

# تاثیر متغیر های 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 م탈ورژی و مواد، دانشگاه تهران

شاھرخ آهنگرانی

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 آبیارهای 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 تاثیر عوامل فرآیند بر مورفولوژی و سختی لایه های نیتریدی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی رویشی، 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 مقدار فاز  $\epsilon$  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 می‌باشد [۹، ۸]. هدف از انتخاب این فولاد در صد بالای عناصر آبیاژی در این فولاد و تشکیل مقدار بالای ذرات نیتریدی در سطح می‌باشد. 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

نمونه‌های 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 نمونه‌ها به مدت ۱ ساعت در دمای ۳۸۰°C و سپس به منظور تنفس گیری به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۰۲۰°C نگاه داشته شدند. آستینیته کردن در دمای ۸۱۰°C به مدت ۲۰ دقیقه انجام شد و در نهایت نمونه‌ها در حمام روغن کوئیج شدند. به منظور ایجاد ساختاری یکنواخت و افزایش قابلیت نفوذ نیتروژن در زمینه، نمونه‌ها به مدت

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از روش‌های ترمو-شیمیایی است که در سال‌های اخیر به نحو گسترده‌ای در صنعت مورد استفاده قرار گرفته است [۱]. نیتراسیون سطحی باعث افزایش مقاومت سایشی، استحکام خستگی، سختی سطحی و مقاومت خوردگی قالب‌های صنعتی می‌شود [۲]. بسته به عوامل مختلف عملیات، لایه‌های نیتریدی با ضخامت و ترکیب متفاوتی تولید می‌شود که باعث ایجاد سطوحی با ویژگی‌های مکانیکی کاملاً متفاوت می‌شود [۳، ۴]. از میان پارامترهای کنترل کننده نفوذ نیتروژن، بدون شک دما و زمان پارامترهای بسیار مهم و تاثیرگذار می‌باشد [۵]. نفوذ نیتروژن به داخل نمونه، منجر به تشکیل یک لایه مقاوم در برابر سایش و خوردگی می‌شود. این لایه که لایه سفید یا ترکیبی نامیده می‌شود، می‌تواند شامل فازهای نیترید آهن، نیترید Cu و نیترید آ، باشد. در زیر لایه ترکیبی، منطقه نفوذی وجود دارد که تنفس های پسماند فشاری القا شده توسط این منطقه، منجر به افزایش مقاومت خستگی نمونه می‌شود [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 کوانتمتری (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 نمونه‌ها

شماره نمونه	دما (°C)	زمان (ساعت)	ترکیب اتمسفر
S1	۵۰۰	۵	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S2	۵۴۰	۵	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S3	۵۸۰	۵	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S4	۵۰۰	۷	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S5	۵۴۰	۷	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S6	۵۸۰	۷	۲۵%N <sub>۲</sub> +۷۵%H <sub>۲</sub>
S7	۵۰۰	۵	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>
S8	۵۴۰	۵	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>
S9	۵۸۰	۵	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>
S10	۵۰۰	۷	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>
S11	۵۴۰	۷	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>
S12	۵۸۰	۷	۷۵%N <sub>۲</sub> +۲۵%H <sub>۲</sub>

