

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان
مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



Characterization of nanostructured Fe-28 at.%Al powder produced by mechanical alloying

Abstract

In this work, the formation of nanostructured Fe₃Al intermetallic compound was studied during mechanical alloying of pure iron and aluminum powders in a planetary ball mill. The mechanical alloying was performed under argon atmosphere at 300 rpm up to 100 hours. The ball to powder weight ratio was 10:1. The synthesized powders were characterized by X-ray diffractometry. According to the results after 70 hours milling, Al is completely dissolved in Fe and disordered Fe₃Al intermetallic with bcc structure formed. The average crystallite size and lattice strain of 70 hours milled Fe₃Al powders were calculated by Williamson-Hall method as 10.3 nm and 2.55%, respectively.

Keywords: Fe₃Al intermetallic, mechanical alloying, nanostructured powder, X-ray diffraction.

Conference 2014

مشخصه‌یابی پودر نانوساختار Fe-28 at.% Al سنتز شده به روش آلیاژسازی مکانیکی

چکیده

در این تحقیق، تولید ترکیب بین فلزی Fe₃Al نانوساختار از مخلوط پودرهای آهن و آلومینیم خالص به روش آلیاژسازی مکانیکی در آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای مورد مطالعه قرار گرفت. آلیاژسازی تحت اتمسفر آرگون و به مدت زمان‌های مختلف تا حداکثر ۱۰۰ ساعت انجام گرفت. سرعت چرخشی آسیاب ۳۰۰ دور در دقیقه و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰ به ۱ در نظر گرفته شد. پودر سنتز شده با استفاده از پراش سنجی اشعه X مورد بررسی قرار گرفت. نتایج پراش سنجی اشعه X پودرها نشان دادند که پس از ۷۰ ساعت آسیاب کاری، آلومینیم به طور کامل در شبکه آهن حل شده و ترکیب بین فلزی Fe₃Al با ساختار کریستالی bcc نامنظم ایجاد می‌شود. همچنین با روش ویلیامسون-هال اندازه متوسط کریستالیت‌ها و کرنش شبکه برای پودر ۷۰ ساعت آسیاب شده به ترتیب حدود ۱۰/۳ نانومتر و ۲/۵۵ درصد بدست آمد.

واژه‌های کلیدی: ترکیب بین فلزی Fe₃Al، آلیاژسازی مکانیکی، پودر نانوساختار، پراش سنجی پرتو ایکس.

Conference 2014

مقدمه

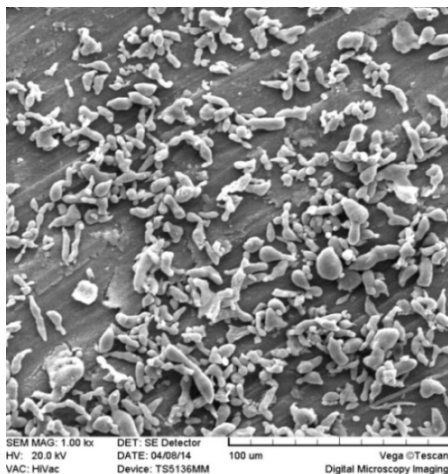
ترکیب بین فلزی Fe₃Al به دلیل دارا بودن خواص عالی نظیر مقاومت بالا در برابر کربوراسیون و سولفیداسیون، چگالی پایین و هزینه فراوری کمتر نسبت به سایر آلیاژهای دمای بالا و ... ماده مناسبی برای کاربردهای صنعتی به‌شمار می‌آید (Li, La, Wei, Lu, Yang, ۲۰۱۱; Morris, Munoz-Morris, Baudin, ۲۰۰۴; Fleischer, Westbrook, ۱۹۹۱; Jun, Yangshan, Zhonghua, ۱۹۹۵). با وجود این، کاربرد این ترکیب بین فلزی به دلیل مقاومت ناکافی در برابر خزش، استحکام پایین در دماهای بالای ۶۰۰ °C و تردی بالا در شرایط محیطی محدود شده است (Sauthoff, ۱۹۹۵; et al, Zhonghua). تحقیقات نشان داده‌اند که علت اصلی تردی محیطی Fe₃Al این است که هیدروژن ناشی از واکنش رطوبت محیط با آلومینیم موجود در ترکیب از طریق ترکهای سطحی یا مرزخانه‌ها به داخل ماده نفوذ می‌کند (Balasubramaniam, ۲۰۰۲) و بر این اساس از طریق کنترل ترکیب شیمیایی، ریزساختار و بهبود روش‌های تولید آن، مطالعاتی در خصوص امکان بهبود انعطاف‌پذیری Fe₃Al انجام گرفته‌اند (Liu, Horton, Mc Kamey, Balasubramaniam, ۱۹۸۸; Stoloff, Liu, ۱۹۹۴; Cao, Zhi, Qiu, Xing, Wang, ۲۰۰۹).

