

تاثیر فرکانس و چرخه کاری در نیتراسیون پلاسمایی بر خواص سطحی فولاد گرم کار AISI H13

کیانوش طاهرخانی و فرزاد محبوبی

دانشکده معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

(دریافت مقاله : ۹۱/۰۳/۳۱ - پذیرش مقاله : ۹۲/۱۱/۰۱)

چکیده

این مقاله به بررسی تأثیر پارامترهای نیتروژن دهی پلاسمایی شامل فرکانس و چرخه کاری (Duty Cycle) بر قطعات با شیارهای مختلف می‌پردازد. نمونه‌ها با اتصال یک بلوک فلزی دارای شیارهای منظم با ضخامت‌های ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی‌متر، پهنای ۲۰ میلی‌متر و عمق ۴۰ میلی‌متر به یک تسمه فولادی از جنس DIN ۱/۲۳۴۴ فولاد گرم کار به ابعاد $۶۰ \times ۴۰ \times ۳۰$ میلی‌متر مکعب تهیه شده‌اند. سپس نمونه‌های تهیه شده تحت اتمسفر حاوی $۷۵\% \text{H}_2 - ۲۵\% \text{N}_2$ در دمای ۵۰۰°C ، در چرخه کاری ۴۰٪، ۶۰٪ و ۸۰٪ و فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز به مدت ۵ ساعت نیتروژن‌دهی پلاسمایی شد. سپس خواص سطوح شیارها توسط آزمایشات SEM، XRD، ریز سختی سنجی و زبری‌سنجی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آزمایشات نشان داد که سطح کلیه نمونه‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده به وسیله ذرات نیتریدی گل کلمی شکل پوشیده شده است. تشکیل این ذرات نیتریدی گل کلمی ناشی از کندوپاش سطح طی فرآیند است. با افزایش ضخامت شیار، فرکانس و چرخه کاری، زبری سطوح افزایش می‌یابد. همچنین ریز سختی سطح با افزایش ضخامت شیار و چرخه کاری افزایش می‌یابد که علت آن افزایش در صد رسوبات نیتریدی تشکیل شده در سطح می‌باشد. اثر پدیده کاتد توخالی در شیار ۲ میلی‌متر و چرخه کاری ۸۰٪ در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی (CPN) اتفاق می‌افتد که این امر موجب بیش گرمایش نمونه‌ها شده و باعث افزایش زبری و کاهش سختی سطح می‌شود. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نشان داد که در سطح کلیه نمونه‌ها فازهای $\epsilon: \text{Fe}_2-3\text{N}$ و $\gamma': \text{Fe}_4\text{N}$ تشکیل می‌شود. کاهش چرخه کاری و افزایش ضخامت شیارها باعث افزایش نسبت فاز ϵ به γ' می‌شود. واژه‌های کلیدی: نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی، فرکانس، چرخه کاری، فولاد گرم کار AISI H13

The Effect of Frequency and Duty Cycle Plasma Nitriding on the Surface Characteristics of Hot Work Steel AISI H13

K. Taherkhani and F. Mahboubi

Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology

(Received 20 June 2012, accepted 21 January 2014)

Abstract

In this research, the effects of plasma nitriding parameters including frequency and duty cycle investigated on samples with different grooves. Sample assemblies consisting of rectangular grooved steel blocks with groove dimensions of 2, 4, 6, 8 and 10(T) \times 40(H) \times 20(L) mm^3 and DIN/2344 steel plate (substrates) with dimensions of $30 \times 40 \times 60 \text{ mm}^3$, then were prepared the sample assemblies were nitrided under the atmosphere content of 75% H_2 -25% N_2 , at temperature of 500 c, duty cycles of 40%, 60% and 80% and with frequencies of 8 and 10 kHz for 5 hours. Then the property of grooves surfaces investigate by experiments of the SEM, XRD, Roughness and Micro Hardness measurement. The results of the experiments showed that the surface of the plasma nitriding samples are covered by cauliflower form of particles that formation of this particles in plasma nitriding samples are due to sputtering of the surface during the process. With increasing thickness of the groove, frequency and duty cycle, roughness of surfaces raise. Also micro hardness rise with increasing the thickness of the groove and duty cycle resulting from the increase in percent of deposition particle nitride. Hollow cathode phenomena occurred in sample with 2mm groove and 80% duty cycle in CPN. This will result in over heating of the sample which leads to a decrease hardness of the surface and an increasing in the Roughness of the surface. Also the results of the experiments XRD showed that, in the surface all of the samples form of $\gamma': \text{Fe}_4\text{N}$ and $\epsilon: \text{Fe}_2-3\text{N}$ phases which proportion of ϵ to γ' increased by decreases duty cycle and increase the groove width.

Key words: Pulse Plasma Nitride, Frequency, Duty Cycle, Hot Work Steel AISI H13

E-mail of corresponding author: kiyanoosh@aut.ac.ir

مقدمه

فولادهای ابزار گروهی از فولادهای کربنی و فولادهای آلیاژی است که با عملیات حرارتی آنها می توان خواص فیزیکی و مکانیکی مطلوبی در آنها به وجود آورد، بنحوی که بتوان از آنها ابزارهایی نظیر ابزارهای برشی سنبه و ماتریس های برش، خم کاری، فرم دادن، کشش، قالب های پلاستیک، دایکست و اکستروژن ساخت. بعضی از خواص مطلوب فولادهای ابزار مقاومت سایشی، سختی زیاد، مقاومت گرمایی خوب و استحکام کافی برای کار روی مواد است. فولادهای گرم کار کرم دار 5%Cr مثل H11, H12, H13 سختی پذیری زیادی دارد و مقاطع نسبتاً بزرگ این فولادها را می توان با حداقل تغییر ابعاد با سرد کردن در هوا سخت کرد. درصد نسبتاً زیاد سیلیسیم در نوع H13 برای بهبود مقاومت به اکسایش در دمای آستنیتی است. در این آلیاژها به دلیل داشتن 5%Cr و 1.5%Mo در محلول جامد زمان لازم برای رسوب کاربیدها کوتاه است [۱]. نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از فرایندهای اصلاح ساختار سطوح فلزات است که موجب بهبود مقاومت سایشی، خوردگی و خستگی قطعات صنعتی شده و در نتیجه منجر به افزایش عمر و کارایی بهتر آنها می شود [۲]. در این فرآیند نیتروژن به داخل فولاد نفوذ کرده سپس با آهن و عناصر آلیاژی ترکیب می شود و توزیع مناسبی از نیتريد های فلزی را تشکیل می دهد. در نتیجه یک لایه نازک از نیتريد های آهن که شامل فازهای نیتريدی γ' : Fe₄N و ϵ : Fe₂-3N است در سطح فولاد تشکیل می شود. این لایه به لایه سفید و یا لایه ترکیبی معروف است [۳ و ۴]. در زیر لایه سفید، ناحیه نفوذی نسبتاً تا محکم و ضخیمی وجود دارد که در این ناحیه نیتروژن در دمای نیتروژن دهی در فاز فریت حل می شود. خواص قطعات فولادی نیتروژن شده به وسیله استحکام هسته، خصوصیات ساختاری لایه های ترکیبی و نفوذی تعیین می شود [۵ و ۶]. بسیاری از انواع نیتروژن دهی وجود دارد از قبیل نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی، نیتروژن دهی پلاسمایی با فشار کم، عملیات

