علوم ومهندسی سطح ۱۸(۱۳۹۲) ۵۵- ۴۵

ایجاد پوشش TiC روی فولاد AISI-D2 به روش آسیابکاری مکانیکی وبررسی تاثیر اندازه ذرات TiC و سختی فولاد بر پوشش حاصل شده

فرهاد صبا، شهرام رایگان و حسین عبدی زاده

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده های فنی، دانشگاه تهران

(دریافت مقاله : ۹۱/۰۲/۰۵ - پذیرش مقاله : ۹۱/۰۳/۰۱)

چکیده

در این پژوهش از آسیابکاری مکانیکی برای پوشش دادن سطح فولاد D2 با TiC استفاده شد. نمونه فولادی به همراه پودر و گلوله‌ها در محفظه آسیابکاری قرار گرفتند. عملیات آسیابکاری مکانیکی در زمان های ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۵۰ و ۱۰۰ ساعت برای دونمونه آنیل وکوینچ-تمپر شده و دو پودر پوشش با اندازه دانه ۱۰ و ۲۰۰ میکرون انجام شد. در طی عملیات آسیابکاری مکانیکی سطح نمونه در معرض ضربات پرانرژی گلوله‌ها قرار گرفت و ذرات پودر به دام افتاده در بین گلوله‌ها و نمونه، به وسیله جوش سرد به سطح پیوند خوردند. مشخص شدکه ضخامت و ساختار پوشش تشکیل شده به اندازه ذرات اولیه پودر پوشش، سختی زیرلایه و زمان آسیابکاری وابسته است و در بازه زمانی بین ۵ تا ۱۰۰ ساعت با افزایش زمان آسیابکاری ضخامت پوشش ابتدا افزایش و سپس کاهش پیدا می کند. نتایج نشان داد که سخت شدن زمینه باعث کاهش در ضخامت پوشش تشکیل شده در زمان‌های بیشتر از ۲۰ ساعت آسیابکاری می شود و مقاومت به خراش آن را افزایش می دهد. همچنین مشخص شد که پوشش تشکیل شده از پودر ریزتر ضخیم‌تر بوده ودارای کیفیت و سختی بالاتری است. بررسی ریزساختاری و ترکیبی پوشش‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیف نگاری تفرق انرژی (EDS) انجام و به‌منظور تعیین فازهای موجود در پوشش از XRD استفاده شد. بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در زمان ۲۰ ساعت آسیابکاری بیشترین ضخامت پوشش حاصل می‌شود. همچنین نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که تا ۱۰۰ ساعت انجام این فرایند هیچگونه فاز جدیدی حاصل نمی‌شود. از آزمون خراش برای ارزیابی چسبندگی پوشش در شرایط مختلف استفاده شد.

واژه های کلیدی: *کاربید تیتانیم، آسیابکاری مکانیکی*، فولاد D2، *پوشش دهی*

Investigating the effect of powder particle size and substrate hardness on the formation of TiC coating on AISI-D2 steel by mechanical milling

Farhad Saba, S. Raygan, H.Abdizadeh

School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran

(Received 24 April 2012, accepted 21 May 2012)

Abstract

In this study mechanical milling was employed to coat D2 steel with TiC. The steel sample, balls and the powder were placed within a milling vial. Milling treatments were carried out with annealed and quench-tempered samples using TiC powder having particle sizes of 40 and 200 μm for 5, 10, 15, 20, 50 and 100 h. During the milling treatment, the sample surface was exposed to high energy collisions and the powder particles trapped between balls and sample adhered to the surface through cold welding. It was shown that the thickness and the structure of the coating depend on powder particle size; hardness of steel and milling time. The thickness of the coating increased at first and decreased thereafter with milling time. The results showed that the substrate hardening decreased the thickness of the coating on milling for more that 20 h, but it increased the scratch resistance of the coatings. Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) were employed to investigate the structural and compositional characteristics of the coatings. X-ray Diffraction (XRD) analysis was also conducted to determine the existing phases in the coating. The SEM investigations showed that the greatest thickness of the coating was reached after 20 h of milling. Furthermore, no new phases were detected in the XRD results after 100 h. Scratch test was conducted to evaluate the adhesion of the films coated under different conditions

Keywords*: Titanium Carbide, Mechanical Milling, D2 steel, Coating*

E-mail of corresponding author: *farhaad.saba@gmail.com – Tel: 0935795138*

مقدمه

تحقیقات و بررسی‌های انجام شده در زمینه علم مواد به‌طور پیوسته در جهت بهبود خواص و کارآیی مواد بوده است. در همین راستا به مهندسی سطح، به‌عنوان عامل مهم برای حفظ مواد خصوصا فلزات در شرایط مختلف، نگاه ویژه‌ای شده است. مهندسی سطح نقش حیاتی در افزایش کاربرد فلزات در محیط های مضر ایفا می کند [۱]. کاربیدهایی مانند TiC، ZrC و HfC مواد ایده‌الی برای افزایش سختی و مقاومت به سایش، خوردگی و اکسیداسیون سطوح فلزی هستند [۲]. خواص فلزات توسط رسوب این کاربیدها بدون تغییر در ویژگی‌های زیر لایه بهبود می‌یابد. روش‌های متعددی مانند رسوب شیمیایی بخار[۱] [۳]، رسوب فیزیکی بخار[۲][۴]، پاشش پلاسما و تفنگ انفجاری[۳] [۵] برای بهبود خواص سطح استفاده شده است.

امروزه از آسیاکاری مکانیکی به‌منظور تولید موادی که از نظر علمی و تجاری منحصربه‌فرد هستند سهولت، انعطاف پذیری و اقتصادی بودن آسیابکاری مکانیکی باعث گسترش آن در سال‌های اخیر شده است[۶].

برای پوشش دهی به روش آسیابکاری مکانیکی می توان نمونه را به دو صورت ثابت و متحرک به‌همراه پودر پوشش و گلوله‌ها درون محفظه‌ای قرار داد [۷و۸]. در اثر آسیابکاری سطح نمونه تحت تاثیر ضربات پرانرژی گلوله‌ها قرار می‌گیرد. بر این اساس ذرات پودر بین گلوله و نمونه به‌دام می‌افتند و با جوش سرد به نمونه اتصال می‌یابند. این فرآیند شامل جوش سرد، شکست و جوش مجدد ذرات به‌صورت تکرارشونده در یک دستگاه آسیای پرانرژی می‌باشد[۹]. پدیده‌هایی که در اثر تکرار برخورد گلوله با نمونه بوجود می‌آیند باعث ایجاد پوشش روی نمونه می‌شوند. این فرآیند اجازه می‌دهد که پوشش ضخیمی در یک دوره زمانی کوتاه در دمای اتاق و در اتمسفر محیط با کمترین آماده‌سازی سطح تشکیل شود که همگی از ویژگی‌های منحصربه‌فرد آسیابکاری مکانیکی هستند[۱۰].

