

بررسی تاثیر پارامترهای دما و زمان نیتروژن دهی پلاسمایی بر ریزساختار، عمق

نفوذ نیتروژن و سختی فولاد قالب پلاستیک P20

نسیم نایب پاشایی، شهرام خیراندیش و منصور سلطانیه

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی - دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت : ۹۰/۰۲/۳۱ - پذیرش : ۹۰/۰۵/۳۰)

چکیده

نیتروژن دهی پلاسمایی موجب اصلاح لایه های سطحی و بهبود عمر مفید فولادهای قالب تزریق پلاستیک می شود. در این پژوهش نمونه هایی از جنس فولاد قالب تزریق پلاستیک P20 در سه دمای ۴۵۰، ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتیگراد و چهار زمان ۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت و ترکیب گاز $75\% N_2 - 25\% H_2$ با استفاده از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی جریان مستقیم در مقیاس نیمه صنعتی نیتروژن دهی شدند. بررسی متالوگرافی نمونه ها، توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی و تشخیص فازهای تشکیل شده در سطح به وسیله آنالیز تفرق اشعه ایکس انجام شد. همچنین تغییرات ریزسختی از سطح به عمق نمونه ها اندازه گیری شد. نتایج نشان دهنده افزایش عمق و سختی لایه نیتروژن دهی با افزایش پارامترهای دما و زمان نیتروژن دهی بود. مطابق با نتایج SEM در دماها و زمان های پایین، فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی ناهموار و متشکل از تیغه های کاربونیترییدی بود که در جهت های مرجع رشد یافته بودند، اما با افزایش دما فصل مشترک هموارتر شد. نتایج آنالیز EDS از این منطقه نشان داد که در نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد P20 نفوذ کربن به سمت سطح و نفوذ نیتروژن به سمت عمق روی داده است. مطابق با نتایج XRD فاز نیتروژن پسیلین به عنوان فاز نیتروژن دهی غالب در همه شرایط زمانی و دمایی انجام فرآیند تشکیل شده است.

واژه های کلیدی: فولاد قالب تزریق پلاستیک P20، نیتروژن دهی پلاسمایی، لایه سفید، منطقه نفوذی.

Effect of time and temperature of plasma nitriding on microstructure, depth of nitrogen diffusion and hardness of plastic injection mould steel P20

N. Nayebpashae, Sh. Kheyrandish and M. Soltanieh

Department of Metallurgy and Materials Eng., Iran University of Science and Technology

(Received 21 May 2011, accepted 21 August 2011)

Abstract

Plasma nitriding could improve the lifecycle of plastic mould steels by modifying the surface layers. In this study, the effects of time and temperature of plasma nitriding on plasma nitriding behavior of plastic injection moulding steel P20 were studied. In this regard, pulsed plasma nitriding treatment was performed on P20 samples at different processing temperatures such as 450, 500 and 550 °C for 2.5, 5, 7.5 and 10 h at gas mixture of 75% N₂ - 25% H₂. Diffusion zone and compound layer were studied by optical and scanning electron microscopy and the crystallographic phases on surface were determined by X-ray diffraction analysis. Also, micro hardness changes from surface to core of the samples were determined. Results have shown that by increasing treatment temperature and time, nitrided layer thickness and hardness were increased respectively. The SEM results showed that the interface of the compound layer and the diffusion layer formed on the sample treated at higher temperatures were more uniform than those treated at lower temperatures. Regarding the results of EDS, during the ion nitriding of P20 upward diffusion of the carbon and the downward diffusion of the nitrogen have been occurred. XRD results have shown that in all the process parameters ε-nitride was the most forming phase.

Keywords: Plastic Injection Mould Steel P20, Plasma Nitriding, Compound Layer, Diffusion Zone.

E-mail of corresponding author: nayebpashae@iust.ac.ir

مقدمه

می شود [۷و۴]. ضخامت، نیم رخ سختی و نوع ترکیبات لایه سفید و لایه نفوذی با انتخاب صحیح پارامترهای موثر بر عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی همانند ترکیب گاز، فشار گاز، درجه حرارت و زمان نیتروژن دهی و ترکیب شیمیایی قطعه کنترل می شوند. به دلیل تنوع پارامترهای موثر بر فرآیند و قابلیت کنترل و تغییر آنها در محدوده مشخص، امکان دستیابی به ساختار مطلوب و کنترل شده در این روش وجود دارد [۱۱]. با توجه به کاربرد فولادهای قالب تزریق پلاستیک در صنعت و نیاز صنعت به کاهش دوره تعویض قطعات و هزینه های تولید، هدف از انجام این پژوهش، بررسی و تعیین اثر تغییر پارامترهای دما و زمان نیتروژن دهی پلاسمایی بر تشکیل لایه نیتريدی، عمق نفوذ نیتروژن و چگونگی تغییر ساختار فولاد قالب پلاستیک P20 است.

مواد و روش آزمایش ها

به منظور انجام آزمایش ها در این تحقیق از فولاد قالب پلاستیک P20 کوئنچ و تمپر شده استفاده شد. ترکیب شیمیایی این فولاد به وسیله دستگاه اسپکترومتر نشر اتمی مشخص شد که نتایج آن در جدول ۱ آمده است. از فولاد مزبور، به وسیله ماشین کاری نمونه های مکعب مستطیل شکل با طول و عرض ۳۰ میلیمتر و ضخامت در حدود ۱۰ میلیمتر آماده شد. سطح تمامی نمونه ها با استفاده از روش های مرسوم متالوگرافی به منظور ایجاد سطح آینه ای برای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی، سنباده زنی و با استفاده از خمیر الماس ۱ میکرون و پارچه ماهوت پولیش شد. نیتروژن دهی پلاسمایی به وسیله دستگاه پالسی جریان مستقیم در مقیاس نیمه صنعتی با دامنه ولتاژ ۵۰۰ الی ۶۵۰ ولت و شدت جریان ۲ الی ۳/۵ آمپر انجام شد. عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی در سه دمای ۴۵۰، ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد و چهار زمان ۲/۵، ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت انجام شد. طی انجام آزمایش ها، ترکیب گاز نیتروژن دهی در کلیه نمونه ها ثابت و برابر با ۷۵ درصد حجمی نیتروژن و ۲۵ درصد حجمی هیدروژن در نظر گرفته شد. در نیتروژن دهی پلاسمایی، تخلیه الکتریکی بین یک محفظه خلاء (آند) و یک قطعه (کاتد) در حضور نیتروژن

در صنعت قالب گیری تزریقی پلاستیک ها، قالب ها نقش تعیین کننده ای را ایفاء می کنند [۱]، قالب های تزریق پلاستیک معمولاً از بخش های متعدد و پیچیده ای تشکیل شده اند که نسبت به یکدیگر دارای حرکت هستند و به دلیل نیاز به وجود سطوح صاف در قطعات تولید شده باید صافی سطح بالایی داشته باشند [۱]. فولادهای قالب گروه P به عنوان دسته ای از فولادهای ابزار دارای شرایطی از ساخت و کارایی هستند که آنها را از سایر فولادهای ابزار متمایز می سازد [۳-۲]، عمده عیوب ایجاد شده در فولادهای قالب ناشی از سایش، خوردگی موضعی و خستگی ترمومکانیکی است. به علاوه، همواره ابزارها و قالب ها در معرض تنش های حرارتی نیز هستند [۴و۱]. با توجه به روند رو به رشد کاربرد پلاستیک های مهندسی و نیاز صنعت به کاهش زمان تعویض و افزایش عمر قطعات قالب های تزریق پلاستیک، محدودیت های تریبولوژیکی مربوط به این فولادها را می توان به وسیله یک روش مناسب اصلاح سطح برطرف نمود [۵و۱].

