



# Experimental Study on the Functionally Graded Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coating Created on AA 5xxx Series for Wear Resistance Improvement by Pulse-Electrodeposition Method

## ARTICLE INFO

### Article Type

Original Research

### Authors

Jashnani H.R.<sup>\*1</sup> MSc,  
Rahimi M.R.<sup>2</sup> MSc,  
Karimzadeh A.<sup>3</sup> PhD,  
Ettelaei M.<sup>2</sup> MSc

### How to cite this article

Jashnani H.R, Rahimi M.R, Karimzadeh A, Ettelaei M. Experimental Study on the Functionally Graded Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coating Created on AA 5xxx Series for Wear Resistance Improvement by Pulse-Electrodeposition Method. Modares Mechanical Engineering. 2019;19(2):293-302.

<sup>1</sup>Air Traffic Engineering Department, Flight Faculty, Shahid Sattari Aeronautical University of Science & Technology, Tehran, Iran

<sup>2</sup>Metallurgy and Material Engineering Department, Engineering Faculty, University of Tehran, Tehran, Iran

<sup>3</sup>Materials Science Department, Engineering Faculty, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

### \*Correspondence

Address: Shahid Sattari Aeronautical University of Science & Technology, Safari Avenue, Southern Mehrabad, Tehran, Iran. Postal Code: 1384661331

Phone: +98 (21) 64032229

Fax: +98 (21) 66693442

jashnani@ssau.ac.ir

### Article History

Received: July 23, 2018

Accepted: October 07, 2018

ePublished: February 01, 2019

## ABSTRACT

The properties such as weak wear resistance and low hardness of aluminum alloys have limited their use in various industries. In this research, it has been attempted to improve the mechanical and tribological properties of these materials by deposition of nickel-phosphorous-alumina functionally graded coating. Functionally graded coatings have been produced by a gradual change in the chemical composition and content of the nanoparticle, using continuous change in pulse parameters such as duty cycle and frequency during the coating process. So, the effect of the duty cycle and frequency has been investigated. Two types of coatings have been created with a gradual decrease in the duty cycle of 90% to 30% and a pulse frequency of 50 to 500 Hz. The result shows that the effect of frequency on the amount of phosphorus and nanoparticles is negligible, and it has mainly affected on grain size. However, in nanocomposite coats, the gradual decrease of duty cycle has led to an increase in the amount of phosphorus (5.3% to 15.5 wt. %) and alumina nanoparticles (0.7% to 2.6 wt. %) from the substrate to the top surface. With the gradual changes in chemical and microstructure, the adhesion of the coating to the substrate has improved. The results of micro-hardness have also shown that the creation of functionally graded coatings using duty cycle variation has a higher hardness than the one produced by frequency changing. Also, based on the results of the pin test on a disk against abrasive steel 52100, the wear resistance of functionally graded coatings has improved compared to single-layer coatings.

**Keywords** Aluminum Alloy; Electrodeposition; Ni-P; Duty Cycle; Pulse

## CITATION LINKS

[1] Dry sliding wear of discontinuously ... [2] Seizure resistance of cast aluminum ... [3] Dry sliding wear of ... [4] Surface engineering of light alloys: ... [5] The effects of structural relaxation and crystallization on ... [6] The relationship between hardness and abrasive ... [7] Corrosion resistance and lubricated sliding wear ... [8] A novel electrodeposited Ni-P gradient deposit for ... [9] Relationships among crystallographic structure, ... [10] The friction and wear of electroless Ni-P ... [11] Influence of the heat treatment on the abrasive ... [12] The fabrication, characterization and ... [13] Direct and pulse current electrodeposition of Ni-W-TiO<sub>2</sub> ... [14] A functionally gradient nano-Ni-Co/SiC composite coating ... [15] Tribological performance of Ni-Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayer... [16] Electrochemical tailoring of ternary Ni-W-Co ... [17] Electrodeposition of Ni-Fe and Ni-Fe- ... [18] Study on functionally graded Zn-Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings ... [19] Corrosion and wear properties of Zn-Ni and Zn-Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ... [20] Electrodeposition of Ni-Mo and Ni-Mo-(nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ... [21] Optimising number of layers of pulse electrodeposited ... [22] Age-hardening mechanism for nanocrystalline Ni-P ... [23] Pulse electrodeposition of Ni-P matrix composite ... [24] The influence of pulse plating parameters on the hardness ... [25] Effects of pulse electrodeposition parameters on the properties ... [26] Effect of pulse electrodeposition parameters on the properties ... [27] Pulse electrodeposited nickel using sulphamate electrolyte ... [28] Microstructure-corrosion resistance relationship of direct and pulse ... [29] Preparation and corrosion resistance of pulse ... [30] Fabrication of Ni-Co-SiC composite coatings by pulse ... [31] Electrochemical and materials science ... [32] Electrochemical phase formation and growth: An introduction ... [33] Electrodeposition of Ni-W-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite coating with ... [34] Electrodeposited nanocrystalline Ni-Co and Co-Ni-P coatings ... [35] The electrodeposition and characterisation of low-friction ... [36] Wear response of composition-modulated multilayer ... [37] Friction and wear behavior of zirconium oxide ... [38] Sensitivity of  $\mu$  of friction materials to load and speed ... [39] Effect of load and sliding speed on wear and friction ... [40] Wear behavior of Al/CMA-Type Al3Mg2 nanocomposites fabricated ...

## بررسی تجربی پوشش گرادایانی نیکل- فسفر- آلومینا روی آلومینیم سری 5xxx با روش آبکاری الکتریکی پالسی به منظور بهبود مقاومت سایشی

حمیدرضا جشنانی \* MSc

گروه مهندسی هوافضا، دانشکده پرواز، دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری، تهران، ایران

محمدرضا رحیمی MSc

گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تهران، تهران، ایران

عبدالسلام کریمزاده PhD

گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

مریم اطاعی MSc

گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تهران، تهران، ایران

### چکیده

سختی کم و مقاومت به سایش پایین آلیاژهای آلومینیم کاربردهای آنها را در صنایع مختلف با محدودیت همراه کرده است. در این کار تحقیقی سعی شده است که با ایجاد پوشش گرادایانی نیکل- فسفر- آلومینا، خواص مکانیکی سطحی و سایشی این آلیاژها بهبود داده شود. برای این منظور با اعمال پیوسته و تغییر تدریجی پارامترهای پالس مانند چرخه کاری و فرکانس حین فرآیند پوشش دهی، پوشش‌های گرادایانی با تغییر تدریجی ترکیب شیمیایی و محتوای نانوذره ایجاد شده است. برای این منظور اثر چرخه کاری و فرکانس بررسی شده است. دو دسته پوشش با تغییر تدریجی چرخه کاری از ۹۰ تا ۳۰٪ و فرکانس پالس از ۵۰ تا ۵۰۰ هرتز ایجاد شده است. نتایج نشان داده است که تغییرات فرکانس تاثیر چندانی روی میزان فسفر و نانوذره نداشته و بیشتر روی اندازه دانه تاثیر داشته است. با این حال کاهش تدریجی چرخه کاری منجر به افزایش میزان فسفر و نانوذره از زیرلایه به سمت سطح شده است. در پوشش‌های نانوکامپوزیتی، میزان فسفر از ۵/۳٪ وزنی تا حدود ۱۵/۵٪ وزنی و نانوذره آلومینا از ۱۷٪ وزنی تا ۲۶٪ وزنی تغییر کرده و با تغییرات تدریجی پیوستگی پوشش به زیرلایه و چسبندگی آن بهبود پیدا کرده است. نتایج میکروسختی نیز نشان داد که ایجاد پوشش‌های گرادایانی با استفاده از چرخه کاری نسبت به فرکانس مقادیر سختی بالاتری داشته است. همچنین براساس نتایج آزمون بین روی دیسک در مقابل ساینده فولادی ۵۲۱۰۰، مقاومت به سایش پوشش‌های گرادایانی نسبت به پوشش‌های تک‌لایه بهبود پیدا کرده است.

**کلیدواژه‌ها:** آلیاژ آلومینیم، آبکاری الکتریکی، نیکل- فسفر، چرخه کاری، پالس

تاریخ دریافت: ۹۷/۰۵/۰۱

تاریخ پذیرش: ۹۷/۰۷/۱۵

\* نویسنده مسئول: jashnani@ssau.ac.ir

### ۱- مقدمه

خواص سطحی، تعیین‌کننده طول عمر کاری قطعات در بسیاری از کاربردهای مهندسی است. آلیاژهای آلومینیم نسبت استحکام به وزن مناسب و مقاومت به خوردگی عالی دارند. به همین دلیل به میزان زیادی در صنعت خودروسازی و هواپیمایی استفاده می‌شود. با این وجود در محیط‌های در معرض سایش، قطعاتی که از آلومینیم و آلیاژهای آن ساخته شده‌اند، خواص سایشی و فرسایشی نسبتاً ضعیفی از خود نشان داده‌اند و باعث تخریب ناگهانی آن در شرایط خسارت‌آور سایشی و فرسایشی مخصوصاً در محیط‌های فاقد ماده روان‌کار شده است [1, 2]. از این رو سعی شده است با اصلاح ترکیب شیمیایی مانند استفاده از گروه‌های مقاوم‌تر یا اصلاح خواص سطحی با استفاده از مهندسی سطح، مقاومت به سایش این مواد بهبود داده شود. از جمله پارامترهای تاثیرگذار روی رفتار سایشی مواد شامل ترکیب شیمیایی، ریزساختار، سختی و عوامل دیگری مانند جنس ساینده و دما هستند [3].

