

Research Paper**Investigating the Morphology and Build of Cu-Ni₃Al-MoS₂ Composite Coating by Physical Vapor Deposition Method*****Mahdi Mirzaaghaei¹, Mohammad Hosein Enayati², Mahdi Ahmadi³**

1- MSc. Student, Department of Materials Engineering, School of Materials Engineering, Naghshe Jahan University, Isfahan, Iran.

2- Professor, Department of Materials Engineering, School of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran.

3- PHD Candidate, School of Materials Engineering, Maleke-Ashtar University of Technology, Isfahan, Iran.

Citation: Mirzaaghaei M, Enayati MH, Ahmadi M. Investigating the Morphology and Build of Cu-Ni₃Al-MoS₂ Composite Coating by Physical Vapor Deposition Method. Metallurgical Engineering. 2016; 19(1):67-77. <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.31640.1046>**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.31640.1046>**ABSTRACT**

In this study the structure of Cu-Ni₃Al-MoS₂ composite coating using physical vapor deposition have been investigated. It is expected, the use of this coating for operation in dry conditions and different temperatures, provides good abrasion resistance and lead to increase the life time of components while maintaining the economic efficiency. Because of the presence of the employed elements, Cu-Ni₃Al-MoS₂ coating has a good lubrication and conductivity properties with hard structure. This coating is used in aviation industries in cases, where surfaces slip to each other. For this purpose Target tablets containing Ni₃Al-wt.30% MoS₂ with a copper substrate were prepared using magnetron dispersion of composite coating Cu-Ni₃Al-MoS₂ structure was created on 4340 steel substrate. Coatings were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and roughness measurement test (RT). The hard cover was calculated, by the Vickers microhardness measurement of Cu-Ni₃Al-MoS₂ about 380 HV over 25 g load. During the study, it was demonstrated that this coating has a good adhesion and morphology with substrate.

Key words: Composite coating, Magnetron sputtering, Morphology, Ni₃Al, MoS₂*** Corresponding Author:****Mahdi Mirzaaghaei, MSc.****Address:** Department of Materials Engineering, School of Materials Engineering, Naghshe Jahan University, Isfahan, Iran.**Tel:** +98 (937) 3839115**E-mail:** mahdymirzaaghaei@yahoo.com

ساخت و بررسی مورفولوژی پوشش کامپوزیتی $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ با استفاده از روش رسوب فیزیکی بخار

* مهدی میرزاآقایی^۱، محمدحسین عنایتی^۲، مهدی احمدی^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی مواد، مؤسسه آموزش عالی نقش جهان اصفهان، اصفهان، ایران.
۲- استاد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران.
۳- دانشجوی دکترا، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، اصفهان، ایران.

چکیده

در این پژوهش به ساخت و بررسی ویژگی پوشش کامپوزیتی $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ با روش رسوب فیزیکی بخار انجام شده است. جهت ساخت این پوشش با استفاده از روش پراکنش مگنترونی، از بهترین پارامترها برای ساخت پوشش استفاده شد. پوشش $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ با توجه به حضور عناصر به کار رفته از خواص روانکاری و رسانایی خوبی برخوردار بوده و در صنایع هوایی در نواحی و اتصالاتی که تحت لغزش قرار می گیرند به کار گرفته می شود. بدین منظور هدفی از کامپوزیت Ni_3Al به همراه ۳۰ درصد وزنی MoS_2 با بستر مسی تهیه و با روش کندوپاش مگنترونی پوشش کامپوزیتی نانو ساختار $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ بر روی زیرلایه فولادی ۴۳۴۰ ایجاد شد. شناسایی پوشش ها با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، بینابنمایی تفکیک انرژی (EDS) و آزمون زبری سنجی (RT) انجام پذیرفت. طبق نتایج حاصل از آنالیز فازی پراش از صفحات کریستالی (۱۱۱) و (۰۰۲) ماده Ni_3Al و Cu مشاهده شد و جهت اطمینان از حضور عناصر Mo و S در داخل پوشش، با توجه به پایین بودن نرخ پراکنش آن ها با استفاده از میکروآنالیز عنصری از نقاط مختلف پوشش بررسی شد. میزان سختی پوشش، با کمک دستگاه ریزسختی سنج ویکرز برای پوشش $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ در حدود $25 HV$ 380 طی ۲۵ گرم بارگذاری محاسبه شد. طی بررسی های صورت گرفته مشخص شد که پوشش ایجاد شده از مورفولوژی و چسبندگی خوبی با زیرلایه برخوردار است.

واژه های کلیدی: پوشش کامپوزیتی، پراکنش مگنترونی، مورفولوژی، Ni_3Al ، MoS_2

۱. مقدمه

همانند Al_2O_3 ، ZrO_2 و Si_3N_4 به همراه مواد خودروانکار جامد همانند گرافیت و مولیبدن دی سولفید [۱۲-۸]. در همه این ترکیب ها زمینه از سختی قابل ملاحظه ای در دمای بالا برخوردار است و حضور مواد جامد روانکار در این زمینه ها باعث افزایش مقاومت به ساییش و اصطکاک و به طور کلی بهبود خواص تریبولوژیک به خصوص در دمای بالا می شود.

مولیبدن دی سولفید در کامپوزیت های حاوی نقره و گرافیت یا مس جهت تماس های الکتریکی و لغزشی به کار گرفته می شود و ضریب اصطکاک پایینی نسبت به پوشش های سرب رسوب داده شده با استفاده از روش یونی دارند، این مسئله بیانگر این موضوع است که پوشش های ترکیبی حاوی MoS_2 به میزان قابل توجهی ضریب اصطکاک را کاهش می دهند و این مسأله باعث افزایش عمر قطعات با حفظ بهره وری اقتصادی می شود، به عنوان مثال کاربرد این پوشش ها در فضاپیماها باعث افزایش میزان راندمان نیروی تولید شده توسط باتری ها و سلول های خورشیدی در فضاپیماها می شود [۸].

یکی از روش های جدید و پر کاربرد که در چند دهه اخیر

پوشش های کامپوزیتی مسی از رسانایی الکتریکی و حرارتی خوبی برخوردار بوده و خواص مکانیکی و تریبولوژیک خوبی را از خود نشان می دهند [۳-۱]. این خاصیت اهمیت این پوشش ها را برای به کارگیری در قسمت هایی که نیاز به هدایت الکتریکی، حرارتی و مقاومت خوب ساییشی است را افزایش می دهد. بسیاری از تحقیق های اخیر نشان می دهند که حضور ترکیب های بین فلزی در داخل این پوشش های نرم به عنوان یک فاز استحکام دهنده عمل کرده و خواص ساییشی این پوشش ها را بهبود می بخشد [۷-۴].

