

بهبود خصوصیات سطح آلیاژ Ti64 در حضور نانو ذرات زیرکونیا با استفاده از جوشکاری TIG

فرزاد پنهانه

گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده فنی مهندسی،
واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

فرید نعیمی

مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد،
واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران

مسعود آقاخانی

گروه مکانیک، دانشکده فنی مهندسی، دانشگاه رازی، کرمانشاه، ایران
(دریافت مقاله: ۹۶/۰۵/۰۳ - پذیرش مقاله: ۹۶/۰۷/۰۱)

چکیده

در این تحقیق از پوشش نانو ذرات زیرکونیا با ضخامت‌های مختلف بر روی سطح ورق Ti-6Al-4V به منظور عملیات ذوب سطحی جهت افزایش سختی و مقاومت به سایش، با استفاده از جوشکاری TIG بدون فلز پرکننده استفاده شده است. بعد از عملیات ذوب سطحی در حضور نانو ذرات زیرکونیا، عمق لایه ذوب شده سطحی و سختی نواحی مختلف اندازه‌گیری شده است. همچنین با استفاده از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ SEM، ریز ساختار نواحی مختلف ذوب شده سطحی را بررسی نموده و برای مشخص نمودن حضور نانو ذرات در ناحیه ذوب شده از آنالیز عنصری EDS و از الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) برای شناسایی فازهای تشکیل شده در نمونه‌های ناشی از عملیات ذوب سطحی استفاده شده است. نانو ذرات به عمقی از سطح ذوب شده نفوذ کرده و منجر به ایجاد ساختار سوزنی شکل و درهم‌بافته گردیده است. علت تشکیل این ساختار را می‌توان حضور ذرات نانو در حین عملیات ذوب سطحی و تشکیل مراکز جوانه‌زا جهت ایجاد جوانه‌های مناسب در مکان‌های مناسب دانست. نانو ذرات اعمال شده بر سطح با مکانیزم تغییر گرادیان کشش سطحی، موجب افزایش نفوذ لایه ذوب شده سطحی گردیده است. بیشترین سختی در نمونه‌هایی که بالاترین مقدار نانو ذرات را دارد، حاصل شده است. سختی این نمونه‌ها نسبت به فلز پایه ۲/۵ برابر شده است. با ثابت در نظر گرفتن پارامترهای جوشکاری و افزایش نانو ذرات زیرکونیا، عمق ناحیه ذوب شده بیشتر و همچنین سختی منطقه ذوب شده نسبت به فلز پایه افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی: نانو ذرات زیرکونیا، فرآیند جوشکاری TIG، آلیاژ Ti64، نفوذ ناحیه ذوب شده، سختی.

Improvement of Surface Properties of Ti64 Alloy in the Presence of ZrO₂ Nano-Particles by Using of Tungsten Inert Gas Welding

Farzad Pahnaneh

Department of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, South Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

Farid Naeimi

Advanced Materials Research Center, Materials Engineering Department, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran

Masoud Aghakhani

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Razi University, Kermanshah, Iran

(Received 25 July 2017, accepted 23 September 2017)

Abstract

In this research, coating of ZrO₂ nano-particles with different thicknesses on the surface of Ti-6Al-4V sheet was used for surface melting using by TIG welding process and without filler metal. After the melting operation in the presence of zirconia nanoparticles, the depth of the melting surface and hardness was measured. Also, using of optical microscope and SEM microscope, the microstructure of the different melting surface areas was investigated. To defined the presence of nanoparticles in the melted area, chemical analysis of EDS and X-ray diffraction pattern (XRD) have been carried out to identify the phases formed in the samples from melting operations. Nano particles penetrate deeply from the melt surface, resulting in a acicular structure that is interlocked. The causes of the formation of this structure is the presence of nanoparticles during surface melting operations And the formation of nucleation centers to create appropriate buds in suitable places. The applied nanoparticles on the surface with the surface tension shift gradient mechanism have increased the depth of the penetration of the melt surface. The most important effect of nanoparticles on the surface was hardness. The hardness result is in the sample, which has the highest nanoparticles. The hardness of these samples is 2.5 times higher than the base metal. With the constant consideration of welding parameters and increasing the ZrO₂ nanoparticles, the depth of the melting area and the hardness of the melting region increased compared to the base metal.

Keywords: ZrO₂ Nano-particles, TIG welding process, Ti64 alloy, Melting area penetration, Hardness.

E-mail of Corresponding author: farid.naeimi@gmail.com.

مقدمه

امروزه، نانوذرات به دلیل خواص ویژه و همچنین کاربردهای تکنولوژیکی فراوانی که دارند، توجه بسیاری از پژوهشگران را به خود جلب کرده اند. همزمان با گسترش علوم و تکنولوژی مهندسی سطح، استفاده از دستاوردهای آن برای کاربردهای صنعتی، پزشکی و داندانپزشکی نیز توسعه یافته است. فرآیندهای مهندسی سطح همچون پاشش حرارتی و پاشش پلاسمایی تحت خلاء، رسوب گذاری فیزیکی بخار، کاشت یون، رسوب گذاری برقی ذرات معلق در مایع، پراکنش با پرتو یونی و فرآیندهای جوشکاری جهت تأمین انواع پوشش های بیو سرامیکی، کامپوزیتی و فلزی بر روی فلزات مورد استفاده در صنایع مختلف به کار گرفته شده و مشخص یابی و ارزیابی وضعیت سطحی پروتزهای مصرفی در بدن نیز به کمک تکنیک های پیشرفته مرتبط با علوم و تکنولوژی سطح صورت گرفته است. هم اینک، اصلاح سازی سطح، بهبود مشخصه های سطح و ایجاد شرایط جدید و بهینه سطحی بر روی کاشتنی ها و پروتزهای بدن به منظور ارتقای کیفی رفتار سایشی، رفتار خوردگی و به طور کلی سازگاری زیستی اجزای مصنوعی مذکور به کمک دستاوردهای مهندسی سطح میسر گردیده است و این تلاش ها همچنان ادامه دارد [۱]. استفاده از پوشش های بیوسرامیکی مثل شیشه زیستی، کلسیم فسفات، هیدروکسی آپاتیت، پوشش آلومینا، زیرکونیا، پوشش شبه الماسی، کربن و کاربید سیلیسیم به منظور اصلاح سطح کاشتنی های بدن و یا ایجاد سطح جدید مورد توجه قرار داشته است. افزایش خواص مکانیکی، پاسخ استخوان اطراف کاشتنی، همبندی با استخوان و رشد سلول های استخوان بر روی کاشتنی های ارتوپدی از اهداف بکارگیری پوشش های سرامیکی و بیوسرامیکی است. بیش از یک دهه تحقیق و پژوهش نشانگر دستاوردهای مثبت استفاده از پوشش های بیوسرامیکی در کاشتنی های بدن

