

# بررسی فاکتورهای دما، تلاطم و نوع محیط خورنده بر جریان خوردگی پوشش الکتریکی Ni-13wt.%P با استفاده از روش طراحی آزمایش فاکتوریل

لاله رضازاده<sup>\*</sup><sup>۱</sup>، مرتضی زندرحیمی<sup>\*</sup>

<sup>۱</sup> کارشناس ارشد مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

<sup>۲</sup> استاد گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

\* نویسنده مسئول: Rezlaleh@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۳۹۱/۱۱/۲۹ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۲/۵/۳۱

## چکیده

در این تحقیق، پوشش آلیاژی نیکل-فسفر با تکنیک رسوب دهی الکتریکی به روش جریان مستقیم، بر روی فولاد ضد زنگ<sup>۳۰۴</sup> ایجاد شد. به منظور تعیین ریزساختار و ترکیب اصلی پوشش از SEM و EDS و نیز جهت تعیین اندازه ذرات کریستالی از XRD و TEM استفاده گردید. مقاومت به خوردگی پوشش با آزمون پلاریزاسیون تا福 مورد مطالعه قرار گرفت. در ادامه با استفاده از روش طراحی آزمایش «فاکتوریل» تأثیر پارامترهای دما، تلاطم و نوع محیط خورنده در دو سطح به صورت جداگانه و متقابل بر جریان خوردگی پوشش با ۱۳ درصد وزنی فسفر بررسی و نیز منحنی های تراز و سطح پاسخ مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد دما، کمترین و محیط، بیشترین تأثیر را بر روی جریان خوردگی پوشش دارند. همچنین، اندرکنش دو عاملی بین تلاطم و محیط، بیشترین و اندرکنش سه عاملی بین دما، تلاطم و محیط، کمترین تأثیر را بر میزان جریان خوردگی پوشش دارا می باشد و زمانی که سه پارامتر دما، تلاطم و محیط در پایین ترین و بالاترین سطح خود قرار دارند، جریان خوردگی پوشش به ترتیب ۱/۰۸ و ۴۹ میکروآمپر بر سانتیمتر مربع به دست آمد.

**کلمات کلیدی:** پوشش آلیاژی نیکل-فسفر، رسوب دهی الکتریکی، روش فاکتوریل، اندرکنش، منحنی تراز.

# Investigation of Temperature, Agitation and Type of Corrosive Bath on Corrosion Current of 87%Ni-13%P Electrodeposited Coating by Using Factorial Method

Laleh Rezazadeh <sup>1\*</sup>, Morteza Zandrahimi <sup>2</sup>

<sup>1</sup> M.Sc. of Metallurgy Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman.

<sup>2</sup> Professor of Metallurgy Engineering, Shahid Bahonar University of Kerman.

\* Corresponding Author: rezlaleh@yahoo.com

Submission: February 17, 2013      Acceptance: August 22, 2013

## Abstract

In this study, nickel phosphorus coating was prepared by electrodeposition method on 304 stainless steel substrate. Microstructure and chemical composition of coating were investigated by SEM and EDS analysis. In order to identify the phases and calculating the nickel grain size, XRD and TEM analysis were used. Corrosion behavior of coating was studied by Tafel polarization experiments. Main effects and interaction between temperature, agitation and type of corrosive bath in two levels on corrosion current of Ni-13wt.%P coating was also investigated by using experimental designs such as Factorial method. The results demonstrated that the types of corrosive bath and temperature have the most and the least effect on corrosion current, respectively. In addition, the interaction between two parameters, namely the type of corrosive bath and agitation and also the interaction between three parameters have maximum and minimum effect on corrosion current, respectively. Investigation of contour plots and surface responses showed that an optimum state was obtained when three parameters were at low level and also, the maximum corrosion current of coating determined when the parameters were at high level.

**Keywords:** Ni-P alloy coating, Electrodeposition, Factorial method, Interaction, Contour plot.

مربوط به حضور فسفر در پوشش مربوط نمودند [۸]. بای و همکارانش رفتار خوردگی را با درنظر گرفتن سه پارامتر ثابت، یعنی محیط خورنده ۵ درصد نمک طعام، دمای ۳۷ درجه سلسیوس و مدت زمان ۲۴ ساعت و یک پارامتر متغیر (درصد فسفر)، مورد بررسی قرار دادند. در این گزارش، با افزایش مقدار فسفر در پوشش، افت جرمی پوشش، روند نزولی و مقاومت به خوردگی روند صعودی نشان داد. [۹]. در مطالعات انجام شده توسط لی و همکارانش، رفتار خوردگی پوشش الکتریکی و تانوکریستال نیکل-فسفر با لحاظ دو پارامتر متغیر یعنی دما (۲۵ و ۵۰ درجه سلسیوس) و پتانسیل اعمالی (۵۰۰- میلی ولت تا ۱ ولت) در محیط خورنده ۵ درصد وزنی نمک طعام توسط روش پتانسیو دینامیک، مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد پوشش‌های آلیاژی نیکل-فسفر در محلول خورنده نمک طعام در دما و پتانسیل‌های بالا، به علت داشتن جریان خوردگی بیشتر، بهشدت مورد حمله خوردگی قرار می‌گیرند [۲-۳].

بررسی سوابق موضوع خوردگی پوشش‌های آلیاژی نیکل-فسفر نشان می‌دهد اگر چه محققین تأثیر پارامترهای مختلفی از جمله دما، درصد فسفر پوشش، پتانسیل اعمالی و نوع محیط خورنده (اسیدی و بازی) را بر میزان خوردگی پوشش به طور جداگانه بررسی نموده‌اند، اما تأثیر این پارامترها به طور همزمان بر روی هم و نهایتاً بر روی مقاومت به خوردگی پوشش گزارش نشده است [۱۰-۱]. لذا، در این پژوهش سعی شده است تأثیر مه پارامتر دما، تلاطم و نوع محیط خورنده در دو سطح ماکریزم و مینیموم با استفاده از روش طراحی آزمایش فاکتوریل بر میزان خوردگی پوشش بررسی گردد. بدین منظور با استفاده از روش الکتروشیمیابی LSV و دستگاه پتانسیو استات و نیز با درنظر گرفتن سه پارامتر متغیر، و میزان فسفر ثابت در محدوده پتانسیل اعمالی ۱ و ۱+ ولت، میزان خوردگی پوشش بررسی شد.

