

**University of Belgrade**

---

**From the Selected Works of Zeljko J Kamberovic**

---

2008

**DETERMINATION OF  $Al_2O_3$  PARTICLE  
SIZE IN  $Cu-Al_2O_3$  NANOCOMPOSITE  
MATERIALS USING UV  
SPECTROPHOTOMETRY**

Zeljko J Kamberovic



Available at: [https://works.bepress.com/zeljko\\_kamberovic/20/](https://works.bepress.com/zeljko_kamberovic/20/)

**ODREĐIVANJE VELIČINE ČESTICA  $\text{Al}_2\text{O}_3$  U NANOKOMPOZITNIM  
MATERIJALIMA IZ SISTEMA  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  PRIMENOM UV  
SPEKTROFOTOMETRIJE**

**DETERMINATION OF  $\text{Al}_2\text{O}_3$  PARTICLE SIZE IN  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$   
NANOCOMPOSITE MATERIALS USING UV  
SPECTROPHOTOMETRY**

Korać Marija, Željko Kamberović, Mirjana Filipović

*Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, marijakorac@tmf.bg.ac.rs*

**Izvod**

U cilju postizanja poboljšanih mehaničkih osobina disperzno ojačanih nanokompozita, bez uticaja na električnu i termičku provodljivost neophodno je da je dispergovana faza nano veličine i ravnomerno raspoređena u osnovnom metalu. U radu su prikazani rezultati vezani za mogućnost određivanja veličina čestica glinice u nanokompozitnim materijalima iz sistema  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  primenom UV spektrofotometrije. Dobijeni rezultati pokazuju da je ova metoda nedovoljno pouzdana kao adekvatna metoda za određivanje veličine čestice disperzne faze, jer usled koalescencije čestica dolazi do pojave lažnih rezultata, tj. određena veličina čestica je višestruko veća od veličine određene analizom slike.

*Ključne reči: nanokompoziti, bakar, glinica, UV spektrofotometrija, veličina čestica*

**Abstract**

In order to achieve improved mechanical properties of dispersion strengthened nanocomposite, without influencing electrical and thermal conductivity it is necessary for dispersoids to be nano sized and uniformly distributed in base metal matrix. In this paper are presented the results concerning possibility of using UV spectrophotometry for determination of alumina particle size in  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  system. Presented results show that this method is unefficient as method for determination of dispersoids particle size, due to the coalescence of particles false results are obtained, i.e. particle size significantly higher than one determined by image analysis.

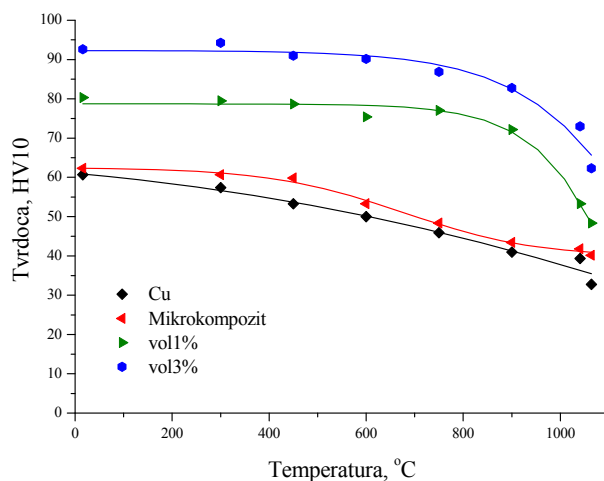
*Key words: nanocomposite, copper, alumina, UV spectrophotometry, particle size*

