



مقاله کامل پژوهشی

## اثر میزان فسفر و عملیات حرارتی دما بالا و دما پایین بر خصوصیات پوشش نانو کامپوزیتی Ni-P-GO الکترولس روی آلیاژ منیزیم

مهرداد حناچی<sup>۱</sup>، زهرا سادات سیدراوفی<sup>۲\*</sup>

<sup>۱</sup> دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، البرز، ایران

<sup>۲</sup> استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، البرز، ایران

**چکیده** نظر به اهمیت آلیاژهای منیزیم به جهت وزن کم آنها، حذف محدودیت‌های سطحی مانند سایش و خوردگی به توسعه و افزایش کاربرد آنها کمک می‌کند. در تحقیق حاضر، پوشش نانوکامپوزیتی Ni-P-GO به روش الکترولس بر سطح AZ31D اعمال گردید. پس از آبکاری، عملیات کریستالیزاسیون در دو دمای ۲۵۰ °C و ۵۰۰ °C به مدت یک ساعت انجام شد. نتایج بررسی به وسیله پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نشان داد که پوشش با مورفولوژی گل کلمی به صورت نیمه آمورف بر سطح نمونه تشکیل شده است و پس از کریستالیزاسیون با حفظ مورفولوژی در کنار رشد کلونی‌های پوشش، فازهای میانی فسفید-نیکل تشکیل شدند. با افزایش میزان فسفر زمینه، تمایل برای جذب نانوصفحات GO افزایش یافت. در دماهای پایین، در ابتدا فاز Ni<sub>2</sub>P تشکیل گردید که با افزایش میزان فسفر زمینه و دمای کریستالیزاسیون این فاز به Ni<sub>3</sub>P تبدیل گردید. این عمل افزایش سختی را به جهت ترسیب فازهای میانی و کریستالیزاسیون در پی داشت. با افزایش فسفر زمینه در دمای ۵۰۰ °C انرژی لازم برای تشکیل فازهای ناپایدار Ni<sub>3</sub>P<sub>2</sub> و Ni<sub>3</sub>P<sub>3</sub> تأمین گردید. نتایج آزمون پلاریزاسیون نشان داد که اعمال پوشش در مقایسه با زیرلایه منجر به افزایش مقاومت به خوردگی می‌گردد. افزایش فسفر در زمینه به جهت افزایش چگالی لایه هیپوفسفیتی، منجر به افزایش مقاومت به خوردگی می‌گردد. با انجام عملیات حرارتی، مقاومت به خوردگی در مقایسه با حالت بدون عملیات حرارتی کمتر شد. با افزایش دمای عملیات حرارتی، جریانی به میزان ۰/۴۲۴ A/cm<sup>2</sup>μ از سطح گذشت که بازهم از جریان عبوری ۱/۳۲۸ A/cm<sup>2</sup>μ که مختص زیرلایه بدون پوشش می‌باشد، کمتر است.

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۳/۰۳

دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۴/۰۲

پذیرش قطعی: ۱۴۰۰/۰۳/۳۰

کلیدواژه‌ها:

پوشش دهی،

الکترولس،

عملیات حرارتی،

خوردگی،

AZ31D



<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232447.1091>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_126421.html](http://www.jamt.ir/article_126421.html)

### Original Research Article

Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT): Vol. 10, No. 1, (Spring 2021), 33-44

## The Effect P Content of High and Low Temperature Heat Treatment on the Properties of Ni-P-GO Electroless Nanocomposite Coating on Magnesium Alloy

Mehrdad Hanachi<sup>1</sup>, Zahra Sadat Seyedraoufi<sup>2\*</sup>

\*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، البرز، کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرج، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد، تلفن: ۰۲۶-۳۴۱۸۲۳۳۵، دورنگار: -

پیام نگار: [z.seyedraoufi@kiaou.ac.ir](mailto:z.seyedraoufi@kiaou.ac.ir)

Please cite this article as: Hanachi, M., Seyedraoufi, Z. S., "The effect P content of high and low temperature heat treatment on the properties of Ni-P-GO electroless nanocomposite coating on magnesium alloy", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 10, No. 1, (2021), 33-44. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232447.1091>).

2783-0829/© 2021 The Author(s). Published by MERC.

This is an open access article under the CC BY license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).



<sup>1</sup> M. Sc. Student, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Alborz, Iran  
<sup>2</sup> Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Alborz, Iran

#### Paper History:

Received: 2020-05-23  
 Revised in revised form: 2020-06-22  
 Accepted: 2021-06-20

#### Keywords:

Coating,  
 Electroless,  
 Heat Treatment,  
 Corrosion,  
 AZ31D

**Abstract** In this study, Ni-P-GO nanocomposite coating was applied on the AZ31D surface by the electroless method. After coating, the crystallization process was carried out at 250 °C and 500 °C temperatures for one hour. As a result, microstructural studies by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) revealed that a coating with the semi-amorphous cauliflower morphology formed on the surface. Moreover, after the crystallization process not only the morphology was preserved and the coating colony experienced growth, but also the intermediate phase of nickel phosphide was formed. Therefore, the results showed that as P content increases, the tendency to absorb GO nanoparticles increases. At low temperatures, the Ni<sub>2</sub>P phase was initially formed. However, as the P content and the crystallization temperature increased Ni<sub>2</sub>P transformed to Ni<sub>3</sub>P. As a consequence, this improved the hardness due to both precipitation of the intermediate phases and the crystallization process. As the P increased at 500 °C, the energy needed for forming unstable Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> and Ni<sub>8</sub>P<sub>3</sub> phases was provided. The results of the polarization test showed that applying the coating in comparison with the substrate leads to an increase in corrosion resistance. Besides, increasing P in the field increases the density of the hypophosphite layer which leads to an improvement in corrosion resistance. Corrosion resistance diminished as heat treatment was conducted. Also, as the temperature of the heat treatment increased, 0.424 A/cm<sup>2</sup>μ passed the surface, which is still lower than 1.328 A/cm<sup>2</sup>μ, this is specific to the uncoated substrate.



<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232447.1091>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_126421.html](http://www.jamt.ir/article_126421.html)

## ۱- مقدمه

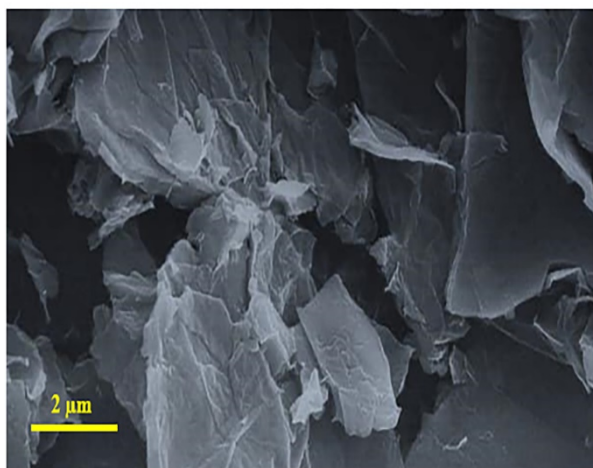
عملکرد بهتری نسبت به CNT است. مقاومت مکانیکی غیرمعمول (مدول یانگ ۱ TPa) و مقاومت شکست (GPa) ۱۲۵) گرافن را در مقایسه با CNT پیروز کرده است. گرافن دارای خواص ذاتی است که می‌تواند به عنوان یک ماده کامپوزیتی در آبکاری نیکل روی فلزات برای بهبود مقاومت به سایش مورد استفاده قرار گیرد. با این حال، گرافن را نمی‌توان به راحتی در محلول آبکاری پراکنده کرد. از این رو، گرافن را نمی‌توان به راحتی و به طور مستقیم برای تحقیقات علمی و عملی به کار برد [۱۳]. اکسید گرافن (GO) اکسید شده نانو صفحات گرافن است. GO نه تنها دارای خواص مکانیکی خوبی است بلکه دارای گروه‌های عملکردی آبگریزی مانند گروه‌های هیدروکسیل، اپوکسی و کربوکسیل نیز می‌باشد که باعث پراکندگی یکنواخت GO در محلول می‌شود و بدین ترتیب یک پوشش یکنواخت تشکیل می‌شود [۱۴ و ۱۵]. اخیراً گزارش شده است که GO به عنوان یک ذره فاز سوم در آبکاری عملکرد خوبی از خود نشان می‌دهد [۱۶ و ۱۷]. در مقایسه با آبکاری، آبکاری الکترولس می‌تواند در مناطق جدا شده یا اهداف انتخابی انجام شود و نیازی به منبع تغذیه ندارد. در واپسین تحقیقات انجام شده عنوان گردیده که افزودن نانو صفحات اکسید گرافن منجر به افزایش مقاومت به سایش از طریق کاهش ضریب اصطکاک می‌گردد که عملیات حرارتی در ۴۰۰ درجه سانتیگراد این تأثیر را بیشتر هم می‌کند [۱۵ و ۱۶]. اما تحقیقی در رابطه با نقش اکسید گرافن در خوردگی پوشش‌ها ارائه نگشته است که انجام این تحقیق می‌تواند تعاملی میان خواص سایشی و خوردگی و یا حتی تریبوخوردگی فراهم کند.

