



مطالعه و مقایسه لایه‌های سطحی حاصل از ذوب سطحی آلیاژ Ti-۶Al-۴V در اتم‌سفرهای آرگون و نیتروژن

علیرضا واحدی نعمانی^۱، محمود حیدرزاده سهی^۲، احمدعلی آماده^۲، محیا غفاری^۱

^۱ دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران (دانشجوی کارشناسی ارشد)

^۲ دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران (استاد)

چکیده

در این پژوهش ذوب سطحی آلیاژ Ti-۶Al-۴V با استفاده از فرایند قوس تنگستن در مخلوطی از گاز محافظ آرگون و نیتروژن مطالعه شد. ریزساختار لایه‌های سطحی ایجاد شده توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی مورد بررسی قرار گرفتند و الگوی پراش پرتو ایکس، برای تعیین فازهای تشکیل شده حین انجام عملیات سطحی مورد استفاده قرار گرفت. سختی حاصله در منطقه ذوب شده و ناحیه متأثر از حرارت نیز توسط ریزسختی سنجی به روش ویکرز محاسبه شد. ذوب سطحی در محیط‌های آرگون و مخلوط آرگون نیتروژن به ترتیب به ایجاد لایه‌هایی با سختی ۶۰۰ و ۹۰۰ ویکرز منجر شد که علت افزایش سختی به ترتیب تشکیل مارتنزیت و دندریت‌های نیتريد تیتانیم بود.

واژه‌های کلیدی: تیتانیم؛ ذوب سطحی؛ سختی؛ نیتريد تیتانیم؛ قوس تنگستن.

مقدمه

تیتانیم و آلیاژهای آن به دلیل خواص ویژه‌ای چون چگالی کم، استحکام بالا و مقاومت به خوردگی عالی در دماهای پایین، کاربردهای زیادی در صنایع هوافضا دارند [۱]. یکی از مشکلات اصلی کاربرد تیتانیم، خواص ضعیف تریبولوژیکی این آلیاژهاست که کاربرد آن‌ها در صنایع انتقال نیروی محرکه و قطعاتی که تحت سایش کار می‌کنند را محدود می‌نماید [۲, ۳]. پژوهش‌ها برای بهبود رفتار تریبولوژیکی تیتانیم و آلیاژهای آن با روش‌های مختلفی در دست انجام است. این روش‌ها عموماً شامل ذوب و آلیاژسازی سطحی توسط قوس تنگستن^۱ [۴]، پرتو الکترونی^۲ [۵]، پرتو لیزر^۳ [۶]، کاشت یونی^۴ [۷]، رسوب‌نشانی از فاز بخار^۵ [۸] و ... است. در این روش‌ها هدف، افزایش سختی در لایه نسبتاً نازکی در سطح است که به موجب آن، مقاومت به سایش آلیاژ افزایش می‌یابد. ذوب سطحی نمونه در محیط حاوی گاز فعال نیز از دیگر روش‌های مورد استفاده برای اصلاح خواص سطوح است. چن^۶ و همکارانش [۲] آلیاژ تیتانیم را در محیط گاز نیتروژن توسط پرتوهای لیزر آلیاژسازی نموده و سختی سطح را بهبود بخشیدند.