نیتروژن دهی نوعی عملیات حرارتی - شیمیایی به منظور سخت کردن و بهبود خواص سطحی همچون مقاومت به سایش، خستگی و خوردگی و از جمله فرآیندهای مورد توجه در صنعت است [۶-۷]، که اساس آن، نفوذ نیتروژن اتمی در سطح فولاد است. سختی به دست آمده در فرآیند نیتروژن دهی در نتیجه مکانیزم پراکنده سختی (استحکام دهی از طریق رسوب پراکنی^۱) ذرات ریز نیتريدی حاصل می شود [۸]. نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از روش های نیتروژن دهی است که برای ایجاد لایه ای از ترکیبات سخت بر روی قطعات فلزی و با هدف بهبود خواص سطحی ماده، مورد استفاده قرار می گیرد [۹]. بیشتر مواقع عمق لایه به دست آمده در این روش، متناسب با جذر زمان عملیات است [۱۰]. در فرآیند نیتروژن دهی یک لایه ترکیبی نازک یا لایه سفید در اثر تشکیل نیتريدی های آهن و عناصر آلیاژی و یک لایه ضخیم نفوذی به دلیل حل شدن نیتروژن در شبکه آهن روی سطح قطعه ایجاد

¹ Dispersion strengthening

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد P20 مورد استفاده در این پژوهش.

عنصر	آهن	کروم	منگنز	کربن	سیلیسیم	مولیبدن	فسفر
درصد وزنی	پایه	۱/۸۳	۱/۳۱	۰/۳۹	۰/۲۹	۰/۱۸	۰/۰۲

و فیلتر نیکل استفاده شد. برای تعیین سختی و بدست آوردن نیم رخ سختی (تغییرات سختی از سطح به درون نمونه)، از دستگاه میکروسختی سنج ویکرز مجهز به میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۴۰۰ برابر، تحت بار ۵۰ گرم و زمان ۱۵ ثانیه استفاده شد.

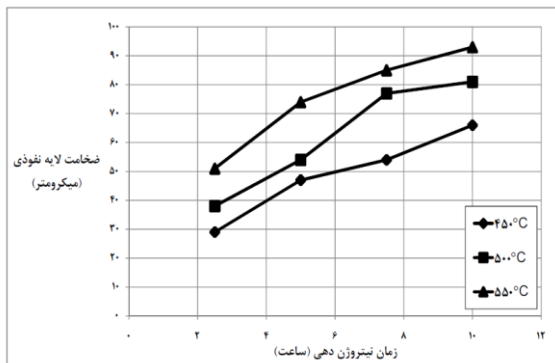
نتایج و بحث

شکل ۱ ریزساختار فولاد P20 را در حالت پایه و پس از انجام عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی نشان می دهد. مطابق با تصویر ۱- الف، ریزساختار زمینه فولاد زیر لایه پیش از نیتروژن دهی پلاسمایی متشکل از تیغه های مارتنزیت بازپخت شده است. در تصاویر ۱- ب و ۱- ج دو منطقه فلز زیر لایه و لایه نیتريدی تشکیل شده روی سطح خارجی فولاد پس از نیتروژن دهی مشاهده می شوند. سطح نیتريدی از دو لایه تشکیل شده است: لایه ترکیبی به صورت نوار سفید رنگی با ضخامت بسیار کم در بالا و لایه نفوذی در زیر آن. لایه نفوذی پس از اچ کردن شیمیایی به صورت منطقه تیره رنگ و یکنواختی دیده می شود که تیغه های نیتريدی در زمینه آن توزیع شده اند. شکل ۲ تغییرات ضخامت لایه نفوذی را بر حسب دما و زمان عملیات برای تمامی نمونه ها نشان می دهد. مطابق با این نمودار مشاهده می گردد که با افزایش دما، ضخامت لایه نفوذی افزایش پیدا می کند. علت این امر آن است که نیتروژن دهی پلاسمایی فرآیندی وابسته به نفوذ است، لذا افزایش دمای عملیات باعث افزایش ضریب نفوذ نیتروژن و در نتیجه تسریع نفوذ می شود. به عبارت دیگر عمق نفوذ نیتروژن به درون نمونه با افزایش دما، افزایش خواهد یافت [۱۴]. از سوی دیگر، ضخامت لایه نفوذی با افزایش زمان نیتروژن دهی پلاسمایی افزایش یافته است. افزایش زمان به نیتروژن این اجازه را می دهد تا در عمق بیشتری در داخل

گازی صورت می گیرد. در ابتدا بعد از خارج شدن گازهای اتمسفری از محفظه، آن را با گاز نیتروژن پر می نمایند [۱۳-۱۲]. با ایجاد حالت پلاسمای در بین دو الکترودی که در محفظه تعبیه شده اند، گاز نیتروژن یونیزه شده و به سطح قطعه که درکاتد قرار گرفته، با سرعت بالا برخورد می کند. بمباران سطح قطعه توسط این یونها باعث تمیزی آن به وسیله مکانیزم کند و پاش^۱ می شود. سپس نیتروژن اتمی در سطح قطعه نفوذ کرده و لایه های مختلف نیتريدی را بر روی آن پدید می آورد. هنگامی که نیتروژن وارد سطح فلز می شود، از طریق نفوذ به زیر سطح نیز منتشر می شود.

به منظور انجام عملیات متالوگرافی، پس از خارج کردن نمونه ها از محفظه، برای جلوگیری از کنده شدن و یا تخریب لایه سفید، نمونه ها به گونه ای مانت گرم شدند که سطح نیتروژن شده داخل ماده مانت قرار گیرد و سپس نمونه ها همراه با مانت دو نیم شدند، پس از آن با انجام عملیات سنباده زنی و پولیش برای متالوگرافی آماده شدند. از محلول نایتال ۲ درصد برای اچ کردن آن ها استفاده شد. پس از اچ کردن منطقه نفوذی نیز در نمونه ها قابل رویت شد، لذا با استفاده از این تصاویر و به کمک نرم افزار آنالیزگر تصویر Clemex، میانگین ضخامت لایه نفوذی تشکیل شده از روی تصاویر متالوگرافی با دقت یک میکرومتر اندازه گیری شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Tescan Vega، مجهز به آشکارساز EDS (Inca OXFORD) برای بررسی و تعیین ضخامت لایه سفید، مورفولوژی سطح، نیتريدی های سطحی و آنالیز ذرات نیتريدی تشکیل شده استفاده شد. به منظور بررسی فازهای تشکیل شده، از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) با ولتاژ ۴۰ کیلو ولت، شدت جریان ۳۰ میلی آمپر، طول موج اشعه ۱/۵۴ آنگستروم و لامپ کاتد مسی

