

اثر اتصال به‌روش فاز مایع گذرا بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد زنگ نزن ۳۰۴

هیمین نیکدین (کارشناس)
علی‌اکبر اکوایی (استاد)

دانشکده‌ی مهندسی و علوم‌مواد، دانشگاه صنعتی شریف

در این تحقیق برای اتصال فولاد زنگ نزن ۳۰۴ از روش فاز مایع گذرا^۱، با لایه‌ی واسط پایه‌ی نیکل به ضخامت $5\mu m$ و دمای $1150^{\circ}C$ استفاده شده است. اتصال در اتمسفرهای مختلف کوره، گاز آرگون، و خلا در مدت زمان‌های مختلف (از 3° تا 18° دقیقه) انجام شد. اتصالات ایجاد شده به مدت 12° دقیقه در دمای $1150^{\circ}C$ همگن‌سازی شدند. ریزساختار محل اتصال با میکروسکوپ نوری بررسی و استحکام برشی اتصالات اندازه‌گیری شدند. نتایج بررسی‌های ریزساختاری حاکی از وجود حفره‌ها و تخلخل‌ها در محل اتصال ایجاد شده در اتمسفر کوره و گاز آرگون است. این تخلخل‌ها و حفره‌ها در اثر اکسیدشدن لایه‌ی واسط و فصل مشترک اتصال - فلز پایه به هنگام عملیات اتصال تشکیل می‌شوند در اتصالات ایجاد شده در خلا این حفره‌ها و تخلخل‌ها مشاهده نشد. نتایج آزمایشات مکانیکی نشان می‌دهد که اتصال ایجاد شده در خلا و به مدت 18° دقیقه بهترین استحکام برشی را ارائه می‌کند که خیلی نزدیک به استحکام برشی فلز پایه است.

زنگ نزن ۳۰۴ به‌روش فاز مایع گذرا است. اثر اتمسفر محافظ و زمان اتصال نیز بر ریزساختار اتصال مورد بررسی قرار گرفته است.

مقدمه

در اتصال به‌روش فاز مایع گذرا، از یک لایه‌ی نازک آلیاژی با ترکیب و دمای ذوب مشخص، به‌عنوان لایه‌ی واسط^۲ استفاده می‌شود. لایه‌ی واسط معمولاً آلیاژی اوتکتوئید از فلز پایه است که دارای عناصر کاهنده‌ی نقطه‌ی ذوب (مثل B, Si, P) است. پس از قرار دادن لایه‌ی واسط در بین دو قطعه‌ی که باید به هم متصل شوند، مجموعه را تا دمای اتصال که معمولاً کمی بالاتر از نقطه‌ی ذوب لایه‌ی واسط است در کوره‌ی خلا یا اتمسفر محافظ آرگون حرارت می‌دهند. با رسیدن دمای کوره به دمای اتصال لایه‌ی واسط ذوب می‌شود. با نگهداری قطعات در این دما، عناصر آلیاژی بین مذاب و فلز پایه (به‌خصوص عناصر B, Si, P) نفوذ می‌کنند و موجب تغییر در ترکیب شیمیایی می‌شوند. با این تغییر در ترکیب شیمیایی دمای انجماد مذاب افزایش و مذاب به‌صورت هم‌دما (ایزوترم) منجمد می‌شود. اتصال ایجاد شده از نظر ترکیب شیمیایی و ریزساختار کمی با فلز پایه متفاوت است. برای همگن‌شدن ساختار اتصال، معمولاً قطعات متصل شده را به مدتی طولانی‌تر در دمای اتصال یا زمانی کوتاه‌تر در دماهای بالاتر نگهداری می‌کنند. در این فرایند فشار اعمالی معمولاً کم و در حد $10-50\text{PSi}$ است.^[۱]

فرایند اتصال به‌روش فاز مایع گذرا برای اتصال تعداد زیادی از آلیاژهای پایه نیکل و سوپرآلیاژهای مستحکم شده با ذرات ریز اکسیدی^۳، اتصال فلز به سرامیک، و سایر سیستم‌های آلیاژی با موفقیت انجام شده است.^[۱-۳] هدف از این تحقیق به‌دست آوردن شرایط بهینه‌ی اتصال فولاد

روش تحقیق
در این تحقیق از فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۰۴ به‌عنوان فلز پایه، و از آلیاژ تجاری MBE۳۰ به ضخامت $5\mu m$ به‌عنوان لایه‌ی واسط استفاده شده است. ترکیب شیمیایی فولاد و لایه‌ی واسط در جدول ۱ آمده است.

