

# تأثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه در آلیاژ سنگین تنگستن

- علی حریمی<sup>۱</sup>، حسن نجفی<sup>۲</sup>، ابوالفضل رضایی بزاز<sup>۳</sup>، کاظم زیبچی ترک<sup>۴</sup>، غلامرضا ابراهیمی\*<sup>۵</sup>
۱. دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.
  ۲. کارشناسی ارشد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.
  ۳. دانشیار، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.
  ۴. کارشناسی ارشد، مرکز تحقیقات مواد فلزی، دانشگاه مالک اشتر، تهران، ایران.
  ۵. استاد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.
- پست الکترونیک نویسنده مسئول [r.ebrahimi@um.ac.ir](mailto:r.ebrahimi@um.ac.ir)

## چکیده

آلیاژهای سنگین تنگستن با استفاده از تفجوشی فاز مایع برای استفاده در وزنه های تعادل، محافظ های تشعشع و پرتابه های ضدزره ساخته می شوند. تغییر در هر کدام از متغیرهای ساخت این آلیاژها تاثیر قابل ملاحظه ای بر رفتار مکانیکی این آلیاژها دارد. هدف از پژوهش حاضر تاثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله ای بر استحکام فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه در آلیاژ فوق است. آلیاژ تنگستن با ترکیب شیمیایی  $93/5W-4/5Ni-1/95Fe$  (درصد وزنی) ابتدا در قالب پلاستیکی فشرده سازی (ایزواستاتیک سرد) شد و پس از فرایند تفجوشی فاز مایع در دمای  $1480^{\circ}C$ ، دو سیکل عملیات حرارتی آنیل بر روی نمونه ها انجام شد. به منظور بررسی ویژگی های مکانیکی از آزمون کشش و سختی استفاده شد. همچنین ریز ساختار و سطح شکست (حاصل از آزمون کشش) این نمونه ها با استفاده از میکروسکوپ های نوری و الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصله نشان می دهد به دلیل تنش های حرارتی در هنگام سرمایش و گرمایش در حین انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله ای فاز زمینه به فصل مشترک ذرات تنگستن نفوذ کرده و باعث کاهش میزان مجاورت (از  $0/44$  به  $0/31$ ) این ذرات شده است. همچنین انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله ای سبب کاهش ناخالصی ها در فصل مشترک ذرات تنگستن با زمینه شده و این امر سبب افزایش استحکام نهایی (از  $842$  مگاپاسکال به  $960$  مگاپاسکال) شده است. مقایسه تصاویر شکست نگاری نمونه اولیه با نمونه های آنیل چند مرحله ای بیان گر تغییر حالت شکست از کسختگی در محل اتصال ذرات تنگستن و زمینه به شکست در فاز زمینه می باشد.

کلید واژه: آلیاژ سنگین تنگستن، فصل مشترک تنگستن-زمینه، عملیات حرارتی چند مرحله ای، تفجوشی، مجاورت

## Effect of cyclic annealing heat treatment on tungsten particles and matrix interface in heavy tungsten alloy

### Abstract

Heavy tungsten alloys are made by liquid phase sintering for application in protective weights, radiation shields, and anti-missiles. The change in each of the production parameters of these alloys affects the mechanical behavior of these alloys. The aim of this research is to assess the effect of annealing heat treatment cyclic on the bonding strength of tungsten particles with the matrix. Tungsten alloy with a chemical composition of 93.5W-5.4Ni-1.95Fe (in wt.%) is first compressed in a plastic mold (cold isostatic) following by liquid phase sintering at 1480 °C and two cycles of annealing heat treatment. In order to study the mechanical properties, tensile and hardness tests are used. Also, the microstructures and fracture surfaces (after tensile test) of the samples are examined using optical and scanning electron microscopes. The obtained results show that due to the thermal stresses during cooling and heating through the cyclic annealing heat treatment, the matrix phase is penetrated into the interface of tungsten particles which causes a decrease in the contiguity (from 0.44 to 0.31). Also, the cyclic annealing heat treatment reduces the impurities in the interface between tungsten particles and the matrix, resulting in an increase in strength (from 842 MPa to 960 MPa). Comparison of fracture surfaces of samples with annealing cyclic shows the change of brittle fracture mechanism to soft fracture. Keywords: Heavy tungsten alloys; Sintering; Heat treatment; Particles/matrix interface; Contiguity.

Keywords: Heavy tungsten alloys, particles/matrix interface, cyclic heat treatment, sintering, contiguity.

### مقدمه

آلیاژهای سنگین تنگستن از ذرات تنگستن مستحکم و فازهای زمینه انعطاف پذیر تشکیل شده اند، به طوری که برای اجزایی که نیاز به چگالی بالا و خواص مکانیکی بالا دارند، مانند وزنه تعادل، سپر تابش و پرتابه انرژی جنبشی کاربرد دارند. به دلیل ساختار کامپوزیتی، خواص مکانیکی آلیاژهای سنگین تنگستن به شدت به عوامل مختلف، مانند میزان ناخالصی، استحکام و مورفولوژی مرز فازها به اصطلاح فصل مشترک تنگستن-تنگستن و زمینه-تنگستن وابسته است [1-4]. به دلیل دمای ذوب بالای تنگستن، تهیه آلیاژهای سنگین تنگستن معمولاً به روش متالورژی پودر انجام می‌شود [5]. معمولاً ترکیبی از پودرهای Ni - Cu، Ni - Fe، Ni - Co یا Ni - Cr با پودر تنگستن مخلوط سپس فشرده سازی شده و نهایتاً خسته‌های خام در حضور فاز مایع تفجوشی می‌شوند. این آلیاژها به واسطه وجود ذرات تنگستن با اندازه‌ای در حدود ۱۵۰۰-۵۰ میکرومتر دارای چگالی و استحکام بالا و به واسطه داشتن زمینه Ni-Fe انعطاف پذیری خوبی را دارند. خواص نهایی این آلیاژها عمیقاً وابسته به متغیرهای فرآیند تفجوشی و عملیات حرارتی ثانویه می‌باشد؛ که این متغیرها با تغییر ترکیب شیمیایی و ابعاد نمونه تغییر

می‌کنند. نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن بعد از تف‌جوشی خواص مکانیکی مطلوبی ندارند، دلیل این امر شامل:

- ۱- تردی هیدروژنی حاصل از تف‌جوشی در اتمسفر هیدروژن، ۲- میزان مجاورت بالای ذرات تنگستن به دلیل رشد این ذرات در هنگام فرآیند تف‌جوشی، ۳- استحکام پیوند ضعیف، ذرات تنگستن با زمینه به دلیل جدایش ناخالصی‌ها در فصل مشترک تنگستن-زمینه و ۴- تشکیل فازهای بین فلزی به دلیل کند بودن سرعت سرمایش در مرحله تف‌جوشی این آلیاژها می‌باشد. عملیات حرارتی یکی از مؤثرترین راه‌ها برای اصلاح جدایش در فصل مشترک، حذف تردی هیدروژنی و فازهای بین فلزی ایجاد شده در حین تف‌جوشی و کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد [6,7]. پس از تف‌جوشی فاز زمینه این آلیاژها به دلیل حضور عناصر آهن و نیکل حساسیت شدیدی به تردی هیدروژنی دارد؛ که این تردی هیدروژنی تاثیر شدیدی بر کاهش ازدیاد طول و استحکام نهایی این آلیاژها دارد [8]. با انجام عملیات حرارتی پس از فرآیند تف‌جوشی می‌توان هیدروژن را از ساختار خارج کرده و خواص مکانیکی را به شکل چشم‌گیری افزایش داد [9-11]. علاوه بر این خروج هیدروژن از داخل آلیاژ یک فرآیند نفوذی می‌باشد که به ترکیب شیمیایی، دما، شیب غلظتی، ابعاد نمونه و زمان وابسته است [12]. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت، برای هر ترکیب شیمیایی و فرایند تف‌جوشی نیاز به طراحی فرآیند عملیات حرارتی مناسبی می‌باشد. از طرفی خواص مکانیکی این آلیاژها وابسته به استحکام فصل مشترک زمینه و ذره تنگستن می‌باشد [13]. ژو و همکاران [14] نشان دادند که استحکام نهایی، چقرمگی و ازدیاد طول رابطه مستقیم با استحکام پیوند زمینه و ذرات تنگستن دارند. استحکام پیوند بالاتر باعث شکست نرم زمینه و برش ذره‌های تنگستن می‌شود [14,15]. استحکام فصل مشترک بین ذرات تنگستن و زمینه وابسته به خلوص پودر تنگستن، ترکیب شیمیایی زمینه و اندازه‌ی ذرات تنگستن می‌باشد. لازم به ذکر است فرایند عملیات حرارتی مناسب پس از فرآیند تف‌جوشی، از جدایش ناخالصی‌ها در فصل مشترک تنگستن و زمینه جلوگیری می‌کند و این امکان فراهم می‌گردد تا ناخالصی‌ها به طور همگن در سراسر زمینه توزیع شوند [16]. ادموندز و همکاران نشان دادند استحکام فصل مشترک تنگستن-زمینه با سرکوب جدایش ناخالصی‌ها مانند هیدروژن، فسفر و گوگرد از طریق عملیات حرارتی در اتمسفر غیر هیدروژنی و سپس کوئنچ کردن در آب افزایش می‌یابد [17]. با توجه به تنوع در ترکیب شیمیایی این آلیاژها نیاز است عملیات حرارتی مناسبی برای ترکیبات مختلف جهت افزایش استحکام پیوند ذره تنگستن-زمینه طراحی گردد. از طرفی تنش‌های حرارتی در هنگام سرمایش و گرمایش در حین انجام عملیات حرارتی ایجاد می‌شود که این امر موجب نفوذ فاز زمینه به فصل مشترک ذرات تنگستن شده و میزان مجاورت این ذرات را کاهش می‌دهد [18]. همچنین با افزایش مقدار تنگستن در ترکیب شیمیایی آلیاژ سنگین تنگستن میزان مجاورت ذرات تنگستن نیز افزایش می‌یابد [16]. به همین دلیل نیاز است فرآیند عملیات حرارتی به گونه‌ای طراحی شود که میزان مجاورت ذرات را به حداقل مقدار ممکن کاهش یابد. در پژوهش حاضر تاثیر عملیات حرارتی

آنیل چند مرحله‌ای بر استحکام پیوند زمینه و ذره تنگستن و میزان مجاورت ذرات تنگستن نمونه آلیاژ سنگین تنگستن با ترکیب شیمیایی  $93/5$  درصد تنگستن  $4/5$  درصد نیکل و  $1/95$  درصد آهن مورد بررسی قرار گرفته است.

