

# ساختار میکروسکوپی پوشش‌های ترکیبات بین فلزی Ti-Ni و Ti-Ni-P آلیاژهای تیتانیم

مهدی صالحی  
دانشیار

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

## چکیده

در این تحقیق ساختار میکروسکوپی پوشش‌های بین فلزی Ti-Ni-P و Ti-Ni بر آلیاژهای تیتانیم مورد پژوهش قرار گرفته است. بدین منظور پوشش‌هایی از  $Ni - 12\% P$  به ترتیب با روش‌های انباشت الکترولس و الکتریکی بر روی آلیاژهای  $Ti - 6Al - 4V$  و تیتانیم خالص تجارتي (CP) در ضخامت‌هایی از  $50 \mu m$  تا  $20 \mu m$  اعمال گردید. سپس آنیل نفوذی در یک کوره نوله‌ای با اتمسفر کنترل شده آرگون در دمای  $820^\circ C$  صورت پذیرفت.

به منظور مطالعه ساختار میکروسکوپی و فازهای به وجود آمده در سطح از آزمایش‌های متالوگرافی، اسپکتروسکوپی پلاسمایی (GDOS) و تفرق اشعه ایکس (XRD) استفاده گردید.

یافته‌های آزمایشی نشان می‌دهد که در سطح آلیاژ  $Ti - 6Al - 4V$  با پوشش نفوذی نیکل - فسفر شش لایه مشخص و مجزا تشکیل گردیده که در این میان چهار لایه اول سطحی شامل ترکیبات بین فلزی  $Ti_2Ni$ ،  $Ti_3Ni$  و  $Ti_4Ni$  بوده و لایه‌های پنجم و ششم محصول استحاله یونکتوئیدی  $\beta \rightarrow (\alpha + Ti_2Ni)$  می‌باشند. همچنین در سطح تیتانیم خالص تجارتي (CP) با پوشش نفوذی نیکل سه لایه مشاهده گردید. لایه اول بر مبنای بررسی GDOS شامل دو فاز پیوسته و مجزای  $Ti_2Ni$  و  $Ni_3Ti$  می‌باشد. لایه دوم محصول استحاله یونکتوئیدی  $\beta$  و لایه سوم شامل توزیعی از ترکیب بین فلزی  $Ti_2Ni$  در مرز دانه‌های  $\alpha$  بوده که حاصل کاهش حد حلالت  $Ni$  در  $Ti$  ( $\alpha$ ) می‌باشد.

## Structural Characterization of Ti-Ni and Ti-Ni-P Coatings on Titanium Alloys

M. Salehi  
Associate Professor

Department of Materials Engineering  
Isfahan University of Technology

### Abstract

*The microstructure of novel intermetallic compound coatings of Ti-Ni-P and Ti-Ni on titanium alloys have been investigated. In this respect electroless Ni-12% P and Ni electroplated coatings with 20-50  $\mu m$  thickness have been plated on Ti 6Al 4V alloy and commercially pure titanium (CP) substrates respectively. Consequently diffusion annealing was performed at  $820^\circ C$  in an argon controlled atmosphere. The annealing time have been optimized with respect to surface hardness conditions.*

*The structure and composition of surface treated titanium have been investigated by means of glow discharge spectroscopy (GDS), X-ray diffraction (XRD),*

scanning electron microscopy (SEM) and metallography. Surface hardness profile and indentation behaviour have been determined by using a Leitz miniload microhardness tester.

Structural characterisation indicates that six distinct layers have been formed on the Ni-P diffusion coated Ti 6Al 4V surfaces. Among these, the first four layer are intermetallic compounds of  $Ti_x-Ni_y-P_z$ . The fifth and sixth layers were identified as eutectoid transformation product ( $\alpha + Ti_2Ni$ ). On the other-hand, only three layers were formed on the Ni coated CP titanium surfaces. According to GDS analysis, the first layer includes two separate but continuous  $Ti_2Ni$  and  $TiNi_3$  phase structure. The second layer is eutectoid transformation product and the third layer is nickel enriched titanium, where transformed  $\beta$  has precipitated at  $\alpha$  - grain boundaries.

## ۱- مقدمه

تیتانیوم از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. بدین لحاظ می‌توان با بهینه‌سازی پارامترهای دما، زمان و اتمسفر عملیات آنیل، فازهای بین فلزی را در سطح تیتانیوم ایجاد نمود.

در این مقاله، عملیات سطحی آلیاژ Ti 6Al 4V و تیتانیوم خالص تجارتي (CP)، به ترتیب با استفاده از پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر و نیکل صورت گرفته است. در این رابطه، ابتدا لایه‌های مزبور بر روی زیر لایه‌های تیتانیومی اعمال و به دنبال آن عملیات آنیل آنها در شرایط مناسبی از دما، زمان و اتمسفر صورت گرفت و ساختار توسعه یافته در منطقه نفوذ، مورد بررسی قرار گرفته‌اند.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- مواد زیرلایه و پوشش

در این پژوهش، از آلیاژ Ti 6Al 4V و تیتانیوم خالص تجارتي (CP) به عنوان مواد زیر لایه استفاده گردید. ساختار و ترکیب شیمیایی مواد مزبور به ترتیب در شکل ۱ و جدول ۱ نشان داده شده‌اند. این آلیاژ در شرایط تجارتي کار گرم و آنیل شده مورد استفاده قرار گرفت. از این آلیاژ، نمونه‌هایی به ابعاد  $10 \times 10 \times 20$  mm جهت بررسی ساختاری و  $10 \times 20 \times 20$  mm برای اسپکتروسکوپی پلاسمایی (GDOS) تهیه گردیدند.

### ۲-۲- عملیات سطحی

در این تحقیق، عملیات سطحی نمونه‌های تیتانیومی توسط پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر و نیکل صورت گرفت. فرآیندهای مزبور از نقطه نظر نوع رسوب اعمال شده بر روی سطح (لایه) و یا نوع زیرلایه قابل تقسیم به دو دسته می‌باشند: (۱) پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر

به منظور بهبود رفتار سایشی آلیاژ Ti 6Al 4V تاکنون پوشش‌ها و عملیات‌های سطحی متعددی چون پوشش‌های یونی نیتريد تیتانیوم [۱]، کاشت یون نیتروژن [۲]، عملیات سطحی توسط پرتوهای پر انرژی لیزر و الکترون [۳، ۴] و نیتراسیون پلاسمایی [۵] بر روی آن مورد مطالعه قرار گرفته است. باوجود این هیچیک از روش‌های مزبور نتوانسته است کارآیی مطلوبی را تحت شرایط لغزشی خشک (بدون استفاده از روانکار) فراهم نماید.

اخیراً پوشش‌های نفوذی فلزی به عنوان یکی از روش‌های نوین اصلاح سطح تیتانیوم مورد توجه خاصی قرار گرفته‌اند [۶]. در این روش ابتدا لایه‌ای از یک فلز و یا آلیاژ توسط یکی از تکنیک‌های انباشت الکتریکی، الکترولس و یا رسوب فیزیکی بخار بر روی زیر لایه اعمال می‌گردد [۷]. سپس در مرحله بعد، عملیات آنیل نمونه‌های مزبور تحت شرایط کنترل شده‌ای از دما، زمان و اتمسفر صورت می‌گیرد. در نتیجه این فرآیند، نفوذ متقابل عناصر لایه و زیر لایه به وقوع پیوسته و منجر به تشکیل پوشش‌هایی می‌گردد که در مقایسه با پوشش‌های سخت سرامیکی از استحکام چسبندگی بالاتر و شیب سختی ملایم‌تری برخوردار هستند. در روش مزبور، انتخاب ماده لایه بر اساس حضور فازهای بین فلزی نوعاً سخت در سیستم‌های متشکل از عناصر لایه با زیرلایه صورت می‌پذیرد.

قابلیت بالای تیتانیوم در تشکیل ترکیبات بین فلزی متعدد با عناصر واسطه، مبنای مهمی برای عملیات سطحی آن با استفاده از روش مزبور می‌باشد. در همین رابطه، نیکل به عنوان یک ماده لایه بر روی تیتانیوم با توجه به توانایی تشکیل سه نوع ترکیب بین فلزی با

بر روی آلیاژ ۴۷ Al ۶۱ Ti، (۲) پوشش‌های نفوذی نیکل بر روی تیتانیم CP. هر یک از این عملیات طی دو مرحله صورت گرفته‌اند: در مرحله اول ماده لایه (Ni-P یا Ni) بر روی زیرلایه‌های مذکور اعمال و سپس در مرحله دوم با انجام عملیات آنیل نفوذی تحت شرایط کنترل شده دما، زمان و اتمسفر، نفوذ متقابل عناصر لایه و زیرلایه به وقوع پیوسته است.

انتخاب Ni و Ni-P به عنوان ماده لایه، به منظور تشکیل ترکیبات بین فلزی Ni-Ti و Ti-Ni-P بر روی سطح زیر لایه‌های مزبور صورت گرفته است.

## ۲-۲-۱- پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ ۴۷ Al ۶۱ Ti

برای تشکیل پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ ۴۷ Al ۶۱ Ti، ابتدا رسوب Ni-P به روش الکترولس بر روی زیرلایه‌های مزبور اعمال (مرحله اول) و سپس با انجام عملیات آنیل شرایط نفوذ متقابل عناصر لایه با زیرلایه محقق گردید (مرحله دوم). جزئیات مراحل مزبور به تفصیل در زیر تشریح گردیده است:

مرحله اول: عملیات آماده‌سازی سطح تیتانیم از اهمیت قابل ملاحظه‌ای در روند اعمال پوشش‌های فلزی، کمپوزیتی و سرامیکی بر روی آن برخوردار است. در این رابطه به لحاظ حضور لایه اکسیدی سمج بر جای مانده از فرآیند تولید، ابتدا لایه مزبور به وسیله سنگ زنی و یا محلول شیمیایی (ترکیبی از  $\text{HNO}_3$  و HF) از روی سطح زیرلایه حذف گردید. سپس نمونه‌ها توسط کاغذ سنباده ۸۰ تا ۳۲۰ پولیش مکانیکی و به وسیله آب مقطر و ساین به ترتیب تمیز و چرب زدایی گردیدند. در ادامه به منظور ایجاد چسبندگی بهتر، سطوح زیرلایه‌های مزبور به مدت ۳۰ تا ۶۰ ثانیه در محلولی مرکب از ۲ درصد  $\text{HNO}_3$ ، ۱ درصد HF و ۹۷ درصد  $\text{H}_2\text{O}$  فعال گردید. پس از عملیات فعال‌سازی، نمونه‌ها به سرعت در آب مقطر شستشو و بلافاصله به حمام آبکاری الکترولس انتقال یافتند.

