

# ایجاد ترکیبات بین فلزی Fe - Al بر فولاد با روش آسیابکاری و عملیات حرارتی

امین درزیان طبری

دانشکده مهندسی مواد، موسسه آموزش عالی نقش جهان اصفهان

محمدحسین عنایتی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۹۷/۰۷/۰۲ - پذیرش مقاله: ۹۷/۱۰/۱۵)

## چکیده

در این پژوهش از روش آسیابکاری مکانیکی، توسط دستگاه آسیاب پر انرژی گلوله‌ای اسپکس (SPEX) برای ایجاد پوشش آلومینیوم بر روی سطح فولاد ساده کربنی (CK 45) استفاده شد. بدین منظور گلوله‌های به قطر ۴ میلی متر از جنس فولاد سخت بلبرینگ با مقدار وزنی ۵۰ گرم، پودر آلومینیوم تجاری با درجه خلوص ۹۹/۹۹ درصد، با اندازه ذرات کوچکتر از ۱۵۰ میکرومتر و مقدار وزنی ۵ گرم به همراه زیر لایه های فولاد ساده کربنی (CK 45) در ابعاد ۸×۸ میلی متر و به ضخامت ۳ میلی متر در محفظه ی آسیاب ریخته شدند. آسیابکاری در زمان های مختلف بین ۱۰ دقیقه تا ۳۰ ساعت در دمای محیط انجام گردید، سپس نمونه‌ها در زمان‌های مختلف ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰ و ۳۰ ساعت در دمای ثابت ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد در شرایط خلاء تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند تا نحوه ی تشکیل ترکیبات بین فلزی FeAl مشخص شوند و تاثیر زمان عملیات حرارتی بر خواص پوشش از قبیل چسبندگی، تغییرات فازی، ضخامت لایه‌ی ترکیبات بین فلزی و سختی بررسی شد. به منظور مشخصه‌یابی و بررسی مورفولوژی پوشش تولید شده، نمونه‌ها تحت آزمون‌های پراش پرتوی ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، آنالیز عنصری نقطه‌ای و خطی (EDS) و همچنین ریز سختی سنجی قرار گرفتند. نتایج بدست آمده نشان داد بهترین پوشش از نظر خواص ساختاری و یکنواختی سطح پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری ایجاد می‌شود. نتایج عملیات حرارتی در دمای ثابت ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد به مدت زمان ۳۰ ساعت نشان داد، که فصل مشترکی میان پوشش آلومینیوم و زیر لایه ی فولادی تشکیل شده از مقدار ضخامت در حد ۲۸ میکرومتر برخوردار است. همچنین آزمون ریز سختی سنجی بر روی نمونه های پوشش داده شده انجام شد و نتایج حاصل از آن نشان داد که پوشش پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری، قبل از عملیات حرارتی دارای مقدار سختی پائین در حد ۷۵ ویکرز بوده که بعد از انجام عملیات حرارتی به مدت زمان ۳۰ ساعت، مقدار سختی پوشش در فصل مشترک Fe/Al به ۴۷۱ ویکرز افزایش یافت که ناشی از تشکیل ترکیبات بین فلزی در فصل مشترک پوشش/زیرلایه است.

واژه‌های کلیدی: پوشش آلومینیوم، آسیابکاری مکانیکی، ترکیبات بین فلزی.

## Formation of Intermetallic Compounds Fe-Al on Steel by Ball Milling and Thermal Treatment

Amin Darziyan Tabari

Department of Materials Engineerings, Naghshejahan Isfahan of Higher Education Institute

Mohammad Hossein Enayati

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology

(Received 24 September 2018, accepted 5 January 2019)

### Abstract

In this study, by mechanical alloying method with a powerful ball milling machine (SPEX) was used to create aluminum coating on the simple carbon steel surface (Ck 45) Balls with diameter of 4mm with a total weight of 50g and 5g aluminum powder with 99.99% purity, the size of smaller particles than 150 $\mu$ m and weight of 5g with (Ck 45) steel specimen were 8×8 mm with a thickness of 3mm were put into the milling chamber and milled for different times from 10min to 30h at room temperature. As-milled samples were annealed at 550°C at different times (2, 4, 6, 8, 10, 30h) to evaluate the formation of Fe-Al intermetallic compounds, and the effect of thermal treatment coating properties such as: adhesion rate, fuzzy changes thickness of intermetallic compounds surface were investigated. Structures of the produced coating were analyzed by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray (EDX), spectrometry and micro hardness test. The results showed that the best coating in terms of micro structural properties and uniformity was created after 80 min ball milling. The results of the thermal treatment at a constant temperature of 550°C for 30h showed that the interface between the aluminum coating and the steel substrate is formed and has a thickness of 28 micrometer. Furthermore the micro hardness test was carried out on the coated samples and results showed that the coating after the 80 min alloying, before thermal treatment had a low hardness of about 75 Vickers after performing the thermal treatment for 30h, the hardness of coverage in the interface of Fe/Al was increased to 471 Vickers.

**Keywords:** coating aluminum, mechanical alloying, intermetallic compounds.

**E-mail of corresponding author:** amin.darziyan@gmail.com.

## مقدمه

عوامل اقتصادی هم مورد توجه قرار گیرد [۵]. آلومینیوم به دلیل دارا بودن تلفیقی از خواص مکانیکی مناسب، چگالی کم، هزینه‌ی مواد اولیه‌ی پائین و مقاومت اکسیداسیون و سولفیداسیون عالی، گزینه‌ی مناسبی جهت پوشش‌دهی فولادهای ساده کربنی است. از جمله روش‌هایی که به طور گسترده به منظور ایجاد ساختارهای نانو متری استفاده می‌شود، روش آسیابکاری مکانیکی می‌باشد. یکی از کاربردهای مهم این روش ایجاد پوشش همگن نانو ساختار در حالت جامد است و همچنین اجرای عملیات حرارتی بعدی در دما و زمان‌های مناسب بر روی پوشش تشکیل شده که باعث تغییر خواص فیزیکی، مکانیکی، شیمیایی و متالورژیکی پوشش می‌شود [۶].

در سال‌های اخیر پوشش‌های زیادی، از جمله ترکیبات بین فلزی توجه محققین و مهندسين را به خود جلب کرده است. چگالی نسبتا کم، نقطه‌ی ذوب بالا، مقاومت الکتریکی نسبتا بالا، هدایت حرارتی کم، استحکام ویژه‌ی بالا در دمای اتاق، حفظ استحکام تا دماهای بالا، مقاومت خمشی و خزشی، خستگی و سایشی خوب، مقاومت اکسیداسیون، خوردگی و سولفیداسیون عالی از جمله خصوصیات هستند که معمولا در این نوع پوشش‌ها وجود دارد. این خواص موجب شده تا این ترکیبات مورد توجه مهندسين مواد و صنایع مختلف نظیر هوا فضا، خودرو، نیروگاهی و پتروشیمی و ... قرار گیرند [۷]. پوشش‌دهی به روش آسیابکاری مکانیکی<sup>۱</sup> روش جدیدی است که انجام فرایند در شرایط محیط صورت گرفته و با بهبود خواص مکانیکی سطحی (مانند کار سختی<sup>۲</sup>)، فعالسازی مکانیکی و ایجاد یک پوشش با ابعاد نانو همراه است. اساس این روش قرار دادن زیر لایه و پودر در یک محفظه‌ی لرزان و آسیابکاری آن همراه با تعداد زیادی گلوله‌ی متحرک در دستگاه آسیابکاری اسپکس است. در حین آسیابکاری سطح زیر لایه با تعداد زیادی گلوله‌ی متحرک و پودر بصورت متوالی برخورد می‌کند. در اثر برخورد متوالی گلوله - پودر

تنوع استحکام و سختی، ضمن دارا بودن تافنس (چقرمگی) مناسب، خاصیت آلتروپیک (تبلور در شبکه‌های مختلف بلوری)، تاثیر بسیار زیاد عملیات حرارتی‌های مختلف، تاثیر بسیار زیاد و متنوع عناصر آلیاژی بر خواص فولاد و اقتصادی بودن نسبی فولادها نسبت به سایر آلیاژها، دلیل کاربرد وسیع این ماده در صنعت می‌باشد [۱]. فولادهای ساده کربنی فولادهایی هستند که فقط با کربن آلیاژسازی شده و جزء متداول ترین و فراوان ترین فولادها هستند [۲]. استفاده از فولادهای ساده کربنی در مواردی که به استحکام و خواص مکانیکی بالایی نیاز نباشد، بسیار مطلوب است [۳]. با این وجود این ماده دارای خواص تریبولوژیکی ضعیف و سختی پائین می‌باشد که با ایجاد پوشش به روش‌های مختلف بر روی سطح قطعات فولادی، سختی، مقاومت به سایش، مقاومت در برابر خوردگی و اکسایش آنها بهبود می‌یابد. ایجاد پوشش‌های مقاوم بر روی سطح فولاد بهترین راه حل برای بهبود خواص تریبولوژیکی آن می‌باشد [۴].

