

# تأثیر متغیرهای فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی بر مورفولوژی و سختی لایه های نیتریدی تشکیل شده بر روی فولاد گرم کار H11

حمزه فراتی راد و احمد علی آماده

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه تهران

شاهرخ آهانگرانی

سازمان پژوهشهای علمی و صنعتی ایران

هادی مرادی

پژوهشکده علوم و فناوری مهام

## چکیده

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از روش‌های مورد استفاده برای بهبود رفتار سایشی و خواص مکانیکی مواد به خصوص آلیاژهای پایه آهن است. در این تحقیق نمونه های فولاد گرم کار AISI H11 در شرایط مختلف دما، زمان و ترکیب اتمسفر مورد عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی قرار گرفته و تأثیر عوامل فرآیند بر مورفولوژی و سختی لایه های نیتریدی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، پراش اشعه ایکس و ریز سختی سنجی بررسی شد. نتایج نشان داد که در زمان های طولانی نیتراسیون، ضمن افزایش عمق نفوذ نیتروژن، اندازه رسوبات نیتریدی تشکیل شده در سطح افزایش می‌یابد و این امر باعث کاهش چگالی رسوب ها و در نتیجه کاهش سختی سطح نمونه می‌گردد. با افزایش درصد نیتروژن در ترکیب اتمسفر سختی سطحی به علت افزایش مقدار فاز  $\epsilon$  در سطح، افزایش می‌یابد ولی با افزایش دما و زمان نیتروژن دهی میزان فاز  $\epsilon$  کاهش یافته و در مقابل مقدار فاز  $\gamma$  افزایش می‌یابد که باعث کاهش سختی سطح می‌شود.

واژه های کلیدی: نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی دیوارگرم، فولاد H11، ذرات نیتریدی، سختی سطحی.

## The effect of process parameters on the morphology and hardness of nitride layers in plasma nitriding of H11 hot working steel

H. Forati Rad and A. Amadeh

Department of Metallurgy and Materials Eng., University of Tehran

Sh. Ahangarani

Iran Scientific and Industrial Research Organization

H. Moradi

Maham Research Center

### Abstract

Plasma nitriding is one of the effective methods for the improvement of hardness, wear and corrosion resistance of iron alloys. In this research, AISI H11 steel was plasma nitrided with various gas mixtures, times and temperature. The effect of process parameters on the morphology and hardness of nitride layers has been investigated using scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and microhardness measurements. The results showed that by increasing the nitriding time, the depth of nitrogen diffusion into the sample and consequently, the size of nitride precipitates formed on the surface increased. therefore, the density of these particles and hence, the surface hardness decreased. By increasing the nitrogen percentage in the gas composition, the surface hardness increased due to the formation of more  $\epsilon$  phase at the surface. Meanwhile, an increase in process time and/or temperature resulted in a decrease in the amount of  $\epsilon$  phase which decreased the surface hardness.

**Keywords:** Pulse plasma nitriding, Nitride precipitates, Surface hardness

**E-mail of corresponding authors:** hamzeforati@yahoo.com, amadeh@ut.ac.ir

مقدمه

عوامل مختلفی مانند ترکیب اتمسفر عملیات، مقدار نیروی الکتریکی، هندسه محفظه و قطعه نیز می باشد [۸، ۹]. هدف از انتخاب این فولاد درصد بالای عناصر آلیاژی در این فولاد و تشکیل مقدار بالای ذرات نیتریدی در سطح می باشد. در این تحقیق، رفتار نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد گرم کار AISI H11 (DIN 1.2343) در شرایط مختلف دما، زمان و ترکیب اتمسفر، مورد بررسی قرار گرفته است.

مواد و روش آزمایش

نمونه های مورد استفاده در این تحقیق به شکل مکعب و به ضلع ۱۵mm از فولاد AISI H11 تهیه شدند. ترکیب شیمیایی این فولاد در جدول ۱ آورده شده است. قبل از عملیات نمونه ها به مدت ۱ ساعت در دمای ۳۸۰°C و سپس به منظور تنش گیری به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۰۲۰°C نگاه داشته شدند. آستنتیه کردن در دمای ۱۰۲۰°C به مدت ۲۰ دقیقه انجام شد و در نهایت نمونه ها در حمام روغن کوئنچ شدند. به منظور ایجاد ساختاری یکنواخت و افزایش قابلیت نفوذ نیتروژن در زمینه، نمونه ها به مدت

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از روش های ترمو- شیمیایی است که در سال های اخیر به نحو گسترده ای در صنعت مورد استفاده قرار گرفته است [۱]. نیتراسیون سطحی باعث افزایش مقاومت سایشی، استحکام خستگی، سختی سطحی و مقاومت خوردگی قالب های صنعتی می شود [۲]. بسته به عوامل مختلف عملیات، لایه های نیتریدی با ضخامت و ترکیب متفاوتی تولید می شود که باعث ایجاد سطوحی با ویژگی های مکانیکی کاملاً متفاوت می شود [۳، ۴]. از میان پارامترهای کنترل کننده نفوذ نیتروژن، بدون شک دما و زمان پارامترهای بسیار مهم و تاثیر گذار می باشند [۵]. نفوذ نیتروژن به داخل نمونه، منجر به تشکیل یک لایه مقاوم در برابر سایش و خوردگی می شود. این لایه که لایه سفید یا ترکیبی نامیده می شود، می تواند شامل فازهای نیترید آهن، نیترید E و نیترید γ، باشد. در زیر لایه ترکیبی، منطقه نفوذی وجود دارد که تنش های پسماند فشاری القا شده توسط این منطقه، منجر به افزایش مقاومت خستگی نمونه می شود [۶، ۷]. رفتار یک فولاد در عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی علاوه بر زمان و دما تحت تاثیر

