



## اثر نیتروژن دهی پلاسمایی بر ریزساختار و تغییرات فازی در فولاد زنگ نزن AISI ۳۱۶L نانواندازه

جابر زمانی<sup>۱</sup>، سید رحمان حسینی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>. دانشگاه صنعتی مالک اشتر (اصفهان)، دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد

<sup>۲</sup>. دانشگاه صنعتی مالک اشتر (اصفهان)، استادیار دانشکده مهندسی مواد

### چکیده

هدف از این مقاله، بررسی اثر فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی بر تغییرات ریزساختاری و فازی فولاد زنگ نزن AISI ۳۱۶L نانواندازه است. به این منظور، نمونه نانواندازه (میانگین اندازه دانه حدود ۹۰ نانومتر) که با استفاده از عملیات حرارتی مکانیکی (نورد و بازپخت) ایجاد شده بود، به همراه نمونه درشت دانه (میانگین اندازه دانه حدود ۱۸ میکرومتر) مورد استفاده قرار گرفتند. نیتروژن دهی پلاسمایی در دماهای ۴۵۰ و ۵۰۰ درجه سانتی گراد با ترکیب گاز (N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> = ۲۵:۷۵) به مدت ۵ ساعت انجام شد. جهت بررسی ریزساختار و ضخامت لایه نیتروژن از میکروسکپ نوری (OM) و میکروسکپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) و جهت شناسایی فازها از پراش سنج پرتو ایکس (XRD) استفاده شد. ضخامت لایه نیتروژن در ساختار درشت دانه و نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد به ترتیب ۱۰ و ۷ میکرومتر و بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد به ترتیب برابر ۲۱ و ۱۸ میکرومتر به دست آمد. نتایج XRD نشان داد که انجام عملیات حرارتی مکانیکی روی ساختار درشت دانه، مقدار صفحات آستنیتی فشرده تر را افزایش داد و باعث کاهش ضخامت لایه نیتروژن در ساختار نانواندازه شد. با کاهش اندازه دانه، غلظت نیتروژن در لایه نیتروژن افزایش یافت و باعث شد رسوب های نیتروژنی در لایه نیتروژن ساختار نانواندازه بیش تر از درشت دانه شود.

**واژه های کلیدی:** فولاد زنگ نزن، نیتروژن دهی پلاسمایی، نفوذ، نانواندازه

<sup>۱</sup>. j.zamani69@gmail.com

## مقدمه

از نیتروژن دهی پلاسمایی به طور گسترده برای بهبود خواص سطحی فولادهای زنگ نزن آستنیتی استفاده می شود. نیتروژن دهی پلاسمایی فولادهای زنگ نزن در دمای حدود ۵۰۰ درجه سانتی گراد و بالاتر باعث رسوب نیتريد کروم در لایه نیتروژن می شود و مقاومت به خوردگی را کاهش می دهد [۱]. ولی نیتروژن دهی در دماهای ۴۵۰ درجه سانتی گراد و پایین تر از رسوب نیتريد کروم جلوگیری می کند و منجر به تشکیل یک لایه نازک می شود که با اتم های کربن و نیتروژن اشباع شده است. این لایه محلول جامد بین نشینی اشباع شده، آستنیت انبساط یافته (فاز S) نامیده می شود [۱].

نرخ نفوذ عناصر به دو عامل اساسی دما و انرژی فعال سازی نفوذ وابسته است [۲]. چون با افزایش دمای نیتروژن-دهی، مقاومت به خوردگی فولادهای زنگ نزن آستنیتی کاهش می یابد، روش های کاهش انرژی فعال سازی نفوذ با اهمیت می شود [۲]. نرخ پرش اتم ها در سطوح آزاد، نابجایی ها و مرز دانه ها بیش تر از سایر نواحی است که به این سه ناحیه مسیرهای نفوذ سریع گفته می شود [۳]. با افزایش مسیرهای نفوذ سریع می توان خواص بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی را بهبود بخشید. محققان به وسیله عملیات مکانیکی سطحی فولادهای زنگ نزن آستنیتی، مرز دانه ها، نابجایی ها و دوقلویی های مکانیکی را در سطح این فولادها افزایش دادند [۲ و ۴-۱۲]. این نواحی باعث افزایش عمق نفوذ نیتروژن در فولادهای زنگ نزن آستنیتی می شود. در تحقیقی دیگر بیان شد که کاهش مرز دانه ها (افزایش عدد اندازه دانه ASTM) باعث کاهش عمق نفوذ نیتروژن در فولاد زنگ نزن AISI ۳۰۴ می شود [۱۳]. هم چنین نفوذ نیتروژن در فولاد زنگ نزن AISI ۳۱۶L چندبلوره بیش تر از تک بلوره گزارش شده است [۱۴]. مسیرهای نفوذ سریع علاوه بر افزایش نفوذ نیتروژن، باعث افزایش نفوذ کروم نیز می شوند [۲]. افزایش نرخ نفوذ کروم باعث افزایش تشکیل رسوب های نیتريد کروم می شود.

به طور کلی، ایجاد نانوساختار باعث افزایش فاز S بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دماهای پایین و افزایش رسوب های نیتريد کروم در دماهای بالا می شود [۲]. در این تحقیق، اثر ساختار نانو اندازه (در کل حجم نمونه) که با عملیات حرارتی مکانیکی ایجاد شده است بر ریزساختار و فازهای فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI ۳۱۶L بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی بررسی شده است. در تحقیقات گذشته اثر نانوساختار حجمی بر نیتروژن دهی کم تر مورد بررسی قرار گرفته بود.

## مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از ورق فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI ۳۱۶L با طول، عرض و ضخامت به ترتیب ۱۲۰، ۶۰ و ۱۲ میلی متر استفاده شد. ترکیب شیمیایی فولاد اولیه در جدول ۱ آورده شده است. به وسیله عملیات حرارتی-مکانیکی (نورد و بازپخت) روی فولاد اولیه، ساختار نانو اندازه (میانگین اندازه دانه حدود ۹۰ نانومتر) ایجاد شد. نمونه نانوساختار به همراه فولاد اولیه (درشت دانه با میانگین اندازه دانه ۱۸ میکرومتر) تحت نیتروژن دهی پلاسمایی قرار گرفتند. برای انجام نیتروژن دهی از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی تخلیه هاله ای ساخت شرکت

پلازما فناوری امین استفاده شد. این دستگاه دارای منبع تغذیه جریان مستقیم پالسی و از نوع دیوار سرد بود. سطح نمونه‌ها تا سنباده شماره ۶۰۰ سنباده‌زنی شدند. جهت تمیز کردن نمونه‌ها قبل از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی، نمونه‌ها در محلول استون قرار داده شدند. سپس به مدت ۱۵ دقیقه تحت امواج فراصوتی قرار گرفتند. نمونه‌ها به مدت ۹۰ دقیقه و با نسبت گازی آرگون به هیدروژن دو به یک و فشار ۰/۴ تور تحت عملیات پراکنش قرار داده شدند. هدف از عملیات پراکنش، حذف اکسیدها و آلودگی‌های سطحی است. سپس به مدت ۵ ساعت در دماهای ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، با مخلوط گازی (N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=۲۵:۷۵) تحت فشار ۵ تور و فرکانس ۸ کیلوهرتز تحت نیتروژن‌دهی پلاسمایی قرار گرفتند.

بعد از نیتروژن‌دهی، به منظور تخریب‌نشدن لایه نیتروژن، نمونه‌ها تحت آبکاری مس قرار گرفتند و لایه‌ای از مس به ضخامت حدود ۵ تا ۱۰ میکرومتر روی نمونه‌ها پوشش داده شد. نمونه‌ها به وسیله برش سیمی<sup>۱</sup> مقطع زده و در قالب مانت سرد قرار داده شدند. بعد از مانت کردن، سطح مقطع نمونه‌ها تا سنباده شماره ۲۰۰۰ سنباده‌زنی شدند و با پودر آلومینای ۱ میکرون صیقلی شدند. برای مشاهده ساختار نمونه‌ها از حکاکی شیمیایی و محلول ۵۰ درصد اسید کلریدریک و ۵۰ درصد اسید نیتریک استفاده شد. ریزساختار نمونه‌های حکاکی شده به وسیله میکروسکپ نوری Olympus مدل PME3 بررسی شد. همچنین ضخامت لایه نیتروژن‌دهی شده در سه نقطه و توسط میکروسکپ نوری اندازه‌گیری شد و میانگین سه عدد گزارش شد.

جهت مشاهده دانه‌های آستنیت قبل از نیتروژن‌دهی پلاسمایی، نمونه‌ها پس از آماده‌سازی تحت حکاکی برقی قرار گرفتند. حکاکی برقی در محلول ۶۵ درصد اسید نیتریک با اختلاف پتانسیل ۱ ولت به مدت ۱ دقیقه انجام شد. جهت بررسی ریزساختار نمونه‌ها بعد از نیتروژن‌دهی، نمونه‌ها در محلول ۵۰ درصد اسید کلریدریک و ۵۰ درصد اسید نیتریک، حکاکی شیمیایی شدند. جهت بررسی ریزساختار نمونه‌ها قبل و بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی از میکروسکپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)<sup>۲</sup> شرکت TESCAN مدل MIRA3 استفاده شد. اندازه دانه‌های آستنیت و مقدار رسوب‌های نیتريد کروم به وسیله نرم‌افزار MIP 4 Student اندازه‌گیری شد. به منظور شناسایی فازها، از پراش سنج پرتو ایکس شرکت فیلیپس مدل MPD-Xpert استفاده شد. همچنین از هدف مسی و فیلتر نیکلی با طول موج ۱/۵۴۲ آنگستروم، ولتاژ ۴۰ کیلوولت، جریان ۳۰ میلی‌آمپر، اندازه گام ۰/۰۵ درجه، زمان هر گام ۲۰ ثانیه و محدوده ۲θ از ۳۰ تا ۱۰۰ درجه استفاده شد. فازیابی الگوهای XRD به وسیله نرم‌افزار X'Pert HighScore انجام شد.

## نتایج و بحث

در شکل ۱(الف) تصویر میکروسکپی نوری از فولاد AISI ۳۱۶L اولیه (درشت‌دانه) مشاهده می‌شود. ریزساختار این فولاد شامل آستنیت تک‌فاز است که به علت جهت‌گیری متفاوت، رنگ دانه‌ها با یکدیگر متفاوت است. با

1. wire cut

2. field emission scanning electron microscope

توجه به **Error! Reference source not found.** (الف) میانگین اندازه دانه ساختار درشت‌دانه حدود  $18 \pm 1$  میکرومتر است. تصویر میکروسکپی الکترونی روبشی نشر میدانی از ساختار نانواندازه در شکل ۱ (ب) نشان داده شده است. شکل ۱ (ب) نشان می‌دهد که میانگین اندازه دانه در ساختار نانواندازه حدود  $90 \pm 20$  نانومتر است.

تصویر میکروسکپی نوری از مقطع ساختارهای درشت‌دانه و نانواندازه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دماهای ۴۵۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد در شکل ۲ آورده شده است. میانگین ضخامت لایه نیتروژن در ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۲ الف)، برابر  $10 \pm 1$  میکرومتر است. لایه نیتروژن در ساختار درشت‌دانه در ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد، عاری از رسوب‌های نیتروژنی و دارای فاز S است که مطابق با تحقیق قبلی است [۸]. چون این فاز مقاومت به خوردگی زیادی دارد در شکل ۲ (الف) به صورت روشن مشاهده می‌شود که در تحقیقات قبلی نیز بیان شده بود [۲ و ۶]. مرز دانه‌های آستنیت در زیرلایه نمونه درشت‌دانه واضح است.

