Archive of SID

پانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح
پژوهشگاه مواد و انرژی
۲۹ و ۳۰ مهرماه ۱۳۹۳
انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران

# ایجاد پوشش نفوذی Si به روش سمانتاسیون پودری در دمای $^{o}C$ ۶۵۰ بر روی فولاد ابزار سردکار آلیاژ AISI D۲

*مجتبی نجفی زاده[۱]، داود قاسمی[۲]، حسین قلی زاده کپورچالی[۳]*

[۱]. دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، گروه مهندسی مواد، ساوه، ایران (کارشناس ارشد مهندسی شناسایی و انتخاب مواد)
[۲]. دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، گروه مهندسی مواد، ساوه، ایران (دانشیار)
[۳]. دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، گروه مهندسی مواد، ساوه، ایران (کارشناس ارشد مهندسی شناسایی و انتخاب مواد)

**چکیده**

در این پژوهش ، تشکیل پوشش سیلیسیمی روی فولاد ابزار سردکار آلیاژ D۲ توسط سمانتاسیون بسته ای مطالعه شده است . بدین منظور از سه مخلوط پودری ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+$Al_2O_3$ ، ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+$Al_2O_3$ و ٪۱۰Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+$Al_2O_3$ استفاده شد . ترکیب در زمان ۲ و ۳ ساعت و دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد عملیات سیلیکونایزینگ صورت گرفته است . ارزیابی پوشش‌ها با آزمایشهای مختلفی شامل آنالیز شیمیایی ، بررسی ساختار و مورفولوژی سطح صورت گرفته است . نتایج نشان می دهند که چسبندگی و یکنواختی نمونه‌های پوشش داده شده با ترکیب پودر ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+$Al_2O_3$ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۳ ساعت بیشتر از نمونه‌های پوشش داده شده با ترکیبات پودری دیگر است .

**واژه‌های کلیدی:** پوشش نفوذی Si ، سمانتاسیون بسته ای ، فولاد ابزار سردکار D۲

[۱]. mojtabanz@yahoo.com

www.SID.ir

Archive of SID



**مقدمه**

فولادهای ابزار سردکار نوع D ، به فولادهای ابزار پرکربن پرکروم معروف هستند که پر آلیاژی ترین فولاد ابـزار سردکار هستند . این نوع آلیاژ داری ۱۲ درصد کروم و عناصر آلیـاژی دیگـری مثـل مولیبـدن ، وانـادیم ، نیکـل ، منگنز ، تنگستن و کبالت ممکن است در مقادیر قابل توجهی به انواع مختلف فولادهای نوع D اضـافه شـوند [۱ و ۲] . این نوع آلیاژ ابزار سرد کار مقاومت به سایش بالایی داشـته و بـه همـین دلیـل ایـن نـوع فولادهـا کاربردهـای زیادی دارند و بیشتر برای قالب های اکستروژن سرد استفاده می شوند [۳] .

فرآیند سمانتسیون بسته ای برای مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون انواع مختلفـی از فولادهـای سـاده کربنـی بـه طور گسترده ای مورد استفاده قرار می‌گیرد [۴ و ۵] . در حقیقت سمانتاسـیون بسـته‌ای یـک فرآینـد CVD درجـا است که در آن قطعه‌ای که قرار است پوشش‌دهی شـود در داخـل یـک بسـته متخلخـل و محصـور قـرار گرفتـه و سپس بسته تا درجه حرارت مناسب گرم می شود [۶] . در این حالت عناصری که قـرار اسـت پوشـش داده شـوند تبدیل به اجزا بخار هالیدی شده و سپس این بخارهای هالیدی از میان بسته متخلخل به سمت فلز زمینـه نفـوذ مـی-کنند . بخارهای هالیدی در سطح فلز زمینه تحت واکنش‌های شیمیایی مختلفی قرار می‌گیرنـد و منجـر بـه رسـوب عناصر موردنظر می‌شود. در ادامه مواد پوشش به داخل فلز زمینه نفوذ و ساختار آن را اصلاح می‌کنند [۷] فرآینـد سمانتاسیون بسته ای معمولاً در درجه حرارت بالای ۱۰۰۰ درجـه سـانتیگراد و در زمـان نسـبتاً طـولانی انجـام مـی شود . [ ۸ ، ۹ و ۱۰] . درگذشته هیچ تحقیقی بر روی سیلیسیم دهی بسته ای فولادهای ابزار D۲ انجام نشده است.