یکی از راهکارهای بهبود خواص مکانیکی و خوردگی فولادهای ساده کربنی استفاده از پوشش‌های سطحی محافظ است، که با روش‌های متنوعی بر روی سطح قطعات مهندسی اعمال می‌شوند. با اعمال پوشش‌های مناسب می‌توان عمر و دوام قطعات مهندسی را افزایش داد و همچنین صرفه جویی اقتصادی زیادی را ایجاد کرد. اکثر روش‌های پوشش‌دهی بر روی سطح قطعات مهندسی روش‌های گران قیمتی هستند، لذا ارائه روشی ارزان و مؤثر با قابلیت کنترل بالا می‌تواند دارای مزیت‌های زیادی نیز باشد.

کاربرد پوشش‌ها معمولا به منظور اهداف گوناگونی از قبیل افزایش سختی، مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی، قابلیت هدایت حرارتی و الکتریکی، تزئین (از لحاظ قابلیت انعکاس نور و رنگ) است. در انتخاب ماده‌ی پوشش علاوه بر توجه به خواص مورد نظر در ارتباط با کاربرد آن، باید

<sup>2</sup> . Work Hardening.

<sup>1</sup> . Mechanical Alloying(MA).

تکمیل واکنش و سبب تک فاز شدن پوشش شده است، که در نتیجه ی حصول آن بهبود سختی، استحکام مطلوب و رفتار سایشی مناسبی را در پی داشته است [۱۳]. آنان همچنین در پژوهشی دیگر از روش آسیابکاری مکانیکی، جهت سنتز در جای پوشش نانو کامپوزیت NiAl-TiC بر روی سطح زیر لایه ی فولاد ساده کربنی از دستگاه آسیاب ارتعاشی پر انرژی استفاده کردند. نتایج آنان نشان داد که افزایش زمان آسیابکاری سبب پیشرفت تدریجی واکنش شده، به طوری که واکنش پس از ۴۸۰ دقیقه به اتمام رسیده و نانو ذرات تقویت کننده ی کاربید تیتانیوم بطور یکنواخت در پوشش توزیع شده است، که میزان سختی پوشش کامپوزیتی به دست آمده از این روش آسیابکاری مکانیکی، ۵ برابر زیر لایه ی فولادی نیز ارزیابی شده است [۱۴].

مطالعات مروری نشان داده که عمده تحقیقات در زمینه ی پوشش دهی به روش آسیابکاری مکانیکی محدود به پوشش دهی عناصر مانند، (Fe, Cu, Zr, Ti, Mo) و یا ترکیبات بین فلزی مانند، (TiAl, ZrTi, NiAl) بوده و کمتر گزارشی در خصوص پوشش دهی آلومینیوم بر روی ماده ی دیگر گزارش شده است. همچنین هیچ گزارش منتشر شده ای در خصوص پوشش دهی آلومینیوم بر روی زیر لایه های فولادی یافت نگردیده است. بعلاوه نقش عملیات حرارتی بعدی بر روی نفوذ اتمی بین پوشش - زیر لایه و تغییرات فازی مرتبط با آن بررسی نشده است. لذا هدف از انجام این پژوهش ایجاد پوشش های آلومینیوم بر روی سطح قطعات فولادی به صورت درجا با روش نوین آسیابکاری مکانیکی و بررسی اثر عملیات حرارتی بعدی آن می باشد.

#### مواد و روش تحقیق

در این پژوهش برای تهیه ی قطعات زیر لایه جهت پوشش دهی به روش آسیابکاری مکانیکی از فولاد ساده کربنی (Ck

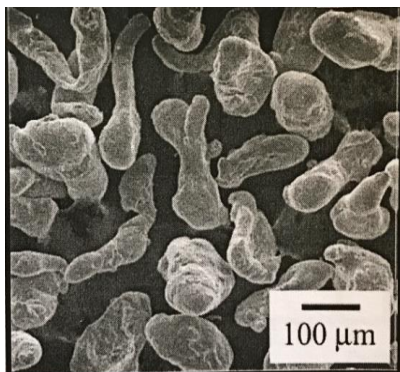
- زیر لایه، پودر بر روی سطح زیر لایه جوش سرد می خورد [۸].

رومانکو<sup>۱</sup> و همکارانش با استفاده از این روش پوشش دهی، پوشش سختی از جنس TiN بر روی زیر لایه ی فولاد و آلومینیوم ایجاد کردند. نتایج آنالیز میکروسکوپی الکترونی روبشی آنان نشان داد که ضخامت و زبری پوشش تابع اندازه ی گلوله و اندازه ی ذرات TiN می باشد. در این تحقیق لایه ی نازک TiN در دمای محیط، در اثر برخورد گلوله و پودر با زیر لایه روی سطح زیر لایه جوش سرد خورده و در نتیجه پوشش نیز تشکیل می شود. اندازه ی دانه های کریستالی در این پژوهش تا ۱۲۰ نانومتر کاهش یافت [۹]. آنان همچنین در مقاله ای دیگر از این روش آسیابکاری مکانیکی برای پوشش دادن Ti-Al بر روی سطح تیتانیوم و آلومینیوم استفاده کردند. در این تحقیق پوشش لایه ای روی سطح به وجود آمد به گونه ای که ذرات تیتانیوم در بین ذرات آلومینیوم قرار گرفته است و پوشش با اندازه دانه ی ۲۰۰ نانومتر تشکیل شده است [۱۰]. روز<sup>۲</sup> و همکارانش از روش آسیابکاری مکانیکی پوشش Zr-Ti را بر روی زیر لایه ی مسی ایجاد کردند. محققین در این پژوهش دریافتند که با افزایش زمان آسیابکاری ضخامت پوشش افزایش یافته است و توانستند پوشش با ضخامت ۶۰ میکرومتر را ایجاد کنند [۱۱]. هایان<sup>۳</sup> دو و همکارانش با استفاده از این روش پوشش Ni-Fe را بر روی زیر لایه ی فولادی ایجاد کردند [۱۲]. محمد نژاد و همکارانش تاثیر دمای آنیل بر ریز ساختار و خواص مکانیکی پوشش نانو ساختار نیکل - آلومینیوم سنتز شده به روش آسیابکاری مکانیکی بر روی زیر لایه ی فولادی را مورد مطالعه قرار دادند. نتایج آنان نشان داد که پوشش به دست آمده از آسیابکاری پیش از آنیل حاوی محلول جامد (Al) Ni، ترکیب بین فلزی NiAl و آلومینیوم باقی مانده است. در حالی که آنیل در دمای ۶۰۰ درجه ی سانتی گراد سبب

<sup>3</sup> . Huayan Du.

<sup>1</sup> . Romankov.

<sup>2</sup> . Revesz.



