

ارزیابی خواص تریبولوژیکی پوشش مرکب $\text{Ni(5Al)-Al}_2\text{O}_3\text{-MoS}_2$ پس از

پاشش پلاسمایی بر سطح فولاد ساده کربنی

سیدرحمان حسینی، سیدمحمد مسلمی و سعیدرضا بخشی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر (اصفهان)

(دریافت مقاله : ۹۳/۰۷/۰۸ - پذیرش مقاله : ۹۳/۱۰/۲۹)

چکیده

هدف از این تحقیق، ارزیابی خواص تریبولوژیکی پوشش مرکب $\text{Ni(5Al)-Al}_2\text{O}_3\text{-MoS}_2$ به روش پاشش پلاسمایی اتمسفری (APS) روی زیرلایه فولاد CK45 است. به همین منظور، سه ماده پودری با ترکیب $60\text{Ni(5Al)-40Al}_2\text{O}_3$ ، $60\text{Ni(5Al)-35Al}_2\text{O}_3\text{-5MoS}_2$ و $60\text{Ni(5Al)-25Al}_2\text{O}_3\text{-15MoS}_2$ (درصد وزنی) به روش آسیاب کاری مکانیکی و سپس خشک کردن پاششی آماده سازی شدند. عملیات پاشش با استفاده از دستگاه پاشش پلاسمایی مجهز به تفنگ مدل PS50 انجام شد. مشخصه یابی پوشش به وسیله پراش سنخ پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف سنخ با توزیع انرژی (EDS)، آزمون های سایش و ضریب اصطکاک صورت گرفت. به منظور بررسی خواص تریبولوژیکی پوشش، آزمون سایش با استفاده از دستگاه سایش دمای بالا به روش پین روی صفحه انجام شد. آزمون در سه دمای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی گراد با نیروی اعمالی ۵ نیوتن و سرعت دوران ۰/۱ متر بر ثانیه انجام گرفت. نتایج آزمون سایش در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد نشان داد پوشش $60\text{Ni(5Al)-40Al}_2\text{O}_3$ به دلیل حضور فاز ترد NiAl_2O_4 و عدم وجود روان کار MoS_2 دچار سایش ورقه ای شده و ضریب اصطکاک را از ۰/۹۵ به حدود ۰/۸۰ کاهش داده است. در پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی MoS_2 ، به علت حضور محلول جامد Ni و عدم تشکیل فاز ترد NiAl_2O_4 ، کاهش جرم محسوسی حین آزمون سایش در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد ملاحظه نشد. در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد، پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی MoS_2 به دلیل حضور هم زمان فازهای NiO و MoO_3 بهترین رفتار روان کاری را از خود نشان داد و ضریب اصطکاک از ۰/۹۵ به ۰/۲۵ کاهش یافت.

واژه های کلیدی: پوشش مرکب، Ni(5Al) ، MoS_2 ، پاشش پلاسمایی، سایش دمای بالا.

Evaluation of Tribological Properties of Plasma Sprayed $\text{Ni(5Al)-Al}_2\text{O}_3\text{-MoS}_2$ Composite Coating on Plain Carbon Steel

S. R. Hosseini, S. M. Moslemi and S. R. Bakhshi

Department of Materials Engineering, Maleke-ashtar University of Technology

(Received 30 October 2014, accepted 19 January 2015)

Abstract

The aim of this research is evaluation of tribological properties of $\text{Ni(5Al)-Al}_2\text{O}_3\text{-MoS}_2$ composite coating deposited by atmospheric plasma spray process on the CK45 steel substrate. For this purpose, three powder materials composed of 60wt%Ni(5Al)-40wt% Al_2O_3 , 60wt%Ni(5Al)-35wt% $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-5wt%MoS}_2$ and 60wt%Ni(5Al)-25wt% $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-15wt%MoS}_2$ were prepared by mechanical milling and then spray drying processes. Plasma spray treatment was done by a plasma spray apparatus equipped with a gun of PS50 model. The coatings were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), wear and coefficient of friction tests. In order to study the tribological properties of the coating, wear tests were performed by using a high temperature pin on disk machine. The tests were performed at temperatures of 25, 300 and 600°C, under 5N load and pin rotation speed of 0.1m/s. The wear test results at 25°C showed the presence of brittle phase of NiAl_2O_4 and lack of MoS_2 lubricate in the 60wt%Ni(5Al)-40wt% Al_2O_3 coating led to delamination wear. In this case, coefficient of friction decreased from 0.98 to 0.80. Significant weight loss was not observed during the wear test at 25°C in the coating contains 15wt% lubricant, due to the presence of Ni solid solution and absence of brittle phase of NiAl_2O_4 . Due to the simultaneous presence of NiO and MoO_3 , 15wt% MoS_2 coating showed the best lubricant performance at 600°C, thus, coefficient of friction was reduced from about 0.95 to 0.25.

Keywords: Composite coating, MoS_2 , Ni(5Al) , Plasma spray, High temperature wear.

E-mail of corresponding author: hosseinr@mut-es.ac.ir

مقدمه

اکسید آلومینیم به دلیل دارا بودن خواصی مانند سختی بالا و پایداری شیمیایی مناسب، به طور وسیعی در صنایع مختلف مورد توجه قرار گرفته است [۱]. مواد مرکب حاوی ترکیب اکسید آلومینیم در شرایط لغزش خشک، ضریب اصطکاک بالایی از خود نشان می دهند. همین امر سبب محدود شدن کارایی تریبولوژیکی مواد مرکب سرامیکی شده است. به منظور بهبود خواص اصطکاکی مواد مرکب دارای Al_2O_3 ، تحقیقات زیادی صورت گرفته است [۲ و ۳]. با توجه به این بررسی ها، مشخص شد که با اضافه کردن حداقل یک جزء روان کار می توان خواص تریبولوژیکی را به طور مشخصی بهبود بخشید. به همین منظور ترکیب خودروان کار جامد دی سولفید مولیبدن مورد توجه قرار گرفته است.

دی سولفید مولیبدن به دلیل ساختار لایه ای و توانایی در انجام واکنش تریوشیمیایی سطحی، می تواند بر خواص تریبولوژیکی تأثیرگذار باشد [۴]. سازوکار لغزش آسان صفحات بلوری با ساختار بلوری شش وجهی سبب عملکرد مناسب این ترکیب در شرایط سایش می شود.

روش پاشش پلاسمایی به طور گسترده ای برای ایجاد پوشش های مرکب به کار می رود [۱]. در روش های پاشش حرارتی، از انرژی حرارتی یا انرژی الکتریکی برای ذوب و یا نرم کردن ذرات استفاده می شود [۳]. در این فرآیند از انرژی سینتیکی حاصل از فشار گاز برای رساندن سرعت ذرات مذاب به سرعتی بین ۵ تا ۲۰۰۰ متر بر ثانیه استفاده می شود. سرعت و دمای بالا باعث تغییر شکل ذرات در هنگام برخورد به سطح می شود و لایه ورقه ای شکل نازکی به دست می آید. این لایه شکل سطح را به خود می گیرد، بر آن منطبق می شود و می چسبد. در این پوشش ها، ذرات ذوب نشده و اکسید شده نیز وجود دارند. حضور اکسید در لایه های پوشش ممکن است سبب افزایش سختی، لغزندگی و یا حتی روان کاری سطح شود [۳].

