

بررسی رفتار سایشی آلیاژ آلومیناید تیتانیم پایه گاما قبل و بعد از فرآیند دوتایی نیترودهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار

مهدی احمدی، احمد تحویلان

شرکت هواپیماسازی ایران

سیدرحمان حسینی، سیدمحمد مهدی هادوی

دانشگاه صنعتی مالک/اشتر، دانشکده مهندسی مواد

(دریافت مقاله: ۹۶/۰۵/۰۱ - پذیرش مقاله: ۹۶/۱۲/۰۷)

چکیده

هدف از تحقیق حاضر بهبود رفتار سایش دمای بالای آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما (Ti-48Al-2Cr-2 Nb at.%) با استفاده از فرآیند دوتایی نیترودهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار است. فرآیند نیترودهی پلاسمایی با استفاده از کاتد تقویت شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، مدت ۹ ساعت با نسبت گازی $N_2/H_2=1$ انجام شد. فرآیند رسوب‌دهی فاز بخار پوشش چهارلایه از جنس TiN و $Ti_{33}Al_{67}N$ در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲/۵ ساعت روی زیرلایه نیترودهی شده اعمال شد. مشخصه‌یابی به کمک ریزنگار الکترونی روبشی و پراش سنج پرتو ایکس صورت پذیرفت. بررسی رفتار تریبولوژیکی ماده با استفاده از آزمون ساچمه روی صفحه در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، ریزسختی سنج و آزمون خراش انجام شد. نتایج آزمون پراش سنجی پرتو ایکس، تشکیل مجموعه فازهای Ti_2AlN ، TiN و (TiAl)N بعد از فرآیند دوتایی را تایید کرد. همچنین بعد از انجام فرآیند دوتایی، سختی $2400 HV_{0.025}$ و نیروهای بحرانی چسبندگی برای ایجاد اولین ترک (LC_1)، اولین کندگی (LC_2) و اولین شکست کامل پوشش (LC_3) معادل ۲۴/۱، ۶۰/۱ و ۷۷/۶ نیوتن، حاصل شدند. نرخ سایش در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد بعد از فرآیند دوتایی به ترتیب ۲۰، ۵۵ و ۱۰۰ برابر کاهش را نسبت به زیرلایه نشان داد. سازوکارهای ورقه‌ای شدن، خراشان و اکسایشی به عنوان سازوکارهای فعال این سامانه تریبولوژیکی شناسایی شدند.

واژه‌های کلیدی: آلومیناید تیتانیم، فرآیند دوتایی، نیترودهی پلاسمایی، رسوب فیزیکی بخار، سایش.

Evaluation of Gamma Based Titanium Aluminide Wear Behavior Before and After of Plasma Nitriding and Physical Vapor Deposition Duplex Process

Mehdi Ahmadi, Ahmad Tahvilian

Iran Aircraft Manufacturing Industrial Company

Seyed Rahman Hosseini, Seyed Mohammad Mehdi Hadavi

Department of Materials Engineering, Maleke-ashtar University of Technology

(Received 23 July 2017, accepted 26 February 2017)

Abstract

The aim of this study is the improvement of high temperature wear behavior of gamma-based titanium aluminide (Ti-48Al-2Cr-2Nb at.%) by duplex process of "plasma nitriding" and "physical vapor deposition". Plasma nitriding processes were carried out at temperature of 800°C, duration of 9 hours and gas ratio of $N_2/H_2:1$ by amplified cathode method. Four alternative layers of TiN and $Ti_{33}Al_{67}N$ were applied by PVD at temperature of 300 °C and duration of 2.5 hours. Characterization tests were conducted with the aid of scanning electron microscopes and X-ray diffractometer. The evaluations of surface properties were carried out by micro-hardness and scratch testers. Wear behavior was evaluated using pin on disk method at 25, 300 and 600°C. Combination of Ti_2AlN , TiN and (TiAl)N after duplex treatment were confirmed by XRD results. The surface hardness of 2400 $HV_{0.025}$ and critical adhesion loads of 24.1, 60.1 and 77.6 N were reached for the first cohesive failure level (LC_1), the first adhesive failure level (LC_2) and the first interfacial spalling (LC_3) by duplex treatment. The wear rate at temperatures of 25, 300 and 600 °C decreased in order of 20, 55 and 100 in comparison with substrate. The abrasion, delamination and oxidation were detected as the main active wear mechanism in this tribological system.

Keywords: titanium aluminide, duplex process, plasma nitriding, physical vapor deposition, wear.

E-mail of Corresponding author: ahmadymehdy@yahoo.com.

مقدمه

همچنین بارپذیری پایین لایه‌ها اشاره کرد [۱۲]. تمامی محدودیت‌های قیدشده با ادغام فرآیندهای نفوذی و رسوبی قابل اصلاح هستند؛ به‌صورتی که فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی مشکل چسبندگی و بارپذیری لایه‌های رسوبی، و فرآیند رسوب فیزیکی بخار مشکل مقاومت اکسایشی و زبری سطح لایه‌های نیتریدی حاصل از نیتروژن‌دهی پلاسمایی را مرتفع می‌سازد [۱۲ و ۱۳]. برخلاف انتظار در تحقیقات گذشته اثری از بررسی رفتار سایشی آلومیناید تیتانیم گاما در دماهای بالا با استفاده از فرآیندهای دوتایی مهندسی سطح مشاهده نشد.

در این تحقیق تلاش شده است تاثیر فرآیند دوتایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار بر رفتار سایش دما بالای آلیاژ آلومیناید تیتانیم مورد بررسی قرار گیرد. فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی با استفاده از کاتد کمکی و فرآیند رسوب فیزیکی بخار برای ایجاد لایه‌های متناوب TiN و (Ti,Al)N انجام شده است. در این مقاله ارزیابی رفتار سایشی قبل و بعد از فرآیند دوتایی با استفاده از روش ساچمه روی صفحه انجام شده است. از ریزنگار الکترونی روبشی، پراش‌سنج پرتو ایکس، ریزسختی‌سنج و آزمون‌گر خراش جهت بررسی تغییرات استفاده شده است.