## مواد و روش انجام آزمایش

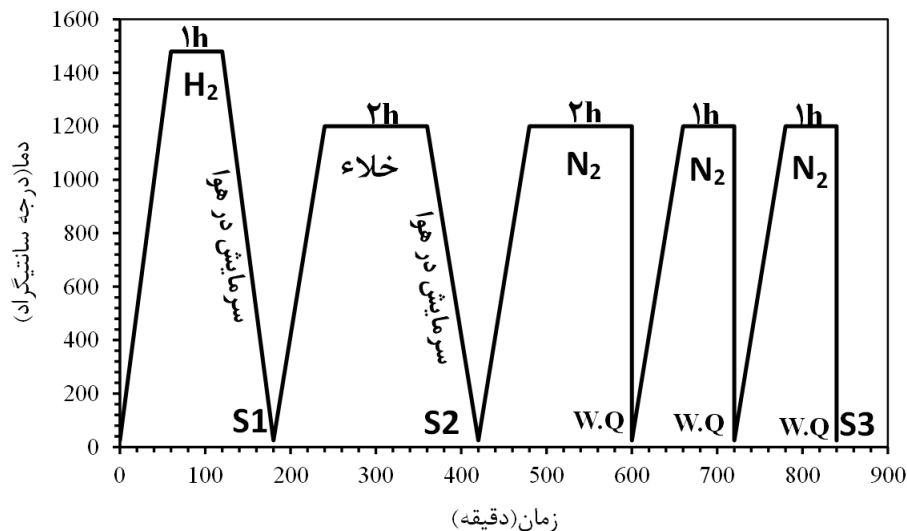
نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن با ترکیب شیمیایی  $93/5W-4/5Ni-1/95Fe$  (درصد وزنی) با استفاده از پودرهای عنصری خالص با اندازه‌ی بین ۵-۲ میکرومتر تهیه شدند. پودرهای ذکر شده با استفاده آسیاب دورانی به مدت ۳ ساعت مخلوط شدند. پودرهای مخلوط شده با استفاده از پرس ایزواستاتیک سرد EPSI-Q25 در قالبی استوانه‌ای شکل از جنس لاستیک (پلی یورتان) با ابعاد ۱۵ در ۱۱۵ میلی‌متر، تحت فشار ۲۰۰ مگاپاسکال فشرده شدند. پس از آن نمونه‌ها در کوره لوله‌ای افقی Carbolit (STF 15/75/610D) تحت گاز هیدروژن قرار داده شد و به مدت یک ساعت در دمای ۱۴۸۰ درجه سانتی‌گراد تا رسیدن به چگالی  $99/7 \pm 0/2$  درصد چگالی نظری (محاسبه چگالی به روش ارشمیدوس) تفجوشی شدند؛ پس از اتمام فرآیند تفجوشی نمونه‌ها در هوا سرد شدند (S1). پس از اتمام مرحله تفجوشی نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت خلاء نگهداری شدند و پس از آن در هوا سرد شدند (S2). همچنین عملیات حرارتی چند مرحله‌ی مطابق با شکل شماتیک ۱ به روی نمونه‌ها اجرا شد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد ابتدا نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت تحت گاز نیتروژن نگهداری شده و سپس در آب کوئنچ شدند (W.Q). پس از آن در دو مرحله متوالی نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت گاز نیتروژن به مدت یک ساعت نگهداری شده و سپس در آب کوئنچ شدند (S3). نمونه‌های تفجوشی و عملیات حرارتی شده (نمونه‌های S1، S2 و S3) در جهت طولی با استفاده از دستگاه وایرکات (DK7740ZB) برش خورده و سپس پولیش شدند. ریز ساختار نمونه‌های پولیش شده با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری (Olympus Cx23) و الکترونی روبشی (SEM) LEO-VP 1450 تهیه شد.

یکی از مهم‌ترین مولفه‌های موثر بر خواص مکانیکی میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد. میزان مجاورت ذرات تنگستن در ریز ساختار به کمک تصاویر میکروسکوپ الکترونی با استفاده از رابطه (۱) محاسبه شد [19].

$$C_{SS} = \frac{2N_{SS}}{2N_{SS} + N_{SI}} \quad (1)$$

که در آن  $N_{SS}$  تعداد تقاطع‌های خط اتصال با مرزهای تنگستن-تنگستن،  $N_{SI}$  تعداد تقاطع‌های خط اتصال با فصل مشترک زمینه-تنگستن و  $C_{SS}$  میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد.

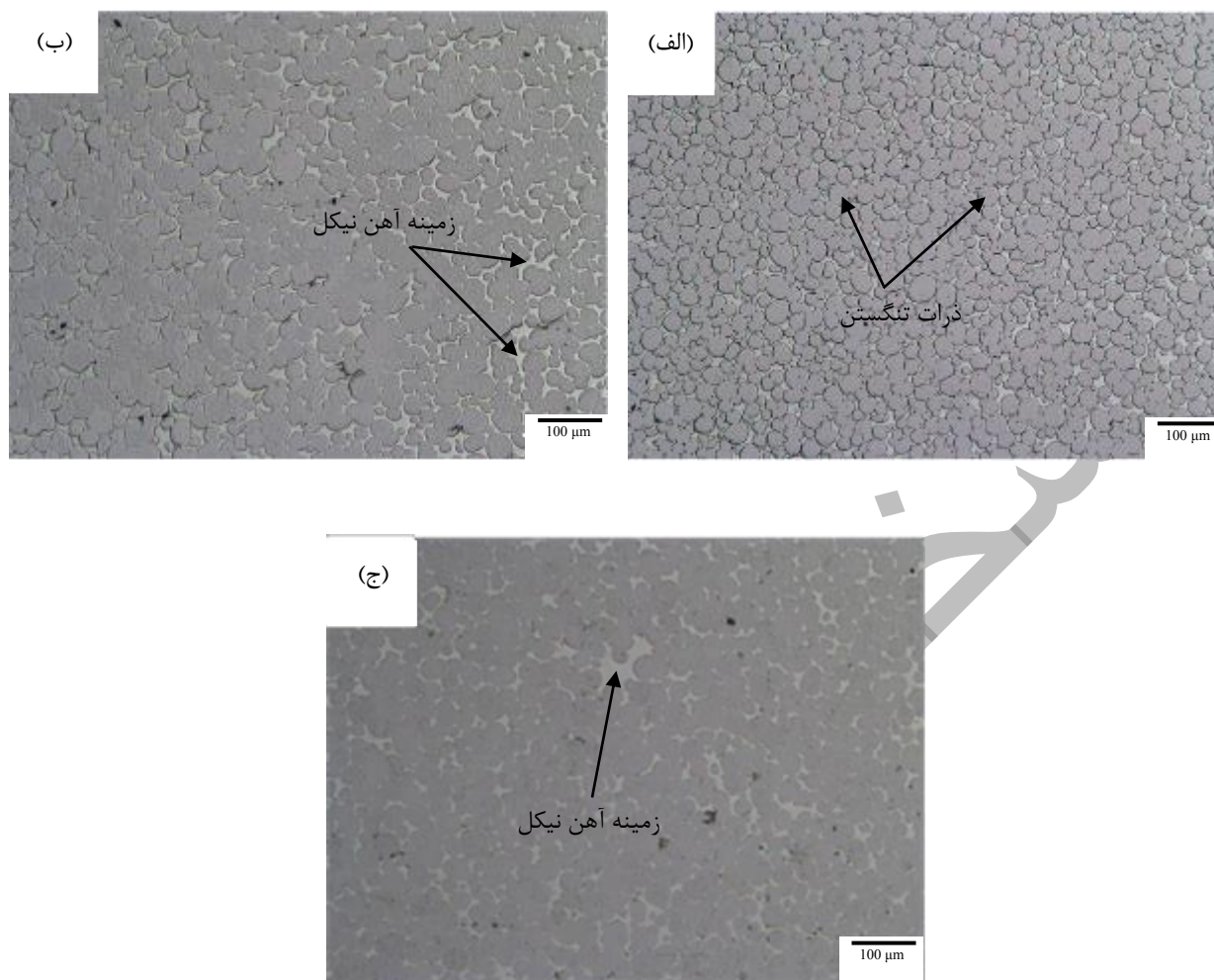
به منظور بررسی استحکام پیوند ذرات تنگستن با زمینه و تاثیر عملیات حرارتی چند مرحله‌ای از آزمون کشش در دمای محیط استفاده شد. نمونه‌ها مطابق استاندارد ASTM- E8 آماده سازی شدند و با استفاده از دستگاه Zwick-Roell مدل Z250 به همراه اکستنسومتر (به منظور محاسبه دقیق میزان ازدیاد طول) تحت آزمون کشش قرار گرفتند. پس از انجام آزمون کشش، ریزساختار در نزدیکی محل شکست و جهت کشش نمونه‌ها به کمک میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. همچنین سطح شکست حاصل از آزمون کشش پس از پاکسازی به کمک دستگاه اولتراسونیک با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (TESCAN BRNO-Mira3 LMU) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین آزمون سختی راکول سی با استفاده از دستگاه RMT کمپانی MATSUZAWA انجام شد.



شکل ۱ شماتیک فرآیند تفجوشی و عملیات حرارتی چند مرحله‌ای بر روی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن.

