

مشخصه های سطحی نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰

فرخ طاهرخانی و فرزاد محبوی

دانشکده معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

چکیده

این مقاله به تأثیر مشخصه های سطحی نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال بر فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ می پردازد. در این پژوهش عملیات نیتروژن دهی در دماهای ۵۲۰، ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد و ترکیب گاز نیتروژن و هیدروژن (N_2/H_2) با نسبتهای ۳:۱ و ۱:۳ در زمان ثابت عملیات به مدت ۵ ساعت انجام شد. کلیه نمونه های عملیات شده به کمک آزمایش های متالوگرافی، XRD، ریز سختی سنجی و SEM مورد بررسی قرار گرفتند. آنالیز تفرق پرتو ایکس تشکیل فازهای γ' - Fe_4N و ε - $Fe_{2-3}N$ -را طی فرآیند نیتروژن دهی نشان داد. نتایج به دست آمده نشان می دهند که ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما و درصد نیتروژن در ترکیب گاز ورودی زیاد می شود. همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ توری در حالت استفاده از درپوش مشبک، تأثیری روی ضخامت لایه ترکیبی ندارد و در حالت استفاده از درپوش ساده و در دمای ثابت، موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می شود. نتایج ریز سختی سنجی بیانگر افزایش سختی سطح با افزایش دما و همچنین درصد گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی است. همچنین مشخص گردید که مقادیر سختی سطحی بدست آمده در حالت استفاده از درپوش مشبک بیشتر از حالت استفاده از درپوش ساده است.

کلمات کلیدی: نیتروژن دهی پلاسمایی، روش توری فعال، فولاد کم آلیاژ، سخت کاری سطحی

Surface characterization of active screen plasma nitrided low alloy steel (DIN 1.6580)

F. Taherkhani and F. Mahboubi

Department of Mining , Metallurgy and Petroleum Eng., Amirkabir University of Technology

Abstract

This paper considers the effects of plasma nitriding parameters including screen hole size, top lid type (screen or iron plate), temperature and composition of the treatment gas, on the surface properties of DIN 1.6580 low-alloy steel. Nitriding was carried out at 520, 550 and 580°C for 5 hr in the gas mixture of (N_2/H_2); 3:1 and 1:3. The properties of nitrided specimens were assessed using metallographic techniques, XRD, Micro-hardness measurements, and SEM. X-ray diffraction analysis confirmed the formation of γ' - Fe_4N and ε - $Fe_{2-3}N$ during the nitriding process. The findings show that the thickness of the compound layer increases with the increase in the treatment temperature and nitrogen percentage in the gas mixture moreover increase in the screen hole size has no effect on the compound layer thickness in the screen top lid condition but that an increase in the screen hole size at the same temperature results in an increase in the thickness of the compound layer in the iron plate top lid condition. The results of micro-hardness measurements indicate that surface hardness increases with the increase in the temperature and nitrogen volume in the treatment gas. It was also found that hardness values obtained using screen top lid are relatively greater than those obtained using iron plate top lid.

Keywords: Plasma nitriding, Active screen method (ASPN), Low alloy steel, Surface hardening

E-mail of corresponding authors: taherkhani.f@tiau.ac.ir, mahboubi@aut.ac.ir

مقدمه

اساس روش کار عملیات ASPN همانند روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول است، با این تفاوت که در روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، با وصل شدن توری به قطب منفی و تشکیل پلاسما روی سطح توری نه روی سطح قطعه کار، وظیفه تولید اجزای فعال نیتریدی و همچنین گرم کردن نمونه ها که نسبت به کاتد در پتانسیل خشی قرار دارند، پعنه توری است [۴ و ۵]. تا کنون در مورد تأثیر پارامترهای مختلف روش توری فعال بر روی خواص لایه نیتروزه شده و بالاخص توضیح در مورد نحوه انتقال جرم و اندرکنش های انجام شونده بین یونهای نیتروژن و آهن در خلال انجام فرآیند تحقیقات زیادی صورت نگرفته و بیشتر به بیان خواص کلی سطحی پرداخته شده و نشان داده شده که نیتروژن دهی به روش توری فعال می تواند نتایج مشابهی با نیتروژن دهی پلاسمایی متداول داشته باشد و در عین حال مشکلات موجود در روش نیتروژن دهی متداول نظری آسیب ناشی از قوس سطحی، اثر لبه^۴ و همچنین اثر کاتد توخالی را برطرف نماید [۵ تا ۱۰]، لذا تحقیق حاضر کوششی جهت تبیین بیشتر این موارد و پارامترهای مؤثر بر روش مذبور است.

روش تحقیق

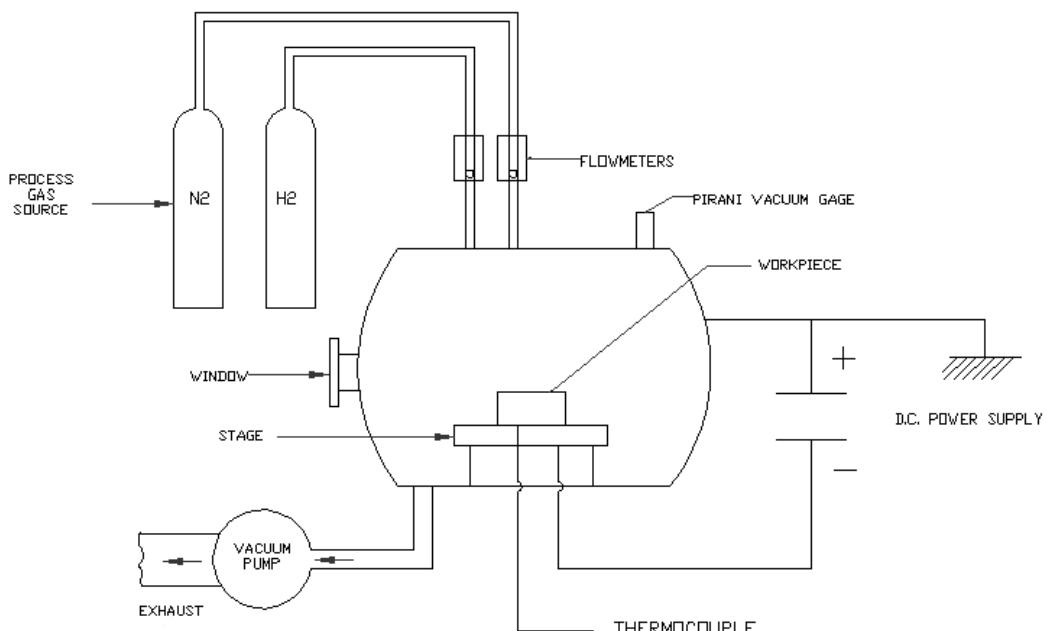
نمونه های دیسکی شکل به قطر ۲۰mm و ضخامت ۱۰mm از فولاد کم آلیاژ DIN ۱/۶۵۸۰ تهیه گردید. ترکیب شیمیایی فولاد مذبور بر حسب درصد وزنی عبارت است از: ۰/۳۴-۰/۲۶-C, ۰/۶-۰/۳-Cr, ۰/۵-Mn, ۰/۳-P, ۰/۳-Mo, ۰/۴-S, ۰/۳-۰/۴-Ni, ۰/۳-۰/۲-Si. سطح کلیه نمونه ها با استفاده از روش های استاندارد و معمول متالوگرافی به منظور ایجاد سطحی آینه ای برای انجام عملیات، سنباده زنی و پولیش گردید. جهت انجام عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی متداول که در

