

بررسی خواص مکانیکی و ریزساختار قطعات کاربید تنگستن-۱۰ درصد وزنی کبالت حاوی ممانعت کننده رشد دانه کاربید تانتالیم

مرتضی محمودان^۱، حامد علی اکبرزاده^{۲*} و رضا غلامی پور^۳

^۱دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، دانشکده مهندسی مواد

^۲پژوهشکده علوم و فناوری مهام

^۳سازمان پژوهش های علمی و صنعتی ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۵/۱۳، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۷/۱۲/۳۰، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۳/۵

چکیده پودر کاربید تنگستن-۱۰ درصد وزنی کبالت با استفاده از آسیاب سیاره ای با متوسط اندازه ذرات اولیه حدود ۰/۵ میکرون آسیاب شد. نسبت وزنی گلوله به پودر به منزله متغیر آسیاب در نظر گرفته شد. سپس پودر با میکروسکوپ های الکترونی روبشی و عبوری و پراش پرتو ایکس بررسی شد. پس از تحلیل نتایج، نسبت وزنی ۱۵ مناسب ترین نسبت وزنی به شمار آمد. در این نسبت، اندازه دانه و ذرات کاربید تنگستن به یک میزان تا ۳۹ نانومتر کاهش یافت. نسبت مذکور در ادامه پژوهش رعایت شد. آنگاه تأثیر افزودن کاربید تانتالیم به منزله ممانعت کننده رشد دانه های کاربید تنگستن در حین تفجوشی، بررسی شد. پودر تهیه شده تحت فشار ۲۰۰ مگاپاسکال پرس شد و در محدوده دمایی ۱۳۷۰ تا ۱۴۵۰°C به مدت ۱ ساعت تفجوشی شد. سپس نمونه ها تحت آزمایش های مکانیکی و ریزساختاری قرار گرفت. در بهینه دمای تفجوشی مشخص شد که تأثیر افزودن ممانعت کننده مانع رشد دانه های کاربید تنگستن می شود و سختی را از ۱۴۹۰ به ۱۶۱۵ ویکرز می افزاید.

کلمات کلیدی کاربید تنگستن-کبالت، کاربید تانتالیم، آسیاب پرانرژی، نسبت گلوله به پودر، سختی.

Investigation of Mechanical Properties and Microstructure of WC-10%Wtco Containing Tac Grain Growth Inhibitor

M. Mahmoodan¹, H. Aliakbarzadeh^{*1,2} and R. Gholamipour³

¹Department of Materials Engineering, Saveh Branch, Islamic Azad University

²Maham Science and Technology Research Center

³Iranian Research Organization for Science and Technology (IROST)

Abstract Tungsten carbide-10wt% cobalt powders with particle size of 0/5micron were milled by high energy planetary ball mill at different balls to powder weight ratios (BPRs). The powders characterizations were studied by SEM, TEM and XRD. The best results were found at BPR equal to 15. In this ratio, the crystallite and particle size of WC decreased to 39 nm. In order to reduce the WC grain growth during the sintering process, tantalum carbide was added as a WC grain growth inhibitor during sintering. The prepared powders were compacted at 200 MPa and sintered at 1370-1450 °C during 1 hour. Then the mechanical and micro structural properties of the samples were determined. At optimum sintering temperature, the inhibition of WC grains growth is improved and the hardness increases from 1490 to 1615 HV₃₀.

Keywords Tungsten Carbide-Cobalt, Tantalum Carbide, High Energy Milling, Balls to Powder Ratios, Hardness.

*عهده دار مکاتبات

نشانی: پژوهشکده علوم و فناوری مهام، صندوق پستی ۱۹۵۸۵-۱۶۱.

تلفن: ۰۲۱-۲۲۵۴۹۳۶۳، دورنگار: ۰۲۱-۲۲۵۶۸۷۸۵، پیام نگار: a.akbarzadeh@gmail.com

۱- مقدمه

کاربید تنگستن-کبالت، از جمله کامپوزیت‌هایی است که به علت سختی بالا، چقرمگی شکست مناسب، مقاومت سایشی خوب و مقاومت در برابر شکست در دماهای بالا، کاربردهای فراوانی در ساخت ابزارهای برشی مختلف دارد [۱، ۲]. کاهش اندازه دانه کاربید تنگستن در مقیاس نانومتر، می‌تواند به طور هم زمان سختی و چقرمگی شکست کامپوزیت‌های کاربید تنگستن-کبالت را افزایش دهد [۳، ۴].

یکی از روش‌های تولید پودر کاربید تنگستن-کبالت، استفاده از انرژی بالای آسیاب است. این روش، یکی از روش‌های کاربردی و تأثیرگذار در ریزکردن پودرهای کامپوزیت کاربید تنگستن-کبالت است [۵، ۶].

