

روشی برای برش، صیقل، جهت یابی و انتقال تک بلورهای فلزی کرومی (Ni, NiTi)

نوشتنه

جمشید عمیقیان و اعظم پورقازی
استادیاران گروه فیزیک و محمد صادق کلاگر کارشناس
گروه شیمی دانشکده علوم - دانشگاه اصفهان

چکیده

با استفاده از یک دستگاه برش فرسایشی جرقه ای^۱، تک بلورهای کرومی برش داده شد و سپس آنها را بین دو لوله مسی در حالی که در خمیر الماس غوطه ور بودند به کمک یک ماشین تراش صیقل مکانیکی دادیم. صیقل مکانیکی در بالا بردن کرومی شدن نمونه ها نقش ارزنده ای دارد. سپس تک بلورها را به کمک یک جریان ثابت الکتریکی در یک دستگاه ابداعی صیقل الکتریکی دادیم. این دستگاه نسبت به دستگاههای مشابه دارای این مزیت می باشد که در آن به نحو بسیار ساده تری می توان یکنواخت بودن عمل صیقل الکتریکی را کنترل نمود. پیشرفت عمل صیقل، توسط عکسهای میکروسکوپی و پرتو x که در زمانهای مختلف در حین عمل صیقل تهیه شد، بررسی گردید. پس از تکمیل عمل صیقل، بلورها را در جهات $\langle 100 \rangle$ و $\langle 110 \rangle$ جهت یابی نموده و با یک روش اپتیکی آنها را بر روی سکوی گونیایی شکل انتقال دادیم، (سکوی گونیایی شکل برای دستگاههای اندازه گیری موجود در این گروه مورد نیاز می باشند). این روش انتقال بلور با توجه به امکانات موجود ابداع گردید.

مقدمه:

ویژگی ها در جهت های مختلف دارای مقادیر متفاوت بوده و این امر سادگی آزمایشها و محاسبات مربوطه را برهم می زند.

۲- در بررسی پدیده هایی که در آنها ویژگی های فیزیکی به جهت های بلورین بستگی دارند (مانند پدیده رسانائی الکتریکی یا پدیده ناکروندی مغناطیسی^۳ [۲] و ...). آزمایشها باید در جهت های مختلف بلورین انجام

تک بلورهای کرومی فلزات در آزمایشهای حالت جامد و متالورژی به دلائل زیر موارد استفاده زیاد دارند:

۱- وجود تقارن کرومی در شکل خارجی بلورهای کرومی، ویژگی هایی از بلورها که به شکل خارجی بلوربستگی دارند (مانند مغناطیس زدائی^۲ [۱]) برای تمام جهت های بلورین در بلورهای کرومی دارای مقادیر یکسان هستند، در حالی که در بلورهایی که شکل خارجی آنها کرومی نیست، این

1- Spark Erosion cutter

2- Demagnetization

3- Magnetic Anisotropy

استوانه ساییده شده و بلور رفته رفته به شکل کره نزدیک خواهد شد. این روش و روشهای اصلاح شده مربوطه در منبع [۴] ارائه شده اند. عیب موجود در این روشها به وجود آمدن کشیدگی^۱ در صفحات اتمی مجاور سطح کره می باشد که تا عمق نسبتاً زیادی درون بلور ادامه یافته و نمونه را از حالت تک بلوری کامل^۲ که مورد نیاز در تجربیات است دور می کند. از این رو در این طرح از این روش استفاده نگردید.

(ب) برش به توسط دستگاه فرسایش جرقه ای [۵]. در این روش بلور استوانه ای شکل (که مثلاً با روش رشد چکرالسکی [۶] به دست آمده است) در داخل گیره یک چرخ تراش که بر روی ماشین تخلیه الکتریکی سوار شده و به کاتد ماشین وصل است، نصب می گردد. بلور همراه با محور چرخ تراش دوران می کند. وسیله برش یک لوله فلزی (مثلاً مسی) بوده که قطر داخلی آن کمی بیش از قطر کره مورد نظر می باشد. این لوله به آند ماشین تخلیه الکتریکی متصل بوده و محور آن در امتداد عمود بر محور دوران بلور می باشد. این لوله به آرامی و به طور خودکار پائین می آید و در نتیجه بلور به وسیله جرقه ای که در فضای بین لوله برش دهنده و بلور ایجاد می شود، فرسایش یافته و به شکل کره بریده می شود. عمل برش درون مایعی مانند نفت صورت می گیرد. کره حاصل از این روش دارای سطح نسبتاً ناهمواری خواهد بود که نیاز به صیقل دادن دارد، ولی سطح این کره در مقایسه با روش بند (الف) دارای کشیدگی بسیار کمی می باشد. لایه کشیده شده می تواند بر حسب انرژی جرقه و جنس بلور از ۲ میکرون تا چند میلیمتر باشد، این لایه به توسط صیقل مکانیکی و الکتریکی برداشته می شود. از این رو در این پژوهش برای تهیه نمونه های کروی از این روش استفاده گردید. تصویر میکروسکوپی سطح یکی از نمونه های برش یافته در این روش در شکل (۱) داده شده است.

۲- صیقل مکانیکی کره بریده شده. تنها روش موجود برای صیقل مکانیکی بلورهای کروی شکل که نه تنها شکل کروی بلور را برهم نمی زند بلکه درجه کرویت را نیز بالا می برد و در این بررسی نیز مورد استفاده قرار گرفته است، روش [۷] و [۵] می باشد:

در این روش از دو لوله مسی که قطر داخلی آنها

شوند. در هر یک از این جهت ها باید رابطه تقارنی یکسانی بین شکل خارجی نمونه بلورین و پایه ای که بلور بر روی آن قرار دارد موجود باشد. لذا چنانچه بلور مورد آزمایش دارای شکل خارجی غیر کروی (مثلاً قرصی شکل) باشد، در انجام آزمایش در هر یک از جهات بلورین، برای حفظ رابطه تقارنی بین نمونه بلورین و دستگاه نیاز به یک نمونه جداگانه می باشد، در حالی که تنها یک نمونه کروی شکل برای تمام این جهات کافی است.