رومانکوف و همکارانش [۹]، پودر TiN را با استفاده از روش آسیابکاری مکانیکی به صورت موفقیت آمیزی روی فولاد و آلومینیوم پوشش دادند. در این پژوهش پوشش نیترید تیتانیم در مدت زمان کوتاهی در دمای اتاق تشکیل شد. آنها نتیجه گرفتند که پوشش ایجاد شده روی زیرلایه آلومینیومی نسبت به زیر لایه فولادی در شرایط یکسان ضخیم تر است. این محقق در مطالعه دیگری [۱۱]، پوشش‌های Al و Al-Ti را به کمک آسیاکاری مکانیکی روی آلیاژ Ti نشاند. تحقیقات آن‌ها نشان داد که در شرایط یکسان، آلومینیوم در حضور تیتانیم پوشش بهتر و ضخیم‌تری را تشکیل می‌دهد. آن-ها هم‌چنین زبری پوشش ایجاد شده را با آنیل کردن نمونه در $^{\circ}C$ ۱۱۰۰ بهبود بخشیدند.

تحقیقات اولیه توسط رومانکوف نشان داد که ازآسِابکاری مکانیکی می‌توان برای پوشش دهی سطح قطعات استفاده نمود. قابلیت ایجاد پوشش در دمای محیط این امکان را فراهم می‌سازد که بدون تغییر قابل توجه در ساختار و خواص زیر لایه، پوششی با ضخامت مناسب ایجاد کرد. از محدودیت های مهم این روش می‌توان به محدودیت اندازه قطعات زیر لایه و امکان آلودگی پوشش به ناخالصی های ناشی از سای‌ش دی‌واره و گلوله اشاره کرد. بنظر می رسد که با روشن شدن ابعاد ناشناخته فنی فرآیند پوشش دهی به کمک آسیابکاری مکانیکی بتوان از این فرآیند در پوشش دهی قطعاتی که دارای ابعاد کوچک بوده اما به افزایش دما حساس هستند استفاده نمود. بنابر این لازم است با انجام تحقیقات متنوع زوایای ناشناخته این فرآیند آشکار گردد. از این رو تحقیق حاضر با هدف آشکار شدن نقاط مبهم در زمینه پوشش دهی به کمک آسیابکاری مکانیکی انجام گرفته است. برای این منظور پوشش دهی کاربید تیتانیم به‌روش آسیابکاری مکانیکی روی فولاد D2 که دارای کاربرد صنعتی است مد نظر قرار گرفت. در این راستا تاثیر متغیرهای زمان آسیابکاری، اندازه ذرات پودر و عملیات حرارتی نمونه‌ها بر مشخصات

[۱] Chemical Vapor Deposition (CVD)
[۲] Physical Vapor Deposition (PVD)
[۳] Detonation Gun

پوشش بررسی گردید. پس از روشن شدن نتایج این تحقیق و سایر تحقیقات آتی می توان در مورد چگونگی گسترش آن در مقیاس صنعتی اظهار نظر نمود. هرچند با توجه به محدودیت اندازه قطعات به نظر می رسد که کاربرد صنعتی این روش نیز معطوف قطعات کوچک با شرایط ویژه خواهد شد.

مواد و روش آزمایش‌ها

دو نوع پودر TiC با اندازه متوسط ذرات ۱۰ و۲۰۰میکرون و با خلوص ۹۹/۹٪ که از شرکت Aldrich خریداری شدبه عنوان مواد اولیه برای تولید پوشش مورد استفاده قرار گرفت. همچنین از فولاد D2 با ترکیب شیمیایی ذکر شده در جدول۱ به عنوان نمونه (زیرلایه) استفاده گردید. سختی فولاد مورد استفاده ۵ ± ۲۲۵ ویکرز بود. به منظور سخت کردن زیر لایه، فولاد تحت عملیات حرارتی کوینچ و تمپر قرار گرفت تا سختی آن به حدود ۶۵۰ ویکرز برسد. برای عملیات حرارتی ابتدا نمونه در دمای ۱۰۵۰ درجه به مدت ۴۵ دقیقه تحت اتمسفر محافظ قرار گرفت و سپس در روغن کوینچ شد. پس از سرد شدن نمونه به مدت یک ساعت در دمای۵۴۰ درجه سانتیگراد تمپر گردید.

جدول ۱. آنالیز شیمیایی فولاد مورد استفاده (AISI-D2)

عنصر	C	Si	Mn	Cr	V	Mo	Fe
درصد وزنی	۱/۵۴	۰/۲۵	۰/۳	۱۲/۵	۰/۹۵	۰/۷	باقیمانده

جهت انجام فرایند آسیابکاری مکانیکی، قطعات فولادی به کمک وایرکات به ابعاد mm ۵×۱۰×۲۵ برش زده شدند. دلیل استفاده از وایرکات حذف اثر لبه در برش با تیغه بود. همه‌ی نمونه‌ها قبل ازآسیابکاری تحت فرآیندآماده‌سازی سطح (شستشو و سمباده‌کاری) قرار گرفتند.

نمونه‌های آماده شده به‌همراه پودر پوشش TiC و گلوله‌های فولادی در محفظه‌های دستگاه آسیابکاری (آسیا صنعت رخش مدPM2400.)با حجم ۱۵۰CC قرار داده شدند. گلوله‌های فولادی در سه اندازه‌ی ۵، ۷ و ۱۰ میلی‌متر استفاده شد. گلوله‌ها به اندازه‌ای در محفظه ریخته شدند که ۵۰٪ فضای آن را اشغال کنند. سپس با وزن کردن گلوله‌ها، به نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰ به ۱، پودر در محفظه ریخته شد. سرعت دستگاه برای انجام فرایند آسیابکاری ۳۰۰ rpm انتخاب و عملیات در دما و اتمسفر محیط انجام شد. آسیابکاری مکانیکی در مدت زمان های ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۵۰ و ۱۰۰ساعت روی نمونه های آنیل و کوینچ-تمپر شده انجام گرفت. شکل ۱ تصویر شماتیک فرآیند آسیابکاری مکانیکی را نشان می دهد. برای تعیین نوع فازهای موجود در پوشش، از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) مدل X'Pert Pro Philip با پرتو Cu Kα استفاده شد. از رابطه ویلیامسون-هال (رابطه ۱) برای اندازه گیری کرنش و اندازه کریستالیت های ذرات TiC استفاده شد [۱۲].

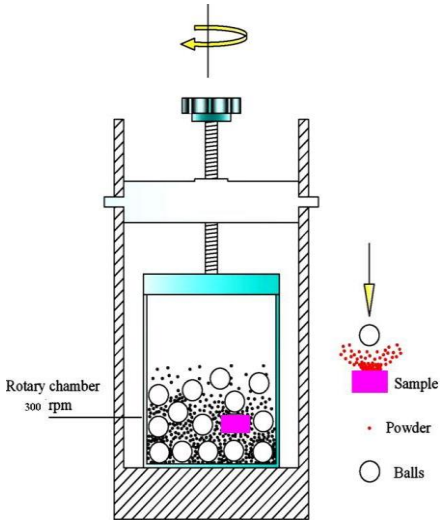
$$\beta \cos\theta = \frac{0.9\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin\theta \qquad (۱)$$

ساختار میکروسکوپی پوشش‌ها به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل camscan MV2300 مجهز به دستگاه آنالیز عنصری (EDS) بررسی شد.

