

## Microstructural Investigation of Silicon-Modified Aluminide Coatings on IN792 Superalloy via Low-Activity Out-of-Pack Cementation

Ali Azari Beni<sup>1</sup>, Saeed Rastegari<sup>2\*</sup>, Masoud Hasheminiasari<sup>2</sup>

<sup>1</sup> PhD Student, School of Materials and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Tehran, Iran.

<sup>2</sup> Associate Professor, School of Materials and Metallurgical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Tehran, Iran.

\*Corresponding Author's Email: [rastegari@iust.ac.ir](mailto:rastegari@iust.ac.ir) (Saeed Rastegari)

### Paper History:

Received: 2026-02-22

Revised: 2026-05-25

Accepted: 2026-06-19

### Keywords:

IN792 Superalloy,  
Out of Pack Cementation,  
Silicon-Modified Aluminide Coatings,  
Low-Activity Aluminizing,

**Abstract** Silicon-modified aluminide coatings on nickel-based superalloys often suffer from brittleness due to surface-enriched silicide phases. This study introduces a low-activity out-of-pack cementation process conducted at 1050 °C for 240 min under argon to co-deposit Al and Si on the IN792 superalloy, aiming to confine brittle silicides to the inner regions while maintaining a ductile surface. Four powder mixtures with a fixed Al content of 10 wt.% and varying Si contents (0, 5, 10, and 15 wt.%) were used. The simple aluminide coating (sample O, 0% Si) exhibited a dual-layer structure with a total thickness of 45.5 μm, consisting of an outer β-NiAl layer (28.4 μm) and an interdiffusion zone (17.1 μm). The addition of Si reduced the total coating thickness in a nonlinear manner to 42.5 μm (5% Si, sample S3), 44.4 μm (10% Si, sample S2), and 25.6 μm (15% Si, sample S1). The highest Si content (15%) resulted in the greatest reduction, corresponding to an approximately 44% decrease compared with sample O. EDS mapping confirmed that outward Ni diffusion remained the dominant coating growth mechanism in all samples. Importantly, Si enrichment was observed primarily within the interdiffusion zone and at the coating/substrate interface rather than in the outer β-NiAl layer, explaining the absence of silicide peaks in the XRD patterns. This microstructure, consisting of a ductile β-NiAl surface layer over a silicide-rich subsurface region, offers a viable strategy for overcoming brittleness while retaining the oxidation resistance of Si-modified aluminide coatings.



<https://doi.org/10.30501/jamt.2026.577423.1359>

URL: [https://www.jamt.ir/article\\_246045.html](https://www.jamt.ir/article_246045.html)

## 1. INTRODUCTION

Ni-based superalloys are widely used in high-temperature components such as turbine blades due to their creep resistance, high mechanical strength, and microstructural stability. However, exposure to aggressive oxidizing and corrosive environments above 1000 °C significantly limits their service life. Protective coatings are therefore essential to prevent oxidation, hot corrosion, and interdiffusion-related degradation ([Gudivada & Pandey, 2023](#)).

Among various protective systems, aluminide coatings are widely employed because they form a dense and adherent  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scale, which serves as an effective diffusion barrier. These coatings typically rely on the formation of the β-NiAl intermetallic phase, which acts as an Al reservoir for continuous oxide regeneration. Aluminide coatings can be produced by pack cementation, out-of-pack processes, slurry deposition, or chemical vapor deposition (CVD) ([Taghipour et al., 2022](#)).

To further improve adhesion and resistance to high-temperature oxidation and corrosion, alloying additions such as Pt, Cr, Co, Hf, Zr, and Si have been incorporated into aluminide coatings. Si-modified aluminide coatings are of particular interest because of their ability to enhance resistance to high-temperature oxidation and corrosion. However, conventional high-activity co-

deposition of Al and Si often results in the formation of brittle silicide phases concentrated near the surface, which compromises coating toughness ([Zhang & Zhou, 2023](#)).

The diffusion mechanism during cementation strongly depends on the aluminum activity of the powder mixture. High-activity processes promote inward Al diffusion and the formation of brittle, Al-rich phases such as Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, whereas low-activity processes, achieved by using Ni–Al master alloys or low aluminum content in the pack, favor outward Ni diffusion and the formation of ductile, Ni-rich β-NiAl ([Azari Beni & Rastegari, 2025](#)).

During the co-deposition process, Al and Si powders react with the NH<sub>4</sub>Cl activator to form gaseous species such as AlCl, SiCl<sub>2</sub>, and SiH<sub>4-γ</sub>Cl<sub>γ</sub>. At temperatures above 900 °C, AlCl and SiCl<sub>2</sub> are the primary carriers for transporting Al and Si to the substrate surface, where they decompose and release active atoms. The partial pressure of these chlorides determines the deposition rate. Silicon forms a protective and continuous SiO<sub>2</sub> layer on the surface of superalloys under corrosive environments. SiO<sub>2</sub> is stable in molten Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>–NaCl salts regardless of basicity, prevents the infiltration of corrosive species, and enhances the adhesion of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scale. It also inhibits NiO formation and improves cyclic oxidation resistance ([Fu et al., 2014](#)).

Please cite this article as: Azari Beni, A., Rastegari, S., & Hashemi Niasari, M. (2026). Microstructural Investigation of Silicon-Modified Aluminide Coatings on IN792 Superalloy via Low-Activity Out-of-Pack Cementation. *Journal of Advanced Materials and Technologies*, Vol. 15, No. 1, 69-84. [in Persian]. <https://doi.org/10.30501/jamt.2026.577423.1359>.

2783-0829/© 2026 The Author(s). Published by MERC.

This is an open access article under the CC BY license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/legalcode>)



This study proposes a low-activity out-of-pack cementation method to overcome the brittleness issue in Si-modified aluminide coatings. The central hypothesis is that, under low-activity conditions, outward Ni diffusion intersects with inward Si diffusion, driving silicide precipitation into the inner coating regions while maintaining a ductile  $\beta$ -NiAl surface. The aim of this work is to evaluate and characterize the resulting microstructure and phase distribution as a function of silicon content.

## 2. MATERIALS AND METHODS

### 2.1. Materials and Sample Preparation

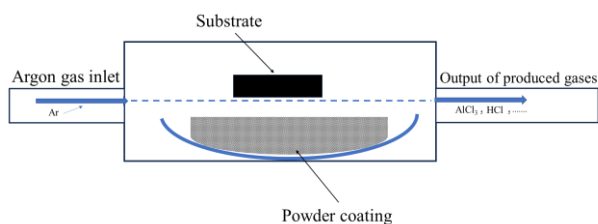
IN792 turbine blade material was cut into  $10 \times 10 \times 3$  mm<sup>3</sup> coupons using wire-cut electrical discharge machining. The nominal chemical composition of IN792 was determined by EDS and was found to be consistent with the standard values (Table 1). The samples were sequentially ground using SiC papers with grit sizes ranging from 80 to 1000 to remove the oxide layer and obtain a smooth, contamination-free surface. Finally, the samples were cleaned with ethanol and dried using warm air.

**Table 1.** Chemical composition of IN792 superalloy (wt.%)

Cr	Co	Al	Ti	C	Mo	W	Nb	Ta	Fe	Zr	B	Ni
16	8.5	3.4	3.2	0.1	1.7	2.6	0.9	1.8	0.5	0.1	0.1	Rem.

### 2.2. Coating Deposition Process

Silicon-modified aluminide coatings were produced using an out-of-pack cementation method (Figure 1). The powder mixture consisted of Al powder (20  $\mu$ m), Si powder (10  $\mu$ m), and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as an inert filler, with NH<sub>4</sub>Cl serving as the halide activator. The samples were placed in a chamber positioned above the powder mixture. The system was purged with argon, and the coating process was carried out at 1050 °C for 240 min. After coating formation, the samples were furnace-cooled under an argon atmosphere.



**Figure 1.** Schematic of coating equipment

Table 2 describes the composition of four separate powder mixtures used for the coating process. To ensure low-activity conditions in the out-of-pack process, the following parameters were intentionally selected: (1) a low Al content (10 wt.%) in the powder mixture, compared with 15–20 wt.% in high-activity processes; (2) a total powder weight of 30 g to reduce the surface-to-volume ratio and limit the partial pressure of Al-carrying halide species; (3) an out-of-pack configuration in which the samples were placed above the powder bed, such that Al transport occurred exclusively through the gas phase; and (4) a flowing argon atmosphere in an open system to remove reaction products. These conditions

promote outward Ni diffusion and the formation of ductile  $\beta$ -NiAl.

**Table 2.** Composition (wt.%) of the powder mixtures.

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NH <sub>4</sub> Cl	Si	Al	Sample Code	No.
88.33	1.67	0	10	O	1
70.83	4.17	15	10	S1	2
76.66	3.34	10	10	S2	3
82.5	2.5	5	10	S3	4

### 2.3. Microstructural and Phase Characterization

Cross-sections were prepared using standard metallographic procedures. The microstructures were examined using scanning electron microscopy (SEM) (TESCAN VEGA/XMU), and elemental distributions were analyzed by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Phase identification was performed using X-ray diffraction (XRD) with Cu K $\alpha$  radiation over a  $2\theta$  range of 10–80° at a scan rate of 4°/min.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

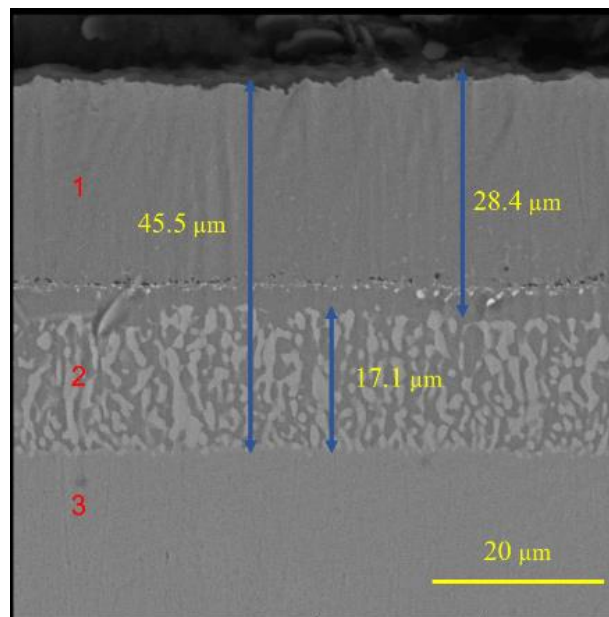
### 3.1. Thermodynamic discussion

To demonstrate the theoretical feasibility of the co-deposition process, a thermodynamic analysis was performed using HSC Chemistry software at 1050 °C. Reactions (1)–(3) illustrate the decomposition of NH<sub>4</sub>Cl and the formation of AlCl and SiCl<sub>2</sub>. Reactions (4) and (5) confirm the deposition of Al and Si, respectively. Figure 2 presents the Gibbs free energy change as a function of temperature, confirming that the deposition reactions are thermodynamically spontaneous at 1050 °C. The most negative  $\Delta G^\circ$  value corresponds to Si deposition, followed by Al deposition.

