

بررسی اثر زمان آنیلینگ بر حلالیت عناصر آلیاژی و اندازه دانه β در آلیاژ $CuZn40Al1$

غلامحسین اکبری*، ایمان ابراهیمزاده** و سولماز پارسایی***

* استادیار دانشگاه شهید باهنر کرمان و رئیس پژوهشکده مواد مرکز بین المللی علوم و تکنولوژی پیشرفته و علوم محیطی کرمان

** دانش آموخته کارشناسی ارشد دانشگاه شهید باهنر کرمان

*** دانش آموخته کارشناسی دانشگاه شهید باهنر کرمان

چکیده

زمان آنیلینگ بر همگنی و میزان حلالیت عناصر آلیاژی در برنج‌های پر آلیاژ اثر قابل توجهی دارد. میزان حلالیت بیشتر این عناصر در زمینه باعث تغییر پارامتر شبکه آلیاژ می‌گردد. در تحقیق حاضر نمونه‌هایی از آلیاژ کار شده $CuZn40Al1$ در زمان‌های مختلف در دمای $750^{\circ}C$ در کوره حمام نمک مذاب (SH20/35) نگهداری شده و سپس کوئنچ گردیده‌اند. با توجه به اینکه دستگاه مورد استفاده از نوع دیفرکتومتر است از تابع برونیایی $\cos^2\theta/\sin\theta$ بر روی الگوی پراش ۳ صفحه پراشیده (۲۰۰)، (۲۲۰) و (۲۲۲) برای تعیین پارامتر شبکه استفاده گردید. نتایج بیانگر تطابق داده‌های پرتو X با تغییرات سختی نمونه‌ها می‌باشد. با افزایش زمان آنیلینگ پدیده رشد دانه در نمونه‌ها مشاهده گردید. در بررسی‌های صورت گرفته توسط EXD وجود رسوباتی که عموماً از دو عنصر Mn و Si تشکیل شده‌اند مشاهده شد.

واژه‌های کلیدی

تفرق اشعه ایکس، برنج‌های پر آلیاژ، پارامتر شبکه، حلالیت

۱- مقدمه

اگر زاویه براج θ را برای این مجموعه از صفحات اندازه‌گیری کنیم، می‌توان قانون براج را برای تعیین d (فاصله صفحات شبکه) به کار برد و با وجود d ، پارامتر شبکه را محاسبه کرد. بنابراین دقت در d و یا a به دقت در $\sin\theta$ بستگی دارد. اما به جای θ ، $\sin\theta$ در قانون براج نمایان می‌شود. موقعیت زاویه ای یک باریکه پراشی نسبت به تغییر معینی در فاصله صفحه‌ای هنگامی که θ بزرگ بوده نسبت به هنگامی که θ کوچک است، حساسیت بسیار بیشتری دارد. بررسی و اندازه‌گیری پارامتر شبکه به نوع دوربین مورد استفاده بستگی دارد. در مورد پراش سنج‌ها برای رسیدن به پارامتر شبکه، با توجه به خطاهای موجود در دستگاه، بهترین تابع برونیایی $\cos^2\theta/\sin\theta$ می‌باشد. با برون یابی این تابع بر حسب a (بدست آمده از هر پیک) می‌توان مقدار

در بسیاری از کاربردهای پراش پرتو اشعه ایکس (XRD) به اطلاعات دقیقی از پارامتر شبکه (و یا پارامترهای شبکه) ماده مورد مطالعه نیاز است. در اصل، کاربردهای آن محلولهای جامد را دربر می‌گیرد، زیرا پارامتر شبکه محلول جامد با غلظت ماده حل شونده تغییر می‌کند و بنابراین ترکیب یک محلول معین با اندازه‌گیری پارامتر شبکه آن تعیین می‌شود.

فرایند اندازه‌گیری یک پارامتر شبکه‌ای بسیار پیچیده است. خوشبختانه ماهیت آن به گونه‌ای است که دقت بالای آن نسبتاً به آسانی به دست خواهد آمد. پارامتر شبکه ماده‌ای مکعبی مستقیماً با فاصله هر مجموعه خاصی از صفحات شبکه‌ای متناسب است.

جدول (۱): آنالیز شیمیایی نمونه کار شده

عنصر	Cu	Zn	Pb	As
درصد	58.8483	36.02128	0.0467	0.00171
عنصر	Mn	Ni	P	Al
درصد	2.3659	0.00591	0.00285	1.41408
عنصر	Bi	Fe	Sn	Sb
درصد	0.00215	0.2674	0.10144	0.04924

پارامتر شبکه را در θ ، ۹۰ درجه بدست آورد [۲۱].