برای مقایسه میزان چسبندگی پوشش ایجاد شده روی زیر لایه سخت و نرم از آزمون خراش با استاندارد ASTM G171-03: استفاده شد[۱۳]. در این آزمایش از بار ثابت ۲۰ نیوتن برای ایجاد خراش استفاده شد. طول خراش ۸۰ میلیمتر و سرعت حرکت ایندنتور توسط دستگاه ۵ mm/s بود. پهنای خراش ایجاد شده در بار ثابت بوسیله دستگاه، به کمک عکس‌های میکروسکوپ نوری اندازه‌گیری شد. سپس با استفاده از رابطه‌ی ۲ عدد سختی بدست آمد[۱۳]:

$$HS_p = \frac{8P}{\pi w^2} \qquad (۲)$$

در این رابطه HSp عدد سختی خراش بر حسب پاسکال، P بار اعمالی بر حسب نیوتون و W عرض خراش اندازه‌گیری شده از روی عکس‌های میکروسکوپ نوری بر حسب میلی‌متر می‌باشند.



شکل۱. تصویر شماتیک فرآیند آسیاکاری مکانیکی.

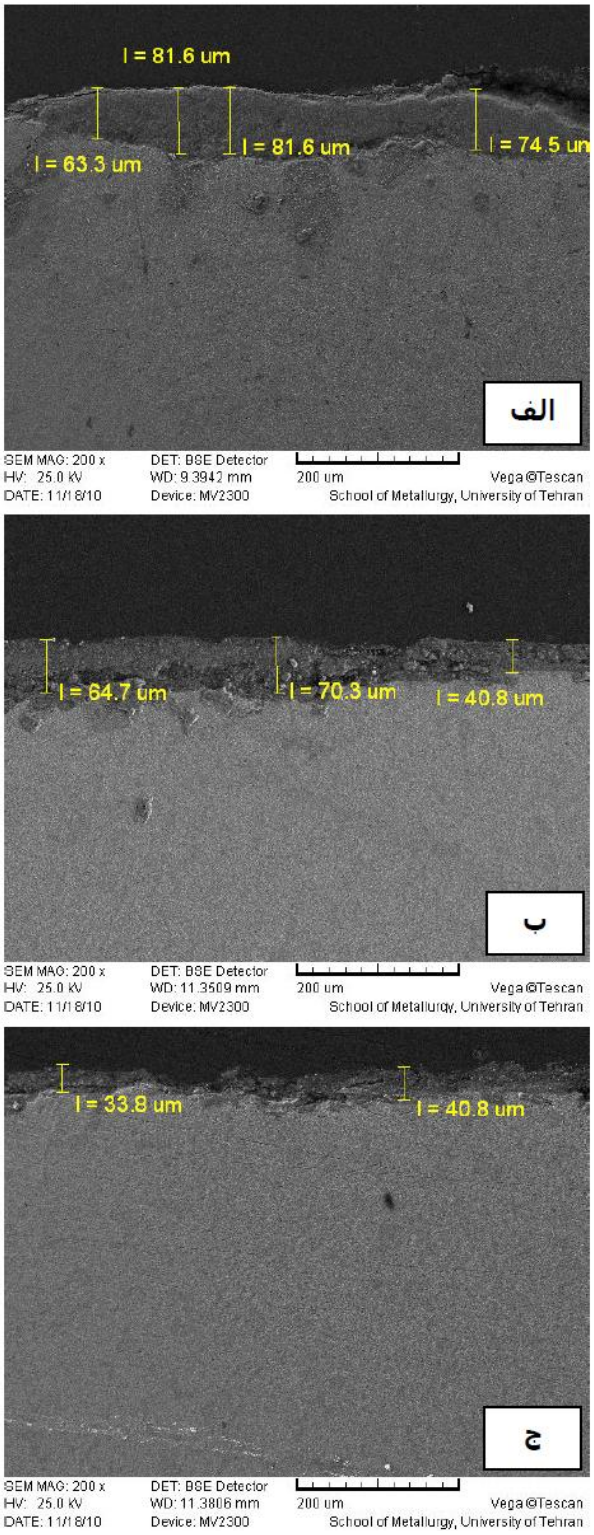
نتایج و بحث

۱- تاثیر زمان و سختی زیرلایه روی کیفیت پوشش

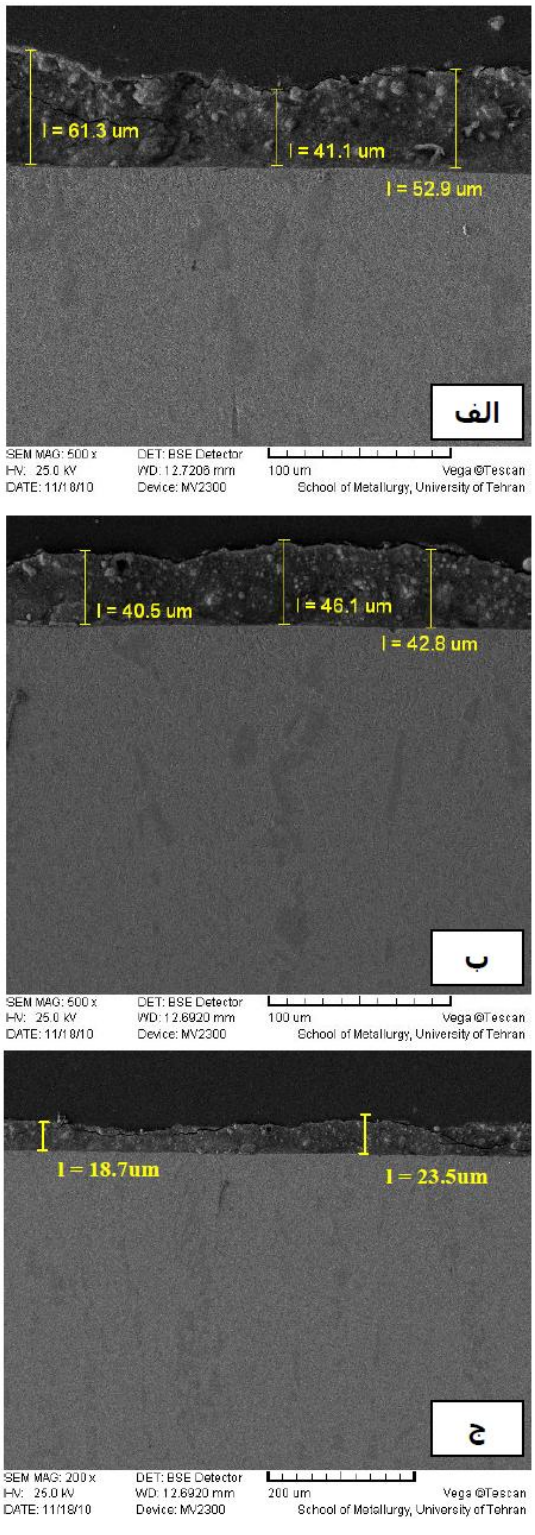
به دست آوردن زمانی که در آن، حداکثر سختی و ضخامت پوشش حاصل می شود در فرآیند آسیابکاری مکانیکی بسیار حایز اهمیت است. شکل ۲ تصویر مقطع عرضی پوشش‌های تولید شده روی زیر لایه سخت نشده بعد از ۲۰، ۵۰ و ۱۰۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی با پودر کاربید تیتانیم با اندازه ذره ۱۰ میکرون را نشان می دهد. همچنین شکل۳ پوشش های ایجاد شده روی زیر لایه سخت را در زمان های مذکور با تغییراتی تقریبا مشابه نمایش می دهد. تقابل جوش سرد و شکسته شدن لایه‌ی پوشش، به وجود آورنده‌ی پدیده‌های جاری در فرآیند آسیابکاری می‌باشند. درحالی‌که ذرات پودر پوشش با هم و با نمونه به وسیله‌ی جوش سرد اتصال می-یابند، ضربات شدید و پرانرژی گلوله‌ها و انتقال این انرژی به سطح نمونه و پوشش در طی فرآیند باعث شکسته شدن لایه پوشش وکنده شدن آن از روی نمونه می شود که این دو پدیده مرتبا باعث افزایش و کاهش ضخامت پوشش می‌گردند[۹]. در حین فرایند آسیابکاری ذرات ترد کاربید تیتانیم دچار خردایش می‌شوند و اندازه این ذرات کاهش پیدا می‌کند. در این مرحله ذرات با اندازه های متفاوتی از کاربید تیتانیم وجود دارد که ذرات ریز نقش فاز نرم را ایفا کرده و باعث اتصال ذرات ترد می‌شود [۱۴].

