

صلى الله عليه وسلم



دانشگاه سمنان

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

# پوشش دهی فولاد کربنی با استفاده از فرایند دو مرحله ای آلومینیم دهی و نیتروژن دهی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد  
در رشته مهندسی مواد گرایش شناسایی و انتخاب مواد

نام دانشجو

فرحناز هفت لنگ

استاد راهنما:

دکتر علی حبیب الله زاده

دکتر محمود حیدرزاده سهی

مهر ماه ۱۳۹۲

## چکیده

در این تحقیق، فولاد AISI 1045 تحت فرایند دو مرحله‌ای آلومینیم‌دهی - نیتروژن‌دهی و نیتروژن‌دهی - آلومینیم‌دهی قرار گرفت. گروه اول از نمونه‌ها، در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و  $650^{\circ}\text{C}$  برای ۵ ساعت با استفاده از روش سمانتاسیون پودری در مخلوط پودری به ترتیب شامل ۵٪ آلومینیم، ۵٪ کلرید آمونیم و یا کلرید آلومینیم و ۹۰٪ آلومینا، آلومینیم‌دهی شده و سپس به وسیله محفظه نیتروژن‌دهی پلاسمایی برای ۵ ساعت در دو دمای  $500^{\circ}\text{C}$  و  $550^{\circ}\text{C}$  در مخلوط گازی حاوی  $25\% \text{H}_2$  و  $75\% \text{N}_2$  تحت فشار 4mbar نیتروژن‌دهی شدند. خواص لایه سطحی تشکیل شده به وسیله میکروسکوپ نوری و الکترونی، پراش سنجی پرتو ایکس، ریز سختی سنجی و آزمایش سایش پین روی دیسک مطالعه شد. نتایج حاصل از پراش سنجی پرتوی ایکس نشان‌دهنده تشکیل آلومیناید آهن در نمونه آلومینیم‌دهی شده و نیتريد آهن در نمونه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده بود. در سطح نمونه‌های پوشش دو مرحله‌ای شده نیز نیتريد آلومینیم، نیتريد آهن و آلومیناید آهن تشکیل شد. افزایش دمای نیتروژن‌دهی موجب افزایش مقدار نیتريد آلومینیم و کاهش مقادیر نیتريد آهن و آلومیناید آهن در لایه سطحی شد.

انجام عملیات ثانویه به روی نمونه‌های پوشش داده شده نرخ سایش و ضریب اصطکاک را به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش و سختی سطحی نمونه‌های مورد آزمایش را افزایش داد. با بررسی سطح سایش یافته نمونه‌های عملیات دومرحله‌ای شده و نیز حجم قابل توجه ترکیبات اکسیدی بر روی سطح، می‌توان مکانیزم سایش این نمونه‌ها را سایش اکسیدی همراه با پاره‌ای کنده‌شدگی بر روی لایه اکسیدی تشکیل شده روی سطح دانست.

**واژه‌های کلیدی:** آلومینیم‌دهی، نیتروژن‌دهی، عملیات دو مرحله‌ای، نیتريد آلومینیم، فولاد AISI 1045

## فهرست مطالب

۱	فصل ۱: مقدمه
۲	۱-۱- مقدمه.....
۳	فصل ۲: مروری بر منابع
۴	۱-۲- مقدمه.....
۵	۱-۱-۲- رسوب دهی از طریق نفوذ حرارتی (TRD).....
۵	۲-۱-۲- مکانیزم ایجاد پوشش به روش TRD.....
۶	۳-۱-۲- روش‌های پوشش دهی به طریق TRD.....
۷	۲-۲- آلومینیم‌دهی.....
۷	۱-۲-۲- مطالعه دیاگرام تعادلی آهن-آلومینیم.....
۸	2-2-2- خواص ترکیبات بینفلزی Fe-Al.....
۱۰	2-2-3- آلومینیم‌دهی به روش سمانتاسیون جعبه‌ای.....
۲۱	۴-۲-۲- رفتار سایشی سطح آلومینیم دهی‌شده.....
۲۲	۳-۲- نیتروژندهی.....
۲۵	۱-۳-۲- مزایا و معایب نیتروژندهی در مقایسه با سایر روش‌ها.....
۲۶	۲-۳-۲- ریز ساختار فولاد نیتروژندهی شده.....
۲۸	۳-۳-۲- عوامل موثر بر نیتروژندهی.....
۳۲	۴-۳-۲- نیتروژندهی پلاسمایی.....
۳۶	۵-۳-۲- مقاومت به سایش سطح نیتروژن دهی پلاسمایی شده.....
۳۸	۴-۲- پوشش‌دهی دو مرحله ای آلومینیم‌دهی - نیتروژندهی.....
۳۹	۱-۴-۲- نیتريد آلومینیم.....
۴۱	۲-۴-۲- خواص در سطح مقطع لایه اصلاح شده.....
۴۳	2-4-3- تأثیر دما و زمان نیتروژندهی در ابعاد تیغ‌های نیتريدی.....
۴۴	2-4-4- بررسی سختی لایه.....
۴۶	۵-۴-۲- رفتار سایشی پوشش نیتريد آلومینیم.....
۵۰	فصل ۳: روش تحقیق
۵۱	۱-۳- مقدمه.....
۵۱	3-2- تهیه و آماده سازی نمونه های فولادی.....
۵۲	۳-۳- روش انجام فرایند.....