نیتروژن دهی پلاسمایی یکی از فرآیندهای اصلاح ساختار سطوح فلزات می باشد که موجب بهبود مقاومت سایشی، خوردگی و خستگی قطعات صنعتی شده و در نتیجه منجر به افزایش عمر و کارایی بهتر آنها می گردد. این فرآیند به عملیات نفوذی-ترموشیمیایی در یک محفظه خلا اطلاق می گردد که بیشتر جهت بهبود و افزایش سختی سطحی و عمق نفوذ مؤثر در قطعات فولادی بکار می رود [۲۱]. به عبارت دیگر این روش یکی از فرآیندهای مهم مهندسی سطح در بهبود سختی سطح و مقاومت به سایش انواع مختلف مواد مهندسی به ویژه فولادهای کم آلیاژ و فولادهای ابزار محسوب می گردد [۳]. عملیات نیتروژن دهی فولادها به طور سنتی هنوز هم توسط یکی از روش های گازی یا مایع انجام می پذیرد. اما استفاده از پلاسما در عملیات نیتروژن دهی با کنترل بهتر فلوهای سطحی تشکیل شونده و کیفیت بهتر سطوح قطعات، سبب کاهش مصرف گاز، کاهش انرژی مصرفی و همینطور کاهش خطرات زیست محیطی می گردد. در حال حاضر نیتروژن دهی پلاسمایی متداول بیشترین استفاده را در نیتروژن دهی فولادها دارد. با وجود تمام مزایایی که روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول نسبت به روش های سنتی نیتروژن دهی دارد مشکلاتی همانند نگهداری و حفظ یکنواخت و ثابت دما در محفظه و روی قطعات، محدودیت انجام عملیات روی قطعات با اشکال پیچیده، ایجاد لایه غیر یکنواخت در سطح قطعه، خطر آسیب قوس و پدیده کاتد توخالی^۱ در طی انجام فرآیند دیده می شود. تلاش هایی که به منظور برطرف کردن معایب این روش صورت گرفته، ضمن اینکه منجر به توسعه روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول و ابداع روش نیتروژن دهی پلاسمایی با توری فعال (ASPN)^۲ یا TC^۳ شده است، پیشرفت های زیادی را نیز در این زمینه ارایه نموده است.

¹ Hollow Cathode Effect² Active Screen Plasma Nitriding³ Through Cage

ترموکوپلی از نوع K که در مرکز سکوی نمونه ها متصل شده بود، اندازه گیری گردید. شرایط انجام آزمایش در ماهای ۵۰، ۵۵ و ۵۸ درجه سانتیگراد به مدت ۵ ساعت و در فشار محفظه ۵۰۰ Pa انجام پذیرفت. ترکیب گاز ورودی شامل ۷۵% N₂ - ۲۵% H₂ و ۷۵% N₂ - ۲۵% H₂ بود.

دانشگاه صنعتی امیرکبیر طراحی و ساخته شده (شکل ۱) و همچنین از توری نیتروژن دهی که در مقیاس آزمایشگاهی تهیه گردیده، استفاده شد (شکل ۲). برای ایجاد پلاسما و تخلیه تابان، یک منبع تغذیه DC با توان ۵ kW به کار گرفته شد.



شکل ۱. طرح شماتیک از سیستم نیتروژن دهی پلاسمایی موجود در دانشگاه صنعتی امیرکبیر

بعد از انجام آزمایش، نمونه های عملیات شده به منظور آماده سازی برای عملیات متالوگرافی از وسط برش داده شدند. سپس نمونه های برش خورده به منظور انجام آبکاری نیکل به جهت محافظت از لایه سطحی ایجاد شده و جلوگیری از خراب شدن سطوح عملیات شده در حین متالوگرافی در حمام واتس^۱ قرار داده شدند. سپس سطوح برش خورده و آبکاری شده طبق روش های معمول متالوگرافی، سریفاده زنی و پولیش گردیدند.

محلول اج مورد استفاده برای اج کردن سطح نمونه ها محلول نایتال ۲٪ بود. آنالیز تفرق اشعه ایکس جهت تشخیص فازهای تشکیل شده در لایه های نیتریدی Philips، توسط دستگاه پراش سنج فیلیپس (Xpert Cu-k_α (1.540 Å =

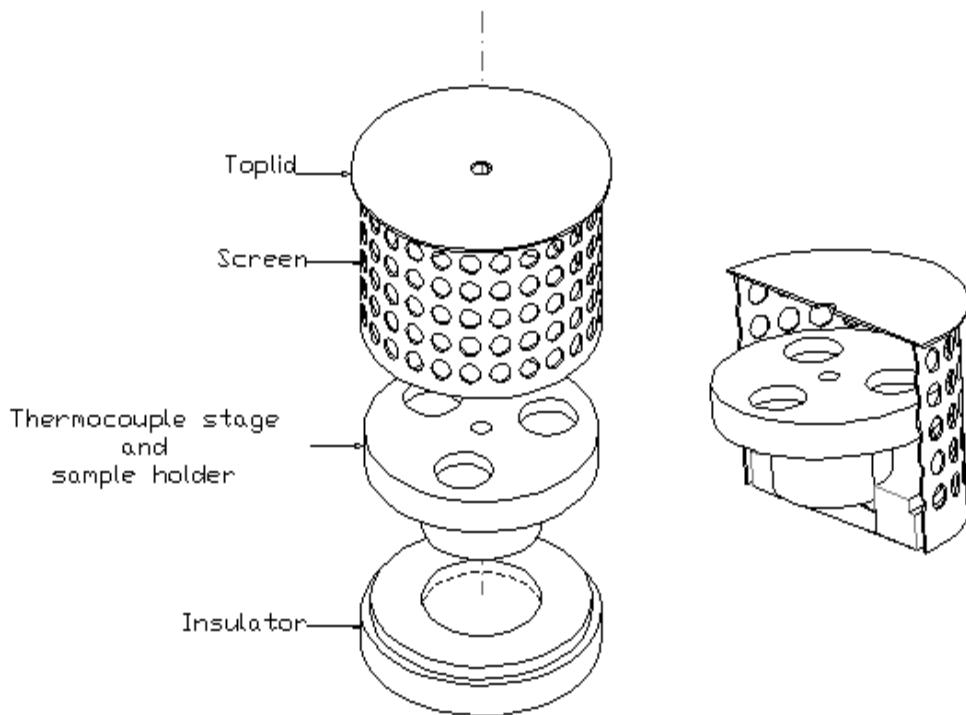
برای عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال، ورقه های مشبک از جنس فولاد س اد کربنی به ضخامت ۰/۸ میلی متر که حاوی سوراخ هایی با توزیع یکنواخت به قطر ۶ و ۸ میلی متر بود، استوانه های مشبکی با ارتفاع ۵۰ میلی متر و قطر ۷۰ میلی متر به عنوان توری تهیه شد. در پوش مورد استفاده در این پژوهش قابل تعویض و به دو صورت مشبک و ورق بدون سوراخ تهیه گردید. نمونه ها بر روی میز کار که یک عایق سرامیکی آنرا از پتانسیل منفی (کاتد) جدا می کند قرار داده شدند (شکل ۲).