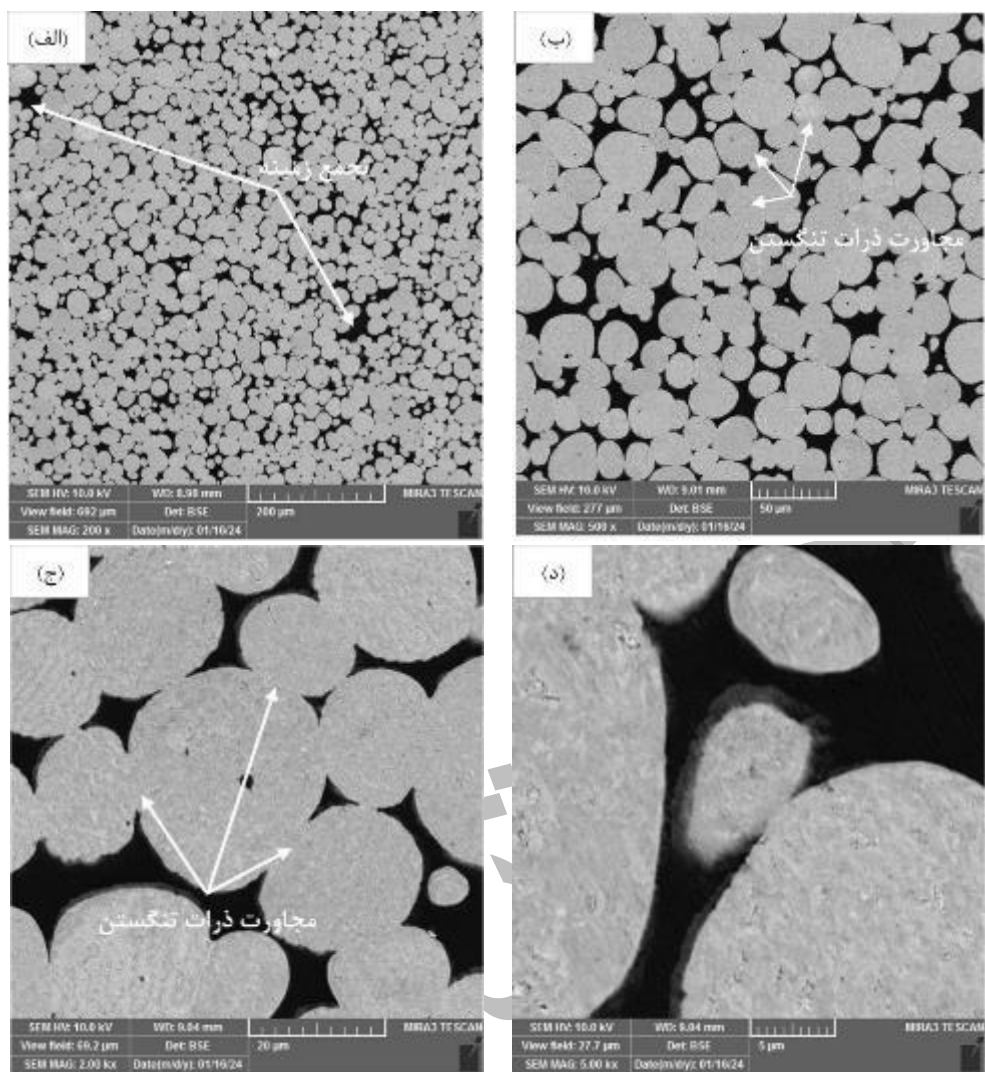
## نتایج و بحث

جهت بررسی تاثیر فرآیند عملیات حرارتی، نمونه‌های عملیات حرارتی شده (S2 و S3) با نمونه‌های تفجوشی شده (S1) مقایسه شدند. آلیاژ سنگین تنگستن پس از انجام فرآیند تفجوشی فاز مایع، دارای ساختاری متشکل از زمینه (آهن و نیکل) و ذرات تنگستن پخش شده در این زمینه می‌باشد. شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن را نشان می‌دهد. در این تصاویر می‌توان ذرات تنگستن (شکل ۲-الف) قرار گرفته در زمینه آهن و نیکل (شکل ۲-ب و ج) را مشاهده کرد. با توجه این که چگالی نمونه‌ها  $99.7 \pm 0.2$  درصد چگالی نظری می‌باشد، به نظر می‌رسد تمامی نمونه‌ها عاری از تخلخل و حفرات باشند.



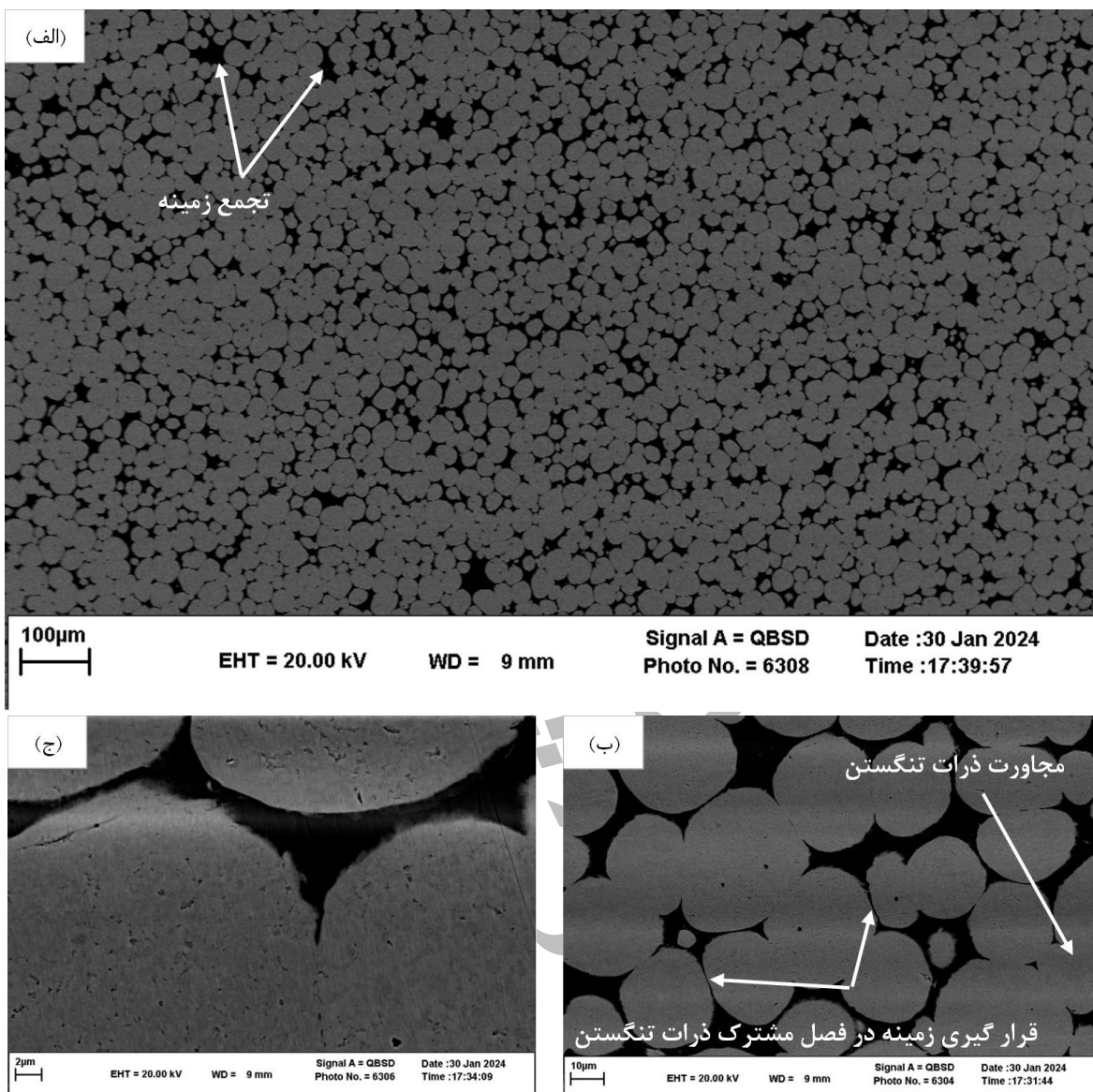
شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از ریز ساختار نمونه‌های: (الف) نمونه S1، (ب) نمونه S2 و (ج) نمونه S3.

به منظور بررسی دقیق تر ریزساختار تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن تهیه شد. شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S1 را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، ریز ساختار شامل ذرات تنگستن (کروی شکل) سفید رنگ و فاز زمینه (سیاه رنگ) می‌باشد. دلیل تفاوت رنگ فاز زمینه و ذرات تنگستن اختلاف جرم اتمی عناصر تشکیل دهنده این فازها (تنگستن  $183,084 \text{ amu}$ ، آهن  $55,084 \text{ amu}$ ، نیکل  $58,069 \text{ amu}$ ) می‌باشد. همچنین تجمع فاز زمینه (شکل ۳-الف) و مجاورت ذرات تنگستن (شکل ۳-ب) در ریز ساختار مشاهده می‌گردد. شکل ۳-ج مجاورت ذرات تنگستن را در بزرگ‌نمایی بالاتر نشان می‌دهد؛ همان‌طور که مشاهده می‌گردد چند ذره تنگستن بهم چسبیده و فاز زمینه در بین این ذرات جایی ندارد. همچنین در شکل ۳-د مرز ذرات تنگستن و زمینه قابل مشاهده است. با توجه به تصاویر شکل ۳ می‌توان چنین نتیجه گرفت که ذرات تنگستن مجاور زیادی با یکدیگر دارند و فاز زمینه در بین آنها به صورت یکنواخت توزیع نشده است.



شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S1: الف، ب، ج و د در بزرگ‌نمایی‌های مختلف.

