ISSN 2008 - 7462

تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN۱۰۰ ۱
احمد رحیمی - شمس‌الدین میردامادی - سید حسین رضوی
سید مهدی عباسی

اثر آلومینیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد پرمنگنز آستنیتی Fe-۱۸Mn-۰/٦C ۱۳
سعید مجیدی - شهرام خیراندیش - مجید عباسی

بررسی اثر متقابل سختی، ناخالصی و ریز ساختار بر رفتار خستگی فولاد ۲۳
سمیرا مرتضائی - علیرضا مشرقی

شبیه‌سازی تغییرات ریزساختار آلومینیوم ٦۰٦۱ در فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با استفاده از روش مونت کارلو ۳۷
منصوره طاهری - محمدرضا ابوطالبی - سید حسین سیدین
باقر محمدصادقی

بررسی جدایش میکروسکوپی آلیاژهای آلومینیوم-مس بوسیله آنالیز حرارتی و مدل‌سازی عددی ۵۱
محمد حسن عوض‌کننده قراول - محسن حداد سبزوار

بررسی شرایط بهینه لحیم کاری غیرهمجنس تیتانیوم خالص تجاری به فولاد زنگ نزن ۳۰٤ کم کربن با استفاده از پرکننده پایه نقره BAg-۸ ۷۳
پژمان صارمی - مسعود کثیری

تولید و بررسی خواص سایشی کامپوزیت پایه AA ۸۰۹۰ مقاوم شده با ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی پیرسازی با کوئنچ جهت‌دار ۸۷
امیر کبریائی - حسن ثقفیان - سید شمس الدین میردامادی

بررسی تحولات فازی و ریزساختارها در یک فولاد میکروآلیاژی حاوی Ti و Nb به روش‌های دیلاتومتری و متالوگرافی ۹۹
آسیه سادات موسوی محولاتی - سید صادق قاسمی بنادکوکی - مهدی کلانتر

بررسی عوامل موثر بر ساخت و خواص بدنه‌های شیشه اکسی نیتریدی سنتز شده به روش سل-ژل ۱۰۹
سارا احمدی - بیژن افتخاری یکتا - حسین سرپولکی - علیرضا آقایی

دانشگاه فردوسی مشهد

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

(نشریه دانشکده مهندسی)

(علمی - پژوهشی)

شماره پیاپی: ۱۵

سال ۲۸، شماره ۱

پاییز و زمستان، ۱۳۹۵

نشریه مهندسی متالورژی و مواد

علمی-پژوهشی

ISSN: 2008-7462

سردبیر : جلیل وحدتی خاکی

مدیر مسوول: علی حائریان اردکانی

صاحب امتیاز : دانشگاه فردوسی مشهد

شماره نامه مجوز : ۱۴۸۴۲۳

هیأت تحریریه :

دکتر رسول آذری خسروشاهی	دانشیار	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز
دکتر رضا باقری	استاد	دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف
دکتر جعفر جوادپور	استاد	دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر علی حائریان اردکانی	استاد	مشهد، دانشگاه صنعتی سجاد
دکتر محسن حداد سبزوار	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر سید مجتبی زبرجد	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز
دکتر سید عبدالکریم سجادی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر مهدی صالحی	استاد	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر محمدرضا طرقی‌نژاد	دانشیار	دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
دکتر حسین عربی	استاد	دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران
دکتر مهرداد کاشفی تربتی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر علیرضا کیانی‌رشید	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر محمد مزینانی	دانشیار	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد
دکتر جلیل وحدتی خاکی	استاد	گروه متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد

ویراستار متن : دکتر عطاءاله کامیابی‌گل

مسوول دفتر نشریه : تکتم هوشمند

این نشریه در کتابخانه منطقه‌ای علوم و تکنولوژی شیراز (ISC) نمایه می‌شود. http://www.srlst.com

نشانی: مشهد- دانشگاه فردوسی مشهد - دانشکده مهندسی - دفتر نشریه - صندوق پستی : ۱۱۱۱-۹۱۷۷۵

تلفن: ۳۸۸۰۶۰۲۴ پست الکترونیکی : **ejour@um.ac.ir** وب سایت : **http://** jmme.um.ac.ir

چاپ : مؤسسه چاپ و انتشارات دانشگاه فردوسی مشهد

فهرست مطالب

تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100	احمد رحیمی شمس‌الدین میردامادی سید حسین رضوی سید مهدی عباسی	۱
اثر آلومینیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد پرمنگنز آستنیتیFe-18Mn-0.6C	سعید مجیدی شهرام خیراندیش مجید عباسی	۱۳
بررسی اثر متقابل سختی، ناخالصی و ریز ساختار بر رفتار خستگی فولاد	سمیرا مرتضائی علیرضا مشرقی	۲۳
شبیه‌سازی تغییرات ریزساختار آلومینیوم ۶۰۶۱ در فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با استفاده از روش مونت‌کارلو	منصوره طاهری محمدرضا ابوطالبی سید حسین سیدین باقر محمدصادقی	۳۷
بررسی جدایش میکروسکوپی آلیاژهای آلومینیوم- مس بوسیله آنالیز حرارتی و مدل‌سازی عددی	محمد حسن عوض‌کننده قراول محسن حداد سبزوار	۵۱
بررسی شرایط بهینه لحیم‌کاری غیرهمجنس تیتانیوم خالص تجاری به فولاد زنگ نزن ۳۰۴ کم‌کربن با استفاده از پرکننده پایه نقره BAg-8	پژمان صارمی مسعود کثیری	۷۳
تولید و بررسی خواص سایشی کامپوزیت پایه AA 8090 مقاوم شده با ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی پیرسازی با کوئنچ جهت‌دار	امیر کبریائی حسن ثقفیان سید شمس الدین میردامادی	۸۷
بررسی تحولات فازی و ریزساختارها در یک فولاد میکروآلیاژی حاوی Ti و Nb به روش‌های دیلاتومتری و متالوگرافی	آسیه سادات موسوی محولاتی سید صادق قاسمی بنادکوکی مهدی کلانتر	۹۹
بررسی عوامل موثر بر ساخت و خواص بدنه‌های شیشه اکسی نیتریدی سنتز شده به روش سل-ژل	سارا احمدی بیژن افتخاری یکتا حسین سرپولکی علیرضا آقایی	۱۰۹

تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100*

احمد رحیمی(۱) شمس‌الدین میردامادی(۲) سید حسین رضوی(۳) سید مهدی عباسی(٤)

چکیده

هدف از تحقیق حاضر بررسی اثر عملیات حرارتی شامل عملیات انحلالی و پیرسازی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100 شامل اندازه، کسر حجمی و مورفولوژی فاز γ' اولیه و انواع کاربیدها می‌باشد. بدین منظور عملیات حرارتی با سیکل‌های انحلالی متفاوت و پیرسازی ثابت روی نمونه‌های شمش ریختگی این سوپرآلیاژ انجام گرفت و ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و نوری بررسی شد. نتایج نشان داد نمونه‌ای که سیکل عملیات انحلالی کامل در ۲ ساعت و ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد را قبل از انحلال جزئی در ٤ ساعت و ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد و پیرسازی در ۱۰ ساعت و ۹۰۰ درجه سانتیگراد طی کرده است، ریزساختار مناسبی از نظر مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه γ' را دارا می‌باشد. در این نمونه مورفولوژی فاز رسوبی γ' اولیه به حالت مناسب مکعبی رسیده و همچنین درصد حجمی این فاز حدود ٤٥ درصد است که در مقایسه با دیگر نمونه‌ها افزایش قابل توجهی دارد. کاربیدهای مرزدانه‌ای در طی این سیکل به صورت منقطع تشکیل و کاربیدهای MC مورفولوژی مناسب کروی را بدست می‌آورند. همچنین، نتایج نشان داد در بین دماهای مختلفی که در این تحقیق برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ' اولیه را به همراه دارد.

واژگان کلیدی سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100، عملیات حرارتی انحلالی، γ' اولیه، کاربیدها، دمای انحلال.

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy

A. Rahimi Sh. Mirdamadi S.H. Razavi S.M. Abbasi

Abstract

The purpose of this study was to investigate the effect of heat treatment including solution treatment and aging on the microstructure of cast nickel-based IN100 superalloy including size, volume fraction and morphology of primary γ' and different kinds of carbides. For this purpose, different solution heat treatment cycles and a constant aging cycle were implemented on cast ingot samples and the microstructure of the samples were analyzed by scanning electron microscopy and optical microscopy. It was found that, the alloy in the full + partial+ aging treated condition had the optimal combination of γ' morphology, volume fraction and size. In this condition, the alloy possesses a cubic primary γ' with 45% volume fraction which is a significant increase as compared to other cycles. Discrete $M_{23}C_6$ carbides were formed at the grain boundaries and the morphology of the cubic MC carbide was changed to the spherical shape.

Keywords Ni-based IN100superalloy; Solutioning Treatment; Primaryγ'; Carbides; Solution Temperature

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۱/۳ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/۵/۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران. ahmadrahimi1367@gmail.com

(۲) استاد دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(٤) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

DOI:10.22067/ma.v27i2.29225

مقدمه

آلیاژ IN100 یکی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل است که به دلیل استحکام دما بالا و استحکام گسیختگی مطلوب در نازل‌ها، تیغه‌ها، پره‌های توربین‌های جت هوایی و ساخت قالب‌های آهنگری در دمای بالا استفاده می‌شود. این سوپرآلیاژ به صوررت ریخته‌گری تولید شده و دارای قابلیت پیرسازی می باشد [1-3].

ریزساختار این سوپرآلیاژ متشکل از چندین فاز از جمله: زمینه آستنیتی γ، رسوب‌های همدوس (کوهرنت) و منظم $\gamma'(Ni_3(Ti,Al))$ اولیه (با اندازه رسوبات در حدود ٤٥٠ نانومتر)، ثانویه (با اندازه رسوبات ۱۵-۳۰ نانومتر) و ثالثیه (با اندازه رسوب کمتر از ۱۵ نانومتر) و کاربیدهای مختلف می‌باشد [4]. کسر حجمی فاز رسوبی γ' در این سوپرآلیاژ نسبت به سوپرآلیاژهای ریختگی دیگر با استحکام متوسط، بالاتر است. با افزایش کسرحجمی فاز γ' دمای انحلال آن افزایش یافته و این موضوع باعث خواهد شد که آلیاژ استحکام خود را در دماهای بالاتری حفظ نماید [5]. کاربیدها شامل کاربیدهای اولیه MC که شامل عناصرTi و Mo است، کاربیدهایM_6C که غنی از Ni، Co، Mo و Cr و کاربیدهای $M_{23}C_6$ که غنی از عنصر Cr است، می‌باشد. کاربیدهای MC از مذاب و یا در دماهای بالا پس از انجماد تشکیل می‌شوند. این کاربیدها بلوکی شکل یا کشیده در داخل مرزدانه ظاهر می‌شوند و یا به صورت مجزا و غیرهمگن در تمامی فاز زمینه و اغلب در بین شاخه‌های دندریتی و مرزدانه‌ها وجود دارند [6]. به علت تطابق کم با زمینه آلیاژ و شکل بلوکی، کاربیدهای MC به عنوان محل جوانه‌زنی ترک در موضع تمرکز تنش، نظیر نوک دندریت‌ها عمل می‌کنند. کاربیدهای M_6C و $M_{23}C_6$ بیشتر تمایل دارند که در مرزدانه‌ها رسوب کنند که این موضوع سبب افزایش استحکام دما بالای سوپرآلیاژها خواهد شد چرا که این رسوبات با مورفولوژی و اندازه مناسب مانع لغزش مرزدانه‌ها خواهد شد [1]. ریزساختار این آلیاژ وابستگی شدیدی به تاریخچه ریخته‌گری و عملیات حرارتی دارد و می‌توان با انتخاب یک تاریخچه ریخته‌گری و سیکل عملیات حرارتی مناسب به بهترین ریزساختار و به طبع آن به خواص مکانیکی مطلوب دست یافت. مطالعات نشان می‌دهد [7] افزایش کسر حجمی ذرات γ' از طریق فرآیند عملیات حرارتی امکان‌پذیر است و این فرآیند در صورتی ثمربخش خواهد بود که در طول مراحل مختلف آن که شامل مرحله انحلال و پیرسازی است، تغییرات مورد نظر در ساختار نمونه خام ایجاد شده باشد. همچنین انجام عملیات حرارتی مناسب می‌تواند منجر به بهبود مورفولوژی کاربیدهای ریختگیMC شده و همچنین شرایط رسوب را برای کاربیدهای مرز دانه‌ای $M_{23}C_6$ وM_6C در ریزساختار فرآهم آورد. از جمله مهمترین سیکل‌های عملیات حرارتی که توجه زیادی را به خود جلب نموده است، عملیات انحلال کامل قبل از عملیات انحلال جزئی و پیرسازی است. بنابراین، بررسی تغییرات ریزساختاری در عملیات حرارتی‌های که شامل انحلال کامل، انحلال جزیی و پیرسازی می‌باشد، می‌تواند به کنترل ریزساختار و در نتیجه حصول خواص مکانیکی مناسب قطعه مورد نظر کمک کند. تاکنون تلاش‌های زیادی [8-10] به منظور اصلاح ریزساختار سوپرآلیاژها که منجر به بهبود عملکرد آن‌ها می‌شود، صورت گرفته است ولی با وجود سابقه تولید و کاربرد گسترده سوپرآلیاژ IN100، بدلیل اینکه این سوپرآلیاژ بیشتر در حالت ریختگی استفاده می‌شود، تحقیقات محدودی درباره تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار آن گزارش شده است. از این رو هدف مطالعه حاضر انجام سیکل‌های عملیات حرارتی مشخص بر شمش ریختگی این سوپرآلیاژ و بررسی تغییرات ریزساختاری شامل تغییر مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی فازهای مختلف در طی این سیکل‌ها می‌باشد.

مواد و روش تحقیق

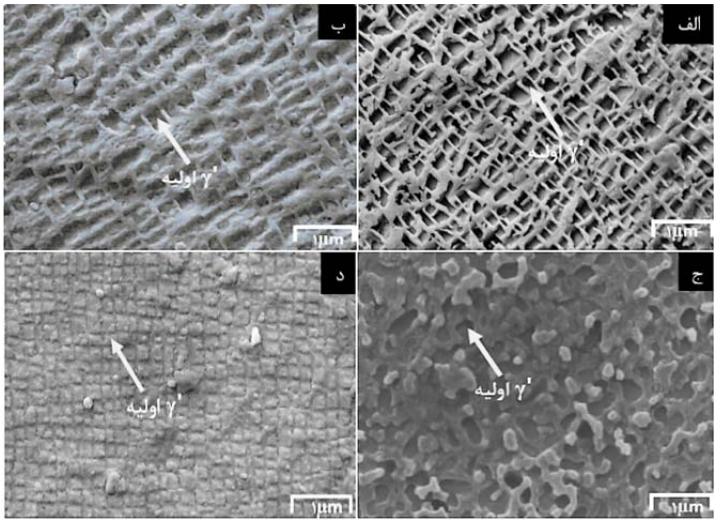
برای تهیه الکترود اولیه سوپرآلیاژ IN100 ازکوره ذوب القایی تحت خلا (VIM) استفاده شد و مواد شارژ با توجه به درصد مورد نیاز عناصر آلیاژی در شمش و درصد خلوص مواد اولیه، انتخاب گردید. پس از رسیدن کوره به خلا 10^{-3} میلی‌بار شارژ اولیه درون بوته ذوب شد. پس از نگهداری مذاب به مدت ۳ دقیقه در دمای ۱٤٥۰ درجه سانتیگراد، عناصر فعال که اکسیداسیون بالایی دارند به مذاب اضافه شده و پس از ۱ دقیقه، مذاب درون قالب فلزی استوانه‌ای شکل به قطر ۵۰ میلیمتر و ارتفاع ٦۰۰ میلیمتر ریخته‌گری گردید. برای کاهش عناصر ناخالصی‌ها مانند گوگرد که حذف آنها در کوره VIM امکانپذیر نیست و کم کردن عیوب ریخته‌گری همانند مک و آخال که ممکن است در طی انجماد مرحله قبل ایجاد گردد، شمش تهیه شده در کوره VIM به عنوان الکترود در کوره ESR قرار گرفته و تحت سرباره‌ی محافظ $60\%CaF_2$-$20\%Al_2O_3$-$20\%CaO$ درون قالب مسی آبگرد استوانه‌ای به قطر ۷۰ میلیمتر و ارتفاع ۵۰۰ میلیمتر ذوب گردید. شمش حاصل از ESR برای دستیابی به ساختاری عاری از جدایش و حذف عناصر مضری همچون نیتروژن و اکسیژن و ناخالصی‌های با فشار بخار بالا در کوره VAR تصفیه مجدد شد. ابعاد شمش نهایی که تصفیه ESR+VAR را طی کرد؛ استوانه‌ای به قطر ۱۰۰ میلیمتر و ارتفاع ۹۰ میلیمتر بود. ترکیب شیمیایی شمش به وسیله دستگاه کوانتومتری Spark Emission Spectrometer با خطای ±۰/۱ درصد وزنی تعیین و در جدول (۱) ارائه شده است.

نمونه‌های عملیات حرارتی به ابعاد ۲۰x۲۰x۲۰ میلیمتر انتخاب شدند و تحت سیکل‌های عملیات حرارتی مطابق با جدول (۲) قرار گرفتند. همچنین، جهت مقایسه و درک تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار، نمونه ریختگی نیز مورد بررسی ریزساختاری قرار گرفت. دمای انحلال فاز γ' بر اساس مراجع و تحقیقات گوناگونی که بر این آلیاژ و آلیاژهای مشابه گزارش گردیده [4]، حدود ۱۲۰۸درجه سانتیگراد می‌باشد. همچنین، سیکل عملیات حرارتی پیرسازی نیز بدلیل اینکه بیشترین تاثیر را بر ریزساختار به خصوص بر انواع فاز γ' دارد، برای تمام سیکل‌ها انتخاب شد.

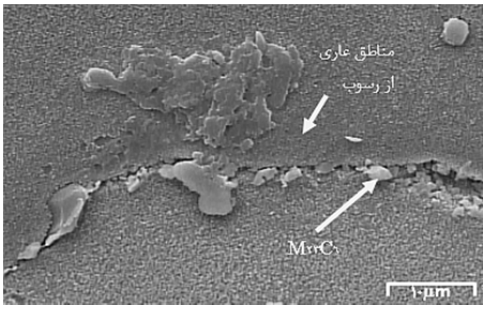
پس از هر مرحله عملیات حرارتی نمونه‌ها در هوا سرد شده و مرحله بعدی عملیات حرارتی بر آنها انجام گرفت. نمونه‌های متالوگرافی به ابعاد ۱۵×۱۵×۱۵ میلیمتر از نمونه‌ی اولیه برش داده شد و مطابق با استاندارد ASTM E3-01، آماده‌سازی و ریزساختار آنها توسط محلول اچ ۱۰ گرم سولفید مس، ۵۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک و ۵۰ میلی‌لیتر آب آشکار شد. بررسی ریزساختاری آنها توسط میکروسکوپ نوری Olampya و میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN مدل XMU با ولتاژ کاری ۱۵ کیلوولت و مجهز به دتکتور EDS انجام گرفت. اندازه دانه مطابق با استاندارد ASTM-E112-01 و اندازه و کسر حجمی فازها مطابق با استاندارد ASTM-E562-01 توسط نرم‌افزار Image Analyser محاسبه شد. برای تشخیص فازها نیز از آنالیز EDS استفاده شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ IN100 پس از VAR (درصد وزنی)

Ni	Al	Ti	Cr	Co	Mo	C	V	S
مابقی	٥/۲۳	٤/٤۱	۹/۸۲	۱٥/۰۷	۳/۰۱	۰/۱۸	۱/۰۲	۰/۰۰۸



شکل۱ مورفولوژی فاز γ' اولیه الف) نمونه ریختگی؛ ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی



شکل۲ مناطق عاری از رسوب ناشی از عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی

جدول ۲ سیکل‌های عملیات حرارتی اعمالی روی سوپرآلیاژ مورد نظر

شماره	سیکل عملیات حرارتی	انحلال کامل (hr/°C)	انحلال جزئی (hr/°C)	پیرسازی (hr/°C)
۱	عملیات انحلال جزئی	–	٤/۱۰۸۰	۱۰ / ۹۰۰
۲	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۱۰	–	۱۰ / ۹۰۰
۳	عملیات انحلال کامل+ انحلال جزئی	۲ / ۱۲۱۰	٤/۱۰۸۰	۱۰ / ۹۰۰
٤	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۱٦۰	–	–
٥	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۱۸٥	–	–
٦	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۱۰	–	–
۷	عملیات انحلال کامل	۲ / ۱۲۳٥	–	–

نتایج و بحث

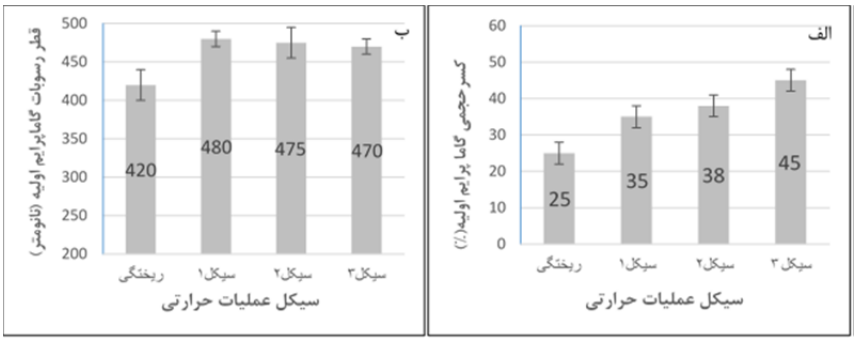
تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر رسوبات γ' اولیه.

در شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ الکترونی از رسوبات فاز γ' اولیه برای نمونه ریختگی و نمونه‌های عملیات حرارتی شده، نشان داده شده است. همانطور که در شکل (۱-الف) مشاهده می‌شود، مورفولوژی γ' های اولیه در نمونه ریختگی به صورت مکعبی نامنظم است. کسرحجمی این رسوبات در این حالت ۳±۲۵

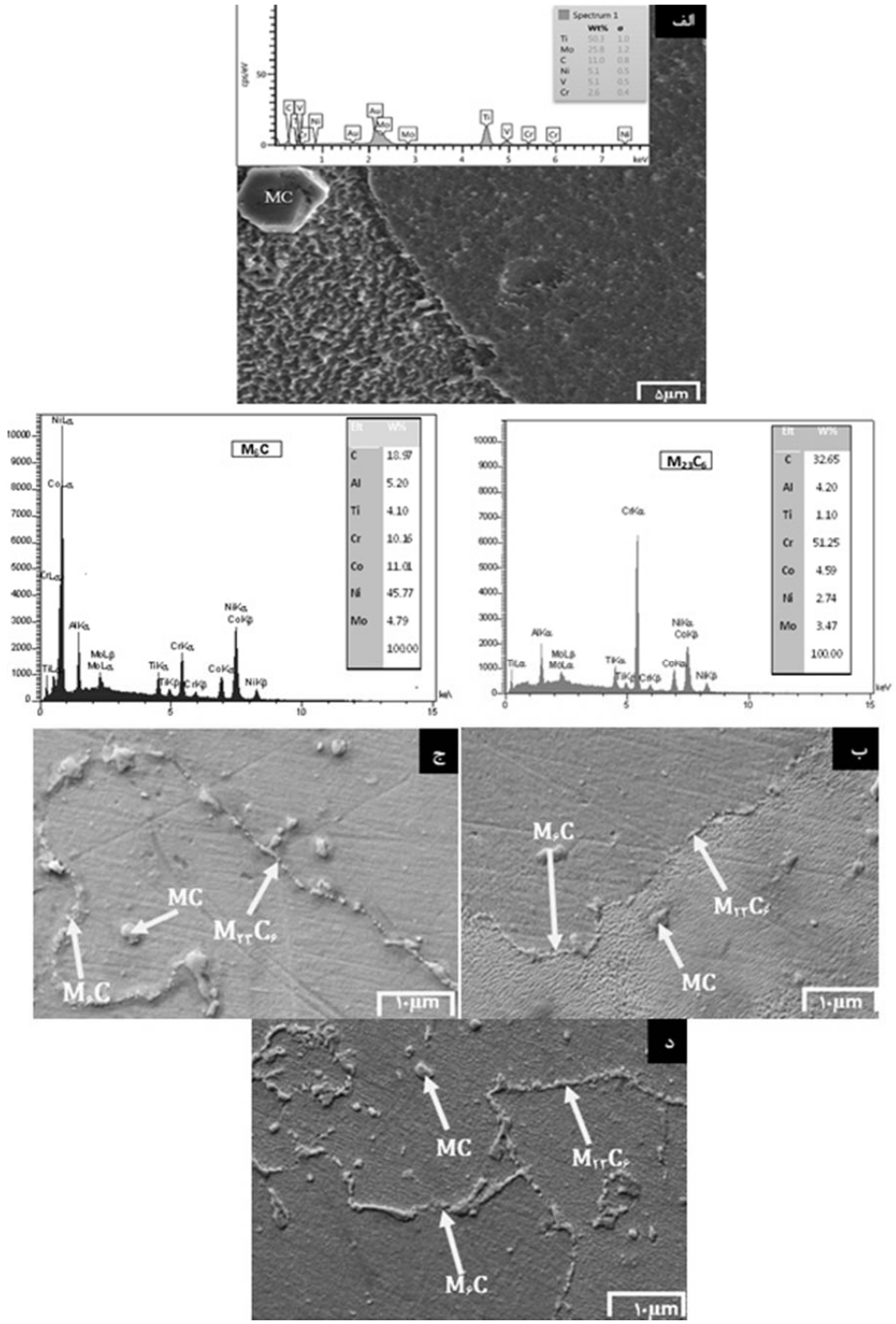
درصد و اندازه آنها 20±420 نانومتر است. شکل (۲) نمودار کسر حجمی (۲-الف) و اندازه قطر رسوبات (۲- ب) را در حالت ریختگی و عملیات حرارتی مختلف نشان می‌دهد. بدلیل انجماد غیرتعادلی، این فاز مورفولوژی و کسر حجمی مناسب ندارد. γ' اولیه در حین انجماد ایجاد شده و تحت تاثیر نحوه سرمایش از مذاب است. در سرمایش تعادلی بدلیل فرصت بیشتر برای نفوذ، کسر حجمی γ' افزایش و مورفولوژی این فاز به سمت مکعبی کامل که بهترین نوع مورفولوژی برای این فاز رسوبی در سوپرآلیاژها است، پیش می‌رود [11]. شکل (۲- ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل، نمونه قبل از پیرسازی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت انحلال جزئی شده است. اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه مکعبی به ترتیب برابر 10±460 نانومتر و ۳±۳۵ درصد است. با مقایسه این مقادیر با مقادیر حالت ریختگی می‌توان ملاحظه کرد که اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه، به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. با انجام این سیکل عملیات حرارتی مورفولوژی γ'های اولیه اندکی تغییر پیدا کرده و در مقایسه با حالت ریختگی منظم‌تر شده ولی به مورفولوژی مطلوب نرسیده است. دلیل نرسیدن کسر حجمی γ' های اولیه به حداکثر مقدار خود در طی این سیکل عملیات حرارتی، احتمالاً به عدم توانایی زمان و دمای این سیکل برای از بین بردن جدایش‌های ناشی از انجماد و توزیع یکنواخت عناصر در زمینه، مرتبط می‌باشد. بر اساس منابع [7]، سیکل عملیات انحلالی جزئی برای پایدارسازی و فراهم کردن شرایط برای ایجاد رسوب γ' اولیه با مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی مناسب در مرحله پیرسازی انجام می‌شود. درشت شدن ذرات γ' اولیه در این سیکل عملیات حرارتی، برطبق تئوری LSW(Lifshitz-Slyozov-Wagner) صورت می‌پذیرد ($r^3-r_0^3 = kt$). در این رابطه r نشان دهنده اندازه متوسط ذرات پس از عملیات پیرسازی، r_0 اندازه متوسط ذرات قبل از پیرسازی، t زمان پیرسازی و k نشان دهنده ثابت سرعت رشد می‌باشد. شکل (۲-ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی ۲ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل عملیات آنیل انحلالی به صورت انحلال کامل انجام گرفته است. همانطور که ملاحظه می‌شود γ'های مکعبی شکل اولیه، مورفولوژی مکعبی خود را از دست داده و شکل کروی به خود گرفته است. این γ'های کروی با اندازه متوسط 20±475 نانومتر و کسر حجمی ۳±۳۸ درصد در این نمونه توزیع شده‌اند. در طی سرد شدن از دماهای بالای انحلال فاز γ'، اندازه γ' اولیه افزایش یافته و به دلیل بزرگ شدن این ذرات و کاهش جدایش‌های ناشی از ریختگی در طی این سیکل عملیات حرارتی، کسر حجمی ذرات نسبت به سیکل‌های قبل افزایش یافته است. مورفولوژی مناسب برای رسوبات فاز γ' اولیه در طی این سیکل حاصل نشد ولی کسر حجمی این فاز افزایش قابل توجهی حدود ۱۳ درصد، نسبت به حالت ریختگی دارد. شکل (۳) تشکیل مناطق عاری از رسوب در کنار مرزدانه‌ها را پس از انجام این سیکل عملیات حرارتی نشان می‌دهد. در مراجع [12] ذکر شده است، تغییرات غلظت اتم‌های حل‌شونده درون این نواحی زیاد نیست و دلیل تشکیل این چنین مناطقی، عدم جوانه‌زنی فاز رسوبی در این نواحی است، زیرا برای جوانه‌زنی باید غلظت محل‌های خالی از اتم از یک فرا اشباع بحرانی بیشتر باشد و به جز این حالت، هسته‌گذاری انجام نمی-شود. پهنای این ناحیه به وسیله غلظت محل‌های خالی از اتم تعیین می‌شود. از دیگر دلایل تشکیل این نواحی رسوب کاربیدهای $M_{23}C_6$ در مرزدانه‌ها می‌باشد. شکل (۱-د) مورفولوژی رسوبات γ' اولیه نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی٤ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل نمونه تحت هر دو فرآیند آنیل انحلال کامل و جزئی قرار گرفت. اندازه این رسوبات ۱۰±٤۷۰ نانومتر و کسر حجمی ۳±۴۵ درصد

می‌باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه در این حالت با حالت ریختگی می‌توان نتیجه گرفت که درصد حجمی حدود ۸۰ درصد و اندازه این رسوبات حدود ۵۰ نانومتر افزایش یافته است. همانطورکه مشاهده می‌شود مورفولوژی رسوبات γ' اولیه به صورت کاملا مکعبی منظم در آمده که این مورفولوژی بهترین ریزساختار موجود برای سوپرآلیاژ IN100 است؛ چراکه در سوپرآلیاژهای پایه نیکل عمده استحکام از طریق ذرات رسوبی γ' و بر هم‌کنش آنها با نابجایی‌ها حاصل خواهد شد [13]. بر مبنای این تئوری؛ مهمترین عامل در استحکام، مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه فاز رسوبی می‌باشد که هرچه مورفولوژی به سمت مکعبی شدن برود و درصد حجمی آن افزایش یابد، استحکام در دمای بالا بیشتر می‌شود [4]. دلیل مکعبی کامل و افزایش کسر حجمی این فاز نسبت به سایر نمونه‌ها می‌تواند به این صورت مطرح گردد که با انجام سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل، جدایش ناشی از ریختگی از بین رفته و در هنگام سیکل عملیات انحلال جزئی، پایدارسازی و ایجاد شرایط مناسب برای دستیابی به مورفولوژی و کسر حجمی مناسب γ' در عملیات پیرسازی حاصل می‌گردد.

تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر کاربیدها. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار کاربیدها در نمونه ریختگی و نمونه‌هایی که سیکل عملیات حرارتی جدول ۲ را طی کرده‌اند، در شکل(٤) ارائه شده است. شکل (٤-الف) مورفولوژی کاربیدMC را در نمونه ریختگی نشان می‌دهد. در آنالیز EDS این کاربید ملاحظه می‌شود این کاربید غنی از عناصری مانند Ti و Mo می‌باشد. در نمونه ریختگی کاربید MC تنها در داخل زمینه مشاهده می‌شود و در مرزدانه‌ها به دلیل انجماد سریع، فرصت برای تشکیل این رسوب وجود ندارد [13]. به دلیل اینکه کاربیدهای مرزدانه‌ای در طی عملیات حرارتی یا کارکرد قطعه به وجود می‌آید، بنابراین در نمونه ریختگی مشاهده نمی‌شوند. شکل (٤-ب) مورفولوژی کاربیدها و آنالیز EDS آنها را پس از طی سیکل ۱ جدول (۲) نشان می‌دهد. مورفولوژی و آنالیز EDS بیانگر این است که کاربیدها شامل کاربیدهایMC،$M_{23}C_6$ و M_6C می‌باشد. همانگونه که مشاهده می‌شود دمای آنیل انحلال جزئی در مورفولوژی کاربیدهای MC تغییر زیادی ایجاد نمی‌کند چون دما و زمان این سیکل (دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت) توانایی این کارکرد را ندارد. هدف از انحلال جزئی قبل از مرحله پیرسازی بر روی کاربیدها توسعه بیشتر کاربیدهای مرزدانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C به وسیله تجزیه بیشتر کاربید MC می‌باشد [14].



شکل ۳ نمودار تغییرات الف)کسر حجمی و ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی



شکل٤ مورفولوژی فاز کاربیدهای مختلف و آنالیز EDS الف) نمونه ریختگی؛ ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی

مطالعات [15] نشان می‌دهد کاربیدهای $M_{23}C_6$ در طی سیکل عملیات حرارتی تشکیل می‌شوند و بیشتر تمایل به حضور در آلیاژهای با Cr بالا همانند IN100 دارند. این کاربیدها بیشتر در طول سیکل‌های عملیات حرارتی

پیرسازی تشکیل می‌گردند. در حین عملیات حرارتی یا سرویس‌دهی این سوپرآلیاژ در محدوده دمایی ۷۶۰ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد کاربیدهای MC تجزیه شده و باعث ایجاد کربن می‌شوند. این کربن تجزیه شده (و گاهی کربن حل شده در زمینه) می‌تواند باعث ایجاد این نوع کاربید گردد. عنصر اصلی که جانشین M می‌شود کروم می‌باشد. کاربیدهای M_6C در طی عملیات حرارتی در آلیاژهای با میزان Mo نسبتاً بالا تشکیل می‌شوند. همچنین کاربیدهای M_6C در اثر تجزیه MC نیز تشکیل می‌شوند. عناصر Cr، Ni، Co و Mo می‌توانند جایگزین M در این نوع کاربید شوند. این کاربیدها در دمای بالاتری (۸۱۵ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد) نسبت به کاربیدهای $M_{23}C_6$ تشکیل می‌شود [15]. دلیل تشکیل این نوع کاربید می‌تواند به دما و زمان نسبتا بالا در سیکل عملیات حرارتی پیرسازی باز گردد. مکانیزم تشکیل این رسوبات در روابط (۱ و ۲) مشاهده می‌شود [4].

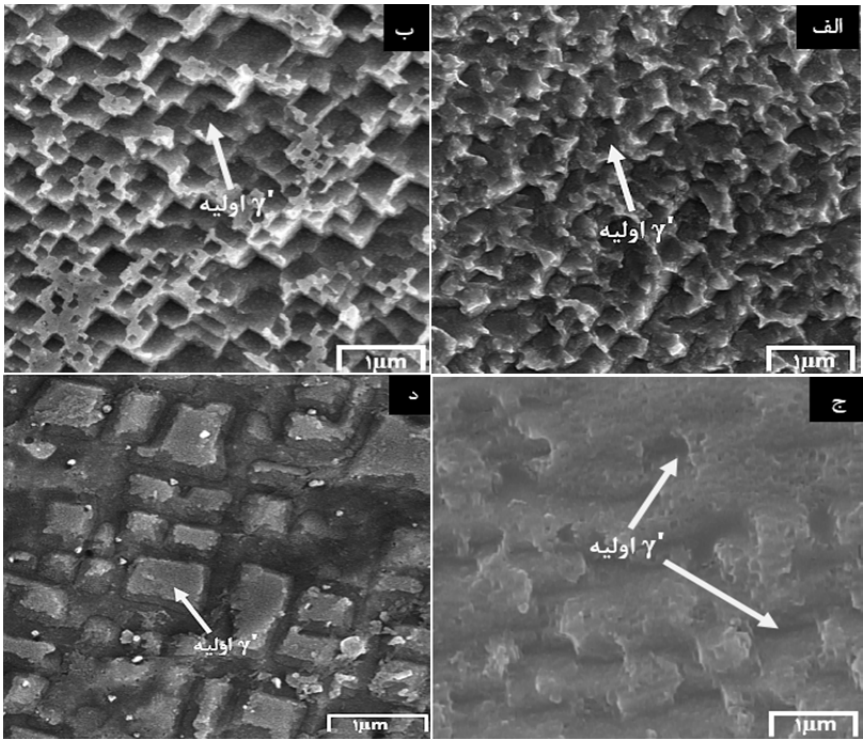
$$MC+\gamma= M_{23}C_6 \text{ or } M_6C + [\gamma' 1] \quad (1)$$

$$(Ti,Mo)C+(Ni,Cr,Al,Ti) \text{ From } \gamma = Cr_{21}Mo_2C_6 \text{ or} Mo_2(Ni,Co)_3C+Ni_3(Al,Ti) \quad (2)$$

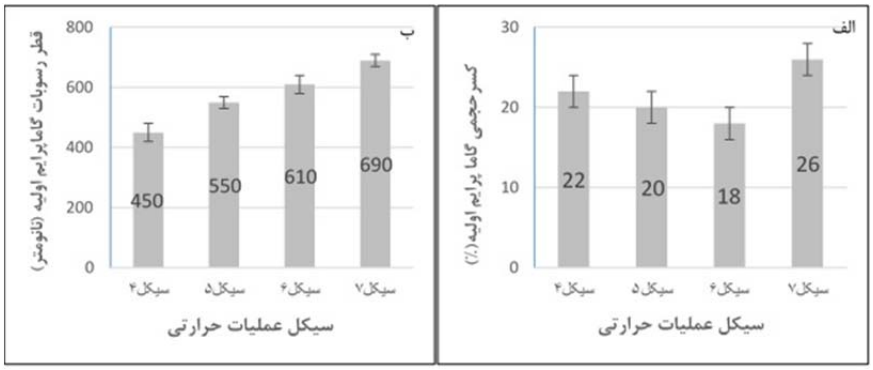
شکل (٤-ج) مورفولوژی کاربید MC را پس از طی سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی سیکل ۲ جدول (۲)، نشان می‌دهد. دمای بالای عملیات حرارتی انحلال کامل باعث حل شدن گسترده کاربیدها و فازهای سخت در زمینه می‌شود. کاربیدهای MC که این سیکل عملیات حرارتی را طی کرده‌اند، شکل کروی به خود خواهند گرفت که نسبت به حالت بلوکی شکلی که در ریزساختار ریختگی دارند، تمرکز تنش بسیار کمتری را در ریزساختار ایجاد می‌کنند. شکل (٤)-دمورفولوژی کاربیدها را پس از طی سیکل عملیات حرارتی ٤ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود همانند سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی، در این سیکل نیز مورفولوژی کاربیدهای MC در مقایسه با حالت ریختگی شکل (٦-الف)، مورفولوژی کروی را به دست آورده که مورفولوژی مناسب برای این نوع کاربید است. همچنین با انجام این سیکل عملیات حرارتی کاربیدهای مرزدانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C به صورت منقطع در ریزساختار بوجود می‌آیند. مکانیزم تشکیل این نوع کاربیدها مشابه با آنچه در نمونه انحلال جزیی همراه با پیرسازی توضیح داده شد، تجزیه کاربیدهای MC و غنی شدن نواحی اطراف مرز دانه‌ها از عناصر تشکیل دهنده کاربیدها و فاز رسوبی γ' می‌باشد [4].

تاثیر دمای انحلال بر رسوبات اولیه γ'. شکل (۵) مورفولوژی γ' های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دماهای مختلف نشان می‌دهد. شکل (۱-الف) مورفولوژی γ' های اولیه را پس از طی سیکل ٤ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱٦۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت، γ' های اولیه شکل مکعبی ریزساختار ریختگی خود را از دست داده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. بر اساس منابع [4]، دمای انحلال فاز γ' در ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکلی IN100، حدود ۱۲۰۸ درجه سانتیگراد می‌باشد. با توجه به اینکه دمای ۱۱٦۰ درجه سانتیگراد کمتر از دمای انحلال کامل برای فاز رسوبی است، بنابراین این دما توانایی انحلال این فاز را نداشته و تنها بر مورفولوژی و اندازه این فاز اثرگذار است. با انجام این سیکل اندازه این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۳۰ نانومتر افزایش می یابد. تغییرات اندازه و کسر حجمی γ' های اولیه پس از عملیات در دماهای مختلف جدول (۲)، در شکل (٦) نمایش داده است.شکل (۵- ب) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل ۵ جدول ۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود در این سیکل، با افزایش دمای انحلالی بخش‌هایی از γ'های اولیه به طور جزیی حل شده ولی مورفولوژی آنها به صورت مکعبی باقی مانده است. در مرجع [23] برای

این دما که نزدیک به دمای انحلال کامل فاز γ' است؛ انحلال جزئی فاز γ' اولیه ذکر شده است. در این سیکل اندازه و کسر حجمی γ'های اولیه به ترتیب برابر با ۵۵۰±۲۰ نانومتر و ۲±۲۰ درصد می‌باشد. بنابراین، با مقایسه این سیکل با حالت ریختگی مشاهده می‌شود اندازه رسوبات در حدود ۱۳۰ نانومتر افزایش و درصد حجمی آنها حدود ۵٪ کاهش یافته است. مطالعات [16] نشان می‌دهد هنگامی که دمای انحلال پایین انتخاب شود خواص خستگی بهتری به دست می‌آید در حالی که دمای انحلال بالا، خواص خزشی و گسیختگی دما بالای بهتری را به همراه خواهد داشت. با این وجود باید به ایجاد توازن بین این خواص و خواص دیگری چون مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون، نیز در انتخاب روند عملیات حرارتی توجه کرد.



شکل۵ مورفولوژی رسوبات اولیه γ' پس از عملیات انحلالی در دمای الف)۱۱۶۰؛ ب)۱۱۸۵؛ ج)۱۲۱۰؛ د)۱۲۳۵ درجه سانتیگراد



شکل ٦ نمودار تغییرات الف)کسر حجمی و ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی

شکل (۵-ج) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت سیکل ٦ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود γ'های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ٤٥٪ افزایش یافته است. با انجام این سیکل، اندازه و کسر حجمی γ'های اولیه به ترتیب برابر با ۳۰±٦۱۰ نانومتر و ۱۸±۲ درصد می باشد. با انجام این عملیات انتظار می‌رود که کل رسوب‌های γ'های مکعبی اولیه ریزساختار ریختگی در زمینه حل شوند ولی همانطور که در شکل (۵-ج) مشاهده می‌شود مقدار مشخصی از این رسوبات در ریزساختار حضور دارند. مطالعه‌ای که توسط صفری و ناطق [7] روی سوپرآلیاژ Rene80 انجام شده است نشان می‌دهد که مقدار γ'های مکعبی حل نشده در عملیات انحلالی در دمای حدود ۱۲۰٤ درجه سانتیگراد، در حدود ۲۵-۲۰ درصد می‌باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات اولیه با مقادیر مربوط به سیکل های انحلالی ۱۱٦۰و ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد مشاهده می‌شود با افزایش دمای انحلالی تا دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، اندازه γ'های اولیه افزایش و درصد حجمی آنها کاهش یافته است (شکل ٦). شکل (۵-د) مورفولوژی γ'های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۳۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل۷ جدول ۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود γ'های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ٦٤٪ افزایش یافته است. برخلاف سیکل‌های انحلالی ۱۱٦۰، ۱۱۸۵ و۱۲۱۰ درجه سانتیگراد که با افزایش دما درصد حجمی γ'های اولیه کاهش پیدا می‌کند در این حالت درصد حجمی رسوبات اولیه افزایش و به مقدار۲± ۲٦ درصد می‌رسد (شکل ٦). به نظر می‌رسد به دلیل دمای بالای عملیات انحلالی،اندازه رسوبات درشت γ' اولیه به میزان زیادی رشد کرده و پس از سرد شدن در هوا، باعث افزایش درصد حجمی این رسوبات شده است. مطالعات [17] نشان می دهدبه دلیل درشت شدن و ناپایداری این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی، خواص کششی دما محیط آلیاژ در این حالت نسبت به حالت ریختگی کاهش می‌یابد.

همانطور که ملاحظه شد ریزساختار مناسب برای سوپرآلیاژ IN100 زمانی حاصل شد که هر دو سیکل عملیات انحلال کامل و جزئی قبل از پیرسازی بر روی نمونه‌ها انجام شد. در این سیکل کسر حجمی γ'های اولیه به حدود ٤٥٪ رسیده است که در مقایسه با سایر سیکل‌های انحلالی و پیرسازی بیشترین مقدار می‌باشد. همچنین در این سیکل رسوبات اولیه γ' به شکل مکعبی منظم در ریزساختار توزیع می‌شوند. با انجام این سیکل کاربیدهای مرز دانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C با مورفولوژی و اندازه مناسب در مرزدانه‌ها تشکیل شده و مورفولوژی کاربیدهای MC از نظر ایجاد تمرکز تنش بهبود یافته‌اند. همچنین در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ' اولیه را به همراه دارد.

نتیجه‌گیری

۱- انجام عملیات انحلال کامل در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت و سرد شدن در هوا به همراه عملیات انحلال جزیی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ ساعت و سرد شدن در هوا و سپس انجام عملیات پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت باعث خواهد شد که کسر حجمی γ'های اولیه در مقایسه با نمونه ریختگی در حدود ۸۰٪ افزایش یابد. در این سیکل اندازه γ'های اولیه تیز در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۵۰ نانومتر افزایش می‌یابد.

۲- انجام عملیات انحلال کامل به همراه انحلال جزیی قبل از عملیات پیرسازی باعث خواهد شد که رسوبات γ' اولیه به صورت مکعبی منظم در

ریزساختار ایجاد شوند. در این سیکل مورفولوژی کاربیدهای MC از حالت بلوکی ریزساختار ریختگی خارج شده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. همچنین در این سیکل کاربیدهای مرز دانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C با مورفولوژی و اندازه مناسب در مرزدانه‌ها بوجود می‌آیند.

۳- در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز γ' انتخاب شد، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، ریزساختار مناسب از نظر اندازه، مورفولوژی و کسر حجمی فاز γ' را ایجاد کرد. در این دما اندازه و کسر حجمی γ'های اولیه به ترتیب برابر ۳۰±۶۱۰ نانومتر و۲±۱۸ درصد می‌باشد که در مقایسه با حالت ریختگی اندازه آنها در حدود ٤٥٪ افزایش و کسر حجمی آنها نیز در حدود ۷٪ کاهش یافته است.

٤- با افزایش دمای انحلالی تا دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، اندازه γ'های اولیه افزایش و کسر حجمی آنها کاهش می‌یابد. با افزایش بیشتر دما تا دمای ۱۲۳۵ درجه سانتیگراد، اندازه γ'های اولیه مجدداً افزایش می یابد ولی کسر حجمی آنها در مقایسه با سایر نمونه های انحلالی افزایش و به مقدار ۲± ۲٦ درصد خواهد رسید.

مراجع

1. Reed R.C., "The selection of materials for high-temperature applications", The Superalloys Fundamentals and Applications. New York, Cambridge University Press, ch.1, sec.3, pp.14-28, (2006).
2. Doherty B.H, Piearcey B.J., "Tensile and Creep Properties of the Nickle-Base Superalloy IN100", *ActaMettallurgica*, Vol. 239, pp.1209-15, (1967).
3. Jin W., Li T., Yin G., "Research on IN100 superalloy ingots", *Science and Technology of Advanced Materials*, pp.1–4, (2008).
4. Jovanovic M.T., Tadic S., "Influence of High Temperature Exposure on the Microstructure and Creep Resistance of IN100 Superalloy", *Materials characterization*, Vol. 30, pp. 3-12, (1993).
5. R.J. Mitchell, M. Preuss , S.Tinand M.C. Hardy .The influence of cooling rate from temperatures above the γ' solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 473, pp.158–165, (2008).
6. W.E.Voice and R.G.Faulkner. Carbide Stability in Nimonic 80A. Metal. *Trans. A*, vol. 16, pp. 511-20, (1985).
7. Safari J., Nategh S., "On the heat treatment of Rene80 nickel-base superalloy", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 176, pp. 240-50, (2006).
8. Sajjadi S.A., Zebarjad S.M., Guthrie R.I., Isac M., "Microstructure evolution of high-performance Ni-Base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.175, pp. 376-81, (2006).
9. Sajjadi S.A., Nategh S., Guthery R.I., "The Study of Microstructure and Mechanical Properties of High Performance Ni-base Superalloy GTD111", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 325,

pp.484–489, (2002).

10. Yang C., Xu Y., Nie H., Xiao X., Jia G., Shen Z., “Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Rene 80”, *Materials and Design*, Vol. 43, pp.66-73, (2013).
11. Heilmaier M., Leetz U., Reppich B., “Order strengthening in the cast nickel-based superalloy IN100 at room temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 319–321, pp. 375-378, (2001).
12. Miura N., Kondo Y., Kubushiro K., Takahashi S., “Change in microstructure at grain boundaries with creep deformation polycrystalline nickel-based superalloy IN100 at 1273 °K”, *Advanced Materials Research*, Vol. 278, pp. 132-37, (2011).
13. Kozar R.W., Suzuki A., Milligan W.W., Schirra J.J., Savage M.F., Pollock T.M., “Strengthening Mechanisms in Polycrystalline Multimodal Nickel-Base Superalloys”, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol. 40A, pp. 1588-1603, (2009).
14. SoaresAzevedo e Silva P.R., Baldan R., Nunes C.A., CarvalhoCoelhoa G., Matos da Silva Costa A., “Solution heat-treatment of Nb-modified MAR-M247 superalloy”, *Materials Characterization*, Vol. 75, pp. 214-19, (2013).
15. Metals Handbook, “Wrougth and P/M superalloys", *Properties and characteristics of Nonferrous Metals. ASM*, Vol.1, 10th ed., pp. 950-985.

۱۶. سجادی. س.ع. "تاثیر پارامترهای عملیات حرارتی روی ریزساختار و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111"، چهارمین کنگره انجمن مهندسین متالورژی ایران، دانشگاه تهران، ۱۳۷۹.

17. Rahmani Kh., Nategh S., "Low cycle fatigue mechanism of Rene 80 at high temperature-high strain", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 494, pp. 385–390, (2008).

اثر آلومینیم بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد پرمنگنز آستنیتی Fe-18Mn-0.6C *

سعید مجیدی[۱] شهرام خیراندیش[۲] مجید عباسی[۳]

چکیده

در این مقاله اثر افزودن ۲/۳ درصد وزنی آلومینیم بر تغییرات ریزساختار و خواص کششی فولاد پرمنگنز آستنیتی با ترکیب Fe-18Mn-0.6C بررسی شد. به این منظور، نمونه‌ها به صورت شمش به روش ریخته‌گری دقیق تولید شدند و پس از همگن‌سازی، نورد گرم انجام‌شد. آزمون کشش در دمای محیط انجام شد. همچنین مطالعات میکروسکوپی به وسیله میکروسکپ‌های نوری و الکترونی روبشی روی ریزساختار و سطوح شکست انجام شد. نتایج نشان داد که آلومینیم سبب بزرگ‌تر شدن دانه‌های آستنیت می‌شود. همچنین افزودن ۲/۳ درصد وزنی آلومینیم باعث افزایش استحکام تسلیم و تغییر طول مومسان، کاهش حد نهایی کشش شده و پدیده دندانه‌ای‌شدن حین تغییرشکل مومسان را حذف می‌کند.

واژه‌های کلیدی فولاد TWIP؛ آلومینیم؛ انرژی نقص در چیده‌شدن؛ دوقلویی مکانیکی.

Effect of Aluminum Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of High Manganese Austenitic Steel Fe-18Mn-0.6C

S. Majidi S. Kheirandish M. Abbasi

Abstract

In this research, the effect of 2.3 wt.% aluminum addition on the microstructure and tensile properties of high manganese austenitic steel Fe-18Mn-0.6C was studied. For this purpose, the samples were investment cast, homogenized and hot rolled. Tensile testing was carried out at ambient temperature. Microstructural investigations and fractography on the steel samples were carried out using an optical microscope and a scanning electron microscope. The results showed that the aluminum addition increases the austenite grain size. In addition, 2.3 wt.% aluminum addition increases the yield strength and plastic strain, decreases the ultimate tensile strength and eliminates the serrated flow during plastic deformation.

Key words TWIP Steel; Aluminum; Stacking Fault Energy; Mechanical Twinning**.**

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۱/۲۶ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۴/۷/۷ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه علم و صنعت ایران

(۲) استاد دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه علم و صنعت ایران

(۳) نویسنده مسئول: : استادیار گروه مهندسی مواد دانشگاه صنعتی نوشیروانی بابل. kheirandish@iust.ac.ir

DOI: 10.22067/ma.v28i1.32351

مقدمه

آلیاژسازی فولادهای آستنیتی منگنزی با آلومینیم و توسعه سیستم Fe-Mn-Al-C موضوع نسبتاً جدیدی است. طی سال‌های اخیر محققان متعددی مباحث مربوط به استحاله‌های فازی، رفتار تغییرشکل مومسان، کارسختی و سایش ترکیبات مختلفی از این سیستم آلیاژی را مورد بررسی قرار دادند [8-1]. در این بین می‌توان به تحقیقات ورکامن و همکاران [9] اشاره کرد که رفتار نورد سرد آلیاژ Fe–30Mn–3Al–3Si را بررسی کردند. ژونگ و همکاران [2] بررسی‌های ریزساختاری و تغییرشکل‌مومسان در فولاد پرمنگنز آلیاژشده با آلومینیم را دنبال کردند. همچنین عباسی و همکاران [4,5] اثر آلومینیم بر ریزساختار، خواص مکانیکی و رفتار سایشی فولاد هادفیلد (آلیاژ متداول آستنیتی منگنزی) را بررسی‌کردند. کاندیک و همکاران [7] رفتار کارسختی در تک‌بلور فولاد هادفیلد آلیاژشده با آلومینیم را مورد بررسی قرار داد.

فولادهای آستنیتی پرمنگنز به واسطه‌ی توان کارسختی و استحکام بالا به همراه چقرمگی و انعطاف‌پذیری بسیار خوب شناخته شده هستند. این مجموعه خواص بالا سبب شده تا از این فولادها در صنایع اتومبیل‌سازی برای ساخت قطعات شکل‌دهی پرسی مانند بدنه اتومبیل برای جذب انرژی هنگام تصادف مورد استفاده قرار گیرند[10-8]. خواص مکانیکی منحصر به فرد این فولادها ناشی از سازوکارهای متعدد تغییرشکل مومسان و کارسختی آنها نظیر استحاله ناشی از تغییرشکل مومسان (Transformation Induced Plasticity - TRIP)، دوقلویی ناشی از تغییرشکل مومسان (Twinning Induced Plasticity - TWIP) و پیرسازی کرنشی دینامیکی (Dynamic Strain Aging, DSA) است. در این فولادها مقدار پایین انرژی نقص در چیده‌شدن (Stacking Fault Energy - SFE) سبب شده است تا دو سازوکار TWIP و TRIP در تغییرشکل پلاستیک و سازوکار DSA در کارسختی نقش مؤثرتری نسبت به لغزش و برهمکنش نابجایی‌ها داشته باشند [7,9,11].

مقدار انرژی نقص در چیده‌شدن وابسته به ترکیب شیمیایی و دما است؛ به عنوان مثال آلیاژسازی با آلومینیم باعث افزایش انرژی نقص در چیده‌شدن می‌شود که این امر باعث تغییر مکانیزم تغییرشکل از استحاله فازی به دوقلویی مکانیکی و از دوقلویی مکانیکی به لغزش نابجایی می‌شود. افزودن آلومینیم به این فولادها، تنش لازم برای لغزش نابجایی‌ها را افزایش داده و در نتیجه سبب افزایش استحکام تسلیم و نرخ کارسختی در کرنش‌های پایین می‌شود [14-12] در مقابل، افزودن آلومینیم با کاهش اکتیویته کربن، سبب تضعیف پیرسازی کرنشی دینامیکی [17-12] و کاهش استحکام کششی و کاهش نرخ کارسختی در کرنش‌های بالا می‌شود [4,14].

در این تحقیق سعی شده با تکیه بر ریزساختار نمونه‌ها قبل و بعد از آزمایش کشش، به بررسی و تحلیل تغییر خواص مکانیکی در اثر افزودن آلومینیم به این فولاد پرمنگنز کربن متوسط پرداخته شود.

روش تحقیق

عملیات ذوب و آلیاژسازی با استفاده از کوره القایی با فرکانس بالا و حداکثر ظرفیت ۱۰۰کیلوگرم انجام شد. پس از ذوب‌ریزی در قالب سرامیکی، شمش‌هایی با ابعاد ۳×٦×١٤ بدست آمد. در جدول (۱) ترکیب شیمیایی و انرژی نقص در چیده‌شدن محاسباتی آلیاژها ارائه شده است. انرژی نقص انباشتگی بر اساس ترکیب شیمیایی و رابطه (۱) محاسبه شده است [13,18].

$$\gamma_{sf} = 20 - 259x_{Fe} + 21x_{Mn} - 24595x_C + 297x_{Al} - 90x_{Si} - 466\frac{X_{Fe}.X_{Mn}}{X_{Fe}+X_{Mn}} + 2550\frac{X_{Fe}.X_C}{X_{Fe}+X_C} + 3323\frac{X_{Fe}.X_{Al}}{X_{Fe}+X_{Al}} + 107\frac{X_{Fe}.X_{Si}}{X_{Fe}+X_{Si}} \quad (1)$$

که X_{Fe}، X_{Mn}، X_{Al}، X_C و X_{Si} کسر مولی عناصر مختلف در آلیاژ می‌باشند.

برای یکنواخت‌سازی ریزساختار و از بین‌بردن

جدایش عناصر آلیاژی در بلوک‌های ریختگی، عملیات حرارتی هموژن‌سازی در دمای ۱۱۰۰ °C به مدت ۲ ساعت انجام شد و سپس نمونه‌ها در هوا سرد شدند[19]. از یک دستگاه نورد آزمایشگاهی با قطر غلطک ۲۰۰ میلیمتر برای عملیات شکل‌دهی استفاده شد. به این منظور شمش‌ها مجدد تا دمای ۱۲۰۰ °C به مدت ۳۰ دقیقه آستنیته و طی ۵ مرحله نورد، ضخامت از ۳۰ به ٤ میلیمتر کاهش داده شد. تغییر ضخامت ورق در مراحل مختلف نورد در جدول (۲) ارائه شده است. پس از نورد، ورق‌ها در دمای ۱۱۰۰ °C به مدت ۱۰ دقیقه هم‌دما شده و سپس در آب سریع سرد شدند[20]. نمونه‌های آزمایش کشش طبق استاندارد ASTM-E8 [21] با طول سنجه ۲۵ میلیمتر با استفاده از برش با سیم (وایرکات) تهیه شدند. برای آزمون کشش از دستگاه کشش مدل QUASAR 600 ساخت شرکت GALDABINI با ظرفیت ۵۰ تن و سرعت کرنش ۱ میلیمتر بر دقیقه استفاده شد. هر آزمایش کشش با سه بار تکرار صورت گرفت. برای متالوگرافی از نمونه‌ها در دو مرحله قبل و بعد از کشش نمونه‌برداری شد. پس از سنباده‌زنی تا سنباده ۲۵۰۰ و پولیش با آلومینای ۱میکرومتر، نمونه‌ها در دو مرحله اچ (حکاکی) شدند. در مرحله اول به مدت چندثانیه در محلول ۲٪ نایتال قرار داده شدند و پس از شستشو با الکل، به‌طور کامل خشک شدند و در مرحله بعد در محلول ۱۰ درصدحجمی هیدروکلریک‌اسید در اتانول برای از بین‌بردن لایه زردرنگ (ایجاد شده پس از حکاکی با محلول نایتال) و نیز افزایش وضوح مرزدانه‌ها و مرزهای دوقلویی به مدت چند ثانیه قرار داده شدند و سپس شسته و خشک شدند[22]. برای مطالعات ریزساختاری و شکست‌نگاری از میکروسکپ نوری MEIJI مدل MA۳۲٦ و میکروسکپ الکترونی روبشی Roventec Vega II XMU مدل Tescan با ولتاژ ۳۰ کیلوولت استفاده شد. بررسی‌های ریزساختاری روی نمونه‌های کشش در ۱۰ میلیمتر زیر سطح شکست انجام شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی نمونه‌ها و انرژی نقص در چیده شدن محاسبه‌شده طبق معادلات ترمودینامیکی

نمونه	مقدار عنصر بر حسب درصد وزنی				SFE mj/m^2
	Mn	C	Al	Fe*	
بدون‌آلومینیم	۱۸/۱۲	۰/٦۲	۰/۰۱	بقیه	۲۱/۷
آلومینیم‌دار	۱۸/۰٤	۰/٦٤	۲/۳۲	بقیه	۳٤/۳
*مقدار Si : ۰/۵ درصد وزنی و مجموع سایر عناصر ناخالصی: کمتر از ۰/۱ درصد وزنی					

جدول ۲ تغییر ضخامت شمش‌ها طی هر مرحله نورد (ضخامت اولیه: ۳۰ میلیمتر)

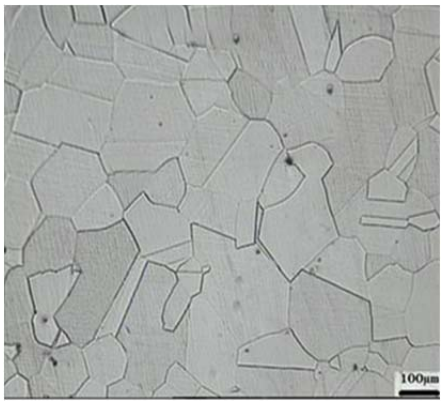
مرحله	۱	۲	۳	٤	۵
ضخامت (میلیمتر)	۲٤	۱۸	۱۲	۷	٤

نتایج و بحث

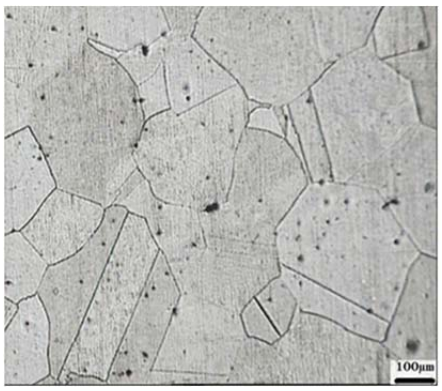
مشاهدات میکروسکپی بعد از نورد گرم. شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ نوری از ورق‌های نورد گرم شده قبل از آزمایش کشش را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که ریزساختار شامل دانه‌های همگن آستینت است که در برخی از دانه‌ها، دوقلوهای حرارتی (خطوط مستقیم و موازی) نیز مشاهده می‌شود. در نمونه آلومینیم‌دار، ناخالصی و آخال‌های غیرفلزی بیشتری مشاهده می‌شود که می‌تواند به علت حضور آلومینیم باشد. در شکل (۲) نمودار اندازه دانه دو نمونه بدون آلومینیم و آلومینیم‌دار نمایش داده شده است. مشاهده می‌شود که افزودن ۲/۳ درصد وزنی آلومینیم، قطر متوسط دانه را از ۹۷ به ۱٤۸ میکرومتر افزایش می‌دهد.

انرژی نقص در چیده‌شدن پایین این فولادها باعث ایجاد دوقلویی های مکانیکی حین تغییر شکل می‌شود [7]، محل برخورد دوقلویی‌های مکانیکی با مرزدانه‌ها و دوقلویی‌های دیگر، می‌تواند محل مناسبی برای جوانه‌زنی و رشد دانه های تبلور مجددیافته حین و بعد از عملیات نورد باشد[۲۳]، افزایش انرژی نقص در چیده شدن بر اثر افزودن آلومینیم سبب کاهش چگالی

دوقلویی‌های مکانیکی حین عملیات نورد گرم می‌شود و در نتیجه کاهش مناطق جوانه‌زنی دانه‌ها حین و پس از عملیات نورد و افزایش اندازه دانه را در پی دارد.

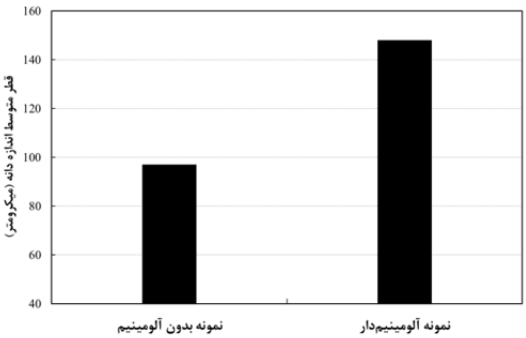


(الف)



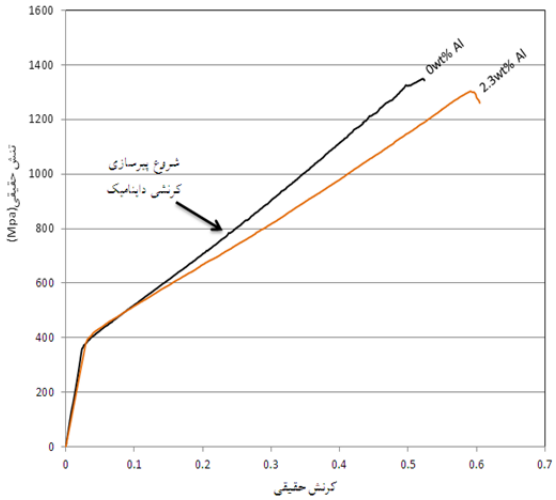
(ب)

شکل ۱ تصویر میکروسکپ نوری قبل از آزمایش کشش نمونه: الف)بدون آلومینیم ب)آلومینیم‌دار



شکل ۲ اندازه متوسط دانه برای دو نمونه ورق نورد گرم‌شده بدون‌آلومینیم و آلومینیم‌دار

بررسی خواص کششی. در شکل (۳) نتایج آزمایش کشش به صورت منحنی تنش-کرنش حقیقی ارائه شده است. مشاهده می‌شود که منحنی مربوط به نمونه بدون آلومینیم در کرنش حقیقی حدود ۰/۲۷ شروع به دندانه‌ای شدن (کنگره‌ای شدن) کرده و تا انتهای فرایند کشش این رفتار ادامه دارد و در پایان تقریباً بدون افت در منحنی، شکست اتفاق افتاده است. درحالی‌که برای منحنی نمونه آلومینیم‌دار، رفتار دندانه‌ای بسیار تضعیف شده و قابل شناسایی در منحنی‌های کشش نیست. همچنین در مراحل شکست، کمی افت استحکام نیز مشاهده شده است.



شکل ۳ نمودار تنش-کرنش حقیقی برای دو نمونه بدون آلومینیم و آلومینیم‌دار

ایجاد منحنی دندانه‌ای و پیرسازی کرنشی دینامیکی در این دسته از فولادها ناشی از نفوذ اتم‌های کربن در هسته نابجایی‌ها و جلوگیری از حرکت نابجایی‌ها و برهم‌کنش جفت‌های Mn-C با نابجایی‌ها است [17,24]. به عبارت دیگر، دندانه‌دار شدن نمودار تنش-کرنش زمانی اتفاق می‌افتد که اتم محلول قابلیت حرکت در هسته نابجایی را دارد ولی در شبکه کریستالی این قابلیت را ندارد. وقوع این پدیده تابعی از غلظت عناصر محلول، نرخ کرنش، میزان کرنش و دما است [2,25]. افزایش آلومینیم سبب کاهش فعالیت و نفوذ اتم‌های کربن در هسته نابجایی می‌شود. بنابراین

اتم‌های کربن در نمونه با ۲/۳٪ آلومینیم کمتر می‌توانند در حرکت نابجایی‌ها مشکل ایجاد کنند و بنابراین تضعیف رفتار دندانه‌ای را به همراه دارد [17,26,27].

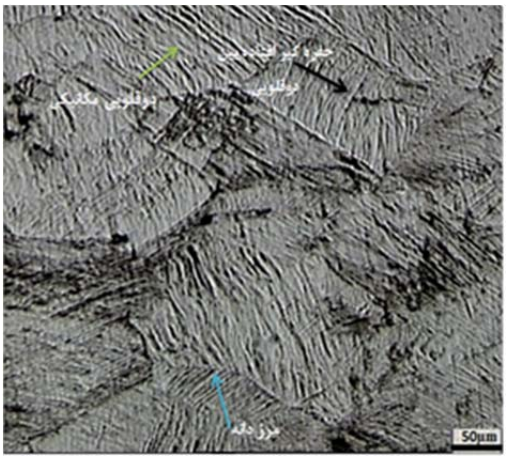
با توجه به شکل (۳)، افزودن ۲/۳درصد وزنی آلومینیم سبب افزایش تنش تسلیم از ۳٦٦ به ٤۰٥ مگاپاسکال و افزایش حداکثر کرنش حقیقی از ۰/۵۲ به ۰/٥٤ و کاهش حد نهایی کشش از ۱۳۵۰ به ۱۳۰۰ مگاپاسکال شده است. افزایش استحکام تسلیم با افزودن آلومینیم می‌تواند ناشی از استحکام‌بخشی محلول جامد و افزایش نیروی لازم برای لغزش نابجایی باشد [4]. اما تغییرات حدنهایی کشش و حداکثر کرنش حقیقی را می‌توان به برهم‌کنش‌های دوقلویی شدن، لغزش نابجایی‌ها و پدیده پیرسازی کرنشی دینامیکی مرتبط دانست که با تصاویر میکروسکپی بعد از کشش از نمونه‌ها قابل مشاهده است. البته وجود منحنی دندانه‌ای در انتهای منحنی تنش-کرنش حقیقی و شکست ناگهانی (بدون گلویی‌شدن) می‌تواند تا حدودی گویای این حقیقت باشد که فرایند پیرسازی کرنشی دینامیکی سبب کاهش میزان تغییر طول در نمونه بدون آلومینیم نسبت به نمونه آلومینیم‌دار شده است و در نتیجه شکست در کرنش کمتر مشاهده می‌شود.

بررسی ریزساختار بعد از شکست نمونه کشش. شکل‌های (٤) و (٥) تصاویر میکروسکپ نوری و الکترونی روبشی از زیر سطح شکست نمونه کشش به ترتیب برای دو آلیاژ بدون آلومینیم و با آلومینیم را نشان می‌دهند. در این تصاویر، خطوط نشان دهنده تغییرشکل در اثر دوقلویی است که در ابعاد بسیار ریز و کمتر از یک میکرومتر می‌توانند ایجاد شوند. به عبارت دیگر، کرنش دوقلویی از سازوکار اصلی تغییرشکل در این دو آلیاژ است که به صورت میکرودوقلویی قابل تشخیص است [1,12].

