

## Formation of nickel aluminide coatings via post heat treatment of nickel plated AA2024 aluminum alloy

Arash Khiabani<sup>1</sup>, \*Zahrasadat Seyedraoufi<sup>2</sup>, Mahmoud Heydarzadeh Sohi<sup>3</sup>

1. Master Student, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Alborz, Iran.

2- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Alborz, Iran.

3- Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

**Citation:** Khiabani A, Seyedraoufi Z, Heydarzadeh Sohi M. Formation of nickel aluminide coatings via post heat treatment of nickel plated AA2024 aluminum alloy. Metallurgical Engineering 2021; 23(4): 282-295 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.123716.1285>

**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.123716.1285>

### ABSTRACT

In this research, nickel was electrodeposited on AA2024 aluminum using direct current. The coated specimens were then heat-treated at different temperatures of 450, 500, and 550°C for 30, 60, 90 and 120 minutes under argon shielding gas. The treated specimens were characterized by means of scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), and X-ray diffraction analysis (XRD). The presence of  $Al_3Ni_2$  and  $Al_3Ni$  intermetallic compounds were noticed at 450°C after 120 minutes and 500 and 550°C after 60 minutes. Microstructural studies also demonstrated that heat treatment at 550°C for 90 and 120 minutes leads to cracks at the coating/substrate interface. The maximum hardness reached 1000 Vickers after heat treating at 500°C for 120 minutes.

**Keywords:** 2024 aluminum alloy, nickel plating, intermetallic compounds, hardness.

Received: 29 March 2020

Accepted: 2 June 2021

■ ..... ■

\* *Corresponding Author:*

Zahrasadat Seyedraoufi, PhD

Address: Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Alborz, Iran.

Tel: +98 (9369206280)

E-mail: z.seydraoufi@kia.ac.ir

# ایجاد پوشش‌های حاوی ترکیبات بین فلزی آلومینیوم نیکل از طریق عملیات حرارتی آلیاژ آلومینیوم AA2024 پس از آبکاری الکتریکی با نیکل

آرش خیابانی<sup>۱</sup>، زهرا سادات سیدرئوفی<sup>۲</sup>، محمود حیدرزاده سهی<sup>۳</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران.

۲- استادیار، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران.

۳- استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

## چکیده

در این تحقیق، پوشش نیکل به روش آبکاری الکتریکی با استفاده از جریان مستقیم بر بستر AA۲۰۲۴ ایجاد گردید. پس از تشکیل پوشش، نمونه‌ها به مدت زمان‌های مختلف ۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه در دماهای ۴۵۰، ۵۰۰، ۵۵۰ و ۵۵۰ درجه سانتیگراد تحت گاز محافظ آرگون عملیات حرارتی شدند. بر اساس مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف سنخ انرژی (EDS) و پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) ترکیبات بین  $Al_3Ni$  و  $Al_3Ni_2$  در فصل مشترک پوشش و زیرلایه شناسایی شدند. در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۱۲۰ دقیقه و در دماهای ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۶۰ دقیقه به علت تشکیل زوج نفوذی نیکل آلومینیوم به ترتیب ترکیبهای  $Al_3Ni_2$  و  $Al_3Ni$  تشکیل شدند. مطالعات ریزساختاری نیز نشان داد که عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه منجر به ایجاد ترک در فصل مشترک پوشش و زیرلایه می‌شود. بیشترین سختی در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۱۲۰ دقیقه پس از عملیات حرارتی به بیش از ۱۰۰۰ ویکرز رسید.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲۴، آبکاری نیکل، ترکیبات بین فلزی، سختی سطح.

دریافت: ۱۳۹۹/۰۱/۱۰ | پذیرش: ۱۴۰۰/۳/۱۲

## ۱. مقدمه

مورد توجه محققین قرار گرفته است عملیات حرارتی نفوذی پس از پوشش‌دهی به روش‌های آبکاری الکتریکی و الکترولس است [۷و۶]

انجام عملیات حرارتی از طریق تشکیل زوج نفوذی منجر به تشکیل ترکیب بین‌فلزی در فصل مشترک پوشش و زیرلایه می‌شود.

ترکیبات بین فلزی غالباً به دلیل مقاوم بودن در دمای بالا، همواره مورد توجه پژوهشگران در حوزه علم مواد بوده است. از میان ترکیبات بین فلزی، ترکیبات سیستم Al-Ni به عنوان یکی از مهمترین موارد شناخته شده برای استفاده در کاربردهای دما بالا هستند [۸و۹]. بر اساس نمودار فازی Al-Ni، در یک سیستم Al-Ni می‌توان انتظار وجود شش ترکیب بین‌فلزی  $Al_3Ni$ ،  $Al_3Ni_2$ ،  $Al_3Ni_3$ ،  $Al_4Ni_3$ ،  $AlNi$ ،  $Al_3Ni_5$  و  $AlNi_3$  را داشت. برای اطمینان از محافظت بیشتر در برابر اکسیداسیون، فازهای غنی از آلومینیوم مانند  $Al_3Ni$ ،  $Al_3Ni_2$

آلیاژهای آلومینیوم به علت سبک بودن و نسبت استحکام به وزن بالا به طور گسترده در قطعات صنعت استفاده می‌شود [۱]. یکی از مشکلات این آلیاژها مقاومت به سایش ضعیف آنها است. برای ایجاد لایه سخت روی لایه آلومینیوم و آلیاژهایش روش‌های مختلف مهندسی سطح مورد ارزیابی و گاه استفاده قرار گرفته است. فرآیند آندایزینگ سخت جهت ایجاد یک لایه اکسید آلومینیوم از جمله این موارد است [۲]. ایجاد لایه اکسید از طریق پلاسمای الکترولیتی نیز مطالعه شده است. همچنین نیتروژن دهی پلاسمایی این آلیاژها نیز تحقیق و بررسی شده است که با چالش‌هایی مواجه است [۳]. استفاده از منابع متمرکز انرژی همچون پرتوهای لیزر و الکترونی و نیز فرآیند قوس تنگستن جهت ذوب و آلیاژسازی سطحی آلومینیوم و آلیاژهای آن نیز به صورت گسترده مورد مطالعه قرار گرفته است [۴و۵]. یکی دیگر از روش‌هایی که

\* نویسنده مسئول:

دکتر زهرا سادات سیدرئوفی

نشانی: کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرج، گروه مهندسی مواد.

تلفن: (۰۲۸۰۶۲۶۹۲۶۹۳) ۹۸+

پست الکترونیکی: z.seydraoufi@kiaou.ac.ir

با سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه درون حمام استفاده شد. در حمام آبکاری قطعات آلومینیومی کاتد و آند نیکل خالص تجاری بود فرآیند با جریان ثابت و مستقیم  $2 \text{ A/dm}^2$  انجام شد. پس از اعمال پوشش، نمونه‌ها در بازه زمانی ۳۰ الی ۱۲۰ دقیقه در سه دمای ۴۵۰، ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتیگراد تحت عملیات حرارتی نفوذی قرار گرفتند. عملیات حرارتی در یک کوره تیوبی مدل (۲۰۱۴) ZK ۶۰ ساخت شرکت نسوز آرای غرب تحت اتمسفر محافظ گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد انجام شد. در جدول ۴، نام گذاری نمونه‌ها بر اساس متغیرهای عملیات حرارتی شرح داده شده است.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی AA2024 بر حسب درصد وزنی.

| مس   | آهن  | سیلیسیوم | آلومینیوم |
|------|------|----------|-----------|
| ۴/۴۱ | ۰/۰۲ | ۰/۰۹     | پایه      |
| کروم | روی  | منیزیم   | منگنز     |
| ۰/۰۲ | ۰/۰۲ | ۱/۴۳     | ۰/۵۰      |

مورفولوژی و سطح مقطع عرضی نمونه‌های آبکاری و آنیل شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA/TESCAN ساخت جمهوری چک مجهز به طیف سنجی پراش انرژی (EDS) بررسی شد. آنالیز فازی نمونه‌ها به وسیله پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) به وسیله دستگاه PHILIPS مدل PW1730 با سرعت اسکن ۰/۰۵ درجه بر ثانیه و با طول موج پرتو ایکس ۱/۵۴۰۵۶ آنگسترم و تارگت مس انجام شد. نمونه‌های مقطع زده و آماده سازی شده با بار ۵۰ گرم نیرو و زمان بارگذاری ۱۰ ثانیه ریز سختی سنجی شدند. این آزمون برای هر نمونه، ۵ مرتبه تکرار و میانگین آنها گزارش شد.

