

## بررسی تاثیر نیتروژن دهی پلاسمایی بر ریزساختار و سختی فولادهای ابزار گرم کار AISI H11 و قالب تزریق پلاستیک AISI P20

نسیم نایب پاشایی، حسین معدنی پور، منصور سلطانیه و شهرام خیراندیش

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

حسین آقاجانی

دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز

( دریافت مقاله : ۹۰/۰۸/۰۷ - پذیرش مقاله : ۹۱/۰۵/۰۱ )

### چکیده

در این تحقیق دو گروه نمونه از جنس فولاد ابزار گرم کار AISI H11 و فولاد قالب تزریق پلاستیک AISI P20 در دو دمای ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد، به مدت زمان ۵ و ۱۰ ساعت و ترکیب گاز  $75\%N_2 - 25\%H_2$  با استفاده از دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی پالسی جریان مستقیم نیتروژن دهی شدند. ضخامت منطقه نفوذی و لایه ترکیبی، توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی و فازهای تشکیل شده در سطح به وسیله آنالیز تفرق اشعه ایکس (XRD) بررسی شد. همچنین تغییرات ریزسختی از سطح به عمق نمونه‌ها اندازه گرفته شد. نتایج نشان می‌دهد که به دلیل نوع ریزساختار زیرلایه و مسیرهای نفوذی مناسب تر عنصر نیتروژن در فولاد AISI H11 نسبت به AISI P20، همواره ضخامت لایه نفوذی و ترکیبی تشکیل شده در فولاد AISI H11 بیش تر از فولاد AISI P20 است. نتایج آنالیز EDS از لایه نیتروژن دهی نشان داد که حین نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد AISI P20 نفوذ کربن به سمت سطح روی داده است ولی در نتایج EDS از لایه نیتروژن دهی فولاد AISI H11 این پدیده مشاهده نشد. مطابق با نتایج نیم رخ سختی پس از نیتروژن دهی پلاسمایی، در یک عمق یکسان، فولاد AISI H11 میزان سختی بالاتری نسبت به فولاد AISI P20 نشان داده است. بررسی‌های پراش اشعه ایکس (XRD) حاکی از آن است که لایه نیتروژن دهی در فولاد AISI H11 از دو فاز نیتروژن دهی گاما پرایم ( $\gamma'$ ) و اپسیلین ( $\epsilon$ ) تشکیل شده است اما در فولاد AISI P20 فاز نیتروژن دهی اپسیلین به عنوان فاز نیتروژن دهی غالب در همه شرایط زمانی و دمایی انجام فرآیند تشکیل شده است.

واژه های کلیدی: نیتروژن دهی پلاسمایی، فولاد ابزار گرم کار AISI H11، فولاد قالب پلاستیک AISI P20، نیتريد.

## Investigation of the effect of time and temperature of plasma nitriding on the microstructure and growth of nitrated layer in hot working tool steel AISI H11 and plastic injection mould steel AISI P20

N. Nayeypashae, H. Madanipour, M. Soltanieh and Sh. Kheirandish

Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

H. Aghajani

Department of Mechanical Engineering, Tabriz University

(Received 28 October 2011, accepted 22 July 2012)

### Abstract

In this study, pulsed plasma nitriding treatment was performed on hot work tool steel AISI H11 samples and plastic mould steel AISI P20 samples at different process temperatures of 500°C and 550°C for 5 and 10 h in gas mixture of 75% N<sub>2</sub> - 25% H<sub>2</sub>. Diffusion zones and compound layers were studied by optical and scanning electron microscopy and the surface phases were determined by X-ray diffraction analysis. Moreover, micro hardness changes from surface to core of the samples were determined. Results have shown that, at any specific plasma nitriding temperature and time, due to the microstructure and appropriate paths for diffusing of nitrogen in AISI H11 in comparison with AISI P20, the diffusion and compound layers of AISI H11 are thicker than that of AISI P20. Regarding the results of EDS, upward diffusion of carbon occurred during the ion nitriding of AISI P20, but EDS analysis of diffusion zone of AISI H11 does not show carbon. XRD results have shown that nitriding layer in AISI H11 is composed of  $\gamma$ -nitride and  $\epsilon$ -nitride, while  $\epsilon$ -nitride was the most forming phase in AISI P20 at all the process parameters. The results of micro hardness profiles at the same depth, have shown that AISI H11 is harder than AISI P20.

**Keywords:** Plasma Nitriding, Hot Work Tool Steel AISI H11, Plastic Mould Steel AISI P20, Nitride

**E-mail of corresponding author:** nayeypashae@iust.ac.ir

## مقدمه

و خواص سایشی به دلیل تشکیل لایه نیتريد سطحی بهبود یافته است که این خواص با تغییرات دما، زمان و فشار جزئی نیتروژن در فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی مستقیماً ارتباط دارد [۱۲-۱۰]. همان طور که می دانیم تشکیل نیتريد های سطحی و همچنین برخورد اجزاء یونی طی فرآیند کند و پاش می تواند مورفولوژی سطح را تغییر دهد. در تحقیق انجام شده به منظور بررسی مکانیزم رشد لایه سفید در نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد ابزار گرم کار AISI H11 یک مکانیزم [۱۳] پیشنهاد شده است که بر مبنای آن لایه ترکیبی از دو بخش مجزا تشکیل شده باشد، به گونه ای که یک بخش متاثر از کندوپاش و بخش دیگر متاثر از نفوذ است. در این راستا نیتريد های سطحی به عنوان بخش متاثر از کندوپاش و لایه زیرین آن ها بخش متاثر از نفوذ در نظر گرفته شده است. نمایش شمایی این تقسیم بندی در شکل ۱ دیده می شود.

در تحقیق حاضر نیتروژن دهی پلاسمایی بر روی دو فولاد ابزار گرم کار AISI H11 و فولاد قالب تزریق پلاستیک AISI P20 در دماها و زمان های متفاوت انجام شده است. بررسی های مربوط به فولاد قالب تزریق پلاستیک P20 در پژوهش جداگانه ای شرح کامل داده شده است [۱۴]. بررسی و مقایسه رشد لایه های نیتريدی تشکیل شده در شرایط دمایی و زمانی متفاوت و عمق نفوذ نیتروژن در فولاد زیر لایه با توجه به ریزساختار از اهداف تحقیق حاضر هستند. همچنین تغییرات مورفولوژی ذرات سطحی در دو فولاد مورد استفاده از اهداف دیگر پژوهش است.

