

تأثیر پارامترهای مختلف نیتروژن دهی پلاسمایی به روش متداول و روش توری فعال بر روی رفتار فولاد کم آلیاژ $30CrNiMo8$

شاهرخ آهنگرانیⁱ، فرزاد محبوبیⁱⁱ، علیرضا صبور روح اقدمⁱⁱⁱ

چکیده

نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال یک پدیده جدید در مهندسی سطح است که بتازگی توسعه یافته و ضمن بر طرف کردن مشکلات نیتروژن دهی متداول پلاسمایی، پیشرفت‌های زیادی را نیز در این زمینه ارائه نموده است. در این مطالعه، رفتار فولاد کم آلیاژ $30CrNiMo8$ در مقابل عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روشهای متداول و توری فعال در شرایط مختلفی مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت. ساختار و خواص مکانیکی این فولاد پس از نیتروژن دهی پلاسمایی به روش‌های فوق از نظر ضخامت و ترکیب شیمیایی لایه ترکیبی و همچنین سختی سطح تا عمق نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی (SEM)، پراش اشعه ایکس (XRD)، و آزمون ریز سختی سنجی ارزیابی شد. نتایج نشان می‌دهد که روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال افزایش دمای عملیات، مستقل از پارامترهای مربوط به سیستم توری، موجب افزایش نیتريدی‌های ϵ در لایه ترکیبی و همچنین افزایش ضخامت و سختی این لایه می‌گردد.

کلمات کلیدی :

نیتروژن دهی پلاسمایی، توری فعال، فولادهای کم آلیاژ، سختی سطحی، عمق نفوذ

Comparison of Active Screen and Conventional Plasma Nitrided 30CrNiMo8 Low-Alloy Steel

Sh. Ahangarani, F. Mahboubi, A.R. Sabour

ABSTRACT

Active screen plasma nitriding (ASPN) is a promising surface modification technique that has many advantages over the conventional DC plasma nitriding (CPN). Behavior of 30CrNiMo8 Low-alloy steel has been compared under varying conditions of ASPN and CPN processes. The process variables included active screen setup parameters (top lid and screen hole size), treatment temperature (550 and 580°C), gas mixture (fixed for 75/25 of N_2/H_2) and treatment time (5h) in 500 Pa pressure for 5h. The structure and phases composition of the compound layer was studied by X-ray diffraction (XRD), microhardness tests, light optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). It was observed that ASPN treated sample surfaces for both screen and iron plate top lid consist of γ' and ϵ phases and while the temperature and/or hole size of screen setup increased, the intensity of ϵ phase in the compound layer increased. The results show that ion transition via sputtering and recondensation mechanism of screen top lid on the sample surface can be affected on the hardness and layer thickness. It appears that the AS plasma nitriding process facilitated the formation of ϵ phase in this test.

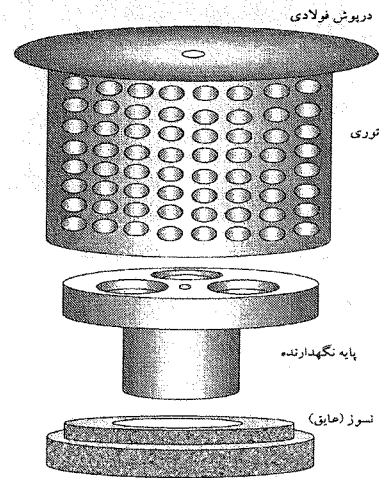
ⁱ - دانشجوی دکترای مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی و مهندسی، ahang@modares.ac.ir

ⁱⁱ - استادیار دانشگاه امیرکبیر، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده معدن، متالورژی و نفت

ⁱⁱⁱ - استادیار دانشگاه تربیت مدرس، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی و مهندسی



دهی (کاتد) قطع شده و استوانه مشبک پیرامون آن مستقیماً به قطب منفی منبع تغذیه متصل می‌شود. در این تحقیق علاوه بر استفاده از دو نوع استوانه مشبک با قطر سوراخ‌های مختلف ۶ و ۸ میلی‌متر، از درپوش‌های مختلفی نیز به صورت ورق ساده بدون سوراخ و ورق‌های مشبک با قطر سوراخ‌های مشابه با استوانه به عنوان متغیرهای سیستم توری فعال استفاده شد. فاصله درپوش از سطح نمونه ها ۱۲ میلی‌متر و فاصله نزدیکترین قسمت لبه نمونه به دیواره توری تقریباً ۱۰ میلی‌متر بود. دمای نمونه ها از طریق ترموکوپلی که در مرکز سکوی نمونه‌ها متصل شده بود، اندازه‌گیری می‌شد. عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی با استفاده از توری فعال در دو دمای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد و در مخلوط گازی ذکر شده و در فشار ۵۰۰ پاسکال به مدت ۵ و ۱۰ ساعت انجام شده و جهت مقایسه نتایج، آزمایش‌های مشابهی نیز بدون استفاده از توری (روش متداول نیتروژن دهی) صورت پذیرفت.