## ۲- مواد و روش تحقیق

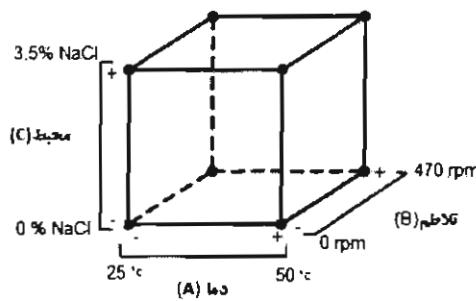
فلز پایه برای ایجاد پوشش الکتریکی نیکل-فسفر، فولاد ضد زنگ ۳۰۴ است که ترکیب شیمیابی آن با روش EDS تعیین

## ۱- مقدمه

پوشش‌های آلیاژی نیکل-فسفر به علت پتانسیل بالقوه و خواص مناسب از جمله سختی بالا، خصوصیات مغناطیسی، مقاومت به سایش و خوردگی بالا به عنوان پوشش محافظ در صنایع ماشین‌سازی، هوا و فضا، غلتک‌ها، ماشین‌های نورد و شکل‌دهی و بسیاری از صنایع دیگر کاربرد دارد. بررسی انجام گرفته نشان دهنده آن است که میزان فسفر موجود در پوشش تنها فاکتور مؤثر بر مقاومت به خوردگی نیست و فاکتورهایی دیگری نیز اثر گذارند. تاکنون تحقیقات بسیاری در زمینه بررسی مکانیزم خوردگی پوشش نیکل-فسفر ایجاد شده به روش الکترولیس و الکتریکی در محیط‌های اسیدی و قلیایی و در دمای‌های متفاوت به صورت تک پارامتری انجام گرفته است [۱-۴]. فلیس و همکارانش خوردگی پوشش آلیاژی الکترولیس نیکل-فسفر را در محلول ۰/۱ مولار نمک طعام به مدت ۵۰۰ ثانیه بررسی نمودند. در این تحقیق، فرورفتگی‌های ناشی از خوردگی همراه با ترک‌های داخلی، بر روی سطح پوشش مشاهده گردید و ترکیب  $O_{(Ni_3(PO_4)_{28}H_2O)}$ ، به عنوان لایه پسیو شده، گزارش شد [۵]. پتخوا مقاومت به خوردگی پوشش را در محیط اسیدی (۵٪ مولار سولفوریک اسید) بررسی نمود و برای پوشش حاوی  $6/6$  تا  $13/4$  درصد وزنی فسفر، پدیده روئین<sup>۱</sup> شدن را مشاهده ننمود [۶]. در تحقیقی دیگر توسط بزینی، خوردگی فرایشی پوشش آلیاژی نیکل-فسفر در محلول ۰/۶ مولار نمک طعام مورد بررسی قرار گرفت. در این تحقیق محصول خوردگی در مقادیر پتانسیل کم (۱/۲- ولت)، ترکیب  $NiO$  و در مقادیر پتانسیل بالا ( $+0/۸$  ولت)، فسفات گزارش شد. فسفر در پوشش بصورت آندی اکسید می‌شود و باعث ایجاد یک لایه فیلم پسیو می‌گردد که حملات خوردگی را کاهش می‌دهد [۷]. لتو همکارانش خوردگی این پوشش را در محلول ۰/۵ مولار سولفوریک اسید بررسی نمودند و دلیل روئین شدن جزئی در مقادیر پولاrizاسیون آندی کم را به تأثیرات شیمیابی

<sup>۱</sup> Passive

نرم افزار Minitab بهره برده شد. در این روش سه عامل دما، تلاطم و نوع محیط خورنده، در دو سطح، به عنوان فاکتورهای اصلی، در نظر گرفته شد. طراحی آزمایش، با ۲ بار تکرار انجام و تأثیر هر یک از پارامترها و اندرکنش بین آنها، با روش طراحی عاملی، محاسبه گردید. فاکتورها و سطوح مربوطه، در جدول ۲، نشان داده شده است. هم‌چنین، طرح هندسی آزمایش بررسی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر، در شکل ۱، ارایه شده است.



شکل ۱- طرح عاملی<sup>۲</sup> برای بررسی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر

رنوس هر وجه مکعب، بالاترین و پایین‌ترین سطح در نظر گرفته شده برای هر یک از پارامترها را، به صورت جداگانه نشان می‌دهد. با توجه به منحنی‌های تألف به دست آمده از آزمایشات خوردگی، مطابق شکل ۲ برای به دست آوردن مقدار جریان خوردگی، از محل تلاقي دو خط مماس بر منحنی تألف خطوطی عمود بر محورهای X و Y رسم گردید و بدین ترتیب، مقادیر جریان و پتانسیل خوردگی مربوط به هر آزمایش تعیین گردید (جدول ۳).

و شامل آهن، نیکل، سیلیس، کروم و منگنز به ترتیب با مقادیر ۷۱/۴۱، ۰/۸۳، ۷/۹۶ و ۱/۶۶ درصد وزنی می‌باشد. از نمونه‌هایی با ابعاد (۱cm×۱cm×۱cm) به عنوان زیر لایه جهت پوشش دهی، استفاده شد. عملیات آماده‌سازی قبل از آبکاری طبق استاندارد ASTM B254 [۱۱] انجام و پوشش آمورف و نانوکریستال نیکل-فسفر با ۱۳ درصد وزنی فسفر طبق ترکیب شیمیایی حمام آبکاری در جدول ۱ جهت بررسی میزان خوردگی تهیه شد.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی حمام آبکاری الکتریکی نیکل-فسفر

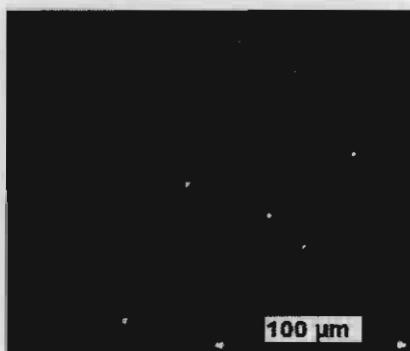
شرایط آبکاری الکتریکی (gr/lit)	ترکیب محلول آبکاری نیکل (آب)	pH
۱۳۰	سولفات نیکل ۰/۶	۱/۵
۱۶	کلرید نیکل ۰/۶±۲	C°
۳۰	اسید بوریک	۲۰
۵۰	اسید فسفر	(mA/cm <sup>2</sup> )
۰/۰۵	سورفتکانت	۲۰
۰/۱	ساختارین	زمان آبکاری (min)
		سرعت همزن (rpm)

