

اثر زمان پوشش دهی بر خواص پوشش نانو کامپوزیتی سرامیک-گرافن اعمال شده به روش اکسیداسیون پلاسمایی الکترولیتی روی آلیاژ منیزیم AZ31B

هادی نصیری وطن و محسن آدابی*

دانشگاه آزاد اسلامی، واحد رودهن، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، رودهن، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۷/۱۰/۲۰، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۷/۱۲/۱۹، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۷/۱۲/۲۲

چکیده

در این تحقیق اثر زمان پوشش دهی بر ریزساختار، سختی، مقاومت به سایش و خوردگی پوشش نانو کامپوزیتی سرامیک-گرافن اعمال شده به روش اکسیداسیون پلاسمایی الکترولیتی روی آلیاژ منیزیم AZ31B بررسی گردید. برای این منظور، پوشش های سرامیک-گرافن از الکترولیت فسفاتی حاوی نانوذرات گرافن در جریان 60 mA/cm^2 و زمان های ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه آماده شدند. مورفولوژی و ترکیب شیمیایی پوشش توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزور EDS مورد بررسی قرار گرفت. برای بررسی سختی، خواص سایشی و خوردگی به ترتیب از روش میکروسختی ویکرز، پین روی دسک و پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک در محلول ۳/۵٪ نمک استفاده شد. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح پوشش نشان داد که با افزایش زمان پوشش دهی، تعداد و قطر حفرات به ترتیب کاهش و افزایش یافت. همچنین نتایج حاصل از آزمون سختی سنجی دلالت بر افزایش سختی با افزایش زمان پوشش دهی داشت. نتایج آزمون سایش و خوردگی نمونه ها نشان داد که با افزایش زمان فرآیند پوشش دهی، مقاومت به سایش افزایش در حالیکه مقاومت به خوردگی نمونه ها اندکی کاهش یافت.

واژه های کلیدی: پوشش نانو کامپوزیت، اکسیداسیون پلاسمایی الکترولیتی، آلیاژ AZ31، مقاومت به سایش و خوردگی.

۱- مقدمه

است [۱،۲]. روش های پوشش دهی سطحی مختلفی مانند آبکاری الکتریکی، آندایزینگ و اکسیداسیون پلاسمایی الکترولیتی (PEO) برای حفاظت آلیاژ منیزیم در برابر خوردگی و سایش پیشنهاد شده است [۳-۵]. از میان این روش ها، پوشش های PEO به دلیل سختی بالا، قابلیت استفاده در دماهای بالا و زیست محیطی بودن فرآیند، بطور گسترده روی آلیاژهای منیزیم اعمال می شوند [۶]. در روش PEO

در منیزیم و آلیاژهایش به دلیل خواص فیزیکی و مکانیکی منحصر بفرد مانند چگالی پایین و استحکام ویژه بالا در کاربردهایی نظیر صنایع هوا-فضا و خودروسازی استفاده می شوند. با وجود این، مقاومت به خوردگی و سایش کم منیزیم سبب جلوگیری از افزایش کاربردهای این آلیاژ شده

* **مهدهدار مکاتبات:** محسن آدابی

نشانی: دانشگاه آزاد اسلامی، واحد رودهن، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، رودهن، ایران
تلفن: ۰۲۱-۷۶۵۰۳۳۸۰، دورنگار: ۰۲۱-۷۶۵۰۷۶۶۵، پست الکترونیکی: adabi@riau.ac.ir

همچنین Singh و همکارانش نشان دادند که کامپوزیت گرافنی که به روش رسوب نشانی الکتروفوریتیک اعمال شده است خواص ضد خوردگی قابل توجهی دارد [۱۸]. رمضانزاده و همکارانش از نانو صفحات گرافنی اصلاح شده که درون لایه‌ی سل-ژل اعمال شدند برای بهبود خواص خوردگی و مقاومت به جدایش کاتدی پوشش اپوکسی روی زیرلایه فولادی استفاده کردند [۱۹]. Chen و همکارانش نشان دادند که اضافه کردن گرافن به پوشش‌های PEO در الکترولیت سیلیکاتی می‌تواند مقاومت به خوردگی و سایش آلیاژ Mg-Li را بهبود دهد [۲۰].

توجه محققین به مطالعه افزودن ذرات گرافن به زمینه پوشش‌ها و بررسی تاثیر این ماده بر خواص پوشش‌ها دلالت بر اهمیت استفاده از این ذرات دارد. با وجود این، تاکنون، تحقیقات کمی روی تاثیر ذرات گرافن بر خواص پوشش‌های PEO انجام شده است. از این رو، به نظر می‌رسد مطالعه و بررسی خواص پوشش‌های کامپوزیتی سرامیک-گرافن اعمال شده روی زیرلایه آلیاژ منیزی AZ31 با استفاده از فرآیند PEO حائز اهمیت باشد. بنابراین، پژوهش حاضر به بررسی اثر افزودن نانو صفحات گرافن در زمان‌های مختلف پوشش‌دهی به روش PEO بر ریزساختار، خواص خوردگی و سایشی این پوشش‌ها پرداخته است.