شکل (۱): اجزای یک توری فعال جهت نیتروژن دهی پلاسمایی [۱۲].

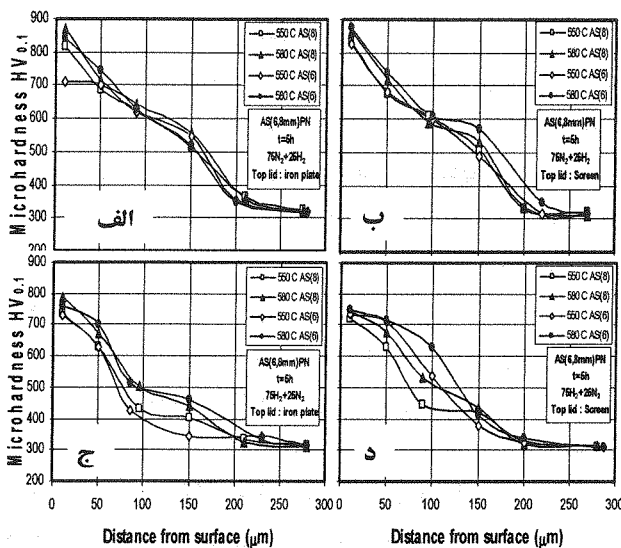
برای بررسی نمونه‌های نیتروژن دهی شده، وسایل مختلفی نظیر میکروسکوپ نوری (BX60 - Olympus)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, Philips-XL30)، پراش اشعه ایکس (XRD, Xpert Philips, Cu K α) و ریزسختی سنجی به کار گرفته شد.

۳- یافته‌ها

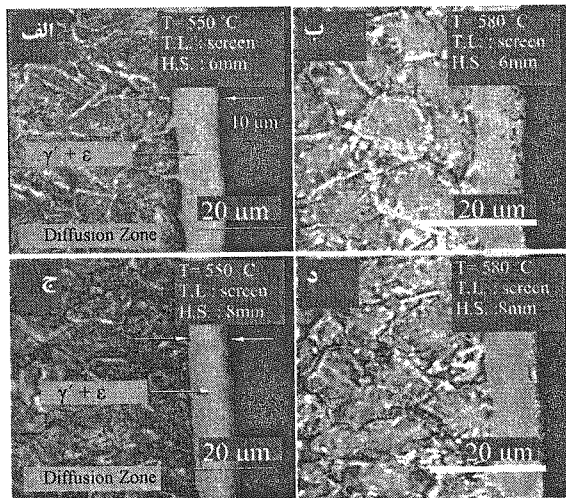
۳-۱- نتایج ریزسختی سنجی و ضخامت لایه‌ها

شکل (۲) تعدادی از نتایج ریزسختی سنجی مربوط به نمونه‌های نیتروژن دهی شده در شرایط مختلف را برای توری‌های با قطر سوراخ ۶ و ۸ میلی‌متر برای ترکیب گازی $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ (الف و ب) و $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ (ج و د) نشان می‌دهد.

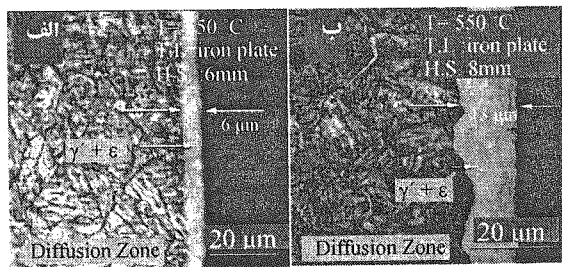
نتایج حاصل از آزمایش‌های ریزسختی سنجی نشان می‌دهد که با افزایش دما در هر دو ترکیب گازی مذکور و زمان عملیات ۵ ساعت، میزان سختی سطحی و عمق لایه سخت شده افزایش می‌یابد. استفاده از دو نوع درپوش به شکل‌های توری و ساده منجر به دسته بندی نتایج بر اساس نوع سیستم توری فعال مورد استفاده شده و به نظر می‌رسد در شرایط مختلف نیتروژن دهی، سختی سطح نمونه‌ها در توری‌هایی که درپوش توری دارند نسبتاً بیشتر از حالتی است که از درپوش ساده استفاده می‌شود. شکل (۳) نیز تصاویر ریزسختی سنجی مربوط به نمونه‌های نیتروژن دهی پلاسمایی شده در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد به روش متداول را برای ترکیب گازی $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ (الف) و $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ (ب) نشان می‌دهد. نتایج حاصل از آزمایش‌های ریزسختی سنجی برای نمونه‌های نیتروژن دهی پلاسمایی شده به روش متداول نشان می‌دهد که با افزایش دما در هر دو ترکیب گازی مذکور میزان سختی سطحی و عمق لایه سخت شده افزایش یافته و با کاهش غلظت نیتروژن از سطح به مغز قطعه، سختی سطح تا مغز قطعه نیز کاهش می‌یابد.



