



بیست و ششمین کنفرانس اپتیک و  
فوتونیک ایران و دوازدهمین کنفرانس  
مهندسی و فناوری فوتونیک ایران،  
دانشگاه خوارزمی،  
تهران، ایران.  
۱۶-۱۵ بهمن ۱۳۹۸



## پرتودهی تیتانیوم با استفاده از لیزر تارنوری: تشکیل تیتانیوم کاربید و مطالعه سختی آن

بهناز فیضی مذهب<sup>۱</sup>، بابک ژاله<sup>۱</sup>، فاطمه محمودی<sup>۲</sup> و امیر مؤمنی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه بوعلی سینا، همدان.

<sup>۲</sup>گروه علوم و مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی همدان، همدان.

behnazfeizi@yahoo.com, bkjaleh@yahoo.com, irfatimeh.m1997@gmail.com, momeni@hut.ac.ir

چکیده - در این پژوهش یک فرآیند ساده و مقرون به صرفه برای تشکیل تیتانیوم کاربید بر روی سطح تیتانیوم ارائه شده است. برای این منظور تیتانیوم در ان-هپتان با استفاده از لیزر فایبر مورد پرتودهی قرار گرفت. کندوسوز لیزری در محیط ان-هپتان با شرایط یکسان و در زمان‌های متفاوت پرتودهی انجام شد. نمونه‌های تیتانیوم پرتودهی شده توسط آنالیزهای مشخصه‌یابی پراش پرتو ایکس، بیناب‌نمایی پاشندگی انرژی پرتو ایکس، میکرو سکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی و میکرو سختی ویکرز بررسی شدند. کندوسوز لیزری در ان-هپتان موجب افزایش سختی مکانیکی تیتانیوم شد.

کلید واژه- سایش، سختی، تیتانیوم، تیتانیوم کاربید، کندوسوز لیزری.

## Titanium irradiation using fiber laser: formation of titanium carbide and study of its hardness

Behnaz Feizi Mohazzab<sup>1</sup>, Babak Jaleh<sup>1</sup>, Fatemeh Mahmoudi<sup>2</sup>, and Amir Momeni<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, Faculty of Science, Bu-Ali Sina University, Hamedan.

<sup>2</sup>Materials Science and Engineering Department, Hamedan University of Technology, Hamedan.

behnazfeizi@yahoo.com, bkjaleh@yahoo.com, irfatimeh.m1997@gmail.com, momeni@hut.ac.ir

Abstract- In this work, a simple and cost-effective process to formation titanium carbide on titanium surface has been presented. To this aim, titanium was irradiated in n-heptane using a fiber laser. Laser ablation process was conducted in n-heptane for different ablation process times at the same irradiation conditions. The Laser-ablated samples were investigated by characterization analyses such as X-ray diffraction, energy dispersive X-ray spectroscopy, field emission scanning electron microscopy, and Vicker's microhardness indenter. Laser ablation process in n-heptane led to increase in the microhardness of Ti.

Keywords: Laser ablation, Microhardness, Titanium, Titanium carbide, Wear.

## مقدمه

ویژگی‌های منحصر بفرد تیتانیوم این فلز را در رده پرکاربردترین فلزات در صنعت قرار داده است. اگرچه بعضی از خواص ضعیف تیتانیوم مثل خواص مکانیکی در استفاده از آن محدودیت ایجاد می‌کند. راهکار متداول، پوشش‌دهی سرامیک‌های سخت بر روی تیتانیوم به منظور ارتقاء خواص مکانیکی آن است. زیست‌سازگاری، نقطه ذوب بسیار بالا ( $3067^{\circ}\text{C}$ )، سختی و یکرز فوق‌العاده ( $36/4-19/6\text{ GPa}$ )، مقاومت سایشی و مقاومت در برابر اکسید شدن بسیار عالی تیتانیوم کاربرد این ماده را تبدیل به بهترین کاندیدا برای افزایش سختی سطح تیتانیوم و سایر مواد کرده است [۱، ۲]. در میان روشهایی که تاکنون استفاده شده است، روش کندوسوز لیزری برای تغییر خواص سطح تیتانیوم تاکنون مورد بررسی قرار نگرفته است. در این روش، ابتدا هدف در یک مایع قرار داده می‌شود و پرتو لیزر با شاریدگی بالا بر روی آن متمرکز می‌شود. در ادامه با تابش پرتو، سطح هدف شروع به ذوب شدن می‌کند و مایع تجزیه می‌شود [۳]. بنابراین در فصل مشترک مایع و هدف پلاسمایی<sup>۱</sup> با دما و فشار بالا تشکیل می‌شود [۴]. پلاسمای تشکیل شده به دلیل داشتن فشار بسیار بالا شروع به انبساط می‌کند. انبساط پلاسما توسط مایع محدود می‌شود [۵]. انبساط بی-درروی پلاسما، منجر به ایجاد موج ضربه در مایع و برانگیختگی و یونیزاسیون مولکولهای مایع در فصل مشترک مایع و هدف می‌شود [۶]. پس از آن، پلاسما سریعاً فروافت می‌کند و حبابی در محل پلاسما ایجاد می‌شود [۳]. حباب ایجاد شده محصولات ناشی از کندوسوز را درون خود محصور می‌کند و سپس متلاشی می‌شود [۳]. در ادامه محصولات واکنش در اثر انجماد سریع مجدداً بر روی سطح