برای اتصال، نمونه‌هایی از فولاد به‌ابعاد $5 \times 12 \times 12\text{mm}$ تهیه و سپس سطح نمونه‌ها با کاغذ سنباده تا شماره‌ی $120\mu m$ صیقل‌کاری و تا قبل از عملیات اتصال در محلول استن نگه‌داری شدند. برای اتصال، ورق‌های نازک از لایه‌ی واسط با همان ابعاد در بین دو نمونه فولادی قرار داده شد. عملیات اتصال در کوره‌ی بی با اتمسفرهای مختلف (هوا، گاز آرگون و خلا) و در دمای $1150^{\circ}C$ در مدت زمان‌های مختلف انجام شد. سپس نمونه‌های متصل شده در دمای $1150^{\circ}C$ تحت عملیات همگن‌سازی قرار گرفتند. ریزساختار محل اتصال قبل و بعد از همگن‌سازی (پس از عملیات متالوگرافی و حکاکی با محلول ماربل، شامل سولفات مس ۴ گرم، اسید کلریدریک 2cc ، و آب 20cc) با میکروسکوپ نوری بررسی شد. تغییرات سختی محل اتصال و فلز پایه به‌روش ریزسختی و با نیروی 50gf ، و نیز استحکام برشی محل اتصال

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فلز پایه و لایه‌ی واسط (درصد وزنی).

	Fe	B	w	V	Cu	Mo	Ni	Cr	S	P	Mn	Si	C
St۳۰۴	Bal	-	۰/۱۲	۰/۱۰	۰/۳۲	۰/۲۹	۹/۲۶	۱۸/۵۳	۰/۰۱۱	۰/۰۱۹	۱/۴۱	۰/۴۴	۰/۰۴
MB۳۰	-	۳/۲	-	-	-	-	Bal	-	-	-	-	۴/۵	۰/۰۵

نقطه‌ی ذوب، یعنی B و Si از محل اتصال به فلز پایه نسبت داد. در شکل ۱ ب که ریزساختار محل اتصال را پس از همگن‌سازی نشان می‌دهد، پیدا است که عملیات همگن‌سازی تا اندازه‌ی باعث از بین رفتن این ترکیبات شده است. با توجه به نمودار فازی [۱۲] دمای اوتکتوئید رسوبات احتمالی Ni-B, Ni-Si, Fe-B, Cr-B به ترتیب؛ $۸۶۲^{\circ}C$ ، $۱۱۸۰^{\circ}C$ ، $۱۱۵۲^{\circ}C$ و $۱۱۹۳^{\circ}C$ است. با توجه به این که بر اثر همگن‌سازی در دمای $۱۱۵۰^{\circ}C$ این رسوبات تا اندازه‌ی بی از بین رفته‌اند، احتمالاً این رسوبات شامل سیلیسید نیکل و بورید نیکل و آهن هستند.

در شکل ۱ در محل اتصال حفره‌هایی نیز دیده می‌شود که تشکیل آن‌ها احتمالاً مربوط به اکسید شدن عامل اتصال و فصل مشترک اتصال - فلز پایه به هنگام عملیات اتصال است. گزارش شده است که وجود اکسید در محل اتصال مانع از چسبندگی کامل، و در نتیجه ایجاد تخلخل و حفره می‌شود. [۱۳]

عملیات اتصال در اتمسفر محافظ آرگون نیز در دمای $۱۱۰۰^{\circ}C$ و به مدت ۴۵ دقیقه انجام شد. نمونه‌ها پس از اتصال در دمای $۱۱۵۰^{\circ}C$ و به مدت ۱۲ دقیقه همگن‌سازی شدند. ریز ساختار محل اتصال قبل

اندازه‌گیری شد. برای اندازه‌گیری استحکام برشی گیره‌یی (جیگی) دو تکه ساخته شد که در هر نیمه سوراخی با ابعاد $۵ \times ۱۰ \times ۱۰ \text{ mm}$ تعبیه و برای نگهداری دونیمه روی هم از غلافی استوانه‌یی استفاده شد. آزمایش برش با دستگاه اینسترون و با سرعت ۲ mm/min انجام شد.

