

# بررسی اثر زمان فرایند بر خواص پوشش های نانوساختار آلومینا- زیرکونیای اعمال شده بر آلومینیوم ۷۰۷۵ به روش اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی

نسترن براتی، فرهاد گلستانی فرد و سعید رستگاری

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

محمدعلی فقیهی ثانی

استاتیس ملتیس

دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف

دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه تگزاس، آرلینگتون

( دریافت مقاله ۹۴/۰۳/۲۳ - پذیرش مقاله : ۹۴/۰۴/۲۳ )

## چکیده

در این پژوهش به منظور بهبود خواص مکانیکی زیرلایه های آلومینیوم ۷۰۷۵، پوشش های نانوساختار آلومینا- زیرکونیا با روش اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی در حالت ولتاژ ثابت بر سطح آنها اعمال شدند. پوشش های مذکور در ولتاژ ۴۵۰ ولت و در زمان های ۱۰۰-۳۰۰ ثانیه در الکترولیت پایدار حاوی  $K_2ZrF_6$  آماده شدند. بررسی فازی نمونه ها بیانگر تشکیل کامپوزیت های آلومینا- زیرکونیا با ترکیب فازهای زیرکونیای تتراگونال و آلومینای آلفا و گاما در زمان های پوشش دهی ۲۰۰ ثانیه و بالاتر است. بررسی ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی تشکیل پوشش های نانوساختار با اندازه ذرات ۴۰-۲۰ نانومتر با ساختار متخلخل و افزایش سایز تخلخل ها با افزایش زمان پوشش دهی را نشان می دهد. با توجه به نتایج میکروسکوپی در سطح مقطع پوشش، ضخامت پوشش ها در محدوده ۱۹-۱۲ میکرومتر می باشد. آنالیز شیمیایی در سطح مقطع پوشش بیانگر توزیع یکنواخت عناصر  $Al$ ،  $Zr$  و  $O$  در عرض پوشش است. سختی سنجی و یکرز نمونه ها، افزایش ۱۰ برابری سختی زیرلایه های آلومینیومی با اعمال این پوشش ها را نشان می دهد.

واژه های کلیدی: کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا؛ اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی؛ پوشش نانوساختار.

## The effects of coating time on the properties of nanostructured alumina-zirconia coatings applied on 7075 Al Alloy by plasma electrolytic oxidation (PEO)

N. barati, F. GolestaniFard and S. Rastegari

School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

E. I. Meletis

Department of Materials Science and Engineering, University of Texas, Arlington

M. A. Faghihi-Sani

Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology

(Received 13 June 2015, accepted 14 July 2015)

### Abstract

To improve mechanical properties of the 7075 Al alloy, alumina-zirconia nanostructured coatings were formed on it through Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) operated in potentiostatic mode. The composite coatings were produced at 450V for 100-300s growth times in a stable electrolyte containing  $K_2ZrF_6$ . Phase evaluation of the layers coated at 200s and higher growth times proved alumina-zirconia layers comprising tetragonal zirconia ( $t-ZrO_2$ ) and  $\alpha$  and  $\gamma-Al_2O_3$  phases. Nanostructured alumina-zirconia coatings with 20-40 nm particles size, porous structure and increase in the porosity content by increasing growth times proved by microstructural investigation of the layers. The coating thickness was in the range of 12-19  $\mu m$ . The distribution of Al, Zr and O elements in the cross-section of the coatings was uniform. Significant enhancement in hardness for coated samples was achieved (about 10 times higher than bare samples).

**Key Words:** Alumina; Zirconia; Nanostructured coating; Plasma Electrolytic Oxidation.

**E-mail of corresponding author:** nastaran\_barati@iust.ac.ir

## مقدمه

آلیاژهای سبک از جمله آلومینیوم و آلیاژهای آن به دلایلی نظیر نسبت استحکام به وزن بالا، دمای ذوب بالا و خواص خوردگی نسبتا مناسب کاربرد گسترده ای در صنایع مختلف از جمله هوافضا و اتومبیل سازی دارند. برخی محدودیت ها از جمله خواص مکانیکی و رفتار سایشی ضعیف این مواد منجر به محدودیت هایی در کاربرد آنها شده است. مهندسی سطح و اعمال پوشش های مناسب بر این زیرلایه ها یکی از روش های کاربردی و اقتصادی در بهبود ویژگی های سطحی این مواد است [۱-۳].

