مطالعه تاثیر دمای اکسیژن دهی بعدی فولاد AISI ۵۱۱۵ نیتروژن - کربن دهی شده به روش پالس پلاسما بر مقاومت به خوردگی آن

اصفهانی، علیرضا [۱]؛ حیدرزاده سهی، محمود [۱]؛ راثی زاده غنی، جعفر [۱]؛ محبوبی، فرزاد [۲]

[۱] دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران

[۲] دانشکده مهندسی معدن متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیر کبیر

چکیده

در این تحقیق تاثیر دمای اکسیژن دهی بعدی، برروی خواص سطحی فولاد AISI ۵۱۱۵ نیتروژن - کربن دهی شده مورد مطالعه قرار گرفته است. به این منظور فولاد مذکور پس از عملیات حرارتی اولیه کوئنچ و تمپر، در دمای ۵۵۰°C و در فشار ۳ تور، به مدت ۵ ساعت و در مخلوط گازی حاوی $80\%N_2+13\%H_2+7\%CO_2$ تحت عملیات نیتروژن - کربن دهی پالس پلاسمایی قرار گرفت. بلافاصله پس از عملیات نیتروژن – کربن دهی عملیات اکسیژن دهی در دماهای ۵۰۰°C ، ۴۵۰°C و ۴۰۰°C و به مدت یک ساعت، در مخلوط گازی حاوی $75\%O_2+25\%H_2$ انجام شد. خواص لایه های سطحی توسط میکروسکپ الکترونی و پراش سنجی پرتو ایکس مطالعه شد. نتایج مطالعه فازهای تشکیل شده در لایه اکسیدی نشان می دهد که با کاهش دمای اکسیژن دهی بعدی، پایداری فاز Fe_3O_4 نسبت به فاز Fe_2O_3 در لایه اکسیدی افزایش می یابد. نتایج آزمایش پلاریزاسیون نشان داد که مقاومت به خوردگی بر اثر نیتروژن ـ کربن دهی در مقایسه با نمونه خام، و در اثر اکسیژن دهی بعدی در مقایسه با نمونه نیتروژن ـ کربن دهی شده افزایش می یابد.

Effect of Post-Oxidation on Corrosion Resistance of Nitrocarburized AISI 5115 Steel

Esfahani، Alireza [1]; Heydarzadeh Sohi، Mahmoud [1]; Rassizadehghani، Jafar [1]; Farzad، Mahboubi [2]

[1] *School of Metallurgy and Materials, University Collage of Engineering, University of Tehran*

[2] *Department of Mining, Metallurgy and Petroleum Engineering, Amirkabir University of Technology*

Abstract

In this investigation effect of post-oxidation temperature on corrosion resistance of nitrocarburized AISI 5115 steel was studied. For this purpose، quenched and tempered steel was pulse plasma nitrocarburized at 550ºC، for 5h, in $80\%N_2+13\%H_2+7\%CO_2$ gas mixture at pressure of 3 torr. Immediately after nitrocarburizing، samples were post-oxidized at 400ºC، 450ºC and 500ºC، for 1h، by changing atmosphere to $75\%O_2+25\%H_2$ gas mixture. The properties of layers were studied by using X-ray diffraction and secondary electron microscopy. Study of phases which are formed in oxide layer، revealed that of formation of Fe3O4 phase، is increased by decreasing post-oxidation temperature. The result of polarization test showed that corrosion resistance is improved by nitrocarburizing and it is further improved by post-oxidation.

مقدمه

پس از نیتروژن دهی و نیتروژن – کربن دهی فولاد، دو لایه در سطح تشکیل می شود. لایه رویی از نیترید های آهن (ترکیب های بین فلزی γ' (Fe_4N) و ε (Fe_3N)) تشکیل شده است و به لایه سفید و یا لایه ترکیبی معروف است و لایه زیرین که لایه نفوذی نام دارد.. حضور کربن تشکیل فاز ε را ترغیب می کند[۱و۲].

استفاده از گاز دی اکسید کربن امکان ایجاد اتم کربن، جهت فرایند نیتروژن – کربن دهی پلاسمایی را فراهم می کند. مطالعات انجام شده نشان می دهد که افزایش CO_2، بین ۳ الی ۵ درصد در مخلوط گازی، تشکیل فازε را در لایه ترکیبی ترغیب می کند[۳و۴].

