

Application of Response Surface Method to Optimize Thickness and Hardness of Chromium Carbide Coatings Created by Thermo-Reactive Diffusion (TRD)

Mehran Tadayonsaidi¹, *Babak Ghorbanian²

1- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Iran.

2- PhD graduate, Department of Materials Engineering, Semnan University, Semnan, Iran.

Citation: Tadayonsaidi M, Ghorbanian B. Application of Response Surface Method to Optimize Thickness and Hardness of Chromium Carbide Coatings Created by Thermo-Reactive Diffusion (TRD). Metallurgical Engineering 2020; 23(3): 235-244 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.116769.1275>

doi: <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.116769.1275>

ABSTRACT

by Thermo-Reactive Diffusion is one of the methods to modify the surface properties or change the chemical composition of the surface in which, through the penetration of chromium element through the coating atmosphere and the carbon atom of the substrate by the diffusion process react with each other and due to low The energy of carbide formation creates a hard and dense coating of chromium carbide on the steel surface. To make chromium carbide, the sample is placed in a mixture of ferrochrome, borax and boric acid. To obtain the optimal state of three variables of temperature (in three levels of 980, 1000 and 1020 ° C), time (in three levels of 2, 6 and 10 hours) and distance of the sample from the molten surface (in three levels of 1/4 h, 1/2 h and 3/4 h) were used. The results show that the hardness of coating is about 1300-2800 Vickers and the thickness is about 40 microns. The results for the optimal state show that the highest probability of the optimal state was obtained at 9.26 h, 1020 ° C and 0.75 h distance from the molten surface. The optimal output results obtained from the mentioned conditions are a thickness of about 37 microns and a hardness of about 2650 Vickers, the achievement of these results was reported to be about 99%. The obtained results were validated with real value which is consistent with experimental values at 95% level. Height from the molten surface has the greatest effect on thickness and hardness.

Keywords: by Thermo-Reactive Diffusion (TRD), Response surface method, Chromium carbide coating.

Received: 18 January 2020

Accepted: 11 April 2021

■ ■
* Corresponding Author:

Babak Ghorbanian, PhD

Address: Department of Materials Engineering, Semnan University, Semnan, Iran.

Tel: +98 (9058541803)

E-mail: ghorbanian.babak@semnan.ac.ir

کاربرد روش سطح پاسخ در بهینه سازی ضخامت و سختی پوشش کروم ایجاد شده به روش حمام نمک مذاب (TRD)

مهران تدین سعیدی^۱، بابک قربانیان^۲

۱- استادیار، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران.

۲- دانش آموخته دکتری، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه سمنان، سمنان، ایران.

چکیده

فرایند رسوب و نفوذ حرارتی یکی از روش های اصلاح خواص سطحی یا تغییر ترکیب شیمیایی سطح است که در آن، از طریق نفوذ عنصر کروم از طریق اتمسفر پوشش دهی و اتم کربن زیر لایه توسط فرآیند نفوذ با یکدیگر واکنش می دهند و به دلیل پایین بودن انرژی ایجاد کاربید، باعث ایجاد پوشش سخت و متراکم کاربید کروم روی سطح فولاد می شود. برای ایجاد کاربید کروم نمونه در مخلوطی از اکسید کروم، بوراکس و آلومینیم قرار می گیرد. برای بدست آوردن حالت بهینه از سه متغیر دما (در سه سطح ۹۸۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۲۰ درجه سانتی گراد)، زمان (در سه سطح ۶، ۱۰ و ۱۲ ساعت) و فاصله نمونه از سطح مذاب (در سه سطح $\frac{1}{4}h$ ، $\frac{1}{2}h$ و $\frac{3}{4}h$) استفاده شد. نتایج نشان می دهد که پوشش ایجاد شده سختی در حدود ۱۳۰۰-۲۸۰۰ ویکرز و ضخامتی در حدود ۴۰ میکرون دارد. نتایج برای حالت بهینه نشان می دهد که بیشترین احتمال حالت بهینه در زمان ۹/۲۶ ساعت، دمای ۱۰۲۰ درجه و فاصله ۰/۷۵ h از سطح مذاب حاصل شد. بهینه نتایج خروجی بدست آمده از شرایط مذکور، ضخامتی در حدود ۳۷ میکرون و سختی در حدود ۲۶۵۰ ویکرز است که درصد دستیابی به این نتایج در حدود ۹۹٪ گزارش شد. نتایج بدست آمده با مقدار واقعی صحت سنجی شد که در سطح ۹۵ درصد نتایج با مقادیر تجربی همخوانی دارد. ارتفاع از سطح مذاب بیشترین تاثیر را در ضخامت و سختی دارد.

واژه های کلیدی: روش حمام نمک مذاب (TRD)، روش سطح پاسخ، پوشش کاربید کروم

دریافت: ۱۳۹۸/۱۰/۲۸ | پذیرش: ۱۴۰۰/۰۱/۲۲

۱. مقدمه

فرآیند ایجاد کاربید کروم یک روش ترموشیمیایی-نفوذی در دمای بالا است که به دلیل افزایش مقاومت به خوردگی، اکسیداسیون و سایش ماشین آلات و ابزارهای برشی به طور گسترده در صنعت کاربرد دارد. روش های مختلفی برای انجام فرآیند نفوذی ایجاد کاربید کروم وجود دارد. در این فرآیند، عناصر کاربیدزا مانند وانادیوم، نیوبیوم، کروم، تیتانیوم و مولیبدن با اتم های کربن زیرلایه توسط فرآیند نفوذ با یکدیگر واکنش داده و به دلیل پایین بودن انرژی آزاد تشکیل کاربید، باعث ایجاد پوشش سخت و متراکم کاربیدی می شوند [۱۰]. مسأله اصلی و قابل توجه در این روش، حصول اطمینان از دفع کامل اکسیدها از سطح مورد نظر و امکان خیس کردن زیرلایه توسط فلز پوششی می باشد [۱۴]. به طور کلی کار کردن در حمام های نمک مذاب دارای مزایای متعددی است از جمله: کاهش اعوجاج، توزیع یکنواخت محیط مذاب در تمام نقاط قطعه و در نتیجه ایجاد پوشش در همه جای قطعه

