

ارزیابی تابعیت چسبندگی پوشش PVD-TiN از زبری میانگین و سختی بستره

تحت آزمون خراش بار-گسسته

علی حیدری نژاد، فخرالدین اشرفی زاده

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

(دریافت مقاله: ۱۴۰۱/۰۵/۰۴ - پذیرش مقاله: ۱۴۰۱/۰۶/۰۱)

چکیده

در این پژوهش، تاثیر زبری سطح بستره فولاد زنگ‌نزن AISI 420 بر چسبندگی پوشش نیتريد تیتانیوم اعمالی به روش نهشت فیزیکی بخار قوس کاتدی به صورت کمی بررسی شده است. در این راستا، از عملیات سنباده و پولیش مکانیکی، ماسه پاشی معمولی و فرسایش سطح با ذرات سیلیس جهت ایجاد زبری بر بستره‌ها استفاده شد. نتایج نشان داد با افزایش زبری بستره، زبری پوشش‌ها بطور مستقیم افزایش می‌یابد، اما برای زبری‌های بسیار کم بستره، اختلاف زبری زیادی بین بستره و پوشش وجود دارد که به دلیل وجود ماکروذرات است. ارزیابی چسبندگی پوشش‌ها بوسیله آزمون خراش نشان داد با افزایش زبری بستره از نمونه پولیش‌شده به نمونه ماسه‌پاشی‌شده، به دلیل اثر سایه برای زبری‌های بالا و همچنین افزایش نقاط بلند سطحی که به عنوان مناطق تمرکز تنش عمل می‌کنند، عرض خراش بیشتر شده و چسبندگی کاهش یافته است. از طرفی، با افزایش سختی بستره نیز مشاهده شد که چسبندگی پوشش‌ها طی آزمون خراش تا حدی افزایش یافته است و عرض خراش کاهش می‌یابد. تطابق بیشتر خواص مکانیکی پوشش و بستره، علاوه بر محدودسازی تغییر شکل پلاستیک در فصل مشترک، از جمله دلایل بهبود چسبندگی طی افزایش سختی بستره بشمار می‌آید. واژه‌های کلیدی: بافت سطحی، زبری، چسبندگی پوشش، نهشت فیزیکی بخار قوس کاتدی، نیتريد تیتانیوم.

Evaluation of the PVD-TiN coating adhesion dependency on the substrate arithmetic roughness and hardness under discrete-loading scratch test

Ali Heidarinejad, Fakhreddin Ashrafzadeh

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 8415683111

(Received 26 July 2022, accepted 23 August 2022)

Abstract

In this research, attempts have been made to evaluate the adhesion of Titanium nitride coatings coated through cathodic arc physical vapor deposition process on AISI 420 stainless quantitatively. In this regard, Changing the surface textures of the substrate was conducted utilizing polishing, sandblasting, and erosion. The results revealed that the Roughness of Titanium nitride coatings increased with increasing the substrate roughness, especially in lower roughness due to droplets' residence. The scratch test outcomes showed that with raising the substrate's roughness from polishing to sandblasting, the scratch widths increased, and the adhesion of coatings reduced, caused by the increase of substrate's roughness altogether with enhanced stress concentration zones and shadow effect. Also, our findings demonstrated that by increasing the hardness of the substrate, the scratch widths decreased, and adhesion has increased due to more adaptability of the mechanical properties of substrate and coating, constrained plastic deformation of the substrate at the interface.

Keywords: Surface texture, Roughness, Coating adhesion, Physical vapor deposition, Titanium nitride.

E-mail of Corresponding author: Aliheidarinejad74@gmail.com.

مقدمه

سطحی و ترک‌های زیرسطحی ایجاد شده طی آماده‌سازی نسبت داده شد [۱۱، ۱۲]. این در حالی است که در پژوهشی در سال ۲۰۱۰، افزایش زبری بستره‌ی فولاد تندبر، از ۲ به ۳۸ نانومتر، منجر به افزایش چسبندگی پوشش اکسید کروم به روش کندوپاش مغناطیسی، به دلیل ایجاد قفل مکانیکی و ترشوندگی بیشتر شده است [۹]. نتایج پژوهش ژیانو^۲ [۲] نشان داد تاثیر زبری بستره بر چسبندگی پوشش TiN به روش کندوپاش به صورت یکنواخت نیست. در همین راستا، ایجاد مناطق تمرکز تنش در زبری‌های زیاد و عدم ایجاد قفل مکانیکی در زبری‌های کم بستره منجر به تضعیف چسبندگی شده است.

سختی بستره از دیگر عوامل موثر بر میزان چسبندگی پوشش‌ها به خصوص پوشش‌های نیتریدی نهشت فیزیکی بخار است که اثر آن اغلب با استفاده از مفهوم تغییر شکل پلاستیک بیان می‌شود؛ تغییر شکل پلاستیک که روی بستره رخ دهد، اثرات نامطلوبی بر چسبندگی خواهد داشت و این شرایط در مواقعی که بستره نرم باشد اتفاق می‌افتد. در واقع، افزایش سختی و صلب بودن بستره موجب محدودیت در قابلیت تغییر شکل فصل مشترک شده و باعث می‌شود تنش‌ها در سطح پوشش ایجاد شوند. از آن‌جا که تغییر شکل سیستم پوشش - بستره عموماً ناشی از تغییر شکل بستره است، افزایش سختی بستره سبب افزایش نیروی لازم برای تغییر شکل بستره و در نتیجه تغییر شکل فصل مشترک پوشش - بستره خواهد شد و لذا بار بحرانی افزایش و چسبندگی بهبود می‌یابد. هنگامی که سختی بستره بالا باشد، بیشترین میزان تنش روی سطح پوشش ایجاد خواهد شد و جدایش پیوستگی یا چسبندگی پیوستگی اغلب در لبه‌ها رخ می‌دهد [۱۵-۱۳]. این درحالی است که افزایش اختلاف بیش از حد سختی پوشش با بستره منجر به اثر پوست تخم مرغی^۳ خواهد شد که این مکانیزم منجر به عدم حمایت کافی بستره از پوشش

فرایندهای پوشش‌دهی PVD به دلیل استفاده طیف گسترده‌ای از مواد و امکان ایجاد پوشش‌های سخت با مقاومت به شکست بالا و ویژگی‌هایی نظیر صافی سطح، ساختار متراکم، خواص مکانیکی مطلوب و اتصال مناسب پوشش به بستره در گستره‌ای از ابزار ماشینکاری تا لایه‌های ابررسانای دمای بالا مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۳-۱]. پوشش‌های سرامیکی سخت متشکل از نیترید فلزات نهشت‌دهی شده به روش PVD، از جمله نیترید تیتانیوم، به علت داشتن خواصی همچون سختی بالا، چسبندگی بالا، مقاومت به خوردگی، پایداری حرارتی و مقاومت به سایش بالا در ابزار برش و صنایع تزئینی به طور گسترده مورد استفاده قرار می‌گیرند [۴، ۵]. اگرچه عملکرد و عمر کاری قطعات پوشش داده شده به عوامل متعددی شامل خواص فیزیکی، شیمیایی و مکانیکی مواد در تماس، زبری بستره و دیگر عوامل بستگی دارد، اما عامل کلیدی چسبندگی پوشش است که بستگی زیادی به زبری سطح بستره دارد.

