

بررسی و مقایسه تغییرات ایجادشده در سطح فولاد St37 به سبب برهم کنش با یون‌های نیتروژن با استفاده از دو چشمه متفاوت تولید پلاسما

مهدی غلامپور^۱، فریدالدین صدیقی^۲، محمد نیکوصفت^۳، حسن توکلی^۱، مهدی بخش‌زاد محمودی^۲

^۱ گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه امام علی، تهران

^۲ پژوهشکده پلاسما و گداخت هسته‌ای، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، سازمان انرژی اتمی، تهران

^۳ دانشکده و پژوهشکده علوم پایه، دانشگاه جامع امام حسین(ع)، تهران

(دریافت مقاله: ۱۴۰۲/۳/۶ - پذیرش مقاله: ۱۴۰۲/۵/۲۶)

چکیده

در این پژوهش تغییرات ایجادشده در سطح آلیاژ St37 که تحت تابش دو رژیم متفاوت پلاسما واقع شده‌است، مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت. در ابتدا با استفاده از دستگاه پلاسمای کانونی برهم‌کنش یون‌های پراثر نیتروژن که به صورت پالسی در مقیاس زمانی نانوثانیه با نمونه‌های فولاد St37 برخورد می‌کنند، مورد مطالعه قرار گرفت و در ادامه به بررسی تأثیر برهم‌کنش پلاسمای تخلیه درخشان با نمونه‌های مورد نظر پرداخته شد. با استفاده از روش‌های SEM، EDS و XRD تغییرات ایجادشده بر سطح نمونه مورد مطالعه قرار گرفت. تصاویر ثبت‌شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که حباب‌های مترام و بسیار ریزی (در حدود ۱۰۰ نانومتر) توسط چشمه پلاسمای پالسی در سطح نمونه به وجود آمده است. این در حالی است که پلاسمای تخلیه درخشان سبب ایجاد تاول‌هایی با اندازه بین ۰.۵ تا ۲ میکرومتر در سطح نمونه شد. نتایج آنالیز XRD نشان‌دهنده واکنش شیمیایی یون‌های نیتروژن با آهن در رژیم پلاسمای تخلیه درخشان است. همچنین نتایج آزمون سختی سنجی ویکرز نیز نشان داد که سختی نمونه‌ها به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای افزایش یافته است.

واژگان کلیدی: برهم‌کنش پلاسما با ماده، نانوساختار، پلاسمای کانونی، رسوب بخار شیمیایی با کمک پلاسما، تخلیه درخشان

Investigating and comparing the surface modification of St37 steel due to the interaction with nitrogen ions using two different plasma sources

Abstract:

The surface modification of St37 steel irradiated with two different plasma regimes was investigated and compared. At first, using a plasma focus device, the interaction of high-energy nitrogen ions, colliding with the specimen in a pulsed manner (in nanosecond time scale) was studied. Then, the interaction of nitrogen ions with the specimens in the glow discharge plasma regime was investigated. Using SEM, EDS and XRD Analyses the morphology changes of the samples were studied. The SEM images show that small, dense and abundant bubbles (about 100 nm) were created by the pulsed plasma source on the surface of the specimens. On the other hand, the glow discharge plasma has created blisters with a size between 0.5-2 micrometers on the surface of the samples. The XRD results indicate the chemical reaction of nitrogen ions with iron in the glow discharge plasma regime. Also, the Vickers hardness test results illustrated that the hardness of the samples increased significantly.

Key Words: Plasma Material Interaction, Nanostructure, Plasma Focus Device, Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, Glow Discharge Plasma.

E-mail of Corresponding author: faridsedighi68@gmail.com , fsedighi@aeoi.org.ir

مقدمه

فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی یکی از مهم‌ترین روش‌ها است که موجب افزایش سختی سطح، مقاومت سایشی و خوردگی در آلیاژهای مختلف فولادی می‌شود [۱، ۲]. بهبود خواص سطحی مواد فلزی بر افزایش عمر آن‌ها تأثیر می‌گذارد و عموماً استحکام فلزات با افزایش سختی سطح افزایش می‌یابد [۳]. عمدتاً، میکروتورک‌هایی که در سطح مواد ایجاد می‌شود، به مرور زمان به عمق ماده نفوذ می‌کند. لذا جلوگیری از تشکیل این ترک‌های ریز می‌تواند باعث افزایش طول عمر و سلامت مواد شود [۴]. این ویژگی‌ها سبب شده است که فرایند نیتريداسیون نقش مهمی در بهبود تولیدات صنعتی همچون تولید قطعات هواپیمایی و اتومبیل داشته باشد و اصولاً در شرایطی که ماده در معرض شوک‌های مکانیکی و حرارتی قرار می‌گیرد استفاده شود [۵]. در نتیجه انتظار می‌رود فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی که موجب سخت‌گردانی سطحی فلزات و آلیاژها می‌شود، بتواند تأثیر مثبتی در طول عمر آلیاژ مورد نظر داشته باشد. پیشینه فرایند نیتروژن‌دهی ارتباط نزدیکی با تاریخچه آمونیاک دارد. پس از شناسایی آمونیاک، ساخت صنعتی آن از عناصر سازنده‌اش انجام گرفت [۶]. در حین اولین تلاش‌ها برای سنتز آمونیاک اثر آن بر روی تکه‌های آهن مشاهده و مطالعه شد و استفاده از آمونیاک در نیتروژن‌دهی فولاد گزارش شد [۷]. با این وجود، تولید فرایند نیتروژن‌دهی به عنوان یک عملیات شیمیایی-حرارتی در پی تحقیقات مرتبط با منحنی تعادلی آهن-نیتروژن در مخلوط گازهای نیتروژن و هیدروژن توسعه یافت [۸]. بدین ترتیب از آن زمان به بعد، نیتروژن‌دهی بطور چشمگیری در افزایش استحکام مکانیکی ابزار آهنی و فولادی بکار گرفته شد [۹، ۱۰].