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده به دست آمده به روش کوانتومتری (درصد وزنی)

Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Cu	P,S
Base	۰/۴۰۵۰	۱/۱۱۰۴	۰/۴۵۵۴	۴/۷۵	۱/۱۸۵۲	۰/۰۷۵۸	۰/۵۴۲	۰/۱۴۶۹	<۰/۰۱

جدول ۲. شرایط عملیات نیتراسیون پلاسمایی نمونه ها

شماره نمونه	دما (°C)	زمان (ساعت)	ترکیب اتمسفر
S1	۵۰۰	۵	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S2	۵۴۰	۵	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S3	۵۸۰	۵	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S4	۵۰۰	۷	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S5	۵۴۰	۷	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S6	۵۸۰	۷	۲۵%N <sub>r</sub> +۷۵%H <sub>r</sub>
S7	۵۰۰	۵	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>
S8	۵۴۰	۵	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>
S9	۵۸۰	۵	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>
S10	۵۰۰	۷	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>
S11	۵۴۰	۷	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>
S12	۵۸۰	۷	۷۵%N <sub>r</sub> +۲۵%H <sub>r</sub>

## نتایج و بحث

## بررسی های ریز ساختاری

مشاهدات اولیه نشان داد که بیشترین ضخامت لایه های ترکیبی (لایه سفید) در نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای  $540^{\circ}\text{C}$  حاصل شده است. شکل ۱ تصاویر SEM سطح مقطع نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای  $540^{\circ}\text{C}$  و زمان و ترکیب اتمسفر متفاوت را نشان می دهد. از میان نمونه های نیتروژن دهی شده در این دما، بالاترین ضخامت در زمان ۷ ساعت و اتمسفر  $75\%/\text{N}_2+25\%/\text{H}_2$  ( $S_{11}$ ) مشاهده شد (شکل ۱b). با افزایش دما تا  $580^{\circ}\text{C}$  ضخامت لایه های ترکیبی به صورت قابل توجهی کاهش می یابد. در تغییر ضخامت لایه های لایه ترکیبی در فرآیند نیتروژن دهی دو عامل در حال رقابت با یکدیگر هستند:

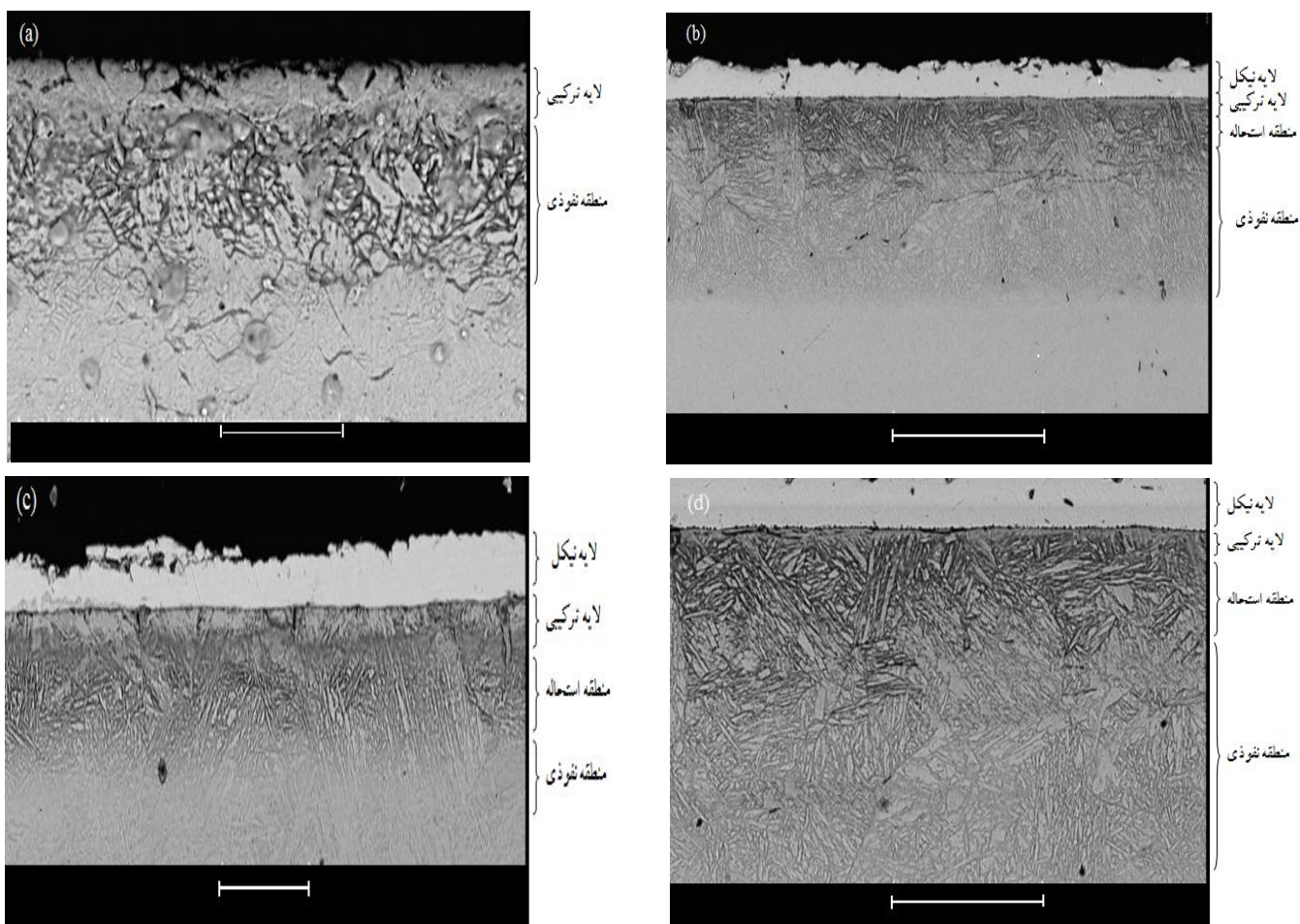
- ۱- افزایش ضخامت لایه های ترکیبی در اثر افزایش مقدار نفوذ یون های نیتروژن در زمینه بر اثر افزایش دما و زمان. ضریب نفوذ یون های نیتروژن با افزایش دما طبق رابطه  $D = D_0 \exp(-E_a / KT)$  افزایش می یابد (که در این رابطه  $E_a$  انرژی فعال سازی برای نفوذ،  $K$  ثابت بولتزمن و  $T$  دما در واحد کلوین می باشند) و با افزایش زمان نیتروژن دهی، یون های نیتروژن فرصت کافی برای نفوذ به عمق نمونه را پیدا می کنند.