نتایج تحقیقات بیانگر آن است که لایه‌های نازک اعمال شده بر سطوحی که نسبتاً زبر هستند، به جهت ایجاد سطوح جدید برای پیوند و همچنین ایجاد قفل مکانیکی، چسبندگی بهتری را از خود نشان می‌دهند. اما افزایش بیش از حد زبری در مواردی موجب کاهش نفوذ مواد چسبنده، افزایش تشکیل حفرات و تولید مکان‌هایی برای تمرکز تنش شده و در نتیجه منجر به کاهش چسبندگی خواهد شد [۹-۶]. هوانگ^۱ [۱۰] و همکارانش نشان دادند با کاهش زبری بستره‌های کاربیدی، تنش‌های اصطکاکی بین فرورونده و پوشش کاهش یافته و چسبندگی بهبود می‌یابد. طی پژوهش‌های دیگری تضعیف چسبندگی پوشش‌های TiN طی افزایش زبری بستره‌های فولاد تندبر و کاربیدی، به ایجاد مناطق تمرکز تنش، افزایش تنش در نقاط بلندتر

² Xiao

³ Eggshell

¹ Huang

دارد. از همین رو، در این پژوهش سعی شده تا بیان مشخصی از تاثیر زبری و سختی بستره بر چسبندگی پوشش‌ها بیان شود.

مواد و روش آزمایش‌ها

در این پژوهش از فولاد زنگ‌نزن AISI ۴۲۰ که آنالیز کوانتومتری آن در جدول ۱ آمده است. نمونه‌هایی به ابعاد $1 \times 1 \times 0.3$ سانتی‌متر و دیسک‌هایی به قطر ۵ و ضخامت 0.3 سانتی‌متر به عنوان بستره برای پوشش‌های نیتريد تیتانیوم آماده‌سازی شد. در جهت بررسی تاثیر متغیر زبری و بافت سطح بر چسبندگی پوشش‌ها، از طریق سنباذه‌زنی، سنگ‌زنی، پولیش و ماسه پاشی زبری‌های متفاوت ایجاد شد؛ مشخصات مربوط به هرکدام از روش‌های آماده‌سازی در جدول ۲ ذکر شده است.

بستره‌های با سختی کمتر تابع عوامل بیشتری هستند، بنابراین زبری سطح آن‌ها نرخ تغییرات احتمالی بیشتری طی فرایندهای متفاوت دارد و این امر باعث می‌شود کنترل میزان زبری در مراحل پس از آماده‌سازی اولیه، دشوارتر شود. از این رو و با علم به پیچیده بودن ارزیابی چسبندگی پوشش‌های TiN بر بستره‌های نرم، تعدادی بستره در حالت عملیات حرارتی نشده نیز آماده‌سازی شدند تا تاثیر سختی بستره نیز بررسی شود [۷]. در همین راستا، علاوه بر تهیه بستره‌های فولادی در حالت آنیل شده و با سختی 20HRC ، به منظور ایجاد سختی بالاتر و رسیدن سختی بستره به مقادیر بیشتر از 50HRC ، نمونه‌های فولاد زنگ نزن در دمای $1045\text{ }^\circ\text{C}$ به مدت ۳۰ دقیقه آستینیه و بلافاصله در روغن کونچ شدند. در ادامه لایه‌ی سطحی دگرپوره بوسیله سنگ مغناطیسی برداشته و سطح برای ایجاد زبری‌های متفاوت آماده شد. به منظور تفکیک بستره‌های سخت شده و سخت نشده به ترتیب از نمادهای "H" و "N" در ابتدای کد شناسایی هر نمونه استفاده شده است.

تحت بارهای بالا، تمرکز تنش در فصل مشترک و در نهایت موجب تخریب پوشش می‌شود [۱۶، ۱۷]. با در نظرگیری این پیش‌زمینه، جایارام^۴ [۱۸] و همکارانش نشان دادند وجود تنش پسماند فشاری که اغلب مرتبط با بستره‌های با سختی بیشتر است می‌تواند سبب بهبود و افزایش استحکام بین ستون‌ها شود و این امر موجب تحمل تنش برشی بیشتر و در نتیجه افزایش مقاومت به شکست پوشش می‌شود.

در پژوهش‌های دیگری نتایج نشان دادند چسبندگی پوشش Ti(C/N) و پوشش کندوپاش مغناطیسی TiAlN به ترتیب روی بستره‌های فولاد ابزار سخت‌کاری‌شده و نیتريد شده، به دلیل افزایش سختی بستره و کاهش شکل پذیری آن، افزایش یافته است [۱۹، ۲۰]. در پژوهشی در سال ۲۰۱۳ نیز ارزیابی چسبندگی پوشش TiAlN قوس کاندی بر بستره‌هایی با سختی متفاوت نظیر فولاد تندبر، کاربرد تنگستن و پلی‌کریستال نیتريد بور^۵ نشان داد با کاهش سختی بستره‌ی فولادی و افزایش بیش از حد سختی برای بستره نیتريد بور، تخریب پوشش به دلیل عدم چسبندگی کافی گزارش شده است [۱۷]. ابراهیم‌زاده و همکاران [۱۶] نشان دادند طی عملیات حرارتی پوشش چند لایه‌ی TiN/TiAlN/CrAlN، افزایش بیش از حد سختی در مجموعه‌ی پوشش رخ داده و این امر از طریق مکانیزم پوست تخم مرغی منجر به افت چسبندگی شده است. ال‌شازلی^۶ [۲۱] و همکارانش نیز نشان دادند برای هر مقدار ضخامتی از پوشش TiN بر فولاد تندبر، حد بهینه‌ای از سختی برای رسیدن به میزان بهینه چسبندگی وجود دارد.

