

توليد و بهينه سازی پوشش نانوکامپوزيتی زمينه فلزی Ni-Fe(Ti,W)C به روش رسوب گذاری الكتريکی

مریم کرباسی¹، فاطمه سادات سيدان²، مرضيه اسحاقیان³

چکیده

آبکاری کامپوزيتی روشی برای رسوب هم زمان ذرات کوچک سرامیکی در لایه فلزی رسوب یافته است که می تواند منجر به بهبود خواص سطحی مانند سختی شود. در میان فرایندهای تولید نانو کامپوزیت ها، روش رسوب گذاری الكتريکی دارای مزایایی از جمله هزینه کم تجهیزات اولیه، سرعت بالای تولید، امکان صنعتی سازی و دمای کاری پایین است. در پژوهش حاضر، تولید پوشش نانوساختار Ni-Fe(Ti,W)C با استفاده از روش رسوب گذاری الكتريکی مورد بررسی قرار گرفت و تأثیر پارامترهای مهمی نظیر جنس زیرلایه و چگالی جریان و جرم کاربرد مضاعف بر روی خواص پوشش ها ارزیابی گردید. در این راستا از یک حمام نیکلی تحت شرایط جریان مستقیم استفاده شد. براساس نتایج به دست آمده از مشخصه یابی پوشش ها توسط روش های XRD، SEM، EDS و ریزسختی سنجی مشخص شد پوشش نانوساختار Ni-Fe(Ti,W)C به روش رسوب گذاری الكتريکی قابل تولید بوده و زیر لایه فولادی نسبت به برنجی، جهت رسوب گذاری کاربرد مضاعف با زمينه Ni-Fe که مشخصات مغناطیسی از خود نشان می دهد، مناسب تر می باشد. همچنین با انتخاب چگالی جریان بهینه (40mA/cm^2) و جرم کاربرد مضاعف برابر با 16g/l ، ریزسختی تا 1800 ویکرز افزایش و اندازه دانه کریستالی نیکل تا 18 نانومتر کاهش یافت.

واژه های کلیدی: رسوب گذاری الكتريکی، Ni-Fe(Ti,W)C، چگالی جریان، ریزسختی، مورفولوژی

¹ - مری، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

² - کارشناس مهندسی متالورژی صنعتی، دانشگاه صنعتی اصفهان

³ - کارشناس مهندسی متالورژی استخراجی، دانشگاه صنعتی اصفهان

1. مقدمه

یکی از بهترین روش های تولید پوشش نیکل و آلیاژهای آن، رسوب گذاری الکتریکی است که علت آن، ایجاد ساختار نانوکریستالی و در نهایت دستیابی به خواص مطلوب تر از جمله نرخ خوردگی کمتر، سختی و مقاومت به سایش بالاتر نسبت به پوشش های میکروکریستال می باشد [1 و 2]. پوشش های کامپوزیتی از جمله پوشش های پیشرفته ای هستند که به لحاظ خواص منحصر به فردی مانند مقاومت به سایش و خوردگی، سختی بالا و پایداری حرارتی در سال های اخیر مورد توجه قرار گرفته اند. برای تولید این پوشش ها بر حسب جنس زیر لایه، زمینه پوشش و فاز دوم و هم چنین نوع کاربرد آن ها انواع روش های سنتی و مدرن به کار می رود [3]. پوشش های کامپوزیتی در سال های اخیر برای بسیاری از کاربردها همانند قطعات ساینده برشی، مته های دندانپزشکی و غیره توسعه یافته اند. این نوع کامپوزیت ها که به صورت یک لایه روی زمینه اصلی پوشش داده می شوند، معمولاً شامل ذرات سختی مانند کاربیدها، اکسیدها و الماس می باشند، که به منظور بهبود خواص مکانیکی پوشش از آنها استفاده می شود [4].