است که این امر به کمک علم مهندسی سطح و فناوری نانو در تولید ارزیابی و بهینه سازی پوشش ها میسر شده است. تیتانیوم و آلیاژهای آن به خاطر دارا بودن نسبت استحکام به وزن بالا، مقاومت به خوردگی مناسب و پایداری خواص در دمای بالا، کاربردهای زیادی در صنایع مختلف از جمله صنایع پزشکی، هوافضا و پتروشیمی پیدا کرده اند [۲،۳]. با وجود اینکه آلیاژ Ti64 ابتدا در صنعت هوا و فضا مورد استفاده قرار می گرفت به دلیل مقاومت به خوردگی بالا و زیست سازگاری خوب جهت کاشتنی های ارتوپدی و ارتودنسی وارد صنعت پزشکی گردید [۴،۵]. این فلز مانند آهن، دارای استحاله آلوتروپی در درجه حرارت حدود ۸۸۲ درجه سانتی گراد است که این استحاله با حالت انتقالی کریستالی از شکل هگزاگونال شش وجهی (HCP) در دمای پایین به شکل مکعب مرکز دار (BCC) همراه است. وجود این استحاله، کاربرد تیتانیوم و آلیاژهای آن را در دمای بالا محدود کرده است [۶]. محدودیت اصلی آلیاژهای تیتانیومی خواص سایشی ضعیف آن ها به خصوص در تماس با سطوح متحرک است. در این راستا مهندسی سطح یکی از موثرترین راهکارها جهت رفع این محدودیت است [۷]. دو آلیاژ Ti-6Al-4V و Ti-5Al-2.5Sn از اوایل سال ۱۹۵۰ میلادی توسعه یافته اند و هنوز نیز به صورت گسترده مورد استفاده قرار می گیرند. به صورتی که بیش از نیمی از بازار تیتانیوم در آمریکا مرتبط با آلیاژ Ti-6Al-4V است [۸]. یکی از مهمترین مراحل ساخت برخی از قطعات صنعتی و بیومواد فرآیند جوشکاری است که بهین سازی آن می تواند باعث استفاده بهتر و کاهش شدید هزینه ها در مورد آلیاژهای تیتانیوم شود [۹]. رشد سریع تیتانیوم در صنعت به دو دلیل استحکام بالا و مقاومت به خوردگی عالی است. آلیاژهای تیتانیوم با چگالی در حدود ۵۵ درصد فولاد به صورت گسترده در صنایع هوافضا به کار گرفته شده اند که یکی از کاربردهای

منحصر به فرد (نسبت سطح به اندازه) برای جذب پروتئین، میزان آبدوستی و آبگریزی، رشد سلول بر سطح مواد کاشتنی در بدن دارند، از این رو برای نسل آینده بیومتریال‌های ارتوپدی و ارتودنسی در نظر گرفته شده است [۱]. با ریز شدن ابعاد ماده و رسیدن به ابعاد نانو، سطح ماده و به تبع آن اتم‌های روی سطح ماده نیز افزایش می‌یابد، که دارای انرژی سطحی بیشتری است. بنابراین سطوح نانو رفتار کاملاً متفاوت در مقایسه با سطوح میکرو با نسبت سطح به حجم کمتر خواهند داشت. خواص مطلوب نانو ذرات باعث افزایش سختی و مقاومت به سایش عالی می‌شود و ایجاد ساختار دندردریتی تیتانیوم باعث بهبود خواص تیتانیوم و آلیاژهای آن خواهد شد. در این تحقیق، تأثیر نانو ذرات زیرکونیا بر نفوذ، ریز ساختار و سختی لایه ذوب شده سطحی مورد بررسی و تحلیل قرار گرفته‌اند.

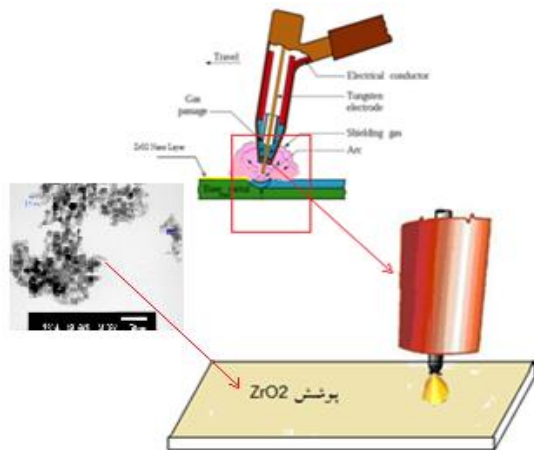
مواد و روش انجام آزمایش‌ها

نمونه‌ها از ورق تیتانیوم Ti-6Al-4V به شکل مستطیل به ابعاد ۴ × ۲۵ × ۵۰ میلی‌متر برش داده شده و قبل از عملیات ذوب سطحی و پوشش‌دهی، به وسیله استون و پنبه سطح نمونه‌ها چربی‌زدایی شده و از هرگونه آلودگی پاک شده است و همچنین با آب شستشو داده شدند. ترکیب شیمیایی ورق تیتانیومی با استفاده از اسپکترومتری نشری در جدول ۱ آورده شده است. پودر نانو ذرات زیرکونیا محصول شرکت مرک آلمان با میانگین اندازه ۶۰ nm که با استفاده از XRD^۱ و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۲ مورد ارزیابی قرار گرفت (شکل ۱ و ۲). به منظور عملیات ذوب سطحی، سطح نمونه‌ها از نانو ذرات زیرکونیا پوشانده شد (شکل ۳). برای اعمال پوشش نانو ذرات بر سطح، ابتدا روی سطح شیاری با استفاده از سنگ مغناطیسی ایجاد شد. شیاری ایجاد شده به عمق