جدول ۲. ترکیب حمام زینکاته مورد استفاده در این پژوهش بر حسب گرم بر لیتر

| ماده                               | مقدار |
|------------------------------------|-------|
| $\text{FeCl}_2$                    | ۲     |
| $\text{CuSO}_4$                    | ۵     |
| $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ | ۴۰    |
| KCN                                | ۱۰    |
| NaOH                               | ۱۰۶   |
| $\text{ZnSO}_4$                    | ۴۰    |
| $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2$         | ۳۰    |

### ۳. نتایج و بحث

در شکل (۱-الف) تصویر SEM سطح مقطع عرضی و ظاهری پوشش حاصله پس از آبکاری مستقیم در نمونه A۱ نشان داده شده است. در این تصویر به خوبی می‌توان پیوستگی پوشش به زیرلایه و یکنواختی آن را مشاهده نمود. در شکل (۱-ب)،

AINi مورد استفاده قرار می‌گیرند و ترکیبات بین فلزی AINi<sub>۳</sub> و AINi<sub>۳</sub> از خواص مکانیکی مطلوبی برخوردارند [۱۲-۱۰]. رشیدی [۱۳]، لی [۱۴] و همکارانشان با ایجاد پوشش نیکل خالص روی آلومینیوم به وسیله آبکاری الکتریکی و سپس انجام عملیات حرارتی به ترکیبات بین فلزی Al<sub>۳</sub>Ni<sub>۲</sub> و Al<sub>۳</sub>Ni دست یافتند. با انجام عملیات حرارتی ابتدا آلومینیوم از زیر لایه با نفوذ رو به بالا باعث تشکیل ترکیب بین فلزی غنی از آلومینیوم می‌شود، سپس با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی، نیکل با نفوذ رو به پایین از پوشش باعث تشکیل ترکیب بین فلزی غنی از نیکل می‌گردد. آدابی و آماده در تحقیقات خود نشان دادند که تشکیل ترکیب بین فلزی به جهت نفوذ در فصل مشترک پوشش و زیرلایه، به افزایش مقاومت در برابر سایش منجر می‌شود [۱۷]. در این تحقیق سعی بر آن است تا با انجام عملیات حرارتی در زمان‌ها و دماهای مختلف، پوشش مرتبه‌ای شامل نیکل خالص به همراه لایه‌های مختلف ترکیبات بین فلزی ایجاد و نقش این لایه‌ها بر سختی مجموعه پوشش مطالعه گردد.

### ۲. مواد و روش تحقیق

در ابتدا نمونه‌هایی از جنس آلیاژ آلومینیوم AA2024 با ابعاد  $20 \times 20 \times 4$  میلیمتر به عنوان زیر لایه تهیه شدند. جدول ۱ ترکیب شیمیایی زیرلایه بر حسب درصد وزنی که به روش اسپکترومتری نشر نوری بدست آمده است را نشان می‌دهد. نمونه‌های آماده شده تا سمباده شماره ۱۵۰۰ برای تمیزکاری سطحی قبل از پوشش دهی سمباده‌زنی شدند. نمونه‌های پرداخت شده پس از آنکه در حمام التراسونیک به وسیله استن شسته شدند، برای فعال سازی به مدت ۱۵ ثانیه در محلول NaOH در دمای ۷۰ درجه سانتیگراد قرار گرفتند و سپس با آب مقطر شسته شدند. در گام بعدی نمونه‌ها به مدت ۵ ثانیه داخل محلول اسید نیتریک ۶۵ درصد قرار گرفته و مجدداً با آب مقطر شسته شدند. پس از طی مراحل ذکر شده نمونه‌ها به مدت ۲۰ ثانیه درون محلول زینکاته قرار داده شدند. هدف از انجام این مرحله جلوگیری از انحلال آلومینیوم در محیط حمام و همچنین حذف همزمان لایه اکسید آلومینیوم از روی سطح می‌باشد. ترکیب حمام زینکاته در جدول ۲ نشان داده شده است.

نمونه‌های آماده شده به منظور ایجاد پوشش نیکل به مدت ۱۵ دقیقه در حمام آبکاری که ترکیب شیمیایی آن در جدول ۳ نشان داده شده است، قرار داده شدند. لازم به توضیح است که معمولاً برای جلوگیری از تردی و شکنندگی پوشش از مواد نرم کننده در آبکاری نیکل استفاده می‌شود [۱۵]. این مواد نرم کننده در بازار با نام تجاری NiGo 6038 عرضه می‌شوند. دمای حمام در بازه ۵۰-۴۰ درجه سانتیگراد و pH آن در ۴ ثابت نگه داشته شد و از یک همزن مغناطیسی

جدول ۳. ترکیب حمام آبکاری نیکل بر حسب گرم بر لیتر.

| مقدار | ماده  |
|-------|---|
| ۴۰۰   | سولفات نیکل ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) |
| ۱۰۰   | نیکل کلراید ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) |
| ۵۰    | اسید بوریک ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )                    |
| ۵۰    | مواد نرم کننده (NiGo 6038)                                |

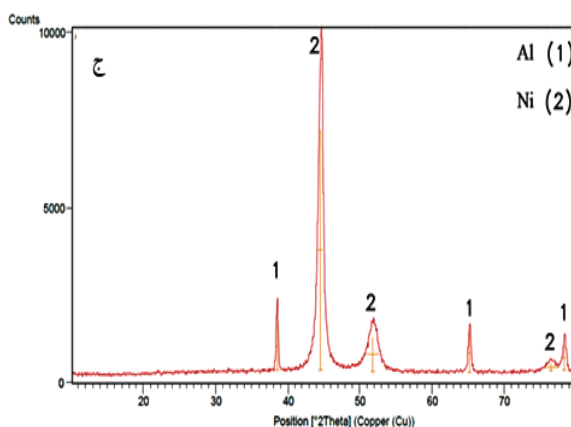
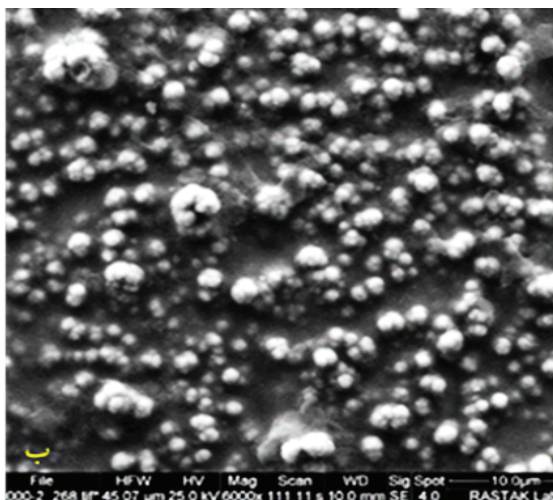
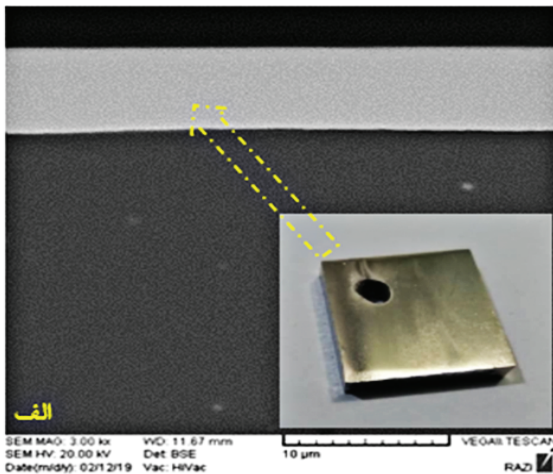
مورفولوژی پوشش پس از آبکاری نشان داده شده است. همانطور که در تصویر مذکور مشخص است پوشش دارای مورفولوژی گل کلمی است. این نوع مورفولوژی مشخصه پوشش‌های آبکاری است. مشاهده می‌شود که میان خوشه‌های گل کلمی شکل فضاهای خالی تیره رنگی وجود دارد که تخلخل‌های ناچیز تشکیل دهنده پوشش هستند [۱۶].

جدول ۴. نام گذاری نمونه‌ها بر اساس متغیرهای عملیات حرارتی

| کد نمونه | زمان آنیل (دقیقه) | دمای آنیل (سانتیگراد) |
|----------|-------------------|-----------------------|
| A1       | --                | --                    |
| A2       | ۶۰                | ۴۵۰                   |
| A3       | ۹۰                | ۴۵۰                   |
| A4       | ۱۲۰               | ۴۵۰                   |
| A5       | ۳۰                | ۵۰۰                   |
| A6       | ۶۰                | ۵۰۰                   |
| A7       | ۹۰                | ۵۰۰                   |
| A8       | ۱۲۰               | ۵۰۰                   |
| A9       | ۳۰                | ۵۵۰                   |
| A10      | ۶۰                | ۵۵۰                   |
| A11      | ۹۰                | ۵۵۰                   |
| A12      | ۱۲۰               | ۵۵۰                   |

با توجه به شکل (۱-ج) که آنالیز XRD نمونه A1 است، فازهای Al و Ni شناسایی شدند که فاز Ni همان پوشش ایجاد شده و فاز Al زیرلایه است. در موقعیت‌های  $45^\circ$ ،  $52^\circ$  و  $78^\circ$  یک محدوده آمورفی جزئی مشاهده می‌گردد.