سطحی دو تایی و غیره که سختی اولیه سطح با این عملیات بهبود می یابد. در مقایسه با نیتروژن دهی پلاسمایی DC معمولی، نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی دارای امتیازاتی است از قبیل: ۱- جلوگیری از ایجاد قوس در حین عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی، ۲- غلبه بر هندسه پیچیده قطعات، ۳- نفوذ عمیق تر پلاسمای سوراخ و شیار های باریک، ۴- توانایی کنترل زبری سطح [۷ و ۸]. در حال حاضر نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی بیشترین استفاده را در نیتروژن دهی فولاد دارد، با وجود تمام مزایایی که روش نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی نسبت به روش های سنتی نیتروژن دهی دارد. مشکلاتی از قبیل: نگهداری و حفظ یکنواختی دما در محفظه ورودی قطعه، محدودیت انجام عملیات روی قطعات با اشکال پیچیده، ایجاد لایه غیر یکنواخت در سطح قطعه، خطر آسیب قوس و پدیده کاتد توخالی در طی انجام فرآیند دیده می شود [۹ و ۱۰]. با توجه به مشکلاتی که در نیتروژن دهی قطعات با شیار های نازک و عمیق وجود دارد و نیاز به کیفیت سطحی بالا در قالب های اکستروژن و دایکست که معمولاً هندسه پیچیده دارند، کنترل عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی با تغییر پارامترهای تأثیرگذار آن می تواند باعث کنترل اثر پدیده کاتد توخالی در قطعات با هندسه پیچیده شود و صرفه جویی اقتصادی را افزایش دهد که تاکنون مورد بررسی قرار نگرفته است. هدف اصلی از این پژوهش مطالعه و بررسی خواص مربوط به سطوح قطعات از قبیل ریزسختی سنجی، زبری سنجی، تصاویر میکروسکوب الکترونی و آزمایش تفرق اشعه ایکس از سطوح نمونه ها، است. چون خواص سطوح قالب های اکستروژن و دایکست نقش اصلی در افزایش طول عمر و کارایی آنها دارد ما در این پژوهش خواص سطوح قطعات را مورد بررسی قرار می دهیم. هدف نهایی بررسی تأثیر پارامترهای فرکانس و چرخه کاری در روش نیتروژن پلاسمایی پالسی بر روی قطعات با هندسه پیچیده از جنس فولاد گرم کار H13 است.

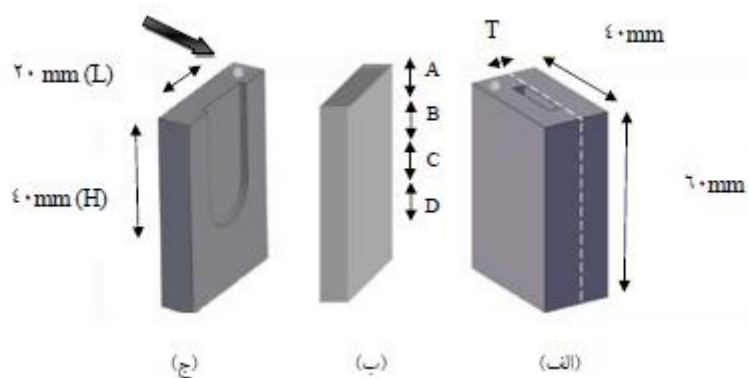
مواد و روش تحقیق

ابتدا نمونه های شیاردار با ابعاد $60 \times 40 \times 30$ میلی متر مکعب با استفاده از عملیات ماشین کاری از جنس فولاد گرم کار AISI H13، DIN 1/2344 با ترکیبی مطابق جدول (۱) که توسط دستگاه کوانتومتر اندازه گیری شده تهیه شد. سپس در نمونه های آماده شده به شکل مکعب مستطیل از جنس فولاد کربنی معمولی شیارهایی با ارتفاع ثابت ۴۰ میلی متر و پهنای ثابت ۲۰ میلی متر و با ضخامت های متغیر ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی متر که در شکل (۱) با (T) نشان داده شده در آن ایجاد شد. دلیل استفاده از نمونه هایی با ضخامت های شیار مختلف به نوعی شبیه سازی قالب های اکستروژن و دایکست که شکل هندسی پیچیده ای دارند و دارای حفره های با ابعاد متفاوت هستند و باید در معرض عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی قرار گیرند، است. همچنین به منظور کنترل دقیق درجه حرارت در حین فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی، درون نمونه ها محلی برای تعبیه ترموکوپل در نظر گرفته شد که در شکل (۱) (ج) با پیکان نشان داده شده است. شکل (۱) شمایی از نمونه تهیه شده را نشان می دهد. سطح مورد بررسی در این پژوهش سطح قسمت مشخص شده در قسمت (ب) از جنس AISI H13 است. بعد از آماده شدن نمونه ها، آن ها را در دمای 1050°C به مدت ۱ ساعت آستینته کرده و بلافاصله در روغن کوئنچ شدند. برای جلوگیری از هر گونه تغییر در ساختار فولاد هنگام نیتروژن دهی پلاسمایی، دمای تمپر بالاتر از دمای نیتروژن دهی در نظر گرفته شد و نمونه ها در دمای 530°C به مدت ۱ ساعت تمپر شدند. سختی نمونه ها ۵۷-۵۴ راکول سی شد. سپس سطح تمامی نمونه ها با استفاده از روش های متالوگرافی به منظور ایجاد سطوح صاف برای عملیات نیتروژن دهی، تا سناده ۱۲۰۰ سائیده صیقلی