آن مربوط به بدنه و قطعات موتور جت است [۱۰]. مشکل اصلی آلیاژهای تیتانیوم خواص سایشی آن است که برای رفع این مشکل از روش‌های مختلف اصلاح سطح استفاده شده است. به تازگی اصلاح سطح با استفاده از یک منبع حرارت متمرکز مانند اشعه لیزر، پرتو الکترونی و فرآیند جوشکاری قوسی تنگستن-گاز محافظ (TIG)، این فرصت را فراهم می‌کند که یک منطقه ذوب سطحی و یک لایه سخت و مقاوم به سایش را تولید کند [۱۱]. فرآیند عمیات سطحی با استفاده از لیزر و پرتو الکترونی بسیار کوتاه است، با این حال توسط عوامل مختلف از جمله نیاز به محفظه خلا، روش ساخت پرهزینه و سرمایه‌گذاری اولیه گران محدود شده‌اند. علاوه بر این تعدادی ترک سطحی در لایه سطحی توسط لیزر گزارش شده است [۱۲]. منبع حرارتی که می‌تواند ذوب شدن را فراهم آورد، استفاده از جوشکاری قوسی تنگستن-گاز محافظ است. بر روی فلز پایه، یک لایه پوششی توسط این روش ایجاد می‌گردد. عملیات ذوب سطحی با استفاده از جوشکاری قوسی تنگستن-گاز یک روش نسبتاً ارزان است، بهره‌وری آن نسبت به عملیات ذوب سطحی توسط لیزر و پرتو الکترونی بیشتر است. جوشکاری قوسی تنگستن-گاز یکی از روش‌های مناسب برای آلیاژسازی سطح و اصلاح سطح می‌باشد. جوشکاری قوسی تنگستن-گاز می‌تواند به سرعت یک لایه پوشش ضخیم را روی فلز پایه ایجاد و پیوند متالورژیکی مناسب بین زیرلایه و لایه پوششی حاصل کند [۱۳-۱۵]. نانو ذرات اکسید زیرکونیوم (زیرکونیا) یکی از پوشش‌های مناسب به دلیل سختی بالا، مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی مناسب، رفتار اصطکاکی مطلوب، نداشتن خاصیت مغناطیسی، رسانایی گرمایی پایین، دارای کاربردهای وسیعی در صنایع پزشکی و هوافضا و پتروشیمی است. در فرآیند جوشکاری با اضافه نمودن نانو ذرات اکسید زیرکونیوم می‌توان خواص سطحی را بیش از پیش افزایش داد. مواد نانو دارای سطح

^۱ X-ray Diffraction

^۲ Scanning Electron Microscopy



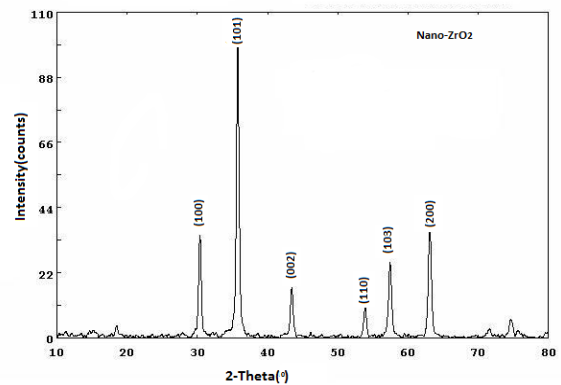
شکل ۳. شماتیکی از فرایند TIG و نحوه انجام عملیات ذوب سطحی.

بعد از آماده سازی نمونه‌ها عملیات ذوب سطحی در حضور نانو ذرات زیرکونیای پوشش داده شده بر سطح، توسط جوشکاری قوسی تنگستن-گاز با جریان مستقیم با الکتروود منفی (DCEN) و نوع الکتروود تنگستنی حاوی ۲٪ توریم (EWTh-2) با نوک تیز و زاویه راس ۴۵ درجه و قطر ۲/۴ میلی متر و به همراه گاز محافظ آرگون و بدون فلز پرکننده انجام پذیرفت (شکل ۴). بر طبق مرجع [۱۶] در این تحقیق تمام پارامترهای جوشکاری اعم از سرعت جوشکاری، ولتاژ، شدت جریان، فاصله نازل تا قطعه کار، جریان گاز محافظ و نوع گاز محافظ (آرگون با خلوص ۹۸/۸) در طول انجام آزمایش (ذوب کاری سطحی) ثابت در نظر گرفته شده‌اند. تنها پارامتر متغیر در این فرآیند، ضخامت پوشش نانو ذرات زیرکونیا بوده است، که افزایش مقدار نانو ذرات (درصد حجمی نانو ذرات) با استفاده از عمق شیار بدست آمده است. قطعات که عملیات ذوب سطحی روی آن‌ها انجام گرفت، با استفاده از وایر کات در راستای عمود بر خط ذوب به فاصله ۱۰ میلی‌متر از لبه برش داده شدند. در ادامه نمونه‌ها مانت شده و سپس برای بررسی عمق نفوذ، ریزسختی سنجی، شناسایی فازهای تشکیل شده توسط پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار داده شد. همچنین

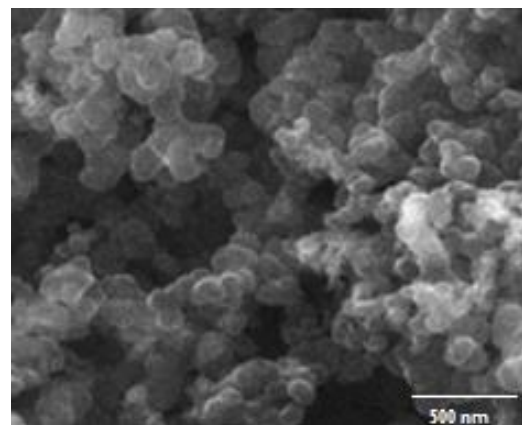
۰/۲۵، ۰/۵، ۰/۷۵ و ۱ میلی‌متر جهت تغییر ضخامت پوشش نانو ذرات (درصد حجمی نانو ذرات) بوده است. سپس نانو ذرات را با استون مخلوط کرده و با امواج التراسونیک آن را همگن نموده و خمیر به دست آمده به صورت یک پوشش با ضخامت‌های مشخص (بر اساس عمق شیار) بر روی سطح اعمال شد.

جدول ۱. آنالیز عنصری ورق Ti-6Al-4V بر حسب درصد وزنی.

Al	V	Cu	Fe	Mn	Mo
۶/۳۲	۴/۲۵	۰/۰۰۴	۰/۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۸
Nb	Sn	Ni	Si	Zr	Pb
۰/۰۰۵	۰/۰۰۴	۰/۰۰۳	۰/۰۲	۰/۰۳	۰/۰۱
C	W	Ru	Ti		
۰/۰۰۶	۰/۰۲	۰/۰۷	bal		