با توجه به تقاضای روزافزون زیرلایه های آلومینیومی در صنعت و همچنین خواص مناسب مکانیکی و حرارتی کامپوزیت های سرامیکی، پوشش دهی این کامپوزیت ها بر زیرلایه های آلومینیومی بسیار مورد توجه است. در این میان کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا با خواص عالی مکانیکی، سایشی و حرارتی گزینه مناسبی جهت پوشش دهی زیرلایه های آلومینیومی است. بررسی دیاگرام فازی آلومینا- زیرکونیا بیانگر حلالیت بسیار جزئی این دو ماده و تشکیل محلول جامد در مقادیر بسیار پایین زیرکونیا (۲۰۰۰-۱۰۰۰ ppm) است و در مقادیر بالاتر زیرکونیا، فازهای آلومینا و زیرکونیا به صورت مجزا و کامپوزیتی تشکیل می شوند [۴]. این کامپوزیت با روش های گوناگون شامل روش اسپری حرارتی جهت ایجاد پوشش های سد حرارتی مقاوم به اکسیداسیون و خوردگی پوشش دهی شده است [۵-۷]. روشهای دیگر مانند سل ژل، رسوب شیمیایی و فیزیکی از فاز بخار نیز بدین منظور استفاده شده اند [۸]. در اکثر روش های مذکور، پوشش های ایجاد شده آمورف بوده و جهت کریستاله نمودن آنها عملیات حرارتی در دماهای نسبتا بالا لازم است که منجر به جدایش و عدم اتصال مناسب پوشش به زیرلایه به علت تبدیل فازی زیرکونیا می شود. عدم تطابق ضریب انبساط حرارتی پوشش و زیرلایه نیز

یکی دیگر از معایب پوشش های ایجاد شده با این روش ها است [۹]. از دیگر معایب روش های مذکور چسبندگی ضعیف پوشش ها به زیرلایه است.

فرایند اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی<sup>۱</sup> یکی از روش های الکتروشیمیایی اعمال پوشش های ضخیم اکسید فلزی بر زیرلایه های فلزات پسیوشونده مانند آلومینیوم، زیرکونیم، تیتانیم و منیزیم است [۱۰-۱۲]. این روش برپایه اکسیداسیون آندی سطح زیرلایه فلزی در محیط الکترولیت آبی با ترکیب شیمیایی و هدایت الکتریکی مناسب است. در واقع این روش، روش توسعه یافته آندایزینگ معمولی در ولتاژهای بالاتر است. مجموعه ای از فرایندهای آندایزینگ اولیه، شکست و تخلیه الکتریکی، تشکیل پلاسمای و ایجاد جرقه بر سطح فلز، مراحل تشکیل دهنده این فرایند هستند. چسبندگی عالی به زیرلایه فلزی و تشکیل پوشش های تبدیلی، سرعت بالای رشد لایه و خواص برجسته پوشش های اعمال شده از مزایای روش اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی است [۱۳-۱۵].

در زمینه پوشش های آلومینا- زیرکونیای اعمال شده با روش پلاسمای الکترولیتی، تنها چند پژوهش گزارش شده است. گروهی از محققین با استفاده از منبع جریان پالسی و متناوب این پوشش ها را بر سطح زیرلایه آلومینیومی اعمال کرده و به بررسی اثر غلظت الکترولیت و ولتاژ اعمالی بر خواص ریزساختاری و فازی پوشش های مذکور اقدام کرده اند. دستیابی به پوشش های متراکم تر با افزایش ولتاژ پوشش دهی به علت پدیده ذوب و زینتیزینگ لایه ها از نتایج بررسی های انجام شده می باشد [۱۶-۱۸]. با توجه به تعدد پارامترهای موثر در فرایند پلاسمای الکترولیتی از جمله ولتاژ، جریان، زمان پوشش دهی و همچنین امکان پوشش دهی با منابع تغذیه مختلف مستقیم، متناوب و پالسی لزوم مطالعات بیشتر در زمینه پوشش های آلومینا- زیرکونیا با روش پلاسمای الکترولیتی بدیهی است.

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

در محدوده ۶۷-۱۰ =  $\theta_2$  با استفاده از دستگاه Bruker D8 Advance (Cu K $\alpha$ ,  $\lambda=0.154$  nm) با ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۴۰ mA انجام شد. ریزساختار و سطح مقطع نمونه های پوشش داده شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی هیتاچی مدل S-3000N بررسی شد. بررسی ریزساختار پوشش ها در محدوده نانومتری با میکروسکوپ گسیل میدانی هیتاچی مدل S-4800 انجام شد. همچنین جهت بررسی عنصری نمونه ها از طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) استفاده شد. سختی پوشش ها توسط فرورونده میکرونی Leco مدل LM ۳۰۰ و با استفاده از بار ۱۰ گرم مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج سختی سنجی در نمونه های مختلف با میانگین گیری از نتایج پنج نقطه مختلف ارائه شد.

