



بررسی تاثیر اتمسفرهای مختلف و ترکیب آلیاژهای مختلف آلومینیوم در ساخت کامپوزیت $Al-B_4C$ به روش تزریق مذاب به پیش ساخته متخلخل کاربرد بور

معصومه غایبلو^۱، حمزه فراتی راد^۲، میثم تراب مستعدی^۲

^۱ ایران، آذربایجان شرقی، بناب، دانشگاه بناب، گروه مهندسی مواد
^۲ ایران، تهران، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، ارگان اصلی مواد



نویسنده اول:

دکتر معصومه غایبلو

نویسنده مسئول:

دکتر حمزه فراتی

پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای

نوع مقاله: پژوهشی

صفحه‌های: ۳۵ تا ۴۷

شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵

شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳

زبان نشریه: فارسی

دسترس پذیر در نشانی:

www.JICERS.ir

تاریخ دریافت:

۱۴۰۲/۰۸/۲۸

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۲/۱۱/۱۰

DOR: 20:1001.1.17353351.1402.0.0.3.9

چکیده: هدف از این تحقیق، بررسی تاثیر اتمسفر و آلیاژهای مختلف آلومینیوم در ساخت کامپوزیت $Al-B_4C$ به روش تزریق مذاب به پیش ساخته متخلخل کاربرد بور بود. ابتدا پودر کاربرد بور با اندازه ذرات ۲۰ میکرون به همراه مواد آلی به روش ریخته‌گری ژله‌ای، به شکل بدنه متخلخل ساخته شد. سپس بدنه در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ ساعت در کوره تحت اتمسفر نیتروژن پیرولیز شد. در ادامه سه ترکیب مختلف شامل Al خالص، $Al6061$ و $Al-13.8\%Mg_2Si$ در داخل کوره، تحت اتمسفر اکسیدی، خلا و گاز خنثی به داخل پیش ساخته تزریق شد. به منظور مشخصه‌یابی نمونه‌ها، آنالیزهای SEM ، XRD و $EDAX$ و درصد تخلخل نمونه‌ها با روش ارشمیدس انجام شد. نتایج نشان داد وجود اتمسفر منیزیمی در داخل کوره به دلیل بالا بردن قدرت ترشوندگی فلز با سرامیک و گسستن پوسته اکسیدی آلومینایی، عملیات تزریق را ممکن می‌سازد. آلیاژ یونکتیک $Al-13.8\%Mg_2Si$ قابلیت نفوذ به داخل بدنه متخلخل و ساخت بدنه متراکم بهتری را نشان داد. استفاده همزمان از اتمسفر منیزیمی و دمای تزریق بالا مانع از تشکیل فازهای کاربردی شد.

کلمات کلیدی: ریخته‌گری ژله‌ای، کامپوزیت $Al-B_4C$ ، کاربرد بور، تزریق مذاب.

۱- مقدمه

سرامیک‌های با ساختار متخلخل و فوم‌های سرامیکی دارای خواصی نظیر وزن کم، تخلخل بالا، پایداری حرارتی بالا، نفوذپذیری بالا، هدایت حرارتی و ظرفیت حرارتی پایین هستند. پیش ساخته‌های سرامیکی به طور گسترده‌ای در عایق‌های نسوز، خالص‌سازی و تزریق مذاب فلزی، پایه‌های کاتالیست خالص‌سازی آب، الکترودها و پایه‌ها برای باتری‌ها و سلول‌های سوختی اکسید جامد، داربست‌ها برای ترمیم استخوان و مهندسی بافت، المنت‌های حرارتی و اسکلت‌های تقویت‌کننده کامپوزیت‌ها استفاده می‌شوند. پیش ساخته‌ها با استفاده از روش‌های مختلفی نظیر ریخته‌گری ژله‌ای [۱]، روش کف‌سازی [۲]، جایگزینی با فوم پلیمری [۳]،

¹ Foaming Method

ریخته‌گری انجمادی [۴] و پرینت سه‌بعدی [۵] ساخته می‌شوند [۶-۷]. در بین روش‌های رایج برای ساخت پیش‌ساخته‌های کاربرد بور مشکلاتی همچون مورفولوژی تخلخل باز، نیاز به دماهای بالا و مشکلات فرایند وجود دارد [۸-۹].

ریخته‌گری ژله‌ای فرایند شکل‌دهی با استفاده از دوغاب پودر فلزی یا سرامیکی در داخل محلول مونومر آلی که در داخل قالبی ریخته‌گری انجام می‌شود و برای تشکیل پیش‌ساخته‌های خام قابل ماشین‌کاری و مستحکم با اشکال پیچیده و ساده استفاده می‌شود. پیش‌ساخته آلومینایی ساخته شده با ریخته‌گری ژله‌ای پنج مرتبه استحکام مکانیکی بالاتری نسبت به بدنه خام پرس شده در قالب دارد [۱۰-۱۳].

فرایندهای ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی آلومینیوم بسته به اندازه، مورفولوژی و نوع تقویت‌کننده شامل موارد زیر است: (الف) ریخته‌گری فاز مایع مثل ریخته‌گری گردابی، ریخته‌گری فشاری، تزریق مذاب [۱۴]، اسپری همزمان^۱، ریخته‌گری تلامپی^۲ و ریخته‌گری نیمه‌جامد^۳ [۱۵]، (ب) فرایندهای حالت جامد مثل روش متالورژی پودر [۱۶-۱۸]، آلیاژسازی مکانیکی [۱۹]، پرس سرد [۱۵]، پرس گرم [۲۰]، نورد گرم تجمعی^۴ [۲۱]، میکروویو و سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای^۵ [۲۰].

از امتیازات برجسته‌ی روش تزریق مذاب به پیش‌ساخته‌های متخلخل تهیه شده با روش ریخته‌گری ژله‌ای می‌توان به امکان ساخت قطعاتی با اشکال پیچیده و نسبتاً بزرگ در مقایسه با روش‌هایی مانند سینتر بدون فشار، پرس گرم، پرس گرم همه‌جانبه، سینتر تخلیه پالسی و سینتر خوداحتراقی دما بالا اشاره کرد. یکی از مراحل مهم در روش تزریق مذاب فلز به درون پیش‌ساخته، تهیه پیش‌ساخته‌ای با ساختار مناسب از جهت ابعاد، تعداد و پراکندگی یکنواخت حفرات و تخلخل‌ها است [۲۲-۲۳]. همچنین توزیع تخلخل‌ها بایستی به شدت کنترل شوند طوری که فاصله بین تخلخل‌ها مرتب باشد تا خواص بهتری داشته باشیم [۲۴].

