

اثر فعال سازی مکانیکی بر تف جوشی و خواص مکانیکی کامپوزیت Fe-50Ni-TiC

محمد حسن شیرانی^{۱*}، علی سعیدی^۲، مسعود کثیری^۳ و امیر رضا شیرانی^۴

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، اصفهان، ایران

۲- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ایران

۳- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، اصفهان، ایران

۴- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد کرج، ایران

*mohamadshiran@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۰۳/۱۰، تاریخ پذیرش: ۱۱/۰۷/۲۰۱۳)

چکیده

این تحقیق به بررسی فرآیند، ریز ساختار و رفتار تف جوشی کامپوزیت TiC در زمینه NiFe، شامل ۵، ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی TiC می‌پردازد. از فرآیندهای آلیاژسازی مکانیکی و متالورژی پودر برای ساخت کامپوزیت استفاده شده است. ارزیابی پودرهای آسیاب کاری شده و نمونه‌های تف جوشی شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی و پراش اشعه ایکس انجام شد. مطالعات ریزساختاری نشان داد که ذرات TiC به طور یکنواختی در زمینه NiFe توزیع شده‌اند. همچنین سختی کامپوزیت با افزایش مقدار TiC افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی:

سوپر آلیاژ-NiFe-آلیاژسازی مکانیکی-متالورژی پودر-ریز ساختار

بالا) می‌باشد که منجر به استحکام بالاتر در برش و فشار و قابلیت عملکرد در دماهای بالا می‌شود. خواص فیزیکی و مکانیکی قابل توجه نظری مدول ویژه بالا، نسبت استحکام به وزن بالا، مقاومت خستگی بالا، پایداری حرارتی بالا و مقاومت به سایش بالا را می‌توان در کامپوزیت‌های زمینه فلزی یافت [۱]. علاوه بر این در کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات، خواص مکانیکی به طور قابل ملاحظه‌ای تحت تاثیر مقدار حالت توزیع

۱- مقدمه

نیاز روز افزون به کاربرد مواد در صنعت به خصوص هوا فضا و اتومبیل سازی منجر به توسعه مواد کامپوزیتی شده است. از این میان می‌توان به کامپوزیت‌های زمینه فلزی اشاره کرد که از یک تقویت کننده سرامیکی سخت در یک زمینه آلیاژی یا فلزی نرم تشکیل شده است. کامپوزیت‌های زمینه فلزی ترکیبی از خواص فلزی (داکتیلیته/تافنس) با ویژگی سرامیکی (استحکام و مدول

ریزساختار نمونه‌های تف جوشی شده مورد بررسی قرار گرفت.

۲- روش تحقیق

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق شامل پودر نیکل (میانگین اندازه ذرات $100\text{ }\mu\text{m}$ ، خلوص $99/5\%$ ، کمپانی LSM)، پودر آهن (میانگین اندازه ذرات $150\text{ }\mu\text{m}$ ، خلوص $99/2\%$ ، کمپانی Hoganass) پودر TiC (میانگین اندازه ذرات $200\text{ }\mu\text{m}$)، خلوص $99/8\%$ ، کمپانی Alfa Aesar) می‌باشد. شکل و اندازه ذرات در شکل (۱) نشان داده شده است. ابتدا مخلوط پودری NiFe-TiC برای مدت زمانهای $1, 3, 5, 7, 10, 15$ و 25 ساعت با استفاده از آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای پر انرژی با سرعت 600 دور در دقیقه (600 rpm ، در محفظه‌هایی از جنس فولاد سخت پر کروم با گلوله‌هایی از جنس فولاد بلبرینگ با قطر 20 mm آسیاب کاری شدند. برای جلو گیری از اکسیداسیون، محفظه‌ها تحت اتمسفر گاز آرگون قرار داده شد. نسبت وزنی گلوله به پودر (BPR) $1:20$ انتخاب شد. در مرحله بعد پودر TiC به میزان $5, 20$ و 30 درصد وزنی به مخلوط پودری NiFe اضافه گردید و به مدت زمان 10 ساعت با شرایط یکسان تحت عملیات آسیاب کاری قرار گرفت. سپس پودرهای آسیاب کاری شده به کمک پرس سرد دو طرفه با فشار 600 MPa فشرده سازی شد و نمونه‌های استوانه‌ای شکل به قطر 6 mm و ارتفاع $3/5\text{ mm}$ تهیه گردید. برای عملیات تف جوشی، نمونه‌ها در داخل کوره لوله‌ای قرار داده شده و حرارت دادن با نرخ 10°C/min ، تحت اتمسفر هیدروژن، تا دمای 1200°C انجام شد. آنالیز فازی با استفاده از پراش اشعه ایکس (XRD) و استفاده از دستگاه دیفرکتومتری فیلیپس مدل PW1800 و به کارگیری اشعه CuK_α ، صورت گرفت. دانسیته نمونه‌های زینتر شده با استفاده از روش ارشمیدوس تعیین گردید. آزمون میکروسختی ویکرز بر روی پودرهای خام و نمونه‌های تف جوشی شده که به مدت 10 ساعت آسیاب کاری شده بودند با استفاده از دستگاه ERNS7 Leitz GMBH WETZLAR تحت بار اعمالی 5 gr ، انجام شد.