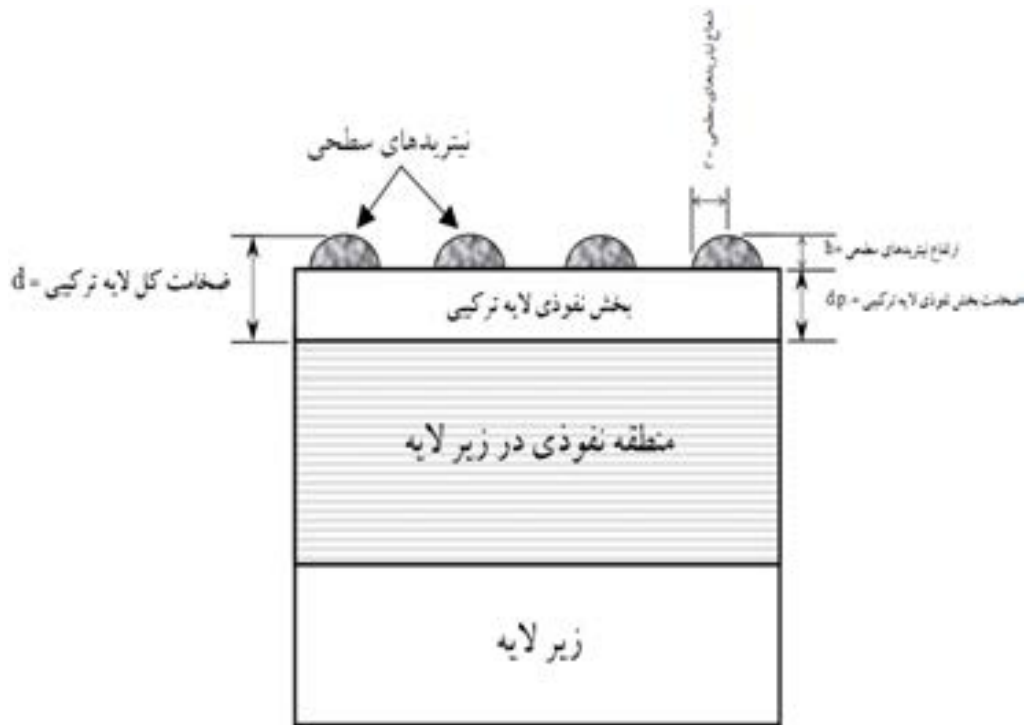
## مواد و روش آزمایش ها

عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی بر روی نمونه های فولاد ابزار گرم کار AISI H11 و فولاد قالب تزریق پلاستیک AISI P20 انجام پذیرفت. ترکیب شیمیایی این فولادها در جدول ۱ ارایه شده است. نمونه های در نظر گرفته شده به عنوان زیر لایه به شکل دیسک هائی با قطر تقریبی ۲۰ میلی متر و ارتفاع تقریبی ۱۰ میلی متر ماشین کاری شدند. سپس نمونه ها به منظور تشخیص بهتر لایه های ایجاد شده پس از نیتروژن دهی در درجات مختلف سمباده زنی شده و به وسیله پودر آلومینای

عمده عیوب ایجاد شده در فولادهای ابزار، ناشی از سایش و خستگی ترمومکانیکی است. به علاوه، همواره ابزارها و قالب ها در معرض تنش های حرارتی نیز هستند [۱]. نیتروژن دهی پلاسمایی به طور وسیعی برای بهبود خواص خستگی، مقاومت خوردگی و سایش مواد مختلف مهندسی به کار می رود [۲]. همچنین این فرآیند به خاطر خاصیت روغن کاری لایه سفید به علاوه سختی و استحکام آن در صنایع ابزار و قالب گسترش قابل توجهی یافته است [۳]. با افزایش عمر کارکرد آن ها به وسیله عملیات پوشش دهی می توان دوره تعویض قطعات و هزینه های تولید را کاهش و کیفیت محصول نهایی و راندمان تولید را افزایش داد [۴ و ۵].

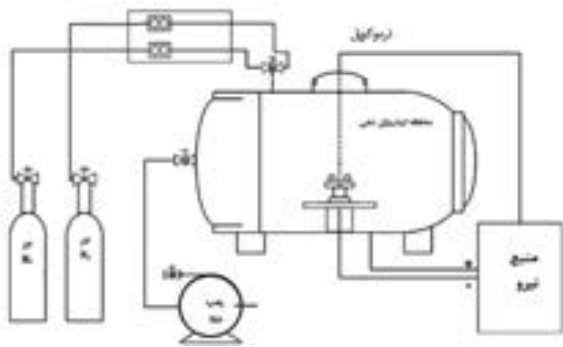
در زمینه نیتروژن دهی پلاسمایی فولادهای ابزار و قالب تحقیقات زیادی انجام گرفته است. در پژوهش انجام شده توسط S.J. Bull و همکاران، با هدف انتخاب پوشش و عملیات سطحی مناسب برای ادوات دستگاه قالبگیری تزریقی پلاستیک، بهترین عملیات سطحی بر پایه نیتروژن دهی و با ترکیبی از نیتروژن دهی و کاشت یون حاصل شده است [۶]. در پژوهش مشابهی که توسط Boey و همکاران در خصوص شبیه سازی اثر دما بر روی سایش ساینده تجهیزات دستگاه قالبگیری تزریقی پلاستیک بر روی نمونه هایی از جنس فولاد AISI P20 انجام شده است عملیات سطحی ترکیبی شامل کاشت یون نیتروژن بر روی نمونه فولادی نیتروژن دهی شده، کارائی سایشی عالی نشان داده است [۷]. عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد AISI P20 منجر به افزایش قابل توجه چسبندگی پوشش PVD و مقاومت سایشی عالی در بار اعمالی بالاتر شده است در حالیکه پوششهای رسوب داده شده روی نمونه های AISI P20 نیتروژن دهی نشده به دلیل قابلیت تحمل بار ضعیفتر، مقاومت سایشی محدودی را نشان داده اند [۸].

در بررسی رفتار سایشی فولاد ابزار AISI H11 نیتروژن دهی شده گزارش شده است که نیتراسیون سطحی مقاومت سایشی در دمای بالا را بهبود می بخشد [۹]. همچنین در پژوهشهای صورت گرفته بر روی فولادهای ابزار کروم دار سختی سطح



شکل ۱. نمایش شمائی نحوه تقسیم لایه ترکیبی به دو بخش نیتrideهای سطحی و بخش نفوذی [۱۳].

برای جلوگیری از کنده شدن و یا تخریب لایه سفید، نمونه‌ها به گونه‌ای مانت گرم شدند که سطح نیترووره شده داخل ماده مانت قرار گیرد.



شکل ۲. شماتیک قسمتهای مختلف دستگاه نیتروژن دهی پلاسمایی.

۱/۵ میکرومتر پولیش شدند تا سطح آنها کاملاً براق و آینه‌ای گردد.

نیتروژن دهی به وسیله دستگاه پالسی جریان مستقیم با دامنه ولتاژ ۵۰۰ الی ۶۵۰ ولت و در دو دمای ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد، دو زمان ۵ و ۱۰ ساعت و ترکیب گاز ثابت  $H_2 - 75\% - N_2 - 25\%$  انجام شد. در طی انجام آزمایش، فشار (در حدود  $1 \pm 0.5$  میلی بار) و دبی گاز ثابت نگه داشته شد. بعد از اتمام زمان آزمایش، نمونه‌ها تحت خلاء ۱ میلی بار تا رسیدن به دمای محیط درون محفظه سرد شدند. شماتیک دستگاه مورد استفاده در شکل ۲ نشان داده شده است. پس از خارج کردن نمونه‌ها از محفظه، به منظور انجام عملیات متالوگرافی و

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد H11 و P20 مورد استفاده در این پژوهش.

عنصر (درصد وزنی)									فولاد
آهن	کروم	منگنز	کربن	سیلیسیم	مولیبدن	فسفر	نیکل	وانادیم	
پایه	۳/۵۰	۰/۳۳	۰/۳۰	۰/۲۵	۱/۱۰	۰/۰۰	۰/۱۴	۰/۲۸	AISI H11
پایه	۱/۸۳	۱/۳۱	۰/۳۹	۰/۲۹	۰/۱۸	۰/۰۲	۰/۰۰	۰/۰۰	AISI P20