در سال‌های اخیر، تحقیقات گسترده‌ای در زمینه تأثیر پلاسمای نیتروژن بر آلیاژهای مختلف فولاد در حال انجام می‌باشد [۱۱-۲۳] با توجه به کارکردهای آلیاژهای مختلف فولاد در مصارف مختلف، تأثیر نیتروژن‌دهی بر روی هر

آلیاژ خاص مورد بررسی و پژوهش قرار گرفته است. به عنوان نمونه، بررسی تأثیر پلاسمای نیتروژن بر روی آلیاژهای مختلف فولاد از جمله فولاد ابزار 90CrMoV8 [۱]، فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ [۲]، فولاد ابزار DIN 1.2210 [۱۵]، فولاد AISI-1045 [۱۷]، فولاد AISI H11 [۱۹]، فولاد 41CrAlMo7 [۲۰] و فولاد AISI 4140 [۲۱] حاکی از نقش مهم و تأثیر قابل‌ملاحظه و البته متفاوت پلاسمای نیتروژن بر روی آلیاژهای مختلف فولاد دارد. فولاد St37 که از آن با نام‌های دیگری همچون S235JR و DIN 17100 نیز یاد می‌شود [۲۴، ۲۵]، یک فولاد کم‌کربن است که به دلیل قیمت مقرون به صرفه، سهولت ساخت و خواص مکانیکی ویژه، دارای کاربردهای متعددی در موارد مختلف همچون صنعت ساختمان، صنعت خودروسازی، تولید لوله‌های صنعتی و همچنین، خطوط لوله تأمین‌کننده نفت و گاز می‌باشد [۲۶]. با توجه به نقش گسترده فولاد St37 در داخل کشور، تصمیم گرفته شد برهم‌کنش پلاسمای نیتروژن با این آلیاژ، با استفاده از دو چشمه مختلف پلاسمای، دستگاه پلاسمای کانونی و همچنین استفاده از دستگاه رسوب بخار شیمیایی پلاسمایی، مورد بررسی قرار گیرد. با استفاده از این روش‌ها نیتروژن به سطح و داخل نمونه تزریق می‌شود. این عملیات می‌تواند خواص آلیاژ مورد نظر را مورد تغییر قرار دهد که با استفاده از روش‌های تحلیل سطح می‌توان این تغییرات را مورد بررسی قرار داد. در این پژوهش از آنالیزهای پراش پرتو ایکس (XRD) و طیف‌سنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDS)، و همچنین میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شده است. نتایج به دست آمده حاصل از این پژوهش نشان می‌دهد که برهم‌کنش یون‌های نیتروژن با فولاد St37 در شرایط خاص می‌تواند سبب ایجاد تغییرات در سطح نمونه و همچنین در شبکه بلوری این آلیاژ شود که این موارد می‌تواند موجب تغییرات مثبتی در سختی ماده مورد نظر شود.

مواد و روش تحقیق

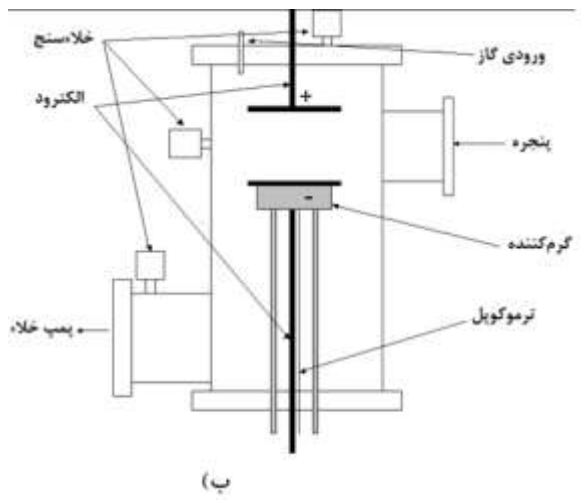
در این پژوهش از دستگاه رسوب بخار شیمیایی به کمک پلاسما^۱ (PECVD) برای پردازش برهمکنش یونهای نیتروژن با ماده استفاده شده است. این دستگاه دارای یک محفظه استوانه‌ای از جنس آلومینیوم به قطر ۳۰ سانتی‌متر و ارتفاع ۸۰ سانتی‌متر است. برای مشاهده پلاسما تشکیل شده از یک پنجره شیشه‌ای از جنس پیرکس استفاده می‌شود و برای اینکه شیشه در معرض پلاسما و پراکنش سطوح، کدر نشود با یک اتصال استوانه‌ای به قطر ۱۰ سانتی‌متر و طول ۱۵ سانتی‌متر از محفظه اصلی فاصله گرفته است. دو الکترود صفحه‌ای به قطر ۱۵ سانتی‌متر از جنس فولاد زنگ‌نزن به عنوان آند و کاتد در داخل محفظه قرار داده شده و به وسیله تفلون نسوز کاملاً از بدنه محفظه ایزوله شده‌اند. طرح کلی محفظه در شکل ۱ نشان داده شده است. نمونه‌ها پس از آماده‌سازی، بر روی کاتد سامانه قرار داده‌شد. سپس محفظه با استفاده از پمپ روتاری و دیفیوژن تا فشار $10^{-6} Torr$ تخلیه شد. سپس با ورود ترکیب گاز آرگون و هیدروژن با نسبت ۷۰ به ۳۰، عملیات پاکسازی در دمای ۲۵۰ درجه سلسیوس با فشار $0.5 Torr$ به مدت ۳۰ دقیقه جهت برداشت لایه اکسید فلزی سطح در ولتاژ ۱۰۰۰ ولت انجام شد. پس از آن، فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای ۵۰۰ درجه سلسیوس در ناحیه تخلیه درخشان با نسبت ترکیب گازی هیدروژن به نیتروژن ۳۰ به ۷۰ به مدت ۱۷ ساعت اجرا شد. پس از اتمام عملیات، پمپ‌های خلاء محفظه خاموش شده و اجازه داده‌شد تا نمونه‌ها درون محفظه به دمای اتاق برسند.

همچنین از دستگاه پلاسما کانونی MTPF-2 برای بررسی یون‌های پرنرژری نیتروژن که به صورت پالسی به نمونه برخورد می‌کنند، استفاده شده است [۲۷]. دستگاه پلاسما کانونی قادر است پلاسما داغ و چگال را تا دماهای چند کیلو الکترون‌ولت و چگالی $10^{20} ion/cm^3$ تولید کند [۲۸]. آزمایش‌های انجام شده در دستگاه‌های پلاسما کانونی مختلف نشان می‌دهد که هنگام کار، در این دستگاه‌ها پرتوهای ایکس پالسی، باریکه‌های الکترونی نسبیتی^۲ (REBs) و همچنین جریانی از یون‌های پالسی با انرژی نسبتاً بالا (تا چندین مگا الکترون‌ولت) تولید می‌شود. دستگاه پلاسما کانونی MTPF-2 از نوع مدر^۳ بوده و با توجه به انرژی حداکثر انتخاب شده برای این دستگاه، بانک خازنی انرژی ۲/۶ کیلوژول را بر دو سر اسپارک‌گپ مهیا می‌کند و با استفاده از مدار تریگر، تخلیه الکتریکی در درون محفظه پلاسما کانونی رخ می‌دهد. نمونه‌ها پس از آماده‌سازی در داخل محفظه اصلی دستگاه (با فاصله ۱۰ سانتی‌متر از بالای آند) قرار داده شد. محفظه با استفاده از پمپ روتاری تا فشار حدود $10^{-2} Torr$ تخلیه گردید. بعد از فرایند تخلیه، گاز نیتروژن وارد محفظه شد. فشار کاری برای این گاز حدود $3 \times 10^{-1} Torr$ می‌باشد. آزمایش‌ها با ولتاژ تخلیه حدود ۱۴ کیلوولت با ۲۰ تخلیه متوالی انجام گرفت. سیکل جریان هر تخلیه الکتریکی برای این دستگاه، حدود ۸ میکروثانیه است و انرژی یون‌های گسیلی در بازه ۵ تا ۵۰ کیلو الکترون‌ولت برای هر تخلیه می‌باشد. شکل ۲، تصویر نمادین دستگاه پلاسما کانونی یکپارچه MTPF-2 همراه با اجزاء مربوط به آن را نشان می‌دهد.