سپس توری ساخته شده پس از چربی زدایی و اسید شویی در محلول فروکیلین و خشک کردن، روی سکوی عملیات موجود در محفظه قرار گرفت. فاصله در پوش از سطح نمونه ها ۱۲ میلی متر و فاصله نزدیک ترین قسمت لبه نمونه تا دیواره توری حدوداً ۱۰ میلی متر بود. دمای کار به وسیله

^۱ Watts Bath

مطابق نتایج آزمایش‌های تفرق اشعه ایکس (XRD)، لایه ترکیبی سطحی تشکیل شده در نمونه‌های نیتروره شده به روش توری فعال متتشکل از فازهای نیترید آهن $\text{Fe}_4\text{N}^{\gamma'}$ و $\text{Fe}_{2-3}\text{N}^{\epsilon}$ می‌باشد، اگرچه شدت نسبی پیک دو فاز یاد شده در نمونه‌های گوناگون عملیات شده تحت شرایط مختلف متفاوت می‌باشد. شکل ۳ نشان می‌دهد که با افزایش دما و قطر سوراخ‌های توری شدت پیک فاز نیترید آهن ϵ در لایه نیتروره سطحی افزایش می‌یابد.

با زاویه رویش 2θ از 40° تا 100° انجام پذیرفت. نتایج ریز سختی سنجی به منظور مقایسه سختی سطوح نمونه‌های عملیات شده، به کمک دستگاه ریز سختی سنج ویکرز با بار ۱۰ گرم و ثبت عدد سختی بصورت میانگین از انجام حداقل پنج بار تست سختی سنجی به دست آمد. بررسی و مشاهده ساختارهای تشکیل شده روی سطوح نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری از نوع Olympus و میکروسکوپ الکترونی رویشی (Philips- XL30) انجام گردید.



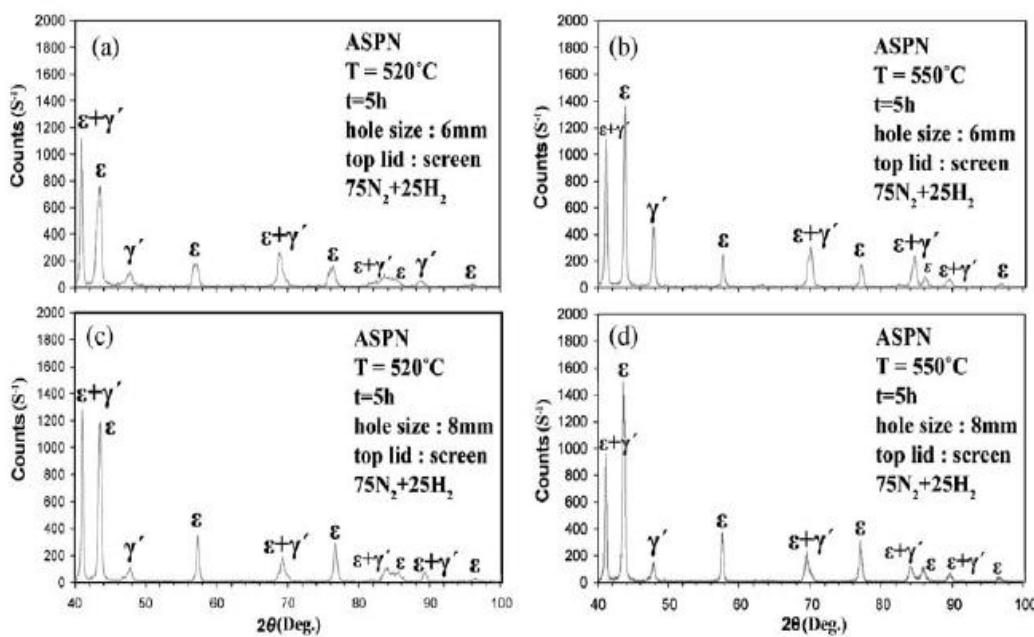
شکل ۲. نمایی از تجهیزات توری، درپوش و پایه مورد استفاده در این پژوهش

یافته‌ها

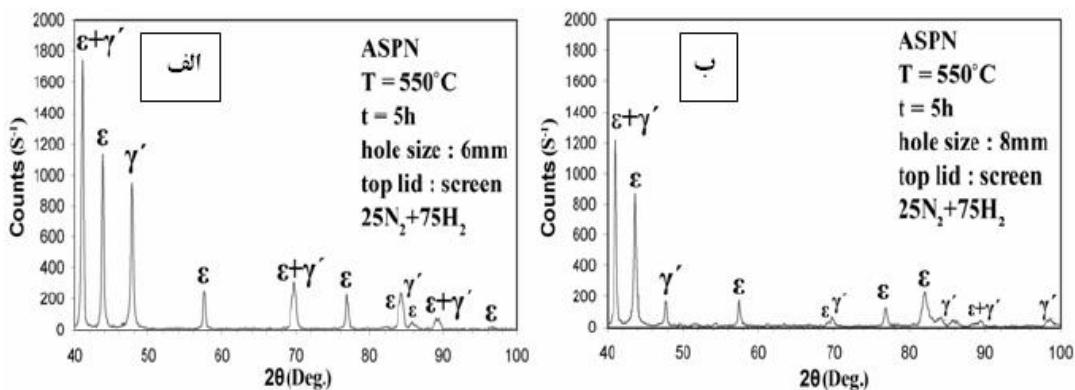
در مقابل شکل ۴ نشان می‌دهد که شدت پیک هر دو فاز $\text{Fe}_4\text{N}^{\gamma'}$ و $\text{Fe}_{2-3}\text{N}^{\epsilon}$ با کاهش اندازه قطر سوراخ توری کاهش می‌یابد.

شکل‌های ۳ و ۴ نشان می‌دهند که در فرآیند ASPN مستقل از ترکیب گاز عملیات و قطر سوراخ‌های توری، در صورت استفاده از درپوش مشبک و افزایش درصد نیتروژن در گاز ورودی، فاز نیترید آهن γ' مقدار بسیار کمتری داشته و لایه ترکیبی بیشتر تمایل به تشکیل فاز ϵ دارد.

شکل ۳ (الف تا د) نتایج آنالیز XRD از نمونه‌های نیتروره شده به طریق توری فعال را در شرایط مختلف دمایی و مخلوط گازی H_2-75N_2 ٪-٪۲۵، برای توری‌های با قطر ۶ و ۸ میلی‌متر با درپوش مشبک را نشان می‌دهد. شکل ۴ نیز آنالیز XRD نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دمای 550°C ، برای توری‌های با قطر ۶ (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش مشبک برای ترکیب گاز H_2-75N_2 ٪-٪۲۵ را نشان می‌دهد.



