تاثیر فرآیند کوئنچ-پولیش-کوئنچ بر خواص ریزساختاری، سختی و خوردگی فولاد CK67 مورد استفاده در اجزا اتومبیل

مسلم طیبی
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شیراز، شیراز

فرانک محرمی
دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه ارومیه، ارومیه

وحید عبداله زاده صومعه
مهندسی ساخت و تولید، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز، تبریز

مهری صمدی
مهندسی ساخت و تولید، دانشگاه تبریز، تبریز

(دریافت مقاله: ۱۴۰۰/۰۴/۱۵- پذیرش مقاله: ۱۴۰۰/۰۸/۱۶)

چکیده

فرآیند کوئنچ-پولیش-کوئنچ یک تکنولوژی دمای پایین در حمام نمک مایع و نوعی فرآیند برای اصلاح سازی سطح فلزات به منظور افزایش مقاومت به خوردگی و سایش می‌باشد. در پژوهش حاضر نقش لایه‌های ترکیبی و اکسیدی بر ریزسختی و خوردگی فولاد CK67 مورد بررسی قرار گرفت. عملیات QPQ با نیتراسیون در دمای ۵۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۲۰ دقیقه و سپس عملیات اکسیداسیون بعد از آن در دمای ۳۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲۰ دقیقه انجام شد. مشخصه یابی سطح اصلاح شده توسط میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی، آزمون ریزسختی، آنالیز تفرق اشعه ایکس و آزمون خوردگی انجام شد. لایه سطحی بعد از عملیات QPQ شامل نیتریدهای اپسیلون، گاما پرایم، آهن و مگنتیت می‌باشد. نتایج نشان داد که نیتراسیون و همچنین عملیات اکسیداسیون بعدی موجب بهبود خواص خوردگی و همچنین ریزسختی نسبت به فولاد بدون عملیات QPQ می-شود. بیشترین ریزسختی با مقدار ۵۸۷ ویکرز حاصل شد که نسبت به نمونه بدون عملیات QPQ تقریبا ۲/۶ برابر افزایش نشان داد.همچنین بعد از ۱۴۴ ساعت آزمون پاشش نمک محصولات خوردگی بر روی پوشش مشاهده شد.

واژه‌های کلیدی: *عملیات QPQ، فولاد CK67، ریزسختی، مقاومت به خوردگی.*

Influence of QPQ Technology on the Microstructural, Mechanical and Corrosion Properties of Ck67 Steel Used in Automobile Components

Moslem Tayyebi
Department of Materials Science and Engineering, Shiraz university of Technology, Shiraz, Iran
Faranak Moharami
Faculty of Mechanical Engineering, Urmia university, Urmia, Iran
Vahid Abdollahzadeh
Department of Manufacturing engineering, Tabriz Branch, Islamic Azad University, Tabriz, Iran
Mehri Samadi
Department of Manufacturing engineering, Tabriz University, Tabriz, Iran
(Received 6 July 2021, accepted 7 November 2021)

Abstract

Quench-Polish-Quench(QPQ) is a low temperature process in a liquid salt bath and is used for modifying the surfaces of metals to enhance corrosion and wear resistance. In this research, the effects of the compound and oxide layers on microstructure and corrosion properties of steel CK67 were investigated. The QPQ process was carried out by nitriding at 580℃ for 120 minutes, followed by the oxidation treatment at 380℃ for 20 minutes. The modified surface was then studied by using optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffractometer (XRD), corrosion and microhardness tests. The results show that the surface layer consists of Gamma prime (γ'), iron, magnetite, and epsilon nitride(ε). Accordingly, the nitriding and the following oxidation treatment led to the enhanced corrosion properties and hardness in comparison to the steel before applying the QPQ process. The most achieved value of hardness was 587 HV which was nearly three times higher than that without the QPQ process. In addition, after 144-hour salt spray testing, corrosion products were observed on the coated surface.