- ۲- کاهش ضخامت لایه های ترکیبی در اثر فرآیند کندوپاش سطحی در دماها و زمان های بالا که منجر به کندوپاش ذرات نیتروژن از روی سطح می شود. در دماهای بالا عامل دوم بر عامل اول غلبه پیدا کرده و در نتیجه منجر به کاهش محسوسی در ضخامت لایه های ترکیبی می شود. ضخامت لایه ترکیبی در شکل ۱d در مقایسه با شکل ۱b اندکی کاهش یافته است که علت آن تغییر ترکیب اتمسفر از  $75\%/\text{N}_2+25\%/\text{H}_2$  به  $25\%/\text{N}_2+75\%/\text{H}_2$  می باشد [۱۰]. ترکیب اتمسفر نیز به طور موثری بر روی ضخامت لایه ترکیبی موثر است. شدت نسبی نشر گونه های فعال نیتروژن ( $\text{N}^+$ ،  $\text{N}_2^+$ ) در محیط پلاسما به صورت تابعی از غلظت نیتروژن در شکل ۲ آورده شده است. مولکول های

۲ ساعت در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  تمپر شدند. سختی ابتدایی نمونه ها به صورت میانگین ۵۰۰ ویکرز اندازه گیری شد. قبل از قرار دادن نمونه ها در محفظه نیتروژن دهی، با استفاده از کاغذ سمباده  $\text{SiC}$ ، شماره ۳۰۰ تا ۱۲۰۰ ساییده شده و سپس با محلول آلومینا ( $6\mu\text{m}$ ) پولیش کاری و در نهایت در محلول استون تمیزکاری شدند. نمونه ها در یک دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی دیوار گرم در چرخه کاری ۷۰٪، فرکانس  $1\text{kHz}$ ، دماهای ۵۰۰،  $540^{\circ}\text{C}$  و  $580^{\circ}\text{C}$ ، زمان های ۵ و ۷ ساعت در ترکیب های گازی  $75\%/\text{N}_2+25\%/\text{H}_2$  و  $25\%/\text{N}_2+75\%/\text{H}_2$  و فشار کلی  $500\text{Pa}$  مورد عملیات نیتروژن دهی قرار گرفتند. دما در طول فرآیند به وسیله یک ترموکوپل کالیبره شده که در نزدیکی نمونه ها بر روی کاتد قرار داشت، اندازه گیری شد. بعد از عملیات نیتروژن دهی نمونه ها تحت خلا سرد شدند. جهت جلوگیری از تخریب لایه های نیتروژن در حین عملیات بعدی، پوششی از نیکل به ضخامت  $20\mu\text{m}$  با آبکاری الکتریکی بر روی نمونه ها اعمال شد. سپس نمونه ها مقطع زده شده و مانع شدند. سطح مقطع نمونه ها دوباره مطابق فوق سمباده زنی و پولیش شده و سپس در محلول نیتال ۳٪ حکاکی شدند. نمونه ها از  $S_1$  الی  $S_{12}$  کدگذاری شده و شرایط عملیات نیتراسیون آن ها در جدول ۲ نشان داده شده است. آنالیز فازی با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس مدل Seifert 3003 در اختلاف پتانسیل  $30\text{kV}$  و جریان  $30\text{mA}$ ، با تابش  $\text{CuK}\alpha$  انجام پذیرفت. سطح و مقطع نمونه ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل CAM SCAN MV2300 مورد بررسی قرار گرفت. سختی سطحی و نیم رخ ریز سختی در عمق نمونه ها نیز با دستگاه ریز سختی سنج مدل Reicher-Duremat 4000E و بار اعمالی ۸۰ گرم و زمان توقف ۱۰ ثانیه انجام شد. مقادیر نشان داده شده، متوسط حداقل سه سختی سنجی است.

