

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



تولید آلیاژ آمورف پایه آهن $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی

چکیده

در این تحقیق آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ با استفاده از مواد اولیه نسبتاً ارزان قیمت و به روش آلیاژسازی مکانیکی، تولید گردید. بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی تحت اتمسفر آرگون فلز آمورف با ۸۷ درصد فاز آمورف تولید گردید. در ابتدا جهت بررسی میزان تاثیر اتمسفر اعمالی و همچنین مواد افزودنی بر درصد آمورف شدن در سیستم آلیاژی $\text{Fe}_{75-x}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_x$ ، آلیاژسازی مکانیکی تحت اتمسفر آرگون و نیتروژن و همچنین یک درصد سرب در بازه های ۱۰ ساعت انجام شد. مطالعات ریزساختاری بر روی پودرها به روش پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) نشان داد که آلیاژسازی تحت اتمسفر نیتروژن سبب افزایش میزان کریستاله شدن می شود و سرب نیز با نسبت کمتری، تحت اتمسفر آرگون سبب افزایش میزان کریستاله شدن می شود. مورفولوژی پودرها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد.

واژه های کلیدی: آلیاژ آمورف، آلیاژسازی مکانیکی، پایه آهن، درصد آمورف، پراش سنجی پرتو ایکس.

مقدمه

فلز از دو جز اصلی تشکیل شده است فاز کریستالی که همان دانه است و فاز آمورف که مرزدانه ها است. در تاریخ گسترش فلزات، متالورژیست ها نسبت این دو جز را با تغییر اندازه ی دانه کنترل می کردند برای مثال تک کریستال ها با نداشتن مرزهای دانه ای درصد فاز آمورف آنها برابر صفر می باشد که برای کاربردهای الکتریکی و پره های توربین تحت دمای بالا استفاده می شد. به هر حال همیشه خط قرمزی پیشرفت های بشری را تا مدتی محدود می کند و بعد از آن خط قرمز شکسته می شود. آلیاژهای آمورف یک عبور از این خط قرمز برای فلزات سنتی بود که دانه ای ندارد و درصد فاز آمورف نزدیک به صددرصد است. آلیاژهای آمورف پایه آهن خواص ویژه ای دارند که البته محدودیت هایی در تولید آن ها وجود دارد که بررسی روش های تولید جدید برطرف کردن این محدودیت ها کمک می کند.

مبانی نظری پژوهش

آمورف شدن توسط آلیاژسازی مکانیکی با واکنش نفوذ در خود میان سطوح ذرات و در دماهای نسبتا پایین اتفاق می افتد. تبدیل شدن به فاز آمورف در آلیاژسازی مکانیکی به انرژی فراهم شده توسط دستگاه آسیاب کاری و خواص ترمودینامیکی سیستم آلیاژی بستگی دارد. ترمودینامیک و اصول سینتیک آمورف شدن در حالت جامد و یا آلیاژسازی مکانیکی توسط اسپارز^۱ و جانسون^۲ بررسی شده است [۲]. آن ها دو دلیل عمده برای تشکیل آلیاژ آمورف در سیستم های دو جزئی مشخص کردند: (۱) گرمای انحلال منفی بالا میان عناصر تشکیل دهنده. (۲) عدم تقارن زیاد در ضرایب نفوذ اجزای تشکیل دهنده ی ترکیب. (۳) یک فاز آمورف از لحاظ سینتیکی زمانی تشکیل می شود که فرآیند آمورف شدن سریعتر از کریستاله شدن باشد. همچنین محققان معتقدند که در حین آسیاب کاری آلیاژهای کریستالی همگن، انرژی داخلی شبکه با تشکیل عیوب کریستالی افزایش می یابد. وقتی انرژی آزاد ساختار کریستالی از انرژی آزاد فاز آمورف بیشتر شد ساختار کریستالی می تواند به آمورف تبدیل شود. مطالعات وسیعی بر آلیاژهای آمورف پایه آهن تولید شده توسط آلیاژسازی مکانیکی انجام شده است که شامل سیستم های دو جزئی Fe - B ، Fe - Cr ، Fe - و Fe - Zr و سه جزئی Fe - Zr - B و Fe - Si - B و همچنین چند جزئی همانند Fe - Al - P - C - B ، Fe - Nb - Si - Cu - B ، می باشد. آلیاژ آمورف پایه آهن با ترکیب Fe - Cr - Mo - B - P - Si - C توسط آلیاژسازی مکانیکی در دانشگاه اصفهان تولید شد.

1 - schwarz

2- janson

پیشینه ی پژوهش

با بررسی اجمالی خواص آلیاژ آمورف پایه آهن Fe-Si-P-C-B دارای ارزش بالایی جهت بررسی است وجود خواص کاربردی ویژه این ترکیب را صنعتی نموده است افزودن عناصر آلیاژی اگرچه در مواردی باعث بهبود خواص می شود ولی فاکتور قیمت تولید که از مهمترین بخش های صنعتی شدن است را فراهم نمی کند از این رو در این تحقیق به ساخت و بررسی آلیاژ آمورف Fe-Si-P-C-B با روش آلیاژسازی مکانیکی پرداخته شده است که مواد اولیه آن ارزان قیمت است. همچنین تلاش شده است که تاثیر متغیرهای دیگری از قبیل اتمسفر اعمالی و مواد افزودنی غیر متعارف و ارزان قیمت را بر فرآیند تولید، ساختار و خواص بررسی کرد.

