Archive of SID

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

بهمن‌ماه ۱۳۹۴

انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران

نقش حلال آلی در میزان جذب نانوذرات آلومینا در فرایند آبکاری پالسی پوشش های کامپوزیتی پایه نیکل

صادق میرزامحمدی[۱]، حمید خرسند[۲]، محمود علی اف خضرایی[۳]

[۱]. دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی دانشکده مهندسی وعلم مواد (دانشجوی دکتری مهندسی مواد)

[۲]. دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی (دانشیار دانشکده مهندسی و علم مواد)

[۳]. دانشکده فنی و مهندسی دانشگاه تربیت مدرس (استادیار بخش مهندسی مواد)

چکیده

افزایش مقدار نانوذرات و توزیع یکنواخت تر آن ها در زمینه فلزی، به صورت بنیادی سبب اصلاح خواص مکانیکی، مقاومت به سایش و مقاومت به اکسیداسیون پوشش های آبکاری شده می شود. در این پژوهش از یک روش نوین جهت افزایش درصد وزنی نانوذرات آلومینا در پوشش های کامپوزیتی پایه نیکل آبکاری شده با جریان پالسی استفاده شده است. کربامید به عنوان یک حلال آلی به صورت جزئی به محلول واتس اضافه شده و پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا در حضور همزن اولتراسونیک و مگنتیک ایجاد می شوند. بعد از فرایند پوشش دادن، تاثیر حضور کربامید در محلول آبکاری با مقایسه سطح مقطع پوشش های بدست آمده، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) مجهز به طیف‌سنج پراش انرژی پرتو ایکس (EDS)، مورد بررسی قرار گرفته است. بر اساس نتایج این تحقیق، پوشش های نانوکامپوزیتی ایجاد شده با محلول واتس بدون کربامید فقط دارای ۱/۹ درصد وزنی نانوآلومینا می باشند. درحالیکه در شرایط یکسان فرایند آبکاری، آنالیزهای میکروساختاری افزایش مقدار ذرات تقویت کننده نانوآلومینا تا ۴/۴ درصد وزنی را در اثر افزودن حلال آلی کربامید گزارش می نماید.

واژه‌های کلیدی: نانوکامپوزیت نیکل آلومینا ؛ کربامید ؛ آبکاری الکتریکی پالسی.

[1]. S.mirzamohamadi@Yahoo.com

www.SID.ir

Archive of SID

مقدمه

آبکاری الکتریکی کامپوزیتی یک روش منتخب برای ایجاد پوشش های کامپوزیتی نوین است که به وسیله آن می توان ذرات تقویت کننده فلزی، غیر فلزی یا پلیمری با اندازه نانو یا میکرو را در یک زمینه فلزی یا آلیاژی رسوب داد [۱]. روش آبکاری الکتریکی به علت سادگی و ارزانی، دمای پایین فرآیند، سادگی دست یابی به ساختار نانو و همچنین تولید پوشش هایی با دانسیته بالا و عاری از تخلخل یکی از روش های مناسب برای اعمال این پوشش ها بوده و درچند دهه گذشته مورد توجه خاص محققان بوده است [۲ و ۳]. برحسب نوع استفاده می توان ذرات مختلف و ترکیبی از آن ها را در زمینه های فلزی نیکل، کبالت و کروم بکار گرفت. همانطور که ذکر شد یکی از متداول ترین زمینه های فلزی، زمینه نیکلی است. محلول آبکاری نیکل که در سال ۱۹۱۶ توسط واتس توضیح داده شد مرحلهٔ مهمی در توسعهٔ تکنولوژی آبکاری نیکل بود و در آن زمان جایگزین همه محلول های دیگر شد. این محلول اساس بیشتر فرآیندهای آبکاری تزئینی نیکل بوده و برای کاربردهای مهندسی و شکل دهی الکتریکی نیز به کار می رود. به کارگیری این محلول در دمای بالا بوده و قادر است در دانسیته جریان بالا نیز کار کند. ترکیب حمام مدرن واتس در جدول ۱ آمده است [۴].

