مطالعه استحاله‌های فازی پوشش‌های کاربید تنگستن- نیکل حین عملیات حرارتی در محیط خلاء توسط توسط پراش سنجی همزمان پرتو ایکس

خامنهٔ اصل ، شاهین [۱] ؛ حیدرزاده سهی، محمود [۲]

[۱] گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران

[۲] دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران

چکیده

در این تحقیق پوشش های کاربید تنگستن -نیکل با استفاده از روش اسپری حرارتی سرعت بالا (HVOF) تهیه و برای شناسایی تاثیر دما و زمان عملیات حرارتی تحت خلا با برنامه های از پیش تعیین شده مختلف آزمایش شدند. مطالعات شناسائی فازها و استحاله های فازی در دماها و زمانهای مختلف توسط دستگاه پراش پرتو ایکس(XRD) مجهز به محفظه خلاء دارای گونیومتر دمای بالا (HTK) انجام شد. آنالیز های انجام شده از پوشش‌ها نشان داد که طی فرایند اسپری حرارتی فازهای آمورفی به دلیل سرعت بالای سرد شدن و فاز کمپلکس Ni_2W_4C شکل می گیرند که در پودرهای اولیه وجود نداشتند. لیکن با عملیات حرارتی می توان این فازهای آمورف را پایدار و کریستالی نمود. سینتیک این کریستالیزه شدن هم مانند تمام فرایند های نفوذی وابسته به دما و زمان است و البته در این آزمایشها نیز ثابت شد که تاثیر دما شدید تر از زمان است، طوری که تا ۹۵۰ درجه سانتیگراد تحول جدی مشاهده نمی شود در حالی که در عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد بالا فاصله پس از رسیدن به این دما استحاله نسبتاً کاملی رخ داده است و فاز بین فلزی NiW ایجاد می-شود.

Study of the Phase Transformation of WC-Ni Sprayed Coatings During Heat Treatment in a Vacuum Chamber by XRD

Khameneh Asl, Shahin[1]; Heydarzadeh Sohi, Mahmoud[2]

[1] *Department of Material Engineering, Faculty of Mechanical Engineering, University of Tabriz, Tabriz*

[2] *School of Materials Engineering, University College of Engineering, University of Tehran, Tehran*

Abstract

In this study WC-Ni Coating was thermally sprayed by High Velocity Oxy-Fuel (HVOF) method and then heat treated under vacuum atmosphere. Phase transformation during heat treatment at various temperate and holding times was studied by an X-ray diffraction (XRD) facility equipped with a vacuum heating chamber and a high temperature goniometer (HTK). Comparison of the X ray diffraction patterns of feed stock powder and as sprayed coating indicated formation of an amorphous phase and also Ni_2W_4C complex phase in the as sprayed coating. The unstable amorphous phase can be crystallized and stabilized by heat treatment and transform to NiW. This phase transformation is similar to all diffusion controlled transformations and is controlled by temperature and holding time in heat treatment and the temperature is more effective than holding time. The results also showed that heat treatment at 950℃ is not suitable for this phase transformation and 1100℃ is needed for the aforementioned transformation.

PACS No. 36

Archive of SID

www.SID.ir

مقدمه

استفاده از سرمت های کاربید تنگستن کبالت اسپری حرارتی شده برای ایجاد پوشش های محافظ سطوح در برابر شرایط خراش، رفتگی و انواع دیگر سایش در حال بسط و گسترش است[۱]. عملیات اسپری حرارتی پرسرعت از نوعHVOF[1] روش منحصر بفردی است که در ایجاد پوشش‌های کاربید تنگستن کبالت مقاوم به سایش با دانسیته بیشتر، استحکام چسبندگی عالی و دیکربوریزه شدن کمتردر مقایسه با اکثر روش های اسپری حرارتی موفق بوده است[۱]. مونو کاربید تنگستن (WC) برای اکثر کاربرد ها فاز کاربیدی مطلوبی است، اگرچه واکنش‌های دما بالا هنگام اسپری و کوئنچ بانرخ سرد شدن بالا که ذاتا در روش پوششکاری HVOF رخ می دهد می تواند WC را به فازهای دیگری تبدیل کند.