روش پژوهش

در این تحقیق به منظور کاهش هزینه تولید از مواد اولیه ای استفاده شد که به صورت ترکیبی از دو عنصر مورد نظر در سیستم آلیاژی نهایی بوده است. معمولا برای تهیه ی این ترکیب آلیاژی از عناصر به صورت خالص استفاده می شود چون عناصر فلزی نسبت به ترکیبات دوتایی گران قیمت تر است و همچنین بعضی عناصر از قبیل فسفر به صورت خالص حالت انفجاری دارد و تهیه آن مشکل است لذا ترجیحا فلزات به صورت ترکیبی استفاده شد. بر اساس مطالب مروری و دلایلی که قبلا اشاره شد ترکیب $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}Pb_x$ در این تحقیق مورد آزمون و بررسی قرار گرفت. این سیستم نیاز به درصد وزنی مشخصی از عناصر آهن، کربن، سیلیسیم، فسفر، و بور دارد. جهت تامین این عناصر در سیستم آلیاژی از مواد اولیه به شرح جدول ۱ استفاده شد.

جدول ۱- دانه بندی و میزان خلوص مواد اولیه

نام عنصر/ترکیب	نماد شیمیایی	اندازه ذرات (μm)	خلوص (%)
آهن	Fe	۵۰-	۹۹/۹
کربن	C	۱۰۰-	۹۹/۹
کاربید سیلیسیم	SiC	۵۰-	۹۹/۹
کاربید بور	B ₄ C	۱۰۰-	۹۹/۵
فسفید آهن	Fe ₃ P	۱۰۰-	۹۹
سرب	Pb	۱۵۰-	۹۹/۵

گرافیت معمولا از موادی می باشد که به عنوان روان ساز به پودر اضافه می کنند. در این تحقیق خود گرافیت در نقش تامین کننده ی کربن ترکیب جز مواد اولیه است که نقش روان ساز را نیز دارد.

افزودن یک درصد سرب

سرب با وجود درصد انحلال پایین در شبکه کریستالی آهن [۳] با گرمای انحلال مثبت به دلیل قیمت مناسب، شعاع اتمی بزرگ و همچنین اختلاف الکترونگاتیوی نسبتا بالا با آهن در ترکیب آلیاژی به صورت $Fe_{76-x}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}Pb_x$ با یک درصد وزنی سرب تهیه و مورد بررسی قرار گرفت. مشخصات پودر سرب در جدول ۲ بیان شده است. دلیل انتخاب سرب به عنوان یک ماده افزودنی به سیستم آلیاژی سه دلیل عمده ذکر شده در فوق می باشد و هدف آن بررسی مناسب یا نامناسب بودن سرب در سرعت تولید و دیگری خواص مواد تولید شده است.

انتخاب فرآیند

این سیستم آلیاژی بنا بر بررسی های ترمودینامیکی و سینتیکی انتخاب شده است [۱]. البته بر این سیستم بررسی های فراوانی انجام شده که معمولا به روش های ذوبی انجام شده است ولی در این تحقیق به روش آلیاژسازی مکانیکی این فلز تهیه و سپس مورد بررسی قرار گرفت. هزینه بر بودن فرآیندهای دیگر تولید فلزات آمورف برای این سیستم آلیاژی یکی از عوامل اصلی در انتخاب این روش می باشد. یکی از محدودیت های اساسی فلزات آمورف در روش های ذوبی علاوه بر هزینه ی تولید بالا تولید با ضخامت های اندک است. از جهت دیگر آلیاژ آمورف $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ با وجود خواص حرارتی، مکانیکی و مغناطیسی بالا داکتیلیتی پایینی دارد. تولید آلیاژ آمورف با شکل پودر امکان زینتر کردن و یا حتی کامپوزیت کردن آلیاژهای آمورف را فراهم می کند که به آن می توان خواص آلیاژ را بهبود داد. مجموعه ی این عوامل با در نظر گرفتن مبنای کاربرد صنعتی آلیاژ آمورف باعث انتخاب این روش جهت تولید شد.

درصد وزنی پودرها

محفظه ی دستگاه آلیاژسازی مکانیکی که استفاده شد به صورت تقریبی می تواند ۵ گرم پودر در خود جای دهد لذا به همین مقدار مخلوط پودری از مواد اولیه نیاز هست که با توزین توسط ترازو دیجیتال با تقریب ۰/۰۱ گرم و با درصد وزنی مشخص و بر اساس سیستم آلیاژی $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ انجام شد. با توجه به اینکه برخی از مواد اولیه به صورت ترکیب می باشد از روابط استوکیومتری و بر اساس جرم مولی میانگین بیان شده در جدول تناوبی استفاده شد. بر اساس محاسبات انجام شده جهت تهیه ۵ گرم پودر از هر کدام از عناصر و ترکیبات مواد اولیه به مقادیر مندرج در جدول ۲ استفاده شد.

