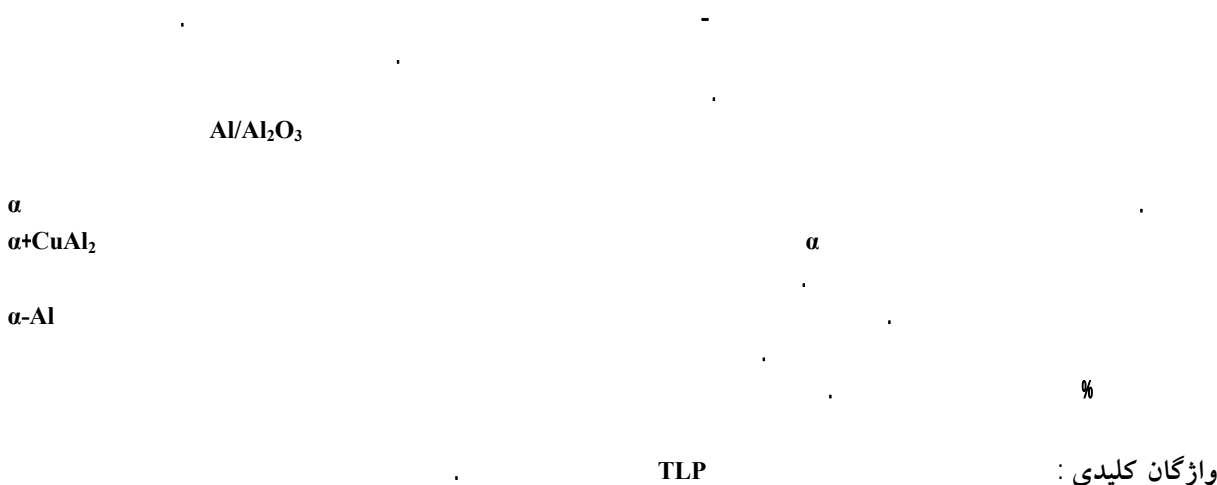


بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت $Al_2O_3^P/Al$ با استفاده از لایه واسطه مس

سید شهاب سیدین، حمیدرضا سلیمی جزی^{*}، محمدرضا طرقي نژاد و فتح اله کریم زاده
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

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

چکیده -



* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: hrjazi@cc.iut.ac.ir

Analyzing Mechanical Properties of Transient Liquid Phase Bonding of $Al_2O_3^p/Al$ Nanocomposite Using Copper Interlayer

S.S. Sayyedain, H.R. SalimiJazi*, M.R. Toroghinejad and F. Karimzadeh.

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

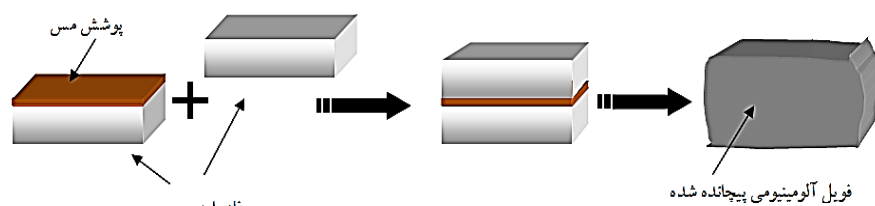
Abstract: Due to their superior properties such as high specific strength, high creep resistance and high strength at elevated temperatures, aluminum composites reinforced with alumina nano particles are widely used for advanced purposes such as aerospace and auto industries. Lack of an appropriate welding 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 α -Al phase with dispersed $CuAl_2$ 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. The maximum 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

۱- مقدمه

امروزه کامپوزیت‌های زمینه‌ی 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 صناعی که به نوعی نیاز به مواد سبک و در عین حال مستحکم دارند، به شدت مورد توجه قرار گرفته‌اند. این خواص مطلوب در کامپوزیت‌های با ساختار نانو بسیار چشم‌گیرتر و شاخص‌تر 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 به شدت محدود شود، لذا بررسی و پژوهش در زمینه‌ی اتصال این گونه مواد، مفید بوده و گامی مهم و مؤثر در جهت کاربردی کردن این مواد برای استفاده در صنایع محسوب می‌شود، [۴-۱]. فرایندهای اتصال ذوبی به دلیل واکنش‌های نامطلوب بین زمینه و ذرات تقویت کننده، سیالیت پایین

مذاب در حوضچه‌ی جوش و عیوبی از قبیل تخلخل، برای اتصال این گونه مواد پیشرفته ناکارآمد بوده است [۵-۷]، لذا برای اتصال این گونه مواد، فرایندهای اتصال حالت جامد توسعه یافته‌اند. از میان روش‌های اتصال حالت جامد، روش اتصال نفوذی با استفاده از فاز مایع گذرا^۱ (TLP)، جهت اتصال کامپوزیت‌های زمینه‌ی آلومینیومی به طور گسترده‌ای استفاده شده است [۸ و ۹]. در فرایند اتصال نفوذی TLP اتصالاتی متالورژیکی بین فلزات پایه ایجاد می‌گردد، بدین صورت که در اثر در هم نفوذی اتم‌های لایه واسطه و اتم‌های فلز پایه، در ابتدا یک لایه مذاب در درز اتصال ایجاد می‌شود. این لایه مذاب قادر به حل کردن اکسیدهای سطحی سطوح اتصال بوده، لذا برای کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی که لایه اکسید چسبنده‌ای روی سطوح خود دارند، وجود این لایه مذاب یک مزیت بزرگ محسوب می‌گردد. لایه مذاب تمامی سطوح اتصال را تر کرده، با گذشت زمان و در هم نفوذی بیش‌تر اتم‌ها در دمای اتصال، انجماد هم‌دم^۲ رخ می‌دهد. به