توسعه مواد خودروانکار دما بالا برای به کارگیری در محیط ها و شرایط سخت همانند موتورهای پیشرفته جهت کار در دمای بالا و کارکرد طولانی و همچنین مقاوم در برابر ساییش و اصطکاک روبه گسترش است. این مواد خودروانکار جدید عبارتند از: ترکیب های خودروانکار دما بالای دارای زمینه Ni ، زمینه بین فلزی همانند Ni_3Al و $NiAl$ و زمینه سرامیکی

* نویسنده مسئول:

مهدی میرزاآقایی

نشانی: اصفهان، مؤسسه آموزش عالی نقش جهان، دانشکده مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد.

تلفن: ۳۸۳۹۱۱۵ (۹۳۷) ۰۹۸

پست الکترونیکی: mahdymirzaaghaei@yahoo.com

نیکل و آلومینیوم در نظر گرفته شد. سرعت دوران محفظه آسیاکاری ۳۵۰ دور بر دقیقه پس از طی ۴۰ ساعت با توجه به استفاده از عامل کنترل کننده فرآیند، اسید استتاریک به میزان ۱ درصد وزنی به کار گرفته شد.

معادله ۱.

$$n_A = \frac{(A \text{ ماده مول})}{n_T(n_A + n_B)} = \text{درصد اتمی } A$$

معادله ۲.

$$\text{درصد اتمی } A \times \text{جرم اتمی } A = \text{درصد وزنی } A$$

$$\text{درصد اتمی } B \times \text{جرم اتمی } B + \text{درصد اتمی } A \times \text{جرم اتمی } A = \text{درصد وزنی } A$$

محاسبه‌های مربوط به میزان پودرهای مورد نیاز برای ساخت ۲۰ گرم پودر Ni₃Al در زیر آمده است.

$$\text{at\%Al} = 1/4 \times 100 = \%25$$

$$\text{at\%Ni} = 3/4 \times 100 = \%75$$

$$\text{Wt\%Al} = \frac{0.25 \times 26.98}{0.25 \times 26.98 + 0.75 \times 58.29} = 13.28 \text{ gr}$$

$$\text{Wt\%Ni} = 100 \text{ gr} - 13.28 \text{ gr} = 86.72$$

$$\frac{100 \text{ gr}}{20 \text{ gr}} = \frac{86.74 \text{ gr}}{\text{Ni gr}} \rightarrow \text{Ni} = 17.35 \text{ gr}$$

$$\text{Al} = 20 \text{ gr} - 17.35 \text{ gr} = 2.65 \text{ gr}$$

آنالیز پودر ترکیب بین فلزی Ni₃Al

پودر ساخته شده با استفاده از آزمون پراش پرتو ایکس آنالیز شد تا از ساخت ترکیب بین فلزی Ni₃Al اطمینان حاصل شود. در این مرحله از دستگاه پراش مدل D8 ADVANCE، ساخت شرکت Bruker آلمان استفاده شد. پارامترهای عملیاتی این دستگاه مطابق جدول شماره ۱ تنظیم شد.

پس از اطمینان از ساخت پودر Ni₃Al، باقی مراحل نیز در همان شرایط انجام شد و در نهایت ۱۰۰ گرم پودر Ni₃Al تهیه شد.

نحوه ساخت تارگت دستگاه پراکنش مگنترونی

ساخت تارگت برای پوشش Cu-Ni₃Al-MoS₂

برای ساخت تارگت مورد نیاز جهت استفاده در دستگاه پراکنش مگنترونی ابتدا پنج قرص کامپوزیتی Ni₃Al-21/56 wt.30%MoS₂ تهیه شد به این ترتیب که ابتدا ۲۱/۵۶ گرم پودر Ni₃Al را با ۶/۴۳ گرم پودر MoS₂ با استفاده از دستگاه آسیاب به مدت ۴ دقیقه مخلوط کرده و با استفاده از دستگاه پرس مدل STM-250، ساخت شرکت SANTAM

در صنایع مختلف بسیار مورد توجه قرار گرفته است، ساخت این پوشش‌ها با استفاده از روش رسوب فیزیکی بخار است. رسوب فیزیکی و شیمیایی بخار امروزه جزو تکنولوژی‌های در دسترس جهت به کارگیری در صنایع مختلف می‌باشد [۱۴]. رسوب فیزیکی بخار یکی از فرآیندهای رسوب‌دهی در شرایط خلأ، برای ساخت پوشش‌های کامپوزیتی می‌باشد که یکی از روش‌های آن پراکنش مگنترونی است که در آن از یونیزه شدن گاز آرگون و بمباران تارگت مورد استفاده توسط یون‌های مثبت جهت رسوب‌دهی مواد از تارگت بر روی زیرلایه به کار گرفته می‌شود. فرآیند کندوپاش^۱ در سال ۱۸۴۲ میلادی پایه‌گذاری شد. در این سال، بررسی‌های گراو^۲ نشان داد که سطح جامدات در اثر برخورد یون‌های مثبت شتاب‌دار به آن‌ها، ساییده می‌شوند [۱۵-۱۷]. مهم‌ترین ویژگی این روش در مقایسه با روش‌های دیگر این است که در این روش سطح نهایی از صافی سطح بالایی برخوردار است، به همین منظور در این تحقیق پوشش Cu-Ni₃Al-MoS₂ با استفاده از روش پراکنش مگنترونی روی زیرلایه‌ها ایجاد شد و مشخصه‌یابی پوشش توسط پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف‌نگاری تفکیک انرژی (EDS)، آزمون ریزسختی‌سنجی (MHT) و آزمون زبری‌سنجی (RT) صورت پذیرفت. از WT%AL آورده شود.

