

بررسی تأثیر افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری بر ساختار و ویژگی‌های لایه ایجاد شده بر سطح فولاد ساده‌کربنی

لیلا فتح یونس*
مازیار آزاده

کارشناس ارشد، دانشگاه صنعتی سهند، دانشکده مهندسی مواد
دانشیار، دانشگاه صنعتی سهند، دانشکده مهندسی مواد

چکیده

انحلال فلز پایه یکی از مراحل اولیه و اصلی در حین فرآیند فسفات‌کاری است که می‌تواند بر روی بافت سطحی فلز پایه تأثیر گذاشته و در نتیجه خواص پوشش مجدد اعمالی بر روی سطح را پس از حذف لایه فسفات اولیه، تحت تأثیر قرار دهد. برای بررسی صحت این فرضیه، بافت سطحی فولاد ساده‌کربنی پس از حذف پوشش فسفات Zn، مورد مطالعه قرار گرفت و آزمون آنالیز عنصری (EDX) بر روی سطح انجام شد. نتایج این آزمون‌ها، نواحی انحلال یافته و بقایایی از پوشش اولیه را بر روی سطح نشان داد که این مناطق می‌توانند برای تشکیل بلورهای فسفات مستعد باشند. از طرفی اندازه‌گیری زبری سطح فلز پایه قبل از انجام فسفات‌کاری نهایی نشان داد که با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری به دلیل گسترش نواحی انحلال یافته و حضور بقایای پوشش در این مکان‌ها، زبری سطح افزایش می‌یابد که این افزایش در زبری سطح به همراه گسترش نواحی انحلال یافته، می‌تواند برای جوانه‌زنی مفید باشد. در نتیجه با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری، پوشش‌هایی با ساختار ریزتردانه‌تر و متراکم‌تر، بدون تغییر در ترکیب شیمیایی حمام فسفات‌کاری، تشکیل شدند. همچنین با توجه به اندازه‌گیری زمان بهینه فسفات‌کاری، ضخامت، جرم و چگالی پوشش، مشاهده شد که با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری، پوششی چگال‌تر با جرم کمتر، در زمان‌های فسفات‌کاری کوتاه‌تری تشکیل شد.

واژه‌های کلیدی: پوشش فسفات Zn، افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری، بافت سطحی فلز پایه، پوشش ریزدانه و متراکم.

The Effect of Repeating the Phosphating Operation on Structure and Characteristics of Created Layer on Plain Carbon Steel

L. Fathyounes M.Sc. Student, Sahand, University of Technology, Materials Engineering Faculty
M. Azadbeh Associate professor, Sahand University of Technology, Materials Engineering Faculty

Abstract

Dissolution of base metal as a one of the early stage during initial phosphating, could with changing the surface texture of base metal, affect the morphology of applied coating. In order to study this hypothesis, the microstructure of carbon steel after removing the initial phosphate layer by grinding and elemental distribution on this surface was studied by SEM (Cam Scan MV2300) equipped with the energy-dispersive X-ray (EDX) facility. The results shown that the small particles of the initial phosphate coating containing Zn and P, entrapped in the dissolved regions and notches of grinded surface. These elements could be considered as nuclei for crystal formation in during final phosphating. Beside, with increasing the repeating number of phosphating, surface roughness increased that could be useful in rising surface activity and nucleation of phosphate crystallites. Thereby, with increasing the repeating number of phosphating, fine-grained and denser coatings, without of any change in the composition of coating solution, were formed. Also, measuring the optimal-time coverage, thickness, weight and density of the coating showed that, with increasing the repeating number of phosphating, denser coatings in the shorter time of operating were formed.

Keywords: Zinc phosphate coating, Repeating of phosphating, Surface texture, Fine grain coating.

۱- مقدمه

روش‌های بسیار مختلفی نظیر آندایز کردن، رسوب فیزیکی بخار (PVD)^۱، رسوب شیمیایی بخار (CVD)^۲، آبکاری، نیتروژن‌دهی، کربن‌دهی، کاشت یونی^۳، پوشش‌دهی تبدیلی و غیره برای حفاظت از فلزات وجود دارند [۱]. عملیات فسفات‌ته‌کاری به عنوان زیرشاخه‌ای از پوشش‌های تبدیلی، در مقایسه با تمام این روش‌ها ارزان‌تر، ساده‌تر و با سرعت اعمال بالاتر است و بنابراین به طور گسترده‌ای در صنایع خودروسازی، هوافضا و نظامی به عنوان یک مرحله عملیات سطحی [۵-۱] بر روی سطح فولاد اعمال می‌شود [۷ و ۶]. این پوشش متخلخل سبب ایجاد پیوند محکمی بین لایه رنگ و سطح فلز می‌شود [۸، ۳ و ۲]. همچنین، پوشش فسفات‌ه مقاومت در برابر خوردگی را افزایش می‌دهد [۹ و ۱].