جدول ۲- وزن مواد اولیه جهت تهیه ۵ گرم مخلوط پودری

نام عنصر/ترکیب	نماد شیمیایی	وزن لازم (g)
آهن	Fe	۱/۴۴
گرافیت	C	۰/۲۱
سیلیسیم کاربید	SiC	۰/۲۴
آهن فسفید	Fe ₃ P	۲/۷۹
بور کاربید	B ₄ C	۰/۳۲

پس از اختلاط اولیه ی پودرهای عنصری توزن شده مطابق با استوکیومتری، تعدادی گلوله از جنس فولاد کروم سخت شده با قطر های متفاوت و با وزن تقریبی ۱۰۰ گرم در داخل محفظه های دستگاه آسیا کاری دو محفظه ای مدل گلوله ای گذاشته شد از دمش گاز آرگون با خلوص بالا جهت کاستن آلودگی های ناشی از وجود هوا و همچنین اکسید شدن در عملیات آسیاب کاری استفاده شد. با دمش گاز آرگون با فشار مناسب در داخل محفظه هوای موجود در محفظه خارج شده و ورود و خروج گاز آرگون به داخل محفظه حدود ۶۰ ثانیه ادامه داشت. فشار گاز آرگون باید به نحوی باشد که از خروج پودرها جلوگیری شود. پس از اطمینان از تخلیه هوای موجود در داخل محفظه، شیر خروجی بسته شده و دمش گاز آرگون حدود ۶۰ ثانیه ادامه داشته و اتمسفر داخل محفظه گاز خنثی آرگون می شود و به این ترتیب از اکسید شدن پودرها در حین فرایند آلیاژسازی جلوگیری می شود. جهت کاهش زمان رسیدن به فلز آمورف و به تبع آن کاهش هزینه ی تولید یکی از فاکتورهایی که می توان تغییر داد نوع گاز به کار رفته در فرآیند گاز دهی است از این رو گازدهی با نیتروژن برای نمونه ی $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ انجام شد و به مدت ۱۰ ساعت آسیاب کاری شد. گاز نیتروژن با خلوص بالا در این تحقیق استفاده شد. نمونه ی اولیه بدون آسیابکاری به این نحو تهیه شد که مخلوط پودری مواد اولیه در الکل قرار داده شد با بهم زدن و تبخیر الکل، نمونه ی اولیه ساخته شد و از آن به مقدار ۱۰۰ میلی گرم جهت XRD نمونه برداری شد. سپس در بازه های زمانی ۱۰ ساعته هر بار به مقدار ۱۰۰ میلی گرم نمونه برداری از مخلوط پودری آسیاب کاری شده در دستگاه آلیاژسازی مکانیکی انجام شد که پس از هر بار نمونه برداری آرگون دهی به روش بیان شده در بند ۳-۲-۶ انجام می شد. نمونه ها در کپسول های شیشه ای با درب پلیمری و پاک شده با اتانول ۹۸٪ جهت جلوگیری از آلودگی نگهداری شدند.

آنالیز تفرق اشعه ی ایکس

به منظور شناسایی فازها و تخمین اندازه کریستالیت، آزمایش تفرق اشعه ایکس (XRD) با گام های ۰/۰۳ و زمان نمونه گیری هر گام ۱۵ با استفاده از پرتو CuK_{α} با طول موج ۱/۵۴۰۶ آنگستروم در یک دستگاه تفرق اشعه ایکس (XRD; Bruker Advance2) که در شکل ۳-۴ تصویر آن مشاهده می شود، انجام شد. آنالیز XRD بر روی نمونه ها از 2θ برابر ۳۰ الی ۸۵ درجه انجام شد. از نتایج به دست آمده از آنالیز تفرق اشعه ایکس برای محاسبه اندازه کریستالیت، پارامتر شبکه، چگالی، کرنش ساختاری و همچنین محاسبه درصد آمورف شدن استفاده شد. بررسی های کمی و کیفی داده های دستگاه XRD توسط نرم افزار Match و Excel انجام شد.

اندازه کریستالیت

اندازه دانه و کرنش شبکه پودر آسیابکاری شده به علل گوناگون مورد توجه قرار دارد، چرا که ترکیب فازی، رفتار استحاله ای و ... پودر تولید شده به شدت به اندازه دانه و کرنش ذرات وابسته می باشد. میزان پهن شدگی پیک های اشعه ایکس به وسیله رابطه ی زیر به اندازه کریستالیت^۳ ها مربوط می شود. معمولاً این اندازه گیری از روی محاسبه پهن شدگی در نصف حداکثر شدت پیک و استفاده از قانون شرر^۴ انجام می شود. [۵]:

1- Crystallite size

4- scherrer

$$D_{XRD} = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

که در آن B میزان پهن شدگی در نصف حداکثر شدت پهنای پیک در نصف ارتفاع ماکزیمم (FWHM) پیک انتخاب شده بر حسب رادیان می‌باشد. در این تحقیق، اندازه کریستالیت‌ها بر اساس پیک ماکزیمم آهن برای صفحه ی کریستالی ۱۱۰ محاسبه شد. λ طول موج اشعه ایکس استفاده شده، d اندازه کریستالیت و θ زاویه پراش پیک است. این روش تمامی پهن شدگی را به کاهش اندازه دانه ها مربوط می داند، اما در حقیقت θ پیک و تصور اینکه کار سرد باعث ریز شدن دانه ها بشود و در عین حال ماده دچار تغییر شکل غیریکنواخت نشود مشکل است. این در حالی است که یکی از خصوصیات بارز روش آسیاکاری تحمیل کارسرد شدید به مخلوط است. روش تکمیلی به نام معادله ویلیامسون - هال می تواند در مشخص کردن نقش هر کدام از عوامل بالا در پهن شدگی موثر باشد. با توجه به اینکه پهن شدگی پیک های پراش اشعه ایکس ناشی از ریز شدن کریستال ها متناسب با $\cos \theta$ است و در مقابل کرنش شبکه متناسب با $\tan \theta$ است، معادله زیر به این منظور پیشنهاد می شود.

