

تاثیر دمای عملیات زیر صفر بر ساختار و رفتار سایش فولاد سردکار ۱/۲۳۰۴

کامران امینی

دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شهرمجلسی

سعید ناطق

دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات تهران

احمد رضائیان

دانشگاه مک گیل، کانادا

علی شفیعی

دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله : ۸۹/۱/۱۴ - پذیرش مقاله : ۸۹/۶/۲۲)

چکیده

در این تحقیق تاثیر دمای عملیات زیرصفر بر سختی، ریز ساختار، مقاومت سایشی و درصد آستنیت باقیمانده در فولاد ۱/۲۳۰۴ بررسی گردید. بدین منظور از دو دمای زیرصفر: ۸۰- درجه سانتیگراد به عنوان دمای زیرصفر سطحی و ۱۹۶- درجه سانتیگراد به عنوان دمای زیرصفر عمیق استفاده گردید. نتایج نشان داد عملیات زیرصفر باعث افزایش در سختی و کاهش در مقدار آستنیت باقیمانده در مقایسه با عملیات حرارتی متداول می گردد. همچنین افزایش در مقاومت سایشی برای عملیات زیر صفر سطحی و زیر صفر عمیق نسبت به عملیات کوئنچ- تمپر بترتیب در حد ۵ تا ۱۲٪ و ۳۷ تا ۵۲٪ می باشد. مطالعه سطح سایش و محصولات سایش نشان داد که مکانیزم غالب در سایش، چسبان می باشد. در عملیات زیرصفر عمیق تعداد کاربیدها افزایش و سائز کاربیدها کاهش می یابد. بنابراین عملیات زیرصفر عمیق باعث افزایش نیروی محرکه در هسته گذاری کاربیدها می شود. همچنین دمای شروع و پایان استحاله مارتنزیتی در فولاد مذکور با انجام آزمایشهای دیلاتومتری مشخص گردید. نتایج نشان داد دمای شروع (M_s) و پایان (M_f) استحاله مارتنزیتی در این فولاد بترتیب ۲۵۴ و ۹۰- درجه سانتیگراد است.

واژه‌های کلیدی: عملیات زیرصفر، فولاد ۱/۲۳۰۴، مقاومت سایشی، دیلاتومتری.

The effect of temperature of cryogenic treatment on microstructure and wear behavior of 1.2304 cold work steel

K. Amini

Islamic Azad University, Majlesi Branch

S. Nategh

Islamic Azad University, Science and Research Branch, Tehran

A. Shafyei

Isfahan University of Technology

A. Rezaeian

Mc Gill University, Canada

Abstract

In this study, the effect of temperature of cryogenic treatment on hardness, microstructure, wear resistance and percentage of retained austenite of 1/2304 steel were investigated. For this purpose, two different cryogenic temperatures were used: $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ as the shallow cryogenic temperature and $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ as the deep cryogenic temperature. The results revealed that cryogenic treatment, caused an increase in hardness and a decrease in the percentage of the retained austenite compared to the conventionally treated specimen. Shallow cryogenic (SCT) and deep cryogenic (DCT) treatments increased the wear resistance of 5-12 % and 37-52 %, respectively. Moreover, the wear debris and worn surfaces showed that the dominant mechanism in the wear test was adhesive. In the case of deep cryogenic treated specimen, the number of carbides increased while the carbides size was decreased. It was considered that the deep cryogenic treatment increased the driving force for the nucleation of carbides. The martensitic transformation start and finish temperatures were also studied using dilatometry tests. The results showed that the start and finish temperatures of the martensitic transformation were $254\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $-87\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectively.

Keywords: Cryogenic Treatment, 1.2304 Steel, Wear Resistance, Dilatometry.

E-mail of corresponding author: kamini@iaumajlesi.ac.ir

مقدمه

در فولادها با افزایش درصد کربن و عناصر آلیاژی دمای شروع و پایان استحاله مارتنزیتی کاهش پیدا می کند. حتی ممکن است در فولادهای پرآلیاژ و با کربن بالا دمای پایان استحاله مارتنزیتی به کمتر از صفر درجه سانتی گراد برسد به این دلیل بعد از کوئنچ تا دمای محیط در ساختار فولاد آستنیت باقیمانده وجود خواهد داشت. آستنیت باقیمانده فازی نرم است که باعث کاهش سختی، مقاومت سایشی و پایداری ابعادی می گردد [۱]. آستنیت باقیمانده فازی است ناپایدار که در شرایط کاری و اعمال تنش ممکن است به مارتنزیت تبدیل شود. مارتنزیت تازه تشکیل شده تمپر نشده می باشد، بنابراین بسیار ترد و شکننده است. همچنین استحاله مذکور همراه با ۰.۴٪ افزایش حجم است. این افزایش حجم ناخواسته می تواند منجر به اعوجاج و ناپایداری ابعادی گردد [۲-۳]. بنابراین یکی از موضوعات مهم در عملیات حرارتی فولادها کاهش و یا حذف آستنیت باقیمانده است. یکی از روشهای کاهش و یا حذف آستنیت باقیمانده استفاده از عملیات زیر صفر است [۴ و ۵]. سالها پیش ساعت سازان سوئیسی از عملیات زیر صفر برای بهبود مقاومت سایشی و پایداری قطعات ساعت بوسیله نگهداری این قطعات در کوهستانهای آلپ و زیر برف استفاده می نمودند [۶]. اصولاً عملیات حرارتی زیر صفر بر اساس دمای انجام عملیات به دو دسته زیر صفر سطحی^۱ (سردکردن تا دمای °C ۸۰-) و زیر صفر عمیق^۲ (سرد کردن تا دمای °C ۱۹۶-) تقسیم می شود. بیشترین بهبود در خواص زمانی حاصل می شود که عملیات زیر صفر بلافاصله بعد از کوئنچ و قبل از تمپر انجام شود [۷]. در عملیات زیر صفر عمیق علاوه بر استحاله آستنیت باقیمانده به مارتنزیت، کاربیدهای ثانویه بسیار ریزی در ساختار پس از عملیات تمپر ایجاد می شود [۸]. تحقیقات انجام شده نشان می دهد در عملیات زیر صفر عمیق در مقایسه با عملیات حرارتی متداول تعداد کاربیدها افزایش و توزیع

مناسب تری از کاربیدها بوجود می آید [۷-۸]. هوانگ^۳ در فولاد تندبر M2 نشان داد در اثر عملیات زیر صفر عمیق کسر حجمی کاربیدها دو برابر می شود [۹]. در تحقیقی که توسط بنسلی^۴ و همکاران بر روی فولاد کربن دهی شونده EN353 انجام گردید با وجود یکسان بودن سختی در نمونه های زیر صفر عمیق و سطحی، مقاومت سایشی در نمونه های زیر صفر عمیق ۱۵۲٪ بالاتر بود. آنها علت این پدیده را رسوب کاربیدهای ریز در عملیات زیر صفر عمیق بیان کرده اند [۱۰]. منگ^۵ با انجام عملیات زیر صفر بر روی فولاد Fe-12Cr-Mo-V-1.4C با استفاده از آزمون نمونه بر روی چرخ^۶ بهبود مقاومت سایشی را به میزان ۱۱۰-۶۰۰٪ در سرعت های مختلف گزارش کرد. منگ هم چنین نشان داد با وجود عدم تغییر درصد مارتنزیت در دمای °C ۵۰- و °C ۱۸۵- مقاومت سایشی در نمونه ای که عملیات زیر صفر عمیق بر روی آن انجام شده به دلیل رسوب کاربیدهای ریز η (اتا) بهبود بیشتری می یابد. دلیل رسوب این کاربیدها در انقباض شبکه و وارد کردن فشار به اتم های کربن در ترک محل های اولیه می باشد. این کاربیدها باعث افزایش استحکام و چقرمگی فولاد می شوند [۸]. تحقیقات انجام شده نشان می دهد عملیات زیر صفر باعث بهبود سختی [۱۱-۱۳]، بهبود مقاومت سایشی [۱۴-۱۵]، افزایش استحکام خمشی [۱۶]، پایداری ابعادی [۱۷]، افزایش مقاومت خستگی [۱۳] و افزایش تافنس شکست [۱۶] در قطعات فولادی می گردد. فولاد ۱/۲۳۰۴ نوعی فولاد سرد کار می باشد که در ساخت غلطکهای نورد سرد کاربرد دارد. در مورد عملیات زیر صفر این فولاد تحقیقات چندانی انجام نشده است. در تحقیق حاضر تاثیر عملیات زیر صفر سطحی و عمیق بر ریزساختار، رفتار سایشی، سختی و درصد آستنیت باقیمانده در فولاد مذکور مورد بررسی قرار گرفته است. علاوه بر این

³ - Huang

⁴ - Bensely

⁵ - Meng

⁶ - Sample on wheel

¹ - Shallow Cryogenic Treatment (SCT)

² - Deep Cryogenic Treatment (DCT)

کردن نمونه‌ها در عملیات زیر صفر $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ بود. شماتیکی از سیکل عملیات حرارتی برای تهیه نمونه زیر صفر عمیق در شکل ۱ آورده شده است. عملیات تمپر بعد از کوئنچ برای نمونه QT و بعد از کوئنچ- عملیات زیر صفر برای نمونه SCT و DCT در دمای 150°C و تحت اتمسفر محافظ آرگون به مدت ۳ ساعت انجام شد. شماتیکی از مراحل تحقیق در شکل ۲ آورده شده است.