پوشش های پایه نیکل از جمله پوشش هایی هستند که به علت دارا بودن خواص مطلوب همانند مقاومت به سایش و خوردگی، خواص مغناطیسی و ... مورد توجه قرار گرفته اند[۵]. با پیشرفت کنونی صنعت، پوشش های نیکل خالص نمی توانند نیاز های موجود را بر آورده کنند. به این سبب تلاش های بسیاری صورت گرفته که با روش های مختلف خواص پوشش های نیکل اصلاح شود[۶]. از جمله این روش ها، ایجاد یک فاز ثانویه به صورت ذرات غیر فلزی پراکنده در زمینه است که به آن ها پوشش های کامپوزیتی زمینه نیکلی اطلاق می شود. این پوشش ها غالبا با استفاده از ذرات سرامیکی میکرومتری ایجاد می شوند. در سال های اخیر رویکرد تحقیقات جهانی به سمت اعمال این پوشش ها با استفاده از ذرات نانومتری معطوف گردیده است [۷].

در پوشش های نانو کامپوزیتی پایه نیکلی اندازه ذرات تقویت کننده از چند میکرو متر به زیر ۱۰۰ نانومتر کاهش پیدا می کند و این امر باعث می شود که سختی و استحکام، مقاومت به سایش و مقاومت به خوردگی پوشش به مقدار قابل توجهی افزایش یابد. دست یابی به این خصوصیات مطلوب باعث کاربرد وسیع پوشش های نانوکامپوزیتی پایه نیکلی بخصوص نیکل آلومینا در صنایع مختلف مثل ساخت ابزارهای برش و سایش، صنایع نظامی و... شده است. میزان بهبود خواص این نوع کامپوزیت ها بستگی اندازه، درصد وزنی ذرات آلومینا و نحوه توزیع آن ها در زمینه نیکلی دارد [۸]. متداول ترین حلال که برای کاربردهای آبکاری الکتریکی استفاده می شود آب است. اما آب می تواند به صورت جزئی یا به صورت کامل با حلال های آلی جایگزین شود [۹].

معمولا محلول های غیرآبی تابحال برای جلوگیری از تردی هیدروژنی و همچنین اصلاح ترشوندگی الکترود و گاها به عنوان پنجره ای برای دستیابی به تعبیه درصد های بالاتری از نانوذرات آلومینا در زمینه نیکلی مورد استفاده قرار گرفته اند. به طور نسبی تحقیقات بسیار کمی بر روی آبکاری کامپوزیت های پایه فلزی از محلول های غیر آبی انجام گرفته است [۱۰].

www.SID.ir

Archive of SID

هدف تحقیق حاضر ایجاد پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا با استفاده از محلول آبکاری حاوی کربامید است. مقدار رسوب نانوذرات آلومینا بوسیله روش میکروسکوپی سطح مقطع های پوشش بدست آمده بعد از اضافه شدن حلال آلی کربامید محاسبه شده و با حالت ایجاد پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا بدون اضافه شدن کربامید مقایسه می شود.

مواد و روش تحقیق

ورق فولاد CK45 به صورت نمونه هایی در ابعاد ۲۰×۲۵×۸۰ میلیمتر بریده می‌شود. شماتیک سل الکتروشیمیایی استفاده شده در فرایند در شکل ۱ نشان داده شده است.