Archive of SID

www.SID.ir

افزایش بیشتر مقاومت به خوردگی فولادهای نیتروژن دهی شده یا نیتروژن – کربن دهی شده با انجام عملیات اکسیژن دهی بعدی و تشکیل لایه اکسیدی بسیار نازک بر روی لایه ترکیبی امکان پذیر است[۵و۶]. جهت ایجاد لایه اکسیدی بر روی لایه ترکیبی از روشهای حمام نمک مذاب، روش گازی با استفاده از مخلوط بخار آب و هیدروژن و روش پلاسمایی استفاده می شود [۷ و۸]. لایه اکسیدی که بر روی لایه ترکیبی تشکیل می شود، عموما از فازهای مگنتیت (Fe_3O_4) به همراه فاز هماتیت (Fe_2O_3) با ضخامت ۱ الی ۳ میکرومتر تشکیل می شود[۵] .

بهبود مقاومت به خوردگی، ناشی از تفاوت غلظت اکسیژن در فرورفتگی و برآمدگی های لایه ترکیبی پس از اکسیژن دهی است. در این حالت فرورفتگی به عنوان کاتد محلی و برآمدگی به عنوان آند محلی عمل می کند[۶و۸]. همچنین لایه اکسیدی با پوشاندن حفرهای کوچک و ریز ترکها در سطح لایه ترکیبی باعث افزایش مقاومت به خوردگی می شود[۹] .

هماتیت فازی متخلخل با چسبندگی کم به زیر لایه است، بر عکس مگنتیت فازی متراکم و فشرده، با چسبندگی مناسب به زیر لایه است. بنابراین لایه اکسیدی متشکل از Fe_3O_4 توصیه می شود[۶].بر این اساس فولاد کم آلیاژ AISI 5115 در دمای ۵۵۰˚C نیتروژن دهی با استفاده از گاز دی اکسید کربن نیتروژن – کربن دهی شد. با جایگزین کردن اتمسفر اکسیدی، فرایند اکسیژن دهی در دماهای ۴۰۰ ˚C، ۴۵۰ ˚C و ۵۰۰ ˚C انجام شد. هدف از این پژوهش تعیین نقش دمای اکسیژن دهی بر ایجاد فازهای تشکیل شده در سطح و تاثیر آن بر روی مقاومت به خوردگی است.

روشهای آزمایشی

فولاد مورد استفاده در این پژوهش از نوع AISI 5115 تهیه گردید. قبل از اجرای فرایند سطح نمونه ها با کمک سمباده و پولیش آماده سازی شد و سپس با الکل و استون شستشو گردیدند. نیتروژن – کربن دهی و اکسیژن دهی بعدی در دستگاهی با توان ۵kW و منبع تغذیه پالس DC انجام شد. شرایط پالس ۳/۴ وصل و ۱/۴ قطع، با فرکانس 11kHZ بود. به منظور تخلیه کردن محفظه از گازهای زاید، با استفاده از پمپ خلا چرخنده، فضای داخل محفظه سه بار از مخلوط گازی پر و تا 10^{-2} تور خلا شد. سپس با ایجاد هاله پلاسمایی و کندوپاش، کاتد و نمونه ها تا دمای ۵۵۰°C گرم شدند. نیتروژن کربن دهی به مدت ۵ ساعت و در فشار ۳ تور انجام شد. از گاز CO_2 برای ایجاد کربن استفاده شد، بنابراین مخلوط گازی $80\%N_2+13\%H_2+7\%CO_2$ با خلوص بیشتر از ۹۹٪ ، جهت نیتروژن – کربن دهی مورد استفاده قرار گرفت. اکسیژن دهی بلافاصله پس از نیتروژن – کربن دهی، با جایگزین کردن اتمسفر محفظه با مخلوط گازی اکسیژن و هیدروژن به نسبت سه به یک انجام شد. اکسیژن دهی به مدت ۱ ساعت، در فشار ۳ تور و دماهای ۴۰۰°C ، ۴۵۰°C و ۵۰۰°C انجام شد. پس از اتمام فرایند نمونه ها در خلا تا دمای محیط سرد شدند.

