

مشخصه های سطحی نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰

فرخ طاهرخانی و فرزاد محبوبی

دانشکده معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

چکیده

این مقاله به تأثیر مشخصه های سطحی نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال بر فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ می پردازد. در این پژوهش عملیات نیتروژن دهی در دماهای ۵۲۰، ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد و ترکیب گاز نیتروژن و هیدروژن (N_2/H_2) با نسبت های ۳:۱ و ۱:۳ در زمان ثابت عملیات به مدت ۵ ساعت انجام شد. کلیه نمونه های عملیات شده به کمک آزمایش های متالوگرافی، XRD، ریز سختی سنجی و SEM مورد بررسی قرار گرفتند. آنالیز تفرق پرتو ایکس تشکیل فازهای $\gamma' - Fe_4N$ و $\epsilon - Fe_{2-3}N$ را طی فرآیند نیتروژن دهی نشان داد. نتایج به دست آمده نشان می دهند که ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما و درصد نیتروژن در ترکیب گاز ورودی زیاد می شود. همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ توری در حالت استفاده از درپوش مشبک، تأثیری روی ضخامت لایه ترکیبی ندارد و در حالت استفاده از درپوش ساده و در دمای ثابت، موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می شود. 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 مشبک بیشتر از حالت استفاده از درپوش ساده است.

کلمات کلیدی: نیتروژن دهی پلاسمایی، روش توری فعال، فولاد کم آلیاژ، سخت کاری سطحی

Surface characterization of active screen plasma nitrided low alloy steel (DIN 1.6580)

F. Taherkhani and F. Mahboubi

Department of Mining, Metallurgy and Petroleum Eng., Amirkabir University of Technology

Abstract

This paper considers the effects of plasma nitriding parameters including screen hole size, top lid type (screen or iron plate), temperature and composition of the treatment gas, on the surface properties of DIN 1.6580 low-alloy steel. Nitriding was carried out at 520, 550 and 580 °C for 5 hr in the gas mixture of (N_2/H_2); 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 $\gamma' - Fe_4N$ and $\epsilon - Fe_{2-3}N$ during the nitriding process. The findings show that the thickness of the compound layer increases with the increase in the treatment temperature and nitrogen percentage in the gas mixture moreover increase in the screen hole size has no effect on the compound layer thickness in the screen top lid condition but that an increase in the screen hole size at the same temperature results in an increase in the thickness of the compound layer in the iron plate top lid condition. The results of micro-hardness measurements indicate that surface hardness increases with the increase in the temperature and nitrogen volume in the 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.

Keywords: Plasma nitriding, Active screen method (ASP), Low alloy steel, Surface hardening

E-mail of corresponding authors: taherkhani.f@tiau.ac.ir, mahboubi@aut.ac.ir

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 بیشتر جهت بهبود و افزایش سختی سطحی و عمق نفوذ مؤثر در قطعات فولادی بکار می رود [۱ و ۲]. به عبارت دیگر این روش یکی از فرآیندهای مهم مهندسی سطح در بهبود سختی سطح و مقاومت به سایش انواع مختلف مواد مهندسی به ویژه فولادهای کم آلیاژ و فولادهای ابزار محسوب می گردد [۳]. عملیات نیتروژن دهی فولادها به طور سنتی هنوز هم توسط یکی از روش های گازی یا مایع انجام می پذیرد. اما استفاده از پلاسما در عملیات نیتروژن دهی با کنترل بهتر فلزهای سطحی تشکیل شونده و کیفیت بهتر سطوح قطعات، سبب کاهش مصرف گاز، کاهش انرژی مصرفی و همینطور کاهش خطرات زیست محیطی می گردد. در حال حاضر نیتروژن دهی پلاسمایی متداول بیشترین استفاده را در نیتروژن دهی فولادها دارد. با وجود تمام مزایایی که روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول نسبت به روش های سنتی نیتروژن دهی 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 و پدیده کاتد توخالی^۱ در طی انجام فرآیند دیده می شود. تلاش هایی که به منظور برطرف کردن معایب این روش صورت گرفته، ضمن اینکه منجر به توسعه روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول و ابداع روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال (ASP^۲) یا TC^۳ شده است، پیشرفت های زیادی را نیز در این زمینه ارایه نموده است.

اساس روش کار عملیات ASPN همانند روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول است، با این تفاوت که در روش نیتروژن دهی 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 نمونه ها که نسبت به کاتد در پتانسیل خنثی قرار دارند، بعهده توری است [۴ و ۵]. تا کنون در مورد تأثیر پارامترهای مختلف روش توری فعال بر روی خواص لایه نیتروژن شده و بالاخص توضیح در مورد نحوه انتقال جرم و اندرکنش های انجام شونده بین یون های نیتروژن و آهن در خلال انجام فرآیند تحقیقات زیادی صورت نگرفته و بیشتر 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^۴ و همچنین اثر کاتد توخالی را برطرف نماید [۵ تا ۱۰]. لذا تحقیق حاضر کوششی جهت تبیین بیشتر این موارد و پارامترهای مؤثر بر روش مزبور است.

روش تحقیق

نمونه های دیسکی شکل به قطر ۲۰mm و ضخامت ۱۰mm از فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ تهیه گردید. ترکیب شیمیایی فولاد مزبور بر حسب درصد وزنی عبارت است از: C: ۰/۲۶-۰/۳۴, Cr: ۱/۸-۲/۲, Mn: ۰/۳-۰/۶, P: ۰/۰۳۵ Max, Si: ۰/۳-۰/۴, Ni: ۱/۸-۲, Mo: ۰/۳, S: ۰/۰۴ Max. سطح کلیه نمونه ها با استفاده از روش های استاندارد و معمول متالوگرافی به منظور ایجاد سطحی آینه ای برای انجام عملیات، سرنهاده زنی و پولیش گردید. جهت انجام عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی متداول که در

