



پوشش دهی سیلیکون نایزینگ فولاد AISI321 به روش سماتناسیون و بررسی رفتار اکسیداسیون دما بالای آن

علی کریمی^۱، عباس افراسیابی^۲، حمیدرضا مقدم^۳

^۳ گروه مهندسی مواد، علوم و تحقیقات خراسان رضوی، دانشگاه آزاد اسلامی، نیشابور، ایران.

(کارشناس ارشد مهندسی خوردگی مواد)

^۲ پژوهشکده علوم و صنایع غذایی خراسان رضوی (استادیار و دکترای مهندسی سطح)

چکیده

در این پژوهش تلاش گردید تا سیلیکون نایزینگ به روش سماتناسیون پودری روی فولاد زنگ نزن AISI321 کم کربن اعمال گشته و پوشش حاصل مشخصه یابی و خواص سنجی شود و عملکرد آنها در محیط دمای بالا تحت ارزیابی قرار گیرد. لذا روش سیلیکون دهی نفوذی جامد جهت تولید پوشش های حاوی سیلیساید های آهن، نیکل و کرم روی سطح فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI321L مورد استفاده قرار گرفت. بدین منظور نمونه های فولادی درون محفظه پوشش دهی قرار داده شده و فرایند پوشش دهی در دماها و زمان های مختلف انجام شد. ریز ساختار پوشش تولید شده با استفاده از میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. شناسایی فازها با استفاده از آنالیز تفرق اشعه ایکس انجام شد. در نهایت خواص پوشش تولید شده با استفاده از آزمون های میکرو سختی و اکسیداسیون دمای بالا مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بررسی های فازی نشان داد که پوشش ها متشکل از فاز آستنیت به همراه فاز و ترکیبات بین فلزی Cr_2FeO_4 ، $FeSi$ ، Fe_3Si و $NiSi$ ، $Fe_{0.64}Ni_{0.36}$ ، SiO_2 است پوشش های سیلیکون نایز تولید شده در دمای $1000^{\circ}C$ مقاومت بسیار خوبی در مقابل اکسیداسیون دمای بالا $850^{\circ}C$ و $1000^{\circ}C$ از خود نشان دادند هر چند که پوشش های تشکیل شده ترد و مقداری متخلخل بود و لایه نفوذی پوشش سختی در حدود 620 ویکرز داشت.

واژه های کلیدی: فولاد زنگ نزن آستنیتی، سماتناسیون، سیلیکون نایزینگ، اکسیداسیون دمای بالا.

مقدمه

بسیاری از قطعات در صنعت تحت شرایط سخت کار می کنند (نظیر محیط های خورنده قوی، دمای بالا با محیط خورنده، سایش بالا و...) و باید دارای مقاومت بالایی باشند. استفاده از فولادهای آلیاژی مثلاً فولادهای با کروم و نیکل بالا دارای مقاومت به خوردگی خوبی هستند ولی قیمت بالا باعث استفاده محدود آنها می شود. رویکرد مهندسی سطح جهت کاهش هزینه ها و استفاده از یک پوشش کارآمد روی پایه های در دسترس و متداولی است که به تنهایی قادر به پاسخگویی به این نیازها نیستند. روشهای پوشش دهی فولادها بسیار متنوع بوده و لذا با توجه به صرفه های اقتصادی محدودیت های تکنیکی و متالورژیکی و نوع و روش کاربرد و خواص فیزیکی و مکانیکی پوشش یکی از روش های ؛ رسوب شیمیایی در فاز بخار، فروبری گرم، پاشش شعله ای، پوشش با لیزر، نفوذ پودری جامد، لعابکاری و غیره را انتخاب می کنند. آلیاژسازی سطحی به کمک سیلیسیم و ایجاد پوشش های سیلیسمی یکی از راههای افزایش مقاومت به خوردگی و سایش در فولادها است. تاثیرات پوشش سیلیسیم روی فلزات و آلیاژها، افزایش قابل ملاحظه مقاومت به سایش، افزایش مقاومت در برابر اسید و باز و خوردگی در محیط های آبی و گازی و بهبود اکسایش گزارش شده است. ایجاد پوشش سلیکونایز بر روی فولادهای ضد زنگ مقاوم در برابر حرارت کاربرد گسترده ای در صنایع شیمیایی، پتروشیمی، نفت و نیروگاه های برق دارند که به واسطه مقاومت در دمای بالا می باشد. همچنین افزودن سیلیسیم به فولاد ضد زنگ می تواند مقاومت به اکسیداسیون دمای بالا و هم خوردگی داغ دما پایین (نوع I) و هم دما بالا (نوع II) را بهبود بخشد [1,2].

پوشش حاصل از روش نفوذی در حالت جامد دارای برتری های نسبی در مقایسه با روشهای دیگر است که از آن جمله می توان به عدم آلایندهی محیط زیست، مصرف کمتر انرژی، سهولت فرایند پوشش کاری، یکنواختی سطح پوشش، امکان تشکیل پوششهای رنگی، امکان پوشش کاری مناسب شیارها، لبه های تیز و منافذ قطعات و بویژه عمر طولانی تر پوشش (نرخ خوردگی کمتر) اشاره کرد. عمده ترین موارد کاربرد این روش پوشش دهی پیچ و مهره ها، واشرها، بست ها و قطعات دارای منافذ و سوراخ های ریز و کوچک در صنایع خودروسازی، صنایع دریایی و زیردریایی، قطعات کشاورزی و خطوط انتقال برق و تجهیزات ماهواره ای و مخابرات و صنایع پتروشیمی است [3,4].