۵۲	۱-۳-۳- آلومینیمدهی به روش سمانتاسیون پودری.....
۵۴	۲-۳-۳- عملیات نیتروژندهی پلاسمایی.....
۵۵	۴-۳- بررسی‌های انجام شده بر روی نمونه‌ها.....
۵۵	۱-۴-۳- بررسی میکروسکوپی نوری.....
۵۶	۲-۴-۳- میکرو سختی سنجی.....
۵۶	۳-۴-۳- پراشسنجی پرتو ایکس.....
۵۶	۴-۴-۳- میکروسکوپ الکترونی روبشی.....
۵۷	۵-۴-۳- آزمایش سایش و اصطکاک.....

#### فصل ۴: نتایج و تفسیر آنها

۵۸	
۵۹	۱-۴- مقدمه.....
۵۹	۲-۴- بررسی ریز ساختار.....
۵۹	۱-۲-۴- ریز ساختار نمونه‌های آلومینیم دهی شده- نیتروژن دهی شده.....
۶۷	۲-۲-۴- ریز ساختار نمونه‌های نیتروژندهی شده- آلومینیمدهی شده.....
۷۳	۳-۴- فازهای تشکیل‌دهنده لایه ترکیبی.....
۷۳	۱-۳-۴- نمونه‌های آلومینیمدهی- نیتروژندهی شده.....
۷۸	۲-۳-۴- نمونه‌های نیتروژن دهی- آلومینیم دهی شده.....
۸۱	۴-۴- بررسی سطوح خارجی.....
۸۳	۵-۴- ریز سختی.....
۸۷	۶-۴- بررسی رفتار سایشی پوشش‌های ایجاد شده.....

#### فصل ۵: جمع‌بندی و پیشنهادها

۹۱	
۹۲	۱-۵- جمع‌بندی.....
۹۳	۲-۵- پیشنهادها.....

۹۴	مراجع
----	-------

## فهرست اشکال

- شکل (۱-۲) تصاویر میکروسکوپی الکترونی مقطع پوشش داده شده فولاد کروم دهی شده با روش TRD در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  به مدت ۵ ساعت (a) ۸۶۲۰، (b) ۵۲۱۰۰ [۶]..... ۶
- شکل (۲-۲) دیاگرام تعادلی آهن-آلومینیم [۸]..... ۸
- شکل (۳-۲) سطح فولاد کم کربن که به طور فشرده آلومینیمدهی شده [۸]..... ۱۰
- شکل (۴-۲) (الف) تصویر میکروسکوپ نوری؛ (ب) طیف سنجی الکترون ثانویه از سطح مقطع فولاد آلومینیم دهی شده در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت [۱۳]..... ۱۳
- شکل (۵-۲) تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه آلومینیمدهی شده با فعالساز  $\text{NH}_4\text{Cl}$  [۱۸]..... ۱۵
- شکل (۶-۲) تأثیر (a) دمای آلومینیمدهی، (b) میزان آلومینیم موجود در مخلوط پودری و (c) زمان آلومینیمدهی روی پروفایل عمق نفوذ آلومینیم در پوشش شکلگرفته روی سطح فولاد [۱۸]..... ۱۷
- شکل (۷-۲) تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به نمونه‌های آلومینیمدهی شده برای (a) ۴ [۱۷]، (b) ۸ و (c) ۱۲ ساعت [۱۸]..... ۱۸
- شکل (۸-۲) شماتیک نفوذ اجزاء گازی نفوذی در محفظه آلومینیمدهی پودری با فعالساز: (الف)  $\text{NH}_4\text{X}$  ( $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$ )، (ب)  $\text{NH}_4\text{F}$  و (ج)  $\text{NaCl}$  [۱۹-۵]..... ۱۹
- شکل (۹-۲) (شماره ۹) سطح سایش یافته (a) فولاد AISI 1045 و (b) فولاد آلومینیم دهی شده تحت سایش پین روی دیسک در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  [۲۱]..... ۲۲
- شکل (۱۰-۲) کاهش حجم سطح آلومینیمدهی شده و فولاد AISI 1045 در مقابل دما [۲۱]..... ۲۲
- شکل (۱۱-۲) میکرو ساختار یک فولاد نیتروژندهی پلاسمایی شده [۲۳]..... ۲۳
- شکل (۱۲-۲) بخشی از نمودار تعادلی آهن-نیتروژن [۲۴]..... ۲۵
- شکل (۱۳-۲) پوسته نیتروژندهی شده [۲۴]..... ۲۶
- شکل (۱۴-۲) ساختار یک سطح نیتروژن دهی شده شامل سه منطقه لایه سفید، منطقه نفوذی و فلز پایه [۲۸]..... ۲۷
- شکل (۱۵-۲) جوانه زنی نیتریدهای  $\gamma'$  و  $\epsilon$  روی آهن [۲۹]..... ۲۷
- شکل (۱۶-۲) اثر دما و زمان نیتروژن دهی روی ضخامت قشر نیتروژندهی شده [۲۹]..... ۲۸
- شکل (۱۷-۲) تغییرات سختی بر حسب فاصله از سطح نیتروژندهی شده در درجه حرارت‌های مختلف [۲۹]..... ۲۹
- شکل (۱۸-۲) اثر عناصر آلیاژی موجود در فولاد روی سختی قشر نیتروژندهی شده [۲۹]..... ۲۹

