



اصلاح سطح آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما به روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول

عرفان عباسی^۱، سید رحمان حسینی^۲، مهدی احمدی^۳

۱. دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان (دانشجوی کارشناسی ارشد شناسایی و انتخاب مواد)

۲. دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان (استادیار)

۳. دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان (دانشجوی دکتری مهندسی مواد)

چکیده

هدف از تحقیق حاضر، بررسی تأثیرات فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی متداول بر ترکیب شیمیایی، ریزساختار و سختی سطح آلیاژ آلومیناید تیتانیم است. فرایند نیتروژن دهی در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد، زمان های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ ساعت و با نسبت گاز $N_2/H_2=1$ انجام شد. آزمون های مشخصه یابی با استفاده از XRD، EDS، FESEM، RBS و ریزسختی سنج انجام شدند. بررسی سطح نمونه ها، دو منطقه مجزای نیتروژن دهی شده در نزدیک لبه و منطقه ای شامل اکسیدهای سطحی را در مرکز نمونه نشان می دهد. تمایل بالای آلیاژ به تشکیل اکسید و شدت ناکافی و توزیع غیریکنواخت پلاسمای روی سطح، منجر به تشکیل لایه های غیرفعال سطحی شده و از نفوذ نیتروژن به زیر لایه جلوگیری کرده است. نتایج آزمون سختی سنجی توزیع غیریکنواخت سختی در سطح را نشان می دهد؛ به طوریکه حداکثر سختی $HV_{0.01}$ ۱۱۰۰ بعد از ۳۰ ساعت عملیات تنها در ناحیه نیتريد شده به دست آمد. بر اساس نتایج آزمون های مشخصه یابی و زمان بالای عملیات، استفاده از روش نیتروژن دهی پلاسمایی متداول، انتخاب مناسبی برای کاربردهای صنعتی آلیاژهای آلومیناید تیتانیم گاما به نظر نمی رسد.

واژه های کلیدی: آلومیناید تیتانیم گاما؛ نیتروژن دهی پلاسمایی؛ سد نفوذی؛ اکسید سطحی.

مقدمه

محلول‌های جامد و ترکیبات بین فلزی نظیر آلومینایدها دسته‌ای از مواد پیشرفته هستند که تلفیقی از خواص فلزی و سرامیکی را دارند. گروه آلومینایدهای تیتانیومی از جمله محلول‌های جامد بین فلزی هستند که جهت ارتقاء خواص خوردگی و مکانیکی در دماهای بالا مورد استفاده قرار می‌گیرند. در این گروه، آلومیناید تیتانیم گاما با حدود ۵۰ درصد اتمی آلومینیم، کاربرد فراوان تری در صنایع هوافضایی دارد [۱]. آلیاژهای آلومیناید تیتانیم گاما به دلیل نسبت استحکام تسلیم به چگالی و دمای ذوب بالا، مقاومت به خوردگی، اکسایش و خواص مکانیکی مناسب تا حدود دمای 600°C ، جایگزین مناسبی برای ابرآلیاژهای پایه نیکل در ساخت اجزای موتورهای جت هستند [۲]. با وجود خواص فیزیکی و مکانیکی مناسب، آلومینایدهای تیتانیم همانند دیگر آلیاژهای تیتانیومی دارای خواص تریبولوژیکی ضعیفی هستند که توجه به موضوع اصلاح رفتار تریبولوژیکی آنها را ضروری می‌سازد [۳].

فرایندهای پوشش‌دهی و اصلاح سطح مختلفی جهت ارتقاء خواص سایشی مواد وجود دارند که اکثر آنها برای آلیاژهای تیتانیومی قابل استفاده هستند. از جمله شناخته‌شده‌ترین این روش‌ها می‌توان به فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی اشاره نمود. در این فرایند که از تخلیه تابناک الکتریکی در ولتاژ بالا و در محیط خلأ حاصل می‌شود، جهت ایجاد نیتروژن اتمی فعال و نفوذ آن به داخل قطعه استفاده می‌شود. طی این عملیات، نیتروژن به داخل سطح آلومیناید تیتانیم نفوذ می‌کند و با تشکیل لایه سخت نیتریدی^۱ در سطح و نیز ناحیه‌ای با تغییر تدریجی نیتروژن^۲، سختی و مقاومت به سایش سطح را افزایش می‌دهد [۴]. در این فرایند، میزان افزایش سختی سطح به دما، زمان، ترکیب گاز و نیز روش انجام نیتروژن‌دهی پلاسمایی بستگی دارد.