در تحقیق حاضر به منظور افزایش سختی سطح آلیاژ Ti-۶Al-۴V، از روش قوس تنگستن در اتمسفر حاوی نیتروژن به منظور ایجاد فاز نیتريد تیتانیم استفاده شده است. خواص مکانیکی لایه‌های سطحی ایجاد شده با این روش به عوامل متعددی از جمله درصد گاز نیتروژن، ریزساختار ناحیه ذوب و اندازه دانه‌ها بستگی دارد. در نهایت با بررسی ساختاری و فازی حوضچه‌های مذاب و نواحی متأثر از حرارت به کمک میکروسکوپ نوری و الکترونی و همچنین به کارگیری تفرق پرتو ایکس، ترکیبات فازی تشکیل شده مشخص و نحوه تغییرات سطحی از مرکز حوضچه مذاب به سمت داخل و اطراف بدست آمده است.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق، ورق‌هایی از آلیاژ Ti-۶Al-۴V با ضخامت ۱۰mm جهت زیرلایه تهیه گردید. ریزساختار فلز پایه شامل دانه‌های بسیار ریز و کشیده α و β حاصل از نورد است. این نمونه‌ها درون محلول استن و الکل قرار داده و توسط دستگاه آلتراسونیک، مورد تمیزکاری و چربی‌زدایی واقع گردیدند تا آلودگی‌های آن‌ها برطرف شود.

جهت انجام عملیات ذوب سطحی به صورت اتوماتیک، یک میز X-Y که قابلیت تنظیم در سرعت‌های مختلف را داشت، تهیه و کالیبره شد. جهت محافظت نمونه‌ها حین عملیات ذوب سطحی در برابر جذب گازهای مختلف محیطی، از گاز محافظ آرگون خالص و هم‌چنین مخلوطی از گازهای آرگون و نیتروژن استفاده گردید که از

^۱. Tungsten Inert Gas
^۲. Electron beam
^۳. Laser beam
^۴. Ion implantation
^۵. Vapor deposition
^۶. Chen

درون مشعل جوشکاری بر روی نمونه‌ها دمیده می‌شدند. اندازه قطر الکتروود تنگستنی مورد استفاده، ۲.۴mm و شکل نوک الکتروود مخروطی با نسبت ۳ به ۱ بود.

به منظور بهینه‌سازی متغیرهای فرایند، از حرارت‌های ورودی متفاوت استفاده گردید تا بتوان بهترین متغیرها را برای حصول جوشی سالم و عاری از ترک با بالاترین سختی سطح به دست آورد. جدول ۱ حرارت‌های ورودی و گازهای محافظ در نمونه‌های مختلف را نشان می‌دهد. مقاطع عرضی لایه‌های ایجاد شده جهت بررسی‌های ریزساختاری قالب گیری شد. سپس با کاغذهای سنباده به ترتیب با دانه‌بندی درشت تا ریز مسطح گردید، آنگاه با محلول کلئیدی آلومینای ۵۰ نانومتر بر روی نم، براق شدند. نمونه‌های براق شده در محلول حاوی ۱۲٪ HF، HCl، و ۱۸٪ H₂O به مدت ۱۰S مورد حکاکی واقع گردید و بررسی‌های ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی بعمل آمد.

بمنظور اندازه‌گیری میانگین مقادیر سختی لایه‌های سطحی ایجاد شده و فازهای موجود در ریزساختار، از یک دستگاه سختی‌سنج میکروسکوپی با فرورونده نوع ویکرز استفاده شد. حداکثر بار اعمالی در این آزمایش‌ها، ۳۰۰g بود. مقدار سختی از لبه لایه ایجاد شده تا زیرلایه بر روی یک خط مستقیم در فواصل ۵۰ μm محاسبه و نتایج آن ثبت گردید.

به منظور شناسایی ساختمان‌های بلوری حاضر در آلیاژ مینا و لایه‌های ایجاد شده بر روی آن، از یک دستگاه پراش سنج پرتو ایکس که مجهز به واحد تولید کننده پرتو Cu-Kα با ولتاژ شتاب دهنده ۴۰KV و میزان جریان ۳۰mA استفاده گردید.

نتایج و بحث

ریزساختار ناحیه ذوب

شکل ۱ و ۲، به ترتیب ناحیه فلز جوش نمونه‌های ذوب شده در اتمسفرهای آرگون خالص و مخلوط آرگون و نیتروژن را نشان می‌دهد.

نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر آرگون خالص، دارای ریزساختار مارتزیتی در دانه‌های بتای اولیه هستند (شکل ۱). علت تشکیل این فاز، نرخ سرمایش بالا در حین فرایند ذوب سطحی بوده است. در سرعت‌های سرمایش زیاد، زمان کافی برای جوانه‌زنی دانه‌های آلفا بر روی مرزدانه‌های بتا وجود نخواهد داشت، بنابراین دانه‌های بتای اولیه به فاز مارتزیت که دارای ساختار هگزاگونال است تبدیل می‌شوند [۹]. این استحاله فازی موجب افزایش سختی سطح نمونه‌ها از ۳۰۰ به ۶۰۰ ویکرز شده است.

همان‌طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود، دانه‌های بتای اولیه ناحیه فلز جوش، به صورت رونشینی^۱، روی دانه‌های ناحیه متأثر از حرارت رشد می‌کنند و این رشد در جهتی موازی با حداکثر گرادیان حرارتی ادامه پیدا می‌کند [۴]. با توجه به رشد رونشینی دانه‌های فلز جوش، اندازه دانه‌های بتای اولیه در این ناحیه به شدت وابسته به

^۱. epitaxially

اندازه دانه‌های ناحیه متأثر از حرارت مجاور با مرز ذوب می‌باشد و از طرفی واضح است که خواص مکانیکی ناحیه ذوب هم‌چون سختی می‌تواند با اندازه دانه درشت تخریب گردد. بنابراین بمنظور ایجاد ساختاری دانه ریز و افزایش سختی، بهتر است از حداقل حرارت ورودی ممکن (نمونه S1) در حین عملیات ذوب سطحی استفاده شود.

ناحیه فلز جوش نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر نیتروژنی شامل فازهای دندریتی و سوزنی شکل در زمینه‌ای از فاز مارتنزیت هستند (شکل ۲) [۱۰]. با توجه به دیاگرام فازی Ti-N (شکل ۳) و نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس حاصل از نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر نیتروژنی (شکل ۴) می‌توان نتیجه گرفت که دندریتهای موجود در ریزساختار، فاز نیتريد تیتانيم (TiN) هستند. جيانگ و همكارانش [۱۱] نیز حضور فاز TiN را در نمونه‌هایی که توسط پرتو لیزر و در اتمسفر نیتروژنی ذوب شده بودند گزارش نموده‌اند. همان‌طور که در دیاگرام مشاهده می‌شود، در دماهای پایین، فاز نیتريدی TiN در گستره وسیعی از ترکیب شیمیایی و دمایی پایدار است. این در حالی است که فاز Ti_۲N در گستره بسیار محدودی از ترکیب و دما پایدار می‌باشد. در نتیجه برای ایجاد فاز Ti_۲N باید متغیرهای روش پوشش دهی کاملاً معین و بهینه انتخاب شده باشد. نتایج سختی سنجی نشان می‌دهد که سختی نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر نیتروژنی به حدود ۹۰۰ ویکرز رسیده است و دارای سختی بیشتری از نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر آرگون خالص (۶۰۰ ویکرز) هستند. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که حضور فاز TiN در زمینه‌ای از فاز مارتنزیت، دلیل افزایش سختی سطح قطعه بوده است.

ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت

با توجه به نتایج حاصل از تصاویر میکروسکوپی، منطقه متأثر از حرارت به دو قسمت نزدیک (مجاور با خط ذوب) و قسمت دور (مجاور با فلز پایه) تقسیم بندی می‌شود. لازم به ذکر است که ریزساختار این نواحی در هر دو نوع نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر آرگون خالص و مخلوط آرگون و نیتروژن مشابه هستند.