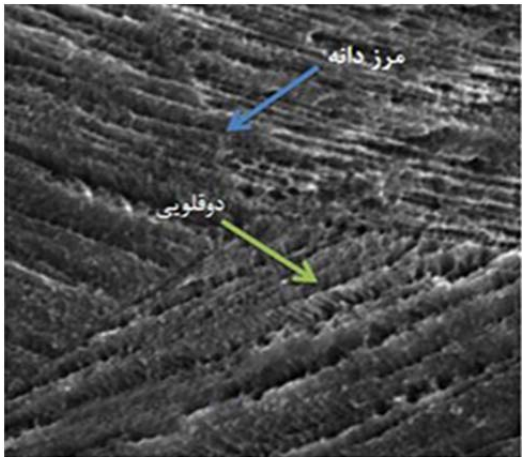
با افزودن آلومینیم، چگالی دوقلویی‌های مکانیکی کاهش یافته و در نتیجه فاصله بین آنها افزایش یافته است. می‌توان گفت با افزودن آلومینیم بدلیل افزایش انرژی نقص در چیده شدن، جدول (۱)، لغزش متقاطع نابجایی‌ها افزایش یافته و تنش لازم برای تشکیل دوقلویی افزایش می‌یابد و ایجاد دوقلویی‌های مکانیکی سخت‌تر می‌شود [7,28,29].

کاهش میزان دوقلویی‌های مکانیکی و افزایش فاصله بین آنها سبب شده که مسیر آزاد برای حرکت نابجایی‌ها افزایش یابد. به علاوه، افزایش انرژی نقص در چیده‌شدن باعث آسان شدن لغزش متقاطع نابجایی‌ها از موانع حرکت آنها می‌شود [۳۱،۳۰]. سهولت در لغزش متقاطع و کاهش چگالی و افزایش فاصله دوقلویی‌های مکانیکی، سبب شده که نابجایی‌ها بتوانند با اعمال تنش کمتری حرکت کرده و کاهش حد نهایی کشش را به همراه داشته باشد. علاوه بر این، عدم نفوذ اتم‌های کربن و حذف پیرسازی کرنشی با افزودن آلومینیم نیز می‌تواند یکی از دلایل کاهش حد نهایی کشش باشد[۱,7,4 17،۳۱،۳۰].

در شکل (٤-ب) حفرات بسیار ریز زیادی در نزدیکی مرزهای دوقلویی دیده می‌شوند، این حفرات در شکل (٥-ب) حذف شده‌اند. حفرات ریز بین دوقلویی‌ها می‌توانند ناشی از عیوب نقطه‌ای باشند که بر اثر پیرسازی کرنشی دینامیکی (DSA)، حین عملیات کشش ایجاد می‌شوند [۳۱،۱۷،٤]. تشکیل زوج های Mn-C و برهم‌کنش آن‌ها با نابجایی‌ها می‌تواند باعث جوانه‌زنی حفرات نانومتری شود و از به هم پیوستن این حفرات، حفرات میکرومتری ،که در شکل (٤ -ب) دیده می‌شود؛ ایجاد شود[4]. به نظر می‌رسد چگالی بالای این حفرات و به هم پیوستن آنها، در شکست آلیاژ بدون آلومینیم تأثیر بسزایی داشته باشد که در بخش بعد به بررسی آن پرداخته خواهد شد.

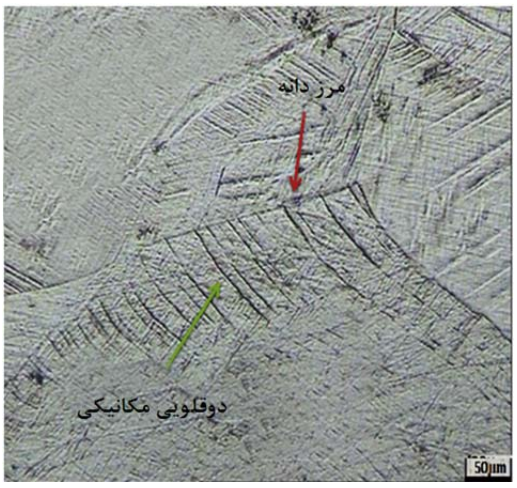


(الف)

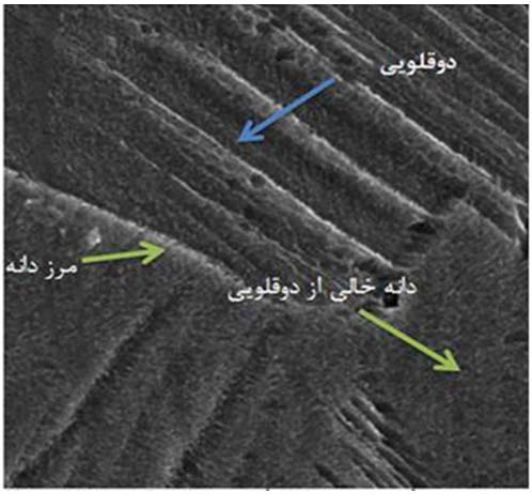


(ب)

شکل ٤ الف) تصویر میکروسکپ نوری ب) تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی از زیر سطح شکست نمونه کشش آلیاژ بدون آلومینیم



(الف)

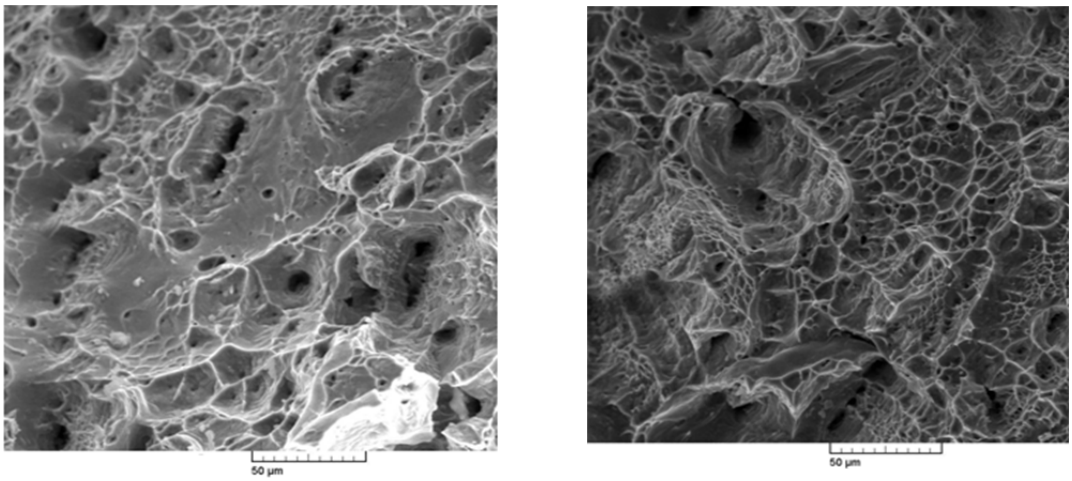


(ب)

شکل ۵ الف)تصویر میکروسکپ نوری ب)تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی از زیر سطح شکست نمونه کشش آلیاژ آلومینیم‌دار

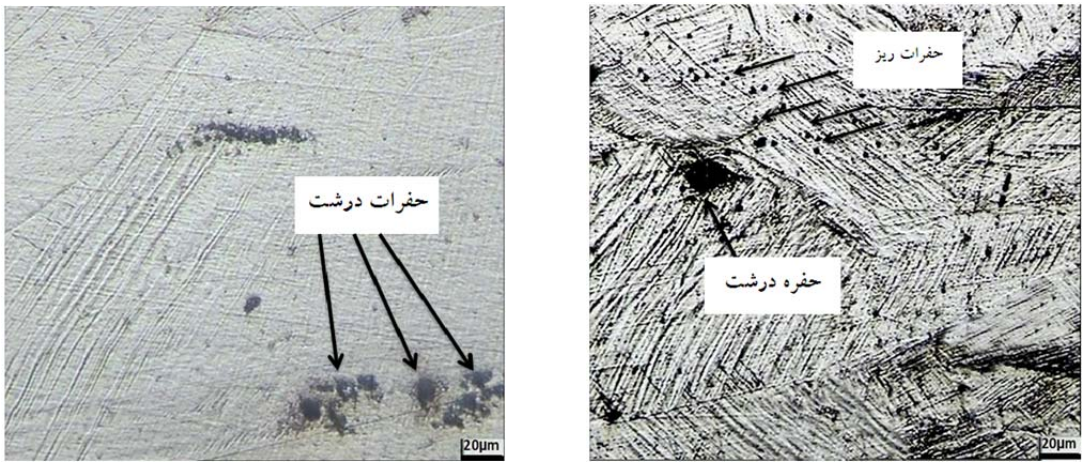
بررسی سطح شکست. در شکل (٦)، تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی از سطح شکست نمونه‌های بدون آلومینیم و آلومینیم‌دار مشاهده می‌شود. وجود حفرات ریز و درشت در تصاویر سطح شکست نشانگر شکست بسیار نرم [٢٣،٤] در هر دو نمونه است. در شکل (٦-الف) برای نمونه بدون آلومینیم در سطح شکست، حفرات درشتی (دیمپل‌های اولیه) دیده می‌شود که اطراف آنها حفرات ریزتری (دیمپل‌های ثانویه) وجود دارد.

رسوبات حل نشده و یا آخال‌های غیرفلزی می‌توانند محل مناسبی برای جوانه‌زنی حفرات درشت (دیمپل‌های اولیه) باشند [12,15]. در مقابل، وجود حفرات ریز (دیمپل‌های ثانویه) در فضای بین دیمپل‌های اولیه نشان می‌دهد که این فضا با مکانیزم برش شکسته نمی‌شود، بلکه دیمپل‌های ثانویه‌ای تشکیل می‌شود که شکست را بسیار نرم می‌کند.



(ب) (الف)

شکل ٦ تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی از سطح شکست نمونه: الف) بدون آلومینیم و ب) نمونه آلومینیم‌دار



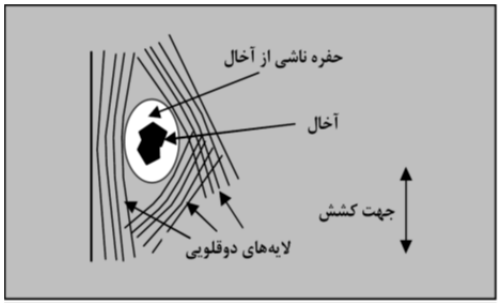
(ب) (الف)

شکل ۷ تصویر میکروسکپ نوری از زیر سطح شکست در نمونه: الف) بدون آلومینیم و ب) آلومینیم‌دار

بررسی‌های محققان قبلی نشان داده است که پدیده پیرسازی کرنشی دینامیکی و برهمکنش مرزهای دوقلویی‌ها عامل اصلی تشکیل این دیمپل‌های ثانویه هستند[٤،٣١]. در تصویر سطح شکست نمونه آلومینیم‌دار شکل (٦-ب)، تعداد حفرات ریز کمتر شده و حفرات درشت بیشتری دیده می‌شود که به علت تضعیف پدیده پیرسازی کرنشی دینامیکی است. بنابراین، مطابق شکل (۳)، حذف یا تضعیف پدیده پیرسازی کرنشی دینامیکی در آلیاژ آلومینیم‌دار از یک طرف سبب کاهش استحکام شده و از طرف دیگر، با کاهش موانع در برابر لغزش نابجایی‌ها، کرنش مومسان کل را افزایش داده است.

شکل (۷) تصاویر میکروسکوپی از نشانه‌های تغییرشکل پلاستیک در زیر سطح شکست را برای دو آلیاژ نشان می‌دهد. در شکل (۷-الف) حفرات ریز (کمتر از یک میکرومتری) متعددی وجود دارد که نسبت به نمونه آلومینیم‌دار در شکل (۷-ب)، قابل توجه است. به وضوح مطابق شکل (۷-ب)، حفرات

در مناطق با چگالی کمتر و یا خالی از دوقلویی، فرصت رشد پیدا کردند و در هم ادغام شده و حفره درشت‌تر ایجاد شده است. از سوی دیگر، در شکل (۷-الف) مشاهده می‌شود که ایجاد کرنش دوقلویی‌ها از رشد حفرات ریز و به هم پیوستن آن‌ها جلوگیری می‌کند. در واقع به علت تمرکز تنش زیاد اطراف حفره‌ها، کرنش دوقلویی در اطراف حفره فعال می‌شود و بنابراین این دوقلویی‌ها مانع رشد حفره می‌شوند. این پدیده به صورت نمادین در شکل (۸) نشان داده شده است. پس می‌توان نتیجه گرفت که کرنش‌های دوقلویی‌ها از رشد حفرات جلوگیری می‌کنند [٤، ۳۰].



شکل ۸ تصویر نمادین از نقش دوقلویی‌ها در جلوگیری از رشد حفره ناشی از یک آخال[۳۰]

نتیجه‌گیری

۱. افزودن ۲/۳ درصد وزنی آلومینیم به فولاد آستنیتی Fe-17Mn-0.6C سبب افزایش اندازه دانه از ۹۷ به ۱٤۸ میکرومتر بعد از نورد گرم می‌شود.
۲. افزودن ۲/۳درصد وزنی آلومینیم سبب افزایش تنش تسلیم از ۳٦٦ به ٤۰۵ مگاپاسکال و افزایش حداکثر کرنش حقیقی از ۰/۵۲ به ۰/۵٤ و کاهش حد نهایی کشش از ۱۳۵۰ به ۱۳۰۰ مگاپاسکال می‌شود.
۳. افزودن آلومینیم باعث حذف منحنی دندانه‌ای حین آزمون کشش می‌شود.
٤. شکست‌نگاری سطوح شکست و بررسی‌های میکروسکوپی نشان داد که مرز لایه‌های دوقلویی موانعی برای رشد حفره‌هایی (دیمپل‌هایی) هستند که از فازهای ثانویه یا آخال‌ها تشکیل می‌شوند.

تشکر و قدردانی

از مدیران و کارکنان محترم شرکت ریخته‌گری دقیق ساری به خصوص حمایت‌های ارزشمند آقایان مهندس اسلامی و مهندس قلی‌نژاد، صمیمانه تشکر و قدردانی می‌شود.

مراجع

1. Wu Z.Q., Ding H., An X.H., Han D., Liao, X.Z., "Influence of Al content on the strain-hardening behavior of aged low density Fe–Mn–Al–C steels with high Al content", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 639, No. 15, pp. 187-191, (2015).
2. Zhang L., Song R., Zhao C., Yang F., "Work hardening behavior involving the substructural evolution of an austenite–ferrite Fe–Mn–Al–C steel", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 640, No. 29, pp. 225-234, (2015).
3. Yang F., Song R., Li Y., Sun T., Wang, K., "Tensile deformation of low density duplex Fe–Mn–Al–C steel", *Materials & Design*, Vol. 76, No. 5, pp. 32-39, (2015).
4. Abbasi M., Kheirandish Sh., Kharrazi Y., Hejazi, J., "The fracture and plastic deformation of aluminum alloyed Hadfield steels" , *Materials Science and Engineering A*, Vol. 513–514, No. 72–76, (2009).
5. Abbasi M., Kheirandish Sh., Kharrazi Y., Hejazi J., "On the comparison of the abrasive wear behavior of aluminum alloyed and standard Hadfield steels", *Wear*, Vol. 268, No. 1–2, 4, pp. 202-207, (2010).

6. Medvedeva N.I., Park M.S., Van-Aken D.C., Medvedeva J.E., "First-principles study of Mn, Al and C distribution and their effect on stacking fault energies in FCC Fe", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 582, No. 5, pp.475-482, (2014).
7. Canadinc D., Sehitoglu H., Maier H.J., Chumlyakov Y.I., "Strain hardening behavior of aluminum alloyed Hadfield steel single crystals", *Acta Materialia*, Vol. 53, pp. 1831-1842, (2005).
8. Bouaziz O., Allain S., Scott C., "Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels", *Scripta Materialia*, Vol. 58, pp.484-487, (2008).
9. Vercammen S., Blanpain B., De-Cooman B.C., Wollants P., "Cold rolling behavior of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning", *Acta Materialia*, Vol. 52, pp. 2005-2012, (2004).
10. Jeong J.S., Woob W., Oh K.H., Kwon S.K., Koo Y.M., "In situ neutron diffraction study of the microstructure and tensile deformation behavior in Al-added high manganese austenitic steels", *Acta Materialia*, Vol. 60, pp. 2290–2299, (2012).
11. Gebhardt Th., Music D., Kossmann D., Ekholm M., Abrikosov A., Vitos L., "Elastic properties of FCC Fe–Mn–X (X=Al, Si) alloys studied by theory and experiment", *Acta Materialia*, Vol. 59, pp. 3145–3155, (2011).
12. Jin J.E., Lee Y.K., "Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel", *Acta Materialia*, Vol. 60, pp.1680–1688, (2012).
13. Dumaya A., Chateau J.P., Allain S., Migot S., Bouaziz O., "Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel" , *Materials Science and Engineering A*, Vol. 483–484, pp.184–187, (2008)
14. Grassel O., Kruger L., Frommeyer G., Meyer L.W., "High strength Fe-Mn-(Al,Si) TRIP/TWIP steels development properties application", *International Journal of Plasticity*, Vol.16, pp.1391-1409, (2000).
15. Hamada A.S., Karjalainen L.P., Somani M.C., "The influence of aluminum on hot deformation behavior and tensile properties of high-Mn TWIP steels", *Material Science and Engineering A*, Vol. 467, pp. 114-124, (2007).
16. Yoo J.D., Hwang S.W., Park K.T., "Factors influencing the tensile behavior of a Fe–28Mn–9Al–0.8C steel", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 508, pp. 234–240, (2009).
17. Koyama M., Sawaguchi T., Lee T., Lee C.S., Tsuzaki K., "Work hardening associated with ε-martensitic transformation, deformation twinning and dynamic strain aging in Fe–17Mn–0.6C and Fe–17Mn–0.8C TWIP steels", *Materials Science and Engineering* A, Vol. 528, pp.7310–7316, (2011).
18. Allain S., Chateau J.P., Bouaziz O., Migot S., Guelton N., "Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys", *Materials Science and*

Engineering A, Vol. 387–389, pp. 158–162, (2004).

19. ASM Handbook, Vol. 1, "Properties and Selection Irons, Steel, and High Performance Alloy", (2005).
20. Razavi Gh.R., Ansaripour A., Monajatizadeh H., Toroghinejad M.R., "An investigation on full annealing temperature and annealing twins density in Fe-33Mn-3Si-2Al high-manganese steel", *Journal of Advanced Materials and Processing*, Vol. 1, pp. 3-9, (2012).
21. ASTM E8M-04, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]", *ASTM International*, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States, (2004).
22. ASM Handbook, Vol. 9, "Metallography and Microstructures", Austenitic Manganese Steel Castings, (2004).

۲۳. رید–هیل ر.ای.، عباسچیان ر.، ترجمه صالحی م.ت.، عبداله‌پور ح.، حسینی‌نسب ف.، "اصول متالورژی فیزیکی"، ویرایش سوم، مرکز انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، (۱۳۸٦).

24. Almeida L.H., May I., Emygdio P.R.O., "Mechanistic modeling of dynamic strain aging in austenitic stainless steels", *Material characterization*, Vol. 41, pp. 137-150, (1998).
25. Hong S.G., Lee S.B., "Mechanism of dynamic strain aging and characterization of its effect on the low-cycle fatigue behavior in type 316L stainless steel", *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 340, pp. 307–314, (2005)
26. Owen W.S., Grujicic M., "Strain aging of austenitic Hadfield manganese steel", *Acta Material*., Vol. 47, pp. 111-126, (1999).
27. Shun S., Wan C.M., Byrne J.G., "Serrated flow in austenitic Fe-Mn-Al-C alloys", *Scripta Metallurgica*, Vol. 25, pp. 1769-1774, (1991).
28. Meyers M.A., Vohringer O., Lubarda V.A., "The onset of twinning metals: A constitutive description", *Acta Material*, Vol. 49, pp. 4025-4039, (2001).
29. Shun T., Wan C.M., Byrne J.G., "A study of work hardening in austenitic Fe-Mn-Al-C alloys" , *Acta Material*, Vol. 40, pp. 3407-3412, (1992).

۳۰. عباسی م.،" بررسی تاثیر آلومینیم بر ساختار و خواص مکانیکی فولادهای آستنیتی منگنزی"، رساله دکتری، دانشگاه علم و صنعت ایران، (۱۳۸۸).

۳۱. عباسی م.، حجازی ج.، خیراندیش ش.، خرازی ی.، "ارتباط بین کرنش دوقلویی و پدیده چروکیدگی سطحی در تغییر شکل مومسان فولاد آستنیتی منگنزی"، نشریه مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد، سال ۲۵، شماره ۲ بهار و تابستان ص ۱–۱۲، (۱۳۹۳).

بررسی اثر متقابل سختی، ناخالصی و ریز ساختار بر رفتار خستگی فولاد*

سمیرا مرتضائی[۱] علیرضا مشرقی[۲]

چکیده

در این تحقیق فولادهای آلیاژی با سختی‌های متفاوت مورد آزمایش خستگی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که حد خستگی با افزایش سختی تا ۴۰۰ ویکرز افزایش و در مقادیر بیش از ۴۰۰ ویکرز دچار افت می‌گردد. مشاهدات سطح شکست نمونه‌های فوق توسط میکروسکوپ الکترونی رویشی نشان داد که در اکثر نمونه‌ها، ناخالصی‌های غیر فلزی منشأ شروع شکست خستگی می‌باشند. با پیش‌بینی شدت تنش آستانه Δk_{th} و مطابقت آن با مشاهدات میکروسکوپ الکترونی رویشی ناشی از سطح شکست نهایی و مقایسه با حد خستگی فولاد، می‌توان توجیه مناسبی بر تأثیر سختی زمینه بر رفتار خستگی فولاد و رابطه ای بین آن دو ارائه کرد.

واژه‌های کلیدی استحکام خستگی، ناخالصی‌های غیر فلزی، ضریب شدت تنش.

The Effect of Interaction Between Hardness, Inclusion and Microstructures on the Fatigue Behavior of Steel

S. Mortezaei A.R. Mashreghi

Abstract

In this study, the fatigue behavior of alloy steels with different hardness values was tested. Results showed that the fatigue limit increases by the increment of hardness up to 400 Vickers whereas it drops when the hardness value exceeds 400 Vickers. Fractographic observations using scanning electron microscopy revealed non-metallic inclusions as the dominant fatigue crack initiation sites. By predicting the threshold stress intensity, with the aid of scanning electron microscope observations of the fracture surface and comparing the fatigue limit of the steels, the appropriate effect of hardness on the fatigue behavior of the steel can be presented. Finally, simple and accurate models were proposed for the estimation of the fatigue limit by means of hardness.

Key words Fatigue Strength, Non-metallic inclusion, Stress intensity factor.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۲/۱۰ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/۵/۵ به دفتر نشریه رسیده است

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد

(۲) نویسنده مسئول: دانشیار دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.amashreghi@yazd.ac.ir

DOI:10.22067/ma.v28i1.32874.

مقدمه

در تمام فولادهای آلیاژی، حضور ناخالصی‌های غیر فلزی از نگرانی‌های فولادسازان و قطعه‌سازان به شمار می‌رود. این ناخالصی‌ها در فرآیند فولادسازی تشکیل شده و اکثر آن‌ها دارای ترکیبات اکسیدی و سولفیدی می‌باشند. یکی از عمده‌ترین دلایل تخریب و شکست قطعات صنعتی که در معرض بارگذاری‌های دینامیکی قرار دارند، خستگی است. نظر به اینکه علت تقریباً تمام شکست‌های خستگی جوانه زنی ترک از محل‌های دارای تمرکز تنش می‌باشد، لذا ناخالصی‌ها که منشأ تمرکز تنش در قطعات هستند، بر روی استحکام خستگی تأثیر چشمگیری دارند. عوامل بسیاری سبب خستگی فلز می‌شوند و ارزیابی رفتار خستگی با استفاده از اطلاعات محدود تقریباً غیر ممکن است. بدست آوردن یک روش مناسب برای پیش بینی حد خستگی (σ_w) در حضور این ناخالصی‌ها، یک نیاز طولانی مدت برای مهندسین مختلف بوده است. منحنی S–N که ارتباط بین تنش اعمالی و تعداد سیکل‌هایی که منجر به شکست می‌شود را نشان می‌دهد، توسط داده‌های آزمایشگاهی بدست آمده و رفتار خستگی مواد را پیشبینی می‌کند. رسم چنین نمودارهایی با وجود اینکه بسیار مفید می‌باشد اما به علت گرانی و زمان بر بودن، در صنعت کاربرد محدودی دارند. خستگی فلزات، تحت تأثیر پارامترهای مختلفی از جمله ساختار ماده، تنش تسلیم (σ_y)، تنش کششی نهایی (σ_u)، اندازه دانه، ناخالصی‌های فلزی و غیر فلزی، زبری سطح، ترک، سختی ماده و... قرار می‌گیرد [6-1]. در سال‌های گذشته ارتباط‌های تجربی بسیاری میان استحکام کششی نهایی و یا سختی با حد خستگی پیشنهاد شده‌اند، برای مثال، موراکامی دو رابطه یکی برای تخمین حداقل مقدار و دیگری برای تعیین حداکثر مقدار استحکام خستگی پیش‌بینی کرده است. زمانی که فلزات بدون نقص هستند، حداکثر مقدار حد خستگی را می‌توان با معادله (۱) برای سختی کمتر از ٤۰۰ ویکرز (H_V<400) ارزیابی نمود [1].

$$\sigma_{wm} = 1.6H_V \qquad (۱)$$

حداقل استحکام خستگی زمانی است که شکست خستگی ناشی از عیب یا ناخالصی غیر فلزی باشد. موراکامی و همکارانش یک روش مفید و ساده که بر اساس دو کمیت اساسی بنا شده، برای پیش‌بینی σ_w ارائه کردند. این کمیت‌های اساسی، سختی ویکرز که بیانگر استحکام فولاد و$\sqrt{area}$ (area، بزرگترین مساحت تصویر شده عیب عمود بر محور تنش اعمالی) که بیانگر پارامتر هندسی نقص می‌باشد، هستند. پیش‌بینی حداقل حد خستگی توسط معادله پیشنهادی موراکامی را می‌توان چنین بیان نمود [5]:

$$\sigma_{wd} = \frac{1.41(H_V+120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \qquad (۲)$$

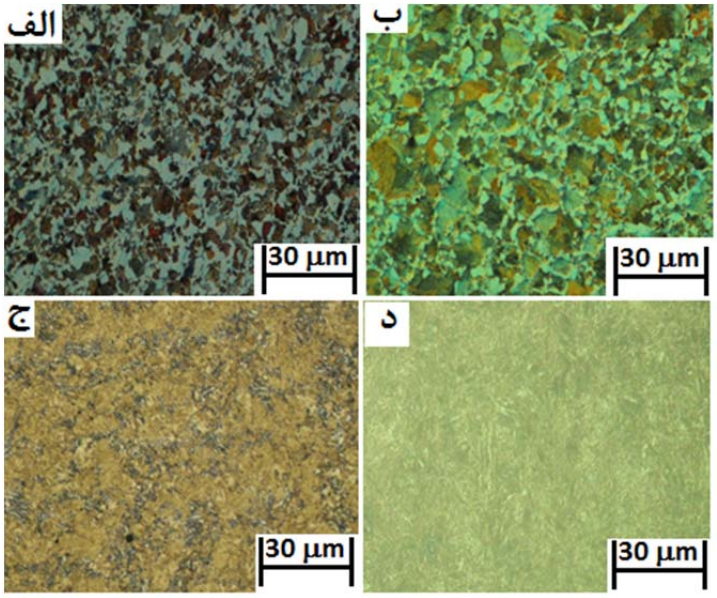
معادلات (۱) و (۲) که توسط موراکامی پیشنهاد شده محدوده‌ای از حد خستگی، از بیشترین مقدار برای قطعه بدون عیب تا کمترین مقدار که برای قطعه دارای نقص است، را به ما می‌دهد. تاکنون روش مشخصی برای برآورد دقیق حد خستگی فولاد با توجه به تأثیر ناخالصی غیرفلزی به عنوان عامل اصلی شکست خستگی با استفاده از سختی ویکرز گزارش نشده است و تنها کاسگراند و همکارانش در سال‌های اخیر در این زمینه کار کردند [6]. آنها نیز از فرمول (۲) موراکامی برای پیش‌بینی حد خستگی استفاده کردند ولی برای جایگزینی $\sqrt{area}$ فرمول جدیدی ارائه دادند که در نهایت فاکتورهای حساسیت ریزساختار به ترک، ناخالصی و زبری سطح را در نظر نگرفته‌اند. بنابراین، در این مقاله سعی شده است روشی جدید، ساده و نسبتاً دقیق برای تخمین حد خستگی با استفاده از سختی ویکرز با توجه به تأثیر ناخالصی غیرفلزی و زبری سطح ارائه شود. با توجه به اینکه ناخالصی‌های غیرفلزی عامل اصلی شکست در فولادهای آلیاژی می‌باشند، بنابراین پیدا کردن روشی مناسب برای تعیین اندازه بحرانی ناخالصی برای استفاده در صنعت فولادسازی یکی دیگر از اهداف این تحقیق می‌باشد.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق جهت انجام آزمایشات خستگی، نمونه‌های استاندارد خستگی از چهار نوع فولاد تجاری 1.7218، 1.7176، 1.1302، 1.1186 DIN مطابق با استاندارد DIN 50113 تهیه شد. هر فولاد به منظور دست‌یابی به سختی‌های مختلف، تحت یک سیکل عملیات حرارتی خاص قرار گرفت. در جدول (۱) این سیکل‌ها به صورت خلاصه آورده شده است. نمونه‌های حاصل از سیکل‌های مختلف بعد از عملیات حرارتی، تحت بررسی ریزساختاری و خواص مکانیکی خستگی قرار گرفتند. برای مشاهده ریزساختار، نمونه‌های متالوگرافی ابتدا با استفاده از تکنیک‌های متداول پولیش، آماده و مشاهدات ریزساختاری توسط میکروسکوپ نوری انجام شد. کسر حجمی فازهای هر ریزساختار توسط نرم افزار آنالیز تصویر (Clemex) تعیین گردید. آزمون خستگی با استفاده از دستگاه آزمون خستگی از نوع چرخشی-خمشی با فرکانس ۹۷ هرتز (۵۸۰۰ دور بر دقیقه) و نسبت تنشی R= -۱ در دمای محیط انجام گردید. آزمایش‌ها تا زمانی که نمونه بشکند یا $۱۰^۷$ سیکل تنش را تحمل کند، ادامه یافتند. حداقل ٤ آزمون سختی بر روی نمونه‌های عملیات حرارتی شده در هر گروه انجام شد که مقدار متوسط آن گزارش شده است. همچنین به منظور تعیین اندازه و محل ناخالصی غیرفلزی، عامل شکست خستگی و نیز برای تعیین چگونگی شکست نهایی، سطوح مختلف شکست بوسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفتند.

جدول۱ فرآیند عملیات حرارتی و سختی فولادهای مورد مطالعه

فولاد (DIN)	دمای آستنیته(°C)- محیط سرد کردن- زمان آستنیته(دقیقه)	دمای تمپر کردن(°C)	سختی(H_V)
1.1186	نورد گرم	-	۱۹۵
1.1302	هوا-۱۲۰۰	-	۲۹۷
1.7218	روغن گرم-۸۵۰-۳۰	٤۰۰	۳۹۲
1.7176	روغن گرم-۸۷۰-۵۵	٤۲۰	۵۵۳

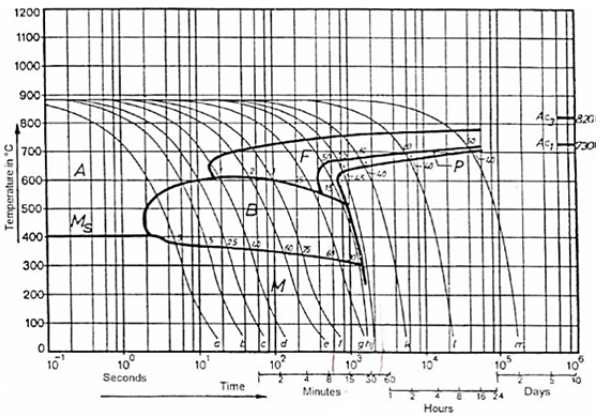


شکل۱ تصاویر میکروسکوپی ریزساختار فولادهای الف)1.1186 ب)1.1302 ج)1.7218 د)1.7176

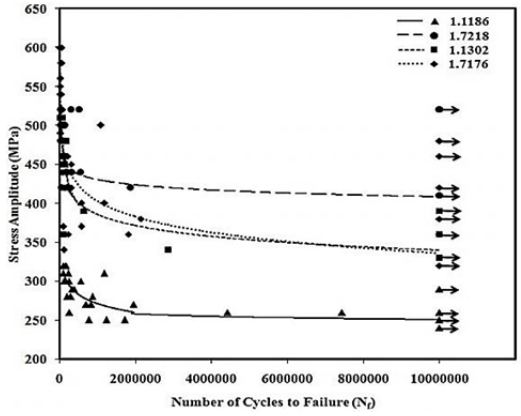
نتایج و بحث

مشاهدات ریز ساختاری. ساختار میکروسکوپی فولادهای مورد آزمایش در شکل (۱) آورده شده است. فولاد 1.1186 ساختار فریتی-پرلیتی نسبتاً ریزی دارد که مناطق روشن حاوی ٤٠ درصد فاز فریت و بقیه که مناطق تیره می‌باشد، حاوی فاز پرلیت است. فولاد 1.1302 با ساختار فریتی-پرلیتی نسبتاً درشت با مناطق روشن حاوی۳۰ درصد فاز فریت و بقیه مناطق که تیره رنگ است، پرلیت می‌باشد. فولاد 1.7218 شامل ۸ درصد فاز سفید رنگ فریت، ۳۲ درصد فاز تیره رنگ بینیت و بقیه مارتنزیت تمپر شده می‌باشد. در نهایت ساختار فولاد 1.7176 کاملاً مارتنزیت تمپر شده است. فولاد 1.1186 و 1.1302 هر دو ساختار فریتی-پرلیتی دارند، اما به دلیل وجود بیشتر فاز نرم فریت در فولاد 1.1186 این فولاد از سختی کمتری برخوردار است. با توجه به نمودار CCT فولاد 1.7218 شکل(۲) و با توجه به سرعت بالای سرد کردن در روغن، انتظار می‌رود ساختار این فولاد فاز فریت نداشته باشد، ولی طبق شرایط خاص عملیات حرارتی در این پژوهش، ساختار حاوی فاز فریت نیز هست؛ زیرا دمای آستنیته استاندارد فولاد 1.7218، ۸۷۵°C می‌باشد در صورتیکه در این تحقیق در دمایی زیر دمای آستنیته استاندارد (۸۵۰ °C) آستنیته کردن فولاد انجام شد، که این باعث می‌شود کاربیدها به صورت حل نشده در ساختار باقی بمانند و ساختار کاملاً آستنیتی نشده و این موجب می‌شود که نمودار CCT به سمت چپ میل کند. همچنین، نمونه‌ها بلافاصله بعد از بیرون آمدن از کوره کوئنچ نشدند و این از سرعت سرد شدن می‌کاهد. از آنجا که با انجام عملیات حرارتی یکسان، ساختار حاصل برای فولاد 1.7176 کاملاً مارتنزیت تمپر شده می‌باشد، در حالیکه فولاد 1.7218 ساختار سه فازی دارد، لذا فولاد 1.7218 نسبت به فولاد 1.7176 سختی پذیری کمتری دارد.

نمودار S-N. شکل (۳) نمودار S-N حاصل از آزمایشات خستگی تمام نمونه‌های مورد بررسی را نشان می‌دهد. تنشی که در آن نمونه بتواند 10^7سیکل را بدون شکست تحمل نماید، حد خستگی (σ_w) نامیده می‌شود که در نمودار حاصله بین سیکل‌های 10^6و 10^7یک ناحیه افقی حاصل شده است که تعیین حد خستگی را آسان می‌نماید. یکی از مهم‌ترین اهداف آزمون خستگی برای فولادها، تعیین حد خستگی است. این بدین دلیل است که قطعاتی که تحت تنش خستگی هستند باید طوری طراحی شوند که در حین کار تحت تنشی کمتر و یا حداکثر برابر با حد خستگی قرار گیرند. حد خستگی فولادهای 1.1186، 1.1302، 1.7218 و 1.7176 به ترتیب برابر با ۲٤۰ MPa، ۳۳۰، ٤۱۰ و ۳۲۰ می‌باشد.



شکل۲ نمودار CCT فولاد 1.7218



شکل۳ نمودار S-N فولادهای مورد مطالعه

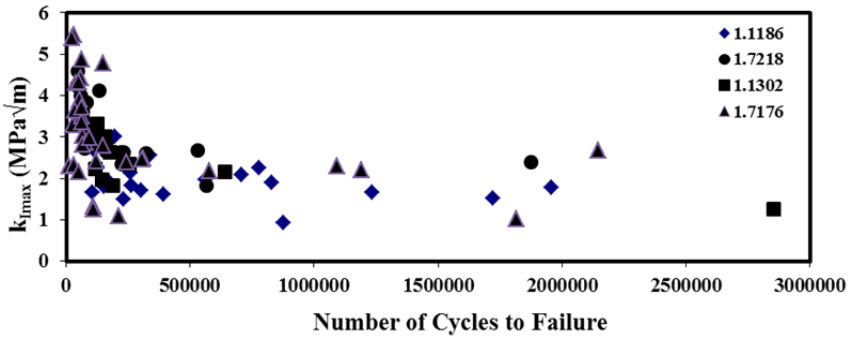
با این که فولاد 1.7218 سخت‌ترین فولاد از بین چهار نوع فولاد مورد آزمایش نمی‌باشد، اما حداکثر حد خستگی را به خود اختصاص داده است. علاوه بر این فولاد 1.7176 با ساختار مارتنزیت تمپر شده، که بیشترین مقدار سختی را دارد، حد خستگی مشابهی با فولاد نرماله 1.1302 دارد. فولاد 1.1186 با ساختار فریتی-پرلیتی ریز و داشتن بیشترین فاز نرم فریت و کم‌ترین سختی، کم‌ترین حد خستگی را نیز دارد.

ارتباط بین سختی و حد خستگی. تأثیر ناخالصی غیر فلزی توسط ضریب شدت تنش (K_{Imax}) با استفاده از فرمول زیر بیان می‌شود [5]:

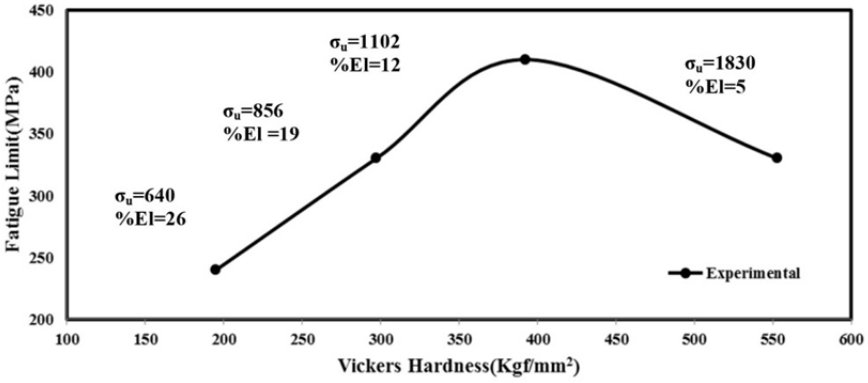
$$K_{Imax} = C_1 \sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} \qquad (۳)$$

در این رابطه σ تنش اعمالی و √area اندازه ناخالصی و C_1 مقداری ثابت و تابع موقعیت ناخالصی است و مقدار آن به ترتیب برای ناخالصی‌های داخلی و سطحی ۰/۵ و ۰/۶۵ می‌باشد. برای تعیین مقدار √area، همه نمونه‌های شکسته شده، در زیر میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفتند و بعد از مشخص شدن ناخالصی عامل شکست، ابعاد آن اندازه گیری می شود. اگر مقطع ناخالصی در سطح شکست به دایره نزدیک باشد از فرمول محاسبه سطح دایره و اگر شبیه بیضی باشد از رابطه بیضی برای محاسبه مجذور سطح استفاده می‌شود. ارتباط بین شدت تنش (K_{Imax}) تولید شده توسط ناخالصی غیر فلزی و تعداد چرخه‌هایی که منجر به شکست می‌شود (N_f)، برای همه نمونه‌های آزمایش شده در شکل (٤) نشان داده شده است. می‌توان مشاهده کرد که با کاهش N_f ،K_{Imax} افزایش می‌یابد. مطابق فرمول محاسبه K_{Imax} (فرمول ۳)، شدت تنش به اندازه ناخالصی و تنش اعمالی بر روی آن بستگی دارد. از اینرو طبق نتایج آزمایشات انجام شده در این تحقیق، در برخی نمونه‌های دارای ناخالصی بزرگ، مشاهده شده که شکست خستگی از این ناخالصی‌ها نبوده است؛ زیرا موقعیت این ناخالصی‌ها به گونه‌ای است که تحت تنش کمتری نسبت به بعضی از ناخالصی‌های کوچکتر که در موقعیت‌های دارای تنش بزرگتر هستند، قرار دارند. بنابراین، برای بررسی استحکام و روابط خستگی، استفاده از ضریب شدت تنش که هر دو پارامتر اندازه ناخالصی و تنش را به طور همزمان شامل می‌شود، یکی از بهترین و قابل اعتمادترین معیارها می‌باشد [5].

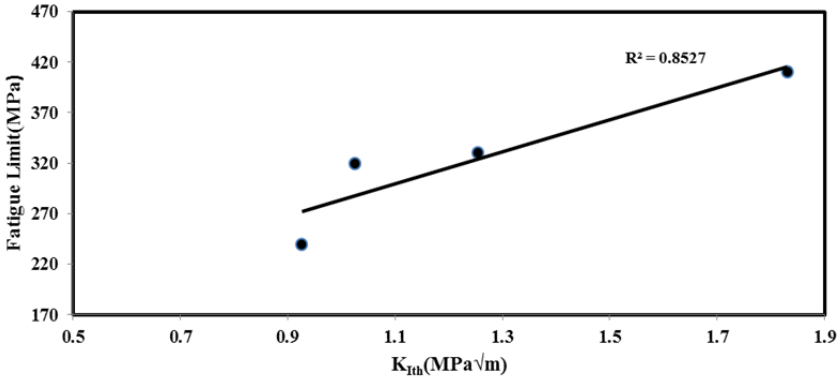
شکل (۵) ارتباط بین سختی زمینه و حد خستگی را در فولادهای مورد آزمایش نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۵)، حد خستگی با افزایش سختی تا حدود ٤۰۰ ویکرز افزایش می‌یابد، در حالیکه برای مقادیر بیشتر، سختی کاهش می‌یابد. در محدوده H_v>400 با وجود سختی بیشتر ساختار، ترک راحت‌تر انتشار می‌یابد که این منجر به شکست سریع‌تر می‌شود. این پدیده را می‌توان به ناحیه پلاستیک کوچک‌تر در مقابل نوک ترک در فولادهای با استحکام بالا نسبت داد.



شکل٤ رابطه بین ضریب شدت تنش ناشی از ناخالصی k_{Imax} و تعداد سیکل خستگی تحمل شده (N_f) توسط نمونه‌های مورد آزمایش



شکل۵ رابطه بین حد خستگی و سختی ویکرز فاز زمینه در نمونه‌های مورد آزمایش



شکل٦ رابطه بین حد خستگی و ضریب شدت تنش آستانه K_{Ith} در نمونه‌های مورد آزمایش

در نتیجه، در فولاد با سختی بالاتر در مقایسه با فولادهای با سختی کم و متوسط وقتی ناخالصی غیر فلزی در ساختار وجود داشته باشد، هنگامی‌که ترک خستگی از ناحیه مرزی زمینه و ناخالصی جوانه می‌زند، در کل ساختار با سرعت بیشتری انتشار می‌یابد. بنابراین، اثر مخرب آن روی استحکام خستگی بیشتر مشهود است. شکل (۵) ارتباط بین حد خستگی و سختی ویکرز را نشان می‌دهد. با توجه به داده‌های استحکام کششی و درصد ازدیاد طول برای هر یک از نقاط در نمودار شکل (۵)، مشخص است که استحکام کششی زیاد به تنهایی معیار مناسبی برای داشتن حد خستگی بالا نمی‌باشد. هر دو پارامتر استحکام کششی و درصد ازدیاد طول بر روی حد خستگی تأثیر گذارند؛ بدین معنا که فولاد برای داشتن حد خستگی بالا، علاوه بر استحکام مناسب بایستی چقرمگی خوبی نیز داشته باشد. ضریب شدت تنش بیان کننده مقدار افزایش تنش اعمالی به نمونه توسط ناخالصی در مرز بین آن و زمینه است. کمترین مقدار K_{Imax} برای هر نوع فولاد (K_{Ith}) نامیده می‌شود که بیانگر حداکثر مقاومت ساختار در برابر شکست خستگی می‌باشد و هرگاه مقادیری کمتر از این شدت تنش در نمونه ایجاد شوند ریز ساختار قادر خواهد بود تا در برابر آن مقاومت نماید [7]. با توجه به این توضیحات، فاکتور K_{Ith} می‌تواند یک معیار مناسب برای برآورد حد خستگی باشد. در شکل (٦) ارتباط بین حد خستگی و K_{Ith} نشان داده شده است. در این شکل می‌توان دید که با افزایش K_{Ith}، σ_w نیز افزایش یافته است. با گذراندن یک خط بهینه از داده-های شکل (٦) می توان ارتباط بین این دو فاکتور را مطابق معادله ٤ بدست آورد.

$$\sigma_w = (158.46\ K_{Ith}) + 125.51 \qquad (٤)$$

با توجه به نمودار شکل (٦) رابطه بین σ_w و K_{Ith} خطی می‌باشد. ارتباط بین K_{Ith} و سختی فولادهای مورد آزمایش در شکل (۷) نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، K_{Ith} نیز رفتار مشابهی با حد خستگی دارد. با توجه به شکل (٦) با افزایش K_{Ith}، σ_w نیز افزایش می‌یابد و از آنجا که هر دو روند یکسانی با H_v دارند، بنابراین فاکتور K_{Ith} می‌تواند معیار مناسبی برای تخمین حد خستگی باشد. معادله (۵) که در محدوده $H_v<400$ بدست آمده است ما را قادر به پیش بینی فاکتور شدت تنش آستانه (K_{Ith})، با H_v می‌کند:

$$K_{Ith} = (0.0046\ H_v) - 0.010 \qquad (۵)$$

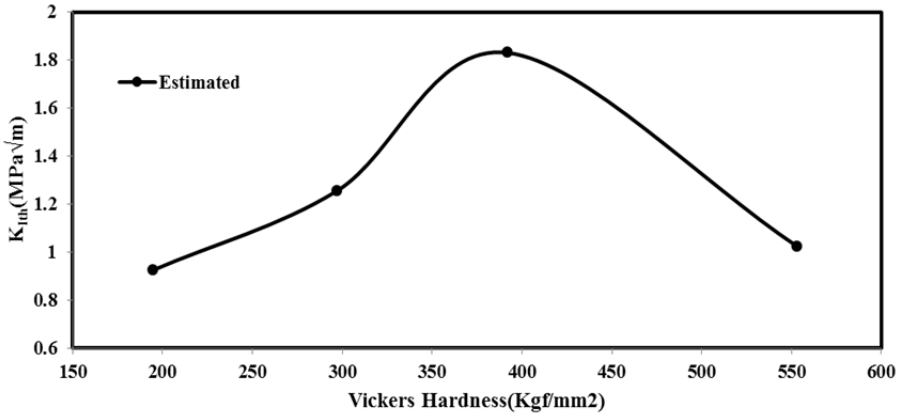
با جایگزینی معادله (۵) در معادله (٤)، معادله جدیدی حاصل می‌شود که σ_w را بر اساس H_v پیش‌بینی می‌کند:

$$\sigma_w = (0.73\ H_v) + 123.8 \qquad (٦)$$

برای تعیین حد خستگی بدون انجام آزمایش‌های خستگی وقت‌گیر و هزینه‌بر می‌توان از فرمول‌های پیشنهادی برای فولادهایی با سختی حداکثر ٤۰۰ ویکرز استفاده کرد. فرمول (٦) که به طور غیرمستقیم ارتباط σ_w را با H_v مشخص می‌کند، می‌تواند برای تخمین حد خستگی با داشتن سختی فولاد استفاده گردد. برای صحت‌سنجی رابطه‌های پیشنهادی برای پیش‌بینی حد خستگی، مقایسه‌ای بین مقادیر عملی حاصل از آزمایش‌های خستگی که توسط محققین دیگر [13-8] بدست آمده و مقادیر تئوری حاصل از فرمول (٦) انجام شده، نتایج این مقایسه در جدول (۲) آورده شده است. شایان ذکر است که فولادهای مورد آزمایش در این تحقیق سطوح زبر و بدون پولیش داشته و فرمول‌های پیشنهادی برای فولادهایی که سطوح پولیش شده دارند، با خطا همراه است. همانطور که از نتایج حاصل از جدول (۲) مشخص است، درصد خطا بین مقادیر تئوری و عملی حد خستگی در فولاد با سطح زبر، تنها ۵٪ می‌باشد که نتیجه قابل قبولی خواهد بود.

تعیین اندازه ناخالصی بحرانی Critical Inclusion Size . برای بدست آوردن اندازه بحرانی ناخالصی می‌توان از فاکتور K_{Ith} که کم‌ترین مقدار ضریب شدت تنش می‌باشد، استفاده کرد. از معادله زیر جهت پیش-بینی اندازه بحرانی ناخالصی عامل شکست خستگی می‌توان استفاده نمود [۷]:

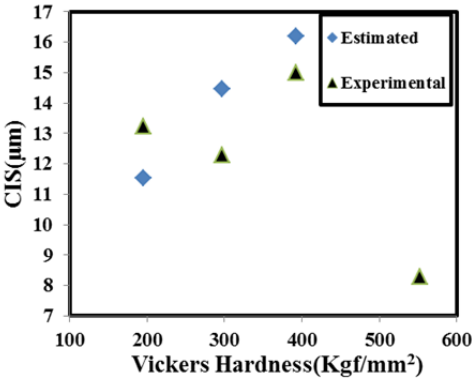
$$\sqrt{area_c} = \frac{1}{\pi}\left[\frac{K_{Ith}}{0.65\sigma_w}\right]^2 \qquad (۷)$$



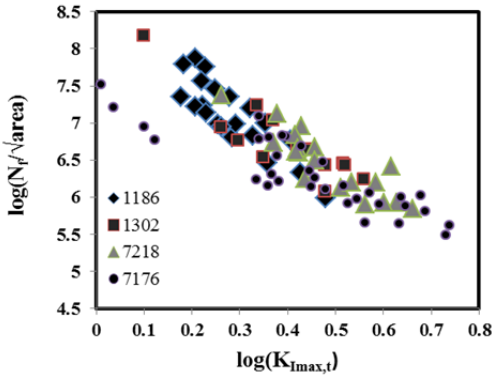
شکل۷ رابطه بین ضریب شدت تنش ناشی از ناخالصی K_{Ith} و سختی ویکرز فاز زمینه نمونه‌های مورد آزمایش

جدول۲ مقایسه بین حد خستگی واقعی و تئوری

ردیف	سختی نمونه (H_v)	σ_w پیش‌بینی شده توسط (فرمول ۷)	σ_w واقعی	مقدار اختلاف	درصد خطا (٪)	شرایط سطح نمونه	مرجع
۱	۱۷۷	۲۵۳/۰۱	۲۵۵	۱/۹۹	۰/۷۸	الکترو پولیش	۸
۲	۳۲۷	۳۶۲/۵۱	۶۰۰	۲۳۷/۴۹	۳۹/۵	پولیش شده	۹
۳	۲۵۰	۳۰۶/۳	۳۲۴	۱۷/۷	۵/۴۶	زبر	۱۰
٤	۳۳۶	۳۶۹/۰۸	۵۴۵	۱۷۵/۹۲	۳۲/۳	پولیش شده	۱۱
۵	۳۶۰	۳۸۶/۶	۴۲۵	۳۸/۴	۹		۱۲
۶	۲۷۵	۳۲۴/۵۵	۳۵۰	۲۵/۴۵	۷/۳		۱۲
۷۷	۳۳۲	۳۶۶/۱۶	۴۳۰	۶۳/۸۴	۱۴/۸۴	پولیش شده	۱۳
۸	۳۳۴	۳۶۷/۶۲	۴۷۰	۱۰۲/۳۸	۲۱/۷۸		
۹	۳۴۰	۳۷۲	۵۳۰	۱۵۸	۲۹/۸۱		
۱۰	۳۳۷	۳۶۹/۸۱	۵۴۰	۱۷۰/۱۹	۳۱/۵۱		



شکل ۸ مقایسه اندازه ناخالصی بحرانی با دو روش آزمایشگاهی و اندازه‌گیری شده توسط فرمول پیشنهادی



شکل ۹ نمودار $\log(K_{Imax})$ بر حسب $\log(N_f/\sqrt{area})$ برای بدست آوردن پارامترهای c و m معادله پاریس

در شکل (۸) ارتباط بین اندازه بحرانی ناخالصی بر حسب سختی ویکرز مشاهده می‌شود. با افزایش سختی فاز زمینه تا ٤۰۰ ویکرز اندازه بحرانی ناخالصی‌هایی که منجر به شکست می‌شوند، افزایش می‌یابد. این بدان معنی است که ناخالصی‌های غیر مخرب بزرگ‌تری قادر به حضور در ساختار خواهند بود و این شرایط تا سختی ٤۰۰ ویکرز صادق است. در سختی‌های بالاتر از ٤۰۰ ویکرز سایز ناخالصی‌های مجاز در فولاد، کاهش یافته و ناخالصی‌های غیر فلزی در فولادهای با استحکام بالا بیشتر مخرب خواهند بود. بنابراین، فولادسازان باید در مورد تمیزی فولادهای با استحکام بالا دقت و مراقبت بیشتری داشته باشند، زیرا اندازه بحرانی ناخالصی برای این فولادها بسیار کوچک‌تر است.

تخمین عمر خستگی توسط شدت تنش. برای تخمین عمر خستگی یک قطعه، تعیین مقدار بار، طول ترک مجاز، سرعت رشد مرحله II ترک خستگی لازم و ضروری به نظر می‌رسد. تاناکا و همکارانش [14] پیشنهاد کردند که پارامترهای c و m موجود در معادله

پاریس (معادله ۸) که ارتباط نرخ رشد ترک (da/dN) به ضریب شدت تنش را مشخص می‌کند، را می‌توان به صورت غیرمستقیم از داده‌های نمودار S-N تعیین کرد.

$$\frac{da}{dN} = c\Delta K^m \qquad (۸)$$

ضریب شدت تنش برای ناخالص را می توان بصورت زیر نوشت [۱۵-۱٤]:

$$\Delta k = C_1\,\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} \qquad (۹)$$

با جایگذاری رابطه (۹) در رابطه (۸) و با فرض اینکه ناخالصی شکل کروی داشته باشد داریم :

$$\frac{da}{dN} = c(C_1\,\sigma\,\pi^{\frac{3}{4}}\,a^{1/2})^m \qquad (۱۰)$$

با انتگرال گیری از معادله (۱۰) در بازه‌ی اندازه ناخالصی(a_i) تا اندازه نهایی ترک (a_f) و از صفر تا N_f رابطه بین عمر خستگی و فاکتور شدت تنش، به شکل رابطه (۱۱) بدست می آید [14-15].

$$(K_{Imax})^m \frac{N_f}{\sqrt{area_i}} = \frac{2K}{(m-2)c} \qquad (۱۱)$$

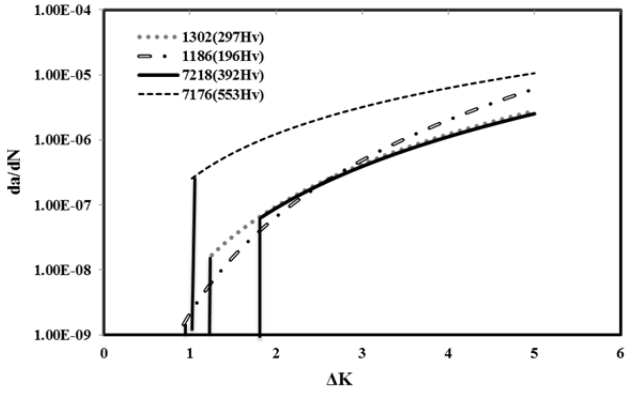
که در آن k برابر است با:

$$k = 1 - \frac{1}{\left(\sqrt{area_f}/\sqrt{area_i}\right)^{\frac{m}{2}-1}} \qquad (۱۲)$$

و با فرض اینکه اندازه ترک نهایی بسیار بزرگ‌تر از اندازه ناخالصی می‌باشد، k برابر یک شده و رابطه (۱۱) به صورت زیر می شود [1,14,16]:

$$(K_{Imax})^m \frac{N_f}{\sqrt{area_i}} = \frac{2}{(m-2)c} \qquad (۱۳)$$

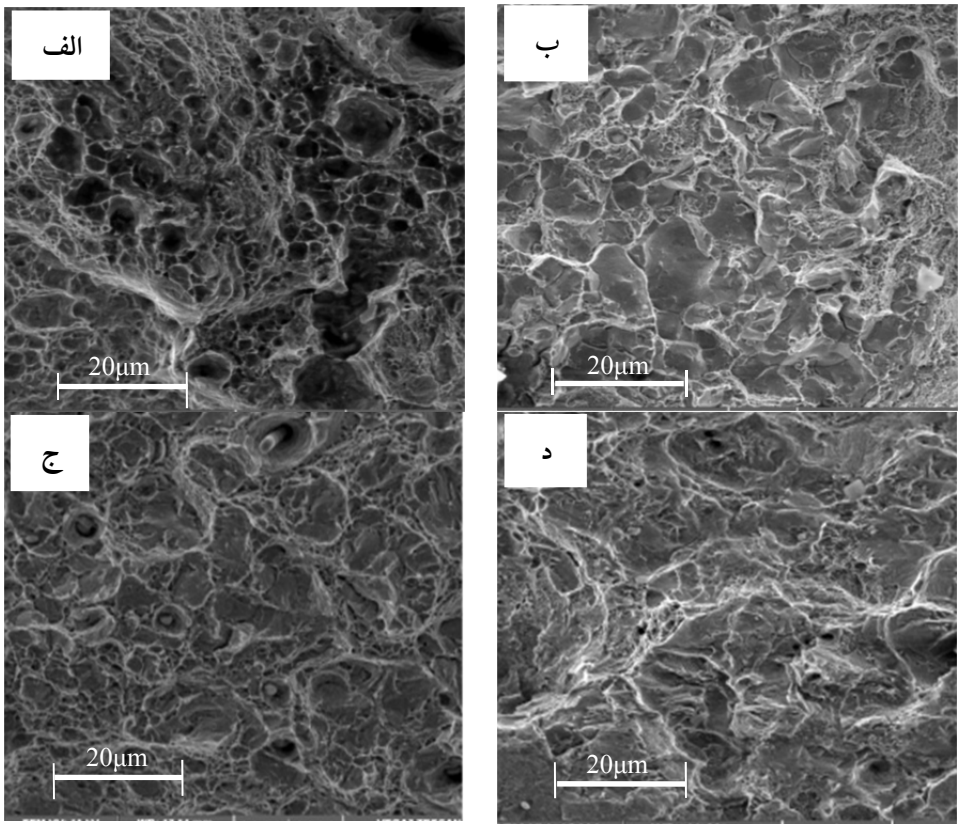
شکل (۹) تغییرات K_{Imax} با $N_f/\sqrt{area}$ همه نمونه‌های مورد آزمایش که از داده‌های نمودار S-N بدست آمده است، را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود یک ارتباط خوب خطی در نمودار log-log حاصل شده است. در ابتدا با لگاریتمی کردن رابطه (۱۳) یک معادله خطی مطابق با شکل(۹) حاصل می‌شود که شیب این نمودار به عنوان m و عرض از مبدأ آن مساوی با log(2/(m-2)c است. با جایگزینی m در عبارت log(2/(m-2)c پارامتر c نیز بدست می‌آید. با تعیین پارامترهای c و m و جایگزینی در معادله پاریس می‌توان نمودار da/dN-Δk را رسم و نواحی مختلف گسترش ترک خستگی را مشاهده کرد شکل(۱۰). بر طبق نظریه موراکامی [5] حد خستگی برای یک فولاد تنش بحرانی جهت ایجاد ترک نیست، بلکه تنش آستانه برای گسترش ترک‌های غیر پیش‌رونده بدون توجه به حضور نقایص است. بنابراین، هنگامی که یک ناخالصی غیر فلزی منشأ ترک باشد، نباید حد خستگی را به عنوان تنش بحرانی برای ایجاد ترک در نظر گرفت، بلکه باید به عنوان تنش آستانه جهت گسترش ترک‌های غیر پیش‌رونده از ناخالصی‌های غیر فلزی و گسترش آن به داخل ریز ساختار و در نهایت توقف رشد آن در نظر گرفت. لذا، با بدست آوردن Δk_{th} حاصل از نمودار (۱۰) می‌توان حد خستگی فولاد را نیز پیش‌بینی کرد. طبق نمودار (۱۰) و مقایسه آن با نمودار (۳)، مشخص است که نمونه‌ای که حد خستگی بیشتری دارد، در واقع Δk_{th} بالاتری دارد. فولاد 1.1186 با کم‌ترین Δk_{th}، کم‌ترین حد خستگی و فولاد 1.7218با بیشترین Δk_{th}، بالاترین حد خستگی را دارد. طبق نظریه موراکامی، تا هنگامی که ترکی در مرز ناخالصی و زمینه بوجود نیامده است، ناخالصی‌ها به عنوان مراکز تمرکز تنش عمل می‌نمایند و به محض اینکه ترک ناشی از تمرکز تنش ناخالصی ایجاد شد، تمرکز تنش به ترک منتقل شده و موجب اشاعه آن می‌گردد [17]. بنابراین، طبق نمودار (۱۰)، فولاد 1.7176 با دارا بودن بیشترین سرعت رشد ترک خستگی، در بالاترین قسمت نمودار واقع شده است. بعد از آن فولاد 1.1186 می‌باشد که نمودار با شیب زیادی افزایش یافته و ترک با سرعت بیشتری اشاعه می‌یابد و Δk_{th} آن نیز کمتر از بقیه فولادها می‌باشد. دو فولاد 1.7218 و 1.1302 تقریباً سرعت رشد یکسانی دارند، ولی Δk_{th} فولاد 1.7218 بیشترین مقدار می‌باشد.



شکل ۱۰ نمودار سرعت انتشار ترک (da/dN) بر حسب ضریب شدت تنش(Δk) برای فولادهای مورد آزمایش

شکست نگاری. مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی حاصل از سطوح شکست نشان می‌دهد که ناخالصی‌های غیر فلزی منشأ اصلی ترک خستگی می‌باشند. ناخالصی‌ها شامل اکسید کلسیم، آلومینیوم، سیلیسیم، منیزیم، می‌باشند. سطح مقطع شکست نهایی ریز ساختارهای مورد بررسی در شکل (۱۱) نشان داده شده است. سطح شکست فولاد 1.7218 دیمپل مانند شامل حفره‌های ریز و درشت که نشان دهنده بهم پیوستگی و رشد میکروحفره‌ها است، می‌باشد (شکل ۱۱(الف)). این دیمپل‌ها ازکاربیدهای به وجود آمده در فرآیند تمپر، آخال‌ها و رسوبات بوجود می‌آیند. زیرا مدول الاستیک این ذرات با زمینه متفاوت است، لذا در حین تغییر شکل بین این ذرات و زمینه تنش برشی بوجود آمده و موجب جوانه‌زنی ترک و سپس رشد و در نهایت پارگی به صورت دیمپل می‌گردد. نابجایی‌ها و مناطق تمرکز تنش نیز می‌توانند به عنوان مراکز جوانه‌زنی میکروحفره‌ها عمل کنند [۱۸]. فولاد 1.7176 به دلیل داشتن صفحات صاف براق که صفحات رخ برگی نام دارند، به صورت ترد می‌شکند. پیدایش این سطوح در فولاد را می‌توان به چند عامل نسبت داد که عبارتند از: ۱- کاربیدهای آهن [19,20]، آخال‌های کروی شکل سولفید منگنز [21] و ذرات ثانویه به ویژه کاربید تیتانیم [۲۲-19]. در صورتی که کاربیدهای آهن، آخال‌های سولفیدی یا ذرات ثانویه، عامل پیدایش سطوح روشن در شکست رخ برگی باشند، وجود حفره در محل شروع رشد ترک اجتناب‌ناپذیر خواهد بود [۲۲]. اما در بررسی‌های شکست نگاری وجود حفره در محل شروع رشد ترک مشاهده نشد، لذا این عامل نمی-تواند موجب شکست شده باشد. ۲- مرزدانه‌ها: که عامل اصلی در ناهمگن بودن ریز ساختار مواد پلی کریستال تک فازی و شکست ترد در این مواد به شمار می‌روند. ۳- مرزهای بین فازی: در حین عملیات حرارتی و انجام استحاله فازی در منطقه دو فازی، جایی که فریت از آستنیت تشکیل می‌شود، تعداد زیادی نابجایی کم‌تحرک در مرزهای بین فازی فریت/آستنیت تشکیل می‌شود تا جایی که بر تعداد این نابجایی‌های نامتحرک به هنگام انجام استحاله‌های بینیتی و مارتنزیتی افزوده می‌شود. به دلیل ایجاد فاز مارتنزیت چگالی نابجایی‌ها در مرزهای بین فازی و هم چنین تنش‌های پسماند به وجود آمده در ساختار این فولاد افزایش می یابد. این امر منجر به شکل‌گیری مرزهایی با ساختار نامنظم در طول عملیات حرارتی در فولاد می‌شود. نامنظم بودن ساختار می‌تواند مقاومت ریزساختار را در برابر شکست رخ برگی کاهش دهد. می‌توان چنین استنباط کرد که به علت پر تعداد بودن مرزهای بین فازی در ریز ساختار فولاد 1.7176، با کاهش مقاومت

ریزساختار به شکست رخ برگی، شرایط شکست ترد در فولاد فراهم شود. بنابراین، طبق شکل (۱۱- ب) سطح شکست نهایی فولاد 1.7176، به علت نمایان شدن سطوح صاف با دانه بندی مشخص، از نوع رخ برگی است. شکل (۱۱- ج) سطح شکست فولاد 1.1302 را نشان می‌دهد که ترکیبی از دیمپل‌های نرم و صفحات رخ برگ ترد می‌باشد. شکست نسبتاً ترد این ساختار، استحکام خستگی پایین آن را توجیه می‌کند. این احتمال وجود دارد که سطح شکست فولاد 1.1186، ترکیبی از صفحات ترد رخ برگی و شکست ترد مرزدانه ای باشد (۱۱ (د)). پیدایش سطوح رخ برگی به علت تشکیل ریزترک‌ها در اطراف ناخالصیهای غیرفلزی، ناشی از تغییر شکل مومسان فولاد می‌باشد. بدلیل قطع ناخالصی توسط نابجایی‌ها، لغزش صفحه‌ای بوده و تجمع نسبتاً زیاد نابجایی باعث ایجاد تنش‌های بزرگ، شروع ساده ریزترک‌ها و رفتار ترد خواهد شد [23]. در فولاد 1.7218 نسبت به فولاد 1.1302 اندازه متوسط و فاصله بین دیمپل‌ها کمتر و تعداد آنها در یک بزرگنمایی ثابت بیشتر است. این می‌تواند به تعداد محل‌های بیشتر جوانه‌زنی میکروحفره‌ها در فولاد 1.7218 مربوط باشد. کوچکتر بودن اندازه دیمپل‌ها و بیشتر بودن تعداد آن‌ها در فولاد 1.7218 می‌تواند حاکی از افزایش انرژی شکست و در نهایت منجر به بالاتر بودن استحکام خستگی و انعطاف‌پذیری کمتر این فولاد نسبت به بقیه فولادها با سختی کمتر از ٤٠٠ ویکرز باشد.



شکل ۱۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست نهایی خستگی فولادهای مورد آزمایش
الف) 1.7218 ب) 1.7176 ج)1.1302 د) 1.1186

نتیجه گیری

براساس آزمون‌های خستگی انجام شده در این تحقیق و مطالعات ریزساختاری نتایج زیر حاصل گردید.

(۱) حد خستگی چهار نوع فولاد تجاری 1.1186، 1.1302، 1.7218 و 1.7176 با سختی‌های مختلف، تا ٤۰۰ ویکرز افزایش و در مقادیر بیشتر سختی کاهش می‌یابد.

(۲) تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد که ناخالصی‌های غیر فلزی منشأ اصلی ترک خستگی در نمونه‌های آزمایش شده می‌باشند.

(۳) ارتباط فاکتور شدت تنش آستانه که توسط ناخالصی‌های غیر فلزی ایجاد می‌شود با سختی، مشابه با ارتباط حد خستگی با سختی است.

(٤) مشاهدات شکست نگاری نشان داد که هر چه تعداد دیمپل‌ها در یک بزرگنمایی ثابت بیشتر، عمیق‌تر و کوچک‌تر باشد، استحکام خستگی نیز بالاتر است.

(۵) تفاوت بین اندازه ناخالصی بحرانی به روش پیشنهادی با مقدار واقعی آن ناچیز است و ناخالصی‌های غیر فلزی در فولادهای با استحکام بالا بیشتر مخرب هستند.

(٦) معادلات مناسبی برای پیش بینی σ_w و K_{Ith} توسط سختی ویکرز ارائه شد، که برای کاربردهای صنعتی مفید می‌باشد.

مراجع

1. Shimatani Y., Shiozawa K., Nakada T., Yoshimoto T., "Effect of surface residual stress and inclusion size on fatigue failure mode of matrix HSS in very high cycle regime", *Procedia Engineering*, Vol. 2, pp. 873-882, (2010).
2. Zhang J.M., Li S.X., Yang Z.G., Li G.Y., Hui W.J., Weng Y.Q., "Influence of inclusion size on fatigue behavior of high strength steels in the giga cycle fatigue regime", *International Journal of Fatigue*, Vol. 29, pp. 765-771, (2007).
3. Itoga H., Tokaji H., Nakajima M., Ko H.N., "Effect of surface roughness on step-wise S-N characteristics in high strength steel", *International Journal of Fatigue*, Vol. 25, pp. 379-385, (2003).
4. Di Schino A., Kenny J.M., "Grain size dependence of the fatigue behavior of ultrafine-grained AISI 304 stainless steel", *Mater. Letters*, Vol. 57, pp. 3182-3185, (2003).
5. Murakami Y., "Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Non-Metallic Inclusions", *Elsevier, First Edition*, Oxford, pp. 11-104, (2002).
6. Casagrande A., Cammarota G.P., Micele L., "Relationship between fatigue limit and Vickers hardness in steels", *Material Science and Engineering A*, Vol. 528, pp. 3468-3473, (2011).
7. Saberifar S., Mashreghi A.R., "A Novel Method for the Prediction of Critical Inclusion Size Leading to Fatigue Failure", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 43, pp. 603-608, (2012).
8. Kang M., Aono Y., Noguchi H., "Effect of prestrain on and prediction of fatigue limit in carbon steel", *International Journal of Fatigue*, Vol. 29, pp. 1855–1862, (2007).
9. Zhao A., Xie J., Sun Ch., Lei Zh., Hong Y., " Effects of strength level and loading frequency on very-

high-cycle fatigue behavior for a bearing steel", *International Journal of Fatigue*, Vol. 38, pp. 46–56, (2012).

