

- ۱ تأثیر عملیات حرارتی پیرسختی و فرآیند اکستروژن بر خواص مکانیکی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu-xEr  
محمد علی پور
- ۱۱ بررسی تأثیر ناهموازی بر خصوصیات تونل زنی و آماری تانتالوم کاشت شده با استفاده از یون نیتروژن  
امیر هوشنگ رضانی - ژاله ابراهیمی نژاد
- ۲۳ بررسی تأثیر نسبت سیستم راهگاهی بر کیفیت ریخته‌گری بدنه پمپ فولادی به کمک شبیه‌سازی  
مرتضی آذربرمس
- ۳۵ بررسی جهت نورد و هندسه شیار روی رفتار ضربه‌ای آلیاژ آلومینیم AA7020 و AA6061  
فرزاد سلیمانی
- ۵۱ بررسی عملکرد لایه دوتایی WN/W با ساختار نامنظم به‌عنوان لایه مانع نفوذ Cu در Si  
سمیه عسگری - امیر هوشنگ رضانی
- ۶۵ ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت بر پایه  $Al_2O_3-Y_2O_3$   
سید علی حسن زاده تبریزی

## نشریه مهندسی

## متالورژی و مواد

### فصلنامه



## نشریه مهندسی متالورژی و مواد

ISSN: 2008-7462

سردبیر: جلیل وحدتی خاکی

مدیر مسئول: علی حائریان اردکانی

صاحب امتیاز: دانشگاه فردوسی مشهد

شماره نامه مجوز: ۱۴۸۴۲۳

### هیئت تحریریه:

دکتر رسول آذری خسروشاهی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز
دکتر غلامرضا ابراهیمی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر رضا باقری	استاد	دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف
دکتر قاسم براتی دربند	استادیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جعفر جوادپور	استاد	دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علی حائریان اردکانی	استاد	مشهد، دانشگاه صنعتی سجاد
دکتر محسن حداد سبزواری	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر ابوالفضل رضائی بزاز	دانشیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر سید مجتبی زبرجد	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز
دکتر سید عبدالکریم سجادی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر مهدی صالحی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر محمدرضا طرقی نژاد	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر حسین عربی	استاد	دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علیرضا کیانی رشید	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جلیل وحدتی خاکی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جین یانگ لی	دانشیار	شیمی کاربردی، دانشگاه علم و فناوری، ووهان، چین
دکتر یونلا پونیتا بیرلو آگا	دانشیار	دانشگاه لواکوئیا، ایتالیا
دکتر مسعود سکاکی	پسا دکتری	دانشگاه دویسبورگ-اسن، آلمان
دکتر حسین شالچیان	پسا دکتری	دانشگاه لواکوئیا، ایتالیا
دکتر فرهاد صبا	پسا دکتری	دانشکده علوم و مهندسی مواد، دانشگاه شانگهای جیائو تونگ، شانگهای، چین

مسئول دفتر نشریه: تکتیم هوشمند

ویرواستار متن: دکتر سحر ملازاده بیدختی - الهام دهقان

ویرایش و صفحه آرایی: عاطفه نوعی باغبان-تکتیم هوشمند

این نشریه در کتابخانه منطقه‌ای علوم و تکنولوژی شیراز (ISC) نمایه می‌شود. <http://www.srlst.com>

نشانی: مشهد- دانشگاه فردوسی مشهد - دانشکده مهندسی - دفتر نشریه - صندوق پستی: ۹۱۷۷۵-۱۱۱۱

تلفن: ۳۸۸۰۶۰۲۴ پست الکترونیکی: [jmme@um.ac.ir](mailto:jmme@um.ac.ir) وب سایت: <http://jmme.um.ac.ir>

## فهرست مطالب

- ۱ تأثیر عملیات حرارتی پیرسختی و فرآیند اکستروژن بر خواص مکانیکی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu-xEr  
محمد علی پور
- ۱۱ بررسی تأثیر ناهمواری بر خصوصیات تونل زنی و آماری تانتالوم کاشت شده با استفاده از یون نیتروژن  
امیر هوشنگ رضانی - ژاله ابراهیمی نژاد
- ۲۳ بررسی تأثیر نسبت سیستم راهگاهی بر کیفیت ریخته‌گری بدنه پمپ فولادی به کمک شبیه‌سازی  
مرتضی آذربرمس
- ۳۵ بررسی جهت نورد و هندسه شیار روی رفتار ضربه‌ای آلیاژ آلومینیم AA7020 و AA6061  
فرزاد سلیمانی
- ۵۱ بررسی عملکرد لایه دوتایی WN/W با ساختار نامنظم به‌عنوان لایه مانع نفوذ Cu در Si  
سمیه عسگری - امیر هوشنگ رضانی
- ۶۵ ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت بر پایه  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$   
سید علی حسن زاده تبریزی







## Effect of Aging Heat Treatment and Extrusion Process on Mechanical Properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr Alloy

Research Article

Mohammad Alipour <sup>1</sup>

DOI: [10.22067/jmme.2023.82403.1109](https://doi.org/10.22067/jmme.2023.82403.1109)

### 1- Introduction

Al alloys are very popular for structural applications due to their low density, high strength, weldability and good workability. In particular the extruded profiles are used for making crash boxes in cars, fuselage stringers and frames for airframe structures. In particular the grain refinement in Al alloys is mainly by heterogeneous nucleation and grain growth. Several studies have shown the importance of addition of various grain refiners like Al-10Ti, Al-5Ti-1B, Al-8B to aluminum alloys has influenced the microstructure, mechanical and tribological properties. Especially the combination of new processing technique like strain induced melt activation process and grain refiners have enhanced the mechanical properties of Al Al-Mg-Cu series. On the other hand the rare earth elements like La, Sc, Ce and Er are also used for refining grain sizes and modifying the eutectic microstructures. Fang et al. studied the effect of rare earth element like Er on the mechanical and corrosion characteristics of AlZnMgCu alloy. The secondary precipitate like Al<sub>3</sub>Er with size of 15-25 nm was found to inhibit the recrystallization and improved fracture toughness. Liu et al. studied the effect of Sc and Zr addition on hardness and tensile properties of AlZnMgCu alloy sheets fabricated by a combination of hot and cold rolling. With the increase in Sc and Zr addition, the alloy found to exhibit resistance to recrystallization by inhibiting dislocation mobility. Hardness and tensile strength was found to be enhanced due to presence of large volume fraction of precipitates of Al<sub>3</sub>Sc and Al<sub>3</sub>Zr. Due to the possibility of aging of the alloy used in this research, the aging steps were carried out on this alloy and the simultaneous effect of aging heat treatment and mechanical deformation (extrusion) on this alloy was investigated. According to the research, the simultaneous effect of these two processes on this series of alloys has not been done. The main goal of this research is to study the effect of extrusion process and heat treatment on mechanical properties and microstructure of Al-3Mg-2.5Cu-xEr alloy.

### 2- Experimental

Al-3Mg-2.5Cu alloy was used as base alloy. Melting of aluminum alloy was done by heating up to ~750°C. Er was

added to the molten alloy at a temperature of 750°C using Amighan Al-30Er in different percentages of 0.5, 1, 1.5 and 2% by weight. After the successful addition of Er, the melt was poured into a permanent mold designed and manufactured according to ASTM B557M-10. A scanning electron microscope equipped with X-ray energy diffraction analysis (EDX) was used for microstructural studies. The cut parts of the alloy were polished and then etched using sandpaper to obtain the desired structure. The average grain size of the samples was measured according to ASTM: E112 standard. The phase was determined by X-ray diffraction method. Tensile test was performed on all the samples at room temperature with the SANTAM machine with a strain rate of 1 mm/min. Four samples were prepared and tested for each of the percentages and the average value was reported in the article. Before the tensile test, the extrusion process was applied to all the samples. In other words, samples made under different conditions using a hydraulic press at a speed of 1 mm/s at a temperature of 320 °C on a primary cylindrical billet with a diameter of 29 mm with an extrusion ratio of 6 to 1 (which is the ratio of the cross-sectional area of the initial billet to the final cross-sectional area after extrusion) was extruded. Figure 1 shows the metal mold, the dimensions of the tensile sample and the schematic of the extrusion mold. After applying extrusion on the samples, the tensile test was performed on the samples again. To study the effect of heat treatment (T6 conditions) on mechanical properties, Al-3Mg-2.5Cu alloy cast samples were heated to 460 °C for 8 hours and then immediately cooled with water. Finally, the cooled samples were heated at 120°C for 24 hours in an oven.

\*Manuscript received: May 14, 2023, Revised: July 9, 2023, Accepted, October 4, 2023.

<sup>1</sup> Corresponding author: Assistance Professor. Faculty of Mechanical engineering, Department of Materials Engineering, University of Tabriz, Iran **Email:** [alipourmo@tabrizu.ac.ir](mailto:alipourmo@tabrizu.ac.ir)

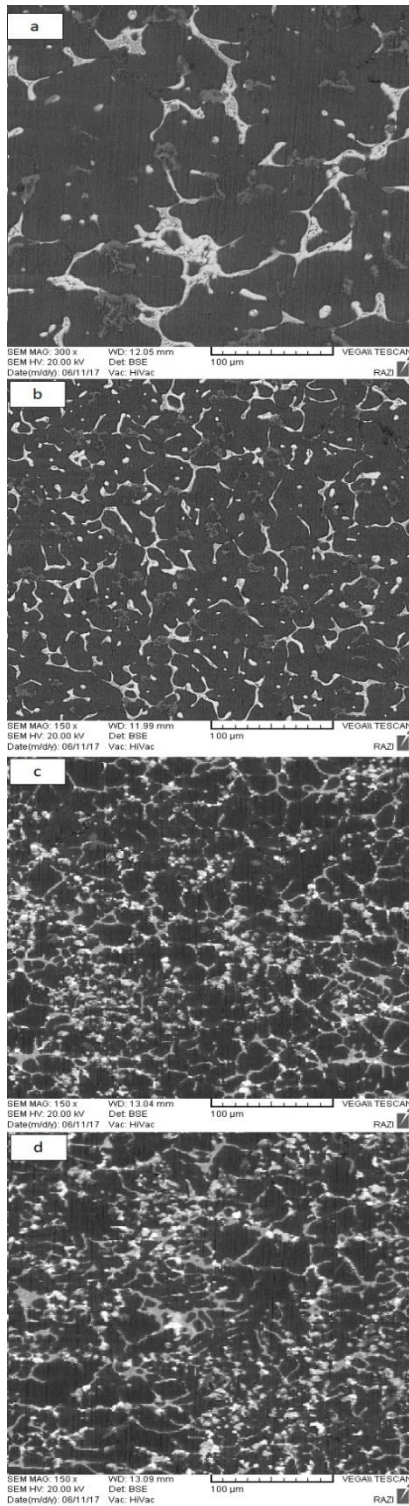


Fig 1. SEM microstructures of refined specimens, with (a) 0.0 wt.% Er, (b) 0.5 wt.% Er, (c) 1 wt.% Er and (d) 2 wt.% Er.

**3- Results and Discussion**

Figure 1 shows the microstructure images of Al-3Mg-2.5Cu alloy casting and modified with different weight percentages of Er. The images clearly show that after the addition of Er, a remarkable change occurs in the dendritic morphology of the Al-3Mg-2.5Cu alloy.

Figure 2 shows the effect of different amounts of Al-30Er on the grain size of Al-3Mg-2.5Cu alloy. It was found that the

average grain size of the basic Al-3Mg-2.5Cu alloy was about 550  $\mu\text{m}$ . The addition of Er to the Al-3Mg-2.5Cu alloy severely fines the primary columnar and coarse  $\alpha$ -Al grains and produces fine coaxial  $\alpha$ -Al grains with an average size of 65  $\mu\text{m}$ .

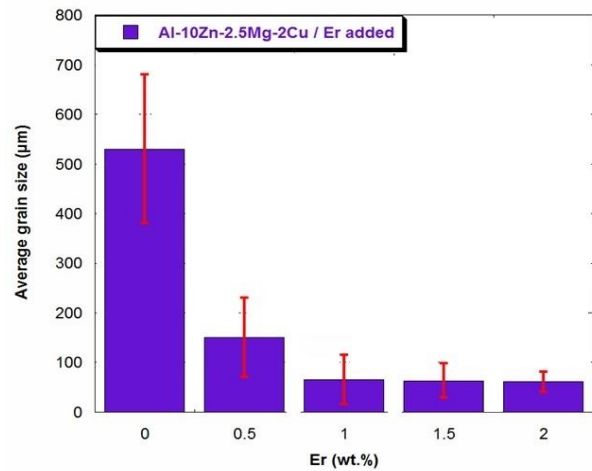


Fig. 2. Grain size variations with Er contents.

Table 1 shows the mechanical properties of Al-3Mg-2.5Cu alloy under different conditions. As seen in Table 1, the average ultimate tensile strength (UTS) of the samples before and after the T6 extrusion and heat treatment processes increased from 225 MPa to 602 MPa. The tensile properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr alloy mainly depend on the shape, size, distribution of  $\alpha$ -Al grains, secondary phase structure and distribution of intermetallic among the grains.

**Table 1. UTS of unrefined and Er refined samples at the different conditions.**

Er %	As-cast	As-cast-T6	As-cast-extrusion	As-cast-extrusion-T6
0	230	460	275	510
0.5	245	480	303	530
1	270	500	317	580
1.5	242	475	300	528
2	235	468	278	512


**4- Conclusion**

- 1- The mechanical properties of Al-3Mg-2.5Cu alloys mainly depend on the shape and size of deposits and grain size of  $\alpha$ -Al and the distribution of secondary phases.
- 2- Al-30Er is effective in reducing the grain size, changing the dendritic morphology and creating a fine and uniform microstructure.
- 3- The increase in tensile properties with the addition of Er nucleating agent is due to the breaking of primary  $\alpha$ -Al grains and the formation of  $\alpha$ -Al grains with a more uniform distribution and a narrower distribution of secondary phases.
- 4- The optimal percentage of germinating Er in this research was selected as one weight percent, and in this weight percentage of Amijan, the highest tensile properties were obtained.
- 5- The final tensile strength of casting alloys increases significantly by adding Er. This is mainly due to the microdispersion and uniform distribution of eutectic phase and  $\alpha$ -Al dendrite and strengthening through precipitated Al<sub>3</sub>Er particles using Oravan mechanism.



تأثیر عملیات حرارتی پیرسختی و فرآیند اکستروژن بر خواص مکانیکی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu-xEr\*

مقاله پژوهشی

محمد علی پور<sup>(۱)</sup>  id

DOI: 10.22067/jmme.2023.82403.1109

**چکیده** در این مقاله، اثر جوانه زای Al-30Er، عملیات حرارتی و فرآیند اکستروژن بر روی آلیاژ آلومینیوم Al-3Mg-2.5Cu مورد بررسی قرار گرفت. آمیزان نادر خاکی Al-30Er در درصدهای 0.5، 1.5، 2 و ایربیوم به مذاب در دمای 750 درجه سانتیگراد افزوده شد. مقدار بهینه Er برابر یک درصد وزنی به دست آمد. مطالعات ریزساختاری و شکست نگاری با میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به طیف سنجی پراش اشعه ایکس انجام شد. عملیات حرارتی T6 شامل همگن سازی، کوئنچ سریع تا دمای اتاق و پیرسازی در دمای 120 °C به مدت 24 ساعت، برای دست یابی به استحکام بیشینه صورت گرفت. جهت از بین بردن تخلخل داخل نمونه ها و بهبود استحکام نمونه ها از فرآیند اکستروژن با نسبت 6 به 1 استفاده شد. برای نمونه های اولیه جهت اکستروژن قطر استوانه اولیه 29 میلی متر می باشد. با افزودن جوانه زا و اعمال عملیات حرارتی T6 و فرآیند اکستروژن، بهبود قابل توجهی در خواص مکانیکی حاصل شد. میانگین استحکام کششی نهایی (UTS) نمونه ها قبل و بعد از عملیات حرارتی T6 و فرآیند اکستروژن، بهبود قابل توجهی در خواص مکانیکی حاصل شد. میانگین استحکام اعمال عملیات حرارتی و فرآیند اکستروژن، باعث ایجاد 167٪ بهبود در استحکام کششی در مقایسه با آلیاژ آلومینیوم پایه گردید.

**واژه‌های کلیدی** نادر خاکی، عملیات حرارتی، خواص مکانیکی، ریزساختار.

**Effect of Aging Heat Treatment and Extrusion Process on Mechanical Properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr Alloy**

Mohammad Alipour

**Abstract** In this study, the effect of Al-30Er grain refiners, extrusion and heat treatment conditions on an Al-3Mg-2.5Cu aluminum alloy was studied. Different amounts of Al-30Er (0.5 wt.% Er, 1 wt.0% Er, 1.5 wt.% Er and 2 wt.% Er) were added to the molten alloy at 750 °C. The optimum level of Er was found to be 1 wt.%. Microstructural examinations and fracture surfaces were conducted by scanning electron microscopy coupled with an energy dispersive spectrometry. T6 heat treatment including quenching to room temperature and aging at 120 °C for 24 h was employed to reach to the maximum strength. In order to eliminate the porosity inside the samples and improve the strength of the samples, the extrusion process was used with a ratio of 6 to 1. For the prototypes in the direction of extrusion, the diameter of the primary cylinder is 29 mm. By adding grain refiners and applying T6 heat treatment and extrusion process, a significant improvement in mechanical properties was achieved. The average ultimate tensile strength (UTS) of the samples before and after T6 heat treatment and extrusion process increased from 225 MPa to 602 MPa. Addition of one percent by weight of Er, applying heat treatment and extrusion process, caused a 167% improvement in tensile strength compared to the base aluminum alloy.

**Keywords** Rare earth, Heat treatments, Mechanical Properties, Microstructure.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۲/۲۴ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۷/۱۲ می باشد.

Email: alipourmo@tabrizu.ac.ir

(۱) استادیار، مهندسی مواد، دانشکده مکانیک، گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز

## مقدمه

ریزدانه کردن آلیاژهای آلومینیم از متداول ترین عملیات در صنایع شمش ریزی و ریخته گری آلیاژهای آلومینیم است. این کار به طور معمول با اضافه کردن جوانه زا به مذاب صورت می گیرد. لذا استفاده از جوانه زای مناسب جهت ریزدانه‌گی آلیاژهای آلومینیومی می تواند تاثیر زیادی بر کیفیت این گونه قطعات داشته باشد. آلیاژهای آلومینیم سری ۵۰۰۰، یک آلیاژ آلومینیم منیزیم است که خواص مقاومت در برابر خوردگی و چقرمگی و قابلیت جوشکاری خوب و استحکام متوسطی دارد [1] و از خانواده آلیاژهای آلومینیم کارپذیر (Wrought Aluminum Alloy) است. آلیاژ آلومینیم 5000 بیش از 70 سال پیش ساخته شد. با این حال طی دهه ی اخیر تحقیقات بسیاری پیرامون آن صورت گرفته است [1-4]. استحکام بالا و سبک بودن آلیاژ، ویژگی های جذابی هستند که به استفاده ی رایج آن در کاربردهای حمل و نقل منجر می شود. انواع این آلیاژها عبارتند از: آلیاژ آلومینیم ۵۰۰۵، آلیاژ آلومینیم ۵۰۵۰، آلیاژ آلومینیم ۵۰۵۲، آلیاژ آلومینیم ۵۰۵۶، آلیاژهای آلومینیم گروه ۵۰۰۰ گرید ۵۰۸۳، آلیاژ آلومینیم ۵۰۸۶، آلیاژ آلومینیم سری xxx۵ شامل آلیاژ آلومینیم ۵۲۵۴، آلیاژ آلومینیم ۵۴۵۴، آلیاژ آلومینیم ۵۴۵۶، آلیاژ آلومینیم ۵۴۵۷، آلیاژ آلومینیم ۵۶۵۲ و آلیاژ آلومینیم ۵۶۵۷ هستند. در ضمن، آلیاژ آلومینیم 5083 بدلیل دارا بودن استحکام به وزن بالا کاربرد وسیعی در صنایع هوافضا و دریایی پیدا کرده است [5]. آلیاژ آلومینیم 5083 معمولاً با فرایند شکل دهی تولید می شود که به استحکام بالا می انجامد. با این حال، هزینه ی این روش تولید در مقایسه با روش ریخته گری بسیار بالاست. با این تفاسیر، معایب ریخته گری متداول، از جهت ساختار مواد دارای نواقص ناشی از ریخته گری، نظیر تخلخل و حفره های انقباضی است که به استحکام کم می انجامد [6]. در دهه های اخیر استفاده از جوانه زاهایی نظیر Al-5Ti-B و Al-8B بیشتر شده و بر خواص تریبولوژی، مکانیکی و ریزساختار مجموعه ی آلیاژهای AA5000 در مطالعات بسیاری گزارش شده است [7-9].

واقعیت این است که به واسطه ی پیچیدگی سیستم آلیاژ آلومینیم و محدودیت مشخصه یابی اثرات عناصر نادر خاکی بر روی آلیاژهای آلومینیم، همچنان مشکلات علمی بسیاری در این خصوص وجود دارد. بنابراین، لازم است که تحقیقاتی در

خصوص اثرات و توزیع بسیاری از عناصر نادر خاکی (Y, Er, Ce, La, Gd, Nd, Sc) و غیره) در آلومینیم خالص و آلیاژ آلومینیم صورت گیرد.

بدلیل امکان پیرسازی آلیاژ مورد استفاده در این تحقیق، مراحل پیرسازی بر روی این آلیاژ انجام شد و تاثیر همزمان اعمال عملیات حرارتی پیرسازی و تغییر شکل مکانیکی (اکستروژن) بر روی این آلیاژ بررسی شد. طبق تحقیقات انجام شده تاثیر همزمان این دو فرآیند بر روی این سری از آلیاژها انجام نشده است. هدف اصلی این پژوهش، مطالعه ی اثر فرایند اکستروژن و عملیات حرارتی بر خواص مکانیکی و ریزساختار آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu-xEr است.

## روش تحقیق

آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu آلومینیم به عنوان آلیاژ اولیه مورد استفاده قرار گرفت. فرایند ذوب آلیاژ در یک کوره ی مقاومت الکتریکی با استفاده از بوتی ی کاربید سیلیسیم انجام شد. Al، Mg و Cu عنصری خالص صنعتی (همگی با خلوص % 99.9) به عنوان مواد اولیه در تهیه ی شمش به کار گرفته شدند. شمش های آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu آلومینیم به قطعات کوچک برش خورده و سپس داخل یک بوتی ی گرافیتی قرار داده شد. بوتی ی گرافیتی در یک کوره مقاومت الکتریکی قرار داده شد. ذوب آلیاژ آلومینیم با حرارت دهی تا دمای  $750^{\circ}\text{C}$  صورت گرفت. مقادیر مختلفی از Al-30Er (0.5 wt% Er، 1 wt% Er، 1/5 wt% Er و 2 wt% Er) به آلیاژ مذاب در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  افزوده شد.

پیش از انجام آزمون کشش، فرایند اکستروژن بروی تمام نمونه ها اعمال گردید. به عبارتی نمونه های ساخته شده تحت شرایط مختلف با استفاده از پرس هیدرولیک با سرعت 1 mm/s در دمای  $320^{\circ}\text{C}$  بروی شمش استوانه ای اولیه با قطر 29 mm با نسبت اکستروژن 6 به 1 (که نسبت سطح مقطع بیلت اولیه به سطح مقطع نهایی پس از اکستروژن است) اکستروژن شد. شکل (۱) قالب فلزی، ابعاد نمونه کشش و شماتیک قالب اکستروژن را نشان می دهد. بعد از اعمال اکستروژن بر روی نمونه ها، آزمون کشش بر روی نمونه ها مجدد انجام شد.

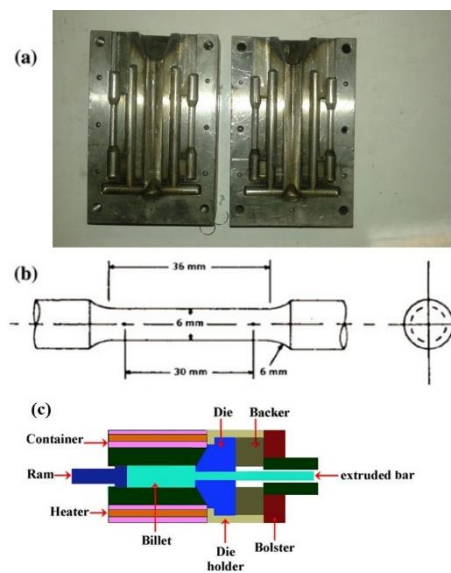
برای مطالعات ریزساختاری، میکروسکوپ الکترونی روبشی (ساخت Cam Scan MV2300) مجهز به تحلیل پراش انرژی پرتو (EDX) X مورد استفاده قرار گرفت. بخش های برش

دندریتی احاطه شده است. طبق شکل (۳) ملاحظه می شود که افزودن Er تعداد مرزدا نه ها را افزایش داده و بالطبع توزیع همگن تر رسوبات بین فلزی را تقویت می کند. روشن است که افزودن Er شکل و اندازه فاز یوتکتیک را تغییر می دهد. مقدار بهینه ی Er که می-توان برای آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu به کار برد، 1 wt% وزنی می باشد.

شکل (۳) تصویر میکرو سکوپ الکترونی روبشی و آنالیز عنصری آلیاژ ریختگی Al-3Mg-2.5Cu اصلاح شده با یک درصد وزنی Er را نشان می دهد. فازهای مختلف به وضوح در تصاویر قابل مشاهده هستند. علاوه بر این، EDX انجام شده روی این آلیاژ حاکی از وجود فاز بین فلزی  $Al_3Er$  بود که نشان می دهد مقدار Al و Er از سطح میانگین ترکیب شیمیایی در آلیاژ بالاتر بوده است.

شکل (۴) تأثیر مقادیر مختلف Al-30Er را بر اندازه دانه ی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu نشان می-دهد. مشخص شد که میانگین اندازه دانه ی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu پایه در حدود  $550 \mu m$  بوده است. افزودن Er به آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu دانه های  $\alpha-Al$  اولیه ی ستونی و درشت را به شدت ریز کرده و دانه های هم محور ریز  $\alpha-Al$  با میانگین سایز  $65 \mu m$  را به وجود می آورد. علت اصلی این است که ذرات  $Al_3Er$  حین انجماد دانه های  $\alpha-Al$  به عنوان عامل های جوانه زنی عمل می کنند. به وضوح مشاهده می شود که ریز ساختار آمیزان Al-30 wt% Er متشکل از ماتریس  $\alpha-Al$  و فاز  $Al_3Er$  بین فلزی است. فاز  $Al_3Er$  به طور یکنواخت در ماتریس  $\alpha-Al$  توزیع شده است. مکانیسم های مختلفی برای فرایند ریز شدن دانه پیشنهاد شده است. در برخی از مکانیسم ها گفته شده است که وجود ذراتی نظیر  $Al_3Er$  در پروسه ی ریز شدن دانه مؤثر است. وجود برخی عناصر آلیاژی نظیر Mg و Cu باعث بهبود بازده برخی جوانه زا ها نظیر آمیزان Al-30Er می گردد. با افزایش مقدار درصد وزنی Er، این ذرات مرزدا نه ها را تثبیت کرده و ریز شدگی دانه را افزایش می دهند. همچنین این ذرات باعث تثبیت ترک شده و استحکام را بهبود می بخشند.

خورده ی آلیاژ با استفاده از ورق سمباده ی پایه SiC پولیش شده و سپس با عامل کلر (2 ml HF، 2 ml HCl، 5 ml HNO<sub>3</sub>، 190 ml H<sub>2</sub>O) اچ شدند تا ساختار مورد نظر به دست آید. میانگین سایز دانه ی نمونه ها طبق استاندارد ASTM: E12 اندازه گیری شد. تعیین فاز با روش پراش پرتو X (ساخت Philips 1830) انجام شد. برای مطالعه ی اثر عملیات حرارتی (شرایط T6) بر خواص مکانیکی، نمونه های ریختگی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu به مدت 8 ساعت تا دمای  $460^\circ C$  حرارت داده شده و سپس با آب فوراً سرد شد. در نهایت، نمونه های سرد شده در دمای  $120^\circ C$  به مدت 24 ساعت حرارت داده شده و با کوره سرد شدند [2]. آزمون کشش روی تمام نمونه ها در دمای اتاق و با استفاده از دستگاه SANTAM با نرخ کرنش 1 mm/min انجام شد. چهار نمونه آزمایشی برای هر حالت تست شده و مقدار میانگین در اینجا گزارش شده است.



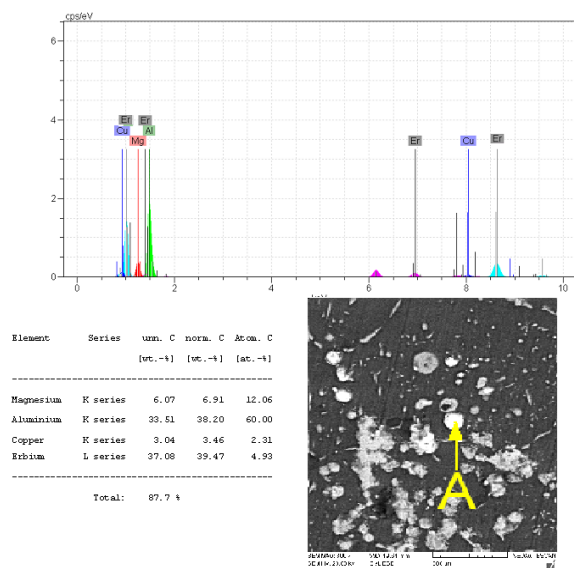
شکل ۱ (الف) قالب ریخته گری، (ب) ابعاد نمونه تست کشش، (ج) قالب اکستروژن

## نتایج و بحث

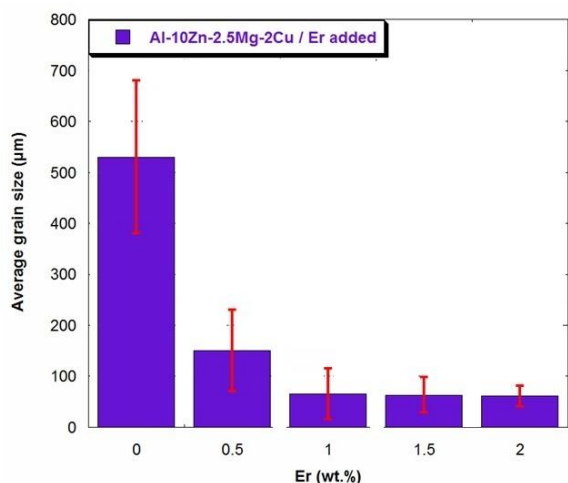
### مطالعات ریزساختاری

شکل (۲) تصاویر ریزساختار ریخته گری آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu و اصلاح شده با درصدهای وزنی مختلف Er را نشان می دهد. تصاویر به وضوح نشان می دهند که پس از افزودن Er، تغییر قابل ملاحظه ای در مورفولوژی دندریتی آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu رخ می دهد. ریزساختار آلیاژ شکل گلوله ی دانه های  $\alpha-Al$  اولیه را نشان می دهند که با فازهای ثانویه ی بین





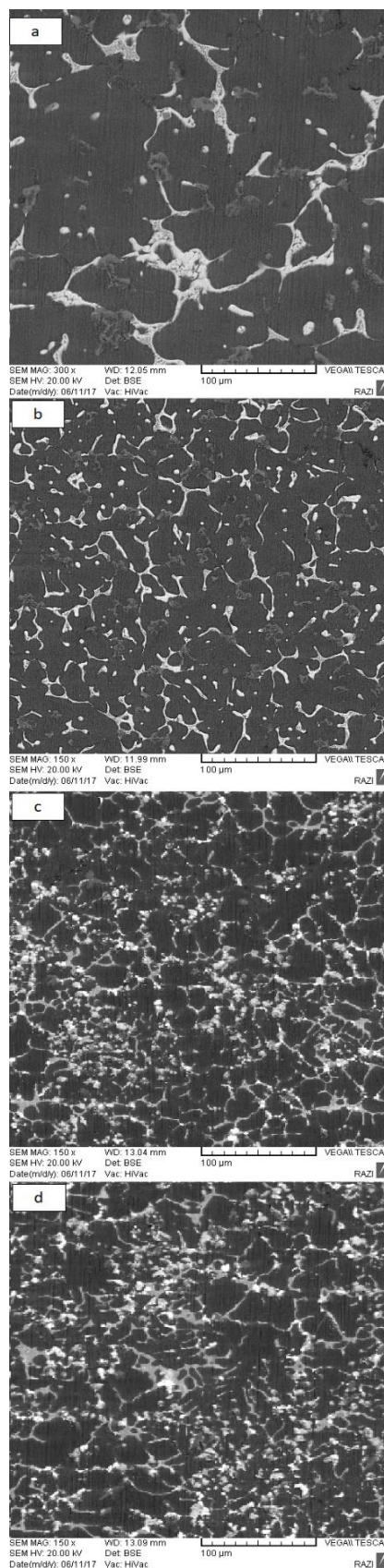
شکل ۳ آنالیز عنصری اشعه ایکس آلیاژ آلومینیوم  
Al-3Mg-2.5Cu / 1% Er



شکل ۴ اندازه دانه بر حسب میزان عنصر نادر خاکی Er

شکل (۵) تصویر آلیاژ ریختگی Al-3Mg-2.5Cu | صلاح شده با 0.5 wt% Er را پس از عملیات اکستروژن نشان می‌دهد. همانطور که در شکل مشاهده می‌کنید کل ساختار بهم ریخته و شکل دانه‌ها کاملاً نامنظم بوده و در راستای اکستروژن کشیده شده است.

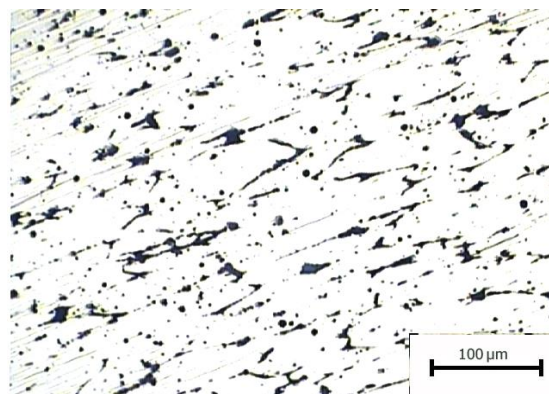
شکل (۶) تصویر آلیاژ ریختگی Al-3Mg-2.5Cu | صلاح شده با 0.5 wt%, 1 wt% و 2 wt% Er را پس از عملیات حرارتی T6 نشان می‌دهد. روشن است که افزودن Er، شکل و اندازه رسوبات را تغییر می‌دهد. دلیل این امر که این سری از آلیاژها قابلیت عملیات حرارتی دارند این است که بخاطر حضور عنصر مس در داخل ترکیب این آلیاژ باعث شده است



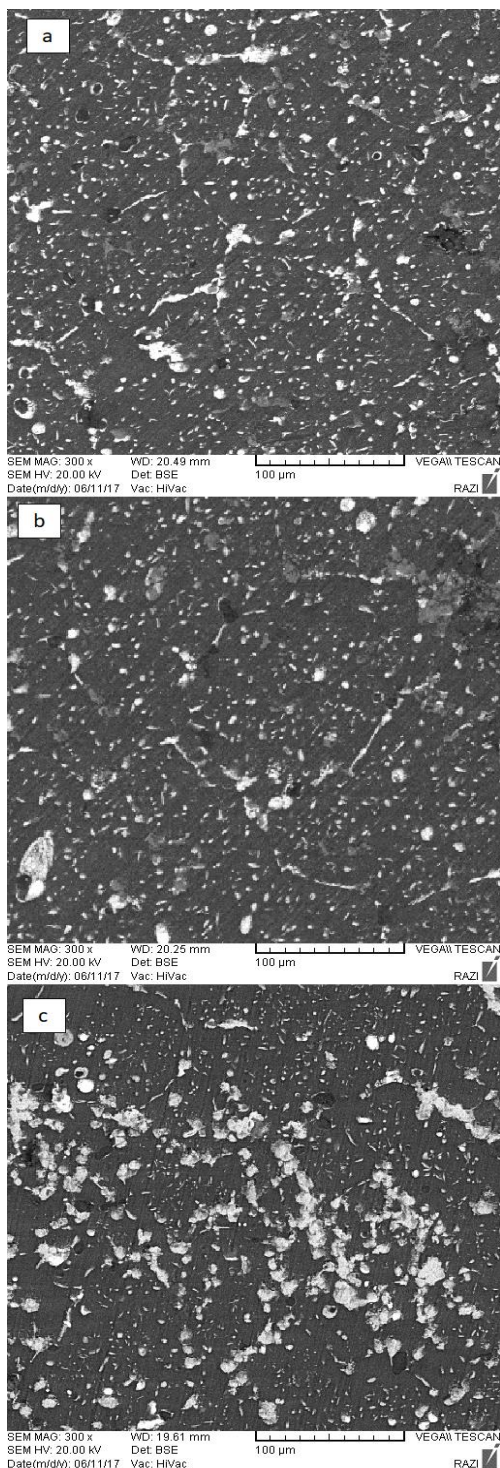
شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روشی ریزساختار آلیاژ پایه با  
(الف) صفر درصد Er، (ب) 0.5 درصد Er، (ج) 1 درصد Er و (د) 2  
درصد Er

بدین معناست که نابجایی توسط رسوب رانده می‌شود. با این حال، برای کسر حجمی ثابتی از ذره، در مقادیر بالاتر به دلیل افزایش فواصل ذره، این تنش می‌تواند کاهش یابد. نابجایی نیز می‌تواند پیرامون یک ذره رسوب خم شود که مکانیسم حاکم بر آن، مکانیسم اوروان نامیده می‌شود.

که این سری از آلیاژها قابلیت عملیات حرارتی داشته باشند.



شکل ۵ ریزساختار آلیاژ Al-3Mg-2.5Cu بعد از فرآیند اکستروژن



شکل ۶ تصویر SEM نمونه‌های اصلاح شده با (الف) 0.5 درصد Er، (ب)

1 درصد Er و (ج) 2 درصد Er. پس از عملیات T6

رسوبات تشکیل شده در مراحل مختلف پیرسازی برای آلیاژهای 5xxx به این ترتیب است: محلول جامد فوق اشباع ( $\alpha$ ) تبدیل به فاز GP و سپس تبدیل به  $\eta'$  متاپایدار و سپس  $\eta$  پایدار می‌شود.

فاز  $\eta$ ، فاز تعادلی است و فصل مشترک ناهمدوس با ماتریس  $\alpha$ (Al) دارد. در این سه نوع رسوب، نواحی GP و فاز  $\eta'$  متاپایدار، فاز اصلی پیرسازی در آلیاژهای Al-Mg-Cu تجاری است. حضور ذرات فاز ثانویه معمولاً باعث اعوجاج شبکه می‌شود. این اعوجاج‌ها شبکه هنگامی رخ می‌دهند که ذرات رسوب از نظر ساختار کریستالوگرافی و اندازه با اتم‌های میزبان فرق داشته باشند. فاز  $\eta$  ( $\eta$ -MgCu) در آلیاژهای حاوی منیزیم و مس تشکیل می‌شود و همیشه به عنوان بخشی از یوتکتیک حضور دارد. بنابراین ساختار یوتکتیکی متشکل از فازهای آلومینیومی ( $\alpha$ ) و  $\eta$  است و به صورت تقریباً لایه ای است. در رابطه با نوع ساختار فاز اتا اطلاعات دقیقی وجود ندارد و یک ساختار پیچیده دارد.