- شکل (۲-۱۹) تصویر میکروسکوپ روبشی نمونه های نیتروژندهی شده در ترکیب گازهای مختلف:
- (a  $5\%N_2-95\%H_2$  (b  $10\%N_2-90\%H_2$  (c  $25\%N_2-75\%H_2$  (d  $50\%N_2-50\%H_2$  و (e  $75\%N_2-25\%H_2$  [۳۳]..... ۳۱
- شکل (۲-۲۰) تصویر میکروسکوپ الکترونی فولاد کم آلیاژ نیتروژندهی شده در دماهای  $550^\circ C$  به مدت ۵ ساعت [۳۷]..... ۳۳
- شکل (۲-۲۱) تصویر شماتیک دستگاه نیتروژندهی پلاسمایی [۳۸]..... ۳۴
- شکل (۲-۲۲) مکانیزم نیتروژندهی پلاسمایی. افت ولتاژ در نزدیکی قطعه اتفاق می افتد، جایی که یونها بیشترین انرژی جنبشی را دارند و در اینجا پلازما تابش بسیار درخشانی خواهد داشت [۲۶]..... ۳۶
- شکل (۲-۲۳) تصاویر SEM مناطق سایش یافته : (a فولاد M2، فولاد نیتروژندهی پلاسمایی شده با  $75\%H_2+25\%N_2$  (b  $75\%N_2+25\%H_2$  (c  $50\%H_2+50\%N_2$  (d  $75\%H_2+25\%N_2$  [۳۹]..... ۳۷
- شکل (۲-۲۴) حجم سایش یافته نمونه فولادی و نیتروژندهی شده بر حسب میزان نیتروژن موجود در مخلوط گازی [۳۹]..... ۳۸
- شکل (۲-۲۵) تصویر شماتیک تغییرات ریز ساختار و فازهای تشکیل شده در اثر نیتروژندهی: الف) آلومینیم دهی شده و قبل از نیتروژندهی، ب) مراحل اولیه نیتروژندهی، ج) نیتروژندهی کامل [۵۶]..... ۴۱
- شکل (۲-۲۶) نمونه آلومینیمدهی شده و سپس نیتروژندهی شده در دمای  $550^\circ C$  و زمان  $7/5$  ساعت [۱۳]..... ۴۲
- شکل (۲-۲۷) نمونه آلومینیمدهی شده و سپس نیتروژندهی شده در دمای  $600^\circ C$  و زمان  $7/5$  ساعت [۱۳]..... ۴۳
- شکل (۲-۲۸) نمونه آلومینیمدهی شده و سپس نیتروژندهی شده در دمای  $500^\circ C$  برای ۱۰ ساعت، ب)  $550^\circ C$  برای ۱۰ ساعت و ج)  $600^\circ C$  برای ۱۰ ساعت [۱۳]..... ۴۳
- شکل (۲-۲۹) تغییرات اندازه نیتريد آهن در زمینه با تغییرات دما و زمان نیتروژن دهی در  $600^\circ C$  (a  $2/5$  ساعت، b  $5$  ساعت، c  $7/5$  ساعت و d  $10$  ساعت [۱۳]..... ۴۴
- شکل (۲-۳۰) تغییرات سختی ویکرز در سطح مقطع به صورت تابعی از فاصله از سطح (a)  $773$ ،  $823$  و  $873K$  برای  $14/5ks$  و (b)  $873K$  برای  $3/6$ ،  $14/4$  و  $32/4ks$  برای آهن خالص آلومینیمدهی - نیتروژندهی شده [۴۷]..... ۴۵

- شکل (۲-۳۱) پروفایل غلظت برای آلومینیم و نیتروژن به صورت تابعی از فاصله از سطح (a) 773K و 14/4ks، (b) 823K و 14/4ks برای آهن خالص آلومینیمدهی - نیتروژندهی شده [۴۷] ۴۶.....
- شکل (۲-۳۲) عملکرد سایشی در نیتريد آلومینیم در مقابل آلومینا: (a) تغییرات ضریب اصطکاک با افزایش فاصله سایش، (b) سطح ساییده شده نیتريد آلومینیم بعد از ۶۰۰ متر سایش [۵۲]..... ۴۷
- شکل (۲-۳۳) تغییرات ضریب اصطکاک بین گوی آلومینایی و لایه AlN تحت بار 150mN [۶۱] ۴۹.....
- شکل (۲-۳۴) تصویر SEM از سطح شیار سایش AlN بعد از تست سایش توسط گوی آلومینا تحت بار 150mN در طی ۵۰۰ دور سایش [۶۱]..... ۴۹
- شکل (۳-۱) ریز ساختار فولاد AISI 1045..... ۵۲
- شکل (۳-۲) نمودار گرم و سرد شدن محفظه درون کوره طی فرایند آلومینیمدهی..... ۵۳
- شکل (۳-۳) دستگاه نیتروژندهی پلاسمایی پالسی..... ۵۴
- شکل (۳-۴) تغییرات دمایی نمونهها در حین گرم و سرد شدن در داخل محفظه نیتروژندهی..... ۵۵
- شکل (۴-۱) تصاویر میکروسکوپی نوری مربوط به الف) نمونه آلومینیمدهی شده در 850°C برای ۵ ساعت در مخلوط 5% Al-5% NH<sub>4</sub>Cl-90% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و ب) نمونه آلومینیمدهی شده در 650°C برای ۵ ساعت در مخلوط 5% Al-5% AlCl<sub>3</sub>-90% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>..... ۶۰
- شکل (۴-۲) تصویر میکروسکوپی نوری از سطح نمونه آلومینیمدهی شده در 850°C برای ۵ ساعت با مخلوط سمانتاسیون 5% Al-5% NH<sub>4</sub>Cl-90% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>..... ۶۰
- شکل (۴-۳) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع آلومینیم دهی شده با فعالساز NH<sub>4</sub>Cl..... ۶۱
- شکل (۴-۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) الکترون ثانویه و ب) الکترون برگشتی از مقاطع آلومینیم دهی شده با فعالساز AlCl<sub>3</sub>..... ۶۱
- شکل (۴-۵) تغییرات غلظت آلومینیم و آهن برای نمونه آلومینیمدهی شده با فعال ساز: الف) NH<sub>4</sub>Cl و ب) AlCl<sub>3</sub>..... ۶۲
- شکل (۴-۶) تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح مقطع نمونههای آلومینیمدهی - نیتروژندهی شده : الف) در دمای 500°C با فعالساز کلرید آمونیم، ب) در دمای 500°C با فعالساز کلرید آلومینیم، ج) در دمای 550°C با فعالساز کلرید آمونیم و د) در دمای 550°C با فعالساز کلرید آلومینیم..... ۶۳
- شکل (۴-۷) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) الکترون برگشتی و ب) الکترون ثانویه مقاطع نمونههای آلومینیمدهی - نیتروژندهی شده در دمای 500°C با فعالساز کلرید آمونیم..... ۶۴