### نتایج و بحث

شکل ۱ بیانگر تغییرات ولتاژ- زمان و جریان- زمان در طول فرایند پوشش دهی پلاسمای الکترولیتی در حالت ولتاژ ثابت برای نمونه پوشش داده شده با ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۳۰۰ ثانیه است. با توجه به اطلاعات ثبت شده توسط اسیلوسکوپ، در مراحل اولیه فرایند شاهد افزایش جریان با افزایش ولتاژ پوشش دهی هستیم که این افزایش تا حدودی از قانون اهم تبعیت می کند، در این مرحله واکنش های اولیه اکسیداسیون و انحلال مشابه با فرایند آندایزینگ در حال انجام است. در مرحله بعد با افزایش زمان پوشش دهی و تشکیل لایه های اکسیدی در مراحل اولیه فرایند، افت جریان رخ داده است که این پدیده در اثر افزایش مقاومت ناشی از تشکیل لایه پوشش روی سطح زیرلایه آلومینیومی است. در این مرحله تجمع بارهای الکتریکی روی سطح و سپس تخلیه الکتریکی در اثر شکست دی الکتریک لایه اکسیدی منجر به ایجاد جرقه های ریز در بعضی قسمت های نمونه شده است. در این مناطق ولتاژ فرایند به ولتاژ شکست لایه سرامیکی تشکیل شده بر سطح زیرلایه رسیده و تخلیه الکتریکی

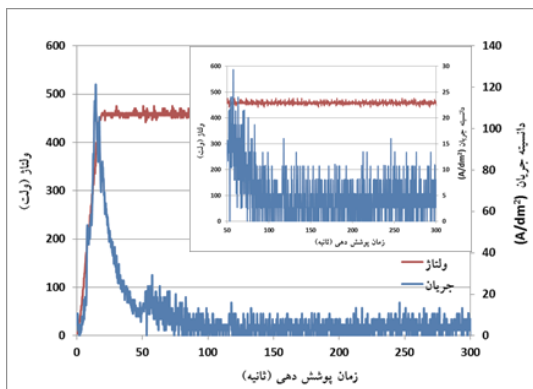
در این مقاله برای نخستین بار با استفاده از الکترولیت حاوی نمک پتاسیم هگزا فلئوروزیرکونات پوشش های آلومینا- زیرکونیا نانو ساختار با روش پلاسمای الکترولیتی در حالت ولتاژ ثابت و بر سطح زیرلایه آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ اعمال شده اند. مراحل مختلف فرایند پلاسمای الکترولیتی با ثبت و مطالعه رفتار ولتاژ و جریان با زمان در حین پوشش دهی نمونه ها بررسی شد. همچنین اثر زمان پوشش دهی در فرایند پلاسمای الکترولیتی بر خواص ریزساختاری، فازی، شیمیایی و همچنین ضخامت پوشش های اعمال شده بررسی شد.

### مواد و روش آزمایش

نمونه های مکعبی از آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ با ابعاد ۲۰\*۲۰\*۵ میلی متر به عنوان زیرلایه های فلزی استفاده شدند. عملیات آماده سازی سطحی شامل سنباده زنی و پولیش تا رسیدن به زبری ۰/۱ میکرون و سپس شستشو با استون و آب دی یونیزه برای زیرلایه های آلومینیومی انجام شد. الکترولیت پایدار حاوی زیرکونیم با ترکیب (2g/L)  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  (6g/L)  $\text{K}_2\text{ZrF}_6$  (4g/L) KOH و با کنترل pH آماده سازی شد. فرایند پوشش دهی زیرلایه ها با استفاده از منبع تغذیه 10 kW شورنسون مدل SGA-3u انجام شد. بدین منظور نمونه های مختلف در حالت پتانسیوستاتیک (ولتاژ ثابت) در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان های ۱۰۰-۳۰۰ ثانیه پوشش دهی شدند. از یک سیستم خنک کننده شامل ظرف ۲ جداره با جریان محلول آب- گلیکول برای حفظ دما زیر ۳۰ درجه سانتی گراد استفاده شد.

جهت بررسی مراحل مختلف در فرایند پلاسمای الکترولیتی، تغییرات ولتاژ و جریان در طی فرایند پوشش دهی نمونه ها توسط اسیلوسکوپ Tektronix ثبت شد. آنالیز تفرق اشعه ایکس (XRD) در پوشش های اعمال شده جهت بررسی فازهای تشکیل شده انجام شد. این آزمون در حالت Grazing و با زاویه برخورد ۱۰ درجه

گزارش شده است. بررسی و تحلیل نتایج مذکور حاکی از حضور تخلخل های ریزتر با توزیع یکنواخت و پیوسته در زمان های کوتاه تر رشد لایه با روش پلاسمای الکترولیتی است. در حالی که با افزایش زمان های پوشش دهی در شرایط ولتاژ ثابت شاهد کاهش دانسیته تخلخل، درشت تر شدن تخلخل ها و ظهور برخی مناطق عاری از تخلخل هستیم. در تحلیل این نتیجه بایستی توجه داشت که در فرایند پوشش دهی در ولتاژ ثابت، در ابتدای فرایند با افزایش ولتاژ از صفر تا ولتاژ مورد نظر (در این نمونه ها، ۴۵۰ ولت) جریان با شدت افزایش یافته و فرایندهای مرتبط با جریان و ولتاژ بالا در فرایند پلاسمای الکترولیتی شامل جرقه زنی و رشد لایه ها انجام می شود. با افزایش زمان های پوشش دهی در مراحل اولیه، به علت ایجاد حضور کانال های تخلیه در پوشش و ارتباط الکترولیت با زیرلایه، رشد بیشتر لایه ها صورت می گیرد. در حالی که با افزایش بیشتر زمان های پوشش دهی، رشد بیشتر لایه ها منجر به افزایش مقاومت سیستم جهت عبور جریان و ولتاژ به سطح زیرلایه و در واقع عدم اتصال و ارتباط زیرلایه با الکترولیت می شود. مقاومت های بالای ناشی از لایه ایجاد شده همراه با ارتباط ضعیف زیرلایه و الکترولیت منجر به کاهش جریان در زمان های بالاتر پوشش دهی می شود که این مسئله منجر به کاهش مکان های جرقه زنی و افزایش شدت آنها در مکان های معدود