با بررسی تحقیقات گذشته روی پوشش MoS_2 در شرایط سایشی مشخص شد که ترکیب دی سولفید مولیبدن تأثیر زیادی بر ضریب اصطکاک ناحیه سایش می گذارد. ترکیب MoS_2 به عنوان روان کار جامد می تواند سبب آرام تر شدن و کاهش نرخ سایش شود [۴]. همچنین تحقیقات انجام شده روی پوشش Al_2O_3 وابستگی شدید خواص سایشی این پوشش به دما را نشان می دهد [۱]. واکنش های شیمیایی سطحی تعیین کننده نوع سازوکار سایش این پوشش در دماهای مختلف است. در بررسی دیگری مشخص شد که پوشش MoS_2 توانایی تحمل بار در گستره ۲۰ الی ۸۰۰ نیوتن در شرایط سایش خشک را دارد [۵]. استفاده از روان کار MoS_2 در پوشش های مرکب سبب کاهش مشهود ضریب اصطکاک در شرایط سایش شده است [۶]. خاصیت روان کاری ترکیب MoS_2 ناشی از ساختار لایه ای و برش انفرادی صفحات بلوری است. به تازگی استفاده از روان کار جامد MoS_2 به منظور اصلاح مواد مرکب مورد بررسی قرار گرفته است [۷]. ترکیب خودروان کار MoS_2 با ساختار لایه ای بر خواص تریبولوژیکی پوشش اثرگذار است و سبب کاهش ضریب اصطکاک مواد مرکب در شرایط سایش خواهد شد. عملکرد روان کارهای جامد در دماهای بالا نیز در سال های اخیر مورد بررسی قرار گرفته است [۸]. نتایج این بررسی ها نشان داد ترکیب MoS_2 در دمای بالاتر از حدود ۴۰۰ درجه سانتی گراد خاصیت روان کاری ندارد و اکسید می شود. تشکیل ترکیب اکسیدی MoO_3 در سطح سایش باعث کاهش ضریب اصطکاک در دمای بالا خواهد شد [۹]. خواص ماده مرکب خودروان کار با زمینه NiAl به همراه مقادیر مختلف روان کارهای کمکی MoS_2 و Ti_3SiC_2 مورد بررسی قرار گرفته است [۱۰]. در این بررسی مشخص شد MoS_2 نقش اصلی روان کاری در دمای پایین را ایفا می کند. در تحقیق دیگری تأثیر روان کارهای مختلف بر خواص مکانیکی و تریبولوژیکی پوشش ها بررسی شده است [۱۱]. بین روان کارهای مورد بررسی، MoS_2 کمترین اثر نامطلوب را بر خواص مکانیکی

به دست آمده به وسیله سرندها غریبال شد تا آماده فرآیند پوشش پلاسمایی شود.

پوشش مرکب به روش پوشش پلاسمایی روی فولاد ساده کربنی CK45 به شکل صفحه با شعاع ۲۵ و ضخامت ۵ میلی متر ایجاد شد. عملیات پوشش با استفاده از دستگاه پوشش پلاسمایی اتمسفری مجهز به تفنگ مدل PS50 ساخت شرکت متالیزیشن^۲ (موجود در شرکت پودرافشان اصفهان) انجام گرفت. ترکیب پوشش های ایجاد شده در جدول ۱ و عوامل انتخاب شده برای پوشش پلاسمایی پودر مرکب در جدول ۲ ارایه شده است.

جدول ۱. ترکیب پوشش های ایجاد شده.

نمونه	نوع پوشش	ترکیب پوشش
۱	پوشش بدون روان کار	60wt%Ni(5Al)-40wt%Al ₂ O ₃
۲	پوشش حاوی ۵ درصد وزنی روان کار	60wt%Ni(5Al)-35wt%Al ₂ O ₃ -5wt%MoS ₂
۳	پوشش حاوی ۱۵ درصد وزنی روان کار	60wt%Ni(5Al)-25wt%Al ₂ O ₃ -15wt%MoS ₂

جدول ۲. متغیرهای منتخب در فرآیند پوشش پلاسمایی.

۳۵۰	جریان (آمپر)
۳۵	ولتاژ (کیلوولت)
۷	نرخ شارش گاز آرگون حامل پودر (لیتر بر دقیقه)
۴۰	نرخ تغذیه پودر در منطقه نازل (گرم بر دقیقه)
۳۲/۵	نرخ جریان گاز پلاسمای (لیتر بر دقیقه)
۱۰۰	فاصله پوشش (میلی متر)

به منظور شناسایی فازها، از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس مدل اکسپرت پرو^۳ ساخت شرکت فیلیپس (موجود در دانشگاه کاشان) مجهز به آند مسی با طول موج (CuK α) ۱/۵۴۰۷۲ آنگستروم، استفاده شد. در این آزمون، اندازه گام ۰/۰۴ درجه، زمان روبش هر گام ۱/۵ ثانیه و محدوده زاویه روبش (2 θ) از ۱۰ تا ۸۰ درجه در نظر گرفته شد.

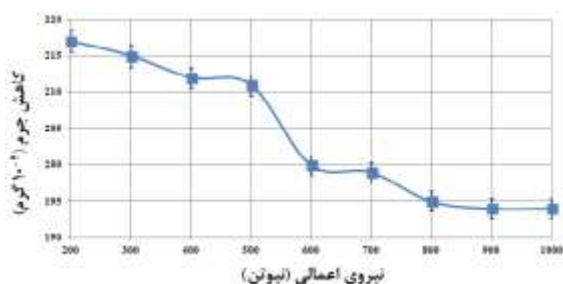
پوشش گذاشت. در بررسی پوشش های چند لایه NiAl ایجاد شده به روش های مختلف پوشش حرارتی مشخص شد، انتخاب مناسب متغیرهای پوشش می تواند سبب به حداقل رسیدن ذرات ذوب نشده شود [۱۲]. استفاده از اندازه ذرات در محدوده مناسب می تواند نقش زیادی در کاهش ذرات ذوب نشده داشته باشد.

جمع بندی کارهای انجام شده نشان می دهد خودروان کار MoS₂ سبب کاهش مشهود ضریب اصطکاک در گستره بار ۲۰ الی ۸۰ نیوتن در شرایط سایش خشک می شود. مشکل پوشش های مرکب دارای روان کار MoS₂، افت خواص مکانیکی و کاهش سختی پوشش است. راه حل رفع مشکل، استفاده از ترکیب MoS₂ با نسبت وزنی مناسب و به کارگیری ترکیبات سخت مانند Al₂O₃ و Ni(5Al) در پوشش مرکب است. هدف از پژوهش حاضر، ارزیابی خواص تریبولوژیکی دمای بالای پوشش مرکب Ni(5Al)-Al₂O₃-MoS₂ به همراه مقادیر مختلف روان کار در شرایط محیطی مناسب است.

مواد و روش آزمایش ها

پودرهای مورد نظر با توجه به ترکیب پوشش مرکب متشکل از مقادیر مختلفی از Ni(5Al)، Al₂O₃ و MoS₂ در هر مرحله تهیه شد.

مخلوط سازی پودر درون محفظه آسیاب گلوله ای شافتی به همراه آب مقطر انجام گرفت. در مرحله بعد به منظور افزایش یکنواختی در چگالی و کروی کردن ذرات جهت رسیدن به اندازه ثابت و رطوبت یکسان، عملیات خشک کردن پوششی^۱ با استفاده از دستگاه خشک کن پوششی ساخت داخل (موجود در آزمایشگاه پودر دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان) انجام شد. در فرآیند خشک کردن پوششی، محلول غلیظ آماده شده از مرحله آسیاب کاری مکانیکی درون محفظه دستگاه ریخته شد. پودر



شکل ۱. منحنی بارپذیری پوشش $60\% \text{Ni(5Al)-25\% Al}_2\text{O}_3\text{-15\% MoS}_2$

با توجه به بررسی‌های صورت گرفته و منحنی بارپذیری (شکل ۱)، نیروی اعمالی ۵ نیوتن برای انجام آزمون سایش انتخاب شد. آزمون سایش در مسافت ۱۰۰۰ متر در سه دمای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام گرفت. نتایج به صورت نمودارهای ضریب اصطکاک بر حسب مسافت طی شده رسم شد.

به منظور بررسی غلظت عناصر در خطوط سایش و سطح خارجی پوشش، از آنالیز عنصری به روش طیف‌سنجی با توزیع انرژی^۳ به وسیله دستگاه EDS مدل AIS2300C ساخت شرکت سرون^۴ نصب شده روی دستگاه میکروسکپ الکترونی روبشی (موجود در دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی اصفهان) استفاده شد.

نتایج و بحث

شکل ۲ تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از مقطع عرضی سه پوشش با ضخامت حدود ۲۰۰ میکرومتر و ترکیب متفاوت را نشان می‌دهد. انتخاب ضخامت پوشش با رویکرد کاربردهای صنعتی و با توجه به کار سایر پژوهش‌گران انجام شد [۱۳-۱۵].

پوشش سخت (زمینه سرامیکی یا فلزی) پاششی با ضخامت نسبتاً کم (زیر ۱۰۰ میکرومتر) نمی‌تواند بار اعمالی شدید را تحمل کند [۱۳]. از این رو بار اعمالی به زیرلایه منتقل و باعث تغییرشکل در زیرلایه می‌شود.

به منظور ارزیابی مقاومت سایشی و تعیین میزان ضریب اصطکاک پوشش، از دستگاه سایش دمای بالا استفاده شد. این دستگاه قابلیت انجام آزمون سایش پین روی صفحه از دمای محیط تا دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد روی نمونه‌های مختلف فلزی، پلیمری و سرامیکی را به صورت راست‌گرد و یا چپ‌گرد دارد. این دستگاه قابلیت تعیین و ثبت ضریب اصطکاک به صورت لحظه‌ای و ارایه نتایج به صورت نمودارهای «ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش» و «نیرو اصطکاک بر حسب زمان» را دارد.