هدف قرار می‌گیرند. با ادامه فرایند، این سازوکار تکرار می‌شود و تمام سطح هدف توسط محصولات جدید واکنش تغییر ساختار می‌دهد.

## روش انجام آزمایش

لیزر بکار رفته در این پژوهش، لیزر تار نوری<sup>۲</sup> مدل RFL-P30Q با طول موج  $1064\text{ nm}$ ، عرض پالس  $100\text{ ns}$ ، بیشینه توان  $30\text{ W}$  و قطر لکه تقریباً  $40\text{ }\mu\text{m}$  می‌باشد. در ابتدا ورق تیتانیوم به ضخامت  $0/6$  میلی متر به ابعاد کوچک برش و صیقل داده شد و توسط دستگاه التراسونیک در آب دیونیزه و استون به مدت  $15$  دقیقه شستشو داده شدند. قطعه تیتانیوم در پتری حاوی آن-هپتان قرار گرفت و تحت شرایط لیزری توان  $27\text{ W}$ ، سرعت اسکن  $500\text{ mm/s}$ ، نرخ تکرار پالس  $30\text{ kHz}$  و در زمان‌های پرتودهی مختلف تحت تابش قرار گرفت. با توجه به پارامترهای ذکر شده، انرژی هر پالس معادل  $0/9\text{ mJ}$  و شاریدگی معادل  $72\text{ J/cm}^2$  می‌باشد. روش پرتودهی لیزری به این صورت بود که سطحی مربعی از قطعه تیتانیوم به ابعاد  $1/2 \times 1/2\text{ cm}^2$  توسط لیزر با مشخصات ذکر شده به طور افقی و سپس به طور عمودی اسکن شد. فاصله خطوط اسکن سطح برابر  $0/05$  میلی متر تنظیم شد. بنابراین هر دور اسکن افقی و عمودی سطح معادل  $20$  ثانیه است. پس از انجام آنالیزهای مشخصه‌یابی، سختی مکانیکی نمونه‌های پرتودهی شده در آن-هپتان مورد بررسی قرار گرفت. مشخصات این نمونه‌ها به همراه نام هر نمونه در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱: مشخصات نمونه‌های تیتانیوم کندوسوز شده.

| نام نمونه               | T0 | T1  | T2  | T3  | T4  | T5  | T6  | T7  |
|-------------------------|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| تعداد اسکن افقی - عمودی | ۰  | ۱-۱ | ۲-۱ | ۲-۲ | ۳-۲ | ۳-۳ | ۶-۶ | ۹-۹ |

<sup>۱</sup> Plasma plume

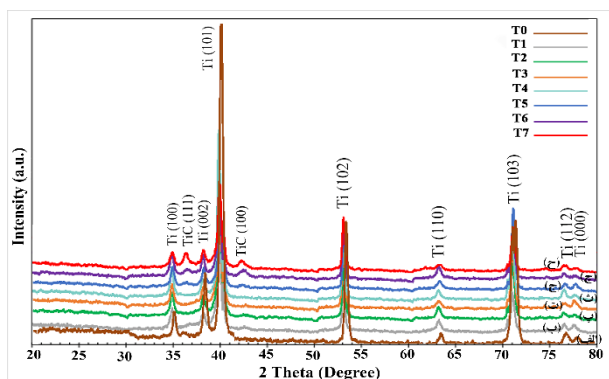
<sup>۲</sup> Fiber laser

| زمان کل | ۰ | ۲۰ | ۳۰ | ۴۰ | ۵۰ | ۶۰ | ۱۲۰ | ۱۸۰ |
|---------|---|----|----|----|----|----|-----|-----|
|---------|---|----|----|----|----|----|-----|-----|