^۱ Hollow Cathode Effect

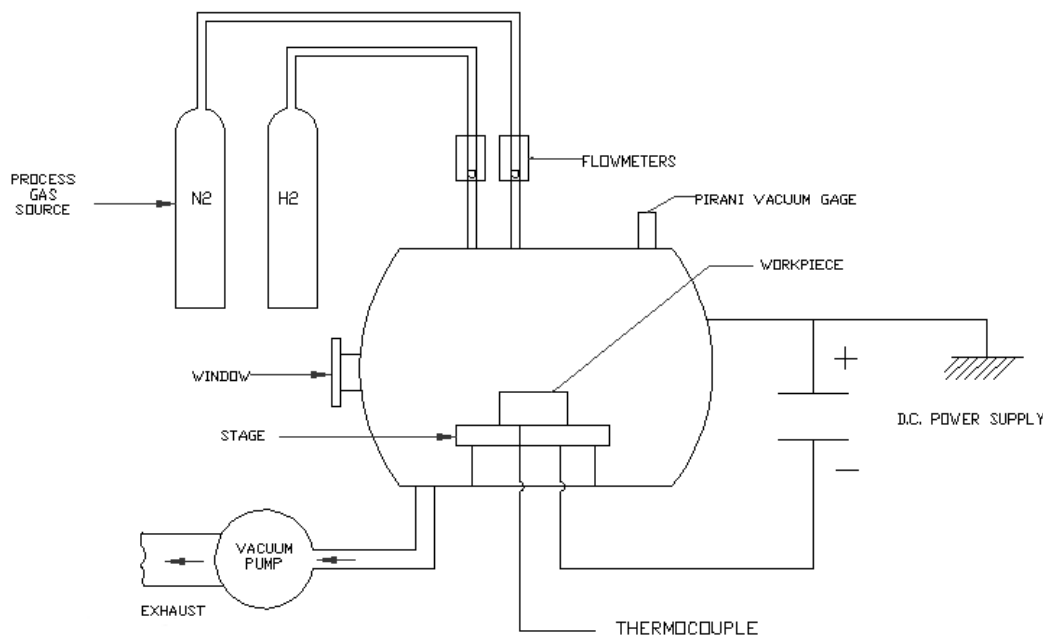
^۲ Active Screen Plasma Nitriding

^۳ Through Cage

^۴ Edging Effect

ترموکوپلی از نوع K که در مرکز سکوی نمونه‌ها متصل شده بود، اندازه گیری گردید. شرایط انجام آزمایش در دماهای ۵۲۰، ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ ساعت و در فشار محفظه ۵۰۰Pa انجام پذیرفت. ترکیب گاز ورودی شامل $75\% \text{N}_2 - 25\% \text{H}_2$ و $75\% \text{H}_2 - 25\% \text{N}_2$ بود.

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 پلازما و تخلیه تابان، یک منبع تغذیه DC با توان ۵kW به کار گرفته شد.



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

بعد از انجام آزمایش، نمونه های عملیات شده به منظور آماده سازی برای عملیات متالوگرافی از وسط برش داده شدند. سپس نمونه های برش خورده به منظور انجام آبرکاری 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 آبرکاری شده طبق روش های معمول متالوگرافی، سرنهاده زنی و پولیش گردیدند.

محلول اچ مورد استفاده برای اچ کردن سطح نمونه ها محلول نایتال ۲٪ بود. آنالیز تفرق اشعه ایکس جهت تشخیص فازهای تشکیل شده در لایه های نیتریدی سطحی، توسط دستگاه پراش سنج فیلیپس (Philips, Xpert) وبا استفاده از تشعشع $(\lambda = 1.540 \text{ \AA}) \text{Cu-K}\alpha$

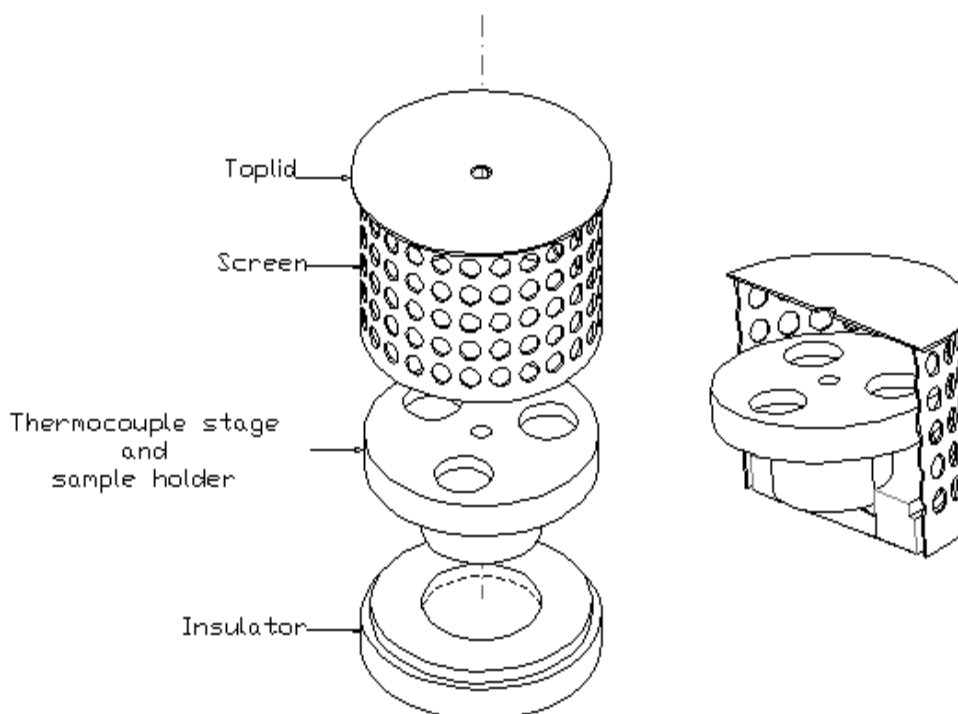
برای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، ورق های مشبک از جنس فولاد س اده کربنی به ضخامت ۰/۸ میلی متر که حاوی سوراخ هایی با توزیع یکنواخت به قطر ۶ و ۸ میلی متر بود، استوانه های مشبکی با ارتفاع ۵۰ میلی متر و قطر ۷۰ میلی متر به عنوان توری تهیه شد. درپوش مورد استفاده در این پژوهش قابل تعویض و به دو صورت مشبک و ورق بدون سوراخ تهیه گردید. نمونه ها بر روی میز کار که یک عایق سرامیکی آنرا از پتانسیل منفی (کاتد) جدا می کند قرار داده شدند (شکل ۲).

