

SURFACE MODIFICATION OF A LOW ALLOY STEEL DIN 1.6580 WITH ACTIVE SCREEN PLASMA NITRIDING

Farrokh Taherkhani Farzad Mahboubi

Department of Mining, Petroleum and Metallurgical Engineering,
AmirKabir University of Technology, Tehran, Iran

Abstract: This paper considers the effects of plasma nitriding parameters including screen hole size, top lid type (screen or iron plate), and the temperature as well as the composition of the treatment gas on surface properties of DIN 1.6580 low-alloy steel. Nitriding was carried out at 550 and 580 °C for 5 hr in the gas mixture of (N₂/H₂): 3/1 and 1/3. The properties of nitrided specimens were assessed using metallographic techniques, XRD, Micro-hardness measurements, and SEM. X-ray diffraction analysis confirmed the formation of γ' -Fe₄N and ϵ -Fe₂₋₃N phases during the nitriding process. The findings show that the thickness of the compound layer increases with treatment temperature as well as nitrogen percentage in gas mixture and that an increase in screen hole size has no effect on the compound layer thickness under screen top lid condition and also that an increase in screen hole size at the same temperature results in an increase in the thickness of the compound layer under iron plate top lid condition. The results of micro-hardness measurements indicate that surface hardness increases with temperature as well as nitrogen volume in treatment gas. It was also found that hardness values obtained using screen top lid are relatively greater than those obtained using iron plate top lid.

بهسازی خواص سطحی فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ با نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری (شبکه) فعال

فرخ طاهرخانی و فرزاد محبوبی

چکیده: این مقاله به تأثیر مشخصه‌های عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال از جمله، اندازه قطر سوراخ توری، نوع درپوش (توری و یا ساده)، دما و همچنین ترکیب گاز ورودی بر ساختار و خواص سطحی فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ می‌پردازد. عملیات نیتروژن دهی در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد و ترکیب گاز نیتروژن و هیدروژن (N₂/H₂) با نسبت‌های ۳/۱ و ۱/۳ در زمان ثابت عملیات به مدت ۵ ساعت انجام شد. کلیه نمونه‌های عملیات شده به کمک آزمایش‌های متالوگرافی، XRD، ریز سختی سنجی و SEM مورد بررسی قرار گرفتند. آنالیز تفرق اشعه ایکس تشکیل فازهای γ' -Fe₄N و ϵ -Fe₂₋₃N را طی فرآیند نیتروژن دهی نشان داد. نتایج به دست آمده نشان می‌دهند که ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما و درصد نیتروژن در ترکیب گاز ورودی زیاد می‌شود. همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ توری در حالت استفاده از درپوش توری، تأثیری روی

تاریخ وصول: ۸۶/۴/۱۰

تاریخ تصویب: ۸۷/۱۰/۳۰

فرخ طاهرخانی کارشناس ارشد مهندسی مواد؛ دانشکده معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر. farrokhtaherkhani@yahoo.com

دکتر فرزاد محبوبی دانشیار دانشکده معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر. mahboubi@aut.ac.ir

ضخامت لایه ترکیبی ندارد و در حالت استفاده از درپوش ساده و در دمای ثابت، موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می‌شود. نتایج ریزسختی سنجی بیانگر افزایش سختی سطح با افزایش دما و همچنین درصد گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی است. همچنین مشخص گردید که مقادیر سختی سطحی بدست آمده در حالت استفاده از درپوش توری نسبتاً بیشتر از حالت استفاده از درپوش ساده است.

واژه‌های کلیدی: نیتروژن‌دهی پلاسمایی، روش توری فعال، ASPN، فولادکم آلیاژ، سخت کاری سطحی.

۱. مقدمه

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از فرآیندهای اصلاح ساختار سطوح فلزات می باشد که موجب بهبود مقاومت سایشی، خوردگی و خستگی قطعات صنعتی شده و در نتیجه منجر به افزایش عمر و کارایی بهتر آنها می گردد. این فرآیند به عملیات نفوذی- ترموشیمیایی در یک محفظه خلأ اطلاق می گردد که عمدتاً جهت بهبود و افزایش سختی سطحی و عمق نفوذ مؤثر در قطعات فولادی بکار می رود [۱و۲]. به عبارت دیگر این روش یکی از فرآیندهای مهم مهندسی سطح بوده که به کمک تخلیه تابان در دما و ترکیب مناسب از گاز نیتروژن و هیدروژن، نیتروژن جذب سطح شده و در عمق مورد نظر نفوذ می کند و بدین ترتیب موجب بهبود سختی سطح و مقاومت به سایش انواع مختلف مواد مهندسی به ویژه فولادهای کم آلیاژ و فولادهای ابزار می گردد [۳]. عملیات نیتروژن‌دهی فولادها به طور سنتی هنوز هم توسط یکی از روش های گازی یا مایع انجام می‌پذیرد. اما استفاده از پلاسما در عملیات نیتروژن‌دهی با کنترل بهتر فازهای سطحی تشکیل شونده و کیفیت بهتر سطوح قطعات، سبب کاهش مصرف گاز، کاهش انرژی مصرفی و همینطور کاهش خطرات زیست محیطی می گردد. در روش سنتی نیتروژن دهی به دلیل اینکه تشکیل لایه نیتريدی تنها با فرآیند نفوذ همراه است، انجام عملیات نیاز به دمای بالا و زمان زیادی دارد. اما در روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توجه به حضور یون ها و ذرات فعال نیتروژن، امکان انجام عملیات در دماهای پایین تر و زمانهای کمتر نیز وجود دارد [۴]. میزان تشکیل رسوبات نیتريدی و سرعت تشکیل آنها بستگی بسیار زیادی به دما دارد و بیشترین سختی در حین نیتروژن دهی فولادها در یک محدوده دمایی خاصی حاصل می‌گردد. در واقع در حین فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی نه تنها واکنش نیتريدی کردن در سطح اتفاق افتاده است بلکه به علت نفوذ بلند دامنه اتم های نیتروژن، این نیتريدیها در زیر لایه سطحی نیز تشکیل می‌شوند. این موضوع سبب ایجاد یک لایه سخت نازک به نام لایه ترکیبی (لایه سفید) که عمدتاً شامل نیتريدیهای آهن $\gamma'-Fe_4N$ و $\epsilon-Fe_{2-3}N$ می‌باشد، در سطح به همراه یک لایه نسبتاً ضخیم و سخت به نام لایه نفوذی در زیر لایه ترکیبی می‌شود [۴ و ۵]. در لایه زیرین پس از این ناحیه، نیتروژن در صورت نفوذ در فاز فریت حل می‌شود. از آنجایی

که نیتروژن‌دهی پلاسمایی فرآیند نفوذی می‌باشد، افزایش میزان نیتروژن در گاز عملیات و همچنین دمای عملیات در محدوده مذکور موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی و لایه نفوذی در یک زمان معین می‌شود [۴]. در حال حاضر نیتروژن دهی پلاسمایی متداول^۱ بیشترین استفاده را در نیتروژن دهی فولادها دارد.