## Uvod

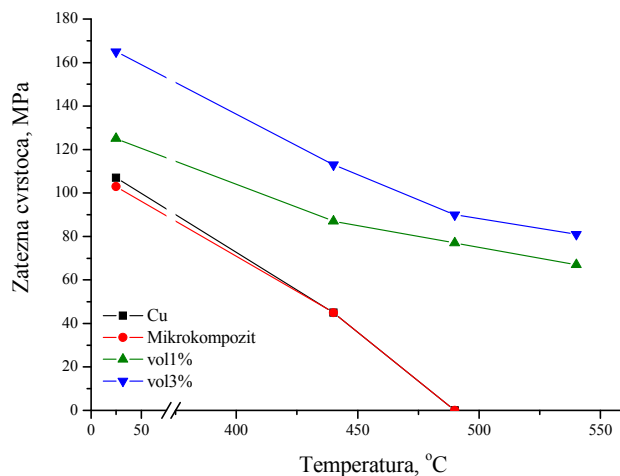
Početak proizvodnje kompozitnih materijala se vezuje za materijale sa matricom od polimera. Međutim, u poslednjih petnaest godina težište se pomera ka materijalima koji za osnovu imaju keramiku ili metal. U svetu postoje različite pretpostavke u vezi svojstava ovih materijala, trenutnih ali i sa aspekta razvojnih pravaca. Jedna od tih pretpostavki je da će ovakvi materijali imati deset puta veću čvrstoću u odnosu na specijalne čelike, a kao druga pretpostavka je da će značajan pad cene ovih materijala usloviti njihovu sve veću primenu. Tako na primer u avionskoj industriji se početkom devedesetih u avione ugrađivalo svega oko 3% kompozitnih materijala dok se ta vrednost početkom XXI veka popela do oko 65%.

Za sintezu kompozitnih materijala sa metalnom osnovom tokom godina razvijen je veliki broj metoda kao što su mehaničko legiranje, sprej piroliza, plastična deformacija, mehanohemijske i termohemijske metode [1-5]. Najveću pažnju, međutim, privlači termohemijski metod sinteze zbog velikog potencijala za industrijsku proizvodnju različitih vrsta kompozitnih materijala, u značajnoj količini po relativno privlačnoj ceni.

Za termohemijsku sintezu ulazni materijali su u tečnom stanju što omogućava proizvodnju homogenih ultrafinih i nano čestica, a samim tim i homogenu strukturu sinterovanih materijala [6]. Pored homogene raspodele disperzoida, njihova veličina igra kritičnu ulogu u osobinama sinterovanih materijala. Naser, Ferkel i Reihnemann su u svojim radovima [7,8] dokazali uticaj veličine čestica na mehaničke osobine gotovih proizvoda. Na slikama 1 i 2 su prikazani rezultati ispitivanja tvrdoće HV10 i zatezne čvrstoće toplo ekstrudovanih uzoraka nakon termičkog tretmana.



Slika 1. Promena tvrdoće HV10 bakra i različitih kompozita u funkciji temperature  
 Figure 1. Dependence of hardness HV10 of copper and different composites from temperature



Slika 2 Zatezna čvrstoća u MPa za toplo ekstrudovane materijale u funkciji temperature ( $d\varepsilon/dt=3,3 \times 10^{-3} s^{-1}$ )

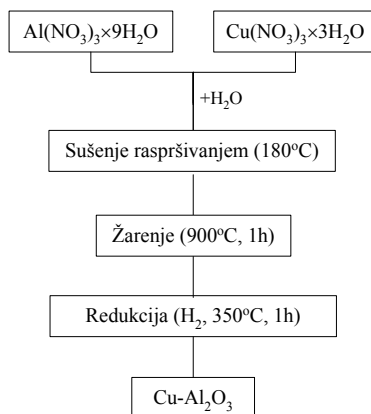
Figure 2. Yield stress in MPa of the hot extruded materials in function of temperature ( $d\varepsilon/dt=3.3 \times 10^{-3} s^{-1}$ )

Prikazani rezultati potvrđuju pretpostavku da je prisustvo nanoglinice na granici bakarnih zrna blokiralo proces rekristalizacije i rasta zrna. Tvrdća nanokompozita sa 3 vol.%  $Al_2O_3$  na temperaturi od 1065°C ima približno istu vrednost kao bakar i mikrokompozit na sobnoj temperaturi, dok je vrednost HV10 na temperaturi od 900°C duplo veća od ova dva.

Što se tiče zatezne čvrstoće za nanokompozite brzina opadanja vrednosti u funkciji temperature je mala čak i do temperatura oko 550°C, dok je za mikrokompozit i čist bakar ona veoma izražena u intervalu od sobne do oko 450°C.