با بررسی پژوهش‌های پیشین، به نظر می‌آید تاثیر زبری بستره بر چسبندگی پوشش‌های PVD در همه شرایط یکسان نیست. از طرفی سختی بستره نیز وضعیت مشابهی با تاثیر زبری بر چسبندگی پوشش‌های نیتريدی PVD

⁴ Jayaram

⁵ PCBN(poly crystal Boron nitride)

⁶ El-Shazly

جدول ۱. آنالیز عنصری بستره‌ی فولاد زنگ‌نزن

عنصر	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe
درصد	۰/۲۳	۰/۱۷	۰/۴۳	۰/۰۲	۰/۰۱۴	۱۲/۷	بقیه
وزنی							

جدول ۲. کدگذاری و آماده‌سازی بستره‌های فولاد زنگ نزن

کد نمونه	مراحل آماده سازی
C	سنباده‌زنی درشت تا شماره ۱۰۰
F	سنباده‌زنی ریز تا شماره ۱۲۰۰
P	پولیش با سوسپانسیون آلومینا ۰/۳ میکرون
G	سنگ‌زنی مغناطیسی با آلومینا (اندازه ذرات ۲۷ میکرونی)
S	سرعت دوران = ۲۸۵۰ دور بر دقیقه، نرخ لایه‌برداری = ۰/۰۳ میلی‌متر بر دور ماسه پاشی (ذرات SiC ۶۰۰ میکرونی)
E	فشار هوا = ۸ بار، زاویه پاشش = ۹۰ درجه، فاصله از سطح نمونه = ۱۰ سانتی‌متر فرسایش سطح (ذرات SiO _۲ ۳۰۰ تا ۶۰۰ میکرون) (پارامترها مشابه نمونه‌ی S)

در این پژوهش از پوشش نیتريد تیتانیوم به عنوان پوشش اصلی و از روش نهشت فیزیکی بخار قوس کاتدی که از جمله روش‌های صنعتی است و نرخ پوشش‌دهی بالایی دارد، استفاده شد. هر کدام از بستره‌ها با زبری معین، پیش از پوشش‌دهی، تحت تمیزکاری قلیایی و شستن با اتانول به منظور پاک‌سازی قرار گرفتند. در ادامه و با ورود نمونه‌ها به محفظه‌ی پوشش‌دهی، ولتاژ بایاس ۳۵۰- ولت به آن‌ها اعمال شد و پایه‌ی نمونه‌ها با سرعت ۱۰ دور بر دقیقه به چرخش درآمد، ضمن این‌که دمای نمونه‌ها به محدوده بین ۲۸۰ تا ۳۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد رسید. در جهت برداشتن لایه‌ی اکسیدی سطح و پاک‌سازی بستره‌ها، کندوپاش با یون‌های گاز آرگون به مدت ۴۵ دقیقه انجام شد. در ادامه، از طریق قوس الکتریکی با جریان ۱۰۰ آمپر، تبخیر تارگت تیتانیوم دیسکی شکل به قطر ۱۰ سانتی‌متر آغاز شد و گاز نیتروژن وارد محفظه شد که فشار محفظه را هنگام پوشش‌دهی به مقدار 2×10^{-3} میلی‌بار رساند. در انتهای

فرایند، جریان قوس قطع شد و نمونه‌ها درون محفظه و تحت خلاء تا دمای محیط سرد شدند.

جهت تعیین ضخامت و ترکیب پوشش‌ها از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی^۷ مجهز به طیف‌سنجی توزیع انرژی^۸ استفاده شد. همچنین برای مشاهده توپوگرافی سطح پوشش‌ها تصاویر پروفیل‌سنج نوری^۹ تهیه شد. طی پروفیل‌سنجی نوری، لیزر با تعریف متغیرهای حرکتی (گام در دو بعد) و با تعیین وضوح مناسب، قادر به روبش سطح و ارائه‌ی تصویری سه بعدی از سطح نمونه می‌شود. هرچه کیفیت سطح بالاتر و زبری کمتر باشد، وضوح لازم جهت روبش سطح، بیشتر خواهد بود. تغییرات زبری به عنوان پارامتر اصلی موثر بر چسبندگی، قبل و بعد از پوشش‌دهی با استفاده از دستگاه زبری‌سنج Mitotoyo-Sjz^{۱۰} اندازه‌گیری شد. طی زبری‌سنجی با افزایش زبری، اندازه بیشینه طول اندازه‌گیری^{۱۰} نیز مطابق ISO۴۲۸۸ بیشتر خواهد شد [۲۲].

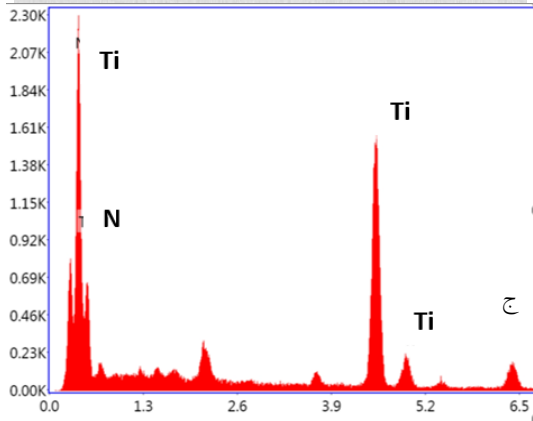
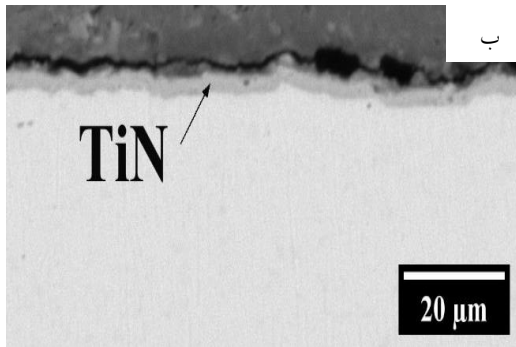
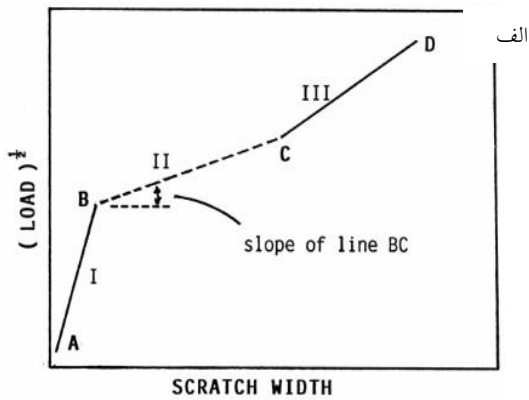
به منظور ارزیابی چسبندگی پوشش‌های نیتريدی قوس کاتدی، از آزمون خراش استفاده شد؛ این روش که شباهت زیادی به آزمون خراش متداول دارد، از یک فرورونده‌ی الماس برای ایجاد خراش روی سطح پوشش استفاده می‌کند. از آنجا که این آزمون توسط دستگاه میکروسختی سنج صورت گرفت، بارهای اعمالی به صورت ناپیوسته اعمال می‌شد. در ادامه، خراش‌هایی به طول ۱ میلی‌متر ایجاد شد و ارتباط بین مقادیر بار اعمالی با عرض خراش ایجاد شده از طریق رسم نموداری به شکل ۱-الف بررسی شد. در این نمودار سه ناحیه‌ی خطی وجود دارد؛ ناحیه‌ی I مربوط به مرحله‌ای است که پوشش دچار تغییر شکل شده و لذا این ناحیه نشان‌دهنده‌ی بارپذیری پوشش است. نقطه‌ی B متناسب با سختی پوشش و ناحیه‌ی II به صورت کلی مربوط به فصل مشترک