در ترکیبات محتوی کبالت تبدیل WC به W_2C و فازهای (اتا) با فرمول عمومی $Co_xW_yC_z$ و سایر فازهای کمپلکس آمورف مشاهده شده است. از مهمترین ترکیبات فاز اتا می توان Co_6W_6C, Co_3W_3C و Co_2W_4C را نام برد[۲و۳]. برخی از محققان عملیات حرارتی را برای بهینه سازی پوشش های کاربید تنگستن مفید دانسته اند. نرز و همکارانش نشان دادند که واکنش گرمازایی در پوشش های WC-Co در حدود دمای ۸۶۰ درجه سانتیگراد رخ می‌دهد. این ممکن است در اثر کریستالیزه شدن مجدد فاز آمورف زمینه به فاز های کاربیدی اتا باشد[۴]. همچنین گزارش شده است که عملیات حرارتی می تواند کارایی سایشی را توسعه بخشد[۵، ۶و ۷]. مطالعات لندلینگ و همکارانش نشان داده است که عملیات حرارتی ثانویه پوشش های کاربید تنگستن کبالت تنش پسماند فشاری این پوشش ها را افزایش می‌دهد[۲]. اما کارهای استوارت و همکارانش نشان داد که عملیات حرارتی در هر دمای آزمایشی تنش پسماند پوشش را کاهش می دهد[۷]. افزایش تنش پسماند در پوشش های اسپری حرارتی خیلی خطرناک است، چون می تواند باعث انهدام پوشش با مکانیزم پوسته شدن شود. تاثیر عملیات حرارتی بر محدوده تنشی پوشش-های HVOF کاربید تنگستن -کبالت توسط مولفین این مقاله نیز قبلا مطالعه شده است[۸]. در آن مطالعات تنش پسماند با استفاده از روش XRD تعیین شده است. نتایج این تحقیق نشان داد که تنش فشاری پسماند پوششWC-17Co بعد از عملیات حرارتی کاهش می یابد. اندازه گیری های مولفین مقاله حاضر در تحقیقات قبلی نشان داد که عملیات حرارتی مخصوصا در دماهای بالا باعث کاهش چقرمگی شکست و ترد شدن پوشش‌های کاربید تنگستن کبالت می گردد[۹و ۱۰].

حال این سوال مطرح می شود که عملیات حرارتی چه تاثیری بر پوشش‌های تهیه شده با ترکیب WC-Ni می‌تواند داشته باشد.

روش تحقیق

از پودرهای سری VM شرکت تافا[2] با ترکیب اسمی WC-10wt%Ni که از انواع نسبتا جدید پودر مورد مصرف برای پوششکاری HVOF است در این تحقیق استفاده شد. پوشش به وسیله یک دستگاه HVOF ساخت شرکت پلاسما تکنیک[3] و با تفنگ CDS100 اعمال شد. پوشش ها بر زیرلایه ای از فولاد ساختمانی ST37 که قبلا به روش ماسه پاشی زبر شده بودند نشانده شد. پارامترهای پوششکاری به منظور کاهش تخلخل و دستیابی به حداکثر دانسیته بهینه شده بودند. ضخامت پوشش‌ها در حدود ۲۰۰ تا ۳۰۰ میکرو متر تنظیم شدند.

برای تعیین فازهای موجود در پوشش‌ها و تاثیر ذوب و تغییرات احتمالی هنگام اسپری HVOF و عملیات حرارتی، آنالیز پراش پرتو X بر روی نمونه پوشش یافته و پودر اولیه با استفاده از پرتو Cu Kα در ۴۰ کیلو ولت و ۴۰ میلی آمپر، انجام شد. نمونه های پوشش داده شده برای جلوگیری از اکسید شدن پوشش در محفظه خلا تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند. به منظور بررسی استحاله‌های فازی حین عملیات حرارتی، نمونه‌ها در محفظه خلاء دما بالای دستگاه پراش سنج پرتو X (HTK) قرار داده شدند و محفظه تا حد $۲/۵\times۱۰^{-۵}$ میلی بار تخلیه شد و بعد نمونه ها با نرخ ۱۰۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه تا رسیدن به دمای عملیات(۹۵۰ و

[1] . High Velocity Oxy-Fuel

[2] . Tafa Co.

[3] . Plasma Technik

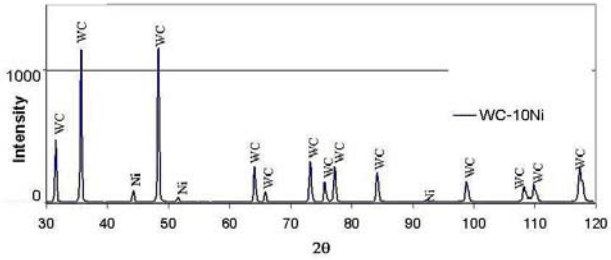
Archive of SID

www.SID.ir

۱۱۰۰ درجه سانتیگراد)، گرم شدند و به مدت ۳/۵ ساعت در آن دما نگهداری شدند و بعد با نرخ ۱۰۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه سرد شدند. الگوی پراش پرتو X نمونه‌ها بلا فاصله بعد از رسیدن به دمای مورد نظر، پس از یک ساعت و نیز پس از۳ ساعت نگهداری در این دماها و همچنین پس از سرد شدن تا دمای محیط تهیه شدند.