با بررسی نتایج تحقیقات صورت گرفته بر روی پوشش نیکل، بهبود خواص این پوشش با افزودن کبالت یا تنگستن مشاهده شده است. استفاده از تنگستن در پوشش نیکل باعث بهبود خواصی نظیر خصوصیات مغناطیسی، الکتریکی، سایشی، مقاومت به خوردگی، کاهش اندازه دانه، پایداری حرارتی و سختی بالا شده است [5]. همچنین تحقیقات صورت گرفته بر روی خاصیت مغناطیسی ذرات آهن نشان داده است که هرگاه ذرات در ابعاد نانو درآیند، حتی در غیاب میدان مغناطیسی نیز خاصیت مغناطیسی داشته که به این رفتار آنها رفتار سوپرپارامغناطیس اطلاق می شود. به همین دلیل نقش عمده Fe در پوشش های زمینه فلزی Ni-Fe تقویت خاصیت مغناطیسی و در نتیجه بهبود پیوستگی بین زمینه و پوشش می باشد [6]. پوشش قطعات صنعتی با مواد کامپوزیتی عموماً از روش های اسپری حرارتی [7] و PVD [8] انجام می شود که طی آن اکسیداسیون شدیدی می تواند اتفاق بیفتد، در حالی که استفاده از روش های الکتروشیمیایی ضمن سادگی سیستم و عدم نیاز به دستگاه های پیچیده، مشکل اکسیداسیون نیز وجود نخواهد داشت. عدم آلودگی محیط زیست، سرعت تولید بالا و قابلیت کنترل از مزایای دیگر این روش تولید پوشش می باشد [9].

هدف از پژوهش حاضر، بهینه سازی چگالی جریان و جرم کاربید مضاعف به منظور ایجاد شرایط بهینه جهت تولید پوشش نانو کامپوزیتی Ni-Fe(Ti,W)C بر روی زیر لایه مناسب می باشد.

2. مواد و روش ها

مشخصات حمام پوشش دهی در جدول 1 ارائه شده است.

جدول 1: مشخصات حمام پوشش دهی بر روی زیر لایه های فولادی و برنجی

شرکت سازنده	مقدار	ترکیب حمام پوشش دهی
KIMIA MAVAD	45g/l	NiCl ₂ .6H ₂ O
MERCK	40g/l	H ₃ BO ₃
MERCK	6 g/l	Fe(Ti,W)C

در عملیات پوشش دهی ابتدا زیر لایه های فولادی و برنجی هر کدام در ابعاد 2x2cm برش خورده و مانع سرد شدند و به منظور برقراری جریان الکتریکی در حین پوشش دهی، به یک سیم مسی متصل شدند و به عنوان کاتد مورد استفاده قرار گرفتند. جهت آماده سازی سطح زیر لایه ها قبل از پوشش دهی، سنباده زنی و ایجاد زبری به منظور چسبندگی بیشتر انجام گرفت. در مرحله بعد سطح زیر لایه ها ابتدا به

مدت 10 دقیقه به منظور چربي زدایی در اتانول و سپس به مدت 20 ثانيه به منظور فعال سازی در اسید کلريدريك 15٪ قرار گرفت و بلافاصله با آب مقطر شست و شو داده شده و در حمام قرار گرفت. حمام پوشش دهی با حجم 250 ml پس از آماده سازی به مدت 24 ساعت استراحت داده شد و به دليل تمايل ذرات کامپوزيت ساز به ته نشینی بالای آن، محلول قبل از پوشش دهی به مدت 30 دقیقه آلتراسونیک شد. تنظیم pH محلول توسط آمونیاک و اسید سولفوریک 98٪ رقیق شده با استفاده از pH متر دیجیتالی صورت گرفت. به دليل حضور ذرات نانومتری آهن با خاصیت سوپراپارامغناطيس در محلول پوشش دهی و در نتیجه عدم امکان استفاده از همزن مغناطیسی جهت ایجاد تلاطم در محلول حین پوشش دهی و جلوگیری از تشکیل ذرات رسوبی و ته نشینی در آن از گاز آرگون با فشار کم استفاده شد. پوشش دهی به روش جریان مستقیم با استفاده از دستگاه کولومتر دیجیتالی مدل BHP 2050 ساخت شرکت Behpajooch در دمای 50°C و کولن 27 انجام شد. شرایط پوشش دهی به طور خلاصه در جدول 2 ارائه شده است.

جدول 2: شرایط پوشش دهی

نوع جریان	مستقیم
دما (درجه سانتیگراد)	50±2
pH	4/4±0/1
کولن	27
آند	نیکل
کاتد	فولاد / برنج

پس از پوشش دهی نمونه ها، سطح آن ها توسط اتانول مورد شست و شو قرار گرفت. پارامترهای در نظر گرفته شده در طی آزمایش های انجام شده در جدول 3 ارائه شده است.