بررسی تحقیقات پیشین نشان می‌دهد که در دو دهه اخیر، پوشش‌دهی آلیاژهای آلومیناید تیتانیم گاما مورد توجه پژوهش‌گران بوده است [۵-۹]؛ با این وجود، گزارشات محدودی در زمینه اصلاح سطح آلیاژهای آلومیناید تیتانیم با استفاده از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی وجود دارد [۱۰-۱۲]. در این تحقیقات که عمدتاً از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول استفاده شده است، تأثیر متغیرهای دما، زمان، نسبت گازها و فشار کاری بر خواص سطحی آلومینایدهای تیتانیم مورد بررسی قرار گرفته است. بر طبق نتایج محققین، متغیرهای زمان و به ویژه دمای عملیات در مقایسه با فشار کاری و ترکیب گازها تأثیر بیشتری در سختی سطح دارند. همچنین تشکیل لایه ترکیبی، شامل یک لایه خارجی TiN و یک لایه زیرین Ti_2AlN به حداکثر ضخامت ۲ میکرومتر گزارش شده است. رنگ سطح آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما پس از نیتروژن‌دهی پلاسمایی از خاکستری به طلایی کدر مایل به سرخ تغییر می‌کند که محققین علت این تغییر رنگ را ناشی از حضور اکسیدها در سطح نمونه ذکر کرده‌اند. علاوه بر این، همه نتایج تحقیقات گذشته بر انجام فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای حدود 800°C درجه سانتی‌گراد و در زمان‌هایی در حدود ۳۰ تا ۱۰۰ ساعت تأکید دارند. زمان و دمای بالای فرایند

1. nitrided compound layer

2. diffusion zone

نیترژن‌دهی پلاسمایی آلومیناید تیتانیم گاما، ناشی از ضریب نفوذ پایین نیترژن به زیرلایه [۱۳] و تشکیل لایه‌های غیرفعال اکسیدی در سطح است [۱۴] که محدودیت‌های اقتصادی و صنعتی زیادی را با خود به همراه دارد. در تحقیقات گذشته علت این موضوع مورد بررسی قرار نگرفته و تنها به انجام عملیات در زمان‌های طولانی و حصول لایه‌های نازک نیتريدی بسنده شده است. با توجه به اهمیت آلیاژهای آلومیناید تیتانیم گاما و نیز موضوع اصلاح سطح آنها به خصوص در صنایع دفاعی و هوافضایی، در این مقاله تأثیر نیترژن‌دهی پلاسمایی متداول^۱ و زمان فرایند بر نوع و ضخامت لایه‌های نیتريدی و نیز لایه‌های سد نفوذی برای اولین بار، مورد مطالعه و تحقیق قرار گرفته است. در این پژوهش از XRD، RBS، EDS، FESEM و نیز آزمون‌های سختی‌سنجی سطح جهت بررسی و تحلیل موضوع استفاده شده است.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما با ترکیب شیمیایی اسمی (at.%) Ti-48Al-2Cr-2Nb به‌عنوان زیرلایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی آلیاژ بر اساس آزمون طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس با تفکیک طول موج^۲ (Phlips-PW2404)، در جدول ۱ آورده شده است. با استفاده از دستگاه برش با سیم^۳ (Charmilles- Robofil 200)، قرص‌هایی با قطر ۵۸ و ضخامت ۴ میلی‌متر از گرده اولیه بریده شد. جهت حصول ریزساختاری با دانه‌های هم‌محور، فرایند نرماله‌کردن نمونه‌ها در دمای ۱۳۸۵ درجه سانتی‌گراد و به مدت ۱۵ دقیقه در مجاورت با گاز آرگن انجام شد. پس از اتمام فرایند، همه نمونه‌ها در هوای محیط و با سرعت متوسط ۳۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه سرد شدند. به‌منظور حصول صافی سطح مناسب و نیز حذف لایه اکسیدی ناشی از عملیات حرارتی و برش‌کاری، سطوح نمونه‌ها با استفاده از سنگ مغناطیس به اندازه ۲۰۰ میکرومتر باربرداری شدند. درنهایت جهت کاهش زبری سطح، نمونه‌ها با استفاده از سنباده‌های شماره ۸۰ تا ۳۰۰۰ به صورت دستی و یکنواخت پرداخت کاری شدند.

در این تحقیق از دستگاه نیترژن‌دهی پلاسمایی جریان مستقیم پالسی (موجود در آزمایشگاه دانشکده مواد دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان) استفاده شد. این دستگاه مجهز به سامانه آب‌گرد برای خنک‌کردن محفظه است. اختلاط گازها با استفاده از شارسنج^۴‌های نصب‌شده به صورت مجزا در مسیر هر گاز، انجام می‌شود. در کلیه فرایندها از گازهای نیترژن، هیدروژن و آرگن با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد حجمی استفاده شد. به‌منظور افزایش سقف دمای کاری دستگاه تا ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، از یک سامانه گرمایشی کمکی تابشی استفاده شد. به‌منظور کاهش پراکنش عناصر موجود در پایه محفظه، از یک صفحه تیتانیومی از جنس Ti-6Al-4V (wt.%) با قطر ۱۵۰ و ضخامت ۲۰ میلی‌متر به‌عنوان کاتد متصل به قطب منفی استفاده شد. نمونه‌ها با چینش متقارن، روی

1. conventional plasma nitriding (CPN)
2. wavelength dispersive X-ray fluorescence (WD-XRF)
3. wire cut
4. flowmeter

کاتد اصلی قرار گرفتند. دمای فرایند، توسط دمای پای^۱ متصل به نمونه‌ها اندازه‌گیری شد.

