند.



(الف)



(ب)

شکل ۲: SEM از نحوه پراکندگی نانوذرات تقویت کننده بر روی سطح ورقه های آلومینیمی، الف) نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۵٪ نانوزیرکونیا و ب) نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۱٪ نانوزیرکونیا.

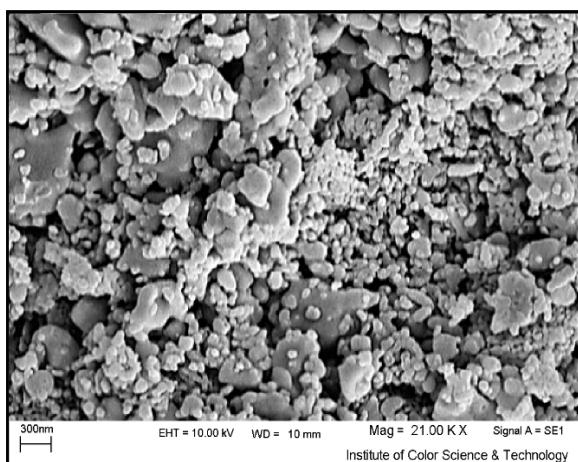
همچنین در شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نحوه توزیع نانوذرات و ریزساختار دو نمونه نانو کامپوزیت هیبریدی لایه ای در مقطع جانبی و سطح فوقانی ورقه های آلومینیمی مشاهده می شود. بر این اساس مشخص شد که استفاده از فرآیند اتصال نفوذی و لایه نشانی به کمک سولفونیک اسید به عنوان سورفکتانت، باعث توزیع یکنواخت تر نانوذرات تقویت کننده در مقادیر وزنی کمتر شده است.

نانوذرات تقویت کننده و اتصال بهتر آنها تقریباً موفق عمل کرده است و آگلومراسیون کمتر مشاهده می شود.

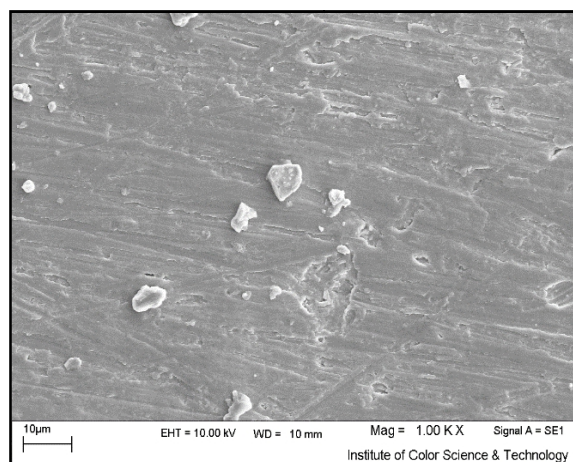
جدول ۳: درصد وزنی اتمی عناصر.

عناصر	درصد وزنی	درصد اتمی
اکسیژن (O)	۱۲/۲۷	۳۰/۳۹
آلمینیم (Al)	۳۸/۶۴	۵۶/۷۴
زیرکونیوم (Zr)	۱۲/۸۳	۵/۵۷

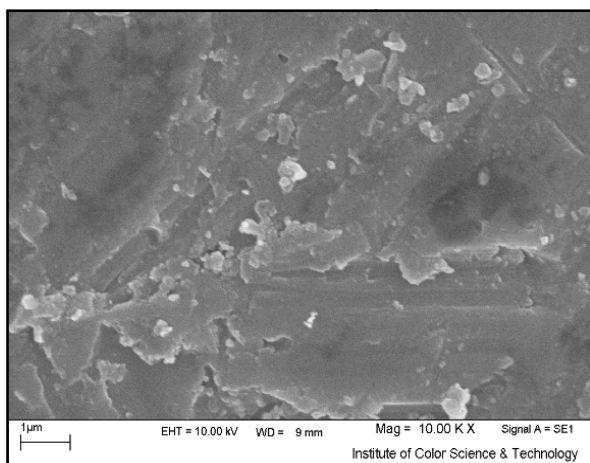
نانوآلومینا انجام پذیرفت و نتایج حاصل در نمودار شکل ۶ مشاهده می شود. به منظور دستیابی به نتایج مطمئن و قابل قبول از داده های آزمون، برای هر درصد وزنی مشخص ۳ نمونه مورد آزمایش قرار گرفت و نتیجه نهایی از میانگین داده های این ۳ نمونه گزارش شد. نتایج نشان داد که با افزایش درصد وزنی نانوذرات تقویت کننده، نمودار تنش-