۱۰. قندهاری فردوسی م.ر.، حسینی بنهنگی پ.، نخعی د.، مکارم م.، "شکست نگاری فولاد میکرو آلیاژیMSV6 30در تنش‌های مختلف خستگی"، پنجمین همایش مشترک انجمن مهندسین متالورژی و جامعه ریخته گری ایران، (۱۳۹۰).

11. Soleimani S.M.Y, Mashreghi A.R., Ghasemi S.S., Moshrefifar M., "The effect of plasma nitriding on the fatigue behavior of DIN 1.2210 cold work tool steel", *Materials and Design*, Vol. 35, pp. 87–92, (2012).

12. Chapetti M.D., Tagawa T., Miyata T., "Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels part II:estimation of fatigue limit for failure from internal inclusions", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 356, pp. 236-244, (2003).

۱۳. دهقان طزرجانی م.، مشرقی ع.ر.، قاسمی بنادکوکی س.ص.، مصلایی پور یزدی م.، "بررسی اثر ریزساختارهای مختلف بر رفتار کششی و مکانیزم شکست فولاد ابزار سردکارDIN 1.2210"، دومین همایش بین المللی و هفتمین همایش مشترک انجمن مهندسی متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته گری ایران، (۱۳۹۲).

14 .Tanaka K., Akinawa Y., "Fatigue crack propagation behavior derived from S–N data in very high cycle regime", *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struc.*, Vol. 25, pp. 775–784, (2002).

15. Yoshiaki A., Nobuyuki M., Hirotaka T., Keisuke T., "Notch effect on fatigue strength reduction of bearing steel in the very high cycle regime", *International Journal of Fatigue*, Vol. 28, pp. 1555–1565, (2006).

16. Shiozawa K., Murai M., Shimatani Y., Yoshimoto T., "Transition of fatigue failure mode of Ni–Cr–Mo low-alloy steel in very high cycle regime", International Journal of Fatigue, Vol. 32, pp. 541–550, (2010).

17. Murakami Y., Endo T., "The effects of small defects on the fatigue strength of hard steels", Materials experimentation and design in fatigue, Proc. Fatigue, pp. 431-440, (1981).

18. ASM Metals Handbook Fractography, ASM Int., Vol. 12, (1987).

19. Bakhtiari R., Ekrami A., "The effect of bainite morphology on the mechanical properties of a high bainite dual phase (HBDP) steel", Materials Science and Engineering A, Vol. 525, pp. 159–165, (2009).

20. Echeverry A., Rodriguez-Ibabe J.M., "The Role of Grain Size in Brittle Particle Induced Fracture of Steels", Materials Science and Engineering A, Vol. 346, pp. 149-158, (2003).

21. Rosenfield A., Shetty D.K., "Upper Ductile-Brittle Transition Region", Eng. Frac. Mech., Vol. 17, pp 461-470, (1983).

۲۲. گلعذانی ع.س.، عبداله زاده ا.، میرزایی م.، "مقایسه خواص مکانیکی ریز ساختار مارتنزیت بازگشت داده شده و ریزساختار فریت- بینیت- مارتنزیت در فولاد42CrMo4"، مجلهٔ فنی و مهندسی مدرس- مکانیک، شمارهٔ ۳۹، (۱۳۸۹).

23. Hertzberg R.W., "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials", J. Willy & Sons. Inc., United States of America, (1996).

شبیه‌سازی تغییرات ریزساختار آلومینیوم ٦٠٦١ در فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با استفاده از روش مونت‌کارلو*

منصوره طاهری(۱) محمدرضا ابوطالبی(۲) سید حسین سیدین(۳) باقر محمدصادقی(٤)

چکیده

یکی از مهم‌ترین فرایندهای تغییرشکل پلاستیک شدید، فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار است. این روش دارای مزایای زیادی از جمله ریزدانگی بسیار شدید است. در این پژوهش، فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار آلیاژ آلومینیوم ٦٠٦١ توسط نرم‌افزار آباکوس شبیه‌سازی و توزیع کرنش در نمونه استخراج شد. سپس ریزساختار نمونه آنیل شده پس از فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، توسط روش مونت کارلو، در محیط نرم‌افزار متلب، شبیه‌سازی و متوسط اندازه دانه نهایی پیش‌بینی گردید. نتایج شبیه‌سازی‌ها نشان می‌دهد که با افزایش ناهمگنی توزیع کرنش در سطح نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، ناهمگنی اندازه دانه‌ها در ریزساختار نهایی پس از آنیل نیز بیشتر خواهد شد. همچنین، با افزایش زاویه کانال قالب، متوسط اندازه دانه نهایی پس از آنیل افزایش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی آلیاژ آلومینیوم ٦٠٦١، *فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار*، اجزاء محدود، مونت کارلو، اندازه دانه.

Simulation of the Microstructural Evolution of AA6061 in Equal Channel Angular Pressing Using Monte Carlo Method

M. Taheri M. R. Aboutalbei S. H. Seyedein B. M. Sadeghi

Abstract

Equal channel angular pressing (ECAP) is one the most important severe plastic deformation techniques with many privileges such as extensive grain refinement. In the present study, the ECAP process of AA6061 is simulated using ABAQUS software and the strain distribution is evaluated. The microstructure of the pressed sample after annealing is predicted and the average grain size is calculated using Monte Carlo algorithm with the aid of MATLAB software. The results indicate that as the strain inhomogeneity increases, the grain structure uniformity after annealing treatment reduces. Moreover, as the channel intersection angle increases, the average grain size is enhanced.

Keywords AA6061; ECAP; Monte Carlo; Grain size; FEA.

*نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۲/۱۱ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۵/۳/۲۲ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۲) نویسنده مسئول: استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران. mrezab@iust.ac.ir

(۳) استاد ، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(٤)استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران.

DOI:10.22067/ma.v28i1.32927

مقدمه

امروزه روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید با سرعت زیادی در حال گسترش بوده و بسیاری از آن‌ها در مرحله گذر از حالت آزمایشگاهی به صنعتی می‌باشند. این روش‌ها توانایی تولید آلیاژهای دارای ساختار بسیار ریز در مقیاس نانومتر را فراهم ساخته‌اند. یکی از مهم-ترین فرایندهای تغییرشکل پلاستیک شدید، فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار (equal channel – ECAP angular pressing) می‌باشد. از مهم‌ترین مزیت‌های فرایند ECAP، ایجاد برش ساده تقریباً یکنواخت، شدید و زاویه‌دار درحجم بیلت می‌باشد. این مزیت یک نقش کلیدی را در تکامل ساختار برای کرنش‌های بزرگ ایفا می‌نماید. به این صورت که تنش‌های برشی بوجود آمده در ماده باعث بالا رفتن چگالی نابجایی‌ها در آن می‌شود. این نابجایی‌ها، مرزدانه‌هایی با زاویه کوچک را تشکیل می‌دهند که در نهایت با تبدیل شدن به مرزدانه‌های با زاویه بزرگ، ردیف‌هایی از دانه‌های ریز را بوجود می‌آورند. کوچک شدن اندازه دانه‌ها موجب بالا رفتن خواص مکانیکی و سوپرپلاستیکی مواد می‌شود. از دیگر مزایای مهم این روش، تکرارپذیر بودن آن است که در این صورت امکان رسیدن به اندازه دانه‌های بسیار ریز میسر می‌گردد [1].

همان‌طور که گفته شد، در حین فرایند تغییرشکل، خواص مکانیکی مواد به صورت گسترده‌ای تغییر می‌کند. ماده تغییرشکل یافته از لحاظ ریزساختاری، ریز دانه شده و مقدار زیادی انرژی کرنشی در آن ذخیره می‌شود. در صورتیکه پس از تغییرشکل، ماده در دمای بالایی حرارت داده شود (آنیل شود)، فرایندهای فعال شده حرارتی، مکانیزم‌هایی را فراهم می‌آورد که می‌تواند باعث حذف عیوب یا آرایش دیگری با انرژی کمتر شود. دو فرایند اصلی برای ترمیم ریزساختار وجود دارد: بازیابی و تبلور مجدد. این فرایندها با دما فعال می‌شوند و در دو نوع استاتیکی و دینامیکی رخ می‌دهند [2].

فرایندهای بازیابی و تبلور مجدد بطور گسترده‌ای در آزمایشگاه‌های تحقیقاتی مورد بررسی و تحقیق قرار گرفته‌اند. اما امروزه گرایش به شبیه‌سازی‌های کامپیوتری برای پیش‌بینی تغییرات ریزساختاری با سرعت در حال افزایش است. کاربرد شبیه‌سازی کامپیوتری با استفاده از روش‌های عددی جهت مدل-سازی رشد دانه و تبلور مجدد از اوایل سال ۱۹۸۰ شروع شد. روش‌های عددی رایج مورد استفاده عبارتند از؛ (۱) روش ورتکس، (۲) مدل زمینه فازی، (۳) روش اتوماتیک سلولی، (٤) مدل مونت کارلو [3].

یکی از رایج‌ترین روش‌های عددی برای مدل کردن تبلور مجدد که در دو دهه اخیر مورد توجه قرار گرفته است، روش‌های مبتنی بر روش مونت کارلو می‌باشد. در سال ۱۹۸۳ اولین تحقیق با استفاده از مدل مونت کارلو در زمینه پیش‌بینی رشد دانه توسط اسرولویتز و همکارانش ارائه گردید [4].

از سال ۱۹۸۳ تاکنون تحقیقات زیادی توسط محققین مختلف جهت شبیه‌سازی تبلور مجدد و رشد دانه توسط مدل مونت کارلو صورت پذیرفته است [5-18]. تحقیقات انجام شده در راستای شبیه‌سازی دو و سه بعدی رشد دانه به صورت نرمال، غیر نرمال و رشد دانه در حضور رسوبات ریز می‌باشد. در مجموعه تحقیقاتی که تاکنون انجام شده سعی گردیده جهت تطبیق نتایج حاصل از مدل با شرایط واقعی رشد دانه، این مدل اصلاح شود. نتایج بررسی‌ها نشان می‌دهد که سینتیک و نحوه هندسی رشد دانه در شبیه‌سازی رشد دانه با استفاده از این مدل با شرایط واقعی مطابقت دارد. در تحقیقات زیادی که بر روی پدیده تبلور مجدد انجام گرفته، فرض شده است که عامل محرک برای تبلور مجدد، یعنی انرژی ذخیره شده، ناشی از تغییرشکل همگن می‌باشد. به این منظور مقدار انرژی ذخیره شده توسط نابجایی‌ها بطور یکنواخت و با یک ضریبی از انرژی مرزدانه در ماده فرض گردیده است [17]. اما شرایط واقعی فرایند به همراه شکل هندسی قطعه کار اغلب منجر به توزیع ناهمگن انرژی ذخیره شده و در نتیجه منجر به جوانه‌زنی در مکان‌های خاص (توزیع غیر تصادفی) درون قطعه‌کار خواهد شد، به عنوان مثال

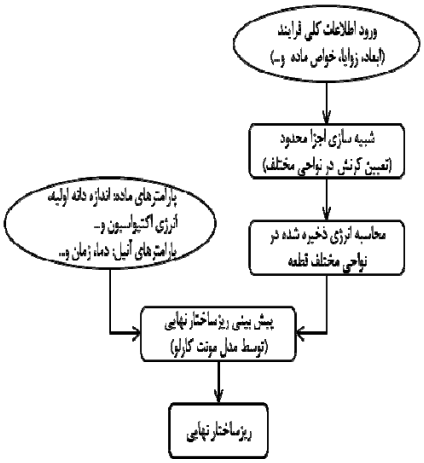
در مورد اکستروژن برای تولید پروفیل‌های آلومینیوم. بنابراین، تهیه الگوریتمی برای محاسبه توزیع اندازه دانه در آلیاژ تغییرشکل یافته ناهمگن و سپس تبلور مجدد یافته ضروری می‌باشد. در میان تحقیقات انجام شده جهت شبیه‌سازی ریزساختار تبلور مجدد یافته به وسیله مدل مونت کارلو فقط چند محقق انرژی ذخیره شده توسط نابجایی‌ها را در ماده بطور غیرهمگن در نظر گرفته اند [6,16,18].

تاکنون تحقیقات تئوری و آزمایشگاهی زیادی بر روی فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار و تاثیر پارامترهای مختلف بر آن انجام شده است، اما، به دلیل پیچیدگی مکانیزم و پدیده‌های ناشناخته مربوط به تکامل ریزساختاری، بررسی‌های اندکی در مورد تاثیر این پارامترها بر پالایش ریزساختار صورت گرفته است. بنابراین، در این‌باره به مطالعات بیشتری نیاز می‌باشد [19].

با توجه به مطالبی که ذکر شد، این پژوهش با دو هدف کلی صورت گرفته است: در مرحله اول فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار آلیاژ آلومینیوم ٦٠٦١ توسط نرم‌افزار اجزاء محدود آباکوس (ABAQUS) شبیه‌سازی شده و تاثیر برخی پارامترهای فرایند در آن مورد بررسی قرار گرفته است. در مرحله بعد، ریزساختار نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار پس از آنیل توسط روش مونت کارلو شبیه‌سازی شده و متوسط اندازه دانه نهایی پیش‌بینی می‌شود. به این منظور، از مرتبط کردن دو روش اجزاء محدود در محاسبه توزیع کرنش و مونت کارلو جهت پیش‌بینی اندازه دانه استفاده شده است.

روش تحقیق

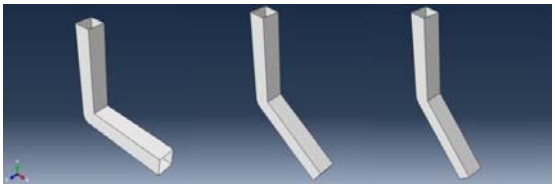
در این بخش یک مدل و راه حل تئوری جامع ارائه خواهد شد که در آن پس از تعیین توزیع کرنش در نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار توسط شبیه‌سازی اجزاء محدود، توزیع انرژی ذخیره شده ناشی از تغییرشکل محاسبه شده و در ادامه ریزساختار و توزیع اندازه دانه در نمونه بعد از آنیل تعیین می‌شود. این راه حل شامل کوپل روش اجزاء محدود و مونت کارلو می‌باشد. روندنمای کلی مدل ارائه شده در شکل (۱) نشان داده شده است.



شکل ۱ روندنمای کلی مدل ارائه شده

شبیه سازی اجزاء محدود فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار. شبیه‌سازی توسط نرم‌افزار ABAQUS/Explicit و به صورت سه بعدی انجام شد. در این راستا مجموعه سنبه و قالب به صورت صلب گسسته (Discrete Rigid) و بیلت به صورت انعطاف-پذیر (Deformable) در نظر گرفته شد.

قالب فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با مقطع ١٤×١٤ میلیمتر مربع، زاویه کانال ۹۰ درجه و زاویه گوشه ۳۰ درجه و نیز نمونه‌ای با مقطع ١٤×١٤ میلیمتر مربع و طول ٦٦ میلیمتر طراحی شد. شکل (۲)، قالب‌های رسم شده در نرم‌افزار را نشان می‌دهد که به ترتیب از چپ به راست دارای زوایای کانال ۹۰، ۱۲۰ و ۱۳۵ درجه می‌باشند.



شکل ۲ قالب‌های فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار طراحی شده در نرم‌افزار آباکوس

در این شبیه‌سازی مقدار ضریب اصطکاک ۰/۰۶۵ در نظر گرفته شد. علاوه بر این، سرعت حرکت سنبه یک میلیمتر بر ثانیه در نظر گرفته شد.

در ادامه به منظور شبیه‌سازی فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در پاس دوم، با کپی کردن مدل پاس اول و جابجایی قالب و سنبه در ماژول Assembly و همچنین عوض کردن شرایط مرزی در ماژول Load شرایط مسیر B_C، پیاده سازی شد. لازم به ذکر است که در پاس دوم در ماژول Load، شرط اولیه هم تعریف شد.

محاسبه انرژی ذخیره شده در نواحی مختلف نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار. همانطور که گفته شد، تغییرشکل پلاستیکی شدید، یک ساختار زیردانه با دانسیته نابجایی بالا در ماده بوجود می‌آورد [20]. انرژی ذخیره شده ناشی از کارسرد بر واحد حجم، H، از رابطه زیر محاسبه می‌شود [19,20]:

$$H = \frac{2\gamma}{D} \qquad (۱)$$

که در این رابطه D متوسط اندازه زیردانه و γ انرژی بر واحد سطح یک مرز زیردانه است که در مرتبه ۰/۵ ژول بر متر مربع می‌باشد. باید ذکر نمود که اندازه زیردانه با افزایش کرنش کاهش می‌یابد و گیل سویلانو و همکاران [21]، رابطه زیر را با انجام تست بر روی فلزات مختلف بدست آورده‌اند:

$$D = \left(3.5+1.7\varepsilon^{-1}\right)\times10^{-7} \qquad (۲)$$

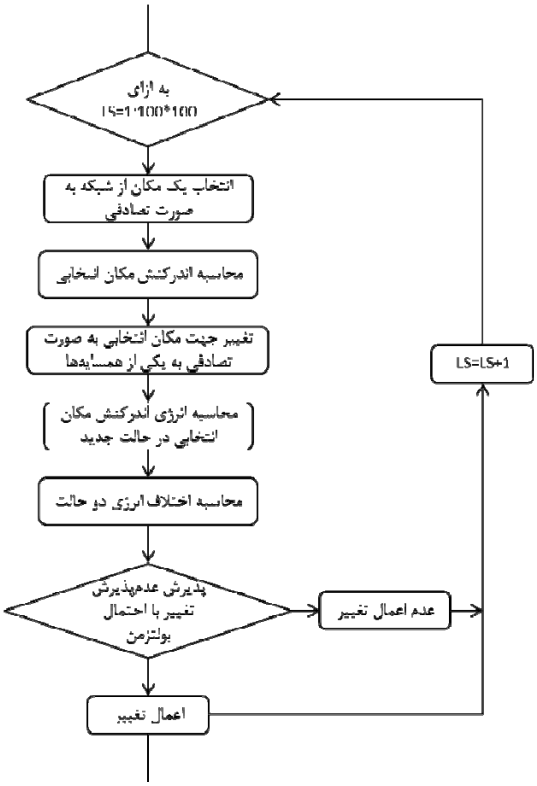
که در این رابطه D بر حسب متر می‌باشد. از آنجایی که در فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، توزیع کرنش در طول نمونه یکنواخت نمی‌باشد (حداقل در پاس‌های اولیه)، بنابراین انرژی ذخیره شده نیز متناسب با آن یکنواخت نمی‌باشد. برای محاسبه انرژی در نقاط مختلف، سطح مقطع نمونه به ۱۰ منطقه مساوی تقسیم، و در هر منطقه متوسط مقدار کرنش اعمالی محاسبه شد. در واقع فرض شد که در هر منطقه تغییرشکل همگن می‌باشد. در ادامه میزان انرژی ذخیره شده در هر منطقه توسط روابط مذکور محاسبه شد. قبل از انجام شبیه‌سازی تبلور مجدد توسط مدل مونت کارلو، باید انرژی ذخیره شده را به همه مکان‌های شبکه ورودی اولیه به مدل اعمال نمود.

پیش‌بینی ریزساختار نهایی توسط مدل مونت کارلو تبلور مجدد و رشد دانه. جهت شبیه‌سازی ریزساختار نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار پس از آنیل، از یک مدل مونت کارلو دو بعدی تبلور مجدد و رشد دانه استفاده شد. این مدل در محیط برنامه نویسی نرم‌افزار متلب (MATLAB) پیاده‌سازی شد. در این راستا، یک شبکه دو بعدی مربعی با ابعاد ۱۰۰×۱۰۰ مکان در نظر گرفته شد.

سپس به هر مکان از شبکه یک عدد تصادفی $S_i[1, Q_u]$ نسبت داده شد که نشان دهنده جهت هر دانه است. عدد Q_u برابر ۴۸ انتخاب گردید، طبق مطالعات انجام شده این عدد قابلیت ایجاد رشد نرمال دانه را دارد[14,13,9]. شایان ذکر است مکان‌های دارای S_i متفاوت، مربوط به دانه‌های مختلف می‌باشند. برای ایجاد ریزساختار اولیه مناسب قبل از تبلور مجدد، شبکه باید، علاوه بر انرژی ذخیره شده در بخش قبل، دارای اندازه اولیه مناسب نیز باشد. همچنین باید دانسیته جوانه‌زنی در شبکه نیز براساس پارامترهای مناسب محاسبه و در شبکه اعمال گردد. روش‌های مورد استفاده برای آماده‌سازی شبکه اولیه مناسب و همچنین الگوریتم مونت کارلو پیاده‌سازی شده در ادامه توضیح داده شده است.

تولید شبکه اولیه با متوسط اندازه دانه مناسب. متوسط اندازه دانه آلیاژ آلومینیوم ۶۰۶۱ پس از انجام فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در پاس اول در حدود ۱۸ میکرومتر و در پاس دوم حدود ۰/۵ میکرومتر می‌باشد [22]. برای ایجاد اندازه دانه مناسب می‌بایست از الگوریتم رشد نرمال دانه مونت کارلو استفاده نمود[13,14]. روندنمای الگوریتم رشد نرمال

دانه در روش مونت کارلو مورد استفاده در شکل (۳) نشان داده شده است.



شکل ۳ روندنمای الگوریتم رشد نرمال دانه در روش مونت کارلو مورد استفاده

هنگامی که ۱۰۰×۱۰۰ مرتبه مراحل فوق (به عبارت دیگر تغییر جهت) انجام پذیرد، یک گام مونت کارلو (MCS) انجام شده که واحد زمانی شبیه‌سازی می‌باشد. پس از اتمام هر گام، شبکه حاصل مورد آنالیز قرار گرفته و متوسط اندازه دانه در آن محاسبه می‌شود. الگوریتم فوق تا زمان دستیابی به متوسط اندازه دانه مورد نیاز، تکرار می‌شود.

همانطور که قبلا گفته شد، جهت پیش‌بینی ریزساختار حاصل از آنیل می‌بایست توزیع انرژی ذخیره شده مورد محاسبه از روش مذکور به شبکه مونت کارلو منتقل گردد. بنابراین، در این مرحله، شبکه مونت کارلو نیز به ۱۰ منطقه تقسیم شد که هر یک شامل ۱۰ ردیف ۱۰۰ مکانی، یعنی ۱۰۰۰ مکان می‌باشد. سپس به هر یک از مکان‌های یک منطقه، انرژی داخلی مطابق با آنچه قبلاً ذکر شد محاسبه گردیده، تخصیص داده می‌شود. از شبکه حاصل به عنوان ورودی الگوریتم تبلور مجدد مونت کارلو استفاده شد.

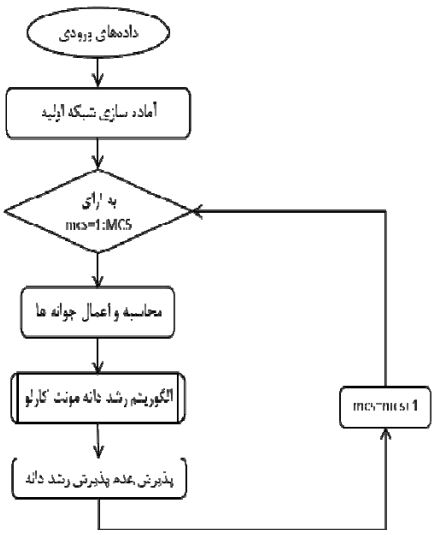
مدل جوانه‌زنی. حال پس از انتقال توزیع انرژی ذخیره شده به شبکه مونت کارلو، شبیه‌سازی جوانه‌ها مطابق انرژی هر منطقه انجام می‌گیرد. از آنجایی که جوانه‌زنی با حرکت نابجایی‌ها، که فرایندی فعال شونده با دما است، روی می‌دهد، دانسیته جوانه‌زنی را می‌توان براساس رابطه‌ای بیان نمود که از یک عبارت برای نرخ ثابت فرایند، یک عبارت برای عامل محرک و یک عبارت نمایی متشکل از انرژی اکتیواسیون، تشکیل شده است [16]:

$$\dot{N} = C_o(E_D - E_C^D)\exp\left(\frac{-Q_N}{kT}\right) \qquad (۳)$$

که در آن C_o عبارت ثابت، E_D انرژی ذخیره شده، E_C^D انرژی ذخیره شده بحرانی که در مقادیر کمتر از آن جوانه‌زنی رخ نمی‌دهد، Q_N انرژی اکتیواسیون برای جوانه‌زنی و T دمای آنیل می‌باشد. از آنجایی که در نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، انرژی ذخیره شده در ۱۰ منطقه محاسبه شده یکنواخت نبوده، بنابراین دانسیته جوانه‌زنی نیز در هر ناحیه متفاوت خواهد بود. مقدار انرژی اکتیواسیون برای آلیاژ آلومینیوم ۶۰۶۱ برابر با ۱۵۰ کیلوژول بر مول می‌باشد [23].

شایان ذکر است که در اینجا، از کاهش انرژی مربوط به بازیابی در ابتدای آنیل صرف نظر شده است. در واقع فرض شده است که در فرایند آنیل، نرخ گرم شدن به اندازه‌ای زیاد بوده که فرصت بازیابی از فلز گرفته شده است بنابراین رابطه مربوط به دانسیته جوانه‌زنی به صورت غیر وابسته به زمان می‌باشد.

مدل مونت کارلو جهت شبیه‌سازی تبلور مجدد و رشد دانه. روندنمای شبیه‌سازی تبلور مجدد با استفاده از روش مونت کارلو در شکل(٤) نشان داده شده است.



شکل ٤ روندنمای شبیه‌سازی تبلور مجدد با استفاده از روش مونت کارلو

شبکه اولیه ورودی به حلقه اصلی برنامه، شبکه‌ای با ابعاد ۱۰۰×۱۰۰ با متوسط اندازه دانه۰/۵ میکرومتر می‌باشد که جهت‌گیری دانه‌ها عددی بین ۱ تا ٤٨ است. همچنین به هر مکان از شبکه، یک انرژی داخلی ناشی از تغییرشکل نیز اختصاص داده شده است. از آنجایی که متوسط اندازه دانه اولیه ۰/۵ میکرومتر می‌باشد، بنابراین در اینجا، اندازه هر مکان از شبکه برابر با ۰/۲۵ میکرومتر فرض شد. بنابراین با یک شبکه ۱۰۰×۱۰۰، سطح ٦۲۵ میکرومتر مربع را می‌توان شبیه‌سازی نمود.

برای الگوریتم جوانه‌زنی از مدل سرعت ثابت استفاده شد. در این مدل، همانطور که قبلا توضیح داده شده، تمامی جوانه‌ها در ابتدای آنیل اعمال می‌شود. در واقع برای بعضی از مواد، دانسیته جوانه‌زنی از ابتدای شروع آن ممکن است بسیار سریع کاهش یافته و به صفر برسد، به‌طوری که می‌توان فرض نمود تمام جوانه‌ها در لحظه شروع تبلور مجدد ایجاد شده و پس از آن هیچگونه جوانه‌زنی صورت نمی‌گیرد [2].

محاسبه دانسیته جوانه‌ها برای هر منطقه از شبکه مونت کارلو مطابق روابط ذکر شده می‌باشد. جهت ایجاد جوانه‌ها، به ازای هر جوانه، یک مکان از شبکه به‌طور تصادفی انتخاب و یک عدد تصادفی در بازه ٤٩ تا ٦٤ به آن نسبت داده شد تا آن مکان بعنوان جوانه بدون انرژی داخلی درنظر گرفته شود و مقدار انرژی ذخیره شده آن مکان مربوط به جوانه، صفر در نظر گرفته شود [9,24,25].

پس از مرحله فوق، الگوریتم رشد دانه مونت کارلو به شبکه جوانه‌ریزی شده، اعمال گردید. روندنمای این الگوریتم همانند شکل (۳) می باشد، با این تفاوت که:

۱- در محاسبه انرژی هر مکان علاوه بر در نظر گرفتن انرژی مرزدانه‌ها، انرژی ذخیره شده ناشی از تغییرشکل هر مکان نیز منظور گشته و از رابطه زیر محاسبه شد [9,16,18]:

$$E_i = J\sum_{j=1}^{n}\left(1-d_{s_i s_j}\right)+H_i f\left(Q_u - S_i\right) \qquad (٤)$$

در این رابطه J انرژی مرزدانه است که بر واحد سطح گزارش می شود. $f\left(Q_u - S_i\right)$ تابع پله‌ای است که در شرایط $Q_u \geq S_i$ برابر با یک و در $Q_u < S_i$ برابر با صفر است و Q_u برابر با ٤٨ بوده که تعداد جهات دانه‌های اولیه تبلور مجدد نیافته می‌باشد. H_i مقدار ثابت مثبتی است که بیانگر انرژی ذخیره شده هر مکان از شبکه می‌باشد و مقدار آن از رابطه انرژی ذخیره شده مذکور و با توجه به مقیاس طولی شبکه محاسبه می‌شود[15,25].

۲- از تغییر جهت‌هایی که منجر به تبدیل دانه تبلور مجدد یافته به دانه تبلور مجدد نیافته می‌شود، جلوگیری به عمل آمد. به این منظور، در صورتی که مکان انتخابی جز مکان‌های تبلور مجدد نیافته باشد $\left(Q \leq Q_u\right)$، مجاز به تغییر جهت به کلیه همسایه‌ها می‌باشد. در حالتی که تغییر جهت به یکی از همسایه‌های تبلور مجدد یافته پذیرفته شود، رشد دانه تبلور مجدد یافته به درون دانه تبلور

مجدد نیافته رخ داده است (که با کاهش انرژی ذخیره شده همراه است)، و در حالتی که تغییر جهت به یکی از همسایه‌های تبلور مجدد نیافته پذیرفته شود، رشد دانه عادی رخ داده است (که با کاهش انرژی مرزدانه همراه است). اما در صورتی که مکان انتخابی جز مکان‌های تبلور مجدد یافته باشد $(Q > Q_u)$، تنها مجاز به تغییر جهت به یکی از همسایه‌های تبلور مجدد یافته می‌باشد.

نتایج و تفسیر آن‌ها

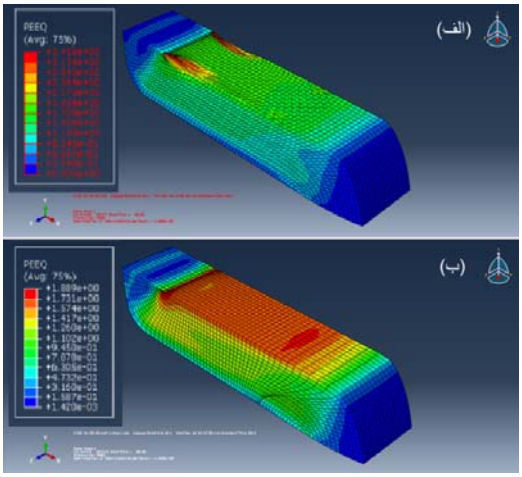
نتایج شبیه‌سازی‌های نمونه تحت فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار. اولین شبیه‌سازی فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار بر روی آلیاژ آلومینیوم ۶۰۶۱ در قالبی با زاویه کانال ۹۰ درجه و زاویه گوشه ۳۰ درجه، در دمای محیط و برای یک پاس، در نرم‌افزار آباکوس صورت پذیرفت (Case1). سایر پارامترهای اتخاذ شده در جدول (۱) نشان داده شده است. در فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، بدلیل تغییرشکل‌های زیاد و کرنش بالا در قالب ۹۰ درجه و همچنین بالا بودن اثر اصطکاک سطحی در دمای محیط، المان‌ها دچار اعوجاج و به‌هم ریختگی شده و نتایج شبیه‌سازی را غیر قابل اطمینان می‌نمود. این موضوع در شکل (۵ – الف) نشان داده شده است.

رابطه تنش کرنش از روابط فشار گرم در دماهای مورد استفاده در شبیه‌سازی و چندین نرخ کرنش استخراج شده است و به نرم‌افزار داده شده است. از آنجاکه نرم‌افزار اباکوس در مدول تعریف خواص خود مدلی از پیش تعریف شده همانند قانون جانسون – کوک یا زنر–هولومان ندارد و فقط بصورت نمودارهای تنش – کرنش وابسته به دما و نرخ کرنش داده می‌پذیرد، داده‌های تست فشار بصورت تنش و کرنش حقیقی و وابسته به دما و نرخ کرنش وارد محیط نرم‌افزار شدند.

همانطور که مشاهده می‌شود، المان‌های سطحی دچار به‌هم ریختگی و اعوجاج شده‌اند. بنابراین جهت رفع این مشکل، از تکنیک ALE در شبیه‌سازی Case1 بهره گرفته شد که نتایج آن در شکل (۵ – ب) نشان داده شده است. در این حالت مشکل به‌هم ریختگی و اعوجاج بر طرف شده است.

جدول ۱ پارامترهای به‌کار رفته در شبیه‌سازی توسط نرم افزار آباکوس

ابعاد نمونه	۱۴×۱۴×۶۶ mm^3
ابعاد مقطع کانال	۱۴×۱۴ mm^2
سرعت پرس	۱ میلیمتر بر ثانیه
ضریب اصطکاک	۰/۰۶۵
اندازه مش استفاده شده	۱
چگالی نمونه	۲۷۰۰kg/m^3
مدول یانگ نمونه	۶۹ GPa
ضریب پواسون	۰/۳۳



شکل ۵ شبیه سازی Case1، الف) بدون استفاده از تکنیک ALE و ب) با استفاده از تکنیک ALE

نتایج شبیه‌سازی‌های بعدی نشان می‌دهد که استفاده از این تکنیک به‌منظور شبیه‌سازی فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار فقط در قالب ۹۰ درجه (یا کمتر)، در دمای محیط، در پاس‌های یک و بالاتر مورد نیاز است. در حالی که در موارد دیگر (دماهای بالاتر و

پاسهای کاری بیشتر)، بدلیل کرنش‌های اعمالی کمتر و همچنین کم شدن اثر اصطکاک سطحی در دماهای بالاتر، استفاده از تکنیک ALE مورد نیاز نمی‌باشد.

منظور از کاهش اثر اصطکاک با افزوده شدن دما، بهتر شدن روند سیلان ماده با فعال شده پدیده‌های ترمیم همانند بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی است. بعبارت دیگر با افزایش دما، روند کارسختی بدلیل فعال شدن مکانیزمهای کارنرمی آهسته و متوقف می‌شود و این باعث سیلان بهتر ماده درون قالب با نیروی کمتر می‌گردد و این مساله پدیده اعوجاج مش‌بندی را مرتفع می‌سازد.

شکل (٦)، تصاویری از توزیع کرنش نمونه در چهار زمان مختلف از شبیه‌سازی را نشان می‌دهد. با توجه به ابعاد نمونه و قالب و سرعت پرس، زمان مورد نیاز فرایند شبیه‌سازی، ٦٦ ثانیه می‌باشد.

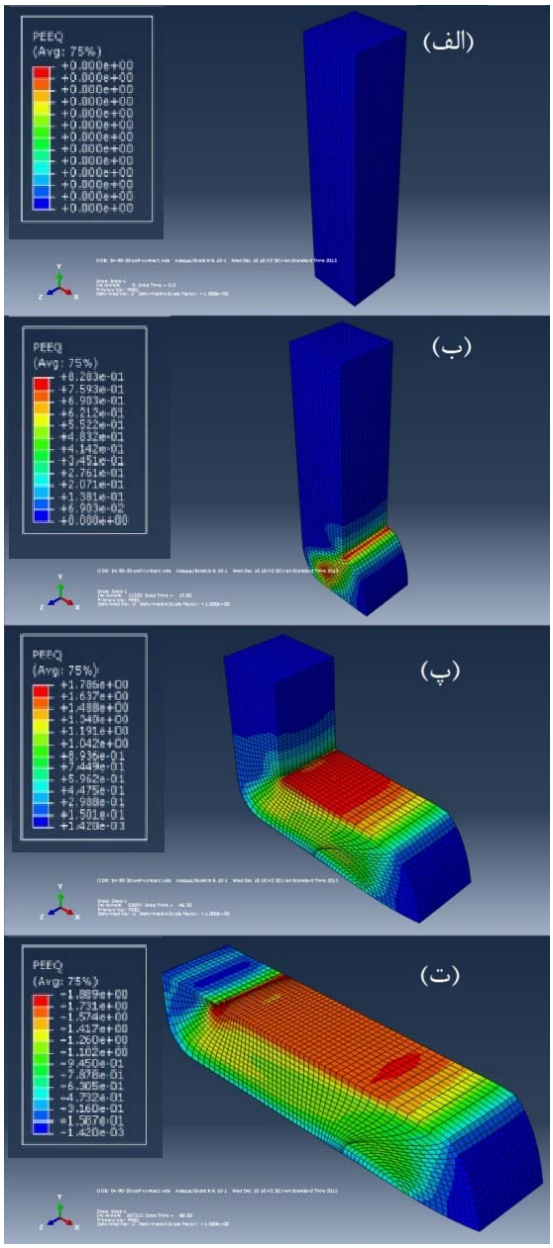
همانطورکه از شکل (٦) مشخص است، توزیع کرنش از بالا به پایین نمونه کاهش می‌یابد که علت آن را می‌توان به اختلاف سرعت المان‌های سطوح بالا و پایین نمونه نسبت داد. به این معنی که المان‌های سطوح بالایی باید با سرعت بیشتری نسبت به المان‌های پایینی حرکت کنند تا هندسه تغییرشکل حفظ شود. در نتیجه میزان کرنش اعمالی در سطوح بالایی بیشتر می‌باشد.

با توجه به شکل (٦)، مقدار کرنش موثر بطور تقریبی برابر با ١/١٦ می‌باشد. این مقدار با استفاده از رابطه تئوری ایواهاشی [26] به صورت زیر محاسبه می‌شود:

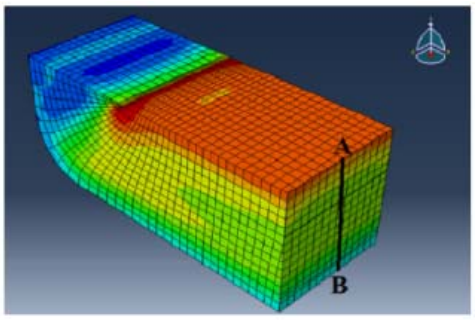
$$\bar{\varepsilon}_n = \frac{N}{\sqrt{3}}\left[2cot\left(\frac{\varphi+\psi}{2}\right)+\psi csc\left(\frac{\varphi+\psi}{2}\right)\right]$$

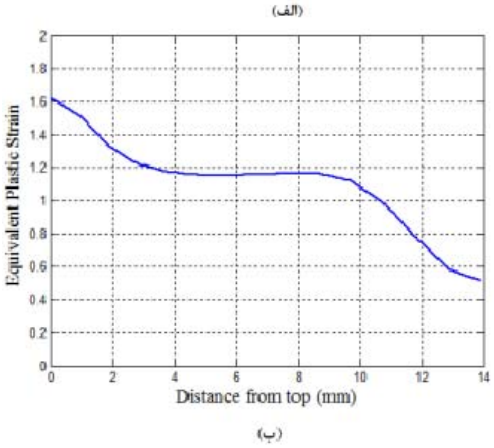
$$= \frac{1}{\sqrt{3}}\left[2cot\left(\frac{90+30}{2}\right)+\frac{\pi}{6}csc\left(\frac{90+30}{2}\right)\right] \quad (٤)$$

بنابراین تطابق نسبتاً خوبی بین نتایج حاصل از شبیه‌سازی و روابط تئوری وجود دارد که نشان از صحت شبیه‌سازی انجام شده می‌باشد. شایان ذکر است که تفاوت بین نتایج شبیه‌سازی و محاسبات تئوری به تاثیر ترکیبی شرایط اصطکاکی و خواص مواد شامل کرنش سختی و جهات کریستالوگرافی نسبت داده می‌شود که در محاسبات تئوری در نظر گرفته نمی‌شود [27].



شکل ٦ توزیع کرنش در Case1 در الف) t=0s، ب) t=19s، پ) t=46.2s و ت) t=66s.





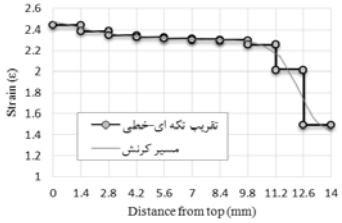
شکل ۷ توزیع کرنش در نمونه شبیه‌سازی شده، الف) موقعیت خط در قطعه A-B ، ب) تغییرات کرنش در امتداد خط A-B.

تغییرات کرنش در راستای خط A-B در مقطع میانی نمونه در شکل (۷) نشان داده شده است. همانطورکه از شکل (۷– الف) دیده می‌شود، تغییرشکل در راستای محور Z تغییر چندانی ندارد و تقریباً یکنواخت می‌باشد. بنابراین، راستای A-B برای نشان دادن توزیع کرنش بر حسب فاصله از سطح بالایی نمونه در این مقطع انتخاب شد. همانطور که در شکل (۷ – ب) مشاهده می‌شود، مقدار کرنش اعمالی روند کاهشی دارد، به‌گونه‌ای که توزیع کرنش در ۲/٤ میانی تقریبا یکنواخت بوده و در ۱/٤ بالایی و پایینی غیر یکنواخت می‌باشد. این امر، همانطور که قبلا نیز اشاره شد، احتمالا بدلیل اختلاف میدان‌های سرعت در عرض نمونه است. شایان ذکر است که از منحنی‌های کرنش بر حسب جابجایی بعنوان داده ورودی به الگوریتم مونت کارلو به‌منظور پیش‌بینی متوسط اندازه دانه نهایی نمونه آنیل شده پس از انجام فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار استفاده شده است.

نتایج شبیه‌سازی‌تبلور مجدد به روش مونت کارلو

شبیه‌سازی ریزساختار نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار پس از آنیل. به‌منظور شبیه‌سازی ریزساختار نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، از کرنش‌های به‌دست آمده توسط شبیه‌سازی اجزاء محدود به عنوان ورودی برنامه مونت کارلو استفاده می‌شود.

برای اعمال مسیر کرنش به الگوریتم مونت کارلو، از تقریب تکه‌ای–خطی آن استفاده می‌شود. به این منظور، همانطور که در قسمت قبل توضیح داده شد، سطح مقطع نمونه به ۱۰ منطقه تبدیل شده و برای هر منطقه، متوسط کرنش اعمالی محاسبه می‌شود. این کرنش‌ها در شکل (۸) به همراه نمودار کرنش اصلی نشان داده شده است.

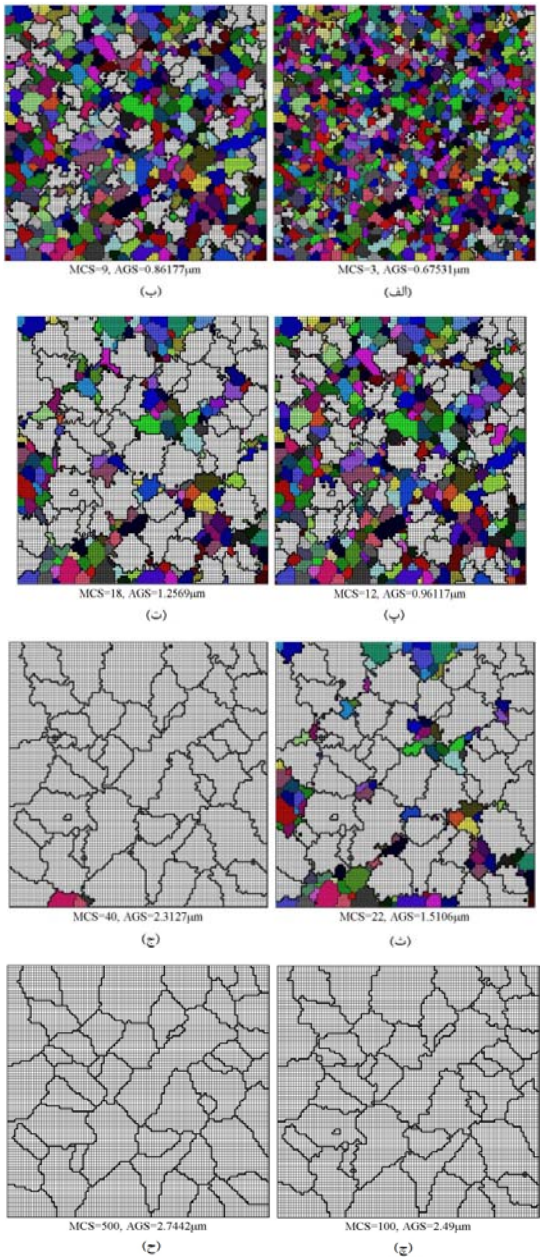


شکل ۸ مسیر کرنش در سطح مقطع نمونه و تقریب تکه ای–خطی آن

تکامل ریزساختار پیش‌بینی شده طی تبلور مجدد در دمای ٦۲۳ کلوین پس از فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با کانال ۹۰ درجه در دو پاس در شکل (۹ – الف تا ح) نشان داده شده است. در این شکل‌ها، به‌منظور تمایز بین جوانه یا دانه‌های تبلور مجدد یافته و دانه‌های تبلور مجدد نیافته، دانه‌های تبلور مجدد یافته با رنگ سفید مشخص شده و مرزهای آن نیز با خطوط درشت‌تر نشان داده شده است.

همانطور که مشاهده می‌شود در مراحل اولیه، دانه‌های تبلور مجدد به صورت مجزا از یکدیگر رشد می‌کنند (شکل ۹ – الف تا پ). پس از آن، دانه‌های تبلور مجدد توسط یکدیگر احاطه می‌شوند (شکل ۹ (ت و ث)) و در نهایت، تبلور مجدد در کسر اندک نواحی تبلور مجدد نیافته رشد می‌کند (شکل ۹–ج). پس از اینکه تبلور مجدد کامل شد، دانه‌های تبلور

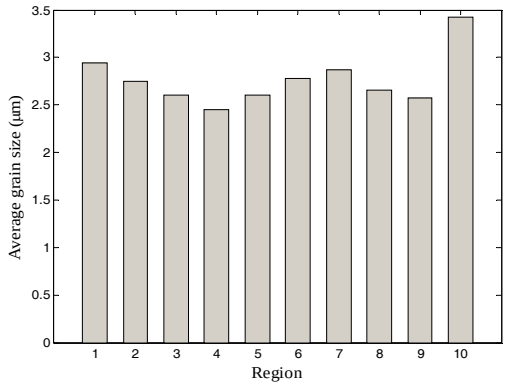
مجدد یافته با سرعت کمی رشد می‌کنند (شکل ۹- چ و ح)).



شکل ۹ تکامل ریزساختار پیش‌بینی شده طی تبلور مجدد در دمای ٦٢٣ کلوین پس از *فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار* با کانال ۹۰ درجه در دو پاس

همچنین مشاهده می‌شود که در برخی زمان‌ها، نواحی کوچکی از بخش تبلور مجدد نیافته توسط دانه‌های تبلور مجدد احاطه شده و اصطلاحا به دام می‌افتند (شکل ۹ (ث)). این پدیده با یافته‌های ایوانی، که شبیه‌سازی مونت کارلو برای اکستروژن آلیاژ Al-4.5Zn-1Mg انجام داد، همخوانی دارد [28].

در شکل (۱۰)، متوسط اندازه دانه ریزساختار نهایی پیش‌بینی شده در هر یک از مناطق ده‌گانه نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، متوسط اندازه دانه در مناطق ۱ تا ۹ تقریبا یکنواخت بوده در حالی‌که در منطقه ۱۰ (دورترین منطقه از سطح نمونه)، اندازه متوسط دانه رشد بیشتری داشته است. دلیل این امر این است که در منطقه ۱۰، به دلیل کرنش اعمالی کمتر، انرژی ذخیره شده در آن منطقه کمتر بوده و در نتیجه دانسیته جوانه‌زنی آن نیز کمتر خواهد بود که باعث می‌شود جوانه‌های تبلور مجدد ایجاد شده فرصت بیشتری برای رشد در نواحی تغییرشکل داشته باشند. این نتایج با [25]، که در آن به بررسی ناهمگنی ریزساختار نهایی سیم تخت شده حاصل از نورد پس از آنیل پرداخته است، همخوانی دارد. با توجه به این نمودار می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش ناهمگنی کرنش در سطح نمونه، ناهمگنی اندازه دانه‌ها در ریزساختار نهایی نیز بیشتر خواهد شد. بعنوان مثال، در صورتی که فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در مسیر A تا تعداد پاس‌های بالاتری ادامه یابد، اختلاف کرنش بین سطح نمونه و پایین آن بیشتر شده و می‌توان انتظار داشت ناهمگنی ریزساختار نهایی نیز افزایش یابد.

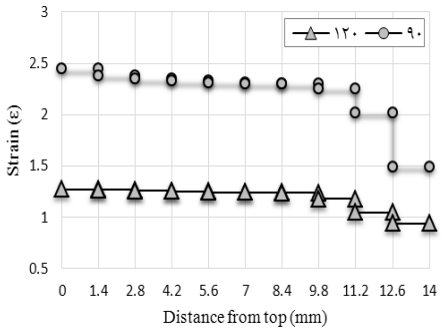


شکل ۱۰ متوسط اندازه دانه ریزساختار نهایی پیش‌بینی شده در هر یک از مناطق ده‌گانه

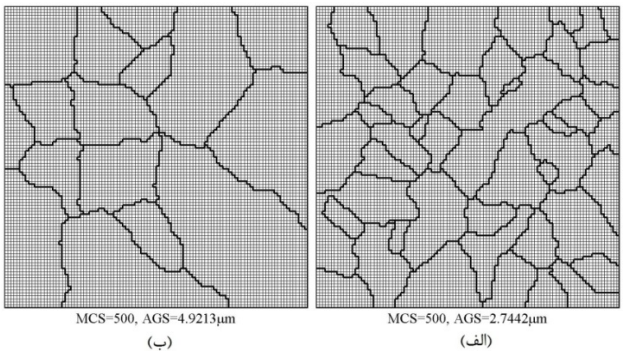
پیش‌بینی ریزساختار نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در زوایای کانال مختلف. در این بخش، ریزساختار نهایی پیش‌بینی شده نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در دو زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه در دو پاس با یکدیگر مقایسه خواهد شد. در شکل (۱۱)، تقریب‌های تکه‌ای–خطی کرنش بر حسب فاصله از سطح، که نتیجه بخش شبیه‌سازی اجزاء محدود می‌باشد، برای دو حالت ذکر شده نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، کرنش مربوط به زاویه کانال ۱۲۰ درجه کمتر می‌باشد. بنابراین، انتظار داریم ریزساختار نهایی آن دارای دانه‌های درشت‌تری باشد. زیرا برای این حالت انرژی ذخیره شده و در نتیجه دانسیته جوانه‌زنی کمتر خواهد بود.

در شکل (۱۲)، ریزساختارهای پیش‌بینی شده نشان داده شده است. متوسط اندازه دانه برای زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه به ترتیب برابر با ۲/۷٤ و ٤/۹۲ میکرومتر پیش‌بینی شده است.

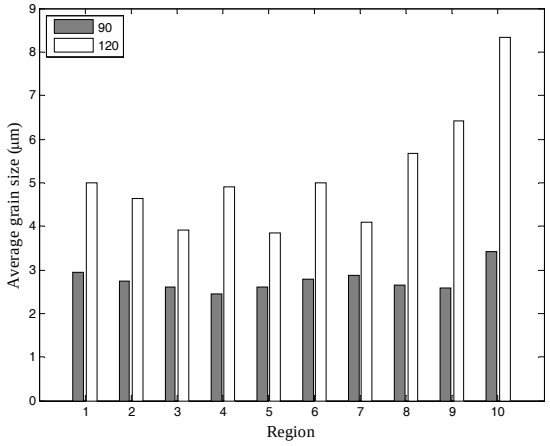
شایان ذکر است که در حالت زاویه کانال ۱۲۰ درجه، به دلیل مقدار کرنش پایین، دانسیته جوانه‌ها در دو منطقه آخر (دورترین مناطق از سطح)، صفر بوده که این عامل باعث می‌شود که ناهمگنی ریزساختار نهایی زیاد شود. در شکل (۱۳) متوسط اندازه دانه برای مناطق ده‌گانه نشان داده شده است. همانطور که از این نمودار نیز مشاهده می‌شود، در حالت زاویه کانال ۱۲۰ درجه، ناهمگنی بیشتری مشاهده می‌شود. انحراف معیار داده‌های نرمال شده برای دو حالت زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه به ترتیب برابر با ۰/۰۸ و ۰/۱٦ بدست می‌آید که نشان‌دهنده مطلب فوق می‌باشد.



شکل ۱۱ تقریب‌های تکه ای–خطی کرنش بر حسب فاصله از سطح، برای *فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار* در دو زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه در دو پاس



شکل ۱۲ ریزساختار نهایی پیش‌بینی شده نمونه *فشره شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار* در زاویه کانال الف) ۹۰ و ب) ۱۲۰ درجه در دو پاس



شکل ۱۳ متوسط اندازه دانه ریزساختار نهایی پیش‌بینی شده در هر یک از مناطق ده‌گانه برای زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه

نتیجه گیری

این پژوهش در دو بخش کلی شبیه‌سازی اجزاء محدود فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار با استفاده از نرم‌افزار آباکوس و پیاده‌سازی الگوریتم مونت کارلو در محیط برنامه نویسی متلب، به‌منظور پیش‌بینی ریزساختار نهایی نمونه پس از آنیل، انجام شد. از منحنی کرنش بر حسب فاصله از سطح نمونه، بعنوان ورودی مونت کارلو استفاده شد.

نتایج به‌دست آمده از شبیه‌سازی اجزاء محدود فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار بطور خلاصه بصورت زیر است:

- نتایج شبیه‌سازی‌ها نشان می‌دهد که، استفاده از تکنیک ALE به‌منظور شبیه‌سازی اجزاء محدود فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، در قالب ۹۰ درجه (و یا کمتر)، در دمای محیط، در پاس‌های یک و بالاتر مورد نیاز است. در حالی‌که در دماهای بالاتر و پاسهای بیشتر، به دلیل کرنش‌های اعمالی کمتر و همچنین کم شدن اثر اصطکاک سطحی در دماهای بالاتر، استفاده از تکنیک ALE مورد نیاز نمی‌باشد.
- نتایج توزیع کرنش نشان می‌دهد که کرنش از بالا به پایین نمونه فشرده شده در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار کاهش می‌یابد که دلیل آن، اختلاف سرعت المان‌های سطوح بالا و پایین نمونه می‌باشد. به این معنی که المان‌های سطوح بالایی باید با سرعت بیشتری نسبت به المان‌های پایینی حرکت کنند تا هندسه تغییرشکل حفظ شود.

همچنین، نتایج به‌دست آمده از پیش‌بینی ریزساختار با استفاده از الگوریتم مونت کارلو بطور خلاصه به‌صورت زیر است:

از کرنش‌های به‌دست آمده از شبیه‌سازی اجزاء محدود برای محاسبه توزیع انرژی ذخیره شده در شبکه اولیه ورودی به الگوریتم تبلورمجدد مونت کارلو استفاده شده و به این ترتیب کوپل شبیه‌سازی اجزاء محدود و مونت کارلو انجام شد.

با افزایش ناهمگنی کرنش در سطح نمونه، ناهمگنی اندازه دانه‌ها در ریزساختار نهایی نیز بیشتر خواهد شد.

- با افزایش زاویه کانال قالب فرایند فشردن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، متوسط اندازه دانه نهایی پس از آنیل افزایش می‌یابد. متوسط اندازه دانه برای زاویه کانال ۹۰ و ۱۲۰ درجه به ترتیب برابر با ۲/۷٤ و ٤/۹۲ میکرومتر پیش‌بینی شد. همچنین در حالت زاویه کانال ۱۲۰ درجه، به دلیل مقدار کرنش پایین، دانسیته جوانه‌ها در دو منطقه آخر (دورترین مناطق از سطح)، صفر بوده که این عامل باعث می‌شود که ناهمگنی ریزساختار نهایی زیاد شود.

مراجع

1. Valiev R.Z., Langdon T.G., “Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”, *Progress in Materials Science*, Vol. 51, pp. 881-981, (2006).
2. *Humphreys* F.J., Hatherly M., “Recrystallization and related annealing phenomena”, *Elsevier Science*, Oxford, (1995).
3. Miodownik M.A., “A review of microstructural computer models used to simulate grain growth and *recrystallisation* in aluminium alloys”, *Journal of Light Metals*, Vol. 2, pp. 125–135, (2002).
4. Srolovitz D.J., Anderson M.P., Grest G.S., Sahni P.S., “Grain growth in two dimensions”, *Scripta Metallurgica*, Vol. 17, pp. 241-246, (1983).
5. Fu H.H., *Benson* D.J., Meyers M.A., “Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals”, *Acta Mater*., Vol. 49, pp. 2567-2582, (2001).
6. Sieradzki L., Madej L., “A perceptive comparison of the cellular automata and Monte Carlo techniques in application to static recrystallization modeling in polycrystalline materials”, *Computational Materials Science*, Vol. 67, pp. 156-173, (2013).

۷. کاظمی نژاد م. ، "بررسی ناهمگنی تغییر فرم و ریزساختار سیم‌های تخت شده حاصل از نورد و آنیل نهایی بوسیله روش اجزاء محدود و مدل مونت کارلو"، رساله دکتری، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، (۱۳۸۵).

۸. حافظ‌حقیقت س.م. ، کریمی طاهری ع.، "پیش بینی رشد دانه در آلومینیم خالص به روش مونت کارلو"، مجله علمی پژوهشی شریف، شماره بیست و هشتم، ص. ۳۷-۲۹، (۱۳۸۳).

9. Humphreys F.J., “Modelling microstructural evolution during annealing”, *Modelling Simul.* Mater. Sci. Eng., Vol. 8, pp. 893-910, (2000).
10. Srolovitz D.J., Grest G.S., Anderson M.P., “Computer simulation of recrystallization-I. Homogeneous nucleation and growth”, *Acta Metall*., Vol. 34, No. 9, pp. 1833-1845, (1986).
11. Marthinsen K., Lohne O., Nes E., “The development of recrystallization microstructure studied experimentally and by computer simulation”, *Acta Metall*., Vol. 37, No. 1, pp. 135-145, (1989).
12. Davies C.H.J., Hong L., “The cellular automaton simulation of static recrystallization in cold-rolled AA1050”, *Scripta Materialia*, Vol. 40, No. 10, pp. 1145-1150, (1999).
13. Anderson M.P., Srolovitz D.J., Grest G.S., Sahni P.S., “Computer simulation of grain growth-I. Kinetics”, *Acta Metall.*, Vol. 32, No. 5, pp. 783-791, (1984).
14. Morhac M., Morhacova E., “Monte Carlo simulation algorithms of grain growth in polycrystalline materials”, *Cryst. Res. Technol*., Vol. 35, No. 1, pp. 117–128, (2000).
15. Srolovitz D.J., Grest G.S., Anderson M.P., Rollett A.D., “Computer simulation of recrystallization-II. Heterogeneous nucleation and growth”, *Acta Metall*., Vol. 36, No. 8, pp. 2115-2128, (1988).
16. Song X., Rettenmayr M., “Modelling study on recrystallization, recovery and their temperature dependence in inhomogeneously deformed materials”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 332, pp. 153-160, (2002).
17. Rollett A.D., Srolovitz D.J., Doherty R.D., Anderson M.P., “Computer simulation of recrystallization in non-uniformly deformed metals”, *Acta Metall.*, Vol. 31, No. 2, pp. 627-639, (1989).

18. Song X., Rettenmayr M., Muller C., Exner H.E., “Modeling of recrystallization after inhomogeneous deformation”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32, pp. 2199- 2206, (2001).
19. Kazeminezhad M., “Simulation the ultra-fine microstructure evolution during annealing of metal processed by ECAP”, *Computational Materials Science*, Vol. 43, pp. 309-312, (2008).
20. Radhakrishnan B., Sarma G.B., Zacharia T., “Modeling the kinetics and microstructural evolution during static recrystallization-Monte Carlo simulation of recrystallization”, *Acta Mater*., Vol. 46, No. 12, pp. 4415-4433, (1998).
21. Gil Sevillano J., Houtte P.V., Aernoudt E., “large strain work hardening and textures”, *Progress in Materials Science*, Vol. 25, pp. 69-412, (1980).
22. Kim W.J., Sa Y.K., Kim H.K., Yoon U.S., “Plastic forming of the equal-channel angular pressing processed 6061 aluminum alloy”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 487, pp. 360-368, (2008).
23. Li Y., Langdon T.G. , “Creep behavior of an Al-6061 metal matrix composite reinforced with alumina particulates”, *Acta Mater*., Vol. 45, No. 11, pp. 4797-4806, (1997).
24. Walasek T.A., “Experimental verification of Monte Carlo recrystallization model”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 157-158, pp. 262-267, (2004).
25. Kazeminezhad M., Karimi Taheri A., Kiet Tieu A., “Utilization of the finite element and Monte Carlo model for simulating the recrystallization of inhomogeneous deformation of copper”, *Computational Materials Science*, Vol. 38, pp. 765-773, (2007).
26. Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G., " Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials", *Scripta Materialia*, pp. 143-146,(1996).
27. Deng G., Lu C., Su L., Tieu A.K., Li J., Liu M., Zhu H., Liu X., “Influence of outer corner angle (OCA) on the plastic deformation and texture evolution in equal channel angular pressing”, *Computational Materials Science*, pp. 1-9, (2013).
28. Eivani A.R., “Modeling of microstructural evolution during homogenization and simulation of transient state recrystallization leading to peripheral coarse grain structure in extruded Al-4.5Zn-1Mg alloy”, PhD thesis, department of Material Science and Technology, the Delft University of Technology, (2010).

بررسی جدایش میکروسکوپی آلیاژهای آلومینیوم- مس بوسیله آنالیز حرارتی و مدل‌سازی عددی*

محمد حسن عوض‌کننده قراول[۱] محسن حداد سبزوار[۲]

چکیده

در این تحقیق جدایش میکروسکوپی در آلیاژهای دوتایی آلومینیوم- مس حاوی ۲/۲، ۳/۷ و ٤/۸ درصد وزنی مس با استفاده از آنالیز حرارتی تفاضلی و مدل‌سازی عددی بررسی شد. آلیاژهای مورد نظر با استفاده از یک کوره آنالیز حرارتی تفاضلی با قابلیت کوینچ نمونه‌ها ذوب و با سرعت‌های ۰/۰۰۸ و ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه منجمد و از دماهای معینی در حین انجماد کوینچ شدند. شکل‌گیری ریزساختار و جدایش میکروسکوپی با در نظر گرفتن و بدون در نظر گرفتن تهی‌جاهای اضافی به صورت عددی مدل‌سازی شد و مشخص گردید که در نظر گرفتن تهی‌جاهای اضافی در مدل‌سازی منجر به توافق بهتر نتایج مدل‌سازی با نتایج تجربی می‌شود.

واژه‌های کلیدی آلیاژهای آلومینیوم- مس، جدایش میکروسکوپی; آنالیز حرارتی; تهی‌جاهای اضافی.

The Study of Micro-segregation in Al-Cu Alloys Using Thermal Analysis and Numerical Modeling

M.H. Avazkonandeh-Gharavol M. Haddad Sabzevar

Abstract

The micro-segregation in binary Al-Cu alloys containing 2.2, 3.7, and 4.8 wt.% copper was investigated by differential thermal analysis (DTA) and numerical modeling. For this purpose, the alloys were melted using a DTA furnace with the capability of quenching samples during solidification. The melted samples were cooled at 0.008 and 0.083 K/s and subsequently quenched from predetermined temperatures during cooling. The evolution of the microstructure and micro-segregation was modeled with and without considering excess vacancies formed during solidification. It was found that the experimental and modeling results show a better correlation when excess vacancies are considered.

Keywords Al-Cu Binary Alloys; Micro–Segregation; Thermal Analysis; Excess Vacancy.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۲/۲٦ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۳/۱۰/۳ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) استادیار گروه مهندسی مواد و پلیمر، دانشکده مهندسی، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار.

(۲) نویسنده مسئول: استاد گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد. haddadm@um.ac.ir

DOI: 10.22067/ma.v28i1.33513

مقدمه

علم انجماد یکی از علوم پایه در مهندسی مواد و متالورژی بوده و تعدادی از فرایندهای متالورژیکی مانند ریخته‌گری و جوشکاری با آن در ارتباط هستند. یکی از مهم‌ترین پدیده‌هایی که در حین انجماد رخ می‌دهد جدایش میکروسکوپی است که بر روی خواص مکانیکی و کارپذیری قطعات ریختگی مؤثر است. با توجه به اهمیت صنعتی جدایش میکروسکوپی، مطالعه آن و بویژه مدل‌سازی آن بسیار پیشرفت کرده و امروزه مدل‌های پیشرفته‌ای برای تخمین مقدار جدایش میکروسکوپی (با دقت‌های مختلفی از نظر کمّی) موجود می‌باشد [6-1].

جدایش میکروسکوپی به توزیع غیریکنواخت ترکیب شیمیایی در مقیاس میکروسکوپی (مثل ابعاد دندریت‌ها در انجماد دندریتی) گفته می‌شود و منشأ آن ترمودینامیک انجماد و در نتیجه ضریب جدایش است [7]. ابتدایی‌ترین روش نظری مطالعه انجماد توسط گولیور ارایه گردید که به قانون نمایی جدایش موسوم است. اما فرمول‌بندی ریاضی این نظریه برای اولین بار در سال ۱۹۴۲ توسط شایل ارایه گشت. این رابطه امروزه بیشتر تحت عنوان معادله گولیور- شایل شناخته می‌شود و در معادله (۱) آمده است [8].

$$C_S = k_0 C_0 \left(1-f\right)^{-(1-k_0)} \qquad (۱)$$

پس از کشف ریزآنالیزگر پروب الکترونی (EPMA) پایین بودن دقت این معادله مشخص گردیده و از آن پس نظریه‌های زیادی برای تصحیح این مدل ارایه شدند. این تصحیح‌ها شامل در نظر گرفتن نفوذ برگشتی به درون جامد، مادون انجماد، درشت شدن دندریت‌ها در حین انجماد و اصلاحات ترمودینامیکی بودند[11-9,6-1]. با پیچیده شدن معادله‌های حاکم بر مسئله، حل تحلیلی آن‌ها دشوار شده و از روش‌های عددی برای حل معادله‌های استفاده گردید. امروزه مدل‌های مختلفی وجود دارد که با درجات مختلفی از دقت مسیر انجماد و جدایش میکروسکوپی را محاسبه می‌کنند[5-1].

دو مکانیزم اصلی که در محدوده رایج سرعت‌های سرد شدن رخ می‌دهند، نفوذ برگشتی به درون جامد و درشت شدن بازوهای دندریتی هستند که در ادامه توضیح داده می‌شوند. در نفوذ برگشتی به درون جامد، به خاطر اختلاف غلظت در جامد و مذاب در فصل مشترک جامد/ مذاب، مقداری از عناصر آلیاژی که در فصل مشترک انباشته شده‌اند، به درون جامد نفوذ می‌کنند[1]. این مکانیزم در مراحل انتهایی انجماد که اختلاف غلظت در فصل مشترک جامد/ مذاب زیاد است، اهمیت بیشتری دارد. همچنین با ریزشدن ساختار به خاطر افزایش مساحت فصل مشترک جامد/ مذاب در واحد حجم، نفوذ برگشتی افزایش می‌یابد. نفوذ برگشتی منجر به کاهش جدایش میکروسکوپی می‌شود[6].

نیروی محرکه درشت شدن، نیروی کشش سطحی جامد/ مذاب است و منجر به کاهش جدایش میکروسکوپی می‌شود. درشت شدن بازوهای دندریتی با دو مکانیزم ذوب مجدد و یک‌پارچه شدن اتفاق می‌افتد. در مکانیزم ذوب مجدد، که بیشتر در ابتدای انجماد رخ می‌دهد، بازوهای دندریتی کوچکتر ذوب شده و بازوهای بزرگتر، درشت‌تر می‌شوند. در مکانیزم یک‌پارچه‌شدن، که معمولاً در انتهای انجماد رخ می‌دهد، توده‌ای شدن بازوهای دندریتی ثانویه در نواحی که در فصل مشترک جامد- مذاب انحنای منفی شدیدی دارد، منجر به یک‌پارچه شده چند بازوی دندریتی شده و یک بازوی دندریتی بزرگ‌تر به وجود می‌آید[12].

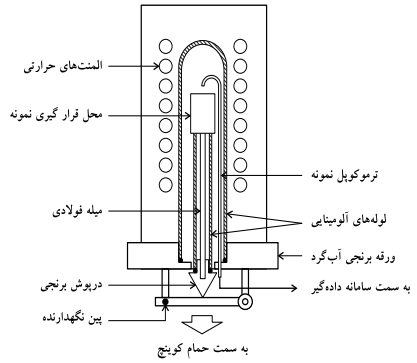
اخیراً تئوری جدیدی برای انجماد توسط فردریکسون و همکارانش ارایه شده است که تأثیر تهی‌جاهای اضافی شکل گرفته در حین انجماد را نیز بر فرایند انجماد در نظر می‌گیرد[19-13] . بر این اساس با افزایش سرعت سرد شدن، مقدار تهی‌جای‌ها از مقدار تعادلی آن‌ها بیش‌تر شده و این مسئله منجر به تغییر بعضی از خواص ترمودینامیکی در حین انجماد می‌شود. به عنوان نمونه می‌توان به کاهش گرمای نهان انجماد و افت دمای ذوب و انجماد اشاره کرد[18-13,15].

هدف از تحقیق حاضر بررسی جدایش میکروسکوپی در سرعت‌های سرد شدن پایین در آلیاژهای آلومینیوم- مس، مخصوصاً در نظر گرفتن

نظریه فردریکسون در مورد جدایش میکروسکوپی می‌باشد. در این باره تمرکز اصلی روی اطلاعات ترمودینامیکی (نمودار فازی) و اطلاعات سینتیکی (ضریب نفوذ) در سرعت‌های سرد کردن مختلف است. اطلاعات ترمودینامیکی با استفاده از تئوری ارایه شده شده توسط فردریکسون قابل تصحیح است و اطلاعات مربوط به ضریب نفوذ برای اولین بار در تحقیق حاضر به طور مؤثری اصلاح شده و در مدل‌سازی در نظر گرفته می‌شود.