تقویت کننده و همچنین طبیعت فصل مشترک بین تقویت کننده و زمینه می‌باشد. به عبارت دیگر، توزیع یکنواخت از ذرات تقویت کننده به همراه یک ساختار ریزدانه باعث بهبود و استحکام مکانیکی خواهد شد. لذا یکی از روش‌های معمول در ساخت پودرهای کامپوزیت زمینه فلزی، آلیاژ سازی مکانیکی می‌باشد. در این روش یک توزیع قابل قبولی از ذرات تقویت کننده در زمینه فلزی و بدون جدایش، که معمولاً در کامپوزیت‌های ریخته‌گری شده وجود دارد، به دست می‌آید [۲-۳-۵].

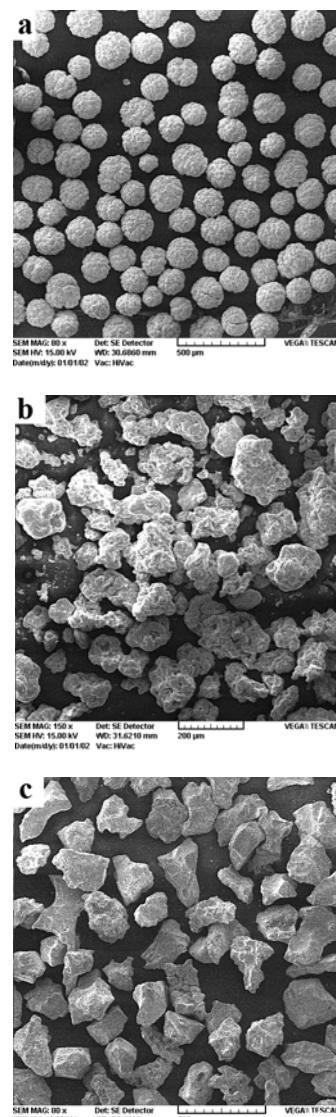
کاربید تیتانیم (TiC) با سختی بالا و پایداری حرارتی بالا یک تقویت کننده مناسب در کامپوزیت‌های پایه آهن می‌باشد. این کامپوزیت‌ها به طور عمده بوسیله روش متالورژی پودر که شامل اضافه کردن پودر TiC به پودر آهن می‌باشد ساخته می‌شوند. سوپر آلیاژهای پایه آهن- نیکل تقویت شده با کاربید تیتانیم در حال حاضر در کاربردهای دما بالا که خوردگی و سایش دلیل اصلی شکست مواد می‌باشد، مورد استفاده قرار می‌گیرند [۶]. ساخت کامپوزیت‌های پایه آهن و نیکل تقویت شده با ذرات TiC و بررسی خواص آن به روش‌های گوناگون مانند تف جوشی مستقیم با لیزر (DMLS) [۷]، مایکروویو [۸]، اسپری پلاسمای تشدید شده [۹]، ستز احتراقی (SHS) [۱۰]، روش درجا [۱۱]، تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای [۱۲]، روش درجا [۱۳-۱۴] و متالورژی پودر [۱۵-۱۷] توسط چندین محقق گزارش شده است. ولی با این حال تحقیقات کمی راجع به ساخت این کامپوزیت‌ها به روش آلیاژ سازی مکانیکی و متالورژی پودر موجود می‌باشد.