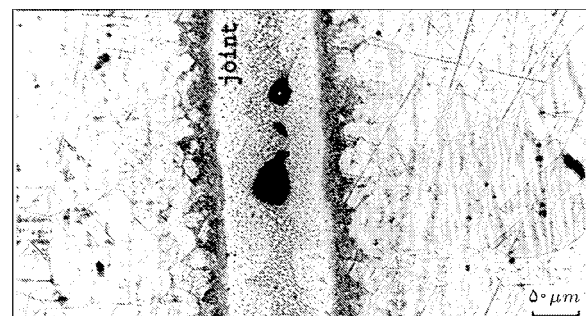
نتایج و بحث

۱. ریز ساختار محل اتصال

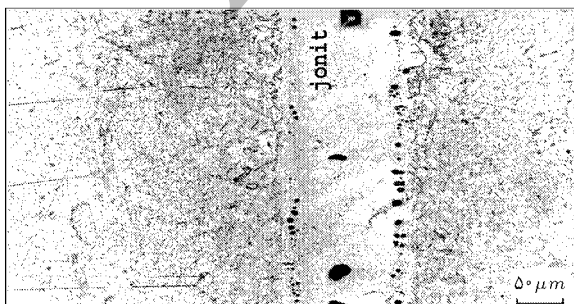
ریزساختار محل اتصال برای نمونه‌های متصل شده در دمای $۱۱۰۰^{\circ}C$ و به مدت ۳۰ دقیقه در اتمسفر کوره در شکل ۱ آمده است. شکل ۱ الف ریزساختار محل اتصال را قبل از همگن‌سازی، و شکل ۱ ب ریزساختار را پس از همگن‌سازی در دمای $۱۲۵۰^{\circ}C$ و به مدت ۱۲ دقیقه نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل ۱ الف دیده می‌شود فصل مشترک اتصال - فلز پایه مسطح^۴ است و در آن ترکیبات اوتکتوئیدی دیده می‌شود که احتمالاً بورید و سیلیسید کرم و نیکل هستند. [۶] تشکیل این ترکیبات را می‌توان به‌کافی نبودن زمان برای نفوذ عناصر کاهنده‌ی



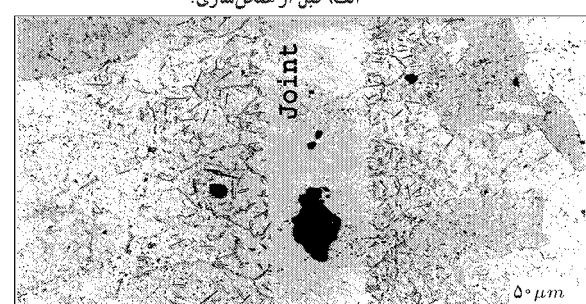
الف) قبل از همگن‌سازی؛



الف) قبل از همگن‌سازی؛



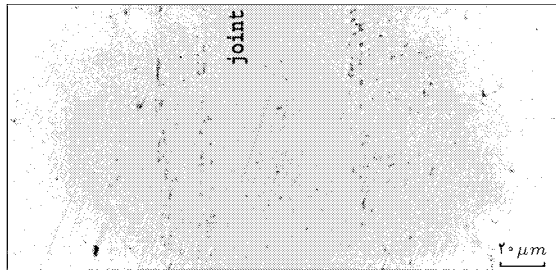
ب) پس از همگن‌سازی در دمای $۱۱۵۰^{\circ}C$ و به مدت ۱۲ دقیقه.



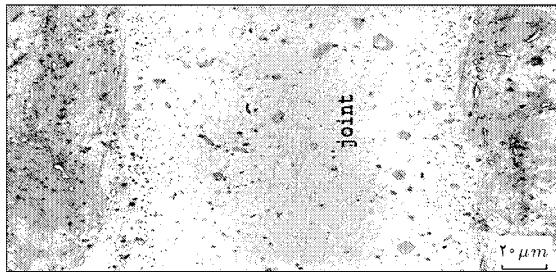
ب) پس از همگن‌سازی در دمای $۱۱۵۰^{\circ}C$ و به مدت ۱۲ دقیقه.