۳- نمونه های کروی تک بلور، مناسبترین شکل دانه اولیه رشد برای اندازه گیری سرعت رشد بلور در جهات مختلف می باشند [۳].

انتخاب تک بلورهای نیکل و آلایزهای نیکل - تیتانیوم در این بررسی، به دلیل نیاز به نمونه های کروی این آلایزها در بررسی های خواص فیزیکی آنها بوده است. برای تهیه تک بلورهای فلزی کروی، ابتدا کره ای با قطر مناسب از بلور بریده می شود، سپس برای برطرف نمودن ناهمواری های موجود در سطح کره و نزدیکتر کردن آن به کره کامل، صیقل مکانیکی داده می شود. آنگاه برای حصول صیقل کامل سطح کره، به گونه ای که بتوان از آن پراش پرتو x تیزی به دست آورد، تک بلور صیقل الکتریکی داده می شود.

برای اندازه گیری ویژگی های جهت دار بلور، باید پس از تهیه تک بلور کروی شکل آن را جهت یابی نموده و در جهت بلوری دلخواه بر روی سکوی مربوط به دستگاه اندازه گیری مورد نظر منتقل ساخت.

روشهای اتخاذ شده در این بررسی برای تهیه تک

بلورهای کروی و مقایسه آنها با سایر روشها

۱- برش بلور به شکل کره. این عمل را می توان به دو طریق زیر انجام داد:

(الف) برش به توسط سایش. در این روش نمونه مکعبی شکلی از بلور در داخل استوانه ای که دارای جدار داخلی آغشته به یک ماده ساینده است به توسط هوای فشرده به دوران در می آید. این بلور دوار بنا بر اصول مکانیکی، حول محوری دوران خواهد کرد که عمود بر بزرگترین قطر آن باشد و در نتیجه گوشه های مکعب به وسیله سطح ساینده

می شود که این بار انبرک در نقطه دیگری با بلور تماس داشته باشد و جریان دوباره برقرار می شود. این عمل ۱۵ الی ۲۰ بار تکرار می گردد. پس از پایان عمل صیقل الکتریکی برای جلوگیری از اکسید شدن بلور توسط مایع الکترولیت، آن را سریعاً در استن یا متانول می شویند. به هنگام انجام این بخش از آزمایش روش فوق به دلایل زیر نامناسب تشخیص داده شد: ۱- گرفتن بلور به کمک انبرک و رها کردن و دوباره گرفتن آن، به دلیل وجود سرمای 70°C - کار نسبتاً مشکلی است و احتمال رها شدن بلور درون مایع الکترولیت یا به هنگام تعویض موقعیت انبرک در فضای خارج از ظرف الکترولیز وجود دارد. این امر باعث ضربه خوردن به بلور و در نتیجه ایجاد کشیدگی و نواقص بلوری^۱ می گردد (برای بلورهای بسیار ریز رها شدن بلور می تواند حتی منجر به مفقود شدن آن گردد). ۲- هنگامی که بلور را از ظرف الکترولیز برای تعویض موقعیت تماس با انبرک خارج می شود می تواند در هوا به دلیل آغشته بودن به اسید الکترولیت، اکسید گردد.

برای برطرف نمودن این اشکالات دستگاهی به شرح زیر ابداع گردید شکل (۴). در این دستگاه بلور را در ته یک لوله شیشه ای قرار می دهیم. سیمی از جنس فولاد زنگ نزن در انتهای این لوله تعبیه شده است و به آندیک مولد جریان مستقیم متصل می باشد. در حالت عادی بلور با این سیم تماس دارد. در فاصله کمی از انتهای لوله، لوله باریکی مطابق شکل تعبیه شده است. لوله شیشه ای و بلور درون الکترولیت یک ظرف الکترولیز غوطه ور می گردند. مایع الکترولیت محلول ۱٪ حجمی اسید پرکلریک در متانول بوده و تادمای 70°C - سرد می شود. کاتد الکترولیز از جنس فولاد زنگ نزن می باشد. جریانی به شدت ۵۰ میلی آمپر برقرار می شود. پس از ۱۰ الی ۱۵ ثانیه جریان را قطع کرده و بادمیدن در لوله باریک وضعیت بلور کروی را تغییر می دهیم. باردیگر جریان را برقرار می سازیم. این عمل چندین بار تکرار می گردد. در پایان بلور در استن شسته می شود. تصاویر میکروسکوپی حاصل از سطح بلور کروی پس از گذشت زمانهای مختلف در شکل (۵-۱) و تصاویر حاصل از پراش پرتو X از این سطوح در شکل (۵-۲) نشان داده شده اند.

