

## بررسی اثر تابش گاما بر ریز ساختار و رفتار الکتروشیمیایی پوشش الکتروولس Ni-P ایجاد

### شده بر روی فولاد زنگ نزن ۳۰۴

افشین بابانژاد\*، میریعقوب هاشمی، مهرداد تیمورزاده

سازمان انرژی اتمی، پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای، پژوهشکده مواد

#### چکیده

در تحقیق حاضر اثر تابش گاما بر ریزساختار، ساختار و رفتار الکتروشیمیایی پوشش الکتروولس نیکل - فسفر مورد بررسی قرار گرفت. مورفولوژی سطح پوشش قبل از تابش شامل دانه های نیمه کروی در زمینه ای مسطح بوده که بعد از تابش به ریزساختاری کاملاً ترکدار و غیر مسطح تغییر می یابد. ساختار آمورف پوشش قبل از تابش به یک ساختار کریستالی بعد از تابش تبدیل می شود. نمودارهای پلاریزاسیون افزایش اندک مقاومت خوردگی پوشش الکتروولس نیکل - فسفر بعد از تابش را نشان می دهد. تابش گاما در محیط  $H_2O_2$  باعث اکسیداسیون ترجیحی پوشش نیکل - فسفر در جهت تشکیل فاز اکسیدی  $P_2O_5$  شده که آن نیز همراه با احتمال اتصال گالوانیک به فولاد زیر پایه باعث افزایش مقاومت خوردگی می شود.

کلمات کلیدی: الکتروولس نیکل - فسفر، تابش، اکسیداسیون، خوردگی

#### مقدمه

پوشش الکتروولس نیکل - فسفر بخاطر خواص عالی پوشش از قبیل مقاومت خوردگی بالا، رفتار سایش خوب، یکنواختی بالای پوشش و میزان سختی بالای آن از اهمیت فراوانی برخوردار گردیده است [۱]. پوشش های الکتروولس Ni-P در محیط های مختلف شناخته می شوند. این پوششها تحت عنوان پوششهای مهندسی و مقاوم به خوردگی کاربردهای فراوانی در صنایع مختلف از جمله صنایع هسته ای، هوافضا، خودرو، صنایع نفت و غیره دارند [۲]. در رآکتورهای آب تحت فشار، رادیولیز آب مدار اول توسط تابش گاما اغلب باعث ایجاد مسائل خوردگی در قسمتهای مختلف رآکتور می شود. تابش گاما در محلول های آبی باعث تولید رادیکالهای ناپایدار، یونها و مواد مولکولی پایدار می شود. علاوه بر رادیکالهای ناپایدار، پیروکسید هیدروژن از جمله مواد مولکولی پایدار است که تحت تابش گاما در محلول های آبی تولید می شود [۳]. مطالعات مختلفی

در زمینه تأثیر پیروکسید هیدروژن ناشی از تابش گاما بر روی فولادهای زنگ نزن مورد استفاده در رآکتورهای آب تحت فشار انجام شده است [۵و۴]. با توجه به بررسی‌های صورت گرفته مطالعه خاصی در خصوص بررسی تأثیر تابش گاما بر خواص پوشش الکترولس Ni-P صورت نگرفته است. در تحقیق حاضر پوشش الکترولس نیکل-فسفر بر روی فولاد زنگ نزن ۳۰۴ ایجاد شده و اثرات تابش گاما بر ریزساختار، ساختار و رفتار الکتروشیمیایی پوشش مورد بررسی قرار گرفته است.