پوشش‌های الکترولس Ni-P به دلیل کیفیت عالی، رسوب یکنواخت، مقاومت به سایش عالی و مقاومت در برابر خوردگی، جوش‌پذیری خوب و هدایت الکتریکی به طور گسترده در زمینه‌های مختلفی مورد استفاده قرار گرفته است [۱]. با توجه به توسعه فن‌آوری نیاز به پوشش‌های با کیفیت بسیار بیشتر شده است. افزودن ذرات نرم/سخت مختلف به پوشش Ni-P برای به دست آوردن پوشش‌هایی با عملکرد بهتر تبدیل به روشی مؤثر شده است [۲]. این ذرات شامل نانوذرات الماس، کاربید سیلیکون (SiC)، نانوتیتانیوم نیتريد (TiN) و تیتانیا (TiO<sub>2</sub>) می‌شوند [۳-۵]. خواص عالی این ذرات می‌تواند کیفیت پوشش را به میزان قابل توجهی بالا ببرد. عملکرد پوشش‌های کامپوزیتی با توجه به خاصیت ذرات مختلف متفاوت است. ذرات به طور کلی به دو دسته روان کننده‌های جامد و ذرات سخت طبقه بندی می‌شوند [۲]. روان کننده‌های جامد معمولاً ضریب اصطکاک را کاهش می‌دهند [۶-۸]. در مقابل، ذرات سخت به دلیل ریز بودن استحکام شیمیایی، سختی و مقاومت در برابر سایش را افزایش می‌دهند. پوشش‌های کامپوزیتی Ni-P که حاوی ذرات سخت مانند SiC، Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>، نانولوله های کربنی (CNTs)، TiO<sub>2</sub>، B<sub>4</sub>C، WC و SiO<sub>2</sub> هستند، به عنوان سطوح ضد سایش و دارای سختی بالا به طور گسترده استفاده می‌شوند [۹-۱۱]. مطالعات انجام شده در مورد آبکاری CNT روی کامپوزیت‌ها نشان داده است که سختی و مقاومت به سایش بهبود پیدا کرده است [۱۲]. گرافن، نانومواد کربنی جدیدی است که دارای خواص مکانیکی با

استاندارد ASTM B480 چربی زدایی، کروماته کردن و حذف فیلم‌های اکسیدی سطحی انجام شد. بین هر مرحله، نمونه‌ها در آب مقطر شسته شدند و در آخرین مرحله نمونه‌ها سریعاً وارد حمام الکترولس شدند.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی زیرلایه بدست آمده از کوانتومتری

آهن	منگنز	روی	آلومینیوم
۰/۰۰۵	۰/۴۴	۱/۱۹	۳/۳۸
مس	نیکل	قلع	منیزیم
۰/۰۰۹	۰/۰۰۵	۰/۰۱	بقیه



شکل ۱. تصویر FESEM نانو صفحات اکسید گرافن

هدف از پژوهش حاضر، ایجاد پوشش نانو کامپوزیتی نیکل-فسفر-اکسید گرافن روی آلیاژ پایه منیزیم AZ31D توسط فرآیند الکترولس و بررسی خواص آن است. پس از اعمال پوشش‌ها به بررسی ساختار و خوردگی پوشش‌های ذکر شده و زیر لایه قبل و بعد از کریستالیزاسیون پرداخته شده است. پوشش‌های حاصل از آبکاری در حمام‌های اسیدی با مشقت بسیار بر بستر منیزیمی تشکیل می‌گردند. لذا این تحقیق جز معدود فعالیت‌های انجام شده برای ایجاد پوشش الکترولس نانو کامپوزیتی بر بستری از منیزیم است.

## ۲- روش تحقیق

در تحقیق حاضر از آلیاژ پایه منیزیم AZ31D به عنوان زیرلایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی آلیاژ که با استفاده از کوانتومتری بدست آمده است، در جدول ۱ نشان داده شده است.

در شکل ۱، تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) نانو صفحات اکسید گرافن مورد استفاده در این پژوهش نشان داده شده است. جدول ۲، مشخصات صفحات اکسید گرافن تهیه شده را نشان می‌دهد.

برای اجرای پژوهش، قطعات ورقی شکل در ابعاد ۲۰×۲۰×۵ میلی‌متر برای آبکاری توسط میکروکاتر برش داده شدند. سپس نمونه‌ها (تا شماره ۳۰۰۰) سنباده زده و پولیش شده و با استون و آب مقطر شستشو شدند. در نهایت، تحت

جدول ۲. مشخصات نانو صفحات اکسید گرافن

ضخامت (nm)	تعداد لایه‌ها	چگالی (g/cc)	خلوص (%)	(BET) مساحت سطح (m <sup>2</sup> /g)	ابعاد جانبی (μm)
۳-۶	۸-۱۰	۰/۴۲	۹۹/۹۹۹	کمتر از ۱۲۰	۵-۱۰

برای ایجاد پوشش الکترولس Ni-P در ابتدا حمام آبکاری تهیه گشت. به منظور تسهیل فرآیند آبکاری، یک قسمت از نمونه‌ها (زیرلایه) مورد سوراخ کاری قرار گرفت تا به راحتی درون حمام قرار گیرد. ترکیب شیمیایی حمام مورد استفاده در این پژوهش در جدول ۳ نشان داده شده است. فرآیند در دمایی حدود ۸۵ °C تا ۹۰ °C انجام شد. مقدار ۰/۶ درصد HF قبل از شروع فرآیند پوشش‌دهی، به منظور جلوگیری از اکسید شدن به محلول اضافه گردید. سپس مقدار

۵ gr/lit از GO به محلول فوق افزوده شده و به مدت ۱ ساعت در حمام آلتراسونیک قرار گرفت. به دلیل وابستگی خواص تریبولوژیکی، مقاومت در برابر خوردگی و سختی این پوشش‌ها به pH، با افزودن NaOH رقیق مقدار pH کنترل می‌گردید. اندازه‌گیری pH با استفاده از دستگاه pH متر دیجیتال با دقت ۰/۰۱ صورت پذیرفت. به دلیل پتانسیل بالای زیرلایه، اعمال پوشش Ni-P بر روی آلیاژ AZ31D نیازمند یک کاتالیزور است تا واکنش شیمیایی شروع شود که از یک ناخن

در تحقیق حاضر از پوشش‌های الکتروکترولس Ni-P با سه محدوده درصد فسفر  $P > 6\%$ ،  $P = 6-10\%$  و  $P < 10\%$  استفاده شد و مقدار pH به ترتیب ۳/۵، ۴/۵ و ۵/۵ ثابت شد. پس از پوشش‌دهی نمونه‌ها تحت عملیات حرارتی در دمای  $250^\circ\text{C}$  و  $500^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت قرار گرفتند. برای عملیات حرارتی از یک کوره تیوبی تحت اتمسفر گاز محافظ آرگون صنعتی با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد استفاده شد. سپس نمونه‌ها به طور یکسان به منظور جلوگیری از ترک انقباضی در هوا خنک شدند. در جدول ۴ نام گذاری نمونه‌ها بر اساس متغیرهای فرآیند، شرح داده شده است.