روش تحقیق

در این تحقیق از آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما با ترکیب شیمیایی اسمی $Ti-48Al-2Cr-2Nb$ (درصد اتمی) به‌عنوان زیرلایه استفاده شد. با استفاده از دستگاه برش با سیم (Charmilles-Robofil 200)، قرص‌هایی با قطر ۵۸ و ضخامت ۴ میلی‌متر از گرده اولیه بریده شد. برای اجرای فرآیند اصلاح سطح از دستگاه نیتروژن‌دهی پلاسمایی با جریان مستقیم پالسی استفاده شد. جهت افزایش سقف دمای کاری دستگاه تا ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، از یک سامانه گرمایشی کمکی تابشی و کاتد تقویت‌شده از جنس $Ti-6Al-4V$ at.% استفاده شد [۱۴]. در تحقیقات

مواد با نسبت استحکام به چگالی بالا که خواص مکانیکی و خوردگی خود را در دماهای بالا حفظ می‌کنند، در صنایع هوایی و فضایی دارای اهمیت بالایی هستند. آلومینایدهای تیتانیم به‌خاطر ویژگی‌های منحصر به‌فرد خود نظیر نسبت استحکام به وزن بالا و مقاومت اکسایشی و خوردگی مناسب، گزینه‌های ویژه‌ای برای قطعات با کاربردهای دما بالا هستند [۱ و ۲]. متأسفانه این آلیاژها همانند دیگر آلیاژهای تیتانیم، در برابر سایش عملکرد خوبی از خود نشان نمی‌دهند و جهت کاربرد در اتصالات درگیر و متحرک، حتماً به اصلاح سطح نیازمند هستند [۳]. از جمله روش‌های پرکاربرد جهت اصلاح سطح آلیاژهای تیتانیمی می‌توان به فرآیندهای نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار اشاره کرد. عموماً در طی فرآیند نیتروژن‌دهی مقاومت سایشی و عمر خستگی قطعات افزایش می‌یابد [۴]. از طرفی مقاومت اکسایشی ضعیف نیترید تیتانیم در دماهای بالاتر از ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد از نقاط ضعف لایه‌های نیتریدی حاصل از نیتروژن‌دهی پلاسمایی آلیاژهای تیتانیمی محسوب می‌شود. این موضوع منجر به کاهش مقاومت به خوردگی محصولات فرآیند نیتروژن‌دهی می‌شود. از محدودیت‌های دیگر فرآیند نیتروژن‌دهی می‌توان به افزایش زبری سطح اشاره کرد. این محدودیت‌ها در پوشش‌های حاصل از فرآیند رسوب فیزیکی بخار وجود ندارند و با انتخاب نوع پوشش و روش اعمال مناسب می‌توان نسبت به مرتفع‌نمودن آن اقدام نمود [۵ - ۷]. پوشش‌های TiN یا (Ti,Al)N به‌خاطر داشتن خواصی مناسب از جمله سختی بالا، مقاومت به خوردگی، اکسایش و سایش بالا از جمله مواد پرکاربرد در مباحث مهندسی سطح هستند که عموماً توسط فرآیند رسوب فیزیکی بخار روی سطح ایجاد می‌شوند [۸-۱۱]. از طرف دیگر پوشش‌های رسوبی خود دارای محدودیت‌های متفاوتی هستند که از مهم‌ترین آن‌ها می‌توان به چسبندگی نامناسب پوشش به زیرلایه و

تامین حد وسطی از این ویژگی‌ها، میانگین محدوده ۲ تا ۵ میکرومتری (۲/۵ میکرومتر) برای ضخامت در نظر گرفته شد. گزارش شده است که افزایش مقدار اختلاف پتانسیل بایاس (پایه)، با افزایش چگالی پوشش، چسبندگی آن به زیرلایه و افزایش سختی سطح همراه است [۲۱]. همچنین باید به این نکته توجه شود که افزایش اختلاف پتانسیل کاری در منطقه قوسی باعث کاهش مقدار آلومینیم تبخیری می‌شود. به منظور حصول مقدار اسمی آلومینیم مشابه با مقدار موجود در ماده هدف، کاهش زبری سطح، افزایش مناسب چگالی و سختی پوشش و همچنین تجربه صنعتی شرکت پوشش‌دهنده، از ولتاژ بایاس ۲۰۰ ولت استفاده شد. لایه‌نشانی توسط فرآیند رسوب فیزیکی بخار عموماً در محدوده دمایی ۳۰۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام می‌شود. با کاهش دمای فرآیند مقدار قطرات مذاب حاصل از فرآیند قوس کاتدی افزایش می‌یابد. از طرفی افزایش دمای فرآیند منجر به تغییر ریزساختار و کاهش سختی زیرلایه می‌شود. به منظور کاهش عیوب سطحی و حصول حداکثر عدد سختی، فرآیند لایه‌نشانی در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. جهت ایجاد پوشش TiN از هدف تیتانیومی و برای ایجاد پوشش $Ti_{33}Al_{67}N$ از هدف آلومیناید تیتانیومی با ترکیب Ti-۶۷Al (درصد اتمی) استفاده شد. عملیات پراکنش جهت حذف آلودگی‌های سطحی در فشار ۰/۷ میلی‌تور و به مدت ۲۵ دقیقه با استفاده از گاز آرگن انجام شد. پس از مرحله پراکنش، سطح کاتد تیتانیومی در اثر ایجاد قوس الکتریکی تبخیر شده، به مدت ۵ دقیقه لایه نازکی از تیتانیوم خالص روی سطح نمونه‌ها رسوب داده شد. در ادامه فرآیند، گاز نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹۹۹ درصد حجمی جهت انجام واکنش با یون‌های فلزی وارد محفظه شد. یون‌های فلزی و غیر فلزی (Ti و N) با هم ترکیب شده، در اثر نیروی گرانش و اختلاف پتانسیل بایاس روی سطح نمونه‌ها رسوب کردند. فرآیند رسوب نیتريد تیتانیوم حدود ۳۰ دقیقه به طول انجامید. در مرحله