¹Sputtering

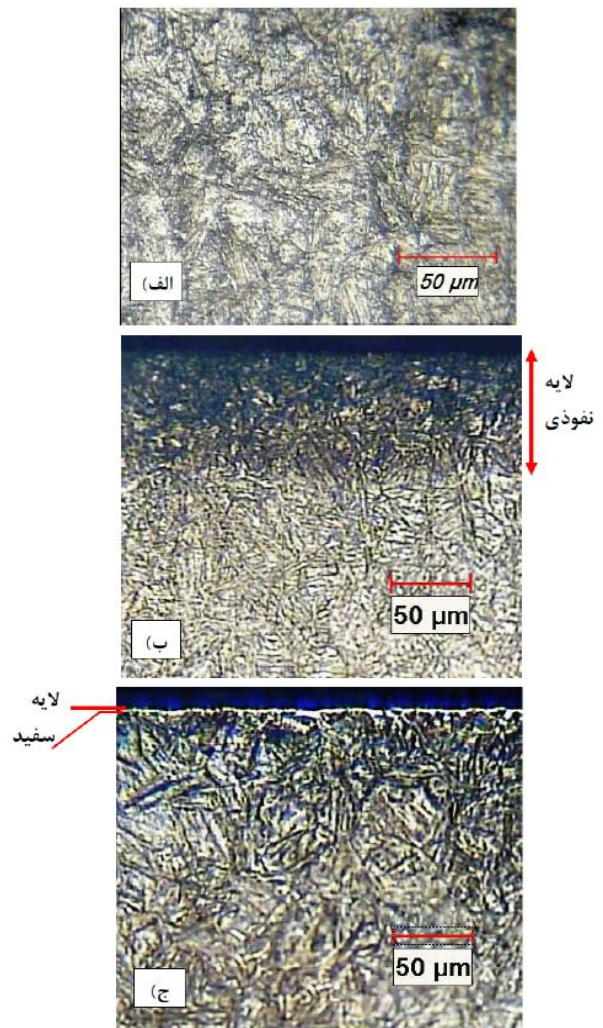


شکل ۲. تغییرات ضخامت لایه نفوذی با دما و زمان نیتروژن دهی پلاسمایی در ترکیب گاز $75\% N_2 - 25\% H_2$.

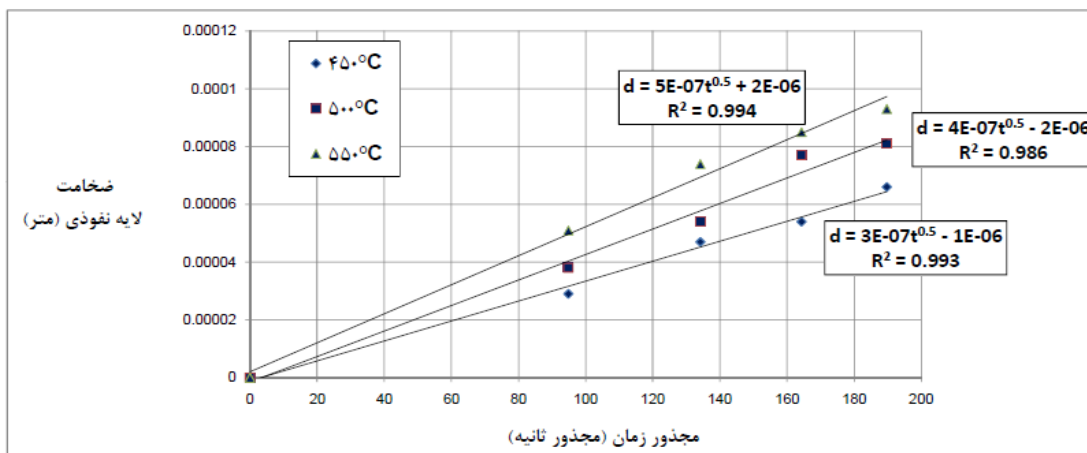
نمونه نفوذ کند، زیرا نفوذ علاوه بر دما به زمان نیز وابسته است [۱۵]. رابطه ۱ [۱۵] وابستگی مسافت نفوذ حجمی نیتروژن به زمان را نشان می‌دهد.

$$d = \sqrt{D_e t} + C \quad (1)$$

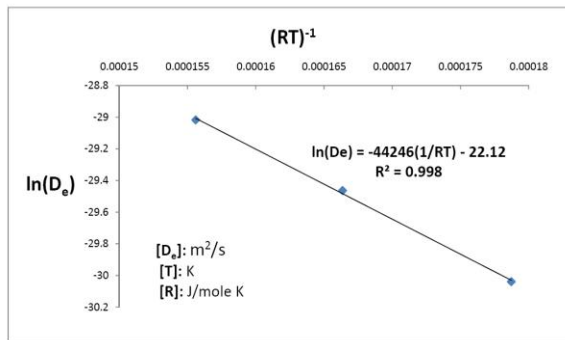
که در آن d عمق نفوذ (mm)، t مدت زمان نیتروژن دهی (s)، D_e ضریب نفوذ نیتروژن در دمای ثابت (mm²/s) و C ثابت زمان (mm²) است. مطابق با شکل ۳ و رسم نمودار ضخامت لایه نفوذی بر حسب مجذور زمان نیتروژن دهی پلاسمایی ملاحظه می‌شود که انطباق نسبتاً مناسبی بین نتایج به دست آمده و رابطه عمق نفوذ وجود دارد. با استفاده از این نمودار مقادیر D_e برای دماهای ۴۵۰، ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتیگراد به ترتیب برابر با $9 \times 10^{-14} \text{ mm}^2/\text{s}$ ، $16 \times 10^{-14} \text{ mm}^2/\text{s}$ و $25 \times 10^{-14} \text{ mm}^2/\text{s}$ به دست می‌آید. با استفاده از این نتایج



شکل ۱. تصویر میکروسکوپ نوری از الف) زیر لایه فولادی مورد استفاده، ب) سطح مقطع نمونه نیتروژن دهی پلاسمایی شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد و زمان ۵ ساعت ج) سطح مقطع نمونه نیتروژن دهی پلاسمایی شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۵ ساعت، پس از اچ در محلول نایتال ۲٪.



شکل ۳. نمودار تغییرات ضخامت لایه نفوذی بر حسب مجذور زمان در دماهای مختلف در انطباق با رابطه $d = (D_e t)^{1/2} + C$



شکل ۴. نمودار تغییرات لگاریتم ضریب نفوذ نیتروژن در دمای ثابت و محاسبه مقادیر عددی Q (شیب نمودار) و $\ln D_0$ (عرض از مبدا نمودار).

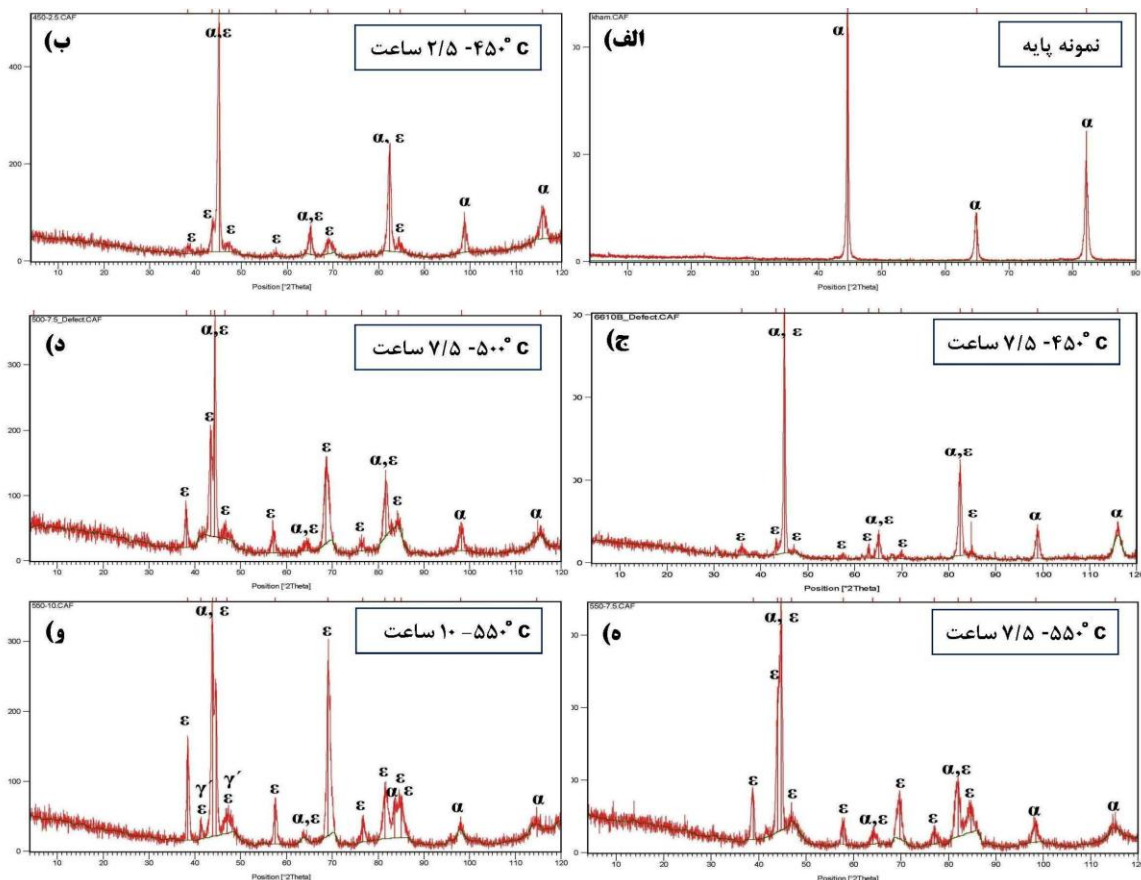
دماها و زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. نمونه نیتروژن‌دهی نشده فقط پیک‌های فاز مادر α -Fe را نشان می‌دهد، در حالی که نمونه‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده پیک‌های اضافه مربوط به نیتريد اسیلن را نشان می‌دهند. همان‌گونه که در شکل ۵ دیده می‌شود فاز نیتريد آهن ϵ ($\text{Fe}_2\text{-3N}$) به عنوان فاز نیتريدی غالب در سطح کلیه