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از فولاد زنگ نزن آستنیتی 321L جهت اعمال پوشش نفوذی سیلیسیم استفاده شد. ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن 321L مورد استفاده در جدول (۱) آورده شده است. نمونه ها از یک میله استوانه ای قطر ۱۰ میلیمتر از جنس فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI 321L آتیل شده به صورت دیسک هایی به ضخامت ۵,۲ میلیمتر به تعداد لازم برش داده شدند. سپس عملیات آماده سازی سطح نمونه ها انجام شد. جهت فعال سازی سطح، نمونه ها را به مدت ۴۰ ثانیه در محلول فعالساز شامل

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

3ccH₂SO₄ + 5ccHCl + 92ccH₂O غوطه ور کردیم. سپس نمونه ها را جهت چربی گیری در استن فرو برده و پس از خشک کردن نمونه ها برای قرار دادن در مخلوط پودر پوشش دهی آماده شدند.

محفظه پوشش دهی استوانه ای از جنس فولاد زنگ نزن SS316 با قطر خارجی ۴۵ و ارتفاع ۵۰ میلی متر و ضخامت جداره ۵ میلی متر استفاده شد. برای درزگیری فواصل بین بدنه و درپوش توسط چسب درز گیر سیلیکونی با مقاومت دمایی ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد استفاده شد. محفظه محتوی پودر و نمونه در محفظه ای دیگر از جنس فولاد ساده کربنی کم کربن به قطر داخلی ۹۰ و ارتفاع ۱۱۰ و ضخامت ۱۰ میلیمتر قرار داده شد. محفظه دارای دو شیر ورودی و خروجی در پایین و بالای جهت گاز آرگون است تا محفظه واکنش در محیطی از گاز خنثی قرار داشته باشد.

شرایط پوشش دهی برای فولاد زنگ نزن AISI 321L بر اساس بررسی های آماری نتایج مقالات مشابه تعیین شدند. برای این منظور با در نظر گرفتن دو سطح تغییر مختلف برای چهار پارامتر دما، زمان، درصد فعال ساز و درصد سیلیسیم، طراحی صورت گرفت. آرایه بکار رفته و سطوح تغییر در زیر آورده شده است. زمان، دما و ترکیب مخلوط پودر مورد استفاده در آزمایش های مختلف در جدول (۲) نشان داده شده است.

پوشش ها تحت عملیات متالوگرافی با میکروسکوپ نوری و الکترونی SEM-EDS، و آزمون پراش پرتو ایکس آنالیز XRD و اندازه فازهای موجود با مقایسه شدت و زاویه پراش پیک های XRD توسط نرم افزار Expert HighScor شناسایی و مشخصه یابی شدند. همچنین آزمون اکسیداسیون دمای بالا در شرایط هوای کوره جهت بررسی رفتار مقاومت پوشش انجام شد و میکروسختی سنجی پوشش ها طبق استاندارد ASTM E384 عمل شد

از داده های تست پوشش سیلیکونائزینگ بر روی فولاد SS321 نتیجه می گیریم که؛ دو فاکتور زمان و دما در ضخامت پوشش سیلیکونائز و عمق نفوذ Si از اهمیت ویژه ای برخوردار بوده و در درجه دوم ترکیب پودر در مقدار جذب سطحی Si پر اهمیت است. بیشترین دما و زمان عملیات پوشش دهی سیلیکونائزینگ در این تحقیق 1000°C و 10hr است که بهترین شرایط پوشش دهی را فراهم کرد. پوشش سیلیکونائز ایجاد شده چهار لایه داشته و نسبت به دیگر پوشش های تشکیل شده در این تحقیق دارای ضخامت و چسبندگی بهتری است. بر اساس داده های تحقیق مشخص شد که؛ در ترکیب پودر ثابت، بیشترین تأثیر را دما در نفوذ سیلیسیم و افزایش ضخامت زیر لایه پوشش و خصوصاً در لایه ی نفوذی نمونه دارد. و بیشترین تأثیر زمان در یکنواخت و هموژن شدن سیلیسیم در لایه نفوذی و کاهش تخلخل است.

بر مبنای این پوشش دهی عملیات اکسیداسیون نمونه های سیلیکونائز شده در دمای ۸۵۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به همراه نمونه فولاد پایه پس از اندازه گیری ابعادی با کولیس و توزین دقیق با ترازوی ۰,۰۰۱ گرم؛ نمونه ها را در ظروف سرامیکی مخصوص و معین گذاشته و در کوره در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۸۰ ساعت در سیکل های ۱۰ ساعتی قرار دادیم؛ پس از پایان هر سیکل کوره را خاموش نموده و پس از سرد شدن؛ نمونه ها را به دقت توزین و سپس به کوره باز می گردانیم، این عمل را تا پایان سیکل ۱۸۰ ساعت تکرار

می کنیم. این عملیات را نیز دقیقاً برای دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد نیز انجام داده و نتایج را ثبت می کنیم. برای صحت آزمون، تکرار پذیری با نمونه های جدید و با رعایت شرایط آزمایشگاهی انجام شد. پس از ثبت تغییرات وزنی؛ نمونه ها از مقطع عرضی برش خورده و پس از عملیات آماده سازی پولیش نهایی شدند. پس از این مرحله نمونه ها با میکروسکوپ های نوری و الکترونی SEM و EDS تحت بررسی میکروساختاری و آنالیز نقطه ای و ضخامت سنجی لایه ای قرار گرفتند. جدول (۳) شرایط عملیات اکسیداسیون را اثبات می کند.

