

Effect of roughness substrate on High-temperature wear behavior of electroless nickel-phosphorus coating

Mohammad ghaderi^{1*}, seyed mahamoud monirvaghefi², Ali saeedi³

**Islamic Azad University, Najaf Abad Branch, Najaf Abad, Iran
M.Sc. Student¹, Assistant Professor², Professor³**

Mo.ghaderi@yahoo.com*

In this study, coating electroless nickel-phosphorus on two types substrate of sand-blast and Electropolishing in terms of the same plating. The samples were annealed on 400°C for one hour in oven heat treatment. The pin-on-disk wear tests were carried out at 250°C under normal load of 5N and sliding speed of 0.5 m/s for sliding distance of 300 meters. Investigation morphology and samples wear behavior by Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy analysis (EDX). The results show the wear of electroless Ni-P is a type of wear abrasion and Wear rate decreased with decreasing substrate roughness. Also, By reducing the amount of phosphorus, reduced wear rates.

Keyword:

Electroless Ni-P coating, high temperature wear, sand-blast, electropolish, hardness, abrasive wear.

بررسی اثر زبری زیرلایه بر رفتار سایش در دمای بالای پوشش الکترولس نیکل-فسفر

محمد قادری^{۱*}، سید محمود منیر واقفی^۲ و علی سعیدی^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، دانشکده مواد، اصفهان، ایران

۲- دانشیار، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مواد، اصفهان، ایران

۳- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مواد، اصفهان، ایران

Mo.ghaderi@yahoo.com -۱

Vagh-mah@cc.itu.ac.ir -۲

a.saidi@cc.iut.ac.ir -۳

چکیده

در این مطالعه پوشش الکترولس نیکل-فسفر بر دو نوع زیرلایه ماسه پاشی شده و الکتروپولیش شده در شرایط یکسان آبکاری شده است. نمونه ها در دمای 400°C به مدت یک ساعت در کوره تحت عملیات آنیل قرار داده شده است. آزمون سایش در دمای 250°C تحت بار اعمالی ۵ نیوتن در سرعت 5m.s^{-1} ، و مسافت ۳۰۰ متر به روش پین روی دیسک انجام شدند. بررسی ریخت شناسی و رفتار سایش نمونه ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به همراه آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو اشعه ایکس (EDX) انجام شده است. نتایج نشان می دهد نمونه های الکترولس Ni-P از نوع سایش چسبان می باشند و نرخ سایش با کاهش زبری زیرلایه کاهش می یابد. همچنین با کاهش درصد فسفر، نرخ سایش کاهش می یابد.

کلمات کلیدی:

پوشش الکترولس Ni-P، سایش در دمای بالا، ماسه پاشی، الکتروپولیش، سختی، سایش چسبنده.

می تواند از ۶۰۰ تا ۱۰۰۰ ویکرز در نوسان باشد[۷-۶].

سختی پوشش الکترولس Ni-P با دیگر خواص آن به طور مستقیم با مقدار فسفر تغییر می کند. با افزایش مقدار فسفر پوشش، سختی پوشش کاهش می یابد. ماکسیمم سختی پوشش در حدود ۴ درصد فسفر درجایی که میکروساخтар تنها شامل تک فاز β می باشد بدست آمده است. افزایش درصد فسفر باعث افزایش مقدار فاز γ و کاهش درصد فاز β می شود. فاز γ نسبت به فاز β نرم تر می باشد.[۸]

به طور کلی رابطه ای بین مقاومت سایش و سختی سطح وجود دارد. خواص سایش بر اساس پارامترهای متغیر از

مقدمه

پوشش های الکترولس نیکل در سال ۱۹۴۶ در آزمایشگاه های BSN^۱ توسط "انر بر نر" و "گریس ریدل" کشف شدند. آنها ادعا کردند این نوع پوشش ها به صورت خود کاتالیزوری هستند که اعمال آنها بر سطح قطعه به استفاده از جریان الکتریسیته نیاز ندارد[۱]. پوشش های الکترولس با داشتن خواص منحصر به فرد نظری مقاومت به سایش و خوردگی بالا در بسیاری از صنایع کاربرد دارد[۲-۵]. سختی پوشش های الکترولس Ni-P

^۱ - Bureau Standard National

عملیات حرارتی می‌تواند در سختی پوشش EN موثر باشد. افزایش سختی می‌تواند در دماهای پایین ولی در زمان‌های طولانی‌تر حاصل گردد که باعث بهبودی توان سختی و مقاومت به خوردگی خواهد شد[۱۲]. تحقیقات معصومی و همکارانش[۱۳] روی دمای سایش پوشش الکترولس نشان می‌دهد با افزایش دمای سایش نرخ سایش پوشش کاهش می‌یابد.