**مواد و روش تحقیق**

از سه نوع پودر برای تشکیل پوشش سیلیسیم استفاده شده است که پور های فوق به شرح زیر می باشند :

پودر شماره ۱ : از پودر Si به میزان ۱۲٪ وزنی کل پودر جهت رسوب سیلیسیم بر روی سطح ، $NH_4Cl$ به عنوان فعال کننده هالیدی به میزان ۰.۵٪ وزنی کل پودر و اکسید آلومینیوم ( $Al_2O_3$ ) به عنوان عامل پر کننده ( Filler ) به مقدار ۸۷.۵٪ مخلوط استفاده می شود .

پودرشماره ۲ : از پودر Si به میزان ۱۲٪ وزنی کل پودر جهت رسوب سیلیسیم بر روی سطح ، $NH_4Cl$ و NaF به عنوان فعال کننده هالیدی هر دو به میزان ۰.۵٪ وزنی کل پودر و اکسید آلومینیوم ( $Al_2O_3$ ) به عنوان عامل پر کننده ( Filler ) به مقدار ۸۷٪ مخلوط استفاده می شود .

پودر شماره ۳ : از پودر Si به میزان ۱۰٪ وزنی کل پودر جهت رسوب سیلیسیم بر روی سطح ، $NH_4Cl$ و NaF به عنوان فعال کننده هالیدی هر دو به میزان ۰.۵٪ وزنی کل پودر و اکسید آلومینیوم ( $Al_2O_3$ ) به عنوان عامل پر کننده ( Filler ) به مقدار ۸۹٪ مخلوط استفاده می شود .

نمونه های آزمایش با ابعاد ۳۰mmX۴mm از میلگرد آلیاژ D۲ تهیه شده و پس از برش با سنباده ۶۰ تا ۱۲۰۰ پولیش داده شده و بعد از آن عملیا ت تمیز کاری بر روی نمونه ها انجام شده و برای عملیات پوشش دهی آماده شدند . ترکیب شیمیایی میگرد تهیه شده درمحدوده ترکیب آلیاژ سردکار نوع AISI D۲ می باشد ( جدول ۱ )

www.SID.ir

Archive of SID



برای عملیات سیلیکونایزینگ ابتدا تعدادی جعبه های فلزی مکعبی شکل با ابعاد ۱۰cmX۱۰cmX۱۰cm از ورق فولاد ساده کربی ساخته شد که این ظرف توسط یک درب با دیواره بلند بسته می شود . پودر سیلیکونایزینگ با درصد ذکر شده به طریقه دستی مخلوط و درون هر یک از جعبه ها ریخته شد . پس از پر شدن نیمی از فضای داخلی جعبه ها ، نمونه های آزمایش درون جعبه ها قرار داده شد . سطح آماده شده نمونه به بالا روی پودر قرار گرفت . سپس مابقی فضای خالی جعبه ها با پودر پر شد . پس از پر شدن جعبه ها ، با اعمال فشار بر سطح ، پودر فشورده گردید . در انتها درب جعبه گذاشته شد . برای جلوگیری از تشکیل اکسید از پودر آهن استفاده می کنیم و یک مقداری از بسته خالی است را توسط پودر آهن می پوشانیم تا گازهای تشکیل شده در جعبه با محیط پیرامون واکنش ندهد .