از طرفی ممانعت‌کننده‌های رشد دانه کاربید تنگستن مانند کاربید تانتالیم، کاربید وانادیم، کاربید کروم و کاربید مولیبدن برای جلوگیری از رشد دانه‌ها در حین تف‌جوشی در فاز مایع، به ترکیب کاربید تنگستن-کبالت اضافه می‌شوند. این کاربیدها در دمای بالا در کبالت مایع حل می‌شوند و فاز کبالت مایع در کاربید بازدارنده اشباع می‌شود و انحلال‌پذیری کاربید تنگستن را می‌کاهد. در نتیجه سرعت رشد دانه‌های کاربید تنگستن، با کاهش انحلال‌پذیری کاهش می‌یابد [۷].

خواص مکانیکی کامپوزیت کاربید تنگستن-کبالت به عواملی نظیر ترکیب آلیاژ و همگن بودن ساختار بستگی دارد. مشخصات نهایی ریزساختار نیز به عواملی چون نوع فرآیند تف‌جوشی، دما، زمان، فشار و اتمسفر تف‌جوشی بستگی دارد [۳]. خواص پودرهای آسیاب‌شده همانند توزیع اندازه دانه به شرایط آسیاب وابسته است. این شرایط تأثیر مهمی بر خواص نهایی قطعه تولید شده دارد [۴].

براین اساس در مقاله حاضر، تأثیر نسبت‌های وزنی مختلف گلوله به پودر در مرحله آسیاب و استفاده از درصد‌های

گوناگون وزنی کاربید تانتالیم و تأثیر آنها بر روی خواص مکانیکی و ریزساختار نانوهاردمتال کاربید تنگستن-۱۰ درصد وزنی کبالت در شرایط تف‌جوشی مختلف، بررسی شده است.

۲- روش آزمایش

مواد اولیه آزمایش کاربید تنگستن (۹۹/۵٪)، کبالت (۹۹/۹٪) و کاربید تانتالیم (۹۹/۵٪) با متوسط اندازه ذرات ۰/۵۲، ۰/۴۸ و ۰/۴۷ میکرون است. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی این مواد در شکل ۱ دیده می‌شود. از کاربید تانتالیم با درصد‌های وزنی ۰/۳، ۰/۶ و ۱ درصد وزنی به منزله ممانعت‌کننده رشد دانه کاربید تنگستن، در ترکیب WC-۱۰%wtCo استفاده شد. این پودر با گلوله‌هایی از جنس کاربید تنگستن در محفظه آسیاب همراه با الکل، مخلوط شد. از گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد به منزله اتمسفر محافظ آسیاب پرانرژی مدل Retsch PM400M استفاده شد. زمان آسیاب، ۱۰ ساعت و سرعت آسیاب برابر ۲۰۰ rpm انتخاب شد. مخلوط پودرها در چهار نسبت وزنی گلوله به پودر^۱ برابر ۵، ۱۵، ۲۵ و ۳۵ آسیاب شدند. پس از آسیاب، پودرها در کوره خشک‌کن به مدت ۲۴ ساعت و در دمای ۱۰۰°C خشک شدند و سپس در فشار ۲۰۰ مگاپاسکال پرس شدند. تف‌جوشی در محدوده دمایی ۱۳۷۰-۱۴۵۰°C، به مدت ۱ ساعت در اتمسفر هیدروژن با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد انجام شد.

به منظور بررسی تغییرات اندازه ذرات کاربید تنگستن بعد از آسیاب و تف‌جوشی از دستگاه SEM مدل PHILIPS XL-30 و دستگاه TEM مدل PHILIPS CM200 FEG استفاده شد.

همچنین برای تعیین اندازه دانه پودرها و کرنش شبکه، در نسبت‌های وزنی گلوله به پودر، از آزمایش XRD نیز استفاده شد. دستگاه به کار رفته در این آزمایش، مدل

SEIFERT-3003 بود. براساس اطلاعات الگوهای پراش پرتو ایکس و با استفاده از رابطه ویلیامسون-هال^۲ (رابطه ۱)، اندازه کریستالیت کاربید تنگستن و کرنش شبکه محاسبه شد [۸]. در این رابطه، ابتدا با استفاده از نتایج اولیه آزمایش، شامل اطلاعات پیک‌ها و مقادیر حاصل از نصف عرض پیک ماکزیمم (FWHM)^۳، سه نقطه از بالاترین مقادیر حاصل از شدت پیک‌ها انتخاب شد. سپس زاویه‌های معادل با این سه نقطه، مشخص شد. مقدار عددی برحسب رادیان از این زاویه‌ها در رابطه^۲ با B نشان داده شده است. B_s در این فرمول، میزان FWHM نمونه استاندارد سیلیسیمی است که مقدار آن معادل ۰/۱۴۷ رادیان به دست آمد و B_i نیز میزان FWHM نمونه است. با قراردادن این سه نقطه، در یک دستگاه مختصات، که محور عمودی آن $B \cos \theta / \lambda$ و محور افقی آن $2 \sin \theta / \lambda$ است، میزان کرنش و اندازه کریستالیت‌های کاربید تنگستن به دست آمد.