شکل (۲): - تغییرات ریزسختی از سطح تا عمق برای نمونه‌های نیتروژن دهی پلاسمایی شده از طریق توری فعال در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد و توری‌های استوانه‌ای با سوراخ‌های ۶ و ۸ میلی‌متری، در مخلوط گازی $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ با درپوش ساده (الف) و درپوش مشبک (ب) و مخلوط گازی $25\% \text{N}_2 + 75\% \text{H}_2$ با درپوش ساده (ج) و درپوش مشبک (د)



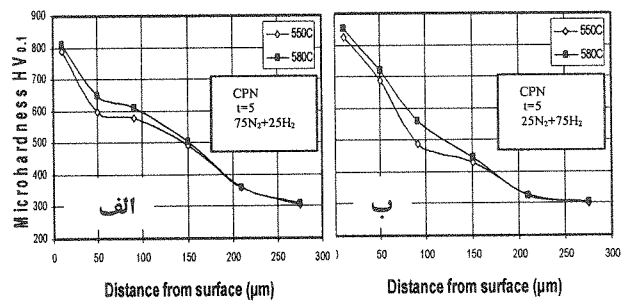
شکل (۴): تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در ۵۵۰°C و ۵۸۰°C، برای مخلوط گازی ۷۵N_۲/۲۵H_۲ در زمان ۵ ساعت برای توری های با قطر ۶ (الف و ب) و ۸ میلیمتر (ج و د) با درپوش های مشبک.



شکل ۵ - تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در ۵۵۰°C برای مخلوط گازی ۷۵H_۲/۲۵N_۲ در زمان ۵ ساعت برای توری های با قطر ۶ (الف) و ۸ میلیمتر (ب) با درپوش های ساده.

جدول (۱): تغییرات ضخامت لایه ترکیبی با دما و پارامترهای مربوط به سیستم توری.

دما (°C)	ضخامت متوسط لایه ترکیبی در روش متداول (μm)		پارامترهای سیستم توری		ضخامت متوسط لایه ترکیبی در روش توری فعال (μm)	
	۷۵N _۲ /۲۵H _۲	۲۵N _۲ /۷۵H _۲	درپوش (mm)	قطر سوراخ توری (mm)	۷۵N _۲ /۲۵H _۲	۲۵N _۲ /۷۵H _۲
					۶	۲/۵
۵۵۰	۶	۴	ساده	۶	۶	۲/۵
				۸	۱۳	۳
			توری	۶	۱۰	۴
				۸	۱۰	۵
۵۸۰	۱۲	۱۱	ساده	۶	۱۳	۷
				۸	۱۳/۶	۱۰/۵
			توری	۶	۱۴	۱۱/۵
				۸	۱۴/۴	۱۲



شکل (۳): تغییرات ریز سختی از سطح تا عمق برای نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده به روش متداول در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد برای مخلوط گازی ۷۵N_۲+۲۵H_۲% (الف) و (ب) ۷۵N_۲+۷۵H_۲%.

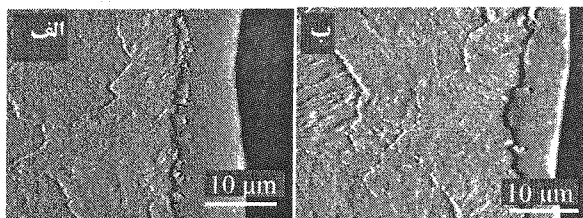
۳-۲- نتایج میکروسکوپ نوری

شکل های (۴) و (۵) نیز به ترتیب تعدادی از تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه های نیتروژن دهی شده در دماهای ۵۵۰ و ۵۸۰°C در مخلوط گازی ۷۵N_۲+۲۵H_۲% را برای توری های با قطر سوراخ ۶ و ۸ میلیمتر با درپوش های مشبک و ساده نشان می دهد. همانطور که در شکل ۴ ملاحظه می شود در شرایط یکسان، افزایش دما موجب افزایش ضخامت متوسط لایه ترکیبی (یا لایه سفید مشاهده شده در تصاویر SEM) می شود و در یک دمای ثابت برای یک سیستم توری با درپوش مشبک، ضخامت لایه ترکیبی مستقل از قطر سوراخ های توری است. همچنین با مقایسه شکل های (۴) و (۵) در یک دمای ثابت، توری های با درپوش مشبک از ضخامت بالاتری نسبت به توری های با درپوش ساده برخوردار می باشند. شکل ۵ نیز نشان می دهد که در یک دمای ثابت برای یک سیستم توری با درپوش مشبک، افزایش قطر سوراخ های توری موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می شود.