نرخ سایش آلیاژهای آلومینیم اگر چه در مواردی توسط کامپوزیت‌های زمینه آلومینیمی این موضوع بهبود داده شده، اما اغلب هزینه ساخت قطعات از مواد کامپوزیتی بالا است. یک روش بسیار موثر و با هزینه قابل قبول، بهبود خواص سطحی آلیاژهای آلومینیم مرسوم با استفاده از مهندسی سطح و اعمال پوشش‌های مقاوم به سایش است. از جمله روش‌های مختلفی که برای بهبود خواص سطحی آلومینیم و آلیاژهای آن استفاده می‌شوند، عبارت از آندایزینگ، عملیات اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی (PEO)، پاشش حرارتی، پاشش سرد، عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی، اصلاح سطح با استفاده از لیزر و آبکاری الکتریکی [4] هستند که روش آبکاری الکتریکی به دلیل آسانی روش و کم‌هزینه بودن نسبت به دیگر روش‌ها از اهمیت بالایی برخوردار است. پوشش‌های آبکاری الکتریکی برای اهداف مقاومت به سایش شامل پوشش‌های نیکل- کبالت، نیکل- تنگستن، نیکل- فسفر، نیکل- بور، کبالت- تنگستن و کبالت- فسفر به‌عنوان پوشش‌های دوتایی هستند. از پوشش‌های کروم سخت نیز می‌توان استفاده نمود، اما این نوع پوشش‌ها به دلیل مشکلات زیست‌محیطی توصیه نمی‌شود. پوشش‌های حاوی فسفر به‌عنوان پوشش‌های مناسب برای کاربردهای مقاوم به سایش هستند. پوشش‌های نیکل- فسفر هم مقاومت به خوردگی خوب [5] و هم مقاومت به سایش عالی [6] دارند. ضریب اصطکاک پوشش‌های نیکل- فسفر در شرایط سایش خشک و در برابر ساینده‌های مختلف مانند فولاد ساده کربنی، فولاد انباز با پوشش Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> و TiN از محدوده ۰/۴۵-۰/۷ قرار دارد [7-10]. سختی این پوشش‌ها در محدوده ۸۰۰-۶۰۰۰ کوپیکرز است. با عملیات حرارتی، سختی تا حدود ۱۲۰۰ کوپیکرز (به دلیل ایجاد فازهای بین فلزی Ni<sub>3</sub>P) افزایش می‌یابد، اما تردی بالا و کاهش یکنواختی در این پوشش‌ها بعد از عملیات حرارتی، کاربرد آنها را محدود کرده است. این موضوع در پوشش‌های با ضخامت بالاتر و در شرایط کاری با سرعت بالا و نیروی سنگین بحرانی است و باعث ترک خوردن پوشش می‌شود [11]. این موضوع را می‌توان به تنش‌های موجود در پوشش هم نسبت داد. با این حال مشکل ترک خوردن این پوشش‌ها در ضخامت‌های بالاتر و بهبود مقاومت به سایش آنها با روش‌های اصلاحی مانند ایجاد پوشش‌های گرادایانی بهبود یافته است.

تعبیه ذرات سخت سرامیکی در زمینه فلزی و آلیاژی و ایجاد پوشش‌های نانوکامپوزیت منجر به بهبود سختی و مقاومت به سایش می‌شود [12]. پوشش‌های نانوکامپوزیت را می‌توان با استفاده از جریان مستقیم (DC)، جریان پالسی (PC) و پالس معکوس رسوب داد [13]. بهبود خواص در این پوشش‌ها به پارامترهای پالس (چگالی جریان، فرکانس و چرخه کاری)، اندازه و توزیع ذرات سرامیکی و ترکیب الکترولیت بستگی دارد. برخی تحقیقات نشان داده است که ذرات سرامیکی در پوشش‌های کامپوزیتی باعث می‌شود تا چسبندگی پوشش به زیرلایه کاهش یابد و همچنین به دلیل عدم تطابق ساختاری در فصل مشترک پوشش/زیرلایه منجر به تمرکز تنش بالا و ازهم‌گسیختگی فصل مشترک شود، در نتیجه مقاومت به سایش آن به‌طور قابل ملاحظه‌ای کاهش یابد. برای جلوگیری از این اثر، پوشش‌های با ساختار گرادایانی تولید شده‌اند. در این پوشش‌ها برخی ویژگی‌ها مانند ترکیب و ساختار به‌صورت گرادایانی در امتداد ضخامت پوشش تغییر می‌کند، در نتیجه در خواص پوشش در امتداد ضخامت نیز تغییر ایجاد می‌شود. در این پوشش‌ها تغییر ترکیب به‌صورت تدریجی بوده و ناگهانی نیست، در نتیجه پوسته‌پوسته شدن و

به منظور ایجاد پوشش روی بهتر از زینکاته دومرحله‌ای استفاده شد. عملیات زینکاته پوشش‌ها با توجه به استاندارد ASTM B 253 انجام شده و دلیل انتخاب زینکاته دومرحله‌ای، ایجاد رسوب زینکاته یکنواخت‌تر همراه با تخلخل و عیوب کمتر است. این موضوع روی خواص پوشش‌های اعمال شده روی آلومینیم از جمله چسبندگی، خواص مکانیکی، خواص سایشی و رفتار خوردگی تاثیرگذار خواهد بود. زینکاته تک‌مرحله‌ای به این دلیل انتخاب نشد که باعث ایجاد لایه‌ای ضخیم با چسبندگی ضعیف و یکنواختی کم می‌شود. رسوب‌های حاصل از این دو روش در بخش نتایج بررسی و مقایسه شده است. برای این منظور نمونه‌ها در مرحله اول به مدت ۳۰ ثانیه در محلول زینکاته، غوطه‌ور، سپس با آب شسته و به مدت ۵ ثانیه در محلول اسیدنیتریک ۵۰٪ حجمی غوطه‌ور شدند. در مرحله دوم بلافاصله نمونه‌ها دوباره به مدت ۱۵ ثانیه در مرحله زینکاته فرو برده شدند.

#### ۲-۴- پوشش‌دهی نمونه‌ها

بعد از عملیات زینکاته، نمونه‌ها بلافاصله داخل محلول آبکاری قرار گرفتند. ترکیب شیمیایی محلول و شرایط آبکاری در جدول ۳ آمده است. برای تامین جریان آبکاری از یک تولیدکننده جریان مستقیم استفاده شد. یک مبدل پالسی، جریان مستقیم خروجی از منبع جریان را به جریان پالسی (به شکل موج مربع) تبدیل می‌کرد. pH محلول در محدوده ۲-۱/۸ توسط آمونیوم هیدروکسید سولفوریک اسید ۲۰٪ حجمی تنظیم شد. شکل ۱ تصویر TEM نانوذرات آلومینای به کار برده شده در این مطالعه را نشان می‌دهد. به منظور پراکنده کردن نانوذرات در الکترولیت و جلوگیری از آگلومره شدن آنها در حمام آبکاری، هم‌زدن مغناطیسی به مدت ۲۴ ساعت با سرعت ۳۰۰ rpm انجام شد، سپس به مدت یک ساعت در شرایط امواج آلتراسونیک با توان ۲۵۰ وات و فرکانس ۲۰ کیلوهرتز قرار گرفت. دمای محلول حدود ۵۰°C نگه داشته شد. فاصله آند از کاتد ۲ cm و برای جلوگیری از آگلومره شدن نانوذرات طی فرآیند از هم‌زدن مغناطیسی با سرعت ۱۵۰ rpm استفاده شد.

#### جدول ۳) ترکیب حمام آبکاری نیکل-کیالت-فسفر

ترکیب حمام (g/l)	
۲۰۰	NiSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O
۵	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O
۱۲	NiCO <sub>3</sub> .H <sub>2</sub> O
۲۵	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>
۲۰	اسیدفسفروس (H <sub>3</sub> PO <sub>3</sub> )
۰/۵	SDS
۲۰	نانوذره آلومینا (g/l)
شرایط	
۱۵A.dm <sup>2</sup>	چگالی جریان
۶۰°C	دما
۲	pH
۱۰۰Hz	فرکانس
۳۰-۹%	چرخه کاری کاتدی
۱۰%	چرخه کاری آندی



شکل ۱) تصویر TEM از مورفولوژی نانوذرات Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> مورد استفاده برای ایجاد پوشش نانوکامپوزیت

لایه‌لایه شدن در این پوشش‌ها کاهش می‌یابد. پوشش‌های گرادیدانی با استفاده از روش‌های گوناگون مانند PVD، CVD، پوشش پلاسمایی و آبکاری تولید شده‌اند. با استفاده از روش آبکاری با جریان مستقیم می‌توان به آسانی پوشش‌های گرادیدانی را با استفاده از تغییر چگالی جریان، نرخ چرخش و مقدار ذرات در الکترولیت ایجاد کرد. تغییر چگالی جریان، تاثیر زیادی روی میزان ذرات سرامیکی موجود در پوشش‌های کامپوزیتی و به تبع آن روی خواص پوشش دارد [14].

در این تحقیق پوشش‌های گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا با استفاده از روش آبکاری پالسی و تغییر پیوسته پارامترهای پالس مانند چرخه کاری و فرکانس پالس، ایجاد و در ادامه سختی و رفتار سایشی این پوشش‌ها ارزیابی و با فلز زیرلایه مقایسه شده است.

#### ۲- مواد و روش تحقیق

##### ۲-۱- زیرلایه و مواد مورد استفاده

آلیاژ مورد استفاده به عنوان فلز پایه در این تحقیق، آلیاژ آلومینیم ۵۰۸۳ به شکل ورق و با ضخامت ۳ میلی‌متر بوده و ترکیب شیمیایی این آلیاژ آلومینیم در جدول ۱ نشان داده شده است. برای ایجاد محلول‌ها از مواد لازم برای حمام‌های زینکاته و حمام واتس اصلاح شده حاوی اسیدفسفروس استفاده شده است.