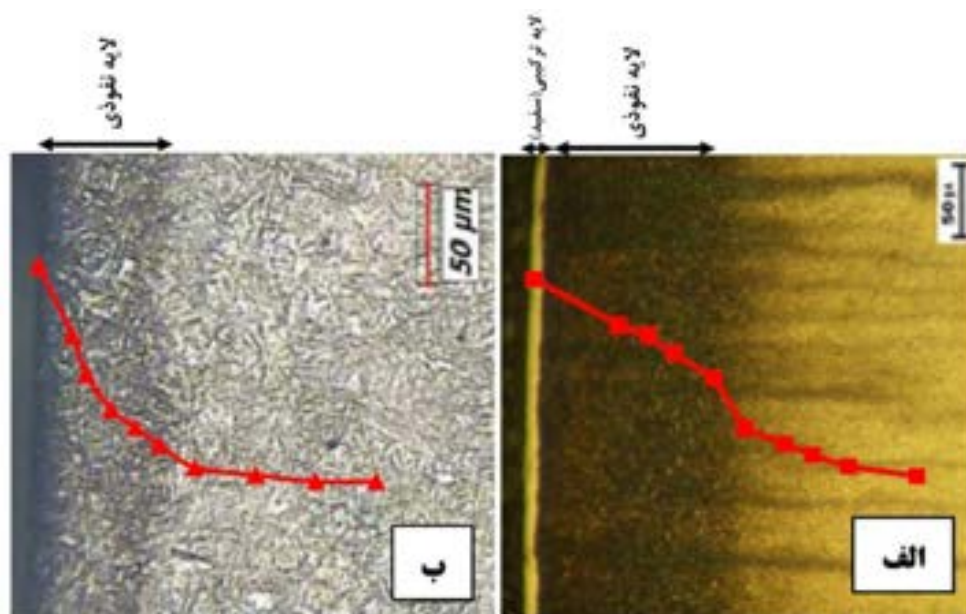
زاویه راس ۱۳۶ درجه استفاده گردید. این دستگاه دارای میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۴۰۰ برابر بوده و تحت بار ۵۰ گرم و زمان ۱۵ ثانیه استفاده شد. همچنین به منظور حصول از دقت ضخامت لایه نفوذی اندازه گیری شده توسط تصاویر میکروسکوپی این تصاویر با ضخامتی که در آن سختی به نزدیکی سختی سطح میرسد مقایسه گردیدند.

### نتایج و بحث

تصاویر متالوگرافی از سطح مقطع نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده فولادهای AISI H11 و AISI P20 در شکل ۳ نشان داده شده است. با توجه به این تصاویر، پس از نیتروژن دهی پلاسمایی در فولاد AISI H11 سه منطقه شامل لایه ترکیبی، منطقه نفوذی و زیرلایه در تصویر متالوگرافی مشاهده می شود اما در فولاد AISI P20 لایه سفید به وضوح مشهود نیست. مقادیر میانگین ضخامت لایه نفوذی برای نمونه های مختلف در جدول ۲ ارائه شده است. با مقایسه مقادیر جدول ۲ مشاهده می شود که مقادیر اندازه گیری شده برای ضخامت لایه نفوذی فولاد AISI P20 در تمامی دماها و زمان های نیتروژن دهی کمتر از مقادیر مربوط به فولاد AISI H11 است.

سپس نمونه ها همراه با مانع توسط دستگاه برش مجهز به خنک کننده دو نیم شدند. نمونه های مانع شده با انجام عملیات سنباده زنی و پولیش برای متالوگرافی آماده شدند. برای مشاهده ریزساختار لایه های تشکیل شده روی سطح نمونه، با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل Meiji مجهز به دوربین ویدئویی متصل به کامپیوتر، تصاویر ریز ساختاری از مقاطع عمودی نمونه تهیه گردید، که پس از اچ کردن با محلول نایتال ۲ و ۵ درصد، منطقه نفوذی نیز در نمونه ها قابل رویت شد.

ضخامت منطقه نفوذی با استفاده از تصاویر متالوگرافی با دقت یک میکرومتر اندازه گیری شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Vega Tescan، مجهز به آشکارساز EDS (Inca OXFORD) برای بررسی و تعیین ضخامت لایه سفید، مورفولوژی سطح، نیتریدهای سطحی و آنالیز ذرات نیتریدی تشکیل شده استفاده گردید. بررسی فازهای تشکیل شده به وسیله دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) با طول موج اشعه ۱/۵۴ آنگستروم و لامپ کاتد مسی و فیلتر نیکل صورت گرفت. برای به دست آوردن نیم رخ سختی (تغییرات سختی از سطح به درون نمونه)، از دستگاه ریز سختی سنج به روش میکرو ویکرز با نفوذ کننده هرمی شکل با



شکل ۳. تصویر میکروسکوپی نوری از سطح مقطع نمونه های نیتروژن دهی پلاسمایی شده در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان ۱۰ ساعت، الف) AISI H11 پس از اچ در محلول نایتال ۵٪، ب) AISI P20 پس از اچ در محلول نایتال ۲٪.

جدول ۲. ضخامت لایه نفوذی برای نمونه های نیتروژن دهی پلاسمائی شده در دماها و زمان های مختلف و ترکیب

گاز:  $75\%N_2-25\%H_2$

فولاد	دما ( $^{\circ}C$ )	زمان (ساعت)	ضخامت لایه نفوذی ( $\mu m$ )	ضخامت لایه ترکیبی ( $\mu m$ )
H11	۵۰۰	۵	۹۵	۵
	۵۰۰	۱۰	۱۵۴	۵
	۵۵۰	۵	۱۲۸	۷
	۵۵۰	۱۰	۱۸۵	۶
P20	۵۰۰	۵	۵۴	۲
	۵۰۰	۱۰	۸۲	۳
	۵۵۰	۵	۷۴	۲
	۵۵۰	۱۰	۹۳	۱

اتم های نیتروژن می شوند [۱۶].

کربن به عنوان یک عنصر آلیاژی بین نشین اثر مشخص تری دارد زیرا به طور موثرتری تعداد مکان های درون شبکه ای در دسترس برای نیتروژن را کاهش می دهد. در خصوص نقش عناصر آلیاژی در کاهش ضریب نفوذ نیتروژن، دیگر مکانیزم مطرح، مرتبط با به دام افتادن اتم های نیتروژن به وسیله عناصر آلیاژی محلول جامد است [۱۶]. بر این اساس، ثابت شده است که حین به دام افتادن، اتم نیتروژن به طور موقتی به فرم  $(Fe_3M)-N$  درآمده و از ادامه حرکت به سمت عمق باز می ماند.

حین فرآیند نیتروژن دهی، مراحل ۱- به دام افتادن اتم نیتروژن توسط عناصر آلیاژی، ۲- آزاد شدن اتم نیتروژن از پیوند با عناصر آلیاژی و ۳- به دام افتادن مجدد و پیوند دوباره اتم نیتروژن با عناصر آلیاژی، به طور مکرر تکرار می شود و منجر به کند شدن نفوذ نیتروژن می شود [۱۶]. با مقایسه مقادیر عناصر نیتروژن (کروم، مولیبدن) دو فولاد دیده می شود مقدار کروم و مولیبدن فولاد AISI H11 بیشتر از فولاد AISI P20 است و به نظر می رسد که این عامل بایستی در کاهش ضریب نفوذ نیتروژن در فولاد AISI H11 تاثیر بیشتری داشته باشد، لیکن با در نظر گرفتن ضخامت بالاتر و به عبارتی عمق نفوذ بیشتر نیتروژن در ریزساختار فولاد AISI H11 به نظر می رسد که نقش این مکانیزم در ضریب