آنالیز میزان فسفر موجود در پوشش‌های حاصل از این حمام که توسط اسپکتروسکوپی پلاسمایی صورت گرفت، ۱۲ درصد وزنی بود. در فرآیند مزبور PH حمام به وسیله محلول آمونیاک ۲۰ درصد، در محدوده ۵/۸-۴ کنترل گردید و انرژی مورد نیاز واکنش نیز به وسیله گرم کردن محلول توسط یک گرم کننده اتوماتیک از نوع صفحه داغ تأمین شد. دمای محلول در سراسر عملیات

آبکاری در محدوده  $95^\circ\text{C}$  -  $90^\circ\text{C}$  حفظ گردید.

سرعت تهیه رسوب نیکل - فسفر توسط این حمام  $15-20 \mu\text{m/h}$  برآورد گردید. همچنین نمونه‌ها پس از لایه‌گذاری توسط آب مقطر شستشو، با استن خشک و به دسیکاتور انتقال یافتند.

طی عملیات مزبور، بر روی سطوح زیرلایه‌های ۴۷ Al ۶۱ Ti رسوب‌های نیکل - فسفر در محدوده ضخامتهایی از ۲۰ تا  $50 \mu\text{m}$  اعمال گردیدند. اطمینان از حصول ضخامت‌های مزبور بر مبنای اندازه‌گیری ضخامت پوشش نمونه‌های شاهد توسط میکروسکوپ نوری بر روی مقاطع متالوگرافی آنها صورت گرفته است. مرحله دوم: در این مرحله، عملیات آنیل نفوذی نمونه‌های پوشش داده شده با استفاده از یک کوره لوله‌ای صورت گرفت. برای جلوگیری از اکسیداسیون نمونه‌ها از یک اتمسفر آرگون استفاده گردید. دمای عملیات آنیل نیز با در نظر گرفتن دمای استحاله یوتکتوئیدی سیستم تیتانیم - نیکل، دمای یوتکتیک نیکل - فسفر، خطای کوره، سرعت نفوذ و رشد دانه برابر با  $820^\circ\text{C}$  انتخاب گردید. در ضمن، با توجه به خواص متفاوت لایه با زیرلایه، نمونه‌ها قبل از رسیدن به دمای مزبور به مدت ۱ ساعت در دمای  $400^\circ\text{C}$  آنیل گردیدند. در نتیجه این امر، پیوندهای نفوذی در فصل مشترک لایه با زیرلایه ایجاد گردیده و لذا احتمال گسیختگی در فصل مشترک از بین می‌رود.

در فرآیند مزبور، هر یک از نمونه‌های آزمایشی با توجه به ضخامت لایه نیکل - فسفر اعمالی بر روی آن، در زمان‌های متعددی آنیل گردیدند. در این رابطه، بر مبنای تشکیل ترکیبات بین فلزی با سختی بالا و عمق نفوذ مناسب در سطح، بهینه‌سازی زمان عملیات آنیل صورت گرفته است. در جدول ۲ زمان‌های بهینه آنیل برای هر یک از ضخامت‌ها ارائه گردیده است.

## ۲-۲-۲- پوشش‌های نفوذی نیکل بر روی تیتانیم CP

در مرحله اول فرآیند تولید پوشش‌های نفوذی نیکل بر روی تیتانیم CP، نخست این نمونه‌ها به طریقی مشابه با نمونه‌های ۴۷ Al ۶۱ Ti آماده‌سازی گردیدند. پس از عملیات آماده‌سازی، اعمال رسوب نیکل به روش آبکاری الکتریکی و با استفاده از یک حمام واتر<sup>۱</sup> صورت گرفت. در این حمام نمونه‌ها توسط سیستم‌هایی از فولاد زنگ نزن به قطب منفی یک رکتی فایر اتصال و از یک صفحه

## ۲-۴- پراش پرتو ایکس (XRD)

شناسایی فازهای موجود در منطقه نفوذی با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس (Shimadzu XD-610) صورت گرفت. دستگاه مزبور قادر به تفرق سنجی بر روی نمونه های جامد و پودری است. در این پژوهش به عنوان هدف از  $\text{CuK}\alpha$  با  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  استفاده گردید. ولتاژ و جریان اعمالی به ترتیب ۴۰ KV و ۴۰ mA بود. نرخ روبش طی آنالیز نیز ۱ deg/min بود. در آنالیز مزبور به منظور اطمینان از دریافت پیک ها، ابتدا روبش سریعی در زاویه ۲θ بین ۲۰ تا ۱۲۰ درجه صورت گرفت.

به منظور شناسایی فازهای موجود در هر یک از لایه های سطحی از تکنیک لایه برداری استفاده گردید. در این روش آزمایش XRD پس از برداشتن هر یک از لایه های سطحی با انجام عملیات پولیش بر روی نمونه صورت می پذیرد که در این صورت حذف پیک های مربوط به یک فاز به معنی حضور فاز مزبور در لایه برطرف شده می باشد.

## ۲-۵- اسپکتروسکوپی پلاسمایی (GDOS)

مطالعه تغییرات ترکیب شیمیایی از سطح نمونه های عملیات سطحی شده به سمت عمق، توسط یک دستگاه اسپکتروسکوپی پلاسمایی صورت گرفته است. سیستم GDOS، امروزه یکی از پیشرفته ترین دستگاه های آنالیز شیمیایی محسوب می گردد که قادر به آنالیز تغییرات ترکیب عنصری در لایه های نازک، در فصل مشترک لایه با زیرلایه و در حجم می باشد [۸]. دقت دستگاه GDOS-750 در اندازه گیری ترکیب شیمیایی و ضخامت لایه برداری به ترتیب ۰/۱ درصد و  $10^\circ \text{A}$  می باشد.

در این پژوهش، نمونه های مورد استفاده جهت آنالیز GDOS در ابعاد  $10 \times 20 \times 20 \text{ mm}$  انتخاب و پس از عملیات سطحی مورد آنالیز قرار گرفته اند. در دستگاه مزبور ناحیه ای از نمونه های مزبور به قطر ۸mm تحت آنالیز قرار گرفته است.

## ۳- نتایج

### ۳-۱- ساختار پوشش های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ Ti ۶Al ۴V

سطح مقطع متالوگرافی نمونه های عملیات سطحی شده Ti ۶Al ۴V توسط پوشش های نفوذی نیکل - فسفر تحت شرایط بهینه عملیات [۶] در شکل ۲ نشان داده

نیکل نیز به عنوان آند استفاده گردید. ترکیب حمام مزبور متشکل از ۲۰۰ gr/lit سولفات نیکل، ۳۷ gr/lit کلرور نیکل و ۲۵ gr/lit اسید بوریک بود. طی عملیات مزبور دمای محلول به وسیله یک گرم کننده اتوماتیک در محدوده  $50-55^\circ \text{C}$  کنترل گردید. دانسیته جریان  $5 \text{ ampdm}^2$  و نسبت آند به کاتد نیز یک به یک انتخاب گردید. همچنین برای حصول پوشش هایی یکنواخت و با تخلخل کم از یک همزن مغناطیسی استفاده گردید.

در این فرآیند، رسوب های نیکل با ضخامت های مشابه با پوشش های نیکل - فسفر ( $20-50 \mu\text{m}$ ) بر روی نمونه های CP اعمال گردید. به دنبال آن عملیات، آنیل نفوذی نمونه ها با استفاده از یک کوره لوله ای و در جریانی از گاز آرگون صورت گرفت. در این عملیات، دمای آنیل دوباره با استدلالی مشابه با آنچه که در مورد پوشش های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ Ti ۶Al ۴V به عمل آمد، همان  $820^\circ \text{C}$  انتخاب گردید. در ضمن تمامی نمونه ها قبل از رسیدن به دمای مزبور به مدت یک ساعت در دمای  $400^\circ \text{C}$  آنیل گردیدند.

در این عملیات، زمان آنیل از پارامترهای بسیار مهم محسوب می گردد. بدین لحاظ، نمونه ها برحسب ضخامت لایه اعمالی بر روی آنها در زمان های متعددی آنیل گردیده و بالاخره بر مبنای بهترین شرایط سختی سطحی برای هر یک از ضخامت ها زمان آنیل بهینه ای انتخاب گردیده است. زمان های بهینه مزبور در جدول ۲ ارائه گردیده اند.

### ۲-۳- متالوگرافی

برای انجام متالوگرافی، ابتدا مقاطع مناسبی از نمونه های عملیات سطحی شده و خام تهیه گردید. مقاطع مزبور سپس مانت گردیده و توسط کاغذ سنباده های ۸۰ تا ۵۰۰ تحت سنباده زنی قرار گرفتند. عملیات پولیش آنها نیز به ترتیب با پودرهای الماسی ۶، ۳ و ۱ میکرون صورت گرفت. آنگاه برای آشکار سازی ریز ساختارها برحسب نوع زمینه از محلول های زیر استفاده گردید:

- ۱- محلول ۲ درصد HF و ۹۸ درصد  $\text{H}_2\text{O}$  برای اچ نمونه های CP
  - ۲- محلول ۱/۵ درصد HF، ۲/۵ درصد  $\text{HNO}_3$  و ۹۶ درصد  $\text{H}_2\text{O}$  برای اچ نمونه های Ti ۶Al ۴V.
- ریز ساختارهای پولیش و اچ شده مزبور توسط میکروسکوپ نوری مورد مطالعه قرار گرفت.

شده‌اند. همانگونه که مشاهده می‌شود در نتیجه بهینه‌سازی پارامترهای فرآیند ساختارهایی دارای شش لایه مجزا در منطقه نفوذی تشکیل گردیده است.

لایه‌های اول تا چهارم متشکل از ترکیبات بین فلزی Ti-Ni-P بوده که به صورت پیوسته و به موازات یکدیگر با فصل مشترک‌هایی نیز تشکیل گردیده‌اند. لایه پنجم با مرفولوژی لایه‌ای محصول استحاله یونکتوئیدی محلول جامد  $\beta$  است. لایه ششم نیز یک لایه نفوذی است که در منطقه پایانی نفوذ نیکل در تیتانیوم تشکیل گردیده و با رفتن به سمت زمینه از تراکم نیکل در آن کاسته شده است. لایه مزبور، می‌تواند محصول استحاله  $\beta$ ، منتها با ترکیب هیپویونکتوئید باشد. ضخامت این لایه در مقایسه با سایر لایه‌های موجود نوعاً بالاتر است.