برای فسفات‌ه کردن سطوح می‌توان از روش غوطه‌وری، پاششی و یا ترکیبی از هر دو روش استفاده کرد [۱۰] و انتخاب روش فسفات‌ه‌کاری به پارامترهای مختلفی نظیر شکل، اندازه و تعداد قطعات؛ جنبه اقتصادی روش؛ امکانات و فضای موجود و همچنین کیفیت مورد نیاز از پوشش بستگی دارد [۱۱].

در مقالات گزارش شده که پوشش‌های فسفات‌ه با ساختار متراکم و ریزدانه‌تر، سبب کاهش بیشتر در خوردگی می‌شوند [۷ و ۱۲] و فاکتورهای بسیاری نظیر دما و زمان فسفات‌ه‌کاری، غلظت اجزای موجود در حمام، ساختار و ترکیب شیمیایی فلز پایه، پیش‌عملیات محلول با میدان‌های مغناطیسی، پرتو - افکنی آلتراسونیک و روش‌های آماده‌سازی سطح می‌توانند در تشکیل چنین ساختاری موثر باشند [۱، ۲، ۵، ۱۰ و ۱۶-۱۳]. بنابراین، آماده‌سازی سطح یکی از پارامترهایی است که بر ویژگی‌های پوشش فسفات‌ه تأثیر می‌گذارد. از روش‌های مختلف آماده‌سازی سطح می‌توان به عملیات مکانیکی نظیر پولیش کردن، کشیدن برس‌های فیبری یا فلزی روی سطح و حتی مالش توسط پارچه، ماسه‌پاشی و ساچمه‌پاشی اشاره کرد که با تغییر زبری سطح و در نتیجه تغییر انرژی سطحی آن، میزان جوانه‌زنی بلورهای فسفات‌ه را تغییر می‌دهند [۱۸ و ۱۷]. در این حالت سطح خشن ایجاد شده، موجب به وجود آمدن تعداد زیادی از مراکز فعال برای جوانه‌زنی بلورهای فسفات‌ه می‌شود و در نتیجه پوششی ریزدانه تشکیل می‌شود [۱۷].

هدف از مقاله کنونی معرفی یک روش ابداعی با آماده‌سازی مکانیکی متفاوت سطح و بدون تغییر در ترکیب شیمیایی حمام فسفات‌ه، به منظور دستیابی به پوششی ریزدانه و متراکم‌تر است که به نظر می‌رسد در این زمینه کمبود اطلاعات در مقالات وجود دارد.

۲- روش آزمایش

۱-۲- مراحل اعمال پوشش

زیرلایه‌هایی از جنس فولاد ۳۷ St، ابعاد ۵۰×۴۰×۲ میلی‌متر و ترکیب شیمیایی ذکر شده در جدول ۱ انتخاب شدند.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی فولاد ۳۷ St

عنصر	N	S	P	C	Fe
مقدار (wt.%)	۰/۰۰۹	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴	≤۰/۱۷	پایه

نمونه‌ها پس از آماده‌سازی مکانیکی به وسیله کاغذ سنباده شماره ۱۸۰، با ۱۰ دقیقه غوطه‌وری در داخل محلول NaOH ۱۰٪ با دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد چربی‌زدایی شده و سپس به منظور حذف کلیه اکسیدهای سطحی، اسیدشویی نمونه‌ها در محلول HCl ۲۰٪ به مدت زمان ۲ دقیقه انجام گرفت و پس از دو مرتبه آب‌کشی، خشک شدند.

سپس نمونه‌ها درون یک محلول فسفات‌ه با ترکیب ۱۰ گرم بر لیتر ZnO، ۲ گرم بر لیتر NaNO₃، ۱۵ میلی‌لیتر H₃PO₄ و ۴٫۲ میلی‌لیتر HNO₃، با اسیدیته کل و آزاد به ترتیب ۲۱ و ۸٫۴، به مدت زمان ۱۵ دقیقه غوطه‌ور شدند. اندازه‌گیری عدد اسیدیته کل و آزاد به روش تیتراسیون انجام گرفت [۱۹]. دمای حمام فسفات‌ه‌کاری نیز حدود ۶۰ الی ۶۵ درجه سانتی‌گراد بود. در مرحله بعد، لایه فسفات‌ه موجود بر روی تعدادی از نمونه‌ها با استفاده از کاغذ سنباده شماره ۱۸۰ حذف شد. نمونه‌های پوشش‌زدایی شده، پس از چربی‌زدایی تحت شرایط مشابه ذکر شده و در همان حمام فسفات‌ه‌کاری مورد استفاده در مرحله‌ی اول، پوشش‌دهی شدند (فسفات‌ه‌کاری مرتبه دوم).