ذرات کوچکتر رسوب در یک شبکه‌ی میزبان باعث ایجاد تنش کششی در ساختار می‌شوند، درحالی که ذرات بزرگتر رسوب باعث ایجاد یک تنش فشاری در شبکه می‌شوند. نواقص نابجایی نیز یک میدان تنش ایجاد می‌کنند. بالای نابجایی یک تنش فشاری و پایین آن یک تنش کششی وجود دارد. متعاقباً، یک انرژی برهم کنش منفی بین یک نابجایی و یک رسوب وجود دارد که هریک به ترتیب یک تنش فشاری و یک تنش کششی ایجاد می‌کنند. به عبارت دیگر، نابجایی به سمت رسوب جذب می‌شود. به علاوه، یک انرژی برهم کنش مثبت بین یک نابجایی و یک رسوب وجود دارد که همان نوع میدان تنش را دارد. این

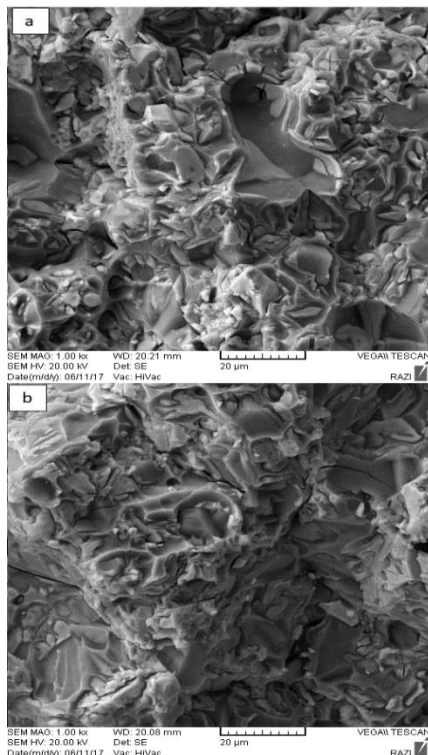


استحکام آلیاژ پایه را بهبود داد. ذرات میکرو یا نانومتری  $Al_3Er$  نقش مهمی در مکانیسم استحکام بخشی بازی می کنند. بنابراین، استحکام کششی نهایی آلیاژها با افزودن Er به طرز قابل توجهی افزایش یافت. این عمدتاً به دلیل مقاوم سازی توسط ذرات رسوب  $Al_3Er$  است.

### شکست نگاری

شکل (۷) سطوح شکست آلیاژهای ریخته گری را تحت شرایط مختلف نشان می دهد. در شکل (۷) به وضوح مشاهده می شود که صفحات کلیواژ و رگه های پارگی روی تمام سطح شکست آلیاژ اصلاح نشده مشهود هستند.

به واسطه ی اصلاح Er روی یوتکتیک، ناحیه ی صفحات کلیواژ کاهش یافته و تعداد حفره ها افزایش می یابد. در نتیجه، آلیاژ اصلاح شده با 1 wt% Er از حفره های بیشتر و استحکام بالاتری در مقایسه با سایر آلیاژهای اصلاح شده دارد. تحت شرایط اصلاح نشده، سطح ترک عمدتاً با صفحه ی کلیواژ پوشیده شده است. به وضوح می توان نتیجه گرفت که میزان تخلخل آلیاژ از طریق استفاده از جوانه زای Er و فرایند اکستروژن به شدت کاهش می یابد. تخلخل ها برای خواص کششی ریخته گری مضر بوده و مطالعات متعددی به تشکیل تخلخل ها و اثرات آن بر خواص کششی پرداخته اند [15-17].



### استحکام کششی

جدول (۱) خواص مکانیکی آلیاژ  $Al-3Mg-2.5Cu$  را تحت شرایط مختلف نشان می دهد. همان طور که در جدول (۱) مشاهده می شود، میانگین استحکام کششی نهایی (UTS) نمونه ها قبل و بعد از فرایندهای اکستروژن و عملیات حرارتی T6 از 225 MPa به 602 MPa افزایش یافته است. خواص کششی آلیاژ  $Al-3Mg-2.5Cu-xEr$  عمدتاً به شکل، اندازه، توزیع دانه های  $\alpha$ -Al، ساختار فاز ثانویه و توزیع بین فلزی ها در بین دانه ها بستگی دارد [10].

جدول ۱ استحکام کشش نهایی آلیاژ پایه و نمونه های اصلاح شده با Er تحت شرایط مختلف

Er %	As-cast	As-cast-T6	As-cast-extrusion	As-cast-extrusion-T6
0	230	460	275	510
0.5	245	480	303	530
1	270	500	317	580
1.5	242	475	300	528
2	235	468	278	512

علت اصلی این بهبود، به احتمال زیاد اندازه کوچکتر دانه ها است که به توزیع یکنواخت تر و کوچکتری از فازهای ثانویه (بین فلزی ها) در آلیاژ  $Al-3Mg-2.5Cu-xEr-T6$  منجر می شود. مشخص است که طبق نظریه ی هال-پچ هرچه دانه ها ریزتر باشند، استحکام بیشتر است [11]. ولی به واسطه ی مکانیسم های متعدد حاکم بر استحکام بخشی آلیاژهای Al-5xxx، به ویژه اندازه، وابستگی استحکام به اندازه ذره روشن نیست. ترکیبات بین فلزی ترد هستند و به عنوان محل های مهم جوانه زنی ترک حین بارگذاری شناخته می شوند. گزارش های متعددی نشان داده اند که رسوبات همدوس یا نیمه همدوس متاپایدار  $\eta$  حین عملیات پیرسازی تشکیل می گردند [12, 13]. استحکام نهایی نمونه های ریخته گری شده بدون افزودن آمیزان و فرآیند اکستروژن، مقدار کمی دارد که به دلیل وجود تخلخل های انقباضی داخل دانه ها و مرز دانه ها است. با توجه به فرایند اکستروژن، مقادیر UTS نمونه ها پس از عملیات حرارتی T6 بیشتر از نمونه های تحت شرایط دمایی T6 بدون فرایند اکستروژن هست [14].

از طرف دیگر، می توان با رسوب دادن ذرات  $Al_3Er$  پس از افزودن آمیزان Er 30 wt% به آلیاژ  $Al-3Mg-2.5Cu$

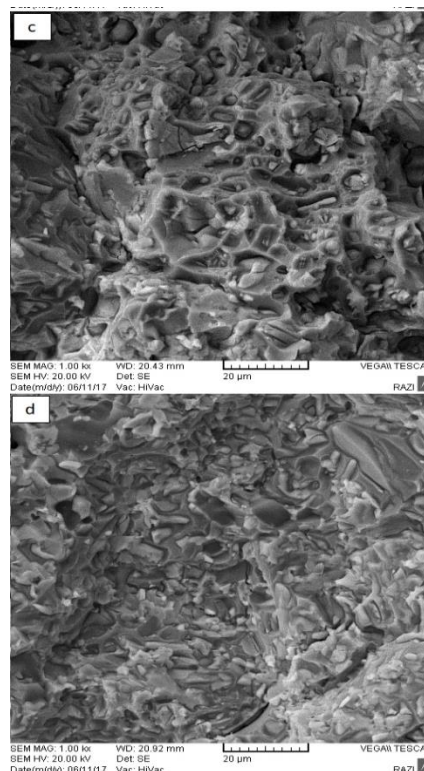


### نتیجه گیری

نتایج زیر از این مطالعه قابل استخراج است:

۱. خواص مکانیکی آلیاژهای Al-3Mg-2.5Cu عمدتاً به شکل، اندازه رسوبات و اندازه دانه  $\alpha$ -Al و توزیع فازهای ثانویه بستگی دارد.
۲. Al-30Er مؤثر در کاهش سایز دانه، تغییر مورفولوژی دندریتی و ایجاد ریزساختار ریز و یکنواخت است.
۳. افزایش خواص کششی با افزودن جوانه زای Er به دلیل شکست دانه های  $\alpha$ -Al اولیه و تشکیل دانه های  $\alpha$ -Al با توزیع یکنواخت تر و توزیع باریک تر فازهای ثانویه است.
۴. درصد بهینه جوانه زای Er در این پژوهش یک درصد وزنی انتخاب شد که در این درصد وزنی از آمیزان، بیشترین خواص کششی بدست آمد.
۵. استحکام کششی نهایی آلیاژهای ریخته گری با افزودن Er به طرز قابل ملاحظه ای افزایش می یابد. این عمدتاً به دلیل ریزشدن و پخش یکنواخت فاز یوتکتیک و دندریت  $\alpha$ -Al و مقاوم سازی از طریق ذرات  $Al_3Er$  رسوبی با استفاده از مکانیسم اوراوان است.

### تقدیر و تشکر



شکل ۷ سطوح شکست نمونه کشش برای (الف) آلیاژ پایه، (ب) ۱ درصد Er، (ج) ۱ درصد Er بعد از عملیات T6 و (د) ۱ درصد Er بعد از عملیات T6 و فرآیند اکستروژن

### مراجع

- [1] J. Hirsch, "Aluminium in innovative light-weight car design," *Materials Transaction*, Vol. 52, no. 5, pp. 818-824, (2011). <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-MZ201132>
- [2] T. Dursun, C. Soutis, "Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys," *Materials and Design*, Vol. 56, pp. 862-871, (2014). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.002>
- [3] A. Haghparast, M. Nourimotlagh and M. Alipour, "Effect of the strain-induced melt activation (SIMA) process on the tensile properties of a new developed super high strength aluminum alloy modified by Al-5Ti-1B grain refiner," *Materials Characterization*, Vol. 71, pp. 6-18, (2012). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.05.015>
- [4] M. Alipour, M. Emamy, "Effects of Al-5Ti-1B on the structure and hardness of a super high strength aluminum alloy produced by strain-induced melt activation process," *Materials and Design*, Vol. 32, pp. 4485-4492, (2011). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.03.044>
- [5] M. Alipour, M. Emamy, R. E. Farsani, M. H. Siadati and H. Khorsand, "Effects of a modified SIMA process on the structure, hardness and mechanical properties of Al-12Zn-3Mg-2.5Cu alloy," *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 12, pp. 77-88, (2015).
- [6] M. Alipour, B.G. Aghdam, H.E. Rahnoma and M. Emamy, "Investigation of the effect of Al-5Ti-1B grain refiner on dry sliding wear behavior of an Al-Zn-Mg-Cu alloy formed by strain-induced melt activation process," *Materials and*

- Design*, Vol. 46, pp. 766-775, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.058>
- [7] M. Alipour, M. Emamy, S.H.S. Ebrahimi, M. Azarbarmas, M. Karamouz and J. Rassizadehghani, "Effects of pre-deformation and heat treatment conditions in the SIMA process on properties of an Al-Zn-Mg-Cu alloy modified by Al-8B grain refiner," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528, pp. 4482-4490, (2011).  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.026>
- [8] M. Alipour, M. Emamy, M. Azarbarmas and M. karamouz, "Effects of Al-5Ti-1B master alloy on the microstructural evaluation of a highly alloyed aluminum alloy produced by SIMA process," *AIP Conference Proceedings*, Vol. 1252, no. 1, pp. 1060-1072, (2010). <https://doi.org/10.1063/1.3457501>
- [9] M. Alipour, M. Emamy, J. Rasizadeh, M. Karamouz and M. Azarbarmas, "Effects of Al-8B grain refiner on the structure, hardness and tensile properties of a new developed super high strength aluminum alloy," *TMS Annual Meeting*, Vol. 2, pp. 309-320, (2011). <http://dx.doi.org/10.1002/9781118062142.ch38>
- [10] G.S. Pradeep Kumar, P.G. Koppad, R. Keshavamurthy and M. Alipour, "Microstructure and mechanical behaviour of in situ fabricated AA6061-TiC metal matrix composites," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, Vol. 17, no. 3, pp. 535-544, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.acme.2016.12.006>
- [11] M. Alipour, M. Emamy, J. Rasizadeh, M. Karamouz and M. Azarbarmas, "Effects of Al-5Ti-1B grain refiner on the structure, hardness and tensile properties of a new developed super high strength aluminum alloy," *TMS Annual Meeting*, Vol. 3, pp 833-842, (2011). <https://doi.org/10.1002/9781118062173.ch105>
- [12] M. Alipour, M. Azarbarmas, F. Heydari, M. Houghoughi, M. Alidoost and M. Emamy, "The effect of Al-8B grain refiner and heat treatment conditions on the microstructure, mechanical properties and dry sliding wear behavior of an Al-12Zn-3Mg-2.5Cu aluminum alloy," *Materials and Design*, Vol. 38, pp. 64-73, (2012).  
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.02.008>
- [13] S.S. Mirjavadi, M. Alipour, A.M.S. Hamouda, M.K. Besharati Givi and M. Emamy, "Investigation of the effect of Al-8B master alloy and strain-induced melt activation process on dry sliding wear behavior of an Al-Zn-Mg-Cu alloy" *Materials and Design*, Vol. 53, pp. 308-316, (2014).<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.013>
- [14] B.M. Afshari, S.S. Mirjavadi, Y.A. Dolatabad, M. Aghajani, M.K.B. Givi, M. Alipour and M. Emamy, "Effects of pre-deformation on microstructure and tensile properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy produced by modified strain induced melt activation," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, Vol. 26, no. 9, pp. 2283-2295, (2016). [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64349-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64349-2)
- [16] M. Alipour, M. Emamy, J. Rasizadeh, M. Azarbarmas and M. Karamouz, "Effect of predeformation and heat treatment conditions in the modified SIMA process on microstructural of a new developed super high-strength aluminum alloy modified by Al-8B grain refiner," *TMS Annual Meeting*, Vol. 3, pp. 843-853, (2011).  
<https://doi.org/10.1002/9781118062173.ch106>
- [17] M. Alipour, M. Emamy, J. Rasizadeh, M. Karamouz and M. Azarbarmas, "Effects of Al-8B grain refiner on the structure, hardness and tensile properties of a new developed super high strength aluminum alloy," *TMS Annual Meeting*, Vol. 2, pp. 309-320, (2011).<http://dx.doi.org/10.1002/9781118062142.ch38>



Ferdowsi University  
of Mashhad

# Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel  
Society of Iran

## Investigating the Effect of Roughness on the Tunneling, Mechanical and Statistical Properties of Tantalum Thin Layers Grown Using Nitrogen ions

Research Article

Amir Hoshang Ramezani<sup>1</sup> , Zhaleh Ebrahimejad<sup>2</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2023.82763.1113

### Introduction

In this article, the effect of ion type on the transport properties of the structures whose common phases were created by the tantalum-based ion bombardment process has been investigated. The different doses of nitrogen ions used in the ion seeding process at ambient temperature with an energy of 30 kV. To study the morphology of the surfaces of ion bombarded thin layers, atomic force microscope (AFM) analysis was used and the average roughness amount is determined. AFM results showed that the peak-to-valley ratio decreases. In addition, with the increase of the nitrogen ion dose, the current density has decreased as a function of the voltage, although this decrease is a direct result of the dispersion caused by the existence of roughness, but the process of this decrease does not follow a specific order for different doses.

Improving the surface behaviors of metals generally lead to solving the problems of wear, friction, hardness, wear, corrosion and oxidation [1-5]. Features such as availability, cheapness and relative simplicity of the manufacturing process have caused tantalum to have many applications in the industry. Among these applications, it can be mentioned that it is used in cutting tools, marine structures and ship hulls, medical instruments and machine building industry, in all these applications, the surface properties of this material such as corrosion resistance and hardness are of interest and scientists and researchers to conduct research. More and more in this field has forced. Using the ion bombardment method to improve the quality of the alloy surface is a knowledge that has received attention in the last few decades. The ion bombardment process roughens the resulting interfaces/surfaces [6-10]. Here, various nitrogen ion doses on the transport properties of tantalum-based thin films (used as multilayer structures) have been investigated. For this purpose, the values of passing probability and current density have been checked. In the following, the thin film preparation

and AFM analysis and its results are presented.

### Experimental details

In this experiment, tantalum samples with dimensions of 0.5 x 1 x 1 mm were used. The ion bombardment of the samples was done by the plasma research center's ion implantation device. Bombardment conditions on tantalum samples for all samples are given in table 1.

Table 1. Ion bombardment conditions for samples

Ion Current $ion/cm^2$	Time (S)	Pressure Torr	Current $40\mu A/cm^2$	Energy (keV)	Sample
1 $\times 10^{17}$	360	2/7 $\times 10^{-6}$	40	30	1
3 $\times 10^{17}$	470	2/7 $\times 10^{-6}$	40	30	2
5 $\times 10^{17}$	700	2/7 $\times 10^{-6}$	40	30	3
7 $\times 10^{17}$	1120	2/7 $\times 10^{-6}$	40	30	4
10 $\times 10^{17}$	1600	2/7 $\times 10^{-6}$	40	30	5

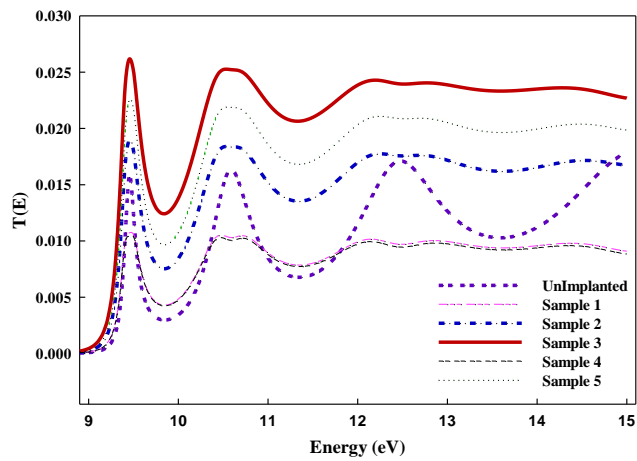
### Results and Discussion

The main effect of roughness is to reduce the transmission probability due to the electron scattering process. Here the comparison of the effect of the dose in the ion implantation process on the electron scattering rate is discussed and interested. Therefore, in Figures 1 and 2, the scattered components of the transmission probability and current density are shown as a function of the incident electron energy.

\*Manuscript received: June 3, 2023, Revised: November 4, 2023, Accepted, December 30, 2023.

<sup>1</sup> Corresponding author: Assistant professor, Department of Physics, West Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran  
Email: Ramezani.1972@gmail.com.

<sup>2</sup>, Assistant professor, Department of Physics, West Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.



**Figure 1. The effect of roughness on the scattered components of the probability of passage for unplanted and planted samples**

### Conclusion

All existing surfaces produced by the ion implantation process are uneven and lead to changes in the morphology of the produced surfaces. By changing the dose of implanted ions, the produced surfaces are smoother and the amount of electron scattering decreases, which can be considered in the design and optimization of electronic structures.



بررسی تأثیر ناهمواری بر خصوصیات تونل زنی و آماری تانتالوم کاشت شده با استفاده از یون نیتروژن\*

مقاله پژوهشی

امیر هوشنگ رمضانی<sup>(۱)</sup> ID و ژاله ابراهیمی نژاد<sup>(۲)</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2023.82763.1113

**چکیده** در این مقاله، اثر نوع یون بر خصوصیات ترابردی از میان ساختارهایی که فصول مشترک آنها توسط فرآیند بمباران یون بر پایه تانتالوم ایجاد گردیده، بررسی شده است. یون نیتروژن استفاده شده در فرآیند کاشت یونی با انرژی ۳۰ کیلوکترن ولت و در دوزهای مختلف در دمای محیط در نظر گرفته شده‌اند. برای مطالعه ریخت شناسی سطوح لایه های نازک بمبارانه شده یونی، از آنالیز میکرو سکوپ نیروی اتمی (AFM) (Atomic Force Microscopic) استفاده شده و مقدار متوسط ناهمواری تعیین شده است. نتایج نشان می‌دهد که فصول مشترکی‌هایی که با بمباران یون نیتروژن تولید شده‌اند تأثیرات بیشتری بر خصوصیات ترابردی دارند. همچنین نسبت پیک به دره کاهش می‌یابد. علاوه بر این، با افزایش دوز یون نیتروژن، چگالی جریان به عنوان تابعی از ولتاژ کاهش یافته است هرچند این کاهش، نتیجه مستقیمی از پراکندگی ناشی از وجود ناهمواریست اما روند این کاهش برای دوزهای مختلف از نظم خاصی پیروی نمی‌کند. نمونه شماره یک مقدار احتمال عبور بیشتری را نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهند که تعیین میزان دوز در تعیین مقدار خصوصیات ترابردی از میان لایه های نازک ناهموار نقشی مهم ایفا می‌کند.

**واژه‌های کلیدی** تانتالوم، ناهمواری سطح، لایه نازک، کاشت یونی.

Investigating the Effect of Roughness on the Tunneling and Statistical Properties of Tantalum thin Layers Grown Using Nitrogen Ions

Amir Hoshang Ramezani

Zhaleh Ebrahimezhad

**Abstract** In this article, the effect of ion type on the transport properties of the structures whose common phases were created by the tantalum-based ion bombardment process has been investigated. The nitrogen ions used in the ion seeding process are considered with an energy of 30 kV and in different doses at ambient temperature. To study the morphology of the surfaces of ion bombarded thin layers, atomic force microscope (AFM) analysis was used and the amount Average roughness is determined. The results show that the common seasons produced by nitrogen ion bombardment have more effects on the transport characteristics. Also, the peak-to-valley ratio decreases. In addition, with the increase of the nitrogen ion dose, the current density has decreased as a function of the voltage, although this decrease is a direct result of the dispersion caused by the existence of unevenness, but the process of this decrease does not follow a specific order for different doses, example sample number one indicates a higher probability of passing. The results show that determining the amount of dose plays an important role in determining the amount of transport characteristics through uneven thin layers.

**Keywords** Tantalum, Surface Roughness, Thin film, Ion Implantation.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۳/۱۳ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۰/۹ می‌باشد.

Email: ramezani.1972@gmail.com

(۱) نویسنده مسئول، استادیار، گروه فیزیک، واحد تهران غرب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران.

(۲) استادیار، گروه فیزیک، واحد تهران غرب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران.

## مقدمه

رفتارهای سطح فلزات، عموماً منجر به حل مسائل سائیدگی، اصطحکاک، سختی، فرسودگی، خوردگی و اکسیداسیون می‌شود. استفاده از کاشت یون، در این زمینه نسبتاً جدید است. یک روش مستقیم برای تشکیل آلیاژهای فلزی با دقت مکانی کنترل شده استفاده از باریکه یون است. به این روش می‌توان موادی با خصوصیات جدید تولید نمود. با توجه به این روش‌ها ممکن است آلیاژهای خارجی مطلوبی توسط کاشت یون در ابر رساناها به دست آید که به کار آن در تکنولوژیهای دیگر با ارزش است. تغییر ابعاد فیزیکی در کاشت یون فلزات، تغییر مختصر سطح قابل صرف نظر کردن می‌باشد [5-1]. انتخاب اولیه یونها به قابلیت چشمه‌های دستگاه کاشت یون و داشتن دانش قبلی در مورد آن دسته از یونهایی که اثرات مفیدی روی رفتار قراردادی فلزات دارند، بستگی دارد.

ویژگی‌های از قبیل در دسترس بودن، ارزان بودن و سادگی نسبی فرایند ساخت، باعث شده است که تانتالوم دارای کاربردهای فراوانی در صنعت باشد. از جمله این کاربردها می‌توان به استفاده در ابزار برشی، سازه‌های دریایی و بدنه‌کشتی‌ها، ابزار پزشکی و صنعت ماشین سازی اشاره کرد که در همه این کاربردها خواص سطحی این ماده همچون مقاومت در برابر خوردگی و سختی مورد توجه بوده و دانشمندان و محققین را به انجام تحقیقات روز افزون در این زمینه واداشته است. استفاده از روش بمباران یون جهت بهبود کیفیت سطح آلیاژ دانشی است که در چند دهه اخیر مورد توجه قرار گرفته است.

به دلیل خواص مختلفی مانند مقاومت در برابر خوردگی بالا، خواص مکانیکی و چگالی کم، لایه‌های نازک مبتنی بر تانتالوم در زمینه‌های مختلف مورد توجه قرار گرفته‌اند [8-6]. بمباران یون‌های اکسیژن، آرگون، کربن و نیتروژن سطح تانتالوم را بهبود بخشید [27,28]. پارامترهایی مانند دما، انرژی یون، چگالی جریان و تابش در ویژگی فیلم‌های بمبارانه‌شده یونی مهم هستند. فرآیند بمباران یون و شرایط رشد بر مورفولوژی رابط‌های بمبارانه‌شده و نمونه‌های تولید شده مکانیکی، الکتریکی و نوری تأثیر می‌گذارد [9-7]. آثار تجربی و نظری زیادی وجود دارد که آنها خواص انتقال را از طریق لایه‌های نازک مبتنی بر تانتالوم مورد مطالعه قرار دادند [10]. همچنین، تأثیر زبری و مورفولوژی سطوح مبتنی بر تانتالوم بر عملکرد

دستگاه‌های الکتریکی مورد بررسی قرار گرفته است [11,12]. روش‌های مختلفی برای تولید رابط‌های ناهموار وجود دارد و تأثیر سطوح/رابط‌های ناهموار بر رسانایی الکتریکی سازه‌ها بررسی شده است [33]. فرآیند بمباران یون باعث زبر شدن سطوح مشترک / سطوح حاصل می‌شود [28-22].

## فرایند آزمایشگاهی بمباران یون

در این آزمایش از نمونه‌های تانتالوم در ابعاد  $5 \times 1 \times 1$  mm استفاده شده، بمباران یونی نمونه‌ها در آزمایش توسط دستگاه کاشت یون مرکز تحقیقات پلاسما دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات با انرژی ۲۵۰ کیلو الکترون ولت با چگالی جریان یونی  $40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  و شار یونی از  $1 \times 10^{17}$  تا  $7 \times 10^{17} \text{ ion}/\text{cm}^2$  انجام گرفت. شرایط بمباران بر روی نمونه‌های تانتالوم برای تمام نمونه‌ها در جدول دو آورده شده است. برای بمباران یون، نیاز به یک منبع یون است که با به‌کاربردن شتاب‌دهنده ذره‌ای یون‌ها را می‌توان با سرعت زیاد روی سطح مورد نیاز بمباران می‌شود. در این فرآیند، یون‌های پر انرژی که به سطح جامد برخورد میکنند، می‌توانند برای به وجود آوردن تغییرات فیزیکی، شیمیایی و متالورژیکی سطوح جامدات مفید باشند. زمان انجام بمباران هر نمونه از رابطه زیر محاسبه شده است:

## نتایج و بحث

یکی از مشخصاتی که بعد از بمباران یون تغییر قابل ملاحظه‌ای خواهد داشت دانه‌بندی سطح نمونه تحت بمباران می‌باشد. تغییرات دانه‌بندی از این نظر مورد توجه می‌باشد که در اکثر مواقع رابطه‌ای بین دانه‌بندی و زبری سطح وجود دارد. برای بررسی این مشخصه از دستگاه تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نیروی اتمی استفاده شده است. در ذیل نتایج آنالیز میکروسکوپ نیروی اتمی برای نمونه‌های بمباران شده و نمونه بمباران نشده آورده شده است.

## آنالیز سطح با استفاده از میکروسکوپ نیروی اتمی

در این تحقیق بر روی سطوح تانتالوم توسط یون نیتروژن با جریان یونی  $1 \times 10^{17}$  تا  $10 \times 10^{17}$  (یون بر سانتی متر مربع) فرآیند کاشت انجام شده است. فرآیند کاشت یونی منجر به

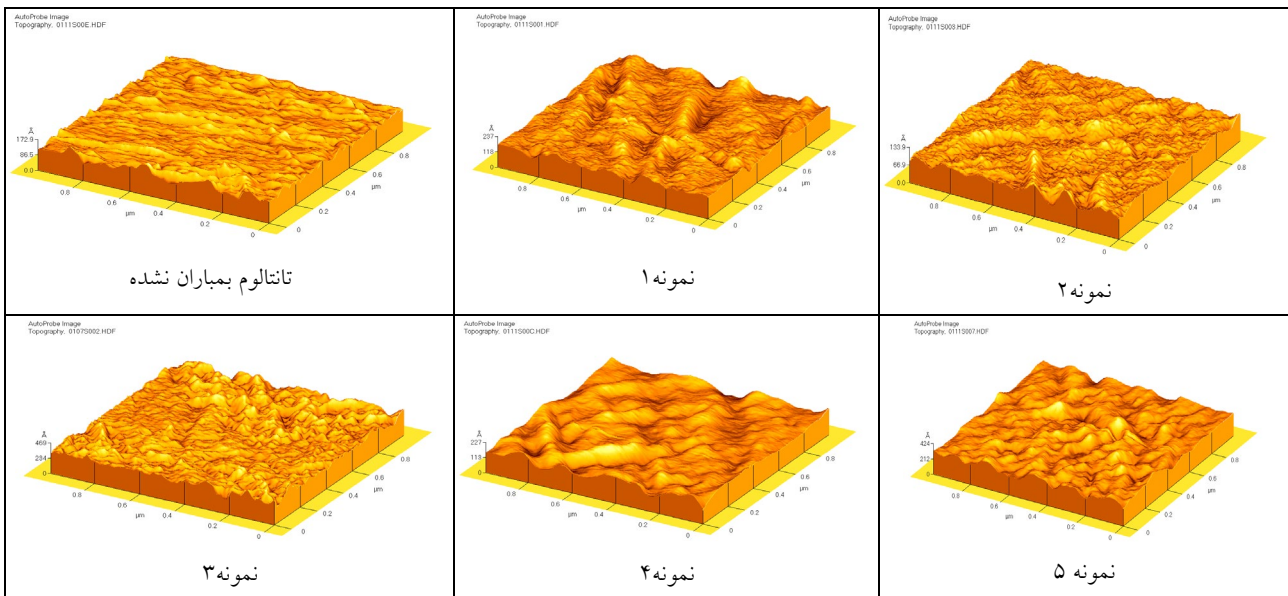


ناهمواری استفاده می‌شود. بنابراین به منظور دستیابی به اطلاعات جامع‌تر در خصوص بررسی نوع فصول مشترک تولید شده، محاسبات مربوط به خواص تراپردی انجام شده است. در بخش حاضر، تاثیر ناهمواری فصول مشترک (ناشی از فرآیند کاشت یونی با نیتروژن با دوزهای متفاوت)، بر خواص تراپردی ساختارهای چندلایه‌ای بررسی می‌شود که این فصول مشترک در آن‌ها استفاده شده‌اند. محاسبات این خواص بر اساس روش ماتریس انتقال و تقریب الکترون نسبتاً آزاد انجام شده است. تصاویر و تحلیل میکروسکوپ نیروی اتمی شکل و اندازه دانه‌ها را در سطحی به اندازه یک میکرومتر در یک میکرومتر تحت تاثیر یون‌های نیتروژن و آرگون نشان می‌دهد. در ادامه، به بررسی تاثیر نوع یون‌های به کار گرفته شده در فرآیند کاشت یونی بر خصوصیات تراپردی ساختارهای چندلایه پرداخته می‌شود.

تغییر ریخت شناسی سطوح می‌گردد و تمامی سطوح ناشی از این فرآیند ناهموار هستند. این سطوح ناهموار به عنوان فصل مشترک در ساختارهای چندلایه‌ای مورد استفاده قرار گرفته و بر خواص تراپردی این ساختارها اثر می‌گذارند. در ادامه تاثیر ناهمواری فصول مشترک خام (کاشت نشده) و کاشت شده بر احتمال عبور و رسانندگی الکتریکی ساختارهای چندلایه‌ای بررسی خواهد شد.

در شکل (۱) تصاویر سه بعدی میکروسکوپ نیروی اتمی سطوح کاشت نشده و کاشت شده به منظور بررسی بهتر نشان داده شده است. جدول (۳)، مقایسه‌ای از میزان ناهمواری نمونه‌های کاشت شده با یون‌های آرگون و نیتروژن را ارائه می‌دهند. جدول (۱) ناهمواری نمونه‌ها قبل و بعد از فرآیند کاشت یونی با یون نیتروژن را نمایش می‌دهد.

میانگین ناهمواری یکی از کمیت‌هایی است که در توصیف



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی از تانتالوم بمباران شده با نیتروژن و بمباران نشده

جدول ۱ ناهمواری نمونه‌ها قبل و بعد از فرآیند کاشت یونی با یون نیتروژن

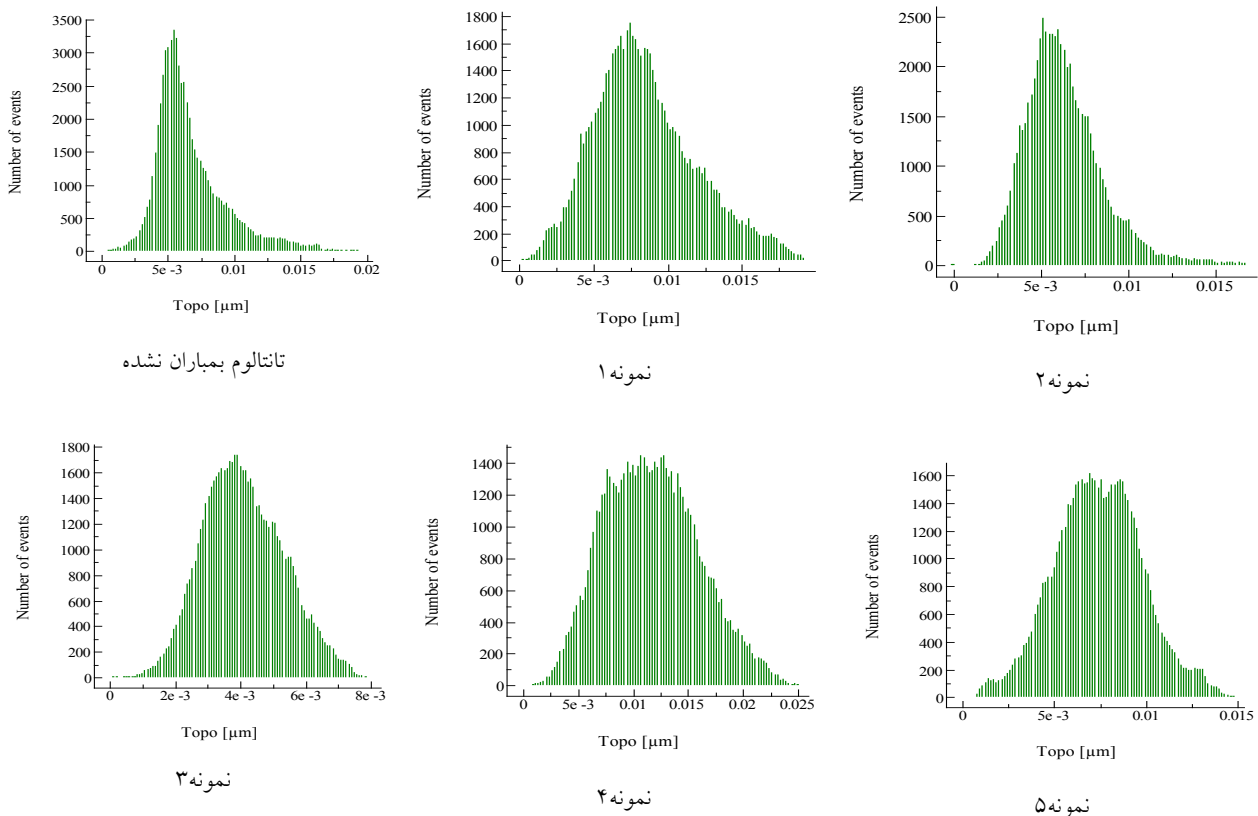
ناهمواری میانگین $A^\circ$	ناهمواری ریشه میانگین مربعی $A^\circ$	جریان یونی نیتروژن	نمونه
۴۱,۹	۱۴,۱	۰	بمباران نشده
۶۱,۹	۲۲,۱	$1 \times 10^{17}$	۱
۵۰,۳	۱۸,۹	$3 \times 10^{17}$	۲
۱۷,۱	۵۹,۹	$5 \times 10^{17}$	۳
۷۶,۳	۲۳,۶	$7 \times 10^{17}$	۴

## بررسی تغییرات توپوگرافی سطح

مقایسه نتایج زبری با توپوگرافی سطح که از تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی به دست می‌آید بسیار مفید است زیرا وابستگی زیادی بین زبری سطح و توپوگرافی سطح وجود دارد. در مورد نمونه‌های این تحقیق نیز تغییرات توپوگرافی با تغییرات زبری کاملاً مطابقت دارد. توپوگرافی سطح نمونه میزان تغییرات پستی و بلندی سطح را نشان می‌دهد. هرچه نمودار آن پهن‌تر باشد به این معنا می‌باشد که یکنواختی سطح کمتر و در نتیجه سطح زبرتر است. نمودارهای باریک‌تر نشان دهنده یکنواختی بیشتر است و سطح در این حالت زبری کمتری دارد. در شکل (۲) تغییرات توپوگرافی سطح برای تانتالوم پس از کاشت یون نیتروژن با دزهای مختلف را نشان می‌دهد. در هر یک از این شکل‌ها محور عمودی نمایش تعداد ذرات و محور افقی نمایش منطقه‌بندی بر روی سطح می‌باشند. این شکل نمایش میزان دانه‌بندی را بر روی محدوده انتخاب شده سطح نمایش می‌دهد.

نمایش توپوگرافی نمونه کاشت نشده باریک بودن توپوگرافی را نمایش می‌دهد که این سطح رافنس (پستی و بلندی) کمتر و یکنواختی بیشتر دارد. نمایش توپوگرافی نمونه های بمباران شده با جریان یونی  $10^{17} \times 1$  و بمباران شده با جریان یونی  $10^{17} \times 3$  نمودار پهن‌تری را نسبت به نمونه کاشت نشده نمایش می‌دهد. این منحنی‌های گاوسی غیریکنواخت بودن سطح را نمایش می‌دهد و تغییرات زبری سطح نسبت به نمونه اول افزایش داشته است.

تغییرات توپوگرافی سطح برای نمونه‌های کاشته شده با دز  $5 \times 10^{17} \frac{\text{ions}}{\text{cm}^2}$  و  $7 \times 10^{17} \frac{\text{ions}}{\text{cm}^2}$  نمایش پهنای این منحنی‌ها نسبت به نمونه کاشت نشده غیریکنواخت بودن سطح و در نتیجه افزایش زبری سطح را نمایش می‌دهد. توپوگرافی سطح نمونه کاشته شده با دز  $10 \times 10^{17} \frac{\text{ions}}{\text{cm}^2}$  نشان می‌دهد که پهنای منحنی نسبت به نمونه کاشت نشده افزایش یافته و زبری سطح نیز افزایش یافته است و سطح را غیریکنواخت نشان می‌دهد.