$$B = \frac{0.9\lambda}{d \cos \theta} + 4\eta \tan \theta \quad (2)$$

که به شکل زیر قابل بازنویسی است.

$$B \cos \theta = \frac{0.9\lambda}{d} + 4\eta \sin \theta \quad (3)$$

در این صورت اگر $B \cos \theta$ بر حسب $\sin \theta$ رسم شود یک خط با شیب η و عرض از مبدا $\frac{0.9\lambda}{d}$ به دست خواهد آمد با استخراج این داده ها از خطوط بدست آمده می توان اندازه کریستالیت ها و کرنش شبکه را تعیین نمود و تاثیر هر کدام را به طور جداگانه محاسبه نمود.

پارامتر شبکه و چگالی

پارامتر شبکه آهن به طور تقریبی و با توجه به ساختار مکعبی آن از طریق فرمول متداول ارائه شده در رابطه (۳) به دست آمد:

$$a = \frac{\lambda}{2} \frac{[h^2 + k^2 + l^2]^{\frac{1}{2}}}{\sin \theta} \quad (4)$$

جایی که λ طول موج $CuK\alpha$ ، h، k و l اندیس‌های میلر و θ زاویه تفرق مربوط به صفحه (h k l) می‌باشد.

همچنین با استفاده از پارامتر شبکه به دست آمده، چگالی پودرهای تولیدی از رابطه (۳) محاسبه شد:

$$d_x = \frac{ZM}{Na^3} \quad (5)$$

که Z تعداد اتم‌ها در سلول واحد شبکه آهن (دارای ۲ اتم)، M وزن اتمی میانگین آهن، a پارامتر شبکه و N عدد آووگادرو است.

میزان کرنش شبکه ای

مقدار η بدست آمده در واقع میزان کرنش شبکه را به طور تقریبی محاسبه می نماید.

تعیین درصد آمورف شدن

تغییرات در نظم ساختاری می تواند توسط روش استریکلر^۵ اهلبرگ^۶ بررسی شود. در این روش که با استفاده از نتایج XRD حاصل می شود، رابطه زیر مورد استفاده قرار می گیرد [۶].

$$K = \frac{B_0}{I_0} \times \frac{I_x}{B_x} \times 100 \quad (6)$$

که در آن K درصد فاز بلورین است، B_0 و B_x به ترتیب مربوط به پیک های زمینه و I_0 و I_x مربوط به شدت پیک های حاصله در الگوی پراش است. اندیس های ۰ و x به ترتیب مربوط به نمونه قبل از آسیاکاری و نمونه ی مورد نظر پس از زمان معین آسیاب کاری است.

برای رسیدن به درصد فاز آمورف (ω_A) حاصله کفایت میزان به دست آمده برای فاز بلورین از ۱۰۰ کم شود.

$$\omega = 100 - K_A \quad (7)$$

بررسی ریز ساختاری

از آنجا که خواص فیزیکی و مکانیکی به شدت تحت تاثیر ریزساختار می باشند و همچنین به دلیل اهمیت این خواص برای کاربردهای عملی، اطلاع از ارتباط بین پارامترهای فرایند تولید و رفتار مواد از اهمیت بالایی برخوردار است. به این منظور بررسی مورفولوژی پودر تولیدی به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام شد. برای به دست آوردن تصاویر SEM با کیفیت، ابتدا نمونه های پودری با طلا پوشش دهی و آماده سازی شدند و سپس تصویر برداری از آن ها صورت گرفت. دستگاه SEM مورد استفاده در این آزمون مدل 1455VP دانشگاه چمران می باشد. عملکرد این دستگاه در ولتاژهای بین ۱ تا ۳۰ کیلو ولت است و دارای بزرگنمایی ۳۰۰۰۰۰ برابر و قدرت تفکیک ۳ نانومتر می باشد. که در این تحقیق از نمونه های پودری در مقیاس ۱ میکرومتر و ۲۰۰ نانومتر تصویر گرفته شد. اما به علت اینکه دستگاه SEM دانشگاه چمران ایدکس ندارد جهت بررسی مکانیزم سرب از دستگاه SEM متالورژی رازی تصویر SEM با ایدکس گرفته شد. نمونه های پودری در این روش ابتدا با پودر مانت رسانای نرم مخلوط شد سپس در محفظه ی مانت گرم قرار گرفت و بر روی آن ذرات درشتتر مانت رسانا تا پر کردن محفظه مانت قرار گرفت و سپس مانت گرم انجام شد. نمونه های مانت شده ابتدا با سمباده ی ۱۲۰۰ و سپس پولیش شد. سطح مقطع ذرات پودر بعد از آماده سازی توسط میکروسکوپ نوری بررسی شد.