مولکول های  $N_2$ ، ضخامت لایه های ترکیبی کاهش می- یابد. جدول ۳ ضخامت لایه های نیتروژنی را در شرایط مختلف نشان می‌دهد. با افزایش دما و زمان فرآیند ضخامت لایه نفوذی به علت افزایش قابلیت نفوذ یون های نیتروژن به عمق های بالاتر نمونه افزایش می‌یابد. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داده شده در شکل ۱، در سطح مقطع نمونه ها سه منطقه قابل تشخیص می‌باشد. این مناطق عبارتند از: لایه ترکیبی، منطقه استحاله و منطقه نفوذی. لایه ترکیبی که گاهی لایه سفید نیز نامیده می‌شود، شامل نیتروژن های آهن، بیشتر نیتروژن گاما ( $\gamma'$ ) و در بعضی از موارد درصد پائینی از نیتروژن اپسیلن ( $\epsilon$ )، می‌باشد. در زیر لایه ترکیبی منطقه استحاله قرار دارد. گسترش منطقه استحاله نیازمند حضور درصد بالایی از یون های نیتروژن در زمینه و همچنین یک

سبک هیدروژن در محیط پلازما سریع یونیزه می‌شوند و برخورد یون های هیدروژن به مولکول های نیتروژن، یونیزاسیون این مولکول ها را تسریع می‌کند. اضافه کردن هیدروژن به ترکیب اتمسفر تا ۲۰٪، منجر به افزایش قابل توجهی در شدت نشر گونه‌های فعال نیتروژن دهی می‌شود. افزایش در شدت نشر یون های نیتروژن با اضافه کردن هیدروژن ناشی از افزایش در ضریب نشر الکترون‌های ثانویه و در نتیجه افزایش احتمال برخورد در محیط پلازما می‌باشد [۱۱،۱۲]. با افزایش درصد نیتروژن در ترکیب اتمسفر با توجه به نمودار شکل ۲ غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی افزایش می‌یابد و همان طوری که تصاویر SEM شکل ۱ نیز نشان می‌دهد منجر به افزایش ضخامت لایه های ترکیبی می‌شود. با تغییر درصد نیتروژن در ترکیب اتمسفر از  $N_2/75\%$  به  $N_2/25\%$  به علت کاهش یونیزاسیون



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای  $540^{\circ}C$ : (a)  $5h$ ، (b)  $7h$  در

$75\%N_2+25\%H_2$  و (c)  $25\%N_2+75\%H_2$  در ترکیب اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$

شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$  را نشان می دهد. در این اتمسفر با توجه به بالا بودن غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی، تراکم ذرات نیتريدی در سطح بالا است. شکل های ۴a و ۴b، سطح نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$  دمای  $500^\circ C$  و زمان های ۵ و ۷ ساعت را نشان می دهد.

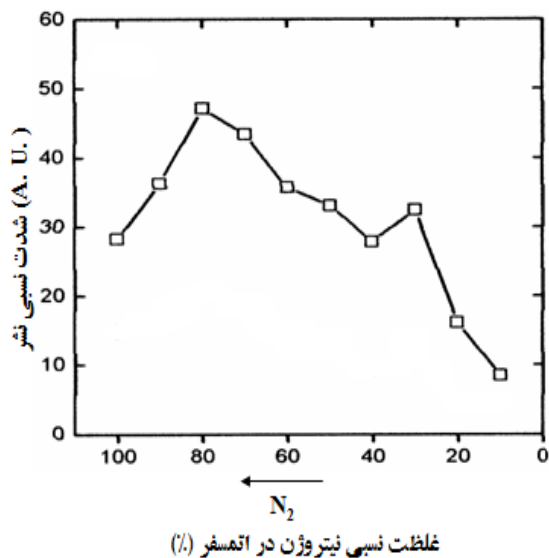
همان طوری که از تصاویر مشخص است، ذرات تشکیل شده در سطح در این شرایط نیتروژن دهی به صورت یکنواخت در روی سطح پراکنده شده اند.

با افزایش دما به  $540^\circ C$  همان طوری که از تصاویر ۴c و ۴d مشخص است، رشد ذرات نیتريدی در سطح اتفاق افتاده است و یک ساختار گل کلمی تشکیل شده و با افزایش زمان نیتروژن دهی از ۵ به ۷ ساعت تشدید نیز شده است.

با افزایش دما و زمان، تحرک ذرات نیتريدی افزایش می یابد و با توجه به تمایل ذرات به کاهش انرژی سطحی، تمایل به تشکیل ساختار گل کلمی افزایش می یابد.

رشد ذرات، منجر به عدم یکنواختی پخش ذرات نیتريدی در سطح و کاهش چگالی آنها می شود. با افزایش دمای فرآیند تا  $580^\circ C$  همان طوری که در تصاویر ۴e و ۴f نشان داده شده است، به علت افزایش کندوپاش ذرات نیتريدی از روی سطح و افزایش ضریب نفوذ به صورت نمایی، تراکم ذرات نیتريدی در سطح کاهش می یابد و منجر به ایجاد میکرو تخلخل هایی بر روی سطح می شود [۱۶].