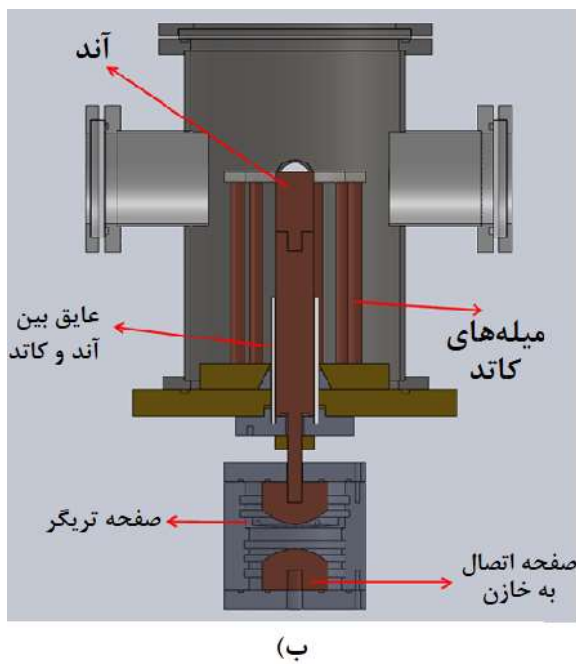
^۲ Relativistic electron beams (REBs)

^۳ Mather-type plasma focus

^۱ Plasma enhanced chemical vapour deposition (PECVD)

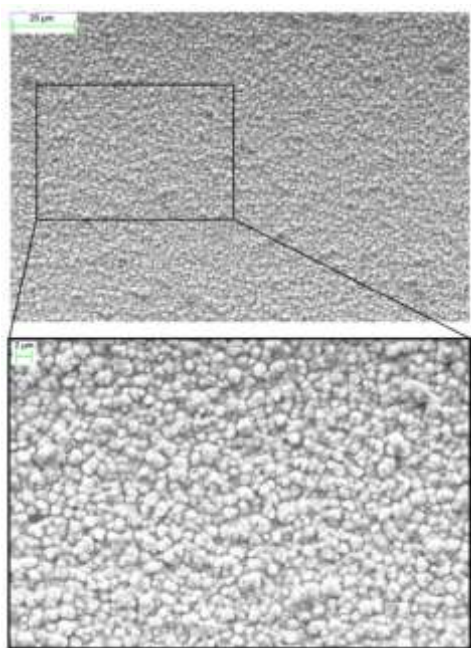


شکل ۱. نمایی از الف) دستگاه PECVD و ب) طرحواره داخلی این دستگاه.

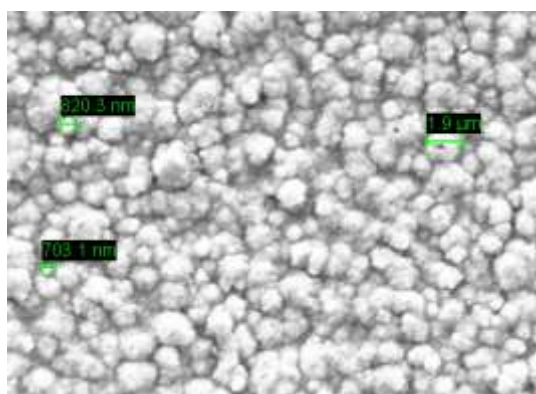


شکل ۲. نمایی از الف) دستگاه پلاسمای کانونی MTPF-2 و ب) طرحواره داخلی این دستگاه.

پوشش می‌دهند. البته اندازه این تاول‌ها متفاوت می‌باشد. همان‌طور که شکل ۴ نشان می‌دهد بازه اندازه این تاول‌ها بین ۷۰۰ نانومتر الی ۲ میکرومتر می‌باشد.



شکل ۳. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی که نشان‌دهنده ایجاد تاول‌های مترکم بر روی نمونه‌ای است که در معرض پلاسمای تخلیه درخشان قرار گرفته است.



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی که نشان‌دهنده گستره اندازه تاول‌های ایجاد شده بر روی نمونه‌های تحت تابش پلاسمای تخلیه درخشان است.

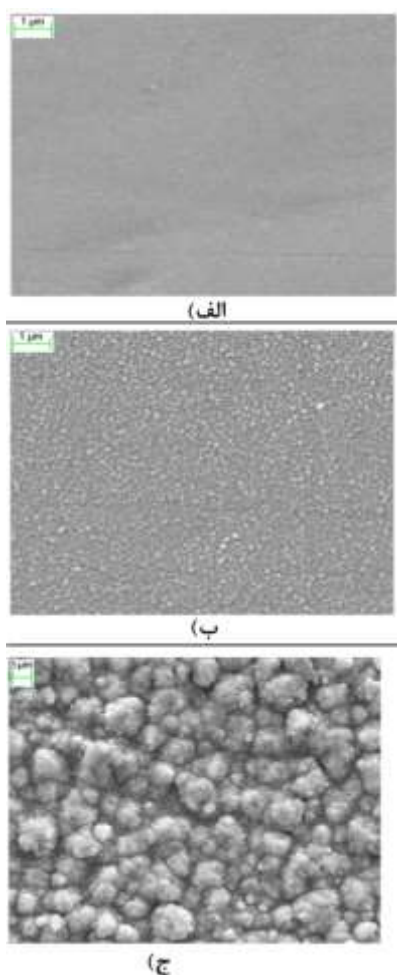
لازم به توضیح است که نمونه‌های مورد استفاده، در ابعاد تقریبی ۱ در ۳ میلی‌متر و ضخامت سه‌دهم میلی‌متر برش داده شدند. برای انجام آزمایش‌های آنالیز سطح و سختی‌سنجی و بررسی نتایج آن‌ها لازم است که سطح نمونه‌ها کاملاً صاف و صیقلی باشد. مراحل سنباده‌زنی نمونه‌ها در حضور جریان کافی آب انجام گرفت. عملیات پرداخت با استفاده از سنباده‌های شماره ۴۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۵۰۰ و ۴۰۰۰ ادامه یافت و در پایان نمونه‌ها به‌وسیله نمدهای مخصوص که به خمیر اکسید آلومینیوم میکرونی آغشته بودند، تا حد آینه‌ای شدن صیقل داده و قبل از قرار دادن نمونه‌ها در محفظه خلاء، با الکل و در حمام اولتراسونیک شستشو داده شدند. پس از آن‌که نمونه‌ها تحت تابش پلاسمای قرار گرفتند، سطح آن‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل LEO 1455VP مورد بررسی قرار گرفت. همچنین با استفاده از آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) خصوصیات ساختاری نمونه‌های تابش‌دهی شده مورد بررسی قرار گرفت. قابل ذکر است که دستگاه مورد استفاده برای انجام آنالیز XRD یک پراش‌سنج پرتو ایکس STOE مدل STADI-MP ساخت کشور آلمان است که در پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای در حال فعالیت است. علاوه بر این، با استفاده از طیف‌سنج تفکیک انرژی پرتو ایکس که متصل به میکروسکوپ الکترونی می‌باشد ترکیب شیمیایی و توزیع اتم‌های نیتروژن مورد بررسی قرار گرفت. همچنین، به منظور بررسی سختی نمونه‌ها از آزمون سختی ویکرز استفاده گردید.