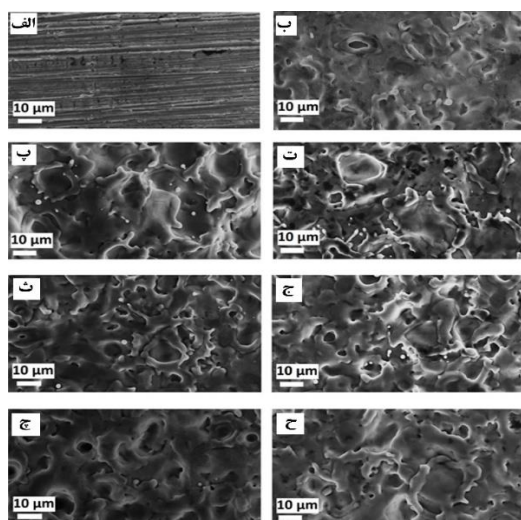
## بحث و بررسی نتایج

به منظور بررسی ساختار کریستالی نمونه‌ها از تست پراش پرتو ایکس استفاده شد. الگوهای پراش پرتو ایکس با استفاده از دستگاه یونیسانتیس<sup>۳</sup> مدل XMD300 ثبت شد (شکل ۱). مطابق با الگوی استاندارد شماره ۰۱-۱۱۹۸، همه الگوها نشان‌دهنده ساختار هگزاگونال تیتانیوم می‌باشند. علاوه بر این شکل ۱ (ج-ح)، دارای دو پیک دیگر در زوایای  $2\theta$  برابر با  $36/15^\circ$  و  $41/79^\circ$  می‌باشد که به ترتیب متناظر با صفحات براگ (۱۱۱) و (۲۰۰) ساختار مکعبی تیتانیوم کاربید (الگوی استاندارد شماره ۱۳۸۳-۳۲) است. در اثر تابش پرتو لیزر آن-هیپتان به گونه‌های کربنی تجزیه می‌شود و در درون پلاسما با گونه‌های تیتانیوم واکنش می‌دهد. از آنجایی که اتمهای کربن قابلیت ورود به شبکه فلزهای واسطه را دارند، امکان واکنش بین اتمهای کربن (ناشی از تجزیه حرارتی حلال) و گونه‌های تیتانیوم کنده شده از سطح وجود دارد [۳]. دما و فشار بسیار بالای پلاسما شرایط شیمیایی لازم برای تشکیل تیتانیوم کاربید را فراهم می‌کند [۷]. در ادامه در اثر ترکیدن حباب حفره‌ساز، ساختارهای جدید بر روی سطح تیتانیوم می‌نشینند [۸]. می‌توان چنین نتیجه گرفت که به ازای زمان‌های پرتودهی کمتر از ۶۰ ثانیه احتمالاً تیتانیوم کاربید تشکیل شده توسط دستگاه پراش اشعه ایکس قابل آشکارسازی نیست. مورفولوژی سطح نمونه‌ها توسط دستگاه هیتاچی<sup>۴</sup> مدل S4160 بررسی شد (شکل ۲). از تصاویر مشاهده می‌شود که سطح نمونه‌ها تقریباً مشابه است. همچنین سطح نمونه‌ها پس از کندوسوز لیزری دارای برآمدگی و فرورفتگی‌هایی می‌باشد که به دلیل حرکت تیتانیوم ذوب شده می‌باشد [۹]. همچنین قطرات

کروی موجود بر سطح ناشی از انجماد سریع محصولات درون پلاسما و همچنین ذرات پرتاب شده از سطح تیتانیوم می‌باشد [۸، ۹]. ذوب شدن سطح تیتانیوم قابل پیش‌بینی بود، چرا که شاریدگی لیزر به اندازه کافی بالاتر از آستانه کندوسوز تیتانیوم ( $4/6 \text{ J/cm}^2$ ) است [۳، ۱۰].



شکل ۱: الگوی پراش پرتو ایکس (الف) T۰، (ب) T۱، (پ) T۲، (ت) T۳، (ث) T۴، (ج) T۵، (چ) T۶، (ح) T۷.



شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (الف) T۰، (ب) T۱، (پ) T۲، (ت) T۳، (ث) T۴، (ج) T۵، (چ) T۶ و (ح) T۷.

تست‌های سنجش میکروسختی با دستگاه سختی سنج کوپا<sup>۵</sup> گرفته شد. در این تست‌ها نیروی ۵۰ گرمی به مدت ۱۵ ثانیه بر هر نمونه اعمال شد. به این ترتیب از هر نمونه سه تست از نقاط

<sup>۵</sup> Koopa

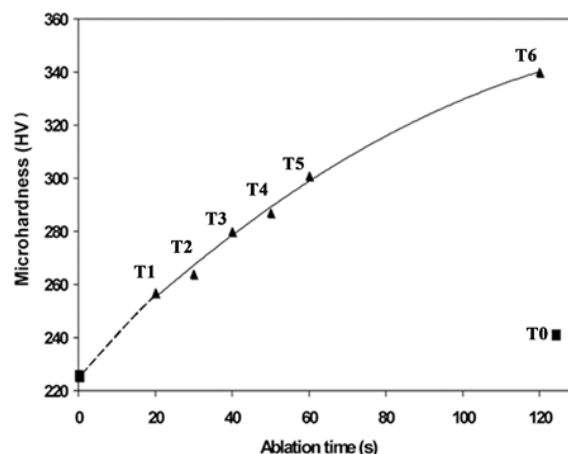
<sup>۳</sup> Unisantis

<sup>۴</sup> Hitachi

carbide on the titanium surface using laser ablation in n-heptane and investigating its corrosion resistance." *Appl. Surf. Sci.*, 478, pp. 623-635, 2019.