در تحقیق حاضر با استفاده از روش آلیاژ سازی مکانیکی، پودرهای آهن، نیکل و کاربید تیتانیم به منظور بررسی روند تشكیل محلول جامد $\text{Ni}-50\text{Wt\% Fe}$ ، در زمان‌های مختلف تحت فرآیند آسیاب کاری قرار گرفته و سپس نمونه‌های آسیاب کاری شده در زمان‌های مختلف، تحت عملیات تف جوشی در دمای 1200°C و نگهداری در این دما به مدت 40 دقیقه قرار گرفتند. همچنین اثر اضافه کردن ذرات TiC به میزان $5, 10, 20$ و 30 درصد وزنی بر روی سختی، دانسیته و

خطوط پراش نشان داده شده در یک ساعت مربوط به فلز آهن با شبکه مکعبی مرکز دار (BCC) و فلز نیکل با شبکه مکعبی با سطوح مرکز دار (FCC) می‌باشد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا پنج ساعت، هم پیک‌های آهن و هم پیک‌های نیکل مشاهده می‌شود ولی جابجایی در موقعیت پیک‌ها مشاهده نمی‌شود و تنها از شدت آنها کاسته شده و پهن تر می‌شوند. پس از هفت ساعت آسیاب کاری پیک‌های مربوط به صفحات (۱۱۰)/(۲۰۰) که مربوط به آهن آلفا (α) با شبکه BCC بوده حذف شده و تنها پیک‌های مربوط به شبکه FCC مشاهده می‌شود که به سمت زوایای کمتر تغییر موقعیت پیدا کرده اند. این نشان دهنده تشکیل محلول جامد آهن در نیکل می‌باشد. به عبارت دیگر، حذف پیک‌های مربوط به آهن و تغییر موقعیت پیک‌های مربوط به نیکل، حاکی از این مطلب است که اتم‌های آهن به داخل شبکه نیکل نفوذ کرده و با توجه به این که شعاع اتمی آهن (0.126 nm) بزرگتر از شعاع اتمی نیکل (0.124 nm) می‌باشد باعث انبساط شبکه و تشکیل محلول جامد $\gamma(\text{Fe},\text{Ni})$ ، FCC، taenite نام دارد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۲۵ ساعت، خطوط پراش پهن تر شده ولی تغییر محسوسی در موقعیت پیک‌ها مشاهده نمی‌شود که نشان دهنده ریز شدن دانه‌ها به طور قابل ملاحظه‌ای می‌باشد. همچنین لازم به توضیح است که میکرو تنش‌ها در کریستال‌ها از منابعی نظیر جای خالی‌ها، عیوب، صفحات برشی، انبساط حرارتی و انقباضات می‌آیند. پودرهایی که تحت عملیات آنل قرار نگرفته باشند دارای تنش‌های پس ماند بیشتر و پهن شدگی بیشتر در خطوط پراش هستند [۱۸]. لازم به ذکر است که تشکیل محلول جامد $\gamma(\text{Fe},\text{Ni})$ ، FCC، taenite با نام Fe₅₀Ni₅₀ بوده با دست آمده با روش آلیاژسازی مکانیکی نیز بعد از ۲۴ ساعت زمان آسیاب کاری [۱۹]، بعد از ۵۰ ساعت زمان آسیاب کاری [۲۰] و بعد از دو ساعت زمان آسیاب کاری [۲۱]، توسط محققین مختلف گزارش شده است.