میانگین ضخامت لایه نیتروژن ساختار نانواندازه در ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد که در شکل ۲ (ب) مشخص است برابر  $7 \pm 1$  میکرومتر است. ضخامت لایه نیتروژن در ساختار نانواندازه نسبت به ساختار درشت‌دانه (شکل ۲ الف) کاهش یافته است. علت کاهش ضخامت لایه نیتروژن، باوجود افزایش مرز دانه‌ها احتمالاً به دلیل انجام عملیات حرارتی مکانیکی است که روی نمونه نانواندازه انجام شده است. برای توضیح بیشتر تر باید نتایج XRD بررسی شوند که در ادامه بررسی شده است. تحقیقات قبلی نشان داد که کاهش اندازه دانه و ایجاد نانوساختار در سطح فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی به وسیله عملیات مکانیکی، باعث افزایش ضخامت لایه نیتروژن می‌شود [۲ و ۴-۱۲]. دلیل این تناقص (علاوه بر دلیل قبل) این است که مواد نانوبلوری که با روش‌های مکانیکی تولید شده‌اند (به‌خاطر غیرتعادلی بودن) خواص نفوذی بهتری دارند [۱۵]. در لایه نیتروژن ساختار نانواندازه علاوه بر فاز S، فاز تیره‌رنگی وجود دارد که مقاومت به خوردگی کم‌تری نسبت به فاز S، در برابر محلول حکاکی دارد. به احتمال زیاد این فاز تیره‌رنگ رسوب‌های نیتروژن کروم است (نتایج XRD در ادامه این موضوع را تایید می‌کند).

با توجه به شکل ۲ (ج) میانگین ضخامت لایه نیتروژن در ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد،  $21 \pm 1$  میکرومتر اندازه‌گیری شد. ضخامت لایه نیتروژن در ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، نسبت به همان ساختار در ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد، افزایش یافته است. با افزایش دمای نیتروژن‌دهی پلاسمایی، ضخامت لایه نیتروژن افزایش می‌یابد که تحقیقات قبلی هم ذکر نموده‌اند [۲ و ۵]. با افزایش دما، ضریب نفوذ افزایش می‌یابد [۱۶]. با افزایش دمای فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی از ۴۵۰ به ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، ضریب نفوذ نیتروژن افزایش می‌یابد و منجر به افزایش ضخامت لایه نیتروژن می‌شود. مطابق با تحقیق قبلی، در ریزساختار لایه نیتروژن ساختار درشت‌دانه در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، علاوه بر فاز S (زمینه روشن)، رسوبات نیتروژن کروم (تیره) هم مشاهده می‌شود [۱۱]. دانه‌های آستنیت در زیرلایه نمونه درشت‌دانه، بعد از نیتروژن‌دهی قابل مشاهده هستند.

میانگین ضخامت لایه نیترووره در ساختار نانواندازه در ۵۰۰ درجه سانتی گراد (شکل ۲ د) برابر  $1 \pm 18$  میکرومتر به دست آمد. با افزایش دمای نیتروژن دهی، همانند نمونه قبل، ضخامت لایه نیترووره در ساختار نانواندازه افزایش یافت. بعد از نیتروژن دهی در ۵۰۰ درجه سانتی گراد نیز، ضخامت لایه نیترووره در ساختار نانواندازه کم تر از درشت دانه است. ریزساختار لایه نیترووره در نمونه نانوساختار علاوه بر فاز S، شامل فاز تیره رنگ است که احتمالاً رسوب های نیتريد کروم هستند (تاييد با نتايج XRD در ادامه).

تصاویر میکروسکپی الکترونی روبشی نشر میدانی از سطح مقطع ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰ و ۵۰۰ درجه سانتی گراد در شکل ۳ در دو بزرگ نمایی آورده شده است. شکل ۳ (ب) ریزساختار ناحیه مشخص شده از لایه نیترووره در شکل (الف) را در بزرگ نمایی بیش تر نشان می دهد. شکل (ب) حضور رسوب های نیتريد کروم را به ویژه در مرز دانه ها تایید می کند. مقدار رسوب های نیتريد کروم حدود ۱۹/۸۹ درصد از لایه نیترووره است. بعد از نیتروژن دهی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد، در لایه نیترووره ساختار درشت-دانه نیتريد کروم وجود ندارد ولی در ساختار نانواندازه رسوب های نیتريد کروم وجود دارد. ایجاد نانوساختار کاهش اندازه دانه منجر به کاهش دمای تشکیل نیتريد کروم نسبت به ساختار درشت دانه می شود [۲]. با کاهش اندازه دانه و افزایش مرز دانه ها، علاوه بر نرخ نفوذ نیتروژن، نرخ نفوذ کروم نیز افزایش می یابد [۲].

فاز S مقاومت به خوردگی زیادی دارد و در برابر محلول حکاکی استفاده شده و زمان کم، مقاوم است [۲ و ۶]. رسوب های نیتريد کروم مقاومت به خوردگی پایینی دارند [۱ و ۱۷]. در واقع حضور رسوب ها باعث آشکار شدن مرزهای برخی از دانه های فاز S در لایه نیترووره می شود. در ریزساختار لایه نیترووره مکان هایی کاملاً روشن وجود دارد به دلیل اینکه رسوبات در همه مرز دانه ها تشکیل نمی شود و مرزها را آشکار نمی کند. آشکار شدن برخی از دانه ها ریزدانه بودن نمونه را تایید می کند.

