

## بررسی فرآیند PEO بر رفتار خستگی آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V

صفا فلاحتی<sup>۱</sup>، محمود حاجی صفری<sup>۲\*</sup>

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۰۱/۲۱، ش.ص ۱۵۲-۱۴۱، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۵/۳۰)

### چکیده

در این تحقیق با اعمال پوشش اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی (PEO) بر روی آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V رفتار خستگی آن مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل با و بدون پوشش با هم مقایسه شد. جهت تعیین ترکیب شیمیایی فازهای مختلف و همچنین بررسی ریزساختار و تحلیل نحوه اشاعه و جوانه زنی ترک از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده گردید و سختی سنجی پوشش به روش میکروسختی راکول انجام شد. نتایج حاصل از آزمون خستگی نشان داد که عمر خستگی نمونه‌های بدون پوشش بیش‌تر از نمونه‌های با پوشش است. مقایسه تصاویر سطح شکست نمونه‌های پوشش داده شده و نمونه‌های بدون پوشش در سطوح یکسان و معین نشان داد که جوانه‌زنی ترک‌های خستگی در نمونه‌های بدون پوشش فقط از یک منطقه صورت گرفته در حالی که در نمونه‌های پوشش داده شده جوانه زنی ترک خستگی از چندین ناحیه شروع شده است. طبق تصاویر میکروسکوپی سطح پوشش دارای حفرات و تخلخل زیادی می‌باشد، همین امر موجب می‌شود که جوانه‌زنی ترک از پوشش آغاز شود. همچنین نتایج حاصل از آزمون میکروسختی سنجی از پوشش نشان می‌دهد که سختی پوشش بیش از زیر لایه آن بوده و باعث می‌شود که شروع ترک از پوشش آغاز گردد.

**واژه‌های کلیدی:** فرآیند PEO، آلیاژ تیتانیوم، Ti-6Al-4V، رفتار خستگی.

۱- کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی گرایش خوردگی و حفاظت از مواد، واحد یزد، دانشگاه آزاد اسلامی، یزد، ایران

۲- استادیار، عضو هیئت علمی گروه مهندسی مواد و متالورژی، واحد یزد، دانشگاه آزاد اسلامی، یزد، ایران

\*-نویسنده مسؤل مقاله: hajisafari1001@iauyazd.ac.ir

## پیشگفتار

امروزه استفاده از آلیاژهای تیتانیوم در تجهیزات تحت بار مانند قطعات موتور هواپیما یا مواد کاشتنی در بدن انسان (ایمپلنت) به طور چشمگیری گسترش یافته است. استحکام خستگی مناسب، وزن مخصوص کم و مقاومت به خوردگی از جمله خواص بسیار مهم این آلیاژها می باشد. در مقایسه با فلزات دیگر، آلیاژهای تیتانیوم از زیست سازگاری و خواص مکانیکی خوبی برخوردار می باشد، به طوری که این آلیاژها یکی از مهمترین گروه مواد در ساخت ایمپلنت های تحمل کننده بارهای دوره ای می باشند [۱]. وجود تنش های سیکلی در چنین کاربردهایی ممکن است، سبب جوانه زنی و رشد ترک خستگی در قطعات مورد نظر شده و به محض رسیدن طول ترک های مذکور به یک مقدار بحرانی، شکست اتفاق بیفتد. به طور کلی خواص مکانیکی آلیاژهای تیتانیوم بستگی به مورفولوژی فاز  $\alpha$ ، کسر حجمی و خواص منحصر به فرد این فاز دارد. محدودیت های موجود در استحکام که در آلیاژهای  $\beta$  به دلیل واکنش منظم شدن  $\alpha$  تک فاز در غلظت های بالاتر از ماده حل شده ایجاد می شوند و همچنین مشکلات موجود در فرآیند شکل دهی گرم، سبب انجام تحقیقات جدیدی بر روی ترکیب شیمیایی آلیاژ دارای هر دو فاز  $\alpha$  و  $\beta$  گردیده است. امروزه آلیاژ تیتانیوم  $\alpha/\beta$  با ترکیب شیمیایی مشخص Ti-6Al-4V (IMI 318) از لحاظ اقتصادی دارای اهمیت ویژه ای می باشد [۲].

اخیرا روش ها و تکنیک های پیشرفته ای برای پوشش دهی ابداع شده است که شامل انواع روش های پوشش دهی سخت و یا ایجاد پوشش های مقاوم به حرارت و یا محیط های خورنده می باشد. روش پلاسمایی در پوشش دهی سطح از روش های جدید می باشد که برای افزایش خواص تریبولوژیکی و مقاومت به خوردگی سطوح استفاده می شود. از جمله روش های جدید پوشش دهی، روش پلاسمایی الکترولیتی است که برای ایجاد پوشش مقاوم به حرارت و خوردگی و یا سخت کاری سطح استفاده می شود [۳]. همچنین فرآیند گالوانیزه در محیط پلاسمایی الکترولیتی یک روش جدید برای افزایش مقاومت به خوردگی در فولادهاست. طبق تحقیقات انجام شده در دو الکترولیت

سولفاتی و قلیایی مقاومت به خوردگی فولاد در برابر پوشش فداشونده فلز روی با پتانسیل فعال تر افزایش یافته است [۴].

اکسیداسون پلاسمای الکترولیتی (PEO) یک عملیات الکتروشیمیایی همراه با پلاسمای می باشد که می تواند به منظور تبدیل سطوح بعضی فلزات به یک لایه سرامیکی اکسیدی به کار رود. در این عملیات میکرو تخلیه های ایجاد شده در محلول آبی موجب یونیزه شدن گاز تشکیل شده در مجاورت سطح الکتروود می شود به دلیل برهم کنش شیمیایی پلاسمای بر روی سطح فلز ترکیبات پیچیده ای تولید می کند [۵].