۲. مواد و روش تحقیق

ساخت تارگت Cu-Ni₃Al-MoS₂

در این تحقیق از پودر نیکل با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد، پودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد ساخت شرکت مرک^۳ و پودر مولیبدن دی سولفید تهیه شده از کارخانه مس سرچشمه کرمان با اندازه ذرات حدود ۱۰۰ میکرومتر استفاده شد. جهت ساخت ترکیب Ni₃Al از روش آلیاژسازی مکانیکی^۴ تحت اتمسفر گاز خنثی آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ درصد استفاده شد. این ترکیب با نسبت استوکیومتری ۱ به ۳ با استفاده از دستگاه آسیاب سیاره‌ای مدل AS2-۶۰۰، درون محفظه‌ای از جنس فولاد باز پخت شده حاوی گلوله‌های فولادی کروم به قطر ۲۰ میلی‌متر با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰:۱ تهیه شد. طبق رابطه ۱، ابتدا میزان درصد اتمی عناصر Ni و Al محاسبه شد و سپس با استفاده از رابطه ۲ میزان درصد وزنی هر کدام از عناصر، برای ساخت ۱۰۰ گرم پودر Ni₃Al محاسبه شد و در آخر با توجه به حجم داخلی هر محفظه و با وجود ۲۰۰ گرم گلوله، در مجموع ۲۰ گرم پودر

1. Sputtering
2. Grove
3. Merck
4. Mechanical alloying

جدول ۱. پارامترهای عملیاتی دستگاه پراش پرتو ایکس در فازیابی نمونه‌های پودری.

آند	Co
طول موج	$1/7890 \text{ \AA}$
میزان هر گام	0.05 Deg/sec
زمان هر گام	0.5 Sec
زاویه شروع	20 Deg
زاویه پایان	$90-100 \text{ Deg}$

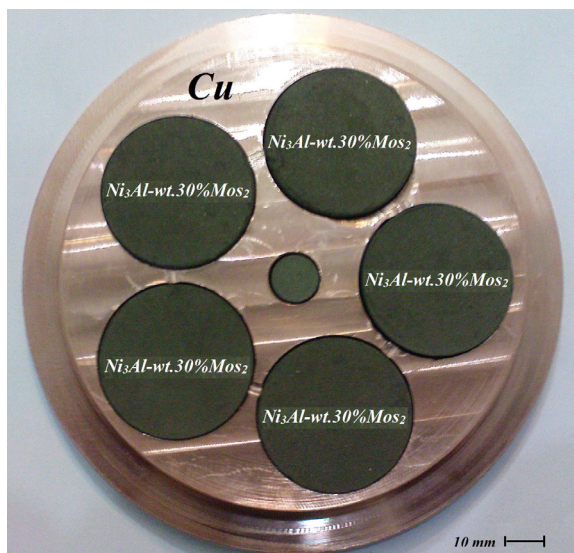
۳۳ میلی‌متر جهت تعبیه قرص‌های کامپوزیتی ایجاد شد. در تصویر شماره ۱ صفحه مسی به همراه نقشه طراحی آن و در تصویر شماره ۲ تارگت تهیه شده آورده شده است.

زیرلایه‌ها

در این تحقیق از فولاد ۴۳۴۰ که در صنایع هوایی برای ساخت محورها کاربرد دارد، به‌عنوان زیرلایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی اسمی این فولاد در جدول شماره ۲ نشان داده شده است [۲۳]. نمونه‌هایی به شکل دیسک به ضخامت $4/5$ میلی‌متر و قطر 50 میلی‌متر از میلگرد فولادی در شرایط آنیل تهیه شد. از این نمونه‌ها بعد از عملیات حرارتی و عملیات سطحی، به‌عنوان زیرلایه استفاده شد.

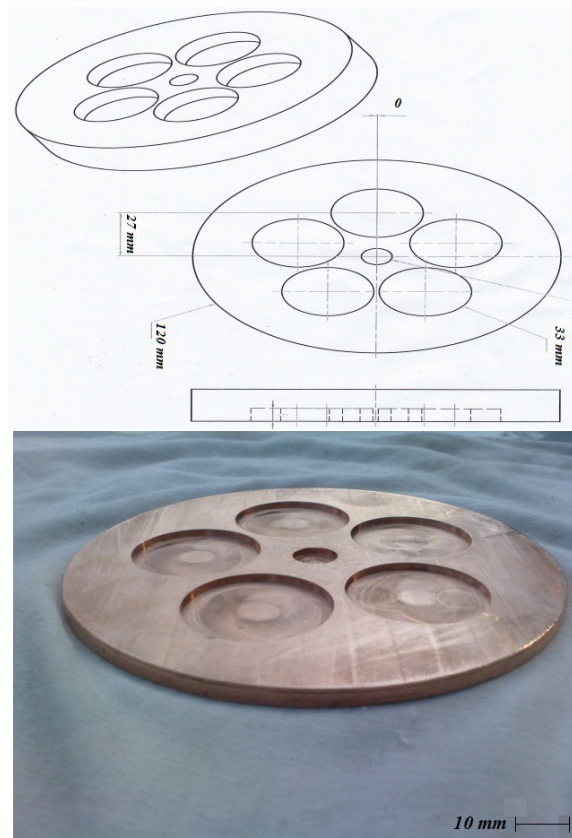
سنگ‌زنی، پولیش و تمیزکاری زیرلایه

برای برداشتن لایه‌های اکسیدی یا احتمالاً دکربوره شدن به‌هنگام عملیات حرارتی از سطح نمونه‌ها و همچنین ایجاد



تصویر ۲. تارگت کامپوزیتی $\text{Cu-Ni}_3\text{Al-30\%MoS}_2$.

تحت تنش 300 MPa ، پنج قرص کامپوزیتی به قطر 30 و ضخامت 8 میلی‌متر با تراکم بالا تهیه شد که چگالی نسبی هر کدام از قرص‌ها $6/6$ گرم بر سانتی‌متر مکعب محاسبه شد. سپس یک صفحه مسی با توجه به خواص رسانایی و هدایت الکتریکی خوب آن جهت افزایش میزان پراکنش و جلوگیری از افزایش دمای تارگت استفاده شد. این صفحه مسی با قطر 120 و ضخامت 4 میلی‌متر تهیه شد. بر روی این صفحه مسی با استفاده از دستگاه تراش حفره‌هایی با ضخامت 2 و قطر



تصویر ۱. صفحه مسی به همراه نقشه آن.

جدول ۲. ترکیب شیمیایی اسمی فولاد ۴۳۴۰.

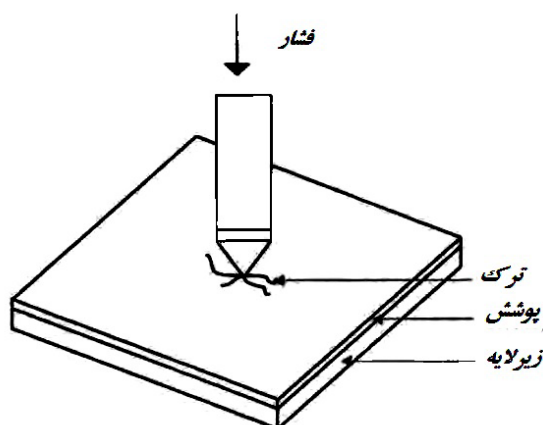
wt. %Mo	wt. %Ni	wt. %Mn	wt. %Cr	wt. %Si	wt. %C	AISI
۰/۲	۱/۵۵	۰/۹	۰/۶۵	۰/۱۵	۰/۲۷	۴۳۴۰

جدول ۳. پارامترهای پوشش دهی به روش رسوب فیزیکی بخار.