جهت دستیابی به وضوح بیشتر در ریز ساختار لایه های سطحی، لایه نازک نیکلی با کمک حمام آبکاری واتس بر روی سطح ایجاد شد. با استفاده از میکروسکپ الکترونی روبشی مدل Cams cam MV300 با پرتو الکترونی برگشتی، ریزساختار لایه های سطحی مطالعه شد. برای شناخت فازهای تشکیل شده در لایه ترکیبی از آنالیز پراش پرتو ایکس(XRD) توسط پرتو $Cu\ K_\alpha$ (λ=1.5418 Å)استفاده شد.

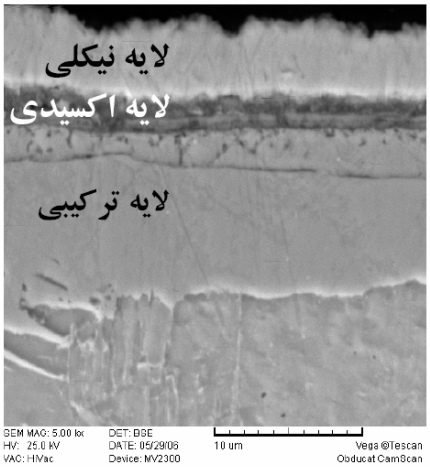
آزمایش پلاریزاسیون با استفاده از الکترود مرجع کالومل، الکترود کمکی پلاتین و الکترود کاری به عنوان مجموع سل الکتروشیمیایی انجام شد. محلول مورد استفاده در سل الکتروشیمیایی نمک طعام ۵ درصد وزنی بود. میزان سرعت روبش هم ۵mV/s انتخاب شد.

نتایج و بحث

در شکل ۱ تصاویر میکروسکوپی مربوط به نمونه های نیتروژن – کربن دهی شده و اکسیژن دهی شده در دمای ۴۵۰°C نشان داده شده است. در کلیه تصاویر میکروسکپ الکترونی مربوط به نمونه های دیگر نیز، تشکیل لایه سفید و لایه سیاه رنگ اکسیدی بر روی آن مشخص است. نتایج سنجش ضخامت لایه اکسیدی در جدول ۱ ارایه شده است. این نتایج نشان می دهد که با افزایش دمای اکسیژن دهی، ضخامت لایه اکسیدی افزایش می یابد.

Archive of SID

www.SID.ir

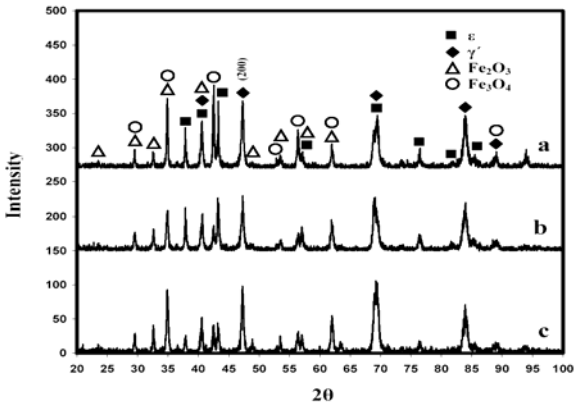


شکل ۱: تصویر میکرسکپ الکترونی مربوط به نمونه های نیتروژن – کربن دهی شده و اکسیژن دهی شده در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد.

جدول ۱ : جریان خوردگی و ولتاژ خوردگی برای نمونه های عملیات شده در شرایط مختلف.

شرایط فرایند	ضخامت لایه اکسیدی (μm)	I_{corr} ($\mu A/Cm^2$)	E_{corr} (mV)
Untreated	-	۸۲/۱	-۷۹۲
Nitrocarburized	-	۷۹/۴	-۷۱۷
۵۰۰°C	۲/۳	۱۰/۰	-۴۰۷
۴۵۰°C	۱/۷	۷۲/۳	-۶۵۳
۴۰۰°C	۱/۳	۴۳/۹	-۶۱۳