باشد می‌تواند ضریب اصطکاک را حداقل نماید. گزارش شده است که فسفر در پوشش‌های الکترولس نیکل-فسفر دارای خاصیت روانکاری دارد[۱۶].

هدف از این پژوهش بررسی رفتار سایش در دمای بالا پوشش الکترولس Ni-P با تغییر میزان فسفر و زبری زیرلایه می‌باشد.

شد و با استفاده از یک ترازوی دیجیتال با دقت 0.1mg تغییرات وزن نمونه‌ها قبل و بعد از آزمون اندازه گیری شده است. نرخ سایش پوشش‌ها بر اساس معادله ۱ بررسی شده است[۱۷]. در این معادله Δm تغییرات وزن نمونه بعد و قبل از آزمون سایش بر حسب میلی‌گرم، ρ چگالی پوشش بر حسب mg.mm^{-3} ، L طول مسیر لغزش بر حسب متر و F نیروی عمودی وارد بر حسب نیوتن می‌باشد. از آنجایی که چگالی پوشش با تغییر میزان فسفر آن تغییر می‌کند، تغییر چگالی پوشش باید در نظر گرفته شود.

$$W_s = \frac{\Delta m}{\rho L F} \quad \text{معادله ۱}$$

به منظور ارزیابی رفتار سایشی، پوشش‌ها با استفاده از دستگاه میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM Philips ML30) و آنالیز کمی EDAX مقایسه شدند.

جدول (۱): مشخصات الکتروپولیش

محلول	آند	کاتد	زمان	ولتاژ
۹۰ تا ۷۰٪ H_3PO_4 آب	مس (نمونه)	316L (ظرف)	۳۰-۲۰ دقیقه	۱ تا ۲/۵ ولت

قیل تنش ذاتی پوشش و مورفولوژی سطح متاثر می‌شود. عملیات حرارتی تاثیر بسزایی در خواص فیزیکی و مکانیکی پوشش الکترولس نیکل فسفر داشته و باعث بهبود خواص چسبندگی پوشش به زیرلایه می‌شود[۱۱-۹]. سختی پوشش آبکاری الکتریکی نیکل با انجام عملیات حرارتی به علت مکانیزم‌های تبلور مجدد و رشد دانه کاهش می‌یابد ولی در پوشش EN موجب افزایش سختی می‌شود. دما و زمان یکی از مهمترین مزایای پوشش الکترولس، رسوب یکنواخت پوشش روی زیرلایه‌های ناهموار و غیر مسطح است[۱۴]. افزایش زبری زیرلایه و ضخامت پوشش روی خواص نهایی پوشش الکترولس نیکل توسط ارنست و همکارانش بررسی شده است[۱۵]. مطالعات آنها نشان می‌دهد افزایش زبری پوشش با افزایش زبری زیرلایه افزایش می‌یابد. سطوح صاف‌تر دارای رفتار سایش بهتری می‌باشد. اگر پوشش دارای خاصیت خود رانکاری داشته