⁷ Scanning Electron Microscope

⁸ Energy Dispersive Spectroscopy

⁹ Optical profilometer

¹⁰ Cut-off



شکل ۱. الف) نواحی سه‌گانه در نمودار آزمون خراش [۲۳]، ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی رویشی از سطح مقطع پوشش و ج) آنالیز طیف‌سنجی توزیع انرژی نیتريد تیتانیوم.

پوشش - بستره است که طی این مرحله پوشش دچار جدایش و از طرفی بستره نیز دچار تغییر شکل می‌شود. در این ناحیه، شیب خط متناسب با چسبندگی پوشش به بستره است؛ هرچه چسبندگی بیشتر باشد، شیب خط BC نیز بیشتر خواهد بود. ناحیه III مربوط به خواص بستره است زیرا طی این مرحله، فرورونده به سطح بستره رسیده و با بستره تماس پیدا می‌کند. به دلیل مستقل بودن و ناپیوسته بودن بارهای اعمالی توسط فرورونده، نیاز است در برخی موارد از برون‌یابی برای به دست آوردن نقاط B و C استفاده شود. نخستین نشانه‌ها از شکست یا ورقه شدن پوشش در نقطه‌ی B رخ می‌دهد که مشابه بار بحرانی پایینی در آزمون خراش و در نمودار بار اعمالی بر حسب ضریب اصطکاک است [۲۳].

مشخصه‌یابی

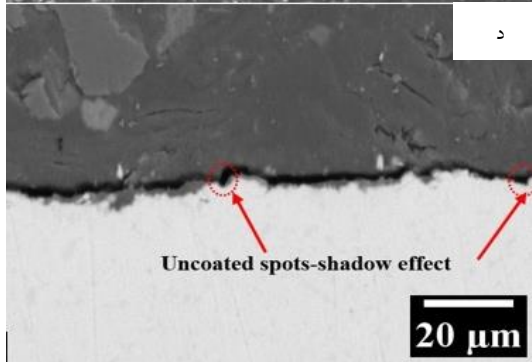
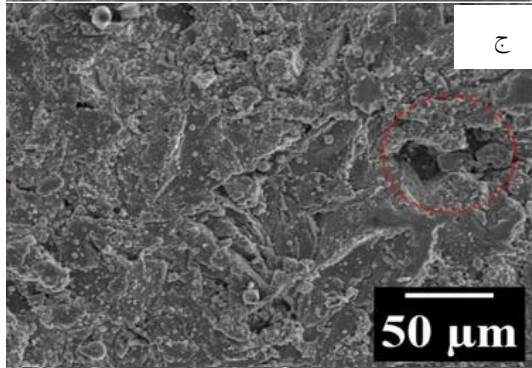
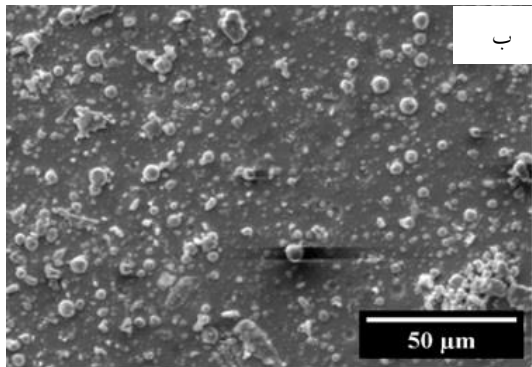
تصاویر سطح مقطع پوشش TiN به همراه آنالیز طیف‌سنجی توزیع انرژی آن‌ها در شکل ۱ دیده می‌شوند؛ ضخامت تقریبی پوشش حدود ۳ میکرون است (شکل ۱-ب) و در شکل ۱-ج نیز نتیجه آنالیز EDS نشان‌دهنده حضور عناصر تیتانیوم و نیتروژن در پوشش است. پس از پوشش‌دهی نهشت فیزیکی بخار به روش قوس کاتدی، زبری سطح و توپوگرافی پوشش‌های نیتريد تیتانیوم با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (شکل ۲)، زبری‌سنجی مکانیکی (جدول ۳) و پروفیل‌سنج نوری بررسی (شکل ۳) شدند.

به طور کلی، رابطه‌ی تقریباً مستقیمی بین زبری پوشش و بستره با زبری‌های بیشتر مشاهده شد، بطوری که توپوگرافی سطح بستره برای پوشش تکرار شده است [۷]. با توجه به جدول ۳ دیده می‌شود که با افزایش زبری بستره از ۰/۰۲ تا ۷ میکرون، زبری پوشش اختلاف چندانی با زبری بستره ندارد، در حالی که با کاهش زبری تا مقدار ۰/۰۱۷ میکرون، اختلاف زبری تقریباً ۲۰ برابری (تا ۰/۳۶) میکرون برای نمونه‌ی P ایجاد شده است [۱۹، ۲۴].