- شکل (۴-۸) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) الکترون برگشتی و ب) الکترون ثانویه مقاطع نمونه‌های آلومینیم دهی - نیتروژن دهی شده در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  با فعال ساز کلرید آمونیم ۶۵.....
- شکل (۴-۹) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مقاطع نمونه‌های آلومینیم دهی - نیتروژن دهی شده : الف) در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  و ب) در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  با فعالساز کلرید آلومینیم..... ۶۵
- شکل (۴-۱۰) تصاویر نمونه‌های آلومینیم دهی - نیتروژن دهی شده : الف) در دمای نیتروژن دهی  $500^{\circ}\text{C}$  با فعال ساز کلرید آمونیم، ب) در دمای نیتروژن دهی  $500^{\circ}\text{C}$  با فعالساز کلرید آلومینیم، ج) در دمای نیتروژن دهی  $550^{\circ}\text{C}$  با فعالساز کلرید آمونیم و د) در دمای نیتروژن دهی  $550^{\circ}\text{C}$  با فعالساز کلرید آلومینیم..... ۶۶
- شکل (۴-۱۱) غلظت عناصر آلومینیم، آهن و نیتروژن در مناطق مختلفی از پوشش ایجاد شده بر روی نمونه آلومینیم دهی  $(\text{NH}_4\text{Cl})$  - نیتروژن دهی شده  $(500^{\circ}\text{C})$ ..... ۶۷
- شکل (۴-۱۲) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقاطع نمونه‌های نیتروژن دهی شده در الف)  $500^{\circ}\text{C}$  و ب)  $550^{\circ}\text{C}$ ..... ۶۸
- شکل (۴-۱۳) تصاویر میکروسکوپ نوری سطح مقطع نمونه‌های: الف) نیتروژن دهی  $(500^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ، ب) نیتروژن دهی  $(550^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ، ج) نیتروژن دهی  $(500^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{AlCl}_3)$ ، د) نیتروژن دهی  $(550^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{AlCl}_3)$ ..... ۶۸
- شکل (۴-۱۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقاطع نمونه‌های نیتروژن دهی شده در الف)  $500^{\circ}\text{C}$  و ب)  $550^{\circ}\text{C}$ ..... ۷۰
- شکل (۴-۱۵) تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از سطح مقطع نمونه‌های: الف) نیتروژن دهی  $(500^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ، ب) نیتروژن دهی  $(550^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ، ج) نیتروژن دهی  $(500^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{AlCl}_3)$ ، د) نیتروژن دهی  $(550^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{AlCl}_3)$ ..... ۷۰
- شکل (۴-۱۶) تغییرات غلظت آلومینیم، آهن و نیتروژن برای نمونه نیتروژن دهی  $(500^{\circ}\text{C})$  - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ..... ۷۲
- شکل (۴-۱۷) نمودار تغییرات ضخامت لایه پوششی بر اساس نوع عملیات..... ۷۳
- شکل (۴-۱۸) پراشسنجی پرتو ایکس نمونه‌های آلومینیم دهی شده با فعالساز: الف)  $\text{NH}_4\text{Cl}$  و ب)  $\text{AlCl}_3$ ..... ۷۴