آزمایش

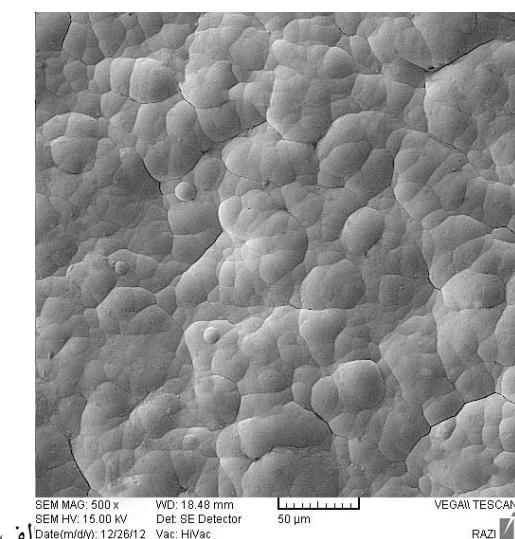
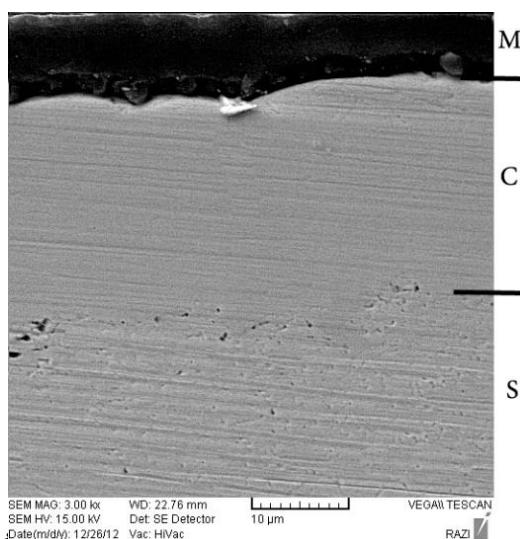
۸ عدد نمونه به قطر ۵ سانتی متر از جنس مس DHP با مشخصات آنالیز کمی ۰/۰۱ درصد فسفر و ۰/۰۱۵ درصد نقره بریده شده است. نمونه‌ها به دو دسته زبر و پولیش شده تقسیم بندی شده‌اند. سطح ۴ عدد از نمونه‌ها به وسیله دستگاه سند بلاست با ذرات ماسه به قطر ۷۰ تا ۱۵۰ میکرون زبر شده‌اند و ۴ عدد دیگر توسط محلول اسید فسفوکریک رقیق مطابق با جدول ۱ الکتروپولیش شده‌اند. نمونه‌ها در ۳۰ حمام الکترولس ساخت شرکت Schlotter در حدود میکرون پوشش داده شده‌اند. در هر حمام، دو نمونه زبر و پولیش شده به صورت همزمان در pH مختلف ۴/۳، ۴/۷، ۵/۵ آبکاری شده‌اند.

سایش نمونه‌ها در دمای 250°C تحت بار 5N در سرعت 5m/s به روش پین روی دیسک با پین فولاد 52100 با سختی RC ۶۴ انجام گرفته است. یک ترموموپل در زیر نمونه به منظور کنترل دمای نمونه با دقت $C \pm 5$ تعییه شده است. آزمایش سایش بر روی نمونه‌ها تحت شرایط یکسان صورت گرفته است. طول مسافت سایش 300 متر انتخاب

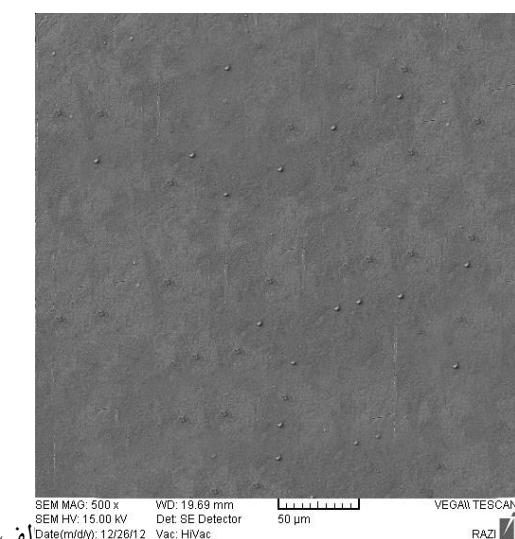
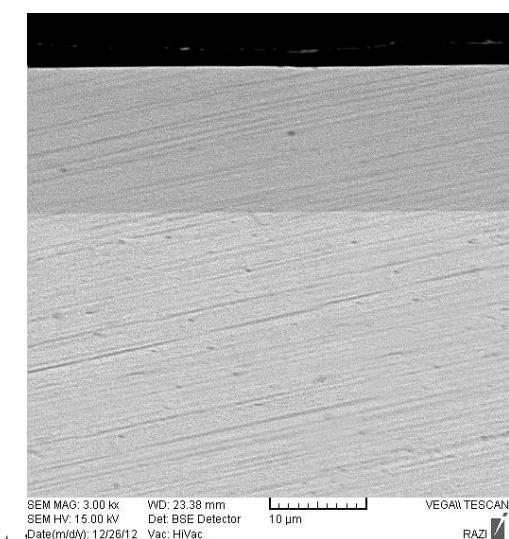
نتایج و بحث

الکتروولس دارای بر جستگی های زیاد شیه گل کلمی می باشد. مقطع شکل ۲ (الف و ب) به ترتیب تصویر الکتروولس نیکل-فسفر با زیر لایه الکتروپولیش شده از سطح و مقطع پوشش را نشان می دهد. سطح نمونه پوشش الکتروولس بدون بر جستگی های گل کلمی شکل و مسطح دیده می شود. مشاهده می شود سطح مقطع پوشش الکتروولس الکتروپولیش شده دارای فصل مشترک صاف می باشد.