با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی ( SEM ) ضخامت پوشش ، چسبندگی پوشش به سطح و کیفیت پوشش را می توان بررسی کرد .

**نتایج و بحث**

شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در ترکیب شماره ۱ ، ۲ و ۳ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و در زمان ۲ ساعت می باشد . با توجه به شکل های الف ، ب و ج می توان به این نتیجه رسید که در این شرایط اعمال شده پوشش تشکیل شده است اما در شکل ج می توان مشاهده کرد که چسبندگی سطح به پوشش مناسب نبوده و پوشش از روی سطح جدا شده است و به مانت چسبیده است پس پوشش ایجاد شده در ترکیب شماره ۳ با زمان ۲ ساعت و دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد برای ایجاد پوشش نفوذی سیلیسیم مناسب نبوده است. در شکل الف و ب به ترتیب ضخامت پوشش ۱۳.۷ و ۱۲.۱ میکرون می باشد .

شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در ترکیب شماره ۱ ، ۲ و ۳ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و در زمان ۳ ساعت می باشد . با توجه به شکل های الف ، ب و ج می توان به این نتیجه رسید که در این شرایط اعمال شده پوشش تشکیل شده است اما در شکل های ب و ج می توان مشاهده کرد که چسبندگی سطح به پوشش مناسب نبوده و در پوشش ترک هایی وجود دارد و پوشش از روی سطح جدا شده است و به مانت چسبیده است پس پوشش ایجاد شده در ترکیب شماره ۲ و ۳ با زمان ۳ ساعت و دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد برای ایجاد پوشش نفوذی سیلیسیم مناسب نبوده است . در شکل الف ضخامت پوشش ۴۶.۷ میکرون می باشد .

با استفاده از میکرسکوپ الکترونی روبشی آنالیز خطی برای عنصر سیلیسیم گرفته شده است که نتایج برای نمونه های پوشش داده شده با ترکیب شماره ۱ ، ۲ و ۳ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۲ ساعت در شکل ۳ برای نمونه ها نشان داده شده است که نشان می دهد نفوذ سیلیسیم در تمامی این نمونه ها صورت گرفته است .

www.SID.ir

Archive of SID



با استفاده از میکرسکوپ الکترونی روبشی آنالیز خطی برای عنصر سیلیسیم گرفته شده است که نتایج برای نمونه های پوشش داده شده با ترکیب شماره ۱ ، ۲ و ۳ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۳ ساعت در شکل ۴ برای نمونه ها نشان داده شده است که نشان می دهد نفوذ سیلیسیم در تمامی این نمونه ها صورت گرفته است . نمودار ۱ نشان دهنده تغییرات ضخامت پوشش بر حسب زمان در دمای ثابت ۶۵۰ درجه سانتیگراد را نشان می دهد . اگر بر طبق ضخامت هایی که بر روی خود شکل ها محاسبه شده است میزان ضخامت پوشش تشکیل شده در ترکیب شماره ۲ ، دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۳ ساعت بیشترین ضخامت را نشن می دهد اما اگر از آنالیز خطی برای بدست آوردن ضخامت استفاده کنیم مشاهده می کنیم که ضخامتی که نفوذ سیلیسیم را نشان می دهد ۴۰ میکرون است اما در روش قبل ۸۹.۲ محاسبه شده است و چون نتیجه آنالیز خطی دقیق تر است برای رسم نمودار فوق از ۴۰ میکرون استفاده می کنیم و در این صورت نمودار فوق نشان می دهد که ترکیب شماره ۱ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۳ ساعت بهترین واکنش برای ایجاد پوشش سیلیسیم می باشد .

**نتیجه‌گیری**

۱) پوشش تشکیل شده از واکنش ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+$Al_2O_3$ در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۳ ساعت بهترین ضخامت و چسبندگی پوشش را در مقابل پوشش های دیگر دارد .