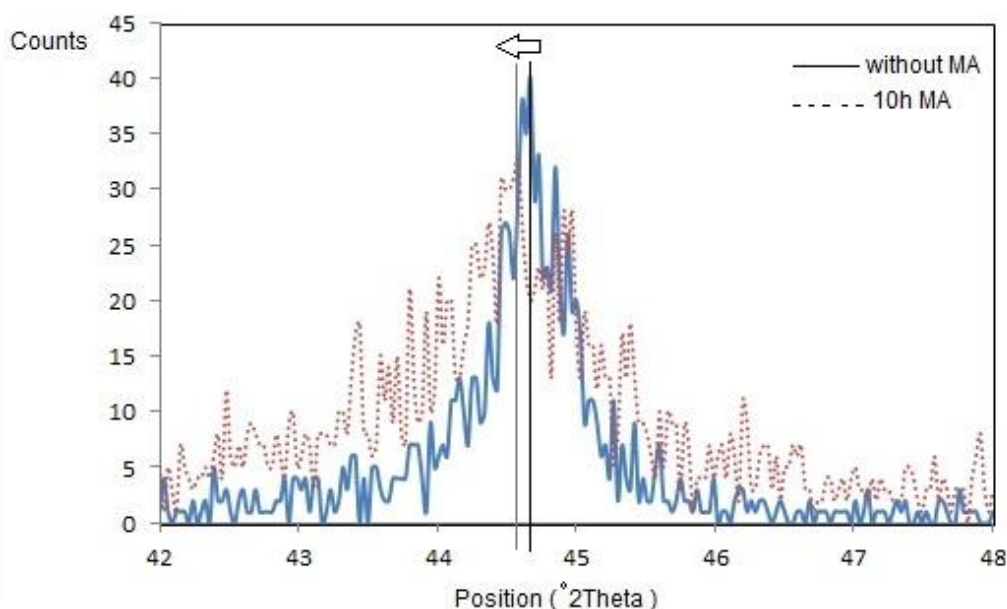
5 - Strickler

6 - Ohlberg

تجزیه و تحلیل داده ها

مقایسه نتایج XRD مربوط به سیستم آلیاژی $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ بعد از ۱۰ ساعت آسیاکاری تحت شرایط مختلف با نمونه ی بدون آسیاکاری نشان می دهد در شکل ۱ مشاهده می شود.

در این بازه ی زمانی آسیا کاری پیک های مربوط به اکثر مواد اولیه حذف شده است و تنها پیک های مربوط به آهن و آهن سلیسیم ظاهر شده است که نشان از وجود ساختار کریستالی است اما همانطور که مشاهده می شود اعوجاج ساختاری با نماد پیک های نامنظم و پهن شدگی در اکثر پیک ها خود را نشان می دهد. میزان پهن شدگی ساختار کریستالی مربوط به آهن اهمیت دارد که در شکل ۲ می توان این اعوجاج و پهن شدگی را به وضوح مشاهده و مقایسه کرد.

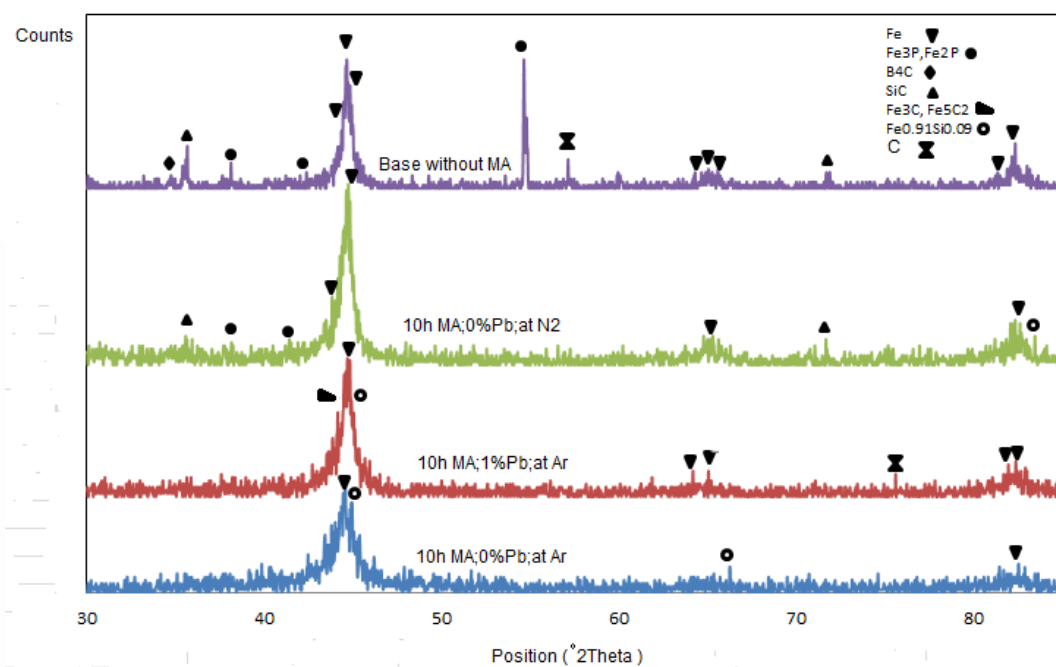


شکل ۲: مقایسه الگوی پراش در 2θ از ۴۲ تا ۴۸ درجه نمونه $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ با ۱۰ ساعت آسیاکاری و بدون آسیا کاری

۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی سبب شده است که پیک ماکزیمم مربوط به آهن پهن شود و همچنین از موقعیت پراش $44/67$ درجه به موقعیت $44/58$ انتقال یابد که این نشان می دهد که در واقع کرنش شبکه ای افزایش پیدا کرده است. علاوه بر این کاهش شدت ماکزیمم نیز مشاهده می شود که ناشی از آمورف شدن مقداری از ساختار است.