به دلیل حساسیت شدید آلیاژهای تیتانیومی به آلودگی‌های محیطی، سطح داخلی سامانه و صفحه کاتد قبل از هر بار اجرای چرخه توسط سنباده‌های شماره ۶۰۰ و ۱۰۰۰ پرداخت و در ادامه با مایع استن شسته شد. نمونه‌ها پس از آماده‌سازی به مدت پانزده دقیقه در دستگاه فراصوت درون مایع استن قرار گرفتند تا آلودگی‌های سطحی برطرف شوند. همچنین به منظور حذف اثرات لبه^۲ پلاسمایی، کلیه نمونه‌ها به فاصله یک سانتی‌متر از لبه کاتد و یکدیگر قرار گرفتند. بعد از چیدمان نمونه‌ها و بستن درب محفظه، پمپ خلاء دستگاه روشن و خلاء ۰/۰۳۶ تور در داخل محفظه دستگاه ایجاد شد. در مرحله بعدی با ورود گازهای هیدروژن و آرگن، فشار تا ۱۰ تور افزایش یافت. افزایش فشار در این مرحله به منظور تخلیه هوای داخل محفظه انجام شد. مجدداً، فشار با فعالیت پمپ خلاء چرخشی تا 5×10^{-3} تور کاهش یافت. پس از ایجاد خلاء مناسب، این بار گازهای آرگن و هیدروژن با نسبت دو به یک و فشار ۰/۳ تور، به منظور ایجاد پراکنش وارد مجموعه شدند. با برقراری جریان بین آند و کاتد، پلاسمای فعال شد و به مدت یک ساعت عملیات پراکنش سطحی ادامه یافت. این عمل به منظور حذف لایه اکسیدی سطح و ایجاد شرایط مناسب برای نفوذ اتم‌های نیتروژن انجام شد. در اثر عملیات پراکنش دمای نمونه‌ها تا ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد افزایش یافت. پس از این مرحله و رسیدن دما به کمک منبع پلاسمای تا حدود ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد (با نرخ ۲/۵ درجه بر دقیقه)، ولتاژ دستگاه بر اساس دمای نمونه افزایش یافت و منبع حرارتی کمکی وارد مدار شد. در مرحله دوم نرخ افزایش دما ۲ درجه بر دقیقه اندازه‌گیری شد. با رسیدن دمای محفظه به ۷۸۰ درجه سانتی‌گراد، گاز نیتروژن به آرامی وارد محفظه شد. در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، نسبت حجمی نیتروژن و هیدروژن (N_2/H_2) به عدد یک رسید و تا پایان آزمایش این نسبت گازی با حدود فشار ۵ تور رعایت شد. پس از پایان زمان نیتروژن‌دهی، پلاسمای قطع شد و فشار مجدداً تا 5×10^{-3} تور کاهش یافت. این عمل به منظور حذف واکنش‌های احتمالی نمونه با اتمسفر داخلی انجام شد. سرمایش نمونه‌ها و سامانه گرمایشی تابشی در محیط خلاء با سرعت متوسط ۲/۶ درجه بر دقیقه و به مدت ۲۷۰ دقیقه به طول انجامید. پس از سرمایش کامل نمونه‌ها، خلاء محفظه شکسته شد. در این تحقیق، ولتاژ کاری، دوره کاری و فرکانس در مرحله نیتروژن‌دهی به ترتیب در مقدار ثابت 20 ± 600 ولت، ۷۰ درصد و ۸ کیلوهرتز تنظیم شد. همچنین جریان در مرحله پراکنش و نیتروژن‌دهی به ترتیب برابر ۰/۹ و ۴/۵ آمپر در نظر گرفته شد. عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰، ۲۰ و ۳۰ ساعت انجام شد. نمونه‌های حاصل از هر فرایند بسته به زمان عملیات با نمادهای CPN₁₀، CPN₂₀ و CPN₃₀ نامگذاری شدند.

به منظور جلوگیری از تخریب لایه‌های نیتریدی حین عملیات آماده‌سازی سطح لایه‌ای از جنس مس و با ضخامتی در حدود ۵ میکرون به روش آب‌کاری برقی روی نمونه‌ها ترسیب شد. کلیه نمونه‌ها بعد از پوشش‌دهی، مانت و سپس پرداخت شدند. در انتها از پودر آلومینای ۱ میکرونی و پارچه نم‌دی به منظور پرداخت

1. thermocouple
2. edge effect

نهایی سطح استفاده شد. به منظور حکاکی کردن^۱ نمونه‌ها از محلولی^۲ شامل ۵۰ میلی‌لیتر گلیسرین، ۲۵ میلی‌لیتر اسید نیتریک، ۲ میلی‌لیتر اسید فلئوریدریک و ۲۵ میلی‌لیتر آب مقطر دوبار تقطیر، به روش مالشی و به مدت ۵ ثانیه استفاده شد [۱۵].