۲) پوشش های تشکیل شده در دمای ۶۵۰ و زمان ۲ ساعت با ترکیبات ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+$Al_2O_3$ و ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+$Al_2O_3$ کیفیت پوشش مناسب بوده اما ضخامت به ترتیب ۱۳.۷ و ۱۲.۱ می باشد که بسیار کم است .

۳) با افزایش زمان میزان ضریب نفوذ بیشتر خواهد شد پس بنابراین نفوذ هم افزایش می یابد و ضخامت پوشش در زمان بالاتر ، بالا می رود .

۴) پوشش های تشکیل شده در زمان ۳ ساعت و دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد با ترکیب ٪۱۲Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+$Al_2O_3$ و ٪۱۰Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+$Al_2O_3$ چسبندگی مناسبی به سطح نداشته و مناسب کارهای تحقیقاتی دیگر نمی خورد .

۵) یکی از نتایجی که می توان برای مناسب نبودن چسبندگی گرفت این است که مقداری از آلودگی ها بر روی سطح باقی ماده است و باعث سستی و جدا شدن سطح ایجاد شده از روی سطح شده است .

۶) پوشش تشکیل شده در دمای ۶۵۰ و زمان ۲ ساعت با ترکیب ٪۱۰Si+٪۰.۵$NH_4Cl$+٪۰.۵$NaF$+ $Al_2O_3$ چسبندگی کمی داشته وکاملاً از روی سطح زیر لایه برداشته شده است و این شرایط برای ایجاد پوشش سیلیسیم مناسب نمی باشد .

www.SID.ir

Archive of SID



## مراجع


۱. W.H. Wills, Practical Observations on High-Carbon High-Chromium Tool Steels, Trans. ASM, Vol ۲۳, ۱۹۳۵, p ٤٦۹.

۲. J.P. Gill, High-Carbon High-Chromium Steels, Trans. ASST, Vol ۱٥, ۱۹۲۹, p ۳۸۷.

۳. G. Krauss, Microstructures, Processing, and Properties of Steels, Properties and Selection: Iron, Steels, and High-Performance Alloys, Vol ۱, ASM International, ۱۹۹۰, p ۱۲٦-۱۳۹.

٤. Z. Zhan, Y. He, D. Wang, W. Geo. Intermetallics, ۱٤, ۲۰۰٦, ۷٥-۸۱.

٥. H. H. Park, K. T. Lee, H. S. Shin, Oxidation of Metals, ٥۰, ۱۹۹۸, ۳۷۷-۳۸۷.

٦. Yongqing Wang, PhD Thesis, Tennessee Technological University, ۲۰۰٦.

۷. Roland Streiff, Protection of materials by advanced high temperature coatings Journal of Physic III, Vol.۳, ۱۹۹۳, ۱۷-٤۰.

۸. V.A. Ravi, Pack Cementation Coating, Corrosion: Fundamentals, Testing and protection ASM Handbook, Vol ۱۳A, ۷٦۳-۷۷۱.

۹. L.K. Bennett, G.T. Bayer, Pack Cementation Aluminizing of Steels, ASM Handbook, Vol ٥, ۲۷۰-۲۷۷.

۱۰. P. Juzon, M. Zeimnicka, S. Chevalier, Improving Fe۳Al alloy resistance against high temperature oxidation by pack cementation process , Applied Surface Science ۲٥۳, ۲۰۰۷, ٤۹۲۸ ٤۹۳٤.