مشابه، نیتروژن‌دهی پلاسمایی و گازی این آلیاژها در بازه دمایی ۷۰۰ تا حداکثر ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شده است [۱۵ و ۱۶]. انجام فرآیند در دماهای کم‌تر از ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت‌های زیادی نیاز دارد که از نظر صنعتی و اقتصادی مقرون به صرفه نیست. با افزایش دمای فرآیند رشد دانه‌ها، کاهش سختی و افزایش زبری اتفاق خواهد افتاد [۱۷]. در این تحقیق با در نظر گرفتن مجموعه دلایل ذکر شده و قابلیت دستگاه موجود از دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد برای کلیه آزمون‌ها استفاده شد. مدت عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول آلومیناید تیتانیوم بسیار متفاوت و در بازه‌ای بین ۳ تا ۱۰۰ ساعت گزارش شده است. به علت بزرگ‌شدن دانه‌های زیرلایه، کاهش خواص مکانیکی زیرلایه و غیر اقتصادی بودن از مدت‌های بالای فرآیند استفاده نشد. جهت کاهش مدت و نیز افزایش بازده فرآیند، استفاده از روش‌هایی با پلاسمای تقویت‌شده توصیه شده است. به علت بالابودن شدت پلاسمای در این روش، مدت‌زمان عملیات در فرآیند کاتد تقویت‌شده نسبت به نوع متداول کاهش می‌یابد [۱۸]. براین اساس در روش کاتد تقویت‌شده به مدت‌های بالای فرآیند نیازی نخواهد بود که خود از نقاط قوت این روش محسوب می‌شود. در این شرایط و بر اساس نتایج آزمون‌های غربال‌گری اولیه، مدت فرآیند ۹ ساعت برای نیتروژن‌دهی در نظر گرفته شد.

فرآیند رسوب‌دهی از فاز بخار به روش تبخیر قوس کاتدی روی زیرلایه‌های نیتروژن‌دهی شده انجام شد. ضخامت مناسب برای پوشش‌های حاصل از رسوب فیزیکی بخار برای کاربردهای سایشی عموماً در محدوده ۲ تا ۵ میکرومتر در نظر گرفته می‌شود [۱۹]. افزایش ضخامت منجر به تبدیل تنش پسماند از نوع فشاری به کششی و همچنین افزایش زبری و عیوب سطح به علت افزایش مدت فرآیند می‌شود. ضخامت‌های پایین پوشش هم با کاهش سختی پوشش، مشکل چسبندگی به زیرلایه و نیز تاثیرپذیری زیاد از زیرلایه همراه است [۲۰]. به منظور

خراشیدگی سطح حاصل می‌شود [۲۳]. بنابر نتایج تحقیقات گذشته، آلیاژهای تیتانیومی و نیز آلومیناید تیتانیم گاما بالاترین میزان سایش را در مقابل ساینده آلومینایی از خود نشان می‌دهند [۲۴]، لذا استفاده از این ساینده ضمن مقاومت اکسایشی مناسب آن، تغییرات رفتار سایشی قبل و بعد از هر فرآیند را در شدیدترین شرایط تماسی، به‌خوبی نمایان می‌سازد. بنابراین از ساچمه‌های کروی شکل آلومینایی برای این منظور استفاده شد. این گلوله‌ها دارای قطر ۱۰ میلی‌متر، زبری سطح (Ra) ۰/۲۵ میکرومتر، سختی HV0.01 ۲۴۰۰، خلوص ۹۹٪ و تخلخل ۰/۵٪ بودند.

از ریزنگار الکترونی روبشی با نشر میدانی (TESCAN-MIRA LMU)، جهت تصویربرداری در بزرگنمایی‌های بالا و طیف‌سنجی به‌کمک تفکیک انرژی استفاده شد. این ریزنگار مجهز به دریافت‌کننده‌های الکترون ثانویه و برگشتی دارای بزرگ‌نمایی تصویر از ۲ تا ۱۰۰۰۰۰۰ برابر، حد تفکیک از ۱/۲ تا ۲/۵ نانومتر برای الکترون‌های ثانویه و ۲ نانومتر برای الکترون‌های برگشتی بود. آزمون طیف‌سنجی توزیع انرژی در این سامانه به کمک Oxford Instruments Aztec Energy X-maxN 80 EDS انجام شد. به‌منظور شناسایی نوع فازها از دستگاه پراش‌سنج ایکس (Philips MPD-Xpert) با شعاع کاری ۵ تا ۱۴۰ درجه با هدف مسی و فیلتر نیکلی استفاده شد. آزمون پراش‌سنجی پرتو ایکس با اندازه گام ۰/۰۲۶ درجه، زمان توقف ۱ ثانیه و محدوده ۲θ از ۳۰ تا ۸۰ درجه انجام شد.

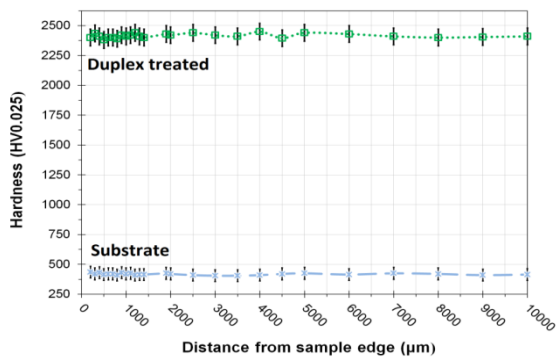
نتایج و بحث

در شکل ۱ تصاویری از مقطع عرضی بعد از فرآیند دوتایی نشان داده شده است. در این شکل، لایه‌های حاصل از فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی در زیر و لایه‌های حاصل از فرآیند رسوب فیزیکی بخار در بالای آن دیده می‌شوند. لایه نیتروژنی با ضخامتی در حدود ۱۲ میکرومتر شامل فازهای TiN و Ti_۳AlN بعد از اجرای فرآیند

بعدی و لذا اعمالی از هدف تیتانیومی قطع و به هدف Ti-۶Al (درصد اتمی) اعمال شد. در این مرحله از رسوب‌دهی، لایه‌ای از جنس Ti_۳Al_۶N (درصد اتمی) در مدت زمان ۳۰ دقیقه روی سطح رسوب داده شد. این روند مجدداً تکرار شد تا پوششی چهارلایه از جنس TiN و Ti_۳Al_۶N روی نمونه نیتروژن‌دهی شده ایجاد شود.