جدول (۱) ارتباط متغیرهای یاد شده را در مورد مخلوط گازی ۷۵H_۲+۲۵N_۲% نشان می دهد. این جدول نشان می دهد که تغییرات ضخامت برای هر دو مخلوط گازی مورد تحقیق با تغییر دما و پارامترهای مربوط به طراحی سیستم روند نسبتاً یکسانی را دارد. در حالیکه در شرایط ثابت بودن هر یک از متغیرهای فوق، نمونه های نیتروژن دهی شده (با استفاده از توری فعال) در مخلوط گازی ۷۵N_۲+۲۵H_۲% ضخامت بیشتری نسبت به نمونه های عملیات شده در مخلوط گازی ۷۵H_۲+۲۵N_۲% دارند. به عبارت دیگر در شرایط یکسان، افزایش نیتروژن در مخلوط گازی مورد نظر در روش نیتروژن دهی از طریق توری فعال موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی تشکیل شده بر روی نمونه ها خواهد شد.

۳-۳- نتایج میکروسکوپ الکترونی

کندوپاش است و در نتیجه با افزایش نیتروژن در ترکیب گاز، ضخامت لایه ترکیبی و نفوذی افزایش می‌یابد.



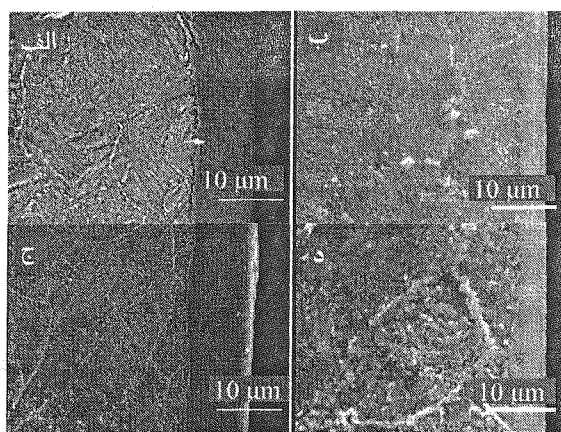
شکل (۷): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه های نیتروژن دهی شده به روش متداول در ۵۵۰ درجه سانتیگراد و در زمان ۵ ساعت برای مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ (الف) و $75\%N_2 + 25\%H_2$ (ب).

۳-۴- نتایج پراش اشعه ایکس

شکل (۸) (الف تا و) به ترتیب نتایج آنالیز XRD از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال را در شرایط دمایی مختلف و مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ برای توری های با قطر ۶ و ۸ میلیمتر با در پوش های مشبک و ساده نشان می دهد. شکل (۹) نیز نتایج آنالیز XRD از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در ۵۵۰ درجه سانتیگراد و در زمان ۵ ساعت را برای توری های با قطر ۶ میلیمتر (الف) و ۸ میلیمتر (ب)، با در پوش های مشبک برای مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ نشان می دهد.

نتایج آزمایش های XRD برای نمونه های نیتروژن دهی شده به روش توری فعال نشان داد که لایه سفید تشکیل شده در شرایط مختلف شامل هر دو فاز $\gamma-Fe_4N$ و $\epsilon-Fe_2_3N$ می باشد. شکل (۸) نشان می دهد که در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و مستقل از نوع درپوش، با افزایش قطر سوراخ های توری میزان فاز ϵ در لایه افزایش می یابد. در این مورد با توجه به این شکل، در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد نسبت (درپوش ساده) I_{ϵ}/I_{γ} (درپوش مشبک) I_{ϵ} برای بلندترین پیک مربوط به فاز ϵ در یک سیستم توری با قطر سوراخ ۶ میلیمتر، برابر $2/7$ و برای یک سیستم توری با قطر سوراخ ۸ میلیمتر برابر $2/5$ می باشد. این امر نشان دهنده آن است که فاز ϵ در لایه ترکیبی برای یک سیستم توری با درپوش مشبک بیشتر از یک سیستم توری با درپوش ساده است.

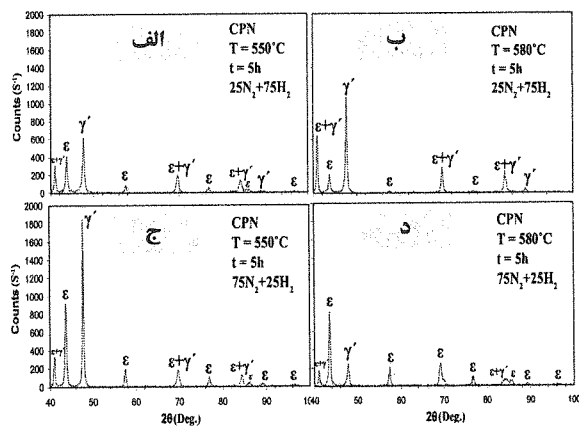
شکل (۶) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد را برای توری های با قطر ۶ و ۸ میلیمتر و در پوش مشبک برای هر دو مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ و $75\%N_2 + 25\%H_2$ نشان می دهد. این تصاویر نشان می دهند که در شرایط کاملاً یکسان، در صورت استفاده از درپوش مشبک افزایش قطر سوراخ ها تاثیر بسیار ناچیزی بر روی ضخامت لایه ها دارد. به نظر می رسد انتقال آزاد اجزای فعال از سطح فوقانی نمونه ها موجب یک جریان یکنواخت از سوراخ های پیرامون نمونه ها شده که می تواند مستقل از قطر سوراخ های توری، لایه یکنواختی را بر روی سطح نمونه ها ایجاد نماید.