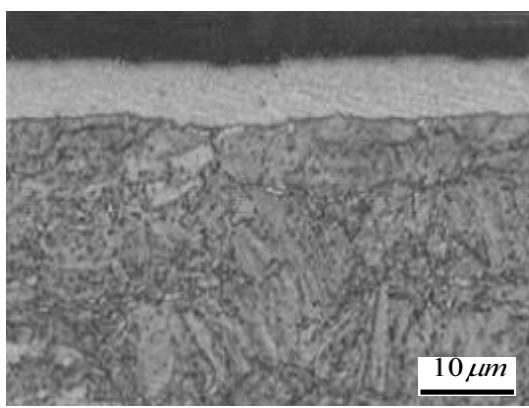
شکل ۳. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در دماهای ۵۲۰ درجه سانتیگراد (ب، د) برای توری‌های با قطر ۶ (الف، ب) و ۸ میلی‌متر (ج و د) و با درپوش مشبک، برای مخلوط ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی



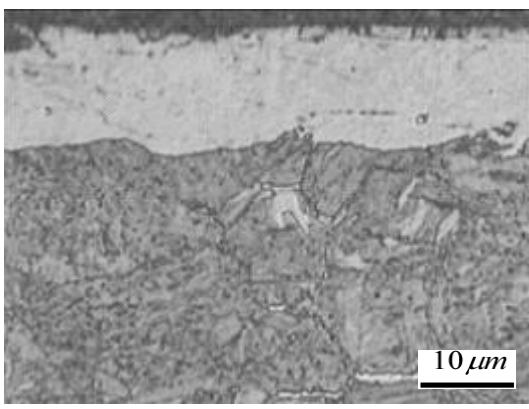
شکل ۴. نتایج آنالیز تفرق اشعه ایکس نمونه‌های عملیات شده به طریق توری فعال در ۵۵۰ درجه سانتیگراد برای توری‌های با قطر ۶ میلی‌متر (الف) و ۸ میلی‌متر (ب)، با درپوش مشبک برای مخلوط ۲۵٪ نیتروژن در گاز ورودی

با مقایسه شکل‌های ۵ و ۶ مشخص می‌گردد که در یک دمای ثابت، سیستم توری با درپوش مشبک، لایه ترکیبی ضخیم‌تری نسبت به سیستم توری با درپوش ساده ایجاد می‌کند. با مشاهده شکل ۶ دیده می‌شود که در صورت استفاده از درپوش ساده ضخامت لایه ترکیبی در یک دمای ثابت با افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری، زیاد می‌گردد، شکل‌های (۷-الف) و (۷-ب) نشان می‌دهند که افزایش درصد نیتروژن در ترکیب گاز ورودی موجب افزایش

شکل‌های ۵ تا ۷ تصاویر میکروسکوپ نوری و الکترونی رویشی (SEM) گرفته شده از نمونه‌های نیتروره شده تحت شرایط مختلف عملیاتی و پارامترهای مربوط به سیستم توری را نشان می‌دهند. با توجه به شکل (۵-ب) و (۵-ج) مشاهده می‌گردد که در شرایط یکسان، ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما، زیاد می‌گردد و در یک دمای ثابت، افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری استوانه تأثیری ناچیز روی ضخامت لایه ترکیبی دارد، شکل (۵-الف) و (۵-ب).



الف



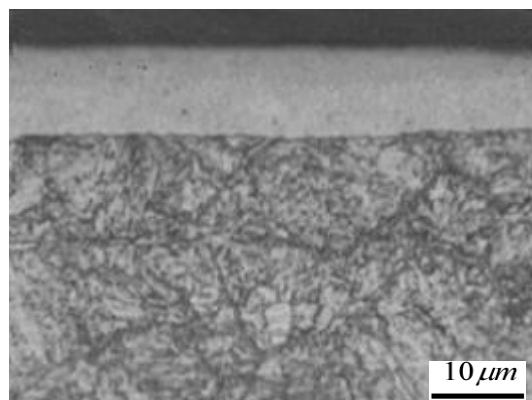
ب

شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه‌های عملیات شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد، ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی و با درپوش ساده برای توری‌های با قطر ۸ (الف) و ۶ میلی‌متر (ب)

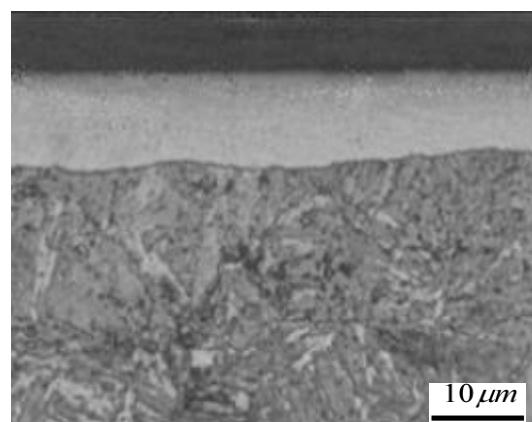
درپوش مشبک تأثیری ناچیز بر روی ضخامت لایه ترکیبی دارد، شکل (۶-ب) و (۶-ج). جدول ۱ مقادیر اندازه گیری شده ضخامت لایه ترکیبی برخی از نمونه‌های عملیات شده را تحت شرایط مختلف عملیاتی و پارامترهای مربوط به سیستم توری نشان می‌دهد. لازم به توضیح است که اعداد مندرج در جدول (۱)، میانگین پنج الی ده بار اندازه گیری ضخامت لایه ترکیبی به ازای هر نمونه نیتروژن شده می‌باشد.

همانطورکه مشاهده می‌شود ضخیم‌ترین لایه ترکیبی به ضخامت $14/5 \mu m$ در نمونه لغزوره شده تحت شرایط؛ توری با قطر سوراخ ۸ میلی‌متر، درپوش مشبک، دمای ۵۸۰ درجه سانتیگراد و مخلوط گازی $75\% H_2 - 25\% N_2$ دیده

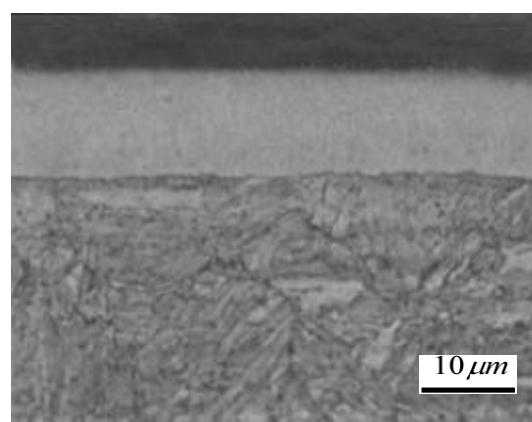
ضخامت لایه ترکیبی می‌شود و همچنین افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری در شرایط یکسان در صورت استفاده از



الف



ب



ج

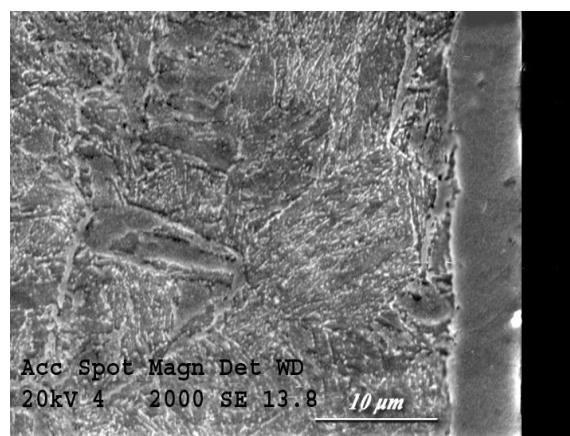
شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های عملیات شده در شرایط ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی، در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و درپوش مشبک برای توری‌های با قطر ۸ (الف) و ۶ میلی‌متر (ب) و همچنین نمونه عملیات شده در دمای ۵۸۰ درجه ساده با توری به قطر ۶ میلی‌متر (ج)

می شود. شکل های ۸ و ۹ نیم رخ سختی تعدادی از نمونه های عملیات شده را تحت شرایط مختلف برای توری های با قطر ۶ و ۸ میلی متر با درپوش ساده و مشبک را نشان می دهند. نتایج حاصل از آزمون ریز سختی سنجی نشان می دهند که با افزایش دما و گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی میزان سختی و عمق لایه سخت شده افزایش می یابد. مشخص شد که نوع درپوش، تأثیر بسیار کمی روی میزان ریز سختی سطح نمونه ها دارد. به نظر می رسد در شرایط مختلف نیتروژن دهی، مقادیر ریز سختی نمونه های عملیات شده با درپوش درپوش مشبک بیشتر از مقادیر ریز سختی نمونه های عملیات شده با درپوش ساده است (شکل ۸ و ۹).