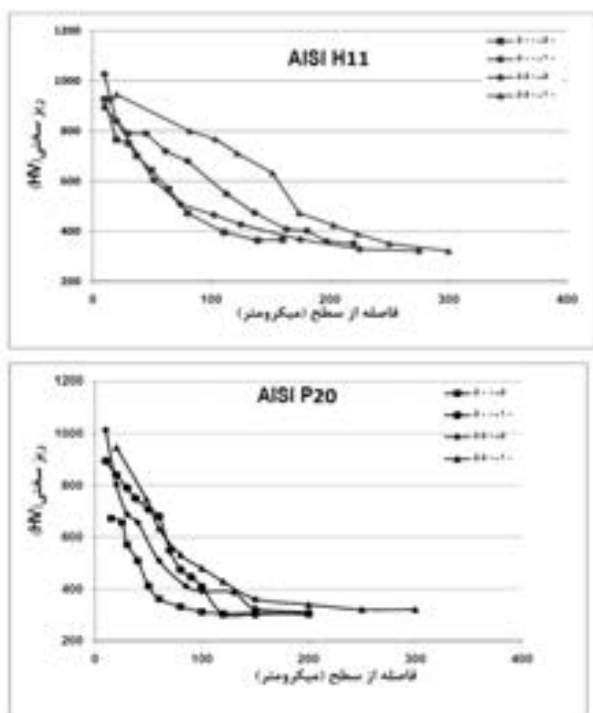
مقدار کمتر ضخامت لایه نفوذی به دست آمده برای نفوذ نیتروژن در زمینه فولاد AISI P20 نسبت به فولاد AISI H11 را می توان با دو دلیل توجیه نمود:

الف) عامل ریزساختار: فولاد ابزار گرم کار AISI H11 دارای ساختار پرلیتی - بینیتی بسیار ریز و چگالی مرز دانه های بالایی است، لذا احتمال می رود که در این فولاد در دماهای تحت نیتروژن دهی، سهم عمده ای از نفوذ از طریق مرز دانه ها انجام شده و موجب ایجاد عمق نفوذ بالایی از نیتروژن در آن شود، در مقابل ساختار فولاد قالب پلاستیک AISI P20 کوئنچ و بازیخت شده متشکل از تیغه های مارتزیت بازیخت شده است. این ریزساختار در فولادهای قالب پلاستیک کاملاً قابل انتظار و معمول است [۱۵].

گزارش شده است که تنش های پسماند فشاری ایجاد شده به وسیله کوئنچ و بازیخت به موازات سطح عمل می کنند و باعث می گردند که فاصله صفحات اتمی موازی سطح کاهش یابد [۱۶]. در نتیجه تنش های فشاری پسماند مربوط به ساختار مارتزیتی، نفوذ نیتروژن به درون زیر لایه را دشوار ساخته و به تعویق می اندازد.

ب) عناصر آلیاژی: عناصر آلیاژی موجود در ترکیب شیمیایی فولاد P20 همچون Cr و Mn در مرحله آستنیت شدن حل می شوند، اما قسمت اعظم اتم های عناصر آلیاژی و اتم های کربن به دلیل آنکه سرعت سرعش حین کوئنچ نمودن نسبتاً بالا است درون شبکه bcc باقی می ماند و از طریق تشکیل محلول جامد موجب افزایش مقاومت شبکه در مقابل حرکت

فولاد AISI H11 به دلیل وجود عناصر نیتريد زای بالاتر و مسيرهای نفوذ مناسب تر و در نتیجه تشکیل میزان بالاتری از نیتريدهای عناصر آلیاژی در فولاد AISI H11 است.



شکل ۴. نمودارهای نیم رخ سختی از مقطع فولادهای AISI H11 و AISI P20 بعد از نیتروژن دهی پلاسمائی در دماها و زمانهای مختلف و ترکیب گاز  $75\%N_2-25\%H_2$

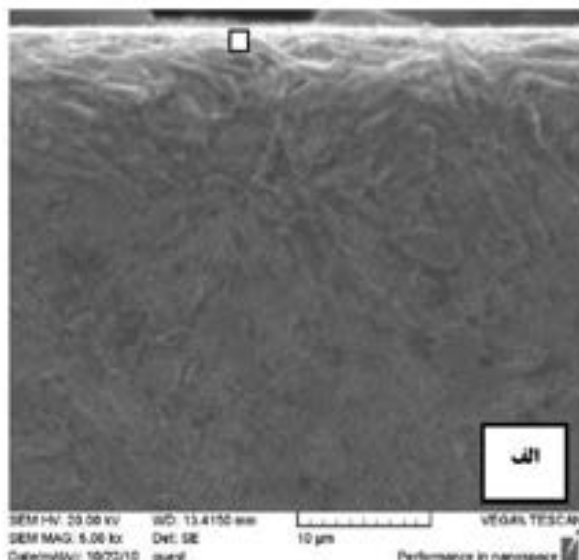
در شکل ۵ نمونه‌هایی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع فولادهای AISI H11 و AISI P20 نیتروژن دهی پلاسمائی شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد و به مدت زمان ۵ و ۱۰ ساعت نشان داده شده است. در تصاویر SEM نمونه‌های نیتروژن دهی پلاسمائی شده، لایه ترکیبی در بالا و به رنگ سفید و در زیر آن منطقه نفوذی رویت می‌شود. با استفاده از این تصاویر میانگین ضخامت لایه ترکیبی تشکیل شده پس از نیتروژن دهی پلاسمائی اندازه‌گیری شد که نتایج آن در جدول ۲ آمده است. مشاهده می‌شود در این حالت نیز ضخامت لایه ترکیبی به دست آمده برای فولاد AISI H11 در تمامی دماها و زمان‌های عملیات بیشتر از ضخامت لایه ترکیبی فولاد AISI P20 است. مطابق با شکل ۴-الف و ب آنالیز عنصری لایه ترکیبی در فولاد AISI P20 حاکی از حضور آهن به همراه نیتروژن و کربن (کاربونیترید آهن) در

نفوذ نیتروژن نسبت به دو عامل دیگر کم رنگ تر بوده است. در تحقیق دیگری نیتروژن دهی پلاسمائی فولاد AISI P20 ضخامت لایه نفوذی کمتری نسبت به فولاد AISI H13 گزارش شده است که دلیل این امر مقادیر بیشتر کروم در فولاد AISI H13 و تمایل به جذب نیتروژن بیشتر کروم در لایه نفوذی عنوان شده است [۱۷]. در مجموع می‌توان نتیجه گرفت که شاید در تحقیق حاضر سینتیک نفوذ نیتروژن در منطقه نفوذی بگونه‌ای است که عامل کنترل کننده نفوذ نیتروژن، مسيرهای نفوذ در زیرلایه است و عامل بازدارنده عناصر آلیاژی، نقش کمتری نسبت به ریزساختار فولاد زمینه در نفوذ نیتروژن ایفا می‌کند. بنابراین در نهایت نفوذ نیتروژن در زمینه فولاد AISI H11 بیش تر از فولاد قالب AISI P20 شده است.

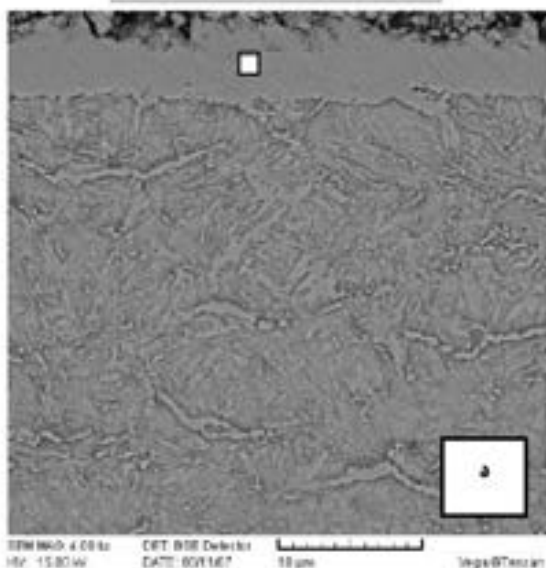
در شکل ۴ نمودارهای نیم رخ سختی از مقطع فولادهای AISI H11 و AISI P20 پس از نیتروژن دهی پلاسمائی نشان داده شده است. مهمترین ویژگی این نمودارها تداوم کاهش تدریجی سختی از سطح تا عمق است. این امر وجود یک لایه نفوذی را محتمل می‌سازد که شامل رسوبات نیتريدی آهن و سایر عناصر آلیاژی است. تنش‌های فشاری لایه نیتريده شده که ناشی از ناهمخوانی شبکه‌ای ایجاد شده در نتیجه تشکیل رسوبات نیتريدهای آلیاژی در زمینه آهنی است باعث ایجاد اعوجاج در شبکه و در نتیجه قفل شدن نابجائی‌ها می‌شود و در نهایت سختی نمونه‌های نیتريده شده افزایش می‌یابد [۴]. از سوی دیگر نقطه‌ای را که در آن سختی تقریباً با سختی زیرلایه برابر می‌شود را می‌توان مرز میان لایه نفوذی و مغز نمونه دانست. از این رو ضخامت لایه نفوذی از این طریق نیز قابل محاسبه است که این نتایج به طور نسبی با نتایج ضخامت به دست آمده از روش متالوگرافی تطابق دارد و از روی این نمودارها نیز دیده می‌شود که عمق نفوذ نیتروژن در فولاد AISI H11 بیش تر از فولاد AISI P20 بوده است. همچنین با مقایسه دو نمودار در شکل ۴ دیده می‌شود در یک عمق یکسان، فولاد AISI H11 میزان سختی بالاتری نسبت به فولاد AISI P20 نشان می‌دهد. دلیل این امر همانطور که پیش تر اشاره شد مرتبط با نفوذ بیش تر نیتروژن در زیرلایه



