# **Research Paper**

# Evaluation of tribological behavior of PEO composite coating containing SiO<sub>2</sub> particles on 7075 aluminum alloy

Mohammad Razazi Boroujeni<sup>1\*</sup>, Zahraa Salah Hadi Aljassar<sup>2</sup>, Farhad Azimifar<sup>3</sup>

Abstract

1. Assistant prof. of Materials Engineering, Department of Materials Engineering, Lenjan Branch, Islamic Azad University, Isfahan, Iran.

2. MSc student of Materials Engineering, Department of Materials Engineering and Metallurgy, South Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

3. Assistant prof., Department of Biomedical Engineering, Islamic Azad University, Isfahan branch, Isfahan, Iran.

Received: 2023/05/04 Revised: 2023/08/19 Accepted: 2023/08/20

Use your device to scan and read the article online



DOI: 10.30495/jnm.2023.31857.1995

#### **Keywords**:

Coating, plasma electrolyte oxidation, composite, wear, friction.

**Introduction:** Electrolytic plasma oxidation coatings are one of the most important materials used to deal with the wear of aluminum parts due to their compact, sticky and hard nature. In recent years, improving the surface properties of these coatings with the help of adding reinforcement particles has attracted the attention of researchers **Methods** In this study, plasma electrolytic oxidation (PEO) process was applied in two modes, normal and composite, to coat aluminum 7075. To produce the composite coating, the same electrolyte as the normal mode was used with the addition of 12 grams per liter of silicon oxide particles. Characterization of coatings was done with the help of SEM, X-ray diffraction analysis, energy dispersive spectrometer (EDS) analysis, roughness measurement and hardness measurement. The tribological behavior of coatings was investigated with the help of pin-on-disk test

and the analysis of the wear mechanism of the samples was done with the help of SEM images and EDS analysis of wear surfaces. **Findings:** Both coatings had a pancake structure with craters. Also, the drainage channels that lead to the porosity of the coatings were less created on the surface of the composite coating. The normal coating was an oxide coating with an amorphous/crystalline nature, but the composite

coating had silicon oxide and mullite crystalline phases in addition to these two phases. The lowest weight loss (highest wear resistance) and friction coefficient were obtained for the composite coating. wear mechanism was also observed delamination wear and oxidation wear for substrate, abrasion, adhesive and oxidation wear for PEO coating, and fine scratch mechanisms and adhesive mechanism with very little effect for composite coating.

Citation Mohammad Razazi Boroujeni, Zahraa Salah Hadi Aljassar, Farhad Azimifar, Evaluation of tribological behavior of PEO composite coating containing SiO2 particles on 7075 aluminum alloy, Quarterly Journal of New Materials. 2022; 13 (49): 72-85

\*Corresponding author: Mohammad Razazi Boroujeni Address: Department of Materials Engineering, Lenjan Branch, Islamic Azad University, Isfahan ,Iran Tell: +989137216011

Email: mohamad.razazi@yahoo.com

# **Extended Abstract**

#### Introduction

One of the operations used with the aim of increasing the tribological properties and improving the corrosion behavior of this widely used metal is the PEO process. By examining the studies conducted in the field of PEO coatings, it can be said that until now most researchers have worked on optimizing the process parameters of this method such as electric current, frequency and chemical composition of the substrate. However, due to the increasing need of industries such as aerospace and automotive for greater resistance of aluminum alloys against factors such as wear, new studies using hard reinforcing particles and production of composite coatings have been taken into consideration. Until now, reinforcing particles such as zirconium oxide, silicon carbide and titanium oxide have been added to the alkaline solutions used in the PEO process, and all studies have shown a significant improvement in the surface properties of these coatings in the presence of these particles. Due to its suitable hardness, high corrosion resistance and chemical proximity to the PEO oxide coating, silicon oxide can be an attractive option for study that has not been evaluated so far

#### **Findings and Discussion**

In this research, by adding Sio<sub>2</sub> particles to silicate solution, effect of presence of this reinforcing material on the wear resistance and friction behavior of PEO coating was investigated. Characterization of coatings was done with the help of SEM, X-ray diffraction analysis, energy dispersive spectrometer (EDS) analysis, roughness measurement and hardness measurement. The tribological behavior of coatings was investigated with the help of pinon-disk test and the analysis of the wear mechanism of the samples was done with the help of SEM images and EDS analysis of wear surfaces.

Both coatings had a pancake structure with craters. Also, the drainage channels that lead to the porosity of the coatings were less created on the surface of the composite coating. The normal coating was an oxide coating with an amorphous/crystalline nature. but the composite coating had silicon oxide and mullite crystalline phases in addition to these two phases. The lowest weight loss (highest wear resistance) and friction coefficient were obtained for the composite coating. wear mechanism was also observed delamination wear and oxidation wear for substrate, abrasion, adhesive and oxidation wear for PEO coating, and fine scratch mechanisms and adhesive mechanism with very little effect for composite coating.

#### Conclusion

The results indicated less porosity, less roughness and higher hardness of the composite coating due to the presence of crystalline phases of silicon oxide and mullite in the presence of the reinforcing material. The highest wear resistance and friction coefficient were obtained for the composite coating

# Ethical Considerations compliance with ethical guidelines

The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.

#### Funding

No funding.

# Authors' contributions

Design experiments and perform: Mehdi

#### **Conflicts of interest**

The authors declared no conflict of interest.

# مقاله پژوهشی

ارزيابي رفتار تريبولوژيكي يوشش كاميوزيتي اكسيداسيون الكتروليتي يلاسمايي حاوی ذرات اکسید سیلیسیم روی زیرلایه آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵

محمد رزازی بروجنی <sup>۹۱</sup> ، زهرا صلاح هادی الجسار <sup>۲</sup>، فرهاد عظیمی فر <sup>۳</sup> ۱. استادیار، گروه مهندسی مواد، واحد لنجان، دانشگاه آزاد اسلامی، اصفهان، ایران. ۲. دانشجوی کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران، ایران. ۳. استادیار، گروه مهندسی پزشکی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد اصفهان(خوراسگان)، اصفهان، ایران.

چکیدہ

# تاریخ دریافت: ۱٤۰۲/۰۲/۱٤ تاریخ داوری: ۱٤۰۲/۰۰/۲۸ تاریخ پذیرش: ۱٤۰۲/۰۰/۲۹

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



#### DOI: <u>10.30495/jnm.2023.31857.1995</u>

**واژههای کلیدی:** پوشش، اکسیداسیون الکترولیت پلاسمایی، کامپوزیت، سایش، اصطکاک.

مقدمه: پوششهای اکسیداسیون پلاسمایی الکترولیتی با توجه به ماهیت فشرده، چسبنده و سختی که دارند یکی از مهمترین موادی است که برای مقابله با سایش قطعات آلومینیومی بکار گرفته می شود. در سالیان اخیر بهبود خواص سطحی این پوششها با کمک افزودن ذرات تقویت کننده مورد توجه محققین قرار گرفته است.

