ایجاد یوشش NiCoCrAlY بر سویر آلیاژ یایه نیکل به روش Arc-PVD و بررسی تاثیر یارامترهای لایه نشانی بر ریزساختار، مورفولوژی و تغییرات فازی یوشش

محمد خيرالدين'، فرزاد محبوبي'، حسن علمخواه

^۱. دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران، کد پستی ۴۴۱۳–۱۵۸۷۵ ۲. گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بوعلی سینا، همدان، ایران، کد پستی ۳۸۶۹۵–۶۵۱۷۸

چکیدہ

یوشش های NiCoCrAlY توسط فر آیندهای مختلف یاشش حرارتی و نیز رسوب فیزیکی بخار (PVD) اعمال می شوند که در این بین استفاده از روش PVD به دلیل تخلخل و ناخالصی کمتر در یوشش، خواص بهتری را فراهم میکند. در این یژوهش از روش رسوب فیزیکی بخار با تبخیر قوس کاتدی (Arc-PVD) برای اعمال یوشش NiCoCrAly بر سویر آلیاژ پایه نیکل Mar-M-200 استفاده شد. بدین منظور یوشش هایی در ولتاژ بایاس های ۱۸۰ و ۲۴۰ و لت و شدت جریانهای ۸۰ و ۱۱۰ اَمیر ایجاد شد. سپس تاثیر اَن بر ریزساختار، چگالی عبوب و ترکیبات فازی پوشش توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیز EDS مورد بررسی قرار گرفت. نتایج تجربی نشان داد که نرخ پوششدهی در شدت جریانهای ۱۱۰ آمپر افزایش مییابد، در حالی که با افزایش ولتاژ بایاس ضخامت یوشش کاهش میباید. بیشترین ضخامت یوشش در نمونه A110B180 به میزان ۱۳.۵ میکرون مشاهده شد. همچنین افزایش شدت جریان قوس منجر به افزایش اندازه و تعداد ماکروذرات تا مقادیر ۵۰ میکرون شد. آزمون پراش پرتو ایکس پوشش ها نشان داد فازهای اصلی پوشش شامل γ-Ni ،γ'-Ni3Al و α-Co بوده است و با افزایش شدت جریان از ۸۰ تا ۱۱۰ آمیر، شدت پیک فازهای γ-Ni ،γ'-Ni3Al افزایش یافت. همچنین با افزایش مقدار ولتاژ بایاس از ۱۸۰- تا ۲۴۰- ولت، اندازه بلورک در پوشش افزایش یافت و برعکس با افزایش شدت جریان قوس از ۸۰ به ۱۱۰ آمیر اندازه بلورک کاهش یافت. کمترین و بیشترین اندازه بلورک به ترتیب در نمونههای A110B180 و A80B240 با مقادیر ۱۸ و ۲۴.۲ میکرون بدست آمد. در مقایسه نمونههای یوشش دار نمونه A110B240 چگالی عیوب یایینتر و ضخامت یوشش نسیتاً بالا داشته است. لذا برای کاربردهای صنعتی در دمای بالا از جمله یر دهای ناحبه داغ توریین گازی می تواند خواص مناسب تری را ایجاد نماید.

كلمات كليدى: رسوب فيزيكي فاز بخار با تبخير قوس كاتدى، يوشش NiCoCrAIY، شدت جريان قوس، ولتاژ باياس، ماكروذرات.

The creation of a NiCoCrAlY coating on the Ni-base superalloy using the Arc-PVD method And investigation of coating parameters effect on the microstructure, morphology and phase transformation of the coating

Mohamad Kheyrodin¹, Farzad Mahboubi^{1*}, and Hassan Elmkhah² ¹Department of Materials and Metallurgical Engineering, Amir Kabir University of Technology, Tehran 15875-4413, Iran ² Faculty of Engineering, Bu-Ali Sina University, Hamedan 65178-38695, Iran.

Abstract

NiCoCrAIY coatings are applied through thermal spraying and physical vapor deposition (PVD) methods. The utilization of the PVD technique offers superior properties attributed to reduced porosities and impurities within the coating. In this study, NiCoCrAlY coating was applied on Mar-M-200 nickel-base superalloy using cathodic arc evaporation physical vapor deposition (Arc-PVD). Coatings were produced at bias voltages of -180 and -240 volts, along with arc currents of 80 and 110 amperes. Investigating the effects of negative substrate bias voltage and arc current on the microstructure, defect density, morphology, and phase transformation of the coatings was conducted using an optical microscope (OM) and scanning electron microscope (SEM) equipped with EDS analysis. The experimental findings indicated that increasing the arc current from 80 A to 110 A increased the coating thickness, whereas the thickness decreased at the higher bias voltages. The A110B180 sample exhibited a maximum coating thickness of 13.5 microns. Furthermore, an increase in the arc current resulted in the enlargement and increased number of macroparticles, reaching up to 50 microns. X-ray diffraction analysis of the coatings also demonstrated that the main phases of the coating included γ' -Ni₃Al, γ -Ni, and α -Co, and with increasing arc current from 80 A to 110 A, the intensity of γ' -Ni₃Al and γ -Ni peaks increased. By increasing the bias voltage from -180 V to -240 V, the crystallite sizes were enlarged. Conversely, elevating the arc current from 80 A to 110 A led to a reduction in crystallite size.

In the A110B180 and A80B240 specimens, the smallest and largest crystallite sizes were measured at 18 and 24.2 microns, respectively. A comparative analysis of the coated samples revealed that the A110B240 coating exhibited a lower defect density and relatively greater thickness, so it can propose more favorable properties for industrial applications at elevated temperatures such as the hot section blade of the gas turbine.