برای اندازه‌گیری و تعیین میزان کاهش جرم نمونه‌ها از ترازوی مدل A200S ساخت شرکت سارتوریوس^۱ آلمان با دقت 10^{-4} گرم استفاده شد. در ارزیابی‌های سایشی، گلوله‌ای از جنس Si_3N_4 با قطر ۷ میلی‌متر و سختی حدود ۸۰۰ ویکرز مورد استفاده قرار گرفت. آزمون بارپذیری با نیروی اعمالی ۲ نیوتن آغاز و در طی هر ۱۰۰ متر، ۱ نیوتن افزایش داده شد. آزمون تا مرحله‌ای ادامه یافت که کاهش جرم شدید در نمونه‌ها مشاهده شود. منحنی بارپذیری (کاهش جرم بر حسب بار اعمالی در مسافت ثابت) برای تعیین میزان بار اعمالی مناسب در آزمون ضریب اصطکاک و رسم منحنی مشخصه ضریب اصطکاک^۲ انجام گرفت. منحنی بارپذیری پوشش $60\% \text{Ni(5Al)-25\% Al}_2\text{O}_3\text{-15\% MoS}_2$ در شکل ۱ ارایه شده است. آزمون‌های ارزیابی تریبولوژیکی پوشش‌های روان‌کار جامد با استفاده از نمودار ضریب اصطکاک باید به گونه‌ای انجام شود که حداقل ساز و کارهای سایشی رخ دهد. به دلیل این‌که ساز و کارهای سایشی و روان‌کاری باعث تغییر لحظه‌ای ضریب اصطکاک می‌شوند، باید یکی از متغیرها (سازوکار سایش) ثابت در نظر گرفته شود تا به‌توان عامل دیگر (در این پژوهش رفتار روان‌کاری) را بررسی نمود [۱۳].

³ energy dispersive spectroscopy

⁴SERON

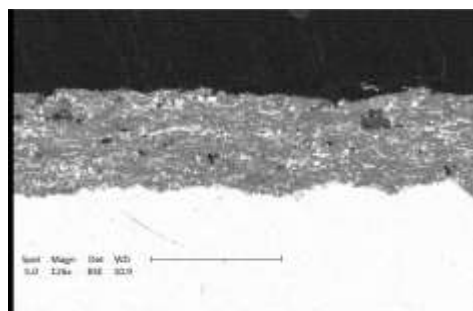
¹ Sartorius Analytic

² friction coefficient characteristic curve

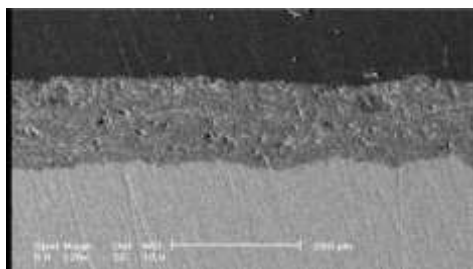
الگوی پراش پرتو ایکس پوشش با سه ترکیب مختلف در شکل ۳ نشان داده شده است. در الگوی پراش بدون روان کار (60%Ni(5Al)-40%Al₂O₃)، فازهای Ni، NiAl₂O₄ و NiO، Al₂O₃ دیده می‌شود. با مقایسه الگوی این پوشش با نمونه‌های روان کار به وضوح مشخص است که فاز NiO کمتری تشکیل شده است. تشکیل فاز NiAl₂O₄ باعث شده که فاز Ni با شدت کمتری در پوشش بدون روان کار وجود داشته باشد. الگوی پراش پرتو ایکس پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-35%Al₂O₃-5%MoS₂ حضور فاز MoS₂ علاوه بر فازهای Ni، Al₂O₃، NiAl₂O₄ و NiO را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۳، قله Ni در پوشش شامل ۵ درصد وزنی روان کار نسبت به نمونه بدون روان کار شدیدتر است و نشان می‌دهد که فاز NiAl₂O₄ کمتری تشکیل شده است. با انجام عملیات آسیاب کاری مکانیکی از شدت قله‌ها کاسته شده و عرض قله‌ها افزایش یافته است. علت این امر را می‌توان به ایجاد تنش در شبکه پودری هر ترکیب و کاهش اندازه دانه نسبت داد. ایجاد تنش در پودر و افزایش مرزدانه باعث پراکندگی اشعه ایکس بازتاب یافته می‌شود و پهنای قله‌ها افزایش می‌یابد [۱۶ و ۱۷].

همان‌طور که از شکل ۳ مشخص است، پس از ایجاد پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-35%Al₂O₃-15%MoS₂ همچنان قله اول مربوط به ترکیب MoS₂ در زاویه ۱۴/۳۶۷ درجه وجود دارد. آزاد شدن مولیبدن در اثر تجزیه MoS₂ در حین پاشش پلاسمایی و انحلال جانشینی مولیبدن در فاز نیکل باعث جابه‌جایی قابل ملاحظه قله نیکل به سمت زوایای کمتر شده است (بیش تر بودن شعاع اتمی مولیبدن نسبت به نیکل باعث افزایش ثابت شبکه و کاهش زاویه پراش شده است). با کاهش دمای شعله پلاسمای، تاحدی از تجزیه کامل MoS₂ جلوگیری شده است. کاهش متغیرهای پاشش بیش از مقادیر منتخب، سبب عدم ذوب مناسب اجزای دیگر پوشش در فرآیند پاشش پلاسمایی خواهد شد. همچنین انحلال جانشینی آلومینیم در نیکل (به دلیل

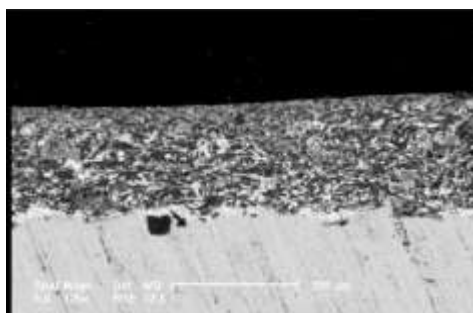
پوشش‌های سخت با ضخامت نسبتاً بالا، به علت صلب بودن نیروی اعمالی را کاملاً مهار می‌نماید و تغییر شکل در زیرلایه رخ نمی‌دهد. ضخامت پوشش باید از یک حد بحرانی بیشتر شود تا تأثیر نیروی اعمالی بر زیرلایه از بین برود. از طرف دیگر، افزایش بیش از حد ضخامت می‌تواند بر خواص سایشی، چسبندگی و سختی پوشش اثر منفی داشته باشد و سبب افت خواص تریبولوژیکی پوشش شود [۱۴]. بنابراین ضخامت بحرانی در پاشش پلاسمایی بسته عواملی نظیر نوع پوشش، سختی و بار اعمالی در محدوده ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر انتخاب می‌شود [۱۵].



(الف)



(ب)

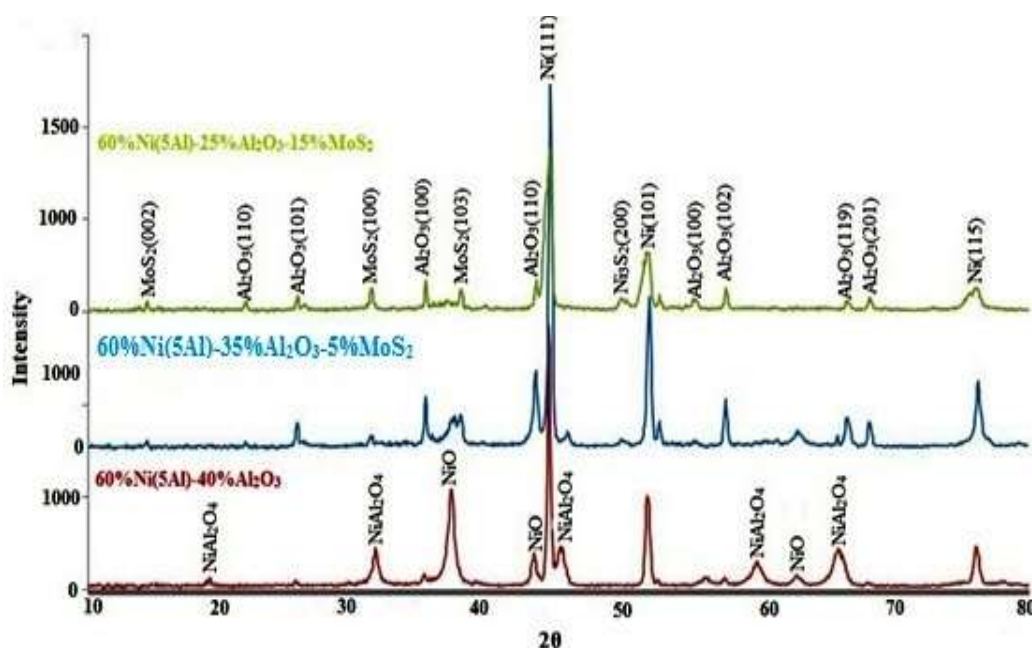


(ج)