شکل ۲. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ذرات پودر آلومینیوم تجاری

جدول ۲. مشخصات پودر آلومینیوم تجاری

کمپانی	درجه خلوص (درصد)	اندازه ذرات (میکرومتر)	مواد اولیه
آلمان	۹۹/۹۹	< ۱۵۰	آلومینیوم

برای پوشش دهی آلومینیوم بر روی سطح زیر لایه ی فولاد ساده کربنی به روش آسیابکاری مکانیکی، از گلوله هایی به قطر ۴ میلی متر از جنس فولاد سخت بلبرینگ به تعداد ۴۷ عدد با مقدار وزنی ۵۰ گرم استفاده شد. گلوله ها قبل از استفاده، با محلول استون چربی زدایی شدند.

جهت پوشش دهی سطح زیر لایه با عملیات آسیابکاری مکانیکی، از دستگاه آسیاب گلوله ای پرانرژی اسپکس (SPEX 12000D) استفاده شد. شکل (۳) شماتیکی از محفظه ی استفاده شده و نحوه ی حرکت محفظه را نشان می دهد. جنس محفظه فولاد سخت پرکروم و حجم داخلی آن در حدود ۳۵ سانتی متر مکعب می باشد. برای عملیات پوشش دهی، پودر آلومینیوم همراه با ۱ عدد نمونه به همراه ۴۷ عدد گلوله در محفظه ی لرزان دستگاه آسیاب گلوله ای اسپکس قرار می گیرند. در تمامی مراحل پوشش دهی، مقدار وزنی پودر آلومینیوم مورد استفاده به میزان ۵ گرم، مقدار وزنی گلوله های مورد استفاده به میزان ۵۰ گرم، تعداد نمونه ی مورد استفاده در هر مرحله از آزمون ۱ عدد بود و فقط زمان های آسیابکاری متغیر بودند، که عملیات

(45) با ابعاد ۸×۸ میلی متر و ضخامت ۳ میلی متر استفاده شد. نمونه های تهیه شده با استون چربی زدایی شده و برای انجام عملیات پوشش دهی به روش آسیابکاری مکانیکی آماده شدند. شکل (۱) نمایی از فلز زیر لایه را نشان می دهد و در جدول (۱) ترکیب شیمیایی فلز زیر لایه آورده شده است. همچنین برای آماده سازی سطح مقطع نمونه ها از کاغذهای سنباده ی ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰، ۱۵۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ استفاده شد، که پس از عملیات سنباده زنی توسط دستگاه پولیش و پودر آلومینا با اندازه ی ذرات ۰/۳ میکرومتر سطح نمونه ها کاملاً صیقلی و براق شد.



شکل ۱. زیر لایه تهیه شده از جنس فولاد ساده کربنی (CK45)

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد ساده کربنی CK45 (درصد وزنی)

آهن	کربن	سیلیسیم	منگنز	فسفر	گوگرد
پایه	۰/۴۶	۰/۴	۰/۵	۰/۰۳۵	۰/۰۳۵

برای پوشش دهی سطح فولاد ساده کربنی به روش آسیابکاری مکانیکی از پودر آلومینیوم تجاری با اندازه ی ذرات ۱۰۰ میکرومتر و با درجه ی خلوص بالا (۹۹/۹۹ درصد) استفاده شد که تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ذرات پودر آلومینیوم در شکل (۲) و مشخصات آن در جدول (۲) آورده شده است.

برای آزمون ریز سختی سنجی از دستگاه سختی سنج مدل M5، با مقدار بار اعمالی ۵۰ گرم با زمان اعمال بار ۱۵ ثانیه انجام شد.

به منظور تعیین ضخامت پوشش، بررسی ساختاری پوشش، چگونگی اتصال در محل فصل مشترک پوشش و زیر لایه، تغییرات ایجاد شده در ریز ساختار، میزان تخلخل، آنالیز عنصری پوشش و میزان چسبندگی پوشش بر سطح زیر لایه، از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup> (SEM)، مدل FEI-ESEM-QUANTA-200 و از دستگاه آنالیز عنصری نقطه ای و خطی<sup>۲</sup> (EDS)، مدل EDS-EDAX-Silicon-Drift، استفاده شد.

به منظور بررسی و انجام استحاله‌های فازی و پایداری حرارتی، نمونه‌های پوشش دار ابتدا درون شیشه‌های کوارتز تحت خلاء قرارداد شدند و سپس مورد انجام عملیات حرارتی برای مدت زمان های ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰ و ۳۰ ساعت، در دمای ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد قرار گرفتند. بدین منظور از یک کوره ی الکتریکی تیوپی آزمایشگاهی قابل برنامه ریزی دارای قدرت حرارت دهی ۱۲۰۰ درجه ی سانتیگراد با دقت  $\pm 10$  درجه ی سانتی گراد استفاده شد.

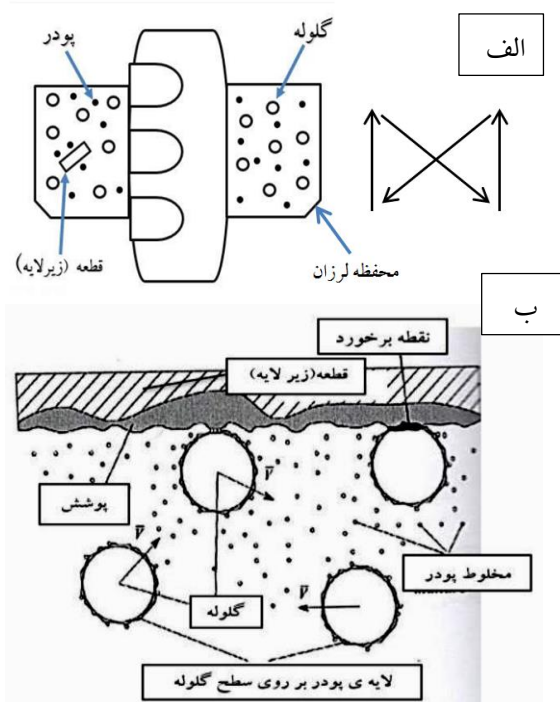
برای بررسی مورفولوژی پوشش و به منظور شناسایی فازی پوشش از آنالیز پراش پرتوی ایکس<sup>۳</sup> (XRD) استفاده گردید. آزمون پراش پرتوی ایکس توسط دستگاه، DRON-8، دارای لامپ مسی، با طول موج تک فام ۱/۵۴ آنگستروم، دارای کروماتو گراف گرافیتی انجام پذیرفت.

### نتایج و بحث

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع پوشش های تشکیل شده پس از زمان های مختلف آسیابکاری را نشان می دهد.

(شکل ۴- الف)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۲ ساعت آسیابکاری را نشان می دهد. در

آسیابکاری در مدت زمان های ۱۰ دقیقه تا ۳۰ ساعت انجام شد. در همه ی آزمایش ها سرعت چرخش موتور بر روی ۴۵۰ دور بر دقیقه تنظیم شدو همچنین کلیه مراحل پوشش دهی در شرایط دمایی و اتمسفر محیط انجام گرفت.



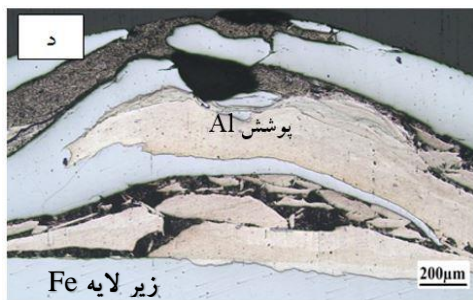
شکل ۳. الف) شماتیک محفظه آسیابکاری و جهت حرکت محفظه آسیاب اسپکس، ب) شماتیک روش پوشش دهی به روش آسیابکاری مکانیکی

تمامی قطعات پوشش داده شده توسط دستگاه آسیابکاری مکانیکی گلوله ای پر انرژی اسپکس، بعد از انجام دادن عملیات آماده سازی بر روی سطح مقطع نمونه ها، مورد مطالعه و بررسی ساختاری، ارزیابی ضخامت، میزان چسبندگی پوشش با کمک میکروسکوپ نوری قرار گرفتند. دستگاه میکروسکوپ نوری مورد استفاده جهت ارزیابی قطعات پوشش دار از نوع HUVITZ، مدل HR3-TRF-P و دارای دوربین تصویربرداری مدل، chromellTrue و دارای قدرت بزرگنمایی تا ۴۵۰۰ برابر بوده است.