۲- فعالیت‌های تجربی

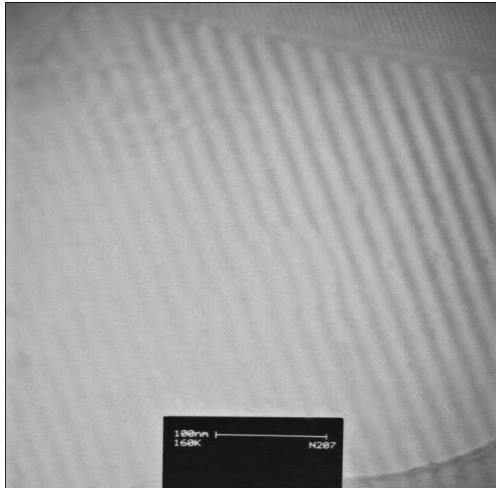
۲-۱- مواد

در این تحقیق از فسفات سدیم ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)، هیدروکسید پتاسیم (KOH)، و نانو صفحات گرافن (تهیه شده از شرکت Graphene Supermarket) برای ساخت الکترولیت استفاده شده است. در این پژوهش از نمونه‌های AZ31B به شکل مستطیل و در ابعاد $30 \times 30 \times 4 \text{ mm}^3$ جهت پوشش‌دهی و انجام آزمون‌های مختلف استفاده شده است. ترکیب شیمیایی زیرلایه منیزی AZ31B که به کمک روش اسپکتروسکوپی نشری بدست آمده است در جدول (۱) نمایش داده شده است. سطح نمونه‌های منیزی با کاغذ ۸۰

پوشش سرامیکی در فصل مشترک فلز-الکترولیت و با اعمال ولتاژی بیشتر از ولتاژ شکست دی‌الکتریک، روی سطح فلز ایجاد می‌شود [۷]. این فرآیند عموماً در الکترولیت‌های قلیایی حاوی آیون‌هایی نظیر فسفات، سیلیکات و آلومینات که دو ستدار محیط زیست هستند انجام می‌شود. استفاده از این ترکیبات منجر به تشکیل فازهایی نظیر $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ ، MgAl_2O_4 و Mg_2SiO_4 در پوشش سرامیکی می‌شود. محققان نشان داده‌اند که وجود این فازها منجر به بهبود خواص خوردگی و سایشی پوشش سرامیکی می‌شود [۸].

با وجود مزایای پوشش‌های PEO، ساختار متخلخل این پوشش‌ها منجر به محدود شدن استفاده از آن‌ها در کاربردهای مختلف شده است. از این رو در سال‌های اخیر تلاش‌های گسترده‌ای جهت بهبود خواص این پوشش‌ها انجام شده است. نتایج تحقیقات نشان می‌دهد که در فرآیند PEO می‌توان طی یک مرحله با اضافه کردن نانوذرات به الکترولیت پوشش نانو کامپوزیتی تولید کرد. اضافه کردن نانوذرات به الکترولیت سبب می‌شود که این ذرات بر اساس اثر الکتروفوریتیک روی سطح زیرلایه جذب شده و درون پوشش PEO در نتیجه تبخیر الکترولیت به دام افتد. همچنین ذرات موجود در الکترولیت می‌توانند با اکسید فلزی مذاب ناشی از کانال‌های تخلیه الکتریکی مخلوط شوند [۹]. استفاده از نانوذرات مختلف نظیر Ta_2O_5 ، TiO_2 ، CeO_2 ، SiC ، SiO_2 ، Al_2O_3 و ZrO_2 جهت مسدود کردن حفرات موجود در پوشش PEO و ساخت پوشش نانو کامپوزیت در تحقیقات مختلفی گزارش شده است. استفاده از این نانوذرات می‌تواند منجر به بهبود سختی، مقاومت سایشی و خوردگی شود [۱۰-۱۴].

گرافن به عنوان یک ماده دو بعدی از یک لایه اتمی گرافیت با داشتن خواص خوب مکانیکی، نفوذناپذیری، آبگریزی و تریبولوژیکی برای بهبود مقاومت به خوردگی و سایشی مواد پیشنهاد شده است [۱۵، ۱۶]. برای مثال، Kirkland و همکارانش از گرافن در پوشش‌های محافظ جهت جلوگیری از خوردگی نمونه‌های مسی و نیکلی استفاده کرده‌اند [۱۷].



شکل ۱: تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانو صفحات گرافن.

الی ۲۰۰۰ سنباده زنی شدند و پس از شستشوی اولیه با آب مقطر، با شستشو با الکل صنعتی چربی زدایی شدند.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی نمونه‌های AZ31B

حاصل از آزمون طیف سنج نشر جرقه.

عنصر	Mg	Zn	Si	Mn	Fe	Cu	Al
درصد وزنی	۹۶/۲۲	۰/۰۹	۰/۰۲	۰/۰۱	۰/۰۱	۰/۰۷	۳/۶۱

۲-۲- پوشش دهی

جهت انجام فرآیند PEO، از یک سو کننده جریان، مخزن فولادی زنگ‌نزن، هم‌زن و سیستم خنک کننده استفاده شد. سیستم خنک کننده جهت نگه داشتن دمای الکترولیت زیر 30°C استفاده شده است. حمام پوشش دهی شامل فسفات سدیم (4 g/l)، هیدروکسید پتاسیم ($1/5\text{ g/l}$) و گرافن (5 g/l) بود. ساختار و ابعاد صفحات گرافن در شکل ۱ نمایش داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود صفحات کاملاً شفاف است که نشان‌دهنده تک لایه (یا زیر ۵ لایه بودن) صفحات گرافن است. به منظور توزیع مناسب نانوصفحات گرافن در الکترولیت، حمام به مدت ۱۲ ساعت به صورت مغناطیسی همزده شده و سپس به مدت ۳۰ دقیقه تحت ارتعاش امواج فراصوت قرار گرفت. پس از آماده شدن الکترولیت، پوشش دهی تحت چگالی جریان مستقیم 60 mA/cm^2 در مدت زمان ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه انجام شد. لازم بذکر است که در طول فرآیند PEO مجموعه تحت همزن مغناطیسی با سرعت 250 rpm قرار گرفت تا از تجمع و ته‌نشینی نانوصفحات گرافن طی فرآیند جلوگیری به عمل آید. در نهایت نمونه‌های پوشش داده شده با آب یون‌زدایی شده شسته شده و در دمای محیط خشک شده‌اند.