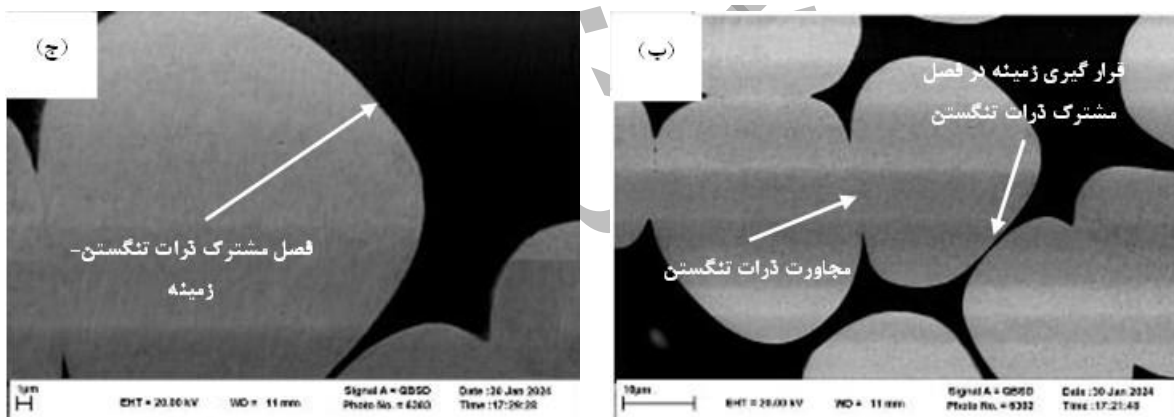
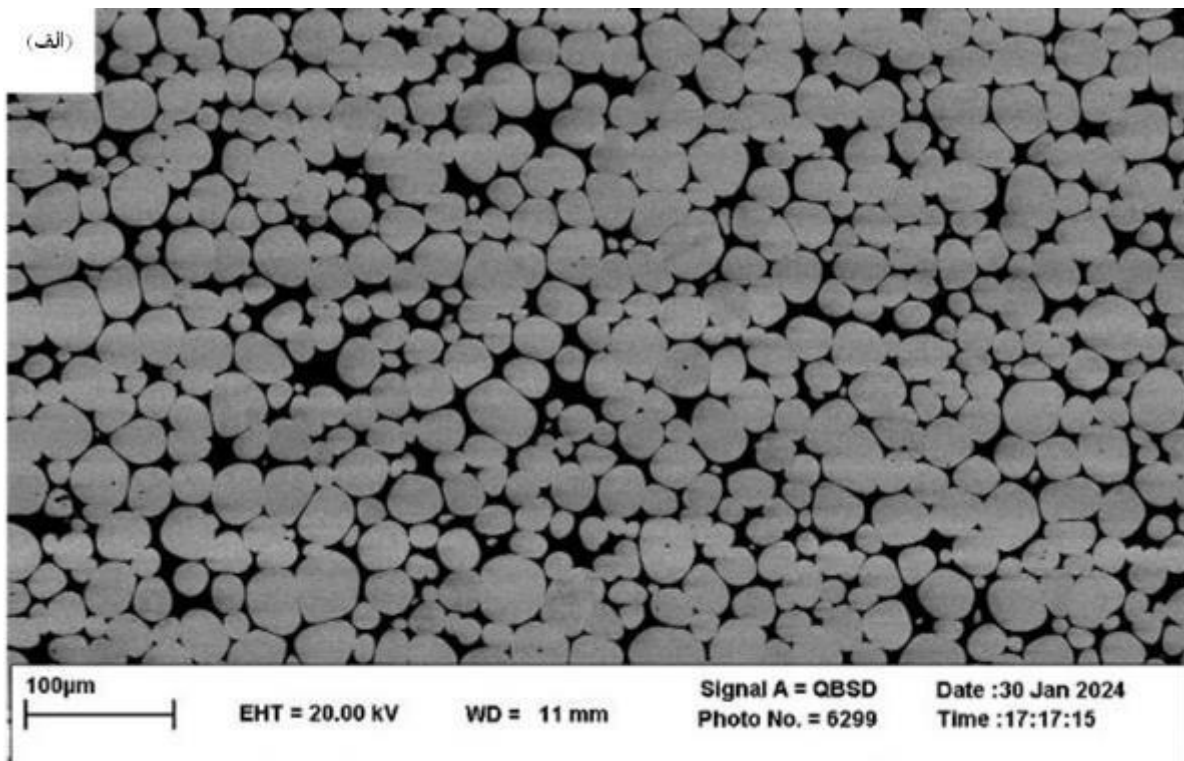
شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S2 را نشان می‌دهد. تجمع فاز زمینه (شکل ۴- الف و ب) و مجاور ذرات تنگستن (شکل ۴- ج) در قسمتهایی از تصویر قابل مشاهده می‌باشد.



شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S2: الف، ب و ج در بزرگ‌نمایی‌های مختلف.

شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S3 را نشان می‌دهد. مجاور ذرات تنگستن (شکل ۵-ب) و قرار گیری زمینه در فصل مشترک ذرات تنگستن (شکل ۵-ب) در قسمت‌هایی از تصویر قابل مشاهده می‌باشد. همچنین شکل ۵-ج فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه را نشان می‌دهد. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت با انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای، لایه نازکی از فاز زمینه در فصل مشترک ذرات تنگستن نفوذ کرده است (شکل ۵-ب) که این امر سبب کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن شده است.

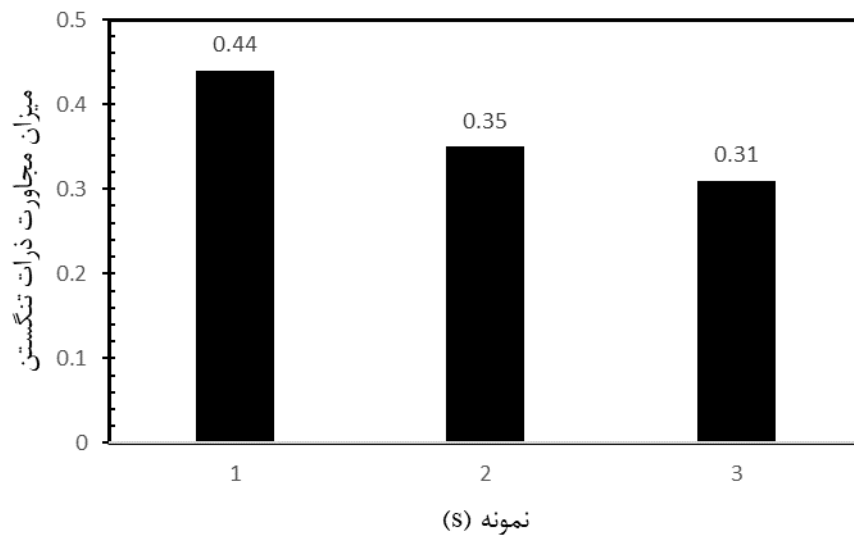




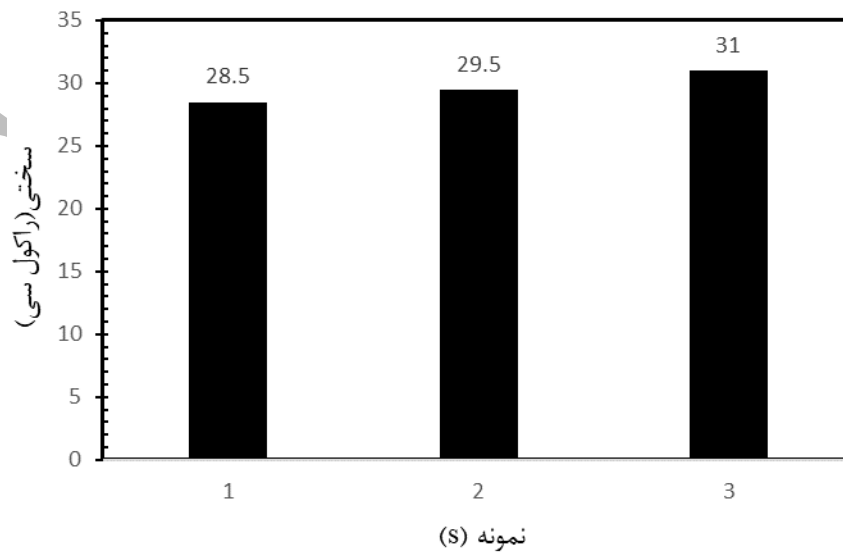
شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریز ساختار نمونه S3: الف، ب و ج در بزرگ‌نمایی‌های مختلف.

میزان مجاورت ذرات تنگستن از مهم‌ترین مولفه‌های اثر گذار بر خواص مکانیکی آلیاژهای سنگین تنگستن می‌باشد. شکل ۶ میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌ها که به کمک رابطه (۱) محاسبه شده است را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، با انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌ها از مقدار ۰/۴۴ به ۰/۳۱ کاهش یافته است که بیانگر تاثیر عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای بر میزان مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد.

شکل ۷ میزان سختی (راکول سی) نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد انجام عملیات حرارتی آنیل چند مرحله‌ای تغییر قابل ملاحظه‌ای بر سختی نداشته است و سختی تنها از ۲۸/۵ به ۳۱ راکول سی افزایش یافته است.

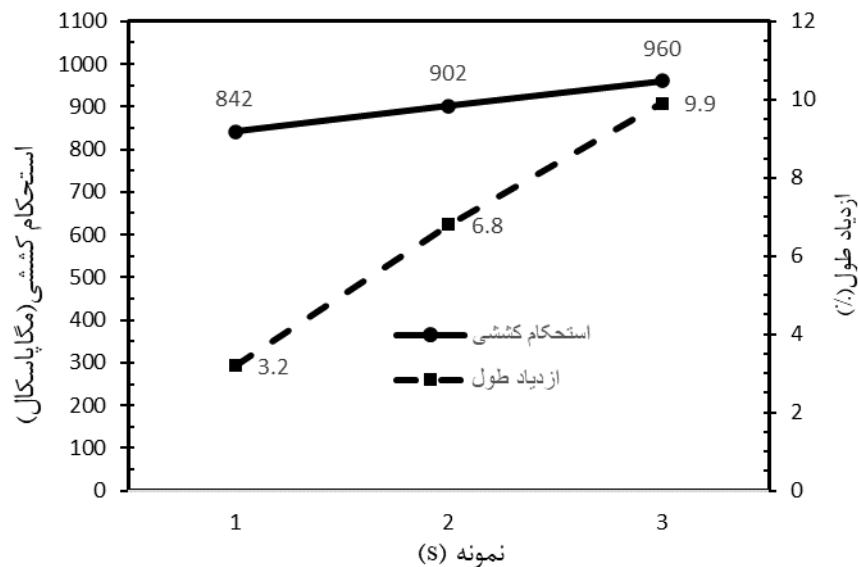


شکل ۶ میزان مجاورت ذرات تنگستن در نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن (نمونه‌های S1، S2 و S3).