شکل ۲ تغییرات توپوگرافی سطح تانتالوم قبل و بعد از کاشت یون



### بررسی احتمال عبور از میان لایه ها

کاهش بیشترین مقدار قابل دسترس احتمال عبور یکی از نتایج اصلی وجود ناهمواری در نمونه ها به شمار می رود. بنابراین با استفاده از روش ماتریس انتقال، تاثیر فرآیند کاشت یونی بر خصوصیات تراپردی نمونه ها بررسی شده است. به این منظور، تابع موج در هر ناحیه به شکل زیر در نظر گرفته شده است.

$$\psi_j = \sum (a_j^Y(q)e^{ik_n z} + b_j^Y(q)e^{-ik_n z})e^{i(q \cdot (x,y))}, \quad (1)$$

با استفاده از پیوستگی تابع موج و مشتق آن، احتمال عبور از روش ماتریس انتقال قابل محاسبه خواهد بود.  $q$  بردار موج عرضی و  $K_n = [2m(V_n - E_n)]^{1/2}/\hbar$  عدد موج است.  $V_n$  برای مناطق  $n=1,2$  و  $n=3$  به ترتیب  $0$ ،  $E_{FL} + V - \frac{eV_{app}}{4}$ ، و  $-eV_{app}$  است که  $V = \Delta E_c[\theta(z - \varepsilon(r))]$  و  $\varepsilon(r)$  ارتفاع فصل مشترک است.

$$\begin{pmatrix} a_3 \\ 0 \end{pmatrix} = U \begin{pmatrix} a_1 \\ b_1 \end{pmatrix}, \quad (2)$$

بر طبق این تعریف، رابطه عبور به شکل زیر است [16]:

$$T(E, V_{app}) = \frac{k_3 m_3}{k_1 m_1} \left(\frac{a_3}{a_1}\right)^2, \quad (3)$$

بنابراین، چگالی جریان به صورت تابعی از ولتاژ اعمالی به

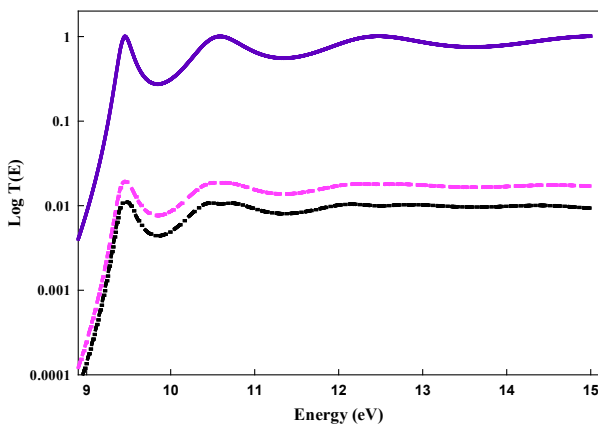
صورت زیر نوشته می شود [3]:

$$j(V_{app}) = \frac{em^*k_B T}{4\pi^2 \hbar^3} \int_0^\infty T(E, V_{app}) \ln \left[ \frac{1 + \exp[(E_F - E)/k_B T]}{1 + \exp[(E_F - E - eV_{app})/k_B T]} \right] dE, \quad (4)$$

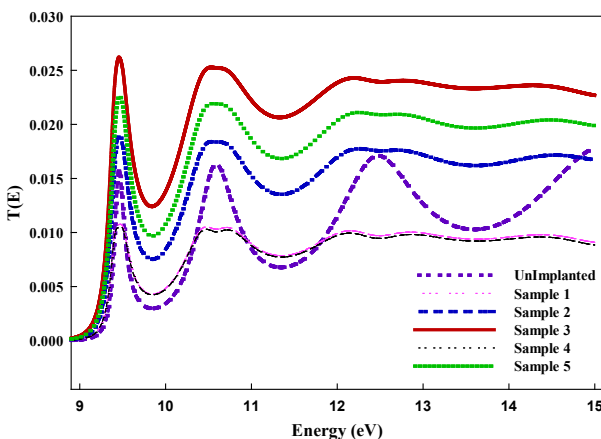
فصول مشترک اول و سوم ساختار، های ناهموار در نظر گرفته شده و بنابراین مقدار کمیت های فوق را تحت تاثیر قرار می دهند. همان طور که ذکر شد، نمونه های مذکور یا کاشت نشده هستند و یا با استفاده از روش کاشت با یون نیتروژن بر روی تانتالوم رشد یافته اند. ضخامت نمونه ها یک نانومتر و سطح آن ها  $50 \times 50$  نانومتر مربع است. جرم موثر الکترونی به صورت  $m_e$  جرم الکترون در نظر گرفته شده است [29,30].

اکنون می توان احتمال عبور را بر حسب انرژی الکتون های فرودی برای نمونه کاشت نشده (با و بدون در نظر گرفتن ناهمواری) و نمونه شماره یک، در شکل (۳) رسم نمود.

همان طور که در شکل (۳) نشان داده شده است، تاثیر عمده ناهمواری کاهش احتمال عبور به واسطه فرآیند پراکندگی الکترون است. می توان منحنی مشابه برای سایر نمونه ها نیز رسم نمود اما در این جا مقایسه ی تاثیر میزان دوز در فرآیند کاشت یونی بر روی میزان پراکندگی الکترون ها مورد بحث و علاقه است. بنابراین، در شکل (۴)، مؤلفه های پراکنده شده احتمال عبور به صورت تابعی از انرژی الکترون فرودی نمایش داده شده اند.



شکل ۳ تاثیر ناهمواری بر احتمال عبور ب ترتیب از بالا: نمونه کاشت نشده بدون در نظر گرفتن ناهمواری، نمونه کاشت نشده و نمونه کاشت نشده اول



شکل ۴ تاثیر ناهمواری بر مؤلفه های پراکنده شده احتمال عبور برای نمونه کاشت نشده و نمونه های کاشت شده

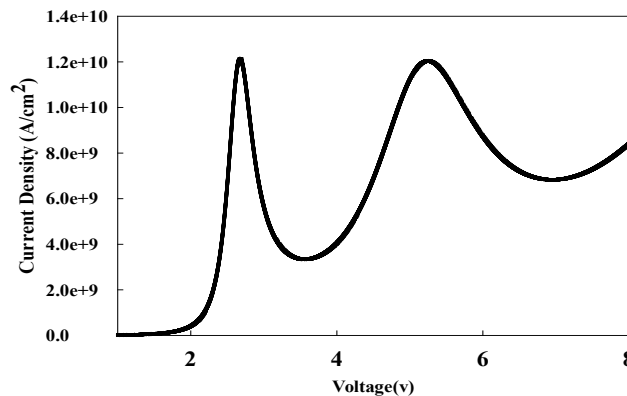
در مقایسه حالت واقعی نسبت به حالت (ایده ال) بدون ناهمواری، فرآیند پراکندگی، مانع از رسیدن مقدار احتمال عبور به بیشینه مقدار ممکن یعنی عدد یک می شود. همچنین تغییرات احتمال عبور به عنوان تابعی از میزان ناهمواری (برای نمونه های

در قله مشخصات I-V خواهد شد.

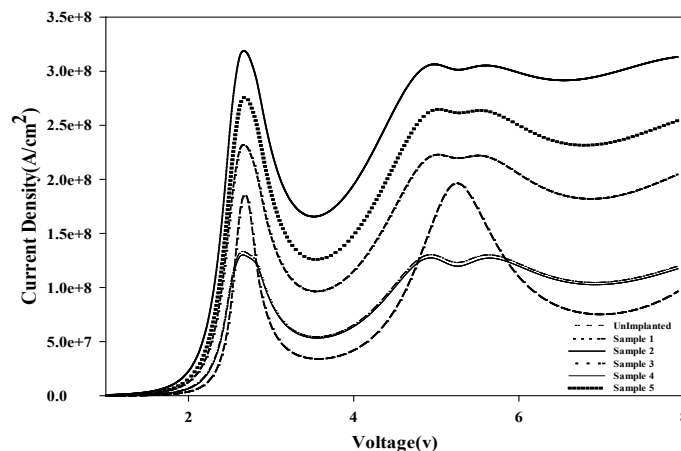
هرچقدر میزان ولتاژ اعمالی افزایش یابد، در ابتدا، مقدار جریان به بیشینه مقدار رسیده و سپس با افزایش ولتاژ، جریان در یک منطقه مقاومت دیفرانسیلی منفی کاهش می‌یابد. ادوات الکترونیکی با این مشخصات در سوئیچ‌های الکترونیکی سریع، تولید نوسانات میکروویو و به عنوان تشدید کننده فرکانس برای فرکانس‌های بالا استفاده می‌شوند [8-10]. به همین ترتیب منحنی‌های دیگری برای نمونه‌های کاشت شده رسم شده است. به‌عنوان هدف مهمی در این مطالعه، تأثیر میزان دوز یون‌های استفاده شده در فرآیند کاشت یونی بر روی ناهمواری یا همواری نمودن فصول مشترک (نمونه‌ها) بررسی شده است. بنابراین، مشخصه I-V نمونه‌های کاشت شده (مولفه‌های پراکنده شده) در شکل (۶) نمایش داده شده‌اند.

کاشت شده با دوزهای مختلف) نشان می‌دهد که با افزایش میزان دوز یونی، سطوح از نظر هموارتر شدن یا زبرتر شده رفتارهای متفاوتی نان می‌دهند. به عنوان مثال نمونه شماره سه بیشترین میزان مولفه پراکندگی احتمال عبور را نشان می‌دهد. و در ادامه، دوز یون‌های استفاده شده در فرآیند کاشت بیشتر باشد، سهم پراکندگی ناشی از ناهمواری کاهش می‌یابد.

به منظور بررسی تأثیر پراکندگی ناشی از ناهمواری بر رسانندگی الکتریکی نمونه‌ها، در شکل (۵)، مشخصه جریان-ولتاژ، I-V (طبق رابطه شماره ۴) نمونه کاشت نشده نشان داده شده است. منحنی‌های برای حالت ایده‌آل (بدون در نظر گرفتن ناهمواری) و حالت واقعی (با در نظر گرفتن ناهمواری) ترسیم شده‌اند. در پدیده تونل‌زنی، یک الکترون بیشترین میزان احتمال تونل‌زنی کوانتومی را دارا خواهد بود اگر فصول مشترک ایده‌آل و بدون ناهمواری لحاظ شوند. این امر منجر به بیشترین مقدار



شکل ۵ چگالی جریان بر حسب ولتاژ برای نمونه کاشت نشده با حالت ایده‌آل (بدون در نظر گرفتن ناهمواری)



شکل ۶ چگالی جریان نمونه کاشت نشده و نمونه‌های کاشت شده بر حسب ولتاژ اعمالی

نظر گرفته شده و فرآیند کاشت یونی بر روی آن ها انجام شده است. یون‌های در نظر گرفته شده برای فرآیند کاشت، نیتروژن در انرژی مشخص و با دوزهای متفاوت هستند. به منظور بررسی سطوح تولید شده از تحلیل تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی استفاده شده است. تمامی سطوح موجود تولید شده ناهموار بوده و به علاوه فرآیند کاشت یونی منجر به تغییر ریخت شناسی سطوح تولید شده می‌شوند. از طرفی این سطوح تولید شده ناهموار در ساخت ادوات الکترونیکی متفاوت به کار گرفته می‌شوند. احتمال عبور و چگالی جریان این ساختارهای چند لایه‌ای که سطوح مشترکشان با استفاده از نمونه خام و همچنین نمونه های تولید شده از فرآیند کاشت یونی تولید شده‌اند، محاسبه شده است. یکی از اثرات اصلی ناهمواری، کاهش احتمال عبور از میان ساختارهای چند لایه است. نتایج نشان می‌دهد که میزان پراکندگی به دلیل حضور فصول مشترک ناهموار تولید شده با کاشت یون بیشتر است. به علاوه محاسبات چگالی جریان این نتایج بدست آمده را تأیید می‌کند. همچنین با افزایش دوز یون‌ها و در برخی موارد، سطوح تولید شده هموارتر بوده و میزان پراکندگی الکترون از آن‌ها کاهش می‌یابد که این نکته می‌تواند در طراحی و بهینه سازی ساختارهای الکترونیکی مدنظر قرار گیرد.

### تقدیر و تشکر

این مقاله با حمایت مالی دانشگاه ازاد اسلامی واحد تهران غرب انجام شده است.

نتایج نشان می‌دهند که پراکندگی ناشی از ناهمواری فصول مشترک، قله تونل‌زنی تشدید یونی جریان را کاهش داده و دره جریان را افزایش می‌دهد. بنابراین، نسبت قله به دره در جریان نسبت به حالت با فصول مشترک ایده‌آل کاهش یافته است. به علاوه، سهم مولفه‌های پراکنده شده چگالی جریان با افزایش دوز یون‌ها بخصوص برای نمونه دوم افزایش می‌یابد. با در نظر گرفتن نتایج فوق می‌توان به این جمع بندی رسید که پدیده ترابرد و تونل‌زنی در ادوات الکترونیکی که سطوح مشترکشان با فرآیند کاشت یونی تولید می‌گردند قابل کنترل بوده و این روش می‌تواند در ساخت این ادوات بسیار کمک کننده باشد. شکل ۶، سهم پراکنده احتمال عبور را از ساختارهای پنج لایه ای را نشان می‌دهد که فصول مشترک کاشت نشده هستند. فصل مشترک اول و سوم این ساختار ناهموار در نظر گرفته شده است. تونل‌زنی تشدید یونی رخ می‌دهد که انرژی الکتون‌های فرودی با انرژی پایین ترین سطح انرژی نیمه مقید در چاه برابر باشد [25]. این امر منشا قله‌ها و دره‌های ظاهر شده در نمودار احتمال عبور است. بر اساس نتایج به دست آمده، چگالی جریان با افزایش دوز یون‌های استفاده شده در فرآیند کاشت یونی کاهش می‌یابد زیرا افزایش دوز یون‌ها موجب ناهموار شدن فصول مشترک می‌شود. نتایج فوق با نتایج به دست آمده از کارهای تجربی دیگر قابل مقایسه بوده و در طراحی ادوات الکترونیکی مفید هستند [9-13].

### نتیجه گیری

در مقاله حاضر، لایه های نازک تانتالوم به عنوان نمونه خام در

### مراجع

- [1] N. Kalyanasundaram, M.C. Moore, J.B. Freund and H.T. Johnson, "Stress evolution due to medium-energy ion bombardment of silicon," *Acta Materialia*, Vol. 54, pp. 483–491, (2006).  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.09.028>
- [2] S.S. Patil, R.P. Fernandes, N. K. Patel, P. A. Rayjada, P. M. Raole and D. C. Kothari, "Corrosion resistance study of argon implanted and ion-beam-mixed 316 SS," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 196, no. 1-3, pp. 284–287, (2005). <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.08.111>
- [3] A. K. De, J. G. Speer, D. K. Matlock, D. C. Murdock, M. C. Mataya, R. J. Comstock, "Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 37, pp. 1875–1886, (2006). <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0130-y>

- [4] G.S.Chen, S.T.Chen, "Diffusion barrier properties of single- and multilayered quasi-amorphous tantalum nitride thin films against copper penetration," *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, no. 12, pp. 8473 - 8482, (2000).  
<https://doi.org/10.1063/1.373566>
- [5] J.C. Chuang, M. C. Chen, "Properties of thin Ta-N films reactively sputtered on Cu/SiO<sub>2</sub>/Si substrates," *Thin Solid Films*, Vol. 322, no. 1-2, pp. 213-217, (1998).  
[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(97\)00914-0](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00914-0)
- [6] M. Stavrev, D. Fischer, C. Wenzel, K. Drescher and N. Mattern, "Crystallographic and morphological characterization of reactively sputtered Ta, Ta-N and Ta-N-O thin films," *Thin Solid Films*, Vol. 307, no. 1-2, pp.79-88,(1997).  
[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(97\)00319-2](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00319-2)
- [7] A. H. Ramezani, A. H. Sari and A. Shokouhy, "The effects of argon ion bombardment on the corrosion resistance of tantalum," *International Nano Letters*, Vol. 7, pp. 51-57, (2017).  
<https://doi.org/10.1007/s40089-017-0201-7>
- [8] Y. Li, S. Wei, X. Cheng, T. Zhang and G. Cheng, "Corrosion behavior and surface characterization of tantalum implanted TiNi alloy," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 202, no. 13, pp. 3017-3022, (2008).  
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.11.003>
- [9] K. Ghosh, R. K. Pandey, "Assessment of fractal and multifractal features of sol-gel spin coated ZnO thin film surface," *Materials Research Express*, Vol. 6, no. 7, (2019).  
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab25d7>
- [10] T. G. Bifano, H. T. Johnson, P. Bierden and R. K. Mali, "Elimination of stress-induced curvature in thin-film structures," *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 11, no. 5, pp. 592-597, (2002).  
<https://doi.org/10.1109/JMEMS.2002.802908>
- [11] Zh. Ebrahiminejad, S. F. Masoudi, G. R. Jafari and R. S. Dariani, "Effects of self-affine roughness characteristics on electron transmission through tunneling structures," *Thin Solid Films*, Vol. 522, pp. 233-237, (2012).  
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2012.08.042>
- [12] D. Raoufi, F. Hosseinpanahi, "The effect of film thickness on surface morphology of ITO thin films," *Journal of Theoretical and Applied Physics*, Vol. 7, no.1, pp. 21, (2013).  
<https://doi.org/10.1186/2251-7235-7-21>
- [13] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh and Zh. Ebrahiminejad, "Statistical and fractal analysis of nitrogen ion implanted tantalum thin films," *Applied Physics A*, Vol. 126, pp. 481, (2020).  
<https://doi.org/10.1007/s00339-020-03671-7>
- [14] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh and Zh. Ebrahiminejad, "Structural and mechanical properties of tantalum thin films etched by nitrogen ion implantation," *Modern Physics Letters B*, Vol. 34, no. 15, pp. 2050163, (2020).  
<https://doi.org/10.1142/S0217984920501638>
- [15] Z.W. Kowalski, J. Wilk and J. Martan, "Surface morphology of steel and titanium induced by ion beam bombardment - Comprehensive analysis," *Vacuum*, Vol. 83, pp. 208-213, (2009).

- <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.01.065>
- [16] A. H. Ramezani, A. H. Sari and A. Shokouhy, "The effects of argon ion bombardment on the corrosion resistance of tantalum," *International Nano Letters*, Vol. 7, pp. 51-57, (2017).  
<https://doi.org/10.1007/s40089-017-0201-7>
- [17] A.H. Ramezani, S. Hoseinzadeh, Z. Ebrahimejad, "Structural and mechanical properties of tantalum thin films etched by nitrogen ion implantation" *Modern Physics Letters B* "Vol.34, no. 15, p.2050163 ,( 2020).  
<https://doi.org/10.1142/S0217984920501638>
- [18] S. Hoseinzadeh, A. H. Ramezani, "Corrosion Performance of Ta/Ni Ions Implanted with WO<sub>3</sub>/FTO," *Journal of the Chinese Society of Mechanical Engineers*, Vol. 39, no. 5, pp. 501-507, (2018).  
<https://www.airitilibrary.com/Article/Detail/02579731-201810-201812100006-201812100006-501-507>
- [19] A. H. Ramezani, M. R. Hantehzadeh, M. Ghoranneviss and E. Darabi, "Structural modification of tantalum crystal induced by nitrogen ion implantation," *Bulletin of Materials Science*, Vol. 39, pp. 633-640, (2016).  
<https://doi.org/10.1007/s12034-016-1212-0>
- [20] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh and A. H. Sari, "Experimental Investigation of Corrosion Improvement Implanted Ta by Ar-Ni Ions," *Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics*, Vol. 14, no. 3, pp. 425-430, (2019).  
<https://doi.org/10.1166/jno.2019.2527>
- [21] A. H. Ramezani, M. R. Hantehzadeh, M. Ghoranneviss and E. Darabi, "Corrosion resistance behavior of nitrogen ion-implanted in tantalum," *Applied Physics A*, Vol. 122, pp. 179, (2016).  
<https://doi.org/10.1007/s00339-016-9712-8>
- [22] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh, Z. Ebrahimejad and M. R. Hantehzadeh, "The study of mechanical and statistical properties of nitrogen ion-implanted Tantalum bulk," *Optik*, Vol. 225, pp. 165628, (2021).  
<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.165628>
- [23] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh and Z. Ebrahimejad, "Statistical and fractal analysis of nitrogen ion implanted tantalum thin films," *Applied Physics A*, Vol. 126, pp. 1-6 ,( 2020).  
<https://doi.org/10.1007/s00339-020-03671-7>
- [24] A. H. Ramezani, S. Hoseinzadeh, Z. Ebrahimejad and M. Sangashekan, "Microstructural and energy-dispersive X-ray analyses on argon ion implantations in tantalum thin films for microelectronic substrates," *Electronics*, Vol. 10, no. 23, pp. 2941, (2021).  
<https://doi.org/10.3390/electronics10232941>
- [25] A. H. Ramezani, M. R. Hantehzadeh, M. Ghoranneviss and E. Darabi, "Microstructure and corrosion resistance of tantalum after nitrogen ion implantation," *Corrosion Engineering, Science and Technology*, Vol. 51, no. 6, pp. 393-399 ,( 2016).  
<https://doi.org/10.1080/1478422X.2015.1124503>
- [26] A. H. Ramezani, M. Ghoranneviss, A. Shokouhy and A. H. Sari, "Corrosion resistance modification of AISI 304 stainless steel using argon ion bombardment," *Journal of fusion energy*, Vol. 30, pp. 64-67, (2011).  
<https://doi.org/10.1007/s10894-010-9345-4>

- [27] A. H. Ramezani, M. R. Hantehzadeh, M. Ghoranneviss and E. Darabi, "Mechanical and electrochemical properties of tantalum implanted by nitrogen ions," *High Temperature Material Processes, An International Quarterly of High-Tech Technology Plasma Processes*, Vol. 18, no. 1-2, pp. 143-153, (2014).  
<https://doi.org/10.1615/HighTempMatProc.2015015478>
- [28] S. Hoseinzadeh, A. H. Ramezani, "Tantalum/Nitrogen and n-type WO<sub>3</sub> semiconductor/FTO structures as a cathode for the future of Nano devices," *Journal of Nanostructures*, Vol. 9, no. 2, pp. 276-286, (2019).  
<https://doi.org/10.22052/JNS.2019.02.010>

## Evaluating Effects of the Gating Ratio on the Casting Quality of a Steel Pump Body Using the Simulation

Research Article

Morteza Azarbarmas<sup>1</sup> 

DOI: 10.22067/jmme.2024.83486.1116

### 1- Introduction

For obtaining casting products having good quality, designing the gating systems has an important role. Usually, in the complicated or heavy components, several gates can be considered. It is necessary that the metal can flow inside the cavity with a lamellar manner to provide a homogeneous microstructure and mechanical properties. It is possible to control the pressure of the metal flow by designing a gating system with a suitable gating ratio, which is defined as the ratio of the “area of the lowest part of the sprue” to “area of the cross section of runner” to “area of the cross section of gates”. If this ratio decreases or increases gradually towards the mold cavity, the resulted gating system is called as a “pressurized” and “un-pressurized” gating system, respectively. In the case of steels, both of pressurized and un-pressurized gating systems have been used in the literature. In this work, the effect of the using the pressurized and un-pressurized gating systems as well as the influence of the place of gates on the casting quality of a centrifugal pump body is evaluated utilizing the casting simulation.

### 2- Simulation Procedure

Figure 1 shows the schematic of the centrifugal pump body used for the casting simulation. First, the model considering supports for the core, was designed. Then a sand mold was modeled using Catia software, and casting simulation was done via Procast software. CF8M stainless steel, silica sand and resin sand were defined for the alloy, mold and core, respectively.

Three designs with the gating ratio involving (1) 1:2:1.5 with 2 gates, (2) 1:3:3 with 2 gates and (3) 1:3:3 with 3 gates were implemented to the software.

### 3- Results and Discussion

Figure 2 indicates the simulation results at the last stages of the solidification. It can be seen that at all designs the un-solidified parts are not inside the pump main body. As the

supports of the pump body are not experienced severe stresses in the service, forming the hot spots inside them are not important, in comparison to hot spots inside the pump main body.

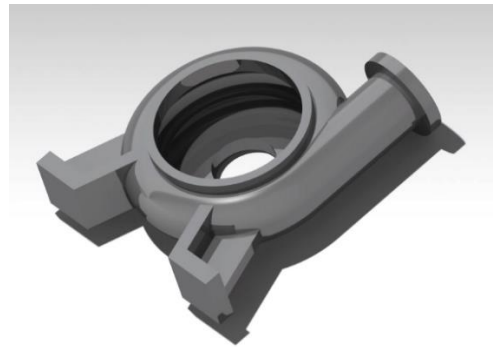


Figure 1. The schematic of the pump body used for casting simulation.

Also, figure 2 illustrate that if a pressurized gating system (plan 1) is used, the molten metal in the sprue can be in the state of the liquid until the last stages of the solidification of the pump body. So, it can be act as a riser for the casting part. This is due to the limited cross section area of gates in the pressurized gating system and aggregating the melt inside the sprue, which limits the cooling rate of the molten metal. It should be noted that using a pressurized gating system with a very small cross section can decrease the temperature of the melt and even close the rout of the molten metal. Although, the effect of this defect can be weakened by utilizing shorter runner and gates. Figure 3 shows that the fluid velocity at both gates provided in design 1 is the same with the magnitude of 0.7-1 m/s, indicating a homogeneous fluid flow towards the mold cavity.

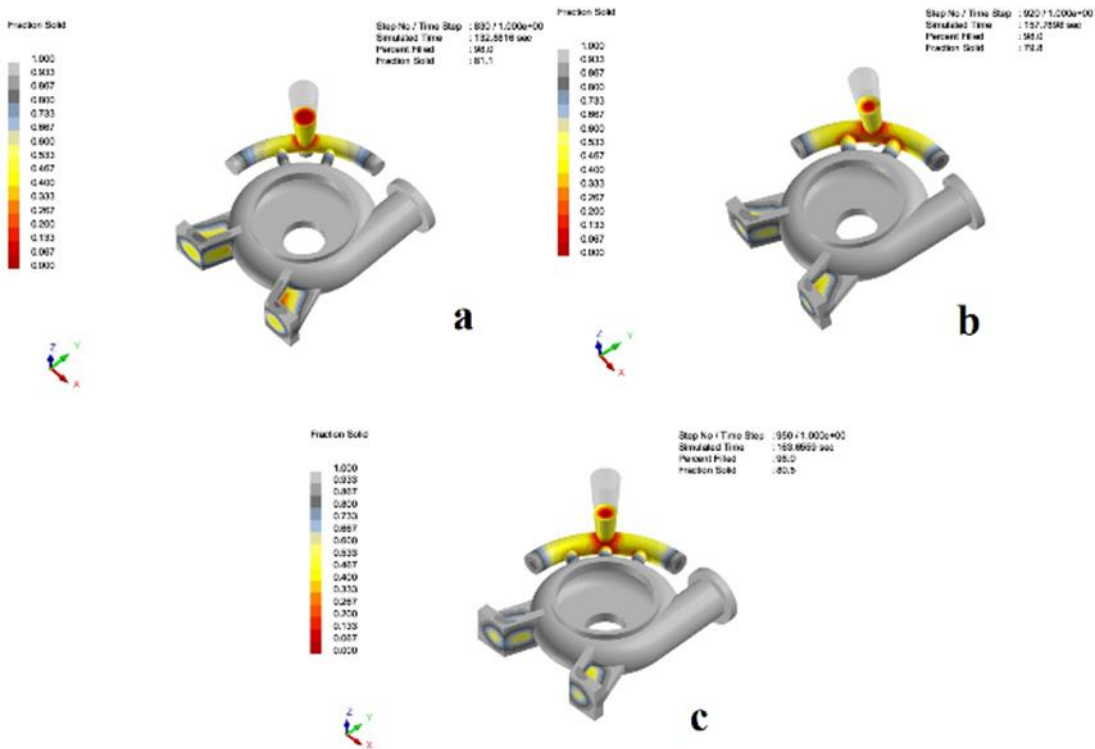
\*Manuscript received. July 17, 2023, Revised. November 4, 2023, Accepted, January 22, 2024.

<sup>1</sup> Assistant Professor; Research Center for Advance Materials, Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran. **Email:** azarbarmas@sut.ac.ir.

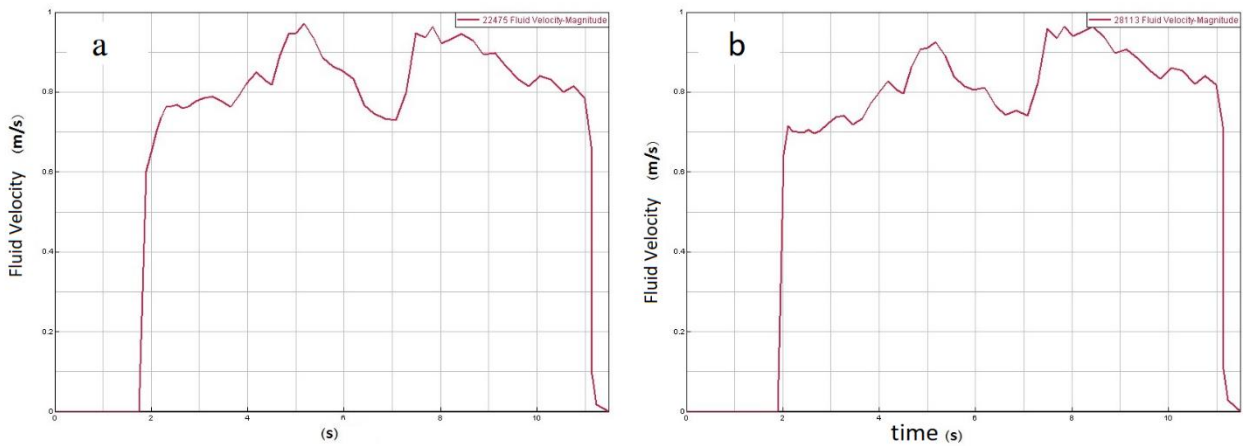
**4. Conclusions**

Results showed that designed gating systems in this work can move hot spots to the area out of the pump main body. Also, the proposed pressurized gating system prevents the

rapid cooling of the molten metal inside the sprue and helps to the sprue acts as a riser. Finally, it was found that for a casting with lower defects, gates should be placed in a same distance from the sprue.



**Figure 2. The contour of the solidified fraction of the pump body.**



**Figure 3. The fluid velocity with respect to the casting time for (a) and (b) two gates of design 1 (figure 2-a).**





بررسی تأثیر نسبت سیستم راهگامی بر کیفیت ریخته‌گری بدنه پمپ فولادی به کمک شبیه‌سازی\*

مقاله پژوهشی

مرتضی آذربارمس<sup>(۱)</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2024.83486.1116

**چکیده** با توجه به تأثیر نسبت سیستم راهگامی بر میزان حفرات انقباضی تشکیل شده و در نتیجه بر خواص مکانیکی قطعات فولادی، بهینه‌سازی سیستم راهگامی یکی از مباحث مورد علاقه محققین فعال در زمینه ریخته‌گری است. در این تحقیق، ریخته‌گری بدنه پمپ گریز از مرکز فولادی، شبیه‌سازی شده، در ادامه تأثیر نسبت سیستم راهگامی بر کیفیت محصول به دست آمده، مورد ارزیابی قرار گرفته است. پارامترهای مورد ارزیابی شامل محل تشکیل نقاط داغ، سرعت عبور ذوب از راهباره‌ها و یکنواختی ورود ذوب از راهباره‌ها می‌باشند. نتایج به دست آمده نشان داد که در مورد قطعه مورد بررسی، هر دو نسبت راهگامی پیشنهاد شده ۱:۲:۱/۵ و ۱:۳:۳ قادر به توزیع مناسب ذوب هستند. به نحوی که در هر دو نسبت راهگامی، آخرین نقاطی که منجمد می‌شوند، دور از مناطق تحت تنش بالا در قطعه خواهند بود. اگرچه استفاده از نسبت راهگامی ۱:۲:۱/۵ می‌تواند به پر بودن راهگاه و در نتیجه بهبود کارایی آن در جبران انقباض صورت گرفته منجر شود و از ورود گازهای خارجی تا حد زیادی جلوگیری نماید. همچنین ملاحظه شد که تقارن راهباره‌ها نسبت به یکدیگر اهمیت زیادی ندارد، بلکه تقارن آنها نسبت به محل راهگاه از اهمیت بالایی جهت اطمینان از سرعت و رفتار یکنواخت ذوب عبوری از راهباره‌های مختلف برخوردار است.

**واژه‌های کلیدی** شبیه‌سازی ریخته‌گری، سیستم راهگامی، بدنه پمپ، ریخته‌گری فولاد.

**Evaluating Effects of the Gating Ratio on the Casting Quality of a Steel Pump Body Using the Simulation**

Morteza Azarbarmas

**Abstract** Due to effects of the gating ratio on the amount of shrinkage porosities and thereby on mechanical properties of steel components, optimizing the gating system is one of the interested fields for scientists focused on the casting industry. In this paper, the casting of a steel centrifugal pump body has been simulated and influences of the gating ratio on the casting quality of the obtained component have been evaluated. Investigated parameters involve the place of formed hot-spots, the speed of the liquid flowing from gates and its uniformity. The obtained results show that in the case of the evaluated component, both of the suggested gating ratios of 2:1.15 and 1:3:3 can distribute the melt well in such a way that the last solidified parts are far from the portions experiencing high stresses during the service. However, using the gating ratio of 1:2:1.5 lets that the sprue to be full of the liquid metal. So, the sprue can compensate the occurred shrinkage and almost prevent the entrance of the out gases. Moreover, it was observed that the symmetry of gates with respect to each other does not have an important effect but with respect to the position of the sprue has a crucial role to ensure a similar speed and behavior of the metal flowing in the different gates.

**Keywords** Casting Simulation , Gating System , Pump Body, Steel Casting.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۴/۲۶ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۲ می‌باشد.

Email: azarbarmas@sut.ac.ir

(۱) نویسنده مسئول، استادیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند.

## مقدمه

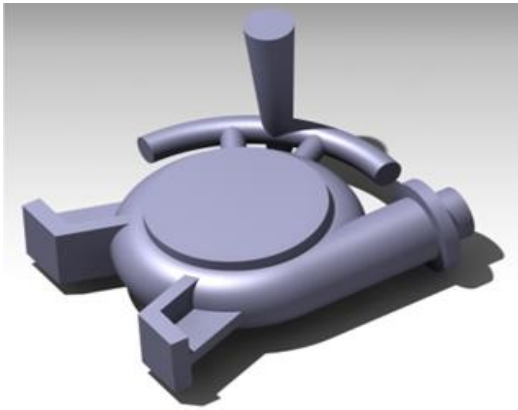
برای به دست آوردن یک محصول ریخته‌گری با کیفیت مناسب، طراحی سیستم راهگامی نقش اساسی دارد. یک سیستم راهگامی مناسب، نحوه پر شدن و نیز الگوی جریان فلز را در قالب کنترل می‌کند. در مورد قطعات نسبتاً بزرگ [1] یا پیچیده، جهت اطمینان از توزیع مناسب سیلان مذاب، چندین راهباره با موقعیت مناسب مورد نیاز است [2]. تا جایی که امکان‌پذیر است، بایستی تمهیداتی اندیشید تا جریان مذاب به صورت یکنواخت از طریق راهباره‌های مختلف وارد حفره قالب شود تا شرایط انجمادی و در نتیجه ریزساختار و خواص مکانیکی یکنواختی در سرتاسر قطعه ایجاد شود. برای این منظور، معمولاً مساحت مقطع عرضی [3,4]، شکل و طول یکسانی برای راهباره‌ها انتخاب می‌شود [5]. با طراحی مناسب مقطع عرضی راهباره‌ها می‌توان زمان و سرعت پر شدن قالب را کنترل کرد [6]. یکی دیگر از پارامترهای مهم در ریخته‌گری، نرخ جریان مذاب در قالب است. بخصوص در مورد قطعات نازک و طویل که سرعت سرمایش در طول مسیر بالاست و در صورت کافی نبودن نرخ جریان مذاب، پر نشدن کامل قطعه محتمل خواهد بود. همچنین در صورت نیاز به افزایش سرعت تولید، نرخ جریان ذوب بالا مطلوب می‌باشد. البته سرعت خیلی بالا نیز معایبی از قبیل ایجاد آشفته‌گی در جریان ذوب و به دام افتادن گازها و شستن ماسه‌های در مسیر حرکت ذوب را به دنبال دارد. از این رو است که بهینه نمودن سرعت حرکت ذوب حین ریخته‌گری، یکی از بحث‌های جذاب در بین محققین این حوزه می‌باشد [7,8]. پارامتر دیگری که در طراحی سیستم راهگامی مهم است، «بازده ریخته‌گری» است [9] تا بتوان با کمترین هدر رفت مذاب در بخش سیستم راهگامی و تغذیه‌گذاری، بتوان قطعات سالمی را تولید کرد.

مورات زور و همکاران [10] گزارش کرده‌اند که انتخاب یک سیستم راهگامی مناسب اهمیت زیادی در کاهش عیوب غیرفلزی مانند عیوب سرباره، گازی و ماسه‌ای در ریخته‌گری فولادها دارند. همچنین تأثیر انتخاب نوع سیستم راهگامی بر کاهش ایجاد ترک ناشی از هیدروژن در فولادهای ریخته‌گری به اثبات رسیده است [11]. کو و همکاران [12] با مقایسه عملکرد سیستم‌های راهگامی مختلف برای قطعه منیفولد آگروز (exhaust manifold) فولادی، نشان دادند که استفاده از سیستم راهگامی کناری می‌تواند پایداری جریان ذوب را بهبود داده، احتمال به دام افتادن

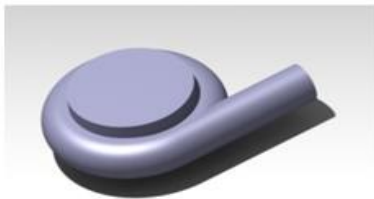
گازها را در قطعه کاهش دهد. اخیراً جزیرسکی و همکاران [13] با بررسی تأثیر نوع طراحی سیستم راهگامی بر کیفیت ریخته‌گری فولادها نشان دادند که کنترل سرعت ذوب و آشفته‌گی آن براحتی با طراحی مناسب سیستم راهگامی میسر است. نتایج ایشان نشانگر این بود که برای قطعات فولادی سنگین، استفاده از راهباره‌های سه‌گانه و پیش‌بینی تله‌های چرخشی و تله‌هایی برای جمع شدن حباب‌ها می‌تواند مفید باشد. در کار مشابهی، الربعی و همکاران [14] مشاهده کردند که با اصلاح ابعاد و موقعیت راهباره‌ها می‌توان به طور محسوسی میزان تخلخل‌های انقباضی و گازی را در فولادها کاهش داده، در نتیجه خواص مکانیکی را بهبود داد و از بروز شکست ناگهانی در بدنه پمپ‌ها تا حد زیادی جلوگیری کرد.

نرخ جریان ذوب به کمک کوچکترین بخش سیستم راهگامی (Choke) [15] که می‌تواند پایین‌ترین بخش راهگاه یا مقطع عرضی راهباره‌ها در نظر گرفته شود، کنترل شده، می‌توان از آن، برای تنظیم فشار ریخته‌گری استفاده کرد [16]. نسبت سیستم راهگامی که عبارت است از نسبت «مساحت مقطع عرضی پایین راهگاه» به «مقطع عرضی راهبار» و «مجموع مقاطع عرضی راهباره‌ها»، تعیین کننده نرخ جریان ذوب به داخل حفره قالب می‌باشد. انتخاب یک نسبت سیستم راهگامی مناسب، اولین قدم در طراحی سیستم راهگامی در نظر گرفته می‌شود [17]. با توجه به اینکه آیا این نسبت به صورت کاهش است یا افزایشی، می‌توان سیستم‌های راهگامی را به دو بخش پرفشار و کم فشار تقسیم‌بندی نمود. در سیستم‌های پرفشار، مقاطع عرضی به سمت راهباره کوچکتر می‌شود، لذا حجم زیادی از مذاب در لوله راهگاه جمع شده، ذوب با فشار بالایی وارد حفره قالب می‌شود. برعکس، در سیستم‌های کم فشار، چون مقاطع عرضی به سمت راهباره، گشادتر انتخاب می‌شود، ذوب با فشار کمتری وارد حفره قالب می‌شود.