سپس توری ساخته شده پس از چربی زدایی و اسید شویی در محلول فروکیلین و خشک کردن، روی سکوی عملیات موجود در محفظه قرار گرفت. فاصله درپوش از سطح نمونه ها ۱۲ میلی متر و فاصله نزدیک ترین قسمت لبه نمونه تا دیواره توری حدوداً ۱۰ میلی متر بود. دمای کار به وسیله

¹ Watts Bath

مطابق نتایج آزمایش‌های تفرق اشعه ایکس (XRD)، لایه ترکیبی سطحی تشکیل شده در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش توری فعال متشکل از فازهای نیتريد آهن γ' -Fe₄N و ϵ -Fe₂₋₃N می‌باشد، اگرچه شدت نسبی پیک دو فاز یاد شده در نمونه‌های گوناگون عملیات شده تحت شرایط مختلف متفاوت می‌باشد. شکل ۳ نشان می‌دهد که با افزایش دما و قطر سوراخ‌های توری شدت پیک فاز نیتريد آهن ϵ در لایه نیتروژن‌دهی شده سطحی افزایش می‌یابد.

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 سختی سنج ویکرز 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.

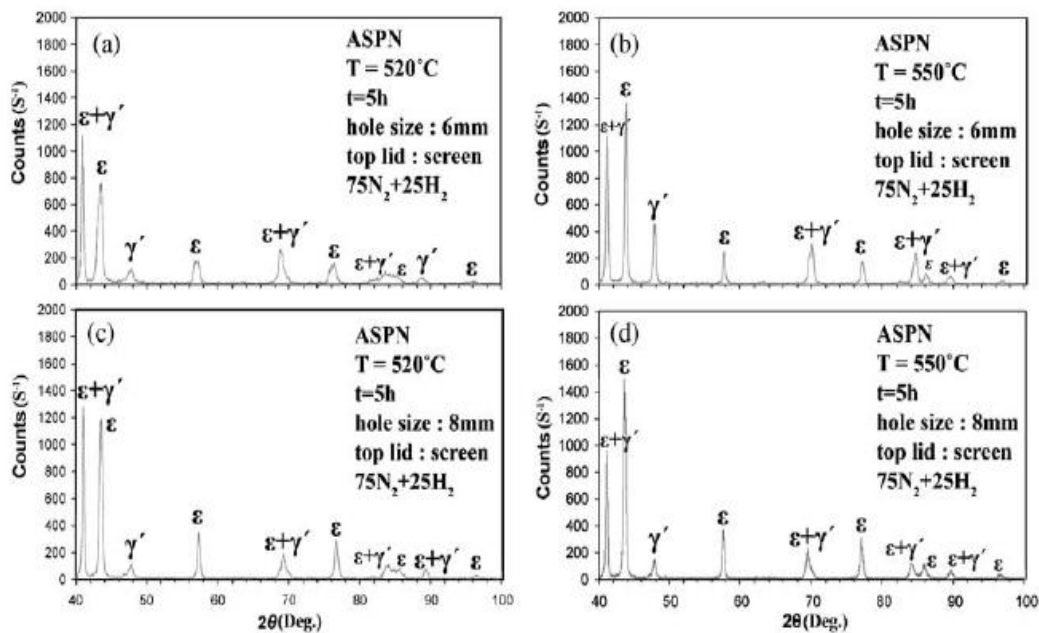


شکل ۲. تفایی از تجهیزات توری، درپوش و پایه مورد استفاده در این پژوهش

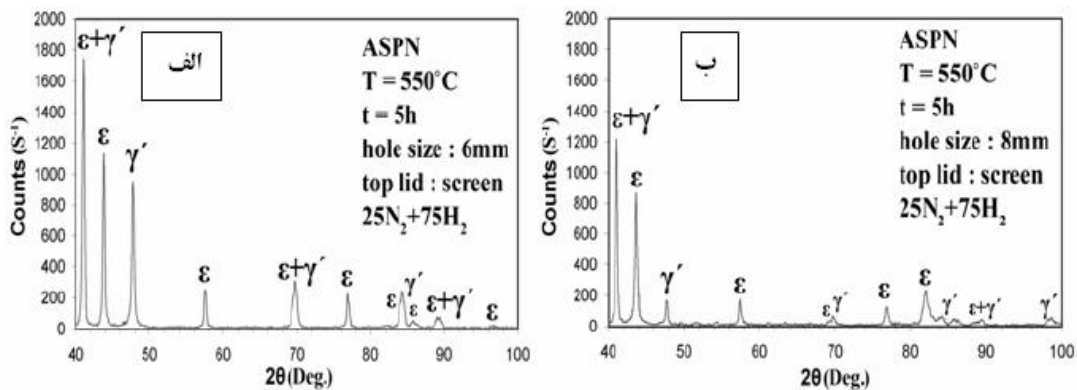
یافته‌ها

در مقابل شکل ۴ نشان می‌دهد که شدت پیک هر دو فاز γ' -Fe₄N و ϵ -Fe₂₋₃N با کاهش اندازه قطر سوراخ توری کاهش می‌یابد. شکل‌های ۳ و ۴ نشان می‌دهند که در فرآیند ASPN مستقل از ترکیب گاز عملیات و قطر سوراخ‌های توری، در صورت استفاده از درپوش مشبک و افزایش درصد نیتروژن در گاز ورودی، فاز نیتريد آهن γ' مقدار بسیار کمتری داشته و لایه ترکیبی بیشتر تمایل به تشکیل فاز ϵ دارد.

شکل ۳ (الف تا د) نتایج آنالیز XRD از نمونه‌های نیتروژن‌دهی 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 درپوش مشبک را نشان می‌دهد. شکل ۴ نیز آنالیز XRD نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دمای 550°C ، برای توری‌های با قطر ۶ (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش مشبک برای ترکیب گاز $75\% \text{N}_2 - 25\% \text{H}_2$ را نشان می‌دهد.