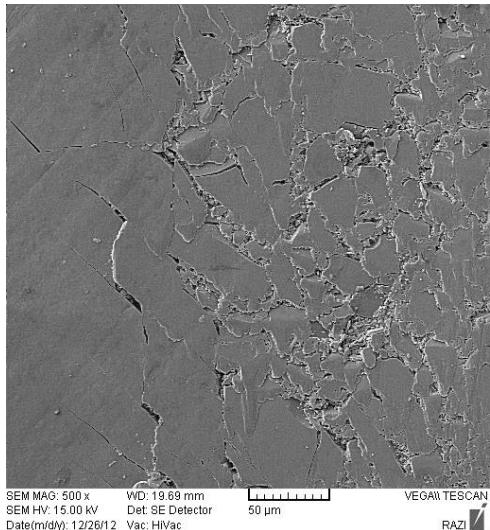
شکل ۱ (الف و ب) به ترتیب تصویر پوشش الکتروولس نیکل-فسفر با زیر لایه ماسه پاشی شده از سطح و مقطع پوشش را نشان می دهد. به دلیل قرار گیری دو عنصر نیکل و مس در کنار یکدیگر در جدول تناوبی و نیز اختلاف عدد اتمی کم این دو عنصر (عدد اتمی نیکل ۲۸ و عدد اتمی مس ۲۹) تباين^۳ زیر لایه و پوشش در تصویر بسیار کم است. همان طور که مشاهده می شود سطح نمونه پوشش



شکل (۱): تصویر میکروسکپ الکترون رویشی پوشش الکتروولس Ni-P با زیر لایه ماسه پاشی شده؛ الف) سطح پوشش ب) مقطع پوشش



شکل (۲): تصویر میکروسکپ الکترون رویشی پوشش الکتروولس Ni-P با زیر لایه الکتروپولیش شده؛ الف) سطح پوشش ب) مقطع پوشش



شکل (۴): تصویر سایش در دمای بالای پوشش الکترولیس با زیرلايه
الکتروپولیش شده شده

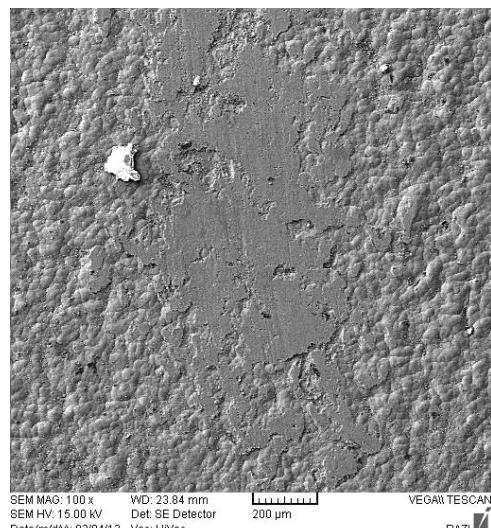
جدول (۲): داده های EDX از سطح نمونه ها پس از آزمون سایش

نمونه	%Ni	%P	%Fe	%O
نمونه شکل (۳)	۸۹	۸/۸	۰/۱۲	۶/۰۶
نمونه شکل (۴)	۹۰/۵	۸/۸	۰/۱	۲/۵