شکل ۲. ریزساختار اتصال ایجاد شده در گاز آرگون به مدت زمان ۴۵ دقیقه و در دمای $۱۱۰۰^{\circ}C$.

شکل ۱. ریزساختار اتصال ایجاد شده در اتمسفر کوره به مدت زمان ۳۰ دقیقه و در دمای $۱۱۰۰^{\circ}C$.



الف) قبل از اِج:



ب) پس از اِج:

شکل ۴. اتصالات ایجاد شده در خلا به مدت 180°C و سپس همگن سازی شده در دمای 1150°C و به مدت 120° دقیقه.

ریزساختار محل اتصال نمونه های متصل شده در مدت زمان 180° دقیقه در شکل ۴ الف نشان داده شده است. این ریزساختار مربوط به نمونه بی است که همگن سازی نیز شده است. در این شکل دیده می شود که اتصال نسبتاً همگنی ایجاد شده و ترکیبات اوتکتویدی نیز به ندرت دیده می شوند. شکل ۴ ب همین اتصال را پس از حکاکی نشان می دهد. با توجه به شکل های ۳ و ۴، مشاهده می شود اتصال در خلا باعث عدم تشکیل تخلخل ها و حفره ها در محل اتصال و فصل مشترک می شوند.

۲. خواص مکانیکی

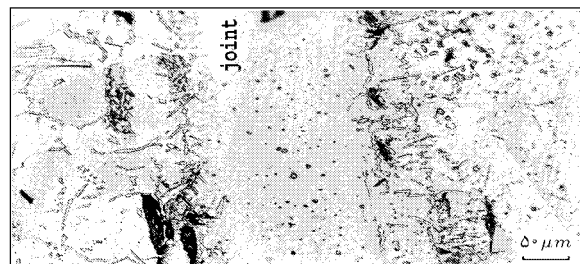
تغییرات مقادیر سختی نمونه های متصل شده در خلا و در مدت زمان های 60° و 180° دقیقه نسبت به فاصله از مرکز اتصال در شکل ۵ الف آمده است. دیده می شود که مقدار سختی با افزایش فاصله از مرکز اتصال کاهش می یابد. بالا بودن سختی در محل اتصال و نیز فلز پایه مجاور به محل اتصال را می توان ناشی از درصد بالای عناصر آلیاژی دانست. در این شکل دیده می شود که افزایش زمان اتصال از 60° به 180° دقیقه باعث کاهش سختی می شود که ممکن است مربوط به همگن تر شدن ساختار محل اتصال بر اثر کاهش عناصر آلیاژی باشد. شکل ۵ ب تغییرات سختی در نمونه های همگن سازی شده در 1150°C و به مدت 120° دقیقه را نشان می دهد. در این شکل دیده می شود که همگن سازی نمونه ی متصل شده در زمان 60° دقیقه به کاهش سختی نسبت به نمونه ی همگن سازی نشده منجر می شود (بشکل ۵ الف مقایسه شود) اما هنوز سختی محل اتصال و فلز پایه مجاور به محل

بعد از همگن سازی در شکل ۲ آمده است. از این شکل پیداست که در محل اتصال ترکیبات اوتکتویدی وجود دارد (شکل ۲ الف)، اما پس از همگن سازی این ترکیبات تا اندازه ای از بین می روند (شکل ۲ ب). در محل اتصال و فصل مشترک اتصال نیز تخلخل ها و حفره ها دیده می شوند که حضور این تخلخل ها و حفره ها نیز می تواند ناشی از اکسید شدن عامل اتصال و فصل مشترک اتصال به علت وجود ناخالصی اکسیژن در گاز آرگون مصرفی باشد (جدول ۲).