اما علی‌رغم تمام مزایایی که روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول نسبت به روش‌های سنتی نیتروژن‌دهی دارد مشکلاتی همانند نگهداری و حفظ یکنواخت و ثابت دما در محفظه و روی قطعات، محدودیت انجام عملیات روی قطعات با اشکال پیچیده، ایجاد لایه غیر یکنواخت در سطح قطعه، خطر آسیب قوس^۲ و پدیده کاند توخالی^۳ در طی انجام فرآیند دیده می‌شود. تلاش‌هایی که به منظور برطرف کردن معایب این روش صورت گرفته، ضمن اینکه منجر به توسعه روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و ابداع روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعال (ASPN)^۴ یا TC^۵ شده است، پیشرفت‌های زیادی را نیز در این زمینه ارائه نموده است. اساس روش کار عملیات ASPN همانند روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول است، با این تفاوت که در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش توری فعال، با وصل شدن توری به قطب منفی و تشکیل پلاسما روی سطح توری نه روی سطح قطعه کار، وظیفه تولید اجزای فعال نیتريدی و همچنین گرم کردن نمونه‌ها که نسبت به کاند در پتانسیل خنثی قرار دارند، بر عهده توری است [۶ و ۷].

تا کنون در مورد تأثیر پارامترهای مختلف روش توری فعال بر روی خواص لایه نیترویره شده و بالاخص توضیح در مورد نحوه انتقال جرم و اندرکنش‌های انجام شونده بین یون‌های نیتروژن و آهن در خلال انجام فرآیند تحقیقات زیادی صورت نگرفته و عمدتاً به بیان خواص کلی سطحی پرداخته شده و نشان داده شده که نیتروژن دهی به روش توری فعال می تواند نتایج مشابهی با نیتروژن دهی پلاسمایی متداول داشته باشد و در عین حال مشکلات موجود در روش نیتروژن دهی متداول نظیر آسیب ناشی از قوس سطحی، اثر لبه^۶ و همچنین اثر کاند توخالی را برطرف نماید [۷ تا ۱۲]. لذا

¹ Conventional Plasma Nitriding (CPN)

² Arc Defect

³ Hollow Cathode Effect

⁴ Active Screen Plasma Nitriding

⁵ Through Cage

⁶ Edging Effect

منظور ایجاد سطحی آینه‌ای برای انجام عملیات، سنباده زنی و پولیش گردید. جهت انجام عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی متداول که در دانشگاه صنعتی امیرکبیر طراحی و ساخته شده (شکل ۱) و همچنین از توری نیتروژن دهی که در مقیاس آزمایشگاهی تهیه گردیده، استفاده شد (شکل ۲). برای ایجاد پلاسمای و تخلیه تابان، یک منبع تغذیه DC با توان ۵kW به کار گرفته شد.

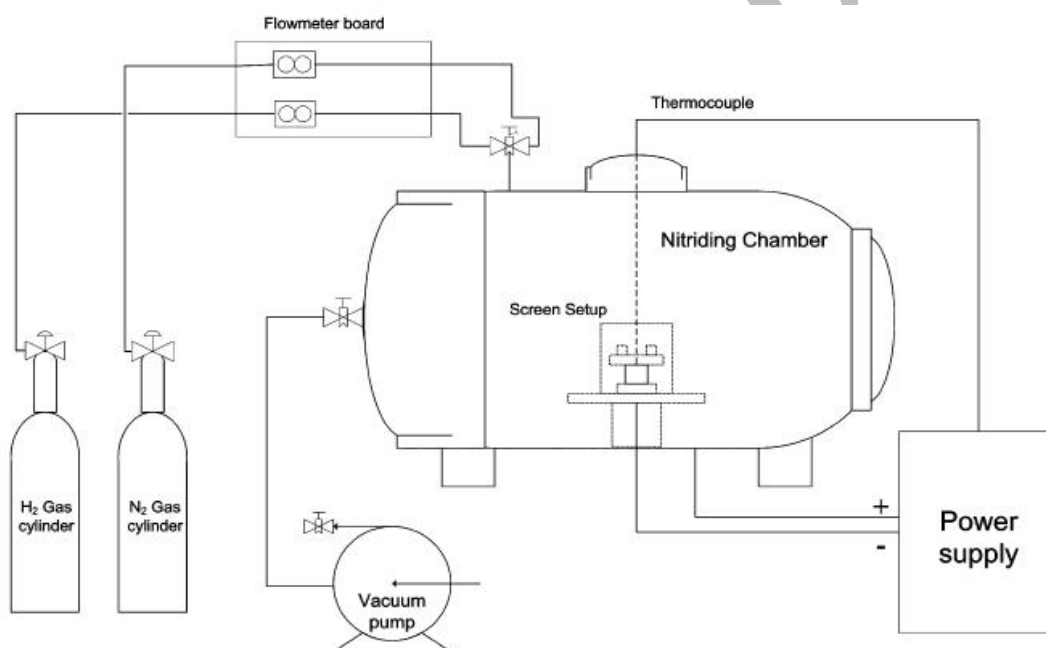
تحقیق حاضر کوششی جهت تبیین بیشتر این موارد و پارامترهای مؤثر بر روش مزبور است.

۲. روش تحقیق

نمونه‌های دیسکی شکل به قطر ۲۰mm و ضخامت ۱۰mm از فولاد کم آلیاژ DIN۱/۶۵۸۰ تهیه گردید. ترکیب شیمیایی فولاد مزبور بر حسب درصد وزنی در جدول (۱) ذکر شده است. سطح کلیه نمونه‌ها با استفاده از روش‌های استاندارد و معمول متالوگرافی به

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد DIN۱/۶۵۸۰

عنصر	C	Cr	Fe	Mn	Mo	Ni	Si	P	S
درصد وزنی	۰/۲۶-۰/۳۴	۱/۸-۲/۲	مابقی	۰/۳-۰/۶	۰/۳-۰/۵	۱/۸-۲/۲	۰/۳-۰/۴	۰/۰۳۵ Max	۰/۰۴ Max



شکل ۱. طرح شمایی از سیستم نیتروژن دهی پلاسمایی موجود در دانشگاه صنعتی امیرکبیر

میلی‌متر بود. دمای کار به وسیله ترموکوپلی از نوع K که در مرکز سکوی نمونه‌ها متصل شده بود، اندازه‌گیری گردید. شرایط انجام آزمایش در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ ساعت و در فشار محفظه ۵۰۰Pa انجام پذیرفت. ترکیب گاز ورودی شامل $۷۵\% \text{H}_2$ - $۲۵\% \text{N}_2$ و $۷۵\% \text{H}_2$ - $۲۵\% \text{N}_2$ بود. بعد از انجام آزمایش، نمونه‌های عملیات شده به منظور آماده سازی برای عملیات متالوگرافی از وسط برش داده شدند. سپس نمونه‌های برش خورده به منظور انجام آبکاری نیکل به جهت محافظت از لایه سطحی ایجاد شده و جلوگیری از خراب شدن سطوح عملیات شده در حین متالوگرافی در حمام واتس^۱ قرار داده شدند. سپس سطوح برش خورده و آبکاری شده طبق روش‌های معمول متالوگرافی،

