



## بررسی مورفولوژی، سختی و رفتار سایشی لایه اکسید کامپوزیتی ایجاد شده به آندایزینگ بر سطح آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷

عزیزه امینیان\*، کریم زنگنه‌مدار، مسعود میرجانی

پژوهشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران

### چکیده

هدف از این پژوهش ایجاد لایه کامپوزیتی اکسید آندی با رسوب همزمان نانوذرات الماس بر روی آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷ می‌باشد. جهت دستیابی به بیشترین مقدار نانوذرات الماس در لایه اکسیدی و بالاترین سختی، اثر غلظت ذرات الماس بر خواص لایه اکسیدی ایجاد شده، مورد بررسی قرار گرفت. غلظت نانو ذرات الماس در الکترولیت آندایزینگ از ۰/۱ تا ۱۰ گرم برلیتر، تغییر داده شد. مورفولوژی سطحی لایه با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، ترکیب شیمیایی لایه توسط EDS، سختی لایه با روش میکروسختی سنجی و رفتار سایش با آزمون پین روی دیسک مورد مطالعه قرار گرفت. تغییرات سختی برحسب غلظت نانوذرات الماس نشان داد علی‌رغم درصد پایین ذرات در لایه اکسیدی همواره سختی لایه‌های کامپوزیتی نسبت به لایه اکسیدی بیشتر است. همچنین مطالعات نشان داد که حضور نانوذرات الماس در لایه اکسیدی رفتار سایشی را تحت تاثیر قرار داده و سبب کاهش ضریب اصطکاک از ۰/۵ به ۰/۳ خواهد شد.

**واژه‌های کلیدی:** آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷، آندایزینگ کامپوزیتی، نانو ذرات الماس، رفتار سایشی.

## مقدمه

آلومینیوم پرمصرف‌ترین فلز پس از فولاد محسوب می‌شود و کاربردهای این فلز روز به روز در حال افزایش است، اما سختی کم و سایش بالای آلیاژهای آن، کاربردهای آن را در صنعت محدود کرده است. هنگامی که آلومینیوم در معرض اتمسفر قرار می‌گیرد یک لایه اکسید چسبنده و محافظ بر روی آن ایجاد می‌شود که با وجود ضخامت کم مقاومت به سایش آن را افزایش می‌دهد. به منظور افزایش ضخامت و فشردگی لایه‌های اکسیدی روی سطح این فلز می‌توان از فرآیند آندایزینگ استفاده نمود [۱-۴].

پژوهش‌های اخیر نشان داده که می‌توان با ریختن ذرات پودر درون الکترولیت آندایزینگ و وارد کردن این ذرات به درون لایه در حال ایجاد، خواص لایه را بهبود بخشیده و لایه کامپوزیتی با خواص برتر به وجود آورد. کاربرد لایه‌های کامپوزیتی رو به گسترش است و در بسیاری از موارد در حال جایگزینی با پوشش‌های کروم سخت می‌باشد [۵ و ۶]. الماس از جمله ذراتی است که می‌تواند به دلیل سختی بالا و سازگاری بیولوژیکی گزینه مناسبی جهت استفاده در لایه‌های کامپوزیتی برای بهبود مقاومت به خوردگی و سایش باشد.

در این مقاله، امکان ایجاد لایه‌های کامپوزیتی اکسید آندی با رسوب همزمان نانو ذرات الماس بر روی آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷ مورد بررسی قرار گرفته است. همچنین، علاوه بر بررسی مورفولوژی سطح و ترکیب، اثر مقدار نانو ذرات الماس موجود در لایه اکسیدی بر سختی و مقاومت به سایش نیز مطالعه شده است.