از انواع برنج‌های دو فازی، برنج‌های استحکام بالا هستند که استحکام این آلیاژها در اثر افزودن عناصری مانند Sn، Al، Fe، Mn، Si و Sn بالا می‌رود. شکل (۱) نشان دهنده دیاگرام تعادلی سیستم آلیاژی Cu-Zn می‌باشد. عموماً عناصر آلیاژی تمایل به انتقال دیاگرام تعادلی به سمت راست را دارند. تاثیر عناصر آلیاژی بر این آلیاژ به صورت زیر می‌باشد [۳ و ۴ و ۵]:

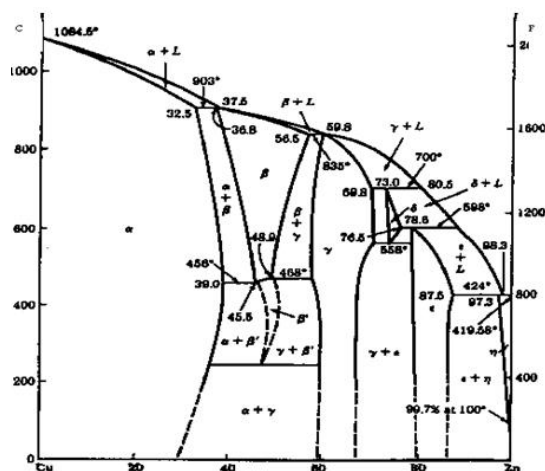
آلومینیوم: این عنصر دارای بیشترین اثر بر روی خصوصیات مکانیکی است. همچنین مقداری که اضافه می‌گردد نیز زیاد است. البته حداکثر مقدار Al با توجه به مقدار مس تعیین می‌گردد تا از تشکیل فاز γ جلوگیری گردد. وجود Al در فاز β باعث پایداری آن شده و جدایش فاز α را در حین سرد شدن به تاخیر می‌اندازد.

سرب: اضافه کردن این عنصر کمک به شکستن براده‌ها در حین ماشینکاری و خصوصیت ماشینکاری آلیاژ را بهبود می‌بخشد. سرب به صورت محلول جامد در آلیاژ در نمی‌آید و تشکیل فازی ناپیوسته که اثری بر روی خوردگی ندارد می‌دهد. آهن: این عنصر دارای اثر اصلاح دانه است. حلالیت آن در برنج پایین و در مقدار بالاتر از ۰/۳۵٪ به صورت رسوب آبی رنگ ظاهر می‌گردد. مقدار بهینه آهن با درصد Al تغییر می‌کند. منگنز: اثر این عنصر بر خواص مکانیکی شبیه به آلومینیوم است و تشکیل محلول جامد آهن را نیز آسان می‌کند. منگنز همانند آلومینیوم به مقدار زیادی اضافه می‌گردد.

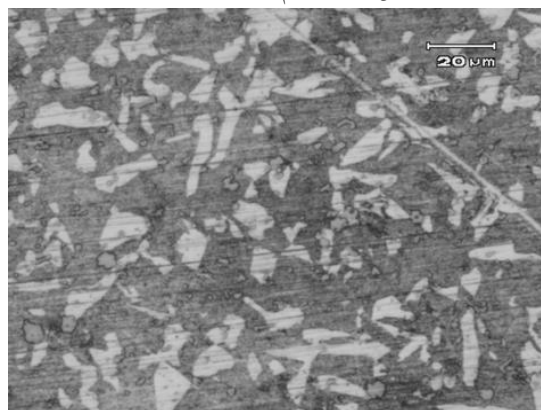
سیلیسیم: سیلیسیم باعث افزایش استحکام در برنج‌ها می‌گردد. با اضافه کردن همزمان منگنز و سیلیسیم، ذرات Mn_5Si_3 شکل می‌گیرند. این ذرات دارای ساختار هگزاگونال بوده و سختی آن بالاست که باعث افزایش مقاومت سایشی آلیاژ می‌گردد.