#### جدول ۱) ترکیب شیمیایی آلیاژ آلومینیم مورد استفاده

عنصر	Si	Fe	Cu	Mn	Mg
wt. (%)	۰/۴	۰/۴	۰/۱	۰/۱	۰/۹
عنصر	Zn	Ti	Cr	Al	Zn
wt. (%)	۰/۲۵	۰/۱۵	۰/۲۵	باقی	۰/۲۵

##### ۲-۲- آماده‌سازی نمونه‌ها

نمونه‌ها به شکل مستطیل با ابعاد ۳×۲۰×۱۰۰ mm برش داده شدند. برای بهبود عملیات پوشش‌دهی گوشه‌ها و لبه‌ها با سنباده، گرد شدند. سپس نمونه‌ها با کاغذ سنباده ۴۰۰ تا ۱۲۰۰ پرداخت سطحی شدند. در مرحله بعد با استون چربی‌گیری انجام شد و سپس توسط آب شست‌وشو داده شدند. قبل از آبکاری و به منظور از بین بردن لایه اکسید طبیعی تشکیل شده روی سطح، زیرلایه‌های آلومینیمی ابتدا در محلول ۴۲ گرم بر لیتر سدیم هیدروکسید در دمای ۶۵°C به مدت ۲۰ ثانیه قرار گرفتند. سپس نمونه‌ها توسط آب دیونیزه شده شسته و به مدت ۵ ثانیه در محلول اسیدنیتریک ۵۰٪ حجمی، غوطه‌ور و در نهایت در آب مقطر شسته شدند.

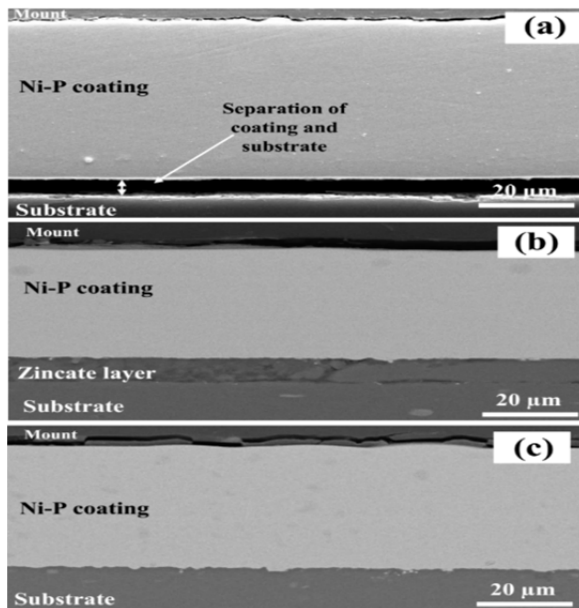
##### ۲-۳- عملیات زینکاته

بعد از مراحل آماده‌سازی نمونه‌ها و قبل از آبکاری الکتریکی، یک مرحله پیش‌عملیات لازم است. هدف از انجام این مرحله حذف هم‌زمان لایه اکسید آلومینیم و اعمال لایه‌ای از فلز روی به روش غوطه‌وری برای اعمال پوشش آبکاری اصلی و ایجاد چسبندگی مطلوب بین پوشش و زیرلایه است. برای این منظور بعد از مرحله قرارگیری نمونه‌ها در محلول اسیدنیتریک، نمونه‌ها بلافاصله داخل حمام زینکاته در دمای ۲۵°C غوطه‌ور شدند. ترکیب شیمیایی حمام زینکاته در جدول ۲ آمده است.

#### جدول ۲) ترکیب شیمیایی حمام زینکاته استفاده شده

ماده	مقدار (g/l)
سدیم هیدروکسید	۲۵۰
اکسید روی	۱۰۰
کلرید آهن شش‌آبه	۰/۱
نمک راشل (سدیم پتاسیم تارتارات)	۱۰

مقطع نمونه‌های پوشش‌داده‌شده در شرایط مختلف آماده‌سازی سطح آلیاژ آلومینیم در شکل ۳ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود، در نمونه‌ای که عملیات زینکاته روی آن انجام نشده است (شکل ۳- a). چسبندگی پوشش به زیرلایه ضعیف بوده و در اثر عملیات مکانیکی برش نمونه جدا شده است. در واقع این موضوع به دلیل لایه غیرفعال اکسید آلومینیم موجود در سطح زیرلایه است که از ایجاد چسبندگی مناسب بین پوشش و زیرلایه جلوگیری می‌کند. در شکل ۳- b شرایط عملیات زینکاته تک‌مرحله در مدت زمان ۲ دقیقه و محلول غلیظ زینکاته حاوی ۵۰۰g/l اکسید روی نشان داده شده است. مطابق با این شکل، لایه واسطه فلز روی تشکیل شده روی سطح بسیار ضخیم بوده و دارای تخلخل فراوان است. این موضوع برای اعمال پوشش اصلی روی آن نامطلوب بوده، بنابراین لازم است شرایط بهینه به منظور اعمال لایه زینکاته حاصل شود. برای این منظور زمان غوطه‌وری کاهش داده شد و حمام رقیق‌تر حاوی ۲۰۰g/l اکسید روی مورد استفاده قرار گرفت. علاوه بر این موارد از روش زینکاته دومرحله‌ای استفاده شد. در شکل ۳- c، پوشش حاصل از آماده‌سازی توسط حمام زینکاته دومرحله‌ای نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود این لایه دارای ضخامت بسیار کمی است. احتمالاً این لایه در حد نانومتری تشکیل شده باشد که در تصویر قابل مشاهده نیست. چسبندگی عالی پوشش به زیرلایه آلومینیمی بعد از برش مکانیکی نمونه بیانگر وجود لایه فلز روی نازک و بدون عیب در فصل مشترک پوشش/زیرلایه است. این لایه نازک میزان لایه روی لازم برای رسوب پوشش اصلی را فراهم می‌کند.

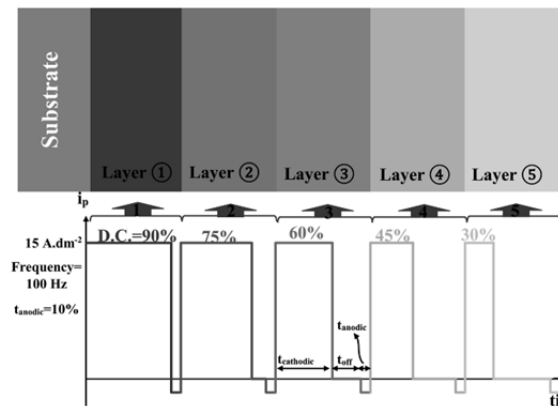


شکل ۳) سطح مقطع پوشش‌های نیکل- فسفر در شرایط آماده‌سازی مختلف؛ (a) بدون انجام عملیات زینکاته، (b) با عملیات زینکاته تک‌مرحله‌ای و (c) عملیات زینکاته دومرحله‌ای

### ۲-۳- ریزساختار و ترکیب شیمیایی پوشش گرادپانی

در شکل ۴ ریزساختار حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی پوشش گرادپانی نیکل- فسفر (Ni-P) و نیکل- فسفر- آلومینا (Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) نشان داده شده است. برای مقایسه خواص، پوشش‌های تک‌لایه نیکل- فسفر- آلومینا نیز رسوب داده شده‌اند. این پوشش‌های گرادپانی براساس تغییر پیوسته چرخه کاری از ۹۰ تا ۳۰٪ در فرکانس پالس ثابت ۱۰۰هرتز ایجاد شده‌اند. انتخاب

پوشش‌های نانوکامپوزیت گرادپانی Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> با ۵ لایه مطابق با شکل ۲ اعمال شد. در این قسمت پارامتر چرخه کاری کاندی با ثابت‌نگه‌داشتن فرکانس در مقدار ثابت ۱۰۰هرتز به‌طور پیوسته از اولین لایه به سمت بیرون در ۵ مرحله طبق شکل ۲ کاهش یافت. در این پوشش‌ها در لایه‌های پیوسته چرخه کاری آندی ثابت و برابر با ۱۰٪ در نظر گرفته شد. برای این پوشش‌ها به این دلیل تغییرات چرخه کاری انتخاب شده است که با تغییرات فرکانس، تغییرات ناچیزی در ترکیب شیمیایی و میزان ذرات حاصل می‌شود. تغییرات فرکانس تنها منجر به تغییر اندازه دانه پوشش می‌شود، اما چرخه کاری ترکیب شیمیایی پوشش را تحت تاثیر قرار می‌دهد.



شکل ۲) طرح کلی ایجاد پوشش‌های گرادپانی به روش پالس معکوس

### ۲-۵- ارزیابی پوشش‌ها

برای بررسی‌های ریزساختاری و ترکیب شیمیایی پوشش‌های حاصل و همچنین مورفولوژی سطح نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزور ترکیب شیمیایی (EDS) استفاده شد. ترکیب شیمیایی در لایه‌های مختلف و همچنین میزان کسر ذرات در لایه‌های مختلف با استفاده از آنالیز EDS انجام گرفت.

برای اندازه‌گیری سختی پوشش‌ها از دستگاه میکروسختی ویکرز با بار اعمالی به میزان ۱۰۰گرم به مدت ۱۵ثانیه استفاده شد. براساس استاندارد و به‌منظور افزایش دقت اندازه‌گیری‌ها، هر آزمایش ۵ بار تکرار و قطر اثر نیز با استفاده از میکروسکوپ نوری اندازه‌گیری و میانگین نتایج آنها گزارش شد.

