



ارزیابی کیفی خواص مکانیکی پوشش نانوساختار TiAlN اعمال شده بر روی ابزارهای برش با استفاده از تحلیل نتایج XRD

حسن علم‌خواه¹، امیر عبدالله زاده^{2*}، فرزاد محبوبی³، علیرضا صبور روح‌اقدم⁴، کوانگ هو کیم⁵

1- دانشجوی دکترا، نانومواد، دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه تربیت مدرس، تهران

2- استاد، مهندسی متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه تربیت مدرس، تهران

3- دانشیار، مهندسی مواد، دانشکده معدن و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران

4- دانشیار، مهندسی مکانیک و مواد، دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه تربیت مدرس، تهران

5- استاد، مهندسی سطح، دپارتمان مواد دانشگاه ملی پوسان، کره جنوبی

* تهران، صندوق پستی 14115-143، zadeh@modares.ac.ir

چکیده

هدف از این مقاله، ارزیابی کیفی خواص مکانیکی پوشش نانوساختار سخت نیتريد آلومینیوم-تیتانیوم اعمال شده بر روی ابزارهای برش با استفاده از آزمون پراش پرتو ایکس می‌باشد. برای این منظور پوشش‌های نانوساختار TiAlN و TiN با استفاده از روش‌های رسوب‌گذاری شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما و کندپاش مغناطیسی با توان برانگیختگی بالا به صورت جداگانه لایه‌نشانی شدند. برای بهبود چسبندگی پوشش نانوساختار TiAlN به زیرلایه فولادی به مدت یک ساعت با استفاده از پوشش میان‌لایه نیتريد تیتانیوم لایه نشانی شدند. برای مقایسه نتایج بدست آمده با مقادیر واقعی از دستگاه‌های نانوندانه‌گذاری، ریزسختی‌سنجی و میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدان استفاده شد. نتایج دلالت دارد که استفاده از آزمون پراش پرتو ایکس و تحلیل پیک‌های بدست آمده از این روش، می‌تواند به خوبی خواص مکانیکی پوشش‌ها را به طور کیفی مورد ارزیابی قرار گیرد. برای اثبات ارتباط میان خواص مکانیکی با اطلاعات مستخرج از نمودارهای پراش پرتو ایکس، از عوامل مختلفی چون پارامتر شبکه، میکروکرنش و تنش پسماند، ضریب بافت بلوری، چگالی نابجایی‌ها و اندازه دانه بلوری بهره گرفته شد. در نتیجه این روش می‌تواند به عنوان روش غیرمخرب، سریع و ارزان، برای مقایسه و ارزیابی کیفی خواص مکانیکی مواد لایه نازک مورد استفاده عملی قرار گیرد.

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: 14 آذر 1392

پذیرش: 08 مهر 1393

ارائه در سایت: 09 مهر 1393

کلید واژگان:

پراش پرتو ایکس

ابزار برش

ارزیابی خواص مکانیکی

پوشش نانوساختار TiAlN

Qualitative evaluation of mechanical properties of nanostructured TiAlN coatings deposited on cutting tools by analysis of XRD results

Hassan Elmkhah¹, Amir Abdollah-zadeh^{2*}, Farzad Mahboubi³, Alireza Sabour rohaghdam⁴, Kwang Ho Kim⁵

1- Department of Materials Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

2- Department of Materials Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

3- Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran

4- Department of Materials Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

5- School of Materials Science and Eng., Pusan National University, Busan, South Korea

*P.O.B. 14115-134 Tehran, Iran, zadeh@modares.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 05 Decembers 2013
Accepted 30 October 2014
Available Online 01 October 2014

Keywords:

X-ray diffraction (XRD)
Cutting Tools
Qualitative Evaluation
Mechanical Properties
TiAlN Coating

ABSTRACT

The purpose of this paper is a qualitative evaluation of the mechanical properties of nanostructured titanium aluminum nitride (TiAlN) hard coatings applied on cutting tools using X-ray diffraction (XRD). Deposition of nanostructured TiAlN and TiN coatings were carried out by a pulse DC plasma-assisted vapor deposition (DC-PACVD) and a high power impulse magnetron sputtering (HIPIMS) machines. At first, for enhancement of the adhesion of nanostructured TiAlN coating on the steel substrate, TiN inter-layer was deposited for the all samples. Nano-indentation, micro-hardness tester, and field emission scanning electron microscope (FE-SEM) were used in order to measured and compare the qualitative results with the real and experimental values. The results indicate that XRD pattern and their analysis can be a suitable qualitative method to evaluate the mechanical properties of the coatings. The lattice parameter, micro-strain, residual stress, texture coefficient, the crystal grain size and density of dislocation are used to demonstrate the relationship between the mechanical properties of the coatings and the XRD patterns. As a result, this method can be used as non-destructive and inexpensive method for quantitative comparison and evaluation of mechanical properties of thin film materials.

1- مقدمه

برای پوشش‌دهی ابزارها و ادوات مکانیکی از جمله روکش ابزارهای برش،

قالب‌های اکستروژن و ریخته‌گری آلومینیوم کاربردهای فراوانی یافته است.