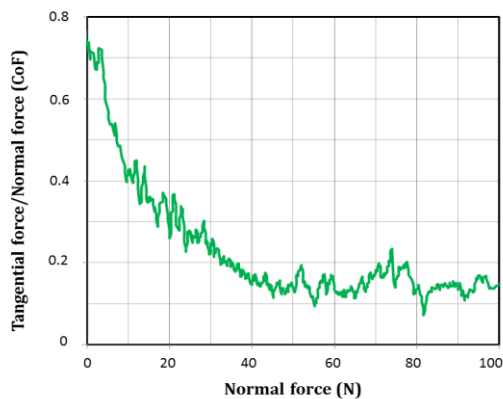
آزمون سختی‌سنجی (Wilson-MVD ۴۰۲) تحت استاندارد ASTM E384 در نیروی ۰/۲۵ نیوتن، زمان بارگذاری ۱۰ ثانیه و با ۵ بار تکرار انجام شد. برای تعیین مقدار چسبندگی پوشش از دستگاه خراش‌دهنده سطح مطابق استاندارد ASTM C1624-05 استفاده شد. در این دستگاه نیرو به‌صورت پیوسته در محدوده ۰ تا ۱۰۰ نیوتن با مقدار اولیه ۲ نیوتن به‌کمک یک هرم الماسی راکول سی با زاویه ۱۲۴ و شعاع انحنای ۲۰۰ میکرومتر به سطح اعمال شد. سرعت حرکت هرم روی سطح معادل ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه و نرخ تغییرات نیرو، ۸۰ نیوتن بر دقیقه در نظر گرفته شد. در این آزمون مقدار نیروهای لازم برای ایجاد اولین ترک در پوشش (LC_۱)، اولین کندگی در پوشش (LC_۲) و شکست کامل پوشش (LC_۳) تحت عنوان نیروهای بحرانی اندازه‌گیری شدند. آزمون سایش به‌روش ساچمه روی صفحه در نیروی ۱۰ نیوتن با استفاده از ساچمه آلومینایی و در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. کلیه آزمون‌های سایش در شرایط بدون روان‌کاری (خشک) و مطابق با استاندارد ASTM G99 انجام شدند. با توجه به این‌که دمای کاری آلومیناید تیتانیم در موتورهای جت به ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد محدود شده است، کلیه آزمون‌های سایشی در این منطقه دمایی و در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شدند [۲۲]. از آزمون بارپذیری و چند آزمون غربال‌گری برای تعیین مسافت سایش قبل از تخریب پوشش استفاده شد. از این آزمون‌ها مسافت ۷۰۰ متر برای آزمون‌ها اندازه‌گیری شد. در تماس فلز-فلز بالاترین میزان چسبندگی و در تماس سرامیک-فلز بالاترین میزان

شکل ۳ توزیع سختی سطح به صورت پیمایش خطی قبل (زیرلایه) و بعد از فرآیند دوتایی را نشان می‌دهد. با انجام فرآیند دوتایی افزایش ۶ برابری عدد سختی نسبت به زیرلایه ایجاد شده است. این افزایش قابل توجه ناشی از ایجاد لایه‌های سخت نیتریدی، طی دو فرآیند مختلف نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار حاصل شده است. در این شکل توزیع یکنواختی از عدد سختی از لبه تا مرکز نمونه قابل مشاهده است که تاییدکننده توزیع یکنواخت ضخامت پوشش در عملیات‌های قبلی است.



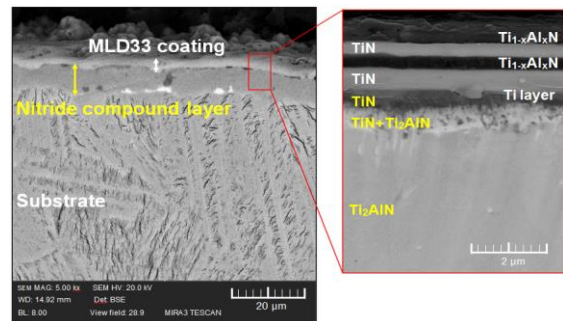
شکل ۳. توزیع سختی سطح قبل و بعد از انجام فرآیند دوتایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار.

شکل ۴ تغییرات ضریب اصطکاک بر اساس نیروی عمودی اعمالی حین آزمون خراش سطح بعد از پوشش‌دهی را نشان می‌دهد.



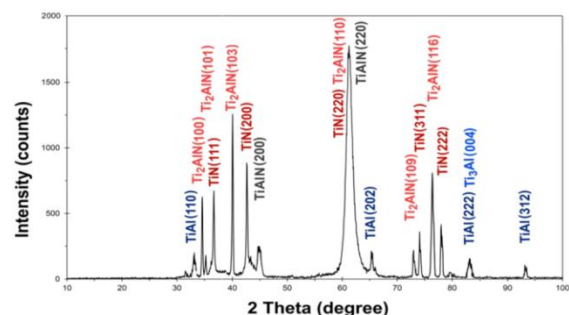
شکل ۴. تغییرات ضریب اصطکاک نسبت به نیروی عمودی در آزمون خراش محصول فرآیند دوتایی.

نیتروژن‌دهی ایجاد شده است. لایه‌های TiN ، $Ti_{1-x}Al_xN$ ، TiN و $Ti_{1-x}Al_xN$ به ترتیب از سمت زیرلایه به سمت سطح بیرونی با ضخامت تقریبی ۲ میکرومتر بعد از رسوب فیزیکی بخار در بالای لایه نیتروژن قابل مشاهده هستند. در این تصویر لایه TiN به رنگ روشن‌تر و لایه $Ti_{1-x}Al_xN$ به رنگ تیره‌تر مشاهده می‌شود. شناسایی نوع فازها بر اساس نتایج آزمون‌های طیف‌سنجی توزیع انرژی، طیف‌سنجی تخلیه تابناک و تفرق‌سنجی پرتو ایکس و مقایسه با تحقیقات مشابه قبلی انجام شد [۱۶ - ۲۰].



