

# تأثیر عملیات نیتراسیون بر ساختار، سختی سطح و رفتار سایشی فولاد ۴۱۴۰ پوشش داده شده به روش الکترولس Ni-P

کریم زنگنه مدار\* و سید محمود منیر واقفی\*\*  
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۸۲/۲/۲۰ - دریافت نسخه نهایی: ۸۳/۳/۲۴)

چکیده - در این تحقیق از فرایند نیترووره کردن در اتمسفر  $H_2/NH_3$  به عنوان روشی برای عملیات حرارتی پوششهای الکترولس Ni-P بر روی زیرلایه فولاد ۴۱۴۰ استفاده شد. برای این منظور پوششهایی از Ni-P حاوی حدود ۹٪ فسفر با ضخامتهای ۲، ۲۴ و ۴۸ میکرون، بر روی نمونه‌ها اعمال شده و اثر عملیات نیتراسیون بر مورفولوژی، تغییرات ساختاری، زبری و سختی پوششها با انجام آزمایشهای SEM، EDS، XRD، زبری سنجی و میکروسختی سنجی مورد بررسی واقع شد. آزمایش سایش نیز به منظور ارزیابی رفتار سایشی نمونه‌ها انجام شد. در این راستا رفتار سایشی نمونه‌های نیترووره شده شامل نمونه‌های با و بدون پوشش Ni-P مورد مقایسه قرار گرفت. نتایج نشان داد که تأثیر فرایند نیتراسیون، بستگی به ضخامت پوشش Ni-P متفاوت است. همچنین مشخص شد که عملیات نیتراسیون بیشترین تأثیر را بر نمونه‌های با پوشش نازک (۲ میکرون) دارد به طوری که انجام این عملیات می‌تواند موجب توسعه نوعی پوشش چند جزئی حاوی فازهای بین فلزی، فسفید و نیتريد به همراه منطقه محدود نفوذی در سطح فولاد حاوی پوشش نازک Ni-P (با ضخامت ۲ میکرون) شود. این فولاد تحت نیروی بالاتر سایش، مقاومت سایشی بهتری نسبت به فولاد حاوی پوشش ضخیمتر (۲۴ میکرون) از خود ارایه داد. رفتار مذکور به تشکیل فازهای نیتريدی در سطح و نیز ایجاد ناحیه متأثر از نفوذ نیتروژن در زیر سطح فولاد اخیر نسبت داده شد.

واژگان کلیدی: فرایند نیتراسیون، پوشش نازک Ni-P، رفتار سایشی، منطقه نفوذی

## Effect of Thermochemical Treatment on The Structure, Hardness and Wear Behavior of Electroless Ni-P Coated 4140 Steel

K. Zangeneh Madar and S. M. Monir Vaghefi

Department Of Materials and Chemical Engineering, Malek-Ashtar University of Technology, Isfahan, Iran  
Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

**Abstract:** In the present study, thermochemical treatment in  $H_2/NH_3$  atmosphere was used as a post-treatment for electroless Ni-P coatings on the AISI 4140 steel substrates. High phosphorus (9%) coatings with thicknesses of 2, 24 and 48  $\mu m$  were applied and the effects of the thermochemical treatment on the morphology, structural changes, roughness, hardness

\*\* - استادیار

\* - دانشجوی دکترا

and wear resistance of coatings were studied by SEM, EDS, XRD, profilometry, and microhardness tester. Wear test was used to evaluate wear characteristics of coatings. The wear behaviour of the thermochemical treated/Ni-P coated samples was assessed by comparison with thermochemical treated/uncoated (nitrided) samples. The results showed that effect of thermochemical treatment varies with the coating thickness. In addition, it was shown that a multicomponent coating containing phosphide, nitride and intermetallic phases as well as diffusion region can be developed in the thin ( $2 \mu m$ ) electroless Ni-P coated steel by thermochemical treatment. This sample showed better wear resistance than  $24 \mu m$  Ni-P coated steel under higher load. This behavior was ascribed to nitride phases formed at the surface as well as a nitrogen diffusion zone at the subsurface of thin Ni-P coated steel.

**Keywords:** Thermochemical treatment, Thin Ni-P coating, Wear behavior, Diffusion zone

## ۱- مقدمه

فرایند الکتروولس و عملیات نیتراسیون از روشهای مهم در مهندسی سطح و عملیات حرارتی محسوب می شوند. هر یک از این روشها به طور جداگانه باعث ارتقا خواص سطحی فولادها نظیر مقاومت سایشی، خوردگی و خستگی می شود. در عین حال استفاده از هر یک از روشهای فوق به تنهایی، می تواند منجر به تضعیف یا فقدان برخی خواص سطحی شود. به عنوان مثال، ایجاد پوشش الکتروولس Ni-P بر سطح فولادها، گرچه باعث بهبود قابل توجه رفتارهای سایشی و خوردگی می شود ولی به عقیده بسیاری از محققان، مقاومت خستگی فولادها (خصوصاً فولادهای با استحکام بالا) را، کاهش می دهد [۵-۱]. از طرفی لایه های سخت حاصل از فرایندهای نیتراسیون فولادها، با وجود دارا بودن مقاومتهای سایشی و خستگی بالا، از رفتار خوردگی مناسبی (خصوصاً در فولادهای زنگ نزن نیترووره شده) برخوردار نیستند [۶].

در خصوص عملیات نیتراسیون فولادهای با پوشش Ni-P تحقیقات بسیار اندکی صورت گرفته است. یانگ با قرار دادن نمونه هایی از فولاد حاوی پوشش کامپوزیتی Ni-W-P-SiC در اتمسفر نیتروکربوره، آثاری از فاز WC (علاوه بر فاز  $Ni_3P$ )، در ساختار پوشش به دست آورده است [۷]. همچنین سایر فرایندهای ترموشیمیایی نظیر بورونایزینگ فولادهای حاوی پوشش Ni-P در اتمسفر  $H_2/BCl_3$  باعث توسعه نوعی پوشش چند جزئی متشکل از فازهای  $Ni_3B_4$ ،  $(Fe, Ni)B$  و  $(Fe, Ni)_2B$  در سطح شده است [۸، ۹].