کاربرد بور خواصی مانند مقاومت در برابر شوک بالا، مقاومت در برابر سایش، مقاومت بالا در برابر مواد شیمیایی و توانایی جذب نوترون دارد [۲۴-۲۶]. کامپوزیت آلومینیوم تقویت‌شده با کاربرد بور ویژگی‌های جالبی همچون استحکام و سختی بالا را نشان می‌دهد. این کامپوزیت به عنوان مواد محافظ برای جذب نوترون آزاد ناشی از واکنش در هسته راکتور و برای جلوگیری از هر گونه ورود تابش به محیط اطراف استفاده می‌شود [۲۶-۲۹].

شو^۶ و همکارانش، ساخت کامپوزیت‌های سرامیک/فلز را با استفاده از تزریق آلیاژها یا فلزات مذاب به پیش‌ساخته سرامیکی با استفاده از روش تحت فشار فعال شده با دما مورد بررسی قراردادند [۳۰]. شو و همکارانش از سیستم ریخته‌گری ژله‌ای رزورسینول-فرمالدهید^۷ برای ساخت پیش‌ساخته B₄C/C متخلخل برای اولین بار استفاده نمودند. متعاقباً برای ساخت کامپوزیت‌های کاربرد بور اتصال واکنشی^۸ از تزریق سیلیکون مذاب استفاده شد. نتایج نشان داد ریزساختار یکنواخت کامپوزیت‌ها از ذرات SiC که به داربست کاربرد بور متصل است همراه با فاز سیلیکون باقی‌مانده بین نفوذی تشکیل شده است [۲۴]. در پژوهش دیگری که توسط شو و همکارانش انجام شد، پیش‌ساخته‌های B₄C با دو روش ریخته‌گری ژله‌ای و قالب‌گیری فشاری ساخته شدند. نتایج نشان داد پیش‌ساخته C/B₄C حاوی تخلخل‌های بهم متصل شده سه‌بعدی ساخته شده با ریخته‌گری ژله‌ای، ساختار خیلی‌ریزی دارد که منجر به بهبود خواص مکانیکی می‌شود [۳۰].

راوانان^۹ و همکارانش با استفاده از روش نفوذ مذاب واکنش‌پذیر به منظور بررسی توزیع فازهای شکننده، کامپوزیت‌های نفوذی تهیه کردند که در آن از ترکیبات مختلف Si-Al و کاربرد بور متخلخل استفاده شد [۳۱]. در پژوهش وو^{۱۰} و همکارانش تزریق درصد‌های متفاوت Si (۳۶، ۵۵ و ۸۰ درصد وزنی) از آلیاژ Al-Si در پیش‌ساخته‌های کاربرد بور و B₄C-C ساخته شده با روش پرس سرد را بررسی نمودند [۳۲].

¹ Spray co-deposition

² rheocasting

³ compocasting

⁴ ARB

⁵ SPS

⁶ Xu

⁷ resorcinol-formaldehyde (RF)

⁸ reaction bonded boron carbide (RBBC) composites

⁹ Ravanan

¹⁰ Wu



آرسلان^۱ و همکارانش تزریق مذاب آلومینیوم ۲۰۲۴ را در پیش‌ساخته متخلخل کاربرد بور تحت گاز آرگون انجام دادند. چگالی پیش‌ساخته ۷۰-۵۰ درصد ساخته شده با پرس محوری تحت فشار ۲۰ مگاپاسکال به دست آمد. نتایج نشان داد فاز Al_4C_3 با نگهداری در دمای تشکیل آن به مدت ۲ ساعت تشکیل می‌شود. تمایل به تشکیل این فاز با افزایش دمای نفوذ تا زمانی که فاز $AlB_{12}C_2$ غنی از بور ایجاد شود، بیش‌تر می‌شود [۳۳].

فراگ^۲ و همکارانش تاثیر آلومینیوم آلیاژی حاوی سیلیسیم در تشکیل کاربرد آلومینیوم نامطلوب را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد افزودن سیلیسیم به سیستم آلیاژی باعث بهبود ترشوندگی، جلوگیری از تشکیل کاربرد آلومینیوم در سیستم B-Si-Al-C و تسریع در نفوذ آلیاژ مذاب به پیش‌ساخته‌های متخلخل می‌شود [۳۴].

روش ساخت پیش‌ساخته فاکتور مهمی در اندازه‌گیری خواص نمونه‌های سینتر شده دارد. طبق مطالعات انجام شده، ساخت پیش‌ساخته‌های کاربرد بور عمدتاً با استفاده از روش پرس تک‌محوری انجام شده است. بر اساس دانش ما، هیچ تحقیقی مبنی بر تزریق آلومینیوم به بدنه متخلخل کاربرد بور ساخته شده با روش ریخته‌گری ژله‌ای انجام نشده است. بنابراین، در این مقاله برای اولین بار تزریق آلیاژهای مختلف آلومینیوم به پیش‌ساخته متخلخل کاربرد بور ساخته شده با روش ریخته‌گری ژله‌ای مورد بررسی قرار گرفت.

۲- روش آزمایش

۲-۱- آماده‌سازی نمونه‌ها

۲-۱-۱- ساخت ژله‌های متخلخل کاربرد بور

برای ساخت بدنه متخلخل با ۳۰ درصد حجمی کاربرد بور عملیات ساخت ژله به صورت زیر انجام شد. ابتدا ۶ درصد وزنی از ماده آکریل آمید (AM)، ۲ درصد وزنی از ماده متیلن‌بیس‌آکریل‌آمید (MBAM) و ۱۰ درصد وزنی از ماده پلی‌وینیل‌پیرولیدین (PVP-k15) در آب مقطر حل شدند. (۲/۵ گرم از PVP، ۱/۵ گرم از AM و ۰/۵ گرم از MBAM به حجم ۲۵ میلی‌لیتر آب مقطر به حجم رسانده شد). این مجموعه بر روی همزن دارای مگنت به مدت ۱ ساعت تحت دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد گذاشته شد تا مخلوط مونومری به خوبی حل شود و یک محلول شفاف به دست آید.

در ظرف دیگر محلول سوسپانسیون دارای ۳۰ درصد حجمی کاربرد بور به صورت زیر آماده شد. ابتدا ۱۸/۹ گرم از پودر کاربرد بور توزین شد و با استفاده از آب مقطر به حجم ۲۵ میلی‌لیتر رسید. این مجموعه نیز همراه با مگنت بر روی همزن قرار گرفت تا ذرات کاربرد بور به خوبی پراکنده شوند. به منظور پراکنده‌سازی بهتر ذرات کاربرد بور از ۱ درصد وزنی ماده تترامتیلن‌آمونیم هیدروکسید (TMAH) استفاده شد. بر اساس وزن پودر به کار رفته، مقدار لازم از این ماده (۱۸۷ میکرولیتر) با استفاده از سمپلر برداشته شد و به ظرف حاوی سوسپانسیون کاربرد بور افزوده شد.