۲-۳- بررسی‌های میکروسکوپی

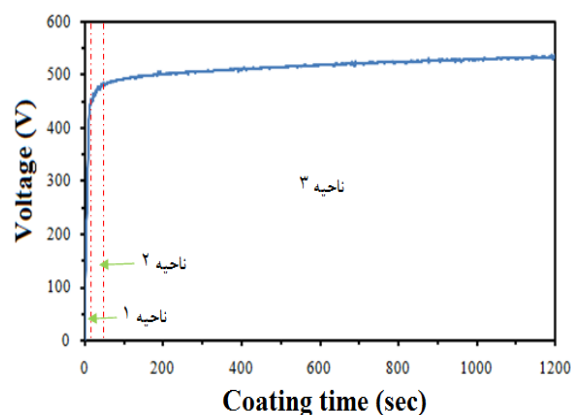
به منظور بررسی مورفولوژی سطحی پوشش‌ها، فصل مشترک پوشش-زیرلایه و سطوح سایش از میکروسکوپ الکترونی روبشی با نام تجاری VegaTescan استفاده شد. تهیه تصویر از طریق الکترون‌های ثانویه انجام گرفت. ضخامت پوشش‌ها با استفاده از نرم‌افزار آنالیز تصویری در بیش از ۱۰ نقطه اندازه‌گیری شد. میکروسکوپ الکترونی مجهز به سیستم طیف‌سنجی انرژی پرتو ایکس (EDS) بود و از این‌رو امکان بررسی ترکیب شیمیایی پوشش‌ها نیز فراهم شد. نتایج ترکیب شیمیایی به صورت میانگینی از سه اندازه‌گیری روی هر نمونه ارائه شد.

۲-۴- سختی‌سنجی

از روش ویکرز برای سختی‌سنجی نمونه‌ها استفاده شد. آزمایش ریز سختی از سطح مقطع پوشش و در بار ۲۵ گرم و زمان توقف ۱۰ ثانیه انجام شد. نتایج ریز سختی برای هر نمونه آزمایشی به صورت میانگینی از پنج اندازه‌گیری ارائه گردید.

۲-۵- آزمون سایش

زمان پوشش دهی می تواند به سه ناحیه کلی تقسیم گردد. همانطور که مشاهده می شود در ناحیه اول افزایش ناگهانی در عرض چند ثانیه در پتانسیل رخ می دهد. علت این تغییر ناگهانی به تشکیل یک لایه روپین روی سطح آلیاژ نسبت داده شده است [۲۱]. در ناحیه دوم، سرعت افزایش پتانسیل نسبت به ناحیه اول کمتر است. در این ناحیه، جرقه های کوچک و میکرو قوس ها در نتیجه شکست لایه روپین سطحی مشاهده شد. در ناحیه سوم یک شیب بسیار اندک در منحنی تغییرات پتانسیل نسبت به زمان دیده می شود. این نتیجه با گزارش ارائه شده توسط فقیهی ثانی در توافق است [۲۲].



شکل ۲: تغییرات پتانسیل با زمان پوشش دهی در فرآیند PEO.

در شکل ۳ ریزساختار سطحی پوشش ها در زمان های مختلف پوشش دهی نمایش داده شده است. میکرو تخلخل های بسیاری در کنار تعدادی ترک روی سطح نمونه ها قابل مشاهده است. دلیل تشکیل میکرو تخلخل ها می تواند ناشی از خروج اکسید مذاب و حباب های گاز از طریق کانال های تخلیه در حین فرآیند باشد [۱۲]. علاوه بر این، نسبت کم Pilling-Bedworth منیزیم (نسبت حجم اکسید تولید شده به حجم منیزیم مصرف شده) خود دلیل دیگری برای ایجاد تخلخل در پوشش PEO است [۲۳]. علت تشکیل میکرو ترک ها به شوک حرارتی ناشی از انجماد سریع مذاب در نتیجه تماس با الکترولیت (که می تواند به صورت یک خنک کننده عمل کند) نسبت داده شده است [۲۴].

برای آزمایش سایش از دستگاه پین روی دیسک در دمای محیط بر اساس استاندارد ASTM G99-95 استفاده شد. نمونه مورد آزمایش روی سطح دیسک قرار می گرفت. پین ساینده، از جنس کاربید تنگستن (WC-6%Co) با قطر ۶ mm انتخاب شد. انتهای پین به صورت کروی با شعاع ۳ mm بود. آزمون سایش در مسافت ۱۵۰۰ cm، شعاع چرخش ۸ mm، سرعت ۰/۱ m/s و بار ۵ نیوتن انجام شد. قبل از آزمون سایش، ابتدا نمونه ها درون محلول استون قرار گرفته و به مدت ۳ دقیقه تحت آلتراسونیک قرار گرفتند و سپس به کمک ترازوی دیجیتالی با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم وزن شدند. بعد از آزمون سایش و برداشتن ذرات سایشی از سطح نمونه، وزن نمونه دوباره اندازه گیری شد. قابل ذکر است که برای کاهش خطا، هر آزمایش سایش سه بار تکرار گردید و نتایج بصورت میانگینی از این سه آزمایش ارائه شده اند.