ایده استفاده از فرایندهای نیتراسیون برای عملیات حرارتی پوششهای Ni-P، از موضوعاتی است که کمتر به آن توجه شده است. به نظر می رسد انجام برخی از عملیات ترموشیمیایی نظیر نیتراسیون (که شرایط دمایی و زمانی آن منطبق بر شرایط عملیات حرارتی پوششهای الکتروولس Ni-P است) بر روی فولادهای حاوی پوشش الکتروولس Ni-P خصوصاً پوششهای نازک تر، باعث عبور نیتروژن از پوشش و واکنش آن با زیرلایه و در نتیجه، تشکیل منطقه نفوذی در پشت پوشش شده و بتواند بارپذیری و مقاومت سایشی ضعیف این پوششها را تا حدی مرتفع ساخته و امکان استفاده از آنها را (بدون تضعیف مقاومت خستگی فولادها) فراهم آورد.

در مقاله حاضر، تغییرات ساختاری، سختی و مقاومت سایشی نمونه های با و بدون پوشش Ni-P، پس از عملیات حرارتی در اتمسفر  $H_2/NH_3$  مورد ارزیابی قرار گرفته است.

## ۲- روش تحقیق

نمونه های دیسکی شکل با ضخامت  $3 mm$  و قطرهای  $25 mm$  (برای بررسیهای ساختاری) و  $50 mm$  (برای ارزیابی رفتار سایشی) از جنس فولاد AISI ۱۴۰ با ترکیب مندرج در جدول (۱) تهیه و پس از عملیات کوینچ و تمپر، توسط ذرات سیلیس با اندازه متوسط  $180 \mu m$  ماسه پاشی شدند. عملیات ماسه پاشی نمونه ها قبل از اجرای مرحله پوشش دهی، به منظور افزایش زبری سطح زیرلایه صورت گرفت. بر اساس مدارک موجود، افزایش زبری سطح زیرلایه قبل از اعمال پوشش

جدول ۱- ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در این تحقیق

%C	%Si	%Mn	%Cr	%Ni	%Mo
۰/۳۶	۰/۲۸	۱/۱۰	۱/۵۰	۰/۴۰	۰/۳۰

تعیین شد. آزمایشهای سایش با استفاده از ماشین پین بر روی دیسک (طبق استاندارد ASTM G۹۹) و تحت شرایط رطوبت حدود ۴۰٪، دمای محیط، سرعت  $1 \text{ m.s}^{-1}$ ، مسافت لغزش  $1000 \text{ m}$  و دو نیروی ۴۰ و ۸۰ نیوتن انجام گرفت.

### ۳- نتایج و بحث

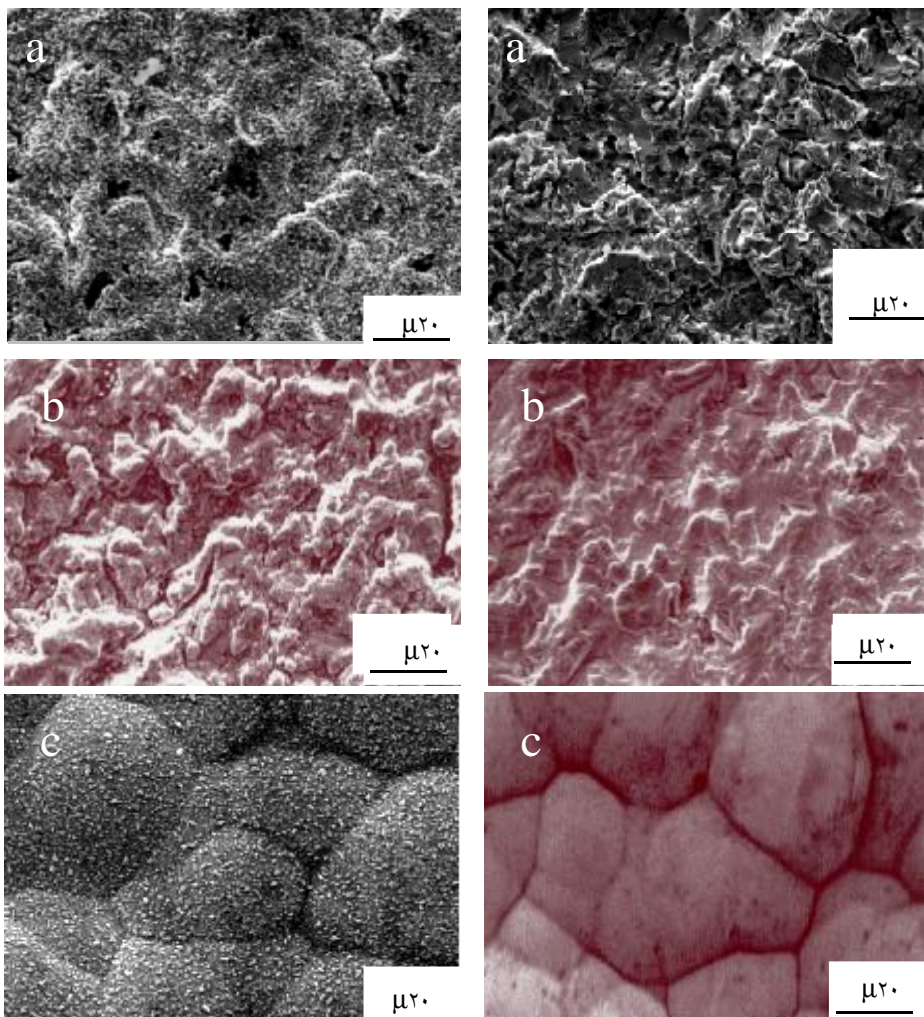
#### ۳-۱- مورفولوژی

شکل (۱) تصاویر میکروسکپ الکترونی سطوح نمونه‌ها را در دو حالت قبل و بعد از عملیات نیتراسیون نشان می‌دهد. همچنین تصویر واضحتری از مورفولوژی پوشش نازک، در شکل (۲) نشان داده شده است. فرایند الکترولس بستگی به ضخامت پوشش، منجر به کاهش یا افزایش زبری سطح شده است. با توجه به نتایج زبری سنجی، زبری متوسط سطح ( $R_a$ ) حاصل از عملیات ماسه پاشی نمونه‌ها حدود  $1/1$  میکرون است. ایجاد پوشش نازک، تغییر زیادی در زبری سطح ایجاد نکرده ( $R_a=1/2 \mu\text{m}$ ) در حالی که ایجاد پوششهای متوسط و ضخیم، سبب کاهش زبری سطح شده است ( $R_a=0/8 \mu\text{m}$ ).

