

## بررسی اتصال فاز مایع گذرا فولاد زنگ نزن AISI 304L با ریزساختارهای آستنیتی و مارتنزیتی

سینا قادری\*، فتح اله کریم زاده، علی اشرفی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان.

(دریافت مقاله: ۱۳۹۶/۰۳/۲۳؛ پذیرش مقاله: ۱۳۹۷/۰۷/۱۱)

### چکیده

در این پژوهش به بررسی تاثیر زمان و ساختار فلز پایه بر ریزساختار منطقه اتصال فاز مایع گذرای فولاد زنگ نزن AISI 304L پرداخته شده است. اتصال فاز مایع گذرا در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  در دو زمان 5 و 60 دقیقه بر روی فلزات پایه با دو ساختار آستنیت درشت دانه و مارتنزیتی و با لایه واسط BNi-2 انجام گرفت. جهت ایجاد ساختار تمام مارتنزیتی، نمونه های فولاد زنگ نزن AISI 304L اولیه در دمای  $15^{\circ}\text{C}$  تا 80٪ نورد سرد شد. بررسی های میکروسکوپی نشان داد که در زمان 5 دقیقه، در ناحیه اتصال دو منطقه انجماد همدمما و انجماد غیرهمدمما به وجود آمده است. ناحیه انجماد همدمما دارای ساختار تکفاز  $\gamma$  و منطقه انجماد غیرهمدمما دارای ساختار چندفازی پیچیده ای بود. این در حالی است که پس از 60 دقیقه، تمام ساختار اتصال به صورت همدمما انجماد یافته بود و اتصالاتی عاری از عیب حاصل شد. نتایج همچنین نشان داد که ساختار مارتنزیتی فلز پایه که البته در حین سیکل حرارتی جوشکاری به آستنیت فوق ریزدانه بازگشت می یابد تاثیر قابل ملاحظه ای بر عرض ناحیه متاثر از نفوذ داشته است.

**کلمات کلیدی:** فولاد زنگ نزن AISI 304L، اتصال فاز مایع گذرا، نفوذ، انجماد همدمما، ناحیه متاثر از نفوذ.

## Transient liquid phase bonding of AISI 304L stainless steels with the austenitic and martensitic microstructures

S. Ghaderi\*, F. Karimzadeh, A. Ashrafi

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

(Received 13 June 2017 ; Accepted 3 October 2018)

### Abstract

In the present study, the effect of time and base metal microstructure on the Transient Liquid Phase (TLP) bonding of 304L stainless steel was studied. TLP was performed at  $1050^{\circ}\text{C}$  for 5 and 60 minutes on the coarse grain austenitic and martensitic microstructure using BNi-2 interlayer. To prepare martensitic microstructure, as-received 304L was rolled at  $15^{\circ}\text{C}$  up to 80% rolling reduction. TEM analysis was proved that the microstructure of 80% rolled samples consisted of two different morphologies of martensite namely as lath-type and dislocation cell type martensite. It was observed that the structure of bonded zone after 5 min has consisted of isothermally solidified zone (ISZ) containing  $\gamma$  solid solution and athermally solidified zone (ASZ) containing complex boride phases. Meanwhile, after 60 min of heating,

\* نویسنده مسئول، پست الکترونیکی: sina.ghdr@gmail.com

the structure of bonded zone completely solidifies isothermally. The obtained results also showed that the martensitic microstructure considerably effect on the width of diffusion affected zone (DAZ) which was related to the reversion of martensite to ultrafine grain austenite during heating.

**Keywords:** AISI 304L stainless steel, Transient liquid phase bonding, Diffusion, Isothermal solidification, Diffusion affected zone.

## 1- مقدمه

که ناحیه اتصالشان به دمای بالا حساس است و با قرارگیری در دمای بالا ساختارشان دچار تخریب می‌شود، بسیار مناسب خواهد بود. از دیگر فواید فرایند TLP ایجاد اتصالی با ریزساختار و خواص مکانیکی مشابه ماده‌ی زمینه است. از زمان توسعه فرایند TLP، این فرآیند با موفقیت در اتصال محدوده وسیعی از فلزات و غیرفلزات مورد استفاده قرار گرفته است [4-9]. در اکثر پژوهش‌های در دسترس، اتصال فولادهای زنگ نزن آستنیتی معمولاً با لایه واسطه‌ای از جنس پایه نیکل، مس و پایه کبالت صورت گرفته است [10-12]. گارسیا و همکاران [10]، به بررسی تاثیر نانوذرات سیلیسیم بر اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن 304 پرداختند. نتایج نشان داد که نانوذرات سیلیسیم به عنوان کاهنده نقطه ذوب عمل می‌کند و به سبب انحلال بهتر عناصر موجود در لایه واسط می‌کند و به ایجاد ناحیه اتصالی یکنواخت‌تر کمک کرده است. وجود نانوذرات سیلیسیم همچنین موجبات ریزتر شدن ساختار یوتکتیکی منطقه انجماد غیرهمدمای شده است. اتابکی و همکاران [11] از لایه واسط مس جهت اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن 304 بهره جستند. در ناحیه اتصال فازهای بین فلزی متعددی نظیر فازهای بین فلزی آهن-نیکل-کروم و همچنین یوتکتیک مس مشاهده شد. نتایج نشان داد که نفوذ عنصر مس به عنوان عامل نفوذی و کاهنده نقطه ذوب از طریق مرزخانه های فلز پایه ساده‌تر صورت گرفته است. نتایج این تحقیق نشان داد که در صورت غالب بودن مکانیزم نفوذ مرزخانه ای امکان دستیابی به اتصالاتی با کیفیت بیشتر فراهم خواهد بود. صادقیان و همکاران [12] نیز به بررسی استفاده از لایه واسط کبالت بر اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن 304 پرداختند. نتایج این پژوهش نشان داد که فرآیند انجماد همدمای پس از 30 دقیقه در دمای 1180 درجه سانتیگراد به

فولادهای زنگ نزن آستنیتی، معرف گروه بزرگی از فولادهای زنگ نزن هستند که دارای خواص خوردگی خوب، خواص ضربه‌ای دمای پایین مطلوب و جوش پذیری مناسب می‌باشند. این فولادها شکل پذیری مطلوبی نیز داشته و دارای کاربردهای فراوانی در صنایع حمل و نقل، نفت، گاز و پتروشیمی و صنایع نظامی می‌باشند [1]. امروزه روش‌های متعددی برای اتصال فولادهای زنگ نزن آستنیتی وجود دارد که از جمله آنها می‌توان به جوشکاری ذوبی، جوشکاری حالت جامد، اتصال نفوذی و لحیم‌کاری اشاره کرد. اگرچه روش‌های ذوبی برای اتصال فولادهای آستنیتی بسیار متداول بوده و به آسانی می‌توان این گروه را با این روش‌های معمول پیوند داد، اما به هر حال مشکلاتی نظیر ایجاد ترک‌های حین جوشکاری، تولید فازهای ترد بین فلزی و تشکیل منطقه ریختگی می‌تواند مشکل آفرین باشد. بنابراین بررسی اتصال فولادهای زنگ نزن آستنیتی با روش‌های نوین‌تر را می‌بایست در دستور کار قرار داد. اتصال فاز مایع گذرا (TLP) یکی از روش‌های در دسترس برای اتصال مواد است که به دلیل عدم وجود ناحیه ریختگی و فازهای ترد و بین فلزی شکننده، روش بسیار مناسبی محسوب می‌شود [2 و 3]. در این فرایند، از یک لایه واسط که حاوی عناصر کاهنده نقطه ذوب است، جهت اتصال فلزات پایه استفاده می‌شود. در سیکل گرمایش، فلز واسطه ذوب می‌گردد و یا از طریق واکنش با زمینه و رخداد یک استحاله یوتکتیک فاز مایع ایجاد می‌شود. با ثابت نگه داشتن دما، عناصر لایه واسط به درون فلزات پایه نفوذ بلند دامنه می‌کند و اتصال حاصل می‌شود. نتیجه این فرآیند، ایجاد اتصالی همگن با نقطه ذوبی بالاتر از دمای اتصال می‌باشد که از جمله مزایای این روش محسوب می‌شود. این قابلیت به خصوص در مواردی