## مواد و روش تحقیق

در تحقیق حاضر از ورق آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷ با ابعاد  $25 \times 20 \times 1$  میلی‌متر، به عنوان زیر لایه استفاده شد. نمونه‌های آزمایش طی مراحل مختلف، تحت آماده‌سازی مکانیکی و شیمیایی قرار گرفتند. ابتدا نمونه‌ها با مجموعه سمباده‌های ۲۲۰ تا ۸۰۰ صیقل داده شدند. سپس، نمونه‌ها وارد محلول قلیایی کربنات سدیم و فسفات سدیم ۲۵ گرم برلیتر شده و پس از شستشو با آب مقطر، وارد محلول اسید نیتریک ۵۰٪ حجمی شدند. در پایان نیز نمونه‌ها پس از شستشو در آب مقطر، در محلول ۱۹۵ گرم برلیتر اسید سولفوریک تحت عملیات آندایزینگ قرار گرفتند. جهت افزودن پودر نانو الماس و به منظور جلوگیری از آگلومره شدن ذرات، محلول نانو ذرات الماس تحت شدت موج ۲۵٪ و درصد پالس ۵۰٪ به مدت ۴۵ دقیقه در دستگاه التراسونیک قرار گرفته و بعد از اطمینان از دی‌آگلومره شدن به محلول الکترولیت افزوده شدند [۷ و ۸].

مورفولوژی سطحی لایه‌های اکسیدی به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. ترکیب شیمیایی و مقدار نانو ذرات الماس به وسیله آنالیز عنصری با استفاده از روش EDS تعیین گردید. میکروسختی لایه‌های اکسیدی با اعمال بار ۵۰ گرم و مدت زمان ۱۰ ثانیه انجام گرفت. رفتار سایشی لایه‌های کامپوزیتی و اکسیدی نیز توسط روش پین روی دیسک بررسی شد. پین‌های مورد استفاده در این آزمایش از جنس آلومینا با سختی ۲۵۰۰ ویکرز و بار اعمالی برای انجام آزمون ۱۰ نیوتن، سرعت خطی حرکت دیسک ۰/۳ متر بر ثانیه و مسافت لغزش ۱۰۰۰ متر انتخاب گردید.

## نتایج و بحث

## بررسی نتایج SEM و EDS

شکل ۱ تصاویر SEM از سطح لایه‌های اکسید کامپوزیتی را نشان می‌دهد. باتوجه به تصاویر افزایش مقدار نانوذرات الماس کاهش حفرات و متراکم‌تر شدن لایه اکسیدی را به دنبال دارد. همچنین میزان ترک را نیز کاهش می‌دهد به طوری که لایه اکسیدی ایجاد شده در محلول الکترولیت حاوی ۰/۳ گرم نانوذرات الماس (شکل الف) دارای ساختاری با تراکم پایین و حفراتی با تعداد بیشتر و قطر بزرگ‌تر است در حالی که در حضور ۰/۷ گرم نانوذرات (شکل ۱ ب)، ساختاری متراکم‌تر و تعداد حفرات کمتر تشکیل شده که اندازه حفرات در آن نیز کوچکتر است. با افزایش غلظت الماس تا ۱ گرم برلیتر (شکل ۱ ج)، تراکم ساختار افزایش بیشتری می‌یابد. با افزایش بیش‌تر غلظت الماس (شکل ۱ د و ه) از فشردگی ساختار کاسته و حفرات ریز و درشت در ساختار ایجاد می‌شود. باتوجه به نتایج فوق، متراکم‌ترین ساختار با کمترین تعداد حفرات مربوط به محلول الکترولیت حاوی ۱ گرم برلیتر نانوذرات الماس می‌باشد.

جهت اطمینان از تحلیل‌های ارائه شده، از نرم‌افزار کلمکس<sup>۱</sup> به منظور محاسبه میزان تخلخل استفاده شد. نتایج بررسی در جدول ۱ ارائه شده است. نتایج نشان می‌دهد میزان تخلخل با افزایش مقدار نانوذرات الماس از ۰/۷ تا ۱ گرم برلیتر در الکترولیت از ۱۸٪ به ۱۱/۶٪ کاهش و با افزودن بیش‌تر این ذرات میزان تخلخل افزایش می‌یابد به طوری که میزان تخلخل در لایه اکسیدی ایجاد شده در محلول ۳ و ۵ گرم بر لیتر نانوذرات الماس ۱۳/۵٪ و ۱۶/۸٪ می‌باشد. باید خاطر نشان کرد امکان محاسبه میزان تخلخل برای لایه اکسیدی حاوی ۰/۳ گرم بر لیتر نانوذرات الماس به علت کیفیت پایین تصویر وجود نداشته است.