هر کدام از سیستم‌های پرفشار و کم‌فشار راهگامی مزایا و معایب خود را دارند. در کارهای متعددی، استفاده از سیستم راهگامی پرفشار در مورد ریخته‌گری فولادها گزارش شده است [18,19]. یکی از نسبت‌های سیستم راهگامی استفاده شده در مورد ریخته‌گری فولادها،  $1:2:1/5$  است [20]. با این حال، استفاده از نسبت‌های سیستم راهگامی کم فشار نیز در مورد فولادها گزارش شده است [21]. در این تحقیق تأثیر انتخاب نوع



الف



ب

شکل ۲ شماتیک مدل (الف) و ماهیچه (ب) استفاده شده برای ساخت قالب ریخته‌گری بدنه پمپ گریز از مرکز

جدول ۱ پارامترهای استفاده شده در شبیه‌سازی ریخته‌گری بدنه پمپ فولادی

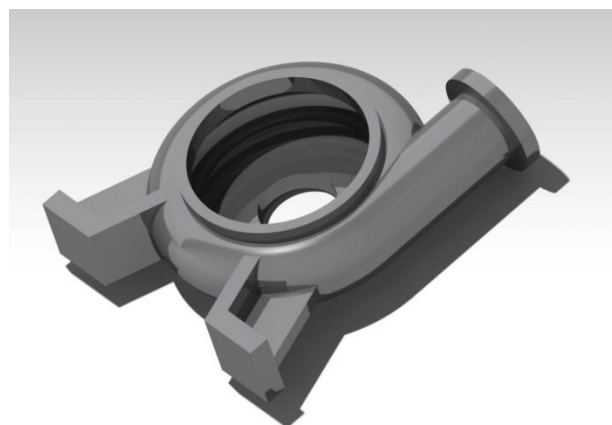
مقدار تعریف شده	نام پارامتر
۱۶۸۰	دمای ریختن □
۲۵	دمای قالب و ماهیچه □
۴۰۰	ضریب انتقال حرارت ماسه و قطعه $W/m^2 \text{ } ^\circ C$
۲۰۰	ضریب انتقال حرارت ماسه و ماسه $W/m^2 \text{ } ^\circ C$
ماسه سیلیسی	جنس ماسه
فولاد زنگ نزن CF8M	جنس آلیاژ
۱	سرعت ریختن ذوب kg/s

پس از وارد کردن هندسه مدل، قالب و ماهیچه به محیط پروکست، پارامترهای شبیه‌سازی تعریف شد و با شرط توقف رسیدن دمای تمامی نقاط قطعه به زیر دمای سالدوس (۱۳۰۹)، شبیه‌سازی اجرا و به اتمام رسید. پارامترهای مورد ارزیابی شامل نسبت سیستم راهگاهی، تعداد و محل راهباره‌ها در سیستم

سیستم راهگاهی در ریخته‌گری بدنه پمپ گریز از مرکز فولادی به کمک شبیه‌سازی فرآیند ریخته‌گری مورد ارزیابی قرار گرفته است. همچنین تاثیر انتخاب راهباره‌های متقارن نسبت به محل راهگاه نیز بر کیفیت ریخته‌گری بررسی شده است. با توجه به اینکه، مشاهده شده است که تفاوت نرخ جریان و نیز سرعت متوسط ورود ذوب به قطعه از طریق راهباره‌های مختلف در حالتی که راهگاه از وسط راهبار متصل شده است، کمتر از حالتی است که راهگاه از ابتدای راهبار به آن متصل شده است [22]، در تمامی طرح‌های بررسی شده، راهگاه از وسط راهبار متصل شده است.

### روش تحقیق

شکل (۱) تصویر شماتیک بدنه پمپ گریز از مرکز استفاده شده در شبیه‌سازی را نشان می‌دهد. در این تحقیق، ابتدا مدل ریخته‌گری این قطعه با لحاظ تکیه‌گاه‌های ماهیچه، طراحی و سپس از روی آن، قالب مورد نظر مدل‌سازی شد (شکل ۲-الف). در ادامه، مدل سه بعدی بدنه پمپ به همراه ماهیچه متناسب (شکل ۲-ب) و بدنه قالب برای انجام مراحل شبیه‌سازی ریخته‌گری به نرم‌افزار پروکست منتقل شد. آلیاژ مدنظر، جنس قالب و جنس ماهیچه به ترتیب فولاد زنگ نزن CF8M، ماسه سیلیسی و ماسه رزینی انتخاب شدند. همچنین دمای ریختن ذوب، دمای □ ۱۶۸۰ در نظر گرفته شد. پارامترهای مهم شبیه‌سازی در جدول (۱) آورده شده است.



شکل ۱ شماتیک بدنه پمپ فولادی استفاده شده جهت شبیه‌سازی فرآیند ریخته‌گری

استفاده از سیستم راهگامی پرفشار (طرح ۱)، مذاب موجود در راهگام تا انتهای انجماد همچنان به صورت مذاب باقی می‌ماند (برعکس سیستم کم فشار (طرح ۲) که در آن، دیواره ضخیمی از راهگام منجمد شده است). این امر می‌تواند به ذوب‌رسانی بهتر از طریق راهگام در لحظات انتهایی انجماد و جبران انقباضات رخ داده حین کاهش دمای ذوب و حین استحاله مذاب به جامد کمک کند. دلیل این موضوع به این خاطر است که به دلیل کوچک بودن مجاری ورود ذوب به داخل حفره قالب، حجم مذاب موجود در راهگام سیستم پرفشار، بیشتر از حجم مذاب موجود در راهگام سیستم کم فشار خواهد بود. لذا کاهش دمای مذاب راهگام در سیستم پرفشار کندتر رخ خواهد داد. البته بایستی دقت کرد که انتخاب سیستم پرفشار به نحوی که مجاری راهباره آن بیش از اندازه باریک باشد، می‌تواند به افت دمای این منطقه و حتی بسته شدن مسیر بیانجامد. این عیب را می‌توان با انتخاب طول راهبار و راهباره کوتاه‌تر تا حدی رفع کرد تا فرصت برای افت دمای این منطقه محدودتر شود.

شکل (۴) و (۵) سرعت ورود ذوب از رهااره‌های تعبیه شده در سیستم راهگامی به ترتیب طرح ۱ و ۲ را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که به دلیل طراحی متقارن مسیر راهباره‌ها، سرعت ورود مذاب از راهباره‌ها یکنواخت است. البته با اینکه دو راهباره مورد استفاده در این دو طرح، تا قبل از اتصال به محل قطعه، کاملاً متقارن هستند ولی موقعیت اتصال این دو نسبت به بخش‌های مختلف قطعه متفاوت است. برای مثال راهباره سمت راست، به لوله خروجی پمپ نزدیک‌تر است (نسبت به راهباره سمت چپ) - به شکل (۳) توجه شود - بنابراین سرعت و جهت حرکت سیال عبوری از دهانه این دو راهباره نیز اندکی متفاوت خواهد بود.

دقت در این شکل‌ها نشان می‌دهد که سرعت حرکت مذاب در هر دو راهباره طرح ۱ مابین  $0.7$  تا  $1 \text{ m/s}$  (شکل ۴) و در مورد طرح ۲ مابین  $0.31$  تا  $0.56 \text{ m/s}$  (شکل ۵) قرار دارد و روند مشابهی را طی می‌کنند.

راهگامی می‌باشند. جزئیات این پارامترها در جدول ۲ آورده شده است. پس از انجام شبیه‌سازی، نتایج به دست آمده گزارش شده و مورد بحث قرار گرفته‌اند.

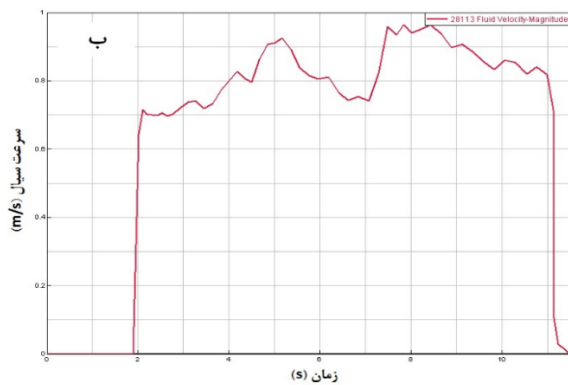
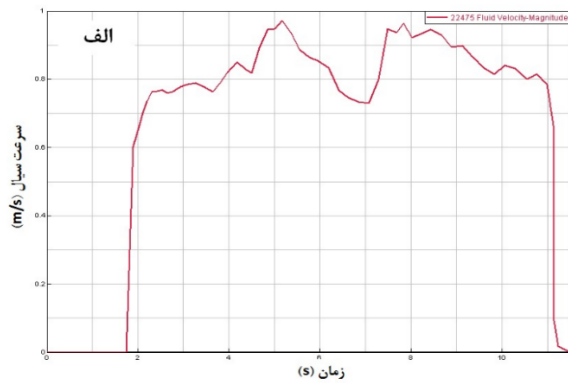
جدول ۲ پارامترهای مورد ارزیابی در طول شبیه‌سازی بدنه پمپ گریز از مرکز

نام طرح مورد استفاده	نسبت سیستم راهگامی	تعداد راهباره
طرح ۱	۱:۲:۱/۵	۲
طرح ۲	۱:۳:۳	۲
طرح ۳	۱:۳:۳	۳

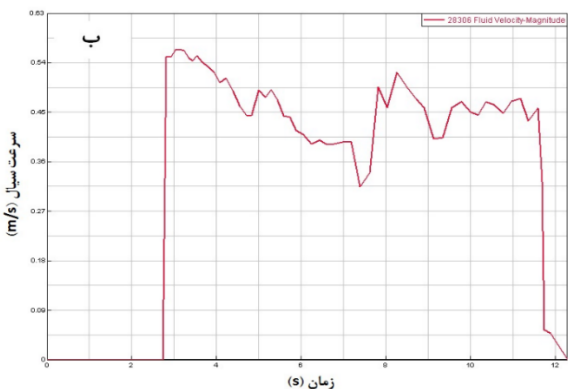
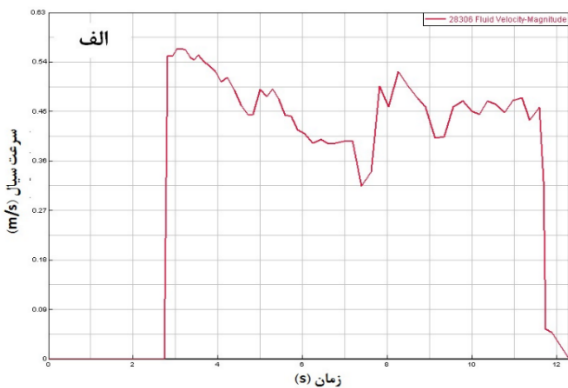
### نتایج و بحث

معمولاً یکی از مهمترین پارامترهای مورد بررسی در شبیه‌سازی ریخته‌گری، تشکیل نقاط داغ (hot spots) می‌باشد. طراحی سیستم راهگامی باید به گونه‌ای باشد که این نقاط در بخش‌های مرکزی و مکان‌های دور از راهگام یا تغذیه تشکیل نشوند. چرا که تشکیل این نقاط به معنی انجماد دیرتر این نقاط بوده و در صورت عدم دسترسی به ذوب، در آنها حفرات انقباضی تشکیل خواهد شد [23,24]. شکل (۳) نتایج شبیه‌سازی سه طرح مورد استفاده را در واپسین لحظات انجماد نشان می‌دهد (زمانی که حدود ۸۰ درصد ساختار منجمد شده است). مشابه کارهای دیگر گزارش شده [25,26]، در این مقاله، نتایج شبیه‌سازی تا ۸۰٪ انجماد مورد بحث قرار می‌گیرند. دلیل این موضوع این است که در این میزان از انجماد، تفاوت دمایی ایجاد شده در بخش‌های مختلف قطعه، بهتر نشان داده می‌شود. با پیشرفت بیشتر انجماد، بخش‌های دورتر از جبهه انجماد، سرد شده و توزیع دمایی یکنواختی برای این نواحی مشاهده خواهد شد.

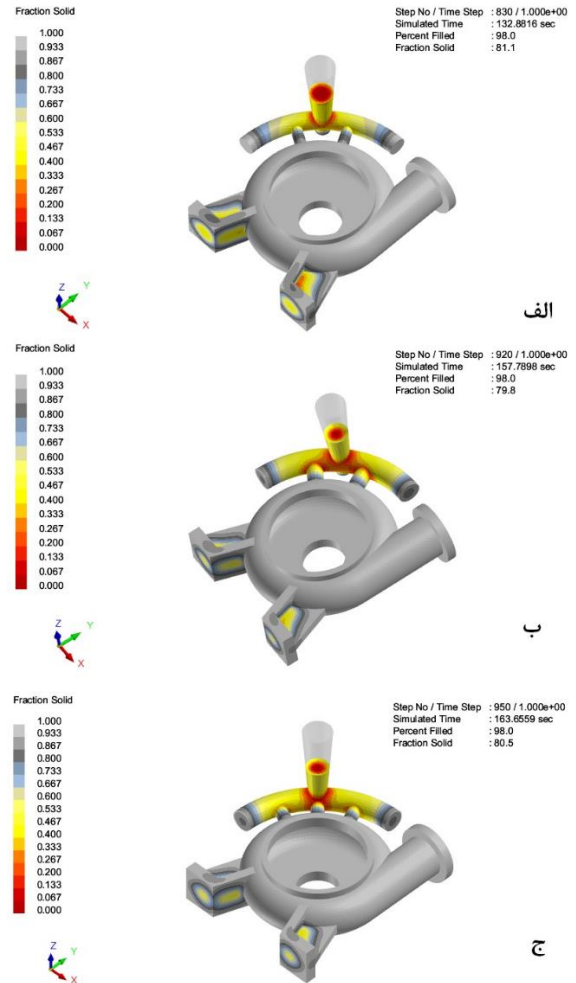
ملاحظه می‌شود که در هر سه طرح، بخش‌های منجمد نشده، در بخش بدنه اصلی پمپ تشکیل نشده و آخرین بخش در حال انجماد، در نزدیکی پایه‌های پمپ می‌باشد که نشان از طراحی مناسب سیستم راهگامی دارد، چرا که احتمال تشکیل حفره در بخش‌های حساس قطعه کاهش یافته است. لازم به ذکر است که در مورد بدنه پمپ‌های در حال کار، بیشترین تنش در بدنه اصلی و کمترین تنش در نزدیکی پایه‌ها تشکیل می‌شود. با دقت در شکل (۳) می‌توان ملاحظه نمود که در صورت



شکل ۴ منحنی‌های سرعت سیال نسبت به زمان ریخته‌گری برای مجاری راهباره در (الف) و (ب) دو راهباره تعبیه شده در طرح ۱



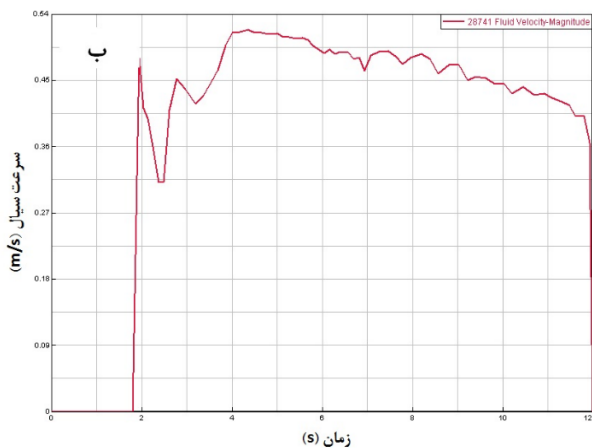
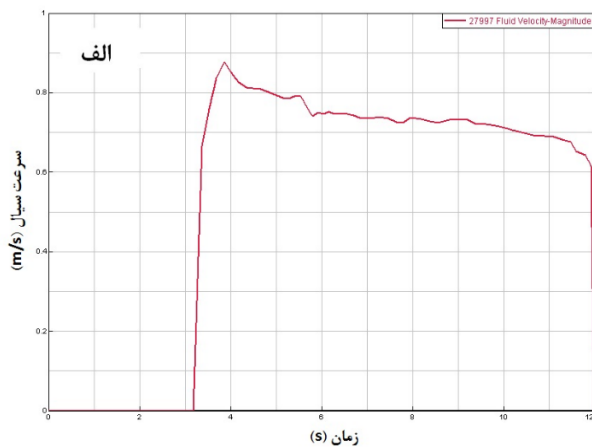
شکل ۵ منحنی‌های سرعت سیال نسبت به زمان ریخته‌گری برای مجاری راهباره در (الف) و (ب) دو راهباره تعبیه شده در طرح ۲



شکل ۳ کانتور کسر جامد در بخش‌های مختلف بدنه پمپ شبیه‌سازی شده با استفاده از سیستم‌های راهگاهی طرح‌های (الف) ۱، (ب) ۲ و (ج) ۳

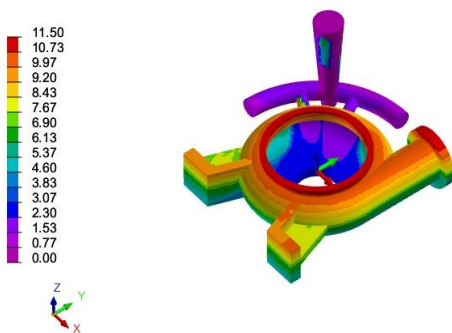
در مورد طرح ۳ (شکل ۶) با وجود تقارن در طراحی مسیر راهباره‌گذاری، ولی چون فاصله راهباره‌ها از راهگاه با یکدیگر برابر نیست، اختلاف زیادی بین سرعت حرکت مذاب در راهباره کناری و راهباره میانی وجود دارد. مقدار این سرعت به ترتیب در محدوده  $0/30$  تا  $0/52$  m/s و محدوده  $0/64$  تا  $0/87$  m/s قرار دارد. بدیهی است که راهباره میانی به دلیل نزدیکی به راهگاه، هم زودتر ذوب‌رسانی خواهد کرد و هم سرعت خروج مذاب آن بیشتر خواهد بود. این تفاوت زمانی و تفاوت سرعت ورود ذوب از راهباره‌های مختلف، منجر به سرعت‌های سرمایش متفاوت و در نتیجه ریزساختار و خواص مکانیکی متفاوتی در قطعه شده، آنیزوتروپی در خواص را ایجاد خواهد کرد. بنابراین با لحاظ یکنواختی سرعت خروج ذوب از راهباره‌ها، طرح ۳ به هیچ عنوان پیشنهاد نمی‌شود.

داشته باشند تا موقع جدا کردن تغذیه از قطعه، آسیبی به خود قطعه وارد نشود.



شکل ۶ منحنی‌های سرعت سیال نسبت به زمان ریخته‌گری برای مجاری راهباره در (الف) و (ب) به ترتیب راهباره وسطی و راهباره کناری تعبیه شده در طرح ۳

NODE - Fill Time [ sec ]  
Min = 1e-05 at Node 18604  
Max = 11.499 at Node 28542



شکل ۷ کانتور مربوط به زمان پر شدن مناطق مختلف بدنه پمپ حین ریخته‌گری با استفاده از طرح سیستم راهگامی ۱

از میان طرح ۱ (سیستم پرفشار) و طرح ۲ (سیستم کم فشار)، سیستم پرفشار مزایای زیادی دارد. جداسازی سیستم راهگامی از قطعه در طرح ۱ راحتتر است که به دلیل ضخامت کمتر محل اتصال می‌باشد. همچنین چون در سیستم پرفشار، حجم بالایی از مذاب در راهگاه جمع می‌شود، لذا کاهش دمای کمتری را تجربه کرده و نیاز به حجم بالایی از تغذیه در سیستم وجود نخواهد داشت. به علاوه، پر بودن راهگاه باعث می‌شود که ورود هوا و گاز کمتری به داخل قالب اتفاق بیافتد و مذاب ارتفاع کمتری را تا رسیدن به سطح ذوب انباشته شده در راهگاه طی کند. در واقع یکی از دلایل استفاده از سیستم راهگامی پرفشار همین کاهش اکسیداسیون ذوب می‌باشد [27]. البته سیستم راهگامی پرفشار معایبی نیز دارد که از جمله می‌توان به احتمال شسته شدن قالب و تلاطم بالای مذاب بخصوص در مورد آلیاژهای با چگالی پایین اشاره کرد که در مورد بدنه پمپ بررسی شده در این مقاله، به علت چگالی بالای فولاد، این مسئله مشکل ساز نخواهد شد. همچنین مدت زمان بالای قرار گیری ذوب در محفظه راهگاه می‌تواند برای آلیاژهای با قابلیت جدایش عناصر سازنده بالا [28,29] مشکل ساز باشد.

شکل (۷) کانتور مربوط به زمان پر شدن مناطق مختلف بدنه پمپ گریز از مرکز شبیه‌سازی شده با استفاده از سیستم راهگامی طرح ۱ را نشان می‌دهد. عددهای روی کانتور، زمان پر شدن بر حسب ثانیه را نشان می‌دهند. برای مثال رنگ قرمز نشانگر این است که برای اینکه این مناطق پر شوند، بایستی بیش از ۱۰ ثانیه از ابتدای ذوب‌ریزی سپری شود. ملاحظه می‌شود که آخرین بخش‌هایی که پر شده‌اند، بخش‌های فوقانی قطعه بوده‌اند. معمولاً آخرین ذوبی که وارد حفره قالب می‌شود، داغتر از ذوبی است که در لحظات اول وارد حفره قالب شده است. زیرا ذوب اولیه، به دلیل سرد بودن قالب و حرکت در داخل قالب، سرد می‌شود. اینکه آخرین ذوب به نواحی بالایی بدنه پمپ وارد شده است، می‌تواند نشان‌دهنده این امر باشد که اگر بنا بر استفاده از تغذیه باشد، توصیه می‌شود که در بخش بالایی بدنه پمپ باشد تا کاهش حجم ناشی از انجماد و سرمایش را در این مناطق جبران نماید. معمولاً در این نوع قطعات، تغذیه‌هایی که استفاده می‌شوند به صورت متقارن در نظر گرفته می‌شوند. برای مثال می‌توان سه عدد تغذیه با اختلاف زاویه ۱۲۰ درجه نسبت به یکدیگر روی سقف قطعه تعبیه کرد. با توجه به اینکه ضخامت دیواره‌های قطعه نسبتاً نازک است، تغذیه‌هایی که استفاده می‌شوند بایستی گلوبی نیز

### نتیجه گیری

در این مقاله، ریخته‌گری ثقلی بدنه پمپ گریز از مرکز فولادی به کمک نرم‌افزار پروکست شبیه‌سازی شد. با توجه به نتایج شبیه‌سازی، موارد زیر به عنوان مهمترین نتایج این کار قابل استخراج می‌باشند:

۱. مشاهده شد که طراحی سیستم راهگاهی ارائه شده می‌تواند نقاط داغ را به بیرون از بدنه اصلی پمپ که تحت تنش‌های بزرگ قرار می‌گیرد، هدایت کرده، احتمال تشکیل تخلخل‌های انقباضی را در بدنه اصلی کاهش دهد.
۲. استفاده از سیستم راهگاهی پرفشار پیشنهاد شده، قادر است با انباشت ذوب در راهگاه، از سرمایه‌های زود هنگام راهگاه جلوگیری کرده، به عمل ذوب‌رسانی کمک کند.

۳. نتایج نشان داد که در طراحی سیستم راهگاهی، طراحی متقارن محل راهبارها کافی نیست و بایستی فاصله آن‌ها از محل اتصال راهگاه نیز یکسان باشد. در غیر اینصورت، سرعت عبور ذوب از راهبارها و در نتیجه سرعت سرمایه‌های و خواص نقاط مختلف، متفاوت خواهد بود.
۴. با توجه به اینکه آخرین بخشی که ذوب وارد آن می‌شود، نواحی بالایی بدنه پمپ بود، این نواحی، به عنوان مناطق مناسب برای تعبیه تغذیه پیشنهاد شدند.

تقدیر و تشکر

### مراجع

- [1] E. Touceda, "Pertinent Facts Concerning Malleable-Iron Castings", SAE Trans., pp. 632–660, 1922..
- [2] I. Rajkumar, N. Rajini, A. Nair, K. A. Prasath, M. Ramaganesh, and G. R. Kharrthikeyan, "Optimization of multi gating system for the experimental investigation inflow parameters with effects of design in small scale industries", *Materials Today: Proceeding*, vol. 59, pp. 769–774, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.12.578>
- [3] K. H. Renukananda and B. Ravi, "Multi-gate systems in casting process: comparative study of liquid metal and water flow", *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 31, no. 8, pp. 1091–1101, 2016. <https://doi.org/10.1080/10426914.2015.1037911>
- [4] P. K. Seo, D. U. Kim, and C. G. Kang, "The effect of the gate shape on the microstructural characteristic of the grain size of Al–Si alloy in the semi-solid die casting process", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 445-446, pp. 20–30, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.133>
- [5] M. Thieman, R. Kamm, and J. Jorstad, "Copper motor rotors: Energy saving efficiency, now also economic feasibility", *Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing Expo*, pp. 328–333, 2007. <https://doi.org/10.1109/EEIC.2007.4562637>
- [6] C. H. Kim and T. H. Kwon, "A runner–gate design system for die casting", *Taylor & Francis online*, vol. 16, no. 6, pp. 789-801 2006. <https://doi.org/10.1081/AMP-100108699>
- [7] N. N. Xu, Z. Y. Zhang, H. G. Zhang, T. Lv, Y. Y. Liu, and Q. X. Hu, "The Optimization of Vacuum Casting Filling Velocity Based on Numerical Simulation", *Key Eng. Mater*, vol. 522, pp. 221–226, 2012. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.522.221>
- [8] A. B. Rice, "Numerical simulation of mold filling processes", Purdue University, 1993.
- [9] I. Rajkumar, N. Rajini, T. R. Prabhu, S. O. Ismail, S. Siengchin, F. Mohammad, and H. A. Al-Lohedan, "Applicability of angular orientations of gating designs to quality of sand casting components using two-cavity mould set-up",



- Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 75, pp. 513-524, 2021. <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02434-z>
- [10] M. M. Zor, A. Yoloğlu, S. Kesim, and F. Tülüce, “Pressurized gating system design and optimization in steel castings”, *Eng. Applied*, vol. 1, no. 1, 2022.
- [11] M. M. Zor, F. Tülüce, S. Kesim, and A. Yoloğlu, “The effect of molding and gating system design on hydrogen induced crack defects in steel castings”, *Adv. Eng. Sci.*, vol. 3, pp. 164–177, 2023.
- [12] J.-K. Kuo, P.-H. Huang, H.-Y. Lai, and W.-J. Wu, “Design of casting systems for stainless steel exhaust manifold based on defective prediction model and experimental verification”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technolo*, vol. 100, pp. 529–540, 2019. <https://doi.org/10.1007/s00170-018-2737-8>
- [13] J. Jezierski, R. Dojka, and K. Janerka, “Optimizing the gating system for steel castings”, *Metals*, vol. 8, no. 4, pp. 266, 2018. <https://doi.org/10.3390/met8040266>
- [14] H. Alrobei, R. A. Malik, F. Amjad, and I. AlBaijan, “Investigation of Structure and Mechanical Characteristics of a High Manganese Steel via SolidCast Simulation Method”, *Metals*, vol. 13, no. 3, pp. 572, 2023. <https://doi.org/10.3390/met13030572>
- [15] A. Modaresi, A. Safikhani, A. M. S. Noohi, N. Hamidnezhad, and S. M. Maki, “Gating system design and simulation of gray iron casting to eliminate oxide layers caused by turbulence”, *International Journal of Metalcasting*, vol. 11, pp. 328–339, 2017. <https://doi.org/10.1007/s40962-016-0061-3>
- [16] R. Dojka, J. Jezierski, and M. Szucki, “The importance of the geometry of the down sprue in the gravity casting process”, *Materials*, vol. 15, no. 14, pp. 4937, 2022. <https://doi.org/10.3390/ma15144937>
- [17] O. A. Adefuye, O. Ji, L. Oi, and O. Fadipe, “Gating system design solutions for casting defects from pouring”, *Eng. Technol. Res. J.*, Vol. 5, No. 1, pp. 26–31, 2020. <https://doi.org/10.47545/etrj.2020.5.1.057>
- [18] R. Dojka, J. Jezierski, and J. Campbell, “Optimized gating system for steel castings”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 27, pp. 5152–5163, 2018. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3497-1>
- [19] J. K. Kuo, P. H. Huang, H. Y. Lai, and J. R. Chen, “Optimal gating system design for investment casting of 17-4PH stainless steel enclosed impeller by numerical simulation and experimental verification”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 92, pp. 1093–1103, 2017. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-0198-0>
- [20] S. Santhi, B. R. Surya, S. Jairam, J. Jhansi, and P. K. S. Subramanian, “Design of gating and riser system for grate bar casting”, *Indian Foundry J.*, vol. 61, no. 1, 2015.
- [21] M. Iqbal, “Gating design criteria for sound casting”, *International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research*, vol. 3, no. 3, pp. 675, 2014. <https://doi.org/10.18178/ijmerr>
- [22] M. B. N. Shaikh, S. Ahmad, A. Khan, and M. Ali, “Optimization of multi-gate systems in casting process: Experimental and simulation studies”, in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2018. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/404/1/012040>
- [23] T. R. Vijayaram, S. Sulaiman, A. M. S. Hamouda, and M. H. M. Ahmad, “Numerical simulation of casting solidification in permanent metallic molds”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 178, no. 1-3, pp. 29–33, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.09.025>



- [24] W. Li and J. Cui, "A new method for quickly locating the hot spots in solidification simulation of complicated castings", *International Journal Cast Metals Research*, vol. 15, no. 4, pp. 319-323, 2016. <https://doi.org/10.1080/13640461.2003.11819505>
- [25] X. Qi, L. Liu, T. Ribéri-Béridot, N. Mangelinck-Noel, and W. Miller, "Simulation of grain evolution in solidification of silicon on meso-scope scale", *Computational Materials Science*, vol. 159, pp. 432- 439, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.12.015>
- [26] L. Chen et al., "Numerical simulation and optimization of indirect squeeze casting process", *Engineering Science*, vol. 13, no. 2, pp. 65–70, 2020.
- [27] M. Bruna and M. Galčík, "Effect of Filter Type on Mechanical Properties During Aluminium Alloy Casting", *Arch. Foundry Eng.*, vol. 22, no. 3, 2022. <http://doi.org/10.24425/afe.2022.140241>
- [28] M. Abdollahi, A. Aliadeh, S. poloe, M Zahmatkesh, "Investigation on Microstructure and Mechanical Behavior of Carbon and Glass Reinforced Aluminum CompositePipes", *Journal Metallurgical Materials Engineering*, Vol. 34, No. 1, pp. 31–46, 2023.
- [29] M. Alipour, "Investigation of the microstructure and mechanical properties of cast Al-8Zn-3Mg-2.5Cu nanocomposite reinforced with SiC nanoparticles after age hardening heat treatment", *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, vol. 34, no. 1, pp. 1–14, 2023. <https://doi.org/10.22067/jmme.2022.79507.1084>





Ferdowsi University  
of Mashhad

# Journal of Metallurgical and Materials Engineering


<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel  
Society of Iran

## Investigation of Rolling Direction and Groove Geometry on the Impact Behavior of Aluminum Alloy AA6061 and AA7020

Research Article

Farzad Soleymani<sup>1</sup> 

DOI: [10.22067/jmme.2024.84343.1124](https://doi.org/10.22067/jmme.2024.84343.1124)

### 1. Introduction

In high-strength aluminum alloys, in addition to the maximum tensile strength, the resistance of the alloy to fracture should also be considered. The Sharpie impact test can be a reliable test to determine brittle fracture, to perform the test on cold-rolled aluminum sheet AA6061 and AA7020 with a specific rolling direction to the dimensions of 10x10 mm. ×55.

### 2- Test method

To perform hardness deposition, AA7020 samples were placed in an oven at 475°C for 2 hours. Besides, AA6061 samples were placed in an oven at 530°C for 2 hours, and then quenched in cold water. Artificial parts were placed at a temperature of 150°C for 12 hours.

### 3- Results and discussion

In the majority of AA7020 alloy samples, brittle failure is dominant and type I loading is more important. In AA6061 alloy, the failure of most samples is a mixture of soft and brittle fracture, which indicates loading as a mixture of types III/ II/ I. As shown in Tables 1-6, in most of the samples, with the increase of groove angle, the amount of energy absorbed in the direction of failure has decreased. According to Tables 6 and 5, in some of the samples that have secondary cracks, the average depth of the cracks has decreased with the increase of the groove angle. The order of increase of absorbed energy towards failure is X-Y-Z-D. But the value of fracture toughness in the state (S-T) has a minimum value. In this case, failure occurs easily between the rolled layers. By changing the direction of the samples in the form of X-Y-Z-D, the fracture section in the X direction is smooth (flat) and changes very little in the Y direction, and a kind of slowness is observed at the end of the sample (in front of the groove). In samples with Z direction, the fracture angle is diagonal, and in

some of these samples, a crack has appeared, and in samples with D direction, the fracture section is diagonal, and in some, the fracture angle is high, and there are secondary cracks in most of the samples. In most of the samples, the value of cutting-edge breakage is the lowest in the D direction, followed by the Z direction and then in the X direction, and the highest value of the cutting edges is seen in the Y direction. The percentage value of lateral correlation is the highest value in the majority of samples in the D direction. In samples with Z direction, a crack appeared on one side of the sample during failure, and the average crack depth is 2 mm, but in D grade samples, cracks appeared on both sides of the sample, and the average crack depth is 4 mm. Also, in this case, the amount of crack depth has decreased with increasing temperature, and with increasing groove angle, the amount of crack depth has also decreased.

### 4- Conclusion

In all the tested angles and temperatures, the absorbed energy of the D degree has the highest value. It can also be said that the lowest amount of absorbed energy is in the samples of degree X, and also that the amount of impact energy has increased in the order of degrees D-Z-Y-X. Increasing the angle of the groove causes the type of failure to change as type I. Also, the effect of direction is not very important at low temperatures because they do not show very big differences. In most of the tested temperatures, with increasing groove angle, the amount of absorbed energy decreases, and increasing the groove angle causes a decrease in the fracture toughness. Also, in most of the tested groove angles, with increasing temperature, the amount of absorbed energy decreases.

\*Manuscript received: September 9, 2023, Revised. November 26, 2023, Accepted, January 24, 2024.

<sup>1</sup> Assistant Professor, Faculty Member of Payam Noor University. **Email:** f.soleymani52@pnu.ac.ir

**Table 3- The results of the percentage of soft fracture and lateral expansion in the form of cutting edges of 7020 AA alloy in different directions, temperature and groove angle.**

groove angle		Test temperature				Lateral extension lesson				Fracture energy (J)			
		X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X (C)	Y(A)	(E) Z	D(B)
30	-60	46.45	61.5	28	30	5	7	7	10	21	30	40	73
	0	44.75	64	28	20	7	5	9	7	22	26	41	77
	25	40.5	60.25	32	30	5	7	10	14	23	27	42	66
	100	48.85	49.62	30	32	6	7	20	10	24	28	43	61
45	-60	48.8	63.02	32	26	6	7	8	11	29	35	39	73
	0	49.6	68.15	36	24	6	9	8	12	30	38	41	76
	25	52	64.25	32	26	7	6	7	13	33	41	42	68
	100	50.5	56.5	42.25	28	5	8	7	11	35	43	43	56
60	-60	48.85	64.47	28	26	5	6	9	9	28	30	39	74
	0	47.2	47.5	34	26	5	8	8	10	29	33	40	75
	25	43.12	61.57	24	28	4	7	8	14	31	40	42	70
	100	45.6	44	42.25	28	5	9	7	12	33	45	45	62
90	-60	34.45	65	38	28	5	9	9	13	26	29	38	62
	0	45.55	52	36	26	7	7	8	11	29	34	39	65
	25	42.4	50.7	32	36	5	8	7	12	30	37	44	55
	100	51.2	59.5	41.35	30	8	8	9	10	34	39	47	51

**Table 4- The results of percentage of soft fracture and lateral expansion in the form of cutting edges of AA6061 alloy in different directions, temperature and groove angle.**

groove angle		Test temperature			Lateral extension lesson			Fracture energy (J)		
		X (C)	Y (A)	Z (E)	X(C)	Y(A)	(E) Z	X (C)	Y (A)	Z (E)
30	-60	66.5	67.62	76.25	18	20	20	45	47	50
	0	64	69.37	65	19	18	14	47	48	52
	25	70	69.37	58.75	19	18	5	51	52	53
	100	71.12	38.72	81.25	19	16	14	52	53	55
45	-60	69.37	70.75	75.6	16	17	13	39	40	41
	0	65	61.75	91.25	17	18	8	43	44	45
	25	71.5	59	68.65	20	18	10	47	49	49
	100	60.62	53.25	81.25	16	16	10	50	50	51
60	-60	74.5	90.5	61.75	15	17	4	38	39	40
	0	76.25	68.5	72.25	11	13	22	40	41	42
	25	74.5	73.75	67.62	20	19	18	41	43	44
	100	72.5	66.75	72	12	22	14	44	45	46
90	-60	58.37	61.75	56.5	13	19	10	36	37	40
	0	73.75	76.25	32	18	20	20	38	39	43
	25	91.25	78.12	51.87	23	11	14	39	40	44
	100	47.5	38	73.75	19	16	16	40	45	47

**Table 5- Average fracture type, crack depth in millimeters and cracked directions of 7020 AA alloy in different directions, temperature and groove angle(R = smooth, M = diagonal, × = no crack, √ = crack)**

groove angle		Test temperature			Lateral extension lesson		Fracture energy (J)			
		X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	
30	-60	×	×	Both sides 1.5	Both sides3	R	R	M	M	
	0	×	×	Both sides3	Both sides6	R	R	M	M	
	25	×	×	One sides	Both sides5	R	R	M	M	
	100	×	×	One sides	One sides	R	R	M	M	
45	-60	×	×	One sides 2	Both sides4	R	R	M	M	
	0	×	×	One sides1.5	Both sides3	R	R	M	M	
	25	×	×	×	Both sides3.5	R	R	M	M	
	100	×	×	One sides	One sides	R	R	M	M	
60	-60	×	×	One sides1.5	Both sides4.5	R	R	M	M	
	0	×	×	One sides	Both sides4.5	R	R	M	M	
	25	×	×	Both sides2	Both sides3	R	R	M	M	
	100	×	×	One sides	Both sides1.5	R	R	M	M	
90	-60	×	×	×	Both sides3.5	R	R	M	M	
	0	×	×	One sides	Both sides4.5	R	R	M	M	
	25	×	×	One sides1.5	Both sides2.5	R	R	M	M	
	100	×	×	One sides 1	One sides	R	R	M	M	

**Table 6- Average type of fracture, depth of crack in millimeters of cracked directions of 6061 AA alloy in different directions, temperature and groove angle**

groove angle	Test temperature	Lateral extension lesson			Fracture energy (J)		
		X(C)	Y(A)	(E) Z	X(C)	Y(A)	(E) Z
30	-60	×	×	√	R	M	M
	0	×	×	√	R	R	M
	25	×	×	√	R	M	M
	100	×	×	√	R	M	M
45	-60	×	×	√	R	R	M
	0	×	×	√	R	R	M
	25	×	√	√	R	R	M
	100	×	√	×	R	R	M
60	-60	×	√	√	R	M	R
	0	×	×	√	M	M	M
	25	×	√	√	M	R	M
	100	×	×	√	M	R	M
90	-60	×	×	√	R	R	M
	0	×	√	√	M	R	M
	25	×	×	√	M	R	M
	100	×	×	√	R	R	M







بررسی جهت نورد و هندسه شیار روی رفتار ضربه‌ای آلیاژ آلومینیم AA6061 و AA7020\*

مقاله پژوهشی

فرزاد سلیمانی<sup>(۱)</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2024.84343.1124

**چکیده** رفتار ضربه‌ای آلیاژ آلومینیم AA6061 و AA7020 نورد سرد شده توسط آزمایش ضربه شارپی بررسی شد. چهار جهت طولی نورد و عرضی طولی و عرضی کوتاه (در دو وضعیت قرار گیری شیار) مورد بررسی قرار گرفتند. زوایای شیار مورد آزمایش ۳۰، ۴۵، ۶۰ و ۹۰ درجه بوده و دماهای آز مایش ۶۰-، ۰، ۲۵ و ۱۰۰ انتخاب شدند. از هر متغیر دو نمونه جهت اطمینان و دامنه پراکندگی تهیه گردید. همچنین جهت استحکام بخشی آلیاژهای آلومینیم فوق از عملیات حرارتی رسوب سختی T65 استفاده شد. نتایج نشان داد که با افزایش دما مقدار انرژی ضربه افزایش می‌یابد و با افزایش زاویه شیار مقدار انرژی ضربه کاهش می‌یابد و نوع شکست از حالت برشی به تخت و مخلوطی از هر دو تغییر می‌کند. در جهت طولی نورد کمترین مقدار انرژی ضربه را داشته و در جهت عرضی کوتاه بیشترین مقدار انرژی ضربه را دارد.

