

8th

INTERNATIONAL CONFERENCE
on MATERIALS ENGINEERING
and METALLURGY

TEHRAN - IRAN
OCTOBER 7-8, 2019

iMat 2019

تهران - ایران
۱۵ و ۱۶ مهرماه ۱۳۹۸

هشتمین کنفرانس بین المللی
مهندسی مواد و متالورژی

و سیزدهمین کنفرانس مشترک

انجمن مهندسی متالورژی و مواد ایران و انجمن علمی ریخته گری ایران
بیست و سومین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران



کواهی ارائه مقاله

ضمن تشکر و قدردانی از ارائه مقاله با عنوان

بررسی و مقایسه پوشش های تک لایه کاربید وانادیم و کاربید کروم تشکیل شده توسط

اکسیدهای فلزی با روش نفوذ واکنشی حراتی (TRD) روی فولاد ابزار کربنی DIN:1.1545

در هشتمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی

و سیزدهمین همایش ملی مشترک انجمن مهندسی متالورژی و مواد ایران و انجمن علمی ریخته گری ایران

در تاریخ ۱۵ لغایت ۱۷ مهرماه ۱۳۹۸ - تهران، ایران

این کواهی به نویسنده گان مقاله:

محمد رضا نجاری سعادت آبادی، امید گنجی، سید عبدالکریم سجادی

اعلامی گردد. موفقیت روز افزون شما را در پیشرفت علم و فناوری، از خداوند متعال خواستاریم.

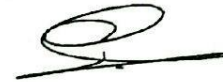


محمد علی سعادت آبادی

رئیس هیأت مدیره و دبیر

محمد تقی حسامی

دبیر کنفرانس



جلال جازی

رئیس هیأت مدیره و دبیر هیأت



بررسی و مقایسه پوشش‌های تک لایه کاربید وانادیم و کاربید کروم تشکیل شده توسط اکسیدهای فلزی با روش نفوذ واکنشی حرارتی (TRD) روی فولاد DIN: ۱/۱۵۴۵

محمد رضا نجاری سعادت آبادی^۱، امید گنجی^۲، سید عبدالکریم سجادی^۳

reza121290@yahoo.com

چکیده

پوشش‌های کاربیدی به علت خواص خوب فیزیکی و مکانیکی اهمیت به سزایی در صنعت داشته و برای افزایش طول عمر قالب‌ها در آهنگری گرم و سرد، اکستروژن، قالب‌های متالورژی پودر، قالب‌های لاستیک و پلاستیک و به طور کلی ابزارآلاتی که در معرض نیروهای سایشی قرار دارند استفاده می‌شوند. فرایندهای پوشش‌دهی گوناگونی امروزه به کار گرفته می‌شوند که یکی از آنها روش نفوذ واکنشی حرارتی (TRD) با استفاده از حمام نمک مذاب می‌باشد. این فرایند مزایای بسیاری از جمله صرفه اقتصادی نسبت به سایر روش‌های مشابه دارد. در این تحقیق از روش نفوذ واکنشی حرارتی برای ایجاد پوشش‌های سخت کاربیدی در دو نوع حمام اکسیدی مجزا حاوی اکسید کروم و اکسید وانادیم روی فولاد ابزار ۱/۱۵۴۵ در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های ۸، ۱۰ و ۱۲ ساعت استفاده شده است. همچنین جهت بررسی و مقایسه این دو نوع پوشش، آزمون‌های XRD, EDS, SEM و میکروسختی انجام گرفت. نتایج نشان داد که پوشش‌های کاربید وانادیم دارای میزان سختی بیش‌تر و در مقابل ضخامت نسبتاً کم نسبت به کاربید کروم می‌باشند. همچنین مشخص شد که اگرچه با افزایش زمان، ضخامت پوشش‌ها زیاد می‌شود ولی برای رسیدن به ضخامت بهینه برای هر نوع پوشش، یک زمان خاص وجود دارد.

کلمات کلیدی: نفوذ واکنشی حرارتی، پوشش‌های سخت کاربیدی، کاربید کروم، کاربید وانادیم.

^۱ دانشجوی کارشناسی مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد.

^۲ دانشجوی دکتری مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد

^۳ استاد مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد



۱- مقدمه

در فرایندهای شکل‌دهی سرد، ابزارآلات نقش بسیار مهمی در کیفیت محصولات و بهره‌وری تولید دارند [۱]. شکست ابزارآلات به دلیل صدمات مکانیکی مانند خستگی و سایش در سطح قالب تحت شرایط تنشی پیچیده اتفاق می‌افتد [۲]. از این‌رو مواد ایده‌آل ابزار با ساختار انتقالی یعنی از یک ساختار سخت به نرم و همچنین سختی مواد را به‌طور تدریجی از سطح به داخل ماده کاهش می‌دهد [۳]. لایه‌های کاربردی به علت خواص خوب فیزیکی و مکانیکی اهمیت به‌سزایی در صنعت طی سال‌های اخیر داشته‌اند و غالباً برای افزایش طول عمر قالب‌ها در آهنگری گرم و سرد، اکستروژن، قالب‌سازی، قالب‌های تیوبی، قالب‌های متالورژی پودر، قالب‌های لاستیک و پلاستیک، ابزار برش و به‌طور کلی ابزارآلاتی که در معرض نیروهای سایشی قرار دارند استفاده می‌شوند [۴ و ۵].

جهت بهبود عملکرد سطحی و طول عمر ابزارآلات و قالب‌ها امروزه از تکنولوژی نفوذ واکنشی حرارتی (TRD) استفاده می‌گردد که در مقایسه با سایر روش‌های متداول پوشش‌دهی مزایایی نظیر استفاده از تجهیزات نسبتاً ساده، قیمت نهایی مطلوب و سازگاری با محیط زیست می‌باشد. همچنین از لحاظ متالورژیکی دارای استحکام چسبندگی عالی پوشش بر روی قطعه کار حتی برای پوشش‌های ضخیم، یکنواختی پوشش در حفرات نازک، سختی و مقاومت به سایش بهتر و همچنین ضریب اصطکاک پایین قطعه می‌باشد [6-13]. البته روش نفوذ واکنشی حرارتی همانند سایر روش‌های مرسوم محدودیت‌هایی نیز به همراه دارد مانند، عمر کوتاه کاری حمام نمک، خوردگی حمام نمک، تغییر شکل قطعه کاری و سطح نهایی غیرمطلوب [۱۴].