پوشش‌های نانوساختار نیتريدی از جمله TiAlN و TiN به‌عنوان مواد سخت

Please cite this article using:

H. Elmkhah, A. Abdollah-zadeh, F. Mahboubi, A. Sabour rohaghdam, K. H. Kim, Qualitative evaluation of mechanical properties of nanostructured TiAlN coatings deposited on cutting tools by analysis of XRD results, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, No. 12, pp. 61-66, 2014 (In Persian)

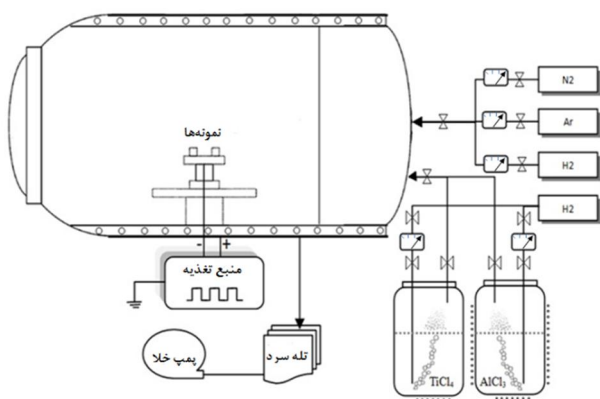
برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

دمای 480 درجه سانتی گراد، فشار 3 میلی بار، درصد چرخه کار 30 درصد و نسبت گازهای ورودی $H_2/Ar/N_2$ به ترتیب 400/150/50 اعمال شد. همچنین از پیش ماده های $TiCl_4$ و $AlCl_3$ به میزان 12 و 24 Sccm و با استفاده از جریان گاز هیدروژن (به عنوان گاز حامل)، به داخل محفظه منتقل شدند. برای ایجاد پوشش TiN شرایط بالا به استثنای حضور $AlCl_3$ اعمال شد. شکل 1 شمایی از دستگاه PACVD و متعلقات آن را نشان می دهد.

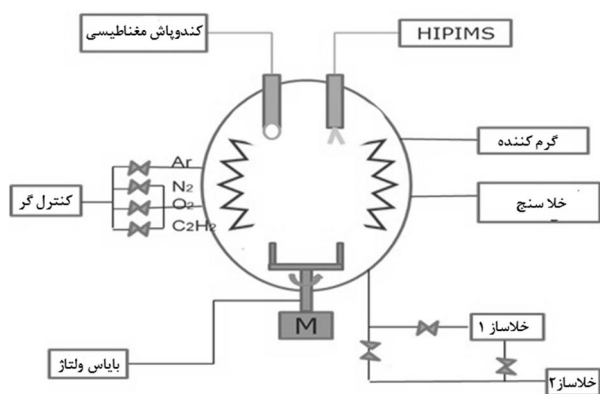
برای اعمال پوشش TiAlN با استفاده از روش HIPIMS، ابتدا برای بهبود چسبندگی نمونه ها به مدت 3 دقیقه در ولتاژ بایاس 500 توسط گاز آرگون (با جریان 100 Sccm) بمباران یونی شدند و در ادامه نمونه ها به مدت 3 دقیقه توسط یون های Ti و در همان ولتاژ بایاس، تحت اچ پلاسمایی قرار گرفتند. برای ایجاد پوشش های نانوساختار TiAlN از ماده هدف Ti-Al با ترکیب 67 به 33 درصد وزنی به ترتیب برای تیتانیوم و آلومینیوم استفاده شد. برای بهبود چسبندگی پوشش TiAlN به زیرلایه، با استفاده از روش DC-MS به مدت 20 دقیقه لایه تیتانیوم و به ضخامت 0/2 میکرومتر ایجاد و سپس فرایند اصلی انجام شد. هر دو فرایند به صورت پیوسته و در یک محفظه مجهز به دو سیستم HIPIMS و DC-MS صورت گرفت (شکل 2).

لایه نشانی در زمان 120 دقیقه، با توان 0/8 کیلووات، جریان 15 آمپر، فشار محفظه 5×10^{-3} تور و ولتاژ بایاس مختلف انجام شد. پوشش های نانوساختار $TiAlN(2)$ ، $TiAlN(3)$ و $TiAlN(4)$ در ولتاژ بایاس 50، 100 و 150 ولت لایه نشانی شدند. در شکل 2 تصویر شمایی از دستگاه مربوطه آمده است.

تاکید می شود که در این تحقیق، پوشش های TiN و TiAlN با استفاده از روش PACVD و پوشش های $TiAlN(2)$ ، $TiAlN(3)$ و $TiAlN(4)$ با استفاده از



شکل 1 شمایی از دستگاه رسوب گذاری شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما



شکل 2 شمایی از دستگاه لایه نشانی به روش HIPIMS مورد استفاده در این تحقیق

این پوشش ها به دلیل خواص مکانیکی مطلوب از جمله سختی و مدول یانگ موجب تقویت خواص و افزایش عمر کاری قطعات شده است [1]. برای اعمال پوشش های سخت، تاکنون روش های زیادی از جمله روش های رسوب گذاری شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما [2] و رسوب گذاری فیزیکی از فاز بخار [3,4] تجاری شده اند که هر کدام دارای مزایا و معایبی است.