شکسته شدن ذرات پودر کاربید تیتانیم، قبل از رسوب به صورت پوشش و بعد از آن، از این حقیقت ناشی می شود که در حین آسیابکاری، کرنش‌ها و عیوب شبکه‌ای افزایش می-یابد و ذرات تردتر و شکننده‌تر می‌شوند. زمانی‌که این دو پدیده به حالت تعادل می‌رسند، شرایط پایدار[1] حاکم می‌شود و دیگر تغییر چندانی در اندازه ذرات پودر دیده نمی‌شود. شکل ٤ مقدار میانگین ضخامت پوشش ایجاد شده روی نمونه نرم و سخت را که توسط مشاهدات میکروسکوپ الکترونی (SEM) اندازه‌گیری شده است بر حسب زمان آسیابکاری نشان می‌دهد. می‌توان گفت، ۲۰ ساعت آسیابکاری زمانی است که می‌تواند میزان انرژی بالاتری را از طرف گلوله‌ها به ذرات پوشش و سطح به‌منظور جوش سرد منتقل کند. تحقیقات نشان داده اند که پوشش‌های ایجاد شده با گلوله‌های با قطر بزرگ‌تر به‌دلیل انتقال انرژی بالاتری به سطح، از ضخامت بیش‌تری برخوردار هستند[۹و۱۰]. از بیشینه نمودار تا ۱۰۰ ساعت آسیابکاری احتمالا به این دلیل که نرخ برداشته شدن پوشش به دلیل تجمع زیاد کرنش بالا می‌رود و پدیده‌ی شکست غلبه پیدا می‌کند، کاهش ضخامت دیده می‌شود.

[1] steady-state



شکل۲. تصویر SEM پوشش و زمینه آنیل شده پس از (الف) ۲۰ساعت (ب) ۵۰ ساعت (ج) ۱۰۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی

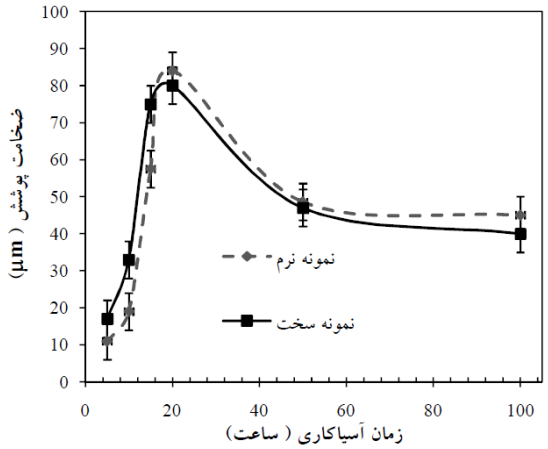


شکل۳. تصویر SEM پوشش و زمینه سخت شده پس از (الف) ۲۰ساعت (ب) ۵۰ ساعت (ج) ۱۰۰ ساعت آسیاکاری مکانیکی

مقادیر کمتر ضخامت پوشش ایجاد شده روی نمونه سخت در مقایسه با نمونه آنیل شده در زمان‌های بیشتر از ۲۰ ساعت از

این پدیده منتج می‌شود که کرنش حاصل از برخوردهای الاستیک گلوله‌ها با زیرلایه سخت کاری شده در مقایسه با برخوردهای غیر الاستیک گلوله‌ها با زیرلایه‌ی نرم که بیش‌تر صرف تغییر فرم پلاستیک این زیر لایه می‌شود، بسیار بیش‌تر است. هنگامی که میزان کرنش ایجاد شده از حد تحمل پوشش بالاتر می‌رود، لایه‌ی پوشش شروع به کنده شدن می‌کند. احتمالا به دلیل همین افزایش کرنش ذخیره شده با افزایش زمان آسیابکاری و چسبندگی کم‌تر پوشش با زیر لایه سخت‌کاری شده است که ضخامت پوشش در زمان‌های بیش‌تر از ۲۰ ساعت برای نمونه سخت شده اندکی کم‌تر است.

تفاوت ظاهری فصل مشترک ایجاد شده در اشکال ۲ و۳ را باید در اختلاف رفتار مکانیکی زیر لایه در برابر ضربات پرانرژی گلوله‌ها یافت. پوشش وزیرلایه‌ی نرم به دلیل تغییر فرم پلاستیک زیاد در اثر برخورد گلوله‌ها تغییر شکل داده و دندانه‌دار شده است(شکل۲). ظاهر غیرمنظم فصل مشترک در این پوشش نشان دهنده تغییرفرم پلاستیک شدید و درنتیجه‌ی آن زبری سطح در این منطقه می‌باشد. اما در زیر لایه‌ی سخت شده به دلیل توانایی کم برای تغییرفرم پلاستیک، سطحی صاف دیده می‌شود.



