

# نیتروژن‌دهی فولاد در محیط پلاسما و بررسی لایه سخت شده

مسعود مرادشاهی و داود ایرجی

**چکیده:** در این طرح پس از ساخت سیستم مناسب برای ایجاد پلاسما در رژیم تخلیه تابان و تهیه نمونه‌ها و انجام تحلیل‌های سختی سنجی و PIXE، طی مراحل مختلف، فرآیند نیتروژن‌دهی در شرایط متفاوت انجام شد. پس از پایان نیتروژن‌دهی نمونه‌ها، تحلیل‌های سختی سنجی و PIXE به همراه تحلیل‌های XRD, SEM, GDS و RBS بر روی قطعات انجام شد. نتایج به دست آمده در مورد فولادهای ۳۰۴، ۳۱۶ و ۳۲۱ به وضوح افزایش سختی حداکثر ۴۵۰ درصد را در بازده مورد مطالعه، نشان می‌دهد. البته سایر تحلیل‌های انجام گرفته بروز تغییرات محسوس در ساختار لایه سطحی نمونه‌ها را تا عمق حداکثر ۱۷۰۰۰ آنگستروم، نشان می‌دهد. نمودارهای ارایه شده با توجه به نتایج به دست آمده از تحلیل‌های بالا رسم شده‌اند. نتایج تحلیل XRD تبدیل فازهای  $\alpha$  و  $\gamma$  را به فاز  $\gamma_N$ ، در نمونه‌های پرتو دیده نشان می‌دهد. همین‌طور تحلیل PIXE کاهش غلظت آهن در لایه سطحی و جایگزینی نیتروژن را نشان می‌دهد البته این فرآیند در مورد فولاد ۳۱۶ که برخلاف دو فولاد دیگر دارای عنصر Mo است، کندتر رخ می‌دهد.

**واژه‌های کلیدی:** سختکاری فولاد، نیتروژن‌دهی، پلاسما، تخلیه تابان، Steels Hardening, Plasma Nitriding, Glow Discharge

## ۱. مقدمه

امروز یکی از پر مصرف ترین فلزات که نقش اساسی در پیشرفت صنایع کشورها دارد، آهن است. بسته به نیاز، با افزودن عناصر ناخالصی به این فلز می‌توان آلیاژهای بسیار متنوعی به دست آورد که یکی از مهمترین آنها فولاد است. فولادها را بر حسب نوع و غلظت عناصر ناخالصی آن می‌توان در گروه‌های متنوعی دسته بندی نمود. از بین فولادها فولادهای ضدزنگ به خاطر مقاومت بالا در برابر عوامل اکسید کننده، در صنایع کاربرد وسیعی دارند. به منظور ساخت قطعاتی با ابعاد دقیق - در حد میکرومتر- استفاده از فولادهای نسبتاً نرم ضروری است به همین دلیل پس از ساخته شدن قطعه، برای افزایش طول عمر آن انجام فرآیندهایی خاص به منظور افزایش سختی و استحکام سطحی الزامی است. از بین مجموعه فرآیندهای سختکاری که به عملیات حرارتی معروف است، سختکاری از طریق نیتروژن‌دهی سطحی، یکی از رایج ترین روش‌ها است. در این روش که هدف اصلی آن وارد کردن عنصر نیتروژن در لایه سطحی قطعه و افزایش سختی آن در اثر تشکیل ترکیبات نیتروژن دار و تغییر ساختار بلوری سطح است، از فرآیندهای متنوعی استفاده می‌شود [۱]. تعدادی از این روش‌ها عبارتند از:

حمام نمک، گازدهی در کوره آمونیاک، کاشت یونی و نیتروژن‌دهی در محیط پلاسما  
در روش نیتروژن‌دهی به وسیله پلاسما، با ایجاد پلاسمای گاز نیتروژن، محیط مناسب برای تجزیه مولکول‌ها به اتم‌ها و یون‌ها فراهم می‌شود. یون‌های تولید شده با کسب انرژی از میدان الکتریکی اعمال شده به پلاسما، می‌توانند انرژی لازم برای نفوذ در ساختار شبکه‌ای فولاد را کسب کنند. فولاد یکی از آلیاژهای مهم آهن است و بر حسب اینکه ساختار شبکه بلوری آن چگونه است و به اصطلاح چه فازی دارد، دسته بندی می‌شود. فولادهای قابل سختکاری به روش نیتروژن‌دهی اغلب دارای دو فاز  $\alpha$  و  $\gamma$  هستند که فاز  $\alpha$  دارای ساختار b.c.c و فاز  $\gamma$  دارای شبکه بلوری f.c.c است. فولادهایی که فاز غالب آنها در دمای محیط فاز  $\gamma$  است، فولادهای آستنیتی نامیده می‌شوند [۳]. نمونه‌های انتخاب شده در این تحقیق نیز جز این گروه هستند. فولادهای آستنیتی که به سری ۳۰۰ نیز معروف هستند، از گروه فولادهای نسبتاً نرم محسوب می‌شوند و در صنعت ساخت قطعات فولادی کاربرد وسیعی دارند. سختی این فولادها در حدود ۲۰۰-۳۰۰ ویکرز است لذا سخت کردن قطعات ساخته شده از این فولادها الزامی است. پس از نیتروژن‌دهی این فولادها فاز  $\gamma$  به فاز سخت  $\gamma_N$  تبدیل می‌شود. این فاز از نوع محلول نیتروژن در فاز  $\gamma$  و شبکه بلوری آن f.c.c می‌باشد و تا دمای بیش از ۶۰۰ درجه سانتیگراد پایدار می‌ماند [۱]. اگر سطح قطعه ساخته شده دارای فاز  $\alpha$  باشد، در حین نیتروژن‌دهی ابتدا فاز  $\alpha$  به فاز  $\gamma$  تبدیل می‌شود و پس از پایان این مرحله گذار فاز  $\gamma$  به فاز  $\gamma_N$  آغاز می‌گردد لذا وجود

این مقاله در تاریخ ۸۲/۳/۲۵ دریافت و در تاریخ ۸۳/۳/۱۸ به تصویب نهایی رسیده است.