شکل ۳. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دماهای ۵۲۰ (الف، ج) و ۵۵۰ درجه سانتیگراد (ب، د) برای توری‌های با قطر ۶ (الف، ب) و ۸ میلی‌متر (ج و د) و با درپوش مشبک، برای مخلوط ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی

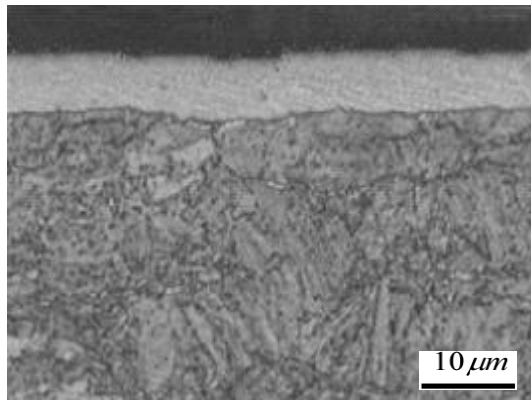


شکل ۴. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در ۵۵۰ درجه سانتیگراد، برای توری‌های با قطر ۶ میلی‌متر (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش مشبک برای مخلوط ۲۵٪ نیتروژن در گاز ورودی

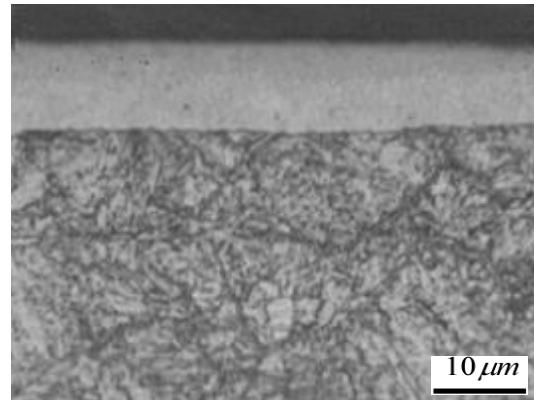
با مقایسه شکل‌های ۵ و ۶ مشخص می‌گردد که در یک دمای ثابت، سیستم توری با درپوش مشبک، لایه ترکیبی ضخیم‌تری نسبت به سیستم توری با درپوش ساده ایجاد می‌کند. با مشاهده شکل ۶ دیده می‌شود که در صورت استفاده از درپوش ساده ضخامت لایه ترکیبی در یک دمای ثابت با افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری، زیاد می‌گردد، شکل‌های (۷-الف) و (۷-ب) نشان می‌دهند که افزایش درصد نیتروژن در ترکیب گاز ورودی موجب افزایش

شکل‌های ۵ تا ۷ تصاویر میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی (SEM) گرفته شده از نمونه‌های نیتروژن شده تحت شرایط مختلف عملیاتی و پارامترهای مربوط به سیستم توری را نشان می‌دهند. با توجه به شکل (۵-ب) و (۵-ج) مشاهده می‌گردد که در شرایط یکسان، ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما، زیاد می‌گردد و در یک دمای ثابت، افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری استوانه تأثیری ناچیز روی ضخامت لایه ترکیبی دارد، شکل (۵-الف) و (۵-ب).

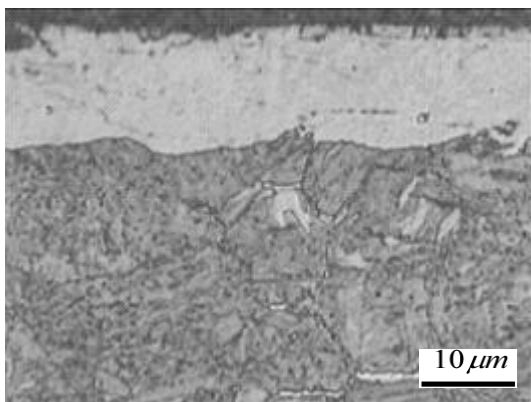
ضخامت لایه ترکیبی می‌شود و همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری در شرایط یکسان در صورت استفاده از



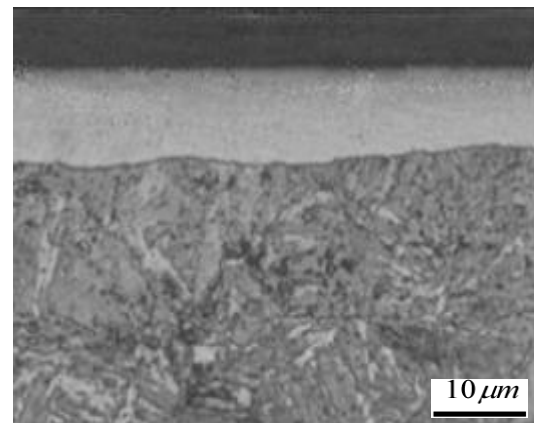
الف



الف

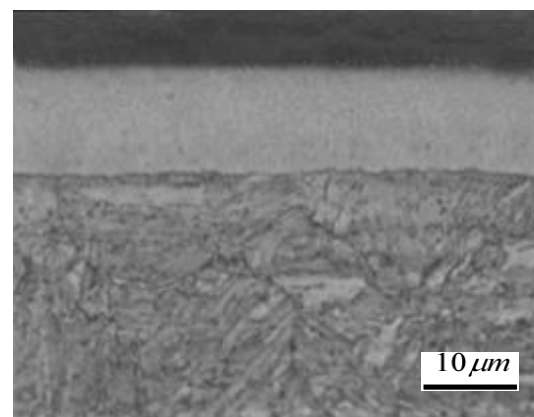


ب



ب

شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه‌های عملیات شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد، ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی و با درپوش ساده برای توری‌های با قطر ۸ (الف) و ۶ میلی‌متر (ب)



ج

درپوش مشبک تأثیری ناچیز بر روی ضخامت لایه ترکیبی دارد، شکل (۷-ب) و (۷-ج). جدول ۱ مقادیر اندازه‌گیری 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 (۱)، میانگین پنج الی ده بار اندازه‌گیری ضخامت لایه ترکیبی به ازای هر نمونه نیتروژن شده می‌باشد.

همانطور که مشاهده می‌شود ضخیم‌ترین لایه ترکیبی به ضخامت $14/5 \mu m$ در نمونه نیتروژن شده تحت شرایط؛ توری با قطر سوراخ ۸ میلی‌متر، درپوش مشبک، دمای $580^\circ C$ و درپوش ساده با توری به قطر ۶ میلی‌متر (ج)

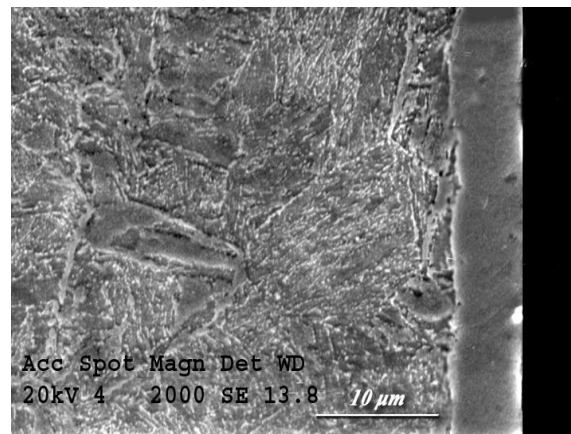
شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های عملیات شده در شرایط ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی، در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و درپوش مشبک برای توری‌های با قطر ۸ (الف) و ۶ میلی‌متر (ب) و همچنین نمونه عملیات شده در دمای $580^\circ C$ و درپوش ساده با توری به قطر ۶ میلی‌متر (ج)