آزمون ریز سختی سنجی نمونه‌ها با استفاده از روش ویکرز و مطابق استاندارد ASTM E384 و ASTM E92 با استفاده از دستگاه ریزسختی سنج ساخت شرکت کوپا و با نیروی 500gf انجام شد. برای بررسی ساختار نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی عبوری Philips CM200 استفاده گردید. بدین منظور ابتدا با پولیش مکانیکی نمونه‌هایی با ضخامت $100\ \mu\text{m}$ میکرومتر آماده شد. سپس نمونه‌هایی به قطر $3\ \text{mm}$ میلیمتر بوسیله پانچ از نمونه اصلی تهیه گردید. در مرحله بعد نمونه‌ها توسط جت پولیش الکترولیتی با ترکیب $35\ \text{mL}$ لیتراسید پرکلریک (HClO_4) و $450\ \text{mL}$ میلی لیتر اتانول در ولتاژ $20\text{--}25\ \text{V}$ و جریان $10\ \text{mA}$ میلی آمپر قرار گرفته و محلول الکترولیت از هر دو طرف بر روی نمونه پاشش گردید تا نمونه بسیار نازک جهت مطالعه ساختار توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری آماده شد.

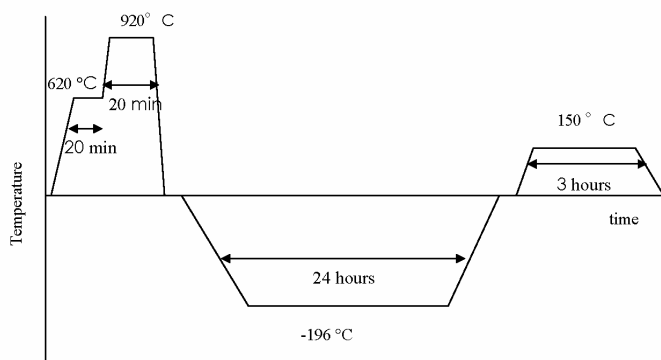
با انجام آزمایشهای دیلاتومتری دمای شروع و پایان استحاله مارتنزیتی در این فولاد تعیین گردید.

روش تحقیق

در جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد ۱/۲۳۰۴ ارایه شده است. برای انجام تستهای دیلاتومتری از دستگاه دیلاتومتر مدل BAH805A/D استفاده گردید. نمونه‌های دیلاتومتری مطابق با استاندارد SEP1681 به صورت استوانه‌هایی به قطر $4\ \text{mm}$ و طول $10\ \text{mm}$ متر تهیه گردیدند. در عملیات حرارتی متداول (QT) نمونه‌ها پس از عملیات پیشگرم در 620°C به مدت $20\ \text{min}$ دقیقه، در دمای 920°C به مدت $20\ \text{min}$ دقیقه تحت اتمسفر گاز آرگون آستنیت و در روغن با دمای 60°C کوئنچ گردیدند. به منظور بررسی تاثیر عملیات زیر صفر سطحی (SCT) و زیر صفر عمیق (DCT) به ترتیب از دماهای 80°C - و 196°C - استفاده شد. در عملیات زیر صفر سطحی نمونه‌ها پس از قرار داده شدن در محیط الکل و نیتروژن مایع تا دمای 80°C - سرد و پس از نگه داری در این دما به مدت $24\ \text{hours}$ ساعت تا دمای محیط گرم شدند. در عملیات زیر صفر عمیق نمونه‌ها تا دمای 196°C - (دمای نیتروژن مایع) سرد شده و در این محیط، عملیات زیر صفر عمیق در مدت زمان $24\ \text{hours}$ ساعت انجام گردید. جهت جلوگیری از شیب تند حرارتی و ایجاد ریز ترک، سرعت گرم و سرد

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد ۱/۲۳۰۴.

%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%P	%S	%Fe
0.8	0.85	0.25	3.06	0.5	0.005	0.009	Bal.

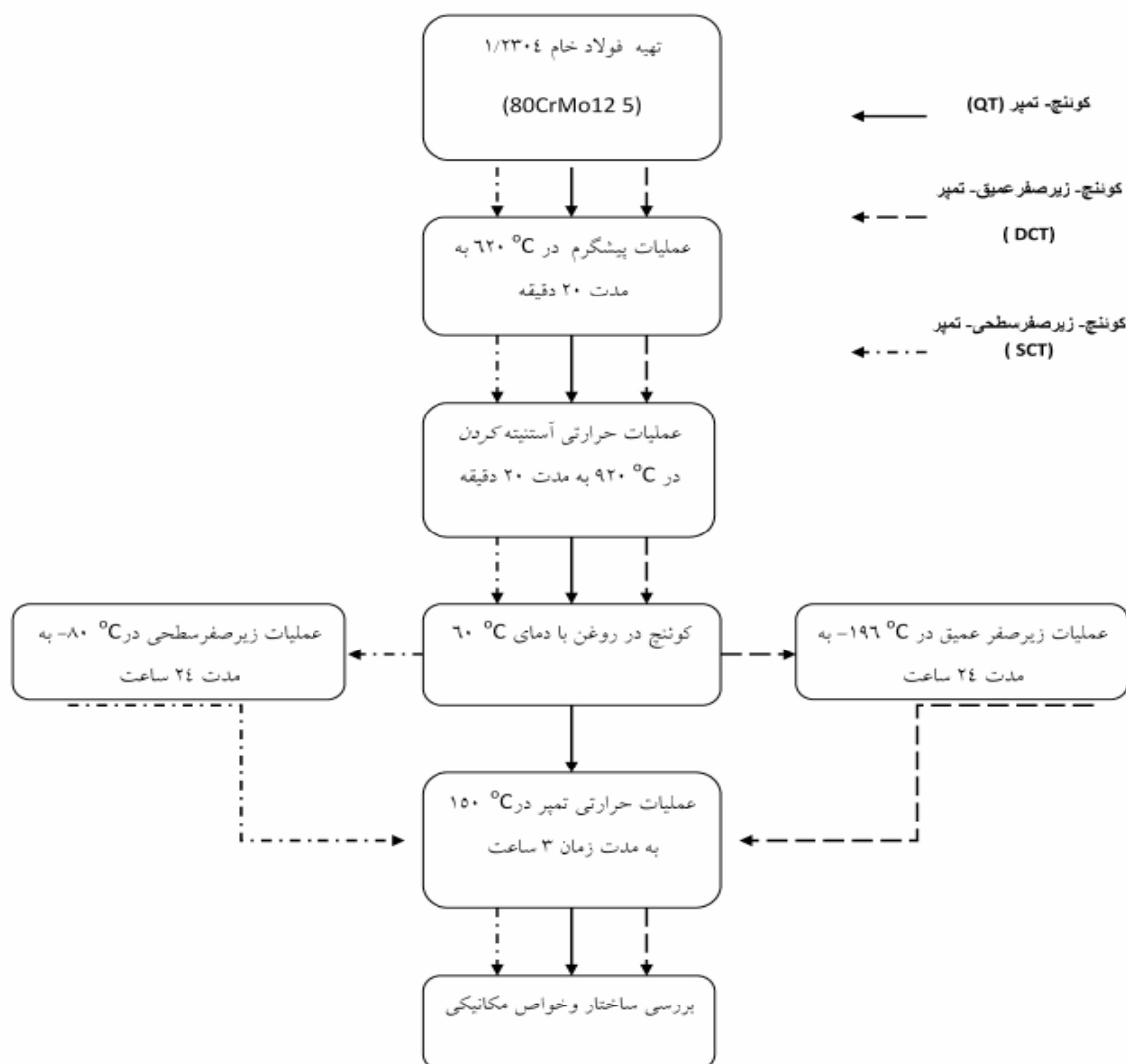


شکل ۱. شماتیکی از سیکل عملیات حرارتی اعمال شده در حالت زیر صفر عمیق.