برای ارزیابی کمی خواص مکانیکی پوشش ها، دستگاه های مختلفی چون ریزسختی سنجی، نانودندانه گذاری³ و آزمون سایش پین روی دیسک وجود دارد که همه آن ها به نوعی یا مخرب هستند و یا هزینه انجام آنالیز بالا می باشد. از طرف دیگر، نتایج حاصله از روش پراش پرتو ایکس⁴ برای توجیه نتایج کمی بدست آمده بسیار مفید خواهد بود. بنابراین علاوه بر، هزینه پایین برای آزمون XRD، این روش اطلاعات ارزشمندی را برای ارزیابی کیفی خواص مکانیکی مواد لایه نازک ارایه می کند.

یکی از عواملی که در ارزیابی کیفی سختی مواد قابل استفاده می باشد، اندازه دانه های تشکیل دهنده ساختار پوشش می باشد. این اثر با استفاده از رابطه هال-پیچ⁵ اثبات می شود. این رابطه بیان می کند که یکی از مکانیزیم سخت سازی مواد، افزایش مرزدانه ها (یا کاهش اندازه دانه) است. مرزدانه ها مانع از حرکت و لغزش نابجایی ها شده و در نهایت موجب افزایش سختی و تقویت خواص مکانیکی ماده می شود [5]. بنابراین بر اساس این رابطه، مواد نانوساختار، سختی به مراتب بالاتری نسبت به مواد میکروساختار از خود نشان خواهند داد. این پدیده حتی در ساختار میکرومتری نیز صادق می باشد [6]. حال برای بهره مندی از این پدیده، می توان اندازه دانه مواد را با استفاده از اطلاعات بدست آمده از آزمون XRD، محاسبه نمود. همچنین می توان ارزیابی کیفی خواص مواد را با استفاده از رابطه هال-پیچ انجام داد.

در روش XRD با تاباندن پرتو ایکس با طول موج $(\lambda = 1/5404 \text{ \AA})$ بر روی سطح نمونه و دریافت پرتوهای خروجی آن توسط شناساگر، می توان به اطلاعات مفید از وضعیت ساختار بلوری مواد دست یافت. خروجی اطلاعات روش پرتو ایکس به صورت نمودارهایی است که ارزیابی تغییرات آن با وضعیت استاندارد از جمله جابجایی، پهن شدگی، کاهش و افزایش شدت پیک ها و استفاده از روابط حاکم در علم مواد امکان ارزیابی کیفی خواص مکانیکی میسر می باشد. اطلاعاتی مانند ضریب بافت بلوری، اندازه گیری اندازه دانه و اثر آن بر سختی مواد، اندازه گیری پارامتر شبکه بلوری و غیره، تنها از یک نمودار قابل استخراج بوده و در تحلیل کیفی خواص مکانیکی کارآمد خواهند بود.

بنابراین هدف از این مقاله بعد از ایجاد پوشش $TiAlN$ و TiN با استفاده از دو روش متفاوت PACVD⁶ و HIPIMS⁶، ارزیابی کیفی خواص مکانیکی پوشش های نانوساختار $TiAlN$ با استفاده از تحلیل نمودارهای پراش پرتو ایکس و نیز مقایسه آن با نتایج تجربی و مقدار واقعی خواص مکانیکی اندازه گیری شده می باشد.

2- مواد و روش ها

2.1. ایجاد پوشش نانوساختار $TiAlN$ و TiN

برای اعمال پوشش $TiAlN$ با استفاده از روش PACVD، ابتدا نمونه ها تحت عملیات حرارتی و فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی قرار گرفتند و سپس پوشش نانوساختار $TiAlN$ با استفاده از دستگاه DC-PACVD (پالسی جریان مستقیم) به مدت 210 دقیقه بر روی نمونه ها اعمال شد. فرایند لایه نشانی $TiAlN$ در

- 1- PACVD
- 2- PVD
- 3- Nano-Indentation
- 4- XRD
- 5- Hall-Petch Relation
- 6- High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS or HPPMS)

روش HIPIMS لایه‌نشانی شد.

2. مشخصه‌یابی و ارزیابی خواص

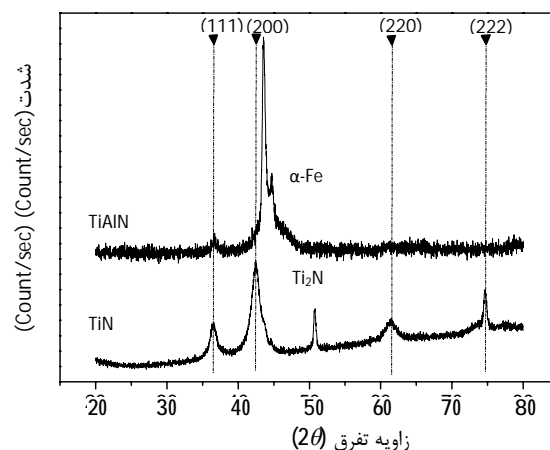
برای مطالعه ساختار بلوری پوشش‌ها از دستگاه پراش پرتو ایکس¹ با استفاده از بازتاب پرتوی ایکس مشخصه $\text{CuK}\alpha$ با طول موج مشخصه $\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$ و برای تحلیل اطلاعات آن از نرم‌افزار تخصصی JEDA6.5 استفاده شد. برای ارزیابی تجربی خواص مکانیکی پوشش‌ها از دستگاه نانودندانه‌گذاری² و دستگاه ریزسختی‌سنجی نوپ³ استفاده شدند. همچنین برای مشاهده واقعی اندازه، دانه از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان⁴ بهره گرفته شد.