جدول 3: پارامترهای متغیر در طی آزمایش های انجام شده

شماره نمونه	1	2	3	4	5
نوع زیر لایه	برنجی	فولادی	فولادی	فولادی	فولادی
چگالی جریان (mA/cm ²)	150	150	40	20	40
جرم کاربرد مضاعف (g/L)	6	6	6	6	16
زمان (ثانیه)	1800	1800	6750	13500	6750

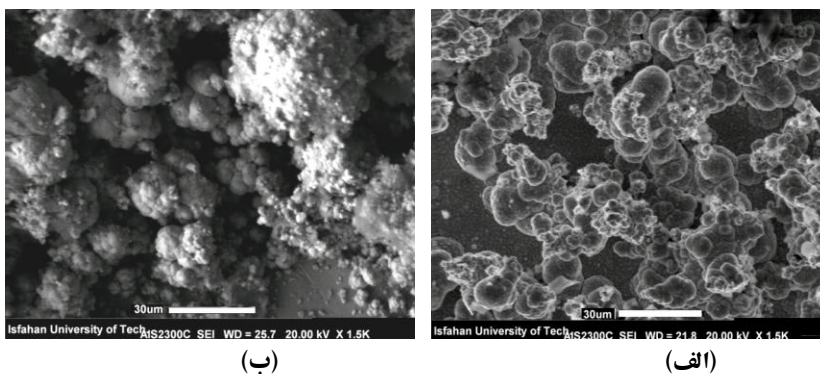
مورفولوژی سطح پوشش ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Philips XL 30 و ارزیابی کامپوزیت تولیدی توسط آزمون طیف سنجی توزیع انرژی (EDS) انجام گرفت. به منظور بررسی ریزسختی پوشش های نانوکامپوزیتی Ni-Fe(Ti,W)C از دستگاه ریزسختی سنج مدل Leit 7 با بار اعمالی 50 گرم و زمان توقف 10 ثانيه استفاده شد. بررسی فازی پوشش ها به روش پراش پرتو ایکس (XRD) انجام گرفت. همچنین تعیین اندازه دانه ها با استفاده از پهنای پیک ها در نمودارهای پراش پرتو ایکس انجام شد. بدین منظور با توجه به عدم انجام کار مکانیکی بر روی سطح پوشش ها از رابطه شرر که به صورت معادله (1) بوده و ارتباط بین پهنای پیک های XRD و اندازه دانه ها را به صورت تخمینی به دست می دهد، استفاده شده است.

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

که در این معادله، D اندازه متوسط دانه برحسب نانومتر، λ طول موج پرتو ایکس استفاده شده برحسب نانومتر، β پهنای پیک برحسب رادیان و θ زاویه وقوع پیک (زاویه پراش) برحسب رادیان می باشد.

3. نتیجه ها و بحث

در تصاویر شکل 1 میکروگراف SE-SEM تهیه شده از پوشش های تولید شده با چگالی جریان 150 mA/Cm^2 و مقدار 6 g/L کاربرد مضاعف، بر روی دو زیر لایه فولادی (شکل 1-الف) و برنجی (شکل 1-ب) نشان داده شده است. با مقایسه تصاویر شکل 1 مشاهده می گردد که پوشش بر روی زیر لایه برنجی بسیار متخلخل بوده و از تراکم، پیوستگی و اتصال مناسب بر خوردار نیست. به عبارت دیگر، پوشش بر روی زیر لایه برنجی کاملاً به حالت اسفنجی درآمده در حالی که پوشش اعمال شده بر روی زیر لایه فولادی از پیوستگی و تراکم بیشتری برخوردار است که این پدیده می تواند ناشی از عملکرد خاصیت مغناطیسی در هنگام استفاده از زیر لایه فولادی باشد، چرا که خاصیت مغناطیسی باعث جذب فاز پایه یعنی Ni-Fe می شود که منجر به تراکم بیشتر و پیوستگی بالاتر پوشش و رفع حالت اسفنجی می گردد، در حالی که در پوششی که روی زیر لایه برنجی اعمال شده به دلیل فقدان خاصیت مغناطیسی، پوشش کاملاً به حالت اسفنجی درآمده است که این رفتار توسط ریکه¹ و همکارانش نیز گزارش شده است [10].