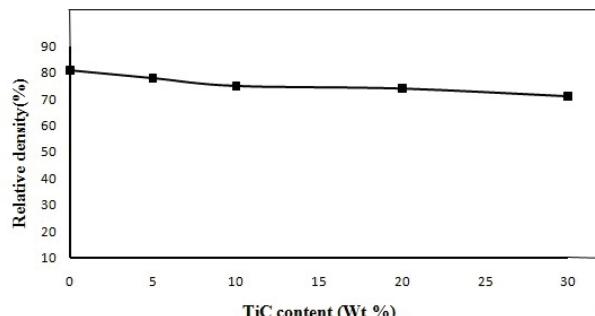
۳- نتایج و بحث

الگوی پراش اشعه ایکس برای مخلوط پودری Fe-Ni-10%Wt TiC بعد از زمان‌های مختلف آسیاب کاری در شکل ۲، نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاب کاری، تمام خطوط پراش پهن شده و از شدت آنها کاسته می‌شود که نشان دهنده کاهش پیوسته در اندازه دانه و وارد شدن کرنش به شبکه می‌باشد.



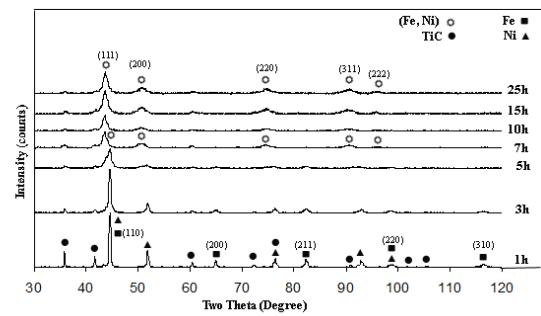
شکل (۱): شکل و اندازه ذرات مواد اولیه (a) نیکل (Ni)، (b) آهن (Fe) و (c) کاربید تیتانیم (TiC)

کامپوزیت‌ها، با افزایش مقدار TiC قابلیت پرس شدن پایین آمده و منجر به پایین آمدن دانسیته نسبی می‌شود. دلیل دیگر برای این پدیده به خاطر اثر بازدارنده ذرات TiC روی مکانیزم تف‌جوشی می‌باشد. از آنجایی که نقطه ذوب TiC برابر 3067°C می‌باشد. لذا تعایل کمتری برای ایجاد پیوند با Ni-Fe داشته که منجر به یک شبکه ضعیف می‌شود. همان طور که ملاحظه می‌شود مقادیر دانسیته تقریباً بین ۷۰ تا ۸۰ درصد دانسیته تثویر می‌باشد. دلیل دیگر کاهش دانسیته می‌تواند آگلومراسیون مره شدن ذرات باشد. به عبارات دیگر، بعد منفی آگلومراسیون باعث بروجود آمدن حفرات دو گانه یا دومدی (دو قله‌ای) می‌شود. به این معنی که شامل حفرات بزرگ در بین آگلومره‌ها و حفرات کوچک در داخل آنها می‌باشد. حذف حفرات بزرگ در هنگام تف‌جوشی نیازمند دما و زمان تف‌جوشی بالاتری می‌باشد. همچنین، آگلومراسیون باعث یک اثر بازدارنده از انباست ذرات و جریان ذرات در هنگام پرس سرد می‌شود. همچنین دلیل دیگر برای کاهش دانسیته با افزایش TiC این است که دانسیته ذرات TiC از Fe و Ni کمتر است. نتایج مشابهی توسط محققین [۲۴]، برای رفتار تف‌جوشی پودرهای NiFe نانو کریستال گزارش شده است.



شکل (۳): اثر میزان TiC بر روی دانسیته نسبی برای نمونه‌های آلیاژسازی مکانیکی شده به مدت ۱۰ ساعت و تف‌جوشی در دمای 1200°C و مدت زمان ۴۰ دقیقه

شکل (۴)- ریزساختار نمونه‌ها را پس از تف‌جوشی در دمای 1200°C و مدت زمان ۴۰ دقیقه، پس از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی نشان می‌دهد. شکل (۴) الف، ۴ ب و ۴ ج) به ترتیب



شکل (۲): الگوی پراش اشعه ایکس برای محلول پودری Ni-Fe-10%Wt TiC بعد از زمان‌های مختلف آسیاب کاری

اثر مقدار TiC بر روی دانسیته نسبی، پس از تف‌جوشی در دمای 1200°C و نگهداری در این دما به مدت ۴۰ دقیقه، برای نمونه‌هایی که برای مدت ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی شده، در شکل ۳ نشان داده شده است. منظور از دانسیته نسبی نسبت دانسیته واقعی به دانسیته تثویر می‌باشد. دانسیته تثویری با استفاده از قانون مخلوط‌ها [۲۲] به دست آمد که در رابطه (۱) آمده است.