3- نتایج و بحث

3.1. اندازه‌گیری پارامتر شبکه و فاصله صفحات بلوری و اثر آن بر خواص مکانیکی پوشش

شکل 3، نمودار پراش پرتو ایکس پوشش‌های نانوساختار TiAlN و TiN ایجاد شده به روش PACVD را نشان می‌دهد. هر دو این پوشش‌ها دارای ساختار بلوری از نوع FCC بوده و دارای ساختار بلوری مشابهی می‌باشند با این تفاوت که در پوشش سه‌جزیی TiAlN جای برخی از اتم‌های تیتانیوم، اتم‌های آلومینیوم جایگزین شده است. از سوی دیگر با توجه به اینکه شعاع اتمی تیتانیوم (1/146 نانومتر) بزرگ‌تر از شعاع اتمی آلومینیوم (1/143 نانومتر) می‌باشد، حضور درصدی آلومینیوم در ساختار بلوری نیتريد تیتانیوم، موجب تغییر در ثابت شبکه و فاصله صفحات کریستالی ماده خواهد شد. در شکل 3 نشان داده شده است که نمودار الگوی پراش پوشش سه‌جزیی TiAlN نسبت به نمودار الگوی پراش پوشش TiN به سمت راست (زوایای بازتاب بیشتر) انحراف دارد که حاکی از حضور عنصر سوم با شعاع کوچکتر مانند آلومینیوم در ساختار اتمی می‌باشد. بنابراین انتظار می‌رود که سلول واحد پوشش سه‌جزیی از تراکم بیشتری برخوردار باشد که در ارزیابی کیفی سختی مواد موثر است.

برای محاسبه فاصله صفحات بلوری می‌توان از رابطه براگ⁵ (رابطه 1) استفاده



شکل 3 نمودارهای پراش پرتو ایکس پوشش‌های نانوساختار TiAlN و TiN

نمود [7]. با اندازه‌گیری دقیق میزان 2θ در جهت مرجح (200) از روی نمودار و جای‌گذاری در این رابطه می‌توان فاصله صفحات کریستالی را محاسبه نمود.

$$n\lambda = 2d \times \sin(\theta) \quad (1)$$

که در این رابطه، λ طول موج مشخصه پرتو بازتاب شده (1.5404 \AA), d فاصله صفحات بلوری، θ زاویه پراش پرتو ایکس و n عدد ثابت ($n=1, 2, \dots$) می‌باشد. در جدول 1، مقدار پارامتر شبکه (ثابت شبکه)، فاصله صفحات بلوری و سایر مشخصات بلوری پوشش‌های نانوساختار TiAlN و TiN و به‌همراه میزان سختی تجربی اندازه‌گیری شده، آمده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود کاهش فاصله صفحات بلوری (کاهش پارامتر شبکه) موجب افزایش سختی پوشش شده است.

همچنین برای اندازه‌گیری پارامتر شبکه در جهت (hkl) برای پوشش از نوع ساختار مکعبی از رابطه 2 استفاده می‌شود [7].

$$a = \frac{d}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (2)$$

در این رابطه d فاصله صفحات بلوری می‌باشد که از رابطه براگ (رابطه 1) محاسبه شده است. بنابراین برای جهت مرجح (200)، میزان پارامتر شبکه برابر نصف فاصله صفحات بلوری می‌باشد که مقدار مربوطه آن در جدول 1 آورده شده است.

میزان سختی ذاتی مواد، ارتباط تنگاتنگی با فاصله صفحات بلوری خود دارد. بدین معنی که وقتی فاصله صفحات بلوری کم‌تر باشد، نشان از تراکم اتمی بیشتر ماده بوده و به تبع موجب افزایش سختی ذاتی ماده خواهد شد. رابطه بین فاصله صفحات بلوری و سختی ذاتی مواد در رابطه 3 آورده شده است [8]. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، فاصله صفحات با سختی ذاتی نسبت عکس دارد.

$$H_{int} = Kd^{-2.5} \quad (3)$$

در این رابطه H_{int} سختی ذاتی ماده، K ثابت ماده و d فاصله صفحات بلوری است. همچنین در جدول 1، سختی اندازه‌گیری شده به‌صورت تجربی آورده شده است. نشان داده شده است که کاهش فاصله صفحات بلوری (در اثر افزودن عنصر آلومینیوم در ساختار پوشش) موجب افزایش سختی پوشش شده است [8].