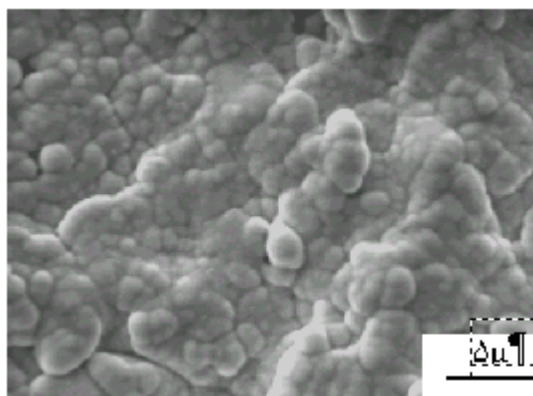
چنانچه مشهود است سطح پوششها ظاهری شبیه به پوست پرتقال داشته که اندازه نواحی برجسته آن بستگی به ضخامت پوشش متفاوت است. اندازه این برجستگیها از کمتر از ۵ میکرون برای پوشش نازک به بیش از ۳۰ میکرون برای پوشش ضخیم می‌رسد. پروفیل سطح با اعمال پوشش نازک تغییر چندانی نکرده در حالی که پس از اعمال پوشش ضخیم تغییر قابل ملاحظه‌ای یافته است که این مطلب در انطباق با نتایج زبری سنجی نیز هست.

همچنانکه در شکل (۱b) دیده می‌شود مورفولوژی سطح نمونه با پوشش نازک، در اثر انجام عملیات نیتراسیون، به طور نسبی تغییر کرده است. این در حالی است که مورفولوژی سطح نمونه‌های با پوشش متوسط و ضخیم در اثر انجام فرایند

الکترولس Ni-P، باعث افزایش تخلخل پوشش می‌شود [۱۰]. با توجه به اینکه انتظار می‌رود پوشش الکترولس Ni-P همچون لایه آبکاری نیکل (و احتمالاً قویتر) به عنوان یک مانع در برابر نفوذ نیتروژن عمل کرده و اثر فرایند نیتراسیون بر فولاد زیرلایه را کاهش دهد، در این تحقیق سعی شد با ماسه پاشی نمونه‌ها و در نتیجه افزایش زبری سطح و نایکنواختی پوشش Ni-P، قابلیت نیتروژن شدن زیرلایه افزایش داده شود. پس از ماسه پاشی نمونه‌ها بر روی تعدادی از آنها، پوشش Ni-P به روش الکترولس رسوب داده شد. برای پوشش دهی از حمام تجارتي موسوم به کانینگ<sup>۱</sup> با pH حدود ۶/۴ و دمای حدود  $90^\circ\text{C}$  استفاده شد. بر طبق این پارامترها، مقدار فسفر موجود در پوشش حدود ۹٪ خواهد بود که بعداً توسط EDS نیز تأیید شد. برای حصول پوششهای با ضخامت مختلف، نمونه‌ها به مدت  $10-30 \text{ min}$  برای حصول ضخامت‌های ۲، ۲۴ و ۴۸ میکرون در حمام الکترولس نگهداری شدند. این ضخامتها توسط متالوگرافی تأیید شدند. سپس نمونه‌های با و بدون پوشش در یک کوره صنعتی با اتمسفر  $\text{H}_2/\text{NH}_3$  تحت عملیات نیتراسیون دو مرحله‌ای واقع شدند. دما، زمان و جریان گاز آمونیاک طی مرحله اول به ترتیب  $510^\circ\text{C}$ ،  $12 \text{ hr}$ ،  $1 \text{ m}^3/\text{hr}$  و طی مرحله دوم به ترتیب  $530^\circ\text{C}$ ،  $60 \text{ hr}$ ،  $0/5 \text{ m}^3/\text{hr}$  و فشار محفظه کوره در طول کل عملیات ۲۰-۲۵ mbar اختیار شد. در انتهای فرایند، نمونه‌ها در محیط کوره توسط گاز ازت با جریان  $10 \text{ m}^3/\text{hr}$  سرد شدند. به منظور بررسی مورفولوژی سطوح نمونه‌ها قبل و بعد از عملیات نیتراسیون از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) فیلیپس مدل XL۳۰ با امکانات EDS و برای تحلیل فازی در سطح نمونه‌ها نیز از دستگاه تفرق سنج (XRD) فیلیپس مدل Xpert استفاده شد. زبری سطح نمونه‌ها با استفاده از پروفیل سنج مدل SMV و میکرو سختی آنها در سطح و نیز مقطع با استفاده از نیروی  $100 \text{ gf}$  به روش ویکرز



شکل ۱- مورفولوژی سطح نمونه ها، الف- قبل و ب- بعد از عملیات ترموشیمیایی  
 (a) نمونه بدون پوشش (b) نمونه با ۲μm پوشش (c) نمونه با ۸μm پوشش



شکل ۲- مورفولوژی سطح نمونه با پوشش نازک Ni-P (ضخامت ۲) در بزرگنمایی بالاتر، قبل از عملیات ترموشیمیایی

نیتراسیون تغییر قابل توجه و مهمی نکرده است. در نمونه‌های فاقد پوشش، مورفولوژی به دلیل امکان نیترووره شدن سطح زیرلایه فولادی در شرایط عملیات نیتراسیون، به نحو محسوسی تغییر یافته است. نتایج زبری سنجی نیز حاکی از افزایش زبری سطح نمونه با پوشش نازک Ni-P (تا حد  $R_a=1/5 \mu\text{m}$ )، پس از انجام فرایند نیتراسیون است. تغییرات فوق در سطح نمونه با پوشش نازک Ni-P را می‌توان به پدیده نفوذ پوشش/ زیرلایه در یکدیگر و نیز واکنشهای احتمالی سطح نمونه با اتمسفر عملیات نسبت داد.