(ب)

(الف)

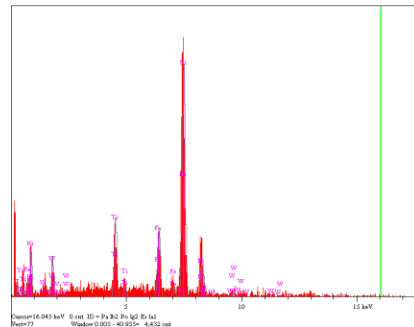
شکل 1: تصاویر SE-SEM از پوشش های تولید شده در دانسیته جریان $150(\text{mA/cm}^2)$ و مقدار کاربرد Fe-(Ti,W)C برابر 6 g/L

(الف) زیر لایه فولادی (ب) زیر لایه برنجی

در شکل 2 نتایج آنالیز EDS پوشش های مورد بحث نشان داده شده است. با مقایسه نتایج مشخص می گردد که درصد عناصر کربن، تنگستن و تیتانیوم در پوشش اعمال شده بر روی زیر لایه فولادی (شکل 2-الف) بیشتر از پوشش ایجاد شده بر روی زیر لایه برنجی (شکل 2-ب) می باشد که می تواند نشانگر این موضوع باشد که میزان رسوب کاربرد مضاعف در پوشش اعمال شده بر روی زیر لایه فولادی بیشتر است. همان طور که قبلاً اشاره شد، این امر می تواند ناشی از خاصیت مغناطیسی در هنگام استفاده از زیر لایه فولادی که باعث جذب فاز پایه و به دنبال آن رسوب بیشتر ذرات به همراه یون های نیکل و آهن یعنی Ni-Fe می گردد، باشد [10].

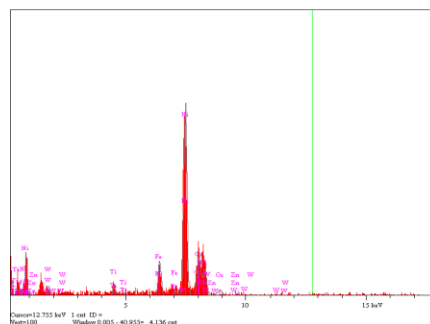
¹ Rieke

El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.30	10.23	2.20	wt. %	
Ti	Ka	0.91	1.02	1.88	wt. %	
Fe	Ka	6.37	6.88	6.87	wt. %	
Ni	Ka	39.56	80.01	83.97	wt. %	
W	La	0.42	1.85	6.08	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total



(الف)

	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.88	32.27	1.94	wt. %	
Ti	Ka	1.10	1.42	1.47	wt. %	
Fe	Ka	3.60	4.67	5.63	wt. %	
Ni	Ka	20.81	46.63	59.04	wt. %	
W	La	0.39	1.89	4.49	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total

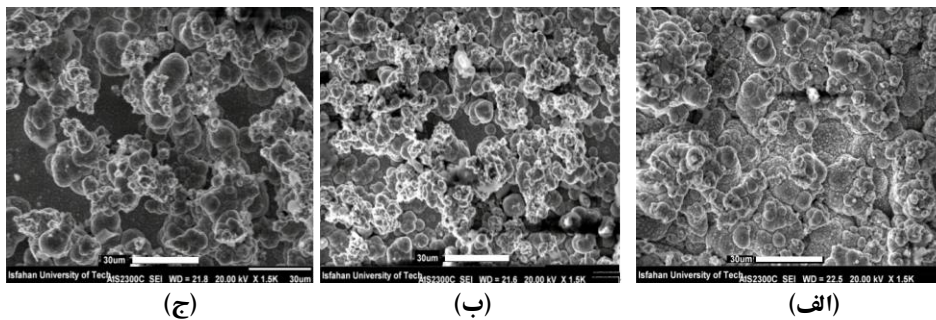


(ب)

شکل 2: نتایج آنالیز EDS پوشش های تولید شده در دانسیته جریان $150(\text{mA}/\text{cm}^2)$ و مقدار کاربید مضاعف 6 g/L بر روی (الف) زیرلایه فولادی (ب) زیرلایه برنجی

تصاویر شکل 3 از پوشش های تولید شده بر روی زیر لایه فولادی در چگالی جریان های مختلف توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده است. با مقایسه تصاویر شکل (3-الف، 3-ب و 3-ج) مشخص می گردد که در یک مقدار ثابت کاربید مضاعف، با کاهش چگالی جریان، پوشش از مورفولوژی صاف تر و پیوستگی و اتصال مناسب تری برخوردار است، چرا که با افزایش چگالی جریان، سرعت رسوب گذاری کاربید مضاعف افزایش یافته و بنابراین ساختار دندریتی حاصل می شود. به عبارتی، در چگالی جریان های کمتر، سرعت رشد جوانه ها تقریباً یکسان بوده و مورفولوژی یکنواخت تری حاصل می گردد که این موضوع توسط ابراهیمی¹ و همکارانش نیز گزارش شده است [11].