جدول ۳. ترکیب حمام آبکاری پوشش Ni-P

ترکیب	Lactic acid (mL/L)	NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O (g/L)	CH <sub>3</sub> COONa (g/L)	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O (g/L)
مقدار	۲۰	۲۵	۲۵	۳۰

جدول ۴. نام گذاری نمونه‌ها بر اساس متغیرهای انجام فرآیند

کد نمونه	NPG (زیرلایه)	NPG1	NPG2	NPG3	NPG4	NPG5	NPG6	NPG7	NPG8	NPG9
میزان فسفر	---	P> 6 %	P= 6-10 %	P< 10 %	P> 6 %	P= 6-10 %	P< 10 %	P> 6 %	P= 6-10 %	P< 10 %
دمای آیل (°C)	---	بدون عملیات حرارتی	بدون عملیات حرارتی	بدون عملیات حرارتی	۲۵۰	۲۵۰	۲۵۰	۵۰۰	۵۰۰	۵۰۰

نمونه آبکاری شده و نمونه‌های عملیات حرارتی شده به وسیله دستگاه پتانسواستات-گالوانو استات EG&G مدل A263 در محیط و با الکتروود مرجع کالومل اشباع (SCE) انجام شد. پلاتین به عنوان الکتروود کمکی و زیرلایه فولادی پوشش داده شده به عنوان الکتروود کاری در محلول NaCl با غلظت ۳/۵ درصد قرار داده شد. در این آزمون قسمت‌های مد نظر در معرض محیط خوردنده قرار داده شد (قسمت‌های پوشش داده شده) و مابقی سطح نمونه‌ها با لاک پوشانیده شد. سرعت روبش پتانسیل ۱ mV/S در محدوده  $\pm 400$  mV حول پتانسیل مدار باز در تست‌های پلاریزاسیون در نظر گرفته شد. قبل از شروع اندازه گیری، به منظور برقراری پتانسیل مدار باز، نمونه‌ها به مدت یک ساعت در محیط خوردنده قرار دادند.

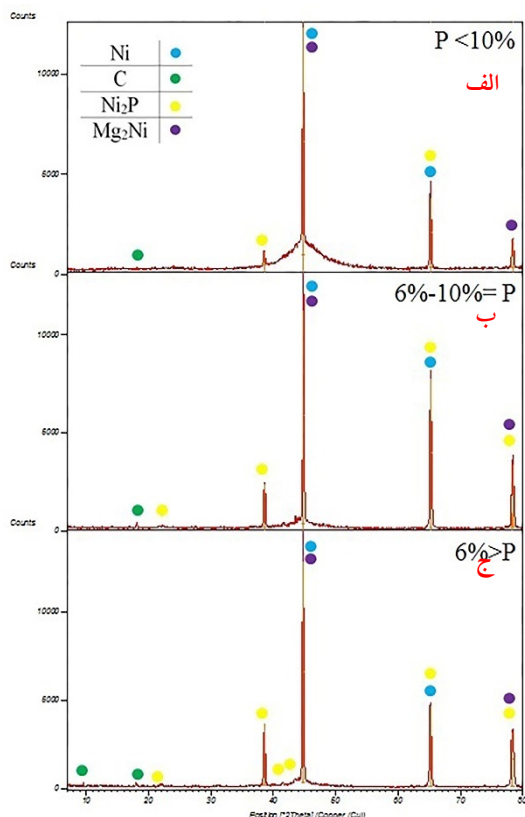
آهنی کوچک به عنوان کاتالیزور واکنش استفاده شد. کاتالیزور به مدت ۲۰ ثانیه وارد حمام آبکاری شد. پس از رسیدن محلول الکتروکترولس به pH و دمای موردنظر، با استفاده از همزن مغناطیسی (با سرعت ۳۵۰ دور بر دقیقه) از ته‌نشینی ذرات جلوگیری شد. در انتها برای اعمال پوشش Ni-P بر سطح زیرلایه، نمونه‌ها به مدت یک ساعت در حمام با شرایط ذکر شده قرار گرفتند. پس از فرآیند آبکاری، نمونه‌ها بوسیله آب مقطر شستشو داده شده و پس از خشک شدن در یک دسیکاتور حاوی سیلیکا جاذب قرار گرفتند تا سطح آنها بدون آسیب و تغییرات برای مراحل بعدی پژوهش آماده باشد.

به منظور بررسی مشخصات پوشش اعمالی و بررسی نقش دمای عملیات حرارتی بر ویژگی‌های پوشش و ریزساختار پوشش، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA TS5130MM ساخت شرکت TESCAN اهل جمهوری چک استفاده شد. بررسی فازی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD)، مدل Philips X-pert ساخت هلند با طول موج  $\lambda = 0.52 \text{ \AA}$  و با استفاده از لامپ Cuka انجام شد.

سختی پوشش با استفاده از ریزسختی سنج ویکرز مدل AMSLERD-6700 با اعمال بار ۵۰ گرم به مدت ۲۰ ثانیه اندازه گیری شد. ریزسختی اعلام شده برای هر نمونه، میانگین پنج مرتبه اندازه گیری بوده است.

مقاومت به خوردگی کلیه نمونه‌ها از جمله زیرلایه،

### ۳- نتایج و بحث



شکل ۲. الگوی XRD پوشش‌های نانو کامپوزیتی Ni-P-GO، (الف) نمونه NPG3، (ب) NPG2 و (ج) NPG1

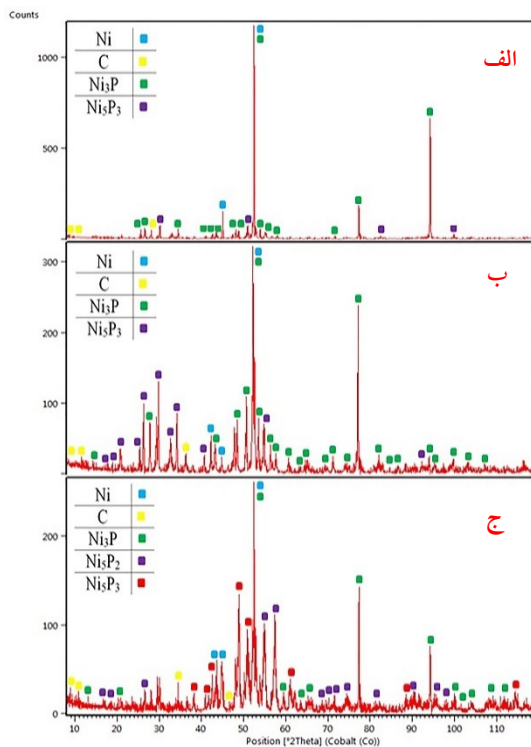
در شکل ۳، تصویر الگوی XRD نمونه‌های NPG4

NPG5 و NPG6 نشان داده شده است. همانطور که در شکل مشخص است، با انجام عملیات حرارتی در دمای  $250^{\circ}\text{C}$ ، پوشش‌ها به صورت کامل بلوری شده‌اند، با این توضیح که در نمونه‌های با فسفر متوسط و فسفر زیاد در محدوده ۴۷ الی ۶۵ درجه، کماکان آثاری از حالت آمورفی مشاهده می‌شود. همانطور که مشخص است با افزایش فسفر زمینه میل به جایگیری تصادفی و بی‌نظمی افزایش یافته و در طول بلوری شدن، مکان‌هایی به صورت آمورفی باقی مانده‌اند [۱۶ و ۱۹].

طبیعی است که افزایش میزان فسفر، مقدار این فاز را افزایش می‌دهد. پیک مربوط به کربن که نماینده GO است، در محدوده ۱۶ الی ۱۹ درجه مشاهده می‌گردد. ارتفاع و تعداد پیک‌های مربوط به کربن، تئوری پیشنهادی در بالا مبنی بر افزایش جذب GO با افزایش میزان فسفر را تأیید می‌کند؛ تا جایی که در نمونه فسفر بالا، پیک کربن در ۴۲ و ۴۴ درجه نیز مشاهده می‌گردد [۱۶ و ۱۸].