در ادامه نیز، تعداد دفعات فسفات‌ه‌کاری افزایش یافت و نمونه‌های فسفات‌ه‌کاری مجدد شده، پس از پوشش‌زدایی توسط کاغذ سنباده ۱۸۰، برای مرتبه سوم فسفات‌ه‌کاری شدند.

۲-۲- مطالعه ساختار، ضخامت و جرم پوشش:

مقایسه بین ساختار پوشش‌های اعمالی توسط هر سه روش ذکر شده و مطالعه توزیع عنصری بر روی سطح فلز پایه قبل از فسفات‌ه‌کاری اولیه و پس از پوشش‌زدایی مرتبه دوم و سوم، به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به EDX مدل Cam Scan MV2300 انجام شد.

اندازه‌گیری زبری سطح نمونه‌ها نیز قبل از فسفات‌ه‌کاری اولیه و بعد از پوشش‌زدایی مرتبه دوم و سوم، توسط دستگاه زبری‌سنج Talor & Hobson surtronic 25 و به روش سوزنکی انجام شد. در ادامه ضخامت پوشش نهایی فسفات‌ه توسط ضخامت‌سنج رنگ و پوشش مدل surfix @pro ساخت کمپانی Phynix آلمان اندازه‌گیری شد. محدوده

¹ Physical Vapor Deposition

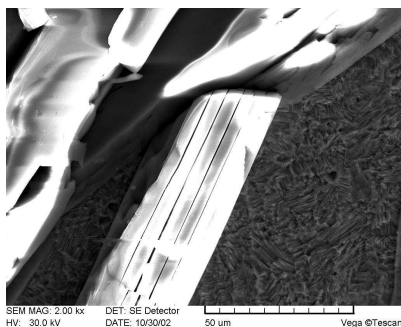
² Chemical Vapor Deposition

³ Ion Implantation

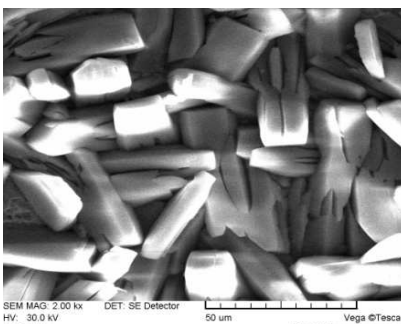
کل سطح را پوشش داده‌اند. طول ترک‌ها و تعداد آن‌ها نیز به طور چشمگیری کاهش پیدا کرده است.

۳-۲- جرم و ضخامت پوشش اعمالی

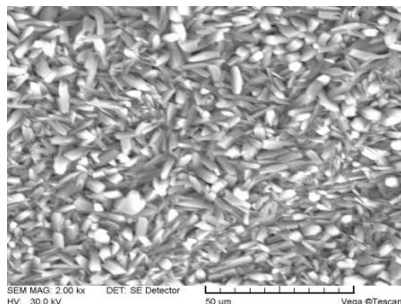
به منظور تعیین زمان بهینه فسفات‌کاری و جرم نهایی پوشش، نمودارهای جرم پوشش-زمان‌های مختلف غوطه‌وری برای هر سه روش فسفات‌کاری در شکل ۲ رسم شدند. این نمودارها از بخش‌های مختلف شده است که به وجود مراحل مختلف در ساز و کار تشکیل پوشش فسفات‌کاری اشاره دارد.



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۱- تصاویر SEM از سطح پوشش اعمالی به روش فسفات‌کاری (الف) مرتبه اول، (ب) مرتبه دوم و (ج) مرتبه سوم

اندازه‌گیری ضخامت توسط این دستگاه، ۰-۱۰۰ میلی‌متر و دقت آن ± 0.1 میکرومتر است. ضخامت در دوازده نقطه متفاوت سطح نمونه اندازه‌گیری شد و میانگین آن‌ها به عنوان ضخامت نهایی گزارش شد.

همچنین، اندازه‌گیری جرم پوشش فسفات‌کاری و رسم نمودارهای جرم پوشش-زمان غوطه‌وری، به منظور تعیین جرم نهایی پوشش و زمان بهینه فسفات‌کاری در هر کدام از روش‌های پوشش‌دهی، مطابق استاندارد ASTM B767-88 انجام شد. طبق این استاندارد اگر W_1 جرم نمونه بعد از پوشش‌دهی W_2 جرم نمونه پس از انحلال پوشش فسفات‌کاری موجود بر سطح فولاد، در محلول ۵۰ گرم بر لیتر CrO_3 به مدت زمان حداقل ۱۵ دقیقه و دمای ۷۵ درجه سانتی‌گراد باشد، رابطه ۱ می‌تواند برای اندازه‌گیری جرم واحد سطح پوشش استفاده شود. S_k نیز مساحت کل نمونه بر حسب مترمربع است.

