

فصل چہارم

روش تحقیق

۴-۱- آماده سازی نمونه

۴-۱-۱- تهیه نمونه

فولاد مورد استفاده، فولاد فوق کشش *St14* می باشد که ترکیب شیمیایی آن در جدول ۴-۱ و خواص مکانیکی آن در جدول ۴-۲ آورده شده است.

جدول ۴-۱- درصد عناصر موجود در فولاد *St14* (DIN 1623) [۴۶]

| %C | %Mn | %P | %S | %Al |
|--------------|--------------|--------------|--------------|-------------|
| ماکزیمم ۰/۰۸ | ماکزیمم ۰/۰۴ | ماکزیمم ۰/۰۲ | ماکزیمم ۰/۰۳ | حداقل ۰/۰۲۵ |

جدول ۴-۲- خواص مکانیکی فولاد *St14* [۴۶]

| درصد ازدیاد طول | استحکام کششی (MPa) | استحکام تسلیم (MPa) |
|-----------------|--------------------|---------------------|
| ماکزیمم ۳۸ | ۲۷۰ - ۳۵۰ | ماکزیمم ۲۱۰ |

نمونه های تهیه شده برای عملیات فسفاتة کاری دارای ابعاد $5\text{ cm} \times 2\text{ cm}$ می باشد. برش نمونه ها در ابعاد گفته شده توسط دستگاه گیوتین انجام گرفت. پولیش کردن نمونه ها به کمک سمباده شماره ۴۰۰ انجام شد.

از آنجائی که روش فسفاتة کاری انتخاب شده بر اساس غوطه وری می باشد، لذا در بالای هر قطعه، به کمک مته سوراخی ریز ایجاد شد تا بدین وسیله نمونه ها به کمک نخ درون محلول غوطه ور شوند.

۴-۱-۲- تمیزکاری سطح

در این مرحله، سطح نمونه های آماده شده به کمک سمباده های شماره ۱۰۰ تا ۴۰۰ پولیش داده می شوند. سپس، نمونه ها ابتدا به کمک چربی گیر صابونی تمیز شده و پس از شستشو با آب مقطر، به کمک هوای گرم خشک می شوند. پس از آن، تمیز کردن نهایی نمونه ها به کمک آستون (یا الکل) انجام می گیرد. هدف از این مرحله، زدودن تمامی آثار چربی، اثر انگشت و ... از سطح نمونه ها می باشد.

۴-۲- تهیه محلول فسفات کربن

محلول پایه فسفات کربن مورد استفاده در این تحقیق به صورت زیر می باشد :

جدول ۴-۳- حمام پایه فسفات کربن روی

| غلظت | نام ماده |
|-----------|--------------------------------|
| ۵ g/lit | ZnO |
| ۱۲ ml/lit | H ₃ PO ₄ |
| ۲ g/lit | NaNO ₂ |

تمامی مواد استفاده شده در این تحقیق، مواد آزمایشگاهی شرکت MERCK می باشد. برای تهیه این محلول، ابتدا اکسید روی به اسید فسفریک افزوده می شود. به این صورت که اکسید روی آرام آرام به اسید اضافه شده و در اثر هم زدن دستی یا اتوماتیک عمل انحلال انجام می شود. در ضمن، انحلال اکسید روی کمی زمان بر می باشد. پس از آنکه اکسید روی به طور کامل در اسید فسفریک حل شد، تسریع کننده نیتريت سدیم نیز به این محلول افزوده می شود. در نهایت، نیتريت نیکل به محلول اضافه می شود و با افزودن آب مقطر، محلول به یک لیتر می رسد. در این تحقیق غلظت های ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ g/l نیکل استفاده شد.

۴-۳- فرایند فسفات‌کاری

نحوه انجام عملیات فسفات‌کاری در این تحقیق، بر مبنای غوطه‌وری نمونه‌ها درون حمام فسفات‌کاری است. ظروف (بشرهای) حاوی ۲۰۰CC محلول پوشش‌دهی، درون محفظه‌ای حاوی آب قرار می‌گیرند؛ این محفظه دارای یک المنت می‌باشد و وظیفه آن گرم کردن آب درون محفظه است. با گرم شدن آب درون محفظه، محلول پوشش‌دهی درون ظروف نیز به طور غیر مستقیم حرارت می‌بینند. مزیت این نوع حرارت‌دهی حمام این است که تمام محلول به طور یکسان حرارت خواهد دید و اختلاف دما بین کف محلول و سطح آن وجود نخواهد داشت.