Keywords: QPQ treatment; CK67 steel; microhardness; corrosion resistanc.
E-mail of Corresponding author: *m.tayyebi@sutech.ac.ir*.

مقدمه

فولادهای کربن متوسط دارای استحکام و چقرمگی قابل قبولی می‌باشند. این فولادها به سبب این خواص به صورت گسترده ای در قطعات اتومبیل (چرخ دنده، اکسل، بولت ، شفت) مورد استفاده قرار می گیرند[۱]. قطعات اتومبیل نیازمند خواص سطحی مناسب (خواص خوردگی و تریبولوژیکی) می باشند که این مهم را می توانیم با استفاده از عملیات حرارتی سطحی مناسب تقویت کنیم. عملیات نیتراسیون به سبب دمای کاری پایین و همچنین عدم اعوجاج در قطعات نیتریده شده یکی از روش های مناسب به منظور بهبود خواص سطحی فولادها می باشد. از جمله فرآیندهای نیتراسیون می‌توان به نیتراسیون پلاسمایی، نیتراسیون گازی و نیتراسیون حمام نمک اشاره کرد[۲-۵]. نیتراسیون حمام نمک نسبت به دو روش دیگر، روشی ساده، صنعتی، منعطف و ارزان قیمت می باشد که امروزه به منظور بهبود خواص سطحی قطعات خودرو از این روش استفاده می‌شود[۵-۸].از جمله فرآیندهای معروف نیتراسیون حمام نمک می توان به تنیفر (Tenifer) و کوئنچ-پولیش-کوئنچ (QPQ) اشاره کرد که این فرآیندها شامل نیتریده کردن و اکسیده کردن در حمام نمک و پولیش مابین می باشند[۱]. در پژوهش‌های انجام گرفته در این زمینه، بررسی‌هایی در مورد خواص ریزساختاری، مکانیکی و خوردگی انجام شده است. در سال ۲۰۰۲ سرینیواسان (Srinivasan) و همکارانش[۴] خواص سایشی دو فولاد فریتی و آستنیتی را با استفاده روش نیتراسیون مورد بررسی قرار دادند. بررسی‌های این پژوهش نشان داد که نرخ سایش با سختی و میزان تخلخل لایه ترکیبی (compound layer) کنترل می شود. در سال ۲۰۰۶ ماروسیچ (Marušić) و همکارانش[۹] با استفاده از روش تنیفر و اکسیداسیون بعد از آن توانستند خواص مکانیکی و خوردگی فولادهای Ck45 و فولاد آستنیتی X5 CrNi18-10 را بهبود دهند. در سال ۲۰۰۶ رامش(Ramesh) و همکارانش[۳] تاثیر زمان اکسیداسیون بعد از فرآیند نیتراسیون حمام نمک را بر خواص سایشی دو نوع فولاد مورد بررسی قرار دادند. در این پژوهش بهترین خواص سایشی در مدت زمان ۶۰ دقیقه اکسیداسیون حاصل شد.در سال ۲۰۱۱ بالیکی(Balikci) و همکارانش[۱۰] تاثیر دو نوع ترکیب مختلف حمام نمک را بر خواص ریزساختاری سه نوع فولاد مورد بررسی قرار دادند. در سال ۲۰۱۱ جاکوئت (Jacquet) و همکارانش[۸] تاثیر عملیات تنیفر را بر خواص ریزساختاری دو فولاد مورد بررسی قرار دادند. نتایج این پژوهش نشان داد که حضور عناصر آلیاژی تاثیر زیادی بر مقدار سختی مناطق مختلف و تاثیر متوسطی بر سینتیک رشد لایه ترکیبی دارد. در سال ۲۰۱۲ کای(Cai) و همکارانش [۱]، تاثیر زمان نیتریده کردن در روش QPQ را برروی خواص سایشی و خوردگی فولاد CK45 مورد بررسی قرار دادند. بررسی های این پژوهش نشان داد که خواص سایشی و خوردگی بهینه به ترتیب در مدت زمان ۱۲۰ و ۹۰ دقیقه حاصل می شود. در سال ۲۰۱۷ ژانگ (Zhang) و همکارانش[۵] خواص ریزساختاری و خوردگی فولاد 1Cr12Ni2WMoVNb را با و بدون عملیات حرارتی مورد بررسی قرار دادند. این محققان مشاهده کردند که تشکیل لایه اکسیدی Fe_3O_4 موجب بهبود خواص خوردگی فولاد می شود.