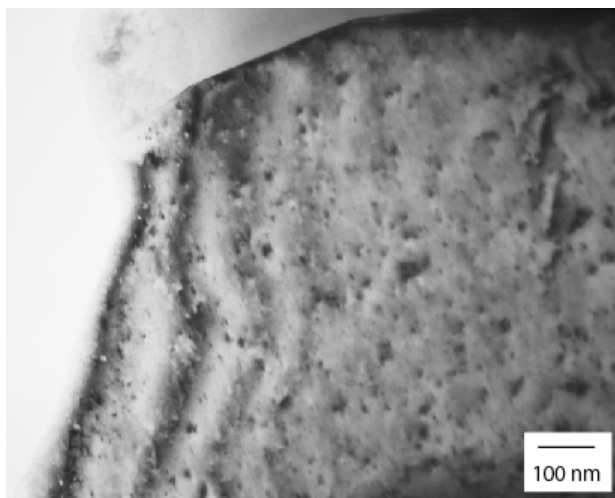
## Ekperiment

Sinteza nanokompozitnih materijala iz sistema  $Cu-Al_2O_3$  izvršena je preko rastvornih soli, nitrata, kroz više faza kao što je prikazano na slici 1. Količine nitrata bakra i aluminijuma su određene u odnosu na željeni sastav konačnog praha, što je u ovom slučaju iznosilo 3 i 5 tež.%. Vodeni rastvori su sušeni raspršivanjem, oksidaciono žareni i zatim redukovani u cilju postizanja zahtevane strukture. Detaljan opis procesa i optimalni procesni parametri su prikazani u prethodnim radovima [9].



Slika 3 Šematski prikaz termohemijske sinteze Cu- $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanokompozitnih materijala  
 Figure 3. Scheme of thermochemical synthesis of Cu- $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanocomposite materials

Na slici 4. prikazana je fotografija mikrostruktura urađene analitičkom emisionom spektrometrijom (AES). Na slici su detektovane čestice glinice u strukturi bakra. Veličina čestica glinice koje su uočljive na ovoj slici iznosi od 5-30nm.



Slika 4. AES fotografija kompozita Cu-5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 Figure 4. AES micrograph of composite Cu-5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$

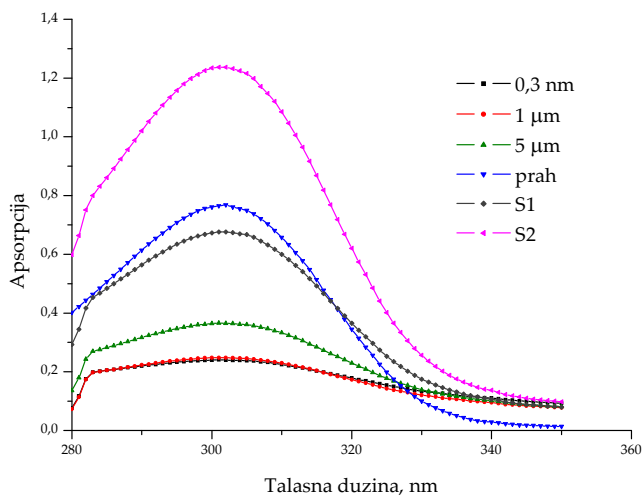
UV spektrofotometrija urađena je na Tehnološko-metalurškom fakultetu u Beogradu na uređaju UV-1700 spektrofotometru marke Shimadzu u cilju provere mogućnosti korišćenja ove metode za određivanje veličine čestica u nanokompozitima.

Uobičajno je da se veličina čestica određuje analizom slike dobijene transmissionom elektronskom mikroskopijom ili korišćenjem laserskih analizatora veličine čestica.

Uzorci u kojima je bila određivana veličina čestica glinice bili su prah  $Cu-Al_2O_3$  dobijen hemijskim putem i dva sinterovana uzorka dobijenih različitim režimom sinterovanja. Vreme sinterovanja kod oba uzorka bilo je 120min, dok je temperatura kod uzorka S1 bila  $900^\circ C$ , a kod S2  $800^\circ C$ .

Za kalibraciju izabrane su komercijalne dostupne glinice veličine čestica 300nm, 1 i  $5\mu m$ .