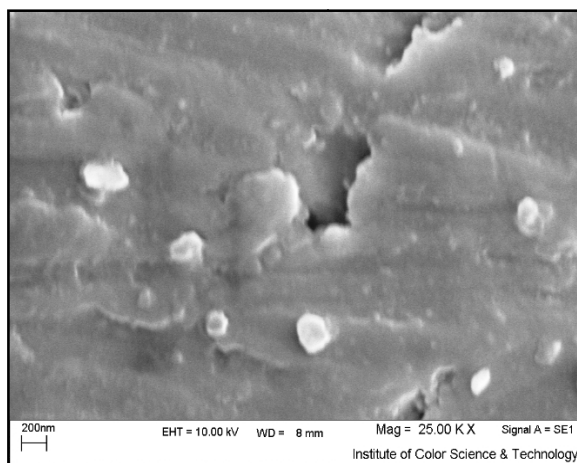
(ب)



(الف)



(د)



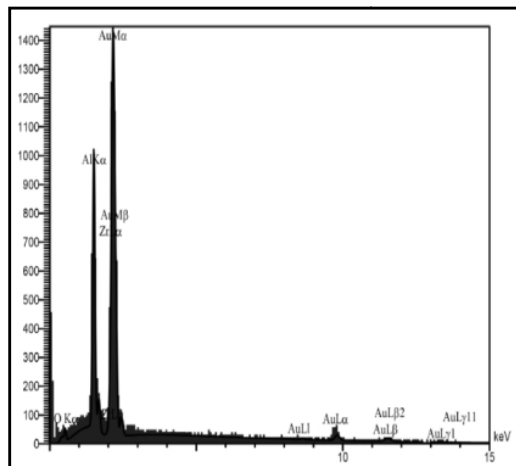
(ج)

شکل ۳: SEM نمونه های نانو کامپوزیت هیبریدی لایه ای تولید شده با فرآیند اتصال نفوذی، الف) تصویر سطح فوقانی نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۱٪ نانوزیرکونیا، ب) تصویر مقطع جانبی نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۱٪ نانوزیرکونیا، ج) تصویر سطح فوقانی نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۰/۵٪ نانوزیرکونیا و د) تصویر مقطع جانبی نمونه ۱٪ نانوآلومینا و ۰/۵٪ نانوزیرکونیا.

کرنش به طرف بالا و به سمت چپ منتقل شده و استحکام افزایش می یابد. افزایش استحکام کششی به دلیل انتقال مناسب تنش از فاز زمینه به نانوذرات مستحکم تقویت کننده،

آزمون استحکام کششی بر نمونه های نانو کامپوزیت لایه ای آلومینیمی، ۱٪ نانوآلومینا و ۰/۵٪ نانوزیرکونیا، ۱٪ نانوزیرکونیا و ۰/۵٪ نانوآلومینا و ۱٪ نانوزیرکونیا و ۱٪

و میانگین آنها به عنوان عدد سختی هر کدام از نمونه‌ها گزارش شد.



شکل ۴: طیف تحلیل عنصری سطحی نانو کامپوزیت هیبریدی لایه‌ای تقویت شده با ۱٪ نانوذیر کونیا و ۰/۵٪ نانو آلومینا.