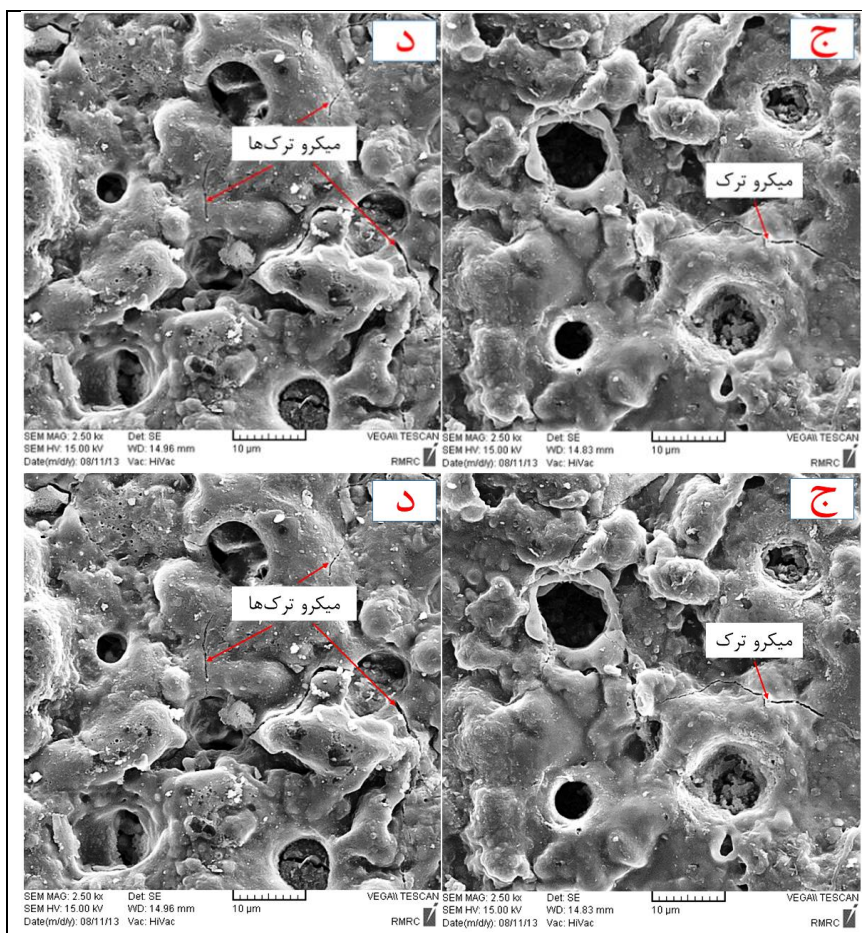
۲-۶- مطالعات خوردگی

جهت بررسی رفتار خوردگی پوشش ها از روش های پلاریزاسیون پتانسیو دینامیکی استفاده شد. آزمایش های خوردگی در محلول ۳/۵ درصد NaCl انجام شد. برای این منظور دستگاه پتانسیواستات Solarton 1250 در یک سیستم سه الکترودی مرسوم به کار گرفته شده است. در این سیستم کالومل اشباع (SCE) به عنوان الکترود مرجع، پلاتین به عنوان الکترود کمکی، و نمونه پوشش داده شده به روش PEO به عنوان الکترود کاری مورد استفاده قرار گرفته اند. آزمون در نرخ روبش ۱ mV/s و در محدوده پتانسیل ۰/۳ V تا ۱ V نسبت به پتانسیل مدار باز انجام گرفته است.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مشخصه یابی پوشش

تغییرات پتانسیل نمونه نسبت به زمان پوشش دهی در شکل (۲) نشان داده شده است. منحنی تغییرات پتانسیل بر حسب

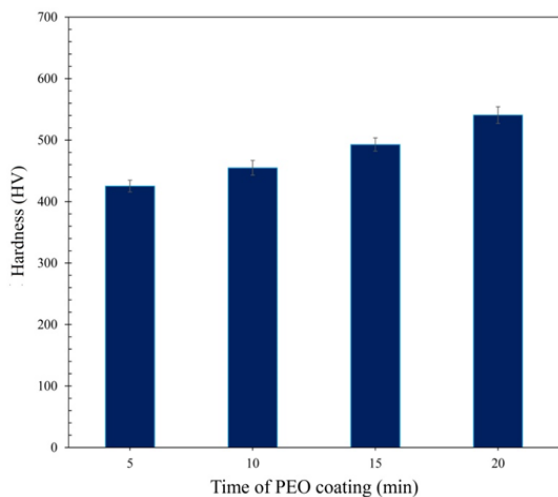


شکل ۳: تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح نمونه‌های پوشش داده (پس از الف) ۵ دقیقه، (ب) ۱۰ دقیقه، (ج) ۱۵ دقیقه و (د) ۲۰ دقیقه پوشش دهی.

ترکیب شیمیایی پوشش‌های تشکیل شده در زمان‌های مختلف پوشش دهی در جدول ۲ آورده شده است. همانطور که ملاحظه می‌شود عناصر منیزیم، اکسیژن فسفر در پوشش وجود دارند. حضور این عناصر می‌تواند مربوط به تشکیل فازهای MgO و $Mg_3(PO_4)_2$ در پوشش PEO باشد. همچنین وجود عنصر کربن می‌تواند ناشی از حضور نانو صفحات گرافن در پوشش تشکیل شده روی آلیاژ منیزیمی باشد. در حقیقت بر اثر نیروی الکتروفورتیک، صفحات گرافن می‌توانند روی سطح الکتروود جذب شوند. سپس با تشکیل پوشش این صفحات درون پوشش سرامیکی به دام افتند [۱۲]. میانگین ضخامت پوشش‌ها طی زمان‌های مختلف پوشش دهی در شکل ۴ نمایش داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود در ابتدای پوشش دهی ضخامت با سرعت بیشتری