۲- روش تحقیق

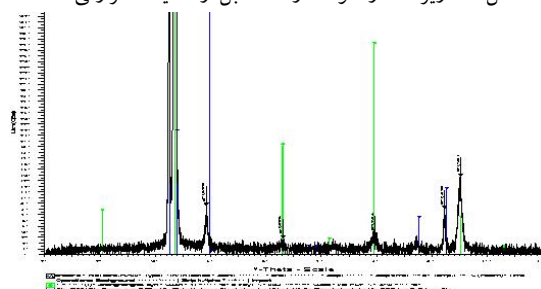
این مقاله به بررسی تغییرات پارامتر شبکه با حلالیت عناصر آلیاژی پرداخته است. بدین منظور نمونه‌هایی از آلیاژ



شکل (۱): دیاگرام فازی Zn-Cu



شکل (۲): ریزساختار نمونه کار شده قبل از عملیات حرارتی



شکل (۳): الگوی تفرق اشعه X نمونه کار شده

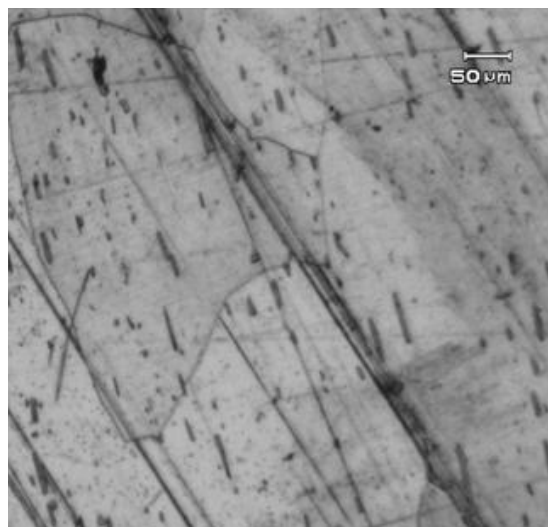
آنالیز شیمیایی این آلیاژ در جدول (۱) آورده شده است. نمونه‌ها به ترتیب در مدت زمان‌های ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰، ۱۲، ۱۴ و ۲۰ ساعت در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در کوره حمام نمک نگهداری شده و سپس در آب کوئنچ گردیدند. ترکیب کوره حمام نمک ۵۰ درصد نمک طعام و ۵۰ درصد کربنات سدیم می‌باشد. ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی مورد بررسی قرار گرفتند.

با کمک دستگاه پیشرفته سنجش پراش D8-Advance مجهز به نرم افزار EVA الگوی تفرق اشعه ایکس کلیه نمونه‌ها بدست آمد. با توجه به اینکه نوع آشکارساز از نوع دیفرکتومتر است، بهترین تابع برونیایی $\text{Cos}^2\theta/\text{Sin}\theta$ است [۲ و ۱]. کلیه عملیات برونیایی این تحقیق توسط نرم افزار مطلب (Mat-lab) صورت گرفته است. اندازه دانه نمونه‌ها با استفاده از روش Plano-metric با بررسی حداقل ۱۰ منطقه متفاوت و سختی نمونه‌ها با اندازه‌گیری در ۵ نقطه و محاسبه مقدار متوسط به عنوان سختی نمونه در نظر گرفته شد.

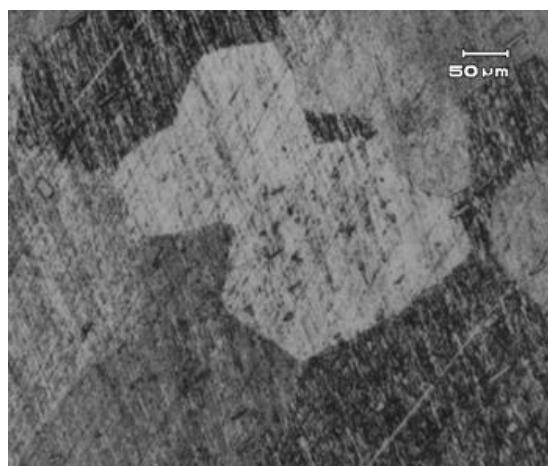
۳- نتایج و مباحث

شکل (۲) تصویر نمونه کار شده را قبل از عملیات حرارتی نشان می‌دهد. فاز α سفید رنگ و زمینه تیره فاز β می‌باشد. البته مقداری رسوبات ریزو پراکنده نیز در شکل (۲) مشاهده می‌شود. با توجه به نتیجه آنالیز XRD در شکل (۳) فاز α و β در ریز ساختار نمونه‌ها مشاهده می‌شود.