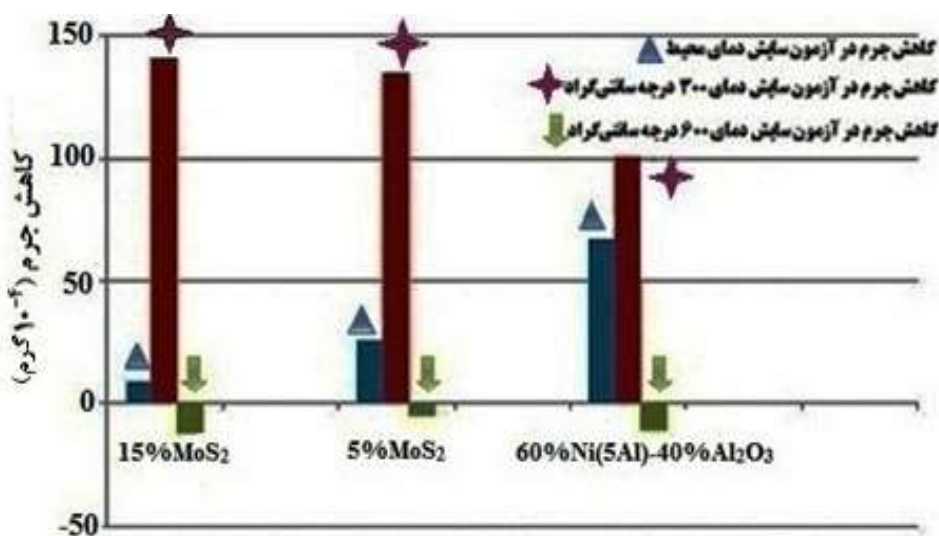
شکل ۲. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از مقطع عرضی پوشش (الف) 60%Ni(5Al)-40%Al₂O₃، (ب) 60%Ni(5Al)-35%Al₂O₃-15%MoS₂، (ج) 60%Ni(5Al)-25%Al₂O₃-15%MoS₂

از مقایسه شکل‌های ۳ و ۴ مشخص شد که با افزایش مقدار فاز NiAl₂O₄ و اتلاف بیشتر فاز زمینه (محلول جامد Ni)، کاهش جرم ناشی از آزمون سایش در دمای محیط بیشتر شده است. پوشش بدون روان‌کار (که دارای بیشترین مقدار NiAl₂O₄ است)، به دلیل کمبود فاز زمینه فلزی Ni، تحت ساز و کارهای سایشی دمای محیط قرار گرفته است.

شعاع اتمی بیشتر آلومینیم نسبت به نیکل موجب جابه‌جاشدن قله نیکل به سمت زوایای کمتر شده است. شکل ۴ نمودار کاهش جرم نمونه‌ها در آزمون سایش پس از ۱۰۰۰ متر لغزش با سرعت ۰/۱ متر بر ثانیه را نشان می‌دهد. در تمامی موارد به جز نمونه‌هایی که در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت آزمون سایش قرار گرفته‌اند، کاهش جرم دیده شد.



شکل ۳. الگوی پراش پرتو ایکس پوشش‌های مرکب حاوی ۵ و ۱۵ درصد روان‌کار در مقایسه با بدون روان‌کار.



شکل ۴. نمودار میزان کاهش جرم در پوشش‌های مرکب شامل ۵ و ۱۵ درصد روان‌کار در مقایسه با بدون روان‌کار در سه دمای محیط، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد.

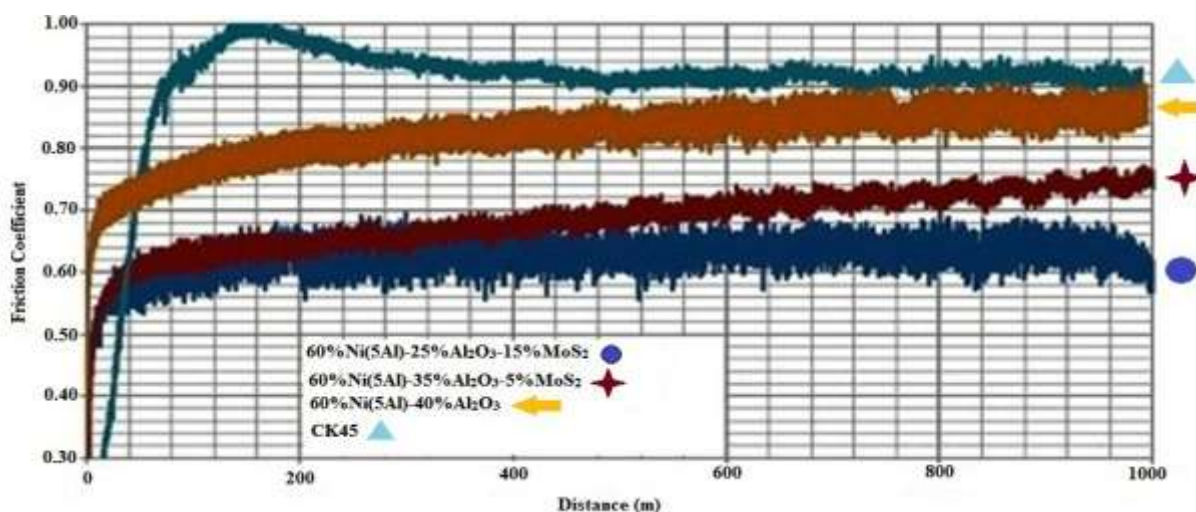
اگر میزان ترکیب MoS_2 از یک حد بهینه بیشتر شود، واکنش‌های تریوشیمیایی در سطح سایش رخ می‌دهد که محصولات واکنش درون حفرات رسوب می‌کنند. این عمل سبب تشکیل لایه‌ای از محصولات واکنش در سطح می‌شود. ترکیب دی‌سولفید مولیبدن در این شرایط به صورت عکس العمل می‌نماید و نقش ساینده را ایفا می‌کند.

شکل ۵ تغییرات ضریب اصطکاک زیر لایه و سه پوشش (با ترکیب متفاوت) بر حسب مسافت لغزش در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. مقایسه ضریب اصطکاک پوشش‌ها با زیرلایه مشخص می‌نماید که ایجاد پوشش سبب کاهش ضریب اصطکاک در دمای محیط می‌شود. گزارش شده که ساز و کار غالب در سایش فولاد CK45 از نوع چسبان است [۱۸]. بنابراین سایش چسبان دلیل اصلی بالابودن ضریب اصطکاک زیرلایه بوده است.

الگوی پراش پرتو ایکس (شکل ۳) نشان‌دهنده وجود فاز NiAl_2O_4 در پوشش‌های شامل ۵ درصد وزنی MoS_2 و بدون روان‌کار است. در بین پوشش‌ها، بهترین عملکرد از نظر ضریب اصطکاک را ترکیب $60\%\text{Ni(5Al)-25}\%\text{Al}_2\text{O}_3\text{-15}\%\text{MoS}_2$ دارد. علت را می‌توان به حضور احتمالی ترکیبات MoS_2 ، Al_2O_3 و NiO نسبت داد.

در پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی روان‌کار، به علت حضور محلول جامد Ni در زمینه، کاهش جرم محسوسی حین آزمون سایش ملاحظه نشد. افزایش جرم نمونه‌ها در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، نشان‌دهنده بحران نبودن نیروی سایشی است. این افزایش جرم را می‌توان به واکنش‌های تریوشیمیایی نسبت داد که در سطح سایش رخ می‌دهد. مشابه این موضوع در برخی از تحقیقات قبلی گزارش شده است [۶]. افزایش جرم ماده زیرلایه (بدون پوشش) در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد دیده شد. علت این افزایش را می‌توان به تشکیل اکسید آهن در حین آزمون سایش دما بالا نسبت داد.