شکل ۵، ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت مجاور به مرز ذوب را نشان می‌دهد. در این ناحیه، حداکثر دمای تجربه شده توسط نمونه در محدوده پایداری فاز بتا می‌باشد و سپس با نرخ سرمایش زیاد دما افت پیدا کرده و باعث می‌شود تا دانه‌های بتا به فاز آلفای ویدمن اشتاتن به اضافه بتا باقیمانده یا مخلوطی از این ریزساختار بعلاوه مارتنزیت تبدیل شوند [۹، ۱۲]. سختی این ناحیه حدود ۴۵۰ ویکرز می‌باشد که بیشتر از میزان سختی در فلز پایه نورد شده (۳۰۰ ویکرز) بوده است.

شکل ۶، ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت دور از مرز ذوب را نشان می‌دهد. در این ناحیه، حداکثر دمایی که قطعه تجربه می‌کند، کمتر از دمای استحاله بتا است. بنابراین در این محدوده دمایی، فازهای آلفا و بتا پایدار می‌شوند. لازم به ذکر است که حضور فاز آلفا بر روی مرز دانه‌های بتا، باعث قفل شدن مرز دانه‌های بتا گردیده و از رشد دانه‌های بتا جلوگیری می‌کند. در حین سیکل سرمایش، فاز بتا تبدیل به آلفای ویدمن اشتاتن شده و بنابراین

ریزساختار نهایی در این منطقه شامل فاز آلفای ویدمن اشتاتن بعلاوه دانه‌های ریز آلفا که معمولاً در مرزدانه‌های فاز بتای اولیه قرار می‌گیرند، خواهد بود [۹]. نتایج سختی‌سنجی نشان‌گر کاهش سختی این ناحیه (۳۵۰ ویکرز) نسبت به ناحیه متأثر از حرارت مجاور با مرز ذوب (۴۵۰ ویکرز) می‌باشد که علت آن، عدم حضور فاز مارتنزیت و هم‌چنین حضور دانه‌های ریز آلفا در این ناحیه بوده است.

بعلاوه شکل ۱ نیز نشان می‌دهد که در ناحیه متأثر از حرارت با فاصله گرفتن از مرز ذوب اندازه دانه‌ها کاهش پیدا می‌کند که علت آن قفل شدن مرز دانه‌های بتا توسط دانه‌های ریز آلفا است.

ریزسختی

شکل ۷ الف و ب، به ترتیب پروفیل سختی نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر آرگون خالص و مخلوط آرگون + ۶۰٪ نیتروژن را نشان می‌دهد. سختی اولیه فلز پایه حدود ۳۰۰ ویکرز بوده که با انجام عملیات سطحی در اتمسفر آرگون خالص دو برابر شده و به حدود ۶۰۰ ویکرز رسیده است. هم‌چنین انجام عملیات ذوب سطحی در اتمسفر آرگون و نیتروژن باعث افزایش سختی سطح نمونه‌ها تا حدود ۳ برابر شده است که بیشترین سختی گزارش شده (نمونه S۴) ۹۰۴ ویکرز می‌باشد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت ریزساختار حاوی نیتريد تیتانیم در زمینه مارتنزیت، سختی سطح نمونه را بیش از ریزساختاری که تنها حاوی فاز مارتنزیت است، افزایش می‌دهد.

لازم به ذکر است، نمونه‌هایی که با حرارت ورودی کمتری ذوب شده‌اند دارای سختی سطح بیشتری هستند که دلیل این امر غیرنفوذی بودن استحاله‌های اتفاق افتاده حین سیکل حرارتی می‌باشد. بدین معنا که استحاله بتا به مارتنزیت تنها وابسته به نرخ سرمایش است و نمونه‌هایی که حرارت ورودی کمتری داشته‌اند، منتج به نرخ سرمایش بالاتر و تشکیل ریزساختار مارتنزیتی ریزتری می‌شوند. علاوه بر این حرارت ورودی کمتر، باعث ایجاد ساختار ریزدانه‌تری شده و این دو عامل باعث بهبود سختی سطح نمونه‌ها می‌شود.