- شکل (۱۹-۴) الف) آنالیز EDS و ب) XRD مربوط به نمونه آلومینیمدهی شده با فعالساز  $\text{NH}_4\text{Cl}$  و نیتروژن دهی شده در دمای  $500^\circ\text{C}$  ..... ۷۶
- شکل (۲۰-۴) الف) آنالیز EDS و ب) XRD مربوط به نمونه آلومینیمدهی شده با فعالساز  $\text{NH}_4\text{Cl}$  و نیتروژن دهی شده در دمای  $550^\circ\text{C}$  ..... ۷۶
- شکل (۲۱-۴) پراشسنجی پرتوی ایکس مربوط به نمونه آلومینیمدهی شده با فعالساز  $\text{AlCl}_3$  و نیتروژن دهی شده در دمای  $500^\circ\text{C}$  ..... ۷۷
- شکل (۲۲-۴) الف) آنالیز EDS و ب) XRD مربوط به نمونه آلومینیمدهی شده با فعالساز  $\text{AlCl}_3$  و نیتروژن دهی شده در دمای  $550^\circ\text{C}$  ..... ۷۷
- شکل (۲۳-۴) پراشسنجی پرتو ایکس نمونه‌های نیتروژن دهی شده برای ۵ ساعت تحت اتمسفر  $75\%\text{N}_2:25\%\text{H}_2$  در دو دمای: الف)  $500^\circ\text{C}$  و ب)  $550^\circ\text{C}$  ..... ۷۸
- شکل (۲۴-۴) الف) آنالیز EDS و ب) XRD مربوط به نمونه نیتروژن دهی شده در دمای  $500^\circ\text{C}$  و آلومینیم دهی شده با فعالساز  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ..... ۸۰
- شکل (۲۵-۴) آنالیز XRD مربوط به نمونه نیتروژن دهی شده در دمای  $550^\circ\text{C}$  و آلومینیمدهی شده با فعال ساز  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ..... ۸۱
- شکل (۲۶-۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح نمونه‌های: الف) آلومینیمدهی  $(\text{NH}_4\text{Cl})$  - نیتروژن دهی ( $500^\circ\text{C}$ )، ب) آلومینیمدهی  $(\text{NH}_4\text{Cl})$  - نیتروژن دهی ( $550^\circ\text{C}$ )، ج) نیتروژن دهی ( $500^\circ\text{C}$ ) - آلومینیم دهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$ ، د) نیتروژن دهی ( $550^\circ\text{C}$ ) - آلومینیمدهی شده  $(\text{NH}_4\text{Cl})$  ..... ۸۲
- شکل (۲۷-۴) سختی سطح نمونه‌ها تحت عملیات مختلف ..... ۸۴
- شکل (۲۸-۴) نیم رخ سختی نمونه‌های آلومینیمدهی شده و آلومینیمدهی - نیتروژن دهی شده را در دماهای نیتروژن دهی  $500^\circ\text{C}$  و  $550^\circ\text{C}$  ..... ۸۵
- شکل (۲۹-۴) نیم رخ سختی نمونه‌های نیتروژن دهی شده در دماهای  $500^\circ\text{C}$  و  $550^\circ\text{C}$  ..... ۸۶
- شکل (۳۰-۴) نیم رخ سختی نمونه‌های نیتروژن دهی - آلومینیمدهی شده را در دماهای نیتروژن دهی  $500^\circ\text{C}$  و  $550^\circ\text{C}$  در مقایسه با فولاد بدون پوشش ..... ۸۷
- شکل (۳۱-۴) تغییرات نرخ سایش نمونه های مورد آزمایش به همراه تغییرات سختی سطحی آنها ..... ۸۹
- شکل (۳۲-۴) تغییرات نرخ سایش نمونه‌های مورد آزمایش با ضخامت لایه پوششی ..... ۹۰

## فهرست جداول

- جدول (۱-۲) آنالیز شیمیایی و خواص فازهای مختلف Fe-Al ..... ۹
- جدول (۲-۲) ثابت ترمودینامیکی فازهای بین فلزی تشکیل شده در سیستم دوتایی Fe-Al ..... ۹
- جدول (۳-۲) وزن مفید نمک‌های هالیدی در مخلوط سمانتاسیون برای آلومینیم‌دهی در شرایط یکسان ..... ۱۴
- جدول (۴-۲) مقادیر فشار جزئی برای اجزاء گازی نفوذی در ترکیب‌های پودری مختلف ..... ۲۰
- جدول (۵-۲) سختی سطحی و ضخامت لایه نیتريدی تشکیل شده بروی نمونه های نیتروژن‌دهی شده در شرایط مختلف ..... ۳۱
- جدول (۶-۲) مقادیر انرژی آزاد تشکیل نیتريد‌های مختلف ..... ۴۰
- جدول (۷-۲) خواص فیزیکی و مکانیکی نیتريد آلومینیم ..... ۴۰
- جدول (۱-۳) ترکیب شیمیایی فولاد AISI 1045 ..... ۵۲
- جدول (۲-۳) شرایط مختلف آلومینیم‌دهی نمونه‌ها ..... ۵۳
- جدول (۱-۴) ضخامت پوشش‌های ایجاد شده روی سطوح نمونه‌های آلومینیم‌دهی - نیتروژن‌دهی شده ..... ۶۴
- جدول (۲-۴) ضخامت پوشش‌های ایجاد شده روی سطوح نمونه‌های نیتروژن‌دهی - آلومینیم‌دهی شده ..... ۶۹
- جدول (۳-۴) ضریب اصطکاک نمونه‌های مورد آزمایش ..... ۸۷

## فهرست علائم اختصاری

$h(\mu m)$	..... ضخامت پوشش ایجاد شده
$t(s)$	..... زمان پوشش دهی
$T(K)$	..... دمای پوشش دهی
$V(g/mm^3)$	..... حجم سایش یافته دیسک
$D(mm)$	..... شعاع رد سایش
$W(mm)$	..... عرض شیار سایش
$R(mm)$	..... شعاع گلوله
$F(N)$	..... نیروی اعمالی توسط پین بر روی نمونه
$S(m)$	..... مسافت سایش

# فصل ١:

## مقدمه

## ۱-۱- مقدمه

اصلاح خواص تریبولوژیکی و بهبود مقاومت به خوردگی فولادها همواره مورد نظر محققین و صنعتگران بوده است. در این خصوص انواع فرایندهای سطحی همچون سخت کردن توسط القاء و شعله، رفتارهای نفوذی مانند کربن دهی، نیتروژن دهی، بوردهی و مانند آنها و همچنین روش های پوشش دهی از قبیل PVD و CVD مورد توجه واقع شدند.

بعضی از این روش ها منجر به ایجاد لایه هایی با عمق نسبتاً زیاد و سختی متوسط می شود و بعضی دیگر به ایجاد لایه های نازک اما با سختی نسبتاً بالا منجر می شدند. در این خصوص می توان به انواع پوشش های کاربیدی و نیتریدی اشاره نمود.

در دهه های اخیر برای ایجاد لایه هایی با عمق مناسب و سختی بالا، عملیات سطحی دوتایی مورد توجه محققین قرار گرفته است. از جمله این روش ها می توان به عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی و متعاقباً یک لایه نازک XN از طرق مختلف نظیر PVD اشاره کرد. استفاده از عملیات سطحی دوتایی به افزایش بار پذیری و بهبود مقاومت به سایش فولاد در شرایط کاری تحت تنش بالا منجر می شود.