در شکل ۳ (ج) ریزساختار لایه نیترووره و زیر لایه نمونه نانوساختار بعد از نیتروژن دهی در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد مشاهده می شود. قسمتی از لایه نیترووره (ناحیه مشخص شده) در شکل ۳ (ج) در شکل ۳ (د) و در بزرگ نمایی بیش تر آورده شده است. لایه نیترووره ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی در دمای ۵۰۰، همانند ۴۵۰ درجه سانتی گراد، شامل زمینه روشن (فاز S) و نواحی تیره (رسوب های نیتريد کروم) است با این تفاوت که نواحی تیره بیش تر شده است. مقدار رسوب های نیتريد کروم حدود ۴۹/۵۷ درصد از لایه نیترووره است. این موضوع نشان می دهد که با افزایش دمای نیتروژن دهی پلاسمایی، ضریب نفوذ کروم افزایش می یابد که منجر به افزایش رسوب ها می شود.

الگوهای پراش پرتو ایکس نواحی سطحی ساختارهای درشت دانه و نانوساختار به همراه الگوهای استاندارد در شکل ۴ نشان داده شده است. الگوهای ارایه شده در این شکل مربوط به قبل از عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی است. الگوی نمونه درشت دانه نشان می دهد که این ساختار شامل آستنیت (۷) با صفحه های (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱) و (۲۲۲) به ترتیب در زوایای  $43/57$ ،  $50/79$ ،  $74/69$ ،  $90/69$  و  $95/96$  درجه است. بیش ترین شدت در بین قله های آستنیت، مربوط به قله (۱۱۱) است. در الگوی ساختار درشت دانه علاوه بر آستنیت، مقدار

خیلی کمی مارتنزیت ( $\alpha'$ (۱۱۰) ناشی از کرنش) در زاویه  $44/22$  درجه وجود دارد که به دلیل فرایندهایی است که شرکت تولیدکننده روی فولاد انجام داده است. در الگوی ساختار نانواندازه فاز آستنیت با صفحه‌های (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱) و (۲۲۲) وجود دارد. شدت قله آستنیت (۲۲۲) خیلی ناچیز است. بیش‌ترین شدت آستنیت، مربوط به قله (۲۲۰) است. در ساختارهای نانواندازه علاوه بر فاز آستنیت، مارتنزیت ناشی از کرنش ( $\alpha'$ ) نیز وجود دارد. وجود مارتنزیت در ساختار نانوساختار به دلیل عملیات حرارتی مکانیکی است که روی نمونه‌ها انجام شده است.

مقدار فاز مارتنزیت (ناشی از کرنش) در ساختار نانواندازه خیلی بیش‌تر از ساختار درشت‌دانه است. چون روی ساختار درشت‌دانه عملیات حرارتی مکانیکی (نورد و بازپخت) انجام شده است تا نمونه نانوساختار تولید شود در نتیجه ساختار نانواندازه مارتنزیت بیش‌تری دارد. عملیات نورد باعث تشکیل فاز مارتنزیت می‌شود. اندیس صفحه مربوط به بیش‌ترین شدت قله آستنیت در ساختار نانواندازه، متفاوت از ساختار درشت‌دانه است. عملیات حرارتی مکانیکی که روی ساختار درشت‌دانه انجام می‌شود منجر به تبلور مجدد و تشکیل مجدد دانه‌ها می‌شود. با انجام عملیات حرارتی مکانیکی، مقدار صفحات آستنیتی با اندیس‌های مختلف تغییر کرده است.

الگوهای پراش پرتو ایکس ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دماهای  $450$  و  $500$  درجه سانتی‌گراد، به همراه الگوهای استاندارد در شکل ۵ آورده شده است. الگوهای ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دماهای  $450$  و  $500$  درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که صفحه‌های آستنیتی به آستنیت انبساط یافته (S) تبدیل شده‌اند. فاز S یک فاز محلول جامد با نیتروژن زیاد است [۱۰]. قله‌های فاز S در زوایای کم‌تری نسبت به آستنیت ظاهر می‌شوند [۵-۶ و ۱۰-۱۱]. ورود نیتروژن به آستنیت باعث می‌شود که فاز S در زوایای کم‌تری تفرق یابد. در الگوی ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی در دمای  $450$  درجه سانتی‌گراد فقط فاز S وجود دارد. در الگوی ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی در دمای  $500$  درجه سانتی‌گراد علاوه بر فاز S، رسوبات نیتريد کروم،  $\epsilon$  ( $Fe_3N$ ) و  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) نیز وجود دارد. رسوبات  $\epsilon$  و  $\gamma'$  به دلیل تجمع نیتروژن در سطح نمونه تشکیل شده‌اند.

شدت قله‌های فاز S بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $450$  درجه سانتی‌گراد بیش‌تر از دمای  $500$  درجه سانتی‌گراد است. با افزایش دمای فرایند نیتروژن‌دهی از  $450$  به  $500$  درجه سانتی‌گراد، ضریب نفوذ نیتروژن و عناصری مثل کروم افزایش می‌یابد و باعث تشکیل رسوباتی مثل نیتريد کروم می‌شود [۱۱]. تشکیل رسوبات باعث کاهش مقدار فاز S، بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $500$  درجه سانتی‌گراد می‌شود.

در الگوی ساختار درشت‌دانه بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $450$  درجه سانتی‌گراد، فاز آستنیت وجود دارد ولی در دمای  $500$  درجه سانتی‌گراد قله مربوط به آستنیت شناسایی نشد. همان‌طور که در تصاویر میکروسکوپی نشان داده شد با افزایش دمای فرایند و افزایش ضریب نفوذ نیتروژن، ضخامت لایه نیتروژن‌دهی افزایش می‌یابد. با توجه به این موضوع، بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $450$  درجه سانتی‌گراد، ضخامت لایه نیتروژن‌دهی کم است و قله آستنیت شناسایی شده، ناشی از زیرلایه نمونه است. ولی بعد از نیتروژن‌دهی در دمای  $500$

درجه سانتی گراد ضخامت لایه نیترووره بیش تر از عمق نفوذ اشعه ایکس است و فازهای زیرلایه شناسایی نمی شوند.