$$\left(\frac{g}{m^2}\right) = \frac{W_2 - W_1}{S_k} \quad (1)$$

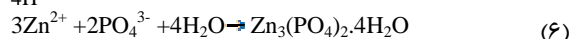
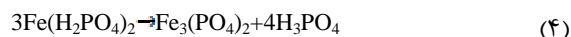
۳-۲- بحث و نتایج

۳-۱- مطالعه‌ی ساختار پوشش

شکل ۱ تغییرات در ساختار پوشش اعمالی بر روی فولاد ساده کربنی St ۳۷ را با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری نشان می‌دهد. چنانچه مشاهده می‌شود، در فسفات‌کاری مرتبه اول، بلورهای فسفات Zn (هوپیت^۱) درشت به طور میانگین با ابعاد طولی ۱۱۸/۱۴ میکرومتر تشکیل شده‌اند. لازم به ذکر است که اندازه‌گیری ابعاد توسط نرم افزار Clemex، به صورت میانگین-گیری اندازه طولی حداقل ده عدد بلور در سه بزرگنمایی مختلف از تصاویر SEM، انجام شد. از طرفی، مشاهده شد که پوشش حاصله در روش فسفات‌کاری مرتبه اول متراکم نیست. بلورها به صورت غیریکنواخت بر روی سطح پوشش پراکنده شده‌اند و تعداد بلورها در واحد سطح کم بوده، پوشش‌دهی کامل نیست. همچنین، حضور ترک‌هایی با طول زیاد سرتاسر بلورها می‌تواند خواص حفاظتی پوشش را کاهش دهد.

در مقابل، بلورهای فسفات Zn خیلی ریز با ابعاد طولی ۲۴/۹۹ میکرومتر، در روش فسفات‌کاری مرتبه دوم تشکیل شده‌اند و تعداد آن‌ها در واحد سطح پوشش به طور قابل توجهی افزایش یافته است. همچنین، مشاهده می‌شود که طول ترک‌های ایجاد شده در سرتاسر بلورهای فسفات‌کاری، کاهش یافته است. در روش فسفات‌کاری مرتبه سوم نیز، ابعاد بلورهای فسفات‌کاری به طور قابل چشمگیری کاهش یافته و پوشش‌هایی متراکم شامل بلورهایی با ابعاد طولی ۷/۴۳ میکرومتر تشکیل شده‌اند و تعداد بلورها در واحد سطح افزایش یافته که به طور یکنواخت

¹ Hopeite



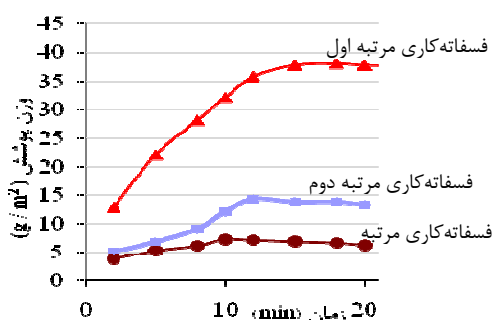
بنابراین بخش اول نمودار جرم پوشش- زمان غوطه وری، مربوط به زمان‌های آغازین پوشش‌دهی است که در آن به دلیل سرعت بالای اسیدشویی نمونه و در نتیجه احیای تعداد بیشتری از پروتون‌ها (H^+)، افزایش pH به محدوده‌ای که در آن بلورهای فسفات به حالت نامحلول وجود خواهند داشت، سریعتر رخ می‌دهد و بنابراین سرعت جوانه‌زنی بلورهای فسفات بر روی سطح زیرلایه افزایش می‌یابد. در بخش دوم این نمودارها به علت اینکه بخش اعظمی از سطح فلز پایه توسط یک لایه عایق پوشش داده شده است، میزان اسیدشویی فلز پایه کاهش یافته و در نتیجه سرعت فسفات کاری کاهش می‌یابد و پس از گذشت یک مدت زمان مشخص نیز، تغییرات در جرم پوشش ناحسوس است [۲۲-۲۴]. بنابراین این زمان به عنوان زمان بهینه پوشش‌دهی توسط روش‌های فسفات کاری مرتبه اول، دوم و سوم در جدول ۲ گزارش شده‌اند. همچنین با اندازه‌گیری ضخامت پوشش‌ها و در دست داشتن جرم و ضخامت پوشش، چگالی پوشش محاسبه شد (جدول ۲).