دکتر مسعود مرادشاهی، عضو هیئت علمی مرکز تحقیقات گداخت هسته‌ای  
mmoradshahi@aeoi.org.ir  
داود ایرجی، کارشناس فیزیک سازمان انرژی اتمی ایران،

نمونه‌ها از فولادهای ۳۱۶، ۳۰۴ و ۳۲۱ در ابعاد تقریبی mm ۴۲۰×۲۰×۲۰ تهیه شد. سپس نمونه‌ها پس از شستشو با مواد شوینده، به ترتیب با کاغذ سمباده‌های شماره ۲۰۰، ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰ در حضور مداوم جریان آب - به طوری که سایش در هر مرحله عمود بر خطوط سایش مرحله قبل باشد - صیقل داده شدند. سپس با استفاده از پودر  $Al_2O_3$  ۵ میکرونی و نمد مخصوص، سطح نمونه‌ها تا حد آینه ای شدن صیقل داده شدند. نمونه‌ها پس از آماده شدن و قبل از نیتروژن دهی در داخل محفظه، در حضور گاز آرگون در فشار ۲۰۰ میلی تور و ولتاژ ۲۰۰۰ ولت به مدت ۱۵ دقیقه تحت تابش پلاسمای آرگون قرار گرفتند تا سطح آنها کاملاً تمییز شود این امر در بهبود سرعت فرآیند نیتروژن دهی تأثیر مثبت دارد [۵].

در این طرح از رژیم تخلیه تابان پلاسما استفاده شد. در رژیم تخلیه تابان برخورد الکترون‌های پر انرژی با گونه‌های اتمی و مولکولی موجود در پلاسما منجر به یونیزه شدن یا تحریک آنها می‌گردد. همزمان با این فرآیند، ترکیب مجدد یونها با الکترونها و باز گشت گونه‌های تحریک شده به حالت اولیه نیز صورت می‌گیرد که در اثر این فرآیند انرژی مازاد گونه‌های مذکور بصورت فوتون آزاد شده سبب نورانی شدن پلاسما می‌شود [۶].

در این رژیم جریان گذرنده از پلاسما بین ۱ تا ۱۰۰۰ میلی‌آمپر تغییر می‌کند که بسته به فشارهای مختلف می‌توان با اعمال اختلاف پتانسیل‌های متفاوت، به این رژیم دست یافت. در سیستم ساخته شده در بازه ولتاژ ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ ولت، رژیم تخلیه تابان به دست می‌آید [۷].

در طی نیتروژن دهی اختلاف پتانسیل ۷۰۰ ولت برای همه مراحل حفظ شد. در مورد دمای نمونه‌ها نیز - که در بازه دمایی بین ۳۰۰ تا ۴۵۰ درجه سانتیگراد می‌توان فاز سخت شده  $\gamma_N$  را به دست آورد - دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد در تمام مراحل نیتروژن دهی حفظ شد [۲]. در مورد ترکیب گازهای استفاده شده با معرفی نسبت  $k$  که برابر است با نسبت حجمی هیدروژن به نیتروژن، بهترین نتیجه برای ترکیب ۲۰٪ هیدروژن با ۸۰٪ نیتروژن به دست می‌آید [۸]. در این پژوهش مقادیر زیر برای  $k$  انتخاب شد.

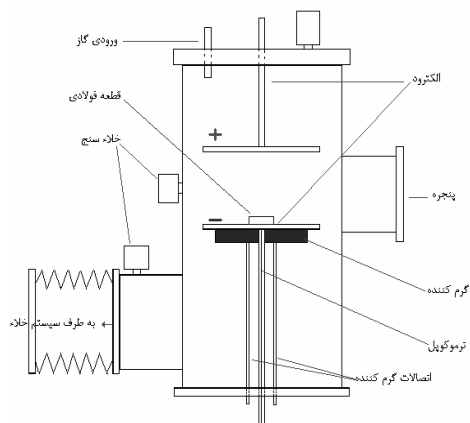
$$k=0.20, 0.25, 0.33$$

فشار محفظه در این طرح در بازه ۳۰۰ الی ۱۰۰۰ میلی تور متغیر بوده است، البته پس از به دست آمدن نتایج سختی سنجی، نمونه‌ها توسط سایر تحلیل‌ها بررسی شدند. افزایش سختی در مورد نمونه‌هایی که در فشارهای ۳۰۰ و ۵۰۰ میلی تور نیتروژن دهی شده بودند، به قدری ناچیز بود که با توجه به خطاهای اندازه گیری غیرمفید تشخیص داده شد. نتایج تحلیل‌های سختی سنجی و SEM, RBS, PIXE, XRD GDS به ترتیب به این شرح است.

فاز  $\alpha$  در سطح باعث افزایش زمان مورد نیاز برای دستیابی به سختی سطحی می‌شود [۲].

## ۲. روش تحقیق و آزمایش

برای این طرح محفظه‌ای آلومینیومی انتخاب شد که شعاع آن ۳۰ و ارتفاع آن ۸۰ cm به شکل استوانه بود. نمودار طرح وار محفظه در شکل برای این طرح محفظه‌ای آلومینیومی انتخاب شد که شعاع آن ۳۰ cm و ارتفاع آن ۸۰ cm به شکل استوانه بود. نمودار طرح وار محفظه در شکل (۱) مشخص است. برای مشاهده پلاسمای در حال کار از یک پنجره از جنس پیرکس استفاده شد. ورودی گاز در قسمت بالای محفظه قرار دارد و از طرف پایین به سیستم خلا متصل می‌شود. برای کاهش ارتعاش‌های ناشی از پمپ‌ها در قسمت اتصال محفظه به سیستم خلا، از اتصالات لرزه گیر استفاده شد. در زیر کاتد یک المنت گرم کننده ۱۰۰۰ واتنی تعبیه شده است که دمای نمونه‌ها را روی درجه دلخواه نگه می‌دارد البته این سیستم گرم کننده در بازه دمایی ۳۰۰-۵۰۰ درجه سانتیگراد می‌تواند کاربرد داشته باشد زیرا خود پلاسما می‌تواند در حین کار، دمای نمونه‌ها را تا ۳۰۰ درجه سانتیگراد بالا ببرد و سیستم گرم کننده تنها می‌تواند دماهای بالاتر از ۳۰۰ درجه سانتیگراد را تنظیم کند. این سیستم شامل یک ترموکوپل است که در زیر کاتد کار گذاشته شده است و با استفاده از مدارهای الکترونیکی، جریان گرم کننده را قطع و وصل می‌کند. خطای سیستم گرم کننده در حدود ۵ درجه سانتیگراد است. برای گازدهی محفظه از کپسول گازهای مورد نظر با خلوص ۹۹/۹۹۹ استفاده می‌شود. فشار این کپسول‌ها ۲۰۰ bar بوده و با استفاده از شیرهای کنترل مخصوص هر گاز، مقدار گاز ورودی برای به دست آوردن ترکیب مناسب گاز در داخل محفظه تنظیم می‌شود. برای اعمال ولتاژ مورد نظر بین الکترودها از یک منبع تغذیه DC که می‌تواند جریان مستقیمی تا حداکثر ۵ kv و جریان حداکثر ۱/۵A را تامین کند، استفاده شد.