جدول ۳. مقادیر زبری قبل و بعد از پوشش دهی

نمونه/ زبری	E	S	G	C	F	P
بستره	۰/۹۱۴	۷/۰۲۷	۲/۳۵۷	۰/۷۵۳	۰/۰۴۶	۰/۰۱۷
پوشش	۱/۰۵۱	۷/۶۶۱	۲/۴۸۳	۰/۸۱۰	۰/۳۸۳	۰/۳۶۱

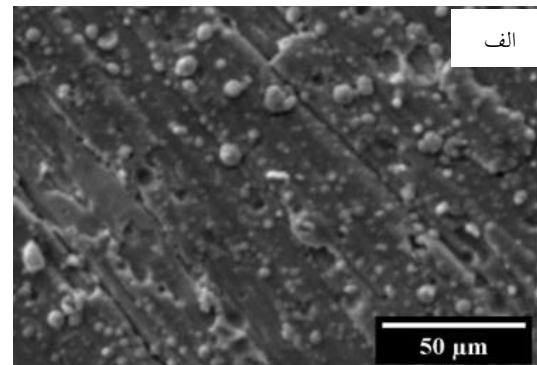
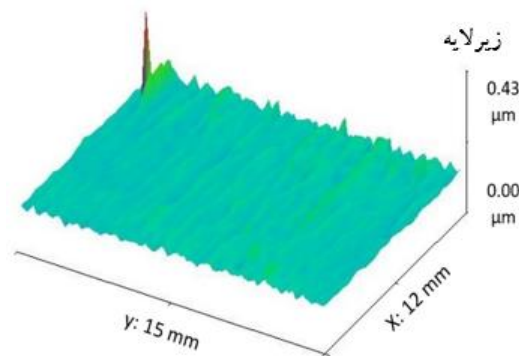
متناظر با شکل ۲ نیز این ادعا ثابت می‌گردد چرا که خطوط و الگوی سطحی بستره‌های با زبری بالاتر از جمله نمونه‌ی S و G که بیشترین زبری بستره را داشته‌اند، در پوشش نیز تکرار شده است. پروفیل‌های ۳-بعدی نیز نشان دادند که بیشترین تغییرات زبری پس از پوشش دهی برای زبری‌های کمتر (نمونه P با زبری کمتر از ۰/۰۲ میکرون) رخ داده است (شکل ۳). دیده شد که توپوگرافی نمونه‌ی S پس از پوشش دهی، علاوه بر ناهمواری‌های شدید سطحی ناشی از آماده‌سازی، طی پوشش دهی نیز ضخامت یکنواخت و توزیع یکسانی از پوشش دریافت نکرده است. در این راستا، حفراتی (شکل ۲-ج) دیده می‌شود که سطح آن‌ها پوشانده نشده و عمق آن‌ها نیز بدون پوشش باقی مانده است و این به دلیل زبری بسیار بالای آن می‌باشد. شکل ۲-د نیز وضعیت نسبتاً مشابهی را برای نمونه‌ی E نشان می‌دهد.



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روشی از توپوگرافی نمونه

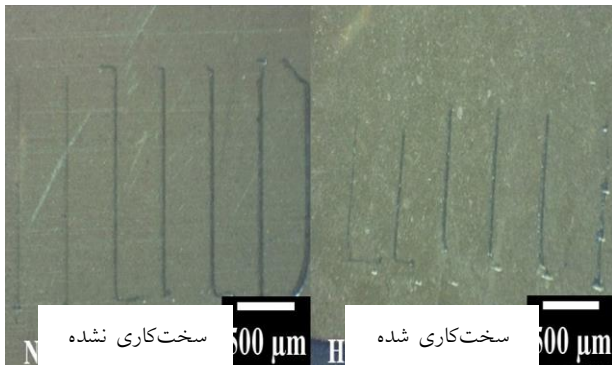
(الف) G، (ب) P، (ج) S و (د) سطح مقطع نمونه‌ی E

الف



الف

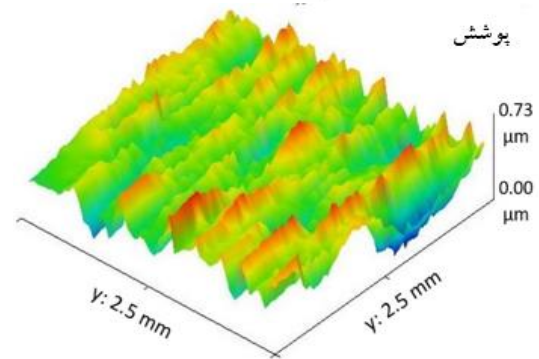
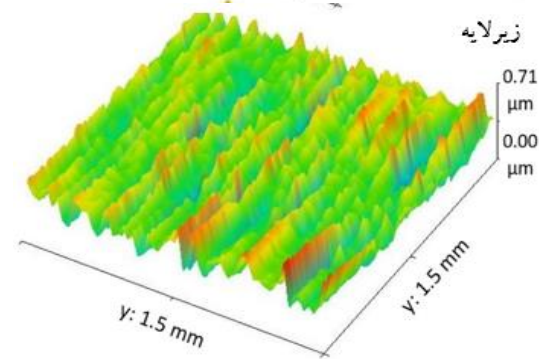
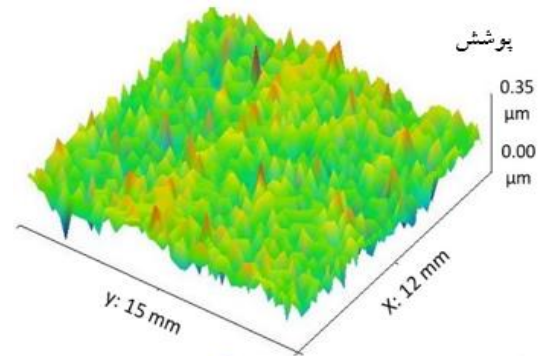
میکرون تا ۴۴ میکرون متغیر می‌باشد. در حالی که برای نمونه‌های سخت‌نشده، عرض اولیه در حدود ۹ میکرون تا ۴۴ میکرون می‌باشد (شکل ۵-الف). از طرفی دیده شد که با کاهش زبری بستره و افزایش سختی، عرض خراش اندازه‌گیری شده در طول یکسانی از خراش‌ها و بار برابر، کاهش یافته است (شکل ۵) [۱۰، ۱۲].



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپی نوری مسیرهای خراش روی نمونه‌ی

P

در این آزمون، چسبندگی پوشش‌های اعمالی بر بستره‌های از طریق شیب ناحیه‌ی II نمودار آن‌ها مقایسه شد. از آنجا که شیب نمودار در ناحیه‌ی ثانویه تعیین‌کننده‌ی میزان چسبندگی است، شیب نمودارها برای بارهای میانی (از ۱۰۰ تا ۳۰۰ گرم) محاسبه و در شکل ۶ آورده شده است. با توجه به شکل ۶، مشخص شد که بهترین میزان چسبندگی متعلق به نمونه‌ی سخت‌شده-پولیش‌شده با شیب تقریبی ۰/۰۴۲ و بعد از آن نمونه‌ی سخت‌شده-سنباده ریز با شیب تقریبی ۰/۰۴۰ می‌باشد. این در حالی است که اختلاف بین شیب‌های دو نمونه‌ی P و F در حالت سخت‌کاری نشده افزایش یافته است و از ۰/۰۰۲ به ۰/۰۰۷ رسیده است. طی افزایش زبری بستره‌ها، شیب بقیه‌ی نمونه‌های روند کاهشی را تجربه کرده‌اند و کمترین میزان شیب ثانویه (۰/۰۲۴ و ۰/۰۲۰ به ترتیب برای حالت سخت‌کاری شده و سخت‌کاری نشده) متعلق به نمونه‌ی ماسه پاشی می‌باشد.