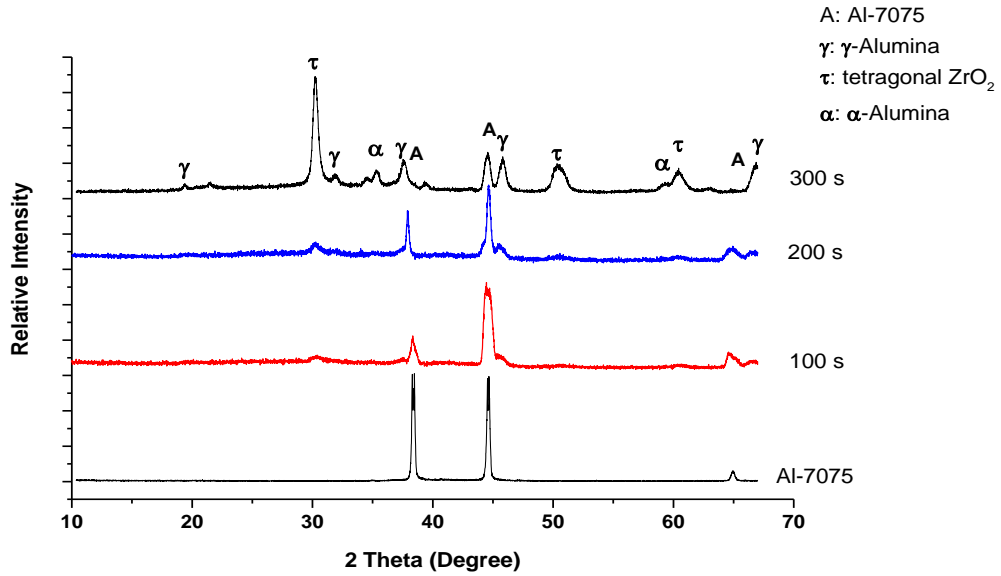


شکل ۱- تغییرات جریان و ولتاژ با زمان پوشش دهی در حین فرایند PEO.

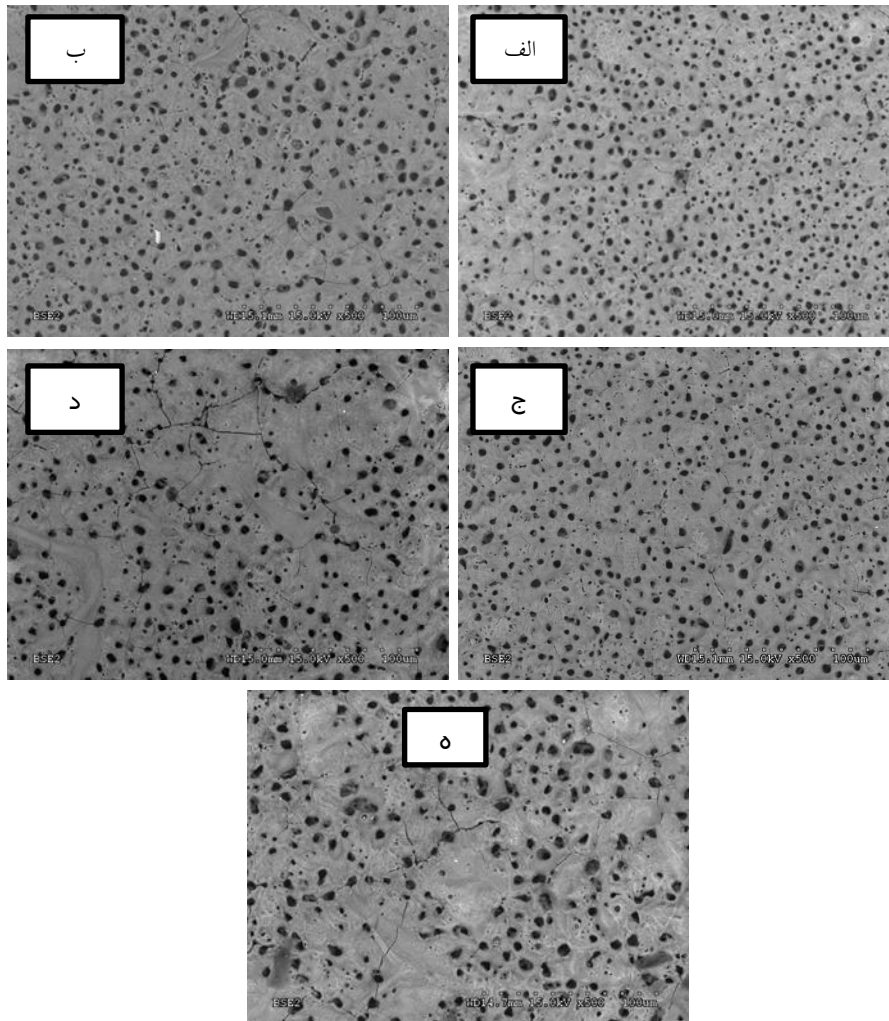
منجر به ایجاد جرقه های ریز سطحی شده است. با افزایش بیشتر زمان پوشش دهی نقاط بیشتری از سطح نمونه دچار جرقه زنی شده و سطح نمونه با میکرو آرک ها پوشیده می شود. در مراحل نهایی فرایند شاهد کاهش شدید جریان و افزایش نوسانات آن هستیم که این نوسانات ناشی از آرک های شدید در انتهای فرایند است. همچنین کاهش جریان در زمان های بالای پوشش دهی به علت کاهش اتصال زیرلایه و الکترولیت در اثر تشکیل لایه اکسیدی بر سطح است. در این مرحله ادامه فرایند پوشش دهی تنها از طریق تعداد محدودی کانال تخلیه در پوشش ایجاد شده، انجام می شود که جرقه های محدود سطحی و در نتیجه کاهش جریان آن را تایید می کند.