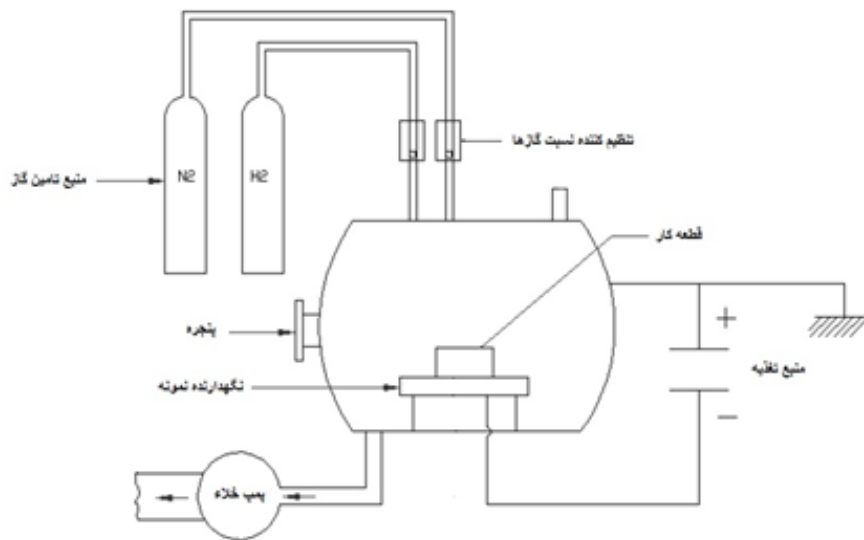
شدند. بعد از آن نمونه ها توسط الکل و آب مقطر شسته شد. سپس توسط جریان هوای گرم به سرعت خشک شده و آماده فرآیند نیتروژن دهی شدند. برای انجام عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش معمولی از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی متداول از نوع Pulsed-DC که در دانشگاه صنعتی امیرکبیر طراحی و ساخته شده استفاده شد شکل (۲). نمونه ها تحت اتمسفر حاوی $25\%N_2 - 75\%H_2$ در دمای 500°C با فرکانس های kHz ۸ و ۱۰، در چرخه های کاری ۴۰٪، ۶۰٪ و ۸۰٪ برای مدت زمان ۵ ساعت نیتروژن دهی پلاسمایی شدند. در نهایت برای بررسی ریز ساختار سطوح شیارها نمونه های نیتروژن دهی شده، از تصاویر SEM استفاده شد. برای اندازه گیری ریز سختی نمونه ها از روش سختی سنج ویکرز با بار اعمال شده ۱۰۰ و ۵۰ گرم استفاده شد. زبری نقاط مختلف سطح شیار نیتروژن دهی شده با دستگاه زبری سنجی ۲۰۰ Time اندازه گرفته شد. طول روبش یک سانتی متر بوده و برای هر نمونه زبری سطح در دو جهت عمود بر هم اندازه گیری و میانگین Ra در دو محور به عنوان عدد زبری گزارش شد. به منظور بررسی فازهای ایجاد شده در سطح شیار، از دستگاه تفرق سنجی اشعه ایکس در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه صنعتی امیرکبیر استفاده شد. تفرق به دست آمده حاصل از پرتو $Cu\ ka$ با ولتاژ ۴۰kV، جریان ۳۰mA در زاویه (2θ) بین ۳۰ درجه (شروع) تا ۹۰ درجه (پایان) بوده است. بعد از عملیات نیتروژن دهی نمونه های عملیات شده را از لبه شیار تا ته شیار به فاصله ۱ cm جدا کرده و به ترتیب از بالا مناطق را A, B, C, D نام گذاری کرده و در این گزارش نتایج مربوط به منطقه A نزدیک لبه شیار برای زبری سنجی، XRD و SEM گزارش شده است.

جدول ۱. در صد ترکیب فولاد گرم کار (Wt%) AISI H13.

Elements	C	Si	Mn	P	V	S	Cr	Mo
(Wt%)	۰/۳۹	۰/۷۵	۰/۳۵	۰/۰۳	۰/۲	۰/۰۲	۴/۴	۱/۳۵
	۰/۴۵	۱/۱	۰/۴۶		۰/۷		۵/۳	۱/۵۷



شکل ۱. شمایی از (الف) مجموعه نمونه عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی شده متشکل از (ب) سطح مورد آزمایش و (ج) سطح شیار دار که با پیچ و مهره به هم وصل شده‌اند، پیکان محل استقرار ترموکوپل را نمایش می‌دهد.



شکل ۲. طرح شمایی از سیستم نیتروژن دهی پلاسمایی موجود در دانشگاه صنعتی امیرکبیر.

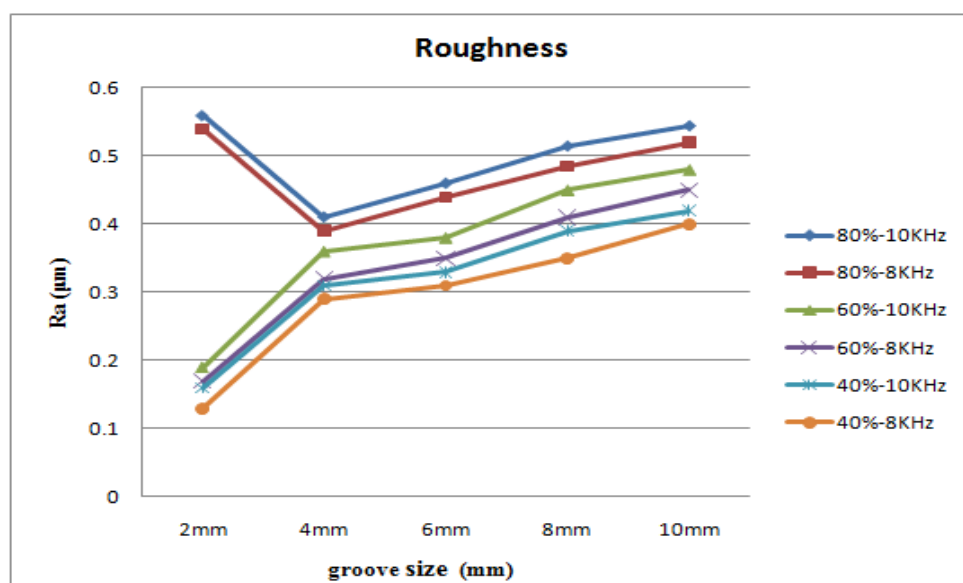
نتایج و بحث

می‌دهد. مشاهده می‌شود که مقدار زبری سطح در شیاری با ضخامت ۴ mm، در چرخه کاری ۸۰٪ و ۴۰٪ به ترتیب μm (۰/۳۹-۰/۴۱) و μm (۰/۲۹-۰/۳۱) است.