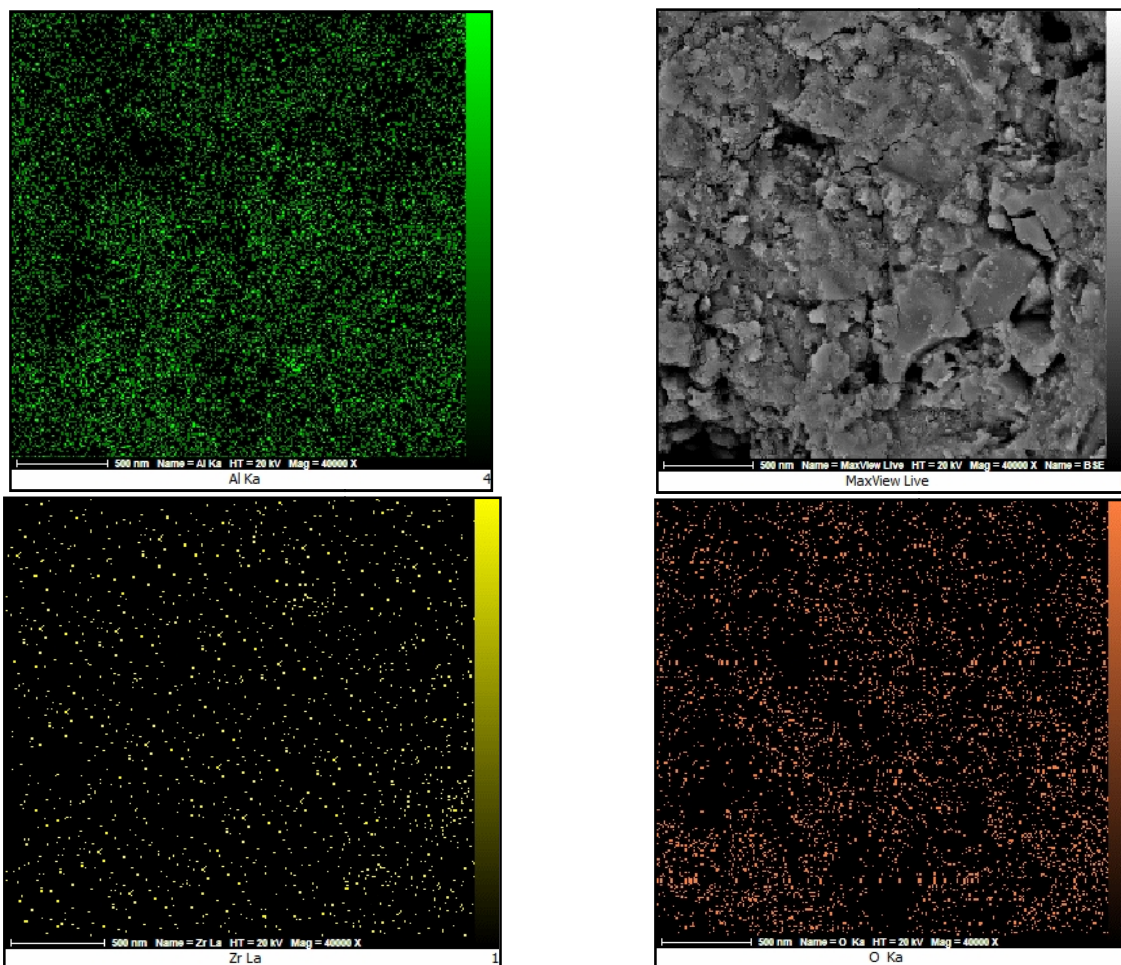
در شکل ۷ نمودار روند تغییرات سختی و میکروسختی نمونه‌های نانو کامپوزیت با مقادیر مختلف تقویت کننده مشاهده می‌شود. نتایج حاصل از آزمون سختی نشان داد، که به طور کلی با توجه به سختی بالای نانوذرات تقویت کننده در زمینه، با افزایش درصد فاز تقویت کننده سختی نانو کامپوزیت افزایش می‌یابد. همچنین کاهش اندازه ذرات موجب افزایش مرزدانه و دانسیته نابعجایی‌ها می‌شود و در نتیجه سختی افزایش می‌یابد. همچنین دمای کاری کمتر در این روش نسبت به روش‌های حالت مایع و ریخته‌گری، باعث دانسیته بالاتر، تخلخل کمتر و شکل‌گیری عیوب انقباضی و گازی کمتری در نمونه‌ها می‌شود، که در نتیجه باعث افزایش خواص مکانیکی خواهد شد.