روش: در این پژوهش فرایند پوششدهی به روش اکسیداسیون الکترولیت پلاسمایی در دو حالت معمولی و کامپوزیتی روی آلومینیوم ۲۰۷۵ اعمال شد. برای تولید پوشش کامپوزیتی از الکترولیت یکسان با حالت معمولی استفاده شد با این تفاوت که ۱۲ گرم بر لیتر از ذرات اکسید سیلیسیم به الکترولیت اضافه شد. مشخصهیابی پوشش ها به کمک میکروسکوپ الکترونی، آنالیز فازیابی پراش اشعه ایکس، آنالیز طیف نگار تفکیک انرژی پرتو ایکس، زبری سنجی و سختی سنجی انجام شد. بررسی رفتار تریبولوژیکی پوشش ها به کمک آزمون گوی بر دیسک و تحلیل مکانیزم سایشی نمونه ها به کمک تصاویر میکروسکوپ الکترونی و آنالیز طیف نگار پرتو انرژی از سطوح سایشی صورت گرفت. **یافته ها**: هر دو پوشش دارای ساختار پنکیکی همراه با دهانههای آتشفشانی بودند. همچنین کانالهای تخلیه که منجر به متخلخل شدن پوشش ها می شدند روی سطح پوشش کامپوزیتی کمتر ایجاد گردید. پوشش معمولی پوششی اکسیدی با ماهیت آمورف/کریستالی بود اما پوشش کامپوزیتی علاوه بر این سایشی) و ضریب اصطکاک برای پوشش اکسیداسیون پلاسمایی معمولی خراشان، چسبان، اکسیداسیونی سایش ورقهای و اکسیداسیونی، پوشش اکسیداسیون پلاسمایی معمولی خراشان، چسبان، اکسیداسیونی و پوشش معمولی و اکسیداسیونی، پوشش ها می میدند روی سطح پوشش کامپوزیتی علاوه بر این دو فاز دارای فاز کریستالی اکسید سیلیسیم و مولایت بود. کمترین کاهش وزن (بیشترین مقاومت سایش ورقهای و اکسیداسیونی، پوشش اکسیداسیون پلاسمایی معمولی خراشان، چسبان، اکسیداسیونی و پوشش کامپوزیتی مکانیزمهای خیش ریز همراه با مکانیزم چسبان با اثرگذاری بسیار کم مشاهده شد.

نتیجه گیری: نتایج حاکی از تخلخل کمتر، زبری کمتر و سختی بالاتر پوشش کامپوزیتی به دلیل حضور فازهای کریستالی اکسید سیلیسیم و مولایت در حضور ماده تقویت کننده بود. بیشترین مقاومت سایشی و ضریب اصطکاک برای پوشش کامپوزیتی بدست آمد.

\* نویسنده مسئول: محمد رزازی بروجنی

**نشانی:** دانشکده مهندسی مواد، واحد لنجان، دانشگاه آزاد اسلامی ، اصفهان، ایران.

تلفن: ۰۹۱۳۷۲۱۶۰۱۱

پست الکترونیکی: mohamad.razazi@yahoo.com

## مقدمه

مهمترین ضعف آلومینیوم و آلیاژهای آن سختی پایین و رفتار تريبولوژيكى ضعيف آنها مىباشد، به گونهاى كه با وجود دارابودن خواص منحصر بفردی همچون چگالی مناسب، استحکام خوب و مقاومت به خوردگی مناسب کاربرد آنها را در بسیاری از صنایع محدود می کند. به همین منظور مهندسین فعال در حوزه سطح همیشه در تلاش برای ارتقای عملکرد سایشی قطعات ساخته شده از آلومینیوم با استفاده از روشهای مختلف پوششدهی میباشند. در سالهای اخیر روش اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی (PEO) به علت استفاده از الكتروليت غير اسيدى و دوستدار محيط زيست به شدت موردتوجه قرار گرفته است. این فرایند که همچون دیگر فرایندهای الکتروشیمیایی، بر اساس واکنش های سطحی، انحلال سطح و تشکیل لایه متخلخل با مقاومت به سایشی بالایی میباشد در یک الکترولیت انجام می شود. پوشش به دست آمده از این روش نسبت به سایر روشهای مهندسی سطح، ضخیمتر، متراکمتر و سختتر بوده و داری خواص برتری از جمله مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی، مقاومت به شوک حرارتی، عایق الکتریکی و سایر خواص مطلوب سطحی آلیاژهای ألومينيوم مىباشد. در حوزه پوششهاى PEO مطالعات گستردهاى روی بهبود هر چه بیشتر خواص سطحی پوشش های تولیدی انجام شده است که یکی از موثرترین آنها استفاده از ذرات تقویت کننده و کامپوزیتی کردن پوشش میباشد [۱].

نکولا و همکاران برای پوشش دهی آلیاژ تیتانیوم با افزودن نانو ذرات کامپوزیتی نقره به محلول فرایند PEO به تولید پوشش کامپوزیتی TiO2-Ag پرداختند. ذرات نقره از همان ابتدا با قرارگیری در حفرات و سپس دیواره جداکننده حفرات در پوشش قرار گرفته و با بیشتر شدن زمان فرایند مقدار نقره موجود در پوشش کامپوزیتی افزایش یافت [۲].

زفی و همکاران در سال ۲۰۲۱ با افزودن نانو ذرات اکسید روی به محلول سیلیکاتی-فسفاتی به چگونگی قرارگیری ذرات در پوشش کامپوزیتی ایجاد شده به روش PEO بر روی آلیاژ آلومینیوم ۱۰۶۰ پرداختهاند. بخش عمدهای از ماده تقویت کننده بصورت ذره در حفرات و کانالهای تخلیه قرار می گیرند و به اصطلاح به دام میافتند. درصدی از همین ذرات در تخلیه الکتریکی بعدی ذوب می شوند و بحالت آمورف در می آیند. پوشش کامپوزیتی حاصل سطحی صاف تر دارد که به دلیل پرشدن تخلخلها و فشردگی بیشتر پوشش در حضور نانوذرات تقویت کننده بوده است [۳].

ین و همکاران به بررسی تاثیر افزودن ذرات تقویت کننده آلومینا بر روی پوشش PEO اعمالی بر روی زیرلایه آلومینیومی پرداختند. نتایج بررسی آنها نشان داد که افزودن ذرات تقویت کننده منجربه کاهش زبری و افزایش سختی میشود. پوشش در فاصله ده تا بیست میکرونی از لبه نمونهها بیشترین سختی را داشتهاست که حاکی از بیشترین فشردگی در این نقاط میباشد. آنها همچنین نشان دادند غلظت بیشتر ماده تقویت کننده لزوماً نمیتواند افزایش سختی را در فرآیند PEO در

<sup>1</sup>- Plasma Electrolytic Oxidation (PEO)

پی داشتهباشد و آگلومراسیون و ذوب ذرات میتواند با تغییر تخلخل سطحی کاهش سختی را باعث گردد [۴].

ساربیشه و همکاران به مطالعه پوشش کامپوزیتی حاوی ذرات آلومینای تولید شده به روش PEO روی تیتانیوم پرداختند. آنها به این نتیجه دست یافتند که در حین فرایند با توجه به تخلیه الکتریکی صورت گرفته و نتیجتاً ذوب و انجمادی که اتفاق میافتد تفجوشی و ذوب سطحی ذرات به طور قابل توجهی امکان پذیر خواهد بود و با بیشتر شدن زمان فرایند، ضخامت و مقدار پوشش شکل گرفته افزایش مییابد [۵].

در پژوهشی که توسط ارابل و همکاران انجام شده است افزودن ذرات تقویت کننده زیرکونیا به محلول سیلیکاتی در روش PEO صورت گرفته روی زیرلایه منیزیمی مورد بررسی قرار گرفته است. آنها پوشش کامپوزیتی را سیسیتم دو لایه معرفی کردهاند: لایه داخلی با تخلخلهای کوچک و لایه بیرونی که در اثر حضور ذرات تقویت کننده فشردهتر شدهاند. هر دو لایه در طی زمان فرایند ضخیمتر شدهاند. به دلیل دمای ناحیهای بالا در حین PEO و جرقههای آن، ذرات تقویت کننده اکسید زیرکونیم و پوشش اکسیدمنیزیم با هم واکنش داده و فاز جدید Mg<sub>2</sub>ZrO<sub>5</sub>.