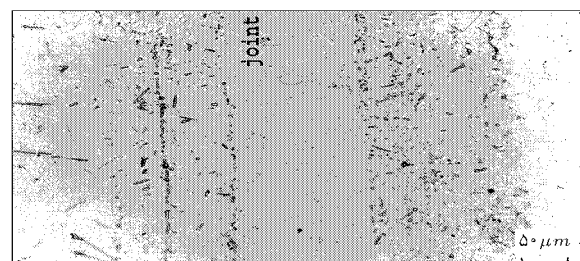
با توجه به نتایج اتصال در اتمسفر کوره و در اتمسفر محافظ آرگون می توان نتیجه گرفت که زمان 30° و 45° دقیقه برای اتصال کافی نیست؛ از این رو تصمیم گرفته شد که عملیات اتصال در خلا در زمان های طولانی تر انجام شود. بدین منظور عملیات اتصال در خلا (10^{-6} mbar) در زمان های 60° و 180° دقیقه انجام و سپس نمونه های متصل شده همگن سازی شدند. ریزساختار محل اتصال برای زمان اتصال 60° دقیقه در شکل ۳ آمده است. در شکل ۳ الف دیده می شود که به علت افزایش زمان اتصال و نفوذ عناصر B و Si از محل اتصال به فلز پایه ترکیبات اوتکتویدی تا فاصله ای بیشتر از فصل مشترک اتصال دیده می شوند. همگن سازی نمونه های متصل شده در دمای 1150°C و به مدت 120° دقیقه تا اندازه ای باعث از بین رفتن این ترکیبات شده است (شکل ۳ ب).

جدول ۲. ترکیب شیمیایی گاز آرگون مصرفی.

Gas	Ar	Co ₂	O ₂	CnHm	H ₂ O	N ₂
Argon	Bal.	< ۱ ^o	< ۲۰۰ ppm	< ۱ ^o ppm	< ۳۰۰ ppm	< ۵۰۰ ppm

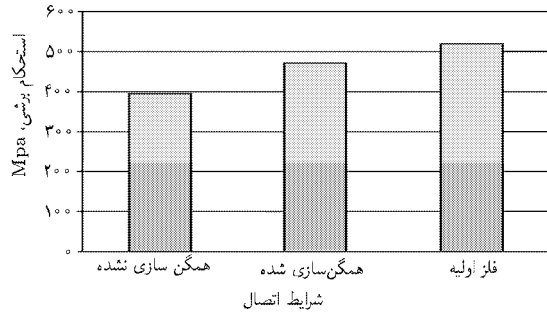


الف) قبل از همگن سازی:

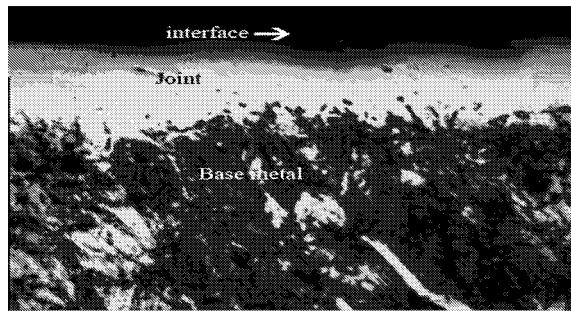


ب) پس از همگن سازی در دمای 1150°C و به مدت 120° دقیقه.

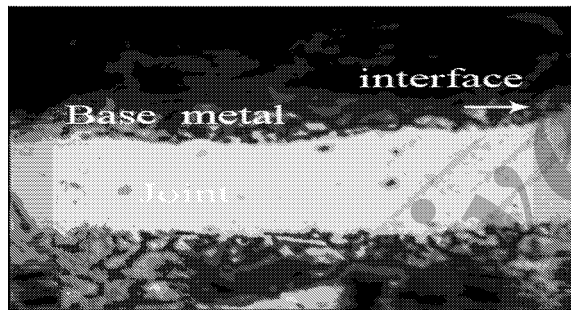
شکل ۳. ریزساختار اتصال ایجاد شده خلا به مدت زمان 60° دقیقه و در دمای 1150°C .



شکل ۶. استحکام برشی اتصالات ایجاد شده در خلأ و به مدت ۱۸۰ دقیقه.



الف) اتصال همگن سازی نشده؛



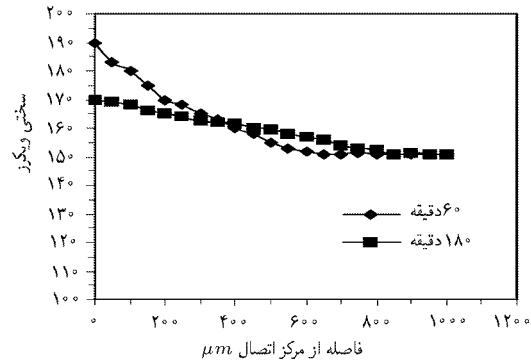
ب) اتصال همگن سازی شده.