Keywords: Cathodic arc physical vapor deposition, NiCoCrAlY coating, Arc current, Bias voltage, macroparticles. E-mail of Corresponding author: mahboubi@aut.ac.ir

مقدمه

کارایی و عملکرد انواع موتورهای توربینی زمینی و هوایی متناسب با میزان احتراق یا دمای ورودی توربین است. رویکرد اصلی در این زمینه بالا بردن دما در بخشهای مختلف توربین است. زمانی میتوان دمای توربین را افزایش داد که در طراحی ساختار قطعه، فناوری سرمایش در ایرفویل و فرایند پوششدهی بهبود حاصل شود. لازم به ذکر است تولیدکنندگان توربین از پوششدهی برای افزایش طول عمر و بهینه کردن خواص قطعات در ساخت موتورهای مدرن استفاده کردهاند [1–۳].

متداول ترین پوشش فلزی مورد استفاده در مقاطع داغ موتورهای توربینی، پوششهای روکشی M-Cr-Al-Y (M عنصر اصلی آلیاژ زیرلایه از جمله نیکل، کبالت یا ترکیبی از هر دو عنصر است) میباشد. این پوششها برای ایجاد مقاومت به اکسیداسیون دمای بالا (°۲۰۰۰<T) و مقاومت به خوردگی داغ^۱ ناشی از رسوبات سولفات در دمای کمتر از ۹۵۰ °C

تشکیل پوسته چگال و چسبنده α-Al₂O₃ در حین شرایط سرویس روی پوشش MCrAlY موجب جلوگیری از اکسیداسیون بیشتر پوشش و در نتیجه مانع از ورود اکسیژن و عناصر خورنده به داخل پوشش خواهد شد [۵]. تاکنون مطالعات زیادی در زمینه بهبود ترکیب و ریزساختار پوشش، بهمنظور ایجاد لایه چسبنده و پیوسته α-Al₂O₃-۵ که پوشش را از اکسیداسیون سریع محافظت میکند، انجام شده است. برای تضمین دوام و عمر بالای پوشش بایستی مقدار و اکتیویته آلومینیوم و غلظت کروم تا حد امکان بالا باشد.

طرفی، اگر مقدار آلومینیوم و کروم موجود در پوشش خیلی بالا باشد، موجب کاهش دمای ذوب پوششش و همچنین افزایش تردی پوشش خواهد شد [۶]. همچنین افزودن عنصر ایتریم (Y) به میزان ۱–۱/۰ درصد وزنی، موجب افزایش مقاومت به اکسیداسیون چرخهای پوشش میشود. همچنین با افزودن مقادیر مشخصی از عنصر کبالت به پوشش مقاومت به خوردگی داغ آن نیز بهبود مییابد [۷]. از طرف دیگر عواملی دیگری مانند ریزساختار، مورفولوژی پوشش، زبری سطح، چگالی عیوب و چسبندگی پوشش نیز پوشش های V-Cr-Al میتوانند توسط فرآیندهای پوششهان از جمله پاشش حرارتی و رسوب فیزیکی بخار مختلف از جمله پاشد. در این میان، پوشش های اعمال شده با

(PVD²) اعمال شوند. در این میان، پوششهای اعمال شده با روشهای PVD به دلیل تخلخل و ناخالصی کمتر، مقاومت به اکسیداسیون بالاتری را فراهم میکنند. از طرفی در بین سایر فرآیندهای PVD، پوششهای MCrAIY ایجاد شده با روش قوس کاتدی در خلا (Arc-PVD³) یا پوشش دهی یونی قوسی (AIP⁴)، مقاومت به اکسیداسیون دمای بالایی را به علت ایجاد لایه چسبنده و متراکم آلومینا (Arl₂O₃) روی پوشش از خود نشان میدهد. لذا این روش، پتانسیل بالایی برای استفاده صنعتی را دارا میباشد [۹].

یکی از عیوب متداول در روش AIP، حضور ماکروذرات یا ذرات ذوب شده⁶ در پوشش میباشد. در این روش عوامل متعددی از جمله مقدار شدت جریان قوس، ولتاژ بایاس زیرلایه، لندازه تارگت و مانع فیزیکی در کیفیت پوشش و چگالی عیوب تخلخل، ناخالصی و ماکروذرات موثر است. تحقیقات نشان میدهد که افزایش شدت جریان قوس کاتد

⁴ Arc Ion Plating (AIP)

⁵ Macroparticles

¹ Hot corrosion

² Physical Vapor Deposition (PVD)

³ Arc-Physical Vapor Deposition (Arc-PVD)

ض خامت پوش ش را افزایش می دهد، ولی همزمان احتمال حضور ماکروذرات بر پوشش را زیاد می کند. همچنین تغییر اندازه تارگت روی چگالی پلاسما و کیفیت پوشش تاثیرگذار است [۱۰]. علاوه بر این با تغییر مقدار ولتاژ بلیاس زیرلایه می توان ترکیب شیمیایی پوشش و فازهای موجود در پوشش را کنترل نمود. بنابراین هدف از پژوهش حاضر، اعمال پوشش NiCoCrAly بر سوپرآلیاژ پایه نیکل ۲۰۰ Mar-M به روش رسوب فیزیکی بخار با تبخیر قوس کاتدی و نیز بررسی تاثیر شدت جریان قوس، اندازه تارگت فلزی (مواد اولیه) و ولتاژ بایاس بر میزان عیوب، ضخامت، مورفولوژی و ترکیب شیمیایی پوشش است.