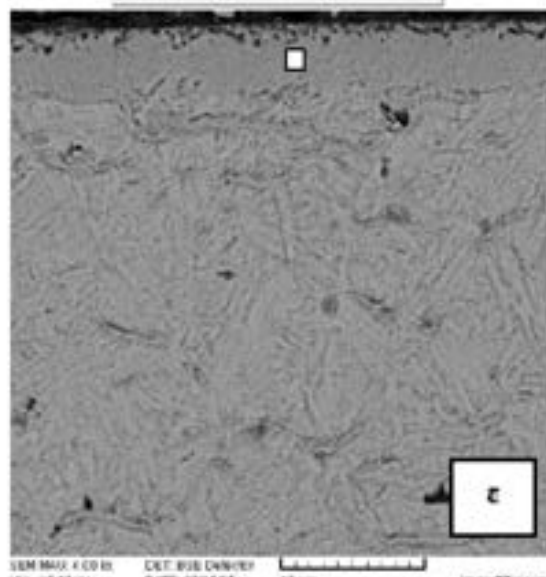
Element	Weight%	Atomic%
C	13.36	34.23
N	10.92	23.98
Cr	1.78	1.05
Fe	73.94	40.73



Element	Weight%	Atomic%
C	13.07	35.84
N	7.26	17.07
Cr	2.45	1.55
Fe	77.22	45.54



Element	Weight%	Atomic%
V	0.07	0.05
N	12.52	36.31
Cr	1.87	1.46
Fe	85.42	62.12
Mo	0.12	0.05



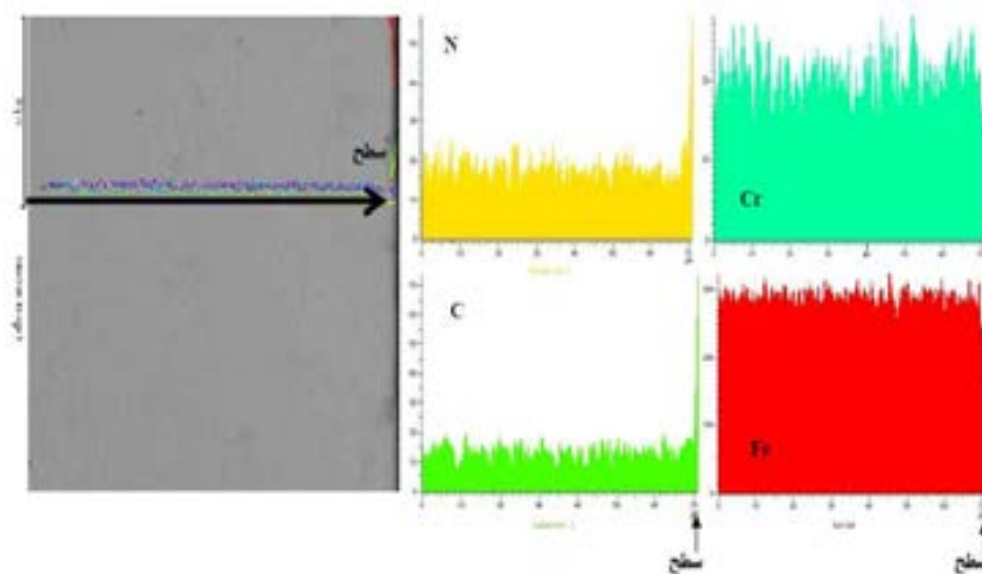
Element	Weight%	Atomic%
V	0.19	0.15
N	11.51	34.19
Cr	2.54	2.03
Fe	84.91	63.26
Mo	0.84	0.37

شکل ۵. تصویر میکروسکوپی الکترونی از سطح مقطع نمونه های نیتروژن‌دهی پلاسمائی شده (الف) AISI P20 - 500°C - 5 ساعت، (ب) AISI P20 - 500°C - 10 ساعت، (ج) AISI H11 - 500°C - 5 ساعت و (د) AISI H11 - 500°C - 10 ساعت به همراه آنالیز عنصری از لایه ترکیبی.

فولاد قالب پلاستیک AISI P20 تنش های پسماند فشاری ایجاد شده در مرحله کوئنچ و بازیخت باعث شده است که حین عملیات نیتروژن دهی پلاسمائی فولاد AISI P20 پدیده نفوذ کربن به سمت سطح و دکربوره شدن در دماهای پایین تری نسبت به فولاد AISI H11 آغاز شود.

در شکل ۷ نمونه ای از تصاویر SEM از سطح نمونه های نیتروژن دهی پلاسمائی شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد و زمان ۵ و ۱۰ ساعت نشان داده شده است. مطابق با این تصاویر مشاهده می شود که در حین فرآیند نیتروژن دهی پلاسمائی ذراتی بر روی سطح هر دو نمونه فولادی تشکیل شده اند که در نمونه AISI P20 تعداد این ذرات بر روی سطح به مراتب کمتر از نمونه AISI H11 است همانطور که در شکل ۱ نشان داده شده است، مطابق مکانیزم پیشنهادی برای رشد لایه ترکیبی شعاع ذرات سطحی با  $r$ ، ارتفاع ذرات با  $h$  و ضخامت بخش نفوذی لایه سفید با  $d$  نشان داده شده است. با مقایسه ضخامت لایه ترکیبی دو فولاد مورد تحقیق مطابق با جدول ۲ و تصاویر میکروسکوپی الکترونی از سطح نمونه ها در شرایط زمانی و دمایی یکسان نیتروژن دهی پلاسمائی مطابق با شکل ۷، به نظر می رسد رشد لایه ترکیبی

لایه ترکیبی است. در صورتی که مطابق با شکل ۴-ج و د در فولاد ابزار گرم کار AISI H11 لایه ترکیبی بیشتر شامل آهن و نیتروژن (نیتريد آهن) است. همین پدیده برای هر دو فولاد نیتروژن دهی شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و به مدت زمان ۵ و ۱۰ ساعت نیز مشاهده گردید. به نظر می رسد در فولاد AISI P20 حضور کربن در مناطق نزدیک به سطح ناشی از مهاجرت و نفوذ کربن به سمت سطح (نفوذ به بیرون<sup>۱</sup> کربن) باشد. شکل ۶ آنالیز خطی عنصری از سطح به عمق نمونه فولاد AISI P20 نیتروژن دهی شده را نشان می دهد که تجمع کربن و نیتروژن در سطح به طور کیفی مشاهده می شود. محققین مختلف [۲۲-۱۸]، پدیده نفوذ کربن حین نیتروژن دهی پلاسمائی را گزارش نموده اند. گزارش شده است [۱۸] که مهاجرت کربن به سمت سطح منجر به تشکیل یک لایه غنی از کربن در قسمت فوقانی لایه نیتريد شده و در نتیجه دکربوره شدن قابل توجهی در لایه نیتريد می شود [۱۸]. دلیل این پدیده این گونه توجیه شده است [۱۹] که به دلیل وجود تنش در لایه نیتريدی، کربن تمایل دارد به سمت مناطق عاری از تنش همانند سطح مهاجرت کند که نتیجه این پدیده دکربوره شدن منطقه نفوذی خواهد بود. به نظر می رسد که در