### ۲-۳- تحلیل فازی

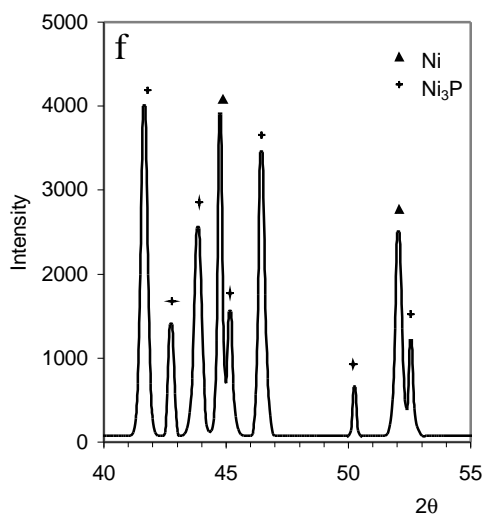
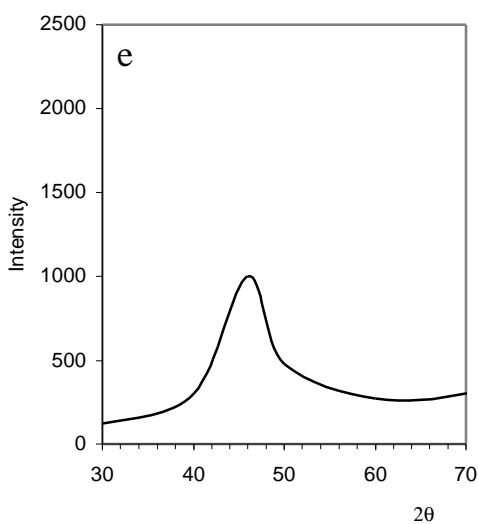
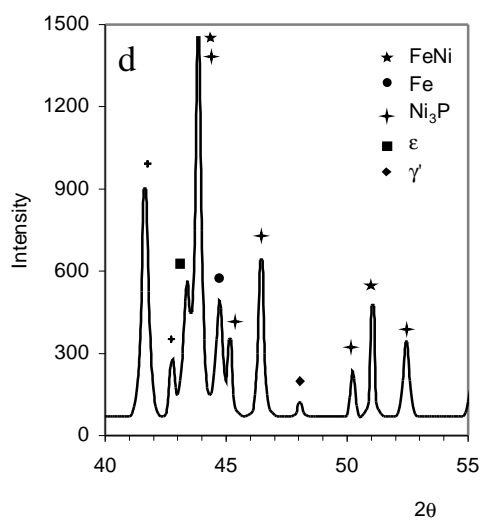
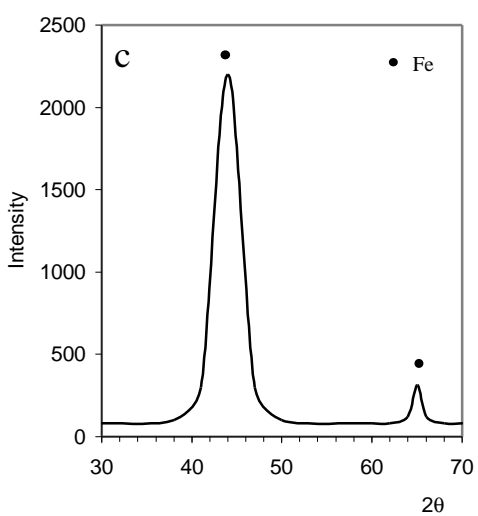
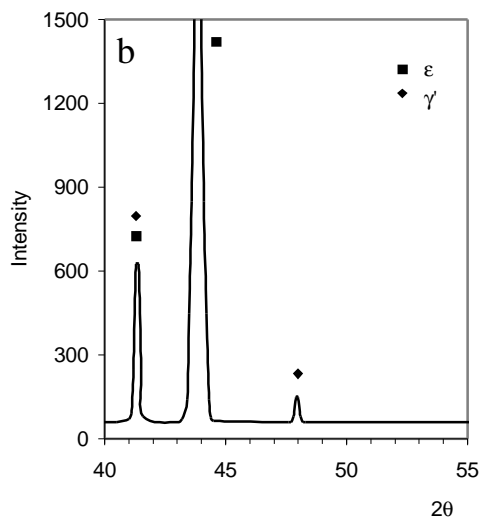
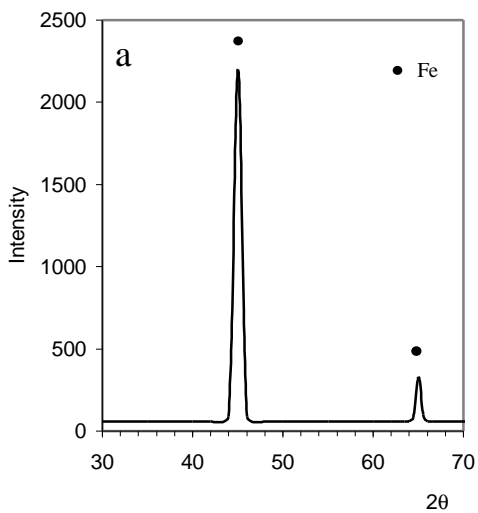
شکل (۳) نتایج تحلیل XRD نمونه‌ها را قبل و پس از عملیات نیتراسیون نشان می‌دهد. تفرق حاصل از پوششهای الکترولس Ni-P، شکل (۱e)، سازگاری زیادی با نتایج دیگران دارد [۱۱ و ۱۲]. این نوع تفرق، بیانگر ماهیت آمورف پوششهای ایجاد شده در تحقیق حاضر است.

انجام فرایند نیتراسیون، با ایجاد فازهایی در سطح و زیر سطح، باعث تغییر در ساختار سطح همه نمونه‌ها شده است. مهمترین تغییر ناشی از این عملیات در نمونه‌های بدون پوشش، نیترووره شدن کامل سطح زیرلایه است. در این حالت الگوی تفرق، تشکیل فازهای  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  و  $\varepsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$  را در سطح به خوبی نمایان می‌سازد. تأثیر عملیات نیتراسیون بر نمونه‌های پوشش داده شده به روش الکترولس Ni-P کاملاً متفاوت است. در نمونه‌های با پوشش نازک، علاوه بر کریستالیزه شدن پوشش و همچنین وقوع پدیده نفوذ در فصل مشترک پوشش/ زیرلایه، نیترووره شدن نسبی زیرلایه نیز اتفاق افتاده است. با توجه به نتایج XRD، در این حالت ساختار سطح، عمدتاً متشکل از فازهای FeNi،  $\text{Ni}_3\text{P}$  و Fe ماست. علاوه بر این فازها، وجود فازهای دیگری نیز در نواحی سطحی مشاهده شده است. این فازها در واقع نیتrideهای آهن یا آهن-نیکل اند. فاز  $\varepsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$  پیک کاملاً واضحی در زاویه  $2\theta = 43.25^\circ$  و فاز  $\gamma$  پیک نسبتاً ضعیفی در زاویه  $2\theta = 48.04^\circ$  از خود ظاهر ساخته‌اند.