<sup>3</sup>. X - Ray Diffraction.

<sup>1</sup>. Scanning Electron Microscope.

<sup>2</sup>. Energy Dispersive X - Ray Spectroscopy.



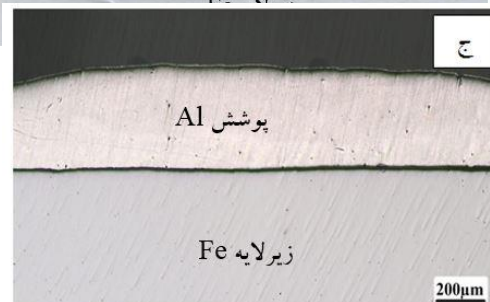
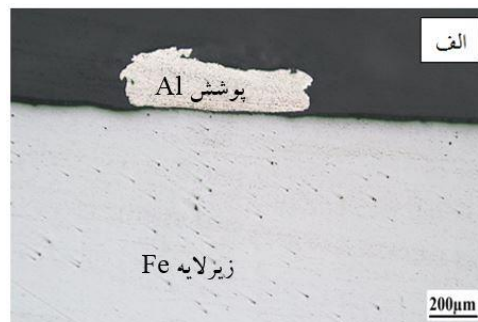
شکل ۴: تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع پوشش آسیابکاری شده در زمان های طولانی آسیابکاری، (الف) ۲ ساعت، (ب) ۴ ساعت، (ج) ۱۰ ساعت، (د) ۲۸ ساعت به همراه ۰/۵ گرم اسیداستتاریک

(شکل ۴-د)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۲۸ ساعت آسیابکاری به همراه اسید استتاریک به میزان ۰/۵ گرم را نشان می دهد.

از اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل کننده ی فرایند استفاده شد. ولی پوشش ایجاد شده کاملا غیریکنواخت و غیر همگن است. این نتایج نشان می دهد با آسیابکاری به مدت زمان های طولانی پوشش یکنواخت بدست نمی آید. افزایش زمان آسیابکاری باعث آسیب پوشش ایجاد شده می شود. بطور کلی افزایش زمان آسیابکاری موجب افزایش ضربات ناشی از گلوله ها می شود که می تواند باعث جدا شدن و آسیب دیدگی شدید پوشش شود [۱۵]. لذا در سری دوم آزمایش ها از زمان های کوتاهتر آسیابکاری استفاده شد.

(شکل ۵-الف)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۱۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. در این نمونه سطح زیر لایه بطور کامل پوشش داده نشده و بصورت غیر یکنواخت و متخلخل و کلوخه ای شکل می باشد. در واقع اتصال و جوش مناسبی بین ذرات پودر و زیر لایه تشکیل نشده است. زیرا در زمان های اولیه ی آسیابکاری جوش سرد به میزان کمتری به وقوع می پیوندد و باعث بهم چسبیده شدن کم ذرات می شود [۱۶]. (شکل ۵-ب)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۲۰ دقیقه آسیابکاری را نشان

این نمونه سطح زیر لایه بطور کامل پوشیده نشده است و پوشش به صورت جزیره ای تشکیل شده و چسبندگی بین پوشش و زیر لایه ضعیف است. (شکل ۴-ب)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۴ ساعت آسیابکاری را نشان می دهد. با افزایش زمان، ضخامت پوشش افزایش یافته است ولی پوشش ایجاد شده بصورت مسطح و یکنواخت نمی باشد و سطح زیر لایه بطور کامل پوشیده نشده، به گونه ای که پوشش از روی سطح زیر لایه کاملا بلند شده است. (شکل ۴-ج)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری را نشان می دهد. با افزایش زمان آسیابکاری تا ۱۰ ساعت ضخامت پوشش افزایش یافته و تمام سطح زیر لایه را در بر گرفته است. پوشش تشکیل شده در نزدیکی سطح زیر لایه با ساختاری تقریبا متخلخل دیده می شود و میزان چسبندگی و اتصال آن با زیر لایه زیاد نمی باشد.



اثر ضربات متوالی ناشی از گلوله ها بر روی سطح فلز زیرلایه، باعث از بین رفتن و آسیب دیدگی پوشش نشده بلکه پوشش به خوبی تمام سطح زیرلایه را به طور کامل در بر گرفته، همچنین ساختار لایه ای یا متخلخلی نیز در آن پدیدار نشده است. پوشش به صورت کاملا همگن بوده و از میزان چسبندگی و اتصال خوبی نیز برخوردار است. (شکل ۵- و)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۱۲۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. همان طوری که در تصویر ملاحظه می شود، پوشش با ضخامت خوبی تشکیل شده، اما فقط در اطراف گوشه ها شکل گرفته است و کاملا بصورت غیر یکنواخت و غیر همگن بوده که با افزایش مدت زمان آسیابکاری، ضربات متوالی گلوله بر سطح زیرلایه افزایش پیدا کرده و باعث از بین بردن پوشش و همچنین آسیب رساندن به سطح فلز پایه می شود.



پوشش Al

زیرلایه Fe

می دهد. با افزایش زمان آسیابکاری جوش سرد و به هم چسبیده شدن ذرات اتفاق می افتد ولی همان طوری که در تصویر ملاحظه می شود ضخامت پوشش تا حد کمی افزایش پیدا کرده است، اما همچنان پوشش بصورت غیر یکنواخت بوده و در قسمت هایی از زیر لایه هنوز پوشش به خوبی تشکیل نشده است. (شکل ۵- ج)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۳۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. پوشش ایجاد شده تقریباً از ضخامت نسبی خوبی برخوردار است ولی تمامی سطح زیر لایه را در بر نگرفته و ساختار پوشش نیز هنوز بصورت غیر یکنواخت بوده اما در نزدیکی سطح، ساختاری تقریباً یکنواخت دیده می شود که از میزان چسبندگی و اتصال خوبی با زیر لایه برخوردار نمی باشد. (شکل ۵- د)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۵۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. پوشش با افزایش زمان آسیابکاری از ضخامت خوبی برخوردار شده، سطح پوشش کاملاً یکنواخت بوده و ساختاری متخلخل و حالت کلوخه ای شکل نداشته است. اما هنوز پیوند مناسبی با زیر لایه در قسمت مرز فصل مشترک برقرار نکرده است و دارای مقادیری اختلاف سطح می باشد. ولی پوشش از یکپارچگی خوب و ساختاری کاملاً مسطح در اطراف و در نزدیکی سطح زیر لایه نیز برخوردار است. مکانیزم تشکیل پوشش در این فرایند استفاده از انرژی ضربه ای گلوله می باشد، در نتیجه پوشش ایجاد شده در اثر ضربات متوالی گلوله ها و به دام افتادن ذرات پودر بین گلوله و زیر لایه، روی سطح زیر لایه جوش سرد خورده و پوشش نیز تشکیل می شود [۱۷]. (شکل ۵- ه)، تصویر میکروسکوپی نمونه ی پوشش داده شده پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. پس از مدت زمان ۸۰ دقیقه آسیابکاری، سطح پوشش کاملاً یکنواخت و تخت شده، زیرا در این نمونه ساختار پوشش متراکم تر شده و بصورت کاملاً یکنواخت در اطراف نمونه و در نزدیکی مرز فصل مشترک بر سطح فلز زیر لایه تشکیل شده است. آسیابکاری در این مدت زمان (۸۰ دقیقه)، در