در نمونه‌های با حرارت ورودی بالاتر، قطعه نرخ سرمایش کمتری را تجربه می‌کند و بنابراین تیغچه‌های مارتنزیتی درشت‌تر شده و کسر حجمی بتای باقیمانده افزایش پیدا می‌کند و باعث افت سختی خواهد شد.

نتیجه‌گیری

با توجه به نتایج حاصل از تصاویر متالوگرافی و سختی‌سنجی انجام گرفته بر روی نمونه‌ها، نتایج زیر بدست آمد:

۱. انجام عملیات ذوب سطحی در محیط آرگون باعث ایجاد ریزساختار مارتنزیتی و افزایش سختی سطح نمونه تا حدود ۲ برابر می‌شود.
۲. انجام عملیات ذوب سطحی در اتمسفر مخلوط آرگون و نیتروژن، باعث ایجاد نیتريد تیتانیم در زمینه‌ای از فاز مارتنزیت شده و سختی سطح نمونه را تا حدود ۳ برابر افزایش می‌دهد.
۳. فاز TiN تشکیل شده حین فرایند ذوب سطحی در اتمسفر نیتروژنی اغلب بصورت دندردیتی و در بعضی از موارد به صورت سوزنی شکل تشکیل می‌شود.

۴. ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت اغلب بصورت آلفای ویدمن اشتاتن بوده و در بعضی از موارد که سرعت سرمایش این ناحیه بیشتر بوده است، فاز مارتنزیت مشاهده شده است که همین امر باعث می‌شود تا سختی این ناحیه بیشتر از فلز پایه و کمتر از ناحیه ذوب گردد.
۵. در بین حرارت‌های ورودی استفاده شده برای انجام عملیات ذوب سطحی، حرارت‌های ورودی کمتر باعث ایجاد ساختار ریزدانه‌تر و بهبود سختی سطح نمونه‌ها گردیده است.