در شکل‌های ۳ و ۴ ریز ساختار نوری لایه‌های پنجم و ششم بعد از حذف لایه‌های روئی آنها نشان داده شده است. ملاحظه ریز ساختارهای مزبور مبین تشکیل محصولات استحاله یونکتوئیدی در سراسر ضخامت لایه پنجم و در مرزهای دانه  $Ti(\alpha)$  در لایه ششم است. در شکل ۵، ساختار زمینه  $4V\ Al\ 6\ Ti$  بعد از عملیات آنیل نشان داده شده است. مقایسه ریز ساختار مزبور با ریز ساختار عملیات نشده مربوطه (شکل ۱) نشان دهنده بزرگتر شدن دانه‌ها به میزان بسیار محدودی طی عملیات آنیل است.

در شکل ۶، نتایج بررسی‌های اسپکتروسکوپی پلاسمایی (GDOS) یکی از نمونه‌های عملیات سطحی شده ( $2\ \mu m$ ) در زمان‌های کمتر از بهینه و زمان بهینه مطابق جدول ۲ آورده شده است. در این نمودارها، تغییرات غلظت عناصر لایه (Ni و P) و زیرلایه (Ti, Al, O و V) نمایش داده شده است. همانگونه که ملاحظه می‌گردد، طی عملیات آنیل، نفوذ متقابل عناصر لایه با زیرلایه به وقوع پیوسته است. مشاهده نمودارهای مزبور (شکل ۶)، همچنین مبین نفوذ بسیار سریعتر Ni در درون زیرلایه در مقایسه با نفوذ Ti در لایه بوده و ترکیب لایه مجاور سطح بر طبق دیاگرام تعادلی نیکل - فسفر (شکل ۷) تقریباً مطابقت با فاز سرامیکی  $Ni_3P$  می‌نماید. در بین عناصر لایه، نفوذ فسفر (P) قابل ملاحظه نمی‌باشد.

در این شکل، همچنین مناطقی به صورت تپه و دره در برخی از منحنی‌های غلظت مشهود است. با گذشت زمان و حصول زمان بهینه نفوذ [۷ و ۶]، خود را به سطح رسانده و در سطح انباشته گردیده و غلظت آن به حدود ۹۰ درصد رسیده است، در حالی که غلظت نیکل

کمتر از ۱۰ درصد می‌باشد. بر مبنای نتایج مزبور، لایه پنجم، نیز همانگونه که براساس مشاهده ریز ساختار آن انتظار می‌رفت، متشکل از  $6\ Ni\ -\ Ni$  بوده و لذا مطابق دیاگرام تعادلی تیتانیوم - نیکل (شکل ۹) دارای ترکیب یونکتوئیدی است.

نتایج مربوط به آزمایش‌های تفرق اشعه ایکس (XRD) که بر روی سطح خارجی پوشش صورت گرفته، در شکل ۹ نشان داده شده است. همانگونه که مشاهده می‌شود، در لایه نزدیک سطح فازهای  $Ni_3Ti$ ,  $Ni_3P$  و  $Ti_4P_3$  آشکار گردیده‌اند. ملاحظه این نتایج به همراه آنالیزهای GDOS مبین کاهش غلظت Ni و افزایش غلظت Ti با فاصله گرفتن از سطح به سمت زمینه و در نهایت ناپدید شدن فازهای  $Ni_3Ti$ ,  $Ti_4P_3$  و حصول فازهای  $Ti(\alpha)$ ,  $Ti(\beta)$  و  $Ti_2Ni$  است. با وجود این به دلیل حضور شش عنصر نفوذ کننده در ساختار مزبور، تعیین دقیق ترکیبات بین فلزی مستلزم کار بسیار بیشتری می‌باشد.

### ۳-۲- ساختار پوشش‌های نفوذی نیکل بر روی تیتانیوم CP

شکل ۱۰، ریز ساختار شاخص پوشش‌های نفوذی نیکل، روی تیتانیوم CP تحت شرایط بهینه عملیات آنیل را نشان می‌دهد. ترتیب مرفولوژی ساختاری نمونه‌های مزبور از سطح به سمت زمینه، متشکل از سه لایه متالوگرافی است. اولین لایه مزبور براساس بررسی‌های اسپکتروسکوپی پلاسمایی (GDOS) متشکل از دو فاز بین فلزی مجزا است (شکل ۱۱-ب). دومین لایه متالوگرافی مزبور نیز همانطور که مشاهده می‌شود دارای ضخامتی زیاد و مرفولوژی لایه‌ای می‌باشد. این لایه حاصل استحاله یونکتوئیدی محلول جامد  $\beta$  است، که به یک مخلوط  $Ti_2Ni + Ni$  (سوزنی)  $\alpha$  تغییر حالت داده است. فصل مشترک لایه مزبور با لایه اول برخلاف لایه مشابه در پوشش‌های نفوذی نیکل - فسفر دارای فصل مشترکی غیر مسطح بوده و به صورت دندان‌ه‌ای است. ریز ساختار لایه مزبور بعد از حذف لایه‌های روئی آن در شکل ۱۲ نشان داده شده است. آخرین لایه تشکیل شده در منطقه نفوذی ساختارهای مزبور (لایه سوم) نیز یک لایه نفوذی است. تشکیل لایه مزبور ممکن است، حاصل سرد گردیدن تعادلی محلول جامد  $\alpha$  باشد که در طی عملیات آنیل به وجود آمده است. مرزهای دانه  $Ti(\alpha)$  در این لایه را، ترکیب بین فلزی  $Ti_2Ni$  در بر گرفته است. در شکل ۱۳، ساختار زمینه CP پس از عملیات آنیل نفوذی نشان داده شده است. مقایسه این ریز ساختار با

ریز ساختار نمونه های خام مربوطه (شکل ۱ - ب) مبین بزرگتر شدن به مراتب بالاتر دانه های مزبور در مقایسه با آلیاژ ۴۷ Ti ۶Al است.

ملاحظه نتایج بررسی های اسپکتروسکوپی پلاسمایی (شکل ۱۱) که بر روی یکی از نمونه های مزبور  $2.0 \mu\text{m}$  صورت گرفته است. نشان می دهد که بر روی سطح هنوز نیکل باقی مانده حضور دارد. بنابراین سختی سطحی پایین این نمونه ها که در مطالعات قبلی [۷]، مشاهده گردیده بود، در نتیجه همین امر است. با گذشت زمان و حصول زمان بهینه، بر روی سطح (در اولین لایه) فاز بین فلزی  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  مطابق دیاگرام تعادلی (شکل ۱۴) تشکیل گردیده است. در مجاورت فاز مزبور، ترکیب فاز بعدی تقریباً مطابقت با ترکیب بین فلزی  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  در این لایه می نماید. ترکیب لایه نیز همانگونه که از مرفولوژی ساختار انتظار می رفت، مطابقت با ترکیب یوتکتوئیدی  $\beta$  می نماید. در شکل ۱۵، نتایج مربوط به آنالیز تفرق اشعه ایکس (XRD) که بر روی سطح خارجی پوشش صورت گرفته است، نشان داده شده است. در این بررسی فازهای  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  و  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  آشکار گردیده اند.

#### ۴ - بحث

#### ۴-۱ - ساختار پوشش های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ ۴۷ Ti ۶Al

حضور چهار لایه پیوسته و مجزا از ترکیبات بین فلزی در ریز ساختار آلیاژ ۴۷ Ti ۶Al عملیات سطحی شده توسط پوشش های نفوذی نیکل - فسفر، مبین ایجاد تغییرات ساختاری مشهودی بر اثر عملیات آنیل در این پوشش هاست (شکل ۲). نمودار آنالیز اسپکتروسکوپی پلاسمایی (شکل ۶ - الف) نشان می دهد، که تشکیل و توسعه لایه های بین فلزی مزبور همگام با نفوذ تیتانیم از فصل مشترک اولیه پوشش با زمینه به سمت سطح خارجی صورت گرفته است.

در نتیجه افزایش زمان عملیات آنیل و حصول زمان بهینه، همانگونه که در شکل ۶ - ب مشاهده می شود. تیتانیم نه تنها خود را به سطح رسانیده است، بلکه انباشتگی وسیعی نیز از آن بر روی سطح تشکیل گردیده است. بر اثر این انباشتگی، غلظت تیتانیم در این لایه نازک بر روی سطح به حدود ۹۰ درصد و در مقابل غلظت نیکل به کمتر از ۱۰ درصد رسیده است.

پدیده مزبور، نتیجه ای منطقی از توسعه نفوذ بر مبنای شیب اکتیویته به جای شیب غلظت می باشد [۱۲ و ۱۳].

در همین رابطه به نظر می رسد که وقوع این انباشتگی ممکن است در نتیجه تشکیل ترکیبات بین فلزی پایدار و عدم وجود ماده آزاد اضافی از عناصر پوشش (Ni یا P) برای ایجاد یا توسعه ترکیبات بین فلزی با اتم های تیتانیمی که در حال نفوذ به سمت سطح هستند، به وقوع پیوسته باشد.

نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس (XRD)، که بر روی سطح خارجی نمونه های مزبور صورت گرفته است، تشکیل فازهای  $\text{Ni}_3\text{P}$ ،  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  و  $\text{Ti}_4\text{P}_3$  را آشکار ساخته است (شکل ۹). بدیهی است، فازهای مزبور در ناحیه ای از سطح خارجی تا عمقی که در برگیرنده عمق نفوذ اشعه و شدت مناسب الگوهای تفرق بوده است، آشکار گردیده اند. تعیین کلیه فازها در هر یک از لایه ها مستلزم تحقیقات تفرق سنجی در آن نواحی بوده و توسط نمودار تغییرات غلظت (شکل ۶ ب) به لحاظ تعداد زیاد عناصر لایه و زیر لایه نمی توان فازهای موجود را با دقت مشخص نمود. با وجود این، نمودار مزبور مبین کاهش غلظت نیکل و فسفر و افزایش غلظت تیتانیم از سمت سطح به سوری زمینه بعد از لایه سطحی می باشد. بنابراین، ملاحظه توأم نمودار اسپکتروسکوپی پلاسمایی (شکل ۶ - ب) و دیاگرام تعادلی نیکل - فسفر (شکل ۷) و نیکل تیتانیم (شکل ۹)، انتظار تشکیل فازهای  $\text{Ni}_3\text{P}$  و  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  را در سمت زمینه و بعد از فازهای  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  و  $\text{Ti}_4\text{P}_3$  محتمل می سازد. در همین رابطه، چنین ترتیبی از فازهای مزبور در عملیات سطحی آلیاژ ۴۷ Ti ۶Al توسط پوشش هایی نفوذی الکترولس نیکل نیز گزارش گردیده است [۱۴].