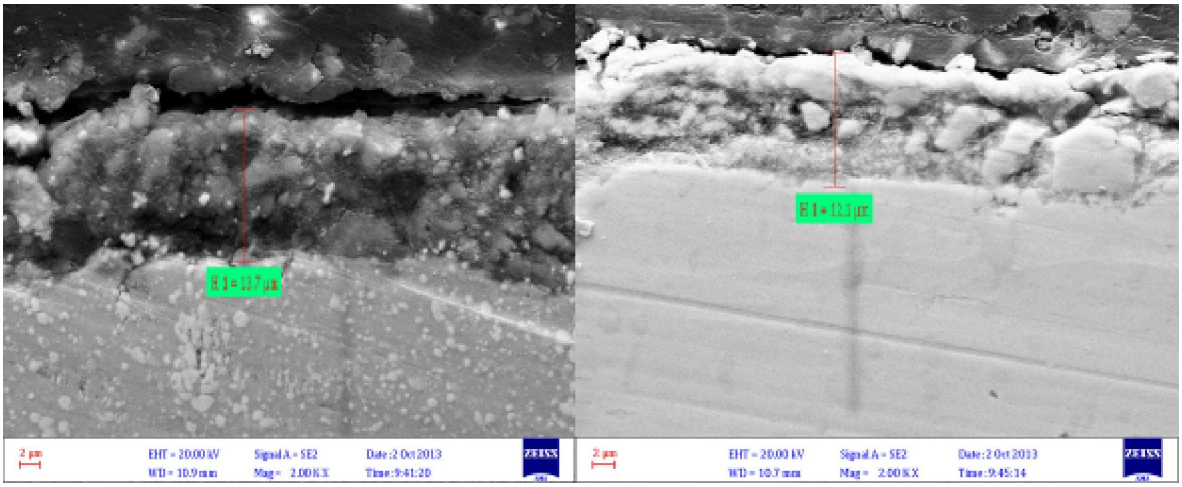

www.SID.ir

Archive of SID

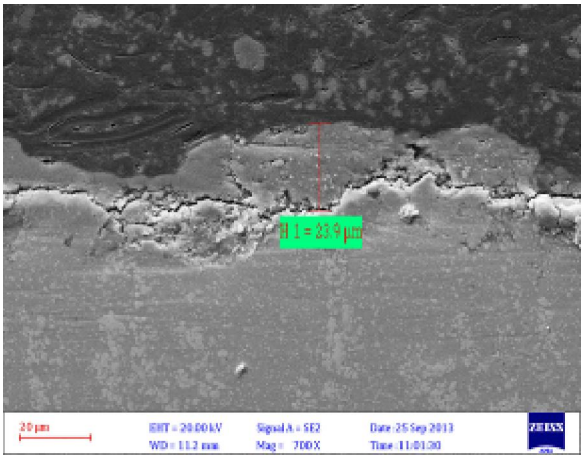


جدول ۱: آنالیز نمونه مورد استفاده

| ELEMENT% | Fe | C | Si | Mn | P | S | Cr | Mo | Ni | Cu | V |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| D۲ | ۸۵ | ۱.۴۳ | ۰.۱۹۸ | ۰.۳۰۸ | ۰.۰۱۲ | ۰.۰۰۷۵ | ۱۲ | ۰.۸ | ۰.۰۳۰۴ | ۰.۰۹۰۱ | ۰.۱۲۴ |



(ب) (الف)



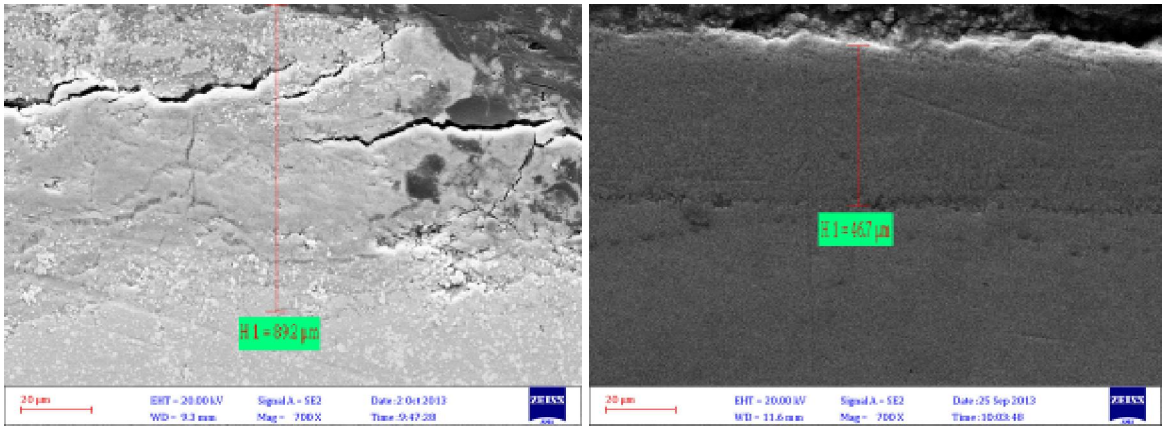
(ج)