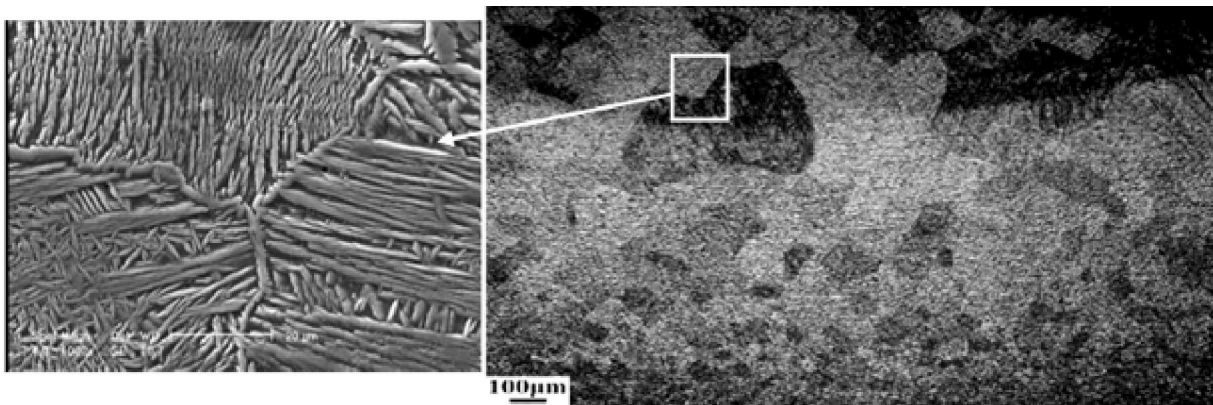
مراجع

۱. Zhang, P., et al., "Surface plasma chromized burn-resistant titanium alloy", *Surface and Coatings Technology*, ۲۰۱(۹), ۲۰۰۷, ۴۸۸۴-۴۸۸۷.
۲. Chen, X., et al., "Laser nitriding of titanium alloy in the atmosphere environment", *Surface and Coatings Technology*, ۲۰۱(۹), ۲۰۰۷, ۴۸۴۳-۴۸۴۶.
۳. DuttaMajumdar, J. and L. Li, "Development of titanium boride (TiB) dispersed titanium (Ti) matrix composite by direct laser cladding", *Materials Letters*, ۶۴(۹), ۲۰۱۰, ۱۰۱۰-۱۰۱۲.
۴. Hajbagheri, F.A., S.K. Bozorg, and A. Amadeh, "Microstructure and wear assessment of TIG surface alloying of CP-titanium with silicon", *Journal of Materials Science*, ۴۳(۱۷), ۲۰۰۸, ۵۷۲۰-۵۷۲۷.
۵. Lee, D.-G., K. Lee, and S. Lee, "Effects of tempering on microstructure, hardness, and fracture toughness of VC/steel surface composite fabricated by high-energy electron beam irradiation", *Surface and coatings Technology*, ۲۰۱(۳), ۲۰۰۶, ۱۲۹۶-۱۳۰۱.
۶. Tian, Y., et al., "Microstructures and wear properties of composite coatings produced by laser alloying of Ti-۶Al-۴V with graphite and silicon mixed powders", *Materials Letters*, ۶۰(۱), ۲۰۰۶, ۱۰۹-۱۱۳.
۷. Ji, H., et al., "Tribological performance of Ti-۶Al-۴V plasma-based ion implanted with nitrogen", *Wear*, ۲۴۶(۱), ۲۰۰۰, ۴۰-۴۵.
۸. Liu, C., Q. Bi, and A. Matthews, "Tribological and electrochemical performance of PVD TiN coatings on the femoral head of Ti-۶Al-۴V artificial hip joints", *Surface and coatings Technology*, ۱۶۳, ۲۰۰۳, ۵۹۷-۶۰۴.
۹. Matthew J. Donachie, J., Titanium, A Technical Guide, United States of America, Second Edition ed, ۲۰۰۰.
۱۰. Filip, R., "Alloying of surface layer of the Ti-۶Al-۴V titanium alloy through the laser treatment", *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, ۱۵, ۲۰۰۶, ۱۷۴-۱۸۰.
۱۱. Jiang, P., et al., "Wear resistance of a laser surface alloyed Ti-۶Al-۴V alloy", *Surface and Coatings Technology*, ۱۳۰(۱), ۲۰۰۰, ۲۴-۲۸.
۱۲. Vaziri, A., M.H. Sohi, and A. Safaei, "Liquid phase surface alloying of CP-titanium with aluminum in an atmosphere of argon and nitrogen", *Surface and Coatings Technology*, ۲۰۶(۱۸), ۲۰۱۲, ۳۷۸۸-۳۷۹۴.

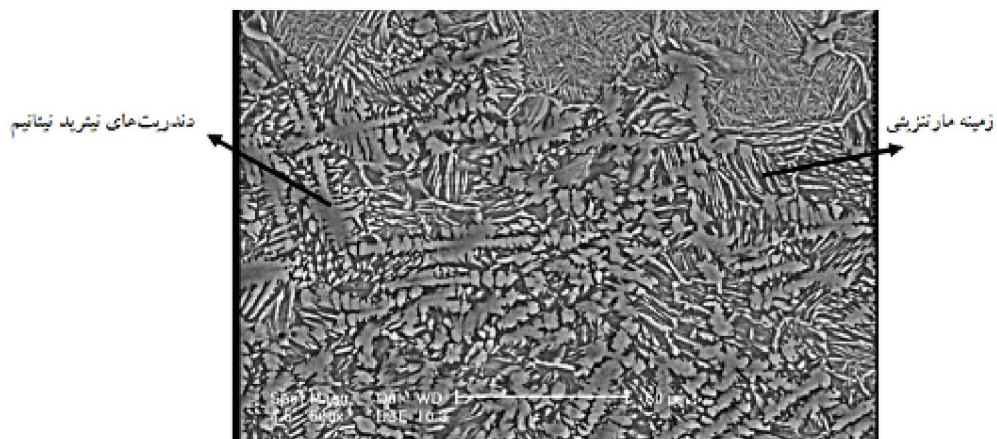
جدول ۱: حرارت ورودی و گاز محافظ در نمونه‌های مختلف.