تعیین شد. در مرحله بعد با توجه به وجود سه فاز آستنیت باقیمانده، مارتنزیت و کاربید و با استفاده از فرمول ۱-۲ درصد آستنیت باقیمانده با فرض $V_{\gamma} + V_M + V_{Carbide} = 1$ محاسبه گردید. در رابطه زیر V_{γ} : درصد حجمی آستنیت باقیمانده، V_C : درصد حجمی کاربید، q : تعداد پیک های آستنیت، P : تعداد پیک های مارتنزیت، I : شدت پراش اشعه X در صفحات $(h k l)$ و R : ضریب تفرق ماده می باشد. برای اندازه گیری درصد فاز کاربید از نرم افزار تحلیل تصویر CLEMEX استفاده گردید.

برای بررسی سطح سایش از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Seron AIS-2100 و برای بررسی ساختار نمونه ها نیز از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل FSEM(JEOL2010) استفاده گردید. بدین منظور از محلول اچ با ترکیب ۱۰۰ میلی لیتر اتانول، ۱۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک و ۵ گرم کلرور مس استفاده شد. اندازه گیری درصد آستنیت باقیمانده با استفاده از پراش پرتو ایکس مطابق با استاندارد ASTM E975-00 و تابش پرتو $CuK\alpha$ انجام گردید [۱۸]. سپس فازهای موجود با استفاده از عناصر اولیه

$$V_{\gamma} = \left[(1 - V_c) \left(1 / q \sum_{j=1}^q (I_{\gamma_j} / R_{\gamma_j}) \right) / \left(1 / q \sum_{j=1}^q (I_{\gamma_j} / R_{\gamma_j}) \right) / \left(1 / p \sum_{i=1}^p (I_{\alpha_i} / R_{\alpha_i}) + 1 / q \sum_{j=1}^q (I_{\gamma_j} / R_{\gamma_j}) \right) \right] \quad (1-2)$$



شکل ۲. مراحل انجام تحقیق.

بنابراین دمای پایان استحاله آستنیتی (AC_3) برابر با ۸۵۱ درجه سانتیگراد می باشد. پس از این با افزایش دما طول نمونه افزایش می یابد. در ادامه نمونه به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۹۲۵ درجه سانتیگراد نگهداری و سپس در مدت ۳ دقیقه تا دمای محیط سرد می شود که در این حین طول نمونه کاهش خواهد یافت تا آنکه در دمای ۲۵۴ درجه سانتیگراد (M_s) دگرگونی مارتزیتی با افزایش طول نمونه شروع خواهد شد و با رسیدن دما به دمای محیط، دگرگونی مارتزیتی متوقف می شود. نمونه بعد از نگهداری در دمای محیط، در مدت ۲ دقیقه تا دمای ۱۵۰- درجه سانتیگراد کوئنچ می گردد. با کاهش دما از دمای محیط طول نمونه کاهش می یابد تا آنکه با فراهم شدن نیروی محرکه لازم، استحاله مارتزیتی در ۵/۵- درجه سانتیگراد با افزایش طول نمونه شروع می شود و تا ۹۰- درجه سانتیگراد افزایش طول نمونه ادامه خواهد داشت. از این پس با کاهش دما، طول نمونه کاهش خواهد یافت. بنابراین دمای پایان استحاله مارتزیتی (M_f) این فولاد که پایان افزایش طول نمونه در حین سرد کردن است ۹۰- درجه سانتیگراد تعیین می شود. در شکل ۴ ناحیه استحاله مارتزیتی در دمای زیر صفر به طور دقیق تری نشان داده شده است. همانطوری که در بالا اشاره گردید تشکیل مارتزیت از آستنیت در ضمن کاهش دما به طور پیوسته انجام می شود. این نوع دگرگونی، احتیاج به فعالیت حرارتی و جابجایی انفرادی آنها ندارد [۱-۳].

برای بررسی تاثیر عملیات زیر صفر بر مقاومت سایشی، آزمون سایش به روش پین بر روی دیسک با پین از جنس فولاد بلبرینگ و سختی HRC ۶۴ و دیسک متحرک در دو نیروی ۱۲۰ و ۱۶۰ نیوتن و در سرعت های ۰/۱، ۰/۱۵ و ۰/۲ متر بر ثانیه و مطابق با استاندارد ASTM G99 انجام شد. آزمون سایش در مسافت ۱۰۰۰ متر در رطوبت هوای $5 \pm 3\%$ و دمای $25 \pm 5^\circ C$ انجام شد. هم چنین نرخ سایش از فرمول زیر (۲-۲) بدست آمد:

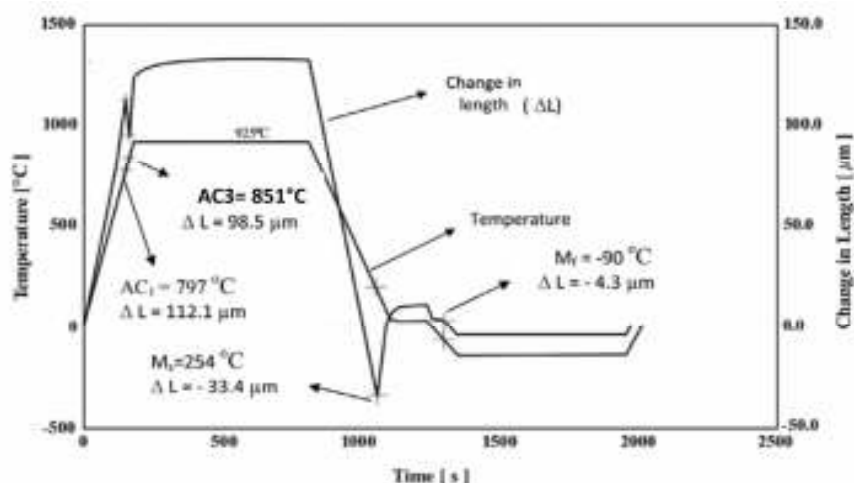
$$W_r = \Delta m / (\rho \times l \times F) \times 10^6 \quad (2-2)$$

در رابطه بالا W_r : نرخ سایش برحسب $\Delta m, mm^3/Nm$; کاهش وزن بر حسب میلی گرم، ρ : چگالی فولاد بر حسب gr/cm^3 ; l : مسافت طی شده بر حسب متر، F : نیروی اعمال شده برحسب نیوتن و ضریب 10^6 : برای تبدیل واحد است.