تارگت	$\text{Cu-Ni}_3\text{Al-MoS}_2$
زیرلایه	۴۳۴۰
دمای زیرلایه	۳۰۰-۳۵۰°C
فاصله زیرلایه تا تارگت	۱۵-۱۸cm
ولتاژ اعمالی به تارگت	۸۰۰-۱۰۰۰V
ولتاژ اعمالی به زیرلایه	۳۰۰V
جریان اعمالی به تارگت	۱/۲-۲A
جریان اعمالی به زیرلایه	۰/۵A
زمان رسوب دهی	۳۰min
فشار اولیه محفظه (میزان خلأ)	۱۰ ^{-۲} mbar
فشار گاز Ar در داخل محفظه	۱-۵×۱۰ ^{-۳} mbar

پولیش دیسک‌ها به منظور چربی زدایی، نمونه‌های تهیه شده وارد استن شده و پس از شست‌وشو با آب مقطر در هوای داغ خشک شدند. شایان ذکر است که پیش از عملیات پوشش دهی نیز نمونه‌ها به وسیله استن شست‌وشو داده شدند.

سطحی صاف، تخت و رسیدن به زبری سطح مناسب دو طرف دیسک‌های تهیه شده با سنگ مغناطیسی پرداخت شدند. سپس برای کاهش زبری، سطح دیسک‌ها با سمباده‌های ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰ و ۱۵۰۰ پولیش شدند. بعد از



تصویر ۴. شماتیکی از آزمون چسبندگی راکول C [۱۸].



تصویر ۳. محل قرارگیری تارگت و زیرلایه در دستگاه رسوب فیزیکی بخار.

جدول ۴. پارامترهای عملیاتی دستگاه پراش پرتو ایکس در فاز یابی نمونه‌ها.

Cu	آند
$1/54.56 A^\circ$	طول موج
-1.5 deg/sec	طول گام
-15 sec	زمان هر گام
10 deg	زاویه شروع
90 deg	زاویه پایان

پوشش‌دهی به روش رسوب فیزیکی بخار

عملیات پوشش‌دهی روی نمونه‌های مورد نظر با استفاده از دستگاه پوشش‌دهی مدل ۲۰۰۰ و ساخت شرکت Platit انجام شد. در تصویر شماره ۳ محل قرارگیری تارگت و زیرلایه‌ها، نشان داده شده است.

در روش پراکنش، بهینه‌ترین پارامترها جهت ساخت پوشش $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ برای دستیابی به پوششی با کیفیت سطحی بالا، ضخامتی مناسب و چسبندگی خوب با سطح زیرلایه در نظر گرفته شد که در جدول شماره ۳ آورده شده است.

قبل از شروع به عملیات پوشش‌دهی به منظور تمیز کردن سطح از استن استفاده شد، سپس در جریان هوای پرفشار خشک شدند و رسوب‌نشانی به روش پراکنش مگنترونی انجام شد. پیش از شروع پوشش‌دهی، تمیز کردن پراکنشی به مدت مشخص روی نمونه‌ها انجام شد که طی آن دمای زیرلایه افزایش یافت.

آنالیز عنصری

برای کمک به شناخت عنصرها از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل LEO 440i OXFORD متصل به آنالیز عنصری

نیمه کمی طیف‌سنجی پراکندگی انرژی استفاده شد.

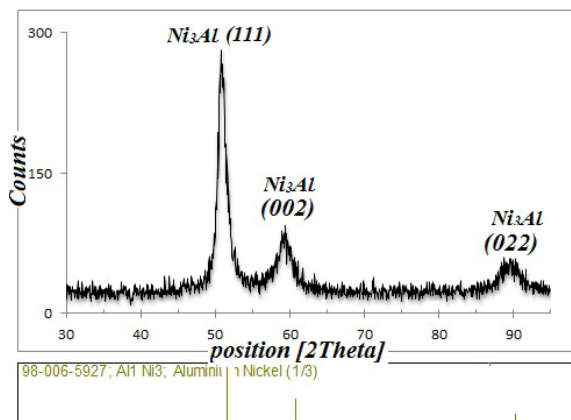
آنالیز فازی

برای شناخت فازها و بررسی بافت در برخی از پوشش‌ها، از روش پراش پرتو ایکس با کمک دستگاه Philips مجهز به نرم‌افزار فاز یابی استفاده شد. پارامترهای عملیاتی این دستگاه مطابق جدول شماره ۴ تنظیم شد.

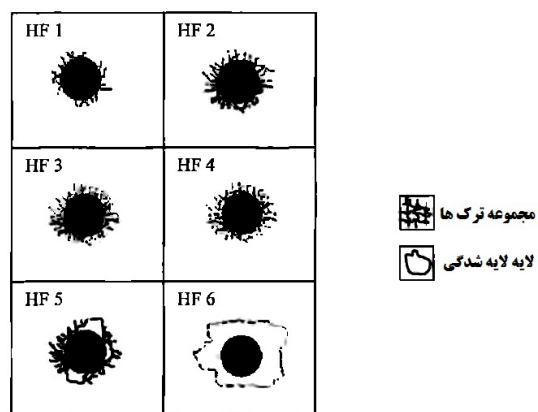
مشخصات ساختاری پوشش $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ تهیه شده، با استفاده از روش ویلیامسون- هال که اساس آن تغییر عرض انتگرالی پیک‌ها با تغییر اندازه دانه کرنش‌های شبکه‌ای می‌باشد محاسبه گردید. نمودار عرض انتگرالی بر حسب بردار پراش رسم شده و از شیب و عرض از مبدأ این نمودار به ترتیب اندازه دانه و کرنش محاسبه شد [۱۷]. در رابطه ۳، رابطه ویلیامسون- هال آورده شده است.

معادله ۳.

$$\beta \cos \theta = 0.9 \lambda / d \times 2 A \epsilon \sin \theta$$



تصویر ۶. الگوی پراش پرتو ایکس پودر Ni_3Al .



تصویر ۵. میزان کیفیت استحکام چسبندگی از HF1 تا HF6 [۱۸].