اتمام رسید و ادامه سیکل گرمایشی موجب یکنواخت تر شدن ساختار از طریق نفوذ در دمای بالا می شود. بر اساس اطلاعات نویسندگان تاکنون پژوهشی در خصوص تاثیر وجود ساختار مارتنزیتی فلز پایه بر ریزساختار منطقه اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن L ۳۰۴ انجام نگرفته است لذا هدف از پژوهش حاضر بررسی تاثیر زمان و ساختار مارتنزیتی فلز پایه بر ریزساختار حاصل از فرآیند اتصال فاز مایع گذرا و دستیابی به شرایط بهینه اتصال می باشد.

2- مواد و روش انجام آزمایش

در این پژوهش از ورق فولاد زنگ نزن L ۳۰۴ به ضخامت ۱۰ میلی متر و ترکیب شیمیایی موجود در جدول (۱) به عنوان ماده اولیه بهره گرفته شد. جهت بررسی تاثیر ساختار مارتنزیتی بر ریزساختار حاصل از اتصال فاز مایع گذرا، علاوه بر نمونه‌های اولیه درشت دانه، از ۸۰٪ نورد سرد توسط دستگاه نورد دو غلطکی Ohno Roll مدل ۲۴۱۹ و کاهش ضخامت ۰/۱ میلی‌متر در هر دور و در دمای ۱۵- درجه سانتیگراد برای ایجاد ساختار تمام مارتنزیتی استفاده شد. بدین منظور، قطعاتی با ابعاد ۱۰۰×۱۰×۴۰ میلی متر برش داده شد. جهت ایجاد دمای ۱۵-، از مخلوط آب و یخ و اتانول بهره گرفته شد. سپس نمونه‌ها در این مخلوط قرار داده شده و پس از رسیدن به دمای مورد نظر، قطعات به ترتیب هر کدام تحت یک پاس نورد قرار گرفته و دوباره به دمای ۱۵- و سپس یک پاس دیگر نورد اعمال شد. این عمل تا رسیدن به ۲۰٪ ضخامت اولیه ورق انجام شد.

ساختار نمونه‌ی نورد سرد شده توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری FEI Tecnai G2 20 Scanning TEM مورد مشاهده قرار گرفت. سپس نمونه‌هایی با ابعاد ۴۰×۱۰ میلی متر توسط برش وایرکات تهیه گردید.

فویل پایه نیکلی BNi-2 با ضخامت ۵۰μm و با ترکیب شیمیایی Ni-7Cr-3.2B-4.5Si-3Fe-0.06C جهت بکارگیری برای لایه واسط تهیه گردید. این ماده طبق استاندارد جوشکاری آمریکا دارای دمای سالدوس و لیکوئیدوس ۹۷۱ و ۹۹۱ درجه

سانتی‌گراد می‌باشد و به صورت فویل آماده، تهیه شد. دلیل انتخاب این لایه واسط نیز حضور عناصر کاهنده نقطه ذوب و نفوذی مانند B و Si بوده است. جهت ارتباط بهتر سطوح اتصال به یکدیگر و از بین بردن آلودگی‌ها، سطح نمونه‌ها با سنباده ۸۰ تا ۱۲۰۰ صیقل داده شد و در ادامه به منظور چربی زدایی به مدت ۱۵ دقیقه در محلول استون تحت عملیات آلتراسونیک در دستگاه Power Sonic 505 قرار گرفت. پس از قرار دادن نمونه‌های آماده سازی شده در مجموعه نگه دارنده، مجموعه اتصال تا پیش از قرارگیری در کوره در محلول استون نگه‌داری شد. تصویر شماتیک از مجموعه نگه دارنده در شکل (۱) نشان داده شده است. پیوند بین نمونه‌ها نیز با قرار دادن مجموعه اتصال در کوره Yaran با محفظه مولیبدنی با اتمسفر خلا با فشار  $10^{-5}$  torr، دمای ۱۰۵۰°C و در دو زمان ۵ و ۶۰ دقیقه برقرار شد. به منظور دستیابی به تصویر منطقه اتصال، نمونه‌های اتصال داده شده مقطع زنی شده و با کاغذهای ۸۰ تا ۲۴۰۰ سنباده زنی شد. سپس به کمک محلول آلومینا صیقل داده شد. سطح مقطع محل اتصال، توسط محلول اگزالیک اسید ۱۰ درصد، تحت ولتاژ ۶V به مدت ۲۰ ثانیه حکاکی شدند. تصاویر ریزساختار ناحیه اتصال توسط میکروسکوپ نوری برند Nikon Epiphot 300 و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Philips XI30 حاصل شد. جهت بررسی ریزساختار نمونه‌ها در مقیاس نانومتری از میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی مدل FEI-G2 Scanning TEM استفاده گردید. آماده‌سازی نمونه جهت بررسی‌های ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی عبوری با استفاده از دستگاه پرتو یونی متمرکز شده مدل FEI Quanta 3D-200 انجام گرفت. پس از انتخاب ناحیه مورد نظر جهت نمونه سازی، پوششی از جنس تنگستن به ضخامت ۳ میکرومتر جهت جلوگیری از تخریب سطح نمونه در حین فرآیند بر آن ناحیه پوشش داده شد. در ادامه، خندق‌هایی با عمق مورد نظر در اطراف محل انتخاب شده حفر گردید (شکل ۲-الف). پس از حفر این خندق‌ها، نمونه از سطح قطعه خارج گردید (شکل ۲-ب)، بر روی گریت مسی نصب

اتمام رسید و ادامه سیکل گرمایشی موجب یکنواخت تر شدن ساختار از طریق نفوذ در دمای بالا می شود. بر اساس اطلاعات نویسندگان تاکنون پژوهشی در خصوص تاثیر وجود ساختار مارتنزیتی فلز پایه بر ریزساختار منطقه اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن L ۳۰۴ انجام نگرفته است لذا هدف از پژوهش حاضر بررسی تاثیر زمان و ساختار مارتنزیتی فلز پایه بر ریزساختار حاصل از فرآیند اتصال فاز مایع گذرا و دستیابی به شرایط بهینه اتصال می باشد.