است انتخاب سرب به عنوان ماده افزودنی بررسی تاثیر آن بر فرآیند تولید مواد آمورف و خواص مواد است. سرب از یک جهت دارای گرمای انحلال مثبت است که این موضوع به آمورف شدن کمک نمی کند و از جهت دیگر دارای اختلاف الکترونگاتیوی نسبتا بالا با آهن است و شعاع آن بزرگتر از آهن است که این دو فاکتور به آمورف شدن کمک می کند. اهمیت این بررسی در مشخص کردن این است که کدام فاکتور می تواند غلبه کند.

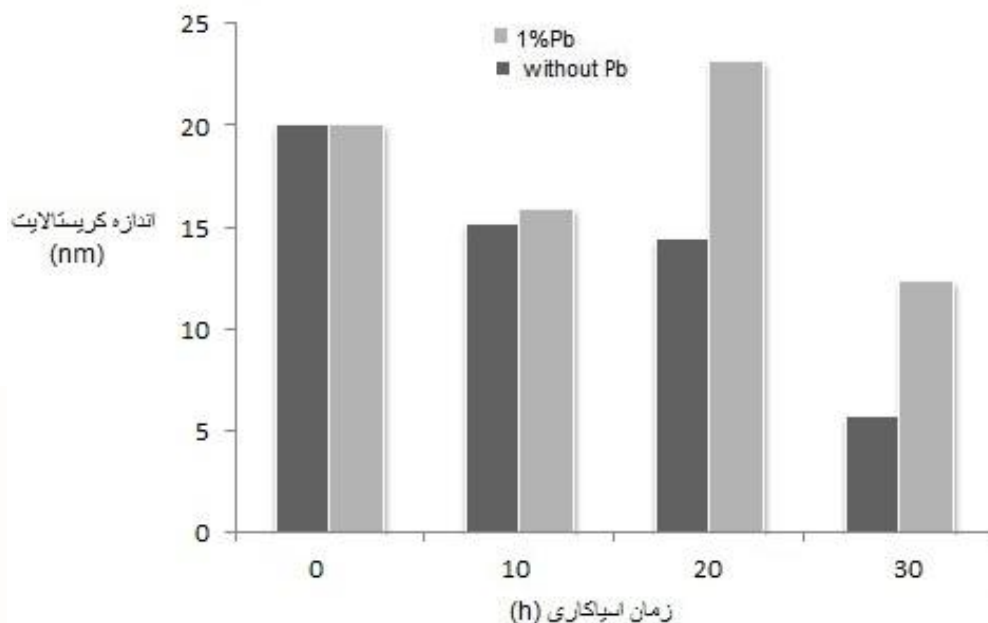
در نگاه اول به نتایج الگوی پراش برای نمونه ی با یک درصد سرب و تحت اتمسفر آرگون بعد از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی نشان می دهد که فاکتور گرمای انحلال مثبت بر فاکتور های دیگر غلبه کرده است و سبب شده که میزان آمورف شدن را کاهش دهد. از سوی دیگر نمی توان این واقعیت را انکار کرد که در روش آلیاژسازی مکانیکی نیروی محرک آمورف شدن به تنهایی گرمای انحلال منفی نیست بلکه کار مکانیکی نیز می باشد [۷]. فازهایی که بعد از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی در الگوی پراش ظاهر شده است.



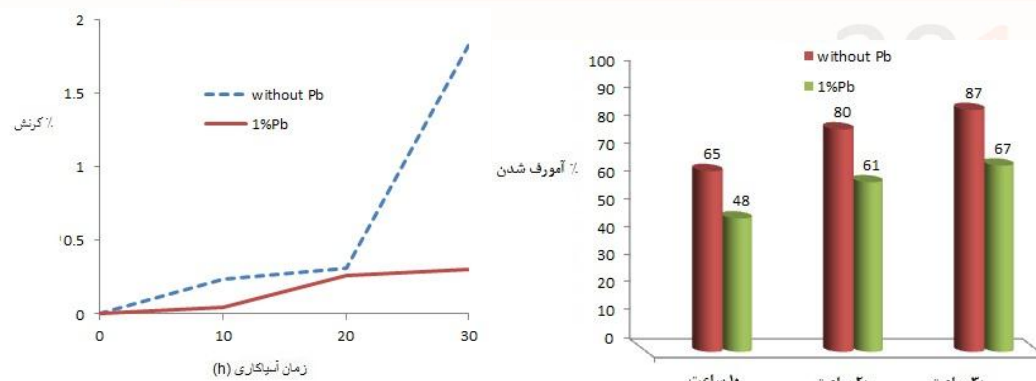
شکل ۱: تاثیر فرآیند آلیاژسازی بر نتایج XRD

دلیل اصلی افزایش شدت پیک ها بعد از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی نمونه تحت اتمسفر نیتروژن، تاثیر گاز دهی محفظه با نیتروژن بر تبدیل سریع تر آهن آلفا به آهن گاما است و در واقع پایداری فاز آستنیت می باشد و از این جهت که فاز آستنیت ساختار فشرده تری نسبت به فاز فریتی دارد سبب می شود که شدت پراش پرتو ایکس بیشتر باشد. در کاری که توسط دکتر گلغدار و همکارانش انجام گرفت، مشخص شد که آلیاژسازی مکانیکی آلیاژ Fe-18Cr-11Mn تحت اتمسفر گاز نیتروژن باعث تبدیل سریعتر فاز آلفا به گاما آهن نسبت به اتمسفر آرگون می شود. نتایج بررسی های انجام شده تا این مرحله نشان می دهد که آلیاژسازی مکانیکی ترکیب $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ تحت اتمسفر نیتروژن سرعت آمورف شدن را به تاخیر می اندازد از این جهت که ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی به کریستاله شدن بیشتر از آمورف شدن منجر شده است و چون هدف دستیابی به فلز آمورف با قابلیت آمورف شدن بالا است استفاده از گاز نیتروژن تا این مرحله متوقف شد. شکل ۱ نشان می دهد که تاثیر سرب و اتمسفر نیتروژن بر آمورف شدن ترکیب $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ بعد از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی منفی بوده است. تاثیر زمان آسیا کاری بر اندازه کریستالیت ها در نمونه های بدون سرب و با یک درصد سرب در شکل ۴ مشاهده می شود طبق این منحنی در نمونه های بدون سرب با افزایش زمان آسیا کاری ابتدا اندازه کریستالیت ها افزایش و