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از سوپرآلیاژ Mar-M ۲۰۰ یا PWA۱۴۲۲ استفاده شد و ترکیب شیمیایی این آلیاژ طبق استاندارد ASTM ۵۴۰۷ در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ Mar-M ۲۰۰ بر حسب درصد وزنی

درصد وزنی عناصر (wt%)						
Ni	Co Cr W		Al			
فلز پايه	۹–۱۱	۸-۱۰	11.0-18.0	4.VQ-0.70		
Si	Ti	Fe	С	Nb		
۲. •	1 20-2 20	۱.۵	• \7_• \7	· VA-1 TA		
حداكثر	1.20-1.10	حداكثر	•	·		
Mn	S	Cu	В	Zr		
۲. •	•.•10	۰.۱	\ ٢			
حداكثر	حداكثر	حداكثر	,=••	·		

نمونهها به شکل ورق در ابعاد ۳۰ ۳۰×۳۰ و با ضخامت ۲ mm از جنس سوپر آلیاژ ۲۰۰ Mar-M تهیه شد. نمونهها پس از برش با روش وایرکات از شماره ۶۰ تا ۵۰۰۰ سنباده زدنی شدند. سپس نمونهها با پودر ۹۱۲۵-۳µm, alpha-Al از بولیش-کاری شدند.

در ادامه نمونه ها توسط فرایند میکروبلاست تر تا زبری میانگین μm ۲/۰ آماده سازی شدند. به منظور چربی زدایی، نمونه ها در حمام فرا صوت با محلول های اتانول و استون تمیز کاری شدند. برای انجام پوشش دهی به روش Arc-PVD ماده اولیه تارگت به قطر ۸ سانتی متر از جنس پودر ۲–Amdry ۳۶۵ و با ترکیب به قطر ۸ سانتی متر از جنس پودر ۲–Mdry ۲۶۵ و با ترکیب این پودر توسط روش کوانتومتری تعیین و نتایج در جدول ۲ آورده شده است.

جدول ۲. نتایج آزمون کوانتومتری از پودر اولیه و تارگت

درصد وزنی (wt%)	Ni	Co	Cr	Al	Y
پودر ۲-Amdry ۳۶۵	۴۸	۵.۳۳	١٧	11.7	۳. •
تارگت ساخته شده	۴۸	V.77	18.0	١٢	۶. •

برای انجام فرایند پوششدهی از دستگاه AIP مدل DS&CA۶۰۱ مستقر در شرکت دانش بنیان فناوران سخت آرا استفاده شد. فرایند پوشش دهی مطابق متغیرهای زیر در دو مرحله صورت گرفت. در مرحله اول به منظور تمیزکاری و حذف هرگونه آلودگی احتمالی از روی سطح قطعات، بمباران یونی^۲ شامل تخلیه نورانی و اچ فلزی، و در مرحله دوم فرآیند اعمال پوشش روی سطح قطعات انجام شد. با شروع مرحله پوشش دهی خلاء محفظه به ۱۰۲^{-۵}×۴ رسید. پوشش دهی در ولتاژهای بایاس ۱۰۸۰ و ۲۴۰ ولت، دمای حدود د

² Ion Bombardment

¹ Spark Plasma Sintering (SPS)

درجه سلسیوس و به مدت ۲ ساعت انجام شد. پس از پایان فرایند، ۴۵ دقیقه فرصت داده شد تا دمای محفظه تا زیر ۸۰ درجه سلسیوس کاهش یابد.

با توجه به نقش شدت جریان قوس روی مشخصات پوشش از جمله مورفولوژی و ریزساختار، تعداد و اندازه ماکروذرات و همچنین نرخ پوششدهی، در این پژوهش مقدار شدت جریان قوس ۸۰ و ۱۱۰ آمپر در نظر گرفته شد. برای سهولت تحلیل نتایج، در جدول ۳ متغیرهای فرآیند پوششدهی و نحوه نام گذاری نمونهها در این پژوهش آورده شده است.

 1250
 1000

 ٢
 1000

 ٢
 750

 ٢
 500

 ٢
 500

 ٢
 0

 0
 120

 250
 0

 0
 120

 240
 360

 480
 600

 7
 120

 240
 360

 480
 600

 120
 240

 360
 480

 600
 720

 1
 120

 240
 360

 240
 360

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 360
 480

 37
 500

 300
 500

 300
 500

اندازهها گزارش شد. روش اول برای محاسبه افزایش وزن

نمونهها پس از پوششدهی توسط ترازوی دیجیتال با دقت

یکدهم میلیگرم انجام شد و روش دوم ضخامت پوششها

توسط ميكروسكوپ الكتروني روبشي اندازه گيري شد.

در ادامه به منظور بررسی ریزساختار و مورفولوژی پوشش با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل ۶۰۰ Siemens و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM¹) مدل میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM¹) مدل سطح مقطع پوشش ها تهیه شد. همچنین به منظور بررسی نحوه توزیع عناصر اصلی موجود در پوشش، با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به طیف سنج EDS از فازهای موجود در پوشش ها، آزمون پراش پرتو ایکس با استفاده از دستگاه Enel مدل ۶۰۰۰ کرفت. برای شناسایی استفاده از دستگاه Enel مدل ۲۰۰۰ در از کا تا استفاده از دستگاه In در محدوده زاویه (۲۹) از ۱۵ تا ۹۰ درجه انجام شد. برای تحلیل نتایج آزمون DRX از نرمافزار XPert نمونهها توسط نرم افزار Upex اندازه بلورک در همه نمونهها توسط نرم افزار Upex اندازه گیری و گزارش شد. جدول ۳. متغیرهای فرآیند پوششدهی در پژوهش حاضر