ترکیبات بین فلزی به روش‌های مختلفی از جمله ریخته‌گری، متالورژی پودر، سنتز خود پیشرونده دمای بالا (SHS)^۱، آلیاژسازی مکانیکی و ... تولید می‌شوند (Sauthoff, ۱۹۹۵; Salehi, Enayati, ۲۰۰۵). در سالهای اخیر، آلیاژسازی مکانیکی به عنوان یک روش مفید برای تولید ترکیبات بین فلزی نانوساختار توجه زیادی را به خود جلب کرده است. از جمله مزایای این روش می‌توان به هزینه نسبتاً پایین آن، امکان فراوری در دمای پایین و انعطاف‌پذیری در انتخاب پارامترهای فرآیند اشاره کرد. ضمن اینکه آلیاژسازی مکانیکی از طریق کاهش اندازه دانه‌های ریزساختار و ایجاد بی‌نظمی در شبکه کریستالی ترکیبات بین فلزی سبب بهبود انعطاف‌پذیری آنها می‌شود (Bonetti, et al, ۱۹۹۵; Salehi, Enayati, Suryanarayana, ۲۰۰۱). براین اساس، در تحقیق حاضر پودر نانو-ساختار Fe-28 at.% Al به روش آلیاژسازی مکانیکی سنتز شده و تغییرات فازی و ریزساختاری آن در زمان‌های مختلف آسیاب کاری از طریق روش پراش سنجی اشعه ایکس مورد بررسی قرار گرفته است.

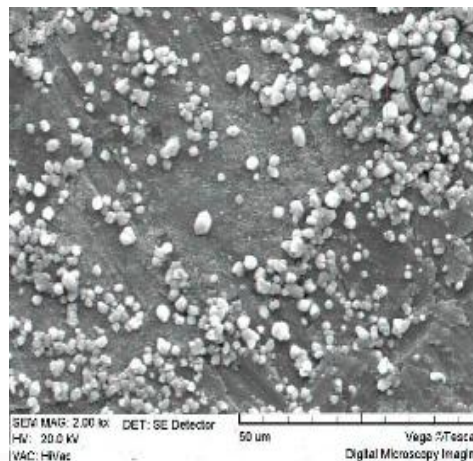
روش پژوهش

پودرهای آهن و آلومینیم محصول شرکت مرک به ترتیب با خلوص ۹۹/۵٪ و ۹۹٪ و نسبت اتمی ۷۲ به ۲۸ با هم مخلوط شده و در یک آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای تحت اتمسفر آرگون در دمای اتاق و در زمان‌های مختلف آسیاب کاری شدند. به منظور مشاهده اندازه و مورفولوژی ذرات پودرهای آهن و آلومینیم از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Cam Scan MV2300 استفاده شد. تصاویر ریزساختار SEM ذرات پودرهای مواد اولیه در شکل ۱ نشان داده شده‌اند. سرعت چرخشی آسیاب ۳۰۰ دور در دقیقه و نسبت وزنی گلوله (به قطرهای ۱۰ mm و ۱۵ mm) به پودر ۱۰ به ۱ در نظر گرفته شد. به منظور کاهش جوش سرد ذرات از ۲/۵٪ وزنی اسید استتاریک به عنوان عامل کنترل فرآیند (PCA) استفاده شد. بررسی تغییرات فازی و ریزساختاری، توسط پراش سنج اشعه ایکس (XRD) مدل Bruker: Advanced D8 با تابش اشعه K_α مس (λ = ۰/۱۵۴۲ nm) انجام گرفت. به منظور بررسی الگوهای پراش، پیک‌های K_{α۲} با استفاده از منوی Strip K_{α۲} نرم افزار Pert High Score X' به روش راشینگر حذف گردیدند. برای محاسبه خطای دستگاهی از نمونه استاندارد هگزا بوراید لاتتان (LaB6) استفاده شد.