## نتایج و بحث

### بررسی های ریز ساختاری

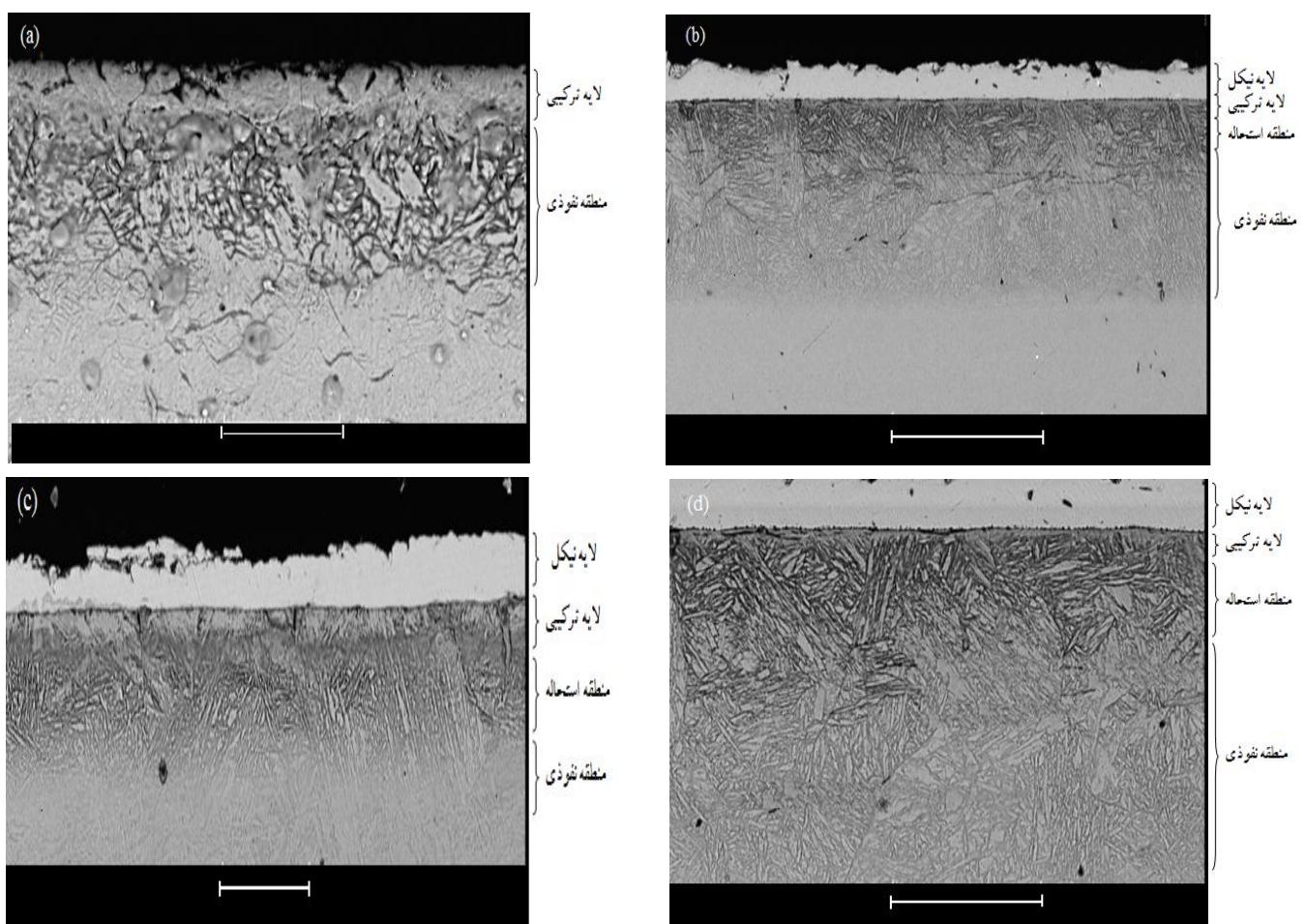
مشاهدات اولیه نشان داد که بیشترین ضخامت لایه های ترکیبی (لایه سفید) در نمونه های نیتروژن دهی شده در SEM دمای  $540^{\circ}\text{C}$  حاصل شده است. شکل ۱ تصاویر SEM سطح مقطع نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای  $540^{\circ}\text{C}$  و زمان و ترکیب اتمسفر متفاوت را نشان می دهد. از میان نمونه های نیتروژن دهی شده در این دما، بالاترین ضخامت در زمان ۷ ساعت و آتمسفر  $75\% \text{N}_2 + 25\% \text{H}_2$  ( $\text{S}11$ ) 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 بولتزمان 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 دمایا و زمان های بالا که منجر به کندوپاش ذرات نیتریدی از روی سطح می شود. در دمایای 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 ( $\text{N}^{+}_2$ ) در محیط پلاسمایی به صورت تابعی از غلظت نیتروژن در شکل ۲ آورده شده است. مولکول های