شکل ۱. طیف XRD نانو ذرات اکسید زیرکونیوم

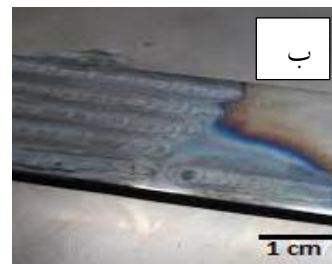


شکل ۲. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نانو پودر ZrO_2

کلی با افزایش دما کشش سطحی کاهش پیدا می‌کند. در حوضچه مذاب این فلز، کشش سطحی منفی است ($\partial\sigma / \partial T < 0$). در نقاط سردتر که مربوط به گوشه‌های حوضچه است، کشش سطحی بیشتر از مرکز حوضچه است. در نتیجه فلز مذاب گرمتر با کشش سطحی کمتر در مرکز، بوسیله فلز مذاب سردتر با کشش سطحی بیشتر در گوشه‌ها، به طرف بیرون کشیده می‌شود. این مساله سبب کاهش عمق نفوذ می‌شود [۱۷]. انتقال حرارت با محرک کشش سطحی، کنوکسیون حرارتی^۲ نامیده می‌شود [۱۸]. آنچه در این کار تحقیقاتی اتفاق افتاده است، افزودن نانوذرات زیرکونیا به عنوان اکسید فعال به سطح بوده که باعث افزایش کشش سطحی شده است و کنوکسیون مارانگونی را از منفی به مثبت تغییر داد و حوضچه جوش را عمیق‌تر نموده است (شکل ۵). همچنین اثر دیگر نانوذرات زیرکونیا به عنوان پوشش فعال سطحی، بر قوس بوده است که باعث تمرکز قوس شده و عمق نفوذ را بیشتر نموده است [۲۰، ۱۹].

با توجه به تغییر جهت جریان مارانگونی، تغییر هندسه لایه ذوب شده (جوش) حاصل شده است. به طور کلی عمق لایه ذوب شده بیشتر، همچنین ارتفاع جوش بیشتر و پهنای جوش کمتر شده است. همچنین در نمودار شکل ۶ مشاهده می‌شود که با افزایش ضخامت پوشش نانو ذرات ZrO_2 از ۰/۲۵ تا ۱ میلی‌متر (افزایش درصد حجمی نانو ذرات ZrO_2) و ثابت در نظر گرفتن دیگر پارامترهای جوشکاری مانند: شدت جریان، ولتاژ و سرعت جوشکاری، نفوذ بیشتر شده و عمق لایه ذوب شده افزایش یافته است.

برای مشخصه‌یابی بهتر ریز ساختار و پیدا کردن اثر نانو ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۱ مدل AIS 2300C استفاده شد. جهت تعیین تقریبی ترکیب شیمیایی و شناسایی فازها در مناطق مختلف از آنالیز نقطه ای (EDS 550 i) استفاده شد.



شکل ۴. الف) نمایی از دستگاه TIG اتوماتیک، ب) فرآیند ذوب سطحی.

نتایج و بحث

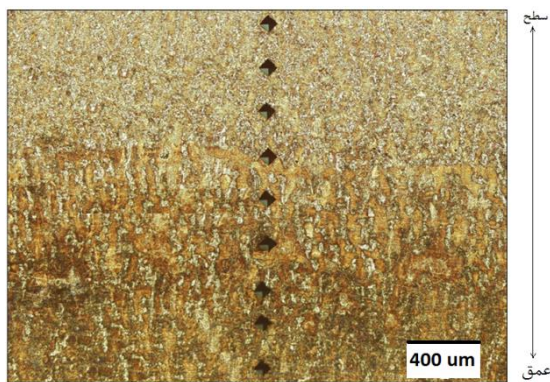
اثر نانو ذرات زیرکونیا بر هندسه (نفوذ، پهنای، ارتفاع) ناحیه ذوب شده سطحی

در اثر عملیات ذوب سطحی با ثابت در نظر گرفتن پارامترهای جوشکاری، با افزایش میزان نانوذرات زیرکونیا با استفاده از عمق شیار که حجم بیشتری از نانو ذرات را در خود جای می‌دهد، میزان عمق نفوذ افزایش یافته و پهنای جوش کاهش یافته است. یکی از عوامل تاثیرگذار بر روی هندسه جوش، جریان سیال در حوضچه جوش می‌باشد که از نیروی ایجاد شده در اثر اختلاف در کشش سطحی مذاب تاثیر می‌پذیرد. برای فلزات در حالت

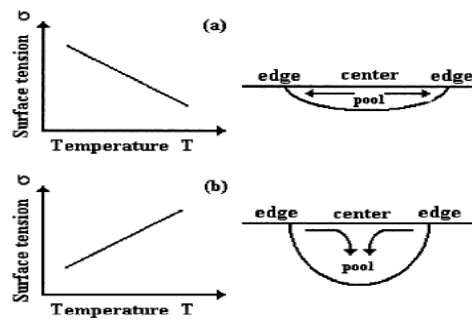
² Marangoni

¹ Scanning Electron Microscope

حضور نانو اکسید فلزی (زیرکونیا) روی سطح قطعه کار سبب تغییر سختی منطقه جوش گردیده است. از یک سو دمای ذوب اکسید فلزات به طور معمول بالاتر از دمای ذوب آن‌ها در حالت خالص است، بنابراین مقداری از گرمای ورودی بجای ذوب کردن فلز پایه، صرف ذوب کردن اکسیدهای فلزی شده و از سوی دیگر، حضور این ترکیبات در سطح فلز ضریب هدایت حرارتی و الکتریکی فلز را تغییر داده و موجب تغییر نرخ سرمایش می‌گردد. علاوه بر این موارد باتوجه به اینکه اکسید فلزات یک نوع سرامیک هستند، وارد شدن آن به منطقه ذوب موجب تغییر خواص مکانیکی از جمله سختی شده است. همچنین حضور این مواد در منطقه جوش تعداد نقاط شروع جوانه‌زنی را افزایش داده و سبب ریز دانه شدن منطقه ذوب شده است. تغییرات سختی بر روی نمونه‌های حاصل از عملیات ذوب سطحی از فلز جوش (منطقه ذوب شده) تا فلز پایه در اثر تغییرات ضخامت پوشش نانو ذرات زیرکونیا در شکل ۷ ارایه شده است. با افزایش ضخامت پوشش نانو اکسید زیرکونیوم از ۰/۲۵ تا ۱ میلیمتر سختی افزایش یافته است. با توجه به نتایج سختی سنجی (شکل ۸) مشاهده می‌شود که با افزایش ضخامت پوشش نانو ذرات تا حدود ۱ میلیمتر (خط بنفش در نمودار شکل ۸)، سختی لایه ذوب شده سطحی نسبت به دیگر نمونه‌ها افزایش پیدا کرده است.