زمان فرایند (min)	دمای فرایند (C ^o)	چرخه کار (%)	ولتاژ قوس كاتدى (v)	ولتاژ باياس زيرلايه (v)	شدت جريان قوس (A)	متغير
۱۵	۲۰۰	٣٠		-^		تخليه نوراني
۱۵	77.	۵۰	٣.	_٩	11.	اچ فلزي
17.	۲۳۰	۳۵	٣.	-14.	٨٠	ΑΛ•ΒιΛ•
17.	۲۳۰	۳۵	٣٠	-74.	٨٠	Αλ·Βτ۴·
17.	۲۳۰	۳۵	٣٠	-14.	11.	Αιι•Βι
17.	۲۳۰	۳۵	٣.	-74.	11.	Αιι・Βτ۴۰

همچنین برای دستیابی به فازهای مدنظر، کاهش عیوب و افزایش استحکام چسبندگی پوشش به زیرلایه، نمونهها در دمای ۱۰۵۰ درجه سلسیوس و به مدت ۲ ساعت در کوره خلاء عملیات حرارتی آنیل شدند. در شکل ۱ چرخه عملیات حرارتی مورد استفاده آورده شده است. برای تعیین دقیق ضخامت پوشش دو روش مد نظر قرار گرفت و میانگین

¹ Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)

هد

در

مختلف ثابت شده که اثر حضور ماکروذرات بر رفتار خوردگی پوشش ممکن است، متفاوت باشد [۱۱–۱۲]. در تشکیل ماکروذرات، دو عامل شدت جریان قوس (A) و ولتاژ بایاس زیرلایه (V) بهطور مستقیم تاثیرگذار هستند. با افزایش شدت جریان قوس، دمای سطح تارگت بهصورت موضعی افزایش مى يابد [١٣]. اين يديده، احتمال كنده شدن ذرات درشت به-صورت ذوب شده از روی سطح تارگت را افزایش میدهد. این ذرات ذوب شده عموماً کروی شکل بوده و اندازه آنها به ۵۰ میکرومتر هم میرسد (شکل ۳). لذا با افزایش شدت جریان، اندازه و تعداد ماکروذرات افزایش می یابد [۱۴–۱۵].

که می تواند موجب افت خواص مکانیکی و رفتار خوردگی این پوششها در شرایط عملکردی شود. اگر چه در تحقیقهای



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی در حالت الکترون ثانویه از سطح پوشش های الف) AANBIAN ، ب) AANBIAN ، ج) ANNBIAN و د) A11.B14.

اتمهای خنثی مربوط شود که از سطح تارگت به سمت زیرلایه در حال انتقال هستند. برخورد این ذرات باردار با ماکروذرات باعث القای بار الکتریکی در ماکروذرات می شود. باید توجه داشت در این موضوع نقش الکترونها نسبت به یونها بیشتر است، چون سهم جرمی الکترونها در پلاسما به مراتب بیشتر از یونهاست. لذا هالهای از بار منفی در اطرف ماکروذرات ایجاد می شود. در طرف مقابل در ولتاژ بایاسهای بالا حلقه پلاسما روی سطح قطعه ایجاد می شود [۱۸].

بنابراین هنگامی که ماکروذرات با بار منفی نزدیک به سطح پوشش میشوند، یک نیروی دافعه در سطح پوشش ایجاد شده که مانع نشست آنها میشود. در ولتاژ بایاسهای منفیتر این نیروی دافعه بیشتر بوده و لذا موجب میشود تعداد ماکروذرات در پوشش کاهش یابد [۱۴–۱۶]. در تصاویر ارائه شده در شکل ۲ به خوبی میتوان این موضوع را ملاحظه نمود. همانطور که در شکل ۲ نیز ملاحظه می شود در حالتی که شدت جریان ۱۱۰ آمپر تنظیم شده است، اندازه و تعداد ماکروذرات در هر دو ولتاژ بایاس ۱۸۰ – و ۲۴۰ – ولت بیشتر است. از سوی دیگر تحقیقات نشان می دهد که ولتاژ بایاس های نسبتاً پایین، حضور ماکروذرات را تشدید می کند [۱۶]. با افزایش مقدار منفی ولتاژ بایاس زیرلایه اندازه و چگالی ماکروذرات کاهش می یابد. در توضیح این موضوع دو علت قابل ذکر است، اول تاثیر بمباران یونی و دیگری نیروی دافعه الکتریکی می باشد [۱۷]. پیش تر بیان شد که در ولتاژ بایاس های بالا یونهای پرانرژی سطح پوشش را در معرض بمباران شدید قرار می – شدید باعث می شود آنها از روی سطح جدا شوند و در نتیجه تعداد آنها کاهش می یابد. دلیل دیگر می تواند به تاثیرات بین



شکل ۳. تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی در حالت الکترون ثانویه و حضور ماکروذرات در سطح پوشش NiCoCrAlY.

پژوهش برای اعمال پوششها از دو تارگت (مواد اولیه) متفاوت با قطرهای تقریبی ۵۰ و ۸۰ میلیمتر استفاده شد. برای این منظور، شدت جریان در ۸۰ آمپر و ولتاژ بایاس زیرلایه در ۱۸۰- ولت ثابت در نظر گرفته شد (نمونه ۸۰۰B۱۸۰). به ۲. اندازه سطح تارگت فلزی (مواد اولیه)
 یکی دیگر از پارامترهای تاثیر گذار در کیفیت نهایی پوشش، اندازه سطح تارگت فلزی مورد استفاده میباشد. در این از سوی دیگر افزایش سطح تارگت در یک شدت جریان ثابت موجب افزایش چگالی پلاسمای داخل محفظه دستگاه شده که خود موجب بهبود کیفیت پوشش برای کاربردهای صنعتی می-شود [۱۹].

