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 امیررضا شیرانی^۴ ۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، اصفهان، ایران ۲- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، اصفهان، ایران ۴- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد کرج، ایران ۱۳۹۰-۲۹- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد کرج، ایران ۱۳۹۰-۱۳۹۰، تاریخ پذیرش:۱۳۹۰/۰۷/۱۱

چکیده این تحقیق به بررسی فرآیند، ریز ساختار و رفتار تـف جوشی کامپوزیت TiC در زمینه NiFe، شـامل ۲۰،۱۰، و ۳۰ درصـد وزنی TiC، می پردازد. از فرآیندهای آلیاژسازی مکانیکی و متالورژی پودر برای ساخت کامپوزیت استفاده شده است. ارزیابی پـودرهـای آسـیاب کـاری 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 شده اند. همچنین سختی کامپوزیت با افزایش مقدار TiC افزایش یافت.

> **واژدهای کلیدی:** سوپر آلیاژ NiFe- آلیاژسازی مکانیکی- متالورژی پودر-ریز ساختار

> > 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

بالا) میباشد که منجر به استحکام بالاتر در برش و فشار و قابلیت عملکرد در دماهای بالا می شود. خواص فیزیکی و مکانیکی قابل توجه نظیر 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

www.SID.ir

تقویت کننده و همچنین طبیعت فصل مشتر ک بین تقویت کننده و زمینه می باشد. به عبارت دیگر، توزیع یکنواخت از ذرات تقویت کننده به همراه یک ساختار ریزدانه باعث بهبود و استحکام مکانیکی خواهد شد. لذا یکی از روش های معمول در ساخت پودرهای کامپوزیت زمینه فلزی، آلیاژ سازی مکانیکی می باشد. در این روش یک توزیع قابل قبولی از ذرات تقویت کننده در زمینه فلزی و بدون جدایش، که معمولاً در کامپوزیت های ریخته گری شده وجود دارد، به دست می آید [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 مىشوند. سوپر آلياژهاى پايه آهن- نيكل تقويت شده با كاربيد تیتانیم در حال حاضر در کاربردهای دما بالا که خوردگی و سایش دلیل اصلی شکست مواد میباشد، مورد استفاده قرار می گیرند[۴]. ساخت کامپوزیتهای پایه آهن و نیکل تقویت شده با ذرات TiC و بررسی خواص آن به روش های گوناگون مانند تف جوشی مستقیم با لیزر (DMLS) [۷]، مایکروویو[۸]، اسپری پلاسمای تشدید شده[۹]، سنتز احتراقی (SHS) [۱۰]، روکش دهی با لیزر[۱۱]، تف جوشی پلاسمای جرقهای[۱۲]، روش درجا[۱۴–۱۳] و متالورژی پودر[۱۵–۱۷] توسط چندین محقق گزارش شده است. ولي با اين حال تحقيقات كمي راجع به ساخت این کامپوزیتها به روش آلیاژ سازی مکانیکی و متالورژي پودر موجود ميباشد.

در تحقیق حاضر با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی، پودرهای آهن، نیکل و کاربید تیتانیم به منظور بررسی روند تشکل محلول جامد Ni-50Wt% Fe، در زمانهای مختلف تحت فرآیند آسیابکاری قرار گرفته و سپس نمونههای آسیابکاری شده در زمانهای مختلف، تحت عملیات تف جوشی در دمای C⁰ ۱۲۰۰ و نگهداری در این دما به مدت ۴۰ دقیقه قرار گرفتند. همچنین اثر اضافه کردن ذرات TiC به میزان ۵، ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی بر روی سختی، دانسیته و

ریزساختار نمونههای تف جوشی شده مورد بررسی قرار گرفت.