می‌شود. شکل‌های ۸ و ۹ نیم رخ سختی تعدادی از نمونه‌های عملیات شده را تحت شرایط مختلف برای توری‌های با قطر ۶ و ۸ میلی‌متر با درپوش ساده و مشبک را نشان می‌دهند. نتایج حاصل از آزمون ریز سختی سنجی نشان می‌دهند که با افزایش دما و گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی میزان سختی و عمق لایه سخت شده افزایش می‌یابد. مشخص شد که نوع درپوش، تأثیر بسیار کمی روی میزان ریز سختی سطح نمونه‌ها دارد. به نظر می‌رسد در شرایط مختلف نیتروژن دهی، مقادیر ریز سختی نمونه‌های عملیات شده با درپوش درپوش مشبک بیشتر از مقادیر ریز سختی نمونه‌های عملیات شده با درپوش ساده است (شکل ۸ و ۹).

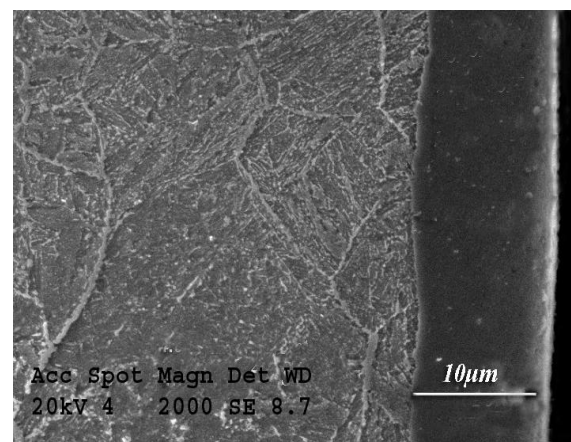
بحث

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 پلاسمای و همچنین به دلیل در صد 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، می‌توان گفت که تحت این شرایط لایه سفید تشکیل شده می‌بایست شامل فازهای ϵ و γ' باشد [۱۱]، لذا در نتایج آنالیز XRD همه نمونه‌ها، هر دو فاز ϵ و γ' مشاهده می‌گردند. با افزایش ضخامت لایه سفید به دلیل تشکک یل بیشتر و افزایش مقدار فاز ϵ و قابلیت بهتر شناسایی آن توسط اشعه ایکس، شدت پیک فاز ϵ زیاد می‌گردد (شکل ۳ و ۴).

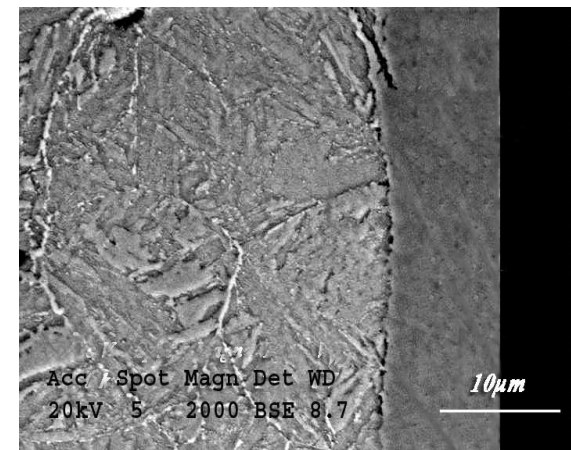
از سوی دیگر دقت و مقایسه تغییرات فازی نتایج آنالیز XRD در شکل‌های ۳ و ۴، مؤید نتایج گرفته شده در تصاویر میکروسکوپی نیز است، یکی از مکانیزم‌های پیشنهاد شده در تشکیل لایه سفید، کندوپاش^۲ و رسوب مجدد است [۱۲].



الف



ب



ج

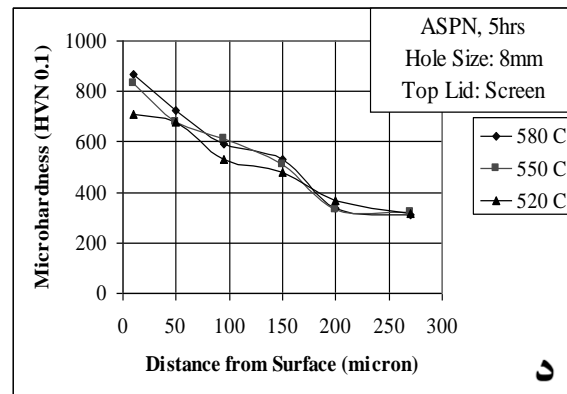
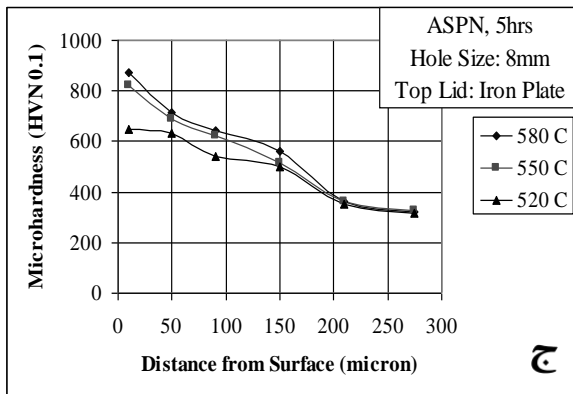
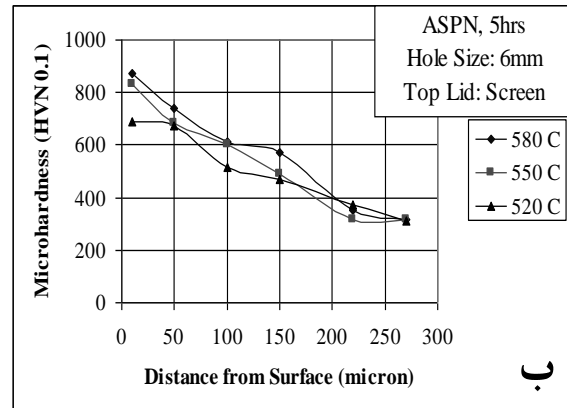
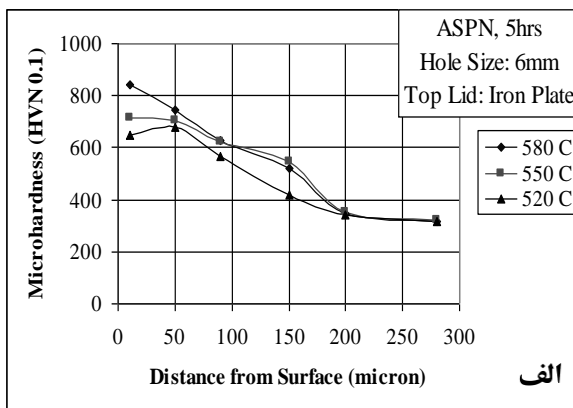
شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و با استفاده از درپوش مشبک، تحت شرایط: الف) ۲۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی‌متر، ب) ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی‌متر و ج) ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۶ میلی‌متر