Reaction	$\Delta G^\circ_{1050^\circ\text{C}}$	NO.
$\text{NH}_4\text{Cl(s)} = \text{NH}_3\text{(g)} + \text{HCl(g)}$	$-161.8 \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}\right)$	(1)
$2\text{Al(s)} + 2\text{HCl(g)} = 2\text{AlCl(g)} + \text{H}_2\text{(g)}$	$-103.2 \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}\right)$	(2)
$\text{Si(s)} + 2\text{HCl(g)} = \text{SiCl}_2\text{(g)} + \text{H}_2\text{(g)}$	$-10.9 \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}\right)$	(3)
$3\text{AlCl(g)} = 2\text{Al(s)} + \text{AlCl}_3\text{(g)}$	$-48.9 \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}\right)$	(4)
$2\text{SiCl}_2\text{(g)} = \text{Si(s)} + \text{SiCl}_4\text{(g)}$	$-56.3 \left(\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}\right)$	(5)

### 3.2. Formation of aluminide coating

As illustrated in Figure 2, the cross-sectional SEM micrograph of sample O reveals a distinct dual-layer morphology comprising a continuous outer  $\beta$ -NiAl layer and a well-defined interdiffusion zone (IDZ). The thickness of the  $\beta$ -NiAl layer was 28.4  $\mu$ m, while the IDZ measured 17.1  $\mu$ m, resulting in a total coating thickness of 45.5  $\mu$ m.

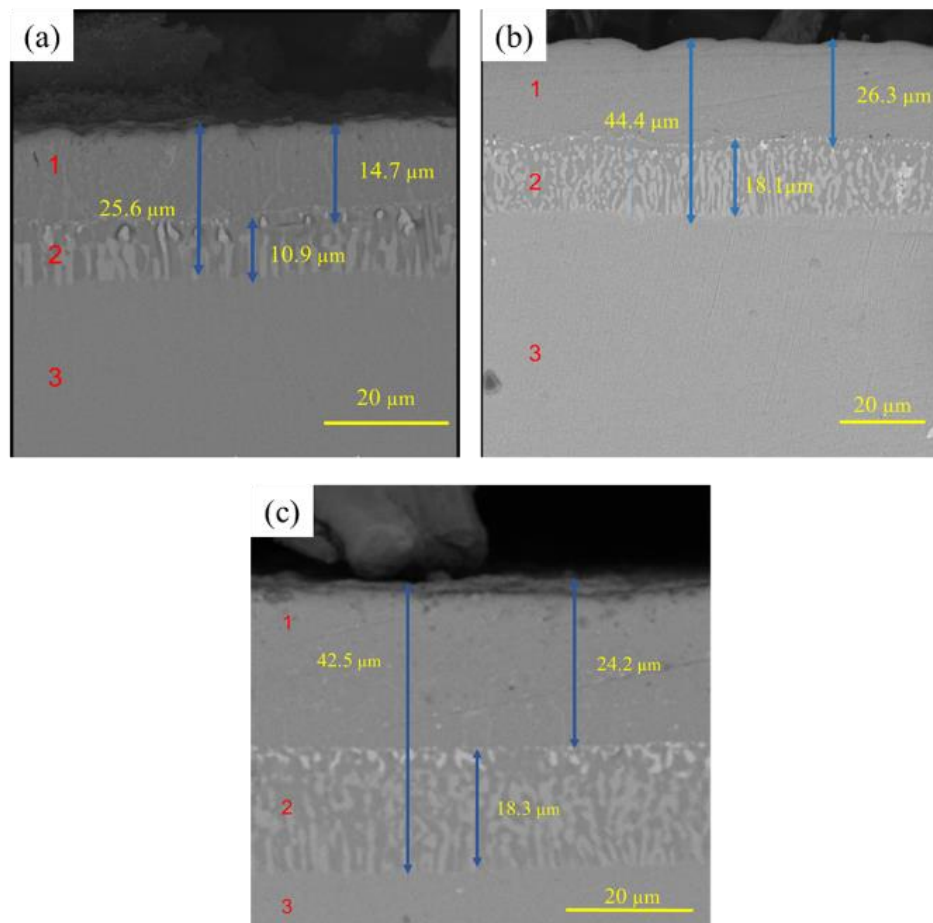


**Figure 2.** Cross-section of the coating formed in the out-of-pack cementation process with code O.

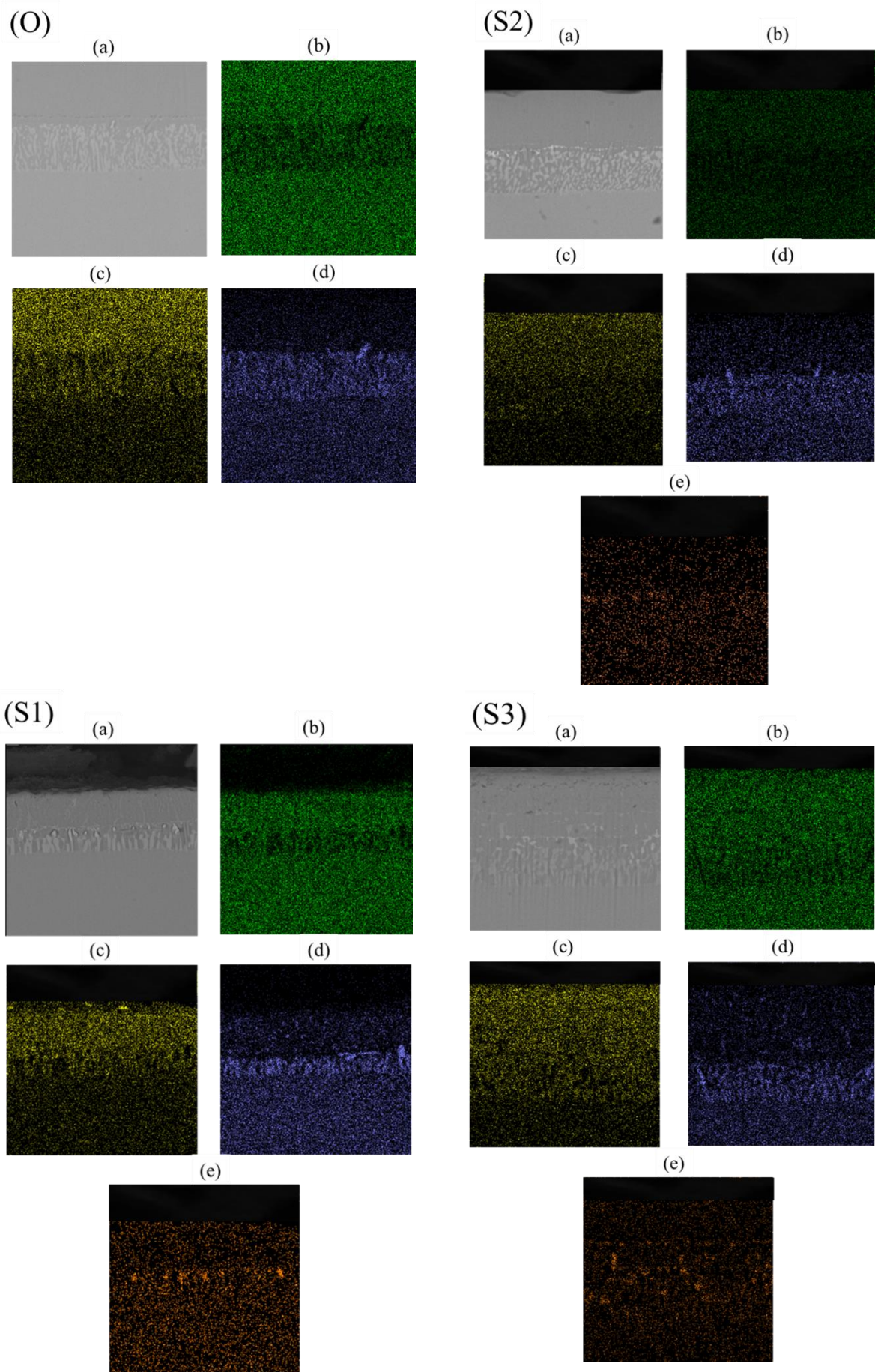
### 3.3. Formation of silicon-modified aluminide coating

The influence of silicon addition on coating morphology is presented in Figure 3. Increasing the Si content alters the coating thickness in a nonlinear manner, with total thicknesses ranging from 25.6 to 44.4  $\mu\text{m}$ . This variation indicates the competing effects of Si on diffusion kinetics, including reduced Al mobility and enhanced segregation of refractory elements.

The elemental distribution across the coating thickness is illustrated in Figure 4, which presents EDS mapping profiles for both aluminide and Si-modified coatings. Outward diffusion of Ni is dominant in all samples, which is consistent with the low aluminum activity of the process. In Si-containing coatings, Si enrichment is observed primarily in the inner regions of the coating rather than at the surface, supporting the proposed diffusion-intersection mechanism.



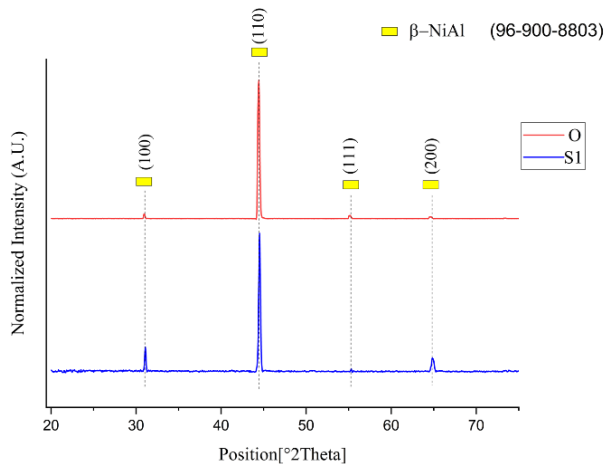
**Figure 3.** Cross-section of the coating formed in the out-of-pack process with different codes: a) sample S1, b) sample S2, c) sample S3.



**Figure 4.** Elemental distribution maps (EDS Mapping) of samples after coating: (a) Cross-sectional SEM micrographs, (b) Ni, (c) Al, (d) Cr, (e) Si.

