

## ایجاد پوشش $\text{FeAl}_3$ بر روی زیرلایه فولاد کم کربن به روش سنتز احتراقی

### چکیده

آلومیناید های آهن دارای از رنج وسیعی از کاربردها می باشند. آن ها لایه های اکسیدی مقاوم در محیط های بسیار خورنده تشکیل می دهند. آن ها چگالی پایین تر و خواص دمای بالای بهتری در مقایسه با بسیاری از آلیاژهای مورد استفاده کنونی دارند. هزینه تولید آن ها کم تر و پایداری شیمیایی و مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون آن ها بیش تر از این آلیاژها می باشد.

در این پژوهش پوشش آلومیناید آهن  $\text{FeAl}_3$  بر روی زیرلایه فولادی با استفاده از روش سنتز احتراقی تولید شده است. سنتز احتراقی از نظر هزینه و زمان و مصرف انرژی بسیار مقرون به صرفه بوده و امکان تولید مواد با خلوص بالا با این روش وجود دارد. فازهای موجود در پوشش به وسیله آنالیز XRD مشخص شده اند و ریزساختار پوشش ایجاد شده با استفاده از میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی (SEM) بررسی گردیده است. فازهای موجود در فصل مشترک و پوشش با استفاده از میکروسکوپ SEM، آنالیز EDS و XRD مشخص شده است.

واژه های کلیدی: سنتز احتراقی، پوشش دهی،  $\text{FeAl}_3$

## مقدمه

سنتز احتراقی، یک واکنش شدیداً گرمازا بین اجزای شیمیایی در فاز چگال است که قادر به پیشروی خود به خود و ایجاد موج احتراق می باشد. فرایند سنتز احتراقی مشخصه های مطلوبی مانند نرخ پوشش دهی بالا و در نتیجه هزینه کم دارد که موجب افزایش کاربرد آن در زمینه پوشش دهی می شود. [۱،۲] از فرایند سنتز احتراقی می توان برای پوشش دهی مواد استفاده نمود. فرایند سنتز احتراقی، آماده سازی مواد و تولید پوشش را در یک مرحله ترکیب می کند. در نتیجه هزینه تولید پوشش به مراتب کاهش یافته و می توان پوشش های ضخیم را با استفاده از این روش تولید نمود. مزایای سنتز احتراقی شامل تهیه ارزان قیمت و آسان کامپکت های پودری مواد اولیه، انجام فرایند در دمای پایین، انعطاف پذیری فرایند در کنترل ریزساختار و ترکیب شیمیایی محصولات می باشد. [۳ و ۴] بنابراین فرایند سنتز احتراقی در تولید ترکیباتی مانند کاربیدها، نیتrideها، بریدها و آلومینایدها کاربرد دارد؛ چرا که تولید این مواد به روش های سنتی نیازمند استفاده از کوره های دما بالا و فرایندهای طولانی مدت می باشد. [۵]

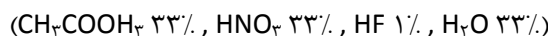
در سال های اخیر، در انتخاب مواد، سختی سطحی بالا و مقاومت به خوردگی و مقاومت سایشی بالا جهت اطمینان از دوام و طول عمر قطعات مد نظر قرار گرفته است. به همین دلیل آلومینایدهای آهن به صورت ویژه مورد توجه قرار گرفته اند. مطالعات زیادی در زمینه تولید آلومینایدهای آهن به روش های مختلف از جمله سنتز احتراقی، آلیاژسازی مکانیکی و غیره صورت گرفته است. بر اساس این مطالعات می توان آلومینایدهای آهن را به روش سنتز احتراقی به صورت عاری از تخلخل، یکپارچه و یکنواخت تولید نمود. [۶ و ۷] از طرف دیگر، سنتز خود پیشرونده دما بالا، یک روش جدید و مقرون به صرفه جهت تولید پوشش می باشد. روش های متداول قدیمی معمولاً نیازمند صرف زمان های طولانی و هزینه های بالا می باشد. روش هایی مانند پاشش حرارتی، PVD و CVD نیز نیازمند تجهیزات خاص و صرف هزینه و زمان نسبتاً بالایی می باشند، اما در روش سنتز احتراقی، واکنش پس از چند ثانیه انجام شده، نیاز به تجهیزات خاص نداشته و از نظر اقتصادی نیز کاملاً مقرون به صرفه می باشد. [۸ و ۱۰]