شکل (۶) - تصاویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در $550^{\circ}C$ و در زمان ۵ ساعت برای مخلوط گازی $75\%N_2 / 25\%H_2$ (الف و ج) و $25\%N_2 / 75\%H_2$ (ب و د) با توری های با قطر ۶ میلیمتر (الف و ب) و ۸ میلیمتر (ج و د) و با درپوش های مشبک.

شکل (۷) نیز تصاویر میکروسکوپ نوری مربوط به نمونه های نیتروژن دهی شده به روش متداول را در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد نشان می دهد. با توجه به شکل (۷) و جدول (۱)، برای هر دو مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ (شکل ۷-الف) و $75\%N_2 + 25\%H_2$ (شکل ۷-ب) با افزایش دما ضخامت لایه سفید افزایش می یابد. با توجه به شکل فوق در دمای ثابت ۵۵۰ درجه سانتیگراد و همچنین ۵۸۰ درجه سانتیگراد تغییر نسبت گازی از $75/25$ به $25/75$ برای N_2/H_2 ، ضخامت لایه سفید کاهش می یابد. از این نتایج اینگونه تصور می شود که ضخامت لایه ترکیبی و نفوذی در دمای ۵۵۰ و ۵۸۰ درجه سانتیگراد با نفوذ نیتروژن در این لایه کنترل می شود. در این شرایط افزایش ضخامت لایه در اثر فرایند نفوذ بیشتر از کاهش آن در اثر

برای ترکیب گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ لایه ترکیبی از فاز ϵ بیشتری برخوردار بوده و به خصوص با افزایش دما به دلیل تسهیل در فرایند نفوذ مقدار آن بیشتر از γ' است.

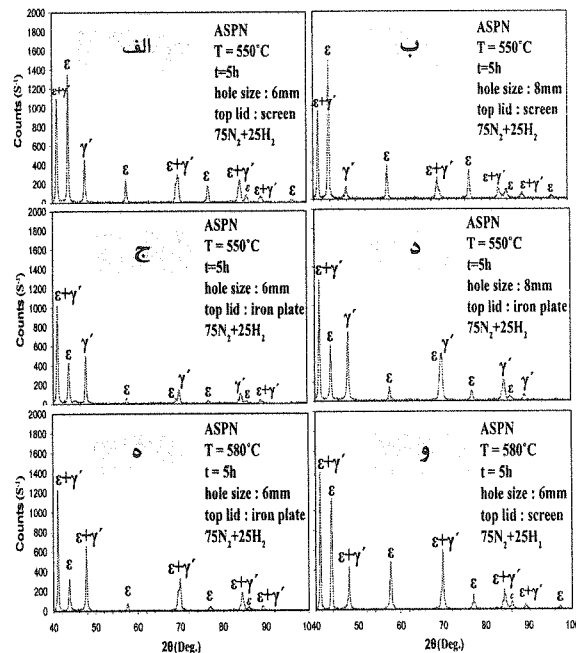


شکل (۱۰): آنالیز XRD از نمونه های نیتروژن دهی شده به روش متداول در $550^\circ C$ (الف و ج) و $580^\circ C$ (ب و د) درجه سانتیگراد و در زمان ۵ ساعت برای مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ (الف و ب) و $25\%N_2 + 75\%H_2$ (ج و د).

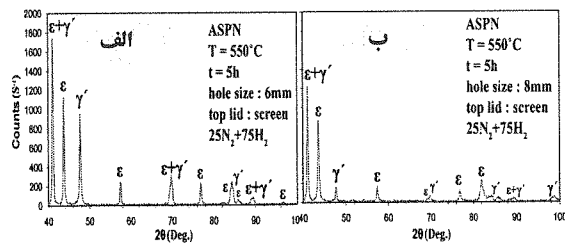
شکلهای (۸) و (۹) نشان می دهند که در فرایند ASPN مستقل از نوع ترکیب گازی و قطر سوراخ های توری، در صورت استفاده از درپوش توری، فاز γ' مقدار بسیار کمتری داشته و لایه ترکیبی بیشتر تمایل به تشکیل فاز ϵ دارد. درحالیکه استفاده از درپوش ساده عکس این نتیجه را نشان می دهد. در این شرایط به نظر می رسد درپوش ساده از جریان آزاد اجزای فعال از سطح فوقانی توری به سمت نمونه ها جلوگیری کرده و موجب کاهش مقدار لازم رسوب FeN بر روی سطح نمونه می شود. در این حالت با توجه به جدول (۱) و شکل (۸)، لایه ترکیبی ضخامت کمتری دارد و تمایل به تشکیل فاز ϵ در آن کاهش می یابد.