از مقایسه نتایج آزمون سایش مشخص شد که عملکرد پوشش‌ها در دماهای مختلف بسیار با هم متفاوت است. این امر را می‌توان به ساز و کار سایش پوشش‌ها نسبت داد. همان‌طور که از شکل ۴ مشخص است، بیشترین کاهش جرم در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد رخ داده است. ساز و کار سایش اکسید آلومینیم در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد وجود تغییرشکل مومسان و پارگی‌های سطحی است [۱]. با توجه به پژوهش‌های گذشته مشخص شد ترکیب MoS_2 باعث افزایش میزان پیوندهای اتصال و در نتیجه کاهش حفرات و نقایص می‌شود [۶].



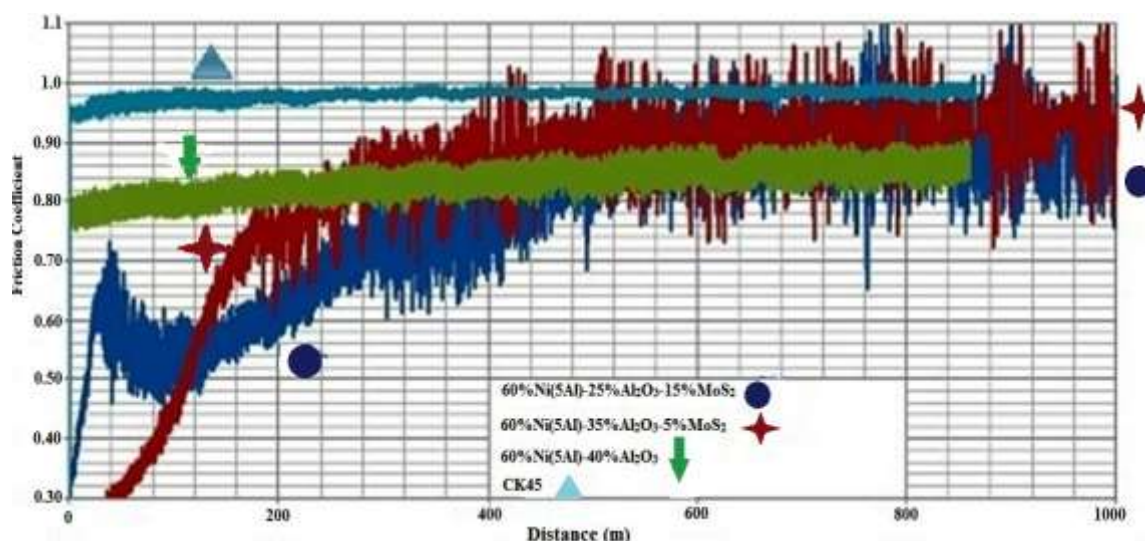
شکل ۵. نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای پوشش‌های مختلف و زیرلایه در دمای محیط.

اصطکاکی حدود ۰/۶ و برای پوشش $\text{NiAl-29\%Cr-11\%Mo}$ در همین دما ضریب اصطکاکی بین ۰/۵ تا ۰/۷ گزارش شده است [۹]. علت نوسانی بودن ضریب اصطکاک پوشش $\text{NiAl-29\%Cr-11\%Mo}$ به شکست ترد NiAl و حضور ذرات سخت اکسیدی در مسیر سایش نسبت داده شده است.

شکل ۶ تغییرات ضریب اصطکاک زیر لایه و پوشش‌ها بر حسب مسافت لغزش در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. عملکرد پوشش‌ها در این دما مناسب نبوده و کاهش ضریب اصطکاک نیز محسوس نیست. همچنین نوسانات شدیدی در ضرایب اصطکاک دیده شد. علت این موضوع را می‌توان به عدم کارایی روان‌کار MoS_2 ، ساز و کار سایشی Al_2O_3 و تغییر کیفیت پوشش در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد. ساز و کار سایش پوشش اکسید آلومینیم در دمای ۳۰۰ الی ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، ایجاد پارگی‌هایی روی سطح سایش است [۱]. سایش در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با صدا و لرزش همراه بود که این امر را می‌توان به شکست شدید در سطح پوشش نسبت داد. سطح سایش در این دما خشن‌تر از دمای محیط بود و هیچ‌گونه تغییر شکل مومسانی در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد دیده نشد.

در اثر گرما و تنش ایجاد شده در حین آزمون سایش، ساختار غیر بلوری MoS_2 به ساختار بلوری با لایه دی‌کالکوژن (لایه انتقالی) تبدیل می‌شود [۹]. حضور اکسید آلومینیم می‌تواند در این شرایط به افزایش روان‌کاری پوشش کمک کند [۱]. ساز و کار سایش اکسید آلومینیم را می‌توان به واکنش‌های تریبولوژیکی سطحی نسبت داد. واکنش بین آب موجود در محیط (رطوبت هوا) با اکسیژن و اکسید آلومینیم آلفا سبب ایجاد یک لایه غیرممتد OH در سطح می‌شود. هیدروکسید آلومینیم با ساختاری لایه‌ای با پیوندی ضعیف و نرم‌تر از اکسید آلومینیم آلفا باعث کاهش ضریب اصطکاک در دمای اتاق می‌شود [۱].

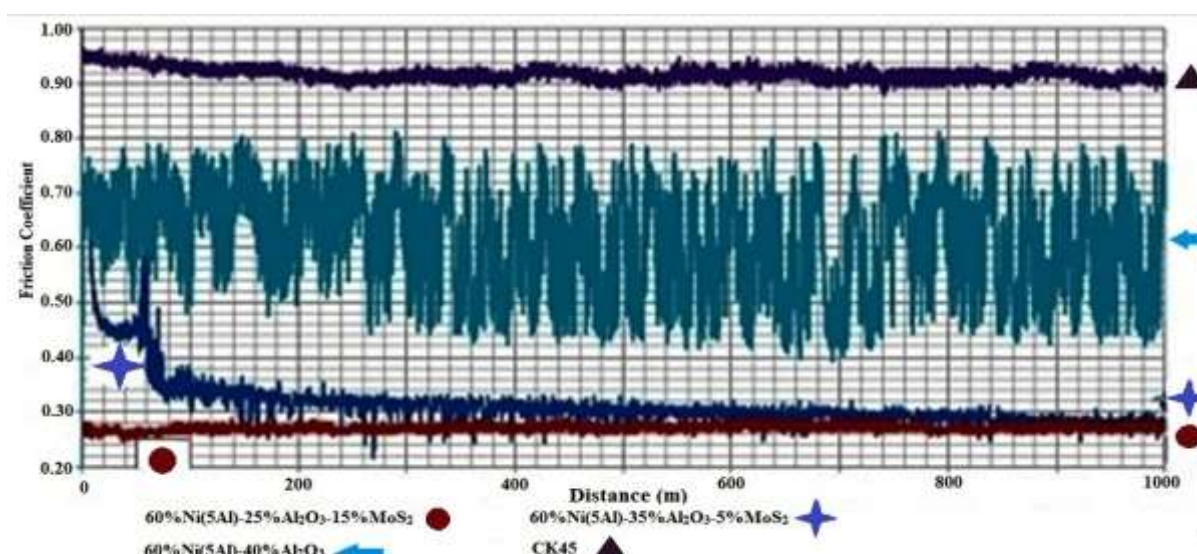
همان‌طور که از شکل ۵ مشخص است، ضریب اصطکاک پوشش‌ها بعد از طی مسافت حدود ۱۰۰ متر افزایش یافته است. این افزایش، ناشی از کنده‌شدن ذرات ترد از سطح نمونه و قرارگرفتن در مسیر سایش است. این نتایج توسط سایر پژوهشگران نیز تأیید شده است [۸]. ضریب اصطکاک پوشش‌ها پس از طی مسافت حدود ۲۰۰ متر، ثابت شده است. این پدیده را می‌توان به تشکیل لایه انتقالی بعد از طی این مسیر نسبت داد. نوسانات جزئی که در خط سایش وجود دارد به دلیل از بین رفتن و تشکیل مجدد لایه انتقالی است. در تحقیقات گذشته، برای پوشش NiAl در آزمون سایش دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد ضریب



شکل ۶. نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای پوشش‌های مختلف و زیرلایه در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد.

شکل ۷ تغییرات ضریب اصطکاک زیرلایه و پوشش‌ها بر حسب مسافت لغزش در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. هر دو پوشش حاوی MoS₂ در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۷) نسبت به دمای محیط (شکل ۵) و دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۶) رفتار بهتری از نظر ضریب اصطکاک دارند. علت کاهش مشهود ضریب اصطکاک در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را می‌توان به حضور ترکیبات Al₂O₃ و MoO₃ نسبت داد.