از میکروسکپ الکترونی روبشی با نشر میدانی^۳ (TESCAN-MIRA3 LMU)، جهت تصویربرداری در بزرگنمایی‌های بالا و تهیه آنالیز خطی به روش طیف‌سنجی به کمک تفکیک انرژی^۴ استفاده شد. به منظور شناسایی نوع فازها از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس (Philips MPD-Xpert) با شعاع کاری ۵ تا ۱۴۰ درجه با هدف مسی و فیلتر نیکلی استفاده شد. آزمون پراش سنجی اشعه ایکس با اندازه گام ۰/۰۲۶ درجه، زمان توقف ۱ ثانیه و محدوده ۲θ از ۳۰ تا ۸۰ درجه روی نمونه اولیه و نیتروژن انجام شد. از دستگاه طیف‌سنج پراش پراکندگی رادرفورد^۵ (RBS-HVEC KN3000) با استفاده از برخورد یون H^+ با انرژی ۲ MeV در جهت ۱۶۵ درجه و فشار 10^{-4} پاسکال جهت شناسایی عناصر سبک (نیتروژن و اکسیژن) سطح نمونه‌ها استفاده شد. نتایج مجموعه نقاط آزمون RBS، با استفاده از نرم‌افزار SIMNRA 6.06 شبیه‌سازی و منطبق‌ترین خط به‌عنوان میانگین نقاط آزمون انتخاب شد. به منظور ارزیابی خواص سطحی، ریزسختی‌سنجی سطح زیرلایه و نیتروژن در بار اعمالی ۰/۱ نیوتن با استفاده از دستگاه سختی‌سنج (Wilson-MVD 402) با زمان اعمال نیروی ۱۰ ثانیه و در مقیاس ویکرز استفاده شد. تمامی آزمون‌های سختی‌سنجی با ۱۰ بار تکرار انجام شدند.

نتایج و بحث

شکل ۱ تصاویر ریزنگاری الکترونی روبشی از فاصله ۱ میلی‌متری مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده را نشان می‌دهد. مطابق با شکل ۱ قسمت الف، محدوده ناحیه نفوذی CPN₁₀ در تصویر ریزنگاری الکترونی قابل تشخیص نیست. با توجه به تشکیل لایه ترکیبی و عدم حضور محدوده نفوذی پس از ۱۰ ساعت، می‌توان نتیجه گرفت که ابتدا لایه ترکیبی و سپس ناحیه نفوذی ایجاد شده است. علت تراکم نیتروژن در لایه‌های سطحی را می‌توان ناشی از ضریب نفوذ پایین نیتروژن در آلومیناید تیتانیم گاما و لایه ترکیبی دانست [۱۶]؛ بنابراین، نیتروژن در لایه‌های سطحی تجمع می‌کند و شرایط مناسب برای تشکیل و رشد لایه ترکیبی را فراهم می‌سازد [۴]. بر اساس سازوکار "تجمع و رهایی" نیتروژن، با افزایش زمان عملیات، ضخامت لایه ترکیبی افزایش می‌یابد و نیتروژن اضافی به لایه‌های پایین‌تر منتقل می‌شود و ناحیه نفوذی را تشکیل می‌دهد. کم‌بودن میزان عمق ناحیه نفوذی نسبت به لایه ترکیبی در تصاویر ریزنگاری شکل ۱ قسمت‌های ب و ج، صحت این فرضیه را اثبات می‌کند. مقایسه ضخامت لایه‌های نیتروژنی و ناحیه نفوذی برای نمونه‌های مختلف در شکل ۲ نمایش داده شده است. نمودار شکل ۲ وجود یک رابطه معنی‌دار بین ضخامت لایه ترکیبی (R_c) و ناحیه نفوذی (R_d) را نشان

1. etching
2. Baeslack
3. field emission scanning electron microscopy (FE-SEM)
4. energy dispersive spectroscopy (EDS)
5. Rutherford backscattering spectrometry (RBS)

می‌دهد. نسبت ضخامت لایه ترکیبی به ناحیه نفوذی (R_c/d) در فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما، عددی در حدود ۲ است؛ در صورت محاسبه این نسبت برای دیگر آلیاژهای تیتانیم با مقدار آلومینیم کم‌تر، عدد ۰/۰۵ تا ۰/۱ به دست خواهد آمد که نقش عنصر آلومینیم و ضریب نفوذ پایین نیتروژن در آلومینیم را به خوبی تأیید می‌کند [۱۷ و ۱۸].