## روش پژوهش

جهت تولید پوشش از پودرهای آلومینیوم (با خلوص ۹۹/۹۹٪ و میانگین اندازه ذرات ۳ μm) و آهن (با خلوص ۹۹/۹۹٪ و میانگین اندازه ذرات ۹ μm) استفاده شد. پودرهای آلومینیوم و آهن با نسبت اتمی ۳:۱ توزین شده، سپس به مدت ۱۵ دقیقه با استفاده از دستگاه همزن مخلوط شدند. سپس مخلوط پودری با فشار ۳۵۰ MPa فشرده شد. کامپکت حاصل در داخل کوره با دمای ۹۵۰ °C قرار داده شد تا واکنش سنتز احتراقی انجام شود. آزمایشات نشان داد که از زمان قرارگیری کامپکت در داخل کوره تا زمان پایان واکنش، ۴۵ الی ۶۰ ثانیه زمان نیاز است. دما و فشار مذکور پس از انجام آزمایش در دماهای مختلف و فشرده سازی پودر در فشارهای مختلف تعیین شد. آزمایشات متعددی به منظور تعیین شرایط بهینه وقوع سنتز (فشار فشرده سازی، دمای کوره و غیره) انجام شد، که دمای ۹۵۰ °C و فشار فشرده سازی ۳۵۰ MPa برای تولید پوشش در نظر گرفته شد. در صورتی که کامپکت در دمایی پایین تر از دمای مذکور در کوره قرار گیرد، واکنش سنتز احتراقی رخ نخواهد داد. همچنین در صورتی که مخلوط پودری با فشاری کمتر از این فشار فشرده شود، سنتز احتراقی با پاشش شدید محصولات به اطراف همراه خواهد بود.

به منظور کاهش نفوذ عناصر موجود در زیرلایه به پوشش، فولاد کم کربن به عنوان زیرلایه انتخاب شد. قطعاتی با شعاع ۲ سانتیمتر و ضخامت ۱ سانتیمتر از فولاد تهیه شده برش زده شد و قطعات حاصل تا حد پولیش کاری، سمباده زده شده و قبل از انجام آزمایش جهت زدودن چربی و آلودگی از سطح پولیش کاری شده، قطعات با استفاده از استون چربی زدایی شدند. قطعات فولادی و کامپکت پودری جهت انجام واکنش سنتز احتراقی در داخل کوره با دمای °C ۹۵۰ قرار گرفته و بلافاصله پس از انجام واکنش از کوره خارج شدند. وقوع سنتز احتراقی با نور شدید، صدا و دود همراه بوده، لذا زمان وقوع سنتز کاملاً قابل تشخیص می باشد.

پس از تولید نمونه پوشش داده، خواص و ویژگی های پوشش بررسی شد. ابتدا به منظور آنالیز ریزساختار پوشش و فصل مشترک زیرلایه و پوشش از قطعات پوشش داده شده تصاویر متالوگرافی تهیه شد. نمونه ها پس از سمباده زنی و پولیشکاری، با محلول اچانت :



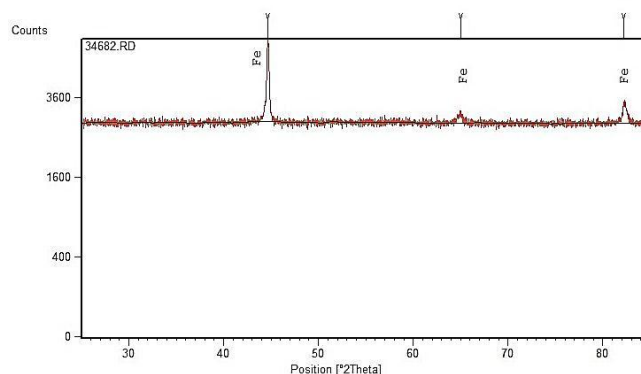
اچ شده و با استفاده از میکروسکوپ نوری تصاویر متالوگرافی تهیه شد.