شکل ۷ سختی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن (نمونه‌های S1، S2 و S3).

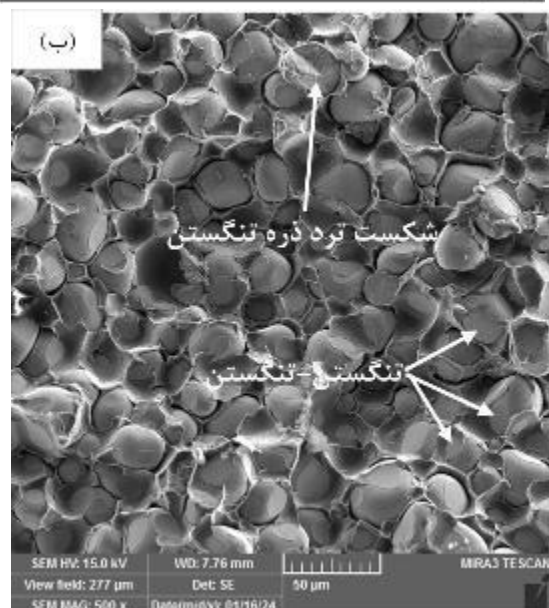
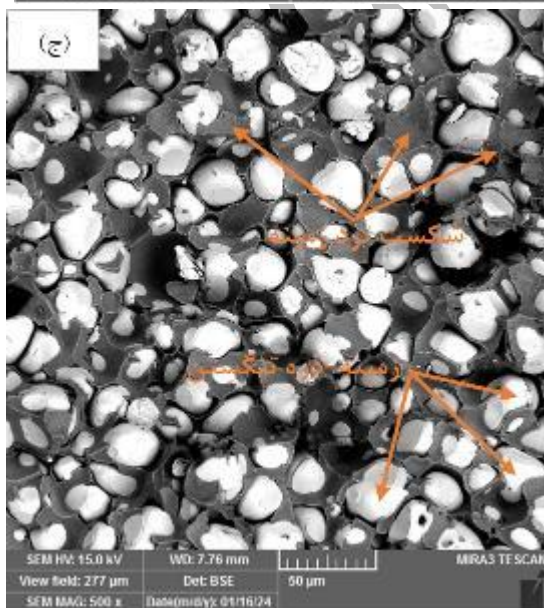
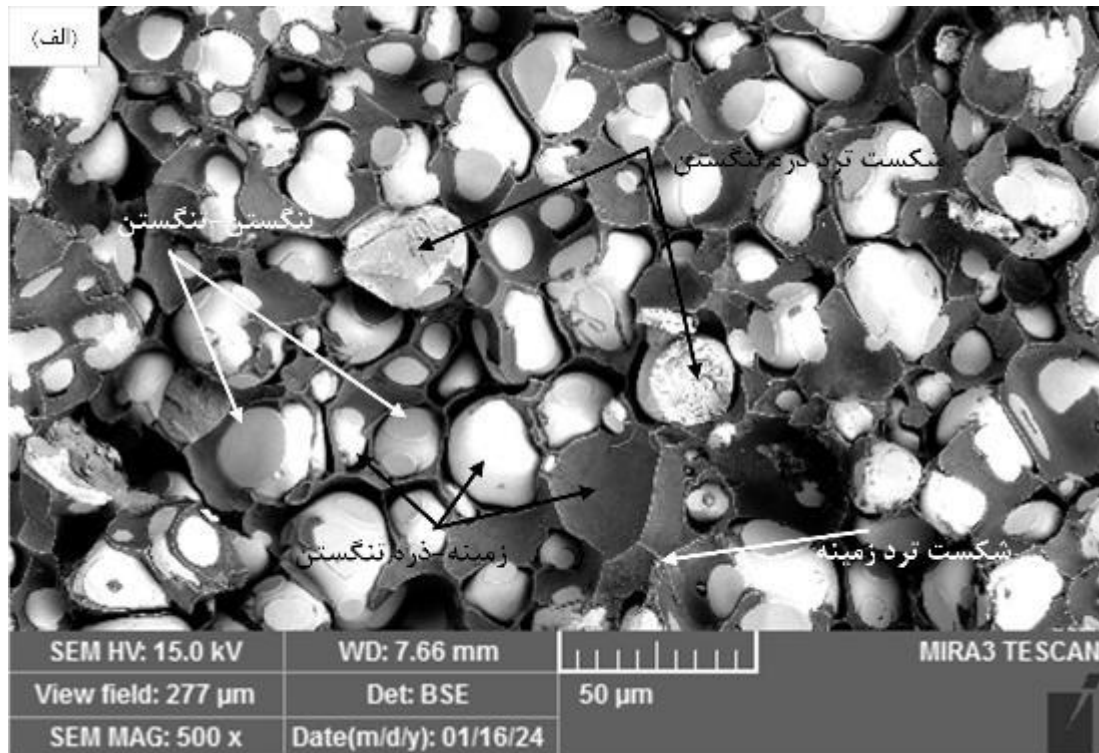
شکل ۸ میزان استحکام کششی (مگاپاسکال) و ازدیاد طول (%) حاصل از آزمون کشش برای نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن بعد از فرآیند تفجوشی و عملیات حرارتی چند مرحله ای را نشان می‌دهد. با انجام عملیات حرارتی ثانویه استحکام کششی از ۸۴۲ (نمونه S1) به ۹۶۰ (نمونه S3) مگاپاسکال و ازدیاد طول از ۳/۵ درصد (نمونه S1) به ۹/۹ درصد (نمونه S3) افزایش یافته است که علت این امر را می‌توان به افزایش استحکام فصل مشترک ذرات و زمینه، کاهش میزان تردیدی هیدروژنی زمینه و کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن نسبت داد. جرمن و همکارانش [16] نشان دادند که کاهش میزان مجاورت برای آلیاژ سنگین تنگستن منجر به بهبود خواص مکانیکی شده است. راوی و همکارانش [20] نشان دادند برای آلیاژ 90W-6Ni-2Fe-2Co با انجام عملیات حرارتی در خلاء و سپس کوئنچ استحکام کششی از ۶۱۹ به ۹۳۴ مگاپاسکال افزایش یافته است که دلیل این امر را به افزایش استحکام پیوند ذره تنگستن-زمینه و کاهش تردی هیدروژنی نسبت داده‌اند.



شکل ۸ استحکام کششی و ازدیاد طول نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن نمونه‌های S1، S2 و S3.

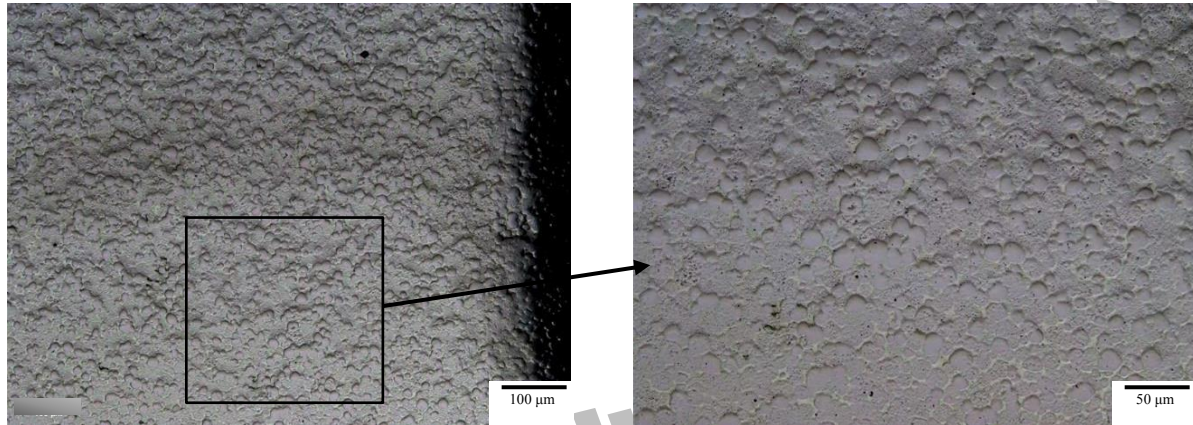
سطح شکست نمونه‌های کشش، جهت بررسی مکانیزم شکست به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفتند. شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S1 را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل ۹-الف مشاهده می‌گردد شکست در چهار حالت؛ ۱- شکست ترد ذرات تنگستن، ۲- شکست ترد زمینه، ۳- جدایش از فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه و ۴- جدایش ذرات تنگستن از ذرات تنگستن (ذرات تنگستن در مجاورت با هم) رخ داده است. شکل ۹-ب تصویر الکترون ثانویه که تعداد اندکی از ذرات تنگستن دچار شکست ترد شده است را نشان می‌دهد. شکل ۹-ج همان تصویر شکل ۹-ب در حالت الکترون برگشتی می‌باشد. همان‌طور که در مشاهده می‌گردد شکست زمینه به صورت ترد رخ داده است. همچنین

زمینه از فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه کاملاً جدا شده و تعداد بسیار کمی ذرات تنگستن شکسته شده است. دلیل این امر کافی نبودن مقدار تنش برای شکست ذرات تنگستن می‌باشد؛ به بیان دیگر حالت‌های دیگر شکست زودتر فعال شده و نمونه دچار شکست شده است. مطالب فوق بیانگر تاثیر عملیات حرارتی چند مرحله ای بر استحکام پیوند ذرات تنگستن با زمینه می‌باشد، که در تطابق کامل با نتایج دیگر محققین می‌باشد [16].



شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S1: الف: در حالت الکترون‌های برگشتی، ب: در حالت الکترون‌های ثانویه و ج: در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف.