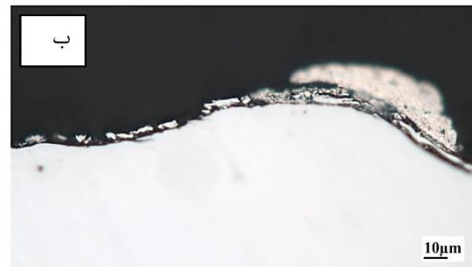


پوشش Al

زیرلایه Fe

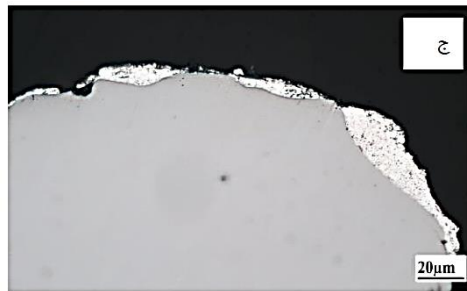


زیرلایه Fe



پوشش Al

زیرلایه Fe



پوشش Al

زیرلایه Fe



پوشش Al

زیرلایه Fe

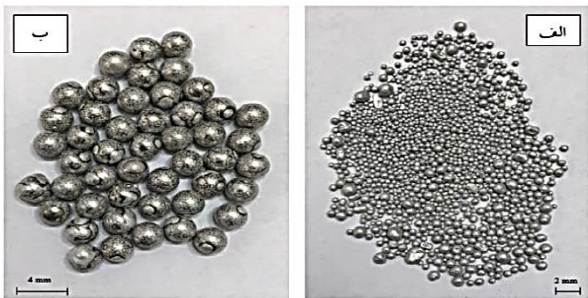
شکل ۵. تصاویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع پوشش آسیابکاری شده در زمان های کوتاهتر آسیابکاری، الف) ۱۰ دقیقه، ب) ۲۰ دقیقه، ج) ۳۰ دقیقه، د) ۵۰ دقیقه، ه) ۸۰ دقیقه، و) ۱۲۰ دقیقه

بررسی های انجام گرفته توسط محققان قبلی نشان می دهد با استفاده از گلوله های به قطر ۴ میلی متر در زمان های اولیه ی پوشش دهی، باعث کاهش ضخامت سطح پوشش شده، و ساختار پوشش های ایجاد شده اغلب به صورت غیر یکنواخت و متخلخل پدید آمده و همچنین در اثر

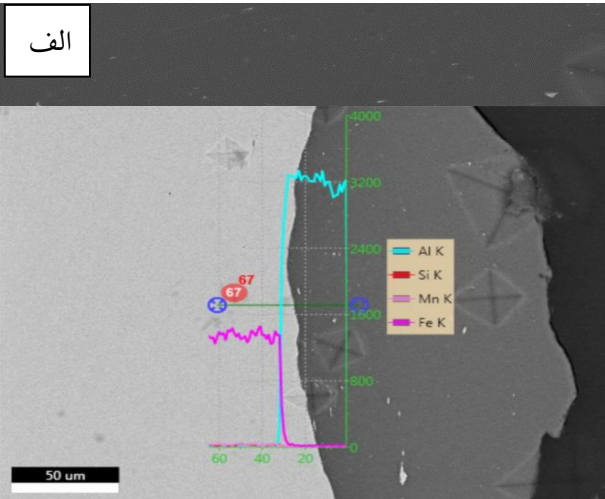


ضربات ناشی از گلوله بر روی سطح فلز زیرلایه، آسیب شدیدی به پوشش وارد کرده و باعث کنده شدن پوشش می شود که جهت رفع این عیب از زمان های بالاتر آسیابکاری استفاده شد و با افزایش زمان آسیابکاری پوشش به ساختار یکنواخت تری تبدیل می شود [۱۸]. ولی پژوهش حاضر نشان داد با استفاده از گلوله های به قطر ۴ میلی متر در زمان های اولیه ی پوشش دهی، به دلیل ماهیت نرم آلومینیوم و ضربه های ناشی از گلوله ها، پوشش با چسبندگی مناسب، ضخامت خوب، یکنواختی کامل در اطراف و در نزدیکی سطح زیر لایه تشکیل می شود و ساختار از همگنی خوبی برخوردار است، اما در زمان های طولانی تر آسیابکاری در اثر ضربه های ناشی از گلوله بر سطح فلز پایه، پوشش دچار تخلخل و کندگی و آسیب شدیدی شده است.

شکل (۶) تصویر پودر آلومینیوم، قطعه ی زیرلایه و گلوله ها، بعد از مدت زمان ۸۰ دقیقه آسیابکاری را نشان می دهد. همان طور که در شکل ملاحظه می شود پس از مدت زمان ۸۰ دقیقه عملیات آسیابکاری، ذرات پودر آلومینیوم به صورت گلوله های بسیار ریز درآمدند و گلوله های فولادی از آغستگی زیادی با پودر آلومینیوم در اثر ضربات متوالی برخوردار شده اند و همچنین قطعه ی زیرلایه به طور کامل توسط پودر آلومینیوم احاطه شده است و نیز اطراف آن را فراگرفته که از نظر بررسی های ظاهری پوشش به صورت یکپارچه و پیوسته اطراف نمونه را دربر گرفته و هیچ گونه

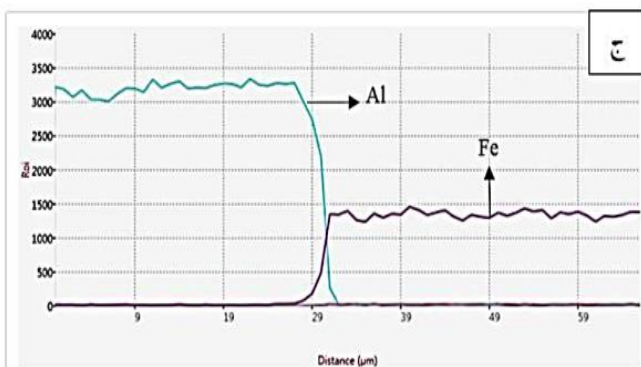


تغییرات ابعادی در نمونه ی مذکور پدیدار نشده است.



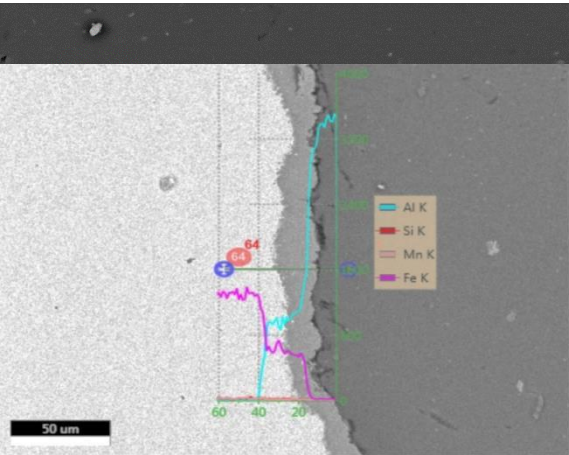
شکل ۶. الف) پودر آلومینیوم، ب) گلوله های فولادی، ج) نمونه پوشش داده شده پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری

(شکل ۷- الف)، تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از سطح مقطع نمونه ی پوشش داده شده پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری، قبل از عملیات حرارتی را نشان می دهد. در این نمونه پوشش ایجاد شده بر روی سطح زیر



لایه به صورت کاملاً یکنواخت و همگن است. در این مدت زمان آسیابکاری، فشردگی و چسبندگی پوشش بر روی هم و بر روی زیر لایه نیز زیاد شده و موجب کاهش تخلخل شده و پوشش به ساختاری یکنواخت تر تبدیل شده است که حتی تمام سطح زیر لایه، در نزدیکی سطح و دور تر از سطح نمونه را بطور کامل در بر گرفته است. (شکل ۷- ب و ج)، آنالیز عنصری (EDS) از نمونه ی پوشش داده شده