نتایج بررسی فازی نمونه های پوشش داده شده در زمان های مختلف و با ولتاژ ۴۵۰ ولت در شکل ۲ ارائه شده است. بررسی نتایج پراش پرتو ایکس در نمونه های مختلف بیانگر تغییرات قابل توجه فازهای تشکیل شده با تغییر زمان پوشش دهی است. به طوری که در نمونه پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۱۰۰ ثانیه به صورت بسیار جزیبی شاهد تشکیل فازهای آلومینا و زیرکونیا هستیم. با افزایش زمان پوشش دهی به ۲۰۰ ثانیه شدت پیک های آلومینا و زیرکونیا در حال افزایش است. در این نمونه فاز زیرکونیای تتراگونال در کنار فاز گاما آلومینا تشکیل شده است و نتایج تشکیل فاز دما بالای آلومینا یعنی آلفا آلومینا را نشان نمی دهد. با افزایش بیشتر زمان پوشش دهی تا ۳۰۰ ثانیه به علت کافی بودن زمان و انرژی اعمال شده به سطح پوشش پیک های آلفا آلومینا نیز در کنار فازهای زیرکونیای تتراگونال و گاما آلومینا مشاهده می شود. نتایج حاصل بیانگر موثر بودن زمان پوشش دهی در تشکیل فازهای مطلوب و انتخابی با فرایند پلاسمای الکترولیتی است.

نتایج بررسی ریزساختاری نمونه های پوشش داده شده در ولتاژ ثابت ۴۵۰ ولت و زمان های پوشش دهی ۱۰۰-۳۰۰ ثانیه توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل ۳



شکل ۲. الگوهای پراش پرتو ایکس در نمونه های پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان های مختلف.



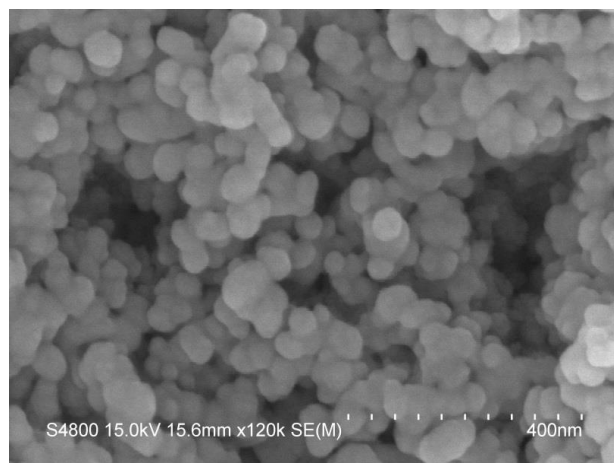
شکل ۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه های پوشش دهی شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان های (الف) ۱۰۰، (ب) ۱۵۰، (ج) ۲۰۰، (د) ۲۵۰، (ه) ۳۰۰ ثانیه

و ایجاد ترک های ریز بر سطح پوشش می شود. نتایج بررسی ضخامت این پوشش ها با میانگین گیری از ۵ نقطه مختلف در سطح مقطع آنها در جدول ۱ خلاصه شده است.

جدول ۱. نتایج سختی و ضخامت سنجی پوشش های اعمال شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان های مختلف.