با توجه به خواص فیزیکی و مکانیکی بسیار خوب لایه های کاربیدی و به دلیل بهبود مقاومت سایشی و مقاومت خوردگی توسط این لایه ها، پوشش های لایه کاربیدی اخیراً در صنعت از اهمیت بسیار زیادی برخوردارند و اغلب در قالب های مختلفی مثل فورج گرم، فورج سرد، اکستروژن، قالب های ریخته گری، قالب های کشش سیم و لوله، قالب های متالورژی پودر، قالب های پلاستیک و لاستیک، ابزارهای برشی و به طور کلی تمام ابزاری که در معرض سایش هستند به کار می رود [۵-۱].

علاوه بر مقاومت پوشش های کاربیدی می توان سختی بالای این پوشش ها اشاره کرد. پوشش های کاربیدی سختی بسیار بالاتر از فولاد دارد و در مواقعی که نیاز به سطح سخت است می توان با روش هایی که این پوشش ها را ایجاد کرد سختی سطحی بالایی در قطعه مورد نظر ایجاد کرد [۵-۹].

* نویسنده مسئول:

دکتر بابک قربانیان

نشانی: سمنان، دانشگاه سمنان، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی.

تلفن: ۰۵۸۵۴۱۸۰۳ (۹۸+)

پست الکترونیکی: ghorbanian.babak@semnan.ac.ir

مذاب، به علت عدم تبخیر، از نقطه نظر زیست محیطی نسبت به روش‌های دیگر برتری دارد. اساس کار این سیستم اضافه نمودن پودر عناصر آلیاژی کاربیدزا به بوراکس مذاب و در این تحقیق، کروم است. این عناصر کاربیدزا به راحتی در حمام حل می‌شوند و در تماس با کربن روی سطح زیرلایه قرار می‌گیرند و پوشش را ایجاد می‌کنند. مواد تشکیل‌دهنده حمام نمک شامل ۱۰٪ وزنی اکسید کروم، ۱۰٪ وزنی آلومینیم (با تبدیل اکسید کروم به کروم اکسید آزاد می‌شود. اکسید آزاد شده می‌تواند سطح نمونه را اکسید کند در نتیجه برای حذف اکسید از آلومینیم استفاده می‌شود. در طی فرآیند اکسید آزاد شده با آلومینیم واکنش داده و به صورت آلومینا در حمام نمک ته نشین می‌شود.) و ۸۰٪ وزنی بوراکس است. انتخاب این اعداد بر اساس تحقیق انجام شده در سال ۱۳۹۶ توسط تجلی و قربانیان [۱۶] است، که در آن حمام نمک بهینه بدست آمده بود.

برای آماده‌سازی حمام نمک، ابتدا درصدهای وزنی مورد نظر از مواد حمام نمک، متناسب با حجم بوتله حمام نمک (در تحقیق حاضر حجم بوتله ۰/۵ لیتر بود) به دقت توزین شده است. دمای کوره جهت جلوگیری از ایجاد شوک و حفاظت از آن به تدریج بالا برده شده و نهایتاً بر دمایی در بازه ۹۸۰-۱۰۲۰ درجه سانتی‌گراد تنظیم شده است. بوراکس، اکسید کروم و آلومینیم به ترتیب وارد بوتله شده و در هر مرحله تا چندین دقیقه عمل هم‌زدن انجام شده است. در هر مرحله پس از افزودن مواد به حمام نمک مذاب، به دلیل اکسیداسیون سطحی جرقه زده می‌شد. پس از آماده‌سازی حمام نمک مذاب و در حین فرآیند پوشش‌دهی، دمای حمام مذاب با استفاده از ترموکوپل دستی Ni-NiCr کنترل شده است.

شرح عملی آزمایش

پس از آماده‌سازی نمونه‌ها و حمام نمک بوراکس در بوتله FFB در کوره الکتریکی دمای بالا، نمونه‌ها توسط سیم‌های مقاوم به حرارت در حمام نمک مذاب آویخته شده‌اند. حمام نمک مذاب هر سی دقیقه جهت جلوگیری از ته‌نشین شدن مواد در سطح مذاب و پخش شدن در مذاب، به آرامی هم زده شده‌اند تا مواد و اضافات چسبیده به سطح نمونه‌ها نیز جدا شده و باعث ایجاد تخلخل در پوشش نگردند. دمای حمام نمک مذاب در حین فرآیند پوشش‌دهی، با استفاده از ترموکوپل دستی Ni-NiCr کنترل شده است. دمای حمام نمک عموماً ۱۰-۲۰ درجه سانتی‌گراد بالای درجه حرارت آستنیتیز کردن و زمان فرآیند معمولاً ۲-۱۰ ساعت انتخاب شده‌اند. به دلیل استفاده از حمام نمک بوراکس اتمسفر محافظ لازم نیست. پس از پایان فرآیند پوشش‌دهی، نمونه‌ها پس از خروج از حمام نمک مذاب بلافاصله در روغن سرد شده‌اند. یک مخزن آب گرم با همزن برای شستشوی نمک‌های چسبیده به قطعات به کار می‌رود.

به طور یکنواخت. لذا قطعات با شکل‌های پیچیده را می‌توان به خوبی در حمام‌های نمک پوشش داد. به علاوه، این حمام‌ها پایداری حرارتی خوبی دارند و تا مدت‌های طولانی می‌توان از آن‌ها استفاده کرد. هم‌چنین مزایای دیگری نظیر سادگی و ارزان قیمت بودن تجهیزات و مواد اولیه در روش مذاب، باعث شده است که این روش در حد وسیعی برای پوشش دادن انواع قطعات مهندسی مورد استفاده قرار گیرد [۱۲-۱۵].