شکل ۷. استحکام برشی اتصالات ایجاد شده در خلأ و به مدت ۱۸۰ دقیقه.

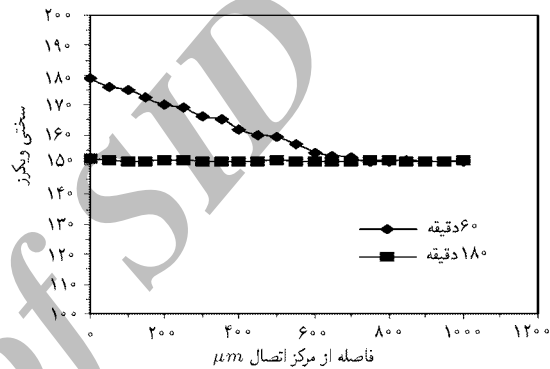
استحکام برشی فلز پایه (۵۲۰ MPa) است. بررسی سطوح شکست نمونه‌های برشی نشان می‌دهد که در اتصال همگن‌سازی نشده شکست در ناحیه‌ی فصل مشترک اتصال-فلز پایه رخ داده است (شکل ۷ الف)، حال آنکه در نمونه‌ی همگن‌سازی شده شکست هم در فصل مشترک اتصال - فلز پایه، و هم در فلز پایه رخ داده است (شکل ۷ ب). این نوع شکست دال بر ایجاد اتصال مناسب در این شرایط است؛ یعنی استحکام برشی فلز پایه و استحکام برشی محل اتصال به هم خیلی نزدیک‌اند.

نتیجه‌گیری

عملیات اتصال فولاد زنگ نزن ۳۰۴ به روش فاز مایع گذر و بالابندی واسط پایه‌نیکل در دمای ۱۱۵۰°C و به مدت زمان‌های مختلف در محیط‌های مختلف انجام شد. نمونه‌های متصل شده در دمای ۱۱۵۰°C و به مدت



الف) در زمان‌های مختلف؛



ب) در زمان‌های مختلف و سپس همگن‌سازی شده در دمای ۱۱۵۰°C به مدت ۲ ساعت.

شکل ۵. تغییرات سختی نسبت به فاصله از مرکز اتصال در اتصالات ایجاد شده در خلأ.

اتصال بالاتر از سختی فلز پایه است. اما همگن‌سازی نمونه‌ی متصل شده در زمان ۱۸۰ دقیقه باعث می‌شود که سختی محل اتصال با فلز پایه یکسان شود. با توجه به بررسی‌های متالوگرافی و سختی‌سنجی نمونه‌های متصل شده در خلأ به نظر می‌رسد که زمان اتصال ۱۸۰ دقیقه و همگن‌سازی نمونه‌های متصل شده در ۱۱۵۰°C و به مدت ۱۲۰ دقیقه بهترین شرایط ایجاد شده برای اتصال فولاد زنگ نزن ۳۰۴ با لایه‌ی واسط ۳ MBF است. از این‌رو استحکام برشی اتصالات ایجاد شده در این شرایط اندازه‌گیری شد. نتایج تعیین استحکام برشی در شکل ۶ آمده است. برای مقایسه‌ی استحکام اتصالات ایجاد شده در خلأ با استحکام برشی فلز پایه، نمونه‌هایی از فلز پایه ابتدا به مدت ۱۸۰ دقیقه در ۱۱۵۰°C، و سپس به مدت ۱۲۰ دقیقه در دمای ۱۱۵۰°C و در خلأ گرم شدند. پس از سرد شدن نمونه‌ها استحکام برشی اندازه‌گیری شد (شکل ۶) و مشاهده شد که استحکام برشی اتصال همگن‌سازی نشده کم‌تر از استحکام برشی اتصال همگن‌سازی شده است. کم‌تر بودن استحکام برشی نمونه‌ی همگن‌سازی نشده را می‌توان ناشی از وجود ترکیبات اوتکتوئیدی و درصد بالای عناصر آلیاژی در محل اتصال دانست. در این شکل هم چنین می‌توان دید که استحکام محل اتصال در نمونه‌ی همگن‌سازی شده (۴۷۰ MPa) حدوداً ۹۰٪

نفوذ عناصر آلیاژی از محل اتصال به فلز پایه این ترکیبات کاهش می‌یابند. همگن‌سازی نمونه‌های متصل شده در ۱۸۰ دقیقه باعث حذف این ترکیبات می‌شود.