روش تحقیق

برای این تحقیق آلیاژهای دوتایی آلومینیوم- مس از مواد با خلوص بالا تهیه شد. ترکیب دقیق آلیاژ با استفاده از روش طیف‌سنجی گسیل نوری (optical emission spectrometry) تعیین گردید. آلیاژها حاوی ۲/۲، ۳/۷ و ٤/۸ درصد وزنی مس بوده و عنصر آهن به عنوان تنها ناخالصی به مقدار ۰/۰٦ درصد وزنی اندازه‌گیری شد. برای آزمون‌های انجماد از یک کوره آنالیز حرارتی تفاضلی با قابلیت کوینچ نمونه‌ها در حین انجماد استفاده گردید. طرح‌واره این کوره در شکل (۱) آمده است. برای کوینچ کردن نمونه‌ها، پس از رسیدن به دمای از پیش تعیین شده، پین نگه‌دارنده درب پایین کوره آزاد شده و نمونه، میله فولادی و درپوش برنجی بلافاصله به درون حمام کوینچ سقوط می‌کنند. حدود یک گرم از نمونه‌ها با استفاده از این کوره ذوب، برای مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۷۰۰°C نگه‌داشته و سپس با سرعت‌های ۰/۰۰۸ و ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه سرد شدند. در حین سرد شدن، نمونه‌ها از دماهای مشخصی در حین انجماد کوینچ گردیدند. در هر سری یک نمونه بلافاصله پس از پایان انجماد کوینچ شد. در طول انجام آزمون آنالیز حرارتی تفاضلی از جریان گاز آرگون با خلوص بالا (۹۹/۹۹۹%) برای جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها استفاده گردید. نحوه نام‌گذاری نمونه و پارامترهای مورد استفاده در تولید آن‌ها در جدول‌های (۱) و (۲) آمده است.



شکل ۱ طرح‌واره کوره آنالیز حرارتی تفاضلی با قابلیت کوینچ نمونه‌ها

جدول ۱ نامگذاری نمونه‌های کوینچ شده و دمای کوینچ

غلظت مس (wt.%)	نام نمونه	سرعت سرد شدن (K/s)	دمای کوینچ (°C)
۲/۲	22CuS1	۰/۰۰۸	٦٤٥
	22CuS2		٦٤٠
	22CuS3		٦١٥
	22CuS4		٥٧٠
	22CuM1	۰/۰۸۳	٦٤٥
	22CuM2		٦٤٠
	22CuM3		٦١٥
	22CuM4		٥٧٠
۳/۷	37CuS1	۰/۰۰۸	٦٤٠
	37CuS2		٦٣٥
	37CuS3		٦١٥
	37CuS4		٥٧٠
	37CuM1	۰/۰۸۳	٦٤٠
	37CuM2		٦٣٥
	37CuM3		٦١٥
	37CuM4		٥٧٠
٤/۸	48CuS1	۰/۰۰۸	٦٣٥
	48CuS2		٦٣٠
	48CuS3		٦١٥
	48CuS4		٥٧٠
	48CuM1	۰/۰۸۳	٦٣٥
	48CuM2		٦٣٠
	48CuM3		٦١٥
	48CuM4		٥٧٠

جدول ۲ نامگذاری نمونه‌هایی که پس از پایان انجماد کوینچ شده‌اند و دمای کوینچ

غلظت مس (wt.%)	نام نمونه	سرعت سرد شدن (K/s)	دمای کوینچ (°C)
۲/۲	22CuSF	۰/۰۰۸	۵۳۰
	22CuMF	۰/۰۸۳	۵۳۰
۳/۷	37CuSF	۰/۰۰۸	۵۳۰
	37CuMF	۰/۰۸۳	۵۳۰
٤/۸	48CuSF	۰/۰۰۸	۵۳۰
	48CuMF	۰/۰۸۳	۵۳۰

ریزساختار نمونه‌های کوینچ شده را می‌توان به دو جزء ریزساختاری تقسیم کرد. جزء اول شامل دندریت‌های درشت فاز α_{Al} اولیه است که قبل از کوینچ کردن نمونه تشکیل شده است. جزء دوم ریزساختاری، مذاب کوینچ شده است که خود شامل دندریت‌های بسیار ظریف فاز α_{Al} اولیه و ساختار یوتکتیک است که در اثر کوینچ تشکیل شده است. در ادامه مقاله جزء ریزساختاری اول «فاز اولیه» و جزء ریزساختاری دوم «مذاب کوینچ شده» نامیده می‌شود. نمونه‌ها با استفاده از روش‌های متداول برای بررسی‌های ریزساختاری آماده و ریزساختار آن‌ها با استفاده از میکروسکوپ نوری به صورت کیفی و کمّی بررسی شدند. برای تعیین درصد فازها، نمونه‌ها در محلول HF- 0.5% (۰/۵ میلی‌لیتر اسید هیدروفلوئوریک و ۹۹/۵ میلی‌لیتر آب مقطر) حک‌کاری گردیدند. درصد فازها با استفاده از روش نقطه‌شماری سریع بر اساس استاندارد ASTM E562-11 اندازه گرفته شد. فاصله بازوهای دندریتی با استفاده از نرم‌افزار کیلیمیکس (Clemex) و پس از حک‌کاری در محلول کِلِر (۲ میلی‌لیتر اسید هیدروفلوئوریک، ۳ میلی‌لیتر اسید هیدروکلریک، ۵ میلی‌لیتر اسید نیتریک و ۱۹۰ میلی‌لیتر آب مقطر) اندازه‌گیری شد.

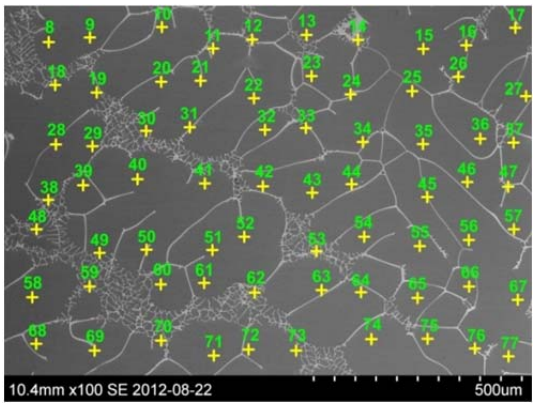
در نمونه‌هایی که پس از پایان انجماد کوینچ شده بودند، پروفیل غلظتی در فاز α_{Al} اولیه با استفاده از آنالیز نقطه‌ای میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیف سنجی اشعه ایکس تعیین شد. قبل از انجام آنالیزها، دستگاه مورد استفاده با استفاده از نمونه‌های استانداردی حاوی ۳، ٦ و ۱۰ درصد وزنی مس کالیبره گردید. برای تعیین پروفیل غلظتی حدود ۱۰۰ آنالیز نقطه‌ای انجام گرفت و سپس این آنالیزهای نقطه‌ای با استفاده از روش آماری ارایه شده توسط گانگور [20] به پروفیل غلظتی تبدیل شدند. مثالی از آنالیزهای انجام شده روی نمونه 37CuM2 در شکل (۲) آمده است.

مدل‌سازی

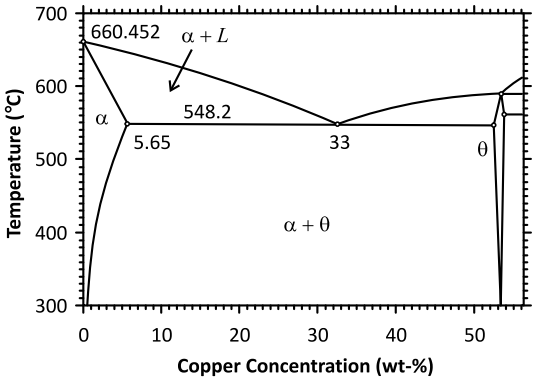
مدل‌سازی ترمودینامیکی نمودار فازی. مدل‌سازی ترمودینامیکی بر اساس روش کلفد (CALPHAD) ارایه شده توسط فلدستد و فردریکسون انجام گرفت[16,17]. نمودار فازی آلومینیوم- مس در گوشه غنی از آلومینیوم بسیار ساده بوده و حاوی یک استحاله یوتکتیک است (مطابق شکل (۳)). برای شبیه‌سازی انجماد فقط منطقه دوفازی α_{Al} + L (که با فلش در شکل (۳) مشخص شده است) تحلیل شد. در این بخش از سیستم آلیاژی آلومینیوم- مس، فقط فاز جامد α_{Al} با شبکه FCC و فاز مذاب L وجود دارد. برای مدل‌سازی ترمودینامیکی فاز مذاب یک محلول دوتایی از آلومینیوم و مس و فاز جامد یک محلول سه‌تایی از آلومینیوم، مس و تهی‌جا در نظر گرفته شده و انرژی آزاد گیبس فازهای جامد و مذاب مطابق روابط (۲) و (۳) تعریف گردید.

$$G_m^L = x_A^L\ {}^0G_A^L + x_B^L\ {}^0G_B^L + RT\left(x_A^L \ln x_A^L + x_B^L \ln x_B^L\right) + x_A^L x_B^L \sum_{i=0}^{n}\left[{}^i L_{A,B}^L \left(x_A^L - x_B^L\right)^i\right] \quad (۲)$$

$$G_m^S = x_A^S \times {}^0G_A^S + x_B^S \times {}^0G_B^S + x_{va} \times {}^0G_{va}^A + RT\begin{pmatrix} x_A^S \ln x_A^S + x_B^S \ln x_B^S + \\ x_{va} \ln x_{va} - (1+x_{va}) \ln (1+x_{va}) \end{pmatrix} + x_A^S x_B^S \sum_{i=0}^{n}\left[{}^i L_{A,B}^S \left(x_A^S - x_B^S\right)^i\right] + x_B^S x_{va} L_{B,va} \quad (۳)$$



شکل ۲ آنالیزهای طیف سنجی اشعه ایکس نقطه‌ای انجام شده در نمونه 37CuM2 برای رسم پروفیل غلظتی



شکل ۳ گوشه غنی از آلومینیوم در سیستم آلیاژی دوتایی آلومینیوم– مس

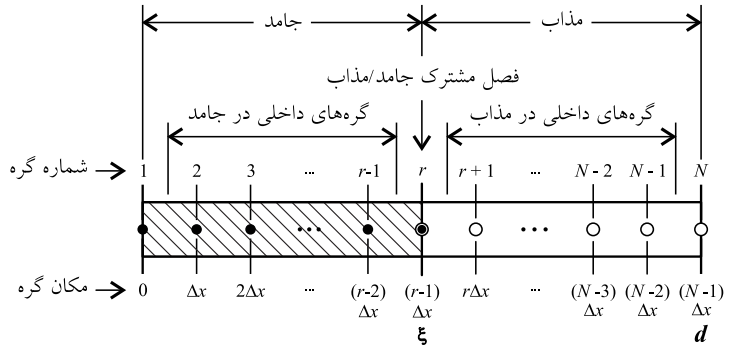
در این روابط، بالانویس L و S به ترتیب نشان‌دهنده حالت مذاب و جامد، x_A، x_B و x_{Va} به ترتیب کسر مولی A، B و تهی‌جاها، ${}^0G_A$ و ${}^0G_B$ انرژی در حالت خالص A و B، ${}^iL^S_{A,B}$ و ${}^iL^L_{A,B}$ ضرایب برهم‌کنش بین عناصر A و B در جامد و مذاب و $L_{A,va}$ و $L_{B,va}$ به ترتیب ضریب برهم‌کنش بین اتم‌های A و تهی‌جاها و ضریب برهم‌کنش بین اتم‌های B و تهی‌جاها هستند. برهم‌کنش بین عناصر آلومینیوم و مس از مرتبه دوم (n = 2) و برهم‌کنش بین اتم‌های آلومینیوم و مس با تهی‌جاها از مرتبه صفرم (n = 0) در نظر گرفته شد. در تمام موارد ضریب‌های برهم‌کنش به صورت خطی به دما ارتباط یافت (L = a×T +b). اطلاعات ترمودینامیکی مورد نیاز برای انرژی آزاد عناصر خالص از مرجع [21]، مقدار تهی‌جاهای تعادلی در آلومینیوم خالص از مرجع [22]، ضرایب برهم‌کنش بین آلومینیوم و مس و ضرایب برهم‌کنش بین مس و تهی‌جاها از مرجع‌های[17,18] و کلیه اطلاعات فیزیکی مورد نیاز (مثل جرم اتمی یا چگالی) از مرجع[23] استخراج گردید. پس از رسم منحنی انرژی آزاد گیبس فازهای جامد و مذاب در دماهای مختلف، مرز بین فازها با استفاده از روش رسم مماس مشترک محاسبه گردید. برای اعمال اثر سرعت سرد شدن مقدار تهی‌جاها تغییر داده شد به طوری‌که منحنی لیکوئیدوس محاسبه شده با اطلاعات تجربی حاصل از آنالیز حرارتی هم‌خوانی مناسبی داشته باشد.

مدل‌سازی عددی جدایش میکروسکوپی. در این مدل قانون دوم فیک در فاز جامد و مذاب به طور جداگانه حل گردید. برای این منظور المانی مطابق شکل (٤) با طول نصف فاصله بازوهای ثانویه دندریتی ($d=\lambda_2/2$) در نظر گرفته و به دوقسمت جامد و مذاب تقسیم شده است. طول قسمت جامد ξ بوده و حاوی r گره است. تعداد کل گره‌ها N و گره شماره r که فصل مشترک بر روی آن قرار دارد در فاز جامد و مذاب مشترک می‌باشد. برای هر فاز می‌توان قانون دوم فیک را به فرم معادله‌های (٤) و (٥) نوشت.

$$\frac{\partial C_S}{\partial t} = D_S\left(\frac{\partial^2 C_S}{\partial x^2}\right)_0^{\xi} \qquad (٤)$$

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} = D_L\left(\frac{\partial^2 C_L}{\partial x^2}\right)_{\xi}^{d} \qquad (٥)$$

که در آن C_S، C_L، D_S و D_L به ترتیب غلظت عنصر محلول در جامد و مذاب و ضریب نفوذ عنصر محلول در جامد و مذاب هستند. با توجه به این‌که در انجماد فصل مشترک جامد/ مذاب متحرک است باید شرط مرزی مطابق معادله (٦) را نیز در فصل مشترک در نظر گرفت که نشان‌دهنده سرعت حرکت فصل مشترک در اثر شار عبوری از آن می‌باشد [٢٤].



شکل ٤ طرح‌واره مورد استفاده برای حل معادلات نفوذ در جامد و مذاب

$$\left(D_S \frac{\partial C_S}{\partial x}\right)_{\xi} - \left(D_L \frac{\partial C_L}{\partial x}\right)_{\xi} = (C_L - C_S)\frac{d\xi}{dt} \qquad (٦)$$

این معادلات بر اساس روش ارایه شده توسط تنزیلی و هکل (Tanzilli and Heckel) [25] بر اساس فرضیات زیر حل گردید:

۱- فصل مشترک جامد- مذاب در تعادل موضعی است و ترکیب آن در جامد و مذاب از روی نمودار فازی تعادلی خوانده می‌شود.

۲- دمای تمام المان نشان‌داده‌شده در شکل یکنواخت است (درون المان شیب حرارتی وجود ندارد).

۳- انتقال جرم فقط به وسیله نفوذ انجام می‌گیرد و از جابجایی صرف‌نظر شده است.

٤- مورفولوژی فصل مشترک صفحه‌ای در نظر گرفته شد.

۵- انتقال جرم بین المان و نواحی اطراف آن وجود ندارد (ترکیب میانگین المان همواره همان C_0 است). بر این اساس می‌توان شرایط زیر را در نظر گرفت.

$$\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)_{x=0} = \left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)_{x=d} = 0 \qquad (٧)$$

اعمال شرایط اولیه: در ابتدای اجرای برنامه یک مقدار بسیار اندک جامد ($\xi \sim ۰/۰۱\mu m$) در نظر گرفته شده و ترکیب مذاب همان ترکیب متوسط آلیاژ و ترکیب جامد بر اساس ترکیب خط سالیدوس در دمای شروع انجماد تنظیم می‌شود.

اعمال شرایط مرزی: شرایط مرزی بر اساس فرض‌های (۱) و (۵) اعمال گردید. بر اساس فرض شماره (۱)، ترکیب گره‌های فصل مشترک را با ترکیب تعادلی خوانده شده از نمودار فازی در آن دما برای جامد و مذاب مساوی قرار می‌دهیم. بر اساس فرض شماره (۵) ترکیب گره شماره ۱ با گره شماره ۲ و گره شماره N با گره شماره $N-1$ برابر در نظر گرفته می‌شود. لذا رابطه‌های (٤) و (۵) در سمت جامد برای گره‌های ۲ تا $r-1$ و در سمت مذاب برای گره‌های $r+1$ تا $N-1$ حل می‌شود. یعنی پس از گذشت زمان t از شروع انجماد که دمای المان به T رسیده است داریم:

$$\left(C_S\right)_r^t = C_S^{Eq} \qquad (٨)$$

$$\left(C_L\right)_r^t = C_L^{Eq} \qquad (٩)$$

$$\left(C_S\right)_1^t = \left(C_S\right)_2^t \qquad (١٠)$$

$$\left(C_L\right)_N^t = \left(C_L\right)_{N-1}^t \qquad (١١)$$

که بالانویس t نشان‌دهنده زمان و پایین‌نویس شماره گره می‌باشند و C_S^{Eq} و C_L^{Eq} به ترتیب ترکیب سالیدوس و لیکوئیدوس در دمای T بر اساس نمودار فازی هستند.

موازنه جرمی: قبل از به روز رسانی پروفیل غلظتی قانون بقای جرم بررسی می‌شود. به این صورت که مساحت زیر نمودار در هر بازه‌ی زمانی با مساحت آن در شرایط اولیه (که مقدار C_0 است) مقایسه می‌شود. در صورتی که اختلاف آن‌ها کمتر از ۰/۰۱ باشد به روز رسانی پروفیل غلظتی انجام گرفته و در غیر این صورت

مقدار جدید ξ با استفاده از موازنه‌ی جرمی محاسبه شده و بدون به روز رسانی غلظت و سایر شمارنده‌های برنامه این بازه‌ی زمانی مجدداً تکرار می‌شود. برای موازنه جرمی می‌توان از رابطه (۱۲) استفاده کرد.

$$\bar{C}_t = \int_0^{\xi} C_S \times dx_S + \int_{\xi}^{d} C_L \times dx_L = C_0 \times d \qquad (۱۲)$$

که در آن $\bar{C}_t$ ترکیب متوسط آلیاژ (درصد وزنی) در زمان t و x فاصله (میکرومتر) است. در صورتی که انتگرال پیوسته فوق را به شکل مجموع گسسته بنویسیم و آن را ساده کنیم در نهایت رابطه (۱۳) برای تعیین محل دقیق فصل مشترک بر اساس موازنه جرمی حاصل می‌شود.

$$\xi = \frac{C_0 (N-r)(r-1)d - C_L^{com}(r-1)d}{C_S^{com}(N-r) - C_L^{com}(r-1)} \qquad (۱۳)$$

که در آن C_S^{com} و C_L^{com} به ترتیب غلظت مس در جامد و مذاب است که با انتگرال‌گیری عددی از پروفیل غلظتی محاسبه شده به دست می‌آید.

دینامیک نفوذ: با توجه به این‌که حضور تهی‌جاهای اضافی بر ضریب نفوذ هم مؤثر هستند باید اثر حضور آن‌ها بر ضریب نفوذ هم در نظر گرفته شود. این مسئله در گزارش‌های پیشین گروه تحقیقاتی فردریکسون [13-19] در نظر گرفته نشده است. برای در نظر گرفتن حضور تهی‌جاهای اضافی در حین فرآیند انجماد از رابطه (۱٤) استفاده شد. بر اساس این رابطه مقدار ضریب نفوذ تعادلی در یک ثابت که مقدار آن وابسته به سرعت سرد شدن بوده و بر اساس تحلیل ترمودینامیکی محاسبه شده است، ضرب می‌شود. این ضریب که با V^* نشان‌داده می‌شود، حاصل تقسیم مقدار تهی‌جاهای غیر تعادلی به مقدار تهی‌جاهای تعادلی است.

$$D_S^{NEq} = \frac{X_V^{NEq}}{X_V^{Eq}} D_S^{Eq} = V^* D_S^{Eq} \qquad (۱٤)$$

اما یک نکته مهم در مورد تهی‌جاهای اضافی فروکشی (Vacancy condensation or sink) آن‌ها در حین فرآیند انجماد در پشت فصل مشترک است[16]. منظور از فروکشی تهی‌جاها، نفوذ آن‌ها به محل‌های فروکشی تهی‌جاها، مانند مرز دانه‌ها، می‌باشد.

در این پایان نامه روش جدیدی برای در نظر گرفتن فروکشی تهی‌جاها که به طور مستقیم در محاسبات جدایش میکروسکوپی قابل استفاده است به شرح زیر ارایه می‌شود. در ابتدا فرض می‌شود که در جامد ضریب نفوذ در گره شماره $r-1$ همواره مقدار ضریب نفوذ غیر تعادلی (D_S^{NEq}) مطابق رابطه (۱٤) و در گره شماره ۲ مقدار D_2 که با زمان تغییر می‌کند را دارد. اگر فرض شود که مقدار ضریب نفوذ به طور خطی بین این دو گره تغییر کند رابطه (۱۵) را خواهیم داشت.

$$D_i = D_2 + \left(D_S^{NEq} - D_2\right)\frac{i-2}{r-3} \qquad (۱۵)$$

که در آن i شماره گره و D_i ضریب نفوذ در گره شماره i-ام هستند. همان‌طور که مشخص است اگر $i = 2$ آنگاه $D_i = D_2$ و اگر $i = r - 1$ آنگاه $D_i = D_S^{NEq}$ خواهد بود. اما در مورد D_2 نیز می‌توان فرض کرد که مقدار آن به طور خطی بین ضریب نفوذ غیر تعادلی (D_S^{NEq}) در ابتدای انجماد تا ضریب نفوذ تعادلی (D_S^{Eq}) در انتهای انجماد تغییر می‌کند. این فرض بر این اساس انجام گرفته که در ابتدای انجماد که مقدار جامد بسیار اندک است مقدار ضریب نفوذ در تمام فاز جامد یکسان و معادل ضریب نفوذ غیر تعادلی است اما با انجام شدن فرآیند انجماد و افزایش مقدار جامد، در پشت جبهه انجماد مقدار آن کاهش یافته تا به حداقل مقدار ممکن یعنی مقدار تعادلی برسد. البته وابسته به شرایط ممکن است مقدار آن خیلی زودتر از پایان انجماد به مقدار تعادلی برسد یا حتی تا پایان انجماد نیز مقدار آن به مقدار تعادلی نرسد اما این ساده‌ترین فرضیه قابل پیاده‌سازی در الگوریتم محاسباتی فوق است. همچنین فرض تغییرات خطی آن با زمان و مکان به دلیل سادگی در پیاده‌سازی الگوریتم رایانه‌ای آن می‌باشد. بر این

اساس می‌توان رابطه (۱۶) را برای تغییر مقدار D_2 با زمان ارایه کرد.

$$D_2 = D_S^{Eq}\left(V^* + (1-V^*)\frac{t}{t_f}\right) \qquad (۱۶)$$

بر اساس موارد ذکر شده در بالا سه سری محاسبه برای جدایش میکروسکوپی با استفاده از اطلاعات ورودی مختلف به شرح زیر انجام گرفت:

اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی تعادلی. که در ادامه گزارش به آن عنوان «EqPD» اطلاق شده و در آن اطلاعات ترمودینامیکی از نمودار فازی تعادلی و اطلاعات سینتیکی تعادلی نیز از مراجع رایج استخراج گردید[23].

اطلاعات ترمودینامیکی غیر تعادلی و سینتیکی تعادلی. که «NEPD» نامیده شد و در آن اطلاعات ترمودینامیکی از نمودار فازی غیر تعادلی محاسبه شده در این تحقیق و اطلاعات سینتیکی از مراجع استفاده گردیدند.

اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی غیر تعادلی. که در آن اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی برای در نظر گرفتن حضور تهی‌جاها تصحیح گردید که « NEPD DyDiXt» نامیده شد.

مراحل پیاده‌سازی مدل فوق به طور خلاصه در شکل (۵) آمده است. خروجی اصلی برنامه شامل پروفیل غلظتی در جامد و مذاب و منحنی انجماد می‌باشد. پارامترهای فیزیکی مورد استفاده به همراه مرجع آن در جدول (۳) ارایه شده است.

نتایج و بحث

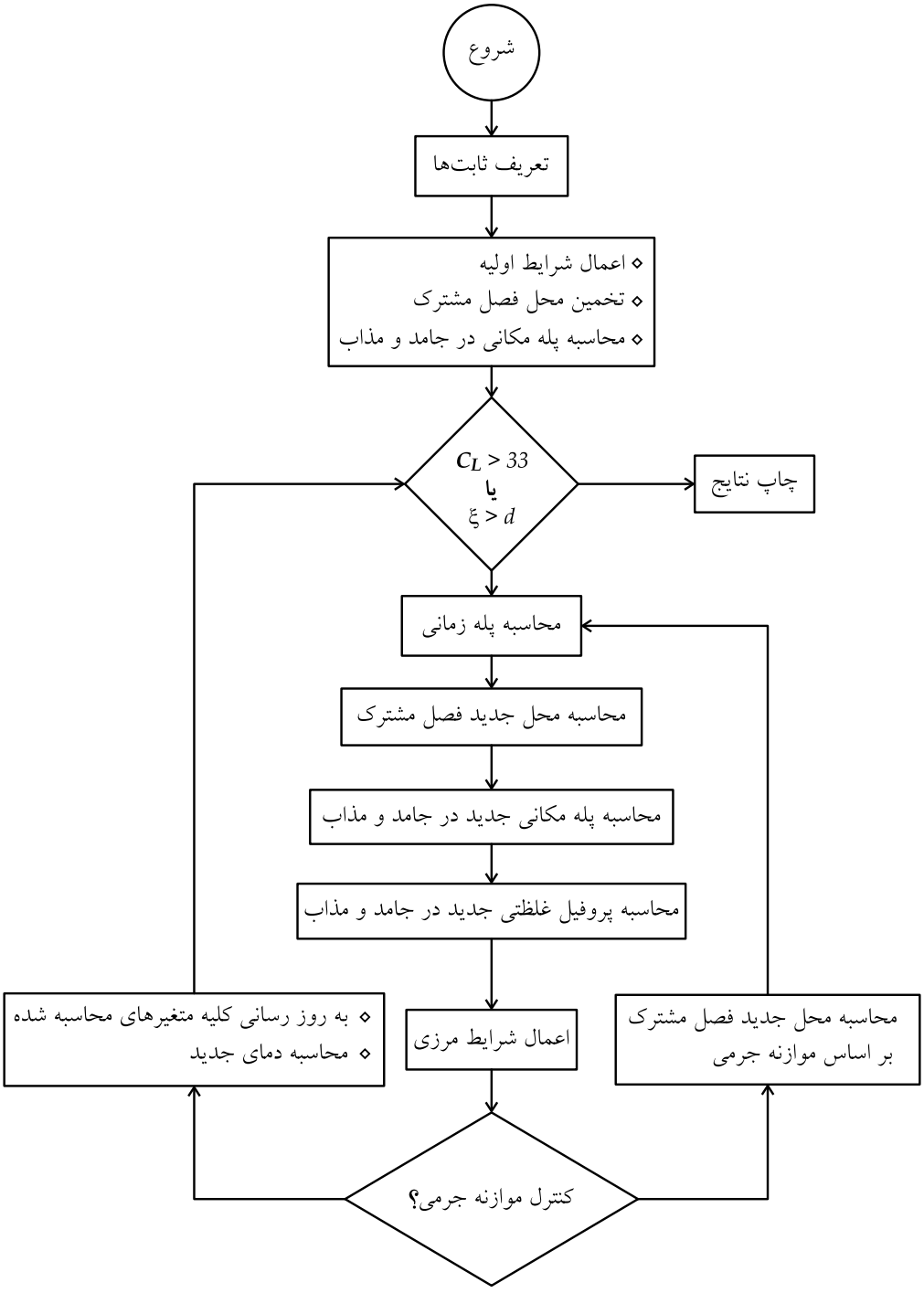
آنالیز حرارتی. منحنی‌های سرد شدن تعدادی از نمونه‌های سری 48CuM در شکل (٦) به عنوان مثال آمده است. منحنی‌های سرد شدن صاف و تکرارپذیر هستند. منحنی‌های آنالیز حرارتی تفاضلی نمونه‌هایی که پس از پایان انجماد کوینچ شده‌اند در شکل (۷) دیده می‌شود. اطلاعات حاصله از آنالیز حرارتی در جدول (٤) آمده است. بر اساس نتایج ارایه شده در شکل (۷) و جدول (٤) می‌توان گفت که دو پیک در این منحنی‌ها قابل مشاهده است که به شرح زیر هستند:

الف) پیک مربوط به شروع انجماد فاز محلول جامد آلومینیوم (α_{Al})،

ب) پیک مربوط به انجماد یوتکتیک

دمای شروع هر دو پیک با افزایش مقدار مس و سرعت سرد شدن کاهش می‌یابد. در آلیاژ حاوی ۲/۲ درصد وزنی مس در سرعت ۰/۰۰۸ درجه بر ثانیه پیک مربوط به انجماد یوتکتیک مشاهده نمی‌شود. اما بر اساس ریزساختار آن (که در بخش بعدی ارایه می‌گردد) در این نمونه نیز ساختار یوتکتیک تشکیل شده است. احتمالاً علت آن به خاطر حساسیت ناکافی آنالیز حرارتی مورد استفاده بوده چرا که مقدار یوتکتیک در ساختار نهایی این نمونه بسیار اندک است. برای آلیاژهای مورد بررسی، اطلاعات ترمودینامیکی که می‌توان از نمودار فازی تعادلی استخراج کرد در جدول (۵) آمده است. اولین نکته قابل مشاهده از مقایسه اطلاعات تعادلی (جدول (۵)) با اطلاعات تجربی حاصل از این تحقیق (جدول (٤))، اختلاف در روند تغییر دامنه انجماد با تغییر مقدار مس است. از مقایسه ستون‌های مربوط به دامنه انجماد در جدول‌های (٤) و (۵)، مشخص است که دامنه انجماد تجربی (جدول (٤)) به مراتب بیش‌تر از دامنه انجماد نظری است (جدول (۵)). همچنین روند تغییرات دامنه انجماد با تغییر مقدار مس از نظر تجربی و نظری متفاوت است. بر اساس اطلاعات تعادلی (جدول (۵)) با افزایش مقدار مس (از ۲/۲ به ٤/۸ درصد وزنی مس) دامنه انجماد افزایش می‌یابد اما در اطلاعات تجربی با افزایش مقدار مس دامنه انجماد کاهش می‌یابد. علت اصلی آن انجماد غیر تعادلی است که در نتیجه آن انجماد کلیه آلیاژها، در

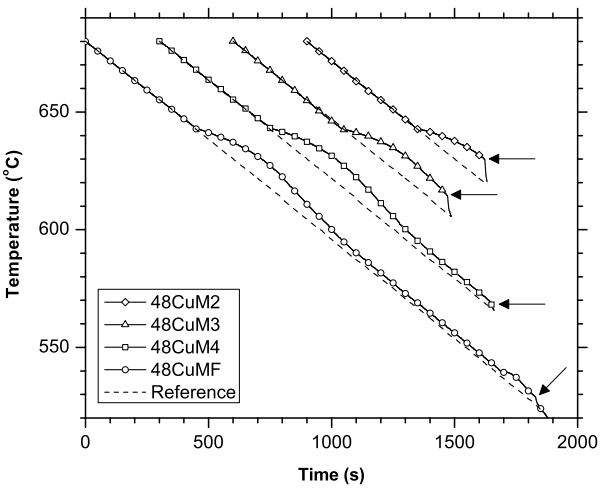
یک سرعت سرد شدن مشخص، در دمای یوتکتیک مشابهی خاتمه می‌یابد. اما با توجه به این که با افزایش مقدار مس دمای شروع انجماد کاهش می‌یابد لذا با افزایش مقدار عناصر آلیاژی دامنه انجماد کاهش می‌یابد.



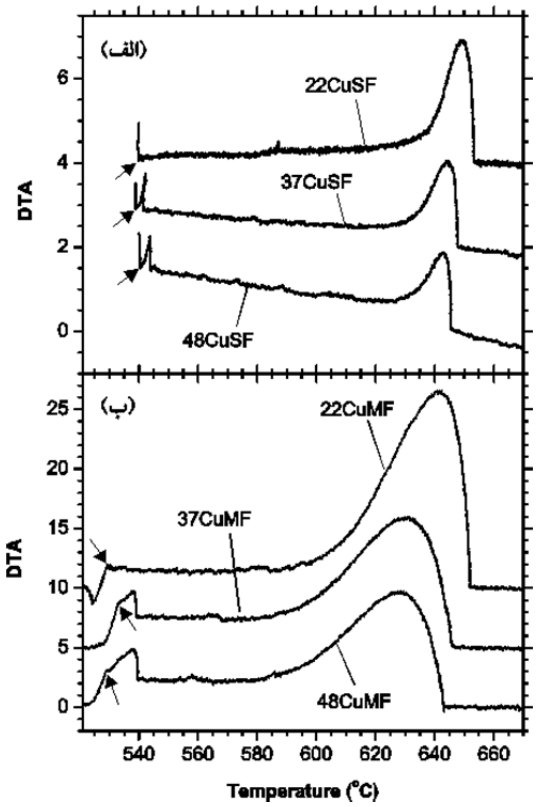
شکل ۵ مراحل پیاده‌سازی مدل‌سازی عددی جدایش میکروسکوپی

جدول ۳ پارامترهای فیزیکی مورد استفاده در مدل‌سازی جدایش میکروسکوپی

پارامتر	یکا	مقدار	مرجع
جرم مولی آلومینیوم	g	۲٦/۹۸۱	[۲۳]
جرم مولی مس		٦۳/٥٤	[۲۳]
جرم مولی منیزیم		۲٤/۳۰٥	[۲۳]
چگالی آلومینیوم	$g.cm^{-3}$	۲/۷	[۲۳]
چگالی مس		۸/۹٤	[۲۳]
چگالی منیزیم		۱/۷۳۸	[۲۳]
ضریب نفوذ مس در آلومینیوم جامد	$(\mu m)^2.s^{-1}$	$6.54\times10^{7}\exp\left(-\frac{1.36\times10^{4}}{RT}\right)$	[۲۳]
ضریب نفوذ منیزیم در آلومینیوم جامد		$1.24\times10^{8}\exp\left(-\frac{1.304\times10^{5}}{RT}\right)$	[۲۳]
ضریب نفوذ مس در آلومینیوم مذاب		$۲/٤\times۱۰^{-۳}$	[۲٦]
ضریب نفوذ منیزیم در آلومینیوم مذاب		$9.9\times10^{7}\exp\left(-\frac{7.16\times10^{4}}{RT}\right)$	[۲۷]



شکل ٦ منحنی سرد شدن تعدادی از نمونه‌های سری 48CuM



شکل ۷ منحنی‌های آنالیز حرارتی تفاضلی در سرعت‌های سرد شدن الف) ۰/۰۰۸ و ب) ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه

جدول ٤ نتایج آنالیز حرارتی

نام آلیاژ	سرعت سرد شدن (K/s)	دمای شروع انجماد (°C)		مادون انجماد (°C)		دامنه انجماد* (°C)	زمان انجماد (s)
		اولیه	یوتکتیک	نوک دندریت	یوتکتیک		
22Cu	۰/۰۰۸	٦٥٣	–	٢/٤	–	۱۱۰**	۱۳۲۲۷**
	۰/۰۸۳	٦٥۰	٥٣٩	٥/٤	۹/۲	۱۱۱	۱۳٦٤
37Cu	۰/۰۰۸	٦٤٨	٥٤٣	٤	٥/۲	۱۰٥	۱۲٦۷۲
	۰/۰۸۳	٦٤٦	٥٣٩	٦	۹/۲	۱۰۷	۱۳۱۱
48Cu	۰/۰۰۸	٦٤٦	٥٤٤	۲/۸	٤/۲	۱۰۲	۱۱۱۳۰
	۰/۰۸۳	٦٤٣	٥٣٩	٥/۸	۹/۲	۱۰٤	۱۲٥۰

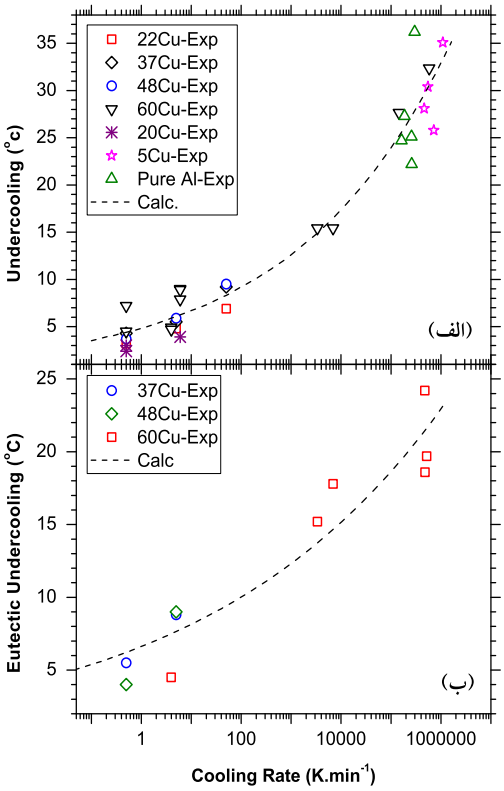
جدول ٥ اطلاعات استخراج شده از نمودار فازی برای آلیاژهای مورد استفاده

نام آلیاژ	دمای لیکوئیدوس (°C)	دمای سالیدوس (°C)	دامنه انجماد (°C)
22Cu	٦٥٥/٤	٦١٣/٣	٤٢/١
37Cu	٦٥۲	٥٨٤	٦٨
48Cu	٦٤٨/٨	٥٦٣/٥	٨٥/٣

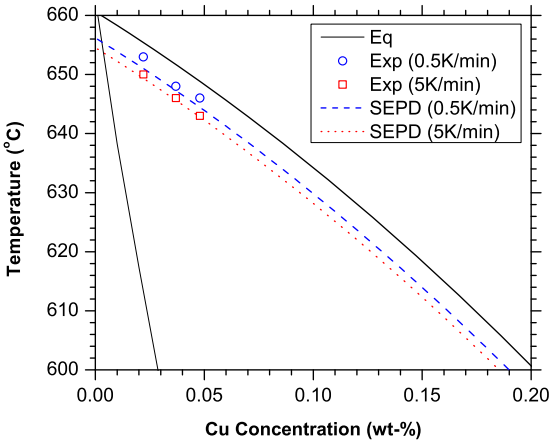
همچنین بر اساس نتایج موجود در جدول (٤)، می‌توان دید که با افزایش مقدار عنصر آلیاژی در یک سرعت سرد شدن ثابت یا افزایش سرعت سرد شدن برای یک آلیاژ مشخص مقدار مادون انجماد افزایش می‌یابد. می‌توان مقدار مادون انجماد را به روش نیمه تجربی (semi-empirical) با استفاده از تابعی مطابق رابطه (۱۷) بر اساس سرعت سرد شدن تخمین زد.

$$\Delta T = k_{UP}\left(\frac{dT}{dt}\right)^{n_{UP}} \qquad (۱۷)$$

در این رابطه ΔT و dT/dt به ترتیب مادون انجماد (درجه سانتیگراد) و سرعت سرد شدن (درجه بر دقیقه) بوده و k_{UP} و n_{UP} دو متغیر آزاد هستند که با توجه به شرایط تجربی مورد استفاده تعیین می‌شوند. برای تخمین بهتر پارامترهای آزاد این معادله، باید تعداد اطلاعات تجربی مورد استفاده تا حد ممکن زیاد باشند و لذا برای افزایش محدوده سرعت سرد شدن و ترکیب شیمیایی، از اطلاعات موجود در سایر مقالات [۱۷، ۱۸] به همراه اطلاعات حاصله از تحقیق حاضر استفاده شد و مقدار k_{UP} و n_{UP} به ترتیب ٤/٨٤ و ۰/١٤ تخمین زده شد. می‌توان به روش مشابه دمای یوتکتیک را نیز تعیین کرد. در این رابطه مقدار k_{UE} و n_{UE} به ترتیب ٦/٦٢ و ۰/۰۹ تعیین گردیدند. نتایج تجربی حاصله برای مادون انجماد به همراه منحنی حاصل از تابع نیمه تجربی در شکل (۸) آمده است. بر اساس این رابطه می‌توان برای هر سرعت سرد شدن یک منحنی لیکوئیدوس نیمه تجربی رسم کرد که در شکل (۹) دیده می‌شود.



شکل ۸ مقدار مادون انجماد نوک دندریت اندازه‌گیری شده به همراه نمودار تطابق داده شده به آن برای مادون انجماد الف) نوک دندریت و ب) یوتکتیک.



شکل ۹ الف) نمودار فازی تعادلی و نمودارهای فازی غیرتعادلی نیمه تجربی برای آلیاژهای آلومینیوم-مس. منحنی لیکوئیدوس تعادلی، منحنی لیکوئیدوس نیمه تجربی و اطلاعات تجربی برای سرعت سرد شدن ب) ۰/۰۰۸، ج) ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه

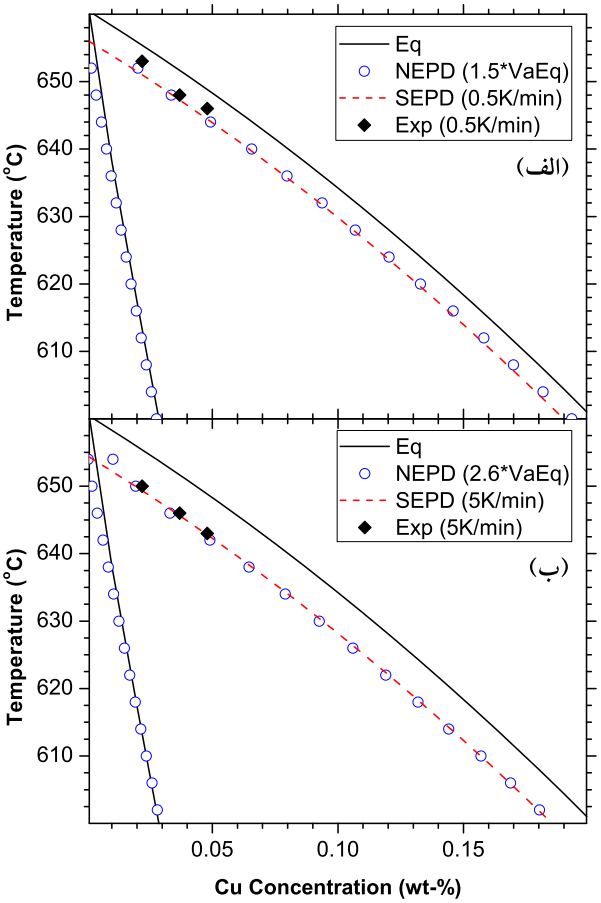
مدلسازی ترمودینامیکی نمودار فازی

نتایج حاصل از مدلسازی ترمودینامیکی نمودار فازی با در نظر گرفتن تهی‌جاها برای نمودار فازی آلومینیوم-مس در شکل (۱۰) آمده است. در این شکل نمودار فازی تعادلی و منحنی‌های لیکوئیدوس نیمه تجربی (شکل (۹)) نیز برای مقایسه آورده شده‌اند. برای رسم این نمودار، مقدار تهی‌جاها در رابطه (۳) تغییر یافته تا منحنی لیکوئیدوس محاسبه شده بر منحنی لیکوئیدوس نیمه تجربی (شکل (۹)) منطبق گردد. بر اساس این شکل مشخص است که خط لیکوئیدوس غیر تعادلی محاسبه شده با استفاده از روش کلفد (خط‌های NEPD) به خوبی بر خط لیکوئیدوس غیر تعادلی نیمه تجربی (خط‌های SEPD) منطبق است. با تقسیم مقدار تهی‌جاها به مقدار تعادلی تهی‌جاها ضریبی به دست می‌آید که نشان‌دهنده مقدار تهی‌جاهای غیر تعادلی است. مقدار این ضریب در سرعت‌های ۰/۰۰۸ و ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه به ترتیب ۱/۵ و ۲/۶ می‌باشند. در واقع این ضریب نشان‌می‌دهد که در سرعت‌های سرد شدن ۰/۰۰۸ و ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه مقدار تهی‌جاها ۱/۵ و ۲/۶ برابر مقدار تعادلی است. در مورد خط سالیدوس اطلاعات تجربی در شرایط غیر تعادلی برای مقایسه در دسترس نمی‌باشد اما می‌توان مشاهده کرد که با افزایش مقدار تهی‌جاها مقدار حلالیت در دمای یوتکتیک افزایش می‌یابد. با افزایش سرعت از ۰/۰۰۸ به ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه مقدار حلالیت در دمای یوتکتیک از ۵/۶۵ برای حالت تعادلی به ترتیب به ۵/۶۷ و ۵/۸۰ درصد وزنی خواهد رسید اما ترکیب نقطه یوتکتیک تغییری نمی‌کند. اثر در نظر گرفتن تهی‌جاها بر خط لیکوئیدوس بیش‌تر از سالیدوس است. در مورد لیکوئیدوس، دما کاهش یافته اما شیب خط تقریباً ثابت است. اما در مورد خط سالیدوس تغییر اصلی در شیب آن رخ می‌دهد. بر اساس شکل (۱۰) مشخص است که در سرعت ۰/۰۰۸ درجه بر ثانیه تغییر بسیار اندکی در خط سالیدوس مشاهده می‌شود و خط سالیدوس محاسبه شده تقریباً بر خط سالیدوس تعادلی منطبق است. اما با افزایش سرعت سرد شدن به ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه تغییر در خط سالیدوس نیز مشهودتر می‌شود.

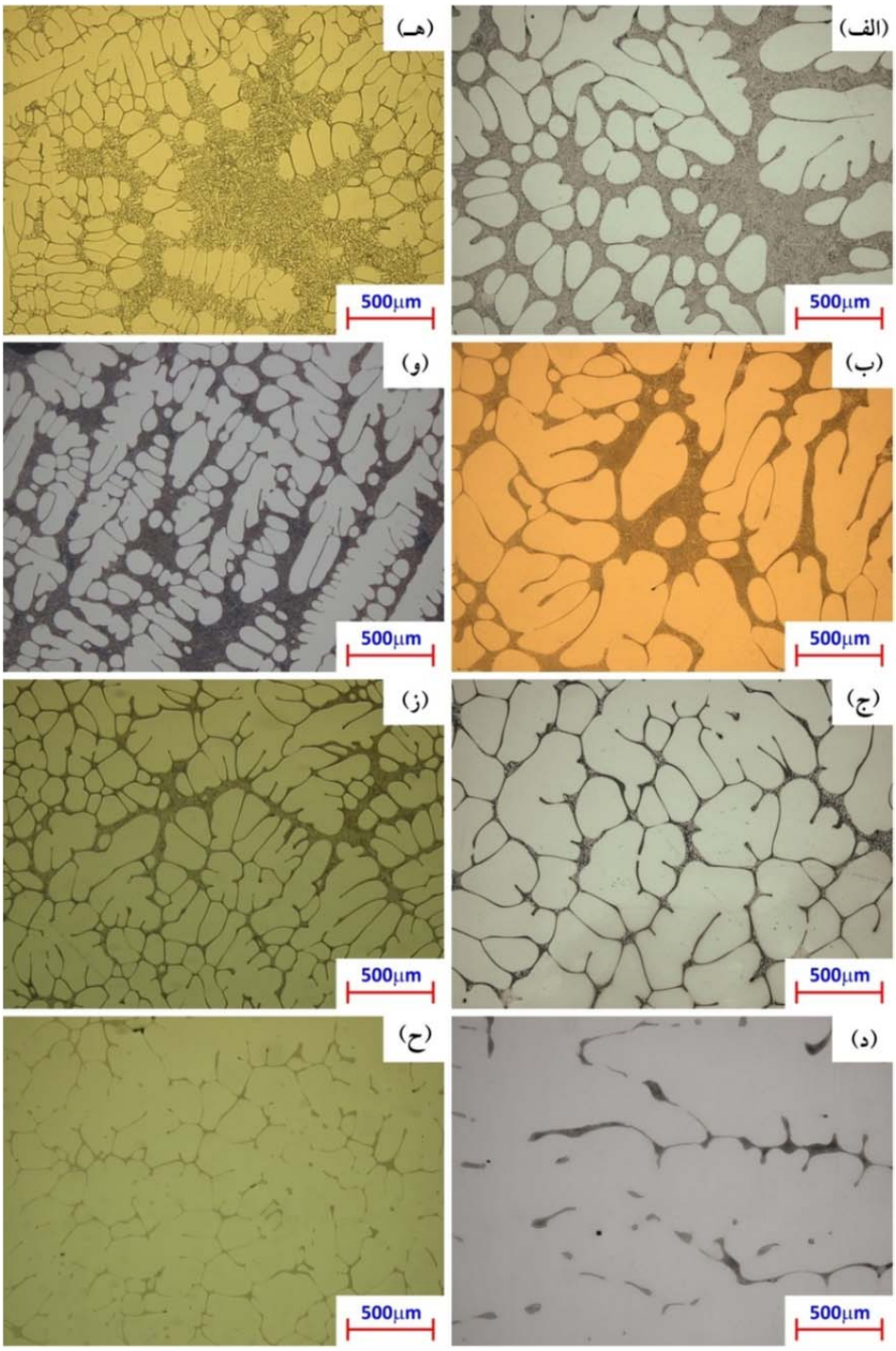
خطـوط لیکوئیـدوس و سـالیدوس محاسـبه شـده در بخش‌های بعدی برای محاسبات استفاده می‌گردند.

ریزساختار

ریزساختار قطعات ریختگی اهمیت فراوانی داشـته چـرا که به طور عمده خواص نهایی قطعه را کنترل مـی‌کنـد. پارامترهای مهم در ریزسـاختار نهـایی قطعـه ریختگـی، فازهای تشکیل شده در آن و ابعاد ریزساختار می‌باشـد. معمولاً در ساختار قطعـات ریختگـی‌ای کـه امکـان رخ دادن استحاله یوتکتیک وجود دارد، وابسـته بـه شـرایط تجربی مـورد اسـتفاده مثـل ترکیـب شـیمیایی آلیـاژ یـا سرعت سرد شدن آن، مقداری فاز ثانویه (یا یوتکتیـک) غیر تعادلی در آخرین مراحل انجمـاد شـکل مـی‌گیـرد. همچنین ساختارهای ریزتر به خاطر قابلیت تغییـر فـرم یکنواخت‌تر مناسب‌تر هستند. یکی از مشخصه‌های مهم در ساختار قطعه‌های ریختگی فاصله بازوهای دنـدریتی است و تعدادی از خواص مکانیکی قطعه در ارتبـاط بـا این مشخصه ارزیابی می‌شوند. لذا دو پـارامتر اصـلی در مشخصه‌یابی ریزساختار مقدار فاز ثانویه غیـر تعـادلی و ابعاد ریزساختار می‌باشد.



شکل ۱۰ نمودار فازی تعادلی (Eq) و غیر تعادلی رسم شده با روش کلفد (NEPD) در مقایسه با منحنی لیکوئیدوس غیر تعادلی نیمه تجربی (SEPD) و نقاط تجربی اندازه‌گیری شده در تحقیق حاضر در سرعت سرد کردن الف) ۰/۰۰۸، ب) ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه



شکل ۱۱ ریزساختار نمونه‌های کوینچ شده آلیاژ 48Cu. الف) 48CuS1، ب) 48CuS2، ج) 48CuS3، د) 48CuS4، هـ) 48CuM1، و) 48CuM2، ز) 48CuM3، ح) 48CuM4. کلیه تصویرها در بزرگ‌نمایی ۵۰ برابر هستند

به عنوان مثالی از ساختارهای کوینچ شده، ریز ساختار نمونه‌های کوینچ شده آلیاژ 48Cu در شکل (۱۱) آورده شده‌اند. نتایج حاصل از متالوگرافی کمّی کلیه نمونه‌ها در جدول (٦) آمده است. از مقایسه نتایج ارایه شده در این شکل‌ها و جدول‌ها، موارد زیر حاصل می‌شود:

١- در ترکیب شیمیایی ثابت، با افزایش سرعت سرد شدن از ٠/٠٠٨ به ٠/٠٨٣ درجه بر ثانیه ساختار ریزتر می‌شود. در سرعت سرد شدن ٠/٠٠٨ درجه بر ثانیه ساختار بسیار درشت بوده و دندریت‌ها مورفولوژی گلوبولار دارند و شاخه‌زنی دندریت‌ها بسیار محدود است. در سرعت سرد شدن ٠/٠٨٣ درجه بر ثانیه ساختار ریزتر شده و شاخه‌زنی دندریت‌ها با فرکانس بالاتری انجام می‌شود.

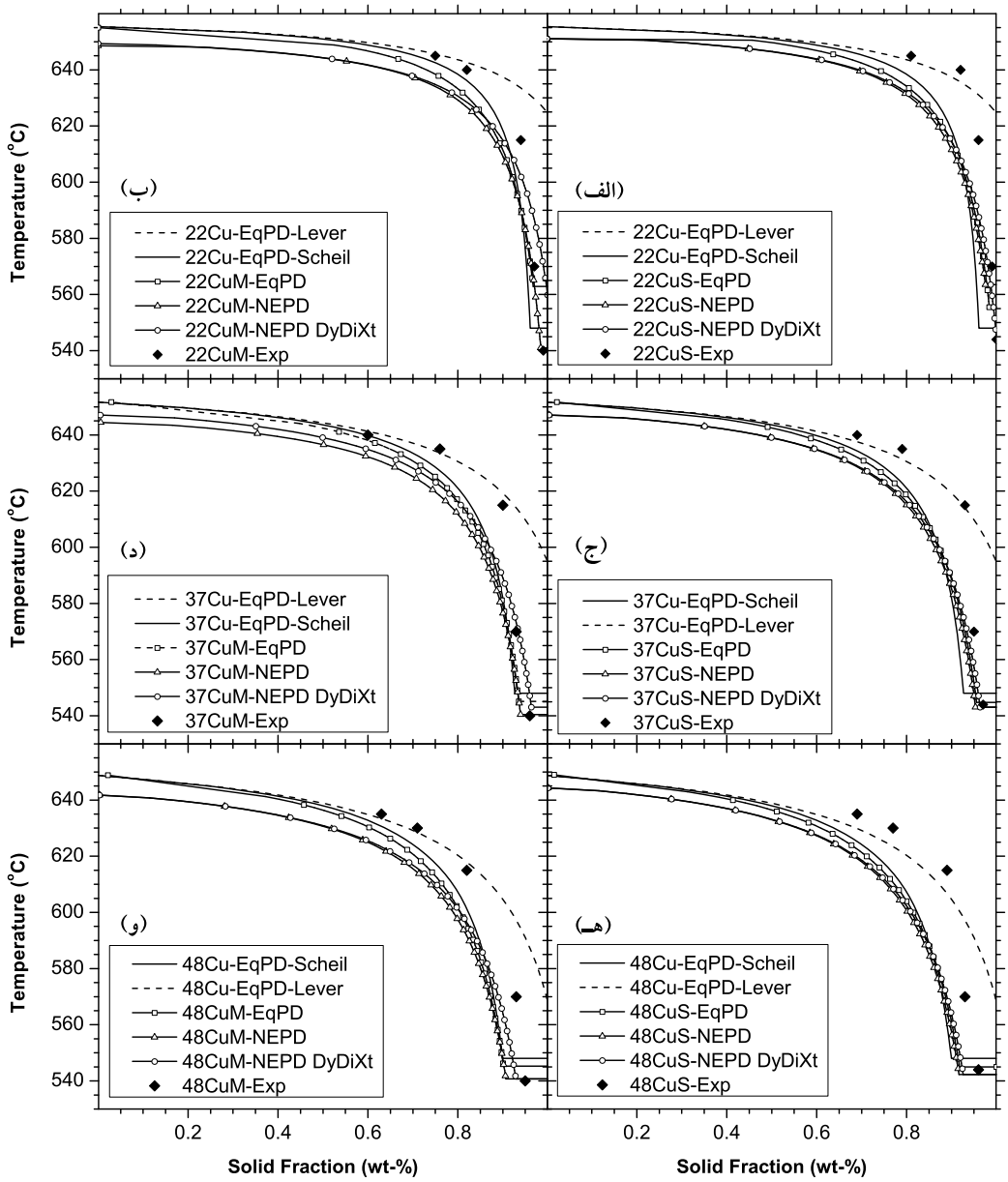
٢- در ترکیب شیمیایی ثابت، با افزایش سرعت سرد شدن از ٠/٠٠٨ به ٠/٠٨٣ درجه بر ثانیه مقدار فاز مذاب افزایش می‌یابد که به طور عمده به خاطر افزایش مادون انجماد با افزایش سرعت سرد شدن می‌باشد.

٣- در آلیاژهای مختلف، تعدادی از دماهای کوینچ مشابه است. در یک سرعت سرد شدن ثابت با افزایش غلظت عنصر آلیاژی مقدار مذاب در این دماهای کوینچ مشابه افزایش می‌یابد.

برای تحلیل نتایج فوق از منحنی‌های انجماد استفاده گردید. منحنی‌های حاصل از محاسبات قانون اهرم و معادله شایل بر اساس نمودار فازی تعادلی و محاسبه بر اساس مدل عددی برای حالت‌های EqPD، NEPD و NEPD-DyDiXt در شکل (١٢) آمده است. بر اساس شکل مشخص است که در ابتدای انجماد نتایج تجربی انحراف زیادی از کلیه منحنی‌های انجماد محاسبه شده دارند. اما در انتهای انجماد منحنی‌هایی که نفوذ برگشتی به درون جامد را در نظر می‌گیرند تخمین بسیار بهتری از درصد فاز نهایی (مقدار فازهای یوتکتیک) ارایه می‌کند. در بین این حالت‌ها مدلی که دینامیک نفوذ در حین انجماد را در نظر می‌گیرد (NEPD-DyDiXt)، بهتر از سایر مدل‌ها مقدار نهایی فازها را تخمین می‌زند. البته حتی در این حالت‌ها نیز نمونه‌های سری 48CuS انحراف قابل توجهی را نشان می‌دهند.

جدول ٦ نتایج متالوگرافی کمّی نمونه‌های کوینچ شده آلیاژ آلومینیوم-مس

نام نمونه	کسر فاز مذاب کوینچ شده (wt.%)	فاصله بازوهای دندریتی (μm)
22CuS1	١٨/٨	١٥٣/٦
22CuS2	٨/٤	١٦٤/٥
22CuS3	٤/٣	٢٢٠/٥
22CuS4	١/١	٣٠٦/٨
22CuM1	٢٤/٩	٦٤/٥
22CuM2	١٨/٥	٩١/٧
22CuM3	٦	١١٠/٢
22CuM4	٣	١٢١/٤
37CuS1	٣٠/٨	١٣٣/٧
37CuS2	٢٠/٨	١٥٤/٥
37CuS3	٦/٨	١٨٦/٩
37CuS4	٤/٧	٢٦٥/٥
37CuM1	٤٠/٤	٦٦/١
37CuM2	٢٤/١	٧٧/٣
37CuM3	١٠	١٠١/٣
37CuM4	٧/٤	١١٣
48CuS1	٣٠/٨	١٣٤
48CuS2	٢٣	١٤٤/٥
48CuS3	١١/٣	١٧٦/١
48CuS4	٦/٩	٢٣٣/٤
48CuM1	٣٦/٦	٦٩/٣
48CuM2	٢٨/٨	٨٣/٢
48CuM3	١٨/٤	٩٦/٩
48CuM4	٧/٢	١٠٨/٣



شکل ۱۲ منحنی‌های انجماد محاسبه شده بر اساس حالت‌های EqPD، NEPD و NEPD DyDiXt به همراه منحنی‌های محاسبه شده با قانون اهرم و معادله شایل بر اساس نمودار فازی تعادلی در مقایسه با مقادیر تجربی برای نمونه‌های سری الف) 22CuS، ب) 22CuM، ج) 37CuS، د) 37CuM، هـ) 48CuS، و) 48CuM

بر اساس نتایج این بخش شکل‌گیری ریزساختار را می‌توان به شرح زیر توصیف نمود: با شروع انجماد دندریت‌های اولیه در مذاب تشکیل شده و شروع به رشد می‌کنند. سرعت انجماد در ابتدا بسیار زیاد است و با ادامه یافتن فرایند انجماد، کاهش می‌یابد (شیب منحنی‌های انجماد). با کاهش دما ابعاد ریزساختار با رشد و درشت شدن همزمان دندریت‌ها افزایش می‌یابد. فاز مذاب به طور پیوسته کاهش یافته و غلظت عنصر آلیاژی در آن افزایش می‌یابد. در مراحل انتهایی انجماد (مقایسه ریزساختار نمونه‌ها در دماهای ٦١٥ و ٥٧٠°C) درشت شدن بازوهای دندریتی با مکانیزم یکپارچه شدن رخ داده و زمینه‌ای پیوسته از α_{Al} اولیه بوجود می‌آید. جزیره‌های مذاب باقی مانده بین دندریت‌ها در صورت رسیدن به ترکیب یوتکتیک به مخلوط فازهای یوتکتیک

($\alpha_{Al}+Al_2Cu$) تبدیل می‌شوند

علت انحراف تعدادی از نمونه‌ها از کلیه مدل‌ها در ابتدای انجماد دقیقاً مشخص نمی‌باشد. انحراف در دمای بالا ممکن است به خاطر خطای ذاتی آزمون مورد استفاده یا خطای اندازه‌گیری درصد فازها باشد. یک علت آن می‌تواند به ماهیت این آزمون ارتباط یابد. بر اساس منحنی‌های انجماد مشخص است که سرعت انجماد در ابتدای انجماد بسیار زیاد است لذا به یک کوینچ بسیار سریع نیاز است تا ساختار دمای کوینچ، پس از فرایند کوینچ حفظ شود. در واقع در حین فرایند کوینچ مقداری فاز جامد در نمونه شکل خواهد گرفت که مقدار آن به کیفیت کوینچ و دمای کوینچ وابسته است. البته با توجه به این که نمونه پس از ورود به حمام کوینچ به طور کامل در آب فرو رفته و در تماس مستقیم با آب قرار می‌گیرد باید سرد شدن پس از ورود نمونه به حمام کوینچ بسیار موثر باشد. لذا اثر این عامل به نظر اندک می‌باشد. همچنین تعیین درصد فاز جامد در دمای بالا مشکل است. چرا که در دمای بالا مقدار مذاب بسیار زیاد است و فقط قسمتی از آن در فرایند انجماد شرکت می‌کند. لذا کسری از مذاب که در فاصله دورتری از فاز جامد قرار گرفته است در فرایند انجماد شرکت نمی‌کند و نباید در نظر گرفته شود. لذا کمّیت جدیدی به نام کسر حجمی موضعی جامد استفاده می‌شود. در این حالت فقط مذاب بین بازوهای دندریت‌ها در نظر گرفته شده و مذابی که در اطراف آن‌ها است در نظر گرفته نمی‌شود. لذا مقدار مذاب اندازه‌گیری شده کمتر از مقدار واقعی آن خواهد بود و در نتیجه مقدار جامد بیشتر از مقدار واقعی اندازه‌گیری می‌شود. انحراف‌های مشابهی در نتایج سایر محققی‌هایی که از آزمون کوینچ در حین انجماد برای بررسی انجماد استفاده کرده‌اند، دیده شده است[28,29].

ریزساختار نمونه‌های کوینچ نشده در شکل (۱۳) دیده می‌شود. ساختار کلیه نمونه‌ها از فاز اولیه α_{Al} و مخلوط فازهای یوتکتیک تشکیل شده است. با تغییر غلظت عنصر آلیاژی یا با تغییر سرعت سرد شدن مقدار این فازها تغییر می‌کند. نتایج متالوگرافی کمّی در جدول (۷) آمده است. بر اساس نتایج کمّی جدول (۷)، برای کلیه آلیاژها، در یک سرعت سرد شدن ثابت با افزایش مقدار عنصر آلیاژی، درصد مخلوط یوتکتیک افزایش می‌یابد. چون کلیه این آلیاژها باید به صورت تک‌فاز منجمد شوند، یوتکتیک به وجود آمده، غیر تعادلی بوده و می‌توان آن را به عنوان معیاری از جدایش میکروسکوپی در نظر گرفت. لذا می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که با افزایش مقدار مس مقدار جدایش میکروسکوپی نیز افزایش میابد.

فاصله بازوهای دندریتی پارامتر مهمی در مطالعه ریزساختار و هم‌چنین به عنوان اطلاعات ورودی در مدل‌سازی آن می‌باشد. نتایج حاصل از اندازه‌گیری فاصله بازوهای ثانویه دندریتی برای نمونه‌های کوینچ شده در حین انجماد و پس از پایان انجماد به ترتیب در جدول‌های (٦) و (۷) ذکر شده است. بر اساس نتایج مشخص است که در یک آلیاژ معین در هر یک از سرعت‌های سرد شدن ۰/۰۰۸ یا ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه با کاهش دمای کوینچ فاصله بازوهای دندریتی افزایش می‌یابد. این مسئله نشان‌دهنده درشت شدن بازوهای ثانویه دندریتی در حین انجماد است. درشت شدن بازوهای ثانویه دندریتی به صورت یک تابع نیمه تجربی بر اساس زمان انجماد با استفاده از معادله (۱۸) محاسبه می‌شود[30].

$$(\lambda_t)^3-(\lambda_0)^3=k_t\times t \qquad (۱۸)$$

که در این رابطه λ_t، λ_0 و t فاصله بازوهای ثانویه دندریتی در زمان t، فاصله بازوهای ثانویه دندریتی در ابتدای انجماد و زمان انجماد هستند. پارامتر k_t ضریب ثابت درشت شدن می‌باشد که با توجه به اطلاعات تجربی تعیین می‌شود. بعضی از محققین مقدار λ_0 را دو برابر شعاع نوک دندریت در نظر گرفته‌اند[1]. مقدار λ_0 در ابتدای انجماد مهم است اما با گذر زمان اهمیت آن کاهش یافته و می‌توان از آن در مقابل λ_t صرف‌نظر کرد.

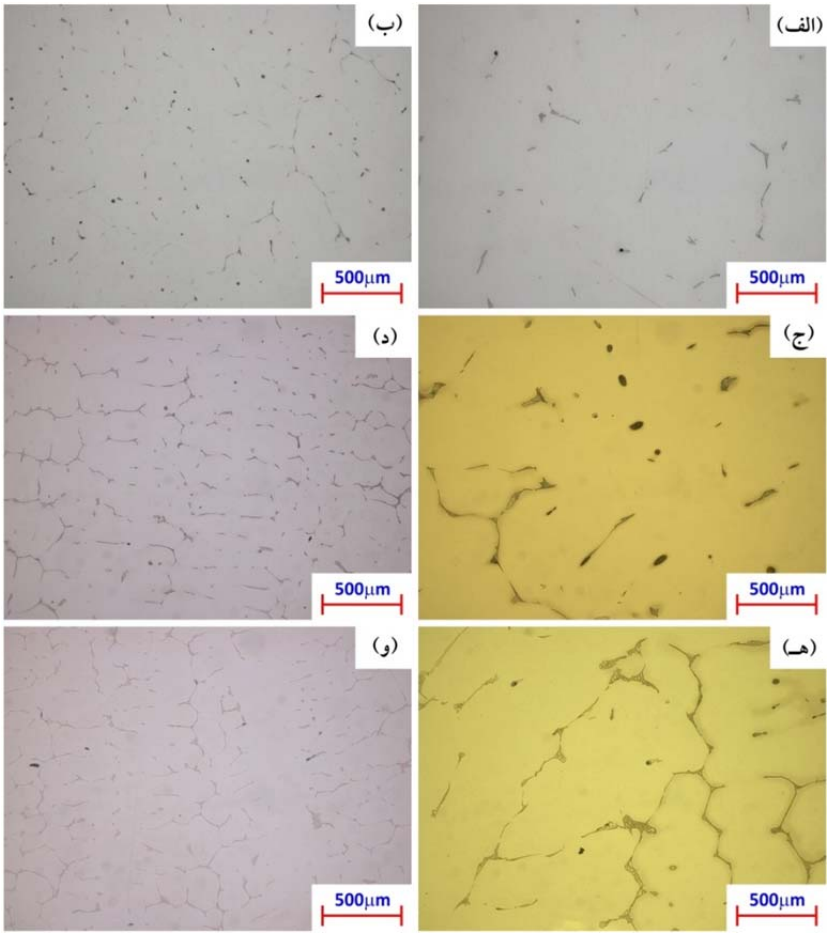
در صورتی که از مقدار λ_0 صرف‌نظر شود و ارتباط بین ترکیب شیمیایی و فاصله بازوهای دندریتی هم به صورت نمایی در نظر گرفته شود[31]، می‌توان رابطه (۱۹) را برای درشت شدن ارایه کرد.

$$\lambda_{t,C_0} = k_{t,C_0} \times C_0^{-m} \times t^{0.33} \qquad (۱۹)$$

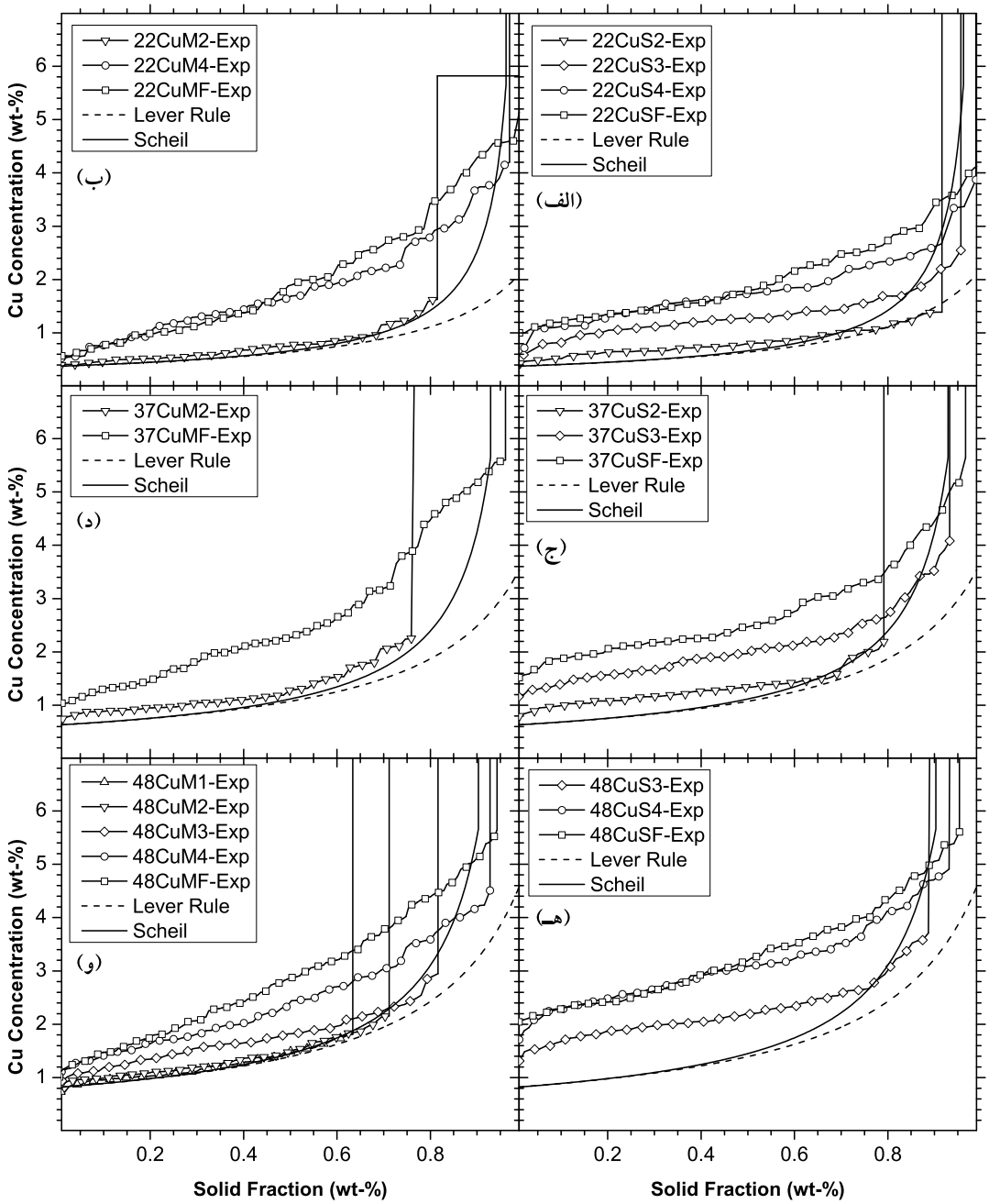
که در آن m و k_{t,C_0} دو ضریب ثابت هستند که با استفاده از اطلاعات تجربی تعیین می شوند. مقدار m و k_{t,C_0} در این پژوهش با استفاده از روش حداقل مربعات به ترتیب ۰/۲۲ و ۱۶/۶ تخمین زده شد.