۴- نتیجه‌گیری

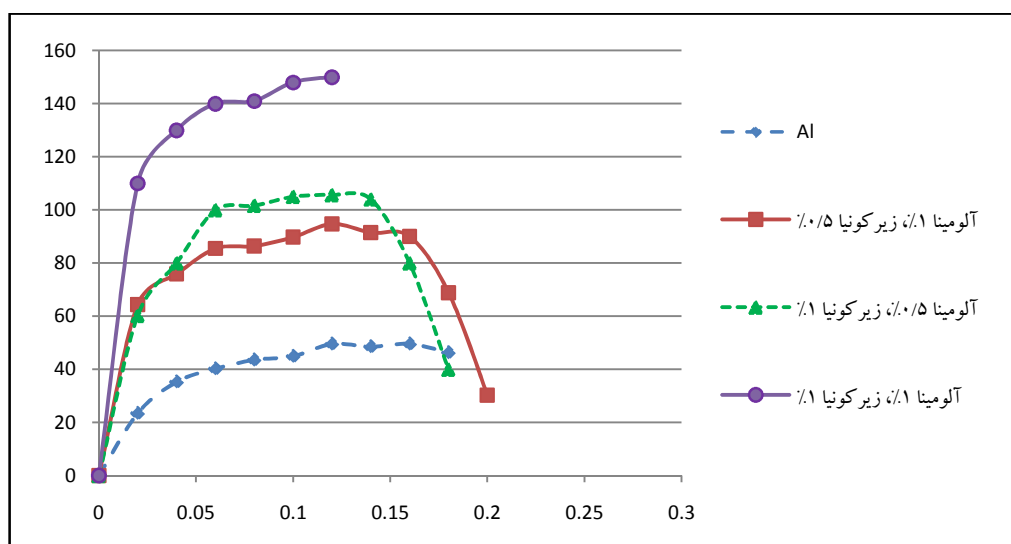
نانو کامپوزیت هیبریدی لایه‌ای آلومینیم/نانوذرات زیر کونیا و نانوذرات آلومینا به روش اتصال نفوذی تولید شد و پس از بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی نتایج زیر حاصل گردید:

به خصوص نانوذرات آلومینا و همچنین وجود ذرات تقویت کننده به عنوان مانع در مسیر حرکت نابعجایی‌ها می‌باشد. همچنین در نانو کامپوزیت‌ها نسبت به میکرو کامپوزیت‌ها در یک درصد وزنی ثابت، هر چه اندازه ذرات کوچک‌تر باشند، تعداد آنها بیشتر خواهد بود. بنابراین تعداد موانع بیشتری در مسیر حرکت نابعجایی‌ها وجود خواهد داشت و در نتیجه استحکام کششی افزایش خواهد یافت. لازم به ذکر است که دلیل افزایش استحکام با افزودن نانوذرات، انتقال نیرو به فاز تقویت کننده و همچنین حاکم شدن مکانیزم استحکام‌دهی اوراوان به خاطر اندازه کوچک ذرات (در مقیاس نانو) بیان شده است. بر اساس مکانیزم اوراوان هر چه فاصله بین موانع در مسیر حرکت نابعجایی‌ها کمتر باشد، استحکام بالاتر خواهد بود. بنابراین در یک درصد وزنی ثابت از فاز تقویت کننده، ذرات با اندازه کوچک‌تر، تعداد بیشتر و فواصل کمتری دارند و در نتیجه استحکام بخشی بیشتری از خود نشان می‌دهند. همچنین به دلیل این که اندازه ذرات تقویت کننده در محدوده نانومتری می‌باشد، این ذرات نقش موثرتری در افزایش استحکام نانو کامپوزیت ایفا می‌کنند. زیرا به دلیل ریز بودن، این ذرات نسبت به ذرات میکرومتری بزرگ یا الیاف کمتر مستعد شکست هستند و تاثیر بیشتری بر بهبود خواص مکانیکی نانو کامپوزیت دارند. همچنین با افزایش مقدار نانوذرات تقویت کننده، مدول الاستیک و استحکام کششی افزایش پیدا می‌کند. زیرا با افزایش مقدار نانوذرات، بار بیشتری به فاز تقویت کننده منتقل می‌شود و در نتیجه استحکام کششی بالاتر می‌رود.