بررسی‌های صورت گرفته در منابع موجود در زمینه ایجاد پوشش‌های کاربردی نشان می‌دهد که بیشتر این تحقیقات به بررسی خواص مکانیکی و سایشی پوشش با تغییر در پارامترها پرداخته‌اند و نبود یک مدل ریاضی برای کاهش تعداد خطاها از مهمترین شکاف‌های موجود در این زمینه است. تحقیقات حاضر در تلاش است که علاوه بر ارائه مدل، به بهینه‌سازی پوشش به صورت ریاضی و آماری بپردازد. به عبارت دیگر در پژوهش حاضر به بهینه‌سازی ضخامت و سختی پوشش کاربرد کروم ایجاد شده به روش حمام نمک مذاب به کمک طراحی آزمایش RSM تمرکز شده است.

۲. مواد و روش تحقیق

نمونه‌های استفاده شده جهت پوشش‌دهی از جنس فولاد ابزار سردکار پرکروم، پرکربن از فولادهای رایج در صنعت انتخاب شده که آنالیز ترکیب شیمیایی (گرفته شده به روش کوانتومتری) آن‌ها در جدول ۱ آورده شده است. (لازم به ذکر است که فولادهای زیر لایه قبل از انجام پژوهش بدون هیچ عملیات حرارتی و یا کار مکانیکی بود. فولاد خام دارای سختی در حدود ۲۸۱ ویکرز است. اندازه دانه‌های زیر ساختار فولاد تقریباً ۲۵ میکرون تخمین زده شد.)

جدول ۱. آنالیز ترکیب شیمیایی فولادها

شماره استاندارد							درصد وزنی عناصر
V	Mo	Cr	Mn	Si	C	AISI	DIN
۰/۸۸	۱/۰	۱۲/۰۰	۰/۴۰	۰/۳۵	۱/۵۳	D2	۲۳۷۹،۱

نمونه‌ها با مقاطع دایره‌ای شکل با ابعاد تقریبی یک سانتی‌متر بریده شده (نمونه‌های دایره‌ای دارای قطر ۱ سانتی‌متر و طول ۱ سانتی‌متر بودند)، سپس جهت آویختن در حمام نمک مذاب به وسیله سیم نسوز کنتال، سوراخ زده شده‌اند. سطوح نمونه‌ها، جهت آماده‌سازی و نیز رسیدن به شرایط یکسان، با سنباده‌ی کاربرد سیلیسیم تا شماره‌ی ۱۲۰۰ سنباده زده شده‌اند.

آماده‌سازی حمام نمک مذاب

این فرآیند در حمام مذاب بوراکس انجام گرفته که این حمام

تجهیزات

پوشش کاربید کروم همانند دیگر پوشش های کاربیدی یک پوشش سخت و مقاوم به سایش است. مهمترین کاربرد این پوشش در قالب ها و مواردی است که نمونه با سایش روبرو است، می باشد.

به عبارت دیگر در طی این فرآیند پوشش سرامیکی کاربید کروم بر روی سطح نمونه ایجاد شده است. نمونه های پوشش داده شده پس از فرآیند پوشش دهی و تمیزکاری در آب جوش، مانع شده اند و سپس جهت بررسی ساختار و ضخامت لایه ی پوشش، توسط دستگاه سنگ زنی، مقطع عرضی زده شده اند. نمونه ها با سنباده ی کاربید سیلیسیم تا شماره ی ۳۰۰۰ سنباده زده شده و با استفاده از محلول آلومینا پولیش شده اند. باید توجه داشت که لایه ی کاربیدی ترد بوده و سنگ و سنباده ی زیر می تواند باعث شکستن پوشش به ویژه در لبه های تیز نمونه گردد. نمونه ها با استفاده از محلول اچانت پیکرال با ترکیب شیمیایی $C_6H_3N_3O_7$ (۴۹ میلی لیتر اسید پیکریک و ۱۰۰ میلی لیتر الکل اتیلیک) به مدت ۵ دقیقه اچ شده اند. پوشش کروماینک مقاومت خوب در برابر خوردگی اسیدها دارد و مانند فلز زمینه اچ نمی شود به همین دلیل به وضوح زیر میکروسکوپ قابل مشاهده است. ساختار لایه ی پوشش با استفاده از میکروسکوپ الکترونی OLYMPUS با مدل JEOL- JXA- 840 مشاهده شده است. ضخامت لایه ی پوشش با استفاده از میکروسکوپ الکترونی OLYMPUS مجهز به میکرومتر OLYMPUS- OSM- 4 اندازه گیری شده است. آزمون های میکرو سختی سنجی با نیروی ۵ نیوتن و به وسیله دستگاه سختی سنج کوپا مدل UV1 در ناحیه فلز پوشش و بر اساس استاندارد ASTM D785 انجام شده است. در این تست سختی از ۳ نقطه بر روی مقطع پوشش گرفته و پس از تکرار داده های پرت بین سه داده نزدیک به هم میانگین گرفته شد.

طراحی آزمایش

طراحی آزمایش یک روش بسیار کارا، به منظور انجام آزمایشات می باشد، به طوری که داده های به دست آمده قابل تجزیه و تحلیل آماری بوده و نتایج در سطح اطمینان معنی دار ارائه می گردد. روش سطح پاسخ طرح آزمایشی است که از ترکیب تکنیک های ریاضی و آماری به دست آمده و بهترین مدل ریاضی را با توجه به پارامترهای آماری از قبیل P-Value و F-Test بدست می آورد و نحوه تغییرات متغیرهای وابسته با متغیرهای مستقل را مورد ارزیابی قرار می دهد [۱۷-۱۸].