۲ ساعت در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  تمپر شدن. سختی ابتدایی نمونه ها به صورت میانگین  $500$  ویکرز اندازه گیری شد. قبل از قرار دادن نمونه ها در محفظه نیتروژن دهی، با استفاده از کاغذ سمباده SiC، شماره  $300$  تا  $1200$  ساییده شده و سپس با محلول آلومینا ( $< 6\mu\text{m}$ ) پولیش کاری و در نهایت در محلول استون تمیز کاری شدند. نمونه ها در یک دستگاه نیتروژن دهی پلاسمای پالسی دیوار گرم در چرخه کاری  $70\%$ ،  $540^{\circ}\text{C}$  و  $10\text{ kHz}$ ، دمایای  $500$ ،  $540$  و  $580^{\circ}\text{C}$  زمان های  $5$  و  $7$  ساعت در ترکیب های گازی  $\text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$  و  $75\% \text{N}_2 + 25\% \text{H}_2$  و فشار کلی  $500\text{ Pa}$  مورد عملیات نیتروژن دهی قرار گرفتند. دما در طول فرآیند به وسیله یک ترموموپل 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 نیتریدی 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 دوباره مطابق فوق سمباده زنی و پولیش شده و سپس در محلول نیتال  $3\%$  حکاکی شدند. نمونه ها از  $S1$  تا  $S12$  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  $20\text{ kV}$  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-Reicher-  
Duremat 4000E و بار اعمالی  $80$  گرم و زمان توقف  $10$  ثانیه انجام شد. مقادیر نشان داده شده، متوسط حداقل سه سختی سنجی است.

مولکول‌های  $N_2$ ، ضخامت لایه‌های ترکیبی کاهش می‌یابد. جدول ۳ ضخامت لایه‌های نیتریدی را در شرایط مختلف نشان می‌دهد. با افزایش دما و زمان فرآیند ضخامت لایه نفوذی به علت افزایش قابلیت نفوذ یون‌های نیتروژن به عمق‌های بالاتر نمونه افزایش می‌یابد. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی نشان داده شده در شکل ۱، درسطح مقطع نمونه‌ها 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 نیتریدهای آهن، بیشتر نیترید گاما<sup>(۷)</sup> و در بعضی از موارد درصد پایینی از نیترید اپسیلن<sup>(۸)</sup> می‌باشد. در زیر لایه ترکیبی منطقه استحاله قرار دارد. گسترش منطقه استحاله نیازمند حضور درصد بالایی از یون‌های نیتروژن در زمینه و همچنین یک

سبک هیدروژن در محیط پلاسما سریع یونیزه می‌شوند و برخورد یون‌های هیدروژن به مولکول‌های نیتروژن، یونیزاسیون این مولکول‌ها را تسريع 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 یون‌های نیتروژن با اضافه کردن هیدروژن ناشی از افزایش در ضریب نشر الکترون‌های ثانویه و در نتیجه افزایش احتمال برخورد در محیط پلاسما می‌باشد [۱۱، ۱۲]. با افزایش درصد نیتروژن در ترکیب اتمسفر با توجه به نمودار شکل ۲ غلظت گونه‌های فعال نیتروژن دهی افزایش می‌یابد و همان طوری که تصاویر SEM شکل ۱ نیز نشان می‌دهد منجر به افزایش ضخامت لایه‌های ترکیبی می‌شود. با تعییر درصد نیتروژن در ترکیب اتمسفر از ۷۵٪/ $N_2$  به ۲۵٪/ $N_2$  به علت کاهش یونیزاسیون



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی نمونه‌های نیتروژن دهی شده در دمای ۵۴۰°C (a)، ۵h (b)، ۷h (c) و ۷h (d) در ترکیب اتمسفر ۷۵٪/ $N_2$ +۲۵٪/ $H_2$

شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در اتمسفر  $N_2+25\%H_2$  را نشان می‌دهد. در این اتمسفر با توجه به بالا بودن غلظت گونه‌های فعال نیتروژن‌دهی، تراکم ذرات نیتریدی در سطح بالا است. شکل‌های ۴a و ۴b، سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در اتمسفر  $N_2+25\%H_2$  در دمای  $500^\circ C$ ، زمان  $5$  و  $7$  ساعت را نشان می‌دهد.

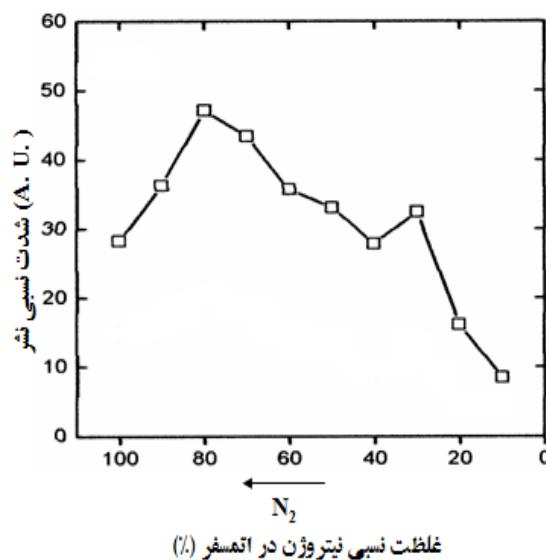
همان طوری که از تصاویر مشخص است، ذرات تشکیل شده در سطح در این شرایط نیتروژن‌دهی به صورت یکنواخت در روی سطح پراکنده شده‌اند.

با افزایش دما به  $540^\circ C$  همان طوری که از تصاویر ۴c و ۴d مشخص است، رشد ذرات نیتریدی در سطح اتفاق افتاده است و یک ساختار گل کلمی تشکیل شده و با افزایش زمان نیتروژن‌دهی از  $5$  به  $7$  ساعت تشدید نیز شده است.

با افزایش دما و زمان، تحرک ذرات نیتریدی افزایش می‌یابد و با توجه به تمایل ذارت به کاهش انرژی سطحی، تمایل به تشکیل ساختار گل کلمی افزایش می‌یابد.

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

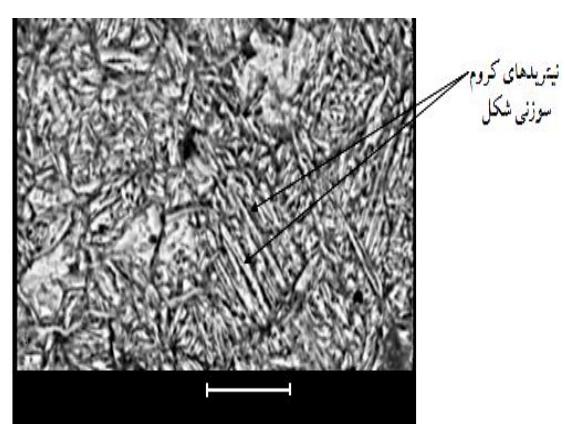
مورفولوژی سطحی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در اتمسفر  $N_2+75\%H_2$  نیز روند مشابهی با نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در اتمسفر  $N_2+25\%H_2$  داشت با این تفاوت که در اتمسفر جدید با توجه به کم بودن غلظت گونه‌های فعال نیتروژن‌دهی، چگالی ذرات نیتریدی در سطح کمتر بود [۱۶].



شکل ۲. شدت نسبی نشر گونه‌های فعال نیتروژن ( $N_2+25\%H_2$ ) در محیط پلاسمای به صورت تابعی از غلظت نیتروژن [۱۱].