و رابطه ۲ [۱۶] می‌توان انرژی فعال‌سازی نفوذ را محاسبه نمود.

$$D_e = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2)$$

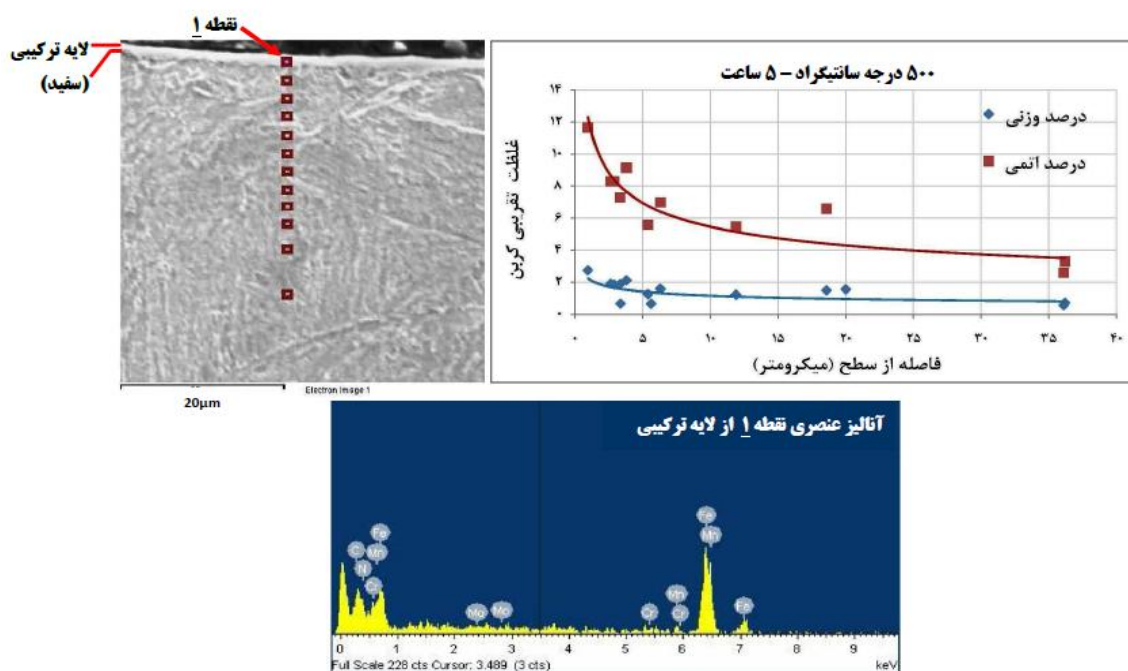
در این رابطه، Q انتالپی فعال‌سازی (kJ/mole)، R ثابت گازها (J/mole.°K)، T دما (°K)، D_0 ثابت نفوذ ماده (mm^2s^{-1}) و D ضریب نفوذ (mm^2s^{-1}) است. برای این منظور ابتدا از دو طرف رابطه لگاریتم گرفته و با ترسیم منحنی $\ln D$ بر حسب $1/T$ ، D_0 و Q محاسبه می‌شود (شکل ۴). شیب خط بدست آمده در شکل برابر $-Q$ و عرض از مبدا آن برابر با $\ln D_0$ است. مقدار انرژی فعال‌سازی برابر با ۴۴۲۴۶ (J/mol) و ثابت نفوذ نیتروژن در زیرلایه معادل با $۲/۴۷ \times ۱۰^{-۱۰}$ (m^2/s) است.

شکل ۵ نمودارهای XRD به دست آمده از سطح نمونه نیتروژن‌دهی نشده و نمونه‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در



شکل ۵. نمودارهای پراش اشعه ایکس الف) نمونه پایه پیش از نیتروژن دهی پلاسمایی ب) نمونه نیتروژن دهی پلاسمایی شده ۲/۵h - ۴۵۰°C ج) ۷/۵h - ۴۵۰°C

د) ۷/۵h - ۵۰۰°C و ه) ۷/۵h - ۵۵۰°C و ترکیب گاز ۷۵٪ N_2 - ۲۵٪ H_2



شکل ۶. تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه نیتروژن دهی شده در دمای 500°C به مدت زمان ۱۰ ساعت به همراه آنالیز عنصری از نقاط مختلف در فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی.