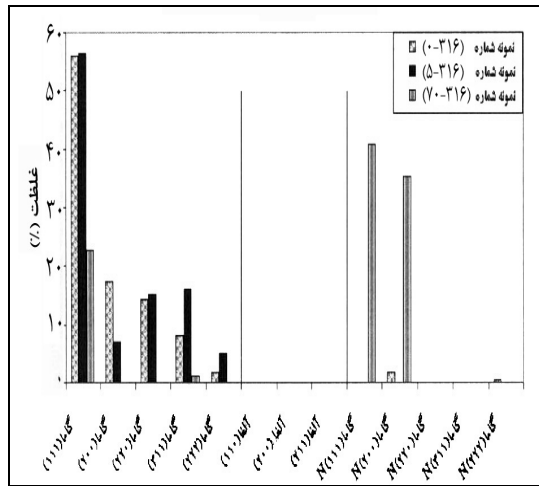


شکل ۱. طرح کلی دستگاه

### ۳. نتایج سختی سنجی

نتایجی که به صورت نمودارهای مقایسه‌ای مشاهده می‌شود نتیجه میانگین گیری حداقل سه اندازه گیری در نقاط مختلف سطح نمونه‌ها است.

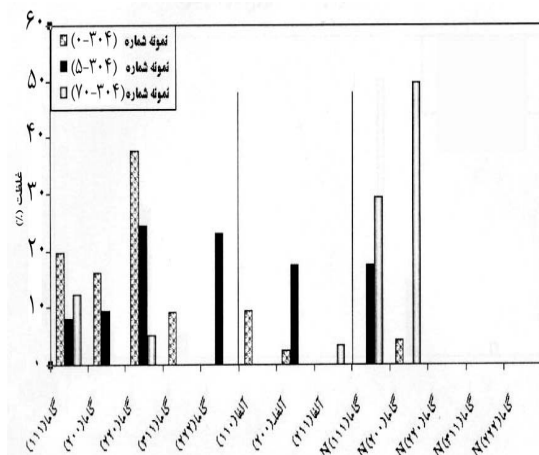
افزایش محسوس سختی در گستره ۵ تا ۷۰ ساعت به دست می‌آید. از نمودارهای (۱-۳) و (۲-۳) که به ترتیب مربوط به نمونه‌های ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دیده می‌باشد، به وضوح افزایش سختی سطحی نمونه‌ها به خصوص در نمونه ۳۲۱ که در فشار ۱۰۰۰ میلی تور و با ترکیب گاز  $K = 0.33$  به مدت ۷۰ ساعت پرتو دیده، مشاهده می‌شود. در مورد نمونه‌های ۳۰۴ و ۳۱۶ نیز افزایش سختی محسوس است و در این نمونه‌ها هم در شرایط بالا نتیجه بهتری به دست آمده است.



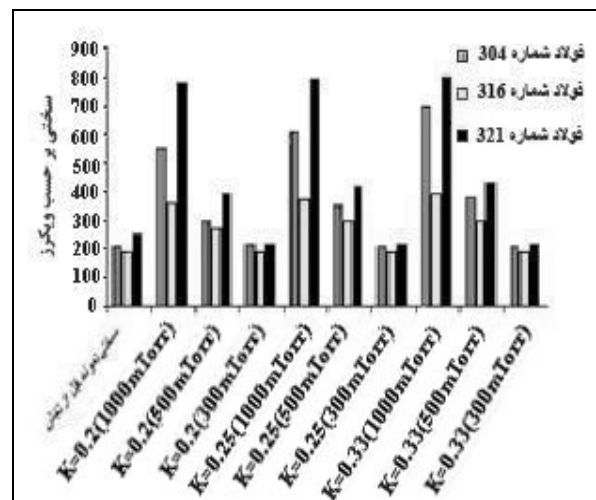
نمودار ۱-۴. توزیع فازهای فولاد ۳۰۴

### ۴. نتایج تحلیل XRD

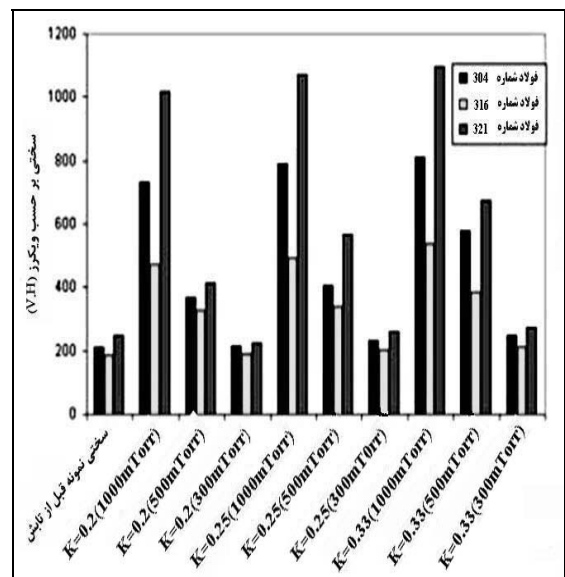
در این تحلیل فازهای ایجاد شده در سطح نمونه‌ها مشخص می‌شوند. مطابق نتایج به دست آمده از طرح پراش پرتو X نمونه‌ها، نوع فاز موجود در سطح آنها بر حسب درصد و به تفکیک برای صفحات مختلف بلوری به صورت نمودارهای مقایسه‌ای (۱-۴)، (۲-۴)، (۳-۴)، قابل مشاهده است [۶ و ۹]. هر یک از نمودارها شامل نحوه توزیع فازها، به ترتیب برای نمونه پرتو ندیده، ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دیده است. در هر سه نمونه فرآیند تبدیل فاز  $\alpha$  و  $\gamma$  به  $\gamma_N$  به خوبی قابل تشخیص است. البته بیشترین میزان تبدیل مربوط به نمونه ۳۲۱ و کمترین متعلق به فولاد ۳۱۶ است. همان طور که از نمودارهای مقایسه‌ای (۱-۴)، (۲-۴)، (۳-۴) مشخص است، برای هر یک از فولادهای ۳۰۴، ۳۱۶ و ۳۲۱ با افزایش زمان نیترژن دهی فاز غالب سطح، فاز  $\gamma_N$  است. البته مطابق با تحلیل‌های قبل، غلظت فاز  $\gamma_N$  در نمونه ۳۲۱ پس از پرتو دهی بیشتر از دو نمونه دیگر است. قابل ذکر است که تمام نمونه‌هایی که تحت تحلیل XRD قرار گرفته‌اند در شرایط فشار ۱۰۰۰ میلی تور، دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد برای نمونه‌ها و ترکیب گاز متناظر با  $K = 0.33$  پرتو دهی شده‌اند.