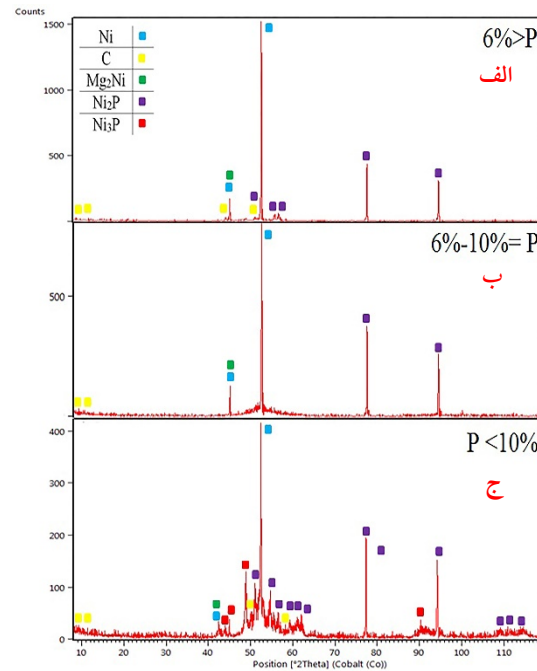
در شکل ۲، تصویر الگوی XRD نمونه‌های NPG1، NPG2 و NPG3 نشان داده شده است. همانطور که در این الگوها مشخص است، پوشش‌ها به صورت نیمه آمورف بر سطح زیرلایه تشکیل شده‌اند. آثار ساختار آمورف را می‌توان در محدوده ۳۵ تا ۵۵ درجه مشاهده نموده که با افزایش میزان فسفر، مقدار بلورینگی پوشش در حال کاهش است. پوشش‌های الکترولس به واسطه سرعت بالای فرآیند، عدم وجود جدایش عناصر آلیاژی و جاری بودن جریان القایی با ساختاری آمورف یا نیمه آمورف تشکیل می‌گردند [۱۲، ۱۵ و ۱۶]. عدم وجود مرزخانه در این ساختار، مقاومت به خوردگی بالایی را منتج می‌گردد که با سختی نسبتاً بالایی نیز همراه است. با افزایش میزان فسفر، احتمال وقوع جدایش حین فرآیند افزایش می‌یابد که با این وجود، احتمال افزایش بلورینگی می‌رود، اما افزایش فسفر، دامنه نظم را کوتاه‌تر کرده و منجر به جایگیری تصادفی‌تر آنها و شکل‌گیری ساختار آمورف می‌شود، لذا دامنه آمورفی بودن افزایش و میزان بلورینگی پوشش کاهش می‌یابد. همانطور که مشخص است پیک فاز بین فلزی  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  در ساختار مشاهده می‌گردد که این موضوع در تحقیقات مشابه پیشین هرگز مشاهده و گزارش نشده است. به نظر می‌رسد در محل تشکیل اولین جوانه‌ی پوشش بر سطح زیرلایه، یک پیوند نیمه پایدار میان نیکل و منیزیم برقرار شده و فاز بین فلزی (میانی)  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  تشکیل شده است. این فاز در محدوده ۴۵ درجه با پیک مربوط به نیکل بلوری دارای همپوشانی است، این موضوع تعلق ارتفاع پیک و مقدار بالای این فاز را دچار تردید می‌کند. در حوالی ۷۷ درجه نیز پیک مربوط به این فاز مشاهده می‌گردد. همانطور که مشخص است با افزایش میزان فسفر در ۷۷ درجه، پیک این فاز با فاز  $\text{Ni}_2\text{P}$  دارای همپوشانی است. این موضوع نشان می‌دهد که افزایش میزان فسفر احتمال تشکیل فاز  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  را کاهش داده است [۱۶ و ۱۸]. در شکل، پیک مربوط به فاز میانی  $\text{Ni}_2\text{P}$  مشاهده می‌گردد، این فاز عموماً پس از عملیات حرارتی در ساختار مشاهده می‌شود. افزایش احتمال جدایش منجر به تشکیل این فاز گشته است.

تأثیر قرار می‌دهد. پوشش‌های کم فسفر معمولاً به صورت نیمه کریستالی تشکیل می‌گردند [۱۶ و ۲۰]. تشکیل فاز آمورف پس از آبکاری، به دلیل تفاوت در شبکه بلوری و عدد همسایگی نیکل و فسفر، میل شیمیایی این دو عنصر نسبت به هم و دمای پایین فرآیند پوشش‌دهی است. به طور کلی، خواص پوشش‌های الکترولس نیکل وابسته به میزان عناصر آلیاژی این پوشش است، تا جایی که بلورینگی این پوشش‌ها هم وابسته به این عناصر است. به عنوان مثال با افزایش مقدار فسفر در پوشش، احتمال بلورینگی پس از فرآیند پوشش‌دهی افزایش می‌یابد. در پوشش‌های الکترولس نیکل حاوی فسفر یا بور، میزان جدایش این عناصر بلورینگی پوشش را تحت تأثیر قرار می‌دهد [۱۶، ۲۱ و ۲۲].



شکل ۴. الگوی XRD پوشش‌های نانو کامپوزیتی Ni-P-GO، (الف) نمونه NPG7، (ب) NPG8 و (ج) NPG9

در اثر عملیات حرارتی، پوشش‌های آمورف یا نیمه آمورف کریستالی می‌گردند. نکته جالب در طول عملیات حرارتی، تشکیل رسوبات میان‌فلزی است که معمولاً در تصاویر میکروسکوپی به سختی به صورت نقاط ریز سفید رنگ دیده می‌شوند. در اثر فرآیند رسوب سختی این رسوبات در داخل زمینه نیکلی یا نیکل-فسفیری تشکیل و توزیع می‌گردند که منجر به افزایش چشمگیر سختی می‌گردند. انجام



شکل ۳. الگوی XRD پوشش‌های نانو کامپوزیتی Ni-P-GO، (الف) نمونه NPG4، (ب) NPG5 و (ج) NPG6

در شکل ۴ تصویر الگوی XRD نمونه‌های NPG7، NPG8 و NPG9 نشان داده شده است. در این شکل به خوبی می‌توان پوشش تماماً بلوری شده را مشاهده نمود. الگوهای XRD آورده شده در شکل ۴، نشان دهنده آن است که فاز میانی  $Ni_3P$  در حال تبدیل شدن به  $Ni_3P_2$  می‌باشد، این حالی است که با افزایش میزان فسفر در زمینه پوشش، این روند تبدیلی در حال افزایش است. عملیات حرارتی در ۵۰۰ درجه سانتیگراد نیز منجر به انتقال ۱۰ درجه‌ای پیک‌های مربوط به فازهای مختلف نسبت به حالت پس از آبکاری شده است. در شکل ۴ (ج)، تشکیل فاز ناپایدار  $Ni_8P_3$  را می‌توان مشاهده نمود که با توجه دمای بالای عملیات حرارتی و میزان بالای فسفر شرایط برای تشکیل این فاز ناپایدار فراهم شده است.

پوشش‌های الکترولس مبتنی بر پایه نیکل معمولاً به صورت آمورف یا نیمه کریستالی بر روی زیرلایه تشکیل می‌گردند. منظور از پوشش‌های نیمه آمورف پوشش‌هایی هستند که مخلوطی از ساختار آمورف و میکروکریستالی هستند. در این دسته از پوشش‌ها، پیک‌های پهن مربوط به فازهای آمورف پوشش و پیک‌های باریک مربوط به پراش (۱۱۱) و (۲۰۰)، متعلق به فازهای نانو کریستالی نیکل است. مقدار فسفر پوشش شدیداً ساختار کریستالی پوشش را تحت