با توجه به اینکه فولاد Ck67 مصرف فراوانی در صنایع مختلف بخصوص قطعات خودرو دارد و همچنین نظر به اینکه تا کنون در پژوهش های انجام شده پژوهش در ارتباط با بررسی ریزساختار، سختی و خوردگی نمونه های فولادی CK67 انجام نشده است، لذا در پژوهش حاضر به این مهم پرداخته خواهد شد.

در پژوهش حاضر خصوصیات سطحی لایه اعمالی بر فولاد CK67 با استفاده از روش QPQ مورد بررسی قرار گرفت. خواص با استفاده از آزمون‌ها و دستگاه‌های میکروسکوپ نوری، میکروسکوپ الکترونی روبشی،

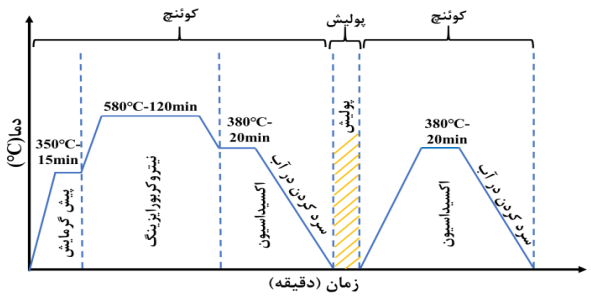
XRD، ریزسختی سنجی، آزمون پاشش نمک (Salt spray) مورد تحقیق قرار گرفت.

مواد اولیه و روش تحقیق

در این پژوهش از شفت‌های فولادی با قطر ۸ میلی متر و طول ۲۰۰ میلی متر و ترکیب شیمیایی مطابق جدول ۱ استفاده شد. نمونه آماده شده قبل از عملیات QPQ توسط دستگاه سنگ زنی بدون محور (centerless grinding machine) تا صافی سطح Ra= 10µm پولیش شدند و سپس با استفاده از الکل، آب مقطر و التراسونیک چربی زدایی و تمیزکاری شدند. ابتدا نمونه ها در دمای ۳۵۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان ۱۵ دقیقه به منظور تبخیر آب موجود در بخش چربی زدایی و همچنین ایجاد یک لایه اکسیدی نازک که به عملیات نیتراسیون کمک می کند، پیش گرم شدند. سپس نمونه ها در کوره QPQ به مدت ۲ ساعت و در دمای ۵۸۰ درجه سانتی گراد قرار گرفتند (عملیات نیتریده کردن در یک حمام نمک نیتریدی انجام شد). سپس بلافاصله بعد از آن اکسیداسیون در دمای ۳۸۰ درجه سانتی گراد و مدت زمان ۲۰ دقیقه انجام شد (عملیات اکسید در یک حمام نمک اکسیدی انجام شد). بعد از عملیات اکسیداسیون نمونه ها پولیش شدند و دوباره بعد از آن عملیات اکسیداسیون با همان شرایط قبلی تکرار شد. فرآیند QPQ انجام شده در این پژوهش بصورت شماتیک در شکل ۱ نشان داده شده است. در شکل ۲ نمونه های فولادی بعد از پولیش و عملیات سخت کاری QPQ نشان داده شده اند. به منظور بررسی خواص ریزساختاری و همچنین ضخامت لایه‌های مختلف تشکیل شده ابتدا نمونه ها توسط محلول اچ آکوا (aqua) (۲۰ میلی لیتر آب مقطر، ۲۰ میلی لیتر HNO_3 و ۲۰ میلی لیتر HCl) به مدت ۱۲۰ ثانیه اچ شدند و سپس توسط میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی مدل TESCAN, VEGA3-XMU مورد بررسی قرار گرفتند. به منظور تشخیص فازهای تشکیل شده بعد از فرایند QPQ از دستگاه آنالیز XRD مدل Bruker استفاده شد. بررسی‌های فازی در این زمینه توسط نرم افزار expert high score انجام شد. به منظور بررسی ریزسختی لایه‌های مختلف تشکیل شده از دستگاه میکروسختی مدل Koopa apparatus با مقدار نیروی ۱۰ گرم و مدت زمان ۱۵ ثانیه استفاده شد. ریزسختی بصورت پروفیل سختی و میانگین سختی در سه بار تکرار این آزمون در هر نقطه گزارش شد. بررسی‌های مقاومت به خوردگی نمونه های فراوری شده توسط آزمون پاشش نمک مطابق استاندارد ASTM B117 در مدت زمان های مختلف انجام شد. در آزمون پاشش نمک از یک محلول حاوی ۵٪ نمک (کلرید سدیم) در آب استفاده می شود. این محلول به طور مداوم و به شکل مه بر روی سطح قطعه اسپری شده و آن را همواره در معرض خوردگی قرار می دهد. قطعه معمولاً در داخل محفظه به طور مرتب دوران داده می شود تا تمامی سطح قطعه به طور یکنواخت به محلول نمک آغشته شود. دمای داخل محفظه در حین انجام تست ثابت نگهداشته می شود. قبل از انجام آزمون لبه های تیز نمونه بصورت کامل ماسک شدند.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد CK67 تعیین شده با استفاده از کوانتومتری