شکل ۱- مونتاژ قطعات قبل از فرایند اتصال

پرس گرم تولید شدند. بدین صورت که مقادیر مناسبی پودر Al_2O_3 نانومتری (۲۰-۳۰ نانومتر) با پودر آلومینیوم (خلوص ۹۹/۹۹٪) 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 مرحله قبل در دمای ۵۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و تحت فشار ۴۵۰ مگاپاسکال، پرس گرم شدند. نمونه‌های حاصل در ابعاد $20 \text{ mm} \times 5$ و به ضخامت ۵ میلی‌متر بریده شده، پس از آماده‌سازی سطوح مورد نظر به وسیله سنباده‌زنی تا سنباده‌ی ۲۴۰، 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)،

طور کلی فرایند اتصال TLP شامل چهار مرحله به ترتیب زیر است [۱۰ و ۱۱]:

۱. انحلال لایه واسطه
۲. عریض شدن لایه مذاب ایجاد شده و همگن شدن ترکیب شیمیایی آن
۳. انجماد هم‌دما
۴. همگن شدن ناحیه اتصال

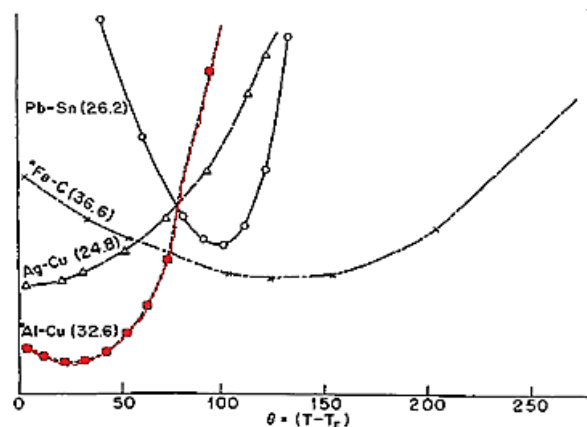
دو مرحله‌ی اول توسط نفوذ در فاز مایع کنترل شده و در حدود چند دقیقه به طول می‌انجامد، در حالی که دو مرحله‌ی بعد توسط نفوذ در حالت جامد کنترل شده و برای کامل شدن، چندین ساعت زمان نیاز دارد.

مرحله‌ی سوم وقتی کامل می‌گردد 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 می‌شود. عوامل موثر در این مرحله، زمان اتصال و دمای اتصال‌اند 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_2O_3 با استفاده از لایه واسطه‌ی مسی بررسی شده و تاثیر زمان اتصال بر ریزساختار، استحکام برشی و در نهایت مکانیزم شکست اتصال‌ها مورد مطالعه قرار گرفته است.

۲- مواد و روش‌ها

در این پژوهش ابتدا قطعات نانوکامپوزیتی $Al-10\text{wt}\%Al_2O_3$ با استفاده از فرایند آلیاژسازی مکانیکی و



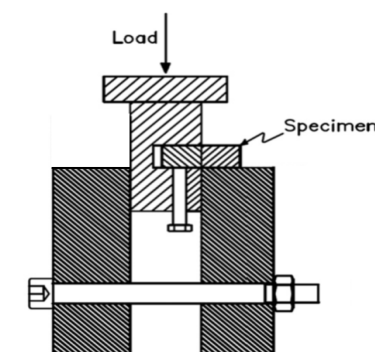
شکل ۲- تاثیر دمای اتصال بر زمان لازم برای انجماد هم‌دم در سیستم‌های یوتکتیک مختلف [۱۱]

اتصال بریده شدند که سه قسمت آن برای بررسی استحکام برشی و قسمت باقی‌مانده برای بررسی‌های ریزساختاری مورد استفاده قرار گرفت. سطح مقطع اتصال‌ها برای بررسی‌های ریزساختاری، پولیش و سپس در محلول کتر^۳، اچ شدند. برای بررسی‌های ریزساختاری درز اتصال‌ها در شرایط زمانی مختلف، از میکروسکوپ نوری استفاده شد و ریزساختار قطعات بالک نانوکامپوزیت (فلز پایه) توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری و روبشی مورد مطالعه قرار گرفت. استحکام برشی اتصال‌ها، توسط فیکسچر مخصوصی که در شکل (۳) نشان داده شده، با ماشین آزمون کشش (HOUNSFIELD، مدل H50KS) و با سرعت اعمال بار ۱ میلی‌متر بر دقیقه، ارزیابی شد. استحکام برشی اتصال‌ها با تقسیم نمودن حداکثر نیروی اعمال شده بر سطح مقطع اتصال قابل محاسبه است. در نهایت سطوح شکست اتصال‌ها، بوسیله ی میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد مطالعه قرار گرفت.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ریزساختار اتصال‌ها

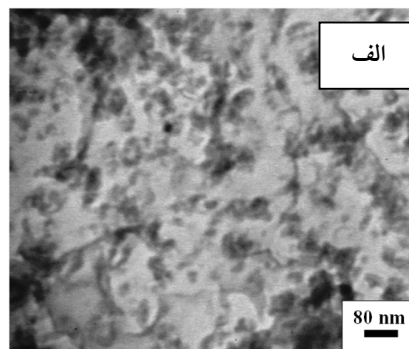
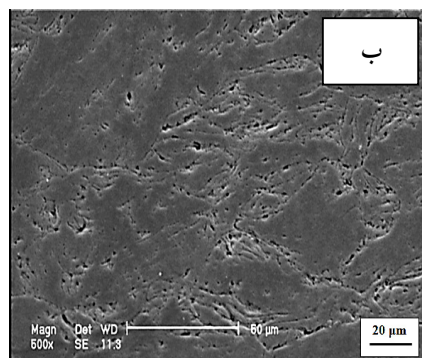
در ابتدا لازم است که شناخت صحیحی از فلز پایه که از جنس نانوکامپوزیت زمینه‌ی آلومینیومی حاوی ۱۰ درصد



شکل ۳- نمایی از فیکسچر استحکام برشی

دمای اتصال در مینیمم نمودار مربوط به Al-Cu انتخاب شد که حدود ۳۰ درجه‌ی سانتی‌گراد بالای دمای یوتکتیک Al-Cu ($T_E = 548^\circ\text{C}$) است، لذا دمای اتصال ۵۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد در نظر گرفته شد.