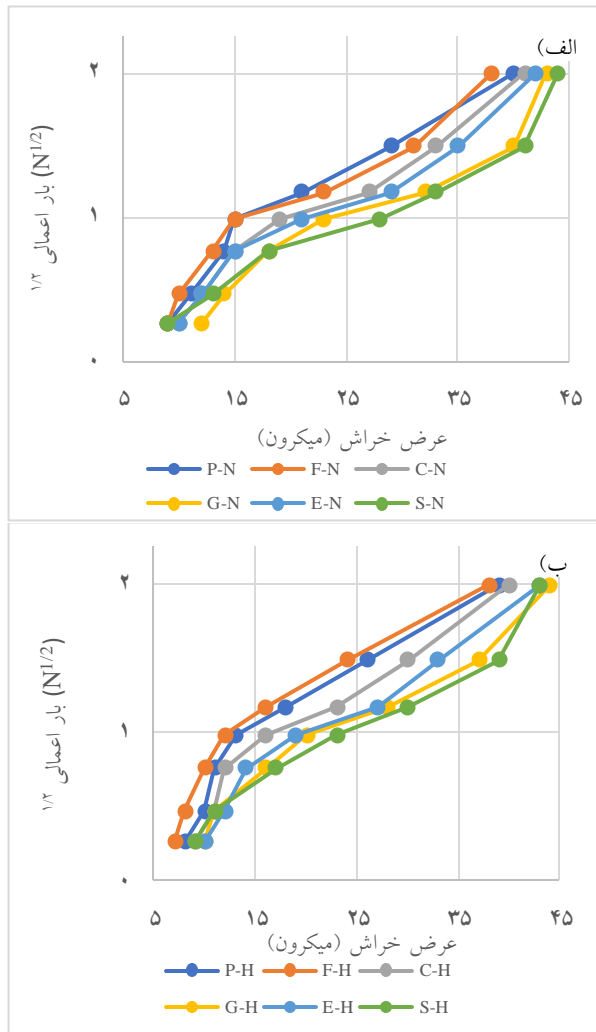
شکل ۳. پروفیل سطحی نمونه‌های (الف) P و (ب) C.

طی آزمون خراش جهت ارزیابی چسبندگی، خراش‌هایی به موازات هم و به طول تقریبی ۱ میلی‌متر روی سطح پوشش‌ها ایجاد شد که در شکل ۴ نمونه‌ای از تصاویر خراش نمونه‌ها دیده می‌شود. بار اعمالی طی ایجاد خراش به صورت ثابت و گسسته، به مقادیر ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، ۱۵۰، ۲۰۰، ۳۰۰ و ۵۰۰ گرم-نیرو (معادل بازه‌ی ۰/۲۴۵ تا ۴/۹ نیوتن) در نظر گرفته شد و نتایج آن به صورت نمودارهای بار اعمالی بر حسب متوسط عرض خراش رسم گردید (شکل ۵). مشاهده شد که با افزایش نیروی اعمالی، عرض خراش‌ها افزایش یافته است. برای نمونه‌های بستره‌ی سخت‌شده (شکل ۵-ب)، عرض خراش از حدود ۶

تحلیل نتایج

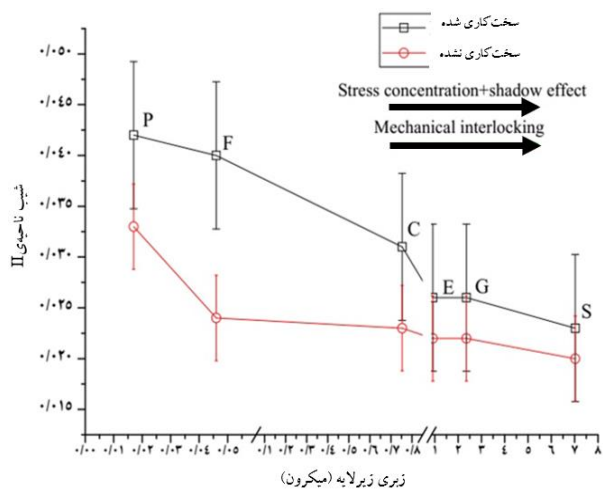
پیرامون ارزیابی سطحی نمونه‌ها پس از پوشش‌دهی، برای نمونه‌های با زبری کم، مانند نمونه‌ی پولیش (P) و سناده‌ی ریز (F)، وجود ماکروذرات که به صورت موضعی یا پراکنده می‌توانند روی سطح پوشش قرار گیرند، سبب افزایش زبری پوشش شده است (شکل ۲-ب). این ذرات با اتصال ضعیف به سطح و یا برخورد به سطح سبب ایجاد برآمدگی و فرورفتگی شده و در نتیجه ایجاد زبری بیشتری می‌شود؛ تاثیر این ذرات بر زبری، برای بستره‌هایی با زبری بسیار کم محسوس‌تر است. ایجاد ماکروذرات در پوشش‌های نهشت فیزیکی بخار قوس کاتدی پدیده‌ای شناخته شده و تاثیر حضور آنها بر خواص سطحی پوشش در پژوهش‌های قبلی گزارش شده است [۱۱، ۱۶، ۱۸]. پیرامون نمونه‌های S و E نیز دیده می‌شود (شکل ۲-ج و د) که توپوگرافی خاص بستره تکرار شده است. این امر سبب ناشی از مکانیزم اثر سایه^{۱۱} است. اثر سایه در فرایند پوشش‌دهی به دلیل عدم توزیع زاویه‌ای یکنواخت ایجاد می‌شود [۱] که طی آن بخش‌هایی از توپوگرافی بستره پنهان مانده و در این حالت، مناطق بلندتر سطح نقش موثرتری بر جوانه‌زنی را تجربه کرده و سبب رشد ستون‌های پوشش می‌شوند. این امر سبب می‌شود تا اختلاف ارتفاع بین نقاط بلند و نقاط گود تا حدی افزایش یابد و البته، الگوی قبلی بستره باقی بماند (شکل ۲-ج و د) [۲۵، ۲۶]. شایان ذکر است که البته به دلیل عمق کمتر دره‌ها در نمونه‌ی E، تغییرات زبری ناشی از اثر سایه، شدتی به مانند نمونه‌ی S نداشته است.