تا خیر زمانی است تا اتم‌های نیتروژن به سمت اتم‌های کرم همسایه نفوذ کنند و در نتیجه آن ذرات نیترید کرم (CrN) سوزنی شکل تشکیل می‌شوند. عنصر کرم، یک عنصر نیتریدزای قوی است که در این فولاد نیز درصد نسبتاً بالایی دارد. با توجه به درصد پایین یون‌های نیتروژن در زمینه در نمونه S2 و همچنین زمان پایین انجام فرآیند، منطقه استحاله در این نمونه تشکیل نشده است [۱۳-۱۵].

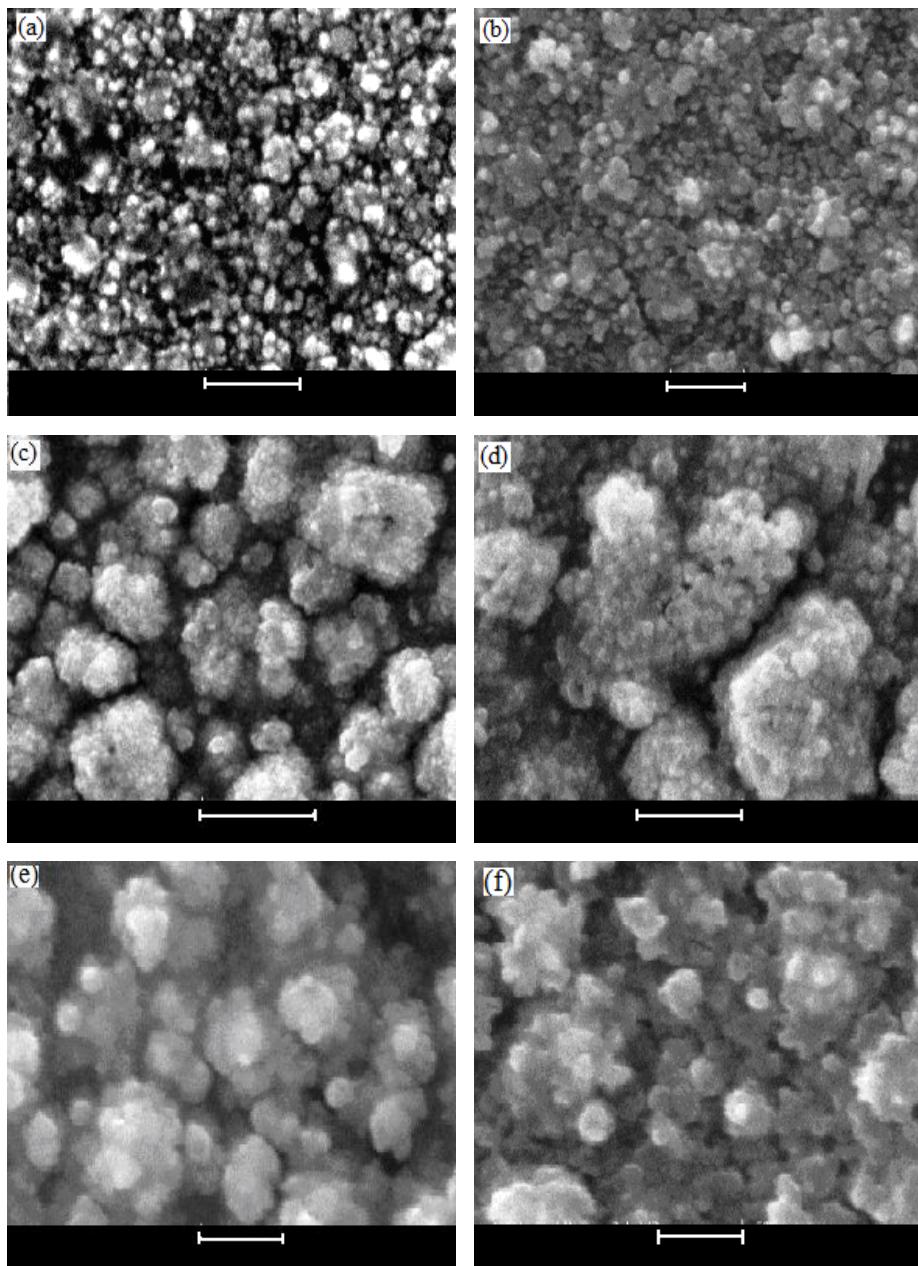
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی منطقه استحاله در نمونه S11 را در بزرگنمایی های بالاتر نشان می‌دهد. نیترید‌های کرم سوزنی شکل تشکیل یافته در این منطقه کاملاً مشخص هستند [۱۳].