شکل ۵ نمودار تغییرات فسفر پوشش را بر اساس تغییر pH حمام آبکاری نشان می‌دهد. با افزایش pH حمام، میزان فسفر رسوبی کاهش می‌یابد. تغییر درصد فسفر بر سختی و فازهای بین فلزی پایدار و نیمه پایدار پوشش الکترولیس تاثیر می‌گذارد [۱۸-۱۹]. شکل ۶ و جدول ۳ نمودار نرخ سایش پوشش الکترولیس نیکل با درصدهای مختلف فسفر بر حسب $\text{mm}^3/\text{N.m}$ را نشان می‌دهد. نرخ سایش برای نمونه با زیرلايه پولیش شده نسبت به زیرلايه زبر کمتر می‌باشد. بازه تغییر نرخ سایش با تغییر درصد فسفر برای نمونه با زیرلايه پولیش شده نسبت به نمونه ماسه پاشی شده بیشتر است. با افزایش درصد فسفر اختلاف نرخ سایش برای نمونه‌ها با زبری زیرلايه‌های متفاوت افزایش می‌یابد. افزایش درصد فسفر برای نمونه با زیرلايه پولیش شده خاصیت روان کاری ایجاد می‌کند. در صورتی که زبری سطح تغییری نمی‌کند. بنابراین می‌توان گفت به علت غالب بودن تاثیرات

شکل ۳ سایش در دمای بالای پوشش الکترولیس Ni-P با زیرلايه ماسه پاشی شده را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود سایش منجر به هموار شدن بر جستگی‌های سطحی پوشش گردیده است. اثر سایش در دمای بالا برای پوشش فوق باعث تغییر فرم پلاستیک سطحی شده است. بروز برخی میکروترک‌های سطحی در تصویر را می‌توان مشاهده نمود. همچنین سایش در دمای بالا برای این نمونه باعث ایجاد موج‌های هم‌جهت مختلف روی خط مسیر سایش گردیده است. نتایج EDX نشان می‌دهد ۶ درصد اکسیژن در مسیر سایش وجود دارد. در جدول ۲ داده‌های EDX از سطح نمونه شکل ۳ آورده شده است.

شکل ۴ تصویر سایش در دمای بالای پوشش الکترولیس Ni-P با زیرلايه الکتروپولیش شده را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود سایش منجر به ترک خوردگی فراوان روی سطح شده است. ترک خوردگی‌ها در مرکز خط سایش بیشتر از کناره‌ها می‌باشد و در برخی مناطق باعث خوردشدن و حذف از سطح شده است. همانند نمونه قبلی نتایج EDX نشان می‌دهد ۲/۵ درصد اکسیژن در مسیر سایش وجود دارد. میزان اکسیژن در این نمونه نسبت به نمونه پوشش با زیرلايه ماسه پاشی شده کمتر است.



شکل (۳): تصویر سایش در دمای بالای پوشش الکترولیس با زیرلايه ماسه پاشی شده

جدول (۳): داده های نرخ سایش در دمای بالا برای پوشش الکترولیس
نیکل و مقادیر متفاوت فسفر

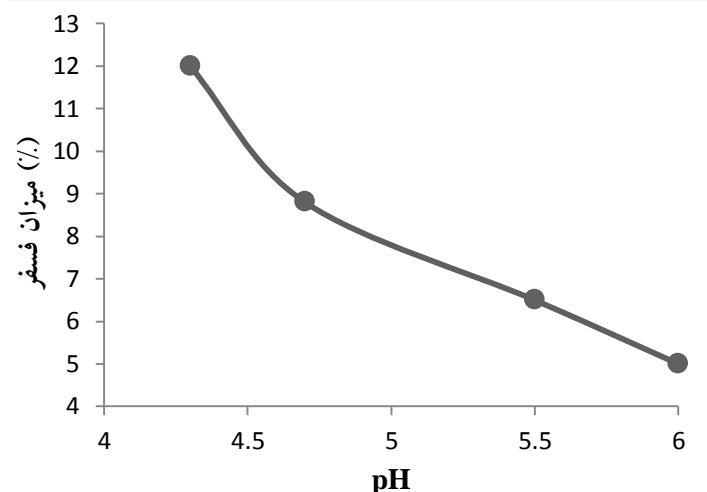
میزان فسفر (%)	پوشش با زیرلايه الکتروپولیش (mm ³ /N.m)	پوشش با زیرلايه ماسه پاشی (mm ³ /N.m)
۵	۱/۰۲×۱۰ ^{-۳}	۱/۰۵×۱۰ ^{-۳}
۶/۵	۰/۸۵×۱۰ ^{-۳}	۱/۱۵×۱۰ ^{-۳}
۸/۸	۰/۶۲۵×۱۰ ^{-۳}	۱/۲۵×۱۰ ^{-۳}
۱۲	۰/۵۵×۱۰ ^{-۳}	۱/۲×۱۰ ^{-۳}