تحقیق حاضر، به چهار بخش مقدمه، مروری بر منابع، روش تحقیق، نتایج و تفسیر آنها، جمع بندی و پیشنهادها تقسیم می شود. در قسمت مروری بر منابع، مطالعات پیشین بر روی فرایندهای آلومینیم دهی و نیتروژن دهی بطور مختصر شرح و ترکیب نیتريد آلومینیم همراه با ویژگی های آن معرفی خواهد شد. در این پژوهش تلفیقی از عملیات نفوذی آلومینیم دهی با استفاده از سمان جامد و نیتروژن دهی پلاسمایی جهت ایجاد نیتريد آلومینیم با عمقی مناسب بر روی فولاد AISI 1045 مورد بررسی قرار خواهد گرفت. در این راستا ابتدای تعدادی از نمونه ها به روش نفوذی در سمان جامد در مخلوط سمانتاسیون و زمان مختلف برای ۵ ساعت آلومینیم دهی می شوند و سپس در دو دمای ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد برای ۵ ساعت در محیط پلاسمای نیتروژن دهی خواهند شد. سایر نمونه ها ابتدا نیتروژن دهی و سپس آلومینیم دهی می شوند. در قسمت نتایج و تفسیر آنها، ساختار، فازهای تشکیل شده، سختی، خواص سایشی پوشش تشکیل شده مورد بررسی قرار خواهد گرفت و در پایان نیز نتایج بدست آمده جمع بندی شده و پیشنهاداتی برای کارهای آینده ارائه خواهد شد.

## **فصل ۲:**

### **مروری بر منابع**

## ۲-۱- مقدمه

با توجه به کاربرد گسترده فولادها در صنایع مختلف و بر حسب مورد نیاز به مقاومت سایش بالای آنها، انواع فرایندهای مهندسی سطح و عملیات حرارتی برای بهینه سازی خواص فولاد مورد استفاده قرار می گیرد. عملیات حرارتی سطحی فولادها به دو دسته تقسیم می شوند [۱]:

- روش هایی که شامل اصلاح یا تغییر ریزساختار سطحی بوده و به هیچ وجه ترکیب شیمیایی سطح عوض نمی شود. مانند سخت کردن توسط شعله، القاء، پرتو لیزر و پرتو الکترونی

- روش هایی که شامل تغییر ترکیب شیمیایی سطح یا نفوذ یک عنصر (بین نشین یا جانشین) به سطح قطعه است. این روش ها به عملیات حرارتی - نفوذی یا رسوب دهی از طریق نفوذ حرارتی<sup>۱</sup> مرسوم اند. برخی از روش های عملیات حرارتی نفوذی عبارتند از: کربن دهی، نیتروژن دهی (جهت افزایش سختی سطحی و مقاومت به سایش)، بوردهی، آلومینیم دهی (جهت افزایش مقاومت به اکسیداسیون) و کروم دهی<sup>۲</sup> [۲ و ۳ و ۴]

در پوشش های نفوذی اساس کار اصلاح ترکیب شیمیایی سطح است و با نفوذ دادن عنصر یا عناصر مورد نظر به سطح، ترکیب سطحی با خواص مورد نظر ایجاد می شود. پوشش های نفوذی چسبندگی خوبی با زمینه دارند و مشکل پوسته شدن و جدایش در آنها مشاهده نمی شود، زیرا باندی قوی بین پوشش و زمینه ایجاد می شود. به علاوه کاهش تدریجی غلظت عنصر نفوذ کننده در عمق پوشش، باعث می شود که تغییر ناگهانی کمتری در خواص مکانیکی ایجاد شود. ضمن آنکه معمولاً خواص مکانیکی بهتری نسبت به پوشش های غیر نفوذی دارند [۴].

<sup>1</sup> Thermo-Reactive Deposition/ Diffusion

<sup>2</sup> Nitriding, carburizing, aluminizing, chromizing



## ۲-۱-۱- رسوب دهی از طریق نفوذ حرارتی (TRD)

در این روش یک لایه متراکم، سخت و مقاوم به سایش کاربیدی، نیتریدی یا کربونیتریدی روی سطح تشکیل می‌شود.

در روش TRD عناصر کاربیدزا یا نیتريدزا مانند وانادیم، نیوبیم، کروم و تیتانیوم از طریق اتمسفر پوشش دهی و اتم‌های کربن یا نیتروژن زیر لایه توسط نفوذ با یکدیگر واکنش می‌دهند و به دلیل پایین بودن انرژی آزاد تشکیل کاربید و نیتريد، باعث ایجاد پوشش سخت و متراکم کاربیدی و نیتریدی و کربونیتریدی در سطح می‌شوند [۵].