نمودار آنالیز اسپکتروسکوپی پلاسمایی (شکل ۶ - ب) همچنین تعداد لایه های تشکیل شده در ریز ساختار و موقعیت آنها را نیز مشخص نموده است. در این رابطه همچنانکه گفته شده است، در مرزهای بین لایه های حاصل از نفوذ متقابل عناصر در یک زوج نفوذی به لحاظ تغییرات ترکیب عناصر تشکیل دهنده آنها شیب های تند بوجود می آید. بنابراین از ملاحظه نمودار GDOS مزبور استنباط می شود که نواحی دارای شیب تند مرزهای بین این لایه هستند.

لایه پنجم ریز ساختارهای مزبور (شکل ۲) دارای ضخامتی زیاد و مورفولوژی لایه ای است. ترکیب این لایه، براساس آنالیز اسپکتروسکوپی پلاسمایی (شکل ۶ - ب) متشکل از  $6\% \text{Ni} - \text{Ti}$  بوده که مطابقت با ترکیب یوتکتوئیدی  $\beta$  در سیستم تیتانیم - نیکل می نماید [۱۶].

بنابراین، استنباط می شود که فاز مزبور در نتیجه نفوذ نیکل در تیتانیم در دمای عملیات آنیل ( $820^{\circ}\text{C}$ ) مطابق دیگرام تعادلی تیتانیم - نیکل تشکیل گردیده است. استحاله این فاز در نتیجه سرد کردن نمونه در کوره به وقوع پیوسته و ریز ساختاری را متشکل از فازهای  $\text{Ti}(\alpha) + \text{Ti}_2\text{Ni}$  در دمای محیط به وجود آورده است (شکل ۳).

ششمین لایه به وجود آمده در این ریز ساختارها (شکل ۴) آخرین لایه تشکیل شده در منطقه پایانی نفوذ نیکل در زیر لایه می باشد. ریز ساختار مزبور متشکل از دانه های تقریباً کروی  $\text{Ti}(\alpha)$  است که در مرزهای آن محصولات استحصالی یوتکتوئیدی فاز  $\text{Ti}(\alpha) + \text{Ti}_3\text{Ni}$  تشکیل گردیده اند. بنابراین، لایه مزبور نیز محصول استحاله فاز  $\beta$ ، منتها با ترکیب هیپویوتکتوئید می باشد. ضخامت این لایه در نوع خود بیشتر از لایه پنجم می باشد.

مشاهده ضخامت لایه های توسعه یافته در منطقه نفوذی (شکل ۲) نشان می دهد که در بین چهار لایه پیوسته از ترکیبات بین فلزی، لایه اول در مقایسه با سایر لایه ها از ضخامت بیشتری برخوردار است. همچنین لایه های پنجم و ششم به ترتیب دارای بالاترین ضخامت ها در این ریز ساختار می باشند. علاوه بر این، نقش افزایش ضخامت پوشش نیز به طور عمده بر افزایش ضخامت لایه های اول، پنجم و ششم بوده است. در این رابطه همانگونه که اشاره گردید ضخامت لایه های حاصل از نفوذ متقابل عناصر در یک زوج نفوذ متأثر از سرعت های نسبی حرکت مرزهای آنهاست. مرزهای هر یک از لایه ها در طی نفوذ علاوه بر اینکه ساکن نیستند، دارای سرعت حرکت یکسانی نیز بوده و در واقع نفوذ، محرک و کنترل کننده آنهاست. سرعت حرکت یک مرز، به طور کلی تابع عواملی چون غلظت فازها در مرز، ضرایب نفوذ و شیب های غلظت می باشد (۱۸ - ۱۷).

نفوذ بسیار سریعتر نیکل در زیر لایه در مقایسه با تیتانیم در لایه از ویژگی هایی است، که در پوشش های مزبور مشاهده می گردد (شکل ۶ - الف). در این رابطه استنباط می شود، اگر چه نسبت  $T/T_m$  برای نیکل بیشتر از تیتانیم است، لیکن پدیده مزبور تنها محدود به آن نبوده، بلکه نقش عوامل دیگری چون ترکیب موضعی، نفوذ اجزاء و زمان عملیات حرارتی نیز حائز اهمیت است. در بررسی های مربوط به نفوذ متقابل پوشش های اینکونل ۶۱۷ (دارای ۵۲ درصد نیکل) با تیتانیم نیز نفوذ بسیار

سریعتر نیکل در تیتانیم گزارش گردیده است [۱۹]. در بررسی مزبور، دلیل این امر متأثر از پیچیدگی پدیده نفوذ در سیستم های دارای حد حلالیت به لحاظ نقش پارامترهای ترمودینامیکی و سینتیکی دانسته شده است.

ملاحظه ساختار زمینه آلیاژ ۴۷ AL Ti بعد از ۲۰ ساعت آنیل (شکل ۵) و مقایسه آن با ساختار زمینه قبل از عملیات آنیل (شکل ۱ - الف)، به جز اثر بسیار اندک آن بر رشد دانه ها تغییرات دیگری را سبب نگردیده است. ساختار زمینه بعد از آنیل، همانگونه که مشاهده می گردد، متشکل از فاز هم محور  $\alpha$  و فاز  $\beta$  در مرزهای آن می باشد.

#### ۴-۲- ساختار پوشش های نفوذی نیکل بر روی تیتانیم CP

مطابق نتایج آنالیز اسپکتروسکوپی پلاسمایی، اولین لایه موجود در ریز ساختار پوشش نفوذی نیکل بر روی تیتانیم CP متشکل از دو فاز بین فلزی پیوسته و مجزاست (شکل های ۱۰ و ۱۱ - ب). فازهای مزبور به ترتیب از سطح به سمت عمق متشکل از ترکیبات بین فلزی  $\text{Ti}_3\text{Ni}$  و  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  می باشند. حضور این فازها، در نتایج تفرق سنجی اشعه ایکس نیز که بر روی سطح خارجی پوشش های مزبور صورت گرفته است، تأیید شده است (شکل ۱۵). ضخامت لایه  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  در مقایسه با لایه  $\text{Ti}_3\text{Ni}$  همانگونه که در شکل (۱۱ - ب) مشاهده می شود، بسیار کمتر بوده و تشکیل آن نیز، بعد از تشکیل لایه  $\text{Ti}_3\text{Ni}$  صورت گرفته است. عدم مشاهده مرز بین دو فاز از یکدیگر می تواند متأثر از ظرافت بسیار زیاد فصل مشترک آنها باشد، به طوری که میکروسکوپ نوری قادر به آشکارسازی آن نگردیده است. در زمان های کمتر آنیل بر روی سطح هنوز نیکل تغییر نیافته و یا فازی بسیار غنی از نیکل حضور دارد (شکل ۱۱ - ب). پدیده مزبور، مؤید تشکیل ترکیبات بین فلزی از فصل مشترک لایه با زیر لایه به سمت سطح، همانند پوشش های نفوذی نیکل - فسفر می باشد.

دومین لایه ساختارهای مزبور مطابق شکل های ۱۰ و ۱۲ دارای مرفولوژی لایه ای بوده و ترکیب آن نیز مطابق آنالیز اسپکتروسکوپی (شکل ۱۱ - ب)، متشکل از  $6\% \text{Ti} - 5\% \text{Ni}$  می باشد. بنابراین، تطبیق این نتایج با دیگرام تعادلی تیتانیم - نیکل (شکل ۹) آشکار می سازد که لایه مزبور نیز همانند لایه پنجم پوشش های نفوذی نیکل - فسفر محصول استحاله یوتکتوئیدی فاز  $\beta$  است، که به یک ساختاری متشکل از فازهای  $\text{Ti}(\alpha) + \text{Ti}_2\text{Ni}$

استحاله یافته است. ضخیم تر بودن لایه ها در این ریز ساختار در مقایسه با ساختار مشابه پوشش های نفوذی نیکل - فسفر (شکل ۲) متأثر از عدم حضور عناصر آلیاژی در زیر لایه است.

آخرین لایه تشکیل شده در منطقه پایانی نفوذ نیکل در تیتانیم (شکل ۱۰)، لایه ای نفوذی است که در آن مرزهای دانه تیتانیم آلفا را ترکیب بین فلزی  $Ti_2Ni$  در برگرفته است. لایه مزبور از یک طرف با توجه به موقعیت آن در منطقه پایانی نفوذ که غلظت نیکل آن بسیار ناچیز است و از طرف دیگر حضور ترکیب بین فلزی  $Ti_2Ni$  در مرزهای دانه  $Ti(\alpha)$ ، به احتمال قوی محصول محلول جامد  $a$  مطابق دیاگرام تعادلی تیتانیم - نیکل (شکل ۸) می باشد. فاز  $a$  مطابق دیاگرام تعادلی مزبور، در اثر سرد شدن تا دمای محیط،  $Ni$  مازاد بر حد حلالیت خود را به صورت  $Ti_2Ni$  پس زده است.

تطابق مطالعات شناسایی فاز در پوشش های مزبور با دیاگرام تعادلی تیتانیم - نیکل، مبین عدم تشکیل فاز بین فلزی  $TiNi$  در دمای آنیل بوده است. فاز  $TiNi$  همچنانکه در دیاگرام تعادلی مشاهده می شود، در محدوده ترکیب بین فازهای  $Ti_2Ni$ ،  $Ni_3Ti$  قرار گرفته و در دماهای بالای  $630^\circ C$  تشکیل و در نتیجه سرد شدن آرام توسط یک استحاله یوتکتوئیدی به محصولات  $Ni_3Ti + Ti_2Ni$  تبدیل می گردد. با وجود این، در ریز ساختار شکل ۱۰ اثری از محصولات استحاله فاز مزبور در بین فازهای  $Ni_3Ti$  و  $Ti_2Ni$  دیده نمی شود.