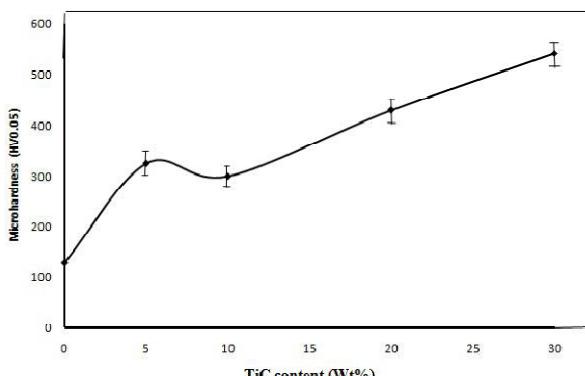
$$\rho = \rho_1 V_1 + \rho_2 V_2 + \dots + \rho_n V_n \quad (1)$$

در جاییکه ρ دانسیته تثویری، ρ_n دانسیته هر یک از اجزاء کامپوزیت و V_n کسر حجمی هر یک از اجزاء کامپوزیت می‌باشد. دانسیته واقعی با استفاده از روش ارشمیدوس [۲۳] حاصل شد. به این صورت که ابتدا نمونه‌ها به صورت خشک و در هوا وزن شد (W_a)، سپس نمونه‌ها در آب تقطیر شده غوطه ور شد و مجدداً وزن غوطه‌وری را به دست آورده (W_w) و دانسیته واقعی با استفاده از رابطه (۳) به دست آمد.

$$\rho_a = W_a / (W_a - W_w) \times \rho_w \quad (3)$$

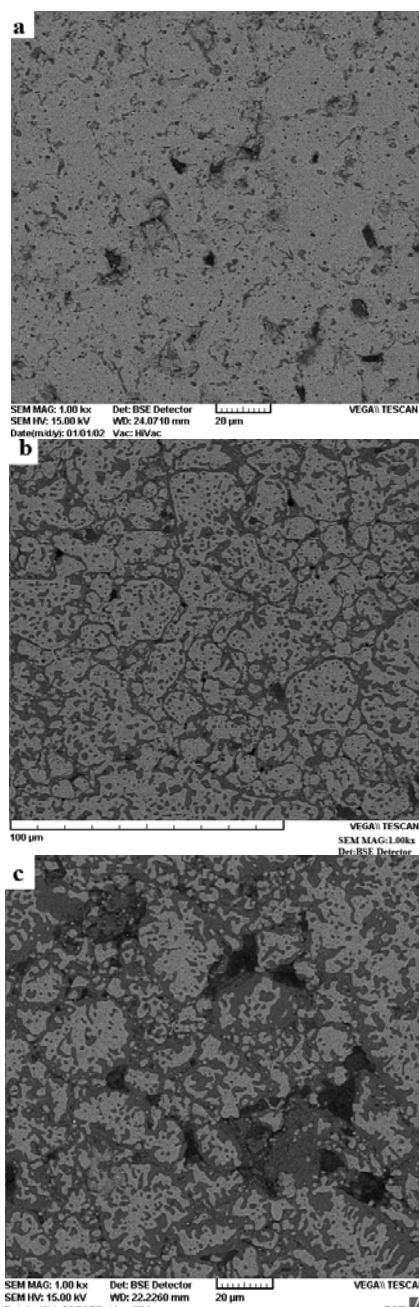
در جایی که ρ_a دانسیته واقعی، W_a جرم نمونه‌ها در هوا، W_w جرم نمونه غوطه ور شده در آب تقطیر شده و ρ_w دانسیته آب تقطیر شده می‌باشد. شکل ۳، نشان می‌دهد که با افزایش مقدار TiC دانسیته کاهش می‌یابد. دلیل این امر می‌تواند به این خاطر باشد که با افزایش مقدار TiC پرس کردن نمونه‌ها مشکل تر شده که به خاطر سختی بالاتر TiC می‌باشد. لذا در این