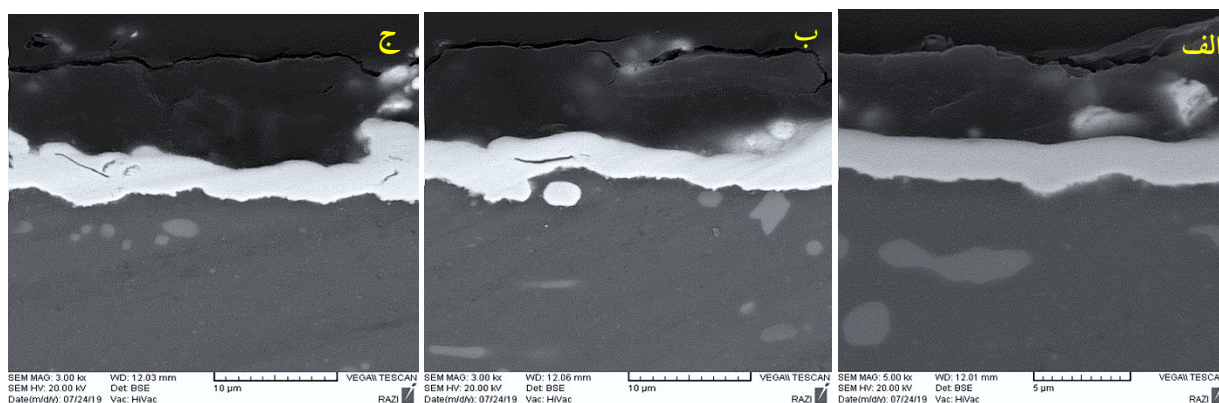


است. در روش الکتروولس به دلیل نبودن جریان خارجی، جریان در نقاط خاصی از زیرلایه مانند گوشه‌ها تجمع نمی‌کند و پوشش به صورت یکنواخت و در یک محدوده از ضخامت بر روی زیرلایه تشکیل می‌گردد. همانطور که در تصاویر نشان داده شده است پوشش‌ها بدون ناپیوستگی و ترک بر روی زیرلایه تشکیل شده اند. در شکل ۶ مورفولوژی نمونه‌های پوشش داده شده نشان داده شده است. در شکل ۶ (الف)، تصویر SEM مورفولوژی پوشش نمونه NPG1 نشان داده شده است که در آن به خوبی می‌توان مورفولوژی گل کلمی با توده‌های بهم فشرده را مشاهده نمود. در بعضی از نقاط شکل، صفحات روی هم افتاده و حالت پله‌ای از پوشش مشاهده می‌گردد، به نظر می‌رسد نانو صفحات GO به صورت مجتمع (آگلومره) در بین کلونی‌های تشکیل دهنده پوشش قرار گرفته‌اند، این صفحات مجدداً محلی برای جوانه زنی پوشش شده‌اند. در شکل ۶ (ب)، تصویر SEM نمونه NPG2 نشان داده شده است. در این نمونه نیز ساختار گل کلمی با تراکم توده‌های بیشتر در مقایسه با نمونه NPG1 مشاهده می‌شود. در این نمونه نیز حالت پله‌ای توضیح داده شده در قبل مشاهده می‌گردد. در شکل ۶ (ج) تصویر SEM نمونه NPG3 نشان داده شده است. در این نمونه نیز پوشش با ساختار گل کلمی بر روی نمونه تشکیل شده است. در شکل کلونی‌های کوچکتر و بهم فشرده پوشش بخوبی مشهود هستند. حالت پله‌ای ذکر شده در نمونه‌های قبلی در این نمونه مشاهده نمی‌گردد. همچنین در بعضی نقاط جوانه زنی و تشکیل پوشش مجدداً آغاز شده است. این موضوع از تراکم کمتر پوشش در آن ناحیه کاملاً مشخص است. به نظر می‌رسد نانو صفحات GO محلی جدیدی برای تشکیل پوشش هستند.

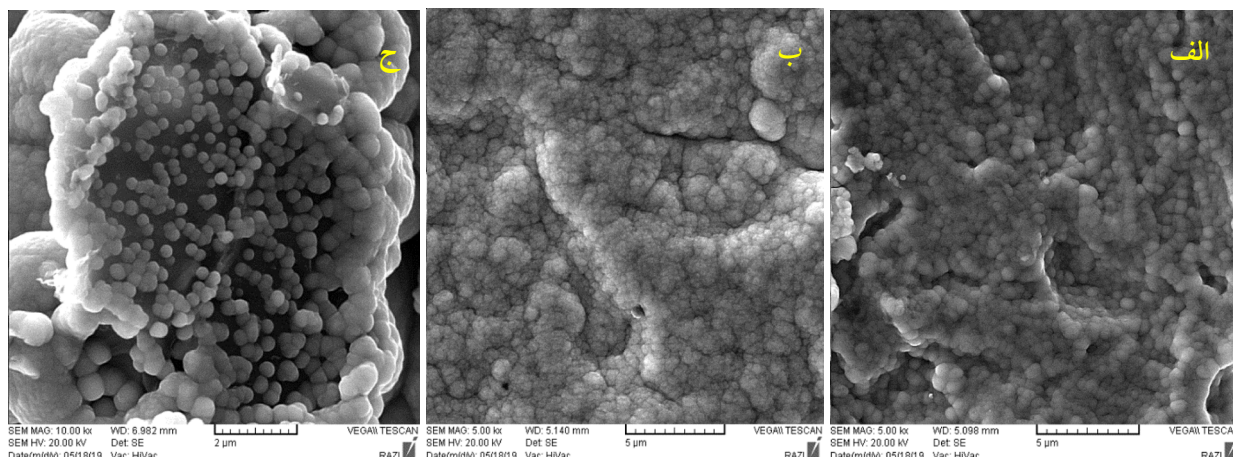
عملیات حرارتی منجر به تغییر خواص سطحی پوشش می‌گردد که دلیل آن تغییر در اندازه دانه یا کریستالیت هاست. انجام عملیات حرارتی به جهت تشکیل و تقویت باند متالورژیکی (فصل مشترک) منجر به افزایش چسبندگی می‌گردد. عملیات حرارتی تنش‌های پسماند پوشش را آزاد می‌کند و از طریق ممانعت در برابر حرکت نابجایی‌ها و گسترش آنها منجر به افزایش سختی می‌گردد [۱۶ و ۲۳].

عملیات حرارتی در دماهای پایین (زیر  $280^{\circ}\text{C}$ ) تأثیر چندانی بر تغییر ترکیب شیمیایی و جوانه‌زنی رسوبات ندارد. انجام عملیات حرارتی در دمای  $250^{\circ}\text{C}$ ، شروعی برای جوانه‌زنی فازهای میانی (بین فلزی) نیکل-فسفر یا به عبارت بهتر فسفید نیکل می‌باشد. فاز میانی  $\text{Ni}_2\text{P}$  اولین فازی است که در طول عملیات حرارتی جوانه زده و تشکیل می‌شود. این فاز به میزان کمتری انرژی برای جوانه زنی و رشد در مقایسه با دیگر ترکیبات بین فلزی نیکل-فسفر نیاز دارد. دلیل تشکیل این فاز به تهایی و بدون حضور ترکیبات دیگر می‌تواند دلیل ذکر شده باشد.

در شکل ۵، تصاویر سطح مقطع نمونه‌ها پس از پوشش‌دهی نشان داده شده است. همانطور که در تصاویر نشان داده شده است هر سه نوع پوشش به صورت یکنواخت بر روی زیرلایه تشکیل شده‌اند. واضح است که تغییر در pH حمام، به جز تغییر در میزان فسفر بر نرخ ترسیب پوشش نیز مؤثر است. این موضوع در شکل ۵، کاملاً واضح است که در فسفر پایین، پوشش با ضخامتی در حدود  $2/5$  میکرومتر، در فسفر متوسط، در ضخامتی در حدود  $3/7$  میکرومتر و در فسفر بالا با ضخامت  $4/2$  میکرومتر تشکیل شد. یکنواختی پوشش در روش الکتروولس یکی از ویژگی‌های روش آبکاری الکتروولس



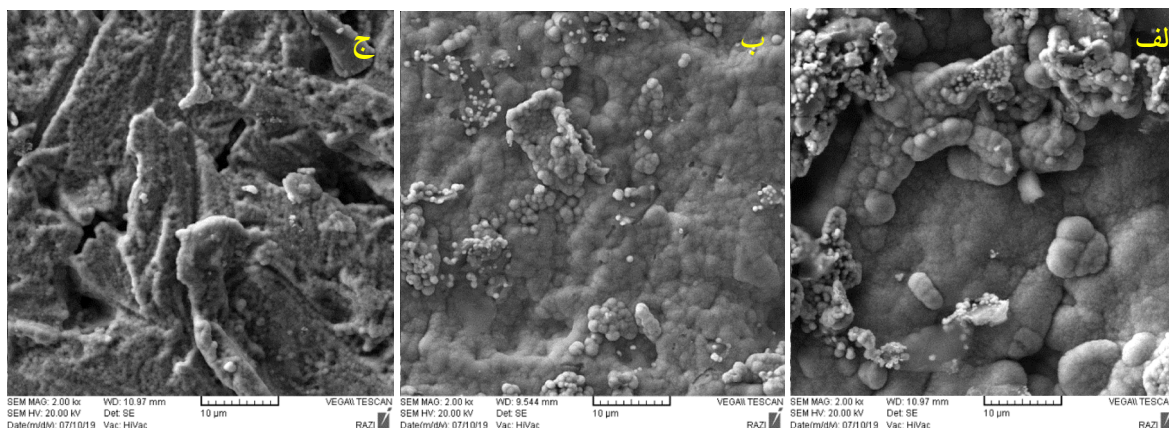
شکل ۵. تصاویر SEM مقاطع پوش‌های نانو کامپوزیتی Ni-P-GO پس از پوشش دهی، (الف) کم فسفر، (ب) فسفر متوسط و (ج) فسفر زیاد