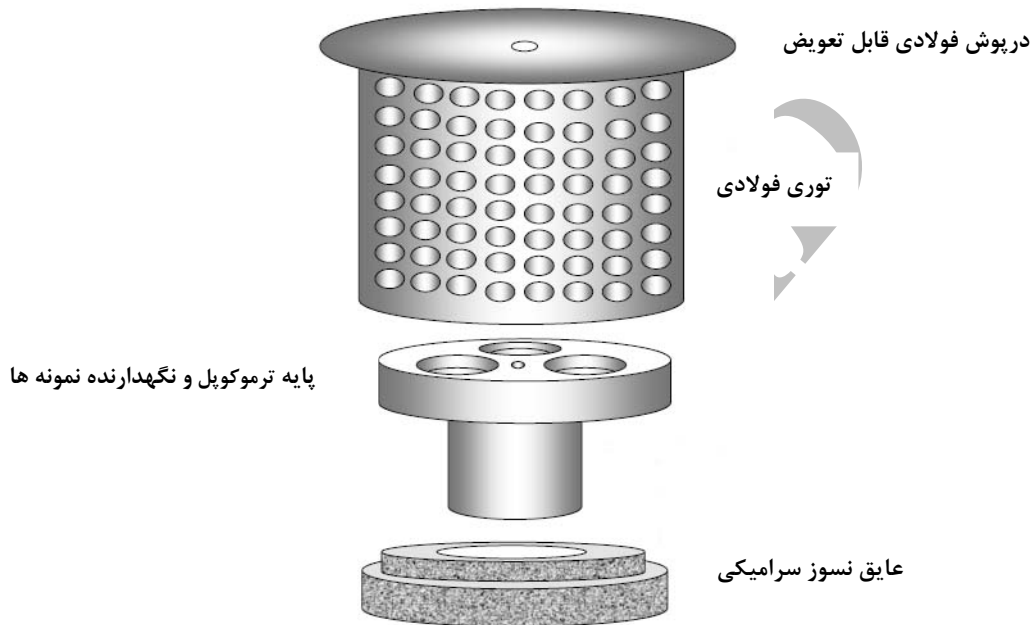
برای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، ورقه‌های مشبک از جنس فولاد ساده کربنی به ضخامت ۰/۸ میلی‌متر که حاوی سوراخ‌هایی با توزیع یکنواخت به قطر ۶ و ۸ میلی‌متر بود، استوانه‌های مشبکی با ارتفاع ۵۰ میلی‌متر و قطر ۷۰ میلی‌متر به عنوان توری تهیه شد. درپوش مورد استفاده در این پژوهش قابل تعویض و به دو صورت مشبک و ورق بدون سوراخ تهیه گردید. نمونه‌ها بر روی میز کار که یک عایق سرامیکی آنرا از پتانسیل منفی (کاتد) جدا می‌کند قرار داده شدند (شکل ۲).

سپس توری ساخته شده پس از چربی‌زدایی و اسید شویی در محلول فروکیلین و خشک کردن، روی سکوی عملیات موجود در محفظه قرار گرفت. فاصله درپوش از سطح نمونه‌ها ۱۲ میلی‌متر و فاصله نزدیک‌ترین قسمت لبه نمونه تا دیواره توری حدوداً ۱۰

^۱ Watts Bath

سختی‌سنج ویکرز Shimadzu مدل M با بار ۱۰ گرم و ثبت عدد سختی بصورت میانگین از انجام حداقل پنج بار تست سختی سنجی به دست آمد. بررسی و مشاهده ساختارهای تشکیل شده روی سطوح نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری از نوع Olympus و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, Philips-XL30) انجام گردید.

سنباده‌زنی و پولیش گردیدند. محلول اچ مورد استفاده برای اچ کردن سطح نمونه‌ها محلول نایتال ۲٪ بود. آنالیز تفرق اشعه ایکس جهت تشخیص فازهای تشکیل شده در لایه‌های نیتریدی سطحی، توسط دستگاه پراش‌سنج فیلیپس (Philips, Xpert) و با استفاده از تشعشع $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.540\text{\AA}$) با زاویه روبش 2θ از 40° تا 100° انجام پذیرفت. نتایج ریز سختی سنجی به منظور مقایسه سختی سطوح نمونه‌های عملیات شده، به کمک دستگاه ریز