¹ B. Edenhofer

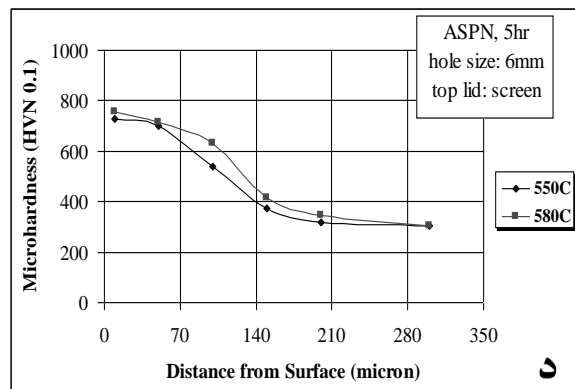
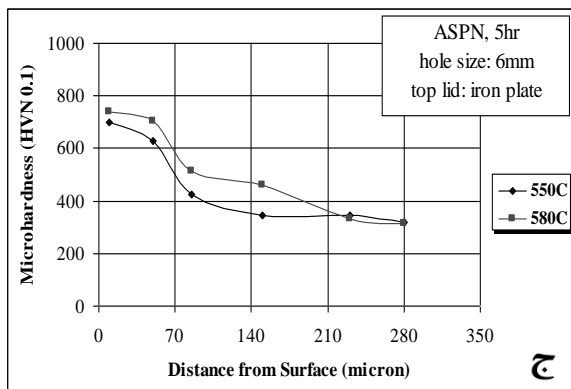
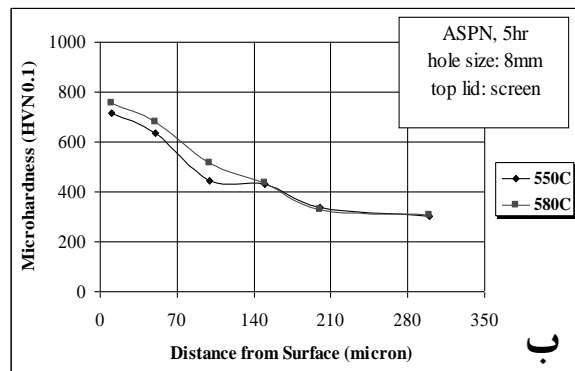
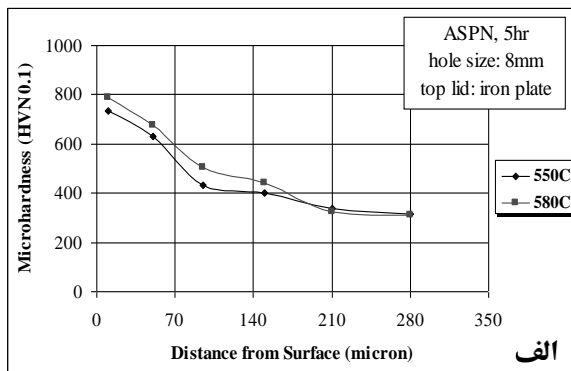
² Sputtering

جدول ۱. تغییرات ضخامت لایه ترکیبی تشکیل شده با دما، درصد گاز نیتروژن و پارامترهای مربوط به سیستم توری

مشخصات عملیاتی نمونه های نیتروژن شده	ضخامت لایه ترکیبی (μm)
AS (6mm), 520 °C, Simple/lid, 75N ₂	۳
AS (8mm), 520 °C, Simple/lid, 75N ₂	۳/۵
AS (6mm), 520 °C, Screen/lid, 75N ₂	۴
AS (8mm), 520 °C, Screen/lid, 75N ₂	۴
AS (6mm), 550 °C, Simple/lid, 75N ₂	۶
AS (6mm), 550 °C, Simple/lid, 25N ₂	۲/۵
AS (8mm), 550 °C, Simple/lid, 75N ₂	۱۳
AS (8mm), 550 °C, Simple/lid, 25N ₂	۳
AS (6mm), 550 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۰
AS (6mm), 550 °C, Screen/lid, 25N ₂	۴
AS (8mm), 550 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۰
AS (8mm), 550 °C, Screen/lid, 25N ₂	۵
AS (6mm), 580 °C, Simple /lid, 75N ₂	۱۳
AS (6mm), 580 °C, Simple /lid, 25N ₂	۷
AS (8mm), 580 °C, Simple /lid, 75N ₂	۱۳/۵
AS (8mm), 580 °C, Simple /lid, 25N ₂	۱۰/۶
AS (6mm), 580 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۴
AS (6mm), 580 °C, Screen/lid, 25N ₂	۱۱/۵
AS (8mm), 580 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۴/۵
AS (8mm), 580 °C, Screen/lid, 25N ₂	۱۲



شکل ۸. تغییرات ریز سختی از سطح تا عمق برای نمونه های عملیات شده با ترکیب ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی و دماهای ۵۲۰، ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد برای توری های استوانه ای با قطر ۶ (الف و ب) و ۸ میلی متر (ج و د) و درپوش های ساده و مشبک



شکل ۹. تغییرات رین سختی از سطح تا عمق برای نمونه‌های عملیات شده با ترکیب ۲۵٪ نیتروژن درگاز ورودی برای توری‌های استوانه‌ای با قطر ۸ (الف و ب) و ۶ میلی‌متر (ج و د) و درپوش‌های ساده و مشبک