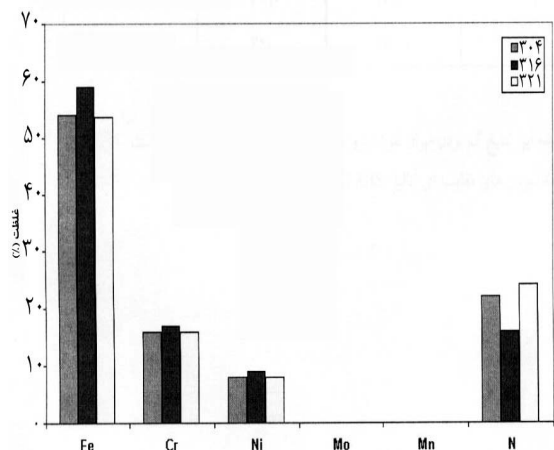
نمودار ۲-۴. توزیع فازهای فولاد ۳۱۶



نمودار ۱-۳. نتایج سختی سنجی پس از ۵ ساعت پرتو دهی



نمودار ۲-۳. نتایج سختی سنجی پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی



نمودار ۳-۵. غلظت عناصر در نمونه ها بعد از ۷۰ ساعت پرتو دهی

با توجه به این نمودارها می توان به عنوان یک فرض، وجود عنصر Mo در ساختار آلیاژی فولاد ۳۱۶ را به منزله عاملی با تاثیر منفی در فرآیند نیتروژن دهی فولاد ذکر کرد.

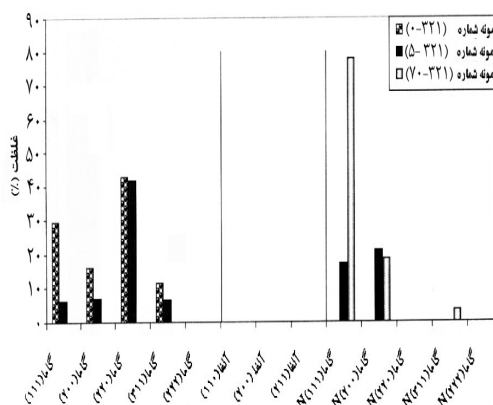
### ۶. نتایج تحلیل RBS

از تحلیل RBS برای تشخیص تقریبی عمق لایه نیتروژن داده شده استفاده شد و برای این منظور نمونه هایی که در شرایط : فشار ۱۰۰۰ میل تور و به مدت ۷۰ ساعت در دو نوع ترکیب متناظر به ۰.۳۳ و ۰.۲۵، نیتروژن دهی شده بودند، انتخاب شدند. نتایج این تحلیل نیز در قالب نمودارهای (۱-۶) و (۲-۶) ارائه شده است. نمودار (۱-۶) مربوط به نمونه هایی است که در ترکیب گاز متناظر با ۰.۲۵، K= نیتروژن دهی شده اند و نمودار (۲-۶) مربوط به ترکیب گاز متناظر با ۰.۳۳، K= است. مطابق نتایج به دست آمده از RBS ضخامت لایه نفوذ نیتروژن در نمونه های پرتو دهی شده به شرح زیر است.

جدول ۱.

K= ۰.۲۲		K= ۰.۲۵	
آنگستر (d)	فولاد	آنگستر (d)	فولاد
۱۲۰۰۰	۳۰۴	۱۰۰۰۰	۳۰۴
۱۰۰۰۰	۳۱۶	۱۰۰۰۰	۳۱۶
۱۷۰۰۰	۳۲۱	۱۵۰۰۰	۳۲۱

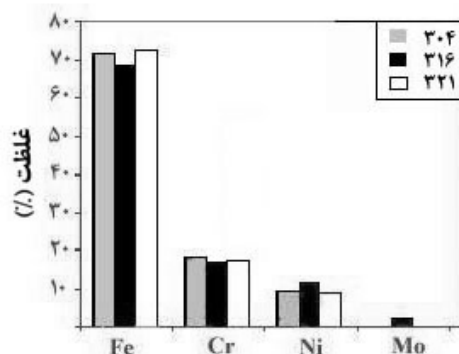
با مقایسه این نتایج، کم بودن میزان نفوذ نیتروژن در فولاد ۳۱۶ به وضوح مشخص است. در ادامه نمودارهای مقایسه ای تحلیل RBS قابل مشاهده است.