سپس ثابت و بعد از آن به با شیب بیشتری کاهش اندازه کریستالیت صورت می‌گیرد و این نشان می‌دهد که همزمان با آمورف شدن اندازه کریستالیت به شدت کاهش می‌یابد.



شکل ۴: اندازه کریستالیت در زمان‌های مختلف آسیاکاری



شکل ۵: درصد کرنش و درصد آمورف در زمان‌های مختلف آسیاکاری

تصویر سطح مقطع ذرات پودر مانت گرم شده با استفاده از مانت رسانا، توسط میکروسکوپ نوری و در بزرگنمایی ۵۰۰ برای نمونه‌های پودری با ترکیب آلیاژی $Fe_{76}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}$ و $Fe_{75}C_7Si_{3.3}B_5P_{8.7}Pb_1$ بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی به ترتیب در تصویر ۶ و ۷ مشاهده می‌شود.



شکل ۶: تصویر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۵۰۰ از پودر آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$

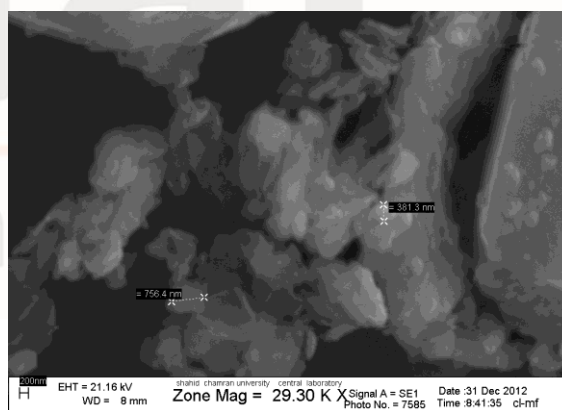
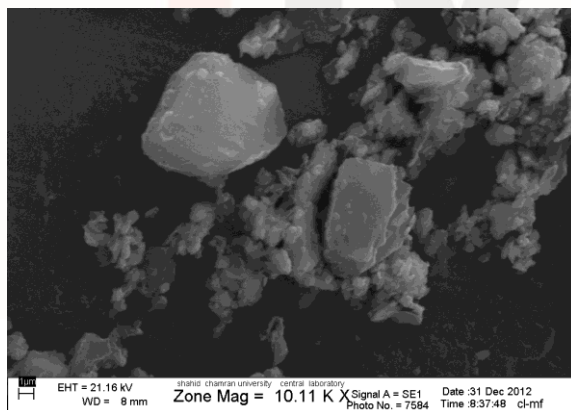


شکل ۷: تصویر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۵۰۰ از پودر $\text{Fe}_{75}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_1$ بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی

در شکل ۶ سطح مقطع آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ مشاهده می شود که بسیار براق می باشد که البته اکثر فلزات آمورف سطح خیلی براقی دارند و این از ویژگی های این گونه از فلزات است. اما ذراتی که براقیت کمتری دارند آن ها ذرات آمورفی هستند که در زیر لایه ی کوچکی از مانت قرار گرفته اند.

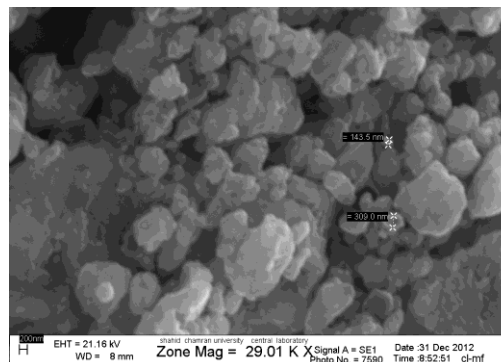
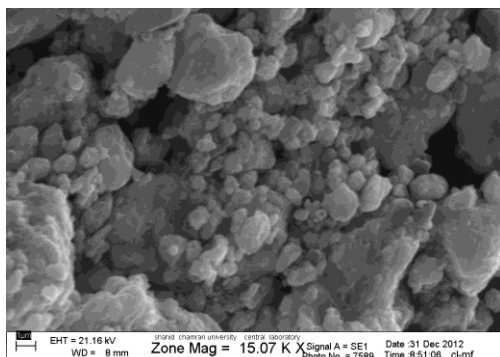
در شکل ۷ سطح مقطع آلیاژ $\text{Fe}_{75}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_1$ بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی را نشان می‌دهد در این بزرگنمایی همانطور که مشخص است دانه‌های روشن مربوط به سطح مقطع ذرات و دانه‌های تاریکتر مربوط به ذرات پودر پوشیده شده با لایه‌ای از مانت می‌باشد. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ در شکل ۸ در مقیاس یک میکرومتر مورفولوژی این آلیاژ را نشان می‌دهد. شکل ذرات یکنواخت نیست و اندازه متفاوتی دارند. اندازه ذرات تقریباً در بازه ۰/۳ الی ۸ میکرومتر قرار دارد بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که ذرات آگلومره شده است.