همان گونه که در تصاویر شکل (۵-۱) دیده می شود

عمق ناهمواری های سطحی با افزایش زمان صیقل کاهش

کمی کوچکتر از قطر کره بوده و ضخامت جدار آنها حدود $\frac{1}{4}$ میلی متر است استفاده می شود. یکی از این لوله ها به محور یک چرخ تراش متصل گشته و می تواند با سرعت زاویه ای ۵۰۰ دور در دقیقه دوران کند. آنگاه بلور را به خمیر الماس آغشته نموده و آنرا مطابق شکل (۲) بین لوله دوار و لوله دیگر که با دست نگهداشته شده و به آرامی تحت زاویه کوچکی به دور محور دستگاه چرخانده می شود قرار می دهیم. به این ترتیب بلور به آرامی توسط خمیر الماس صیقل داده می شود. به تدریج خمیرهای الماس با نرمی بیشتر (۶ μ ← ۳ μ ← ۱ μ) به کار برده می شود. زمان لازم برای صیقل مکانیکی به جنس بلور و به نحوه برش اولیه آن بستگی دارد و در مورد این بررسی حدوداً ۳ ساعت برای هر درجه نرمی خمیر الماس بوده است. (زمان صیقل برای آلیاژهای باتیتانیوم بیشتر، به دلیل بالابودن سختی این آلیاژها طولانی تر بود). مطلوب بودن عمل صیقل را می توان به کمک ذره بین یا میکروسکوپ بررسی نمود. شکل (۳) تصویر میکروسکوپی از سطح بلور را پس از صیقل مکانیکی نشان می دهد. مقایسه این شکل با شکل (۱) نشان می دهد که در اثر صیقل مکانیکی ناهمواری های سطح کره کمتر شده است ولی خراش های کم عمقی ناشی از لبه لوله های مسی بر روی کره به وجود آمده است. نزدیک شدن شکل بلور به کره کامل را می توان با اندازه گیری قطر کره در امتدادهای مختلف به کمک یک میکروسکوپ متحرک مشاهده نمود.

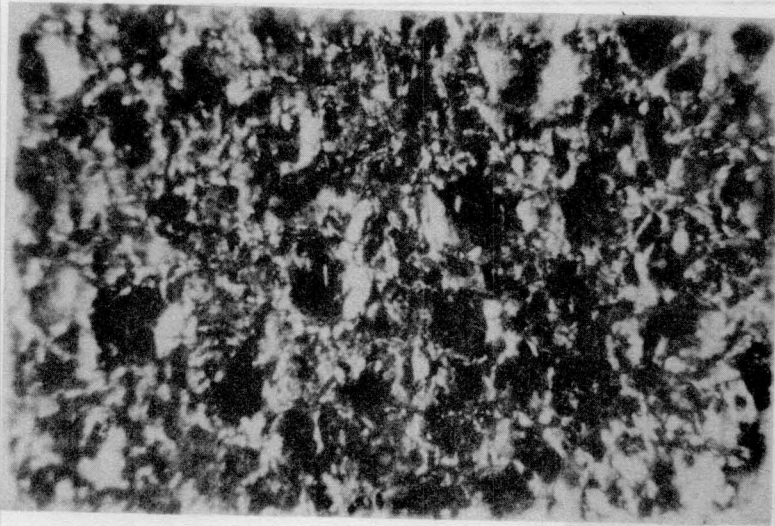
۳- صیقل الکتریکی. صیقل مکانیکی معمولاً یک لایه ناهموار شامل خراش ها و کشیدگی های ناشی از لبه لوله های مسی بر روی سطح بلور کروی برجای می گذارد. عمق این لایه هنوز آنقدر هست که بتواند مانع به دست آوردن پراش پرتو X تیز شده و جهت یابی بلور را دچار اشکال سازد. برای برطرف نمودن این لایه از روش صیقل الکتریکی [۸] استفاده می گردد. در این روش بلور که در موقعیت آند قرار می گیرد به کمک یک انبرک از جنس فولاد زنگ نزن نگهداشته شده و در داخل یک ظرف الکترولیز که الکترولیت آن محلول ۱٪ حجمی اسید پرکلریک در متانول می باشد و تادمای 70°C - سرد شده است قرار می گیرد. جریان به مدت ۱۰ الی ۱۵ ثانیه برقرار می گردد. پس از آن جریان قطع شده و بلور رها می شود و باردیگر با انبرک به گونه ای برداشته

گونیو متر دومی نصب کردیم. این گونیو متر را بین لامپ لیزر و گونیو متر اول و در نزدیکی آن قرار دادیم. با تنظیم موقعیت گونیو متر دوم، پرتو بازتابیده حاصل از آینه سطح نصب شده به سکورا برپرتو فرودی منطبق ساختیم. اکنون این دو آینه به موازات یکدیگر و عمود بر جهت موردنظر بلورین می‌باشند. سپس گونیو متر دوم را به موازات خود به سوی گونیو متر اول منتقل ساخته و در موقع تماس سکوبا تک بلور این دو را با چسب دیوروفیکس به یکدیگر محکم کردیم. پس از چند ساعت چسب تک بلور و گونیو متر اول را به وسیله استن برطرف نمودیم. بدین ترتیب نمونه بدون تغییر جهت محور بلوری به سکو منتقل گردید.