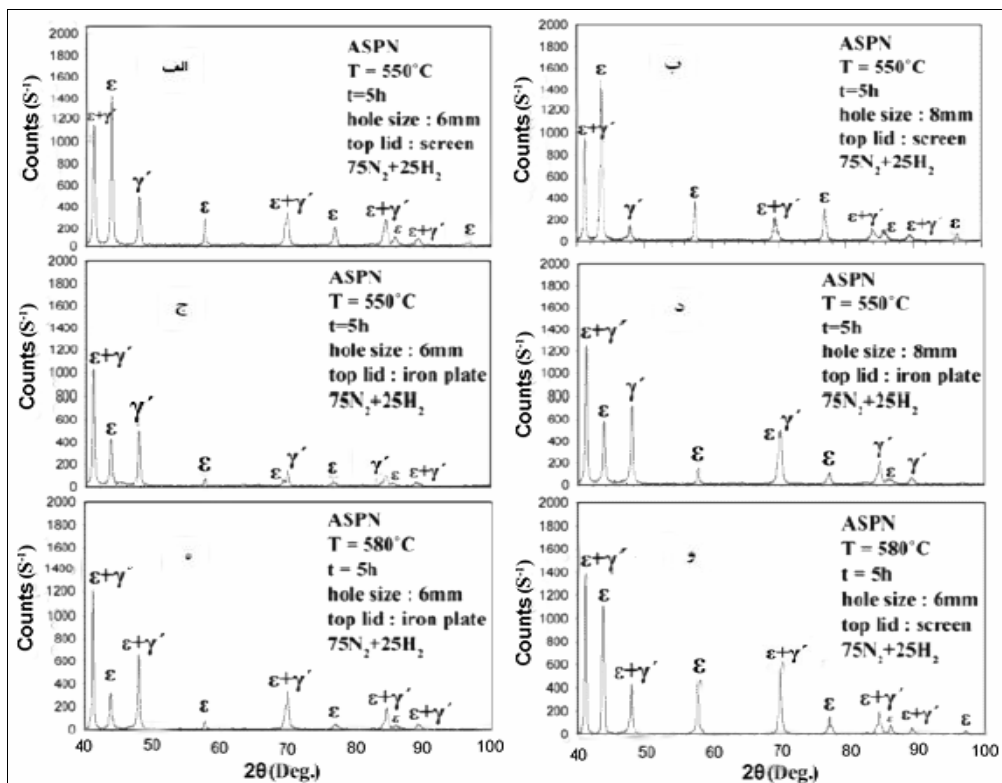


شکل ۲. نمایی از تجهیزات توری، درپوش و پایه مورد استفاده در این پژوهش

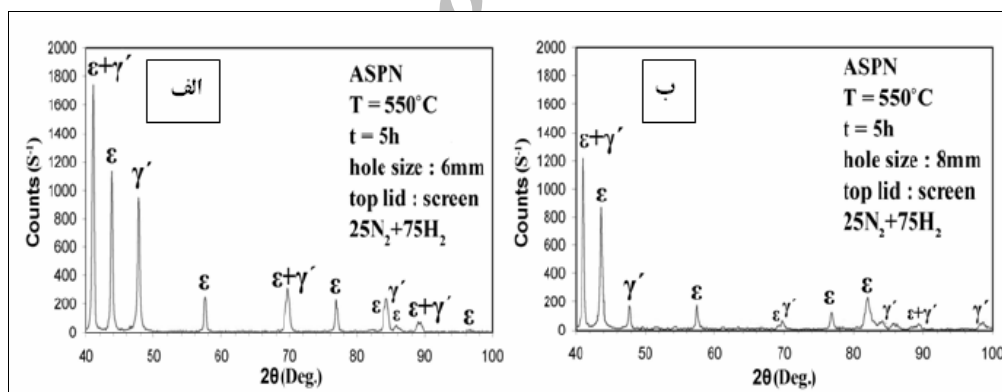
فاز ϵ در یک سیستم توری با قطر سوراخ ۶ میلی‌متر، برابر $2/8$ و برای یک سیستم توری با قطر سوراخ ۸ میلی‌متر برابر $2/6$ است. این امر نشان دهنده آن است که فاز ϵ در لایه ترکیبی برای یک سیستم توری با درپوش توری بیشتر از یک سیستم توری با درپوش ساده است. شکل‌های ۳ و ۴ نشان می‌دهند که در فرآیند ASPN مستقل از نوع ترکیب گاز عملیات و قطر سوراخ‌های توری، در صورت استفاده از درپوش توری، فاز نیترید آهن γ' مقدار و شدت بسیار کمتری داشته و لایه ترکیبی بیشتر تمایل به تشکیل فاز ϵ دارد. درحالی‌که با استفاده از درپوش ساده، عکس این قضیه صادق است. بدین معنی که میزان فاز ϵ در لایه ترکیبی کاهش می‌یابد. در این شرایط به نظر می‌رسد که در صورت استفاده از درپوش ساده، از انتقال آزاد اجزای فعال پلاسما از سطح فوقانی توری استوانه‌ای کاسته شده و همین امر موجب کاهش میزان رسوب FeN بر روی سطح نمونه‌ها می‌شود، لذا در این حالت مطابق شکل ۳ و همچنین تصاویر میکروسکوپی، لایه ترکیبی تشکیل شده از ضخامت کمتری برخوردار بوده و تمایل به تشکیل فاز ϵ در آن کاهش می‌یابد.

۳. یافته‌ها

شکل ۳ (الف تا و) نتایج آنالیز XRD از نمونه‌های نیتروده شده به طریق توری فعال را در شرایط مختلف دمایی و مخلوط گازی $75\% \text{N}_2 - 25\% \text{H}_2$ ، برای توری‌های با قطر ۶ و ۸ میلی‌متر با درپوش‌های توری و ساده نشان می‌دهد. شکل ۴ نیز آنالیز XRD نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دمای 550°C درجه سانتیگراد، برای توری‌های با قطر ۶ (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش‌های توری برای ترکیب گاز $75\% \text{N}_2 - 25\% \text{H}_2$ را نشان می‌دهد. مطابق نتایج آزمایش‌های تفرق اشعه ایکس (XRD)، لایه ترکیبی تشکیل شده در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال متشکل از فازهای نیترید آهن $\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}$ و $\epsilon - \text{Fe}_{2.3}\text{N}$ می‌باشد. شکل ۳ نشان می‌دهد که در دمای 550°C درجه سانتیگراد و مستقل از نوع درپوش، با افزایش قطر سوراخ‌های توری مقدار فاز نیترید آهن ϵ در لایه نیتروده سطحی افزایش می‌یابد. با توجه به این شکل، در دمای 550°C درجه سانتیگراد نسبت شدت پیک فاز ϵ برای درپوش توری به درپوش ساده، برای بلندترین پیک مربوط به



شکل ۳. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد برای توری‌های با قطر ۶ (الف، ج، ه، و) و ۸ میلی‌متر (ب و د) و با درپوش‌های مشبک (الف، ب، و) و ساده (ج و د و ه)، برای مخلوط ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی



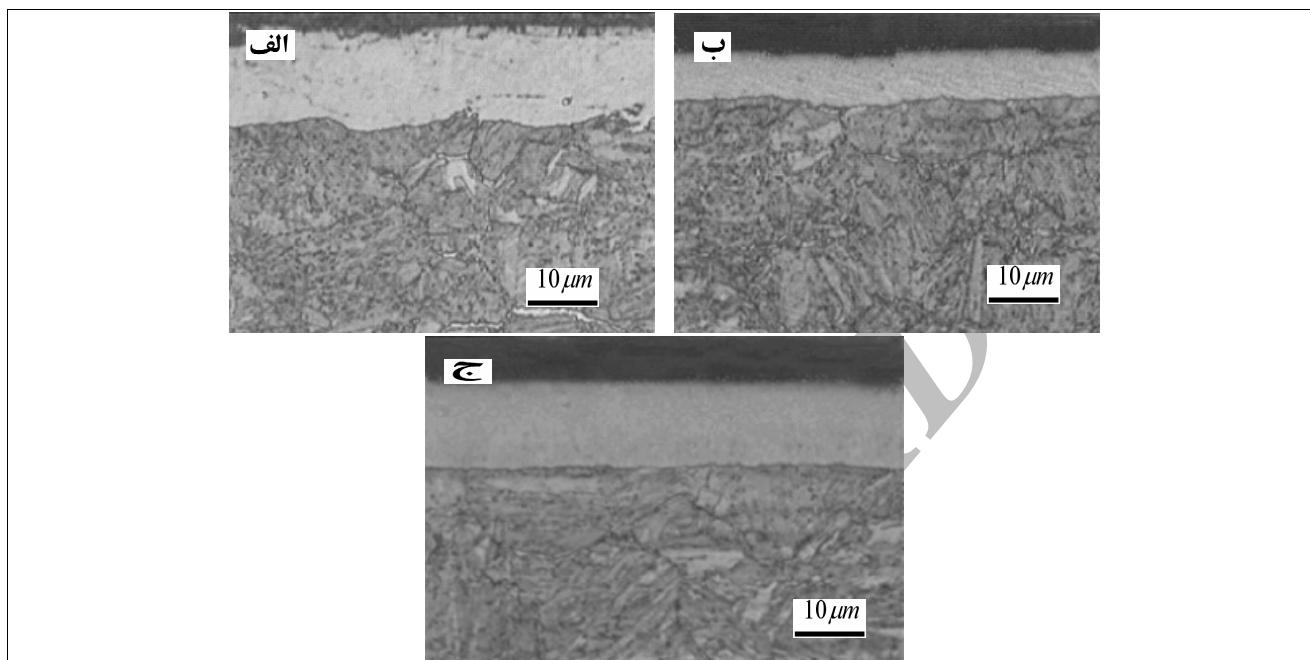
شکل ۴. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در ۵۵۰ درجه سانتیگراد، برای توری‌های با قطر ۶ میلی‌متر (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش‌های مشبک برای مخلوط ۲۵٪ نیتروژن در گاز ورودی

ترکیب گاز ورودی موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می‌شود و همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری در شرایط یکسان در صورت استفاده از درپوش توری تأثیری ناچیز بر روی ضخامت لایه ترکیبی دارد، شکل (۶-ب) و (۶-ج). جدول (۲) مقادیر اندازه گیری شده ضخامت لایه ترکیبی برخی از نمونه‌های عملیات شده را تحت شرایط مختلف عملیاتی و پارامترهای مربوط به سیستم توری نشان می‌دهد. لازم به توضیح است که اعداد مندرج در جدول (۲)، میانگین پنج الی ده بار اندازه گیری ضخامت لایه ترکیبی در مناطق مختلف آن به ازای هر نمونه عملیات شده می‌باشد. با مقایسه اعداد