نیتrideهای دوگانه آهن-نیکل معمولاً دارای ترکیبات مختلفی از Fe و Ni به صورت  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x)_4\text{N}$  هستند که در آن اتمهای Ni جانشین برخی موقعیتهای Fe در شبکه نیتride شده‌اند. قله‌های تفرق مربوط به فاز  $\gamma$  در این تحقیق، بیش از آنکه منطبق با فاز  $\text{Fe}_4\text{N}$  باشند، منطبق با ترکیبات  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x)_4\text{N}$  هستند (خصوصاً برای حالت  $X = 0.3$ ) که توسط Li مورد مطالعه قرار گرفته است [۱۳]. علاوه بر آن قله مربوط به زاویه  $48.04^\circ = 2\theta$  منطبق بر ترکیب  $\text{Fe}_3\text{NiN}$  نیز هست. این انطباقها به نوعی حاکی از حضور نیکل در نیتrideهای حاصله در این تحقیق است. تشکیل فازهای نیتride در سطح نمونه‌های با پوشش نازک Ni-P، احتمالاً به دلیل امکان نفوذ نیتروژن اتمی به سطح پوشش و انتقال آن از طریق شبکه  $\gamma\text{-FeNi}$  و یا آهن به زیرلایه است. با توجه به انحلال بسیار محدود نیتروژن در نیکل، امکان نفوذ این عنصر از طریق شبکه نیکل به سوی زیرلایه بسیار بعید به نظر می‌رسد. با توجه به مطالب فوق، نمونه‌های با پوشش نازک Ni-P، پس از عملیات نیتراسیون، در واقع دارای یک سیستم پوششی چند جزئی متشکل از فازهای بین فلزی آهن-نیکل، فسفید نیکل و نیتrideهای ساده یا دوگانه آهن-نیکل، در سطح خواهند شد. در نمونه‌های با پوشش متوسط و ضخیم Ni-P، گرچه بر اساس الگوهای تفرق، عمده‌ترین تغییر ناشی از عملیات نیتراسیون، کریستالیزه شدن پوشش است، لیکن بررسی میکروسکوپی سطح مقطع این نمونه‌ها، نفوذ پوشش/ زیرلایه را نیز در ناحیه فصل مشترک تأیید کرده است.

### ۳-۳- میکرو سختی

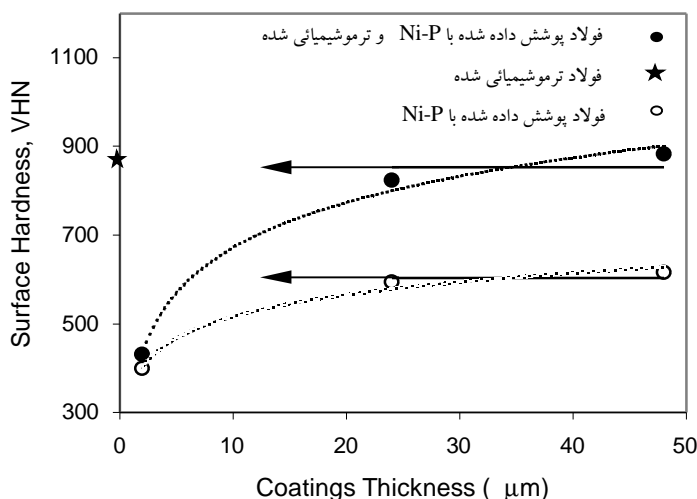
متوسط میکروسختی فولاد زیرلایه در حالت کوینچ و تمپر شده،  $346\text{HV}$  اندازه‌گیری شد. شکل (۴) روند تغییر در سختی سطح نمونه‌ها را با افزایش ضخامت پوشش، برای دو حالت قبل و پس از فرایند نیتراسیون نشان می‌دهد. افزایش ضخامت پوشش، اختلاف سختی قبل و بعد از عملیات نیتراسیون را افزایش داده و فاصله زیادی بین دو منحنی سختی پدید آورده است. علاوه بر آن با افزایش ضخامت پوشش، اختلاف در



قبل از عملیات

بعد از عملیات

شکل ۳- نتایج تفرق اشعه ایکس نمونه‌ها، قبل و پس از فرایند ترموشیمیایی بدون پوشش، (a,b) با ۲ میکرون پوشش، (c,d) با ۴ میکرون پوشش، (e,f) با ۸ میکرون پوشش



شکل ۴- تغییرات سختی سطح پوششهای Ni-P با افزایش ضخامت آنها، قبل و بعد از عملیات ترموشیمیایی

پوشش دار، در فصل مشترک با زیرلایه، پوششهای متوسط و ضخیم، دارای شیب تندی اند در حالی که پوشش نازک دارای شیب ملایمتری است آنچنان که عمق سخت شده بیشتری را در مقایسه با نمونه حاوی پوشش متوسط ارائه می دهد. وجود شیب ملایم تر در فصل مشترک می تواند ناشی از واکنش زیرلایه با اتمسفر نیتروژن باشد. از طرفی، امکان واکنش زیرلایه با اتمسفر نیتروژن در نمونه های با پوشش ضخیم، بر خلاف نمونه های با پوشش نازک، بسیار بعید به نظر می رسد. شکل (۵) نشان می دهد که ضخامت های بالای پوشش نیکل عملاً مانند یک سد، مانع از نفوذ نیتروژن به داخل فولاد شده است.