## 2- مواد و روش انجام آزمایش

در این پژوهش از ورق فولاد زنگ نزن L ۳۰۴ به ضخامت ۱۰ میلی متر و ترکیب شیمیایی موجود در جدول (۱) به عنوان ماده اولیه بهره گرفته شد. جهت بررسی تاثیر ساختار مارتنزیتی بر ریزساختار حاصل از اتصال فاز مایع گذرا، علاوه بر نمونه‌های اولیه درشت دانه، از ۸۰٪ نورد سرد توسط دستگاه نورد دو غلطکی Ohno Roll مدل ۲۴۱۹ و کاهش ضخامت ۰/۱ میلی‌متر در هر دور و در دمای ۱۵- درجه سانتیگراد برای ایجاد ساختار تمام مارتنزیتی استفاده شد. بدین منظور، قطعاتی با ابعاد ۱۰۰×۱۰×۴۰ میلی متر برش داده شد. جهت ایجاد دمای ۱۵-، از مخلوط آب و یخ و اتانول بهره گرفته شد. سپس نمونه‌ها در این مخلوط قرار داده شده و پس از رسیدن به دمای مورد نظر، قطعات به ترتیب هر کدام تحت یک پاس نورد قرار گرفته و دوباره به دمای ۱۵- و سپس یک پاس دیگر نورد اعمال شد. این عمل تا رسیدن به ۲۰٪ ضخامت اولیه ورق انجام شد.

ساختار نمونه‌ی نورد سرد شده توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری FEI Tecnai G2 20 Scanning TEM مورد مشاهده قرار گرفت. سپس نمونه‌هایی با ابعاد ۴۰×۱۰ میلی متر توسط برش وایرکات تهیه گردید.

فویل پایه نیکلی BNi-2 با ضخامت ۵۰μm و با ترکیب شیمیایی Ni-7Cr-3.2B-4.5Si-3Fe-0.06C جهت بکارگیری برای لایه واسط تهیه گردید. این ماده طبق استاندارد جوشکاری آمریکا دارای دمای سالدوس و لیکوئیدوس ۹۷۱ و ۹۹۱ درجه

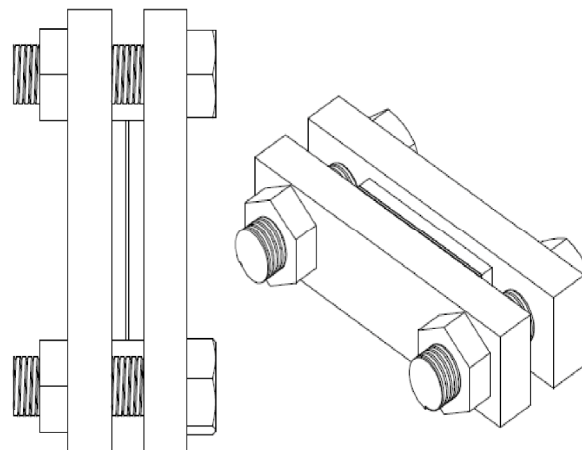
جدول 1- ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن 304L به کار برده شده در پژوهش حاضر

| ماده | C     | Cr    | Ni   | Mo   | Mn   | Si    | P     | S     | Co    | Cu   | V   | Fe         |
|------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|------|-----|------------|
| 304L | 0.026 | 18.35 | 8.01 | 0.15 | 1.24 | 0.323 | 0.024 | 0.005 | 0.129 | 0.24 | 0.1 | باقی مانده |

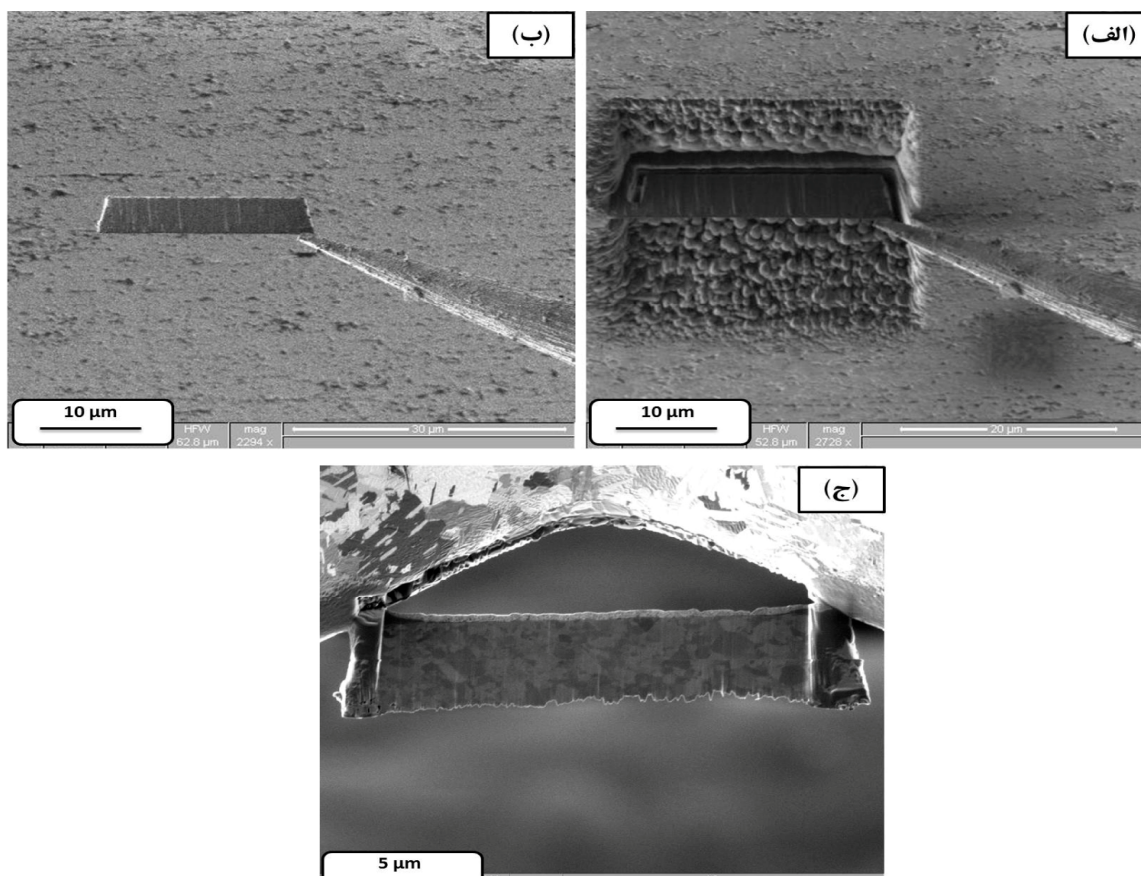
## 3- نتایج و بحث

شکل (3) ریزساختار فولاد زنگ نزن 304L با ساختار درشت دانه پیش از انجام عملیات ترمومکانیکی مارتنزیت را نشان داده است. دانه های آستنیت با میانگین اندازه دانه های 35 میکرومتر و فاز فریت دلتا به صورت ذرات کشیده شده در ساختار قابل شناسایی هستند. طبق آنالیز تصاویر فلز پایه توسط نرم افزار J-Imag، مقدار فاز فریت دلتا حدود 9٪ بدست آمد. همانگونه که گفته شد، جهت ایجاد ساختار نانو/فوق ریزدانه از عملیات ترمومکانیکی مارتنزیت بر پایه 80٪ نورد سرد و آنیل در دمای 700 درجه سانتیگراد به مدت 300 دقیقه بهره گرفته شد. شکل (4-الف و 4-ب) تصاویر میکروسکوپی الکترونی عبوری از ریزساختار نمونه 80٪ نورد سرد شده را نشان می دهد.

شد و در نهایت با جریان بسیار اندکی معادل 0/3 نانوآمپرتحت پالیش نهایی تا ضخامت صد نانومتر قرار گرفت (شکل 2-ج).