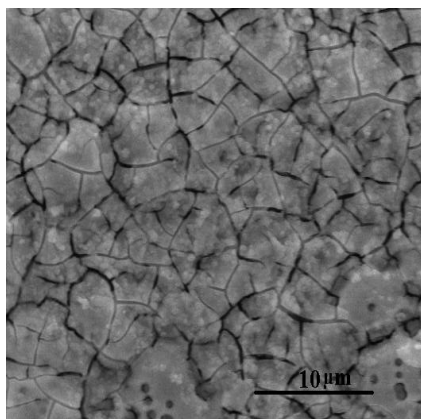
## روش آزمایش

نمونه‌های آزمایشگاهی به ابعاد  $3 \times 15 \times 20$  mm از فولاد زنگ نزن AISI ۳۰۴ بریده شدند. نمونه‌های تهیه شده ابتدا توسط سنباده‌های مختلف تا گرید ۱۵۰۰ سنباده زنی شدند. سپس نمونه‌ها در محلول قلیایی در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۰ دقیقه چربی‌گیری شده و توسط آب مقطر شستشو شدند. در مرحله بعدی نمونه‌ها در محیط HCl با غلظت ۳۷ درصد به مدت ۲ دقیقه اسیدشویی شده و توسط آب مقطر دوباره شستشو داده شدند. قبل از فرآیند پوشش الکترولس Ni-P، نمونه‌ها با غوطه‌وری در محیط HCl با غلظت ۱۰ درصد به مدت ۲ الی ۳ دقیقه فعال شده و سپس داخل حمام الکترولس Ni-P قرار گرفتند. ترکیب حمام الکترولس Ni-P شامل سولفات نیکل ۲۱/۲ گرم بر لیتر، هیپوفسفیت سدیم (۲۴ گرم بر لیتر)، اسید لاکتیک ۲۳ (میلی‌لیتر بر لیتر) و اسید پروپیونیک (۱/۸ میلی‌لیتر بر لیتر) می‌باشد. دمای حمام در  $90 \pm 5^\circ\text{C}$  درجه سانتیگراد تنظیم شده و PH حمام الکترولس ۴/۲ در نظر گرفته شد. بعد از آماده شدن حمام، نمونه‌ها به مدت یک ساعت در حمام الکترولس قرار گرفته و تحت عملیات پوشش‌دهی قرار گرفتند. بعد از فرآیند پوشش‌دهی، نمونه‌ها از حمام الکترولس خارج و در محیط  $\text{H}_2\text{O}_2$  با غلظت ۳۰ درصد تحت چشمه گامای کوبالت ۶۰ ( $^{60}\text{Co}$ ) با میزان دز ۰/۴۸ گری بر ثانیه در دمای محیط به مدت صد ساعت تحت تابش قرار گرفتند. بعد از فرآیند تابش نمونه‌های پوشش الکترولس Ni-P قبل و بعد از فرآیند تابش تحت آنالیز و بررسی قرار گرفتند. تصاویر مورفولوژی سطح توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مدل Philips XL۳۰ از سطح پوشش تهیه شد و توسط آنالیزگر EDX ترکیب شیمیایی پوشش حاصل شد. ساختار پوشش الکترولس نیکل-فسفر پوشش قبل و بعد از فرآیند تابش توسط دستگاه پراش پرتو X مدل Philips-PW ۱۸۰۰ مورد آنالیز قرار گرفت و الگوهای پراش حاصل شدند. رفتار الکتروشیمیایی پوشش نیز در محیط آب دیونیزه

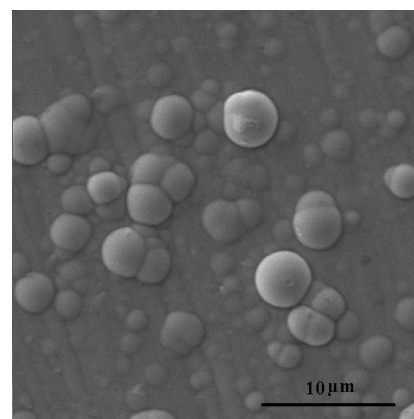
دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد توسط دستگاه اتولب مدل PGSTAT ۳۰۲N در دمای ۳۷۳°K در محیط آب دیونیزه مورد بررسی قرار گرفت و نمودارهای پلاریزاسیون و نتایج خوردگی حاصل شد.

## نتایج و بحث

شکل ۱ (الف و ب) تصویر مورفولوژی سطح پوشش الکترولس Ni-P را قبل و بعد از فرآیند تابش نشان می‌دهد.



(ب)



(الف)

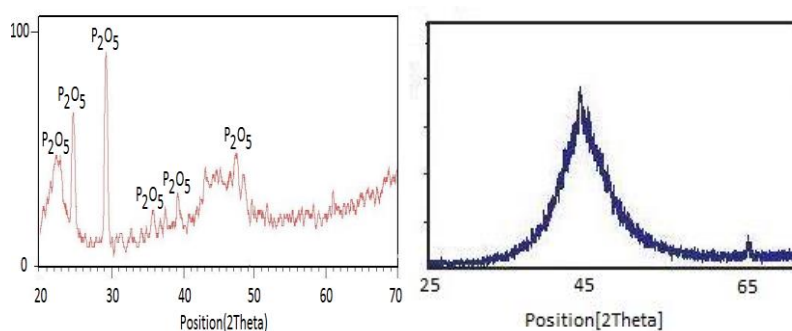
شکل ۱) تصویر مورفولوژی سطح پوشش الکترولس Ni-P قبل (الف) و بعد از فرآیند تابش (ب)