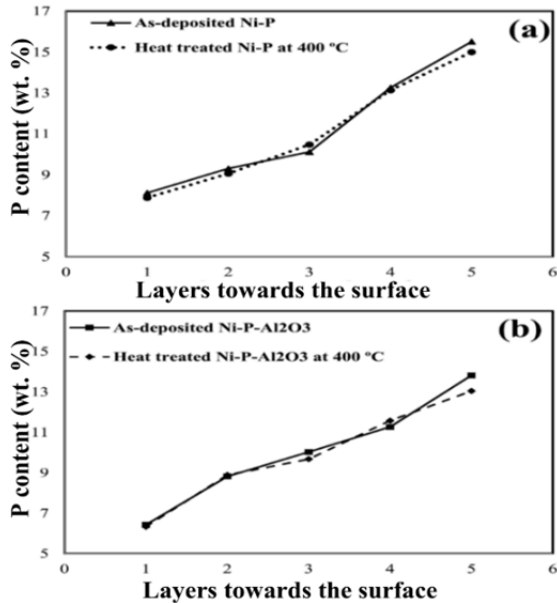
مطالعات تریبولوژیک و مقاومت به سایش پوشش‌ها با استفاده از دستگاه پین روی دیسک در شرایط خشک مطابق با استاندارد ASTM G-99-95a انجام شد. از ساچمه فولادی SAE 52100 با قطر ۵ میلی‌متر به‌عنوان پین استفاده شد. پارامترهای آزمون سایش شامل سرعت چرخش پین ۱۰۰rpm، نیروی عمودی ۱۰نیوتن اعمالی به سطح نمونه‌ها و طول مسیر سایش ۱۵۰متر با شعاع ۱۰mm بود. میزان رطوبت نسبی در شرایط آزمایش برای تمامی نمونه بین ۴۵-۴۰٪ بوده است. نرخ سایش با محاسبه وزن ازدست‌رفته، قبل و بعد از هر آزمایش با ترازوی دیجیتالی (AND model GR202) با دقت اندازه‌گیری ۵۰µg± محاسبه و مورفولوژی سطح پوشش‌های سایش‌شده نیز توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد.

### ۳- نتایج و بحث

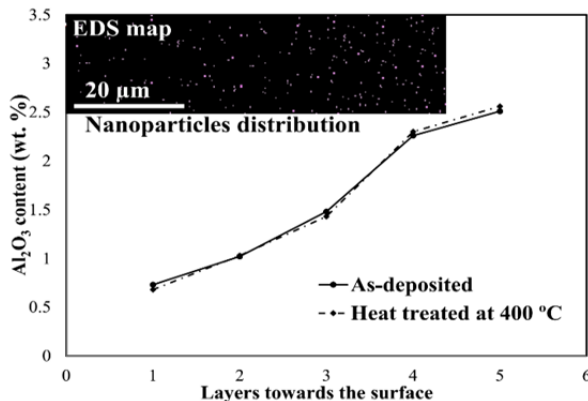
#### ۳-۱- اثر زینکاته

به‌منظور بررسی اثر زینکاته روی چسبندگی پوشش‌ها به زیرلایه، از پوشش‌های نیکل- فسفر بدون نانوذره آلومینا استفاده شد. سطح

افزایش چرخه کاری رابطه معکوسی با مقدار نانوذره موجود در پوشش دارد. به عبارت دیگر با کاهش چرخه کاری به سمت سطح پوشش بر میزان نانوذره آلومینای موجود در پوشش افزوده شده است. بدین صورت که یک چرخه کاری کمتر در جریان پالسی به این معنا بوده که زمان خاموشی چرخه نسبت به کل زمان چرخه زیاد است.



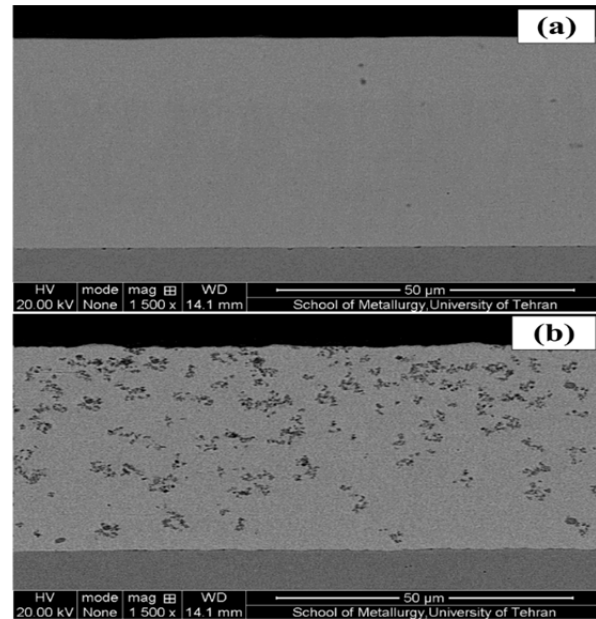
نمودار ۱) مقدار فسفر موجود در پوشش‌های گرادیدانی Ni-P و نیکل-فسفر-آلومینا، قبل و بعد از عملیات حرارتی: (a) نیکل-فسفر، (b) نیکل-فسفر-آلومینا



نمودار ۲) مقدار نانوذرات آلومینای موجود در پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا، قبل و بعد از عملیات حرارتی همراه با نقشه EDS

در زمان خاموشی، چون ذرات باردار و یون‌های آزاد برای رسیدن به سطح کاتد رقابت نمی‌کنند، نانوذرات خنثی از شانس بیشتری برای رسیدن به سطح کاتد برخوردار هستند و این امر باعث افزایش جذب ضعیف ذرات در سطح می‌شود [23]. همچنین چون زمان روشنی چرخه کم است، ذراتی با اندازه‌های بزرگ‌تر، کمتر در زمینه فلزی رسوب می‌کنند [24, 25]، بنابراین کاهش چرخه کاری به‌طور موثری باعث افزایش کسر حجمی نانوذرات آلومینا در زمینه نیکل-فسفر می‌شود و در مطالعات متعددی این موضوع مشاهده شده است [26-30]. در این نمودار، نقشه EDS مربوط به توزیع نانوذرات برای پوشش بعد از عملیات حرارتی نیز آورده شده است. این نقشه نیز توزیع تدریجی نانوذرات را در پوشش تایید می‌کند. پس می‌توان نتیجه گرفت که تغییر پیوسته چرخه کاری علاوه بر توزیع تدریجی

چرخه کاری برای ایجاد پوشش گرادیدانی براساس مطالعات و کارهای تحقیقاتی انجام شده توسط دیگران روی دیگر ترکیب‌های آلیاژی مانند نیکل-آهن، نیکل-آهن-آلومینا، نیکل-تنگستن، نیکل-تنگستن-آلومینا، نیکل-روی-آلومینا، نیکل-آلومینا و نیکل-مولیبدن-آلومینا بوده است [15-21]. مطابق با شکل‌های ۴-ا و ۴-ب مشاهده می‌شود که پیوستگی و چسبندگی پوشش به زیرلایه بسیار مطلوب است و هیچگونه جدایش پوشش و نقصی در فصل مشترک مشاهده نمی‌شود. همان طور که در شکل ۴-ا مشاهده می‌شود، با افزایش فاصله از فصل مشترک پوشش/زیرلایه به سمت سطح پوشش بر میزان نانوذرات موجود در پوشش افزوده شده است.



شکل ۳) سطح مقطع پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا: (a) نیکل-فسفر، (b) نیکل-فسفر-آلومینا

برای بررسی‌های دقیق‌تر لازم است که میزان عناصر آلیاژی موجود در پوشش و محتوای نانوذرات موجود در آن تعیین شود. برای این منظور نتایج حاصل از آنالیز EDS پوشش‌ها اندازه‌گیری شد و نتایج آن در نمودار ۱ نشان داده شده است. همان طور که در این نمودار مشاهده می‌شود، میزان عنصر فسفر به‌صورت تدریجی تا سطح پوشش افزایش یافته و به‌تبع آن مقدار نیکل کاهش یافته است. با فاصله‌گرفتن از فصل مشترک پوشش/زیرلایه (به سمت سطح پوشش) در پوشش‌ها قبل و بعد از عملیات حرارتی، مقدار فسفر موجود در پوشش، به‌صورت تدریجی افزایش می‌یابد که به‌دلیل تغییر پیوسته چرخه کاری حین انجام عملیات پوشش‌دهی است. همچنین مقدار فسفر نیز بعد از عملیات حرارتی تقریباً بدون تغییر باقی مانده است. در واقع با انجام عملیات حرارتی، مقدار فسفر تغییر نمی‌کند، بلکه فاز سازنده آن تغییر می‌کند. در حالت بدون عملیات حرارتی، فسفر به‌صورت محلول جامد در مکان‌های خالی شبکه نیکل به‌صورت نامنظم قرار می‌گیرد. با انجام عملیات حرارتی، اتم‌های فسفر همراه با اتم‌های نیکل تشکیل بین فلزی‌هایی را می‌دهند که مهم‌ترین آنها بین فلزی Ni<sub>3</sub>P است [22].

در نمودار ۲، مقدار نانوذره آلومینا و توزیع عناصر آلیاژی در پوشش نشان داده شده است. در خصوص توزیع نانوذره نیز مشاهده می‌شود که با افزایش فاصله از فصل مشترک پوشش/زیرلایه بر میزان نانوذره افزوده می‌شود. این موضوع نیز نشان می‌دهد که

صورت است که در اثر انجام عملیات حرارتی، لایه نازکی در سطح ایجاد می‌شود که در اثر نفوذ این ناحیه از فسفر تخلیه شده<sup>[34, 35]</sup> و روی سختی سطحی آلیاژ تاثیرگذار است.