جدول ۵. زاویه پراش و اندازه دانه پودر Ni₃Al.

صفحات کریستالی	۲θ	فاصله بین صفحات کریستالی d(A)
۱۱۱	۵۰/۹۰	۲/۰۸۲
۰۰۲	۵۹/۶۴	۱/۷۹۹
۰۲۲	۸۹/۸۸	۱/۲۶۷

سختی سنجی

VDI که در تصویر شماره ۵ آورده شده، طبقه بندی شده است [۱۸]. این طبقه بندی به ترتیب از HF1 تا HF6 (HF اسم مختصر آلمانی، به معنای استحکام چسبندگی است) می باشد. این روش یکی از روش های آسان و مفید جهت ارزیابی خواص چسبندگی پوشش می باشد. HF1، خواص چسبندگی خوب به همراه ترک های کمی را نشان می دهد و در مقابل HF6 خواص چسبندگی ضعیف به همراه لایه لایه شدگی پوشش را نشان می دهد. برای بررسی خواص چسبندگی هر کدام از پوشش ها از محل اثر فرورونده با استفاده از میکروسکوپ نوری تصویربرداری شد و با تصویر شماره ۵ مقایسه شد.

جهت تعیین سختی زیرلایه ها، قبل از عملیات پوشش دهی، به روش تصادفی چندین نمونه انتخاب شدند و با استفاده از دستگاه کوپا^۵ و روش سختی سنجی راکول C، سختی دیسک ها تعیین شدند. برای اندازه گیری سختی پوشش ها طبق استاندارد ASTM 578-87 عمل شد. از دستگاه ریزسختی سنج ویلسون^۶ با فرورونده هرم الماسی ویکرز با زاویه رأس ۱۳۶ درجه استفاده گردید. نیروی مورد استفاده برای ریزسختی سنجی معادل ۲۵ گرم در نظر گرفته شد، و در چند نقطه میزان سختی محاسبه شد.

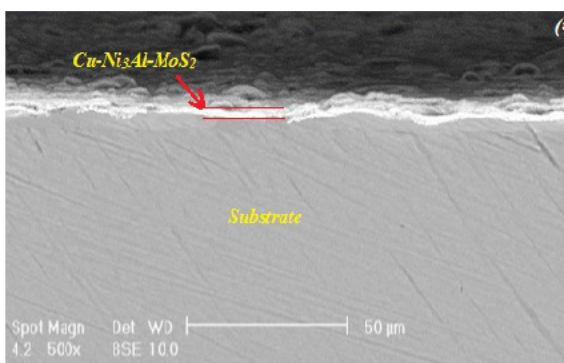
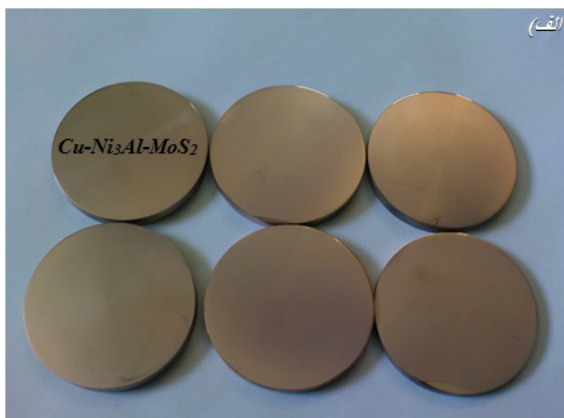
ضخامت سنجی

زبری سنجی

برای تعیین زبری سطوح زیرلایه و پوشش تولیدی از دستگاه زبری سنج سوزنی Mahr آلمان، مدل M3۰۰C استفاده شد. به این منظور تعدادی نمونه پس از عملیات حرارتی و سنگ زنی و پولیش انتخاب شدند و زبری سطح آن ها در جهت های مختلف قبل از عملیات پوشش دهی اندازه گیری شد. پس از پوشش دهی نیز زبری سطح تمامی نمونه ها به همین روش مورد بررسی قرار گرفت.

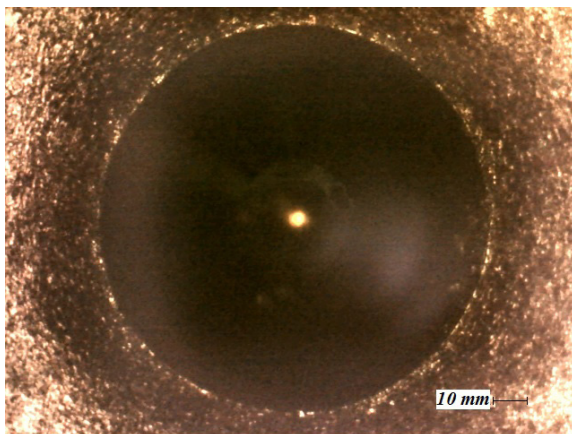
آزمون چسبندگی

آزمون چسبندگی راکول C به عنوان یکی از روش های استاندارد برای بررسی میزان چسبندگی پوشش به زیرلایه به کار می رود. در این روش، یک فرورونده الماسی با زاویه رأس ۱۲۰ درجه به داخل پوشش طی اعمال یک نیروی استاندارد (۱۵۰ کیلوگرم) فرو می رود، که در تصویر شماره ۴ شماتیکی از آن آورده شده است. زمانی که فرورونده در داخل پوشش فرو می رود در لبه های محل اثر فرورونده در داخل پوشش ترک هایی ایجاد شده و رشد می کند. آزمون چسبندگی راکول C در آلمان توسعه پیدا کرده است و میزان کیفیت استحکام چسبندگی از HF1 تا HF6 طبق استاندارد



تصویر ۷. الف) تصویری از نمونه های پوشش داده شده (ب) تصویر الکترون های برگشتی از مقطع عرضی نمونه.

5. Koopa
6. Wilson



تصویر ۹. محل اثر فرورونده الماسی آزمون راکول C در داخل پوشش Cu-Ni₃Al-MoS₂.

پوشش نانو کامپوزیتی Mo₂N/MoS₂/Ag [۲۰]، از شرایط بهینه جهت ایجاد پوششی با کیفیت سطحی بالا، ضخامت مناسب و چسبندگی خوب با سطح زیرلایه استفاده شد. در این روش، پلازما زمانی تشکیل می‌شود که در حضور فشار کافی از گاز بمباران کننده (۳۰۰-۵۰۰۷) بین آند و کاتد اعمال شود. در این حالت، کسر کوچکی از اتم‌های گازی یونیزه شده و با شتاب زیاد به کاتد برخورد کرده و باعث کندپاش سطح کاتد می‌شود [۲۲-۱۹].