از آنجا که فرآیند آبکاری الکتریکی از سرعت بالایی برخوردار است، امکان تشکیل پوشش به صورت آمورف و نیمه آمورف وجود دارد [۱۷]. در اینجا نیز می‌توان مقادیر جزئی پوشش را به صورت نیکل بی شکل یا آمورف مشاهده نمود و نتیجه گرفت که پوشش به صورت نیمه کریستالی تشکیل شده است. در شکل (۲)، تصاویر SEM از سطح مقطع عرضی و مورفولوژی پوشش پس از عملیات حرارتی در  $450^\circ\text{C}$  و زمان‌های ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه نشان داده شده است. از تصاویر سطح مقطع عرضی، چنین برمی‌آید که در زمان‌های



شکل ۱. الف) تصویر SEM سطح مقطع عرضی پوشش نمونه A1 (قبل از عملیات حرارتی)، ب) تصویر SEM مورفولوژی پوشش نمونه A1، ج) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه A1.

۶۰ و ۹۰ دقیقه به جهت کم بودن زمان لایه بین فلزی در فصل مشترک پوشش و زیرلایه تشکیل نشده است. اما در زمان ۱۲۰ دقیقه، همانطور که در شکل (۲-ج)، نشان داده شده است یک فیلم نازک با ضخامت حدود ۲۰۰ نانومتر در سطح زیرین پوشش Ni تشکیل شده است.

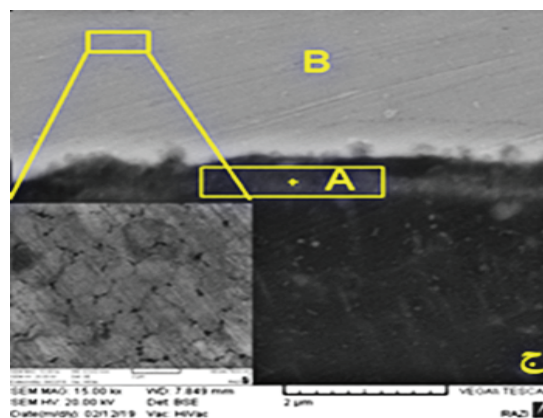
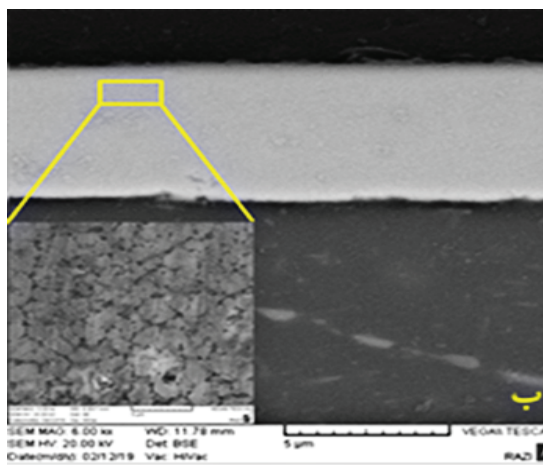
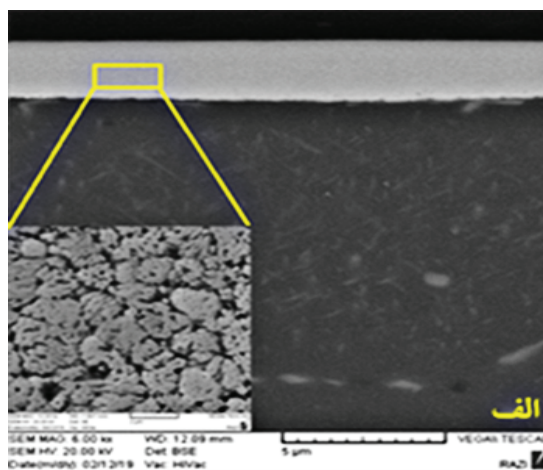


از آنجا که آنالیز EDS بررسی دقیقی برای شناسایی نوع فاز نمی‌باشد و با توجه به اینکه در تحقیقات صورت گرفته گزارش شده است که ترکیب بین فلزی  $Al_3Ni$  در زوج نفوذی جانبی Ni-Al از دمای  $430^\circ C$  شروع به تشکیل می‌کند [۷]. بنابراین با توجه به درصد وزنی Ni و Al و دخالت عناصر زیرلایه در نتیجه آنالیز EDS می‌توان تخمین زد ترکیب احتمالی تشکیل شده در این دما، فاز  $Al_3Ni$  است.

از تصاویر SEM در شکل (۲)، که مورفولوژی پوشش را بعد از عملیات حرارتی نشان داده است می‌توان دریافت که مورفولوژی گل کلمی پوشش حفظ شده است. با این تفاوت که اندازه کلونی‌های پوشش با افزایش زمان حرارت دهی بزرگ شده است. هر یک از این کلونی‌ها از بیشمار بلورک تشکیل شده‌اند که با افزایش دما و زمان حرارت دهی این بلورک‌ها رشد می‌کنند. بزرگ شدن بلورک‌ها در نهایت منجر به بزرگ شدن کلونی‌ها خواهد شد. میزان رشد و سرعت رشد این بلورک‌ها و در نهایت کلونی‌ها مطابق با تمامی فرآیندهای مبتنی بر رشد بر پایه معادلات حاکم بر نفوذ است [۱۶ و ۱۷]. در شکل (۳) الگوی XRD نمونه‌های A3 و A4 نشان داده شده است. در قسمت شکل (۳-الف)، نکته قابل ذکر در الگوی XRD نمونه A3 نشان از شدت گرفتن پیک  $44^\circ$  و رفع شدن کامل عملیات حرارتی منجر به بلورینگی کامل پوشش‌های آمورف یا شبه آمورف می‌گردد [۱۶].

در شکل (۳-ب)، قله‌های مربوط به فاز  $Al_3Ni$  مشاهده می‌گردد. این بدان معناست که لایه نازک نشان داده شده در شکل (۲-ج) ترکیب بین فلزی  $Al_3Ni$  بوده است که به جهت ضخامت کم لایه بین فلزی، آلومینیوم زیرلایه نیز وارد نتایج آزمون EDS شده است. به نظر می‌رسد افزایش زمان عملیات حرارتی در دمای ثابت  $450^\circ C$  منجر به جوانه زنی و رشد لایه  $Al_3Ni$  شده است. این بدان معناست که با افزایش زمان مطابق با مکانیزم‌های مبتنی بر نفوذ شرایط برای تشکیل لایه  $Al_3Ni$  فراهم شده است. برای تشکیل ترکیبات بین فلزی به زمان و دمای مناسب و کافی نیاز است. کستلمن و همکاران گزارش نمودند که برای تشکیل زوج‌های نفوذی که از نظر ترمودینامیکی پایدار باشند باید دما به اندازه کافی بالا و زمان به اندازه کافی طولانی باشد تا لایه بین فلزی ایجاد شود [۱۸]. این پدیده توسط لیو و بارید و همکارانشان نیز به صورت جداگانه مورد تایید قرار گرفته است [۱۹ و ۲۰]. در شکل (۴)، تصاویر SEM و در جدول ۶ آنالیز EDS نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای  $500^\circ C$  و زمان‌های ۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه نشان داده شده است. در شکل (۴-الف)، مشاهده می‌شود که در این دما در زمان ۳۰ دقیقه ترکیب بین فلزی در فصل مشترک پوشش و زیرلایه تشکیل نشده است. بنظر می‌رسد که در این دما برای تشکیل لایه بین فلزی به زمان بیشتری نیاز است. در شکل (۴-ب) مشاهده