نمودار ۳-۴. توزیع فازهای فولاد ۳۲۱

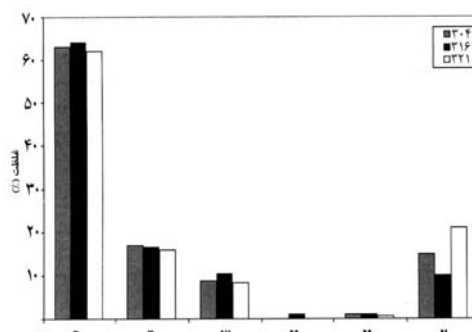
### ۵. نتایج تحلیل PIXE

با مشاهده نمودارهای مقایسه ای، نحوه تغییرات غلظت عناصر مختلف در سطح نمونه ها به دست می آید. نمودار (۱-۵) مربوط به نتایج تحلیل PIXE سه نوع فولاد، قبل از پرتو دهی است و نمودار (۲-۵) و (۳-۵) به ترتیب مربوط به تحلیل PIXE نمونه ها پس از ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی در شرایط: فشار ۱۰۰۰ میلی تور و  $k=0.33$  است.

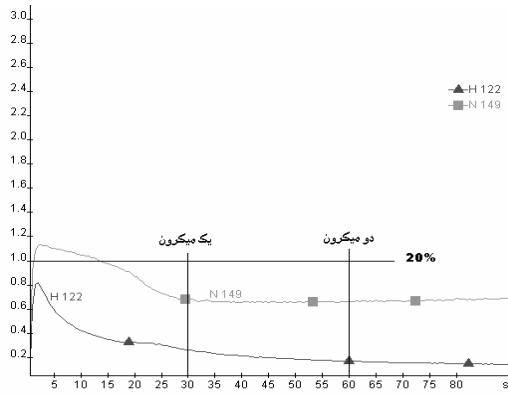


نمودار ۱-۵. غلظت عناصر در نمونه ها قبل از پرتو دهی

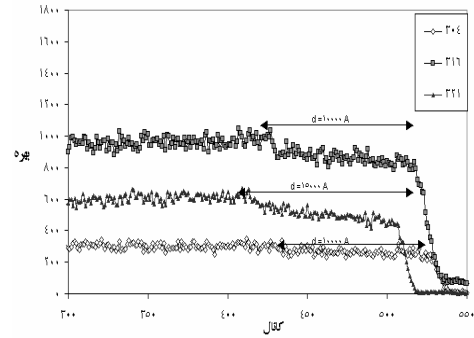
با توجه به نمودار (۱-۳) وجود عنصر Mo در فولاد ۳۱۶ - برخلاف دو فولاد دیگر- مشخص می شود. همین طور نمودار (۲-۳) وجود عنصر نیتروژن در لایه سطحی را تا حدود ۲۰٪ نشان می دهد. البته همچنان غلظت نیتروژن در فولاد نیتروژن داده شده ۳۱۶ کمتر از دو نوع فولاد نیتروژن داده دیگر است.



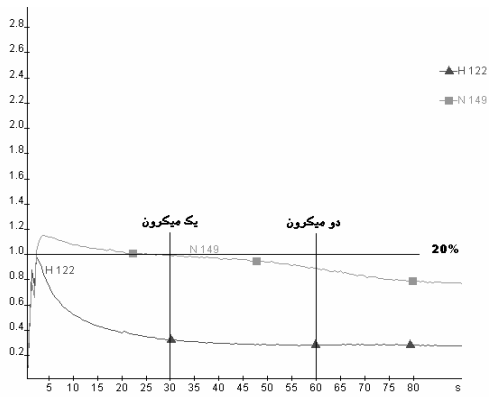
نمودار ۲-۵. غلظت عناصر در نمونه ها بعد از ۵ ساعت پرتو دهی



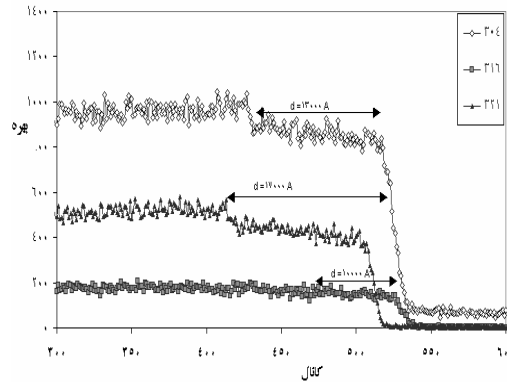
نمودار ۱-۷. فولاد ۳۰۴ پس از ۵ ساعت پرتو دهی



نمودار ۱-۶. تحلیل RBS نمونه ها در حالت  $K=0.25$



نمودار ۲-۷. فولاد ۳۰۴ پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی



نمودار ۲-۶. تحلیل RBS نمونه ها در حالت  $K=0.33$

### ۷. نتایج تحلیل GDS

تحلیل GDS به عنوان یک روش کمکی برای تایید نتایج تحلیل RBS در مورد نمونه‌هایی که در فشار ۱۰۰۰ میلی تور و ترکیب گاز متناظر به  $K=0.33$ ، به مدت ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی شده بودند، استفاده شد.

در این تحلیل میزان تغییرات طیف پلاسمایی که برای لایه برداری از سطح نمونه به کار می رود بر حسب زمان لایه برداری، به دست می آید.

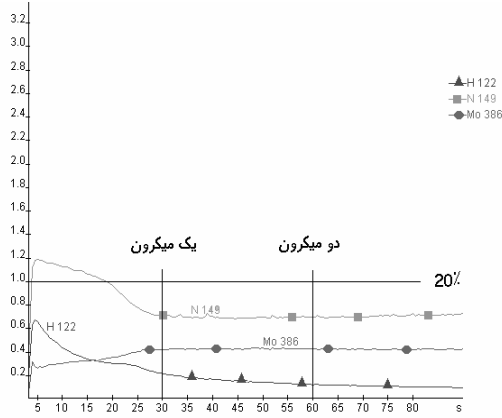
جدول (۱): عمق نفوذ نیترژن در نمونه ها، در مقادیر  $K$  مختلف نمودارهای به دست آمده به صورت کیفی و ضمنی تغییرات غلظت عناصر نیترژن و هیدروژن را نشان می دهند با مقایسه این نمودارها با نمودارهای RBS و PIXE می توان نحوه تغییرات غلظت عناصر مورد نظر را بر حسب عمق مشاهده کرد.

به ترتیب نمودارهای مربوط به نمونه های ۳۰۴، ۳۱۶ و ۳۲۱ در ادامه مشاهده می شود.