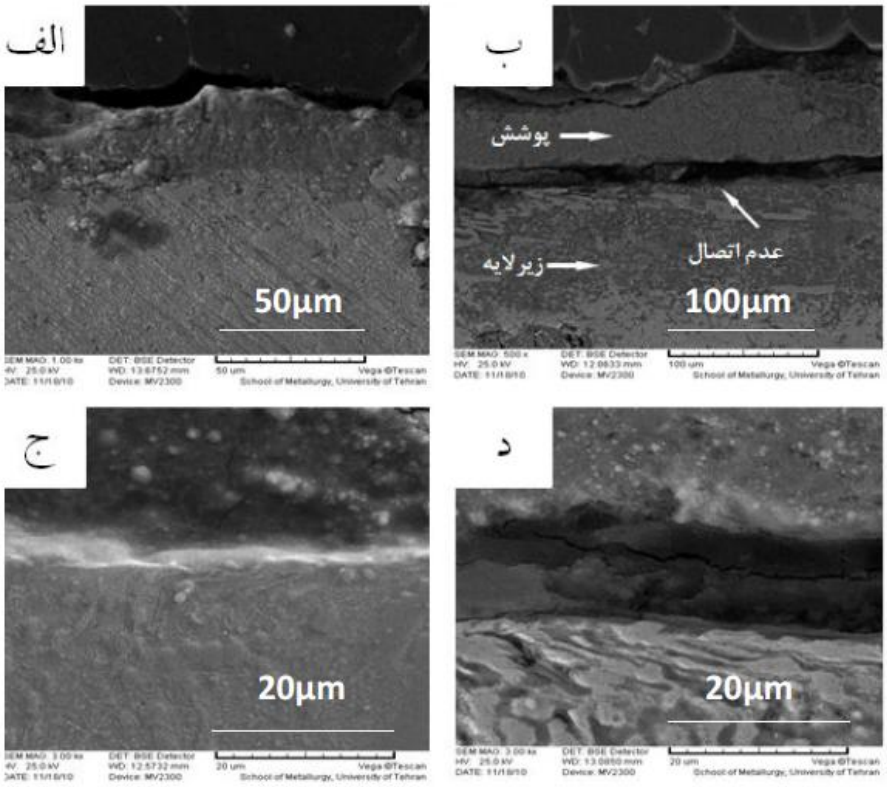
شکل۴.تغییرات ضخامت پوشش ایجاد شده روی زیر سخت ونرم بر حسب زمان آسیابکاری مکانیکی.

شکل ۵ تصویر SEM پوشش و زمینه را پس از ۱۰۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی برای دو نمونه با سختی متفاوت نشان می‌دهد. زمینه‌ی سخت‌کاری شده به‌دلیل سختی بالایی که دارد، همان‌طور که قبلا اشاره شد، تغییرفرم پلاستیکی بسیار کمی می‌دهد و چسبندگی پوشش با این زمینه در بعضی مناطق بسیار ضعیف است. اما زمینه‌ی نرم کاملا با پوشش ایجاد شده اختلاط پیدا کرده است.

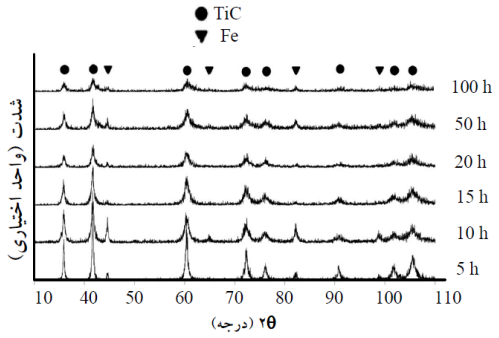
بررسی الگوی XRD

شکل۶ الگوی پراش اشعه ایکس پوشش کاربید تیتانیم تولید شده روی فولاد D2 آنیل شده را در زمان‌های مختلف آسیابکاری مکانیکی نشان می‌دهد. عدم وجود تغییر قابل توجه در الگوهای XRD نشان می‌دهد که هیچ فاز جدیدی در سطح نمونه‌ها بوجود نیامده است، این امر در حد دقت این آزمایش نشان‌دهنده اتصال فیزیکی پوشش به زیر لایه در اثر جوش سرد است. در حین فرآیند آسیابکاری مکانیکی، فعال‌سازی سطح نمونه و ذرات پودر پوشش به‌طور هم‌زمان رخ می‌دهد که منجر به واکنش‌های شیمیایی و ایجاد باند بین پوشش و زیرلایه می‌شود. اما به دلیل ماهیت شیمیایی TiC و نقطه‌ی ذوب بالای آن نسبت به دمای موضعی سطح نمونه و ذرات می‌توان پذیرفت که هیچ واکنش شیمیایی رخ نداده باشد. بنابراین پیوند ایجاد شده بین پوشش و زیرلایه از نوع مکانیکی بوده و جوش سرد عامل اتصال می‌باشد. همچنین کمی جابه‌جایی پیک‌ها به سمت چپ دیده می‌شود. گزارش شده است که این جابه‌جایی نشان‌دهنده افزایش پارامتر شبکه با گذشت زمان آسیابکاری می‌باشد [۱۵].

شکل۷ مقایسه‌ای بین الگوی XRD پوشش ایجاد شده، روی زمینه نرم اولیه و سخت در زمان‌های مختلف آسیابکاری می‌باشد. هم‌چنین تغییرات اندازه کریستالیت‌ها وکرنش ذخیره شده در پوشش بر حسب زمان آسیابکاری برای هر دو نمونه در شکل ۸ نشان داده شده است. در هر دو نمونه با افزایش زمان آسیابکاری میزان کرنش، افزایش و اندازه کریستالیت‌ها کاهش می‌یابند. این نتیجه از این حقیقت ناشی می‌شود که با طولانی‌ترشدن زمان آسیابکاری مقدار انرژی بیشتری در اثر ضربات گلوله‌ها و برخوردهای داخل محفظه آسیاب به ذرات پوشش و سطح نمونه منتقل می شود. مقادیر کرنش داخلی نشان می‌دهد که بیشترین میزان کرنش ذخیره شده در پوشش در حدود ۰/۴۵٪ برای زیرلایه‌ی سخت شده می‌باشد.

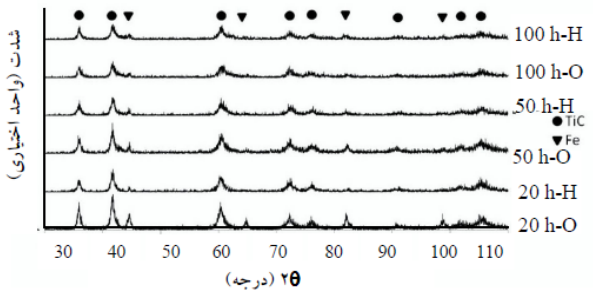


شکل۵. بررسی ظاهری نمونه پوشش داده شده در۱۰۰ساعت آسیابکاری مکانیکی با بزرگ‌نمایی متفاوت: (الف) و (ج) زیرلایه‌ی نرم و (ب) و (د) زیرلایه‌ی سخت.



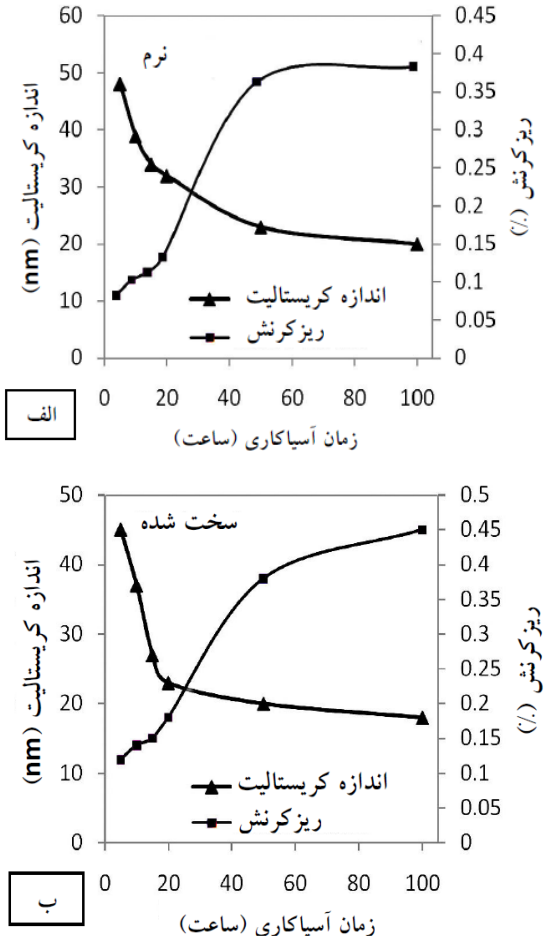
شکل۶. الگوی XRD پوشش کاربید تیتانیم ایجاد شده روی زیرلایه آنیل شده.