از دستگاه پراش سنج پرتوی ایکس (XRD، Philips) برای تعیین ساختار و نوع فازهای موجود در پوشش استفاده شد. اندازه دانه پوشش توسط اشعه ایکس (Cu-Kα,  $\lambda=1/54\text{\AA}$ ) و طبق معادله ویلیامسون-هال محاسبه گردید. هم‌چنین، اندازه ذرات کریستالی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM, LEO 902) تعیین و با نتایج آنالیز XRD مقایسه گردید. مورفولوژی سطح پوشش توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, Tescan)، مشاهده شد. جهت تعیین جریان خوردگی پوشش از دستگاه پتانسیومترات و روش طراحی فاکتوریل (FOL) در

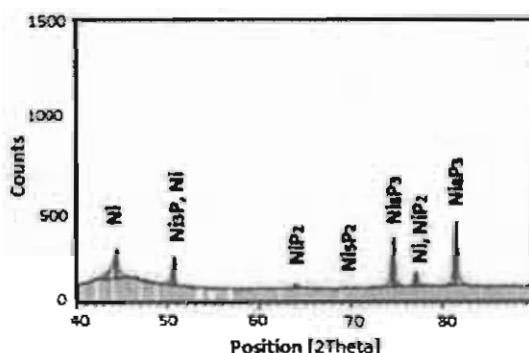
جدول ۲- حالات ترکیبی برای طراحی آزمایش خوردگی.

سطح فاکتورها		جریان خوردگی		فاکتورها				نرخ خوردگی	
زیاد (+)	کم (-)	تکرار اول	تکرار دوم	C	محیط	B	A	دما	%
		I <sub>2</sub>	I <sub>1</sub>	-1	-1	-1	-1	-1	۱
A=۵۰°C	A=۲۵°C	a <sub>2</sub>	a <sub>1</sub>	-1	-1	۱	۱	۱	۲
B=۴۷0 rpm	B=۰ rpm	b <sub>2</sub>	b <sub>1</sub>	-1	۱	-1	-1	-1	۳
=۳/۵٪ NaCl	C=۰٪ NaCl	ab <sub>2</sub>	ab <sub>1</sub>	-1	۱	۱	۱	۱	۴
C		c <sub>2</sub>	c <sub>1</sub>	۱	-1	-1	-1	-1	۵
		ac <sub>2</sub>	ac <sub>1</sub>	۱	-1	۱	۱	۱	۶
		bc <sub>2</sub>	bc <sub>1</sub>	۱	۱	۱	-1	-1	۷
		abc <sub>2</sub>	abc <sub>1</sub>	۱	۱	۱	۱	۱	۸

نانوکریستال و آمورف در این پژوهش است. خواص آمورفی تابعی از میزان فسفر رسوب شده در پوشش می باشد. فسفر و نیکل هر دو دارای میل ترکیبی شیمیایی قوی می باشند، لذا تشکیل توده های متراکم با مرکزیت اتم فسفر که توسط اتم های نیکل احاطه شده اند، بسیار سهل و آسان است. نشت همزمان فسفر در طی فرآیند آبکاری، نظم پرداخته اتم های نیکل را از بین می برد و هر چه مقدار فسفر بیشتر شود، این بی نظمی نیز بیشتر شده و به ساختار آمورف نزدیک تر می شود [۱۲-۱۳].

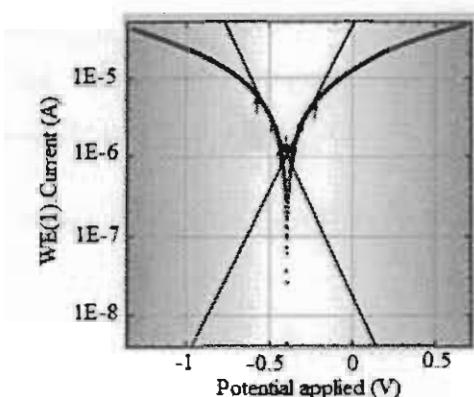


شکل ۳- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پوشش الکتریکی نیکل-فسفر حاوی ۱۳ درصد فسفر.



شکل ۴- الگوی پراش اشعه X ترکیبات فازی در پوشش الکتریکی نیکل-فسفر حاوی ۱۳ درصد فسفر.

نتایج حاصل از محاسبه اندازه کریستال های نیکل از طریق معادله ویلیامسون-هال، یانگر ساختار نانوکریستال می باشد. هم چنین، با توجه به تصویر TEM به دست آمده از پوشش الکتریکی نیکل-فسفر حاوی ۱۳ درصد وزنی فسفر



شکل ۲- منحنی پلاریزاسیون تاول آزمایش اول

محاسبه تأثیرات اصلی و اندرکنش بین پارامترها و نیز ترسیم منحنی های تراز و ارایه مدل رگرسیون برای جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر در در نرم افزار Minitab انجام شد.

جدول ۳- نتایج حاصل از آنالیزهای تاول.