این در حالی است که پس از پوشش‌دهی، دیده می‌شود که پروفیل سطحی نمونه‌ی P (شکل ۳-الف) به خوبی آشکار شده و افزایش زبری شدیدی با توجه به افزایش قله‌ها یا همان ماکروذرات و دره‌هایی که ناشی از برخورد آنها هستند، رخ داده است که در شکل ۲-ب نیز دیده شدند



شکل ۵. نمودار عرض خراش بار اعمالی نمونه‌های (الف) N و (ب) N

H



شکل ۶. تغییرات چسبندگی پوشش (شیب ناحیه‌ی II) بر حسب

زبری و سختی بستره.

¹¹ Shadow effect

پیرامون بارپذیری پوشش‌ها (شکل ۵) نیز دیده می‌شود که بیشترین میزان بارپذیری را نمونه‌های با زبری کم تجربه کرده‌اند. شایان‌گر است که کاهش زبری اثر به سزایی بر بارپذیری پوشش‌ها داشته است.

در این راستا دو عامل نواحی تمرکز تنش و قفل مکانیکی به طور همزمان بر چسبندگی پوشش تاثیر می‌گذارند. با افزایش زبری، عامل قفل مکانیکی سبب بهبود چسبندگی می‌شود، اما با افزایش بیش از حد آن، ناهمواری‌های سطحی به عنوان مناطق تمرکز تنش در فصل مشترک عمل می‌کنند و سبب تسریع در جدایش پوشش می‌شوند [۲, ۹]. این امر در پروفیل‌های سطح و تصاویر پروفیل سنج نوری به خوبی دیده می‌شود (شکل ۳). با توجه به شکل ۳، نواحی تمرکز تنش نمونه‌ی P تقریباً ناچیز هستند در حالی که در بستره‌ی نمونه‌ی C، مناطق برآمده سطح (رنگ قرمز و سبز - قرمز) منجر به ایجاد تمرکز تنش خواهند شد.

برای بررسی تاثیر سختی بستره بر چسبندگی پوشش‌ها، نمونه‌هایی با زبری مشابه و مقادیر سختی متفاوت بستره با هم مقایسه شدند (شکل ۶). همانطور که دیده می‌شود، نمودار کلی شاخص چسبندگی، با کاهش سختی بستره به سمت پایین جابجا شده است، بدین معنی که در بارگذاری یکسان، عرض خراش بیشتری ایجاد شده که نشان‌دهنده‌ی چسبندگی ضعیف است [۱۴, ۱۵]. طی کاهش سختی بستره‌ها که منجر به عدم تطبیق خواص مکانیکی در فصل مشترک پوشش - بستره می‌شود، چسبندگی تضعیف می‌شود [۱۷]، در حالی که در بستره‌های با سختی بالاتر به دلیل محدود شدن تغییر شکل پلاستیکی در فصل مشترک، که نمودار آن‌ها نشان‌دهنده‌ی بالاتر بودن شاخص چسبندگی است، احتمال جدا شدن پوشش از بستره کاهش می‌یابد.

[۲۴]. از طرفی، با توجه به شکل ۳-ب دیده می‌شود که پروفیل سطحی نمونه‌ی C قبل و بعد از پوشش‌دهی، تفاوت قابل توجهی ندارد؛ این امر ناشی از اختلاف زیاد قله‌ها و دره‌های سطحی پیش از پوشش‌دهی است [۷]. افزایش حدودی نقاط قرمز رنگ در پروفیل سطح، ناشی از قرارگیری ماکروذرات روی مناطق بلندتر بستره می‌باشد که به عنوان نواحی محدب عمل می‌کنند و در نتیجه نرخ جوانه‌زنی پوشش در این مناطق بیشتر خواهد بود [۲۵]. البته در این حالت، ماکروذرات اثر چندانی بر زبری نداشته‌اند زیرا ابعاد زبری بسیار بزرگتر از آن است که حضور ماکروذرات منجر به افزایش یا کاهش آن‌ها شوند. این مکانیزم پیش‌تر برای نمونه‌ی G در شکل ۲-الف مشاهده شد.

پیرامون آزمون خراش، مشخص است که با کاهش زبری بستره، شیب نمودار برای نمونه‌های سخت‌کاری شده و سخت‌کاری نشده افزایش یافته و چسبندگی بهبود یافته است؛ این امر می‌تواند ناشی از کاهش مناطق تمرکز تنش طی کاهش زبری بستره باشد. از طرفی، با کاهش زبری بستره، اثر سایه نیز در فرایند پوشش‌دهی مرتفع شده و چگالی پوشش در فصل مشترک افزایش می‌یابد؛ این امر سبب بهبود اتصال پوشش به بستره گردیده و موجب فعال شدن مکانیزم قفل مکانیکی برای بستره‌های با زبری کمتر می‌شود، در نتیجه در بارهای اعمالی یکسان، عرض خراش کمتری پدید می‌آید [۲۷]. نمونه‌های سنگ‌زنی شده و ماسه پاشی شده با بیشترین زبری بستره، شیب‌های کمتری، به ترتیب برابر ۰/۰۲۳ و ۰/۰۲۶ را نشان دادند و چسبندگی کمی نسبت به نمونه‌های با زبری کمتر داشتند. برای نمونه‌هایی که زبری بستره‌ی متوسطی داشتند، شیب تا حدود ۰/۰۳۱ افزایش یافته است. روند مشابهی اما با مقادیر شیب ثانویه‌ی کمتر برای نمونه‌های با بستره‌ی سخت‌کاری شده مشاهده شد که بیشترین شیب در حدود ۰/۰۴۰ برای کمترین مقدار زبری بدست آمد، در حالی که بیشترین زبری، شیب حدود ۰/۰۲۵ را از خود نشان داد.