شکل (۳) نتایج زبری سطوح را بر حسب تغییر شیارها در شرایط مختلف عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی نمایش

به $0.54 \mu\text{m}$ افزایش می‌یابد. مقدار زبری برای چرخه کاری ۶۰٪ و ۸۰٪ نسبتاً بالا و برای ۴۰٪ نسبتاً پایین است. بر طبق گزارش‌ها افزایش اتم‌های طبیعی و مولکول‌های پایدار نیتروژن سبب تشدید بمباران یونی، نفوذ سریع نیتروژن و کندوپاش می‌شود. در نتیجه با افزایش فرکانس و چرخه کاری، زبری سطوح افزایش می‌یابد [۷، ۱۰]. همان‌گونه که در شکل (۴) مشاهده می‌شود با افزایش ضخامت شیپار از ۴ به ۱۰ میلی متر سختی سطح شیپار از ۱۱۶۰-۱۲۴۰ ویکرز به ۱۲۸۰-۱۳۳۰ ویکرز افزایش می‌یابد. از آنجایی که غلظت نیتروژن درون شیپار با ضخامت ۱۰ میلی متر، بیشتر است در نتیجه مقدار نیتريد های تشکیل شده بیشتر شده و این امر موجب افزایش سختی سطح در ضخامت ۱۰ میلی متر می‌شود. با توجه به نتایج بدست آمده سختی سطح در نمونه نیتروژن دهی شده با ضخامت شیپار ۲ میلی متر و با چرخه کاری ۸۰٪ کمترین مقدار سختی (۹۱۰ ویکرز) را نمایش می‌دهد.

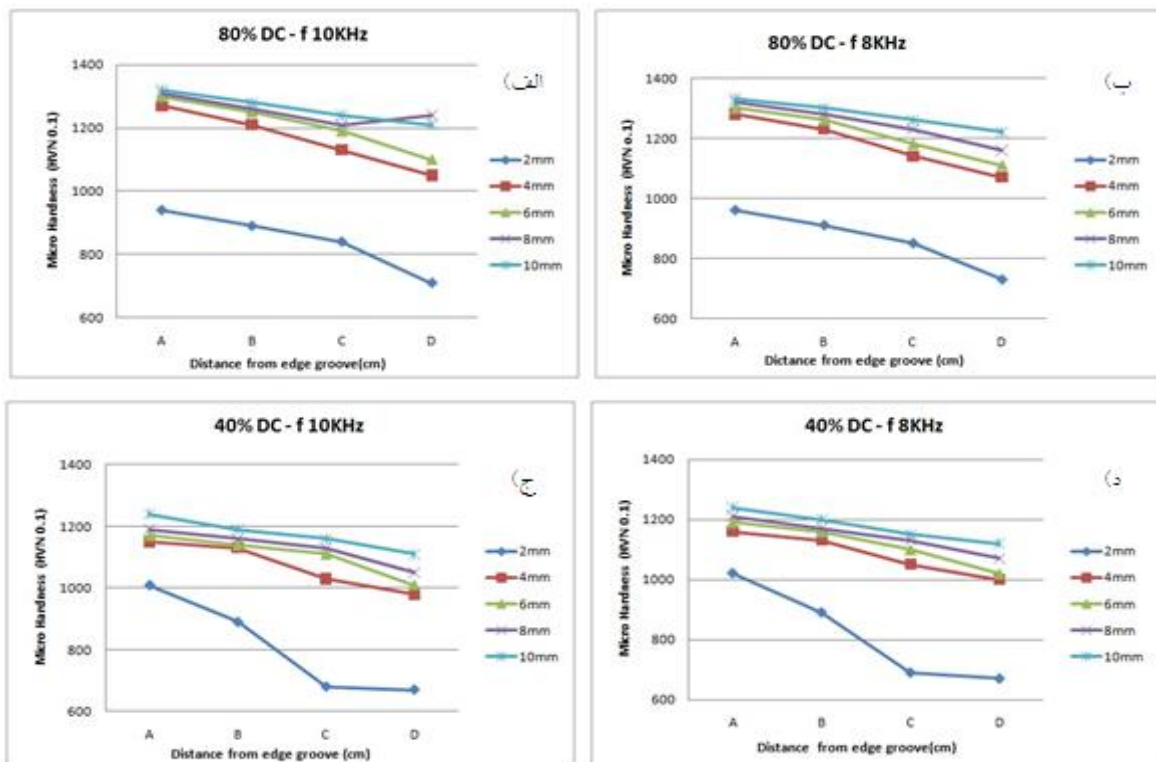
همچنین در شیپاری با ضخامت ۱۰ mm در چرخه کاری ۸۰٪ و ۴۰٪ به ترتیب برابر $0.52-0.54 \mu\text{m}$ و $0.4-0.42 \mu\text{m}$ است. با افزایش ضخامت شیپار از ۴ به ۱۰ میلی متر زبری سطح نمونه افزایش پیدا می‌کند. دلیل آن می‌تواند حضور بیشتر یون‌های نیتروژن و در نتیجه کندوپاش بیشتر سطح نمونه‌ها باشد. همچنین با حضور بیشتر نیتروژن، ذرات نیتريدی گل کلمی شکل بزرگ‌تر و زبری سطح آن بیشتر می‌شود [۱۱]. نکته قابل توجه، در زبری سطح نمونه با چرخه کاری ۸۰٪ و ضخامت شیپار ۲ میلی متر دیده می‌شود که مقدار زبری سطح این نمونه در دما 500°C و فرکانس ۸ kHz برابر $0.56 \mu\text{m}$ (بیشترین مقدار زبری) است. دلیل آن می‌تواند بیش گرمایش نمونه در اثر پدیده کاتد تو خالی باشد. بدلیل کوچک بودن ضخامت شیپار، پلازما در دو طرف شیپار هم پوشانی کرده و باعث گیر افتادن الکترون‌ها و یونیزاسیون بیشتر می‌شود. در نتیجه کندوپاش سطح بیشتر و زبری سطح افزایش می‌یابد. همچنین مشاهده می‌شود که زبری سطح با افزایش چرخه کاری از ۴۰٪ به ۸۰٪ در نمونه با ضخامت شیپار ۱۰ mm و فرکانس ۱۰ kHz از $0.42 \mu\text{m}$