	جریان خوردگی (mA)			نمره
	پتانسیل خوردگی (mV)	تکرار اول	تکرار دوم	
-۳۹۸/۴۹	-۲۸۷/۹۹	۱/۰۳	۱/۱۲	۱
-۳۶۷/۹۱	-۳۵۷/۹۷	۲/۰۲	۲/۷۰	۲
-۳۵۲/۶۴	-۳۳۳/۵۶	۲/۴۹	۲/۰۷	۳
-۳۰۵/۱۳	-۳۵۵/۵۳	۷/۶۰	۴/۸۷	۴
-۶۰۷/۶۴	-۵۶۵/۳۹	۷/۲۱	۸/۸۵	۵
-۴۵۹/۵۵	-۶۰۱/۲۱	۱۳/۰۲	۱۲/۸۸	۶
-۳۷۶/۴۵	-۶۱۴/۴۴	۳۲/۶۴	۲۲/۹۰	۷
-۳۷۱/۸۱	-۵۶۰/۶۱	۵۴/۴۸	۴۴/۱۶	۸

### ۳- نتایج و بحث

همان طور که در شکل ۳ مشاهده می شود، مورفولوژی سطح پوشش، ساختار آینه ای شکل<sup>۲</sup>، یکنواخت و منسجم را نشان می دهد. در الگوی پراش به دست آمده از سطح پوشش در شکل ۴، علاوه بر پیک های مربوط به کریستال های Ni و Ni<sub>3</sub>P ترکیبات واسطه دیگری نظیر Ni<sub>8</sub>P<sub>3</sub> و Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> نیز وجود دارد که این امر نشان دهنده همیستی ساختار

<sup>2</sup>. Mirror Like

خوردگی نیز مثبت می‌باشد؛ با این تفاوت که میزان تأثیر نوع محیط نسبت به دو فاکتور دما و تلاطم، چشمگیرتر است و منحنی آن دارای شبیه بیشتری می‌باشد.

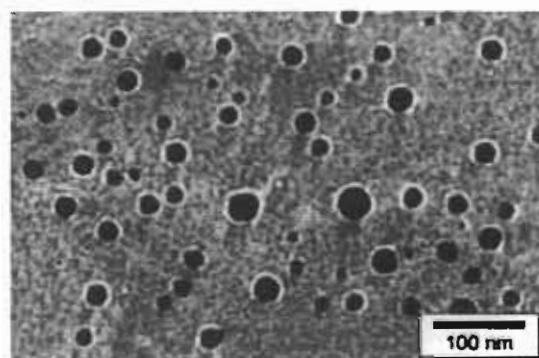
جدول ۴- مقادیر مربوط به تأثیر پارامترها و اندرکنش بین آن‌ها.

عنوان تأثیر	مقدار
A	۷/۹۳
B	۱۵/۲۳
C	۲۱/۵۳
AB	۴/۸۳
AC	۵/۳۱
BC	۱۲/۷۷
ABC	۳/۵

A: دما، B: تلاطم، C: محیط خورنده

نتایج نشان می‌دهد که پارامترهای دما، تلاطم و نوع محیط علاوه بر این که خود به تنها بر روی میزان جریان خوردگی مؤثرند، می‌توانند بر روی یکدیگر نیز تأثیرگذار باشند و اثرات یکدیگر را کاهش یا افزایش دهند. با ترسیم منحنی‌های اثرات متقابل پارامترها می‌توان دریافت که اندرکنش بین پارامترها مثبت، منفی یا صفر می‌باشد. با توجه به تأثیرات متقابل پارامترها در جدول ۴ و شکل ۷، می‌توان استنباط کرد که اندرکنش بین مقدار تلاطم و دما مثبت است (۴/۸۳) می‌باشد؛ زیرا زمانی که تلاطم در سطح پایین است (۰ دور بر دقیقه)، مقدار افزایش دما از ۲۵ به ۵۰ درجه سلسیوس نسبت به زمانی است که تلاطم در سطح بالا می‌باشد (۴۷۰ دور بر دقیقه)، کمتر است. هم‌چنین، تأثیر دما بر روی نوع محیط نیز مثبت بوده (۵/۳۱)، اما مقدار آن اندکی، بیشتر است. در بین تأثیرات مربوط به اندرکنش‌ها، بیشترین تأثیر (۱۲/۷۷) مربوط به نوع محیط و تلاطم می‌باشد. زمانی که محیط آب مقطراست، نسبت به حالتی که محلول ۳/۵ درصد نمک طعام می‌باشد افزایش میزان تلاطم از ۰ تا ۴۷۰ دور بر دقیقه بسیار ناچیز است مقدار این اختلاف در منحنی مربوط به تأثیر تلاطم و نوع محیط خورنده بهوضوح قابل مشاهده است (۱۴-۲۶). به طورکلی در بین اثرات اصلی و تأثیر اندرکنش‌ها، تأثیر متقابل بین سه پارامتر با هم دارای کمترین اثر (۳/۵) می‌باشد.

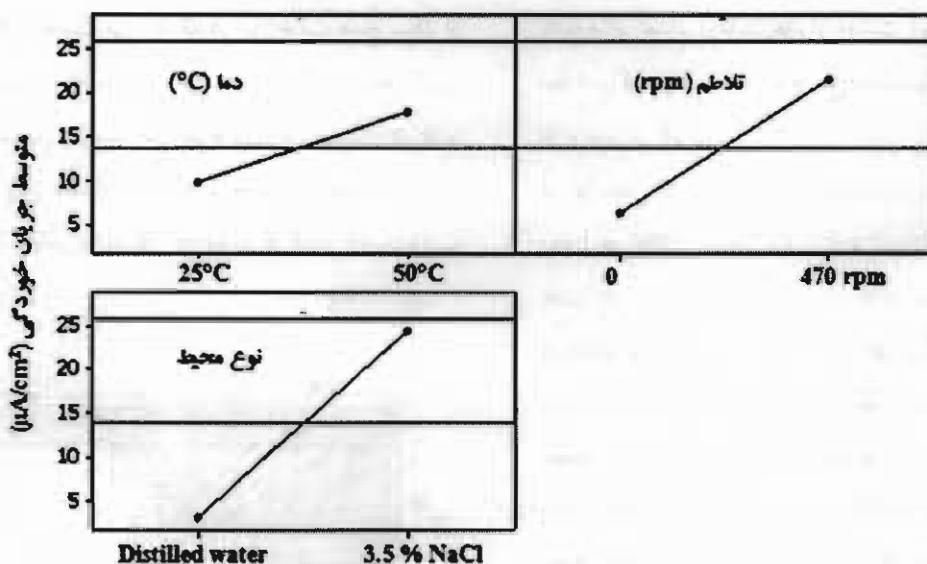
(شکل ۵) و با کمک نرم افزار SIS، اندازه متوسط کریستال‌ها (نقاط تیره) که در زمینه آمورف (زمینه روشن) شناور می‌باشند، مقدار ۱۴ نانومتر بدست آمد. نتایج بدست آمده از اندازه متوسط کریستال‌های نیکل با روش XRD و آنالیز TEM، بیانگر این مطلب است که اختلاف دو روش در مقیاس نانو، بسیار ناچیز و قابل چشم‌پوشی است و نتایج محاسبه شده در دو روش، یکدیگر را تأیید می‌کنند.