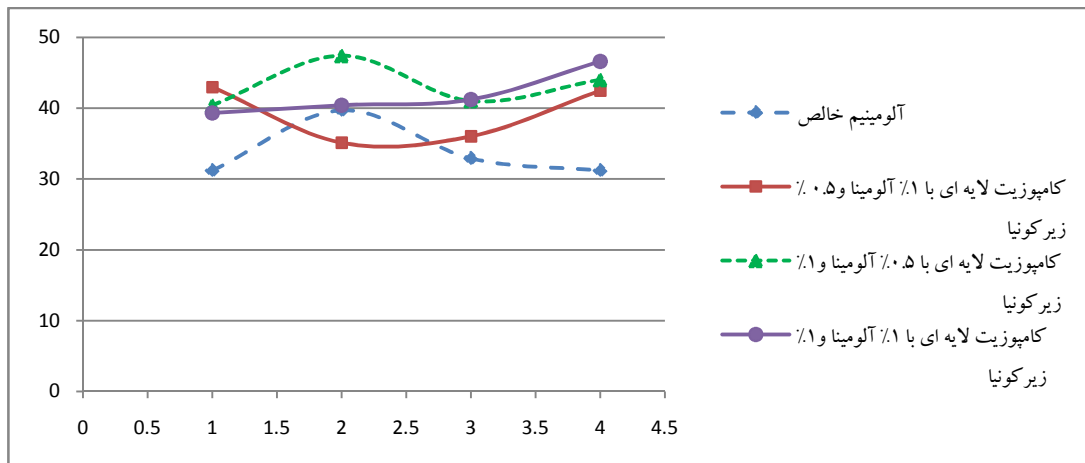
به منظور تعیین تاثیر نانوذرات تقویت کننده بر میزان سختی مناطق فصل مشترک نانو کامپوزیت، آزمون میکروسختی انجام پذیرفت. به منظور مقایسه تاثیر فرآیند اتصال نفوذی و همچنین تاثیر نحوه افزودن نانوذرات تقویت کننده بر میزان سختی پذیری نانو کامپوزیت، آزمون سختی سنجی و میکروسختی بر پنج نقطه از هر کدام از نمونه‌ها انجام گرفت



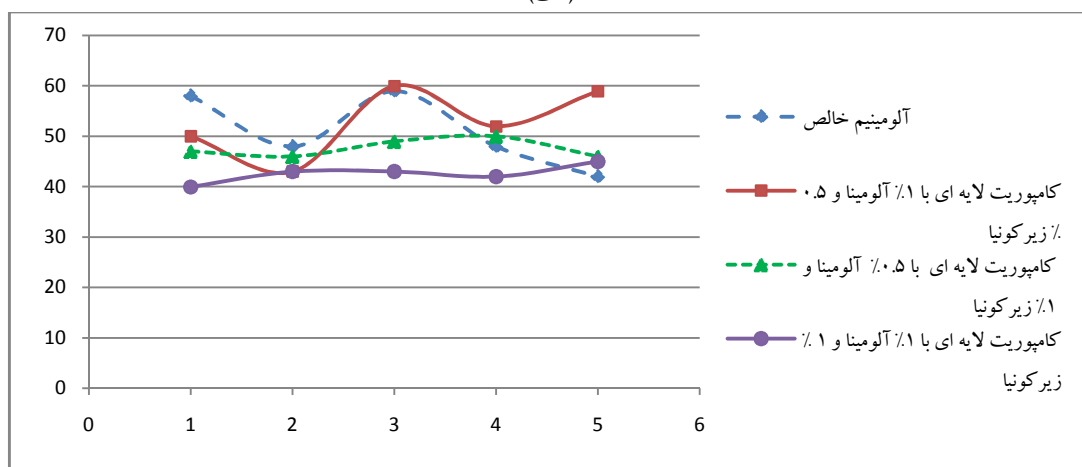
شکل ۵: تحلیل عنصری سطحی نانوکامپوزیت هیبریدی لایه‌ای تقویت شده با ۱٪ نانوزیر کونیا و ۰/۵٪ نانوالومینا.



شکل ۶: نمودار تنش- کرنش نمونه‌های نانوکامپوزیت هیبریدی لایه‌ای با مقادیر مختلف نانوذرات تقویت کننده.



(الف)



(ب)

شکل ۷: روند تغییرات سختی و میکروسختی نمونه‌های نانو کامپوزیتی، (الف) روند تغییرات سختی و (ب) روند تغییرات میکروسختی.

- با توجه به سختی بالای نانوذرات تقویت کننده، با افزایش مقدار آنها سختی نانو کامپوزیت افزایش می‌یابد. همچنین کاهش اندازه ذرات، موجب افزایش مرزدانه و دانسیته نابجایی‌ها می‌شود و در نتیجه سختی افزایش پیدا می‌کند.

- با افزایش مقدار نانوذرات سرامیکی و عبور از حد بهینه بر روی ورقه‌های آلومینیمی، چسبندگی ورقه‌ها ضعیف‌تر و خواص فصل مشترک و استحکام مابین آنها افت پیدا می‌کند، زیرا نانوذرات تقویت کننده اجازه نفوذ را در محدوده دمایی پایین فرآیند اتصال نفوذی نمی‌دهند و همانند دیواره سدی در برابر اتصال ورقه‌ها عمل می‌کنند.