در ادامه ۱۰ گرم از پیش‌مخلوط مونومری و ۳۰ گرم از محلول سوسپانسیون کاربرد بور توزین شد و روی همزن همراه با مگنت به مدت ۱ ساعت به خوبی همزده شدند تا محلول کاملاً همگنی به دست آید.

در ظرف دیگر محلول آغازگر واکنش‌های پلیمریزاسیون به ترتیب زیر آماده شد. ۱ درصد وزنی ماده آغازگر آمونیوم پرسولفات (APS) بر اساس وزن کل سوسپانسیون توزین شد و در مقدار اندکی آب مقطر حل شد و سپس با استفاده از pHسنج، pH برابر با ۲/۳۶ شد که در ادامه با افزودن چند قطره از تترامتیلن‌آمونیم هیدروکسید مقدار pH افزایش یافت و برای عملیات ریخته‌گری به مقدار بهینه ۸/۲ رسید و این محلول بر روی دو محلول مخلوط شده (محلول مونومرها و محلول سوسپانسیون کاربرد بور) افزوده شد و به مدت ۵ دقیقه بر روی همزن نگه داشته شد و عملیات ریخته‌گری در قالب پلاستیکی (قالب کره) انجام شد.

در مرحله آخر ساخت ژله‌ها، این نمونه‌ها همراه با قالب در داخل خشک‌کن در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت نگه

¹ Arslan

² Frage

داشته شدند تا فرایند ژله‌ای شدن تکمیل شود. بعد از ۲۴ ساعت، ژله‌ها از خشک‌کن خارج شده و به آرامی از داخل قالب پلاستیکی خارج شدند.

۲-۱-۲- عملیات پیرولیز ژله‌های متخلخل

عملیات پیرولیز در داخل کوره تحت گاز نیتروژن (بدنه کاربید بور در بالای دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد در اتمسفر اکسیدی اکسید می‌شود) در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت با نرخ گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انجام شد. در طی این فرایند مواد پلیمری از نمونه‌ها خارج شدند و وزن نمونه‌ها نیز کاسته شد.

۲-۱-۳- فرایند تزریق مذاب

برای انجام عملیات تزریق مذاب، ابتدا مقدار مورد نیاز از آلومینیوم خالص، آلومینیوم ۶۰۶۱ و آلیاژ Al-13.8% Mg₂Si بر روی پیش‌ساخته متخلخل کاربید بور قرار داده شد. قابل ذکر است آلیاژهای مختلف به منظور بررسی امکان ترشوندگی با بدنه کاربید بور انتخاب شدند. سپس مجموعه در کوره تحت اتمسفر اکسیدی، خلا و تحت گاز آرگون در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایش ۵۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه و با زمان ماندگاری ۱۰ دقیقه برای انجام عملیات تزریق قرار گرفت.

۲-۲- مشخصه‌یابی ریزساختاری با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف‌سنجی پرتو ایکس پراکنده انرژی (EDS) و فازی با پراش پرتو ایکس (XRD)

نمونه‌های سینتر شده توسط کاغذ سنباده ۲۰۰ تا ۵۰۰۰ سنباده زده شدند و سپس توسط خمیر الماسه پولیش شدند. مشاهدات ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل ZEISS EVO 18 در ۳۰ کیلوولت انجام شد. الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌ها توسط فیلیپس MPD، با تابش Cu K α در ۴۰ کیلوولت به دست آمدند و با نرم‌افزار Xpert بررسی شدند. چگالی ظاهری نمونه‌ها با روش ارشمیدس مطابق با استاندارد C 373-88 اندازه‌گیری شدند.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی تأثیر آلیاژها و اتمسفرهای مختلف

در شکل ۱ تصویر عدم تزریق مذاب آلیاژهای مختلف به داخل پیش‌ساخته متخلخل کاربید بور مشاهده می‌شود.



شکل ۱: تصاویر نمونه‌های تزریق نشده در کوره تحت خلا در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد و با نرخ گرمایش ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه با زمان ماندگاری ۱ ساعت

در شکل ۲ تصویر عدم تزریق مذاب به داخل پیش‌ساخته کاربید بور در کوره تحت اتمسفر اکسیدی مشاهده می‌شود. عدم انجام عملیات تزریق احتمالاً به دلیل حبس اکسیژن (اتم‌سفر اکسیدی) در داخل تخلخل‌های پیش‌ساخته سرامیکی بوده است که به مذاب فشار عکس وارد کرده و مانع نفوذ مذاب به داخل پیش‌ساخته شده است. در شکل ۳ تصویر عدم موفقیت عملیات تزریق فلز مذاب به داخل پیش‌ساخته کاربید بور مشاهده می‌شود. تشکیل سریع لایه



اکسیدگی آلومینیوم در اطراف فلز، مانع تزریق مذاب به داخل پیش ساخته می شود.