نتایج و بحث

شکل (۱) تصویر سمت راست نشان می دهد پوشش ایجاد شده چهار لایه و پوشش خارجی تشکیل شده ضخامتی حدود $350\mu\text{m}$ و چسبندگی کمی به زیر لایه دارد زیرا این لایه دارای فاصله چند میکرونی با زیر لایه است از طرفی مقدار سیلیسیم آن در زیر لایه بیشتر است. ضخامت لایه نفوذی نمونه 4PA تقریباً در حدود $180\mu\text{m}$ است. مهمترین لایه پوشش، لایه منطقه نفوذی است که یکنواخت و نسبت به عمق نفوذ سیلیسیم کمترین خلل و فرج را نسبت به دیگر لایه ها دارد. لذا با توجه به آنالیز EDS و نتایج XRD خواص مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون بالاتری نسبت به دیگر لایه ها مورد انتظار است.

شکل (۱) تصویر سمت چپ (منطقه C و D) در بزرگنمایی بالا، لایه نفوذی اول و دوم زیر لایه را نشان می دهد. ساختار این لایه نفوذی همراه با اکسیداسیون و تخلخل است و دارای ترکیبات مختلف فازی خصوصاً سیلیکات آهن و نیکل و اسپینلی با عنصر پایه آهن است. جدول (۴) آنالیز نقطه ای EDS از لایه های پوشش را نشان می دهد. در این نمونه خروج عناصر کروم و نیکل از منطقه فولاد پایه به سمت لایه نفوذی و لایه میانی نیز انجام شده و از مقدار این عناصر به سمت لایه پوشش خارجی کاسته می شود، همچنین نفوذ عنصر سیلیسیم از لایه خارجی به لایه میانی و نفوذی انجام شده و باعث تبدیل شبکه FCC آستنیت به شبکه BCC فریت می شود. [5]

با حضور اکسیژن در لایه خارجی سطح پوشش علاوه بر ترکیبات سیلیسی و آلومینایی، اکسید آهن و دیگر ترکیبات اکسیدی و اسپینلی ایجاد می شود. در نتایج آزمایش XRD شکل (۲) از لایه نفوذی همین نمونه، فاز NiSi ، Fe_3Si و با امکان تشکیل کاربیدهای کمپلکس نیکل - کروم - سیلیسیم نظیر Cr_3Ni و $(\text{Fe,Ni})_{22}\text{Si}_7$ در لایه میانی و نفوذی نیز وجود دارد. حضور عنصر سیلیسیم در لایه پوشش از ترکیب اولیه پودر و همچنین تخلیه آهن و کروم از بخش پایه فولاد زنگ‌نزن، موجب تشکیل فروسلیکات و فازهای کروم_سیلیسیم دار مانند فاز سیگما (۶) گشته که با نقطه ذوب کمتر از 850°C خود موجب تشکیل فاز مایع و زینتر شدن پودرهای روی سطح نمونه می شوند [8]. سیگما، فازی غنی از کروم و سیلیسیم است که معمولاً در انواع پرآلیاژ فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی دیده می شود. سیگما و سایر ترکیبات بین فلزی باعث مستعد شدن فولادهای زنگ‌نزن به خوردگی و تردی می شود. جدول (۴) آنالیز EDS مربوط به لایه نفوذی دوم را نشان می دهد، در این لایه مقدار نیکل از ۹ درصد وزنی هم تجاوز کرده و مقدار کروم آن نسبتاً بالا و مشابه با سایر لایه ی پوشش نفوذی نمونه هاست. وجود

سیلیسیم حتی در مقادیر کم باعث تسریع در تشکیل این فاز می شود. بطور کلی تمامی عناصر تثبیت کننده فریت، تشکیل این فاز را تسهیل می نمایند. وجود کربن به علت تشکیل کاربید کروم، ایجاد سیگما را به تاخیر می اندازد [8].

فولادهای آستنیتی معمولاً مقداری فریت دلنا در ساختار خود دارند، بخصوص اگر همانند این فولاد، حاوی مولیبدن و تیتانیم باشند، این مقدار افزایش یافته و در مواردی ممکن است به ۲۰ درصد هم برسد. آنالیز EDS جدول (۴) حضور حدود ۷/۵ درصد Si را در پوشش اثبات می کند. تخلیه کروم و نیکل از منطقه پایه آهن به طرف لایه های سطحی نیز همانند نمونه های قبل وجود دارد. ضخامت ۱۷۰ میکرونی لایه نفوذی پوشش، دارای توزیعی از فازهای سیاه و سفید است. دلیل رنگ متفاوت این دو بخش از پوشش تفاوت در میزان نیکل و سیلیسیم آنهاست. نیکل از بخش سفید به بخش تیره تخلیه شده است و در واقع نوسان غلظت و جدایشی که در این قسمت رخ داده را می توان مقدمه ای برای تشکیل فازهای ترد و قسمت اسفنجی شکل زیرین دانست. شکل (۲) نتایج XRD از پوشش سطحی را نشان می دهد در لایه ی خارجی فازهای Fe_3Si و SiO_2 و Al_2O_3 و فازهای اسپینل از این ترکیبات تشکیل شده اند در حالی که در لایه نفوذی پوشش، فازهایی نظیر $FeSi$ ، Fe_3Si و Cr_2FeO_4 و Ni_3Si حضور دارند