۳. بررسی ریزساختار و نرخ پوششدهی

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی در حالت الکترون برگشتی' سطح مقطع نمونههای پوششدار در ولتاژ بایاس ۲۴۰ ولت نشان می دهد. همانطور که در تصاویر SEM دیده میشود، وجود عیوبی شبیه حفره و تخلخل در سراسر پوشش اجتناب ناپذیر است (مناطق مشخص شده با فلش). یکی از دلایل مهم ایجاد این تخلخلها کنده شدن ماکروذرات از روی سطح در حین فرایند پوششدهی است که پیوند ضعیف دارند و می توانند خواص مکانیکی پوشش را در شرایط سرویس تحت تاثیر قرار دهند [۲۰]. علاوه بر این در شدت جریان قوس ۱۱۰ آمپر تعداد این حفرهها بیشتر از زمانی است که شدت جریان ۸۰ امپر انتخاب شده است. این موضوع به علت افزایش انرژی نقطه ای قوس، تولید ماکروذرات بیشتر و کنده شدن این ذرات در اثر پیوند ضعیف با زمینه می باشد [۱۵]. همچنین دیده می شود که با افزایش شدت جریان قوس ضخامت پوشش افزایش می یابد، زیرا با افزایش شدت جریان قوس نرخ کنده شدن ذرات از روی سطح تارگت بیشتر می شود و به تبع آن چگالی پلاسما در محفظه افزایش مییابد، لذا ضخامت پوشش بیشتر میشود (شکل ۵ را ملاحظه نمایید). از سوى ديگر با افزايش ولتاژ باياس، تعداد اين حفرات كاهش مىيابد، اين موضوع به دليل بمباران قوى يونى زيرلايه در ولتاژ بایاس های بالاست که باعث می شود ساختار پوشش متراکم و تخلخل پوشش تا حدی کاهش یابد [۲۱–۲۳]. همچنین در

منظور مقایسه ویژگیهای ریزساختاری دو نمونه، تصاویری از سطح پوششها تهیه و در شکل ۴ نمایش داده شده است. همانطور که در تصاویر میکروسکوپی نوری نیز مشاهده می-شود، پوشش دهی با تارگت ۵۰ میلیمتری منجر به تشکیل ماکروذرات با اندازه بزرگتر شده است. در حالی که در پوشش ایجاد شده با تارگت ۸۰ میلیمتری اندازه این عیوب کاهش یافت. در توضیح این موضوع باید بیان داشت که در یک شدت بریان قوس ثابت زمانی که سطح تارگت پوشش دهی بزرگتر استفاده می شود، موجب کاهش چگالی جریان روی سطح شده و نتیجه دمای موضعی سطح تارگت کاهش مییابد. لذا این عامل سبب کاهش اندازه و تعداد ماکروذرات در پوشش شد.



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپی نوری از اندازه ماکروذرات در نمونه A۸۰B۱۸۰ در دو حالت مختلف، الف) استفاده از تارگت ۵۰ میلیمتری و ب) استفاده از تارگت ۸۰ میلیمتری.

¹ Back Scattered Electron (BSE)

ولتاژ بایاس های بالاتر برخی از ذرات تبخیری پر انرژی پس از برخورد به سطح قطعه از روی سطح باز می گردند. این ذرات مانعی برای رسیدن سایر ذراتی هستند که میخواهند خود را

به سطح قطعه برسانند و لذا پدیده کندوپاس ثانویه منجر به کاهش ضخامت پوشش میشود.



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی در حالت الکترون برگشتی از سطح مقطع نمونههای الف) A۸۰B۲۴۰ و ب) A۱۱۰B۲۴۰.



شکل ۶. طرحواره پدیده کندوپاش ثانویه در ولتاژهای بایاس بالا در فرایند پوششدهی به روش تبخیر قوس کاتدی [۲۷].

در واقع با افزایش ولتاژ بایاس زیرلایه احتمال وقوع پدیده کندوپاش ثانویه افزایش مییابد [۲۴–۲۵]. طرحواره این پدیده در شکل ۶ نمایش داده شده است. البته تحقیقات نشان میدهد تغییرات ضخامت پوشش با ولتاژ بایاس زیرلایه کاملا خطی نیست. لذا تاثیر ولتاژ بایاس زیرلایه روی پراکنش اتمهای تبخیری و ضخامت پوشش پیچیده به نظر میرسد [۲۶,۸]. به منظور مقایسه، ضخامت پوشش در نمونههای مختلف پژوهش حاضر، بهصورت نمودار میلهای در شکل ۷ ارائه شده است.

¹ Re-sputtering



شکل ۷. نمودار میلهای ضخامت نمونههای پوشش پس از ۲ ساعت پوششدهی.

۴. بررسی تغییرات ترکیب شیمیایی و مطالعه فازی به منظور بررسی ترکیب شیمیایی مناطق تیره و روشن در پوشش نمونه A۱۱۰B۲۴۰، از آزمون EDS استفاده شد. همانطورکه در شکل ۸ مشاهده می شود، مناطق روشن محلول جامد (γ-Ni) هستند، در حالی که مناطق تیره غنی از عنصر Al می باشند (Ni₃Al).



شکل ۸ تصویر میکروسکوپی الکترونی در حالت الکترون برگشتی از سطح مقطع نمونه Α۱۱۰Β۲۴۰ و شناسایی فازهای γ و ′γ.

در جدول ۴ نتیجه آزمون EDS مربوط به این نواحی نیز آورده شده است.