Treatment code	Current (A)	Speed (mm s ⁻¹)	Heat input (KJ cm ⁻¹)	Shielding gas	Gas flow rate (L min ⁻¹)
----------------	-------------	-----------------------------	-----------------------------------	---------------	--------------------------------------

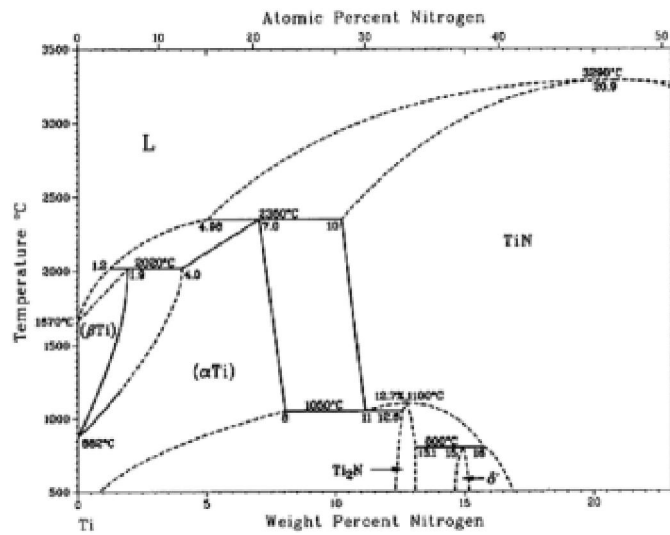
S ₁	۶۰	۱۵۰	۱.۷۲	Pure argon	۱۰
S ₂	۸۰	۱۵۰	۲.۳۰	Pure argon	۱۰
S ₃	۹۰	۱۵۰	۲.۵۹	Pure argon	۱۰
S ₄	۶۰	۱۵۰	۱.۷۲	Ar+۶۰٪N _۲	۱۰
S ₅	۸۰	۱۵۰	۲.۳۰	Ar+۶۰٪N _۲	۱۰
S ₆	۹۰	۱۵۰	۲.۵۹	Ar+۶۰٪N _۲	۱۰



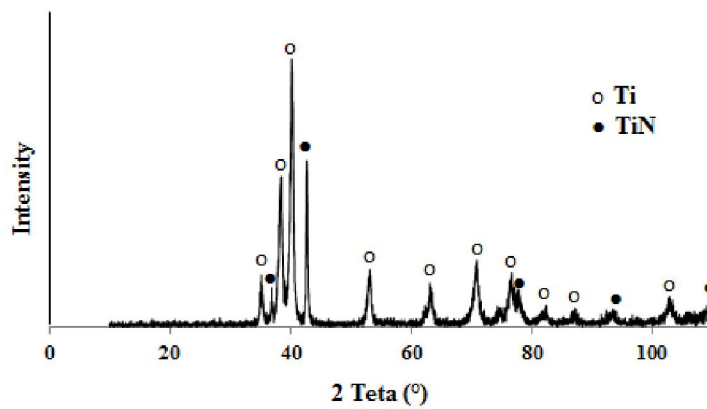
شکل ۱: ریزساختار نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر آرگون خالص، شامل فاز مارتنزیت در دانه‌های بتای اولیه.