### 3.4. X-ray diffraction analysis

XRD patterns for the coatings are presented in Figure 5. All samples exhibit  $\beta$ -NiAl as the primary phase. This observation is expected because, although silicon is present in the coatings, as confirmed by EDS, its concentration ranges from 1 to 3 wt.%, which is insufficient to promote the formation of detectable silicide phases. Consequently, no silicide peaks are observed in the XRD patterns.



**Figure 5.** X-ray diffraction pattern of plain (sample O) and silicon-modified (sample S1) aluminide coatings by the out-of-pack cementation process.

## 4. CONCLUSION

1. The low-activity process promoted outward Ni diffusion, resulting in a thick outer layer (14–28  $\mu\text{m}$ ) of ductile  $\beta$ -NiAl as the primary phase in all coatings.
2. Silicon addition nonlinearly affected coating thickness. High Si content (15 wt.%) limited growth kinetics due to the rapid formation of a Si-rich zone and the consumption of the activator for the formation of volatile Si chlorides, thereby reducing the partial pressure of Al chlorides.
3. Most importantly, unlike high-activity processes, silicon was mainly concentrated in the interdiffusion zone beneath the  $\beta$ -NiAl surface layer. This unique microstructure offers significant potential for improving mechanical properties, particularly by reducing brittleness and increasing toughness, since brittle phases are absent from the outer surface where cracks typically initiate.

## Acknowledgments

The authors would like to thank the laboratories of Iran University of Science and Technology for providing equipment and support for this research.

## REFERENCES

1. Azari Beni, A., & Rastegari, S. (2025). Microstructural investigation of low-activity and high-activity aluminide coatings fabricated by vapor phase aluminizing on IN792 superalloy. *Scientific Reports*, 15(1), 25284. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-10549-2>
2. Fu, C., Kong, W. K., & Cao, G. H. (2014). Microstructure and oxidation behavior of Al + Si co-deposited coatings on nickel-based superalloys. *Surface and Coatings Technology*, 258, 347–352. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.09.003>
3. Gudivada, G., & Pandey, A. K. (2023). Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications: Review.

*Journal of Alloys and Compounds*, 963, 171128.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171128>

4. Taghipour, M., Eslami, A., & Bahrami, A. (2022). High temperature oxidation behavior of aluminide coatings applied on HP-MA heat resistant steel using a gas-phase aluminizing process. *Surface and Coatings Technology*, 434, 128181. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128181>
5. Zhang, L., & Zhou, Y. (2023). Oxidation Behavior of Si-Modified Aluminide Coatings on K438 Superalloy Prepared Using a Hybrid Slurry/Pack Cementation Process. *Corrosion*, 79(1), 111–120. <https://doi.org/10.5006/4150>



مقاله‌ی کامل پژوهشی

## بررسی ریزساختار پوشش‌های آلومینایدی اصلاح‌شده با سیلیسیم روی سوپرآلیاژ IN792 با فرایند فعالیت پایین به روش سمانتاسیون خارج از پودر

علی آذری بنی<sup>۱</sup>، سعید رستگاری<sup>۲\*</sup>، مسعود هاشمی نیاسری<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> دانشجوی دکتری، دانشکده‌ی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

<sup>۲</sup> دانشیار، دانشکده‌ی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

تاریخچه‌ی مقاله:

ثبت اولیه: ۱۴۰۴/۱۲/۰۳

بازنگری: ۱۴۰۵/۰۳/۰۴

پذیرش قطعی: ۱۴۰۵/۰۳/۲۹

کلیدواژه‌ها:

سوپرآلیاژ پایه‌ی نیکل،

فرایند سمانتاسیون خارج از پودر،

پوشش‌های آلومینایدی اصلاح‌شده با

سیلیسیم،

فعالیت پایین آلومینیم

**چکیده** پوشش‌های آلومینایدی اصلاح‌شده با سیلیسیم علی‌رغم افزایش مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی داغ، به دلیل تمرکز فازهای ترد سیلیسایدی در سطح پوشش، چقرمگی پایینی دارند. در این پژوهش، فرایند سمانتاسیون خارج از پودر با فعالیت پایین آلومینیم (دمای ۱۰۵۰ درجه‌ی سلسیوس، زمان ۲۴۰ دقیقه، اتمسفر آرگون) برای رسوب هم‌زمان آلومینیم و سیلیسیم روی سوپرآلیاژ IN792 به کار گرفته شد. چهار مخلوط پودری با ۱۰ درصد وزنی آلومینیم ثابت و مقادیر متغیر سیلیسیم (صفر، ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد وزنی) استفاده شد. پوشش آلومینایدی ساده (نمونه‌ی O) ساختاری دو لایه با ضخامت کل ۴۵/۵ میکرومتر (لایه‌ی خارجی ۲۸/۴ میکرومتر و ناحیه‌ی نفوذ متقابل (IDZ) ۱۷/۱ میکرومتر را نشان داد. افزودن سیلیسیم به‌طور غیرخطی ضخامت کل را کاهش داد: نمونه‌ی S1 (۱۵ درصد وزنی سیلیسیم، ۲۵/۶ میکرومتر، بیشترین کاهش ضخامت)، نمونه‌ی S2 (۱۰ درصد وزنی سیلیسیم، ۴۴/۴ میکرومتر) و نمونه‌ی S3 (۵ درصد وزنی سیلیسیم، ۴۲/۵ میکرومتر). در همه‌ی نمونه‌ها، مکانیسم غالب رشد نفوذ رو به بیرون نیکل بود که توسط EDS Mapping تأیید شده است. برخلاف فرایندهای با فعالیت بالا، سیلیسیم عمدتاً در ناحیه‌ی IDZ متمرکز شد و در لایه‌ی سطحی حضور چشمگیری نداشت. این توزیع عدم مشاهده‌ی پیک‌های سیلیسایدی در الگوی XRD را توجیه می‌کند.



<https://doi.org/10.30501/jamt.2026.577423.1359>

URL: [https://www.jamt.ir/article\\_246045.html](https://www.jamt.ir/article_246045.html)

### ۱- مقدمه

برای بهبود عملکرد و افزایش طول عمر این قطعات، استفاده از پوشش‌های محافظتی به‌عنوان نوعی راهکار مهندسی مؤثر و ضروری شناخته شده است (Dryepontd et al., 2012; Pint et al., 2012).

در میان انواع مختلف پوشش‌های محافظتی، پوشش‌های آلومینایدی — به دلیل توانایی در تشکیل یک لایه‌ی محافظ، متراکم و پایدار از اکسید آلومینیم ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) در دماهای بالا — جایگاه ویژه‌ای دارند (Naderi et al., 2019). این لایه‌ی اکسیدی، که مانند سد نفوذی مؤثر عمل کرده و از نفوذ اکسیژن و سایر گونه‌های خورنده مانند ترکیبات گوگردی به داخل فلز پایه جلوگیری می‌کند، مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی را

سوپرآلیاژهای پایه‌ی نیکل به دلیل مقاومت بالا در برابر پدیده خزش و توانایی حفظ استحکام در دماهای بالا به‌عنوان گزینه‌های اصلی برای ساخت قطعات حیاتی در این کاربردها مانند پره‌های توربین در موتورهای جت و نیروگاه‌ها مطرح شده‌اند (Behera et al., 2023; Gudivada & Pandey, 2023). با این حال، عملکرد این آلیاژها در دماهای بسیار بالا (فراتر از ۱۰۰۰ درجه‌ی سلسیوس) و در معرض محیط‌های اکسیدکننده و خورنده با محدودیت‌های جدی مواجه است.

\*عهده‌دار مکاتبات: سعید رستگاری

نشانی: ایران، تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده‌ی مهندسی مواد و متالورژی

پیام‌نگار: [rastegari@iust.ac.ir](mailto:rastegari@iust.ac.ir)

دوغابی ایجاد می‌شوند، می‌توانند مقاومت در برابر اکسیداسیون دمای بالا و همچنین خوردگی داغ نوع دوم و پایداری حرارتی را به شکل قابل توجهی افزایش دهند (Yu et al., 2023; Zhang & Zhou, 2023). در فرایند رسوب هم‌زمان، پودرهای آلومینیم و سیلیسیم با نمک‌های  $\text{NH}_4\text{Cl}$  واکنش می‌دهند تا گونه‌های گازی  $\text{SiCl}_2$ ،  $\text{AlCl}$  و  $\text{SiH}_4\text{-yCl}_y$  (۴ یا ۳، ۲، ۱) را تشکیل دهند. در دماهای بالا، تنها گونه‌های  $\text{AlCl}$  و  $\text{SiCl}_2$  به‌طور مستقیم در انتقال و رسوب‌گذاری آلومینیم و سیلیسیم دخالت دارند. بنابراین، فشار جزئی آن‌ها می‌تواند برای رسوب‌گذاری آلومینیم و سیلیسیم استفاده شود. در واقع، در دماهای بالاتر از ۹۰۰ درجه‌ی سلسیوس، فشار بخارهای تعادلی  $\text{AlCl}$  و  $\text{SiCl}_2$  بالاتر از  $\text{SiCl}_4$ ،  $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$  و  $\text{SiHCl}_3$  هستند. گونه‌های کلریدی آلومینیم و سیلیسیم به سطح زیرلایه نفوذ می‌کنند و اتم‌های فعال آلومینیم و سیلیسیم را آزاد می‌کنند (Fu et al., 2014).

حضور سیلیسیم در ساختار پوشش می‌تواند به تشکیل سدی نفوذی در فصل مشترک بین پوشش و زیرلایه منجر شود که از نفوذ متقابل عناصر جلوگیری می‌کند و پایداری حرارتی پوشش را بهبود می‌بخشد. با وجود این، مهم‌ترین ضعف پوشش‌های آلومینیدی اصلاح‌شده با سیلیسیم افت خواص مکانیکی ناشی از تردی ذاتی فازهای سیلیسایدی (مانند سیلیسایدی کروم) است (Shirvani et al., 2002; Zhang & Zhou, 2023). در روش‌های معمول که از نفوذ هم‌زمان آلومینیم و سیلیسیم استفاده می‌شود، به دلیل اختلاف در ضریب نفوذ این دو عنصر، توزیع فازهای سیلیسایدی در ساختار پوشش مطلوب و یکنواخت نیست. سرعت نفوذ پایین‌تر سیلیسیم در مقایسه با آلومینیم باعث می‌شود که این فازهای ترد عمدتاً در ناحیه‌ی بیرونی پوشش متمرکز شوند. این توزیع نامناسب می‌تواند به تمرکز تنش و کاهش چقرمگی و انعطاف‌پذیری پوشش منجر شود (Nouri & Azadeh, 2019).