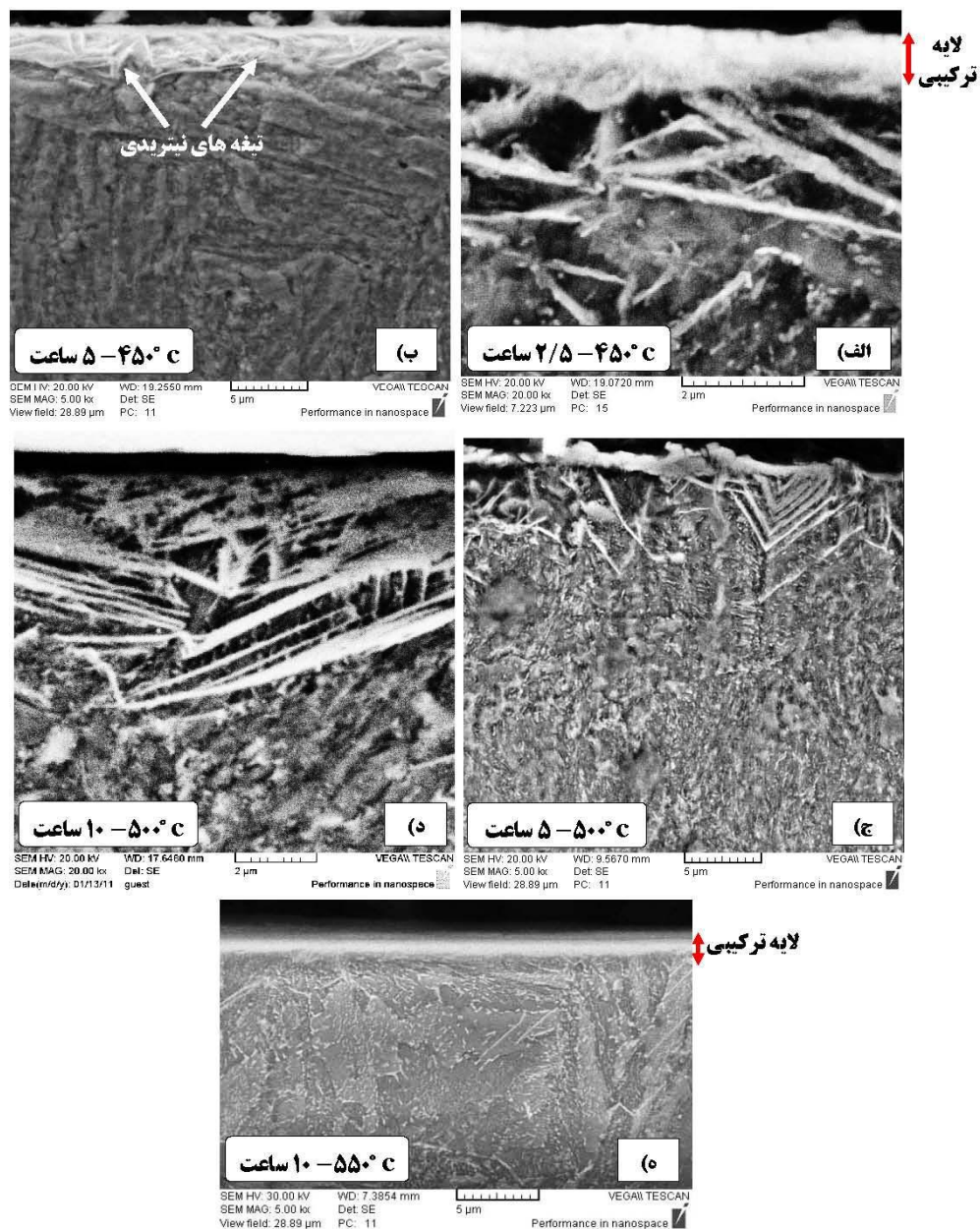
ترکیبی را تسهیل می‌نماید [۱۷] یا به عبارت دیگر کربن پایدار کننده فاز ϵ است. در گزارش دیگری آمده است [۱۸] که در فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی آهن خالص فقط نیتريد گاما پرايم تشكيل می‌شود و با حضور کربن دامنه پایداری نیتريد ϵ افزایش می‌یابد [۱۸]. با توجه به آن که در تحقیق حاضر مهاجرت کربن به سمت سطح در نتایج نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد قالب P20 مشاهده شده است (مطابق با شکل ۶)، لذا احتمال داده می‌شود وجود فاز نیتريد آهن ϵ در لایه نیتريدی سطحی که در الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) آشکار شده است، در اثر این پدیده باشد. در دمای ثابت 450°C درجه سانتیگراد و با افزایش زمان نیتروژن دهی پلاسمایی (شکل های ۵-ب و ۵-ج) مشاهده می‌شود که شدت پیک -های ϵ افزایش یافته و شدت پیک های $\alpha\text{-Fe}$ کمتر شده است. پدیده افزایش شدت پیک های مربوط به نیتريد ϵ با افزایش زمان نیتروژن دهی در یک دمای معین را می‌توان این گونه توجیه نمود که با توجه به آن که ضریب نفوذ نیتروژن در لایه نیتريدی کمتر از مقدار این پارامتر در فاز $\alpha\text{-Fe}$ است با گذشت زمان تجمع نیتروژن در این منطقه بوجود آمده است

نمونه‌های نیتروژن دهی شده تشکیل شده است. گزارش شده است [۱۷] که در نیتروژن دهی پلاسمایی فولادهای کم آلیاژ در پلاسمای نیتروژن عاری از کربن، لایه نیتريدی سطحی شامل دو فاز نیتريد آهن ϵ و γ خواهد بود و لایه نیتريدی تک فاز γ زمانی تشکیل می‌شود که دمای نیتروژن دهی بسیار بالا باشد. به عبارت دیگر، در دماها و زمان های متوسط نیتروژن دهی پلاسمایی میزان نسبی فاز نیتريد آهن ϵ در لایه نیتريدی بیشتر است. دلیل این امر به وسیله توزیع مجدد عنصر کربن حین نیتروژن دهی پلاسمایی به این صورت توجیه شده است [۱۷] که در هنگام نیتروژن دهی پلاسمایی اتم های نیتروژن درون ساختار آهن به صورت اشباع در آمده و به شکل نیتريد های آهن و یا نیتريد های عناصر آلیاژی رسوب می‌کنند. تنش های فشاری ایجاد شده در نتیجه تشکیل لایه نیتريدی منجر به نفوذ کربن به سمت مناطق عاری از تنش می‌شود. از سوی دیگر، بر طبق دیاگرام سه تایی Fe-N-C حالیت کربن در فاز γ بسیار کم و در حد 0.2% درصد وزنی است، در حالی که حالیت کربن در فاز آهن ϵ در حدود $3/6\%$ درصد وزنی است، در نتیجه کربن تشکیل فاز ϵ در لایه

نیست. نیتريدگاما پرايم (Fe_4N) تنها به ازای نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۱۰ ساعت (شکل ۵-د) تشکیل شده است. گزارش شده است [۱۵ و ۲۲] که در زمانها و دماهای بالا، فاز ϵ به نیتريد γ تجزیه می شود [۱۵ و ۱۸]. بر این مبنا، در دماهای بالا و زمانهای طولانی که سطح در معرض پلاسمای قرار می گیرد، کربن از سطح توسط فرآیند کند و پاش کنده می شود. با کاهش اتمهای کربن و با توجه به آن که (همانگونه که پیشتر ذکر شد) کربن پایدار کننده فاز اپسیلن است، لذا این فاز تجزیه و ناپدید شده و نیتريد گاما پرايم تشکیل می شود [۲۲ و ۲۶-۲۵]. با توجه به این شواهد می توان اظهار نمود که شاید در این پژوهش، در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۱۰ ساعت حذف کربن از سطح نمونه فولاد P20 حین نیتروژن دهی پلاسمایی آغاز شده است و نخستین پیکهای نیتريد گاماپرايم ظاهر شده اند. مطابق با شکل ۶، آنالیز عنصری لایه ترکیبی حاکی از حضور آهن به همراه نیتروژن و کربن (کربونیتريد آهن) در این منطقه است. لازم به ذکر است که با توجه به محدودیت آنالیز EDS در تعیین غلظت عناصر سبکی همچون کربن، در این پژوهش از این روش به منظور تعیین روند تغییرات غلظت کربن از عمق تا سطح به صورت کیفی استفاده شده است. به نظر می رسد حضور کربن در مناطق نزدیک به سطح ناشی از مهاجرت و نفوذ کربن به سمت سطح (نفوذ به بیرون^۱ کربن) باشد که این امر در شکل ۶ نشان داده شده است. گزارش شده است [۲۷] که مهاجرت کربن به سمت سطح منجر به تشکیل یک لایه غنی از کربن در قسمت فوقانی لایه نیتريده و در نتیجه دکرپوره شدن در لایه نیتريدی می شود. همانگونه که پیشتر اشاره شد به دلیل ایجاد تنش فشاری در لایه نیتريدی (در اثر تشکیل نیتريدها)، کربن تمایل دارد به سمت مناطق عاری از تنش همانند سطح و قسمت بالایی لایه نفوذی (بیشتر فصل مشترک لایه ترکیبی و لایه نفوذی) مهاجرت کند که نتیجه این پدیده دکرپوره شدن منطقه نفوذی خواهد بود [۲۸].