شکل ۲ نتایج آنالیز EDS از لایه اکسید کامپوزیتی تشکیل شده در محلول الکترولیت حاوی ۰/۳، ۰/۷، ۱، ۳ و ۵ گرم برلیتر نانوذرات الماس را نشان می‌دهد. با افزایش مقدار نانوذرات الماس از ۰/۳ تا ۱ گرم برلیتر در محلول الکترولیت، مقدار کربن (ناشی از حضور الماس) در لایه اکسیدی نیز از ۶/۷ تا ۱۲/۸ درصد وزنی افزایش می‌یابد. علت افزایش مقدار کربن در لایه اکسیدی، افزایش مقدار نانوذرات الماس در محلول الکترولیت می‌باشد که به همان نسبت مقدار کربن در لایه اکسیدی را افزایش می‌دهد. مشاهده می‌شود با افزایش بیش‌تر نانوذرات الماس (بیشتر از ۱ گرم بر لیتر) در محلول الکترولیت، مقدار الماس در لایه اکسیدی کاهش می‌یابد که علت آن می‌تواند آگلومره شدن ذرات در محلول الکترولیت و همچنین برخورد بیش‌تر ذرات با یکدیگر به علت مقدار بیش‌تر آن‌ها در محلول می‌باشد [۹].

## بررسی نتایج سختی سنجی

با توجه به جدول ۲، سختی لایه اکسیدی حاوی نانوذرات الماس به‌ازای تمامی مقادیر، بیش‌تر از لایه اکسیدی بدون الماس است. افزایش مقدار نانوالماس تا غلظت ۱ گرم سختی را از ۴۷۰ ویکرز به ۷۵۱ ویکرز افزایش

<sup>۱</sup> Clemex

می‌دهد. اما سختی لایه اکسیدی تشکیل شده در محلول الکترولیت حاوی ۳، ۵ و ۱۰ گرم بر لیتر نانوذرات الماس به ترتیب تا ۶۹۰، ۵۴۰ و ۵۱۲ ویکرز کاهش یافته‌است. در حالت کلی افزایش سختی، ناشی از نفوذ نانوذرات الماس در لایه و ایجاد ساختاری متراکم است. نانوذرات در حفرات موجود در لایه اکسیدی قرار می‌گیرند و سختی را افزایش می‌دهند [۱۰ و ۱۱]. نتایج SEM و EDS نیز مؤید آن هستند که با افزایش مقدار نانوذرات هم تراکم و هم مقدار الماس در لایه اکسیدی افزایش می‌یابد که به تبع آن سختی نیز افزایش می‌یابد. اما با افزایش بیشتر مقدار نانوذرات الماس سختی کاهش می‌یابد که علت آن چنانچه قبلاً اشاره شد می‌تواند کاهش امکان ورود نانوذرات الماس به لایه باشد. علاوه بر آن با افزایش بیش از حد مقدار نانوذرات الماس تراکم ساختار کاهش و قطر و تعداد حفرات افزایش می‌یابد که دلیل دیگری بر کاهش مقدار سختی لایه اکسیدی است. با توجه به نتایج SEM، EDS و سختی سنجی نمونه، حاوی ۱ گرم بر لیتر نانوذرات الماس در الکترولیت انتخاب و رفتار سایشی آن با نمونه بدون نانوذرات مقایسه شد.