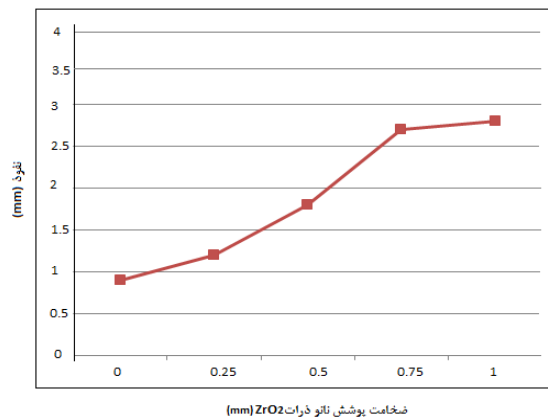


شکل ۷. تغییرات سختی در نواحی مختلف از سطح تا عمق



$$(a) \frac{\partial \sigma}{\partial T} < 0; \quad (b) \frac{\partial \sigma}{\partial T} > 0$$

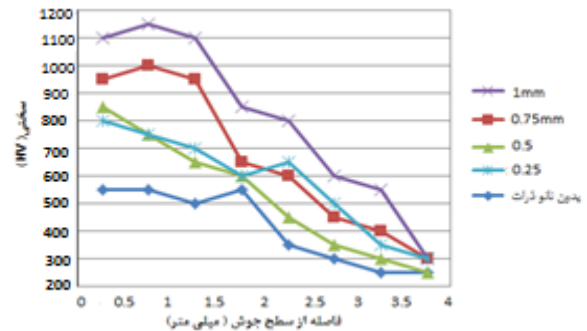
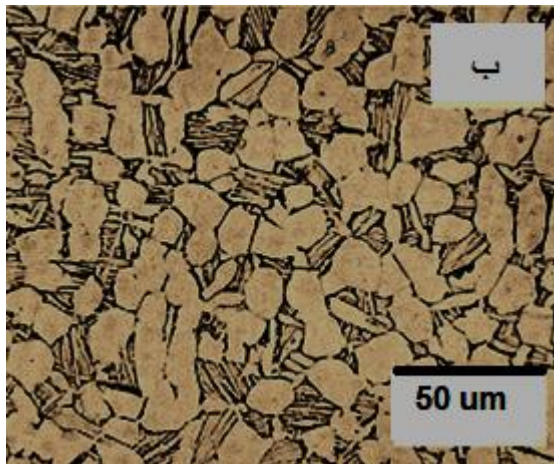
شکل ۵. تغییر جهت همرفت مارانگونی در ارتباط با کشش سطحی در حوضچه جوش، (a) قبل از اضافه کردن مواد نانو و (b) بعد از اضافه کردن مواد نانو [۱۸،۱۹،۲۱].



شکل ۶. تغییرات عمق نفوذ لایه ذوب شده در اثر افزایش ضخامت پوشش نانو ذرات.

اثر نانو ذرات زیرکونیا بر سختی سطح

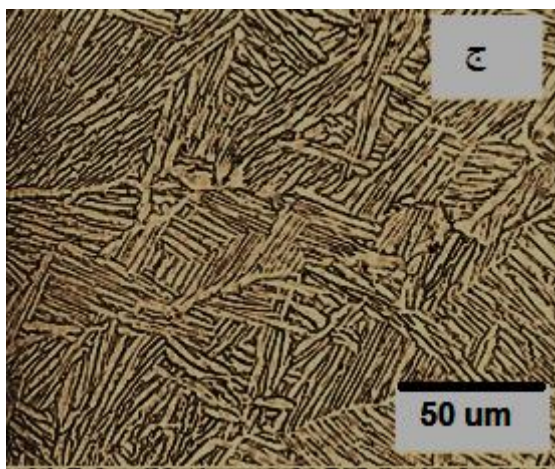
میکرو سختی سنجی از ناحیه ذوب شده سطحی، ناحیه HAZ و فلز اصلی با نیروی ۹/۸ نیوتن و زمان بارگذاری ۲۰ ثانیه انجام شد. در هر یک از نواحی مختلف سه آزمون گرفته شده و میانگین آن به عنوان عدد سختی بدست آمده است. یکی از عواملی که بر سختی منطقه ذوب شده (جوش) تأثیر می‌گذارد، مقدار گرمای ورودی و نرخ سرمایش است. سختی منطقه ذوب شده به طور مستقیم با ریز ساختار و اندازه دانه‌ها ارتباط دارد. از این رو با افزایش و کاهش گرمای ورودی و اثری که این تغییرات بر ریز ساختار و اندازه دانه‌ها دارد، سختی تغییر می‌کند [۱۸].



شکل ۸. پروفیل سختی حاصل از عملیات ذوب سطحی در حضور نانو ذرات با ضخامت مختلف و ثابت بودن تمام پارامترهای ورودی جوشکاری.

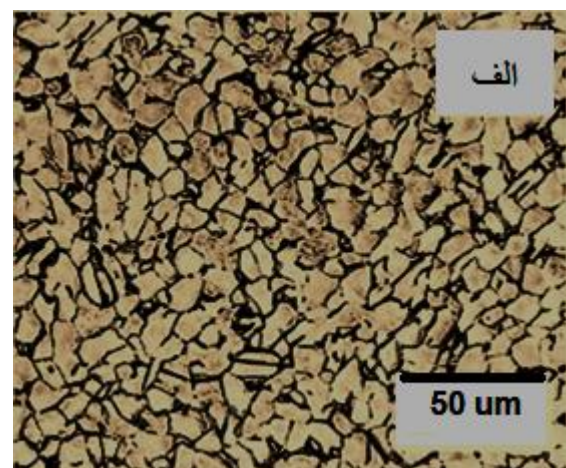
بررسی‌های ریز ساختاری

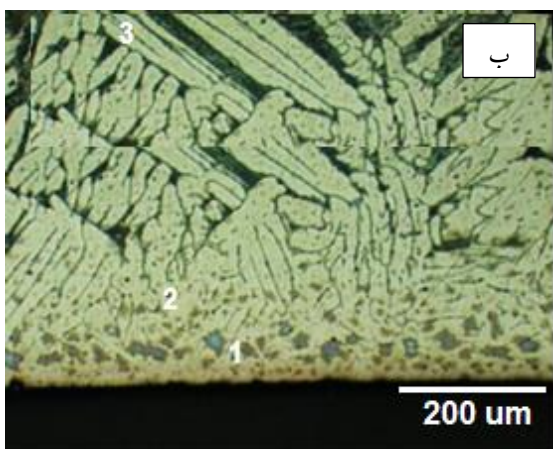
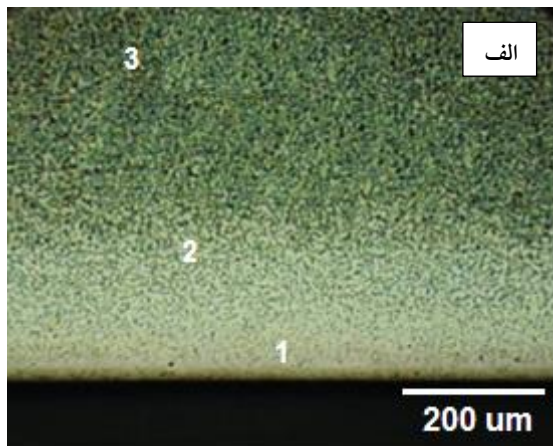
جهت بررسی‌های ریز ساختاری، نمونه‌های آماده شده برای متالوگرافی ابتدا توسط دستگاه مانیت گرم، مانیت شده و آماده صیقل‌کاری شدند. سپس با استفاده از سنباده متحرک با درجات مختلف، کاملاً پرداخت شده و با استفاده از محلول (3ml Hf + 6ml HNO₃ + 100 ml H₂O) اچ گردید. در نتیجه تصاویر ریز ساختار از نمونه‌ها، توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده است. شکل‌های ۹ الف، ب، ج نمونه‌هایی از نتایج متالوگرافی را نشان می‌دهد.