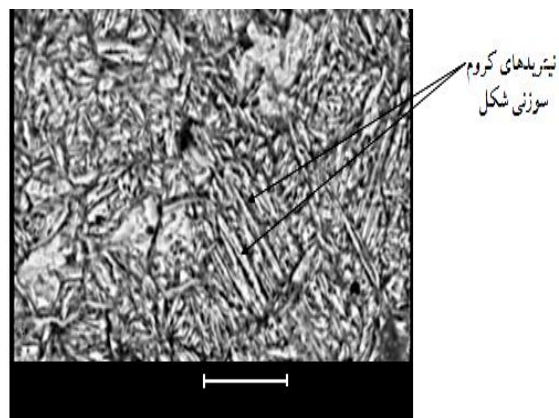
مورفولوژی سطحی نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $25\%N_2+75\%H_2$  نیز روند مشابهی با نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$  داشت با این تفاوت که در اتمسفر جدید با توجه به کم بودن غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی، چگالی ذرات نیتريدی در سطح کمتر بود [۱۶].



شکل ۲. شدت نسبی نشر گونه های فعال نیتروژن ( $N^+$ ،  $N^{+2}$ ) در محیط پلازما به صورت تابعی از غلظت نیتروژن [۱۱].

تاخیر زمانی است تا اتم های نیتروژن به سمت اتم های کرم همسایه نفوذ کنند و در نتیجه آن ذرات نیتريد کرم ( $CrN$ ) سوزنی شکل تشکیل می شوند. عنصر کرم، یک عنصر نیتريدزای قوی است که در این فولاد نیز درصد نسبتاً بالایی دارد. با توجه به درصد پایین یون های نیتروژن در زمینه در نمونه  $S2$  و همچنین زمان پایین انجام فرآیند، منطقه استحاله در این نمونه تشکیل نشده است [۱۳-۱۵].

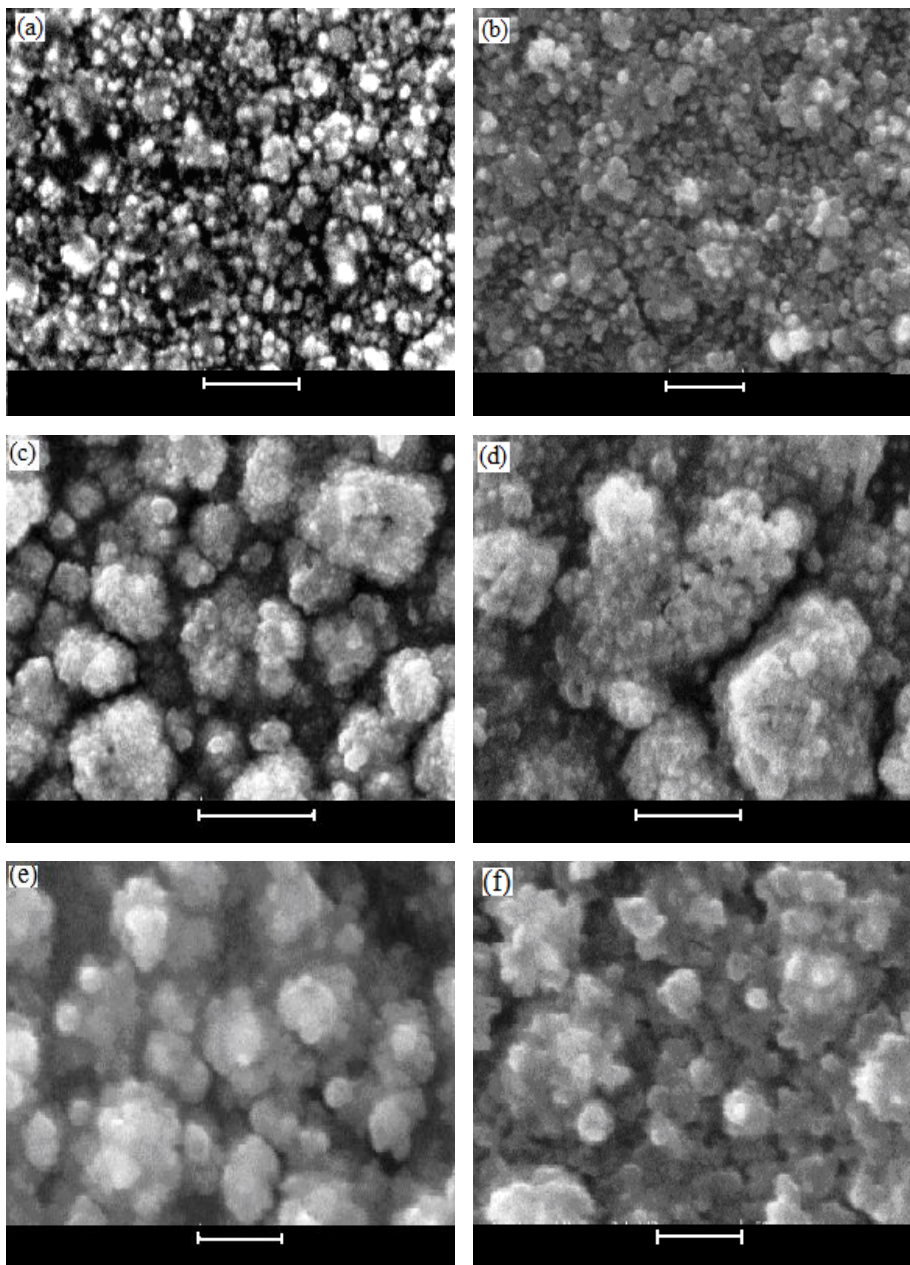
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی منطقه استحاله در نمونه  $S11$  را در بزرگنمایی های بالاتر نشان می دهد. نیتريد های کرم سوزنی شکل تشکیل یافته در این منطقه کاملاً مشخص هستند [۱۳].