در فرایند TRD یک لایه کاربیدوانادیم در محدوده دمایی 800°C تا 1050°C توسط نفوذ کربن از زیرلایه فولادی به سطح تشکیل می‌شود [۱۲]. روش نفوذ واکنشی حرارتی یک عملیات ترموشیمیایی می‌باشد که می‌تواند پوشش‌های سرامیکی چگال و فشرده کاربیدی، نیتریدی و یا کربونیتریدی را بر روی سطح زیرلایه و بخصوص بر روی فولادها ایجاد نماید [۱۱، ۱۳، ۱۴]. فرایند نفوذ واکنشی حرارتی شامل سه مرحله اساسی می‌باشد:

(الف) نفوذ عنصر فلزی کاربید ساز یا نیتریدساز به زیرلایه و در مقابل خروج کربن از زیرلایه.
(ب) فلز و کربن در سطح واکنش داده و در مراحل اولیه فرایند، جوانه‌زنی کریستال‌های کاربید فلزی اتفاق می‌افتد.

(ج) ضخامت پوشش‌ها بر اساس قانون رشد به صورت سهمی‌وار در زمان عملیات انجام می‌پذیرد [۱۱].



عناصر کاربیدساز و نیتريدساز شرکت کننده در فرایند، عناصری هستند که کاربیدها و نیتريدهايی را تشکیل می‌دهند که دارای تغییرات انرژی گیس منفی تری نسبت به کاربیدها و نیتريدهايی زیرلایه می‌باشند که از لحاظ ترمودینامیکی این امر باعث پایداری بیش‌تر این کاربیدها و نیتريدها نسبت به کاربیدها و نیتريدهايی زیرلایه می‌شود. عناصر کاربیدساز و نیتريدساز برای زیرلایه‌های پایه آهنی عبارتند از: تیتانیم (Ti)، زیرکونیوم (Zr)، هافنیم (Hf)، وانادیم (V)، نیوبیوم (Nb)، تانتالم (Ta)، کروم (Cr)، تنگستن (W)، مولیبدن (Mo) و منگنز (Mn) می‌باشند [۱۵].

فرایند نفوذ واکنشی حرارتی در حمام نمک مذاب، بستر سیال و یا پودر فشرده انجام می‌پذیرد [۱۱ و ۱۶]. نیروی محرکه برای واکنش شیمیایی بین عناصر کاربیدساز (CEF) نیتريدساز (NEF) و کربن/نیتروژن، تمایل شدید این عناصر به کربن/نیتروژن می‌باشد که در آن پوشش‌های ضخیم توسط نفوذ حرارتی کربن/نیتروژن از داخل به سطح و یا به عبارت دیگر از قسمت غنی به سمت قسمت فقیر، تشکیل می‌شوند. به‌طور کلی نرخ نفوذ کربن در بازه دمایی سخت‌کاری فولادها به اندازه کافی زیاد است، اما این نرخ برای دماهای نیتراسیون فولادها بسیار کم می‌باشد. در طول فرایند پوشش به سمت سطح زیرلایه تحت تأثیر نفوذ کربن/نیتروژن از داخل زیرلایه رشد می‌کند. مرحله تعیین کننده سرعت واکنش در این نقل و انتقالات می‌تواند یکی از موارد زیر باشد [۱۳]:

۱- نفوذ کربن/نیتروژن در پوشش

۲- نفوذ کربن/نیتروژن در زمینه به سمت فصل مشترک زیرلایه/پوشش

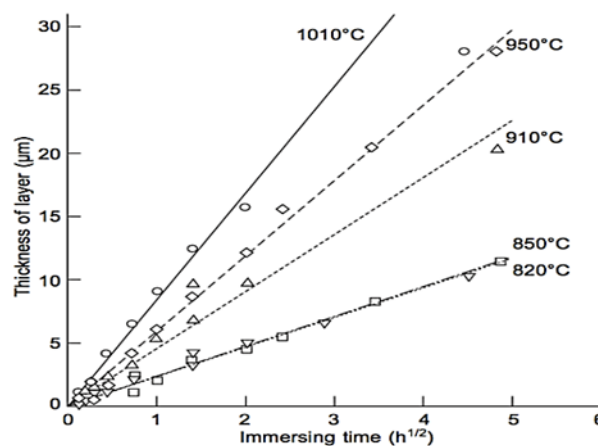
۳- انحلال کاربید/نیتريد موجود در زیرلایه و فراهم نمودن کربن/نیتروژن برای زمینه

به‌طور کلی نفوذ کربن/نیتروژن در کاربید/نیتريد تولید شده کم‌تر از نفوذ در زمینه آستینیت یا فریت می‌باشد. بنابراین رشد پوشش توسط نرخ نفوذ کربن/نیتروژن در پوشش کنترل می‌شود [۱۳]. بر این نکته تأکید شده که فرایند TRD، پوشش‌ها را در بالای سطح قطعه کاری توسط استفاده اختصاصی از کربن/نیتروژن موجود در زیرلایه تولید می‌کند و عناصر اصلی زیرلایه در تشکیل پوشش شرکت نمی‌کنند. دلیل این امر آن است که نفوذ به خارج اتم‌های کربن/نیتروژن توسط مکانیزم نفوذ بین‌نشینی، بسیار سریع‌تر از نفوذ به داخل عناصر کاربیدساز/نیتريدساز توسط مکانیزم جاننشینی می‌باشد و هیچ نفوذی توسط عوامل شیمیایی پوشش به داخل زیرلایه صورت نمی‌گیرد.

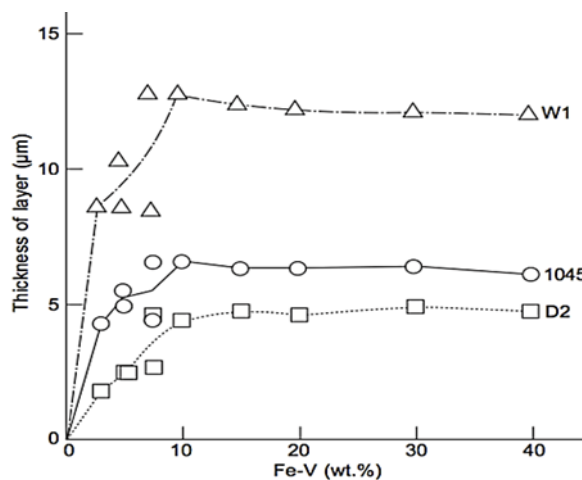
در فرایند نفوذ واکنشی حرارتی یکی از فاکتورها در تعیین ضخامت پوششی، میزان کربن/نیتروژن در زیرلایه می‌باشد [۱۳، ۱۷، ۱۸]. مقادیر کربن/نیتروژن در زیرلایه بخصوص به صورت محلول جامد در افزایش



ضخامت پوشش سهیم می‌باشند. به‌طور کلی چهار فاکتور تأثیرپذیر بر نرخ رشد پوشش در فرایند حمام‌نمک مذاب عبارتند از: زمان نگهداری در حمام نمک مذاب، درجه حرارت حمام‌نمک، پتانسیل (میل ترکیبی) عناصر بین‌نشین مانند نیتروژن، کربن یا بور و نوع فولاد زیرلایه می‌باشد. البته غلظت عناصر تشکیل‌دهنده کاربید/نیتريد مانند وانادیم، کروم یا تیتانیوم هم می‌توانند تأثیر بر روی ضخامت پوشش داشته باشند [۶، ۱۱، ۱۷]. شکل‌های ۱ و ۲ مثال‌هایی جهت تأثیر عوامل مختلف نظیر زمان، دما و میزان عوامل کاربیدساز بر روی ضخامت پوشش را نشان می‌دهند [۱۳].