سطح نمونه ها با سنباده تا شماره ۱۰۰۰ ساییده شده و سپس در محلول ۲۰ درصد وزنی هیدروکسید سدیم و هیدروکسید پتاسیم چربی زدایی می شوند. قبل از مرحله آبکاری نمونه ها در محلول ۱۰ درصد وزنی اسیدسولفوریک اسید شویی می شوند. شستشو با آب مقطر و الکل و خشک کردن نیز بعد از هرکدام از مراحل مذکور انجام می شود. پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا بر روی نمونه های فولاد با استفاده از محلول واتس رسوب داده می شوند. ترکیب حمام الکترولیتی و پارامترهای عملیاتی ثابت مورد استفاده در فرایند در جدول ۲ نشان داده شده است. محلول قبل و حین آزمایش با همزن اولتراسونیک در حال هم زدن بود. علاوه بر این هم زدن مگنتیک نیز در طول فرایند در آبکاری استفاده شد. مشخصات همزدن مگنتیک و اولتراسونیک در جدول ۳ نشان داده شده است. در حالت اول پوشش دهی بدون اضافه شدن کربامید انجام شد. سپس حلال آلی کربامید به مقدار ۲۰ درصد حجمی در محلول واتس اعمال شده و پوشش دهی انجام گرفت. هرکدام از آزمایش ها سه مرتبه تکرار شد. سپس مورفولوژی پوشش ها مورد بررسی قرار گرفت و آنالیز کمی آن ها انجام شد. جهت این کار پوشش ها سطح مقطع زده شده و پس از آماده‌سازی سطح با استفاده از یک میکروسکوپ الکترونی MIRA 3 مجهز به EDX میکروسکوپی شدند.

نتایج و بحث

نانوذرات اختصاص داده شده به تحقیق حاضر تحت آزمایش میکروسکوپ الکترونی عبوری قرار گرفتند. در شکل ۲ ، اندازه ذرات و شکل پودر آلومینای اولیه دریافت شده نشان داده شده است. نانوذرات دارای شکل کروی با قطر ۵۰ تا ۸۰ نانومتر می باشند. شرکت تولید کننده مقدار میانگین اندازه نانوذرات را ۶۰ نانومتر تعیین کرده بود که با این نتیجه مطابقت دارد. همانطور که در قبل گفته شد، فرایند آبکاری الکتریکی پالسی بر روی نمونه های تهیه شده از فولاد بعد از آماده سازی سطح در حمام واتس بدون کربامید و با ۲۰ درصد حجمی کربامید به مدت ۳۵ دقیقه در دمای ۵۵ درجه سانتیگراد برای ایجاد پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا انجام گرفت. پایداری پوشش ها بعد از استفاده از گیوتین برای تهیه سطح مقطع آن ها نشان داد که دارای چسبندگی بسیار قابل قبولی می باشند. پوشش های بدست آمده با استفاده از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی

www.SID.ir

Archive of SID

مجهز به EDX مورد بررسی قرار گرفتند. ریزنگار الکترونی سطح مقطع پوشش آبکاری شده در محلول حاوی ۲۰ درصد کربامید در شکل ۳ نشان داده شده است. همانطور که در شکل ۳ (الف) نشان داده شده است در حالتی که آبکاری کامپوزیتی با محلول واتس بدون کربامید انجام گرفته است مقدار نانوذرات تقویت کننده آلومینایی بسیار کمی مشاهده می شود. اما در حالتی که ماده آلی کربامید به محلول واتس اضافه می شود (شکل ۳ ب) مقدار نانوذرات مشاهده شده در یک سطح مقطع هم اندازه بسیار بیشتر است. به عبارت بهتر حلال آلی کربامید درصد جذب ذرات درون زمینه فلزی نیکل را در حین آبکاری افزایش می دهد.

در شکل ۴ مقایسه مقدار نانوذرات در پوشش های کامپوزیتی Ni-Al2O3 با افزودن حلال آلی کربامید به محلول واتس با نرسیم نمودار های آن انجام شده است. با استفاده از روش طیف‌سنج پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) درصد وزنی نانوذرات آلومینایی مربوط به پوشش های آبکاری شده با دو ترکیب متفاوت تعیین شده است. نتیجه مقایسه نشان می دهد که با اضافه شدن کربامید به اندازه ۴/۴ درصد وزنی نانوذرات آلومینا در پوشش تعبیه خواهد شد. این نتیجه به طور قابل ملاحظه بیشتر از ۱/۹ درصد مقدار نانوذرات تعیین شده در پوشش های ایجاد شده بدون حلال کربامید می باشد. بنابراین به نظر می رسد در این شرایط خاص آبکاری پالسی جهت ایجاد پوشش های نانو کامپوزیتی پایه نیکلی، افزودن کربامید تاثیر مثبت بر میزان جذب نانوذرات آلومینا را خواهد داشت.