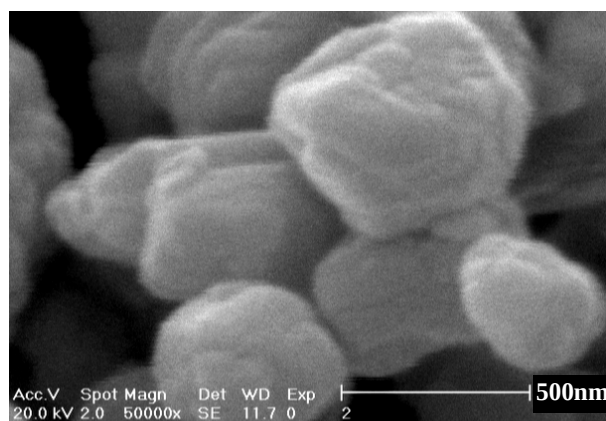
$$B \cos \theta = K \lambda / D + 4 \epsilon \sin \theta \quad \text{(رابطه ۱)}$$

$$B^2 = B_s^2 - B_i^2 \quad \text{(رابطه ۲)}$$

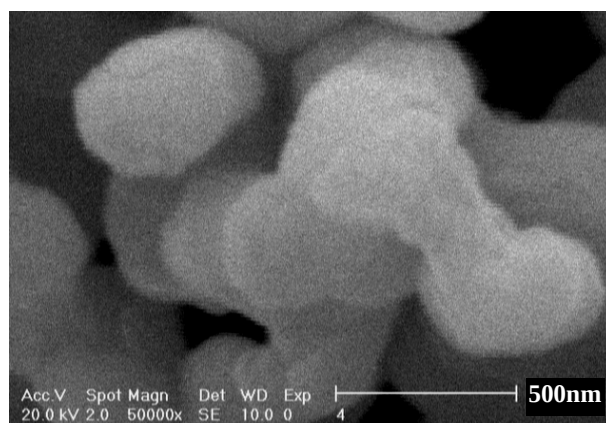
۳- نتایج و بحث

شکل ۲، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های آسیاب شده را نشان می‌دهد. اندازه ذرات به دست آمده در نسبت گلوله به پودر برابر ۳۵ از سایر نسبت‌ها ریزتر است. همچنین در نسبت گلوله به پودر برابر ۵، اندازه دانه‌های کاربید تنگستن، درشت‌تر از سایر نسبت‌هاست. این وضعیت، مبین عدم توانایی کافی این میزان در خردایش دانه‌های کاربید تنگستن است.

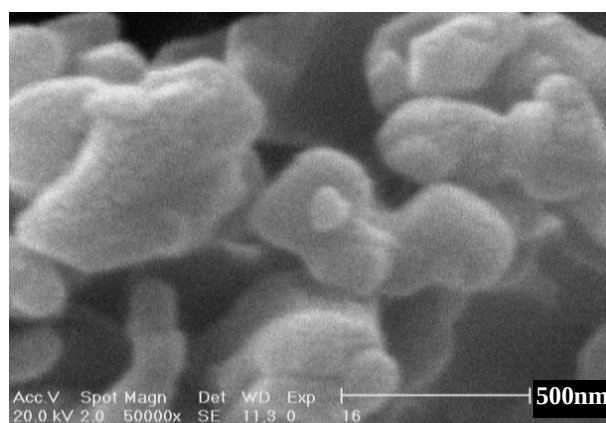
تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری در شکل ۳ آمده



(الف)



(ب)



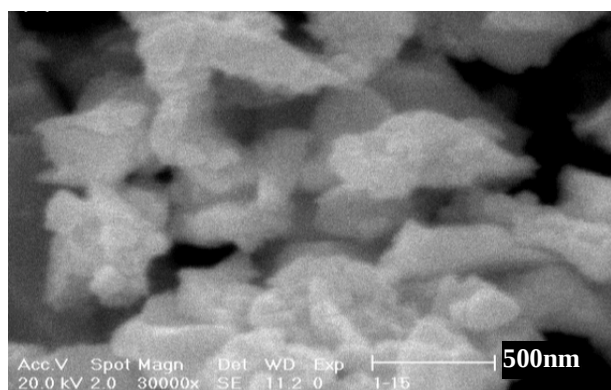
(ج)

شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودرهای اولیه الف. WC.