1- Self propagation high temperature synthesis



(ب)



(الف)

شکل ۱- تصاویر ریزساختار SEM پودرهای آهن (الف) و آلومینیم خالص (ب).

با آنالیز الگوهای پراش اشعه ایکس، پارامتر شبکه آهن در زمان‌های مختلف آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از رابطه (۱) که به رابطه نلسون-ریلی^۲ (Cullity, ۱۹۷۸) معروف است محاسبه شد.

$$a = a_0 + a_0 k \left(\frac{(\cos\theta)^2}{\sin\theta} + \frac{(\cos\theta)^2}{\theta} \right) \quad (1)$$

که در آن a پارامتر شبکه مربوط به هر یک از پراش‌ها که از طریق رابطه براگ (رابطه (۲)) و رابطه (۳) محاسبه می‌شود، a_0 مقدار واقعی پارامتر شبکه، k عدد ثابت، θ زاویه هر یک از پراش‌ها، λ طول موج اشعه ایکس مورد استفاده و d فاصله بین صفحات اتمی می‌باشد که پراش از آنها اتفاق افتاده است.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2)$$

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3)$$

با رسم a برحسب تابع نلسون-ریلی $\left(\frac{(\cos\theta)^2}{\sin\theta} + \frac{(\cos\theta)^2}{\theta} \right)$ خطی بدست می‌آید که عرض از مبدأ آن نشان دهنده مقدار واقعی پارامتر شبکه (a_0) است.

به منظور محاسبه اندازه دانه و کرنش شبکه پودرها از رابطه (۴) که به معادله ویلیامسون-هال^۳ معروف است استفاده شد (Guinebretière, ۲۰۰۷).

$$\beta\cos\theta = \frac{\lambda}{D} + 4\epsilon\sin\theta \quad (4)$$

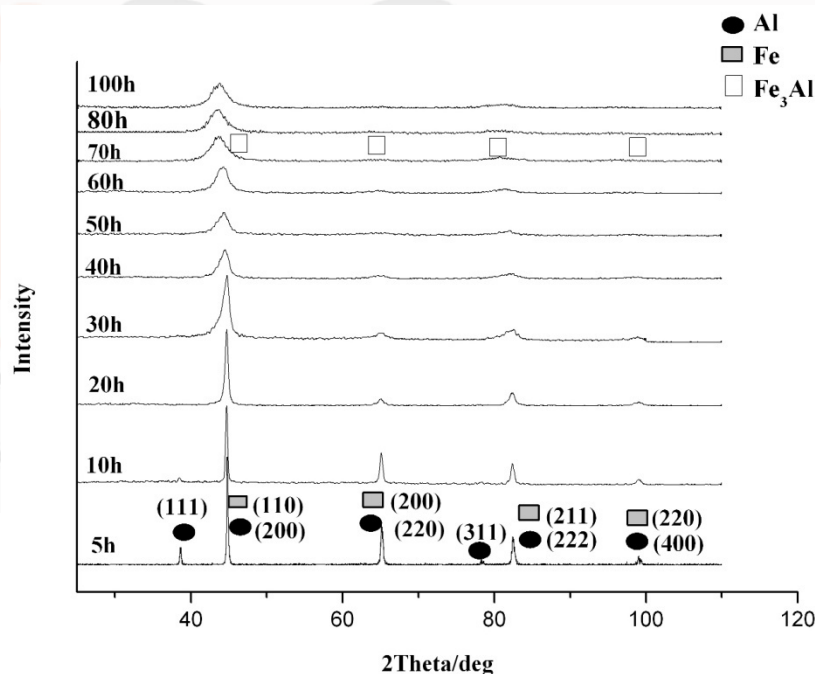
که در آن β عرض انتگرالی پیک‌های پراش، D مقدار میانگین اندازه کریستالیت‌ها و ϵ کرنش شبکه ماده مورد مطالعه است. با رسم $\beta\cos\theta$ به صورت تابعی از $\sin\theta$ خطی حاصل می‌شود که عرض از مبدأ آن برابر با $\frac{\lambda}{D}$ و شیب آن برابر 4ϵ خواهد بود.