آزمون مقاومت به اکسیداسیون دما بالای فولاد سیلیکونایز شده SS321

مقاومت به اکسیداسیون فولاد SS321 سیلیکونایز شده در دو دمای $850^{\circ}C$ و $1000^{\circ}C$ در هوا به مدت 180hr و در سیکل های 10hr برای چهار سطح مختلف پوشش سیلیکونایز همراه با نمونه فولاد پایه آزمایش شد و دو سطح مهم تست برای این مقاله انتخاب گردید. داده های آزمایش SEM شامل میکروگراف ها و آنالیز لایه ای EDS و همچنین میکروگراف های میکروسکوپ نوری در ذیل مورد تحلیل قرار گرفته است.

شکل (۳) میکرو ساختار SEM اکسیداسیون نمونه فولاد پایه را نشان داده است. مقداری اکسید پس از زمان 180hr در سطح باقی مانده و بقیه اکسید طی زمان اکسیداسیون از نمونه جدا شده اند. جدول (۶) آنالیز EDS از لایه ی اکسید و زیر لایه ی نمونه فولاد پایه و شکل (۴) تصویر SEM نمونه اکسید در دمای $1000^{\circ}C$ را نشان می دهد. منطقه اکسید شامل مقدار 36% کروم و حدود 3% منگنز است که از ناحیه پایه برای حفاظت به لایه های سطحی آمده است و لذا با توجه به توضیحات قبلی فولاد پایه اکسید شده در $1000^{\circ}C$ ، اکسید این نمونه در سطح می تواند شامل Fe_3O_4 ؛ Fe_2O_3 باشد. [9,10]

در زیر لایه اکسید، فقط عنصر کروم از مقدار پایه کمتر است زیرا برای حفاظت از منطقه پایه تخلیه و به لایه های سطحی هجوم می برد. و الباقی عناصر تقریباً با آنالیز پایه مطابقت دارند. در تصویر SEM شکل (۴) عملیات اکسیداسیون بر روی پوشش نمونه 2PB انجام شده است با توجه به اینکه ضخامت لایه و زیر لایه پوشش سیلیکونایز قبل از عملیات اکسیداسیون حدود $450\mu m$ و کل ضخامت نمونه با پوشش 6mm بوده است بنابراین

ضخامت لایه های اکسید تشکیل شده از سطح به داخل در نمونه 2PB کمتر از 1.2mm و فلز باقیمانده بدون اکسید با در نظر گرفتن ضخامت کل نمونه بیش از 4.7mm شده است.

جدول (۷) و تصویر (۴) در نمونه 2PB تخلیه آهن، کروم، نیکل، منگنز و تیتانیم نیز از لایه های زیرین به طرف سطح اثبات می کنند. البته به علت عملیات پوشش سلیکونائزینگ که قبلا در دمای 1000°C انجام شده مقدار عناصر موجود در لایه های پوشش اکسید شده از نمونه سلیکونائز دمای 800°C بیشتر است بنابراین لایه ی پوشش خارجی این نمونه نیز قادر به حفاظت سطح را در برابر اکسیداسیون دمای 850°C نیست البته دلیل عدم حفاظت پوشش سلیکونائز در اکسیداسیون دمای بالا توضیح داده خواهد شد. هر چند رفتار اکسیداسیون این نمونه مشابه فولاد 304 مقاله محققین زندرجمی¹ و وطن دوست² سال 2011 می باشد [10].

جدول (۸) آنالیز لایه ای نمونه 4PB را نشان می دهد. عنصر کروم و مقدار کمی نیکل از بخش های داخلی نمونه برای حفاظت به لایه های سطحی آمده اند هر چند که در این دما Cr_2O_3 تبخیر شده و نمی تواند اکسید محافظی باشد و لذا لایه خارجی E می تواند شامل ترکیبات اکسیدی SiO_2 و Al_2O_3 و Fe_2O_3 و Cr_2O_3 و مقداری ترکیبات Ni_2SiO_4 و Fe_2SiO_4 را در این لایه باشد [9,11]. لذا می توان نتیجه گرفت که حضور این ترکیبات و فازها در لایه E خارج از انتظار نیست. حضور و ایجاد این ترکیبات و اکسیدها هم از نظریه کرکندال و دارکن [6 و 7] قابل حصول بوده و هم از فرضیه ی تشکیل اکسیدهای نوع p قابل بررسی است. جدول (۸) نیز آنالیز زیر لایه سطح خارجی لایه ی D و C را نشان می دهد، آنالیز این لایه ها شبیه لایه خارجی سطح بوده با این تفاوت که مقدار عنصر آلومینیم که از ماده پر کننده مخلوط پودر اضافه شده بسیار کاهش یافته و در مقابل عنصر اکسیژن و نیکل افزایش داشته است. این لایه در واقع لایه اسفنجی پوشش سلیکونائز بوده که در اثر اکسیداسیون عناصر آن تغییر یافته است. حضور اکسیژن بسیار بالا در این لایه ایجاد اکسید هایی مانند لایه خارجی سطح را قوت بیشتری بخشیده و همچنین حضور نیکل بالا نیز تشکیل ترکیبات نیکل سلیکاتی را افزایش می دهد. ناحیه B که لایه نفوذی دوم پوشش بود در اثر اکسیداسیون دمای بالای این ناحیه ترکیبات و فازهایی متفاوت با لایه بالایی را بوجود می آورد زیرا امکان تشکیل ترکیبات نیکل-سیلیسایدی به علت حضور سیلیسیم و نیکل بالا و همچنین تشکیل اسپینل هایی مشابه نیز وجود دارد که در برابر اکسیداسیون دمای بالا مقاومت دارند و لایه های سلیکونی مقاوم در برابر اکسیداسیون را ایجاد می کنند.