شکل‌های (۴ و ۵) ریزساختار نمونه‌های عملیات حرارتی شده را نشان می‌دهد. در کلیه نمونه‌ها فاز β زمینه به همراه رسوبات ریز مشاهده شده است که با افزایش زمان نگهداری در حمام نمک مذاب ریزساختارها درشت‌تر شده‌اند (شکل‌های ۴ و ۵). این رسوبات با توجه به فرایند کار گرم قبل از عملیات حرارتی آنیل در جهت اکستروژن کشیده شده‌اند. تصاویر (۴ و ۵) در راستای اکستروژن گرفته شده، به همین دلیل رسوبات کشیده هستند ولی تصویر (۲) در جهت عمود بر اکستروژن می‌باشد، که به صورت دایره‌ای در تصاویر مشاهده



شکل (۴): نمونه نگهداری شده در دمای ۷۵۰ درجه به مدت ۸ ساعت و کوئنچ شده

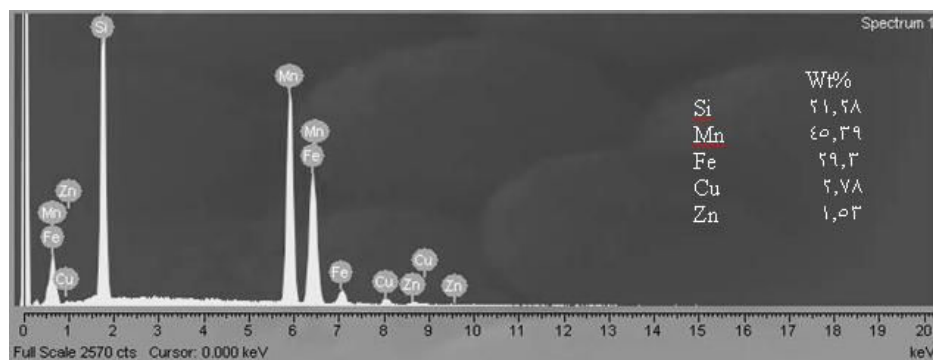


شکل (۵): نمونه نگهداری شده در دمای ۷۵۰ درجه به مدت ۸ ساعت و کوئنچ شده.

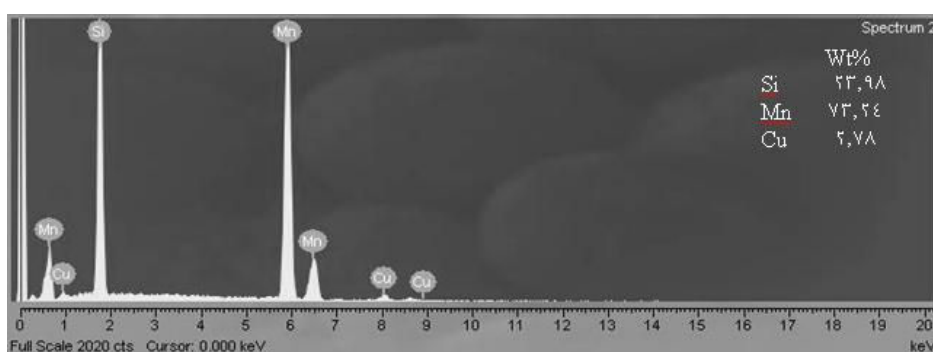


شکل (۶): تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه نگهداری شده در دمای ۷۵۰ درجه به مدت ۲۰ ساعت و کوئنچ شده

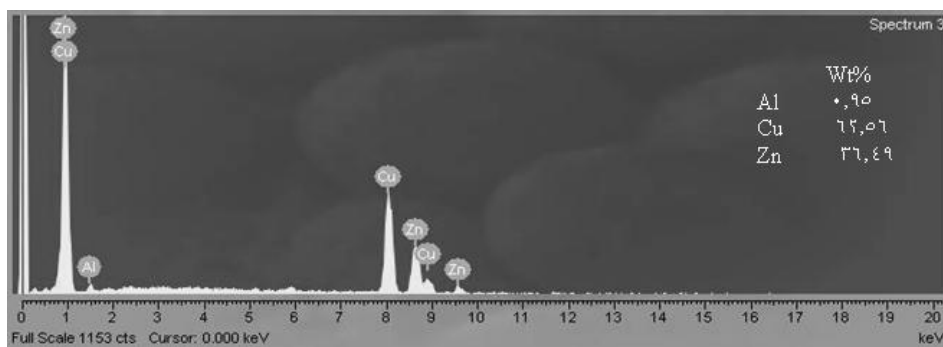
کار شده CuZn40Al1 به ابعاد $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ تهیه شده است، که