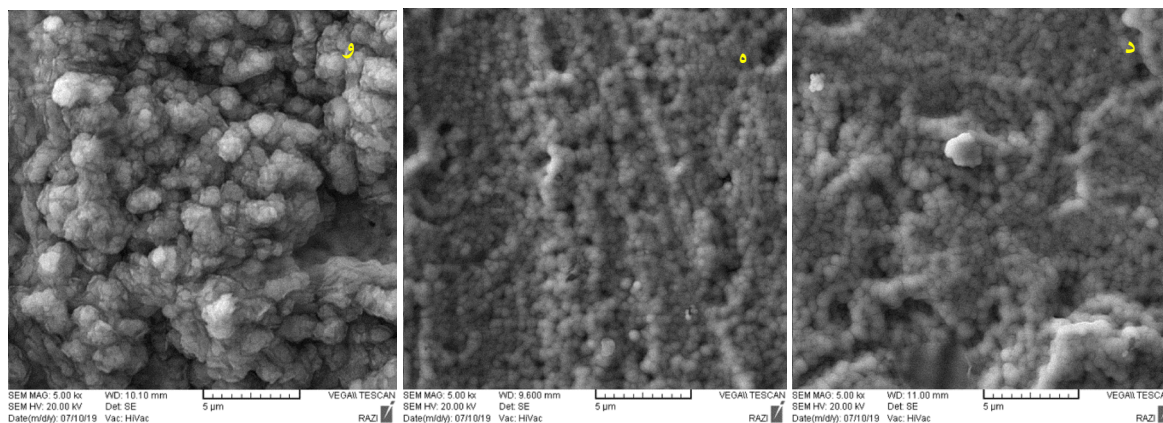
شکل ۶. تصاویر SEM مورفولوژی پوشش Ni-P-GO (الف) نمونه NPG1، (ب) نمونه NPG2 و (ج) نمونه NPG3

در شکل ۷ مورفولوژی نمونه‌های پوشش داده شده پس از عملیات حرارتی نشان داده شده است. اندازه کلونی‌های پوشش در طول عملیات حرارتی دچار تغییر گشته است. پوشش‌های الکترولس به صورت متخلخل بر سطح زیرلایه تشکیل شدند، نقاط تاریک موجود در تصاویر SEM ارائه شده، تخلخل‌ها و نقاط روشن کلونی‌های ساختار گل کلمی هستند. هر کلونی از بی‌شمار کریستالیت نانو ابعاد تشکیل شده است. بدون شک شرایط حمام، فرآیند و ترکیب شیمیایی بر اندازه این کریستالیت‌ها که تشکیل دهنده کلونی‌ها هستند اثرگذار است. در عملیات حرارتی با توجه به بالا بودن دما، شرایط رشد مبتنی بر نفوذ به جهت فعال گشتن مسیرهای مستعد نفوذ فراهم می‌گردد. همین موضوع سبب بزرگ شدن کلونی‌ها در پی رشد کریستالیت‌ها و کاهش کسر حجمی تخلخل‌ها شده‌است. همانطور که انتظار می‌رفت انجام عملیات حرارتی و افزایش دمای آن منجر به افزایش اندازه کلونی‌های پوشش شده است. این اثر در هر سه میزان فسفر، در دمای ۲۵۰ °C کم بوده و در دمای ۵۰۰ °C به بیشینه مقدار خود

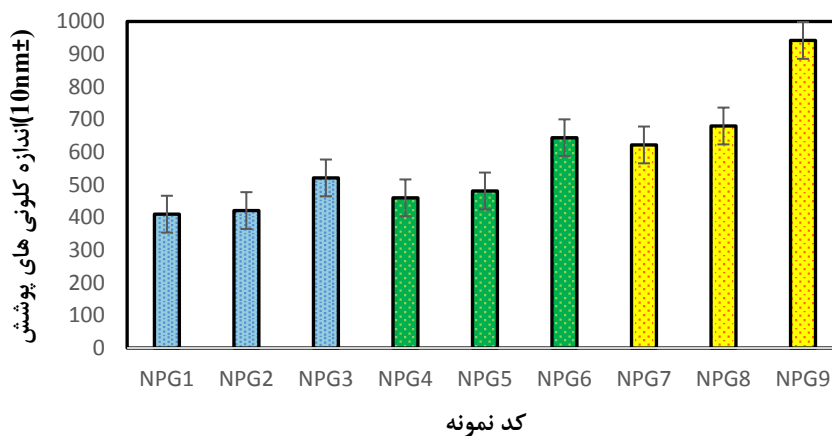
می‌رسد. پیشتر در مراجع ذکر گردیده است که انجام عملیات حرارتی از طریق افزایش اندازه کریستالیت‌ها منجر به افزایش اندازه کلونی‌ها می‌گردد. این افزایش اندازه به جهت افزایش کرنش شبکه کریستالیت‌ها است [۲۴]. اما در دماهای بالا در کنار مکانیزم ذکر شده، مکانیزم دیگری نیز برای افزایش اندازه کریستالیت‌ها و به تبع آن کلونی‌ها پیشنهاد شده است. در دماهای بالا، شرایط برای هسته‌گذاری فازهای ثانویه جدید و تبلور دانه‌های جدید درون دانه‌های قبلی فراهم می‌گردد، که این موضوع افزایش شدید کرنش شبکه و در پی آن افزایش اندازه کلونی‌ها می‌گردد [۲۵]. با انجام عملیات حرارتی، در پی بلورینگی کامل پوشش و هسته‌گذاری فازهای میانی (بین فلزی) ثانویه، سختی پوشش افزایش می‌یابد، اما افزایش بیش از حد دمای عملیات حرارتی (بیش از ۴۸۰ °C) منجر به کاهش سختی و برهم زدن روند افزایشی سختی می‌گردد [۲۵]، که دلیل آن در بالا ذکر گردید. در شکل ۸ تغییر اندازه کلونی‌ها بر حسب نمونه (میزان فسفر و دمای عملیات حرارتی) نشان داده شده است.







شکل ۷. تصاویر SEM مورفولوژی پوشش Ni-P-GO، (الف) نمونه NPG4، (ب) نمونه NPG5، (ج) نمونه NPG6، (د) نمونه NPG7، (ه) نمونه NPG8 و (و) نمونه NPG9



شکل ۸. تغییرات اندازه کلونی‌های پوشش‌ها قبل و بعد از عملیات حرارتی

در نگاه اول افزایش میزان فسفر به سبب افزایش رسوبات بایستی منجر به افزایش سختی شده باشد. اما با افزایش میزان فسفر، در این پژوهش سختی کاهش یافته است. با افزایش میزان فسفر، هسته گذاری ترکیبات  $Ni_2P$  درون کریستالیت‌ها منجر به افزایش کرنش شبکه و در نتیجه افزایش اندازه کریستالیت‌ها شده است، که همین موضوع به جهت ایجاد تنش پسماند فشاری، بلوری شدن پوشش را افزایش داده است. رشد هسته‌های جدید درون دانه‌ها، منجر به افزایش اندازه شده که همین موضوع منجر به کاهش سختی شده است. در همه پوشش‌ها تغییرات سختی روند مشابهی را دنبال می‌کنند که دلالت بر وجود مکانیزم یکسان تغییر سختی در آنها دارد.

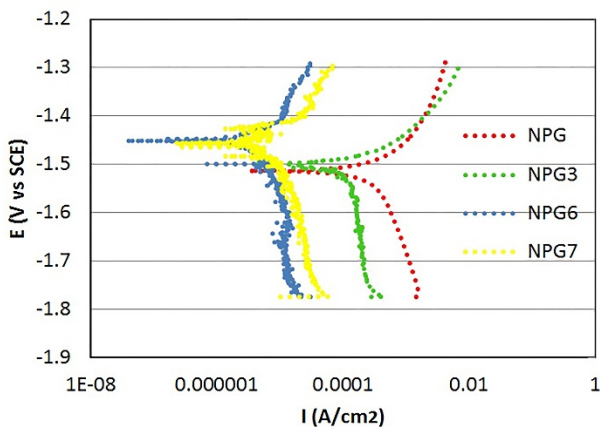
افزایش سختی تا دمای  $400^\circ C$  ناشی از رسوب ترکیب بین فلزی  $Ni_3P$  در پوشش است. رشد رسوبات و خشن شدن

در جدول ۵، تغییرات سختی نمونه‌ها نشان داده شده است. کامپوزیتی نمودن پوشش به سبب ایجاد موانع در برابر حرکت نابجایی‌ها، منجر به افزایش سختی پوشش شده است [۲۶]. با توجه به شکل افزایش میزان فسفر منجر به کاهش سختی شده است.