نتایج و بحث

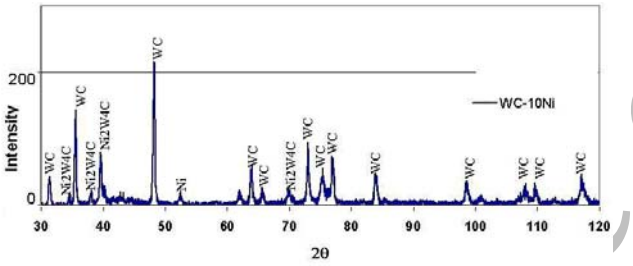
ابتدا پودر مورد استفاده در این تحقیق به روش XRD آنالیز شدند. نتایج این آنالیز در شکل ۱ ارایه شده است. در این شکل پیک های مشخص و قوی WC مشاهده می شود. در این الگوی پراش پیک‌های ضعیف مربوط به عنصر فلزی نیکل نیز زمینه مشهود است.



شکل۱: الگوهای پراش پرتو X تهیه شده از پودر اولیهWC-10Ni.

الگوی پراش پرتو X پوشش حاصل نیز در شکل ۲ ارایه شده است. در این الگو پیک‌های مشخص مربوط به فاز غالب WC به روشنی مشاهده می شود. مقایسه الگوهای XRD از پودر و پوشش نشان می دهد که استحاله فازی مختصری در زمان اسپری رخ داده است و در نتیجه فاز آمورف و فاز جدید Ni_2W_4Cایجاد شده است. این استحاله به دلیل دکربوره شدن WC و واکنش بانیکل و همچنین گرم و سردشدن سریع حین پوشش کاری رخ می دهد. البته در روش HVOF به دلیل بالا بودن سرعت پاشش و زمان پرواز کوتاه ذرات مجال چندانی برای این واکنش ها نیست و غالب پوشش دست نخورده باقی می ماند[۷].

هنگام پوشش دهی زمینه فلزی کامپوزیت و قسمت های بیرونی ذراتWC در جریان اسپری ذوب شده و پس از نشستن در سطح به صورت آمورف یا نانوکریستالی منجمد شده اند. این فاز آمورف در الگو های پراش مربوط به پوشش کاربید تنگستن – نیکل بصورت تپه ای در محدوده ۳۸ تا ۴۷ درجه محور 2θ ظاهر شده است. ترکیب WC-10Ni درمقایسه با ترکیبات مشابه مورد استفاده کمترین فاز فلزی را دارند و غالب حجم سرمت را ذرات ریزو درشت کاربید تنگستن در بر می گیرد. مقدار فاز آمورف نیز در این پوشش کمتر از سایرپوششها است چون فاز فلزی زود ذوب کمتری دارد و در زمان پرواز لایه نازکتری از سطح پودرها ذوب می شود و به فاز آمورف تبدیل می شود. این مطالب در شدت بالای پیک های WC الگوهای پراش پرتو X پوشش های مربوط به این ترکیبات نیز مشهود است. ازطرفی به دلیل بالا بودن سطح در تماس کاربید تنگستن با اتمسفر اطراف نسبت به فلز زمینه دی کربوره شدن بیشتری مشاهده می شود.



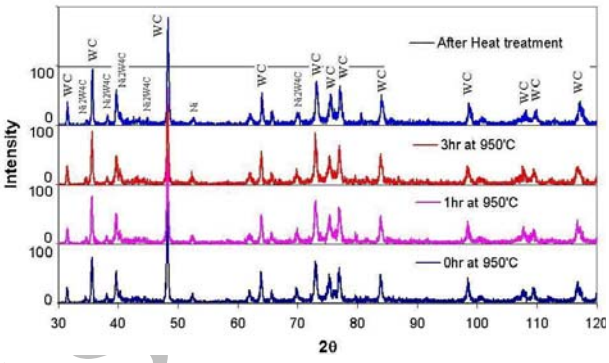
شکل۲: الگوپراش پرتو X پوشش قبل از عملیات حرارتیWC-10Ni