شکل (۷): نتایج آنالیز EDX رسوبات بزرگ در شکل (۶)



شکل (۸): نتایج آنالیز EDX رسوبات کوچک در شکل (۶)



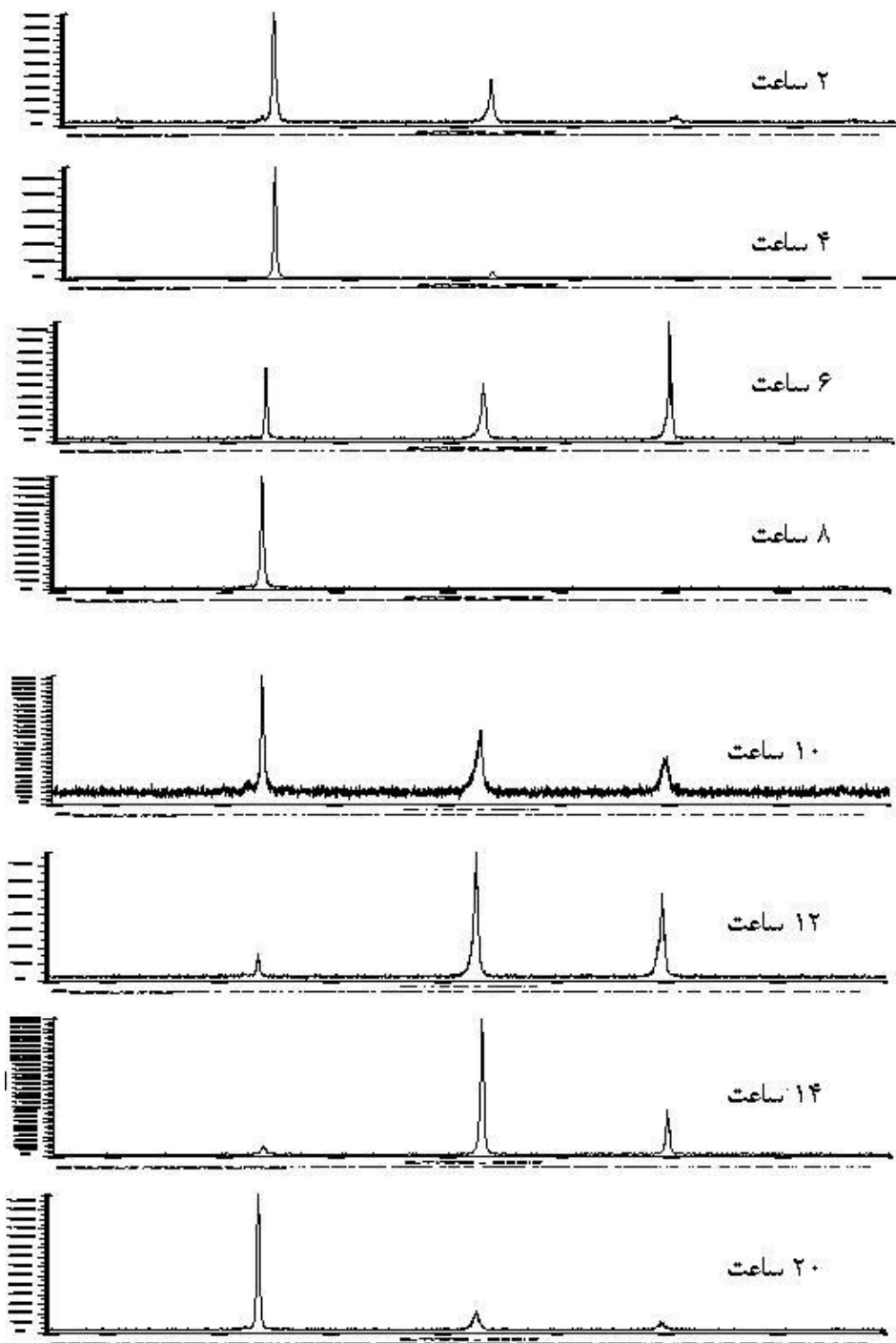
شکل (۹): اسپکتروم EDX فاز زمینه در شکل (۶)

حرارتی شده در زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. در حالت کلی الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در زوایای ۲۰ تا ۴۰ درجه پیک می‌دهند.