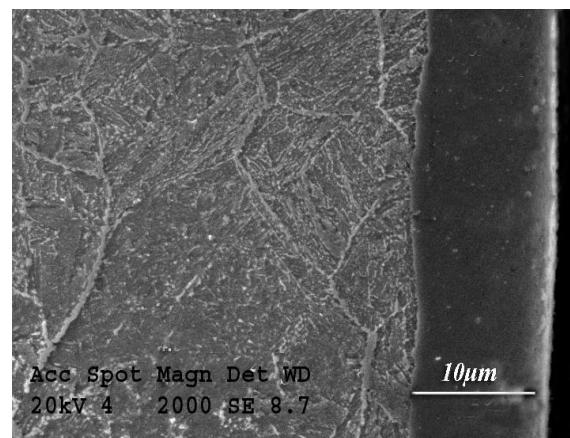
بحث

در نیتروژن دهی پلاسمایی می توان ساختار لایه ها را با تغییر ترکیب گاز عملیات تغییر داد . با وجود گاز نیتروژن و یا مخلوط گاز نیتروژن - هیدروژن در اتمسفر پلاسما و همچنین به دلیل درصد کم عناصر آلیاژی در فولاد مورد تحقیق، ریز ساختار سطحی حاصله مطابق دیاگرام دو تایی Fe-N می باشد. با توجه به نتایج حاصل از کارهای انجام شده توسط ادنهوفر^۱، می توان گفت که تحت این شرایط لایه سفید تشکیل شده می باشد شامل فاز های γ و ϵ باشد [۱۱]، لذا در نتایج آنالیز XRD همه نمونه ها، هر دو فاز γ و ϵ مشاهده می گردند. با افزایش ضخامت لایه سفید به دلیل تشکیل یک بیشتر و افزایش مقدار فاز ϵ و قابلیت بهتر شناسایی آن توسط اشعه ایکس، شدت پیک فاز ϵ زیاد می گردد (شکل ۳ و ۴).

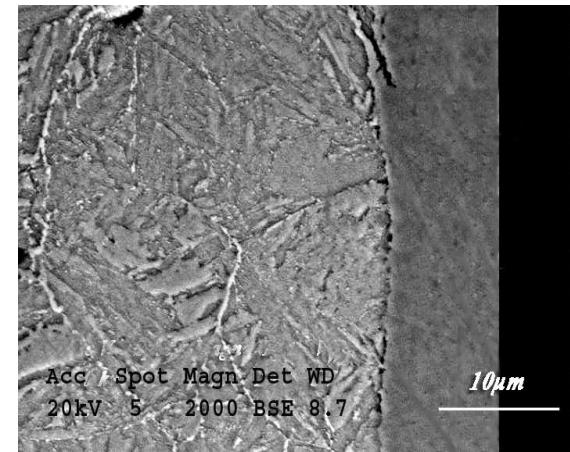
از سوی دیگر دقت و مقایسه تغییرات فازی نتایج آنالیز XRD در شکل های ۳ و ۴، مؤید نتایج گرفته شده در تصاویر میکروسکوپی نیز است ، یکی از مکانیزم های پیشنهاد شده در تشکیل لایه سفید، کندوپاش^۲ و رسوب مجدد است [۱۲].



الف



ب



ج

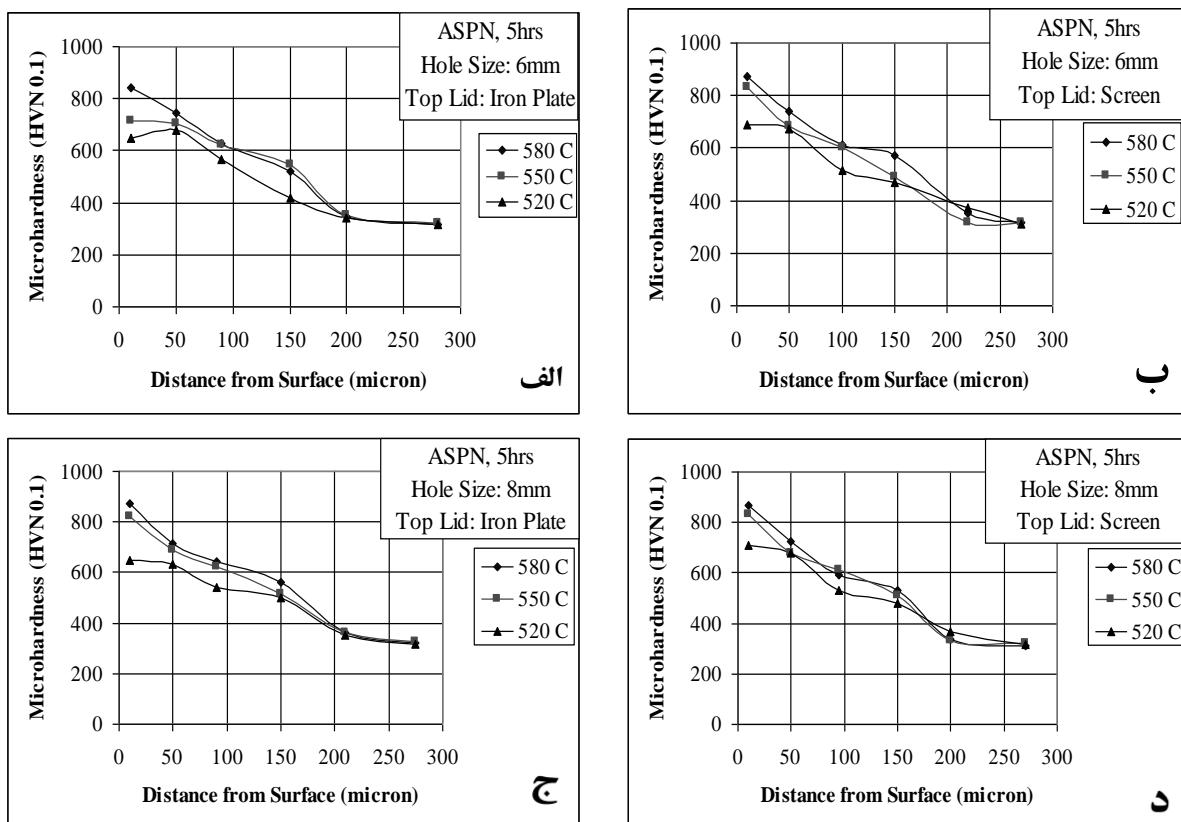
شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی نمونه های نیتروزه شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و با استفاده از درپوش مشبک، تحت شرایط؛ (الف) ۲۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی متر، (ب) ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۸ میلی متر و (ج) ۷۵٪ نیتروژن در ترکیب گاز ورودی و توری با سوراخ به قطر ۶ میلی متر