تحلیل نمودار مقاومت به اکسیداسیون دما بالای فولاد سلیکونائز شده SS321

نمودار (۱) اکسیداسیون در هوا دمای (850°C و 1000°C) به مدت 180hr در سیکل های 10hr با پوشش سلیکونائز و بدون پوشش فولاد SS321 را نشان می دهد. با بررسی این نمودارها استنباط می شود که؛ اکسیداسیون نمونه بدون پوشش طی زمان عملیات اکسیداسیون روند صعودی دارد و خصوصا از زمان 90hr به بعد مشهود است. اکسیداسیون نمونه سلیکونائز 1000°C در چند مرحله اول همراه با شیب زیادی است و در ادامه عملیات شیب افزایش وزن به زمان کاهش یافته و به سمت خط افقی می رود. داده های خروجی از تست

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

اکسیداسیون دمای بالا و در هوا مشخص نمود که؛ پوشش سیلیکونایز فولاد SS321 تا 100hr قادر به محافظت کامل نمونه در دمای بالا نبوده و با تشکیل ترکیبات اکسیدی ناپایدار و مقداری تخریب در لایه ی پوشش سیلیکونایز باعث کم شدن مقاومت فولاد SS321 در برابر اکسیداسیون دمای بالا است. هر چند که داده های استخراجی از این تست نشان می دهد مقاومت اکسیداسیون پوشش سیلیکونایز دمای 1000°C و 10hr در زمان های بیشتر از 100hr افزایش داشته و زیر لایه ی حالت پسیو از خود نشان می دهد. دلیل این لایه پسیو، طبق نتایج آزمایشات می تواند ایجاد یک لایه سیلیکونی شیشه ای یکنواخت و غیر متخلخل در منطقه نفوذی باشد. البته تحقیقات مشابه در اکسیداسیون زمان بیشتر از 180hr و دمای بیش از 1000°C این نظریه را قوت خواهد بخشید. [9 و 10]

نتیجه گیری

- ۱- عملیات پوشش سیلیکونایزینگ بر روی فولاد SS321 امکان پذیر بود.
- ۲- مهمترین فاکتورهای عملیات پوشش سیلیکونایزینگ در این تحقیق دما و زمان است تأثیر دما در ضخامت پوشش سیلیکونایز و نفوذ سیلیسیم و تأثیر فاکتور زمان در عملیات پوشش دهی هموزن شدن نفوذ سیلیسیم و کاهش تخریب در زیر لایه پوشش بود.
- ۳- نفوذ سیلیسیم به روش سمانتاسیون در فولاد SS321 همراه با تشکیل اکسید های عناصر پایه و عناصر ترکیب پودر و کمی تخریب در لایه ی پوشش خارجی و زیر لایه نفوذی پوشش است.
- ۴- مهمترین ترکیبات ایجاد شده در سطح پوشش شامل: فاز Fe_3Si و اکسید های Al_2O_3 ، Fe_3O_4 و SiO_2 و امکان تشکیل ترکیبات اسپینل اکسیدی کروم، آهن، سیلیسیم و نیکل-سیلیسیم می باشد. و مهمترین فازهای موجود در زیر لایه پوشش شامل: Fe_3Si ، NiSi ، $\text{Fe}_{0.64}\text{Ni}_{0.36}$ ، Cr_2FeO_4 می باشد.
- ۵- مقاومت به اکسیداسیون پوشش سیلیکونایز فولاد SS321 در دمای 1000°C در هوای محیط در مدت زمان 100hr نقش حفاظتی کامل از سطح را ندارد و در ادامه اکسیداسیون تا مدت زمان 180hr استنباط می شود که لایه ی یکنواخت شیشه ای سیلیساید تشکیل شده در زیر لایه نفوذی حفاظت از نمونه را انجام می دهد.

مراجع

۱. قربانی، محمد. (۱۳۹۱). پوشش دادن فلزات جلد (۱). تهران: دانشگاه صنعتی شریف
2. Dodd, J., "Microstructure And Notes On Acid Resisting High Silicon Iron Casting", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 140, No. 2, PP. 277-279, 2001.
3. ASM Handbook, Vol.05: *Surface Engineering*, ASM International, 10th edition, 2006.
4. Perez, F.J., and Hierro, M.P., "Silicon deposition on AISI 304 stainless steel by CVD in fluidized bed reactors: analysis of silicide formation and adhesion of coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol 140, NO. 2, pp 93-98, 2001.