الگوهای پراش پرتو ایکس ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دماهای ۴۵۰ و ۵۰۰ درجه سانتی - گراد، به همراه الگوهای استاندارد در شکل ۶ نشان داده شده است. با توجه به الگوهای ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی، صفحه های آستنیت (۷) در ساختار نانواندازه (شکل ۴) به فاز S تبدیل شده اند و در زوایای کمتری تفرق یافته اند. البته قله (۲۲۲)S به دلیل ناچیز بودن قابل شناسایی نیست. فاز S ساختار FCC دارد [۵]. ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد دارای فازهای S، نیتريد کروم،  $\epsilon$  و  $\gamma'$  است. هم چنین در الگوی این نمونه، قله مربوط به آستنیت نیز مشاهده می شود که ناشی از نفوذ اشعه ایکس به زیرلایه نمونه است. الگوی ساختار نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد حضور فازهای S، نیتريد کروم،  $\epsilon$  و  $\gamma'$  را نشان می دهد. در الگوی این ساختار قله مربوط به فاز آستنیت مشاهده نشد.

با توجه به الگوهای شکل ۶ با افزایش دمای نیتروژن دهی از ۴۵۰ به ۵۰۰ درجه سانتی گراد، مقدار رسوب های نیتريد کروم،  $\epsilon$  و  $\gamma'$  افزایش می یابد. با نگاهی دقیق تر می توان گفت که بعد از نیتروژن دهی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد، فازهای  $\epsilon$  و  $\gamma'$  خیلی ناچیز هستند. با افزایش دمای فرایند، ضریب نفوذ عناصر و تحرک اتم ها افزایش می یابد [۱۶] و باعث افزایش رسوب ها می شود. هم چنین با نگاه به الگوها مشخص می شود که با افزایش رسوب ها (افزایش دمای فرایند)، شدت قله های فاز S کاهش می یابد.

پارامتر بافت برای ساختارهای درشت دانه و نانواندازه محاسبه شده و در جدول ۲ آورده شده است. با توجه به این جدول می توان گفت که صفحات آستنیت (۱۱۱) در ساختار درشت دانه، بافت غالب در این ساختار هستند، در حالی که در ساختار نانواندازه صفحات (۲۲۰) بافت غالب هستند. در تحقیق قبلی بیان کردند که نفوذ نیتروژن در صفحات (۱۱۱) سریع تر انجام می شود و بنابراین تنش های باقی مانده و میزان انحراف در زاویه قله این صفحات کم تر است [۱۸]. پس می توان نتیجه گرفت که علت کاهش ضخامت لایه نیترووره در ساختار نانواندازه، کاهش صفحات (۱۱۱) و افزایش صفحات (۲۲۰) است. فاصله بین صفحات (۱۱۱)S، بیش تر از فاصله بین صفحات (۲۲۰)S است. پس می توان گفت که فاز (۱۱۱)S غلظت نیتروژن کمتری نسبت به (۲۲۰)S دارد ولی عمق نفوذ نیتروژن در (۱۱۱)S بیش تر از (۲۲۰)S است. پیش از این هم تصاویر میکروسکوپی نشان داد که ضخامت لایه نیترووره در ساختار درشت دانه بیش تر از ساختار نانواندازه است.

### نتیجه گیری

ضخامت لایه نیترووره در ساختار نانواندازه نسبت به ساختار درشت دانه کاهش یافت. با انجام عملیات حرارتی - مکانیکی روی نمونه درشت دانه و تولید نمونه های نانو ساختار، صفحات آستنیتی فشرده (۲۲۰) افزایش می یابند که منجر به کاهش سرعت نفوذ نیتروژن می شوند. اندازه گیری پارامتر بافت نیز نشان داد که بافت غالب در

ساختار درشت‌دانه، صفحات آستنیت (۱۱۱) است ولی بافت غالب در ساختار نانواندازه صفحات آستنیت (۲۲۰) است.

با ایجاد ساختار نانواندازه، تحرک اتم‌های کروم افزایش می‌یابد که منجر به کاهش دمای تشکیل نیتريد کروم (بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $450^{\circ}\text{C}$ )، افزایش نیتريد کروم (بعد از نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای  $500^{\circ}\text{C}$ ) و کاهش مقدار فاز S می‌شود. بعد از نیتروژن‌دهی در دمای  $450^{\circ}\text{C}$ ، در ساختار درشت‌دانه، رسوب‌های نیتريد کروم شناسایی نشد ولی در ساختار نانواندازه این رسوب‌ها شناسایی شدند.