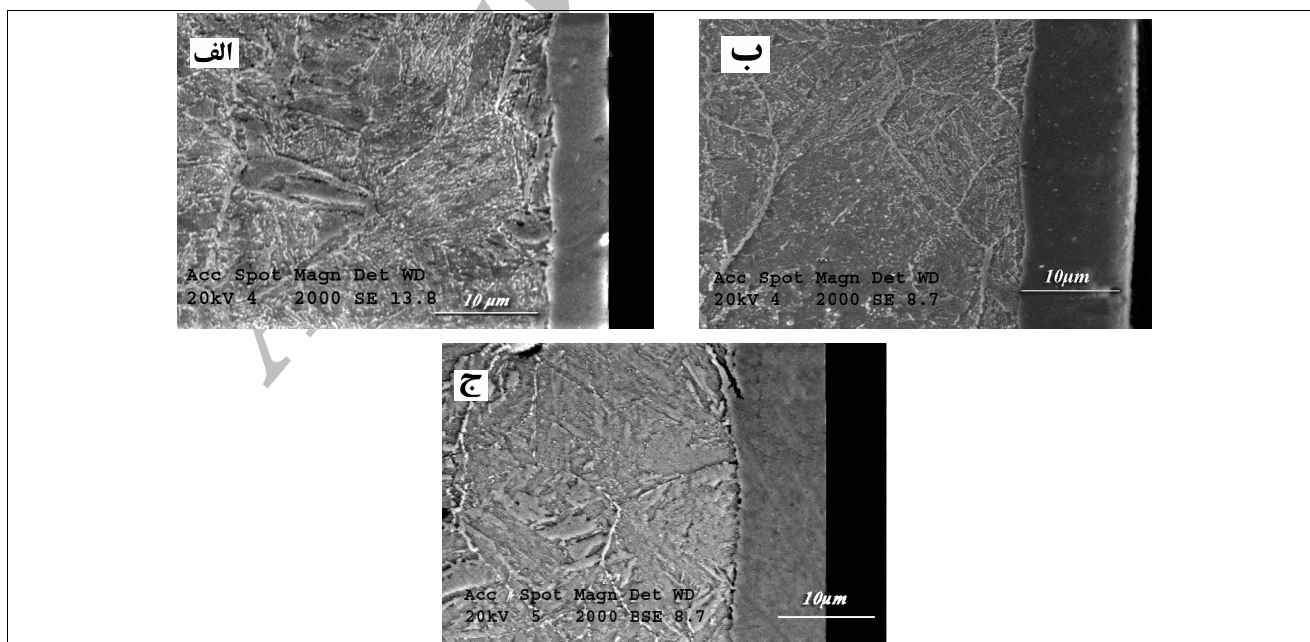
شکل‌های ۵ و ۶ تصاویر میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی (SEM) گرفته شده از نمونه‌های نیتروژن دهی شده تحت شرایط مختلف عملیاتی و پارامترهای مربوط به سیستم توری را نشان می‌دهند. با مشاهده شکل ۵ دیده می‌شود که در صورت استفاده از درپوش ساده ضخامت لایه ترکیبی در یک دمای ثابت با افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری، زیاد می‌گردد، شکل (۵-الف) و (۵-ب). همچنین با توجه به شکل (۵-ب) و (۵-ج) مشاهده می‌گردد که در شرایط یکسان، ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما، زیاد می‌شود. شکل‌های (۶-الف) و (۶-ب) نشان می‌دهند که افزایش درصد نیتروژن در

عملیات شده تحت شرایط؛ توری با قطر سوراخ ۸ میلی‌متر، درپوش توری، دمای ۵۸۰ درجه سانتیگراد و مخلوط گازی $۷۵\%N_2$ - $۲۵\%H_2$ دیده می‌شود.

مندرج در این جدول مشخص می‌گردد که در یک دمای ثابت، سیستم توری با درپوش توری، لایه ترکیبی ضخیم‌تری نسبت به سیستم توری با درپوش ساده ایجاد می‌کند. همانطور که مشاهده می‌شود ضخیم‌ترین لایه ترکیبی به ضخامت $۱۴/۵ \mu m$ در نمونه



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه‌های عملیات شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد، برای توری‌های با قطر ۸ (الف) و ۶ میلی‌متر (ب) و همچنین نمونه عملیات شده در دمای ۵۸۰ درجه سانتیگراد با توری به قطر ۶ میلی‌متر (ج)، تحت شرایط یکسان ۷۵% نیتروژن در گاز ورودی و با درپوش ساده



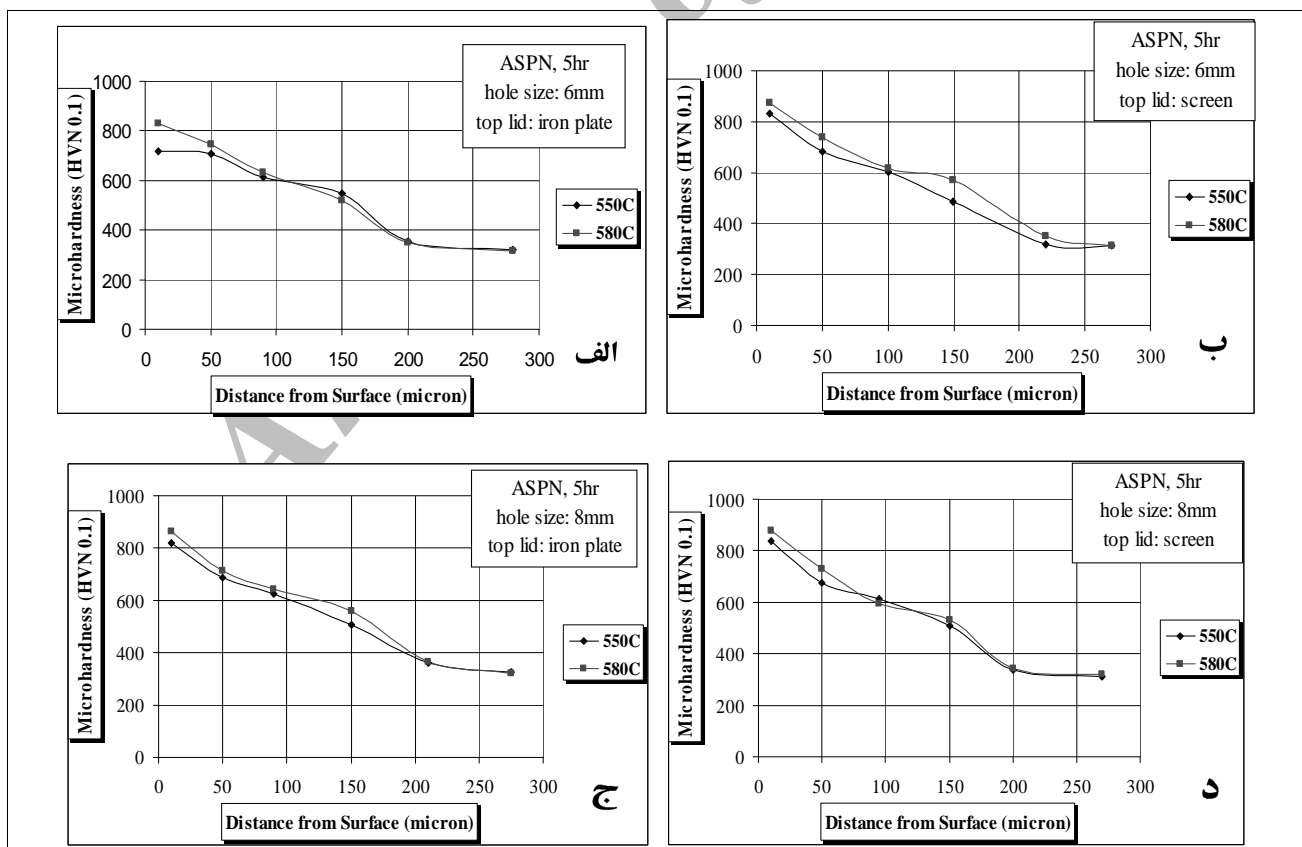
شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های نیتروژن شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و با استفاده از درپوش توری، تحت شرایط؛ الف) ۲۵% نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی‌متر، ب) ۷۵% نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی‌متر و ج) ۷۵% نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۶ میلی‌متر