شکل ۶. آنالیز خطی از سطح مقطع نمونه نیتروژن دهی شده در دمای ۵۰۰<sup>o</sup>C به مدت زمان ۵ ساعت

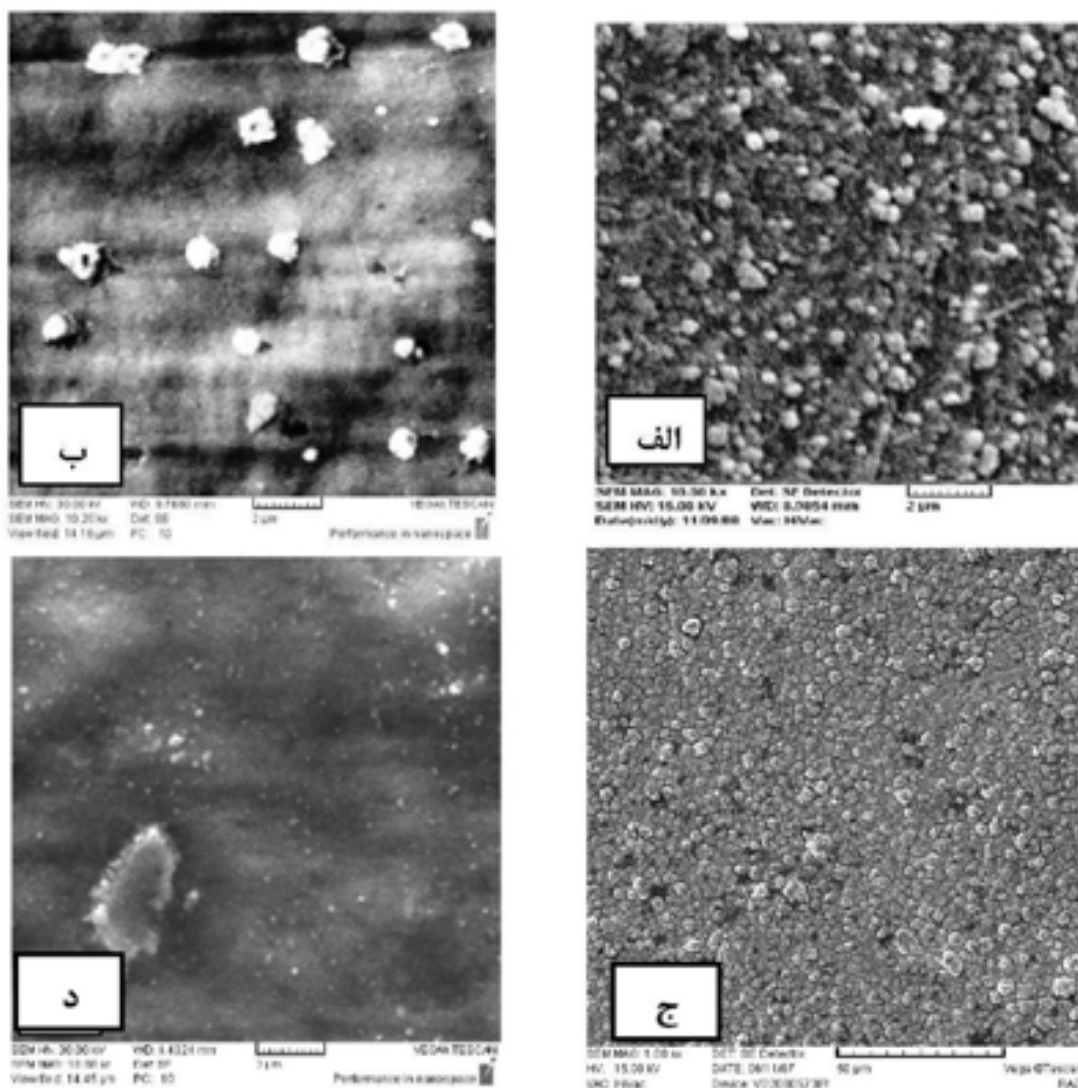
<sup>1</sup>Outward diffusion



شکل ۸- الف نشان می دهد که در سطح نمونه AISI H11 هر دو فاز نیتريدی  $\gamma'$  و  $\epsilon$  تشکیل شده است. مطابق با شکل ۸- الف با افزایش زمان نیتروژن دهی در دمای ثابت شدت پیک فاز  $\gamma'$  افزایش می یابد ولی از شدت پیک فاز  $\epsilon$  کاسته می شود. با افزایش زمان در دمای ثابت، میزان تجزیه فاز اسپیلن افزایش یافته و در نتیجه تشکیل فاز گاماپرایم نیز افزایش می یابد و از این رو، مطابق با نتایج به دست آمده شدت پیک های فاز گاماپرایم افزایش می یابد. در فولاد AISI H11 با افزایش دمای نیتروژن دهی در زمان ثابت شدت پیک هر دو فاز  $\gamma'$  و  $\epsilon$  زیاد

در فولاد AISI P20 از این مکانیزم کاملاً پیروی نمی کند. طبق مکانیزمی که پیشتر بدان درباره رشد لایه ترکیبی اشاره شد، در نیتروژن دهی پلاسمائی فولاد قالب پلاستیک AISI P20 فقط بخش نفوذی لایه ترکیبی تشکیل می شود و این امر موجب کاهش قابل توجه ضخامت لایه ترکیبی بدست آمده برای فولاد AISI P20 در مقایسه با ضخامت لایه ترکیبی فولاد AISI H11 می شود.

شکل ۸ نمودارهای XRD بدست آمده از سطح نمونه های نیتروژن دهی پلاسمائی شده در دماها و زمان های مختلف نیتروژن دهی پلاسمائی را نشان می دهد.



شکل ۷. تصویر میکروسکوپی الکترونی از سطح نمونه های نیتروژن دهی پلاسمائی شده، الف) AISI H11- $550^{\circ}\text{C}$ -۵ ساعت، ب) AISI P20- $550^{\circ}\text{C}$ -۵ ساعت، ج) AISI H11- $500^{\circ}\text{C}$ -۱۰ ساعت و د) AISI P20- $500^{\circ}\text{C}$ -۱۰ ساعت.