شکل ۲ نتایج حاصل از آزمایش پراش سنجی پرتو ایکس را برای فازهای تشکیل شده در لایه ترکیبی و لایه اکسیدی نمونه های مختلف نشان می دهد. بررسی زاویه پراش پیک های حاصل نشان دهنده تشکیل فازهای ε و γ′ در لایه ترکیبی و فازهای مگنتیت و هماتیت در لایه اکسیدی است. همانطور که گفته شد، جهت دستیابی به لایه اکسیدی با خواص مطلوب ایجاد لایه ترکیبی شامل فاز ε مورد نظر است. با توجه به محدود بودن حد حلالیت کربن در شبکه بلوری فاز γ′ افزودن کربن به اتمسفر کوره باعث کاهش پایداری این فاز می شود. به همین منظور از ۷ درصد گاز CO_2 در مخلوط گازی استفاده شده است.



شکل ۲: الگوی پراش سنجی پرتو X مربوط به نمونه های نیتروژن – کربن دهی شده و اکسیژن دهی شده در دمای a) ۴۰۰ b) ۴۵۰ c) ۵۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت در مخلوط گازی ۳/۱ = هیدروژن / اکسیژن.

نتایج آزمایش XRD نشان می دهد که با کاهش دمای اکسیژن دهی مقدار فاز مگنتیت در لایه اکسیدی افزایش می یابد و بر عکس مقدار فاز هماتیت کاهش می یابد. این مطلب به خوبی در تطابق با مطالعات قبلی است[۹و۱۰]. جوانه زنی لایه اکسیدی به وسیله اکسیژنی که توسط سطح متخلخل فاز ε جذب می شود، رخ می دهد[۱۱]. با افزایش دمای اکسیژن دهی و ولتاژ مورد استفاده جهت ایجاد هاله پلاسمایی، انتظار می رود که اکسیژن بیشتری توسط سطح فاز ε جذب شود و به پایداری فاز حاوی مقادیر بیشتر اکسیژن، یعنی هماتیت، کمک کند. همچنین بر اساس دیاگرام فازی Fe-O با افزایش دما امکان تشکیل فازهای اکسیدی حاوی مقادیر زیاد اکسیژن، یعنی Fe_2O_3 و FeO افزایش می یابد[۱۱]. البته FeO پس از سرد شدن به هماتیت و مگنتیت استحاله می یابد.

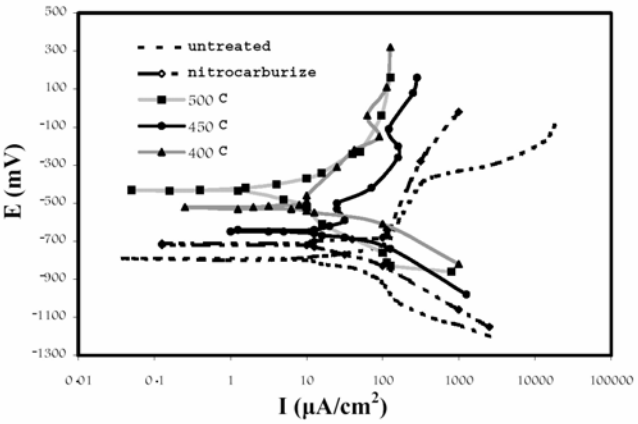
نتایج حاصل از آزمایش پلاریزاسیون در شکل ۳ ارایه شده است. پتانسیل خوردگی و جریان خوردگی در حالتهای مختلف نیز در جدول ۱ ذکر شده است. نتایج نشان می‌دهد که پتانسیل خوردگی بر اثر نیتروژن ـ کربن دهی در مقایسه با نمونه خام، و در اثر اکسیژن دهی بعدی در مقایسه با نمونه نیتروژن ـ کربن دهی شده افزایش یافته است. عکس این موضوع هم در مورد دانسیته جریان خوردگی وجود دارد. افزایش مقاومت به خوردگی در اثر نیتروژن

Archive of SID

www.SID.ir

ـ کربن دهی و افزایش بیشتر مقاومت به خوردگی در اثر اکسیژن دهی بعدی توسط محققین قبلی نیز مشاهده شده است [۱۰-۵] .