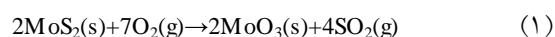
برخی از محققین گزارش نموده‌اند که ترکیب MoS₂ در ماه‌های بالاتر از ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به MoO₃ تجزیه می‌شود و در محدوده دمایی ۳۰۰ الی ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد به‌عنوان یک ماده ساینده عمل می‌کند [۸]. مقایسه ضرایب اصطکاک پوشش‌های بدون روان‌کار و شامل ۵ درصد وزنی MoS₂ (حاوی دو فاز MoO₃ و NiAl₂O₄ در دمای بالا) با پوشش دارای ۱۵ درصد وزنی روان‌کار (فقط حاوی فاز MoO₃ در دمای بالا) مطلب فوق را تأیید می‌کند.



شکل ۷. نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای پوشش‌های مختلف و زیرلایه در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد.

سایر پژوهشگران نیز بررسی و گزارش شده است [۸]. در این بررسی‌ها ترکیب NiAl-29%Cr-11%Mo در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت آزمون سایش قرار گرفته و ضریب اصطکاکی در حدود ۰/۴۵ از خود نشان داده است. در حالی که برای پوشش NiAl در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، ضریب اصطکاک حدود ۰/۹ گزارش کرده‌اند. با توجه به شکل ۷، نوسانات ضریب اصطکاک پوشش بدون روان‌کار (با ترکیب 60%Ni(5Al)-40%Al₂O₃) را می‌توان به عواملی مانند دمای سطح سایش، ریخت سطح تماس، نوع و میزان ذرات بین دو سطح نسبت داد. با توجه به پایدار نبودن متغیرها، ضریب اصطکاک در محدوده مشخصی تغییر کرده است. در حین سایش دمای بالا،

ساز و کار سایش اکسید آلومینیم به شدت تابع دماست. پدیده تبلور مجدد نیز در شرایط دمای بالا در ناحیه تحت لغزش رخ می‌دهد. از طرفی ترکیب MoS₂ عملاً از دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به بالا دیگر خاصیت روان‌کاری ندارد و ترکیب مورد نظر بر طبق رابطه (۱) اکسید خواهد شد [۸].



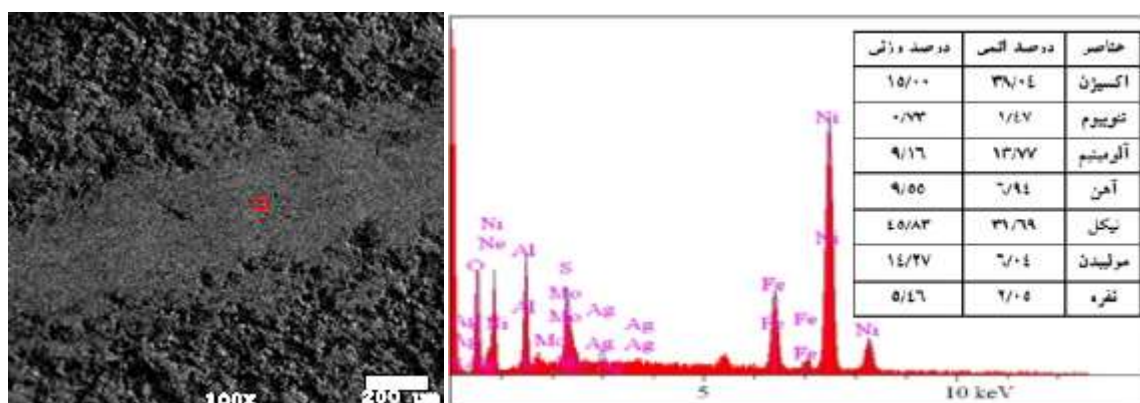
ترکیب MoO₃ به دلیل استحکام برشی کم صفحات در این دما (برعکس دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد)، علاوه بر آنکه موجب تشدید سازوکارهای سایش نمی‌شود، خاصیت روان‌کاری در پوشش ایجاد می‌نماید. این موضوع توسط

به دلیل حضور قابل توجه فاز NiAl₂O₄ در پوشش بدون روانکار، مسیر مسطح سایشی دیده نشد. پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی روانکار در دمای محیط کاهش جرم محسوسی نداشته (شکل ۴) و از طرفی فاز ترد NiAl₂O₄ نیز در آن بسیار کم بوده است.

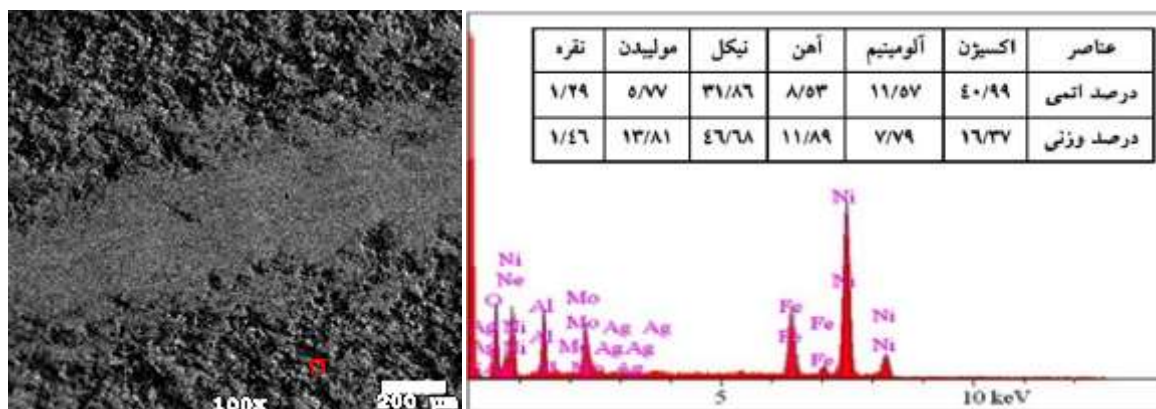
مقایسه آنالیز EDS خط سایش (شکل ۸) و سطح پوشش (شکل ۹) شامل ۱۵ درصد وزنی روانکار نشان می دهد که عنصر مولیبدن در خط سایش بیشتر از نواحی اطراف است. این پدیده شاید به دلیل نفوذ روانکار MoS₂ حین آزمون به مسیر سایش بوده است. برخی محققین این پدیده را یکی از اصلی ترین سازوکارهای روانکاری در مواد مرکب ذکر می کنند [۱۹].

ترکیبات Ni(5Al) و Al₂O₃ در مسیر سایش دچار شکست ترد می شوند [۸]. ذرات ترد آلومیناید نیکل و اکسید آلومینیم در خط سایش سبب به وجود آمدن نوساناتی در ضریب اصطکاک شده است.

شکل ۸ آنالیز EDS به صورت روبش نقطه ای از خط سایش پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی روانکار در دمای محیط را نشان می دهد. همان طور که مشخص است در مسیر سایش، ناهمگونی های سطحی صاف شده اند و سازوکارهای سایش دمای محیط رخ نداده است. سطح صاف مسیر سایش را می توان به تغییر شکل مومسان ناهمگونی های سطحی فازهای نرم پوشش (Ni و MoS₂) نسبت داد.



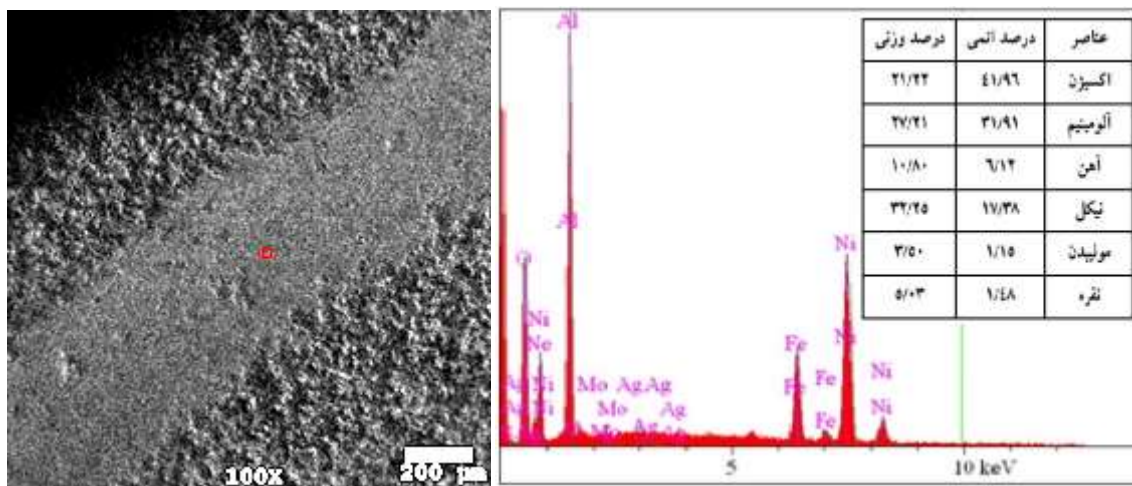
شکل ۸ غلظت عناصر در خط سایش پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-25%Al₂O₃-15%MoS₂ در دمای محیط، تهیه شده به وسیله طیف سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه ای.