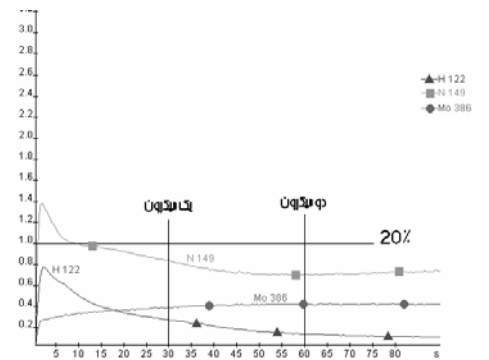
نمودارهای (۱-۷) و (۲-۷) مربوط به فولاد ۳۰۴، (به ترتیب ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی)،

نمودارهای (۳-۷) و (۴-۷) مربوط به فولاد ۳۱۶، (به ترتیب ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی) و

نمودارهای (۵-۷) و (۶-۷) مربوط به فولاد ۳۲۱، (به ترتیب ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی) هستند.



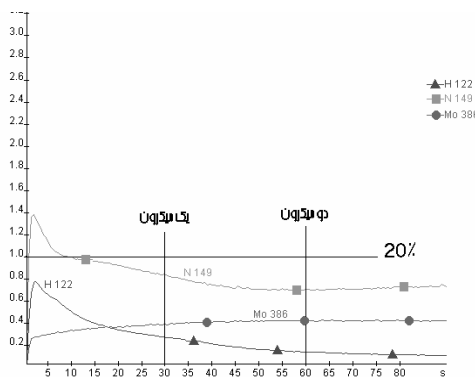
نمودار ۳-۷. فولاد ۳۱۶ پس از ۵ ساعت پرتو دهی



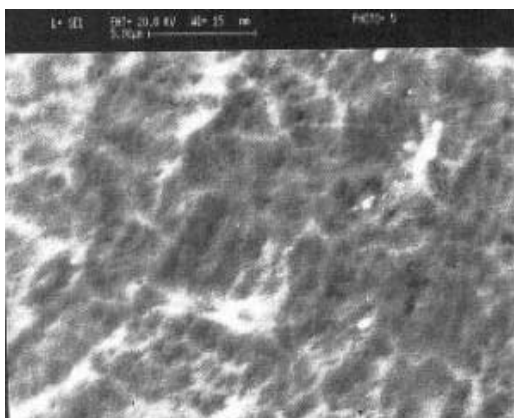
نمودار ۴-۷. فولاد ۳۱۶ پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی



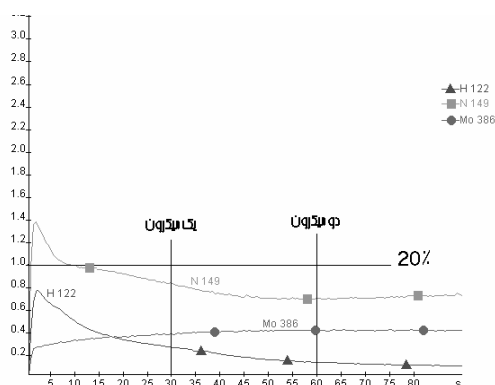
شکل ۸-۱. نمونه ۳۰۴ قبل از پرتو دهی



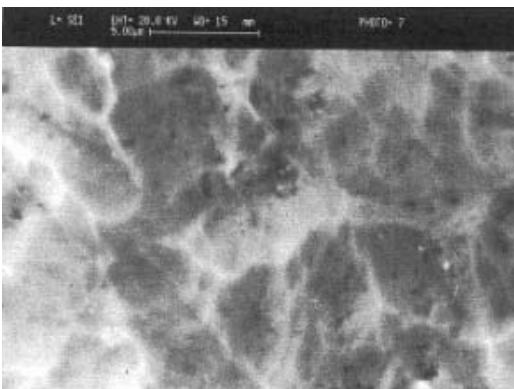
نمودار ۷-۵. فولاد ۳۰۴ پس از ۵ ساعت پرتو دهی



شکل ۸-۲. نمونه ۳۰۴ ساعت ۵ پرتو دهی



نمودار ۷-۶. فولاد ۳۲۱ پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی



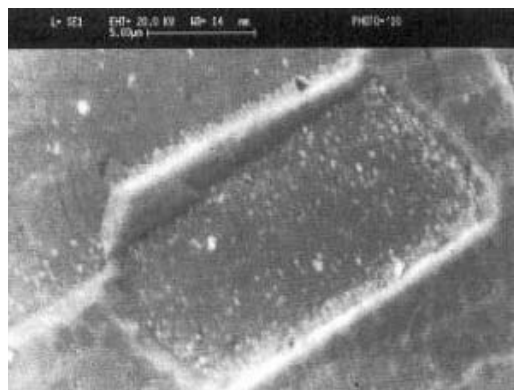
شکل ۸-۳. نمونه ۳۰۴ : ۷۰ ساعت پرتو دهی

### ۸. نتایج تصویر برداری SEM

سرانجام برای مقایسه ظاهری سطح نمونه‌های پرتو دیده در شرایط: فشار ۱۰۰۰ میلی تور و ترکیب گاز متناظر با  $K=۳۳$  و زمان های ۵ و ۷۰ ساعت، از تصویربرداری SEM با بزرگنمایی ۵۰۰۰ برابر استفاده شد.

تصاویر (۱-۸)، (۲-۸) و (۳-۸) به ترتیب مربوط به نمونه‌های فولاد ۳۰۴ قبل از پرتو دهی، ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی شده، تصاویر (۴-۸)، (۵-۸) و (۶-۸) به ترتیب مربوط به نمونه‌های فولاد ۳۱۶ قبل از پرتو دهی، ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی شده و تصاویر (۷-۸)، (۸-۸) و (۹-۸) به ترتیب مربوط به نمونه‌های فولاد ۳۲۱ قبل از پرتو دهی، ۵ و ۷۰ ساعت پرتو دهی شده هستند.