زمان‌های فسفات‌کاری در این آزمایش عبارتند از ۲، ۳/۵، ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه و دماهای آزمایش شده عبارتند از ۵۵، ۶۵، ۷۵ و ۸۰ °C. پس از آن که عملیات فسفات‌کاری بر روی هر نمونه انجام شد، از محلول خارج شده و پس از شستشو با آب مقطر، با دمش هوای گرم، به سرعت خشک می‌شود.

۴-۴- پارامترهای مورد ارزیابی

۴-۴-۱- ضخامت سنجی پوشش

یکی از معیارهای تعیین کیفیت پوشش‌های فسفات‌ه، روش ضخامت‌سنجی می‌باشد. روشی که در این تحقیق برای تعیین ضخامت پوشش استفاده شد، روش غیرمخرب استفاده از پراب جریان القایی بود.

پراب استفاده شده، دارای مارک *Elcometer 456* ساخت کشور انگلستان می‌باشد که شمای ظاهری آن در شکل آورده شده است. در این روش از پنج نقطه پشت و روی نمونه ضخامت‌سنجی شد و به طور میانگین ضخامت بر اساس میکرون بیان گردید.



شکل ۴-۱- پراب جریان القایی برای اندازه گیری ضخامت پوشش

۴-۴-۲- وزن سنجی پوشش

روش وزن کردن نمونه ها قبل از پوشش دهی و پس از آن و وزن کردن آنها پس از زدودن پوشش (*strip*) و به دست آوردن میزان پوشش دهی، یک معیار بسیار مهم است، که در عین ساده بودن، اطلاعات و داده های بسیار زیاد و مفیدی می دهد. وزن کردن نمونه ها در این آزمایش به کمک ترازوی ۴ رقم اعشار انجام می شود.

جدول ۴-۴- محلول استفاده شده برای زدودن پوشش فسفات طبق استاندارد *ISO 3892*

| غلظت (g/l) | نام ماده |
|------------|-----------------|
| ۱۰۰ | هیدروکسید سدیم |
| ۹۰ | <i>EDTA</i> |
| ۴ | تری اتانول آمین |

عمل زدودن پوشش فسفات به این صورت انجام می گیرد که نمونه های فسفات شده به مدت ۵ دقیقه در دمای حدود $75^{\circ}C$ در محلول فوق غوطه ور می شوند. طبق استاندارد *ISO 3892*، جرم بر واحد سطح به روش زیر محاسبه خواهد شد :

$$m_A = \frac{m_1 - m_2}{A} * 10 \quad (1-4)$$

m_A = جرم بر واحد سطح (g/m^2)

m_1 = جرم نمونه پوشش داده شده (mg)

m_2 = جرم نمونه پس از زدودن پوشش (mg)

A = مساحت نمونه پوشش داده شده (cm^2)

۴-۴-۳- بررسی ساختار و مورفولوژی پوشش

با کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (*SEM*) مدل *LEO* ساختار و دانه بندی پوشش ایجاد شده مورد بررسی قرار می گیرد. علاوه بر آن به کمک اطلاعات *EDAX*، آنالیز کیفی عناصر موجود در پوشش فسفات بررسی می شود. بزرگنمایی تمامی تصاویر ۱۰ میکرون در نظر گرفته شد.

بررسی کیفیت ظاهری سطح پوشش های فسفات به کمک میکروسکوپ نوری به خوبی انجام می گیرد. علاوه بر آن، جهت اندازه گیری ضخامت پوشش های ایجاد شده، مقطع عرضی این نمونه ها در زیر میکروسکوپ نوری بررسی شد. میکروسکوپ استفاده شده دارای مارک *Nikon (EPIPHOT-TME)* بوده و توانایی بزرگنمایی تا $500\times$ را دارا بود.