آزمون میکروسختی ویکرز با بار اعمالی 50 g بر روی نمونه‌های حاوی $0, 5, 10, 20$ و 30 درصد وزنی TiC که در مدت زمان 10 ساعت آلیاژسازی مکانیکی شده و سپس تحت عملیات تف جوشی در دمای 1200°C و مدت زمان 40 دقیقه قرار گرفته، انجام شد و نتایج آن در شکل ۵ نشان داده شده است. همان طور که دیده می‌شود با افزایش مقدار TiC سختی نیز افزایش پیدا می‌کند. مقدار سختی برای NiFe برابر 7 ± 130 ویکرز حاصل شد که با اضافه کردن TiC تا میزان 30 درصد وزنی این مقدار به 11 ± 540 ویکرز، افزایش پیدا کرد. دلیل افزایش سختی، وجود ذرات سخت C در زمینه سوپر آلیاژ NiFe می‌باشد. از طرفی وجود ذرات TiC باعث ایجاد تغییر فرم شدید و ریز شدن دانه‌ها می‌شود. لذا با افزایش مقدار TiC سختی نیز افزایش پیدا می‌کند [۲۵].



شکل (۵): اثر میزان TiC بر روی میکروسختی برای نمونه‌های آلیاژسازی مکانیکی شده به مدت 10 ساعت و تف جوشی در دمای 1200°C و مدت زمان 40 دقیقه

حاوی $5, 20$ و 30 درصد وزنی TiC می‌باشد. مناطق خاکستری رنگ نشان دهنده ذرات TiC می‌باشند. همان طور که مشاهده می‌شود توزیع ذرات TiC در زمینه NiFe تقریباً حالت یکنواخت داشته و برای رسیدن به توزیع یکنواخت‌تر TiC در زمینه NiFe نیاز به زمان‌های بیشتر آلیاژسازی مکانیکی می‌باشد.



شکل (۴): ریزساختار نمونه‌ها را پس از تف جوشی در دمای 1200°C و مدت زمان 40 دقیقه، پس از 10 ساعت آلیاژسازی مکانیکی محلول جامد با شبکه FCC ایجاد می‌کند.

- fabrication of in situ TiC particulates reinforced Fe-based composites by spark plasma sintering", Materials Letters, Vol. 63, pp. 2010–2012, 2009.
- [13] Yisan WangU, Xinyuan Zhang, Fengchun Li, Guangting Zeng", Study on an Fe-TiC surface composite produced in situ", Materials and Design, Vol. 20, pp. 233-236, 1999.
- [14] Wang Jing, Wang Yisan," In-situ production of Fe-TiC composite", Materials Letters, Vol. 61, pp. 4393–4395, 2007.
- [15] X.H. Wang, Z.D. Zou, S.Y. Qu, S.L. Song, " Microstructure and wear properties of Fe-based hardfacing coating reinforced by TiC particles", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 168, pp. 89–94, 2005.
- [16] F. Akhtar, S. Guo, J. Askari, J. Tim, "Sintering behavior, microstructure and properties of TiC-FeCr hard alloy", Journal of University of Science and Technology Beijing, Vol.14, pp. 89-93, 2007.
- [17] P. Persson, A. E.W. Jarfors, S. Savage," Self-propagating high-temperature synthesis and liquid-phase sintering of TiC/Fe composites", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 127, pp. 131–139, 2002.
- [18] B.D. Cullity, Elements Of X Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1956
- [19] A. Guittoum, A. Layadi, A. Bourzami, H. Tafat, N. Souami, S. Boutarfaia, D. Lacour, " X-ray diffraction, microstructure, Mo^{ssbauer} and magnetization studies of nanostructured Fe50-Ni50 alloy prepared by mechanical alloying", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 320, pp. 1385–1392, 2008.
- [20] E. Jartych, J.K. Zurawicz, D. Oleszak, M. Pekala,"magnetic properties and structure of nanocrystalline Fe-Al and Fe-Ni alloys", NanoStructured Materials, Vol.12, pp. 927-933, 1999.
- [21] A. Djekoun, B. Bouzabata, A. Otmani, J.M. Grenache, "X-ray diffraction and Mössbauer studies of nanocrystalline Fe-Ni alloys prepared by mechanical alloying", Catalysis Today, Vol. 89, pp. 319-323, 2004.
- [22] N. Chawla, "Metal matrix composite", Springer. First edition USA, 2006.
- [23] H.Y. Wang, Q.C. Jiang, Y. Wang, B.X. Maa, F. Zhao, "Fabrication of TiB₂ particulate reinforced magnesium matrix composites by powder metallurgy", Materials Letters, Vol. 58, pp.3509–3513,2004.
- [24] P. KNORR, J.G. NAM, and J.S. LEE," Sintering behavior of nanocrystalline g -Ni-Fe powders", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31, pp. 503-510, 1998.
- [25] M. Rahimian, N. Parvin, Naser Ehsani, "Investigation of particle size and amount of alumina on microstructure and mechanical properties of Al matrix composite made by powder metallurgy", Materials Science and Engineering A, Vol.527, pp.1031–1038, 2010