شکل 1- شماتیکی از مجموعه اتصال

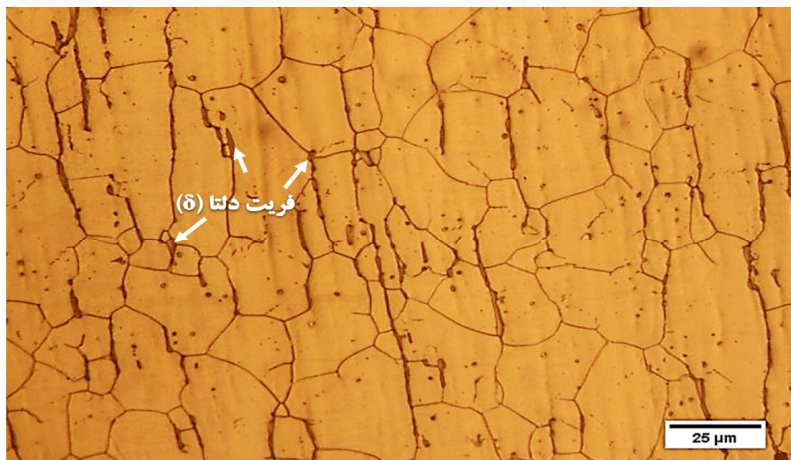


شکل 2- مراحل مختلف آماده سازی نمونه با استفاده از پرتو یونی متمرکز جهت بررسی ریزساختاری با میکروسکوپ الکترونی عبوری

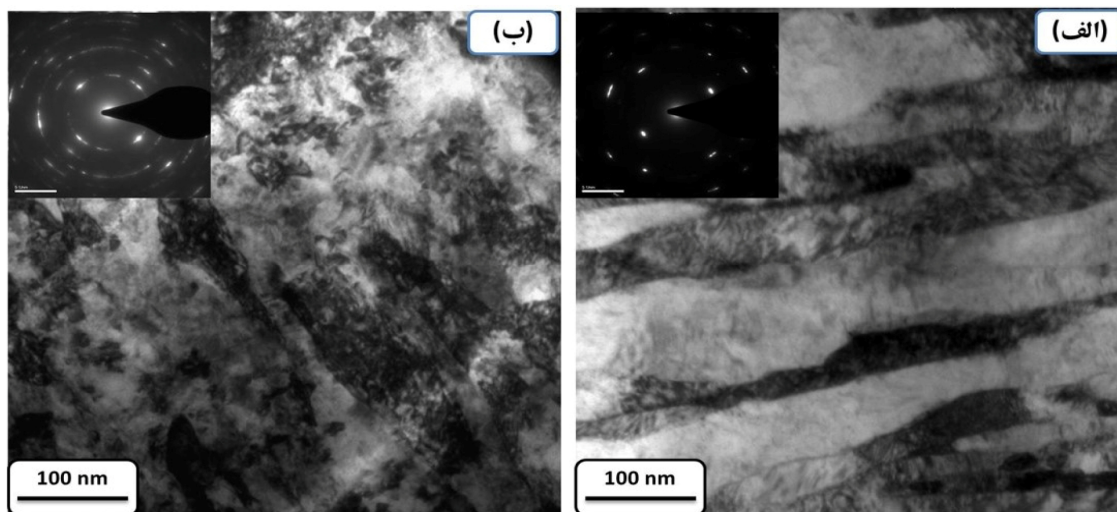
بدین معنا که در سیکل گرمایشی جوشکاری لایه واسط پس از رسیدن به دمای ۹۷۱ درجه سانتیگراد شروع به ذوب شدن نمود و تا دمای ۹۹۱ درجه در حالت خمیری قرار دارد. بنابراین می توان دریافت که در دمای جوشکاری که معادل  $1050^{\circ}\text{C}$  است، لایه واسط کاملاً ذوب شده است و پس از نفوذ در فلزات پایه اتصال برقرار شده است. از میان عناصر مختلف موجود در ترکیب شیمیایی لایه واسط عنصر بور کهنده شدید نقطه ذوب است و به دلیل شعاع اتمی کوچک نسبت به سایر عناصر در نقش عنصر نفوذی عمل می کند. در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  که به منظور اطمینان از ذوب کامل لایه واسط انتخاب شده است، عنصر بور از درون لایه واسط کاملاً ذوب شده به دورن فلزات پایه نفوذ می کند. نفوذ عنصر بور به نواحی اطراف لایه واسط سبب کاهش دمای ذوب آن مناطق

دو نوع مورفولوژی متفاوت مارتنزیت تیغه ای (شکل ۴-الف) و مارتنزیت سلول نابجایی (شکل ۴-ب) در نمونه نورد شده قابل تشخیص بود. گزارش شده است که در نورد فولادهای زنگ نزن آستنیتی پس از اشباع ساختار توسط مارتنزیت تیغه ای مکانیزم تغییر شکل از طریق باندهای برشی بیش از پیش فعال شده و سبب تغییر مورفولوژی مارتنزیت در حالت تیغه ای به حالت سلول-نابجایی می شود [۱۳].

شکل (۵) تصویر میکروسکوپی نوری ریزساختار ناحیه اتصال فولاد زنگ نزن  $304\text{L}$  درشت دانه پس از اتصال فاز مایع گذرا در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  درجه و زمان ۵ دقیقه را نشان می دهد. براساس استاندارد جامعه جوشکاری آمریکا، دمای سالدوس و لیکوییدوس لایه واسط BNi-2 به ترتیب معادل ۹۷۱ و ۹۹۱ درجه سانتیگراد می باشد [۱۴].



شکل ۳-ریزساختار فولاد زنگ نزن  $304\text{L}$  درشت دانه



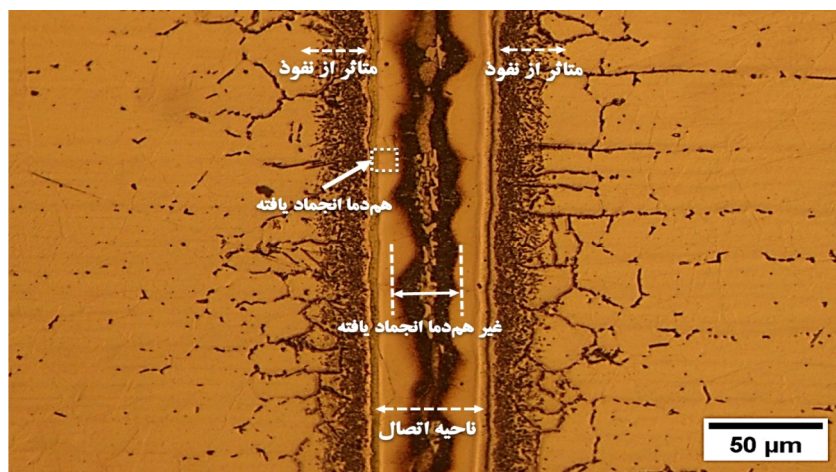
شکل ۴-تصاویر میکروسکوپی الکترونی عبوری از ریزساختار فولاد زنگ نزن  $304\text{L}$  پس از  $80^{\circ}\text{C}$  نورد سرد

محلول جامد  $\gamma$  شناسایی شد. نکته قابل توجه در خصوص نتایج آنالیز EDS منطقه انجماد همدمای نقطه (A)، افزایش مقادیر Fe و Cr نسبت به ترکیب اولیه لایه واسط BNi-2 است که می‌تواند تأییدی بر فرض نفوذ عناصر میان لایه واسط و فلزات پایه باشد. در توجیه تک‌فاز بودن ناحیه انجماد همدمای عدم حضور ذرات فاز ثانویه در این ناحیه می‌توان به توانایی نسبتاً بالای نیکل در انحلال عناصر ثانویه یعنی Si، Fe و Cr اشاره نمود. عنصر بور نیز می‌تواند به صورت بین‌نشین در ساختار نیکل وارد شود و حتی در مسیرهای طولانی‌تر بدون ایجاد فاز ثانویه جابجا شود. بایستی توجه داشت که توضیحات فوق به معنی انحلال کامل عناصر در فاز محلول جامد نیکل نیست، بلکه مقادیر اضافی این عناصر با پیشروی جبهه انجماد به هر حال به نواحی میانی منطقه اتصال، جایی که مذاب هنوز وجود دارد، پس زده می‌شوند.