جدول ۴. آنالیز شیمیایی مربوط به مناطق تیره و روشن در نمونه A۱۱۰B۲۴۰

فاز	Y	Al	Cr	Co	Ni	عنصر /در صد ۰: (۱۹۴۷)
γ-Ni	۵. •	۵	10.V	٨.77	۵۶	وربی (۱۳۷) نواحی روشن
γ'-Ni ₃ Al	•.9	19	17.4	١٨	۵۳	نواحي تيره

برای شناسایی فازهای موجود در نمونههای پوشش و همچنین بررسی اثر شدت جریان قوس، آزمون پراش پرتو ایکس از سطح نمونههای ۸۸۰۰B۲۴۰ و ۸۱۰۰B۲۴۰ انجام شد و نتایج آن در شکل ۹ آورده شده است. همانطور که در نمودارهای پراش ملاحظه می شود، پوشش ها عمدتاً شامل فازهای پراش ملاحظه می شود، پوشش ها عمدتاً شامل فازهای (Ni₃Al (96-900-8803) γ -Ni (96-901-3031) م-Cr (00-006-0694) م. (-000-006-004) (96-901-2946) م. (-000-006-004)



شکل ۹. الگوی پراش پرتو ایکس از سطح نمونههای پوششدار در ولتاژ بایاس ۲۴۰ ولت و شدت جریانهای قوس مختلف ۸۰ و ۱۱۰ آمپر.

در مطالعات دیگران [۲۸،۶–۲۹] نیز حضور فازهای $\gamma / \gamma e$ β در این پوششها تایید شده است. همچنین شن eهمکارانش [۳۰] حضور فاز α -Cr را در این پوششها تایید کردهاند.

با افزایش میزان جریان قوس کاتد به شدت پیکهای Ni-γ، Ni₃Al - γ و Co-۵ افزوده و در عوض از شدت پیک فازهای a-Cr و AC(CoCr) - β کاسته شد. دلیل این موضوع افزایش انرژی قوس پلاسما و حضور یونهای پرانرژی در هاله پلاسما است [۱۴]. این موضوع میتواند دلیلی باشد که باعث میشود در شدت جریانهای بالاتر احتمال حضور عناصری مانند نیکل بیشتر بوده و برعکس با توجه به سبکتر بودن اتمهای آلومینیوم رخ دهد.

محاسبه اندازه بلورک

یکی دیگر از پارامترهایی که تحت تاثیر مقدار شدت جریان قوس و ولتاژ بایاس زیرلایه است، اندازه بلورک در پوشش میباشد. مطالعات نشان میدهد افزایش شدت جریان قوس و کاهش ولتاژ بایاس زیرلایه هر دو میتواند موجب کاهش اندازه بلورک شود [۱۴]. برای بررسی این موضوع از روش ویلیامسون-هال (W-h)^۲ اندازه بلورکهای پوشش در نمونه-ها اندازه گیری و نتایج آن در جدول ۵ آورده شده است.

جدول ۵. اندازه بلورک در نمونههای پوششدار به دو روش شرر و

نمونه	H (deg)	β (rad)	D (nm) Sch	D (nm) W-h
AA·BIA·	71.17	•.•10	٩	۵. ۲۰
Αιι・Βιλ・	61.17	•.•1٨	٧٨	١٨
AA·BYF.	۲۲.۰۳	•.•17	١٢	74.7
AII.BYF.	Y1.9V	•.•14	۱۰.۷	Y1.V

ويليامسون-هال

² Williamson-hall (W-h) method

مقدار β اندازه گیری و با در اختیار بودن زاویه پراش، اندازه بلورک محاسبه شد. اگرچه روش شرر^۲ نیز برای اندازه بلورک استفاده می شود، ولی به دلیل اینکه در این روش عواملی مانند کرنش های شبکه را در محاسبه اندازه بلورک لحاظ نمی کند، چندان دقیق نیست و بنابراین در این مطالعه اندازه بلورک توسط هر دو روش اندازه گیری و مقایسه شدند (جدول ۵).

رابطه ويليامسون-هال:
$$eta Cos(heta) = rac{K\lambda}{D} + 4arepsilon Sin(heta)$$

در رابطه، D اندازه بلورک، K فاکتور شکل و مقدار آن ۹.۰ است. λ طول موج پرتو ایکس با مقدار nm ۱۵۴۱۸ و پارامتر β پهنای پیک در نیمه ارتفاع بلندترین پیک الگوی پراش (FWHM) بر حسب رادیان است. با نرم افزار Upex



شکل ۱۰. اندازه بلورک در نمونههای پوششدار در شدت جریانهای ۸۰ و ۱۱۰ آمپر و در ولتاژ بایاسهای ۱۸۰- و ۲۴۰- ولت.

عیوبی مانند ماکروذرات و تخلخل بیشتر است. این عیوب می – توانند بهعنوان مراکز ترجیحی جوانهزنی عمل کنند و لذا موجب کاهش اندازه بلورک شوند [۱۹]. از سوی دیگر در ولتاژ بایاس های بیشتر، بمباران شدید یون ها در سطح قطعه رخ می – دهد که عاملی برای افزایش تحرک اتم ها و مهاجرت آنها به سمت مرزهای دانه است [۳۰–۳۲]. هر دو سازوکار موجب می شوند اندازه بلورک در ولتاژ بایاس ۱۸۰ – ولت کمتر بوده و با افزایش مقدار منفی ولتاژ بایاس تا ۲۴۰ – ولت اندازه بلورک افزایش یابد [۸] (شکل ۱۰). همانطور که در نمودار شکل ۱۰ ملاحظه می شود، افزایش شدت جریان قوس در هر دو ولتاژ بایاس ۱۸۰ و ۲۴۰ ولت موجب کاهش اندازه بلورک می شود. این موضوع به دلیل افزایش انرژی پلاسما و مقدار بمباران یونی در سطح می باشد که باعث کاهش اندازه بلورک می شود [۱۴]. در شکل ۹ نیز ملاحظه می شود افزایش شدت جریان قوس موجب افزایش نسبی پهنای پیک در نیمه ارتفاع بلندترین پیک شده که خود بیانگر کاهش اندازه بلورک است.