از طرفی با افزایش چگالی جریان، سرعت تولید پوشش افزایش می یابد. بنابراین اگر رسوب گذاری در چگالی جریان های بالا مورد نظر باشد، لازم است از عوامل جوانه زا استفاده نمود. پس در چگالی جریان بالاتر، علاوه بر رشد، جوانه زنی هم لازم است و بنابراین نیاز بیشتری به عوامل جوانه زا وجود دارد. [12].



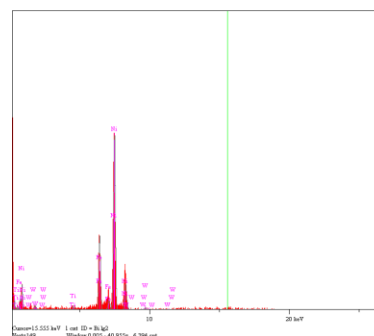
شکل 3: تصاویر SEM-EDS از پوشش تولید شده بر روی زیرلایه فولادی در چگالی های مختلف :
 (الف) چگالی جریان $20(\text{mA}/\text{cm}^2)$ (ب) چگالی جریان $40(\text{mA}/\text{cm}^2)$ (ج) چگالی جریان $150(\text{mA}/\text{cm}^2)$

با مقایسه نتایج حاصل از آنالیز EDS پوشش هایی که در شکل (4-الف، 4-ب و 4-ج) ارائه شده است، مشخص می گردد که با افزایش چگالی جریان از $20\text{mA}/\text{cm}^2$ به $40\text{mA}/\text{cm}^2$ ، درصد رسوب کامپوزیت افزایش می یابد که این امر مطابق رابطه قانون اول فارادی (معادله 2) قابل بررسی است:

$$m = Kq = KIt \quad (2)$$

که در این معادله، m جرم ماده رسوب کرده، I جریان الکتریکی، t زمان الکترولیز، q بار کلی و K ضریب تناسب (هم ارز الکتروشیمیایی ماده) می باشد. با فرض اینکه $q = 1C$ (بار کل یک کولن) باشد، درمی یابیم که ضریب K مساوی جرم ماده آزاد شده توسط بار $1C$ ، یا به عبارت دیگر جرم ماده آزاد شده توسط جریان $1A$ در مدت زمان 1 ثانیه است. مطابق معادله 2، m متناسب با I می باشد. به عبارت دیگر هر چه چگالی جریان بالاتر باشد، یون های حامل عامل کامپوزیت ساز در محلول بیشتر شده و بنابراین جرم رسوب کرده افزایش می یابد. با افزایش بیشتر چگالی جریان از $40\text{mA}/\text{cm}^2$ به $150\text{mA}/\text{cm}^2$ ، عکس این پدیده مشاهده می شود، زیرا در چگالی های بسیار بالا، سرعت رسوب گذاری نیکل بیشتر بوده و گنجایش برای پذیرش کاربید مضاعف در زمینه کمتر می گردد و درصد رسوب کاربید مضاعف روی زمینه Ni-Fe کاهش می یابد [13].

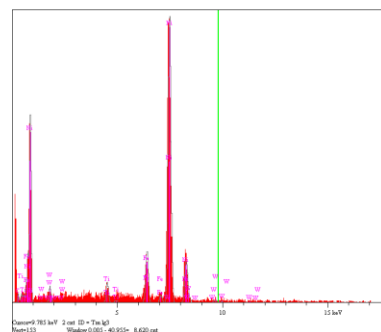
El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.40	26.08	6.39	wt. %	
Ti	Ka	0.27	0.62	0.60	wt. %	
Fe	Ka	5.31	13.59	15.47	wt. %	
Ni	Ka	13.71	57.33	68.61	wt. %	
W	La	0.27	2.38	8.92	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total



(الف)

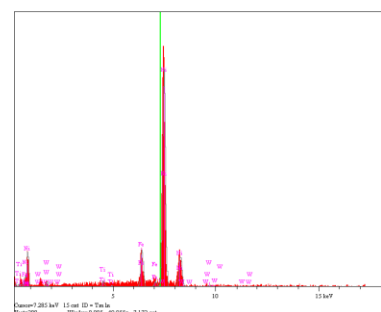
El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	1.14	19.70	4.49	wt. %	
Ti	Ka	3.69	2.26	2.05	wt. %	
Fe	Ka	10.59	6.43	6.81	wt. %	
Ni	Ka	64.05	68.71	76.50	wt. %	
W	La	1.25	2.91	10.15	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total