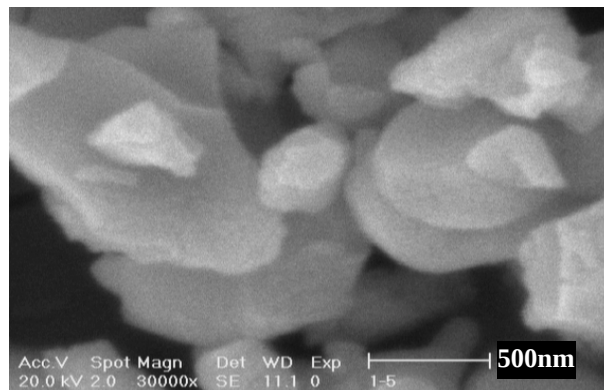
ب. Co و ج. TaC.

2. Williamson-Hall.

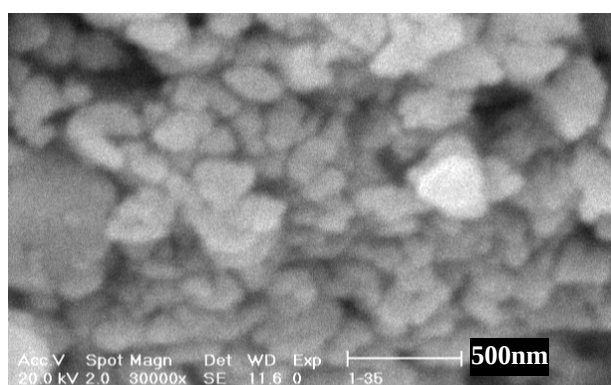
3. Full Width Half Maximum.



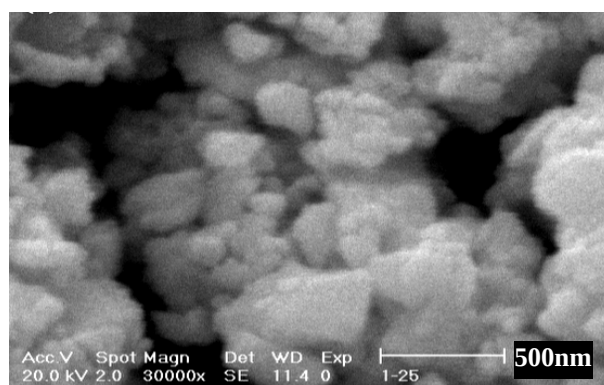
(ب)



(الف)



(د)



(ج)

شکل ۲. تصاویر SEM ذرات کاربید تنگستن در نسبت وزنی گلوله به پودر الف. ۵. ب. ۱۵. ج. ۲۵ و د. ۳۵.

شبکه افزایش یافته است. تغییرات کرنش از نسبت ۵ به ۱۵ تغییر محسوسی نشان نمی‌دهد؛ درحالی‌که اندازه دانه به شدت کاهش یافته است. درمقابل، افزایش کرنش در نسبت‌های ۲۵ و ۳۵ حاصل شده است. ازطرفی داشتن اندازه دانه کمتر با میزان کرنش پایین‌تر مطلوب است؛ زیرا در فرآیند شکل‌دهی، تنش باقیمانده در پودر، حصول به خواص مطلوب را با مشکل روبه‌رو می‌کند.

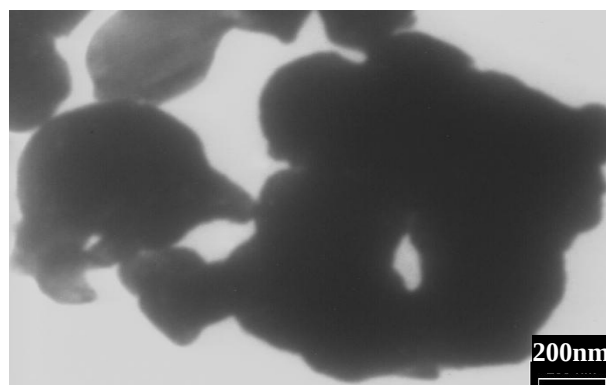
نتایج اندازه ذرات و دانه‌های کاربید تنگستن از طریق تصاویر میکروسکوپ الکترونی و آنالیز پرتو ایکس، در جدول ۱ آمده است. همان‌طورکه مشاهده می‌شود، با افزایش نسبت گلوله به پودر، اندازه ذرات کاربید تنگستن کاهش می‌یابد و ازطرف دیگر با افزایش آن، احتمال ورود ناخالصی‌ها و برهم

است. باتوجه‌به این تصاویر در نسبت وزنی گلوله به پودر ۳۵، اندازه ذرات ریزتر از سایر نسبت‌هاست و در نسبت وزنی گلوله به پودر ۵، اندازه ذرات کاربید تنگستن درشت‌تراز نسبت‌های دیگر است. این وضعیت با نتایج تصاویر SEM هم‌خوانی کامل دارد.