جدول ۷ نتایج متالوگرافی کمّی نمونه‌های کوینچ نشده آلیاژ آلومینیوم–مس

نام نمونه	کسر یوتکتیک (wt.%)	فاصله بازوهای دندریتی (µm)
25CuSF	۰/۰	۳۲۶/۸
25CuMF	۱/۰	۱۲۲/۷
35CuSF	۳/۵	۲۶۹/۵
35CuMF	٤/٤	۱۲۲/٤
45CuSF	٤/۳	۲۶۳/۷
45CuMF	۵/۰	۱۱۲



شکل ۱۳ ریزساختار نمونه‌هایی که پس از پایان انجماد کوینچ شده‌اند. الف) 22CuSF، ب) 22CuMF، ج) 37CuSF ، د) 37CuMF، هـ) 48CuSF، و) 48CuMF کلیه تصاویر در بزرگ‌نمایی ۵۰ برابر هستند



شکل ١٤ پروفیل‌های غلظتی تجربی نمونه‌های آنالیز حرارتی تفاضلی برای سری‌های الف) 22CuS، ب) 22CuM، ج) 37CuS، د) 37CuM، هـ) 48CuS، و) 48CuM

پروفیل های غلظتی. پروفیل‌های غلظتی اندازه‌گیری شده تجربی در شکل (١٤) آمده است. در این شکل پروفیل غلظتی محاسبه شده با استفاده از معادله شایل نیز برای مقایسه رسم شده است. برای رسم این منحنی از رابطه (١) استفاده و فرض گردید که ضریب جدایش ثابت و مقدار آن ٠/١٧ می‌باشد. بر اساس این نتایج دیده می‌شود که در حین فرایند انجماد پروفیل غلظتی به سمت بالا حرکت می‌کند. این امر نشان‌دهنده نفوذ برگشتی به درون جامد است. در سرعت سرد شدن ٠/٠٠٨ درجه بر ثانیه در انتهای انجماد اختلاف چندانی در قسمت ابتدایی منحنی‌ها دیده نمی‌شود (نمونه‌های کوینچ شده در دمای ٥٧٠°C و پس از پایان انجماد در

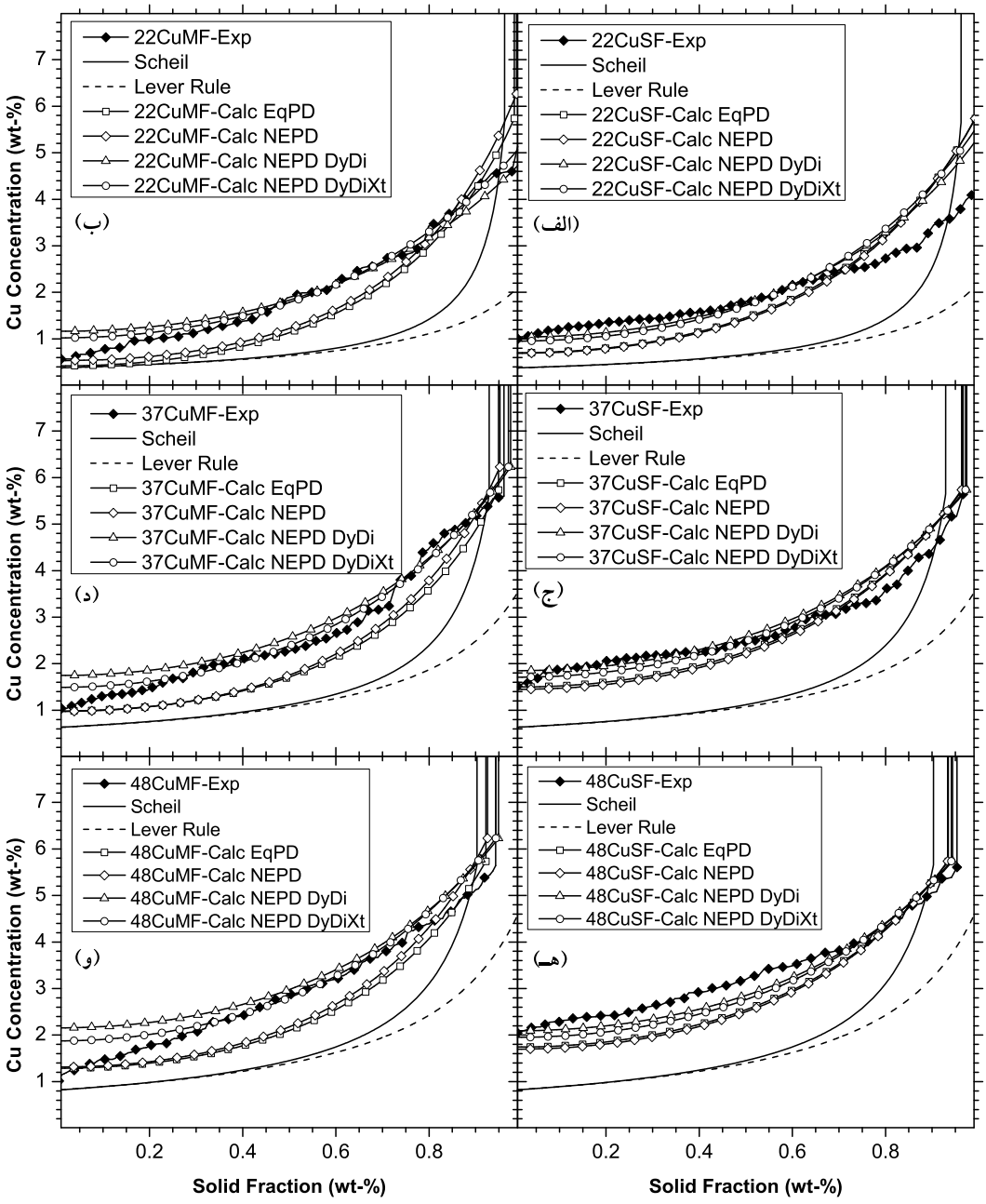
کسر حجمی کمتر از ۵۰%). با توجه به این که در این سرعت سرد شدن ابعاد ریز ساختار بسیار درشت است، مدت زمان بین آخرین دمای کوینچ و پایان انجماد به اندازه کافی نمی‌باشد تا نفوذ برگشتی به درون جامد باعث بالا رفتن ابتدای پروفیل شود. اما در ابتدای انجماد که ابعاد ریزساختار کوچک‌تر و دما بالاتر است و نفوذ در اعماق بیش‌تری از ریزساختار اتفاق می‌افتد، اختلاف زیادی بین پروفیل‌ها مشاهده می‌شود. مورد مشابهی در سرعت سرد شدن ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه اما با شدت کم‌تر دیده می‌شود که به خاطر ساختار ریزتر آن نسبت به سرعت ۰/۰۰۸ درجه بر ثانیه می‌باشد. در سرعت ۰/۰۰۸ درجه بر ثانیه پروفیل‌ها شکل مسطح‌تری دارند اما با افزایش سرعت سرد شدن به ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه شکل آنها (به ویژه پس از پایان انجماد) بیش‌تر به منحنی شایل شبیه می‌شود که نشان‌دهنده کاهش نفوذ برگشتی به درون فاز جامد با افزایش سرعت سرد شدن می‌باشد.

پروفیل‌های غلظتی محاسبه شده در شکل (۱۵) آمده است. بر اساس نتایج محاسبات (شکل‌های (۱۲) و (۱۵)) مشخص است که در نظر گرفتن شرایط غیر تعادلی بهتر از سایر حالت‌ها نتایج تجربی را تخمین می‌زند. در این رابطه، اگر فقط شرایط ترمودینامیکی غیر تعادلی در نظر گرفته شود (حالت NEPD)، بهبود کافی در توافق بین نتایج تجربی و محاسباتی نسبت به حالت EqPD به وجود نمی‌آید. اما در نظر گرفتن شرایط سینتیک غیر تعادلی (حالت NEPD DyDiXt) منجر به بهبود نتایج به طور مؤثرتری می‌شود. بر اساس این یافته‌ها می‌توان نتیجه‌گرفت که با تصحیح هم‌زمان نمودار فازی و ضریب نفوذ، همبستگی بین نتایج تجربی و محاسباتی بهبود قابل ملاحظه‌ای یافته است.

تهی‌جاها تنها عیوب بلوری هستند که در هر دما مقدار تعادلی‌ای از آن‌ها در شبکه وجود دارد. وجود تهی‌جاها تعدادی از خواص مثل ظرفیت گرمایی ماده را تحت تأثیر قرار می‌دهد[32]. در فلزات و آلیاژهای فلزی، نفوذ اتمی به شدت وابسته به غلظت تهی‌جاها می‌باشد و مکانیزم اصلی نفوذ در مواد فلزی مکانیزم تهی‌جا است[33]. در صورت تغییر مقدار تهی‌جاها از غلظت تعادلی به غیرتعادلی، بسیاری از خواص مواد، مثل نقطه ذوب یا ظرفیت گرمایی ویژه، تحت تأثیر قرار می‌گیرد[19-13]. به غیر از تحقیقات فردریکسون و همکارانش[19-13]، در مورد اثر سرعت سرد شدن بر نمودار فازی تعادلی از نقطه نظر تهی‌جاهای اضافی، تحقیقات دیگری انجام نشده و حتی در تحقیقات آن‌ها نیز در مورد اثر تهی‌جاهای اضافی بر نفوذ بررسی تحلیلی انجام نگرفته است. در تعدادی از تحقیقات اثر سرعت انجماد بر تشکیل شدن، نوع و مقدار عیوب غیر تعادلی بررسی گردیده که به طور عمده در فلزات خالص می‌باشد[34]. همچنین این بررسی‌ها فقط برای مطالعه خود عیوب انجام شده و در مورد اثر آن‌ها بر فرایند انجماد بحثی نشده است.

بر اساس نتایج تحقیق حاضر چنین به نظر می‌رسد که اثر تهی‌جاهای اضافی بر نفوذ بیشتر از اثر آن‌ها بر ترمودینامیک است. اثر تهی‌جاهای اضافی بر فرایند نفوذ در فرایندهایی مثل رسوب سختی [۳۵]، بمباران سطح با یون‌های پر انرژی [۳۶] و تغییر فرم پلاستیک شدید [۳۷] قبلاً بررسی شده اما بر اساس اطلاعات محققین حاضر در انجماد مطالعه چندانی بر آن انجام نشده است. در فرایند رسوب سختی، در حین فرایند محلول‌سازی در دمای بالا مقدار تعادلی تهی‌جاها در ماده وجود دارد که با آبدهی نمونه برای تولید محلول جامد فوق اشباع، کسر زیادی از تهی‌جاهای تعادلی در دمای محلول‌سازی در دمای محیط باقی می‌ماند و این تهی‌جاها منجر به افزایش سینتیک رسوب گذاری در فرایند پیرسازی می‌شود. این امر به خاطر تشکیل شدن «جفت‌های تهی‌جا- عنصر محلول» و در نتیجه افزایش سرعت نفوذ عنصر محلول می‌باشد. مدل «پمپ‌های

تهی‌جا» در این زمینه مورد قبول مجامع علمی می‌باشد[38]. بررسی تجربی مستقیم تهی‌جاها دشوار است و معمولاً اثر آنها به طور غیر مستقیم در نظر گرفته می‌شود. به ویژه در تحقیق حاضر فرایند بسیار پیچیده است، چرا که اثر تهی‌جاها به طور عمده در حین انجماد در دمای بالا رخ می‌دهد و پس از پایان انجماد و در حین سرد شدن تا دمای محیط مشخصه‌های آن‌ها تغییرات زیادی را نشان می‌دهد. لذا لازم است تا از روش‌های درجا برای مشخصه‌یابی آن‌ها استفاده کرد که تا کنون گزارشی در این مورد منتشر نشده است.



شکل ۱۵ نتایج محاسبه پروفیل غلظتی در نمونه‌هایی که پس از پایان انجماد کوینچ شده‌اند. برای نمونه الف) 22CuSF، ب) 22CuMF، ج) 37CuSF، د) 37CuMF، هـ) 48CuSF، و) 48CuMF

بر اساس مطالب فوق چنین به نظر می‌رسد که تهی‌جاهای غیر تعادلی در حین فرآوری مواد با روش‌های مختلف در ماده شکل می‌گیرند و بر روی خواص مواد مؤثر هستند. در تحقیق حاضر نیز اثر تهی‌جاهای اضافی بر انجماد، به طور عمده با استفاده از مدل‌سازی، بررسی گردید و نتایج محاسبات نشان می‌دهد که در نظر گرفتن اثر تهی‌جاهای اضافی بر فرایند انجماد توصیف بهتری از شکل‌گیری ریزساختار و توزیع عناصر آلیاژی در آن ارایه می‌کند.

نتیجه‌گیری

در تحقیق حاضر جدایش میکروسکوپی در آلیاژهای دوتایی آلومینیوم- مس حاوی ۲/۲، ۳/۷ و ٤/۸ درصد وزنی مس با استفاده از آنالیز حرارتی و مدل‌سازی عددی بررسی گردید. نتایج آزمون‌های تجربی بررسی جدایش میکروسکوپی با نتایج مدل‌سازی بدون و با تصحیح اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی مقایسه گردید و نتایج زیر حاصل شد:

۱- بر اساس نتایج آنالیز حرارتی تفاضلی و بررسی ریزساختار در کلیه نمونه‌های مورد بررسی، ساختار نهایی شامل دندریت‌های فاز α_{Al} اولیه و مخلوط یوتکتیک است. حتی در آلیاژی به رقیقی ۲/۲ درصد وزنی مس و سرعت سرد شدن بسیار آهسته ۰/۰۰۸ درجه بر ثانیه باز هم اندکی فاز یوتکتیک در نمونه قابل مشاهده است که نشان‌دهنده ماهیت غیر تعادلی فرایند انجماد است.

۲- در نمونه‌های کوینچ شده، در ترکیب شیمیایی ثابت، با افزایش سرعت سرد شدن از ۰/۰۰۸ به ۰/۰۸۳ درجه بر ثانیه مقدار فاز مذاب افزایش می‌یابد که به طور عمده به خاطر افزایش مادون انجماد با افزایش سرعت سرد شدن می‌باشد. همچنین در یک سرعت سرد شدن ثابت، با افزایش غلظت عنصر آلیاژی مقدار مذاب در دماهای کوینچ مشابه افزایش می‌یابد. اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی تصحیح شده به تخمین ضعیف‌تر درصد فازها در ابتدای انجماد و تخمین بهتر آن‌ها در انتهای انجماد، نسبت به اطلاعات تصحیح نشده منجر می‌شوند.

۳- در نمونه‌های کوینچ شده پروفیل‌های غلظتی تجربی با کاهش دما به سمت بالا (غلظت‌های بالاتر) حرکت می‌کنند. این مسئله نشان دهنده نفوذ برگشتی به درون جامد می‌باشد.

٤- نتایج مدل‌سازی نشان می‌دهد که استفاده از اطلاعات ترمودینامیکی و سینتیکی تعادلی نتایج رضایت‌بخشی در محاسبه پروفیل غلظتی به دست نمی‌دهد. با در نظر گرفتن تصحیح ترمودینامیکی نمودار فازی، بهبود کافی در نتایج حاصل نمی‌شود. اما در تصحیح هم‌زمان نمودار فازی و ضریب نفوذ منجر به بهبود مؤثری در انطباق نتایج شبیه‌سازی و تجربی می‌گردد.

تقدیر و تشکر

نگارندگان این اثر از پشتیبانی پروفسور هسه فردریکسون از موسسه تحقیقات سلطنتی فن‌آوری سوئد (KTH) برای پشتیبانی در اجرای آزمون‌های تجربی قدردانی می‌کنند. محمد حسن عوض‌کننده قراول از وزارت علوم، تحقیقات و فن‌آوری برای کمک مالی در طول دوران فرصت ٦ ماهه مطالعاتی تشکر می‌کند. همچنین از آقایان حاجی محمد محمونـد و سعود سلیم از گروه ریخته‌گری فلزات KTH به خاطر کمک در انجام آزمون‌های تجربی تشکر می‌شود.

مراجع

1. Kraft T., Rettenmayr M., Exner H.E., "An Extended Numerical Procedure for Predicting Microstructure and Microsegregation of Multicomponent Alloys", *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, Vol. 4, pp. 161–177, (1996).
2. Voller V.R., "A Semi-Analytical Model of Microsegregation and Coarsening in a Binary Alloy", *Journal of Crystal Growth*, Vol. 197, pp. 333–340, (1999).
3. Shin Y.H., Kim M.S., Oh K.S., Yoon E.P., Hong C.P., "An Analytical Model of Microsegregation in Alloy Solidification", *ISIJ International*, Vol. 41, pp. 158–163, (2001).
4. Dong H.B., "Numerical Modelling and Experimental Investigation of Microsegregation in Al-4.45 wt pct Cu: Effect of Dendrite Joining", *Journal of Materials Science and Technology*, Vol. 21, pp. 753–758, (2005).
5. Du Q., Eskin D.G., Jacot A., Katgerman L., "Two-Dimensional Modelling and Experimental Study on Microsegregation During Solidification of an Al–Cu Binary Alloy", *Acta Materialia*, Vol. 55, pp. 1523–1532, (2007).
6. Kasperovich G., Volkmann T., Ratke L., Herlach D., "Microsegregation During Solidification of an Al-Cu Binary Alloy at Largely Different Cooling Rates (0.01 to 20,000 K/s): Modeling and Experimental Study", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 39, pp. 1183–1191, (2008).
7. Battle T.P., "Mathematical Modelling of Solute Segregation in Solidifying Materials", *International Materials Reviews*, Vol. 37, pp. 249–270, (1992).
8. Glicksman M.E., Hills R.N.," Non-Equilibrium Segregation During Alloy Solidification", *Philosophical Magazine A*, Vol. 81, pp. 153–159, (2001).
9. Yan X., Xie F., Chu M., Chang, Y.A., "Microsegregation in Al–4.5Cu wt.% Alloy: Experimental Investigation and Numerical Modeling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 302, pp. 268–274, (2001).
10. Liang H., Kraft T., Chang Y.A., "Importance of Reliable Phase Equilibria in Studying Microsegregation in Alloys: Al–Cu–Mg", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 292, pp. 96–103, (2000).
11. Kurum E.C., Dong H.B., Hunt J.D., "Microsegregation in Al-Cu Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 36, pp. 3103–3110, (2005).
12. Mortensen A., "On the influence of coarsening on microsegregation", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 20, pp. 247–253, (1989).
13. Fredriksson H., Arai Y., Emi T., Haddad-Sabzevar M., Shibata H., "Melting Temperature, Transformation and Metastable Phase Diagram of Rapidly Solidified Ag-Cu Alloys", *Materials Transactions JIM*, Vol. 39, pp. 587–595, (1998).
14. Fredriksson H., Haddad-Sabzevar M., Hansson K., Kron J., "Theory of Hot Crack Formation",

Materials Science and Technology, Vol. 21, pp. 521–529, (2005).

15. Mahmoudi J., Fredriksson H., "Modelling of Solidification for Copper-Base Alloys During Rapid Solidification Processing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 226-228, pp. 22–27, (1997).
16. Mahmoudi J., Fredriksson H., "Thermal Analysis of Copper-tin Alloys During Rapid Solidification", *Journal of Materials Science*, Vol. 35, pp. 4977–4987, (2000).
17. Fjellstedt J., Fredriksson H., "An Experimental and Theoretical Study of the Microsegregation in Al-6% Cu and Al-2% Si Alloys", Proceeding of the international conference on solidification science and processing: outlook for the 21st century, Bangalore, India, (2001).
18. Fjellstedt J., Fredriksson H., "On the crystallization process of hypoeutectic Al-6% Cu, unmodified and Sr-modified Al-2% Si solidified alloys", *Advanced Engineering Materials*, Vol. 5, pp. 24–32, (2003).
19. Fredriksson H., Jacobson N., "The effect of interface kinetics on crystallization processes of alloys at high cooling rate", *Key Engineering Materials*, Vol. 871-83, pp. 59–70, (1993).
20. Gungor M.N., "A statistically significant experimental technique for investigating microsegregation in cast alloys", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 20, pp. 2529–2533, (1989).
21. Dinsdale A.T., SGTE data for pure elements, Calphad, Vol. 15, pp. 317–425, (1991).
22. Wollenberger H.J., Point Defects, in: "Physical Metallurgy", 4th ed., Vol. 2, R.W. Cahn and P. Hanssen (eds.), *Elsevier Science B.V.*, Netherland, p. 1629, (1996).
23. Gale W.F., Totemeier T.C., "Smithells Metals Reference Book", 8th edition, *Elsevier Butterworth-Heinemann Publications*, USA, (2004).
24. Sundarraj S., Voller V.R., "The binary alloy problem in an expanding domain: the microsegregation problem", *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 36, pp. 713–723, (1993).
25. Tanzilli R.A., Heckel R.W., "Numerical solutions to the finite, diffusion-controlled, two-phase, moving-interface problem (with planar, cylindrical, and spherical interfaces)", *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 242, pp. 2312–2321, (1968).
26. Lee J.-H., Liu S., Miyahara H., Trivedi R., "Diffusion-coefficient measurements in liquid metallic alloys", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 35, pp. 909–917, (2004).
27. Du Y., Chang Y.A., Huang B., Gong W., Jin Z., Xu H., Yuan Z., Liu Y., He Y., Xie F.-Y, "Diffusion coefficients of some solutes in FCC and liquid Al: critical evaluation and correlation", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 363, pp. 140–151, (2003).
28. Chen S.W., Huang C.C., "Solidification curves of Al-Cu, Al-Mg and Al-Cu-Mg alloys", *Acta Materialia*, Vol. 44, pp. 1955-1965, (1996).
29. Korojy B., Ekbom L., and Fredriksson, H., "Microsegregation and Solidification Shrinkage of Copper-Lead Base Alloys", *Advances in Materials Science and Engineering*, Vol. 2009, pp. 1-9, (2009).

30. Fredriksson H., Akerlind U., “Solidification and crystallization processing in metals and alloys”, John Wiley & Sons Ltd. publication, UK, pp. 475-586, (2012).
31. Roosz A., Halder E., Exner H.E., “Numerical calculation of microsegregation in coarsened dendritic microstructures”, *Materials Science and Technology*, Vol. 2, pp. 1149-1155, (1986).
32. Kraftmakher Y., “Equilibrium vacancies and thermophysical properties of metals”, *Physics Reports*, Vol. 299, pp. 79-188, (1998).
33. Porter D.A., Easterling K.E., “Phase Transformation in Metals and Alloys”, Chapman & Hall, UK, pp. 60-109, (1992)
34. Nagai Y., Tang Z., Inoue K., Hasegawa M., Ohkubo H., “Vacancy-solute binding energies in aluminum by positron annihilation”, *Materials Science Forum*, Vol. 445, pp. 165-167, (2004).
35. Ferragut R., Dupasquier A., Macchi C.E., Somoza A., Lumleyd R.N., Polmear I.J., “Vacancy–solute interactions during multiple-step ageing of an Al–Cu–Mg–Ag alloy”, *Scripta Materialia*, Vol. 60, pp. 137–140, (2009).
36. Sternberg Z., Stupnisek M., “Enhanced diffusion of Cu in aluminium under low-energy ion bombardment”, *Europhysics Letters*, Vol. 71, pp. 757–762, (2005).
37. Gapontsev V.L., Koloskov V.M., “Nonequilibrium vacancy-stimulated diffusion (induced diffusion) as the main mechanism of activated alloy formation”, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol. 49, pp. 503-513, (2007).

    Girifalco L.A., Herman H., “A model for the growth of Guinier-Preston zones-the vacancy pump”, *Acta Metallurgica*, Vol. 13, pp. 583-590, (1965).

بررسی شرایط بهینه لحیم‌کاری غیرهمجنس تیتانیوم خالص تجاری به فولاد زنگ نزن ۳۰٤ کم‌کربن با استفاده از پرکننده پایه نقره BAg-8*

پژمان صارمی[۱] مسعود کثیری[۲]

چکیده

با توجه به ویژگی‌های منحصربفرد تیتانیوم نظیرخواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی عالی و کاربرد روزافزون آن در صنایع مختلف، امروزه اتصال این دسته از آلیاژها به دیگر مواد و بخصوص فولادها بسیار مورد توجه قرار گرفته است. طبق دیاگرام فازی دوتایی Fe-Ti، این دو عنصر در یکدیگر حلالیت کامل ندارند؛ از این رو اتصال این دو آلیاژ با روش‌های جوشکاری ذوبی بسیار مشکل می‌باشد. لحیم‌کاری سخت یکی از بهترین روش‌ها برای اتصال آلیاژهای غیرمشابه می‌باشد. در این تحقیق خواص متالورژیکی و مکانیکی لحیم‌کاری سخت اتصال لب روی لب فولاد به تیتانیوم توسط فلزات پرکننده‌ی تجاری BAg-8 در محدوده‌ی زمانی و دمایی مختلف بررسی شد. بررسی ریزساختار فصل مشترک مشخص می‌کند شکل‌گیری لایه‌های شیمیایی نزدیک به قسمت تیتانیوم رخ می‌دهد در حالیکه در سمت فولاد هیچ لایه شیمیایی با آلیاژ لحیم‌کاری نقره وجود ندارد. ساختار درشت دانه در مرز فولاد با آلیاژ لحیم‌کاری نقره شکل می‌گیرد. این ساختار حاصل از رشد نفوذی همراه با تبلور مجدد زیر لایه فولاد در دمای بالاست. همچنین بررسی‌های انجام شده توسط میکروسکوپ نوری، میکروسکوپ الکترونی روبشی و انجام آزمایش مکانیکی برش نشان می‌دهد که با افزایش دما و همچنین زمان لحیم‌کاری، به دلیل افزایش ضخامت لایه میانی، استحکام برشی میانگین کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی تیتانیوم خالص تجاری، فولاد زنگ نزن ۳۰٤ کم‌کربن، لحیم‌کاری سخت، ریزساختار، خواص مکانیکی.

Optimum Brazing Conditions for Joining Commercially Pure Titanium to 304L Stainless Steel using BAg-8 Silver Filler Metal

P. Saremi M. Kasiri

Abstract

Joining of titanium alloys to other materials especially steels has attracted much attention in recent years due to the exceptional properties of titanium such as excellent corrosion resistance and mechanical properties and its increasing application in various industries. According to the Fe-Ti binary phase diagram, these two elements do not have complete solubility. This leads to difficulties during fusion welding of these two alloy. One of the best methods for joining dissimilar alloys is brazing. In this research, the metallurgical and mechanical properties of brazing lap joints of steel to commercially pure titanium using a commercial filler metal (BAg-8) made under different time and temperature conditions were investigated. The study of the microstructure interface shows the formation of a chemical layer close to the titanium side of the joint, while no chemical compounds were created on the steel side. A coarse structure is formed at the interface between the steel and silver solder alloy. The observed coarse grain structure is related to the grain growth along with recrystallization in the steel substrate at high temperatures. Analysis of the joints was carried out by optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction and hardness measurements. The results show that with increasing temperature, as well as brazing time, the average shear strength decreases due to the increased thickness of the intermediate layer.

Keywords Commercially Pure Titanium; Stainless Steel 304L; Brazing, Microstructure; Mechanical Properties.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱/۱٦ و نسخه ی پایانی آن در تاریخ ۹۳/۷/۲۰ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد نجف آباد. Pezhman_saremi@yahoo.com

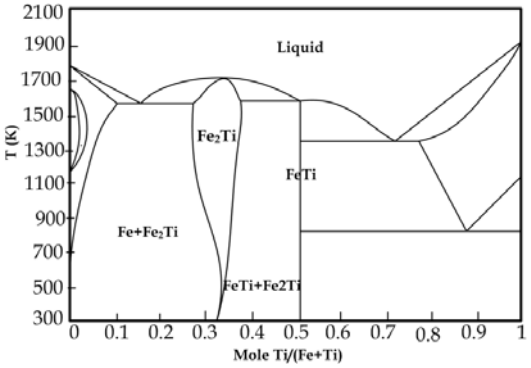
(۲) استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد نجف آباد.

DOI: 10.22067/ma.v28i1.33734

مقدمه

با توجه به خواص بسیار مناسب تیتانیوم این دسته از مواد کاربرد بسیار وسیع ومتنوعی پیدا کرده اند. از جمله این کاربردها میتوان به صنایع هوافضا، پزشکی، تسلیحات، صنایع شیمیایی و... اشاره نمود . [1,2]این کاربرد روزافزون باعث شده که اتصال تیتانیوم به سایر مواد بسیار مورد توجه قرار گیرد[3,4].

سه روش عمده که برای اتصال تیتانیوم وآلیاژهای آن بکار می‌رود، شامل جوشکاری ذوبی، اتصال نفوذی و لحیم‌کاری سخت می‌باشد، هرچند اخیراً اتصال تیتانیوم توسط روش جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی مورد توجه قرار گرفته است [5]. طبق شکل (۱) دیاگرام فازی آهن- تیتانیوم، این دو عنصر در یکدیگر حلالیت کامل ندارند؛ از این رو اتصال این دو آلیاژ با روش‌های جوشکاری ذوبی بسیار مشکل می‌باشد.



شکل ۱ دیاگرام فازی آهن-تیتانیوم

علی رغم بعضی از مزایای دو روش اول، لحیم-کاری سخت در مقایسه با دو روش دارای محاسنی می-باشد تا این روش به عنوان یکی از روش‌های اصلی مطرح شود. از جمله این مزایا می‌توان به مواردی مانند کاهش فازهای ترد در محل اتصال و کاهش تنش‌های پسماند در قطعه و همچنین کاهش دما و زمان لحیم کاری و عدم نیاز به فشار اعمالی اشاره نمود[1].

یکی از نکاتی که باید مورد توجه قرار بگیرد چگونگی بوجود آمدن فازهای ترد در محل اتصال می‌باشد. این نکته از آن جهت حائز اهمیت است که فازهای ترد ایجاد شده در محل اتصال می‌تواند از نقطه نظر کاربردی و سرویس‌دهی بسیار مهم باشد[3].

ارزیابی ریزساختار و واکنش‌های انجام شده در محل اتصال در مورد اتصال فولاد زنگ نزن 304L و تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ توسط فلز پرکننده پایه نقره‌ی Ag–۵Cu–۱Al–۱/۲۵Ti به روش لحیم‌کاری تحت خلا، نشان دهنده‌ی تشکیل یک لایه محلول جامد فقیر شده از نیکل و ترکیب غیر پیوسته $(Ni,Fe)_2TiAl$ در نزدیکی سطح فولاد و سه لایه پیوسته موازی از ترکیبات CuTi، AgTi و $(Ag,Cu)Ti_2$ در نزدیکی سمت تیتانیوم می‌باشد. همچنین در مطالعه شکست ناشی از آزمایش خمش، ملاحظه شده است که محل شکست از لایه ی $(Ag,Cu)Ti_2$ آغاز شده است [6].

همچنین مطالعه ساختاری اتصال لحیم سخت تیتانیوم (TC4) حاوی آلومینیوم و وانادیوم با فولاد زنگ نزن (1Cr 18Ni 9Ti) با استفاده از فلز پرکننده AgCuTi حاکی از آن است که فازهای شکل گرفته از طرف تیتانیوم به طرف فولاد در دمای ۹۲۰ درجه سانتیگراد به صورت زیر می باشد:

1Cr18Ni9Ti/CuTi/Ag-rich+Cu_4Ti/β-Ti/TC4

با بررسی استحکام برشی، محل شکست در ناحیه غنی از نقره و به صورت شکست نرم می‌باشد. این در حالیست که اتصال در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد ساختار زیر را داراست:

1Cr18Ni9Ti/Ag-rich/$CuTi_2$/Ti-Cu-rich/β-Ti/TC4

که در این دما محل شکست در $CuTi_2$ و Ti-Cu-rich به یک میزان می‌باشد[7].

بررسی اتصال تیتانیوم خالص تجاری به فولاد کم کربن با استفاده از فلزات پرکننده متنوع پایه نقره و پایه مس نیز حاکی از آن است که استحکام برشی به شدت تابع پهنای لب روی لب اتصال می‌باشد. ملاحظه شد که با تغییر فلز پرکننده، مسیر شکست و استحکام برشی تغییر می‌کند. ترکیبات بین فلزی بوجود آمده با استفاده

از فلز پرکننده پایه نقره TiCu، Cu_2Ti و FeTi گزارش شده است. ملاحظات حاکی از آن است که استفاده از فلز پرکننده پایه نقره بین تیتانیوم و نقره ترکیبات CuTi در دمای پایین و CuTi و Ti_2Cu در دمای بالا تشکیل و محل شکست در آزمایش استحکام کششی از این محل می‌باشد در حالیکه با استفاده از فلز پرکننده پایه مس محل شکست نزدیک به سمت فولاد در جایی که ترکیبات FeTi تشکیل شده می‌باشد[8].

در این تحقیق اتصال تیتانیوم خالص تجاری به فولاد کم کربن توسط فلز پرکننده تجاری BAg-8 مورد بررسی قرار گرفته است. همچنین سعی شده تا تاثیر عوامل موثر بر روی چگونگی فازهای به وجود آمده در محل اتصال و شرایط بهینه لحیم کاری بررسی گردد.

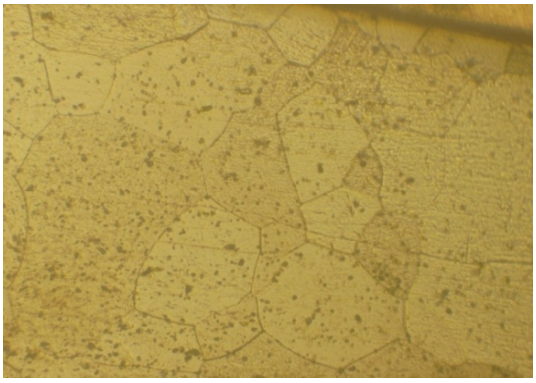
مواد وروش تحقیق

فلزات پایه مصرفی. در این تحقیق برای اتصال دهی به روش لحیم‌کاری سخت از فولاد زنگ نزن آستنیتی کم کربن AISI 304L و تیتانیوم خالص تجاری استفاده شده است. انتخاب فولاد زنگ نزن ۳۰٤ به صورت کم کربن به دلیل کاهش ترکیبات بین فلزی می‌باشد چراکه این ترکیبات به شدت سبب افت خواص مکانیکی اتصال خواهد شد.

فولاد زنگ نزن AISI 304L. فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI 304L یکی از فولادهای عملیات حرارتی ناپذیر دارای عناصر آلیاژی کروم و نیکل است که مقاومت خوبی در مقابل خوردگی از خود نشان می‌دهد. این فولاد اصلاح شده‌ی نوع ۳۰٤ با حداقل کربن برای محدودیت بیشتر تشکیل رسوب در حین جوشکاری، در مخزن‌های سموم و کودهای شیمیایی مایع و همچنین قوطی‌های کنسرو بکار می‌رود. در این آلیاژ میزان حداکثر کربن مجاز بر حسب درصد وزنی ۰٫۰۳٪ بوده به طوری که برای کار در دماهای کمتر از ٤۲۵ درجه سانتیگراد به کار می‌رود. جدول (۱) و شکل (۲) درصد ترکیب شیمیایی، خواص مکانیکی و ریزساختار فولاد مورد استفاده را در دمای اتاق نشان می‌دهد. همان طور که در شکل (۲) مشخص است، ریزساختار فولاد مورد استفاده به علت داشتن نیکل که پایدارکننده آستنیت می‌باشد در دمای اتاق شامل دانه‌های آستنیتی هم محور است که یک ساختار FCC می‌باشد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی وخواص مکانیکی فولاد زنگ نزن AISI 304L

عنصر	ترکیب	عنصر	ترکیب	خواص مکانیکی	
Fe	Balance	Si	0.4	YS	267Mpa
Cr	17.7	P	0.04		
Ni	8.94	S	0.005	UTS	562Mpa
Mn	0.81	C	0.03		



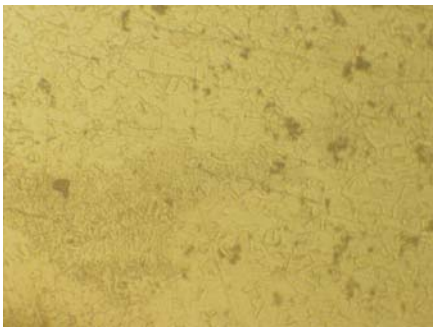
شکل ۲ ریزساختار فولاد زنگ نزن ۳۰٤ کم‌کربن توسط میکروسکوپ نوری

تیتانیوم خالص تجاری. تیتانیوم خالص تجاری که به صورت آلیاژ در نیامده بین ۹۹ تا ۹۹/۵ درصد تیتانیوم دارد. عناصر ناخالصی اصلی در تیتانیوم غیرآلیاژی، شامل آهن و عناصر بین‌نشین کربن، اکسیژن، نیتروژن و هیدروژن می‌باشند. جدول (۲) و شکل (۳) ترکیب شیمیایی، خواص مکانیکی و ریزساختار تیتانیوم مورد استفاده‌ی این تحقیق را نشان می‌دهد.

همانطور که در شکل (۳) مشخص است ریزساختار تیتانیوم خالص تجاری شامل دانه‌های هم محور آلفا بوده که پس از کارسرد و تابکاری در دمای بیشتر از دمای تبلور مجدد بوجود می‌آید.

جدول ۲ ترکیب شیمیایی وخواص مکانیکی تیتانیوم خالص تجاری

عنصر	ترکیب	عنصر	ترکیب	خواص مکانیکی	
H	0.014	N	0.03	YS	240 Mpa
C	0.07	Fe	0.18		
O	0.16	Ti	Balance	UTS	329 Mpa



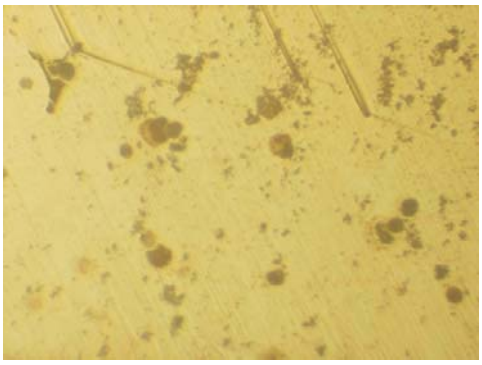
شکل ۳ ریزساختار تیتانیوم خالص تجاری توسط میکروسکوپ نوری

آلیاژ پرکننده اتصال فیلر تجاری BAg-8. در این فرآیند اتصال‌دهی از فلز پرکننده پایه نقره بهره برده شده است. همانطور که بیان شد نقره عنصری است که قابلیت ایجاد محلول جامد را با بسیاری از عناصر داراست. فلزات پرکننده پایه نقره دارای تنوع وسیعی می‌باشند. از دلایل استفاده از این آلیاژ می‌توان به قابلیت ایجاد اتصالی با استحکام بالا اشاره نمود که دلیل این امر ترشوندگی مناسب سطوح فلزات پایه، نقطه ذوب پایین این فیلرها و... می‌باشد. از طرفی مقاومت به خوردگی بالای اتصال ایجاد شده توسط این فیلر از دیگر ویژگی‌های این دسته از فیلرها می‌باشد. در این تحقیق از ورقه تجاری آلیاژ پایه نقره با ترکیب Ag-28Cu با نام تجاری BAg-8 با ضخامت ۱۰۰ میکرون و عرض ۲۸ میلیمتر بصورت فویل نورد شده بهره گرفته شد. جدول (۳) و شکل (٤) عناصر شیمیایی فیلر BAg-8، مشخصات و ریزساختار نوری را نشان می‌دهد.

گاز آرگون مصرفی. در این فرآیند به منظور کاهش میزان اکسیژن در کوره از گاز خنثی آرگون استفاده شده است. اصولاً اتصالات کوره‌ای را برای مواد حساس به اکسیداسیون مثل آلیاژهای تیتانیوم در شرایط خلأ به کار می‌برند اما به دلیل اینکه فیلر مورد استفاده در این پروژه پایه نقره می‌باشد و حساسیت کمتری نسبت به اتمسفر کاری دارد و همچنین بدلیل هزینه زیاد و غیرصنعتی بودن کوره‌های تحت خلأ به گاز محافظ آرگون بسنده شده که میزان خلوص گاز در جدول ٤ آورده شده است.

جدول ۳ عناصر شیمیایی فیلر BAg-8 و ویژگی‌های آن

ترکیب شیمیایی		خواص حرارتی		خواص مکانیکی
%Ag	%Cu	Melting Point	Flow Point	استحکام کششی UTS
۷۲	۲۸	۷۷۹°C	۷۷۹°C	٤٦٦ Mpa



شکل ٤ ریزساختار فیلر تجاری BAg-8 توسط میکروسکوپ نوری

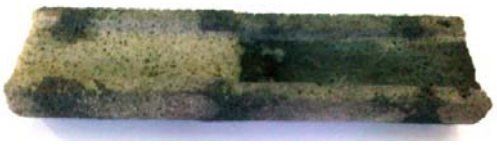
جدول ٤ میزان خلوص گاز آرگون مورد استفاده

Argon	O_2	C_nH_m	H_2O	CO_2	N_2
%99.99	<0.2 PPm	<0.1 PPm	<3 PPm	<0.1 PPm	<5 PPm

کوره مورد استفاده. در این پروژه از کوره مافلی ساخت کمپانی اکسایتون با ورودی و خروجی گاز و واشرهای ایزوله کننده به همراه آبگرد خنک کننده واشرها، با تلرانس دمای ۲۰± درجه سانتیگراد استفاده شد.

آماده سازی نمونه‌ها و نگهدارنده جهت اتصال‌دهی. نمونه‌های هر دو ماده مورد اتصال به ابعاد (۲×۲۸×۱۲۵)

میلیمتر بوسیله برش گیوتین تهیه و مقطع مورد اتصال تحت سمباده زنی از ٦٠ تا ٨٠٠ بوسیله سمباده قرار گرفته شد تا سطح اتصال از هرگونه اکسید و ناخالصی پاک شود. جهت چربی زدایی به مدت ٢٤ ساعت در حمام استون نگهداری شده و سپس جهت انجام لحیم کاری پس از قرارگیری بر روی نگهدارنده درون کوره قرار داده شد. به منظور امکان اتصال دو ماده مورد نظر برای جفت و جور شدن و نگهداری صحیح قطعات در کوره، نگهدارنده‌ی مورد نیاز طراحی و ساخته شد. همچنین جهت انجام عملیات لحیم‌کاری فلز پرکننده مورد نظر در بین مواد پایه بر روی نگهدارنده قرار داده شد و درون کوره قرار گرفت. عرض روی هم افتادگی تیتانیوم و فولاد ٦ میلیمتر درنظر گرفته شد چراکه برای دستیابی به بالاترین استحکام پهنای لبه بایستی بیش از سه برابر ضخامت لبه درنظرگرفته شود [٩]. بدلیل اینکه اتصال‌دهی در دمای بالا و چندین بار تکرار پذیرفت و امکان پیچیدگی ابعادی در اثر آزاد شدن تنش‌های پسماند در نگهدارنده وجود داشت از آجر نسوز متخلخل استفاده گردید که مقاومت خوبی در دماهای بالا از خود نشان می‌دهد. شکل شماتیک فیکسچر مورد استفاده در شکل (٥) مشخص می‌باشد. لازم به ذکر است که در این تحقیق از فلاکس استفاده نشد.



شکل ٥ فیکسچر ساخته شده برای انجام اتصال

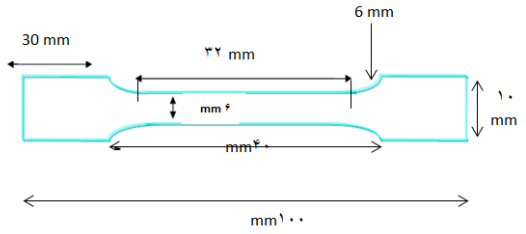
متالوگرافی نمونه ها، میکروسکوپ الکترونی روبشی و دستگاه سنجش استحکام برشی . بعد از عملیات اتصال دهی در دما و زمان های مختلف و همچنین عملیات همگن‌سازی، فیلم رادیوگرافی تهیه شده از کلیه نمونه ها، مورد بازرسی قرار گرفت. در نهایت نمونه های بدون عیب برای آزمایش استحکام برشی و نمونه ای دیگر برای انجام متالوگرافی درون مانت گرم قرار داده شد. به روش الکترواچ با ولتاژ معین و با محلول اچ انتخابی مورد نظر که در جدول (٥) ارایه شده عملیات متالوگرافی تکمیل گردیده است[١٠].

جدول٥ شرایط الکترواچ نمونه‌ها

Type	%HF	$\%HNO_3$	درصد گلیسرین
CP Ti	٥	٢٠	٧٥
AISI 304L	محلول نایتال ٣٪		

بعد از عملیات متالوگرافی، نمونه ها برای بررسی ریزساختاری دقیقتر تحت آزمایش آنالیز عنصری توسط میکروسکوپ االکترونی مدل Vega II ساخت کمپانی Tescan و آنالیز عنصری توسط مدلINCA ساخت کمپانی Oxford Instrument قرار گرفتند. لازم به ذکر است که این دستگاه از نسل جدید می‌باشد و EDS آن دارای توانایی قابل قبولی در آنالیز عناصر سبک مثل کربن و بور می‌باشد.

همچنین به منظور به دست آمدن میزان استحکام برشی، نمونه های اتصال یافته رادیوگرافی شده بی عیب در ابتدا بر اساس استاندارد AWSC3.1-63 طبق شکل (٦) توسط دستگاه وایرکات آماده وسپس تحت آزمون قرار گرفتند. نکته قابل ذکر در مورد سطح شکست نمونه ها اینکه در حین عملیات لحیم کاری ممکن است قسمت‌هایی از اتصال با مذاب کاملاً پر نشده باشد یا در حین لحیم کاری دچار تخلخل شده باشد، به همین منظور بعد از اتمام آزمایش مساحت مفید مقطع شکست به وسیله ی صفحه شطرنجی با بزرگنمایی ٤ برابر، اندازه گیری شده و استحکام برشی برحسب مگاپاسکال محاسبه گردیده است.

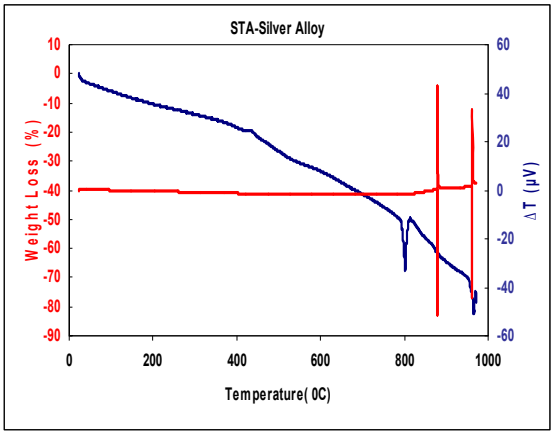


شکل ٦ تصویری از نمونه پیشنهادی توسط استاندارد AWS برای انجام آزمایش استحکام برشی

نتایج وبحث

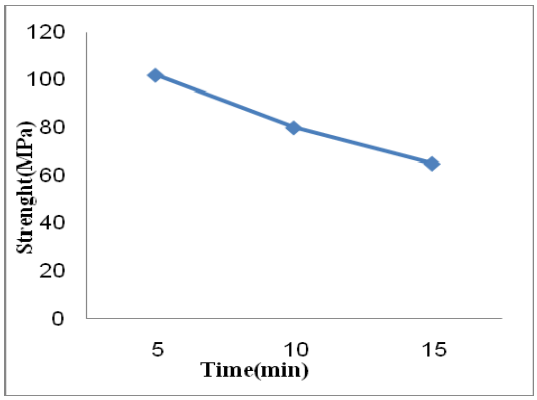
تعیین دما وزمان بهینه لحیم کاری اتصال تیتانیوم به فولاد توسط فیلرBAg-8. همانطور که در جدول (۳) مشاهده می‌شود دمای ذوب و جاری شدن فیلر مورد استفاده در استاندارد در حدود ۷۸۰ درجه سانتیگراد معرفی شده است. برای حصول اطمینان از درجه حرارت ذوب فیلر مورد استفاده آزمایش آنالیز حرارتی تفاضلی گرفته شد که در موارد مشابه نیز از این آزمایش استفاده شده است[4,11].

شکل (۷) نتیجه آزمایش آنالیز حرارتی تفاضلی گرفته شده را از فیلر مورد استفاده نشان می دهد.

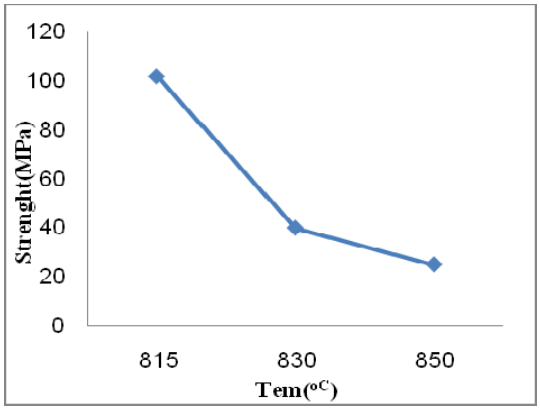


شکل ۷ نمودار DTA و تعیین دمای دقیق ذوب فیلر

با توجه به نمودار درجه حرارت ذوب فیلر در حدود ۸۰۳ درجه سانتیگراد می باشد که برای سیالیت مناسب بعنوان شروع کار درجه حرارت لحیم کاری را در حدود ۱۰ درجه بالاتر انتخاب شد. برای تعیین دمای بهینه در ۳ درجه حرارت ۸۱۵، ۸۳۰ و۸۵۰ درجه سانتیگراد لحیم‌کاری انجام گردید. نتایج آزمایش استحکام برشی حاکی از آن است که اتصال لحیم کاری شده در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد و در مدت زمان ۵ دقیقه بالاترین استحکام را با استحکامی حدود ۱۰۲ مگاپاسکال از خود نشان داد درحالیکه میزان استحکام برشی اتصال در دماهای ۸۳۰ و۸۵۰ درجه سانتیگراد در همان مدت زمان لحیم‌کاری در حدود ٤٠ و ٢٥ مگاپاسکال بود. همچنین برای تعیین زمان بهینه لحیم کاری در درجه حرارت بهینه ۸۱۵ درجه سانتیگراد در سه زمان نگهداری ۵، ۱۰ و۱۵ دقیقه لحیم کاری انجام شد. نتایج آزمایش استحکام برشی بیانگر این امر است که اتصال لحیم کاری شده در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد بالاترین استحکام را از خود نشان داد درحالی که میزان استحکام برشی اتصال در زمان‌های ۱۰ و ۱۵ دقیقه در حدود ۸۰ و ٦٥ مگاپاسکال بود. شکل‌های (۸ و ۹) تاثیر پارامترهای دما و زمان را بر میزان استحکام برشی بیان می‌کند.



شکل ۸ تاثیر پارامتر زمان بر استحکام اتصال لحیم‌کاری شده توسط فیلر تجاری BAg-8



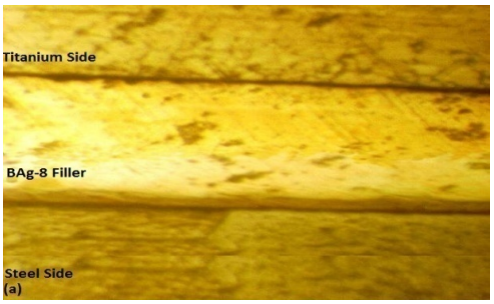
شکل ۹ تاثیر پارامتر دما بر استحکام اتصال لحیم‌کاری شده توسط فیلر تجاری BAg-8

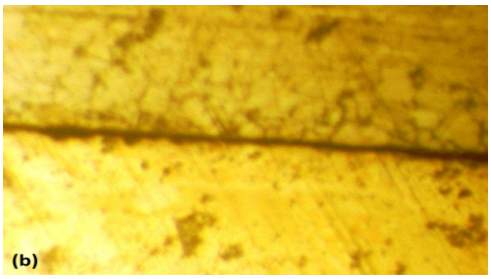
مشاهدات ریزساختار اتصال تیتانیوم به فولاد توسط فیلر BAg-8 در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد و زمان نگهداری ۵ دقیقه. همانگونه که در شکل (۱۰ و۱۱) مشخص است و با توجه به تفسیر EDS جدول (٦) ساختار درز اتصال به صورت کلی شامل یک سری از

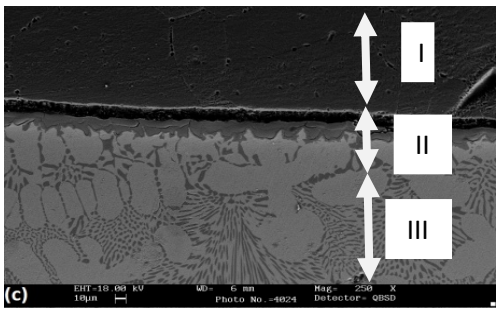
فازهایی می‌باشد که متفاوت از ترکیب فلز پرکننده اولیه هستند. این امر نشان دهنده این حقیقت است که فلز پرکننده به طور کامل با سطح نمونه ها واکنش داده است. هرچند به نظر می‌رسد عمده واکنش در درز اتصال بین تیتانیوم و فلز پرکننده است. با توجه به شکل افزایش دما وزمان لحیم کاری، بر مقدار فازهای میانی تشکیل شده در درز اتصال افزوده است. که این امر با توجه به واکنش هرچه بیشتر بین فیلر و تیتانیوم قابل توجیه می‌باشد. همچنین در زمان‌های کم فاز پیشنهادی Cu_2Ti تنها در مجاورت سطح تیتانیوم تشکیل شده است در حالیکه با افزایش زمان این فاز در مرکز درز اتصال نیز تشکیل شده است. این امر با توجه به حل شدن تیتانیوم در فلز پرکننده و افزایش فاصله نفوذی تیتانیوم با افزایش زمان قابل توجیه می باشد.

بررسی ریز ساختار با توجه به تفسیر EDS جدول (٦) مشخص می‌کند شکل‌گیری لایه‌های شیمیایی بیشتر نزدیک به قسمت تیتانیوم رخ می دهد در حالیکه در سمت فولاد هیچ لایه شیمیایی با آلیاژ لحیم کاری نقره مشاهده نمی گردد. ساختار درشت دانه در مرز فولاد با آلیاژ لحیم کاری نقره شکل می‌گیرد. این ساختار حاصل از رشد نفوذی همراه با تبلور مجرد زیر لایه فولاد در دمای بالاست. شکل (۱۰) مشخصات ریزساختار لحیم کاری تیتانیوم به فولاد در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه را نشان می‌دهد.

شکل (۱۰ب و ۱۰ث) مورد نمایی از ریزساختار میانی اتصال تیتانیوم/آلیاژ پرکننده را با میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی نشان می‌دهد. همانطور که در شکل مشخص است، ناحیه میانی شامل سه منطقه مجزا است. منطقه اول فلز پایه تیتانیوم بدون وجود نفوذ عناصر آلیاژ لحیم کاری است. منطقه دوم که بنظر می‌رسد منطقه میانی و نفوذی باشد بطوریکه مقادیر بالای تیتانیوم از سمت تیتانیوم به ناحیه لحیم کاری نزدیک به تیتانیوم نفوذ کرده‌اند. واضح است که منطقه دوم از حداقل ۳ نوع لایه شیمیایی پیوسته تشکیل شده است. تفسیر EDS بیان می دارد که لایه های میانی عمدتاً حاوی مس و تیتانیوم هستند. بنابر دیاگرام فازی دوتایی Cu-Ti، تناسب اتمی نسبی این عناصر به Ti_2Cu ،TiCu و Cu_2Ti با مقادیر مازاد نقره نزدیک است که این امر در بررسی‌های مشابه نیز مشاهده گردیده است[12]. ضخامت متوسط اندازه‌گیری شده برای منطقه دوم حدود ۱۱/۲ میکرون می باشد که با افزایش زمان لحیم کاری با توجه به زمان مناسب برای نفوذ هرچه بیشتر وسعت وپهنای این منطقه بیشتر وتا حدود ۲۰ میکرون افزایش می یابد.



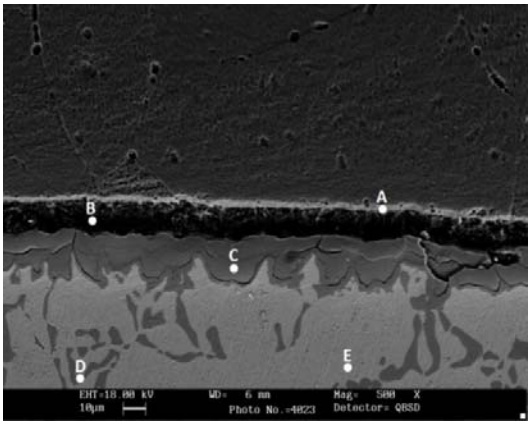


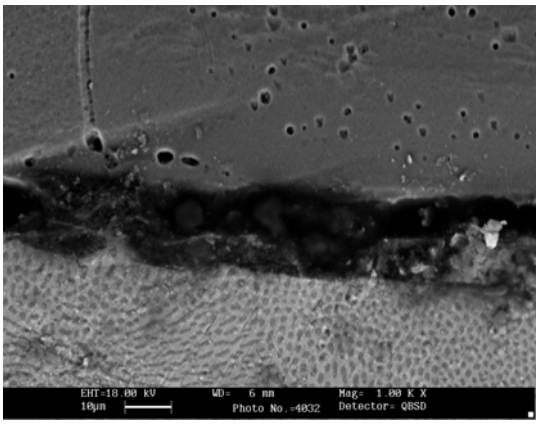


شکل ۱۰ الف) ریزساختار لحیم‌کاری اتصال تیتانیوم/فولاد در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه با پرکننده BAg-8، ب) نمای ریزساختار میانی اتصال تیتانیوم/پرکننده با میکروسکوپ نوری، ث) نمای ریزساختار میانی اتصال تیتانیوم/پرکننده با میکروسکوپ الکترونی روبشی

منطقه سوم به نظر می رسد که مابقی پرکننده است که مستقیما با فلزات پایه در تعامل نبوده است. این منطقه حاوی سه فاز است. فاز یوتکتیکی Ag-Cu، فاز

محلول جامد غنی از نقره که جهت مصرف مس توسط فازهای Cu-Ti در آلیاژ اصلی ایجاد شده اند و مقداری فاز پراکنده ی Cu_2Ti. این نتایج بر تحقیقات قبلی نیز منطبق است [۱۴،۱۳]. نتایج EDS در جدول (٦) مشخص می‌باشد. این جدول ترکیب شیمیایی نواحی علامتدار در شکل (۱۱) را نشان می‌دهد.

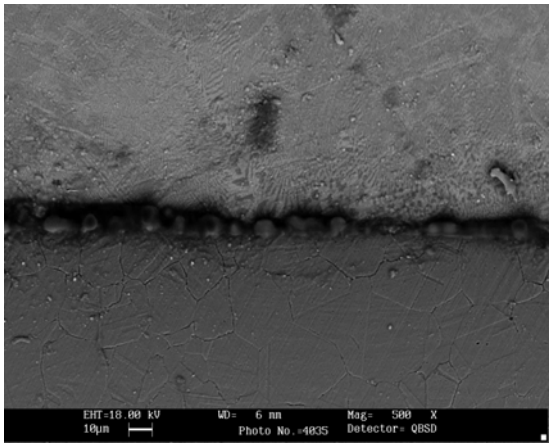


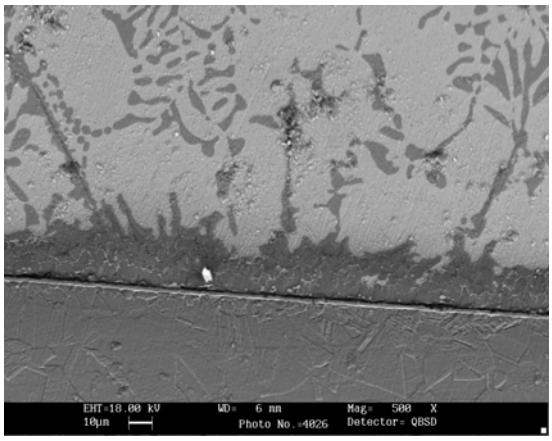


شکل ۱۱ تصویر میکروسکوپی فصل مشترک تیتانیوم/آلیاژ پرکننده در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه، پایین بزرگنمایی ۱۰۰۰ و بالا بزرگنمایی ۵۰۰

جدول ٦ ترکیب شیمیایی نقاط مشخص شده در شکل (۱۱)

نقاط علامت زده شده در شکل ۱۱	%Ti	%Ag	%Cu	ساختار احتمالی
A	71.68	1.01	27.31	Ti_2Cu
B	48.43	4.79	46.78	CuTi
C	29.33	5.4	65.27	Cu_2Ti
D	3.83	66.97	29.2	یوتکتیک نقره-مس
E	1.02	94.12	4.86	Ag



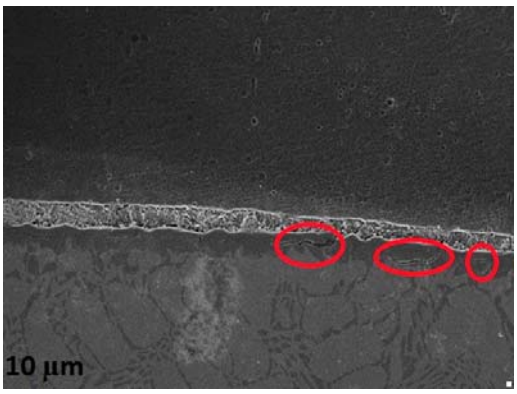


شکل ۱۲ تصویر میکروسکوپی فصل مشترک فولاد/آلیاژ پرکننده، پایین در دمای لحیم کاری ۸۱۵ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه و بالا در دمای ۸۳۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه

با توجه به جدول (٦) مشخص است که عمده فازهای تشکیل شده در درز اتصال فازهای میانی تیتانیوم و مس می باشد و مؤید این مطلب است که از عناصر تشکیل دهنده فلز پرکننده تنها عنصر مس با سطح تیتانیوم واکنش داده است و نقره در این واکنش ها تقریبا نقشی نداشته است که این امر در موارد مشابه نیز گزارش شده است. باید خاطرنشان کرد که افزایش دما بر میزان فازهای میانی تشکیل شده می افزاید. دلیل این امر افزایش سرعت انحلال تیتانیوم در فیلر و واکنش هرچه بیشتر مس با تیتانیوم می باشد.

استحکام برشی اتصال تیتانیوم به فولاد توسط فیلر BAg-8. نتایج آزمایش استحکام برشی حاکی از آن

است که افزایش دما و زمان لحیم‌کاری منجر به افت استحکام محل اتصال می‌شود. پس از انجام آزمایش استحکام برشی، اتصال لحیم کاری شده در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد بالاترین استحکام را با استحکامی حدود ۱۰۲ مگاپاسکال از خود نشان داد درحالیکه میزان استحکام برشی اتصال در دماهای ۸۳۰ و ۸۵۰ درجه سانتیگراد در حدود ٤٠ و ۲۵ مگاپاسکال بود. با مطالعه سطح شکست مشخص می شود که شکست از محل اتصال رخ داده است که این امر کاملا طبیعی میباشد چراکه در مطالعه روش لحیم کاری سخت استحکام محل اتصال تا حدودی کمتر از فلزات پایه می باشد. بطور کلی استحکام برشی متوسط مشاهده شده برای این اتصال ٦۳ مگاپاسکال می باشد و همانگونه که در شکل مشخص می‌باشد، انواع ترک ها و بیشترین ساختار معیوب در این نواحی رخ داده است و شکست در لایه‌های میانی آلیاژ لحیم کاری تیتانیوم/نقره اتفاق می افتد. طبیعت ترد این شکست بیشتر به علت وجود فازهای Ti-Cu در محل اتصال است. شکل (۱۳) مورفولوژی و نحوه شکست را برای این اتصال نشان می‌دهد.



شکل ۱۳ مورفولوژی شکست اتصال تیتانیوم/ فولاد لحیم‌کاری شده در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه باپرکننده BAg-8

پس از بررسی‌های به عمل آمده، تیتانیوم خالص تجاری و فولاد زنگ نزن کم کربن به طور موفقیت آمیزی با استفاده از فلز پرکننده آلیاژ پایه نقره لحیم کاری شدند. زیر لایه تیتانیوم خالص تجاری با فلز مذاب لحیم کاری واکنش و لایه‌های واکنش مختلفی تشکیل می دهد. تیتانیوم α-β و فاز بین فلزی Ti-Cu فازهای اصلی شکل گرفته در ناحیه میانی فلزی تیتانیوم/پرکننده هستند. صرف نظر از نوع ترکیبات بین فلزی شکل گرفته در ناحیه میانی، وجود این لایه های نازک عمدتاً باعث افت خواص مکانیکی اتصال می شود چراکه معمولاً خواص فیزیکی نامرغوب و تافنس شکست پایینی دارند به طوری که این موضوع در مقالات مشابه نیز گزارش شده است [15,16]. علاوه بر طبیعت ترد فازهای بین فلزی شکل گرفته، پارامتر دیگری که بر کارکرد اتصال اثر دارد، ضخامت این فازها است. بطور کلی وقتی که ضخامت ترکیبات بین فلزی به قدرکافی بزرگ باشد ضعیف ترین ساختار را در اتصال ایجاد می کند به نحوی که شکست در این نواحی رخ می دهد. بنابراین یک ضخامت بحرانی برای این لایه وجود دارد تا به بالاترین استحکام برشی دست یابیم. به نحوی که اگر ضخامت ترکیبات بین فلزی ایجاد شده کمتر از مقدار بحرانی باشد شکست برشی در ناحیه ی اتصال ماده لحیم اتفاق می افتد و زمانی که ضخامت از مقدار بحرانی فراتر می رود، شکست به سمت فصل مشترک زیر لایه وترکیب بین فلزی میل می کند. این پدیده در مقالات مشابه نیز گزارش شده است [17].

پس به طور کلی به دلیل ترد بودن طبیعت ترکیبات بین فلزی، درحین کاربردهای تنش زا ترک در لایه ترکیب بین فلزی بوجود می آید و به راحتی داخل آن پیشرفت می‌کند. پیشرفت آسان ترک استحکام اتصال را کاهش می‌دهد و مورفولوژی شکست رفتار ترد از خود نشان می‌دهد. در مقابل وقتی ترک در لحیم بوجود می‌آید، پیشرفت بعلت انباشتگی تنش در ساختار داکتیل بسیار مشکل است. از این رو، این اتصالات استحکام بالایی نشان می‌دهند و شکست ویژگی‌های چقرمه دارد. بنابراین با کاستن ضخامت لایه‌های بین فلزی تا زیر مقدار بحرانی می‌توان از رشد ترک جلوگیری به عمل آورد واستحکام را تا حدود قابل ملاحظه ای افزایش داد. در این پژوهش لحیم کاری در مدت زمان ۵ دقیقه

در دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد کمترین ضخامت لایه‌ی ترکیبات بین فلزی و در نتیجه بالاترین استحکام را به دنبال داشت.

نتیجه گیری

۱) کاهش ضخامت ترکیبات بین فلزی شکل گرفته در ناحیه میانی، افزایش استحکام برشی اتصال را به دنبال دارد.

۲) افزایش دمای لحیم‌کاری منجر به افزایش ضخامت لایه بین فلزی ایجاد شده و در نتیجه کاهش استحکام می‌شود.

۳) افزایش زمان لحیم‌کاری نیز منجر به کاهش شدید استحکام ناشی از ایجاد ترکیبات بین فلزی می‌شود.

٤) با توجه به نتایج استخراج شده از آزمایش استحکام برشی بهترین مشخصات ساختاری و بالاترین استحکام، در زمان لحیم کاری ۵ دقیقه و دمای ۸۱۵ درجه سانتیگراد بود.

مراجع

1. He P., Feng J.C., Xu W., "Interfacial microstructure of induction brazed joints of TiAl-based intermetallics to steel 35CrMo with AgCuNiLi filler", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 408, pp. 195–201, (2005).
2. Ghosh M., Chatterjee S., Mishra B., "The effect of intermetallics on the strength properties of diffusion bonds formed between Ti–5.5Al–2.4V and 304 stainless steel", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 363, pp. 268–274, (2003).
3. Chan H.Y., Liaw D.W., Shiue R.K., "The microstructural observation of brazing Ti–6Al–4V and TZM using the BAg-8 braze alloy", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 22, pp. 27–33, (2004).
4. Elrefaey A., Tillmann W., "Microstructure and mechanical properties of brazed titanium/steel joints", *Journal of Material Science*, Vol. 42, pp. 9553–9558, (2007).
5. Lee W.B., Lee C.Y., Chang W.S., Mo Yeon Y.," Microstructural investigation of friction stir welded pure titanium", *Materials Letters*, Vol. 59, pp. 3315-3318, (2005).
6. Laik A., Shirzadi A.A., Tewari R., Kumar A., Jayakumar T., Dey G.K.," Microstructure and Interfacial Reactions During Active Metal Brazing of Stainless Steel to Titanium", The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, (2013).
7. Yue X., He P., Feng J.C., Zhang J.H., Zhu F.Q., "Microstructure and interfacial reactions of vacuum brazing titanium alloy to stainless steel using an AgCuTi filler metal", *Journal of Materials Characterization*, pp. 1721–1727, (2008).
8. Elrefaey A., Tillmann W., "Brazing of titanium to steel with different filler metals: analysis and comparison", *Journal of Materials Science*, pp. 4332-4338, (2010).
9. Petzow G., Effenberg G., "Comprehensive compendium of evaluated constitutional data and phase diagrams", *Weinheim*, Germany, pp. 14-17, (1998).

10. Phillips V.A., "A metallographic study of precipitation in a Ni-12.7 at.% Al alloy" *Acta Metallurgica*, Vol. 14, No. 11, pp. 1533-1547, (1966).