جدول ۲- مشخصات پوشش‌های فسفات اعمالی به روش

فسفات کاری با تعداد دفعات ذکر شده

زمان پوشش بهینه (min)	چگالی پوشش (g/cm ³)	ضخامت پوشش (μm)	جرم پوشش (g/m ²)	فسفات- کاری
۱۸	۱,۷۸۴	۲۱,۳	۳۸	مرتبه اول
۱۲	۲,۲۶۲	۶,۳	۱۴,۲۵	مرتبه دوم
۱۰	۲,۷۸۸	۲,۶	۷,۲۵	مرتبه سوم

با توجه به نتایج، می‌توان گفت که با افزایش تعداد دفعات فسفات کاری، پوششی چگال‌تر در زمان‌های فسفات کاری کوتاه‌تر تشکیل می‌شود. در واقع تعداد جوانه‌های شکل گرفته در مراحل اولیه پوشش‌دهی خواص پوشش فسفات، ضخامت آن و اندازه نهایی بلورهای فسفات را تحت تأثیر قرار می‌دهند. تعداد زیاد جوانه‌ها، یک پوشش ریزدانه را با ضخامت پایین حاصل می‌کند، در حالی که تعداد کمی از جوانه‌ها یک پوشش زبر و درشت دانه‌تری را حاصل می‌کند که زمان زیادی را برای کامل شدن نیاز دارد. با توجه به این استدلال، تعداد جوانه‌های شکل گرفته بر روی سطح پس از فسفات کاری به مدت یک دقیقه توسط هر سه روش فسفات کاری مرتبه اول، دوم و سوم، بررسی شد. در تصاویر SEM شکل ۴، مشاهده می‌شود که تعداد جوانه‌های شکل گرفته بر روی سطح در زمان‌های اولیه غوطه‌وری، با افزایش تعداد دفعات فسفات کاری افزایش یافته و اندازه این



شکل ۲- نمودار جرم پوشش-زمان غوطه‌وری

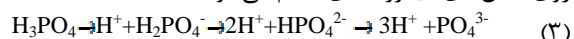
✓ مرحله انحلال فلز پایه:

نمک‌های فسفات خصوصاً نمک‌های فلزی دو ظرفیتی، در محلول‌های اسیدی قابل حل و در محلول‌های بازی یا خنثی غیر قابل انحلال هستند. حمام‌های فسفات کاری به اندازه کافی اسیدی هستند و هنگامی که فلز در داخل محلول قرار می‌گیرد، اسید به سطح فلز حمله می‌کند. در این حالت دو تغییر در محلول مجاور سطح فلز مطابق واکنش‌های ۱ و ۲ رخ می‌دهد: -انحلال فلز و افزایش غلظت یون‌های فلزی -خنثی شدن اسید (احیای یون‌های هیدروژن به گاز هیدروژن در مکان‌های میکروکاتدی) و افزایش pH



✓ مرحله تفکیک اسید فسفریک:

افزایش میزان pH در فصل مشترک فلز-محلول، حالت تعادل را در داخل محلول فسفات به هم می‌زند. برای حفظ مجدد تعادل، تفکیک اسید فسفریک در مناطقی با pH بالا، مطابق واکنش ۳ انجام شده، بنابراین غلظت یون‌های فسفات افزایش می‌یابد که رسوب بلورهای فسفات را تسهیل می‌دهد [۲]، [۵] و [۱۶] و مطابق نظریه ماچو^۱ رسوب این بلورها بر روی مکان‌های میکروکاتدی انجام می‌شود [۲۰].



✓ مرحله رسوب بلورهای فسفات:

در مراحل بعدی فسفات کاری، یون‌های فسفات با یون‌های آهن تولید شده ناشی از انحلال سطح و یون‌های روی موجود در حمام، از طریق نفوذ یا مهاجرت الکتریکی تماس پیدا کرده و رسوبات غیرقابل انحلال فسفات آهن و فسفات آهن- روی (فسفوفیلیت^۲) مطابق واکنش‌های ۴ و ۵، بر روی سطح فلز تشکیل می‌شوند. در ادامه نیز با تخلیه یون‌های آهن در مجاورت سطح فلز، بلورهای فسفات Zn (هوپیت) با فاصله گرفتن از سطح مطابق واکنش ۶، بر روی آن رسوب می‌کنند [۲۱].

¹ Machu

² Phosphophyllite

حضور نواحی انحلال یافته ریزی را بر روی سطح پس از پوشش‌زدایی (شکل ۴ ج)) که با توجه به ساز و کار فسفات‌کاری، در نتیجه انحلال فلز پایه در طول فسفات‌کاری اولیه است. همچنین با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری، به دلیل انحلال بیشتر فلز پایه در طول دو مرحله قبلی فسفات‌کاری، وسعت نواحی انحلال یافته افزایش یافته است (شکل ۴ د)) که مکان‌های مناسبی برای جوانه‌زنی بلورهای فسفات است.