۳. همگن‌سازی نمونه‌های متصل شده در خلأ و به مدت ۱۸۰ دقیقه باعث همگن‌تر شدن ساختار و یکنواختی سختی محل اتصال با فلز پایه می‌شود.

۴. استحکام برشی نمونه‌های متصل شده در خلأ و به مدت ۱۸۰ دقیقه و سپس همگن‌سازی شده خیلی نزدیک به استحکام برشی فلز پایه است.

۱۲۰ دقیقه همگن‌سازی شدند. بررسی ریزساختار محل اتصال در شرایط مختلف و نیز آزمایشات مکانیکی نشان داد که:

۱. ایجاد اتصال در هوای کوره و در محیط گاز آرگون باعث تشکیل تخلخل و حفره در محل اتصال و فصل مشترک اتصال - فلز پایه می‌شود. ایجاد این حفره‌ها و تخلخل‌ها به اکسید شدن فلز پایه و لایه‌ی واسط به هنگام عملیات اتصال نسبت داده شد.

۲. در زمان‌های کوتاه اتصال، در فصل مشترک اتصال - فلز پایه ترکیبات اوتکتویدی تشکیل می‌شود که با افزایش زمان اتصال به علت

پانویس

1. transient liquid phase
2. interlayer
3. oxide dispersion strengthened
4. planar

منابع

1. Duall, D.S. Owczarski, W.A. and Pqulanis, D.F. "Tlp bonding: a new method for joining heat resistant alloys", *Welding Journal*, **53**, p. 203 (1974).
2. Kokawa, H. Lee, C.H. and North, T.H. "Effect of grain boundaries on isothermal solidification during transient liquid phase brazing", *Metall. Trans. A*, **22A**, p. 1627 (1991).
3. Saida, K. Zhou, Y. and North, T.H. "The influence of base metal grain size on isothermal solidification during transient liquid phase brazing of nickel", *J. Mater. Sci.*, **28**, p. 6427 (1993).
4. Khan, T.I. and Wallche, E.R. "Use of sputter coating to control parent metal dissolution during transient liquid phase bonding", *J. Mater. Sci.* **31**, p. 2937 (1996).
5. Khan, T.I. and Wallche, E.R. "Transient liquid phase diffusion bonding and associated recrystallization phenomena when joining ODS ferrite alloys", *Mater. Sci. Tech.*, **12**, p. 603 (1996).
6. Ekrami, A. and Khan, T.I. "Transient liquid phase diffusion bonding of oxide dispersion strengthened alloy MA758", *Mater. Sci. Tech.*, **15**, p. 946 (1999).
7. Ekrami, A. Khan, T.I. and Malik, H. "Effect of transient liquid phase diffusion bonding on properties of ODS nickel alloy MA758", *Mater. Sci. Tech.*, **19**, p. 132 (2003).
8. Khan, T.I. Kabir, M.J. Bulpett, R. "Effect of transient liquid phase bonding variables on the properties of a micro-duplex stainless steel", *Mater. Sci. and Engineering*, **A372**, p. 290 (2004).
9. Khan, T.I. Ohan, N. and Eroglu, M. "Transient liquid phase bonding of a microduplex stainless steel using amorphous interlayer", *Mater. Sci. Tech.* **18**, p. 396 (2002).
10. Chang, L.S. Hung, C.F. "Transient liquid phase bonding of alumina via boron oxide interlayer", *Ceramic International*, **30**, p. 2121 (2004).
11. Ceccone, G. Nicholas, M. G. Peteves, S. D. Tomsia, A.P Dagleish, B.J. and Glaeser, A.M. "An evaluation of the partial transient liquid phase bonding of Si₃N₄ using AU coated Ni-22 CR foils", *Acta Mater.*, **44**, p. 657 (1996).
12. Brandes, E.A. Brook G.B.(eds.) Smithells metal reference book, 7th edn, 11-7-11-485, Oxford, UK, Butterworth-Heinemann (1992).
13. Bhadeshia, H.K.D.H. "Joining of commercial aluminum alloys", *Proceedings of international conference on Aluminum(INCAL 03)*, Aluminum Association of India, Bangalore, eds S. Subramanian, D. H. Sastry, p. 195 (2003).