جهت تعیین ماهیت محصولات سنتز احتراقی و پوشش تولید شده از نمونه های فولادی پوشش داده شده آنالیز XRD تهیه و بررسی شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به منظور بررسی ساختار و مورفولوژی پوشش های تولید شده و فصل مشترک پوشش و زیرلایه استفاده شد. آنالیز EDS نقطه ای در این پژوهش در هنگام تصویر برداری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام شد.

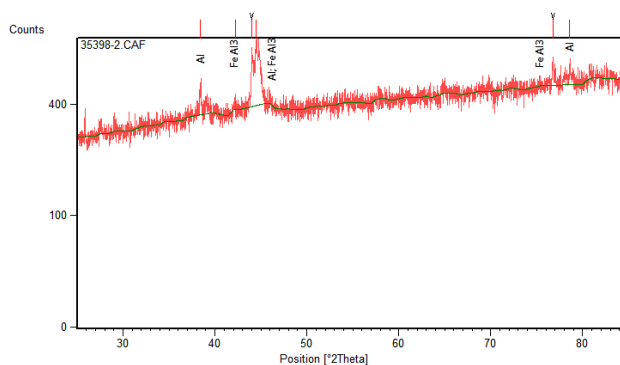
## نتایج و بحث

برای شناسایی فازهای موجود در زیرلایه و پوشش FeAl، آنالیز XRD بر روی یک زیرلایه فولادی (بدون پوشش) و یک نمونه پوشش داده شده انجام شد و نتایج حاصله با استفاده از نرم افزار PANatical X'pert تحلیل و با یکدیگر مقایسه شدند.

شکل ۱ نتیجه آنالیز XRD تهیه شده از زیرلایه فولادی (بدون پوشش) را نشان می دهد که در آن پیک های مربوط به آهن (فاز فریت) مشاهده می شوند. هم چنین شکل ۲ الگوی پراش نمونه پوشش داده شده را نشان می دهد که در آن پیک های فازهای آلومینیوم و FeAl<sub>۳</sub> دیده می شوند.

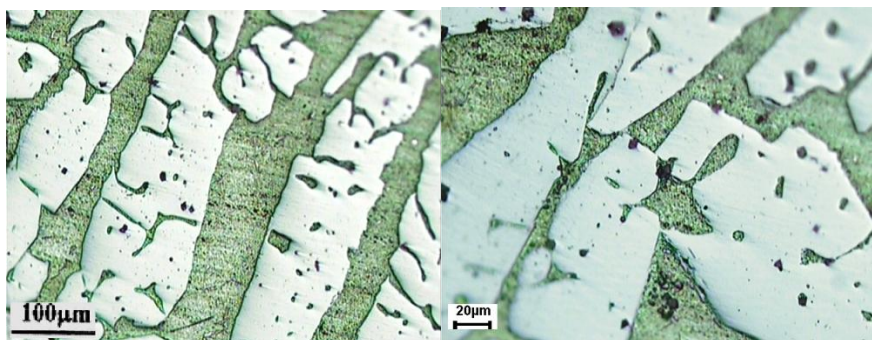


شکل ۱ - آنالیز XRD از فولاد زیر لایه (بدون پوشش)