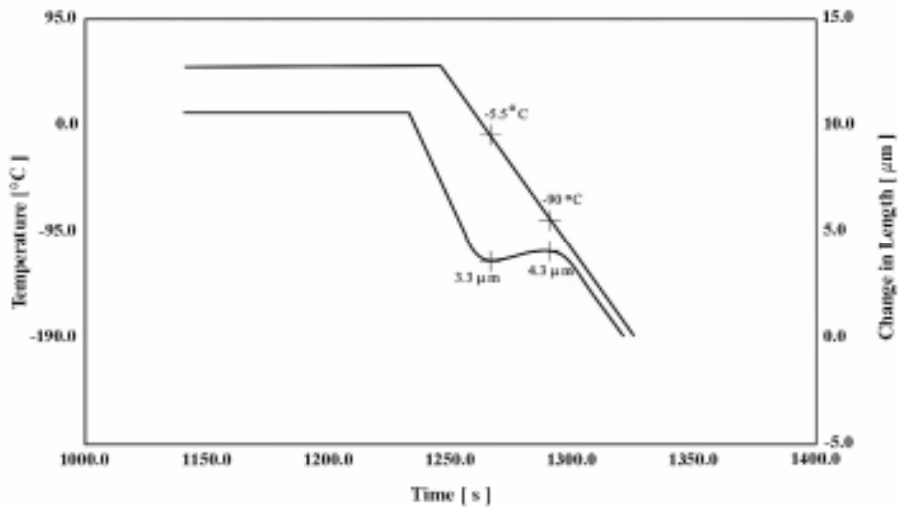
نتایج و بحث

ریزساختار و تحولات ساختاری

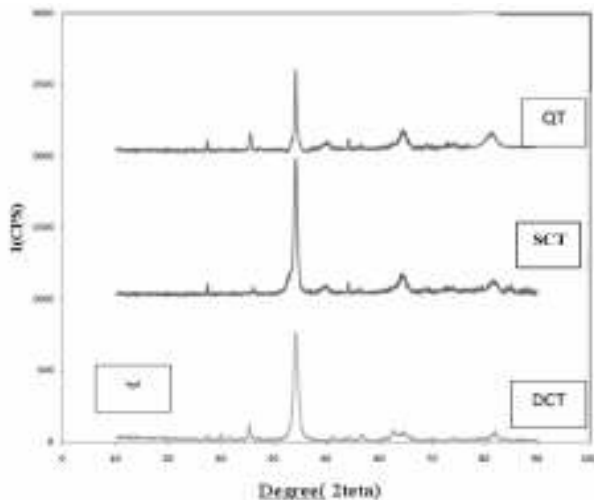
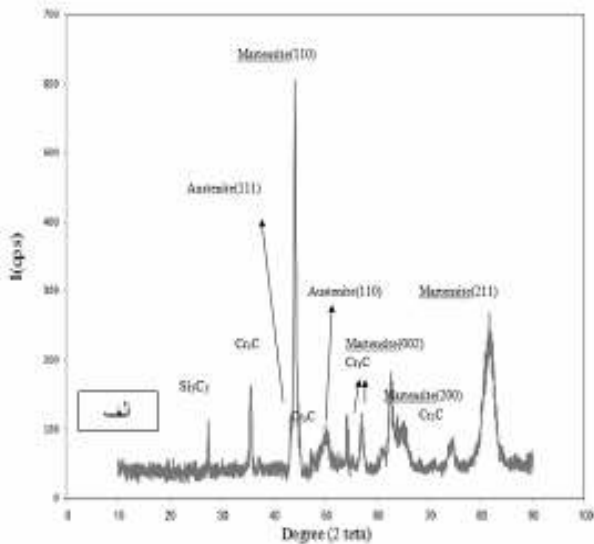
در شکل ۳ نمونه ای از نمودار های دیلاتومتری آورده شده است. همانطوری که مشاهده می گردد با افزایش دما طول نمونه به دلیل انبساط حجمی افزایش می یابد تا آنکه در دمای ۷۹۷ درجه سانتیگراد بدلیل تغییر فاز از ناحیه دو فازی $\alpha + cem$ به ناحیه دو فازی $\alpha + \gamma$ طول نمونه کاهش می یابد، بنابراین دمای شروع استحاله آستنیتی (AC_1) برابر با ۷۹۷ درجه سانتیگراد می باشد. در ادامه با افزایش دما باقیمانده فریت به آستنیت تبدیل می شود.



شکل ۳. نمونه ای از آزمایش های دیلاتومتری انجام شده جهت تعیین دمای شروع و پایان استحاله مارتزیتی.



شکل ۴. استحاله مارتنزیتی در ناحیه زیر صفر.

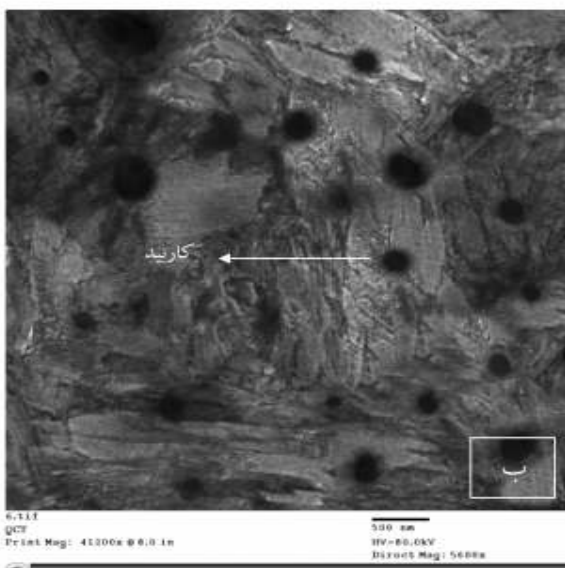
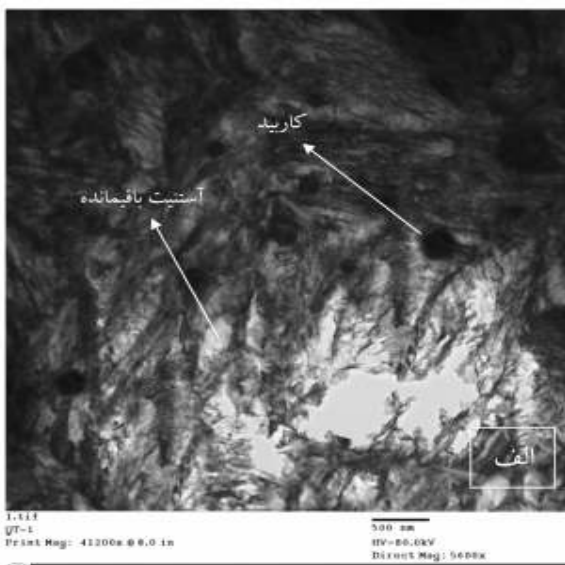


شکل ۵. الگوی پراش پرتو X: الف) نمونه QT و ب) نمونه های QT، SCT، DCT

برای اندازه گیری درصد آستنیت باقیمانده از روش پراش پرتو ایکس مطابق با استاندارد ASTM E975-00 و تابش پرتو $CuK\alpha$ استفاده گردید. همانگونه که در شکل ۵ (الف) نشان داده شده است ساختار میکروسکوپی نمونه ها در حالت عملیات حرارتی متداول شامل مارتنزیت، آستنیت باقیمانده و کاربیدهای از نوع Si_3C_2 و M_3C است. برای بررسی تأثیر عملیات زیر صفر بر مقدار آستنیت باقیمانده، الگوی پراش پرتو X مربوط به نمونه های زیرصفر سطحی (SCT)، زیرصفر عمیق (DCT) و عملیات حرارتی متداول (QT) در شکل ۵ (ب) آورده شده است. کاهش در شدت پیک های (۱۱۱) و (۱۱۰) آستنیت در نمونه های زیرصفر شده در مقایسه با نمونه عملیات حرارتی متداول از شکل ۵ (ب) مشخص است. محاسبه درصد آستنیت باقیمانده با استفاده از رابطه ۱-۲ حاکی از کاهش مقدار آستنیت باقیمانده از ۱۲٪ در عملیات حرارتی متداول به ۶٪ در عملیات زیر صفر سطحی و کمتر از ۱٪ در عملیات زیرصفر عمیق است. کاهش در مقدار آستنیت باقیمانده در اثر عملیات زیرصفر بر روی فولادهای دیگر نیز اثبات شده است [۱۳-۱۴ و ۱۹ و ۲۰].

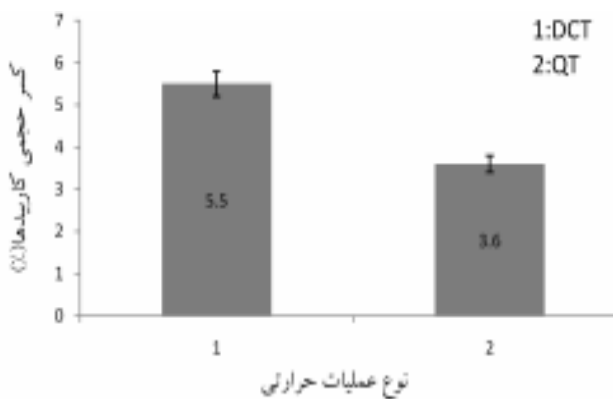
در شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نمونه کوئچ-تمپر شده (شکل ۶ الف) و نمونه کوئچ-زیرصفر عمیق-تمپر (شکل ۶ ب) نشان داده شده است. همانطوری که از شکل ۶ (ب) مشخص است کاربیدهای بسیار ریزی در عملیات زیر صفر عمیق ایجاد شده است که توزیع بسیار مناسبتری در مقایسه با

حرارتی متداول مشخص می باشد. در عملیات زیرصفر سطحی کاربیده‌های ریز ثانویه چندانی ایجاد نمی شود دلیل این مساله در آن است که در عملیات زیرصفر سطحی دما به اندازه کافی پایین نمی باشد تا تنشهای داخلی افزایش یافته و عیوب کریستالی که در واقع محل‌های جوانه زنی غیرهمگن است ایجاد شود [۲۱]. با توجه به نتایج بدست آمده در عملیات زیرصفر سطحی تنها درصد آستنیت باقیمانده کاهش می یابد اما در عملیات زیرصفر عمیق علاوه بر حذف آستنیت باقیمانده، کاربیده‌ها ریزتر شده، کسر حجمی آنها افزایش یافته و توزیع مناسب تری می یابند.