شکل ۳ نتایج آزمون ریزسختی سنجی سطح نمونه‌ها بعد از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی را نشان می‌دهد. پس از نیتروژن‌دهی به مدت ۱۰ و ۲۰ ساعت، تغییرات محسوسی روی سختی ایجاد نشده است. این امر می‌تواند ناشی از ناکافی بودن زمان عملیات و شدت پلاسمای برای تشکیل لایه‌های نیتريدی با ضخامت مناسب (به علت ضریب نفوذ پایین نیتروژن در آلیاژ) روی سطح باشد [۱۹]. با توجه به نتایج سختی سنجی، محدوده نیتروژن‌دهی شده حداکثر تا فاصله ۴ میلی‌متری از لبه نمونه‌ها وجود دارد و با حرکت به سمت مرکز نمونه‌ها (با کاهش شدت پلاسمای) مقادیر آن‌ها کاسته شده است. در لبه نمونه‌ها، اتم‌های نیتروژن با شدت بیش‌تری به سطح برخورد می‌کنند و منجر به پراکنش بهتر (حذف لایه اکسید سطحی) و نیز نفوذ با انرژی اولیه بالاتری خواهند شد؛ لذا غلظت نیتروژن در این منطقه افزایش می‌یابد و منجر به ضخیم‌تر شدن لایه نیتريدی می‌شود.

شکل ۴ نتایج آنالیز عنصری خطی به کمک طیف‌سنجی توزیع انرژی برای مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده را نشان می‌دهد. مطابق شکل ۴، مقدار اکسیژن اتمی سطح، از مقدار همه عناصر بیش‌تر است و به سمت زیرلایه از مقدار آن کاسته شده است. بالابودن میزان اکسیژن در سطح را می‌توان ناشی از نرخ کم پراکنش اتم‌های سطح و در نتیجه عدم حذف اکسیدهای سطحی حین فرایند نیتروژن‌دهی دانست [۱۴]. با مقایسه کیفی بین تصاویر شکل ۴ مشخص است که با حرکت به سمت زیرلایه از مقدار نیتروژن موجود کاسته شده است. در تمامی نمودارها غلظت عناصر تیتانیم، آلومینیم، نیویم و کروم در سطح کاهش یافته است و به عبارتی این عناصر از سطح ماده به سمت زیرلایه حرکت کرده‌اند. ضریب نفوذ در سامانه آلیاژی آلومیناید تیتانیم گاما و در دمای فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی یعنی ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به صورت $D_{Nb} < D_{Ti} < D_{Al} < D_{Cr}$ است [۲۰]. از آنجا که آلومینیم دارای ضریب نفوذ بالاتری نسبت به تیتانیم است با سرعت بالاتری حرکت می‌کند و مقدار آن در سطح با کاهش بیشتری همراه است؛ بنابراین، لایه نیتريدی سطحی بیرونی و داخلی به ترتیب حاوی درصد اتمی کم‌تر و بیش‌تری از عنصر آلومینیم است.

نتایج آزمون طیف‌سنجی پس‌پراکنشگی رادرفورد از سطح زیرلایه و نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در شکل ۵ نمایش داده شده است. نتیجه آزمون رادرفورد وجود اکسیژن در سطح نمونه‌های حاصل از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی را تأیید می‌کند. وجود اکسیژن در سطح به معنی تشکیل اکسیدها یا اکسی‌نیتريدها در سطح ماده است. با وجود خلوص بالای گازهای مصرفی و خلأ مناسب محفظه، تشکیل اکسید در سطح آلیاژ می‌تواند ناشی از دمای بالای فرایند، نرخ پایین پراکنش و نیز چگالی پایین یون احیاکننده هیدروژن در محیط پلاسمای باشد. لایه‌های اکسیدی سطحی از نفوذ نیتروژن به زیرلایه ممانعت می‌کنند. ضریب نفوذ پایین نیتروژن به زیرلایه، علتی دیگر در افزایش زمان عملیات نیتروژن‌دهی و پایین‌بودن ضخامت لایه‌های نیتريدی است. آلیاژ آلومیناید

تیتانیم گاما دارای حدود ۴۸ درصد اتمی آلومینیم است که دارای ضریب نفوذ بسیار پایین نیتروژن (حدود 10^{-9} تا 10^{-7} متر مربع بر ثانیه) و حساس در برابر اکسایش است [۱۴]. بنابراین، بالابودن مقدار آلومینیم در این آلیاژ، عامل اصلی کنترل کننده سرعت و مقدار نفوذ نیتروژن در سطح است. این موضوع با عمق بالای نواحی نیتریدی در آلیاژهای تیتانیومی کم آلومینیم مانند Ti-6Al-4V (wt.%) قابل اثبات است [۲۱].

بررسی نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس برای زیرلایه و نیز نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در شکل ۶، وجود فازهای $TiAl$ (γ) و Ti_3Al (α_2) در زیرلایه و تشکیل فازهای نیتریدی TiN و Ti_2AlN را برای نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده نمایش می‌دهد. نتایج آزمون تفرق سنجی اشعه ایکس با تحقیقات مشابه در این زمینه مطابقت دارد [۱۰-۱۲]. مطابق نتایج تفرق سنجی نمونه CPN_{10} ، تفرق اشعه ایکس از لایه‌های نیتریدی و زیرلایه به صورت هم‌زمان صورت گرفته است. این موضوع ضخامت کم لایه‌های نیتریدی را تأیید می‌کند. از آنجا که با افزایش زمان فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی، ضخامت لایه نیتریدی افزایش یافته است، به تدریج از شدت تفرق صفحات بلوری زیرلایه نیز کاسته شده است.