در پوشش‌های آلیاژی عملیات حرارتی شده، میزان سختی با فاصله گرفتن از زیرلایه از حدود ۸۳۰ تا ۹۴۰ ویکرز تغییر می‌کند. این در حالی است که در پوشش نانوکامپوزیت این مقدار از حدود ۸۸۰ تا ۱۰۴۰ ویکرز تغییر می‌کند. این تفاوت در سختی نمونه آلیاژی و کامپوزیتی، میزان اثر نانوذره آلومینا را روی سختی نشان می‌دهد. تفاوت سختی نمونه‌ها در حالت عملیات حرارتی شده و عملیات حرارتی نشده بسیار بیشتر از اختلاف ناشی از نانوذره آلومینا است. در عملیات حرارتی این پوشش‌ها دمای بهینه حدود ۴۰۰°C است. در دماهای پایین‌تر از این دما یا بالاتر از آن سختی کمتر خواهد بود. دلیل این امر عدم نفوذ کامل عناصر سازنده پوشش در دمای پایین و درشت شدن رسوبات بین فلزی Ni<sub>3</sub>P در دماهای بالاتر است. در نمودار ۵، داده‌های حاصل از پراش اشعه ایکس برای پوشش‌های عملیات حرارتی شده و بدون انجام عملیات حرارتی نشان داده شده است. در حالت بدون عملیات حرارتی، پوشش به صورت آمورف و تا حدودی شبه‌فلزی است که این موضوع از شکل نمودار XRD مشهود است. با توجه به تحقیقات انجام شده درباره پوشش‌های نیکل-فسفر، ساختارهای حاصل قبل از عملیات حرارتی به صورت آمورف، شبه‌بلوری و نانوبلوری تشکیل می‌شوند. با توجه به این که هر چه میزان درصد فسفر در پوشش بالاتر باشد، ساختار به حالت آمورف نزدیک‌تر می‌شود، بنابراین احتمال این که ساختار به صورت آمورف باشد، بسیار بیشتر است. در واقع در این حالت پیک‌های حاصل بسیار پهن هستند. درصد فسفر در پوشش‌های حاضر در سطح حدود ۱۵٪ وزنی است، اما در حالت عملیات حرارتی شده، پیک‌های حاصل به صورت کامل و با شدت‌های قابل توجه و باریک هستند. این موضوع نشان می‌دهد که در اثر عملیات حرارتی پوشش‌های حاوی فسفر، ساختار از حالت آمورف، نیمه آمورف (نیمه بلوری) یا نانوبلوری به حالت بلوری تبدیل می‌شود.

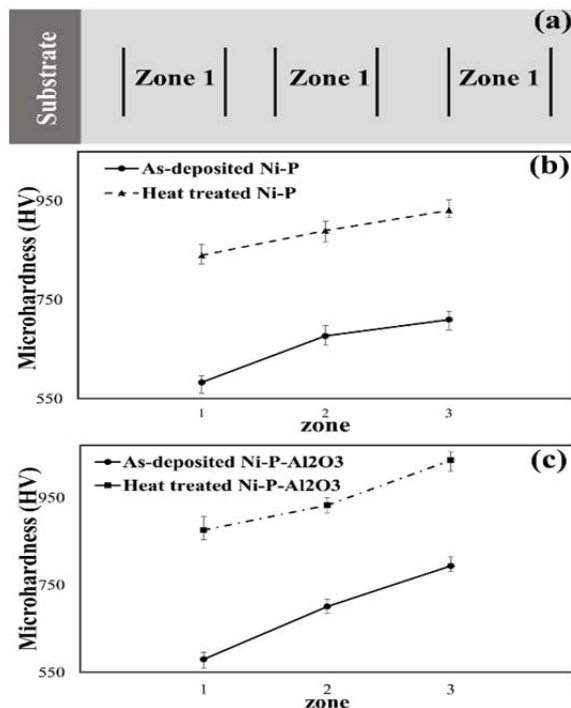
عناصر آلیاژی برای توزیع گرادیانی نانوذرات خنثی آلومینا نیز موثر بوده است.

### ۳-۳- ریزسختی

تغییر ترکیب شیمیایی و ساختار پوشش‌های آبکاری باعث می‌شود که خواص پوشش از جمله سختی تغییر کند<sup>[31]</sup>. نمودار ۳، نتایج ریزسختی پوشش‌های گرادیانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا را نشان می‌دهد که با تغییر چرخه کاری ایجاد شده‌اند. ریزسختی پوشش‌ها از سطح مقطع و برای جلوگیری از اثرات سختی‌ها روی همدیگر در سه منطقه اندازه‌گیری شد که شامل منطقه ۱ (نزدیک زیرلایه)، منطقه ۲ (ناحیه میانی) و منطقه ۳ (نزدیک سطح پوشش) است. نمودار ۳-a، طرح کلی مناطق اندازه‌گیری شده ریزسختی را نشان می‌دهد. نتایج نشان داد که تغییر چرخه کاری بر ریزسختی پوشش‌ها موثر بوده است. سختی پوشش‌های آلیاژی به ترکیب شیمیایی پوشش و ریزساختار آن بستگی دارد. سختی پوشش‌های کامپوزیتی-فلزی تحت تاثیر دو عامل مهم ریزساختار زمینه فلزی و مقدار فاز سرامیکی سخت پراکنده شده در زمینه فلزی است. ریزساختار زمینه فلزی مربوط به فرآیند آبکاری، برهم‌کنش جوانه‌زنی و رشد بلورها است که متاثر از ترکیبات حمام، pH و چگالی جریان است<sup>[32]</sup>.

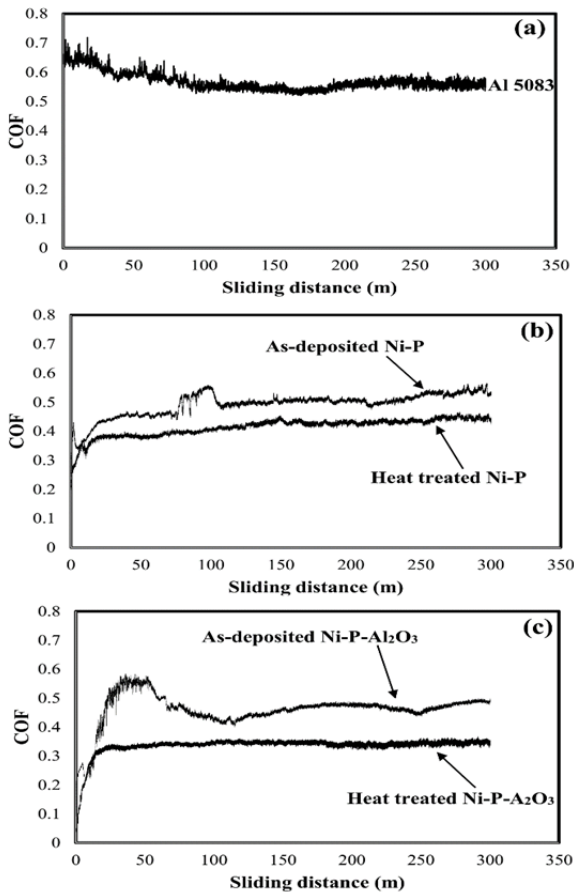
در نمودار ۳ مشاهده می‌شود با فاصله گرفتن از فصل مشترک پوشش/زیرلایه، سختی پوشش‌ها افزایش می‌یابد. تغییر ریزسختی به عنوان تابعی از ضخامت در پوشش‌ها تحت تاثیر دو عامل قرار دارد. اولین عامل، افزایش میزان عنصر فسفر موجود در پوشش و عامل دوم، افزایش مقدار نانوذرات آلومینا از زیرلایه به سمت سطح پوشش است<sup>[33]</sup>. اساساً حضور یک فاز سرامیکی سخت در پوشش‌های فلزی منجر به افزایش سختی پوشش می‌شود. ذرات سخت با قفل کردن نابه‌جایی‌ها حرکت آنها را محدود می‌کنند و باعث می‌شوند که سختی افزایش یابد. تعداد بیشتر ذرات سخت موجب می‌شود که تعداد بیشتری نابه‌جایی قفل شود و به تبع آن سختی به صورت بیشتری افزایش یابد. همچنین این ذرات سخت در فرآیند پوشش‌دهی می‌توانند حرکت مرزهای دانه را محدود و به عنوان مکان‌های جوانه‌زنی پوشش عمل کنند که در نتیجه نرخ رشد را کاهش می‌دهند و باعث ریزدانه شدن پوشش می‌شوند که به تبع آن سختی افزایش می‌یابد. البته باید توجه نمود که عنصر فسفر نیز نقش بسزایی در افزایش سختی پوشش دارد (در پوشش آلیاژی بدون عملیات حرارتی از زیرلایه تا سطح پوشش از ۵۷۰ تا ۷۹۰ ویکرز تغییر می‌کند). در اثر عملیات حرارتی، فازهای بین فلزی Ni<sub>3</sub>P تشکیل می‌شود که به صورت یکنواخت و با اندازه بسیار ریز در سراسر زمینه پوشش توزیع می‌شوند و همین موضوع در شرایط عملیات حرارتی باعث افزایش سختی قابل توجه می‌شود. این ذرات بین فلزی بسیار ریز نیز براساس مکانیزمی همانند نانوذرات موجب کنترل تغییر شکل پلاستیک و در نتیجه افزایش سختی می‌شوند.