بنابراین فرایند اتصال نفوذی TLP قطعات در دمای ۵۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، در خلأ حدود 10^{-2} میلی‌بار (حدود ۱ پاسکال) و تحت فشار ثابت ۰/۰۸۶ مگاپاسکال در کوره 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



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

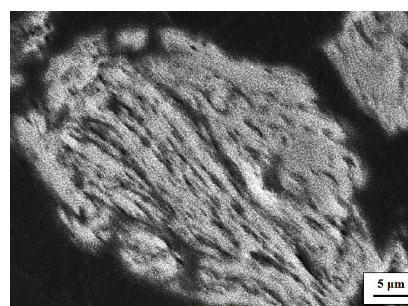
نانوکامپوزیت $\text{Al-10\%wtAl}_2\text{O}_3$ که در شکل (۴-ب) آورده شده است، دیده می‌شود که فلز پایه دارای تخلخل‌هایی است که ناشی از دو عامل است؛ یکی تخلخل‌هایی که در فرایند پرس گرم و هنگام تف‌جوشی ذرات پودری به‌وجود می‌آیند و دیگری تخلخل‌های نواری و لایه‌ای شکل‌اند که ناشی از فرایند آسیاب‌کاری مکانیکی است. درواقع در فرایند آسیاب‌کاری مکانیکی، در اثر برخورد گلوله‌ها به ذرات پودر آلومینیوم، این ذرات لهیده شده، به صورت لایه لایه بر روی هم جوش سرد می‌شوند. در نتیجه به دلیل فرایندهای متوالی جوش سرد شکست در درون هر کدام از ذرات پودر محصول، ساختارهای لایه‌ای شکلی ایجاد می‌شود. این ساختار لایه‌ای را در درون یک ذره‌ی پودر نانوکامپوزیت در شکل (۵)، می‌توان ملاحظه نمود.

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

۳-۱-۱- مکانیزم اتصال نفوذی TLP در کامپوزیت‌های

زمینه آلومینیومی با لایه واسطه‌ی مس

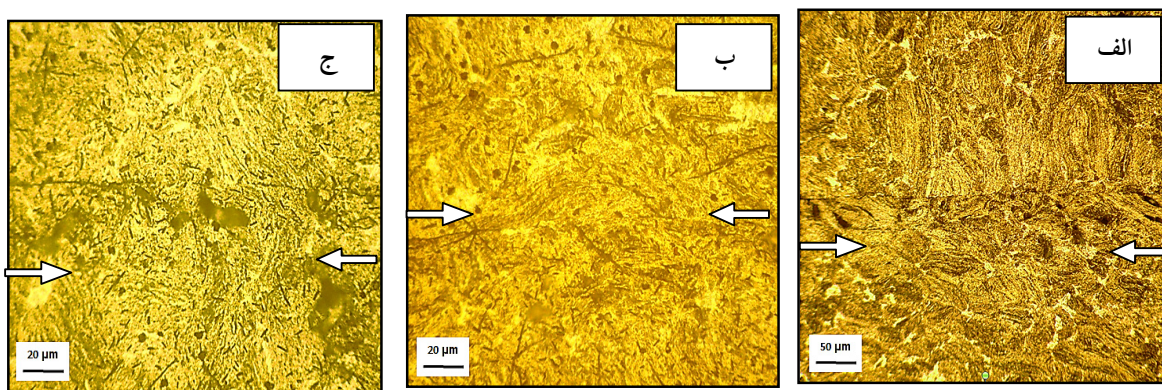
در اتصال فلزات پایه آلومینیومی با لایه واسطه مس، فرایند اتصال بدین صورت خواهد بود که پس از قرارگیری قطعات



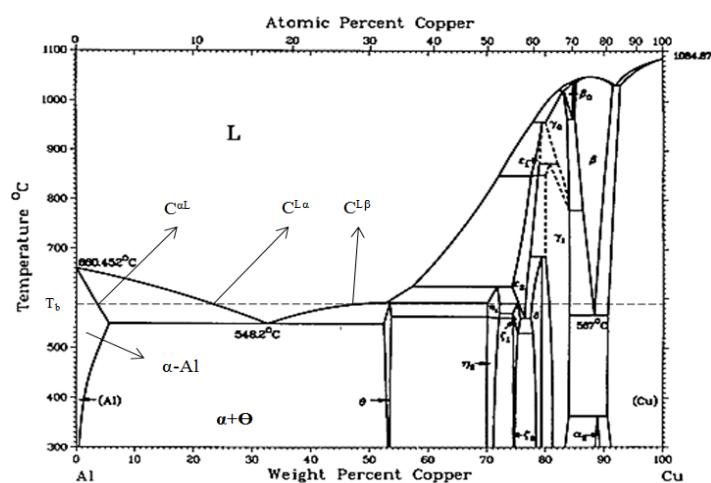
شکل ۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ساختار درونی پودر نانوکامپوزیت $\text{Al-10\%wtAl}_2\text{O}_3$

وزنی ذرات آلومینای نانومتری است، به‌دست آید، لذا تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری فلز پایه، در شکل (۴) نشان داده شده است.

با توجه به شکل (۴-الف)، دیده می‌شود که ذرات تقویت‌کننده‌ی آلومینا با اندازه‌ی ذراتی در حدود ۲۰ تا ۳۰ نانومتر، در زمینه‌ی نرم آلومینیوم به‌خوبی پراکنده شده‌اند. در درون فلز زمینه نیز شبکه‌های درهم تنیده‌ی نابه‌جایی‌ها دیده می‌شود. در بعضی از نواحی، سلول‌ها و دانه‌های فرعی با اندازه‌ای کم‌تر از ۱۰۰ نانومتر نیز به‌چشم می‌خورد. این مناطق درواقع فضاهایی عاری از نابه‌جایی‌اند که توسط دیواره‌ای از نابه‌جایی‌ها از هم جدا شده‌اند. در جداری این دانه‌های فرعی ذرات نانومتری آلومینا نیز دیده می‌شود. با توجه به تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی فلز پایه (قطعه بالک