اثرات مقدار زمان، دما و فاصله از سطح مذاب بر سختی و ضخامت، با استفاده از طرح آماری RSM مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. در روش RSM برای هر متغیر وابسته، مدلی تعریف شده که اثرات اصلی و متقابل فاکتورها را بر روی هر متغیر جداگانه بیان می کند. مدل کلی سطح پاسخ

چند متغیره به صورت معادله ۱ می باشد. در مدل مذکور، Y پاسخ پیش بینی شده، b_0 ضریب ثابت، b_i اثر خطی، b_{ij} اثرات مربعات و b_{ijk} اثرات متقابل است [۱۹].

معادله (۱)

$$Y_n = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_{ii} + \sum_{i \neq j=1}^k b_{ij} X_i X_j$$

در روش RSM از طرح باکس بنکن (BBD) برای تعیین کد استفاده شد. بر اساس طرح باکس بنکن کدهای اختصاص یافته برای متغیرهای مستقل در آزمایش حاضر به شرح جدول ۲ می باشد. (تمامی بازه ها بر اساس تحقیق [۱۶] انتخاب شده اند)

جدول ۲. متغیرهای مستقل و مقادیر آن ها

متغیر مستقل	نماد ریاضی	سطوح متغیر	
		-1	+1
زمان (ساعت)	X1	2	10
دما (درجه سانتی گراد)	X2	980	1020
فاصله از سطح مذاب	X3	0.25h	0.75h

طرح آماری باکس بنکن^۱ با استفاده از نرم افزار Design Expert با سه متغیر مستقل میزان دما در سه سطح ۹۸۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۲۰ درجه سانتی گراد، زمان در سه سطح ۲، ۶ و ۱۰ ساعت و فاصله نمونه از سطح مذاب در محدوده $\frac{1}{4}h$ ، $\frac{1}{2}h$ و $\frac{3}{4}h$ به کار برده شد. متغیرهای وابسته نیز ضخامت پوشش ($i m$) و سختی (HV) است. با توجه به طرح باکس بنکن با ۳ فاکتور، ۱۷ آزمایش مورد نیاز بود تا تأثیرات ۳ فاکتور مستقل بر روی دو پاسخ مورد بررسی قرار گیرد. شرایط ۱۷ آزمایش صورت گرفته به همراه نتایج متغیرهای وابسته Thickness و Hv نمونه ها در جدول ۳ آورده شده است.

۳. نتایج و بحث

دستیابی به R^2 -Adjusted R^2 و P- value بالا در برازش مدل ها، بیانگر ایده آل بودن مدل های RSM ترسیم شد می باشد. به عبارت دیگر، بالا بودن این پارامترها نشانگر وجود همبستگی بالای بین مقادیر مشاهده شده و مقادیر پیش بینی شده است [۱۹].

مدل ضخامت

F-value حاصل از ضرایب پاسخ (متغیر وابسته ضخامت) نشان داد که ضرایب خطی X_1 و X_2 و ضریب درجه دوم X_1^2 در

1. Box-Behnken

جدول ۳. نتایج بدست آمده از تست ها.

Run	Block	Factor 1 A:time	Factor 2 B:tem	Factor 3 C:H	Response 1 Hardness	Response 2 Thickness
1	Block 1	6.00	1000.00	0.50	2251	22
2	Block 1	6.00	1000.00	0.50	2225	21
3	Block 1	6.00	980.00	0.25	1111	11
4	Block 1	6.00	1020.00	0.75	2670	38
5	Block 1	2.00	1000.00	0.75	1623	15
6	Block 1	10.00	1020.00	0.50	2222	22
7	Block 1	6.00	1020.00	0.25	1128	10
8	Block 1	10.00	1000.00	0.25	1131	11
9	Block 1	2.00	1020.00	0.50	1461	13
10	Block 1	2.00	980.00	0.50	1312	13
11	Block 1	10.00	1000.00	0.75	2410	29
12	Block 1	6.00	1000.00	0.50	2231	21
13	Block 1	6.00	1000.00	0.50	2238	20
14	Block 1	6.00	980.00	0.75	2321	27
15	Block 1	10.00	980.00	0.50	2212	21
16	Block 1	2.00	1000.00	0.25	1020	10
17	Block 1	6.00	1000.00	0.50	2245	22

اثر متقابل دو فاکتور مستقل بر روی صفت اندازه گیری شده، مشخص است. بنابراین، بیشترین مقدار هر نمودار در ارتباط با بهینه اثرات متقابل دو فاکتور مستقل بر پارامتر مربوطه می باشد. بنابر شکل ۱ (A) که به بررسی اثر متقابل X_1 و X_2 می پردازد در مقدار ثابت ارتفاع از سطح مذاب، با افزایش دما و زمان، ضخامت افزایش پیدا می کند و در مقدار ۰/۷۵ بیشترین مقدار ضخامت حاصل می شود. شکل ۱ (B) اثر متقابل X_1 و X_3 را نشان می دهد. بر اساس نتایج بدست آمده از این شکل اثر متقابل افزایش ارتفاع از سطح مذاب و افزایش زمان ضخامت را کنترل می کند. شکل ۱ (C) نشان دهنده تاثیر متقابل متقابل X_2 و X_3 است. داده های بدست آمده از این بخش نشان می دهد که در بین این دو عامل ارتفاع از کف بوته ضخامت را کنترل می کند و دما تاثیر چندانی در ضخامت ندارد.