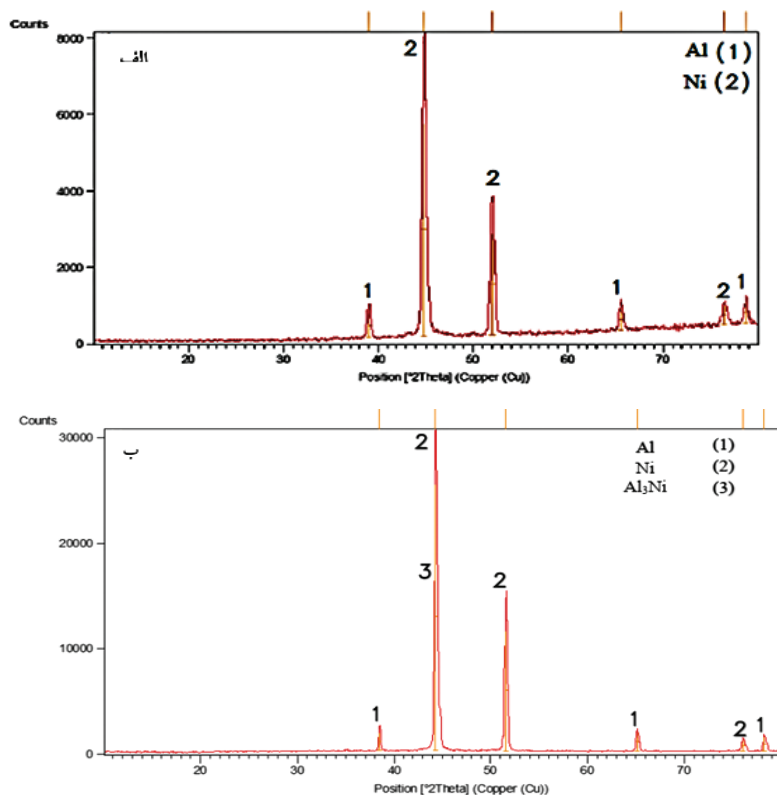
آنالیز EDS بدست آمده از دو موقعیت A و B در شکل (۲-ج)، در جدول ۵، نشان داده شده است. از نتایج آنالیز EDS مشاهده می‌شود که موقعیت A از ترکیب بین فلزی احتمالی  $Al_3Ni$  تشکیل شده است و موقعیت B، نیکل خالص است که همان پوشش تشکیل شده است. عناصر دیگر که در موقعیت A نشان داده شده‌اند، به جهت قطر کم لایه بین فلزی از زیرلایه دخالت داده شده‌اند.



شکل ۲. تصاویر SEM از مورفولوژی و سطح مقطع عرضی پوشش آبکاری نیکل آئیل شده در دمای  $450^\circ C$  درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف، (الف) نمونه A2 (ب) نمونه A3 (ج) نمونه A4.

جدول ۵. نتایج آزمون EDS از بخش‌های مختلف پوشش در نمونه A4

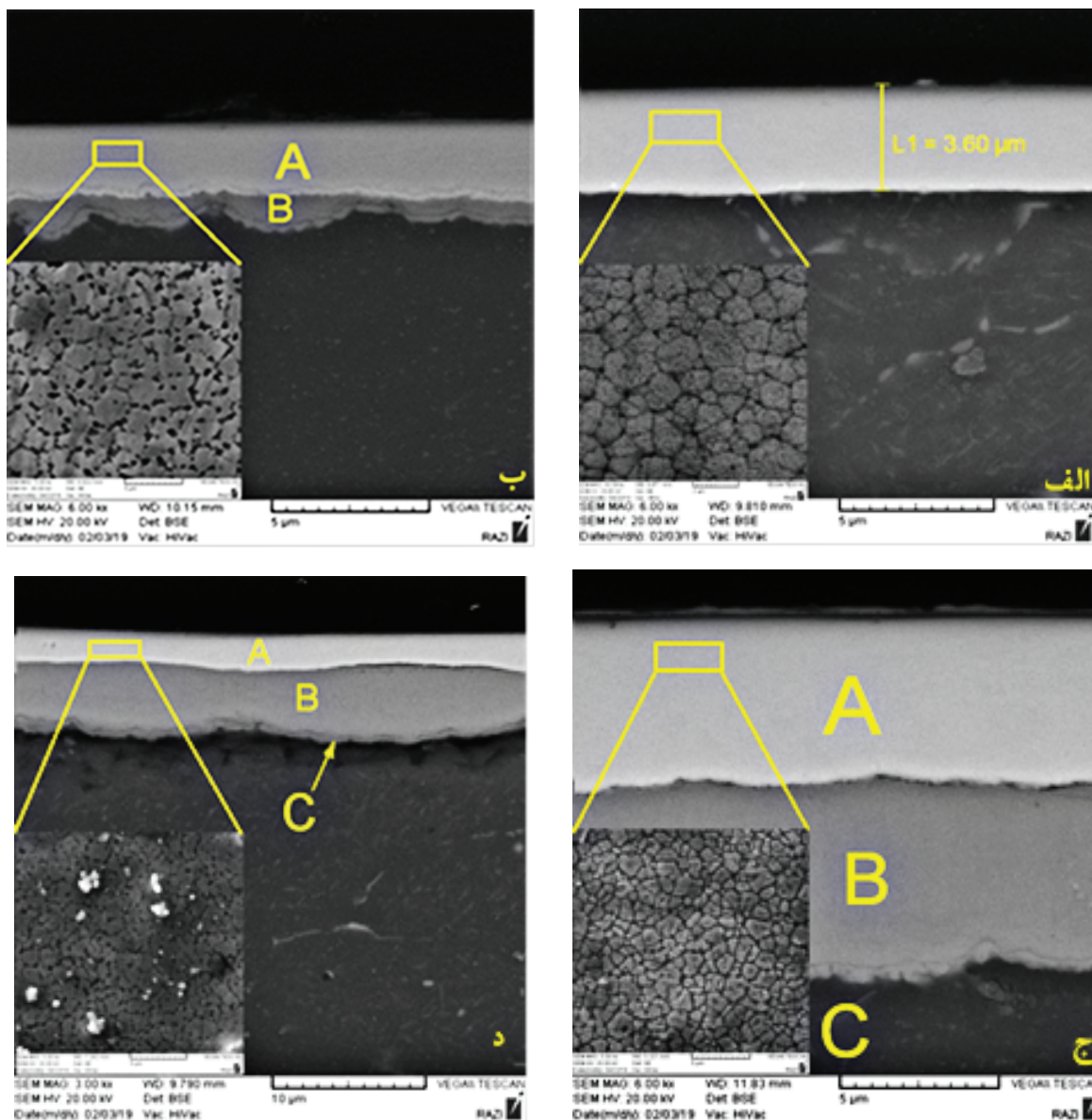
| موقعیت | فاز احتمالی ترکیب بین فلزی   | نتایج EDS |      |       |      |        |      |       |
|--------|--|-----------|------|-------|------|--------|------|-------|
|        |  | El.       | Mg   | Al    | Mn   | Ni     | Cu   | Zn    |
| A      | Al <sub>3</sub> Ni<br>(ترکیب بین فلزی در فصل مشترک پوشش -<br>زیر لایه) | Wt. %     | ۱/۱۳ | ۷۰/۵۹ | ۰/۹۴ | ۱۱/۳۵  | ۵/۲۴ | ۱۰/۳۷ |
|        |  | At. %     | ۱/۴۹ | ۸۳/۸۵ | ۰/۵۵ | ۶/۲۰   | ۲/۶۴ | ۵/۲۶  |
| B      | Ni<br>(پوشش)   | Wt. %     | --   | --    | --   | ۱۰۰/۰۰ | --   | --    |
|        |  | At. %     | --   | --    | --   | ۱۰۰/۰۰ | --   | --    |



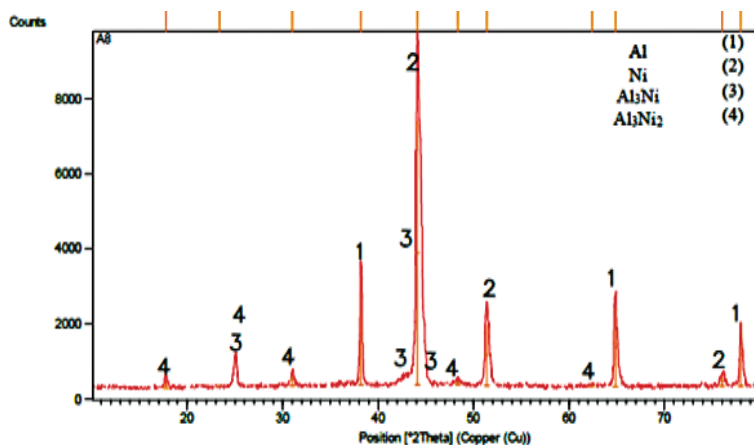
شکل ۳. الگوی XRD نمونه‌های آبکاری عملیات حرارتی شده در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف (الف) نمونه A3، (ب) نمونه A4.