### بررسی رفتار سایش لایه‌های اکسیدی

شکل ۳ نمودارهای تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای لایه‌های اکسیدی با و بدون نانوذرات الماس را نشان می‌دهد. در لایه اکسید کامپوزیتی (شکل ۳ ب) قبل از رسیدن به حالت پایدار نوعی افزایش در ضریب اصطکاک مشاهده می‌شود که علت آن می‌تواند به زبری سطحی بالاتر لایه اکسیدی کامپوزیتی مربوط باشد. اندازه گیری زبری سطح نشان می‌دهد زبری لایه کامپوزیتی ۱/۸ میکرومتر می‌باشد در حالیکه این مقدار برای لایه اکسیدی ۰/۹ میکرومتر است. در حالت پایدار مقدار ضریب اصطکاک برای لایه اکسیدی تقریباً ۰/۵ می‌باشد که با افزودن نانوذرات الماس این مقدار به ۰/۳ کاهش می‌یابد. بنابراین انتظار می‌رود لایه کامپوزیتی از مقاومت سایشی بیشتری برخوردار باشد. مقاومت سایشی همچنین به ساختار لایه اکسیدی نیز بستگی دارد. هرچه ساختار فشرده‌تر باشد مقاومت سایشی بالاتر خواهد بود [۱۱-۱۳].

جدول ۳ مقدار کاهش وزن لایه اکسیدی و لایه اکسید کامپوزیتی را در مسافت‌های مختلف نشان می‌دهد. در ۲۵۰ متر اول کاهش وزن لایه اکسیدی حاوی نانوذرات الماس بیش‌تر است که این به علت زبری بیش‌تر لایه اکسیدی است. در ادامه و پس از بین رفتن پستی و بلندی سطوح میزان کاهش وزن در لایه اکسید کامپوزیتی کاهش می‌یابد به طوری که پس از طی مسافت ۱۰۰۰ متر مقدار کاهش وزن در لایه کامپوزیتی در مقایسه با لایه اکسیدی ۲۷٪ کاهش یافته‌است. این افزایش مقاومت به سایش به علت حضور نانوذرات الماس در لایه اکسیدی است که ساختار لایه اکسیدی را متراکم‌تر می‌کنند و سختی را از ۴۷۰ ویکرز به ۷۵۱ ویکرز افزایش می‌دهند.

### نتیجه‌گیری

با ایجاد لایه اکسید کامپوزیتی بر آلیاژ آلومینیوم ۲۱۱۷ از طریق افزودن نانوذرات الماس به محلول الکترولیت آندایزینگ نتایج زیر حاصل شد:

۱) لایه اکسید کامپوزیتی نسبت به لایه اکسیدی بدون نانوذرات الماس به علت دارا بودن ساختاری متراکم تر از سختی بالاتری برخوردار است.

۲) افزایش غلظت نانو ذرات الماس از ۰/۳ تا ۱ گرم برلیتر در الکترولیت، سختی لایه اکسیدی ایجاد شده را به علت ایجاد ساختاری متراکم تر و مقدار بالاتر الماس در لایه اکسیدی، به بالاترین حد (۷۵۱ ویکرز) می‌رساند.

۳) حضور نانوذرات الماس در لایه اکسیدی ضریب اصطکاک و مقدار کاهش وزن را کاهش می‌دهد به طوری که مقدار ضریب اصطکاک در حالت پایدار از ۰/۵ به ۰/۳ رسیده و مقدار کاهش وزن نیز حدود ۲۷٪ کاهش می‌یابد.