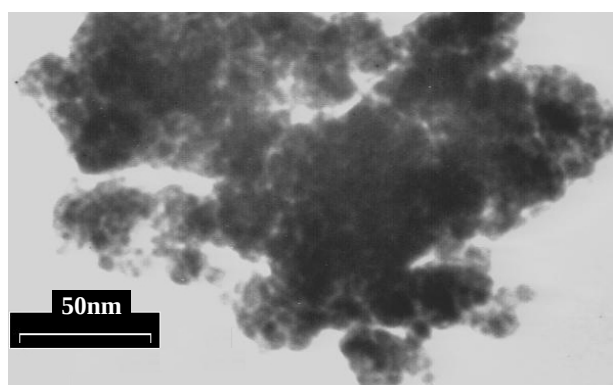
الگوی پراش پرتو ایکس در نسبت گلوله به پودر مختلف در شکل ۴ آمده است. باتوجه‌به این شکل، با افزایش نسبت گلوله به پودر، پهن‌شدگی پیک‌ها و کاهش شدت آنها رخ می‌دهد. تغییرات اندازه دانه و میزان کرنش پودر کاربید تنگستن در نسبت‌های مختلف گلوله به پودر در شکل ۵ آمده است. این نمودار نشان می‌دهد که با افزایش نسبت گلوله به پودر، اندازه دانه کاهش و درعین حال میزان درصد کرنش



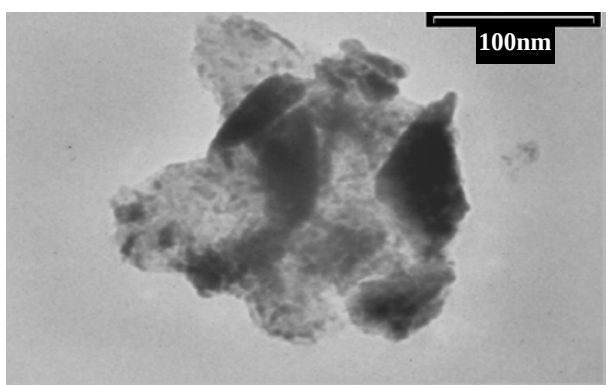
(ب)



(الف)

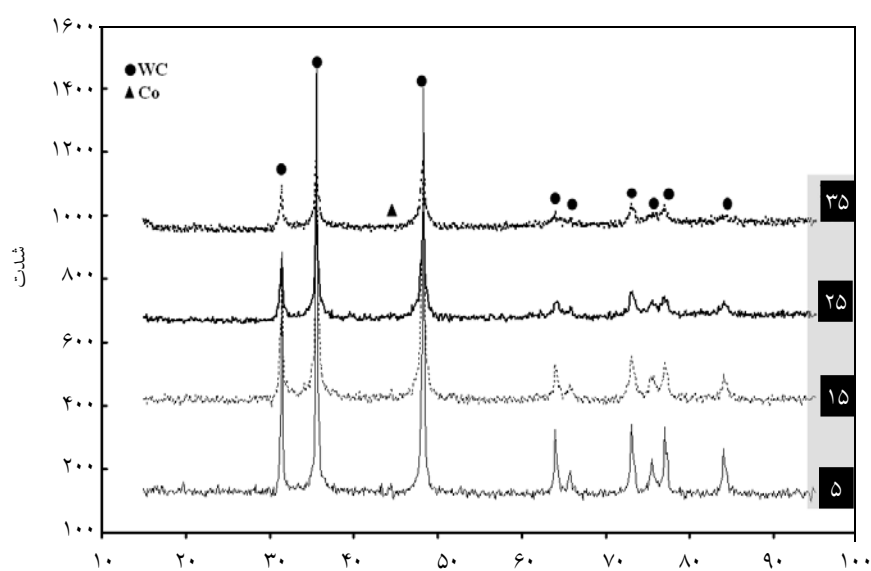


(د)



(ج)

شکل ۳. تصاویر TEM ذرات کاربید تنگستن در نسبت وزنی گلوله به پودر الف. ۵ ب. ۱۵ ج. ۲۵ و د. ۳۵.



شکل ۴. الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای تهیه شده در نسبت‌های وزنی مختلف گلوله به پودر ۵، ۱۵، ۲۵ و ۳۵.

نمی‌توان این نسبت‌ها را بهترین میزان مناسب نسبت گلوله به پودر دانست.

با بررسی و مقایسه نتایج به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، عبوری و آنالیز پرتو اشعه ایکس، نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۵ به عنوان بهترین نسبت انتخاب شد.