شکل ۱- ضخامت‌های مختلف کاربید وانادیم تشکیل شده بر روی فولاد ۱۵۴۵ بوسیله روش حمام نمک بوراکس برحسب دما و زمان غوطه‌وری



شکل ۲- ضخامت‌های مختلف کاربید وانادیم تشکیل شده بر روی فولاد ۱۵۴۵ بوسیله روش حمام نمک بوراکس (۹۰۰°C، ۴ ساعت)



اکثر در فرایند نفوذ واکنشی حرارتی از نوع حمام نمک مذاب، مواد تشکیل‌دهنده ترکیبی از عامل/عوامل شیمیایی (CFE/NFE)، عامل احیاکننده، نمک، عامل سیال‌کننده می‌باشند [۱۳ و ۱۸]. در این فرایند پوشش توسط غوطه‌ور شدن قطعه در حمام نمک بوراکس ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) در اتمسفر محیط و در درجه حرارت‌های مطابق با دمای آستنیت فولادها، تشکیل می‌گردد. حمام نمک مذاب بوراکس دارای چگالی بالا و جدایش کم، اما نقطه ذوب نسبتاً زیادی دارد. بعد از مدت زمان طولانی استفاده، نمک مذاب چسبناک، سیالیت ناکافی و فرسوده خواهد شد [۱۰]. به علت این که حمام در دماهای بالا کار می‌کند در نتیجه در اتمسفر محیط با اکسیژن واکنش داده و به مرور زمان ترکیب حمام نمک تغییر کرده و توانایی خود را برای تشکیل پوشش از بین می‌برد، لذا برای حمام اتمسفر تحت گاز آرگون [۱۳] و در منبع دیگر افزودن ۲۰ درصد مخلوط نمکی، جهت فعال کردن مجدد حمام نمک پیشنهاد شده است [۱۴].

این‌طور تصور می‌شود که بوراکس در اثر حرارت به اکسید سدیم (Na_2O) و اکسید بور (B_2O_3) در حالت مذاب تجزیه می‌شود که اکسید بور نقش بسیار مهمی در تحقق تشکیل پایدار پوشش‌های کیفیت بالا ایفا می‌کند. باید انرژی تشکیل کاربید برای تولید لایه کاربیدی کم‌تر از انرژی تشکیل اکسید بور (B_2O_3) باشد [۱۹]. بوراکس مذاب به شدت اکسیدهای عناصر کاربیدساز/نیتريدساز و پودرهای فلزی این عناصر را حل می‌کند [۱۳]. پودرهای فلزات خالص یا فروآلیاژی و همچنین ترکیب اکسیدهای شامل عناصر کاربیدساز/نیتريدساز به عنوان منابع عناصر کاربیدساز/نیتريدساز با مواد احیاکننده برای حمام استفاده می‌شوند [۱۳ و ۲۰]. بوراکس بدون آب به عنوان جزء اصلی حمام نمک به کار می‌رود. پودرهای فرووانادیم، فرونیوم، فروکروم و کروم خالص به عنوان منابع فلزی و همچنین پودر اکسیدهای پنتااکسید وانادیم (V_2O_5)، پنتا اکسید نیوبوم (Nb_2O_5) یا تری اکسید کروم (Cr_2O_3) به عنوان منابع اکسیدی عناصر کاربیدساز/نیتريدساز استفاده می‌شوند. مواد احیاکننده به صورت پودر یا ورقه‌ای، شامل عناصری که تمایل بیش‌تر به اکسیژن نسبت به عناصر کاربیدساز/نیتريدساز دارند، مانند آلومینیوم یا کاربید بور (B_4C) پیشنهاد شده‌اند [۱۳].

تحقیقات و بررسی‌های انجام شده در این موضوع با استفاده از اکسید کروم و اکسید وانادیم بوده و مقایسه دو نوع پوشش تک لایه کاربید کروم و کاربید وانادیم به‌طور جداگانه انجام نشده است، لذا هدف از انجام این از تحقیق بررسی زمان بیشتر از ۱۰ ساعت و مقایسه دو نوع پوشش کاربید کروم و کاربید وانادیوم می‌باشد که در این تحقیق از فولاد ۱۵۴۵ به عنوان زیر لایه استفاده شده است و پوشش‌های کاربید کروم و کاربید وانادیوم در شرایط یکسان از نظر دما و زمان مورد بررسی قرار گرفته‌است.



۲- مواد و روش تحقیق

برای انجام این تحقیق از نمونه های دایره ای شکل به قطر ۲ سانتی‌متر از جنس فولاد ۱/۱۵۴۵ استفاده شده است، که آنالیز شیمیایی آن در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی فولاد ابزار ۱۵۴۵

<i>STEEL</i> <i>%Wt</i>		<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>V</i>	<i>Mo</i>
<i>1.1545</i> <i>(W1)</i>	<i>Standard</i>	1.00- 1.10	0.10- 0.25	0.10- 0.25	---	---	---
	<i>Sample</i>	<i>1.04</i>	<i>0.16</i>	<i>0.19</i>	---	---	---

نمونه ها ابتدا توسط وایر کات بریده شده‌اند، سپس به منظور عبور سیم نسوز جهت آویزان کردن نمونه ها در حمام نمک مذاب سوراخ کاری شده است. تمامی نمونه ها به منظور آماده سازی سطحی تا شماره سمباده ۲۰۰۰ سمباده زنی شده است. سپس به منظور حذف آلودگی های سطحی به مدت زمان ۱۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک در محلول استون غوطه ور بوده‌اند. در این تحقیق حمام نمک بوراکس جهت پوشش دهی با استفاده از کوره الکتریکی تهیه شده است. برای پوشش دهی نمونه ها دو سری حمام نمک مذاب در نظر گرفته شده است. سری اول حمام نمک مذاب وانادیوم که شامل بوراکس، اکسید وانادیم، آلومنیوم و سدیم فلوراید می‌باشد، و سری دوم حمام نمک مذاب کروم است که ترکیب آن شامل بوراکس، اکسید کروم، آلومنیوم و سدیم فلوراید می‌باشد. بر اساس تحلیل و بررسی نتایج کارهای دیگران، مواد و تجهیزات مورد نیاز جهت انجام آزمایشات در جدول ۲ ارائه شده است.