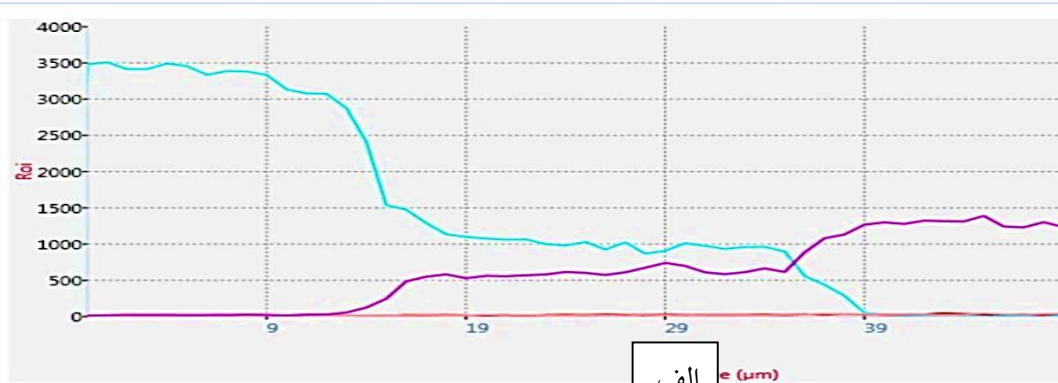
به مدت زمان ۸۰ دقیقه آسیابکاری، قبل از عملیات حرارتی را نشان می دهد. در قسمت سطح مقطع نمونه ی پوشش داده شده، در اثر آسیابکاری در مدت زمان مناسب، ابتدا ذرات آلومینیوم، به علت انعطاف پذیری بالاتر نسبت به آهن روی سطح زیر لایه جوش سرد خورده و سپس ساختاری کاملا مسطح و یکنواخت را بر روی آن تشکیل می دهد. آنالیز عنصری وجود Al در پوشش را نشان می دهد. بعلاوه مشخص می شود که نفوذ آلومینیوم در زیر لایه ی فولادی و همچنین نفوذ آهن در پوشش آلومینیوم صورت نگرفته است و لذا لایه ی مرزی میان Fe/Al وجود ندارد.



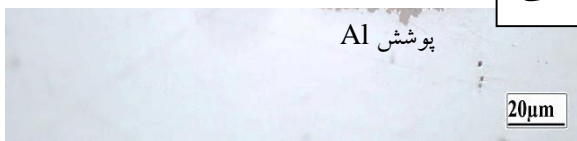
همچنین تصاویر ارائه شده در (شکل ۸ - ج و د)، به همراه آنالیز عنصری (EDS) آنها، نشان می دهد که با افزایش زمان عملیات حرارتی به ۳۰ ساعت، پدیده ی نفوذ اتمی بصورت نفوذ آلومینیوم به زیر لایه ی فولادی و همچنین نفوذ آهن به سمت پوشش آلومینیوم صورت

شکل ۷. الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM)، ب) آنالیز عنصری نقطه ای (EDS)، ج) آنالیز عنصری خطی از سطح مقطع نمونه پوشش داده شده در مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری، قبل از عملیات حرارتی

ج



با انجام عملیات حرارتی به مدت زمان های ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰ و ۳۰ ساعت (زمان های متفاوت)، فرایند نفوذ اتمی و منجر به تشکیل لایه ی میانی از عناصر Al و Fe در فصل مشترک بین پوشش آلومینیوم و زیر لایه ی



پذیرفته است که باعث به وجود آمدن یک فصل مشترک و همچنین باعث پهن تر شدن لایه ی میانی بین زیر لایه ی فولادی و پوشش آلومینیوم شده است که با افزایش زمان نفوذ آهن به زیر لایه ی Fe در فصل مشترک لایه ی میانی به ۲۸ میکرومتر

فولادی می گردد. با افزایش زمان عملیات حرارتی ضخامت لایه ی میانی افزایش می یابد، زیرا با افزایش زمان عملیات حرارتی مقدار نفوذ عناصر آهن و آلومینیوم در یکدیگر نیز افزایش پیدا می کند. میزان نفوذ با دما و زمان فرایند عملیات حرارتی ارتباط کاملا مستقیمی دارند [۱۹].

(شکل ۸ - الف)، تصویر میکروسکوپی نوری و (شکل ۸ - ب)، تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از سطح مقطع نمونه ی پوشش داده شده به مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری و پس از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد در شرایط خلاء را نشان می دهد.

الف

ب

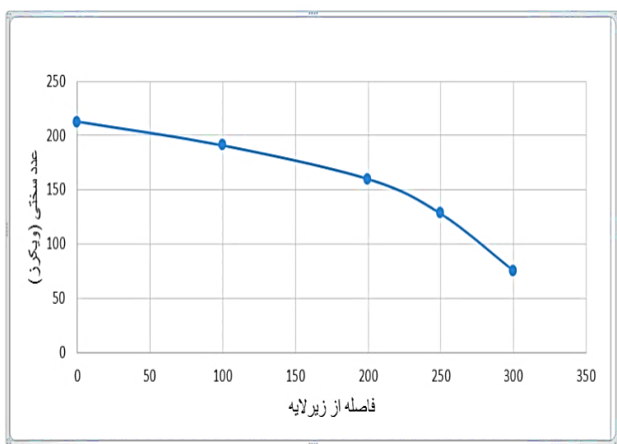
د

لایه میانی

زیر لایه Fe

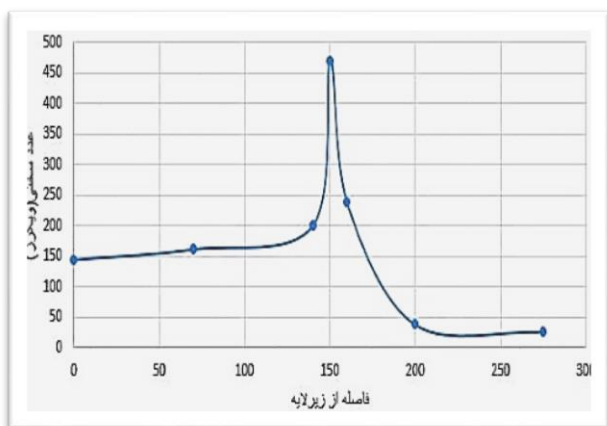
شکل ۹. نمودار تغییرات ضخامت لایه میانی در نمونه‌های پوشش داده شده به مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری و پس از عملیات حرارتی به مدت زمان‌های مختلف در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد

شکل (۱۰) نمودار تغییرات سختی بر روی نمونه ی پوشش داده شده بدون عملیات حرارتی را نشان می دهد. مقدار سختی بدست آمده از قسمت زیر لایه ی فولادی به سمت پوشش آلومینیوم کمتر شده است که قابل انتظار است. سختی پوشش در این حالت در حد ۷۵ ویکرز بدست آمد. شکل ۱۰. نمودار تغییرات ریز سختی بر حسب فاصله بر روی نمونه پوشش داده شده به مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری، قبل از عملیات



حرارتی.