**واژه‌های کلیدی** انرژی ضربه، جهت شیار، شکست برشی، آلیاژ آلومینیم.

**Effect of Rolling Direction and Groove Geometry on Impact Behaviour of AA6061 and AA 7020 Aluminum Alloys**

Farzad soleymani

**Abstract** Impact behavior of cold rolled AA6061 and AA 7020 aluminum alloys were investigated by Charpy impact test. Four longitudinal and long transverse and short transverse (in two groove positions) were studied. The groove angles were 30, 45, 60 and 90 degrees and temperatures tests were dry ice, zero degrees, ambient and boiling water temperatures. Two samples of each variable were taken to ensure the distribution range. Also for strengthening of aluminum alloys T65 precipitation hardening heat treatment was used. The results showed that increasing temperature increased the amount of impact energy and impact energy value decreased with increasing groove angle and failure mode altered from shear to flat and a mixture of both. Samples had the minimum amount of impact energy in the rolling longitudinal direction and the maximum amount of impact energy in the short transverse direction.

**Keywords** Impact energy, Groove direction, Shear failure, Aluminum alloy.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۶/۱۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۴ می‌باشد.

## مقدمه

حدود ۸۵ درصد آلومینیم مصرفی، محصولات کار شده از قبیل صفحات نورد سرد شده می‌باشند که از شمش‌های ریختگی به عنوان ماده اولیه استفاده می‌شود و با فرایندهای بعدی به محصول نهایی تبدیل می‌شود و طی این فرایندها ریزساختار نیز تغییر می‌کند [1]. در آلیاژهای پراستحکام آلومینیم فقط حداکثر استحکام کششی را نباید در نظر گرفت و به مقاومت آلیاژ در مقابل شکست نیز باید توجه شود. همچنین باید اثر جهت نورد روی خواص مکانیکی یا همان ان ایزوتروپی را مورد توجه قرار داد. تغییر شکل ورق‌های آلومینیم در دمای محیط منجر به استحکام‌بخشی از طریق ایجاد بافت‌ها می‌گردد. بافت‌های حاصل از کار سرد باعث جهت‌دار شدن خواص مکانیکی می‌شود و باعث افزایش نسبی استحکام تسلیم و استحکام کششی در امتداد تغییر شکل می‌گردد. جهت نورد معمولاً در صفحات و محصولات ورق خیلی مهم نیست اما با افزایش ضخامت ورق، اهمیت آن افزایش می‌یابد و در محصولات ضخیم، جهت نه تنها خواص مکانیکی را تحت تاثیر قرار می‌دهد بلکه خواص دیگری مانند مقاومت به ترک‌دار شدن از قسمت عرضی را نیز تغییر می‌دهد. جهت‌دار بودن خواص و ریزساختار بر روی طراحی و شرایط تغییر شکل قطعه کار تاثیر می‌گذارد [2]. جهت مرجح حاصل از تغییرشکل پلاستیک (در فرآیند نورد) به شدت به سیستم دوقلو و لغزش بستگی دارد ولی به زاویه قالب، قطر غلتک، سرعت غلتک و کاهش ضخامت در هر مرحله بستگی ندارد [3]. تبلور مجدد یک فلز کار سردشده، جهت مرجحی تولید می‌کند که از آرایش موجود تغییرشکل محکم تر است و با آن فرق دارد [3]. رشته‌ای شدن مکانیکی تاثیر کمی بر شکل دادن دارد ولی رشته‌ای شدن بلوری یا جهت مرجح ممکن است اثر زیادی داشته باشد. از جهت دار شدن مواد (بافت) برای افزایش مقاومت به تسلیم استفاده می‌شود و همچنین کیفیت در کشش عمیق در اثر بافت صحیح افزایش می‌یابد. در ورق‌های ترانس از جنس آهن و سیلیسیم، افت انرژی با آرایش دانه در جهت آسان مغناطیسی شدن به حداقل می‌رسد. در خم‌کاری وقتی خم موازی جهت نورد است خم شدن خیلی مشکل تر از وقتی است که خم برجهت نورد عمود است. تغییرشکل و ویژگی‌های شکست یک ماده معین به ماهیت پیوند الکترونی، ساختار بلوری و میزان نظم ماده بستگی دارد. هرچه الکترون‌های ظرفیت ثابت‌تر باشند ماده تردتر است. در مواد با پیوند فلزی، کمترین محدودیت برای حرکت

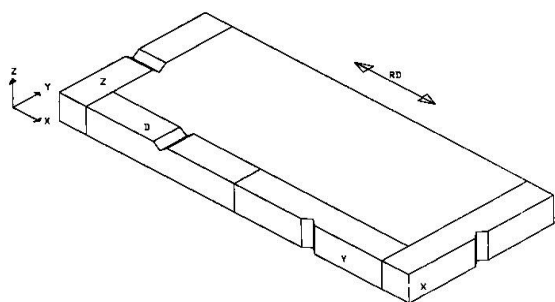
الکترون‌های ظرفیت است و الکترون‌های ظرفیت بطور مساوی در بین تمام اتم‌ها مشترک است و بیشترین آمادگی را برای تغییرشکل دارند [3]. معمولاً استحکام کششی در جهت طولی نسبت به جهت عرضی بیشتر است، برای آلیاژهای غیر قابل عملیات حرارتی، خواص مکانیکی را در جهت طولی و آلیاژهای قابل عملیات حرارتی، در جهت عرضی طویل در نظر می‌گیرند [2].

آلیاژهای آلومینیم AA6061 به‌عنوان آلیاژهای ساختمانی با استحکام متوسط دارای خواص جوش پذیری و مقاومت در مقابل ترک خوردگی تنش هستند. در این آلیاژها منیزیم و سیلیسیم به مقدار متعادل افزوده می‌شود تا تشکیل آلیاژهای شبه دوتایی  $\text{Al-Mg}_2\text{Si}$  ( $\text{Mg/Si}=1.731$ ) دهد و یا با سیلیسیم بیشتر از مقدار لازم تشکیل  $\text{Mg}_2\text{Si}$  می‌دهد. این گروه از آلیاژها به پیرشدن حساسیت بیشتری داشته و در یک فرایند جداگانه آنها را تحت عملیات حرارتی انحلال و کوئنچ قرار می‌دهند. مس برای بهبود خواص مکانیکی و کروم برای کاهش تاثیر منفی احتمالی مس بر مقاومت به خوردگی افزوده می‌شود. این آلیاژها به‌عنوان ماده ساختمانی عمومی، موارد مصرف زیادی دارند [1].

آلیاژهای آلومینیم گروه 7xxx بالاترین توانایی را برای پیرسخت شدن دارند و قابلیت جوش پذیری خوبی دارند از این آلیاژهای برای تسلیحات نظامی و سازه‌های هواپیما استفاده می‌شود همچنین برای کارهایی که نیاز به چقرمگی شکست زیاد همراه با کاهش وزن مخصوص دارند بکار می‌روند [1]. برای تعیین تمایل ماده به رفتار ترد از انواع مختلف آزمایش ضربه استفاده می‌شود و تفاوت‌هایی را بین مواد مشخص می‌کند که در آزمایش کشش قابل مشاهده نیست و با استفاده از آزمایش ضربه شارپی با شیار V شکل می‌توان آزمایش مطمئنی برای شکست ترد انجام داد و از نتایج آن می‌توان مقدار انرژی جذب شده برای شکست را برحسب ژول بدست آورد [4,5].

از بررسی سطح شکست مقدار ترد یا نرم بودن و یا مخلوطی از هر دو را می‌توان به‌صورت درصد تخمین زد. آزمایش ضربه شارپی به‌طور وسیعی بر روی آلیاژهای آهنی صورت گرفته است اما برای آلیاژهای سبک بطور گسترده کار نشده است. خواص مکانیکی آلیاژهای آلومینیم با توجه به تغییر دما رفتار متفاوتی از خود نشان می‌دهند از آزمایش ضربه در دماهای مختلف می‌توان به محدوده دمای انتقالی آلیاژهایی که دارای دمای انتقالی هستند پی‌برد، همچنین می‌توان مقدار نرمی

توجه به جهات نورد مورد نیاز تهیه گردید (شکل ۱). جهت طولی نورد در امتداد محور  $x$  و جهت عرضی طویل در امتداد محور  $y$  و جهت عرضی کوتاه در امتداد محور  $z$  یا همان ضخامت نمونه است که شیار در راستای امتداد محور  $x$  است و حالت چهارم جهت عرضی کوتاه با این تفاوت که شیار در راستای محور  $y$  ها است و با علامت  $D$  مشخص گردیده است.



شکل ۱ نمایش جهات تهیه نمونه با توجه به جهت شیار و جهت نورد

برای انجام آزمایش ضربه از استاندارد ASTM E23 استفاده گردیده است [8]. دماهای آزمایش یخ خشک ( $-60^{\circ}\text{C}$ )، صفر درجه، دمای محیط و آب جوش انتخاب شدند. قبل از شروع آزمایش ابتدا یک بار آزمایش ضربه را بدون قرار دادن نمونه جهت بدست آوردن انرژی صرف شده جهت اصطکاک هوا و یاتاقان‌های دستگاه انجام داده سپس آزمایش ضربه را برای هر یک از نمونه‌ها انجام داده و مقدار انرژی ضربه را با توجه به شرایط دستگاه و انرژی اولیه و نهائی آن محاسبه گردید. در نهایت مقطع شکست نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفتند.

نمونه را با توجه به درصد انبساط جانبی نمونه طی شکست بدست آورد [4,5]. پارامتر مهم دیگری که از آزمایش ضربه می‌توان بدست آورد ارتباط آن با چقرمگی شکست است که با توجه به مشکل بودن آزمایش چقرمگی شکست می‌توان از آزمایش ضربه شاریپی استفاده نمود [6,7].

### روش انجام آزمایش

برای انجام آزمایش از ورق آلومینیم نورد سرد شده AA6061 و AA7020 با جهت نورد مشخص و ضخامت  $10\text{mm}$  استفاده شد. قبل از شروع آزمایش آنالیز آن مشخص گردید (جدول ۱) و با نمونه استاندارد تطبیق داده شد (جدول ۲)؛ سپس نمونه‌ها با توجه به جهات نورد مشخص مورد نیاز به ابعاد  $55 \times 10 \times 10\text{mm}$  برش و ماشین‌کاری شدند. قبل از ایجاد شیار روی نمونه‌ها کلیه نمونه‌ها تحت سیکل عملیات حرارتی رسوب سختی قرار گرفتند برای انجام رسوب سختی ابتدا برای عملیات انحلال نمونه‌های AA7020 در دمای  $475^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت در کوره قرار گرفتند نمونه‌های AA6061 در دمای  $530^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت در کوره قرار گرفتند و سپس در آب سرد کوئنچ شدند و برای عملیات پیرسازی به صورت مصنوعی قطعات در دمای  $150^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۲ ساعت قرار گرفتند. هدف از سیکل عملیات حرارتی فوق به دست آوردن حداکثر سختی نبوده است زیرا برای بررسی شکست نیاز به سختی همراه با انعطاف پذیری است. سختی نمونه‌های عملیات حرارتی شده با روش برنیل با ساچمه به قطر  $5\text{mm}$  و نیروی اعمالی  $125$  کیلوگرم اندازه‌گیری شد، سپس شیارهایی به عمق  $2\text{mm}$  و شعاع انتهائی  $0.25\text{mm}$  با زوایای  $30^{\circ}$ ،  $45^{\circ}$  و  $60^{\circ}$  درجه با

جدول ۱ ترکیب شیمیائی آلیاژ آلومینیم AA6061 و AA7020 مورد آزمایش (براساس درصد وزنی)

آلیاژ	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Ni	Al
AA7020	0.20	0.23	0.16	0.086	1.065	4.58	0.04	0.21	0.017	باقیمانده
AA6061	0.57	0.16	0.017	0.029	0.426	0.01	0.007	0.001	0.001	باقیمانده

جدول ۲ خواص مکانیکی استاندارد آلیاژ آلومینیم AA6061 و AA7020

آلیاژ	UTS $\text{N/mm}^2$	YS $\text{N/mm}^2$	El %	E $\text{N/mm}^2$	Tm $^{\circ}\text{C}$	$\rho\text{ g/cm}^3$	BHN
7020-T6	370	290	15	71500	615	280	117
6061-T6	230	180	14	61900	600	270	117

## نتایج و بحث

مقدار سختی حاصل آلیاژهای آلومینیم برای آلیاژ AA7020 برابر 109 HB و برای آلیاژ AA6061 برابر 65HB بدست آمده است. برای هریک از نمونه‌ها انرژی ضربه محاسبه و مقدار انرژی اصطکاک از آنها کم شده و نتایج آن در جداول (۳) و (۴) ارائه شده است.

در جهت X (طول نورد) مقدار انرژی ضربه حداقل است. در آزمایش ضربه شاریبی نیرو در امتداد جهت شیار اعمال می‌شود. در این حالت نیرو در جهت طولی دانه‌های کشیده شده طی نورد سرد اعمال می‌شود و شیار نیز در همان جهت می‌خواهد به رشد خود ادامه دهد (شکل ۲). به همین دلیل با کمترین مقدار انرژی نسبت به حالت‌های دیگر شکست صورت می‌گیرد. در این مرحله جوانه‌زنی و رشد ترک در امتداد مرزهای طولی انجام می‌شود و موانع بازدارنده از ادامه شکست کم است.

همان‌طورکه در نتایج سطح شکست مشخص گردید در

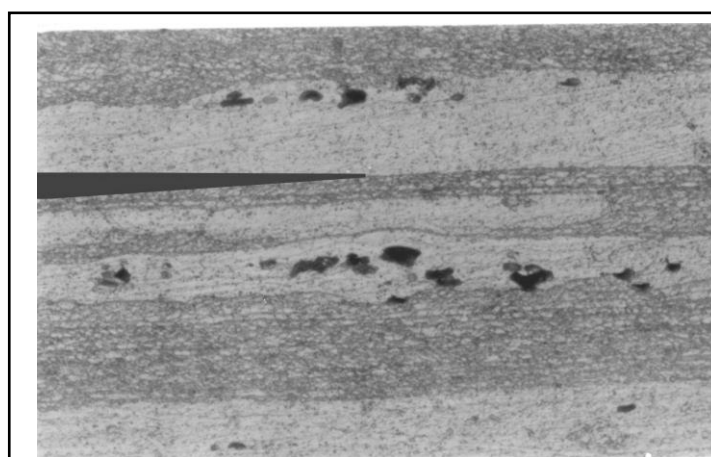
این حالت نمونه‌ها به صورت صاف می‌شکنند (جدول ۳ و ۴). در شکست مسطح شرایط کرنش صفحه‌ای حاکم است و مقدار انرژی کمتری جهت شکست صرف می‌شود. در این جهت در هنگام شکست روی نمونه‌ها ترک‌های ثانویه بوجود نمی‌آید (جداول ۶ و ۵). مقدار درصد انبساط جانبی نیز در این جهت مقدار کمی است (جداول ۳ و ۴) و در این حالت مقدار شکست نرم به صورت برشی در لبه‌های نمونه نیز نسبت به دیگر جهات کمتر است (جداول ۶ و ۵). حال اگر همین نمونه را با آزمایش چقرمگی شکست مقایسه نماییم، مشابه حالت T-L یا حالت I برای آزمایش چقرمگی شکست K<sub>IC</sub> می‌شود. در این صورت نیروی اعمالی در جهت عمود بر وجوه شیار است (جهت Y) ولی شیار می‌خواهد در جهت X یا همان جهت طولی (مرزدانه) نورد به رشد خود ادامه دهد، در نتیجه مقدار انرژی صرف شده چقرمگی شکست برای این حالت دارای مقدار متوسطی نسبت به دیگر جهات است [9-12].

جدول ۳ نتایج درصد شکست نرم و درصد انبساط جانبی به صورت لبه‌های برشی نمونه‌های آزمایش ضربه آلیاژ آلومینیم AA 7020 در جهات و دما و زاویه شیار مختلف

زاویه شیار (°)	دمای آزمایش (°C)	درصد شکست نرم				درصد انبساط جانبی				انرژی شکست (J)			
		X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X (C)	Y(A)	(E) Z	D(B)
30	-60	46.45	61.5	28	30	5	7	7	10	21	30	40	73
	0	44.75	64	28	20	7	5	9	7	22	26	41	77
	25	40.5	60.25	32	30	5	7	10	14	23	27	42	66
	100	48.85	49.62	30	32	6	7	20	10	24	28	43	61
45	-60	48.8	63.02	32	26	6	7	8	11	29	35	39	73
	0	49.6	68.15	36	24	6	9	8	12	30	38	41	76
	25	52	64.25	32	26	7	6	7	13	33	41	42	68
	100	50.5	56.5	42.25	28	5	8	7	11	35	43	43	56
60	-60	48.85	64.47	28	26	5	6	9	9	28	30	39	74
	0	47.2	47.5	34	26	5	8	8	10	29	33	40	75
	25	43.12	61.57	24	28	4	7	8	14	31	40	42	70
	100	45.6	44	42.25	28	5	9	7	12	33	45	45	62
90	-60	34.45	65	38	28	5	9	9	13	26	29	38	62
	0	45.55	52	36	26	7	7	8	11	29	34	39	65
	25	42.4	50.7	32	36	5	8	7	12	30	37	44	55
	100	51.2	59.5	41.35	30	8	8	9	10	34	39	47	51

جدول ۴ نتایج درصد شکست نرم و درصد انبساط جانبی به صورت لبه‌های برشی نمونه‌های آزمایش ضربه آلیاژ آلومینیم AA6061 در جهات و دما و زاویه شیار مختلف

زاویه شیار (°)	دمای آزمایش (°C)	درصد شکست نرم			درصد انبساط جانبی			انرژی شکست (J)		
		X (C)	Y (A)	Z (E)	X(C)	Y(A)	(E) Z	X (C)	Y (A)	Z (E)
30	-60	66.5	67.62	76.25	18	20	20	45	47	50
	0	64	69.37	65	19	18	14	47	48	52
	25	70	69.37	58.75	19	18	5	51	52	53
	100	71.12	38.72	81.25	19	16	14	52	53	55
45	-60	69.37	70.75	75.6	16	17	13	39	40	41
	0	65	61.75	91.25	17	18	8	43	44	45
	25	71.5	59	68.65	20	18	10	47	49	49
	100	60.62	53.25	81.25	16	16	10	50	50	51
60	-60	74.5	90.5	61.75	15	17	4	38	39	40
	0	76.25	68.5	72.25	11	13	22	40	41	42
	25	74.5	73.75	67.62	20	19	18	41	43	44
	100	72.5	66.75	72	12	22	14	44	45	46
90	-60	58.37	61.75	56.5	13	19	10	36	37	40
	0	73.75	76.25	32	18	20	20	38	39	43
	25	91.25	78.12	51.87	23	11	14	39	40	44
	100	47.5	38	73.75	19	16	16	40	45	47



شکل ۲ ساختار متالوگرافی شده نمونه شکسته و ترک‌دار در امتداد محور طولی نورد

جدول ۵ میانگین نوع شکست، عمق ترک برحسب میلی‌متر و جهات ترک‌دار نمونه‌های آزمایش ضربه آلیاژ آلومینیم AA ۷۰۲۰ در جهات و دما و زاویه شیار مختلف (ص = صاف، م = مورب، × = ترک ندارد، √ = ترک دارد)

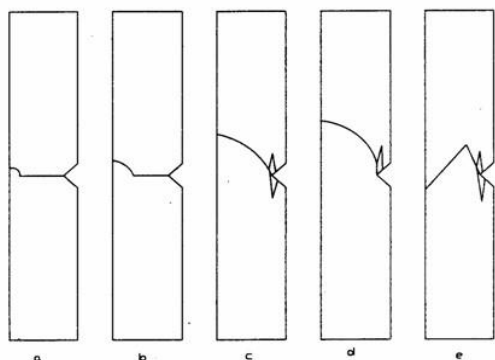
زاویه شیار (°)	دمای آزمایش (°C)	ترک دارشدن				نوع شکست			
		X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)	X(C)	Y(A)	(E) Z	D(B)
30	-60	×	×	دوطرف 1.5	دوطرف 3	ص	ص	م	م زیاد
	0	×	×	دوطرف 3	دوطرف 6	ص	ص	م	م
	25	×	×	یک طرف 2	دوطرف 5	ص	ص	م	م زیاد
	100	×	×	یک طرف 1	یک طرف 3	ص	ص	م	م زیاد
45	-60	×	×	یک طرف 2	دوطرف 4	ص	ص	م	م زیاد
	0	×	×	یک طرف 1.5	دوطرف 3	ص	ص	م	م
	25	×	×	×	دوطرف 3.5	ص	ص	م	م زیاد
	100	×	×	یک طرف 1	یک طرف 3	ص	ص	م	م
60	-60	×	×	یک طرف 1.5	دوطرف 4.5	ص	ص	م	م زیاد
	0	×	×	یک طرف 2	دوطرف 4.5	ص	ص	م	م زیاد
	25	×	×	دوطرف 2	دوطرف 3	ص	ص	م	م زیاد
	100	×	×	یک طرف 1	دوطرف 1.5	ص	ص	م	م زیاد
90	-60	×	×	×	دوطرف 3.5	ص	م کم	م	م زیاد
	0	×	×	یک طرف 2	دوطرف 4.5	ص	ص	م	م زیاد
	25	×	×	یک طرف 1.5	دوطرف 2.5	ص	ص	م	م زیاد
	100	×	×	یک طرف 1	یک طرف 1.5	ص	ص	م	م زیاد

جدول ۶ میانگین نوع شکست، عمق ترک برحسب ملیمتر و جهات ترک دارنمونه‌های آزمایش ضربه آلیاژ آلومینیم AA ۶۰۶۱ در جهات و دما و زاویه شیار مختلف

زاویه شیار (°)	دمای آزمایش (°C)	ترک دارشدن			نوع شکست		
		X(C)	Y(A)	(E) Z	X(C)	Y(A)	(E) Z
30	-60	×	×	√	ص	م کمی	م
	0	×	×	√	ص	ص	م
	25	×	×	√	ص	م	م کم
	100	×	×	√	ص	م کمی	م کمی
45	-60	×	×	√	ص	ص	م
	0	×	×	√	ص	ص	م
	25	×	√	√	ص	ص	م
	100	×	√	×	ص	ص	م
60	-60	×	√	√	ص	م	ص
	0	×	×	√	م	م	م
	25	×	√	√	م	ص	م
	100	×	×	√	م	ص	م
90	-60	×	×	√	ص	ص	م
	0	×	√	√	م	ص	م
	25	×	×	√	م	ص	م
	100	×	×	√	ص	ص	م



شیار در امتداد محور Y و دانه های عرضی است. در این حالت بیشترین مقدار انرژی جذب شده را بدست آورده است. نمونه های درجهت (Z) شیار در امتداد جهت طولی نورد است و در نمونه های (D) عمود بر جهت طولی نورد است. شکست در این شرایط ابتدا تمایل دارد که در امتداد رسوبات و دانه های کشیده شده درجهت نورد شروع شود ولی جهت نیرو عمود بر آن است و به همین خاطر در ابتدا روی نمونه ها ترک های ثانویه در امتداد رسوبات بوجود می آید و در ادامه مسیر شکست به صورت مورب رشد می کند و باعث می شود که انرژی زیادی جهت شکست صرف شود. شماتیک مسیر شکست نمونه ها در شکل (۳) آمده است. در شکست به صورت مورب احتمالاً برای ایجاد شکست چقرمه تر شرایط تنش صفحه ای ارجحیت دارد. شکست نمونه ها در این شرایط دارای کمترین مقدار شکست نرم به صورت برشی در لبه های نمونه است و مقدار درصد انبساط جانبی در این حالت بیشتر از حالت های قبل است.



شکل ۳ شماتیک مسیر شکست با توجه به جهت نورد. (a) درجهت X، (b) درجهت Y، (c) درجهت Z و D، (d) درجهت Z و (e) درجهت D

ترتیب افزایش انرژی جذب شده جهت شکست به صورت  $X - Y - Z - D$  است. اما مقدار چقرمگی شکست در این حالت (S-T) که در امتداد ضخامت نمونه یا همان محور Z باشد دارای حداقل مقدار است. در این حالت شیار در بین ضخامت نمونه است و نیرو در امتداد محور Z و عمود بر وجوه شیار است، شکست به راحتی در بین لایه های نورد شده صورت می گیرد. برای آزمایش چقرمگی شکست در حالت S-T نیز مانند آزمایش ضربه در امتداد محور Z شیار می تواند به دو صورت قرار گیرد، یکی در امتداد دانه های طولی و دیگری در جهت عرض دانه ها (Y).

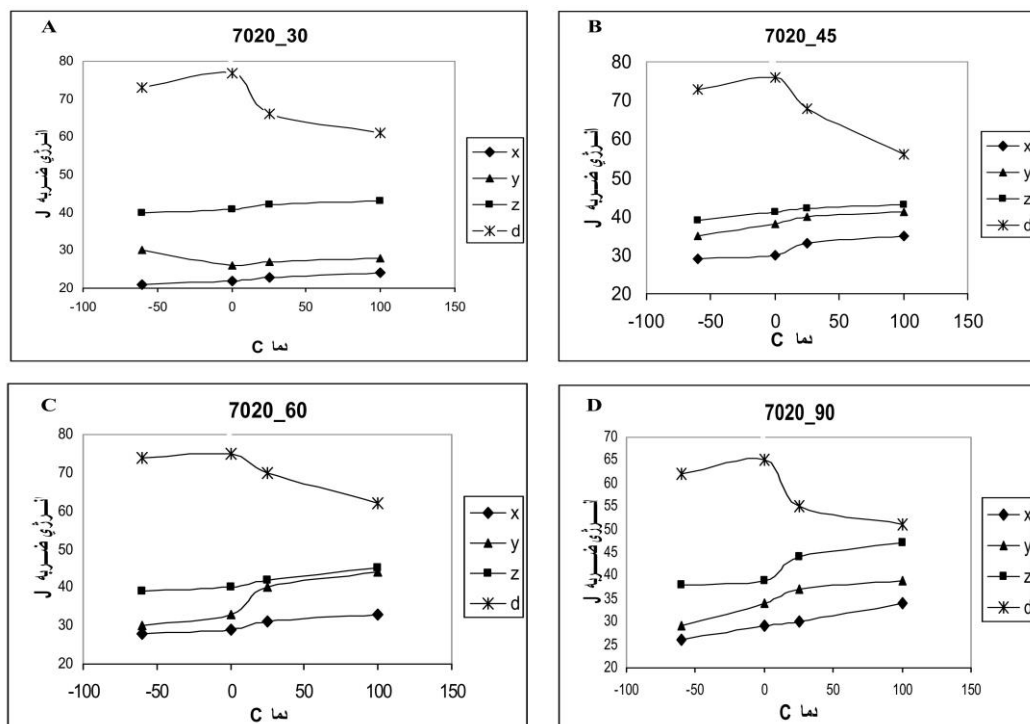
آزمایش ضربه درجهت محور Y یا همان محور عرضی مقدار انرژی بیشتری را نسبت به حالت X جذب کرده است. در نمونه های با جهت محور Y شیار در جهت عمود بر دانه های طولی (جهت نورد) است و جهت اعمال نیرو نیز در همان جهت (Y) است. در چنین حالتی شیار می خواهد در امتداد خود (محور Y) یعنی عمود بر مرزهای طولی دانه رشد کند و باید از مرزهای بیشتری عبور کند و نیاز به انرژی بیشتری دارد. در نتیجه دیده می شود که مقدار انرژی جذب شده در این حالت (جهت محور Y) بیشتر از حالت قبل (جهت محور X) است.

سطح شکست این نمونه ها همان گونه که در شکل (۴) به صورت شماتیک رسم شده است، مقداری از مسیر مستقیم شکست منحرف می شود و یک برجستگی در انتهای مسیر شکست بوجود می آید. به عبارتی چنین می توان گفت که در سطوح شکست به صورت مخلوط مقادیر انرژی جهت شکست در حد متوسط است. در این جهت مورد آزمایش در طی شکست ترک های ثانویه مشاهده نشده است و مقدار شکست نرم به صورت برشی در لبه های نمونه زیاد است. حال اگر چنین نمونه ای با آزمایش چقرمگی شکست مقایسه شود، تحت این شرایط دیده می شود که نیروی اعمالی در جهت محور X (طولی نورد) است ولی شیار می خواهد در جهت عرضی به رشد خود ادامه دهد پس در نهایت ماکزیمم مقدار انرژی چقرمگی شکست را دارد [13-18].

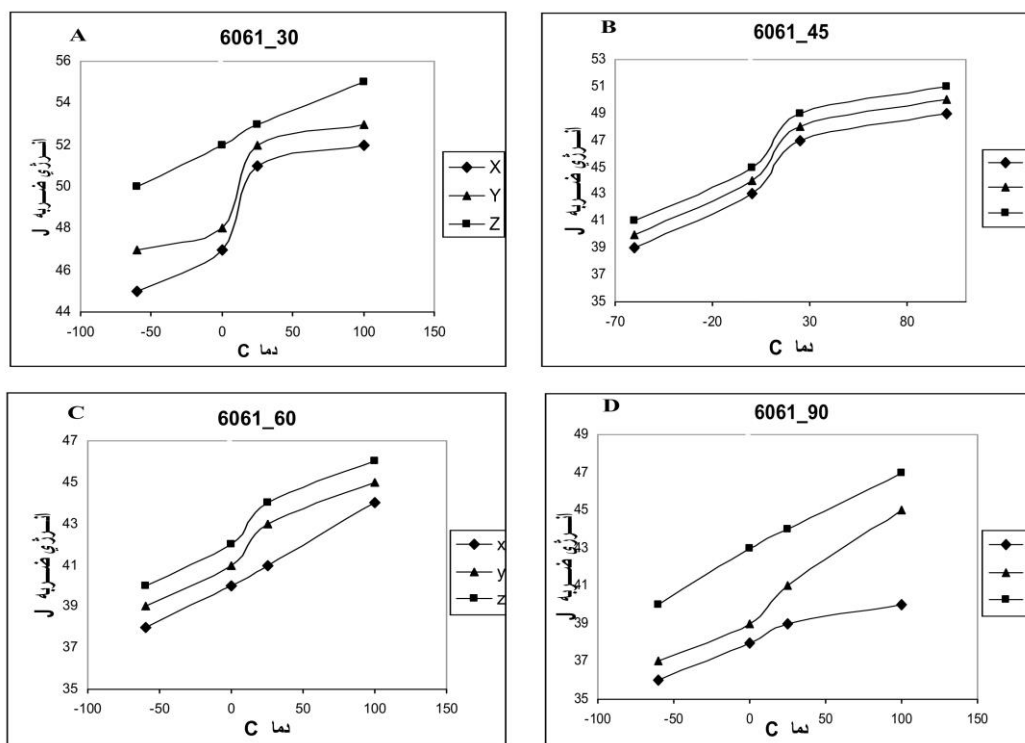
حالت سوم آزمایش ضربه در امتداد محور Z یا همان جهت عرضی کوتاه (S-T) که ضخامت نمونه باشد انجام گرفته است. در این حالت شیار در امتداد لایه های فشرده نورد سرد شده است و جهت اعمال نیرو نیز در امتداد جهت شیار است. مقدار انرژی جذب شده برای شکست بیشتر از دو حالت قبل است (جهت X و جهت Y). اما در این حالت شیار به دو صورت می تواند قرار گیرد، یکی در جهت طولی نورد، که نام آن را Z گذاشته و در نمونه دیگر شیار در امتداد محور Y قرار گرفته است که نام آن D قرار داده شده است. در نمونه Z شکست در جهت ضخامت نمونه یا همان لایه های فشرده صورت می گیرد ولی امتداد شیار و شکست در امتداد مرزهای طولی نورد شده از بین لایه های نورد شده است. مقدار انرژی صرف شده در این حالت بیشتر از نمونه های قبل است (X و Y). اما در نمونه D علاوه بر اینکه شکست در امتداد جهت ضخامت نمونه است،

منحنی‌های انرژی ضربه براساس دما و جهت نورد با زاویه شیار مشخص شکل‌های (۴) و (۵) رسم گردیده است. همچنین در شکل (۶) تصویر سه بعدی ساختار میکروسکوپی آلیاژ آلومینیم AA7020 با توجه به جهت نورد، برای مشخص شدن دانه‌های طولی و رسوبات کشیده شده ارائه شده است. با افزایش استحکام تسلیم، چقرمگی شکست کاهش می‌یابد و یا می‌توان گفت با افزایش استحکام تردی بیشتر می‌شود و شکست در انرژی‌های پایین تر صورت می‌گیرد. در آلیاژ آلومینیم AA6061 با توجه به پایین بودن استحکام و بالا بودن نرمی مقدار انرژی جذب شده جهت شکست زیاد است و همچنین با افزایش استحکام و کاهش نرمی در آلیاژ AA7020 مقدار انرژی جذب شده جهت شکست کاهش یافته است. همچنین می‌توان گفت آلیاژهای با استحکام پایین و نرمی زیاد برای آزمایش ضربه مناسب نیستند در طی آزمایش ضربه تغییر شکل پلاستیک زیادی از خود نشان می‌دهند. در آلیاژ آلومینیم AA6061 در طی شکست ترک‌های ثانویه خیلی کمی بوجود آمده است اما در آلیاژ AA7020 ترک‌های زیادتر و عمیق تری مشاهده شده است. همچنین درصد انبساط جانبی آلیاژ AA6061 بیشتر از (حدود دو برابر) آلیاژ AA7020 است.

با افزایش دما استحکام تسلیم کاهش می‌یابد و همچنین مقدار درصد افزایش طول زیاد می‌شود. با کاهش استحکام و افزایش درصد ازدیاد طول در دماهای بالا، مقدار انرژی جذب شده برای شکست افزایش می‌یابد. همانطور که مشخص است از تردی قطعه کاسته می‌شود و شکست به صورت نرم صورت می‌گیرد و انرژی زیادی جهت شکست صرف می‌شود. در دماهای خیلی پایین مقدار درصد ازدیاد طول تغییر نمی‌کند و همچنین تغییر زیادی در انرژی جذب شده جهت شکست صورت نمی‌گیرد. آلیاژهای آلومینیم دمای انتقالی مشخصی ندارند و با کاهش دما، در دماهای پایین رفتار انتقالی آنها به مقدار کمی تغییر می‌کند. با افزایش استحکام در آلیاژهای آلومینیم، با تغییر دما رفتار انتقالی از خود نشان می‌دهند. در اغلب نمونه‌های آزمایش با افزایش دما مقدار انرژی ضربه افزایش یافته است. در آزمایش ضربه آلیاژهای AA7020 در جهت D و در دمای  $100^{\circ}\text{C}$  مقداری کاهش انرژی ضربه مشاهده می‌شود، در صورتیکه در حالت معمول با افزایش دما مقدار انرژی ضربه افزایش می‌یابد. البته ترک‌های ثانویه بوجود آمده در حین شکست در جهت D دارای بیشترین مقدار بوده و در امتداد رسوبات طولی هستند. برای بهتر مشخص شدن تاثیر دما،

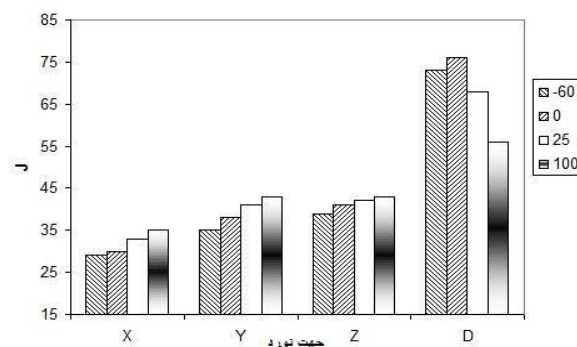


شکل ۴ (الف) رسم منحنی‌های انرژی ضربه براساس دما آلیاژهای آلومینیم AA7020 با توجه به جهات نورد زاویه شیار. (a) زاویه شیار ۳۰ درجه و (b) زاویه شیار ۴۵ درجه و (c) زاویه شیار ۶۰ درجه، (d) زاویه شیار ۹۰ درجه

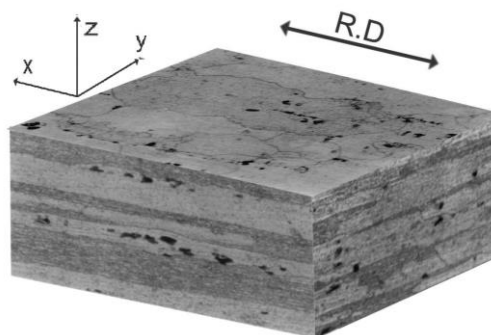


شکل ۴ (ب) رسم منحنی‌های انرژی ضربه براساس دما آلیاژهای آلومینیم AA6061 با توجه به جهات نورد و زاویه شیار. (a) زاویه شیار ۳۰ درجه و (b) زاویه شیار ۴۵ درجه و (c) زاویه شیار ۶۰ درجه و (d) زاویه شیار ۹۰ درجه

اغلب سطوح شکست در نمونه‌های AA6061 به صورت تخت است و تعداد کمی به صورت مورب شکسته شدند، البته زاویه شکست در آنها کمتر از آلیاژ AA7020 است. در آلیاژهای AA6061 درصد شکست نرم به صورت برشی در لبه‌های نمونه بیشتر از آلیاژ AA7020 است. نقش ذرات بسیار ریز در رابطه با چقرمگی پیچیده است، زیرا هم تاثیر مثبت دارد و هم تاثیر منفی. وقتی ذرات باعث تاخیر تبلور مجدد و رشد دانه می‌شوند مفید هستند. رسوبات حاصل از پیرسازی آلیاژهای آلومینیم نیز حداقل دو نوع تاثیر بر روی چقرمگی دارند (ذرات تغییر شکل را کاهش و چقرمگی را افزایش می‌دهند). ذرات باعث ایجاد لغزش موضعی در خلال تغییر شکل پلاستیک مخصوصا در شرایط کرنش صفحه ای می‌شود که منجر به ایجاد لایه‌های لغزشی در جلو ترک در حال پیشروی می‌گردد. کرنش متمرکز شده و باعث ترک سریع در محل ترکیبات بین فلزی در جلوی ترک در حال رشد می‌گردد و باعث افت چقرمگی در بالاترین مقادیر استحکام می‌شود. در شرایط کم پیرسخت شده چقرمگی مقدار حداکثر خود را دارد. با ادامه پیرکردن تمایل بیشتری به شکست در مرز دانه وجود دارد. با تغییر (افزایش) زاویه شیار



شکل ۵ تاثیر جهت نمونه و دمای آزمایش روی انرژی ضربه آلیاژ آلومینیم AA7020 با زاویه شیار ۴۵ درجه



شکل ۶ ساختار متالوگرافی با توجه به جهت نورد

### نتیجه گیری

۱. در تمام زوایا و دماهای مورد آزمایش مقدار انرژی جذب شده در جهت D بیشترین مقدار را دارد. همچنین می‌توان گفت کمترین مقدار انرژی جذب شده در نمونه‌های در جهت X است و دیگر اینکه مقادیر انرژی ضربه به ترتیب در جهات D-Z-Y-X افزایش یافته است.
۲. افزایش زاویه شیار باعث تغییر نوع شکست به صورت نوع I می‌شود.
۳. اثر جهت در دماهای پایین خیلی مهم نیست زیرا تفاوت‌های خیلی بزرگ از خود نشان نمی‌دهند ولی در دماهای اتاق و بالاتر تغییرات عمده‌ای را با توجه به تغییر جهت از خود نشان می‌دهند.
۴. در بیشتر دماهای مورد آزمایش با افزایش زاویه شیار مقدار انرژی جذب شده کاهش می‌یابد و افزایش زاویه شیار باعث کاهش چقرمگی شکست می‌شود.
۵. در بیشتر زوایای شیار مورد آزمایش با افزایش دما مقدار انرژی جذب شده افزایش می‌یابد.