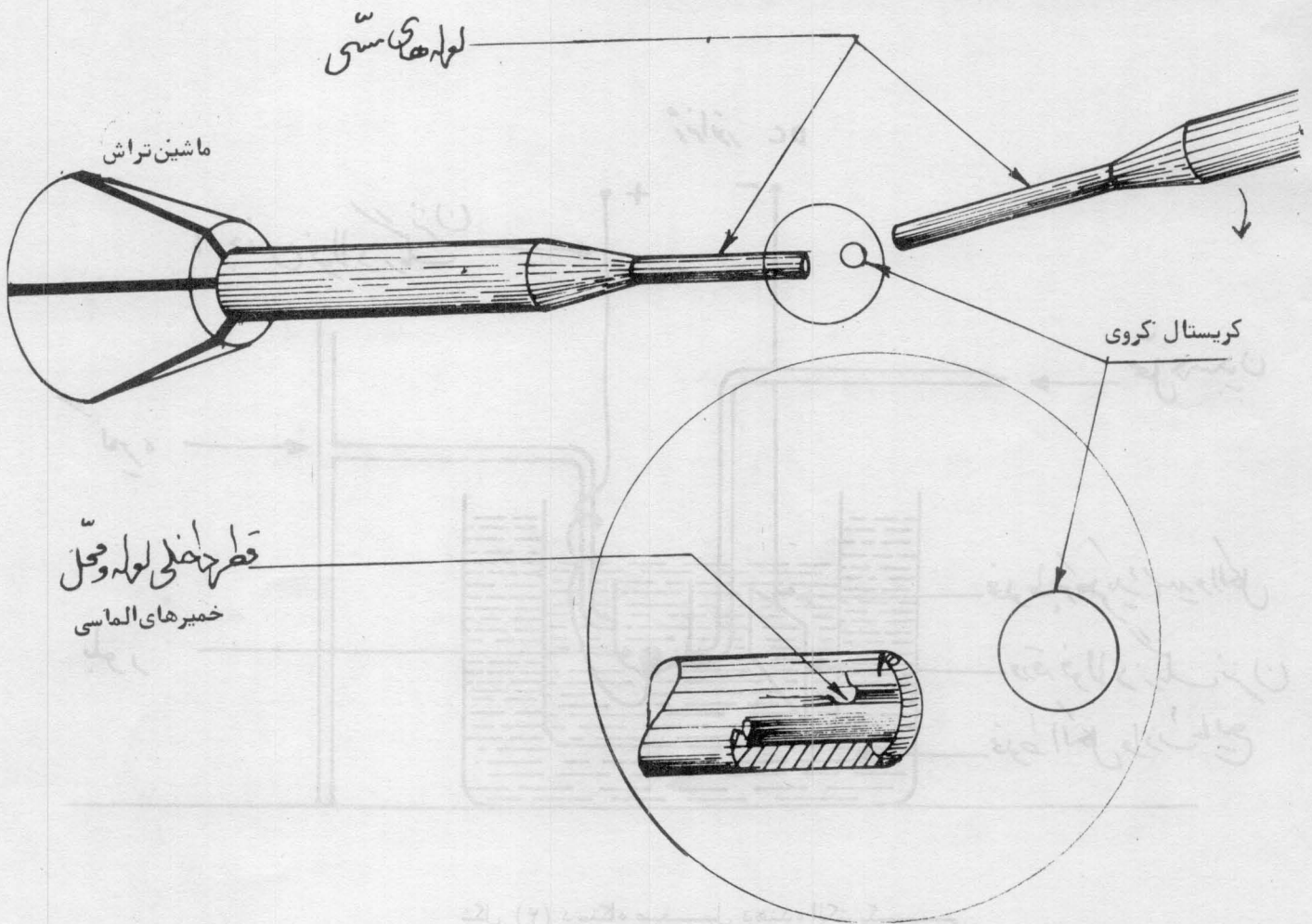
می‌یابد. این امر همان گونه که در تصاویر شکل (۵-۲) مشخص است تیزی پراش پرتو X را افزایش می‌دهد.

۴- جهت یابی و انتقال تک بلورهای کروی. در این کار جهت یابی تک بلور کروی با استفاده از دوربین برگشتی لاوه انجام گردید. شکل پراش حاصل از دوبلوریکی در جهت [۱۰۰] و دیگری در جهت [۱۱۰] در شکل (۶) نشان داده شده است.

انتقال تک بلور جهت یافته به سکوهای مربوط به دستگاههای اندازه گیری یکی از کارهای دشوار و دقیق می‌باشد. برای انجام این منظور با توجه به امکانات موجود روش زیر ابداع گردید: در این روش مجموعه شامل دوربین لاوه و بلور جهت یافته که بر روی یک گونیومتر نصب شده را در مقابل یک لامپ اشعه لیزر و به فاصله حدود ۲ متر از آن قرار دادیم. بر روی دوربین آینه سطح کوچکی عمود بر محور دوربین (یعنی عمود بر جهت تعیین شده بلور) نصب نمودیم. سپس گونیو متر حامل بلور را از جلو دوربین باز کرده و نور لیزر را بر روی این آینه تابانیدیم. با تنظیم محل لامپ لیزر پرتو بازتابیده را بر پرتو فرودی منطبق ساخته و آنگاه محل لامپ لیزر را ثابت نمودیم. بر پشت لبه قائم سکوی مورد نظر آینه سطح دیگری نصب نموده و آنگاه سکو را روی