- استفاده از دمای پایین در فرآیند اتصال نسبت به روش‌های

- در فرآیند لایه‌نشانی نانوذرات با استفاده از سوسپانسیون، افزودن سورفکتانت نقش قابل توجهی در جلوگیری از آگلومراسیون و پراکنندگی یکنواخت نانوذرات تقویت کننده دارد، اما با افزایش مقدار نانوذرات تقویت کننده به دلیل انرژی سطحی بالای مواد در مقیاس نانو، میزان آگلومراسیون نانوذرات بیشتر می‌شود.

- به دلیل توزیع همگن نانوذرات تقویت کننده در نانو کامپوزیت، انتقال تنش از فاز زمینه به نانوذرات مستحکم تقویت کننده به خصوص نانوذرات آلومینا به خوبی انجام می‌شود. همچنین وجود تقویت کننده به عنوان مانع در مسیر حرکت نابجایی‌ها، باعث افزایش استحکام کششی می‌شود.

- [6] C. Wang, T. Zhao, G. Wang, J. Gao, H. Fang, *Journal of Materials Processing Technology*, **222**, 2015, 122.
- [7] J. Maity, T. Pal, *J. of Mater. Pro. Tech.*, **209**, 2009, 3657.
- [8] M. Ellis, *Materials and Manufacturing Proc.*, **2**, 1996, 45.
- [9] X.P. Zhang, G. Quan, W. Wei, *Composites Part A Applied Science and Manufacturing*, **30**, 1999, 823.
- [10] M.B. Ellis, M.F. Gittos, *Materials world*, **2**, 1994, 415.
- [11] M.G. Nicholas, *Joining Processes: Introduction to brazing and diffusion bonding*, London, 1998.
- [12] K.A. Al-Dheylyan, S. Hafeez, "Tensile Response of Aluminum Reinforced with Submicron Al_2O_3 Metal Matrix Composites", Proceedings of the International Conference on Recent Advances in Mechanical and Materials Engineering, 30, 2005, Kuala Lumpur, Malaysia.
- [13] M.K. Surappa, "Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities- Department of Metallurgy", Indian Institute of Science, Bangalore, India. 2003.
- [14] T.W. Clyne, *Metal Matrix Composites: Matrices and Processing*, Elsevier, 2001.
- [15] M. Jafarian, A. Khodabandeh, S.A. Manafi, *Materials and Design*, **65**, 2015, 160.
- [16] X. Shen, L. Yajiang, W. Juan, H. Wanqun, Y. Fusheng, *Journal of Vacuum*, **84**, 2009, 378.
- [17] H. Sabetghadam, A. Zarei Hanzaki, A. Araee, *Materials Characterization*, **6**, 2010, 626
- [18] H. Nami, H. Adgi, *Materials and Design*, **32**, 2011, 3957.
- [19] Z.H. Yang, Y.F. Shen, Z. Yang Wang, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **24**, 2014, 2558.
- [20] Q.X. Sheng, X. Xiangyi, T. Bin, K. Hongchao, H. Rui, L. Jinshan, *Rare Metal Materials and Engineering*, **44**, 2015, 1575.

حالت مایع و ریخته‌گری، باعث ایجاد دانسیته بالاتر، تخلخل کمتر و شکل‌گیری عیوب انقباضی و گازی کمتر می‌شود.

- به طور کلی استفاده همزمان از فرآیند اتصال نفوذی و لایه‌نشانی نانوذرات تقویت‌کننده هیبریدی، موجب تولید نانوکامپوزیت‌های لایه‌ای هیبریدی همگن و یکنواخت می‌شوند و در نتیجه باعث افزایش خواص مکانیکی و ایجاد ریزساختار مطلوب می‌گردند.

مراجع

- [1] H. Baiyun, D. Zhouyong, H. Yuehui, *Journal of Transactions of Nonferrous Metals*, **8**, 1998, 125.
- [2] P. He, J.C. Feng, B.G. Zhang, Y.Y. Qian, *Journal of Materials Characterization*, **50**, 2003, 87.
- [3] J. Cuppoletti, "Nanocomposites with Unique Properties and Applications in Medicine and Industry", Janeza Trdine 9, 51000 Rijeka, Croatia, 2011.
- [4] S.F. Hassan, M. Paramsothy, F. Patel, M. Gupta., *Materials Science & Engineering A*, **558**, 2012, 278.
- [5] M.C. Halbig, *Ceramics International*, **41**, 2015, 2140.