جدول ۲ - مواد و تجهیزات استفاده‌شده در آزمایش‌ها

گروه	مورد	کاربرد
مواد مصرفی	فولادهای ابزار SKD11, T10	به عنوان زیرلایه
	اکسید وانادیم (V_2O_5) و اکسید کروم (Cr_2O_3)	مواد کاربیدساز (CFE)
	بوراکس ($Na_2B_4O_7$)	نمک مورد استفاده در حمام
	آلومینیوم (Al)	ماده احیاکننده
	فلوراید سدیم (NaF)	ماده سیال کننده
	استون	شستشوی نمونه
	روغن	محیط سرد کردن
تجهیزات	بوته گرافیتی	محفظه حمام نمک مذاب
	کوره حمام نمک ($1200^{\circ}C$)	ذوب کردن حمام نمک
	دستگاه حمام اولتراسونیک	تمیز کردن سطح
	سمباده	پرداخت سطحی

علت استفاده از اکسید وانادیم و اکسید کروم به جای فرو وانادیم و فرو کروم ارزان تر بودن آن می‌باشد، و همچنین کاربرد صنعتی نیز دارد. اجزای تشکیل دهنده هر حمام در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد با هم مخلوط و به خوبی هم زده شده‌اند. سپس ۳ نمونه در حمام کروم و ۳ نمونه در حمام وانادیوم در درجه حرارت ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان‌های ۸، ۱۰، ۱۲ ساعت به ترتیب قرار می‌گیرند. به منظور همگن سازی و جلوگیری از ته نشین شدن مواد حمام نمک مذاب هر ۱ ساعت به آرامی هم زده می‌شود. به علت



استفاده از نمک بوراکس اتسفر محافظ لازم نیست. پس از پایان فرایند پوشش دهی نمونه ها در ساعت های معین از حمام خارج و در روغن کویینچ شده، سپس برای حذف آلودگی های سطحی ابتدا نمونه ها به مدت ۱۵ دقیقه در آب نمک ۱۰۰ درجه جوشانده شده و به صورت مغناطیسی هم زده شده است. و بعد از آن ۱۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک در محلول استون قرار گرفته‌است. بعد از آن نمونه ها توسط وایر کات مقطع عرضی خورده و پس از متالوگرافی در محلول ۲ درصد نایتال مورد اچ واقع شده است. به منظور پی بردن به نوع فاز یا فاز های تشکیل شده در پوشش از دستگاه تفرق سنجی اشعه ایکس (XRD) و (EDS) استفاده‌شد. و برای بررسی و مطالعه ریز ساختار و اندازه پوشش از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده‌شد. همچنین برای بررسی میزان سختی هر پوشش از میکروسختی استفاده‌شده است.

۳- نتایج و بحث

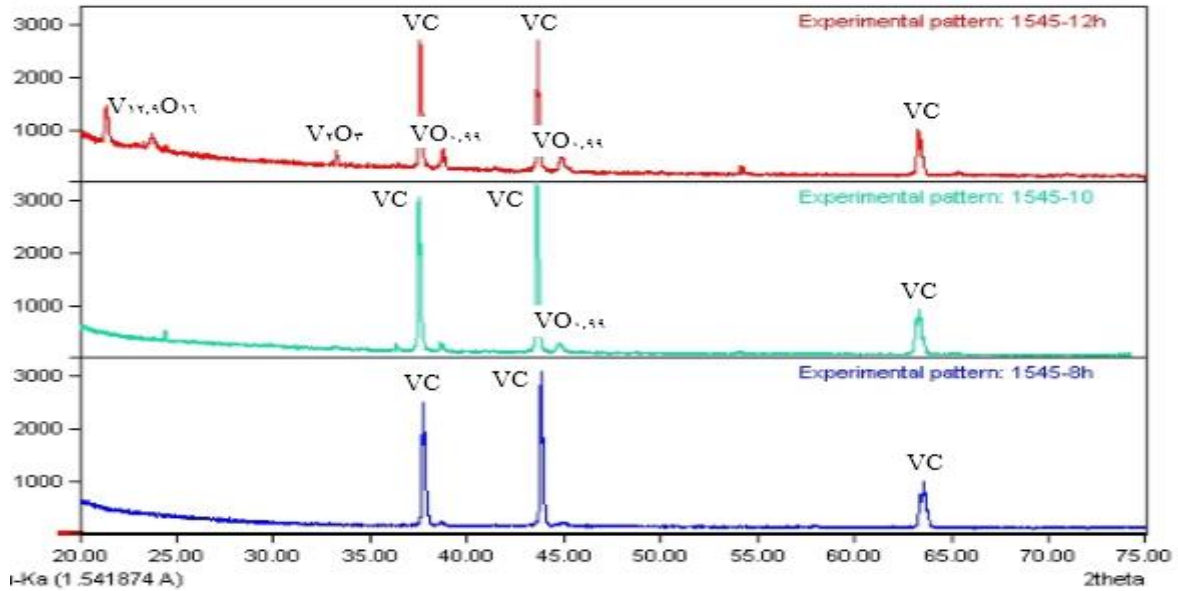
نتایج حاصل از سختی سنجی نمونه ها نشان داد که در هر دو پوشش کاربید وانادیم و کاربید کروم سختی پوشش به میزان قابل ملاحظه ای افزایش داشته است، که نتایج میکروسختی و ضخامت هر پوشش در جدول ۳ آمده‌است. در هر ۳ زمان بررسی شده میزان سختی افزایش داشته است، و رنج سختی پوشش کاربید وانادیم در محدوده ۱۲۳۳ تا ۱۸۵۴ ویکرز و برای پوشش کاربید کروم در محدوده ۱۴۲۷ تا ۱۷۸۲ ویکرز اندازه گیری شده است، و هر چه از پوشش به سمت داخل نمونه حرکت میکنیم سختی کاهش یافته و در نهایت ثابت خواهد شد. مشاهده می‌شود که در پوشش کاربید وانادیم سختی پوشش در زمان ۸ ساعت نسبت به زمان های ۱۰ و ۱۲ ساعت به میزان ۶۲۱ ویکرز کم تر می‌باشد، که با افزایش زمان به ۱۰ ساعت سختی افزایش داشته است. و اگرچه پوشش کاربید وانادیم در ۱۲ ساعت دارای تخلخل می‌باشد اما سختی آن با حالت ۱۰ ساعت تفاوتی ندارد. در مورد پوشش کاربید کروم همانند پوشش وانادیم کم ترین سختی در زمان ۸ ساعت گزارش شده است، اما بیشترین سختی پوشش کاربید کروم مربوط به زمان ۱۰ ساعت می‌باشد. مقایسه دو نوع پوشش کاربید کروم و کاربید وانادیم در زمان های یکسان نشان میدهد که تنها در زمان ۸ ساعت سختی پوشش کاربید کروم به میزان ۱۲۵ ویکرز از پوشش کاربید وانادیم بیشتر می‌باشد، و در دو زمان دیگر یعنی ۱۰ و ۱۲ ساعت سختی پوشش کاربید وانادیم بیشتر می‌باشد.