تغییرات پارامتر شبکه بر حسب زمان نگهداری در دمای بالا در شکل (۱۱) آورده شده است. در محدوده زمانی ۴ تا ۶ ساعت افزایش چشمگیری در پارامتر شبکه مشاهده شده است. اما در زمانهای بالاتر پارامتر شبکه ثابت مانده است. پدیده رشد دانه در دمای بالا در این آلیاژ مشاهده شده است که به صورت

می‌گردند. شکل این رسوبات در حین عملیات حرارتی آنیل تغییر نکرده است. شکل (۶) ریز ساختار نمونه نگهداری شده به مدت ۲۰ ساعت در دمای ۷۵۰°C را نشان می‌دهد. از دید ظاهر دو نوع رسوب مشاهده می‌شود. نتایج آنالیز EDX این رسوبات نشان می‌دهد که رسوبات ریز از دو عنصر Mn و Si و رسوبات درشت از عناصر Mn، Si و Fe تشکیل شده‌اند (شکل ۷ و ۸). در آنالیز فاز زمینه تنها عنصر آلیاژی Al را نشان می‌دهد (شکل ۹).

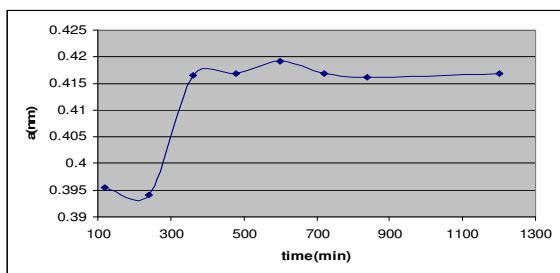
شکل (۱۰) الگوی پراش پرتو X، نمونه‌های عملیات



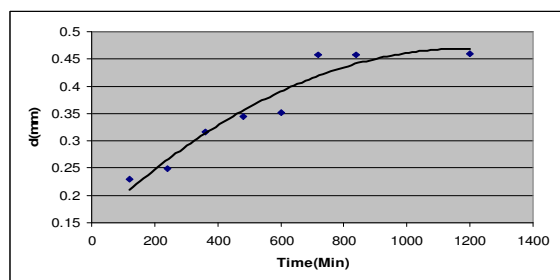
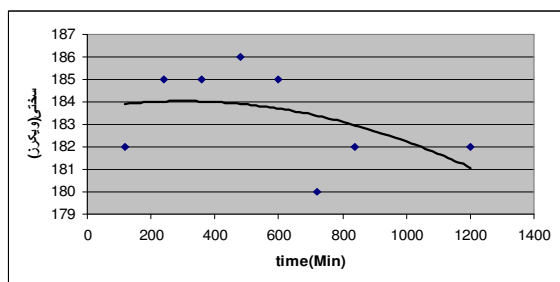
شکل (۱۰): الگوی پراش پرتوی X نمونه های آنیل شده در زمان های متفاوت

با توجه به روابط مورد استفاده در محاسبه روی معادل [۳] و شکل (۱) این آلیاژ دارای روی معادل ۴۷/۲۸٪ می باشد که در

طبیعی اتفاق افتاده است (شکل ۱۲). سختی نمونه ها در زمان های کم ثابت و در زمان های بالا رو به کاهش می رود (شکل ۱۳).



شکل (۱۱): تغییرات پارامتر شبکه بر حسب زمان نگهداری در دمای بالا

شکل (۱۲): منحنی تغییرات قطر متوسط دانه β بر حسب زمان

شکل (۱۳): منحنی تغییرات سختی بر حسب زمان آنیلینگ

روند رو به افزایش رشد دانه و افزایش پارامتر شبکه در زمان‌های کم باعث ثابت بودن سختی در مراحل اولیه آنیل شده است. اما با افزایش بیشتر زمان آنیل حلالیت ثابت مانده ولی افزایش رشد دانه باعث کاهش سختی آلیاژ شده است.

۴- نتیجه‌گیری

(۱) این برنج به دلیل داشتن عناصر آلیاژی بالا و اثر این عناصر بر پایداری فاز β در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد به صورت فاز β همراه با رسوبات بین فلزی مشاهده شده است.
(۲) عناصر آلیاژی مثل Mn، Si و Fe که در حالت رسوب دیده شده‌اند به حالت محلول جامد در نیامده‌اند.