۲- نتایج آنالیز EDX بلورهای فسفات Zn، نشان داد که آنها از عناصر روی و فسفر غنی هستند. سپس آنالیز نقطه‌ای EDX از سطح فلز پایه و سطح پوشش‌زدایی شده (شکل ۴ ب، ج و د))، نشان داد که ذراتی از پوشش فسفات اولیه، شامل عناصر Zn و P، بر روی نواحی انحلال یافته و شیارهای حاصل از سنباده‌زنی در روی سطح پوشش‌زدایی شده به دام افتاده‌اند. همچنین نتایج نشان داد که با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری و گسترش بیشتر نواحی انحلال یافته، میزان بیشتری از ذرات پوشش در روی سطح به دام می‌افتند و در نتیجه، مکان‌های مناسبی را برای جوانه‌زنی بلورهای فسفات در مراحل بعدی فسفات‌کاری فراهم می‌کنند.

۳- زبری سطح قبل از فسفات‌کاری نهایی به صورت ارتفاع بین عمیق‌ترین دره تا مرتفع‌ترین قله (Rz) و پهنای فرورفتگی‌ها (Ra)، با دو مرحله تکرار اندازه‌گیری شد (جدول ۴). در واقع حضور بقایای پوشش و نیز نواحی انحلال یافته، سبب افزایش میزان زبری سطح و در نتیجه مکان‌های جوانه‌زنی می‌شوند.

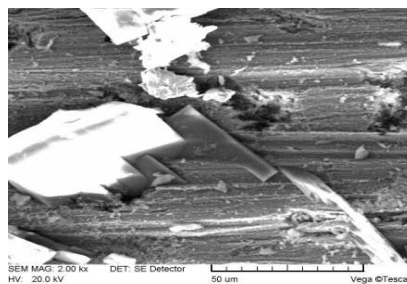
جدول ۴- مقادیر زبری سطوح قبل از فسفات‌کاری نهایی

Ra (μm)	Rz (μm)	زبری سطح قبل از فسفات‌کاری
0.53 ± 0.141	3.5 ± 0.14	مرتب اول
0.6 ± 0.28	4.05 ± 0.494	مرتب دوم
0.72 ± 0.268	5.35 ± 0.777	مرتب سوم

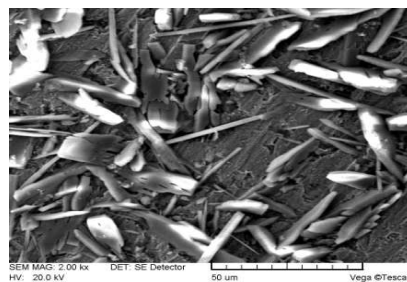
۴- نتیجه‌گیری

در این مقاله به بررسی تأثیر افزایش در تعداد دفعات فسفات‌کاری، بر خواص پوشش فسفات Zn اعمالی بر سطح فولاد ساده‌کربنی پرداخته شد. نتایج نشان داد که با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری و بدون تغییر در ترکیب شیمیایی حمام فسفات، پوششی با ساختار ریزدانه و متراکم‌تر حاصل شد. شکل‌گیری چنین پوششی می‌تواند ناشی از انحلال فلز پایه در طول فرآیند فسفات‌کاری اولیه و به دام افتادن ذراتی از جنس پوشش در این نواحی باشد که در مراحل بعدی پوشش‌دهی، به عنوان مراکز جوانه‌زنی عمل می‌کنند. از طرفی،

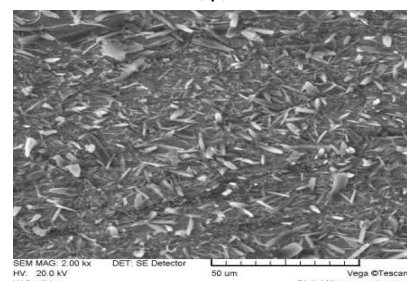
بلورها نیز کاهش می‌یابد، در نتیجه پوششی ریزدانه‌تر، متراکم‌تر و با ضخامت کمتر حاصل می‌شود که تایید کننده نتایج جدول ۲ است.



(الف)



(ب)



(ج)

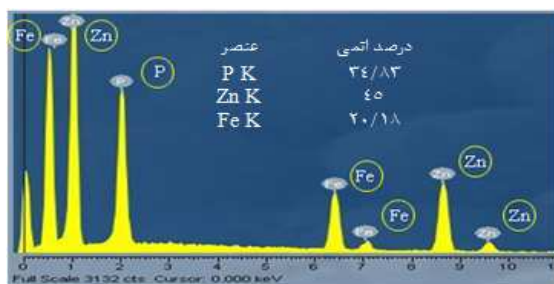
شکل ۳- میکروگراف‌های SEM از سطح پوشش نمونه‌های فسفات شده (الف) مرتبه اول، (ب) مرتبه دوم و (ج) مرتبه سوم پس از گذشت یک دقیقه از زمان غوطه‌وری

از طرفی، ضخامت بالای پوشش نظیر آنچه در فسفات‌کاری مرتبه اول حاصل شد، سبب تشکیل میکروتکرک‌های زیادی بر روی لایه فسفات می‌شود (شکل ۱ الف)). این میکروتکرک‌ها به دلیل حضور تنش‌های کششی ظاهر می‌شوند و این تنش با افزایش ضخامت افزایش می‌یابد [۲۵].