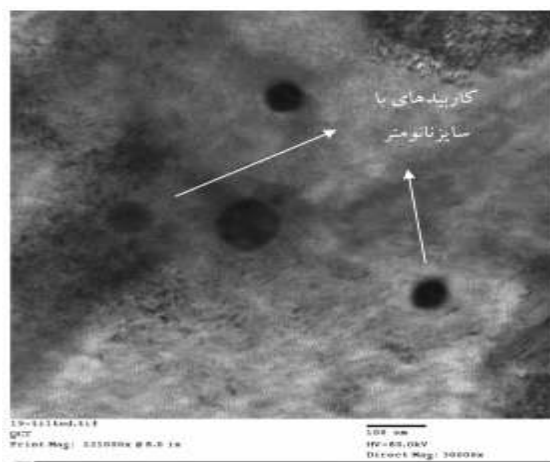


شکل ۶. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری: (الف) نمونه عملیات حرارتی متداول و (ب) نمونه عملیات زیرصفر عمیق.

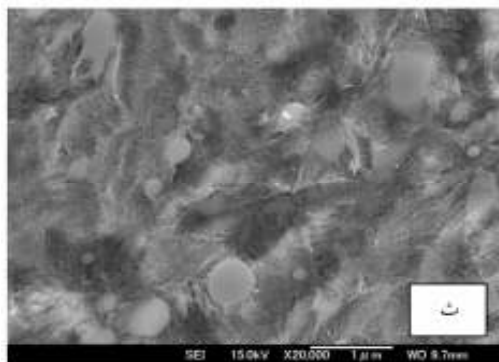
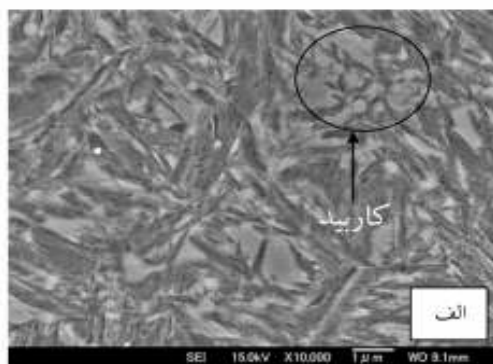
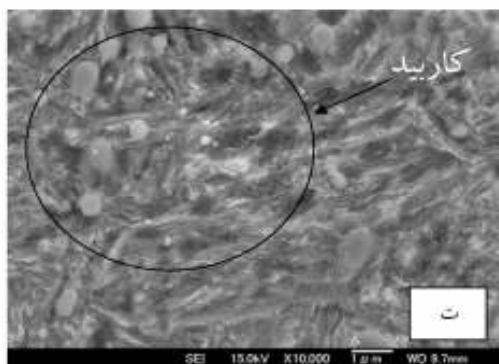
کاربیده‌های عملیات حرارتی متداول دارند. در اثر عملیات زیر صفر دو مکانیزم وارد عمل می شوند: ۱- تبدیل آستنیت باقیمانده به مارتنزیت. ۲- رسوب کاربیده‌های بسیار ریز. علت رسوب این کاربیده‌ها آن است که در حین عملیات زیرصفر بواسطه تنشهای داخلی میکروسکوپی که ناشی از عواملی نظیر اختلاف در ضریب انقباض حرارتی فازهای مختلف و استحاله آستنیت باقیمانده به مارتنزیت است عیوب کریستالی نظیر دوقلوبی و نابجایی بوجود می آیند. تحت این شرایط اگر زمان کافی موجود باشد نفوذ موضعی منجر به خوشه ای شدن کربن و عناصر آلیاژی در نزدیکی این عیوب شبکه ای می شود. از طرفی با کاهش دما فوق اشباع در مارتنزیت افزایش پیدا می کند، لذا اعوجاج شبکه ای و ناپایداری ترمودینامیکی در مارتنزیت افزایش می یابد. هر دو عامل ذکر شده نیروی محرکه ای برای حرکت اتمهای کربن و عناصر آلیاژی در اطراف عیوب کریستالی هستند و موجب بوجود آمدن هسته های بسیار ریزی می شوند. این هسته ها در عملیات تمپر (بعد از عملیات زیرصفر) منجر به ایجاد کاربیده‌های بسیار ریز با سایز نانومتر می شوند. افزایش کسر حجمی این رسوبات دلیل بر نفوذ موضعی اتم های کربن می باشد [۹ و ۱۲ و ۱۴]. در شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از کاربیده‌های با سایز نانومتر در نمونه زیرصفر عمیق شده نشان داده شده است. این کاربیده‌ها عامل اصلی در افزایش سختی و بهبود مقاومت سایشی در نمونه های زیرصفر عمیق شده در مقایسه با عملیات حرارتی متداول می باشند [۱۴]. همانطوری که از شکل ۸ مشخص است کسر حجمی کاربیده‌ها از $0.1 \pm 0.3\%$ در عملیات حرارتی متداول به $0.2 \pm 0.5\%$ در عملیات زیرصفر عمیق می رسد. افزایش در کسر حجمی کاربیده‌ها در اثر عملیات زیرصفر عمیق توسط سایر محققین هم اثبات شده است [۹ و ۱۴]. مقایسه ریز ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه های زیرصفر عمیق و عملیات حرارتی متداول در بزرگنمایی های بالا که در شکل ۹ آورده شده بیانگر توزیع مناسب تر کاربیده‌ها در نمونه زیرصفر عمیق می باشد. همچنین از شکل ۹ حذف آستنیت باقیمانده در نمونه زیرصفر عمیق در مقایسه با نمونه عملیات



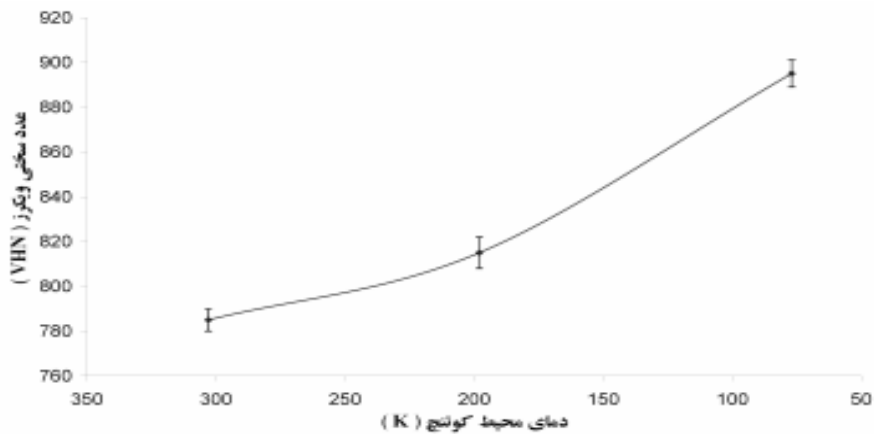
شکل ۸. کسر حجمی کاربیدها در نمونه های عملیات حرارتی متداول و عملیات زیرصفر عمیق.



شکل ۷. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از کاربیدهای با سایز نانومتر در نمونه عملیات زیرصفر عمیق شده.



شکل ۹. ساختار میکروسکوپی الکترونی (الف، ب، پ) نمونه کوئنچ- تمپر در بزرگنمایی های مختلف (ت، ث، ج) نمونه کوئنچ- زیرصفر عمیق - تمپر در بزرگنمایی های مختلف.