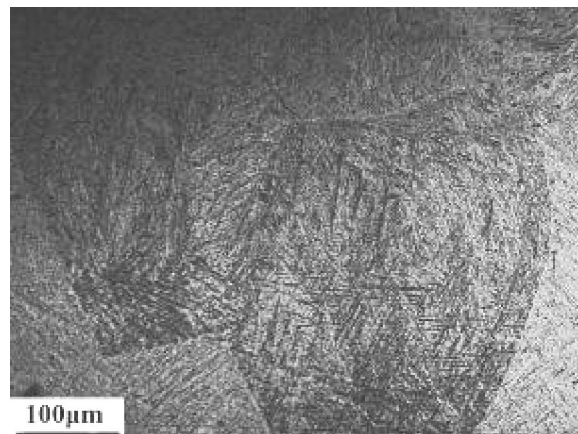
شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی از تشکیل نیتريد تیتانيم درون زمينه فاز مارتنزیت در نمونه ذوب شده در محیط نیتروژنی.



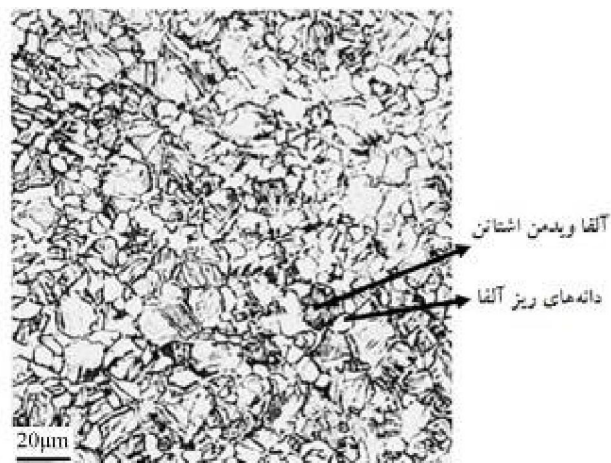
شکل ۳: دیاگرام دو تایی Ti-N.



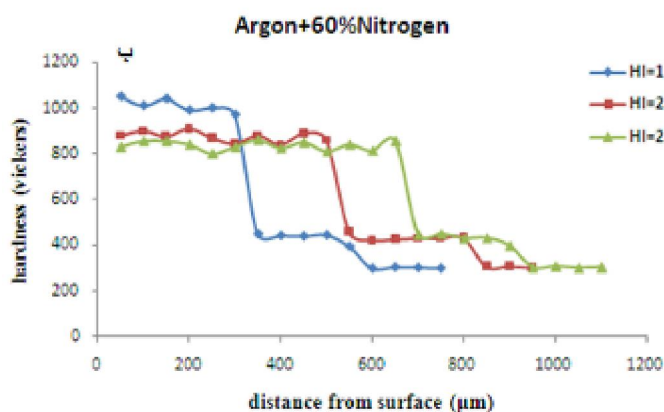
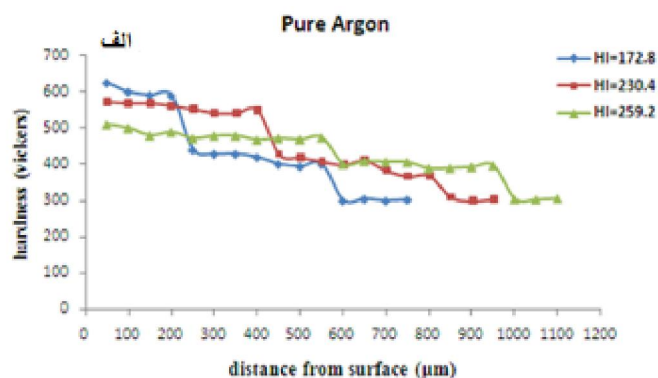
شکل ۴: الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر نیتروژنی.



شکل ۵: ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت نزدیک به مرز ذوب شامل فاز آلفا ویدمن اشتاتن و مارتنزیت.



شکل ۶: ریزساختار ناحیه متأثر از حرارت دور از مرز ذوب شامل فاز آلفا ویدمن اشتاتن بعلاوه دانه‌های ریز آلفا.



شکل ۷: پروفیل سختی نمونه‌های ذوب شده در اتمسفر الف) آرگون خالص، ب) اتمسفر آرگون + ۶۰٪ نیتروژن.