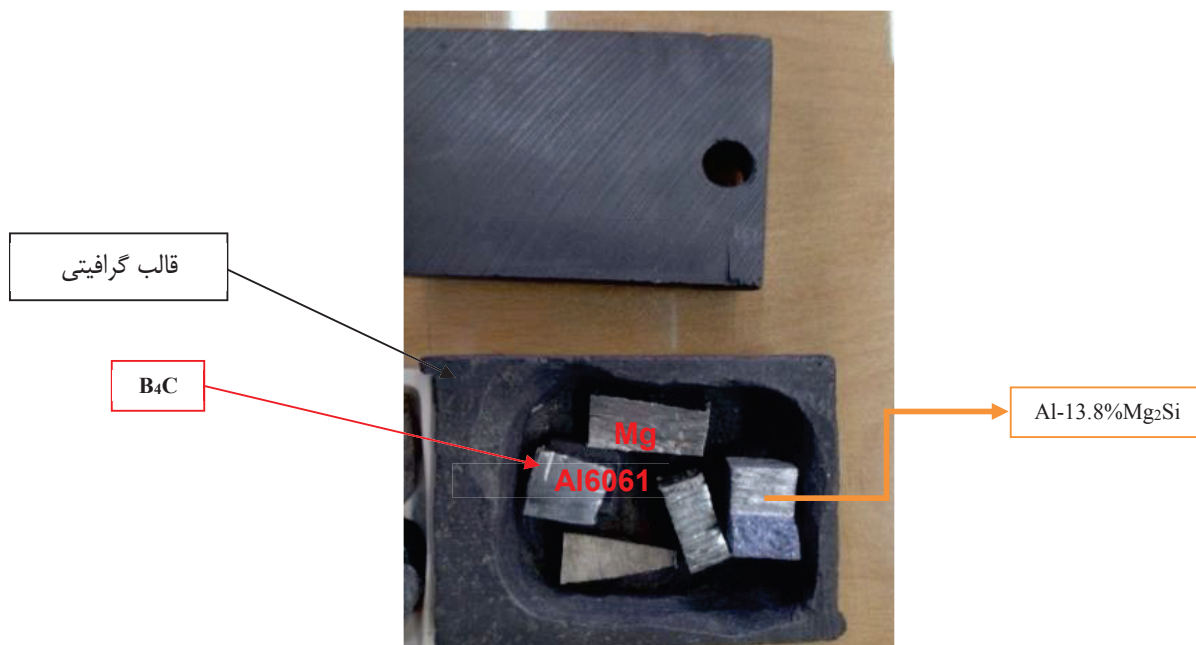


شکل ۲: تصویر بدنه متخلخل تزریق نشده به همراه مذاب تخلیه شده پس از خروج از کوره تحت اتمسفر اکسیدی در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد با زمان ماندگاری ۱۰ دقیقه

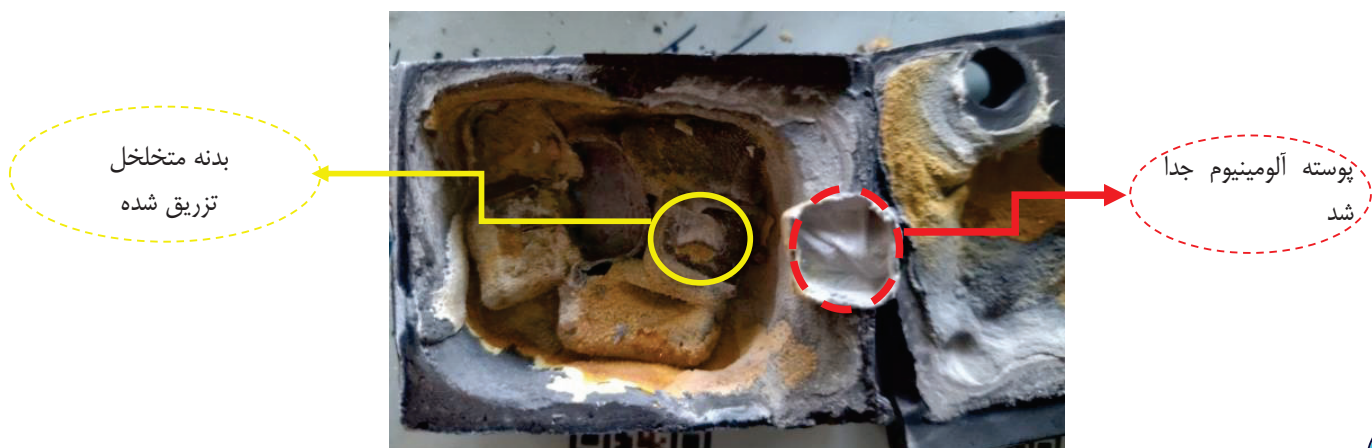


شکل ۳: تصویر پیش ساخته تزریق نشده با فلز در داخل کوره تحت گاز آرگون در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد با نرخ گرمایش ۵۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه به مدت ۱۰ دقیقه

در ادامه روش جدیدی برای عملیات تزریق پیاده سازی شد. طبق شکل ۴ مجموعه پیش ساخته کاربرد بور متخلخل همراه با مقدار لازم از فلز برای انجام عملیات تزریق در داخل قالب گرافیتی درب دار قرار داده شد. همچنین چند تکه کوچک از فلز منیزیم خالص در اطراف پیش ساخته سرامیکی برای افزایش ترشوندگی فلز با سرامیک گذاشته شد. طبق شکل ۵ انجام موفقیت آمیز عملیات تزریق و کامپوزیت نهایی ساخته شده در کف قالب گرافیتی مشاهده می شود.



شکل ۴: تصویر قالب گرافیتی به همراه منیزیم، آلیاژهای آلومینیوم قرار گرفته روی پیش ساخته متخلخل کاربرد بور قبل از عملیات تزریق



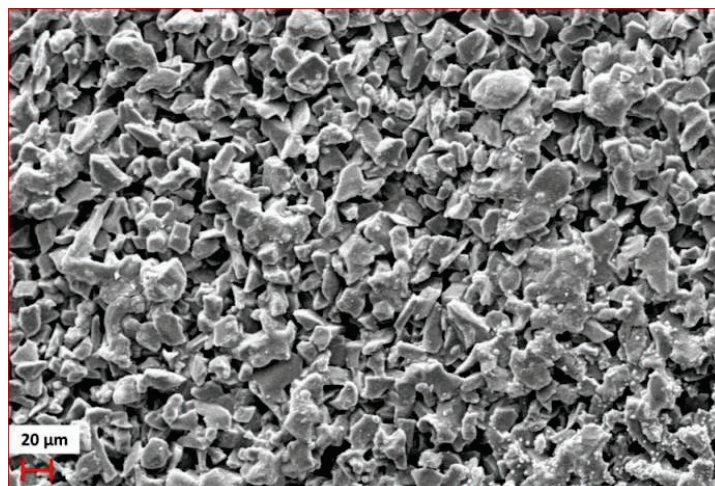
شکل ۵: تصویر قالب گرافیتی به همراه منیزیم، آلیاژهای آلومینیوم قرار گرفته روی پیش ساخته متخلخل کاربرد بور پس از تزریق در کوره تحت گاز آرگون در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایش ۵۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه و زمان ماندگاری ۱۰ دقیقه

در این بخش، ساخت بدنه کامپوزیتی در سه اتمسفر اکسیدی، خلا و تحت گاز مورد بررسی قرار گرفت. همانطور که در بخش قبلی ذکر شد فقط در اتمسفر منیزیم‌دار تحت کوره کنترلی گاز آرگون در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد تزریق نمونه‌ها با موفقیت انجام شد.