ع- بحث

با مشاهده نتایج سختی سنجی در شکل (۲)، به نظر می رسد دلیل افزایش سختی سطح نمونه ها در توری هایی که درپوش مشبک دارند نسبت به حالتی که از درپوش ساده استفاده می شود احتمالاً مربوط به انتقال آزاد اجزای فعال پلازما یا یونهای N_2^+ ، مولکول ها و اتم های خنثی نیتروژن [۹] از سطح فوقانی توری به سطح نمونه ها است. از طرفی با توجه به شکل ۴، افزایش دمای عملیات موجب افزایش ضخامت لایه سفید و نفوذی نمونه گردیده و به دلیل افزایش تدریجی فازهای γ' و ϵ در لایه ترکیبی (شکل (۸))، سختی سطح افزایش می یابد. در فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی به روش متداول در دمای



شکل (۸): آنالیز XRD نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در $550^\circ C$ و $580^\circ C$ درجه سانتیگراد برای توری های با قطر ۶ (الف، ج، ه، و) و ۸ میلی متر (ب و د) و با درپوشهای مشبک (الف، ب، و) و ساده (ج و د و ه).



شکل (۹): آنالیز XRD از نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در $550^\circ C$ درجه سانتیگراد و در زمان ۵ ساعت برای توری های با قطر ۶ میلی متر (الف) و ۸ میلی متر (ب)، با درپوشهای مشبک برای مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$.

شکل (۱۰) نیز به ترتیب نتایج آنالیز XRD از نمونه های نیتروژن دهی شده به روش متداول را برای ترکیب گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ (الف و ج) و $25\%N_2 + 75\%H_2$ (ب و د) در $550^\circ C$ (الف و ب) و $580^\circ C$ (ج و د) و در زمان ۵ ساعت نشان می دهد. این شکل نشان می دهد که در دمای $550^\circ C$ درجه سانتیگراد با افزایش مقدار نیتروژن در مخلوط گازی و افزایش میزان نفوذ آن در سطح قطعه، مقدار هر دو فاز ϵ و γ' افزایش می یابد. با توجه به این شکل برای مخلوط گازی $75\%N_2 + 25\%H_2$ در هر دو دمای مورد تحقیق، شدت پیک های فاز γ' کمی بیشتر از پیک های فاز ϵ می باشد. این نشان دهنده آن است که مقدار فاز γ' در لایه ترکیبی در فرایند CPN کمی بیشتر از فاز ϵ است. در مقابل،

۵۵۰ درجه سانتیگراد با افزایش مقدار نیتروژن در مخلوط گازی و افزایش میزان نفوذ آن در سطح قطعه، مقدار هر دو فاز γ و ϵ افزایش می‌یابد (شکل (۱۰)). ضخامت لایه ترکیبی در صورتی که فاز ϵ ، فاز غالب در آن باشد، تحت تاثیر دمای عملیات می‌باشد و افزایش دمای عملیات تا ۵۵۰ درجه سانتیگراد موجب ضخیم شدن این لایه می‌گردد. در صورتی که در لایه ترکیبی فاز γ غالب باشد، ضخامت آن محدود است و افزایش دمای عملیات تاثیر چندانی بر ضخامت لایه ترکیبی ندارد. نوع لایه ترکیبی تشکیل شده در عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی، تحت تاثیر ترکیب شیمیایی گاز عملیاتی می‌باشد. با افزایش درصد نیتروژن در گاز عملیاتی غلظت نیتروژن در لایه ترکیبی افزایش می‌یابد و در نتیجه فاز ϵ نیز جوانه زنی و رشد می‌کند و موجب افزایش ضخامت لایه ترکیبی می‌شود.

روند تغییرات سختی در طی فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی به روش متداول و توری فعال به‌طور خاصی تحت تاثیر عناصر آلیاژی و شدت اندرکنش بین عناصر آلیاژی و نیتروژن در فولاد قرار دارد [۴]. درصد کم عناصر آلیاژی در فولاد مورد تحقیق و اندرکنش ضعیف بین عناصر آلیاژی و نیتروژن موجب شده تا سختی لایه نفوذی بطور یکنواخت و ملایم کاهش یابد و فصل مشترک لایه نفوذی و مغز نمونه‌ها مبهم باشد. از لحاظ ساختاری در دماهای بالاتر، نیتريد‌های هگزگونال ϵ در مرز دانه‌ها تشکیل شد و چون می‌تواند نیتروژن بیشتری را در خود حل کند، ضخامت بیشتری نسبت به لایه‌های حاوی γ دارد. لایه متشکل از فاز ϵ که میزان نیتروژن بیشتری دارد در قسمت بالا و نزدیک به سطح قرار دارد و زیر این لایه، لایه γ قرار دارد [۱۱]. با توجه به اینکه فاز ϵ دارای ساختار hcp دارد، لغزش در آن به سختی صورت می‌گیرد و سیستم‌های لغزش آن محدود و به همین دلیل این لایه بسیار ترد است.