گرفته نشان داده است که رشد فاز Al<sub>3</sub>Ni وابستگی پارابولیکی با زمان دارد [۷ و ۲۱ و ۲۲]. اما در شکل (۴-د)، می‌توان دولایه با ضخامت‌های متفاوت بین زیر لایه و پوشش را مشاهده نمود. با استناد بر نتایج آنالیز EDS ارائه شده در جدول ۶ می‌توان در موقعیت B فاز Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> و در موقعیت C فاز Al<sub>3</sub>Ni را پیش‌بینی نمود. تعیین دقیق‌تر این ترکیبات نیازمند آنالیز XRD است. که در شکل ۵، الگوی XRD نمونه A8 نشان داده شده است. همانطور که پیداست افزایش زمان عملیات حرارتی در دمای ۵۰۰ °C منجر به تشکیل و افزایش ضخامت لایه Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> با استفاده از لایه Al<sub>3</sub>Ni شده است. همان طور که در تصاویر شکل (۴) مشخص است مورفولوژی پوشش پس از عملیات حرارتی همچنان به صورت گل کلمی است با این تفاوت که

می‌شود که با افزایش زمان آنیل به ۶۰ دقیقه، یک فیلم بین فلزی میان پوشش و زیر لایه تشکیل شده است. با استناد بر تحقیقات صورت گرفته [۷] و تخمین تقریبی نتایج EDS نشان داده شده در جدول ۶، ترکیب شیمیایی این لایه را می‌توان Al<sub>3</sub>Ni در نظر گرفت. اکثر تحقیقات نشان داده است که در دماهای پایین و زمان‌های کوتاه، عنصر آلومینیوم عنصر نفوذی غالب در تشکیل و رشد ترکیب بین فلزی در زوج نفوذی Ni-Al بوده و بنابراین فاز Al<sub>3</sub>Ni تشکیل می‌گردد [۷]. ضخامت این لایه بین فلزی با افزایش زمان عملیات حرارتی در این دما از ۶۰ دقیقه به ۹۰ دقیقه بیشتر شده است (شکل ۴-ج). این امر حاکمیت پدیده نفوذ مبتنی بر زمان را تایید می‌کند [۱۶ و ۱۷]. همچنین تحقیقات صورت



شکل ۴. تصاویر SEM از مورفولوژی و سطح مقطع عرضی پوشش آئیل شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف (الف) نمونه A5 ، (ب) نمونه A6 ، (ج) نمونه A7 ، (د) نمونه A8.



شکل ۵. الگو XRD نمونه آئیل شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد و زمان ۱۲۰ دقیقه (نمونه A8).

**جدول ۶.** نتایج آزمون EDS از فصل مشترک پوشش و زیرلایه در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف

| کد نمونه | موقعیت | فاز احتمالی ترکیب بین فلزی   | نتایج EDS |      |       |        |       |
|----------|--------|--|-----------|------|-------|--------|-------|
|          |        |  | .El       | Mg   | Al    | Ni     | Cu    |
| A6       | A      | Ni<br>(پوشش)   | % .Wt     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          | B      | Al <sub>3</sub> Ni<br>(ترکیب بین فلزی در فصل مشترک پوشش-زیرلایه)                                       | % .Wt     | --   | ۳۸/۱۷ | ۶۱/۷۳  | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | ۶۰/۶۹ | ۳۹/۳۴  | --    |
| A7       | A      | Ni<br>(پوشش)   | % .Wt     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          | B      | Al <sub>3</sub> Ni<br>(ترکیب بین فلزی در فصل مشترک پوشش-زیرلایه)                                       | % .Wt     | --   | ۳۷/۹۴ | ۶۲/۰۶  | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | ۶۱/۸۱ | ۳۸/۱۹  | --    |
|          | C      | Al<br>(زیرلایه)  | % .Wt     | ۱/۶۴ | ۹۲/۸۰ | --     | ۵/۵۶  |
|          |        |  | % .At     | ۱/۸۸ | ۹۵/۰۱ | --     | ۳/۱۱  |
| A8       | A      | Ni<br>(پوشش)   | % .Wt     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    |
|          | B      | Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub><br>(ترکیب بین فلزی در فصل مشترک پوشش-زیرلایه)                          | % .Wt     | --   | ۴۱/۲۷ | ۵۸/۷۳  | --    |
|          |        |  | % .At     | --   | ۶۵/۹۹ | ۳۴/۰۱  | --    |
|          | C      | Al <sub>3</sub> Ni<br>(ترکیب بین فلزی در فصل ترکیب بین فلزی Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub> - زیرلایه) | % .Wt     | ۴/۲۹ | ۴۸/۷۴ | ۲۳/۷۵  | ۱۳/۴۰ |
|          |        |  | % .At     | ۶/۳۸ | ۶۵/۳۲ | ۲۰/۶۸  | ۷/۶۲  |

می‌شود ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni با نیکل واکنش داده و ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> تشکیل می‌گردد. هسته گذاری و رشد جانبی این فاز مشابه با ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni است. در ادامه و با نفوذ نیکل از طریق لایه Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> ضخامت لایه Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> افزایش می‌یابد [۲۱]. همچنین می‌بایستی ذکر گردد در دماهای بالا و یا زمان‌های طولانی به علت تشکیل ترک که می‌تواند ناشی از بهم پیوستن حفرات کرکندال در فصل مشترک لایه Al<sub>3</sub>Ni و زیرلایه آلومینیومی باشد، از این رو رسیدن اتم‌های آلومینیوم به فصل مشترک Al<sub>3</sub>Ni-Al متوقف می‌شود [۲۱ و ۷]. در نتیجه ضخامت لایه Al<sub>3</sub>Ni به علت واکنش با نیکل نفوذ کرده از میان لایه Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> به تدریج کاهش می‌یابد در حالیکه ضخامت لایه Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> تا مصرف شدن کامل Al<sub>3</sub>Ni افزایش می‌یابد.

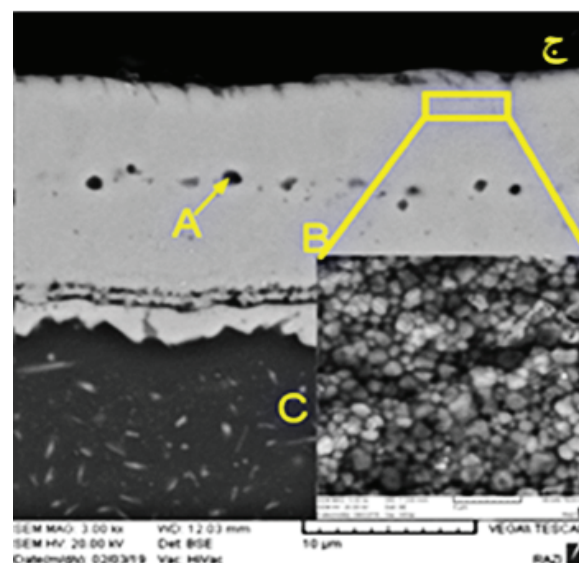
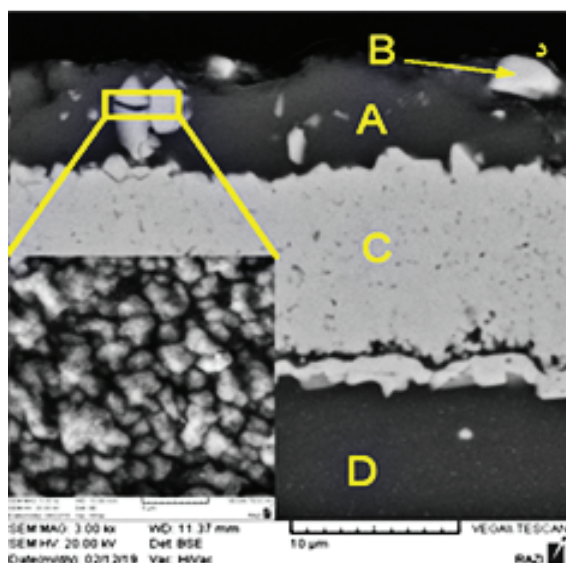
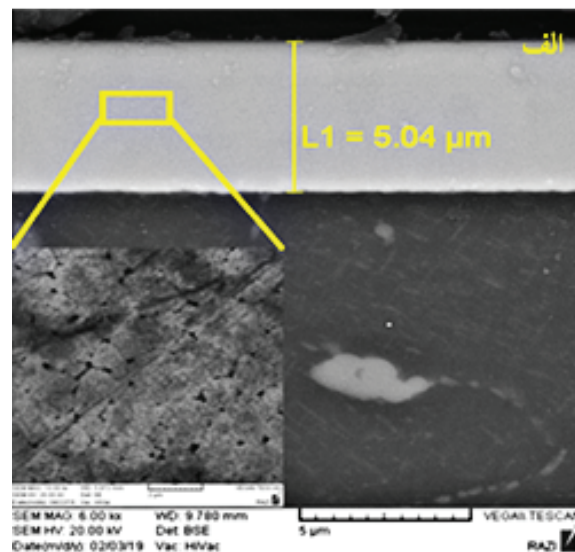
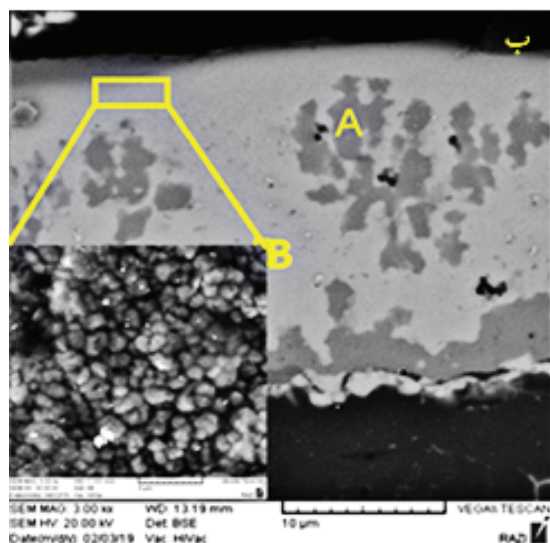
در شکل (۶)، تصاویر SEM سطح مقطع عرضی و مورفولوژی و در جدول ۷ آنالیز EDS نمونه‌های آبکاری شده و عملیات حرارتی شده در دمای ۵۵۰°C و زمان‌های مختلف نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل (۶-الف) مشاهده می‌شود عملیات حرارتی در دمای ۵۵۰°C و زمان ۳۰ دقیقه منجر به تشکیل ترکیبات بین فلزی نشده است. در

با افزایش زمان آنیل به طور کلی اندازه کلونی‌های پوشش افزایش می‌یابد.