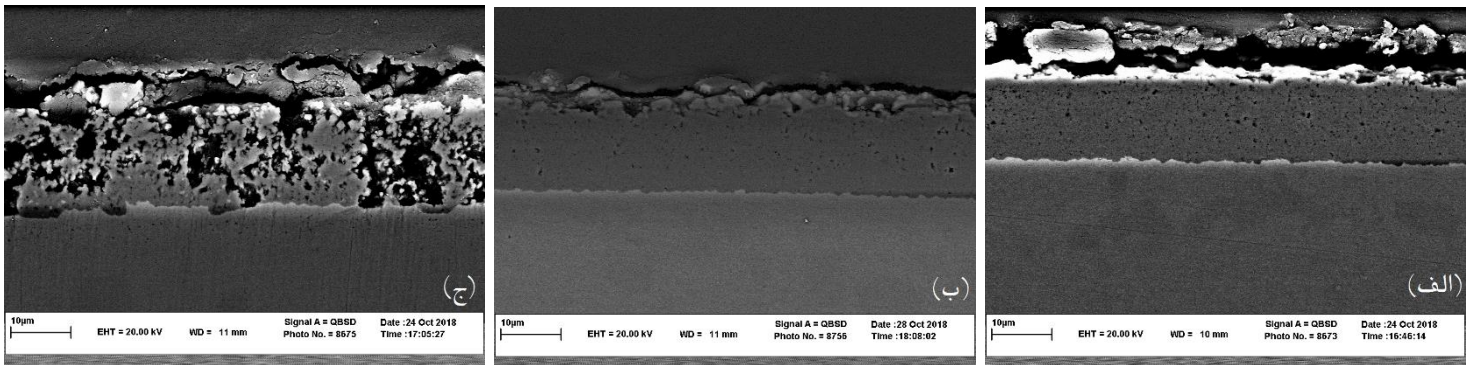
جدول ۳- نتایج آزمون سختی سنجی و ضخامت برای پوشش‌های کاربید وانادیوم و کاربید کروم در ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد

۱۲ hr		۱۰ hr		8 hr		پارامترها
کاربید کروم	کاربید وانادیم	کاربید کروم	کاربید وانادیم	کاربید کروم	کاربید وانادیم	نوع پوشش
۲۳	۱۵	۱۹/۲	۱۶/۵	۱۷/۵	۱۴/۵	ضخامت (μ)
۱۷۱۴	۱۸۵۴	۱۷۸۲	۱۸۵۴	۱۴۲۷	۱۲۳۳	سختی پوشش (HV)
۴۲۰	۴۶۴	۴۲۰	۴۶۴	۴۰۵	۵۷۲	سختی زیر لایه

نتایج آزمون‌های پراش پرتو ایکس و میکروسکپ الکترونی نشان داد که لایه کاربید وانادیم برای تمامی زمان‌ها بر روی زیرلایه فولادی تشکیل شده است. نتایج آزمون پراش اشعه ایکس در شکل ۳ نشان می‌دهد که فاز کاربید وانادیم با ترکیب استکیومتری VC تشکیل شده است. مشاهده می‌شود با افزایش زمان نگهداری در حمام اکسید وانادیم اکسید شدن رخ داده است به طوری که در زمان ۸ ساعت پیک‌های اکسید وانادیم مشاهده نشده است. همچنین برای شرایط آزمایشی ۱۲ ساعت که زمان فرایند طولانی‌تر شده، احتمالاً کاربید وانادیم حل شده و فرایند اکسیداسیون رخ داده است یعنی اکسیژن به داخل لایه نفوذ کرده و فازهای مختلف اکسید وانادیم تشکیل شده است. در شکل ۴ تصاویر میکروسکپ الکترونی نمونه‌های (الف) ۸ ساعت، (ب) ۱۰ ساعت و (پ) ۱۲ ساعت برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم نشان داده شده است.



شکل ۳- مقایسه نتایج آزمون پراش پرتو ایکس فولاد ۱۵۴۵ در ساعت‌های ۱۰، ۸ و ۱۲ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم



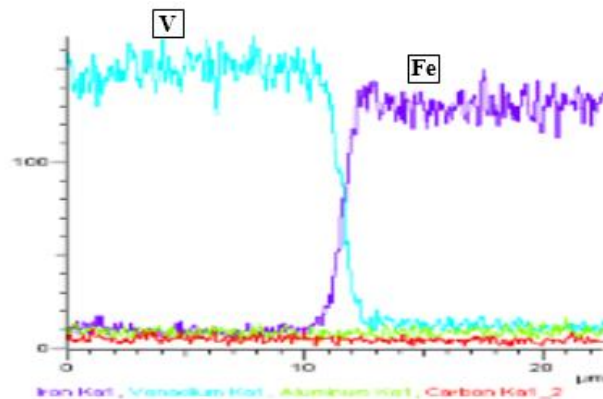
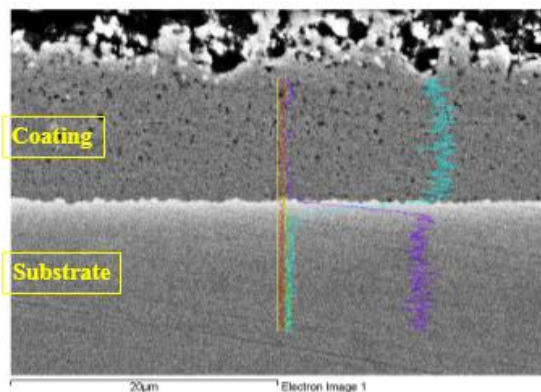
شکل ۴- تصاویر میکروسکپ الکترونی نمونه‌های (الف) ۸ ساعت، (ب) ۱۰ ساعت و (ج) ۱۲ ساعت فولاد ۱۵۴۵ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم

همان‌طور که مشاهده می‌شود لایه پوششی کاربید وانادیم به صورت یکنواخت و فشرده تشکیل شده است. همچنین با افزایش زمان فرایند ضخامت پوشش افزایش یافته است. البته ذکر این نکته ضروری است که

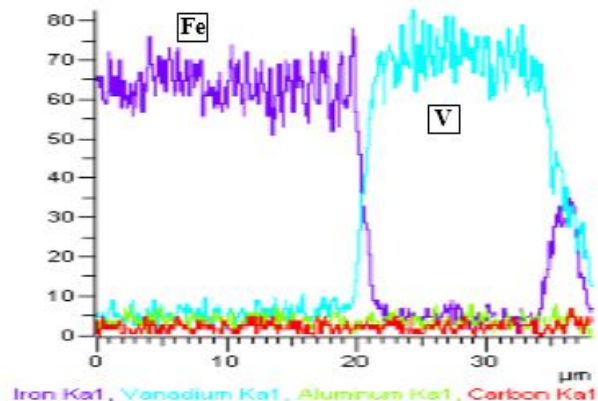
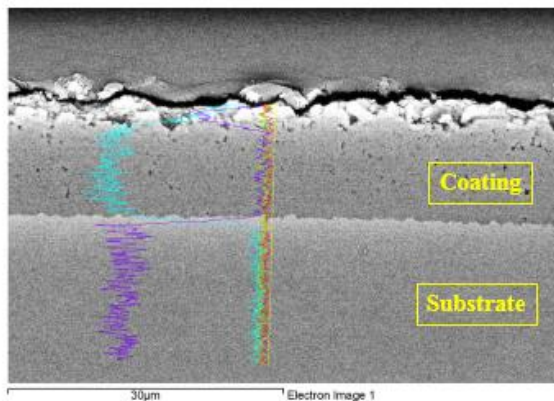