شکل۳ الگوهای تفرق پرتو X این پوشش قبل و بعد از عملیات حرارتی در دما های ۹۵۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود الگوی مربوط به پوشش در حالت اسپری شده با پوشش بعد از عملیات حرارتی در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد تفاوت چندانی ندارد. به عبارت دیگر هیچگونه استحاله‌ای در طول عملیات حرارتی در ۹۵۰ درجه سانتیگراد حتی در زمان نگهداری بالا رخ نمی دهد (شکل ۴). ولی با توجه به الگوی پراش مربوط به نمونه عملیات حرارتی شده در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد در شکل ۳ مشاهده می شود که تپه آمورفی ذکر شده حذف شده و همچنین مقدار فاز Ni_2W_4C نیز تقلیل یافته است و به فاز جدید بین فلزی NiW تبدیل شده است. با مراجعه به نتایج آنالیز XRD در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد در شکل ۵ مشاهده می شود که در مرحله اول این آنالیز این فاز جدید

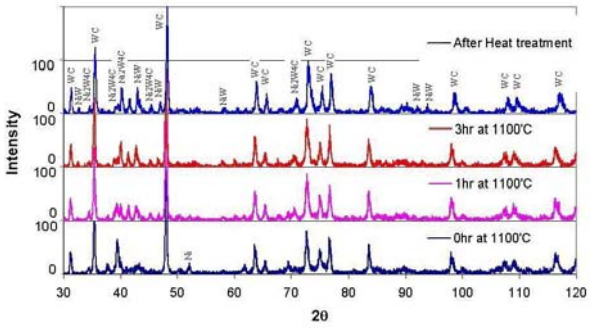
Archive of SID

www.SID.ir

بصورت کامل شکل نمی گیرد لیکن با افزایش زمان این استحاله رخ داده و مرتباً افزایش می یابد (شکل ۵). از این نتایج روشن می شود که در عملیات حرارتی در دماهای کمتر از ۹۵۰ درجه سانتیگراد انتظار استحاله فازی جدی وجود ندارد.



شکل ۴: الگوهای پراش پرتو X پوشش WC-10Ni در ۹۵۰ °C.



شکل ۵: الگوهای پراش پرتو X پوشش WC-10Ni در ۱۱۰۰°C.

نتیجه گیری

در مجموع با توجه به نتایج پراش پرتو X پودر و پوشش WC-Ni و نتایج پراش پرتو X در دماهای بالا می توان نتیجه گرفت:

۱- در هنگام اسپری حرارتی HVOF به دلیل کم بودن فاز فلزی نیکل زمینه کامپوزیت پودری WC-10Ni فاز آمورف کمی تولید می شود.

۲- د کربوره شدن کاربید تنگستن و امتزاج با نیکل در دمای بالای اسپری موجب تولید مقادیر قابل توجهی فاز کمپلکس Ni_2W_4C می شود.

۳- استحاله Ni_2W_4C و فاز آمورف به فاز NiW در دمای بالاتر از ۹۵۰ درجه سانتیگراد رخ می دهد.

۴- دما نقش تاثیرگذارتری از زمان در عملیات حرارتی دارد. این موضوع با توجه به نفوذی بودن پدیده طبیعی است.

مرجع‌ها

[1] R. J. K. Wood, B. G. Mellor and M. L. Binfield, Wear, Vol. 211, (1997), pp. 70-83.

[2] W. J. Lenling, M. F. Smith and J. A. Henfling, Proceeding of the Third National Thermal Spray Conference, Long Beach, CA, USA, (1990), pp. 227-232.

[3] J. S. Babai, Ph.D. Dissertation, School of Mechanical and Manufacturing Engineering in Dublin City University, 2003.

[4] J. E. Nerz, B. A. Kushner, Jr. and A. J. Rotolico, ASM International, Proceeding of the Fourth National Thermal Spray Conference, Pittsburgh, PA, USA, (1991), pp. 115-120.

[5] W. J. Lenling, M. F. Smith and J. A. Henfling, Proceeding of the Third National Thermal Spray Conference, Long Beach, CA, USA, (1990), pp. 227-232.

[6] H. Ito, R. Nakamura, M. Shiroyama and T. Sasaki, ASM International, Thermal Spray Research and Applications, Proceeding of the Third National Thermal Spray Conference, Long Beach, CA, USA, (1990), pp. 233-238.

[7] A. Stewart, P. H. Shipway and D. G. McCartney, Surface and Coatings Technology, Vol. 105, (1998), pp. 13-24.

[8] Sh. Khameneh Asl, M. Heydarzadeh Sohi, S. M. M. Hadavi, Materials Science Forum, Vols. 465-466 (2004) pp. 427-432.

[9] Sh. Khameneh Asl, M. Heydarzadeh Sohi, Materials Science Forum, Vols. 465-466 (2004) pp. 301-306.

[۱۰]خامنه اصل، شاهین ، حیدرزاده سهی، محمود ، هوکاموتو، کازویوکی و خدامی، علی محمد، علوم و مهندسی سطح، شماره۱ (۱۳۸۴) ۲ تا ۷.

Archive of SID

www.SID.ir