نتایج و بحث

همان‌طور که شکل ۳ نشان می‌دهد، زمانی که نمونه‌های مورد آزمایش در معرض پلاسمای تخلیه درخشان قرار می‌گیرد، تاول‌های^۱ زیاد و مترکمی در سطح نمونه به وجود می‌آید. طبق ارزیابی‌هایی که از نواحی مختلف نمونه انجام شد، این تاول‌ها تقریباً به صورت یکنواخت کل سطح را

^۱ Blisters

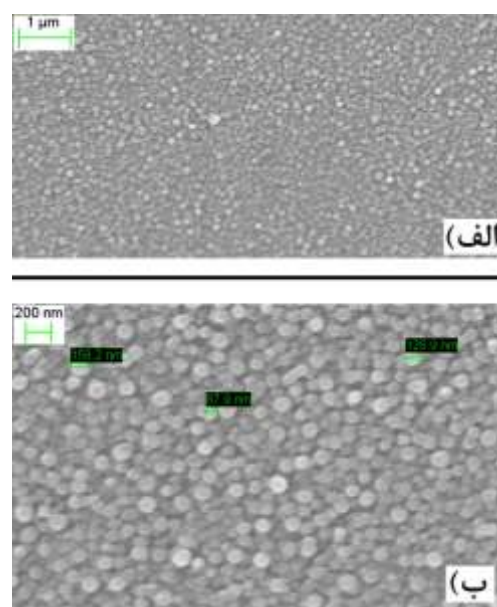
نمونه‌ها جمعاً در حدود ۲۰۰ نانوثانیه با پلاسما برهم‌کنش می‌کنند و یون‌های نیتروژن تحت عملکرد پلاسما پالسی به سرعت به نمونه برخورد می‌کنند و درون ماده کاشته می‌شوند و فرصت رشد و توسعه پیدا نمی‌کنند. در حالی که در سری دوم آزمایش‌ها، نمونه‌ها در حدود ۱۷ ساعت تحت تابش پلاسما تخلیه درخشان قرار می‌گیرند و بر اساس برهم‌کنش پلاسما با نمونه مورد نظر، نانوساختارهایی با ابعاد ۵۰۰ نانومتر الی ۲ میکرومتر در سطح نمونه ایجاد می‌شود.



شکل ۶. مقایسه تصاویر SEM از نمونه‌های الف) شاهد (ب) تحت تابش پلاسما کانونی (ج) تحت تابش پلاسما تخلیه درخشان.

در شکل ۷ نتایج تحلیل XRD نمونه شاهد مشخص می‌باشد. سه پیک مربوط به آهن در زوایای ۴۴ درجه، ۶۵

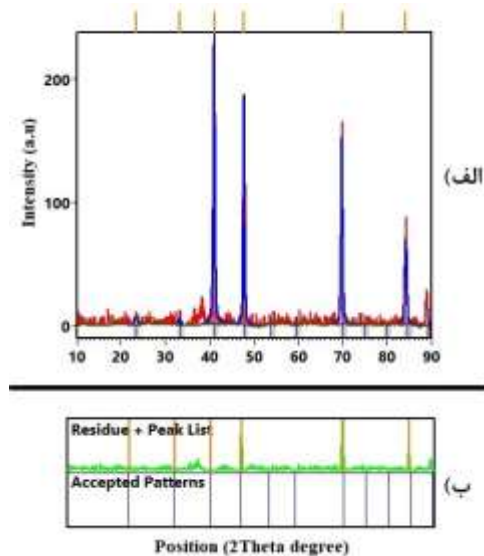
تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد که تغییراتی در سطح نمونه‌های تابش‌دهی شده توسط دستگاه پلاسما کانونی ایجاد شده است. همان‌طور که شکل ۵ نشان می‌دهد، حباب‌های بسیار ریز و یکنواختی در سرتاسر نمونه پدید آمده است. اندازه این حباب‌ها در حدود ۱۰۰ نانومتر می‌باشد.



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی که نشان‌دهنده الف) ایجاد حباب‌های مترکم و بسیار ریز (ب) تصویر بزرگنمایی شده از حباب‌هایی است که بر روی نمونه تحت تابش دستگاه پلاسما کانونی ایجاد شده است.

نکته مهمی که از مقایسه تابش نمونه‌ها توسط دو دستگاه مختلف به چشم می‌خورد، اندازه متفاوت نانوساختارهای تشکیل شده می‌باشد، به طوری که نانوساختارهای تشکیل شده با استفاده از پلاسما تخلیه درخشان حدود ده برابر بزرگ‌تر از نانوساختارهای تشکیل شده با استفاده از دستگاه پلاسما کانونی می‌باشد. شکل ۶ به مقایسه نانوساختارهای ایجادشده با استفاده از دو دستگاه و همچنین مقایسه آن‌ها با نمونه شاهد می‌پردازد. دلیل تغییر در اندازه نانوساختارها می‌تواند به دلیل زمان برهم‌کنش پلاسما با ماده هدف مربوط باشد. در سری اول آزمایش‌ها،

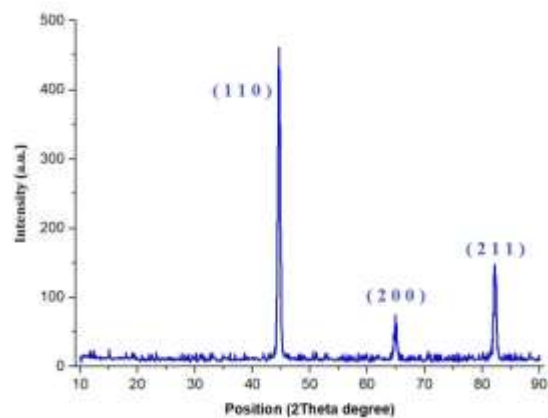
همچنین، داده‌های حاصل از این تحلیل با استفاده از نرم‌افزار X'pert highscore plus مورد بررسی قرار گرفت و این بررسی نشان داد که الگوی پراش نمونه تابش‌دهی شده، انطباق زیادی با الگوی پراش ماده معدنی روالدایت^۱ دارد. روالدایت یک ماده معدنی است که حاوی آهن و نیتروژن می‌باشد. در شکل ۹ انطباق نمونه تابش‌دهی شده با نمونه روالدایت نشان داده شده است.