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپ نوری درز اتصال‌های انجام شده در دمای ۵۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و زمان (الف) ۲۰، (ب) ۴۰ و (ج) ۶۰ دقیقه



شکل ۷- نمودار فازی Al-Cu [۳]

با ادامه یافتن بیش‌تر اتم‌های مس به فلز پایه، ترکیب این نواحی از مقدار C^{Al} بیشتر می‌شود. در نتیجه این نواحی ذوب شده، لایه مذابی بین فلز پایه و لایه واسطه ایجاد و رفته رفته پهن‌تر می‌شود. از آنجایی که فلز پایه ساختاری متخلخل دارد (شکل ۴- ب)، مذاب ایجاد در درز اتصال در اثر نیروی موینگی ناشی از تخلخل‌های فلز پایه، سریعاً به درون آن‌ها جاری می‌شود. این پدیده باعث می‌شود که مذاب نه تنها سطح ظاهری اتصال را ترکند، بلکه مقدار اضافی آن سریعاً به درون تخلخل‌هایی که به سطح اتصال راه دارند جاری

در دمای اتصال، نفوذ اتم‌های مس از لایه واسطه به درون فلز پایه و اتم‌های آلومینیم از فلز پایه به لایه واسطه، انجام می‌گیرد. این نفوذ در محل‌هایی که تماس واقعی و نزدیک اتم به اتم بین فلز پایه و لایه واسطه برقرار است، انجام می‌گیرد و این نقاط همان پستی و بلندی‌هایی هستند که در اثر زبری و ناهمواری‌های موجود در سطوح اتصال، 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 C^{Al} نشان داده شده در شکل (۷) می‌رسد.

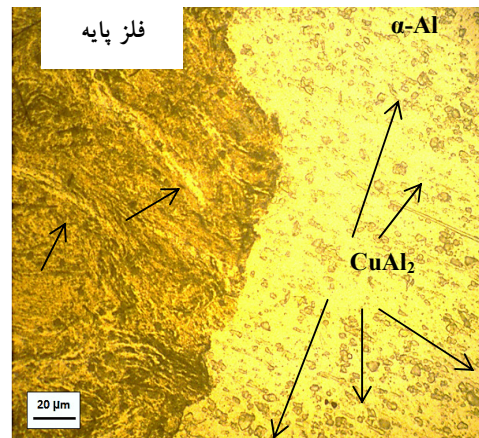
شده، لذا بیرون زدگی مذاب از درز اتصال مشاهده نمی‌شود. در صورتی که فلز پایه مورد استفاده، کامپوزیتی با ذرات تقویت‌کننده‌ی میکرونی باشد، هنگام به وجود آمدن فاز مذاب در درز اتصال، ذرات تقویت‌کننده که قبلاً در زمینه محبوس بودند، اکنون با ذوب شدن زمینه در حوالی درز اتصال، آزاد شده، در درز اتصال تجمع می‌کنند.

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 می‌دهند [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 می‌شوند، ولی از آنجایی که این ذرات ابعاد بسیار کوچکی در حدود ۲۰ تا ۳۰ نانومتر دارند، با سیلان مذاب به 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 جابه‌جا می‌شوند. این عامل موجب می‌شود که رفتار ذرات تقویت‌کننده‌ی نانومتری در این کامپوزیت با کامپوزیت‌هایی که ذرات تقویت‌کننده‌ی میکرونی دارند، متفاوت باشد.

با ادامه یافتن نفوذ به نحوی که بیان شد، لایه واسطه‌ی 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 C^{La} و $C^{L\beta}$ طبق شکل (۷) خواهد داشت که از لحاظ میزان اتم‌های مس، نسبت به فلز پایه که در تماس با این مذاب است، غنی‌تر است. این عامل باعث می‌شود 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 می‌تواند هم سطح درز اتصال و هم سطوح تخلخل‌ها باشد که با مذاب در تماس هستند)، از لحاظ شیمیایی ترکیبی معادل با C^{al} و مذاب در تماس با این

سطوح هم ترکیب همگن C^{La} پیدا کند. از این لحظه به بعد، انجماد هم‌دمای با ایجاد جوانه‌های جامد بر روی سطوح فلز پایه آغاز می‌شود. جوانه‌های ایجاد شده که ترکیبی معادل با C^{al} (طبق نمودار فازی شکل (۷)) دارند، وارد مرحله‌ی رشد می‌شوند. در این مرحله در واقع جابه‌جایی فصل مشترک جامد/ مذاب سعی در حفظ تعادل ترمودینامیکی بین C^{La} مذاب و C^{al} 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 نوعی زمان تکمیل شدن انجماد هم‌دمای را معلوم می‌کند) بیش‌تر باشد. به دلیل زمان‌بر بودن این مرحله (مرحله‌ی انجماد هم‌دمای)، در صورتی که زمان به اندازه‌ی کافی در اختیار باشد، مذاب کاملاً به صورت هم‌دمای منجمد می‌شود و ساختار نهایی حاصل از انجماد هم‌دمای مذاب، فاز جامدی با ترکیب C^{al} خواهد بود. اما اگر زمان اتصال، کافی نباشد مذاب تا زمانی که در دمای اتصال بوده، به انجماد هم‌دمای خود ادامه می‌دهد. وقتی زمان اتصال به پایان می‌رسد و دمای اتصال افت می‌کند، مذاب از این لحظه به بعد به صورت معمولی و در اثر سرد شدن منجمد می‌شود. لذا مذاب باقی‌مانده در بین جامدهای ایجاد شده به روش انجماد هم‌دمای، با سرد شدن مطابق با نمودار فازی، جامد اولیه‌ی α و در نهایت با شرکت در واکنش یوتکتیک، به صورت یوتکتیک منجمد می‌شود و ساختار نهایی ایجاد شده شامل مقداری جامد α (ایجاد شده در مرحله انجماد هم‌دمای)، مقداری جامد α اولیه (ناشی از سرد شدن مذاب با ترکیب C^{La} از دمای اتصال تا دمای یوتکتیک) و در نهایت جامد یوتکتیک $\alpha + CuAl_2$ (در اثر انجماد یوتکتیک مذاب در دمای یوتکتیک) است. لذا تکمیل نشدن انجماد هم‌دمای می‌تواند در درز اتصال و دیگر نواحی که انجماد هم‌دمای کامل نشده، شبکه‌ی پیوسته‌ای از $\alpha + CuAl_2$ به صورت ساختار یوتکتیکی ایجاد کند که به دلیل دارا بودن ساختارهای ورقه‌ای