جدول ۵. تغییرات ریزسختی نمونه‌ها در طول فرآیند

نمونه	سختی (H.v) ± 5	نمونه	سختی (H.v) ± 5
NPG1	۸۱۰	NPG6	۶۷۹
NPG2	۱۰۰۵	NPG7	۶۲۰
NPG3	۹۴۱	NPG8	۵۷۱
NPG4	۹۰۳	NPG9	۹۸۴
NPG5			۸۹۲

حرارتی منجر به تشکیل رسوبات فسفید نیکل می‌شود. در نتیجه این امر، مقدار فسفر در زمینه نیکل باقیمانده کاهش می‌یابد. بنابراین، مقاومت به خوردگی و همچنین توانایی ایجاد پسیواسیون کاهش می‌یابد. رسوبات  $Ni_2P$  و  $Ni_3P$  تشکیل شده، با ایجاد پیل‌های گالوانیکی اکتیو-پسیو، تخریب ناشی از خوردگی را افزایش می‌دهند. همچنین با افزایش دمای عملیات حرارتی، رسوبات تشکیل شده از فسفید نیکل رشد می‌کنند و با این رشد دچار انقباض شده و در اثر این انقباض، ترک‌هایی در ساختار ایجاد می‌گردد که می‌تواند عامل رسیدن الکترولیت به زیرلایه و تشدید شرایط خوردنده شود.



شکل ۹. نمودارهای پلاریزاسیون نمونه بدون پوشش و نمونه‌های پوشش داده شده

جدول ۶. پارامترهای خوردگی حاصل از آزمون پلاریزاسیون

نمونه	چگالی جریان خوردگی $I_{corr} (\mu A/cm^2)$	پتانسیل جریان خوردگی $E_{corr} (V)$
NPG	۱/۳۲۸	-۰/۶۱۱
NPG3	۰/۰۰۴۷	-۰/۲۱۷
NPG6	۰/۹۲۴	-۰/۶۰۶
NPG7	۰/۴۲۴	-۰/۵۳۶

همانطور که ملاحظه شد، پوشش‌های عملیات حرارتی شده در دمای پایین، رفتار خوردگی بهتری را در مقایسه با نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای بالا نشان دادند که

آنها و همچنین کاهش عیوب شبکه، دلیل کاهش سختی در دماهای بالاتر عملیات حرارتی است.

شکل ۹ نمودار پلاریزاسیون نمونه بدون پوشش و نمونه‌های پوشش داده شده را نشان می‌دهد. اعمال پوشش الکتروکاتالیست نانوکامپوزیتی منجر به بهبود مقاومت به خوردگی زیرلایه شده است. رفتار الکتروشیمیایی نمونه‌ها بر گرفته از نمودار، نشان می‌دهد که افزایش میزان فسفر در زمینه پوشش، سبب افزایش مقاومت در برابر خوردگی شده است. از مقایسه نمودار شکل ۹ و کارهای مشابه قبلی می‌توان به وضوح افزایش مقاومت به خوردگی را مشاهده نمود [۲۱ و ۲۷]. دلیل این موضوع تنها به واسطه حضور GO در پوشش است. عموماً افزودن ذرات مبتنی بر کربن به پوشش یا حجم ماده، مقاومت به خوردگی را بهبود می‌بخشد. با توجه به شکل‌ها و نتایج ارائه شده آنها در جدول ۶ می‌توان نتیجه گرفت که همه نمونه‌های پوشش داده شده دارای پتانسیل سطح بالاتری نسبت به نمونه بدون پوشش می‌باشند، که نشان از بهبود حفاظت آندی نمونه پوشش داده شده در محیط نمکی سدیم کلرید ۳/۵٪ دارد. پتانسیل پایدار نمونه‌های پوشش داده شده، نشان از همگنی ساختار پوشش و یکنواختی تشکیل آنها بر زیرلایه دارد. همانطور که پیداست، حضور پوشش به دلیل قطع ارتباط زیرلایه با محیط خوردنده منجر به بهبود رفتار خوردگی زیرلایه می‌گردد. بلافاصله پس از غوطه‌وری پوشش درون محلول خوردنده، نیکل شروع به حل شدن می‌کند که در نتیجه آن دانسیته جریان افزایش می‌یابد. پس از گذشت مدت زمان اندکی، با تشکیل لایه پسیو بر روی سطح، جریان، روند کاهشی خود را آغاز می‌کند تا به یک حد پایدار برسد. الینسنر و همکارانش گزارش نمودند که با قرارگیری پوشش بدون عملیات حرارتی در محیط‌های خوردنده کلریدی، سرعت انحلال نیکل بیشتر از فسفر می‌باشد؛ لذا یک فیلم پسیو دو لایه شامل یک لایه فسفاتی و یک لایه غنی از فسفر بر روی سطح تشکیل می‌گردد. در پوشش آنیل شده، لایه پسیو ایجاد شده به جای فسفات نیکل، اکسید نیکل است. حضور لایه‌های پسیو فسفاتی بر روی پوشش خام و لایه‌های پسیو اکسیدی روی پوشش‌های عملیات حرارتی شده، عامل ایجاد مقاومت به خوردگی خوب در شرایط پتانسیل مدار باز OCP برای این پوشش‌ها است [۲۸ و ۲۹]. از طرف دیگر، انجام عملیات

## ۵- سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله بر خود لازم می‌دانند تا از حمایت‌های مرکز تحقیقات مهندسی مواد در دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرج قدردانی نمایند. مضاف بر این لازم است تا از راهنمایی‌ها و زحمات بی دریغ آقایان مهندس محسن سمیعی و یزدان شجری که در تأمین مواد اولیه، تجهیزات صنعتی و نگارش این مقاله ما را یاری کردند، قدردانی نماییم.

## مراجع

- Jothi, S., Jianshe, L., Wei, S., "Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings—A critical review", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 517, (2013), 183-204. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.107>
- Prasanta, S., Suman, K. D., "Tribology of electroless nickel coatings—A review", *Materials & Design*, Vol. 32, (2011), 1760-1775. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.11.013>
- Farzaneh, A., Mohammadi, M., Ehteshamzadeha, M., Mohammadi, F., "Electrochemical and structural properties of electroless Ni-P-SiC nanocomposite coatings", *Applied Surface Science*, Vol. 276, (2013), 697-704. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.03.156>
- Liuhui, Y., Weigang, H., Xu, Z., "Preparation and characterization of Ni-P-nanoTiN electroless composite coatings", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, (2011), 4154-4159. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.01.025>
- Preeti, M., Agarwala, R. C., Vijaya, A., "Chemical synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles and their inclusion in Ni-P electroless coatings", *Ceramics International*, Vol. 39, (2013), 9003-9008. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.04.101>
- Zhen, L., Jingbo, W., Jinjun, L., Junhu, M., "Tribological characteristics of electroless Ni-P-MoS<sub>2</sub> composite coatings at elevated temperatures", *Applied Surface Science*, Vol. 264, (2013), 516-521. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.10.055>
- Ranganatha, S., Venkatesha, T. V., Vathsala, K., "Electroless Ni-W-P coating and its nano-WS<sub>2</sub> composite: Preparation and properties", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Vol. 51, (2012), 7932-7940. <https://doi.org/10.1021/ie300104w>
- Liew, K. W., Chia, S. Y., Kok, C. K., Low, K. O., "Evaluation on tribological design coatings of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni-P-PTFE and MoS<sub>2</sub> on aluminium alloy 7075 under oil lubrication", *Materials & Design*, Vol. 48, (2013), 77-84. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.08.010>
- Karthikeyan, S., Ramamoorthy, B., "Effect of reducing agent and nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles on the properties of electroless Ni-P coating", *Applied Surface Science*, Vol. 307, (2014), 654-660. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.04.092>
- Hui-Long, W., Ling-Yun, L., Yong, Dou., Wen-Zhu, Z., Wen-Feng, J., "Preparation and corrosion resistance of electroless Ni-P/SiC functionally gradient coatings on AZ91D magnesium alloy", *Applied Surface Science*, Vol. 286, (2013), 319-327. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.09.079>
- Jafari, M., Enayati, M. H., Salehi, M., Nahvi, S. M., Park, C. G., "Improvement in tribological properties of HVOF sprayed WC-Co coatings using electroless Ni-P coated feedstock powders", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 235, (2013), 310-317. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.07.059>
- Alishahi, M., Monirvaghefi, S. M., Saatchi, A., Hosseini, S. M., "The effect of carbon nanotubes on the corrosion and tribological behavior of electroless Ni-P-CNT composite coating", *Applied Surface Science*, Vol. 258, (2012), 2439-2446. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.10.067>
- Frank, C. W., de León, C. P., "Versatile electrochemical coatings and surface layers from aqueous methanesulfonic acid", *Surface*