### لغت نامه

#### (Impact energy)

groove direction	انرژی ضربه
Shear failure	جهت شیار
Aluminum alloy	شکست برشی
ingot	آلیاژ آلومینیم
microstructure	شمش
Casting	ریزساختار
Toughness	ریخته گری
defeat	چقرمگی
temperature	شکست
failure soft	دما
crack	شکست نرم
Tensile strength	ترکی
aging	استحکام کششی
surface	پیرسازی
rolling	سطح نورد

مسیر شکست تغییر می‌کند و یا به عبارتی نوع بارگذاری تغییر می‌کند و در نتیجه باعث تغییر نوع شکست می‌شود. در اکثر نمونه‌های آلیاژ AA7020 شکست ترد غالب است و بارگذاری نوع I از اهمیت بیشتری برخوردار است و در آلیاژ AA6061 شکست اکثر نمونه‌ها به صورت مخلوط نرم و ترد است و بیانگر بارگذاری به صورت مخلوطی از انواع I /II /III است. همان‌گونه که در جدول‌های (۳) و (۴) آمده است در اغلب نمونه‌ها با افزایش زاویه شیار مقدار انرژی جذب شده جهت شکست کاهش یافته است. با توجه به جدول‌های (۶) و (۵) در تعدادی از نمونه‌هایی که روی آنها ترک ثانویه بوجود آمده، با افزایش زاویه شیار مقدار متوسط عمق ترک‌ها کاهش یافته است. از رسم منحنی‌های تاثیر هم‌زمان زاویه شیار و دمای آزمایش روی انرژی ضربه در تصاویر (۲) و (۳) و (۵) برای آلیاژهای AA7020 و AA6061، مشخص گردید که در زوایای شیار پایین و دماهای بالای آزمایش مقادیر انرژی جذب شده جهت شکست زیاد است.

با تغییر جهت نمونه‌ها به صورت X-Y-Z-D، مقطع شکست در جهت X به صورت صاف (تخت) است و در جهت Y مقدار خیلی کمی تغییر می‌کند و یک نوع کندگی در انتهای نمونه (مقابل شیار) مشاهده می‌شود. در نمونه‌های با جهت Z زاویه شکست به صورت مورب است و در بعضی از این نمونه‌ها ترک بوجود آمده است و در نمونه‌های با جهت D مقطع شکست به صورت مورب و در بعضی زاویه شکست زیاد است همچنین در اغلب نمونه‌ها ترک ثانویه وجود دارد. در اکثر نمونه‌ها مقدار شکست لبه‌های برشی در جهت D کمترین مقدار را دارد و بعد از آن در جهت Z و بعد از آن در جهت X است و بیشترین مقدار لبه‌های برشی در جهت Y دیده شده است. مقدار درصد انقباض جانبی در اکثر نمونه‌های در جهت D بیشترین مقدار است. در نمونه‌های با جهت Z در هنگام شکست در یک طرف نمونه ترک بوجود آمده است و میانگین عمق ترک mm ۲ است، اما در نمونه‌های در جهت D ترک در دو طرف نمونه بوجود آمده است و میانگین عمق ترک mm ۴ است. همچنین در این حالت مقدار عمق ترک با افزایش دما کاهش یافته است و با افزایش زاویه شیار نیز مقدار عمق ترک کاهش می‌یابد (شکل ۲).

## مراجع

- [1] D. Dumont, A. Deschamps, Y. Brechet, "On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 356, no. 1-2, pp. 326-336, 2003.
- [2] A. Lipski, S. Mroziński, "The effects of temperature on the strength properties of aluminium alloy 2024-T3," *acta mechanica et automatica*, vol. 6, no. 3, pp. 62-66, 2012.
- [3] W. A. N. G. Bo, X. H. Chen, F. S. Pan, J. J. Mao, F. A. N. G. Yong, "Effects of cold rolling and heat treatment on microstructure and mechanical properties of AA 5052 aluminum alloy," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, no. 8, pp. 2481-2489, 2015.
- [4] M. Tajally, E. Emadoddin, "Mechanical and anisotropic behaviors of 7075 aluminum alloy sheets," *Materials & Design*, vol. 32, no. 3, pp. 1594-1599, 2011.
- [5] C. Mondal, A. K. Singh, A. K. Mukhopadhyay, K. Chattopadhyay, "Effects of different modes of hot cross-rolling in 7010 aluminum alloy: Part II. Mechanical properties anisotropy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 2764-2777, 2013.
- [6] J. Champlin, J. Zarkrajsek, T.S. Srivatsan, P.C. Lam, M. Manoharan, "Influence of notch severity on the impact fracture behavior of aluminum alloy 7055," *Materials and Design*, vol. 20, pp. 331-341, 1999.
- [7] O. Engler, M. Crumbach, S. Li, "Alloy-dependent rolling texture simulation of aluminium alloys with a grain-interaction model," *Acta materialia*, vol. 53, no. 8, pp. 2241-2257, 2005.
- [8] ASTM Standard E23-96, "Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials," ASTM, Philadelphia, PA, USA, 1998.
- [9] R. Vignjevic, N. K. Bourne, J. C. F. Millett, T. De Vuyst, "Effects of orientation on the strength of the aluminum alloy 7010-T6 during shock loading: Experiment and simulation," *Journal of applied physics*, vol. 92, no. 8, pp. 4342-4348, 2002.
- [10] J. Kraner, P. Fajfar, H. Palkowski, G. Kugler, M. Godec, I. Paulin, "Microstructure and texture evolution with relation to mechanical properties of compared symmetrically and asymmetrically cold rolled aluminum alloy," *Metals*, vol. 10, no. 2, pp. 156, 2020.
- [11] K. O. Pedersen, T. Børvik, O. S. Hopperstad, "Fracture mechanisms of aluminium alloy AA7075-T651 under various loading conditions," *Materials & Design*, Vol. 32, no.1, pp. 97-107, 2011.
- [12] M. Tajally, Z. Huda, H. H. Masjuki, "A comparative analysis of tensile and impact-toughness behavior of cold-worked and annealed 7075 aluminum alloy," *International journal of impact engineering*, vol. 37, no. 4, pp. 425-432, 2010.
- [13] F. Goli, R. Jamaati, "Effect of strain path during cold rolling on the microstructure, texture, and mechanical properties of AA2024 aluminum alloy," *Materials Research Express*, vol. 6, no. 6, pp. 066514, 2019.
- [14] L. Zhang, Y. Wang, X. Yang, K. Li, S. Ni, Y. Du, M. Song, "Texture, microstructure and mechanical properties of 6111 aluminum alloy subject to rolling deformation," *Materials Research*, vol. 20, pp. 1360-1368, 2017.
- [15] S. K. Panigrahi, R. Jayaganthan, "Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 492, no.1-2, pp. 300-305, 2008.

- [16] C. K. Moy, M. Weiss, J. Xia, G. Sha, S. P. Ringer, G. Ranzi, "Influence of heat treatment on the microstructure, texture and formability of 2024 aluminium alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 552, pp. 48-60, 2012.
- [17] W. M. Lee, M. A. Zikry, "Microstructural characterization of a high-strength aluminum alloy subjected to high strain-rate impact," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 42, pp. 1215-1221, 2011.





Ferdowsi University  
of Mashhad

# Journal of Metallurgical and Materials Engineering


<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel  
Society of Iran

## Investigating the Performance of Amorphous W/WN Bilayer as a Cu Diffusion Barrier in Si\*

Research Article

Somayeh Asgary<sup>1</sup> , Amir Hoshang Ramezani<sup>2</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2024.79637.1085

### 1- Introduction

Since the advent of the integrated circuit about 60 years ago, aluminum and silicon dioxide have been widely used as conductors and insulators, respectively, for the construction of microprocessors. With the increase in technical demands, the continuous reduction of chip dimensions and the explosive increase in the number of transistors in microprocessors led to the growth of the so-called gate delays. As the temperature increases, the behavior of the connectors will be very important as an important factor in determining the speed of the performance of the circuit. Therefore, choosing the most suitable material for internal connections is very necessary. To increase the speed and performance of microprocessors, it was suggested to use copper instead of aluminum. Because copper has a lower electrical resistance than aluminum. The time constant in silicon/aluminum oxide must be extremely low to increase the speed of the electronic component. The time constant is significantly reduced by substituting copper instead of aluminum, which will improve the efficiency of the circuit. In addition, much thinner copper lines can carry the same amount of current as aluminum. These interesting properties of copper reduce the operating voltage and improve the efficiency of the electronic component. But in spite of all the advantages of using copper, its rapid diffusion into silicon or silicon oxide and the formation of copper silicide insulating material creates major problems in the performance of the part. Therefore, to use copper instead of aluminum in electrical connections between electronic devices in microprocessors, it seems necessary to use a thin layer as a barrier layer. In this research, the thermal stability of the amorphous layer of tungsten/tungsten nitride as a barrier layer of copper diffusion to silicon or silicon oxide was studied. These layers are of great interest due to their low electrical resistance and the ability to form amorphous structures.

### 2- Experimental

A direct current power supply is used to generate the electrical current and voltage required to heat the tungsten filament. The gas inside the storage chamber was first evacuated by a

mechanical pump and when the base pressure in the vacuum chamber reached  $1 \times 10^{-6}$  torr, nitrogen gas was directed into the chamber at a standard constant rate of  $50 \text{ cm}^2/\text{min}$  until the total pressure was  $1 \times 10^{-2}$  torr will arrive. A thin layer of tungsten nitride with a thickness of approximately 35 nm was deposited on the silicon oxide substrate. Nitrogen decomposes into nitrogen atoms as a result of proximity to the hot tungsten filament, and tungsten deposits are deposited on the silicon/silicon oxide substrate during the reaction with nitrogen atoms. After the deposition of the tungsten layer, a thin layer of copper with a thickness of about 100 nm was deposited on the previous layers using a cylindrical magnetic sputtering method with direct current.

### Results and Discussion

Using the X-ray diffraction pattern, the breakdown temperature of the diffusion barrier layers is determined by disappearance of the copper (111) peak and the appearance of copper silicide peaks. The X-ray diffraction patterns of the samples after annealing at different temperatures are shown in Figure 1. In the amorphous structure, there is no grain boundary that provides a direct path for copper diffusion and because of this, copper diffusion will be slower. Based on the obtained results, the breakdown temperature of the amorphous diffusion barrier layer of tungsten/tungsten nitride is about  $800^\circ\text{C}$ . It seems that the temperature stability of this layer prevents diffusion, probably due to the diffusion of small nitrogen molecules into the grain boundaries of the tungsten layer.

\*Manuscript received: November 17, 2022, Revised: November 4, 2023, Accepted January 24, 2024.

<sup>1</sup> Corresponding author: Assistant Professor, Department of Physics, Islamic Azad University, West Tehran Branch, Tehran, Iran.

Email: sima198124@yahoo.com

<sup>2</sup> Assistant Professor, Department of Physics, Islamic Azad University, West Tehran Branch, Tehran, Iran

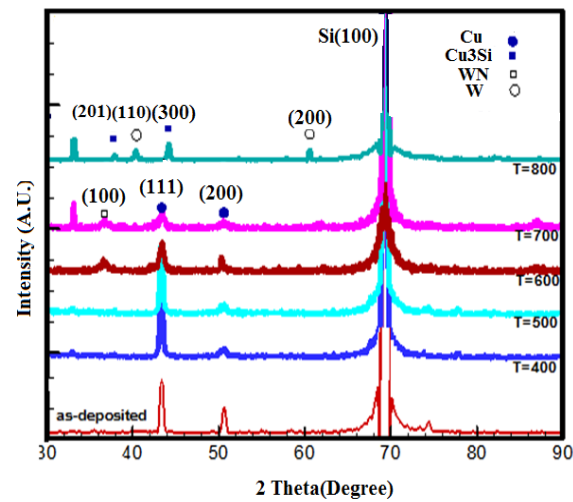


Figure 1-X-ray diffraction pattern of Si/SiO<sub>2</sub>/WN/W/Cu layer after heating at different temperatures.

### 5- Conclusion

In this study, the thermal stability of amorphous W/WN layer was investigated as a barrier layer for Cu diffusion to silicon. According to X-ray diffraction results, the W/WN diffusion barrier layer is stable up to 800°C and fails at a higher temperature, which is due to the crystallization of the amorphous structure of this double barrier layer at higher temperatures.



بررسی عملکرد لایه دوتایی WN/W با ساختار نامنظم به عنوان لایه مانع نفوذ Cu در Si\*

مقاله پژوهشی

امیر هوشنگ رمضانی<sup>(۱)</sup>

سمیه عسگری<sup>(۱)</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2024.79637.1085

**چکیده** لایه تنگستن/ نیتريد تنگستن با ساختار نامنظم به روش تبخیر گرمایی روی زیر لایه اکسید سیلیکون/ سیلیکون انباشت شد. بررسی پایداری گرمایی این لایه دوتایی در دماهای مختلف از طریق پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و پراب چهار نقطه‌ای انجام شد. بر اساس نتایج پراش اشعه ایکس، تشکیل فاز سیلیسید مس در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، نشان دهنده نفوذ مس از درون لایه تنگستن/ نیتريد تنگستن است. تشکیل فاز عایق سیلیسید مس، افزایش ناگهانی مقاومت الکتریکی (۲۱۲ اهم / سانتیمتر مربع) را در پی داشت که نشان دهنده مختل شدن کارایی لایه مانع نفوذ تنگستن/ نیتريد تنگستن می باشد. نفوذ مس در سیلیکون، اغلب از طریق مرز دانه های ناخواسته ای است که در مراحل گرمادهی لایه تنگستن/ نیتريد تنگستن با تغییر ساختار لایه مانع نفوذ از فاز نامنظم به بس بلوری رخ داده است و در نتایج پراش اشعه ایکس به خوبی نشان داده شده است. در دماهای بالا، تصویر میکروسکوپ الکترونی، شکستگی، ترک و پوسته شدن سطح لایه مس را نشان داده است که به دلیل ایجاد استرس گرمایی در بین سطوح مانع نفوذ/ مس و یا حجم لایه ها بوجود می آید.

**واژه‌های کلیدی** لایه مانع نفوذ، نفوذ از طریق مرز دانه، سیلیسید مس، WN/W

Investigating the Performance of Amorphous W/WN Bilayer as a Cu Diffusion Barrier in Si

Somayeh Asgary

Amir Hoshang Ramezani

**Abstract** Tungsten/tungsten nitride bilayer with amorphous structure was deposited on the silicon / silicon oxide substrate by high vacuum thermal evaporation method. To investigate the thermal stability of this bilayer as a diffusion barrier layer, the Cu/W /WN/SiO<sub>2</sub>/Si multilayer was heated at different temperatures and the results were analyzed using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and four-point probe (FPP) methods. According to the XRD results, formation of the copper silicide at 800° C indicates diffusion of copper from the W/WN bilayer in the Si. The formation of a Cu<sub>3</sub>Si with insulation phase leads to a sudden increase in electrical resistance (212 Ω /cm<sup>2</sup>) and will disrupt the performance of the W/WN barrier layer as a diffusion barrier. The diffusion of copper into silicon is often through undesirable grain boundaries that occur during the heating treatment of the W/ WN bilayer by changing its phase from amorphous to polycrystalline and shown in X-ray diffraction results. At high temperatures, the electron microscope image has shown fracture, cracking and flaking of the surface of the copper layer, which is caused by thermal stress between the penetration barrier/copper surfaces or the volume of the layers.

**Keywords** Diffusion barrier layer, Grain boundary diffusion, Cu<sub>3</sub>Si, W/WN.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۱/۸/۲۶ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۴ می باشد.

Email: sima198124@yahoo.com

(۱) نویسنده مسئول: استادیار، دانشکده فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران غرب، تهران، ایران

(۲) استادیار، دانشکده فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران غرب، تهران، ایران

## مقدمه

از زمان پیدایش مدار مجتمع (IC) در حدود ۶۰ سال پیش، آلومینیوم و دی اکسید سیلیکون ( $\text{SiO}_2$ ) به طور گسترده ای به عنوان مواد رسانا (اتصال دهنده) و عایق برای ساخت ریزپردازنده ها استفاده شده است. با افزایش تقاضاهای فنی، کاهش مداوم ابعاد تراشه ها و افزایش انفجاری تعداد ترانزیستورها در ریزپردازنده ها منجر به رشد به اصطلاح تاخیرهای گیت شد. بنابراین سرعت عملکرد بالاتر ریزپردازنده ها و افزایش چگالی جریان در تکنولوژی مدرن با توجه به افزایش گرمای تولید شده در آنها بسیار مهم است. با افزایش دما، رفتار اتصال دهنده ها به عنوان یک عامل مهم در تعیین سرعت و عملکرد سریعتر مدار، بسیار حائز اهمیت خواهد بود. بنابراین انتخاب ماده مناسبتر برای اتصالات درونی بسیار ضروری است [1].

برای افزایش سرعت و عملکرد ریزپردازنده ها پیشنهاد شد که از مس به جای آلومینیوم استفاده شود. چون مس دارای مقاومت الکتریکی پایینتری نسبت به آلومینیوم است (مقاومت الکتریکی مس حدود ۱/۷ پایینتر از مقاومت آلومینیوم است) [2,3]. ثابت زمانی در اکسید سیلیکون/ آلومینیوم باید به شدت پایین باشد تا سرعت قطعه الکترونیکی بالا رود. ثابت زمانی با جانشینی مس به جای آلومینیوم به طور قابل ملاحظه ای کاهش می یابد که بهبود کارایی مدار را در پی خواهد داشت [4]. علاوه بر این، خطوط بسیار باریکتر مس می تواند همان مقدار جریانی که آلومینیوم عبور می دهد را انتقال دهد. همچنین مس دارای مقاومت مهاجرت الکتریکی بهتری نسبت به آلومینیوم است که این خواص جالب مس موجب کاهش ولتاژ عملیاتی و کارایی بهتر قطعه الکترونیکی می شود.

علی رغم همه مزایای استفاده از مس، استفاده از مس مشکلاتی نیز در پی دارد. مس چسبندگی ضعیفی با لایه های اکسیدی و اکثر مواد دی الکتریک دارد. سریعا در فلزات و مواد نیمه رسانا نفوذ می کند (حتی در دماهای پایین) و ترازهای پذیرنده عمیقی را در باند ممنوعه ایجاد می کند. این ترازها همانند مراکز باز ترکیب قوی عمل می کنند. نفوذ سریع مس در سیلیکون منجر به تخریب آن می شود. این تخریب، طول عمر حامل های اقلیت را در قطعه کاهش می دهد. همچنین نفوذ مس، مقاومت الکتریکی را به شدت افزایش داده و موجب شکنندگی لایه رسانا می شود که تخریب اتصالات الکتریکی را

در پی دارد [5-8].

بنابراین برای استفاده از مس به جای آلومینیوم در اتصالات الکتریکی بین دستگاه های الکترونیکی در ریزپردازنده ها، استفاده از یک لایه نازک به عنوان لایه مانع نفوذ، ضروری به نظر می رسد. لایه مانع نفوذ در اتصالات برای جداسازی مواد به کار گرفته شده است که فعل و انفعالات آن در تماس مستقیم برای عملکرد دستگاه مضر است. در واقع نقش لایه مانع نفوذ، جلوگیری از حل شدن شیمیایی سطوح در تماس با هم یا جلوگیری و کاهش احتمال نفوذ دو فلز در یکدیگر است که با مکانیزم های متفاوتی عمل می کنند از جمله:

۱. مانع نفوذ غیرفعال

۲. مانع نفوذ فعال

۳. مانع نفوذ پرکننده

۴. مانع نفوذ با ساختار نامنظم

لایه مانع نفوذ غیرفعال، یک مانع ایده آلی است که با هیچکدام از لایه هایی که آنها را از هم جدا می کند، وارد واکنش نمی شود. در صورتی که لایه مانع نفوذ فعال، ممکن است با یک یا هر دو لایه ای که با آنها در تماس است، وارد واکنش شود. باید توجه داشت که نرخ واکنش بین این نوع مانع نفوذ و لایه ها باید بسیار آهسته باشد [9].

نفوذ از طریق مرزخانه ها علی الخصوص در دماهای بالا با سرعت بیشتری صورت می گیرد [10]. علاوه بر پرکردن مرزخانه ها در فلزات واسطه خالص با ناخالصی هایی نظیر نیتروژن، کربن و یا اکسیژن، روش دیگر برای حذف این مسیرهای نفوذ، استفاده از ماده ای با ساختار نامنظم (Amorphous) است که مرزخانه ای در آن وجود ندارد. انرژی فعالسازی برای نفوذ از طریق مرزخانه پایین است و همین امر موجب نفوذ سریع مس می شود. در واقع مرزخانه ها به عنوان مسیرهای مستقیم نفوذ مس به شمار می رود و نفوذ از طریق آنها به راحتی امکان پذیر است. جلوگیری از تبلور مجدد و شکل گیری مرزخانه ها در لایه مانع نفوذ برای جلوگیری از نفوذ مس بسیار حائز اهمیت است [11].

تفاوت بین خواص لایه های مانع نفوذ فلزات مقاوم، مرتبط به دیگرام فازی مس- فلز است. واکنش های بین فلز- مس، دیگرام های فازی دوتایی متفاوتی را به وجود می آورد. شکل گیری ترکیبات دوتایی فلز- مس، منجر به تولید سیلسید مس می شود [12]. از دیگر تفاوت ها، اختلاف در ضریب نفوذ

تاکنون تک لایه زیادی مانند لایه کربن نامنظم، نیکل، نیکروم، تانتالوم، هافنیوم، نیوبیوم، زیرکونیوم، روییدیوم، وانادیوم، تنگستن و یا ترکیب های اکسید، نیتريد، کربید و سولفید فلزات مثل نیتريد تانتالیم، اکسید ایندیوم، نیتريد تنگستن، نیتريد تیتانیوم، کربید تانتالوم، سولفید مولیبدن و حتی گرافن نیز مورد ارزیابی قرار گرفته اند. از طرفی ترکیبات و چند لایه های زیادی همانند  $Ta_xMn_yO_z$ ،  $Ru/MgO/Ta$ ،  $W-Ge-N$  و  $MoS_2$ ،  $TiN/Al/TiN$  با هدف ایجاد دوام بیشتر برای بررسی به عنوان لایه مانع نفوذ توسط محققین مورد بررسی قرار گرفته اند [14-24].

فلزات واسطه بعنوان لایه های مانع نفوذ به صورت گسترده مورد مطالعه و تحقیق قرار گرفته اند. کارایی فلزات واسطه با افزودن اتم های نیتروژن، کربن، اکسیژن و یا سیلیکون بهتر می شود. ناخالصی با کمترین میزان اتمی حلالیت در جامد مورد استفاده قرار می گیرد تا از نفوذ مس جلوگیری کند. این اتم ها برای پر کردن مرزدانه ها در فلزات واسطه خالص مورد استفاده قرار می گیرند. علاوه بر آن، اضافه کردن اتم های حل شونده در شبکه اتم های حلال، با تشکیل محلول جامد، باعث افزایش استحکام آن می گردد.

دو نوع محلول جامد جانشینی و بین نشینی وجود دارد. در محلول جامد جانشینی، اندازه اتم های حلال و پایه تقریباً یکسان هستند به طوری که اتم های حل شونده همان مکان های اتم های حلال را اشغال می کنند. اگر اندازه اتم های حل شونده خیلی کوچکتر از اتم های حلال باشد، آنها در موقعیت های بین نشینی در شبکه اتم های حلال قرار می گیرند و محلول جامد بین نشینی را به وجود می آورند. اتم های کربن، نیتروژن، اکسیژن، هیدروژن و بور عناصری هستند که محلول جامد بین نشینی تشکیل می دهند.

نیتريد های فلزات مقاوم به دلیل مقاومت پایین، دمای ذوب بالا، دمای تشکیل پایین تر که نشان دهنده پایداری بهتر آنهاست، گزینه های مناسبی برای کاربرد در لایه های مانع نفوذ داشته و توانایی انسداد مسیر نفوذ مس را با پرکردن مرزدانه ها توسط نیتروژن دارند [25].

نیتريد تنگستن یک کاندید مناسب برای استفاده به عنوان لایه مانع نفوذ است که بخاطر مقاومت الکتریکی پایین و قابلیت شکل گیری در غالب ساختار نامنظم بسیار مورد توجه است.

خود به خودی فلزات مقاوم و یا اختلاف در ضرایب انبساط حرارتی آنهاست. در دماهای نسبتاً پایین، ضریب نفوذ خود به خودی یکی از مهمترین فاکتورها در موثر بودن لایه مانع نفوذ خواهد بود [13].

درجه حرارت عملیاتی و عمر مفید، پارامترهای اساسی برای انتخاب مواد مانع نفوذ مناسب هستند. نوع نفوذ، دما و ساختار بلوری از مهمترین عوامل موثر بر نفوذ می باشند.

یک مانع نفوذ تک بلوری بدیل عدم وجود مرز دانه ها که مسیر سریع نفوذ را برای مس فراهم می کنند، بسیار مناسب است ولی رشد بلورهای تک بلوری به دلایل اقتصادی و به لحاظ خواص مواد (پارامتر شبکه و عدم تطابق ضریب انبساط گرمایی بین مس و لایه زیرین آن)، قابل اجرا نیست.

ماده ای با ساختار نامنظم به دلیل نداشتن مرز دانه، بسیار مفید خواهد بود. جلوگیری از تبلور مجدد و شکل گیری مرزدانه ها برای جلوگیری از نفوذ مس بسیار مهم خواهد بود.

یک مانع نفوذ علاوه بر جلوگیری از نفوذ مس باید دارای خواص زیر نیز باشد:

۱. باید به لحاظ ترمودینامیک با مس ولایه های زیرین تحت شرایط استاندارد، پایدار باقی بماند.

۲. چگالی نفوذ لایه مانع نفوذ و چگالی حجمی لایه باید نزدیک به هم باشند (بخاطر جلوگیری از هر گونه نقص (defect)، حفره ها (voids) و یا نابجایی های (dislocations) که می تواند قابلیت آن را به خطر اندازد (نرخ انتقال جرم از لایه های بالایی و پایینی به سمت مانع نفوذ و بر عکس باید پایین باشد).

۳. مانع نفوذ باید دارای انعطاف پذیری گرمایی و هدایت الکتریکی بالایی باشد.

۴. مقاومت لایه مانع نفوذ با مس و زیر لایه ها باید بسیار پایین باشد.

۵. مانع نفوذ باید تحت استرس های مکانیکی و الکتریکی، مقاوم عمل کند.

۶. میکرو ساختار یک مانع نفوذ به طور ایده باید در دمای اتاق، نامنظم باشد و حتی در دمای بالاتر نیز نامنظم باقی بماند (عموماً لایه های مانع نفوذ با دماهای ذوب بالاتر، دمای تبلور مجدد بالاتری دارند).

کروم) که به پایه ننگه دارنده زیرلایه در تماس است تا حدود ۶۰۰ درجه سانتیگراد رسید، گاز درون محفظه انباشت ابتدا توسط پمپ مکانیکی تخلیه شد و وقتی فشار پایه درون محفظه خلأ به  $1 \times 10^{-6}$  تور رسید، گاز نیتروژن با نرخ ثابت استاندارد ۵۰ سانتیمترمکعب در دقیقه به داخل محفظه هدایت شد تا فشار کل به  $1 \times 10^{-2}$  تور برسد.

لایه نازک نیتريد تنگستن با ضخامت تقریبی ۳۵ نانومتر روی زیرلایه اکسید سیلیکون انباشت شد. نیتروژن در اثر مجاورت با فیلامان داغ تنگستن به اتم های نیتروژن تجزیه می شود و رسوبات تنگستن (که همان ذرات ریزی هستند که به دلیل دمای بالای فیلامان از آن جدا می شود) طی واکنش با اتم های نیتروژن روی زیرلایه اکسید سیلیکون/سیلیکون رسوب می کنند.

سپس بدون شکستن خلأ، شیرگاز نیتروژن بسته و شیرگاز آرگون باز و لایه نازک تنگستن به ضخامت حدود ۱۰ نانومتر روی لایه قبلی انباشت شد. پارامترها و شرایط انباشت در جدول (۱) آمده است.

پس از انباشت لایه تنگستن، یک لایه نازک مس به ضخامت حدود ۱۰۰ نانومتر با استفاده از روش کندوپاش مغناطیسی استوانه ای با جریان مستقیم، روی لایه های قبلی انباشت شد. فشار پایه و فشار کاری در کندوپاش مغناطیسی به ترتیب  $2 \times 10^{-5}$  و  $2 \times 10^{-2}$  تور تعیین شده است. در شکل (۱) شماتیکی از دستگاه لایه نشانی به روش فیلامان داغ (HFCVD) نشان داده شده است.

جدول ۱ پارامترها و شرایط انباشت

فشار کاری	۱ تور $\times 10^{-2}$
فشار پایه	$10^{-6} \times 1$ تور
دمای زیرلایه	۶۰۰ درجه سانتیگراد
زمان انباشت	۳۰۰ ثانیه
ولتاژ اعمالی به فیلامان	۱۱ ولت
جریان اعمالی به فیلامان	۵ آمپر
فاصله فیلامان تا زیر لایه	۲ سانتیمتر

نیتروژن علاوه بر پر کردن مرزخانه ها به شکل گیری ساختار نامنظم نیتريد تنگستن کمک می کند.

یوکابو (Uekubo) و همکارانش نشان داده اند که نیتريد تنگستن قابلیت استفاده بعنوان یک لایه مانع نفوذ را دارا می باشد و نشان دادند که لایه ای با ضخامت هشت نانومتر قابلیت جلوگیری از نفوذ مس را تا دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۰/۵ ساعت دارد. شکست این مانع نفوذ بدلیل تبلور مجدد و شکل گیری مرزخانه ها اتفاق می افتد [26].

در این تحقیق، پایداری گرمایی لایه نامنظم تنگستن/نیتريد تنگستن به عنوان لایه مانع نفوذ مس در سیلیکون یا اکسید سیلیکون مورد مطالعه قرار داده شد. این لایه ها به دلیل مقاومت الکتریکی پایین و قابلیت شکل گیری آن در ساختار نامنظم، بسیار مورد توجه است. نیتروژن علاوه بر پر کردن مرزخانه ها به شکل گیری ساختار نامنظم نیتريد تنگستن کمک می کند. علاوه بر این، در این لایه دوتایی، به دلیل ناپیوستگی فرایند انباشت، مرزخانه های لایه های تنگستن و نیتريد تنگستن در امتداد یکدیگر نیستند و این امر به کندتر شدن نفوذ مس کمک می کند.

ساختار، پایداری دمایی و مقاومت الکتریکی نمونه ها توسط آنالیز های پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و روش پروب چهار نقطه ای مورد بررسی قرار گرفته است.

### جزئیات آزمایش

در این مطالعه از زیرلایه سیلیکون تک بلوری استفاده شد. زیرلایه های تک بلوری (۱۰۰) نوع P به مدت ۱۵ دقیقه با استفاده از دستگاه آلتراسونیک به ترتیب در آب مقطر، اتانل و استون تمیز شده اند.

برای انباشت لایه نازک اکسید سیلیکون، زیرلایه سیلیکون به مدت یک ساعت در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد در معرض عبور اکسیژن خالص قرار گرفته شد. لایه نازک اکسید سیلیکون به عنوان یک لایه نازک عایق روی سیلیکون انباشت شد تا از تأثیر مقاومت سیلیکون روی لایه های انباشت شده جلوگیری شود.

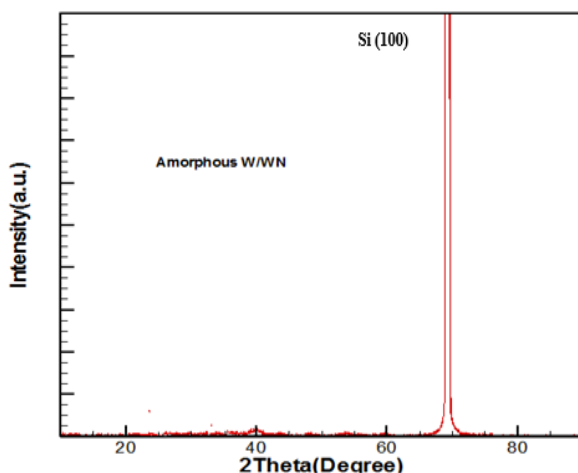
از یک منبع تغذیه جریان مستقیم برای تولید جریان الکتریکی و ولتاژ مورد نیاز برای حرارت دادن به فیلامان تنگستن استفاده شده است. دمای زیرلایه اکسید سیلیکون/سیلیکون توسط یک ترموکوپل (نوع K، نیکل -

مستقیم برای نفوذ مس را فراهم می کند وجود ندارد و به همین دلیل نفوذ مس کندتر خواهد شد.

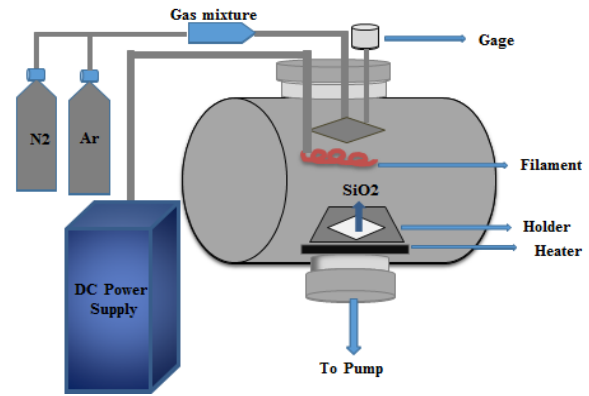
الگوی پراش نمونه پس از بازپخت در دماهای مختلف در شکل (۴) نشان داده شده است.

قبل از بازپخت، پیک های پراش (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) مربوط به مس در زوایای  $43/37^\circ$ ،  $50/73^\circ$  و  $74/37^\circ$  درجه مشاهده می شوند (مطابق با کارت استاندارد ۰۴-۰۸۳۶). راستای (۱۱۱) با بالاترین شدت، جهت رشد ترجیحی مس به شمار می رود. دو پیک (۲۰۰) و (۲۲۰) مس در ابتدا دارای شدت پایینی هستند و در دمای بازپخت بالاتر از شدت آنها کاسته می شود.

پس از بازپخت نمونه در دمای  $400^\circ$  درجه سانتیگراد، ساختار کریستالی نمونه تقریباً بدون تغییر باقی می ماند. درحالی که شدت جهت بلوری مس (۱۱۱) در حدود دمای  $500^\circ$  درجه سانتیگراد به طور چشمگیری افزایش می یابد که نشان دهنده رشد دانه های مس حین فرایند بازپخت است. برای لایه بازپخت شده در دمای  $600^\circ$  درجه سانتیگراد، پیک (۱۱۱) مس همچنان قوی ترین پیک در لایه است ولی با افزایش دمای بازپخت، شدت این پیک کاهش می یابد و در دمای حدود  $800^\circ$  درجه سانتیگراد کاملاً ناپدید می شود. پیک (۲۲۰) مس فقط تا دمای  $500^\circ$  درجه سانتیگراد وجود داشته است و در  $600^\circ$  درجه سانتیگراد، هیچ واکنشی بین مس و سیلیکون مبنی بر تشکیل سیلیسید مس مشاهده نمی شود.

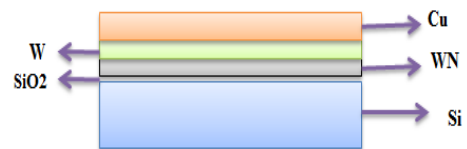


شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس لایه WN/W قبل از بازپخت



شکل ۱ شماتیک دستگاه فیلامان داغ

طرحواره ای از چیدمان لایه های انباشت شده روی زیرلایه در شکل (۲) نشان داده شده است.



شکل ۲ طرحواره انباشت لایه ها روی زیر لایه سیلیکون

## تحلیل و بررسی نتایج

### پراش اشعه ایکس (X-Ray-Diffraction)

پراش اشعه ایکس یک روش غیر تخریبی با چند کاربرد است که اطلاعات کاملی در مورد ترکیبات شیمیایی و ساختار بلوری مواد ارائه می دهد. در این تحقیق از دستگاه پراش اشعه X با منبع  $Cu K\alpha$  که در طول موج  $\lambda = 0.15418$  نانومتر کار می کند استفاده شد.

ویژگی های فیزیکی و شیمیایی مواد به مواد اولیه مورد استفاده و همچنین ریزساختار یا ساختار میکروسکوپی مواد بستگی دارد. در لایه های نازک، میکروساختار بسیار مهم است و تأثیر زیادی روی نفوذ مواد دارد.

در این تحقیق، با استفاده از الگوی پراش اشعه ایکس، دمای شکست لایه های مانع نفوذ با ناپدید شدن پیک (۱۱۱) مس و پیدایش پیک های سیلیسید مس تعیین می شود.

مطابق شکل (۳)، تنگستن و نیتريد تنگستن در ابتدا دارای ساختار نامنظم هستند و پیک با شدت قابل ملاحظه به جز پیک زیر لایه وجود ندارد. در ساختار نامنظم، مرز دانه که مسیر

### میکروسکوپ الکترونی روبشی (Selected Electron Microscope)

میکروسکوپ الکترونی روبشی یکی از مناسبترین وسایل برای آزمایش و آنالیز مورفولوژی نانو ساختارها و شناسایی ترکیبات شیمیایی آنهاست. تغییرات مورفولوژی سطح نمونه ها برای تحلیل بیشتر پایداری دمایی آن ها در دماهای متفاوت از طریق تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی میسر می شود که در شکل (۵) نشان داده شده است. میکروساختار یک لایه نازک نقش مهمی در توضیح تغییرات شیمیایی و فیزیکی آن در اثر گرمادهی ایفاء می کند. لایه قبل از بازپخت، سطحی پیوسته دارد و نقصی در سطح آن دیده نمی شود. چسبندگی لایه مس به سطح زیرین آن بستگی دارد. مس روی زیرلایه های اکسیدی و نیتریدی، به راحتی انباشت می شود و هسته های بزرگی را ایجاد می کند. اما مس روی سطوح فلزی، چسبندگی خوبی دارد و به صورت یک لایه پیوسته رشد می کند [13].