### مراجع

1. W. Brace and P. Sheasby, "The Technology of Anodizing Aluminium Technicopy Ltd", *Stonhouse, Gloucestershire, England*, p. 1, 1979.
2. R. LeBlanc and E. Gutierrez-Miravete, "The Effect of Anodizing to Minimize Friction and Wear of Aluminum Surfaces", *Mane-6960 Friction and Wear of Materials*, 2009.
3. G. Poinern, N. Ali, and D. Fawcett, "Progress in nano-engineered anodic aluminum oxide membrane development", *Journal Materials*, vol. 4, pp. 487-526, 2011.
4. Y. Zhao, M. Chen, W. Liu, X. Liu, and Q. Xue, "Preparation and self-lubrication treatment of ordered porous anodic alumina film", *Materials chemistry and physics*, vol. 82, pp. 370-374, 2003.
5. W. Brace, P. G. Sheaby, "The Technology of Anodizing Aluminum", *Metals & Plastics Pub*, 2nd edition, 1979.
6. A. Araoyinbo, A. Rahmat, M. Derman and K. Ahmad, "Room temperature anodization of aluminum and the effect of the electrochemical cell in the formation of porous alumina films from acid and alkaline electrolyte", *VBRI press*, vol. 3, pp. 273-278, 2012.
7. S. Chen, C. Kang, J. Wang, C. Liu and K. Sun, "Synthesis of anodizing composite films containing superfine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and PTFE particles on Al alloys", *Applied Surface Science*, vol. 256, pp. 6518-6525, 2010.
۸. م. عبدی، "بررسی تاثیر پارامترهای آبرکاری بر خواص نانو کامپوزیت الکتروفرم شده-مس الماس" پایان نامه کارشناسی ارشد دانشگاه مالک اشتر تهران، ۱۳۹۰.
9. B. Bakhit and A. Akbari, "Synthesis and characterization of Ni-Co/SiC nanocomposite coatings using sediment co-deposition technique", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 560, pp. 92-104, 2013.
10. M. Takaya, K. Hashimoto, Y. Toda and M. Maejima, "Novel tribological properties of anodic oxide coating of aluminum impregnated with iodine compound," *Surface and coatings Technology*, vol. 169, pp. 160-162, 2003.
11. D. Zhang, Y. Gou, Y. Liu, and X. Guo, "A composite anodizing coating containing superfine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles on AZ31 magnesium alloy," *Surface and coatings Technology*, vol. 236, pp. 52-57, 2013

12. M. Abdoli and A. S. Rouhaghdam, "Preparation and characterization of Ni-P nanodiamond coatings: Effects of surfactants," *Diamond and Related Materials*, vol. 31, pp. 30-37, 2013.
13. Y. Yang, W. Chen, C. Zhou, H. Xu and W. Gao, "Fabrication and characterization of electroless Ni-P-ZrO<sub>2</sub> nano-composite coatings," *Applied Nanoscience*, vol. 1, pp. 19-26, 2011.

جدول ۱: نتایج آنالیز تصویری از لایه‌های اکسید در غلظت‌های مختلف نانوذرات

میزان تخلخل (%)	غلظت نانوذرات الماس در محلول الکترولیت (گرم برلیتر)
۱۸	۰/۷
۱۱/۷	۱
۱۳/۵	۳
۱۶/۸	۵