متیکینا و همکاران به بررسی پوشش کامپوزیتی اکسیدی حاوی ذرات اکسید زیرکونیم به روش PEO روی آلومینیوم خالص پرداختند. آنها اعلام کردند که پوشش کامپوزیتی شامل سه لایه خواهد بود: لایه آلومینای آمورف، لایه میانی نسبتاً چگال و لایه بیرونی متخلخل. ذرات تقویت کننده بیشتر در لایه بیرونی قرار می گیرند. هر چند نفوذ ذرات از طریق ترک ها یا تخلخل ها به سمت لایه میانی مشاهده شده است. تعداد زیادی کرههای توخالی در لایه درونی دیده می شود که اثبات کننده نفوذ گازهای اکسیژن و هیدروژن تا آن مناطق می باشد [۲].

ژانگ و همکاران ابتدا پوششی به روش PEO بر روی آلیاژ آلومینیوم ۲۰۲۴ اعمال کردند و سپس به کمک فرایند الکتروفورتیک ذرات PTFE با بهره گیری از امولسیون مربوطه، پوشش کامپوزیتی PTFE/ PEO را تولید کردهاند. نتایج حاکی از کاهش قابل توجه ضریب اصطکاک پوشش اکسیدی در حضور ذرات کامپوزیتی بود. همچنین با کامپوزیتی کردن پوشش مقاومت به سایشی کاهش یافتهاست که نشان دهنده عدم چسبندگی مناسب پوشش الکتروفورتیک (عدم پیوند شیمیایی ذرات تقویت کننده با پوشش اکسیدی) روی پوشش زیرین میباشد [۸]. در جمع بندی مطالعات قبلی می توان گفت با استفاده از افزودن ذرات سخت همچون اکسید زیرکونیم و کاربید سیلیسیم به الکترولیتِ فرایند ضمن قرارگیری در پوشش با ایجاد تغییر در مورفولوژی و ساختار پوشش PEO باعث افزایش مقاومت سایشی یا خوردگی لایه ایجاد شده خواهد شد. تا بحال ذرات تقویت کننده همچون اکسید زیرکونیم، اکسید تیتانیوم وPTFE به محلولهای قلیایی مورد استفاده در فرایند PEO افزوده شده و تمامی مطالعات نشان دهنده بهبود قابل توجه خواص سطحی این پوششها در حضور

این ذرات بوده است. اکسید سیلیسیم با توجه به سختی مناسب، مقاومت به خوردگی بالا و نزدیکی شیمیایی به پوشش اکسیدی PEO می تواند گزینه جذابی برای مطالعه باشد که تا بحال مورد ارزیابی قرار نگرفته است. در این پژوهش برای اولین بار این ذرات تقویت کننده به الکترولیت اضافه شده و تأثیر آنها روی تخلخل، سختی و رفتار تریبولوژیکی پوشش کامپوزیتی بررسی شد.

#### مواد و روشها

در این تحقیق آلیاژ ۲۰۷۵ که از آلیاژهای پرکاربرد در صنایع استراتژیک همچون خودرو و هوافضا میباشد، به عنوان زیرلایه در نظر گرفته شد. ترکیب شیمیایی آلیاژ مورد استفاده به کمک آنالیز اسپکتروسکوپی نشر میدانی مورد بررسی قرار گرفته که نتایج این آزمون در جدول ۱ ارائه شده است. ابعاد نمونه ها باتوجه به هدف این پژوهش یعنی بررسی رفتار تریبولوژیک وسایشی پوشش تعیین گردید و بر اساس استاندارد آزمون سایش ASTM G99 نمونههای دیسکی شکل به قطر ۵ سانتیمتر و ضخامت ۳ میلیمتر به کمک دستگاه وایرکات تهیه شد.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ مورد استفاده.

درصدوزنى	عنصر
بقيه	Al
۴/۲۴	Zn
•/\\	Si
٠/١۶	Cr
١/٣٣	Cu
•/١٢	Mn
١/١٧	Mg
•/7۴	Fe

به منظور آماده سازی سطح نمونه ها از عملیات سنباده زنی، پولیش کاری مکانیکی با پودر آلومینا و تمیزکاری به روش التراسونیک استفاده شد. فرایند پوشش دهی به روش اکسیداسیون الکترولیت پلاسمایی در دو حالت معمولی و کامپوزیتی روی زیرلایههای آلومینیومی اعمال شد. الکترولیت مورد استفاده ۵ گرم بر لیتر سیلیکات سدیم بعلاوه ۳ گرم بر نیتر پتاسیم هیدروکسید همراه با آب مقطر بود. کاتد از جنس آلومینیوم خالص با ابعاد ۲۰×۲۰×۲ سانتیمتر و زمان پوشش دهی ۴۵ دقیقه در نظر گرفته شد. برای تولید پوشش کامپوزیتی از الکترولیت یکسان با حالت معمولی استفاده شد با این تفاوت که ۱۲ گرم بر لیتر از ذرات بالای ۹۹/۹۹ درصد وزنی وبا اندازه ذرات ۲۰–۱۵میکرومتر به الکترولیت اضافه شد. به منظور مشخصه یابی پوشش های ایجاد شده از آزمون های ضخامت سنجی جریان گردابی، پراش پرتو ایکس، آنالیز طیف نگار انرژی اشعه ایکس(EDS)، ریز سختی سنجی و زبری سنجی

استفاده شد. همچنین ارزیابی مورفولوژیکی نمونه ها با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام شد. به منظور بررسی رفتار سایشی پوشش ها آزمون سایش پین بر دیسک انجام شد. به منظور بررسی تکرار پذیری آزمون ها هر یک از آزمون ها سه مرتبه تکرار شد.

#### نتايج

#### ۱-تغييرات ولتاژ-زمان

با توجه به اینکه روش اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی یک فرایند الكتروشيميايى مىباشد نحوه تغييرات پارامترهاى الكتريكى در زمان پوشش دهی از اهمیت زیادی برخوردار است. چرا که با کم یا زیاد شدن پارامتری همچون ولتاژ میتوان اثر خاصی را روی پوشش تولیدی مشاهده نمود. در شکل ۱ تغییرات ولتاژ بر حسب زمان برای هر دو نمونه ارائه شده است. اطلاعات مربوط به نمودار بوسیله ثبت دستی تغییرات ولتاژ در حین اعمال پوششها بدست آمده است. هر دو پوشش روندی مشابه را با یکدیگر دارند که می توان به سه قسمت تقسیم نمود. برای تحليل دقيقتر اين سه قسمت و بخصوص مرز شروع هر ناحيه روى شکل۱-الف علامتگذاری شده است. این نمودار نشان میدهد که فرایند PEO در ۳ مرحله صورت می گیرد: در حین مرحله ۱ که مشابه با اکسیداسیون آندی متداول است، ولتاژ به سرعت در زمان کوتاهی در نتيجه تشكيل لايه اكسيدي اوليه بر زيرلايه افزايش مىيابد كه مطابق با قانون فارادی، بازده جریان در این ناحیه ۱۰۰٪ است مشخص شده است که در این زمان، مورفولوژی سطحی قطعه شامل تعداد زیادی حفرات بسیار کوچک در نواحی مختلف از سطح می باشد. در اوایل مرحله ۲ در اثر رسیدن ولتاژ به ولتاژ شکست و تشکیل جرقههای سفید، شیب نمودار كاهش یافته، حبابهای گازی روی سطح نمونه ایجاد شده و لایه اکسیدی رشد میکند. در این مرحله تعداد زیادی از کانالهای تخلیه به صورت پراکنده روی سطح دیده می شوند. در حقیقت این تخلیهها در مناطق ضعیف پوشش به وجود میآیند. دهانههای آتشفشانی منجمد شده که از مشخصههای پوششهای PEO میباشد حاکی از وجود کانالهای تخلیه بر سطح پوشش میباشد. در مطالعات محققین دیگر بیان شده است که قطر دهانهی این آتشفشانها نشانگر وجود تخلیههای بسیار ریز در حین فرایند در این زمان میباشند [۸ و ٩]. در ادامه نرخ تخلیهها شدیدتر می گردند و رنگ جرقهها به تدریج از سفید متمایل به زرد به نارنجی- قرمز تغییر میکند که این مرحله به مرحله میکرو جرقه شناخته می شود. با ورود به مرحله سوم دهانههای آتشفشانی بزرگتر میشوند. در حقیقت در اینجا، جرقهها شدیدتر شده اما تعداد آنها كمتر مىگردد.