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

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

شماره نمونه	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12
( $\mu\text{m}$ )	۴۲	۹۵	۸۵	۴۹	۹۸	۸۷	۵۸	۱۰۱	۸۹	۹۴	۱۱۲	۸۹

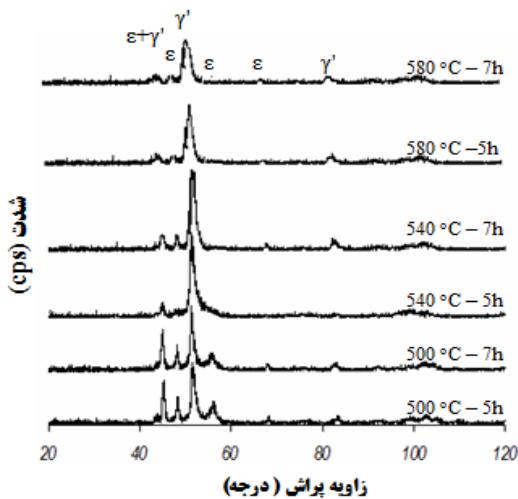
شکل ۴. تصاویر SEM سطح نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $500^{\circ}\text{C}$  و  $5\text{h}$  (a)؛  $75\% \text{N}_2 + 25\% \text{H}_2$  و  $5\text{h}$  (b)؛  $580^{\circ}\text{C}$  و  $8\text{h}$  (c)؛  $540^{\circ}\text{C}$  و  $5\text{h}$  (d)؛  $500^{\circ}\text{C}$  و  $8\text{h}$  (e)؛  $580^{\circ}\text{C}$  و  $5\text{h}$  (f).

در این اتمسفر با توجه به درصد پایین نیتروژن و با توجه به شکل ۲، غلظت گونه های فعال نیتروژن دهی در محیط پلاسما 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  $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$  و دمایا و زمان های مختلف را نشان می دهد.

فعال نیتروژن دهی در محیط پلاسما زیاد می‌باشد. در این حالت نیز لایه ترکیبی شامل مخلوطی از نیتریدهای  $\epsilon$  و  $\gamma'$  می‌باشد ولی شدت پیک‌ها نسبت به حالت قبل اندکی بیشتر است. با افزایش زمان و دمای نیتروژن دهی و با توجه به درصد بالای نیتروژن، کندوپاش سطحی اتفاق می‌افتد که منجر به کاهش درصد کربن که پایدار کننده فاز  $\epsilon$  است، می‌شود و در نتیجه فاز  $\epsilon$  ناپایدار شده و مقدار فاز  $\gamma'$  افزایش می‌یابد [۱۱، ۲۰].

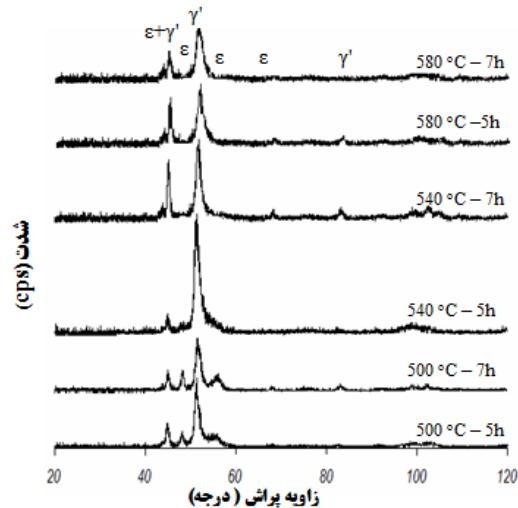


شکل ۶. الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $25\%H_2 + 75\%N_2$ .