دو نمونه با افزایش زمان آسیابکاری میزان کرنش، افزایش و اندازه کریستالیت‌ها کاهش می‌یابند. این نتیجه از این حقیقت ناشی می‌شود که با طولانی‌ترشدن زمان آسیابکاری، مقدار انرژی بیشتری در اثر ضربات گلوله‌ها و برخوردهای داخل محفظه آسیاب به ذرات پوشش و سطح نمونه منتقل می شود. مقادیر کرنش داخلی نشان می‌دهد که بیشترین میزان کرنش ذخیره شده در پوشش در حدود ۰/۴۵٪ برای زیرلایه‌ی سخت شده می‌باشد. با افزایش زمان آسیابکاری پهنای پیک‌های مربوط به فاز کاربید تیتانیم افزایش یافته و شدت آن‌ها نقصان پیدا کرده است. این امر به‌علت کاهش اندازه کریستالیت و افزایش میکرو کرنش در اثر ضربات شدید گلوله‌ها در حین فرآیند می‌باشد. کاهش اندازه کریستالیت نیز یکی از عوامل موثر روی پهن شدن پیک‌ها می‌باشد. اندازه‌گیری‌های انجام شده به کمک رابطه ویلیامسون- هال نیز موید این موضوع می‌باشد (شکل۸).



شکل۷. مقایسه‌ای بین الگوی XRD پوشش ایجاد شده روی زیر لایه نرم اولیه (O) و سخت (H).

نکته قابل توجه دیگر این است که پس از ۵ ساعت آسیابکاری مکانیکی، میانگین اندازه کریستالیت در لایه پوشش برای هر دو نوع نمونه با سختی متفاوت، به حد نانومتر می‌رسد. اگرچه در هر دو مورد، اندازه‌ی کریستالیت‌ها با زمان کاهش می‌یابند، اما نرخ کاهش، در زیر لایه سخت‌کاری شده بیش‌تر است. این نتیجه به دلیل بیشتر بودن کرنش انباشته در یک زمان یکسان برای نمونه سخت شده می‌باشد.



شکل۸ تغییرات اندازه کریستالیت ها وکرنش ذخیره شده در پوشش بر حسب زمان آسیابکاری برای الف) نمونه‌ی نرم اولیه ب) نمونه‌ی سخت شده

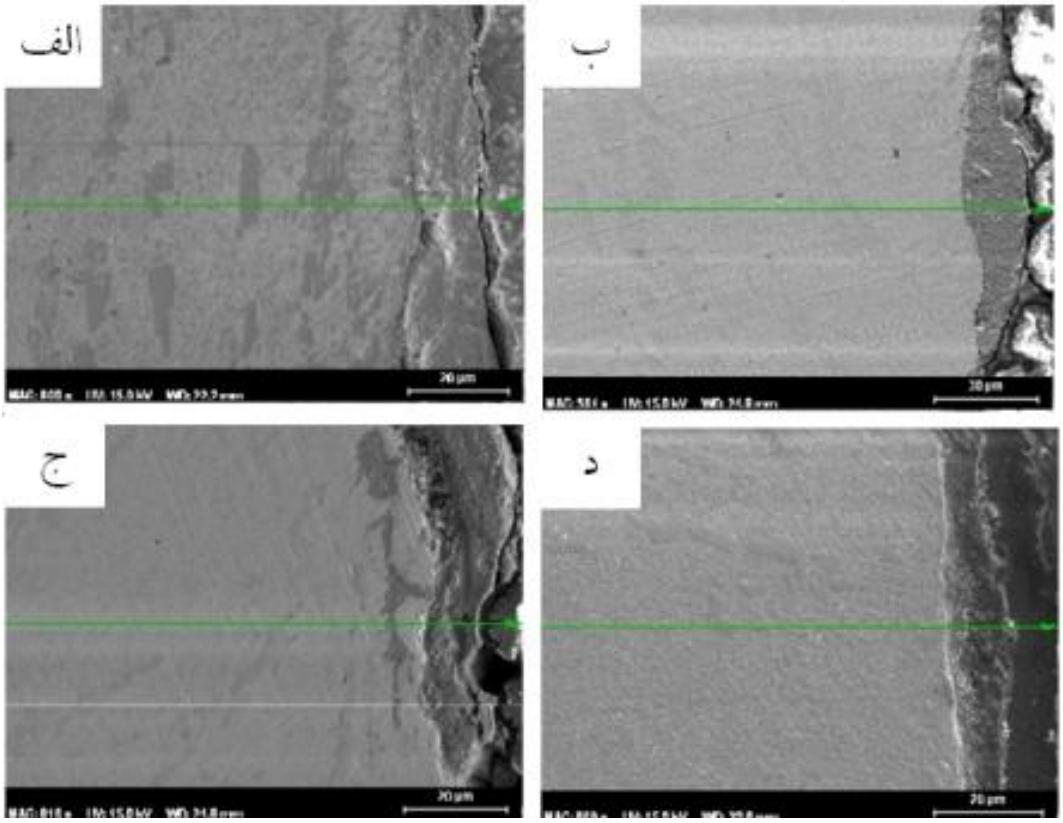
بررسی الگوهای EDX

توزیع عناصر موجود در پوشش و زیرلایه‌ی فولادی توسط EDX اندازه‌گیری شد. شکل ۹ تصویر SEM نمونه‌های نرمی را که به مدت ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۵۰ ساعت تحت عملیات آسیابکاری مکانیکی قرار گرفتند همراه با مکان آنالیز خطی نشان می‌دهد. شکل۱۰ نیز اسکن خطی Ti، Fe و C را در عرض فصل مشترک بین پوشش و زیرلایه‌ی فولادی برای زمان‌های ذکر شده نشان می‌دهد. در نمودارهای اسکن خطی Ti، Fe و C در عرض فصل مشترک برای نمونه‌های ۱۰ و ۱۵ ساعت آسیابکاری شده انتقال، با قله‌هایی تیز از پوشش به نمونه صورت می‌پذیرد. به عبارت دیگر در این نمونه‌ها اثری از نفوذ این عناصر به داخل فولاد مشاهده نمی‌شود. اما در نمونه‌های ۲۰ و ۵۰ ساعت آسیا شده حضور عناصر به‌ویژه تیتانیم در دو طرف فصل مشترک بیانگر نفوذ پوشش به داخل فولاد است. در شکل۹ج جزیره‌های کاربید تیتانیم که از پوشش جدا شده و به داخل زمینه رفته‌اند قابل مشاهده هستند. در نمودار EDX مربوطه (شکل۱۰ج)این جزیره‌های کاربیدی توسط قله‌ی تیز و بلندی که در سمت چپ مکان نمای صفر قرار دارد، اختلاط شدید پوشش و زمینه را در این زمان آسیابکاری نشان می‌دهند. اختلاط بین اجزا به دلیل تغییرفرم پلاستیکی شدید در منطقه‌ی فصل مشترکی بین پوشش ایجاد شده و زیر لایه آنیل شده می‌باشد. بر اساس نتیجه‌گیری‌های گذشته، اتصال بین ذرات پوشش TiC و زیرلایه بر پایه‌ی فرآیند جوش سرد است. با این‌حال، توزیع شیمیایی عناصر درون این پوشش‌ها و ساختار زیرلایه نشان می‌دهد که مقدار زیادی عنصر آهن در پوشش وجود دارد.