دو عامل در افزایش مقاومت به خوردگی، پس از اکسیژن دهی بعدی موثر است، ضخامت لایه اکسیدی و فازهای تشکیل دهنده لایه اکسیدی. لایه اکسیدی با پر کردن تخلخلها و ترکهای سطحی موجود در لایه ترکیبی باعث افزایش مقاومت به خوردگی می‌شود. هر قدر لایه اکسیدی ضخیم‌تر باشد، تخلخلها بیشتر و بهتر پر می‌شوند و مقاومت به خوردگی بیشتر افزایش می‌یابد. از آنجایی که مگنتیت در مقایسه با هماتیت فشرده تر است و از چسبندگی بهتری نسبت به سطح برخوردار است، تشکیل آن باعث افزایش بیشتر مقاومت به خوردگی می‌شود [۶].



شکل ۳ : نتایج آزمون پلاریزاسیون

مقایسه بین نتایج آزمایش پلاریزاسیون نشان می‌دهد که نمونه اکسیژن دهی شده در دمای ۵۰۰°C بیشترین مقاومت به خوردگی را دارد. علت این موضوع تشکیل لایه اکسیدی ضخیم‌تر در این شرایط است (جدول ۱). با کاهش دمای اکسیژن دهی بعدی، به علت کاهش ضخامت لایه اکسیدی، مقاومت به خوردگی در دمای ۴۵۰°C کاهش یافته است اما اکسیژن دهی در دمای ۴۰۰°C مجددا باعث افزایش مقاومت به خوردگی شده است. علت این رفتار تشکیل لایه اکسیدی غنی از مگنتیت هنگام اکسیژن دهی در دمای ۴۰۰°C است (شکل ۲).

نتیجه گیری

با افزایش دمای اکسیژن دهی ضخامت لایه اکسیدی و مقدار فاز مگنتیت در لایه اکسیدی کاهش می یابد. و همچنین نیتروژن – کربن دهی پلاسمایی باعث می شود تا مقاومت به خوردگی نسبت به نمونه عملیات نشده افزایش یابد. اکسیژن دهی لایه ترکیبی موجب افزایش بیشتر مقاومت به خوردگی می شود.

مرجع‌ها

[1] Sidney Dressler "Plasma parameter control for industrial situations: the role of hot wall plasma nitriding furnace" Conference of ion nitriding and ion carburizing، Cincinnati، Ohio، USA، 1989، pp183-193.

[2] James M. O Brine "ASM handbook" Vol 5 ،1994.

[3] E. Haruman & T. Bell & Y. Sun "Compound layer characteristics resulting from plasma nitrocarburising in atmospheres containing carbon dioxide gas addition" Surface Engineering، 1992، Vol 8، No 4، pp 275-282.

[4] H. J. Howes & P. G .H. Pistorius "Plasma feritic nitrocarburising of carbon and low alloy 0.4%C steels in N_2-H_2 atmosphers with CO_2 gas addition" Surface engineering، 1999، Vol 15، No 6، pp476-482.

[5] J.M. HongU، Y.R. Cho، D.J. Kim، J.M. Baek، K.H. Lee "Plasma post-oxidation process for nitrocarburized layer" Surface and Coatings Technology، 131، 2000، pp548-552.

[6] F. Mahboubi، M. Fattah "Duplex treatment of plasma nitriding and plasma oxidation of plain carbon steel" Vacuum، 79، 2005 ،pp1–6.

[7] R. Ramesh، R. Gnanamoothy "Effect of post oxidation on the fretting wear behavior of liquid nitrided En 24 steel" Surface and Coatings Technology، 2005، pp1-7.

[8] S. Hoppe "Fundamentals and application of the combination of plasma nitrocarburizing and oxidation" Surface and Coatings Technology، 98، 1998، pp 1199-1204.

[9] I. Lee "Post-oxidizing treatments of the compound layer on the AISI 4135 steel produced by plasma nitrocarburizing" Surface & Coatings Technology، 188–189، 2004، pp 669–674.

[10] F. Borgioli، E. Galvanetto، A. Fossati، T. Bacci "Glow-discharge nitriding and post-oxidising treatments of AISI H11 steel" Surface and Coatings Technology، 162، 2002، pp 61–66.

[11] Davide R. Gaskell "Introduction to the thermodynamics of materials" Third edition، Taylor & Francis publisher since، 1978.

Archive of SID

www.SID.ir