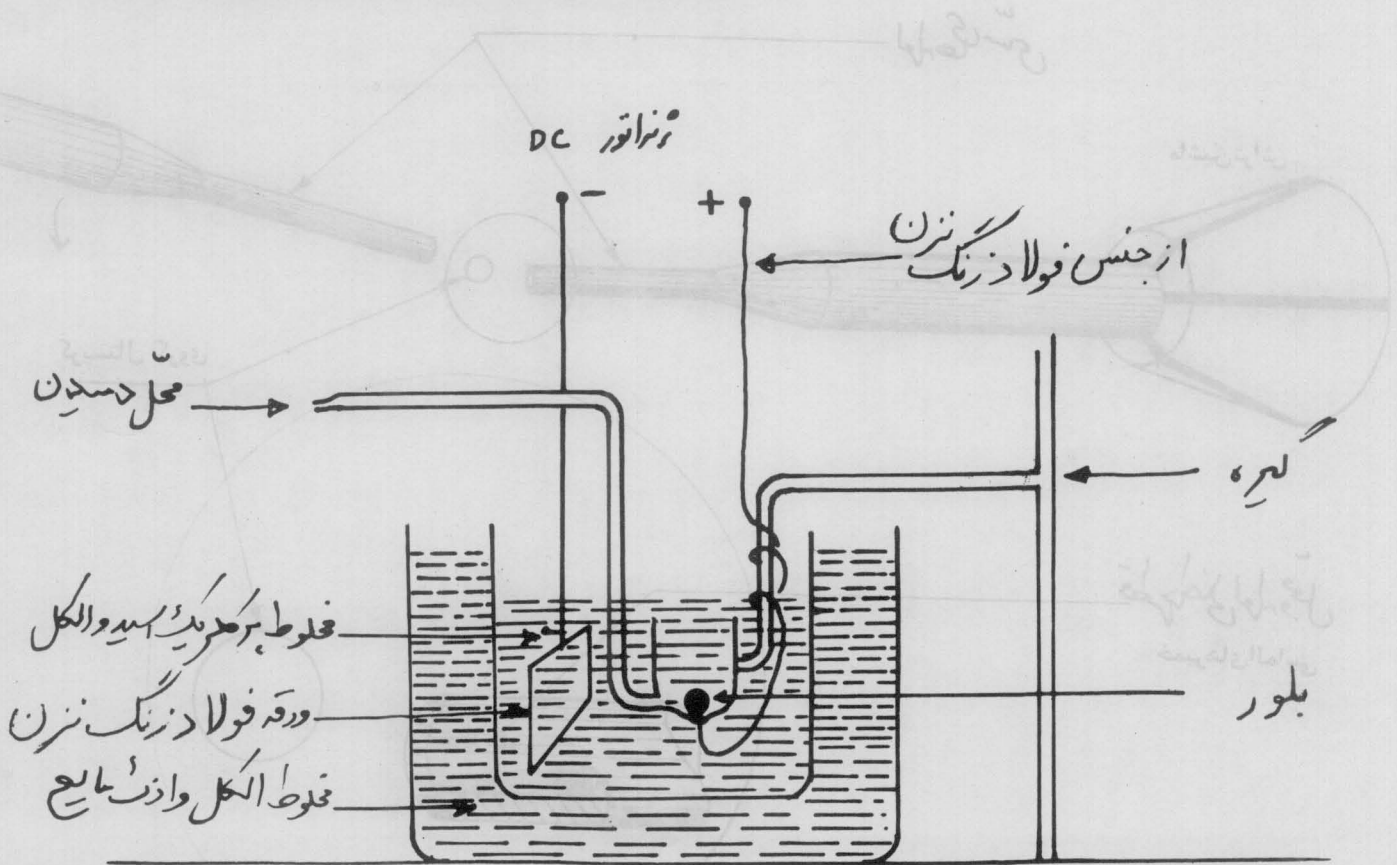
شکل (۱) سطح بلور بعد از برش به وسیله ماشین جرقه ای (بزرگ نمائی ۴۰).



شکل (۲): دستگاه صیقل دهنده مکانیکی [۴]

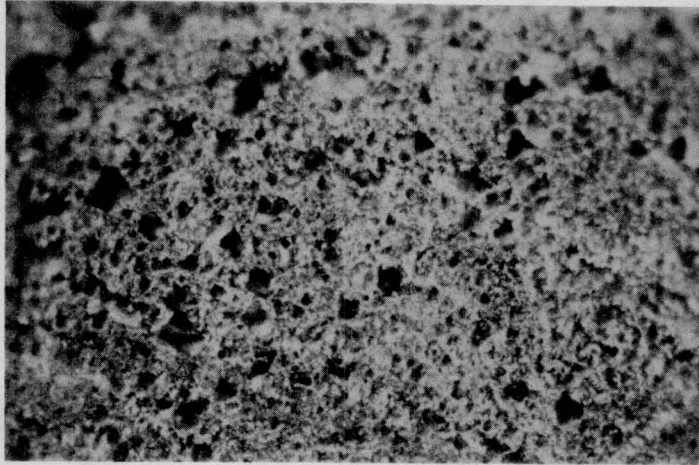


شکل (۳) سطح بلور پس از صیقل مکانیکی .
(بزرگ نمائی ۴۰)

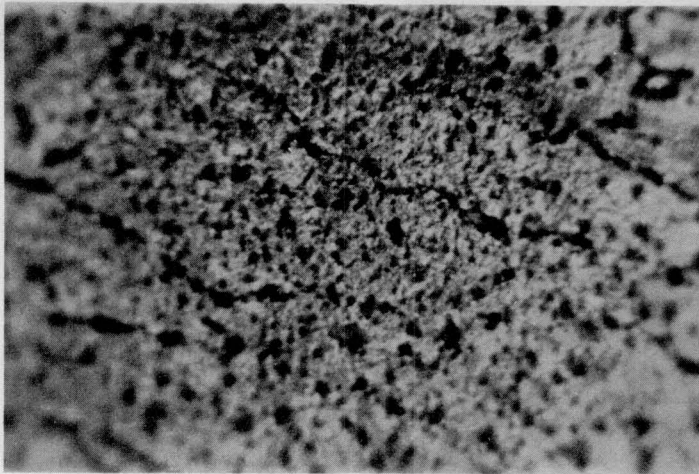


شکل (۴) دستگاه صیقل دهنده الکتریکی

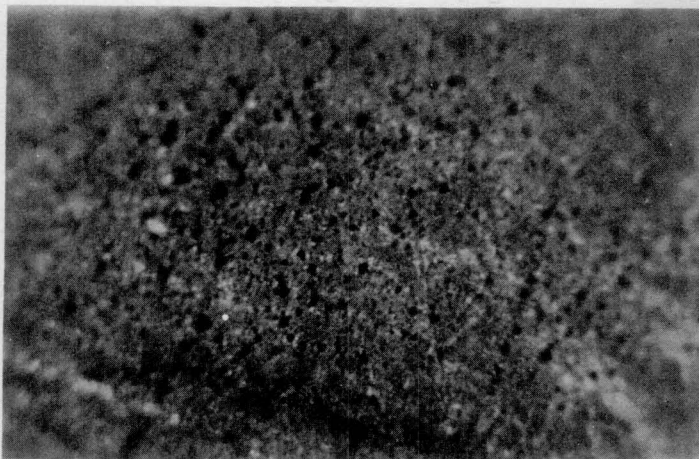
(الف)