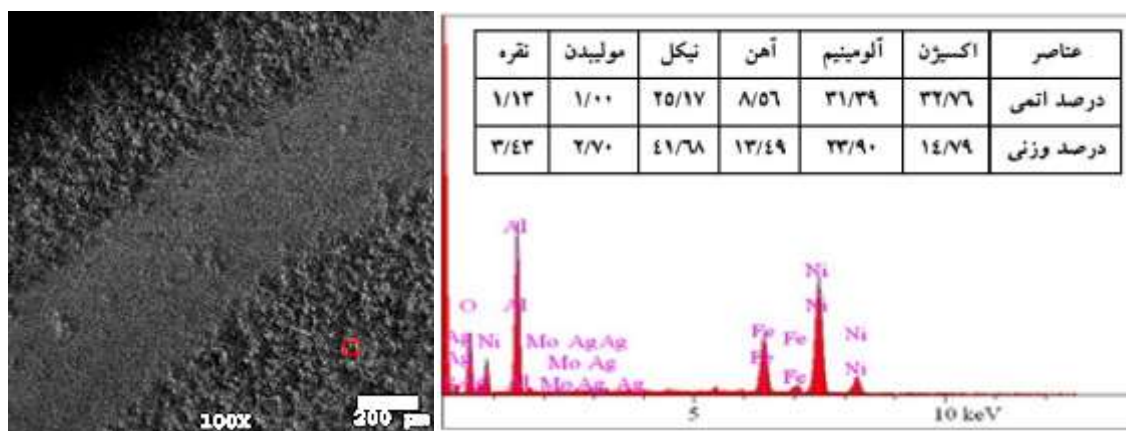
شکل ۹ غلظت عناصر در سطح خارجی پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-25%Al₂O₃-15%MoS₂ در دمای محیط، تهیه شده به وسیله طیف سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه ای.

NiAl_2O_4 و تجزیه نشدن این فاز در آزمون سایش دما بالا؛ فاز NiO بر سطح این پوشش تشکیل نشده است [۲۱،۲۰]. این پدیده سبب تشدید سازوکارهای سایشی، زیاد شدن ضریب اصطکاک و نوسانات در پوشش شده است. افزایش جرم نمونه بعد از آزمون سایش در دمای بالا نیز تأییدی بر اکسید شدن فاز Ni حین آزمون است. شکل ۱۱ آنالیز EDS به صورت روبش نقطه‌ای از سطح خارجی پوشش بدون روان‌کار در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد.

هرچه ذرات روان‌کار ریزتر و توزیع یکنواخت‌تری داشته باشند، راحت‌تر به سطح سایش نفوذ می‌نمایند و سبب کاهش بیشتر ضریب اصطکاک خواهند شد. ضریب اصطکاک تقریباً یکنواخت پوشش حاوی ۱۵ درصد وزنی روان‌کار (شکل ۵) حاکی از پیوسته بودن سازوکار روانکاری MoS_2 در کل مسیر سایش است. شکل ۱۰ آنالیز EDS به صورت روبش نقطه‌ای از خط سایش پوشش بدون روان‌کار در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. به دلایلی از قبیل نسبت بیشتر فاز NiAl_2O_4 به فاز زمینه Ni ، پایداری حرارتی بیشتر



شکل ۱۰. غلظت عناصر در خط سایش پوشش با ترکیب $60\% \text{Ni(5Al)-40\% Al}_2\text{O}_3$ در دمای 600°C ، تهیه شده به وسیله طیف‌سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه‌ای.

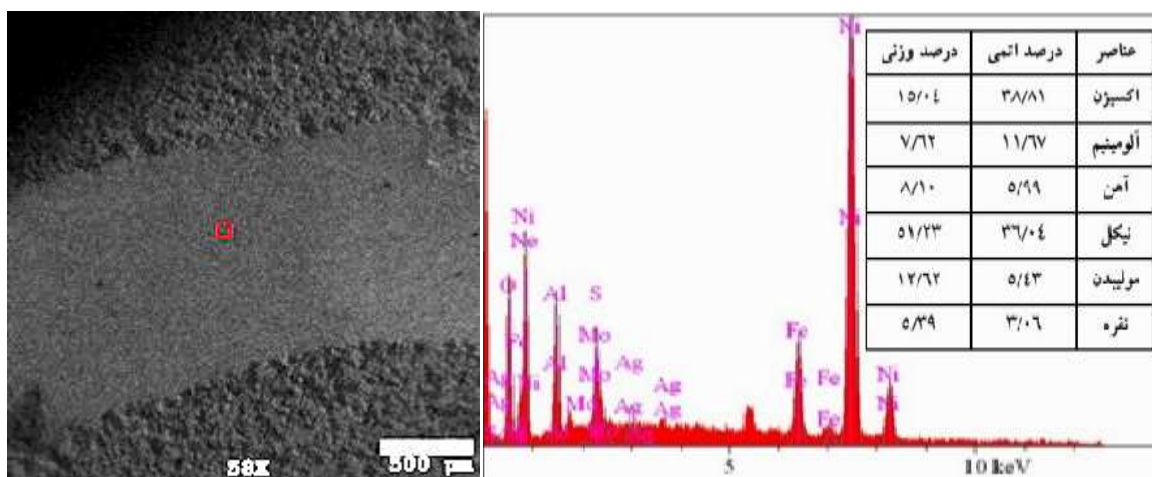


شکل ۱۱. غلظت عناصر در سطح خارجی پوشش با ترکیب $60\% \text{Ni(5Al)-40\% Al}_2\text{O}_3$ در دمای 600°C ، تهیه شده به وسیله طیف‌سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه‌ای.

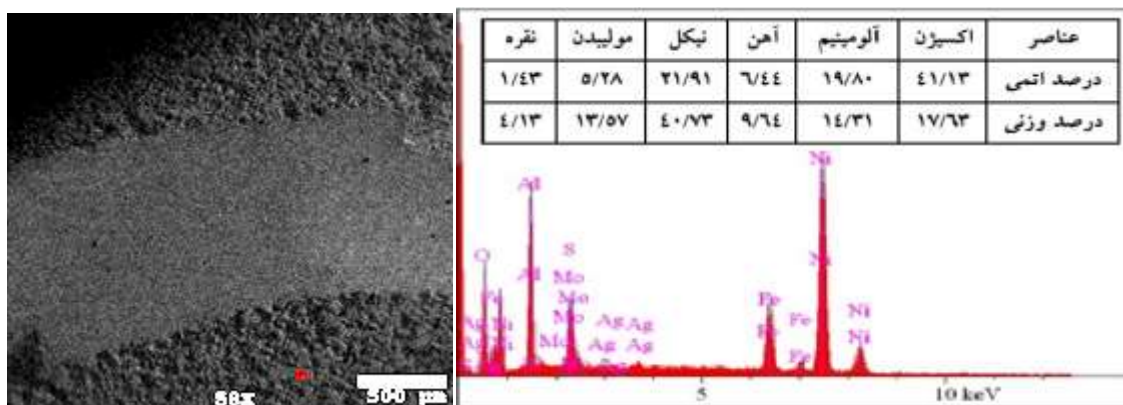
درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. غلظت عناصر باقی‌مانده در خط سایش کمتر از میزان عناصر در سطح پوشش است. این میزان تفاوت در عناصر، به جز در مورد عنصر Al بسیار محسوس نیست. میزان غلظت عنصر گوگرد به روش EDS در خط سایش و سطح پوشش صفر است. به دلیل عدم امکان شناسایی دقیق این عنصر توسط آنالیز EDS، یافته‌های حاصل از پراش پرتو ایکس را می‌توان به صورت کمی مورد استفاده قرار داد. در مجموع، در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، پوشش حاوی ۱۵ درصد وزنی MoS₂ بهترین خواص روانکاری را به دلیل حضور همزمان فازهای روان‌کار NiO و MoO₃ نشان داده است.

می‌توان ملاحظه نمود که پوشش بدون روان‌کار که دارای مقادیر کمتری Ni آزاد برای تشکیل NiO در دمای بالا است، مقدار افزایش جرم کمتری نسبت به پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی روان‌کار دارد.