نتیجه‌گیری

۱) مشاهده ریز ساختار پوشش های نانو کامپوزیتی نیکل آلومینا، ایجاد شده با استفاده از ترکیب حاوی کربامید، نشان می دهد که آن ها نسبت به حالتی که از کربامید در حمام آبکاری استفاده نشده است دارای نانوذرات بیشتری هستند و مورفولوژی لایه های پوشش های بر روی پایه های فولادی که با استفاده از ترکیب شیمیایی جدید حمام آبکاری تشکیل شده اند بسیار متفاوت می باشد.

۲) شواهد این تحقیق، ایجاد پوشش های نانوکامپوزیتی با استفاده از محلول واتس حاوی کربامید را به عنوان روشی نو در جهت افزایش درصد وزنی نانوذرات آلومینا معرفی می نماید. آنالیزهای میکروساختاری افزایش مقدار ذرات تقویت کننده نانوآلومینا تا ۴/۴ درصد وزنی را با استفاده از این روش، نسبت به مقدار ۱/۹ درصد وزنی در حالت بدون کربامید، گزارش می نماید.

مراجع

1. Stroumbouli M, Gyftou P, Pavlatou EA, Spyrellis N. Codeposition of ultrafine WC particles in Ni matrix composite electrocoatings. Surface and Coatings Technology 2005;195:325-32

www.SID.ir

Archive of SID

2. Mirzamohammadi S, Aliov MK, Aghdam ASR, Velashjerdi M, Naimi-Jamal MR. Tribological properties of tertiary Al2O3/CNT/nanodiamond pulsed electrodeposited Ni–W nanocomposite. Materials Science and Technology 2011;27:546-50.
3. Kartal M, Uysal M, Gul H, Alp A, Akbulut H. Effect of surfactant concentration in the electrolyte on the tribological properties of nickel-tungsten carbide composite coatings produced by pulse electro co deposition. Applied Surface Science 2015;354, Part B:328-36.
۴. قربانی، محمد. (۱۳۷۰) پوشش دادن فلزات، جلد اول، موسسه انتشارات شریف.
5. Tripathi MK, Singh D, Singh V. Electrodeposition of Ni-Fe/BN Nano-Composite Coatings from a Non-aqueous Bath and Their Characterization. Int J Electrochem Sci 2013;8:3454-71.
6. Uysal M, Cetinkaya T, Kartal M, Alp A, Akbulut H. Production of Sn–Cu/MWCNT composite electrodes for Li-ion batteries by using electroless tin coating. Thin Solid Films 2014;572:216-23.
7. Zheng H-Y, An M-Z. Electrodeposition of Zn–Ni–Al2O3 nanocomposite coatings under ultrasound conditions. Journal of Alloys and Compounds 2008;459:548-52.
8. Liu C, Su F, Liang J. Producing cobalt–graphene composite coating by pulse electrodeposition with excellent wear and corrosion resistance. Applied Surface Science 2015;351:889-96.
9. Huang W, Zhao Y, Wang X. Preparing a high-particle-content Ni/diamond composite coating with strong abrasive ability. Surface and Coatings Technology 2013;235:489-94.
10. Mirzamohammadi S, Aliov MK, Sabur A, Hassanzadeh-Tabrizi A. Study of wear resistance and nanostructure of tertiary Al2O3/Y2O3/CNT pulsed electrodeposited ni-based nanocomposite. Materials Science 2010;46:76-86.

www.SID.ir

Archive of SID

جدول ۱: اجزا و شرایط محلول واتس برای آبکاری نیکل [۴].