پوشش الکترولس Ni-P قبل از تابش شامل دانه‌های نیمه‌کروی در یک زمینه مسطح می‌باشد که این ریزساختار مشخصه ساختار آمورف پوشش‌های الکترولس Ni-P می‌باشد [۶]. پوشش حاصل از صافی و یکنواختی بالایی برخوردار بوده و هیچگونه ترک، آخال و یا حفره‌ای در آن مشاهده نمی‌شود. شکل ۱ (ب) تصویر مورفولوژی سطح از پوشش الکترولس Ni-P را بعد از فرآیند تابش گاما نشان می‌دهد. همانطوریکه مشخص است، سطح پوشش الکترولس Ni-P بعد از فرآیند تابش گاما کاملاً ترک‌دار شده است. ترکهای سطح پوشش کاملاً پیوسته بوده و تمامی سطح را فراگرفته است. دانه‌های نیمه‌کروی نیز در سطح پوشش مشاهده نمی‌شود. ترکیب شیمیایی پوشش الکترولس نیکل - فسفر بدست آمده از آنالیزگر EDX قبل و بعد از فرآیند تابش در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی پوشش الکترولس نیکل - فسفر قبل و بعد از تابش

عنصر	(wt %) قبل از تابش	بعد از تابش (wt %)
نیکل	۸۶/۴	۴۸/۶
فسفر	۱۳/۶	۱۲/۸
اکسیژن	-	۳۸/۶

پوشش الکترولس Ni-P قبل از تابش شامل ۱۳/۶ درصد وزنی فسفر و ۸۶/۴ درصد وزنی نیکل می‌باشد که نشانگر آمورف بودن ساختار پوشش می‌باشد. بعد از فرآیند تابش میزان قابل ملاحظه‌ای اکسیژن در سطح پوشش مشاهده می‌شود و همچنین میزان Ni از ۸۶/۴ درصد وزنی به ۴۸/۶ درصد و میزان فسفر از ۱۳/۶ به ۱۲/۸ درصد وزنی کاهش پیدا کرده است. به منظور تشخیص بهتر تاثیر تابش بر ساختار پوشش، آزمایشات پراش پرتو X بر روی نمونه‌ها انجام شد. شکل ۲ (الف و ب) الگوی پراش پرتو ایکس از پوشش الکترولس Ni-P را قبل و بعد از تابش نشان می‌دهد. الگوی پراش پرتو ایکس در شکل (الف) ساختار کاملاً آمورف پوشش الکترولس Ni-P را قبل از تابش نشان می‌دهد. بعد از تابش در شکل (ب) همانطور که مشاهده می‌شود ساختار پوشش از حالت آمورف خارج شده و به ساختار کریستالی تبدیل شده است.

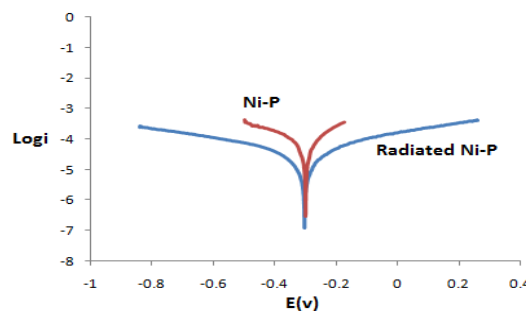


(ب)

(الف)

شکل ۲: الگوی پراش پرتو ایکس از پوشش الکترولس Ni-P الف: قبل و ب: بعد از تابش

فاز  $P_2O_5$  فاز غالب تشکیل دهنده در سطح پوشش بعد از تابش بود. در واقع تابش گاما در محیط  $H_2O_2$  باعث اکسیداسیون پوشش نیکل - فسفر شده است. البته چنین به نظر می رسد که اکسیداسیون به صورت ترجیحی پیش رفته و تنها فاز  $P_2O_5$  به صورت فاز اکسیدی مرجح و غالب در ساختار پوشش تشکیل شده است. برای بررسی رفتار الکتروشیمیایی، تست های پلاریزاسیون توسط دستگاه اتولب بر روی نمونه ها در محیط آب دیونیزه در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد انجام شد. از الکتروده  $Ag/AgCl$  به عنوان الکتروده مرجع و از الکتروده پلاتین به عنوان الکتروده کمکی استفاده شد. پتانسیل مدار باز نمونه ها تقریباً بعد از ۲۰ دقیقه غوطه وری نمونه ها در آب دیونیزه حاصل شد. نمودارهای پلاریزاسیون و نتایج خوردگی بعد از ۲۴ ساعت غوطه وری نمونه ها در محیط خورنده حاصل شد. شکل ۳ نمودارهای پلاریزاسیون پوشش الکتروکاتولیس نیکل - فسفر راقبل و بعد از تابش در محیط آب دیونیزه نشان می دهد.