برای شرایط ۱۲ ساعت با اینکه ضخامت در حدود $15 \mu\text{m}$ می‌باشد اما پوشش متخلخل می‌باشد، که با توجه به نتایج XRD این امر احتمالاً مربوط به ورود اکسیژن به داخل لایه و انجام اکسیداسیون مجدد می‌باشد که به علت زمان طولانی فرایند است. البته وجود ریز تخلخل‌های پراکنده در هر دو زمان ۸ و ۱۰ ساعت دیده می‌شود که در مورد پوشش کاربید وانادیم در ۱۲ ساعت تخلخل به شدت افزایش داشته و در سراسر پوشش قابل مشاهده می‌باشد.

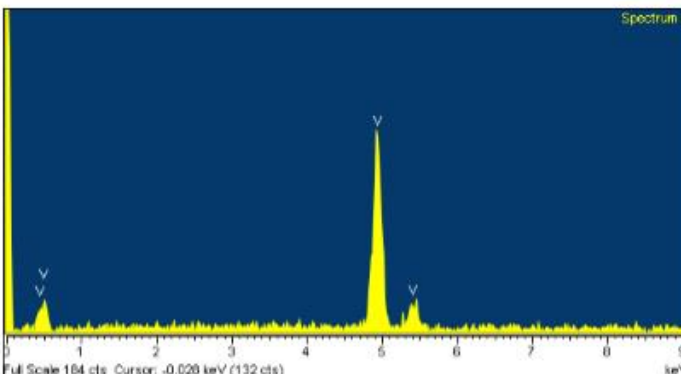
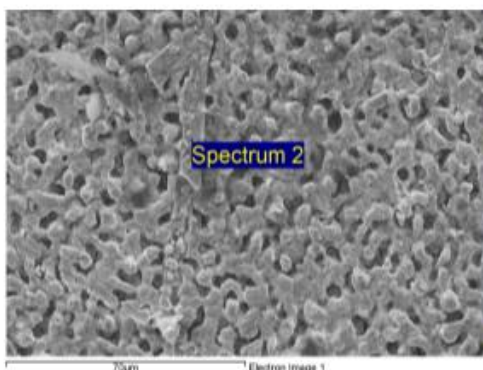
جهت بررسی بیش‌تر از نمونه‌های لایه‌های ۸ و ۱۰ ساعت آنالیز اسکن خطی (EDS) تهیه شد. نتایج آنالیز اسکن خطی نشان می‌دهد که ضخامت پوشش برای نمونه‌های ۸ و ۱۰ ساعت به ترتیب در حدود $12 \mu\text{m}$ و $16 \mu\text{m}$ می‌باشد. همچنین شکل ۱۹ نتایج آزمون EDS از سطح نمونه ۱۰ ساعت را نشان می‌دهد که با توجه به



شناسایی فاز وانادیم صحت آزمون‌های دیگر را تأیید می‌نماید.



شکل ۵ - آنالیز اسکن خطی نمونه ۸ ساعت فولاد ۱۵۴۵ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم

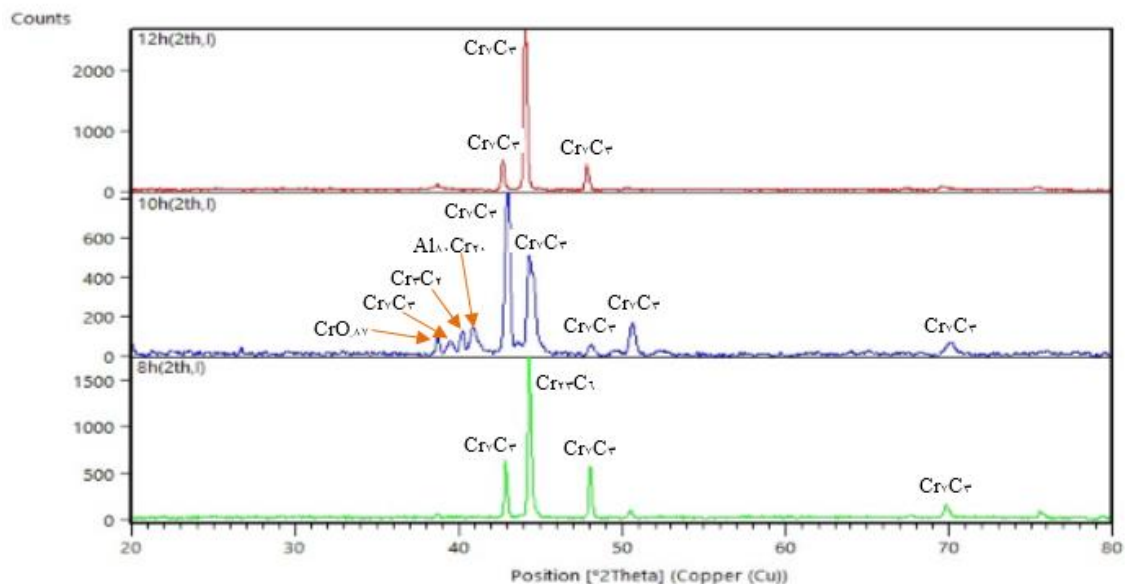


شکل ۶ - آنالیز اسکن خطی نمونه ۱۰ ساعت فولاد ۱۵۴۵ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم

شکل ۷ - نتایج آزمون EDS نمونه ۱۰ ساعت فولاد ۱۵۴۵ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید وانادیم.