در نمودار ۴، سختی سطحی پوشش‌های گرادیانی آلیاژی و نانوکامپوزیت در حالت عملیات حرارتی و بدون عملیات حرارتی با هم و همچنین با سختی زیرلایه آلومینیم ۵۰۸۳ مقایسه شده که به طور کلی سختی پوشش‌ها در مقایسه با زیرلایه بسیار بالاتر است. سختی سطح پوشش‌های گرادیانی آلیاژی و نانوکامپوزیت بدون انجام عملیات حرارتی نسبت به سختی نواحی مختلف مقطع همین پوشش‌ها کمتر است. این مطلب می‌تواند به دلیل سختی پایین زیرلایه نرم آلیاژ آلومینیم ۵۰۸۳ باشد. در مورد پوشش‌های عملیات حرارتی شده، افت سختی در سطح نسبت به پوشش‌های بدون انجام عملیات حرارتی بیشتر است. این موضوع به دو دلیل مهم است. اولین دلیل، سختی پایین زیرلایه که توضیح داده شد و دومین دلیل بدین

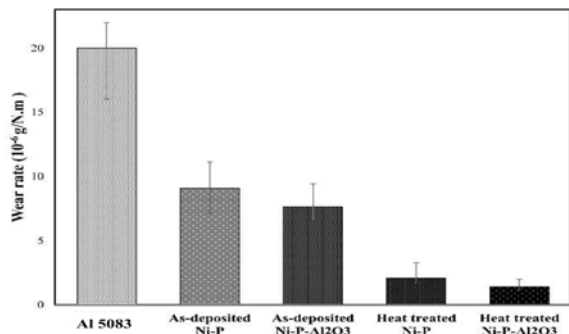


نمودار ۳) ریزسختی نواحی مختلف پوشش‌های گرادیانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا، قبل و بعد از عملیات حرارتی

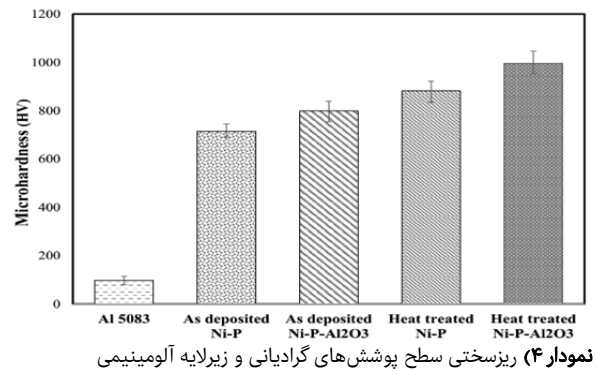
مشابه با پوشش آلیاژی مشاهده می‌شود. مقدار ضریب اصطکاک در پوشش نیکل-فسفر-آلومینا، قبل و بعد از عملیات حرارتی برابر با ضریب اصطکاک کاهش یافته است. در مورد پوشش‌ها نیز به‌طور کلی ضریب اصطکاک در حالت عملیات حرارتی شده کمتر از قبل از عملیات حرارتی است که احتمالاً به دلیل حضور فاز پراکنده و ریز فسفید نیکل در زمینه پوشش است. به‌طور کلی پوشش‌های نانوکامپوزیت، ضریب اصطکاک پایین‌تری نسبت به پوشش‌های آلیاژی دارند که به دلیل حضور نانوذرات آلومینا است و نشان می‌دهد که این نانوذرات نقش روان‌کننده را در پوشش ایفا می‌کنند و در نتیجه ضریب اصطکاک کاهش می‌یابد.



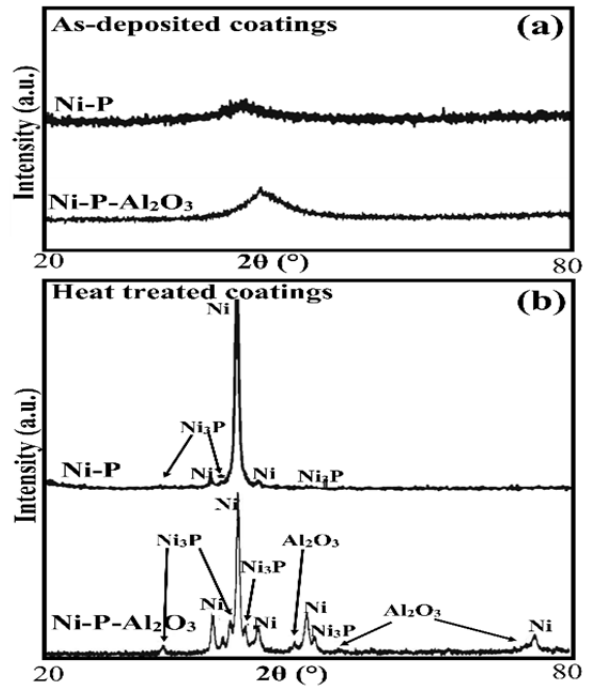
**نمودار ۶** ضریب اصطکاک به‌صورت تابعی از مسافت سایش برای زیرلایه آلومینیم، پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر و پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی: (a) زیرلایه آلومینیم، (b) پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر، (c) پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا در شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی



**نمودار ۷** نرخ سایش زیرلایه آلومینیم و پوشش‌های گرادیدانی قبل و بعد از عملیات حرارتی در نیروی عمودی ۲۰ نیوتن و سرعت سایش ۵ cm/s



**نمودار ۴** ریزسختی سطح پوشش‌های گرادیدانی و زیرلایه آلومینیمی



**نمودار ۵** الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به پوشش‌های گرادیدانی آلیاژی نیکل-فسفر و کامپوزیتی نیکل-فسفر-آلومینا، قبل و بعد از عملیات حرارتی: (a) قبل و (b) بعد از عملیات حرارتی

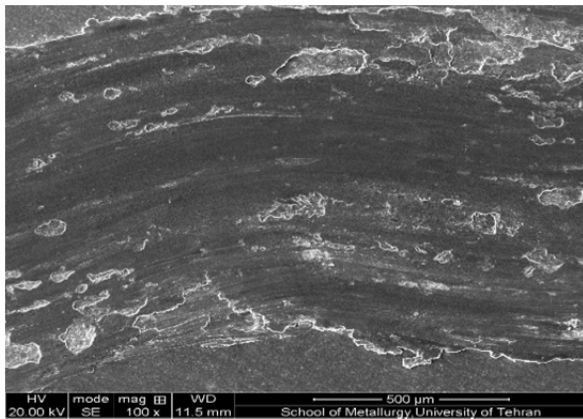
### ۴-۳- رفتار سایشی

از آزمون پین روی دیسک برای بررسی رفتار سایشی پوشش‌های گرادیدانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا استفاده شد. تغییر ترکیب شیمیایی در امتداد ضخامت بر رفتار سایشی پوشش‌های گرادیدانی تأثیرگذار است [36]. نمودار تغییرات ضریب اصطکاک (COF) بر حسب فاصله سایش برای پوشش‌های گرادیدانی مختلف و زیرلایه آلومینیم ۵۰۸۳ در شرایط نیروی عمودی ۱۰ N در نمودار ۶ نشان داده شده است. در نمودار ۶-a مشاهده می‌شود که میزان ضریب اصطکاک متوسط زیرلایه آلومینیمی تقریباً برابر با ۰/۶۰ است. در ابتدا مقداری بیشتر از حد متوسط است که بعد از فاصله حدود ۷۰ متر به حالت پایدار می‌رسد. در مورد پوشش نیکل-فسفر (نمودار ۶-b) مشاهده می‌شود که ضریب اصطکاک پوشش در حالت عملیات حرارتی شده کمتر از حالت بدون عملیات حرارتی است. برای پوشش آلیاژی ضریب اصطکاک متوسط در حالت قبل و بعد از عملیات حرارتی به ترتیب تقریباً برابر با ۰/۴۰ و ۰/۵۰ است.

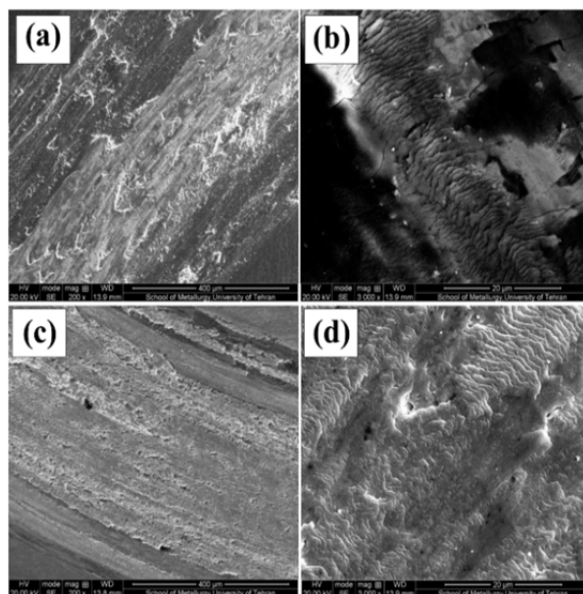
کاهش ضریب اصطکاک در پوشش‌های آلیاژی بعد از عملیات آنیل احتمالاً به دلیل تشکیل رسوبات بین فلزی بسیار ریز و پراکنده Ni<sub>3</sub>P در زمینه نیکلی پوشش است. در مورد پوشش کامپوزیتی نیز رفتار

نیکل-فسفر-آلومینا (شکل ۶-d) با پوشش آلیاژی نشان می‌دهد که چگالی ترک‌های ایجاد شده در سطح سایش نسبت به پوشش‌های آلیاژی به مراتب کمتر است. این موضوع احتمالاً به دلیل وجود نانوذرات آلومینا و اثر مثبت روی چقرمگی و خواص مکانیکی این پوشش‌ها است.