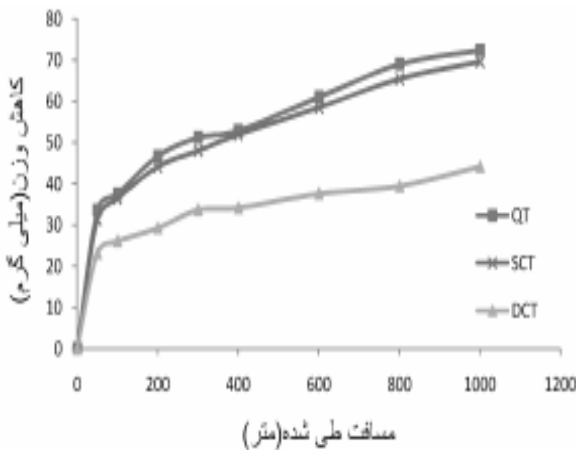


شکل ۱۰. ارتباط سختی - دمای محیط کوئنچ برای نمونه های QT, SCT, DCT.

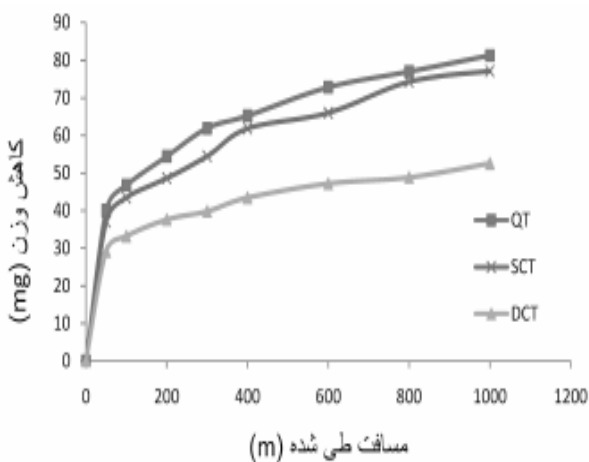
سختی و رفتار سایش

در شکل ۱۰ ارتباط بین سختی و دمای محیط کوئنچ نشان داده شده است. افزایش در سختی در اثر عملیات زیر صفر سطحی با توجه به تبدیل بخشی از آستنیت باقیمانده به مارتنزیت کاملاً قابل توجیه است. افزایش سختی بیشتر در اثر عملیات زیر صفر عمیق در رابطه با استحاله کامل آستنیت باقیمانده به مارتنزیت و رسوب کاربیدهای بسیار ریز و افزایش کسر حجمی این کاربیدها می باشد. افزایش سختی در اثر عملیات زیر صفر توسط سایر محققان نیز اثبات شده است [۱۳ و ۲۰ و ۲۲].

با توجه به نتایج به دست آمده نرخ سایش در اثر عملیات زیر صفر کاهش می یابد. این کاهش در عملیات زیر صفر در سرعت ها و نیرو های مختلف با استفاده از معادله ۲-۲ محاسبه شد و مشخص گردید که میزان بهبود در رفتار سایشی در سرعت ها و نیرو های مختلف در عملیات زیر صفر عمیق بین ۳۷ تا ۵۲٪ و در عملیات زیر صفر سطحی بین ۵ تا ۱۲٪ می باشد. دلیل بهبود بیشتر در عملیات زیر صفر عمیق نسبت به زیر صفر سطحی، حذف آستنیت باقیمانده و توزیع بهتر کاربیدها می باشد [۱۲]. در شکل های ۱۱ و ۱۲ منحنی مسافت طی شده - کاهش وزن در نیروی ۱۶۰ و ۱۲۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه و ۱۶۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه آورده شده است. در این نمودارها کاهش وزن کمتر در نمونه های زیر صفر شده کاملاً مشخص است که این بهبود در نمونه های زیر صفر عمیق شده بالاتر است. در شکل های ۱۳ و ۱۴ ارتباط بین نرخ سایش - سرعت در دینامومتر

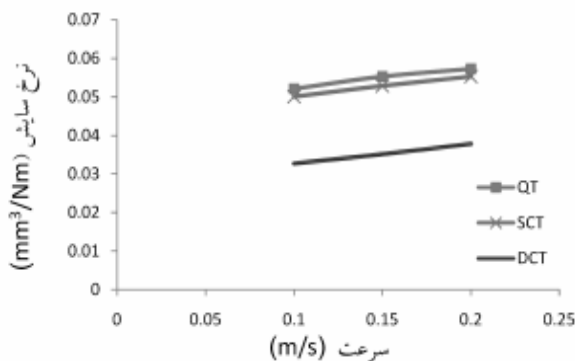


شکل ۱۱. ارتباط بین مسافت طی شده - کاهش وزن در نیروی ۱۲۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.

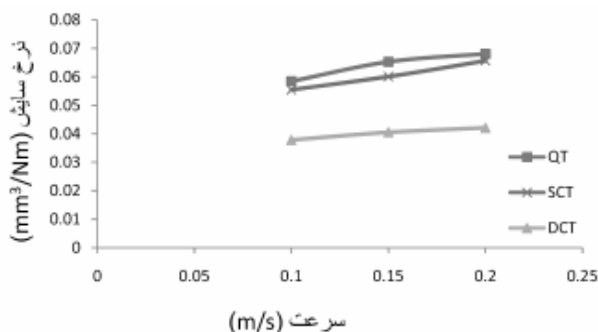


شکل ۱۲. ارتباط بین مسافت طی شده - کاهش وزن در نیروی ۱۶۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.

در عملیات زیر صفر عمیق به دلیل حذف آستنیت باقیمانده و توزیع مناسب تر، ریز شدن و افزایش کسر حجمی کاربید ها [۸] بهبود بیشتری در مقاومت سایشی نسبت به نمونه های زیر صفر سطحی که فقط آستنیت باقیمانده در آنها کاهش یافته است مشاهده می شود. در عملیات زیر صفر عمیق بدلیل کاهش تمایل به میکرو ترک ها بدلیل کاهش تنش های داخلی که نتیجه ریز شدن کاربیدها و توزیع بهتر کاربید ها می باشد مقاومت سایشی افزایش می یابد. به عبارت دیگر دلیل اصلی افزایش در مقاومت سایشی علاوه بر حذف آستنیت باقیمانده به عنوان یک فاز نرم، افزایش درصد کاربیدهای آلیاژی در اثر عملیات زیر صفر عمیق و توزیع یکنواخت تر و همگن تر آنها می باشد. رسوب کاربیدهای ریز نیز باعث کاهش درصد کربن و عناصر آلیاژی در فاز زمینه می شود، بنابراین چقرمگی فاز زمینه افزایش می یابد. مجموعه رسوب کاربیدهای ریز سخت و افزایش چقرمگی زمینه (مارتنزیت) باعث کاهش نرخ سایش در نمونه هایی می شود که عملیات زیر صفر عمیق بر روی آنها انجام شده است [۸ و ۹]. در تحقیقی که توسط داس و همکارانش بر روی فولاد D2 انجام گرفت، مشخص گردید با کاهش دمای محیط زیر صفر، کسر حجمی کاربیدهای ثانویه و سختی افزایش می یابد. همچنین درصد آستنیت باقیمانده کاهش خواهد یافت. بنابراین مقاومت سایشی افزایش می یابد [۲۲].

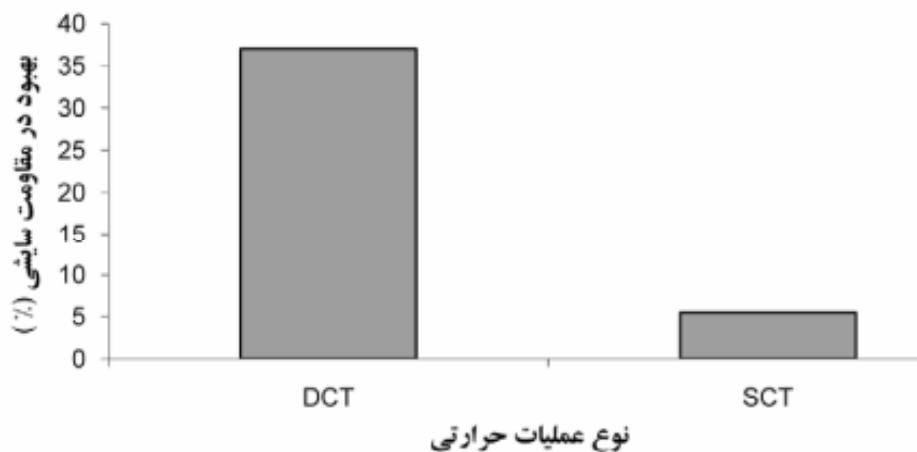


شکل ۱۳. ارتباط بین سرعت- نرخ سایش در نیروی ۱۲۰ نیوتن.