مدل سختی

F-value حاصل از ضرایب پاسخ (متغیر وابسته سختی) نشان داد که ضرایب خطی X_1 و X_2 و ضریب درجه دوم X_1^2 و X_3^2 در سطح احتمال پنج درصد معنی دار بودند. در واقع، نتایج تجزیه واریانس با مدل پیش بینی شده برای متغیر وابسته سختی معنی دار بود (جدول ۵) بر این اساس، مدل های

سطح احتمال پنج درصد معنی دار بودند. در واقع، نتایج تجزیه واریانس با مدل پیش بینی شده برای متغیر وابسته ضخامت معنی دار بود (جدول ۴) بر این اساس، مدل های برازش شده برای پاسخ بدست آمده ضخامت به شرح زیر است:

معادله (۲)

$$\text{thickness} = 21.20 + 4X_1 + 1.38X_2 + 8.38X_3 + 0.25X_1X_3 + 3.25X_1X_3 + 3X_2X_3 - 4X_1^2 + 0.65X_2^2 - 0.35X_3^2$$

که thickness پاسخ پیش بینی شده برای ضخامت است و X_1 ، X_2 و X_3 به ترتیب مقدارهای کد شده برای زمان، دما و فاصله از سطح مذاب می باشد. آنالیز رگرسیون داده ها نشان داد که در صورت حضور هر سه عامل مقدار فاصله از سطح مذاب به عنوان فاکتور اصلی بیشترین تاثیر را بر ضخامت دارد به عبارتی مقدار مقدار فاصله از سطح مذاب است که میزان ضخامت را کنترل می کند. از طرفی کمترین تاثیر مربوط به دما است. علت این موضوع را می توان به فشار هیدرو استاتیک اعمالی در اثر افزایش ارتفاع از سطح مذاب می باشد که توسط مذاب موجود در حمام اعمال می شود.

نمودار سه بعدی ضخامت براساس متغیرهای X_1 ، X_2 و X_3 نسبت به هم در شکل ۱ نشان داده شده است. در هر نمودار،

جدول ۴. تجزیه واریانس اثر متغیرهای مستقل بر ضخامت

	مجموع مربعات Sum of Squares	درجه آزادی Df	میانگین مربعات Mean Square	F-value	p-value
Model	873.92	9	97.10	9.92	0.0032
X1	128.00	1	128.00	13.07	0.0086
X2	15.13	1	15.13	1.54	0.2540
X3	561.13	1	561.13	57.30	0.0001
X1 ²	89.09	1	89.09	9.10	0.0195
X2 ²	1.78	1	1.78	0.18	0.6828
X3 ²	0.52	1	0.52	0.053	0.8250
X1X2	0.25	1	0.25	0.026	0.8776
X1X3	42.25	1	42.25	4.31	0.0764
X2X3	36.00	1	36.00	3.68	
R2-Adjusted R2	0.8338-0.9273				

جدول ۵. تجزیه واریانس اثر متغیرهای مستقل بر سختی

	مجموع مربعات Sum of Squares	درجه آزادی Df	میانگین مربعات Mean Square	F-value	p-value
Model	4.815E+6	9	5.35E+5	21.63	0.0003
X1	8.186E+5	1	8.186E+5	33.09	0.0007
X2	34453.13	1	34453.13	1.39	0.2765
X3	2.684E+6	1	2.684E+6	108.50	0.0001
X1 ²	5.125E+5	1	5.125E+5	20.72	0.0026
X2 ²	32144.8	1	32144.8	1.30	0.2918
X3 ²	4.957E+5	1	4.957E+5	20.04	0.0029
X1X2	4830.5	1	4830.5	0.20	0.6719
X1X3	1.142E+5	1	1.142E+5	4.62	0.687
X2X3	27556	1	27556	1.11	0.3263
R2-Adjusted R2	92.06-96.53				

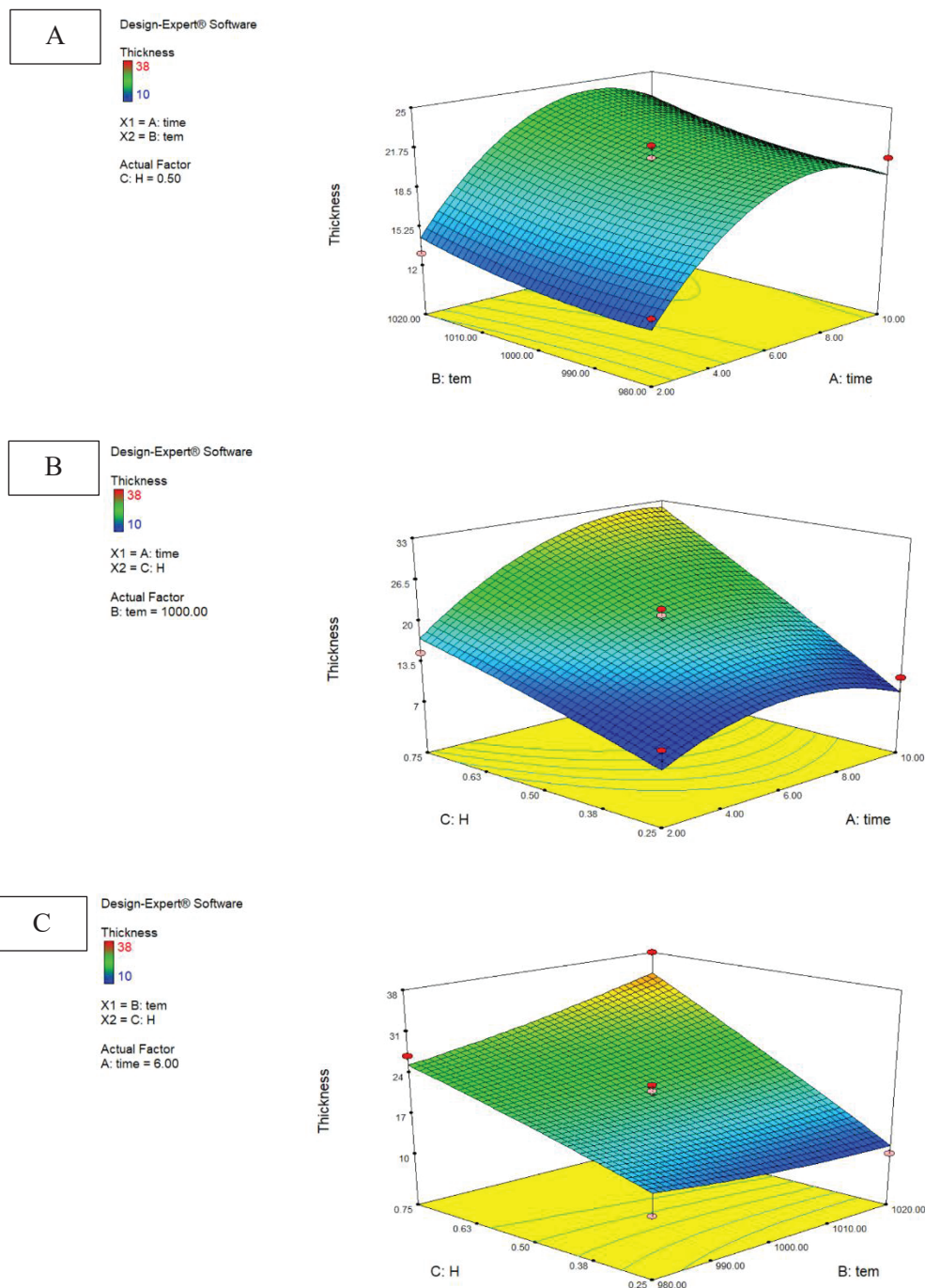
در صورت حضور هر سه عامل مقدار فاصله از سطح مذاب به عنوان فاکتور اصلی بیشترین تأثیر را بر سختی دارد به عبارتی مقدار مقدار فاصله از سطح مذاب است که میزان سختی را کنترل می کند. از طرفی کمترین تأثیر مربوط به دما است. نمودار سه یعدی سختی براساس متغیرهای X_1 ، X_2 و X_3 نسبت به هم در شکل ۲ نشان داده شده است. در هر نمودار، اثر متقابل دو فاکتور مستقل بر روی صفت اندازه گیری شده، مشخص است. بنابراین، بیشترین مقدار هر نمودار در ارتباط با بهینه اثرات متقابل دو فاکتور مستقل بر پارامتر