3.2. محاسبه ضریب بافت بلوری و اثر آن بر خواص مکانیکی پوشش

ضریب بافت بلوری مواد با استفاده از فرمول هریس⁶ که در رابطه 4 نشان داده شده است [9]، قابل محاسبه است. همان‌طور که در این رابطه ملاحظه می‌شود، نسبت شدت پیک بدست آمده از پراش پرتو ایکس به شدت پیک استاندارد در همان جهت برای همان ماده مدنظر می‌باشد. میزان دقیق شدت پیک استاندارد برای تمام جهات بلوری و مواد مختلف از نرم‌افزار JADA6.5

جدول 1 برخی مشخصات بلوری محاسبه‌شده پوشش‌های نانوساختار TiAlN و TiN و میزان سختی تجربی آن‌ها

پوشش	ضریب بافت بلوری	FWHM شبکه	پارامتر شبکه (Å)	فاصله صفحات (Å)	$2\theta_{Max}$ تجربی (ویکترز)	سختی
TiN	0/59	1/49	4/23	2/115	42/67	1820
TiAlN(1)	0/2	0/70	4/15	2/075	43/55	2350

6- Harris Formula.

1- X-ray diffraction (XRD), Model: N8Bruker.

2- Nano-Indentation, Model: TI-950 TriboIndenter.

3- Knoop Indentation, Model: Matasuzawa, MMT-7.

4- FE-SEM, Model: S4800-Hitachi.

5- Bragg's Equation.

قابل استخراج است.

انحراف از میزان ضریب بافت بلوری در جهت مشخصی، بسته به میزان آن موجب تغییر در خواص مکانیکی پوشش خواهد بود.

$$T_C = \frac{I_{(hkl)}^{coat.} / I_{(hkl)}^{standard}}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (I_{(hkl)}^{coat.} / I_{(hkl)}^{standard})} \quad (4)$$

که در این رابطه T_C ضریب بافت بلوری و I شدت پیک در پوشش مورد آزمایش و ماده حالت استاندارد می باشد. در جدول 1 میزان ضریب بافت بلوری محاسبه شده برای دو پوشش نانوساختار TiAlN و TiN (مستخرج از موادهای مندرج در شکل 3) آورده شده است. مشاهده می شود که میزان ضریب بافت بلوری در جهت (111) مربوط به پوشش TiN بیشتر از میزان آن در پوشش سه جزیی TiAlN می باشد. با توجه به اینکه در مواد از نوع ساختار FCC جهت لغزش در جهت (111) است، لذا انحراف از این جهت نشانگر مقاومت ماده در برابر لغزش و تغییر شکل می باشد. این انحراف از جهت لغزش، موجب تجمع هرچه بیشتر نابجایی ها شده و سبب افزایش سختی ماده خواهد شد [10]. در جدول 1 نشان داده شده است که پوشش سه جزیی نسبت به جهت لغزش (111) انحراف بیشتری از خود نشان می دهد که حاکی از بالا بودن میزان سختی ماده است. همچنین در جدول 1 مقایسه میزان سختی تجربی اندازه گیری شده این دو پوشش آورده شده است که با مباحث فوق هم خوانی دارد.

3.3. اندازه گیری اندازه دانه پوشش نانوساختار و اثر آن در خواص مکانیکی پوشش

همان طور که در مقدمه اشاره شد، یکی از مکانیزیم های افزایش سختی، کاهش اندازه دانه (یا افزایش میزان مرزخانه ها) می باشد. بر اساس رابطه هال-پیچ، رابطه 5 میزان سختی با مقدار اندازه دانه نسبت عکس دارد. بدین معنی که با کاهش اندازه دانه، موجب افزایش سختی ماده می شود.

$$H \propto \frac{1}{\sqrt{D}} \quad (5)$$

در این رابطه H سختی نهایی ماده و D اندازه دانه پوشش می باشد. بر اساس رابطه هال-پیچ، کاهش اندازه دانه تا محدوده 10 نانومتر موجب افزایش سختی می شود (وجود ارتباط منطقی سختی تجربی و اندازه دانه پوشش در جدول 2) و با کاهش بیشتر اندازه دانه موجب کاهش سختی خواهد شد [5]. این کاهش سختی ممکن است به علت کوچک بودن بیش از حد اندازه دانه باشد که موجب لغزش راحت تر نابجایی ها شده و به دنبال آن سختی را کاهش می دهد. لذا بایستی به محدودیت کاهش اندازه دانه توجه نمود.

هرچند برای اندازه گیری دقیق اندازه دانه بلوری، روش های متنوعی چون استفاده از TEM و FE-SEM وجود دارد. ولی با این حال با استفاده از روش XRD می توان با تقریب قابل قبولی اندازه دانه بلوری را تخمین زد. با توجه به اینکه هدف از این مقاله ارزیابی کیفی و مقایسه سختی مواد است، لذا این روش در تحلیل و ارزیابی خواص مکانیکی کارآمد و قابل اعتماد می باشد. بنابراین با استفاده از رابطه شرر¹ رابطه 6، امکان محاسبه اندازه دانه بلوری میسر می باشد [10].

$$D = \frac{0.94 \lambda}{(\beta_L^2 - \beta_E^2)^{0.5} \cos(\theta)} \quad (6)$$