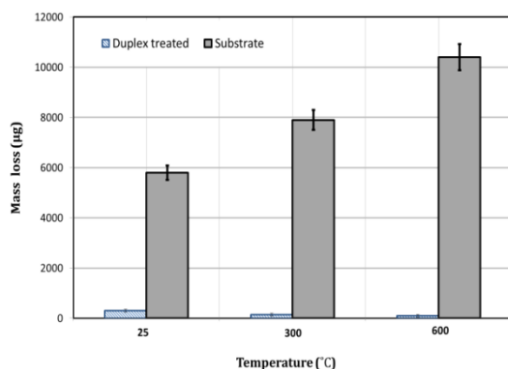
شکل ۱. تصویر ریزنگاری الکترونی روبشی با نشر میدانی از مقطع عرضی پس از فرآیند دوتایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار.

شکل ۲ نتایج آزمون پراش سنجی پرتو ایکس بعد از فرآیند دوتایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار را نشان می‌دهد. این الگو وجود فازهای مربوط به زیرلایه $TiAl$ و Ti_2Al و فازهای نیتریدی مربوط به پوشش TiN ، Ti_2AlN و $Ti_xAl_{1-x}N$ را تایید می‌کند.



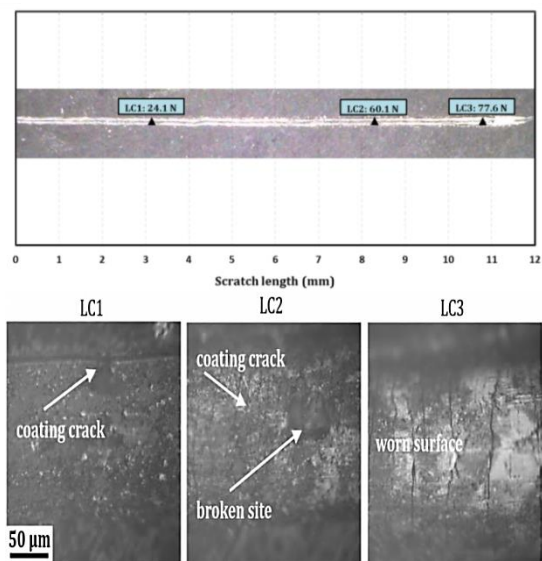
شکل ۲. الگوی پراش پرتو ایکس پس از فرآیند دوتایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی و رسوب فیزیکی بخار.

رسوب و شاید در داخل شبکه بلوری زمینه نفوذ کرده‌اند. در ادامه فرآیند پوشش‌دهی، نیتروژن برای تشکیل TiN به‌صورت تدریجی وارد محفظه شده که افزایش تدریجی نیتروژن لایه رسوبی را منجر شده است. این نوع از تغییر ترکیب شیمیایی در فصل مشترک (شبه‌نفوذی) از تغییر ناگهانی خواص فیزیکی و شیمیایی بین لایه‌ها می‌کاهد. شکل ۶ میزان کاهش جرم، قبل و بعد از اجرای فرآیند دوتایی در تماس با ساچمه آلومینایی را طی آزمون سایش در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. در این شکل کاهش شدید جرم سایشی تا ۹۸ درصد در مقایسه با زیرلایه دیده می‌شود. این روند تاثیر فرآیند دوتایی بر افزایش سختی زیرلایه (از $HV_{0.025}$ ۲۷۰ به $HV_{0.025}$ ۲۴۰۰) و همچنین تاثیر فرآیند رسوب فیزیکی بخار بر افزایش مقاومت به اکسایش و سختی نهایی را نشان می‌دهد [۲۵]. همچنین با افزایش دما روند کاهشی متفاوتی در میزان جرم سایشی فرآیند دوتایی قابل مشاهده است. کاهش مقاومت به سایش زیرلایه با افزایش دما می‌تواند ناشی از کاهش مقاومت به تغییر شکل زیرلایه در دماهای بالاتر باشد [۲۶]. بعد از انجام فرآیند دوتایی شرایط برای تشکیل اکسیدهای سطحی مقاوم به سایش تسهیل یافته است. همچنین افزایش سختی زیرلایه در اثر انجام فرآیند نیتروژن‌دهی قبلی از تغییر شکل پلاستیکی زیرلایه و کنده‌شدن لایه‌های اکسیدی سطح جلوگیری می‌کند.



شکل ۶. مقادیر کاهش جرم ناشی از آزمون سایش در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد قبل و بعد از فرآیند دوتایی.

ضریب اصطکاک خود از تقسیم نیروی مماسی بر نیروی عمودی حاصل می‌شود. تغییرات این ضریب اعم از تغییر ناگهانی شدت و یا نوسانات آن می‌تواند نشانه‌ای بر تغییر سازوکارهای حاکم و یا شکست موضعی یا کلی پوشش باشد. تصاویر درشت‌نگاری و ریزنگاری نوری در شکل ۵ محل شروع ترک‌های سطح، منطقه شروع جدایش و تخریب پوشش و همچنین محل کامل حذف پوشش از سطح را نشان می‌دهد.



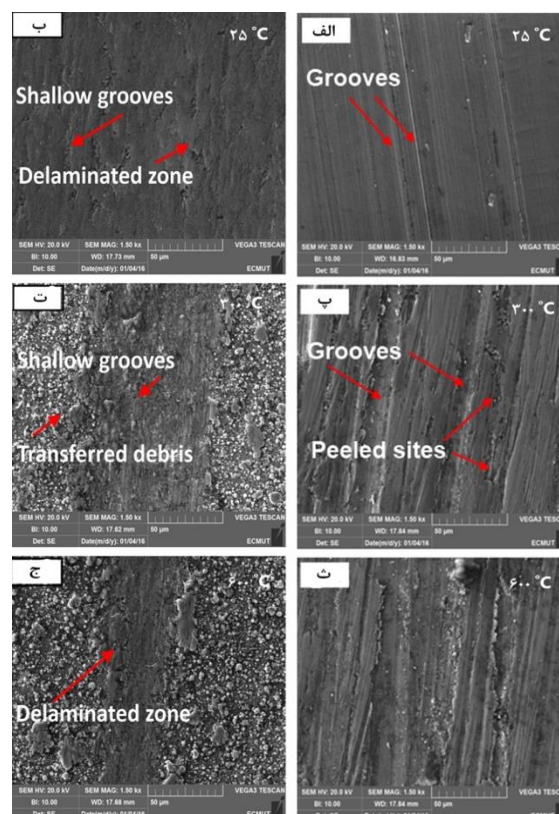
شکل ۵. تصاویر درشت‌نگاری نوری از رد خراش و ریزنگاری نوری از محل اولین ترک‌های پوشش (LC_1)، شروع کنده‌شدن پوشش (LC_2) و شکست کامل پوشش (LC_3) بعد از آزمون خراش فرآیند دوتایی.