5. Lacaze, J. et al, "An assessment of the Fe-C-Si system", *metallurgical trans.*, Vol. 22A, PP. 2211-2223, 1991
6. Paul shewmon, *Diffusion in solids*, ohio state university, 1989
7. Udovitskii, V.I. , "Mechanism Of Pore Formation In Diffusion Layers", *Translated from Fiziko-Khimicheskaya Mekhanika Materialov*, No. 5, PP. 108-110, 1989.
8. Huang, H.L., Lee, T.Y. b and Ganb, D., "The microstructure of siliconized type 310 stainless steel", *Materials Science and Engineering A*, NO. 422, PP. 259–265, 2006.
9. Wen Hsu, H. and Ta Tsai, W. "High Temperature Corrosion Behavior of Siliconized 310 Stainless Steel" *Material Chemistry and Physics* 64(2000)147-155
10. Zandrahimi, M. and Vatandoost, J. and Ebrahimifar, H. "Al, Si, and Al-Si Coatings to Improve the High-Temperature Oxidation Resistance of AISI 304 Stainless Steel" *Oxid Met* (2011) 76:347-358.
11. Z. F. Khisaeva. R. Kuzeev "EFFECT OF SILICONIZING ON THE LOW-CYCLE FATIGUE OF STEEL " *Metal Science and Heat Treatment* Vol. 46, Nos. 9 – 10, 2004

جدول ۱: ترکیب شیمیایی آلیاژ 321L استفاده شده در این تحقیق (درصد وزنی)

کربن	وانادیم	کالت	گوگرد	فسفر	تیتانیوم	مس	سیلیسیم	مولیبدن	کروم	نیکل	منگنز	آهن
۰/۰۱۱	۰/۱۰۳	۰/۱۶۲	۰/۰۲۰	۰/۰۲۷	۰/۴۴۷	۰/۴۸۹	۰/۳۸۱	۰/۳۸۹	۱۸/۱۴۶	۱۰/۸۵۸	۱/۷۸۳	بقیه

جدول ۲: شرایط انجام عملیات پوشش سیلیکونایزینگ فولاد SS321

کد	دما (°C)	زمان (ساعت)	ترکیب مخلوط پودر (درصد وزنی)		
			Al ₂ O ₃	NH ₄ C l	Si
1 PA	۸۰۰	۵	۷	۴	بقیه
2 PA	۸۰۰	۱۰	۷	۴	بقیه
3 PA	۱۰۰۰	۵	۷	۴	بقیه
4 PA	۱۰۰۰	۱۰	۷	۴	بقیه

جدول ۳: شرایط عملیات اکسیداسیون فولاد SS321

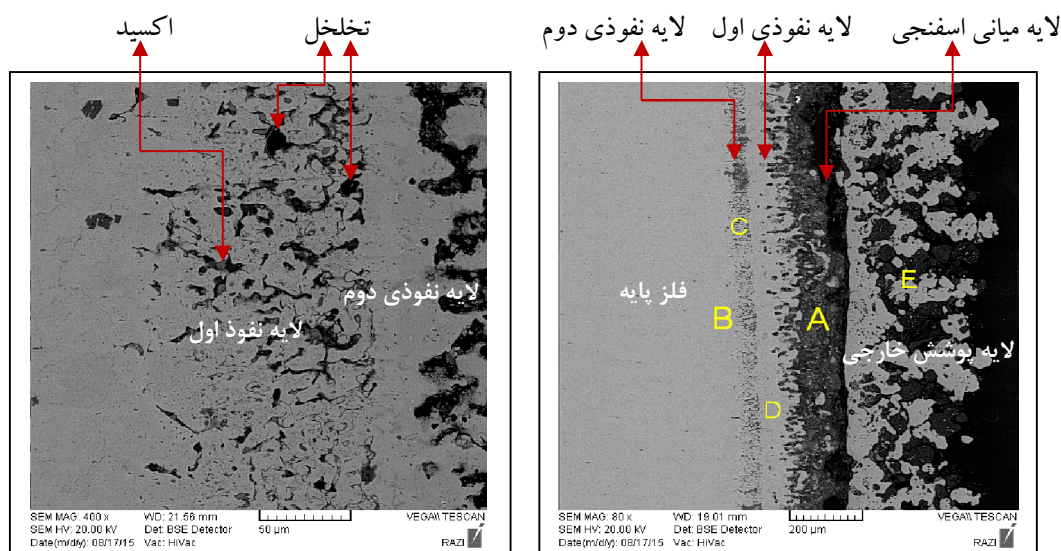
نام نمونه	سیلیکونایز دمای	سیلیکونایز زمان	اکسیداسیون دمای	اکسیداسیون زمان
#	T ^{°C}	hr	T ^{°C}	hr
1 PB	۸۰۰	۵	۸۵۰	۱۸۰
2 PB	۱۰۰۰	۵	۸۵۰	۱۸۰
3 PB	۸۰۰	۱۰	۱۰۰۰	۱۸۰
4 PB	۱۰۰۰	۱۰	۱۰۰۰	۱۸۰