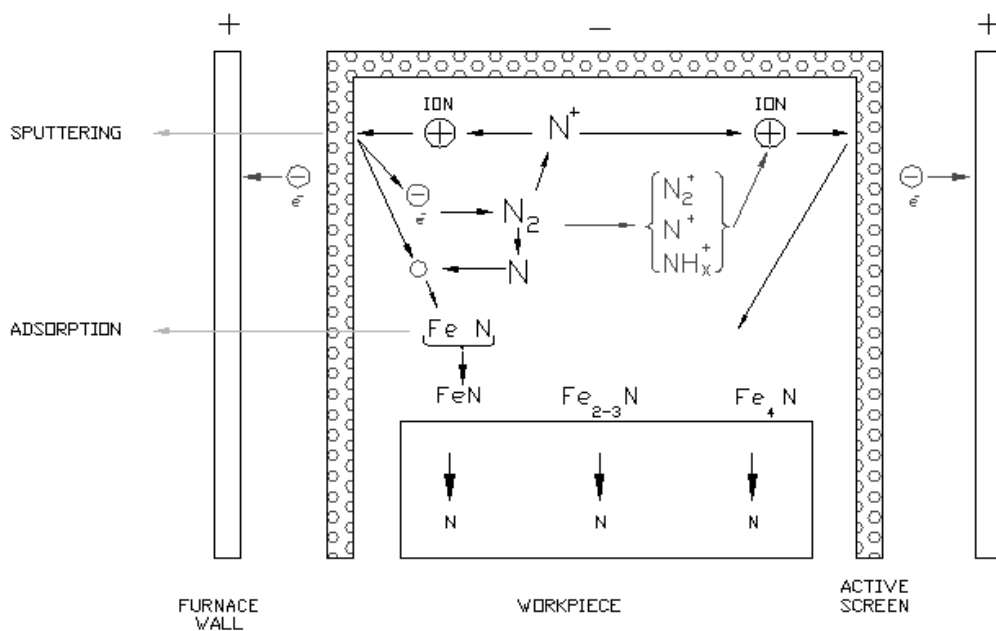
Fe_4N تجزیه می‌شود و نیتروژن حاصل از تجزیه این ترکیبات از طریق نفوذ وارد نمونه می‌شود [۵]. از طرفی به دلیل رسوب مجدد فاز نیتريد آهن FeN بر روی سطح توری در خلال انجام فرآیند (شکل ۱۰)، ذرات حاصل از کندوپاش سطح توری به جای اتم‌های آهن، مشتمل بر ذرات نیتريد آهن Fe_xN ($x > 2$) هستند [۹]. ذرات نیتريد آهن Fe_xN کندوپاش شده از سطح توری به طور فیزیکی و شیمیایی نیتروژن اتمی آزاد ایجاد شده در محیط پلاسمای 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 شده از توری شده اند، جدا شده و به سمت سطوح زیرین نمونه نفوذ می‌کنند و تشکلی لای نفوذی را می‌دهند. مابقی نیتروژن‌های فعال اتمی آزاد که به طور شیمیایی جذب

در اثر برخورد یون‌های پر انرژی موجود در محیط پلاسمای 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 تشکلی می‌گردد. بخشی از این فازهای نیتريدی تشکلی شده به صورت رسوب مجدد بر روی سطح توری قرار می‌گیرند و بخشی دیگر از سوراخ‌های موجود در توری استوانه‌ای و درپوش مشبک عبور کرده و بر روی سطح نمونه مورد عملیات رسوب می‌کنند (شکل ۱۰) [۱۳].

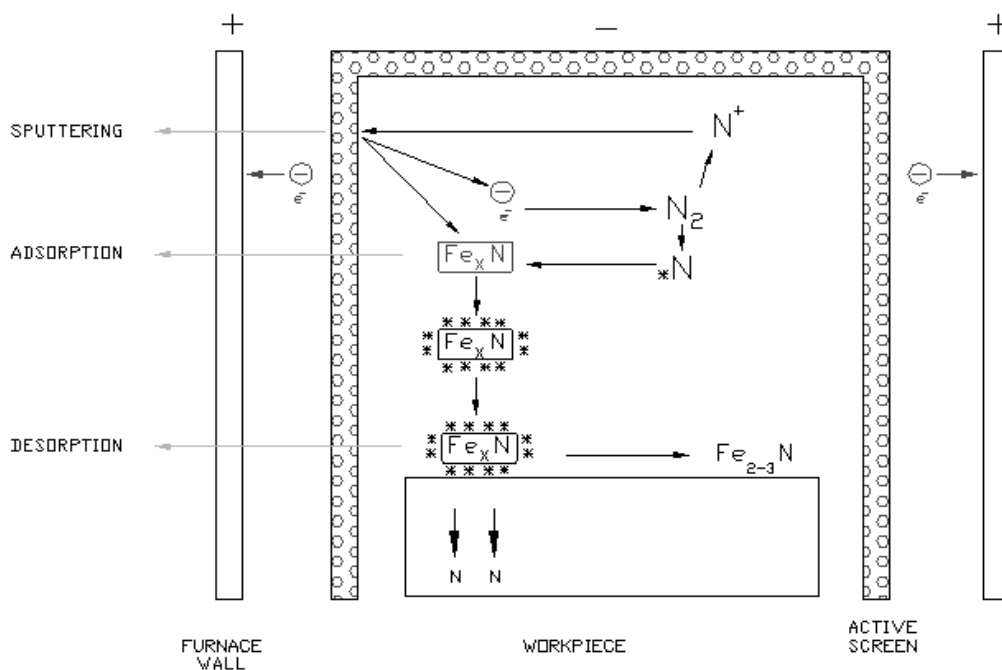
تحت این شرایط به دلیل اینکه فرآیند کندوپاش به طور پیوسته روی سطح نمونه در داخل توری انجام نمی‌گیرد، لذا غلظت نیتريد‌های آهن موجود بر روی سطح نمونه افزایش می‌یابد. این ذرات از نظر تئوری دارای ۲۰/۰۵٪ وزنی نیتروژن می‌باشند. این ترکیب ناپایدار است و به نیتريد‌های با نیتروژن پایین تر مثل Fe_2N ، Fe_3N و

مولکول‌ها و اتم‌های خنثی نیتروژن [۶] 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 کند و پاش سطح توری با افزایش دما، به دلیل امکان نفوذ و اندرکنش بیشتر