شکل (۵)، الگوی XRD نمونه A8 حضور لایه‌های Al<sub>3</sub>Ni و Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> را در فصل مشترک پوشش و زیرلایه تایید می‌نماید. همچنین ارتفاع کم پیک‌های مربوط به Al<sub>3</sub>Ni در این الگو، تاییدی بر ضخامت کم این لایه در شکل (۳-د) می‌باشد. از نکات ذکر شده می‌توان نتیجه گرفت که لایه‌های غنی از نیکل در نزدیکی پوشش و لایه‌های غنی از آلومینیوم در نزدیکی زیرلایه تشکیل می‌شوند. تشکیل ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni توسط هسته گذاری در مناطق مجزا شروع می‌شود این مشاهده در راستای نتیجه گزارش شده توسط سوائین و همکارانشان است [۲۳]. آنها گزارش کردند که شکل گیری ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni توسط هسته‌گذاری غیرهمگن در مکان‌های مرجع صورت می‌گیرد [۲۴ و ۲۵].

بعد از اتصال مکان‌های مجزا به یکدیگر و تشکیل لایه‌ای نازک از Al<sub>3</sub>Ni، رشد بعدی این فاز عمود بر فصل مشترک و به سمت پوشش نیکل رخ می‌دهد. هنگامیکه ضخامت فاز Al<sub>3</sub>Ni به حد بحرانی می‌رسد و فصل مشترک Ni-Al<sub>3</sub>Ni از نیکل غنی

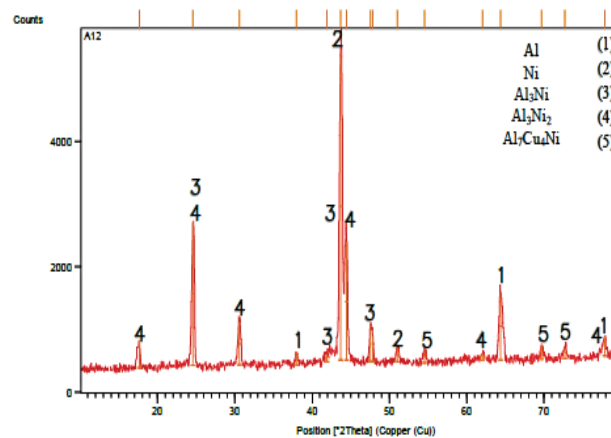




شکل ۶. تصاویر SEM از مورفولوژی و سطح مقطع پوشش آبکاری نیکل آنیل شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های مختلف (الف) نمونه A9، (ب) نمونه A10، (ج) نمونه A11، (د) نمونه A12.

حضور قابل توجه Cu در نتایج EDS می‌تواند برای لایه ثانویه ترکیب  $Al_7Cu_4Ni$  را متصور شد که با توجه به میزان انحلال قابل توجه Cu در Ni و حضور Cu در AA2024 به عنوان عنصر آلیاژی اصلی، این احتمال می‌تواند بالا باشد. با توجه به احتمال غیر استاندارد بودن گازهای محافظ و یا در هنگام سرد شدن نمونه در محیط، ذرات بسیار ناچیز اکسید دوتایی (Al-Ni) روی سطح نمونه A12 تشکیل شده است. در این دما نیز پوشش نمونه‌ها دارای مورفولوژی گل کلمی با کمی افزایش اندازه نسبت به نمونه‌های قبل هستند. در تصاویر SEM مربوط به مورفولوژی در زمان‌های بالا نقاط سفید رنگی ملاحظه می‌گردد که همان ترکیبات اکسیدی هستند که در رابطه با آنها بحث شد. در تحقیق انجام شده توسط زو و همکاران مشاهده شد که حداکثر دمای تشکیل ترکیبات بین

واقع زمان ۳۰ دقیقه در دمای  $550^\circ C$  برای تشکیل ترکیب بین فلزی کافی نبوده و به زمان بیشتری برای تشکیل ترکیب نیاز است. اما در همین دما با گذشت ۶۰ دقیقه، همانطور که در قسمت (ب) شکل (۶) نشان داده شده است، به جهت دمای بالا کل پوشش به  $Al_3Ni$  و لایه بین فلزی ایجاد شده در همین زمان در حال تبدیل به  $Al_3Ni_2$  است. با گذر زمان از ۶۰ به ۹۰ دقیقه مقدار بسیار کمی از  $Al_3Ni$  باقی‌مانده است. با تبدیل کل پوشش به  $Al_3Ni_2$  اینبار زوج نفوذی بین زیرلایه غنی از Al و ترکیب بین فلزی  $Al_3Ni_2$  تشکیل می‌شود که به نظر می‌رسد با صرف زمان ۱۲۰ دقیقه در فصل مشترک با تکیه بر نتایج EDS لایه بین فلزی  $Al_3Ni$  تشکیل می‌شود. با تشکیل این لایه روند عادی تشکیل پوشش با کمی تغییر رعایت می‌گردد [۲۱ و ۷]. در نمونه A12 به جهت



شکل ۷. الگو پراش پرتو ایکس (نمونه A12).

جدول ۷. نتایج آزمون EDS از فصل مشترک پوشش و زیرلایه در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد

| کد نمونه | موقعیت                          | فاز احتمالی ترکیب بین فلزی         | نتایج EDS |       |       |        |       |       |
|----------|---------------------------------|------------------------------------|-----------|-------|-------|--------|-------|-------|
|          |                                 |                                    | El.       | Mg    | Al    | Ni     | Cu    | O     |
| A9       | A                               | Ni                                 | % .Wt     | --    | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | --    | ۱۰۰/۰۰ | --    | --    |
| A10      | B                               | Al <sub>3</sub> Ni                 | % .Wt     | --    | ۴۱/۷۴ | ۵۸/۲۶  | --    | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۶۹/۷۵ | ۳۰/۲۵  | --    | --    |
|          | A                               | Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>    | % .Wt     | --    | ۴۶/۹۹ | ۵۳/۰۱  | --    | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۶۶/۹۱ | ۳۳/۰۹  | --    | --    |
| B        | Al <sub>3</sub> Ni <sub>1</sub> | % .Wt                              | --        | ۴۷/۹۴ | ۵۲/۰۶ | --     | --    |       |
|          |                                 | % .At                              | --        | ۷۰/۸۱ | ۲۹/۱۹ | --     | --    |       |
| A11      | A                               | Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>    | % .Wt     | --    | ۴۴/۷۱ | ۵۵/۲۹  | --    | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۶۴/۶۹ | ۵/۳۱   | --    | --    |
|          | C                               | Al                                 | % .Wt     | ۲/۳۱  | ۹۳/۱۲ | --     | ۴/۵۶  | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | ۲/۴۸  | ۹۶/۷۱ | --     | ۰/۷۱  | --    |
| A12      | A                               | Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>    | % .Wt     | --    | ۴۲/۷۱ | ۵۲/۱۷  | --    | ۵/۱۲  |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۶۸/۸۱ | ۱۷/۷۰  | --    | ۱۳/۴۹ |
|          | B                               | Al <sub>7</sub> Cu <sub>4</sub> Ni | % .Wt     | --    | ۲۳/۵۱ | ۳۰/۱۱  | ۴۶/۲۸ | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۵۶/۶۹ | ۹/۱۴   | ۳۴/۱۷ | --    |
|          | C                               | Al <sub>3</sub> Ni                 | % .Wt     | --    | ۴۵/۸۳ | ۵۴/۱۷  | --    | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | --    | ۷۳/۶۸ | ۲۶/۳۲  | --    | --    |
|          | D                               | Al                                 | % .Wt     | ۱/۹۲  | ۹۴/۰۳ | --     | ۴/۰۵  | --    |
|          |                                 |                                    | % .At     | ۲/۱۸  | ۹۶/۷۱ | --     | ۱/۱۲  | --    |

در شکل (۷)، الگوی XRD نمونه A12 نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که ترکیبات بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>، Al<sub>3</sub>Ni و ترکیب بین فلزی سه تایی Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni در این نمونه، تشکیل شده است. از ارتفاع پیک‌ها چنین برمی‌آید که با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی میزان ترکیبات بین فلزی بیشتر شده است.