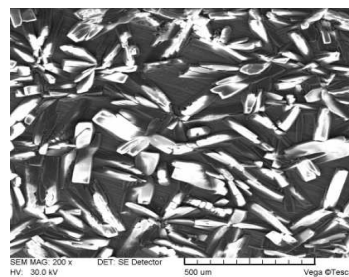
۳-۳- بررسی دلایل تشکیل پوششی با ویژگی‌های متفاوت با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری

به منظور یافتن دلایل چنین اختلافاتی در ویژگی‌های پوشش اعمالی تمام مراحل عملیات فسفات‌کاری مرتبه اول، دوم و سوم، به دقت مورد بررسی قرار گرفت:

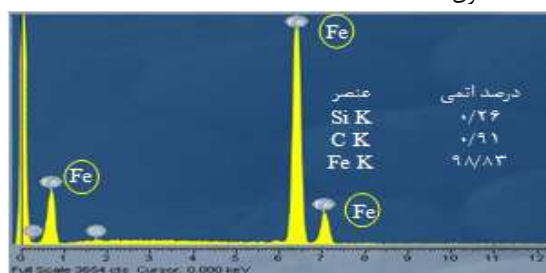
۱- مطالعات میکروسکوپی سطح سنباده‌زنی شده نمونه قبل از فسفات‌کاری مرتبه اول و پس از پوشش‌زدایی (شکل ۴)



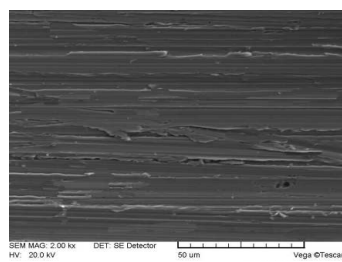
آنالیز نقطه‌ای EDX از سطح بلورهای فسفات



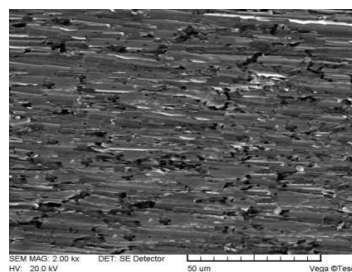
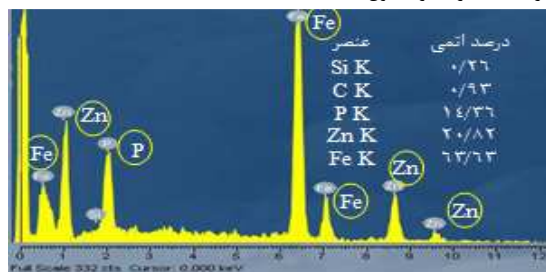
تصویر پوشش اعمالی به روش فسفات‌کاری مرتبه اول



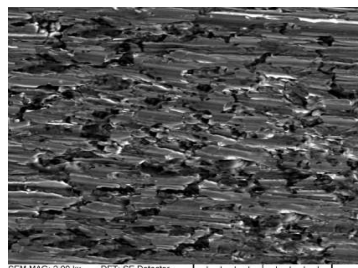
الف) نمونه فسفات‌کاری شده



ب) فلز پایه، قبل از فسفات‌کاری مرتبه اول



ج) فلز پایه، پس از پوشش‌زدایی مرتبه اول



د) فلز پایه، پس از پوشش‌زدایی مرتبه دوم

شکل ۴- تصاویر پوشش اعمالی و فلز پایه، به همراه آنالیز عنصری EDX از سطح پس از فسفات‌کاری مرتبه اول و پوشش‌زدایی به تعداد دفعات ذکر شده

magnesium–lithium alloy by phosphate–permanganate solution”, Surface & Coatings Technology, vol. 202, pp. 1825–1830, 2008.

[2] L.Y. Niu, “A study and application of zinc phosphate coating on AZ91D magnesium alloy”, Surface & Coatings Technology, vol. 200, pp. 3021-30263, 2006.

[3] N. Li-yuan, “Cathodic phosphate coating containing nano zinc particles on magnesium alloy”, Trans Nonferrous Met Soc China, vol.18, pp. 365-368, 2008.

[4] T.S.N. Sankara Narayanan, “Corrosion resistance of phosphate coatings obtained by

حضور این ذرات بر روی سطح پوشش زدایی شده، با افزایش زبری سطح می‌تواند در افزایش تعداد هسته‌های بلورهای فسفات تا حدودی مفید باشد و در نتیجه با افزایش تعداد دفعات فسفات‌کاری، پوششی ریزدانه و متراکم با ضخامت پایین‌تر، در زمان‌های فسفات‌کاری کوتاه‌تر تشکیل شد.