با استفاده از نتایج آزمون خراش در شکل‌های ۴ و ۵ مقادیر نیروهای بحرانی چسبندگی $LC_1=24/1$ ، $LC_2=60/1$ و $LC_3=77/6$ نیوتن تعیین شدند. بر اساس استاندارد ASTM C1624-05، این مقادیر، چسبندگی مناسب پوشش به زیرلایه را نشان می‌دهد. این موضوع می‌تواند به وضعیت مناسب فصل مشترک و همچنین افزایش سختی زیرلایه ناشی از فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی مربوط باشد. با توجه به شکل ۱ با انجام فرآیند پوشش‌دهی، فصل مشترک پیوسته‌ای در محل اتصال ایجاد شده است. یون‌های تیتانیم در اولین مرحله رسوب‌دهی در ناهمواری‌های حاصل از نیتروژن‌دهی پلاسمایی

این عوامل در کنار یکدیگر منجر به اصلاح رفتار سایشی آلومیناید تیتانیم پایه گاما بعد از فرآیندهای دوتایی به خصوص در دماهای بالاتر شده است. شکل ۷ تصاویر ریزنگاری الکترونی از رد سایشی قبل و بعد از فرآیند دوتایی را نشان می‌دهد. مطابق قسمت‌های ۷-الف، ۷-پ و ۷-ث برای زیرلایه آلومینایدی منطقه سایشی شامل شیارهایی در امتداد مسیر حرکت گلوله است. وجود این شیارها گواهی بر حاکم‌بودن سازوکار خراشان برای آلیاژ است [۲۷]. این نوع از سازوکار سایشی هنگامی اتفاق می‌افتد که یکی از سطوح تماس نسبت به دیگری سخت‌تر باشد و یا این‌که جسم سوم سختی، بین دو سطح قرار گرفته باشد [۲۸].

۲۴۰۰ و $470 \text{ HV}_{0.05}$ هستند. به عبارت دیگر نسبت سختی آلومینا به زیرلایه در حدود ۵ برابر است. این اختلاف زیاد در عدد سختی منجر به سایش شدید سطح جسم با سختی پایین‌تر شده است. مطابق با تصویر ریزنگاری الکترونی روبشی از رد سایشی در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد بعد از فرآیند دوتایی، قسمت ۵-ب، شیارهای بسیار کم‌عمق و ظریفی در سطح ماده ایجاد شده‌اند. هرچند تشکیل این شیارها، بالا بودن سختی آلومینا نسبت به پوشش و فعالیت سازوکار خراشان را تایید می‌کند، اما از طرف دیگر عمق کم این شیارها مقاومت مناسب مجموعه پوشش و لایه ترکیبی زیرین در برابر نیروی اعمالی را نشان می‌دهد. ورقه‌های ایجادشده در رد سایشی در این قسمت از شکل فعالیت سازوکار ورقه‌ای شدن را نشان می‌دهد [۲۹]. تنش‌های اعمالی ناشی از لغزش ساچمه روی پوشش در محل اتصال با زیرلایه نیتریدی می‌تواند منجر به جوانه‌زنی و رشد ترک در این منطقه و تخریب پوشش با سازوکار ورقه‌ای شوند [۳۰]. در اینجا به جای زیرلایه آلومینایدی لایه‌ای از جنس نیتریدهای سخت در زیر پوشش قرار گرفته‌اند. این لایه‌های نیتریدی که در فرآیند نیتروژن‌دهی پلاسمایی قبلی ایجاد شده‌اند مقاومت در برابر تغییر شکل زیرلایه را افزایش داده‌اند [۳۱]. علت کاهش جرم و اثرات سایشی در مقایسه با نتایج آزمون سایش مشابه در فرآیندهای تکی قبلی را می‌توان ناشی از وجود این لایه حمایت‌کننده دانست [۳۲ و ۳۳]. با مقایسه قسمت‌های ۷-ب و ۷-ث مشخص است که سازوکار سایشی فرآیند دوتایی با افزایش دما با تغییراتی همراه بوده است. در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد اثری از سازوکار ورقه‌ای شدن در پوشش دیده نمی‌شود. این موضوع می‌تواند ناشی از تشکیل لایه روان‌کار اکسیدی و نیز افزایش انعطاف‌پذیری پوشش با افزایش دما باشد که از تشکیل ترک و ورقه‌ای شدن پوشش جلوگیری کرده است. در قسمت ۷-ج وجود شیار در رد سایشی، فعالیت هم‌زمان سازوکار خراشان و

این عوامل در کنار یکدیگر منجر به اصلاح رفتار سایشی آلومیناید تیتانیم پایه گاما بعد از فرآیندهای دوتایی به خصوص در دماهای بالاتر شده است. شکل ۷ تصاویر ریزنگاری الکترونی از رد سایشی قبل و بعد از فرآیند دوتایی را نشان می‌دهد. مطابق قسمت‌های ۷-الف، ۷-پ و ۷-ث برای زیرلایه آلومینایدی منطقه سایشی شامل شیارهایی در امتداد مسیر حرکت گلوله است. وجود این شیارها گواهی بر حاکم‌بودن سازوکار خراشان برای آلیاژ است [۲۷]. این نوع از سازوکار سایشی هنگامی اتفاق می‌افتد که یکی از سطوح تماس نسبت به دیگری سخت‌تر باشد و یا این‌که جسم سوم سختی، بین دو سطح قرار گرفته باشد [۲۸].



شکل ۷. تصاویر ریزنگاری الکترونی از سطح اثر سایشی (الف، ب و ث) قبل و (ب، ت و ج) بعد از فرآیند دوتایی در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد.