جزئیات بدست آمده از نمودار به همراه اطلاعات مربوط به محلول هر دو پوشش در جدول۲ ارائه گردیده است. با کامپوزیتی کردن فرایند چگونگی تغییرات از روندی مشابه با حالت معمولی پیروی می کند با این تفاوت که ولتاژ اکسیداسیون در تمامی مراحل کمی تغییر کرده است. هنگامی که پوشش در ابتدا شروع به رشد کردن می کند ابتدا لایه سدی (مشابه فرایند آندایزینگ) روی زیرلایه ایجاد می گردد [۱۰]. این لایه که قسمت متخلخل پوششهای آندی محسوب می شود به دلیل

ماهیت اکسیدی خود می تواند تا حدی از عبور جریان جلوگیری کند. اما از مدت زمانی به بعد این لایه به نوعی شکسته می شود و لایه متخلخل بعدی شروع به رشد می کند. لایه سدی که به لایه پسیو در فرایند آندی شناخته می شود با توجه به حضور ذرات کامپوزیتی شکل گیری آن به تأخیر می افتد.

بنابراین مرحله آندایزینگ طولانی تر باعث شکل گیری لایه پسیو با ضخامت یکنواخت بیشتر می شود. در نتیجه با کاهش تعداد نواحی ضعیف در دسترس روی این سطح، ولتاژ شکست افزایش می یابد. از

همین رو ولتاژ شکست محلول دارای ذرات کامپوزیتی ۶۲۱ ولت و محلول معمولی ۵۷۳ ولت بدست آمده است (شکل۱–ب). از طرفی مشاهدات نشان داده است که حدود ۸۰ درصد جریان در حین PEO از طریق تخلیه الکتریکی انتقال مییابد. هنگامی که تخلیه میکروجرقه صورت می گیرد، رشد پوشش و پایداری جریان به شکست دی الکتریک بستگی دارد.



شکل۱- تغییرات اختلاف پتانسیل در حین پوششدهی نمونهها به روش PEO برای الف) ۲۰۰۰ ثانیه و ب) ۲۰۰ ثانیه ابتدایی فرایند

پوشش کامپوزیتی	پوشش معمولی	پارامتر
14/11	۱۳/۲۵	هدایت الکترولیت (میلیمتر بر ثانیه)
871	۵۷۳	ولتاژ شكست (ولت)
٩۶	۷۵	زمان شکست (ثانیه)
۵۹۸	۶۰۳	ولتاژ نهایی (ولت)
۳۱/۴۲	۳۴/۸۶	ضخامت متوسط(ميكرومتر)
۱۳/۷۸	۱۴/۳	pH الكتروليت

جدول۲- جزئیات مربوط به نمودار ولتاژ - زمان و مشخصات پوشش و الکترولیت

در الکترولیت حاوی ذرات اکسید سیلیسیم حبابهای بیشتری در مرحله میکروجرقه تولید می شود. منابع این حباب ها واکنش زیر لایه با OH و همچنین چرخش ذرات افزوده شده به محلول هستند [۳]. حبابها مى توانند روى سطح نمونه منجر به محدود كردن هدايت الكتريكي و شکست شوند. در نتیجه مقداری ولتاژ اکسیداسیون در این مرحله برای محلول کامپوزیتی نسبت به محلول معمولی بیشتر میباشد [۳ و ۶]. نتیجه اندازه گیری ضخامت پوشش ها نیز در جدول ۲ گزارش شده است. ولتاژ كارى مستقيماً به ضخامت پوشش PEO مربوط مىشود. پوشش ضخیمتر نیز باعث مقاومت بیشتر و در نهایت ولتاژ کاری بالاتر می گردد. از آنجا که ذرات تقویت کننده می توانند به عنوان ذرات خارجی جاذب گرما در پوششهای PEO عمل کنند، ممکن است با جذب بخشی از انرژی تخلیه پلاسمای نرخ رشد پوشش را کاهش دهند. ضخامت متوسط پوشش کامپوزیتی به دلایل ذکر شده تا حدودی کمتر از پوشش معمولی بدست آمده است. همچنین مطابق جدول ۲ با افزودن ذرات كامپوزيتى هدايت الكتريكى محلول افزايش يافته است كه به دليل افزایش توانایی مجموعه محلول حاوی ذرات در انتقال و جابجایی يونها و الكترونها بوده است و به نوعي فرايند در نهايت در ولتاژ کمتری انجام شده و کار پوشش دهی به اتمام رسیده است.

## ۲- بررسی ریز ساختاری

تصاویر میکروسکوپ الکترونی پوششها در شکل۲ نشان داده شده است. مورفولوژی نمونه ها را می توان به دو بخش تقسیم کرد: (۱) نواحی ینکیکی مانند دارای دهانههای آتشفشانی<sup>۱</sup> که حفره دار هستند (با علامت A مشخص شده اند). مي توان گفت كه هنگام وارد شدن ميدان الکتریکی قوی، شکست دی الکتریک پوشش اکسیدی بر روی آند یا همان زیرلایه اتفاق میافتد که باعث تخلیه پلاسما میگردد [۱۱]. در ادامه با ایجاد این کانالهای تخلیه، پاشیده شدن مذاب به بیرون و در نهایت منجمد شدن در فصل مشترک الکترولیت/پوشش باعث این نوع مورفولوژی می گردد. بنابراین هر کدام از کانالهای تخلیه نتیجه یک پلاسما و سپس قطع آن میباشد. (۲) نواحی برآمده<sup>۲</sup> و صاف تر که بیشتر در مناطق اطراف دهانههای آتشفشانی قرار گرفتهاند (با علامت مشخص شده اند). نواحی نوع دوم مربوط به محصولات زینتر شده  ${f B}$ مواد الکترولیت و ذرات ذوب شده در طی میکروتخلیههای سطحی میباشند. با مقایسه سطح پوششها مشخص میشود که پوشش کامپوزیتی دارای تخلخل کمتر و سطح صاف تر است. ترک مشاهده شده در پوشش ها نیز مربوط به تنش حرارتی نشأت گرفته از ذوب و انجماد اکسیدهای مذاب در طی تخلیه پلاسما می باشد.

# ۳– آزمون زبری سنجی

28

نتایج زبریسنجی پوششها در شکل۳ ارائه شده است. همانطور که مشاهده میشود نتایج موید تصاویر SEM تهیه شده از سطوح پوششها میباشد به نحوی که پوشش کامپوزیتی توانسته است سطح صاف تری را روی زیرلایه نسبت به پوشش معمولی PEO ایجاد کند. این تفاوت به دلیل افزوده شدن ذرات کامپوزیتی به محلول پوشش دهی

1- Pancake-like volcano regions

و در نهایت کاهش شدت تخلیه سطح در طی فرایند PEO کامپوزیتی میباشد. از طرفی کاهش شدت تخلیه میتواند قابلیت جاری شدن ذرات اکسید مذاب را ارتقا دهد و یا به عبارت بهتر زمان بیشتری برای تجمع ذرات مذاب برای کاهش انرژی سطحی با تخلخل کمتر را مهیا خواهد کرد.