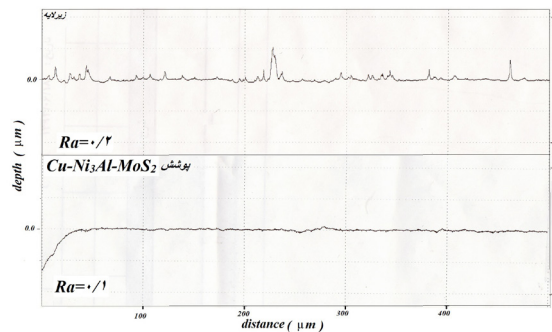
فشار؛ بر طبق نتایج به دست آمده، با افزایش فشار در سیستم پراکنش، چگالی یونی و در نتیجه نرخ لایه گذاری کاسته می‌شود.

فاصله بین ماده هدف و زیرلایه؛ به طور معمول این فاصله در حدود ۳۰-۴۰ mm می‌باشد. طبیعی است که هر قدر این فاصله بیشتر باشد احتمال برخورد بیشتر است.

دمای زیرلایه؛ با توجه به نتایج تحقیق‌های به دست آمده در مورد چگونگی رشد فیلم‌های نازک مواد به روش پراکنش، چنین برمی‌آید که با افزایش دمای زیرلایه بیش از حد متعارف و مشخص، نرخ لایه گذاری کم می‌شود.

وجود ناخالصی در گازها؛ با افزایش مقدار کمی ناخالصی در گاز پراکنش، نرخ لایه گذاری کاهش می‌یابد.

در تصویر شماره ۷، تصویری از نمونه‌های پوشش داده شده به همراه تصویر الکترون‌های برگشتی از مقطع عرضی نمونه پوشش داده شده بر روی شیشه، آورده شده است.



تصویر ۸. نمودار مربوط به زبری سطح زیرلایه و پوشش Cu-Ni₃Al-MoS₂.

ضخامت پوشش‌ها با دستگاه ضخامت‌سنج قابل حمل SABERN مدل CTI-MFN اندازه‌گیری شد. این دستگاه قابلیت اندازه‌گیری پوشش‌های غیر آهنی روی زیرلایه‌های آهنی و پوشش‌های غیر فلزی روی زیرلایه‌های غیر آهنی را با دقت ۰/۱ میکرومتر دارا است. کالیبره کردن این دستگاه با نمونه‌هایی استاندارد همراه دستگاه و سطح نمونه قبل از پوشش‌دهی امکان‌پذیر است. بعد از پوشش‌دهی ضخامت‌سنجی دیسک در طول قطر آن و در حداقل ۶ نقطه صورت گرفت و میانگین عددی ضخامت‌های اندازه‌گیری شده برای بیان ضخامت پوشش در نظر گرفته شد.

۳. نتایج و بحث

ساخت پودر Ni₃Al با روش آلیاژسازی مکانیکی

پودر Ni₃Al با استفاده از روش آسیاب کاری مکانیکی به مدت ۴۰ ساعت تهیه شد. این پودر با استفاده از آنالیز پراش پرتو ایکس مورد بررسی قرار گرفت که در تصویر شماره ۶ الگوی پراش پودر ساخته شده آورده شده است. طبق الگوی پراش مشاهده می‌شود که پراش پرتو ایکس از صفحات ۱۱۱، ۰۰۲ و ۰۲۲ صورت گرفته است و بیانگر این موضوع است که ترکیب Ni₃Al پس از گذشت ۴۰ ساعت آسیاب کاری مکانیکی ساخته شده است. زاویه پراش و فاصله بین صفحات کریستالی مربوطه از روی الگوی پراش تصویر شماره ۶ محاسبه شد و در جدول شماره ۵ آورده شده است.

پوشش‌دهی به روش رسوب فیزیکی بخار

در فرایند پوشش‌دهی جهت ایجاد پوشش Cu-Ni₃Al-MoS₂، با توجه به مطالعات صورت گرفته همانند ساخت

جدول ۶ پارامترهای ساختاری محاسبه شده پوشش نانوساختار کامپوزیتی Cu-Ni₃Al-MoS₂.

صفحات کریستالی	۲θ	فاصله بین صفحات کریستالی d(A)
۱۱۱	۴۳/۳۱	۲/۰۸
۰۰۲	۵۰/۴۹	۱/۸۰

مشخصه یابی پوشش

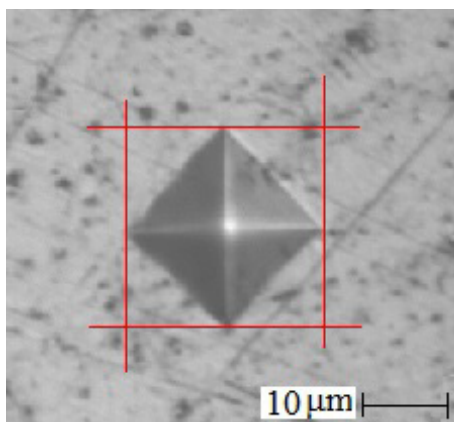
پوشش $\text{Cu-Ni}_3\text{Al-MoS}_2$

برای بررسی میزان ضخامت پوشش، ضخامت سنجی در شش نقطه مختلف دیسک پوشش داده شده با استفاده از دستگاه قابل حمل ضخامت سنج انجام شد و میانگین اعداد به دست آمده نشان دهنده همان ضخامت $4\mu\text{m}$ بود.

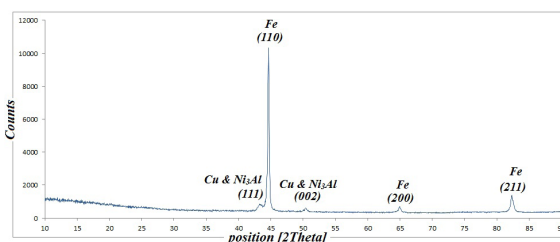
میزان زبری پوشش ایجاد شده در حدود 0.1 میکرومتر ارزیابی شد که در مقایسه با زبری زیرلایه، میزان زبری سطح زیرلایه را کاهش داده است. در تصویر شماره ۸ نمودار زبری سطح مربوط به زیرلایه و پوشش آورده شده است.