در مقایسه تصاویر شکل ۳ و ۴ می توان دریافت که میکروترک های ایجاد شده درون پوشش با زیرلايه پولیش شده در حین عملیات حرارتی، پس از آزمون سایش اشعه می یابد و منجر به ترکهای ریز سطحی شده اند. جهت و مسیر رشد ترک ها مشخص می کند مسیر سایش از بالا به پایین بوده است. در مراحل پایانی آزمون سایش، میکروترک های فرعی در مرکز مسیر سایش رشد نموده و باعث کندگی و حذف از سطح شده اند. با افزایش درصد فسفر، میزان فاز نرم ۷ در ساختار بیشتر شده که از بروز ترک های بیشتر در پوشش در حین سایش جلوگیری می کند. در تصویر سایش برای پوشش الکترولیس با زیرلايه ماسه پاشی شده به علت بالا بودن دما منجر به تشکیل اکسیدها نازک گردیده است. حضور اکسیژن در مسیر سایش نشان می دهد اکسید فلزی روی سطح شکل گرفته است. میزان اکسیژن تشکیل شده در نمونه ماسه پاشی شده بیشتر از پولیش شده است. یکی از عوامل این که نرخ سایش در نمونه پولیش شده نسبت به نمونه ماسه پاشی شده زیادتر است را می توان میزان اکسید کمتر عنوان نمود. مکانیزم سایش در دمای بالا برای نمونه های الکترولیس نیکل فسفر از نوع سایش چسبان می باشد و تاثیر سایش خراشنده دیده نشده است.

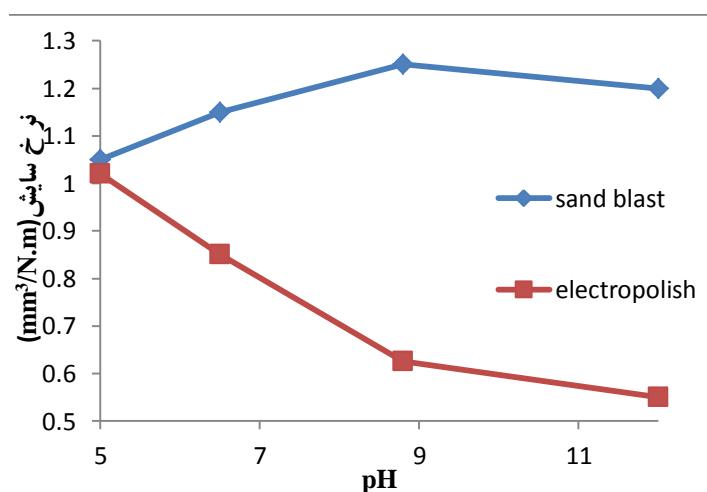
نتیجه گیری

نتایج نشان می دهد پوشش الکترولیس نیکل -فسفر در برابر سایش در دمای بالا دارای مکانیزم سایش چسبنده می باشند.

روان کاری فسفر، نرخ سایش تا حدودی کم شود. تصاویر توپوگرافی سطح پوشش الکترولیس با زیرلايه ماسه پاشی شده، با تغییر میزان فسفر تغییر می کند. نتایج AFM با زیرلايه ماسه پاشی شده برای پوشش الکترولیس Ni-P نشان می دهد، زبری سطح پوشش با افزایش درصد فسفر افزایش می یابد [۲۰]. افزایش زبری سطح باعث افزایش اصطکاک و درنتیجه سایش بیشتر می شود. دو مکانیزم درتضاد با یکدیگر می تواند مطرح شود؛ اول این که افزایش فسفر خاصیت روانکاری را تشدید می کند و دوم این که افزایش میزان فسفر زبری سطح پوشش را زیادتر می نماید. زبری بیشتر سطح پوشش، نرخ سایش را بیشتر می کند. بنابراین کاهش جزئی نرخ سایش در پوشش با ۱۲ درصد را می توان تاثیر غالب بودن روانکاری فسفر را نسبت به زبری سطح پوشش دانست.



شکل (۵): تغییر میزان فسفر با تغییر pH حمام آبکاری



شکل (۶): نرخ سایش پوشش الکترولیس با زبری زیرلايه های مختلف

ندارد. بنابراین پیشنهاد می‌شود برای نمونه‌های ماشین کاری نشده درصد فسفر پایین (۶-۴ درصد وزنی) مقاومت سایش در دمای بالای بهتری دارد و برای نمونه‌های صیقلی شده، میزان فسفر بالا (۹-۱۶ درصد وزنی) مقاومت به سایش در دمای بالای بهتری دارد.