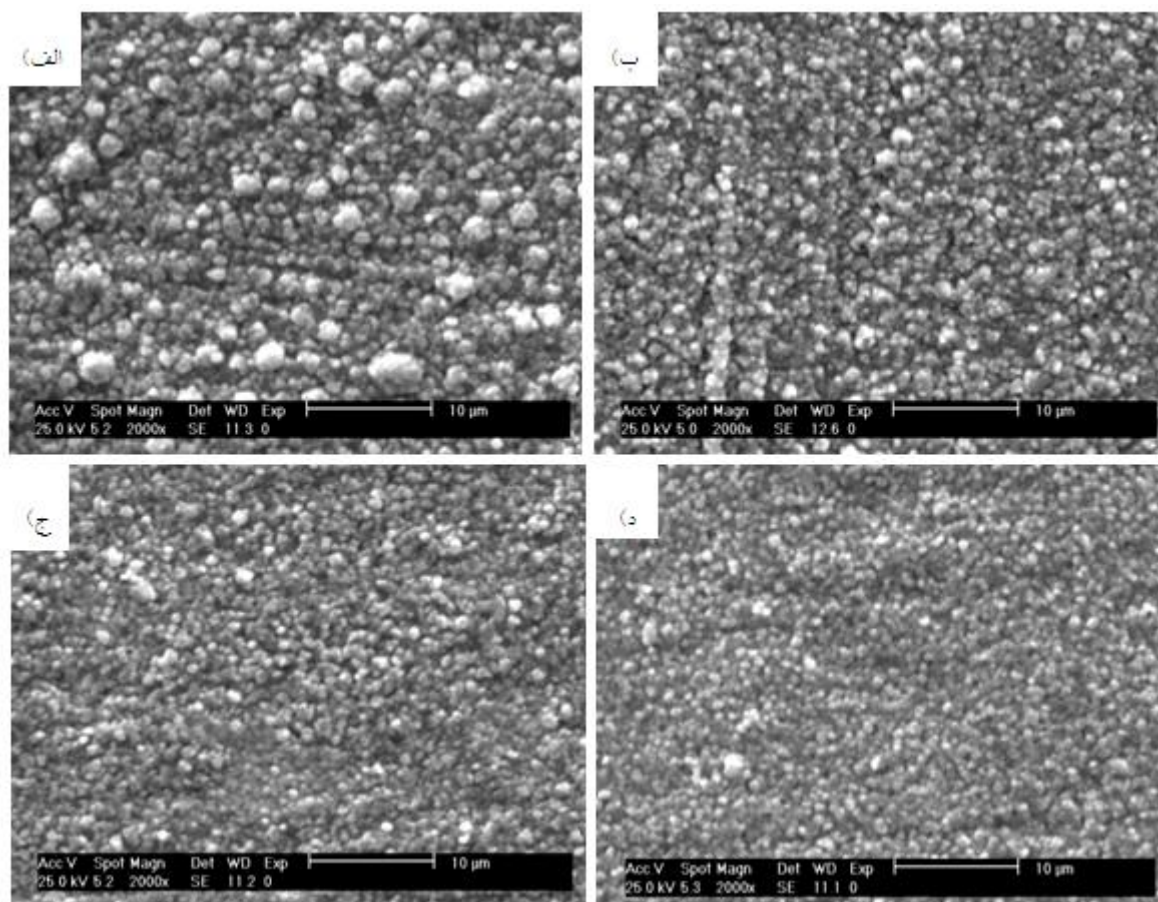
شکل ۳. نتایج زبری سنجی منطقه A نمونه‌های عملیات شده.

شده و ضریب نفوذ به دلیل این که با افزایش چرخه کاری انرژی یون‌ها و فعالیت آن‌ها بیشتر شده و ضریب نفوذ نیتروژن افزایش پیدا می‌کند. هم چنین با افزایش ضریب نفوذ، نیتروژن تا عمق بیشتری از سطح نفوذ کرده و باعث شده نیتريد آهن و عناصر آلیاژی بیشتری تشکیل شود و موجب زیاد شدن سختی می‌شود، لذا با افزایش فرکانس سختی سطوح به طور ناچیزی کاهش می‌یابد [۶]. همچنین سختی در مناطق نزدیک لبه بیشتر است علت آن نفوذ بیشتر نیتروژن به سطح قطعه در لبه نمونه است. چون در نزدیکی لبه نسبت سطح به حجمی که در معرض پلازما بوده بیشتر می‌باشد و باعث شده نیتروژن بیشتری به سطح نفوذ کند. همچنین سختی به ترتیب از A تا D کاهش می‌یابد. این نشان دهنده این است که نفوذ نیتروژن به درون شیار از لبه به ته شیار کاهش می‌یابد.

ضخامت ۱۰ میلی متر می‌شود. با توجه به نتایج بدست آمده سختی سطح در نمونه نیتروژن دهی شده با ضخامت شیار ۲ میلی متر و با چرخه کاری ۸۰٪ کمترین مقدار سختی (۹۱۰ ویکرز) را نمایش می‌دهد. علت این امر را می‌توان به اثر پدیده کاتد توخالی نسبت داد همان طور که گفته شد سطح این نمونه بیش گرم شده که باعث رشد ناگهانی ذرات نیتريدی و در نتیجه کاهش سختی می‌شود [۱۲،۱۰]. همچنین مشاهده می‌شود که با افزایش چرخه کاری از ۴۰٪ به ۸۰٪ سختی نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده با ضخامت شیار ۱۰ mm (بزرگ‌ترین شیار) از ۱۲۴۰ به ۱۳۳۰ ویکرز افزایش می‌یابد. در سایر ضخامت‌های شیار به جز ضخامت شیار ۲ mm با افزایش چرخه کاری سختی سطح افزایش می‌یابد. به دلیل این که با افزایش چرخه کاری انرژی یون‌ها و فعالیت آن‌ها بیشتر