پوشش نفوذی سیلیسیم یک لایه‌ی  $\text{SiO}_2$  پیوسته محافظ روی سطح سوپرآلیاژها تحت محیط‌های خورنده ایجاد می‌کند. سیلیسیم مقاومت به خوردگی داغ پوشش آلومینیدی را با تسریع تشکیل  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  افزایش می‌دهد.  $\text{SiO}_2$ ، مستقل از بازی بودن

افزایش می‌دهد (Latief et al., 2015; Taghipour et al., 2022). پوشش‌های آلومینیدی معمولاً بر پایه‌ی ایجاد ترکیبی بین فلزی و غنی از آلومینیم، عمدتاً فاز  $\beta\text{-NiAl}$ ، بر روی سطح زیرلایه استوار هستند که این فاز مانند مخزن آلومینیم برای تشکیل و ترمیم لایه‌ی محافظ اکسیدی عمل می‌کند (Zielińska et al., 2013). این پوشش‌ها را می‌توان با استفاده از روش‌های متنوعی نظیر سماتاسیون بسته‌ای<sup>۱</sup> (Zhao et al., 2025) سماتاسیون خارج از پودر<sup>۲</sup> (Rezaee et al., 2021) روش دوغابی<sup>۳</sup> (Bakhtiary et al., 2025) و رسوب شیمیایی بخار<sup>۴</sup> (Xin et al., 2025) ایجاد کرد.

با وجود موفقیت‌های چشمگیر پوشش‌های آلومینیدی ساده، با افزایش روزافزون دمای کاری توربین‌ها و پیچیدگی شرایط محیطی، عملکرد آن‌ها نیز با محدودیت‌هایی مواجه شده است. به منظور بهبود بیشتر مقاومت این پوشش‌ها در برابر اکسیداسیون دمای بالا و پدیده‌ی مخرب خوردگی داغ، که در حضور نمک‌های مذاب و ترکیبات سولفیدی تشدید می‌شود، تلاش‌های گسترده‌ای برای اصلاح ترکیب شیمیایی آن‌ها انجام شده است (Sarraf et al., 2023). افزودن عناصر آلیاژی سوم نظیر پلاتین (Li et al., 2025)، کروم (Grégoire et al., 2019)، کبالت (Sarraf et al., 2024)، سیلیسیم (Azari Beni & Rastegari, 2025a; Shirvani & Esmaili, 2016) و عناصری فعال مانند زیرکونیم (Zare Mohazabie & Shahriari Nogorani, 2019) و هافنیم (Pint et al., 2010) به پوشش‌های آلومینیدی به‌عنوان راهکاری مؤثر برای ارتقای خواص آن‌ها شناخته شده است (Rooygari et al., 2025). عناصر فعال می‌توانند چسبندگی لایه‌ی اکسیدی را بهبود بخشند، از پوسته شدن آن در چرخه‌های حرارتی جلوگیری کنند و مقاومت در برابر حملات شیمیایی را افزایش دهند (Sarraf et al., 2023; Zare Mohazabie & Shahriari Nogorani, 2019).

در این میان، پوشش‌های آلومینیدی اصلاح‌شده با سیلیسیم، به دلیل مزایای متعدد و هزینه‌ی تمام‌شده‌ی مناسب، اهمیت ویژه‌ای دارند. تحقیقات نشان داده است که این پوشش‌ها، که معمولاً با استفاده از روش‌های سماتاسیون بسته‌ای یا روش

<sup>1</sup> Pack cementation

<sup>2</sup> Out-of-pack

<sup>3</sup> Slurry

<sup>4</sup> CVD

می‌کند. فرضیه‌ی اصلی این تحقیق آن است که، در چنین سیستمی، جریان نفوذی سیلیسیم به داخل با جریان نفوذی نیکل به خارج تلاقی می‌کند و به تشکیل منطقه‌ی غنی از سیلیسیم در نواحی داخلی‌تر پوشش منتهی خواهد شد. این بازآرایی ریزساختاری، که طی آن فازهای ترد سیلیسایدی در نواحی داخلی‌تر پوشش محبوس می‌شوند و یک لایه‌ی سطحی انعطاف‌پذیر  $\beta$ -NiAl آن‌ها را می‌پوشاند، پتانسیل آن را دارد که مشکل تردی را بدون قربانی کردن مزایای مقاومت به اکسیداسیون سیلیسیم به شکل مؤثری مرتفع سازد.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- مواد و آماده‌سازی نمونه

ابتدا یک پره‌ی توربین از جنس سوپرآلیاژ IN792 تهیه شد. سپس، تعدادی نمونه‌ی کوچک با ابعاد (۳×۱۰×۱۰) میلی‌متر با استفاده از دستگاه وایرکات از پره‌ی توربین بریده شد. ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ پایه‌ی نیکل IN792، که در جدول ۱ آمده است، با استفاده از طیف‌سنجی تفرق انرژی پرتو ایکس (EDS) تأیید شد و با مقادیر اسمی استاندارد مطابقت داشت.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ پایه‌ی نیکل IN792 (درصد)

وزنی

Ni	Rem.
B	۰/۱
Zr	۰/۱
Fe	۰/۵
Ta	۱/۸
Nb	۰/۹
W	۲/۶
Mo	۱/۷
C	۰/۱
Ti	۳/۲
Al	۳/۴
Co	۸/۵
Cr	۱۶

برای حذف لایه‌ی اکسیدی ناشی از فرایند برش و ایجاد سطحی صاف و عاری از هرگونه آلودگی، عملیات سنباده‌زنی چندمرحله‌ای بر روی سطح نمونه‌ها انجام شد. این فرایند با استفاده از کاغذ سنباده‌های کاربید سیلیسیم با دانه‌بندی متوالی از

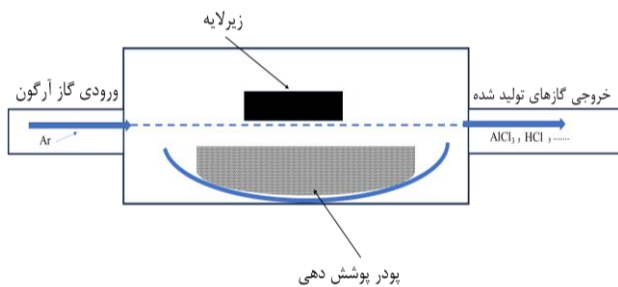
نمک، در نمک مخلوط مذاب  $\text{NaCl}$  و  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  پایدار است. در دمای ۷۰۰ درجه‌ی سلسیوس، مقاومت به خوردگی پوشش‌های آلومینایدی با افزایش سیلیسیم افزایش می‌یابد؛ زیرا سیلیسیم مانع از نفوذ عناصر خوردنده به داخل می‌شود. علاوه بر این، تشکیل سیلیسید باعث افزایش مقدار کروم می‌شود. در نتیجه، میزان فلاکسینگ  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  را کاهش می‌دهد و مقاومت به خوردگی داغ را افزایش می‌دهد. در دمای ۹۰۰ درجه‌ی سلسیوس، مقاومت به خوردگی با افزایش سیلیسیم در لایه‌ی بیرونی کاهش می‌یابد. از آنجایی‌که سرعت خوردگی پوشش تسریع می‌شود، آلومینیم به سرعت در دماهای بالا مصرف می‌شود. مقدار آلومینیم با مقدار سیلیسیم بالا کاهش می‌یابد و در نتیجه آلومینیم کافی برای تشکیل مجدد لایه‌ی  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  وجود ندارد. همچنین، افزودن سیلیسیم می‌تواند چسبندگی در سطح اکسید - پوشش را بهبود بخشد و از تشکیل NiO جلوگیری کند و سبب افزایش مقاومت به اکسیداسیون سیکلی پوشش آلومینایدی شود ([Meng et al., 2018](#)).

از پارامترهای کلیدی که بر ریزساختار و مکانیسم رشد پوشش در فرایند سماتاسیون بسته‌ای تأثیر می‌گذارد، فعالیت آلومینیم در مخلوط پودری است. در فرایندهای با فعالیت بالا، مکانیسم غالب نفوذ آلومینیم به داخل زیرلایه است که به تشکیل فازهای ترد و غنی از آلومینیم مانند  $\text{Ni}_2\text{Al}_3$  منجر می‌شود. در مقابل، در فرایندهای با فعالیت پایین ([Pauletti & d'Oliveira, 2018; Sarraf et al., 2025; Beni & Rastegari, 2026](#))، مکانیسم غالب نفوذ نیکل از زیرلایه به سمت خارج است. این مکانیسم مستقیماً به تشکیل فاز مطلوب و انعطاف‌پذیر  $\beta$ -NiAl (غنی از نیکل) منجر می‌شود که دارای چسبندگی بهتر و خواص مکانیکی برتر است ([Azari Beni & Rastegari, 2025b; Pedrizzetti et al., 2025](#)).

هدف این پژوهش بررسی امکان‌سنجی رسوب هم‌زمان آلومینیم و سیلیسیم با فعالیت پایین آلومینیم به روش سماتاسیون خارج از پودر و بررسی تأثیر مقدار سیلیسیم بر ریزساختار و توزیع فازی پوشش در سیستمی باز است تا خلأ تحقیقاتی موجود در این زمینه پر شود. با توجه به چالش تردی در پوشش‌های اصلاح‌شده با سیلیسیم، این پژوهش بهره‌گیری از یک فرایند سماتاسیون خارج از پودر با فعالیت پایین را به‌عنوان راهکاری نوین برای دستیابی به ریزساختاری بهینه‌تر پیشنهاد

این مرحله برای انجام آزمایش‌های مشخصه‌یابی استفاده شدند. جدول ۲ ترکیب چهار مخلوط پودری مجزای مورد استفاده برای فرایند پوشش‌دهی را شرح می‌دهد. انتخاب شرایط فعالیت پایین آلومینیم در این فرایند با هدف کنترل مکانیسم رشد پوشش و جلوگیری از تشکیل فازهای ترد غنی از آلومینیم انجام شد.

برای تضمین شرایط فعالیت پایین آلومینیم در فرایند سمانتاسیون خارج از پودر، چندین پارامتر تجربی به صورت هدفمند انتخاب شدند: ۱- کاهش مقدار آلومینیم در ترکیب پودری به ۱۰ درصد وزنی (درحالی‌که در فرایندهای فعالیت بالا معمولاً ۱۵-۲۰ درصد وزنی یا بیشتر آلومینیم به کار می‌رود). ۲- کاهش وزن کل پودر به ۳۰ گرم که نسبت سطح به حجم بستر پودری را کاهش می‌دهد و در نتیجه فشار جزئی گونه‌های هالیدی حامل آلومینیم را محدود می‌کند. ۳- استفاده از روش out-of-pack که در آن نمونه‌ها روی صفحه‌ی مشبک بالای بستر پودری قرار می‌گیرند و تماس مستقیم پودر با سطح وجود ندارد؛ در نتیجه انتقال آلومینیم تنها از طریق فاز گازی انجام می‌شود و نرخ رسوب کاهش می‌یابد. ۴- استفاده از جریان گاز آرگون در سیستم باز، که گازهای تولیدشده را از روی نمونه عبور می‌دهد و از محافظه خارج می‌کند. این مجموعه شرایط باعث می‌شود که مکانیسم غالب رشد نفوذ رو به بیرون نیکل و تشکیل فاز انعطاف‌پذیر  $\beta$ -NiAl باشد.