اما اثر ولتاژ بایاس زیرلایه بر اندازه بلورک قابل بحث است. در بخشهای قبل اشاره شد که در ولتاژ بایاسهای کم، چگالی

² Scherrer method

¹ Full width at half maximum (FWHM)

در پایان لازم به ذکر است که اهمیت کاربرد پوششهای NiCoCrAIY بهدلیل خواص دمای بالای آنها می باشد که این خواص تحت تاثیر عواملی مانند ریزساختار، مورفولوژی پوشش، زبری سطح، چگالی عیوب، چسبندگی و ترکیب شیمیایی پوشش است. در تحقیق پیشین [۸] که توسط تیم پژوهشی حاضر انجام شد، تاثیر برخی از این عوامل بر رفتار «خوردگی داغ» پوشش در شرایط کاربردی مطابق استاندارد، مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد هرچه چگالی عیوب ماکروذرات و تخلخل در پوشش پایین تر باشد و در عین حال ضخامت پوشش بالاتر و زبری سطح کمتر باشد، مقاومت به نخوردگی داغ نمونهها بهبود می یابد [۸]. اما در پژوهش حاضر سعی شد، بررسی شود که چه عواملی (از جمله شدت جریان قوس کاتد، ولتاژ بایاس زیرلایه و اندازه سطح تارگت) بر میزان میوب تاثیرگذار است تا بتوان از نتایج آن در کاربردهای صنعتی دما بالا مانند پرههای ناحیه داغ توربین گازی بهره جست.

نتيجه گيرى

- ۱. با افزایش شدت جریان قوس، تعداد و اندازه ماکروذرات و نیز میزان تخلخل در پوشش افزایش مییابد و بالعکس با افزایش میزان ولتاژ بایاس زیرلایه، اندازه و تعداد آن کاهش مییابند.
- ۲. با افزایش شدت جریان قوس به علت بالاتر بودن انرژی نقطهای قوس و چگالی پلاسما، ضخامت پوشش و نرخ پوشش دهی افزایش مییابد. اما بالعکس افزایش ولتاژ بایاس موجب کاهش نرخ پوشش دهی می شود.
- ۳. پوشش های NiCoCrAlY شامل فازهای N·γ۰Ni
 ۳. پوشش های A·Cr ، α-Co ، γ′-Ni₃Al و α-Cr ، α-Co
 ۱۹ افزایش شدت جریان قوس از ۸۰ به ۱۱۰ آمپر موجب افزایش شدت پیکهای γ۰Ni

در عوض شدت پیکهای α-Cr و β-(CoCr)Al کاهش یافت.

- ۴. افزایش شدت جریان قوس از ۸۰ به ۱۱۰ آمپر موجب
 کاهش اندازه بلورک می شود، این موضوع به دلیل افزایش
 انرژی پلاسما و مقدار بمباران یونی در سطح است. در
 حالی که در یک شدت جریان ثابت، افزایش ولتاژ بایاس
 از ۱۸۰ به ۲۴۰ ولت باعث افزایش اندازه بلورک می –
 شود.
- ۵. در بین نمونه های پوشش دار نمونه A110B240 چگالی عیوب نسبتاً پایین و ضخامت پوشش نسبتاً بالاتر دارد. لذا برای کاربردهای صنعتی در دمای بالا از جمله پرههای ناحیه داغ توربین های گازی می تواند خواص مناسب تری را ایجاد نماید.

منابع:

[1] J. D. Mattingly and K. M. Boyer, "Elements of Propulsion: Gas Turbines and Rockets", Second Edition. 2016.

[2] B. M. M. Hetmańczyk, L. Swadźba, "Advanced materials and protective coatings in aero-engines application," J. Achiev. Mater. Manuf. Eng., vol. 24, no. 1, pp. 372–381, 2007.

[3] D. Driver, D. W. Hall, and G. W. Meetham, "The Development of Gas Turbine Materials", 1981.

[4] O. Knotek, E. Lugscheider, F. Löffler, W. Beele, and C. Barimani, "Arc evaporation of multicomponent MCrAlY cathodes," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 74–75, pp. 118–122, 1995.
[5] H. Q. Li, Q. M. Wang, S. M. Jiang, J. Gong, and C. Sun, "Ion-plated Al-Al2O3 films as diffusion barriers between NiCrAlY coating and orthorhombic-Ti2AlNb alloy," *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 5, pp. 1668–1674, 2010.

[6] M. H. Guo, Q. M. Wang, J. Gong, C. Sun, R. F. Huang, and L. S. Wen, "Oxidation and hot corrosion behavior of gradient NiCoCrAlYSiB coatings deposited by a combination of arc ion plating and magnetron sputtering techniques," *Corros. Sci.*, vol. 48, no. 9, pp. 2750–2764, 2006. chromium nitride coatings using vacuum arc plasma in increased negative substrate bias voltage," *Vacuum*, vol. 117, pp. 27–34, 2015.

[18] M. Huang, G. Lin, Y. Zhao, C. Sun, L. Wen, and C. Dong, "Macro-particle reduction mechanism in biased arc ion plating of TiN," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 176, no. 1, pp. 109–114, 2003.

[19] Y. Lv, L. Ji, X. Liu, H. Li, H. Zhou, and J. Chen, "Influence of substrate bias voltage on structure and properties of the CrAlN films deposited by unbalanced magnetron sputtering," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, no. 8, pp. 3864–3870, 2012.

[20] R. Severens, J. Bastiaanssen, and D. Schram, "High-quality a-Si:H grown at high rate using an expanding thermal plasma," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 97, no. 1, pp. 719–722, 1997.