در ارتباط با این پدیده به نظر می رسد، وقوع این امر ممکن است متأثر از پیچیدگی پدیده نفوذ در این سیستم باشد. در همین رابطه مطالعات مربوط به وقوع پدیده هایی از این نوع در زوج های نفوذی که در آنها غیبت یک یا چند فاز رخ می دهد، آشکار ساخته است که اصولاً استفاده از دیاگرام های تعادلی برای پیش بینی فازهای مورد انتظار نه تنها در زوج های نفوذی محدود و در ساختارهای لایه نازک، بلکه حتی در زوج های نفوذی نامحدود نیز چندان موفقیت آمیز نیست [۲۰-۱۸]. دلیل این امر را اثرات پارامترهای ترمودینامیکی و سینتیکی بر نفوذ دانسته اند. به عنوان مثال در بررسی پدیده نفوذی در زوج های نیکل - آلومینیم [۲]، مشاهده گردیده است. در دمای  $600^\circ C$  آلومینیم تعیین کننده محصولات واکنش (یعنی،  $NiAl_3$  و  $Ni_2Al_3$ ) بوده، در صورتی که در دماهای بالاتر، نیکل با تشکیل محصولات  $Ni_3Al$ ،  $Ni_2Al_3$  و  $NiAl$  از این موقعیت برخوردار

گردیده است.

نفوذ نیکل تا اعماق زیاد (حدود  $600 \mu m$  طی ۲۰ ساعت آنیل) در زیر لایه های تیتانیم CP از پدیده های جالبی است که در پوشش های مزبور مشاهده گردیده است (شکل ۱۰). مقایسه این مسافت با عمق نفوذ نیکل در زیر لایه های آلیاژ  $Ti 6Al 4V$  (شکل ۲)، سرعت بسیار بیشتر نیکل در تیتانیم CP را به خوبی آشکار می نماید. دلیل این امر را می توان بنابر آنچه تاکنون در مورد نفوذ در سیستم های دارای حد حلالیت اشاره گردید، متأثر از عناصر آلیاژی زمینه، فسفر پوشش و عامل مهمتر از آنها یعنی نقش ترکیبات بین فلزی متعدد، آن هم با فصل مشترک هایی یکنواخت دانست که در پوشش های نفوذی نیکل - فسفر تشکیل گردیده اند. در صورتی که در پوشش های نفوذی نیکل اعمال شده بر روی تیتانیم CP علاوه بر اینکه ترکیبات بین فلزی کمتری تشکیل گردیده است، فصل مشترک لایه های ترکیب بین فلزی با لایه حاصل از استحاله یوتکتوئیدی نیز غیریکنواخت می باشد. بنابراین نفوذ سریعتر نیکل در زیر لایه CP نسبت به زیر لایه  $Ti 6Al 4V$  دور از انتظار نمی باشد.

ملاحظه ساختار CP بعد از ۲۰ ساعت آنیل (شکل ۱۴) و مقایسه آن با ساختار زمینه قبل از عملیات آنیل (شکل ۲-ب)، مبین رشد نسبتاً زیاد دانه ها در مقایسه با زمینه های آلیاژ  $Ti 6Al 4V$  (شکل ۴) است. تغییرات مزبور، متأثر از نقش ناصر آلیاژی  $Al$  و  $V$  در جلوگیری از رشد زیاد دانه ها در تیتانیم آلیاژ می باشد.

## ۵- نتیجه گیری

۱- انباشت پوشش های  $Ni-P$  و  $Ni$  بر روی آلیاژهای تیتانیم و سپس عملیات آنیل نفوذی در دمای  $820^\circ C$  منجر به تشکیل ترکیبات بین فلزی بر روی سطح زیر لایه های مزبور می گردد.

۲- عملیات نفوذی آلیاژ  $Ti 6Al 4V$  توسط پوشش های  $12\% Ni - P$  منجر به تشکیل شش لایه مجزا بر روی سطح گردیده که چهار لایه اول شامل ترکیبات بین فلزی  $Ti-Ni-P$  بوده و لایه های پنجم و ششم محصولات استحاله یوتکتوئیدی  $(\alpha + Ti_2Ni)$  می باشند.

۳- عملیات نفوذی تیتانیم خالص تجارتي (CP) توسط پوشش های  $Ni$  منجر به تشکیل سه لایه مجزا بر روی سطح گردیده که لایه اول شامل فازهای بین فلزی  $TiNi_3$  و  $Ti_2Ni$  به صورت مجزا بوده و لایه دوم محصول استحاله یوتکتوئیدی  $\beta$  است. لایه سوم متشکل از فاز  $Ti_2Ni$  در مرز دانه های  $Ti(\alpha)$  بوده است.



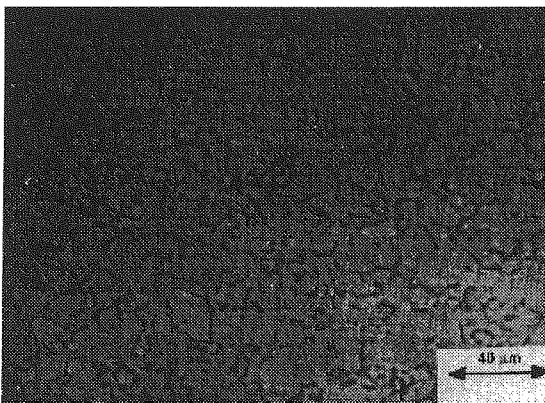
جدول (۱) مشخصات مواد زیر لایه

ترکیب (درصد وزنی)	ماکزیمم درصد وزنی ناخالصی				درصد وزنی عناصر آلیاژی		
	Fe	N	C	O	H	Al	V
Ti ۶Al ۴V	۰/۳	۰/۰۰۴	۰/۰۱۵	۰/۱۳	-	۶/۱	۳/۹
تیتانیوم خالص تجارتي CP(99-2%Ti)	۰/۳	۰/۰۲	۰/۱	۰/۲	۰/۰۱۵	-	-

جدول (۲) زمان بهینه آنیل نمودی نمونه های عملیات سطحی شده

Ti ۶Al ۴V با پوشش نیکل - فسفر

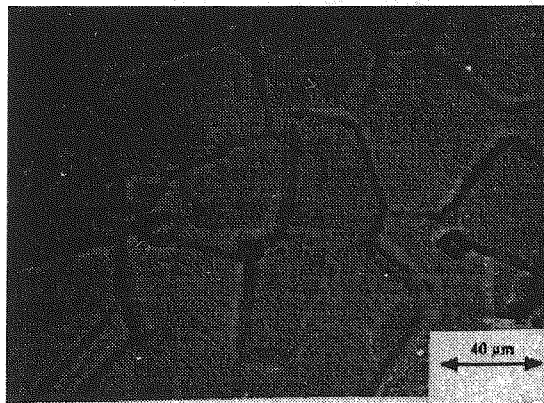
ضخامت لایه نیکل - فسفر ( $\mu\text{m}$ )	زمان آنیل (hr)
۲۰	۵
۳۰	۸
۴۰	۱۲
۵۰	۱۷



جدول (۳) زمان بهینه آنیل دیفوزیونی نمونه های عملیات

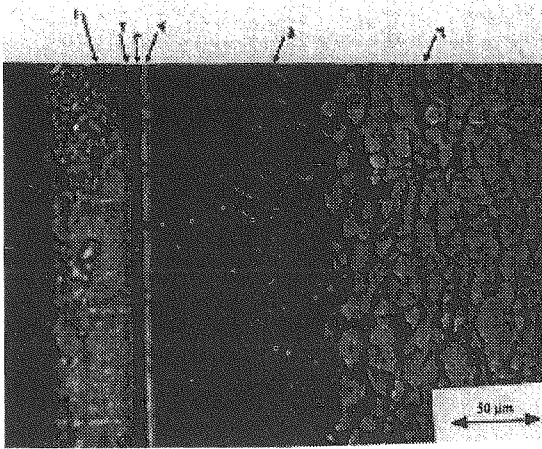
سطحی شده CP با پوشش نیکل

زمان آنیل (hr)	ضخامت لایه نیکل ( $\mu\text{m}$ )
۷	۲۰
۱۰	۳۰
۱۵	۴۰
۲۰	۵۰

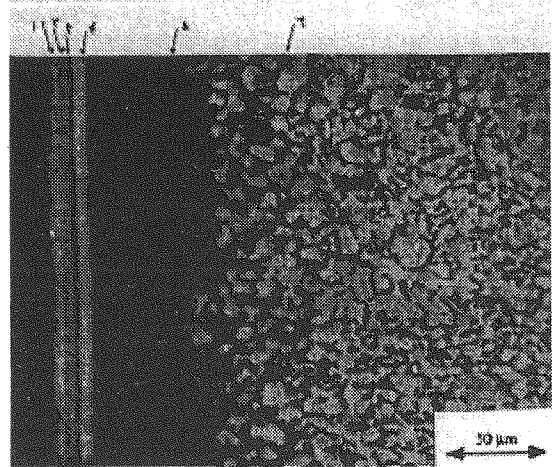


شکل (۱) الف: ریز ساختار آلیاژ Ti ۶Al ۴V در شرایط عملیات نشده،

ب: ریز ساختار تیتانیوم CP در شرایط عملیات نشده -

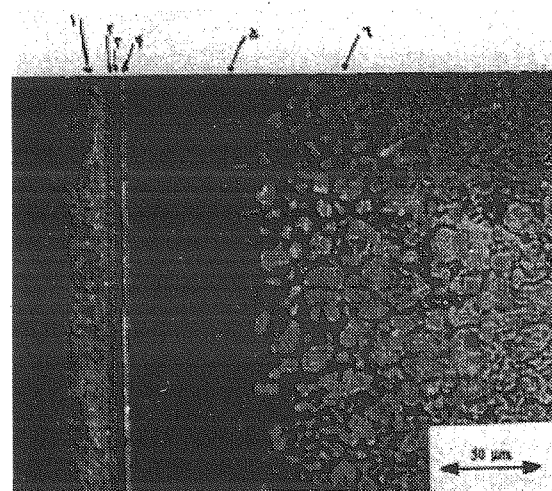


(د)

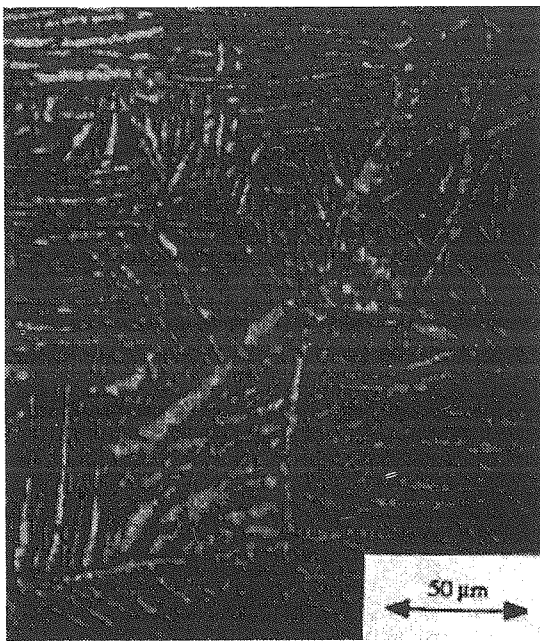


(الف)

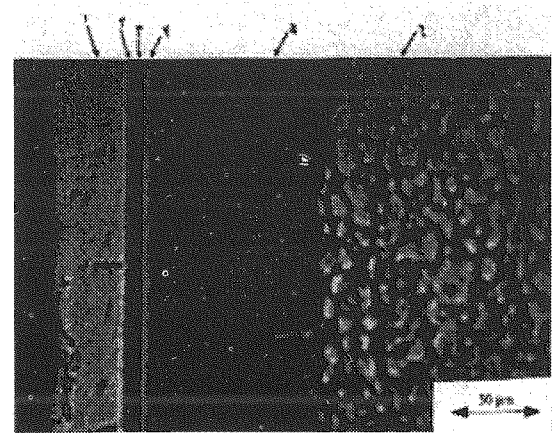
شکل (۲) ریز ساختار پوشش های نفوذی نیکل - فسفر بر روی آلیاژ  
 $Ti\ 6Al\ 4V$ ، الف: نمونه های با ضخامت پوشش  $20\ \mu m$ ، ب:  
 نمونه های با ضخامت پوشش  $30\ \mu m$ ، ج: نمونه های با ضخامت  
 پوشش  $40\ \mu m$ ، د: نمونه های با ضخامت پوشش  $50\ \mu m$ .