که ذرات نانومتری آلومینا که در زمینه‌ی فاز جامد α -Al قرار گرفته‌اند، می‌توانند در جوانه‌زنی این ذرات رسوبی نقش مهمی داشته باشند و موجب تسریع جوانه‌زنی و توزیع مناسب این جوانه‌ها شوند. با توجه به توضیحات بیان شده، فازهایی که با رنگ روشن‌تر از فلز پایه در درز اتصال و در داخل تخلخل‌های فلز پایه، مشاهده شده، جامدی است که در مرحله‌ی 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 هم‌دمای منجمد شده و فاز جامد بر جا مانده، محلول جامد آلومینیوم حاوی مقداری مس است (که این مقدار مس، بسته به دمای اتصال و زمان اتصال متفاوت است). در بزرگ‌نمایی بالاتر می‌توان این فاز را با جزئیات بیش‌تر در شکل (۸)، مشاهده نمود. با توجه به شکل (۸)، می‌توان ذرات رسوبی CuAl_2 را در زمینه‌ی فاز α -Al مشاهده نمود. ساختار لایه‌ای فلز پایه (سمت چپ تصویر) نیز به خوبی مشهود است و می‌توان فازهایی با رنگ روشن‌تر را در درون آن‌ها دید که در واقع همان مذاب منجمد شده (α -Al) است.



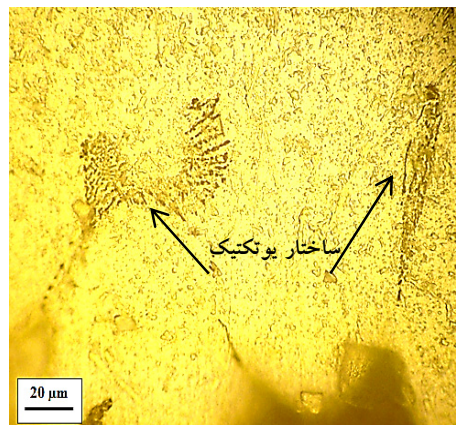
شکل ۸- ریزساختار مذاب منجمد شده در تخلخل‌های فلز پایه

و ترد CuAl_2 و از طرفی قرارگیری این ترکیبات در خط مرکزی اتصال، باعث کاهش استحکام اتصالات می‌شود، لذا برای رسیدن به استحکام بالا، کامل شدن انجماد هم‌دمای ضروری به نظر می‌رسد. بعد از کامل شدن انجماد هم‌دمای مرحله‌ی همگن شدن به‌وقوع خواهد پیوست که در این مرحله با گذشت زمان کافی، ترکیب شیمیایی جامد ایجاد شده در انجماد هم‌دمای که معادل C^{al} است، با نفوذ اتم‌های مس از آن به درون فلز پایه در نواحی دورتر، رفته رفته از مقدار C^{al} کاهش یافته، به غلظت‌های بسیار کم در حدود صفر میل می‌کند. بدین ترتیب جامد حاصل، با زمینه‌ی فلز پایه از لحاظ ترکیب شیمیایی و دمای ذوب فرقی نداشته، دقیقاً همانند فلز 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 جزئی انجام می‌شود. همین عامل موجب می‌شود که ترکیب جامد ایجاد شده در درز اتصال و تخلخل‌ها در حدود C^{al} 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 بیش‌تر از حد حلالیت آن در دمای محیط باشد، با گذشت زمان، (طبق نمودار فاز) ذرات رسوبی CuAl_2 در زمینه‌ی فاز جامد مذکور پدیدار خواهد شد. لازم به ذکر است

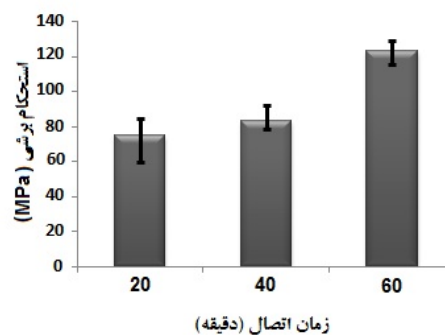
۳-۱-۲- تاثیر زمان اتصال بر ریزساختار اتصال‌ها

زمان اتصال می‌تواند بر ریزساختار نهایی اتصال بسیار مؤثر باشد. در صورتی که زمان برای تکمیل شدن انجماد هم‌دمای کافی نباشد، در ریزساختار نهایی، مقادیری ترکیب یوتکتیک $\alpha + \text{CuAl}_2$ در بین جامدهای ایجاد شده (توسط انجماد هم‌دمای) مشاهده خواهد شد. به عنوان مثال در نمونه‌ی اتصال یافته در دمای 580° درجه‌ی سانتی‌گراد و زمان 40 دقیقه مشاهده می‌شود 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 می‌دهد که در دمای اتصال 580° درجه‌ی سانتی‌گراد، زمان بیش‌تری (بیش‌تر از 40 دقیقه) برای تکمیل شدن انجماد هم‌دمای مورد نیاز است. از آنجایی که در زمان اتصال 60 دقیقه