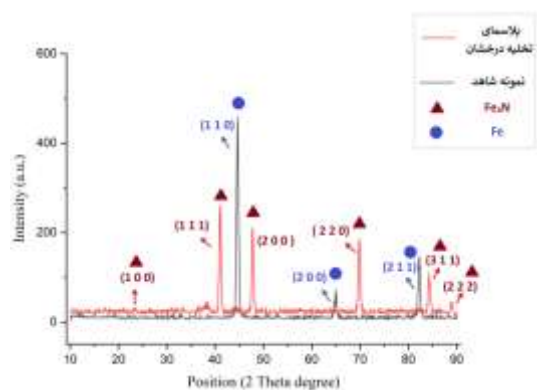
شکل ۹. الف) نمودار پراش پرتو ایکس نمونه تابش‌دهی شده ب) انطباق قله‌های نمودار الگوی پراش نمونه تابش‌دهی شده با نمودار الگوی پراش ماده معدنی روالدایت.

نتایج حاصل از تحلیل پراش پرتو ایکس از نمونه تابش‌دهی شده توسط پلاسمای کانونی نیز در شکل ۱۰ قابل مشاهده است. مقایسه این داده‌ها با داده‌های نمونه مرجع نشان می‌دهد که پیک جدیدی در نمونه تابش‌دهی شده بوجود نیامده است. این نتایج حاکی از این است که دستگاه پلاسمای کانونی با ایجاد یک پلاسمای بسیار داغ و متراکم به تولید یون‌های پرانرژی نیتروژن می‌پردازد که این یون‌ها با سرعت خیلی زیاد به سمت نمونه هدف پرتاب می‌شوند. این یون‌های پرانرژی که به صورت آنی (در حدود چند نانوثانیه) به نمونه برخورد

درجه و ۸۲ درجه مشهود می‌باشد. نتایج حاصل از تحلیل پراش پرتو ایکس از نمونه تابش‌دهی شده توسط پلاسمای تخلیه درخشان قابل توجه می‌باشد. همان‌طور که در شکل ۸ نشان داده شده است، پیک‌های تشکیل شده بیان می‌کنند که یون‌های نیتروژن درون نمونه مورد نظر نفوذ کرده و طی واکنش با عناصر فولاد، فاز جدید Fe_4N را تشکیل می‌دهد. ساختار بلورنگاری نیتريد آهن تشکیل شده بر پایه آرایش بلوری مکعبی FCC می‌باشد که در آن اتم‌های آهن با یک‌چهارم از مکان‌های هشت‌وجهی به طور منظم توسط اتم‌های نیتروژن اشغال شده است که منجر به تشکیل سلول واحد می‌شود [۲۹].



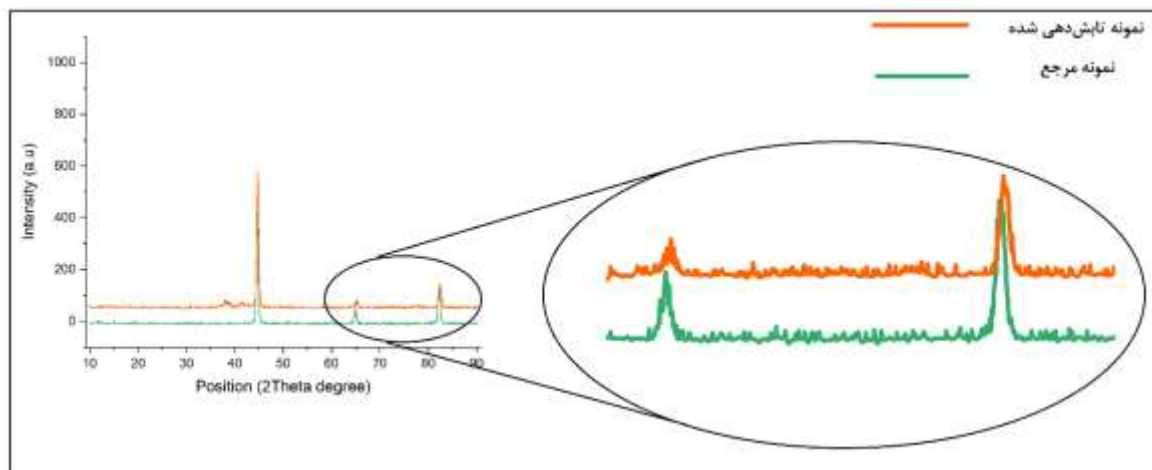
شکل ۷. نمودار پراش پرتو ایکس از نمونه شاهد.



شکل ۸. مقایسه نمودار پراش پرتو ایکس نمونه شاهد با نمونه تابش‌دهی شده توسط پلاسمای تخلیه درخشان.

یافته اند که نشان دهنده تغییر جزئی در ساختار بلوری نمونه مورد نظر بر اثر تنش ناشی از بار گرمایی زیاد می باشد که می تواند باعث تغییر میزان سختی نمونه ها شود.

می کنند نمی توانند تغییراتی اساسی را در شبکه بلوری ایجاد نمایند. با این وجود با دقت در این داده ها مشخص می شود که تمامی پیک ها به سمت زوایای بزرگ تر انتقال



شکل ۱۰. نمودار پراش پرتو ایکس و جابجایی قله ها در نمونه تابش دهی شده با پلاسمای کانونی نسبت به نمونه مرجع.

نکته مهمی که در مورد تغییرات نانوساختاری مطرح می شود این است که آن ها از چه چیزی تشکیل گردیده اند و ترکیب شیمیایی آن ها به چه شکل می باشد و میزان توزیع یون های فرودی در این نمونه های تابش دهی شده به چه صورت است. برای پاسخگویی به این سوالات، نمونه ها با استفاده از طیف سنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس یا به اختصار EDS مورد بررسی قرار گرفتند. همان طور که شکل های ۱۱ و ۱۲ نشان می دهد، یون های فرودی نیتروژن در سطح نمونه توزیع گردیده اند. همچنین، این نتایج نشان می دهد که میزان توزیع با استفاده از پلاسمای تخلیه درخشان بیش تر از پلاسمای کانونی است. این نتایج حاکی از آن است که یون ها به خوبی درون نمونه نفوذ کرده اند و سهم قابل توجهی از نتایج طیف سنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس به یون های فرودی مرتبط می شود.