# ٤- بررسی فازی

نتایج آزمون پراش اشعه ایکس مربوط به نمونهها در شکل ۴ به صورت الگوی پراش نشان داده شده است. فازهای موجود در هر دو پوشش را میتوان به دو بخش پیکهای کریستالی و آمورف تقسیمبندی نمود. پیکهای کریستالی اصلی پوششها آلومینای گاما و آلومینای آلفا هستند که ترکیب فازی متداول برای پوشش PEO محسوب می شوند.



شکل۲- تصاویر SEM از سطح پوشش های اکسیداسیون پلاسما الکترولیتی الف) معمولی و ب) کامپوزیتی

<sup>2</sup>- Nodular regions

مجله مواد نوین. ۱٤+۱2؛ ۱۳ (٤٩): ٨٥-۷۲

رابطه ۱



# شکل۳- نمودار زبری سنجی از سطح پوشش های اکسیداسیون پلاسما الکترولیتی الف) معمولی و ب) کامیوزیتی

علاوه بر آن پیکهای مربوط به آلومینیوم که کریستالی هستند نیز شناسایی شده اند. این پیکها با توجه به ضخامت کم پوششها و متخلخل بودن ( وعیوبی همچون ترکها) لایه اکسیدی تولیدی در الگو دیده میشوند. لازم بذکر است با توجه به حضور عناصر اصلی سبک موجود در پوششها بخصوص اکسیژن امکان نفوذ اشعه ایکس و شناسایی کردن زیرلایه امری محتمل بنظر میآید. فاز آمورف که تپه پهن در زوایای ۱۵ الی ۳۰ نمایانگر حضور این فاز میباشد ممکن است از سه طریق ایجاد گردد [۳و ۵و ۸]:

() اکسیداسیون مستقیم آلومینیوم روی سطح زیرلایه، ۲) تماس بین یونهای آلومینیوم ( $^{-2}(O^{-1})$  حرکت کرده از سطح و یون اکسیژن ( $^{-2}O^{-1})$  حرکت کرده از سطح و یون اکسیژن ( $^{-2}O^{-1})$  محرکت کرده از الکترولیت برای تشکیل آلومینا و ۳) یون آلومینیوم حل شده در محلول ابتدا با واکنش با یون هیدروکسید ( $^{-1}O^{-1})$  موجود در الکترولیت فرایند واکنش میدهد و رسوبات هیدروکسید آلومینیوم تشکیل می شود. در ادامه این رسوبات تحت دما و فشار بالای ناشی از تخلیه بعدی زینتر، دِهیدارته و منجمد می شوند که در این حالت آلومینای تولیدی، آمورف خواهد بود.

تفاوت اصلی الگوی پراش اشعه ایکس پوشش کامپوزیتی با پوشش معمول مربوط به حضور ذرات ذرات اکسید سیلیسیم در پوشش میباشد. این ذرات در دو حالت اکسید سیلیسیم و مولایت در پوشش ظاهر شدهاند. در واقع با توجه به حضور ذرات تقویت کننده در الکترولیت دو حالت برای این ذرات برای قرارگیری در پوشش رخ داده است. اول اینکه ذرات بدون درگیری در فرایند OPE و لزوماً با توجه به باردار بودن به نوعی در پوشش و بخصوص سطح خارجی پوشش به دام افتاده است بدون اینکه واکنشی با اجزای محلول یا پوشش داشته باشد. دومین حالت زمانی است که ذرات اکسید سیلیسیم با توجه به دمای بالای فرایند و قرارگیری در مناطقی که دچار تخلیه الکتریکی میشوند امکان

واکنش با ذرات مذاب آلومینا را دارند و مطابق رابطه۱ به صورت مولایت (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>) در پوشش رسوب پیدا کردهاند. تأثیر دیگری که این مواد تقویت کننده میتوانند داشته باشند این است که فرایند ذوب ذرات گرما را جذب میکند و در نتیجه سرعت خنکسازی افزایش مییابد که برای تشکیل α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> نیز نامطلوب میباشد.

$$2SiO_2 + 3\gamma - Al_2O_3 \xrightarrow{2500^\circ C} 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$$



شکل\$- الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به پوششهای اکسیداسیون پلاسما الکترولیتی الف) معمولی و ب) کامپوزیتی

# ٥-بررسی ترکیب شیمیایی

بررسی ترکیب شیمیایی یا بعبارت دقیقتر عناصر موجود در یوشش ها به کمک آنالیز EDS انجام شد که نتایج این آزمون در جدول ۳ گزارش شده است. بیشترین عناصری که در ترکیب پوششها مشاهده می گردد آلومینیوم و اکسیژن می باشد که نشان می دهد پوشش ها از جنس اکسید آلومینیوم می باشند که در تطابق با نتایج فازیابی (شکل۴) است. عناصر مشترک بعدی در هر دو پوشش روی و پتاسیم میباشد. روی مربوط به انحلال زیرلایه آلیاژ آلومینیومی است که در هنگام رشد پوشش به دام افتاده است. حضور عناصری از زیرلایه در پوشش های اکسیداسیون يلاسمايي براي انواع آلياژها گزارش شده است [۴ و ۱۲]. بطور مثال حضور سیلیسیم و منیزیم در آلیاژهای سری ۳۰۰۰ و ۵۰۰۰ منجر به حضور این دو عنصر در یوشش اکسیدی تولیدی به روش PEO خواهد شد. در این تحقیق نیز با توجه به حضور حدود ۴ درصد وزنی از عنصر روی در ترکیب اولیه آلیاژ ۲۰۷۵ (جدول۱)، یون های انحلال یافته این عنصر در پوشش ظاهر شدهاند. تفاوت اصلی در پوشش کامپوزیتی نسبت به پوشش معمولی حضور عنصر سیلیسیم است که این مقدار مربوط به حضور ذرات کامپوزیتی اکسید سیلیسیم در این پوشش

میباشد. از آنجا که این مقدار سیلیسیم ۲/۹ درصد وزنی است و اینکه زیر ۱ درصد از این عنصر در ترکیب شیمیایی اولیه پوشش دیده می شود، این مقدار از سیلیسیم حاکی از حضور ذرات کامپوزیتی اکسید سیلیسیم در پوشش می باشد. از طرفی راه دیگر برای بررسی عناصر موجود در پوشش های ساده و کامپوزیتی است [۹] که همانطور که گفته شد این عنصر در آنالیز EDS صورت گرفته روی پوشش معمول نیست و فقط در پوشش کامپوزیتی دیده می شود. بنابراین این عنصر احتمالا مربوط به ذرات کامپوزیتی قرار گرفته در پوشش است. نکته آخر مربوط به بیشتر شدن مقدار اکسیژن در پوشش کامپوزیتی است که احتمال می رود به دو دلیل حضور مولایت و اکسید سیلیسیم باشد.

## ٦- بررسی ریزسختی

ارزيابى سختى پوشش ها به كمك آزمون ميكروسختى سنجى انجام شد که نتایج آن در جدول۴ گزارش شده است. زیرلایه بدون پوشش دارای سختی ۱۳۲ ویکرز بود که با اعمال یوشش به روش PEO سختی سطح به ۱۳۷۹ ویکرز افزایش می یابد. این سختی مناسب به دلیل ماهیت اکسیدی و فشرده پوشش است. از طرفی این سختی در مقایسه با پوشش آندایزینگ (بر اساس شرایط از ۳۰۰ الی ۵۰۰ ویکرز است) که نوع دیگر پوشش آندی برای آلومینیوم محسوب می شود بسیار بیشتر است چرا که در حین فرایند جریان و ولتاژ اعمالی بسیار بالاتر می باشد و جرقه و تخلیه آن ذوب و انجماد را در پی دارد که ساختاری فشرده با سختی قابل توجه برای زیرلایه الومینیومی فراهم شده است. با کامپوزیتی شدن پوشش حدود ۴۰ درصد سختی پوشش بیشتر شده است. برای این ارتقای سختی دو عامل بطور همزمان تأثیر گذار است: اولاً همانطور که در تصاویر سطح پوششها (شکل۲) مشاهده شد تخلخل پوشش در حضور ماده تقویت کننده کاهش می یابد. در واقع با بیشتر بودن فشردگی پوشش کامپوزیتی مقدار جرم مادهای که در برابر نیروی فرورنده قرار می گیرد بیشتر بوده و توانایی پوشش در مقابله با نيروى سختى سنجى بيشتر خواهد بود كه به معناى سختى بالاتر است. دوماً ذرات اکسید سیلیسیم دارای سختی بسیار بالایی هستند که با قرارگیری در پوشش و همچنین درون تخلخلها سختی نهایی پوشش را میدهند. همچنین مولایت نیز میتواند در بهبود سختی پوشش كاميوزيتي اثر گذار باشد.