در نتیجه فاز اپسیلن (فاز نیتريدی با غلظت نیتروژن بیشتر) فاز مرجح خواهد بود [۵]. با افزایش دمای نیتروژن دهی پلاسمایی در یک زمان ثابت، تعداد و شدت پیکهای نیتريد آهن ϵ پیوسته افزایش می یابد (شکل های ۵-ج، ۵-د و ۵-ه). علت این پدیده را می توان اینگونه توجیه نمود که افزایش دما از یک سو سبب افزایش اجزای فعال در اتمسفر پلاسمای و یونیزه شدن بیشتر گازهای موجود در محفظه شده و متعاقب آن از سوی دیگر ذرات اتمی آهن کنده شده از سطح با نیتروژن اتمی تشکیل FeN داده و بر روی سطح رسوب می کنند و در ادامه با توجه به مکانیزم پیشنهاد شده توسط ادنهوفر [۴]، FeN در سطح ناپایدار بوده، تجزیه گشته و نیتروژن اضافی را به محیط پلاسمای و سطح نمونه داده و تبدیل به فازهای نیتريدی با غلظت نیتروژن کمتر هم چون اپسیلن (ϵ) می شود. به عبارت دیگر، با افزایش دمای نیتروژن دهی یونها و رادیکالهای آزاد نیتروژن در محیط بیشتر می شوند و از غلظت بالاتری برخوردار خواهند بود، لذا می توان اظهار داشت که هم احتمال کند و پاش اتمهای آهن از سطح زیاد شده و هم رادیکالهای نیتروژن بیشتری برای انجام واکنش با رادیکالهای آهن کندوپاش شده در محیط حاضر هستند، لذا احتمال تشکیل فاز FeN در محیط و رسوب آن بر روی قطعه افزایش می یابد. همانگونه که ذکر شد این فاز نیتريدی ناپایدار در دمای فرآیند به سرعت به فاز $Fe_{2-3}N$ تجزیه می شود، لذا انتظار می رود که شدت پیکهای فاز ϵ افزایش یابد. به عبارت دیگر با افزایش دما و زمان نیتروژن دهی، شدت پیکهای $\alpha-Fe$ پیوسته کاهش و شدت پیکهای نیتريد ϵ پیوسته افزایش می یابد و این امر مطابق با یافته های گزارش شده است [۵، ۱۹ و ۲۰]. از این رو، نتایج XRD مویید آن است که ریزساختار لایه نیتريده شده وابسته به زمان و دمای فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی است [۲۱-۲۲]. گزارش شده است [۴ و ۲۳-۲۴] که پدیده کاهش شدت پیکهای فاز $\alpha-Fe$ با افزایش زمان و دمای نیتروژن دهی پلاسمایی می تواند مرتبط با افزایش ضخامت لایه سفید باشد که با توجه به ضخامت ناچیز لایه ترکیبی در این پژوهش (کمتر از ۳ میکرومتر) این امر چندان قابل توجه

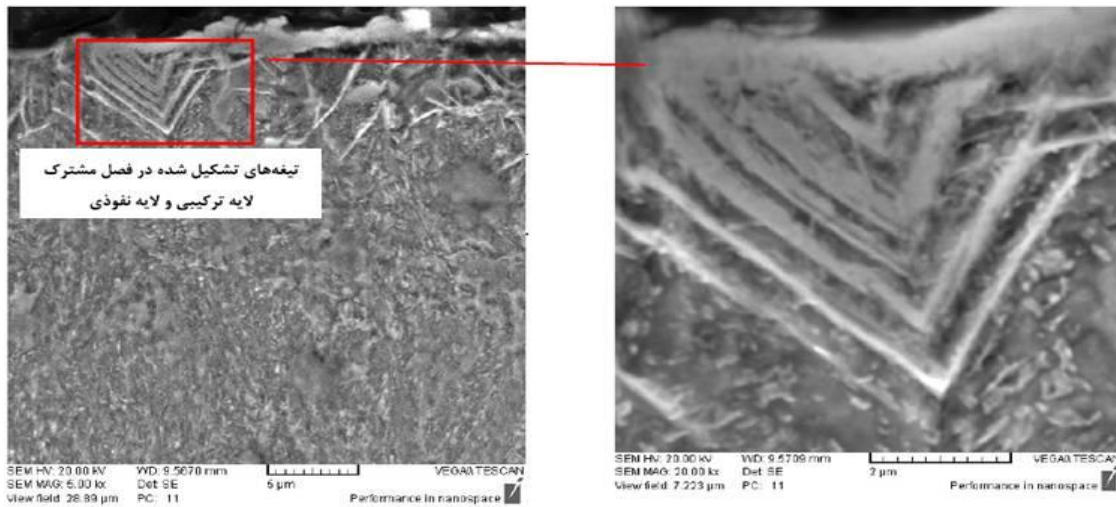
¹ Outward diffusion



شکل ۷. تصویر میکروسکوپ الکترونی از فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی نمونه نیتروژن دهی شده در الف) 450°C به مدت زمان ۲/۵ ساعت، ب) 450°C به مدت زمان ۵ ساعت، ج) 500°C به مدت زمان ۵ ساعت، د) 500°C به مدت زمان ۱۰ ساعت و ه) 550°C به مدت زمان ۱۰ ساعت.

مارتنزیت متشکل از نایبجایی ها و دوقلوبی های متعددی هستند [۲۷] و مسیرهای تجمع نایبجایی ها (مانند مرزذانه ها) مسیرهای مناسبی برای نفوذ هستند [۲۸] می توان احتمال داد که مناطق فصل مشترک تیغه های مارتنزیت، مکان های پر انرژی (مرجح) و مناسب برای نفوذ نیتروژن باشند، تیغه های تشکیل شده در فصل مشترک لایه ترکیبی و لایه نفوذی در شکل ۸ مشاهده می شود. با توجه به شکل ۷-د دیده می شود که با افزایش دما

در شکل ۷ نمونه هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده در دماها و زمان های مختلف نشان داده شده است. مطابق با شکل ۷ مشاهده می شود که شاید در دماها و زمان های پایین تر نیتروژن دهی، نیتريد (کاربو نیتريد)ها در جهت های مرجحی تشکیل و رشد یافته اند. با در نظر گرفتن ریزساختار مارتنزیتی فاز زمینه و با توجه به آنکه ساختار و فصل مشترک تیغه های

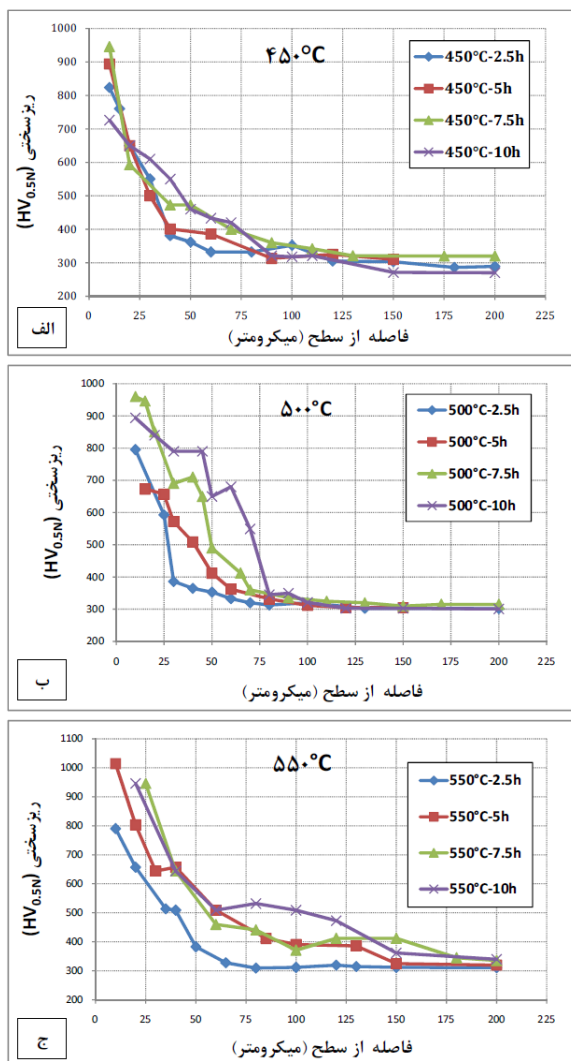


شکل ۸. تصویر میکروسکوپ الکترونی از فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی نمونه نیتروژن دهی شده در دمای 500°C به مدت زمان ۵ ساعت.