فلزی آلومینیوم و نیکل ۵۶۲°C درجه سانتیگراد است [۲۶]. همچنین کیو و همکاران به این نتیجه رسیدند که ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> از ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> تشکیل می‌شود [۲۷]. تحقیقات نشان داده است که ترکیب بین فلزی Al<sub>3</sub>Ni انرژی کمتری در مقایسه با Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> دارد [۷].

جدول ۸. تغییرات سختی، ضخامت و ترکیب شیمیایی نمونه‌های پوشش‌دهی و عملیات حرارتی شده

| کد نمونه | تعداد لایه | ترکیب شیمیایی   | ضخامت تقریبی ( $\mu\text{m}$ ) | سختی ( $\pm 50\text{H.v}$ ) |
|----------|------------|---|--------------------------------|-----------------------------|
| A1       | ۱          | Ni  | ۶/۰۰                           | ۳۶۴                         |
| A2       | ۱          | Ni  | ۵/۹۱                           | ۳۹۰                         |
| A3       | ۱          | Ni  | ۶/۰۴                           | ۴۰۱                         |
| A4       | ۲          | Ni  | ۶/۱۵                           | ۳۸۱                         |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}$  | ۱/۵۰                           | ۶۲۱                         |
| A5       | ۱          | Ni  | ۶/۱۶                           | ۳۶۲                         |
| A6       | ۲          | Ni  | ۶/۳۵                           | ۳۹۵                         |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}$  | ۱/۴۱                           | ۸۴۷                         |
| A7       | ۲          | Ni  | ۶/۰۰                           | ۳۴۱                         |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}$  | ۴/۵۳                           | ۱۰۵۳                        |
| A8       | ۳          | Ni  | ۵/۵۹                           | ۳۳۵                         |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}_2$  | ۴/۱۱                           | ۱۰۱۱                        |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}$  | ۰/۸۰                           | ۵۶۵                         |
| A9       | ۱          | Ni  | ۵/۲۹                           | ۳۶۰                         |
| A10      | ۱          | $\text{Al}_3\text{Ni}_2 - \text{Al}_3\text{Ni}_2$<br>(کامپوزیتی)          | ۴/۷۱                           | ۳۴۰                         |
| A11      | ۱          | $\text{Al}_3\text{Ni}_2 - \text{Al}_3\text{Ni}_2$<br>(کامپوزیتی)          | ۵/۳۱                           | ۳۶۲                         |
| A12      | ۲          | $\text{Al}_3\text{Ni}_2 - \text{AlNi}_2\text{O}_4$<br>(کامپوزیتی)         | ۳/۰۰                           | ۴۲۶                         |
|          |            | $\text{Al}_3\text{Ni}_2 - \text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$<br>(کامپوزیتی) | ۴/۲۶                           | ۹۲۱                         |

تولیدی از زیرلایه Al شود. این حفره‌ها توسط سکوریال و آمرال در سیستم Ti-Al نیز مشاهده شده است [۲۸].  
 ب) تفاوت در ضریب انبساط حرارتی زیر لایه آلومینیوم و لایه بین فلزی می‌تواند منجر به جدایی لایه‌های بین فلزی از زیر لایه آلومینیومی شود. در واقع، شرایط بحرانی برای جدایش لایه بین فلزی و زیر لایه آلومینیومی در رابطه (۱) نشان داده شده است [۲۹].

در واقع ادامه پیدا کردن نفوذ و باقی‌ماندن جاهای خالی اتم نفوذ کرده باعث تشکیل حفرات کرکندال و به هم پیوستن آنها بهم شود که ترک یا ناپیوستگی گسترده‌ای را به وجود می‌آورد. از سوی دیگر تفاوت در ضریب انبساط حرارتی پوشش، زیرلایه و لایه بین فلزی ایجاد شده کینتیک تشکیل ترک را بیشتر می‌کند.

علت اینکه برخی از این ترکیبات در تصاویر SEM رویت نشده‌اند به جهت کم بودن مقدار آنهاست. مشاهده نشدن اکسید دوتایی  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  در الگوی شکل (۷) به جهت ناچیز بودن آن در سطح پوشش است.

در تصاویر ۶-ج و ۶-د یکسری ناپیوستگی میان پوشش و زیرلایه مشاهده می‌گردد. با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی میزان ناپیوستگی افزایش می‌یابد که دلایل زیر می‌تواند منجر به این ناپیوستگی شده باشد:

الف) رفتار گرمایی نانو ذرات Al و Ni می‌تواند به تشکیل حفره‌های کرکندال در فصل مشترک لایه بین فلزی  $\text{Al}_3\text{Ni}$  و زیر لایه Al منجر شود. در واقع شکل‌گیری حفره‌های کرکندال در نتیجه ایجاد جاهای خالی در فصل مشترک پوشش و زیرلایه است که می‌تواند باعث جداسازی فازهای

رابطه ۱

#### ۴. نتیجه گیری

$$\Delta T = \frac{16x^2}{3(1+v)a^2\Delta\alpha}$$

برخی پارامترهای مانند  $v$ ،  $\Delta T$  و  $\Delta\alpha$  ثابت هستند. از این رو، با افزایش ضخامت لایه بین فلزی، طول ترک افزایش می‌یابد [۳۰]. از رابطه (۱) به این می‌توان دریافت که با افزایش تغییرات دما طول ترک افزایش می‌یابد که در شکل (۶ ج) و (۶-د) به خوبی این ترک (ناپیوستگی) قابل مشاهده است. در جدول ۸ نوع لایه‌های تشکیل شده پس از عملیات حرارتی، ضخامت و سختی آنها شرح داده شده است. همانطور که مشخص است به طور کلی انجام عملیات حرارتی باعث افزایش سختی تمام نمونه‌ها شده است. با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی در صورت عدم تداخل ترکیبی لایه‌های بین فلزی، ضخامت لایه ایجاد شده افزایش و در نتیجه میزان سختی لایه‌های بین فلزی افزایش یافته است. همچنین ملاحظه می‌شود که سختی لایه بین فلزی  $Al_3Ni_2$  از  $Al_3Ni$  بالاتر است که این نتایج منطبق بر دیگر تحقیقات صورت گرفته می‌باشد [۳۱]. با عملیات حرارتی در بیشینه دما (۵۵۰ درجه سانتیگراد) و زمان (۱۲۰ دقیقه) لایه سه جزئی  $Al_7Cu_4Ni$  تشکیل گردید. در واقع در این دما با نفوذ رو به بالای مس از زیرلایه و جانشینی در نیکل پس از مدت زمان کافی این فاز سه جزئی تشکیل شده است. سختی این لایه از  $Al_3Ni_2$  در چند مورد کمتر و در تمامی موارد از  $Al_3Ni$  بیشتر است. در رابطه با آلیاژهایی که دارای مقادیر قابل توجهی نیکل هستند معمولاً سهم افزایش سختی و استحکام به وسیله تشکیل ترکیبات بین فلزی و رسوب سختی به مراتب بالاتر از تشکیل محلول فوق اشباع است [۳۱].

۱- در اثر عملیات حرارتی ترکیبات بین فلزی  $Al_3Ni$ ،  $Al_3Ni_2$  و  $Al_7Cu_4Ni$  تشکیل شد. به طور کلی افزایش دما و زمان آنیل در نمونه‌های پوشش دهی شده در اثر فرآیند نفوذ منجر به افزایش ضخامت لایه‌های بین فلزی ایجاد شده و سختی پوشش حاصل گردید. نتایج نشان داد که زمان تاثیر بیشتری نسبت به دما در افزایش ضخامت لایه بین فلزی دارد.

۲- در دماهای پایین و زمان‌های کوتاه، عنصر آلومینیوم عنصر نفوذی غالب در تشکیل و رشد ترکیب بین فلزی در زوج نفوذی Ni-Al بوده و بنابراین فاز  $Al_3Ni$  در ابتدا تشکیل می‌گردد. درحالی‌که در دماهای بالا و زمان‌های طولانی‌تر عنصر نیکل عنصر نفوذی غالب بوده و شرایط برای جوانه زنی و رشد  $Al_3Ni_2$  فراهم می‌شود.

۳- سختی پوشش Ni خالص در اثر عملیات حرارتی افزایش و به طور کلی با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی به جهت رشد بلورک‌های پوشش و هسته گذاری دانه‌های جدید سختی پوشش نیکل کاهش می‌یابد. در پوشش‌های شامل ذرات بین فلزی، اکسید دوتایی و اکسید نیکل نیز سختی افزایش یافت. به طور کلی سختی حاصل از تشکیل ترکیبات بین فلزی و رشد آنها، کاهش سختی ناشی از افزایش اندازه بلورک‌ها را جبران نمود.