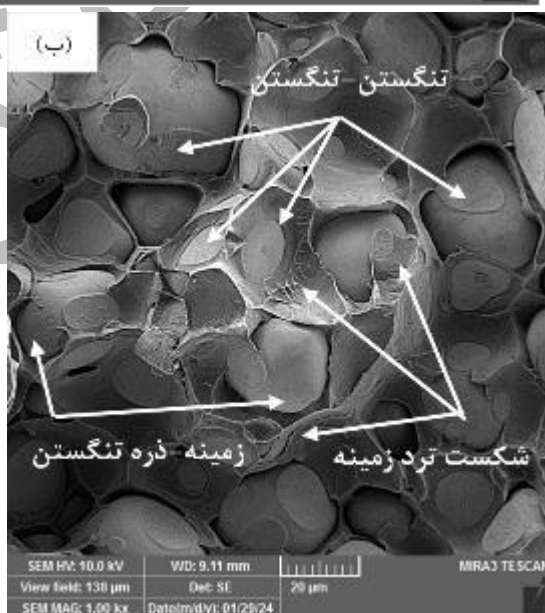
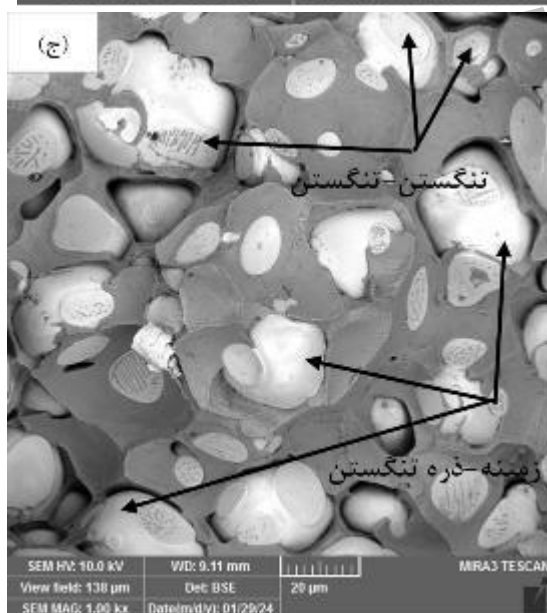
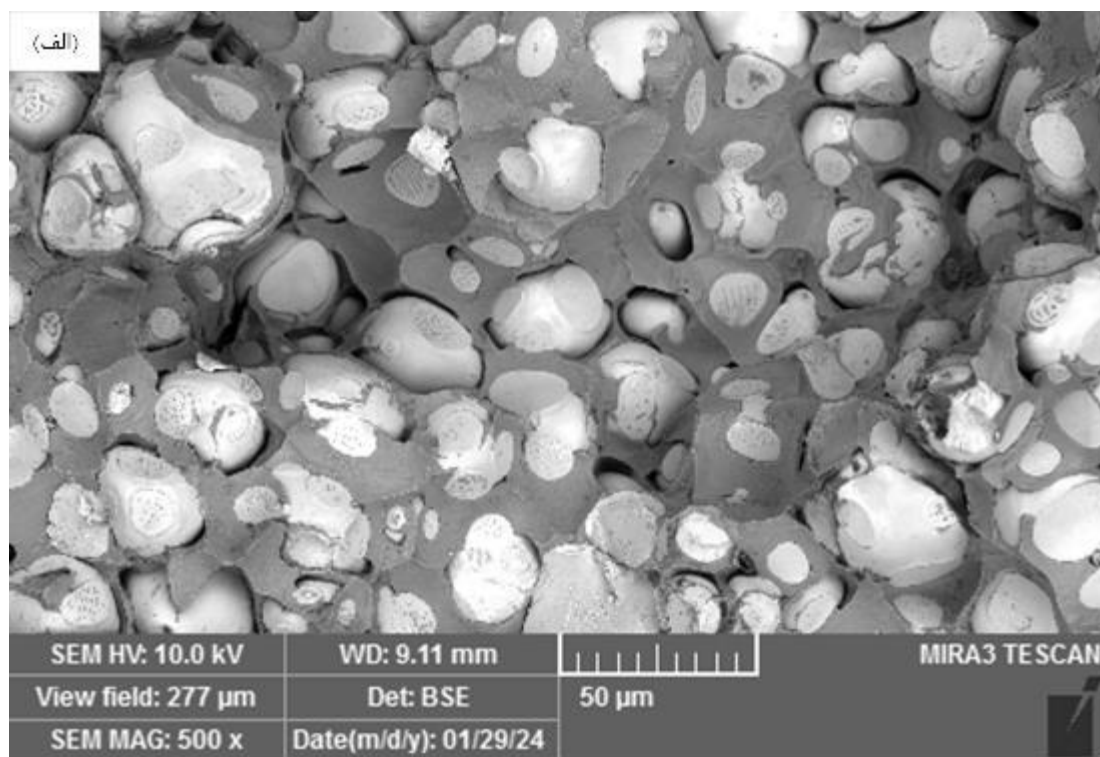
شکل ۱۰ تصویر میکروسکوپ نوری در جهت کشش و از نزدیکی محل شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S1 را نشان می‌دهد. قابل مشاهده است که حفرات در نمونه تشکیل نشده و ساختار تفاوتی با قبل از کشیده شدن (شکل ۲-الف) ندارد.



شکل ۱۰ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S1.

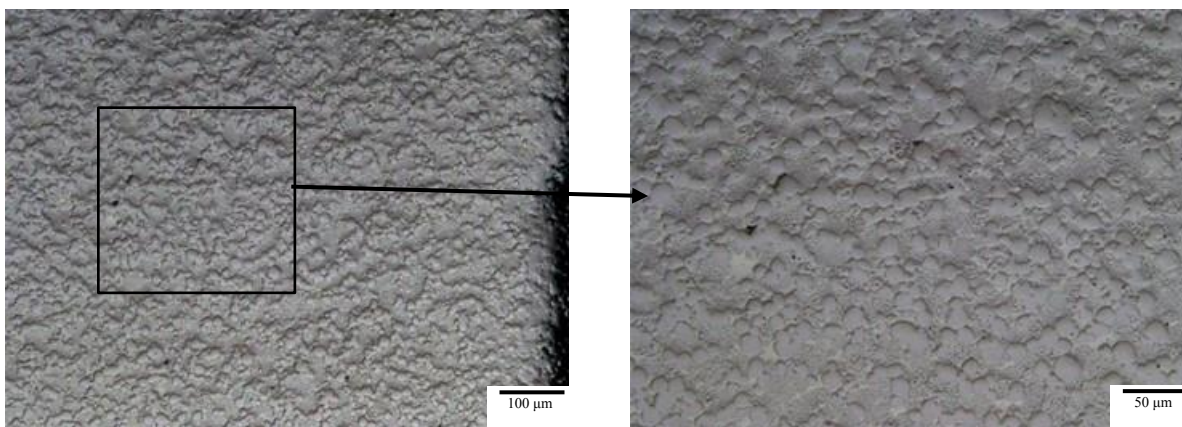
شکل ۱۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه S2 را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، مقدار جدایش در فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه نسبت به نمونه S1 کاهش یافته است (مقایسه شکل ۹-الف با شکل ۱۱-الف). در شکل ۱۱-ب تصویر الکترون ثانویه و شکل ۱۱-ج همان تصویر را در حالت الکترون برگشتی نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود شکست زمینه همچنان ترد بوده و تشکیل حفره و یا کشیدگی (شکست نرم) قابل مشاهده نمی‌باشد، اما شکست از فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه نسبت به نمونه S1 کاهش یافته است (مقایسه شکل ۹ با شکل ۱۱).