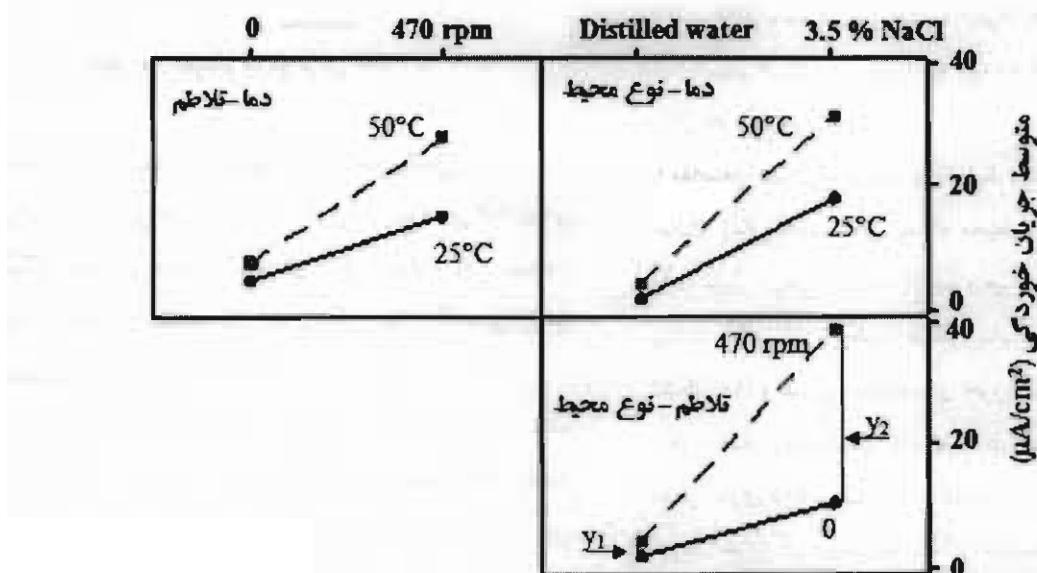
شکل ۵- تصویر TEM از اندازه ذرات کریستالی در پوشش الکتریکی نیکل-فسفور حاوی ۱۳ درصد فسفر.

برای برآورد تأثیر اصلی هر یک از پارامترهای دما؛ (A)، تلاطم؛ (B)، نوع محیط خورنده؛ (C) و تأثیر اندرکنش دو و سه‌عاملی پارامترها بر روی میزان جریان خوردگی پوشش از نرم افزار Minitab استفاده شد [۱۴]. نتایج حاصل از محاسبات انجام شده توسط نرم افزار در جدول ۴ نشان می‌دهد در بین سه پارامتر، دما با مقدار ۷/۹۳، کمترین و نوع محیط خورنده با مقدار ۲۱/۵۳، بیشترین تأثیر را بر جریان خوردگی پوشش دارا می‌باشد.

هم‌چنین، با توجه به شکل ۶ زمانی که دما از ۲۵ به ۵۰ درجه سلسیوس افزایش پیدا می‌کند، میزان جریان خوردگی هم افزایش پیدا می‌کند. بنابراین تأثیر دما بر روی خوردگی پوشش، مثبت بوده و زمانی که تلاطم از ۰ به ۴۷۰ دور بر دقیقه می‌رسد، میزان جریان خوردگی افزایش می‌باشد؛ با این تفاوت که میزان افزایش، نسبت به حالت قبل بیشتر است. علاوه بر این، تأثیر دو نوع محیط خورنده، یعنی آب مقطرا و آب حاوی ۳/۵ درصد نمک طعام، بر روی میزان جریان



شکل ۶- تأثیرات اصلی پارامترهای دما، تلاطم و نوع محیط بر روی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل- فسفر.



شکل ۷- تأثیرات متقابل پارامترهای دما، تلاطم و نوع محیط بر روی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل- فسفر.

شکل ۸ اثرات استاندارد شده فاکتورها و اندرکنش بین آنها را برای  $\alpha=0.05$  نشان می‌دهد. در این نمودار، مقدار  $2.31$  مرز پذیرش یا رد تأثیرات، با احتمال مهندسی  $95\%$  می‌باشد. بنابراین، در اینجا تأثیر اندرکنش بین سه پارامتر دما، تلاطم و محیط قابل صرفنظر کردن است، در حالی که سایر تأثیرات اعم از تأثیرات اصلی و متقابل حائز اهمیت می‌باشند. در صورتی که احتمال مهندسی  $90\%$  ( $\alpha=0.1$ ) لحاظ شود، مرز

برای مقایسه اثرات فاکتورها و هم‌چنین، اندرکنش بین آنها و نیز ارایه یک مدل رگرسیون، می‌توان از نمودار استاندارد پارتو<sup>۱</sup> استفاده کرد. در این نمودار، با احتساب احتمال‌های مهندسی متفاوت (به عنوان مثال؛  $\alpha=0.05$  و  $\alpha=0.1$ ) می‌توان پارامترهایی را که اثرات یا اندرکنش‌های کمتری دارند، شناسایی و در محاسبات و بررسی نتایج، آنها را حذف نمود.

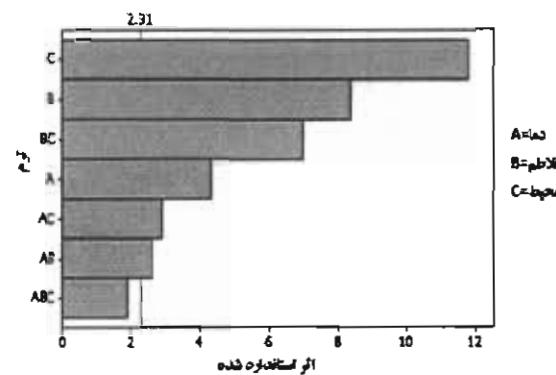
<sup>۱</sup> Pareto Plot

پاسخ‌ها بر تعداد آزمایش‌ها را، به دست آورد. بر این اساس، معادله رگرسیون مربوط به پاسخ مدل، به صورت رابطه ۲ بازنویسی می‌شود.