دمای بالای ۷۵۰ درجه سانتیگراد به صورت فاز β است. نگهداری آلیاژ در مدت زمان‌های متفاوت در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد باعث تبدیل فاز α به فاز β می‌گردد. شکل (۶) نمونه به مدت زمان ۲۰ ساعت در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد قرار گرفته و سپس کوئنچ شده است. دو نوع رسوب در این نمونه تشخیص داده شده است (شکل‌های ۷ و ۸). ذرات دراز و کشیده ترکیبی از سه عنصر Si، Mn و Fe می‌باشد و رسوبات مکعبی کوچک نیز از دو عنصر Si و Mn تشکیل شده‌اند. تمایل Si به ترکیب با Mn و تشکیل رسوبات بین فلزی Mn_5Si_3 در برنج‌های دو فازی آلیاژی دیده شده است [۳ و ۶]. آنالیز نقطه ای فاز زمینه علاوه بر مس و روی عنصر آلومینیوم را نشان می‌دهد. آلومینیوم به عنوان مؤثرترین عنصر در ایجاد محلول جامد در برنج‌های آلیاژی شناخته شده است [۳].

بررسی مکان پیک‌های حاصل از آزمایش XRD نشان دهنده تغییر مکان پیک‌ها در نمونه‌های متفاوت می‌باشد. این تغییر در مکان پیک‌ها نشان دهنده تغییر در فاصله صفحات اتمی و یا به عبارتی پارامتر شبکه می‌باشد. پارامتر شبکه محلول جامد با غلظت ماده حل شونده تغییر می‌کند. بنابراین ترکیب یک محلول معین از اندازه‌گیری پارامتر شبکه‌ای آن تعیین می‌گردد. البته تغییر در غلظت ماده حل شونده تنها اندکی پارامتر شبکه را تغییر می‌دهد [۲۱].

تغییرات پارامتر شبکه در زمان‌های بالای ۶ ساعت ثابت مانده است، که نشانگر عدم حلالیت عناصر آلیاژی از این زمان به بعد می‌باشد. احتمال اشباع شدن ساختار از عناصر آلیاژی و یا کم بودن این عناصر برای حلالیت بیشتر است. روند رو به افزایش حلالیت در محدوده زمانی ۴ تا ۶ ساعت با تغییر پارامتر شبکه مشخص است (شکل ۱۱). با توجه به شکل (۹) عنصر آلومینیوم به عنوان تنها عنصری است که ریزساختار به صورت محلول در آمده است و احتمال حلالیت آن در محدوده زمانی ۴ تا ۶ ساعت وجود دارد که باعث تغییر پارامتر شبکه شده است [۷]. عناصر آلیاژی دیگر مانند Mn، Si و Fe تمایل به حل شدن در زمینه را ندارند.

۳) در زمان‌های کم سختی آلیاژ روند ثابتی را طی می‌کند و با نگهداری آلیاژ در دماهای بالای ۶ ساعت باعث کاهش سختی آلیاژ می‌گردد.

۵- تشکر و قدر دانی

نویسندگان مقاله از حمایت مالی مرکز بین المللی علوم و تکنولوژی پیشرفته و علوم محیطی، مدیریت تحقیقات شرکت صنایع جنبی مس شهید باهنر کرمان همچنین از زحمات همکاران گرامی سرکار خانم مهندس قطبی مسئول محترم آزمایشگاه متالوگرافی و جناب آقای مهندس میرزایی مسئول محترم آزمایشگاه عملیات حرارتی کمال تشکر و قدردانی را می‌نمایند.

۶- مراجع

- [۱] B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, 1978, Addison-Wesley.
- [۲] C. Suryanarayana, *X-ray diffraction a practical approach*, 1998, New York, Plenum Press.
- [۳] www.cda.org.uk/homepage.htm, Copper Development Association.
- [۴] D. Henkel, A. W. Pense "Structure and property of engineering materials ", 2002, P307-317.
- [۵] D. Arnaud, "High tensile brasses ", *Copper, No1*, 1970.
- [۶] ایمان. ابراهیم زاده، غ. اکبری، بیژن صالحی، " تغییرات ریزساختار برنجهای آلیاژی کار شده با عملیات حرارتی " اولین کنفرانس عملیات حرارتی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهر مجلسی، اسفند ۱۳۸۴
- [۷] Reed-hill, R.E. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, 1994, Boston PWS Pub.