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe
Ck 67	0.06 40	0.2 01	0.6 50	0.0 16	0.0 14	0.0 84	**Balance**



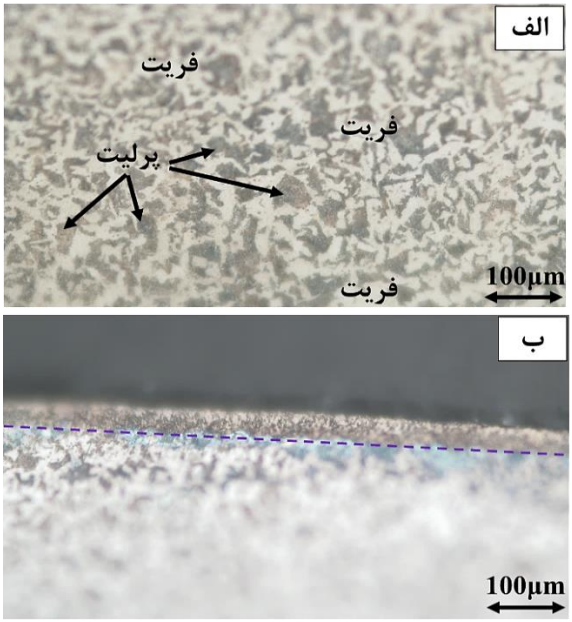
شکل ۱. شماتیک فرآیند QPQ مورد استفاده در این پژوهش

شکل ۲. نمونه ها بعد از فرآیند پولیش و QPQ.