شکل ۱ : تصاویر میکروسکوپ الکترونی گرفته شده از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان ۲ ساعت الف) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۱ ب) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۲ ج) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۳

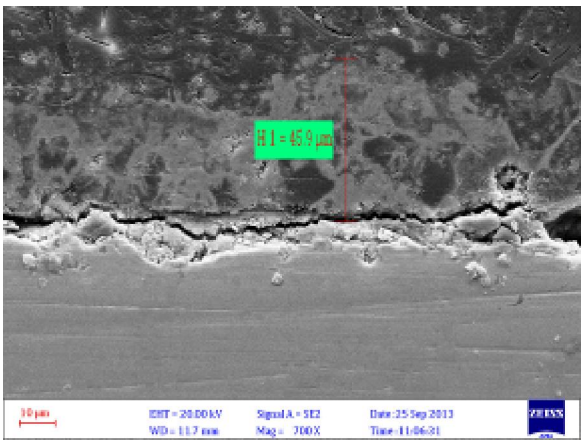
www.SID.ir

Archive of SID



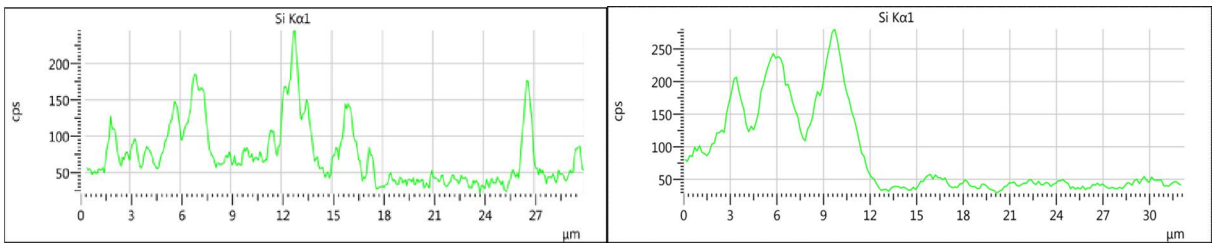


(ب) (الف)

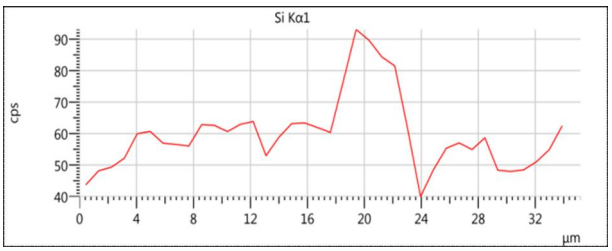


(ج)

شکل ۲ : تصاویر میکروسکوپ الکترونی گرفته شده از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان ۳ ساعت الف) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۱ ب) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۲ ج) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۳




(ب) (الف)