خواص چسبندگی پوشش با استفاده از آزمون راکول C، در سه ناحیه مورد بررسی قرار گرفت. تصویر شماره ۹، تصویر میکروسکوپ نوری از ناحیه تأثیر فرورونده در داخل پوشش می باشد. همان طور که مشاهده می شود به مقدار کمی در لبه های پوشش لایه لایه شدگی قابل رویت است و ترکی دیده نمی شود که نشان دهنده چسبندگی خوب و مطلوب پوشش به زیرلایه است و طبق مقایسه با استاندارد موجود در تصویر شماره ۵ میزان استحکام چسبندگی در حدود HF1 می باشد.

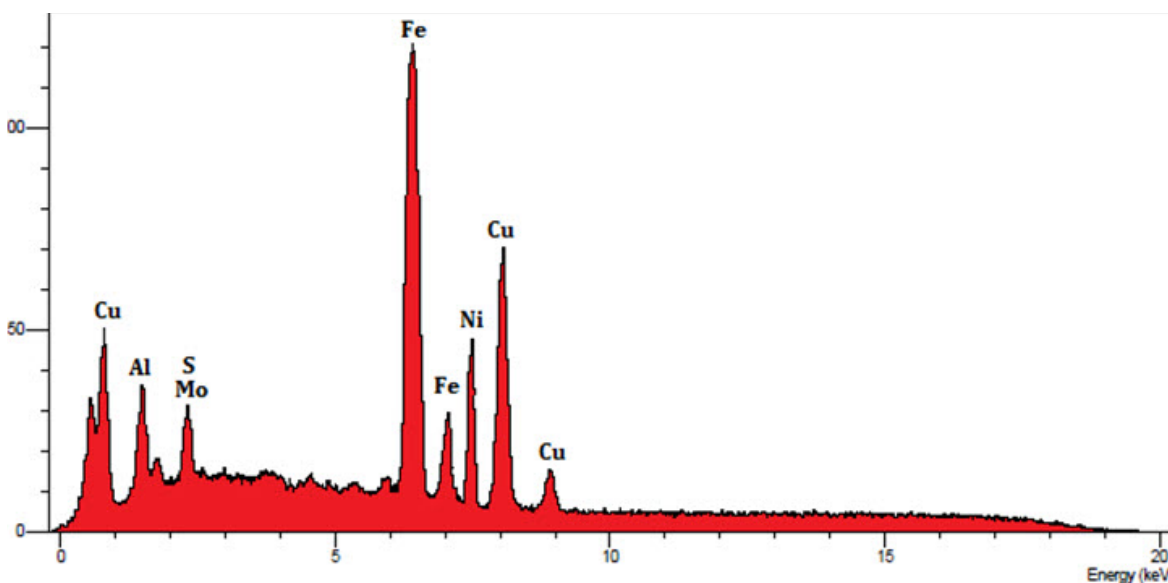
میزان سختی پوشش طبق، آزمون میکروسختی در حدود 380 HV ، معادل 39 HRC محاسبه شد و در تصویر شماره



تصویر ۱۰. تصویر میکروسکوپ نوری از اثر فرورونده الماسی بر روی پوشش $\text{Cu-Ni}_3\text{Al-MoS}_2$.



تصویر ۱۱. الگوی پراش پرتو ایکس از پوشش $\text{Cu-Ni}_3\text{Al-MoS}_2$.



عنصر	Cu%	Ni%	Al%	Mo%	S%
درصد اتمی	77	15	5	1	2

تصویر ۱۲. نتایج میکرو آنالیز عنصری پوشش $\text{Cu-Ni}_3\text{Al-MoS}_2$.

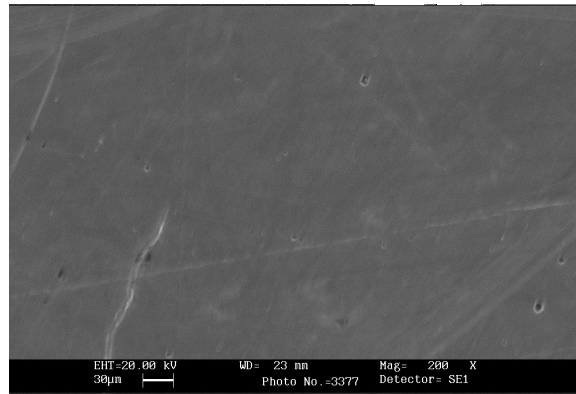
مورفولوژی سطح پوشش با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد ارزیابی قرار گرفت. در تصویر شماره ۱۳، تصویر گرفته شده از سطح پوشش آورده شده است که نشان می‌دهد، پوشش از صافی سطح بالا برخوردار است

۴. نتیجه گیری

ساخت پوشش کامپوزیتی نانو ساختار $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ با استفاده از روش پراکنش مگنترونی انجام شد و به جای استفاده از دو یا چند تارگت به‌طور همزمان برای ساخت این پوشش از یک تارگت کامپوزیتی استفاده شد. پوشش ایجاد شده از صافی سطح بالایی برخوردار بوده و طی آنالیزهای صورت گرفته از شکل گیری این پوشش اطمینان حاصل شد.

تشکر و قدردانی

این مقاله از پایان‌نامه کارشناسی ارشد آقای مهدی میرزآقایی در مؤسسه آموزش عالی نقش جهان اصفهان، گروه مهندسی مواد گرفته شده است.



تصویر ۱۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پوشش $Cu-Ni_3Al-MoS_2$.

۱۰ محل اثر فرورونده مربع‌القاعده آورده شده است. با مقایسه اثر فرورونده سختی‌سنج روی پوشش معیاری از استحکام به‌دست آمد. بدین صورت که پوشش با استحکام و پیوستگی بالاتر دارای سطح اثر هرمی شکل با لبه‌های زاویه‌دار است، درحالی‌که پوشش با استحکام پیوستگی پایین‌تر، لبه‌های منحنی دارد و در هنگام بیرون آمدن فرورونده سختی‌سنجی مقداری از پوشش در لبه‌ها جابه‌جا می‌شود.