### سختی سنجی

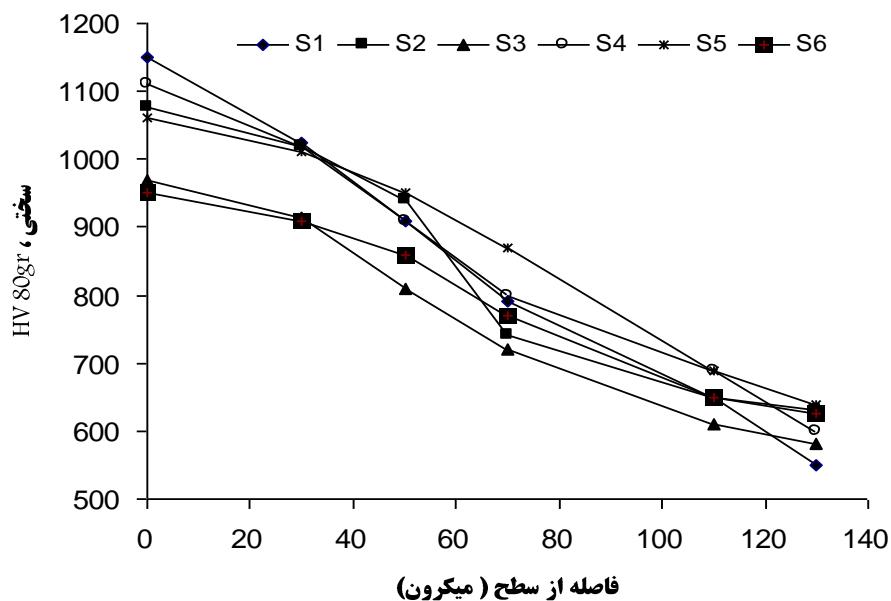
شکل ۷ نیم رخ ریز سختی در عمق نمونه‌های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $25\%H_2 + 75\%N_2$  را نشان می‌دهد. بالاترین سختی سطحی در نمونه‌هایی بدست آمده است که دارای بیشترین درصد فاز  $\epsilon$  در لایه ترکیبی بوده‌اند. فاز  $\gamma'$  فازی با ساختار کریستالی fcc می‌باشد که نسبت به فاز  $\epsilon$  که فازی 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 می‌یابد، لذا سختی نمونه کمتر می‌شود. علاوه بر افزایش مقدار فاز  $\gamma'$ ، تمپرینگ مجدد فولاد پایه نیز عاملی است که منجر به کاهش سختی نمونه‌ها در دمایها و زمان‌های بالاتر می‌شود. همان‌گونه که نمودار سختی در عمق نمونه‌ها نشان می‌دهد، با افزایش دما و زمان عملیات، شب افت