ھا	پوششر	سطح	EDS از	أناليز	نتايج	۳-	جدول
----	-------	-----	--------	--------	-------	----	------

كامپوزيتى	معمولى	نوع پوشش/مقدار عنصر
<b>۲</b> ٩/۹۷	۴۳/۳۱	ألومينيوم
۵٩/٨٣	۵۳/۲۳	اكسيژن
۱/۳۶	۲/۹۴	روى
•/૧١	•/۵۲	پتاسيم
٧/٩٣	-	سيليسيم

## جدول٤- نتایج ریزسختی سنجی پوششها

سختي (ويكرز)	پوشش
۱۳۷۹±۵۷	پوشش معمولی
1940746	پوشش كامپوزيتي

#### ۷-بررسی رفتار اصطکاکی

نحوه مقابله سطوح یا پوششها در مقابله با نیروهای اصطکاکی از اهمیت بالایی برخوردار میباشد چرا که گاهی اوقات برای مقاومت در برابر نیروهای ساینده علاوه بر سختی و سایش این پارامتر نیز میتواند اثر گذار باشد. تغییرات ضرایب اصطکاک برای زیرلایه، پوشش معمولی و پوشش کامپوزیتی در شکل۵ آورده شده است. زیرلایه آلومینیومی بیشترین ضریب اصطکاک را دارد که با توجه به عدم توانایی سطح آلومینیومی در برابر پین سایشی امری محتمل بنظر میآید. با اعمال پوشش با توجه به سختی که پوشش برای سطح درگیر پدیده سایش می گردد توانسته است خاصیت روانکاری بهتری را برای آلومینیوم ایجاد کند. در نهایت نیز پوشش کامپوزیتی با توجه به سختی بالاتر و حضور سیلیسیم توانسته است رفتار اصطکاکی به مراتب بهتری را از خود نشان دهد هر چند که بطور کلی پوششها ضریب اصطکاک خیلی پایینی نتوانستهاند از خود نشان دهند. دلیل این موضوع به ماهیت شیمیایی، ساختارکریستالی و مورفولوژی سطحی مربوط می شود. پوشش های اكسيداسيون پلاسمايي نوعي پوشش سراميكي هستند كه بطور ذاتي سرامیکها خاصیت روانکاری پایینی دارند. همچنین تخلخل بالای پوشش ها که از ویژگی های اصلی پوشش PEO می باشد [۱۳] عامل بعدی در ضریب اصطکاک بالای آنها میباشد چرا که تخلخل اجازه نفوذ بیشتر پین به سایشی را میدهد و در ادامه مسیر ضریب اصطکاک سطح درگیر بیشتر خواهد شد. نکته آخر در مورد مقایسه دامنه تغییرات ضريب اصطكاك پوشش ها با زير لايه است كه به دليل متخلخل بودن پوششها این موضوع در آنها نسبت به زیرلایه بسیار بیشتر میباشد. همچنین پوشش کامپوزیتی به دلیل مورفولوژی مناسبتر سطحی خود که بالاتر توضیح داده شد زودتر از دو نمونه دیگر به حالت پایدار در طی آزمون سایش رسیده است و تا پایان، نیروهای تماسی مشترک سطح پوشش و پین سایشی (تغییرات ضریب اصطکاک) در محدوده ثابتی قرار گرفته است در حالیکه برای پوشش معمولی و همچنین زیرلایه تا انتهای آزمون با شیب قابل توجهی افزایش یافته است.

#### ۸- ارزیابی مقاومت سایشی

کاهش وزن نمونهها در طی مسافت سایش در شکل ۶ ارائه شده است. زیرلایه آلومینیومی از همان ابتدا با توجه به ضریب به سختی پایینی که دارد با شیب بسیار بیشتری نسبت به دو نمونه دیگر دچار کاهش وزن شده است. هنگامی که پوشش اکسیداسیون پلاسمایی روی سطح آلومینیومی اعمال میشود علاوه بر افزایش قابل توجه سختی و کاهش ضریب اصطکاک، به نوعی شیمی و ساختار سطح کاملاً متفاوت میشود به گونهای که سطح از ساختار فلزی نرم به ساختار سرامیکی سخت تبدیل میشود. این تغییرات توانسته است مقاومت به سایش پوشش TEO را ارتقا دهد و شیب بسیار ملایمی نسبت به زیرلایه در کاهش وزن این نمونه شاهد باشیم.







# شکل٦- نمودار کاهش وزن نمونهها در حین أزمون سایش

کامپوزیتی کردن سطح توسط افزودن ذرات اکسید سیلیسیم توانسته است عملکرد سایشی پوشش اکسیدی را با بهبود ۵۰ درصدی مواجه کند. مهمترین نکتهای که درباره مقایسه این دو پوشش میتوان گفت که پارامترهای سختی و خاصیت روانکاری تا حد زیادی روی نحوه مقابله با پین سایشی اثر گذار است اما ضخامت کمتر پوشش کامپوزیتی نتوانسته است اثر منفی بر رفتار تریبولوژیکی پوشش داشته باشد. با دقت در هنگام مسافت سایش و تغییرات کاهش وزن مشخص میشود تا مسافت مشخصی هر دو نمونه عملاً کاهش وزن نداشته اند. اما پس از طی مسیر سایش پوششها کاهش وزن بیشتری پیدا کرده اند، که برای نمونه کامپوزیتی این نقطه مهم دیرتر آغاز شده است. دلیل این اتفاق این است که در این نقاط از نمودار در واقع نیروهای برشی بوجود آمده در سطح پوشش اکسیدی به حدی رسیده است که پوششها شروع به کندگی و در نهایت تخریب کردهاند. از طرفی بنظر میرسد ذرات سیلیسیم که خاصیت خود روانکاری مناسبی دارند توانستهاند با

کاهش نیروهای اصطکاکی بین پین ساینده و سطح پوشش کامپوزیتی از وقوع پدیده سایش در مسافتهای کم جلوگیری نموده و با توجه به سختی بالاتر در نهایت باعث شده است تا این پوشش مقاومت بالاتری را در برابر سایش از خود نشان بدهد.