برازش شده برای پاسخ بدست آمده سختی به شرح زیر است:

معادله (۳)

$$\text{Hardness} = 2238 + 319.87X_1 + 65.62X_2 + 579.25X_3 - 34.75X_1X_3 + 169X_1X_3 + 83X_2X_3 - 348.87X_1^2 + 87.38X_2^2 - 343.13X_3^2$$

که Hardness پاسخ پیش بینی شده برای سختی است و X_1 ، X_2 و X_3 به ترتیب مقدارهای کد شده برای زمان، دما و فاصله از سطح مذاب می باشد. آنالیز رگرسیون داده ها نشان داد که



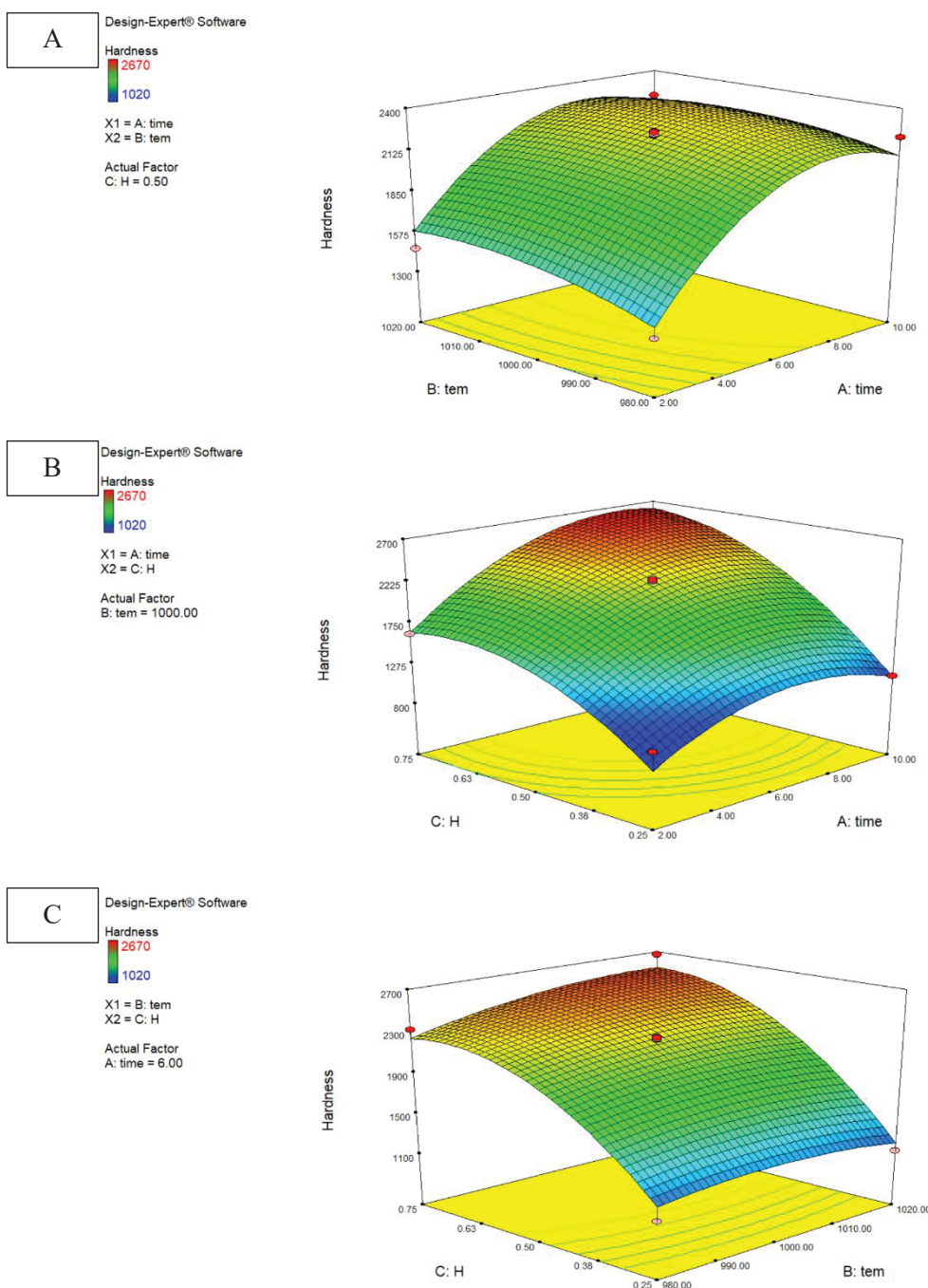
شکل ۱. بررسی تاثیرات متقابل متغیرهای مستقل بر متغیر وابسته ضخامت (A) X1 و X2 (B) X2 و X3 (C) و X2