11. Elrefaey A., Tillmann W., "Brazing temperature determines the microstructure and mechanical behavior of steel/titanium brazed joints", IBSC, Orlando, FL, pp. 2-5, (2009).

12. Baker H., "ASM handbook alloy phase diagrams", *ASM International, Materials Park*, OH, pp. 119-123, (1992).

13. Shiue R.K., Wu S.K., Li I.H.,"Infrared brazing of Fe3Al intermetallic compound using gold-based braze alloy", Gold Bull, pp. 49-56, (2011).

14. He P., Feng J.C., Xu W., "Microstructure and kinetics of induction brazing TiAl-based intermetallics to steel 35CrMo using AgCuTi filler metal", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 418, pp. 53-60, (2006).

15. Murakami T., Nakata K., Tong H., Ushio M.,"Dissimilar Metal Joining of Aluminum to Steel by MIG Arc Brazing Using Flux Cored Wire", *ISIJ International*, Vol. 43, No. 10, pp. 1596-1602, (2003).

16. Shiue R.K., Wu S.K., Shiue J.Y.," Infrared brazing of Ti–6Al–4V and 17-4 PH stainless steel with (Ni)/Cr barrier layer(s)" , *Materials Science & Engineering A*, Vol. 488, No. 1, pp. 186-194, (2008).

17. Shin C.K., Huh J.Y.," Effect of Cu-containing Solders on the Critical IMC Thickness for the Shear Strength of BGA Solder Joints", Third proceeding of EPTC, pp. 406–411, (2000).

تولید و بررسی خواص سایشی کامپوزیت پایه AA 8090 مقاوم شده با ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی پیرسازی با کوئنچ جهت‌دار*

امیر کبریائی [۱] حسن ثقفیان[۲] سید شمس الدین میردامادی[۳]

چکیده

آلیاژ AA8090 از جمله آلیاژهای فوق سبک و کارپذیر آلومینیوم حاوی لیتیم بوده که با توجه به مدول الاستیک بیشتر و وزن مخصوص کمتر جایگزین برخی از آلیاژهای هوایی مثل گروههای ۲۰۰۰ و ۷۰۰۰ شده‌اند. در این پژوهش کامپوزیت‌های پایه AA8090 با درصدهای حجمی ۳، ٦ و ۹ درصد SiC به روش اصلاح شده‌ی گردابی تولید شده و مورد عملیات اکستروژن داغ قرار گرفتند. در ادامه عملیات حرارتی رسوب‌سختی (T_6) پس از کوئنچ جهتدار در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد روی آنها صورت پذیرفت. سپس آزمون سایش به روش پین روی دیسک با اعمال بارهای ۱۰، ۲۰ و ۳۰ نیوتن بر روی نمونه‌های بدون عملیات حرارتی و تحت عملیات حرارتی کوئنچ جهت‌دار در زمان مربوط به پیک سختی انجام شد. نتایج سایشی در بارهای ۱۰ و ۲۰ نیوتن برای کلیه نمونه‌ها، سایش ملایم را نشان داد ولی از بار ۲۰ به ۳۰ نیوتن یک انتقال از سایش ملایم به شدید مشاهده شد. افزایش کسر حجمی ذرات کاربید سیلسیم در زمینه آلیاژ AA8090 باعث کاهش نرخ سایش گردید. همچنین در اثر عملیات حرارتی رسوب سختی پس از کوئنچ جهت‌دار در بارهای سایشی ۱۰ و ۲۰ نیوتن، نرخ سایش نسبت به نمونه‌های بدون عملیات حرارتی کاهش یافت ولی در بار ۳۰ نیوتن بدلیل تغییر مکانیزم سایش به نوع چسبان و کاهش فرم‌پذیری پس از رسوب‌سختی، نرخ سایش افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی آلیاژ آلومینیوم ۸۰۹۰; کامپوزیت; رسوب‌سختی; کوئنچ جهت‌دار; سایش.

Fabrication and Study of Wear Properties of AA8090 Composite Reinforced with SiC Particles after Precipitation Hardening with Directional Quenching

A. Kebriyaei H. Saghafian S. Sh. Mirdamadi

Abstract

AA8090 is an extra light and deformable group of lithium containing aluminum alloys which have recently replaced some aerospace aluminum alloys, such as 2000 and 7000 series, due to their higher elastic modulus and lower specific weight. In this study, AA8090 matrix composites containing 3, 6 and 9 vol.% SiC were cast using a modified stir casting method. The casting billets were deformed though a hot extrusion operation, followed by a precipitation hardening treatment (T6) with directional quenching and aging at 190 °C. Wear tests were conducted before and after the precipitation hardening (at the peak hardness aging time) using the pin-on-disc method at loads of 10, 20 and 30 N. All samples exhibited a mild wear at 10 and 20 N wear loads, which turned into a sever wear at 30 N. It was shown that increasing the SiC content in the composite samples reduces the wear rate. Also, the wear results after precipitation hardening indicated a decrease in the wear rate only at the wear loads of 10 and 20 N. At the wear load of 30 N, the wear rate increased after precipitation hardening. This behavior was attributed to a transition in the wear mechanism from abrasive to adhesive by increasing the load.

Keywords AA8090; Composite; Age Hardening; directional Quenching; Wear.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۲/۱۵ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۲/۲۲ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول : کارشناس ارشد مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران. amirkebriyaei@gmail.com

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، قطب علمی آلیاژهای استحکام بالا- دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) استاد دانشکده مهندسی مواد – قطب علمی آلیاژهای استحکام بالا- دانشگاه علم وصنعت ایران.

DOI: 10.22067/ma.v28i1.34881

مقدمه

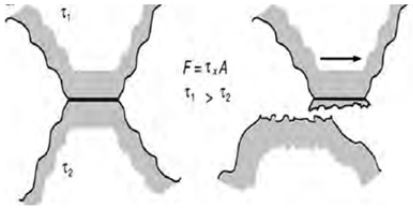
استحکام بالا و چگالی پائین آلیاژهای آلومینیوم–لیتیوم آنها را به عنوان یک انتخاب جذاب برای کاربردهای هوایی و فضایی مطرح ساخته است. با افزودن عنصر لیتیم به آلیاژهای آلومینیوم، خواص فیزیکی و مکانیکی آن به نحو چشمگیری بهبود می‌یابد. مهمترین این تغییرات عبارتند از: کاهش چگالی به میزان ۷ تا ۱۰٪، افزایش مدول الاستیک ۱۰ تا ۱۵٪، امکان کاربرد آلیاژ در دماهای بسیار پایین (Cryogenic Temperatures) مثل تانکهای سوخت هیدروژن و اکسیژن مایع در وسایل نقلیه هوافضا [2,3].

پیرسازی آلیاژهای آلومینیوم–لیتیم، در واقع رسوبگذاری پیوسته فاز $\delta'(Al_3Li)$ از محلول جامد فوق اشباع α می‌باشد. تشابه هندسی بین شبکه رسوبات δ' و شبکه مکعبی وجوه مرکزدار (FCC) محلول جامد α و همچنین نزدیک بودن پارامترهای شبکه رسوب δ' با پارامترهای شبکه زمینه باعث می‌شود بنابراین ریزساختار آلیاژ آلومینیوم – لیتیم پس از رسوب‌سختی توسط توزیع یکنواخت رسوبات کروی و هم‌سیمای δ' مشخص شود دلیل داکتلیته و چقرمگی کم‌آلیاژهای دوتایی آلومینیوم – لیتیم را می‌توان ناشی از غیریکنواخت بودن پدیدهٔ لغزش حاصل از توزیع غیریکنواخت رسوبات δ' دانست[3]. افزودن مس و منیزیم به این آلیاژها باعث تشکیل رسوبات دیگری نظیر $T_1(Al_2CuLi)$، $S'(Al_2LiMg)$ و یا $\theta'(Al_2Cu)$ و غیره می‌شود که تأثیر زیادی بر خواص این آلیاژ دارند. این رسوبات تمایل دارند که به شدت دارای بافت (دارای جهت مرجح) باشند. رسوبات $T_1(Al_2CuLi)$ کرنش‌های هم‌سیمایی بزرگی دارند، هنگامی که این رسوبات بر نابجائی‌ها جوانه‌زنی می‌کنند، این کرنش‌ها به حداقل می‌رسند [1].

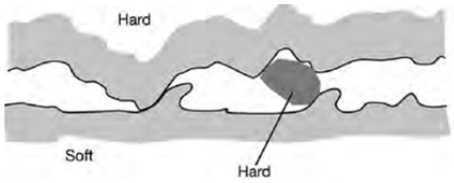
در سالهای اخیر تلاشهای زیادی جهت بهبود فرایند عملیات حرارتی رسوب‌سختی صورت گرفته است که از جملهٔ آنها می‌توان به فرایند رسوب‌سختی ترمومکانیکی (T_8)، پیرسازی با حرارت‌دهی سریع [4]، عملیات حرارتی پس از کوئنچ جهت‌دار [۵] و غیره اشاره کرد. در این میان فرایند رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار به عملیاتی اطلاق می‌گردد که در آن پس از حل‌سازی در منطقهٔ تکفاز، از همان دما به صورت تک‌بعدی در یک مایع خنک کننده، کوئنچ گردد. این موضوع مستلزم آن است که تنها یک وجه از قطعه در معرض مایع خنک کننده قرار گیرد و سایر وجوه آن عایق باشد. فرایند کوئنچ تک‌بعدی سبب می‌گردد تا در لحظهٔ ورود قطعه به داخل مایع، بدلیل اختلاف دمای ایجاد شده بین سطح در تماس با خنک کننده و سطح عایق، یک تنش ترموالاستیک همگن در قطعه پدید آید. علاوه بر این بدلیل تماس تنها یک وجه از قطعه با مایع کوئنچ، اثر مضر فشار هیدرواستاتیکی مایع خنک کننده (ناشی از کوئنچ معمولی) که سبب کاهش علظت جاهای خالی غیرتعادلی در حین فرایند حل‌سازی می‌شود، به شدت کاهش می‌یابد. تأثیرات مثبت عملیات حرارتی با کوئنچ جهت‌دار در آلیاژ آلومینیم–لیتیم توسط نوری و همکارانش [۵] و همچنین کامپوزیت زمینه فلزی آن توسط نویسنده [٦] به اثبات رسیده است.

علاوه بر موضوع مذکور، حضور ذرات مقاوم‌ساز سرامیکی در زمینهٔ فلزی می‌تواند خواص دیگری به آن بیافزاید، به این سبب کامپوزیت‌های زمینهٔ آلومینیوم (AMCs)، به دلیل استحکام مخصوص بالا و مقاومت سایشی خوب، توجه زیادی را در سه دههٔ اخیر کسب کرده اند [۷،۸]. اغلب کامپوزیت‌های زمینهٔ آلومینیم–لیتیم نظیر SiC_w/Al-Li یا SiC_p/Al-Li به یکی از روش‌های گردابی، متالورژی پودر، ریخته‌گری کوبشی و پاششی تولید می گردند [9]. مهمترین اثر حضور ذرات مقاوم‌ساز در زمینه فلزی را می‌توان مربوط به بهبود خواص سایشی دانست. پدیده سایش عمدتاً در اثر عوامل مکانیکی رخ می‌دهد که گاهی این عوامل مکانیکی با فاکتورهای شیمیایی محیط اطراف نیز همراه می‌گردند. به طور کلی کاربرد و شرایط حاکم بر سطوح می‌تواند مشخص کننده مکانیزم غالب در سایش باشد برای مواد با کاربرد مکانیکی انواع سایش‌های چسبان، خراشان، اکسیدی و خستگی از اهمیت ویژه‌ای برخوردارند[10].

سایش چسبان معمولاً در سرعت‌های پایین و فشار بالا میان سطوحی که در تماس لغزشی با هم قرار دارند اتفاق می‌افتد. مکانیزم غالب در سایش چسبان بر اساس جدا شدن ذرات در اثر اتصال چسبان و یا به اصطلاح جوش سرد است. در این مکانیزم جدا شدن ذرات از سطح با برش پلاستیک همراه است شکل (۱).[10].



شکل۱ مکانیزم سایش چسبان



شکل۲ مکانیزم سایش خراشان

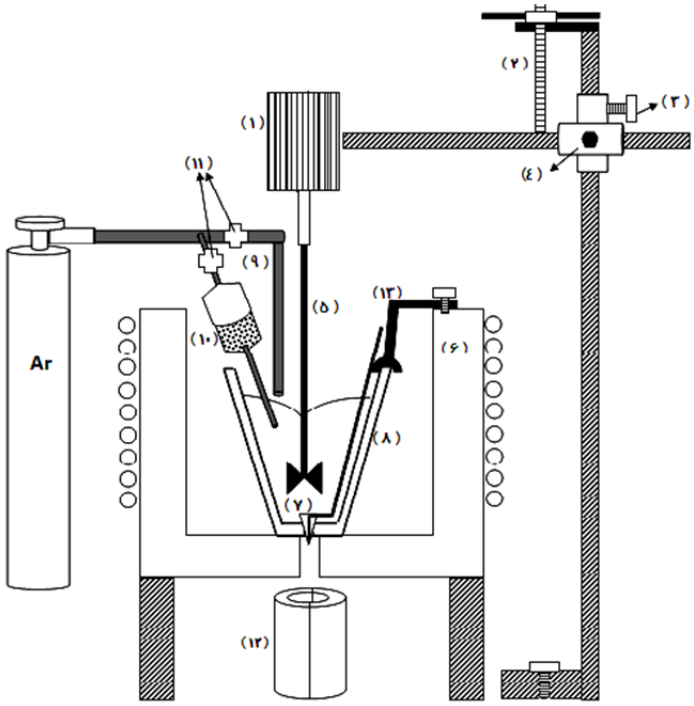
همچنین سایش خراشان هنگامی رخ می‌دهد که برآمدگی‌های یک سطح سخت و یا ذرات سخت موجود در بین دو سطح بر روی سطح نرم‌تر لغزیده، موجب آسیب آن گردند (شکل ۲)[11].

سایش خراشان را می‌توان با توجه به رفتار ذرات ساینده میان سطوح به دو نوع دو عضوی و سه عضوی تقسیم نمود. در حالت دو عضوی ذرات ساینده بر سطح سخت‌تر محکم شده و با عبور بر سطح نرم‌تر موجب سایش آن خواهند شد. در صورتی که در سایش خراشان سه عضوی، ذرات می‌توانند به آسانی میان سطوح، لغزش یا دوران نموده موجب سایش یک یا هر دو سطح تماس گردند[12].

در این پژوهش کامپوزیت زمینه فلزی AA8090 با درصدهای حجمی ۳، ٦ و ۹ درصد کاربید سیلیسیم با اندازهٔ متوسط ۲۵ میکرون به روش اصلاح‌شدهٔ گردابی تولید گردیدند. سپس کامپوزیت‌های ریختگی تحت عملیات اکستروژن داغ قرار گرفتند و از میله‌های اکسترود شده نمونه‌های سایشی تهیه شد و تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی بعد از کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد قرار گرفتند. بعد از آن آزمون سایش در زمان مربوط به بیشینهٔ سختی در بارهای ۱۰، ۲۰ و ۳۰ نیوتن صورت گرفت. در پایان نتایج بدست آمده مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت.

مواد و روش پژوهش

به منظور تولید کامپوزیت AA8090 از شمش آلومینیوم خالص، آمیژان Al-50%Cu، Al-50%Mg و لیتیم خالص استفاده گردید. شکل (۳) تجهیزات مورد استفاده جهت عملیات ساخت کامپوزیت را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود سیستم به ریخته‌گری کف‌ریز از کوره تجهیز شده است. ابتدا شمش آلومینیوم در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در کورهٔ مقاومتی ذوب شده و آمیژان Al-50%Cu پس از محاسبهٔ شارژ به مذاب افزوده شد. به دنبال انحلال آمیژان با در نظر گرفتن زمان مقتضی، آمیژان Al-50%Mg در مذاب حل گردید. پس از آماده شدن مذاب آلومینیوم و عملیات سرباره‌گیری، همزن گرافیتی داخل مذاب فرو برده شد، ، به طوریکه حدود ۳۰٪ از حجم مذاب در زیر آن قرار گرفته و سپس ذرات کاربید سیلیسیم با مش ۳۸۰ که قبلاً در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت دو ساعت تحت عملیات اکسیداسیون غیرفعال قرار گرفته بودند از طریق سیستم تزریق پودر مشخص شده در سیستم ریخته‌گری قسمت ۱۰ شکل (۳) در حین فرایند هم‌دن به مذاب افزوده شدند. ارتفاع همزن توسط قسمت تنظیم ارتفاع (قسمت ۲) از قبل مشخص شده و طوری تنظیم شده بود که قدرت مکش ذرات سرامیکی به داخل مذاب را داشته باشد. در اینجا عملیات همزدن سریع اتوماتیک با سرعت ٦۰۰ دور بر دقیقه و به مدت ۱۵ دقیقه و سپس افزودن ذرات سرامیکی بسته به وزن پودرهای کاربید سیلیسیم، در فاصلهٔ زمانی ۵-۳ دقیقه انجام شد. لازم به ذکر است که در حین عملیات همزدن سطح مذاب توسط دمش گاز آرگون با خلوص بالا از طریق یک لولهٔ متصل به کپسول (قسمت ۹) از هوا و رطوبت کنترل گردید.



شکل ۳ تجهیزات مورد استفاده جهت تولید کامپوزیت: ۱) موتور همزن؛ ۲) پیچ تنظیم ارتفاع؛ ۳) پیچ تثبیت کنندهٔ موتور همزن به طور عمودی؛ ٤) پیچ تثبیت کنندهٔ موتور همزن به طور افقی؛ ۵) همزن گرافیتی؛ ٦) کورهٔ مقاومتی؛ ۷) راه‌گیر متصل به میلهٔ فولادی؛ ۸) بوته از جنس کاربید سیلیسیم؛ ۹) قسمت دمش گاز آرگون؛ ۱۰) سیستم تزریق پودر؛ ۱۱) شیرهای تنظیم دبی گاز آرگون؛ ۱۲) قالب فولادی استوانه‌ای؛ ۱۳) فیکسچر بوته

در پایان عملیات همزدن و قبل از ریخته‌گری دوغاب کامپوزیتی به داخل قالب، فلز لیتیم خالص با محاسبهٔ شارژ و در نظر گرفتن ۳۰ ٪ تلفات داخل فویل آلومینیومی پیچیده و توسط یک پلانجر فولادی که سطح آن با گرافیت پوشش داده شده بود به داخل مذاب اضافه گردید. به منظور جلوگیری از جدانشینی ذرات مقاوم‌ساز افزودن لیتیم به مذاب به سرعت انجام و مذاب داخل قالب ریخته شد. قالب به شکل استوانه از جنس فولاد به ارتفاع ۱۵، قطر ۳ و ضخامت ۲ سانتیمتر بود. حضور عیوب ریختگی نظیر حفرات انقباضی و گازی و توزیع غیریکنواخت ذرات مقاوم‌ساز در کامپوزیت‌های ریختگی سبب گردید تا جهت مرتفع نمودن این مشکل و بهبود ریزساختار کامپوزیتها از شمش‌های کامپوزیتی ریختگی، لقمه‌هایی به قطر و ارتفاع ۳ سانتیمتر تهیه شده و عملیات اکستروژن در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد و با نسبت ۱۲:۱ بر روی آنها صورت گرفت. در ادامه مطالعات میکروسکوپی بر روی نمونه‌های اکسترود شده صورت پذیرفت و به منظور تعیین میزان کسر حجمی ذرات مقاوم‌ساز، آنالیز تصویری توسط نرم‌افزار کلمکس با نسخهٔ 3.5025 انجام شد. جهت اطمینان از نتیجه‌ی بدست آمده، آنالیز انحلالی نیز صورت گرفت، به این ترتیب که از قسمت‌های مختلف میله‌های اکسترودشده نمونه برداری و در اسید کلریدریک رقیق و دمای حدود ۸۰ درجه سانتیگراد شد و پس از انحلال کامل، ذرات باقیمانده در محلول توسط کاغذ صافی فیلتر شدند. سپس کاغذهای صافی داخل گرمکن قرار داده شد تا رطوبت آنها گرفته شود. به دنبال آن کاغذهای صافی توسط ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین گردیده و از اختلاف وزن قبل و بعد از تصفیه، وزن ذرات مقاوم‌ساز

در نمونه‌ها بدست آمد. نهایتاً با توجه به وزن نمونه‌ها قبل از انحلال، وزن ذرات باقیمانده پس از حل‌سازی و چگالی زمینه‌ی آلیاژی و ذرات مقاوم‌ساز، طبق رابطه‌ی (۱) کسر حجمی ذرات داخل زمینه محاسبه گردید [9]:

$$V_p = \frac{(\frac{m_p}{\rho_p})}{(\frac{m_p}{\rho_p}+\frac{m_m}{\rho_m})} \times 100 \qquad (۱)$$

که در این رابطه m_p جرم ذرات مقاوم‌ساز، ρ_p چگالی ذرات که ۳/۲ گرم بر سانتیمتر مکعب در نظر گرفته شد، m_m جرم آلیاژ زمینه و ρ_m چگالی زمینه می‌باشد که بر طبق آنچه در منابع آمده است ۲/۵۵ گرم بر سانتیمتر مکعب محسوب گردید.

همچنین محلول به دست آمده توسط دستگاه ICP جهت تعیین میزان عناصر موجود در زمینه مورد آنالیز قرار گرفت.

در ادامه از نمونه‌های اکسترود شده پین‌های سایشی به شکل مکعبی به مقطع مربع به ضلع ۵ و طول ۱۵ میلیمتر تهیه گردید و سه عدد از هر کدام از کامپوزیت‌ها تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی پس از کوئنچ جهت‌دار قرار گرفتند. به منظور انجام کوئنچ جهت‌دار [۵] که ابتدا یک قالب چوبی برای نمونه‌های سایشی تهیه شد و پین‌های سایشی از یکی از وجوه به ابعاد ۵×۱۵ میلیمتر داخل این قالب قرار داده شد. سپس پودر آلومینای با ۱۰ درصد آب مخلوط شده و داخل قالب ریخته شد. در ادامه پس از خشک شدن عایق آلومینایی حاوی نمونه‌های سایشی در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد و از دست دادن آب فیزیکی، آماده‌ی عملیات حرارتی حل‌سازی گردید. عملیات حل‌سازی در دمای ۵۳۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت روی آنها صورت پذیرفت و سپس از سمت غیرعایق در آب صفر درجه کوئنچ گردیدند. سپس تحت عملیات رسوب‌سختی در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد در گرمکن الکتریکی قرار گرفتند. قبل از عملیات پیرسازی روی کلیه‌ی نمونه‌ها، آزمون میکروسختی سنجی روی یک نمونه‌ی سایشی از هرکدام از کامپوزیت‌ها جهت تعیین زمان مربوط به بیشینه‌ی سختی انجام شد و عملیات حرارتی نمونه‌های سایشی کامپوزیت‌های حاوی درصدهای مختلف کاربید سیلیسیم در زمان مربوط به پیک سختی آن کامپوزیت انجام شد. پس از آن آزمون سایش به روش پین بر روی دیسک بر روی نمونه‌های تحت عملیات حرارتی و بدون عملیات حرارتی در بارهای ۱۰، ۲۰ و ۳۰ نیوتن انجام شد. جنس دیسک از فولاد AISI 52100 انتخاب شده بود که قبل از آزمون با سنگ مغناطیس صیقلی گردید. آزمون سایش برای هر نمونه به مسافت ۱۰۰۰ متر و با سرعت خطی ۰/۲۵ متر بر ثانیه انجام شد و نمونه‌ها قبل از آزمون با استون مورد شستشو قرار گرفتند. وزن نمونه‌ها قبل و بعد از انجام آزمون با ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم اندازه‌گیری شد. جهت بررسی ریزساختار و نحوه‌ی توزیع ذرات کاربید سیلیسیم پس از اکستروژن نمونه‌های کامپوزیتی و همچنین مطالعه‌ی سطح نمونه‌ها پس از آزمون سایش، بررسی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری روی آنها انجام گردید.

نتایج و بحث

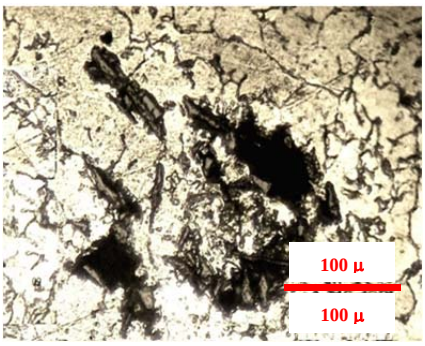
جدول (۱) نتایج مربوط به آنالیز درصد عناصر موجود در زمینه‌ی کامپوزیت‌ها را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود درصد لیتیم، مس و منیزیم موجود در زمینه به اندازه‌ای است که در دامنه‌ی آنالیز استاندارد ترکیب شیمیایی عناصر موجود در آلیاژ AA8090 قرار می‌گیرد. همچنین شکل (٤) تصاویر متالوگرافی نمونه‌های کامپوزیتی ریختگی حاوی ٦ و ۹ درصد کاربید سیلیسیم را قبل از اکستروژن نشان می‌دهد که بیانگر حضور حفرات و عدم توزیع مناسب ذرات مقاوم‌ساز می‌باشد. اشکال (۵ تا ۷) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ۳، ٦ و ۹ درصد کاربید سیلیسیم را پس از اکستروژن نشان می‌دهد. این تصاویر به منظور ارائه‌ی بهتر توزیع ذرات مقاوم‌ساز از الکترون‌های ثانویه دریافت شده‌اند. با در نظر گرفتن تنش‌های هیدرواستاتیک فشاری بسیار بزرگ که در حین اکستروژن بر ماده اعمال می شود، تنش‌های هیدرواستاتیک کششی داخلی در انتهای ذرات به طور کامل خنثی شده و بر اثر برایند فشاری تنش‌های سه‌بعدی موجود در زمینه حفره‌های اولیه موجود از بین می‌روند و کیفیت پیوند در فصل مشترک زمینه – ذره

بهبود می‌یابد. ضمن آنکه با شکسته شدن خوشه‌های ذرات کاربید سیلیسیم یکنواختی بهتری در توزیع ذرات حاصل می‌گردد که مقایسهٔ تصاویر شکل (٤) با شکل-های (٥ تا ٧) این موضوع را نشان می‌دهد.

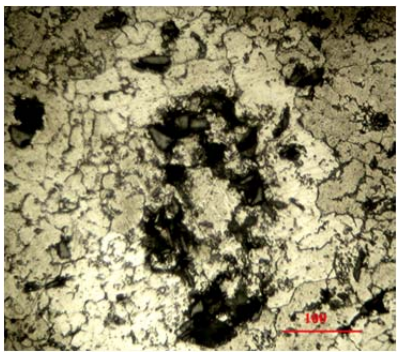
شکل (٨) نتایج میکروسختی نمونه‌های سایشی کامپوزیت‌ها را در حین عملیات حرارتی رسوب‌سختی در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد پس از کوئنچ جهت دار نشان می‌دهد. با توجه به نتایج به دست آمده از پژوهش‌های صورت گرفته در ارتباط با کامپوزیت زمینه فلزی AA8090/SiC که زمان رسیدن به بیشینه‌ی سختی در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد را ۱۲~۱۵ ساعت گزارش نموده‌اند [۷]، می‌توان کاهش شدیدی را در زمان رسیدن به حداکثر سختی بدون تغییر قابل ملاحظه در مقدار بیشینهٔ سختی مشاهده نمود. به گونه‌ای که این زمان برای کامپوزیت‌های مورد پژوهش در حدود ٦/٥~٦ ساعت می‌باشد. این کاهش در زمان رسیدن به بیشینه‌ی سختی به دلیل اثرات ناشی از کوئنچ جهتدار می‌باشد [٥ و ٦].

جدول ۱ نتایج مربوط به آنالیز عنصری کامپوزیت AA8090/3% SiC

نام عنصر	Li	Cu	Mg	Fe	Si	Al
درصد وزنی	۲/۳	۱/۴	۰/۸	۰/۲۵	۰/۱	Bal.

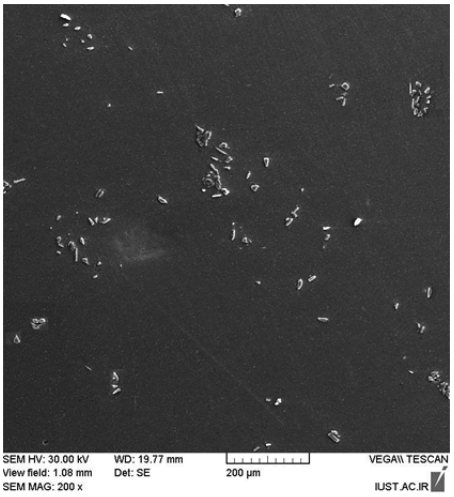


(ب)

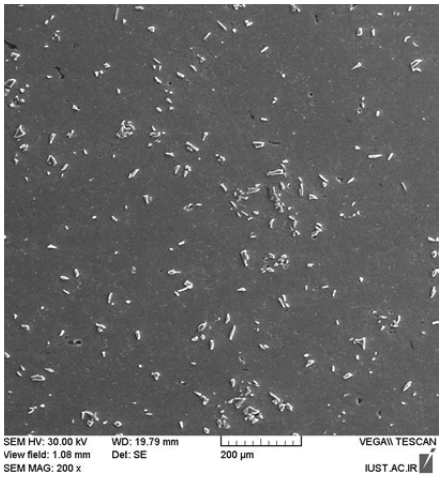


(الف)

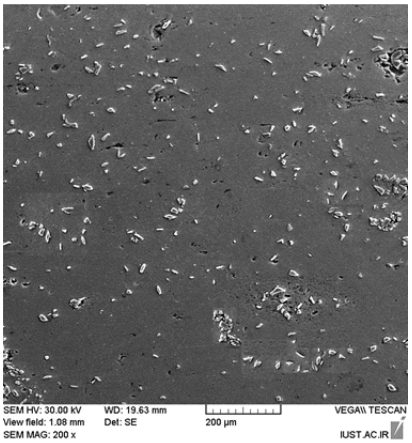
شکل ٤ تصویر متالوگرافی نمونه‌های کامپوزیتی الف) AA8090/6%SiC؛ ب) AA8090/9%SiC قبل از اکستروژن نشان دهندهٔ حضور حفرات در بین ذرات کاربید سیلیسیم و عدم توزیع مناسب ذرات



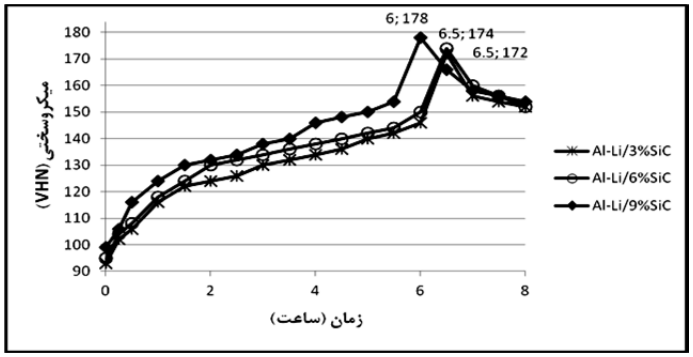
شکل ٥ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/3%SiC پس از اکستروژن در بزرگنمایی ۲۰۰ برابر



شکل ٦ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/6%SiC پس از اکستروژن در بزرگنمایی ۲۰۰ برابر



شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/9%SiC پس از اکستروژن در بزرگنمایی ۲۰۰ برابر

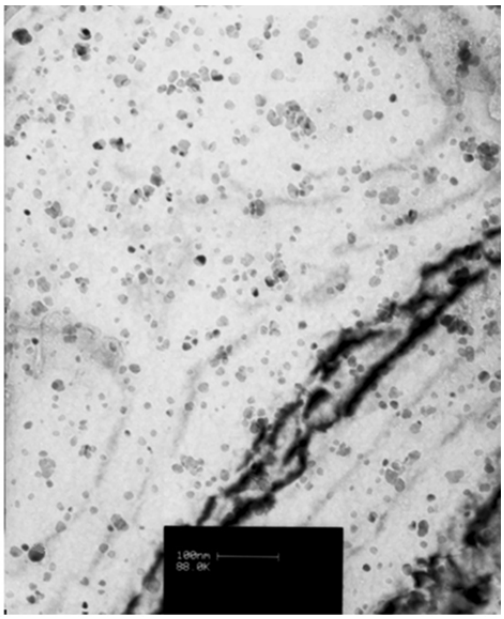


شکل ۸ نتایج مربوط به تغییرات میکروسختی (ویکرز) بر حسب زمان برای نمونه‌های سایشی کامپوزیتی تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد بعد از کوئنچ جهت‌دار

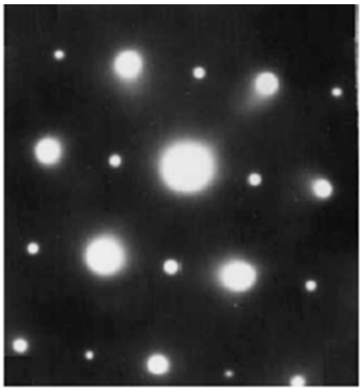
در این پژوهش با بکارگیری کوئنچ یک بعدی (جهتدار) در مرحله سردسازی نمونه‌ها علاوه برحفظ اثرات مثبت کوئنچ نمونه‌ها در مرحلهٔ پیرسازی، اثرات کاهنده فشار هیدرواستاتیکی بر غلظت جاهای خالی غیرتعادلی که پس از کوئنچ سه‌بعدی ایجاد می‌گردد، حذف گردیده و باعث ایجاد و تمرکز جاهای خالی غیرتعادلی در جهت خاص شده است. باقی ماندن جاهای خالی پس از فرایند کوئنچ جهت‌دار باعث افزایش ضریب نفوذ اتمی در حین رسوب‌سختی می‌گردد. این موضوع به همراه ایجاد تنش‌های ترموالاستیک شدید در تمام نقاط نمونه پس از کوئنچ تک‌بعدی، باعث تسهیل و تسریع فرایند جوانه‌زنی رسوبات از نوع δ' می‌گردد. بنابراین احتمالاً تعداد و جزء حجمی رسوبات استحکام دهنده δ' نسبت به حالت کوئنچ معمولی افزایش چشمگیری خواهد داشت. در آلیاژهای آلومینیم - لیتیم یکی از مهمترین مشکلات در بررسی رسوبات مختلف که در حین عملیات پیرسازی در این آلیاژها تشکیل شده‌اند، عدم امکان آنالیز عنصر لیتیم با استفاده از تکنیک طیف‌سنجی توزیع انرژی پرتو ایکس (EDS) بوده و مهمترین راه تشخیص رسوبات حاوی لیتیم، بررسی مورفولوژی آنها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) است [14]. لذا برای اثبات این موضوع و با توجه به اینکه رسوبات کروی و هم‌سیمای δ' دارای ابعاد بسیار کوچک (در حد نانومتر) بوده و توسط میکروسکوپهای نوری و الکترونی روبشی قابل شناسایی نمی‌باشند، لذا یک تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نمونهٔ کامپوزیتی AA8090/3%SiC تهیه گردید که در شکل (۹) ارائه شده است. در این شکل، تعداد زیادی رسوبات δ' در میکروساختار مشاهده می‌گردد. دامنه تغییرات قطر رسوبات δ' در این تصویر۲٤-٤ نانومتر می‌باشد. رسوباتδ' موجود در میکروساختار فوق دارای مورفولوژی کروی بوده و با توزیع یکنواختی در میکروساختار جوانه‌زنی کرده‌اند. در شکل (۱۰) نیز می‌توان الگوی تفرق مربوط به رسوبات δ' در جهت [۱۱۰] را مشاهده نمود. این الگوی تفرق مربوط به ساختار منظم $L1_2$ می باشد که همان ساختار رسوب δ' است.

همانطور که در شکل (۸) ملاحظه می‌شود برای نمونه‌ی سایشی کامپوزیت AA8090/3%SiC مشابه نمونه‌ی سایشی کامپوزیت AA8090/6%SiC در زمان ٦/٥ ساعت به بیشینه‌ی سختی رسیده است. با این تفاوت که بیشینه‌ی سختی در مورد این نمونه HV ۱۷۲ بوده که در مقایسه با نمونه‌ی سایشی کامپوزیت AA8090/6%SiC که حداکثر سختی در مورد آن HV ۱۷٤ است، اندکی کمتر می‌باشد. علت این موضوع را می‌توان به دلیل حضور بیشتر ذرات مقاوم‌ساز و اثرات ناشی از آن بر افزایش سختی دانست به گونه‌ای که این

افزایش سختی در مورد نمونه‌های سایشی قبل از عملیات حرارتی نیز وجود داشت. برای نمونه سایشی کامپوزیت AA8090/9%SiC این بیشینه‌ی سختی در مدت زمان ٦ ساعت حاصل گردیده است که مقدار آن ۱۷۸ HV است. در مقایسه با دو نمونه‌ی دیگر زمان رسیدن به حداکثر سختی در حدود ۳۰ دقیقه کاهش یافته است، ضمن آنکه مقدار بیشنه‌ی سختی نیز افزایش داشته است.



شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از ریزساختار زمینهٔ نمونهٔ کامپوزیتی $AA8090/3\%SiC_p$ پس از رسوب سختی با کوئنچ جهت‌دار در زمان بیشینهٔ سختی (نشان‌دهندهٔ توزیع یکنواخت ذرات رسوبی δ')



شکل ۱۰ الگوی تفرق ناحیه انتخاب شده (SADP) از رسوبات δ' در جهت [110]

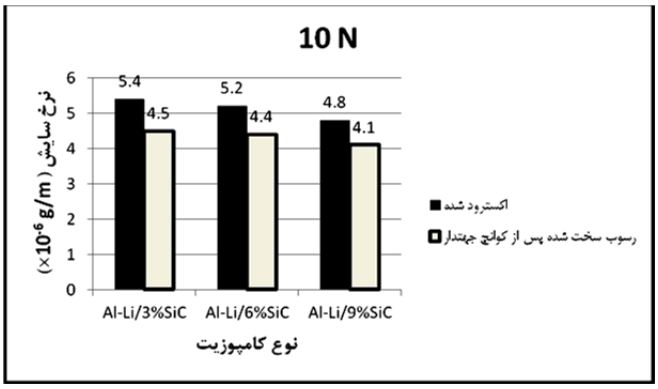
این کاهش در زمان رسیدن به بیشینه‌ی سختی را می‌توان به دلیل افزایش میزان ذرات کاربید سیلیسیم در کامپوزیت با ۹ درصد حجمی ذرات مقاوم‌ساز نسبت به دو کامپوزیت دیگر دانست که حضور چگالی بالای نابجایی‌ها در کامپوزیت‌های SiC_p/Al یا SiC_w/Al به دلیل اختلاف ضریب انبساط حرارتی بین کاربید سیلیسیم و آلومینیم به طور معمول تأیید شده است [7]. این نابجایی‌ها باعث تسریع جوانه‌زنی رسوباتی نظیر $S'(Al_2LiMg)$ (که به دلیل کرنش‌های هم سیمایی بالا نیاز به وجود نابجایی‌ها برای تشکیل دارند) شده که نهایتاً منجر به کاهش بیشتر زمان مربوط به حداکثر سختی می‌گردد و لذا انتظار می‌رود که در این کامپوزیت نسبت به دو نوع دیگر فاز S' به میزان بیشتری در ساختار حضور داشته باشد [15].

اشکال (۱۱ تا ۱۳) نتایج مربوط به آزمون سایش نمونه‌های کامپوزیتی AA8090/3-6-9%SiC را در شرایط بدون اعمال عملیات حرارتی و پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد بعد از کوئنچ جهت‌دار و در زمان پیک سختی مربوط به آنها در بارهای اعمالی ۱۰، ۲۰ و ۳۰ نیوتن نشان می‌دهد. همچنین تغییرات ضریب اصطکاک را برای این نمونه‌ها در شرایط مذکور در جدول (۲) آورده شده است.

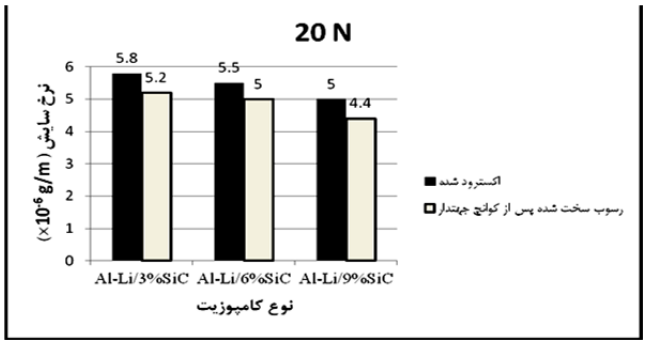
با توجه به اشکال (۱۱ تا ۱۳) می‌توان ملاحظه نمود که برای کلیه نمونه‌ها در شرایط مختلف با افزایش میزان کسر حجمی ذرات مقاوم‌ساز کاربید سیلیسیم در نمونه‌ها، نرخ سایش کاهش یافته است. چرا که افزودن ذرات مقاوم‌ساز کاربید سیلیسیم، زمینه را در مقابل سایش محافظت می‌نماید. قابلیت تحمل نیرو توسط ذرات مستحکم کاربید سیلیسیم به کاهش سایش کامپوزیت‌ها کمک می‌کند. همچنین کاهش سطح مؤثر اصطکاکی برای فلز در تماس با دیسک به دلیل حضور ذرات سرامیکی در زمینه منجر به سطح سایشی کمتر کامپوزیت‌ها می‌گردد [13].

همچنین نتایج مربوط به نرخ سایش برای نمونه-های کامپوزیتی قبل و بعد از عملیات حرارتی در بارهای مورد آزمایش، نشان می‌دهد که برای کلیه‌ی

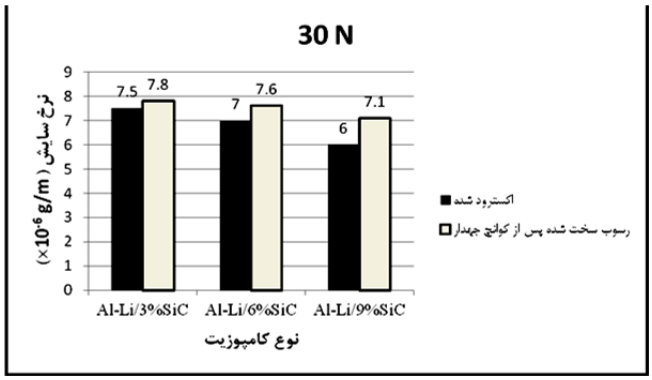
نمونه‌های کامپوزیتی در بارهای اعمالی ۱۰ و ۲۰ نیوتن، پس از انجام عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار، نرخ سایش نسبت به نمونه‌های بدون عملیات حرارتی کاهش یافته است که این به منزلهٔ افزایش مقاومت به سایش است. علت این موضوع به تشکیل رسوبات استحکام‌بخش در حین فرایند رسوب‌سختی که منجر به افزایش سختی می‌گردد، مربوط می‌شود[13].



شکل ۱۱ نتایج مربوط به آزمون سایش برای نمونه‌های کامپوزیتی با درصدهای حجمی مختلف ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجهٔ سانتیگراد در بار اعمالی ۱۰نیوتن



شکل ۱۲ نتایج مربوط به آزمون سایش برای نمونه‌های کامپوزیتی با درصدهای حجمی مختلف ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجهٔ سانتیگراد در بار اعمالی ۲۰نیوتن



شکل ۱۳ نتایج مربوط به آزمون سایش برای نمونه‌های کامپوزیتی با درصدهای حجمی مختلف ذرات کاربید سیلیسیم پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجهٔ سانتیگراد در بار اعمالی ۳۰نیوتن

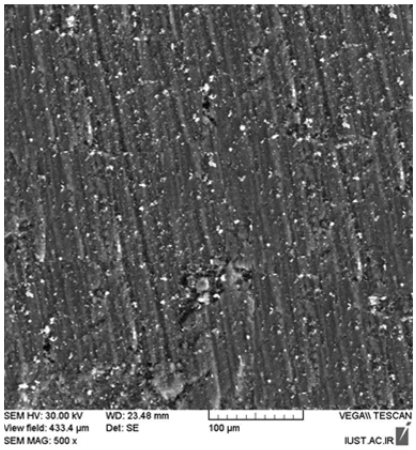
جدول ۲ نتایج مربوط به ضریب اصطکاک نمونه‌های کامپوزیتی با درصدهای حجمی مختلف ذرات کاربید سیلیسیم تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار

	ضریب اصطکاک					
	Al-Li/3%SiC		Al-Li/6%SiC		Al-Li/9%SiC	
بار سایشی	بدون عملیات حرارتی	رسوب سخت شده با کوئنچ جهت دار	بدون عملیات حرارتی	رسوب سخت شده با کوئنچ جهت دار	بدون عملیات حرارتی	رسوب سخت شده با کوئنچ جهت دار
۱۰ N	۰/۶۳	۰/۶۱	۰/۶۲	۰/۵۹	۰/۵۶	۰/۵۵
۲۰ N	۰/۵۶	۰/۵۵	۰/۵۶	۰/۵۳	۰/۵۴	۰/۵۴
۳۰ N	۰/۴۸	۰/۴۹	۰/۴۶	۰/۵	۰/۵	۰/۵۱

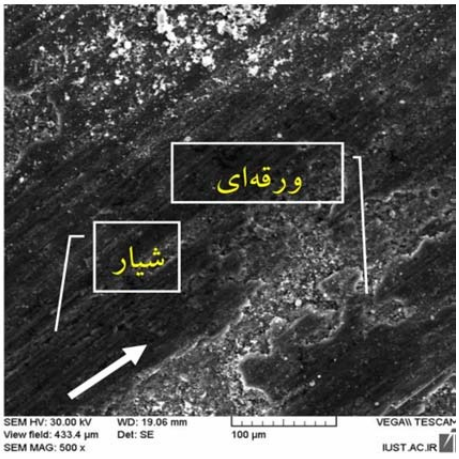
شکل (١٤) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/6%SiC پس از عملیات حرارتی با کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد را در بار اعمالی ۱۰ نیوتن نشان می‌دهد. واضح است که شیارهای موازی با جهت لغزش (مشخص شده با پیکان) نشان دهندهٔ حالت شخم‌زدن بوده که همراه با ریز برش‌ها در سطح سایش می‌باشد. این به آن معنی است که در این بار سایشی مکانیزم سایش به صورت خراشان می‌باشد. البته این مکانیزم در زمان‌های مختلف انجام آزمون به صورت‌های مختلف اعمال می‌گردد؛ به طوریکه در ابتدا سایش خراشان دو جسمی وجود داشته اما با گذشت زمان و جدا شدن ذرات از سطح پین و اکسید شدن به مرور آنها در حین سایش باعث سخت شدن این ذرات شده که این ذرات سخت می‌توانند مکانیزم سایش خراشان سه‌جسمی را سبب گردند. در سایش خراشان سه عضوی، ذرات سخت که حتی می‌توانند در اینجا ذرات مقاوم‌ساز کاربید سیلیسیم نیز باشند به آسانی میان سطوح، لغزش یا دوران نموده موجب سایش یک یا هر دو سطح تماس می‌گردند. بنابراین نتیجه می‌شود که در بار پائین مورد آزمایش (۱۰ نیوتن) مکانیزم غالب جهت سایش، به صورت سایش خراشان می‌باشد که این موضوع قبلاً نیز گزارش شده بوده است [16]. شکل (۱۵) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/3%SiC پس از عملیات حرارتی با کوئنچ جهت‌دار در دمای ۱۹۰ درجه سانتیگراد را در بار اعمالی ۲۰ نیوتن نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود شیارهای موازی با یکدیگر در کنار آثار ورقه‌ای شدن در سطح سایش حضور دارند. شکل (١٦ و ١٧) همین موضوع را برای نمونه‌ی AA8090/9%SiC تحت بارهای ۱۰ و ۲۰ نیوتن نشان می‌دهد. در شکل (١٦) می‌توان بوضوح آثار شیارهای سایشی را دید که بیانگر غالب بودن مکانیزم سایش خراشان در بار سایشی ۱۰ نیوتن است. اما در شکل (۱۷) با افزایش بار سایشی می‌توان تا حدودی آثار ورقه‌ای شدن را نیز در کنار شیارهای موازی با یکدیگر در جهت سایش ملاحظه نمود که نشان دهندهٔ حضور کمی مکانیزم تورقی در بار سایشی ۲۰ نیوتن است. اما این میزان ورقه‌ای شدن در بار ۲۰ نیوتن نسبت به نمونه‌ی کامپوزیتی با ۳ درصد کاربید سیلیسیم در همین بار به نسبت کمتر است که مبین مقاومت به سایش بیشتر نمونه‌ی کامپوزیتی حاوی ۹ درصد کاربید سیلیسیم می‌باشد. علت این موضوع نیز به حضور بیشتر ذرات مقاوم‌ساز کاربید سیلیسیم در نمونه‌ی کامپوزیتی مذکور بر می‌گردد که افزایش مقاومت به سایش را به همراه دارد.

تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ۳ و ۹ درصد حجمی کاربید سیلیسیم بعد از عملیات حرارتی کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۳۰ نیوتن (اشکال ۱۸ و ۱۹) نشان دهندهٔ آثار کنده شدن می‌باشد که نسبت به بار ۲۰ نیوتن بسیار شدیدتر شده است. مکانیزم حاکم در این بار را می‌توان به سایش چسبان نسبت داد که تغییر فرم پلاستیک در سطح را سبب می‌گردد. کرنش پلاستیک و

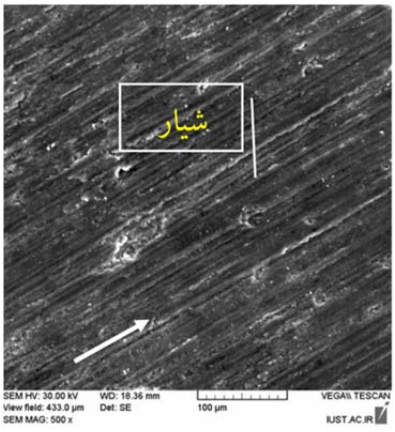
به دنبال آن جوانه‌زنی ترک در سطح زیرین به دلیل این تغییر فرم پلاستیک در سطح و رشد آن سبب جدا شدن تکه‌هایی از سطح می‌گردد. اعمال عملیات حرارتی رسوب‌سختی که باعث کاهش انعطاف‌پذیری می‌شود منجر به جدایش ذرات بزرگتر شده و از دست رفتن بیشتر ماده از سطح پین و به دنبال آن افزایش نرخ سایش را به همراه دارد [13]. این موضوعی است که در شکل (۱۳) و برای کلیه‌ی نمونه‌های کامپوزیتی پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی مشاهده نمود.



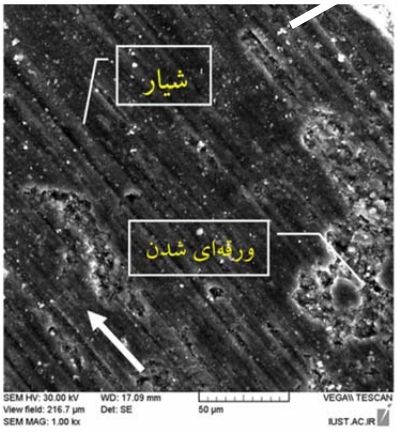
شکل ١٤ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/6%SiC تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی پس از کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۱۰ نیوتن



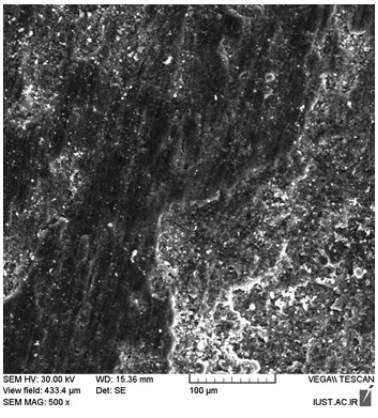
شکل ۱۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/3%SiC تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی پس از کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۲۰ نیوتن



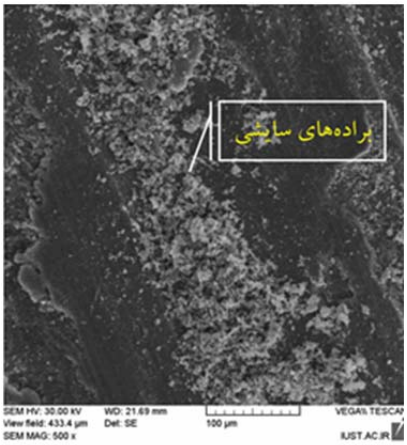
شکل ١٦ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/9%SiC تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی پس از کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۱۰ نیوتن



شکل ۱۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/3%SiC تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی پس از کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۲۰ نیوتن



شکل ۱۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/3%SiC پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۳۰ نیوتن



شکل ۱۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح سایش نمونه‌ی کامپوزیتی AA8090/9%SiC پس از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار در بار اعمالی ۳۰ نیوتن

همچنین نتایج حاصل از ضریب اصطکاک نمونه-های کامپوزیتی با درصدهای حجمی مختلف ذرات کاربید سیلیسیم تحت عملیات حرارتی پس از کوئنچ جهت‌دارنشان می‌دهد که با افـزایش بار اعمالی ضریب اصطکاک کاهش یافته است که علت این موضوع، تشـکیل لایه‌ی اکسیدی در حین سایش می‌باشد که در اثر افزایش بار سایشی بدلیل افزایش دما در محل تماس پین و دیسک بیشتر می‌گردد. این لایه اکسیدی یک خاصیت روانکاری را پدید آورده و باعث کاهش ضریب اصطکاک می‌گردد. علاوه بر این تغییرات ضریـب اصـطکاک با با درصـد حجـمی ذرات کاربید سیلیسیم چـندان چشمگیر نیست که این موضوع قبلاً نیز گزارش شده است [13]. با توجه به جدول (۲) می-توان ملاحظه نمود که تغییرات ضریب اصطکاک برای نمونه‌ی کامپوزیتی حاوی ۹٪ ذرات کاربید سیلیسیم بسیار کمتر از سایر نمونه‌ها می‌باشد که این به دلیل دو مکانیزم صورت گرفته در حین سایش می‌باشد. یکی تشکیل لایه‌ی اکسیدی به دلیل گفته شده و دیگری شکسته شدن ذرات سخت اکسید شده ناشی از عملکرد ذرات سخت سرامیکی با آنها که سبب قرار گرفتن این ذرات جدا شده در بین سطوح سایشی پین و دیسک شده و افزایش اصطکاک را به همراه دارد. یعنی ضریب اصطکاک این نمونه‌ی کامپوزیتی به دلیل حضور بیشتر ذرات کاربید سیلیسیم بین این دو عامل کاهنده و فزایندهٔ ضریب اصطکاک قرار گرفته و باعث می‌شود که تغییرات چندانی نداشته باشد.

نتیجه‌گیری

۱) در این پژوهش تولید کامپوزیت زمینهٔ AA8090 مقاوم شده با درصدهای مختلف ذرات کاربید سیلیسیم به روش اصلاح شدهٔ گردابی با موفقیت صورت گرفت. همچنین فرایند اکستروژن داغ بر روی نمونه‌های کامپوزیتی ریختگی سبب کاهش مؤثر حفرات گازی و انقباضی ناشی از ریخته‌گری شده و توزیع یکنواختی از ذرات مقاوم‌ساز را در زمینهٔ آلیاژی فراهم ساخت.

۲) مطالعات میکروسکوپ الکترونی عبوری نشان داد که فرایند عملیات رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار با موفقیت زیادی باعث توزیع یکنواخت ذرات استحکام بخش δ' شد.

۳) ملاحظه گردید که با افزایش ذرات مقاوم‌ساز کاربید سیلیسیم از ۳ به ٦ و سپس به ۹ درصد حجمی، نرخ سایش در تمامی شرایط کاهش می‌یابد که این به دلیل اثر ذرات سخت کاربید سیلیسیم در زمینه می-باشد. همچنین در بارهای ۱۰ و ۲۰ نیوتن نمونه‌های کامپوزیتی حاوی ۳، ٦ و ۹ درصد کاربید سیلیسیم بعد از عملیات حرارتی رسوب‌سختی با کوئنچ جهت‌دار نرخ سایش کمتری را نسبت به نمونه‌های بدون عملیات حرارتی نشان دادند. اما در بار ۳۰ نیوتن نتیجه‌ی معکوس حاصل گردید که این به دلیل تغییر مکانیزم سایشی با افزایش بار سایش و کاهش داکتیلیته پس از رسوب‌سختی می‌باشد. در بارهای پائین مکانیزم سایش خراشان ملاحظه گردید که با افزایش بار سایشی، مکانیزم تورقی و سایش چسبان پدیدار گردید.

مراجع

1. Cho A., "Low Density High Strength Al-Li Alloy", Patent number: 5,198,045, (1993).
2. Yurko J.A., "Advanced in Lightweight Automotive Casting", SAE International, pp. 19, (2003).
3. James R.S., "Aluminum-Lithium Alloys". Metals Handbook, 10th Edition, Vol. 2, pp. 178-199, (1994).
4. Razavi S.H., Mirdamadi Sh., Arabi H., Szpunar J., "Mathematical Model of Influence of Rapid Induction Heating on Nucleation and Growth of Precipitates", *Material Science and Technology*, Vol. 17, pp.1205-1210, (2001).

۵. نوری حسین آبادی س.، میردامادی ش.، هادوی م.م.، " بهبود داکتلیته ورق آلیاژ ۸۰۹۰ Al از طریق عملیات حرارتی کوئنچ جهت دار در سطح آزمایشگاهی"، کمیسیون عالی ثبت اختراعات، اکتشافات و نوآوریهای صنایع دفاعی و مراکز تحقیقاتی وابسته به نیروهای مسلح، ۹۰۰۰۰۰۲۳٤ ب، (۱۳۸۹).

٦. کبریائی ا.، میردامادی ش.، ثقفیان ح.، "بررسی اثر عملیات حرارتی بر خواص نریبولوژیکی و مکانیکی کامپوزیت $AA8090/6\%SiC_p$"، مجلهٔ علمی پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۸ شماره ٤، (۱۳۹۳).

7. Dong S.L., Mao J.F., Yang D.Z., Cui Y.X., Jiang L.T., "Age-hardening behavior of a SiCw/Al-Li-Cu-Mg-Zr composite", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 327, pp. 213-223, (2002).
8. Lee H.F., Boey F., Khor K.A., Sano T., "High deformation consolidation CIP:hot extrusion process for a 8091 Al–Li:SiC composite", *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 189, pp. 173–180, (1994).
9. Ghomashchi M.R., Vikhrov A., "Squeeze casting: an overview", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 101, pp. 1-9, (2000).
10. Burakowfkio T. , WierzchonT., "Surface engineering of Metals, Principle, Equipment, Technologies", CRC Press LLC, (1999).
11. Bhushan B., "Introduction to Tribology", John Wiley & Sonse, INC., (2002).
12. Hutching I.M., "Tribology and Wear of Engineering Materials", (1992).
13. Bauri R., Surapa M.K., "Sliding wear behavior of Al-Li-SiC_p composites", *Wear,* Vol. 265, pp. 1756-1766, (2008).
14. Gokhale A.A., Singh V., "Effect of Zr Content and Mechanical working on the structure and tensile properties of A.A.8090 Alloy Plates", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 159, pp. 369-376, (2005).
15. Bauri R., Surappa M.K., "Processing and properties of Al–Li–SiCp composites", *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 8, pp. 494-502, (2007).
16. Nemati N., Khosroshahi R., Emamy M., Zolriasatein A., "Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al–4.5 wt.% Cu–TiC nanocomposites produced by mechanical milling", *Materials and Design*, Vol. 32, pp. 3718-3729, (2011).

بررسی تحولات فازی و ریزساختارها در یک فولاد میکروآلیاژی حاوی Ti و Nb به روش‌های دیلاتومتری و متالوگرافی*

آسیه سادات موسوی محولاتی[۱] سید صادق قاسمی بنادکوکی[۲] مهدی کلانتر[۳]

چکیده

در این پژوهش، جزئیات ریزساختارها و تحولات فازی آستنیت در یک فولاد کم کربنی میکروآلیاژی حاوی Ti و Nb در شرایط سرد شدن پیوسته به روش های دیلاتومتری، متالوگرافی و سختی سنجی بررسی شده است. نتایج نشان می دهند وقتی‌که سرعت سرد شدن بیش از ۱°C/s است، منحنی دیلاتومتری فقط یک مرحله تغییرات ابعادی پیوسته در دماهای نسبتاً پایین از خود نشان می دهد که متناسب با محدوده دمای تحول مارتنزیتی است. همچنین برای سرعت سرد شدن بین ۰/۲-۰/۸°C/s، منحنی دیلاتومتری تغییرات ابعادی یکنواخت و پیوسته یک مرحله ای در محدوده دمای تحولات فازی بینایتی و مارتنزیتی نشان می دهد در حالیکه درسرعت های سرد شدن آهسته تر از ۰/۲°C/s، تغییرات ابعادی کاملاً متفاوت دومرحله‌ای در منحنی دیلاتومتری آشکار شده است که مربوط به تحولات فازی فریتی و بینایتی است. بر اساس این نتایج پیشنهاد می گردد بینایت و مارتنزیت با مکانیزم برشی مشابه تحول می‌یابند، درحالی‌که فریت با مکانیزم نفوذی کاملاً متفاوت از بینایت و مارتنزیت تحول می یابد.

واژه های کلیدی فولاد کم کربنی کم آلیاژ؛ سرد شدن پیوسته؛ دیلاتومتری؛ متالوگرافی؛ فریت، بینایت؛ مارتنزیت.

Investigation of Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low Carbon Ti-Nb Bearing Microallyed Steel by Means of Dilatometry and Metallography

A.S.Moosavi S.S.Ghasemi M.Kalantar

Abstract

In this investigation, continuous cooling transformations and microstructures have been studied in detail in a low carbon Ti-Nb bearing microalloyed steel by means of dilatometry, metallography and hardness measurements. The results indicate that when the cooling rate is greater than 1˚C/s, the dilatation curve is associated with a major dilatation at relatively low transformation temperatures, which is consistent with the martensitic phase transformation. For a cooling rate between 0.2-0.8˚C/s, the dilatation curve is also characterized with a uniform single transformation over the martensitic and bainitic phase transformation temperature range. However, as the cooling rate is reduced to less than 0.2˚C/s, the dilation curve is characterized with a quite variable double stage transformation which is associated with the ferrite and bainite transformation products. These results suggest that the bainitic and martensitic phase transformations are developed with a similar displacive mechanism, while ferrite is formed by a diffusional mechanism.

Keywords Low Carbon Low Alloy Steel; Continuous Cooling; Dilatometry; Metallography; Ferrite; Bainite; Martensite.

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۲/۱۰ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۳/۹/۲۹ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱)دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

(۲) نویسنده مسئول: دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.sghasemi@yazd.ac.ir

(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

DOI: 10.22067/ma.v28i1.32846

مقدمه

در طی طراحی و توسعه فولادهای کم آلیاژ استحکام بالا، مقادیر کم کربن جهت به دست آوردن مجموعه بالایی از خواص مهندسی نظیر استحکام کششی و چقرمگی همراه با قابلیت جوشکاری در نظر گرفته می‌شود. در یک مقدار ثابت کربن، استحکام و ضربه پذیری بالاتری را می توان در ریزساختارهای بینایتی- مارتنزیتی در مقایسه با ریزساختارهای فریتی- پرلیتی بدست اورد[1,2]. بر این اساس اضافه نمودن مقادیر مشخصی از عناصر آلیاژی نظیر کروم، نیکل، مس و بویژه مولیبدن باعث افزایش سختی پذیری جهت دستیابی به ریزساختارهای بینایتی- مارتنزیتی در مقاطع ضخیم می گردد. همچنین از عناصر کاربید ساز قوی نظیر نایوبیوم، تیتانیوم و وانادیوم جهت تشکیل کاربیدها، نیتریدها و کربونیتریدهای بسیار پایدار در دماهای بالا که به عنوان ریزکننده دانه های آستنیت و افزایش دهنده استحکام و چقرمگی در طی پروسه های ترمومکانیکال می باشند، نیز استفاده می‌شود[6-2]. بنابراین، مقادیر کم کربن در کنار مجموعه مشخصی از عناصرآلیاژی و کنترل پروسه‌های ترمومکانیکال در فولادهای کم آلیاژ استحکام بالا منجر به تشکیل ریزساختارهای چند فازی و تحولات فازی پیچیده ای خصوصاً درطی سرد شدن پیوسته می گردد که معمولاً دسته بندی ریزساختارها و تحولات فازی در چنین فولادهای چند فازی کاملاً متفاوت از فولادهای کربنی و کم آلیاژ فریتی- پرلیتی می باشد، چراکه عدم حضور کربن و نتیجتاً عدم تشکیل کاربید باعث می گردد ریزساختارهای بینایتی شبیه فریت در محدوده گسترده-ای از دماهای میانی بین تحولات فازی آستنیت به فریت - پرلیت و آستنیت به مارتنزیت تشکیل گردد[6-2]. نتایج تحقیقاتی نشان می دهد بینایت و مارتنزیت که براحتی در فولادهای کربنی متوسط از یکدیگر قابل تشخیص می باشند، در فولادهای کربن پایین استحکام بالا از یکدیگر تفکیک سازی نمی شوند. گروهی از محققین[10-7] ادعا می نمایند بینایت و مارتنزیت در فولادهای کم کربنی با مکانیزم برشی مشابهی تحول می یابند در حالیکه گروهی دیگر[11,12] ادعا می نمایند نفوذ و جابجا شدن اتمها در طی تحول بینایتی نقش اساسی بازی نموده و در نتیجه بینایت با مکانیزم نفوذی تشکیل می گردد. این مباحث در متالورژی فیزیکی فولادهای کم کربنی کم آلیاژ و خصوصاً تفکیک سازی ریزساختارها و تحولات فازی بینایتی از مارتنزیتی ادامه دارد و هنوز هم توافق واحدی در این مورد وجود ندارد[11-9]. در این پژوهش، جزئیات ریزساختارها و تحولات فازی آستنیت در یک فولاد کم آلیاژ کم کربنی حاوی مقادیر مشخصی عناصر میکرو آلیاژی نایوبیوم و تیتانیوم در شرایط سرد شدن پیوسته به روشهای دیلاتومتری، متالوگرافی و سختی سنجی بررسی شده است.

مواد و روش تحقیق

فولاد مورد استفاده در این پژوهش از خانواده فولادهای کم کربنی کم آلیاژ استحکام بالا با آنالیز شیمیایی مطابق جدول (۱) می باشد. ضخامت ورق فولاد دریافتی ۱۰ میلیمتر و ساختار آن شامل مخلوطی از ریزساختارهای بینایتی و مارتنزیت تمپرشده می باشد. جهت بررسی تحولات فازی آستنیت در شرایط سرد شدن پیوسته از دستگاه دیلاتومتری کاملاً اتوماتیک مدل Theta استفاده شد. محفظه نصب نمونه توسط پمپهای تخلیه معمولی و دیفوزیونی به خلا 10^{-4} تور رسید بطوریکه مانع هرگونه اکسیداسیون سطحی نمونه ها گردید. نمونه های سیلندری شکل به طول ۱۳ میلیمتر، قطر داخلی ۳/۵ میلیمتر و قطر خارجی ٤/۹ میلیمتر در مقاطع عمود برجهت نورد از ورق دریافتی تهیه شدند. نمونه ها به روش القایی به مدت ۵ دقیقه در دمای $1000^{o}C$ آستنیته شده و سپس بصورت پیوسته با سرعتهای مختلفی از

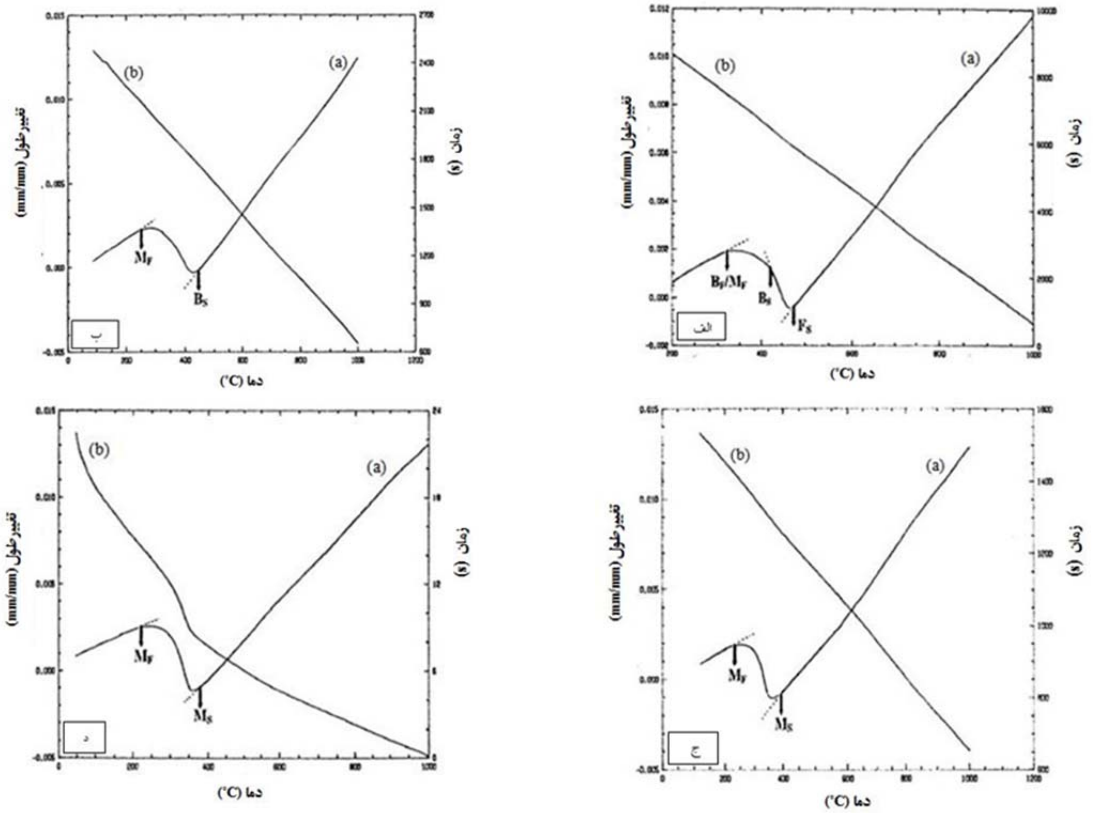
°C/s ۰/۱ الی °C/s ٤۰۰ تا دمای محیط سرد شدند. جهت آشکارسازی ریزساختارهای چند فازی بوجود آمده، نمونه ها مطابق با روش های متداول پولیش کاری و رنگی سازی ریزساختارهای چند فازی فریتی- بینایتی- مارتنزیتی به روشهای متالوگرافی دومرحله‌ای با استفاده از محلول‌های شیمیایی نایتال ۲٪ و لپرا انجام شد. سختی سنجی به روش استاندارد ویکرز و با وزنه ۱۰kg انجام شد. به منظور تأیید نتایج متالوگرافی رنگی، بررسی های ریزسختی سنجی فازها توسط دستگاه مدل FUTHER-TECH FM700 و با وزنه ۱۰g انجام شد. مشاهدات متالوگرافی با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل Olympus PMG3 و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA3 TESCAN انجام گردید.