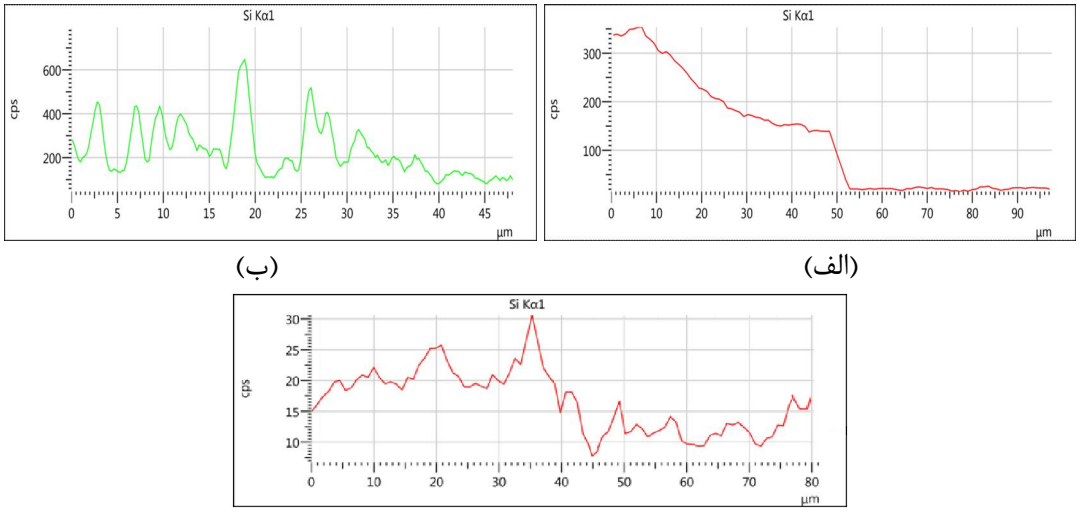

(ج)

شکل ۳: تصاویر آنالیز خطی گرفته شده از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان ۲ ساعت الف) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۱ ب) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۲ ج) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۳

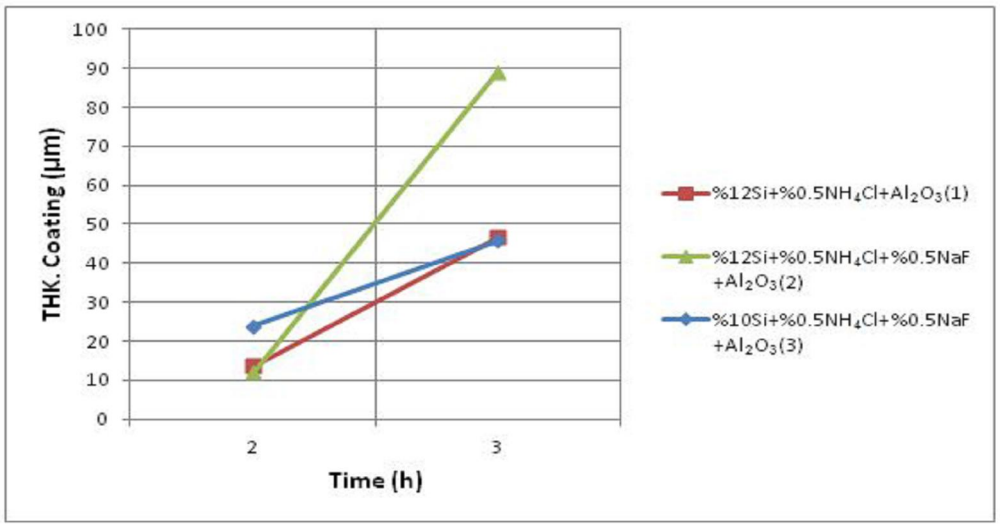
www.SID.ir

Archive of SID






شکل ۴ : تصاویر آنالیز خطی گرفته شده از سطح مقطع فولاد پوشش داده شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان ۳ ساعت الف) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۱ ب) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۲ ج) پوشش تشکیل شده از ترکیب ۳




نمودار۱ : نمودار تغییرات ضخامت پوشش بر حسب زمان در دمای ثابت ۶۵۰ درجه سانتیگراد

www.SID.ir