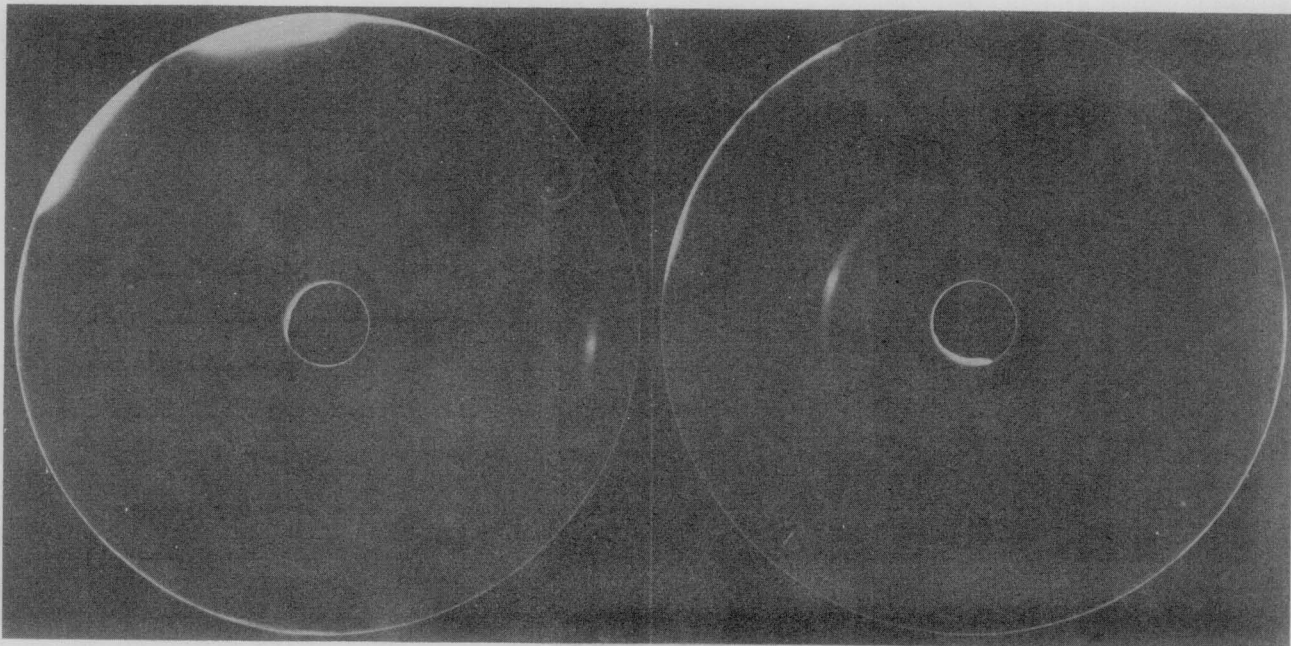
شکل (۵ - ۱) سطح بلور در فرآیندهای
گوناگون صیقل الکتریکی به کم-
بازدیدهای میکروسکوپی :
الف : صیقل پس از ۲ ساعت
ب : صیقل پس از ۳ ساعت
ج : صیقل پس از ۵ ساعت
(بزرگ نمایی ۴۰)



(ب)

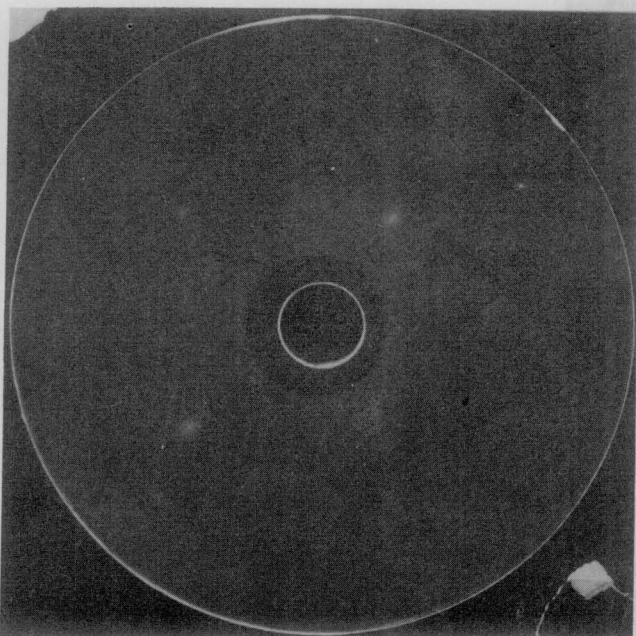


(ج)