اجزا یا شرایط	مقدار
ترکیب الکترولیت (g/lit)	
سولفات نیکل (NiSO4.H2O)	۲۲۵-۴۰۰
کلرید نیکل (Ni(SO3NH2)2)	۳۰-۶۰
اسید بوریک (H3BO3)	۳۰-۴۵
شرایط عملیات	
دما (درجه سانتیگراد)	۴۴-۶۶
دانسیته جریان کاتدی (A/dm2)	۳-۱۱
همزدن	توسط هوا یا مکانیکی
PH	۲-۴/۵
جنس آند	نیکل
خواص مکانیکی	
استحکام کششی (Mpa)	۳۴۵-۴۸۵
درصد افزایش طول	۱۰-۳۰
سختی ویکرز با وزنه ۱۰۰ گرم	۱۳۰-۲۰۰
تنش داخلی (Mpa)	۱۲۵-۲۱۰ کششی

جدول ۲: ترکیب الکترولیت و شرایط پوشش دهی

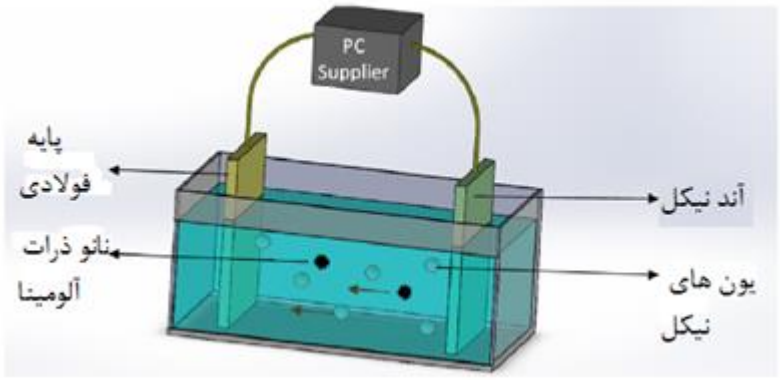
ترکیب الکترولیت		شرایط فرایند آبکاری	
سولفات نیکل $NiSO_4.6H_2O$	۳۰۰ گرم در لیتر	PH	۳/۸
کلرید نیکل $NiCl_2.6H_2O$	۵۰ گرم در لیتر	دمای آزمایش	درجه سانتیگراد
اسید بوریک H_3BO_4	۴۰ گرم در لیتر	فرکانس امواج اولتراسونیک	۸۰ وات
درصد وزنی نانو ذرات آلومینا	۲۵ گرم در لیتر	فرکانس جریان	۱۰۰۰ هرتز
		سیکل کاری	۵۰ درصد

جدول ۳: مشخصات همگن کردن مگنتیک و اولتراسونیک

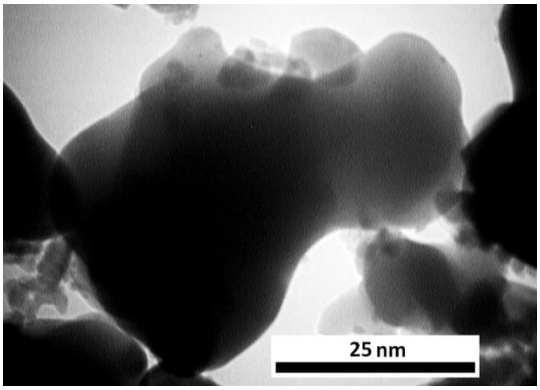
همگن کردن مگنتیک و اولتراسونیک	
امواج اولتراسونیک	۴۰ وات بر سانتی متر مربع
سرعت همزدن	۱۵۰ دور بر دقیقه