مشاهده می‌شود که استحکام اتصالات انجام شده در زمان ۲۰ و ۴۰ دقیقه نزدیک به هم بوده، تفاوت معناداری با هم ندارند، ولی با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه افزایش چشم‌گیر و قابل ملاحظه‌ای در استحکام برشی اتصالات مشاهده می‌شود. لذا احتمالاً مکانیزم شکست اتصالات انجام شده در زمان ۲۰ و ۴۰ شبیه به هم است و مکانیزم شکست اتصالات انجام شده در زمان ۶۰ دقیقه متفاوت از آن‌ها بوده است. در زمان‌های اتصال ۲۰ و ۴۰ دقیقه، زمان لازم برای انجماد هم‌دمای مذاب هنوز کم است و مذاب باقی‌مانده در درز اتصال، در نهایت با شرکت در واکنش یوتکتیک، شبکه‌ای از ترکیبات یوتکتیکی ترد در درز اتصال برجا می‌گذارد (شکل ۹)). از آنجایی که شکست اتصالات در موارد فوق از میان این ترکیبات ترد یوتکتیکی انجام می‌شود لذا استحکام اتصالات در این دو زمان به هم نزدیک و هم‌چنین کم است. با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه، استحکام اتصالات به طور چشم‌گیری افزایش یافته است، که این افزایش قابل ملاحظه در استحکام دلالت بر عدم حضور شبکه‌ای پیوسته از ساختارهای ترد یوتکتیکی در درز اتصال دارد. از طرفی در ریزساختار آن‌ها نیز ترکیبات ترد به صورت ساختار یوتکتیکی مشاهده نشدند، لذا می‌توان این‌گونه نتیجه گرفت که با افزایش زمان اتصال به ۶۰ دقیقه، زمان لازم مهیا شده و مذاب به‌صورت کاملاً هم‌دمای منجمد شده است. به عبارتی دیگر، اتصال TLP این نانوکامپوزیت در دمای ۵۸۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۶۰ دقیقه به‌خوبی انجام می‌پذیرد. لازم به ذکر است که این زمان در مقایسه با زمان لازم جهت اتصالات TLP کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی معمولی، کم‌تر است. مثلاً در پژوهشی [۱۷]، اتصال TLP کامپوزیت زمینه آلومینیومی انجام و زمان لازم برای تکمیل انجماد هم‌دمای دمای ۵۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، حدود ۱۲۰ دقیقه گزارش شده است. علت کاهش زمان لازم برای انجماد هم‌دمای نانوکامپوزیت مورد استفاده در این پژوهش را می‌توان در دو عامل مهم خلاصه نمود. اول آن که نانوکامپوزیت مورد



شکل ۹- ایجاد ساختار یوتکتیک در بین دانه‌های منجمد شده در انجماد هم‌دمای



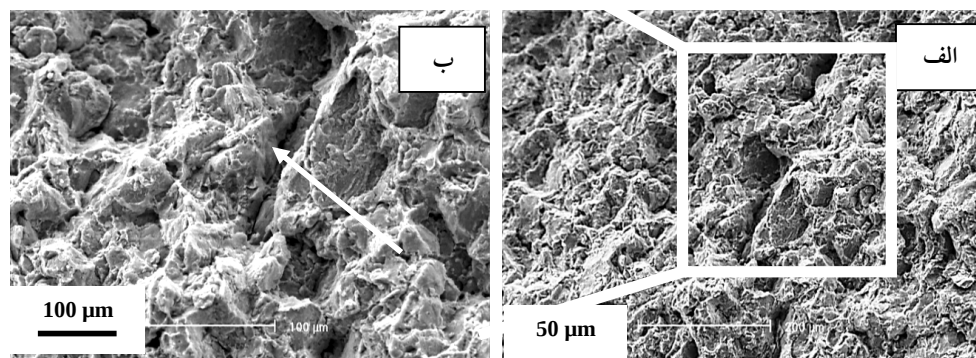
شکل ۱۰- نمودار استحکام برشی اتصالات در دمای ۵۸۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های مختلف

چنین ساختارهایی مشاهده نشد، لذا می‌توان این‌گونه برداشت کرد که زمان اتصال ۶۰ دقیقه، احتمالاً برای کامل شدن انجماد هم‌دمای کافی بوده است.

۲-۳- خواص مکانیکی اتصالات

۱-۲-۳- استحکام برشی اتصالات

شکل (۱۰)، نمودار استحکام برشی اتصالات انجام شده در دمای ۵۸۰ درجه سانتی‌گراد، را بر حسب زمان اتصال نشان می‌دهد.



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

انجماد هم‌دم است. با توجه به معادله‌ی (۱) مشاهده می‌شود که با کاهش W و افزایش D_{Cu}^a ، زمان t کاهش می‌یابد.

۳-۲-۲- سطوح شکست اتصال‌ها

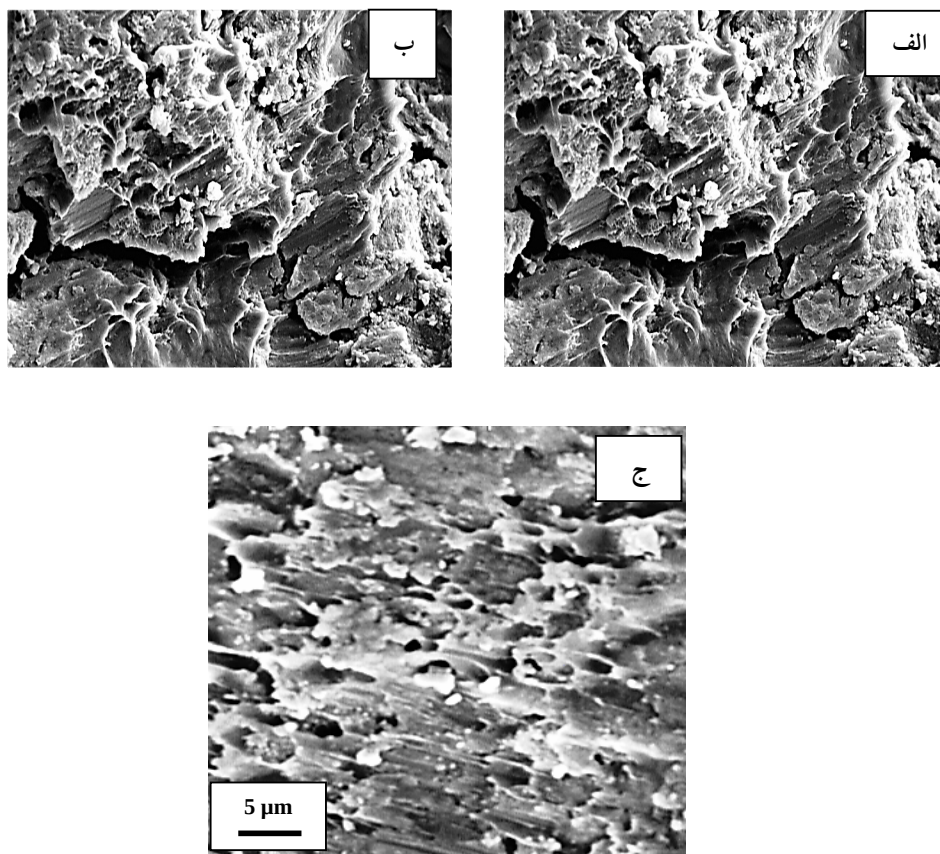
برای مقایسه‌ی سطوح شکست اتصال‌ها با سطح شکست فلز پایه و تعیین مکانیزم شکست در اتصال‌ها، در ابتدا سطح شکست فلز پایه بررسی شد. شکل (۱۱)، سطوح شکست مربوط به فلز پایه قبل از اتصال را نشان می‌دهد.