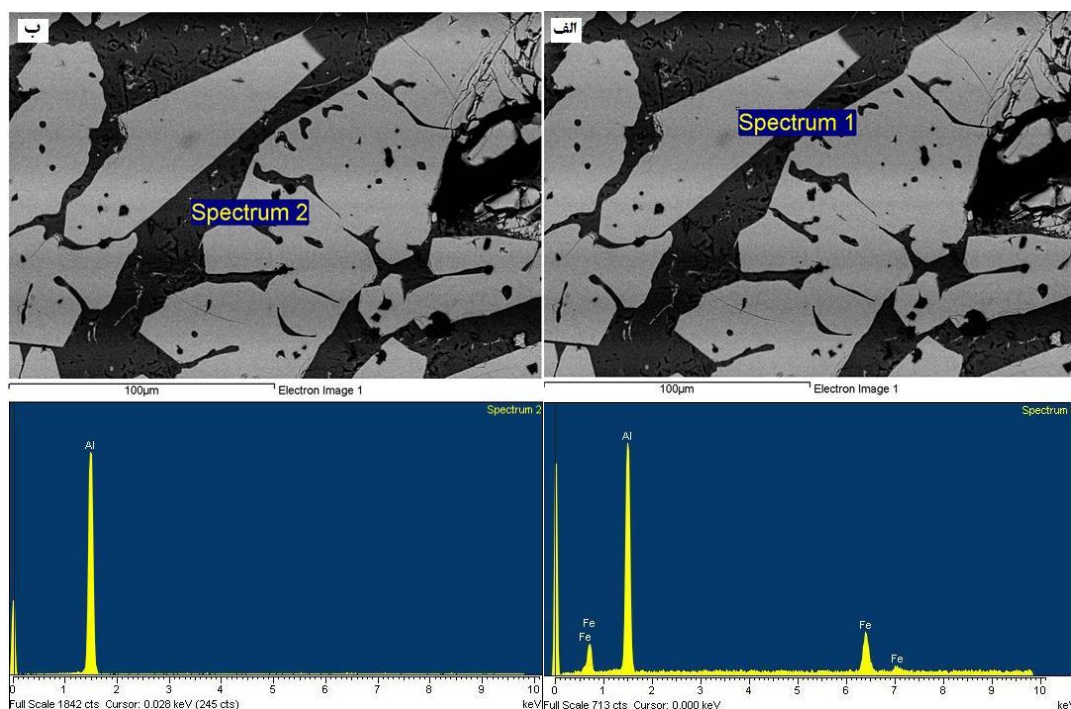
شکل ۲ - آنالیز XRD از پوشش  $\text{FeAl}_3$

شکل ۳، تصاویر متالوگرافی تهیه شده از پوشش  $\text{FeAl}_3$  در بزرگنمایی‌های مختلف را نشان می‌دهد. پوشش  $\text{FeAl}_3$  متشکل از دو فاز می‌باشد این فازها عبارتند از ترکیب بین فلزی  $\text{FeAl}_3$  و فاز آلومینیوم خالص. فازهای مذکور در شکل ۳ مشخص هستند. نواحی تیره تر فاز آلومینیوم و نواحی سفید رنگ ترکیب بین فلزی  $\text{FeAl}_3$  می‌باشد. درصد وزنی آلومینیوم موجود در فاز سفید رنگ (فاز  $\text{FeAl}_3$ ) حدود ۶۳ درصد می‌باشد. توضیحات مربوط به آنالیز هر فاز در ادامه همراه با نتایج SEM آورده شده است.



شکل ۳ - تصاویر متالوگرافی تهیه شده از پوشش  $\text{FeAl}_3$  در بزرگنمایی‌های مختلف

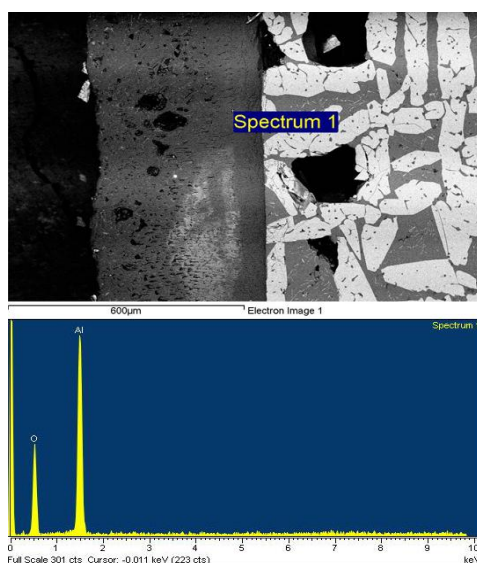
آنالیز EDS گرفته شده از فازهای موجود در پوشش  $\text{FeAl}_3$  در شکل ۴ نشان داده شده است. همانطور که در نتیجه EDS تهیه شده از فاز سفید رنگ پوشش دیده می شود (شکل ۴ - الف)، این فاز متشکل از دو عنصر آهن و آلومینیوم می باشد. با توجه به درصد وزنی آلومینیوم در این فاز می توان گفت، این فاز، ترکیب بین فلزی  $\text{FeAl}_3$  می باشد. تصویر ۴ - ب آنالیز EDS گرفته شده از فاز تیره رنگ زمینه پوشش را نشان می دهد. همان طور که از نتیجه این آنالیز مشخص است، این فاز آلومینیوم خالص می باشد.