۳-۲- بررسی فازی و ریزساختاری پیش ساخته متخلخل

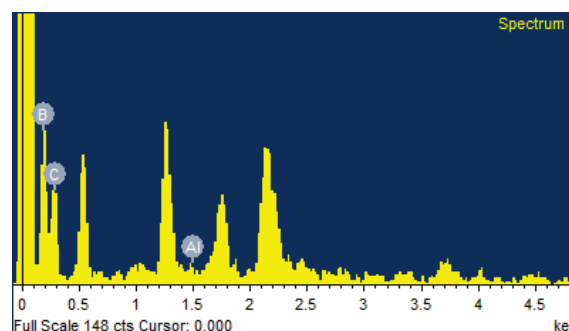
در شکل ۶ تصویر ریزساختاری SEM بدنه متخلخل کاربرد بور مشاهده می‌شود. طبق شکل اندازه متوسط ذرات کاربرد بور زیر ۲۰ میکرون است. چگالی بدنه متخلخل با استفاده از روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد که نشان داد بدنه دارای ۴۵ درصد تخلخل است.

از پیش ساخته متخلخل کاربرد بور آنالیز EDAX به عمل آمد. نتایج در شکل ۷ نشان می‌دهد که ترکیب این بدنه با ترکیب کاربرد بور مطابقت دارد.



شکل ۶: تصویر ریزساختاری SEM بدنه متخلخل کاربید بور ساخته شده به روش ریخته‌گری ژله‌ای

عنصر	درصد وزنی	درصد اتمی
B	۴۹/۳۷	۵۲/۰۳
C	۵۰/۵۳	۴۷/۹۳
Al	۰/۱۰	۰/۰۴
کل	۱۰۰	



شکل ۷: آنالیز EDAX از بدنه متخلخل کاربید بور

۳-۳- بررسی فازی و ریزساختاری کامپوزیت تزریق شده با آلیاژ Al-13.8%Mg₂Si

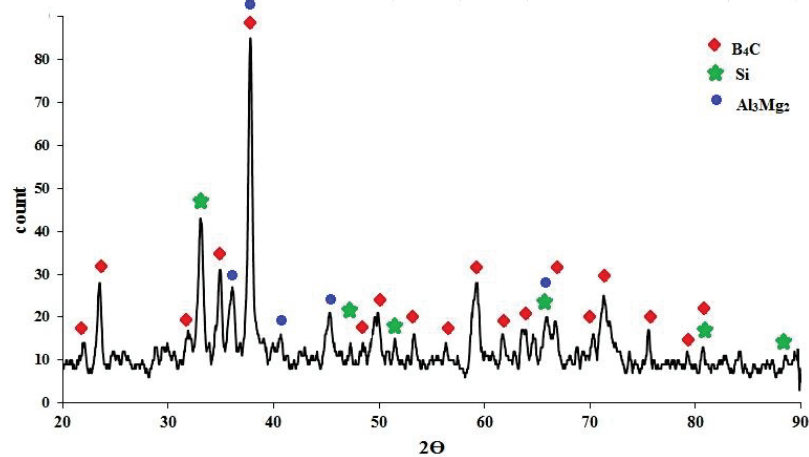
در شکل ۸ تصویر الگوی پراش اشعه ایکس کامپوزیت ساخته شده با روش تزریق مذاب آلیاژ Al-13.8% Mg₂Si به داخل پیش ساخته متخلخل سرامیکی کاربید بور مشاهده می‌شود. نتایج نشان می‌دهد که کامپوزیت ساخته شده دارای فازهای B₄C، Si و Al₃Mg₂ است. نکته قابل توجه اینجاست که طبق گزارشات سایرین در تزریق‌های در دمای بالاتر از ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، فازهای کاربیدی مخرب تشکیل می‌شود [۳۵]. در پژوهش انجام شده توسط الرت^۱ و همکارانش در تزریق مذاب Al-20% Si به بدنه متخلخل کاربید بور در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، فازهایی همچون SiC، Al-B-C در فصل مشترک ذرات کاربید بور با زمینه تشکیل شدند که تاثیر مخربی بر کامپوزیت ساخته شده داشتند [۳۴]. این پژوهشگران با انجام عملیات تزریق در زیر دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد سعی بر آن داشتند که تا حد امکان فازهای کاربیدی حذف شوند. اما در این پژوهش به دلیل استفاده همزمان از اتمسفر منیزیمی و دمای بالای تزریق، چنین فازهایی در ساختار تشکیل نشدند.

در شکل ۹ تصاویر ریزساختاری SEM کامپوزیت Al-Mg-Si-B₄C مشاهده می‌شود. با بررسی نتایج XRD، با انجام عملیات تزریق در حضور اتمسفر منیزیم‌دار، فازهای سیلیسیوم سوزنی شکل تشکیل شده است و زمینه از فاز Mg₂Al₃ غنی است. تشکیل این فازها مستلزم نفوذ اتم‌های سیلیسیوم از زمینه است که منجر به تشکیل حفرات انقباضی (دایره زرد رنگ در شکل ۱۱ و بزرگنمایی شده در شکل ۱۲) در زمینه کامپوزیت شده است. همچنین در گزارش کافری^۲ و همکارانش در تزریق آلیاژ یوتکتیک Mg-Si به پیش ساخته متخلخل کاربید بور، ذرات با مورفولوژی سوزنی شکل در سطح کامپوزیت در مجاورت ذرات کاربید بور تشکیل شدند. این فازها

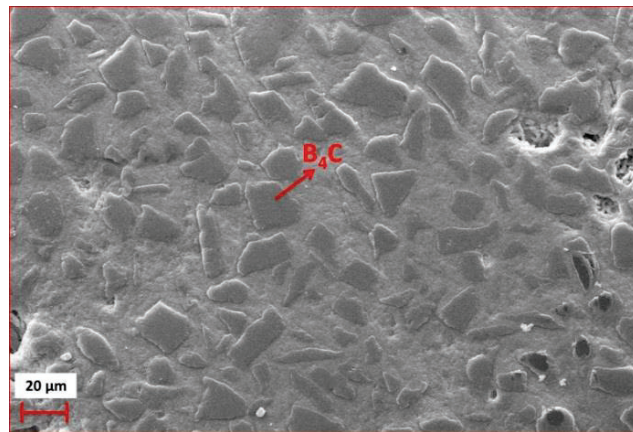
¹ Ellert² Caffri



دارای ترکیب $Mg_x(Al,Si)_y(B,C)_z$ غنی از منیزیم بودند [۳۵]. مناطقی که به رنگ سفید روشن براق در ریزساختار مشاهده می‌شود، طبق گزارش فراگ و همکارانش مربوط به آلیاژ Al-Mg-Si هستند که واکنش ندادند تا فازهای جدیدی تشکیل شود [۳۶]. واکنش بین اتمسفر دارای بخارات منیزی می با مذاب Al-Si منجر به تشکیل فازهای غنی از منیزیم در ساختار می‌شود که در این پژوهش نیز ترکیبات Al_3Mg_2 تشکیل شدند.