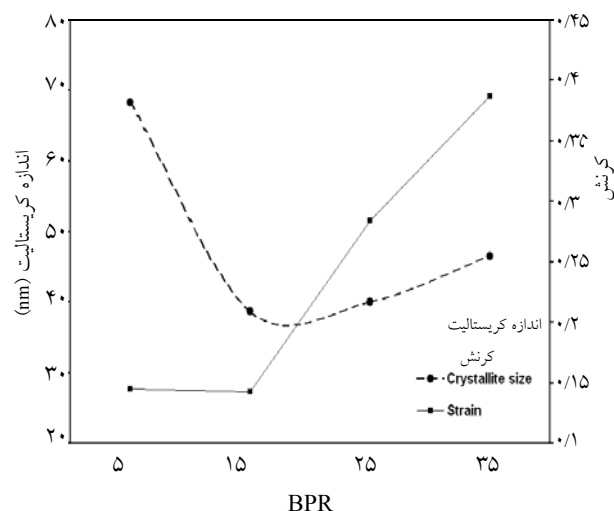
پس از تعیین شرایط بهینه آماده سازی پودر، قطعات در شرایط پخت و با درصد افزودنی‌های مختلف تهیه و بررسی شدند. نتایج حاصل از سختی سنجی نمونه‌های WC-10Co-xTaC در دماهای تفجوشی ۱۳۷۰، ۱۴۱۰ و ۱۴۵۰°C در شکل ۶ آمده است. باتوجه به نمودار، سختی نمونه‌های حاوی ممانعت کننده کاربید تانتالیم، نسبت به نمونه بدون افزودنی افزایش مطلوبی یافته است. همچنین در دمای ۱۴۱۰°C و درصد وزنی ۰/۶ درصد کاربید تانتالیم، بیشترین مقدار سختی به دست آمد.

شکل ۷، تصاویر دانه بندی به دست آمده از الکترون برگشتی در SEM را نشان می‌دهد. اندازه دانه‌های کاربید تنگستن در نمونه‌های حاوی کاربید تانتالیم، نسبت به نمونه بدون افزودنی رشد کمتری یافته‌اند. ریزش دانه‌ها و افزایش سختی ناشی از وجود کاربید تانتالیم در نمونه‌ها در حین فرآیند تفجوشی در فاز مایع است. از طرفی با ریزش دانه‌ها، طبق رابطه Hall-Petch، سختی نمونه‌ها افزایش می‌یابد.

نتایج میانگین اندازه دانه‌های کاربید تنگستن، در جدول ۲

جدول ۲. اندازه دانه کاربید تنگستن در قطعات WC-10Co-xTaC در دمای تفجوشی ۱۴۱۰°C.

درصد TaC	۱	۰/۶	۰/۳	۰
متوسط اندازه دانه کاربید تنگستن (میکرون)	۰/۷ ± ۰/۳	۰/۵ ± ۰/۳	۰/۶ ± ۰/۳	۱/۱ ± ۰/۵

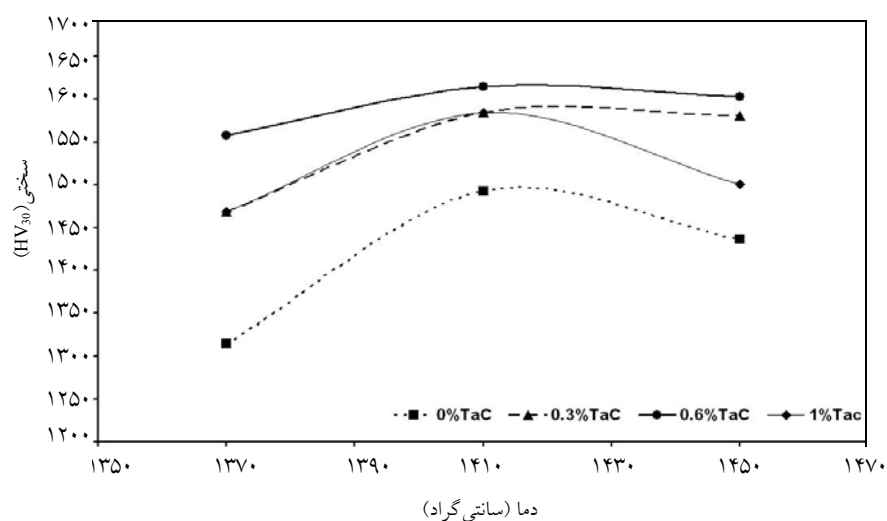


شکل ۵. اندازه دانه و کرنش شبکه کاربید تنگستن در ترکیب WC-10Co و نسبت‌های مختلف گلوله به پودر محاسبه شده از رابطه ویلیامسون-هال.

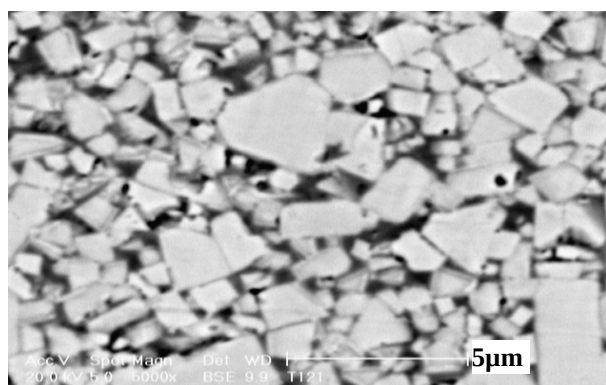
جدول ۱. نتایج اندازه گیری ذرات و دانه‌های کاربید تنگستن در ترکیب WC-10Co.