آلومینا و آلومیناید تیتانیم گامای مورد استفاده در این تحقیق به ترتیب دارای سختی‌هایی در حدود $470 \text{ HV}_{0.05}$

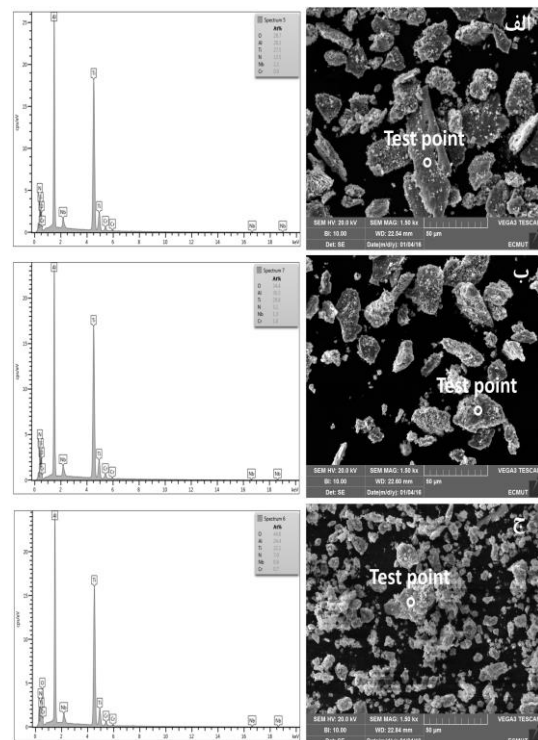
تصویر تغییر شکل و اندازه ذرات با افزایش دمای آزمون است. مطابق شکل ۸-الف بعد از انجام آزمون سایش در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، براده‌ها به صورت صفحه‌ای شکل و دارای ابعادی در محدوده ۱۰ تا ۱۲۰ میکرومتر هستند. وجود براده‌های صفحه‌ای شکل در تصاویر ریزنگاری الکترونی، می‌تواند شاهدی بر فعالیت سازوکار ورقه‌ای شدن باشد [۳۵]. همچنین نسبت ضخامت به طول یا عرض این براده‌ها در محدوده ۰/۱ تا ۰/۵ قرار دارد که خود گواهی دیگر بر فعالیت سازوکار ورقه‌ای شدن در این شرایط از آزمون سایش هستند. با افزایش دمای آزمون به ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و مطابق با قسمت ۸-ب، از ابعاد این ورقه‌ها کاسته شده است. در این دما براده‌ها دارای طول و عرض تقریباً برابر و دارای حداکثر طول ۴۰ میکرومتر هستند. مطابق قسمت ۸-ج، در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد براده‌ها همچنان دارای طول و عرض مساوی و دارای حداکثر طول ۲۵ میکرومتر هستند. روند کاهش ابعاد براده‌های سایشی با افزایش دما، افزایش مقاومت سایشی با افزایش دما را تایید می‌کند که با نمودار توزیع کاهش جرم سایشی در شکل ۶ مطابقت دارد.

نتیجه‌گیری

با توجه به مطالعات و تحلیل و بررسی نتایج آزمون‌های تحقیق می‌توان نتایج زیر را استنباط نمود:

- ۱- آلومیناید تیتانیم گاما دارای مقاومت به سایش ضعیفی بود که با افزایش دما، این مقاومت کاهش بیشتری را از خود نشان داد.
- ۲- نرخ سایش در دماهای ۲۵، ۳۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد بعد از فرآیند دوتایی به ترتیب ۲۰، ۵۵ و ۱۰۰ برابر کاهش را نسبت به زیرلایه نشان داد.
- ۳- سازوکارهای خراشان، ورقه‌ای شدن و اکسیداسیون سازوکارهای فعال در این سامانه تریبولوژیکی بودند.
- ۴- انجام فرآیند دوتایی منجر به افزایش ۵ برابری سختی سطح نسبت به زیرلایه شد.

اکسیدی را در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. در شرایط پایا، شروع دمای اکسایش برای پوشش‌های خانواده TiAlN در محدوده ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد گزارش شده است [۳۴]؛ از طرف دیگر وجود تنش و عیوب بلوری ناشی از آن می‌تواند دمای شروع اکسایش و همچنین سرعت رشد لایه‌های اکسیدی را کاهش دهند. بنابراین روند کاهشی نرخ سایش با افزایش دما را برای فرآیند دوتایی می‌توان با تشکیل لایه روان‌کار اکسیدی توصیف کرد. براده‌های حاصل از انجام آزمون سایش در دماهای مختلف به انضمام نتایج بیناب‌سنجی توزیع انرژی نقطه‌ای آن‌ها در شکل ۸ نمایش داده شده است.



شکل ۸. نتایج آزمون بیناب‌سنجی توزیع انرژی نقطه‌ای به همراه تصاویر ریزنگاری الکترونی از براده‌های سایشی محصول فرآیند دوتایی بعد از آزمون سایش در دماهای (الف) ۲۵ (ب) ۳۰۰ و (ج) ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد.

در شکل ۸ وجود عناصر تیتانیم، آلومینیم، کروم و نیوبیم در نتایج طیف‌سنجی توزیع انرژی براده‌ها، حذف براده از صفحه را تایید می‌کند. نکته قابل توجه دیگر در این

13. J.C.A. Batista, C. Godoy, V. T. L. Buono and A. Matthews, *Characterisation of duplex and non-duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD coatings*, Materials Science and Engineering A, 336(2002)39-51.

14. M. Ahmadi, S.R. Hosseini and S.M.M. Hadavi, *Comparison of auxiliary cathode and conventional plasma nitriding of gamma-TiAl alloy*, Vacuum, 131(2016)89-96.

15. B. Zhao, *Gas nitriding behavior of TiAl based alloys in an ammonia atmosphere*, Scripta Materialia, 46-8(2002)581-586.

16. J.C. Bryar, M.H. Jacobs and M.A. Ashworth, *Surface modification of TiAl based intermetallis by pressure nitriding*, Surface Engineering, 16-2(2000)107-115.