۲- روش تحقيق

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق شامل پودر نیکل (میانگین اندازه ذرات μm، ۱۰۰ خلوص ۹۹/۵٪، کمپانی LSM)، پودر آهن (میانگین اندازه ذرات μm، ۱۵۰،خلوص ۹۹/۲٪ ،کمیانی Hoganass) پودر TiC (میانگین اندازه ذرات ۲۰۰۴>، خلوص ۹۹/۸ ٪، کمپانی Alfa Aesar) میباشد. شکل و اندازه ذرات در شکل(۱) نشان داده شده است. ابتدا مخلوط یودری NiFe-TiC برای مدت زمانهای ۱، ۳، ۵، ۷، ۱۰، ۱۵ و ۲۵ ساعت با استفاده از آسیاب گلولهای سیارهای پر انرژی با سرعت ۶۰۰ دور در دقیقه (۶۰۰rpm)، در محفظههایی از جنس فولاد سخت پر کروم با گلولههایی از جنس فولاد بلبرینگ با قطر ۲۰mm آسیاب کاری شدند. برای جلو گیری از اکسیداسیون، محفظهها تحت اتمسفر گاز آرگون قرار داده شد. نسبت وزنی گلوله به پودر (BPR) ۲۰:۱ انتخاب شد. در مرحله بعد پودر TiC به میزان۵، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی به مخلوط پودری NiFe اضافه گردید و به مدت زمان ۱۰ ساعت با شرایط یکسان تحت عملیات آسیاب کاری قرار گرفت. سپس پودرهای آسیاب کاری شده به کمک پرس سرد دوطرفه با فشار ۶۰۰ MPa فشردهسازی شد و نمونههای استوانهای شکل به قطر mm ۶ و ارتفاع ۳/۵ mm تهیه گردید. برای عملیات تف جوشی، نمونهها در داخل کوره لولهای قرار داده شده وحرارت دادن با نرخ C/min نحت اتمسفر هیدروژن، تا دمای C⁰C انجام شد. آنالیز فازی با استفاده از پراش اشعه ایکس (XRD) و استفاده از دستگاه دیفرکتومتری فیلییس مدل PW1800 و به کارگیری اشعه CuKa، 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 ۱۰ ساعت آسیاب کاری شده بودند با استفاده از دستگاه ERNS7 Leitz GMBH WETZLAR ، تحت بار اعمالي ۵۰ gr، انجام شد.

۳- نتایج و بحث

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







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

خطوط پراش نشان داده شده دریک ساعت مربوط به فلز آهن با شبکه مکعبی مرکز دار(BCC) و فلز نیکل با شبکه مکعبی با سطوح مرکز دار (FCC) می باشد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا پنج ساعت، هم پیکهای آهن و هم پیکهای نیکل مشاهده میشود ولی جابجایی در موقعیت پیکها مشاهده نمی شود 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 می شود 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 (۰/۱۲۶ nm) بزرگتر از شعاع اتمی نیکل (۰/۱۲۴ nm) میباشد ،γ(Fe,Ni)، FCC باعث انبساط شبکه و تشکیل محلول جامد γ(Fe,Ni)، می شود. محلول جامد تشکیل شده تاینایت (taenite) نام دارد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۲۵ ساعت، خطوط پراش پهن تر شده ولى تغيير محسوسي در موقعيت پيكھا مشاهده نمي شود 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 آنیل 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 γ(Fe,Ni)، FCC، با نام taenite برای مخلوط پودری Fe₅₀Ni₅₀ به 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.

www.SID.ir





شکل(۳): اثر میزانTiC بر روی دانسیته نسبی برای نمونههای آلیاژسازی مکانیکی شده به مدت ۱۰ ساعت و تف جوشی در دمای C `۱۲۰۰ و مدت زمان ۴۰ دقیقه

شکل۴- ریزساختار نمونهها را پس از تف جوشی در دمای ۲۰۰۰۲ و مدت زمان ۴۰ دقیقه، پس از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی نشان میدهد. شکل(۴ الف، ۴ب و ۴ج) به ترتیب



mi-Fe-10%Wt ، الگوی پراش اشعه ایکس برای مخلوط پودری TiC TiC بعد از زمانهای مختلف آسیاب کاری