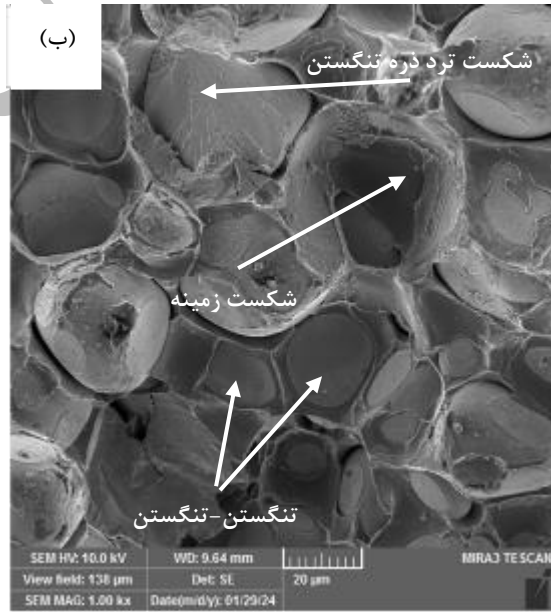
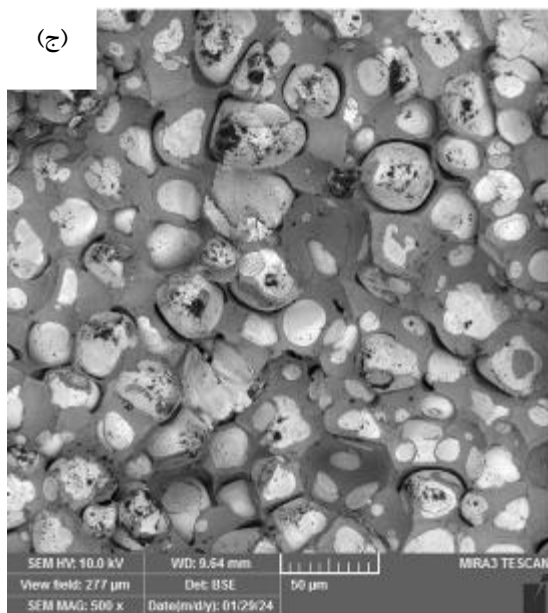
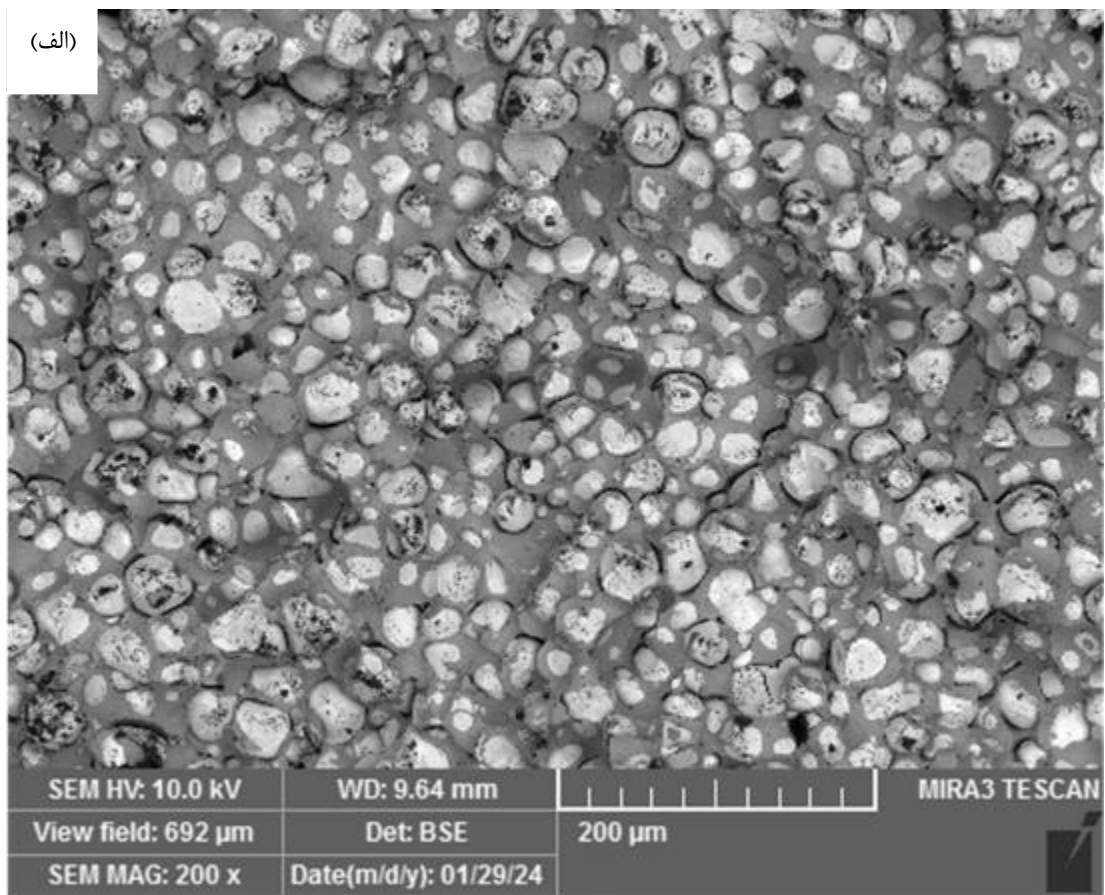
شکل ۱۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S2: الف: در حالت الکترون‌های برگشتی، ب: در حالت الکترون‌های ثانویه و ج: در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف.

شکل ۱۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S2 را نشان می‌دهد. در این نمونه مشابه نمونه S1 (شکل ۱۰) آزمون کشش منجر به تشکیل حفره در نمونه نشده و ساختار تفاوتی با قبل از کشیده شدن (شکل ۲-ب) ندارد.



شکل ۱۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S2.

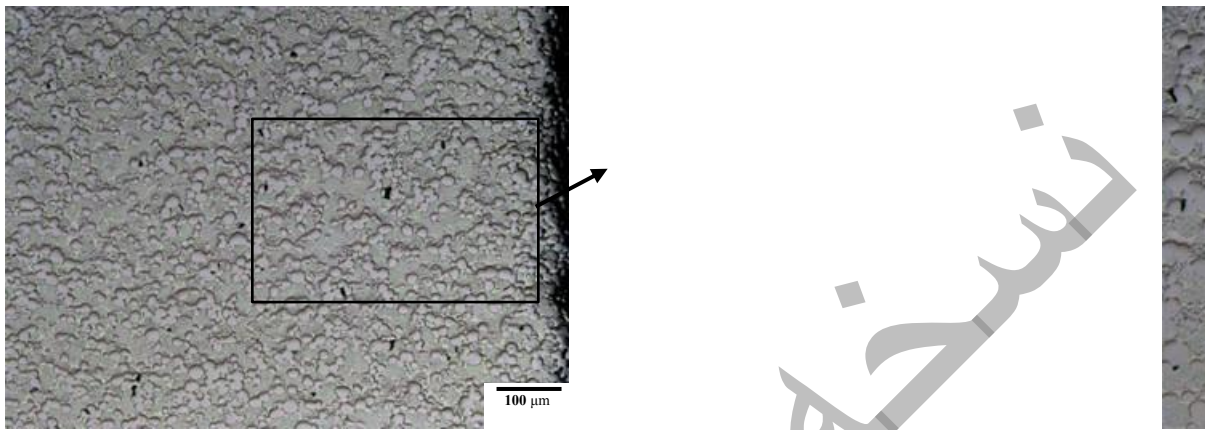
شکل ۱۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست حاصل از آزمون کشش نمونه ی S3 را نشان می‌دهد؛ همان‌طور که مشاهده می‌شود حالت شکست عمدتاً شکست زمینه و شکست از ناحیه مجاورت ذرات تنگستن می‌باشد (شکل ۱۳-الف). شکست ترد ذره تنگستن، جدایش تنگستن-تنگستن و شکست ترد زمینه قابل مشاهده است (شکل ۱۳-ب). همان‌طور مشاهده می‌گردد زمینه اطراف یک ذره تنگستن را کاملاً در بر گرفته و به جای شکست از فصل مشترک، زمینه دچار شکست شده است (شکل ۱۳-ب). در شکل ۱۳-ج می‌توان نحوه شکست را در بزرگنمایی بالاتر نسبت به شکل ۱۳-الف مشاهده کرد.



شکل ۱۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست آزمون کشش نمونه S3: الف: در حالت الکترون‌های برگشتی، ب: در حالت الکترون‌های ثانویه و ج: در حال الکترون‌های برگشتی از مناطق مختلف.



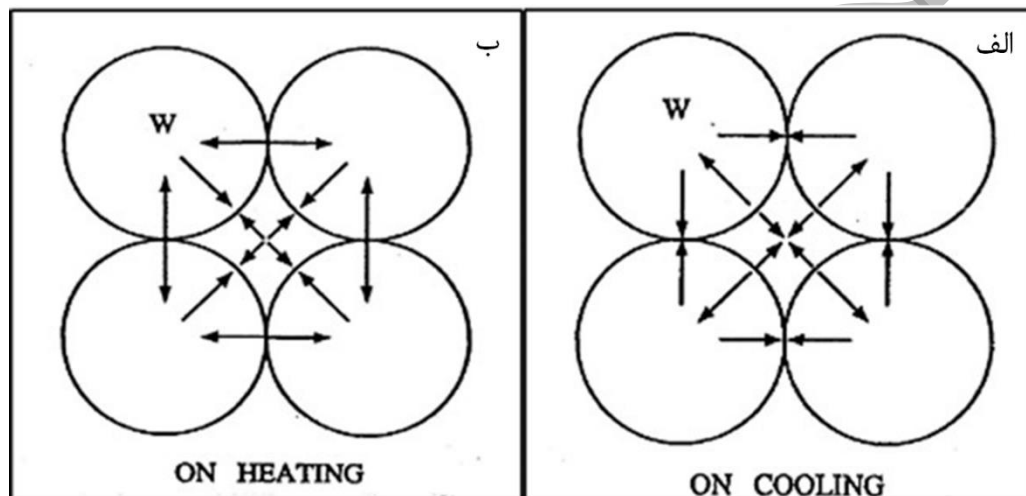
شکل ۱۴ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S3 را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد تعداد کمی حفره در نزدیکی محل شکست نمونه‌ی کشیده شده تشکیل شده است اما ساختار تفاوت چندانی با قبل از کشیده شدن (شکل ۲-ج) ندارد و کشیدگی در ذرات تنگستن مشاهده نمی‌شود.



شکل ۱۴ تصویر میکروسکوپ نوری از نزدیکی محل شکست در آزمون کشش نمونه S3

با توجه به خواص مکانیکی و ریز ساختار نمونه S3 و سطح شکست و مقایسه با نمونه‌های S1 و S2 می‌توان چنین نتیجه گرفت که افزایش استحکام نهایی، به دلیل افزایش استحکام پیوند زمینه-ذره تنگستن، کاهش مجاورت ذرات تنگستن و کاهش تردی هیدروژنی می‌باشد. به عبارت دیگر با اعمال نیرو، پیوند زمینه-ذره تنگستن تحمل کافی داشته و به دلیل چسبندگی مناسب، نیرو به ذرات تنگستن و زمینه انتقال یافته است و این امر نهایتاً سبب شکست ذرات تنگستن و زمینه شده است. همچنین ذرات تنگستن بعد از شکست همچنان در فاز زمینه محصور شده و از زمینه جدا نشده است. لازم به ذکر است پس از فرآیند تف‌جوشی اتصال در فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه استحکام پایینی دارد (نمونه‌های S1) که دلیل این امر جدایش عناصر N, O, C و S در این مناطق می‌باشد [21]. در پژوهش حاضر این مشکل توسط انجام عملیات حرارتی چند مرحله‌ای در دمای بالا ( $1200^{\circ}\text{C}$ ) و به دنبال آن کوئنچ در آب که علاوه بر همگن شدن ترکیب زمینه سبب جلوگیری مجدد جدایش عناصر N, O, C می‌شود، حل شده است [22]. بررسی نتایج شکست‌نگاری پژوهش حاضر نشان می‌دهد با انجام عملیات حرارتی انحلالی چند مرحله‌ای و سپس کوئنچ، شکست در قسمت اتصال ذره تنگستن-زمینه کاهش یافته که این موضوع مبین افزایش استحکام ذرات تنگستن با زمینه می‌باشد. علاوه بر این به دلیل عدم تطابق در ضریب انبساط حرارتی بین تنگستن ( $4.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ) و فاز زمینه ( $2.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )، تنش‌های مکانیکی در مجاورت فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه ایجاد می‌شود که موجب کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن شده است. درک این موضوع با تکیه بر شکل ۱۵ که شماتیک نقش تنش مکانیکی و حرارتی در فرایند گرمایش و سرمایش نمونه‌ها نشان می‌

دهد، تسهیل می‌گردد. بدین ترتیب با سرمایش نمونه‌ها، تنش‌های کششی و فشاری باید به ترتیب در فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه و تنگستن-تنگستن ایجاد شوند (شکل ۱۵-الف). در فرآیند گرمایش، جهت تنش‌های ایجاد شده در فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه و مرز ذرات تنگستن-تنگستن، در جهت مخالف فرایند سرمایش می‌باشند (شکل ۱۵-ب). بنابراین گرمایش و سرمایش چند مرحله‌ای به تجمع انرژی کرنش در مرزهای ذره تنگستن شده و این امر سبب نفوذ فاز زمینه به مرزهای ذرات تنگستن به منظور کاهش انرژی کرنش ذخیره شده، می‌گردد [18]. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت با انجام فرایند عملیات حرارتی چند مرحله‌ای می‌توان میزان نفوذ زمینه را بین ذرات تنگستن افزایش داد. نتایج حاصله تطابق خوبی با مکانیزم نفوذ زمینه دارد. نتایج ریزساختار مبین این مطلب می‌باشد (شکل ۶).