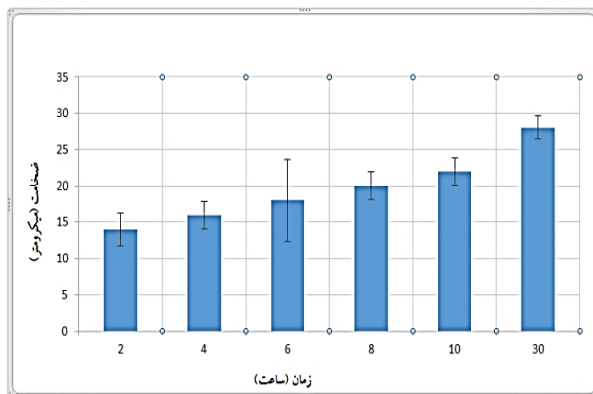
شکل (۱۱) نمودار تغییرات سختی بر روی نمونه ی پوشش داده شده بعد از عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد به مدت زمان ۳۰ ساعت را نشان می دهد. مقدار سختی بدست آمده برای لایه ی میانی بین پوشش آلومینیوم



(تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM)، ج) آنالیز عنصری نقطه ای (EDS) و به آسیابکاری و پس از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد. شکل (۹) تاثیر زمان‌های متفاوت عملیات حرارتی بر روی ضخامت (پهنا) لایه ی میانی بین پوشش آلومینیوم و زیر لایه ی فولادی را نشان می دهد. با افزایش زمان عملیات حرارتی ضخامت لایه ی میانی بین پوشش و زیر لایه افزایش پیدا کرده است. با افزایش زمان عملیات حرارتی مقدار نفوذ عنصر آهن از زیر لایه به درون پوشش آلومینیوم و همچنین مقدار نفوذ عنصر آلومینیوم از پوشش، به درون زیر لایه ی فولادی نیز افزایش پیدا کرده که در نتیجه باعث افزایش پهنا ی لایه ی میانی می شود. فاصله ی نفوذ (x) با زمان (t) و ضریب نفوذ (D) به صورت رابطه ی (۱) ارائه می شود و همچنین ضریب نفوذ خود به صورت نمایی از رابطه ی (۲) با دما (T) افزایش می یابد [۱۹].

$$x \propto \sqrt{Dt} \quad \text{رابطه ی (۱)}$$

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{رابطه ی (۲)}$$



و زیر لایه ی فولادی، بسیار بالا، در حد ۴۷۱ ویکرز گزارش شده است. این سختی بالا می تواند ناشی از تشکیل ترکیبات بین فلزی بین پوشش آلومینیوم و زیر لایه ی فولادی باشد [۲۰].

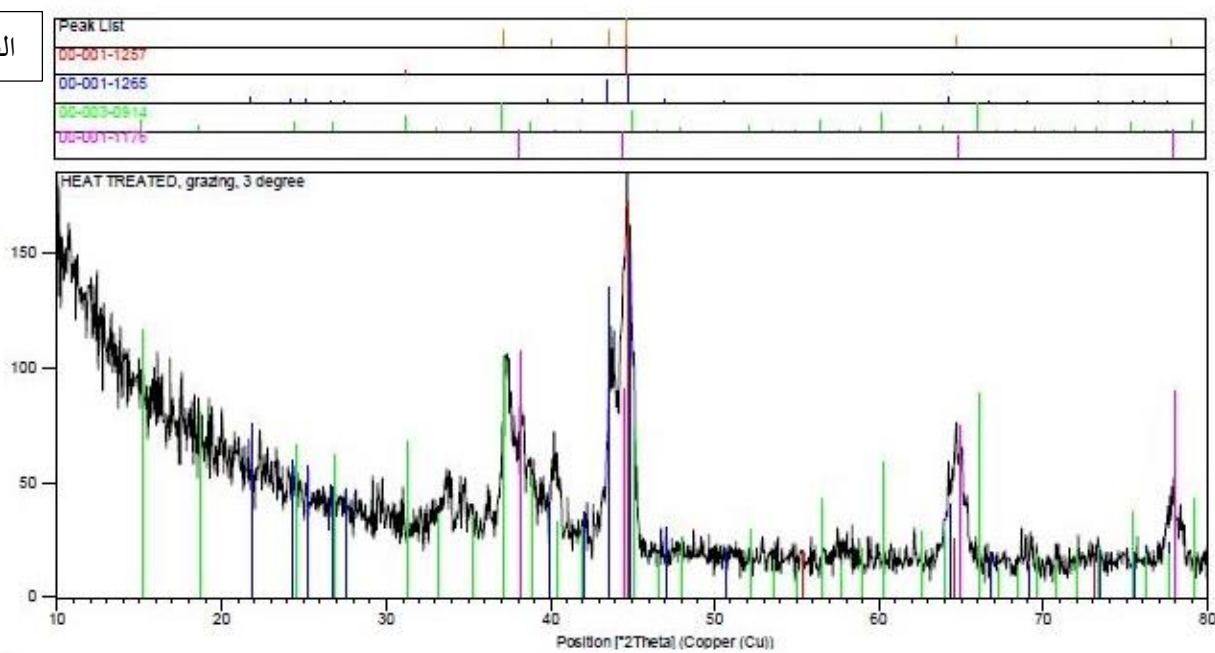
شکل ۱۱. نمودار تغییرات ریز سختی بر حسب فاصله بر روی نمونه پوشش داده شده به مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری و پس از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد

همان طور که در بخش قبل گفته شد بعد از عملیات حرارتی، فرایند نفوذ اتمی فعال شده که منجر به تشکیل لایه ی میانی از عناصر Al و Fe در فصل مشترک بین پوشش آلومینیوم و زیر لایه ی فولادی شد و با افزایش زمان عملیات حرارتی ضخامت لایه ی میانی نیز افزایش پیدا کرده است که در الگوی پراش پرتوی ایکس پیک FeAl همراه با عناصر اولیه نشان داده شده است.

شکل ۱۲. الف) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری قبل از عملیات حرارتی

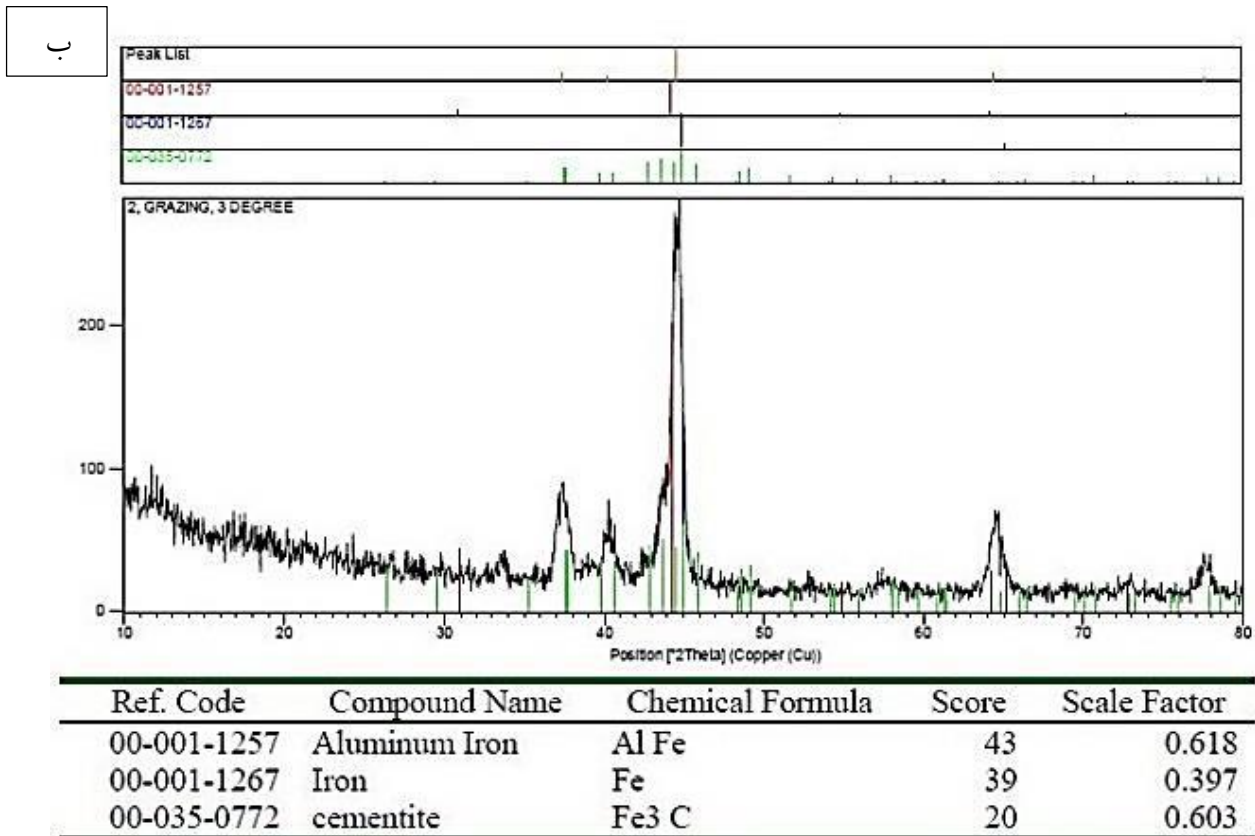
ساختار فازی پوشش قبل و بعد از عملیات حرارتی با روش پراش پرتوی ایکس مطالعه گردید. شکل (۱۲ - الف)، الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه در مدت زمان ۸۰ دقیقه آسیابکاری قبل از عملیات حرارتی و شکل (۱۲ - ب)، الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه در مدت زمان ۸۰ دقیقه آسیابکاری پس از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای ثابت ۵۵۰ درجه ی سانتی گراد در شرایط خلاء را نشان می دهد.