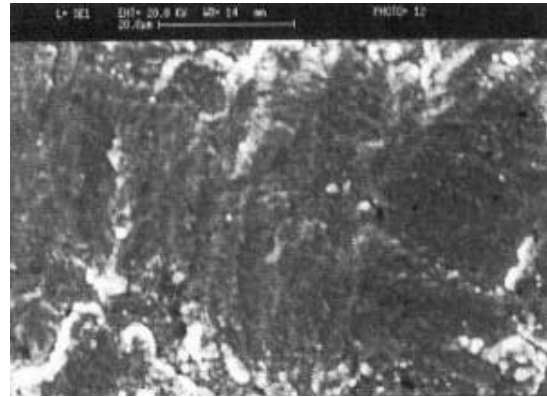
چنانچه از تصاویر مشخص است برای فولاد ۳۰۴ اندازه دانه‌های سطحی با افزایش زمان پرتو دهی کوچکتر شده است. در نمونه ۳۱۶ دانه بندی سطح نمونه پس از ۵ ساعت پرتو دهی به صورت نامنظم درآمده است ولی پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی ظاهری شبیه نمونه ۳۰۴ با ۵ ساعت پرتو دهی، پیدا کرده است. نمونه ۳۲۱ ظاهری متفاوت از خود نشان می‌دهد و پس از پرتو دهی به مدت ۷۰ ساعت - مطابق با آنچه که از تحلیل XRD به دست آمده - تنها دارای فاز  $\gamma_N$  است که تک رنگ بودن سطح آن می‌تواند نشانه‌ای از این مطلب باشد.



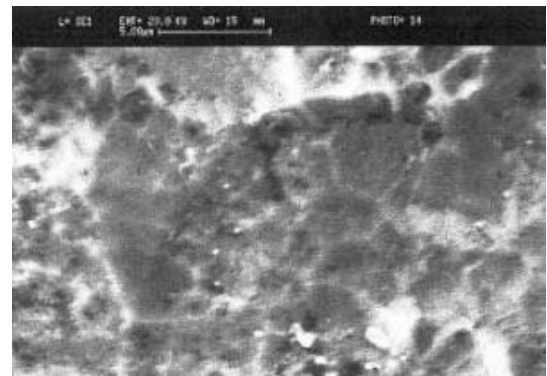
شکل ۸-۴. نمونه ۳۱۶: قبل از پرتو دهی



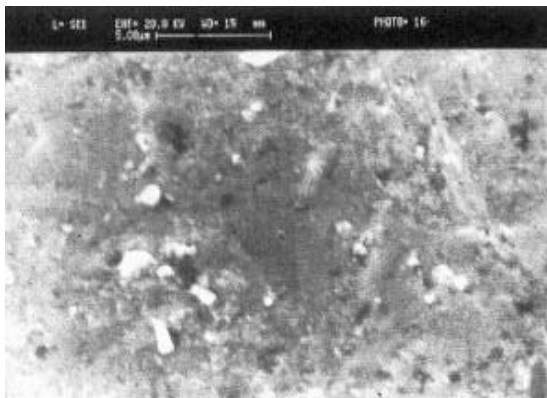
شکل ۸-۹. نمونه ۳۲۱ : ۷۰ ساعت پرتودهی



شکل ۸-۵. نمونه ۳۱۶ : ۵ ساعت پرتودهی



شکل ۸-۶. نمونه ۳۱۶ : ۷۰ ساعت پرتودهی



شکل ۸-۷. نمونه ۳۲۱ : قبل از پرتودهی



شکل ۸-۸. نمونه ۳۲۱ : ۵ ساعت پرتودهی

### ۹. نتیجه گیری

با توجه به آزمایش‌های انجام شده و تحلیل‌های متفاوت، در شرایط کار:

فشار: ۳۰۰ الی ۱۰۰۰ میلی تور، دمای نمونه‌ها: ۳۵۰ درجه سانتیگراد، ولتاژ کار: ۷۰۰ ولت جریان مستقیم، مدت پرتودهی: ۵ و ۷۰ ساعت و نسبت هیدروژن به نیتروژن (K): ۰/۳۳، ۰/۲۵، ۰/۲۰، نتیجه‌های زیر به دست آمد:

(الف) حداقل فشار لازم برای دستیابی به نتیجه معقول در فرآیند نیتروژن دهی فولادهای بررسی شده در محیط پلاسما، ۱۰۰۰ میلی تور است.

(ب) بهترین نتیجه در این تحقیق در ترکیب ۱ به ۳ هیدروژن به نیتروژن حاصل شد. (K= ۰/۳۳)

(پ) با افزایش مدت پرتودهی عمق نفوذ نیتروژن نیز افزایش می‌یابد ولی غلظت نیتروژن در حدود ۲۰٪ ثابت می‌ماند.

(ت) حداقل مدت پرتودهی برای رسیدن به سختی مطلوب به نوع فولاد بستگی دارد به طوری که در مورد فولاد ۳۲۱ با ۵ ساعت پرتودهی می‌توان به افزایش سختی قابل توجهی به اندازه بیش از دو برابر دست یافت ولی برای فولاد ۳۱۶ در همین مدت تنها افزایش سختی در حدود ۳۰ درصد به دست می‌آید.

(ث) در میان فولادهای بررسی شده فولاد ۳۱۶ از نظر ترکیب آلیاژی تفاوت عمده‌ای با دو فولاد ۳۲۱ و ۳۰۴ دارد و دارای حدود ۲ درصد Mo است. به نظر می‌رسد عدم سخت شدن فولاد ۳۱۶ با این روش، به وجود عنصر Mo مربوط می‌شود. میزان عمق نفوذ و سختی سطحی در این فولاد - به روشنی - کمتر از دو نوع فولاد دیگر است.

دلیل این امر احتمالاً آن است که مولیبدن سطح فولاد در مجاورت با نیتروژن با آن ترکیب و لایه MoN را بر سطح فولاد تولید کرده است که باعث می‌شود نفوذ نیتروژن در لایه‌های زیرین به کندی

که شکل ظاهری هر سه نوع فولاد قبل از پرتو دهی بسیار شبیه هستند. این رفتار فولاد ۳۱۶ نیز مربوط به وجود عنصر Mo و تشکیل لایه MoN بر سطح آن است.