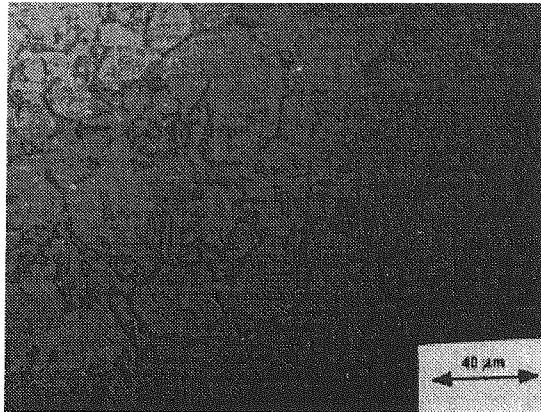
(ب)



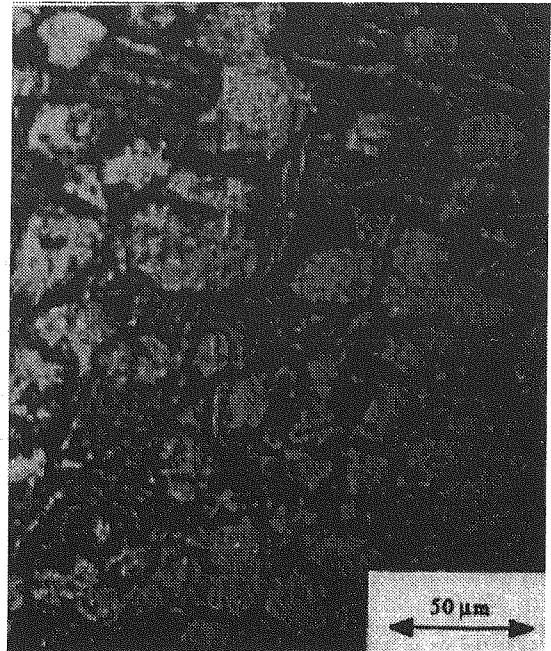
شکل (۳) ریز ساختار لایه پنجم پوشش های نفوذی نیکل - فسفر  
 بعد از حذف لایه های خارجی.



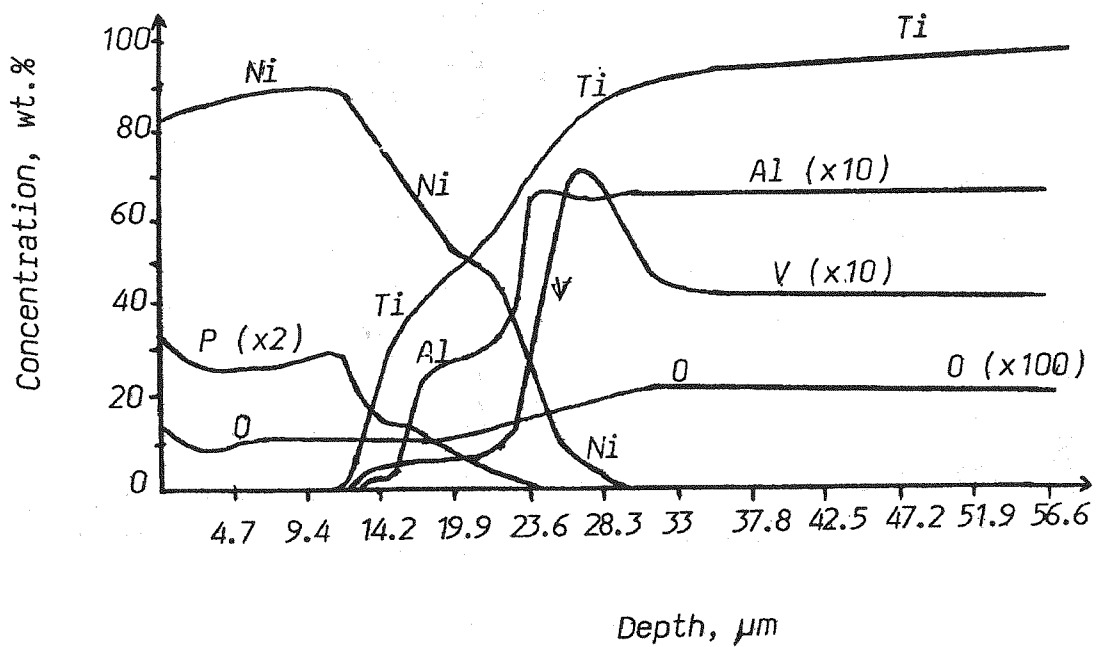
(ج)



شکل (۵) ریز ساختار زمینه آلیاژ  $Ti\ 6Al\ 4V$  بعد از ۲۰ ساعت آنبیل در دمای  $820\ ^\circ C$ .

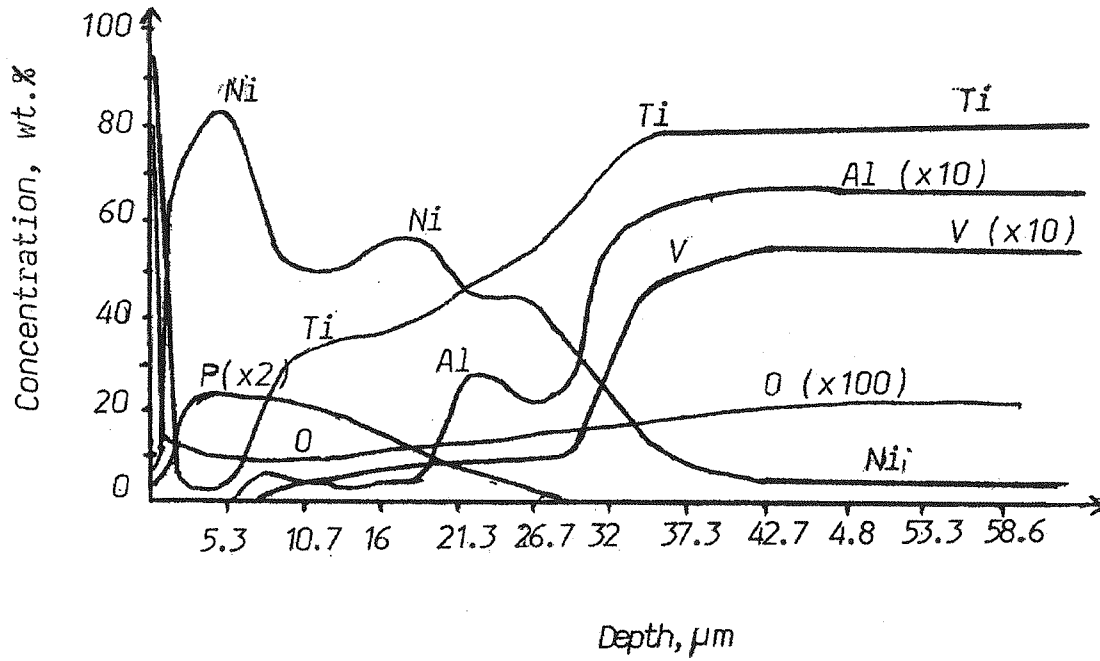


شکل (۴) ریز ساختار لایه ششم پوشش های نفوذی نیکل - فسفر بعد از حذف لایه های خارجی.



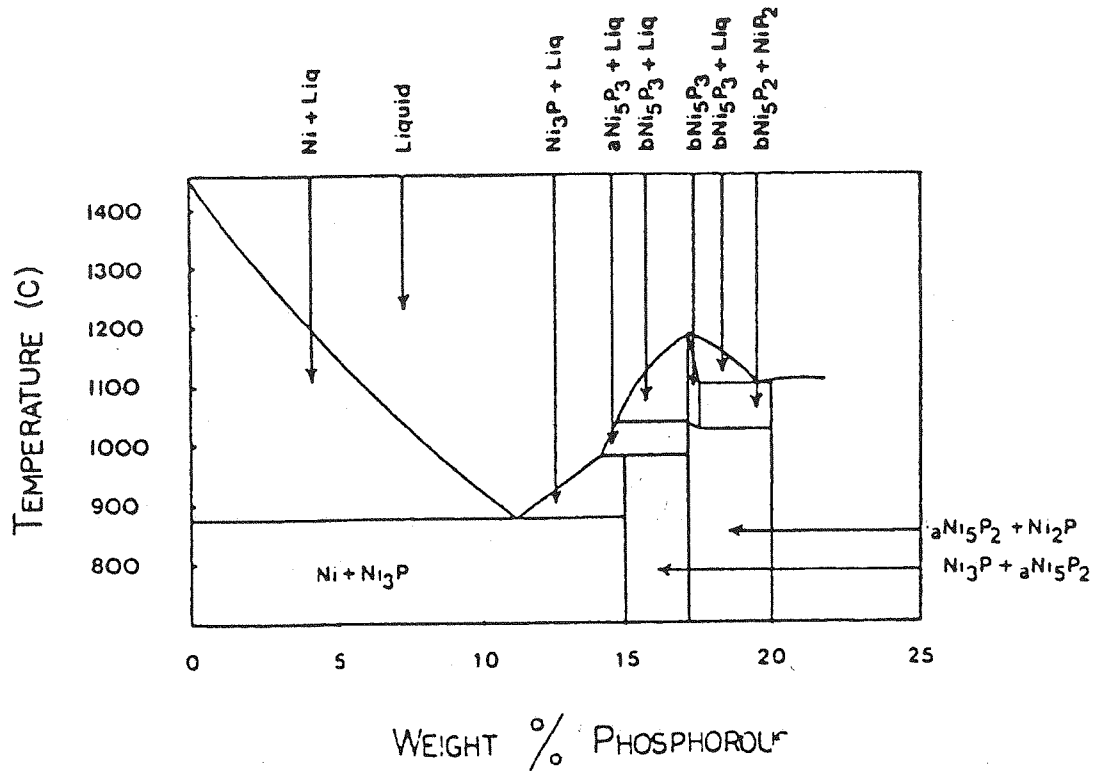
الف: بعد از آنبیل در زمان های کمتر از بهینه.