نیز شده و اختلاط مذاب حاصل با مذاب لایه واسط به استحکام پیوند می‌انجامد. سه ناحیه متفاوت در منطقه اتصال شامل منطقه انجماد همدمای (ISZ)، منطقه انجماد غیرهمدمای (ASZ) و منطقه متأثر از نفوذ (DAZ) قابل شناسایی است. همان‌طور که گفته شد، یکی از مناطقی که پس از برقراری اتصال در ناحیه اتصال مشاهده می‌شود، منطقه انجماد همدمای است که مطابق تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی موجود در شکل (۶-الف و ۶-ب)، به صورت منطقه‌ای یکنواخت و بدون هیچ‌گونه فاز ثانویه تشکیل شده است. تغییرات ترکیب شیمیایی ناشی از نفوذ بین فلزات پایه و لایه واسط به عنوان نیروی محرکه تشکیل منطقه انجماد همدمای معرفی شده است [۳]. جدول (۲) نتایج حاصل از آنالیز EDS فازهای مختلف موجود در نواحی انجماد همدمای و غیرهمدمای را نشان می‌دهد. نقطه A که بیانگر منطقه انجماد همدمای می‌باشد،

جدول ۲- ترکیب شیمیایی فازهای موجود در ناحیه اتصال (نقاط مشخص شده در شکل ۶-ج)

| ناحیه | %Ni | %Fe | %Cr | %Si | فازهای پیشنهادی          |
|-------|-----|-----|-----|-----|--------------------------|
| A     | ۷۴  | ۱۰  | ۹   | ۷   | منطقه محلول جامد همدمای  |
| B     | ۹۴  | ۲   | ۴   | ۰   | بوراید های غنی از نیکل   |
| C     | ۷۹  | ۱   | ۰   | ۲۰  | بوراید ۳ تایی Ni-B-Si    |
| D     | ۳   | ۲   | ۹۵  | ۰   | بوراید غنی از کروم       |
| E     | ۸۳  | ۵   | ۶   | ۶   | فاز بین فلز نیکل-سیلیسیم |

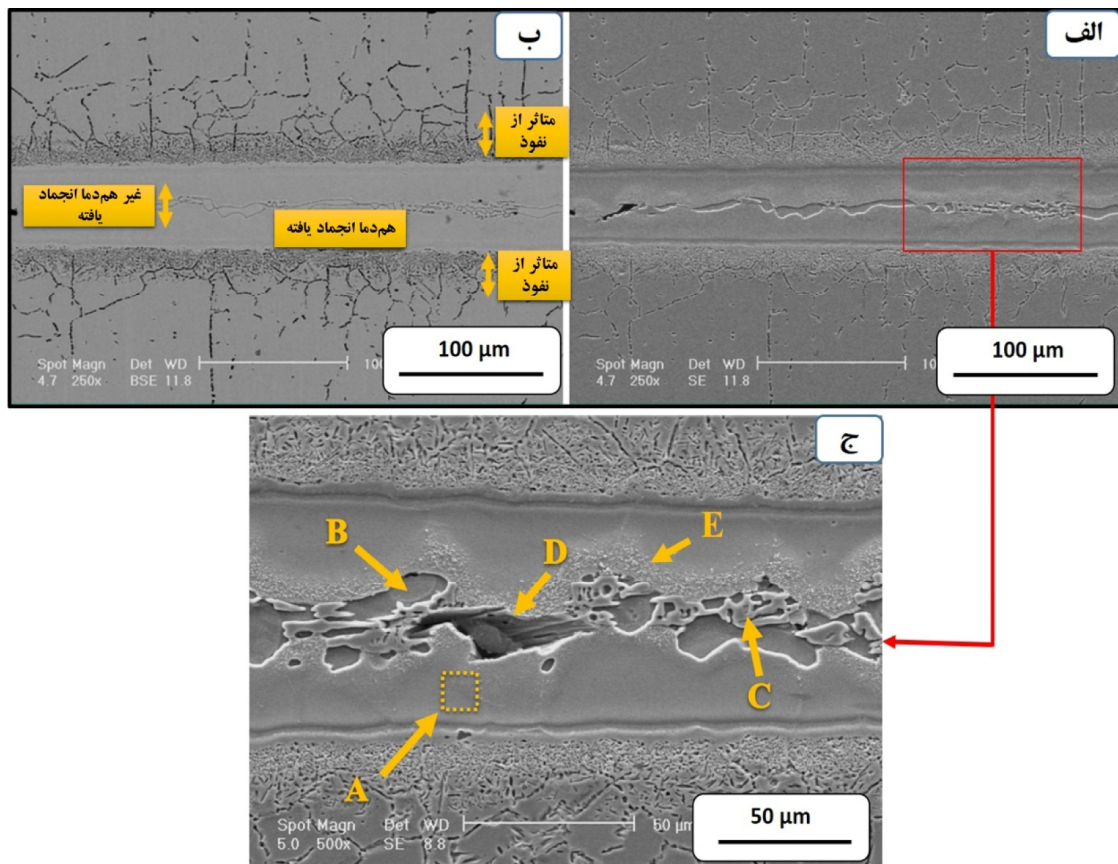


شکل ۵- ناحیه اتصال فولاد زنگ نزن ۳۰۴ L درشت دانه در زمان ۵ دقیقه و دمای  $1050^{\circ}\text{C}$

فاز C با ترکیب شیمیایی متشکل از سه عنصر Ni-B-Si یافت شد. درصد عنصر سیلیسیم در این فاز معادل ۲۰٪ شناسایی شد. پس زده شدن عنصر سیلیسیم از فاز B به درون مذاب در کنار حضور نیکل و بور موجود در مذاب سبب ایجاد این ترکیب سه تایی شده است. فاز دیگری که در ریزساختار ناحیه انجماد غیرهمدمما یافت شد فاز D بود که به صورت پراکنده در فواصل غیرمنظم نسبت به یکدیگر تشکیل شده بود. ترکیب شیمیایی این فاز غالباً از کروم تشکیل شده است.

اگرچه میزان کروم موجود در لایه واسط بر اساس ترکیب شیمیایی استاندارد معادل ۷٪ وزنی است، با این حال انحلال فلزات پایه که حاوی درصد کروم بالاتری می باشند می تواند سبب غنی شدن مذاب از عنصر کروم شود که در نهایت علاوه بر حضور در محلول جامد  $\gamma$  به صورت فاز D نمایان شده است. دیگر فاز یافت شده در این ناحیه فاز E با مورفولوژی ستاره ای بود که در شکل (۷) با بزرگنمایی بالا نشان داده شده است.