در روش PEO پارامترهای متعددی بر روی لایه اکسیدی تشکیل شده موثر می باشد. یکی از این پارامترها نوع الکترولیت است. محلول های آبی مختلفی مانند محلول های حاوی آلومینات، فسفات، سیلیکات و آنیون های سولفات و ... به عنوان الکترولیت می توانند در نظر گرفته شوند. فیلم های تشکیل شده در این محلول ها و همچنین خواص آنها با هم متفاوت هستند. به طور مثال فیلم های تشکیل شده از الکترولیت های آلومینات و فسفات متراکم و یکنواخت و به طور عمده از  $TiO_2$  و  $Al_2TiO_5$  هستند. فیلم تولید شده از الکترولیت های سیلیکات و آلومینات سیلیکات دارای تخلخل و شامل آاناتاز-روتایل است [۶]. پوشش PEO، باعث افزایش مقاومت به سایش می شود. پوشش هایی که حاوی  $Al_2O_3$  و  $Al_2TiO_5$  هستند به دلیل سختی بالا، باعث فرسایش خارجی می شود [۷]. ولتاژ نیز می تواند بر روی عملکرد PEO تاثیر بگذارد.

Kuromoto و همکاران [۸] فرایند PEO را در ولتاژهای متفاوت و محلول های یکسان بر روی تیتانیوم انجام داد. نتایج او نشان داد که ابتدا فیلم نازک تشکیل شده و با افزایش ولتاژ لایه اکسیدی متخلخل شده؛ اما به لحاظ مورفولوژی متفاوت بودند. به نظر می رسد که زمان اکسیداسیون هیچ اثر قابل توجهی بر مورفولوژی سطح و تخلخل پوشش ایجاد شده در روش PEO ندارد [۹]. در سال های اخیر دستاوردهای جالبی در زمینه الکترولیت های PEO به دست آمده است از جمله در سال ۲۰۱۱ khorasanian و همکاران [۱۰]، توانست به کمک

نگاری (Fractography) شد و جوانه زنی و اشاعه ترک خستگی مورد بررسی قرار گرفته است.

### مواد و روش‌ها

نمونه‌های مورد استفاده در آزمون از میل گردهای تیتانیومی تولید شده توسط شرکت ایتالیایی Lotolos تهیه و با دستگاه تراش CNC مطابق با استاندارد ASTM E466 آماده سازی شدند. منظور حداقل نمودن تنش‌های پسماند احتمالی حین فرآیند تراشکاری، در کل فرآیند دقت در کنترل میزان براده برداری، توام با خنک کردن نمونه‌ها به عمل آمد. ترکیب شیمیایی و خواص مکانیکی آلیاژ مورد استفاده به ترتیب در جدول‌های (۱) و (۲) آورده شده است. به منظور تعیین میزان سختی (Hardness) آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V، سه نمونه به صورت تصادفی انتخاب و آزمون میکروسختی سنجی به روش راکول با استفاده از دستگاه Future-Tech مدل FM-700 ساخت کشور لهستان، در ۹ نقطه از سطح آن (در راستای قطر نمونه) با بار ۱۰ grF انجام شد که میانگین آن در جدول (۲) گزارش شده است.

### آماده سازی نمونه‌ها قبل از پوشش دهی

در این پروژه از نمونه‌های استاندارد و دمبلی شکل جهت انجام آزمون استفاده شد. برای دستیابی به کیفیت سطح مناسب فرآیند سنباده زنی با استفاده از سنباده کاغذی به شماره‌های ۱۰۰۰، ۱۵۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ انجام گرفته است.

نشاسته، الکترولیت PEO را تشکیل دهد. با این عمل خواص تریبولوژیکی پوشش بسیار بهبود یافته و ضریب اصطکاک و کاهش وزن پوشش در مقایسه با بدون پوشش بسیار کم است.

به دلیل وابستگی فرآیند خستگی به سطح مواد، یکی از راه‌هایی که می‌توان عمر خستگی این فلز و آلیاژهای آن را افزایش داد، روش پوشش‌دهی می‌باشد. روش‌های متعددی برای پوشش‌دهی وجود دارد، از قبیل پوشش‌دهی تحت خلاء، رسوب دهی شیمیایی از فاز بخار، روش سل ژل و همچنین روش پلاسمای الکترولیتی اکسیداسیون (PEO). در روش PEO یک لایه سرامیکی بر روی سطح با ضخامت ۱۰ تا چند صد میکرون تشکیل می‌گردد. پوشش اکسیدی با پلاریزاسیون در ولتاژهای بالا در یک الکترولیت غیر خورنده به وجود می‌آید که در آن در یک ولتاژ خاص اسپارک‌های الکتریکی آغاز شده و یونیزاسیون حرارتی به همراه تخلیه شارژی اتفاق می‌افتد. لایه اکسیدی می‌تواند همراه با عناصر موجود در الکترولیت ذوب شود. لایه اکسیدی تشکیل شده فوق معمولاً متخلخل بوده؛ اما لایه میانی چگال و فشرده می‌باشد و لایه زیرین نیز نازک‌ترین لایه است.