در نهایت، برای تعیین شرایط بهینه سه پارامتر دما، تلاطم و محیط می‌توان از منحنی‌های تراز و نمودار سطح پاسخ سه بعدی جریان خوردگی پوشش، استفاده نمود. جهت رسیدن به حالت بهینه بایستی میزان جریان خوردگی پوشش صفر یا نزدیک به صفر باشد. برای این منظور، منحنی‌های تراز و سطح پاسخ در حالت‌های مختلف مورد بررسی قرار گرفت. به عنوان مثال، شکل ۹ شرایطی را نشان می‌دهد که دمای محیط خوردگی ۲۵ درجه سلسیوس ثابت لحظه شده و تأثیر دو پارامتر محیط و تلاطم بر جریان خوردگی پوشش به صورت منحنی‌های تراز با میزان جریان خوردگی متفاوت ترسیم شده است. در این حالت میزان جریان خوردگی از ۱/۰۸ بیشتر است و می‌تواند به حدود ۲۷/۵ میکروآمپر بر سانتی‌مترمربع نیز برسد.

با مقایسه منحنی‌های تراز در شرایط مختلف، ایده‌آل‌ترین حالت زمانی به دست می‌آید که محیط در سطح پایین باشد (آب مقطر)؛ یعنی میزان ماکریم و مینیم جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر، پایین‌ترین مقدار را دارد (شکل ۱۰) و بدترین حالت برای خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر زمانی است که، محیط در سطح بالا است (آب مقطر حاوی ۳/۵ درصد نمک طعام). زیرا مینیم و ماکریم جریان خوردگی در مقایسه با سایر حالت‌ها، بیشترین مقدار را دارا است (شکل ۱۱). اهمیت منحنی‌های تراز و سطوح پاسخ در این است که می‌توان با استفاده از آنها میزان جریان خوردگی مربوط به پوشش الکتریکی نیکل-فسفر را در شرایط مختلفی که در بین دو محدوده انتخابی می‌باشند و سورد آزمایش قرار نگرفته‌اند، را تعیین نمود.

جدایش ۱/۸۶ به دست می‌آید که در این حالت هیچ یک از تأثیرات اصلی و متقابل بین پارامترها، قابل صرفنظر کردن نیست و باید در بررسی جریان خوردگی پوشش در نظر گرفته شود. ولی معمول است که در محاسبات مهندسی  $\alpha$  را برابر با ۰/۰۵ لحاظ نمایند. هر چه میزان  $\alpha$  کمتر باشد، دقت کار بالاتر است.



شکل ۸- نمودار پارتو برای حالت ۵  $\alpha = 0/05$

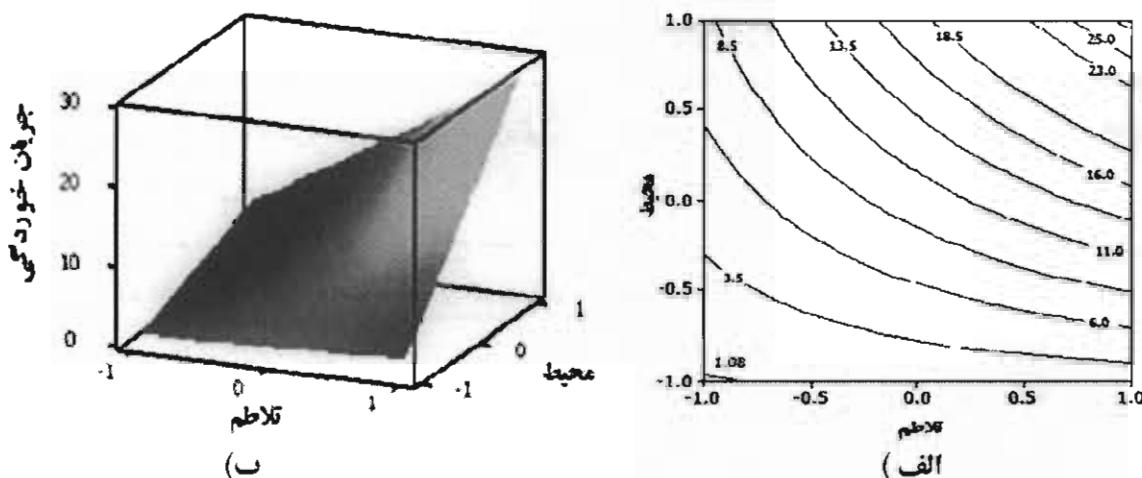
### ۱-۳- ارایه مدل رگرسیون و سطح پاسخ

برای پیش‌بینی میزان جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر بر اساس فاکتورهای مؤثر باقیمانده که از نمودار پارتو به دست آمده‌اند، می‌توان یک مدل رگرسیون چند متغیره مطابق رابطه ۱، ارایه داد:

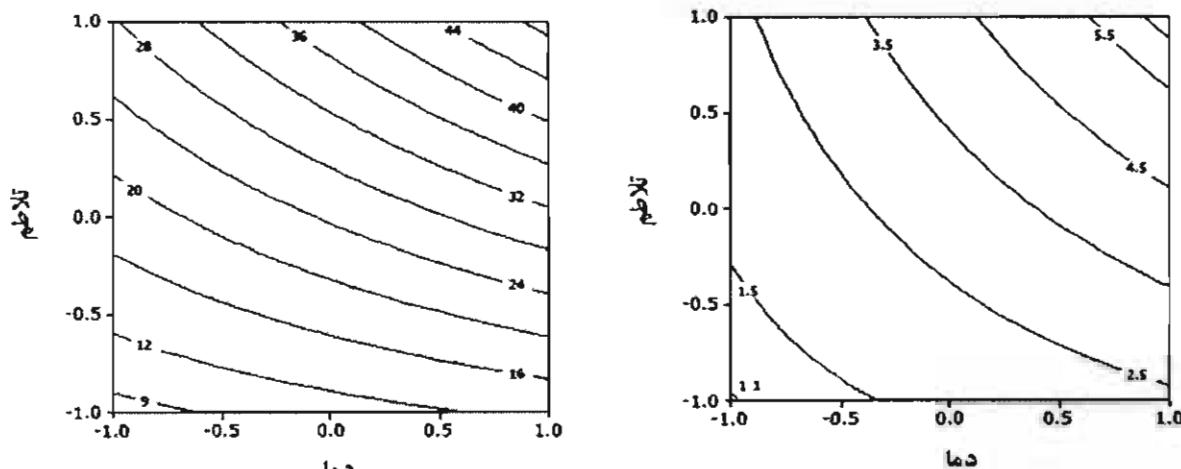
در این رابطه، متغیرهای  $x_1$ ,  $x_2$  و  $x_3$  به ترتیب، سطح پارامترهای دما، تلاطم و محیط،  $\varepsilon$ ، مقدار خطاطوا لاز، مقدار جریان خوردگی پوشش یا همان پاسخ، است. ضرایب  $\beta$ ، مربوط به تأثیرات اصلی و متقابل پارامترهای دما، تلاطم و محیط می‌باشند. مقدار پارامترهای  $\beta_1$ ,  $\beta_2$  و  $\beta_3$  در این معادله، به ترتیب، نصف تأثیرات اصلی پارامترهای دما، تلاطم و محیط و مقدار پارامترهای  $\beta_{12}$ ,  $\beta_{13}$  و  $\beta_{23}$  به ترتیب، نصف تأثیرات متقابل پارامترهای دما، تلاطم و محیط می‌باشد. هم‌چنین، جهت تعیین مقدار  $\beta_0$ ، باید مقدار میانگین

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \varepsilon \quad (1)$$

$$y = 13.75 + 3.96 x_1 + 7.65 x_2 + 10.77 x_3 + 2.41 x_1 x_2 + 2.65 x_1 x_3 + 6.38 x_2 x_3 \quad (2)$$

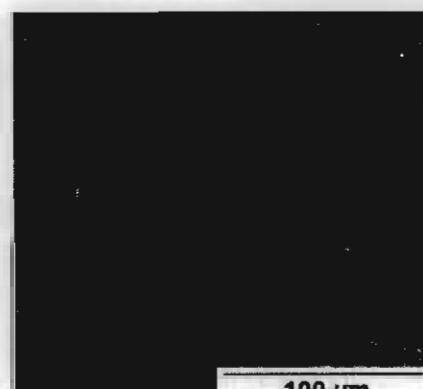
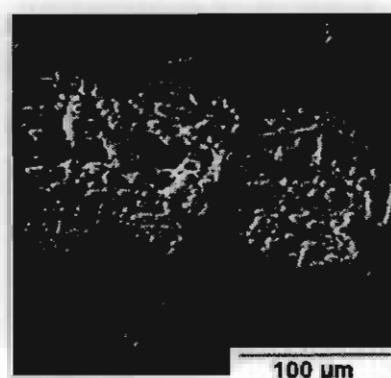


شکل ۹- جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر در حالت:  $T=25^{\circ}\text{C}$  به صورت (الف) منحنی تراز، (ب) سطح پاسخ



شکل ۱۱- منحنی تراز جریان خوردگی پوشش نیکل-فسفر در  
شرایط: محیط = آب مقطر حاوی  $3/5\%$  نمک طعام

شکل ۱۰- منحنی تراز جریان خوردگی پوشش نیکل-فسفر در  
شرایط: محیط = آب مقطر



شکل ۱۲- مورفولوژی سطح پوشش بعد از تست خوردگی در  
شرایط: محیط = آب مقطر،  $T=25^{\circ}\text{C}$  و بدون تلاطم  
و تلاطم =  $420=$  دوربریدنیقه

شکل ۱۳- مورفولوژی سطح پوشش بعد از تست خوردگی در  
شرایط: محیط = آب مقطر،  $T=50^{\circ}\text{C}$  و بدون تلاطم

#### ۴-نتیجه‌گیری

- ۱) بررسی تصویر SEM پوشش الکتریکی نیکل-فسفر، ساختار آینه‌ای شکل، منجم و یکنواختی را در ۱۳ درصد وزنی فسفر نشان می‌دهد.
- ۲) نتایج حاصل از XRD در الگوی پراش نشان می‌دهد علاوه بر پیک‌های مربوط به کریستال‌های Ni و Ni<sub>3</sub>P ترکیبات واسطه دیگری نظیر Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub>, Ni<sub>8</sub>P<sub>3</sub> و Ni<sub>3</sub>P<sub>5</sub> نیز در پوشش وجود دارد که این امر نشان‌دهنده همزیستی ساختار نانوکریستال و آمورف در این پوشش می‌باشد.
- ۳) مقایسه‌ی تصویر TEM پوشش الکتریکی نیکل-فسفر با XRD نتیجه‌ی حاصل از محاسبه اندازه ذرات از طریق آنالیز نشان داد که، اندازه‌ی متوسط ذرات کریستالی به دست آمده در دو روش، از تطابق بالایی برخوردار هستند.
- ۴) نتایج حاصل از ۱۶ آزمایش در ۲ تکرار با روش فاکتوریل، نشان داد که تأثیر اصلی و اندرکنش بین پارامترهای دما، تلاطم و محیط خورنده بر جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر مثبت است.
- ۵) در بین پارامترهای ذکر شده، دما با مقدار (٪/۹۳) کمترین و نوع محیط خورنده با مقدار (٪/۵۳) بیشترین تأثیر را بر روی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر دارند.
- ۶) ارزیابی اندرکنش بین پارامترها نشان داد که تأثیر متقابل بین پارامترهای دما-تلاطم، دما-محیط و تلاطم-محیط و نیز اندرکنش بین سه پارامتر به ترتیب مقادیر ۴/۸۳، ۵/۳۱، ۱۲/۷۷ و ۳/۵ می‌باشد که در این میان، بیشترین تأثیر بر میزان جریان خوردگی پوشش نیکل-فسفر مربوط به اندرکنش بین پارامترهای تلاطم و محیط، است.

هم‌چنین، تصاویر SEM از سطح پوشش در دو حالت فوق نشان می‌دهد که در حالت اول که دما، تلاطم و محیط در پایین‌ترین سطح می‌باشند، حفره‌های ناشی از خوردگی پوشش، در سطح دیده نمی‌شود (شکل ۱۲). اما در حالت دوم که دما، تلاطم و محیط در بالاترین سطح هستند، حفره‌های بزرگ ناشی از بهم پیوستن حفره‌های کوچک در سطح پوشش، دیده می‌شود (شکل ۱۳).