در شکل ۶ سطح مقطع آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ مشاهده می‌شود که بسیار براق می‌باشد که البته اکثر فلزات آمورف سطح خیلی براقی دارند و این از ویژگی‌های این گونه از فلزات است. اما ذراتی که براقیت کمتری دارند آن‌ها ذرات آمورفی هستند که در زیر لایه‌ی کوچکی از مانت قرار گرفته‌اند. در شکل ۷ سطح مقطع آلیاژ $\text{Fe}_{75}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_1$ بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی را نشان می‌دهد در این بزرگنمایی همانطور که مشخص است دانه‌های روشن مربوط به سطح مقطع ذرات و دانه‌های تاریکتر مربوط به ذرات پودر پوشیده شده با لایه‌ای از مانت می‌باشد. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ در شکل ۸ در مقیاس یک میکرومتر مورفولوژی این آلیاژ را نشان می‌دهد. شکل ذرات یکنواخت نیست و اندازه متفاوتی دارند. اندازه ذرات تقریباً در بازه ۰/۳ الی ۸ میکرومتر قرار دارد بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که ذرات آگلومره شده است.



شکل ۸: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$

تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{75}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_1$ در شکل ۹ در مقیاس یک میکرومتر مورفولوژی این آلیاژ را نشان می‌دهد. شکل ذرات یکنواخت نیست و اندازه متفاوتی دارند اندازه ذرات تقریباً در بازه ۰/۱۵ الی ۶ میکرومتر قرار دارد بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که ذرات آگلومره شده است اما میزان آگلومره شدن ذرات در این آلیاژ نسبت به آلیاژ آمورف به دلیل حضور سرب که نقش PCA را نیز ایفا کرده است کمتر شده است.



شکل ۹: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از آلیاژ $\text{Fe}_{75}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}\text{Pb}_1$ بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی.

نتیجه گیری

در این تحقیق با استفاده از مواد اولیه ارزان قیمت و به روش آلیاژسازی مکانیکی، آلیاژ آمورف $\text{Fe}_{76}\text{C}_7\text{Si}_{3.3}\text{B}_5\text{P}_{8.7}$ تولید شد. ابتدا جهت بررسی تاثیر اتمسفر اعمالی بر مکانیزم آمورف شدن با استفاده از گاز نیتروژن و آرگون آلیاژسازی به مدت ۱۰ ساعت انجام شد و نیز مقدار یک درصد سرب به عنوان عنصر افزودنی به سیستم آلیاژی بررسی شد. انتخاب مواد اولیه به صورت ترکیب نسبت به حالت عنصری باعث افزایش سرعت رسیدن به درصد آمورف بالا و همچنین کاهش هزینه ی تولید شده است. با روش آلیاژسازی مکانیکی پودر آلیاژ آمورف با اندازه کریستالایت در مقیاس نانو تولید شد. آلیاژ آمورف بعد از ۳۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی و بدون هیچ گونه مواد افزودنی تحت اتمسفر آرگون با ۸۷٪ فاز آمورف تولید شد. آلیاژسازی در حضور گاز نیتروژن طی ۱۰ ساعت آسیاکاری با پایداری فاز آستنیت باعث کاهش درصد آمورف شدن نسبت به نمونه ی تحت اتمسفر آرگون شد. افزودن یک درصد سرب باعث کاهش میزان آمورف شدن نسبت به نمونه ی بدن سرب می شود.

منابع

۱. سید ایمان وهاب زاده، جلیل وحدتی خاکی، محسن حداد سبزواری؛ تشکیل فاز آمورف به وسیله آسیاکاری پر انرژی سیستم Al-20\%Fe-20\%Cu ؛ دانشگاه فردوسی مشهد؛ ۱۳۸۸

2. B. Movahedi, M.H. Enayati, C.C. Wong; On the crystallization behavior of amorphous Fe-Cr-Mo-B-P-Si-C powder prepared by mechanical alloying; Materials Letters 64 (2010) 1055-1058.
3. G. A. Dorofeev and E. P. Elsukov; Mechanical Alloying of the Fe-Pb System Immiscible in the Equilibrium State; The Physics of Metals and Metallography, 2007, Vol. 103, No. 6, pp. 593-599.
4. Akihiro Makino, Chuntao Chang; Soft magnetic Fe-Si-B-P-C bulk metallic glasses without any glass-forming metal elements; Journal of Alloys and Compounds 483 (2009) 616-619.
5. Peter Balaz; Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering; 2008.

6. Ran Guang, Zhou Jing-En, Xi Shengqi, Li Pengliang; Formation of nanocrystalline and amorphous phase of Al-Pb-Si-Sn-Cu powder during mechanical alloying; Materials Science and Engineering A 416 (2006) 45-50.
7. T. Haghir , M.H. Abbasi, M.A. Golozar, M. Panjepour; Investigation of α to γ transformation in the production of a nanostructured high-nitrogen austenitic stainless steel powder via mechanical alloying; Materials Science and Engineering A 507 (2009) 144-148.

iMat
Conference 2014