جهت اطمینان از ساخت پوشش کامپوزیتی $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ ، پوشش‌های ایجاد شده با استفاده از پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد ارزیابی قرار گرفت. این پوشش حاوی مقدار زیادی مس است چون سطح قابل توجهی از تارگت از جنس مس می‌باشد و طبق آنالیز پراش پرتو ایکس در تصویر شماره ۱۱ وجود فازهای مس و آلومیناید نیکل قابل اثبات است. عمدتاً صفحات ۱۱۱ و 002 فاز Ni_3Al در الگوی پراش پرتو ایکس مشاهده می‌شود. به دلیل ضخامت کم این پوشش پراش پرتو ایکس از صفحات ۱۱۰، ۲۰۰ و ۲۱۱ زیرلایه نیز مشاهده می‌شود. نکته قابل توجه در این پوشش‌ها این است که ضخامت کم این پوشش‌ها و عدم رشد آن‌ها در تمامی جهات کریستالی، باعث می‌شود که پراش از تمامی صفحات کریستالی صورت نمی‌گیرد و یا شدت بسیار پایینی دارد، بنابراین نمی‌توان انتظار پراش پرتو ایکس از تمام صفحات کریستالی را داشت [۲۳، ۲۴]. با استفاده از رابطه ۳، اندازه دانه Ni_3Al در حدود $12/27$ نانومتر محاسبه شد. در جدول شماره ۶ پارامترهای ساختاری محاسبه شده پوشش نانوساختار کامپوزیتی $Cu-Ni_3Al-MoS_2$ آورده شده است.

طبق پراش پرتو ایکس انجام شده و با استفاده از میکرو آنالیز عنصری از نقاط مختلف، می‌توان حضور عناصر Mo و S در داخل پوشش را با توجه به پایین بودن میزان نرخ پراکنش آن‌ها، اثبات نمود. در تصویر شماره ۱۲، نمونه‌ای از میکرو آنالیز عنصری گرفته شده از پوشش آورده شده است.

احتمالاً به دلیل کم بودن میزان ماده MoS_2 در داخل پوشش (کمتر از ۰/۰۵ گرم) و پراکندگی آن در قسمت‌های مختلف پوشش، پراش از صفحات کریستالی این ماده به خوبی انجام نشده است [۲۵].

References

- [1] Jones J. R., "Lubrication, Friction and Wear", NASAISP-8063, 1971.
- [2] Aggarwal G., "Development of self-lubricating coatings via cold spray process: Feedstock formulation and deformation modeling," The Pennsylvania State University, 2007.
- [3] Zhang G. Yuan X. and Dong G., "The tribological behavior of Ni-Cu-Ag-based PVD coatings for hybrid bearings under different lubrication conditions," Tribology International, vol. 43, pp. 197-201, 1// 2010.
- [4] Miyoshi K., "Solid Lubricants and Coatings for Extreme Environments: State-of-the-Art Survey", NASA/TM-214668, 2007.
- [5] Erdemir A. Eryilmaz O. L. Urgen M. Kazmanli K. Mehta N. and Prorok B., "25 Tribology of Nanostructured and Composite Coatings," 2006.
- [6] Bhushan B., Modern Tribology Handbook, Two Volume Set: CRC press, 2010.
- [7] Kong L. Bi Q. Zhu S. Qiao Z. Yang J. and Liu W., "Effect of CuO on self-lubricating properties of $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ -Mo composites at high temperatures," Journal of the European Ceramic Society, vol. 34, pp. 1289-1296, 5// 2014.
- [8] Aouadi S. M., Luster B., Kohli P., Muratore C., and Voevodin A. A., "Progress in the development of adaptive nitride-based coatings for high temperature tribological applications," Surface and Coatings Technology, Vol. 204, pp. 962-968, 2009.
- [9] Kong L., Bi Q., Niu M., Zhu S., Yang J., and Liu W., "High-temperature tribological behavior of ZrO_2 - MoS_2 - CaF_2 self-lubricating composites," Journal of the European Ceramic Society, Vol. 33, pp. 51-59, 2013.
- [10] Zhu S., Bi Q., Yang J., Liu W., and Xue Q., "Ni₃Al matrix high temperature self-lubricating composites," Tribology International, Vol. 44, pp. 445-453, 2011.
- [11] Window B. and Savvides N., J. Vac. Sci. Technol, A4 (2), 196, 1986.
- [12] Booser E. R., CRC Handbook of Lubrication: Theory and Practice of Tribology, Volume II: Theory and Design vol. 2: CRC Press, 2010.
- [13] Window B. and Savvides N., J. Vac. Sci. Technol, A4 (3), 453, 1986.
- [14] Savvides N. and Window B., J. Vac. Sci. Technol, A4 (3), 504, 1986.
- [15] Grove W. R., "On the electrical polarity of gases", Phil, Trans, Roy, Soc, London, 1842.
- [16] Aouadi S. Paudel Y. Simonson W. Ge Q. Kohli P. Muratore C., et al., "Tribological investigation of adaptive $\text{Mo}_2\text{N}/\text{MoS}_2/\text{Ag}$ coatings with high sulfur content," Surface and Coatings Technology, vol. 203, pp. 1304-1309, 2009.
- [17] Lucks I., Lamparter P., and Mittemeijer E. J., "An evaluation of methods of diffraction-line broadening analysis applied to ball-milled molybdenum", J. Appl. Cryst, No. 37, pp. 300-311, 2004.
- [18] Vidakis N., Antoniadis A., and Bilalis N., The VDI 3198 in dentation test evaluation of areliable qualitative control for layered compounds. J. Mater. Proc. Technol., pp. 143-144, 2003.
- [19] Heinke W., Leyland A., Matthews A., Berg G., Friedrich C., and Broszeit E., Evaluation of PVD nitrid ecoatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. Thin Solid Films., pp. 431-270, 1995.
- [20] Aouadi S., Paudel Y., Simonson W., Ge Q., Kohli P., Muratore C., and Voevodin A., "Tribological investigation of adaptive $\text{Mo}_2\text{N}/\text{MoS}_2/\text{Ag}$ coatings with high sulfur content," Surface and Coatings Technology, Vol. 203, No. 10, pp. 1304-1309, 2009.
- [21] Rossnagel S. M., Thin Film Process, II (eds J.L. Vossen and W. Kern), Academic Press, Orlando, 1991.
- [22] Goeke R. S. Kotula P. G. Prasad S. V. and Scharf T. W., "Synthesis of MoS_2 -Au nanocomposite films by sputter deposition," Sandia National Laboratories 2012.
- [23] Rauschenbach B., Gerlach J. W., A. L., "Texture development in TiN films grown by low energy ion assisted", Cryst. Res. Technol, Vol. 35, pp. 675-688, 2000.
- [24] Ilie F. I. and Constantin M., "Tribological properties of solid lubricant nanocomposite coatings obtained by magnetron sputtered of MoS_2 /metal (Ti, Mo) nanoparticles," PROCEEDINGS OF THE ROMANIAN ACADEMY SERIES A-MATHEMATICS PHYSICS TECHNICAL SCIENCES INFORMATION SCIENCE, vol. 8, pp. 207-211, 2007.
- [25] Birkholz M., Thin film analysis by X-ray scattering, Wiley-VCH, Weinheim, 2006.