### مراجع

1. K.H. Lo, C.H. Shek and J.K.L. Lai, "Recent developments in stainless steels" , *Materials Science and Engineering R*, 65, 2009, 39-104.
2. L. Shen, L. Wang, Y. Wang and Ch. Wang, "Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel with pre-shot peening" , *Surface & Coatings Technology*, 204, 2010, 3222-3227.
3. H. Mehrer, *Diffusion in Solids*, 2007, Springer, New York.
4. H. Ferkel, M. Glatzer, Y. Estrin and R.Z. Valiev, "RF plasma nitriding of a severely deformed high alloyed steel" , *Scripta Materialia*, 46, 2002, 623-628.
5. S.J. Ji, L. Wang, J.C. Sun and Z.K. Hei, "The effects of severe surface deformation on plasma nitriding of austenitic stainless steel" , *Surface & Coatings Technology*, 195, 2005, 81-84.
6. Y. Lin, J. Lu, L. Wang, T. Xu and Q. Xue, "Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel" , *Acta Materialia*, 54, 2006, 5599-5605.
7. M. Egawa, Y. Matsuda, N. Ueda, T. Sone, M. Tsujikawa and K. Nakata, "Effect of cold forming on low-temperature plasma nitriding and carburizing characteristics of austenitic stainless steel" , *Plasma Process and Polymers*, 6, 2009, 893-896.
8. A. Nishimoto and K. Akamatsu, "Effect of pre-Deforming on low temperature plasma nitriding of austenitic stainless steel" , *Plasma Processes and Polymers*, 6, 2009, 306-309.
9. B. Hashemi, M. Rezaee Yazdi and V. Azar, "The wear and corrosion resistance of shot peened-nitrided 316L austenitic stainless steel" , *Materials and Design*, 32, 2011, 3287-3292.
10. M. Chemkhi, D. Reirant, A. Roos, C. Garnier, L. Waltz, C. Demangel and G. Proust, "The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel" , *Surface & Coatings Technology*, 221, 2013, 191-195.
11. M. Laleh, F. Kargar and M. Velashjerdi, "Low-temperature nitriding of nanocrystalline stainless steel and its effect on improving wear and corrosion resistance" , *Materials Engineering and Performance*, 22, 2013, 1304-1310.
12. T. Balusamy, T.S.N. S. Narayanan, K. Ravichandran, I. S. Park and M. H. Lee, "Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment" , *Materials characterization*, 85, 2013, 38-47.



13. D. Manova, S. Mändl, H. Neumann and B. Rauschenbach, "Influence of grain size on nitrogen diffusivity in austenitic stainless steel" , *Surface & Coatings Technology*, 201, 2007, 6686-6689.
14. G. Abrasonisa, J.P. Rivie`rea, C. Templiera, A. Declemya, S. Muzarda and L. Pranevicius, "A comparative study of ion beam nitriding of single-crystalline and polycrystalline 316L austenitic stainless steel" , *Surface & Coatings Technology*, 196, 2005, 262-266.
15. R. Worschum, S. Herth and U. Brossmann, "diffusion in nanocrystalline metals and alloy-A status report" , *Advanced Engineering Materials*, 5, 2003, 365-372.

۱۶. پائول شومان، نفوذ در جامدات، ترجمه احمد ساعتچی و رسول صراف مأموری، ۱۳۷۵، انتشارات دانشگاه تربیت مدرس، تهران.

17. L. C. F. Canale and O. R. Crnkovic, Heat Treatment: Tribological Applications, Surface Modification and Mechanisms, G. E.Totten and H. Liang, Marcel Dekker, (2004) 598-648

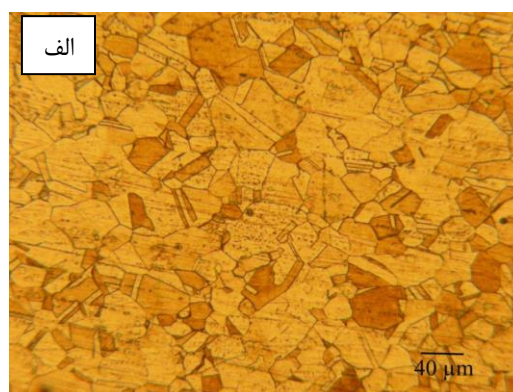
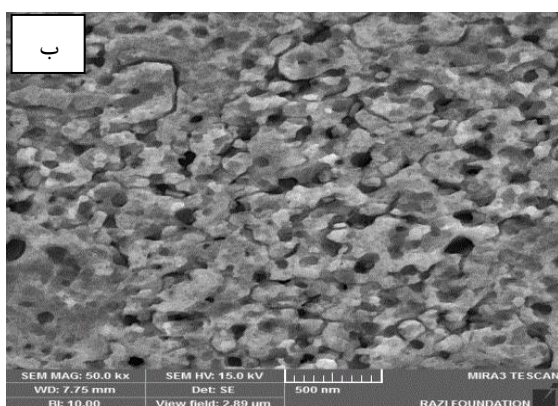
۱۸. مهدی نادری سمیرمی، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر (اصفهان)، ۱۳۸۹.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی فولاد AISI ۳۱۶L.

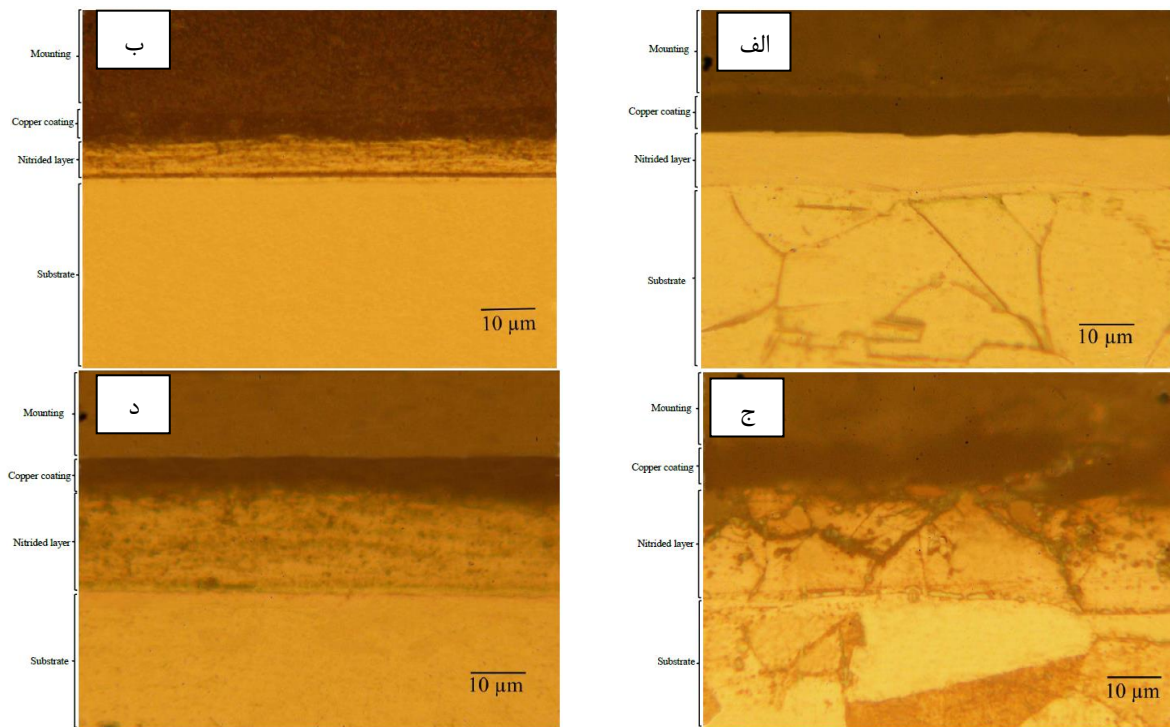
عنصر	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
فولاد مورد استفاده	۰/۰۲۷	۰/۶۴۲	۱/۲۲۰	۰/۰۲۲	۰/۰۱۰	۱۷/۳۳	۱۱/۲۷	۲/۴۱۸	۶۶/۴۲