Koncentracija kalibracionih rastvora i rastvora za analizu je iznosila 0,001 g/L. Kalibracioni rastvori predstavljaju suspenziju komercijalnih glinice u vodi. Rastvori za analizu su dobijeni rastvaranjem odgovarajuće količine praha i sinterovanih uzoraka u azotnoj kiselini pod dejstvom ultrazvuka (1500Hz, 5 min, uređaj Metason 1500, Struers). Dobijeni rezultati UV spektrofotometrije za kalibraciju i za ispitivane uzorke prikazana je na sledećem dijagramu.



Slika 5. Rezultati UV spektrofotometrije, adsorpcija u funkciji  $\lambda$   
Figure 5. Results of UV spectrophotometry, adsorption in function of  $\lambda$

Iz maksimuma krivih, koji se pojavljuje na talasnoj dužini od 301 nm za sve ispitivane uzorke, urađena je kalibracija na osnovu koje je određena veličina čestica za dobijena kompozitne prahove i sinterovane uzorke iz sistema  $Cu-Al_2O_3$ . Dobijeni rezultati su prikazani u tabeli 1.

Tabela 1. Veličina čestica  $Al_2O_3$  određena UV spektrofotometrijom  
Table 1. Particle size of  $Al_2O_3$  determined by UV spectrophotometry

| Uzorak                    | Prah  | S1    | S2    |
|---------------------------|-------|-------|-------|
| Veličina čestica, $\mu m$ | 20,29 | 16,88 | 38,41 |

## Zaključak

Dobijeni rezultati prikazuju da veličina čestica  $\text{Al}_2\text{O}_3$  određena UV spektrofotometrijom iznosi od 16,9-38,4  $\mu\text{m}$ , što nije u saglasnosti sa veličinom čestica glinice određenom analitičkom emisionom spektrometrijom (AES), gde je veličina čestica glinice od 5-30nm.

Iz iznetih rezultat može se zaključiti da UV spektrofotometrija nije odgovarajuća metoda za određivanje čestica nano veličine za sistem  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ . Pretpostavka je da dolazi koalescencija finih čestica u cilju smanjenja ukupne energije. Moguće rešenje ovog problema predstavlja dodatak materija koje snižavaju površinsku energiju nano čestica ili ispitivanja sa razblaženijim rastvorima od onih prikazanih u ovom radu.

Prezentovani rezultati čine deo projekta 19032 (2008-2010) finansiranog od strane Ministarstvu za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije.

## Literatura

- [1] K. R. Anderson and J. Groza, Mechanically alloyed dispersion strengthened copper alloys, *Metal Powder Report*, 47 (11), November 1992, 53
- [2] A.J. Ruys, Y-W Mai, The nanoparticle-coating process: a potential sol-gel route to homogeneous nanocomposites, *Materials Science and Engineering A*, 265 (1-2), 1999, 202-207
- [3] K. Byrappaa, T. Adschirib, Hydrothermal technology for nanotechnology, *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 53 (2), 2007, 117-166
- [4] G-Q Yuana, H-F Jiang, C. Lina, S-J Liaoa, Shape- and size-controlled electrochemical synthesis of cupric oxide nanocrystals, *Journal of Crystal Growth*, 303 (2), 2007, 400-406
- [5] Afshara A., A. Simchi, Abnormal grain growth in alumina dispersion-strengthened copper produced by an internal oxidation process, *Scripta Materialia*, 58 (11), 2008, 966-969
- [6] P. K. Jena, E. A. Brocchi, M. S. Motta, In-situ formation of  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  nano-scale composites by chemical routes and studies on their microstructure, *Materials Science and Engineering, A*, 313, 2001, 180-186
- [7] J. Naser, H. Ferkel, W. Riehemann, Dispersion hardening of metals by nanoscaled ceramic powders, *Materials Science and Engineering A*, 234-236, 1997, 467-469
- [8] J. Naser, H. Ferkel, W. Riehemann, Grain stabilization of copper with nanoscaled  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -powder, *Materials Science and Engineering A*, 234-236, 1997, 470-473
- [9] Z. Andić, M. Korać, M. Tasić, K. Raić, Ž. Kamberović, The synthesis of ultra fine and nanocomposite powders based on copper, silver and alumina, *Kovove materialy*, 44 (3), 2006, 145-150