دلیل آن را می‌توان به حضور تنش‌های باقیمانده کمتر و همچنین تشکیل لایه نفوذی یکپارچه در محل فصل مشترک زیرلایه با پوشش مرتبط دانست [۲۵ و ۳۰]. به نظر می‌رسد اعمال پوشش با فسفر بالا و دمای کم عملیات حرارتی برای کاربردهایی که زیرلایه منیزیمی مورد استفاده است و سختی سطحی متوسط با مقاومت به خوردگی بالا مد نظر است، مناسب باشد.

## ۴- نتیجه‌گیری

- پوشش الکترولس نانو کامپوزیتی Ni-P-GO با موفقیت بر روی سطح آلیاژ AZ31D تشکیل گردید.
- پوشش حاصله پس از آبکاری با ساختار نیمه آمورف بر سطح زیرلایه با کریستالیت‌های نیکل و رسوبات میانی فسفید نیکل بودند.
- کلونی‌های تشکیل دهنده مورفولوژی گل کلمی در اثر عملیات حرارتی بزرگ شدند که این رشد وابسته به رشد کریستالیت‌هاست. بزرگترین اندازه کلونی‌ها در نمونه عملیات حرارتی شده با میزان فسفر زیاد در حدود ۹۰۰ نانومتر مشاهده شد. با افزایش میزان فسفر در دمای ثابت عملیات حرارتی، اندازه کلونی‌ها افزایش یافت.
- در طول پوشش‌دهی، یک فاز میانی بین زیرلایه و پوشش تشکیل گردید که با افزایش دمای عملیات حرارتی، از بین رفت. در ابتدا فاز Ni<sub>2</sub>P تشکیل گردید که با افزایش میزان فسفر و دمای عملیات حرارتی به Ni<sub>3</sub>P تبدیل گردید.
- با افزایش دمای عملیات حرارتی و میزان فسفر پوشش، فازهای نیمه پایدار Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> و Ni<sub>8</sub>P<sub>3</sub> تشکیل شدند.
- پوشش‌دهی منجر به افزایش مقاومت به خوردگی از زیرلایه شد، به طوری که افزایش میزان فسفر پوشش منجر به افزایش مقاومت به خوردگی گردید. هر چند با انجام عملیات حرارتی مقاومت به خوردگی کمتر شد، اما کماکان از مقاومت به خوردگی زیرلایه بهتر بود.
- با افزایش دمای عملیات حرارتی، مقاومت به خوردگی کاهش یافت. این کاهش به واسطه تردد راحت‌تر محلول خورنده از میان تخلخل‌های کلونی‌های رشد کرده و ایجاد پیل‌های غلظتی میان زمینه و رسوبات حاصل شد.

- coatings on steel", *Applied Surface Science*, Vol. 423, (2017), 160-169. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.06.168>
23. Karthikeyan, S., Vijayaraghavan, L., "Investigation of the surface properties of heat treated electroless Ni-P coating", *Transactions of the IMF*, Vol. 94, (2016), 265-273. <https://doi.org/10.1080/00202967.2016.1208861>
  24. Martyak, N. M., Drake, K., "Peak profile analysis of electroless nickel coatings", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 321, (2000), 30-40. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(00\)01099-9](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(00)01099-9)
  25. Tabatabaei, F., Raeissi, K., Saatchi, A., "Effect of heat treatment on tribocorrosion behavior of amorphous and nanostructure Ni-P electroless coatings", *Science and Surface Engineering*, Vol. 20, (2013), 55-65. <https://doi.org/10.1179/1743294413Y.0000000175>
  26. Huihui, W., Fan, L., Wenbo, G., Fengying, Y., Lifeng, H., Jibo, J., Sheng, H., "Preparation of Ni-P-GO composite coatings and its mechanical properties", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 272, (2015), 25-32. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.04.028>
  27. Shajari, Y., Alizadeh, A., Seyedraoufi, Z. S., Razavi, S. H., Shamakhi, H., "The effect of heat treatment on wear characteristics of nanostructure Ni-B coating on marine bronze", *Materials Research Express*, Vol. 6, (2019), 105040. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab395d>
  28. Ashassi-Sorkhabi, H., Rafizadeh, S., "Effect of coating time and heat treatment on structures and corrosion characteristics of electroless Ni-P alloy deposits", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 176 (2004), 318-326. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00746-1](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00746-1)
  29. Elsener, B., Crobu, M., Scorciapino, M. A., Rossi, A., "Electroless deposited Ni-P alloys: corrosion resistance mechanism", *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 38, (2008), 1053-1060. <https://doi.org/10.1007/s10800-008-9573-8>
  30. Fundo, A. M., Abrantes, L. M., "The electrocatalytic behaviour of electroless Ni-P alloys", *Journal of Electroanalytical Chemistry*, Vol. 600, (2007), 63-79. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2006.03.023>
  14. Songfeng, P., Hui-Ming, C., "The reduction of graphene oxide", *Carbon*, Vol. 50, (2012), 3210-3228. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.11.010>
  15. Daniel, R. D. Sungjin, P., Christopher W. B., Rodney S. R., "The chemistry of graphene oxide", *Chemical Society Reviews*, Vol. 39, (2010), 228-240. <https://doi.org/10.1039/b917103g>
  16. Hanachi, M., Seyedraoufi, Z. S., Samiee, M., Shajari, Y., "Effect of phosphorus content and heat treatment temperature on microstructure and corrosion resistance of Ni-(X)P-GO nanocomposite coating on AZ31D alloy", *Journal of Bio and Tribo Corrosion*, Vol. 7, (2021). <https://doi.org/10.1007/s40735-020-00468-2>
  17. Da, K., Liye, X., Lei, L., Wenbin, H., Yating, W., "Graphene-nickel composites", *Applied Surface Science*, Vol. 273, (2013), 484-490. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.02.066>
  18. Buchtik, M., Krystynova, M., Másilko, J., Wasserbauer, J., "The effect of heat treatment on properties of Ni-P coatings deposited on AZ91 magnesium alloy", *Coating*, Vol. 9, (2019), 461-469. <https://doi.org/10.3390/coatings9070461>
  19. Fayyad, E. M., Abdullah, A. M., Hassan, M. K., Mohamed, A. M., Jarjoura, G., and Farhat, Z., "Recent advances in electroless-plated Ni-P and its composites for erosion and corrosion applications: A review", *Emergent Materials*, Vol. 1, (2018), 3-24. <https://doi.org/10.1007/s42247-018-0010-4>
  20. Jiang, J., Chen, H., Zhu, L., Qian, W., Han, S., Lin, H., Wu, H., "Effect of heat treatment on structures and mechanical properties of electroless Ni-P-GO composite coatings", *RCS Advances, The Royal Society of Chemistry*, Vol. 6, (2016), 109001-109008. <https://doi.org/10.1039/C6RA22330C>
  21. Yan, M., Ying, H. G., Ma, T. Y., "Improved microhardness and wear resistance of the asdeposited electroless Ni-P coating", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 202, (2008), 5909-5913. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.06.180>
  22. Czagány, M., Peter, B., Gyorgy, K., "The influence of the phosphorous content and heat treatment on the nano-micro-structure, thickness and micro-hardness of electroless Ni-P