در واقع در شرایط برخورد یون‌های پر انرژی موجود در پلاسما با سطح توری پیرامون نمونه، سطح توری در ابتدا کندوپاش شده و در اثر برخورد یون‌های آهن با یون‌های نیتروژن در فضای اطراف سطح، رسوب مجددی از نیتريد‌های آهن بر روی سطح توری ایجاد می‌گردد [۴] و [۷]. به نظر می‌رسد در شرایطی که درپوش از نوع توری انتخاب می‌گردد، قسمتی از نیتريد‌های آهن از سوراخ‌های موجود عبور کرده و بر روی سطح نمونه راسب می‌گردند [۱۲]. در این شرایط به دلیل آنکه کندوپاش بر روی سطح نمونه که در داخل توری قرار گرفته، صورت نمی‌گیرد (نسبت به روش نیتروژن دهی متداول)، غلظت نیتريد‌های آهن بر روی سطح افزایش یافته و نیتروژن موجود در این ترکیبات از طریق نفوذ وارد نمونه می‌گردد [۸]. این پدیده موجب آن می‌شود که ضخامت لایه‌ها

در روش نیتروژن دهی پلاسمایی با استفاده از توری فعال، افزایش یابد. در این شرایط ذرات بسیار ریزی از نیتريد‌های آهن که عمدتاً شامل فاز ϵ می‌باشند [۴]، با مرزهای بسیار منظمی به شکل هگزگونال بر روی سطح نمونه تشکیل می‌گردد. علت وقوع این پدیده وجود یک توری در پیرامون نمونه- هاست که از کندوپاش پیوسته سطح آنها جلوگیری کرده و موجب رشد یکنواخت این ذرات می‌گردد. شکل (۱۱) این ذرات هگزگونال را برای فرایندهای ASPN با درپوش توری (۱۱-الف و در بزرگنمایی بیشتر ۱۱-ب) و درپوش ساده (۱۱-ج و در بزرگنمایی بزرگتر ۱۱-د) به خوبی نشان می‌دهد.

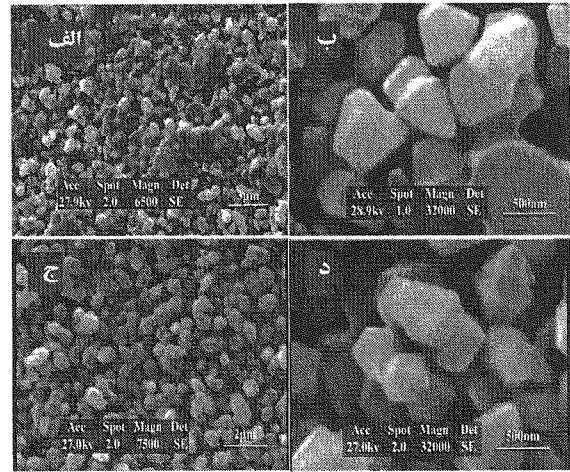
نوع لایه ترکیبی و میزان فازهای نیتريدی تشکیل شده در عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی به روش متداول، تحت تاثیر ترکیب شیمیایی گاز و دمای عملیات است. در این خصوص در یک دمای مشخص، افزایش مقدار گاز N_2 در مخلوط گازی موجب افزایش غلظت نیتريد‌های ϵ در لایه ترکیبی می‌گردد به-طوری‌که، تغییر ترکیب گازی از $25N_2/75H_2$ به $75N_2/25H_2$ در دمای $550^\circ C$ می‌تواند مقدار پیک نیتريد‌های ϵ را در لایه ترکیبی تا حدود ۲ برابر و در $580^\circ C$ تا ۴ برابر افزایش دهد. این در حالی است که تحت این شرایط نیتريد‌های γ رفتار متفاوتی را نشان می‌دهند به‌طوری‌که با افزایش مقدار گاز N_2 در مخلوط گازی تا ۷۵ درصد، در دمای $550^\circ C$ مقدار پیک نیتريد‌های γ در لایه ترکیبی تا حدود ۳ برابر افزایش و در $580^\circ C$ تا ۵ برابر کاهش می‌یابد (شکل (۱۰)). افزایش فاز γ در لایه ترکیبی را در ترکیب گازی $25N_2/75H_2$ و دماهای بالا می‌توان به افزایش میزان کندوپاش و کاهش میزان نیتريد‌های ϵ از سطح فوقانی نیتريد‌های γ نسبت داد [۱۰] در حالیکه، کاهش میزان این فاز در لایه ترکیبی را در دماهای بالاتر و مخلوط گازی $25H_2/75N_2$ می‌توان به افزایش میزان نفوذ نیتروژن و غنی شدن سطح فوقانی این فاز از فاز ϵ نسبت داد.