## ۲-۱-۲- مکانیزم ایجاد پوشش به روش TRD

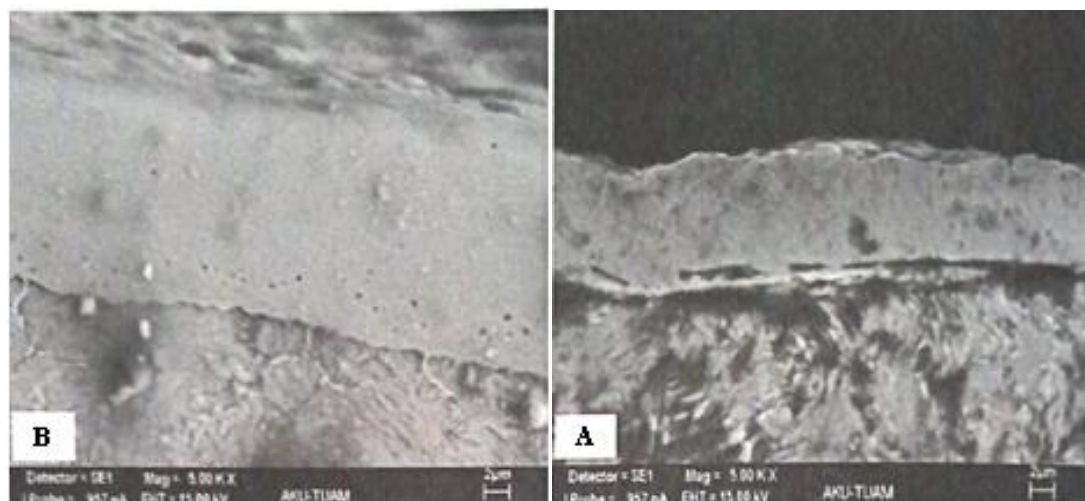
هنگامی که قطعه حاوی کربن و نیتروژن در دمای مناسب، در تماس با محیط تأمین کننده عناصر کاربیدزا و نیتريدزا قرار می‌گیرند، اتم‌های کربن و نیتروژن زیرلایه با اتم‌های عناصر کاربیدزا و نیتريدزا ترکیب می‌شوند و کاربید یا نیتريد تشکیل می‌دهند. شکل ۲-۱ تصاویری از لایه ایجاد شده به وسیله روش TRD را نشان می‌دهد [۵].

مکانیزم تشکیل لایه سطحی عبارتند از [۶]:

۱. عناصر کاربیدزای موجود در محیط پوشش دهی فعال می‌شوند؛
  ۲. کربن و نیتروژن موجود در زیرلایه، با عناصر کاربیدزا یا نیتريدزا ترکیب شده و یک لایه کاربیدی، نیتریدی یا کربونیتریدی را روی سطح تشکیل می‌دهند؛
  ۳. لایه ایجاد شده در اثر واکنش بین عناصر کاربیدزا و نیتريدزا با کربن و نیتروژن، که به طور مداوم از زیرلایه تأمین می‌شود، در سطح قطعه رشد می‌کند.
- این عمل در شرایطی صورت می‌گیرد که زیرلایه حاوی کربن یا نیتروژن، در تماس مداوم با محیط حاوی عناصر کاربیدزا و نیتريدزا قرار گیرد. این کاربیدها و نیتريدها و کربونیتريدها با گذشت زمان، به طور پیوسته رشد کرده و لایه تشکیل می‌شود. زیرا اتم‌های کربن و نیتروژن از طریق نفوذ حرارتی، از سطوح عمیق‌تر زیرلایه به سمت لایه در حال رشد، حرکت می‌کنند که دلیل آن، شیب غلظتی کربن و نیتروژن بین سطوح پایین‌تر و درست زیر پوشش است. به این دلیل این فرایند را

### مروری بر منابع

رسوب دهی از طریق نفوذ حرارتی (TRD) می نامند. عناصر کاربیدزا، همچنین می توانند به درون زیرلایه نفوذ کرده و یک محلول جامد در زیر پوشش تشکیل دهند [۶].



شکل (۱-۲) تصاویر میکروسکوپی الکترونی مقطع پوشش داده شده فولاد کروم دهی شده با روش TRD در دمای ۱۰۰۰°C به مدت ۵ ساعت (a) ۸۶۲۰، (b) ۵۲۱۰۰ [۶]

## ۲-۱-۳- روش های پوشش دهی به طریق TRD

فرایند پوشش دهی به طریق TRD به دو صورت جامد، خمیری و بستر سیال صورت می گیرد. در روش جامد پودری، زیرلایه و مواد واکنش دهنده پودری در یک محفظه قرار داده شده و در یک کوره حرارت داده می شوند. روش های دیگری مانند روش بستر سیال و روش خمیری نیز به عنوان روش جامد شناخته می شوند.

در روش خمیری، مواد واکنش گر پودری به کمک نوعی چسب، به صورت خمیر در آورده شده و سطح قطعه با این خمیر پوشانده و سپس در کوره حرارت داده می شود. اما در بستر سیال، قطعه در درون پودری که در اثر دمش گاز به صورت سیال در آمده غوطه ور شده و حرارت داده می شود. مقدار کربن و نیتروژنی که می تواند از زیر لایه برای پوشش در یک فاصله زمانی مشخص فراهم شود، توسط دمای فرایند، زمان و نیتروژن موجود در زیرلایه تعیین می شود. اتم های عناصر کاربیدزا که باید با اتم های کربن موجود در زیرلایه ترکیب شوند، از طریق منبع تأمین کننده این عناصر در محیط تأمین می شود. اما فقط قسمتی از این عناصر در واکنش تشکیل کاربید و نیتريد

#### مروری بر منابع

شرکت می کنند، چون این اتمها از سطح پودر جامد حاوی عناصر کاربیدزا و نیتريدزا به داخل محیط وارد می شوند. عوامل اصلی برای کنترل ضخامت پوشش، دما و زمان فرایند، نوع زیرلایه و ترکیب محیط انجام فرایند است که این عوامل تقریباً به سادگی قابل کنترل هستند و لذا ضخامت پوشش را می توان به راحتی کنترل کرد [7].