۴- افزایش بیش از حد ضخامت لایه بین فلزی منجر به جدا شدن پوشش از زیرلایه به دلیل پیوستگی حفرات کرکندال و تشکیل ترک گردید.

۵- به طور کلی انجام عملیات حرارتی باعث افزایش سختی تمام نمونه‌ها شد و با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی ضخامت لایه ایجاد شده افزایش و در نتیجه میزان سختی لایه‌های بین فلزی افزایش یافت. همچنین نتایج نشان داد که سختی لایه بین فلزی  $Al_3Ni_2$  از  $Al_3Ni$  بالاتر است.

سختی قسمت فوقانی پوشش یعنی Ni خالص در اثر عملیات حرارتی پس از آنکه به طور کامل بلوری گشت افزایش یافت، اما به طور کلی با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی به جهت رشد بلورک‌های پوشش و هسته گذاری دانه جدید در دانه‌های قدیم و در پی آن افزایش کرنش شبکه، سختی پوشش نیکل کاهش یافت [۱۷].

در نمونه‌هایی که پوشش فوقانی با ذرات بین فلزی، اکسید دوتایی و اکسید نیکل، کامپوزیتی شده است نیز سختی در مقایسه با دیگر نمونه‌ها افزایش یافت. همواره بین درشت شدن بلورک‌ها در اثر افزایش دما و زمان عملیات حرارتی و توزیع جزیره‌ای فازهای ثانویه اندرکنش و تقابلی وجود دارد که معمولاً سختی حاصل از تشکیل ترکیبات بین فلزی و رشد آنها، کاهش سختی ناشی از افزایش اندازه بلورک‌ها را جبران می‌کند.



## References

- [1] Larignon, C., Andrieu, J. A. E., Odemer, G., C. Blanc, The contribution of hydrogen to the corrosion of 2024 aluminium alloy exposed to thermal and environmental cycling in chloride media, *Corrosion*, Vol.69, pp.211-220, 2013.
- [2] Wheeler, J.M., Curran, J.A., Shrestha, S., Microstructure and multi-scale mechanical behavior of hard anodized and plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on aluminum alloy 5052, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 207, pp. 480-488, 2012.
- [3] Szcancoski, J.C., Foerster, C.E., Serbena, F.C., Fitz, T., Kreißig, U., Richter, E., Möller, W., Lepienski, C.M., Jr. Soares, P.C., de M. Siqueira, C.J., Mechanical and tribological properties of carbon and nitrogen consecutive ion implantation into aluminium, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 201, pp. 1488-1494, 2006.
- [4] Mathew, R., Stoddart, P. R., Nolan, D., Durandet, Y, Microstructural refinement of aluminium-zinc-silicon coated steels, *Surface & Coatings Technology*, Vol.306, pp.490-496, 2016.
- [5] Çevik, B., Gas tungsten arc welding of 7075 aluminum alloy: microstructure properties, impact strength, and weld defects, *Materials Research Express*, Express 5 , 066540, 2018.
- [6] Delaunois, F., Lienard, P., Heat treatments for electroless nickel-boron plating on aluminium alloys, *Surface and Coatings Technology*, vol.160, (2002), 239-248.
- [7] Adabi, M., Amadeh, A., Formation mechanisms of Ni-Al intermetallics during heat treatment of Ni coating on Al6061 substrate, *Trans. Nonferrous et. Soc. China*, Vol.25, pp.3959-3966, 2015.
- [8] Liu, C.T., Recent advances in ordered intermetallics, *Materials Chemistry and Physics*, vol.42, pp.77-86, 1995.
- [9] Wen, B., Zhao, J., Bai, F., Li, T., First-principle studies of Al-Ru intermetallic compounds *Intermetallics*, vol.16 , pp.333-339, 2008.
- [10] Colgan, E. G., Nastasi, M., Mayer, J. W., Initial phase formation and dissociation in the thin-film Ni/Al system, *J. Appl. Phys*, vol.58, pp. 4125-4129, 1985.
- [11] Jung, S.B., Minamino, Y., Yamane, T., Saji, S., Reaction diffusion and formation of Al<sub>3</sub>Ni and Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> phases in the Al-Ni system. *J. Mater*, vol.12, pp. 1684-1686, 1993.
- [12] Miracle, D.B., The physical and mechanical properties of NiAl. *Acta Metal. Mater*, Vol. 41, pp.649-684, 1993.
- [13] Rashidi, M., Amadeh, A., Effect of Electroplating Parameters on Microstructure of Nanocrystalline Nickel Coatings, *J. Mater. Sci. Technol.* Vol.26, pp. 82-86, 2010.
- [14] Li, C., Z. Yuan, Guo, R., Xuan, W., R. Zhongming, Yunbo, Z., Li, X., Wang, H., Wang, Q., Reaction diffusion in Ni-Al diffusion couples in steady magnetic fields, *J. Alloy. Compd*, vol.641, pp. 7-13, 2015.
- [15] Sohn, Y., Bae, M., Song, I., Chu, K., Kima, D., Hana, I., Embrittlement study of electroplated nickel films by microindentation, *Scripta Materialia* Vol.67, pp.919-922, 2012.
- [16] ی. شجری، ز.س. سیدرئوفی، د. مومن بغداد آباد، ح. شماخی، م. حسینی نجف آبادی، اثر دمای عملیات حرارتی بر مقاومت به سایش پوشش نیکل-بور روی آلیاژ C۶۳۲۰۰ اعمالی به روش الکترولس، فصلنامه مواد و فناوری های پیشرفته، (۱۳۹۸) ۶۴-۵۵ ۸
- [17] ی. شجری، ز.س. سیدرئوفی، ح. یوسف‌تیا، س.ح. رضوی، بهبود خواص سطحی آلیاژ ریختگی نیبرال توسط پوشش الکترولس Ni-B جهت کاربردهای دینامیک دریایی، هفتمین کنفرانس بین‌المللی مهندسی مواد و متالورژی و دوازدهمین همایش ملی مشترک انجمن مهندسی متالورژی و مواد ایران و انجمن متالورژی، مهرماه ۱۳۹۷، مصلی تهران.
- [18] Castleman, L.S., Seigle, L.L., Formation of intermetallic layers in diffusion couples, *JOM: J. Mineral. Metal. Mater. Soc*, Vol.9(10), pp.1173-1174, 1957.
- [19] Liu, J.C., Mayer, J.W., Barbour, J.C., Kinetics of NiAl<sub>3</sub> and Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase growth on lateral diffusion couples, *AIP. J. Appl.Phys*, Vol.64 , pp.656-662, 1988.
- [20] Baird, J.D., The formation of intermediate alloy layers in the inter-diffusion of metals, *J.Nucl. Energy. Part. A*, Vol.11,pp. 81-88, 1960.
- [21] Adabi, M., Amadeh, A., Electrodeposition mechanism of Ni-Al composite coating, *Trans, Nonferrous Met. Soc. China*. Vol.24, pp.3189-3195, 2014.
- [22] Baird, J.D., The formation of intermediate alloy layers in the inter-diffusion of metals, *J. Nucl. Energy. Part. A*, Vol.11, pp.81-88, 1960.
- [23] Swain, M., Singh, S., Basu, S., Gupta, M., Effect of interface morphology on intermetallics formation upon annealing of Al-Ni multilayer, *J.alloys. Compd*, Vol.576, pp. 257-261, 2013.
- [24] Qiu, X., Wang, J., experimental evidence of two-stage formation of Al<sub>3</sub>Ni in reactive Ni/Al multilayer foils, *scripta. Mater*, Vol.56 (12), pp.1055-1058, 2007.
- [25] Hasaka, M., morimara, T., Uchiyama, Y., Kondo, S., Watanabe, Histsune, K., diffusion of copper, aluminum and boron in nickel, *Acta metal*, Vol.22, pp.959-962, 1993.
- [26] Zhu, P., Li, J.C.M., Liu, C.T., Adiabatic temperature of combustion synthesis of Al-Ni systems, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol.357, pp.248-257, 2003.
- [27] Qian, J., Li, J., Xiong, J., Zhang, F.S., Lin, X., In situ synthesizing Al<sub>3</sub>Ni for fabrication of intermetallic-reinforced aluminum alloy composites by friction stir processing, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol.550, pp.279-285, 2012.

- [28] Sequeira, C.A.C., Amaral, L., Role of Kirkendall effect in diffusion processes in solids, Trans. Nonferrous, Metal, Soc. China, Vol.24(1), , pp.1-11, 2014.
- [29] Mondolfo, L. F., Aluminum alloys: Structure and properties, London: Butterworths London, 1976.
- [30] Evans, H.E., Lobb, R.C., Conditions for the initiation of oxide-scale cracking and spallation, Corr. Sci, Vol.24, pp.290-222, 1984
- [31] Decker. R.F., Strengthening Mechanisms in Nickel-Base Superalloys, New York : International Nickel, 1970.