در این پژوهش، تاثیر فرآیند PEO بر روی خواص خستگی آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V بررسی می‌شود. از پوشش آزمون میکروسختی سنجی گرفته و سطح نمونه‌ها پس از وقوع شکست خستگی، شکست

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ Ti-6Al-4V مورد استفاده در این تحقیق

عنصر	Ti	H	N	O	C	Fe	V	Al
مقدار (wt%)	باقی مانده	۰/۰۰۲	۰/۰۱	۰/۱۳	۰/۰۱	۰/۱	۴/۱	۶/۱

جدول ۲- خواص مکانیکی آلیاژ Ti-6Al-4V مورد استفاده در این تحقیق

پارامتر	مقدار
استحکام کششی (MPa)	۹۴۰
استحکام تسلیم ۰.۲٪ (MPa)	۸۷۰
تغییر طول (درصد)	۱۶
کاهش سطح (درصد)	۴۸
سختی (HRC)	۳۵

جریان آب از تجزیه شدن الکترولیت جلوگیری شده است. کاتد به صورت ورق استوانه‌ای شکل داخل حمام قرار گرفته و نمونه‌های تیتانیومی را با یک سیم عایق وسط این استوانه در مرکز الکترولیت به حالت تعلیق درآوردند. شکل هندسی کاتد، سبب یکنواختی بیش‌تر پوشش شده و حفرات پوشش را کاهش می‌دهد. اتصال نمونه‌ها به سیم توسط چسب انجام شد. نمونه‌ها بایستی کاملاً درون محلول قرار گرفته باشند تا پوشش به طور کامل روی آن‌ها را بگیرد. بعد از اتمام پوشش دهی نمونه‌ها با آب مقطر شسته و خشک شدند.

### آزمون خستگی

آزمون خستگی در ۹ سطح تنش و با استفاده از دستگاه خستگی ساخت شرکت سنتام مدل SFT-600 انجام شد. همچنین جهت اطمینان از اعتبار نتایج حاصل از نمونه‌های پوشش‌دار، در هر سطح تنش سه نمونه یکسان تحت آزمون قرار گرفت و میانگین آن گزارش شد. همچنین به منظور بالا بردن دقت آزمون و نزدیک شدن به جواب صحیح در سه مرحله با عنوان گروه ۱، ۲ و ۳ آزمایش‌ها انجام شد. بارگذاری جهت انجام آزمون خستگی از ۴۸۵ MPa :  $\frac{1}{2} \sigma_{uts}$  (Ultimate Tensile Strength; UTS) استحکام کششی نهایی) آغاز شده و تا حدود ۶۳۰ MPa :  $\frac{2}{3} \sigma_{uts}$  ادامه یافت.

سپس با پنبه آغشته به خمیر، پولیش تا رسیدن به سطح کاملاً آینه‌ای و عاری از هرگونه آثار خراش ناشی از ماشین-کاری ادامه پیدا کرد. قبل از انجام آزمون خستگی باید سطح کاملاً تمیز باشد؛ بنابراین چربی زدایی سطح نمونه‌ها با استفاده از مواد مناسب و شستن آن‌ها با آب مقطر و خشک کردن کامل آن‌ها صورت گرفت.

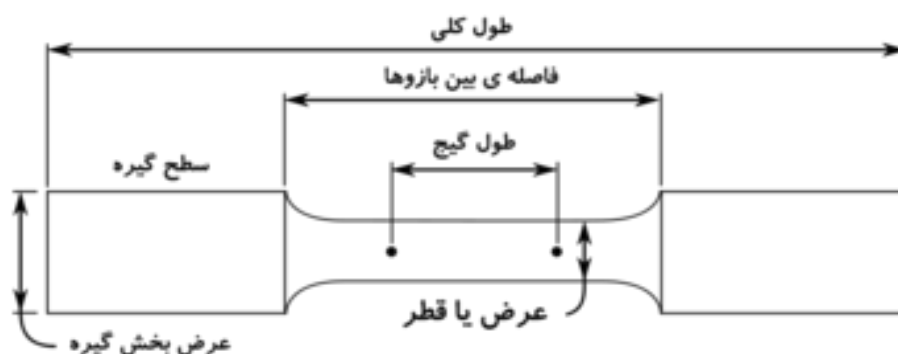
### نحوه پوشش دهی PEO

برای استفاده از روش پوشش دهی PEO از یک Rectifire ساخت شرکت نانو آبکار ایساتیس مدل INP PEO Rectifier استفاده شد. جهت حمام PEO از محلولی با ترکیب ارائه شده در جدول (۳) استفاده شد. اکسید تیتانیوم به کار رفته به صورت پودر نانو استفاده شده است. فرآیند PEO با جریان پالسی تک قطبی با ولتاژ ۶۵۰V و به مدت ۲۰ دقیقه در حمام ۶۶ لیتری از محلول انجام شد. محلول قبل از اعمال پوشش، خنک می‌شد تا در حین جرقه زنی خنک نگه داشته شود و همچنین از تجزیه الکترولیت جلوگیری شود.

روش PEO به یک کاتد که به قطب منفی و یک آند که به قطب مثبت منبع جریان وصل می‌شود، نیاز دارد. که در این آزمون آلیاژ تیتانیوم (نمونه تست خستگی) (شکل ۱) در موقعیت آند و فولاد زنگ نزن ۳۰۱L نقش کاتد را دارد. جهت جلوگیری از افزایش دما در حین فرآیند پوشش دهی به علت اعمال ولتاژ بالا با عبور دادن

جدول ۳- محلول الکترولیت PEO مورد استفاده در این تحقیق

ماده	Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub>	KOH	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>
مقدار (mol/l)	۳	۲	۱۰	۳



شکل ۱- هندسه شکل کاتد

نمونه‌های شاهد آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) صورت پذیرفت شکل ۲ که نشان دهنده فازهای آلفا، بتا و به میزان جزئی فاز  $\text{Al}_3\text{TiO}_{0.8}\text{V}_{0.2}$  می‌باشد. با توجه به میزان درصدی موجود در این آنالیز می‌توان گفت که فاز زمینه از نوع  $\alpha$  بوده که در آن فاز  $\beta$  پراکنده شده است.