- [3] D. Zhang, J. Liu, P. Li, Z. Tian, and C. Liang, "Recent Advances in Surfactant-Free, Surface Charged and Defect-Rich Catalysts Developed by Laser Ablation and Processing in Liquids." *Chem. NanoMat.*, 3, pp. 512-533, 2017.
- [4] D. Zhang, B. Gökce, and S. Barcikowski, "Laser synthesis and processing of colloids: fundamentals and applications." *Chem. rev.*, 117, pp. 3990-4103, 2017.
- [5] A. De Bonis, A. Galasso, N. Ibris, A. Laurita, A. Santagata, and R. Teghil, "Rutile microtubes assembly from nanostructures obtained by ultra-short laser ablation of titanium in liquid." *Appl. Surf. Sci.*, 268, pp. 571-578, 2013.
- [6] A. De Bonis, A. Santagata, A. Galasso, A. Laurita, and R. Teghil, "Formation of Titanium Carbide (TiC) and TiC@C core-shell nanostructures by ultra-short laser ablation of titanium carbide and metallic titanium in liquid." *J. Colloid Interface Sci.*, 489, pp. 76-84, 2016.
- [7] V. Amendola, and M. Meneghetti, "Laser ablation synthesis in solution and size manipulation of noble metal nanoparticles." *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 11, pp. 3805-3821, 2009.
- [8] N. Ali, S. Bashir, Umm-i-Kalsoom, N. Begum, M. S. Rafique, and W. Husinsky, "Effect of liquid environment on the titanium surface modification by laser ablation." *Appl. Surf. Sci.*, 405, pp. 298-307, 2017.
- [9] P. Ouyang, P. Li, E. G. Leksina, S. V. Michurin, and L. He, "Effect of liquid properties on laser ablation of aluminum and titanium alloys." *Appl. Surf. Sci.*, 360, pp. 880-888, 2016.
- [10] A. Singh, J. Vihinen, E. Frankberg, L. Hyvärinen, M. Honkanen, and E. Levänen, "Pulsed Laser Ablation-Induced Green Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles and Application of Novel Small Angle X-Ray Scattering Technique for Nanoparticle Size and Size Distribution Analysis." *Nanoscale Res. Lett.*, 11, pp. 447, 2016.

مختلف گرفته شد و سختی میانگین بدست آمد. شکل ۳ نمودار تغییرات میکروسختی نمونه‌های کندوسوز شده را بر حسب مدت زمان انجام فرایند لیزری نمایش می‌دهد. به وضوح از نمودار شکل ۳ مشخص است که میکروسختی نمونه‌ها با افزایش مدت زمان کندوسوز لیزری افزایش می‌یابد. این اتفاق می‌تواند ناشی از تشکیل لایه‌ای کامل از تیتانیوم کاربید بر روی سطح باشد.



شکل ۳: پروفایل میکروسختی تیتانیوم (T<sub>0</sub>) و نمونه‌های T<sub>1</sub>، T<sub>2</sub>، T<sub>3</sub>، T<sub>4</sub> و T<sub>5</sub> بر حسب مدت زمان کندوسوز لیزری.

### نتیجه‌گیری

برای تشکیل ساختار تیتانیوم کاربید به عنوان یک پوشش سرامیکی مقاوم و دارای سختی فوق‌العاده، کندوسوز لیزری در محیط ان-هپتان روشی ساده و بسیار کارآمد است. مورفولوژی سطح نمونه‌های کندوسوز شده لیزری تقریباً یکنواخت و مشابه یکدیگرند. بررسی رفتار مکانیکی نمونه‌های تیتانیوم کندوسوز شده در ان هپتان نشان داد که میکروسختی آنها در مقایسه با تیتانیوم بهبود داده شده است. همچنین با افزایش زمان پرتودهی میکروسختی تیتانیوم افزایش می‌یابد.

### مرجع‌ها

- [1] A. Nishimoto, and C. Nishi, "Carbide layer coating on titanium by spark plasma sintering technique." *Surf. Coat. Technol.*, 353, pp. 324-328, 2018.
- [2] B. Feizi Mohazzab, B. Jaleh, O. Kakuee, and A. Fattah-alhosseini, "Formation of titanium