¹ B. Edenhofer

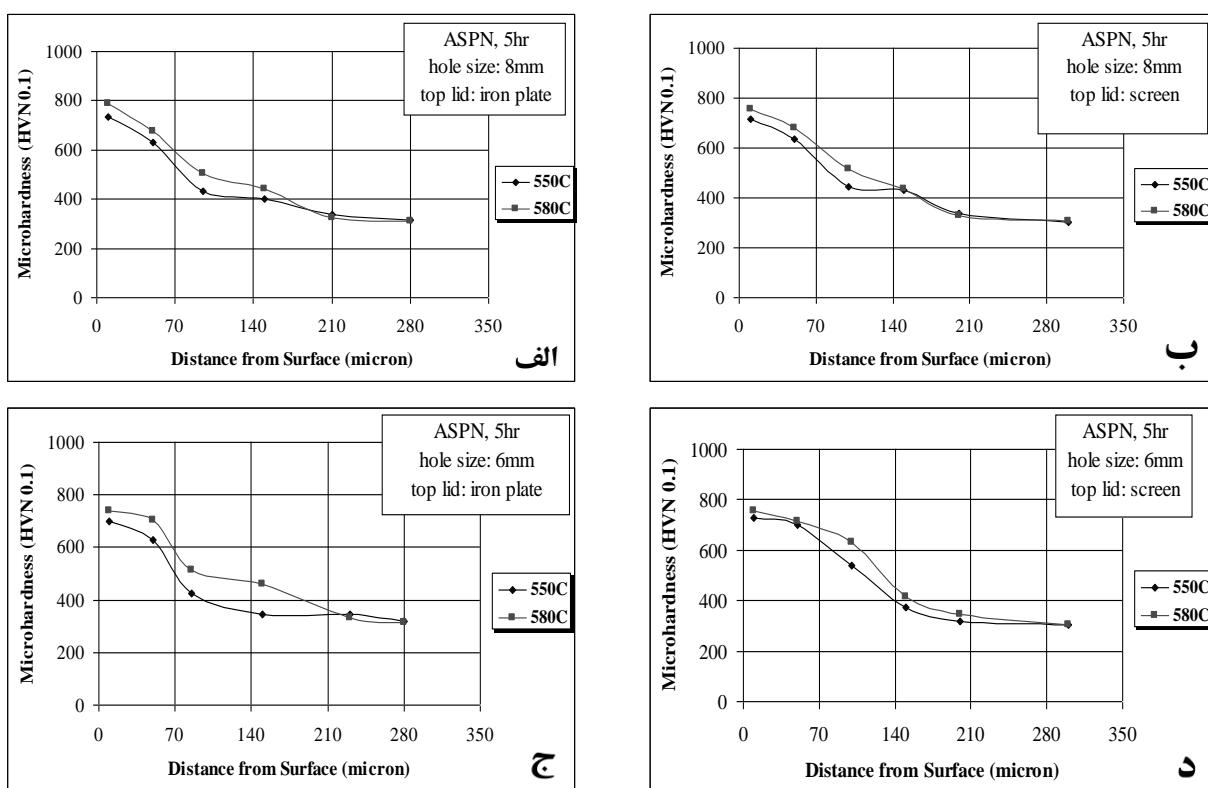
² Sputtering

جدول ۱. تغییرات ضخامت لایه ترکیبی تشکیل شده با دما، درصد گاز نیتروژن و پارامترهای مربوط به سیستم توری

مشخصات عملیاتی نمونه های نیتروروه شده	ضخامت لایه ترکیبی (μm)
AS (6mm), 520 °C, Simple/lid, 75N ₂	۳
AS (8mm), 520 °C, Simple/lid, 75N ₂	۲/۵
AS (6mm), 520 °C, Screen/lid, 75N ₂	۴
AS (8mm), 520 °C, Screen/lid, 75N ₂	۴
AS (6mm), 550 °C, Simple/lid, 75N ₂	۶
AS (6mm), 550 °C, Simple/lid, 25N ₂	۲/۵
AS (8mm), 550 °C, Simple/lid, 75N ₂	۱۳
AS (8mm), 550 °C, Simple/lid, 25N ₂	۳
AS (6mm), 550 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۰
AS (6mm), 550 °C, Screen/lid, 25N ₂	۴
AS (8mm), 550 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۰
AS (8mm), 550 °C, Screen/lid, 25N ₂	۵
AS (6mm), 580 °C, Simple /lid, 75N ₂	۱۳
AS (6mm), 580 °C, Simple /lid, 25N ₂	۷
AS (8mm), 580 °C, Simple /lid, 75N ₂	۱۳/۵
AS (8mm), 580 °C, Simple /lid, 25N ₂	۱۰/۶
AS (6mm), 580 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۴
AS (6mm), 580 °C, Screen/lid, 25N ₂	۱۱/۵
AS (8mm), 580 °C, Screen/lid, 75N ₂	۱۴/۵
AS (8mm), 580 °C, Screen/lid, 25N ₂	۱۲



شکل ۸. تغییرات ریز سختی از سطح تا عمق برای نمونه های عملیات شده با ترکیب ۷۵٪ نیتروژن در گاز ورودی و دمای ۵۵۰، ۵۲۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد برای توری های استوانه ای با قطر ۶ (الف و ب) و ۸ میلی متر (ج و د) و درپوش های ساده و مشبک



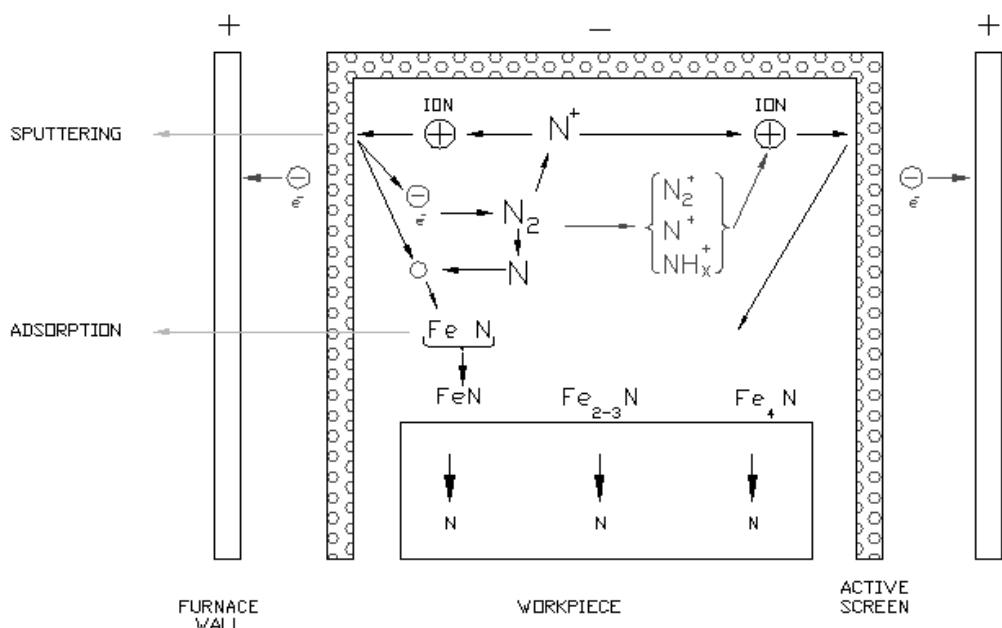
شکل ۹. تغییرات ری سختی از سطح تا عمق برای نمونه های عملیات شده با ترکیب ۲۵٪ نیتروژن در گاز ورودی برای توری های استوانه ای با قطر ۸ (الف و ب) و ۶ میلی متر (ج و د) و درپوش های ساده و مشبک