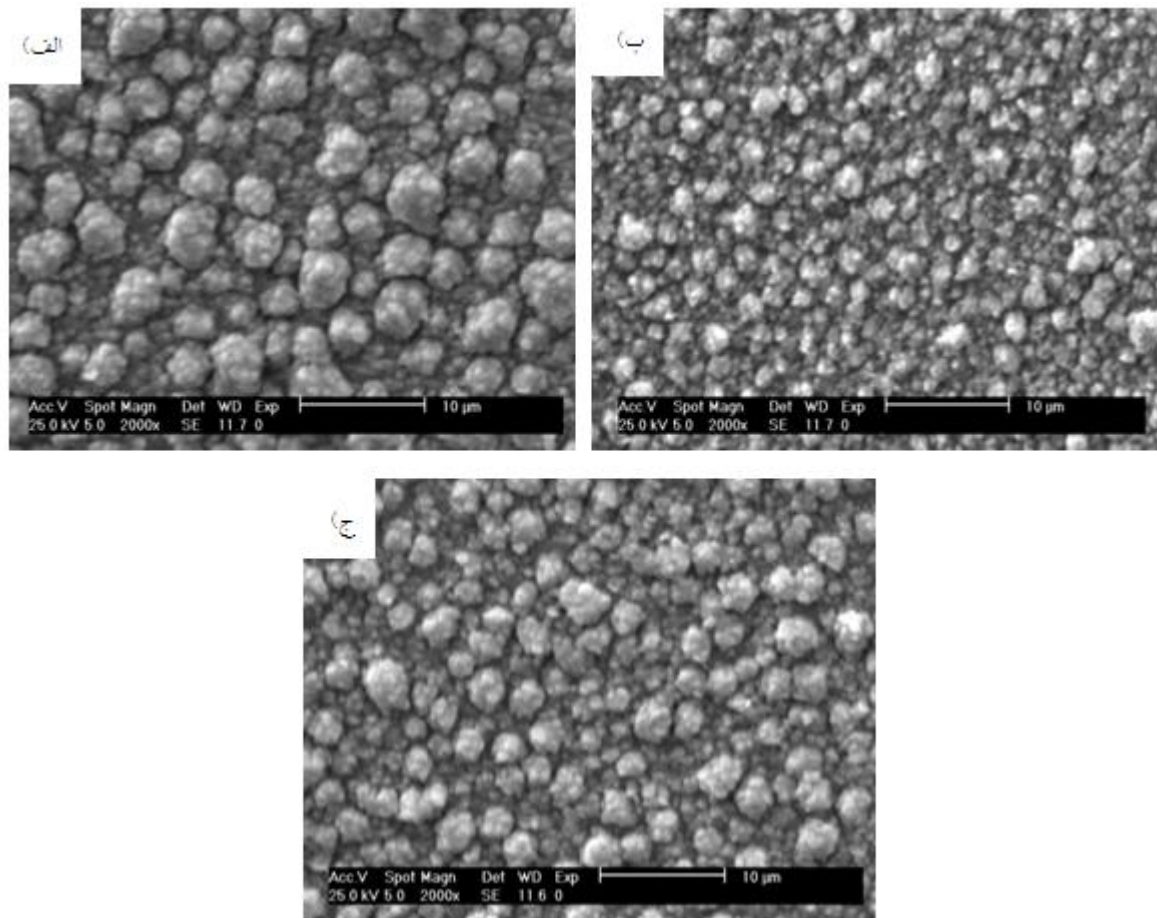
شکل ۴. پروفیل ریز سختی نمونه های عملیات شده از دهانه ورودی شیار تا ته شیار تحت شرایط الف) DC ۸۰٪- فرکانس ۱۰ KHz، ب) DC ۸۰٪- فرکانس ۸ KHz، ج) DC ۴۰٪- فرکانس ۱۰ KHz، د) DC ۴۰٪- فرکانس ۸ KHz



شکل ۵. تصاویر SEM با بزرگنمایی ۲۰۰۰ از منطقه A نمونه های عملیات شده با ضخامت ۴ میلی متر (الف) DC ۸۰٪- فرکانس ۱۰ KHz، (ب) DC ۸۰٪- فرکانس ۸ KHz (ج) DC ۴۰٪- فرکانس ۱۰ KHz، (د) DC ۴۰٪- فرکانس ۸ KHz.

همچنین با کاهش آن سطح هموار تر و ذرات نیتريدی کوچک تر می شود. با افزایش فرکانس نیز بمباران سطحی توسط نیتروژن یونیزه شده بیشتر شده و سطح ناهموار و غیر یکنواخت تر می شود. تأثیر فرکانس روی اندازه ذرات از چرخه کاری کمتر است [۶]. شکل (۶) تصاویر SEM گرفته شده از سطوح نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده با شیار های ۲، ۶ و ۱۰ میلی متر را نمایش می دهد. با افزایش ضخامت شیار، اندازه دانه های گل کلمی شکل افزایش پیدا می کند. این امر می تواند به دلیل حضور بیشتر نیتروژن در نمونه ای با اندازه شیار بزرگ تر باشد.

در شکل های (۵) و (۶) می توان مشاهده کرد که سطح نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده بوسیله ذرات گل کلمی شکل پوشیده شده است. این مورفولوژی قبلاً توسط محققان [۱۳] و [۱۴] گزارش شده است. آن ها مشخص کردند که ذرات گل کلمی شکل بوجود آمده در روش نیتروژن دهی پلاسمایی ناشی از کندوپاش و باز رسوب اتم های سطح در طی این فرآیند است. در شکل (۵) با توجه به تصاویر SEM که از سطح نمونه ها از منطقه A گرفته شده اندازه ذرات نیتريدی گل کلمی شکل در نمونه عملیات شده با چرخه کاری ۸۰٪ از همه درشت تر و در چرخه کاری ۴۰٪ از همه کوچک تر است. پس می توان فهمید که با افزایش چرخه کاری ذرات نیتريدی درشت تر، سطح فلز نا هموارتر و زبرتر می شود.



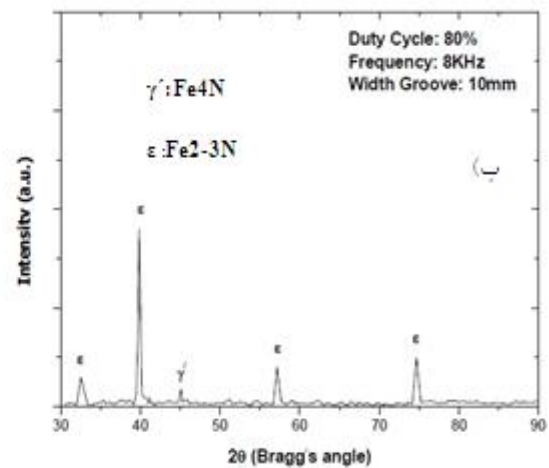
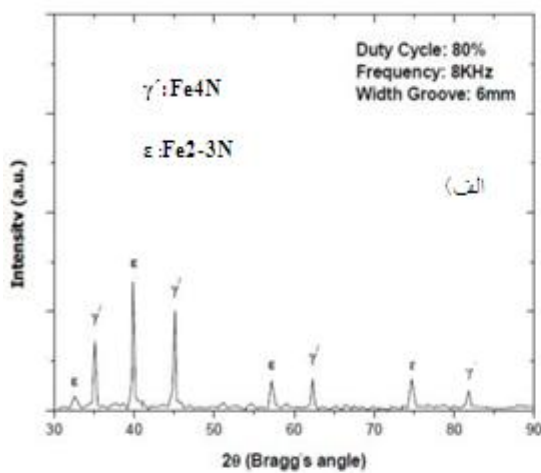
شکل ۶. تصاویر SEM با بزرگنمایی ۲۰۰۰ از منطقه A نمونه های عملیات شده تحت چرخه کاری ۸۰٪- فرکانس ۸ KHz با ضخامت الف) mm ۰.۲، ب) ۶ mm و ج) ۱.۰ mm.