### تشکر و قدردانی

در پایان پس از حمد و سپاس پروردگار متعال، از کلیه عزیزانی که به شرح زیر در اجرای این طرح از آغاز تاکنون یاری کرده اند قدردانی می نمایم:

آقای دکتر نوحی و آقای مهندس سنگ به خاطر راهنمایی‌های ایشان در تهیه نمونه‌ها در بخش حالت جامد سازمان انرژی اتمی ایران، خانم جلالی به خاطر قبول زحمت انجام تحلیل سختی سنجی در بخش حالت جامد سازمان انرژی اتمی ایران، آقای مهندس دبیرزاده که در ساخت محفظه و اتصالات مورد نیاز در بخش طراحی و ساخت سازمان انرژی اتمی ایران ما را یاری دادند. خانم وطن خواه در بخش واندوگراف سازمان انرژی اتمی ایران به خاطر انجام تحلیل‌های RBS و PIXE.

آقای دکتر نوین روز و آقای مهندس مالکیان و آقای مهندس صدری در بخش مواد هسته ای واحد کرج، به خاطر همکاری صمیمانه ایشان در انجام تحلیل‌های XRD و GDS  
آقای دکتر کاشانی و آقای مهندس ابراهیمی در دانشکده متالورژی دانشگاه تهران به جهت تصویر برداری SEM

### مراجع

- [۱] گلغذاز، م.ع.، کتاب "عملیات حرارتی و مهندسی سطح"، انتشارات ارکان اصفهان، ۱۳۷۷.
- [۲] ربیعی، ا.، کتاب "متالورژی فیزیکی"، انتشارات فنی حسینیان، ۱۳۷۷.
- [۳] مرادشاهی، م.، مینو، ح.، ایرجی، د.، کنفرانس فیزیک ایران، زنجان ۱۳۸۱.

[4] Berg, M., Budtz-Jorengesen, C.V., Reitz, H., Schweitz, K.O., Chevallier, J., *Surf. Coat. Technol.*, 124, 2000. PP. 25-31.

[5] Lei, M.K., *Materials*, J., Science 34, 1999, PP. 5975-5982.

[6] Baranowska, J., Szczecinski, K., Wysiacki, M., *Surf Coat Technol.*, 151-152, 2002, PP. 534-539.

[7] Camps, E., Becerril, F., *Superficies Vocio* 9, 290-293 december 1999.

انجام گیرد در نتیجه در لایه‌های زیرین فولاد، نیتروژن کمتری نفوذ می‌کند و ضخامت لایه غنی شده از نیتروژن - همانند آنچه که نتایج تحلیل RBS نشان می‌دهد - کاهش می‌یابد. از طرفی چون سیستم سختی سنجی موجود در بخش حالت جامد سازمان انرژی اتمی ایران نمی‌تواند سختی لایه‌های با ضخامت کمتر از ۱ میکرون را به درستی اندازه بگیرد و سختی گزارش شده در این حالت متاثر از سختی زیر لایه است، لذا در مورد فولاد ۳۱۶ اگر هم لایه سختی در سطح تولید شده باشد به خاطر ضخامت کم، سختی آن قابل اندازه گیری نبوده است.

ح) با توجه به نتایج PIXE نیز می‌توان به این مطلب اشاره کرد که ساز و کار نفوذ نیتروژن در این سه فولاد بررسی شده، متفاوت است به طوری که نمودارهای PIXE نمونه‌هایی که ۷۰ ساعت پرتو دیده اند، نشان می‌دهد که در فولادهای ۳۰۴ و ۳۲۱، آهن در حدود ۱۶ تا ۱۸ درصد کاهش یافته و به اندازه بیش از ۲۰ درصد نیتروژن وارد ساختار بلور شده است که به روشنی رانده شدن اتمهای آهن از سطح فولاد - به احتمال زیاد به سمت داخل - را نشان می‌دهد. وی در مورد فولاد ۳۱۶ کاهش غلظت آهن در حدود ۷ تا ۸ درصد بوده است و میزان غلظت نیتروژن نفوذی در حدود ۱۵ تا ۱۶ درصد است. برخلاف فولادهای ۳۰۴ و ۳۲۱ که آهن تقریباً به همان میزان نفوذ نیتروژن از سطح رانده شده است، در فولاد ۳۱۶ این رانده شدگی تنها به اندازه نصف میزان نفوذ نیتروژن است.

این امر می‌تواند بر این نکته دلالت کند که در این فولاد نیتروژن به خاطر ممانعت MoN نتوانسته تا حد اشباع در فولاد نفوذ کند و همچنین بیشتر به صورت بین نشینی در فضاهای خالی شبکه‌ای قرار گرفته است.

البته همین ساز و کار هم در مورد فولادهای ۳۰۴ و ۳۲۱ می‌تواند رخ داده باشد ولی به خاطر سرعت نفوذ بیشتر نیتروژن در این فولادها پدیده اشباع نیتروژن در فضاهای خالی شبکه‌ای رخ داده و از آن پس فرآیند جاننشینی با آهن آغاز شده است. از طرفی XRD نیز به روشنی تبدیل فازهای سطحی اولیه  $\alpha$  و  $\gamma$  را به فاز  $\gamma_N$  که یک فاز غنی شده از نیتروژن بوده و سختی بالایی دارد، نشان می‌دهد. البته با توجه به نتایج سایر تحلیل‌ها میزان تبدیل فازهای اولیه به فاز  $\gamma_N$  در فولاد ۳۲۱ تقریباً به طور ۱۰۰ درصد انجام شده ولی در مورد دو فولاد دیگر خصوصاً در فولاد ۳۱۶ - به خاطر وجود Mo - این فرآیند در مدت زمان پرتو دهی به طور ناقص انجام شده است.

ج) تصاویر SEM مربوط به سطح نمونه‌ها در شرایط مختلف، به وضوح بروز تغییرات اساسی ظاهری در شکل دانه بندی سطح فولادهای پرتو دیده را نشان می‌دهد.

در فولاد ۳۲۱ پس از ۷۰ ساعت پرتو دهی اندازه دانه بندیها به کوچکترین حد در میان سایر نمونه‌ها رسیده است در مورد فولاد ۳۱۶ پس از پرتو دهی حتی به مدت ۵ ساعت نیز تفاوت عمده‌ای از نظر ظاهری نسبت به دو نوع فولاد دیگر مشاهده می‌شود در حالی



[8] Yu, Z., Xu, X., Wang, L., Qiang, J., Hei, Z., Surf Coat Technol, 153, 2002, PP.125-130.

[9] PHYSICS of IONIZED GASES, B.M. Smirnov, 2001. John Wiley Sons.Inc.