شکل ۱. شماتیک تجهیزات پوشش‌دهی

جدول ۲. ترکیب (درصد وزنی) مخلوط‌های پودری

شماره آزمایش	کد نمونه	Al	Si	NH <sub>4</sub> Cl	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
۱	O	۱۰	۰	۱/۶۷	۸۸/۳۳
۲	S1	۱۰	۱۵	۴/۱۷	۷۰/۸۳
۳	S2	۱۰	۱۰	۳/۳۴	۷۶/۶۶
۴	S3	۱۰	۵	۲/۵	۸۲/۵

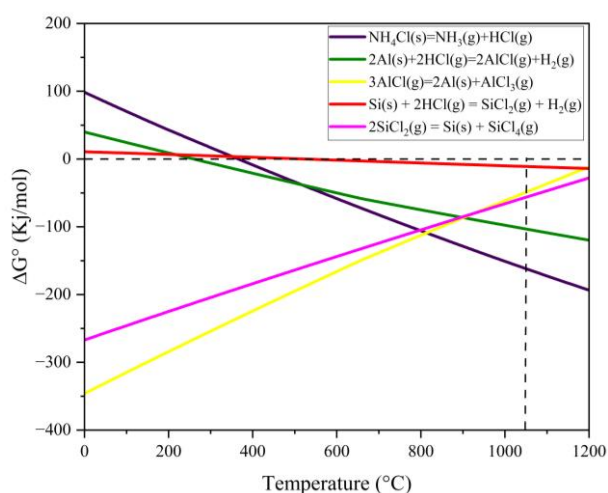
شماره ۸۰ تا ۱۰۰۰ انجام شد. استفاده از سنباده با دانه‌بندی زبر (شماره ۸۰) در مراحل اولیه، به منظور زدودن لایه‌ی اکسیدی ضخیم و ایجاد ناهمواری‌های اولیه ناشی از برش و ایرکات ضروری بود. در مراحل پایانی، استفاده از کاغذ سنباده با دانه‌بندی بسیار ریز (شماره ۱۰۰۰) با هدف حذف خراش‌های سطحی درشت ناشی از مراحل قبلی و دستیابی به سطحی نهایی با صافی مطلوب انجام شد. آماده‌سازی سطح با کیفیت بالا اهمیت ویژه‌ای دارد؛ زیرا وجود هرگونه ناهمواری یا خراش می‌تواند از تشکیل یکنواخت و چسبندگی مناسب پوشش جلوگیری کند. پس از اتمام فرایند سنباده‌زنی، نمونه‌ها به منظور زدودن ذرات ناشی از سنباده و سایر آلودگی‌های احتمالی، با استفاده از استون شست‌وشو داده شدند و در نهایت به‌وسیله‌ی جریان هوای گرم (ششوار) کاملاً خشک شدند.

## ۲-۲- روش پوشش‌دهی

به منظور اعمال پوشش آلومینیدی اصلاح‌شده با سیلیسیم، از فرایند سمانتاسیون خارج از پودر استفاده شد. ترکیب پودری مورد استفاده برای این فرایند از پودرهای آلومینیم (۲۰ میکرومتر)، سیلیسیم (۱۰ میکرومتر) و اکسید آلومینیم (۵۰ میکرومتر) به‌عنوان ماده‌ی پرکننده به همراه فعال‌کننده NH<sub>4</sub>Cl (گرید آزمایشگاهی) تهیه شد. وزن کل پودر مورد استفاده برای هر فرایند پوشش‌دهی ۳۰ گرم در نظر گرفته شد. فرایند پوشش‌دهی مطابق شکل ۱ در محفظه‌ای لوله‌ای شکل تحت اتمسفر محافظ آرگون انجام پذیرفت. پودر پوشش‌دهی آماده‌شده در داخل لوله قرار داده شد و زیرلایه‌های آماده‌سازی‌شده بر روی صفحه‌ای مشبک در بالای پودر قرار گرفتند. پس از بستن محکم رآکتور و برقراری جریان گاز آرگون با خلوص (۹۹/۹۹۹ درصد)، به منظور ایجاد محیطی خنثی و جلوگیری از اکسیداسیون نمونه‌ها و پودر در دماهای بالا، دمای کوره به تدریج افزایش یافت تا در مدت تقریبی ۱۰۵ دقیقه به دمای پوشش‌دهی در این دمای ثابت به مدت ۲۴۰ دقیقه (۴ ساعت) ادامه یافت تا امکان نفوذ عناصر پوشش‌دهنده به داخل زیرلایه و تشکیل لایه‌ی آلومینیدی با ترکیب و ضخامت مطلوب فراهم شود. پس از پایان فرایند پوشش‌دهی، نمونه‌ها در کوره و تحت اتمسفر آرگون تا دمای محیط خنک شدند. نمونه‌های پوشش‌دار نهایی پس از

### ۳-۲- مشخصه‌یابی

شکل ۲ وابستگی دمایی تغییر انرژی آزاد گیبس استاندارد ( $\Delta G^\circ$ ) را برای واکنش‌های کلیدی رسوب‌گذاری نشان می‌دهد و تأیید می‌کند که رسوب‌گذاری آلومینیم و سیلیسیم از نظر ترمودینامیکی در دمای ۱۰۵۰ درجه‌ی سلسیوس مطلوب است. منفی‌ترین تغییر انرژی آزاد گیبس استاندارد برای واکنش شیمیایی مربوط به رسوب‌گذاری Si و پس از آن Al است.



شکل ۲. تغییرات انرژی آزاد گیبس برحسب دما برای رسوب آلومینیم و سیلیسیم روی زیرلایه (در حالت تعادل)

### ۳-۲- بررسی تشکیل پوشش آلومینایدی ساده

شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع عرضی نمونه‌ای پوشش‌دهی شده با ترکیب پودری کد O را نشان می‌دهد. تصویر SEM نشان‌دهنده‌ی ساختار دو لایه‌ی متمایز در پوشش حاصل است که هریک دارای ضخامت‌های متفاوتی هستند. این ساختار دولایه، که از ویژگی پوشش‌های آلومینایدی نفوذی است، شامل یک لایه‌ی خارجی غنی از نیکل و یک لایه‌ی نفوذ متقابل است. ضخامت کلی این پوشش ۴۵/۵ میکرومتر است. ضخامت لایه‌ی خارجی (بالایی) ۲۸/۴ میکرومتر و ضخامت لایه‌ی داخلی (IDZ) ۱۷/۱ میکرومتر اندازه‌گیری شده است. جدول ۳ آنالیز عنصری مناطق مشخص شده در شکل ۳ را ارائه می‌دهد. این آنالیز درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل‌دهنده‌ی پوشش نظیر آلومینیم، نیکل و کروم را در لایه‌های مختلف پوشش نشان می‌دهد. حضور و توزیع این عناصر، به‌ویژه آلومینیم، نقشی کلیدی در تشکیل فازهای بین‌فلزی مانند  $\beta$ -NiAl پوشش ایفا می‌کند. این ساختار دولایه با حضور غالب فاز  $\beta$ -NiAl در لایه‌ی خارجی با نتایج گزارش شده در مطالعات مروری اخیر نیز همخوانی دارد که این فاز را عامل اصلی در افزایش

ریخت‌شناسی سطح مقطع پوشش آلومینایدی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM، TESCAN VEGA/XMU، جمهوری چک) مجهز به طیف‌سنجی تفرق انرژی پرتو ایکس (EDS) تحت ولتاژ شتاب‌دهنده‌ی ۲۰ کیلوولت بررسی شد. به منظور بررسی تجمع عناصر مختلف در پوشش از نقشه‌ی پرتو ایکس (EDS Mapping) استفاده شد. ترکیبات فازی سطح پوشش آلومینایدی با استفاده از طیف‌سنج پراش پرتو ایکس (Bourestnik DRON-8، روسیه) با تابش  $Cu-K\alpha$  شناسایی شدند. اسکن‌ها از ۱۰ تا ۸۰ درجه با سرعت ۴ درجه در دقیقه انجام شد. نتایج XRD با استفاده از نرم‌افزار شناسایی فاز X'Pert (نسخه‌ی ۳/۰) با پایگاه‌های داده PDF2-2013 و COD-2016 ارزیابی شدند. محاسبات ترمودینامیکی با استفاده از نرم‌افزار HSC Chemistry انجام شد.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بحث ترمودینامیکی

برای اثبات امکان‌پذیری نظری این فرایند، تحلیلی ترمودینامیکی از واکنش‌های کلیدی در دمای ۱۰۵۰ درجه‌ی سلسیوس با استفاده از نرم‌افزار HSC Chemistry انجام شد. این تحلیل تأیید می‌کند که فرایند رسوب هم‌زمان آلومینیم و سیلیسیم از نظر ترمودینامیکی خودبه‌خودی است. طبق واکنش‌های ۱ تا ۳، فعال‌کننده‌ی هالید ( $NH_4Cl$ ) درون محفظه‌ی پودر گرم‌شده تجزیه می‌شود و گاز HCl تولید می‌کند که سپس با پودرهای منبع عنصری واکنش می‌دهد و کلریدهای فلزی گازی تشکیل می‌دهد. این کلریدها به‌عنوان واسطه‌ی انتقال عمل می‌کنند و عناصر پوشش را به سطح زیرلایه حمل می‌کنند (واکنش ۴ و ۵).