شکل ۳. تصویر SEM منطقه استحاله در نمونه نیتروژن دهی شده در ترکیب اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$ ، زمان ۷h ساعت و دمای  $540^\circ C$ .

جدول ۳. ضخامت لایه های نیتريدی (لایه ترکیبی + لایه نفوذی) در نمونه های نیتروژن دهی شده در شرایط مختلف

شماره نمونه	S۱	S۲	S۳	S۴	S۵	S۶	S۷	S۸	S۹	S۱۰	S۱۱	S۱۲
ضخامت (μm)	۴۲	۹۵	۸۵	۴۹	۹۸	۸۷	۵۸	۱۰۱	۸۹	۹۴	۱۱۲	۸۹



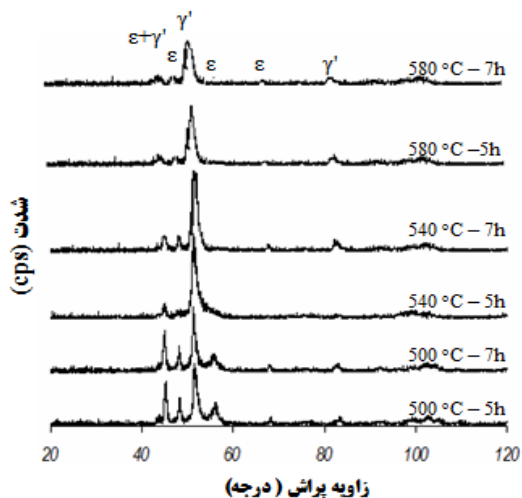
شکل ۴. تصاویر SEM سطح نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2 + 25\%H_2$ ; (a) ۵h و ۵۰۰°C، (b) ۷h و ۵۰۰°C، (c) ۵h و ۵۴۰°C، (d) ۷h و ۵۴۰°C، (e) ۵h و ۵۸۰°C، (f) ۷h و ۵۸۰°C

در این اتمسفر با توجه به درصد پایین نیتروژن و با توجه به شکل ۲، غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی در محیط پلازما پایین است و در نتیجه شرایط برای تشکیل فاز  $\gamma'$  فراهم است.

#### آنالیز فازی

تصویر ۵ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2 + 25\%H_2$  و دماها و زمان های مختلف را نشان می دهد.

فعال نیتروژن دهی در محیط پلازما زیاد می باشد. در این حالت نیز لایه ترکیبی شامل مخلوطی از نیتrideهای  $\epsilon$  و  $\gamma'$  می باشد ولی شدت پیک ها نسبت به حالت قبل اندکی بیشتر است. با افزایش زمان و دمای نیتروژن دهی و با توجه به درصد بالای نیتروژن، کندوپاش سطحی اتفاق می افتد که منجر به کاهش درصد کربن که پایدار کننده فاز  $\epsilon$  است، می شود و در نتیجه فاز  $\epsilon$  ناپایدار شده و مقدار فاز  $\gamma'$  افزایش می یابد [۱۱، ۲].

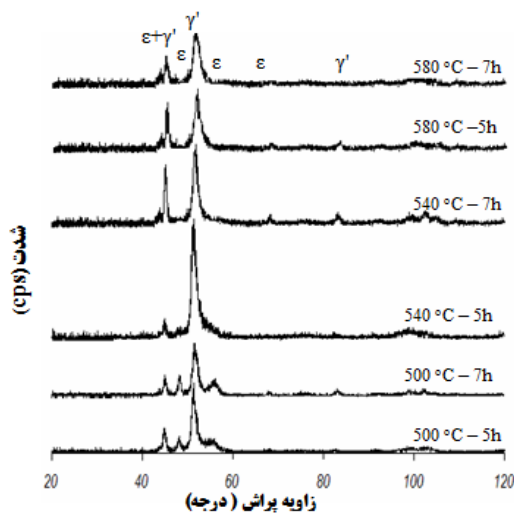


شکل ۶. الگوی پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $H_2/25\%N_2+75\%$