آنالیز XRD نشان دهنده غلظت بالاتر فاز ϵ در لایه سفید تشکیل شده بر سطح نمونه‌های نیتروژن دهی شده پلاسمایی به روش ASPN در هر دو نوع توری با قطر سوراخ ۶ و ۸ میلی‌متر با درپوش توری نسبت به درپوش ساده است. همچنین افزایش دما در شرایط یکسان و مستقل از نوع توری موجب افزایش فاز ϵ در لایه ترکیبی می‌گردد (شکل (۸)). این موضوع در مورد توری‌های با درپوش مشبک موجب افزایش ضخامت و سختی سطح می‌شود.

سطحی و همچنین ضخامت لایه سفید به طور یکنواختی با افزایش درجه حرارت افزایش یابد.

۶- مراجع

- [۱] M.Karakan, A.Alsaran, *Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel*, Materials Characterization 49 (2003) 241-246.
- [۲] Bong-Yong Jeong, Myung-Ho Kim, *Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels*, Surface and Coatings Technology, 141(2001) 182-186
- [۳] M. Berg, C.V.Budtz-Jørgensen, H. Reitz, K.O. Schweitz, J.Chevallier, P.Kringhøj, J.Böttiger, *On plasma nitriding of steels*, Surface and Coatings Technology 124 (2000) 25-31.
- [۴] C.X. Li, T. Bell, H. Dong, *A study of active screen plasma nitriding*, Surf. Eng. 18 (3) (2002) 174-181.
- [۵] C.X. Li *, T. Bell, *Corrosion properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel*, Corrosion Science 46 (2004) 1527-1547
- [۶] C.X. Li, T. Bell, *Sliding wear properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel*, Wear 256 (2004) 1144-1152
- [۷] C.X. Li, J. Georges, X.Y. Li, *Active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel*, Surf. Eng. 18 (6) (2002) 453-458.
- [۸] C.X. Li, T. Bell, *Principles, mechanisms and applications of active screen plasma nitriding*, Heat Treatment Met. (UK) 30 (1) (2003) 1-7.
- [۹] D. Cleugh, *Plasma species analysis for in situ assessment of surface treatments*, Surf. Eng. 18 (2) (2002) 133-139.
- [۱۰] P. Corengia, T. G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman, *Microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel*, Surface & Coatings Technology 200 (2005) 2391-2397.
- [۱۱] D.Pye, *Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing*, ASM international, materials park, Ohio 44073-2002.
- [۱۲] Sh.Ahangarani, F.Mahboubi, A.R. sabour, *Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel*, Vacuum, (2006), in press.



شکل (۱۱): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه های نیتروژن دهی شده از طریق توری فعال در 550°C و در زمان ۵ ساعت برای توری های با قطر ۶ میلیمتر و با درپوشهای مشبک (الف و ب) و ساده (ج و د).

۵- نتیجه

لایه ترکیبی ایجاد شده در هر دو فرایند CPN و ASPN، در شرایط مختلف شامل فازهای $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ و $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}_3$ است. در فرایند CPN در هر دو دمای عملیات مورد تحقیق، افزایش مقدار گاز N_2 در مخلوط گازی موجب افزایش غلظت نیتريد های ϵ در لایه ترکیبی شد. در حالی که نیتريد های γ' در لایه ترکیبی رفتار متفاوتی را نشان داده و با افزایش مقدار گاز N_2 در مخلوط گازی و افزایش دمای عملیات (به لحاظ افزایش میزان نفوذ نیتروژن و غنی شدن سطح فوقانی این فاز از نیتريد های ϵ) مقدار شدت پیک آن در لایه ترکیبی کاهش می یابد. در روش نیتروژن دهی پلاسمایی به روش توری فعال (ASPN)، افزایش دمای عملیات مستقل از پارامترهای مربوط به سیستم توری، موجب افزایش نیتريد های ϵ در لایه ترکیبی و همچنین افزایش ضخامت و سختی این لایه می گردد. از طرفی به دلیل مکانیزم کندوپاش و رسوب مجدد نیتريد های آهن، فاز ϵ در لایه ترکیبی برای یک سیستم توری با درپوش مشبک بیشتر از یک سیستم توری با درپوش ساده است. از طرفی حضور یک استوانه توری در پیرامون نمونه ها از کندوپاش مستقیم سطح نمونه جلوگیری می کند و موجب می شود غلظت لایه

۷- زیر نویس ها

- ¹ Conventional plasma nitriding -
- ² Edging effect
- ³ Hollow cathode effect
- ⁴ Active Screen Plasma Nitriding
- ⁵ Sputtering and redeposition