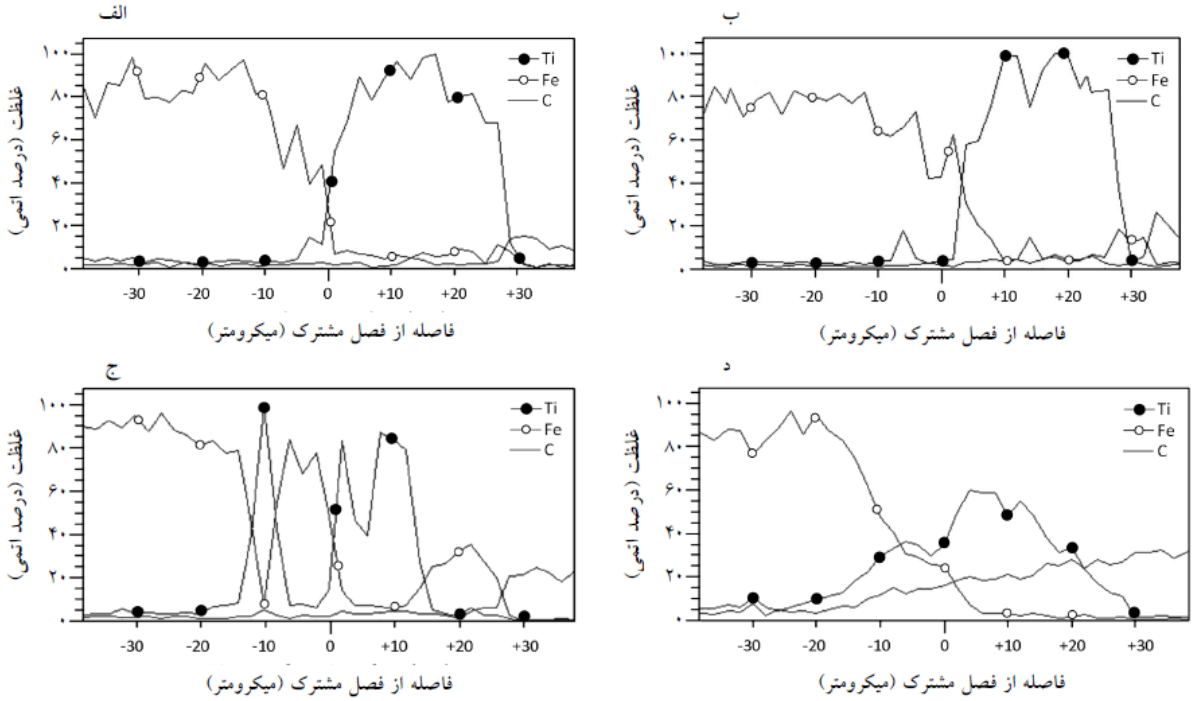
بنابراین، ممکن است چنین پوششی که محصول فرآیند آسیابکاری است شامل ذرات TiC و آهن که از زیرلایه(بدلیل اختلاط شدید پوشش با زیرلایه)، ظروف و گلوله‌های فولادی آمده‌اند باشد.

تاثیر اندازه ذرات پودر TiC

به منظور بررسی تاثیر اندازه ذرات پودر کاربید تیتانیم روی مشخصات پوشش تشکیل شده روی زیر لایه نرم، از پودر TiC با اندازه‌های ۲۰۰ و ۱۰ میکرون استفاده شد. شکل۱۱ تاثیر اندازه ذرات TiC اولیه را روی ضخامت پوشش نشان می‌دهد. ذرات درشت پودر پوشش به دلیل سطح تماس کم، از چسبندگی خوبی با یکدیگر و با سطح نمونه برخوردار نبوده و فشردگی لازم را ندارند. درنتیجه در

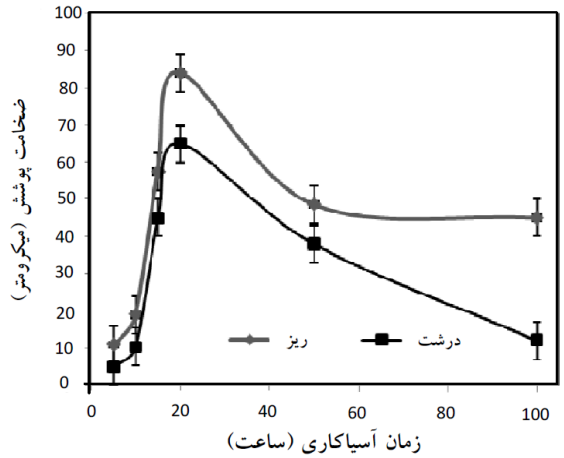


شکل۹. تصویر SEM پوشش ایجاد شده روی نمونه نرم پس از الف)۱۰ ب)۱۵ ج)۲۰ د)۵۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی.

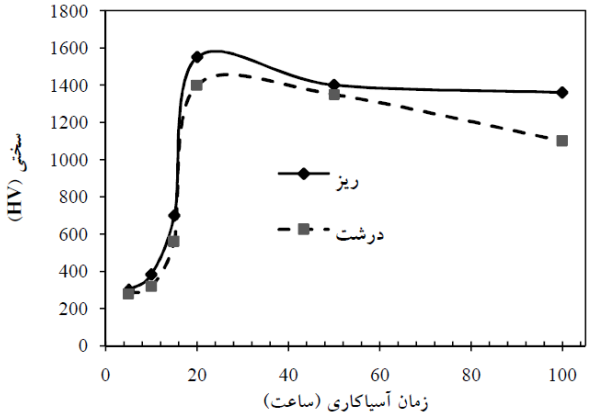


شکل۱۰. اسکن خطی Ti، Fe و C در عرض فصل مشترک بین پوشش و زیرلایه‌ی فولادی نرم برای الف)۱۰ ب)۱۵ ج)۲۰ د)۵۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی.