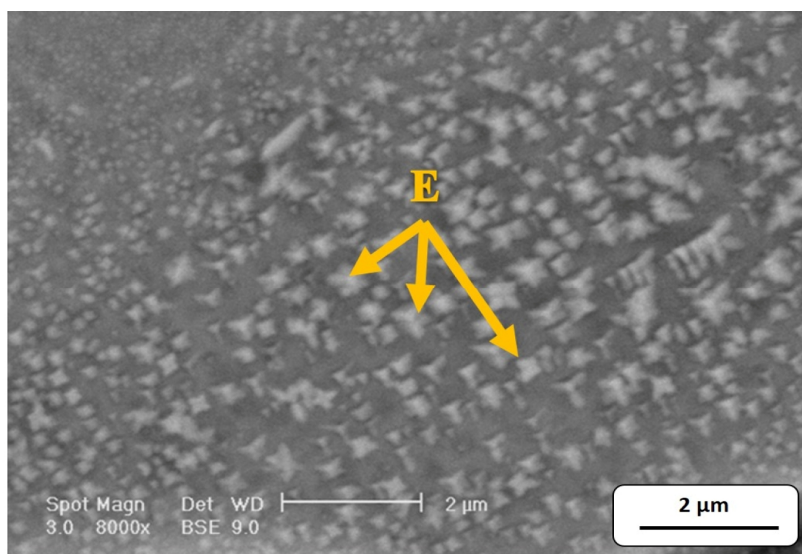
تصویر با بزرگنمایی بالا از منطقه انجماد غیرهمدمما در شکل (۶-ج) نشان داده شده است. در ناحیه مرکزی این منطقه به دلیل تجمع عناصر آلیاژی فازهای مختلفی قابل مشاهده است. گزارش شده است که نیروی محرکه پیشرفت این ناحیه سرد شدن نمونه از دمای اتصال است [۳]. بر اساس تصویر ریزساختاری ۴ فاز B، C، D و E در این ناحیه قابل تشخیص بود. بر اساس آنالیز EDS فاز B شامل درصد بالایی از نیکل بود و لذا با توجه به حضور عنصر بور در ساختار که قابل شناسایی توسط آنالیز EDS نمی باشد، می توان آن را به عنوان بوراید غنی از نیکل شناسایی نمود. در واقع به نظر می رسد که پس از تشکیل منطقه محلول جامد اولیه و آغاز سیکل سرمایشی اتصال، اولین فازی که در اثر عناصر پس زده شده در مرکز اتصال تشکیل می شود همین فاز بورایدی غنی از نیکل بوده است. نکته قابل توجه عاری بودن این فاز این عنصر سیلیسیم است و این بدان معنا است که نواحی اطراف این فاز بایستی از عنصر سیلیسیم غنی باشد. در نواحی اطراف فاز B،



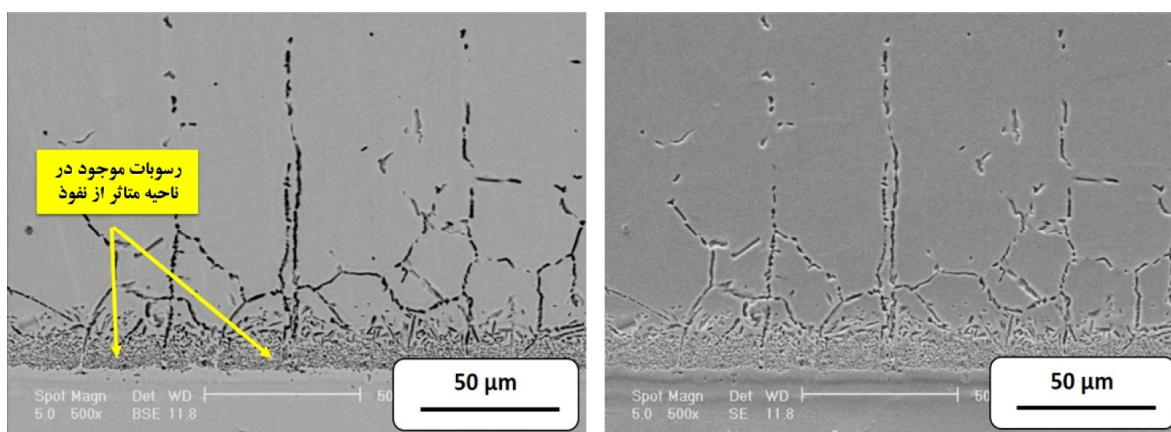
شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ریزساختار ناحیه اتصال فاز مایع گذرا در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۵ دقیقه (الف) الکترون های ثانویه، (ب) الکترون های برگشتی، (ج) تصویر با بزرگنمایی بالا از منطقه انجماد همدمما و غیرهمدمما نشان دهنده حضور فازهای مختلف،

ریزساختار ناحیه متأثر از نفوذ در اتصال فاز مایع گذرا فولاد زنگ نزن ۳۰۴L در شکل (۸) نشان داده شده است. همانطور که مشخص است، رسوباتی با ظاهر کرمی شکل در زمینه آستنیتی فولاد تشکیل شده‌اند. نتایج آنالیز منطقه DAZ فولاد زنگ نزن ۳۰۴L در جدول (۳) ارائه شده است. رسوبات موجود در منطقه متأثر از نفوذ، در اثر نفوذ عنصر بور از لایه واسط به سوی فلزات پایه و رسیدن به میزانی بیش از حد حلالیت خود در زمینه آهن تشکیل شده‌اند. از سوی دیگر حضور عناصر بوراید زای قوی در ترکیب شیمیایی همانند Cr، Ni و Fe سبب تسهیل این روند شده است. در مورد نحوه‌ی ایجاد رسوبات در منطقه متأثر از نفوذ دو فرضیه ارائه شده است [۱۵-۱۶].

این فاز در اطراف ناحیه انجماد غیرهمدمما به صورت رسوبات ریز ستاره ای با میانگین اندازه ذرات کمتر از ۵۰۰ نانومتر یافت شد. از آنجایی که سیلیسیم دارای نفوذ پذیری بسیار ضعیفی در زمینه است، بنابراین همانند سایر عناصر نظیر بور نمی‌تواند در ساختار فلز پایه نفوذ کند و به صورت ترکیبات بین فلزی سیلیسایدی خود را نشان خواهد داد. بر اساس نتایج آنالیز EDS، این فاز به عنوان رسوبات نیکل - سیلیسیم ( $Ni_3Si$ ) شناخته شد. حضور فاز  $Ni_3Si$  با مورفولوژی ستاره ای در اطراف ناحیه انجماد غیرهمدمما پیش تر در جوشکاری فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن ۳۰۴ و فولاد دوفازی SAF 2507 نیز گزارش شده است [۳].



شکل ۷- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از فاز ستاره ای E در اطراف ناحیه انجماد غیرهمدمما



شکل ۸- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (الکترون‌های ثانویه و برگشتی) از ریزساختار ناحیه متأثر از نفوذ



می شود با افزایش زمان قرارگیری نمونه در دمای اتصال از ۵ دقیقه به ۶۰ دقیقه، عرض ناحیه انجماد غیرهمدمای به شدت کاهش می یابد. به گونه ای که این ناحیه تقریباً از منطقه اتصال حذف شده است و انجماد همدمای در کل منطقه اتصال پیوسته است. افزایش زمان قرارگیری نمونه در دمای اتصال موجب افزایش نفوذ عنصر بور از لایه واسط به سوی فلزات پایه می شود و احتمال ایجاد فازهای بورایدی در منطقه اتصال را کاهش می دهد. به عبارت دیگر با افزایش زمان تا ۶۰ دقیقه، بخش عمده ای از عنصر بور موجود در ناحیه اتصال به فلزات پایه انتقال و ناحیه اتصال کاملاً به صورت فاز محلول جامد ۷ به صورت همدمای انجماد یافته است. زمان ۶۰ دقیقه زمان مناسبی برای ایجاد اتصال میان فلزات پایه بوده است، به گونه ای که هیچ گونه اثری از عیوب نظیر حفره، ترک و غیره در ساختار نمونه مشاهده نمی شود.