در بازپخت در ۴۰۰ درجه سانتیگراد، پیوستگی مورفولوژی سطح حفظ می شود و جاهای خالی در برخی نقاط دیده می شود. دمای تبلور مجدد مس ۴۰۰-۵۰۰ درجه سانتیگراد است. دانه های مس در حدود ۵۰۰ درجه سانتیگراد رشد می کند و در نتیجه انبوهه هایی در سطح لایه به وجود می آید. تعداد زیادی دانه جدا از هم روی سطح مشاهده می شود که رشد این دانه ها منجر به افزایش زبری سطح شده است. از طرفی منگذاها و ترک های ریزی روی سطح لایه دیده می شود که این منگذاها در واقع مکانی برای واکنش بین سطوح به شمار می روند و همانند مسیری برای نفوذ درون فلزات عمل می کنند [30].

در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد، لایه مس روی سطح پیوسته می شود. شکستگی و ترک در سطح لایه مس به دلیل استرس گرمایی در بین سطوح مانع نفوذ/مس و یا حجم لایه هاست. به دلیل تنش، انرژی کشسانی در لایه ذخیره می شود. وقتی که این انرژی ذخیره شده از انرژی چسبندگی بیشتر باشد، لایه انباشت شده روی سطح، کنده شده و پیوسته پیوسته می شود. نواحی تیره رنگ مرتبط به مناطقی است که اتم های مس روی سطح تقلیل یافته است [31,32].

در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد، سطح لایه مس در برخی مناطق حالت متخلخل و پفکی شکل پیدا کرده است. چسبندگی مس به سطح زیرین کاهش می یابد و در برخی نقاط، لایه مس

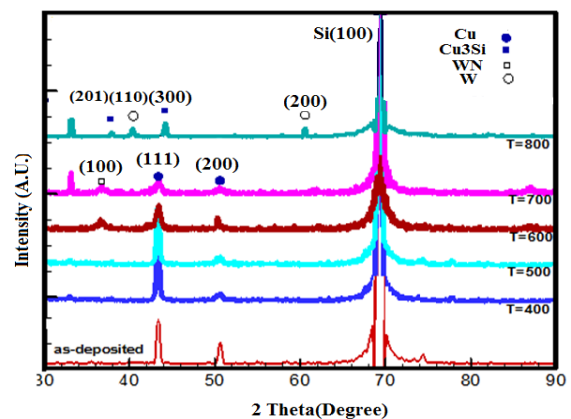
با افزایش دمای بازپخت تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد، پیک ضعیف (۱۰۰) نیتريد تنگستن بوجود می آید.

نقش پراش اشعه ایکس نشان می دهد که در ۸۰۰ درجه سانتیگراد، پیک (۱۱۱) مس کاملاً ناپدید می شود. در حالی که دو پیک جدید تنگستن در جهت های بلوری (۲۰۰) و (۱۱۰) (مطابق با کارت استاندارد ۰۸۰۶-۰۴) و پیک های سیلیسید مس مربوط به صفحات بلوری (۳۰۰) و (۲۰۱) مشاهده می شوند (مطابق با کارت استاندارد ۵۱-۰۹۱۶).

لایه های تنگستن و نیتريد تنگستن که در ابتدا ساختار نامنظم داشتند، در دمای حدود ۶۰۰-۷۰۰ درجه سانتیگراد، در دو ساختار بلوری ( $\alpha$ -W) و ( $\delta$ -WN) دیده می شود.

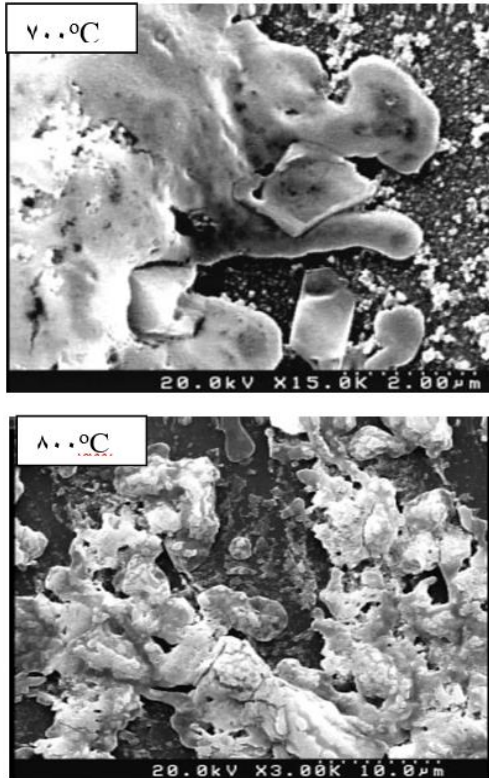
بر اساس نتایج بدست آمده، دمای شکست لایه مانع نفوذ نامنظم تنگستن/ نیتريد تنگستن حدود ۸۰۰ درجه سانتیگراد است. به نظر می رسد پایداری دمایی این لایه مانع نفوذ، احتمالاً به دلیل نفوذ مولکول های کوچک نیتروژن به درون مرزخانه های لایه تنگستن است [27]. عملکرد لایه نامنظم نیتريد تنگستن/ تنگستن به دلیل نداشتن مرزخانه بسیار مورد توجه است. زیرا با حذف مرزخانه، یکی از مهمترین دلایل تش باقی مانده از بین می رود [28]. دلیل اصلی شکست لایه نامنظم تنگستن/ نیتريد تنگستن به دلیل بلوری شدن این لایه در حدود ۶۰۰-۷۰۰ درجه سانتیگراد است.

آنتالپی انحلال مس در تنگستن حدود ۸۰ کیلو ژول/مول است [29] و اتم های مس حتی در دماهای بالا هم نمی توانند با تنگستن واکنش دهند. در هیچکدام از نمونه های بازپخت شده، پیک سیلیسید تنگستن وجود ندارد. بنابراین تنگستن/ نیتريد تنگستن تا حدود ۸۰۰ درجه سانتیگراد به عنوان یک لایه مانع نفوذ، پایدار باقی می ماند.

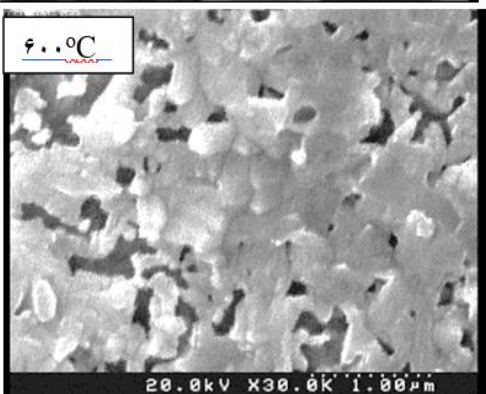
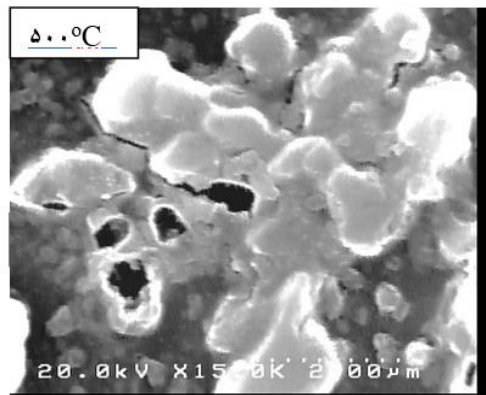
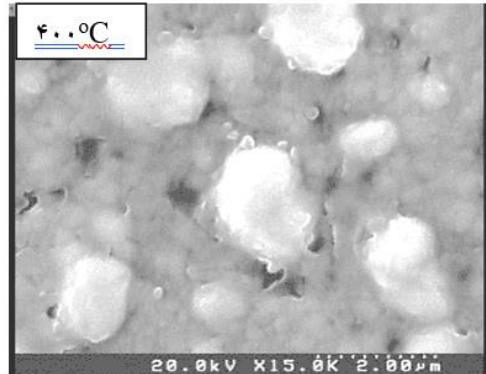


شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس لایه Si/SiO<sub>2</sub>/WN/W/Cu پس از بازپخت در دماهای متفاوت





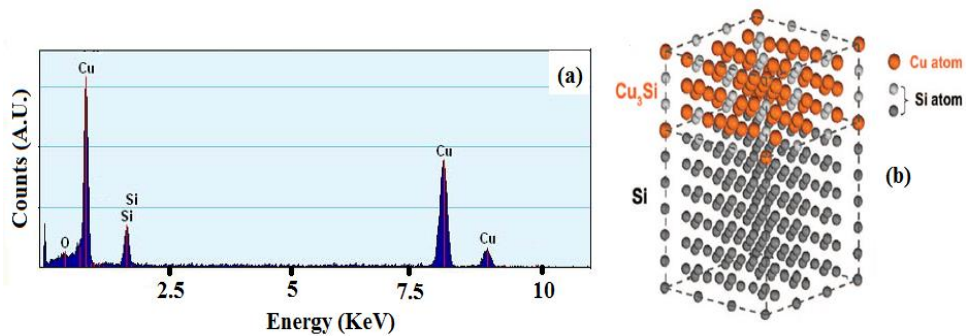
کاملاً از سطح جدا شده است. نواحی تیره رنگ، نشان دهنده مناطق عاری از مس است.



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های بازپخت شده در دماهای متفاوت

در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، میزان زبری سطح افزایش یافته و میزان تخریب در سطح لایه زیاد است. سطح لایه شبیه گدازه های مذاب است و لایه مس متخلخل به نظر می رسد و از زیرلایه جدا شده است. نتایج بدست آمده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، بیانگر پایداری لایه تنگستن / نیتريد تنگستن تا حدود ۸۰۰ درجه است و قابلیت خوبی به عنوان لایه مانع نفوذ مس دارد.

در شکل (۶)، نمودار ایدکس مربوط به تشکیل سیلیسید مس مس نشان داده شده است.



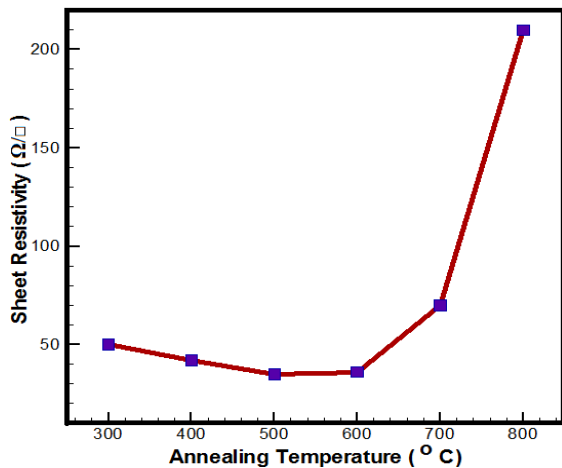
شکل ۶ (a) نمودار ایدکس پس از بازپخت در دماهای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، (b) شمایی از ساختار سیلیسید مس

نمونه و پوسته پوسته شدن لایه مس، مقاومت الکتریکی افزایش قابل ملاحظه ای دارد.

در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، مقاومت الکتریکی به طور ناگهانی افزایش می یابد. این افزایش ناگهانی مقاومت الکتریکی، به دلیل نفوذ مس به درون سیلیکون یا اکسید سیلیکون و تشکیل ماده عایق سیلیسید مس است که نتایج پراش اشعه ایکس، ایدکس و مقاومت الکتریکی با یکدیگر در سازگار هستند.

جدول ۳ تغییرات مقاومت الکتریکی نمونه ها در بازپخت با دماهای مختلف

دمای بازپخت (درجه سانتیگراد)	مقاومت الکتریکی (اهم بر سانتیمترمربع)
۴۰۰	۴۶
۵۰۰	۴۲
۶۰۰	۴۳
۷۰۰	۶۸
۸۰۰	۲۱۲



شکل ۷ تغییرات مقاومت الکتریکی با دما

### نتیجه گیری

اتصالات مسی به یک مانع برای جلوگیری از نفوذ مس از طریق دی الکتریک و در نهایت به منطقه فعال دارند. لایه دوتایی مقاومت الکتریکی پایین دارد و برای جلوگیری از نفوذ مس در سیلیکون یا اکسید سیلیکون در مدارهای مجتمع استفاده فراوان دارد.

### مقاومت الکتریکی

پروب چهارنقطه ای روشی برای اندازه گیری مقاومت صفحه در لایه های نازک به شمار می رود.

مقاومت الکتریکی  $\rho$  از ضرب مقاومت صفحه ای در ضخامت فیلم مطابق رابطه زیر بدست می آید:

$$\rho = R_s T$$

که  $\rho$  مقاومت است بر اساس ( $\Omega.cm$ ) و  $T$  ضخامت فیلم بر حسب نانومتر است.

پارامترهای مختلفی روی رفتار الکتریکی لایه های نازک تاثیر می گذارند از قبیل: دمای لایه نشانی، استوکیومتری فیلم [33]، ساختار فازی [34]، اندازه دانه [35]، زبری سطح، ضخامت، تکنیک لایه نشانی [36] و ترکیب کامپوزیت [37].

بر طبق فرمول ماتینسون (Mattiesson)، مقاومت الکتریکی در فلزات و فیلم های فلزی بر اساس پراکندگی الکترون از مرز دانه ها، نقص ها، ناخالصی ها و پراکندگی سطح در فیلم های نازک است [38].

از آنجایی که وجود لایه مانع نفوذ، مقاومت بین اتصالات را افزایش می دهد، بنابراین تلاش بر این است که لایه مانع نفوذ تا حد امکان دارای ضخامت کم و پایداری دمایی بالا باشد.

عوامل زیادی در پایین بودن مقاومت الکتریکی نیتريد های فلزات واسطه نقش دارند از قبیل: نسبت فلزی بالاتر، درجه بلوری بالاتر لایه و تخلخل کمتر [29].

تغییرات مقاومت الکتریکی به عنوان تابعی از دمای بازپخت در جدول (۳) داده شده است که با روش پراب چهار نقطه ای (Four Point Probe) بدست آمده است (شکل ۷). قبل از بازپخت لایه دارای مقاومت حدود ۶۴ اهم بر سانتیمترمربع است. در دمای ۴۰۰ درجه سانتیگراد، مقاومت الکتریکی کاهش پیدا می کند. کاهش مقاومت الکتریکی اساسا بدلیل تبلور مجدد ذرات مس و حذف نقص های ریز در لایه است [14]. روند کاهش مقاومت الکتریکی ادامه پیدا می کند و در ۵۰۰ درجه سانتیگراد به پایین ترین مقدار می رسد (۴۲ اهم بر سانتیمترمربع) که مرتبط با افزایش میزان بلوری شدن لایه و بزرگتر شدن سایز دانه ها در این دما است. مقاومت الکتریکی در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به دلیل تقلیل مس از روی سطح، کمی افزایش می یابد ولی در ۷۰۰ درجه سانتیگراد، با جدا شدن مس از روی

### سیاسگزاری

از کلیه اپراتورهای آزمایشگاه که در آن آنالیز و تحلیل داده ها کمک کرده اند قدردانی می شود.

### واژه نامه

Microprocessors	ریزپردازنده ها
Diffusion barrier	مانع نفوذ
Grain boundaries	مرزدانه ها
Defect	نقص
Voides	حفره ها
Dislocations	نابه جایی ها
HFCVD	لایه نشانی به روش فیلامان داغ

در این مطالعه، پایداری گرمایی لایه نامنظم تنگستن/ نیتريد تنگستن به عنوان لایه مانع نفوذ مس در سیلیکون بررسی شد. برطبق نتایج پراش اشعه ایکس، لایه مانع نفوذ نیتريد تنگستن/ تنگستن تا دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد پایدار است و در دمای بالاتر با شکست مواجه می شود که به دلیل بلوری شدن ساختار این لایه دوتایی مانع نفوذ است. بلوری شدن لایه مانع نفوذ با ساختار منظم، مرزدانه ها را به وجود می آورد که مستقیم ترین مسیر نفوذ را فراهم می سازد. نتیجه ایدکس هم در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، تشکیل فاز سیلیسید مس را تایید می کند. در اندازه گیری مقاومت نمونه ها با تشکیل فاز عایق سیلیسید مس در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، مقاومت الکتریکی نمونه بطور ناگهانی افزایش یافته است.

### مراجع

- [1] G. Beyer, A. Satta, J. Schuhmacher, K. Maex, W. Besling, O. Kilpela, H. Sprey, and G. Tempel, "Development of sub-10-nm atomic layer deposition barriers for Cu/low-k interconnects", *Microelectronic Engineering*, vol. 64, no.1-4, pp. 233-245, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0167-9317\(02\)00795-5](https://doi.org/10.1016/S0167-9317(02)00795-5)
- [2] Z. Li, Y. Tian, C. Teng, C. Teng, and H. Cao, "Recent Advances in Barrier Layer of Cu Interconnects", *Materials*, vol. 13, no. 21, pp. 5049, 2020. <https://doi.org/10.3390%2Fma13215049>
- [3] S. P. Murarka, and S. W. Hymes, "Copper metallization for ULSL and beyond", *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 20, no. 2, pp. 87-124, 1995. <https://doi.org/10.1080/10408439508243732>
- [4] A. E. Kaloyeros, and E. Eisenbraun, "Ultrathin Diffusion Barriers/Liners for Gigascale Copper Metallization", *Annual Review of Materials Science*, vol. 30, pp. 363-385, 2000. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.30.1.363>
- [5] S. Armini, and P. M. Vereecken, "Impact of Terminal Effect on Cu Plating: Theory and Experimental Evidence", *ECS Trans*, vol. 25, no. 27, pp. 185, 2010. DOI:10.1149/1.3318517
- [6] J. S. Fang, T. P. Hsu, and G. S. Chen, "Crystallization and failure behavior of Ta-TM (TM=Fe, Co) nanostructured/amorphous diffusion barriers for copper metallization", *Journal of Electronic Materials*, vol. 35, no.1, pp. 15-21, 2006. <https://doi.org/10.1007/s11664-006-0178-x>
- [7] J. W. Choi, O. L. Guan, Y. J. Mao, H. B. M. Yusoff, J. L. Xie, C. C. Lan, W. L. Loh, B. L. Lau, L. L. H. Hong, L. G. Kian, and R. Murthy, "TSV Cu Filling Failure Modes and Mechanisms Causing the Failures", *IEEE Trans. Comp. Pack. Man.* vol. 4, no. 4, pp. 581-587, 2014. <https://doi.org/10.1109/TCPMT.2014.2298031>
- [8] K. Motoyama, O. V. D. Straten, J. Maniscalco, and M. He, "PVD Cu Reflow Seed Process Optimization for Defect Reduction in Nanoscale Cu/Low-k Dual Damascene Interconnects", *J. Electrochem. Soc.* vol. 160, no. 12, 2013.
- [9] J. P. Jacquemin, E. Labonne, C. Yalicheff, E. Royet, P. Vannier, R. Delsol, and P. Normandon, "TaN/Ta bilayer

- barrier characteristics and integration for 90 and 65 nm nodes”, *Microelectronic Engineering*, vol. 82, no.3-4, pp. 613-617, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2005.07.065>
- [10] K. Dittmar, H. J. Engelmann, M. E. Peikert, Wieser, and J. V. Borany, “Investigation of ultrathin tantalum based diffusion barrier films using AES and TEM”, *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 1, pp. 185-188, 2005.
- [11] D. J. Kim, Y. B. Jung, M. B. Lee, Y. H. Lee, and J. H. Lee, “Applicability of ALE TiN films as Cu/Si diffusion barriers”, *Thin Solid Film*, vol. 372, no.1-2, pp. 276-283, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)01049-X](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)01049-X)
- [12] A. Paranjpe, R. Bubber, L. Velo, G. Shang, S. Gopinath, J. Dalton, M. Moslehi, “CVD TaN barrier for copper metallization and DRAM bottom electrode”, *IEEE International Interconnect Technology Conference proceedings*, pp. 119-121, 1999. <https://doi.org/10.1109/IITC.1999.787096>
- [13] R. Panwar, and A. Dhingra, “STUDY OF THERMAL STABILITY BEHAVIOR OF MON & WN THIN FILMS IN ULSI”, *International Journal of Advances in Engineering & Technology*, pp. 55-64, 2011.
- [14] Ch. Kuo, Y. Chang, T. Huang, Ya, I. Ch. Ni, M.H. Chen, and Ch. I. Wu, “MoS<sub>2</sub> as an Effective Cu Diffusion Barrier with a Back-End Compatible Process”, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 15, no. 40, pp. 47845–47854, 2023. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c12267>
- [15] V. T. Laurila, K. Zeng, J. Molarius, T. Riekkinen, I. Suni, and J. K. Kivilahti, “Tantalum Carbide and Nitride Diffusion Barriers for Cu Metallisation”, *Microelectronics Engineering*, vol. 60, no. 1-2, pp. 71-80, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0167-9317\(01\)00582-2](https://doi.org/10.1016/S0167-9317(01)00582-2)
- [16] Y. Ezer, J. Haérkoönen, S. Arpiainen, V. Sokolov, P. Kuivalainen, J. Saarilahti, and J. Kaitila, “Diffusion Barrier Performance of thin Cr Films in the Cu/Cr/Si Structure”, *Physica Scripta*, vol. 1999, no. T79, pp. 228-231, 1999.
- [17] Y. Zhao, G. Lu, “First-principles simulations of copper diffusion in tantalum and tantalum nitride”, *Physics Review B*, vol. 79, no. 21, 2009. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.79.214104>
- [18] J. S. An, Y. Kwon, J. S. Oh, Ch. Choi, H. Kim, M. Lee, S. Pae, and Ch. W. Yang, “Characteristics of an Amorphous Carbon Layer as a Diffusion Barrier for an Advanced Copper Interconnect”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, vol. 12, no. 2, pp. 3104-3113, 2019. <https://doi.org/10.1021/acsami.9b15562>
- [19] Y. H. Shin, and Y. Shimogaki, “Diffusion barrier property of TiN and TiN/ Al/TiN films deposited with FMCVD for Cu interconnection in ULSI”, *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 5, no. 4, pp. 399-405, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.stam.2004.02.001>
- [20] Sh. H. Hsieh, W. J. Chen, and Ch.M. Chien, “Structural Stability of Diffusion Barriers in Cu/Ru/MgO/Ta/Si”, *Nanomaterials*, vol. 5, no. 4, pp. 1840-1852, 2015. <https://doi.org/10.3390/nano5041840>
- [21] Ch. L. Lo, M. Catalano, K. K. H. Smithe, L. Wang, Sh. Zhang, E. Pop, M.J. Kim, and Zh. Chen, “Studies of two-dimensional h-BN and MoS<sub>2</sub> for potential diffusion barrier application in copper interconnect technology”, *npj 2D Materials and Applications*, vol. 1, no. 42, 2017. <https://doi.org/10.1038/s41699-017-0044-0>
- [22] L. Li, X. Chen, C. H. Wang, J. Cao, S. Lee, A. Tang, C. Ahn, S. S. Roy, M. S. Arnold, and H. S. P. Wong, “Vertical and lateral copper transport through graphene layers”, *ACS Nano*, vol. 9, no. 8, pp. 8361–8367, 2015. <https://doi.org/10.1021/acs.nano.5b03038>
- [23] B. S. An, Y. Kwon, S. J. Oh, M. Lee, S. Pae, and C. H. W. Yang, “Amorphous TaMnyOz Layer as a Diffusion Barrier for Advanced Copper Interconnects”, *Scientific Reports*, vol. 27, no. 9, pp. 20132, 2019.

<https://doi.org/10.1038/s41598-019-56796-y>

- [24] J. H. Bong, S. J. Yoon, A. Yoon, W. S. Hwang, and B. J. Cho, "Ultrathin graphene and graphene oxide layers as a diffusion barrier for advanced Cu metallization", *Applied Physics Letters*, vol. 106, no. 6, 2015.  
<https://doi.org/10.1063/1.4908559>
- [25] M. Wittmer, "Effect of Cu on the Kinetics and Microstructure of Al<sub>3</sub>Ti Formation", *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 132, pp. 1450, 1985. <https://doi.org/10.1149/1.2114142>
- [26] R. Cheung, J. Klein, K. Tsubouchi, M. Murakami, N. Kobayashi, Materials Research Society, Bahman 12, 1378 AP - Technology & Engineering - 765 pages.
- [27] Y. G. Shen, Y. W. Mai, D. R. McKenzie, Q. C. Zhang, W. D. McFall, and W. E. McBride, "Composition, residual stress, and structural properties of thin tungsten nitride films deposited by reactive magnetron sputtering", *Journal of Applied Physics*, vol. 88, pp. 1380-1388, 2000. <https://doi.org/10.1063/1.373827>
- [28] W. Qingxiang, L. Shuhua, W. Xianhui, and F. Zhikang, "Diffusion barrier performance of amorphous W-Ti-N films in Cu metallization", *Vacuum*, vol. 84, no. 11, pp. 1270-1274, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2010.02.002>
- [29] Frank R. Boer, "Cohesion in Metals: Transition Metal Alloys", North-Holland, Amsterdam, 1988.
- [30] S. Wang, S. Suthar, C. Hoeflich, and B. J. Burrow, "Diffusion barrier properties of TiW between Si and Cu", *Journal of Applied Physics*, Vol. 73, pp. 2301-2320, 1993. <https://doi.org/10.1063/1.353135>
- [31] Von L. E. Toth, *Transition Metal Carbides and Nitrides*. Academic Press, New York-London 1971.
- [32] M. Moriyama, T. Kawazoe, M. T. Anaka, and M. Murakami, "Correlation between microstructure and barrier properties of TiN thin films used Cu interconnects", *Thin Solid Films*, vol. 416, no. 1-2, pp. 136-144, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(02\)00602-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)00602-8)
- [33] W. Schlemminger, and D. Stark, "The influence of deposition temperature on the electrical resistance of thin Cu films", *Surface Science*, vol. 189-190, pp. 1103-1110, 1987. [https://doi.org/10.1016/S0039-6028\(87\)80556-3](https://doi.org/10.1016/S0039-6028(87)80556-3)
- [34] P. J. Sadashivaiah, T. Sankarappa, T. Sujatha, M. Santoshkumar, R. Rawat, P. Sarvanan, and A.K. Bhatnagar, "Structural, magnetic and electrical properties of Fe/Cu/Fe films", *Vacuum*, vol. 85, no. 3, pp. 466-473, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2010.08.024>
- [35] D. Chaverri, S. Alejandro, and V. Castano, "Grain size and electrical resistivity measurements on aluminum polycrystalline thin films", *Materials Letters*, vol. 12, no. 5, pp. 344-348, 1991. [https://doi.org/10.1016/0167-577X\(91\)90114-L](https://doi.org/10.1016/0167-577X(91)90114-L)
- [36] W. T. Tseng, Y. L. Wang, and J. Niu, "Microstructure-related resistivity change after chemical-mechanical polish of Al and W thin films", *Thin Solid Films*, vol. 370, no. 1-2, pp. 96-100, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)00941-X](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)00941-X)
- [37] M. Wen, Q. N. Meng, W. X. Yu, W. T. Zheng, S. X. Mao, and M. J. Hua, "Growth, stress and hardness of reactively sputtered tungsten nitride thin films", *Surface & Coatings Technology*, vol. 205, no. 7, pp. 1953-1961, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.08.082>
- [38] O. M. Artamonov, S. N. Samarin, and J. F. Williams, "Electron screening and electron-electron scattering

mechanisms”, journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, vol. 191, pp. 79-85, 2013.

<https://doi.org/10.1016/j.elspec.2013.11.005>





Ferdowsi University  
of Mashhad


# Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel  
Society of Iran

## Fabrication and Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Based Composite\*

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi<sup>1</sup> 

DOI: [10.22067/jmme.2024.83191.1115](https://doi.org/10.22067/jmme.2024.83191.1115)

### 1- Introduction

Alumina (aluminum oxide, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) is one of the most widely used ceramics due to its high hardness and strength (at low and high temperatures) and good insulation properties. However, to improve the mechanical properties and especially the fracture toughness of this material, making composites from alumina is very important. Several studies have been conducted by researchers to improve the mechanical properties of alumina-based composites due to their inherent brittleness. For example, various particles have been added as reinforcements, such as zirconia, carbon nanotubes, silicon carbide, etc. Alumina-yttria-based ceramic composites have been used in aerospace engineering, as components for jet engines in the aircraft industry and machine tools. The two-phase microstructure resulting from the sintering of alumina and yttria powder mixtures forms alumina and yttrium aluminum garnet which is homogeneously distributed in the product. After sintering, compressive residual stress is created in the products which is due to the difference in the thermal expansion coefficient of these two phases. This behavior reduces the propagation of cracks and thus increases the fracture toughness of this ceramic composite. In recent years, the production of raw materials from wet chemical methods has received much attention due to the purity and quality of these methods. Different techniques have been employed for synthesizing nanoparticles such as co-precipitation, sol-gel, hydrothermal, combustion, solvothermal, etc. Sol-gel method is widely used for the production of homogeneous nanocomposites due to the suitable mixing of the raw materials and has been of great interest in recent years. Therefore, the aim of the present research is to make in situ composite nanoparticles based on alumina-yttria composite by sol-gel method. Then the resulting powder will be characterized and the effect of heat treatment on the phase changes and the size of its crystals will be investigated. The produced nanocomposite powder is then isostatically pressed and pressureless sintered at different temperatures. The density and hardness of these samples were investigated.

### 2- Materials and Methods

Raw materials for synthesis nanopowder by sol-gel method included AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, Al powder, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and HCl. For this purpose, yttrium oxide powder was first dissolved in HCl.

Then, aluminum and aluminum chloride were added to the solution. The amount of raw materials was chosen based on 10 wt.% of yttria. The precursor solution was continuously stirred at 100 °C for 4 h to completely dissolve the raw materials and aged at 60 °C. The viscosity of the solution gradually increased and finally, the solution turned into a hard gel. The gel was dried at 80 °C for 48 h. The dried gel was calcined in an electric furnace at different temperatures and then ground using an alumina vial and pure alumina balls in an ethanol medium to break the powder agglomerates. The obtained powder was dried again at 80°C. To make the parts, the powders were pressed under a pressure of 80 MPa and then pressureless sintered at different temperatures.

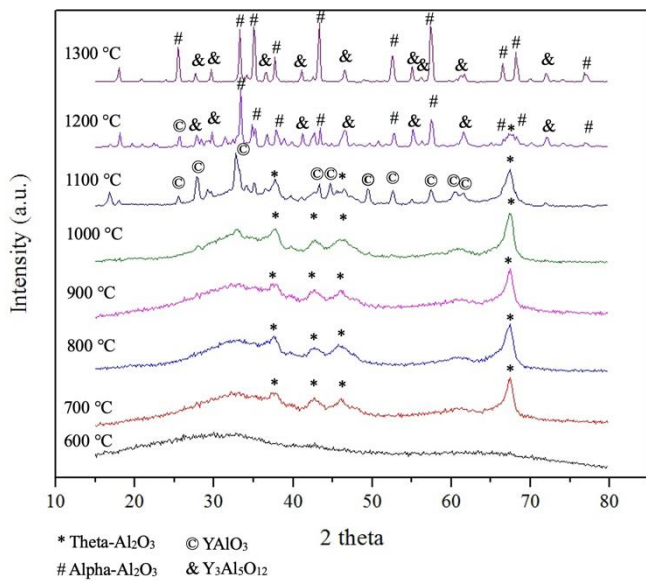
The morphology of the powders and the surface of the composite parts were examined using a Philips XL30 scanning electron microscope. To check the density of the sample, Archimedes' method was used in water liquid. Vickers hardness was measured by Wolpert 430 hardness tester with a load of 1.5 kg and a dwell time of 15 seconds.

### 2- Results and discussion

The X-ray diffraction results of the samples are shown in Figure 1. The X-ray diffraction patterns of the heat-treated gel at 600 °C do not show a peak, which indicates that the structure is amorphous and irregular. As the temperature increases to 700 °C, peaks related to Theta alumina phase appear. The intensity of the peaks increases up to 1000 °C, which indicates the growth of crystallites. At the temperature of 1100 °C, the intensity of the peaks related to the theta alumina phase decreases, which indicates the decomposition of this phase. At a temperature of 1200 °C, alpha alumina peaks appear and peaks related to theta alumina phase are removed. In fact, at high temperatures, the intermediate phases of alumina become unstable and the alpha phase, which is the stable phase of high alumina temperature, replaces the intermediate phases. In addition, the peaks related to the hexagonal YAlO<sub>3</sub> are observed at 1100 °C. By increasing the temperature up to 1200 °C, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> phase was formed.

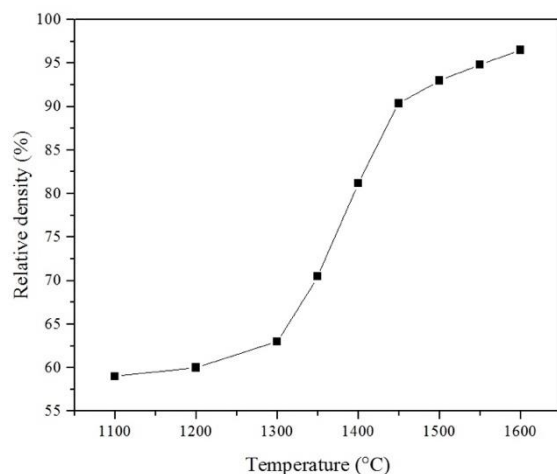
\*Manuscript received: October 30, 2023, Revised: December 4, 2023, Accepted February 18, 2024.

<sup>1</sup> Associate Professor, Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran. **Email:** [hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir](mailto:hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir)



**Fig. 1. X-ray diffraction patterns of calcined samples at different temperatures.**

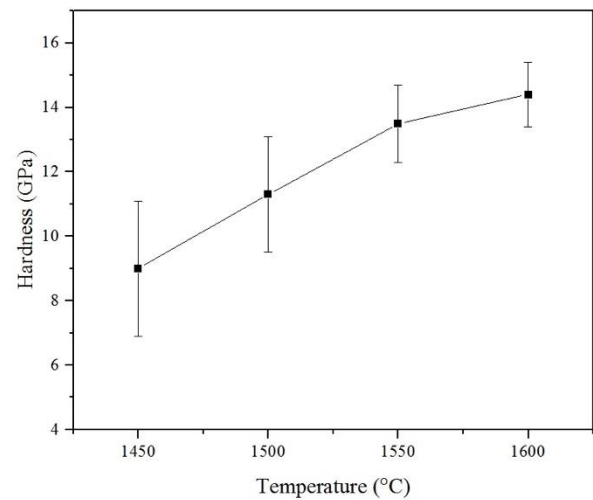
Figure 2 shows the relative density of the samples after the sintering. In general, the density of samples has an upward trend with increasing temperature. However, this density increase follows a specific pattern. The sintering plot shows a sigmoidal shape. Sintering starts at about 1200 °C, however, the slope of the line at this temperature is low, which indicates the low speed of densification. This low rate is due to low temperature. As the temperature increases to 1300 °C, the condensation rate increases dramatically. In this area, the sintering mechanisms including grain boundary diffusion and volume diffusion are well activated. After 1500 °C, the final step of sintering initiates. The rate of densification decreases which is due to the increase in the size of the grains and also the confinement of the pores inside the grain. It causes the diffusion paths of atoms to become long and hard.



**Fig. 2. Densification of the samples by changing the sintering temperature**

The Vickers hardness test was performed to study the mechanical properties of the samples. The effect of annealing temperature on the hardness of the samples is shown in Figure 3. The results show that the hardness of the samples increases with the increase of the sintering temperature, and for the

sample sintered at 1600 °C for 3 hours, the hardness is about 14 GPa. The higher hardness is attributed to the higher density of this sample.



**Fig. 3. The hardness of sintered samples at different temperatures**

#### 4. Conclusion

In the present study, composite powder based on alumina-yttria was synthesized via a sol-gel method. The powders were sintered at different temperatures. The results of X-ray diffraction showed that the produced powder initially has an amorphous structure, and after heat treatment, alumina phases and yttrium aluminum garnet are formed. The samples sintered at a temperature of 1600 °C reached about 96% relative density. The hardness of the samples increased with the increase in the sintering temperature.





ساخت و مشخصه‌یابی کامپوزیت بر پایه  $Al_2O_3-Y_2O_3$ \*

مقاله پژوهشی

سید علی حسن زاده تبریزی<sup>(۱)</sup>

DOI: 10.22067/jmme.2024.83191.1115

**چکیده** در تحقیق حاضر نانوذرات بر پایه آلومینا-ایتریا با استفاده از روش سل-ژل ساخته شد. سپس اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورکها در این سیستم کامپوزیتی بررسی شد. پودر کامپوزیتی تولیدی با استفاده از پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روشی مشخصه‌یابی شد. برای بررسی اثر دما بر بلورکها از رابطه شرر استفاده شد. سپس پودر کامپوزیتی پرس ایزواستاتیک سرد شد و تحت فرایند تف‌جوشی بدون فشار در دماهای مختلف قرار گرفت تا تغییرات دانسیته آن مورد ارزیابی قرار بگیرد. نتایج پراش پرتو ایکس نشان داد نمونه پودری در ابتدا آمورف می‌باشد. با افزایش درجه حرارت اجزاء این سیستم کامپوزیتی وارد واکنش شده و فازهای آلفا  $Al_2O_3$  و  $Y_3Al_5O_{12}$  در آن تشکیل شد. اندازه بلورکهای فاز تتا آلومینا با افزایش دما تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت در حالی که پس از این درجه حرارت به دلیل تجزیه این فاز اندازه بلورکهای آن کاهش می‌یابد. دانسیته نمونه‌ها با افزایش درجه حرارت تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت به طوری که نمونه‌ها به دانسیته نسبی حدود ۹۶ درصد رسیدند. منحنی افزایش دانسیته نانوپودر کامپوزیتی سه مرحله متفاوت را در طی تف‌جوشی نشان داد. بررسی سختی نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دمای تف‌جوشی سختی افزایش می‌یابد و در نمونه تف‌جوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی ویکرز به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

**واژه‌های کلیدی** آلومینا، ایتریا، کامپوزیت، سل-ژل.

Fabrication and Characterization of  $Al_2O_3-Y_2O_3$  Based Composite

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi

**Abstract** In the present research, nanoparticles based on the alumina-yttria system were synthesized using a sol-gel method. Then, the effect of heat treatment on the phase evolution and crystallite size in this composite system was investigated. The produced composite powder was characterized using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Scherrer equation was used to investigate the effect of temperature on crystallite sizes. The composite powder was cold isostatically pressed and subjected to a pressureless sintering process at different temperatures to evaluate its density changes. The X-ray diffraction results showed that the powder sample was initially amorphous. By increasing the temperature, the components of this composite system reacted and Alpha- $Al_2O_3$  and  $Y_3Al_5O_{12}$  phases are formed. The crystallite size of the Theta-alumina phase grew with increasing temperatures up to 1000 °C. At higher temperatures, crystallite size decreased due to the decomposition of theta-alumina. The density of the samples increased by increasing the temperature up to 1600 °C so that the samples reached a relative density of about 96%. The densification curve of the composite showed three different stages during sintering. Examining the hardness of the samples showed that the hardness increases with the increase of the sintering temperature, and in the sample sintered at 1600 °C for 3 hours, the Vickers hardness reached about 14 GPa.