اندازه بلورها می تواند با استفاده از معادله دبی- شرر^۱ تخمین زده شود. از روی این معادله که به معادله شرر نیز معروف است اندازه متوسط دانه ها قابل محاسبه است این معادله به صورت رابطه (۱) می باشد.

$$L_c = \frac{k\lambda}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (1)$$

در این رابطه ثابت k به شکل بلور وابسته است و معمولاً حدود ۰,۹۴ در نظر گرفته می شود. L_c نشان دهنده متوسط اندازه بلور (بر حسب نانومتر) است و متغیرهای θ و $\beta_{2\theta}$ به ترتیب طول موج اشعه ایکس (بر حسب نانومتر)، زاویه براگ و پهنا در مقدار نیم بیشینه^۲ (بر حسب رادیان) را نشان می دهد [۳۰]. جدول ۱ به مقایسه اطلاعات استخراج شده از نمونه های شاهد، تابش دهی با پلاسمای تخلیه درخشان و پلاسمای پالسی می پردازد.

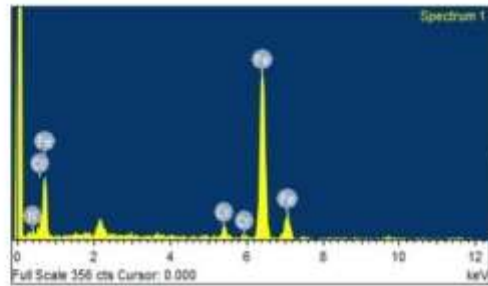
^۲ Full Width at Half Maximum (FWHM)

^۱ Debye-Scherrer equation

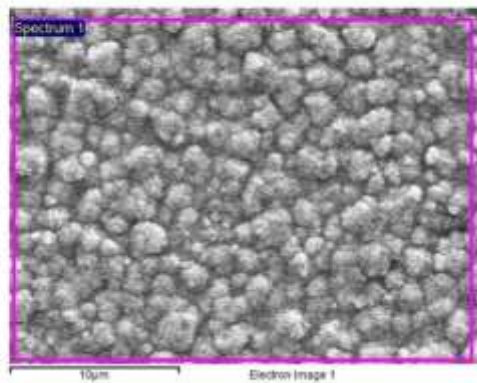
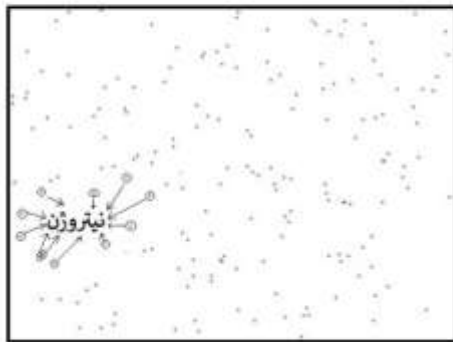
جدول ۱. مقایسه داده‌های استخراج شده از پراش سنجی پرتو ایکس از نمونه شاهد، تابش دهی با پلاسمای تخلیه درخشان و پلاسمای کانونی.

عنوان	نسبت شدت قله‌ها (درصد)	فاصله میان صفحات (آنگستروم)	پهنا در مقدار نیم بیشینه در زاویه ۲تتا (درجه)	شدت قله (یکای اختیاری)	زاویه قله در زاویه ۲تتا (درجه)
نمونه شاهد	۱۰۰,۰۰	۲,۰۲۹	۰,۴۷۲	۴۲۵,۸۴	۴۴,۶۵۰
	۱۱,۶۷	۱,۴۳۶	۰,۴۷۲	۴۹,۶۸	۶۴,۹۴۵
	۳۰,۱۶	۱,۱۷۲	۰,۴۷۲	۱۲۸,۴۴	۸۲,۲۵۵
تابش دهی با پلاسمای تخلیه درخشان	۲,۹۲	۳,۸۰۰	۰,۷۸۷	۶,۸۳	۲۳,۴۱۰
	۱۰۰,۰۰	۲,۲۰۲	۰,۴۷۲	۲۳۳,۴۳	۴۰,۹۹۷
	۸۱,۲۶	۱,۹۰۵	۰,۳۹۴	۱۸۹,۶۸	۴۷,۷۴۵
	۶۵,۲۴	۱,۳۴۷	۰,۴۷۲	۱۵۲,۲۸	۶۹,۸۱۰
	۳۰,۴۸	۱,۱۵۰	۰,۴۷۲	۷۱,۱۵	۸۴,۲۰۰
	۷,۱۰	۱,۱۰۲	۰,۳۹۴	۱۶,۵۸	۸۸,۷۸۵
	۱۰۰,۰۰	۲,۰۲۸	۰,۳۹۴	۵۲۴,۹۴	۴۴,۶۸۰
تابش دهی با پلاسمای پالسی	۳,۹۳	۱,۴۳۱	۰,۶۳۰	۲۰,۶۳	۶۵,۱۷۵
	۱۵,۹۴	۱,۱۷۰	۰,۵۵۱	۸۳,۶۸	۸۲,۴۸۰

Element	Weight%	Atomic%
N K	7.08	23.27
Cr K	2.56	2.27
Fe K	90.35	74.46
Totals	100.00	



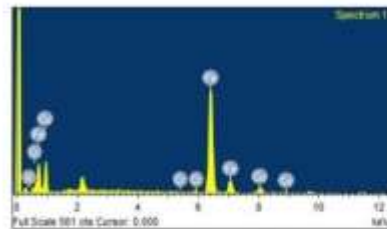
(الف)



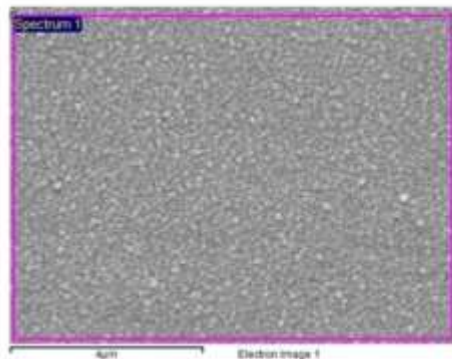
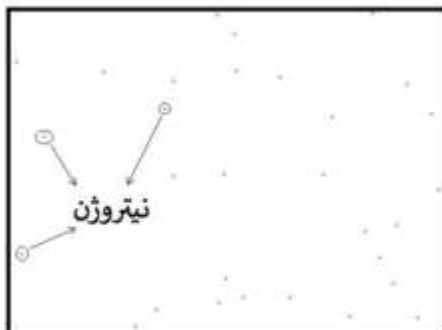
(ب)

شکل ۱۱. استفاده از طیفسنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس برای مشخص نمودن الف) ترکیب شیمیایی ب) توزیع یونهای فرودی در نمونه تابشدهی شده با پلاسمای تخلیه درخشان.