#### ۳-۳-اعتبارسنجی و ارزیابی نتایج

از آنجا که در اکثر مطالعات صورت گرفته، نوع و مقدار پارامترها و شرایط آزمایش‌ها متفاوت است، شاید نتوان نتایج حاصل را با یکدیگر مقایسه کرد. تنها در یک مطالعه انجام شده، تأثیر دما بر میزان خوردگی پوشش بررسی شده است. طبق این تحقیق، با افزایش دما در محدوده ۲۵ تا ۵۰ درجه سلسیوس، میزان خوردگی پوشش افزایش می‌یابد. این نتیجه با نتایج حاصل از این پژوهش مطابقت دارد.

برای ارزیابی دقیق‌تر و اعتبارسنجی مدل ارایه شده، تحت شرایط میانگین پارامترها یعنی؛ دمای ۳۷/۵ درجه سلسیوس، تلاطم ۲۳۵ دور بر دقیقه و محلول ۱/۷۵ درصد نمک طعام، یک تست خوردگی انجام و مقدار جریان خوردگی با استفاده از مدل پیشنهادی طبق رابطه ۲ و منحنی پلاریزاسیون تافل، مطابق جدول ۵ محاسبه گردید.

همان‌گونه که از نتایج در جدول ۵ مشخص است، میزان خوردگی حاصل از آزمایش و مقدار پیش‌بینی شده توسط مدل، با خطای ناچیزی تأیید کننده یکدیگر می‌باشد.

جدول ۵- نتایج اعتبارسنجی مدل.

شرایط آزمایش	جریان خوردگی ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ) به دست آمده از منحنی تافل	جریان خوردگی ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ) محاسبه شده توسط مدل پیشنهادی
۳۷/۵ C°		
۲۳۵(rpm)		
= نوع محیط خورنده = ۱/۷۵ نمک طعام	۱۳/۰۶	۱۳/۷۵

(۸) بررسی منحنی های تراز و سطوح پاسخ نشان داد که، ایده آل ترین حالت (داشتن کمترین میزان جریان خوردگی در پوشش الکتریکی نیکل-فسفر) زمانی است که، سه پارامتر دما، تلاطم و محیط در پایین ترین سطح و نامناسب ترین حالت (داشتن بیشترین میزان جریان خوردگی) زمانی است که، سه پارامتر دما، تلاطم و محیط در بالاترین سطح خود، قرار دارند.

(۷) با استفاده از نمودار پارتو و با احتساب  $\alpha = 0.05$  (احتمال مهندسی ۹۵٪)، تأثیر اندرکنش بین سه پارامتر در مقایسه با بقیه اثرات، کم ارزش تشخیص داده شد و بر این اساس، با درنظر گرفتن تأثیرات اصلی و اندرکنش دو به دوی پارامترها، یک مدل رگرسیون جهت پیش‌بینی جریان خوردگی پوشش الکتریکی نیکل-فسفر، ارائه شد.

## مراجع

- [1] C.B Ma, F.H Cao, Z. Zhang, J.Q Zhang, Electrodeposition of amorphous Ni-P coating onto Nd-Fe-B permanent magnet substrates, *Applied Surface Science*, No. 253, 2006, Pp. 2251-2256.
- [2] H.B. lee, D.S. Wuu, C.Y. lee, C.S. Lin, Study of the corrosion behavior of nanocrystalline Ni-P electrodeposited coating, *Metallurgical and materials transactions*, Vol. 41A, 2009, Pp. 450-459.
- [3] H.B. lee, D.S. Wuu, C.Y. lee, C.S. Lin, Wear and immersion corrosion of Ni-P electrodeposit in NaCl solution, *Tribology International*, Vol. 43, 2010, Pp. 235-244.
- [4] K. Sridharan, K. Sheppard, Crystallization of amorphous iron-nickel-phosphorus alloys prepared by electrodeposition, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 68, 1997, Pp. 109-116.
- [5] J. Flis and D.J. Duquette, Effect of Phosphorus on Anodic Dissolution and Passivation of Nickel in Near-Neutral Solutions, *Corrosion*, Vol. 41, 1985, Pp. 700-706.
- [6] L.V. Petukhov, M.G. Shcherban, N.E. Skryabina and L.N. Malinina, Corrosion and Electrochemical Behavior of Ni-P Coatings in 0.5 M  $H_2SO_4$ , *Protection of Metals*, Vol. 38, 2002, Pp. 370-376.
- [7] B. Bozzini, P.L. Cavallotti, and G. Parisi, Corrosion and Erosion-Corrosion of Electrodeposited Ni-P/B<sub>4</sub>C Composites, *British Corrosion Journal*, Vol. 36, 2001, Pp. 49-55.
- [8] G. Lu and G. Zangari, Corrosion resistance of ternary Ni/P based alloys in sulfuric acid Solutions, *Electrochim. Acta*, Vol. 47, 2002, Pp. 2969-2979.
- [9] A. Bai, P.Y. Chuang, and C.C. Hu, The corrosion behavior of Ni-P deposits with high phosphorous contents in brine media, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 82, 2003, Pp. 93-100.
- [10] Sh. Zhang, F. Cao, L. Chang, J. Zheng, Z. Zhang, J. Zhang and Ch. Cao, Electrodeposition of high corrosion resistance Cu/Ni-P coating on AZ91D magnesium alloy, *Applied Surface Science*, Vol. 257, 2011, Pp. 9213-9220.
- [11] Annual Book of ASTM Standards, ASTM B254 - Standard Practice for Preparation of and Electroplating on Stainless Steel, Vol. 02.05, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 2009.
- [12] G. McMahon and U. Erb, Structural transitions in electroplated Ni-P alloys, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 8, 1989, Pp. 865-868.
- [13] K. Hou, M. Jeng , M. Ger, A study on the wear resistance characteristics of pulse electroforming Ni-P alloy coatings as plated, *Wear*, Vol. 262, 2007, Pp. 833-844.
- [14] D. C. Montgomery, *Design and Analysis of Experiments*, Fifth edition, Arizona state university, ISBN 0471316490, 2001.