شکل ۴ - الف - آنالیز نقطه ای EDS از فاز روشن موجود در بخش دوفازی پوشش  $\text{FeAl}_3$  (فاز  $\text{FeAl}_3$ )، ب - آنالیز نقطه ای EDS از فاز تیره موجود در بخش دوفازی پوشش  $\text{FeAl}_3$  (آلومینیوم)

فاز دیگری که در لبه های پوشش  $\text{FeAl}_3$  به صورت جزئی دیده می شود فاز اکسید آلومینیوم می باشد. آنالیز EDS تهیه شده از این فاز در شکل ۵ آورده شده است. فاز اکسید آلومینیوم تنها در لبه های پوشش موجود بوده و در نواحی دیگر پوشش دیده نمی شود.





شکل ۵- آنالیز نقطه ای EDS از فاز تیره موجود در پوشش  $\text{FeAl}_3$  (اکسید آلومینیوم)

با نگاهی به دیاگرام فازی Fe-Al متوجه می شویم که محدوده پایداری فاز FeAl به مراتب گسترده تر از فاز  $\text{FeAl}_3$  می باشد. در بین ترکیبات بین فلزی آهن و آلومینیوم FeAl گسترده ترین محدوده پایداری را دارد. این موضوع می تواند دلیلی برای تک فاز بودن و یکپارچه بودن پوشش FeAl تولید شده باشد. درحالی که پوشش  $\text{FeAl}_3$  یکپارچه و تک فاز نبود. کوچک بودن محدوده پایداری این فاز موجب شده است که پوشش تولید شده تک فاز نباشد. در پوشش  $\text{FeAl}_3$  علاوه بر فاز  $\text{FeAl}_3$ ، فازهای آلومینیوم و اکسید آلومینیوم نیز در پوشش حضور دارند. در واقع میزان مازاد آلومینیوم موجود در کامپکت پس از وقوع سنتز احتراقی به صورت فازهای جداگانه تشکیل شده است.

## منابع

۱. Mossino, P, (۲۰۰۴), "Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis", Ceramics International, vol ۳۰, p. ۳۱۱-۳۳۲.
۲. Pampuch, R, (۱۹۹۷), "Some fundamental versus practical aspects of self-propagating high-temperature synthesis", Solid State Ionics, vol ۱۰۳, p. ۸۹۹-۹۰۷.
۳. S.K. Roy, A.B., S. Banerjee, (۱۹۹۳), "Self-propagating high-temperature synthesis of titanium borides", Bulletin of Materials Science, vol ۱۶, p. ۳۴۷-۳۵۶.
۴. J.B. Holt, Z.A.M, (۱۹۹۶), "Combustion synthesis of titanium carbide: theory and experiment", Journal of Materials Science, vol ۲۱, p. ۲۵۱-۲۵۹.
۵. A.G. Merzhanov, S.Y.S., (۱۹۹۹), "Self-propagating high-temperature synthesis of carbides, nitrides and borides", R.A.A. Y.G. Gogotsi, Netherlands: Kluwer Academic Publishers. p. ۲۰۵-۲۲۲.
۶. L. Joslin, D.S.E., C. T. Liu, S. S. Babu & S. A. David, (۱۹۹۵), "Processing of  $\text{Fe}_3\text{Al}$  and FeAl alloys by reaction synthesis", Intermetallics, p. ۴۶۷-۴۸۱.

۷. D.L. Joslin, D.S.E., C.T. Liu, S.A. David, (۱۹۹۵), "Reaction synthesis of Fe-Al alloys", Materials Science and Engineering, vol ۱۹۲/۱۹۳, p. ۵۴۴-۵۴۸.
۸. Rabin, B.H., Wright, R. N., Knibloe, J. R., Raman, R. V. & Rale, S. V, (۱۹۹۲), "Reaction processing of iron aluminides", Materials Science and Engineering, vol ۱۵۳, p. ۷۰۶-۷۱۱.
۹. C. Bartuli, R.W.S., E. Shtessel, (۱۹۹۷), "SHS powders for thermal spray applications", Ceramics International, vol ۲۳, p. ۶۱-۶۸.
۱۰. E.A. Levashov, V.I.K., L.M. Krukova, J.J. Moore, D.L. Olson, (۱۹۹۷), "Structure and properties of Ti-C-B composite thin films produced by sputtering of composite TiC-TiB<sub>2</sub> targets", Surface Coatings Technology, vol ۹۲, p. ۳۴-۴۱.