شکل (۳ الف و ب) آنالیز پراش اشعه ایکس از نمونه پوشش داده شده را نشان می‌دهد. آنالیز انجام شده بر اساس روش *Grazing XRD* صورت پذیرفت. در این روش اشعه ایکس با زاویه‌ای زیر یک درجه به نمونه برخورد می‌کند که این زاویه در طول آنالیز ثابت خواهد ماند. با توجه به زاویه کم برخورد اشعه به نمونه، عمق نفوذ اشعه در نمونه کم‌تر خواهد شد و اطلاعات مفیدی از لایه مورد نظر را در اختیار قرار خواهد داد. آنالیز *XRD* نرمال برای پوشش پیک‌هایی با شدت بالا از زیر لایه و پیک‌های ضعیفی از لایه در اختیار ما قرار می‌دهد. برای رفع این مشکل از تکنیک *Grazing* استفاده می‌گردد. با این حال مشاهده می‌گردد که پیک‌های مربوط به فازهای تیتانیوم  $\alpha$  و تیتانیوم  $\beta$  شناسایی شده‌اند. این پیک‌ها مربوط به زیر لایه هستند که احتمالاً به علت وجود شبکه‌های متخلخل در پوشش، نفوذ اشعه X راحت‌تر صورت پذیرفته است.

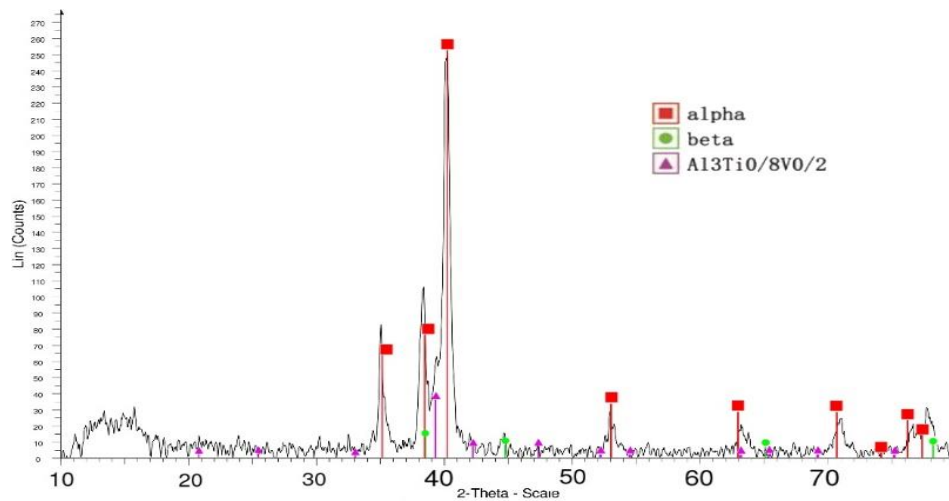
به منظور بررسی فازهای موجود در آلیاژ و ساختار آن‌ها پیش از انجام آزمون خستگی، نمونه‌ای انتخاب شده و فرآیند سنباده زنی و پولیش کاری در سطح آن توسط سنباده‌های کاغذی ۱۵۰۰، ۱۰۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ انجام گردید. سپس سطح مذکور با استفاده از محلول کروم (Kroll's Reagent) (۹۲ میلی لیتر آب مقطر + ۲ میلی لیتر اسید هیدروفلوئوریک ۶+ میلی لیتر اسید نیتریک) حکاکی گردید.

بررسی‌های شکست نگاری بر روی سطح شکست نمونه-ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی *Scanning Electron Microscopy-SEM* مدل *VEGA* \\ TESCAN انجام شد.

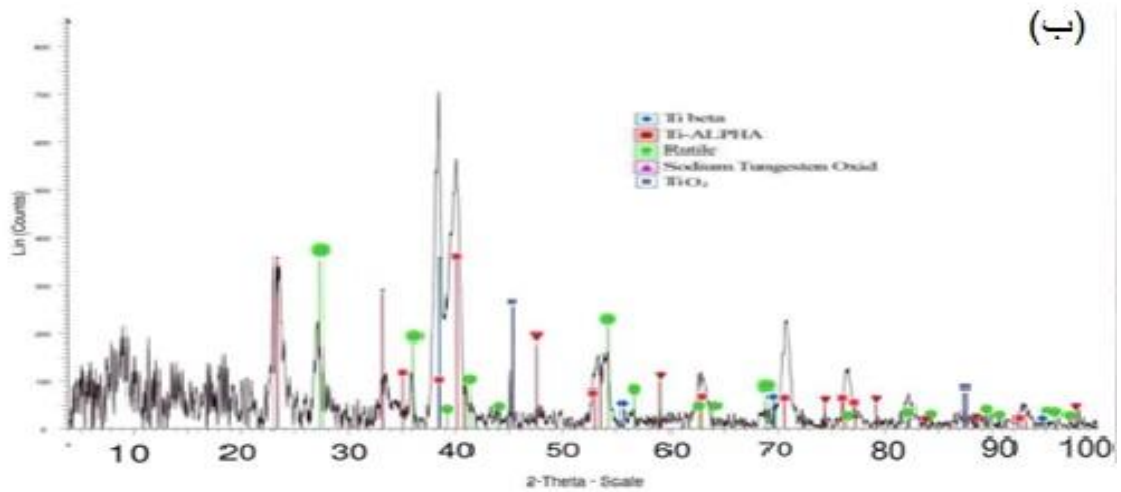
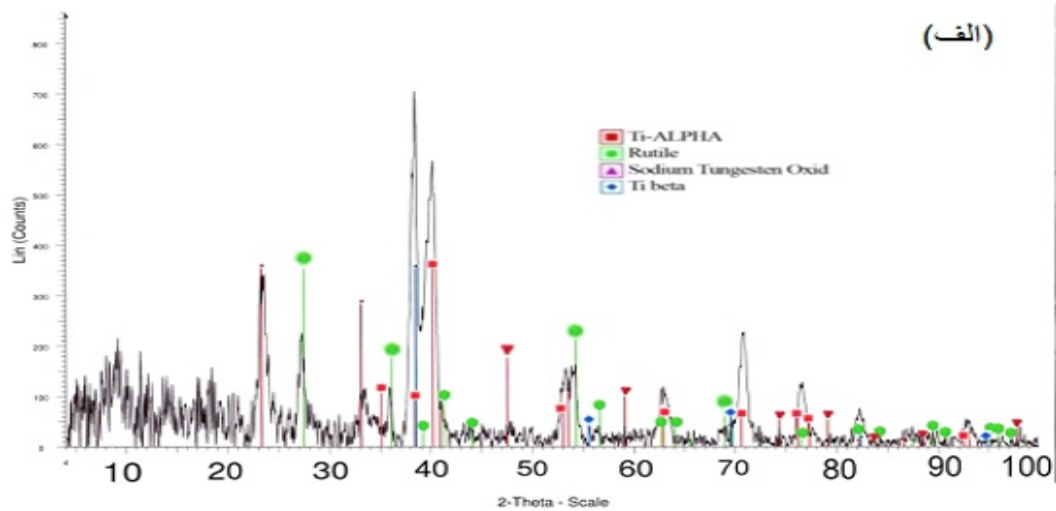
بدین منظور نمونه‌های مذکور مانده و فرآیند پولیش کاری سطح به نحوی انجام شد که از یک سو ترک‌های ایجاد شده در طول فرآیند خستگی در سطح نمونه باقی بماند و از سوی دیگر نواحی اطراف ترک مذکور تا حد امکان مسطح و عاری از ناهمواری‌ها شود.