جدول ۲. تغییرات ضخامت لایه ترکیبی تشکیل شده با دما و پارامترهای مربوط به سیستم توری

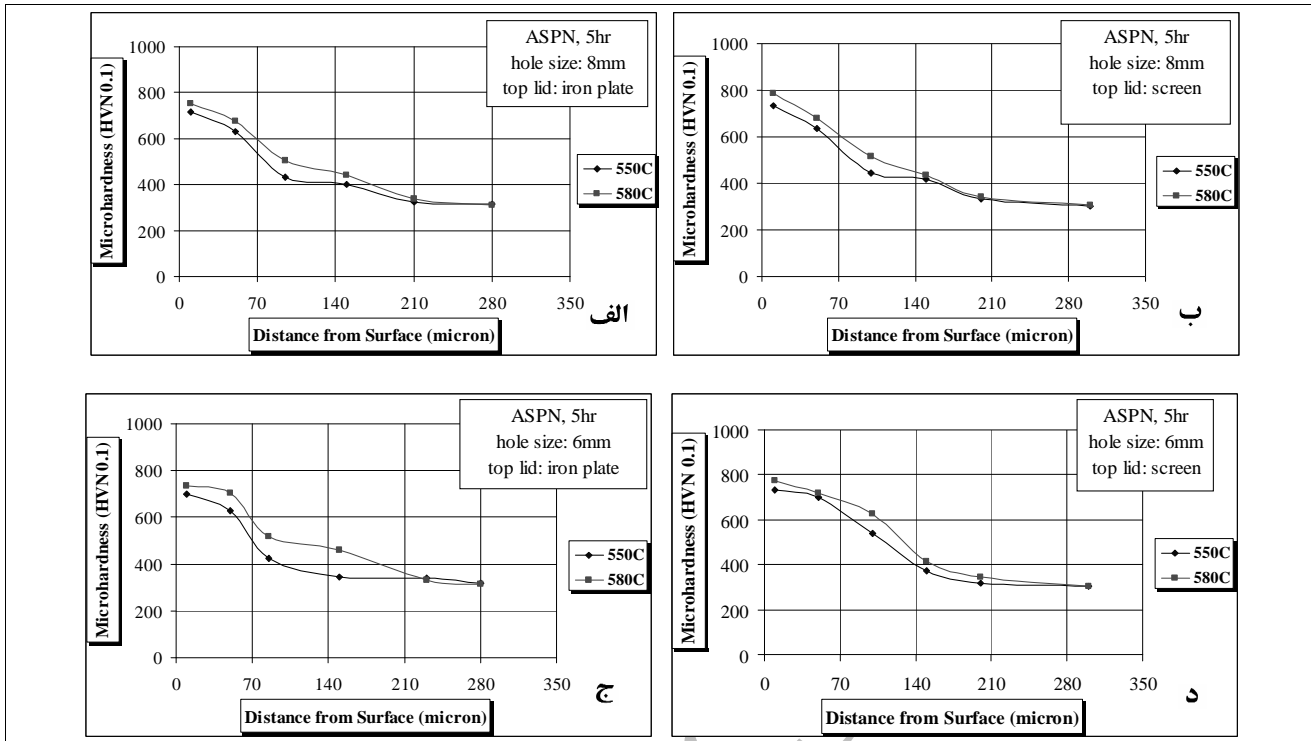
دما (°C)	پارامترهای سیستم توری		ضخامت لایه ترکیبی (µm)	
	نوع درپوش	قطر سوراخ توری (mm)	N _۲ /H _۲ =۳/۱	N _۲ /H _۲ =۱/۳
۵۵۰	ساده	۶	۶	۲/۵
۵۵۰	ساده	۸	۱۳	۳
۵۵۰	توری	۶	۱۰	۴
۵۵۰	توری	۸	۱۰	۵
۵۸۰	ساده	۶	۱۳	۷
۵۸۰	ساده	۸	۱۳/۵	۱۰/۶
۵۸۰	توری	۶	۱۴	۱۱/۵
۵۸۰	توری	۸	۱۴/۵	۱۲

عمق سخت شده نسبت به افزایش درصد نیتروژن در گاز عملیات، بسیار کمتر می باشد. مشخص شد که نوع درپوش، تأثیر بسیار کمی بر میزان ریز سختی سطح نمونه ها دارد. به نظر می رسد در شرایط مختلف نیتروژن دهی، مقادیر ریز سختی نمونه های عملیات شده با درپوش توری نسبتاً بیشتر از مقادیر ریز سختی نمونه های عملیات شده با درپوش ساده است (شکل ۷ و ۸).

شکل های ۷ و ۸ نتایج ریزسختی سنجی تعدادی از نمونه های عملیات شده را تحت شرایط مختلف برای توری های با قطر ۶ و ۸ میلی متر با درپوش ساده و توری را نشان می دهند. نتایج حاصل از آزمون ریز سختی سنجی نشان می دهند که با افزایش دما و گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی میزان سختی و عمق لایه سخت شده افزایش می یابد. البته با توجه به نتایج آزمون ریزسختی سنجی مشاهده می شود که تأثیر افزایش دما بر میزان سختی سطحی و



شکل ۷. تغییرات ریز سختی از سطح تا عمق برای نمونه های عملیات شده با ترکیب ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی برای توری های استوانه ای با قطر ۶ (الف و ب) و ۸ میلی متر (ج و د) و درپوش های ساده و توری



شکل ۸. تغییرات ریز سختی از سطح تا عمق برای نمونه‌های عملیات شده با ترکیب ۲۵٪ نیتروژن در گاز ورودی برای توری‌های استوانه‌ای با قطر ۸ (الف و ب) و ۶ میلی‌متر (ج و د) و در پوش‌های ساده و توری

نیتروژن‌دهی تشکیل شده به صورت رسوب مجدد بر روی سطح توری قرار می‌گیرند و بخشی دیگر از سوراخ‌های موجود در توری استوانه‌ای و در پوش توری عبور کرده و بر روی سطح نمونه مورد عملیات رسوب می‌کنند [۱۵]. تحت این شرایط به دلیل اینکه فرآیند کندوپاش به طور پیوسته روی سطح نمونه در داخل توری انجام نمی‌گیرد، لذا غلظت نیتروژن‌های آهن موجود بر روی سطح نمونه افزایش می‌یابد. این ذرات از نظر تئوری دارای ۲۰/۰۵٪ وزنی نیتروژن می‌باشند. این ترکیب ناپایدار است و به نیتروژن‌های نیتروژن پایین تر مثل Fe_2N ، Fe_3N و Fe_4N تجزیه می‌شود و نیتروژن حاصل از تجزیه این ترکیبات از طریق نفوذ وارد نمونه می‌شود [۷].