شکل (۶) نمودارهای تغییرات غلظت عناصر در پوشش های نفوذی نیکل - فسفر تشکیل شده بر روی آلیاژ  $Ti\ 6Al\ 4V$  از سطح زمینه که توسط اسپکتروسکوپی پلاسمایی صورت گرفته است.

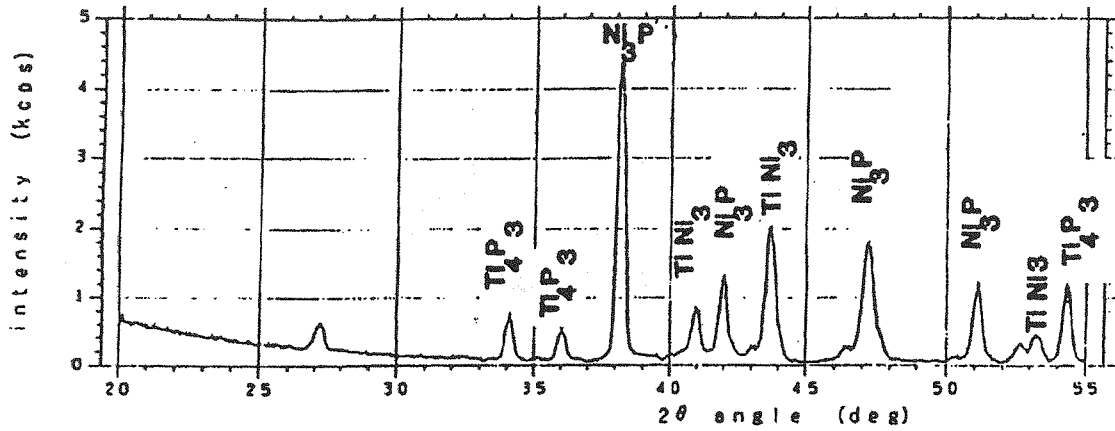


ب: بعد از آنیل در زمان پهنه

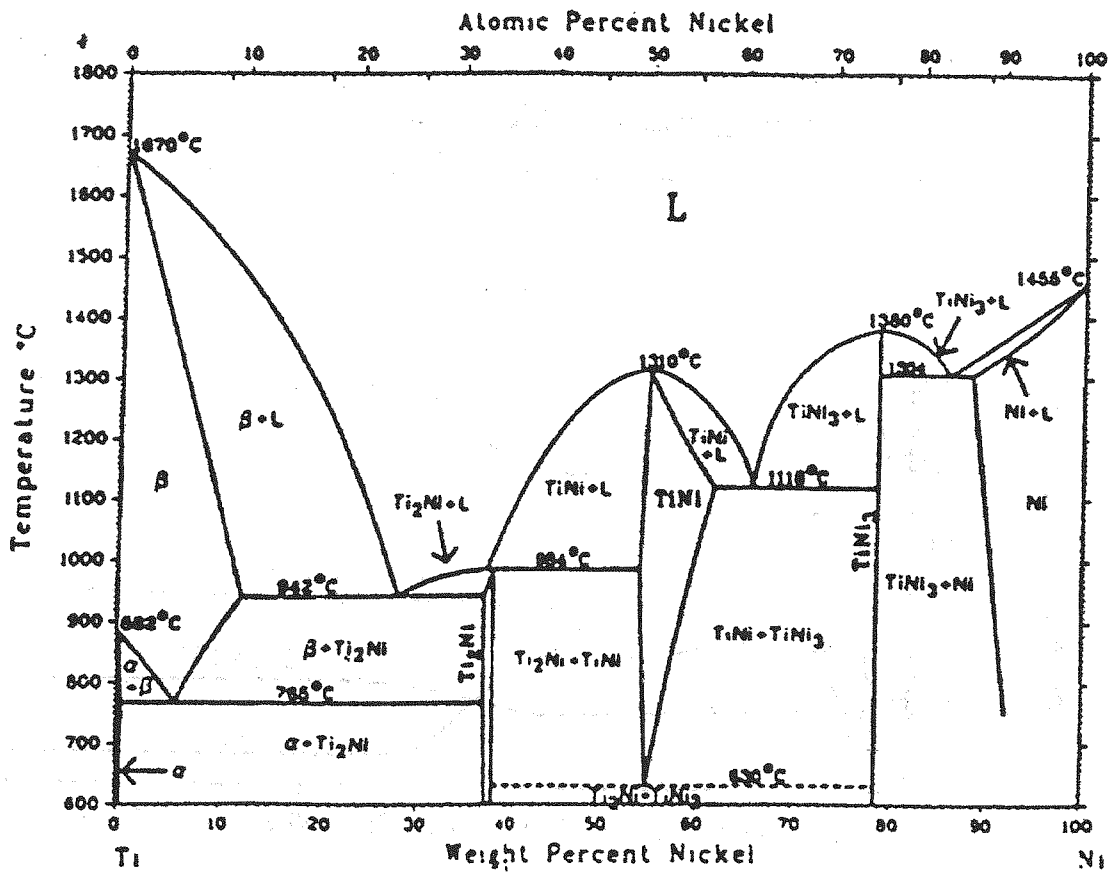
شکل (۶) نمودارهای تغییرات غلظت عناصر در پوشش های نفوذی نیکل - فسفر تشکیل شده بر روی آلیاژ ۴V ۶Al ۶Ti از سطح زمینه که توسط اسپکتروسکوپی پلاسمایی صورت گرفته است.



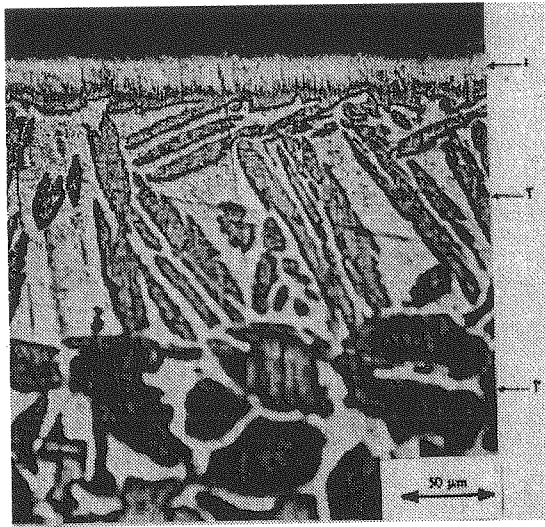
شکل (۷) دیاگرام فازی سیستم [۱۸]Ni-P.



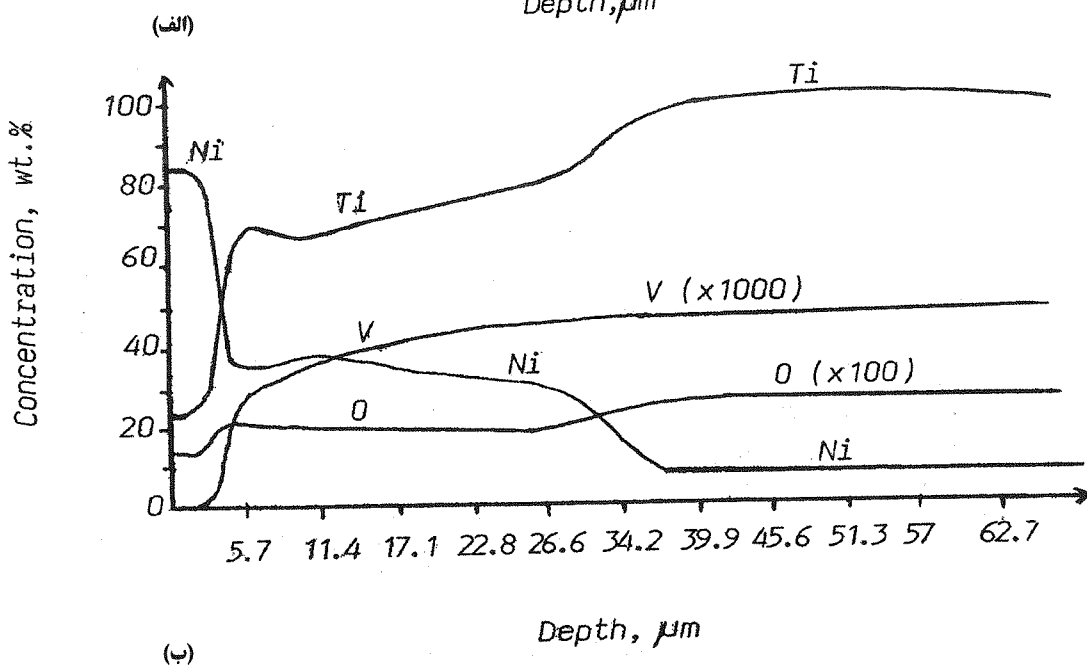
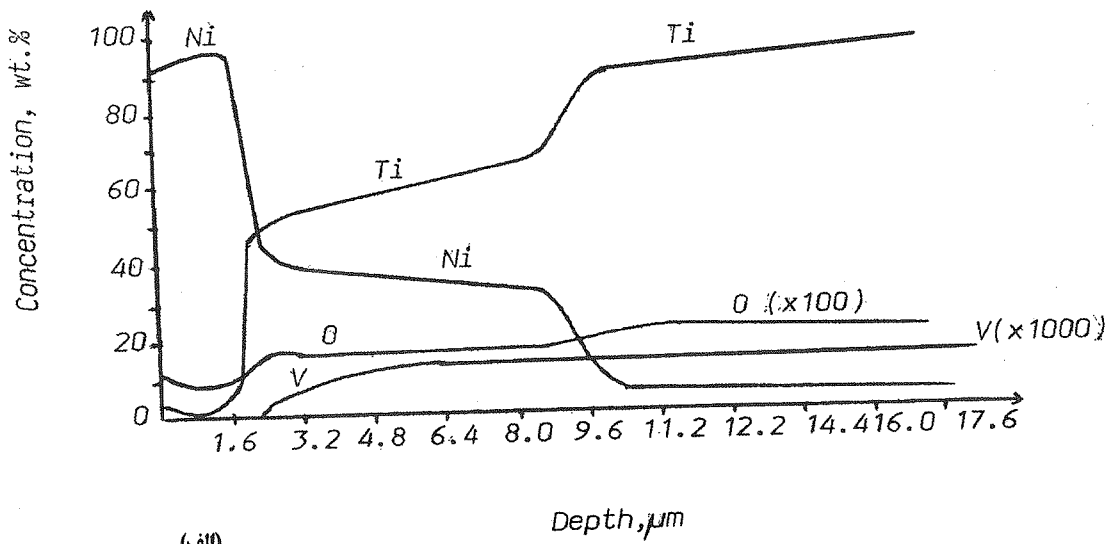
شکل (۸) نتایج به دست آمده از تفرق اشعه ایکس بر روی سطح خارجی پوشش های نئوژنی نیکل - فسفر.