Element	Weight%	Atomic%
N K	0.57	2.23
Cr K	0.04	0.04
Fe K	89.84	89.38
Cu K	5.55	8.35
Totals	100.00	



(الف)



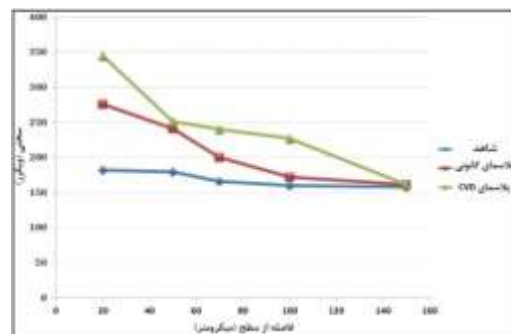
(ب)

شکل ۱۲. استفاده از طیفسنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس برای مشخص نمودن الف) ترکیب شیمیایی ب) توزیع یونهای فرودی در نمونه تابشدهی شده با پلاسمای کانونی.

در این پژوهش، برهم‌کنش یون‌های نیتروژن با فولاد St37 در دو رژیم مختلف پلاسمای تخلیه درخشان و پلاسمای پالسی مورد مقایسه و بررسی قرار گرفت. نتایج آزمایش‌های انجام‌شده با دستگاه پلاسمای کانونی که یون‌های نیتروژن را به‌صورت پالسی و در فاصله زمانی بسیار کوتاه (چندین نانوثانیه) به سمت نمونه هدف شلیک می‌کند نشان داد که حباب‌های بسیار ریز و یکنواختی با اندازه حدود ۱۰۰ نانومتر در سرتاسر نمونه پدید آمده است. این نتایج حاکی از این است که یون‌های پراثری پلاسمای توانسته‌اند درون نمونه‌ها نفوذ کنند. آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس حضور یون‌های نیتروژن با تراکم حدود ۲ الی ۵ درصد در سطح نمونه را به ثبت رساند. علاوه بر این، با مقایسه نتایج حاصل از آنالیز پراش پرتو ایکس در نمونه مرجع و نمونه تابش‌دهی‌شده مشخص گردید که پیک‌ها به صورت جزئی به سمت راست جابجا شده‌اند که نشان‌دهنده تغییر در ساختار بلوری نمونه مورد نظر بر اثر تنش ناشی از بار گرمایی بالا می‌باشد که می‌تواند باعث تغییر میزان سختی نمونه‌ها شود.

نتایج آزمایش‌های انجام‌شده در رژیم پلاسمای تخلیه درخشان نشان داد که بر اثر برهم‌کنش پلاسمای با سطح نمونه، تاول‌های زیاد و متراکمی در سطح نمونه به وجود می‌آید. طبق ارزیابی‌هایی که از نواحی مختلف نمونه انجام شد، این تاول‌ها تقریباً به صورت یکنواخت کل سطح را پوشش می‌دهند. البته اندازه این تاول‌ها بین ۵۰۰ نانومتر الی ۲ میکرومتر متفاوت می‌باشد. نتایج حاصل از آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس نشان داد که یون‌های پلاسمای درون نمونه‌ها نفوذ کرده و با حدود ۲۵ درصد، سهم قابل توجهی از آنالیز عنصری را به خود اختصاص داده‌اند. همچنین، نتایج حاصل از آنالیز پراش پرتو ایکس بسیار قابل توجه بود و نشان داد که پیک‌های جدید در نمونه‌های

به منظور بررسی سختی نمونه‌ها از آزمون سختی ویکرز^۱ استفاده گردید. همان‌طور که در شکل ۱۳ مشخص است میزان سختی نمونه‌های تابش‌دهی‌شده از نمونه شاهد بیش‌تر می‌باشد. همچنین، میزان سختی نمونه تابش‌دهی‌شده با پلاسمای تخلیه درخشان بیش‌تر از نمونه تابش‌دهی‌شده با پلاسمای کانونی می‌باشد. مقایسه این نتایج با نتایج به دست آمده از آنالیز XRD و همچنین طیف‌سنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDS) از انطباق خوبی برخوردار است. این نتایج بیان می‌کند که پلاسمای تخلیه درخشان در تزریق میزان یون‌های فرودی نسبت به پلاسمای کانونی موفق‌تر عمل می‌کند. البته باید به این نکته نیز اشاره شود که زمان برهم‌کنش یون‌های نیتروژن با نمونه فولاد St37 در پلاسمای کانونی بسیار کوتاه‌تر از برهم‌کنش یون‌های نیتروژن در رژیم پلاسمای تخلیه درخشان است. در حالت اول نمونه‌ها در حدود ۲۰۰ نانوثانیه در معرض پلاسمای قرار می‌گیرند در حالی که در حالت دوم برهم‌کنش پلاسمای با نمونه‌ها در حدود ۱۷ ساعت به طول می‌انجامد و بهنجارسازی داده‌ها بر حسب زمان، نشان می‌دهد که تأثیر یون‌های پراثری تولیدشده توسط پلاسمای کانونی بسیار زیاد می‌باشد.



شکل ۱۳. مقایسه سختی نمونه‌ها؛ نمودارهای آبی، قرمز و سبزرنگ به ترتیب نتایج مربوط به نمونه‌های شاهد، تابش‌دهی‌شده با پلاسمای کانونی و پلاسمای تخلیه درخشان را نشان می‌دهند.

جمع‌بندی و نتیجه‌گیری

^۱ Vickers hardness test

تابش‌دهی شده ایجاد شده است. این پیک‌های ایجادشده
حاکی از واکنش شیمیایی یون‌های نیتروژن با

نمونه‌ها به ترتیب ۹۰٪ و ۵۲٪ نسبت به نمونه شاهد افزایش یافته است. مقایسه این نتایج با نتایج به دست آمده از آنالیز XRD و همچنین طیف‌سنجی تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDS) از انطباق خوبی برخوردار است و نشان می‌دهد که برهم‌کنش پلاسمای نیتروژن با فولاد St37 می‌تواند سبب تغییرات مثبت در سختی این آلیاژ و ایجاد فازهای جدید در آن شود. تحقیقات گسترده‌تر و عمیق‌تر در این زمینه می‌تواند منجر به بهبود خواص فولاد St37 با استفاده از نیتروژن‌دهی پلاسمایی شود.

اتم‌های فولاد می‌باشد. ایجاد پیک‌های جدید می‌تواند به این نکته اشاره نماید که شبکه بلوری نمونه‌ها دچار تغییر گردیده است که می‌تواند در خصوصیات و ویژگی‌های آن ماده تأثیرگذار باشد.