ε فاز غنی از نیتروژن افزایش پیدا می کند و همچنین فاز γ' کاهش می یابد. این امر می تواند به دلیل افزایش حضور نیتروژن در شیار، با افزایش ضخامت شیارها باشد. به دلیل اینکه افزایش نیتروژن سبب تشکیل فاز غنی از نیتروژن ε می شود. همچنین با افزایش ضخامت شیار شدت کندوپاش سطح بیش تر می شود [۶]. شکل (۸) نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای ۵۰۰ °C، فرکانس ۸ kHz و در چرخه های کاری ۴۰٪ و ۸۰٪ را نمایش می دهد. همان طور که مشاهده می شود با افزایش چرخه کاری فاز غنی از نیتروژن ε کاهش پیدا کرده و در عوض فاز γ' افزایش یافته به دلیل اینکه افزایش چرخه کاری باعث افزایش بمباران یونی و کندوپاش بیشتر سطح توسط اتم های نیتروژن می شود. همچنین کربن به تشکیل فاز نیتريدی ε کمک می کند. در چرخه کاری ۴۰٪ نفوذ

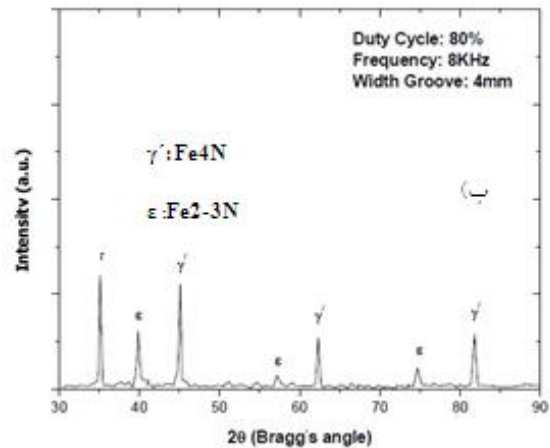
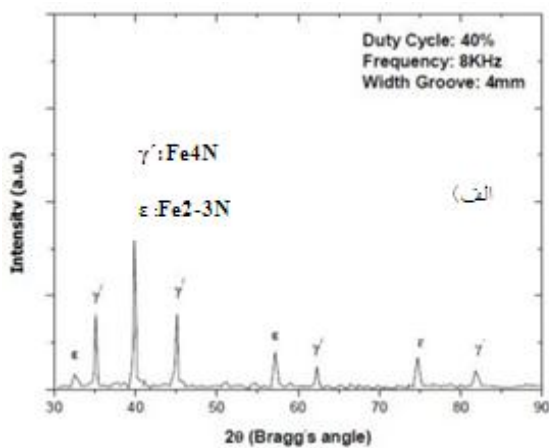
یک پدیده قابل توجه در نمونه ای با چرخه کاری ۸۰٪ و ضخامت شیار ۲ میلی متر اتفاق می افتد. این پدیده باعث می شود که اندازه ذرات نیتريدی گل کلمی شکل در شیار با ضخامت ۲ میلی متر درشت تر و بزرگ تر از شیارهایی با ضخامت های ۶ و ۱۰ میلی متر در چرخه کاری ۸۰٪ شود. دلیل آن می تواند بیش گرمایش نمونه ها در اثر پدیده کاتد توخالی باشد. به دلیل کوچک بودن ضخامت شیار، پلاسمای در دو طرف شیار هم پوشانی کرده و باعث گیر افتادن الکترون ها و یونیزاسیون بیشتر نمونه ها می شود [۱۱]. شکل (۷) نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی شده در دمای ۵۰۰ °C، فرکانس ۸ kHz، چرخه کاری ۸۰٪ را در شیارهایی با ضخامت های ۶ و ۱۰ میلی متر را نمایش می دهد. در همه نمونه ها فازهای ε و γ' تشکیل می شود. با افزایش ضخامت شیار مقدار فاز

شکل (۹) نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی شده در دمای 500°C ، چرخه کاری ۶۰٪ و با ضخامت شیار ۴ mm را در فرکانس های ۸ و ۱۰ kHz نمایش می دهد. با مشاهده آن می توان پی برد که فرکانس تأثیری بر تغییرات فازها ندارد [۱۶].

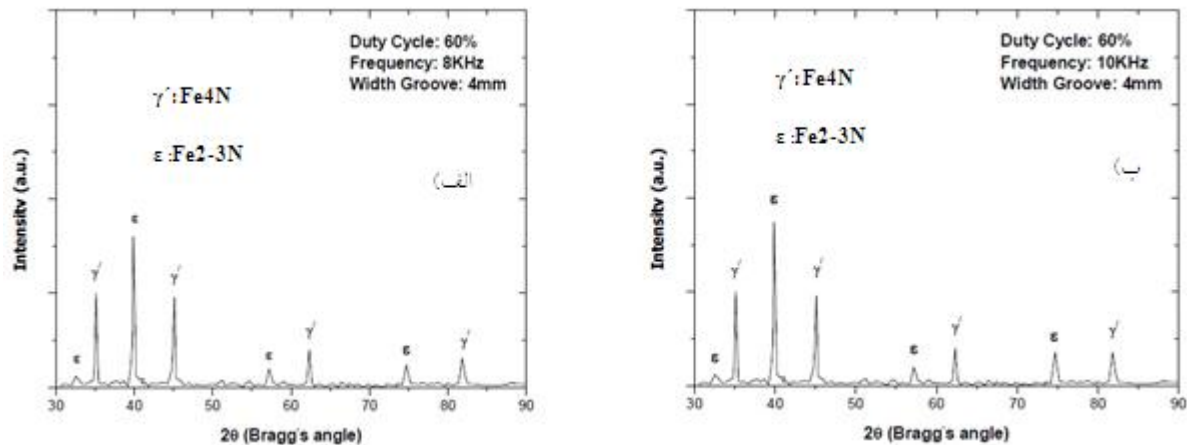
کربن در فولاد کمتر است. دگرپوره شدن سطح کمتر اتفاق می افتد و کربن به میزان کافی برای تشکیل ϵ وجود دارد. در چرخه کاری ۸۰٪ دگرپوره شدن قابل توجهی در سطح اتفاق می افتد که منجر به کاهش کربن سطح می شود. بنابراین فاز γ' بیشتری در سطح تشکیل می شود و فاز ϵ کاهش می یابد [۱۵،۶].