مراجع

[1] H. Zhang, G. Yao, Sh. Wang, Y. Liu, “A chrome-free conversion coating for

- [15] L. Kouisnia, M. Azzia and F. Dalardb, "Phosphate coatings on magnesium alloy AM60 Part 2: Electrochemical behaviour in borate buffer solution", *Surface & Coatings Technology*, vol.192, pp. 239-246, 2005.
- [16] M. Sheng, "Ultrasonic irradiation for improving the corrosion resistance of phosphate coatings on aluminum alloys", *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 17, pp. 21-25, 2010.
- [17] T. Biestek and j. Weber, "Electrolytic and chemical conversion coatings, A concise survey of their production, properties and testing" Wgdawnictwa Naukowo Technicane, Portcullis Press Limited, 1976, pp. 128-224,
- [18] J. K. Yang, J. G. Kim and J. S. Chun, "A study of the effect of ultrasonics on manganese phosphating of steel", *Thin Solid Films*, vol. 101, pp. 193-200, 1983.
- [19] S. Scislowski, "phosphating, part II-Total Acid, free Acid and pH", *Metal Finishing*, vol. 84, pp. 35-40, 1991.
- [20] T. S. N.Sankara Narayanan, "Surface pretreatment by phosphate conversion coating- a review", *National Metallurgy Laboratory, India*, vol. 9, pp. 130-177, 2005.
- [21] E. L. Ghali and R. J. A. Potvin, "The mechanism of phosphating of steel", *Corrosion Science*, vol. 12, pp. 583-594, 1972.
- [22] E. P. Banczek, P. R. P.Rodrigues, I. Costa, "Investigation on the effect of benzotriazole on the phosphating of carbon steel", *Surface & Coatings Technology*, vol. 201, pp. 3701-3708, 2006.
- [23] Ch. M. Wang, H. Ch. Liau, W. T. Tsai, "Effects of temperature and applied potential on the micro structure and electrochemical behavior of manganese phosphate coating", *Surface & Coatings Technology*, vol. 201, pp. 2994-3001, 2006.
- [24] Sh. Zhang, "The growth of zinc phosphate coatings on 6061-Al alloy", *Surface & Coatings Technology*, vol. 202, pp. 1674-1680, 2008.
- [25] G. Bikulcius, A. Rucinskiene, "Influence of a static magnetic field on the protective ability of chromatic conversion coatings on zinc", *Surface & Coatings Technology*, vol. 187, pp. 388- 392, 2004.
- cathodic electrochemical treatment: Role of anode-graphite versus steel", *Progress in Organic Coatings*, vol. 55, pp. 355-362, 2006.
- [5] G.Y. Li, J.S. Lian and L.Y. Niu, "Growth of zinc phosphate coatings on AZ91D magnesium alloy", *Surface & Coatings Technology*, vol. 201, pp. 1814-1820, 2006.
- [6] Y. Totik, "The corrosion behaviour of manganese phosphate coatings applied to AISI 4140 steel subjected to different heat treatments", *Surface & Coatings Technology*, vol. 200, pp. 2711-2717, 2006.
- [7] M. Manna, "Characterisation of phosphate coatings obtained using nitric acid free phosphate solution on three steel substrates: An option to simulate TMT rebars surfaces", *Surface & Coatings Technology*, vol. 203, pp. 1913-1918, 2009.
- [8] J.B. Bajat a, V.B. Miskovi, "Adhesion characteristics and corrosion stability of epoxy coatings electrodeposited on phosphated hot-dip galvanized steel", *Progress in Organic Coatings*, vol. 63, pp. 201-208, 2008.
- [9] L. Feng, SH. Da-yongand and H. En-hou, "Barium phosphate conversion coating on die-cast AZ91D magnesium alloy", *Trans Nonferrous Met Soc China*, vol. 18, pp. 344-348, 2008.
- [10] G. Bikulcius, V. Burokas and A. Martusiene, "Effects of magnetic fields on the phosphating process", *Surface and Coatings Technology*, vol. 172, pp. 139-143, 2003.
- [11] G. Song, "Electroless deposition of a pre-film of electrophoresis coating and its corrosion resistance on an Mg alloy", *Electrochimica Acta*, vol. 55, pp. 2258-2268 , 2010.
- [12] Q. Li, Sh. Xua, "The effects to the structure and electrochemical behavior of zinc phosphate conversion coatings with ethanolamine on magnesium alloy AZ91D", *Electrochimica Acta*, vol. 55, pp. 887-894 , 2010.
- [13] D. Susac, X. Sun, "Microstructural effects on the initiation of zinc phosphate coatings on 2024-T3 aluminum alloy", *Applied Surface Science*, vol. 239, pp. 45-59, 2004.
- [14] Z. Shenglin, "Study on phosphating treatment of aluminum, alloy role of yttrium oxide", *Journal of rare earths*, vol 31, pp. 469-480, 2009.