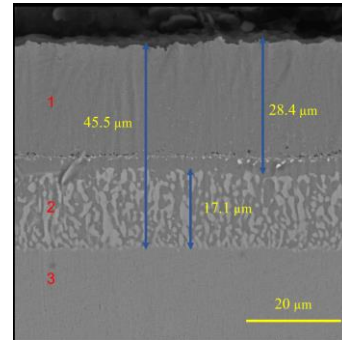
واکنش	شماره	$\Delta G_{1050^\circ C}^\circ$
$NH_4Cl(s) = NH_3(g) + HCl(g)$	(۱)	$-161.8 \left(\frac{kJ}{mol}\right)$
$2Al(s) + 2HCl(g) = 2AlCl(g) + H_2(g)$	(۲)	$-103.2 \left(\frac{kJ}{mol}\right)$
$Si(s) + 2HCl(g) = SiCl_2(g) + H_2(g)$	(۳)	$-10.9 \left(\frac{kJ}{mol}\right)$
$3AlCl(g) = 2Al(s) + AlCl_3(g)$	(۴)	$-48.9 \left(\frac{kJ}{mol}\right)$
$2SiCl_2(g) = Si(s) + SiCl_4(g)$	(۵)	$-56.3 \left(\frac{kJ}{mol}\right)$

میکرومتر و ضخامت لایه‌ی داخلی نفوذی ۱۰/۹ میکرومتر است که مجموعاً ضخامت کلی پوشش ۲۵/۶ میکرومتر را نشان می‌دهد. در تصویر (ب)، این مقادیر به ترتیب ۲۶/۳ میکرومتر برای لایه‌ی خارجی، ۱۸/۱ میکرومتر برای لایه‌ی داخلی نفوذی و ۴۴/۴ میکرومتر برای ضخامت کلی پوشش هستند. در نهایت، تصویر (پ) ضخامت لایه‌ی خارجی را ۲۴/۲ میکرومتر، لایه‌ی داخلی نفوذی را ۱۸/۳ میکرومتر و ضخامت کلی پوشش را ۴۲/۵ میکرومتر نشان می‌دهد. این تنوع در ضخامت‌ها نشان‌دهنده‌ی تأثیرپذیری فرایند پوشش‌دهی به ترکیب پودر پوشش‌دهی است. جداول ۴، ۵ و ۶ آنالیز عنصری مناطق مشخص شده در شکل ۴ را ارائه می‌دهد. این آنالیز درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل‌دهنده‌ی پوشش نظیر آلومینیم، نیکل، سیلیسیم و کروم را در لایه‌های مختلف پوشش، که در تصویر SEM مشخص شده‌اند، نشان می‌دهد.

تغییرات مشاهده‌شده در ضخامت پوشش‌های اصلاح‌شده با سیلیسیم نشان‌دهنده‌ی تأثیر پیچیده‌ی این عنصر بر سینتیک فرایند پوشش‌دهی است. نتایج نشان می‌دهد که ضخامت پوشش با افزایش درصد سیلیسیم در مخلوط پودری روندی غیرخطی را طی می‌کند. نمونه‌ی S1 (با بالاترین مقدار سیلیسیم، ۱۵ درصد وزنی) دارای کمترین ضخامت است، درحالی‌که نمونه‌های S2 و S3 (با مقادیر کمتر سیلیسیم، ۱۰ و ۵ درصد وزنی) ضخامت‌های به مراتب بیشتری را نشان می‌دهند که به ضخامت پوشش آلومیناییدی ساده (نمونه‌ی O) نزدیک‌تر است.

در نمونه‌ی S1 با غلظت بالای سیلیسیم، این سد نفوذی به‌سرعت در مراحل اولیه‌ی فرایند در فصل مشترک پوشش و زیرلایه تشکیل می‌شود و به‌طور مؤثر نفوذ آلومینیم به داخل و نفوذ نیکل به خارج را محدود می‌کند. این امر به گُند شدن سینتیک رشد پوشش و در نتیجه تشکیل لایه‌ی نازک‌تر منجر می‌شود. در مقابل، در نمونه‌های S2 و S3 با مقادیر کمتر سیلیسیم، تشکیل این لایه سدکننده‌ای کندتر یا تخلخل بیشتری دارد که به فرایندهای نفوذی اجازه می‌دهد مدت طولانی‌تری ادامه یابند و پوشش ضخیم‌تری را ایجاد کنند. بنابراین، موازنه‌ای دقیق بین مقدار سیلیسیم و سینتیک رشد وجود دارد که ضخامت نهایی پوشش را کنترل می‌کند. این پدیده‌ی تشکیل سد نفوذی توسط سیلیسیم و تأثیر آن بر کاهش ضخامت پوشش با نتایج گزارش‌شده توسط شیروانی و همکاران (Shirvani et al., 2002)

مقاومت به اکسیداسیون و حفظ خواص مکانیکی معرفی کرده‌اند (Kopec, 2024).



شکل ۳. سطح مقطع پوشش تشکیل‌شده در فرایند سمانتاسیون خارج از پودر با کد O

آنالیز EDS از ناحیه‌ی ۱ (لایه خارجی) در نمونه‌ی O، غلظت نیکل و آلومینیم را به ترتیب ۵۹/۸ و ۲۶/۲ درصد وزنی نشان می‌دهد که معادل نسبت اتمی تقریبی ۱:۱ است (آلومینیم: ۴۶/۶ درصد اتمی، نیکل: ۴۵/۷ درصد اتمی). این موضوع تشکیل فاز استوکیومتری  $\beta$ -NiAl را که توسط آنالیز XRD نیز تأیید شد اثبات می‌کند.

جدول ۳. درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل‌دهنده‌ی مناطق مختلف پوشش با کد O (مناطق در شکل ۳ مشخص شدند)

عناصر موجود در منطقه	۱	۲	۳
Al	۲۶/۲	۱۱/۳	۵/۱
Ni	۵۹/۸	۴۷/۶	۵۷/۶
Si	۰	۰	۰
Cr	۵/۶	۲۲/۴	۱۷/۲
Co	۴/۸	۷/۷	۸/۳
Ti	۱/۷	۲/۵	۳/۴
W	۱/۳	۵/۲	۵/۵
Mo	۰/۶	۳/۳	۲/۹

۳-۳- بررسی تشکیل پوشش آلومیناییدی اصلاح‌شده با سیلیسیم

شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع عرضی را برای سه نمونه‌ی پوشش‌دهی‌شده با کد S1، S2 و S3 نشان می‌دهد. همان‌طور که در اندازه‌گیری‌های ارائه‌شده در سه تصویر (الف)، (ب) و (پ) مشخص است، ضخامت کلی پوشش و همچنین ضخامت لایه‌های خارجی و داخلی نفوذی متفاوت است. در تصویر (الف)، ضخامت لایه‌ی خارجی ۱۴/۷

جدول ۴. درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل دهنده مناطق مختلف

پوشش با کد S1 (مناطق در شکل ۴ مشخص شدند)

عناصر موجود در منطقه	۱	۲	۳
Al	۲۵/۴	۱۲/۵	۵/۸
Ni	۵۷/۲	۴۸/۲	۵۸/۲
Si	۱/۷	۲/۳۷	۱/۶
Cr	۵/۳	۲۰/۴	۱۷/۵
Co	۴/۵	۶/۳	۶/۱
Ti	۲/۱	۲/۴	۲/۶
W	۳/۴	۵/۲	۵/۸
Mo	۰/۴	۲/۷	۲/۴

جدول ۵. درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل دهنده مناطق مختلف

پوشش با کد S2 (مناطق در شکل ۴ مشخص شدند)

عناصر موجود در منطقه	۱	۲	۳
Al	۲۴/۷	۱۰/۹	۵/۴
Ni	۵۹/۳	۴۷/۵	۵۶/۳
Si	۱/۱	۱/۷	۰/۹
Cr	۵/۴	۲۲/۸	۱۷/۶
Co	۴/۹	۷/۲	۸/۱
Ti	۱/۷	۲/۵	۳/۱
W	۲/۴	۴/۸	۶/۳
Mo	۰/۵	۲/۶	۲/۳

جدول ۶. درصد وزنی عناصر اصلی تشکیل دهنده مناطق مختلف

پوشش با کد S3 (مناطق در شکل ۴ مشخص شدند)

عناصر موجود در منطقه	۱	۲	۳
Al	۲۳/۸	۹/۴	۴/۹
Ni	۵۹/۵	۴۶/۸	۵۷/۲
Si	۰/۹	۱/۵	۰/۸
Cr	۵/۳	۲۳/۴	۱۷/۹
Co	۴/۸	۹/۵	۸/۶
Ti	۱/۶	۲/۳	۲/۹
W	۳/۵	۴/۷	۵/۴
Mo	۰/۶	۲/۴	۲/۳

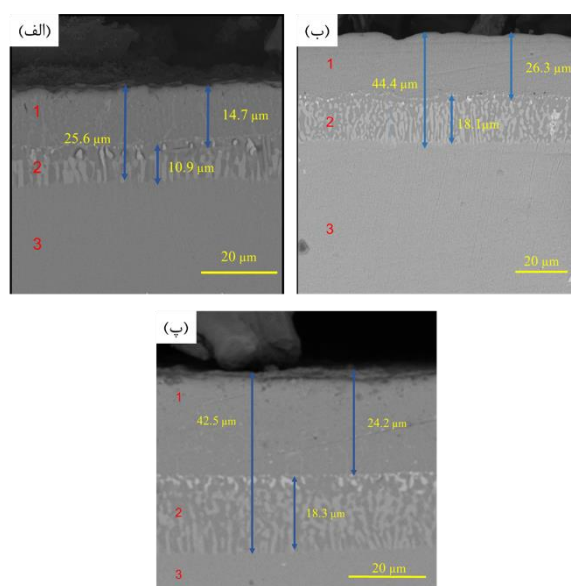
شکل ۵ نقشه‌های توزیع عنصری (EDS Mapping) را برای

نمونه‌های پوشش داده شده نمایش می‌دهد. در تمام نمونه‌ها،

در سیستم‌های مشابه همخوانی دارد، هرچند مکانیسم رشد در آن تحقیقات از نوع فعالیت بالا بوده است.

علاوه بر تشکیل سد نفوذی فیزیکی، دلیل دیگر کاهش ضخامت در نمونه‌ی S1 را می‌توان به ترمودینامیک فاز گازی نسبت داد. در این فرایند، انتقال جرم از طریق هالیدهای فلزی انجام می‌شود. حضور مقادیر بالای سیلیسیم در پودر به رقابت ترمودینامیکی بین سیلیسیم و آلومینیم برای واکنش با گاز فعال‌کننده HCl منجر می‌شود. تشکیل هالیدهای فرار سیلیسیم (مانند  $SiCl_4$ ) بخشی از فعال‌کننده را مصرف می‌کند و در نتیجه فشار جزئی هالیدهای آلومینیم ( $AlCl_x$ ) را در اتمسفر کوره کاهش می‌دهد. این کاهش در فشار جزئی نیروی محرکه‌ی فرایند رسوب را تضعیف می‌کند و به کند شدن سینتیک رشد پوشش منجر می‌شود.

ریزساختار لایه‌ی نفوذ متقابل (IDZ)، که در ناحیه‌ی ۲ مشاهده می‌شود، از دو فاز اصلی تشکیل شده است. براساس آنالیز EDS، فاز روشن غنی از عناصر سنگین و دیرگداز موجود در زیرلایه مانند تنگستن (W)، مولیبدن (Mo) و کروم (Cr) است. این عناصر به دلیل نفوذ آهسته‌تر در طی فرایند نفوذ نیکل به بیرون در این ناحیه باقی می‌مانند و رسوب می‌کنند. فاز زمینه‌ی تیره‌تر در این ناحیه عمدتاً از فاز  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) و فازهای غنی از نیکل تشکیل شده است که نشان‌دهنده‌ی نفوذ متقابل عناصر است.