زمان پوشش دهی (ثانیه)	ضخامت (میکرومتر)	سختی (GPa)
۱۰۰	۱۲/۳	۵/۲
۱۵۰	۱۶/۴	۷/۸
۲۰۰	۱۹/۴	۱۱/۷
۲۵۰	۱۷/۲	۱۴/۴
۳۰۰	۱۲/۸	۱۵/۶

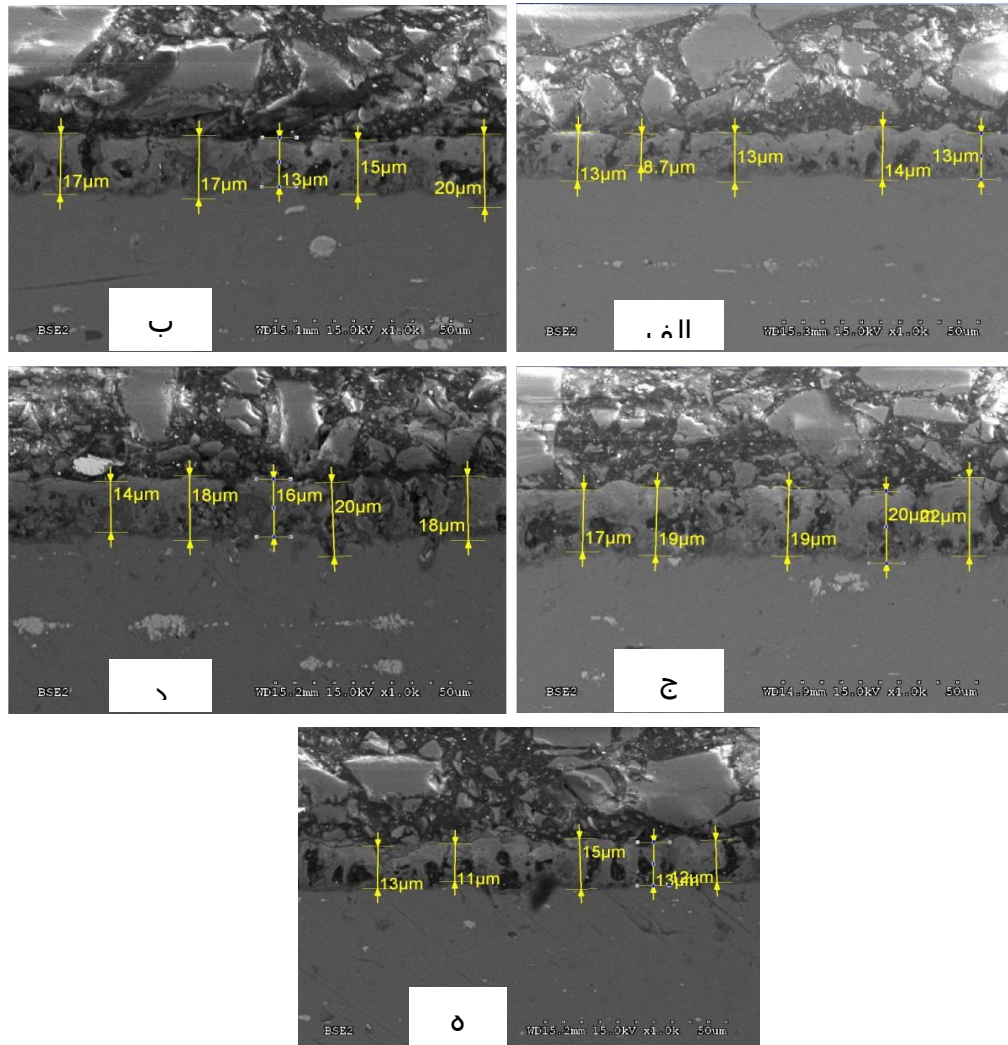
نتیجه اسکن خطی پوشش در سطح مقطع نمونه پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۳۰۰ ثانیه در شکل ۶ ارائه شده است. بررسی تغییرات عناصر آلومینیوم، زیرکونیم و اکسیژن با تغییر فاصله از سطح بیانگر کاهش تدریجی عنصر آلومینیوم با افزایش فاصله از سطح زیرلایه و رسیدن به سطح پوشش است، درحالی که برای عنصر اکسیژن نتیجه عکس آن یعنی افزایش اکسیژن با نزدیک شدن از سطح زیرلایه به سطح پوشش هستیم که این یافته احتمال افزایش اکسید آلومینیم با افزایش فاصله از سطح زیرلایه را نشان می دهد. تغییرات عنصر زیرکونیم با تغییر فاصله از سطح ناچیز می باشد به این معنی که این عنصر در عرض پوشش بطور تقریباً یکنواخت توزیع شده است. نتایج حاصل از بررسی سختی سنجی ویکرز پوشش های اعمال شده در زمان های مختلف در جدول ۱ خلاصه شده است. بررسی این نتایج و مقایسه آن با میزان سختی آلومینیوم زیرلایه (آلیاژ ۷۰۷۵) که برابر ۱/۷ GPa است گویای افزایش حدود ۱۰ برابری سختی در نمونه های



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ گسیل میدانی نمونه پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۳۰۰ ثانیه.