همچنین در شکل ۳ مشاهده می‌شود که با افزایش زمان پوشش دهی قطر حفرات افزایش یافته ولی تعداد آن‌ها کاهش یافته است. این روند می‌تواند ناشی از تغییر در مشخصات تخلیه الکتریکی در طول فرآیند PEO باشد. در حقیقت در زمان‌های ابتدایی فرآیند PEO، پوشش تشکیل شده نازک است که این موضوع سبب می‌شود جرقه‌ها راحت‌تر در نتیجه شکست سطح پوشش رخ دهند. بنابراین میکرو حفره‌های بیشتری روی سطح تشکیل می‌شوند. با ادامه یافتن فرآیند PEO ضخامت پوشش افزایش می‌یابد. بر این اساس تعداد نقاطی که روی سطح جرقه زده می‌شود کاهش می‌یابد. از طرفی با کاهش تعداد این نقاط، قدرت میدان الکتریکی ایجاد شده هم افزایش می‌یابد. این امر می‌تواند منجر به افزایش قطر حفرات گردد [۵].

جدول ۳ می توان دریافت که با افزایش زمان پوشش دهی مقدار فاز Mg_3PO_4 افزایش می یابد. از این رو سختی پوشش با افزایش زمان پوشش دهی تقویت می شود.



شکل ۵: تغییرات سختی پوشش طی زمان های مختلف پوشش دهی.

نتایج مربوط به زبری سنجی سطح نمونه های پوشش داده شده در جدول ۳ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می شود با افزایش زمان فرآیند PEO، زبری پوشش ها افزایش می یابد. علت این امر بدان دلیل است که با افزایش زمان پوشش دهی، ضخامت پوشش افزایش یافته و در نتیجه تعداد نقاطی که روی سطح جرقه زده می شود کاهش می یابد؛ با کاهش تعداد این نقاط، قدرت میدان الکتریکی ایجاد شده هم افزایش می یابد. این موضوع می تواند شکل حفرات و ابعاد آن ها را تحت تاثیر قرار دهد. بر این اساس انتظار می رود با افزایش قدرت میدان الکتریکی در برخی نقاط که منجر به حفرات بزرگ در ساختار پوشش می شود، زبری سطحی افزایش یابد.

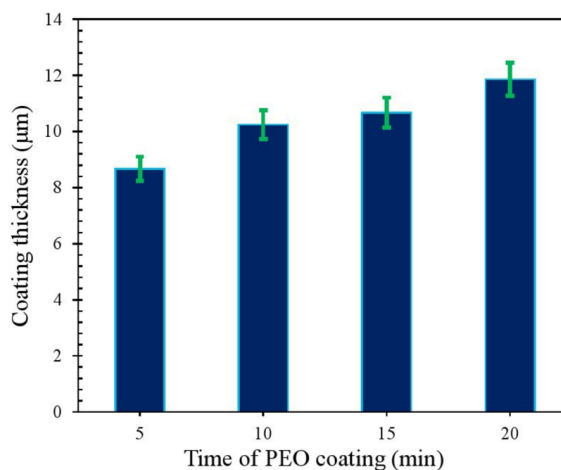
جدول ۳: تغییر زبری نمونه های پوشش داده شده طی زمان های مختلف پوشش دهی.

زمان پوشش دهی (دقیقه)	۵	۱۰	۱۵	۲۰
زبری R_a (μm)	۰/۵۳	۰/۶۴	۰/۷۴	۰/۸۹

افزایش یافته و پس از آن نرخ رشد پوشش کاهش یافته است. علت این امر به تشکیل فاز های MgO و $Mg_3(PO_4)_2$ و ممانعت این فازها در برابر نفوذ یون ها نسبت داده شده است [۲۵].