۲- با افزایش درصد TiC در نمونه‌های زیتر شده دانسته کاهش می‌یابد.

۳- وجود ذرات TiC در زمینه باعث افزایش سختی می‌گردد که این روند با افزایش مقدار TiC، افزایش می‌یابد.

۵- مراجع

- [1] Na-Ra Park, Dong-Mok Lee, In-Yong Ko, Jin-KookYoon,In-JinShon,"Rapid consolidation of nanocrystalline Al₂O₃ reinforced Ni-Fe composite from mechanically alloyed powders by high frequency induction heated sintering", Ceramics International, Vol. 35, pp. 3147–3151, 2009.
- [2] C. Suryanarayana, " Mechanical alloying and milling", Progress in Materials Science, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.
- [3] H. Shokrollahi, "The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying", Materials & Design, Vol. 30, pp. 3374–3387, 2009.
- [4] L. Yongsheng, J. Zhang, Y. Liming, J. Guangqiang, J. Chao, C. Shixun," Magnetic and frequency properties for nanocrystalline Fe-Ni alloys prepared by high-energy milling method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 285, pp. 138–144, 2005.
- [5] D.L. Zhang," Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling", Progress in Materials Science, Vol. 49, pp. 537–560, 2004.
- [6] Nuri Durlu, " Titanium Carbide Based Composites for High Temperature Applications", Journal of the European Ceramic Society, Vol.19, pp. 2415-2419, 1999.
- [7] A. G^oard, P. Krakhmalev, J. Bergström," Microstructural characterization and wear behavior of (Fe,Ni)-TiC MMC prepared by DMLS", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 421, pp. 166–171, 2006.
- [8] M. Razavi, M. S. Yaghmaee, M. Reza Rahimpour, S. and Razavi Tousi, " The effect of production method on properties of Fe-TiC composite", International Journal of Mineral Processing, Vol. 94, pp.97-100, 2010.
- [9] Jinglei Zhu, Jihua Huang , Haitao Wang, Shouquan Zhang, Hua Zhang, Xingke Zhao, " Microstructure and properties of TiC-Fe36Ni cermet coatings by reactive plasma spraying using sucrose as carbonaceous precursor", Applied Surface Science, Vol.254, pp.6687–6692, 2008.
- [10] A. Azadmehr, E. Taheri-Nassaj, " An in situ (W,Ti)C-Ni composite fabricated by SHS method", Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 354, pp. 3225–3234, 2008.
- [11] Sen Yang, Na Chen, Wenjin Liu, Minlin Zhong, Zhanjie Wang, Hiroyuki Kokaw, "Fabrication of nickel composite coatings reinforced with TiC particles by laser cladding", Surface and Coatings Technology, Vol. 183, pp. 254–260, 2004.
- [12] Binghong Li, Ying Liu , Hui Cao, Lin He, Jun Li, " Rapid