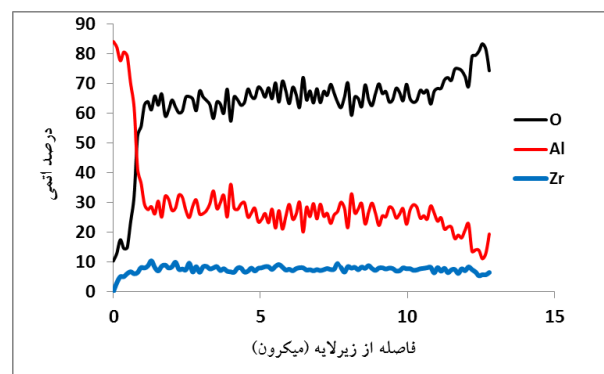
جرقه زنی می شود. از این رو در زمان های بیشتر پوشش دهی شاهد کاهش تعداد تخلخل و درشت شدن آنها هستیم. به منظور بررسی ریزساختار پوشش ها در بزرگنمایی و دقت های بالاتر و بررسی تشکیل ریزساختار نانومتری، از نتایج میکروسکوپ گسیل میدانی<sup>۲</sup> استفاده شد. نتایج این بررسی میکروسکوپی برای نمونه پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۳۰۰ ثانیه بیانگر تشکیل پوشش های نانو ساختار آلومینا- زیرکونیا است. اندازه ذرات در این پوشش در محدوده ۲۰-۴۰ نانومتر می باشد (شکل ۴).

نتایج بررسی سطح مقطع پوشش های اعمال شده در ولتاژ ثابت ۴۵۰ ولت و زمان های مختلف پوشش دهی در شکل ۵ آورده شده است. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گویای تشکیل پوشش در تمامی زمان های پوشش دهی و افزایش ضخامت پوشش با افزایش زمان پوشش دهی از ۱۰۰ تا ۲۰۰ ثانیه است. در حالی که با افزایش بیشتر زمان پوشش دهی، به علت مقاومت لایه رشد داده شده و کاهش ارتباط زیرلایه و الکترولیت و همچنین ولتاژهای بالای اعمالی به نمونه، انرژی بیشتر منجر به تخریب جزئی پوشش ایجاد شده در مراحل قبل



شکل ۵. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح مقطع نمونه های پوشش داده شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان های (الف) ۱۰۰، (ب) ۱۵۰، (ج) ۲۰۰، (د) ۲۵۰، (ه) ۳۰۰ ثانیه.

پوشش داده شده با کامپوزیت آلومینا- زیرکونیا است که این مقدار بسیار قابل توجه بوده و موفقیت بزرگی در اعمال این پوشش ها است. امکان تشکیل فازهای سخت و دما بالای آلومینا و زیرکونیا با فرایند پلاسمای الکترولیتی دلیل افزایش سختی نمونه های آلومینیومی پوشش داده شده است. همچنین افزایش بیشتر سختی در نمونه های پوشش داده شده در زمان های بیشتر ناشی از افزایش شدت فازهای سخت آلومینا ( $\alpha$ ) و زیرکونیای تترانگنال می باشد.



شکل ۶. تغییرات عناصر آلومینیوم، زیرکونیم و اکسیژن در عرض پوشش اعمال شده در ولتاژ ۴۵۰ ولت و زمان ۳۰۰ ثانیه.

### نتیجه گیری

جهت افزایش سختی زیرلایه های آلومینیوم ۷۰۷۵، لایه های نانوساختار آلومینا- زیرکونیا با روش اکسیداسیون پلاسمای الکترولیتی بر سطح آنها پوشش دهی شدند. این پوشش ها در ولتاژ ثابت ۴۵۰ ولت و در زمان های مختلف در محدوده ۳۰۰-۱۰۰ ثانیه اعمال شدند. با مطالعه تغییرات ولتاژ و جریان با زمان پوشش دهی، تشکیل لایه اکسیدی و افزایش ضخامت آن با زمان پوشش دهی توسط کاهش شدید جریان و نوسانات شدید آن در زمان های بالای پوشش دهی تایید شد. تشکیل کامپوزیت های آلومینا- زیرکونیا با ترکیب فازهای زیرکونیای تترراگونال و آلومینای آلفا و گاما در زمان های پوشش دهی ۲۰۰ ثانیه و بالاتر توسط بررسی های فازی تایید شد. نتایج بیانگر تغییرات قابل توجه خواص ریزساختاری، فازی و سختی پوشش ها با زمان رشد لایه در فرایند پلاسمای الکترولیتی است. با افزایش زمان پوشش دهی، ضخامت پوشش ها در محدوده ۱۹-۱۲ میکرون افزایش یافت. بررسی ریزساختاری پوشش ها تشکیل پوشش های نانوساختار با اندازه ذرات ۴۰-۲۰ نانومتر با ساختار متخلخل و افزایش سایز تخلخل ها با افزایش زمان پوشش دهی را نشان داد. نتایج آنالیز شیمیایی در سطح مقطع پوشش بیانگر توزیع تقریباً یکنواخت عناصر Al، Zr و O در پوشش است. سختی در نمونه پوشش داده شده در زمان ۳۰۰ ثانیه، در مقایسه با زیرلایه آلومینیومی بدون پوشش حدود ۱۰ برابر افزایش یافت که علت آن افزایش فازهای سخت آلفا آلومینا و زیرکونیای تترراگونال با افزایش زمان پوشش دهی است.