## نتایج و بحث

به منظور شناسایی فازهای آلیاژ  $\text{Ti-6Al-4V}$  بر روی



شکل ۲- آنالیز XRD از آلیاژ Ti-6Al-4V



شکل ۳- آنالیز XRD از نمونه پوشش داده شده (الف) نقطه‌ای نزدیک به فصل مشترک زیرلایه/پوشش (ب) نقطه‌ای نزدیک به سطح پوشش

۸-۱۲ میکرون و دیگری ۲۲-۱۸ میکرون بوده است. آن‌ها بیان کردند که عمر خستگی برای پوشش‌های با ضخامت ۲۲-۱۸ میکرومتر در حدود ۶۱٪ برای پوشش‌های با ضخامت ۱۲-۸ میکرومتر در حدود ۵۲٪ افت می‌کند. همچنین اصغری و همکاران [۱۲] در قسمتی از پژوهش خود بر روی رفتار خستگی

آلیاژ Ti-6Al-4V پوشش داده شده به رو PEO نتایج مشابهی داشته و کاهش چشمگیر عمر خستگی را گزارش نمودند؛ اما در اینجا بر خلاف گزارش‌های پیشین افت بسیار کمی (کم‌تر از ۱۰٪) در خواص خستگی نمونه پوشش داده شده نسبت به نمونه بدون پوشش مشاهده می‌گردد. این امر می‌تواند حاصل از اثر مثبت افزودنی‌های  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ،  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  و مخصوص  $\text{TiO}_2$  در پوشش باشد. نانو ذرات  $\text{TiO}_2$  دارای پتانسیل زتای منفی بوده و سطوح آن‌ها می‌تواند شارژ منفی شود. بنابراین پتانسیل اعمالی شدید بین آند و کاتد، باعث حرکت دادن آن‌ها به سمت سطح آند می‌شود. ماده فعال کننده سطحی آنیونی زاویه تماس حباب‌های گازی را به وسیله اصلاح تنش‌های فصل مشترک کاهش می‌دهد. بنابراین، موجب تشکیل پوشش با حفرات کمتری می‌گردد. می‌توان نشان داد که ذرات نانو عملکرد مشابهی با ماده فعال کننده سطحی آنیونی داشته و موجب کاهش حفرات در پوشش می‌گردد. افزودن  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  و  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  موجب کاهش اندازه حفرات می‌گردد. افزودن  $\text{TiO}_2$  نیز باعث کاهش تنش‌های فصل مشترک شده و کاهش اندازه و تعداد حفرات پوشش می‌گردد و چسبندگی بالایی به پوشش می‌دهد. بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که کاهش اندازه و افزایش چسبندگی پوشش به سطح زیر لایه، موجب کاهش مناطق مستعد به تمرکز تنش و جوانه زنی ترک‌های خستگی شده است و عمر خستگی نمونه پوشش‌دار در مقایسه با نمونه بدون پوشش افت کمی داشته است.

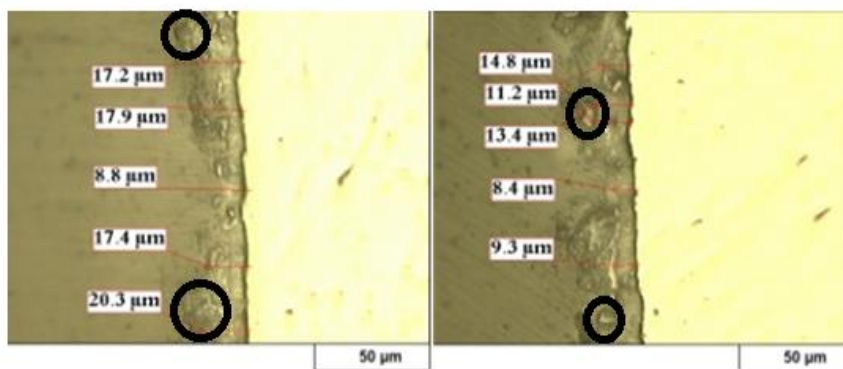
شکل ۴ نشان دهنده تصویر میکروسکوپ نوری از مقطع نمونه پوشش داده شده می‌باشد. مشاهده می‌گردد که پوشش به صورت غیر یکنواخت بوده و ضخامت آن از ۸ الی ۲۰ میکرومتر تغییر می‌کند. همچنین حفرات تیره رنگ دایره‌ای شکل و مناطق ذوب شده (این مناطق در شکل ۴ با دایره مشخص شده‌اند) که در سر تا سر پوشش توزیع شده‌اند مشاهده می‌گردد.