#### سختی سنجی

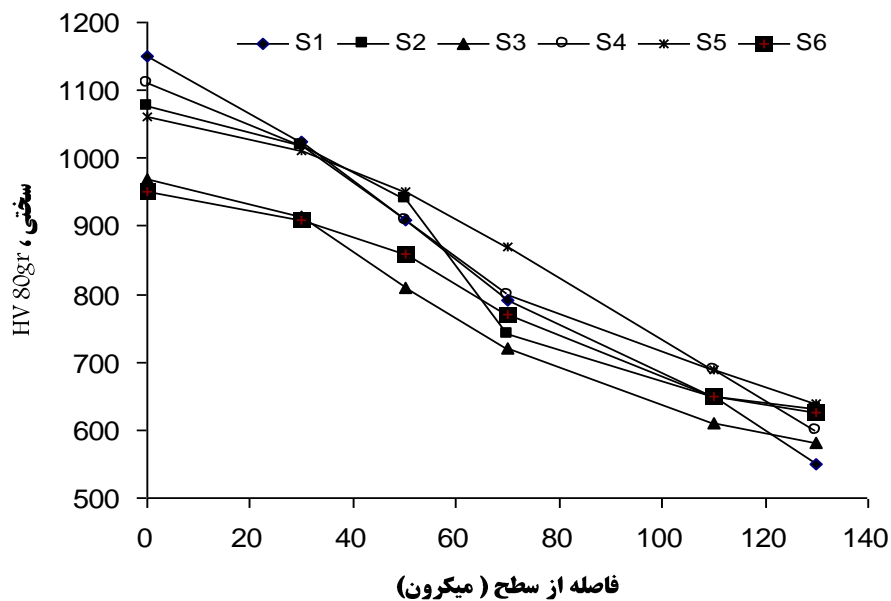
شکل ۷ نیم رخ ریز سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $H_2/25\%N_2+75\%$  را نشان می دهد. بالاترین سختی سطحی در نمونه هایی بدست آمده است که دارای بیشترین درصد فاز  $\epsilon$  در لایه ترکیبی بوده اند. فاز  $\gamma'$  فازی با ساختار کریستالی fcc می باشد که نسبت به فاز  $\epsilon$  که فازی با ساختار hcp است، سختی کمتری دارد. با افزایش دما و زمان فرآیند، مقدار فاز  $\epsilon$  کاهش یافته و درصد فاز  $\gamma'$  در لایه ترکیبی افزایش می یابد، لذا سختی نمونه کمتر می شود. علاوه بر افزایش مقدار فاز  $\gamma'$ ، تمپرینگ مجدد فولاد پایه نیز عاملی است که منجر به کاهش سختی نمونه ها در دماها و زمان های بالاتر می شود. همان گونه که نمودار سختی در عمق نمونه ها نشان می دهد، با افزایش دما و زمان عملیات، شیب افت

فاز  $\gamma'$ ، در شرایطی تشکیل می شود که غلظت یون های فعال نیتروژن دهی در محفظه برای تشکیل فاز  $\epsilon$  (فازی با شبکه کریستالی هگزاگونال و حاوی ۶ تا ۱۱ نیتروژن) کافی نباشد [۴]. در زمان ها و دماهای پایین نیتروژن دهی لایه ترکیبی شامل مخلوطی از نیتrideهای  $\epsilon$  و  $\gamma'$  می باشد. با افزایش زمان و دمای نیتروژن دهی شدت پیک های پراش فاز  $\epsilon$  به تدریج کاهش پیدا کرده و از بین می رود و در مقابل شدت پیک های فاز  $\gamma'$  افزایش می یابد. دلیل این تغییر را می توان چنین مطرح نمود که اول در زمان ها و دماهای بالای نیتروژن دهی، کندوپاش سطحی منجر به دگرپوش شدن سطح نمونه شده و در نتیجه فاز  $\epsilon$  ناپایدار می شود (با توجه به دیگرام تعادل فازی سه تایی Fe-C-N) [۱۱]. دوم در زمان ها و دماهای بالای نیتروژن دهی به علت تهی شدن سطح از نیتروژن به دلیل نفوذ یون های نیتروژن به عمق های بیشتر نمونه و عدم جایگزین شدن کامل این یون ها از محیط پلازما، شرایط برای انجام استحاله  $\epsilon \rightarrow \gamma'$  مهیا شده و در نتیجه مقدار فاز  $\epsilon$  در سطح به تدریج کاهش یافته و شرایط برای پایداری فاز  $\gamma'$  فراهم می شود.

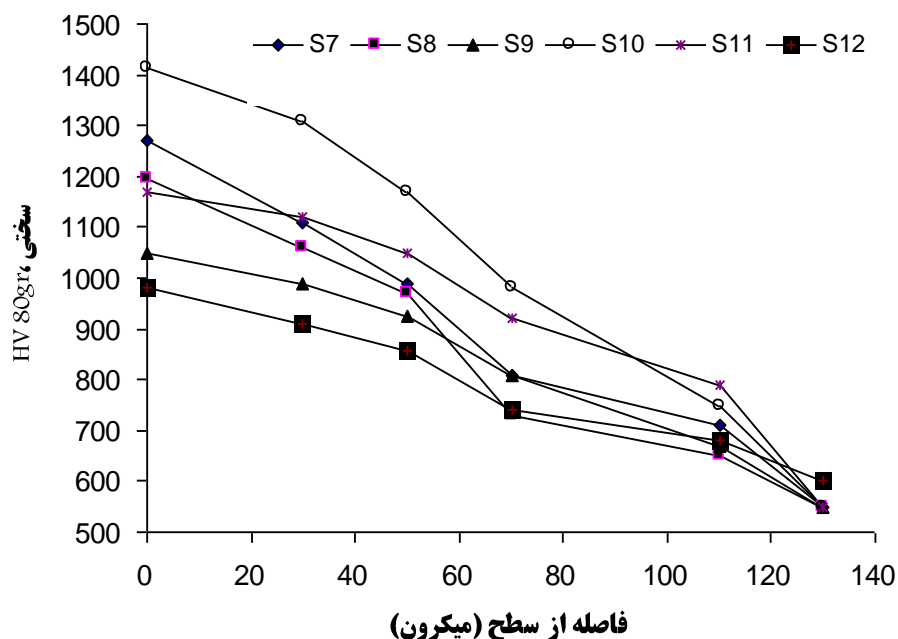


شکل ۵. الگوی پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $H_2/25\%N_2+75\%$

شکل ۶ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $H_2/25\%N_2+75\%$  را نشان می دهد. در این اتمسفر با توجه به درصد بالای نیتروژن، غلظت یون های



شکل ۷. نیم رخ سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در ترکیب گاز  $۲۵\%N_2+۷۵\%H_2$ .



شکل ۸. نیم رخ سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $۷۵\%N_2+۲۵\%H_2$ .