فاز  $\gamma'$ ، در شرایطی تشکیل می‌شود که غلظت یون‌های فعال نیتروژن دهی در محفظه برای تشکیل فاز  $\epsilon$  (فازی با شبکه کریستالی هگزاگونال و حاوی ۶ تا ۱۱ نیتروژن) کافی نباشد [۴]. در زمان‌ها و دمای‌های پایین نیتروژن دهی لایه ترکیبی شامل مخلوطی از نیتریدهای  $\epsilon$  و  $\gamma'$  می‌باشد. با افزایش زمان و دمای نیتروژن دهی شدت پیک‌های پراش فاز  $\epsilon$  به تدریج کاهش پیدا کرده و از بین می‌رود و در مقابل شدت پیک‌های فاز  $\gamma'$  افزایش می‌یابد. دلیل این تغییر را می‌توان چنین مطرح نمود که اول در زمان‌ها و دمای‌های بالای نیتروژن دهی، کندوپاش سطحی منجر به ذکرborه شدن سطح نمونه شده و در نتیجه فاز  $\epsilon$  ناپایدار Fe-C-N می‌شود (با توجه به دیاگرام تعادل فازی سه تایی  $Fe-C-N$ ). دوم در زمان‌ها و دمای‌های بالای نیتروژن دهی به علت تهی شدن سطح از نیتروژن به دلیل نفوذ یون‌های نیتروژن به عمق‌های بیشتر نمونه و عدم جایگزین شدن کامل این یون‌ها از محیط پلاسما، شرایط برای انجام استحاله  $\gamma' \rightarrow \epsilon$  مهیا شده و در نتیجه مقدار فاز  $\epsilon$  در سطح به تدریج کاهش یافته و شرایط برای پایداری فاز  $\gamma'$  فراهم می‌شود.

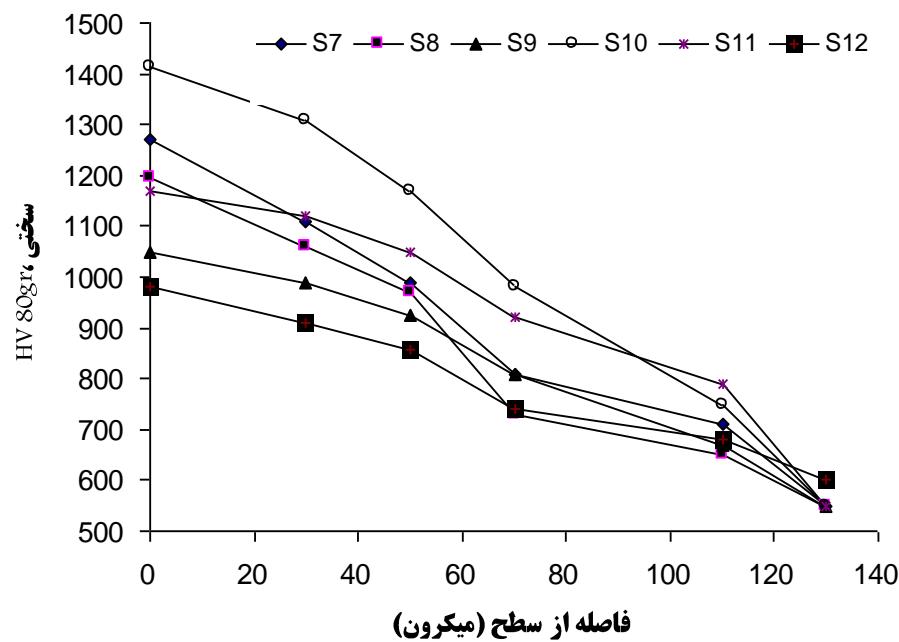


شکل ۵. الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $25\%H_2 + 75\%N_2$ .

شکل ۶ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $25\%H_2 + 75\%N_2$  را نشان می‌دهد. در این اتمسفر با توجه به درصد بالای نیتروژن، غلظت یون‌های



شکل ۷. نیم رخ سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در ترکیب گاز  $N_2+75\%H_2$ .



شکل ۸ نیم رخ سختی در عمق نمونه های نیتروژن دهی شده در اتمسفر  $N_2+25\%H_2$ .

نیتروژن دهی شده در ترکیب اتمسفر  $N_2+75\%H_2$  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 پلاسماء، مقایسه با اتمسفر  $N_2+25\%H_2$ ، 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  $N_2+25\%H_2$  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

## 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  $H_2-N_2$  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. Ciucă and E. Grigore, *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. Furuhara and T. Maki, *Microstructure in a*

## نتیجه گیری

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 بروی سطح به صورت پراکنده و یکنواخت وجود دارند. با افزایش دما و زمان عملیات، به علت افزایش حرک 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.

*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.