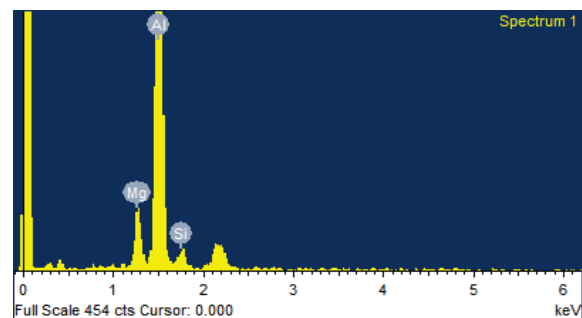
شکل ۸: الگوی پراش اشعه ایکس کامپوزیت Al-Mg-Si-B₄C ساخته شده به روش تزریق مذاب به پیش ساخته متخلخل کاربرد بور



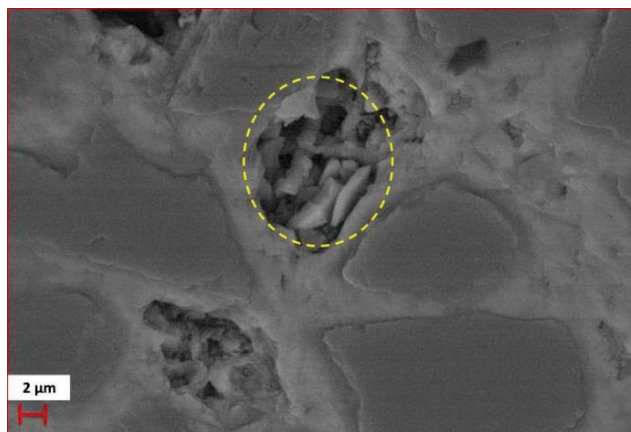
شکل ۹: تصویر ریزساختاری SEM کامپوزیت Al-Mg-Si-B₄C ساخته شده به روش تزریق مذاب

در شکل ۱۰ نتایج آنالیز EDAX از زمینه کامپوزیت آورده شده است که نشان‌دهنده وجود فازهای حاوی آلومینیوم، منیزیم و سیلیسیم در زمینه است.

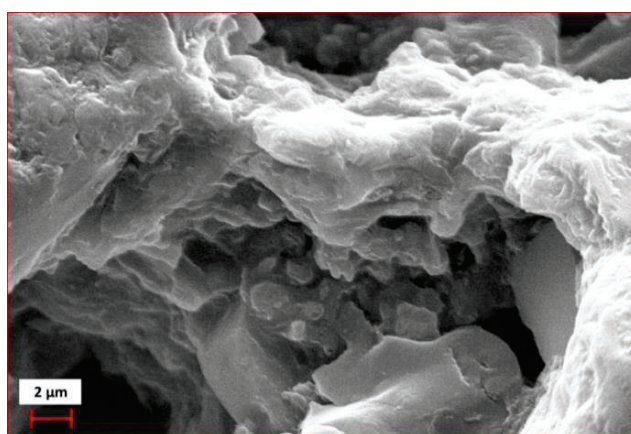
عنصر	درصد وزنی	درصد اتمی
Mg	۸/۵۸	۹/۴۶
Al	۸۴/۷۲	۸۴/۱۴
Si	۶/۷۰	۶/۳۹
کل	۱۰۰	



شکل ۱۰: آنالیز EDAX از زمینه کامپوزیت Al-Mg-Si-B₄C



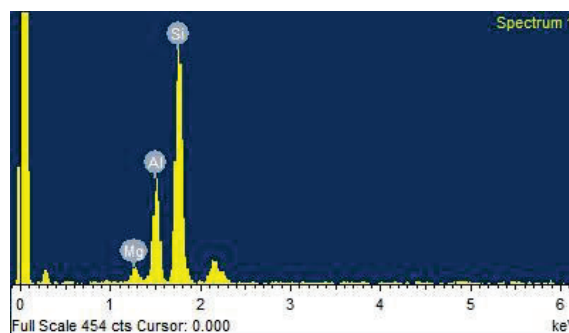
شکل ۱۱: تصویر ریزساختاری SEM کامپوزیت Al-Mg-Si-B₄C ساخته شده به روش تزیق مذاب در بزرگنمایی بالاتر



شکل ۱۲: تصویر ریزساختاری SEM از حفرات انقباضی تشکیل شده در اثر وجود فازهای سوزنی شکل

در شکل ۱۳ نتایج آنالیز EDAX از حفره انقباضی آورده شده است. نتایج بیانگر حضور فازهای غنی از سیلیسیوم، آلومینیوم در این مناطق است.

عنصر	درصد وزنی	درصد اتمی
Mg	۲/۷۷	۳/۱۶
Al	۲۱/۱۳	۲۱/۷۲
Si	۷۶/۰۹	۷۵/۱۲
کل	۱۰۰	

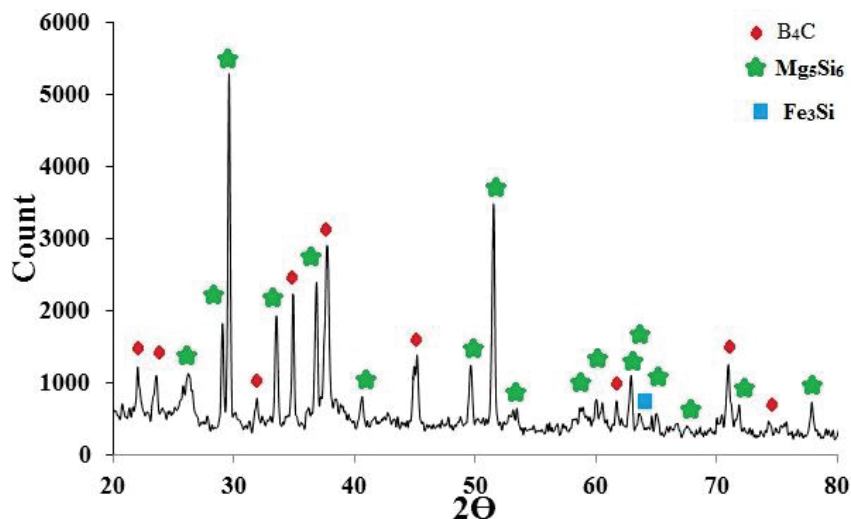


شکل ۱۳: آنالیز EDAX از حفرات انقباضی

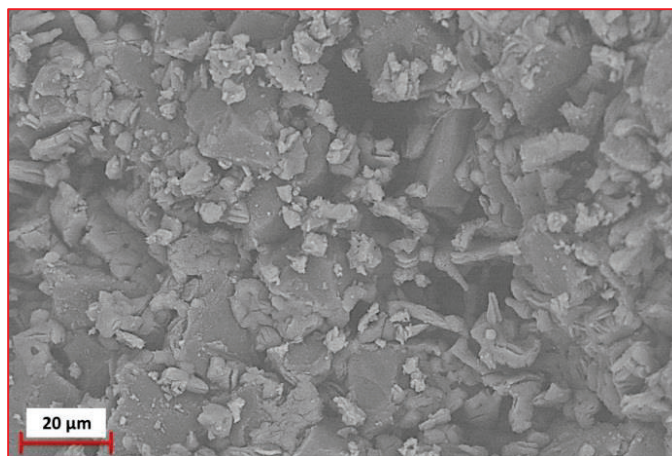
۳-۴- بررسی فازی و ریزساختاری کامپوزیت تزیق شده با آلیاژ Al6061