17. J.C. Stinville, P. Villechaise, C. Templier, *Plasma nitriding of 316L austenitic stainless steel: experimental investigation of fatigue life and surface evolution*, Surface and Coatings Technology, 204(2010)1947-1951.

18. T. Jingang, *Surface modification of Ti-6Al-4V alloy by cathode assiting discharge setup and conventional plasma nitriding methods*, Technological Sciences, 56(2013)1858-1864.

19. L. Chen and Y. Du, *Mechanical properties of (Ti,Al)N monolayer and TiN/(Ti, Al)N multilayer coatings*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 25 (2007) 72-76.

20. C. Wei and J. Y. Yen, *Effect of film thickness and interlayer on the adhesion strength of diamond like carbon films on different substrates*, Diamond & Related Materials, 16(2007)1325-1330.

21. S.Y. Chun, *Bias Voltage Effect on the Properties of TiN Films by Reactive Magnetron Sputtering*, Journal of the Korean Physical Society, 56-4(2010)1134-1139.

22. B. Bhushan, *Modern tribology handbook*, Volume 1, Ohio State University, (2001).

23. K. Holmberg and A. Matthews, *Coating tribology-Properties*, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering, 2th edidion, Elsevier publication, (2009).

24. C.X. Li, J. Xia and H. Dong, *Sliding wear of TiAl intermetallics against steel and ceramics of Al₂O₃, Si₃N₄ and WC/Co*, Wear, 261(2006)693-701.

25. J.C.A. Batista, C. Godoy, G. Pintau de, A. Sinatora and A. Matthews, *An approach to elucidate the different response of PVD*

۵- پوشش رسوبی اعمالی، چسبندگی مناسبی را به زیرلایه ناشی از وجود ناحیه نفوذی قبلی نشان داد.

مراجع

1. J. Lapin, *TiAl based alloys: present status and future perspectives*, Metal 5(2009)19-21.

2. P.A. Bartolotta and D.L. Krause, *Titanium aluminide applications in the high speed civil transport*, NASA report 209071, prepared for internatonal symposium on gamma titanium aluminides, California-San Diego, (1999).

3. K. Miyoshi, B. A. Lerch and S. L. Draper, *Fretting wear of Ti-48Al-2Cr-2Nb*, Tribology International, 36(2003)145-153.

4. C.L. Chu and S.K. Wu, *Ion nitriding of titanium aluminides with 25-53 at.% Al II: Corrosion properties*, Surface and Coatings Technology, 78(1996)219-226.

5. D.M. Mattox, *Handbook of physical vapor deposition processing*, New Jersey, Noyes publication, (1998).

6. S. Taniguchi, T. Shibata and K. Takeuchi, *Protectiveness CVD-Al₂O₃ on TiAl Intermetallic against high temperature oxidation*, Material Transaction, 3(1991)299-301.

7. D.M. Mattox, *Handbook of physical vapor deposition processing*, Noyes Publications, New Jersey, U.S.A, (1998).

8. S. PalDey, S. C. Deevi and T. L. Alford, *Cathodic arc deposited thin film coatings based on TiAl intermetallics*, Intermetallics 12(2004)985-991.

9. J.C.A. Batista, C. Godoy, V. T. L. Buono and A. Matthews, *Characterisation of duplex and non-duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD coatings*, Materials Science and Engineering A, 336(2002)39-51.

10. G. Harland and G. Tompkins, *Oxidation of titanium nitride in room air and in dry O₂*, Journal of Applied Physics, 70(1991)3876 - 3880.

11. K.B. and A. Kale, *Oxidation and chemical state analysis of polycrystalline magnetron sputtered (Ti,Al)N films at ambient and liquid N₂ temperatures*, Vacuum Science & Technology, 18(2000)1571 - 1578.

12. D.M. Mattox, *Handbook of physical vapor deposition processing*, Noyes Publications, New Jersey, U.S.A, (1998).

coatings in different tribological tests, Surface and Coatings Technology, 174 – 175(2003)891–898.

26. D. Li , J. Chen, C. Zou, J. Ma, P. Li and Y. Li, *Effects of Al concentrations on the microstructure and mechanical properties of Ti–Al–N films deposited by RF-ICPIS enhanced magnetron sputtering*, Journal of Alloys and Compounds 609(2014)239–243.

27. K. Holmberg and A. Matthews, *Coating tribology*, Second Edition, The University of Sheffield, UK, (1994).

28. K.B. and A. Kale, *Oxidation and chemical state analysis of polycrystalline magnetron sputtered (Ti,Al)N films at ambient and liquid N₂ temperatures*, Vacuum Science & Technology, 18(2000)1571 - 1578.

29. Y.W. Kim, *Effects of microstructure on the deformation and fracture of γ -TiAl alloys*, Materials Science and Engineering A1, 92/193 (1995)519-533.

30. C. Courbon, M.Fallqvist, J .Hardell, R.M Saoubi and B.Prakash, *Adhesion tendency of PVD TiAlN coatings at elevated temperatures during reciprocating sliding against carbon steel*, Wear, 330-331(2015)209–222.

31. Z.B. Qi , P. Sun, F.P. Zhu, Z.T. Wu, B. Liu, Z.C. Wang, D.L. Peng and C.H. Wu, *Relationship between tribological properties and oxidation behavior of Ti_{0.34}Al_{0.66}N coatings at elevated temperature up to 900 °C*, Surface & Coatings Technology, 231(2013)267–272.

32. A.J. Gant, M.G. Gee and L.P. Orkney, *The wear and friction behaviour of engineering coatings in ambient air and dry nitrogen*, Wear, 271(2011)2164– 2175.

33. Q. Luo and P. Eh. Hovsepian, *Transmission electron microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy on the worn surface of nano-structured TiAlN/VN multilayer coating*, Thin Solid Films 497 (2006)203 – 209.

34. W. Tillmann, M. Dildrop and T. Sprute, *Influence of nitriding parameters on the tribological properties and the adhesion of Ti- and Cr-based multilayer designs*, Surface & Coatings Technology, (2014).

35. W. Tillmann, E. Vogli and S. Momeni, *Mechanical and tribological properties of Ti/TiAlN duplex coatings on high and low alloy tool steels*, Vacuum, 84(2010)387–392.