[21] M.L.C.Vent'e, D.G.E.Arbel'aez,

J.M.Rocha, G.C.M.Rodr'iguez, A.E.G.Ovalle, J. G.Hern'andez, "Effect of Graded Bias Voltage on the Microstructure of arc-PVD CrN Films and its Response in Electrochemical & Mechanical Behavior," Mater. Sci. Eng., 2018.

[22] P. J. Kelly and R. D. Arnell, "Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications," *Vacuum*, vol. 56, no. 3, pp. 159–172, 2000.

[23] R. Zhang, Y. Liu, C. Wang, F. Cao, Q. Fan, and T. Wang, "Structure and Properties of Arc Ion Plating Deposited AlCrSiN Coatings Controlled by Pulsed Bias Voltage," *Metals (Basel).*, vol. 13, no. 8, p. 1448, 2023.

[24] F. Aliaj, N. Syla, S. Avdiaj, and T. Dilo, "Effect of bias voltage on microstructure and mechanical properties of arc evaporated (Ti, Al)N hard coatings," *Bull. Mater. Sci.*, vol. 36, no. 3, pp. 429–435, 2013.

[25] H. Elmkhah, T. F. Zhang, A. Abdollahzadeh, K. H. Kim, and F. Mahboubi, "Surface characteristics for the TiAlN coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering technique at the different bias voltages," *J. Alloys Compd.*, vol. 688, pp. 820–827, 2016.

[26] M. Zhang, G. Lin, G. Lu, C. Dong, and K. H. Kim, "High-temperature oxidation resistant (Cr, Al)N films synthesized using pulsed bias arc ion plating," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 254, no. 22, pp. [7] B. Wang, J. Gong, C. Sun, R. F. Huang, and L. S. Wen, "The behavior of MCrAlY coatings on Ni3Al-base superalloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 357, no. 1–2, pp. 39–44, 2003.

[8] M. Kheyrodin, F. Mahboubi, and H.Elmkhah, "The Effect of Negative Bias Voltage on the Microstructure and Hot Corrosion Behavior of Heat-treated NiCoCrAIY Coatings Applied Via the Cathodic Arc Evaporation Physical Vapor Deposition Method," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 33, pp. 283–300, 2023.

[9] J. Vetter, "MCrAIY coatings deposited by cathodic vacuum arc evaporation," *J. Adv. Mater.*, vol. 31, no. 2, pp. 41–47, 1994.

[10] R. L. Boxman and S. Goldsmith, "Macroparticle contamination in cathodic arc coatings: generation, transport and control," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 52, no. 1, pp. 39–50, 1992.
[11] U. K. Wiiala, I. M. Penttinen, A. S. Korhonen, J. Aromaa, and E. Ristolainen, "Improved corrosion resistance of physical vapour deposition coated TiN and ZrN," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 41, no. 2, pp. 191–204, 1990.

[12] S. G. Wang, X. De Bai, B. C. Wang, and Y. D. Fan, "The positive roles of metallic droplets in deposition of alloy films by cathodic arc plasma deposition," *J. Mater. Res.*, vol. 11, no. 5, pp. 1137–1143, 1996.

[13] C. X. Tian, C. W. Zou, Z. S. Wang, B. Yang, and D. J. F. Vasuliy, "Influence of Cathodic Arc Current on Structure, Mechanical and Tribological Properties of TiC / a-C : H Nano-multilayer Coatings," vol. 16, no. 4, pp. 259–269, 2020.

[14] R. Lan, C. Wang, Z. Ma, G. Lu, P. Wang, and J. Han, "Effects of arc current and bias voltage on properties of AlCrN coatings by arc ion plating with large target," *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 11, 2019.

[15] Y. Xiang and C. Zou, "Effect of Arc Currents on the Mechanical, High Temperature Oxidation and Corrosion Properties of CrSiN," *Coatings*, vol. 12, p. 40, 2022.

[16] X. S. Wan, S. S. Zhao, Y. Yang, J. Gong, and C. Sun, "Effects of nitrogen pressure and pulse bias voltage on the properties of Cr-N coatings deposited by arc ion plating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 204, no. 11, pp. 1800–1810, 2010.

[17] V. D. Ovcharenko *et al.*, "Deposition of

coatings: Microstructure and oxidation behavior," *Corros. Sci.*, vol. 94, pp. 294–304, 2015.

[31] L. Guoqiang, B. Xiao, D. Chuang, and W. Lishi, "Substrate temperature calculation for pulsed bias arc ion plating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 194, no. 2–3, pp. 325–329, 2005.

[32] P. Patsalas, C. Charitidis, and S. Logothetidis, "The effect of substrate temperature and biasing on the mechanical properties and structure of sputtered titanium nitride thin films," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 125, no. 1–3, pp. 335–340, 2000.

7149–7154, 2008.

[27] J. Margueritat, "Optical and vibrational properties of new Nano-Designed materials produced by pulsed laser deposition," Universit'e Paul Sabatier, 2008.

[28] A. Feizabadi, M. Salehi Doolabi, S. K. Sadrnezhaad, and M. Rezaei, "Cyclic oxidation characteristics of HVOF thermal-sprayed NiCoCrAlY and CoNiCrAlY coatings at 1000 °C," *J. Alloys Compd.*, vol. 746, pp. 509–519, 2018.

[29] X. Tan, X. Peng, and F. Wang, "The effect of grain refinement on the adhesion of an alumina scale on an aluminide coating," *Corros. Sci.*, vol. 85, pp. 280–286, 2014.

[30] M. Shen, P. Zhao, Y. Gu, S. Zhu, and F. Wang, "High vacuum arc ion plating NiCrAlY