BPR	اندازه ذرات (nm) از تصاویر SEM	اندازه ذرات (nm) با استفاده از تصاویر TEM	اندازه کریستالیت (nm) با استفاده از نتایج XRD
۵	۲۷۵	۲۳۸	۶۸
۱۵	۹۸	۳۱	۳۹
۲۵	۶۸	۲۹	۴۰
۳۵	۶۵	۲۲	۴۷

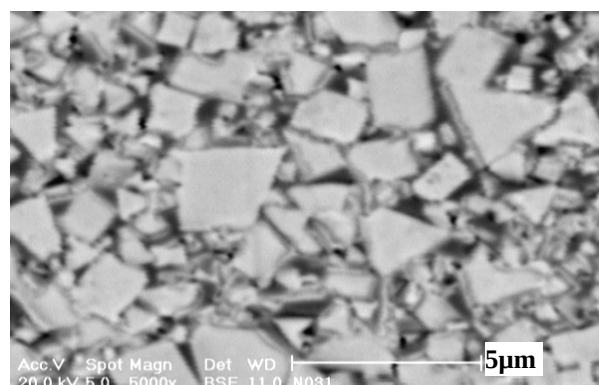
خوردن ترکیب وجود دارد. از طرفی، باتوجه به آلوده شدن و به هم چسبیدن و حتی درشت شدن نسبی دانه‌ها در نسبت ۳۵، با اینکه در این نسبت، دانه‌ها ریزتر شده‌اند، به دلایل ذکر شده،



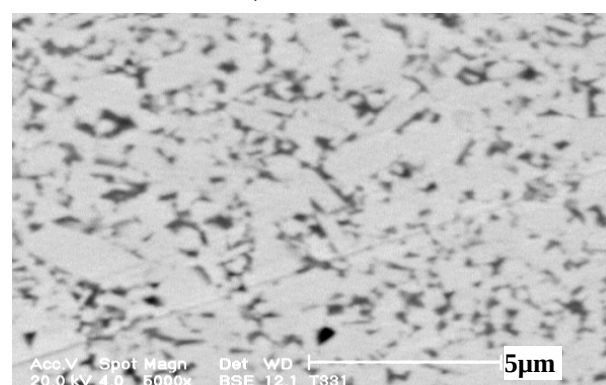
شکل ۶. مقایسه میزان سختی کامپوزیت WC-10Co-xTaC در دماهای تفجوشی مختلف.



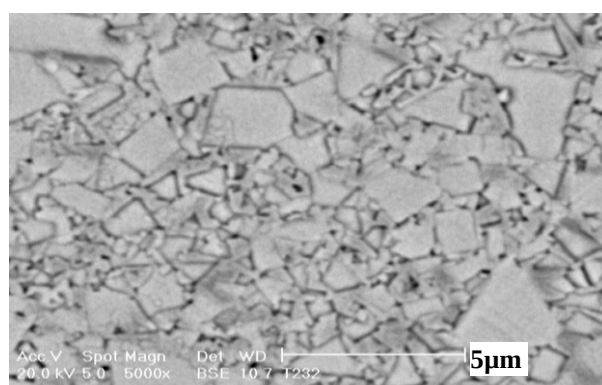
(ب)



(الف)



(د)



(ج)

شکل ۷. تصاویر SEM از ریزساختار نمونه‌های WC-10Co تفجوشی شده در دمای ۱۴۱۰ درجه سانتی‌گراد الف. بدون TaC. ب. ۰/۳TaC. ج. ۰/۶TaC و د. ۱ TaC درصد.

۴- نتیجه گیری

۱. براساس نتایج پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی و عبوری، استفاده از آسیاب با انرژی بالا در ترکیب WC-10Co می‌تواند اثر چشمگیری بر ریزکردن دانه‌های کاربید تنگستن در مقیاس نانومتری داشته باشد.
۲. در ۱۰ ساعت آسیاب پودر WC-10Co، نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۵ به‌عنوان مناسب‌ترین نسبت وزنی گلوله به پودر، انتخاب شد. میانگین اندازه ذرات در این نسبت وزنی کمتر از ۵۰ نانومتر بود.
۳. کاربید تانتالیم، یکی از ممانعت‌کننده‌های مؤثر از رشد دانه‌های کاربید تنگستن در حین تف‌جوشی فاز مایع است؛ به‌طوری‌که سختی کامپوزیت‌های کاربید تنگستن-کبالت را بسیار افزایش می‌دهد.
۴. بهترین نتیجه تحقیق، در ترکیب WC-10%wtCo-0.6%wtTaC و دمای تف‌جوشی 1410°C بود؛ که در آن سختی ۱۶۱۵ ویکرز و متوسط اندازه دانه ۰/۵ میکرون حاصل شد.