این نمونه پس از عملیات تزیق کاملا منسجم بود ولیکن بعد از طی چند روز از هم پاشید و به شکل پودر درآمد. در شکل ۱۴ نتایج بررسی فازی از این کامپوزیت آورده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود فازهای تشکیل شده پس از تزیق در این

کامپوزیت شامل فازهای B_4C ، Fe_3Si و Mg_5Si_6 است. نکته قابل توجه این است که اثری از عنصر آلومینیوم در این نمونه‌ها وجود ندارد. البته وقتی که این کامپوزیت از کوره خارج شد و در زیر آب قرار گرفت، واکنش‌های گرمایی انجام شد که یک پودر سفید رنگ از بدنه کامپوزیت ریزش کرد، احتمالاً پودر مربوطه آلومینیوم هیدروکسید بوده است که منجر به خروج آلومینیوم از کامپوزیت و در نتیجه از هم پاشیدن کامپوزیت شده است. در شکل ۱۵ نتایج ریزساختاری SEM از نمونه پودر شده مشاهده می‌شود. طبق نتایج بدست آمده، ذرات کاربید بور با شکل چندوجهی در شکل مشخص هستند و فازهای سفید تشکیل شده بر روی سطح ذرات کاربید بور، فازهای غنی از منیزیم هستند.



شکل ۱۴: الگوی پراش اشعه ایکس کامپوزیت تزریق شده با آلیاژ Al6061



شکل ۱۵: تصویر ریزساختاری SEM از کامپوزیت تزریق شده با آلیاژ Al6061

۴- نتیجه‌گیری

- بررسی تاثیر اتمسفرها و آلیاژهای مختلف در ساخت کامپوزیت B_4C 30 wt. % Al با روش تزریق مذاب به پیش‌ساخته متخلخل کاربید بور ساخته شده با روش ریخته‌گری ژله ای هدف این پروژه بود. نتایج بدست آمده از مطالعه حاضر به شرح زیر است:
- ساخت نمونه کامپوزیت B_4C 30 wt. % Al به روش تزریق مذاب به پیش‌ساخته متخلخل در اتمسفر منیزیم‌دار امکان‌پذیر است.
 - تزریق در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با آلیاژ Al-Mg-Si منجر به تشکیل حفرات انقباضی می‌شود.
 - استفاده از اتمسفر منیزیمی و دمای تزریق بالا مانع از تشکیل فازهای مخرب کاربیدی در ریزساختار می‌شود.



تقدیر و تشکر

حمایت‌های مالی این پژوهش (کد پروژه : LMO-2-C-MP-9906-02) از پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای (NSTRIT) تامین شده است. از جناب آقای مهندس جباری کارشناس آزمایشگاه سرامیک در پژوهشگاه مواد و انرژی و همکاران محترم در پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای کمال تشکر و قدردانی را داریم.

مراجع

- [1]. J. Kiggans, T. Tiegs, F. Montgomery, M. Morrow, B. Mikijelj, and A. Suman, "Gelcast forming of non-oxide ceramics with reactive surfaces", *Adv. POWDER Metall. Part. Mater.*, 1999, 2 [4/7] 4–19.
- [2]. X. Deng, J. Wang, S. Du, F. Li, L. Lu, and H. Zhang, "Fabrication of porous ceramics by direct foaming", *Interceram-Int. Ceram. Rev.*, 2014, 63 [3] 104–108.
- [3]. U. Soy and A. Demir, "Fabrication and optimization of boron carbide foams by polymeric sponge replication", *Emerg. Mater. Res.*, 2020, 9 [2] 388–395.
- [4]. L.-K. Yang, P. Shen, R.-F. Guo, and Q.-C. Jiang, "The role of TiO₂ incorporation in the preparation of B₄C/Al laminated composites with high strength and toughness", *Ceram. Int.*, 2018, 44 [13] 15219–15227.
- [5]. C. L. Cramer, A. M. Elliott, J. O. Kiggans, B. Haberl, and D. C. Anderson, "Processing of complex-shaped collimators made via binder jet additive manufacturing of B₄C and pressureless melt infiltration of Al", *Mater. Des.*, 2019, 180 107956.
- [6]. L. Hu, A. Kothalkar, M. O'Neil, I. Karaman, and M. Radovic, "Current-activated, pressure-assisted infiltration: A novel, versatile route for producing interpenetrating ceramic–metal composites", *Mater. Res. Lett.*, 2014, 2 [3] 124–130.
- [7]. J. Wang, Y. Gou, Q. Zhang, K. Jian, Z. Chen, and H. Wang, "Linear organodecaborane block copolymer as a single-source precursor for porous boron carbide ceramics", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2017, 37 [5] 1937–1943.
- [8]. U. Soy and A. Demir, "Fabrication and optimization of boron carbide foams by polymeric sponge replication", *Emerg. Mater. Res.*, 2020, 1–8.
- [9]. J. Wang, Y. Gou, Q. Zhang, K. Jian, Z. Chen, and H. Wang, "Linear organodecaborane block copolymer as a single-source precursor for porous boron carbide ceramics", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2017, 37 [5] 1937–1943.
- [10]. I. N. E. Series, "Good Practices for Water Quality Management in Research Reactors and Spent Fuel Storage Facilities", 2011.
- [11]. J. Guo, Y. Sun, T. Qiu, W. Xue, and H. Yang, "Gelating and drying process of aqueous gelcasting aluminum nitride ceramics", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2015, 12 E23–E32.
- [12]. Y. Zhang, Z. Yuan, and Y. Zhou, "Gelcasting of silicon carbide ceramics using phenolic resin and furfuryl alcohol as the gel former", *Ceram. Int.*, 2014, 40 [6] 7873–7878.
- [13]. K. Cai, Y. Huang, and J. Yang, "A synergistic low-toxicity gelcasting system by using HEMA and PVP", *J. Am. Ceram. Soc.*, 2005, 88 [12] 3332–3337.
- [14]. R. Seetharam, S. K. Subbu, and M. Davidson, "Hot workability and densification behavior of sintered powder metallurgy Al-B₄C preforms during upsetting", *J. Manuf. Process.*, 2017, 28 309–318.
- [15]. P. Zhang, Y. Li, W. Wang, Z. Gao, and B. Wang, "The design, fabrication and properties of B₄C/Al neutron absorbers", *J. Nucl. Mater.*, 2013, 437 [1–3] 350–358.
- [16]. R. Seetharam, S. K. Subbu, and M. Davidson, "Hot workability and densification behavior of sintered powder metallurgy Al-B₄C preforms during upsetting", *J. Manuf. Process.*, 2017, 28 309–318.
- [17]. L. Yu, Q.-L. Li, L. Dong, L. Wei, and G.-G. Shu, "Fabrication and characterization of stir casting AA6061–31% B₄C composite", *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2016, 26 [9] 2304–2312.
- [18]. M. Ravichandran, A. Manikandan, and M. S. Omkumar, "Investigations on properties of Al-B₄C composites synthesized through powder metallurgy route", presented at the Applied Mechanics and Materials, Trans Tech Publ, 2016, 93–97.
- [19]. M. Alizadeh, "Processing of Al/B₄C composites by cross-roll accumulative roll bonding", *Mater. Lett.*, 2010, 64 [23] 2641–2643.
- [20]. E. Ghasali, M. Alizadeh, and T. Ebadzadeh, "Mechanical and microstructure comparison between microwave and spark plasma sintering of Al–B₄C composite", *J. Alloys Compd.*, 2016, 655 93–98.
- [21]. M. Alizadeh, "Processing of Al/B₄C composites by cross-roll accumulative roll bonding", *Mater. Lett.*, 2010, 64 [23] 2641–2643.
- [22]. O. O. Omatete, "Gelcasting-a new ceramic forming process", *Ceram Bull*, 1991, 70 1641–49.
- [23]. R. Gilissen, J. Erauw, A. Smolders, E. Vanswijgenhoven, and J. Luyten, "Gelcasting, a near net shape technique", *Mater. Des.*, 2000, 21 [4] 251–257.
- [24]. D. B. Miracle *et al.*, *ASM handbook*, 2001, 21. ASM international Materials Park, OH.
- [25]. J. Hashim, L. Looney, and M. Hashmi, "Metal matrix composites: production by the stir casting method", *J. Mater. Process. Technol.*, 1999, 92 1–7.
- [26]. G. De With, "Note on the temperature dependence of the hardness of boron carbide", *J. Common Met.*, 1983, 95 [1] 133–138.