همانگونه که مشاهده می شود وجود ساختار مارتنزیتی در فلز پایه تاثیر قابل ملاحظه ای بر ریزساختار اتصال در زمان ۶۰ دقیقه داشته است به گونه ای که پس از ۶۰ دقیقه قرارگیری نمونه ها در دمای اتصال، ابعاد ناحیه متاثر از نفوذ در نمونه دارای فلز پایه مارتنزیتی به مراتب بیشتر از نمونه دارای فلز پایه آستنیتی درشت دانه بوده است. در توجیه این پدیده می توان این گونه استدلال نمود که ساختار مارتنزیتی فلز پایه پس از قرارگیری در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد به آستنیت

اولین مکانیزم شامل نفوذ عناصر کاهنده نقطه ذوب قبل از تکمیل فرایند حل شدن فلز پایه و مکانیزم دیگر بر اساس نفوذ عناصر کاهنده نقطه ذوب در طی مرحله انجماد همدمای می باشد که با توجه به مشاهدات صورت گرفته در این پژوهش، مورد اول صحیح تر به نظر می رسد.

جدول ۳- ترکیب شیمیایی فازهای ایجاد شده در منطقه DAZ

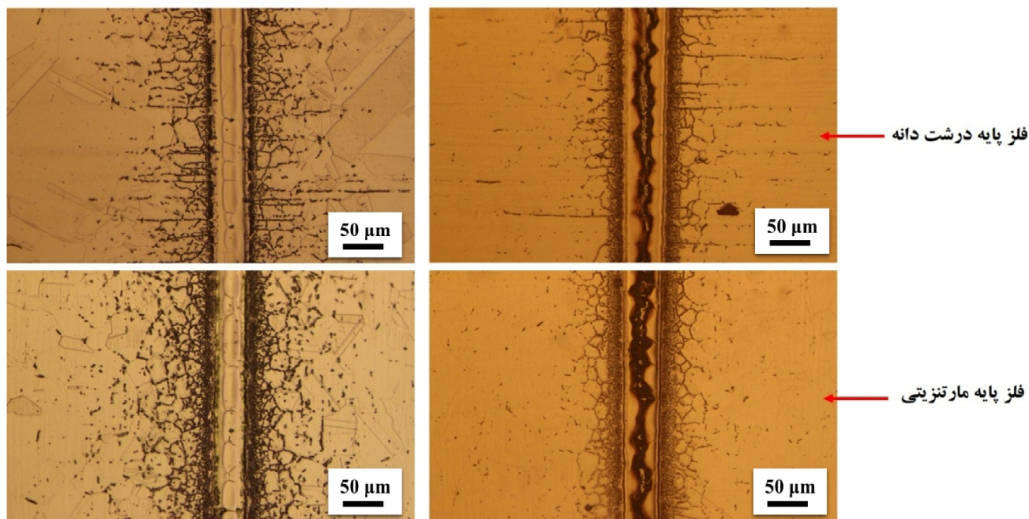
| عناصر              | Al | Si | Cr | Fe | Ni |
|--------------------|----|----|----|----|----|
| فاز موجود در ناحیه | ۴  | ۰  | ۳  | ۷۳ | ۲۰ |
| متاثر از نفوذ      |    |    |    |    |    |

همانطور که در تصاویر مشخص است، در منطقه متاثر از نفوذ برخلاف مناطق درونی تر فلز پایه، رشد دانه شدید در اثر قرار دادن نمونه در معرض دمای بالای اتصال مشاهده نمی شود. بر این اساس می توان گفت که رسوبات این منطقه در طی مرحله انجماد همدمای ایجاد شود و سبب قفل شدن مرزهای دانه شده اند. بنابراین با ادامه روند قرار گرفتن نمونه در دمای بالا از رشد دانه جلوگیری شده و منطقه متاثر از نفوذ اندازه دانه ریزتری نسبت به مناطق درونی تر دارا می باشد.

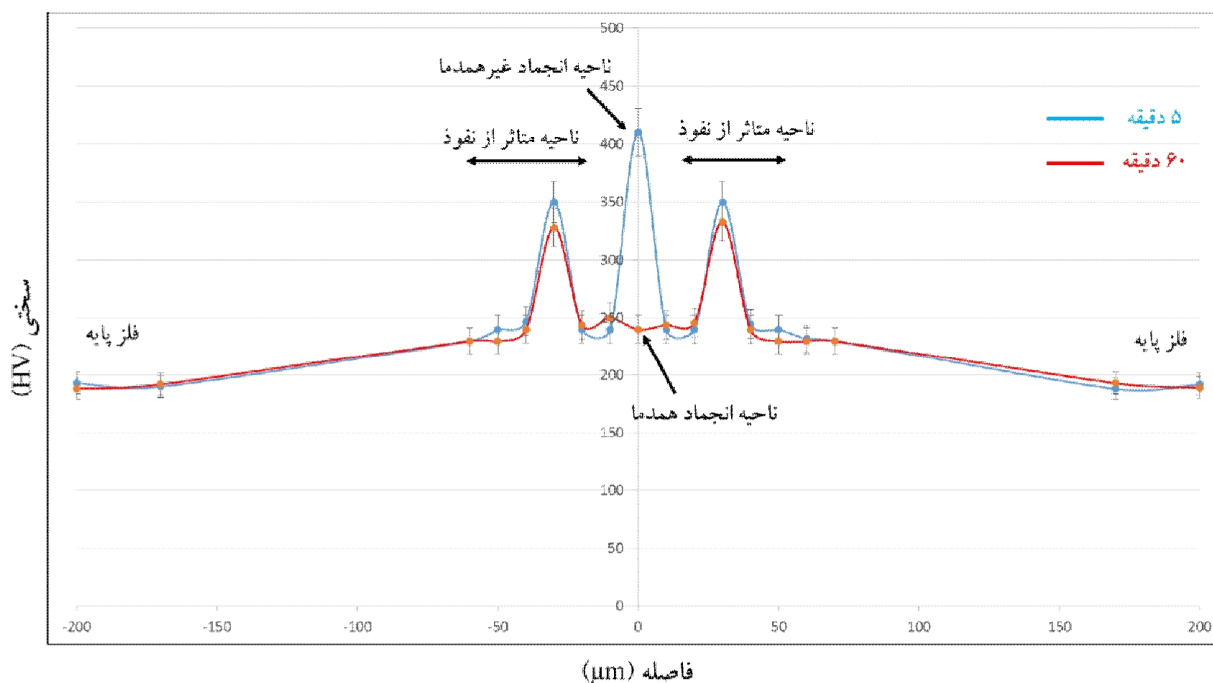
شکل (۹) مقایسه ای از تاثیر زمان و ساختار اولیه فلز پایه بر ریزساختار منطقه اتصال را نشان می دهد. همانگونه که مشاهده

60 min

5 min



شکل ۹- ریزساختار منطقه اتصال فاز مایع گذرا در فولاد زنگ نزن ۳۰۴ L با دو ساختار آستنیتی درشت دانه و مارتنزیتی



شکل ۱۰- پروفیل ریزسختی سنجی اتصالات بدست آمده در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  و زمان‌ها ۵ و ۶۰ دقیقه (نمونه درشت دانه)

عناصر بور و سیلیسیم به نقاط اطراف، مقادیر زیادی رسوب تشکیل شده که این رسوبات سختی بالاتری نسبت به محلول جامد نیکل داشت و مقدار سختی کمی بیشتر از ۴۰۰ ویکرز برای این قسمت بدست آمد. اما با دادن زمان کافی جهت نفوذ عناصر تشکیل دهنده رسوب، این ناحیه به صورت همگن و هم‌دم‌انجماد یافت و سختی یکنواختی در حدود ۲۵۰-۲۳۰ ویکرز در این ناحیه مشاهده شد.