مراجع

1. Ostberg, G., Buss, K., Christensen, M., Norgren, S., Andren, H., Mari, D., Wahnstrom, G. and Reineck, I., "Effect of Tac On Plastic Deformation Of WC-Co and Ti(C, N)-WC-Co", *Int. J. of Ref. Met. and Mat.*, Vol. 24 Issues 1-2 (2006) 145-154.
2. Qu, X., Gao, J., Qin, M. and Lei, C., "Application of a Wax-Based Binder in PIM of WC-TiC-Co Cemented Carbides", *Int. J. of Ref. Met. and Mat.*, Vol. 23 Issues 4-6 (2005) 273-277.
3. Sivaprahasam, D., Chandrasekar, S.B. and Sundaresan, R., "Microstructure and Mechanical Properties of Nanocrystalline WC-12Co Consolidated By Spark Plasma Sintering", *Int. J. of Ref. Met. and Mat.*, Vol. 25

آمده است. این نتایج نشان می‌دهند که در دمای تف‌جوشی 1410°C ، وقتی که از ۰/۶ درصد وزنی کاربید تانتالیم استفاده شده، میانگین توزیع اندازه دانه‌های کاربید تنگستن، کمترین مقدار افزودنی را در بین درصدهای دیگر داشته است.

شکل ۶ نشان می‌دهد که علاوه بر تأثیر میزان افزودنی ممانعت‌کننده رشد دانه کاربید تنگستن بر روی سختی نمونه‌ها، دمای تف‌جوشی نیز از عوامل تأثیرگذار بر سختی است؛ به‌طوری‌که با افزایش دمای تف‌جوشی تا 1410°C ، سختی نمونه‌ها (شامل افزودنی و بدون افزودنی) افزایش یافته و در دماهای بالاتر از آن، سختی کاهش یافته است. با افزایش دمای تف‌جوشی، دو عامل تأثیرگذار در مکانیزم رشد دانه‌های کاربید تنگستن را می‌توان بررسی کرد. اولین عامل، افزایش سیالیت فاز کبالت مایع با افزایش دماست. با افزایش دمای تف‌جوشی، تحرک اتمی در فاز کبالت مایع، افزایش می‌یابد؛ که به دنبال آن، افزایش سیالیت را به همراه دارد.

این امر سبب پرشدن سریع‌تر حفره‌های موجود در نمونه می‌شود. این عامل می‌تواند سبب افزایش سختی نمونه از طریق افزایش استحکام بدنه تا دمای 1410°C شود. دومین عامل، افزایش ضریب نفوذ اتم‌های کربن و تنگستن در فاز کبالت مایع با افزایش دمای تف‌جوشی است. این عامل سبب افزایش نرخ رشد دانه‌های کاربید تنگستن می‌شود.

باید توجه داشت که دو عامل فوق به‌صورت هم‌زمان بر رشد دانه‌های کاربید تنگستن تأثیر می‌گذارند. به این معنی که افزایش تأثیر هرکدام از عوامل فوق با کاهش تأثیر عامل دیگر همراه است. در دماهای پایین‌تر از 1410°C ، افزایش سیالیت فاز مایع (باتوجه به توضیحات)، عامل اصلی افزایش سختی در نمونه‌هاست. در دماهای بالاتر از 1410°C ، افزایش ضریب نفوذ اتم‌ها بر افزایش سیالیت فاز مایع غلبه کرده است.

- and Norgren, S., "A Comparison of The Microstructures Of WC-VC-TiC-Co and WC-VC-Co Cemented Carbides", *Int. J. of Ref. Met. and Mat.*, Vol. 25 No. 3 (2007) 207-213.
7. Petersson, A. and Agren, J., "Sintering Shrinkage of WC-Co Materials with Different Compositions", *Int. J. of Ref. Met. and Mat.*, Vol. 23 Issues 4-6 (2005) 258-266.
8. Kameli, P., Salamati, H. and Aezami, A., "Effect of Particle Size on the Structural and Magnetic Properties of $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{mno}_3$ ", *J. of Appl. Phys.*, Vol. 100 Issue 5 (2006) 053914.
- Issue 2 (2007) 144-152.
4. Sun, J., Zhang, F. and Shen, J., "Characterizations of Ball-Milled Nanocrystalline WC-Co Composite Powders and Subsequently Rapid Hot Pressing Sintered Cermets", *Materials Letters*, Vol. 57 Issue 21 (2003) 3140-3148.
5. El-Eskandarany, M.S., Mahday, A.A., Ahmed, H.A. and Amer, A.H., "Synthesis and Characterizations Of Ball-Milled Nanocrystalline WC and Nanocomposite WC-Co Powders and Subsequent Consolidations", *J. of Alloys and Compounds*, Vol. 312 Issues 1-2 (2000) 315-325.
6. Hashe, N.G., Neethling, J.H., Berndt, P.R., Andrén, H.