نتایج و بحث

رفتار دیلاتومتری. به منظور تعیین دقیق انواع زیرساختارها و تحولات فازی در فولاد کم کربنی میکرو آلیاژی مورد مطالعه، سرعت سرد شدن نمونه های دیلاتومتری از °C/s ۰/۱ تا °C/s ٤۰۰ متغیر بود. در شکل (۱) مثال‌هایی از منحنی‌های دیلاتومتری بدست آمده پس از اعمال سیکلهای مختلف عملیات حرارتی در شرایط سرد شدن پیوسته از دمای °C ۱۰۰۰ تا دمای محیط نشان داده شده است. منحنی‌های تغییرات ابعادی برحسب دما (منحنی‌های (a)) و زمان سرد شدن نمونه ها برحسب دما (منحنی‌های(b)) بطور همزمان و در یک مقیاس ثابت دمایی مشخص شده است. همانطوریکه ملاحظه می گردد سرعت سرد شدن نمونه ها از دمای آستنیته کردن (°C ۱۰۰۰) تا دمای محیط حتی در محدوده دمای آزاد شدن انرژی بالای نهفته در نمونه ها در اثر تحولات فازی آستنیت بصورت کاملاً خطی است. این نکته بیانگر آن است که هرگونه تغییری در شیب منحنی های تغییرات ابعادی بر حسب دما ناشی از تحولات فازی آستنیت می باشد. وقتی که سرعت سرد شدن کمتر از °C/s ۰/۲ بود، منحنی دیلاتومتری انبساط دو مرحله ای در محدوده دمایی دگرگونی فازی آستنیت مطابق با شکل (۱-الف) از خود نشان داد. به منظور تعیین دقیق دمای شروع تحولات فازی آستنیت به ریزساختارهای مختلف، یک سری آزمایشهای کوئنچ منقطع از دماهای مشخص در طی سرد شدن پیوسته طراحی و انجام گردید. برای مثال، نمونه های مختلفی با سرعت °C/s ۰/۱ بطور پیوسته تا محدوده دمای تحولات فازی آستنیت سرد شده و سپس از دمای خاصی تا دمای محیط کوئنچ شدند. بر اساس مشاهدات متالوگرافی، ابتدا فریت در دمای حدود °C ٤۹۳ تشکیل گردید که مطابق با دمای شروع اولین مرحله تغییرات ابعادی در منحنی دیلاتومتری است. با ادامه سرد شدن نمونه، بینایت در دمای حدود °C ٤۳۰ شروع به رشد نموده و مخلوطی از ریزساختارهای بینایتی و مارتنزیتی در دمای °C ۲۹۲ مشاهده گردید که متناسب با دماهای شروع و پایان مرحله دوم تغییرات ابعادی در منحنی دیلاتومتری نمونه سرد شده با سرعت °C/s ۰/۱ می باشد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد میکروآلیاژی مورد استفاده در این پژوهش (بر حسب درصد وزنی).

عناصر	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Nb	Ti	Al	Fe
درصد وزنی	۰/۲	۰/۱	۱/۵	۰/۰۰۳	۰/۰۱۳	۱/۹۸	۰/۲۵	۰/۳٤	۰/۰۱۷	۰/۰۱۳	۰/۰۲	بالانس



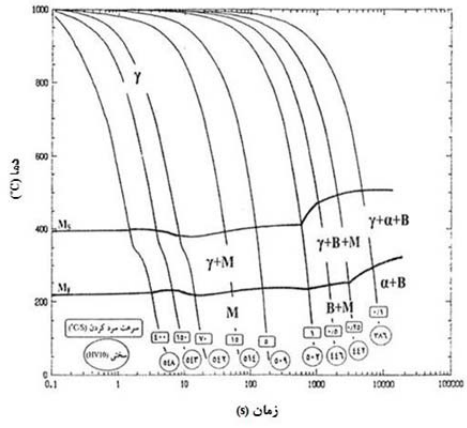
شکل ۱ منحنی های دیلاتومتری تغییرات ابعادی برحسب دما (a) و زمان برحسب دما (b) نمونه‌های تهیه شده در سرعت های مختلف سردشدن پیوسته از دمای ۱۰۰۰°C تا دمای محیط: الف) ۰/۱°C/s؛ ب) ۰/۵°C/s؛ ج) ۱°C/s؛ د) ۴۰۰°C/s.

در سرعتهای سرد شدن متوسط (۰/۸–۰/۲°C/s) منحنی دیلاتومتری فقط تغییرات ابعادی یک مرحله ای کاملاً یکنواخت و پیوسته مطابق با شکل (۱–ب) از خود نشان داد. همانطوریکه از دیاگرام دیلاتومتری مشاهده می گردد، ابتدا در اثر سرمایش نمونه دچار انقباض حجمی می‌گردد که تغییرات ابعادی آن بصورت کاملاً خطی در نمودار ظاهر شده است. با آغاز استحاله فازی آستنیت به بینایت، انبساط ناشی از تغییر فاز بصورت تغییر شیب محسوسی بر روی منحنی دیلاتومتری در دماهایی حدود ۴۵۵°C مشاهده می گردد. با ادامه سرد شدن نمونه، منحنی دیلاتومتری انبساط یک مرحله ای کاملاً یکنواخت و پیوسته در محدوده دمایی تحولات فازی بینایتی و مازتنزیتی(۴۵۵°C –۲۲۲) از خود نشان می دهد. در آخرین مراحل تحول فازی آستنیت، تغییر قابل توجهی در شیب منحنی دیلاتومتری در دمایی حدود ۲۲۲°C مشاهده می گردد که متناسب با دمای پایان تحول مارتنزیتی (M_f) می باشد. پیوستگی و یک مرحله ای بودن منحنی دیلاتومتری در محدوده دمای تشکیل بینایت و مارتنزیت (۴۵۵°C –۲۲۲) در نمونه سرد شده با سرعت ۰/۵°C/s بیانگر آن است که تحولات فازی بینایتی و مارتنزیتی با مکانیزم مشابهی در این فولاد کم‌آلیاژ کم‌کربنی انجام می گردد.

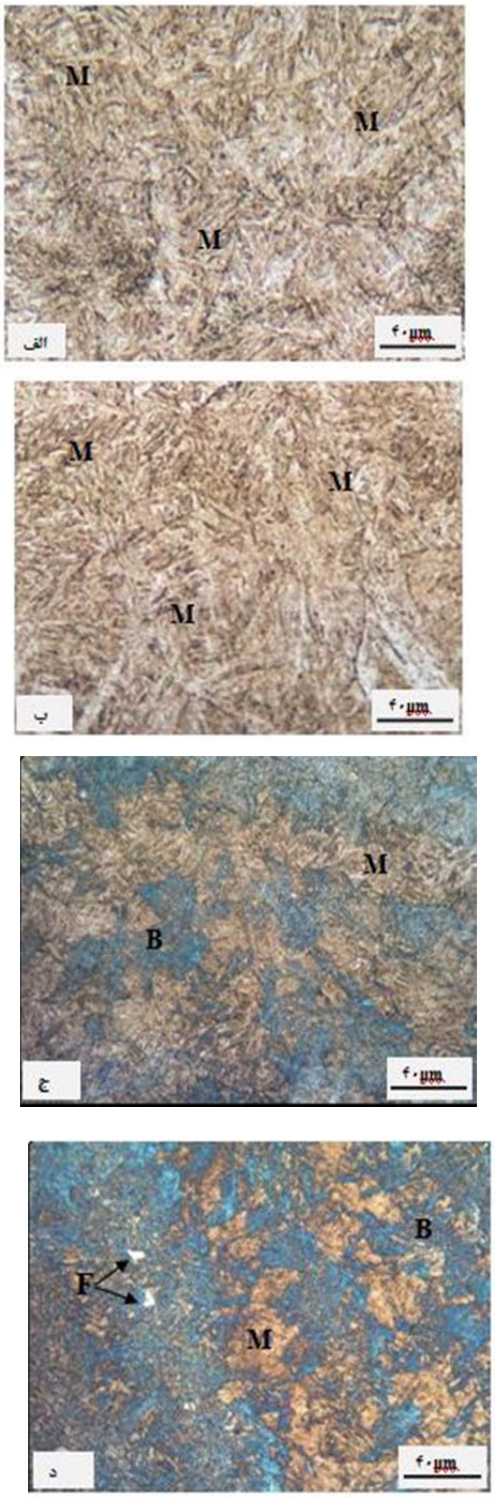
در سرعتهای سرد شدن بین ۱°C/s الی ۴۰۰°C/s، منحنی‌های دیلاتومتری فقط انبساط گسترده یک مرحله ای کاملاً یکنواخت و پیوسته در محدوده دمایی ۳۹۰°C –۲۲۲ از خود نشان می دهند که ناشی از تحول مارتنزیتی است (شکل‌های ۱–ج و ۱–د). دماهای ۳۹۰°C و ۲۲۲°C به ترتیب مربوط به دمای شروع (M_s) و پایان (M_f) تحول مارتنزیتی است. از سرعت سرد شدن ۱°C/s به بالا، دماهای شروع و پایان تحول فازی آستنیت به مارتنزیت خیلی بهم نزدیک است که متناسب با تشکیل ریزساختارهای مارتنزیتی است.

سختی سنجی و دیاگرام فاز سرد شدن پیوسته. در شکل (۲) دیاگرام فاز سرد شدن پیوسته (CCT) فولاد کم کربنی میکرو آلیاژی مورد مطالعه در این پژوهش نشان داده شده است. سختی ویکرز نمونه ها به همراه منحنیهای سرد شدن پیوسته از دمای ۱۰۰۰°C تا دمای محیط در هر سرعت سرد شدن در دیاگرام فاز CCT نشان داده شده است. همانطوریکه ملاحظه می گردد در دیاگرام فاز CCT فقط محدوده دمای تحولات فازی آستنیت به مارتنزیت، آستنیت به بینایت و آستنیت به فریت مشخص شده است و هیچگونه اثری از تشکیل ناحیه فازی پرلیت حتی در سرعت‌های سرد شدن بسیار آهسته (۰/۱°C/s) دیده نمی شود که بیانگر سختی‌پذیری فوق‌العاده بالای فولاد مورد پژوهش می‌باشد. در حداکثر سرعت سرد شدن ممکن در این پژوهش (٤۰۰°C/s)، عدد سختی ویکرز نمونه ٥٤٨ می باشد که تقریباً برابر با سختی نمونه کوئنچ مستقیم در آب (٥٥١HV10) است. با کاهش سرعت سرد شدن از ٤۰۰°C/s به ۱°C/s، سختی نمونه ها آهنگ کاهش ملایمی را از ٥٤٨HV10 به ٥۰۲HV10 نشان می‌دهند که در اثر پدیده تمپر خود به خودی مارتنزیت است. با ادامه کاهش سرعت سرد شدن نمونه ها از ۱°C/s به ۰/۱°C/s، عدد سختی ویکرز نمونه ها بطور قابل توجهی از ٥۰۲ به ۳۸٦ کاهش می یابد که این پدیده در اثر تشکیل مخلوطی از ریزساختارهای فریتی، بینایتی و مارتنزیتی می باشد.

متالوگرافی رنگی. شکل (۳) تصاویر متالوگرافی بدست آمده از نمونه های سرد شده با سرعت های مختلف را در شرایطی نشان می دهد که ابتدا توسط نایتال ۲ درصد و سپس با استفاده از محلول لپرا اچ شده اند. همانطوریکه مشاهده می‌گردد فاز فریت به رنگ سفید براق و با مرزبندی کاملاً مشخصی از سایر ریزساختارها متمایز شده است. هم چنین فازهای سوزنی شکل بینایتی و مارتنزیتی به ترتیب به رنگ‌های آبی و قهوه ای مشاهده می شوند. کنتراست بالای تصاویر متالوگرافی، تفکیک سازی انتخابی فازهای فریت، بینایت و مارتنزیت را در ریزساختارهای چندفازی به خوبی نشان می دهد. محلول اچ لپرا از محلول های متالوگرافی پرکاربرد جهت رنگی سازی و تفکیک ریزساختارهای چندفازی است. محلول اچ لپرا توسعه یافته در این پژوهش شامل مخلوطی از محلول های شیمیایی پیکرال ٤ درصد و محلول آبی سدیم متابی سولفیت ۱ درصد به نسبت یک به یک می باشد. معمولاً پیکرال موجب خوردگی انتخابی بینایت شده و کمک به ایجاد کنتراست فازی پس از رنگی سازی کریستال های سوزنی شکل بینایت می نماید، درحالیکه محلول شیمیایی سدیم متابی سولفیت موجب تشدید خوردگی کریستال های سوزنی شکل مارتنزیت می گردد. این نمک در داخل آب تولید اجزا S، H_2SO_4 و H_2O می نماید که در حضور فلزاتی نظیر آهن، نیکل، مس و کروم تولید یون های متفاوتی برای تشکیل فیلم-های سولفیدی و تیوسولفاتی بر روی فازهای فریت، بینایت و مارتنزیت می نماید. این فیلم ها در مشاهدات میکروسکوپ نوری به رنگ های مختلفی ظاهر می شوند که باعث ایجاد کنتراست بالا در ریزساختارهای چندفازی می‌گردند [۱۳-۱۷].

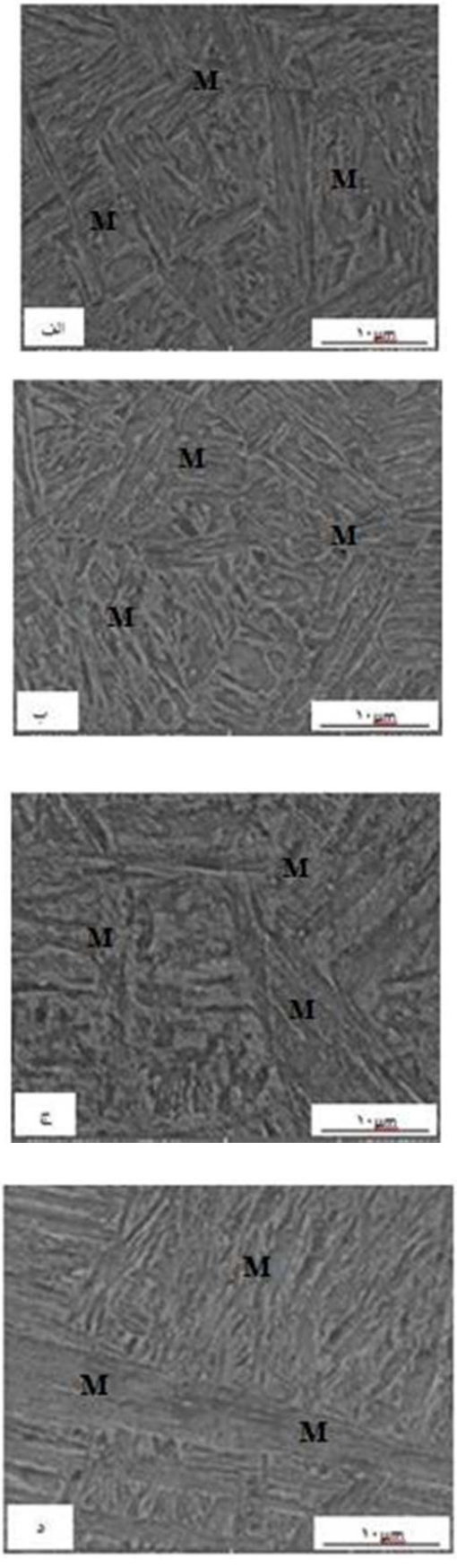


شکل ۲ دیاگرام CCT فولاد کم کربنی کم آلیاژ همراه با منحنی‌های سرعت سرد شدن پیوسته از دمای ۱۰۰۰°C تا دمای محیط و سختی سنجی از نمونه‌ها نشان‌دهنده محدوده پایداری فازهای: آستنیت (γ)؛ فریت (α)؛ بینایت (B) و مارتنزیت (M) می‌باشد.



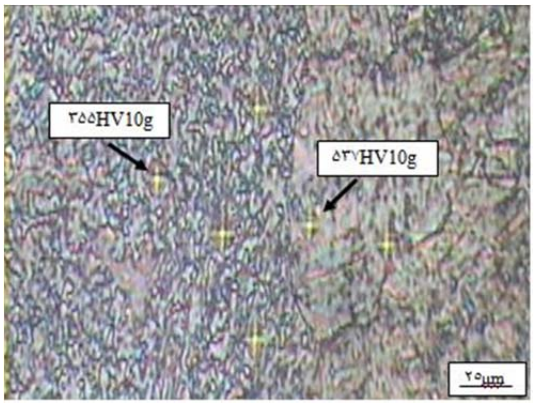
شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه‌های تهیه شده به روش متالوگرافی رنگی دومرحله‌ای بر پایه نایتال ۲٪ و لپرا: (الف) کوئنچ مستقیم در آب؛ (ب) ۱°C/s؛ (ج) ۰/۲۵°C/s و (د) ۰/۱°C/s. فازهای مارتنزیت، بینایت و فریت به‌ترتیب با علامت‌های M، B و F مشخص شدند.

مشاهدات الکترونی و ریزسختی سنجی. در شکل (٤) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی برخی از نمونه‌های دیلاتومتری که با سرعتهای مشخصی بطور پیوسته از دمای ۱۰۰۰°C تا دمای محیط سرد شده‌اند، نشان داده شده است. ریزساختار نمونه کوئنچ مستقیم در آب از دمای آستنیته کردن (۱۰۰۰°C) در تصویر (٤-الف) آورده شده است. همانطوریکه ملاحظه می‌گردد ریزساختار این نمونه شامل بسته های مختلفی از کریستال‌های سوزنی شکل با جهت‌گیری کریستالوگرافیکی کاملاً متفاوت می‌باشد که متناسب با ریزساختار مارتنزیت سوزنی است. در تصویر (٤-ب) ریزساختار نمونه دیلاتومتری سرد شده با حداکثر سرعت سرد شدن ممکن در این پژوهش (٤۰۰°C/s) نشان داده شده است. همانطوریکه مشاهده می‌گردد ریزساختار این نمونه هم شامل بسته‌های مختلفی از کریستال‌های سوزنی شکل مارتنزیتی با آرایش تقریباً مشابه نمونه کوئنچ مستقیم در آب است. از آنجائیکه سختی نمونه دیلاتومتری با حداکثر سرعت سرد شدن ممکن در این پژوهش (٥٤٨HV10) تقریباً برابر با سختی نمونه کوئنچ مستقیم در آب (٥٥١HV10) می باشد، ریزساختار آن هم مشابه ریزساختار نمونه کوئنچ شده در آب از نوع مارتنزیت سوزنی است. ریز ساختارهایی که مربوط به کاهش ملایم سختی از ٥٤٨HV10 تا ٥۰۲HV10 است، در تصاویر(٤-ب، ٤-ج، ٤-د) مشاهده می‌گردند. این ریزساختارها هم کاملاً مارتنزیتی می‌باشند چراکه مشابه ریزساختار نمونه کوئنچ شده در آب شامل بسته های پراکنده ای از کریستال‌های سوزنی شکل مارتنزیت است. وقتیکه سرعت سرد شدن کمتر از ۱°C/s بود، مخلوطی از ریزساختارهای بینایتی و مارتنزیتی مطابق با تصویر (٤-ه) تشکیل شده است. در آهسته ترین سرعت سرد شدن ممکن در این پژوهش (۰/۱°C/s)، ریزساختار نمونه شامل زمینه بینایتی با مقادیری از فریت مرزدانه ای است (شکل ٤- و).



شکل ٤ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه های دیلاتومتری که با سرعت های مختلفی بطور پیوسته از دمای ۱۰۰۰°C تا دمای محیط سرد شدند: الف) کوئنچ مستقیم در آب؛ ب) ٤۰۰°C/s؛ ج) ۱۵°C/s؛ د) ۱°C/s؛ ه) ۰/۲۵°C/s و ۰/۱°C/s. فازهای مارتنزیت، بینایت و فریت به‌ترتیب با علامت‌های M، B و F مشخص شدند.

شکل (۵) تصویر رنگی سازی فازهای بینایت و مارتنزیت را به همراه اثر ریزسختی سنجی آنها نشان می دهد. متوسط عدد سختی برای فاز آبی۳۵۵HV10g و برای فاز قهوه ای ۵۳۷HV10g می باشد. ملاحظه می شود سختی فازهای آبی و قهوه ای رنگ اختلاف زیادی داشته که به ترتیب مربوط به تشکیل فازهای بینایت و مارتنزیت است. این نتایج صحت اطلاعات حاصل ازمتالوگرافی رنگی را نشان می دهد.



شکل ۵ تصویر میکروسکوپ نوری به همراه ریزسختی سنجی از فازهای سوزنی شکل رنگی‌سازی شده بیانگر دقت بالای روش متالوگرافی رنگی در تفکیک سازی فازهای بینایت (آبی رنگ) و مارتنزیت (قهوه‌ای رنگ) در ریزساختارهای چندفازی است.

نتیجه گیری

۱. دیاگرام فاز CCT یک فولاد کم آلیاژ کم کربنی به روش دیلاتومتری ـ متالوگرافی – سختی سنجی مشخص گردید.

۲. دیاگرام فاز CCT یک ناحیه فازی گسترده ای را برای تحول فازی مارتنزیتی در سرعتهای سرد شدن پیوسته ۱°C/s الی ٤۰۰°C/s نشان می دهد.

۳. در محدوده دمایی تحولات فازی بینایتی و مارتنزیتی (۲۲۲–٤۷۵ °C) در سرعتهای سرد شدن متوسط (۰/۸–۰/۲°C/s)، انبساط یک مرحله‌ای کاملاً یکنواخت و پیوسته در منحنی دیلاتومتری مشاهده می گردد که بیانگر سینتیک یکسان تحولات فازی بینایتی و مارتنزیتی است.

٤. در سرعتهای سرد شدن کمتر از ۰/۲°C/s، شیب منحنی دیلاتومتری در محدوده دمایی تحولات فازی آستنیت به فریت و بینایت (۳۰۰–۵۰۰°C) بطور گسترده ای تغییر می نماید. نتایج دیلاتومتری نشان می دهد که بینایت و فریت با مکانیزم کاملاً متفاوتی تشکیل می گردند.

۵. استفاده از نایتال ۲ درصد و محلول شیمیایی لپرا در متالوگرافی رنگی ریزساختارهای چندفازی فریتی– بینایتی– مارتنزیتی سبب آشکارسازی فازهای فریت مرزدانه ای با وضوح کافی به رنگ سفید روشن و تفکیک سازی فازهای بینایت و مارتنزیت به ترتیب به رنگ های آبی و قهوه ای و با کنتراست مناسب گردید.

٦. بررسی ریزسختی سنجی فازهای رنگی سازی شده بیانگر دقت بالای آشکارسازی ریزساختارهای چندفازی فریتی– بینایتی– مارتنزیتی با متالوگرافی رنگی دومرحله‌ای برپایه نایتال و لپرا می باشد.

مراجع

1. Krauss G., "Steels: Processing, Structure and Performance", *3rd Edition, ASM International*, pp. 125, (2005).
2. Krauss G., "Quenched and Tempered Martensitic Steels: Microstructures and Performance", *Comperehensive Materials Processing*, Vol. 12, pp. 363, (2014).
3. Dunne D.P., Ghasemi Banadkouki S.S., "Isothermal Transformation Prodocts in a Cu-bearing High Strength Low Alloy Steels", *International Journal of ISIJ*, Vol. 36, No. 3, pp. 324, (2006).
4. Ohmori Y., International Symposium on "New Aspects of Microstructures in Modern Low Carbon High Strength Steels", *Bain tic Transformation in Extremely Low Carbon Steels*, Tokyo, p. 278, (1994).
5. Okaguchi S., " Morphology of Widmanstätten and Bainitic Ferrites", *Material Transactions Japanese Institute of Metal*, Vol. 32, pp. 697, (1991).

6. Giovanni G.F.M.S., "Effect of cooling rate and coiling temperature on the final microstructure of HSLA steels after HSM or laboratory TMP processing", University of Pittsburgh, (2009).
7. Katsumata M., Ishiyama O., Inoue T., Tnaka T., "Microstructure and Mechanical Properties of Bainite Containing Martensite and Retained Austenite in Low Carbon HSLA Steels", *Materials Transaction*, JIM, Vol. 32, No. 8, pp. 715, (1991).
8. Trzaska J., Jagie A., Dobrzañski L.A., "The calculation of CCT diagrams for engineering steels", *Materials Science and Engineering*, Vol. 39, pp. 13, (2009).
9. Nambu S., "In situ Observation and Crystallographic Analysis of Martensitic Transformation in Steel", *Acta Materialia*, Vol. 61, No. 13, pp. 4831, (2013).
10. Zhu K. et al, "The Effect of Prior Ferrite Formation on Bainite and Martensite Transformation Kinetics in Advanced High Strength Steels", *Acta Materialia*, Vol. 61, No. 16, p. 6025, (2013).
11. VanBohemen S.C., Sietsma J., "The Kinetics of Bainite and Martensite Formation in Steels During Cooling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, No. 24-25, (2010).
12. Hu K.M., Bhadeshia H.K.D.H., "Extremely Fine Pearlite by Continuous Cooling Transformation", *Scripta Materialia*, Vol. 67, No. 1, pp. 53, (2012)
13. VanderVoort G. F., "Color Metallography, Microsc Microanal", *Microscopy Society of American*, p. 70, (2004).
14. LePera F. S., "Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High Strength Dual-Phase Steel", *Journal of Metals*, pp. 38, (1980).
15. Mehranfar S. et al, "Improved Color Metallography for a Low Alloy Hardened Cast Iron", *ISIJ International*, Vol. 52, No. 9, p. 1649, (2012).
16. Girault E., et al, "Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructures of TRIP-Assisted Steels", *Materials Characterization*, Vol. 40, pp. 111, (1998).
17. Zakernia H. et al, "Color Metallography: a suitable method for characterization of martensite and bainite in multiphase steels", *International Journal of ISSI*, Vol. 6, pp. 14, (2009).

بررسی عوامل موثر بر ساخت و خواص بدنه‌های شیشه اکسی نیتریدی سنتز شده به روش سل-ژل*

سارا احمدی(۱) بیژن افتخاری یکتا(۲) حسین سرپولکی(۳) علیرضا آقایی(٤)

چکیده

قطعات شیشه اکسی‌نیتریدی با ترکیب شیمیایی مختلف در سیستم SiO_2-Al_2O_3-B_2O_3 به روش سل-ژل سنتز شد. پس از خشک شدن ژل‌های سنتز شده به صورت یکپارچه، به منظور ورود نیتروژن به شبکه ژل متخلخل و واکنش با شبکه سازهای موجود، گرمایش آن‌ها در اتمسفر آمونیاک در دما و زمان‌های مختلف انجام شد. بررسی میزان نیتریده شدن توسط آنالیزگر اکسیژن- نیتروژن و طیف سنجی مادون قرمز صورت پذیرفت. به منظور بررسی دمای انتقال به شیشه، دمای نرم شوندگی و ضریب انبساط حرارتی شیشه‌های سنتز شده از آزمون دیلاتومتری و برای بررسی تبلور از پراش پرتو ایکس استفاده شد. همچنین، سختی شیشه‌های سنتز شده با سختی‌سنج ویکرز ارزیابی شد. نتایج نشان داد که پس از عملیات حرارتی ژل خشک شده در اتمسفر آمونیاک، این ماده با کاتیون‌های شبکه ساز شیشه واکنش داده و وارد ساختار شیشه شده است. از سوی دیگر با افزایش زمان عملیات نیتریده کردن از ۲ به ۱۵ ساعت و همچنین افزایش مقدار اکسید بور و آلومینیوم در ترکیب شیشه، میزان نیتروژن وارد شده در ساختار شیشه اکسی‌نیتریدی تا ۳/۸ درصد وزنی افزایش یافت. نیتریده شدن در دماهایی که ساختار ژل کاملاً متخلخل است بهتر صورت گرفته و ورود نیتروژن به شبکه باعث افزایش دمای نرم شوندگی دیلاتومتری در حدود ۲۵ درجه سانتیگراد، رسیدن عدد سختی به ۱۰/۸۹ گیگاپاسکال و کاهش ضریب انبساط حرارتی آن از $۳/۸۸\times۱۰^{-۶}$ به $۳/۳۹\times۱۰^{-۶}$ در ترکیب بهینه شد. نتایج پراش پرتو ایکس نشان داد که نیتروژن همواره در شیشه باقی مانده و وارد فاز مولایت تبلور یافته از شیشه نمی‌شود.

واژه‌های کلیدی سل-ژل، اتمسفر آمونیاک، نیتریده کردن ژل، شیشه اکسی‌نیتریدی.

Effective Parameters in Synthesis and Properties of Monolithic Oxynitride Glasses Prepared by Sol-gel Method

S. Ahmadi B. Eftekhari Yekta H. Sarpoolaky A. Aghaei

Abstract

The monolithic oxynitride glasses in SiO_2-Al_2O_3-B_2O_3 system were synthesized using sol-gel method. The porous, dried gels were heated in flowing ammonia for different times and varying temperatures. The nitrogen content of the oxynitride glasses was determined using an oxygen-nitrogen analyzer. The chemical bonding state and properties of glasses were investigated by means of Fourier transform infrared spectroscopy, dilatometry, and Vickers hardness methods. The crystallization behavior of glasses was studied with X-ray diffraction. Spectroscopic evidence indicated that nitrogen was chemically dissolved in the glass network. The results showed that the chemical composition of the glass has an effect on the nitridation processes. The nitrogen content of the glasses was increased to 3.8% wt. by increasing the soaking time of nitridation from 2 to 15h. The dilatometric softening point temperature of the glasses was increased approximately 25°C, the micro-hardness value reached 10.89 GPa and thermal expansion coefficient was decreased from 3.88×10^{-6} to 3.39×10^{-6} after the nitridation process at optimal composition. The X-ray diffraction pattern of the glasses confirmed that nitrogen does not enter the crystalline phase.

Keywords Sol-Gel; Ammonia Atmosphere; Nitridation of Gel; Oxynitride Glass.

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۲/٤ و نسخهٔ پایانی آن در ۹۳/۸/۲٤ تاریخ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: دانش آموختهٔ دکترا، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران. sara_armin84@yahoo.com

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(٤) استادیار، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک، کرج، ایران.

DOI: 10.22067/ma.v28i1.34441

مقدمه

شیشه‌های اکسی‌نیتریدی ساختاری مشابه شیشه‌های آلومینوسیلیکاتی دارند با این تفاوت که در آنها اتم‌های نیتروژن جانشین اتم‌های اکسیژن در شبکه شیشه شده‌اند. با جایگزینی اتم‌های نیتروژن با عدد همسایگی سه به‌جای اتم‌های اکسیژن پل‌ساز با عدد همسایگی دو در چهار وجهی‌های SiO_4 پیوندهای عرضی در شبکه شیشه افزایش می‌یابد. پیوند Si-N نسبت به Si-O کووالانت‌تر بوده و مقاومت به خمش بیشتری دارد. در نتیجه با ورود نیتروژن به شیشه و افزایش عدد همسایگی با Si، خواص مکانیکی و پایداری شیمیایی شیشه‌ها بهبود می‌یابد. گزارش شده است که با ورود نیتروژن به شیشه و جانشینی آن با اکسیژن، سختی، چقرمگی شکست، مدول الاستیسیته، دمای انتقال به شیشه (Tg)، گرانروی، مقاومت در برابر تبلور، مقاومت به خوردگی و ضریب شکست افزایش و ضریب انبساط حرارتی کاهش می‌یابد[7-1]. همچنین شیشه‌های اکسی-نیتریدی خواص نوری متفاوتی با آنچه در محیط‌های اکسیدی به‌دست می‌آید، نشان می‌دهند و خواص نورتابی متفاوتی از شیشه‌های دوپ شده با لانتانیدهایی مانند یوروپیم (Eu)، سریم (Ce) و یا نیودیمیم (Nd) گزارش شده است[8,9]. استحکام مکانیکی زیاد همراه با پایداری حرارتی قابل قبول و مقاومت شیمیایی بسیار خوب شیشه‌های اکسی‌نیتریدی باعث می‌شود تا این شیشه‌ها کاربردهای دمای بالای بسیاری داشته باشند. الیاف شیشه‌ای اکسی‌نیتریدی برای تهیه کامپوزیت، جلیقه‌های ضدگلوله، نگهداری زباله‌های هسته‌ای و عوامل اتصال در سرامیکهای سازه‌ای و پوشش‌های شیشه‌ای اکسی‌نیتریدی به علت مقاومت گرمایی و شیمیایی بالا برای حفاظت فلزات دیرگداز در محلول-های اسیدی و بازی، پوشش آنتن رادار هواپیما و اجزای سردکننده موتورهای توربین گازی، به کار می‌روند [4].

روش معمول در تهیه شیشه‌های اکسی‌نیتریدی، ذوب مواد اولیه تحت فشار نیتروژن است که این روش نیاز به دماهای بالاتر از ۱۷۰۰ درجه سانتیگراد و همگن سازی دارد. تبخیر نیتروژن، تجزیه نیتریدها، احیا اکسیدها و واکنش با بوته از معایب این روش بشمار می‌روند [11-10]. امروزه می‌توان با استفاده از روش سل-ژل و نیتریده کردن ژل به‌دست آمده در اتمسفر آمونیاک، در دمایی بسیار پایین‌تر از آنچه برای ذوب ترکیب مشابه نیاز است شیشه اکسی‌نیتریدی تهیه کرد. این روش برای سیستم‌هایی که نیاز به دماهای بالا برای ذوب دارند یا به علت گرانروی بالای مذاب همگن سازی در آنها مشکل است، بسیار مناسب می‌باشد. به-ویژه وقتی دمای تبخیر هر یک از اکسیدها با هم متفاوت است استفاده از روش شیمیایی تنها راه جلوگیری از دست رفتن برخی از اجزاست. در این روش یکنواختی ترکیب در حد مولکولی بوده و تهیه شیشه‌هایی با خلوص بالا امکان پذیر است [10]. فرایند سل-ژل بر پایه واکنش شیمیایی بین ذرات کلوئیدی در یک سل و یا گونه‌های پلیمری در یک محلول است که پس از تبدیل آن به ژل، حلال از سیستم خارج می‌شود. ژل متخلخل خشک شده به‌دست آمده پس از زینتر به ماده‌ای آمورف و چگال تبدیل می‌شود [12]. تبدیل ژل متخلخل و بدون نیتروژن به یک شیشه اکسی‌نیتریدی با گرمایش در یک گاز فعال مانند آمونیاک (NH_3) انجام می‌شود. تغییر دمای نیتریده شدن، زمان عملیات حرارتی و فشار آمونیاک برای رسیدن به شرایط بهینه ضروری است [10]. در این پژوهش، شیشه‌های اکسی‌نیتریدی یکپارچه با ترکیب مختلف به روش سل-ژل سنتز و تاثیر عوامل مختلف مانند تغییر ترکیب شیشه، دما و زمان نیتریده شدن بر خواص فیزیکی و مکانیکی مانند ضریب انبساط حرارتی و سختی آن‌ها ارزیابی شد.

فعالیت‌های تجربی

شیشه‌های آلومینوبوروسیلیکاتی با ترکیب مختلف که در جدول (۱) آورده شده است، به روش سل-ژل تهیه شدند. برای تهیه شیشه‌ها از تترااتوکسی‌اورتوسیلان (TEOS, $Si(OC_2H_5)_4$)، آلومینیوم تری بوتوکساید ($Al(OC_4H_9)_3$) و تری‌متیل‌بورات ($B(OCH_3)_3$) به همراه

استات باریم، استات پتاسیم و اکسید روی استفاده شد. خلوص مواد اولیه بالاتر از ۹۹٪ بوده و از شرکت Merck آلمان تأمین شدند.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی (درصد وزنی) شیشه‌های سنتز شده

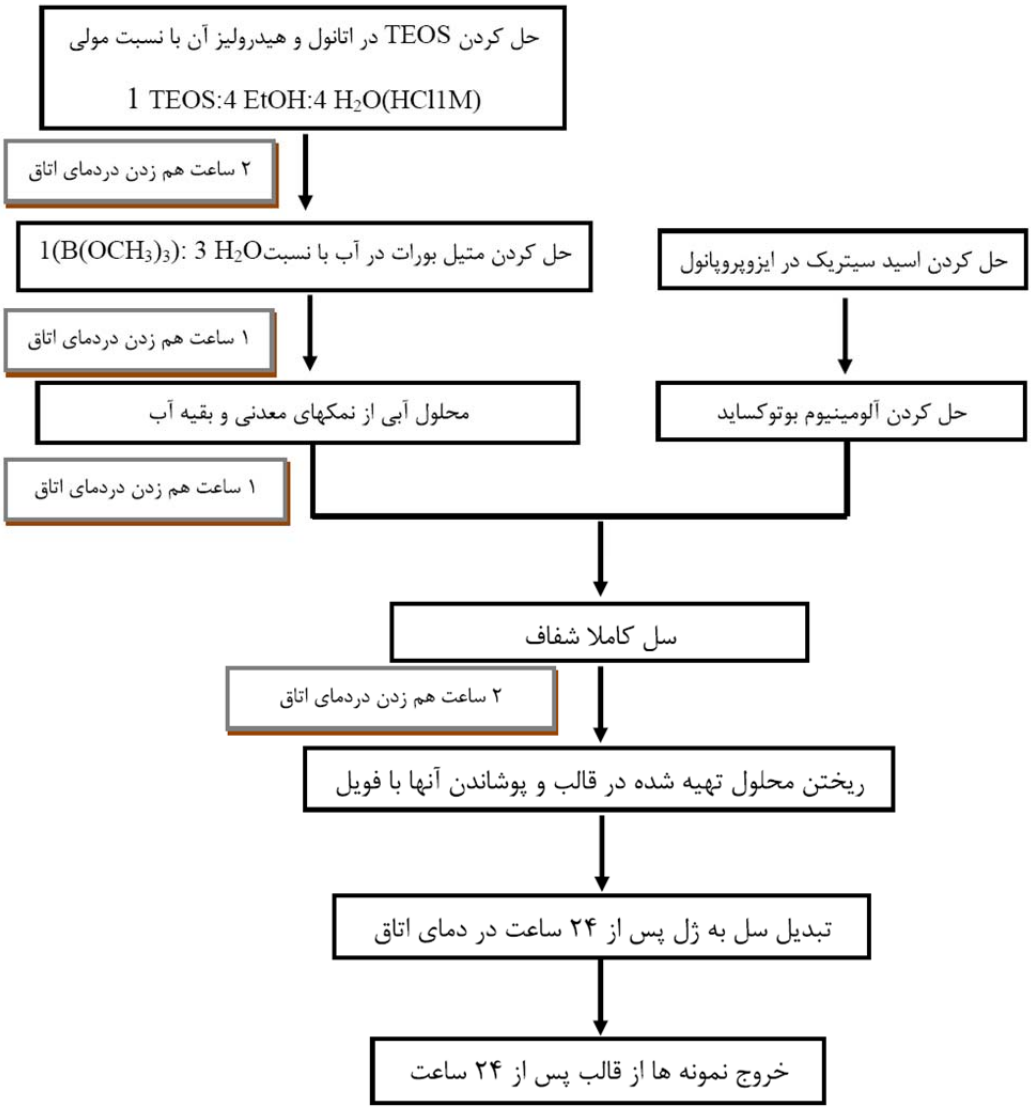
ترکیب شیشه	SiO_2	Al_2O_3	B_2O_3	K_2O	BaO	ZnO
GI	٦٦	٧	١٨	٦	٣	-
GII	٦٦	١٥	١٠	٦	٣	-
GIII	٤٨	٣٠	١٠	٢	-	١٠

در سیستم‌های چند جزیی جلوگیری از تراکم اجزا به صورت جداگانه بسیار مهم است [12]. از سوی دیگر به دلیل سرعت بالای هیدرولیز و تراکم آلکوکسید آلومینیوم نسبت به سایر اجزا هنگام افزودن آلکوکسید آلومینیوم به محلول TEOS، رسوب تشکیل می‌شود که مقدار آن با افزایش مقدار اکسید آلومینیوم ترکیب بیشتر می‌شود. بنابراین برای حفظ یکنواختی سل، استفاده از عامل کی‌لیت ساز می‌تواند مفید باشد. در این روش جزیی از سیستم را که سرعت هیدرولیز بالاتری دارد توسط یک لیگاند مانند اسید سیتریک کی‌لیت کرده و به این ترتیب از هیدرولیز و تراکم سریع آن جلوگیری می‌کنند. بدین منظور ابتدا اسید سیتریک به نسبت مولی یک به یک با آلومینیوم بوتوکساید در ایزوپروپانول حل شد. سپس مقدار لازم از آلومینیوم بوتوکساید در محلول اسید سیتریک و ایزوپروپانول حل شد. سپس TEOS در اتانول به نسبت مولی یک به چهار حل شده و پس از چند دقیقه هیدرولیز آن با افزودن محلول اسید کلریدریک یک مولار به عنوان کاتالیزور با نسبت مولی یک به چهار آغاز شد. سپس تری‌متیل‌بور به همراه مقدار استوکیومتری آب لازم جهت هیدرولیز آن به محلول TEOS و اتانول اضافه شد. در نهایت محلول‌های دو مولار از استات باریم و استات پتاسیم و نیترات روی که با حل کردن اکسید روی در اسیدنیتریک تهیه شده بود، به آن اضافه شدند. به طوری که مقدار آب محلول نهایی محلول، دو تا سه برابر مقدار آب استوکیومتری لازم جهت هیدرولیز کامل آلکوکسیدهای فلزی شد. در نهایت محلول اسید سیتریک، ایزوپروپانول و آلومینیوم بوتوکساید به محلول فوق افزوده شد. سرانجام پس از ۲ ساعت هم خوردن محلول و اطمینان از یکنواختی کامل آن، محلول در قالب ریخته شده و روی آن کاملاً پوشیده شد. نمونه‌های تهیه شده بعد از ٢٤ ساعت به ژل تبدیل و سپس از قالب خارج شدند. روند انجام کار به صورت طرح‌واره در شکل (۱) آمده است.

ژل‌های تهیه شده به مدت ۱۰ روز در دمای اتاق در محلول مادر که شامل آب، اتانول، ایزوپروپانول و نمکهای معدنی با نسبت استفاده شده در ترکیب اولیه ژل است، پیرسازی شده و سپس جهت تعویض حلال در محلول هگزان قرار گرفتند. پس از در دمای اتاق به صورت آهسته خشک شدند. نیتریده کردن ژل‌های تهیه شده با عملیات حرارتی ژلهای خشک شده در کوره تیوبی انجام شد.

به این ترتیب که ابتدا نمونه‌ها تحت اتمسفر نیتروژن تا رسیدن به دمای مورد نظر (دمای نیتریده کردن) و با سرعت گرمایش ۱ درجه بر دقیقه تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند. سپس در اتمسفر آمونیاک با سرعت گرمایش ۱۰ درجه بر دقیقه به مدت ۲، ۵ و ۱۵ ساعت در دماهای ٤٥٠، ٦٠٠ و ۷۵۰ درجه سانتیگراد نیتریده شده و در ادامه زینتر آن‌ها در دمای مورد نظر در اتمسفر نیتروژن انجام شد. اتمسفر آمونیاک با استفاده از کپسول آمونیاک و اتمسفر نیتروژن توسط ژنراتور نیتروژن با جریان گاز ۹۰ میلی‌لیتر بر دقیقه تأمین شد. با پایان عملیات حرارتی، نمونه‌ها تا رسیدن به دمای محیط تحت جریان گاز نیتروژن خنک شدند. به‌منظور بررسی رفتار زینتر، چگالی بدنه‌های شیشه‌ای سنتز شده پس از عملیات حرارتی در دماهای مختلف به مدت ۲ ساعت، به روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد. بررسی رفتار تبلور شیشه‌های سنتز شده توسط دستگاه اشعه ایکس مدل D-500 با پرتو $Cu_{K\alpha}$ به طول موج ۰/۱۵٤۲ نانومتر در محدوده ۵ تا ۸۰ درجه و بررسی ساختار و

تغییرات در گروه‌های موجود در نمونه پس از نیتریده شدن به کمک طیف سنجی مادون قرمز مدل Perkinelmer و در محدوده عدد موج ٤٠٠ تا ٤٠٠٠ بر سانتیمتر (cm^{-1}) استفاده شد. اندازه‌گیری سختی شیشه‌ها توسط سختی سنج ویکرز با نیروی ۱۰۰ گرم و زمان ۱۵ ثانیه انجام پذیرفت. برای بررسی دمای انتقال به شیشه (Tg) و دمای نرم شوندگی شیشه‌های سنتز شده از آزمون دیلاتومتری استفاده شد. به این صورت که از پودر شیشه عملیات حرارتی شده در دمای۷۵۰ درجه سانتیگراد در ابعاد ۵×۵×۵ سانتیمتر پرس شده و پس از زینتر دوباره در آن دما بررسی دیلاتومتری توسط دستگاه دیلاتومتر مدل Netzsch Dil402EP و با سرعت گرمایش ۱۰ درجه بر دقیقه انجام شد. جهت اندازه-گیری میزان دقیق نیتروژن وارد شده به ساختار شیشه از دستگاه آنالیز کننده اکسیژن-نیتروژن (LECO TCH-600) استفاده شد. در این روش احتراق نمونه در دمای ۳۰۰۰ درجه سانتیگراد انجام می‌پذیرد.



شکل ۱ طرح‌واره فراوری شیشه‌ها به روش سل-ژل

جدول ۲ دما و زمان نیتریده کردن **شیشه‌های** سنتز شده و مقدار نیتروژن (درصد وزنی) آن‌ها

ترکیب شیشه	دما و زمان نیتریده شدن	دما و زمان زینتر	مقدار نیتروژن (wt%)
GI	-	۷۵۰°C-۲h	۰
GI	۶۰۰°C-۲h	۷۵۰°C-۲h	۰/۱۸
GI	۷۵۰°C-۲h	-	۰/۰۵
GI	۷۵۰°C-۵h	-	۰/۶۷
GI	۷۵۰°C-۱۵h	-	۲/۰۸
GI	۷۵۰°C-۱۵h	۹۵۰°C-۲h	۱/۰۰
GII	۶۰۰°C-۲h	۷۵۰°C-۲h	۰/۲۸
GII	۷۵۰°C-۲h	–	۰/۰۲
GIII	۴۵۰°C-۲h	۷۵۰°C-۲h	۰/۵
GIII	۶۰۰°C-۲h	۷۵۰°C-۲h	۲/۹
GIII	۷۵۰°C-۲h	-	۰/۱۱۳
GIII	۶۰۰°C-۱۵h	۷۵۰°C-۲h	۳/۸
GIII	۶۰۰°C-۱۵h	۹۵۰°C-۶h	۲/۶۴

نتایج و بحث

در جدول (۲) نتایج به دست آمده از اندازه گیری مقدار نیتروژن شیشه‌ها پس از عملیات حرارتی آنها در اتمسفر آمونیاک در دماها و زمان‌های مختلف خلاصه شده است.

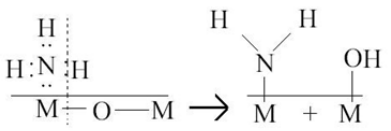
با توجه به نتایج به‌دست آمده مشاهده می‌شود که با افزایش زمان نیتریده کردن در هر سه ترکیب شیشه، مقدار نیتروژن افزایش می‌یابد. همچنین نیتریده شدن در دمایی که ساختار ژل کاملاً متخلخل است یعنی قبل از بسته شدن حفرات، بهتر صورت گرفته و مقدار نیتروژن نیز بیشتر است. علاوه بر این، با توجه به جدول می‌توان فهمید که مقدار نیتروژن به ترکیب شیشه هم بستگی دارد و در یک دما و زمان ثابت نیتریده شدن، مقدار نیتروژن موجود در ساختار، در شیشه‌های سنتز شده مقادیر متفاوتی را نشان می‌دهد.

آمونیاک می‌تواند بر سطح ژل خشک شده جذب شود و با افزایش دما به صورت زیر با آن واکنش کند [10].

1) $M—OH + NH_3 \rightarrow M— NH_2 + H_2O$

2) $M—OR + NH_3 \rightarrow M— NH_2 + ROH$

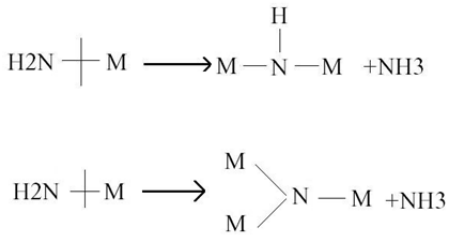
در این دو واکنش، OH گروه هیدروکسیل و OR نشان‌دهنده گروه آلکوکسیل می‌باشد. در واقع این دو واکنش که همراه با خروج آب و الکل از سیستم هستند باعث حل شدن شیمیایی نیترید (N در عدد همسایگی سه با M) می‌شوند. امّا در سیستم‌هایی که شامل اسیدهای لوئیس قوی مانند آلومینییوم و بور هستند، آمونیاک می‌تواند تجزیه شده و به صورت شیمیایی جذب شود (جذب لوئیس اسید). شکل (۲) این سازوکار را نشان می‌دهد.



شکل ۲ جذب شیمیایی آمونیاک بر فلز M

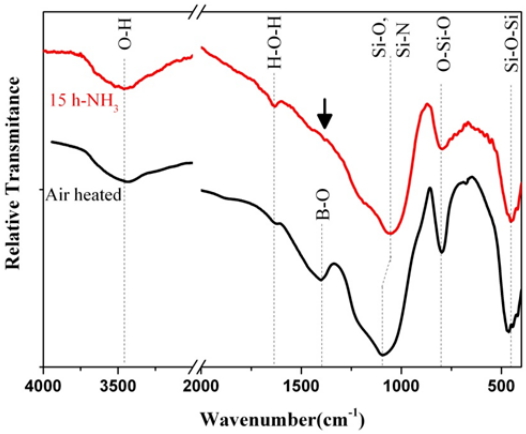
جذب لوئیس اسید برای SiO_2 و یا اجزای سیلیکاتی شیشه انتظار نمی‌رود، مگر اینکه دما در حدی باشد تا پل سیلوکسان نامتقارنی ایجاد شود که به‌دلیل کمبود الکترون مکان بسیار فعالی برای جذب لوئیس است. گزارش شده که نیتریده شدن اکسید بور با سازوکار جذب لوئیس اسید انجام می‌شود. زیرا گروه-های هیدروکسیل در شیشه‌های بوراتی پیوند بسیار محکمی با بور دارند و احتمال کمی دارد که طبق واکنش (۱) با آمونیاک واکنش کنند. بنابراین به‌نظر می-رسد نیتریده شدن تحت تاثیر جذب لوئیس اتم‌های فلزی است. به عبارت دیگر جذب شیمیایی آمونیاک تجزیه شده توسط بور و آلومینیوم عامل نیتریده شدن اصلی است [10]. بنابراین بیشتر بودن مقدار نیتروژن در ترکیب شیشه GIII را می‌توان به بالاتر بودن میزان بور و آلومینیوم موجود در ترکیب نسبت داد.

همچنین مشاهده شد که با افزایش دمای زینتر در هر یک از شیشه‌های GI و GIII مقدار نیتروژن کاهش می‌یابد. علت این امر می‌تواند فرایند پلیمره شدن که همراه با بسته شدن حفره‌ها است، باشد. این مرحله را می‌توان به صورت شکل (۳) نشان داد:



شکل ۳ افزایش عدد همسایگی نیتروژن با فلز M در اثر فرایند پلیمره شدن

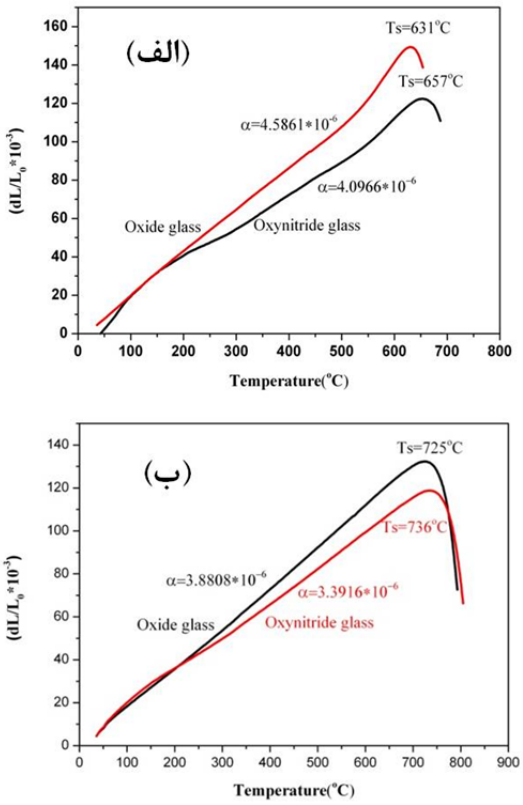
اگر فرض شود که آمونیاک در ابتدا با یک کاتیون شبکه ساز پیوند یابد (عدد همسایگی نیتروژن با اتم فلز یک باشد)، انتظار می‌رود در طی زینتر شدن که نیتروژن در همسایگی سه با فلز M قرار می‌گیرد، مقدار نیتروژن به یک سوم مقدار اولیه تبدیل شود. البته گزارش شده است که کاهش نیتروژن ضریب دو دارد. به این معنی که برخی گروه‌های آمین در شیشه نهایی باقی می‌ماند [10]. درستی سازوکار ذکر شده برای نیتریده شدن و نتایج به‌دست آمده را می‌توان با FTIR بررسی کرد. در شکل ٤ طیف مادون قرمز شیشه GI پس از عملیات حرارتی در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در هوا و در جریان آمونیاک به مدت ۱۵ ساعت مقایسه شده است. تفاوت عمده در کاهش شدت باند کششی B-O در ۱٤۰۵ بر سانتیمتر و ظاهر شدن باند جدید در ۱۵۱۰ بر سانتیمتر می‌باشد. این پیک به ارتعاشات کششی B-N نسبت داده می‌شود که از موقعیت معمول خود در ۱۳۷۰ بر سانتیمتر در نیترید بور به انرژی‌های بالاتر به علت حضور اکسیژن الکترونگاتیوتر منتقل شده است. پهن شدگی در پیک Si-O در ۱۰۸۸ بر سانتیمتر همراه با انتقال به سمت انرژی کمتر و کاهش در شدت نوارهای مربوط به O-Si-O و Si-O-Si در ۷۹۸ و ٤٦٦ بر سانتیمتر نیز مشاهده می‌شود. این پهن شدگی و شیفت در حدود ۵ بر سانتیمتر می‌تواند در اثر ورود نیتروژن به شبکه و حضور پیوندهای Si-N ایجاد شده باشد[10,13-16].



شکل ٤ طیف مادون قرمز از شیشه GI پس از عملیات حرارتی در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در هوا و در جریان آمونیاک به مدت ۱۵ ساعت

تغییرات سختی، دمای نرم شوندگی دیلاتومتری و ضریب انبساط حرارتی شیشه‌های GI و GIII در اثر گرمایش در اتمسفر آمونیاک و سپس زینتر نهایی در اتمسفر نیتروژن در جدول (۳) نشان داده شده است. همچنین مقایسه بین ضریب انبساط حرارتی و دمای نرم شوندگی شیشه‌های GI و GIII در دو حالت اکسیدی و نیتریدی در شکل (۵) آورده شده است.

با توجه به جدول (۳) و شکل (۵) مشاهده می‌شود که با ورود نیتروژن به هریک از ترکیب‌های GI و GIII دمای نرم شوندگی دیلاتومتری افزایش و در مقابل ضریب انبساط حرارتی کاهش می‌یابد. همانطور که پیش‌تر نیز بیان شد، اکسیژن در شبکه شیشه حداکثر می‌تواند با دو اتم سیلیسیوم پیوند یابد. در حالی‌که نیتروژن می‌تواند با سه اتم سیلیسیوم تشکیل پیوند دهد. به عبارت دیگر با جایگزینی اتم‌های نیتروژن با عدد همسایگی سه به‌جای اتم‌های اکسیژن پل ساز با عدد همسایگی دو در چهاروجهی‌های SiO_4 پیوندهای عرضی در شبکه شیشه افزایش می‌یابد که در شکل (٦) به صورت شماتیک نشان داده شده است[2].

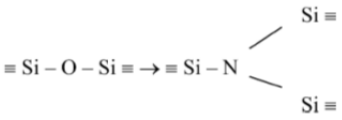


شکل ۵ ضریب انبساط حرارتی و دمای نرم شوندگی دیلاتومتری شیشه‌های اکسیدی و اکسی نیتریدی سنتز شده الف) GI و ب) GIII

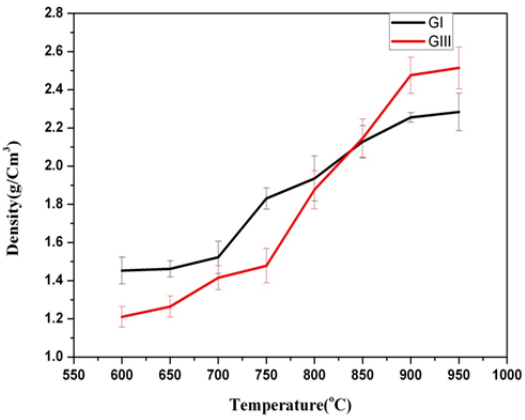
جدول ۳ سختی، ضریب انبساط حرارتی و دمای نرم شوندگی دیلاتومتری شیشه‌های سنتز شده

ترکیب شیشه	دما، زمان و اتمسفر زینتر	میکرو سختی (GPa)	ضریب انبساط حرارتی ($\times10^{-6}$)	دمای نرم شوندگی (°C)
شیشه GI	950°C-2h-air	٦/٥±٠/٠١	٤/٥٨٦١	٦٣١
شیشه GI	750°C-15h-NH_3 950°C-2h-N2	٨±٠/٠٣	٤/٠٩٦٦	٦٥٧
شیشه GIII	750°C-2h-air	٤±٠/٠٢	٣/٨٨	٧٢٥
شیشه GIII	600°C-15h-NH_3 750°C-2h-N_2	٤/٥±٠/٠٣	٣/٣٩	٧٣٦
شیشه سرامیک GIII	950°C-6h-air	٩/٧±٠/٠١	–	–
شیشه سرامیک GIII	600°C-15h-NH_3 950°C-6h-N_2	١٠/٨±٠/٠٤	–	–

بنابراین افزایش دمای نرم شوندگی و میکروسختی و کاهش ضریب انبساط حرارتی شیشه‌های سنتز شده به ورود نیتروژن به شبکه و افزایش عدد همسایگی Si نسبت داده می‌شود. با توجه به نتایج جدول (۳)، با ورود ۳/۸ درصد وزنی نیتروژن به ساختار شیشه GIII در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد ضریب انبساط حرارتی و دمای نرم شوندگی تغییر قابل توجهی می‌کند اما تغییرات ایجاد شده در سختی شیشه محسوس نیست. از آنجایی‌که سختی شیشه‌ها به شدت به میزان تخلخل نمونه بستگی دارد، در شکل (۷) تغییرات ایجاد شده در دانسیته شیشه‌های سنتز شده در حین عملیات حرارتی در هوا نشان داده شده است. مقدار دانسیته واقعی (دانسیته پودر) برای شیشه GI و GIII به ترتیب برابر با ۲/۲±۰/۰۰۳۲ و ۲/۶±۰/۰۰۱۵ گرم بر سانتیمتر مکعب به دست آمد.



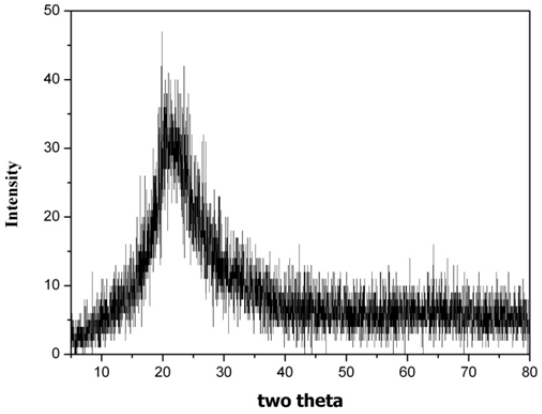
شکل ٦ افزایش پیوندهای عرضی در شبکه شیشه با ورود نیتروژن



شکل ۷ دانسیته شیشه‌های GI و GIII در دماهای مختلف

با توجه به شکل (۷) می‌توان دریافت که شیشه GIII در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد به میزان تقریبا ۵۷٪ زینتر شده است. بنابراین علت پایین بودن عدد سختی شیشه GIII در این دما، به علت کامل نشدن فرایند زینتر و وجود ساختار متخلخل در این دما می‌باشد. سختی این شیشه با افزایش دمای زینتر افزایش چشم‌گیری یافته است. همچنین وجود ۲/٦٤ درصد وزنی نیتروژن در ساختار شیشه سرامیک GIII جدول (۲) باعث افزایش میکروسختی از ۹/۷٦ به ۱۰/۸۹ گیگاپاسکال شده است.

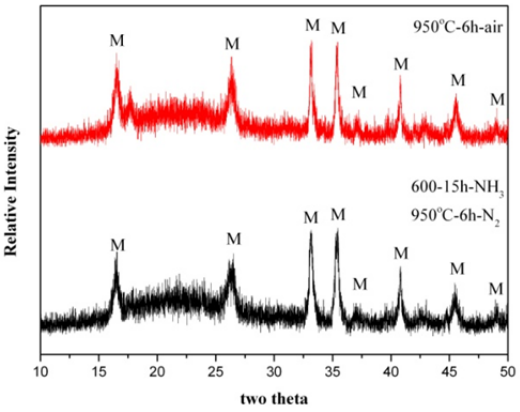
با عملیات حرارتی شیشه GI تا دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد هیچ گونه تبلوری مشاهده نشد. در شکل (۸) طیف پراش پرتو ایکس این شیشه نشان داده شده است.



شکل ۸ طیف پراش پرتو ایکس شیشه GI پس از زینتر در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت در اتمسفر هوا.

در مقابل، افزایش دمای عملیات حرارتی منجر به تبلور فاز مولایت در شیشه GIII می‌شود. در شکل (۹) طیف پراش پرتو ایکس شیشه سرامیک اکسیدی GIII که در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ٦ ساعت در اتمسفر هوا زینتر و متبلور شده و شیشه اکسی‌نیتریدی GIII که در دمای ٦۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ ساعت در اتمسفر آمونیاک نیتریده و پس از آن در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ٦ ساعت برای تبلور و زینتر در اتمسفر نیتروژن تحت عملیات حرارتی قرار گرفته است، نشان داده شده است. با بررسی این شکل می‌توان نتیجه گرفت که با ورود نیتروژن، پیک مربوط به فاز مولایت جابه‌جا نمی‌شود. به عبارت دیگر نیتروژن وارد ساختار مولایت نمی‌شود. پس از جدایش فازی، شیشه اکسی‌نیتریدی موجود به دو شیشه غنی از

Al_2O_3 که به شکل قطره‌ای در زمینه پراکنده است و غنی از SiO_2 که زمینه به‌هم پیوسته را تشکیل می‌دهد جدایش می‌یابد. سپس با ادامه عملیات حرارتی و در دماهای بالاتر فاز شیشه‌ای غنی از آلومینیم به صورت مولایت متبلور می‌شود. با توجه به عدم جابه‌جایی الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به مولایت، به‌نظر می‌رسد که نیتروژن در شبکه بلورین مولایت وارد نشده و در فاز شیشه‌ای به جای مانده از تبلور باقی می‌ماند.



شکل ۹ طیف پراش اشعه ایکس از شیشه سرامیک اکسیدی و اکسی‌نیتریدی GIII در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد. M: مولایت

نتیجه‌گیری

با استفاده از روش سل- ژل قطعات شیشه‌های چند جزئی اکسی نیتریدی در دمای کمتر از دمای ذوب تهیه شد. نیتریده کردن ژل‌های تهیه شده به صورت حجمی در دماها و زمان‌های مختلف نشان داد که در هر ترکیب با افزایش زمان گرمایش در آمونیاک مقدار نیتروژن افزایش می‌یابد. همچنین وجود ساختار متخلخل برای نیتریده شدن بهتر ژل و افزایش مقدار نیتروژن موجود در ساختار شیشه ضروری می‌باشد. در دما و زمان ثابت نیتریده کردن، مقدار نیتروژن وارد شده با افزایش مقدار بور و آلومینیوم ترکیب شیشه بیشتر می‌شود. نتایج طیف مادون قرمز ورود نیتروژن در شبکه شیشه را تأیید می‌کند. با ورود نیتروژن به شبکه، سختی و دمای نرم شوندگی شیشه افزایش و ضریب انبساط حرارتی آن کاهش می‌یابد. در هنگام تبلور شیشه اکسی نیتریدی، نیتروژن در شیشه به‌جای مانده از تبلور حضور یافته و وارد فاز تبلور یافته مولایت نمی‌شود.

مراجع

1. Becher P.F., Hampshire S., Pomeroy M.J., Hoffman M., Lance M., "An over view of the structure and properties of silicon based oxynitride glasses", *International Journal of glass science*, Vol. 2, No. 1, pp. 63-83, (2011).
2. Hampshire S., "Oxynitride glasses, their properties and crystallization", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 316, pp. 64-73, (2003).
3. Pomeroy M.J., Hampshire S., **"**SiAlON glasses: Effects of nitrogen on structure and properties", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, Vol. 116, No. 6, pp. 755-761, (2008).
4. Sakka S., "Structure, properties and application of oxynitride glasses" *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 181, pp. 215-224, (1995).
5. Hampshire S., "Oxynitride glasses", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 28, pp. 1475-1483, (2008).
6. Lofaj F., Satet R., Hoffman M.J., Lopez A., "Thermal expansion and glass transition temperature of the rare earth doped oxynitride glasses", *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 24, pp. 3377-3385, (2004).

7. Sherafat A., Grins J., Esmaeilzadeh S., "Properties of high nitrogen content mixed alkali earth oxynitride glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 355, pp. 1259-1263, (2209)
8. Graaf D., Hintzen H.T., Hampshire S., With G., "Long wavelength Eu^{2+} emission in Eu-doped Y–Si–Al–O–N glasses", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 23, pp. 1093-1097, (2003).
9. Graaf D., Hintzen H.T., With G., "The influence of the composition on the luminescence of Ce(III)–Ln–Si–Al–O–N glasses (Ln=Sc, Y, La, Gd)", *Journal of Luminescence*, Vol. 104, pp. 131-136, (2003).
10. Brinker C.J., Haaland D.M., "Oxynitride glass formation from gel", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 66, No.11, pp. 758-764, (1983).
11. Brinker C.J., "formation of oxynitride glasses by ammonolysis of gels", *Journal of American Ceramic Society*, C-4, (1982).
12. James P.F., "High performance glasses", Chapman and Hall, pp.21-62, (1991).
13. Sekine M., Katayama S., "Preparation of silicon oxynitride glass fibers by ammonolysis of silica gels", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol.134, pp. 199-207, (1991).
14. Szaniawska K., Gładkowski M., Wicikowski L., Murawski L., "Nitridation of SiO_2–B_2O_3 aerogels", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 354, pp. 4481–4483, (2008).
15. Szaniawska K., Murawski Z., Pastuszak R., Walewski M., Fantozzi G., "Nitridation and densification of SiO_2 aerogels", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 286, pp. 58-63, (2001).
16. Bachar A., Mercier C., Tricoteaux A., Leriche A., Follet C., Saadi M., Hampshire S., "Effects of addition of nitrogen on bioglass properties and structure", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 358, pp. 693–701, (2012).

were increased to 3.8% wt. by increasing soaking time of nitridation from 2h to 15h. The FTIR spectra indicated that nitrogen was chemically dissolved in the network of glass. As it can be seen in Fig. 1, a decrease in the B–O stretching band at 1405 cm^{-1}, a broadening of the Si–O stretching mode at 1088 cm^{-1} to 1500 cm^{-1}, coupled with a 5 cm^{-1} shift to a lower energy, and decrease in the intensities of O–Si–O and Si–O–Si bending mode at 800 and 460 cm^{-1}, respectively, are the important changes that have occurred in the nitridated sample.

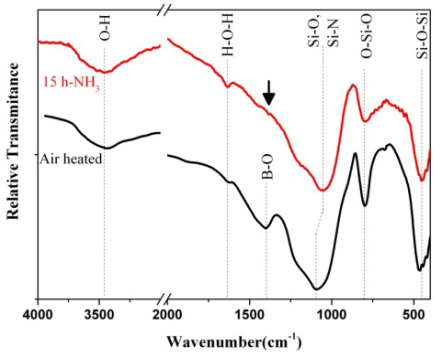


Fig. 1 IR transmittance of samples as a function of wave number after heating at 750°C in flowing NH_3 and air

Table 2 Nitrogen content of oxynitride glasses after heat treatment

Glass composition	Nitridation time &temperature	Sinterin time &temperature	Nitrogen content
GI	-	750°C-2h	0
GI	600°C–2h	750°C-2h	0.18
GI	750°C-2h	-	0.05
GI	750°C-5h	-	0.67
GI	750°C-15h	-	2.08
GI	750°C-15h	950°C-2h	1.00
GII	600°C-2h	750°C-2h	0.28
GII	750°C-2h	-	0.02
GIII	450°C-2h	750°C-2h	0.50
GIII	600°C-2h	750°C-2h	2.90
GIII	750°C-2h	-	0.11
GIII	600°C-15h	750°C-2h	3.80
GIII	600°C-15h	950°C-6h	2.64

The microharness depends on sintering process on density of glass. So it can be said that the low micro-hardness of glass GIII at 750°C, is due to the incomplete sintering and its porous structure. Fig. 2 shows the bulk density variation of glasses. The microharness of this glass increases significantly with sintering temperature.

Althogh the GI glass was amorphous until 950°C, mullite was crystallized as predominant crystalline phase in GIII glass. However, the X-ray diffraction pattern of GIII glass confirmed that nitrogen had not entered the crystalline phase.