شکل ۱۵ نمودارهای شماتیک که حالت‌های تنش در ذرات تنگستن و فاز زمینه آلیاژ سنگین تنگستن را: الف: در هنگام سرمایش و ب: در هنگام گرمایش نمونه‌ها نشان می‌دهد [۱۸].

همچنین خروج هیدروژن از داخل آلیاژ یک فرآیند نفوذی می‌باشد که به دما، شیب غلظتی، ابعاد نمونه و زمان وابسته است [12]. دمای عملیات حرارتی باید به گونه‌ای باشد که باعث تسریع خروج هیدروژن از آلیاژ شود؛ از طرفی سبب درشت شدن ذرات تنگستن، تبلور مجدد ذرات تنگستن و تشکیل فاز مذاب نشود. لازم ذکر است که برای رسیدن به حداکثر میزان شیب غلظتی هیدروژن عملیات حرارتی باید در خلاء انجام شود؛ که در این پژوهش با انجام عملیات حرارتی تحت خلاء و فراهم کردن شیب غلظتی مناسب تردی هیدروژنی کاهش یافته و استحکام نهایی افزایش یافته است. اما همچنان به نظر می‌رسد، تردی هیدروژنی به طول کامل رفع نشده زیرا شکست زمینه همچنان به صورت عمدتاً ترد می‌باشد. با توجه به نتایج حاصله می‌توان چنین نتیجه گرفت که

عملیات حرارتی یکی از اجزای ضروری در فرآیند تولید آلیاژهای تنگستن می‌باشد. فرآیند عملیات با چهار هدف، ۱- حذف هیدروژن باقی مانده در ساختار بعد از فرآیند تفجوشی، ۲- از بین بردن جدایش در فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه، ۳- جلوگیری از تشکیل فازهای بین فلزی و ۴- کاهش میزان مجاورت ذرات تنگستن انجام می‌شود [20].

## نتیجه گیری

در پژوهش حاضر تاثیر عملیات حرارتی چند مرحله‌ای بعد از فرآیند تفجوشی بر روی نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن مورد بررسی قرار گرفتند. با توجه به آزمون‌های انجام شده، خلاصه نتایج به شرح ذیل می‌باشد:

۱. انجام عملیات حرارتی چند مرحله‌ای سبب کاهش میزان مجاورت در نمونه‌ها از مقدار ۰/۴۴ به ۰/۳۱ شده است.
۲. انجام عملیات حرارتی چند مرحله‌ای تاثیر قابل ملاحظه‌ای بر سختی نداشته است و سختی تنها از ۲۸/۵ به ۳۱ راکول‌سی افزایش یافته است.
۳. انجام عملیات چند مرحله‌ای باعث افزایش استحکام کششی از ۸۴۲ مگاپاسکال به ۹۶۰ مگاپاسکال شده است.
۴. ازدیاد طول نمونه‌های آلیاژ سنگین تنگستن با انجام فرآیند‌های عملیات حرارتی چند مرحله‌ای از ۳/۲ به ۹/۹ درصد افزایش یافته است.
۵. با انجام عملیات چند مرحله‌ای حالت شکست از فصل مشترک ذره تنگستن-زمینه به شکست زمینه تغییر یافته است.

## منابع

- [1] B. C. Muddle, D. V. Edmonds, "Interfacial segregation and embrittlement in liquid phase sintered tungsten alloys", *Metal Science*, vol. 17, no. 5, pp. 209–218, (1983). <https://doi.org/10.1179/030634583790420899>.
- [2] R. M. German, "Sintered tungsten heavy alloys: Review of microstructure, strength, densification, and distortion", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 108, no. 105940, pp. 1-20, (2022). <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.105940>.
- [3] K. S. Churn, R. M. German, "Fracture Behavior of W-Ni-Fe Heavy Alloys", *Metallurgical transactions. A*, vol. 15, no. 2, pp. 331–338, (1984). <https://doi.org/10.1007/BF02645119>.

- [4] M. H. Hong, J. W. Noh, E. P. Kim, H.-S. Song, S. Lee, and W. H. Baek, "A study on the improvement of the sintered density of W-Ni-Mn heavy alloy", *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 28, no. 5, pp. 835–839, (1997). <https://doi.org/10.1007/s11663-997-0011-9>.
- [5] R. M. German, *Powder Metallurgy Science*. 2nd ed. Princeton, N.J: Metal Powder Industries Federation, (1994).
- [6] B. H. Rabin, R. M German, "Microstructure effects on tensile properties of tungsten-Nickel-Iron composites", *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, no. 6, pp. 1523–1532, (1988). <https://doi.org/10.1007/BF02664666>.
- [7] C. Lea, B. C. Muddle, and D. V. Edmonds, "Segregation to interphase boundaries in liquid-phase sintered tungsten alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, no. 3, pp. 667–677, (1983). <https://doi.org/10.1007/BF02643782>.
- [8] A. Bose, and R. M. German, "Sintering atmosphere effects on tensile properties of heavy alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, pp. 2467-2476, (1988). <https://doi.org/10.1007/BF02645474>.
- [9] L. Ekbom, "Influence of microstructure of liquid-sintered tungsten-base composites on the mechanical properties", *Scandinavian Journal of Metallurgy*, vol. 5, no. 14, pp. 179–184, (1976). [http://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=PASCAL\\_7780098906](http://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=PASCAL_7780098906).
- [10] R. M. German, *Tungsten Heavy Alloy Handbook*. New York: Springer, (2021)
- [11] I. Singh, V. Dabhade. "Tungsten heavy alloys for kinetic energy penetrators: a review." *Materials Science and Technology*, vol. 40, no. 7-8, pp. 769–785, (2024). <https://doi.org/10.1177/02670836241260514>
- [12] H. K. Yoon, S. H. Lee, S. J. L. Kang, and D. N. Yoon, "Effect of vacuum-treatment on mechanical properties of W-Ni-Fe heavy alloy", *Journal of Materials Science*, vol. 18, no. 5, pp. 1374–1380, (1983). <https://doi.org/10.1007/BF01111957>.
- [13] H. S. Song, J. W. Noh, W. H. Baek, S. J. L. Kang, B. S. Chun, "Undulation of W/matrix interface by resintering of cyclically heat-treated W-Ni-Fe heavy alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28, no. 2, pp. 485–489, (1997). <https://doi.org/10.1007/s11661-997-0149-8>.
- [14] M. E. Alam, G. R. Odette, "The comparative strength and fracture toughness properties of commercial 95W-3.5Ni1.5Fe and 95W-3.5Ni1.5Cu tungsten heavy alloys", *Nuclear Materials and Energy*, vol. 36, no. 1, pp. 123-135, (2023). <https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101467>

- [15] J. Das, U. R. Kiran, A. Chakraborty, and N. E. Prasad, "Hardness and tensile properties of tungsten based heavy alloys prepared by liquid phase sintering technique", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 27, no. 3, pp. 577–583, (2009). <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2008.08.003>.
- [16] R. M. German and L. L. Bourguignon, "Analysis of high tungsten content heavy alloys", *Powder Metallurgy in Defense Technology*, vol. 6, pp. 117–131, (1984). <https://doi.org/10.1007/BF03257677>
- [17] D. V. Edmonds and P. N. Jones, "Interfacial embrittlement in liquid-phase sintered tungsten heavy alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol. 10, no. 3, pp. 289–295, (1979). <https://doi.org/10.1007/BF02658336>.
- [18] W. H. Baek, Hong, M. H., Kim, E. P. Noh, J. W. Lee, S. Song, H. S. Lee, "Heat treatment behavior of tungsten heavy alloy", *Solid State Phenomena*, vol. 118, pp. 35–40, (2006). <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.118.35>.
- [19] J. Gurland, "The measurement of grain contiguity in two-phase alloys", *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 212, pp. 452–455, (1958).
- [20] U. Ravi Kiran, S. Kumar Khaple, M. Sankaranarayana, G. V. S. S. Nageswara Rao, and T. K. Nandy, "Effect of swaging and aging heat treatment on microstructure and mechanical properties of tungsten heavy alloy", *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, no. 2, pp. 3914–3918, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.647>.
- [21] J. B. Posthill, M. C. Hogwoodand, D. V Edmonds, "Precipitation at Tungsten/Tungsten Interfaces in Tungsten–Nickel–Iron Heavy Alloys", *Powder Metallurgy*, vol. 29, no. 1, pp. 45–51, (1986). <https://doi.org/10.1179/pom.1986.29.1.45>.
- [22] U. Ravi Kiran, J. Kumar, V. Kumar, M. Sankaranarayana, G. V. S. Nageswara Rao, and T. K. Nandy, "Effect of cyclic heat treatment and swaging on mechanical properties of the tungsten heavy alloys", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 656, pp. 256–265, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.024>