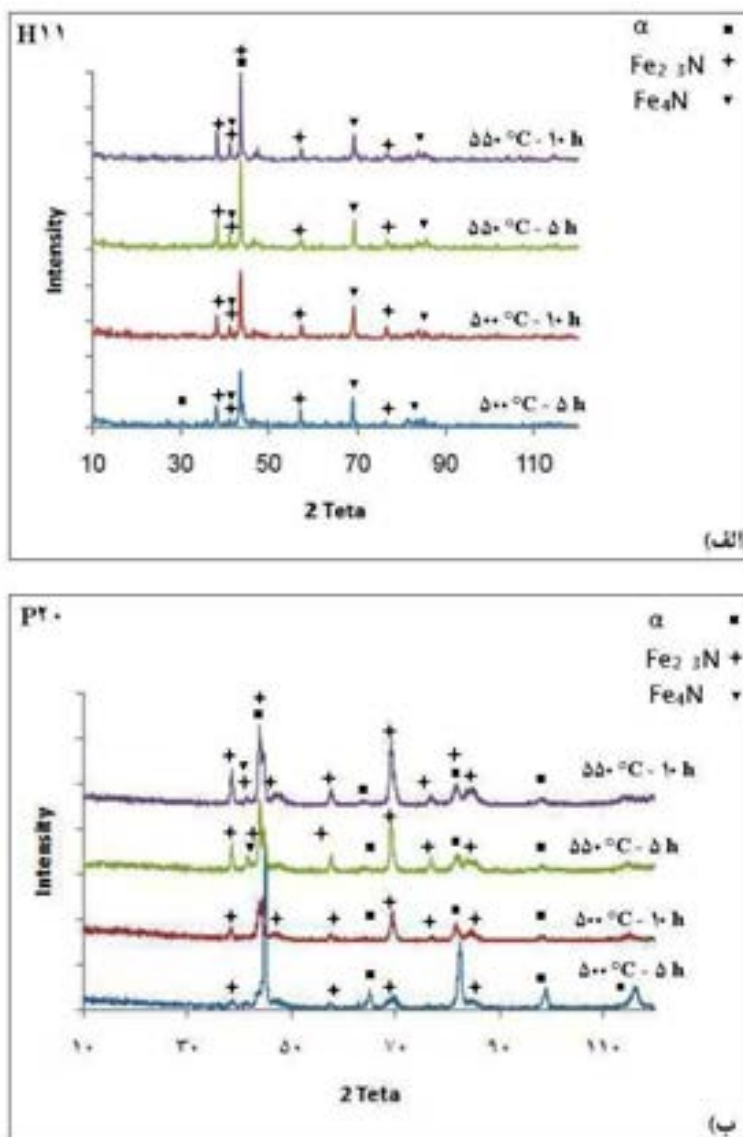
شده است [۱۹] که کربن تشکیل فاز  $\epsilon$  در لایه ترکیبی را تسهیل می‌نماید [۱۹] یا به عبارت دیگر کربن پایدار کننده فاز  $\epsilon$  است. همچنین گزارش شده است [۲۵] که در فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی آهن خالص فقط نیتريد  $\gamma'$  تشکیل می‌شود و با حضور کربن دامنه پایداری نیتريد  $\epsilon$  افزایش می‌یابد [۲۵]. همان‌گونه که پیش‌تر اشاره شد در تحقیق حاضر مهاجرت کربن به سمت سطح در نتایج نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد قالب AISI P20 مشاهده شده است، لذا احتمال داده می‌شود وجود فاز نیتريد آهن  $\epsilon$  در لایه نیتريدی سطحی این فولاد که در الگوی پراش اشعه ایکس آشکار شده است، در اثر این پدیده باشد. همچنین گزارش شده است در دماهای بالا و زمان‌های طولانی که سطح در معرض پلاسمای قرار می‌گیرد کربن از سطح توسط فرآیند کند و پاش کنده می‌شود [۲۷-۲۵]. با کاهش اتم‌های کربن فاز اپسیلن تجزیه و ناپدید می‌شود و نیتريد  $\gamma'$  تشکیل می‌شود [۲۷-۲۵]. با توجه به این شواهد می‌توان اظهار نمود که شاید در این تحقیق، در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۱۰ ساعت حذف کربن از سطح نمونه فولاد AISI P20 حین نیتروژن دهی پلاسمایی آغاز شده است و نخستین پیک‌های نیتريد  $\gamma'$  ظاهر شده‌اند.

#### نتیجه گیری

در این تحقیق اثر پارامترهای زمان و دمای نیتروژن دهی پلاسمایی بر روی دو فولاد ابزار گرم کار AISI H11 و فولاد قالب تزریق پلاستیک AISI P20 مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت و نتایج زیر حاصل شد:

- ۱- به ازای هر زمان و دمای معین نیتروژن دهی پلاسمایی، به دلیل نوع ریزساختار زیرلایه و مسیرهای نفوذی مناسب‌تر عنصر نیتروژن در فولاد AISI H11 نسبت به AISI P20، همواره ضخامت لایه نفوذی و ترکیبی تشکیل شده در فولاد AISI H11 بیش‌تر از فولاد AISI P20 است.
- ۲- مطابق با نتایج نیم‌رخ سختی، در یک عمق یکسان، فولاد AISI H11 میزان سختی بالاتری در اثر نفوذ نیتروژن بیش‌تر و تشکیل میزان بیش‌تری از نیتريد‌های عناصر آلیاژی نسبت به فولاد AISI P20 نشان می‌دهد.

شده است و هیچ‌گونه کاهشی در شدت پیک این دو فاز دیده نمی‌شود. ولی نکته جالب آن است که میزان افزایش برای پیک‌های فاز  $\epsilon$  بیش‌تر از فاز  $\gamma'$  است. این مساله را می‌توان به افزایش میزان تجزیه و یونیزاسیون مولکول‌ها و اتم‌های نیتروژن در اتمسفر پلاسمای مرتبط دانست [۲۳]. بدیهی است که با افزایش دمای نیتروژن دهی یون‌ها و رادیکال‌های آزاد نیتروژن در محیط بیش‌تر می‌شوند و به عبارتی از غلظت بالاتری برخوردار خواهند بود، لذا می‌توان بیان داشت که هم احتمال کندوپاش اتم‌های آهن از سطح زیاد شده و هم رادیکال‌های نیتروژن بیش‌تری برای انجام واکنش با رادیکال آهن کند و پاش شده در محیط حاضر هستند، لذا احتمال تشکیل فاز FeN در محیط و رسوب آن بر روی قطعه افزایش می‌یابد. این فاز یک فاز نیتريدی ناپایدار بوده و در دمای فرایند به سرعت به فاز  $\text{Fe}_{\epsilon}\text{-}\gamma\text{-}\text{N}$  تجزیه می‌شود [۲۴]، لذا انتظار می‌رود که شدت پیک‌های فاز  $\epsilon$  افزایش یابد. از طرف دیگر افزایش زمان نیتروژن دهی در دمای ثابت منجر به افزایش تجزیه فاز  $\epsilon$  به فاز  $\gamma'$  نیز می‌شود. ولی با توجه به آنکه این دو فاز هر دو از فازهای پایدار سیستم بوده و غلظت نیتروژن نیز به حدی بالا است که می‌تواند به پایداری بیش‌تر فاز  $\epsilon$  کمک کند، میزان تجزیه فاز  $\epsilon$  به فاز  $\gamma'$  کم‌تر از میزان تشکیل و تجزیه فاز FeN به فاز  $\text{Fe}_{\epsilon}\text{-}\gamma\text{-}\text{N}$  است. از یک سو، پدیده افزایش شدت پیک فاز  $\epsilon$  در مقایسه با فاز  $\gamma'$  در اثر افزایش دما در زمان ثابت نیتروژن دهی، توسط عده ای از محققین گزارش شده است [۲۴]. اما از دیدگاه دیگر، عده ای از محققین [۲۳] اظهار داشته‌اند که با افزایش دمای نیتروژن دهی در زمان ثابت شدت پیک‌های فاز  $\epsilon$  در مقایسه با فاز  $\gamma'$  کاهش می‌یابد. آن‌ها علت بروز این پدیده را مرتبط با افزایش تجزیه فاز  $\epsilon$  به فاز  $\gamma'$  در دماهای بالاتر اعلام کرده‌اند [۲۳]. همان‌گونه که در نمودار ۸- ب دیده می‌شود فاز نیتريد آهن  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{\epsilon}\text{-}\gamma\text{-}\text{N}$ ) به عنوان فاز نیتريدی غالب در سطح نمونه فولاد قالب پلاستیک AISI P20 در همه شرایط زمانی و دمایی انجام فرآیند تشکیل شده است و نیتريد  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_{\gamma}\text{-}\text{N}$ ) تنها در نیتروژن دهی پلاسمایی در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و زمان ۱۰ ساعت تشکیل شده است. گزارش



شکل ۸. نمودارهای پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی پلاسمائی شده در دماها و زمان های مختلف و ترکیب گاز  $75\% N_2 - 25\% H_2$  (الف) AISI H11، (ب) AISI P20، اطلاعات مربوط به اندیس صفحات فازهای اشاره شده در پیوست آورده شده است.