Fe_4N تجزیه می شود و نیتروژن حاصل از تجزیه این ترکیبات از طریق نفوذ وارد نمونه می شود [۵]. از طرفی بدلیل رسوب مجدد فاز نیترید آهن FeN بر روی سطح توری در خلال انجام فرآیند (شکل ۱۰)، ذرات حاصل از کندوپاش سطح توری به جای اتم های آهن، مشتمل بر ذرات نیترید آهن Fe_{x}N ($x > 2$) هستند [۹]. ذرات نیترید آهن Fe_{x}N کندوپاش شده از سطح توری به طور فیزیکی و شیمیایی نیتروژن اتمی آزاد ایجاد شده در محیط پلاسم را به خود جذب می کنند و به صورت ذرات نیترید آهن غنی از نیتروژن به سمت قطعات کار هدایت می گردند. در اثر برخورد یون های پر انرژی موجود در محیط پلاسم با سطح توری پیرامون نمونه، ابتدا اتم های آهن از سطح توری کندوپاش می شوند، سپس به علت برخورد یون های آهن با یون های نیتروژن در فضای اطراف سطح توری، فاز نیترید آهن FeN تشکیل می گردد. بخشی از این فاز های نیتریدی تشکیل شده به صورت رسوب مجدد بر روی سطح توری قرار می گذارد و بخشی دیگر از سوراخ های موجود در توری استوانه ای و درپوش مشبک عبور کوده و بر روی سطح نمونه مورد عملیات رسوب می کنند (شکل ۱۰) [۱۳].

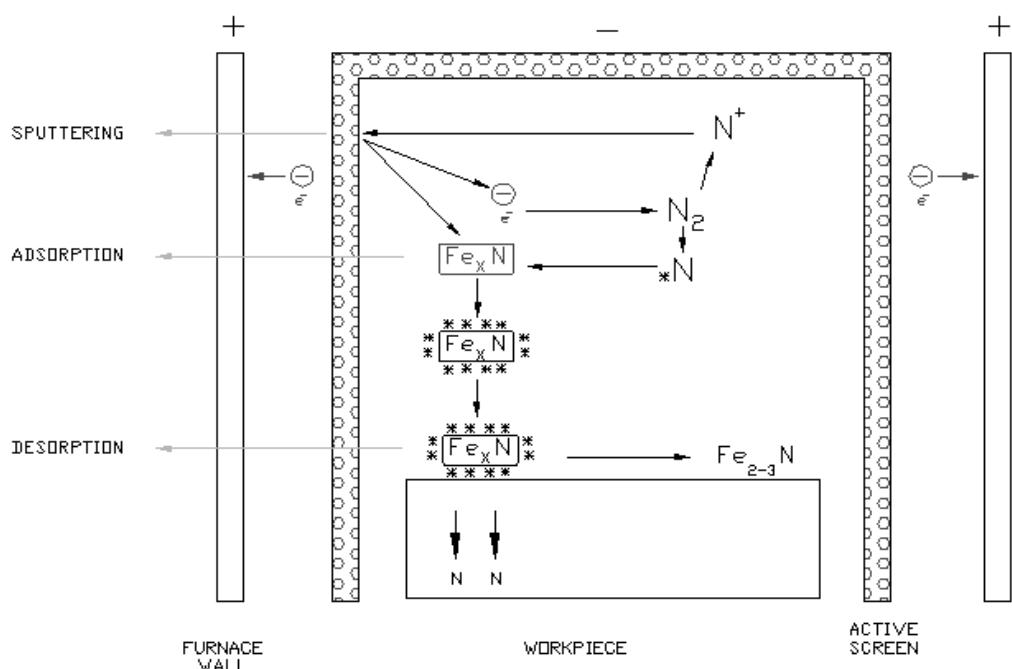
تحت این شرایط بدلیل اینکه فرآیند کندوپاش ب ه طور پیوسته روی سطح نمونه در داخل توری انجام نمی گیرد، لذا غاظت نیتریدهای آهن موجود بر روی سطح نمونه افزایش می یابد. این ذرات از نقطه تئوری دارای ۲۰/۰۵٪ وزنی نیتروژن می باشند. این ترکیب ناپایدار است و به نیتریدهای با نیتروژن پایین تر مثل Fe_3N ، Fe_2N و FeN تجزیه می شود.

مولکول ها و اتم های خنثی نیتروژن [۶] از سطوح جانبی توری و فوقانی درپوش به سمت سطح نمونه ها بیشتر می گردد. از طرفی رشد لایه ترکیبی بستگی به شدت کندوپاش روی سطح توری دارد. شدت کند و پاش سطح توری با افزایش دما، بعدلیل امکان نفوذ و اندرکنش بیشتر

ذرات نیترید آهن شده اند به صورت شیمیایی با آنها ترکیب شده و تشکیل فاز های نیترید آهن Fe_4N و $Fe_{2-3}N$ را روی سطح نمونه می دهند (شکل ۱۱) [۹ و ۱۴]. با افزایش قطر سوراخ های توری و یا استفاده از درپوش مشبک، انتقال آزاد اجزای فعال پلاسما با یون های نیتروژن،



شکل ۱۰. شماتیک مکانیزم انتقال جرم و واکنش های انجام شونده در فرآیند نیتروژن دهی به روش ASPN در لحظه های ابتدایی عملیات [۱۴]



شکل ۱۱. شماتیک مکانیزم انتقال جرم و واکنش های انجام شونده حین فرآیند نیتروژن دهی به روش ASPN [۱۴]

ترکیبات در ساختار شبکه آهن α می‌گذارند [۱۵] و همچنین با تشکیل رسوبات پراکنده کربونیتریدی در مرز دانه‌ها [۱۶]، سختی و عمق آن افزایش می‌یابد، لذا دیده می‌شود که با افزایش دما و گاز نیتروژن در ترکیب گاز عملیات، شبیه نیم رخ سختی از سطح به سمت مرکز نمونه کمتر می‌شود. لازم به تذکر می‌باشد که روند تغییرات سختی تحت تأثیر عناصر آلیاژی و شدت اندرکنش بین آنها و نیتروژن موجود در فولاد است [۱۰]. اما با توجه به درصد کم عناصر آلیاژی موجود در فولاد مورد پژوهش و اندرکنش ضعیف مابین عناصر آلیاژی و نیتروژن و همچنین کاهش غلظت نیتریدها از سطح به معز قطعه، موجب گردیده تا شبیه نیم رخ سختی بطور یکنواخت و ملایم کاهش یابد (شکل ۸ و ۹).