شکل ۳: نمودارهای پلاریزاسیون پوشش الکتروکاتولیس نیکل - فسفر قبل و بعد از تابش در محیط آب دیونیزه

همانطور که مشاهده می شود پتانسیل تعادلی پوشش نیکل - فسفر قبل و بعد از تابش تغییر چندانی نکرده و نزدیک به هم هستند. پتانسیل خوردگی پوشش بعد از تابش تنها به میزان ۰/۰۰۴ منفی تر از پتانسیل خوردگی پوشش قبل از تابش می باشد. جریان خوردگی پوشش نیکل - فسفر بعد از تابش از  $9/1 \times 10^{-6} (A.Cm^{-2})$  به  $3/1 \times 10^{-6} (A.Cm^{-2})$  کاهش پیدا کرده است. نتایج سرعت خوردگی نیز نشان می دهد که سرعت خوردگی پوشش بعد از تابش کمتر شده و از  $9/7 \times 10^{-2} mm/year$  به  $3/6 \times 10^{-2} mm/year$  کاهش پیدا کرده است. در واقع تابش گاما باعث افزایش اندک در مقاومت خوردگی پوشش شده است. آن می تواند ناشی از تشکیل لایه محافظ اکسید فسفر بر روی سطح پوشش بعد از فرآیند تابش باشد. البته احتمال اتصال گالوانیک با فولاد زیر پایه بدلیل حضور ترک های پوشش بعد از تابش نیز می تواند دلیل دیگری برای این افزایش مقاومت خوردگی به حساب آید.

نتیجه گیری

تابش گاما باعث تغییر ریز ساختار پوشش الکترولس نیکل - فسفر از حالت دانه های نیمه کروی در زمینه مسطح به ریز ساختاری غیر مسطح و ترکدار می شود. این تغییر ناشی از اکسیداسیون ترجیحی پوشش نیکل - فسفر در اثر تابش گاما در محیط  $H_2O_2$  می باشد به طوریکه  $P_2O_5$  به عنوان فاز غالب اکسیدی و مرجح در سطح پوشش بعد از فرایند تابش تشکیل شده است. همچنین تابش گاما باعث کاهش اندک جریان و سرعت خوردگی پوشش در محیط آب دیونیزه می شود که آن می تواند ناشی از حضور لایه محافظ اکسید فسفر در سطح پوشش و همچنین احتمال اتصال گالوانیک پوشش با فلز زیر پایه بعد از تابش باشد.

### مراجع

- [۱] J.N. Balaraju, V. Ezhil Selvi, V.K. William Grips, K.S. Rajam, *Electrochimica Acta* ۵۲ (۲۰۰۶) ۱۰۶۴-۱۰۷۴.
- [۲] K. Hari Krishnan, S. John, K.N. Srinivasan, J. Praveen, M. Ganesan, and P.M. Avimani, *Metlurgical and Materials Transactions A*, Volume ۳۷A, June ۲۰۰۶, P. ۱۹۱۷.
- [۳] B. Pastina, J. Isabey, B. Hickel, *Journal of Nuclear Materials* ۲۶۴ (۱۹۹۹) ۳۰۹±۳۱۸.
- [۴] Xin Lou, Ruitang, Chongsheng Long, Zhimiao, Qian Peng and Cong, *Nuclear Engineering and Technology*, ۲۰۰۷, Vol. ۴۰, No.۲.
- [۵] Genn Saji, *Nuclear Engineering and Design* ۲۴۰ (۲۰۱۰) ۱۳۴۰-۱۳۵۴.
- [۶] Jeong-Won Yoon , Jong-Hyun Park , Chang-Chae Shur , Seung-Boo Jung , *Microelectronic Engineering* ۸۴ (۲۰۰۷) ۲۵۵۲-۲۵۵۷.