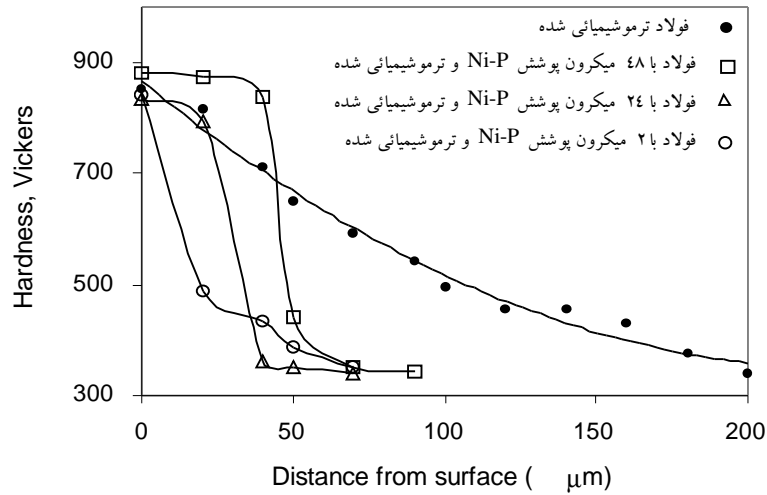
### ۳-۴- رفتار سایشی

منحنیهای مشخصه سایش کلیه نمونه های نیتراسیون شده (اعم از با و بدون پوشش Ni-P) تحت دو نیروی ۴۰ و ۸۰ نیوتن در شکل (۶) نشان داده شده است. تحت نیروی ۴۰N، شکل (۶-الف) بیشترین میزان سایش به نمونه با پوشش نازک (۲ میکرون) اختصاص دارد که به مراتب بیش از سایش نمونه بدون پوشش که نیترووره شده، است. بر عکس، نمونه های با پوشش ضخیمتر (۲۴ و ۴۸ میکرون) مقاومت سایشی بسیار بهتری در مقایسه با نمونه نیترووره شده از خود نشان می دهند. علت اصلی افزایش مقاومت سایشی پوششهای الکترولس Ni-P با افزایش ضخامت

مقادیر سختی نمونه ها، چه قبل و چه بعد از عملیات نیتراسیون، به طور نمایی تا رسیدن به یک حد ثابت و مشخص کاهش می یابد. افزایش یا کاهش اختلاف فوق در مقادیر سختی با افزایش ضخامت، بیانگر غیر واقعی بودن اعداد سختی مربوط به پوشش نازک است. با توجه به روش اندازه گیری میکروسختی، یعنی روش ویکرز، اعداد سختی در این حالت بیش از آنکه مربوط به پوشش باشند، متأثر از زیرلایه اند. از سوی دیگر، مقایسه مقادیر سختی پوششهای متوسط و ضخیم در این تحقیق با نتایج دیگران [۱۴ و ۱۵]، قابل اعتماد بودن این مقادیر را محرز و تعمیم آنها برای پوششهای نازکتر را امکانپذیر می سازد (علامت پیکان در شکل ۴).

بر اساس نتایج میکروسختی، عملیات نیتراسیون موجب افزایش سختی نمونه های بدون پوشش نیز شده است. متوسط سختی سطح در این حالت ۸۵۱HV تعیین شده که با نتایج مربوط به فولادهای کم آلیاژ نیترووره شده در سایر مطالعات سازگاری دارد [۱۶، ۱۷].

تغییرات سختی از سطح تا عمق نمونه ها پس از عملیات نیتراسیون در شکل (۵) نشان داده شده است. نمونه بدون پوشش که منطقه نفوذی در زیر سطح آن تا عمق زیادی توسعه یافته، شیب سختی بسیار ملایمی را که از ویژگیهای بارز فولادهای نیترووره شده است از خود نشان می دهد. برای نمونه های



شکل ۵- پروفیل سختی از سطح تا عمق نمونه‌ها پس از فرایند ترموشیمیایی

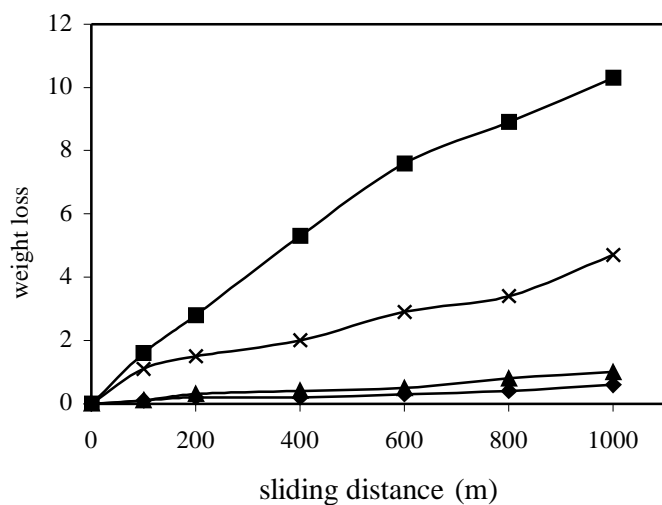
جدول ۲- مقادیر نرخ سایش نمونه‌های با و بدون پوشش Ni-P نیتراسیون شده

نرخ سایش ( $10^{-3} \times \text{mg.m}^{-1}$ )				ضخامت پوشش Ni-P (میکرون)
۸۰N	۴۰N	۸۰N	۴۰N	
۱۷	۴	۳۸	۱۱	۰
۵۸	۶/۸	۱۷	۱۲/۶	۲
۵۴	۱/۱	۷۶	۱/۵	۲۴
۸/۶	۰/۵	۱۰	۲	۴۸