در این رابطه λ طول موج تابش (1/5404 آنگستروم)، θ زاویه پراش پرتو

ایکس و β_L میزان پهنای پیک در نیمه ارتفاع پیک جهت مرجع 2 و β_E (پهن شدگی ناشی از اثر میکرو کرنش) می باشد. در این رابطه β_L و β_E بر حسب رادیان می باشند. با جای گذاری مقادیر اندازه گیری شده در این رابطه می توان اندازه دانه پوشش را تخمین زد. به عنوان مثال در شکل 4، سه پوشش نانوساختار TiAlN متفاوت ایجاد شده به روش HIPIMS را نشان می دهد. همان طور که ملاحظه می شود، در این سه نمودار، میزان FWHM از پوشش TiAlN(2) تا پوشش TiAlN(4) تغییر کرده است. میزان دقیق اندازه گیری شده آن ها با استفاده از نرم افزار مربوطه در جدول 2 آمده است.

همچنین با جای گذاری مقادیر FWHM در رابطه شرر، اندازه دانه محاسبه شده در جدول 2 ذکر شده است.

برای اثبات صحت محاسبات اندازه دانه با استفاده از رابطه شرر، می توان از شکل 5 که تصاویر SEM از سطح پوشش های نانوساختار TiAlN(2) و TiAlN(4) در دو بزرگنمایی مختلف را نشان می دهد، استفاده کرد. همانطور که از تصاویر SEM پوشش ها مشاهده می شود، اندازه دانه های محاسبه شده با آزمون XRD با دقت قابل قبولی مشابه مشاهدات تجربی هستند. مقادیر واقعی اندازه گیری شده دانه بندی پوشش ها در جدول 2 آورده شده است.

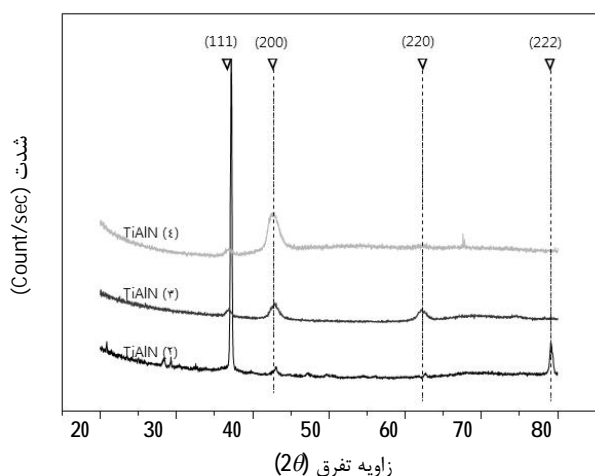
همچنین میزان ضریب بافت بلوری در جهت (111) محاسبه شده برای سه پوشش در جدول 2 ذکر شده است که کاهش آن با کاهش اندازه دانه بلوری همراهی دارد. هر دو عامل کاهش اندازه دانه و کاهش ضریب بافت بلوری می تواند در افزایش سختی پوشش موثر باشند. همچنین در جدول 2، میزان سختی تجربی اندازه گیری شده با دستگاه نانودانه گذاری آورده شده است.

3.4. اندازه گیری تنش پسماند و اثر آن بر خواص مکانیکی پوشش

تنش پسماند به عنوان یکی از عوامل اثرگذار در سختی خواهد بود. چرا که با

$$\delta = \frac{15 \times \varepsilon}{a D} \quad (8)$$

میزان چگالی نابجایی های محاسبه شده مربوط به سه پوشش مختلف



شکل 4 نمودارهای پراش پرتو ایکس پوشش های نانوساختار TiAlN ایجاد شده به روش کندوپاش مغناطیسی با توان برانگیختگی بالا

2- Full Width at Half Maximum (FWHM).

1- Scherrer Formula.

جدول 2 محاسبه برخی مشخصات بلوری پوشش‌های نانوساختار TiAlN در شرایط مختلف و اندازه‌گیری تجربی سختی آن‌ها

$2\theta_{Max}$	جهت مرجع (hkl)	پارامتر شبکه (\AA)	فاصله صفحات بلوری (\AA)	$FWHM$	اندازه دانه محاسبه شده (nm)	اندازه دانه واقعی (nm)	ضریب یافت بلوری (111)	سختی تجربی (GPa)	پوشش
37/18	(111)	4/197	2/098	0/23	42	35	0/94	21/6	TiAlN (2)
42/92	(200)	4/210	2/105	1/18	12	9	0/75	25/3	TiAlN (3)
42/71	(200)	4/228	2/114	1/52	10	7	0/29	30/5	TiAlN (4)

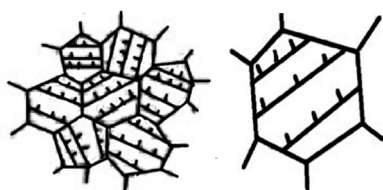
3.5. محاسبه چگالی نابجایی‌ها و اثر آن بر خواص مکانیکی پوشش