ذرات نیتريد آهن شده اند به صورت شیمیایی با آنها ترکیب شده و تشکیل فازهای نیتريد آهن Fe_4N و $Fe_{2-3}N$ را روی سطح نمونه می‌دهند (شکل ۱۱) [۹ و ۱۴]. با افزایش قطر سوراخ‌های توری و یا استفاده از درپوش مشبک، انتقال آزاد اجزای فعال پلازما با یون‌های نیتروژن،



شکل ۱۰. شماتیک مکانیزم انتقال جرم و واکنش‌های انجام‌شونده در فرآیند نیتروژن‌دهی به روش ASPN در لحظه‌های ابتدایی عملیات [۱۴]



شکل ۱۱. شماتیک مکانیزم انتقال جرم و واکنش‌های انجام‌شونده حین فرآیند نیتروژن‌دهی به روش ASPN [۱۴]

ترکیبات در ساختار شبکه آهن α می‌گذارند [۱۵] و همچنین با تشکیل رسوبات پراکنده کربونیتزیدی در مرز دانه‌ها [۱۶]، 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 [۱۰]. 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 نیتزیدها از سطح به مغز قطعه، موجب گردیده تا شیب نیم رخ سختی بطور یکنواخت و ملایم کاهش یابد (شکل ۸ و ۹).

نتیجه گیری

- ۱) مقدار و شدت پیک فاز ϵ در حالت استفاده از توری با قطر بزرگتر و همچنین استفاده از درپوش مشبک به دلیل انتقال آزاد و مؤثرتر اجزای فعال پلازما 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 و درصد گاز نیتروژن 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 مشبک، تأثیر محسوسی بر این امر ندارد. این امر به دلیل انتقال بهتر و بیشتر اجزای فعال پلازما با افزایش قطر سوراخ توری به سمت نمونه‌ها می‌باشد.
- ۴) سختی سطحی نمونه‌های عملیات شده به روش توری فعال با درپوش مشبک نسبتاً بیشتر از سختی نمونه‌های عملیات شده با درپوش ساده است. این امر به دلیل عبور بیشتر نیتزیدهای آهن از سوراخ‌های درپوش و رسوب بیشتر آنها روی سطح نمونه می‌باشد.

اتم‌های فعال گاز نیتروژن با اتم‌های آهن کنده شده از توری (بخاطر ماهیت نفوذی فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی) و همچنین با افزایش درصد گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی نیز به دلیل سنگین‌تر بودن وزن اتمی نیتروژن نسبت به هیدروژن، زیاد بوده و همین امر سبب انتقال مؤثرتر اجزای فعال نیتزیدی 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 مشبک، افزایش دما و درصد گاز نیتروژن [۱۳]، با افزایش در مقدار و شدت پیک فاز نیتزید 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 نیتزید آهن ϵ و تشکیل این نیتزیدهای هگزاگونال در مرز دانه‌ها و ارتباط مستقیم ضخامت لایه سفید با میزان فازهای نیتزیدی تشکیل شده، طبعاً ضخامت لایه ترکیبی نیز زیاد می‌گردد، شکل‌های (۵ تا ۷) و جدول (۱).

از طرفی سختی سطح نیتروژن‌دهی شده ارتباطی مستقیم با مقدار فازهای نیتزیدی موجود در لایه ترکیبی (به‌ویژه 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 [۱۱]، لذا تحت این شرایط سختی سطحی نیز بالا می‌رود (شکل ۸ و ۹).

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 نیتروژن‌دهی، 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 بین‌نشین و اعوجاجی که این

منابع

1. M. Karakan, A. Alsaran, A. Celik, *Effects of Various Gas Mixtures on Plasma Nitriding Behavior of AISI 5140 Steel*, Material Characteristics, 49 (2003), 241-6.
2. B. Y. Jeong, M. H. Kim, *Effectts of the Process Parameters on the Layer Formation Behavior of Plasma Nitrided Steels*, Surface and Coating Technology, 141(2001), 182-6.
3. M. Berg, C.V. Budtz, H. Reitz, K. O. Schweitz, J. Chevallier, *on Plasma Nitriding of Steels*, Surface and Coating Technology, 124 (2000), 25-31.
4. J. Georges, *TC Plasma Nitriding, Plasma Metal*, Proceeding of 12th IFHTSE Congress, Melbourne, Australia, International Federation of Heat Treating and Surface Engineering, 3 (2000), 229-225.
5. C.X. Li, T. Bell, Principals, *Mechanisms and Applications of Active Screen Plasma Nitriding*, Heat Treatment of Metals, UK, 30 (1) (2003), 1-7.
6. D. Cleugh, *Plasma Species Analysis for in Situ Assesment of Surface Treatment*, Surface Engineering, 18 (3) (2002), 133-139.
7. C. X. Li, T. Bell, *Corrosion Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Corrosion Science, 46 (2004), 1527-1547.
8. C.X. Li, T. Bell, *Sliding Wear Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Wear, 256 (2004), 1144-1152.
9. C. Zhao, C.X. Li, T. Bell, *Study on the Active Screen Plasma Nitriding and its Nitriding Mechanism*, Surface and Coating Technology, 201 (2006), 2320-2325.
10. C. X. Li, T. Bell, H. Dong, *a Study of Active Screen Plasma Nitriding*, Surface Engineering, 18 (3) (2002), 174-181.
11. B. Edenhofer, *Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding*, Heat Treatment of Metals, (1974), 23-67.
12. E. S. Tsyrlin, V. E. Kurdyumova, V. N. Blinov, G. A. Solodkin, *Effect of Prior Heat Treatment on Nitride Layer Formation and the Properties of Steel 30khgsa*, Metal Science and Heat Treatment, 33 (2) (1991), 130-134.
۱۳. طاهرخانی فرخ و محبوبی فرزاد، مقایسه اثر پارامترهای نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و توری فعال بر رفتار خوردگی ی فولاد کم آل کئو، علوم و مهندسی سطح، ۳ (۱۳۸۶) ۴۷-۶۰.
۱۴. طاهرخانی فرخ و محبوبی فرزاد، بررسی مکانیزم انتقال جرم در نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری (شبکه) فعال و مقایسه آن با روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول، مجموعه مقالات هشتمین سمینار ملی مهندسی سطح و عملیات حرارتی، کرمان، دانشگاه شه‌بخت باهنر، (۱۳۸۶) ۱۶۵-۱۷۲.
15. R. E. Reed Hill, R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, 3rd ed, PWS-Kent Publishing Company, Boston-USA, MA, 1992.
16. K.E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, Bofors Handbook, Butterworths, 1981.