- [27]. B. S. Rao, *Ceramic Powders for High-tech Applications*. Universities Press, 1995.
- [28]. F. Thevenot, "Boron carbide—a comprehensive review", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 1990, 6 [4] 205–225.
- [29]. Y. Xu, H. Ru, H. Long, J. Zhao, W. Wang, and X. Yue, "Gel-cast hierarchical porous B₄C/C preform and its role in fabricating reaction bonded boron carbide composites", *Ceram. Int.*, 2017, 43 [5] 4062–4067.
- [30]. Y. Xu, H. Ru, H. Long, J. Zhao, and W. Wang, "Gel-casting process-derived 3D-interconnected porous carbon/B₄C preform for reaction-bonded boron carbide composites", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2018, 15 [2] 409–417.
- [31]. A. Ravanan *et al.*, "Processing and Mechanical Properties of Dual-Carbide (B₄C, SiC), Dual-Metallic Phases (Al, Si) Infiltrated Composites", *Mater. Today Proc.*, 2019, 16 374–383.
- [32]. H. Wu *et al.*, "Microstructure and mechanical properties of multi-carbides/(Al, Si) composites derived from porous B₄C preforms by reactive melt infiltration", *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, 551 200–208.
- [33]. G. Arslan, F. Kara, and S. Turan, "Quantitative X-ray diffraction analysis of reactive infiltrated boron carbide–aluminium composites", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2003, 23 [8] 1243–1255.
- [34]. T. Ellert and N. Frage, "On the effects of particle size and preform porosity on the mechanical properties of reaction-bonded boron carbide infiltrated with Al-Si alloy at 950°C", *Ceram. Int.*, 2020, 46 [11] 18994–18999.
- [35]. M. Cafri, A. Malka, H. Dilman, M. P. Dariel, and N. Frage, "Reaction-Bonded Boron Carbide/Magnesium–Silicon Composites", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2014, 11 [2] 273–279.
- [36]. M. Fukushima and A. Gyekenyesi, *Advances in Ceramic Armor, Bioceramics, and Porous Materials*, 2017, 608. John Wiley & Sons.



Investigating the Effect of Different Atmospheres and Composition of Aluminum Alloys in the Fabrication of Al-B₄C Composites by Melt Infiltration into Porous Boron Carbide Preforms

Masomeh Ghayebloo¹, Hamzeh Forati Rad^{2*}, Meisam Torab Mostaedi²

¹ Department of Materials Science and Engineering, University of Bonab, P.O. Box 5551761167, Bonab, Iran

² Leading Material Organization, Nuclear Science and Technology Research Institute (NSTRI), Tehran, Iran

* hforatirad@aeoi.org.ir

Abstract: The study aimed to investigate the effect of different atmospheres and compositions of aluminum alloys in the fabrication of Al-B₄C composites by melting infiltration into porous boron carbide preforms. At first, powder of B₄C with 20 μm together with polymeric material was fabricated in porous preform by gel casting method. Then the preform was pyrolyzed at 900°C for 3 hours in a nitrogen atmosphere oven. Next, three different compounds, including pure Al, Al6061, and Al-13.8% Mg₂Si, were infiltrated into the preform inside the furnace under an oxidizing atmosphere, vacuum, and neutral gas. To characterize the samples, XRD, SEM, and EDAX analyses and the percentage of porosity of the samples were performed by the Archimedes method. The results showed that the presence of a magnesium atmosphere inside the furnace makes the infiltration process possible due to increasing the wetting agent of metal with ceramic and breaking the alumina oxide shell. Al-13.8% Mg₂Si eutectic alloy showed the ability to penetrate the porous body and make a highly dense body. Simultaneous use of magnesium atmosphere and high infiltration temperature prevented the formation of carbide phases.

Keywords: Gel Casting, Al-B₄C composite, Boron Carbide, Melt infiltration.