شکل ۱۲ آنالیز EDS به صورت روبش نقطه‌ای از خط سایش پوشش دارای ۱۵ درصد وزنی روان‌کار در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. به نظر می‌رسد ضریب اصطکاک پایین پوشش (شکل ۷)، ناشی از تشکیل فاز پیوسته NiO و ساینده‌نبودن MoO₃ در این دما بوده است. شکل ۱۳ طیف انرژی و میزان عناصر در سطح پوشش حاوی ۱۵ درصد وزنی روان‌کار در دمای ۶۰۰



شکل ۱۲. غلظت عناصر در خط سایش پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-25%Al₂O₃-15%MoS₂ در دمای ۶۰۰°C، تهیه‌شده به وسیله طیف‌سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه‌ای.



شکل ۱۳. غلظت عناصر در سطح خارجی پوشش با ترکیب 60%Ni(5Al)-25%Al₂O₃-15%MoS₂ در دمای ۶۰۰°C، تهیه‌شده به وسیله طیف‌سنجی با توزیع انرژی به صورت روبش نقطه‌ای.

نتیجه‌گیری

از مجموع مطالعات، بررسی‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی، پراش‌سنجی پرتو ایکس، طیف‌سنجی با توزیع انرژی، آزمون‌های سایش، ضریب اصطکاک و بحث‌های انجام‌شده نتایج زیر به‌دست می‌آید:

- با توجه به نتایج XRD، در پوشش بدون روان‌کار فاز NiO کمتر و NiAl_2O_4 بیشتری نسبت به پوشش‌های حاوی روان‌کار تشکیل شده است.
- در آزمون سایش دمای محیط، به‌دلیل حضور محسوس فاز ترد NiAl_2O_4 در پوشش بدون روان‌کار، کاهش جرمی در حدود ۰/۰۰۰۷ گرم اتفاق افتاده که نسبت به پوشش‌های روان‌کار بیشتر است.
- پوشش $60\% \text{Ni(5Al)-40\% Al}_2\text{O}_3$ به‌دلیل حضور فاز ترد NiAl_2O_4 و عدم وجود ترکیب روان‌کار MoS_2 ضریب اصطکاکی در حدود ۰/۸ در دمای محیط از خود نشان داده است.
- در اثر گرما و تنش ایجاد شده در حین آزمون سایش دمای محیط، ترکیب MoS_2 به ساختار بلوری با لایه انتقالی تبدیل و سبب بهبود خاصیت تریبولوژیکی پوشش دارای ۱۵ درصد وزنی روان‌کار شده است.
- مقایسه آنالیز EDS خط سایش و سطح پوشش حاوی ۱۵ درصد وزنی روان‌کار نشان داد که نفوذ MoS_2 به مسیر سایش، سبب روان‌کاری پوشش‌های مرکب در دمای محیط شده است.
- کنده‌شدن ذرات ترد Al_2O_3 ، NiAl_2O_4 و Ni(5Al) از سطح پوشش و حضور این ذرات در مسیر سایش سبب افزایش و نوسان‌شدن ضریب اصطکاک در دمای محیط شده است.
- افزایش ضریب اصطکاک و عملکرد نامناسب پوشش‌ها در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد را می‌توان به تجزیه‌شدن ترکیب MoS_2 و سازوکار سایش اکسید آلومینیم در این دما نسبت داد.

- حضور ترکیب NiO ، MoO_3 و سازوکارهای سایش اکسید آلومینیم در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را می‌توان از دلایل اصلی کاهش ضریب اصطکاک تا حدود ۰/۲۵ در پوشش شامل ۱۵ درصد وزنی روان‌کار دانست.

مراجع

1. J. H. Ouyang and S. Sasaki, *Tribological characteristics of low-pressure plasma sprayed Al_2O_3 coating from room temperature to 800 °C*, Tribology International, 38(2005)49-57.
2. J. Deng, T. Can and J. Sun, *Microstructure and mechanical properties of hot-pressed $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ ceramic composites with the additions of solid lubricants*, Ceramics International, 31(2005)249-256.
3. R. C. Tucker and R. C. Tucker Jr, *Advanced thermal spray deposition techniques*, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, (1994)591-642.
4. M. H. Zhu and Z. R. Zhou, *An investigation of molybdenum disulfide bonded solid lubricant coatings in fretting conditions*, Surface and Coating Technology, 141(2001)240-245.
5. Y. Ye, J. Chen and H. Zhou, *An investigation of friction and wear performances of bonded molybdenum disulfide solid film lubricants in fretting condition*, Wear, 266(2009)859-864.
6. J. Yuan, Y. Zhu, X. Zheng, H. Ji and T. Yang, *Fabrication and evaluation of atmospheric plasma spraying WC-Co-Cu-MoS₂ composite coatings*, Journal of Alloys and Compounds, 509(2001)2576-2581.
7. M. E. Cura, S. H. Kim, T. Muukkonen, S. Varjus, A. Vaajoki, O. Söderberg, T. Suhonen, U. Kanerva, S. Wohn Lee and S. P. Hannula, *Microstructure and tribological properties of pulsed electric current sintered alumina-zirconia nanocomposites with different solid lubricants*, Ceramics International, 39 (2013)2093-2105.

18. H. Visscher, M. B. de Rooij, P. H. Vroegop and D. J. Schipper, *The influence of laser line hardening of carbon steel AISI 1045 on the lubricated wear against steel AISI 52100*, *Wear*, 181(1995)638-647.
19. C. P. Mulligan, T. A. Blanchet and D. Gall, *Control of lubricant transport by a CrN diffusion barrier layer during high-temperature sliding of a CrN-Ag composite coating*, *Surface and Coatings Technology*, 205(2010)1350-1355.
20. L. Gama, M. A. Ribeiro, B. S. Barros, R. H. A. Kiminami, I. T. Weber and A. C. F. M. Costa, *Synthesis and characterization of the NiAl_2O_4 , CoAl_2O_4 and ZnAl_2O_4 spinels by the polymeric precursors method*, *Journal of Alloys and Compounds*, 483(2009)453-455.
21. K. Konopka, L. L. Dobrzynska and J. Dutkiewicz, *SEM and TEM studies of NiAl_2O_4 spinel phase distribution in alumina matrix*, *Archives of Metallurgy and Materials*, 58(2013)51-54.
8. L. Kong, Q. Bi, M. Niu, S. Zhu, J. Yang and W. Liu, *$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)\text{-MoS}_2\text{-CaF}_2$ self-lubricating composite coupled with different ceramics from 20°C to 1000°C*, *Tribology International*, 64(2013)53-62.
9. S. Zhu, Q. Bi, M. Niu, J. Yang and W. Liu, *Tribological behavior of NiAl matrix composites with addition of oxides at high temperatures*, *Wear*, 274(2012)423-434.
10. X. Shi, W. Zhai, Z. Xu, M. Wang, J. Yao, S. Song and Y. Wang, *Synergetic lubricating effect of MoS_2 and Ti_3SiC_2 on tribological properties of NiAl matrix self-lubricating composites over a wide temperature range*, *Materials and Design*, 55(2014)93-103.
11. M. Niu, Q. Bi, S. Zhu, J. Yang and W. Liu, *Microstructure, phase transition and tribological performances of Ni_3Si -based self-lubricating composite coatings*, *Journal of Alloys and Compounds*, 555(2013)367-374.
۱۲. اورک شیرانی حسام، معتمدی مهدی و عابدینی مجید، بررسی پوشش‌های چنلایه پیوندی Ni-Al توسط انواع فرآیندهای پاشش حرارتی بر روی فولاد ۴۱۳۰، مجموعه مقالات سمپوزیوم فولاد، ۹۰ (۱۳۹۰) ۵۵۷-۵۶۴.
13. J. Peter, *ASM Metals Handbook, Friction, Lubrication and Wear Technology*, 18(2001).
14. J. Boyd and B. P. Robertson, *The friction properties of various lubricants at high pressures*, *ASME Transaction*, 40(1945)51-59.
15. M. B. Peterson and R. L. Johnson, *Friction and wear investigation of molybdenum disulfide, effect of contaminants and method of application*, NASA TN, March (1954).
16. F. G. Cuevas, J. Cintas, J. M. Montes and J. M. Gallardo, *Al-Ti powder produced through mechanical alloying for different times*, *Journal of Materials Science*, 41(2006)8339-8346.
17. B. D. Cullity and S.R. Stock, *Elements of x-ray diffraction*, Addison-Wesley Publication Co. Inc., 3rd edition, 2002.