نتیجه‌گیری

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

- (۱) در فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول، توزیع یکنواختی از لایه‌های نیتریدی و سختی در سطح آلومیناید تیتانیم گاما حاصل نمی‌شود.
- (۲) در فرایند نیتروژن‌دهی متداول، اکسایش سطح و تشکیل لایه غیرفعال سطحی مانع از نفوذ نیتروژن به زیرلایه جلوگیری می‌کند.
- (۳) سازوکار اصلی در فرایند نیتروژن‌دهی آلومیناید تیتانیم گاما، تحت تأثیر ضریب نفوذ پایین نیتروژن در آلومینیم قرار دارد و به صورت "تجمع و رهایی" صورت می‌پذیرد.
- (۴) ترکیبات Ti_2AlN و TiN فازهای اصلی سازنده لایه ترکیبی بعد از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی آلومیناید تیتانیم گاما هستند.
- (۵) لایه‌های نیتریدی تنها در نوار باریکی نزدیک لبه نمونه ایجاد می‌شوند که نقش شدت پلازما بر نفوذ نیتروژن در آلومیناید تیتانیم گاما را تأیید می‌کنند.

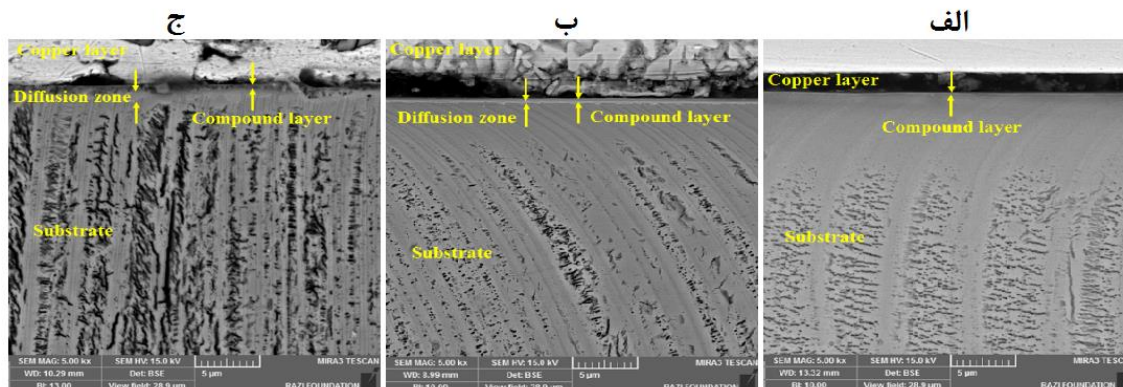
مراجع

- [1]. K. Kothari, R. Radhakrishnan and N. M. Wereley, "Advances in Gamma Titanium Aluminides and Their Manufacturing Techniques", *Progress in Aerospace Sciences*, 55, 2012, 1-16.
- [2]. M. Yamaguchi, H. Inui and K. Ito, "High Temperature Structural Intermetallics", *Acta Materialia*, 48, 2000, 307-322.
- [3]. J. Xia, H. Dong and T. Bell, "Surface Properties of a γ -Based Titanium Aluminide at Elevated Temperatures", *Intermetallics*, 10, 2002, 723-729.