#### 4- نتیجه گیری

در این پژوهش تاثیر زمان و ساختار اولیه فلز پایه بر ریزساختار فولاد زنگ نزن ۳۰۴ L طی اتصال فاز مایع گذرا مورد بررسی قرار گرفته است. مهم ترین نتایج به دست آمده از پژوهش حاضر عبارت است از:

- بررسی نمونه های ۸۰٪ نورد سرد شده توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری نشان داد که ریزساختاری تمام مارتنزیتی حاوی دو نوع مورفولوژی متفاوت مارتنزیت تیغه ای و مارتنزیت سلول نابجایی به دست آمد.
- زمان حرارت دهی تاثیر قابل ملاحظه ای بر ریزساختار ناحیه

فوق ریزدانه بازگشت داده می شود و این ساختار آستنیتی فوق ریزدانه به مرور شروع به رشد می کند. نفوذ از طریق مرزدانه‌ها نسبت به نفوذ درون دانه ای با نرخ بیشتری به وقوع می پیوندد، بنابراین می توان تصور نمود که در اثر بازگشت ساختار مارتنزیتی به آستنیت فوق ریزدانه نرخ نفوذ عناصر به شدت افزایش می یابد و سپس با درشت شدن دانه ها این نرخ به شرایط معمولی باز می شود.

در شکل (۱۰) پروفیل حاصل از ریزسختی سنجی محل های نمونه درشت دانه به نمایش گذاشته شده است. در قسمت فلز پایه، سختی از بقیه مناطق پایین تر و دارای مقداری حدود ۱۹۰ ویکرز می باشد. با نزدیک شدن به قسمت اتصال، سختی به تدریج زیاد شده است و در ناحیه متاثر از نفوذ یک افزایش ناگهانی سختی را در پی داشته است. دلیل این افزایش قابل توجه، حضور بورایدهای فلزی است که دارای سختی بالاتری نسبت به فولاد زنگ نزن ۳۰۴ هستند. تفاوت اصلی میزان سختی دو اتصال های بدست آمده در دو زمان ۵ و ۶۰ دقیقه در ناحیه اتصالشان ایجاد شده است. در اتصال ۵ دقیقه، به دلیل عدم کفایت زمان جهت همگن شدن ناحیه اتصال و نفوذ

- [7] Arafin M.A., Medraj M., Turner D.P., Bocher P., "Effect of alloying elements on the isothermal solidification during TLP bonding of SS 410 and SS 321 using a BNi-2 interlayer", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 106, pp. 109-119, 2007.
- [8] Kuntz M.L., Zhou Y., Corbin S.F., "A Study of Transient Liquid-Phase Bonding of Ag-Cu Using Differential Scanning Calorimetry", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 37, pp. 2493-2504, 2006.
- [9] Gale W.F., Wallach E.R., "Microstructural Development in Transient Liquid-Phase Bonding", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 22A, pp. 2451-2457, 1991.
- [10] Garcia H.M.H., Martinez A.I., Arroyo R.M., Davila J.L.A., Vazquez F.G., Valdes F.A.R., "Effects of Silicon Nanoparticles on the Transient Liquid Phase Bonding of 304 Stainless Steel", *Materials Science & Technology*, Vol. 30, pp. 259-262, 2014.
- [11] Atabaki M.M., Wati J.N., Idris J., "Transient Liquid Phase Diffusion Brazing of Stainless Steel 304", *Welding Journal*, Vol. 92, pp. 57-63, 2013.
- [12] Sadeghian M., Ekrami A., Jamshidi R., "Transient liquid phase bonding of 304 stainless steel using Co-base interlayer", *Science and Technology of Welding and Joining*, DOI: 10.1080/13621718.2017.1302180, 2017.
- [13] Sabooni S., Karimzadeh F., Enayati M.H., Ngan A.H.W., "The Role of Martensitic Transformation on Bimodal Grain Structure in Ultrafine Grained AISI 304L Stainless Steel", *Materials Science & Engineering A*, Vol. 636, pp. 221-230, 2015.
- [14] American Welding Society, Specification for Filler Metals for Brazing and Braze Welding, AWS A5.8:1998.
- [15] Pouranvari M., Ekrami A., Kokabi A.H., "Solidification and Solid State Phenomena During TLP Bonding of IN718 Superalloy Using Ni-Si-B Ternary Filler Alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 563, pp. 143-149, 2013.
- [16] Pouranvari M., Ekrami A., Kokabi A.H., "Transient Liquid Phase Bonding of Wrought IN718 Nickel Based Superalloy Using Standard Heat Treatment Cycles: Microstructure and Mechanical Properties", *Materials and Design*, Vol. 50, pp. 694-701, 2013.

اتصال فاز مایع گذرا داشت. پس از زمان ۵ دقیقه ریزساختار منطقه اتصال از دو ناحیه انجماد همدم حاوی فاز محلول جامد  $\gamma$  و انجماد غیرهمدم حاوی فازهای پیچیده و متعدد تشکیل شده بود، درحالی که پس از ۶۰ دقیقه تنها ناحیه انجماد همدم با ساختار  $\gamma$  در ریزساختار منطقه اتصال مشاهده شد.

- ساختار مارتنزیتی فلزات پایه تاثیر قابل ملاحظه ای بر عرض ناحیه از متاثر نفوذ داشت، به گونه ای که بازگشت مارتنزیت به آستنیت فوق ریزدانه در حین سیکل گرمایشی جوشکاری موجبات افزایش نفوذ عناصر از طریق مرزدانه‌ها را فراهم می‌آورد.

#### منابع

- [1] Lippold J.C., Kotecki D.J., *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*, John Wiley, New York, 2005.
- [2] MacDonald W.D., Eagar T.W., "Isothermal Solidification Kinetics of Diffusion Brazing", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29A, pp. 315-325, 1998.
- [3] Abdolvand R., Atapor M., Shamanian M., Allafchian A., "The effect of bonding time on the microstructure and mechanical properties of transient liquid phase bonding between SAF 2507 and AISI 304", *Journal of Manufacturing Processes*, Vol. 25, pp. 172-180, 2017.
- [4] Padron T., Khan T.I., Kabir M.J., "Modelling the transient liquid phase bonding behaviour of a duplex stainless steel using copper interlayers", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 385, pp. 220-228, 2004.
- [5] Duvall D.S., Owczarski W.A., Paulonis D.F., "TLP Bonding: a New Method for Joining Heat Resistant Alloys", *Welding Journal*, Vol. 53, pp. 203-214, 1974.
- [6] Luozzo N.D., Fontana M., Arcondo B., "Transient liquid phase bonding of steel using an Fe-B interlayer", *Materials Science*, Vol. 42, pp. 4044-4050, 2007.