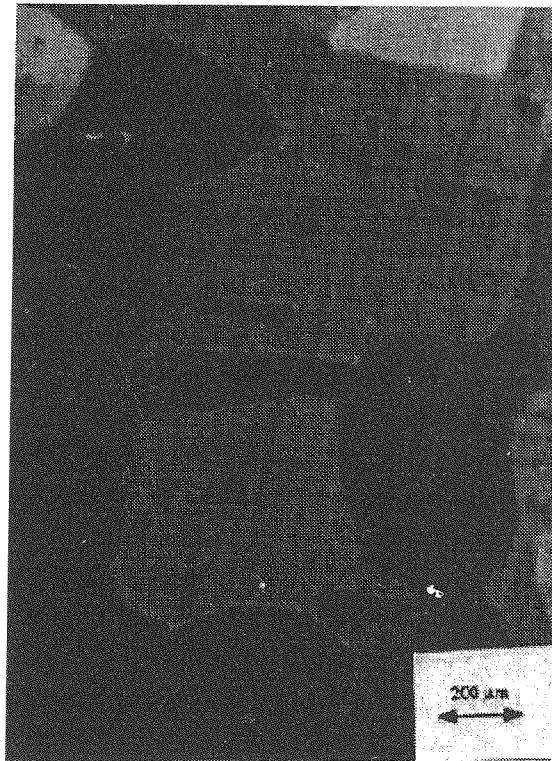
شکل (۹) دیاگرام تعادلی سیستم [۱۸] Ti-Ni.



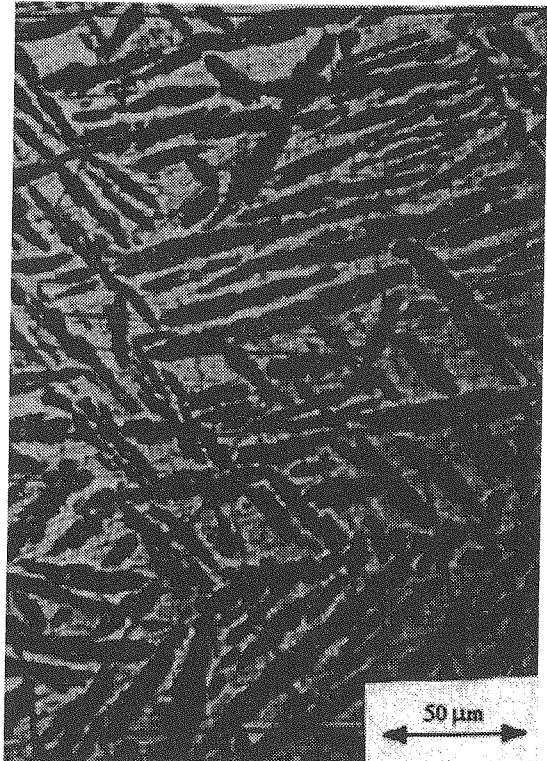
شکل (۱۰) ریز ساختار شاخص پوشش های نفوذی نیکل بر روی تیتانیوم CP.



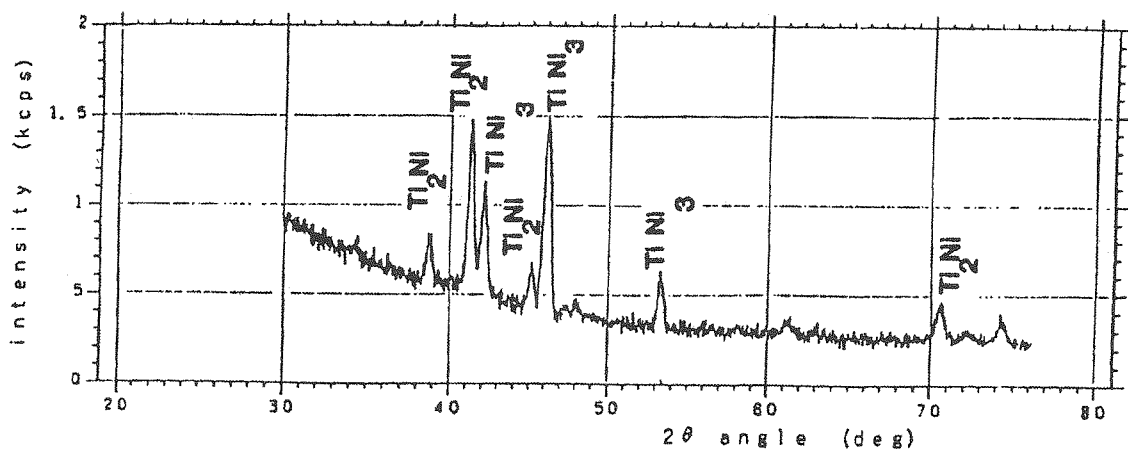
شکل (۱۱) نمودارهای تغییرات غلظت عناصر در پوشش های نفوذی نیکل تشکیل شده بر روی تیتانیوم CP از سطح به سمت زمینه که توسط اسپکتروسکوپی پلاسمایی صورت گرفته است. الف: بعد از آنیل در زمان های کمتر از بهینه ب: بعد از آنیل در زمان بهینه.



شکل (۱۳) ریز ساختار زمینه تیتانیوم CP بعد از ۲۰ ساعت آنیل در دمای  $820^{\circ}\text{C}$ .



شکل (۱۴) ریز ساختار لایه سوم پوشش های نفوذی نیکل بعد از حذف لایه های خارجی.



شکل (۱۴) نتایج به دست آمده از تفرق اشعه ایکس بر روی سطح خارجی پوشش های نفوذی نیکل.



- [1] Hintermann H. E. "Adhesion, Friction and Wear of Thin Hard Coatings", *Wear*, Vol. 100, 381-397, 1984.
- [2] Hutching R. and Oliver W. C., "A Study of the Improved Wear Performance of Nitrogen-Implanted Ti-6Al-4V", *Wear*, Vol. 92, 143-153, 1983.
- [3] Yerramareddy S. and Bahadur S., "The Effect of Laser Surface Treatments on the Tribological Behaviour of Ti-6Al-4V", *Wear*, Vol. 157, 245-262.
- [4] Salehi M., "BRITE Seventh Progress Reports on Surface Engineering of Titanium Components", University of Birmingham, 1989.
- [5] Salehi M., Bell T. and Morton P.H., "Load Bearing Capacity of Plasma Nitrided and Ion Plated Titanium Alloys", *Surface Modification Technologies IV*, Edited by Sudarshan T.S. et al, TMS, 991-1002, 1991.
- [۶] زهرودی علی، حسینی رحمان و صالحی مهدی، «عملیات سطحی آلیاژ ۴V ۶Al Ti توسط پوشش‌های دیفوزیونی نیکل - فسفر»، «متالورژی سطح و تریبولوژی»، جلد دوم، انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران، ۲۶-۲۷، ۱۳۷۴.
- [۷] زهرودی علی، حسینی رحمان و صالحی مهدی، «نقش پوشش‌های دیفوزیونی نیکل بر خواص سطحی تیتانیوم خالص تجارتم»، «متالورژی سطح و تریبولوژی»، جلد دوم، انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران، ۱۶-۲۶، ۱۳۷۴.
- [8] Salehi M. and Hoseini R., "Structural Characterisation of Novel Ti - Cu Intermetallic Coatings", *Surface Engineering*, Vol. 12, No. 3, 221-225, 1996.
- [9] Keyse R. J. and Hammond C., "Structure and Morphology of Electroless Ni-P Deposits, *Mater. Sci. Techno*, Vol. 3, 963-972, 1987.
- [10] Gawne D. T. and Ma U., "Structure and Wear of Electroless Nickel Coatings", *Mater. Sci. Techno.*, Vol. 3, 228-238, 1978.
- [11] Lu G.X., Li G. F. and Yu F-C., "The Effect of Phosphorous Content and Heat Treatment on Wear Resistance of Electroless Deposited Ni-P Alloys" *Wear*, Vol. 103, 269-278, 1985.
- [12] Shewmon P.: *Diffusion in Solids*, 2nd ed., Minerals, Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1989.
- [13] Porter D. A. and Easterling K. E. : *Phase Transformation in Metals and Alloys*, Van Nostrand Reinhold Company, 1981.
- [14] Lu G.-x and Liu J-R., "Unlubricated Sliding Wear of Nickel Diffusion-Coated Ti-6Al-4V" *Wear*, Vol. 121, 250-269, 1988.
- [15] Massalski T. B. (ed.): *Binary Alloy Phase Diagram*, ASM, Vol. 2, 1986.
- [16] Red-Hill R.E.: *Physical Metallurgy Principles*, 2nd ed., Van Nostrand Company, 1973.
- [17] Smallman R. E: *Modern Physical Metallurgy*, 4th ed., Butterworths, London, 1985.
- [18] Emiliani M., Richman M. and Brown R., "Diffusion of Sputtered Inconel 617 Coatings in Titanium", *Metall. Trans. A*, Vol. 21, 1613-1325, 1990.
- [19] Nishida M., Wayman C.M. and Honma T., "Precipitation Processes in Near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys", *Metall. Trans. A*, Vol. 17A, 1505-1515, 1986.
- [20] Knowles K.M. and Smith D.A., *Acta Metall.*, Vol. 29, 101-110, 1981.