نتایج آزمون‌های میکروسکپ الکترونی و پراش پرتو ایکس برای فولاد ۱۵۴۵ در حمام اکسید کروم در

شکل‌های ۸ و ۹ نشان داده شده است. که لایه کاربید کروم برای تمامی زمان‌ها بر روی زیرلایه فولادی تشکیل

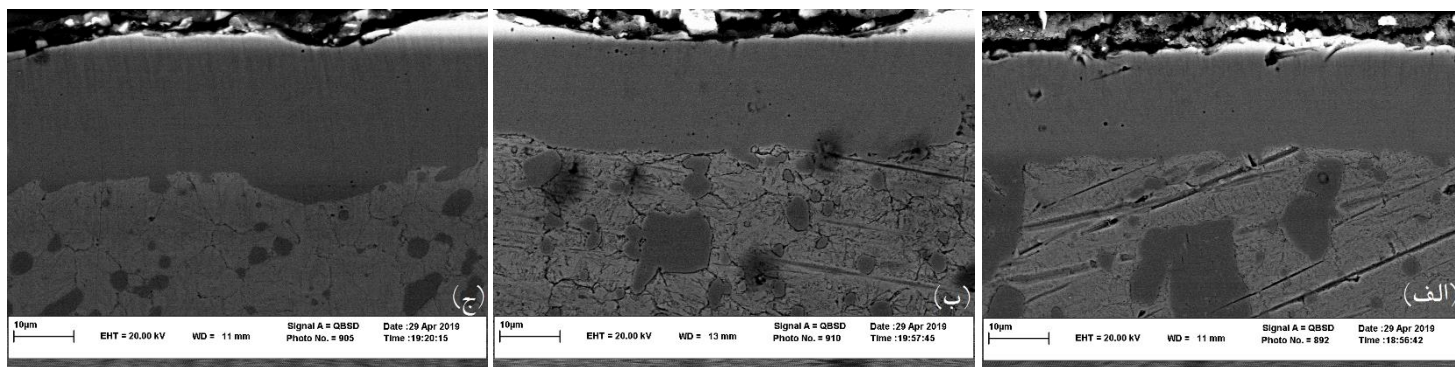


شده

شکل ۸ - مقایسه نتایج آزمون پراش پرتو ایکس فولاد ۱۵۴۵ در ساعت‌های ۸، ۱۰ و ۱۲ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید کروم



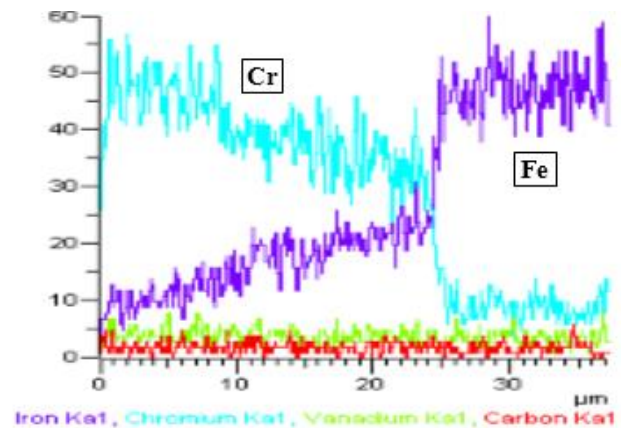
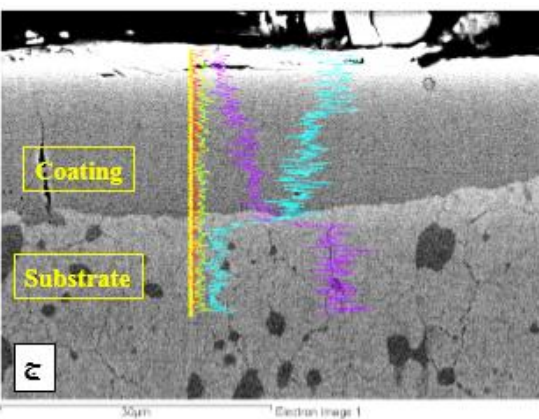
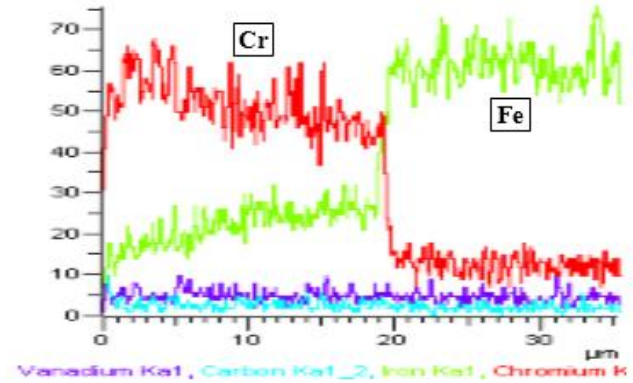
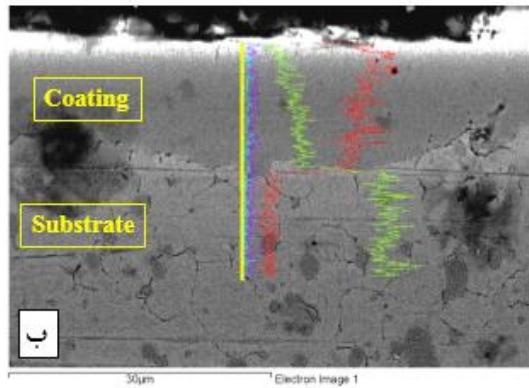
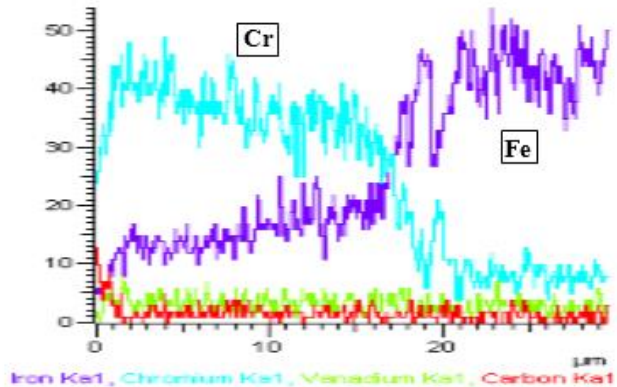
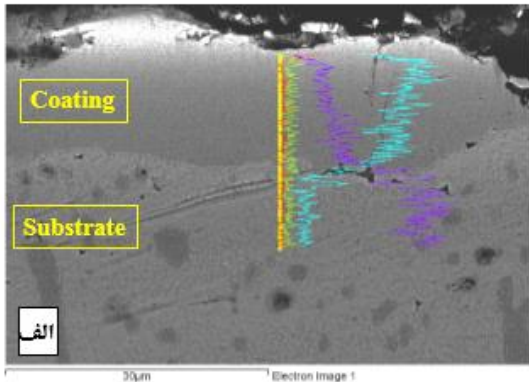
به طور کلی در تمامی حالات ضخامت پوشش کاربید کروم در مقایسه با پوشش کاربید وانادیم بیشتر می‌باشد. به طوری که در مورد پوشش کاربید کروم به طور پیوسته با افزایش مدت زمان نگهداری در حمام نمک ضخامت پوشش افزایش داشته است. بیشترین ضخامت پوشش کاربید کروم مربوط به مدت زمان ۱۲ ساعت به میزان ۲۳ میکرون می‌باشد. و بر خلاف پوشش کاربید وانادیم که در زمان ۱۲ ساعت پوشش متخلخل بود پوشش کاربید کروم در تمامی زمان‌ها پیوسته و فاقد تخلخل می‌باشد. پوشش‌های کاربید وانادیم در



مقایسه با پوشش‌های کاربید کروم چگال‌تر بوده و دارای ریز تخلخل کم‌تری می‌باشد.