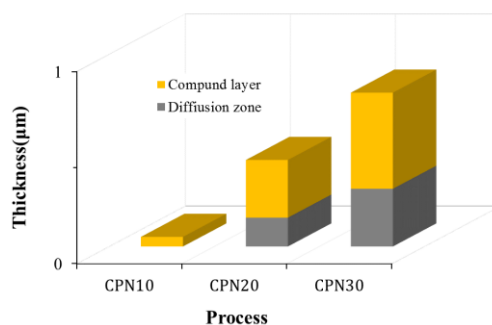
- [4]. B. Zhao and et al., "Gas Nitriding Behavior of TiAl Based Alloys in an Ammonia Atmosphere", *Scripta Materialia*, 46-8, 2002, 581-586.
- [5]. L. Aihua, D. Jianxin, C. Haibing, C. Yangyang and Z. Jun, "Friction and Wear Properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD Nitride Coatings", *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 31, 2012, 82-88.
- [6]. A. R. Rastkar, B. Shokri and T. Bell, "Structural and Mechanical Evaluation of the Effect of Oxygen Boost Diffusion on a Gamma Based Titanium Aluminide of Ti-45Al-2Nb-2Mn-1B", *Surface and Coatings Technology*, 202-24, 2008, 6038-6048.
- [7]. X. Liu and et al., "Wear Resistance of TiAl Intermetallics by Plasma Alloying and Plasma Carburization", *Surface and Coatings Technology*, 201-11, 2007, 5278-5281.
- [8]. J. C. Walker, I. M. Ross, C. Reinhard and W. M. Rainforth, "High Temperature Tribological Performance of CrAlYN/CrN Nanoscale Multilayer Coatings Deposited on Gamma-TiAl", *Wear*, 267, 2009, 965-975.
- [9]. L. Swadzba, G. Moskal, M. Hetmanczyk and B. Mendala, "Long-Term Cyclic Oxidation of Al-Si Diffusion Coatings Deposited by Arc-PVD on TiAlCrNb Alloy", *Surface and Coatings Technology*, 184, 2004, 93-101.
- [10]. C. L. Chu and S. K. Wu, "Ion Nitriding of Titanium Aluminides with 25-53 (at.%) Al: Nitriding Parameters and Microstructure Characterization", *Surface and Coatings Technology*, 78-3, 1996, 211-218.
- [11]. A. R. Rastkar and T. Bell, "Tribological Performance of Plasma Nitrided Gamma Based Titanium Aluminides", *Wear*, 253-12, 2002, 1121-1131.
- [12]. A. M. Abd El-Rahman and et al., "Surface Improvement and Biocompatibility of TiAl₂₄Nb₁₀ Intermetallic Alloy Using RF Plasma Nitriding", *Applied Surface Science*, 253, 2007, 9067-9072.
- [13]. P. Visuttipitukul, T. Aizawa and H. Kuwahara, "Feasibility of Plasma Nitriding for Effective Surface Treatment of Pure Aluminum", *Materials Transactions*, 44, 2003, 1412 - 1418.
- [14]. T. Fitz, Ion nitriding of aluminium, 2002, Rossendorf, Wissenschaftlich-Technische Berichte.
- [15]. W. A. Baeslack, P. A. McQuay, D. S. Lee and E. D. Fletcher, "Metallography of Gamma Titanium Aluminides", *Material Characterization*, 31, 1993, 197-207.
- [16]. F. Appel, J. D. H. Paul and M. Oehring, Gamma Titanium Aluminide Alloys, 2011, Wiley VCH.
- [17]. S. Taktak and H. Akbulut, "Dry Wear and Friction Behaviour of Plasma Nitrided Ti-6Al-4V Alloy after Explosive Shock Treatment", *Tribology International*, 40, 2007, 423-432.
- [18]. V. Fouquet, L. Pichon, A. Straboni and M. Drouet, "Nitridation of Ti6Al4V by PBII: Study of the Nitrogen Diffusion and of the Nitride Growth Mechanism", *Surface and Coatings Technology*, 186, 2004, 34-39.
- [19]. M. Magnuson, M. Mattesini, S. Li, C. Hoglund, M. Beckers, L. Hultman and O. Eriksson, "Bonding Mechanism in the Nitrides Ti₂AlN and TiN: an Experimental and Theoretical Investigation", *Physical Rivied*, B 76, 2007, 1-18.
- [20]. S. Xiaoguo, C. Jian, L. Jiakun, Z. Liyan and F. Jicai, "Reaction-Diffusion Bonding of High Nb Containing TiAl Alloy", *Rare Metal Materials and Engineering*, 43, 2014, 28-31.
- [21]. S.R. Hosseini and A. Ahmadi, "Evaluation of the Effects of Plasma Nitriding Temperature and Time on the Characterisation of Ti 6Al 4V Alloy", *Vacuum*, 87, 2013, 30-39.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی آلیاژ آلومیناید تیتانیم گاما که در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفته است.

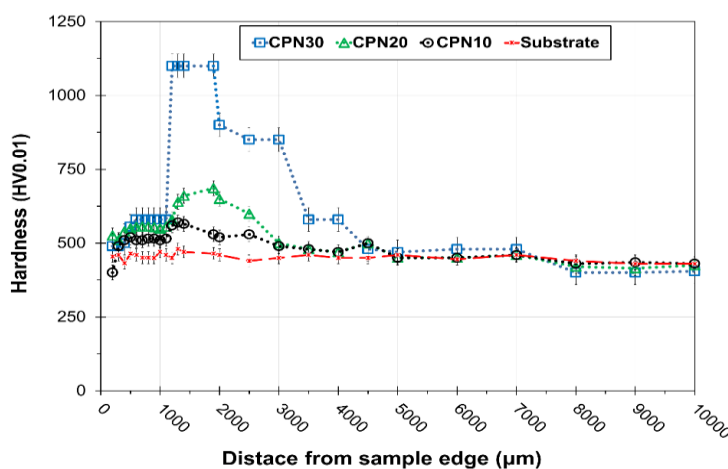
نوع عنصر	تیتانیم	آلومینیم	کروم	نیوبیم	سایر
میزان عناصر (درصد اتمی)	۴۶/۷۱۸	۴۹/۷۸۹	۱/۶۱۲	۱/۸۸	۰/۰۰۱