نتایج و بحث

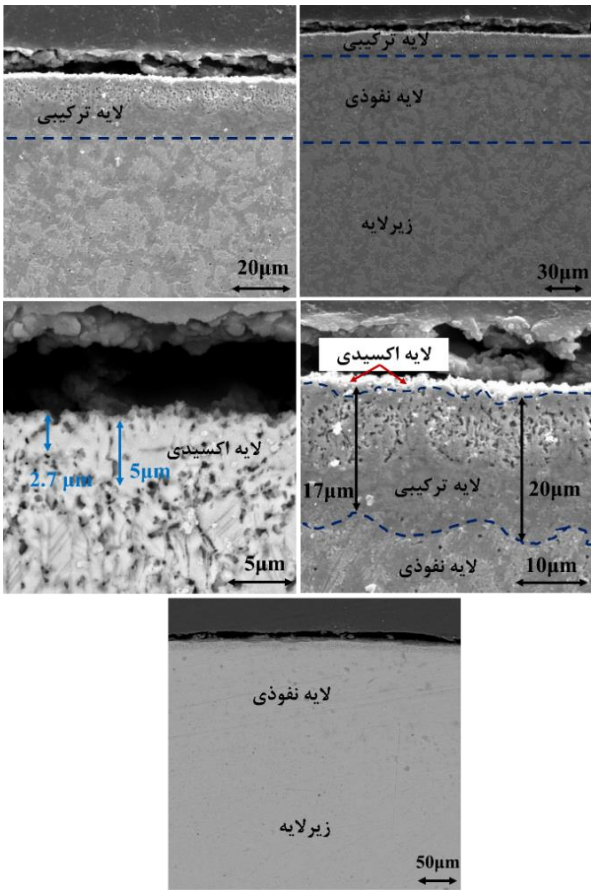
خواص ریزساختاری

شکل ۳ ریزساختار فلزپایه فولاد به کار رفته در پژوهش حاضر را نشان می دهد. مطابق این تصویر، مناطق سفید رنگ فریت و مناطق تیره پرلیت می باشند. مشاهده می شود که لایه یکنواختی بر روی سطح خارجی قطعه ایجاد شده است.



شکل ۳. ریزساختار نمونه فولاد CK67 الف) قبل از عملیات QPQ ب) بعد از عملیات QPQ.

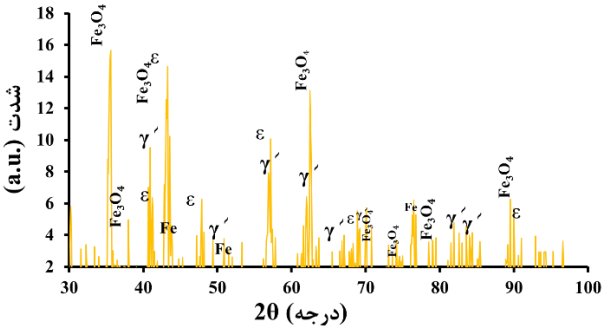
شکل ۴ تصاویر ریزساختاری گرفته شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های بعد از فرآیند QPQ را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود از طرف سطح به مغز قطعه به ترتیب لایه‌های اکسیدی، لایه ترکیبی(لایه سفید)، لایه نفوذی و زیرلایه مشاهده می شوند. به وضوح مشاهده می‌شود که لایه اکسیدی، مگنتیت با ضخامت ۴ میکرومتر می‌باشد که نقش بهبود دهنده مقاومت به خوردگی و سایش را ایفا می کند. لایه ترکیبی یا سفید با ضخامت تقریبی ۱۸ میکرومتر مشاهده می شود. این لایه نیز مانند لایه اکسیدی نقش مهمی را در مقاومت به خوردگی و سایش ایفا می کند[۱]. به وضوح لایه متخلخل در بالای لایه ترکیبی مشاهده می شود که مقدار این لایه متخلخل می‌تواند با افزایش زمان نیتراسیون افزایش یابد. لایه نفوذی لایه‌ای مابین دولایه اکسیدی و ترکیبی می باشد که این لایه نقش مهمی در خواص خستگی ایفا می‌کند [۱, ۹].



شکل ۴. تصاویر SEM نمونه بعد از عملیات QPQ در بزرگنمایی های متفاوت.