**Keywords** Alumina, Yttria, Composite, Sol-gel.

\* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۴/۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۱۱/۲۹ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول، دانشیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

Email: hassanzadeh@pmt.iaun.ac.ir

### مقدمه

تقاضای جهانی برای مواد ساختاری مستحکم که در دمای بالا مورد استفاده قرار گیرند به طور مثال در کاربردهای مختلف مانند بخش‌های هوافضا و انرژی افزایش یافته است [1]. سرامیک‌ها و کامپوزیت‌های آن در برآوردن این تقاضا تا حدودی موفق بوده‌اند و موادی با کیفیت بالاتر و کارآمدی را برای صنعت فراهم می‌کنند. با این حال، استفاده کاربردی و ساختاری سرامیک‌ها به ماهیت شکننده آنها محدود شده است [2].

آلومینا (اکسید آلومینیوم،  $Al_2O_3$ ) یکی از سرامیک‌هایی است که به دلیل سختی و استحکام بالا (در دمای پایین و در دمای بالا) و خاصیت عایق کاری خوب، یکی از سرامیک‌های پرکاربرد است. با این حال برای بهبود خواص مکانیکی و خصوصاً چقرمگی (Toughness) شکست این ماده، ساخت کامپوزیت از آن بسیار مورد توجه است. مطالعات متعددی توسط محققان برای بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های مبتنی بر آلومینا به دلیل شکنندگی ذاتی آنها انجام شده است [3, 4]. به طور مثال ذرات مختلفی به عنوان تقویت کننده اضافه شده است که از جمله این مواد می‌توان به زیرکونیا، نانوتیوب کربنی و سیلیکون کاربید اشاره کرد. به طور مثال گزارش شده است افزودن 20 درصد وزنی سیلیکون کاربید می‌تواند چقرمگی را تا  $8.7 \text{ MPa m}^{0.5}$  افزایش دهد [5]. به طور مشابه، بررسی سختی سطح آلومینا کامپوزیت شده با زیرکونیا نشان داده است که در این کامپوزیت افزایش قابل توجه سختی ایجاد می‌شود [6]. گزارش‌هایی در مورد افزودن ترکیبات بین فلزی نیز به آلومینا جهت بهبود خواص وجود دارد [7, 8].

کامپوزیت سرامیکی بر پایه آلومینا-ایتریا در مهندسی هوافضا، مانند اجزاء برای موتورهای جت در صنعت هواپیما و ابزارهای ماشینکاری استفاده شده است. ریز ساختار دوفازی حاصل از تف‌جوشی مخلوط‌های پودر آلومینا و ایتریا، باعث ایجاد ساختاری از آلومینا و ایتریوم آلومینیوم گارنت شده که به طور همگن توزیع می‌شود و پس از تف‌جوشی باعث ایجاد تنش‌های پسماند فشاری در دو فاز شده که به دلیل اختلاف در ضریب انبساط حرارتی این دو فاز است. این رفتار سبب کاهش انتشار ترک بین دانه‌ای شده و در نتیجه چقرمگی شکست این کامپوزیت سرامیکی را افزایش می‌دهد [9-11].

از مزایای استفاده از سرامیک‌های اکسیدی نسبت به

سرامیک‌های غیر اکسیدی، مقاومت بالایی آن‌ها در برابر اکسیداسیون و خوردگی در محیط‌های تهاجمی و دماهای بالا می‌باشد. در دهه اخیر، برخی از مطالعات نشان دادند که سرامیک‌های حاوی ایتریوم آلومینیوم گارنت مقاومت خزشی بالاتری نسبت به دیگر سرامیک‌ها دارند. یکپارچگی مکانیکی این سرامیک در دمای حدود  $1500^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد در چندین مطالعه تایید شده است [12, 13].

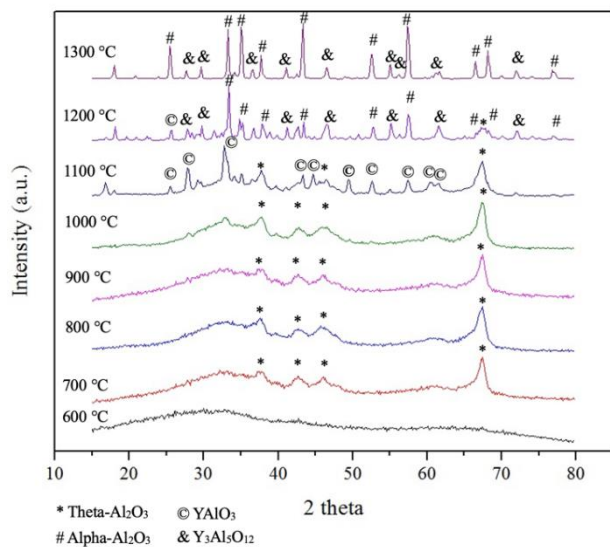
با این حال کیفیت قطعه نهایی سرامیکی بسیار وابسته به کیفیت مواد اولیه و روش مورد استفاده در ساخت آن است. به طور مثال اندازه و همگنی پودر اولیه نقش مهمی در تف‌جوشی و ریز ساختار نهایی نمونه دارد. در سال‌های اخیر ساخت مواد اولیه از روش‌های شیمی تر (Wet chemical methods) به دلیل خلوص و کیفیت این روش بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از جمله تکنیک‌های مورد استفاده در شیمی تر می‌توان به روش‌های رسوبی (Precipitation)، سل-ژل (Sol-Gel)، هیدروترمال (Hydrothermal)، سلوترومال (Solvothermal) و غیره اشاره کرد. از روش سل-ژل به دلیل ساخت پودرهای همگن کامپوزیتی به علت مخلوط شدن خوب مواد اولیه استفاده زیادی می‌شود و در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است [14, 15].

بنابراین هدف از تحقیق حاضر ساخت نانوذرات کامپوزیتی درجا بر پایه آلومینا-ایتریا به روش سل-ژل می‌باشد. سپس پودر حاصل مشخصه‌یابی شده و اثر عملیات حرارتی بر تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار خواهد گرفت. پودر نانوکامپوزیتی تولیدی سپس پرس ایزواستاتیک (Isostatic press) سرد شده و در درجه حرارت‌های مختلف، تف‌جوشی (Sintering) بدون فشار شده و دانسیته و سختی این نمونه‌ها ارزیابی می‌شود.

### مواد و روش تحقیق

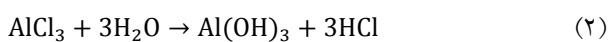
مواد اولیه برای ساخت نانوپودر به روش سل-ژل شامل  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  پودر  $Al$ ،  $Y_2O_3$  و  $HCl$  بودند. برای این منظور ابتدا پودر اکسید ایتریوم در اسید کربدیک حل شد. سپس کلرید آلومینیوم و آلومینیوم به محلول اضافه شد. مقدار مواد اولیه بر اساس ۱۰ درصد وزنی ایتریا انتخاب شد. سپس محلول پیش‌ساز به طور مداوم در دمای  $100^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد

حرارتی شده در ۶۰۰ درجه سانتیگراد پیکی را نشان نمی‌دهد که نشان از آمورف و بی‌نظم بودن ساختار دارد. با افزایش دما تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا ظاهر می‌شود. شدت این پیک‌ها تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده رشد بلورک‌ها و افزایش بلورینگی پودر می‌باشد. در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد شدت پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا کاهش می‌یابد که نشان‌دهنده تجزیه این فاز است. در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پیک‌های آلفا آلومینا ظاهر می‌شوند و پیک‌های مربوط به فاز تتا آلومینا حذف می‌شود. در واقع در دماهای بالا فازهای میانی آلومینا ناپایدار شده و فاز آلفا که فاز پایدار دمای بالای آلومینا است جایگزین فازهای میانی می‌شود. علاوه بر این، پیک‌های مربوط به فاز اکسید ایتیم به صورت مستقیم مشاهده نمی‌شود بلکه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد فاز مربوط به  $YAlO_3$  هگزگونال مشاهده می‌شود.



شکل ۱ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها کلسینه شده در دماهای مختلف

با افزایش دما تا ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد فاز  $Y_3Al_5O_{12}$  تشکیل می‌شود. مکانیزم تشکیل فازهای این کامپوزیت را می‌توان به صورت زیر بیان کرد. ابتدا  $AlCl_3$  هیدرولیز شود (واکنش (۲)).



اکسید ایتیم نیز با اسید واکنش می‌دهد و به صورت حل شده در می‌آید. واکنش (۳) نشان می‌دهد که پودر آلومینوم نیز

به مدت ۴ ساعت به هم زده شد تا مواد اولیه کاملاً حل شود و در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد پیرسازی شد. ویسکوزیته محلول به تدریج افزایش یافت و در نهایت محلول به یک ژل سفت تبدیل شد. سپس ژل در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴۸ ساعت خشک شد. ژل خشک شده در یک کوره الکتریکی در دماهای مختلف کلسینه شد و سپس با استفاده از یک محفظه آلومینا و گلوله‌های آلومینای خالص در محیط اتانول آسیاب شد تا آگلومره‌های پودر شکسته شوند. پودر بدست آمده مجدداً در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد خشک شد. برای ساخت قطعات، پودرها در فشار ۸۰ مگاپاسکال پرس سرد شده و سپس در دماهای مختلف تفجوشی بدون فشار شد.

از آنالیز پراش اشعه ایکس (X-ray diffraction) برای بررسی فازی ژل خشک شده و پودر کلسینه شده با استفاده از دستگاه مدل فیلیپس X-pert انجام شد. همچنین برای محاسبه اندازه بلورک‌ها (Crystallite size) در نمونه‌ها با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس، از رابطه شرر (۱) استفاده شد [16].

$$d = \frac{0.9\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

در این رابطه  $d$  اندازه کریستال،  $\lambda$  طول موج،  $\theta$  زاویه پراش و  $\beta$  پهنای پیک در نصف شدت ماکزیمم می‌باشد. مورفولوژی پودر و سطح قطعات کامپوزیتی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Scanning electron microscope) فیلیپس مدل ایکس ال ۳۰ (Phillips XL30) مورد بررسی قرار گرفت. برای نمونه‌سازی جهت تصویربرداری قطعات و پودر با استفاده از طلا پوشش‌دهی شد و سپس داخل محفظه میکروسکوپ الکترونی روبشی قرار گرفت. برای بررسی دانه‌سینه نمونه از روش ارشمیدس (Archimedes method) در مایع آب استفاده شد. سختی ویکرز (Vickers hardness) توسط دستگاه سختی‌سنجی ولپرت ۴۳۰ (Wolpert 430) با بار ۱،۵ کیلوگرم و زمان ماند ۱۵ ثانیه اندازه‌گیری شد.

## نتایج و بحث

محصول تولیدی با استفاده از روش سل-ژل برای بررسی فازهای کریستالی تحت عملیات حرارتی در دماهای مختلف قرار گرفت و نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در شکل (۱) نشان داده شده است. الگوهای پراش اشعه ایکس ژل عملیات

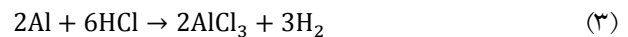
همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش دما از ۷۰۰ درجه سانتیگراد تا ۹۰۰ درجه سانتیگراد اندازه بلورک‌ها ابتدا با نرخ کم و سپس از ۹۰۰ درجه سانتیگراد تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد با نرخ بالاتری رشد کرده‌اند. علت رشد بلورک‌ها با افزایش دمای کلسیناسیون را می‌توان به فعال شدن مکانیزم‌های دیفوزیون اتمی نسبت داد [19]. در واقع نانو ذرات تمایل دارند تا انرژی سطحی خود را با کاهش سطح و به عبارتی رشد ابعاد خود، کاهش دهند. با افزایش دما و با فعال شدن سیستم‌های نفوذ این امکان فراهم می‌شود. برای اینکه که علت متفاوت بودن نرخ رشد در دماهای مختلف مشخص شود باید به ارتباط بین دما و نفوذ توجه نمود. ارتباط بین دما و دیفوزیون یا همان نفوذ (D) به صورت رابطه (۵) بیان می‌شود.

$$D = A \exp - \frac{E}{RT} \quad (5)$$

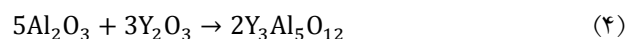
در این رابطه A یک ثابت، R ثابت گازها و T دمای مطلق می‌باشد. به دلیل ماهیت نمایی رابطه دما با دیفوزیون، با افزایش دما نرخ رشد بلورک‌ها با سرعت بیشتری افزایش می‌یابد. با این حال کاهش اندازه بلورک‌های تتا آلومینا بعد از دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به دلیل ناپایدار شدن و تجزیه این فاز می‌باشد که سبب کوچک شدن بلورک‌ها در اثر این تجزیه است. در واقع بعد از ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد تتا آلومینا تبدیل به آلفا آلومینا می‌شود که این موضوع در الگوهای پراش اشعه ایکس قابل مشاهده است. در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد تقریباً تمام فاز تتا آلومینا تجزیه می‌شود.

شکل (۳) تصویر میکرو سکوپ الکترونی روبشی ذره‌های پودر کامپوزیتی تولید شده به روش سل-ژل پس از کلسیناسیون در ۸۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. تصویر میکرو سکوپ الکترونی نمونه‌ها نشان می‌دهد که پودر نانو کامپوزیتی دارای اشکال کروی شکل است. قسمت‌های آگلومره شده در پودر مشاهده می‌شود که در نانو ذرات این پدیده بسیار معمول است. نانو ذرات تمایل دارند تا با چسبیدن به یکدیگر سطح و در نتیجه انرژی سطحی خود را کاهش دهند. نمودار هیستوگرام نمونه‌ها نشان می‌دهد (شکل ۴) که اکثر ذرات ابعادی بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر را دارند و توزیع ذرات تقریباً یکنواخت است. این توزیع نسبتاً یکنواخت از مزایای روش‌های شیمی تر مثل سل-ژل برای تولید نانو ذرات است. در واقع به علت پخش مواد اولیه در حد

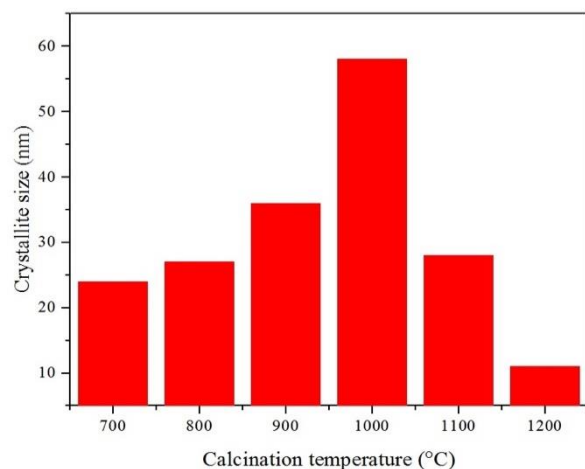
در اسید حل می‌شود و کلرید آلومینیوم و گاز هیدروژن تولید می‌کند و بنابراین از آلومینیوم به عنوان منبعی برای تولید کلرید آلومینیوم استفاده می‌شود.



در نهایت یون‌های آلومینیوم و ایتیریم در محلول وارد واکنش‌های تراکم شده و هیدروکسیدهای فلزی تشکیل می‌دهند و به ژل تبدیل می‌شوند. با افزایش دمای عملیات حرارتی، این ترکیبات ابتدا به اکسیدهای فلزی آمورف تبدیل می‌شوند که در الگوهای پراش اشعه ایکس ساختار آمورف قابل مشاهده می‌باشد. با افزایش بیشتر دمای عملیات حرارتی، فازهای آمورف به فازهای کریستالی تبدیل می‌شوند که بر اساس آنالیز پراش پرتو ایکس ابتدا فازهای میانی آلومینا متبلور می‌شود. با این حال اکسید ایتیریم قبل از تبلور با آلومینا وارد واکنش می‌شود و فاز  $YAlO_3$  و در نهایت فاز  $Y_3Al_5O_{12}$  را بر اساس واکنش (۴) تشکیل می‌دهد.

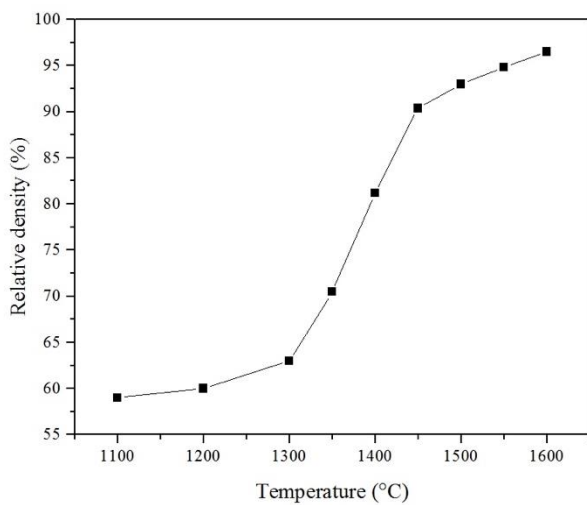


برای بررسی اندازه بلورک‌ها، از رابطه شرر و الگوهای پراش اشعه ایکس استفاده شد. از این رابطه به طور وسیع در تحقیقات مختلف برای اندازه گیری اندازه بلورک‌های کامپوزیت‌های بر پایه آلومینا استفاده شده است [17,18]. از پیک حدود ۶۷ درجه مربوط به تتا آلومینا برای محاسبات استفاده شد. نتایج به دست آمده در شکل (۲) نشان داده شده است.



شکل ۲ اندازه بلورک‌های تتا آلومینا در دماهای کلسیناسیون مختلف

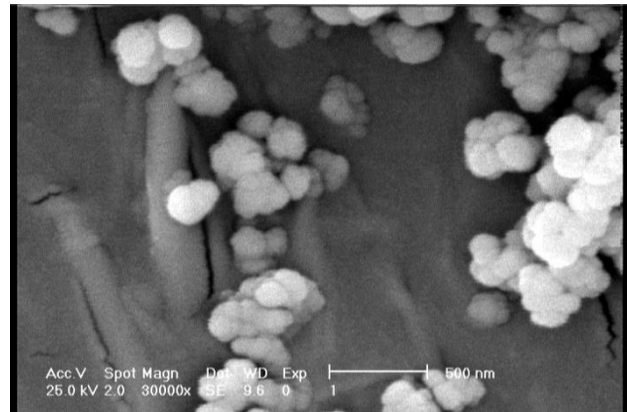
پیروی می‌کند و همانطور که در این شکل نشان داده شده است، طرح تفجوشی یک شکل سیگموئال (Sigmoidal) را نشان می‌دهد. چگالش از حدود ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد شروع می‌شود. با این حال، شیب خط در این دما کم می‌شود که نشان دهنده سرعت پایین چگالش است. این نرخ پایین به دلیل دمای پایین و کند بودن مکانیزم‌های تفجوشی است. با افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد، سرعت چگالش به طور چشمگیری افزایش می‌یابد.



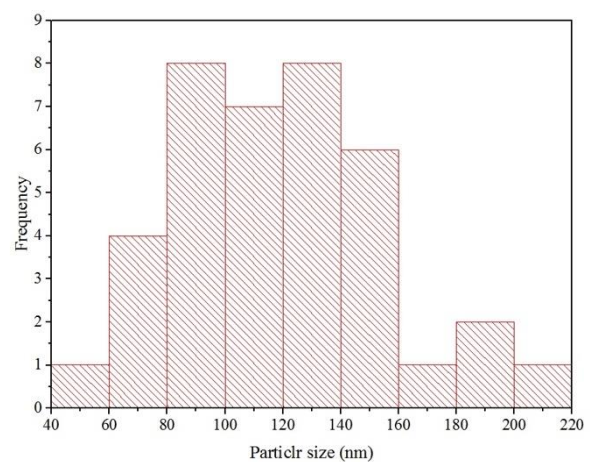
شکل ۵ چگالش نمونه‌ها با تغییر دمای تفجوشی

مشاهده می‌شود که افزایش ۲۰۰ درجه سانتیگراد دما از ۱۳۰۰ به ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد منجر به افزایش چگالی نسبی از ۶۵ درصد به بیش از ۹۰ درصد می‌شود. در این ناحیه مکانیزم‌های تفجوشی شامل دیفوزیون مرز دانه‌ای و دیفوزیون حجمی به خوبی فعال می‌شوند. در واقع تفجوشی با انتشار اتم‌ها از طریق ریزساختار شامل مرزها و داخل دانه‌ها اتفاق می‌افتد. این انتشار توسط یک گرادیان پتانسیل شیمیایی ایجاد می‌شود. اتم‌ها از ناحیه‌ای با پتانسیل شیمیایی بالاتر به ناحیه‌ای با پتانسیل شیمیایی پایین‌تر حرکت می‌کنند و به مرور زمان تخلخل‌ها پر می‌شوند. بعد از دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد، وارد منطقه پایانی فرایند تفجوشی می‌شویم. در این ناحیه دوباره نرخ افزایش دانسیته، کاهش می‌یابد و شیب منحنی کم می‌شود. در این ناحیه به علت افزایش اندازه دانه‌ها و همچنین محبوس شدن تخلخل‌ها در داخل دانه، مسیرهای دیفوزیون اتم‌ها طولانی و سخت می‌شود و در نتیجه افزایش دانسیته با سرعت کمتری

مولکولی در یکدیگر و کنترل واکنش‌ها در هنگام فرایند ساخت، محصولات معمولاً یکنواختی بالایی دارند [20]. با این حال اندازه ذره‌های بدست آمده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی از اندازه بلورک‌های بدست آمده توسط الگوهای پراش اشعه ایکس بزرگتر است.



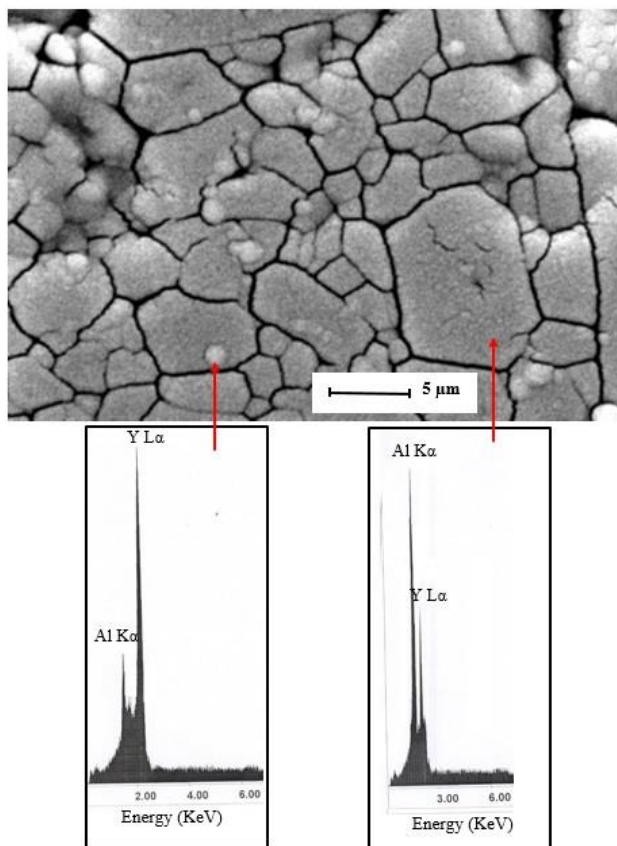
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد



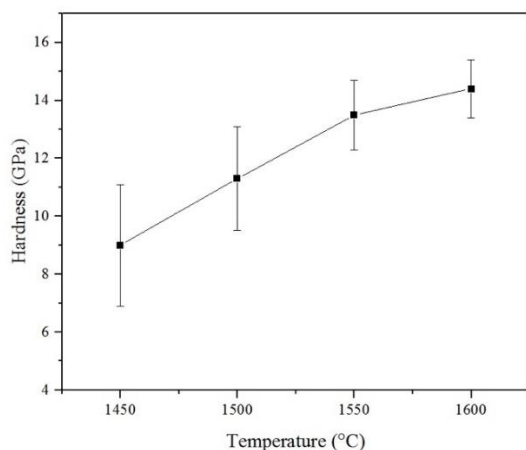
شکل ۴ هیستوگرام اندازه ذره‌های نمونه کامپوزیتی کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد

پس از مشخصه‌یابی پودر تولیدی، نمونه‌های پودری کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد تحت پرس ایزواستاتیک سرد در فشار ۸۰ مگاپاسکال فشرده شدند و برای تفجوشی و ساخت قطعه مترکم در کوره در دماهای مختلف قرار گرفتند. شکل (۵) دانسیته نسبی نمونه‌ها پس از عملیات تفجوشی را نشان می‌دهد. به طور کلی دانسیته نمونه‌ها روند صعودی با افزایش دما را دارد. با این حال این افزایش دانسیته از الگوی خاصی

ویکرز انجام شد. اثر دمای تفجوشی بر سختی نمونه‌ها در شکل (۷) نشان داده شده است.



شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه کامپوزیتی تفجوشی شده در 1600 درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت



شکل ۷ سختی نمونه‌های تفجوشی شده در دماهای مختلف

نتایج به صورت کلی نشان می‌دهد با افزایش دمای

انجام می‌شود. در این مرحله با افزایش ۱۰۰ درجه سانتیگراد از ۱۵۰۰ تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد تنها حدود ۶ تا ۷ درصد افزایش در چگالی نمونه‌ها دیده می‌شود. گزارش شده است در این مرحله بیشترین رشد دانه‌ها مشاهده می‌شود که امری نامطلوب در فرایند تفجوشی می‌باشد. به دلیل رشد شدید دانه‌ها در این مرحله و محبوس شدن تخلخل‌ها، گاهی با افزایش بیشتر دمای تفجوشی نیز دانسیته افزایش نخواهد یافت و فقط رشد بیشتر دانه‌ها رخ می‌دهد که امری مطلوب نمی‌باشد.

برای بررسی ریزساختار نمونه‌های تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که در تصویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده می‌شود دانه‌ها نسبت به پودر اولیه رشد زیادی داشته‌اند که با توجه به دمای بالای تفجوشی، قابل انتظار بود. دانه‌ها اشکال نامنظم دارند و به صورت چندوجهی قابل مشاهده می‌باشند. همچنین دو توزیع دانه بندی را می‌توان در نمونه مشاهده کرد. تعدادی از دانه‌ها رشد بیشتری داشته‌اند و به ابعادی حدود ۴ تا ۵ میکرون می‌رسند. تعدادی دیگری از دانه‌ها ابعاد کوچکتری دارند و ابعادی زیر یک میکرون دارند. برای بررسی ترکیب شیمیایی در این دانه‌بندی‌های متفاوت، از این نقاط آنالیز طیف‌سنجی تفکیک انرژی نقطه‌ای گرفته شد. به طور کلی دو عنصر آلومینیوم و ایتیریم توسط این آنالیز مشخص شد. همانطور که نتایج در شکل (۶) نشان داده است در مناطقی که دانه‌ها درشت‌تر هستند بیشتر عنصر آلومینیوم دیده می‌شود که به نظر می‌رسد این مناطق بیشتر از آلومینا تشکیل شده است در حالی که دانه‌های ریزتر که روشن‌تر نیز می‌باشند بیشتر حاوی عنصر ایتیریم است که نشان دهنده تشکیل فازهای غنی از ایتیریم می‌باشد. بر اساس آنالیز پراش اشعه ایکس که در شکل (۱) نشان داده شد این فاز غنی از ایتیریم، فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت یا  $Y_3Al_5O_{12}$  است. به نظر می‌رسد فاز آلومینا نسبت به فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت رشد سریع‌تری داشته است. ذرات کوچک‌تر ایتیریم آلومینیوم گارنت هم در مرز دانه‌ها و هم داخل دانه‌های آلومینا مشاهده می‌شود. در برخی نقاط هم تخلخل‌هایی دیده می‌شود.

برای بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها، آزمون سختی سنجی



پرس شده و در درجه حرارت های مختلف تحت عملیات تفجوشی بدون فشار قرار گرفت. نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که پودر تولیدی در ابتدا ساختار آمورف دارد که پس از عملیات حرارتی فازهای آلومینا و فاز ایتیریم آلومینیوم گارنت متبلور می‌شوند. تصاویر میکروسکوپی محدوده اندازه دانه‌ها برای پودر تولید شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد را بین ۶۰ تا ۱۶۰ نانومتر نشان داد. با افزایش دما، اندازه بلورک‌های تتا آلومینا ابتدا افزایش یافت و سپس در اثر تجزیه این فاز، ابعاد بلورک‌ها کوچک شد. نمونه‌های تفجوشی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت به حدود ۹۶ درصد دانسیته نسبی رسیدند. سه منطقه با نرخ متفاوت چگالش در منحنی تغییرات دانسیته نسبی بر حسب دما دیده شد. سختی نمونه‌ها با افزایش دمای تفجوشی افزایش یافت به طوری که در نمونه تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، سختی به حدود ۱۴ گیگاپاسکال رسید.

#### تقدیر و تشکر

نویسندگان از حمایت دانشگاه آزاد اسلامی نجف آباد تقدیر و تشکر می‌کنند.

تفجوشی سختی نمونه‌ها افزایش می‌یابد و برای نمونه تفجوشی شده در ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت سختی حدود ۱۴ گیگاپاسکال است. عوامل مختلفی بر سختی یک ماده اثر دارد. اولین پارامتر مربوط به نوع ماده، طبیعت و قدرت پیوندهای آن است. عوامل ساختاری نیز بر سختی اثر دارند مثلاً هر چه اندازه دانه‌ها ریزتر باشد سختی یک نمونه بالاتر است. اما آنچه در نمونه‌های این تحقیق بیشترین اثر را دارد تخلخل‌های آن است. با افزایش درجه حرارت تفجوشی، تخلخل‌های نمونه‌ها کاهش می‌یابد که این کاهش تخلخل باعث افزایش سختی می‌شود. با این حال می‌توان برای رسیدن به سختی‌های بالاتر از روش‌های تفجوشی تحت فشار مثل روش پرس گرم استفاده کرد زیرا در این روش‌ها می‌توان به دانسیته‌های نزدیک به دانسیته تئوری رسید.

#### نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر پودر کامپوزیتی بر پایه آلومینا-ایتیریا به روش سل-ژل ساخته شد. پودر تولیدی در درجه حرارت‌های مختلف کلسینه شد و تغییرات فازی و اندازه بلورک‌های آن مورد بررسی قرار گرفت. سپس پودر کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد،

#### مراجع

- [1] M. Alipour Sougavabar, S. A. Niknam, B. Davoodi, "Study of tool flank wear and surface quality in milling of AL520-MMCs reinforced with sic and sn particles," *Journal of Science and Technology of Composites*, vol. 9, no. 2, pp. 1970-1975, 2022.
- [2] Y. Chang, X. Yao, Y. Chen, D. Zou, "Review on ceramic-based composite phase change materials: preparation, characterization and application," *Composites Part B: Engineering*, vol. 254, pp. 110584, 2023.
- [3] J. Singh, A. Chauhan, "Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications—a review," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 159-169, 2016.
- [4] G. D. Zhan, A. K. Mukherjee, "Carbon nanotube reinforced alumina-based ceramics with novel mechanical, electrical, and thermal properties," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 1, no. 2, pp. 161-171, 2004.
- [5] P. F. Becher, G. C. Wei, "Toughening behavior in sic-whisker-reinforced alumina," *Journal of the American ceramic society*, vol. 67, no. 12, pp. C- 267-C- 269, 1984.
- [6] Y. Li, Kim, Y.-H. Koh, "Improving the surface hardness of zirconia toughened alumina (zta) composites by surface treatment with a boehmite sol," *Ceramics International*, vol. 38, no. 4, pp. 2889-2892, 2012.
- [7] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, M. Kashefi, J.V. Khaki, S. Jonsson, "Investigation of in-situ synthesis and

- consolidation of NiAl–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites by reactive spark plasma sintering process using mechanically activated reaction,” *International Journal of Material Science Innovations*, Vol. 2, No. 4, pp. 100-116, 2014.
- [8] M. Beyhaghi, “investigation of influences of mechanical activation and heating rate on nanostructured NiAl–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites formation by combustion synthesis,” *Advanced Processes in Materials Engineering*, vol. 11, no. 2, pp. 1-25, 2017.
- [9] S. Ochiai, T. Ueda, K. Sato, M. Hojo, Y. Waku, N. Nakagawa, S. Sakata, A. Mitani, T. Takahashi, “Deformation and fracture behavior of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/YAG composite from room temperature to 2023 K,” *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 14, pp. 2117-2128, 2001.
- [10] H. Wang, and L. Gao, “Preparation and microstructure of polycrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–YAG composites,” *Ceramics international*, vol. 27, no. 6, pp. 721-723, 2001.
- [11] B. Yao, H. Su, J. Zhang, Q. Ren, W. Ma, L. Liu, H. Fu, , “Sintering densification and microstructure formation of bulk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/YAG eutectic ceramics by hot pressing based on fine eutectic structure,” *Materials & Design*, vol. 92, pp. 213-222, 2016.
- [12] D. Bučevac, M. Omerašević, A. Egelja, Ž. Radovanović, L. Kljajević, S. Nenadović, V. Krstić, “effect of YAG content on creep resistance and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG composite,” *Ceramics International*, vol. 46, no. 10, pp. 15998-16007, 2020.
- [13] P. Palmero, G. Fantozzi, F. Lomello, G. Bonnefont, L. Montanaro, “creep behaviour of alumina/YAG composites prepared by different sintering routes,” *Ceramics International*, vol. 38, no. 1, pp. 433-441, 2012.
- [14] R. Pournajaf, S. A. Hassanzadeh-Tabrizi, “Polyacrylamide synthesis of nanostructured copper aluminate for photocatalytic application,” *Journal of Advanced Materials and Processing*, vol. 5, no. 4, pp. 12-19, 2018.
- [15] M. Parashar V. K. Shukla, R. Singh, “metal oxides nanoparticles via sol–gel method: a review on synthesis, characterization and applications,” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 31, pp. 3729-3749, 2020.
- [16] U. Holzwarth, N. Gibson, “The scherrer equation versus the debye-scherrer equation,” *Nature nanotechnology*, vol. 6, no. 9, pp. 534-534, 2011.
- [17] M. Beyhaghi, M. Kashefi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, S. Jonsson, “In-situ synthesis of nanostructured NiAl–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings on cast iron substrates by spark plasma sintering of mechanically activated powders,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 272, pp. 254-267, 2015.
- [18] M. Beyhaghi, A. Kiani-Rashid, J.V. Khaki, M. Kashefi, S. Jonsson, “Influences of mechanical activation and heating rate on reaction processes in combustion synthesis of NiAl–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites,” *Powder Technology*, vol. 346, pp. 347-247, 2019.
- [19] D. Gouvêa, D. C. Rosário, L. B. Caliman, , “Surface and grain- boundary excess of ZnO- Doped SnO<sub>2</sub> nanopowders by the selective lixiviation method,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 100, no. 9, pp. 4331-4340, 2017.
- [20] D. L. Marchisio, F. Omegna, A. A. Barresi, P. Bowen, “effect of mixing and other operating parameters in sol– gel processes,” *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 47, no. 19, pp. 7202-7210, 2008.





## CONTENTS

<b>Effect of Aging Heat Treatment and Extrusion Process on Mechanical Properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr Alloy</b>	1
Mohammad Alipour	
<b>Investigating the Effect of Roughness on the Tunneling and Statistical Properties of Tantalum thin Layers Grown Using Nitrogen Ions</b>	11
Amir Hoshang Ramezani - Zhaleh Ebrahiminezhad	
<b>Evaluating Effects of the Gating Ratio on the Casting Quality of a Steel Pump Body Using the Simulation</b>	23
Morteza Azarbarmas	
<b>Effect of Rolling Direction and Groove Geometry on Impact Behaviour of AA6061 and AA 7020 Aluminum Alloys</b>	35
Farzad soleymani	
<b>Investigating the Performance of Amorphous W/WN Bilayer as a Cu Diffusion Barrier in Si</b>	51
Somayeh Asgary – Amir Hoshang Ramezani	
<b>Fabrication and Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Based Composite</b>	65
Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi	

---



**JOURNAL OF METALLURGICAL  
AND MATERIALS ENGINEERING  
FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD**

Ferdowsi University of Mashhad

ISSN 2008-7462

---

**General Director:** A. Haerian Ardakani  
**Editor-Chief :** J. Vahdati Khaki  
**Published:** Ferdowsi University of Mashhad

---

**Editorial Board:**

<b>R. Azari khosroshahi</b>	Associate Professor	Sahand University of Technology
<b>G. R. Ebrahimi</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>R. Bagheri</b>	Professor	Sharif University of Technology
<b>J. Javadpour</b>	Professor	Iran University of Science & Technology
<b>G. Barati Darband</b>	Assistant Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>A. Haerian Ardakani</b>	Professor	Sadjad University of Technology
<b>M. Haddad Sabzevar</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>S. M. Zebarjad</b>	Professor	Shiraz University
<b>S. A. Sajjadi</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>M. Salehi</b>	Professor	Isfahan University of Technology
<b>M. R. Torroghinejad</b>	Associate Professor	Isfahan University of Technology
<b>H. Arabi</b>	Professor	Iran University of Science & Technology
<b>A. R. Kiani Rashid</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>J. Vahdati Khaki</b>	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
<b>Dr. Jinyang Li</b>	Associate Professor	Applied Chemistry, Huazhong University of Science and Technology (HUST), Wuhan, China
<b>Dr. Ionela Poenita Birloaga</b>	Associate professor	Chemical Engineering at University of L'Aquila
<b>Dr. Masoud Sakaki</b>	Postdoctoral Researcher	University of Duisburg-Essen, Germany
<b>Dr. Hossein Shalchian</b>	Postdoctoral Researcher	Laboratory of Integrated Treatment of Industrial Waste and Wastewater, University of L'Aquila, Italy
<b>Dr. Farhad Saba</b>	Postdoctoral Researcher	School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai, China

---

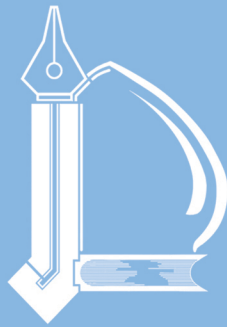
**Text Editor:** A. Dehghan - S. Mollazadeh Beidokhti  
**Typist:** A. Noie – T. Hooshmand

**Administrative Director:** T. Hooshmand

---

Journal of Metallurgical and Materials Engineering  
Department of Materials Science and Engineering, Ferdowsi University of Mashhad,  
P. O. Box. 91775-1111, Mashhad, I.R.IRAN  
Tel: +98 51 38763301; Fax: +98 51 38806024; Email: jmme@um.ac.ir  
Web site: <http://jmme.um.ac.ir>

ISSN 2008 -7462



Ferdowsi University  
of Mashhad

**JOURNAL OF  
METALLURGICAL  
AND MATERIALS  
ENGINEERING**

Serial No. 33

**Effect of Aging Heat Treatment and Extrusion Process on Mechanical Properties of Al-3Mg-2.5Cu-xEr Alloy** 1  
Mohammad Alipour<sup>1/</sup>

**Investigating the Effect of Roughness on the Tunneling and Statistical Properties of Tantalum thin Layers Grown Using Nitrogen Ions** 11  
Amir Hoshang Ramezani - Zhaleh Ebrahimezhad

**Evaluating Effects of the Gating Ratio on the Casting Quality of a Steel Pump Body Using the Simulation** 23  
Morteza Azarbarmas

**Effect of Rolling Direction and Groove Geometry on Impact Behaviour of AA6061 and AA 7020 Aluminum Alloys** 35  
Farzad soleymani

**Investigating the Performance of Amorphous W/WN Bilayer as a Cu Diffusion Barrier in Si** 51  
Somayeh Asgary - Amir Hoshang Ramezani

**Fabrication and Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Based Composite** 65  
Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi

Vol. 35, No. 1  
Spring 2024