#### ۹-بررسی مکانیزم سایشی زیرلایه

دانستن چگونگی تغییرات سطوح در آزمون سایش میتواند از صدمات زیاد این عامل مخرب روی قطعات آلومینیوم بکار رفته در صنعت جلوگیری کند. چرا که میتوان با توجه به مکانیزم تخریب راهکارهایی همچون روانکاری مایع و جامد یا اعمال لایه ثانویه را برای افزایش عمر قطعات پیشنهاد کرد [<u>۱۴</u>]. به منظور بررسی مکانیزمهای سایشی از تصاویر میکروسکوپ الکترونی و آنالیز طیف نگار پرتو انرژی اشعه ایکس کمک گرفته شد. در شکل۷ سطح تخریب شده زیرلایه آلومینیومی توسط پین سایشی ارائه شده است. همانطور که مشخص

است میزان تخریب سطح زیرلایه بسیار شدید میباشد که ضعف در مقاومت سایشی آلیاژ آلومینیوم مورد استفاده در تحقیق را نشان میدهد. سطح تحت سایش بصورت کاملاً لهیده و سپس بصورت ورقه ورقه تخریب شده است. آنالیز EDS از دو ناحیه سطح پوششی که خارج از ناحیه تخریب (ناحیه ۱) و ناحیه تحت سایش (ناحیه ۲) انجام شده است که نتایج آن در جدول ۵ گزارش شده است.در قسمت ۱ عناصر موجود مشابه با ترکیب خود زیرلایه هستند و اثری از عناصر خارجی دیده نمی شود. لازم بذکر است شیارهای دیده شده در این ناحیه مربوط به عملیات سنباده زنی با هدف آماده سازی سطح زیرلایه میباشد. در قسمت ۲ مشخص می گردد که مقداری اکسیژن در آنالیز دیده می شود در حالیکه در آنالیز زیرلایه این عنصر دیده نشد. بنابراین با توجه به فشار شدیدی که پین سایشی بر روی زیرلایه اعمال کرده است، دما در سطح تماس دو جز سایشی تا حدی زیاد شده است که مقداری از آلومینیوم سطح بحالت اکسید در آمده است. بنابراین علاوه بر سایش ورقهای سایش اکسیداسیونی نیز برای آلیاژ آلومینیوم اتفاق افتاده است. برای اطمینان آنالیز نقطهای از ناحیه ۳ گرفته شده است که تفاوت رنگی در آن نقطه مشاهده می شود بنحوی که کاملاً روشن تر از نقاط اطراف سطح سایشی به نظر میآید. نتایج نشان میدهد که این نقطه دارای مقدار زیادی اکسیژن است که تایید کننده قطعی مکانیزم اكسيداسيوني ميباشد.



شکل۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح سایش یافته زیرلایه آلومینیومی

جدول٥- نتایج آنالیز EDS از مناطق مشخص شده در شکله ( میسین )

سخل ۷ (درصد وزنی)				
ناحيه۳	ناحيه۲	ناحيه١	ناحیه / مقدار عنصر	
۶١/۵٨	٧٩/۴۵	98/78	آلومينيوم	
-	٠/٢١	٣/٧۴	روى	
۳۸/۴۲	۲۰/۳۴	-	اكسيژن	

۱۰- بررسی مکانیزم سایشی پوشش معمولی

سطح سایش یافته پوشش اکسیداسیون پلاسمایی تولیدی در شکل۸ نشان داده شده است. با مقایسه با سطح سایشی زیرلایه (شکل۷) کاملاً

مشخص است که میزان تخریب بسیار کمتری برای سطح در حضور پوشش اتفاق افتاده است. سطح مورد بررسی را میتوان به سه ناحیه مجزا تقسیم نمود. ناحیه ۱ مربوط به خود پوشش است که پین سایشی روی آن قرار نگرفته است. ناحیه ۲ که به نوعی فصل مشترک ناحیه سایشی با زیرلایه است. ناحیه ۳ نیز منطقه مرکزی سایش یافته میباشد. آنالیز ترکیب شیمیایی هر یک از نواحی معرفی شده در جدول ۶ ارائه شده است. در قسمت مربوط به یوشش (ناحیه ۱) عناصر و میزان هر کدام مطابق با آنالیز ترکیب شیمیایی پوشش PEO (جدول۳) است و تفاوت اندکی که مشاهده می شود مربوط به تغییراتی است که در آنالیز EDS كاملاً اجتناب ناپذير ميباشد. با دقت در ناحيه دوم به نظر مىرسد مكانيزم ورقهاى همراه با مكانيزم خراشان عوامل ايجاد اين نوع تخریب شده است. مقداری تغییر رنگ بیشتری (روشنتر شدن) در این قسمت مشاهده می شود که ممکن است مربوط به اکسید شدن سطح در طی سایش می باشد. انجام آنالیز EDS انجام شده از ناحیه دوم تأیید کننده این حدس میباشد چرا که مقدار اکسیژن موجود در این نواحی حدود دو برابر اکسیژنی است که در پوشش دیده می شود. در ناحیه سوم اثری از خراشیده شدن یا ورقهای شدن مشاهده نمی شود و با توجه به أناليز نشان ميدهد كه عنصر أهن در اين قسمت از سطح تخريب شده وجود دارد. این موضوع حاکی از تخریب قسمت مرکزی پوشش توسط مكانيزم چسبان ميباشد و اين عناصر از پين سايشي مورد استفاده بر روی سطح قرار گرفته است. نکته آخر در مورد ترکهای بسیار ریزی است که در برخی از نواحی پوشش مشاهده شد (با پیکان به آن اشاره شده است). این موضوع نشان میدهد که پوشش PEO به دلیل ساختاراکسیدی که دارد در برابر نیروهای تغییرشکلی که در هنگام سایش در نقاط مختلف سطح ایجاد می شود ضعیف عمل کرده و پوشش قابلیت تغییر فرم بالایی ندارد. وجود مکانیزم چسبان و مشاهده شدن ترک در حین انجام آزمون سایش در تحقیق پژوهشگران دیگری که در این حوزه مطالعه کردهاند نیز گزارش شده است [۱۵، ۱۶و ۱۷]. همچنین حضور عنصر پتاسیم در سطح پوشش نیز با حضور این عنصر در محلول الكتروليت فرآيند پوشش دهى مرتبط مى باشد.



شکل۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح سایش یافته پوشش PEO معمولی

شکل۸ (درصد وزنی)				
ناحيه۳	ناحيه۲	ناحيه١	ناحیه / مقدار عنصر	
۴۰/۷۹	۳۸/۰۶	47/91	آلومينيوم	
۵۰/۱۱	۵۸/۳۶	۴٩/۱۷	اكسيژن	
٠/٨١	٣/١٢	١/٨٨	روى	
•/۶•	۰/۴۶	•/۵٣	پتاسیم	
٧/۶٩	-	-	آهن	

جدول 3- نتایج أنالیز EDS از مناطق مشخص شده در

۱۱-بررسی مکانیزم سایشی پوشش کامپوزیتی

پوشش اکسیداسیون پلاسمایی کامپوزیتی حاوی ذرات تقویت کننده اكسيد سيليسيم پس از آزمون سايش بوسيله ميكروسكوپ الكتروني و آنالیز EDS ارزیابی شد که این تصویر در شکل۹ قابل مشاهده است. بطور واضح سطح تخريب بسيار كمترى نسبت به پوشش معمولي روى آن ایجاد شده است و مقاومت بالای سطح این پوشش را در آزمون نشان مىدهد. اين تصوير بر خلاف نمونه قبلى يعنى پوشش معمولى تنها دارای دو منطقه است یعنی خود پوشش (ناحیه ۱) و سطح سایش یافته (ناحیه ۲) که از دو منطقه آنالیز EDS صورت گرفته است و نتایج آن در جدول ۷ ذکر شده است. ترکیب شیمیایی ناحیه ۱ بدون تفاوت خاصی با آنالیز پوشش بدست آمده است که اثبات کننده عدم ایجاد هیچ گونه سایش در این نواحی است. بررسی قسمت تحت سایش نشان میدهد که خراش یا حالت ورقهای در هیچ منطقهای از آن قابل تشخیص نیست و مکانیزم اصلی سایش از نوع خیش ریز میباشد. بر اساس نتایج آنالیز EDS از سطح تخریب، عنصر آهن به میزان اندک در پوشش وجود دارد. بنابراین در این پوشش هر چند به مقدار بسیار کم مکانیزم چسبان نیز رخ داده است. نکته آخر در مورد مناطقی است که به صورت نقطه چین روی سطح نشان داده شده است و عملاً این قسمتها توسط پین سایشی تخریب یا تغییر شکل ندادهاند. این موضوع تأثير حضور اكسيد سيليسيم روى بهبود سختى، رفتار اصطكاكى (خاصیت خودروانکاری مناسب) و در نهایت مقاومت سایشی پوشش PEO را نشان مىدهد چنانچه مورفولوژى اين نواحى نسبت به ناحيه ۱ که تحت سایش نبودهاند تفاوت خاصی ندارد. علاوه بر این عدم وجود ترک در سطح تخریب بر خلاف نمونه قبلی نشان میدهد که ذرات تقویت کننده بکار رفته توانستهاند مقدار تحمل پوشش در نیروهای برشی حاصل از سایش را بطور چشمگیری افزایش دهند.