آنالیز XRD

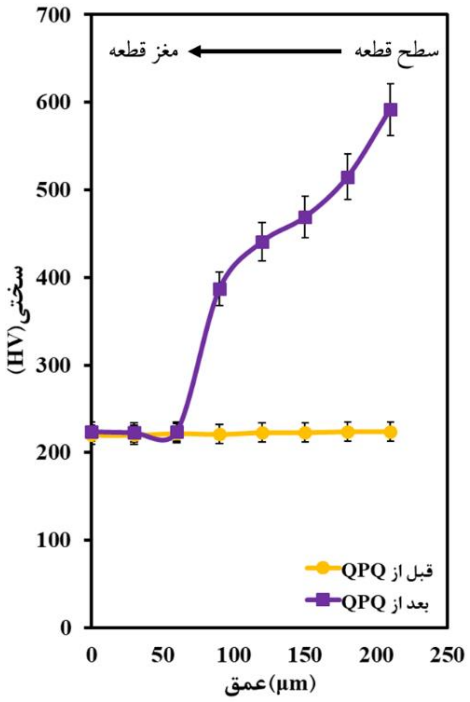
شکل ۵ منحنی تفرق اشعه ایکس نمونه بعد از عملیات QPQ را نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود به وضوح پیک‌های لایه اکسیدی Fe_3O_4 مشاهده می‌شود. همچنین پیک‌های نیتریدی ε و γ' مشاهده می‌شوند[۱, ۸-۱۰]. لازم به ذکر است که حضور پیک آهن نیز ناشی از عبور اشعه ایکس و رسیدن آن به زیرلایه می باشد. برخی از پیک‌ها با نرم افزار اکسپرت قابل تشخیص نبودند که این پیک‌ها ناشی از حضور ترکیبات نیتریدی موجود در لایه نفوذی باشند.



شکل ۵. منحنی تفرق اشعه ایکس فولاد CK67 بعد از عملیات QPQ.

آنالیز ریزسختی

در شکل ۶ نمودار پروفایل ریزسختی نمونه QPQ شده در فواصل مختلف از سطح نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، بیشترین سختی در فواصل نزدیک به سطح یعنی لایه‌های اکسیدی و ترکیبی مشاهده می شود. زیرا نفوذ بیشتر نیتروژن در لایه سطحی منجر به تشکیل لایه ترکیبی (γ' +ε) می شود. این رفتار در پژوهش های انجام شده در این زمینه نیز مشاهده شده است. البته قابل ذکر است که فاز ε دارای انعطاف پذیری کم‌تر، سختی و تردی بیشتر است که همین امر منجر به ایجاد سختی در لایه ترکیبی می‌شود. سپس با افزایش فاصله از سطح لایه نفوذی (دانه‌های درشت تر نسبت به لایه ترکیبی) حاصل شده که می تواند شامل نیتریدهای آهن باشد، سختی کمتری نسبت به لایه ترکیبی دارد. بیشترین مقدار سختی در لایه‌های نزدیک به سطح مشاهده شد که مقدار ۵۸۷ ویکرز می‌باشد که نسبت به فولاد بدون عملیات ۲/۶ برابر افزایش نشان داد. گزارش شده است که در زمان‌های طولانی نیتراسیون (۱۲۰ دقیقه) به سبب اینکه ضخامت لایه ترکیبی افزایش می‌یابد سختی افزایش می‌یابد اما با افزایش بیشتر زمان نیتراسیون به دلیل اینکه نواحی متخلخل ستونی که مناطق loosen نیز نامیده می‌شوند در بالای لایه ترکیبی تشکیل می‌شوند که این امر موجب کاهش سختی در زمان‌های بالای نیتراسیون می‌شود[۱, ۸, ۱۰].