از طرفی به دلیل رسوب مجدد فاز نیتريد آهن FeN بر روی سطح توری، در خلال انجام فرآیند، ذرات حاصل از کندوپاش سطح توری به جای اتم‌های آهن، مشتمل بر ذرات نیتريد آهن $(x > 2) Fe_xN$ هستند [۱۱]. ذرات نیتريد آهن Fe_xN کندوپاش شده از سطح توری به طور فیزیکی و شیمیایی، نیتروژن اتمی آزاد ایجاد شده در محیط پلاسما را به خود جذب می‌کنند و به صورت ذرات نیتريد آهن غنی از نیتروژن به سمت قطعات کار هدایت می‌گردند. در اثر برخورد این ذرات با سطح نمونه کار که به لحاظ سطحی دارای دمای بالایی است، بخشی از نیتروژن اتمی که به طور فیزیکی جذب ذرات نیتريد آهن کنده شده از توری شده اند، جدا شده و به سمت سطوح زیرین نمونه نفوذ می‌کنند و تشکیل لایه نفوذی را می‌دهند.

۴. بحث

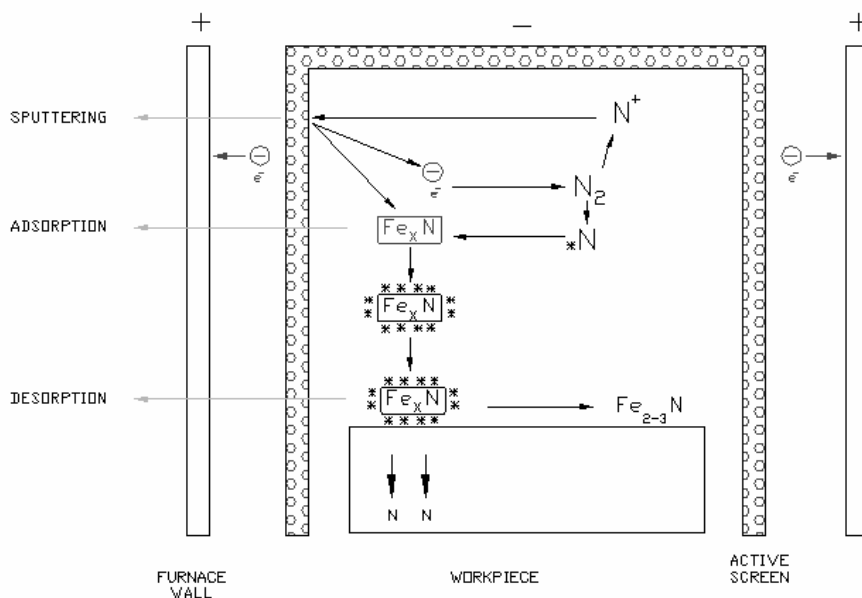
در نیتروژن‌دهی پلاسمایی می‌توان ساختار لایه‌ها را با تغییر ترکیب گاز عملیات تغییر داد. با وجود گاز نیتروژن و یا مخلوط گاز نیتروژن-هیدروژن در اتمسفر پلاسما و همچنین به دلیل درصد کم عناصر آلیاژی در فولاد مورد تحقیق، ریز ساختار سطحی حاصله مطابق دیاگرام دو تایی Fe-N می‌باشد. با توجه به نتایج حاصل از کارهای انجام شده توسط ادنهوفر^۱ [۱۳]، می‌توان گفت که تحت این شرایط لایه سفید تشکیل شده می‌بایست شامل فازهای γ' و ϵ باشد. لذا در نتایج آنالیز XRD همه نمونه‌ها، هر دو فاز γ' و ϵ مشاهده می‌گردند. با افزایش ضخامت لایه سفید به دلیل تشکیل بیشتر و افزایش مقدار فاز ϵ و قابلیت بهتر شناسایی آن توسط اشعه ایکس، شدت پیک فاز ϵ زیاد می‌گردد (شکل ۳ و ۴). از سوی دیگر دقت و مقایسه تغییرات فازی نتایج آنالیز XRD در شکل‌های ۳ و ۴، مؤید نتایج گرفته شده در تصاویر میکروسکوپی نیز است. یکی از مکانیزم‌های پیشنهاد شده در تشکیل لایه سفید، کندوپاش^۲ و رسوب مجدد است [۱۴]. در اثر برخورد یون‌های پر انرژی موجود در محیط پلاسما با سطح توری پیرامون نمونه، ابتدا اتم‌های آهن از سطح توری کندوپاش می‌شوند، سپس به علت برخورد یون‌های آهن با یون‌های نیتروژن در فضای اطراف سطح توری، فاز نیتريد آهن FeN تشکیل می‌گردد. بخشی از این فازهای

¹ B. Edenhofer

² Sputtering

فازهای نیتريد آهن Fe_2-3N و Fe_4N را روی سطح نمونه می‌دهند (شکل ۹) [۱۱ و ۱۶].

مابقی نیتروژن‌های فعال اتمی آزاد که به طور شیمیایی جذب ذرات نیتريد آهن شده اند به صورت شیمیایی با آنها ترکیب شده و تشکیل



شکل ۹. شماتیک مکانیزم انتقال جرم و واکنش های انجام شونده حین فرآیند نیتروژن دهی به روش ASPN [۱۶]

از طرفی سختی سطح نیتروژن شده ارتباطی مستقیم با مقدار فازهای نیتريدی موجود در لایه ترکیبی (به ویژه فاز ϵ با ساختار کریستالی h.c.p و تعداد سیستم‌های لغزشی محدود که به لحاظ ریزساختاری در قسمت سطحی بالای نمونه و بر روی لایه γ' قرار دارد) دارد [۱۳]. لذا تحت این شرایط سختی سطحی نیز بالا می‌رود (شکل ۷ و ۸).

با افزایش نیتروژن در ترکیب گاز ورودی به دلیل زیاد شدن غلظت اتم‌های نیتروژن در نزدیکی سطح و افزایش شیب غلظتی، نیروی محرکه برای نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن بیشتر می‌شود. همچنین از آنجا که فرآیند نیتروژن دهی، فرآیندی وابسته به دما است پس افزایش دما سبب تحرک بیشتر اتم‌ها و تسریع نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن می‌شود. لذا با افزایش دو پارامتر فوق، به دلیل نفوذ و حل شدن بیشتر نیتروژن در شبکه آهن α ، با تشکیل محلول جامد بین نشین و اعوجاجی که این ترکیبات در ساختار شبکه آهن α می‌گذارند [۱۷] و همچنین با تشکیل رسوبات پراکنده کربونیتريدی در مرز دانه‌ها [۱۸]، سختی و عمق آن افزایش می‌یابد. لذا دیده می‌شود که با افزایش دما و گاز نیتروژن در ترکیب گاز عملیات، شیب نیم‌رخ سختی از سطح به سمت مرکز نمونه کمتر می‌شود. لازم به تذکر می‌باشد که روند تغییرات سختی تحت تأثیر عناصر آلیاژی و شدت اندرکنش بین آنها و نیتروژن موجود در فولاد است [۱۲]. اما با توجه به درصد کم عناصر آلیاژی موجود در فولاد مورد پژوهش و اندرکنش ضعیف مابین عناصر آلیاژی و نیتروژن و همچنین کاهش غلظت نیتريد‌ها از سطح به مغز

با افزایش قطر سوراخ‌های توری و یا استفاده از درپوش توری، انتقال آزاد اجزای فعال پلاسما با یون‌های نیتروژن، مولکول‌ها و اتم‌های خنثی نیتروژن [۸] از سطوح جانبی توری و فوقانی درپوش به سمت سطح نمونه‌ها بیشتر می‌گردد. از طرفی رشد لایه ترکیبی بستگی به شدت کندوپاش روی سطح توری دارد. شدت کندوپاش سطح توری با افزایش دما، به دلیل امکان نفوذ و اندرکنش بیشتر اتم‌های فعال گاز نیتروژن با اتم‌های آهن کنده شده از توری (به خاطر ماهیت نفوذی فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی) و همچنین با افزایش درصد گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی نیز به دلیل سنگین تر بودن وزن اتمی نیتروژن نسبت به هیدروژن، زیاد بوده و همین امر سبب انتقال مؤثرتر اجزای فعال نیتريدی ایجاد شده به سمت نمونه‌های موجود در توری فعال می‌شود.