جدول ۲: آنالیز EDS از پوشش های ایجاد شده در زمان های مختلف پوشش دهی

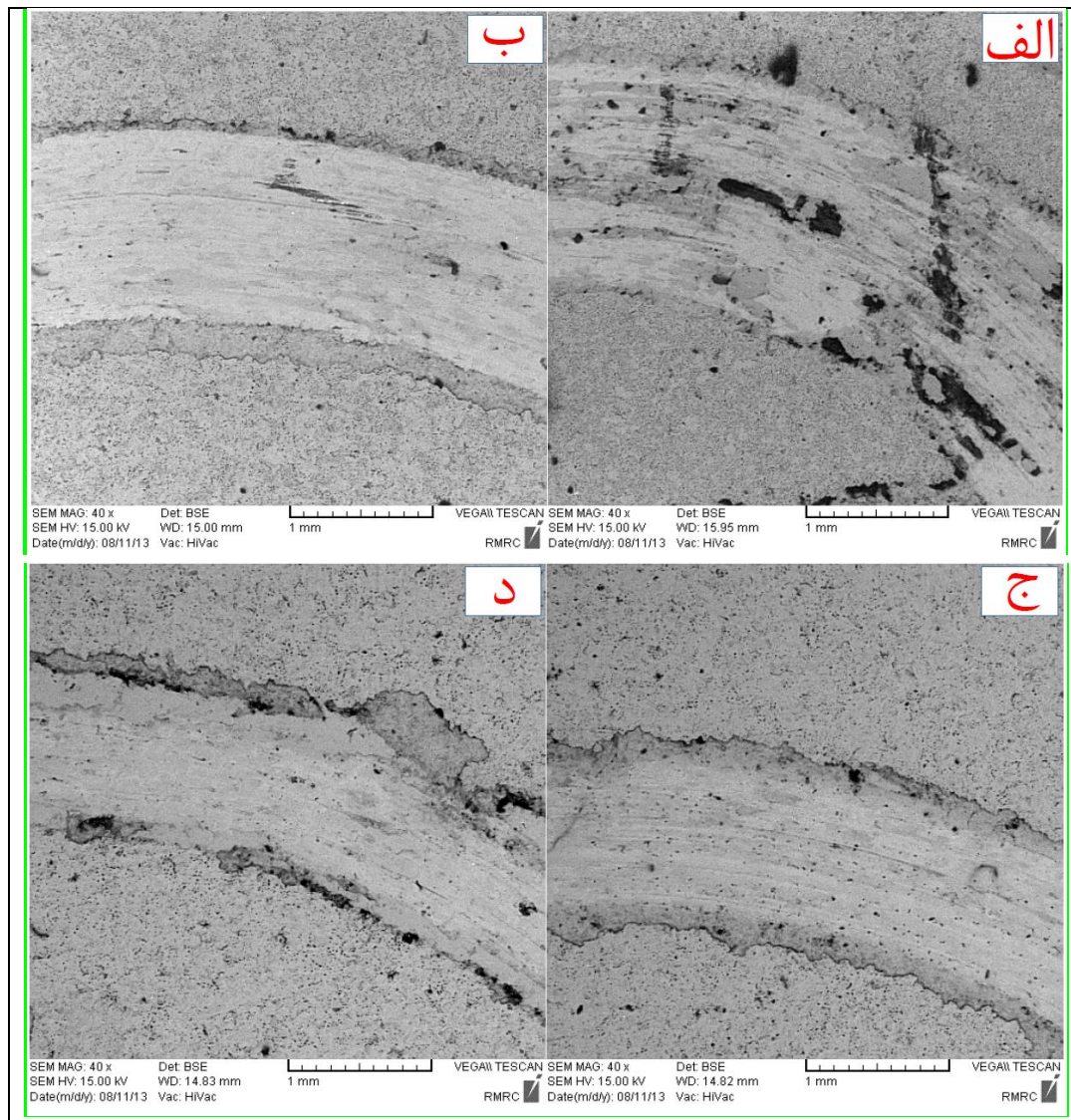
C (wt.%)	P (wt.%)	O (wt.%)	Mg (wt.%)	زمان پوشش دهی (دقیقه)
۱۱	۸/۴	۴۲/۳	۳۸/۳	۵
۱۰/۸	۱۰/۱	۴۲/۵	۳۷/۳	۱۰
۱۰/۶	۱۱/۸	۴۰/۷	۳۶/۹	۱۵
۱۱/۷	۱۲/۹	۳۹/۶	۳۵/۸	۲۰



شکل ۴: تغییر ضخامت پوشش طی زمان های مختلف پوشش دهی.

۳-۲- میکروسختی و زبری پوشش

شکل ۵ اثر زمان پوشش دهی بر میکرو سختی پوشش های ایجاد شده را نشان می دهد. همانطور که مشخص است پوشش با گذشت زمان فرآیند PEO افزایش یافته است. پوشش های PEO که در الکترولیت فسفاتی تهیه می شوند معمولاً شامل دو فاز MgO و Mg_3PO_4 هستند. گزارش ها نشان می دهد که سختی پوشش MgO از سختی پوشش $MgO-Mg_3PO_4$ کمتر است [۲۶، ۲۷]. از طرفی با توجه به



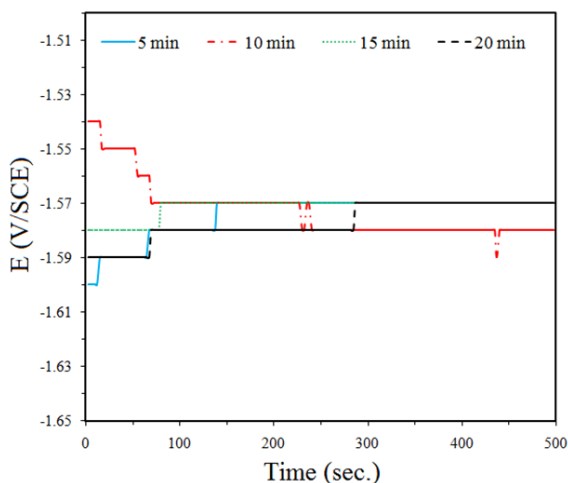
شکل ۶: تصاویر میکروسکوپی الکترونی رویی تهیه شده از سطح تحت آزمون سایش نمونه‌های پوشش داده شده پس از الف) ۵ دقیقه، ب) ۱۰ دقیقه، ج) ۱۵ دقیقه و د) ۲۰ دقیقه.

۳-۳- مطالعه خواص سایشی

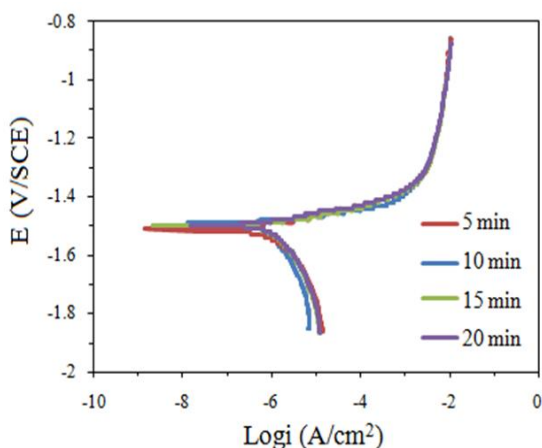
شکل ۵ تصاویر سطح سایش و تغییرات وزن نمونه‌ها طی آزمون سایش بر حسب زمان فرآیند PEO در شکل‌های ۶ و ۷ نمایش داده شده است. همان‌طور که در شکل ۷ مشاهده می‌شود با افزایش زمان پوشش دهی، پهنای اثر سایش به وجود آمده در نمونه‌ها کاهش می‌یابد. علت این امر می‌تواند افزایش

سختی نمونه‌ها باشد. همان‌طور که در شکل ۷ مشاهده می‌شود با افزایش زمان پوشش دهی نرخ سایش کاهش می‌یابد. طبق رابطه آرچارد، نرخ سایش ماده با سختی رابطه عکس دارد [۲۸]. همان‌طور که در شکل ۵ مشاهده می‌شود با افزایش زمان پوشش دهی سختی افزایش یافته است. از این رو، نرخ سایش با افزایش زمان پوشش دهی کاهش یافت.