### مراجع

- [3] M.H. Staia, E.S. Puchi Cabrera, A. Iost, A. Zairi, S. Belayr, A. Van Gorp, *Tribological response of AA 2024-T3 aluminium alloy coated with a DLC duplex coating*, Tribology International, 85, 2015, 74-87.
- [4] L. D. Hart, E. Lense, Alumina Chemicals: Science and Technology Handbook, 2006, Wiley.
- [5] S.M. Naga, S.H. Kenawy, M. Awaad, E. Roos, A. Lyutovich, H. Ruoff, R. Krisch, *Ceramics International* 37 (2011) 771-777.
- [6] H. Hadrabaa, D. Drdlikb, Z. Chlupa, K. Macab, I. Dlouhaya, J. Cihlar, *the European Ceramic Society*, 32 (2012) 2053-2056.
- [7] Yongting Zheng, Hongbo Li, Tao Zhou, *Applied Surface Science* 258 (2011) 1531-1534.
- [8] S.M. Naga, S.H. Kenawy, M. Awaad, E. Roos, A. Lyutovich, H. Ruoff, R. Krisch, *Combined zirconia toughened alumina (ZTA) stacks obtained by electron beam physical vapour deposition*, *Ceramics International* 37 (2011) 771-777.
- [9] M. Aliofkhaezrai, A. Sabour Rouhaghdam, T. Shahrabi, *Abrasive wear behaviour of Si3N4/TiO2 nanocomposite coatings fabricated by plasma electrolytic oxidation*, *Surface & Coatings Technology*, 25 (2010) 41-46.
- [10] A.L. Yerokhin, L.O. Snizhko, N.L. Gurevina, A. Leyland, A. Plikington, A. Matthews, *Surf. Coat. Tech.* 177-178 (2004) 779.
- [11] Alicja Kazek-Kęsik, Małgorzata Krok-Borkowicz, Elżbieta Pamuła, Wojciech Simka, *Electrochemical and biological characterization of coatings formed on Ti-15Mo alloy by plasma electrolytic oxidation*, *Materials Science and Engineering: C*, 43, 2014, 172-181.
- [12] Yingliang Cheng, Jinhui Cao, Zhaomei Peng, Qun Wang, E. Matykina, P. Skeldon, G.E. Thompson, *Wear-resistant coatings formed on Zircaloy-2 by plasma electrolytic oxidation in sodium aluminate electrolytes*, *Electrochimica Acta*, 116, 2014, 453-466.
- [13] Sandhyarani M, Prasadrao T, Rameshbabu N, *Role of electrolyte composition on structural, morphological and in-vitro biological properties of plasma electrolytic oxidation films formed on*
- [1] L. Wang, K. Zhang, H. He, W. Sun, Q. Zong, G. Liu, L. Wang, *Surface & Coatings Technology* 235 (2013) 484-488.
- [2] L. Rama Krishna, K.R.C. Somaraju, G. Sundararajan, *Surface and Coatings Technology* 163-164 (2003) 484-490.



*zirconium*, Applied Surface Science, 317, 2014, 198-209.

[14] Danuta Krupa, Jacek Baszkiewicz, Joanna Zdunek, Jerzy Smolik, Zbigniew Słomka, Janusz W. Sobczak, *Characterization of the surface layers formed on titanium by plasma electrolytic oxidation*, Surface and Coatings Technology, 205, 2010, 1743-1749.

[15] Jie Wu, Yifan Zhang, Run Liu, Bin Wang, Ming Hua, Wenbin XueWu, *Anti-corrosion layer prepared by plasma electrolytic carbonitriding on pure aluminum*, Applied Surface Science, 347, 2015, 673-678.

[16] M. Tang, W. Li, H. Liu, L. Zhu, Applied Surface Science 258 (2012) 5869-5875.

[17] V. Shoaie-Rad, M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, H.R. Zargar, J. Javadpour, *Fabrication of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hybrid nanoporous layers through micro arc oxidation process*, Materials Letters 65 (2011) 1835-1838.

[18] V. Shoaie-Rad, M.R. Bayati, H.R. Zargar, J. Javadpour, F. Golestani-Fard, *In situ growth of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocrystalline ceramic coatings via micro arc oxidation of aluminum substrates*, Materials Research Bulletin, 47 (2012) 1494-1499.