## ۲-۲- آلومینیم دهی

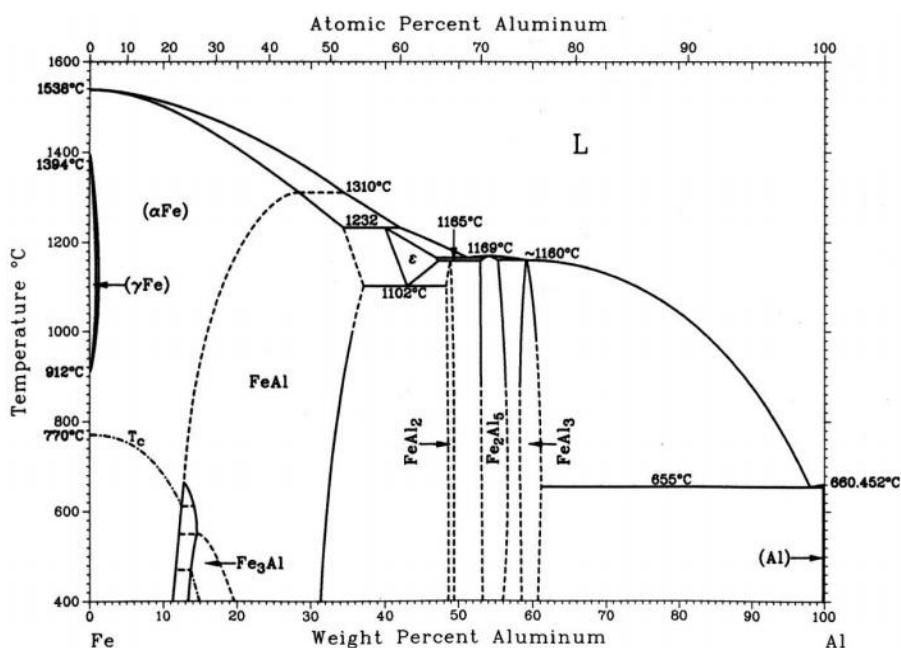
آلومینیم دهی فرایندی است که در آن سطح ترکیبات فلزی با یک لایه از آلومینیم پوشش داده می شود. فولادها و آلیاژهای پایه نیکل، موادی هستند که اغلب برای کاربردهای تجاری آلومینیم دهی می شوند. پوشش دهی آلومینیم روی فولاد یا سایر مواد مقاومت به اکسیداسیون آنها را در دمای بالا ( $500^{\circ}\text{C}$  -  $800^{\circ}\text{C}$ ) و همچنین مقاومت به خوردگی فولاد را در اتمسفرهای هیدروکربنی و سولفوری افزایش می دهد [8]. محافظت پوشش های آلومینایدی در مقابل عوامل محیطی عمدتاً به صورت تشکیل یک لایه چسبنده و غیر متخلخل آلومینا بر روی سطح قطعه است که این لایه توسط واکنش بین گازهای محیطی و آلیاژهای مورد نظر ایجاد می شود [5-8].

## ۲-۲-۱- مطالعه دیاگرام تعادلی آهن-آلومینیم

به طور کلی آهن در آلومینیم سبب افزایش استحکام کششی و سختی و کاهش الاستیسیته می شود. آلیاژهای Fe-Al که دارای درصد آهنی معادل ۸ تا ۱۰٪ هستند، از پلاستیسیته ضعیفی برخوردار هستند و با بیشتر شده آهن بیش از این، شکنندگی آلیاژ آن قدر افزایش می یابد که عملاً غیر قابل کاربرد می شوند [9].

به منظور شناخت بیشتر فرایند آلومینیم دهی و پی بردن به خواص ترکیب ایجاد شده در پوشش ضروریست ابتدا به بررسی دیاگرام تعادلی Fe-Al بپردازیم. این دیاگرام در شکل ۲-۲ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود حلالیت آهن در آلومینیم بسیار کم بوده و از ۰.۰۳٪ در درجه حرارت یوتکتیک تجاوز نمی کند. در ترکیب Fe ۱/۷٪ و درجه حرارت  $655^{\circ}\text{C}$  یک یوتکتیک تشکیل می شود. همان طور که از شکل پیداست ترکیبات بین فلزی شامل  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ،  $\text{Fe}_2\text{Al}_7$

Fe<sub>3</sub>Al و FeAl<sub>2</sub>، FeAl<sub>2</sub>، FeAl<sub>3</sub> در اثر آلیاژی شدن Al و Fe تشکیل می گردد [۸-۱۱].



شکل (۲-۲) دیاگرام تعادلی آهن-آلومینیم [۸]

در اثر واکنش شیمیایی بین آلومینیم و آهن در دمای 700 تا 750°C، طبق دیاگرام تعادلی آهن-آلومینیم، بعد از فلز پایه به ترتیب فازهای  $\xi$  (FeAl<sub>2</sub>)،  $\eta$  (Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>) و  $\theta$  (FeAl<sub>5</sub>) تشکیل می شوند. نسبت این فازها بستگی به شرایط آلومینیم دهی دارد. ترکیبی که توسط آزمایشات XRD عموماً با درصد حجمی بالایی در پوشش آلومینیم دهی شده به دست آمده است، Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> می باشد که می تواند با محلول جامد  $\alpha$  یا FeAl<sub>3</sub> همراه باشد. این ترکیبات در صورتی ایجاد می شوند که از آلومینیم خالص استفاده شود. در این حالت به علت ضخیم بودن لایه آلیاژی، قابلیت شکل دهی کاهش می یابد [۱۰].

### ۲-۲-۲- خواص ترکیبات بین فلزی Fe-Al

در طی فرایند آلومینیم دهی فولاد، به علت نفوذ آلومینیم به فلز پایه، فازهای بین فلزی تشکیل می شود. در جدول ۱-۳ و ۲-۳ ترکیب شیمیایی، ریز سختی، نوع شبکه فازهای مذکور و دمای ذوب آنها و ثابت ترمودینامیکی فازهای بین فلزی تشکیل شده در سیستم دوتایی Fe-Al ملاحظه