2- Nelson-Riley

3- Williamson-Hall

نتایج و بحث

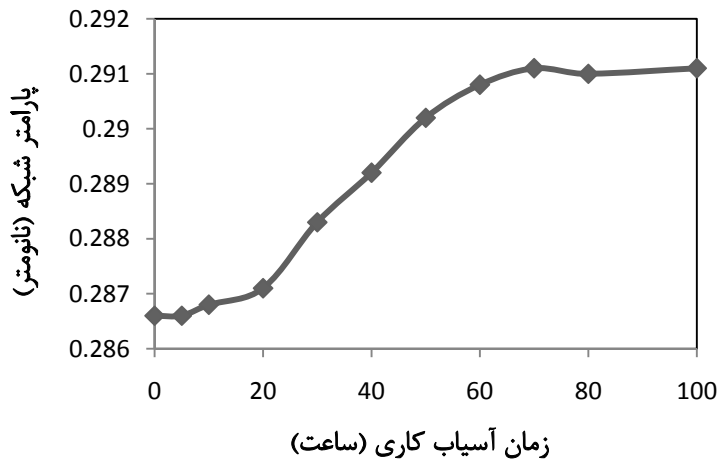
در شکل ۲ الگوهای پراش پرتو ایکس پودرهای Fe-28 at.% Al بعد از آسیاب کاری به مدت زمان‌های مختلف نشان داده شده‌اند. همان طور که در شکل دیده می‌شود بر خلاف پراش‌های (۱۱۱) و (۳۱۱) آلومینیم fcc که کاملاً متمایز از پراش‌های آهن bcc هستند بقیه پراش‌های دو فلز تقریباً بر هم منطبقند. لذا این پراش‌ها را می‌توان به عنوان مشخصه آلومینیم در نظر گرفت. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۲۰ ساعت پراش‌های (۱۱۱) و (۳۱۱) آلومینیم ناپدید شده و افزایش بیشتر زمان آسیاب کاری تا ۷۰ ساعت منجر به انتقال پراش‌های آهن به سمت زوایای کمتر می‌شود. از آنجایی که شعاع اتم‌های آلومینیم (۰/۱۴۳ nm) بزرگتر از آهن (۰/۱۲۶ nm) است در نتیجه انحلال اتم‌های آلومینیم در شبکه آهن منجر به افزایش فاصله بین صفحات اتمی آهن و انتقال پراش‌های آن به سمت زوایای کمتر می‌شود. بنابراین با افزایش زمان آسیاب کاری آلومینیم در آهن حل شده و محلول جامد نامنظم Fe(Al) تشکیل می‌شود. با افزایش زمان آسیاب کاری به بیش از ۷۰ ساعت انتقال پیک‌ها به سمت زوایای کمتر متوقف می‌شود که نشان دهنده پایان عملیات آلیاژسازی مکانیکی است.



شکل ۲- الگوهای پراش پرتو ایکس پودرهای Fe-28 at.% Al آسیاب کاری شده در زمان‌های مختلف.