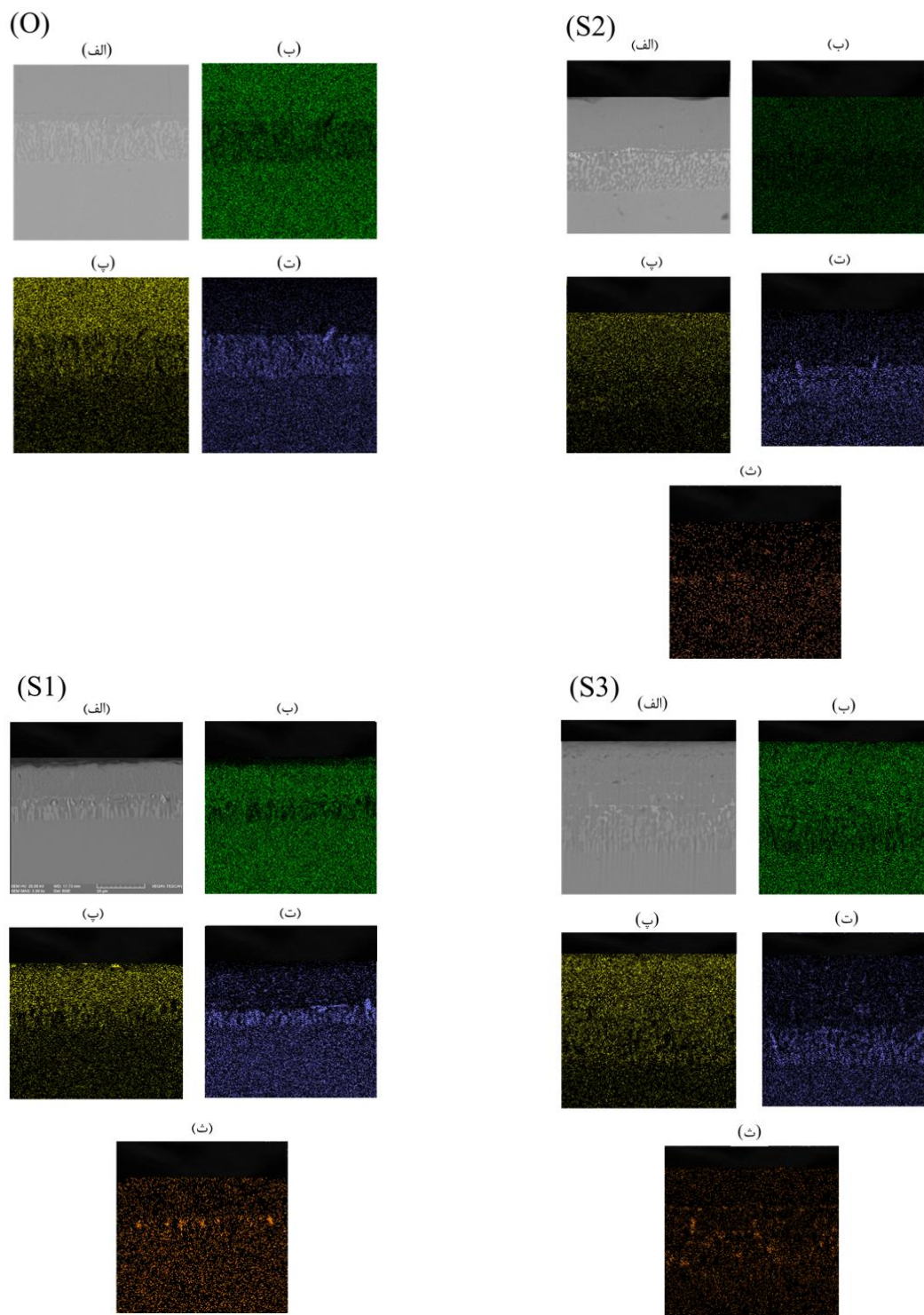
شکل ۴. سطح مقطع پوشش تشکیل شده در فرایند سمانتاسیون

خارج از پودر با کدهای مختلف: الف) نمونه با کد S1، ب) نمونه با

کد S2 و پ) نمونه با کد S3

سیلیسیم (نارنجی) در پوشش‌های آلومینایدی اصلاح‌شده با سیلیسیم است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، سیلیسیم برخلاف فرایندهای با فعالیت بالا در لایه‌ی خارجی پوشش حضور چشمگیری ندارد. در عوض، این عنصر عمدتاً در لایه‌ی نفوذ متقابل و در مرز بین لایه‌ی خارجی و این ناحیه متمرکز شده است. این ناحیه دقیقاً جایی است که جریان نفوذی آلومینیم و

لایه‌ی خارجی (ناحیه‌ی ۱) غنی از آلومینیم (زرد) و نیکل (سبز) است که نشان‌دهنده‌ی تشکیل فاز  $\beta$ -NiAl است. با حرکت به سمت زیرلایه، غلظت نیکل افزایش و غلظت آلومینیم کاهش می‌یابد که مؤید مکانیسم رشد مبتنی بر نفوذ نیکل به بیرون است. ناحیه‌ی نفوذ متقابل با حضور عناصر آلیاژی زیرلایه به‌ویژه کروم (آبی) مشخص می‌شود. نکته‌ی کلیدی در این نقشه‌ها توزیع



شکل ۵. نقشه‌های توزیع عنصری نمونه‌های پوشش‌داده‌شده: الف) تصویر SEM مقطع عرضی، ب) نیکل، پ) آلومینیم، ت) کروم، ث)

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، پوشش‌های آلومینایدی اصلاح‌شده با سیلیسیم با موفقیت بر روی سوپراآلیاژ پایه‌ی نیکل IN792 با استفاده از فرایند سمانتاسیون خارج از پودر مبتنی بر مکانیسم فعالیت پایین تولید شدند. نتایج مشخصه‌یابی ریزساختاری به یافته‌های کلیدی زیر منجر شد:

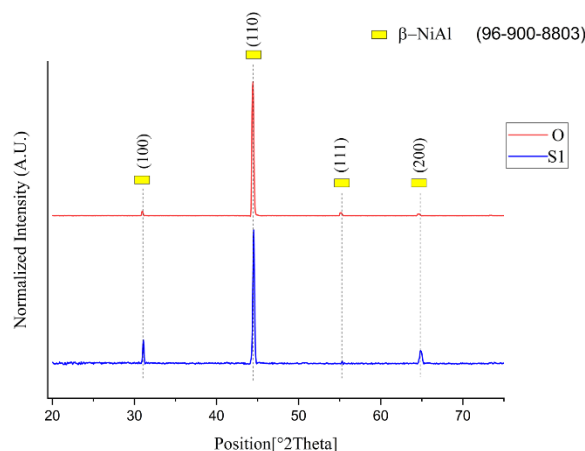
- فرایند با فعالیت پایین رشد پوشش را از طریق نفوذ نیکل به بیرون پیش می‌برد که به تشکیل یک لایه‌ی خارجی ضخیم (بین ۱۴ تا ۲۸ میکرومتر) از فاز مطلوب و انعطاف‌پذیر  $\beta$ -NiAl منجر می‌شود. این فاز زمینه‌ی اصلی در تمامی پوشش‌ها شناسایی شد.
- افزودن سیلیسیم به مخلوط پودری تأثیر غیرخطی بر ضخامت پوشش دارد. مقادیر بالای سیلیسیم (۱۵ درصد وزنی)، به دلیل دو عامل هم‌زمان، سینتیک رشد را محدود می‌کند: اول، تشکیل منطقه‌ای غنی‌شده از سیلیسیم در فصل مشترک که مانع نفوذ عناصر می‌شود و، دوم، مصرف بخشی از فعال‌کننده‌ی گازی برای تشکیل هالیدهای فرار سیلیسیم که فشار جزئی هالیدهای آلومینیم را کاهش می‌دهد.
- مهم‌ترین دستاورد این تحقیق کنترل توزیع مکانی فازهای حاوی سیلیسیم است. برخلاف فرایندهای متداول با فعالیت بالا، در این روش، سیلیسیم عمدتاً در لایه‌ی نفوذ متقابل و در زیرلایه‌ی سطحی  $\beta$ -NiAl متمرکز می‌شود. این ریزساختار منحصربه‌فرد پتانسیل بالایی برای بهبود خواص مکانیکی به‌ویژه کاهش تردی و افزایش چقرمگی پوشش دارد؛ زیرا فازهای ترد در سطح خارجی، که مستعد جوانه‌زنی ترک هستند، قرار ندارند.

تلفیق این دو رویکرد مهندسی راهکاری مؤثر برای غلبه بر چالش تردی ذاتی پوشش‌های آلومیناید-سیلیسایدی ارائه می‌دهد. برای تکمیل این پژوهش، انجام آزمون‌های مکانیکی مانند نانوفرورفتگی<sup>۱</sup> و ارزیابی عملکرد پوشش‌ها در آزمون‌های اکسیداسیون چرخه‌ای و خوردگی داغ ضروری است. این رویکرد مسیری نوین برای مهندسی ریزساختار پوشش‌های

سیلیسیم از سطح به داخل با جریان نفوذی نیکل و کروم از زیر لایه به خارج تلاقی می‌کند. این توزیع مزیت مهندسی بسیار مهمی به شمار می‌رود؛ زیرا لایه‌ی خارجی که در تماس مستقیم با محیط کاری قرار دارد عمدتاً از فاز انعطاف‌پذیر  $\beta$ -NiAl تشکیل شده است.

#### ۴-۳- بررسی فازهای تشکیل‌شده در پوشش

نتایج آزمون XRD در شکل ۶، حضور فاز اصلی و مطلوب  $\beta$ -NiAl را در هر دو نوع پوشش (ساده و اصلاح‌شده) به‌وضوح تأیید می‌کند. این فاز، به‌عنوان مخزن اصلی آلومینیم، مسئول تشکیل لایه‌ی محافظ  $Al_2O_3$  در دماهای بالا است. بااین‌حال، علی‌رغم تأیید حضور سیلیسیم در ناحیه‌ی پوشش توسط آنالیز EDS، هیچ پیکی مربوط به فازهای سیلیسایدی در الگوی پراش مشاهده نشد. این اتفاق قابل‌پیش‌بینی است؛ زیرا هرچند EDS وجود سیلیسیم را در پوشش تأیید می‌کند، اما درصد وزنی آن در لایه‌ی سطحی  $\beta$ -NiAl بین ۱ تا ۳ درصد است که برای تشکیل فازهای بلوری سیلیساید کافی نیست. از سوی دیگر، عمق نفوذ پرتو XRD حدود ۵ تا ۱۰ میکرومتر است، درحالی‌که ضخامت لایه‌ی  $\beta$ -NiAl بیش از ۱۴ میکرومتر است. بنابراین، پرتو به ناحیه‌ی غنی از سیلیسیم نمی‌رسد. بنابراین، پرتوهای ایکس عمدتاً در همین لایه‌ی سطحی انعطاف‌پذیر جذب می‌شود و به ناحیه‌ی نفوذ متقابل زیرین، که سیلیسیم در آن متمرکز است، نمی‌رسند. این موضوع فقدان پیک‌های سیلیسایدی را در الگوهای XRD بیشتر توجیه می‌کند.