در شکل ۷ رد سایش پوشش‌های گرادیدانی بعد از عملیات حرارتی آنیل در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود این پوشش در مقایسه با حالت بدون عملیات حرارتی دارای پهنای رد سایش کوچک‌تری است. همچنین از مقدار سایش چسبان پوشش‌ها نیز کاسته شده است. حالت مطلوب استفاده از این پوشش‌ها در حالت عملیات حرارتی شده مطلوب (دما و زمان عملیات حرارتی مناسب) است. دلیل مقاومت به سایش عالی این پوشش، سختی بالا و وجود فازهای بین فلزی فسفید نیکل در پوشش است. با انجام عملیات حرارتی از میزان ترک‌های سطحی کاسته شده است که در این حالت نیز پوشش گرادیدانی خاصیت بهتری دارد. در واقع وجود نانوذرات مانند ماده روان‌کار در داخل پوشش عمل می‌کنند و از این طریق و همچنین با سختی بالاتر سبب بهبود رفتار سایشی می‌شوند. به طور کلی وجود نانوذرات آلومینا و رسوبات نانومتری فسفید نیکل، پارامترهای مهم و تاثیرگذار در خواص سایشی این پوشش‌ها به شمار می‌آیند.



شکل ۵) سطح سایش زیرلایه آلومینیم



شکل ۶) تصویر SEM سطح سایش قبل از عملیات حرارتی با پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر و پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا؛ (a, b) قبل از عملیات حرارتی با پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر، (c, d) پوشش گرادیدانی نیکل-فسفر-آلومینا

میزان نرخ سایش زیرلایه آلومینیمی، پوشش‌های گرادیدانی آلیاژی و کامپوزیتی ایجاد شده با تغییر چرخه کاری در نمودار ۷ نشان داده شده است. به طور کلی نرخ سایش پوشش‌های آلیاژی و کامپوزیتی به ریزساختار، ترکیب شیمیایی پوشش، اعمال بار<sup>[37]</sup>، مشخصات پین همچون سختی و شعاع، سرعت و فاصله سایش، نوع محیط لغزش همچون خشک و روغن کاری شده<sup>[38]</sup>، ساختار و سختی پوشش و مقدار و توزیع ذرات<sup>[39]</sup> در پوشش بستگی دارد. همان طور که مشاهده می‌شود میزان نرخ سایش زیرلایه در شرایط یکسان در مقایسه با تمام پوشش‌های گرادیدانی به میزان قابل توجهی بالاتر است. نرخ سایش زیرلایه حدود ۲ برابر پوشش‌های گرادیدانی در شرایط عملیات حرارتی نشده و تقریباً ۱۰ برابر این پوشش‌ها در شرایط عملیات حرارتی شده است. به طور کلی نرخ سایش در آزمون پین روی دیسک با پارامترهایی مانند بار اعمالی (W)، طول مسیر سایش (X) و عکس سختی (H) رابطه مستقیم دارد<sup>[40]</sup>:

$$q = W \cdot x / H \quad (1)$$

این رابطه با عنوان رابطه آرچارد معروف است. براساس این رابطه نرخ سایش با سختی نمونه نسبت معکوس دارد. همان طور که در نمودار ۴ نشان داده شد، سختی زیرلایه نسبت به پوشش‌های اعمال شده کمترین سختی را دارد و بنابراین طبق رابطه آرچارد کمترین مقاومت به سایش یا بیشترین نرخ سایش را خواهد داشت. در مورد پوشش‌های گرادیدانی اعمال شده نیز مشاهده می‌شود که پوشش گرادیدانی نانوکامپوزیت بعد از عملیات حرارتی به دلیل سختی بالاتر نسبت به پوشش دیگر کمترین نرخ سایش را دارد.

در شکل ۵، سطح ساییده شده زیرلایه آلومینیم نشان داده شده که پهنای رد سایش حدود ۱۲۰۰ میکرون است. در این شکل شیارهای ریز سایش همراه با گودی‌هایی در سطح آن مشاهده می‌شود که احتمالاً کنده شدن سطح در اثر فرآیند سایش چسبان باشد. بررسی سطح سایش زیرلایه در بزرگ‌نمایی‌های بالاتر، وجود تورق در سطح سایش را نشان داده است. با توجه به تصاویر می‌توان نتیجه گرفت که مکانیزم سایش در این ماده عمدتاً به صورت چسبان است و مقدار اندکی شیارهای سایش خراشان نیز در آن مشاهده می‌شود. وجود سایش خراشان براساس خاصیت چسبندگی بودن زیرلایه و ساییده توجیه می‌شود.

شکل ۶، رد سایش پوشش‌های گرادیدانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا را قبل از انجام عملیات حرارتی آنیل نشان می‌دهد. پوشش حاوی نانوذره آلومینا دارای پهنای رد سایش کوچک‌تری نسبت به پوشش آلیاژی است. این موضوع به مقاومت به سایش بهتر و سختی بالاتر پوشش نانوکامپوزیت نیکل-فسفر-آلومینا برمی‌گردد. همان طور که در این شکل مشاهده می‌شود، پهنای رد سایش پوشش‌ها در شرایط عملیات حرارتی نشده در مقایسه با زیرلایه آلومینیم کمتر بوده که با توجه به سختی پوشش‌ها و نرخ سایش آنها در مقایسه با زیرلایه قابل توجیه است. علاوه بر این، رد سایش پوشش‌های نیکل-فسفر عملیات حرارتی نشده، نشان می‌دهد که در اثر سایش له‌شدگی و انباشتگی پوشش مشاهده می‌شود. با توجه به شکل‌ها جهت رد سایش به خوبی قابل مشاهده است، بنابراین نتیجه گرفته می‌شود که در پوشش‌های عملیات حرارتی نشده مکانیزم سایش از نوع چسبان است.

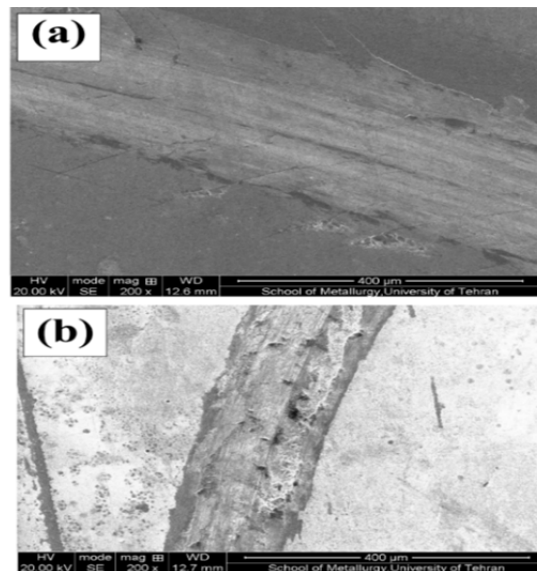
تفاوت عمده بین این دو پوشش را می‌توان با تصاویر با بزرگ‌نمایی بالاتر این پوشش‌ها توضیح داد. همان طور که از تصویر پوشش نیکل-فسفر با بزرگ‌نمایی ۵۰۰۰ برابر (شکل ۶-b) مشاهده می‌شود، در سطح سایش ترک‌های فراوانی همراه با کنده شدن پوشش دیده می‌شود. این موضوع می‌تواند به دو دلیل عمده نرم بودن زیرلایه پوشش و ماهیت ترد بودن پوشش‌های نیکل-فسفر باشد. مقایسه پوشش گرادیدانی



**منابع مالی:** هزینه‌های انجام این پژوهش از منابع شخصی تامین شده است.

### منابع

- 1- Sannino AP, Rack HJ. Dry sliding wear of discontinuously reinforced aluminum composites: Review and discussion. *Wear*. 1995;189(1-2):1-19.
- 2- Rohatgi PK, Pai BC. Seizure resistance of cast aluminum alloys containing dispersed graphite particles of different sizes. *Journal of Lubrication Technology*. 1979;101(3):376-380.
- 3- Deuis RL, Subramanian C, Yellup JM. Dry sliding wear of aluminium composites—a review. *Composites Science and Technology*. 1997;57(4):415-435.
- 4- Dong H, editor. *Surface engineering of light alloys: Aluminium, magnesium and titanium alloys*. Amsterdam: Elsevier Science; 2010.
- 5- Habazaki H, Lu YP, Kawashima A, Asami K, Hashimoto K. The effects of structural relaxation and crystallization on the corrosion behavior of electrodeposited amorphous Ni-P alloys. *Corrosion Science*. 1991;32(11):1227-1235.
- 6- Jeong DH, Erb U, Aust KT, Palumbo G. The relationship between hardness and abrasive wear resistance of electrodeposited nanocrystalline Ni-P coatings. *Scripta Materialia*. 2003;48(8):1067-1072.
- 7- Wang L, Gao Y, Xu T, Xue Q. Corrosion resistance and lubricated sliding wear behaviour of novel Ni-P graded alloys as an alternative to hard Cr deposits. *Applied Surface Science*. 2006;252(20):7361-7372.
- 8- Wang L, Gao Y, Xue Q, Liu H, Xu T. A novel electrodeposited Ni-P gradient deposit for replacement of conventional hard chromium. *Surface and Coatings Technology*. 2006;200(12-13):3719-3726.
- 9- Bozzini B, Martini C, Cavallotti PL, Lanzoni E. Relationships among crystallographic structure, mechanical properties and tribological behaviour of electroless Ni-P(9%)/B<sub>4</sub>C films. *Wear*. 1999;225-229(Pt 2):806-813.
- 10- Wu Y, Liu H, Shen B, Liu L, Hu W. The friction and wear of electroless Ni-P matrix with PTFE and/or SiC particles composite. *Tribology International*. 2006;39(6):553-559.
- 11- Staia MH, Enriquez C, Puchi ES. Influence of the heat treatment on the abrasive wear resistance of electroless Ni-P. *Surface and Coatings Technology*. 1997;94-95:543-548.
- 12- Punith Kumar MK, Venkatesha TV, Pavithra MK, Nithyananda Shetty A. The fabrication, characterization and electrochemical corrosion behavior of Zn-TiO<sub>2</sub> composite coatings. *Physica Scripta*. 2011;84(3):035601.
- 13- Arunsunai Kumar K, Paruthimal Kalaignan G, Muralidharan VS. Direct and pulse current electrodeposition of Ni-W-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings. *Ceramics International*. 2013;39(3):2827-2834.
- 14- Lari Baghal SM, Heydarzadeh Sohi M, Amadeh A. A functionally gradient nano-Ni-Co/SiC composite coating on aluminum and its tribological properties. *Surface and Coatings Technology*. 2012;206(19-20):4032-4039.
- 15- Torabinejad V, Aliofkhaezrai M, Sabour Rouhaghdam A, Allahyarzadeh MH. Tribological performance of Ni-Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayer coatings deposited by pulse electrodeposition. *Wear*. 2017;380-381:115-125.
- 16- Allahyarzadeh MH, Aliofkhaezrai M, Sabour Rouhaghdam AR, Torabinejad V. Electrochemical