با توجه به تصاویر (۱۱)، دیده می‌شود 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 لایه‌ها از هم جدا شده‌اند (که با پیکان نشان داده شده است). هم‌چنین در سطح 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 (۱۲-الف) و (۱۲-ب) به ترتیب، سطوح شکست اتصال‌های انجام شده در زمان‌های ۲۰ و ۴۰ دقیقه را نشان می‌دهد. با توجه به این تصاویر دیده می‌شود که در برخی نواحی، شکست به صورت نرم بوده، دیمپل‌های

استفاده در این پژوهش همان‌طور که در قسمت‌های قبل بیان شد، متخلخل است، لذا مذاب ایجاد شده در درز اتصال به دلیل داخل شدن در این تخلخل‌ها، در سطح بسیار وسیع‌تری از سطح ظاهری اتصال، با فلز پایه در تماس است. این افزایش سطح تماس مذاب با فلز پایه باعث می‌شود که ضخامت لایه مذاب در تماس با فلز پایه کاهش یافته، لذا با کاهش ضخامت لایه مذاب، زمان لازم برای کامل شدن انجماد هم‌دم کاهش یابد (معادله‌ی (۱)) [۱۱]. دوم آن که ساختار فلز پایه شامل دانه‌های نانومتری، مرزهای وسیع و ذرات ریز آلومینا است که همگی باعث بالا رفتن ضریب نفوذ مس در فلز پایه شده است، لذا ضریب نفوذ مس در این نانوکامپوزیت به مراتب بالاتر از کامپوزیت‌های معمولی خواهد بود. بالا بودن ضریب نفوذ مس در فلز پایه، نیز می‌تواند با توجه به معادله‌ی (۱) موجب کاهش زمان لازم برای انجماد هم‌دم شود. تأثیر ضخامت لایه مذاب در تماس با فلز پایه و ضریب نفوذ بر زمان تکمیل شدن انجماد هم‌دم، را می‌توان در معادله‌ی (۱)، مشاهده نمود:

$$t = \frac{W^2 \pi}{D_{Cu}^a} \left(\frac{C^L \alpha}{C^a L} \right) \quad (1)$$

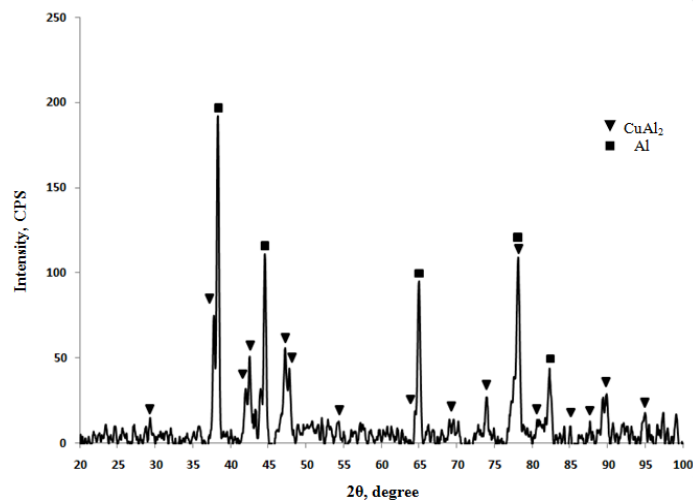
که در آن W ضخامت لایه مذاب در تماس با فلز پایه، D_{Cu}^a ضریب نفوذ مس در فلز پایه و t زمان لازم جهت کامل شدن



شکل ۱۲- سطوح شکست اتصال‌های انجام شده در دمای 58° درجه‌ی سانتی‌گراد و زمان (الف) ۲۰، (ب) ۴۰ و (ج) ۶۰ دقیقه

برشی به وضوح دیده می‌شوند، ولی در بعضی از نواحی که دیمپل‌های برشی دیده نمی‌شود، شکست به صورت ترد انجام شده است. نواحی شکست ترد، احتمالاً ناشی از شکست از میان ترکیبات ترد یوتکتیکی است که به صورت جزیره‌هایی در درز اتصال دیده می‌شود (به شکل (۹) مراجعه شود). همان‌طور که قبلاً بیان شد، در زمان‌های اتصال ۲۰ و ۴۰ دقیقه به دلیل کافی نبودن زمان لازم جهت کامل شدن انجماد هم‌دما، ساختارهای ترد یوتکتیکی در درز اتصال به صورت شبکه‌هایی دیده می‌شود که هم استحکام اتصال‌ها و هم مکانیزم شکست اتصال‌ها را تحت تأثیر قرار می‌دهد. از طرفی