نابجایی‌ها به عنوان یکی از نواقص بلوری، نقش مهمی در خواص مکانیکی مواد دارد [5]. از این‌رو دانستن چگالی نابجایی‌ها در تحلیل و ارزیابی خواص مکانیکی موثر می‌باشد. برای اندازه‌گیری میزان چگالی نابجایی‌ها به‌طور معمول از روش‌هایی چون TEM و EBSD استفاده می‌شود که این روش‌ها وقت‌گیر و هزینه‌بر هستند. ولی با این حال با استفاده از تحلیل نتایج روش XRD، امکان محاسبه تقریبی چگالی نابجایی‌ها وجود دارد [8,5]. در رابطه 8 نشان داده شده است که میکرو کرنش (ϵ)، اندازه دانه (D) و پارامتر شبکه (a) در اندازه‌گیری چگالی نابجایی‌ها (δ) اثرگذار هستند [10]. همچنین شکل 6 به‌طور شماتیک نحوه اثرگذاری اندازه دانه در دانسیته نابجایی‌ها را به تصویر کشیده است [5] که برای درک موضوع مفید است. میزان چگالی نابجایی‌های محاسبه شده مربوط به سه پوشش مختلف نانوساختار TiAlN در جدول 3 نشان داده شده است. به دلیل بالا بودن چگالی نابجایی‌ها در محلول جامد TiAlN، انتظار است افزایش مقدار چگالی نابجایی‌ها موجب تراکم هرچه بیشتر و در نتیجه افزایش سختی شود. برای اثبات موضوع، در جدول 3 سختی اندازه‌گیری بصورت تجربی آورده شده است که با اطلاعات مربوط به چگالی نابجایی‌ها مطابقت دارد.

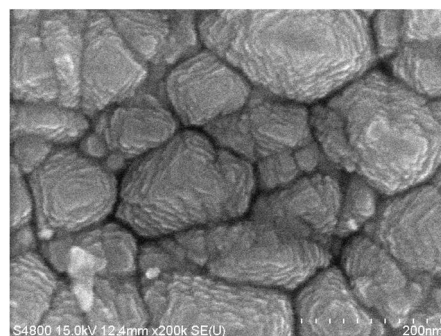
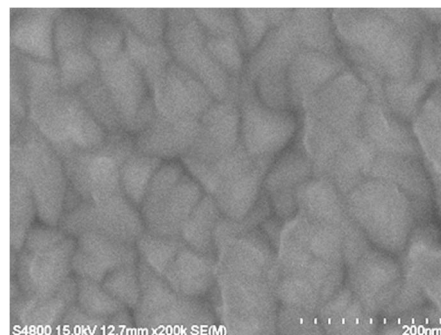
3-6- حضور سایر عوامل در ارزیابی خواص مکانیکی پوشش

در ارزیابی کیفی خواص مکانیکی پوشش‌ها باید برابند ارزیابی‌ها حاصل از پارامتر شبکه، اندازه دانه، ضریب بافت بلوری و تنش پسماند را مدنظر داشت. چرا که ممکن است در مقایسه دو ماده، برخی پارامترها اثر مثبت و در برخی دیگر اثر منفی داشته باشد. بایستی تحلیل نمود که کدام عامل اثر بیشتری بر خواص مکانیکی خواهد داشت.

همچنین دیگر عوامل خارجی ممکن است بر میزان خواص مکانیکی پوشش تأثیرات مثبت (مانند سخت‌سازی ناشی از محلول جامد) یا منفی (مانند حضور عناصر ناخالصی مانند کربن و اکسیژن در مرزدانه‌ها) داشته باشند که در تحلیل‌ها بایستی مدنظر قرار گیرند. به عنوان مثال در مقایسه دو پوشش TiAlN و TiN اثر افزایش سختی به‌دلیل تشکیل محلول جامد در کنار عوامل بحث شده در این مقاله است، موجب افزایش سختی شده است.



شکل 6 شمایی از نحوه اثرگذاری اندازه دانه در دانسیته نابجایی‌ها [5]



شکل 5 تصاویر میکروسکوپی الکترونی رویشی از پوشش‌های نانوساختار: الف) نمونه TiAlN(2)، ب) نمونه TiAlN(4)

نانوساختار TiAlN در جدول 3 نشان داده شده است. به دلیل بالا بودن چگالی نابجایی‌ها در محلول جامد TiAlN، انتظار است افزایش مقدار چگالی نابجایی‌ها موجب تراکم هرچه بیشتر و در نتیجه افزایش سختی شود. برای اثبات موضوع، در جدول 3 سختی اندازه‌گیری بصورت تجربی آورده شده است که با اطلاعات مربوط به چگالی نابجایی‌ها مطابقت دارد.

همان‌طور که پیش‌تر مطرح شد، انتظار است با افزایش میزان تنش پسماند، سختی پوشش افزایش یابد. با اندازه‌گیری تجربی میزان سختی با استفاده از دستگاه نانودندانه‌گذاری، ملاحظه می‌شود که نتایج ارزیابی کیفی بر اساس تنش پسماند فشاری با اطلاعات مربوط به نتایج تجربی هم‌خوانی دارد.