حین فرآیند آسیابکاری مکانیکی در اثر برخوردهای شدید و پرانرژی گلوله‌ها در داخل محفظه، پوشش حاصل به راحتی از سطح زیرلایه جدا شده و متلاشی می‌شوند. بنابراین ضخامت پوشش حاصل از پودر دانه درشت به دلیل لایه‌برداری از پوشش، در مقایسه با پوشش ریزدانه کمتر است. در شکل۱۲تغییرات سختی پوشش بر حسب زمان آسیابکاری برای پوشش با اندازه دانه‌ی متفاوت نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود ذرات ریز پودر پوشش به دلیل تخلخل کم و چسبندگی بالایی که با یکدیگر دارند، سختی بیش‌تری در مقایسه با پوشش ایجاد شده از پودر دانه درشت، از خود نشان می‌دهند.



شکل۱۱. تغییرات ضخامت پوشش بر حسب زمان آسیابکاری برای پوشش با اندازه دانه‌ی متفاوت.

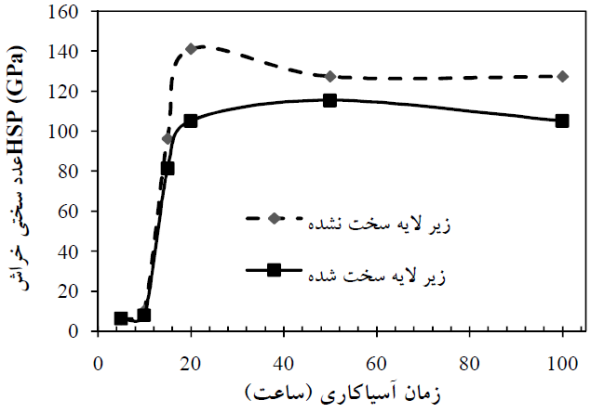


شکل۱۲. تغییرات سختی پوشش بر حسب زمان آسیابکاری برای پوشش با اندازه دانه‌ی متفاوت.

آزمایش خراش

شکل ۱۳ نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری پهنای شیار خراش به کمک میکروسکوپ نوری را به صورت عدد سختی خراش برای دو نمونه سخت ونرم گزارش می‌کند.

همانطوری‌که قبلا مطرح شد، تغییرفرم پلاستیک مسئول اختلاط اجزا پوشش و زمینه در زیرلایه‌ی نرم می‌باشد و مقدار بیشتری از انرژی ضربه‌ای گلوله‌ها صرف تغییر فرم زیرلایه نرم در مقایسه با زیرلایه سخت می‌شود. بنابراین انرژی کرنشی بالاتر ذخیره شده در پوشش ایجاد شده روی نمونه سخت باعث افزایش عدد سختی آن می‌گردد.



شکل ۱۳. نتایج آزمون خراش با استاندارد ASTM:G171-03 .

ذرات پوشش پانچ شده بین نمونه سخت و گلوله‌ها به دلیل این‌که بهتر فشرده می‌شوند و تحت ضربات شدیدتری، هم از طرف سطح نمونه و هم از طرف گلوله‌ها قرار می‌گیرند در مقابل خراشیده شدن مقاومت بیش‌تری از خود نشان داده و دارای پهنای خراش باریک‌تری هستند.

نتیجه‌گیری

۱- روش آسیابکاری مکانیکی به‌صورت موفقیت آمیزی می‌تواند برای ایجاد پوشش سخت TiC روی زمینه فولادی از جنس AISI- D2 در اتمسفر محیط به کار رود.

۲- پس از ۱۰۰ ساعت آسیابکاری مکانیکی نیز هیچ فاز جدیدی در سطح نمونه‌ها به وجود نیامده است، این امر در

حد دقت این آزمایش نشان دهنده اتصال فیزیکی پوشش به زیر لایه در اثر جوش سرد است.

۳- نتایج نشان داد که سخت شدن زمینه باعث کاهش در ضخامت پوشش (در زمان های بالاتر از ۲۰ ساعت آسیابکاری) و همچنین افزایش مقاومت به خراش آن می شود.

۴- پوشش تشکیل شده از پودر ریزتر، ضخیم‌تر بوده ودارای کیفیت و سختی بالاتری است.

۵- ضخامت لایه پوشش در زمان ۲۰ ساعت آسیابکاری بیشترین مقدار را دارد. همچنین سختی و مقاومت به خراش آن نیز بیشتر است.

مراجع

1. A. Agarwal and N.B. Dahotre, Pulsed Electrode Surfacing of Steel with TiC Coating: Microstructure and Wear Properties, Materials Engineering and Performance, 8(1999)479-486.
2. T.Y. Kosolapova, Carbides: Properties, Production and Applications, Plenum Press, New York, 23(1971)97-122.
3. S. Kinkel, G.N. Angelopoulos and W. Dahl, Formation of TiC Coatings on Steel by a Fluidized Bed Chemical Vapor Deposition Process, Surface and Coatings Technology, 64(1994)119-125.
4. U. Wiklund, M. Nordin, O. Wänstrand and M. Larsson, Evaluation of a flexible physical vapor deposited TiC–C coating system, Surface and Coatings Technology, 124(2000)154-161.
5. K. Upadhya, Properties and Performance of Plasma-Assisted Physically Vapor Deposited TiC Coatings, Materials Science and Engineering, 140(1991)549-553.
6. R. Pouriamanesh, J. Vahdati-Khaki and Q. Mohammadi, Coating of Al Substrate by Metallic Ni through Mechanical Alloying, Alloys and Compounds, 488(2009)430–436.
7. S. Romankov, W. Sha, S.D. Kaloshkin and K. Kaevitser, Fabrication of Ti Coatings by Mechanical Alloying Method, Surface & Coatings Technology, 201(2006)4255-4261.
8. S.V. Komarov, S.H. Son, N. Hayashi, S.D. Kaloshkin, O.V. Abramov and E. Kasai, Evaluation of Nanostructured Coating Layers Formed on Ni Balls During Mechanical Alloying of Cu Powder, Surface & Coatings Technology, 201(2007)6999-7006.
9. Romankov, S.V. Komarov, E. Vdovichenko, Y. Hayasaka, N. Hayashi, S.D. Kaloshkin and E. Kasai, Fabrication of TiN Coatings Using Mechanical Milling Techniques, Refractory Metals & Hard Materials, 27(2009)492-497.
10. S. Romankov, Y. Hayasaka, G. Kalikova, S.V. Komarov, N. Hayashi and E. Kasai, TEM Study of TiN Coatings Fabricated by Mechanical Milling Using Vibration Technique, Surface & Coatings Technology, 203(2009)1879-1884.
11. S. Romankov, W. Sha, S.D. Kaloshkin and K. Kaevitser, Fabrication of Ti-Al coatings by mechanical alloying method, Surface & Coatings Technology, 201(2006)3235-3245.
12. G. K. Williamson and W.H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. Acta Metall 1-1(1953) 22-31.
13. ASTM G171-03, Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus, Annual Book of Standards, 03.02(2004)737-743.

۱۴. ابوالقاسم عطایی، سعید شیبانی، غلامرضا خیاطی و سعید اسدی کوهنجانی، آلیاژسازی و فعالسازی مکانیکی فن‌آوری تهیه نـانومواد، سازمان انتشارات جهاد دانشگاهی شعبه واحد تهران، (۱۳۸۵).

15. X. Zhu, L. Zhou, F. Mei, L. Ming, G. Shen and T. Ning, Structure Evolution of Cu-Based Shape Memory Powder During Mechanical Alloying, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17(2007)1422-1427.