شکل ۹. نمونه‌های متالوگرافی با بزرگنمایی 50 X. (الف) فلز اصلی (مناطق روشن نشان‌دهنده فاز α و مناطق تیره مربوط به فاز β می‌باشد)، (ب) ناحیه HAZ و (ج) ناحیه ذوب شده سطحی.

همانطور که مناطق مختلف ریزساختار حاصل از عملیات ذوب سطحی در شکل ۹ نشان می‌دهد، ساختار حاصل از فرآیند ذوب سطحی یک ساختار دندریتی و سوزنی شکل است. یکی از دلایل تشکیل ساختار دندریتی، حل شدن اکسیژن در حین عملیات ذوب سطحی است. آزاد شدن اکسیژن از نانو اکسید فعال سطحی (ZrO₂)، باعث افزایش مقدار اکسیژن فلز جوش (ناحیه ذوب شده سطحی) شده، جزو حجمی آخال‌ها را افزایش داده و اندازه متوسط آخال را کاهش می‌دهد. که این امر منجر به جوانه‌زنی بیشتر و جلوگیری از رشد دانه می‌کند. همچنین منجر به تمرکز قوس شده است. دلیل دیگر ایجاد ساختار دندریتی و سوزنی، ذرات نانو می‌باشد که به عنوان مراکز



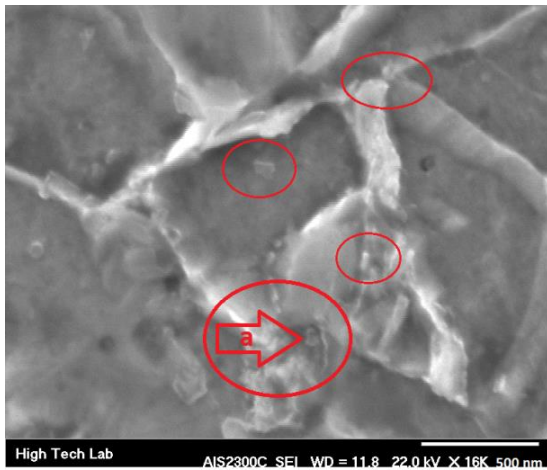


شکل ۱۰. نمونه متالوگرافی با بزرگنمایی 200 X، (الف) نواحی مختلف سطح بدون حضور نانو ذرات زیرکونیا، (ب) نواحی مختلف سطح با حضور نانو ذرات زیرکونیا.

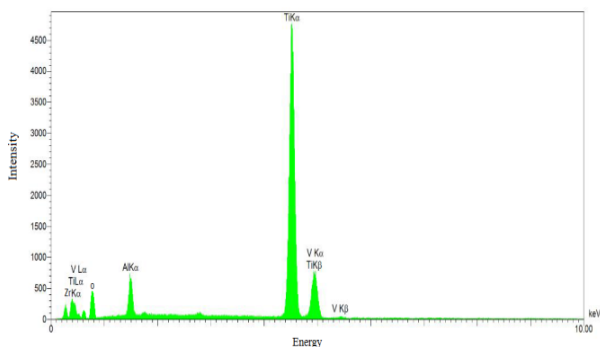
ساختار حاصل از متالوگرافی ماده اصلی، شامل دانه‌های فاز α (رنگ روشن) است که فاز β (رنگ تیره) در اطراف آن پراکنده شده است. این ساختار اغلب در مواردی که ماده تیتانیومی به آرامی از دمای استحاله آلوتروپی، سرد می‌شود، ایجاد شده که نشان دهنده چقرمگی خوب ماده است. در هنگام جوشکاری وقتی دما از دمای فاز بتا بالاتر می‌رود فلز اصلی ذوب می‌شود. در هنگام سرد شدن (بسته به نرخ کاهش درجه حرارت)، فاز بتا به فاز مارتنزیت تبدیل شده و فاز α' سوزنی شکل با بافت سبکی (ساختار در هم بافته) تشکیل می‌شود. در شکل ۹ ج به خوبی وجود فاز مارتنزیتی در منطقه جوش (ذوب سطحی) دیده می‌شود. این فاز مارتنزیتی، یکی از

جوانه‌ها را عمل کرده‌اند و جوانه‌ها در مکان‌های مناسب جوانه زنی کرده‌اند. این جوانه‌زنی باعث کاهش لیکوئیدوس و فوق تبریدی ترکیبی شده و رشد دندریتی را به همراه دارد. جوانه‌ها در مناطقی (سطح نمونه‌ها) که غلظت ذرات نانو زیاد است، شروع به تشکیل کرده و عمود بر سطح به سمت منطقه‌ای که غلظت نانو ذرات کم است، رشد می‌کنند تا جایی که انجماد مذاب جلوی رشد بیشتر را می‌گیرد. در سطح پایین‌تر ناحیه ذوب شده به علت انجماد سریع و عدم وجود ذرات نانو در مذاب، قابلیت واکنش با تیتانیوم کمتر و ضمن کاهش تعداد جوانه‌ها، فرصت رشد آن‌ها محدودتر می‌شود. لذا ضخامت دندریت‌ها افزایش یافته و جهت ترجیحی از بین رفته و ساختاری حاوی سوزن‌های درشت در منطقه متأثر از حرارت بدست می‌آید. رشد دانه در HAZ را می‌توان توسط سیکل‌های حرارتی توضیح داد [۱۸،۲۲]. با نزدیک شدن به مرز ذوب، درجه حرارت حداکثر و قرار گرفتن ماده در درجه حرارت‌های بالا، طولانی‌تر می‌شود. از آنجایی که رشد دانه با افزایش درجه حرارت و زمان آنیل، افزایش می‌یابد، اندازه دانه در HAZ با نزدیک شدن به مرز ذوب افزایش یافته است. در شکل ۱۰ الف نواحی مختلف ذوب شده سطحی بدون ذرات نانو مشاهده می‌شود. ناحیه ۱، فلز پایه و حرارت ندیده است. ناحیه ۲، منطقه HAZ است که تحت تاثیر حرارت قرار گرفته است. ناحیه ۳ ناحیه ذوب شده است که تحت تاثیر مسقیم حرارت قرار داشته است. اما در شکل ۱۰ ب مشاهده می‌شود که حضور نانو ذرات باعث تغییر در ریز ساختار نواحی مختلف فلز شده است. حضور نانو ذرات زیرکونیا باعث کاهش حرارت ورودی به فلز و تحولات ریز ساختاری در ناحیه HAZ و همچنین در سطح باعث ایجاد ساختار سوزنی و درهم بافته شده که این امر منجر به جلوگیری از رشد و اشاعه ترک و در نتیجه باعث افزایش خواص مکانیکی می‌گردد [۱۸].