6. Lee, S.-C., Ho, W.-Y., Lai, F.D., *Effect of substrate surface roughness on the characteristics of CrN hard film*, Materials chemistry and physics (1996) 266–273.
7. Bromark, M., Larsson, M., Hedenqvist, P., Olsson, M., Hogmark, S., *Influence of substrate surface topography on the critical normal force in scratch adhesion testing of TiN-coated steels*, Surface and Coatings Technology (1992) 195–203.
8. Yadav, B.S., Badgajar, A.C., Dhage, S.R., *Effect of various surface treatments on adhesion strength of magnetron sputtered bi-layer Molybdenum thin films on soda lime glass substrate*, Solar Energy 157 (2017) 507–513.
9. Luo, F., Pang, X., Gao, K., Tao, C., *Substrate roughness effects on chromium oxide coating adhesion and wear resistance*, Advanced Materials Research 97–101 (2010) 1261–1264.
10. Huang, R., Qi, Z., Sun, P., Wang, Z., Wu, C., *Influence of substrate roughness on structure and mechanical property of TiAlN coating fabricated by cathodic arc evaporation*, Physics Procedia 18 (2011) 160–167.
11. Yang, J., Roa, J.J., Odén, M., Johansson-Jõesaar, M.P., Esteve, J., Llanes, L., *Substrate surface finish effects on scratch resistance and failure mechanisms of TiN-coated hardmetals*, Surface and Coatings Technology 265 (2015) 174–184.
12. Ravi, N., Markandeya, R., Joshi, S. V., *Effect of substrate roughness on adhesion and tribological properties of nc-TiAlN/a-Si₃N₄ nanocomposite coatings deposited by cathodic arc PVD process*, Surface Engineering 33 (2017) 7–19.
13. Heinke, W., Leyland, A., Matthews, A., Berg, G., Friedrich, C., Broszeit, E., *Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests*, Thin solid films 431–438 (1995).
14. Steinmann, P.A., Tardy, Y., Hintermann, H.E., *Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load*, Thin Solid Films 154 (1987) 333–349.
15. Favache, A., Sacré, C.-H., Coulombier, M., Libralesso, L., Guaino, P., Raskin, J.-P., Bailly, C., Nysten, B., et al., *Fracture mechanics based analysis of the scratch resistance of thin brittle coatings on a soft interlayer*, Wear 330–331 (2015) 461–468.

نتیجه‌گیری

- الف) در مقادیر زبری ۰/۱ میکرون و بالاتر، بین زبری بستر فولاد زنگ نزن و زبری پوشش نیتريدی ارتباط مستقیمی برقرار است.
- ب) برای مقادیر زبری بستر کمتر از ۵۰ نانومتر، به دلیل ایجاد ماکروذرات و عیوب ناشی از فرایند قوس کاتدی، زبری سطح پوشش TiN بسیار بیشتر از زبری بستر قبل از پوشش‌دهی است.
- ج) برای بسترهای سخت‌کاری شده و سخت‌کاری نشده، کاهش زبری موجب کاهش عرض خراش می‌شود، این امر نشان‌دهنده‌ی ارتباط معکوس چسبندگی با زبری بستر است.
- د) پوشش نیتريد تیتانیوم چسبندگی بیشتری به بستر فولاد زنگ نزن سخت‌شده دارد، این امر نشان‌دهنده‌ی ارتباط مستقیم بین چسبندگی پوشش با سختی بستر است.

مراجع

1. Mattox, D.M., *Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings*, surface and coatings technology (1996) 8–16.
2. Xiao, W., Deng, H., Zou, S., Ren, Y., Tang, D., Lei, M., Xiao, C., Zhou, X., et al., *Effect of roughness of substrate and sputtering power on the properties of TiN coatings deposited by magnetron sputtering for ATF*, Journal of Nuclear Materials 509 (2018) 542–549.
3. Mubarak, A., Hamzah, E., Toff, M.R.M., *Review of physical vapor deposition (PVD) techniques for hard coatings*, journal Mekanikal 20 (2005) 42–51.
4. Lamastra, F.R., Leonardi, F., Montanari, R., Casadei, F., Valente, T., Gusmano, G., *X-ray residual stress analysis on CrN/Cr/CrN multilayer PVD coatings deposited on different steel substrates*, Surface and Coatings technology 200 (2006) 6172–6175.
5. Ali, M., Hamzah, E., Qazi, I.A., Toff, M.R.M., *Effect of cathodic arc PVD parameters on roughness of TiN coating on steel substrate*, Current Applied Physics 10 (2010) 471–474.

27. Tillmann, W., Grisales, D., Stangier, D., *Effects of AISI H11 surface integrity on the residual stresses and adhesion of TiAlN/substrate compounds*, Surface and Coatings Technology 357 (2019) 466–472.
16. Ebrahimzadeh, I., Ashrafizadeh, F., Sadeghi, B., *Scratch and indentation adhesion characteristics of multilayered PVD coatings before and after the heat treatment deposited by duplex process*, Surface Topography: Metrology and Properties 7 (2019) 045014.
17. Sveen, S., Andersson, J.M., M'Saoubi, R., Olsson, M., *Scratch adhesion characteristics of PVD TiAlN deposited on high speed steel, cemented carbide and PCBN substrates*, Wear 308 (2013) 133–141.
18. Jayaram, V., Bhowmick, S., Xie, Z.-H., Math, S., Hoffman, M., Biswas, S.K., *Contact deformation of TiN coatings on metallic substrates*, Materials Science and Engineering: A 423 (2006) 8–13.
19. Sprute, T., Tillmann, W., Grisales, D., Selvadurai, U., Fischer, G., *Influence of substrate pre-treatments on residual stresses and tribo-mechanical properties of TiAlN-based PVD coatings*, Surface and Coatings Technology 260 (2014) 369–379.
20. Steinmann, P.A., Hintermann, H.E., *Adhesion of TiC and Ti(C,N) coatings on steel*, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 3 (1985) 2394–2400.
21. EI-Shazly, M.H., EI-Sherbiny, M., Matthews, A., Leyland, A., *The Effect of Substrate Pretreatment on PVD TiN Hard Coating Performance*, Materials and Manufacturing Processes 14 (1999) 257–269.
22. *ISO 4288:1996 Geometrial Product Spectifications (GPS)—Surface Texture Profile Method—Rules and Procedures*.
23. Ashrafizadeh, F., *Adhesion evaluation of PVD coatings to aluminium substrate*, Surface and Coatings Technology (2000) 186–194.
24. Salvalaglio, M., Backofen, R., Voigt, A., *Thin-film growth dynamics with shadowing effects by a phase-field approach*, Physical Review B 94 (2016) 235432.
25. Zhang, B., Zhou, L., *Effect of sandblasting on adhesion strength of diamond coatings*, American Society of Mechanical Engineers, Materials Division (Publication) MD 80 (1997) 279–285.
26. Ostadi, A., Hosseini, S.H., Fordoei, M.E., *The effect of temperature and roughness of the substrate surface on the microstructure and adhesion strength of EB-PVD ZrO₂-8wt%Y₂O₃ coating*, Ceramics International 46 (2020) 2287–2293.