جهت دستیابی به مقدار سختی پوشش مورد استفاده در انجام آزمون‌ها، آزمون میکروسختی سنجی بر روی نمونه منتخب انجام گردید. نتیجه حاصل از انجام این آزمون در جدول ۴ نشان داده شده است.

با توجه به داده‌های به دست آمده می‌توان این گونه نتیجه گرفت که سختی پوشش بیش از سختی زیر لایه بوده است و این امر موجب می‌گردد که جوانه زنی ترک از پوشش آغاز گردد.

### نتایج آزمون خستگی

به منظور بررسی تاثیر پوشش اعمال شده حاصل از فرآیند PEO بر روی رفتار خستگی آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V، آزمون‌های خستگی بر روی نمونه‌های پوشش‌دار و نمونه‌های بدون پوشش آلیاژ Ti-6Al-4V انجام شد. همان‌گونه که در شکل ۵ مشاهده می‌شود، حد خستگی هر دو نمونه پوشش داده شده و بدون پوشش بسیار نزدیک به هم و برابر با  $490 \text{ MPa}$  در تعداد سیکل  $10^6$  است. Apachitei و همکاران [۱۱] در پژوهش خود با روش پوشش دهی PEO بر روی آلیاژ تیتانیوم Ti-6Al-4V با منبع تغذیه دوقطبی AC در ولتاژ بالا و در یک مخزن آب ۲۵ لیتری که شامل  $0.02 \text{ M}$  گلیسرو فسفات کلسیم و  $0.15 \text{ M}$  کلسیم استات بوده است. با تنظیم زمان اکسیداسیون دو ضخامت برای پوشش‌ها در نظر گرفته‌اند که یکی



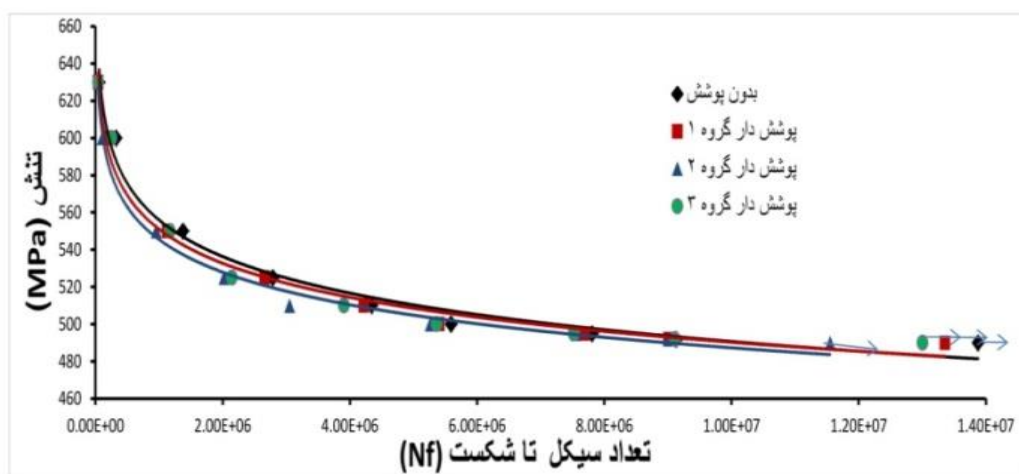
شکل ۴- سطح مقطع نمونه و اندازه گیری برای ضخامت پوشش

جدول ۴- سختی پوشش حاصل از آزمون میکروسختی سنجی

	۴	۳	۲	۱	شماره نقطه
	۳۴/۶	۳۵/۶	۳۶/۶	۴۱/۴	سختی RHC
۹	۸	۷	۶	۵	شماره نقطه
۳۲/۲	۳۳/۶	۳۲/۴	۳۲/۳	۳۴/۱	سختی RHC

الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفت. تصاویر SEM مربوط به نمونه شکست در سیکل  $10^6$  و تنش  $550 \text{ MPa}$  در شکل ۶ الف وب نشان داده شده است..

به منظور بررسی تاثیر پوشش PEO بر رفتار خستگی آلیاژ Ti-6Al-4V سطوح شکست حاصل از آزمون خستگی نمونه‌های پوشش‌دار نیز با میکروسکوپ



شکل ۵- نمودار خستگی نمونه‌های با و بدون پوشش در این تحقیق (گروه‌های ۱ و ۲ و ۳ در شرایط یکسان تحت آزمون خستگی قرار گرفته‌اند).



می‌شود. بنابراین، نمونه‌های پوشش داده شده در تنش-های پایین‌تری دچار شکست می‌گردند. تأیید می‌گردد که نمونه‌های پوشش داده شده نسبت به نمونه بدون پوشش رفتار شکست ترد تری دارند، به همین دلیل مشاهده می‌گردد که نمونه‌های پوشش‌دار منطقه شکست ناگهانی بزرگ‌تری دارند. از علل دیگر وجود تعدد مناطق جوانه‌زنی ترک در نمونه‌های با پوشش سرامیکی می‌تواند وجود نواحی متعدد مستعد به جوانه‌زنی ترک مثل عیوب ساختاری، حفرات و مناطقی که در پوشش ایجاد تمرکز تنش می‌نمایند و جدا شدن پوشش از زیر لایه تیتانیومی، باشد.