جدول (۴) آنالیز نقطه ای EDS از لایه و زیر لایه پوشش سیلیکونائیز نمونه 4PA

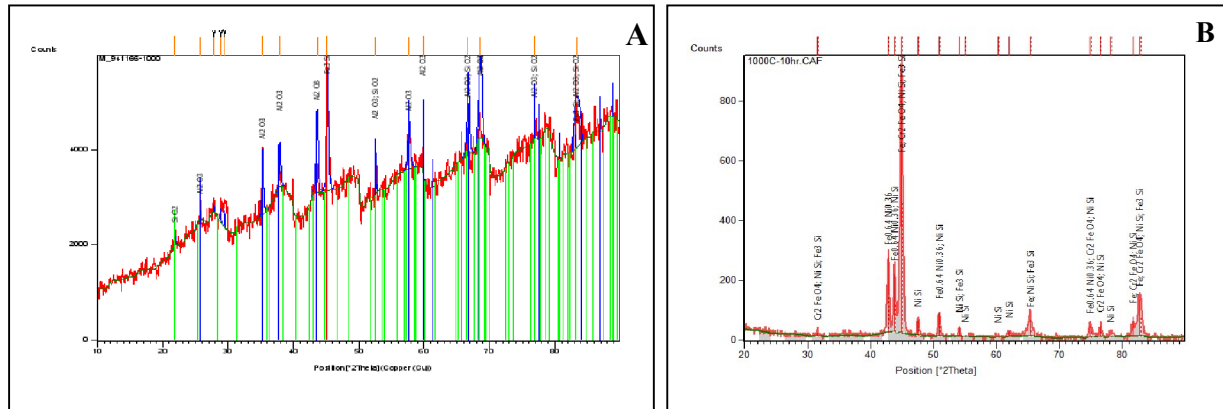
Spectra: .spx4PA					
Element	unn.C	norm. C			
[wt.-%] Layers:	E	A	D	C	B
Nitrogen	6.62				
Oxygen	10.93	23.07			
Aluminium	13.61	1.76			
Silicon	7.40	5.08	9.33	3.65	0.66
Titanium		2.26	0.23	0.55	
Chromium	12.12	15.55	12.26	16.17	17.60
Iron	41.00	39.35	60.55	61.39	68.46
Nickel	5.32	5.73	10.86	13.40	8.88
Molybdenum			1.77	1.84	1.40
Total:	97.5%	94.8%	95.5%	98.5%	97.8%

جدول (۵) اکسیداسیون دمای 850° و 1000° فولاد سیلیکونائیز SS321

نام نمونه	دمای اکسیداسیون (°C)	زمان پوشش (hr)	دمای پوشش (°C)	زمان اکسید (hr)
فولاد پایه	۱۰۰۰	-	-	۱۸۰
سطح (2PB)	۸۵۰	۵	۱۰۰۰	۱۸۰
سطح (4PB)	۱۰۰۰	۱۰	۱۰۰۰	۱۸۰

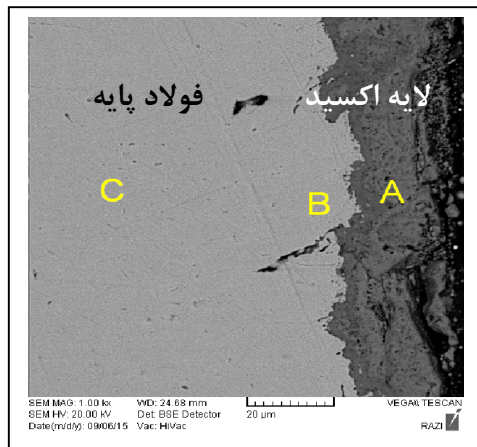


شکل (۱) تصویر راست؛ لایه های پوشش سیلیکونائیز - تصویر چپ؛ لایه پوشش نفوذی نمونه 4PA



شکل (۲) تصویر A نتایج آنالیز XRD از سطح پوشش سیلیکونایز و تصویر B از زیر لایه منطقه نفوذی

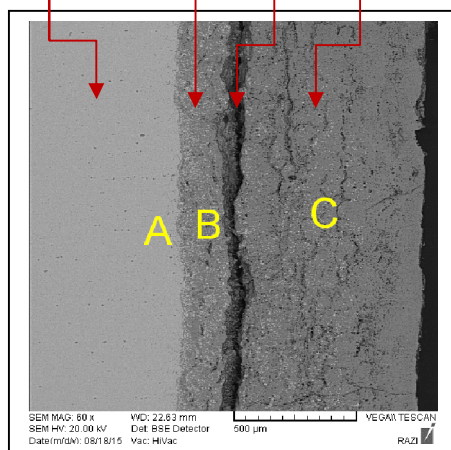
جدول (۶) آنالیز لایه ی EDS از فولاد پایه اکسیداسیون در هوا دمای 1000^oC



Spectra: ST-SS321			
Element: norm. C			
[wt.-%]Layers:	A	B	C
Nitrogen		3.32	4.30
Oxygen	33.28		
Silico	0.67		
Titanium	0.70		
Chromium	36.81	13.20	16.29
Iron	15.70	73.32	70.86
Manganese	2.58		
Nickel	9.07	10.16	8.54
Total:	98.8%	100.0%	99.9%

شکل (۳) تصویر SEM فولاد پایه اکسیداسیون در هوا دمای 1000^oC

جدول (۷) آنالیز لایه ای EDS از نمونه 2PB اکسید شده در دمای 850^oC ترک اکسید لایه نفوذی فولاد پایه