شکل ۹ - تصاویر میکروسکپ الکترونی نمونه‌های الف) ۸ ساعت، ب) ۱۰ ساعت و ج) ۱۲ ساعت فولاد ۱۵۴۵ برای شرایط آزمایشی حمام اکسید کروم

شکل ۱۰ آنالیز اسکن خطی را برای پوشش تک‌لایه کاربید کروم در زمان‌های ۸، ۱۰ و ۱۲ ساعت نشان می‌دهد. برای زمان ۸ ساعت از فاصله حدود ۱۱۸ μm، برای ۱۰ ساعت از فاصله حدود ۲۰ μm و برای ۱۲ ساعت در فاصله ۲۴ μm تغییر شیب در افزایش میزان کروم و کاهش در میزان آهن کاملاً مشهود است که این مقادیر تقریباً فصل مشترک بین زیرلایه فولادی و پوشش کاربیدی می‌باشد.



شکل ۱۰-۱. آنالیز اسکن خطی فولاد ۱۵۴۵ در ساعت‌های الف) ۸، ب) ۱۰ و پ) ۱۲ برای شرایط آزمایشی حمام کروم.

۴- نتیجه‌گیری

با افزایش زمان غوطه‌وری در مورد پوشش کاربید کروم ضخامت آن به طور پیوسته افزایش داشته است. در مورد پوشش کاربید وانادیم با افزایش زمان فرایند به ۱۲ ساعت ضخامت پوشش نسبت به حالت



۱۰ ساعت به میزان ۱/۵ میکرون کاهش داشته است، که با توجه به نتایج XRD این امر احتمالاً مربوط به ورود اکسیژن به داخل لایه و انجام اکسیداسیون مجدد می‌باشد که به علت زمان طولانی فرایند است. در هر ۳ زمان بررسی شده ضخامت پوشش کاربید کروم در مقایسه با پوشش کاربید وانادیم بیشتر می‌باشد.

برسی آزمون میکروسختی نشان داد که سختی پوشش کاربید وانادیم در زمان های ۱۰ و ۱۲ ساعت بیشتر از پوشش کاربید کروم می‌باشد اما در زمان ۸ ساعت سختی پوشش کاربید کروم از پوشش کاربید وانادیم بیشتر می‌باشد.

بهترین زمان بررسی شده برای تشکیل پوشش کاربید وانادیم و پوشش کاربید کروم با توجه به میزان سختی و ضخامت به ترتیب زمان های ۱۰ ساعت و ۱۲ ساعت می‌باشد.

۵- مراجع

- ۱- C. Cosenza, L. Fratini, A. Pasta, et al. Damage and fracture study of cold extrusion dies, Eng.Fract. Mech. 71(7-8) (2004) 1021-1033.
- ۲- M. Geiger, B. Falk. Prediction of service life and failure probability of cold forging tools. Manuf.Tech. 50(1) (2001) 173-176.
- ۳- W.Jin, .Meng, et al. Properties of the Functionally Gradient Chromium-Niobium Carbide Coating Obtained by Thermo-Reactive Deposition Technique, Key Engineering Materials Vol.753, (2017) 129-133.
4. H. Tavakoli, S.M. Mousavi Khoie, et al. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 583 (2014) 382–389.
5. A.L.Yerokhin, X. Nie, et al, Surface Coating & Technology, Vol. 122 (1999) 73–93.
6. T Arai, Carbide Coating Process by Use of Molten Borax Bath in Japan, J. Heat Treating, Vol.1 (2-15), (1979) 15-22.



7. T. Arai, ASM Handbook 4, ASM International, Ohio, (1991) 448. ASM Handbook 4, ASM International, Ohio, (1991) 448.
8. Nakanishi, K., Takeda, H., et al, Fluidized bed carbide coating process development and its application, The 8th International Congress on Heat Treatment of Materials, Heat and Surface 92, Japan (1992) 507.
9. Oliveira, C.K.N., Muñoz Riofano, et al. Evaluation of hard coatings obtained on AISI D2 steel by thermo reactive deposition treatment. Surface and Coatings Technology, 201 (2006) 1880–1885.
10. Y.J.Zhang, H.Chen, et al. Effects technological condition and substrate material on TD coating, Applied Mechanics and Materials, Vol.590 (2014) 271-275.
11. B.L.Strahin, D.D. Shreeram, et al. Properties and Tribological Performance of Vanadium Carbide Coatings on AISI 52100 Steel Deposited by Thermoreactive Diffusion, JOM, Vol 69 (7), (2017) 1160-1164.
12. H.Pouraliakbara, G.Khalaj, et al. Duplex ceramic coating produced by low temperature thermo-reactive deposition and diffusion on the cold work tool steel substrate: Thermodynamics, kinetics and modeling, Ceramics International 41 (2015) 9350–9360.
13. T. Arai, Thermochemical Surface Engineering of Steels, The thermo-reactive deposition and diffusion process for coating steels to improve wear resistance, (2015) 703-734.
14. W.Hongfu, W.Huachang, et al. Composition Variation of Borax Salt during the Process of Vanadizing by Thermal Diffusion, Vol.27 (2), (2011) 394-397.
15. T. Arai, S. Harper, Thermoreactive Deposition/Diffusion Process for Surface Hardening of Steels, in: J.R. Davis (Ed.), Metals Handbook, 10th edition 4, ASM, USA, (1991) 448–453.

16- محمد علی شیرین بیان، علی شفیعی، محمد رضا ابوطالبی، بررسی سینتیک تشکیل پوشش کاربید وانادیم بر روی فولاد ابزار D2 به روش نفوذ فعال حرارتی (TRD) با استفاده از حمام نمک بوراکس، چهارمین همایش مشترک انجمن مهندسی متالورژی و جامعه علمی ریخته‌گری ایران، (۱۳۸۹).



17. X.S. Fan, Z.G. Yang, C. Zhang, Y.D. Zhang, H.Q. Che, Evaluation of vanadium carbide coatings on AISI H13 obtained by thermo-reactive deposition/diffusion technique, Surf.Coat. Technol. 205 (2010) 641–646.
18. X.S. Fan, Z.G. Yang, Z.X. Xia, C. Zhang, H.Q. Che, The microstructure evolution of VC coatings on AISI H13 and 9Cr18 steel by thermoreactive deposition process, J.Alloy. Compd. 505 (1) (2010) 15–18.
19. Arai T, Fujita H, Sugimoto Y, Ohta Y, Diffusion carbide coatings formed in molten borax systems. J Mater Eng 9(2), (1987) 183–189.
20. W.Hongfu, W.Huachang, et al. Vanadium Carbide Coating Growth on Die Steel Substrate in Borax Salt Bath, Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed, Vol.25 (4), (2010) 600-603.