تأثیر متقابل متقابل X2 و X3 است. داده‌های بدست آمده از این بخش نشان می‌دهد که در بین این دو عامل ارتفاع از کف بوته، سختی را کنترل می‌کند و دما تأثیر چندانی در سختی ندارد.

بهینه سازی همزمان متغیرها

شکل ۳ نمودار سه بعدی تغییرات مقدار دما و زمان بر حسب

مربوطه می‌باشد. بنابر شکل ۲ (A) که به بررسی اثر متقابل X1 و X2 می‌پردازد در مقدار ثابت ارتفاع از سطح مذاب، با افزایش دما و زمان، سختی افزایش پیدا می‌کند و در مقدار ۰/۷۵ بیشترین مقدار سختی حاصل می‌شود. شکل ۲ (B) اثر متقابل X1 و X3 را نشان می‌دهد. بر اساس نتایج بدست آمده از این شکل اثر متقابل افزایش ارتفاع از سطح مذاب و افزایش زمان، سختی را کنترل می‌کند. شکل ۲ (C) نشان دهنده



شکل ۲. بررسی تأثیرات متقابل متغیرهای مستقل بر متغیر وابسته سختی (A) X1 و X2 (B) X1 و X3 (C) X2 و X3

برای صحت سنجی نتایج بدست آمده نمونه ای با شرایط فوق پوشش دهی شد. نتایج بدست آمده نشان می دهد که پوشش ایجاد شده ضخامتی در حدود ۳۵/۵ میکرون که این مقدار با مقدار بدست آمده در شبیه سازی آماری (۳۷ میکرون) کمتر از ۵ درصد اختلاف دارد. بنابراین می توان اینگونه بیان کرد که نتایج طراحی با نتایج راستی آزمایی همخوانی دارد. علاوه بر این میزان سختی بدست آمده در حدود ۲۷۰۵ ویکرز است که این مقدار نیز با نتایج خروجی

درصد دست یابی به نمونه بهینه می باشد. بر اساس این نمودار بیشترین احتمال حالت بهینه در زمان ۹/۲۶ ساعت، دمای ۱۰۲۰ درجه و فاصله ۰/۷۵ h از سطح مذاب حاصل می شود. در این حالت بهینه نتایج خروجی نشان می دهد که ضخامت در حدود ۳۷ میکرون و مقدار سختی ۲۶۷۳ ویکرز خواهد بود که درصد دستیابی به این نتایج در حدود ۹۹٪ است. در همین راستا برای راستی آزمایی نتایج خروجی تستی مشابه نتایج بهینه طراحی و انجام شد.

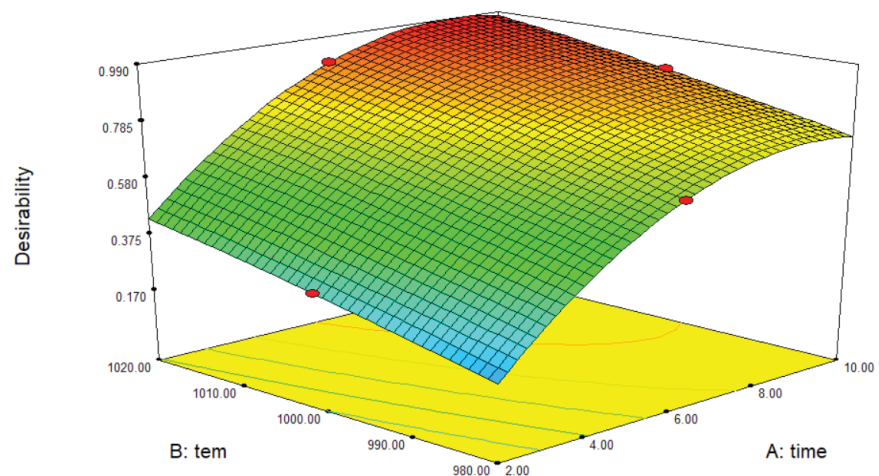
Design-Expert® Software

Desirability



X1 = A: time
X2 = B: tem

Actual Factor
C: H = 0.75



شکل ۳. نمودار سه بعدی تغییرات زمان و دما بر حسب درصد دستیابی.

ویکرز خواهد بود که درصد دستیابی به این نتایج در حدود ۹۹٪ است.

۲. نتایج بدست آمده با مقدار واقعی صحت سنجی شد که در سطح ۹۵ درصد نتایج با مقادیر تجربی همخوانی دارد.
۳. ارتفاع از سطح مذاب بیشترین تاثیر را در ضخامت سختی دارد.