در شکل های ۹ و ۱۰ نمودارهای نیم رخ ریز سختی برحسب فاصله از سطح نمونه‌ها ارایه شده است. نتایج به وضوح نشان می‌دهد که سختی نمونه‌های نیتروژن شده نسبت به ماده زیر لایه (۳۱۵ ویکرز) در حدود ۳ برابر افزایش یافته است. مهمترین ویژگی این نمودارها تغییرات تدریجی آنها از سطح تا عمق است، به گونه‌ای که در همه شرایط دمایی و زمانی نیتروژن دهی با افزایش فاصله از سطح، سختی کاهش می‌یابد. شکل ۹ نشان‌دهنده تاثیر افزایش دما بر سختی در زمان‌های ثابت است. با توجه به نمودارهای این شکل مشاهده می‌شود که با افزایش دما از 450°C تا 550°C درجه سانتی‌گراد، عمق و مقدار سختی افزایش می‌یابد. به نظر می‌رسد این افزایش سختی به دلیل افزایش تعداد رسوبات نیتریدی باشد. میزان این رسوبات تابع نفوذ نیتروژن به درون نمونه بوده و با افزایش دما، نیروی محرکه لازم برای نفوذ نیتروژن به درون نمونه افزایش یافته و افزایش عمق نفوذ نیتروژن در دماهای بالاتر منجر به تشکیل نیتریدهای فلزی در اعماق بیشتر نمونه می‌شود. شکل ۱۰ نیم رخ تغییرات سختی از سطح تا عمق نمونه‌ها را به صورت تابعی از زمان عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی نشان می‌دهد. همان‌گونه که در این نمودارها مشاهده می‌شود با افزایش زمان فرآیند نیتروژن دهی، افزایش سختی در اثر تشکیل نیتریدها در عمق بیش‌تری از نمونه‌ها ایجاد شده است. با افزایش زمان، نیتروژن در اعماق بیش‌تری

و زمان فرآیند، تیغه‌ها علاوه بر فصل مشترک‌ها، در فضای مابین تیغه‌های نیتریدی نیز جوانه‌زنی و رشد نموده‌اند تا جایی که در نمونه نیتروژن دهی شده در دمای 550°C و به مدت زمان ۱۰ ساعت (مطابق با شکل ۷-ه)، فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی تقریباً مسطح شده است. از این رو، به نظر می‌رسد که با افزایش دما فصل مشترک لایه ترکیبی و نفوذی یکنواخت‌تر می‌شود. گزارش شده است [۲۸] که این مساله به وابستگی دمایی متفاوت ضریب نفوذ حجمی و مرزدانه‌ای مربوط است. در دماهای پایین‌تر فرآیند، انرژی اتم‌های نیتروژن کم است، بنابراین نفوذ در طول مسیرهای با فشردگی کمتر همانند مرزدانه‌ها آسان‌تر است، لذا نیتریدهای آهن در مرزدانه‌ها تشکیل می‌شوند و فصل مشترک ایجاد شده غیر یکنواخت خواهد بود. اما نفوذ حجمی نسبت به نفوذ مرزدانه‌ای حساسیت بیشتری به تغییر درجه حرارت دارد، بنابراین با افزایش درجه حرارت، نفوذ در شبکه با سرعت بیشتری نسبت به نفوذ در طول مرزدانه‌ها افزایش می‌یابد. با افزایش دما انرژی اتم‌های نیتروژن افزایش یافته و به راحتی می‌توانند نفوذ حجمی داشته باشند، لذا فصل مشترک هموارتر می‌شود [۱۴ و ۱۶ و ۲۸]. بر اساس این مشاهدات می‌توان دلیل یکنواخت شدن فصل مشترک لایه سفید و لایه نفوذی با افزایش دما را به فعال شدن نفوذ حجمی علاوه بر نفوذ در امتداد تیغه‌های مارتنزیتی نسبت داد.

۱. با استفاده از نتایج حاصل از اندازه گیری ضخامت منطقه نفوذی، مقادیر Q و D_0 برای نفوذ نیتروژن در زیرلایه فولادی به ترتیب (kJ/mol) ۴۴/۲۴۶ و (m^2/s) $10^{-10} \times 2/47$ به دست آمد.

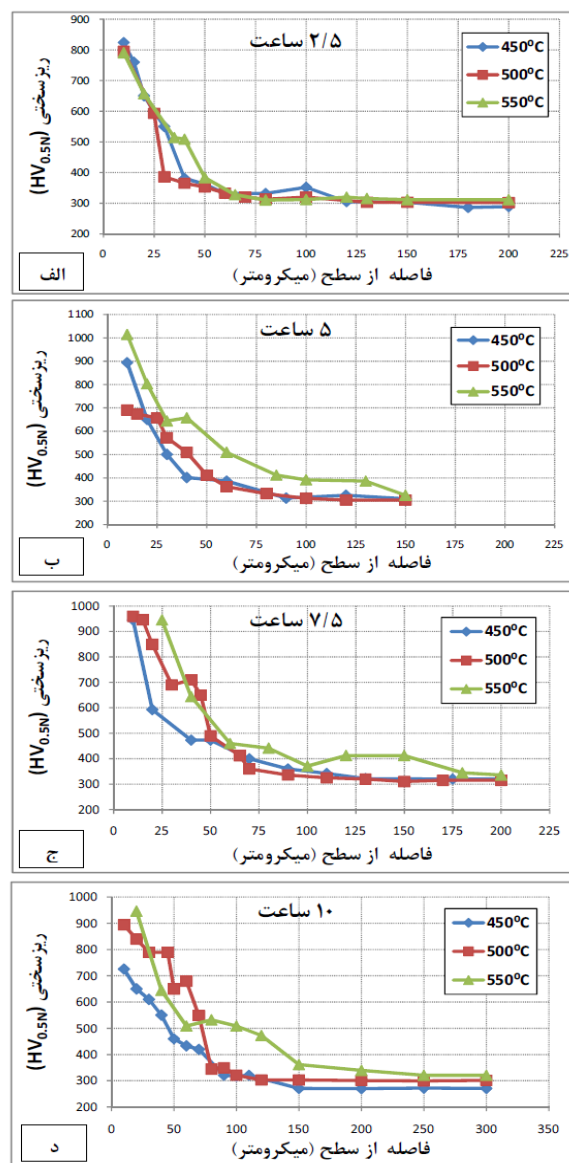


شکل ۸. نمودارهای نیم رخ سختی برحسب فاصله از سطح

نمونه‌های نیتروژن دهی شده در زمان های مختلف و الف) دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد، ب) ۵۰۰ درجه سانتیگراد، ج) ۵۵۰ درجه

۲. نتایج آنالیز EDS از منطقه فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی حاکی از آن بود که در نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد قالب پلاستیک P20 نفوذ کربن به سمت سطح و نفوذ نیتروژن به سمت عمق روی داده و شیب غلظتی نیتروژن و کربن در این منطقه در خلاف جهت هم بوده است.