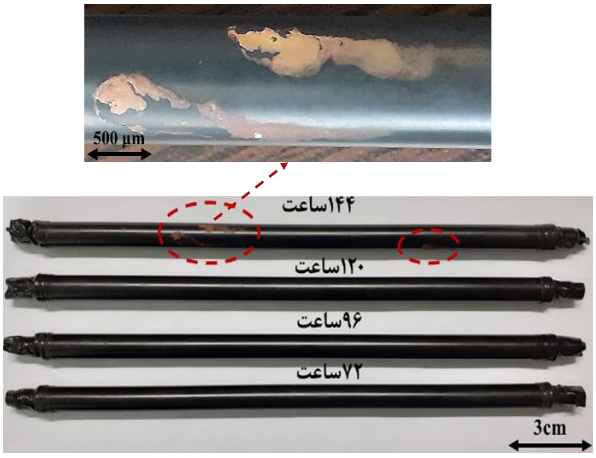


شکل ۶. پروفایل ریزسختی فولاد بعد از عملیات QPQ در فواصل مختلف از سطح.

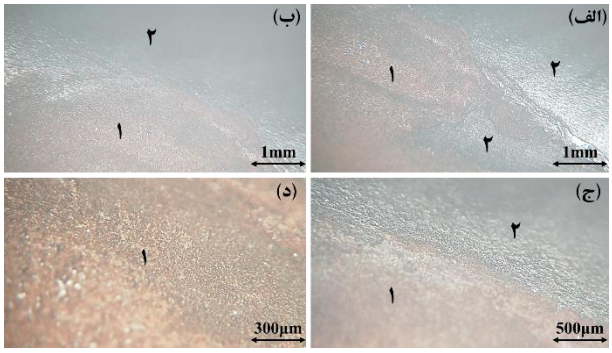
آنالیز مقاومت به خوردگی

شکل ۷ تصاویر نمونه‌های فولادی در معرض آزمون پاشش نمک در زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. همانگونه که مشاهده می‌شود تا ۱۲۰ ساعت آزمون پاشش

نمک هیچ گونه محصول خوردگی مشاهده نمی‌شود اما با افزایش مدت آزمون در ۱۴۴ ساعت محصولات خوردگی (بیضی منقطع) مشاهده می‌شوند. لازم به ذکر است بعد از اندازه گیری وزن از دست رفته نمونه‌ها بعد از آزمون پاشش نمک، نمونه ۱۴۴ ساعت مقدار ۲۰۰ میلی گرم وزن از دست رفته نسبت به نمونه قبل از آزمون پاشش نمک از خود نشان داد. آزمون پاشش نمک کاملا کیفی است و تنها به سبب اینکه آزمونی ساده و سریع می‌باشد استفاده می‌شود. با افزایش زمان آزمون پاشش نمک فیلم اکسیدی مگنتیت شکسته می‌شود و موجب می‌شود تا حفراتی که در بالای لایه ترکیبی هستند در معرض محیط خورنده قرار گیرند و موجب تولید محصولات خوردگی شوند[۱, ۸, ۱۰]. شکل ۸ تصاویر میکروسکوپ نوری سطح فولاد QPQ شده بعد از ۱۴۴ ساعت آزمون پاشش نمک را نشان می‌دهد. در این تصویر نواحی دچار خوردگی با شماره ۱ و نواحی که همچنان سالم مانده و خوردگی مشاهده نمی‌شود با شماره ۲ نشان داده شده اند. مطابق با این تصویر به وضوح رسوب قرمز رنگ مشاهده می‌شود. مطابق با پژوهش‌های مرتبط انجام شده در این زمینه نوع خوردگی رخ داده، خوردگی حفره-ای می‌باشد[۵].



شکل ۷. نمونه های فولادی QPQ شده بعد از زمان های مختلف آزمون خوردگی پاشش نمک.



شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ نوری سطح فولاد QPQ شده بعد از ۱۴۴ ساعت آزمون پاشش نمک در بزرگنمایی های مختلف : الف و ب) بزرگنمایی ۵۰ برابر ج) ۱۰۰برابر و د) ۲۰۰ برابر.