فاز نیتريدی غالب در همه شرایط زمانی و دمایی انجام فرآیند تشکیل شده است.

۳- نتایج آنالیز EDS از لایه نیتريدی نشان داد که حین نیتروژن دهی پلاسمایی فولاد AISI P20 نفوذ کربن به سمت سطح روی داده است ولی در لایه نیتريدی فولاد AISI H11 این پدیده مشاهده نشد.

۴- پس از فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی فازهای  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) و اپسیلین ( $Fe_{2.3}N$ ) فازهای پایدار در سطح فولاد AISI H11 هستند که با افزایش زمان شدت پیک های مربوط به فاز  $\gamma'$  و اپسیلین به ترتیب افزایش و کاهش می یابد. افزایش دما نیز سبب افزایش شدت پیک های هر دو فاز گامپرایم و اپسیلین می شود. در فولاد AISI P20 فاز نیتريد اپسیلین ( $\epsilon$ ) به عنوان

منابع

1. C. Vergne, C. Boher and R. Gras, *Analysis of the friction and wear behavior of hot worktool scale: application to the hot rolling process*, *Wear*, 250(2001)322–333.
2. M. V. Leite, C. A. Figueroa, S. C. Gallo, A. C. Rovani, R. L. O. Basso, P. R. Meid, I. J. R. Baumvol and A. Sinatora, *Wear mechanisms and microstructure of pulsed plasma nitrided*

- AISI H13 tool steel*, *Wear*, 269(2010)466-472.
3. W. Kovacs and W. Russel, *Proc. Conform ion nitriding, Cleveland, OH*, American Society for Metals, Metals Park, OH, (1987)47.
  4. O. Ztürk, O. Onmus, and D. L. Williamson, *Microstructural, mechanical, and corrosion characterization of nitrogen-implanted plastic injection mould steel*, *Surface and Coatings Technology*, 196(2005)333-340.
  5. D. C. Wen, *Microstructure and corrosion resistance of the layers formed on the surface of precipitation hardenable plastic mold steel by plasma-nitriding*, *Applied Surface Science*, 256(2009)797-804.
  6. S. J. Bull, R. I. Davidson, E. H. Fisher, A. R. McCabe, A. M. Jones, *A simulation test for the selection of coatings and surface treatments for plastics injection moulding machines*, *Surface and Coatings Technology*, 130(2000)257-265.
  7. P. Boey, W. Ho, S. J. Bull, *The effect of temperature on the abrasive wear of coatings and hybrid surface treatments for injection-moulding machine "*, *Wear*, 258(2005)149-156.
  8. Q. Luo, P. Eh. Hovsepian, D. B. Lewis, W.-D. Mqnz, Y. N. Kok, J. Cockrem, M. Bolton and A. Farinotti, *Tribological properties of unbalanced magnetron sputtered nano-scale multilayer coatings TiAlN/VN and TiAlCrYN deposited on plasma nitrided steels*, *Surface and Coatings Technology*, 193(2005)39- 45.
  9. O. Barrau, C. Boher, R. Gras and F. Rezai-Aria, *Analysis of the friction and wear behavior of hot work tool steel for forging*, *Wear*, 255(2003)1444-1454.
  10. S. Karaoglu, *Structural characterization and wear behavior of plasma-nitrided AISI 5140 low-alloy steel*, *Materials Characterization*, 49(2002)349-357.
  11. M. Soltanieh, H. Aghajani, F. Mahboubi, Kh.A. Nekouee, *Surface characterization of multiple coated H11 hot work tool steel by plasma nitriding and hard chromium electroplating processes*, *Vacuum*, 86 (2012) 1470-1476.
  12. H. Forati Rad, A. Amadeh, H. Moradi, *Wear assessment of plasma nitrided AISI H11 steel*, *Materials and Design*, 32 (2011) 2635-2643.
  ۱۳. ح. آقاجانی، ارزیابی تاثیر عملیات سه تایی نیتروژن دهی پلاسمایی، آبکاری کروم سخت و نیتروژن دهی پلاسمایی بر خواص سطحی فولاد ابزار گرم کار H11 دانشکده مواد و متالورژی، پایان نامه جهت اخذ مدرک دکتری: دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۸.
  ۱۴. ن. نایب پاشایی، ش. خیراندیش، م. سلطانی، بررسی تاثیر پارامترهای دما و زمان نیتروژن دهی پلاسمایی بر ریزساختار، عمق نفوذ نیتروژن و سختی فولاد قالب پلاستیک P20، مجله علوم و مهندسی سطح ایران، شماره ۱۴، سال ۱۳۹۰.
  15. P. M. Unterweiser, H. E. Boyer, and J. J. Kubbs, *Heat Treater's Guide Standard Practices and Procedures for Steel*: American Society For Metals, 1982.
  16. A. Akbari, R. Mohammadzadeh, C. Templier, and J. P. Riviere, *Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel*, *Surface and Coatings Technology*, 204(2010)4114-4120.
  17. P. Hubbard, S. J. Dowey, J. G. Partridge, E. D. Doyle, D. G. McCulloch, *Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system II: Application of a biased screen*, *Surface and Coatings Technology*, 204 (2010) 1151-1157.
  18. G. Nayal, D. B. Lewis, M. Lembke, W. D. Münz, and J. E. Cockrem, *Influence of sample geometry on the effect of pulse plasma nitriding of M2 steel*, *Surface and Coatings Technology*, 111(1999)148-157.
  19. Y. Sun and T. Bell, *Plasma surface engineering of low alloy steel*, *Materials Science and Engineering: A*, 140(1991)419-434.
  20. J. L. Albarran, J. A. Jurez-Islas, and L. Martinez, *Nitride width and microhardness in H12 ion nitrided steel*, *Materials Letters*, 15(1992)68-72.
  21. E. J. Mittemeijer, W. T. M. Straver, P. F. Colijn, P. J. van der Schaaf, and J. A. van der Hoeven, *The conversion cementite [epsilon]-nitride during the nitriding of FeC-alloys*, *Scripta Metallurgica*, 14(1980)1189-1192.
  22. K. T. Rie, *Recent advances in plasma diffusion processes*, *Surface and Coatings Technology*, 112(1999)56-62.
  23. Sh. Ahangarani, A. R. Sabour and F. Mahboubi, *Surface modification of 30CrNiMo8 low-alloy steel by active screen setup and conventional plasma nitriding method*, *Applied Surface Science*, 254(2007)1427-1435.

24. P. Corengia, T. G. Ybarra, C. Moínaa, A. Cabo, E. Broitman, *Microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel*, Surface and Coatings Technology, 200 (2005) 2391– 2397.
25. A. S. W. Kurny, *A Study on the Nature of the Compound Layer Formed during the Ion Nitriding of En40B Steel*, Materials Science and Engineering, 78(1986)95-100.
26. M. Michel, T. Czerwiec, M. Ganotis, D. Ablitzer, and A. Ricard, *Progress in the analysis of the mechanisms of ion nitriding*, Surface and Coating Technology, 72(1995)103-111.
27. A. Wells and R. Strydom, *Influence of Sputtering and Redeposition on compound layer growth during plasma nitriding*, Surface Engineering, 4(1988), 55-59.