شیمیایی EDS از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده گردید. همانطور که در شکل ۱۲ تصویر SEM منطقه ذوب سطحی (حوضچه جوش) نمایش داده شده، منطقه ذوب شده سطحی ساختار سوزنی و درهمبافته دارد که این، به علت وجود ذرات نانو به عنوان مراکز جوانه‌زا و همچنین به عنوان آخال‌هایی جهت جلوگیری از رشد نابه جایی و ترک‌های ریز در ساختار است. آنالیز EDS نیز حضور نانو ذرات زیرکونیا را تأیید می‌کند (شکل ۱۳).



شکل ۱۲. تصویر میکروسکوپ SEM و جوانه زنی بر روی آخال های ایجاد شده توسط نانو ذرات زیرکونیا.



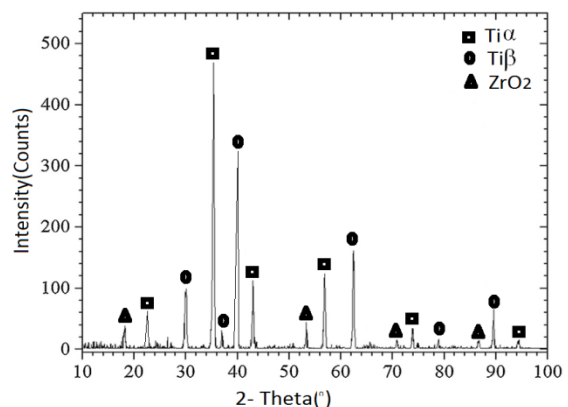
شکل ۱۳. تصویر آنالیز EDS از نقطه a در شکل ۱۲.

نانو ذرات ZrO_2 باعث تغییر ریز ساختار شده است. در شکل ۱۴ الف مشاهده می‌شود، ساختار و دانه‌بندی فلز پایه بدون ذرات نانو، درشت دانه است. اما در شکل ۱۴ ب

عوامل افزایش استحکام و سختی ناحیه ذوب شده نسبت به فلز اصلی و منطقه HAZ است که در شکل ۹ نشان داده شده است.

ریزساختار منطقه HAZ نشان می‌دهد که در منطقه گرما دیده هر سه فاز وجود دارند. همچنین رشد دانه نیز اتفاق افتاده که نتیجه انتقال حرارت با نرخ کمتر نسبت به ناحیه ذوب شده (فلز جوش) است. لازم به توجه است که وجود ذرات نانو و همچنین انتقال حرارت ناحیه ذوب شده به مناطق مجاور باعث می‌شود که نرخ انتقال حرارت در ناحیه ذوب شده بالاتر از منطقه HAZ باشد. مقدار فاز مارتزیتی مشاهده شده در این منطقه، بافاصله گرفتن از خط جوش کاهش یافته و به همان نسبت فاز α افزایش می‌یابد. در گرمای ورودی کمتر، دمای حداکثر کاهش یافته که منجر به کاهش اندازه دانه و کم شدن فاز α' در منطقه HAZ می‌گردد.

الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) برای شناسایی فازهای تشکیل شده در نمونه‌های ناشی از عملیات ذوب سطحی انجام گرفت، همانطور که نتایج XRD نشان می‌دهد با انجام عملیات ذوب سطحی با استفاده از جوشکاری TIG و حضور نانو ذرات بر روی ورق‌های Ti-6Al-4V ترکیب تیتانیوم و نانو ذرات زیرکونیا ایجاد می‌گردد.



شکل ۱۱. الگوی پراش پرتو X (XRD) از ناحیه ذوب شده.

به منظور بررسی تغییرات ریزساختار در نمونه‌ها با کیفیت مطلوب، بزرگ‌نمایی مناسب و به جهت استفاده از تجزیه

است. چون با این مقدار ذرات نانو، بیشترین مقدار سختی و عمق نفوذ جوش بدست آمده است.

۲- نتایج آزمون متالوگرافی نشان داد که فازهای α و β در اثر جوشکاری به فاز مارتنزیتی α' تبدیل که در منطقه HAZ و خط جوش رسوب می‌کند. این فاز α' سوزنی شکل روی محدوده ذوب سطحی بیشتر از HAZ بوده که نشان‌دهنده تأثیر پذیری آن از نرخ سرد شدن جوش است.

۳- با افزایش میزان ذرات نانو در سطح در حین انجام عملیات ذوب سطحی، باعث تغییر جهت جریان مارانگونی و تمرکز بیشتر قوس شده و عمق نفوذ افزایش و پهنای جوش کاهش یافته است.

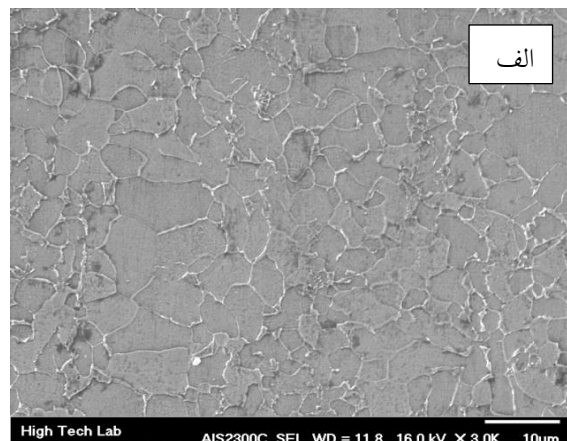
۴- انجام عملیات ذوب سطحی بر روی ورق‌های Ti-6V-4Al، باعث افزایش سختی گردید. به صورتی که از فلز پایه به سمت حوضچه جوش افزایش سختی حاصل می‌شود. این افزایش سختی به دلیل رسوب نانو ذرات زیرکونیا در سطح حوضچه جوش است. بیشترین سختی در نمونه‌ای که بیشترین مقدار نانو ذرات را دارد، حاصل شده، که سختی نسبت به فلز پایه ۲/۵ برابر شده است.