افزایش درصد فسفر به علت زیر شدن سطح پوشش باعث افزایش نرخ سایش برای نمونه با زیر لایه ماسه پاشی شده است. در صورتی که افزایش درصد فسفر برای نمونه الکتروپولیش شده به علت خاصیت روانکاری بهتر نرخ سایش را کاهش داده است. افزایش درصد فسفر تاثیر زیادی در زیری سطح پوشش با زیر لایه الکتروپولیش شده

electroless Ni-P” Surface and Coatings Technology, Vol. 91, pp. 513-548, 1997.

- [13] F. Masoumi, H. R. Ghasemi, “Tribological characterization of electroless Ni-10% P coatings at elevated test temperature under dry conditions” Advance Manufacture Technology, Vol. 62, pp.1063-1070, 2012.

م. باطنی، الف. ساعچی، ”بررسی اثر پوشش‌های الکتروپولیش نیکل بر رفتار خوردگی فولاد ۳۰۴ در محلول ۳/۵ درصد نمک طعام“ مجموعه مقالات چهاردهمین کنگره ملی خوردگی، صص ۶۳۳-۶۴۲، ۱۳۷۴

- [15] P. Ernst, “Porosity of Electroless Nickel Coatings Investigated Using Different Porosity Tests and Their Application”
[16] R. Taheri, “Evaluation of Electroless Nickel-Phosphorus (EN) Coatings” University of Saskatchewan, 2002
[17] A.M. Chowdhury, “The effect of frequency of vibration and humidity on the wear rate” Wear, Vol. 262, pp. 198-207, 2007.
[18] W. Sha, w. Sarililah, “Scanning electron microscopy study of microstructural evolution of electroless nickel-phosphorus deposits with heat treatment” Materials Science and Engineering B, Vol. 168, pp. 95-99, 2010.
[19] C.K. Chen, “The effect of heat treatment on the microstructure of electroless Ni-P coatings containing SiC particles” Thin Solid Films, Vol. 416, pp.31-37, 2002.
[20] Y. Chow, W. Lau, “Surface properties and Solderability Behaviour of Nickel-phosphorus and Nickel-boron Deposited by Electroless Plating” Surface and Interface Analysis, Vol. 31, pp.321-327, 2001.

مراجع

- [1] D. Baudrand, ‘Electroless NiCkel plating’ Surface Engineering, ASM Handbook, Vol. 5, pp. 290-310, 1992.
[2] S. Yuan Sheng, L. Zong-Ming, “The new technology and the partial thermotechnical computation for air-cooled blast furnace tuyere” Applied Thermal Engineering, Vol. 29, pp.1232-1238, 2009.
[3] C. Ching Wen, “Numerical analysis for the multi-phase flow of pulverized coal injection inside blast furnace tuyere” Applied Mathematical Modelling, Vol. 29, pp.871-884, 2005.
[4] P. Sahoo, S. K. Das, Tribology of electroless nickel coatings – A review, Materials and Design, Vol. 32, pp. 1760-1775, 2011.
[5] E. Norkus, “Obtaining of high surface roughness copper deposits by electroless plating technique” Electrochimica Acta, Vol. 51, pp.3495–3499, 2006.
[6] J. Henry, “Electroless Nickle: A metallic coating used for tooling protection” Wear, Vol. 90, pp.723-730, 1988.
[7] N. Feldestin, “Electroless composite plating” Guid book electroless”, pp. 417-420, 1990.
[8] W.X. Zhang, J.G. He, Z.H. Jiang, “Electroless Ni-P layer with a chromium-free pretreatment on AZ91D magnesium alloy” Surface & Coatings Technology, Vol. 201, pp. 4594-4600, 2007.
[9] T. Dickinson, Sheet metal Industrial., 312, pp. 19, 1954.
[10] V.V.N. Reddy, B. Ramamoorthy, , “Study on the wear resistance of electroless Ni-P/diamond composite coatings”, Wear, Vol. 239, pp.111-116, 2000.
[11] W. Reidel, “Electroless Nickel Plating”, ASM international, Metals Parks, Oh, 68-69, 1991.
[12] M. H. Staia, C. Enriquize, “Influence of the heat treatment on the abrasive wear resistance of