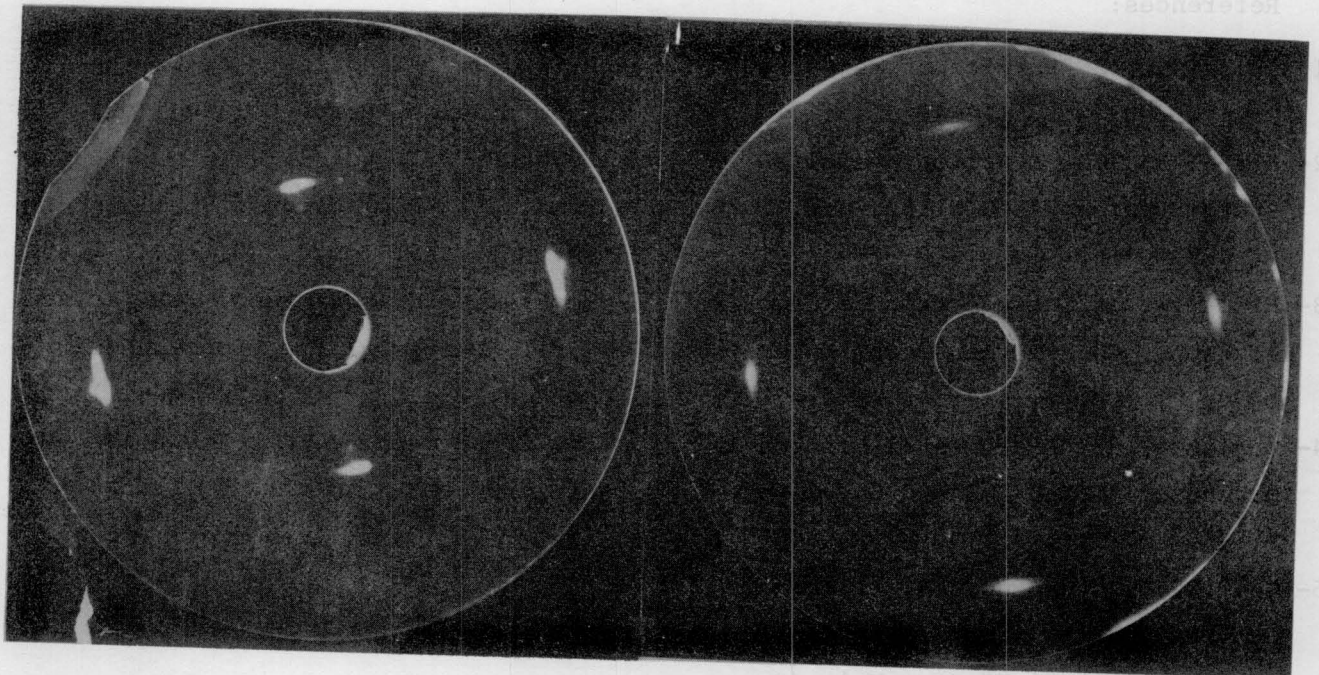
(الف)

(ب)



(ج)

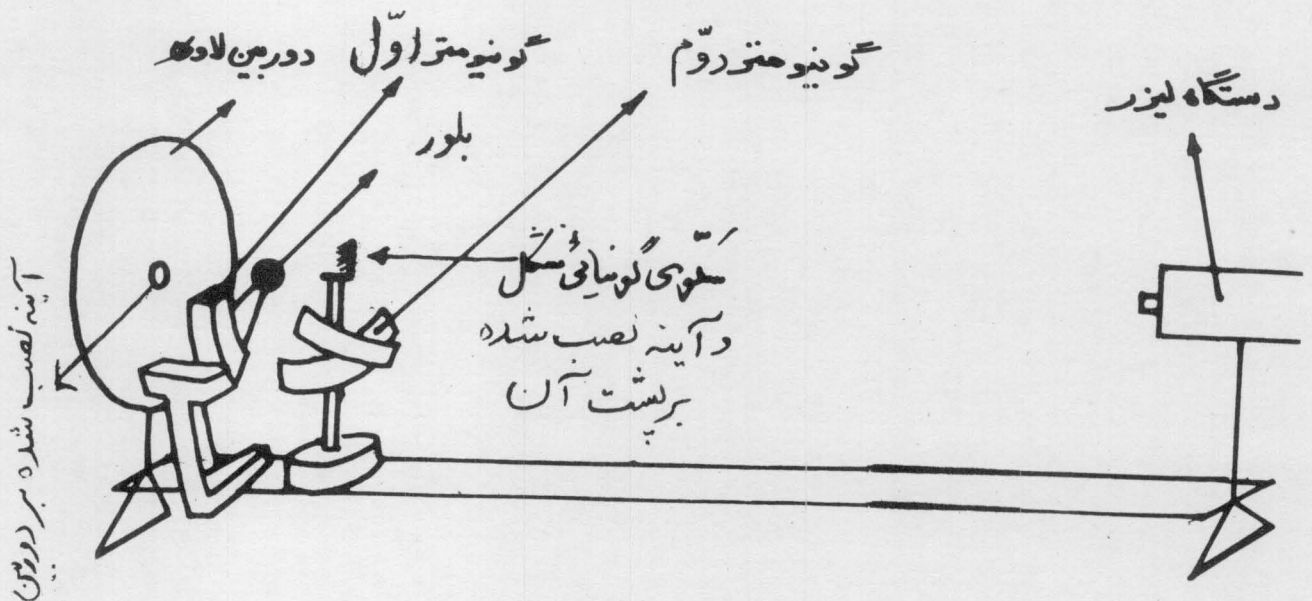
شکل (۵-۲) تصاویر حاصل از پراش پرتو X
در فرآیندهای گوناگون صیقل الکتریکی:
الف: صیقل پس از ۲ ساعت
ب: صیقل پس از ۳ ساعت
ج: صیقل پس از ۵ ساعت



(ب)

(الف)

شکل (۶) آرایش بلور (الف) در جهت [۱۰۰] و (ب) در جهت [۱۱۰].