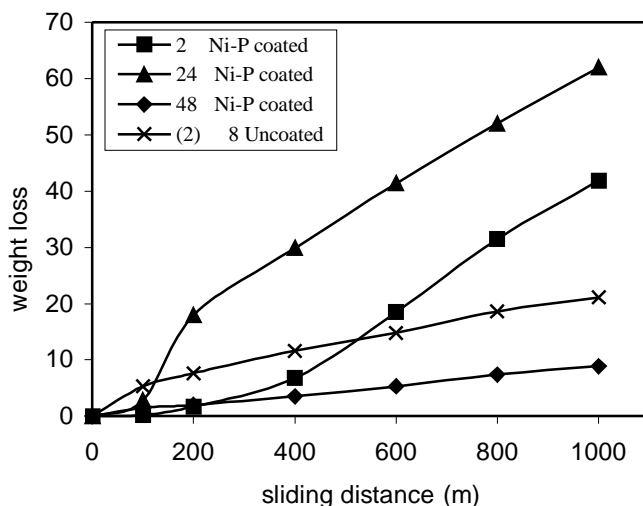
لغزش کم توجیه کند. به هر حال در مسافتهای لغزش زیاد، پوشش نازک و ناحیه محدود نفوذی پشت آن، تخریب شده و نرخ سایش نمونه با پوشش نازک Ni-P به شدت افزایش می‌یابد. جدول (۲) مقادیر نرخ سایش نمونه‌ها را در دو حالت آب‌بندی و پایا بر اساس نیروی اعمالی نشان می‌دهد. چنانچه مشاهده می‌شود بیشترین نرخ سایش متعلق به نمونه‌های با ضخامت پوشش ۲ و ۲۴ میکرون تحت نیروی ۸۰N است. با این وجود تحت نیروی مذکور، نمونه با پوشش  $2\mu\text{m}$  در طول آزمایش سایش از کاهش وزن بسیار کمتری نسبت به نمونه با پوشش  $24\mu\text{m}$  برخوردار است. بهبود بارپذیری و مقاومت سایشی نمونه با پوشش نازک Ni-P در نیروهای بالاتر سایش را می‌توان به حضور فازهای نیتریدی در سطح، شکل (۳) و منطقه تحت نفوذ نیتروژن در زیر سطح، شکل (۴) نسبت داد.

آنها، ارتقا ظرفیت بارپذیری آنها (به دلیل سختی نسبتاً بالا همراه با ضخامت کافی) است. تحت نیروی ۸۰N، شکل (۶-ب) بر خلاف روند مشاهده شده برای سایش نمونه‌ها در نیروی ۴۰N، نمونه با پوشش نازک نه تنها ضعیفترین رفتار سایشی را از خود نشان نمی‌دهد بلکه در مسافتهای پایین لغزش، کاهش وزن آن حتی از نمونه نیتروژن شده نیز کمتر است. با توجه به اینکه امکان نفوذ نیتروژن به نواحی زیر سطح و تشکیل فازهای نیتریدی در سطح فولاد با پوشش  $2\mu\text{m}$  وجود دارد، منطقه تحت نفوذ نیتروژن می‌تواند به عنوان یک پشتیبان محکم برای پوشش نسبتاً سخت اما بسیار نازک Ni/Ni<sub>3</sub>P/FeNi<sub>x</sub>N محسوب شده و در کنار این موضوع که اصولاً ضریب اصطکاک پوششهای Ni-P به طور نسبی کمتر از لایه‌های نیترید است، برتری مقاومت سایشی نمونه مورد بحث را در مسافتهای





الف



ب

شکل ۶- کاهش وزن (mg) نمونه‌های ترموشیمیایی شده بر حسب مسافت لغزش تحت نیروهای

الف- 40N و ب- 80N

### ۳-۵- تحولات ساختاری در حین عملیات نیتراسیون

چنانکه اشاره شد اختلاف در شیب سختی و رفتار سایشی نمونه‌های با پوشش Ni-P نازک، متوسط و ضخیم که تحت عملیات نیتراسیون واقع شده‌اند، می‌تواند ناشی از تأثیر متفاوت این عملیات بر سیستم پوشش/ زیرلایه باشد. در نمونه‌های با پوشش ضخیم Ni-P، در حین فرایند نیتراسیون، واکنش زیرلایه با اتمسفر و بنابراین نفوذ نیتروژن در زیرلایه و ایجاد منطقه

وسیع نفوذی در پشت فصل مشترک امکان پذیر نیست که این موضوع به تخلخل ناچیز و مقدار نسبتاً زیاد فاز  $Ni_3P$  که می‌تواند به عنوان مانع مهمی برای نفوذ نیتروژن به شمار آید مربوط می‌شود. برعکس، در نمونه‌های حاوی پوشش نازک، به علت ضخامت بسیار کم و نا یکنواختی زیاد و همچنین این مطلب که مکانیزم نفوذ در فصل مشترک پوشش/زیرلایه می‌تواند باعث انتقال اجزای زیرلایه به سطح خارجی پوشش

شود، امکان واکنش زیرلایه با اتمسفر نیتروژن بسیار زیاد خواهد بود. بر این اساس، نفوذ نیتروژن به داخل زیرلایه‌ای با پوشش نازک Ni-P، خصوصاً اگر آن زیرلایه، سطح زبر یک فولاد ماسه پاشی شده باشد که به مدت طولانی (حدود ۷۰ hr) در دمای نسبتاً بالا (۵۳۰-۵۱۰°C) و اتمسفر نیتروژن کننده ( $H_2/NH_3$ ) قرار گرفته است، کاملاً امکانپذیر است. بر اساس نتایج EDS از سطح پوشش نازک، نسبت وزنی آهن به نیکل در نواحی سطحی از حدود ۰/۰۸ قبل از عملیات نیتراسیون به حدود ۰/۷ پس از عملیات فوق افزایش یافته که حکایت از وقوع مکانیزم نفوذ در فصل مشترک پوشش/زیرلایه دارد. افزایش میزان آهن در سطح، قابلیت نفوذ نیتروژن حاصل از تجزیه  $NH_3$  را در زیرلایه افزایش داده و امکان نیتروژن شدن نسبی فولاد را فراهم می‌آورد. تحت چنین شرایطی، واکنش زیرلایه با نیتروژن می‌تواند باعث تشکیل فازهای نیتریدی در سطح (هرچند به طور محدود) و توسعه نسبی منطقه نفوذی در عمق شود. با توجه به مطالب فوق، روند تحولات ساختار سطحی فولادهای با پوشش نازک Ni-P را در حین عملیات نیتراسیون می‌توان به صورت زیر خلاصه کرد:

مرحله ۱: کریستالیزه شدن نسبی پوشش و تشکیل فازهای شبه پایدار فسفید نیکل  
مرحله ۲: کریستالیزه شدن کامل پوشش و تبدیل فازهای فسفید شبه پایدار به  $Ni_3P$   
مرحله ۳: نفوذ پوشش/زیرلایه در ناحیه فصل مشترک و تشکیل فاز  $\gamma-FeNi$   
مرحله ۴: توسعه فاز  $\gamma-FeNi$  به سطح پوشش  
مرحله ۵: نفوذ نیتروژن به درون زیرلایه از طریق مناطق  $\gamma-FeNi/Fe$  و تشکیل ناحیه نفوذی  
مرحله ۶: ایجاد فازهای نیتریدی