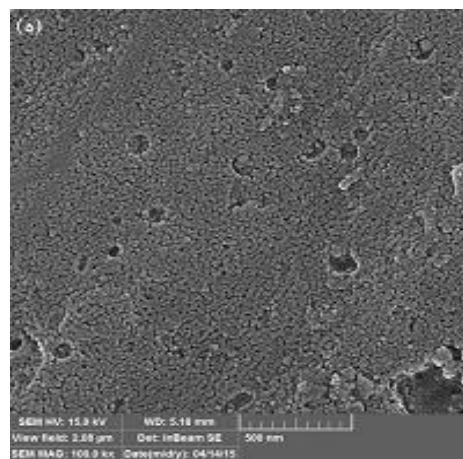
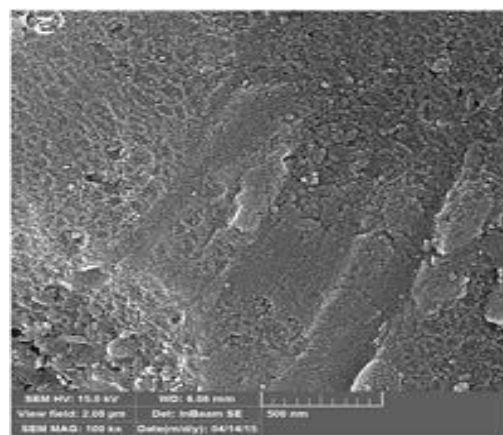
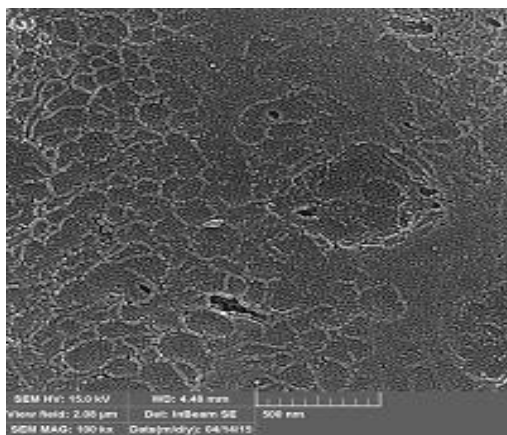
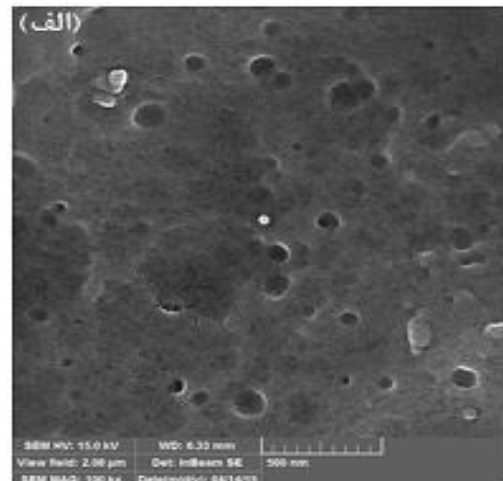
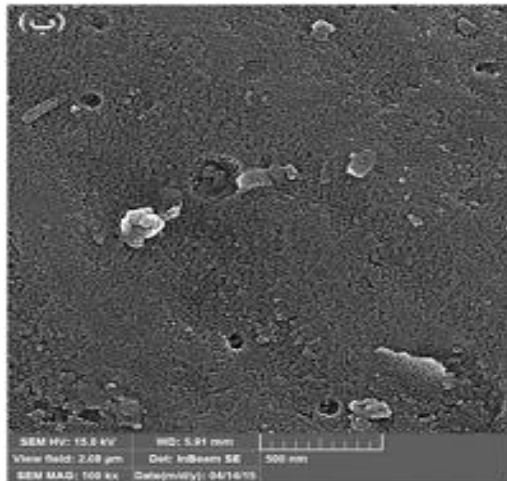
جدول ۲: لایه‌های اکسیدی ایجاد شده با غلظت مختلف نانوذرات الماس

سختی (HV)	غلظت نانو الماس (g/l)
$470 \pm 2$	بدون الماس
$476 \pm 5$	۰/۱
$497 \pm 7$	۰/۳
$518 \pm 5$	۰/۷
$751 \pm 9$	۱
$690 \pm 6$	۳
$540 \pm 5$	۵
$512 \pm 5$	۱۰

جدول ۳: مقدار کاهش وزن برای نمونه‌های آندایز شده با و بدون ذرات الماس

مسافت طی شده (متر)	نمونه	کاهش وزن (میلی‌گرم)
۲۵۰	بدون نانو ذرات الماس	۱/۳
	با نانو ذرات الماس	۱/۵
۶۰۰	بدون نانو ذرات الماس	۲/۸
	با نانو ذرات الماس	۲
۱۰۰۰	بدون نانو ذرات الماس	۳/۴
	با نانو ذرات الماس	۲/۵