۵- ساختار حاصل از فرآیند عملیات ذوب سطحی یک ساختار سوزنی و درهمبافته که باعث جلوگیری از رشد و اشاعه ترک می‌شود. علت تشکیل ساختار درهمبافته را می‌توان حضور ذرات نانو در حین عملیات ذوب سطحی و تشکیل مراکز جوانه زا جهت ایجاد جوانه‌های مناسب در مکان‌های مناسب دانست.

سپاسگزاری

از جناب آقایان مهندس برزو هدایتی‌فر، مهندس حامد دانشور، مهندس شاهر روحانی، که تجربیات کاری خود را در اختیار گروه قرار دادند و در روند انجام این تحقیق از هیچ کمکی دریغ نوزیدند سپاسگزاری می‌نماییم. همچنین از عوامل آزمایشگاه جوشکاری و متالوگرافی مرکز

مشاهده می‌شود که ذرات نانو به صورت آخال‌های ریز و مراکز جوانه زا، باعث کاهش اندازه دانه و ساختار ریز دانه شده است. لازم به ذکر است که درصد حجمی نانو ذرات (مقدار نانو ذرات) باید به صورت بهینه تعیین شود، چرا که افزایش بیش از حد نانو ذرات باعث کلوخه شدن آن و کاهش خواص مکانیکی خواهد شد [۲۳، ۲۴].



شکل ۱۴. الف، ریز ساختار نمونه بدون نانو ذرات. ب: ریز ساختار نمونه با حضور نانو ذرات.

نتیجه‌گیری

در این تحقیق، نتایج نشان می‌دهد:

۱- مقدار نانو ذرات زیرکونیا بر کیفیت ناحیه ذوب شده سطح و سختی تأثیر گذار بوده است و باید به طور مناسب به صورت تجربی تعیین شود. برای جوشکاری روی نمونه‌های استفاده شده در این تحقیق، ضخامت پوشش نانو ذرات زیرکونیا به اندازه یک میلی‌متر مناسب

12. H. Xin, S. Mridha, TN. Baker, *The effect of laser surface nitriding with a spinning laser beam on the wear resistance of commercial purity Titanium*, J Mater Sci, 31(1996) 22–30.

13. R. Arabi Jeshvaghani, M. Shamanian, M.Jaberzadeh, *Enhancement of wear resistance of ductile iron surface alloyed by stellite*, 6. Mater Des, (2011) 32:20283.

14. Y. Lin, S. Wang, Wu KE, *The wear behaviour of machine tool guideways clad with W-Ni, W-Co and W-Cu using gas tungsten arc welding*, Surf Coat Technol, 172 (2003) 158–65.

15. L.Yuan Ching, S. Wang Wei, L. Yu Chang, *Analysis of microstructure and wear performance of W-C-Ti clad layers on steel, produced by gas tungsten arc welding*, Surf Coat Technol ,(2005)8–13.

16. AWS Safety & Health Fact Sheet, *Thoriated Tungsten Electrodes*, No. 27, American Welding Society, USA, (2003).

17. M. Aghakhani, M. Ghaderi, R. Eslampanah, and S. Farzamia., *Prediction of bead width in submerged arc welding process using TiO₂ by logic*, shiraz,s.n. (2012).

18. S.Kou, *Welding Metallurgy*, New Jersey, John Wiley and Sons, (2003).

19. K. Hung Tseng, *Performance of activated TIG process in austenitic stainless steel welds*, Journal of Materials Processing Technology, (2011).

20. A.Kumar Singh, V. Dey, R. Naresh Rai, *Techniques to improve weld penetration in TIG welding (A review)*, Materials Today: Proceedings 4 (2017) 1252–1259.

21. S. Lu, H. Fujii, H. Sugiyama, M. Tanaka,., and K. Nogi, *Weld Penetration and Marangoni Convection with Oxide Fluxes in GTA Welding*, Vol. 43, No. 11, (2002)2926-2931.

22. R.Pederson, *Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V*, Licentiate Thesis, Lulea University of Technology, (2002).

23. M. Aghakhani¹, M. R. Ghaderi¹, M. Mahdipour Jalilian¹, and A. Derakhshan, *Predicting the combined effect of TiO₂ nanoparticles and welding input parameters on the hardness of melted zone in submerged arc welding by fuzzy logic*, Journal of Mechanical

High Tech سازمان فنی حرفه‌ای استان کرمانشاه کمال

تشکرو قدر دانی را داریم.

منابع

1. M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, A. K. Gogia, *Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review*, Progress in Materials Science, 54 (2009) 397–425.

2. P. Danahy, *Controlled modification of titanium surface*, Phd thesis, Princeton University, November, (2004).

3. R. Boyer, R. Attributes, *characteristics, and applications of titanium and its alloys*, Journal of Materials, Vol. 62, No. 5, (2010) 21-24.

4. R. Khanna, T. Kokubo and etc, *Fabrication of dense α -alumina layer on Ti-6Al-4V alloy hybrid for bearing surfaces of artificial hip joint*, Materials Science and Engineering C 69 (2016) 1229–1239.

5. N.S. Manam, W.S.W. Harun, D.N.A. Shri, S.A.C. Ghani, T. Kurniawan, M.H. Ismail, M.H.I. Ibrahim. *Study of corrosion in biocompatible metals for implants: A review*. Journal of Alloys and Compounds 701 (2017) 698e715.

۶. افخمی. شهریار، حلواپی. ایوب، آلیاژهای مقاوم به حرارت، انتشارات نوربخش، (۱۳۹۵) ۳۰-۳۷.

7. C. Liu, Q. Bi, A. Mahews, *Tribological and electrochemical performance of PVD TiN coatings on the femoral head of Ti-6Al-4V artificial hip joints*, surface and coatings technology, (2003) 597-604.

8. F. S. Smithers and company, *Titanium The Industry, Its Future, Its Equies*, (1957) 33-67.

9. M. Jayabalan, V. Balurbramanian, *Effect of pulsed gas tungsten arc welding on corrosion behavior of Ti-6Al-4V Titanium alloy*, Materials and Design, in press, (2007).

10. H. B. Bomberger, F. H. Froes, and P. H. Morton, *Titanium A Historical Perspective*, in Titanium Technology, (1985) 3-17.

11. S. Katayama, A. Matsunawa, A. Morimoto, S. Ishimoto, Y. Arata, *Surface hardening of titanium by laser nitriding*, Jom-J Mineral Met Mater Soc, (1983)35-85.

Science and Technology, 27(7)(2013) 2107-2113.

24. M. Aghakhani, M. R. Ghaderi, A. Karami, A. A. Derakhshan, *Combined effect of TiO₂ nanoparticles and input welding parameters on the weld bead penetration in submerged arc welding process using fuzzy logic*, Int J Adv Manuf Technol, (2014) 70:63–72.