۴-۴-۴- بررسی میزان تخلخل

تعیین میزان تخلخل پوشش های فسفات، به عنوان عامل مهمی در جذب رنگ و روغن، پارامتر مهمی به حساب می آید. یک روش دقیق جهت محاسبه تخلخل پوشش، استفاده از دستگاه *EG&G ۲۷۳ A* می باشد.

در این آزمایش، سه الکتروود استفاده می شود؛ الکتروود کمکی که سیم پلاتین است؛ الکتروود مرجع که الکتروود کالومل اشباع (SCE) می باشد و الکتروود کاری که نمونه های فسفات شده به ابعاد 1 cm^2 می باشند. الکتروولیت استفاده شده در این آزمایش، محلول 0.1 M NaCl مول بوده و سرعت اسکن کردن نیز 0.2 میلی ولت بر ثانیه است؛ در ضمن تکنیک استفاده شده، روش تافل است.



شکل ۴-۲- شمایی از دستگاه EG&G استفاده شده در این تحقیق

در این آزمایش، میزان تخلخل پوشش به این صورت محاسبه می شود :

$$P = \frac{R_{PS}}{R_p} \times 10^{-(\Delta E_{corr} / \beta_a)} \quad (2-4)$$

در اینجا داریم :

P = تخلخل پوشش

R_{ps} = مقاومت پلاریزاسیون زیر لایه

R_p = مقاومت پلاریزاسیون پوشش

$$\Delta E_{corr} = \text{اختلاف پتانسیل بین زیرلایه و پوشش}$$

$$\beta_a = \text{ضریب تافل آندی زیرلایه [۴۹].}$$

روش محاسبه میزان تخلخل پوشش فسفات‌ه که در بالا گفته شد، یک روش الکتروشیمیایی و دقیق می باشد. روش های دیگری نیز برای محاسبه تخلخل وجود دارند ولی اکثر آنها بر اساس معیارهای صنعتی بوده و دقت پایینی دارند؛ از آن جمله می توان به روش شیمیایی (معرف فروکسیل) اشاره کرد.

در این روش شیمیایی نواری از کاغذ صافی به اندازه $20 \times 50 \text{ mm}$ را که با محلول زیر اشباع شده است به دقت بر روی سطح نمونه آزمایشی قرار می دهند و به مدت ۶۰ ثانیه به همان حال نگه می دارند.

جدول ۴-۵- محلول استفاده شده جهت تعیین میزان تخلخل

| غلظت (g/l) | ماده |
|------------|-------------------|
| ۱۰ | فری سیانید پتاسیم |
| ۱۵ | کلرید سدیم |
| ۵ | ژلاتین |

پس از برداشتن نوار فوق، تعداد نقاط آبی که در اثر انجام واکنش فری سیانید و آهن در محل های ناپیوسته بر روی نوار ایجاد شده است شمارش می شود.

۴-۴-۵- بررسی خوردگی

میزان خوردگی نمونه های فسفات‌ه شده با قرار دادن آنها در دستگاه پاشش نمک بر اساس استاندارد *ASTM B117* به دست می آید. محلول استفاده شده در این روش، کلرید سدیم ۵٪ وزنی در دمای 35°C با pH ۶/۵ تا ۷/۲ می باشد. رطوبت نسبی نیز در حدود ۹۸٪-۹۵٪ است.



شکل ۴-۳- دستگاه پاشش نمک

در این آزمایش به کمک یک ابزار مخصوص نوک تیز بر روی سطح نمونه ها ضربداری زده می شود. زمان مشاهده اولین زنگ و میزان پیشرفت آن تا زنگ زدگی کامل سطح، به عنوان پارامتر مقاومت به خوردگی پوشش به حساب می آید [۴۷ و ۴۸].

۴-۴-۶- آنالیز فازی (XRD)

به منظور اطمینان حاصل کردن از ایجاد پوشش فسفاته روی - نیکل و آنالیز فازهای ایجاد شده، آنالیز فازی به روش پراش پرتوی ایکس توسط دستگاه *Philips Expert Cu* با تابش $Cu K\alpha$ انجام گرفت. محدوده زاویه (2θ) انتخاب شده بین ۰ تا ۹۰ درجه می باشد.