شکل ۷. نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی شده در چرخه کاری ۸۰٪، فرکانس ۸ KHz و شیار های با ضخامت الف) ۶ mm و ب) ۱۰ mm.



شکل ۸. نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی شده در فرکانس ۸ KHz با ضخامت شیار ۴ میلی متر در چرخه کاری الف) ۴۰٪ و ب) ۸۰٪.



شکل ۹. نتایج XRD نمونه های نیتروژن دهی شده در چرخه کاری ۶۰٪ با ضخامت شیار ۴ میلی متر در فرکانس الف) ۸ KHz و ب) ۱۰ KHz.

نتیجه گیری

غلظت نیتروژن درون شیارها و درصد نیتrideهای تشکیل شده نیز بیشتر می شود که موجب افزایش سختی سطح می شود.

(۴) نقاطی از سطح شیار که به لبه نزدیک تر هستند، سختی بالاتری دارند. زیرا در این قسمت نیتروژن از دو جهت (سطح بالای شیار و سطح داخلی شیار) به قطعه نفوذ می کند. بنابراین با افزایش درصد نیتروژن نفوذ کرده، درصد نیتريد تشکیل شده بیشتر شده و در نتیجه سختی زیاد می شود.

(۵) در سطح کلیه نمونه ها فازهای γ' : Fe₄N و ϵ : Fe₂₋₃N تشکیل می شود که با افزایش ضخامت و کاهش چرخه کاری نسبت ϵ به γ' افزایش می یابد. ولی افزایش فرکانس تأثیرات قابل توجهی بر مقدار فازهای تشکیل شده ندارد.

(۱) زبری سطح با افزایش چرخه کاری از ۴۰٪ به ۸۰٪ در بزرگترین شیار از حدود $0.42 \mu\text{m}$ به $0.54 \mu\text{m}$ افزایش می یابد. در واقع در تمام شیارها با افزایش چرخه کاری و فرکانس زبری سطوح عملیات شده به دلیل کندوپاش بیشتر سطح و درشت شدن رسوبات تشکیل شده بیشتر می شود.

(۲) در روش نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی زبری سطح نمونه‌ی با ضخامت شیار ۲ mm و چرخه کاری ۸۰٪ بیشترین مقدار $0.52-0.54 \mu\text{m}$ و سختی آن کمترین مقدار (۹۴۰-۹۶۰) ویکرز است. زیرا پدیده کاتد توخالی باعث بیش گرم شدن نمونه و درشت شدن ناگهانی ذرات و هم چنین افت سختی به دلیل بزرگ شدن رسوبات نیتريدی می شود.

(۳) سختی سطوح با افزایش چرخه کاری از ۴۰٪ به ۸۰٪ از ۹۶۰ به ۱۳۳۰ ویکرز افزایش می یابد زیرا

منابع

1. L.O. Rodrigo, O.P. Heloise, S. Vanessa, J.R. Israel, A.C. Silvia, A. Fernando, S. DE. Souza, A. Spinelli and A. Carlos, *Microstructure and corrosion behaviour of pulsed plasma-nitrided AISI H13 tool steel*, Corrosion Science, 52 . (2010) 3139-3133.
2. M. Olzon-Dionysio, M. Campos and M. Kapp, S.DE. Souza, *Influences of plasma nitriding edge effect on properties of 316 L stainless steel*, Surface and Coatings Technology, 204 (2010) 3628-3623.
3. E.A. Ochoa, D. Wisnivesky, T. Minea, M. Ganciu, C. Tauziede, P. Chapon and F. Alvarez, *Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma nitriding in steel gear*, Surface & Coatings Technology, 1203(2009)1457-1461.
4. S.Y. Sirin, K. Sirin and E. Kaluc, *Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 434 steel*, Material Characterization, 59(2008)351-358.
5. F. Ashrafizade, *Influence of Plasma and gaz nitriding on fatigue resistance of plain carbon steel*, Surface and Coatings Technology, 173-174 (2003) 1196-1200.
6. B.Y. Jeong and M.H. Kim, *Effect of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel*, Surface and Coatings Technology, 137(2001)249-254.
7. G.H. Jeong, M.S. Hwang, Y. Jeong, M. Hokim and C. Lee, *Effect of the duty factor on the surface characteristics of the plasma nitride and diamond-like carbon coated high-speed steel*, Surface and Coatings Technology, 124(2000)222-227.
8. G. Nayal, DB. Lewis, M. Lembke and E. Cockremje, *Influence of sample geometry on the effect of pulse plasma nitriding of M2 steel*, Surface and Coatings Technology, 57(1999)147.
9. CZ. Li and T. Bell, *Principals mechanisms and applications of active screen plasma nitriding*, Heat Treatment of Metal, 30(2003)1-7.
10. L. Shen, L. Wang and J. Xu, *Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel assisted with hollow cathode effect*, Surface & Coatings Technology,(2012).
11. Z. Soltani Asadi, F. Mahboubi, *Effect of component geometry on the plasma nitriding behavior of AISI ۳۳۴۰*, Materials and Design, 49(2011)1-6.
12. SH. Ahangarani, F. Mahboubi and AR. Sabour, *Effect of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel*, Vacuum, 1032(2006)1-7.
13. C. Zaho, CX. Li, H. Dong and T. Bell, *Study on the active screen plasma nitriding and it is nitriding mechanism*, Surface and Coatings Technology, 201(2006)15-20.
14. SH. Ahangarani, AR. Sabour and F. mahboubi, *Surface modification of 30Cr Ni Mo low-alloy steel by active screen step and conventional plasma nitriding methods*, Surface and Coatings Technology, 254(2007)27-35.
15. F. Mahboubi and K. Abdolvahabi, *The effect of temperature on plasma nitriding behavior of DIN 1.6959 low alloy steel*, Vacuum, 81(2006)239-243.
16. C. Alves, J.A. Rodrigues and A.E. Martinelli, *The effect of pulse width on the microstructure of d.c-plasma-nitrided layers*, Surface and Coatings Technology, 17(1999) 112-122.