جدول ۲: مقادیر پارامتر بافت صفحه‌های آستنیتی برای ساختارهای مختلف

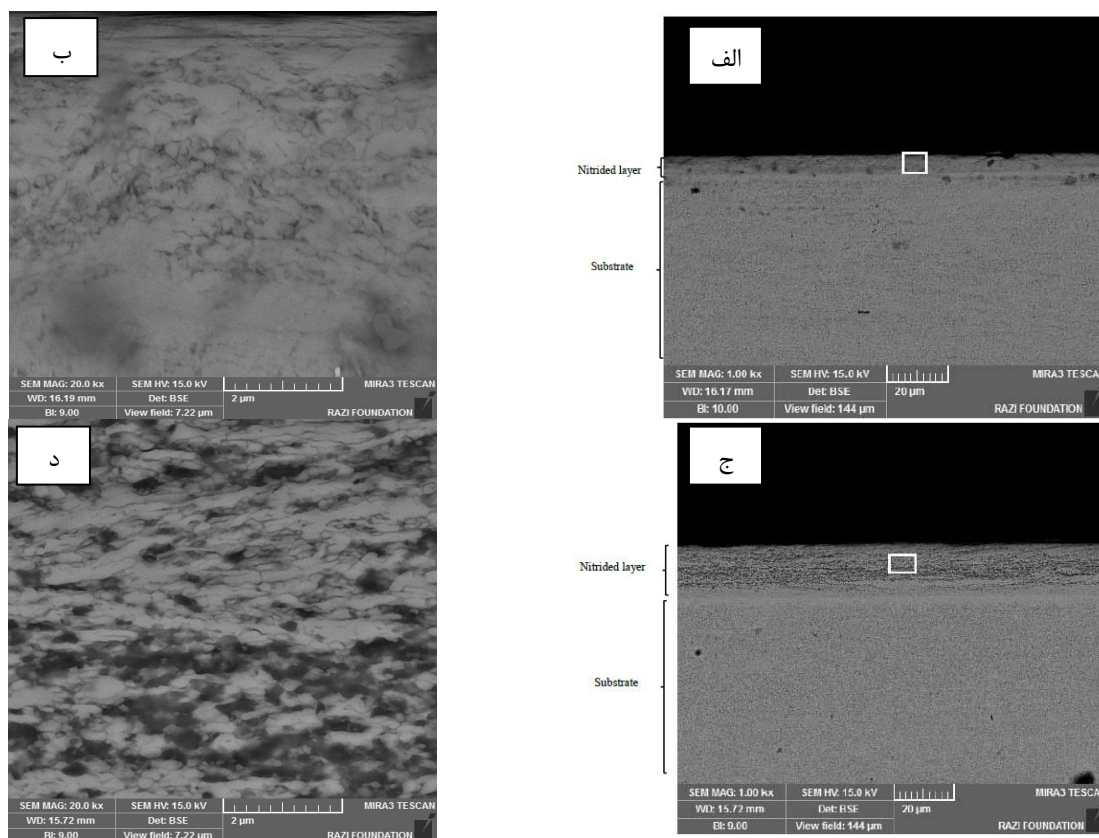
صفحه ساختار	(۱۱۱)	(۲۰۰)	(۲۲۰)	(۳۱۱)	(۲۲۲)
درشت دانه	۱/۳۲	۰/۷۵	۰/۸۶	۰/۹۲	۱/۱۲
نانو اندازه	۰/۱۴	۰/۰۸	۴/۱۷	۰/۴۰	۰/۱۸