شکل ۶. الگوی پراش پرتو ایکس پوشش‌های آلومینایدی ساده (نمونه‌ی O) و اصلاح‌شده با سیلیسیم (نمونه‌ی S1) با فرایند سمانتاسیون خارج از پودر

<sup>1</sup> Nano-indentation

12. Li, M., Peng, H., & Guo, H. (2025). High-throughput composition screening of Pt-modified aluminide coating for corrosion resistance in molten Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-NaCl salts at 900°C. *Surface and Coatings Technology*, 505, 132071. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2025.132071>
13. Meng, X., Yuwen, P., Shao, W., Qu, W., & Zhou, C. (2018). Cyclic oxidation behaviour of Co/Si co-doped β-NiAl coating on nickel based superalloys. *Corrosion Science*, 133, 112–119. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.01.032>
14. Naderi, M., Farvizi, M., Shirvani, K., & Rahimipour, M. R. (2019). Cyclic oxidation behavior of uncoated and aluminum-rich nickel aluminide coated Rene-80 super alloy. *Advanced Ceramics Progress*. <https://doi.org/10.30501/acp.2018.92925>
15. Nouri, S., & Azadeh, M. (2019). Microstructural investigation of the coatings prepared by simultaneous aluminizing and siliconizing process on γ-TiAl. *Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy*, 55(2), 217–225. <https://doi.org/10.2298/JMMB180814021N>
16. Pauletti, E., & d'Oliveira, A. S. C. M. (2018). Study on the mechanisms of formation of aluminized diffusion coatings on a Ni-base superalloy using different pack aluminizing procedures. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 36(4). <https://doi.org/10.1116/1.5026272>
17. Pedrizzetti, G., Genova, V., Scrinzi, E., Bottacchiaro, R., Conti, M., Paglia, L., & Bartuli, C. (2025). Slurry Aluminizing Mechanisms of Nickel-Based Superalloy and Applicability for the Manufacturing of Platinum-Modified Aluminide Coatings. *Coatings*, 15(7), 822. <https://doi.org/10.3390/coatings15070822>
18. Pint, B. A., Dryepondt, S., Put, A. R. V., & Zhang, Y. (2012). Mechanistic-Based Lifetime Predictions for High-Temperature Alloys and Coatings. *JOM*, 64(12), 1454–1460. <https://doi.org/10.1007/s11837-012-0474-2>
19. Pint, B. A., Haynes, J. A., & Besmann, T. M. (2010). Effect of Hf and Y alloy additions on aluminide coating performance. *Surface and Coatings Technology*, 204(20), 3287–3293. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.03.040>
20. Rezaee, B., Rastegari, S., & Eyvazjamadi, H. (2021). Formation mechanism of Pt-modified aluminide coating structure by out-of-the-pack aluminizing. *Surface Engineering*, 37(3), 343–350. <https://doi.org/10.1080/02670844.2020.1741212>
21. Rooygari, P., Bakhtiary, O., Alizadeh, Z., Sarraf, S., & Soltanieh, M. (2025). Microstructure Evaluation of IN625 Aluminide Coatings Produced by Reactive Air Aluminizing (RAA) Process: Impact of Temperature and Process Duration. *JOM*, 77(11), 8368–8384. <https://doi.org/10.1007/s11837-025-07600-y>
22. Sarraf, S. H., Soltanieh, M., & Rastegari, S. (2023). Reactive air aluminizing of a nickel-based superalloy (IN738LC): Coating formation mechanism. *Surface and Coatings Technology*, 456, 129229. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129229>
23. Sarraf, S., Rastegari, S., & Soltanieh, M. (2024). Deposition of a low-activity type cobalt-modified aluminide coating by slurry aluminizing of a pre-Co-electroplated Ni-based superalloy (IN738LC). *Journal of Materials Research and Technology*, 30, 1183–1193. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.03.132>
24. Sarraf, S., Soltanieh, M., & Rastegari, S. (2025). Isothermal oxidation performance at 1000 °C of two different aluminide coatings deposited by the reactive air aluminizing (RAA) method on a nickel-based superalloy (IN738LC). *Journal of Alloys and Compounds*, 1010, 178123. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.178123>
25. Shirvani, K., & Esmaili, H. (2016). Interface Thermal Stability Diffusion Aluminide and Silicon Aluminide Coatings with Ni-Based Superalloy GTD-111. *Journal of Advanced Materials and Technologies*, 4(3), 33–37. <https://doi.org/10.30501/jamt.2637.70305>
26. Shirvani, K., Saremi, M., Nishikata, A., & Tsuru, T. (2002). The role of Silicon on Microstructure and High Temperature Performance of Aluminide Coating on Superalloy In-738LC. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 43(10), 2622–2628. <https://doi.org/10.2320/matertrans.43.2622>

چندجزئی ارائه می‌دهد و می‌تواند به طراحی نسل جدیدی از سیستم‌های حفاظتی با عمر خستگی حرارتی و دوام بالاتر در توربین‌های گازی و موتورهای هوافضا منجر شود.

## سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله بر خود لازم می‌دانند از همکاری آزمایشگاه‌های دانشگاه علم و صنعت ایران، که با فراهم کردن تجهیزات و حمایت‌های مورد نیاز ما را در انجام این پژوهش یاری رساندند، سپاسگزاری کنند.

## منابع

1. Azari Beni, A., & Rastegari, S. (2025a). Influence of Composition and Process Parameters on Aluminide Coatings Thickness: An Explainable Machine Learning-Assisted Approach. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering, Research Paper Vol. 22*(, No. 3), Pp. 91–103. <https://doi.org/10.22068/ijmse.4057>
2. Azari Beni, A., & Rastegari, S. (2025b). Microstructural investigation of low-activity and high-activity aluminide coatings fabricated by vapor phase aluminizing on IN792 superalloy. *Scientific Reports*, 15(1), 25284. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-10549-2>
3. Bakhtiary, O., Sarraf, S., & Soltanieh, M. (2025). Microstructure evaluation of Si-modified aluminide coatings on IN625 deposited by slurry aluminizing process. *Surface and Coatings Technology*, 495, 131592. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2024.131592>
4. Behera, A., Sahoo, A. K., & Mahapatra, S. S. (2023). Application of Ni-based superalloy in aero turbine blade: A review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*. <https://doi.org/10.1177/09544089231219104>
5. Beni, A. A., & Rastegari, S. (2026). Mechanism Reversion from Outward to Inward Diffusion in Gas-Phase Aluminizing: The Effect of Powder Composition on Coatings for IN792 Superalloy. *Vacuum*, 115491. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2026.115491>
6. Dryepondt, S., Pint, B., & Zhang, Y. (2012). Effect of Coating on the Durability at High Temperature of Fe and Ni-based Alloys. *CORROSION* 2012 (1–8). <https://doi.org/10.5006/C2012-01668>
7. Fu, C., Kong, W. K., & Cao, G. H. (2014). Microstructure and oxidation behavior of Al + Si co-deposited coatings on nickel-based superalloys. *Surface and Coatings Technology*, 258, 347–352. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.09.003>
8. Grégoire, B., Bonnet, G., & Pedraza, F. (2019). Mechanisms of formation of slurry aluminide coatings from Al and Cr microparticles. *Surface and Coatings Technology*, 359, 323–333. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.11.077>
9. Gudivada, G., & Pandey, A. K. (2023). Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications: Review. *Journal of Alloys and Compounds*, 963, 171128. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171128>
10. Kopec, M. (2024). Recent Advances in the Deposition of Aluminide Coatings on Nickel-Based Superalloys: A Synthetic Review (2019–2023). *Coatings*, 14(5), 630. <https://doi.org/10.3390/coatings14050630>
11. Latief, F. H., Sherif, E. S. M., & Kakehi, K. (2015). Role of Aluminide Coating on Oxidation Resistance of Ni-Based Single Crystal Superalloy at 900°C. *International Journal of Electrochemical Science*, 10(2), 1873–1882. [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)05118-0](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)05118-0)

27. Taghipour, M., Eslami, A., & Bahrami, A. (2022). High temperature oxidation behavior of aluminide coatings applied on HP-MA heat resistant steel using a gas-phase aluminizing process. *Surface and Coatings Technology*, 434, 128181. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128181>
28. Xin, S., Su, B., Li, Q., & Tang, C. (2025). Numerical Study on Chemical Vapor Deposition of Aluminide Coatings. *Coatings*, 15(8), 974. <https://doi.org/10.3390/coatings15080974>
29. Yu, H., Fan, Q., Li, J., Ma, D., Gong, J., & Sun, C. (2023). Effect of Si addition to improve the performance of type II and type I hot corrosion resistance of aluminide coating. *Corrosion Science*, 212, 110937. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110937>
30. Zare Mohazabie, M. S., & Shahriari Nogorani, F. (2019). The addition of zirconium to aluminide coatings: The effect of the aluminide growth mode. *Surface and Coatings Technology*, 378, 125066. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125066>
31. Zhang, L., & Zhou, Y. (2023). Oxidation Behavior of Si-Modified Aluminide Coatings on K438 Superalloy Prepared Using a Hybrid Slurry/Pack Cementation Process. *Corrosion*, 79(1), 111–120. <https://doi.org/10.5006/4150>
32. Zhao, Y., Zhou, K., Xin, X., Zeng, X., Guo, X., & Qiao, Y. (2025). Microstructure and oxidation behavior of the aluminized coating on K447A nickel-based superalloy prepared by AlF<sub>3</sub>-activated pack cementation. *Surface and Coatings Technology*, 510, 132236. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2025.132236>
33. Zielińska, M., Zagula-Yavorska, M., Sieniawski, J., & Filip, R. (2013). Microstructure and Oxidation Resistance of an Aluminide Coating on the Nickel Based Superalloy Mar M247 Deposited by the CVD Aluminizing Process. *Archives of Metallurgy and Materials*, 58(3), 697–701. <https://doi.org/10.2478/amm-2013-0057>