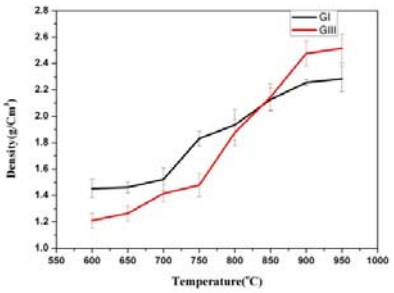


Fig. 2 Bulk density of glasses as a function of Temperature

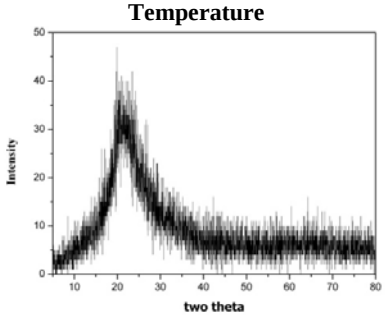


Fig. 3 XRD pattern of GI glass after heat treatment at 950°C-2h

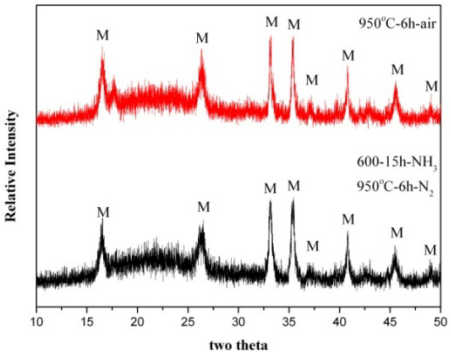


Fig. 4 XRD pattern of GIII glass after heat treatment at 950°C.M: mullite

4- Conclusions

The monolithic oxynitride glasses in SiO_2-Al_2O_3-B_2O_3 system were synthesized with sol-gel method. The chemical composition of glass effects the nitridation processes and the nitrogen content of the glasses were increased to 3.8 wt.% by increasing soaking time of nitridation from 2h to 15h. The dilatometric softening point temperature of glasses was increased approximately 25°C, their micro-hardness reached 9.76GPa and thermal expansion coefficient was decreased from 3.88×10^{-6} to 3.39×10^{-6} after nitridation process of optimal composition. The X-ray diffraction pattern of glasses confirmed that nitrogen does not enter the crystalline phase

Effective Parameters in Synthesis and Properties of Monolithic Oxynitride Glasses Prepared by Sol-gel method

S. Ahmadi[1*] B. Eftekhari Yekta[2] H. Sarpoolaky[3]
A. Aghaei[4]

1- Introduction

Oxynitride glasses can be formed as a result of oxygen partial replacement by nitrogen atoms in silicate or alumino-silicate glass network. According to the literature, effect of the above replacement in oxynitride glasses has been explained through the incorporation of nitrogen which results in the increment of glass transition temperature (T_g), viscosity, hardness, Young's and shear modules, refractive index, dielectric constant and decreases in thermal expansion coefficient. These results have usually been attributed to the substitution of nitrogen for oxygen atoms. The melting process of mixed oxide and nitride powders under highly reducing conditions is the commonly used method of O–N glass preparation. However, this method suffers from extremely high temperatures for melting (often exceeding 1700°C) and homogenizing the glass.

In the past years, increasing interest has focused on preparing multicomponent glass by sol-gel method, due to its lower temperature and high homogeneity. The sol-gel method is based on the hydrolysis and subsequent condensation of the metal alkoxides. Drying the obtained gel, removes the residual solvents, i.e. water and alcohols, leading to a porous dried gel. Nitridation of this porous glass precursor gel with ammonia can be utilized as an alternative method to produce homogeneous oxynitride glass without melting at lower temperature (often ≤1000°C).

The present work was aimed to obtain monolithic oxynitride glasses in the system (R_2O/RO)-SiO_2-Al_2O_3-B_2O_3 through sol-gel method.

[1]* Corresponding Author, Ph. D Student, Department of Materials, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.
Email: sahmadi@iust.ac.ir

[2] Associate Professor, Department of Materials, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[3] Associate Professor, Department of Materials, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[4] Assistant Professor, Ceramic Division, Material &Energy Research Center, Tehran, Iran.

2- Experimental Procedure

Borosilicate glasses with composition given in Table 1, were prepared from the reagent grade chemical materials including tetraethyl orthosilicate (TEOS), aluminum-sec-butoxide, trimethyl borate barium, and potassium acetate and zinc oxide.

Table1. Composition of synthesized glasses

Glass composition	SiO_2	Al_2O_3	B_2O_3	k_2O	BaO	ZnO
GI	66	7	18	6	3	0
GII	66	15	10	6	3	0
GIII	48	30	10	2	0	10

Stoichiometric amount of TEOS was dissolved in ethanol (1:4 molar ratios) and hydrolyzed by adding 1M HCl solution as a catalyst. After 2h, trimethyl borate was added and then aqueous solution of potassium or barrium and zinc nitrate were added to alkoxidessolution. To prepare zinc nitrate, zinc oxide was dissolved in diluted nitric acid. Organic citric acid was used as a chelating agent to form a stable complex with aluminum ions to improve the homogeneity of the sol. A dilute solution of Al-sec-butoxide and isopropanol (1:4 molar ratios) was added slowly to the aqueous solution of citric acid. After 24h the alkoxide and nitrate solution was mixed with chelated aluminum solution. Gelation occurred within 24h at room temperature. The gels were then dried slowly at room temperature. The porous gels were heated in flowing ammonia for different times and temperatures. The heating rate was 1°C/min.

Investigation of chemical bonding states of sintered gels was performed using ourier transform infrared spectroscopy. Micro-hardness was measured using the Vicker's micro-hardness testing method with the load of 100g for 15s. The dilatometric softening point and thermal expansion coefficient of oxide and oxynitride glasses were determined using a dilatometer. The nitrogen content of glasses was determined with oxygen nitrogen analyzer (Leco TCH-600).

3- Results and Discussion

Table 2 showes the nitrogen content of oxynitride glasses after heat treatment for various times and tempratures. The chemical composition of the glass effects the nitridation processes and the nitrogen content of glasses

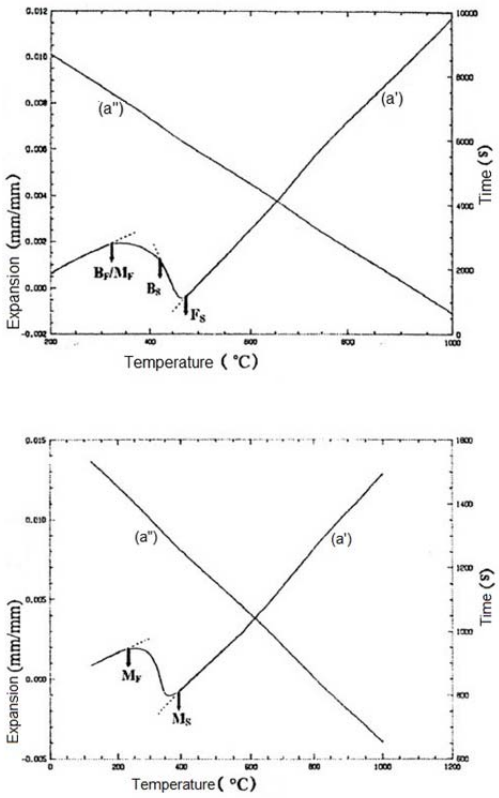


Fig. 1 Types of temperature-expansion (a') and temperature-time (a'') curves obtained at various continuous cooling rates: (a) 0.1°C/s; (b) 1°C/s. F_s: ferrite start temperature; B_s: bainite start temperature; B_f: bainite finish temperature; M_s: martensite start temperature; M_f: martensite finish temperature

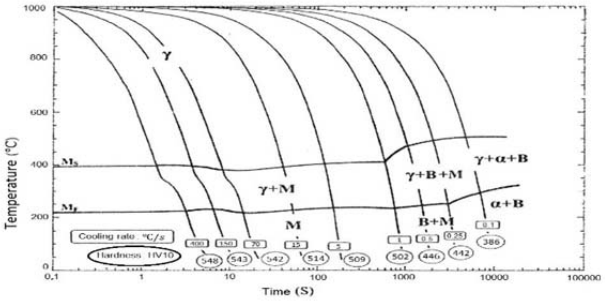


Fig. 2 Continuous cooling transformation diagram for the low carbon microalloyed steel. γ: austenite; α: ferrite; B: bainite; M:martensite

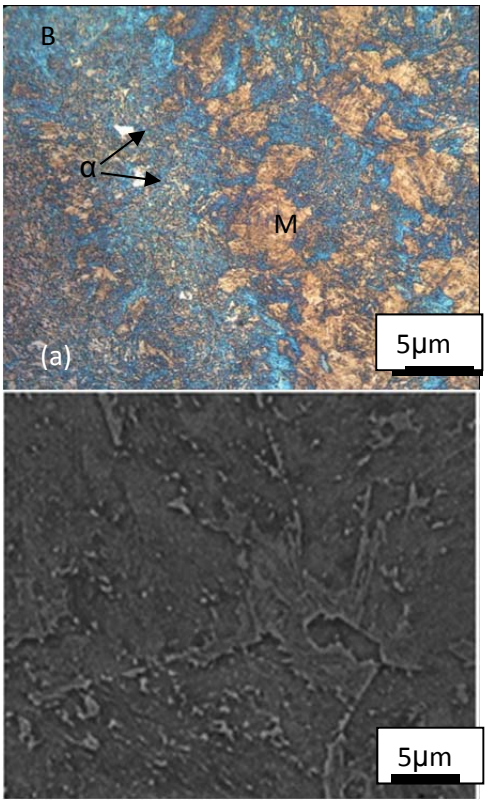


Fig. 3 a) light; and b) electron micrographs taken from 0.1°C/s continuous cooled heat treated samples. α: Ferrite; B: Bainite; M:martensite

4- Conclusions

The continuous cooling transformation (CCT) diagram for the low carbon microalloyed steel was constructed by a combination of dilatometry and metallographic methods. The CCT diagram exhibited a significant region for low temperature transformation products which involved curves for the evolution of bainite and martensite. Full martensitic microstructures were formed at continuous cooling rate greater than 0.8°C/s, while a mixture of bainite and martensite microstructure was developed at moderate cooling rates of 0.2-0.8°C/s. The multiphase microstructures involving ferrite, bainite and martensite were formed during slow cooling rate of 0.1°C/s. The microstructural components including ferrite, bainite and martensite were distinguishable colorful from each other as brilliant white, brown and blue colors by double etching technique based on the 2% nital and LePera reagents.

Investigation of Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low Carbon Ti-Nb Bearing Microallyed Steel by Means of Dilatometry and Metallography

A.S. Moosavi[1] S.S. Ghasemi Banadkouki[2]* M. Kalantar[3]

1- Introduction

Hot rolled high strength microallyed steels have been improved by addition of strong carbo-nitride alloying elements of Nb, Ti, and V in relation with thermo-mechanical control processing in recent years. As a result, the low carbon content of these microalloyed steels can be associated to the development of multiphase microstructures and complex phase transformations on continuous cooling heat treatments. In contrast to the ferrite-pearlite microstructures of conventional hot rolled plain carbon steels, the structures formed by continuous decomposition of austenite in such low carbon thermo-mechanical control processed steels often assume non-classical morphologies.

The purpose of this work is to investigate in detail the characterization of continuous cooling transformations and microstructures in a low carbon microalloyed steel.

2- Materials and Experimental Procedure

The steel used in the present study was a low carbon microalloyed steel with the chemical composition given in Table 1. The thickness of the plate was 10mm and the microstructure was a mixture of bainite and tempered martensite. To study the continuous cooling transformations and microstructures, a series of samples were cooled to room temperature at various cooling rates using a high-speed Theta dilatometer. Hollow cylindrical specimens (L = 13mm, O.D. = 4.9mm, I.D. = 3mm) were cut transversely from the as received steel plate. The samples were austenitized at 1000°C for 5min in a vacuum of about 10^{-4} torr and subsequently continuously cooled at various cooling rates from 0.1-400^0C/s to room temperature. Multiphase microstructural characterization was carried out after polishing and color etching specimens using 2% nital and LePera etching reagents. Hardness measurements were made with a 10kg load and are reported as Vickers hardness numbers (VHNs). In order to confirm the results of color metallography, the microhardness measurements of various microphases were carried out using a Vickers testing machine model FUTHER-TECH FM700 with a load of 10g. The metallographic observations were carried out using a OLYMPUS PMG3 light microscope and scanning electron microscopy (SEM) model TESCAN-VEGA-III.

Table 1 Chemical composition (in wt.%) of the investigated low carbon microalloyed steel

C	Si	Mn	S	P	Cr
0.2	0.1	1.5	0.003	0.012	1.98
Ni	**Cu**	**Nb**	**Ti**	**Al**	**Fe**
0.25	0.34	0.017	0.013	0.02	Bal.

3- Results and Discussion

In order to determine various continuous cooling phase transformations and microstructures of the investigated low alloy microalloyed steel, the cooling rates of dilatometry samples were varied from 0.1 to 400°C/s. Fig. 1 shows typical temperature-expansion (a') and temperature-time (a'') curves of continuous cooled samples from 1000°C to room temperature. When the cooling rate was slower than 0.2°C/s, the temperature-expansion curve exhibited a two-stage expansional change as shown in Fig. 1((a), (a')). For example, the specimens were cooled at a rate of 0.1°C/s, before interrupted quenching at various temperatures during the transformation. Based on the microstructural observations, polygonal and/or quasi-polygonal ferrite was found to form firstly at about 493°C (F_s) which is consistent with the temperature of the first-stage expansional change. The formation of bainitic products started at about 430°C (B_s) and a mixture of bainite and martensitic microstructures formed at about 292°C(B_f/M_f), respectively. Fig. 2 shows the continuous cooling transformation (CCT) diagram for the investigated low carbon microalloyed steel.

Fig. 3 shows examples of typical color etching and the associated scanning electron micrographs taken from 0.1 continuous cooling heat treated samples. The microstructure is characterized by a mixture of ferrite, bainite and martensite microphases. It can be observed that a good contrasting resolution can be observed between ferrite, bainite and martensite as brilliant white, brown and blue regions in the colored etching light micrograph of Fig. 3a, respectively.

[1] M.Sc. Student Department of Mining and Metallurgy, Yazd University, Yazd, Iran

[2]* Corresponding Author, Associate Professor, Department of Mining and Metallurgy, Yazd University, Yazd, Iran Email: sghasemi@yazd.ac.ir

[3] Associate Professor, Department of Mining and Metallurgy, Yazd University, Yazd, Iran

All samples exhibited a mild wear at 10 and 20N wear loads, which turned into a sever wear at 30N. It was shown that increasing the SiC content in the composite samples reduces the wear rate (Fig. 3). Also, the wear results after precipitation hardening indicated a decrease in the wear rate only at the wear loads of 10 and 20N. This is indicative of improvement of wear resistance caused by the formation of strengthening precipitates and increased hardness in the matrix. At the wear load of 30N, the wear rate increased after precipitation hardening (Fig. 4). This behaviour was attributed to a transition in the wear mechanism from abrasive to adhesive by increasing the load (Fig. 5).

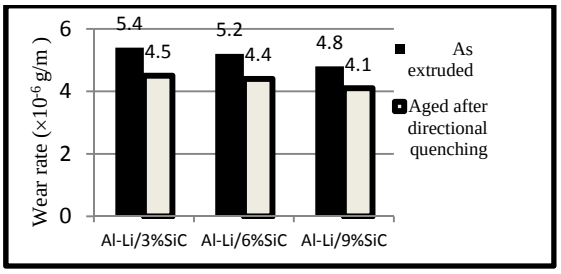


Fig. 3 Wear results of Al8090 composites reinforced with different volume fraction of SiC after heat treatment at 10N load

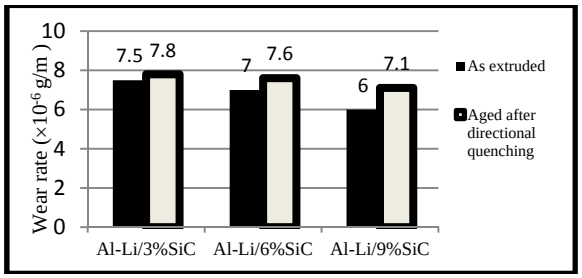


Fig. 4 Wear results of Al8090 composites reinforced with different volume fraction of SiC after heat treatment at 30N load

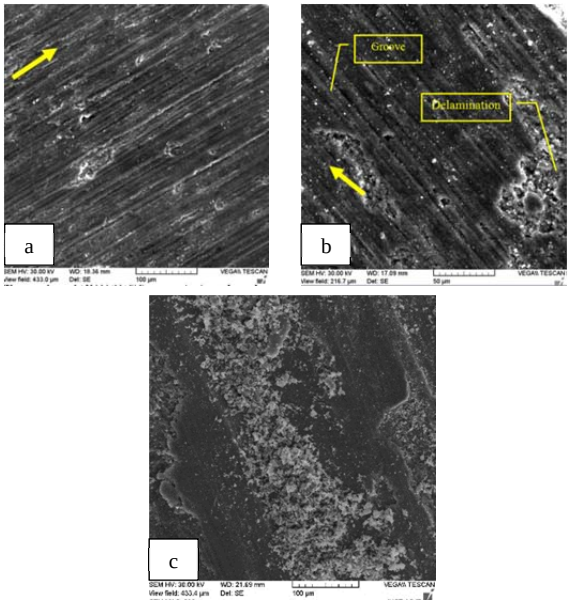


Fig. 5 Worn surface of Al8090/9%SiC_p composite in peak aged at a)10N; b) 20N; c) 30N load

4- Conclusions

The wear rate decreases at all testing conditions with increasing the content of reinforcing SiC particles from 3 to 6 and then 9 vol.%. Also, at wear loads of 10 and 20N, all composite samples exhibited a lower wear rate after performing the precipitation hardening treatment. However, the effect of precipitation hardening was reversed at the wear load of 30N.

Fabrication and Study of Wear Properties of AA8090 Composite Reinforced with SiC Particles after Precipitation Hardening with Directional Quenching

A. Kebriyaei[1] H. Saghafian[2] Sh. Mirdamadi[3]

1- Introduction

Lithium is the lightest metal element, the addition of 1wt% of this element to these alloys causes the density to decrease by 3% and the elastic modulus to increase by 6%.

Al-matrix composites, owing to their high specific strength and good wear resistance, have attracted great attentions in the last three decades. Most Al-Li matrix composites like SiC_w/Al-Li or SiC_p/Al-Li are produced with melt stirring, powder metallurgy, squeeze casting or spray deposition methods. The melt stirring method or in other words stir casting is currently one of the simplest and most economical methods of manufacturing dispersion-strengthened materials.

2- Experimental Procedure

Fig.1 shows the equipment used for the production of the cast Al8090 composite. To produce Al8090 composite, pure aluminum billets were used along with Al_3Zr, pre-cast Al50%Cu and Al50%Mg, and pure lithium. Having prepared the molten Al8090 with stoichiometric copper and magnesium contents and preformed the slag removal process, the graphite agitator was inserted into the melt such that 30% of the molten volume lies beneath it. Then, the SiC particles with the mesh size of 380, which were previously subjected to an inactive oxidation treatment at 900°C for 2 hours, were fed into the melt during agitating operation through the powder injection system. At this point, the automated agitating operation was carried out at 600 rpm for 15 min. Immediately after the agitating operation, the stopper was raised and the melt was cast into the mold.

To improve the microstructure of the castings, small samples of 3cm diameter and height, were cut out of the final cast composites and extruded at 500°C with a reduction ratio of 12:1. Wear pins of square cross-section (5×5×15mm) were prepared from the final extruded samples. For each composite material, three samples were precipitation hardened after directional quenching. The wear test was then performed on heat treated and non-heat treated samples using pin-on-disk method at 10, 20 and 30N loads. Each sample was rinsed with acetone prior to a wear test of 1000m distance at a linear velocity of 0.25m/s. The weight of samples was accurately measured before and after the test using a digital scale of 0.0001g accuracy. Scanning electron microscopy (SEM) was used to study the microstructure and distribution of SiC particles in the extruded samples and also to observe the surface of the samples after the wear test.

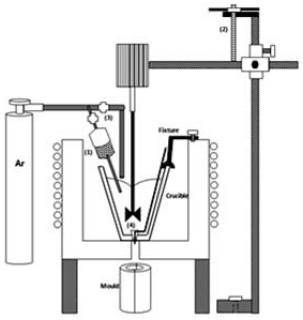


Fig. 1 Schematic diagram of the modified stir casting equipment used for fabricating the composites

3- Results and Discussion

According to the microhardness results (Fig. 2), the time to reach the peak hardness is approximately 6.5-7 hours which is significantly shorter than the reported period of 12-15 hours for Al8090/SiC_p composites at 190 ^{0}C. This reduction of the aging time for the peak hardness is attributed to the effect of the directional quenching.

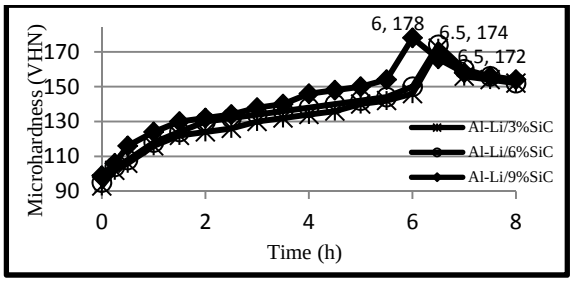


Fig. 2 Aging curves of the wear samples aged at 190°C after directional quenching

[1] Corresponding Author, M.Sc. Student, Centre of Excellence for High Strengh Alloys Technology, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.
Email: amirkebriyaei@gmail.com

[2] Associate Professor, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[3] Professor, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

the titanium side in contrast to the steel side, which showed no reaction layer with the silver-based braze alloy. A coarse grain structure was formed at the steel boundary to the silver–brazed alloy. This structure results from diffusion growth accompanied by recrystallization of the steel substrate at high temperature. Fig. 1a displays microstructure features of the titanium/steel joint brazed at a temperature of 815 ^{o}C for 5min.

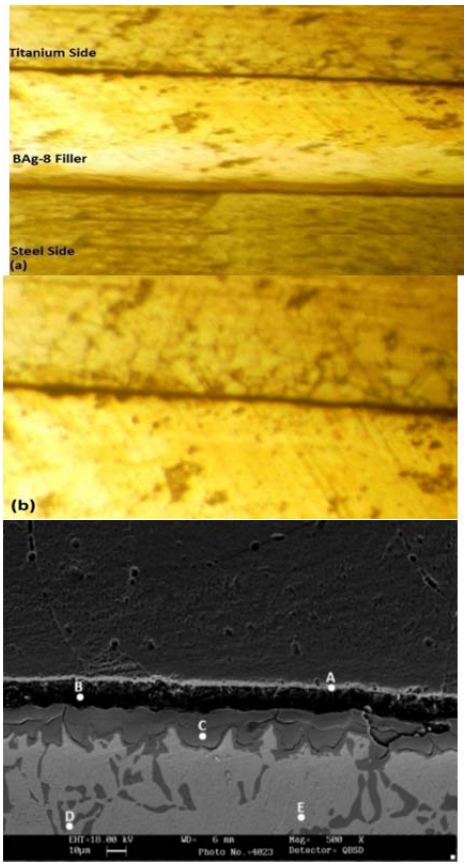


Fig. 1 a) Microstructure features of the titanium/steel brazed joint at 815 ^{o}C for 5 min using Bag-8 filler metal; b) enlarged view at the titanium/filler metal interface; c) SEM microstructure at the titanium/filler metal interface

The interfacial region can be divided into three characteristic zones. Zone I is the titanium parent metal without evidence of diffusion by elements of the brazed alloy. Table 2 shows the chemical compositions of the marked areas in Fig. 1c.

Zone II is considered to be the interaction and diffusion zone since a high amount of titanium was diffused from the titanium side to the brazed area close to the titanium substrate. The measured average thickness of zone II is about 11.2µm. Zone III is considered to be the rest of filler alloy which has not interacted directly with the parent metals.

Average shear strength observed for the joint was 102MPa and the fracture path followed interaction layers at the titanium/silver–braze alloy since it contains the most harmed structure in the joint. Fig. 2 shows the fracture path and fracture morphology for this joint.

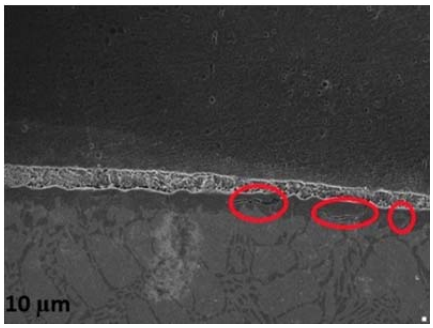


Fig. 2 Cross section of the fractured surface of the titanium/steel joint brazed at 815 ^{o}C for 5 min using Bag-8 filler metal

α–β-Ti and Ti–Cu intermetallic are the main phases formed at the titanium/filler metals interfacial region. Meanwhile, the FeTi intermetallic phase is probably the phase formed at the steel/filler metals interfacial region. The crack path, after performing shear tests, follows the location of intermetallic compounds (IMC) in the majority of joints. It was found that the fracture path follows the location of the IMC when it is thick enough to represent the weakest structure in the joint. Therefore, there is a critical thickness of the IMC layer for the maximum shear strength. At the critical IMC layer thickness, the shearing fracture occurred inside the braze. As the IMC layer thickness increases to the critical thickness, the fracture tends to occur at the substrate/IMC interface.

5- Conclusions

There is a strong relation between the thickness of IMC formed at the interfacial region, the values of shear strength of the joints, the location of the fracture or crack propagation and the brazing temperature. The smaller the thickness of the IMC, the higher the shear strength. The average shear strength of the joint showed the highest values when brazed with silver-based BAg–8 at the temperature of 815^{o}C. An increase in the brazing temperature led to an increase in IMC thickness.

Optimum Brazing Conditions for Joining Commercially Pure Titanium to 304L Stainless Steel using BAg-8 Silver Filler Metal

P. Saremi[1*] M. Kasiri[2]

1- Introduction

Existing literature reveals that diffusion welding has been used successfully to join titanium to steel alloys. However, the great care required in the surface preparation stage and the impracticality of this method for mass production has limited the usage of this process. The difficulty of bonded titanium with other metals could be relieved by using brazing techniques. Brazing is beneficial because it involves the melting of the filler material only, thus eliminating problems that occur when fusing dissimilar metals. It has been reported that pure silver, silver-based alloys, titanium-based alloys, and copper-based alloys were used to braze titanium to steel. The melting point of pure silver is 961^{o}C and can be greatly decreased by alloying copper into the silver matrix. Therefore, the Ag–Cu eutectic braze alloy was selected as a filler metal for vacuum brazing of titanium to steel.

The objective of this investigation is focused on brazing of CP titanium to stainless steel using silver-based alloys at their optimal brazing temperatures, which were determined in previous studies, and to compare the results in order to predict the main controlling factors, which govern the quality of the joints. Microstructures as well as mechanical properties are the main focus of the study.

2- Materials and Experimental Procedure

CP titanium and stainless steel were received in the form of plates of 2mm thickness. The chemical composition of the material, in wt.%, as indicated in the supplier's test certificate was 0.07% C, 0.18% Fe, 0.03% N, 0.16% O, 0.014% H, and balance Ti. On the other hand, the composition of stainless steel, in wt.%, was 0.03% C, 0.04% P, 0.005% S, 0.81% Mn, 0.4% Si, 8.94% Ni, 17.7% Cr and balance Fe. Specimens were cut into 125×28×2mm strips for shear strength testing and 10×10×2mm strips for microstructure analysis. Prior to brazing, one face of each specimen was processed in order to achieve a predetermined degree of roughness using 1200 mesh grinding paper. The samples were then degreased in an ultrasonic bath using acetone. Brazing was carried out using silver-based alloys. Table 1 shows the composition, thermal and mechanical properties. The brazing foils, 100-μm thick, were cleaned in acetone before brazing and then sandwiched between the overlapped areas of the parent metals.

Table 1 Composition of the investigated brazing filler

Composition (wt.%)		Thermal properties		Mechanical properties
%Ag	%Cu	Melting Point	Flow Point	UTS
72	28	779 ^{o}C	779 ^{o}C	466 MPa

The width of the titanium to steel overlap was kept at 6mm since it is recommended to use a lap width of not more than three times the thickness of the base metals to achieve high strength for the joint. The joints were fixed with stainless steel clamp, and then carefully placed into a furnace. Initially, the samples were heated up to a temperature of 50^{o}C below the solidus temperature of the filler alloy for a dwell time of 5min. The sample was then heated up to the brazing temperature. All specimens were furnace-cooled to room temperature.

After bonding, the brazed samples were cut, mounted in epoxy, polished, and then etched by 5% HF, 20% HNO_3, and 75% glycerol for 60s for the titanium side and 3% Nital solution for the steel side. The microstructures were examined using optical and scanning electron microscopy (SEM) coupled with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Tensile shear specimens were machined out from brazed lap joints in accordance to AWS C3.1-63. The test was carried out at room temperature and with displacement rate of 0.5mm/s.

Three samples were used to calculate the average shear strength of the joint.

3- Results and Discussion

Microstructure examination of the interface reveals the formation of reaction layers close to

[1*] Corresponding Author, M.Sc. Student, Materials engineering faculty, Islamic Azad University of Najafabad, Iran
Email: pezhman_saremi@yahoo.com
[2] Assistant Professor, Materials engineering faculty, Islamic Azad University of Najafabad, Iran

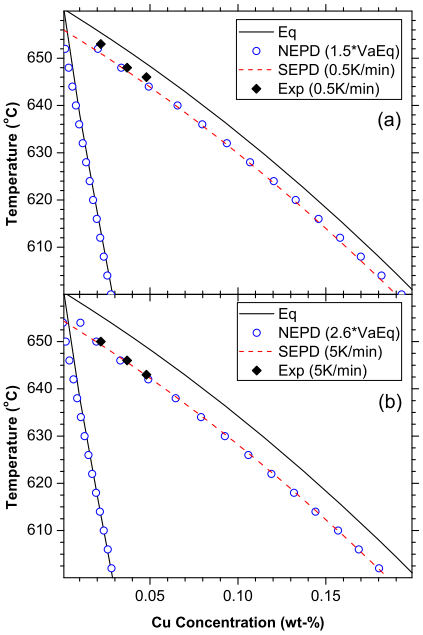


Fig. 1 Equilibrium (Eq) and non-equilibrium (NEPD) phase diagrams calculated by CALPHAD method compared to the semi-empirical phase diagram (SEPD) and experimental results for (a) 0.008; (b) 0.083 K/s

The calculated concentration profiles in the primary phase for the alloy containing 4.8 wt.% copper are presented in Fig. 2 and are compared to the experimental profiles and the Scheil equation curve. According to this figure it is obvious that the modification of the phase diagram alone (NEPD curves) improves the consistency between the experimental and modeling results but not to a satisfactory level. However, modification of diffusion coefficient (NEPD-DyDi) caused better correlation between the experimental and modeling results specially at 0.083 K/s cooling rate. Furthermore, the best consistency between the experimental and modeling results is obtained when the vacancy sink is considered (NEPD-DyDiXt).

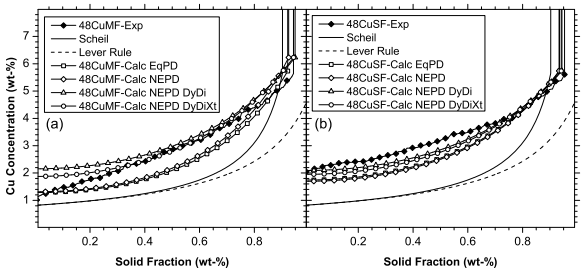


Fig. 2 Calculated concentration profiles for the alloy containing 4.8 wt.% copper compared with experimental profile and Scheil equation curve

4- Conclusions

Microsegregation in the Al-Cu binary alloys containing 2.2, 3.7, and 4.8 wt.% copper was investigated using thermal analysis and theoretical modeling. Experimental solidification tests were performed using a DTA furnace with the possibility of quenching samples during solidification at slow cooling rates of 0.008 and 0.083 K/s. The solidification was modeled with three different input data including equilibrium thermodynamic and kinetic data called EqPD, non-equilibrium thermodynamic and equilibrium kinetic data called NEPD (developed by Fjlldestdt and Fredriksson), and non-equilibrium thermodynamic and kinetic data called NEPD-DyDiXt (developed in the present study). The results were compared with the experiments and it was shown that the developed NEPD-DyDiXt model shows the best consistency with the experimental results.

The Study of Micro-segregation in Al-Cu Alloys Using Thermal Analysis and Numerical Modeling

M.H. Avazkonandeh-Gharavol[1]

M. Haddad Sabzevar[2*]

1- Introduction

One of the most important phenomena occurring during solidification is microsegregation which is the non-uniform distribution of alloying elements in the scale of dendrite arm spacing or grain size. There are numerous theoretical models which can be used to predict the microsegregation level and solidification path with different degrees of sophistication. Recently Fredriksson and his colleagues proposed a new model for solidification that considers the effect of excess vacancies formed during solidification. According to their model as the solidification rate changes, the excess vacancy content changes and several solidification characteristics such as melting temperature and latent heat of solidification change.

The aim of the current research is to consider the effect of excess vacancies on the microsegregation in Al-Cu alloys at low cooling rates. For this purpose, the thermodynamic (phase diagram) and kinetic (diffusion coefficient) data were modified to include the effect of excess vacancies. The kinetic (diffusion coefficient) data is modified for the first time in the present paper.

2- Experimental

Al-Cu binary alloys containing 2.2, 3.7, and 4.8 wt.% copper were used as the experimental alloys. Solidification tests were performed using a DTA furnace with the possibility of quenching samples during solidification. Samples were heated to 700°C, kept at this temperature for 10min and then cooled at 0.008 and 0.083 K/s. Samples were quenched from a predetermined temperature during solidification. The microstructure of the samples was evaluated by conventional metallography methods. The concentration profile in the primary phase was measured using SEM/EDS technique according to the method developed by Gungor.

equilibrium content of vacancies in the solid.

In order to model the microsegregation, Fick's second law was solved separately in the solid and liquid according to the numerical scheme presented by Tanzilli and Heckel. The diffusion coefficient was modified according to Eq. 1 to consider the effect of excess vacancies in the numerical modeling.

$$D_S^{NEq} = V^* D_S^{Eq} \quad (1)$$

Where D_S^{NEq} and D_S^{Eq} are non-equilibrium and equilibrium diffusion coefficients in the solid, respectively.

3- Results and Discussions

According to the thermal analysis results the solidification sequence for all samples consisted of nucleation and growth of primary α_{Al}. This phase continues to grow until the solidification process is finished with the eutectic reaction.

According to the thermal analysis results, by increasing the cooling rates, the undercooling (for both primary and eutectic solidification) increases which can be estimated by a semi-empirical function as shown in Eq. 2.

$$\Delta T = k_U \left(\frac{dT}{dt} \right)^{n_U} \quad (2)$$

where k_U and n_U are free variables which can be determined based on experimental conditions. In the present study k_U and n_U were calculated for primary undercooling as k_{UP}=4.48 and n_{UP}=0.14 and for the eutectic undercooling k_{UE}= 6.62 and n_{UE}=0.09 by least square method. Eq. (2) was used to construct a semi-empirical phase diagram which is used to compare with the CALPHAD results. Kinetic phase diagram was calculated based on the Fjellstedt and Fredriksson CALPHAD model and presented in Fig. 1.

[1] Assistant Professor, Department of Polymer and Materials Engineering, Hakim Sabzevari University, Sabzevar, Iran

[2*] Corresponding Author, Professor, Department of Materials and Metallurgical Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran
Email: haddadm@um.ac.ir

obtained during annealing process. The final grain size achieved for dies with an angle of 90° and 120° are 2.74 and 4.92 μm, respectively. However, the nucleus density approaches zero at the final downward zones in the 120° die due to low strains. Variations of grain size at different zones along AB for ECAPed samples through dies with angles of 90° and 120°are presented in Fig. 4.

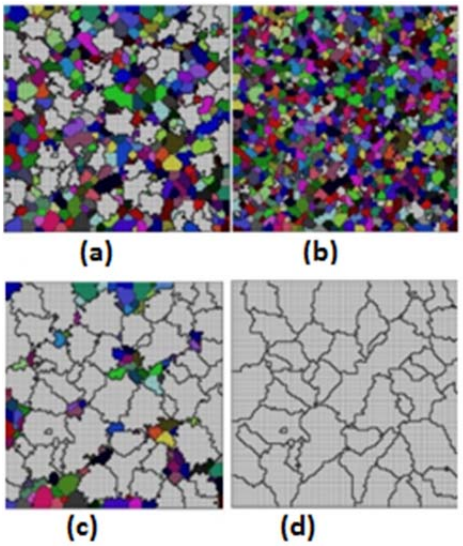


Fig. 2 Microstructural evolution of pressed sample at 623°C

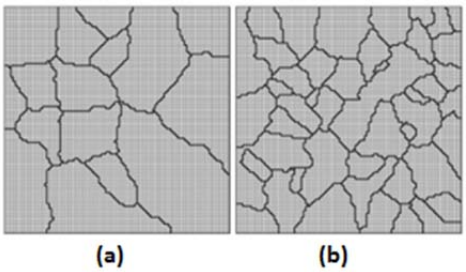


Fig. 3 Final grain size achieved with a die angle of (a) 90°; (b) 120°

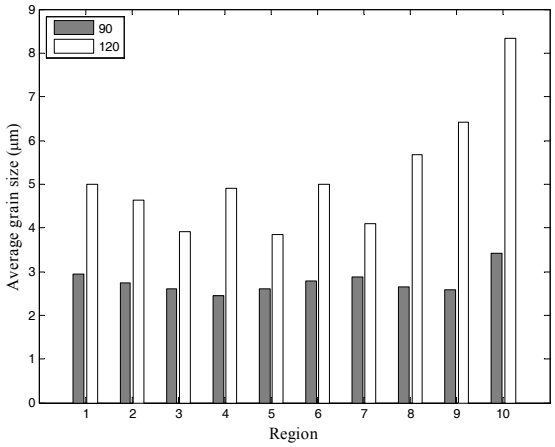


Fig. 4 Grain size distribution within different zones for ECAPed samples through dies with angles of 90° and 120°

4- Conclusions

The finite element method and Monte Carlo model have been used to simulate the annealing of in-homogeneously ECAPed AA6061 aluminum alloy. Based on the predicted results, the following conclusions can be made:

1. Inhomogeneity of the grain size in the recrystallized sample is reduced by increasing the annealing time.
2. The final grain size achieved for dies with an angle of 90° and 120° are 2.74 and 4.92 μm respectively.
3. The nucleus density approaches zero at the final downward zones in the 120° die due to low strain.

Simulation of the Microstructural Evolution of AA6061 in Equal Channel Angular Pressing Using Monte Carlo Method

M. Taheri[1], M.R. Abutalebi[2*], H. Seyedeyn[3]

B. Mohammadsadeghi[4]

1- Introduction

Recrystallization takes place due to energy storage from homogeneous deformation. Non-uniform strain field in a deformed sample due to sample geometry and inhomogeneous deformation leads to non-uniform grain size distribution. A great number of modelling studies have been carried out to simulate the equal channel angular pressing (ECAP) of aluminum alloys and annealing process of deformed alloy samples. However, very few studies in the literature have focused on modeling the microstructure evolution of ECAPed aluminum alloy sample during annealing. This work has been undertaken to simulate the annealing kinetics of ECAPed AA6061 using Mont-Carlo method to predict the grain size distribution after annealing. It is noted that the predicted strain distribution in the ECAPed aluminum alloy sample under various conditions was used as input data for the annealing kinetics model.

2- Numerical Model

The stress-strain distribution in the ECAPed AA6061 sample was predicted by 3D FEM using ABAQUS software. The output of the FEM model was then used in the Mont-Carlo model to simulate the microstructure evolution during annealing of the ECAPed aluminum alloy. The stored energy in the cross section of the ECAPed sample was calculated according to Eq. 1.

$$H = \frac{2\gamma}{D} \quad (1)$$

where D is the sub-grain size and γ the energy per unit area of the sub-grain boundary which is assumed to be 0.5 J/m^2 in this study. The sub-grain size is estimated based on Eq. 2.

$$D(m) = \left(3.5 + \frac{1.7}{\bar{\varepsilon}}\right) \times 10^{-7} \quad (2)$$

A 2D Mont-Carlo method was adopted to simulate the annealing kinetics. A domain with 100×100 grids was chosen in which a random number was allocated to each node in the domain named as $S_i \in <1,48>$ representing the orientation of the site in a grain.

Those sites encircled by other sites of the same orientation were then considered as grain inner area. The grain boundary is mapped in the neighboring sites that have different point of reference. The microstructure evolution in the model is considered as the re-orientation of each randomly selected site to the new random orientation of one of its nearest neighbors that is tracked by investigating the lattice site energy changes namely the grain boundary energy and stored energy.

3- Results and Discussion

Strain variations in the ECAped sample pressed in a die with die angle of 90° in the AB line direction is shown in Fig. 1. Strain decreases from A to B along the line AB which is due to flow velocity difference in the sample cross section which is in agreement with the work done by Iwahashi. The two pass strain–displacement graph of ECAP (at both die angles of 90° and 120°) were introduced as input data into the Mont-Carlo model to simulate recrystallization kinetics and the grain refinement process.

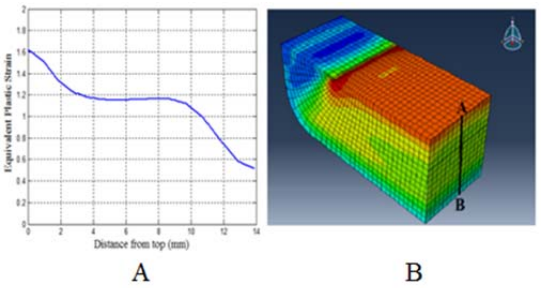


Fig. 1 Strain distribution in AB direction of ECAPed sample

The microstructural evolution of the sample ECAPed in the die with 90° die angle and annealed at 623°C is shown in Fig. 2-a to 2-d. The annealed grains begin to grow separately in the initial stages and then recrystallized grain coalescence happens in the intermediate stage of heating. After recrystallization is complete, grain growth takes place at a relatively low rate. It should be mentioned that the deformed grains were surrounded by recrystallized grains during the annealing process. This is called entrapment of grains. Fig. 3 illustrates the final microstructure in the ECAPed samples

[1] M.Sc. Student, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[2*] Corresponding Author, Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[3] Associate Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

[4] Assistant Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

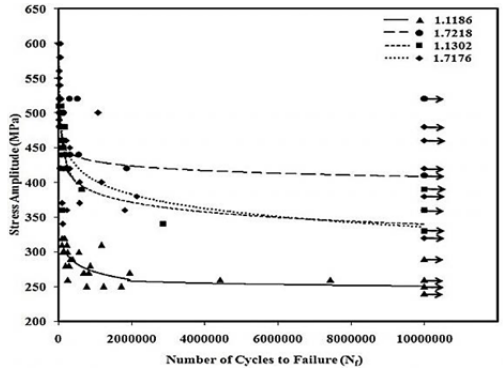


Fig. 1 S-N curve for the studied steels

3-3-Relationship between hardness and fatigue limit

The effect of inclusion size is expressed by the stress intensity factor (K_{Imax}) via the following equation:

$$K_{Imax} = C_1 \sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} \quad (3)$$

Where σ is the applied stress, √area is inclusion size and C_1 is a constant related to the location of the impurities. To determine the amount of √area, all broken specimens were examined using a SEM. After determining the inclusion which caused the failure, its dimensions are measured and √area is calculated. The relationship between stress intensity (K_{Imax}) generated by non-metallic impurities and the number of cycles that lead to failure (N_f), for all tested samples is shown in Fig. 2. It can be observed that by reducing K_{Imax}, N_f increases. According to Eq. 3, stress intensity depends on the applied stress and size of impurities.

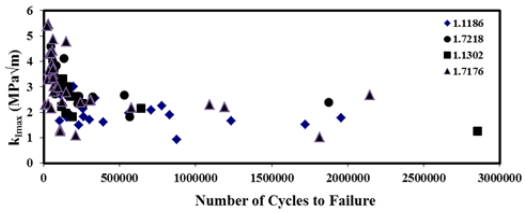


Fig. 2 Relationship between KImax and Nf in the studied samples

The stress intensity factor represents the increased amount of stress applied to the sample by impurities in the boundary between it and the matrix. The lowest K_{Imax} for each type of steel (called K_{Ith}), is the maximum strength of the matrix in fatigue testing. When stress values lower than K_{Ith} are applied to the sample, the microstructure will be able to resist fatigue fracture. According to this description, K_{Ith} factor could be a suitable measure for estimating the fatigue limit. Fig. 3 shows the relationship between fatigue limit and K_{Ith}. In this figure, we can see that with increase in K_{Ith}, σ_w also increases. Fig. 3 also shows the relationship between these two factors obtained using a trendline accordance to Eq. 4.

$$\sigma_w = (158.46\ K_{Ith}) + 125.51 \quad (4)$$

The relationship between the hardness of the examined steels and K_{Ith} is shown in Fig. 4. According to Fig. 3 with an increase in σ_w, K_{Ith} also increases. K_{Ith} can be a suitable criterion for estimating the fatigue limit since both have the same process as H_v. Eq. 5 which is obtained in the range of H_v <400, enables the prediction of the threshold stress intensity factor (K_{Ith}) with H_v.

$$K_{Ith} = (0.0046\ H_v) - 0.010 \quad (5)$$

By replacing Eq. 5 in Eq. 4, a new equation (Eq. 6) based on H_v results which can predict σ_w.

$$\sigma_w = (0.73\ H_v) + 123.8 \quad (6)$$

Eq. 6 can be used to determine the fatigue limit without any time-consuming and costly fatigue test. This equation is for steels with hardness values up to 400 HV.

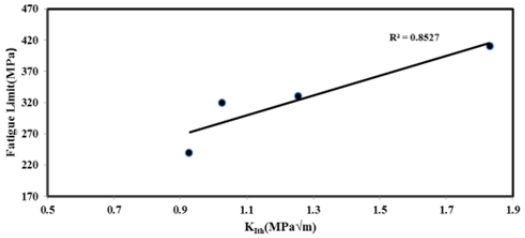


Fig. 3 Relationship between the threshold stress intensity factor (K_{Ith}) and fatigue limit for the examined steels

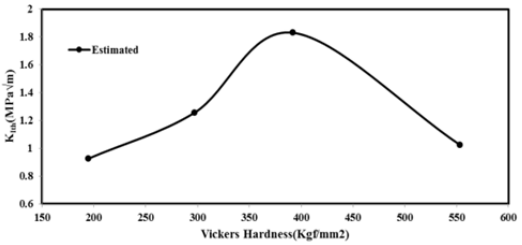


Fig. 4 Relationship between the stress intensity factor (K_{Ith}) and hardness for the examined steels

4- Conclusions

According to the fatigue tests conducted in this study and microstructural observations, the following results were obtained.

1- The fatigue limit of four commercial steels 1.1186, 1.1302, 1.7218 and 1.7176 with various hardness values, up to 400 Vickers hardness increases and then decreases at higher Vickers values.
2- The relationship between threshold stress intensity factor caused by non-metallic impurities and hardness is similar to the relationship between fatigue limit and hardness.
3- Simple equations for predicting σ_w and K_{Ith} using Vickers hardness, which is useful for industrial applications, were presented.

The Effect of Interaction Between Hardness, Inclusion and Microstructures on the Fatigue Behavior of Steel

S. Mortezaei[1] A.R. Mashreghi[2]*

1- Introduction

Fatigue is one of the main reasons for the destruction and failure of parts subjected to dynamic loads. Almost all failures due to fatigue are caused by cracks originating from stress concentration areas. Inclusions that are the source of stress concentration in parts, have a strong effect on fatigue strength. Constructing a suitable method to predict the fatigue limit in the presence of inclusions has been a long-time need for engineers. In the past years, many empirical relationships between ultimate tensile strength and hardness with fatigue limit have been proposed. For example, Murakami has predicted two equations for estimation of the lowest and highest fatigue strength. When metals are without defects, the highest fatigue limit can be obtained from Eq. 1 for HV<400.

$$\sigma_{wm} = 1.6H_V \quad (1)$$

When fatigue failure occurs by defects or non-metallic impurities, the lowest fatigue strength is achieved. Murakami et al. presented a useful and simple method based on two fundamental quantities for predicting σ_w. These two fundamental quantities are Vickers hardness, which represents the strength of the steel and √area. Area is defined as the biggest inclusion projected area perpendicular to the axis of the applied stress. Area is a factor for geometric expression of defect.

$$\sigma_{wd}=\frac{1.41(H_V+120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \quad (2)$$

Eq. 1 and Eq. 2 suggest a range of fatigue limits from the highest value for a perfect defect-free specimen to the lowest value for a defected specimen. A specific procedure (by using only Vickers hardness) for exact estimation of the fatigue limit in steels due to the effect of non-metallic impurities as the main cause of fatigue failure has still not been reported. Therefore, the aim of this paper is to offer a simple and relatively accurate new method for estimating fatigue limit by using the Vickers hardness due to the effect of non-metallic impurities and surface roughness.

2- Experimental

In this study for fatigue tests, fatigue standard samples of four types of commercial steels (DIN 1.7218،1.7176،1.1302،1.1186) were prepared following DIN 50113. In order to get different hardness values, each steel was subjected to a specific heat treatment cycle. These cycles are summarized in Table 1. After heat treatment, the microstructure and fatigue properties of the samples were investigated. Experiments continued until fracture of specimens or 10^7 stress cycles were reached. In each group, at least four hardness measurements on the heat-treated samples were conducted. The average hardness value was reported. To know the exact size and place of inclusions which caused fatigue failure and to better understand how the fracture occurred, the fracture surface of failed samples were studied by scanning electron microscopy (SEM).

Table 1 Heat treatment process and hardness of studied steels

Steel	Quenching media, Austenitizing time (min), Austenitizing temp. (°C)	Tempering temp. (°C)	Average hardness (H_v)
1.1186	Hot Rolled	-	195
1.1302	Air-1200(°C)	-	297
1.7218	Warm Oil, 30(min), 850(°C)	400	392
1.7176	Warm Oil, 55(min), 870(°C)	420	553

3- Results and Discussion

3-1- Microstructure Observation

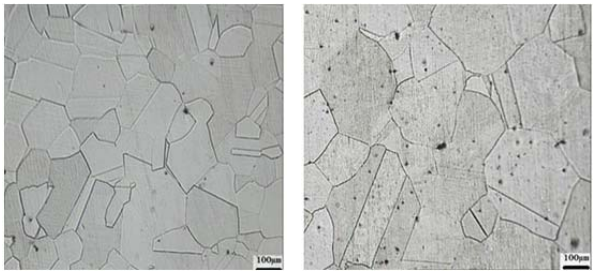
Microstructure observations showed that 1.1186 steel has a relatively fine ferrite-pearlite microstructure with 40% ferrite. 1.1302 steel has 30% ferrite and the rest is perlite with relatively course ferrite-pearlite structure. 1.7218 steel has 8% ferrite, 32% bainite and the remaining is tempered martensite. The microstructure of 1.7176 steel is completely tempered martensite. Both 1.1186 and 1.1302 steels have ferrite-pearlite structure; but because of the higher amount of ferrite in 1.1186 steel, this steel has a lower hardness value.

3-2- S-N curve

Fig. 1 shows S-N curves resulting from fatigue testing of all studied samples. A plateau in the range of 10^6 to 10^7 cycles can be seen in Fig. 1. This plateau is considered the fatigue limit. The fatigue limit for 1.1186, 1.1302, 1.7218 and 1.7176 steel is 240, 330, 410 and 320 MPa, respectively

[1] M.Sc. Student, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Yazd University, Yazd, Iran.

[2]* Corresponding Author, Associate Professor, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Yazd University, Yazd, Iran.
Email: amashreghi@yazd.ac.ir



(a) (b)

Fig. 1 Optical microscopy images of the hot rolled specimens; a) alloy 1 (without Al); b) alloy 2 (with Al)

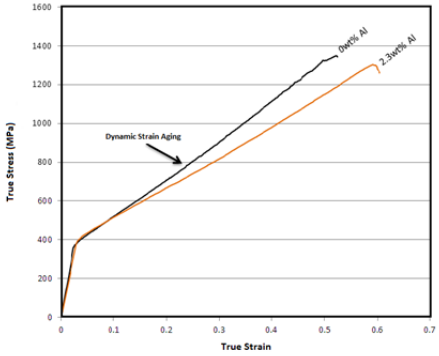
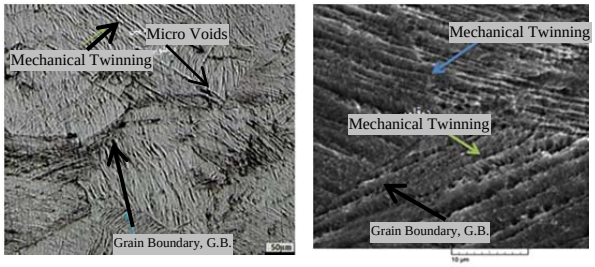


Fig. 2 True stress-strain curves for the studied alloys (alloy 1: ≈0% Al and alloy 2: 2.3 wt.% Al)

Fig. 2 shows that 2.3 wt.% aluminum addition increases all of the tensile properties (yield strength and elongation). Aluminum addition increases the required stress for slippage by solid solution strengthening mechanism. On the other hand, the lower strength during plastic deformation and increased elongation can be related to lowering of the DSA and increasing the TWIP activity in plastic deformation that delay the fracture.

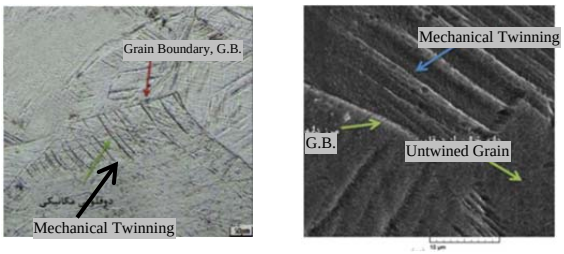
Fig. 3 and Fig. 4 present the optical microscopy and SEM images of the tensile specimen for alloy 1 and alloy 2, respectively (in the vicinity of the fractured surface). It can be observed that twinning is the main plastic deformation mechanism for both alloys but there are some differences between them. The twinning marks and voids can be observed in all of the deformed grains in alloy 1; this is related to the interaction between micro-twins and Mn-C dipoles. This feature is lowered in alloy 2.



(a) (b)

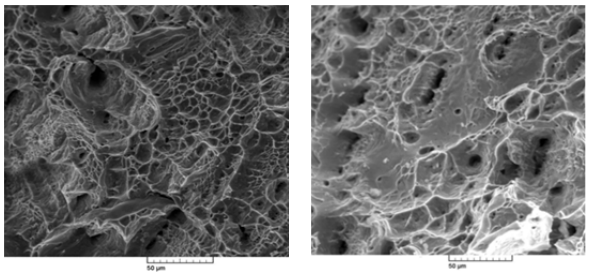
Fig.3 a) Optical microscopy image; b) SEM image of tensile specimen of alloy 1 (near the fractured surface)

Mechanical twins can be observed as micro-twins in the deformed grains. Interactions between the micro-twins and interaction of the micro-twins with Mn-C dipoles (DSA sources) can form micro-voids. These micro-voids can be observed more frequently and appear coarser in alloy 1 as compared to alloy 2.



(a) (b)

Fig. 4 a) Optical microscopy image; b) SEM image of tensile specimen of alloy 2 (near the fractured surface)



(a) (b)

Fig. 5 SEM images of the fractured tensile specimens; a) alloy 1 (without aluminum); b) alloy 2; (with aluminum)

Fig. 5 shows the SEM images of the fractured tensile specimens. The ductile fracture of the alloys can be observed due to more dimples on the fractured surfaces. These dimples are two types: initial dimples and secondary dimples. The initial dimples are larger than the secondary dimples (named micro-dimples which are between the initial dimples). The source of the initial dimples are nonmetallic inclusions or undissolved carbides but the source of micro-dimples are Mn-C dipoles formed by DSA and micro-twins interaction. The occurrence of these micro-dimples confirms that the space between the initial dimples did not fracture by shearing mechanism.

On the one hand, the removal or attenuation of dynamic strain aging phenomenon in alloy 2 reduces strength and by reducing barriers to slip dislocations, the total plastic strain has increased.

4- Conclusions

1. The hot rolled microstructure shows that 2.3wt.% aluminum addition to Fe-17Mn-0.6C increases the austenite grain size from 97 to 148 µm.
2. Aluminum addition increases the tensile properties (yield strength from 366 to 405MPa and elongation from 0.52 to 0.54) but decreases the strength at any plastic strain. The UTS remains unchanged.
3. Aluminum addition decreases serration flow and attenuates dynamic strain aging mechanism.
4. Fractography and microscopic images show that micro-twins and DSA interactions can form micro-dimples between initial dimples which improves the ductile fracture of the alloy.

Effect of Aluminum Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of High Manganese Austenitic Steel Fe-18Mn-0.6C

Saeed Majidi[1] Shahram Kheirandish[2]
Majid Abbasi[3]

1- Introduction

Alloying of austenitic manganese steel by adding aluminum is a new research topic in the development of Fe-Mn-Al-C system. High manganese austenitic steels have a good work hardening ability and strength with very high toughness. As a result, these steels are used as automotive steel sheets to improve safety.

The unique mechanical property of these steels is due to the interaction between different mechanisms of plastic deformation and work hardening such as transformation induced plasticity (TRIP), twinning induced plasticity (TWIP), dynamic strain aging (DSA), stacking fault energy (SFE).

Low SFE values in these steels has caused TWIP and TRIP plastic deformation mechanisms to have a more proactive effects on the slip and the interaction of dislocations.

The amount of SFE depends on the chemical composition and temperature. For example, aluminum addition increases the SFE. On the other hand, increasing the SFE alters the TRIP deformation mechanism to TWIP and TWIP to slippage of dislocations.

In this study, the effect of aluminum addition on the microstructure and tensile properties of medium carbon austenitic manganese steel was studied.

2- Experimental

The melting and alloying operations were carried out in a 100kg induction melting furnace under argon atmosphere. After steelmaking, the alloy was poured into an investment casting mold (14mm×6mm×3mm) preheated to 1100°C.

The chemical composition of the investigated alloys (Fe-18Mn-0.6C and Fe-18Mn-0.6C-2.5Al) were determined using inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry and XRF, and the results are presented in Table 1. In addition, the SFE values measured by equation 1 are presented in Table 1.

Table 1 Chemical composition and measured SFE for the investigated alloys

Alloy	wt.%*				SFE mJ/m^2
	Mn	C	Al	Fe*	
1: without Al	18.12	0.62	0.01	bal.	21.7
2: Al alloyed	18.04	0.64	2.32	bal.	34.3
* Si=0. sum of other elements=0.1 wt. %					

$$\gamma_{sfe} = 20 - 259X_{Fe} + 21X_{Mn} - 2459X_C + 297X_{Al} - 90X_{eSi} - 466\frac{X_{Fe}.X_{Mn}}{X_{Fe}+X_{Mn}} + 2550\frac{X_{Fe}.X_C}{X_{Fe}+X_C} + 3323\frac{X_{Fe}.X_{Al}}{X_{Fe}+X_{Al}} + 107\frac{X_{Fe}.X_{Si}}{X_{Fe}+X_{Si}} \quad (1)$$

where X_{Fe}, X_{Mn}, X_{Al}, X_C and X_{Si} are mole fractions of the alloying elements.

The homogenizing heat treatment was conducted at 1100°C for 2hr followed by a 5 step hot rolling process to reduce the thickness of the specimens from 30mm to 4mm. Then, for heat treating, the as rolled specimens were heated and held at 1100°C for 10min and then cooled in water to obtain full austenitic microstructure.

Tensile test was carried out at ambient temperature. Microstructural investigation and fractography on the two steels were conducted using optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM).

3- Results and Discussion

Fig. 1 shows the optical microscopy images of the hot rolled specimens before tensile testing. It is observed that the microstructures contain homogenous austenite grains that have thermal twinning marks in some grains. These twinning marks are due to low SFE values of the alloys. In addition, the aluminum alloyed specimen has some nonmetallic inclusions which might be aluminum oxide or aluminum nitride. Image analysis determined that 2.3 wt.% aluminum addition increases the grain size from 97 to 148µm. This increase is related to the increased SFE. The increased SFE due to aluminum addition has decreased the twinning during and after hot rolling and also decreased the nucleation sites for dynamic recrystallization and as a result, increased the final austenite grains size.

Fig. 2 shows the true stress-strain curves for both alloys (alloy 1: without aluminum and alloy 2: 2.3 wt.% aluminum). It is observed that for alloy 1, the serrated flow started at strain 0.27 and it is continued until the specimen has fractured. This serrated flow is related to the interaction between dynamic strain aging (DSA) and slipping mechanisms. On the other hand, for alloy 2, the serrated flow is lowered due to decreased activity of carbon in the alloy with aluminum addition.

[1] M.Sc. Student, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

[2] Professor, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology (IUST)

[3]* Corresponding Author, Department of Metallurgy and Materials Engineering, Babol Noshirvani University of Technology, Babol, Iran
Email: abbasim@nit.ac.ir

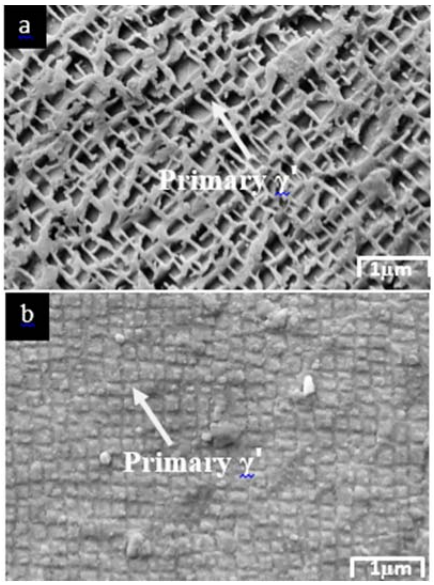


Fig. 1 SEM micrograph of a) as cast; b) after heat treatment number 3 from Table 2 showing primary γ'

Fig. 1.b shows the SEM micrograph of primary γ' in the sample subjected to heat treatment cycle 3 (Table 2). The primary γ' size in this sample is within the range of 470±10nm occupying 45±3vol% of the microstructure. Comparing the microstructure of the heat-treated alloy with the as-cast one (Fig. 1.a and Fig. 1.b), shows an 80% increase in the volume fraction and 50nm in the size of the primary γ' in the heat treated condition. The shape of the primary γ' is changed to ordered cubic structure compared to the as-cast structure. This morphology is most desired for high temperature mechanical properties of this alloy. The appearance of perfect cubic and increased volume fraction of primary γ' compared to other samples can be related to the heat treatment cycles with full solution which decrease the segregation caused during casting and also the partial solution implemented afterwards which set the conditions for the formation of primary γ' with the desired morphology and high volume fraction during aging.

4- Conclusions

1. The optimum heat treatment cycle to create the best microstructure for IN100 superalloy includes full solution at 1210°C for 2h and partial solution at 1080°C for 4h followed by aging at 900°C for 10h. The volume fraction and average size of primary γ' increase about 80% and 12% respectively compared to the as-cast condition.
2. Full solution with partial solution before aging treatment will cause the formation of ordered cubic primary γ' in the microstructure. It can be deduced that, by two stage solution, the decomposition of some MC carbides leads to change in the morphology of these carbides from blocky to spherical. In addition, some of the MC carbides during this cycle transformed to $M_{23}C_6$ and M_6C within the grains and at the grain boundaries.

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy

A. Rahimi[1]*, Sh. Mirdamadi[2], S.H. Razavi[3]

S.M. Abbasi[4]

1-Introduction

IN100 nickel-based superalloy is one of high temperature strength superalloys used for producing nozzles, blades, air jet turbine blades and forged molds at high temperatures. This superalloy is produced in the shape of castings and has the ability to be aged.

The microstructure of this superalloy consists of several phases including: austenitic matrix γ, coherent and regular deposits of primary γ' [(Ni_3(Ti, Al)] (~450nm), secondary γ' (~15-30nm) and tertiary γ' (<15nm) and various carbides. Carbides include: primary MC carbides which contain Ti and Mo, M_6C carbides rich in Ni, Co, Mo and Cr and $M_{23}C_6$ carbides rich in Cr. The microstructure of this alloy is highly dependent on the history of casting and heat treatment. Therefore, by selecting an optimum casting procedure and heat treatment cycles the desired microstructure and mechanical properties can be achieved. One of the most important heat treatment cycles that has attracted a lot of attention is full solution treatment (before partial solution and aging treatments). Therefore, studying the microstructural changes during the heat treatment cycles which includes complete solution, partial solution and aging can control the microstructure and mechanical properties of the final product. So far, some effort has been spent on modifying the microstructure of superalloys which will lead to performance improvements. Despite the history and widespread use of IN100 superalloy, limited research about the effects of heat treatment on the microstructure has been reported. The main reason is that this superalloy is used more often in the as-cast state. Thus, in the present work, microstructural changes of the alloy including morphology, size and volume fraction of different phases has been evaluated after various solution treatment cycles.

2- Materials and Experimental procedure

The chemical composition of IN100 superalloy used in this study, measured by Spark Emission Spectrometer is shown in Table 1.

Table 1 Chemical composition of IN100

Ni	Al	Ti	Cr	Co	Mo	C	V	S
Bal.	5.23	4.41	9.82	15.07	3.01	0.18	1.02	0.008

Samples with dimensions of 20×20×20mm were selected and subjected to heat treatment cycles according to Table 2. The microstructure of the as-cast sample was also evaluated to compare and understand the effects of heat treatment.

Table 2 Heat Treatment cycles

Number	Heat Treatment cycle	Full Solution(hr/℃)	Partial Solution(hr/℃)	Aging(hr/℃)
1	Partial Solution	-	4/1080	10/900
2	Full Solution	2/1210	-	10/900
3	Partial Solution+ Full Solution	2/1210	4/1080	10/900
4	Full Solution	2/1160	-	-
5	Full Solution	2/1185	-	-
6	Full Solution	2/1210	-	-
7	Full Solution	2/1235	-	-

The samples were cooled in air after each heat treatment and then the next stage of heat treatment was implemented. Metallographic samples were prepared using standard polishing procedures according to ASTM E3-01 with dimensions of 15×15×15mm. The microstructure was revealed using 10g Cu_2S+50ml HCl+50ml H_2O solution. A XMU TESCAN scanning electron microscope (SEM) with an energy dispersive spectroscopy (EDS) analyzer operating at 15kV and Olampya optical microscope (OM) were used to analyze the morphology and distribution of the phases. EDS analysis was also used to detect phases.

3- Results and Discussions

Fig. 1.a shows the SEM micrograph of the as-cast IN100 alloy. Unregulated cubic primary γ' precipitates aligned randomly with an average size of 420±20nm and a volume fraction of 25±3%. As a result of non-equilibrium solidification, the primary γ' with suitable morphology and desired volume fraction did not form. Primary γ' formed during solidification.

[1]* Corresponding Author, M.Sc. Student, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology (IUST)
Email: ahmadrahimi1367@gmail.com

[2] Professor, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology (IUST)

[3] Associate Professor, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology (IUST)

[4] Metallic Materials Research Center (MMRC), Malek-Ashtar University of Technology

CONTENTS

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy	A. Rahimi Sh. Mirdamadi S.H. Razavi S.M. Abbasi	1
Effect of Aluminum Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of High Manganese Austenitic Steel Fe-18Mn-0.6C	S. Majidi S. Kheirandish M. Abbasi	13
The Effect of Interaction Between Hardness, Inclusion and Microstructures on the Fatigue Behavior of Steel	S. Mortezaei A.R. Mashreghi	23
Simulation of the Microstructural Evolution of AA6061 in Equal Channel Angular Pressing Using Monte Carlo Method	M. Taheri M. R. Aboutalbei S. H. Seyedein B. M. Sadeghi	37
The Study of Micro-segregation in Al-Cu Alloys Using Thermal Analysis and Numerical Modeling	M.H. Avazkonandeh-Gharavol M. Haddad Sabzevar	51
Optimum Brazing Conditions for Joining Commercially Pure Titanium to 304L Stainless Steel using BAg-8 Silver Filler Metal	P .Saremi M. Kasiri	73
Fabrication and Study of Wear Properties of AA8090 Composite Reinforced with SiC Particles after Precipitation Hardening with Directional Quenching	A. Kebriyaei H. Saghafian S. Sh. Mirdamadi	87
Investigation of Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low Carbon Ti-Nb Bearing Microallyed Steel by Means of Dilatometry and Metallography	A.S.Moosavi S.S.Ghasemi M.Kalantar	99
Effective Parameters in Synthesis and Properties of Monolithic Oxynitride Glasses Prepared by Sol-gel Method	S. Ahmadi B. Eftekhari Yekta H. Sarpoolaky A. Aghaei	109

JOURNAL OF METALLORGICAL AND MATERIALS ENGINEERING FERDOWSI UNIVERSITY OF MASHHAD

Ferdowsi University of Mashhad

ISSN 2008-7462

General Director: A. Haerian Ardakani
Editor-Chief : J. Vahdati Khaki
Published: Ferdowsi University of Mashhad

Editorial Board:

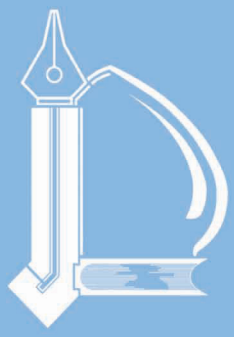
R. Azari khosroshahi	Associate Professor	Sahand University of Technology
R. Bagheri	Professor	Sharif University of Technology
J. Javadpour	Professor	Iran University of Science & Technology
A. Haerian Ardakani	Professor	Sadjad University of Technology
M. Haddad Sabzevar	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
S. M. Zebarjad	Professor	Shiraz University
S. A. Sajjadi	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
M. Salehi	Professor	Isfahan University of Technology
M. R. Torroghinejad	Associate Professor	Isfahan University of Technology
H. Arabi	Professor	Iran University of Science & Technology
M. Kashefi Torbati	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
A. R. Kiani Rashid	Professor	Ferdowsi University of Mashhad
M. Mazinani	Associate Professor	Ferdowsi University of Mashhad
J. Vahdati Khaki	Professor	Ferdowsi University of Mashhad

Text Editor: A. kamyabigol

Administrative Director: T. Hooshmand

Journal of Metallorgical and Materials Engineering
Department of Materials Science and Engineering, Ferdowsi University of Mashhad,
P. O. Box. 91775-1111, Mashhad, I.R.IRAN
Tel: +98 51 38763301; Fax: +98 51 38806024; Email: ejour@um.ac.ir
Web site: http://jmme.um.ac.ir

ISSN 2008 -7462



Ferdowsi University
of Mashhad

JOURNAL OF METALLURGICAL AND MATERIALS ENGINEERING

(Journal of School of Engineering)

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy 1
A. Rahimi - Sh. Mirdamadi - S.H. Razavi - S.M. Abbasi

Effect of Aluminum Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of High Manganese Austenitic Steel Fe-18Mn-0.6C 13
S .Majidi - S. Kheirandish - M. Abbasi

The Effect of Interaction Between Hardness, Inclusion and Microstructures on the Fatigue Behavior of Steel 23
S. Mortezaei - A.R. Mashreghi

Simulation of the Microstructural Evolution of AA6061 in Equal Channel Angular Pressing Using Monte Carlo Method 37
M. Taheri - M. R. Aboutalbei - S. H. Seyedein - B. M. Sadeghi

The Study of Micro-segregation in Al-Cu Alloys Using Thermal Analysis and Numerical Modeling 51
M.H. Avazkonandeh-Gharavol - M. Haddad Sabzevar

Optimum Brazing Conditions for Joining Commercially Pure Titanium to 304L Stainless Steel using BAg-8 Silver Filler Metal 73
P. Saremi - M. Kasiri

Fabrication and Study of Wear Properties of AA8090 Composite Reinforced with SiC Particles after Precipitation Hardening with Directional Quenching 87
A. Kebriyaei - H. Saghafian - S. Sh. Mirdamadi

Investigation of Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low Carbon Ti-Nb Bearing Microallyed Steel by Means of Dilatometry and Metallography 99
A.S.Moosavi - S.S.Ghasemi - M.Kalantar

Effective Parameters in Synthesis and Properties of Monolithic Oxynitride Glasses Prepared by Sol-gel Method 100
S. Ahmadi - B. Eftekhari Yekta - H. Sarpoolaky
A. Aghaei

Serial No. 15

Vol. 28, No. 1
Autumn & Winter 2017