جدول 3 محاسبه برخی مشخصات مکانیکی پوشش‌های نانوساختار TiAlN در شرایط مختلف و میزان سختی تجربی آن‌ها

پوشش	تنش پسماند (GPa)	چگالی نابجایی‌ها ($\times 10^{-15}$)	میکرو کرنش ($\times 10^{-3}$)	سختی تجربی (GPa)
TiAlN (2)	0/1	0/22	0/261	21/6
TiAlN (3)	0/44	5/18	1/144	25/3
TiAlN (4)	0/65	9/53	1/693	30/5

β_e	پهن شدگی ناشی از اثر میکرو کرنش (رادیان)
δ	چگالی نابجایی‌ها
ϵ	میکرو کرنش
σ	تنش پسماند (GPa)
θ	زاویه تابش پرتو ایکس (درجه)
Ψ	اختلاف زاویه بازتاب ناشی از میکرو کرنش
λ	طول موج (Å)
u_f	ضریب پواسون پوشش
زیر نویس‌ها	
f	فیلم نازک (پوشش)
int	ذاتی
(hkl)	اندیس میلر جهت بلوری

6- مراجع

- [1]. C. Mitterer, F. Holler, F. Ustel, D. Heim, Application of hard coatings in aluminum die casting-soldering, erosion and thermal fatigue behavior, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 125, pp. 233-239, 2000.
- [2]. S.H. Lee, J.W. Lim, D.K. Lee, Y.H. Han, J.J. Lee, A study on the characteristics of (Ti1-xAlx)N coatings deposited by plasma-enhanced chemical vapor deposition after heat treatment, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 169-170, pp. 371-374, 2003.
- [3]. D.Y. Wang, Y.W. Li, C.L. Chang, W.Y. Ho, Deposition of high quality (Ti,Al)N hard coatings by vacuum arc evaporation process, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 114, pp. 109-113, 1999.
- [4]. S. PalDey, S.C. Deevi, Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review, *Materials Science and Engineering*, Vol. A342, pp. 58-79, 2003.
- [5]. C. James, M. Li, *Mechanical Properties of Nanocrystalline Materials*, published by Pan Stanford Publishing Pte. Ltd, 2011.
- [6]. S. Nourouzi, M. Shakeri, N. Karimi, Comparison of microstructure and mechanical properties of aluminum alloy joining by friction stir welding in air and underwater, *Journal of Modares Mechanical Engineering*, Vol.13, No.3, 2013, pp.146-152. (In Persian)
- [7]. R. Abbaschian, L. Abbaschian, R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principle*, 14th edition, published by Cengage LearningTM, 1994.
- [8]. Z.-J. Liu, P.W. Shum, Y.G. Shen, Hardening mechanisms of nanocrystalline Ti-Al-N solid solution films, *Thin Solid Films*, Vol. 468, pp. 161-166, 2004.
- [9]. B. Subramanian, K. Ashok, M. Jayachandran, Effect of substrate temperature on the structural properties of magnetron sputtered titanium nitride thin films with brush plated nickel interlayer on mild steel, *Applied Surface Science*, Vol. 255, pp. 2133-2138, 2008.
- [10]. Tao Zhou, Pulin Nie, Xun Cai, Paul K. Chu, Influence of N2 partial pressure on mechanical properties of (Ti,Al)N films deposited by reactive magnetron sputtering, *Vacuum*, Vol. 83, pp. 1057-1059, 2009.

بنابراین در تحلیل و ارزیابی کیفی خواص مکانیکی لازم است، علاوه بر عوامل بیان شده، سایر عوامل را مدنظر داشت تا بتوان تحلیل دقیق تر و علمی تری را ارائه نمود.

4- نتیجه گیری

روش پراش پرتو ایکس به عنوان روش غیرمخرب در شناسایی مواد بلوری است که اغلب محققان از این روش فقط برای مشخصه یابی بلوری مواد استفاده می کنند. ولی با این حال با آگاهی از برخی روابط حاکم در علم مواد، با استفاده از روش XRD، امکان آنالیز کیفی خواص مکانیکی مواد از جمله پوشش های نانوساختار وجود دارد. با استفاده از نمودارهای XRD و نرم افزار تخصصی JADE6.5، امکان اندازه گیری پارامتر شبکه، اندازه دانه، شدت پیک ها و میزان انحراف وجود دارد که از آن ها می توان در محاسبه اندازه دانه، ضریب بافت بلوری، میکرو کرنش، تنش پسماند و چگالی نابجایی ها را استخراج نموده و بر اساس آن ارزیابی کیفی از خواص مکانیکی پوشش را ارائه نمود. در این مقاله بعد از ارزیابی کیفی خواص مکانیکی پوشش نانوساختار TiAlN نتایج بدست آمده با آزمون تجربی مقایسه شد که نتایج هر دو با یکدیگر همخوانی داشتند.

5- فهرست علائم

a	پارامتر شبکه (Å)
d_0	فاصله صفحات بلوری (nm)
d_Ψ	فاصله صفحات بلوری بعد از کرنش (nm)
D	اندازه دانه بلوری (nm)
E_f	مدول یانگ پوشش (GPa)
H	سختی اندازه گیری شده ماده (GPa)
H_{int}	سختی ذاتی ماده (Gpa)
K	عدد ثابت ماده
$I_{(hkl)}$	شدت پیک در جهت مشخص
T_c	ضریب بافت بلوری

علائم یونانی

β پهن شدگی ناشی از اثر اندازه دانه و میکرو کرنش