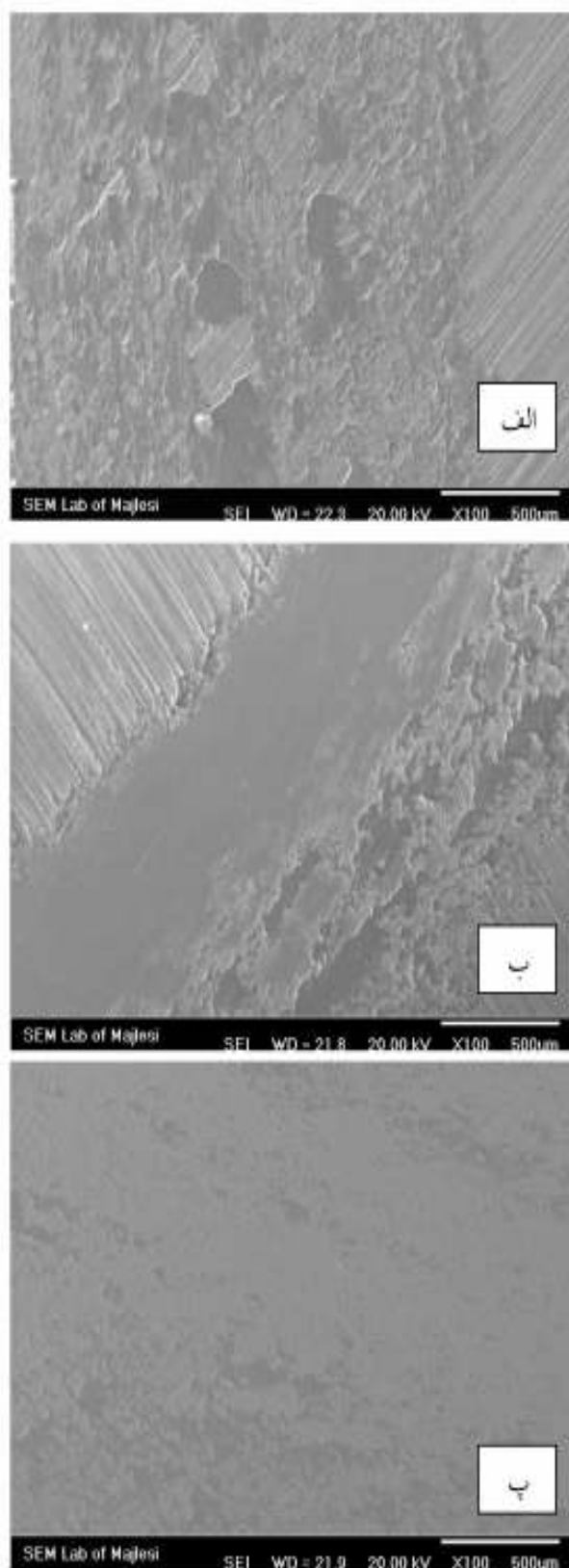


شکل ۱۴. ارتباط بین سرعت- نرخ سایش در نیروی ۱۶۰ نیوتن.

۱۶۰ و ۱۲۰ نیوتن آورده شده است. در اثر افزایش سرعت در تمام نمونه ها نرخ سایش به دلیل برخورد سریعتر سطوح و افزایش دمای موضعی پین و دیسک (نمونه) ناشی از اصطکاک افزایش می یابد. در شکل ۱۵ بهبود در مقاومت سایشی برای نمونه های زیر صفر سطحی و عمیق در مقایسه با عملیات حرارتی متداول آورده شده است.



شکل ۱۵. بهبود در مقاومت سایشی در مقایسه با عملیات حرارتی متداول در نیروی ۱۶۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.



شکل ۱۶. سطح سایش دیسک در نمونه های الف) عملیات حرارتی

متداول، ب) زیر صفر سطحی و پ) زیر صفر عمیق در نیروی

۱۲۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.

برای مشخص شدن مکانیزم سایش، سطح دیسک (نمونه) بوسیله میکروسکوپ الکترونی مورد بررسی قرار گرفت. همانطوری که از شکل ۱۶ مشخص است مکانیزم غالب سایش در نمونه های مورد مطالعه، سایش چسبان می باشد. ذرات چسبیده بر روی سطح به خوبی غالب بودن مکانیزم سایش چسبان را نشان می دهند [۲۳-۲۵]. در اثر عملیات زیر صفر از اندازه و تعداد ذرات برآمده روی سطح (پستی و بلندی های سطحی) که در واقع محصولات حاصل از سایش چسبان می باشند کاسته می شود. این موضوع با توجه به کاهش نرخ سایش در نمونه های زیر صفر شده در مقایسه با نمونه های زیر صفر نشده (عملیات حرارتی متداول) قابل توجیه است. در شکل ۱۷ سطح سایش دیسک (نمونه) در نمونه های عملیات حرارتی متداول و عملیات زیر صفر عمیق در بزرگنمایی بالا آورده شده است. همانطوری که از سطح سایش در نمونه عملیات حرارتی متداول مشخص است لایه های چسبان چند لایه به همراه خراشهایی در سطح مشاهده می شود. حضور این خراشها در ارتباط با وجود فاز نرم آستنیت باقیمانده و سختی کمتر این نمونه می باشد که منجر به وجود مکانیزم سایش خراشان نیز می شود. در نمونه ای که عملیات زیر صفر عمیق بر روی آن انجام شده است تکه های چسبان مشاهده می شود که در مقایسه با نمونه عملیات حرارتی متداول بسیار کمتر و از لایه های چسبان کمتری تشکیل شده است. در تحقیقی که توسط فانتالو^۱ و همکارانش بر روی فولادهای ابزار انجام شده است افزایش کسر حجمی و کاهش فاصله بین کاربیدها باعث کاهش در سایش چسبان شده است [۲۶]. همچنین سایش چسبان دارای تناسب مستقیم با نیروی اعمالی و تناسب عکس با سختی است. یانگ^۲ و همکارانش افزایش سختی در سطح فولاد را عامل اصلی در مقاومت به سایش چسبان دانسته اند [۲۷]. بنابراین در عملیات زیر صفر عمیق بدلیل افزایش سختی ناشی از افزایش کسر حجمی کاربیدها و افزایش درصد مارتنزیت، مقاومت در برابر سایش چسبان افزایش می یابد.

^۱- Fantalvo

^۲- Yang

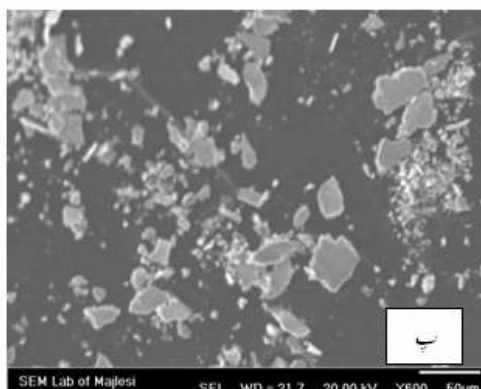
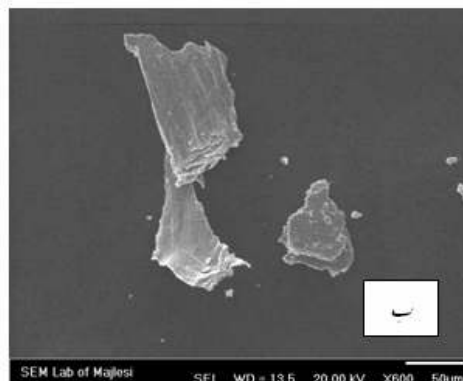
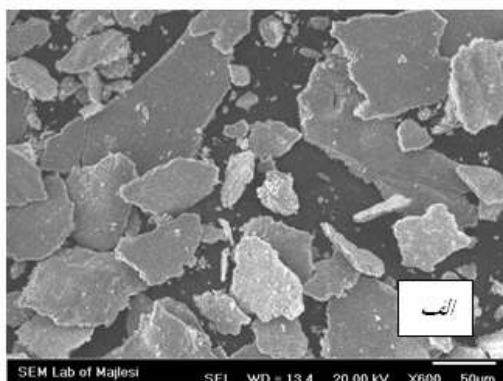
بررسی محصولات سایش توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (شکل ۱۸) ترد بودن این محصولات را به خوبی نشان می دهد. وجود لبه های تیز مویذ ترد بودن محصولات سایش است. با توجه به حذف آستنیت باقیمانده پس از عملیات زیر صفر عمیق وجود محصولات سایش کاملا ترد توجیه می شود. بدلیل کاهش آستنیت باقیمانده در نمونه های زیر صفر سطحی و توزیع بهتر کاربید های آلیاژی و حذف آستنیت باقیمانده در نمونه های زیر صفر عمیق، ذرات حاصل از سایش در این نمونه ها کوچکتر از نمونه هایی می باشد که تحت عملیات حرارتی متداول قرار گرفته اند. ریز شدن محصولات سایش در عملیات زیر صفر توسط محققان دیگر اثبات شده است [۱۴].