**شکل ۷** تصویر SEM سطح سایش پوشش‌های گرادینانی نیکل-فسفر و نیکل-فسفر-آلومینا بعد از عملیات حرارتی؛ (a) نیکل-فسفر، (b) نیکل-فسفر-آلومینا بعد از عملیات حرارتی

### ۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق پوشش‌های گرادینانی با تغییر پیوسته پارامتر تاثیرگذار پالس یعنی چرخه کاری روی زیرلایه آلومینیم به منظور بهبود مقاومت به سایش، رسوب داده شدند. نتایج حاصل از این تحقیق به صورت زیر خلاصه شده‌اند:

- ۱- پوشش‌های گرادینانی به طور موفقیت‌آمیزی با کاهش پیوسته چرخه کاری از زیرلایه به سمت سطح پوشش ایجاد شدند. در شرایط پوشش‌دهی، میزان فسفر و نانوذره آلومینا به تدریج از زیرلایه تا سطح پوشش افزایش یافته است.
- ۲- سختی پوشش‌های گرادینانی در حالت عملیات حرارتی شده به دلیل حضور فازهای بین فلزی Ni<sub>3</sub>P بیشتر از پوشش‌های بدون عملیات حرارتی است.
- ۳- ضریب اصطکاک پوشش‌های گرادینانی قبل از عملیات حرارتی حدود ۰/۵، اما بعد از عملیات حرارتی به محدوده ۰/۴۰-۰/۳۵ کاهش یافته است.
- ۴- پوشش‌های گرادینانی مقاومت به سایش بسیار بهتری (نرخ سایش پایین‌تر و پهنای رد سایش کمتر) نسبت به زیرلایه داشته‌اند و این امر با انجام عملیات حرارتی بهبود یافته است.

**تشکر و قدردانی:** نویسندگان از جناب آقای دکتر مهدی هادیان ریاست محترم و جناب آقای دکتر علیرضا رودباری معاونت محترم طرح و پژوهش دانشگاه علوم و فنون هوایی شهید ستاری کمال تشکر و قدردانی را دارند.

**تأییدیه اخلاقی:** این مقاله تاکنون در نشریه دیگری (به‌طور کامل یا بخشی از آن) به چاپ نرسیده و به نشریه دیگری نیز ارسال نشده است. ضمناً محتویات علمی مقاله حاصل فعالیت علمی نویسندگان بوده و صحت و اعتبار نتایج آن، بر عهده ایشان است.

**تعارض منافع:** مقاله حاضر هیچ گونه تعارض منافی با سازمان‌ها و اشخاص دیگر ندارد.

**سهم نویسندگان:** حمیدرضا جشنانی (نویسنده اول)، نگارنده مقدمه/پژوهشگر اصلی (۲۵٪); محمدرضا رحیمی (نویسنده دوم)، روش‌شناس/پژوهشگر اصلی (۲۵٪); عبدالسلام کریم‌زاده (نویسنده سوم)، پژوهشگر کمکی/تحلیلگر آماری (۲۵٪); مریم

- current electrodeposited Zn-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings. *Ceramics International*. 2015;41(1 Pt A):217-224.
- 29- Sajjadnejad M, Mozafari A, Omidvar H, Javanbakht M. Preparation and corrosion resistance of pulse electrodeposited Zn and Zn-SiC nanocomposite coatings. *Applied Surface Science*. 2014;300:1-7.
- 30- Yang Y, Cheng YF. Fabrication of Ni-Co-SiC composite coatings by pulse electrodeposition - effects of duty cycle and pulse frequency. *Surface and Coatings Technology*. 2013;216:282-288.
- 31- Landolt D. Electrochemical and materials science aspects of alloy deposition. *Electrochimica Acta*. 1994;39(8-9):1075-1090.
- 32- Budevski EB, Staikov GT, Lorenz WJ. Electrochemical phase formation and growth: An introduction to the initial stages of metal deposition. New York: John Wiley & Sons; 2008.
- 33- Allahyarzadeh MH, Aliofkhaezrai M, Sabour Rouhaghdam AR, Torabinejad V. Electrodeposition of Ni-W-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite coating with functionally graded microstructure. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016;666:217-226.
- 34- Ma C. Electrodeposited nanocrystalline Ni-Co and Co-Ni-P coatings for hard chromium replacement [Dissertation]. Southampton: University of Southampton; 2013.
- 35- Ma C, Wang SC, Wang LP, Walsh FC, Wood RJK. The electrodeposition and characterisation of low-friction and wear-resistant Co-Ni-P coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2013;235:495-505.
- 36- Udompanit N, Wangyao P, Henpraserttae S, Boonyongmaneerat Y. Wear response of composition-modulated multilayer Ni-W coatings. *Advanced Materials Research*. 2014;1025-1026:302-309.
- 37- Akinci A, Sen S, Sen U. Friction and wear behavior of zirconium oxide reinforced PMMA composites. *Composites Part B Engineering*. 2014;56:42-47.
- 38- Cai P, Wang T, Wang Q. Sensitivity of  $\mu$  of friction materials to load and speed under dry sliding and water lubricated conditions. *Tribology Transactions*. 2016;59(2):300-308.
- 39- Al-Samarai RA, Haftirman, Ahmad KR, Al-Douri Y. Effect of load and sliding speed on wear and friction of aluminum-silicon casting alloy. *International Journal of Scientific and Research Publications*. 2012;2(3):1-4.
- 40- Ramezanalizadeh H, Emamy M, Shokouhimehr M. Wear behavior of Al/CMA-Type Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> nanocomposites fabricated by mechanical milling and hot extrusion. *Tribology Transactions*. 2016;59(2):219-228.
- tailoring of ternary Ni-W-Co (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanocomposite using pulse reverse technique. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;705:788-800.
- 17- Torabinejad V, Sabour Rouhaghdam A, Aliofkhaezrai M, Allahyarzadeh MH. Electrodeposition of Ni-Fe and Ni-Fe-(nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) multilayer coatings. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016;657:526-536.
- 18- Shourgeshty M, Aliofkhaezrai M, Karimzadeh A. Study on functionally graded Zn-Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings fabricated by pulse-electrodeposition. *Surface Engineering*. 2018 Feb.
- 19- Shourgeshty M, Aliofkhaezrai M, Karimzadeh A, Poursalehi R. Corrosion and wear properties of Zn-Ni and Zn-Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayer electrodeposited coatings. *Materials Research Express*. 2017;4(9):096406.
- 20- Rezaeiolum A, Aliofkhaezrai M, Karimzadeh A, Rouhaghdam AS, Miresmaeili R. Electrodeposition of Ni-Mo and Ni-Mo-(nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) multilayer coatings. *Surface Engineering*. 2018;34(6):423-432.
- 21- Majidi H, Aliofkhaezrai M, Karimzadeh A, Sabour Rouhaghdam AR. Optimising number of layers of pulse electrodeposited Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayer nanocomposite coatings for corrosion and wear resistance. *Canadian Metallurgical Quarterly*. 2017;56(2):179-189.
- 22- Kasazaki Y, Fujiwara H, Miyamoto H. Age-hardening mechanism for nanocrystalline Ni-P alloys synthesized by electrodeposition. *Surface and Coatings Technology*. 2014;253:154-160.
- 23- Zoikis-Karathanasis A, Pavlatou EA, Spyrellis N. Pulse electrodeposition of Ni-P matrix composite coatings reinforced by SiC particles. *Journal of Alloys and Compounds*. 2010;494(1-2):396-403.
- 24- Bahrololoom ME, Sani R. The influence of pulse plating parameters on the hardness and wear resistance of nickel-alumina composite coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2005;192(2-3):154-163.
- 25- Lajevardi SA, Shahrabi T. Effects of pulse electrodeposition parameters on the properties of Ni-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings. *Applied Surface Science*. 2010;256(22):6775-6781.
- 26- Gyftou P, Pavlatou EA, Spyrellis N. Effect of pulse electrodeposition parameters on the properties of Ni/nano-SiC composites. *Applied Surface Science*. 2008;254(18):5910-5916.
- 27- Sivasakthi P, Sekar R, Ramesh Babu GNK. Pulse electrodeposited nickel using sulphamate electrolyte for hardness and corrosion resistance. *Materials Research Bulletin*. 2015;70:832-839.
- 28- Sajjadnejad M, Ghorbani M, Afshar A. Microstructure-corrosion resistance relationship of direct and pulse