مقابل چگالی جریان خوردگی (i_{corr}) تغییرات اندکی را از خود نشان می دهد.

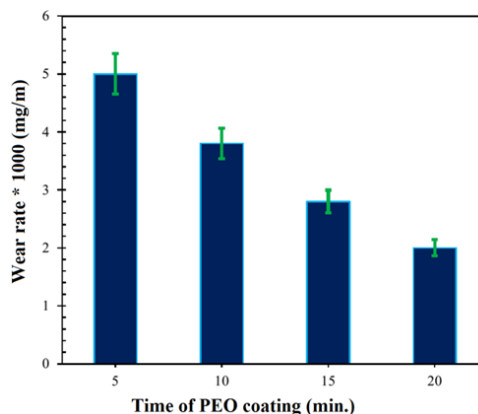


شکل ۸: تغییرات پتانسیل مدار باز (OCP) نسبت به زمان، مربوط به نمونه های پوشش داده شده طی زمان های مختلف فرآیند PEO که در محلول ۳/۵٪ کلرید سدیم غوطه ور شده اند.



شکل ۹: منحنی های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک مربوط به نمونه های پوشش داده شده طی زمان های مختلف فرآیند PEO در محلول کلرید سدیم ۳/۵٪.

بر اساس جدول ۴، مقاومت به خوردگی پوشش ها با افزایش زمان پوشش دهی اندکی کاهش می یابد. مقاومت به خوردگی پوشش های PEO عمدتاً متأثر از دو عامل ضخامت، قطر و عمق حفرات است. در حقیقت، با غوطه ور شدن نمونه در الکترولیت ۳/۵٪ نمک، یون های خورنده از طریق خلل و فرج موجود در پوشش به درون آن نفوذ می کنند.



شکل ۱۰: نرخ سایش نمونه های پوشش داده شده طی زمان های مختلف پوشش دهی.

۳-۴- مطالعه خواص خوردگی

قبل از بررسی منحنی های پلاریزاسیون، تغییرات پتانسیل مدار باز نمونه های پوشش داده شده طی زمان غوطه وری در محلول نمک ۳/۵٪ مورد مطالعه قرار گرفت. همان طور که در شکل ۸ مشاهده می شود منحنی های OCP را می توان به دو ناحیه تقسیم کرد. ناحیه اول که یک تغییر پتانسیل سریع در ابتدای غوطه وری در نمونه ها رخ می دهد. علت این امر می تواند تغییر در لایه سطحی در نتیجه نفوذ الکترولیت باشد. در ادامه روند تغییرات پتانسیل، یک ناحیه نسبتاً ثابت مشاهده می شود که دلالت بر پایداری پتانسیل دارد. تحت این شرایط پیش بینی می شود که الکترولیت از طریق تخلخل موجود درون پوشش نفوذ کرده و پوشش در حال اشباع شدن از الکترولیت است [۲۹].

شکل ۹ عملکرد خوردگی نمونه های پوشش داده شده در زمان های مختلف فرآیند PEO با استفاده از آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک را نشان می دهد. پارامترهای الکترودشیمیایی خوردگی، پتانسیل خوردگی (E_{corr})، جریان خوردگی (I_{corr})، شیب آندی (β_a) و شیب کاتدی (β_c) بدست آمده از منحنی پلاریزاسیون در جدول ۴ گزارش شده است.

همان طور که مشاهده می شود در تایید نتایج آزمون OCP پتانسیل خوردگی (E_{corr}) تغییر قابل توجهی نکرده و جایجایی قابل توجهی در نمودارهای پلاریزاسیون دیده نمی شود. در

جدول ۴: پارامترهای پلاریزاسیون برای نمونه‌های پوشش داده شده در زمان‌های مختلف پوشش دهی.

iCorr. (nA/cm ²)	β_a (mV/decade)	β_c (mV/decade)	E _{corr.} (V)	زمان پوشش دهی (دقیقه)
۴۵۲/۲	۳۵/۵۶	۷۹/۰۴	-۱/۵۱۴	۵
۵۸۷/۹	۲۰/۵۶	۱۴۷/۰۶	-۱/۴۹۲	۱۰
۷۷۹/۱	۳۳/۴۹	۱۲۶/۶۰	-۱/۴۹۹	۱۵
۱۰۵۶/۱	۳۰/۷۹	۱۸۱/۸۰	-۱/۵۰۱	۲۰

افزایش زمان پوشش دهی ضخامت، تخلخل، زبری، سختی و مقاومت به سایش افزایش در حالیکه مقاومت به خوردگی نمونه‌ها اندکی کاهش یافت.