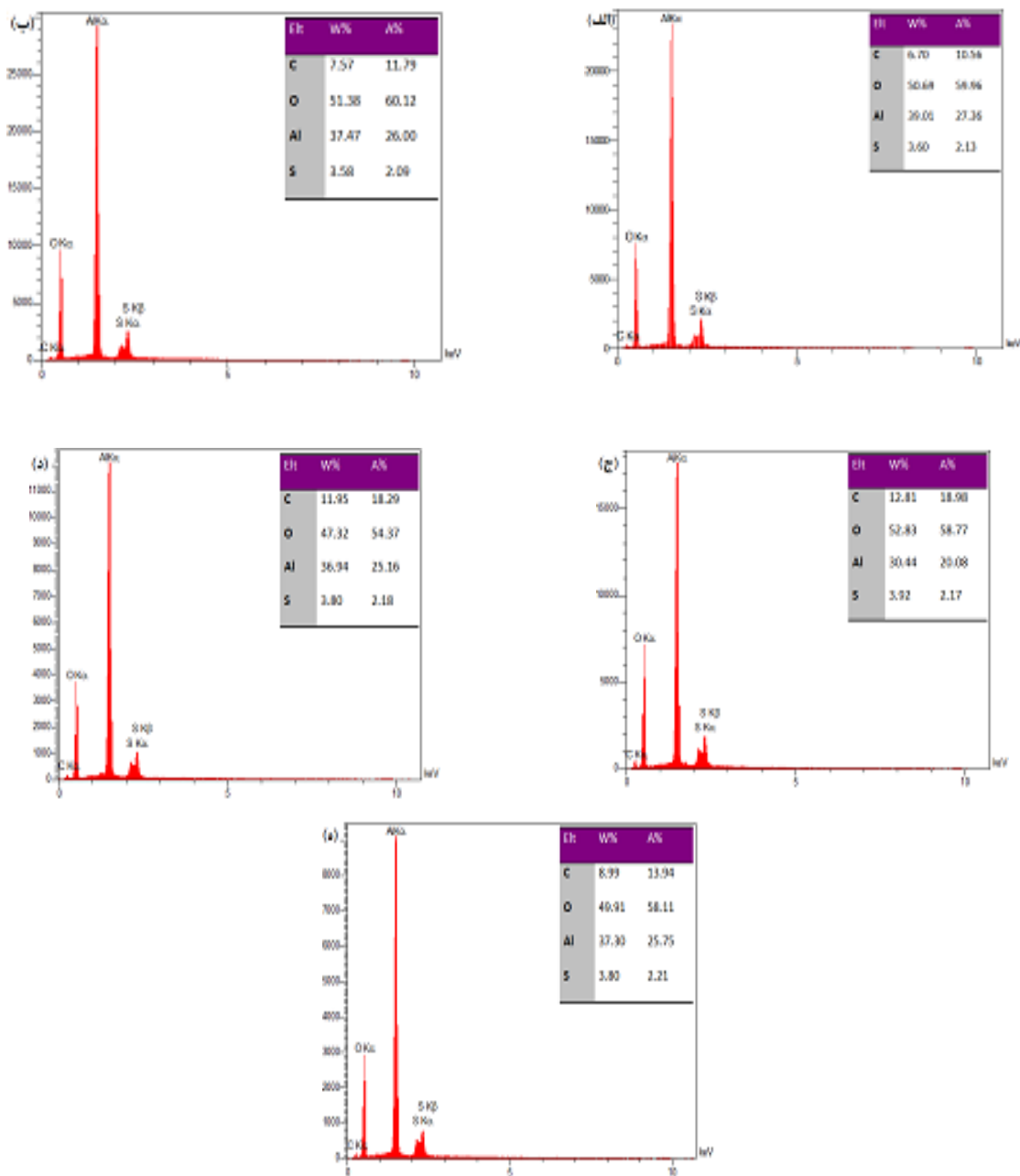
بررسی مورفولوژی، سختی و رفتار....