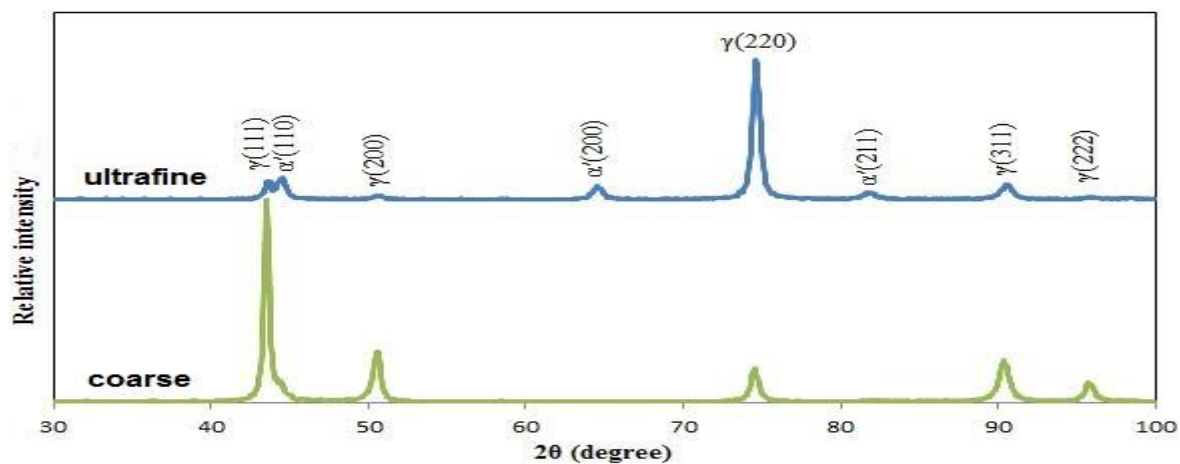
شکل ۱: تصویر میکروسکوپی الف) نوری از ساختار درشت دانه و ب) الکترونی روبشی نشر میدانی از ساختار نانو اندازه.



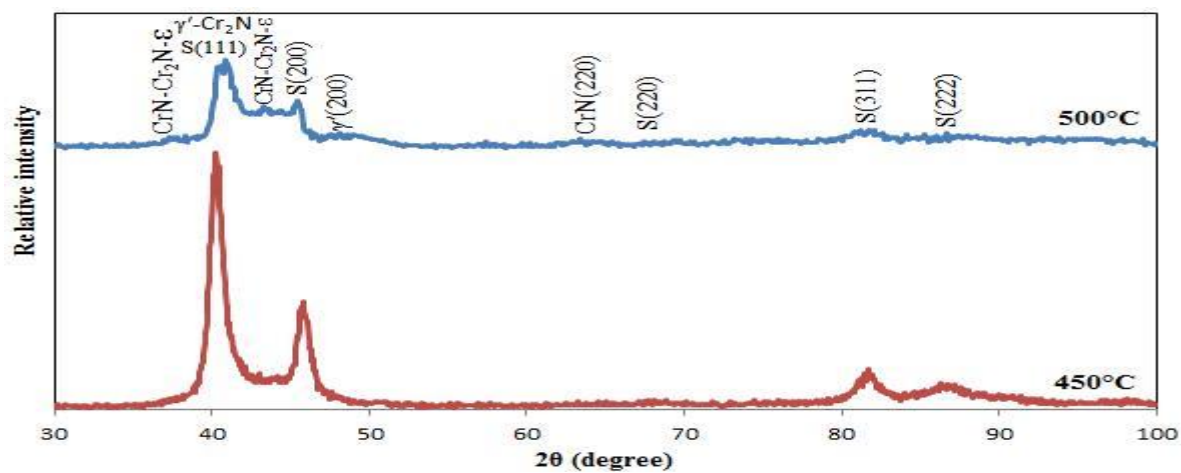
شکل ۲: تصویر میکروسکوپی نوری از مقطع ساختارهای الف) درشت‌دانه و ب) نانواندازه بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰°C و ج و د) همان ساختارها بعد از نیتروژن دهی در دمای ۵۰۰°C.



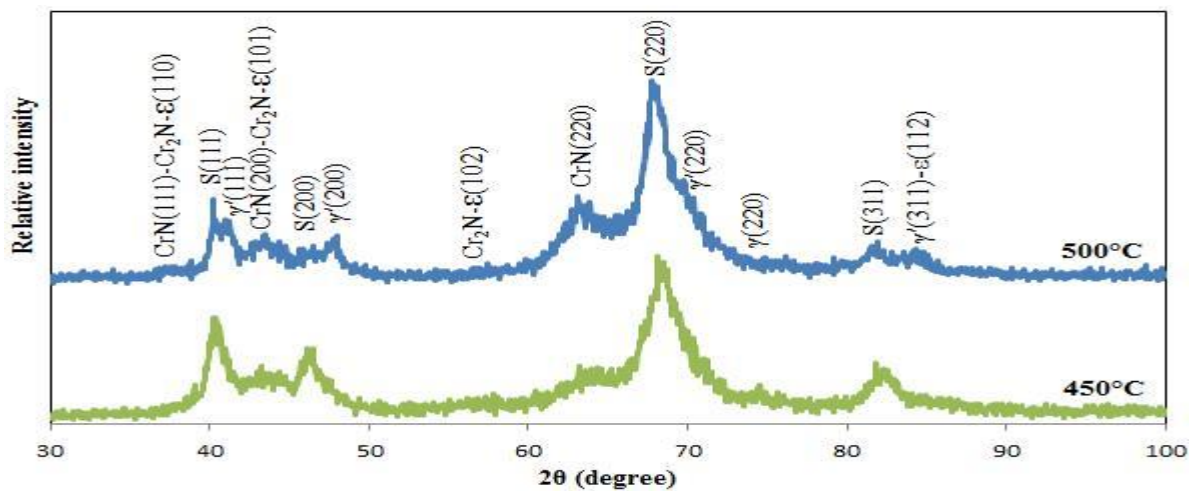
شکل ۳: تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی از سطح مقطع ساختارهای الف و ب) نانواندازه و ج و د) نانواندازه، بعد از نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۴۵۰°C و دو بزرگ‌نمایی.



شکل ۴: الگوهای پراش پرتو ایکس ساختارهای درشت دانه و نانو ساختار.



شکل ۵: الگوهای پراش پرتو ایکس ساختار درشت دانه بعد از نیتروژن دهی در دماهای ۴۵۰ و ۵۰۰°C.



شکل ۶: الگوهای پراش پرتو ایکس ساختار نانوذره بعد از نیتروژن دهی در دماهای ۴۵۰ و ۵۰۰°C.