### نتیجه گیری

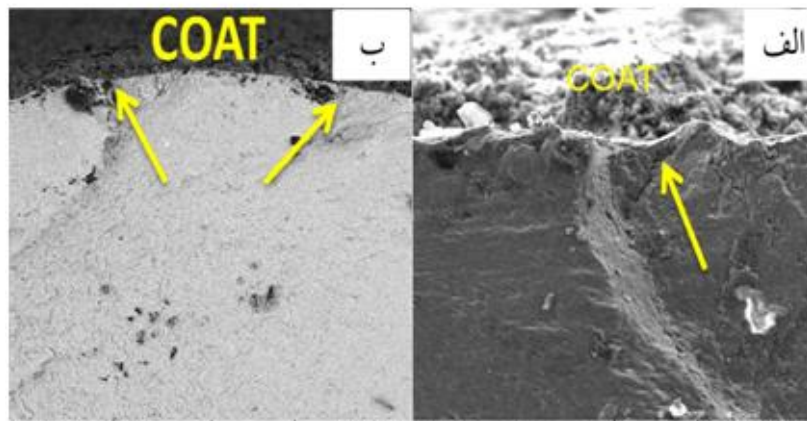
به منظور بررسی تأثیر فرآیند PEO بر رفتار خستگی آلیاژ Ti-6Al-4V نمونه‌ها پوشش داده شدند و تحت آزمون خستگی قرار گرفتند. از مقایسه نتایج به دست آمده، می‌توان چنین نتیجه گرفت:

- ۱- نتایج حاصل از آزمون خستگی افت بسیار کمی (کم‌تر از ۱۰٪) در خواص خستگی نمونه پوشش داده شده نسبت به نمونه بدون پوشش نسبت به نتایج سایر محققان نشان داد این امر می‌تواند حاصل از اثر مثبت افزودنی‌های  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  و  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  در بهبود خواص پوشش باشد.
- ۲- نتایج حاصل از میکروسختی سنجی نشان می‌دهد که سختی پوشش بیش‌تر از سختی زیر لایه آن بوده و این امر موجب می‌شود که جوانه زنی ترک از پوشش آغاز شود.
- ۳- مقایسه تصاویر سطح شکست نمونه‌های پوشش داده شده و نمونه‌های بدون پوشش در سطوح یکسان و معین نشان داد که جوانه زنی ترک‌های خستگی در نمونه‌های بدون پوشش فقط از یک منطقه صورت گرفته است در حالی که در نمونه‌های پوشش داده شده جوانه زنی ترک خستگی از چندین ناحیه شروع شده است.

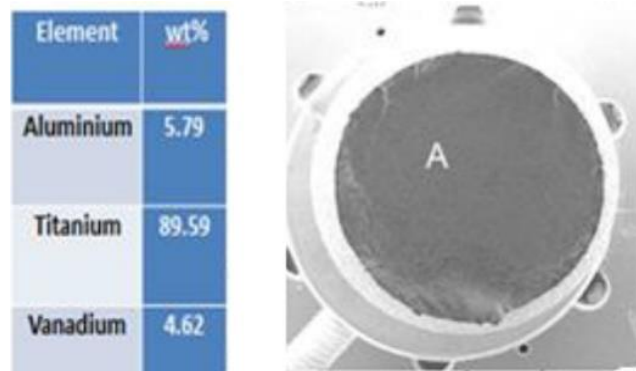
همان‌گونه که مشاهده می‌شود ترک‌های خستگی از محل‌هایی که پوشش سرامیکی PEO ترک‌دار و شکسته شده آغاز شده است، به طور کلی کاهش خواص خستگی نمونه پوشش داده شده به روش PEO نسبت به نمونه بدون پوشش را می‌توان به تردی بالای لایه سرامیکی  $\text{TiO}_2$  که تحت بارهای سیکلی به راحتی ترک‌دار می‌شود، مرتبط دانست. ترک‌ها به دلیل تمرکز تنش در نوک ترک به عنوان مناطق افزایش دهنده تنش<sup>۳</sup> عمل می‌کنند و موجب جوانه زنی سریع ترک‌های خستگی می‌گردند. آنالیز EDS از سطح شکست و مناطق جوانه زنی ترک که در شکل ۷ نشان داده شده، هیچ گونه ناخالصی را روی سطح و مناطق جوانه زنی ترک نشان نداد. این امر تأیید کننده شروع ترک از پوشش ترد سرامیکی می‌باشد. بنابراین به دلیل بالا بودن سختی پوشش، جوانه زنی در آن تسریع می‌یابد و عمر خستگی به کم‌تر از ۱۰٪ کاهش می‌یابد.

مقایسه تصاویر سطح شکست نمونه‌های پوشش داده شده و نمونه‌های بدون پوشش نشان می‌دهد که جوانه‌زنی ترک‌های خستگی در نمونه‌های بدون پوشش فقط از یک منطقه صورت گرفته است (شکل ۸-الف)؛ ولی در نمونه‌های پوشش داده شده جوانه‌زنی ترک خستگی از چندین ناحیه شروع شده است (شکل ۸ ب و ج). این پدیده در تحقیقات Khan و همکاران [۱۳] و همچنین Asquith و همکاران [۱۴] گزارش شده است. یکی از علل اصلی این پدیده می‌تواند، مربوط به ماهیت پوشش کامپوزیتی سرامیکی باشد. پوشش‌های سرامیکی به علت سختی زیاد و شکنندگی بالا تحت سیکل‌های تنش خستگی به راحتی ترک‌دار شده و این ترک‌ها به علت شدت یافتن فاکتور تشدید تنش در نوک ترک، مناطق مستعدی برای شروع و جوانه زنی ترک‌های خستگی می‌باشند. در تحقیق حاضر، مکانیزم غالب در جوانه‌زنی ترک خستگی را می‌توان به حضور حفره‌های موجود در پوشش و تمرکز تنش در آن‌ها مرتبط دانست. به طوری که تنش تمرکز شده از استحکام فراتر رفته و علت، ترد بودن این پوشش‌ها می‌باشد. بدیهی است که در نمونه‌های پوشش داده شده عمر جوانه زنی ترک از عمر اشاعه ترک کم‌تر بوده و عمر خستگی کم‌تر