الف



Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	Scale Factor
00-001-1257	Aluminum Iron	Al Fe	59	0.819
00-001-1265	Iron Aluminum	Fe Al3	41	0.719
00-003-0914	Aluminum Oxide	Al2 O3	6	0.407
00-001-1176	Aluminum	Al	41	0.415





صورت پذیرفته، که باعث بوجود آمدن لایه ی میانی از ترکیبات بین فلزی در فصل مشترک بین پوشش /

نتیجه شکل ۱۲. ب) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پس از ۸۰ دقیقه آسیابکاری و بعد از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد

زیرلایه می شود. اندازه ی ضخامت لایه ی میانی با افزایش زمان عملیات حرارتی افزایش می یابد بطوری که بعد از ۳۰ ساعت ضخامت این لایه به ۲۸ میکرومتر می رسد.

۳- نتایج آزمون سختی سنجی بر روی نمونه ی ۸۰ دقیقه آسیابکاری شده قبل از عملیات حرارتی نشان داد، که پوشش از میزان سختی پائین در حد ۷۵ ویکرز برخوردار بوده است. همچنین نتایج آزمون سختی سنجی بر روی نمونه ی ۸۰ دقیقه آسیابکاری شده بعد از ۳۰ ساعت عملیات حرارتی نشان داد، که لایه ی میانی از میزان سختی بالایی در حد ۴۷۱ ویکرز برخوردار شده است که ناشی

مهم ترین نتایج بدست آمده از پژوهش حاضر عبارت است از:

۱- بهترین پوشش از نظر یکنواختی و همگن بودن، چسبندگی و انسجام لایه ها بر روی سطح فلز زیر لایه از آسیابکاری با نسبت وزنی پودر آلومینیوم به مقدار وزنی ۵ گرم و گلوله های فولادی با قطر ۴ میلی متر به مقدار وزنی ۵۰ گرم، برای ایجاد پوشش بر روی سطح فولاد ساده کربنی در مدت ۸۰ دقیقه آسیابکاری ایجاد شد.

۲- نتایج عملیات حرارتی قطعات پوشش داده شده نشان داد، که پدیده ی نفوذ اتمی به صورت، نفوذ آلومینیوم به زیر لایه ی فولادی و نفوذ آهن از زیرلایه به پوشش آلومینیوم

20. A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, Serdar, Ozkaya, *Formation of Fe-Al Intermetallic Coating on Low-Carbon Steel by a Novel Mechanical Alloying Technique, Powder Technology*, 247(2013)24-29.

1. A.S. Wismogroho, W.B. Widayatno Suryadi, K.A. Zaini Thosin, N.T. Rochman, H. Sueyoshi, *Iron Aliminids Coatingon Al by Mechanical Alloying, Surface Engineering*, 27(2011)126-133.

2. A.R. Marder, *The Metallurgy of Zinc Coated Steel, Progress in Materials Science*, 45( 2000) 191-271.

3. S.E. Aghili, M.H. Enayati, and F. Karimzadeh, *Synthesis of Nanocrystalline (Fe,Cr)<sub>3</sub> Al Powders by Mechanical Alloying, Materials and Manufacturing process*, 27(2012)467-471.

4. M.A. Morris, A. Dodge, D.G. and Morris, *Structure Strenght and Toughness of Nanocrystalline Fe Al, Nanostructured Materials*, 11(1999)873-885.

5. N.S, Stoloff, *Iron Aluminides, Present Status and Future Prospects, Materials Science and Engineering A*, 258(1998)1-14.

6. G.J. Yang, H.T. Wany, Li, C. J, and Li, C. X, *Effect of Annealing on the Microstructure and Erosion Performance of Cold Sprayed FeAl Intermetallic Coating, Surface and Coating Technology*, 205(2011)5502-5509.

7. B. Song, Sh. Dong, H Liao, and Ch Coddet, *Microstructure and Wear Resistance of Fe Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Iintermetallic Composite Coating prepared by Atmospheric PlasmaXsraying, Surface and Coating Technology*, 268(2015)24-29.

8. V. Zadorozhnyy, S. Kaloshkin, E. Keavitser, S. Romankov, *Coating of Metals With Intermetallics by Mechanical Alloying, Journal of Alloys and Compounds*, 509(2011)5507-5509.

9. S. Romankov, Y. Hayasaka, N. Hayashi, E. Kasai, S.V. Komariv, *Effect to Anneling Treatment on the Structure and Properties of the Nanograined TiN Coatings Produced by Ultrasonic – Based Coating Process, Journal of Alloys and Compounds*, 495(2010)625-628.

10. S. Romankov, S.D. Kaloshkin, Y. Hayasaka, N. Hayashi, E. Kasai, S.v. Komariv, *Effect of Process Parameters on the Formation of Ti-Al Coating Fabricated by Mechanical Alloying, Journal of Alloy and Compounds*, 484(2008)392-396.

از تشکیل فاز های سخت از ترکیبات بین فلزی FeAl در لایه ی میانی است.

#### مراجع

*by Using Mechanical Alloying, Surface and Coating Thechnology*, 217(2013)64-69.

12. Du, H, Wei, Y. Lin, W. Hou, L. .Z, *One Way of Surface Alloying Treatment on Iron Surface Based on Surface Mechanical Attrition Treatment and heat Treatment, Applied Surface Science*, 255(2009)8660-8666.

13. M. Mohammadnezhad, M. Shamanian, M.H. Enayati, M. Salehi, *In Fluence of Annealing Temperature on the Structure and Properties of the Nanograined NiAl Intermetallic Coating Produced Mechanical Attrition Treatment, Surface and Coating Technology*, 203(2009)3026-3031.

14. M. Mohammadnezhad, M. Shamanian, M.H. Enayati, M. Salehi, and A. Hoseynian, *Microstructures and Properties of NiAl-Tic Nanocomposite Coatings on Carbon Steel Surface Produced by Mechanical Alloying Technique, Surface and Coating Technology*, 238(2014)180-187.

15. Z. Zhan, T. He, D. Wang, W. Gao, *Low-temperatur processing of Fe-Al Intermetallic Coating Assisted by Ball Milling, Intermetallics*, 14(2006)75-81.

16. D. Aryanto, A.S. Wismogroho, and T. Sudiro, *Structure Evolution of Fe-50% Al Coating Prepared by Mechanical Alloying, Journal of Physics: Conferens Series*, 739(2016)012132.

17. S.E. Aghilli, M.H. Enayati, F. Karimzadeh, *Synthesis of (Fe, Cr)<sub>3</sub> Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposite Through Mechanochemical Combustion Reaction Induced by Ball Milling of Cr, Al and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powders, Advanced Powders Technology*, 25(2014)408-414.

18. M. Mohammadnezhad, M. Shamanian, M.H. Enayati, *Formation of Nanostructured NiAl Coating on Carbon Steel by Using Mechanical Alloying, Applied Surface Science*, 263(2012)730-736.

19. M.H. Enayati, F. Karimzadeh, and S.Z. Anvari, *Synthesis of Nanocrystalline NiAl by Mechanical Alloying, Journal of Materials Processing Technology*, 200(2008)312-315.



11. A. Revesz, L. Takacs, *Coating a Cu Plate with a Zr-Ti Powder Mixture Using Surface*