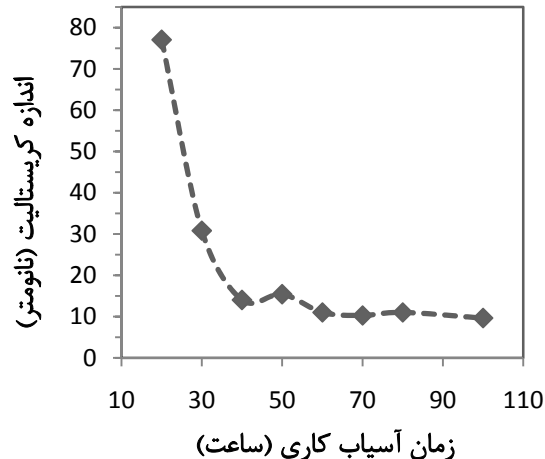
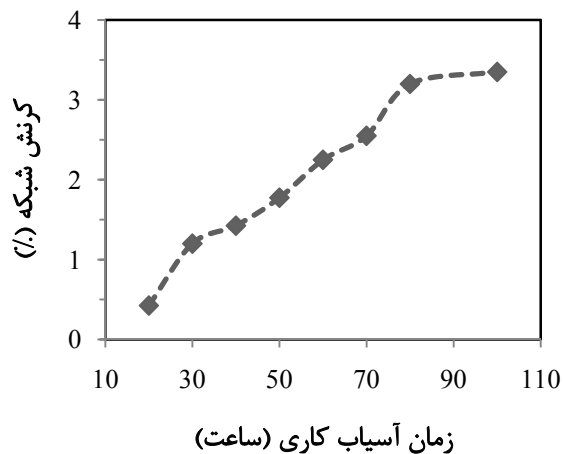
در شکل ۳ تغییرات پارامتر شبکه آهن بر حسب زمان آسیاب کاری نشان داده شده است. همان طور که در شکل مشاهده می‌شود در زمان‌های اولیه آسیاب کاری پارامتر شبکه آهن تغییر چندانی نکرده و تغییرات چشمگیر در پارامتر شبکه آن بعد از ۳۰ ساعت آسیاب کاری ایجاد شده است و با افزایش زمان آلیاژسازی مکانیکی پارامتر شبکه آهن افزایش یافته و بعد از ۷۰ ساعت آسیاب کاری مقدار ثابت شبکه به حدود ۰/۲۹۱۱ nm رسیده که برابر با پارامتر شبکه Fe₃Al با ساختار A2 (۰/۲۹۱۲ nm) می‌باشد (Cahn, ۱۹۹۹).

افزایش بیشتر زمان آسیاب کاری تا ۱۰۰ ساعت پارامتر شبکه تقریباً ثابت باقی مانده است. بنابراین، پس از ۷۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی Fe_3Al با ساختار bcc نامنظم تشکیل می‌شود.



شکل ۳- تغییرات پارامتر شبکه آهن برحسب زمان آسیاب کاری.

نکته قابل توجه دیگر در الگوهای پراش پرتو ایکس در شکل ۲ پهن شدن پیک‌ها با افزایش زمان آسیاب کاری می‌باشد. افزایش پهنای پیک‌های پراش ناشی از دو عامل کاهش اندازه دانه‌ها و افزایش کرنش شبکه است. به منظور تفکیک اثر این دو عامل بر پهن شدن پیک‌ها از معادله ویلیامسون- هال استفاده شد. در شکل ۴ اندازه متوسط کریستالیت‌ها و کرنش شبکه نمونه‌های سنتز شده در زمان‌های مختلف آلیاژسازی مکانیکی ارائه شده‌اند. همانگونه که در شکل دیده می‌شود با افزایش زمان آسیاب کاری اندازه کریستالیت‌ها کاهش و مقدار کرنش شبکه افزایش یافته‌اند. در زمان‌های اولیه آسیاب کاری اندازه کریستالیت‌ها با سرعت بیشتری کاهش یافته و با افزایش زمان آسیاب کاری نرخ کاهش اندازه کریستالیت‌ها کم شده و در زمان‌های بالاتر به مقدار تقریباً ثابتی رسیده است. کاهش اندازه کریستالیت‌ها با افزایش زمان آسیاب کاری ناشی از تغییر شکل پلاستیک شدید ذرات پودرها می‌باشد (Zakeri، Karimbeigi، Sadighzadeh، ۲۰۱۳). پس از ۷۰ ساعت آسیاب کاری اندازه متوسط کریستالیت‌های Fe_3Al و کرنش شبکه آنها به ترتیب به $10/3$ نانومتر و $2/55\%$ می‌رسد.