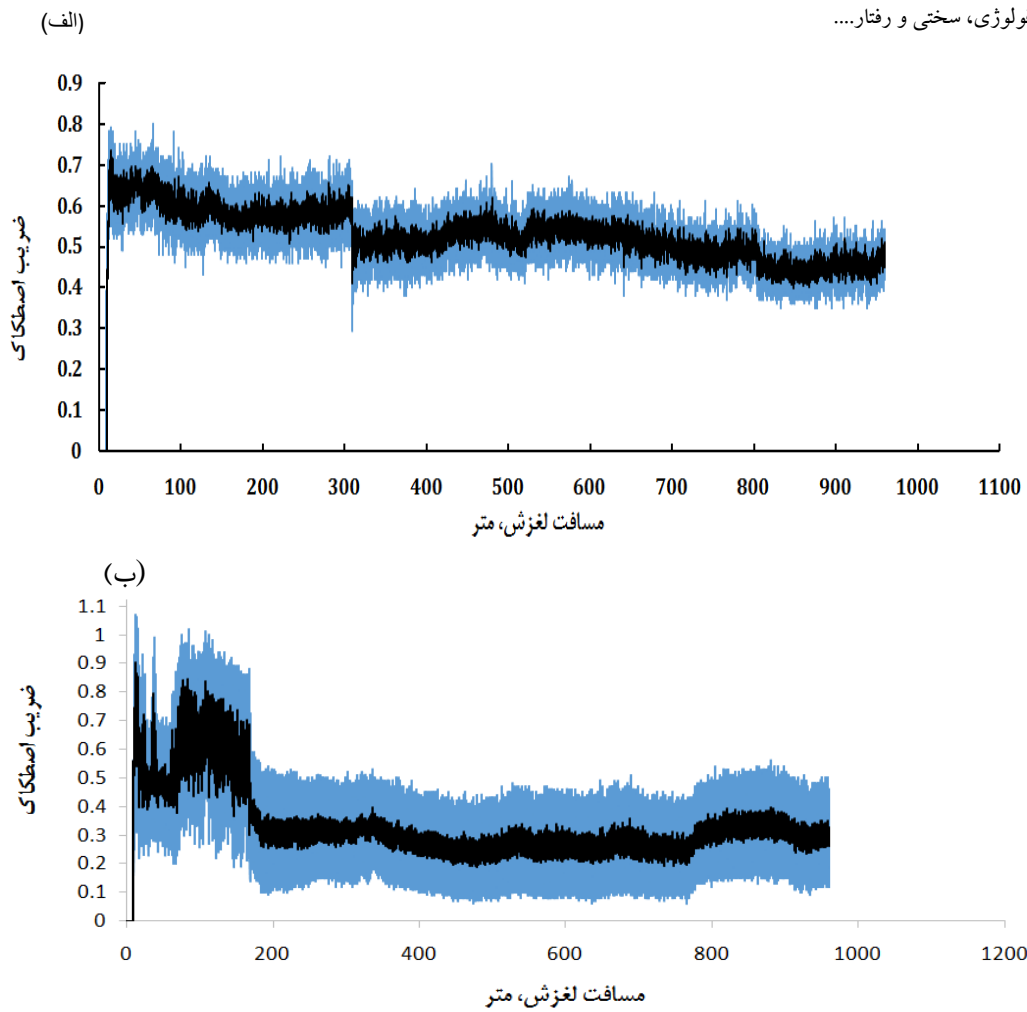
شکل ۱: تصویر SEM از سطح لایه اکسیدی تشکیل شده در الکترولیت حاوی (الف) ۰/۳، (ب) ۰/۷، (ج) ۱، (د) ۳ و (ه) ۵ گرم برلیتر نانوذرات الماس.



شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح



شکل ۲: آنالیز EDS از لایه اکسیدی تشکیل شده در محلول حاوی (الف) ۰/۳، (ب) ۰/۷، (ج) ۱ و (د) ۳ و (ه) ۵ گرم برلیتر نانوذرات الماس.



شکل ۳: نمودار تغییرات ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای (الف) لایه اکسیدی و (ب) لایه اکسید کامپوزیتی.