اثر مقدار TiC بر روی دانسیته نسبی، پس از تفجوشی در دمای⁰ ۱۲۰۰ و نگهداری در این دما به مدت ۴۰ دقیقه، برای نمونههایی که برای مدت ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی شده، در شکل۳ نشان داده شده است. منظور از دانسیته نسبی نسبت دانسیته واقعی به دانسیته تئوری میباشد. دانسیته تئوری با استفاده از قانون مخلوطها [۲۲] به دست آمد که در رابطه(۱) آمده است.

$$\rho = \rho_1 V_1 + \rho_2 V_2 + \dots \rho_n V_n \tag{1}$$

در جاییکه ρ دانسیته تئوری، 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.

$$\rho_a = W_a / (W_a - W_w) \times \rho_w \tag{(r)}$$

 W_w 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

۶.

حاوی ۵، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی TiC میباشد. مناطق خاکستری رنگ نشان دهندهٔ ذرات TiC میباشند. همان طور که مشاهده میشود توزیع ذرات TiC در زمینه NiFe تقریباً حالت یکنواخت داشته و برای رسیدن به توزیع یکنواخت تر TiC در زمینه NiFe نیاز به زمانهای بیشتر آلیاژسازی مکانیکی میباشد.



شکل(۴): ریزساختار نمونهها را پس از تف جوشی در دمای C ۲۰۰ و مدت زمان ۴۰ دقیقه، پس از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی

آزمون میکروسختی ویکرز با بار اعمالی ۵۰gr برروی نمونههای حاوی ۰، ۵، ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی TiC که در مدت زمان ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی شده و سپس تحت عملیات تفجوشی در دمای C['] ۲۰۰۱ و مدت زمان ۴۰ دقیقه قرار گرفته، انجام شد و نتایج آن در شکل۵ نشان داده شده است. همان طور که دیده میشود با افزایش مقدار TiC سختی نیز افزایش پیدا میکند. مقدار سختی برای NiFe برابر۷⁺ ۱۳۰ ویکرز حاصل شد که با اضافه کردن TiC تا میزان ۳۰ درصد افزایش سختی، وجود ذرات سخت TiC در زمینه سوپر آلیاژ افزایش سختی، وجود ذرات سخت TiC باعث ایجاد تغییر NiFe میباشد. از طرفی وجود ذرات TiC باعث ایجاد تغییر فرم شدید و ریز شدن دانهها میشود. لذا با افزایش مقدار TiC



شکل(۵): اثر میزانTiC بر روی میکروسختی برای نمونههای آلیاژسازی مکانیکی شده به مدت ۱۰ ساعت و تف جوشی در دمای C[.] ۱۲۰۰ ومدت زمان ۴۰ دقیقه

۴- نتیجه گیری

پودر فلزات آهن، نیکل و ذرات کاربید تیتانیم توسط آسیاب کاری آلیاژ شده و سسپس به روش متالورژی پودر (پرس سرد/تف جوشی) تحت عملیات مستحکم سازی قرار گرفت. اثر میزان TiC بر حسب درصد وزنی، برروی فرآیند مستحکم سازی مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت و نتایج زیر حاصل گردید: ۱- مخلوط Ni-50Fe پس از حداقل هفت ساعت آسیاب کاری مکانیکی در آسیاب پر انرژی کاملاً در یکدیگر حل شده و محلول جامد با شبکه FCC ایجاد میکند.

www.SID.ir

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. P.ekala,"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. Greneche, "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 composte", 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", Etallurgical 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 نمونه های زینتر شده دانسیته
کاهش می یابد.
۳- وجود ذرات TiC در زمینه باعث افزایش سختی می گردد
که این روند با افزایش مقدار TiC، افزایش می یابد.

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°a°ard, P. Krakhmalev, J. Bergstr¨om," 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 Rahimipour, 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