شکل ۴- میانگین اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه پودر Fe-28 at.% Al برحسب زمان آسیاب کاری.

نتیجه‌گیری

- با آلیاژسازی مکانیکی مخلوط پودرهای آهن و آلومینیم خالص با ترکیب Fe-28 at.% Al در یک آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای برای مدت زمان‌های مختلف تا حداکثر ۱۰۰ ساعت و بررسی الگوهای پراش اشعه ایکس آنها نتایج زیر بدست آمدند.
- ۱- با آسیاب کاری، اتم‌های آلومینیم در شبکه آهن نفوذ کرده و سبب تشکیل محلول جامد نامنظم Fe(Al) می‌شود.
 - ۲- پس از ۷۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی ترکیب بین فلزی Fe₃Al نامنظم با ساختار A2 (bcc نامنظم) تشکیل می‌شود.
 - ۳- میانگین اندازه کریستالیت‌های Fe₃Al تشکیل شده و کرنش شبکه آنها در نمونه پودر آسیاب شده به مدت ۷۰ ساعت، به ترتیب برابر با ۱۰/۳ نانومتر و ۲/۵۵ درصد محاسبه شد.

مراجع

- Balasubramaniam, R. (2002). "Hydrogen in iron aluminides". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 330-332, Pp. 506-510.
- Bonetti, E., Scipione, G., Valdre, G., Enzo, S., Frattini, R., Macri, P.P. (1995). "A study on nano crystalline iron and aluminium metals and Fe₃Al intermetallics by mechanical alloying". *Journal of Materials Science*, Vol. 30, Pp. 2220-2226.
- Cahn, R.W. (1999). "Lattice parameter changes on disordering intermetallics". *Intermetallics*, Vol. 7, Pp. 1089-1094.
- Cullity, B.D (1978). *Elements of x-ray diffraction*. (2nd edition). Addison-Wesley, Pp. 356.
- Enayati, M.H., Salehi, M. (2005). "Formation mechanism of Fe₃Al and FeAl intermetallic compounds during mechanical alloying". *Journal of Materials Science*, Vol. 40, Pp. 3933-3938.
- Guinebretière, R (2007). *X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials*. ISTE Ltd.
- Karimbeigi, A., Zakeri, A., Sadighzadeh, A. (2013). "Effect of composition and milling time on the synthesis of nanostructured Ni-Cu alloys by mechanical alloying method". *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, Vol. 10, No. 3, Pp. 27-31.

Li, Y.F., La, P.Q., Wei, Y.P., Lu, Y., Yang, Y. (2011). "Effect of hot pressing on microstructure and mechanical properties of bulk nano crystalline Fe₃Al materials containing manganese element". *Journal of Iron and Steel Research, International*, Vol. 18, Pp. 65-71.

Mc Kamey, C.G., Horton, J.A., Liu, C.T. (1988). "Effect of chromium on room temperature ductility and fracture mode in Fe₃Al". *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 22, Pp. 1679-1681.

Morris, D.G., Munoz-Morris, M.A., Baudin, C. (2004). "The high-temperature strength of some Fe₃Al alloys". *Acta Materialia*, Vol. 52, Pp. 2827-2836.

Sauthoff, G (1995). *Intermetallics*. Akhen: Wiley-VCH.

Stoloff, N.S., Liu, C.T. (1994). "Environmental embrittlement of iron aluminides". *Intermetallics*, Vol. 2, Pp. 75-87.

Suryanarayana, C. (2001). "Mechanical alloying and milling". *Prog. Mater Sci.*, Vol. 46, Pp. 1-184.

Wang, J., Xing, J., Qiu, Z., Zhi, X., Cao, L. (2009). "Effect of fabrication methods on microstructure and mechanical properties of Fe₃Al-based alloys". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 488, Pp. 117-122.

Westbrook, J.H. (editor), Fleischer, R.L. (editor) (1991). *Structural applications of intermetallic compounds*. Wiley.

Zhonghua, Z., Yangshan, S., Jun, G. (1995). "Effect of niobium addition on the mechanical properties of Fe₃Al-based alloys". *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 33, Pp. 2013-2017.

iMat
Conference 2014