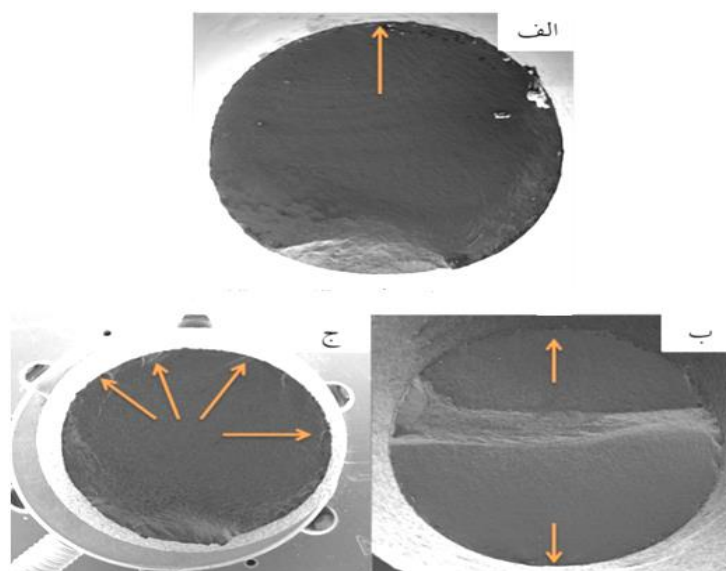
<sup>3</sup>-Stress Raiser



شکل ۶- تصاویر SEM از سطح شکست نمونه‌های پوشش داده شده (الف) با بزرگمایی ۴۰۰ و (ب) با بزرگمایی ۱۵۰



شکل ۷- آنالیز EDS از سطح شکست نمونه پوشش داده شده در نقطه A با بزرگمایی ۳۰



شکل ۸- تصاویر SEM از سطح شکست نمونه‌ها در آزمون خستگی در بزرگمایی ۳۰ که محل‌های جوانه زنی ترک در آنها با فلش مشخص شده است (الف) نمونه بدون پوشش (ب و ج) نمونه پوشش داده شده

**References:**

- 1- C. Leinenbach & D. Eifler, Fatigue and cyclic deformation behaviour of surface-modified titanium alloys in simulated physiological media, *Biomaterials*, 2006, 27, 1200-1208.
- 2- I.J. Polmear, Light Alloys from Traditional Alloys to Nanocrystals, Fourth Edition, Elsevier, 2006.
- 3- m. petkovic, S. stojadinovic, R. vasilic, Lj. Zekovic, Characterization of oxide coating formed of tantalum by plasma electrolytic oxidation in 12-tangstosilicic acid, Elsevier (2011) 10590-10594.
- ۴- فریبا مومنی / سید محمد موسی خوئی / بررسی خواص پوشش فاز روی ایجاد شده بر روی فولاد کم کربن بر دو الکترولیت سولفات و قلیایی توسط روش پلاسما الکترولیتی اشباع / مجله مواد نوین / جلد ۶ / شماره ۳ / بهار ۱۳۹۵.
- 5- A.L. yerokhina, A. shatrovb, V. samsonovb, Oxide ceramic coating on alminium alloys produced by a pulsedbipolar plasma electrolytic oxidation process, *surface & coating Technology* (2005) 150-157.
- 6 - A.L. Yerokhin , X. Nie , A. Leyland , A. Matthews , “Characterisation of oxide films produced by plasma electrolytic oxidation of a Ti-6Al-4V alloy”, *Surface and Coatings Technology*, 2000.
- 7- J.M. Wheeler , C.A. Collier, J.M. Paillard, J.A. Curran “Evaluation of micromechanical behaviour of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on Ti-6Al-4V” , *Surface & Coatings Technology*, 2010.
- 8- K. Kuromoto , A. Simão , A. Soares , “Titanium oxide films produced on commercially pure titanium by anodic oxidation with different voltages”, *Materials Characterization*, 2007.
- 9- Ping Huang, Ke-Wei Xu, Yong Han, “Preparation and apatite layer formation of plasma electrolytic oxidation film on titanium for biomedical application”, *Materials Letters*, 2005.
- 10- M. Khorasanian, A. Dehghan, M.H. Shariat, M.E. Bahrololoom, S.Javadpour “Microstructure and wear resistance of oxide coatings on Ti- 6Al- 4V produced by plasma electrolytic oxidation in an inexpensive electrolyte”, *Surface & Coatings Technology*, 2011.
- 11- I. Apachitei, B. Lonyuk, L.E. Fratila-Apachitei, J. Zhou and J. Duszcyk , “Fatigue response of porous coated titanium biomedical alloys”. 2009.
- 12- S. Aliasghari, P. Skeldon \*, G.E. Thompson “Plasma electrolytic oxidation of titanium in a phosphate/silicate electrolyte and tribological performance of the coatings”. *Applie d Surface Science*. 316 (2014) 463–476.
- 13- Khan, R. H. U., et al. "Residual stresses in plasma electrolytic oxidation coatings on Al alloy produced by pulsed unipolar current." *Surface and Coatings Technology* 200.5 (2005): 1580-1586.
- 14- Asquith, D. T., et al. "Effect of combined shot-peening and PEO treatment on fatigue life of 2024 Al alloy." *Thin Solid Films* 515.3 (2006): 1187-119.