نیتروژن دهی شده در ترکیب اتمسفر  $۲۵\%N_2+۷۵\%H_2$  بیشتر است. در این اتمسفر نیز با افزایش دما و زمان، سختی سطحی و شیب افت سختی کاهش می یابد. کاهش شیب افت سختی نمونه ها در این اتمسفر با توجه به بالاتر بودن غلظت یون های نیتروژن در محیط پلازما، در مقایسه با اتمسفر  $۲۵\%N_2+۷۵\%H_2$  از مقدار کمتری برخوردار است [۱۷].

سختی با توجه به افزایش میزان نفوذ گونه های فعال نیتروژن دهی در عمق نمونه، کاهش می یابد. شکل ۸ نیم رخ سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $۷۵\%N_2+۲۵\%H_2$  را نشان می دهد. در این اتمسفر با توجه به بالا بودن غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی، مقدار فازهای نیتریدی در لایه ترکیبی افزایش می یابد و در نتیجه سختی سطحی در مقایسه با نمونه های



## نتیجه گیری

## مراجع

- O.T. Inal and C.V. Robino, *Structural characterization of some ion-nitrided steels*, Thin solid films, 95 (1982) 195-207.
- B. Karamis, *An investigation of the properties and wear behavior of plasma nitrided hot working steel*, Wear, 150 (1991) 331-339.
- H. Wriedt, N.A. Gokeen, R.H. Nafziger and H. Okamoto, *Phase diagrams of binary iron alloys*, ASM International.
- N.Z. Negm, *A study on RF plasma nitriding at a constant power in different H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> mixtures at different temperatures*, Material Science Engineering A, 129 (2001) 152-163.
- A. Grill, *Cold plasma in materials fabrication from fundamental to application*, IEEE Press, 1980.
- J.M. Priest, M.J. Boldwin and M.P. Fewell, *The action of hydrogen in low-pressure RF plasma nitriding*, Surface and Coatings Technology, 145 (2001) 152-163.
- A. Alsaran and A. Olcelik, *The structural characterization of some ion-nitrided AISI 5140 low alloy steel*, Material Characterization, 47 (2001) 207-213.
- C.A. Jr, E.F.d. Silva and A.E. Martinelli, *Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided Layers*, Surface and Coatings Technology, 139 (2001) 1-5.
- G. Nayal, D.B. Lewis, M. Lembke, W.D. Munz and J.E. Cockrem, *Influence of sample geometry on the effect of pulse Fe-18 mass% Cr alloy*, Acta Materialia, 54 (2006) 4771-4779.
- C. Ruset, S. Ciuca and E. Grigorea, *The influence of the sputtering process on the constitution of the compound layers obtained by plasma nitriding*, Surface and Coatings Technology, 174-175 (2003) 1201-1205.
- Y.M. Kim, J.U. Kim and J.G. Han, *Investigation on the pulsed DC plasma nitriding with optical emission spectroscopy*, Surface and Coatings Technology, 151-152 (2002) 227-232.
- Y.M. Kim and J.G. Han, *Spectroscopic study for pulsed DC plasma nitriding of narrow deep holes*, Surface and Coatings Technology, 171 (2003) 205-210.
- G. Miyamoto, A. Yonemoto, Y. Tanaka, T. Furuhashi and T. Maki, *Microstructure in a plasma-nitrided Fe-18 mass% Cr alloy*, Acta Materialia, 54 (2006) 4771-4779.
- C.A. Jr., J.A. Rodrigues and A.E. Martinelli, *Growth of nitrided layers on Fe-Cr alloys*, Materials Science and Engineering, A279 (2000) 10-15.
- C.A. Jr., J.A. Lima, V. Hajek, J.B.M.D. Cunha and C. A. D. Santos, *Effect of cooling rate on properties of plasma nitrided AISI 1010 steel*, Surface and Coatings Technology, 201 (2007) 7566-7573.
- L.C. Gontijo, R. Machado, E.J. Miola, L.C. Casteletti and P.A. Nascente, *Characterization of plasma-nitrided iron by XRD, SEM and XPS*, Surface and Coatings Technology, 183 (2004) 10-17.
- B.Y. Jeong and M.H. Kim, *Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels*, Surface and Coatings Technology, 141 (2001) 182-186.

در این تحقیق رفتار نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد گرم کار H11 در زمان ها، دماها و ترکیب های گازی مختلف مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر بدست آمد:

در دماهای پایین عملیات، ذرات نیتریدی تشکیل شده بر روی سطح به صورت پراکنده و یکنواخت وجود دارند. با افزایش دما و زمان عملیات، به علت افزایش تحرک ذرات، پدیده رشد ذرات اتفاق می افتد که در نتیجه منجر به ایجاد یک ساختار گل کلمی می شود که تشکیل این ساختار با افزایش زمان، تشدید می شود. در دماها و زمان های بالاتر عملیات به دلیل افزایش فرآیند کندوپاش سطحی، چگالی ذرات در روی سطح کاهش می یابد.

بیشترین ضخامت لایه ترکیبی در نمونه نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $75\%N_2+25\%H_2$ ، دمای  $540^\circ C$  و زمان ۷ ساعت بدست می آید. سختی سطحی در دماها و زمان های پایین نیتروژن دهی بیشتر بوده و با افزایش دما و زمان سختی سطحی کاهش می یابد، که علت آن افزایش مقدار فاز  $\gamma$  در لایه ترکیبی است.