#### ۴- نتیجه‌گیری

عملیات نیتراسیون فولاد پوشش داده شده به روش الکترولس Ni-P، در محدوده دمایی ۵۳۰-۵۱۰°C در اتمسفر  $H_2/NH_3$  به

مدت ۷۲ ساعت نشان داد که:

- ۱- تغییر مورفولوژی سطح نمونه با ضخامت پوشش ۲ میکرون، در اثر فرایند نیتراسیون، بیش از نمونه‌های با ضخامت پوشش ۲۴ و ۴۸ میکرون است.
- ۲- در خلال عملیات نیتراسیون، احتمال واکنش پوشش/زیرلایه و اتمسفر عملیات، با کاهش ضخامت پوشش افزایش می‌یابد.
- ۳- امکان تشکیل فازهای نیترید آهن و یا نیترید دوگانه آهن-نیکل در سطح نمونه‌های با پوشش نازک (۲ میکرون)، گرچه به مقدار کم، متفی نیست.
- ۴- در نمونه‌های با پوشش نازک (۲ میکرون)، نفوذ نیتروژن حاصل از تجزیه  $NH_3$  به درون زیرلایه از طریق آهن و یا فاز  $\gamma-FeNi$  موجود در سطح، باعث توسعه منطقه محدود نفوذی در عمق زیرلایه و بنابراین افزایش عمق سخت شده (نسبت به نمونه‌های با پوشش ۲۴ میکرون) می‌شود.
- ۵- گرچه تحت نیروی پایین سایش، مقاومت سایشی نمونه‌های پوشش داده شده و نیتراسیون شده، با افزایش ضخامت پوشش افزایش می‌یابد ولی تحت نیروی بالاتر، با توجه به تأثیر متفاوت فرایند نیتراسیون بر ظرفیت بارپذیری نمونه‌ها، روال مذکور مشاهده نمی‌شود.
- ۶- رفتار سایشی بهتر نمونه با پوشش نازک Ni-P در نیروهای بالاتر سایش را می‌توان به حضور فازهای نیتریدی در سطح و منطقه تحت نفوذ نیتروژن در زیر سطح نسبت داد.

#### تشکر و قدردانی

بدین وسیله لازم است از جناب آقای مهندس صفریان و سرکار خانم مهندس صرامی، مسیولین محترم آزمایشگاه‌های SEM و XRD دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی اصفهان کمال تشکر و امتنان به عمل آید.

## 1. kanning

1. Wu, Y., Zhang, Y., and Yao, M., "Effect Of Electroless Nickel Plating On Fatigue Strength Of 30CrMoA Steel," *Plating And Surface Finishing*, Vol. 82, No. 4, PP. 83, 1995.
2. Contreras, G., and Fajardo, C., "Fatigue Properties Of An AISI 1045 Steel Coated With An Electroless Ni-P Deposit," *Thin Solid Films*, Vol. 355-356, No. 1-2, PP. 480-486, 1999.
3. Diaz, J.A., and Passarelli, M., "Fatigue Behavior Of A 4340 Steel Coated With An Electroless Ni-P Deposit," *Surface And Coatings Technology*, Vol.149, PP. 45 –56, 2002.
4. Pertuz, A., and Berrios, J.A., "Influence Of A Commercial Electroless Ni-P Deposit On The Fatigue Properties Of A Notched And Unnotched SAE 4140 Steel," *Surface And Coatings Technology*, Vol. 133-134, PP. 572-582, 2000.
5. Garces, Y., and Sanchez, H., "Fatigue Behavior Of A Quenched And Tempered AISI 4340 Steel Coated With An Electroless Ni-P Deposit," *Thin Solid Films*, Vol. 355-356, PP. 487-493, 1999.
6. Bell, T., and Li, C.X., "Low Temperature Nitriding And Carburizing Of Stainless Steel," *Advanced Materials And Processes*, PP49-51, June 2002.
7. Yang, "Microstructure Of Electrodeposited Ni-W-P-SiC Composite Coatings," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol. 7, No. 1, PP. 22-26, 1997.
8. Golanski, D., and Bielinski, P., "Numerical Modeling Of Residual Stresses In Boride Layers On Steel," *Surface Engineering*, Vol. 13, No.2, PP. 145-148, 1997.
9. Wierzchon, T., and Bielinski, P., "Formation And Properties Of Multicomponent And Composite Borided Layers On Steel," *Surface And Coatings Technology*, Vol.73, PP. 121-124, 1995.
10. Riedel, W., *Electroless Nickel Plating*, ASM, 1989.
11. Li, H., "Surface Morphology And Electronic State Characterization Of Ni-P Amorphous Alloy Films," *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol.281, PP.31-38, 2001.
12. Balaraju, J.N., "Synthesis And Characterization Of Electroless Nickel High Phosphorus Coatings," *Metal Finishing*, PP. 8-13, July 1999.
13. X-Ray Diffraction And Mossbauerstudies Of The  $[\text{Fe}_{(1-x)}\text{Ni}_{(x)}]_4\text{N}$  Compounds ( $0 < x < 0.5$ ), *J. Magnetism And Magnetic Materials*, Vol. 151, PP221-224, 1990.
14. Berrios, J.A., "Effect Of The Thickness Of An Electroless Ni-P Deposit On The Mechanical Properties Of An AISI 1045 Plain Carbon Steel," *Surface And Coatings Technology*, Vol.108-109, PP. 466-472, 1998.
15. Staia, M.H., "Wear Performance And Mechanism Of Electroless Ni-P Coating," *Surface And Coatings Technology*, Vol. 86-87, PP. 598-602, 1996.
16. Li, C.X., Sun, Y., and Bell, T., "Consideration Of Fretting Fatigue Properties Of Plasma Nitrided En19 Steel," *Surface Engineering*, Vol. 15, PP. 149-153, 1999.
17. Molinari, A., "Wear Behavior Of Diffusion And Compound Layers In Nitrided Steels," *Surface Engineering*, Vol. 14, PP. 489-495, 1998.