نتیجه گیری

- ۱) مقدار و شدت پیک فاز ϵ در حالت استفاده از توری با قطر بزرگتر و همچنین استفاده از درپوش مشبك به دلیل انتقال آزاد و مؤثرتر اجزای فعال پلاسما از سطوح جانبی و فوقانی توری و قابلیت اتحاد بیشتر نیتروژن در فاز ϵ نسبت به فاز γ' ، بیشتر است.
- ۲) ضخامت لایه ترکیبی با افزایش دما و درصد گاز نیتروژن بدلیل امکان نفوذ و اندرکنش بیشتر اتم‌های فعال گاز نیتروژن با اتم‌های آهن، زیاد می‌گردد.
- ۳) افزایش قطر سوراخ توری در حالت استفاده از درپوش ساده، منجر به افزایش ضخامت لایه ترکیبی می‌گردد، در حالی که همین پارامتر در حالت استفاده از درپوش مشبك، تأثیر محسوسی بر این امر ندارد. این امر به دلیل انتقال بهتر و بیشتر اجزای فعال پلاسما با افزایش قطر سوراخ توری به سمت نمونه‌ها می‌باشد.
- ۴) سختی سطحی نمونه‌های عملیات شده به روش توری فعال با درپوش مشبك نسبتاً بیشتر از سختی نمونه‌های عملیات شده با درپوش ساده است. این امر به دلیل عبور بیشتر نیتریدهای آهن از سوراخ‌های درپوش و رسوب بیشتر آنها روی سطح نمونه می‌باشد.

اتم‌های فعال گاز نیتروژن با اتم‌های آهن کنده شده از توری (بخاطر ماهیت نفوذی فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی) و همچنین با افزایش درصد گاز نیتروژن در ترکیب گاز ورودی نیز به دلیل سنگین تر بودن وزن اتمی نیتروژن نسبت به هیدروژن، زیاد بوده و همین امر سبب انتقال مؤثرتر اجزای فعال نیتریدی ایجاد شده به سمت نمونه‌های موجود در توری فعال می‌شود. از آنجایی که فاز ϵ نسبت به فاز γ' نیتروژن بیشتری را در خود حل می‌کند، لذا با توجه به شرایط پژوهش حاضر که در قسمت نتایج ذکر گردید، با افزایش اندازه قطر سوراخ‌های توری و یا استفاده از در پوش مشبك، افزایش دما و درصد گاز نیتروژن [۱۳]، با افزایش در مقدار و شدت پیک فاز نیترید آهن ϵ در نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس، آنالیز XRD غلظت بیشتری از فاز ϵ را در لایه ترکیبی نشان می‌دهد (شکل ۳ و ۴). با افزایش میزان غلظت فازهای نیترید آهن ϵ و تشکیل این نیتریدهای هگزاگونال در مرزدانه‌ها و ارتباط مستقیم ضخامت لایه سفید با میزان فازهای نیتریدی تشکیل شده، طبعاً ضخامت لایه ترکیبی نیز زیاد می‌گردد، شکل‌های (۵ تا ۷) و جدول (۱).

از طرفی سختی سطح نیتروره شده ارتباطی مستقیم با مقدار فازهای نیتریدی موجود در لایه ترکیبی (به ویژه فاز ϵ با ساختار کربیتالی h.c.p و تعداد سیستم‌های لغزشی محدود که به لحاظ ریزساختاری در قسمت سطحی بالای نمونه و بر روی لایه γ' قرار دارد) دارد [۱۱]، لذا تحت این شرایط سختی سطحی نیز بالا می‌رود (شکل ۸ و ۹). با افزایش نیتروژن در ترکیب گاز ورودی به دلیل زیاد شدن غلظت اتم‌های نیتروژن در نزدیکی سطح و افزایش شبکه غلظتی، نیروی محركه برای نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن بیشتر می‌شود. همچنین از آنجا که فرآیند نیتروژن‌دهی، فرآیندی وابسته به دما است پس افزایش دما سبب تحرک بیشتر اتم‌ها و تسريع نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن می‌شود، لذا با افزایش دو پارامتر فوق، به دلیل نفوذ و حل شدن بیشتر نیتروژن در شبکه آهن α ، با تشکیل محلول جامد بین نشین و اعوجاجی که این

منابع

- (۵) افزایش دمای عملیات به دلیل تسريع نفوذ نیتروژن به درون شبکه آهن، و همچنین افزایش نیتروژن در گاز ورودی با تشکیل رس و بات نیتریدی و ترکیبات بین نشین بیشتر، موجب افزایش سختی سطحی می‌گردد.
11. B. Edenhofer, *Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding*, Heat Treatment of Metals, (1974), 23-67.
12. E. S. Tsyrlin, V. E. Kurdyumuva, V. N. Blinov, G. A. Solodkin, *Effect of Prior Heat Treatment on Nitride Layer Formation and the Properties of Steel 30khgsa*, Metal Science and Heat Treatment, 33 (2) (1991), 130-134.
13. طاهرخانی فرخ و محبوبی فرزاد، مقایسه اثر پارامترهای نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و توری فعال بر رفتار خوردگی فولاد کم آلیاژ، علوم و مهندسی سطح، ۳ (۱۳۸۶)، ۴۷-۶۰.
14. طاهرخانی فرخ و محبوبی فرزاد، بررسی مکانیزم انتقال جرم در نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری شبکه) فعال و مقایسه آن با روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول، مجموعه مقالات هشتمین سمینار ملی مهندسی سطح و عملیات حرارتی، کرمان، دانشگاه شهید بهشتی، (۱۳۸۶) ۱۶۵-۱۷۲.
15. R. E. Reed Hill, R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, 3rd ed, PWS-Kent Publishing Company, Boston-USA, MA, 1992.
16. K.E. Thelning, *Steel and its Heat Treatment*, Bofors Handbook, Butterworths, 1981.

- M. Karakan, A. Alsaran, A. Celik, *Effects of Various Gas Mixtures on Plasma Nitriding Behavior of AISI 5140 Steel*, Material Characteristics, 49 (2003), 241-6.
- B. Y. Jeong, M. H. Kim, *Effects of the Process Parameters on the Layer Formation Behavior of Plasma Nitrided Steels*, Surface and Coating Technology, 141(2001), 182-6.
- M. Berg, C.V. Budtz, H. Reitz, K. O. Schweitz, J. Chevallier, *on Plasma Nitriding of Steels*, Surface and Coating Technology, 124 (2000), 25-31.
- J. Georges, *TC Plasma Nitriding, Plasma Metal*, Proceeding of 12th IFHTSE Congress, Melbourne, Australia, International Federation of Heat Treating and Surface Engineering, 3 (2000), 229-225.
- C.X. Li, T. Bell, *Principals, Mechanisms and Applications of Active Screen Plasma Nitriding*, Heat Treatment of Metals, UK, 30 (1) (2003), 1-7.
- D. Cleugh, *Plasma Species Analysis for in Situ Assesment of Surface Treatment*, Surface Engineering, 18 (3) (2002), 133-139.
- C. X. Li, T. Bell, *Corrosion Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Corrosion Science, 46 (2004), 1527-1547.
- C.X. Li, T. Bell, *Sliding Wear Properties of Active Screen Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel*, Wear, 256 (2004), 1144-1152.
- C. Zhao, C.X. Li, T. Bell, *Study on the Active Screen Plasma Nitriding and its Nitriding Mechanism*, Surface and Coating Technology, 201 (2006), 2320-2325.
- C. X. Li, T. Bell, H. Dong, *a Study of Active Screen Plasma Nitriding*, Surface Engineering, 18 (3) (2002), 174-181.