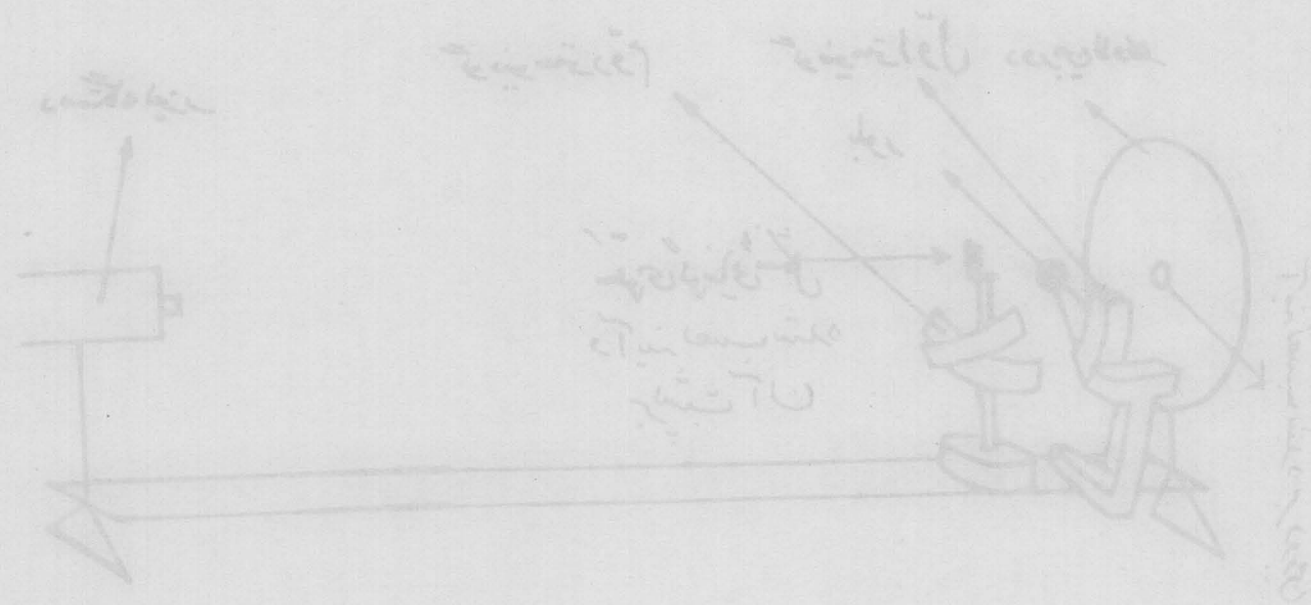


شکل (۷) دستگاه انتقال دهنده بلورهای آرایش یافته.

References:

- 1- Chikazumi, S. "Physics of Magnetism" John Wiley, N.Y., 1964, P. 19.
- 2- Kittel, C. "Introduction to Solid State Physics." John Wiley, N.Y., 1976, P. 487.
- 3- Kleber, W. "An Introduction to Crystallography." Web Verlag Technik Berlin, 1970, P. 109.
- 4- Zijlstra, H. "Experimental Methods in Magnetism." North-Holland Co., 1967, P. 85.
- 5- Gray, W.J., Spedding, F.G. "A Technique for Cutting & Polishing Small Spheres" Rev. Sci. Inst., Vol. 40, 1969, P. 1427.
- 6- Brice, J.C. "The Growth of Crystals From Liquids." North-Holland Co., 1973, P. 227.
- 7- Bond, W.L. "Polishing of Small Spheres." Rev. Sci. Inst., 25, 1954. P. 401.
- 8- Hopkins, E.N., Peterson, D.T., Baker, H.H. "Universal Electropolishing Method." Proc. of 19th AEC Metallography group meeting. Oak Ridge, Tennessee, 1965.

(ب) [۱۰۰] [۱۱۰] [۱۱۱] [۱۱۲] [۱۱۳] [۱۱۴] [۱۱۵] [۱۱۶] [۱۱۷] [۱۱۸] [۱۱۹] [۱۲۰] [۱۲۱] [۱۲۲] [۱۲۳] [۱۲۴] [۱۲۵] [۱۲۶] [۱۲۷] [۱۲۸] [۱۲۹] [۱۳۰] [۱۳۱] [۱۳۲] [۱۳۳] [۱۳۴] [۱۳۵] [۱۳۶] [۱۳۷] [۱۳۸] [۱۳۹] [۱۴۰] [۱۴۱] [۱۴۲] [۱۴۳] [۱۴۴] [۱۴۵] [۱۴۶] [۱۴۷] [۱۴۸] [۱۴۹] [۱۵۰] [۱۵۱] [۱۵۲] [۱۵۳] [۱۵۴] [۱۵۵] [۱۵۶] [۱۵۷] [۱۵۸] [۱۵۹] [۱۶۰] [۱۶۱] [۱۶۲] [۱۶۳] [۱۶۴] [۱۶۵] [۱۶۶] [۱۶۷] [۱۶۸] [۱۶۹] [۱۷۰] [۱۷۱] [۱۷۲] [۱۷۳] [۱۷۴] [۱۷۵] [۱۷۶] [۱۷۷] [۱۷۸] [۱۷۹] [۱۸۰] [۱۸۱] [۱۸۲] [۱۸۳] [۱۸۴] [۱۸۵] [۱۸۶] [۱۸۷] [۱۸۸] [۱۸۹] [۱۹۰] [۱۹۱] [۱۹۲] [۱۹۳] [۱۹۴] [۱۹۵] [۱۹۶] [۱۹۷] [۱۹۸] [۱۹۹] [۲۰۰]



مکانیزم آلودگی و حذف آن در روش الکترولیز (۲)