از آنجایی که فاز ϵ نسبت به فاز γ' نیتروژن بیشتری را در خود حل می‌کند، لذا با توجه به شرایط پژوهش حاضر که در قسمت نتایج ذکر گردید، با افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری و یا استفاده از درپوش توری، افزایش دما و درصد گاز نیتروژن، با افزایش در مقدار و شدت پیک فاز نیتريد آهن ϵ در نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس، آنالیز XRD غلظت بیشتری از فاز ϵ را در لایه ترکیبی نشان می‌دهد (شکل ۳ و ۴). با افزایش میزان غلظت فازهای نیتريد آهن ϵ و تشکیل این نیتريد‌های هگزاگونال در مرز دانه‌ها و ارتباط مستقیم ضخامت لایه سفید با میزان فازهای نیتريدی تشکیل شده، طبقاً ضخامت لایه ترکیبی نیز زیاد می‌گردد، شکل های (۵) و (۶) و جدول (۲).

- [7] Li, C.X., Bell, T., *Principals, Mechanisms and Applications of Active Screen Plasma Nitriding*, Heat Treatment of Metals, UK, 30 (1), 2003, pp. 1-7.
- [8] Cleugh, D., *Plasma Species Analysis for in Situ Assessment of Surface Treatment*, Surface Engineering, 18 (3), 2002, pp. 133-139.
- [9] Li, C.X., Bell, T., *Corrosion Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Corrosion Science, 46, 2004, pp. 1527-1547.
- [10] Li, C.X., Bell, T., *Sliding Wear Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Wear, 256, 2004, pp. 1144-1152.
- [11] Zhao, C., Li, C.X., Bell, T., *Study on the Active Screen Plasma Nitriding and its Nitriding Mechanism*, Surface and Coating Technology, 201, 2006, pp. 2320-2325.
- [12] Li, C.X., Bell, T., Dong, H., *A Study of Active Screen Plasma Nitriding*, Surface Engineering, 18 (3), 2002, pp. 174-181.
- [13] Edenhofer, B. *Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding*, Heat Treatment of Metals, 1974, pp. 23-67.
- [14] Tsyrlin, E.S., Kurdyumova, V.E., Blinov, V.N., Solodkin, G.A., *Effect of Prior Heat Treatment on Nitride Layer Formation and the Properties of Steel 30khgsa*, Metal Science and Heat Treatment, 33 (2) 1991, pp. 130-134.
- [15] Reed Hill, R.E., Abbaschian, R., *Physical Metallurgy Principales*, 3rd ed, PWS-Kent Publishing Company, Boston-USA, MA, 1992.
- [16] Thelning, K.E., *Steel and its Heat Treatment*, Bofors Handbook, Butterworths, 1981.

[۱۷] طاهرخانی، فرخ، محبوبی، فرزاد، "مقایسه اثر پارامترهای نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و توری فعال بر رفتار خوردگی فولاد کم آلیاژ"، علوم و مهندسی سطح، شماره ۳، سال ۱۳۸۶، صفحه ۶۰-۴۷.

[۱۸] طاهرخانی، فرخ، و محبوبی، فرزاد، "بررسی مکانیزم انتقال جرم در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش توری (شبکه) فعال و مقایسه آن با روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول"، مجموعه مقالات هشتمین سمینار ملی مهندسی سطح و عملیات حرارتی، کرمان-دانشگاه شهید باهنر، ۱۹-۱۸ اردیبهشت ۱۳۸۶، صفحه ۱۷۲-۱۶۵.

قطعه، موجب گردیده تا شیب نیم‌رخ سختی بطور یکنواخت و ملایم کاهش یابد (شکل ۷ و ۸).

۵. نتیجه گیری

- ۱) مقدار و شدت پیک فاز ϵ در حالت استفاده از توری با قطر بزرگتر و همچنین استفاده از درپوش توری به دلیل انتقال آزاد و مؤثرتر اجزای فعال پلاسمای از سطوح جانبی و فوقانی توری و قابلیت انحلال بیشتر نیتروژن در فاز ϵ نسبت به فاز γ' ، بیشتر است.
- ۲) ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما به دلیل امکان نفوذ و اندرکنش بیشتر اتم‌های فعال گاز نیتروژن با اتم‌های آهن، زیاد می‌گردد.
- ۳) افزایش قطر سوراخ توری در حالت استفاده از درپوش ساده، منجر به افزایش ضخامت لایه ترکیبی می‌گردد، در حالی که همین پارامتر در حالت استفاده از درپوش توری، تأثیر محسوسی بر این امر ندارد. این امر به دلیل انتقال بهتر و بیشتر اجزای فعال پلاسمای افزایش قطر سوراخ توری به سمت نمونه‌ها می‌باشد.
- ۴) سختی سطحی نمونه‌های عملیات شده به روش توری فعال با درپوش توری نسبتاً بیشتر از سختی نمونه‌های عملیات شده با درپوش ساده است. این امر به دلیل عبور بیشتر نیتروژن‌های آهن از سوراخ‌های درپوش و رسوب بیشتر آنها روی سطح نمونه می‌باشد.
- ۵) افزایش دمای عملیات به دلیل تسریع نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن، با تشکیل رسوبات نیتروژنی و ترکیبات بین نشین موجب افزایش سختی سطحی می‌گردد.

مراجع

- [1] Karakan, M., Alsaran, A., Celik, A., "Effects of Various Gas Mixtures on Plasma Nitriding Behavior of AISI 5140 Steel", Material Characteristics, 49, 2003, 241-6.
- [2] Jeong, B.Y., Kim, M.H; *Effectts of the Process Parameters on the Layer Formation Behavior of Plasma Nitrided Steels*, Surface and Coating Technology, 141, 2001, 182-6.
- [3] Berg, M., Budtz, C.V., Reitz, H., Schweitz, K.O., Chevallier, J., *on Plasma Nitriding of Steels*, Surface and Coating Technology, 124, 2000, 25-31.
- [4] Ozbaysal, K., Inal, O.T., *Structure and Properties of Ion Nitrided Stainless Steel*, Material Science and Engineering, 21, 1986, 4318.
- [5] Borgioli, F., Galvanetto, E., Fossati, A., Bacci, T., *Glow Discharge Nitriding and Post Oxidation Treatment of AISI H11 Steel*, Surface and Coatings Technology, 162 2002, 61-62.
- [6] Georges, J., *TC Plasma Nitriding, Plasma Metal*, Proceeding of 12th IFHTSE Congress, Melbourne, Australia, International Federation of Heat Treating and Surface Engineering, 3, 2000, 229-225.