با توجه به شکل (۱۲-الف) می‌توان مسیر پیش‌روی ترک از نواحی شکست ترد را به وضوح ملاحظه نمود. تصویر (۱۲-ج) سطح شکست مربوط به اتصال انجام شده در زمان ۶۰ دقیقه است. با توجه به این شکل دیده می‌شود که شکست به صورت نرم بوده، دیمپل‌های برشی به وضوح قابل مشاهده‌اند. هم‌چنین ذرات رسوبی CuAl_2 به صورت نقاطی روشن در حوالی دیمپل‌های برشی قابل مشاهده‌اند. همان‌طور که قبلاً بیان شد، در زمان ۶۰ دقیقه انجماد هم‌دما کامل می‌شود و در درز اتصال فاز $\alpha\text{-Al}$ بر جا می‌ماند. این فاز پس از سرد شدن تا دمای محیط از مس فوق اشباع شده، لذا تمایل به



شکل ۱۳- الگوی پراش پرتو ایکس انجام شده روی سطح شکست اتصال انجام شده در دمای ۵۸۰ درجه ی سانتی گراد و زمان ۶۰ دقیقه

(۱) نتایج این پژوهش نشان می‌دهد که اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت $Al-10\%wtAl_2O_3$ با استفاده از لایه واسطه‌ی مس با موفقیت قابل انجام است.

(۲) فلز پایه دارای تخلخل‌هایی است که ناشی از دو عامل است، یکی تخلخل‌هایی که در فرایند پرس گرم ذرات پودری به وجود می‌آیند و دیگری تخلخل‌های لایه‌ای 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 می‌شوند. 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 به راحتی همراه با مذاب به درون تخلخل‌ها راه یافته، با سیلان مذاب به راحتی جابه‌جا می‌شوند. این عامل موجب می‌شود که رفتار ذرات تقویت‌کننده‌ی نانومتری در این کامپوزیت با کامپوزیت‌هایی که ذرات تقویت‌کننده‌ی 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

رسوب ذرات $CuAl_2$ خواهد داشت. در نهایت ذرات $CuAl_2$ به صورت ذراتی مجزا و با توزیع یکنواخت در زمینه‌ی نرم $\alpha-Al$ رسوب می‌کنند. وقتی که درز اتصال تحت نیروی برشی قرار می‌گیرد، فاز نرم $\alpha-Al$ که در درز اتصال وجود دارد، پیرامون ذرات ترد $CuAl_2$ (که در زمینه‌ی $\alpha-Al$ پخش شده‌اند) کشیده و در نهایت گسیخته می‌شود، لذا دیمل‌هایی به وجود می‌آورد که در انتهای آن‌ها ذرات $CuAl_2$ وجود دارد.

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 $\alpha-Al$ و فاز $CuAl_2$ ناشی از ذرات رسوبی به وضوح قابل تشخیص‌اند.

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش خواص مکانیکی و ریزساختاری اتصال نفوذی TLP نانوکامپوزیت $Al-10\%wtAl_2O_3$ با استفاده از لایه واسطه‌ی مس مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر حاصل شد:

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 $\alpha + \text{CuAl}_2$ (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 به‌صورت کاملاً هم‌دما منجمد می‌گردد. در نتیجه ریزساختار نهایی شامل فاز نرم $\alpha\text{-Al}$ است، لذا به دلیل عدم حضور شبکه‌ای پیوسته از ساختارهای ترد یوتکتیکی در درز اتصال، استحکام اتصال‌ها به طور چشم‌گیری افزایش می‌یابد.

۵) حداکثر استحکام برشی اتصال‌ها در دمای اتصال ۵۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، در زمان اتصال ۶۰ دقیقه حاصل شده است که در حدود ۸۵٪ استحکام برشی فلز پایه است.

۶) سیلان مذاب ایجاد شده در درز اتصال، به درون تخلخل‌های فلز پایه باعث افزایش سطح تماس واقعی لایه مذاب با فلز پایه می‌شود و ضخامت لایه مذاب در تماس

با فلز پایه کاهش می‌یابد. از طرفی به دلیل وجود ساختارهای نانو در فلز پایه از قبیل دانه‌های نانومتری، مرزهای وسیع و ذرات نانومتری آلومینا، ضریب نفوذ مس در این نانوکامپوزیت به‌مراتب بالاتر از کامپوزیت‌های معمولی خواهد بود. مجموعه‌ی این دو عامل مهم موجب کاهش زمان لازم برای انجماد هم‌دما در این نانوکامپوزیت نسبت به کامپوزیت‌های زمینه‌ی آلومینیومی 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 می‌شود. 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. هم‌چنین ذرات رسوبی CuAl_2 به صورت ذراتی مجزا و پراکنده در حوالی دیمپل‌های برشی قابل توجه‌اند.

واژه‌نامه

1. transient liquid phase diffusion bonding
2. isothermal solidification
3. Keller: 2 ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO_3 and 190 ml H_2O

مراجع

1. 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.
2. Tabandeh Khorshid, M., Jenabali Jahromi, S. A., Moshksar, M.M., "Mechanical Properties of Tri-Modal Al Matrix Composites Reinforced by Nano- and Submicron-Sized Al_2O_3 Particulates Developed by Wet Attrition Milling and Hot Extrusion", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 3880–3884, 2010.
3. Ellis, MBD., "Joining of Metal–Matrix Composites: a Review," *Materials and Manufacturing Process TWI J*, Vol. 6, pp. 69–128, 1997.
4. Kumar Pal, T., "Joining of Aluminum Metal–Matrix Composites", *Materials Manufacture Processes*, Vol. 20, pp. 717–726, 2005.
5. Muratoglu, M., Yilmaz, O., Aksoy, M., "Investigation on Diffusion Bonding Characteristics of Aluminum Metal Matrix Composites (Al/SiC_p) with Pure Aluminum for Different Heat Treatments",

- Materials Processing Technology*, Vol. 178, pp. 211-217, 2006.
6. 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.
 7. 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 Liquid Phase (A-TLP) Bondin", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 488, pp. 146-156, 2008.
 8. 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.
 9. Xu, Z., Yan, J., Wu, G., Kong, X., Yang, S., "Interface Structure and Strength of Ultrasonic Vibration Liquid Phase Bonded Joints of Al₂O₃p/6061Al Composites", *Scripta Materialia*, Vol. 53, pp. 835-839, 2005.
 10. 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.
 12. 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.
 13. 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.