میزان سختی نمونه‌ها که با استفاده از آزمون سختی ویکرز انجام شد، نشان داد که میزان سختی نمونه‌های تابش‌دهی شده به صورت قابل ملاحظه‌ای از نمونه شاهد بیش‌تر می‌باشد. میزان سختی نمونه تابش‌دهی شده با پلاسمای تخلیه درخشان بیش‌تر از نمونه تابش‌دهی شده با پلاسمای کانونی می‌باشد و میزان سختی در سطح این

فهرست منابع

- of Inconel 740H nickel alloy," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 22, no. 1, p. 57, 2022.
- [6] J. Humphreys, R. Lan, and S. Tao, "Development and recent progress on ammonia synthesis catalysts for Haber-Bosch process," *Advanced Energy and Sustainability Research*, vol. 2, no. 1, p. 2000043, 2021.
- [7] Y. D. Kogan, "A brief historical review," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 16, no. 3, pp. 197-199, 1974.
- [8] J. Michalski and E. Wołowiec-Korecka, "A study of parameters of nitriding processes. Part 1," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 61, pp. 183-190, 2019.
- [9] M. Berg *et al.*, "On plasma nitriding of steels," *Surface and Coatings Technology*, vol. 124, no. 1, pp. 25-31, 2000/02/01/ 2000.
- [10] L. C. Gontijo, R. Machado, E. J. Miola, L. C. Casteletti, and P. A. P. Nascente, "Characterization of plasma-nitrided iron by XRD, SEM and XPS," *Surface and Coatings Technology*, vol. 183, no. 1, pp. 10-17, 2004/05/01/ 2004.
- [11] S. A. Al-Shelkamy *et al.*, "Improving the properties of commercial steel alloys in the industrial/nuclear field by RF plasma carbonitriding," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 193, p. 110619, 2023.
- [1] C. Nouveau, P. Steyer, K. R. Mohan Rao, and D. Lagadrillere, "Plasma nitriding of 90CrMoV8 tool steel for the enhancement of hardness and corrosion resistance," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 19, pp. 4514-4520, 2011/06/25/ 2011.
- [2] M. Naeem *et al.*, "Wear and corrosion studies of duplex surface-treated AISI-304 steel by a combination of cathodic cage plasma nitriding and PVD-TiN coating," *Ceramics International*, vol. 48, no. 15, pp. 21473-21482, 2022/08/01/ 2022.
- [3] S. Yuan *et al.*, "Recent developments in research of double glow plasma surface alloying technology: a brief review," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 3, pp. 6859-6882, 2020/05/01/ 2020.
- [4] S. Mokhtara, M. Zidani, M. M. Alim, S. Mechacti, S. Messaoudi, and L. Mebarki, "Effect of nitriding nitrogen pressure on the structural, morphological, mechanical and tribological properties of plasma nitrided hard chromium electroplated layer," *Transactions of the IMF*, pp. 1-10, 2023.
- [5] M. Kopec *et al.*, "Effect of plasma nitriding process on the fatigue and high temperature corrosion resistance

- Engineering: A*, vol. 352, no. 1, pp. 186-194, 2003/07/15/ 2003.
- [21] B. Podgornik *et al.*, "Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel," *Wear*, vol. 249, no. 3, pp. 254-259, 2001/05/01/ 2001.
- [22] D. Purwanto, "Effects Of Various Temperatures On Impact Strength, Hardness And Metallography In ST 37 Steel For Plates By Heat Treatment And Quenching Processes," *International Journal of Mechanical Engineering*, vol. 8, 2023.
- [23] A. K. Krella, "Degradation and protection of materials from cavitation erosion: a review," *Materials*, vol. 16, no. 5, p. 2058, 2023.
- [24] A. Khodayari, H. Elmkhah, M. Alizadeh, and A. Maghsoudipour, "Modified diamond-like carbon (Cr-DLC) coating applied by PACVD-CAPVD hybrid method: Characterization and evaluation of tribological and corrosion behavior," *Diamond and Related Materials*, vol. 136, p. 109968, 2023/06/01/ 2023.
- [25] M. Rezayat, M. S. Yazdi, M. D. Zandi, and A. Azami, "Tribological and corrosion performance of electrodeposited Ni-Fe/Al₂O₃ coating," *Results in Surfaces and Interfaces*, vol. 9, p. 100083, 2022.
- [26] A. K. Krella, D. E. Zakrzewska, and A. Marchewicz, "The resistance of S235JR steel to cavitation erosion," *Wear*, vol. 452-453, p. 203295, 2020/07/15/ 2020.
- [27] M. M. R. Seyedhabashi, M. A. Asgarian, C. Rasouli, and F. Sedighi, "Radiation Damage of Graphite Surface, Used in First-Wall and Divertor of Tokamaks, Irradiated by Hydrogen and Argon in Plasma Focus Device," *IEEE Transactions on*
- [12] L. Feng, J. Hu, S. Yan, Z. He, J. Shi, and J. Li, "Effect of high-speed steel surface nitriding treatment on adhesion and wear resistance properties of nitrogen-doped diamond-like carbon coatings," *Diamond and Related Materials*, p. 110006, 2023.
- [13] K. R. M. Rao, C. Nouveau, and K. Trinadh, "Low-temperature plasma nitriding of martensitic stainless steel," *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 73, pp. 1695-1699, 2020.
- [14] L. Hu, H. Peng, I. Baker, L. Li, W. Zhang, and T. Ngai, "Characterization of high-strength high-nitrogen austenitic stainless steel synthesized from nitrided powders by spark plasma sintering," *Materials Characterization*, vol. 152, pp. 76-84, 2019.
- [15] A. R. Mashreghi, S. M. Y. Soleimani, and S. Saberifar, "The investigation of wear and corrosion behavior of plasma nitrided DIN 1.2210 cold work tool steel," *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 46, pp. 532-538, 2013/04/01/ 2013.
- [16] 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*, vol. 80, no. 9, pp. 1032-1037, 2006/06/20/ 2006.
- [17] M. Naeem *et al.*, "Improved wear resistance of AISI-1045 steel by hybrid treatment of plasma nitriding and post-oxidation," *Tribology International*, vol. 175, p. 107869, 2022/11/01/ 2022.
- [18] L. Gil, S. Brühl, L. Jiménez, O. Leon, R. Guevara, and M. H. Staia, "Corrosion performance of the plasma nitrided 316L stainless steel," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 7, pp. 4424-4429, 2006/12/20/ 2006.
- [19] H. Forati Rad, A. Amadeh, and H. Moradi, "Wear assessment of plasma nitrided AISI H11 steel," *Materials & Design*, vol. 32, no. 5, pp. 2635-2643, 2011/05/01/ 2011.
- [20] M. Pellizzari, A. Molinari, and G. Straffelini, "Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel," *Materials Science and*

- [30] A. Monshi, M. R. Foroughi, and M. R. Monshi, "Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD," *World journal of nano science and engineering*, vol. 2, no. 3, pp. 154-160, 2012.
- Plasma Science*, vol. 50, no. 6, pp. 1814-1822, 2022.
- [28] J. W. Mather, "15. Dense plasma focus," in *Methods in Experimental Physics*, vol. 9: Elsevier, 1971, pp. 187-249.
- [29] H. Jacobs, D. Rechenbach, and U. Zachwieja, "Structure determination of γ' -Fe₄N and ϵ -Fe₃N," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 227, no. 1, pp. 10-17, 1995/08/15/ 1995.