www.SID.ir

Archive of SID



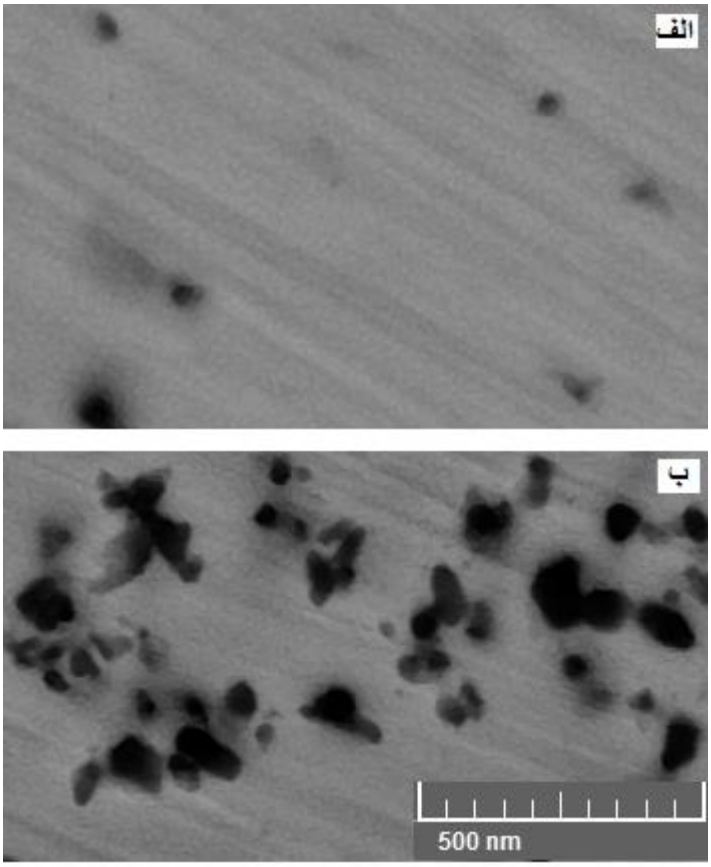
شکل ۱: شماتیک سل الکتروشیمیایی آبکاری کامپوزیتی



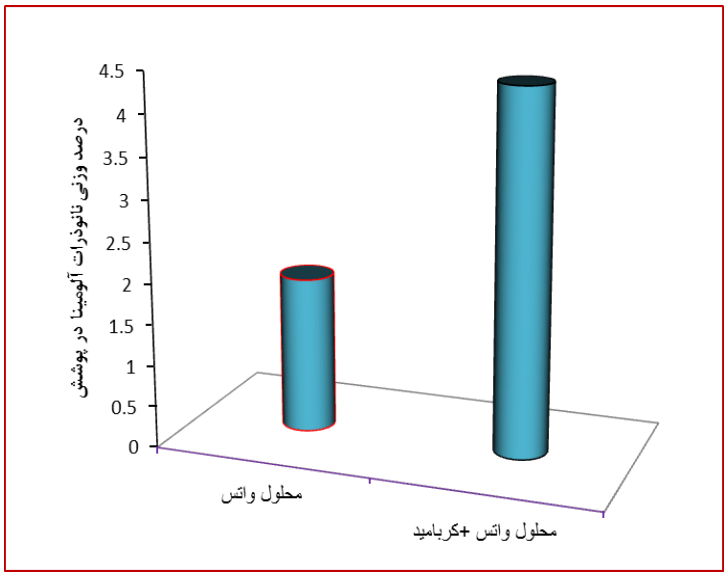
شکل ۲: تصویر TEM از نانوذرات آلومینا.

www.SID.ir

Archive of SID



شکل ۳: ریزنگار الکترونی سطح مقطع پوشش نانوکامپوزیتی نیکل آلومینا آبکاری شده در محلول واتس الف) بدون کربامید ب) حاوی ۲۰ درصد کربامید.



شکل ۴: مقایسه مقدار نانوذرات در پوشش های کامپوزیتی $Ni\text{-}Al_2O_3$ با افزودن حلال آلی کربامید به محلول واتس

www.SID.ir