داخل نمونه نفوذ می‌کند. از طرفی در زمان طولانی تر فرآیند، به دلیل افزایش نسبی اندازه نیتریدها، سختی منطقه نزدیک سطح به طور نسبی کاهش می‌یابد [۱۵].



شکل ۹. نمودارهای نیم رخ سختی برحسب فاصله از سطح نمونه‌های نیتروژن دهی شده در دماهای مختلف و زمانهای الف) ۲/۵ ساعت، ب) ۵ ساعت، ج) ۷/۵ ساعت، د) ۱۰ ساعت.

نتیجه گیری

در این پژوهش اثر پارامترهای زمان و دمای نیتروژن دهی پلاسمایی بر تشکیل لایه سفید، عمق نفوذ نیتروژن و ساختار فولاد قالب پلاستیک P20 مورد تحقیق و بررسی قرار گرفت و نتایج زیر حاصل شد:

منابع

1. O. Ztürk, O. Onmus and D. L. Williamson, *Microstructural, mechanical, and corrosion characterization of nitrogen-implanted plastic injection mould steel*, Surface and Coatings Technology, 196(2005)333-340.
۲. ج. رابرتس، ج. کراوس، ر. کندی، فولادهای ابزار، مرکز انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۸.
3. P. M. Unterweiser, H. E. Boyer and J. J. Kubbs, *Heat treater's guide standard practices and procedures for steel*: American Society for Metals, (1982).
۴. ح. آقاجانی، ارزیابی تاثیر عملیات سه تایی نیتروژن دهی پلاسمایی، آبکاری کروم سخت و نیتروژن دهی پلاسمایی بر خواص سطحی فولاد ابزار گرم کار H11 دانشکده مواد و متالورژی، پایان نامه دکتری: دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۸.
5. D. C. Wen, *Microstructure and corrosion resistance of the layers formed on the surface of precipitation hardenable plastic mold steel by plasma-nitriding*, Applied Surface Science, 256(2009)797-804.
6. N. P. Such and O. E. Kim, *On microscopic mechanism of friction and wear*, Wear, 146(1991)199-208.
7. J. M. Brien and D. Goodman, *Plasma (ion) nitriding*, in ASM Metals Handbook, 9th ed. vol. 5: Surface Engineering, (1994).
8. B. Buecken, G. Leonhardt, R. Wilberg, K. Hoeck and H. J. Spies, *Direct combination of plasma nitriding and PVD hardcoating by a continuous process*, Surface and Coatings Technology, 68-69(1994)244-248.
9. C. E. Pinedo and W. A. Monteiro, *On the kinetics of plasma nitriding a martensitic stainless steel type AISI 420*: Surface and Coatings Technology, 179(2004)119-123.
10. K. Ozbaysal and O. T. Inal., *Structure and properties of ion nitrided stainless steels*, Material Science and Engineering, 21(1986)4318.
11. S. Karaoglu, *Structural characterization and wear behavior of plasma-nitrided AISI 5140 low-alloy steel*, Materials Characterization, 49(2002)349-357.
12. W. Kovacs and W. Russell, *An introduction to ion nitriding- What is it? Why it is used? Where it is used?*, Ion Nitriding Conference Proceedings, Cleveland (OH), USA, 15-17(1986)9-17.
۳. در دماها و زمان‌های پائین نیتروژن دهی پلاسمایی، فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی ناهموار و متشکل از تیغه‌های کاربونیترییدی بود که در جهت‌های مرجح (فصل مشترک تیغه‌های مارتنزیت با زمینه) رشد یافته بودند، ولی با افزایش دما و به دلیل فعال شدن نفوذ حجمی علاوه بر نفوذ در جهات مرجح، فصل مشترک لایه ترکیبی و منطقه نفوذی مسطح و یکنواخت شد.
۴. آنالیز پراش اشعه ایکس از سطح نمونه P20 نیتروژن دهی شده نشان داد که پس از فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی، فاز نیتريد اپسیلین (ε) به عنوان فاز نیتريدی غالب در همه شرایط زمانی و دمایی انجام فرآیند تشکیل شده است.
۵. در همه نمونه‌ها، ضخامت لایه نفوذی با افزایش زمان و دمای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی، افزایش یافت.
۶. مطابق با نتایج ریزسختی سنجی انجام شده بر روی سطح مقطع نمونه‌های نیتروژن دهی پلاسمایی شده، با افزایش زمان و دمای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی، عمق نفوذ و مقدار سختی در همه نمونه‌ها افزایش یافت.
13. S. Ahangarani, F. Mahboubi and A. R. Sabour, *Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel*, Vacuum, 80(2006)1032-1037.
14. F. Mahboubi and K. Abdolvahabi, *The effect of temperature on plasma nitriding behaviour of DIN 1.6959 low alloy steel*, Vacuum, (2006)239-243.
15. P. Corengia, T. G. Ybarra, C. Moinaa, A. Cabo and E. Broitman, *Microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel*, Surface & Coatings Technology, 200(2005)2391- 2397.
۱۶. د. ا. پورتر، ک. ا. ایسترلینگ، ترجمه: م. ر. افصلی، استحاله فازها در فلزات و آلیاژها، چاپ اول: نشر دانشگاهی، ۱۳۷۹.
17. Y. Sun and T. Bell, *Plasma surface engineering of low alloy steel*, Materials Science and Engineering: A, 140(1991)419-434.
18. A. S. W. Kurny, *A study on the nature of the compound layer formed during the ion nitriding of En40B Steel*, Materials Science and Engineering, 78(1986) 95-100.

19. A. Akbari, R. Mohammadzadeh, C. Templier and J. P. Riviere, *Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel*, Surface and Coatings Technology, 204(2010)4114-4120.
 20. D. C. Wen, *Plasma nitriding of plastic mold steel to increase wear- and corrosion properties*, Surface and Coatings Technology, 204(2009)511-519.
 21. S. D. Oliveira, A. P. Tschiptschin and C. E. Pinedo, *Simultaneous plasma nitriding and ageing treatments of precipitation hardenable plastic mould steel*, Materials & Design, 28(2007)1714-1718.
 22. M. Michel, T. Czerwiec, M. Ganotis, D. Ablitzer and A. Ricard, *Progress in the analysis of the mechanisms of ion nitriding*, Surface and Coating Technology, 72(1995)103-111.
 23. A. da Silva Rocha, T. Strohaecker, V. Tomala and T. Hirsch, *Microstructure and residual stresses of a plasma-nitrided M2 tool steel*, Surface and Coatings Technology, 115(1999)24-31.
 24. S. D. Oliveira, A. P. Tschiptschin, and C. E. Pinedo, *Simultaneous plasma nitriding and ageing treatments of precipitation hardenable plastic mould steel*, Materials & Design, 28(2007)1714-1718.
 25. A. Wells and R. Strydom, *Influence of sputtering and Redeposition on compound layer growth during plasma nitriding*, Surface Engineering 4(1988)55-59
 26. G. Nayal, D. B. Lewis, M. Lembke, W. D. Münz and J. E. Cockrem, *Influence of sample geometry on the effect of pulse plasma nitriding of M2 steel*, Surface and Coatings Technology, 111(1999)148-157.
۲۷. م. ع. گلنادر، اصول و کاربرد عملیات حرارتی فولادها، ویرایش دوم، چاپ هشتم: مرکز نشر دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۸۷.
۲۸. ر. ا. رید-هیمل، ر. عباسچیان، مترجمان: م. ت. صالحی، ح. عبدالله پور، ف. حسینی نسب، اصول متالورژیکی فیزیکی، ویرایش سوم، جلد اول: مرکز انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۳.