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر شفت فولادی با استفاده از عملیات QPQ در دمای نیتروکربورایزینگ ۵۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت و اکسیداسیون بعد از آن در دمای ۳۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲۰ دقیقه پوشش دهی شد و نتایج مهم این پژوهش به شرح زیر می باشند.

۱- سختی سطحی فولاد بعد از عملیات QPQ (ناحیه اکسیدی) بصورت قابل توجهی افزایش یافت و بیشترین مقدار آن ۵۸۷ ویکرز می باشد که نسبت به سختی فولاد قبل از عملیات تقریبا ۲/۶ برابر افزایش نشان داد.

۲- لایه های اکسیدی، لایه ترکیبی و لایه نفوذی بعد از عملیات بر روی فولاد تشکیل شدند. ضخامت لایه های اکسیدی و ترکیبی به ترتیب ۴ و ۱۸ میکرومتر می باشد.

۳- بررسی خواص خوردگی قطعات در زمان های مختلف آزمون پاشش نمک نشان داد که هیچ نوع زنگ زدگی تا ۱۴۴ ساعت در قطعات مشاهده نمی شود.

تشکر و قدردانی

پژوهش حاضر توسط گروه تحقیق و توسعه شرکت پارت صنعت پایا آذر سپهر انجام شده است. از مدیریت محترم این شرکت به منظور حمایت مالی از این پژوهش تشکر و قدردانی می‌نماییم.

منابع

1. Cai, W., Meng, F., Gao, X. and Hu, J., Effect of Qpq Nitriding Time on Wear and *Corrosion Behavior of 45 Carbon Steel*, Applied Surface Science, 261(2012) 411-414.
2. Lee, T.-H., Oh, C.-S., Lee, M.-K. and Han, S.-W., *Nitride Precipitation in Salt-Bath Nitrided Interstitial-Free Steel*, Materials characterization, 61(10)(2010)975-981.
3. Ramesh, R. and Gnanamoorthy, R., *Effect of Post Oxidation on the Fretting Wear Behavior of Liquid Nitrided En 24 Steel*, Surface and Coatings Technology, 200 (12-13)(2006)3926-3932.
4. Srinivasan, P. B., Krishnakumar, C. and Krishnaraj, N., *Sliding Wear Behavior of Salt Bath Nitrocarburized Medium Carbon Steel*, Journal of materials engineering and performance, 11(2002) 509-515.
5. Zhang, L., Ren, C., Yu, Q., Zhang, J., Sun, S., Ren, Q., Lian, Y., Chen, X. and Gao, W., *Microstructure and Properties of 1cr12ni2wmovnb (Gx-8) Steel Bored Barrels with and without Qpq Treatment*, Surface and Coatings Technology, 315(2017) 95-104.
6. Cajner, F., Landek, D. and Stupnišek Lisac, E., *Improvement of Properties of Steels Applying Salt Bath Nitrocarburizing with Post-Oxidation* Materiali in tehnologije, 37(6) (2003) 333-339.
7. de Andrade Manfridini, A. P., de Godoy, G. C. D. and de Arruda Santos, L., *Structural Characterization of Plasma Nitrided Interstitial-Free Steel at Different Temperatures by Sem, Xrd and Rietveld Method*, Journal of Materials Research and Technology, 6 (1)(2017) 65-70.
8. Jacquet, P., Coudert, J. and Lourdin, P., *How Different Steel Grades React to a Salt Bath Nitrocarburizing and Post-Oxidation Process: Influence of Alloying Elements*, Surface and Coatings Technology, 205 (16) (2011)4064-4067.
9. Marušić, K., Otmačić, H., Landek, D., Cajner, F. and Stupnišek-Lisac, E., *Modification of Carbon Steel Surface by the Tenifer Process of Nitrocarburizing and Post-Oxidation* Surface and Coatings Technology, 201(6)(2006) 3415-3421.
10. Balikci, E. and Yaman, O., *Investigation on Liquid Bath Nitriding of Selected Steels*, Surface engineering, 27(8)(2011) 609-615, 2011.