References

- [1] Ghorbanian, B., and Mousavi Khoie, S. M., "Formation of vanadium carbide with the plasma electrolytic saturation method (PES) and comparison with Thermo Reactive diffusion method (TRD)." *Acta Metallurgica Slovaca* 22.2 (2016): 111-119.
- [2] Ghorbanian, B., and Mousavi Khoie, S. M., "COMPARISON THE VANADIUM CARBIDE COATING CREATED VIA PLASMA ELECTROLYTIC SATURATION AND TERMO REACTIVE DIFFUSION." *ACTA METALLURGICA SLOVACA* 22.2 (2016): 111-119.
- [3] A.L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews and S.J. Dowey, Plasma electrolysis for surface engineering, *Surface and Coatings Technology* 122 (1999) 73-93.
- [4] Ghorbanian, B., Mousavi Khoie, S. M., Rasouli, M., Javadi, R., "Investigation Of The Electrolyte Effects On Formation Of Vanadium Carbide Via Plasma Electrolytic Saturation Method (Pes)." *Surface Review and Letters* 23.04 (2016): 1650021.
- [5] Gao, Y., Ghorbanian, B., Garagari, H.N. "Catalytic activity of char produced from brown coal for steam-gasification of bitumen oil." *Petroleum Science and Technology* 36.1 (2018): 75-78.
- [6] Gao, Y., Ghorbanian, B., Garagari, H.N. "Steam gasification of bitumen oil in presence of Ni/dolomite catalysts." *Petroleum Science and Technology* 35.21 (2017): 2074-2079.
- [7] Momeni, F., Ghorbanian, B. "Study of Current and Voltage Diagram In The Formed Vanadium Carbide Coatings Via Plasma Electrolytic Saturation Method." *JOURNAL OF MATERIALS* 7.11 (2016): 4073-4078.

نرم افزار کمتر از ۵ درصد اختلاف دارد که این موضوع نیز گواه راستی آزمایی نتایج تحقیق است. در تحقیقات صورت گرفته توسط قربانیان و همکاران [۴ و ۲۱] نشان میدهد که سختی ایجاد شده در پوشش کاربید وانادیم در حدود ۲۸۰۰ ویکرز می باشد و در همین تحقیق بیان شده که پوشش های کاربید کروم از دید سختی ضعیف تر از پوشش کاربید وانادیم است. در این پژوهش ها سختی پوشش کاربید کروم حداکثر ۲۱۰۰ ویکرز اعلام شده است. این در حالی است که در تحقیق حاضر سختی بدست آمده در حدود ۲۷۰۵ ویکرز است که این موضوع نشان میدهد که پوشش ایجاد شده حداکثر مقدار سختی را در بین پوشش های کاربید کروم دارد. این موضوع نقض بیانات قربانیان و همکاران است. از طرفی دیگر نیز قربانیان در تحقیقی دیگر [۱۶] بیان نموده که سختی کاربید کروم حداکثر ۲۱۰۰ ویکرز و حداکثر ضخامت در حدود ۱۷ میکرون است. این در حالی است که در تحقیق حاضر ضخامت پوشش ۳۵/۵ میکرون بدست آمده که این موضوع نیز تاییدی بر بهینه بودن پوشش است.

علاوه بر ای در تحقیقات انجام شده توسط آقای [۸] بیان شده که افزایش ارتفاع قرار گیری نمونه در بوته افزایش ضخامت در به دنبال دارد که این موضوع تاییدی بر نتایج تحقیق حاضر است.

۴. نتیجه گیری

۱. بیشترین احتمال حالت بهینه در زمان ۹/۲۶ ساعت، دمای ۱۰۲۰ درجه و فاصله ۰/۷۵ h از سطح مذاب حاصل می شود. در این حالت بهینه نتایج خروجی نشان می دهد که ضخامت در حدود ۳۷ میکرون و مقدار سختی ۲۶۷۳

- [15] Dean, Angela, Daniel Voss, and Danel Draguljić. "Response surface methodology." *Design and analysis of experiments*. Springer, Cham, 2017. 565-614.
- [۱۶] تجلی، م.، قربانیان، ب.، "بررسی خواص سایشی پوشش کاربید کروم ایجاد شده به روش حمام نمک مذاب"، هجدهمین همایش ملی مهندسی سطح و چهارمین همایش تخصصی فرآوری مواد با لیزر، اصفهان، انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران، (۱۳۹۶).
- [17] Barton, Russell R. "Response surface methodology." *Encyclopedia of Operations Research and Management Science*. Springer, Boston, MA, 2013. 1307-1313.
- [۱۸] قربانیان، ب.، تجلی، م.، موسوی خویی، س.م.، توکلی، ح.، "کاربرد روش سطح پاسخ در بهینه سازی ترکیب شیمیایی و سختی پوشش اکسید آلومینیومی ایجاد شده به روش پلاسمای الکترولیتی"، فصلنامه علمی-پژوهشی مواد نوین ۹، ۳۶ (۱۳۹۸): ۸۲-۶۹.
- [۱۹] تدین سعیدی، م.، و قربانیان، ب.، "کاربرد روش سطح پاسخ در بهینه سازی ضخامت و سختی پوشش وانادیم کاربید ایجاد شده به روش پلاسمای الکترولیتی"، فصلنامه علمی-پژوهشی مواد نوین ۹، ۳۴ (۱۳۹۷): ۱۱۱-۱۲۰.
- [8] M.Aghaie-Fakhri, M., and Fazlalipour, F., "Vanadium carbide coating on die steel deposited by thermo-reactive diffusion technique", *journal of physics and chemistry of solides* 69,(2008): 41-43.
- [9] Jurkov, J.I., Melnichuv G.A., Stepanova, N.V., "Composition for depositing diffusion carbide coating on iron carbon alloys articles", (2005):21-66.
- [10] Arai T., "TRD Method", *Proceeding of the Japan international tribology conference nogaya*, (1990): 22-36.
- [12] Gudyka, Sylwia, et al. "Enhancing the deN2O activity of the supported Co_3O_4 | $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ catalyst by glycerol-assisted shape engineering of the active phase at the nanoscale." *Applied Catalysis B: Environmental* 201 (2017): 339-347.
- [13] Azuaje, Jhonny, et al. "An efficient and recyclable 3D printed $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ catalyst for the multicomponent assembly of bioactive heterocycles." *Applied Catalysis A: General* 530 (2017): 203-210.
- [14] Schaper, H., and L. L. Van Reijen. "A quantitative investigation of the phase transformation of gamma to alpha alumina with high temperature DTA." *Thermochimica acta* 77.1-3 (1984): 383-393.