شکل۹- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح سایش یافته پوشش PEO کامپوزیتی

جدول V- نتایج آنالیز EDS از مناطق مشخص شده در

,		, .
ناحيه۲	ناحيه١	ناحیه / مقدار عنصر
۲۸/۹۶	31/28	آلومينيوم
۵۶/۷۵	۵۷/۹۴	اكسيژن
۱/۲۳	۱/۳۰	روى
۰/۷۶	•/88	پتاسیم
٩/٢١	۸/۲۴	سيليسيم
٣/٠۶	-	آهن

شکل۹ (درصد وزنی)

#### نتيجه گيري

۱- پوشش PEO معمولی پوششی اکسیدی با ماهیت آمورف/کریستالی بود اما پوشش کامپوزیتی علاوه بر این دو فاز دارای فاز کریستالی اکسید سیلیسیم و مولایت (حاصل از واکنش اکسید سیلیسیم و آلومینیوم) بود. ۲-هر دو پوشش دارای ساختار پنکیکی همراه با دهانههای آتشفشانی بودند. همچنین کانالهای تخلیه که منجر به متخلخل شدن پوششها میشدند روی سطح پوشش کامپوزیتی کمتر ایجاد گردید.

۳- در هر دو پوشش پیکهای آلومینیوم مشاهده شد که به دلیل وجود فاز آمورف، متخلخل بودن و سبک بودن عناصر تشکیل دهنده پوشش بود که امکان نفوذ اشعه ایکس را به زیرلایه فراهم می کند.

۴- به دلیل کاهش تخلیههای سطحی در حضور ذرات کامپوزیتی پوشش کامپوزیتی دارای زبری کمتری نسبت به پوشش معمولی بود. همچنین سختی این پوشش به دلیل شکل گیری فاز مولایت حدود ۵۰۰ ویکرز بیشتر از پوشش معمولی بود.

۵- بیشترین مقاومت به سایش(بهبود ۴۰ درصدی مقدار کاهش وزن) و کمترین ضریب اصطکاک متوسط (۰/۴۸) را پوشش کامپوزیتی از خود نشان داد که بیانگر خاصیت روانکاری ذرات تقویت کننده در پوشش بود.

۶- مکانیزم عمده سایشی زیرلایه آلومینیومی ورقهای و اکسیداسیون بود. در حالیکه پوشش PEO دارای مکانیزمهای خراشان، اکسیداسیون و چسبان وپوشش کامپوزیتی دارای مکانیزم خیش ریز و چسبان بود.

ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش همکاری مشارکتکنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با

همکاری مشارفت کنندگان در تحقیق محاصر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

**حامی مالی** هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

# References

1.sikdar s., menezes p. v., maccione r., jacob t., menezes p. l., "plasma electrolytic oxidation (peo) process,processing, properties, and applications" nanomaterials, 11(6), 1375, 2021.

مشارکت نویسندگان

بروجني.

است.

تعارض منافع

انجام آزمایشها : زهرا صلاح هادی؛

تحليل دادهها و نتايج: زهرا صلاح هادي، فرهاد عظيمي فر،

نگارش نهایی: زهرا صلاح هادی، فرهاد عظیمی فر، محمد رزازی

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده

2.necula b. s., apachitei i., tichelaar f. d., fratila-apachitei l. e., and duszczyk j., "an electron microscopical study on the growth of tio2–ag antibacterial coatings on ti6al7nb biomedical alloy." acta biomaterialia, 7(6), pp. 2751-2757, 2011.

3.yu z., du a., wang c., ma r., fan y., zhao x., and cao x., "incorporation mechanism of zno nanoparticles in peo coating on 1060 al alloy." surface and coatings technology, 412, 127068, 2021.

4.yin y. j., li s. h., shen d. w., zu y. y., and qu c. z., "effects of al2o3 nanoparticles on microstructure and performance of ceramic coatings by micro-arc oxidation in key engineering materials" trans. Tech. publications ltd., vol. 537, pp. 92-96, 2013.

5.sarbishei s., sani m. a. f., and mohammadi m. r., "study plasma electrolytic oxidation process and characterization of coatings formed in an alumina nanoparticle suspension." vacuum, 108, pp. 12-19, 2014. 6.arrabal r., matykina e., viejo f., skeldon p., thompson g. e. and merino m. c., "ac plasma electrolytic oxidation of magnesium with zirconia nanoparticles." applied surface science, 254(21), pp. 6937-6942, 2008.

7.matykina e., arrabal r., skeldon p., and thompson g. e., "investigation of the growth processes of coatings formed by ac plasma electrolytic oxidation of aluminium." electrochimica acta, 54(27), pp. 6767-6778, 2009.

8.zhang r., zhao j., and liang j., "a novel multifunctional ptfe/peo composite coating prepared by one-step method." surface and coatings technology, 299, pp. 90-95, 2016.

9.momeni f. and mousavi khoee m., "investigation of zinc metallic coating properties formed on low carbon steel in alkaline and sulfate electrolytes by plasma electrolytic saturation." journal of new materials, 6(23), pp. 1-18, 2016.

10.rapheal g., kumar s., blawert c., and dahotre n. b., "wear behavior of plasma electrolytic oxidation (peo) and hybrid coatings of peo and laser on mri 230d magnesium alloy." wear, 271(9-10), pp. 1987-1997, 2011.

مجله مواد نوین. ۱ + ۱٤؛ ۱۳ (٤٩): ۸٥-۷۲

11.van truong p., van bo n., van minh n., anh n. v., kumar g. s. and shkir m., "investigation of corrosion and wear resistance of peo coated d16t aluminium alloys in the marine tropical climate conditions." materials chemistry and physics, 290, p. 126587, 2022.

12.larsson a., halvarsson m. and ruppi s., "microstructural changes in cvd  $\kappa$ -al2o3 coated cutting tools during turning operations." surface and coatings technology, 111(2-3), pp. 191-198, 1999.

13.fernández-lópez p., alves s. a., azpitarte i., san-josé j. t. and bayón r., "corrosion and tribocorrosion protection of novel peo coatings on a secondary cast al-si alloy: influence of polishing and sol-gel sealing." corrosion science, 207, p. 110548, 2022.

14.zhai w., bai l., zhou r., fan x., kang g., liu y. and zhou k., "recent progress on wearresistant materials: designs, properties, and applications." advanced science, 8(11), p. 2003739, 2021.

15.lin m., nemcova a., voevodin a. a., korenyi-both a., liskiewicz t. w., laugel n., and yerokhin a., "surface characteristics underpinning fretting wear performance of heavily loaded duplex chameleon/peo coatings on al." tribology international, 154, 106723, 2021.

16.liu y. f., liskiewicz t., yerokhin a., korenyi-both a., zabinski j., lin m., and voevodin a. a., "fretting wear behavior of duplex peo/chameleon coating on al alloy." surface and coatings technology, 352, pp. 238-246, 2018.

17.mohedano m., lopez e., mingo b., moon s., matykina e. and arrabal r., "energy consumption, wear and corrosion of peo coatings on preanodized al alloy: the influence of current and frequency." journal of materials research and technology, 21, pp. 2061-2075, 2022.