نتیجه گیری

۱- دمای شروع و پایان استحالته مارتنزیتی در فولاد ۱/۲۳۰۴ بترتیب ۲۵۴ و ۹۰- درجه سانتیگراد است. بنابراین برای حذف یا کاهش مقدار آستنیت باقیمانده، استفاده از عملیات زیر صفر ضروری است.



شکل ۱۷. سطح سایش دیسک در بزرگنمایی بالا در نمونه های (الف) عملیات حرارتی متداول و (ب) زیر صفر عمیق در نیروی ۱۲۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.



شکل ۱۸. تصویر تهیه شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی از ذرات سایش (الف) نمونه عملیات حرارتی متداول، (ب) نمونه عملیات زیر صفر سطحی و (پ) نمونه زیر صفر عمیق در نیروی ۱۲۰ نیوتن و سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه.

منابع

1. G. E. Totten, *Steel heat treatment equipment and process design*, Taylor and Francis, (2007)55-64.
2. R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, *Physical metallurgy principles*, 3rd ed., PWS Publishing Company, Boston, (1992) 651-668.
3. K. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, 2nd ed., (1984)173-178.
4. L. D. Mohan, S. Renganarayanan and A. Kalanidhi, *Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steel*, *Cryogenics*, 41(2001)149-155.
5. R. F. Barron, *Cryogenic treatment of metals to improve wears resistance*, *Cryogenics*, 22 (1982) 409-413.
6. M. Albert, *Cutting tools in deep freeze*, *Modern Machine Shop*, 64 (1992) 55-61.
7. P.F. Stratton, *Optimising nano-carbide precipitation in tool steels*, *Materials Science and Engineering A*, 809 (2007) 449-451.
8. F. Meng, K. Tagashira, R. Azuma and H. Sohma, *Role of eta-carbide precipitation in the wear resistance improvements of Fe-12-Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment*, *ISIJ International*, 34 (1994) 205-210.
9. J. F. Huang, Y. T. Zhu, X. Z. Liao, I. J. Beyerlein, M. A. Bourje and T. E. Mitchell, *Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel* *Materials Science and Engineering A*, 339(2003)241-244.
10. A. Bensely, A. Prabhakaran, L. D. Mohan and D. Nagarajan, *Enhancing the wear resistance of case carburized steel (EN353) by cryogenic treatment*, *Cryogenics*, 45(2005)754-754.
11. A. Molinari, M. Pellizzari, S. Gialanella, G. Straffelini and K. H. Stiasny, *Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels*, *Journal of Materials Processing Technology*, 118(2001) 350-355.
12. A. Akhbarizadeh, A. Shafyei and M. A. Golozar, *Effects of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel*, *Materials & Design*, 30(2009)3259-3264.
13. S. Zhirafar, A. Rezaeian and M. Pugh, *Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel*, *Journal of Materials Processing Technology*, 186(2007)298-303.
14. D. Das, K. K. Ray and A. K. Dutta, *Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behavior of die steel*, *Wear*, 267(2009)1361-1370.
- ۲- عملیات زیر صفر سطحی و زیر صفر عمیق بترتیب منجر به کاهش درصد آستنیت باقیمانده به ۶٪ و کمتر از ۱٪ می گردد.
- ۳- در عملیات زیر صفر عمیق کاربردهای بسیار ریزی بوجود می آید. علاوه بر این کسر حجمی این کاربردها افزایش و توزیع مناسب تری از کاربردها در مقایسه با عملیات حرارتی متداول ایجاد می شود.
- ۴- در اثر عملیات زیر صفر، سختی نسبت به عملیات حرارتی متداول افزایش می یابد. این افزایش در سختی و یکرز در عملیات زیر صفر سطحی در حد ۳/۸٪ است که مربوط به افزایش درصد مارتنزیت است. اما افزایش در سختی و یکرز در عملیات زیر صفر عمیق در حد ۱۵٪ است که مربوط به افزایش بیشتر در درصد مارتنزیت و رسوب کاربردهای بسیار ریز پس از عملیات زیر صفر عمیق و در عملیات تمپر بعدی است.
- ۵- افزایش مقاومت سایشی در نیروها و سرعتهای مورد آزمایش برای عملیات زیر صفر سطحی و زیر صفر عمیق نسبت به عملیات حرارتی متداول بترتیب در حد ۵ تا ۱۲٪ و ۳۷ تا ۵۲٪ می باشد. افزایش بیشتر در مقاومت سایشی در عملیات زیر صفر عمیق مربوط به رسوب کاربردهای بسیار ریز و استحاله کامل آستنیت باقیمانده به مارتنزیت است.
- ۶- مکانیزم غالب سایش در نمونه های مختلف، سایش چسبان می باشد که در اثر عملیات زیر صفر بدلیل افزایش سختی از میزان سایش چسبان کاسته می شود.
15. P. Stratton and M. Graf, *The effect of deep cold induced nano - carbides on the wear of case hardened components*, *Cryogenics*, 49(2009)346-349.
16. D. Yun, L. Xiaoping and X. Hongshen, *Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism*, *Heat Treatment of Metals*, 3(1998)55-59.
17. C. H. Surberg, P. Stratton and K. Lingenhole, *The effect of some heat treatment parameters on the dimensional stability of AISI D2*, *Cryogenics*, 48(2008)42-47.
18. ASTM E975-00: *Standard practice for X-Ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation*,

- ASTM Book of Standards, V 03.01, West Conshohocken, PA, United States, (2004).
19. L. Shaohong, X. Yinzi and W. Xiaochun, *Hardness and toughness investigations of deep cryogenic treated cold work die steel*, Cryogenics, in press, (2010).
 20. S. Harish, A. Bensely, L. D. Mohan, A. Rajadurai and B. Lenkey, *Microstructural study of cryogenically treated En31 bearing steel*, Journal of Materials Processing Technology, 209(2009)3351-3357.
 21. P. Baldissera and C. Delprete, *Effects of deep cryogenic treatment on static mechanical properties of 18NiCrMo5 carburized steel*, Materials & Design., 30(2009)1435-1440.
 22. D. Das, A. K. Dutta and K. K. Ray, *Influence of Varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel*, Wear, 266(2009)297-309.
 23. J. Yang, Y. Liu, Z. Ye, D. Yang and S. He, *Microstructure and tribological characteristics of nitrated layer on 2Cr13 steel in air and vacuum*, Surface and Coatings Technology, 204(2009)705-712.
 24. F. Velasco, M. A. Martinez, R. Calabres, A. Bautista and J. Abenojar, *Friction of PM ferritic stainless steels at temperatures up to 300°C*, Tribology International, 42(2009)1192-1205.
 25. A. Ben Cheikh Larbi, A. Cherif and M. A. Tarres, *Improvement of the adhesive wear resistance of steel by nitriding quantified by the energy dissipated in friction*, Wear, 258(2005)712-718.
 26. G. A. Fantalvo, R. Humer, C. Mittere, K. Sammt and L. Schemmel, *Microstructure aspects determining the adhesive wear of tool steel*, Wear, 260(2006)1028-1034.
 27. J. Yang, Z. Ye, Yong Liu, D. Yang and He. Shiyu, *Microstructural and tribological characterization of plasma- and gas-nitrated 2Cr13 steel in vacuum*, Materials & Design, in press, (2010).