مراجع

- [1] M.K. Kulekci, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **39**, 2008, 851.
- [2] H. Guo, M. An, S. Xu, H. Huo, *Materials Letters*, **60**, 2006, 1538.
- [3] M.H. Fini, A. Amadeh, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **23**, 2013, 2914.
- [4] S. Mato, G. Alcala, P. Skeldon, G. Thompson, D. Masheder, H. Habazaki, K. Shimizu, *Corrosion science*, **45**, 2003, 1729.
- [5] H. Guo, M. An, H. Huo, S. Xu, L. Wu, *Applied surface science*, **252**, 2006, 7911.
- [6] R. Hussein, X. Nie, D. Northwood, *Corrosion: Material Performance and Cathodic Protection*, **99**, 2017, 133.
- [7] G.B. Darband, M. Aliofkhaezai, P. Hamghalam, N. Valizade, *Journal of Magnesium and Alloys*, **5**, 2017, 74.
- [8] Y. Han, J. Song, *Journal of the American Ceramic Society*, **92**, 2009, 1813.
- [9] X. Lu, C. Blawert, M.L. Zheludkevich, K.U. Kainer, *Corrosion Science*, **101**, 2015, 201.
- [10] M. Shokouhfar, S. Allahkaram, *Surface and Coatings Technology*, **291**, 2016, 396.
- [11] K.R. Shin, Y.G. Ko, D.H. Shin, *Journal of Alloys and Compounds*, **536**, 2012, S226.
- [12] A. Madhankumar, E. Thangavel, S. Ramakrishna, I. Obot, H.C. Jung, K.S. Shin, Z.M. Gasem, H. Kim, D.E. Kim, *RSC Advances*, **4**, 2014, 24272.
- [13] Y. Zhang, W. Fan, H. Du, Y. Zhao, *Surface Review and Letters*, **25**, 2017, 1850102.
- [14] X. Lu, M. Mohedano, C. Blawert, E. Matykina, R. Arrabal, K.U. Kainer, M.L. Zheludkevich, *Surface and Coatings Technology*, **307**, 2016, 1165.
- [15] D. Berman, A. Erdemir, A.V. Sumant, *Materials Today*, **17**, 2014, 31.
- [16] F. Schedin, A. Geim, S. Morozov, E. Hill, P. Blake, M. Katsnelson, K. Novoselov, *Nature Materials*, **6**, 2007, 652.
- [17] N. Kirkland, T. Schiller, N. Medhekar, N. Birbilis, *Corrosion Science*, **56**, 2012, 1.
- [18] B.P. Singh, S. Nayak, K.K. Nanda, B.K. Jena, S. Bhattacharjee, L. Besra, *Carbon*, **61**, 2013, 47.
- [18] B. Ramezanzadeh, A. Ahmadi, M. Mahdavian, *Corrosion Science*, **109**, 2016, 182.

با رسیدن این عوامل به سطح آلیاژ منیزیمی نیم واکنش‌های آندی و کاتدی رخ داده و چگالی جریان خوردگی افزایش می‌یابد. از این رو، هرچه ضخامت پوشش بیشتر باشد یون‌های خوردنده دیرتر به سطح آلیاژ می‌رسند، بنابراین مقاومت به خوردگی افزایش می‌یابد. در نتیجه، افزایش زمان پوشش دهی که منجر به افزایش ضخامت پوشش می‌شود سبب بهبود مقاومت به خوردگی می‌گردد. از طرف دیگر با افزایش قطر و عمق حفرات مسیر رسیدن یون‌های مخرب به سطح آلیاژ راحت‌تر شده و بنابراین مقاومت به خوردگی کاهش می‌یابد. از آنجائیکه جریان اعمالی در این تحقیق دو برابر جریان جرقه‌زنی است، افزایش زمان پوشش دهی منجر به افزایش عمق و قطر حفرات شده و در نتیجه مقاومت به خوردگی کاهش می‌یابد.

با توجه به کاهش اندک مقاومت به خوردگی با افزایش زمان پوشش دهی می‌توان نتیجه‌گیری کرد که عامل غالب بر مقاومت به خوردگی، افزایش قطر و عمق حفرات است.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق، پوشش نانو کامپوزیتی سرامیک-گرافن به کمک روش اکسیداسیون پلاسما الکترولیتی روی زیرلایه منیزیمی AZ31B اعمال شد. اثر زمان پوشش دهی بر مشخصات پوشش (ضخامت، تخلخل و زبری)، سختی، مقاومت به سایش و خوردگی پوشش مورد بررسی قرار گرفت. بر اساس نتایج بدست آمده می‌توان بیان کرد که با

- [23] H. Guo, M. An, *Applied Surface Science*, **246**, 2005, 229.
- [24] R. Hussein, X. Nie, D. Northwood, *Electrochimica Acta*, **112**, 2013, 111.
- [25] J. Liang, L. Hu, *Applied Surface Science*, **253**, 2007, 4490.
- [26] J. Liang, B. Guo, J. Tian, H. Liu, J. Zhou, *Applied Surface Science*, **252**, 2005, 345.
- [27] J. Archard, *Journal of applied physics*, **24**, 1953, 981.
- [28] R. Arrabal, E. Matykina, F. Viejo, P. Skeldon, G. Thompson, *Corrosion Science*, **50**, 2008, 1744.
- [19] F. Chen, Y. Zhang, Y. Zhang, *International Journal of Electrochemical Science*, **12**, 2017, 6081.
- [20] K. Venkateswarlu, N. Rameshbabu, D. Sreekanth, A. Bose, V. Muthupandi, N. Babu, S. Subramanian, *Applied Surface Science*, **258**, 2012, 6853.
- [21] S. Sarbishei, M.A.F. Sani, M.R. Mohammadi, *Ceramics International*, **42**, 2016, 8789.
- [22] X. Zhou, G. Thompson, P. Skeldon, G. Wood, K. Shimizu, H. Habazaki, *Corrosion Science*, **41**, 1999, 1599.