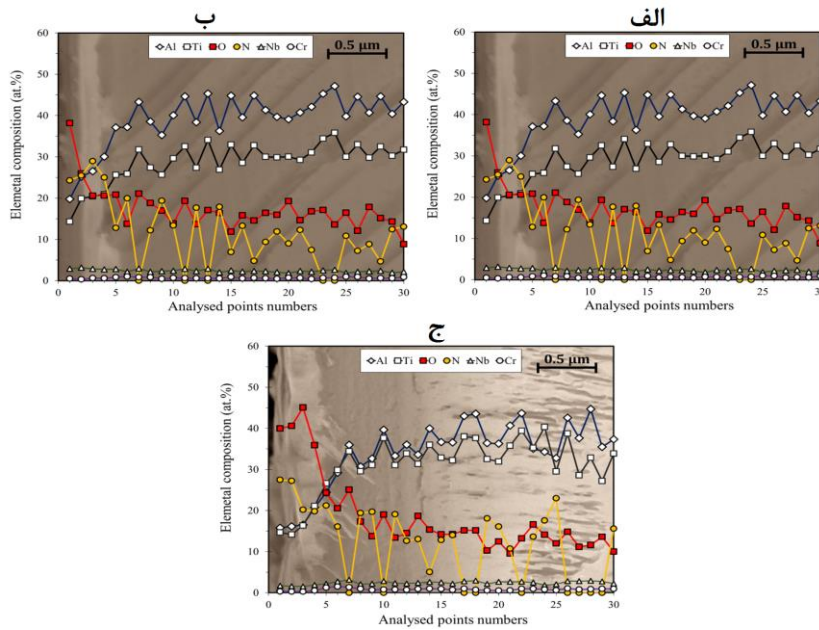
شکل ۱: تصاویر ریزنگاری الکترونی روبشی با نشر میدانی از مقطع عرضی نمونه‌ها پس از نیتروژن‌دهی پلاسمایی به مدت الف) ۱۰ ساعت (CPN₁₀)، ب) ۲۰ ساعت (CPN₂₀) و ج) ۳۰ ساعت (CPN₃₀).



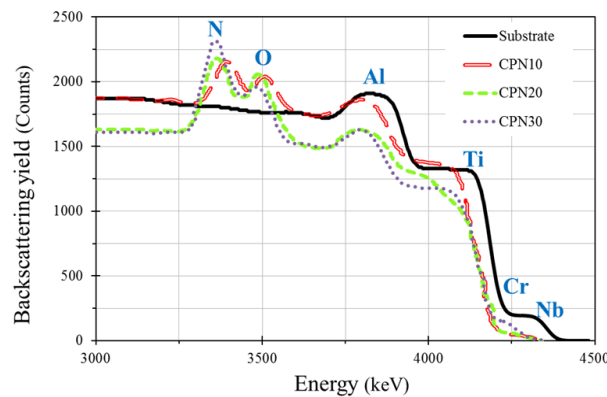
شکل ۲: روند تغییرات ضخامت لایه ترکیبی و ناحیه نفوذی پس از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی.



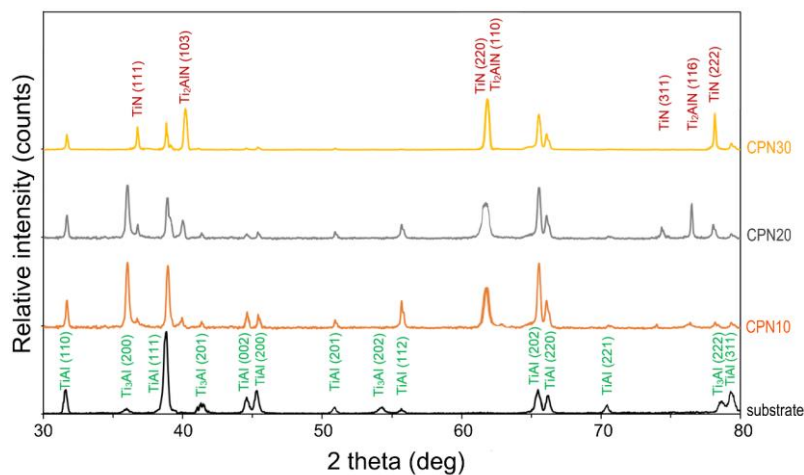
شکل ۳: روند تغییرات سختی در مقیاس ریزویکرز تحت بار ۰/۱ نیوتن (HV_{0.01}) در سطح زیرلایه و نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به روش متداول (CPN) در زمان‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ ساعت.



شکل ۴: نتایج طیف سنجی توزیع انرژی خطی در ۳۰ نقطه منطبق بر تصاویر ریزنگاری الکترونی روبشی با استفاده از الکترون‌های برگشتی، برای نمونه‌های حاصل از فرایند نیتروژن‌دهی در زمان‌های (الف) ۱۰، (ب) ۲۰ و (ج) ۳۰ ساعت.



شکل ۵: نتایج طیف سنجی پس‌پراکندگی رادرفورد از سطح زیرلایه و نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در زمان‌های مختلف.



شکل ۶: تصویر الگوی‌های پراش پرتو ایکس قبل و بعد از فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی در زمان‌های مختلف.