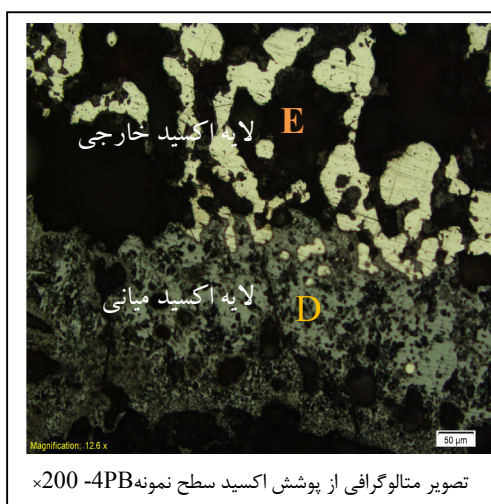
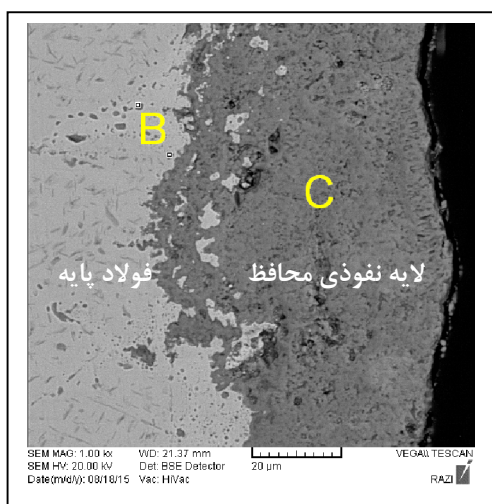


Spectra: 2PB				
Element: norm. C				
[wt.-%]Layers:	A	B	C	D
Nitrogen			1.98	4.77
Oxygen		25.97	28.42	29.11
Silicon	0.57			1.03
Titanium	0.32	0.77	0.53	
Chromium	13.81	23.01	17.97	7.00
Manganese	1.32			1.46
Iron	72.29	42.45	42.75	51.80
Nickel	9.73	7.80	8.35	
Molybdenum	1.96			4.83
Total:	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%

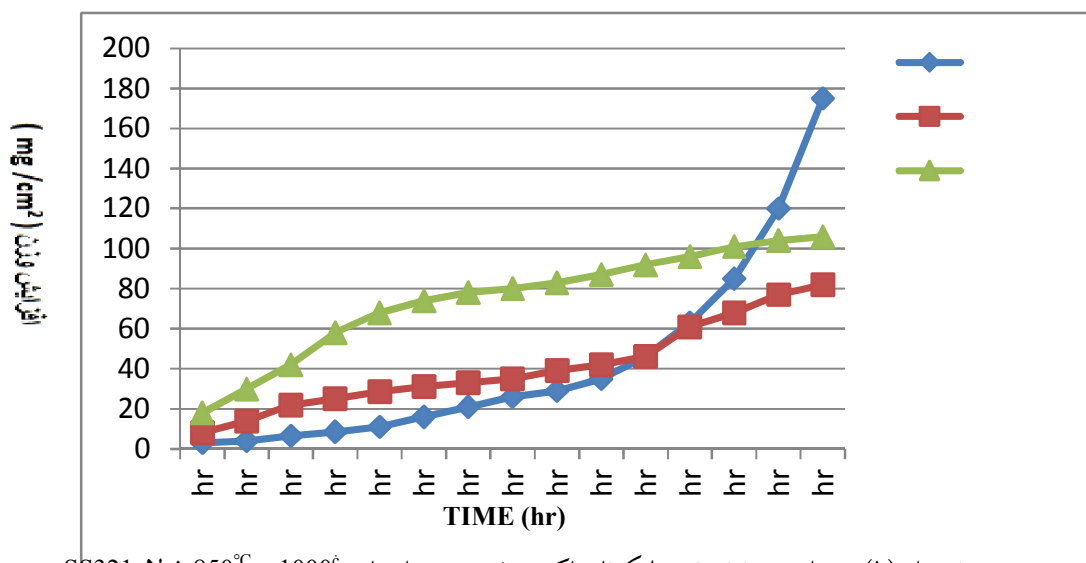
شکل (۴) تصویر SEM اکسیداسیون لایه ی پوشش نمونه 2PB

جدول (۸) آنالیز لایه ای SEM نمونه 4PB اکسیداسیون در هوا دمای 1000^o و 180hr با پوشش سیلیکون نایز 1000^o فولاد SS321

Spectra: 4PB				
Element :norm. C				
[wt.-%]Layers:	E	D	C	B
Nitrogen	9.26	6.51	5.51	4.87
Oxygen	25.02	33.07	37.77	28.73
Aluminium	12.24	1.78		
Silicon	8.99	7.28	6.01	1.49
Chromium	6.92	8.58	10.33	17.47
Iron	35.72	33.69	30.97	38.18
Nickel	1.84	9.09	9.41	9.26
Total:	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%



شکل (۵) تصویر SEM نمونه 4PB اکسید شده در هوا دمای 1000^o به مدت 180hr با پوشش سیلیکون نایز دمای 1000^o



نمودار (۱) تغییرات وزن نمونه سیلیکون نایز اکسید شده در هوا دمای 1000^o و 850^o فولاد SS321