(ب)



El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.30	10.23	2.20	wt. %	
Ti	Ka	0.91	1.02	1.88	wt. %	
Fe	Ka	6.37	6.88	6.87	wt. %	
Ni	Ka	39.56	80.01	83.97	wt. %	
W	La	0.42	1.85	6.08	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total

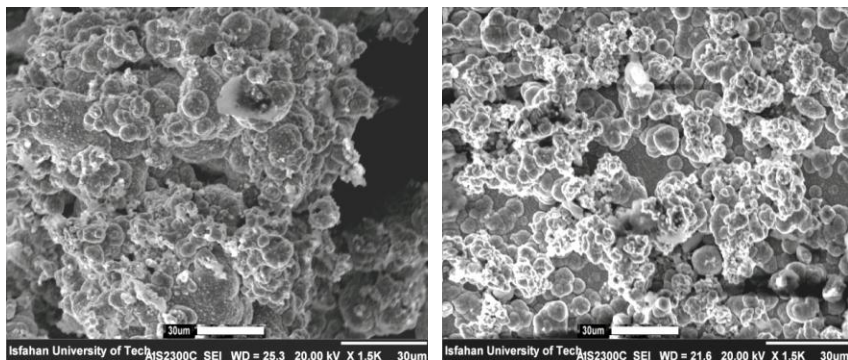
(ج)



شکل 4: آنالیز EDS از پوشش تولید شده بر روی زیرلایه فولادی با مقدار کاربید مضاعف 6 g/L
 (الف) چگالی جریان 20 (mA/cm²) (ب) چگالی جریان 40 (mA/cm²) (ج) چگالی جریان 150 (mA/cm²)

تصاویر شکل 5 از پوشش های تولید شده بر روی زیر لایه فولادی با مقادیر مختلف عامل کاربیدساز توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده است. با مقایسه تصاویر شکل (5-الف، 5-ب) مشخص می گردد که در مقدار ثابت چگالی جریان (40 mA/cm²)، با افزایش میزان کاربید مضاعف از 6 g/L به 16 g/L، تجمع کاربید مضاعف در بیشتر نواحی پوشش افزایش یافته است. اما در شرایطی که مقدار کاربید مضاعف در محلول کمتر است، پوشش از مورفولوژی صاف تر و پیوستگی و اتصال مناسب تری برخوردار است. رسوب ذرات کاربیدی می تواند ناشی از جذب سطحی ذرات معلق در اطراف سطح کاتد باشد که توسط گالیم در دو مرحله مدل جذب سطحی ارائه شده است. ذرات جذب شده در اطراف کاتد به آرامی شروع به تلفیق و ترکیب شدن می کنند و با افزایش ذرات کاربیدی در حمام پوشش دهی، تجمع این ذرات در زمینه افزایش می یابد. این رفتار شبیه رفتاری است که در مورد کامپوزیت Ni-SiC نیز گزارش شده است. همچنین با افزایش عامل کاربیدی در حمام پوشش دهی، سرعت رسوب گذاری کاربید مضاعف نیز بیشتر شده، بنابراین ذرات کاربیدی ریزتری با تجمع بیشتری (شکل 5-ب) مشاهده می شود. اما چون کاربیدها به طور نامنظمی در زمینه تجمع پیدا کرده اند، مورفولوژی پوشش ناصاف تر شده و تخلخل بیشتری در سطح پوشش قابل مشاهده است [14].

با افزایش درصد کاربید تا یک حد بهینه، خواص ناشی از حضور آن مانند بهبود مقاومت سطحی از جمله سختی و مقاومت به سایش بالاتر قابل دست یافتن خواهد بود به شرط آنکه زبری بیش از حد منجر به تمرکز تنش در سطح و افت خواص سطحی نشود. اما همانطور که بحث شد، با افزایش جرم کاربید در حمام پوشش دهی، ضمن افزایش درصد کاربید، مورفولوژی پوشش ناصاف تر و متخلخل تر شده است. لذا جهت ایجاد امکان بهبود خواص، افزایش جوانه زنی و صاف تر کردن مورفولوژی سطحی با استفاده از عوامل اصلاح کننده سطح مثل ساخارین می تواند مناسب باشد. همچنین استفاده از یک عملیات فرم دهی مثل انواع نورد در حالتی که محصول تولیدی به صورت ورق باشد نیز برای صاف تر کردن مورفولوژی سطحی ارتقاء خواص می تواند مؤثر باشد [15].



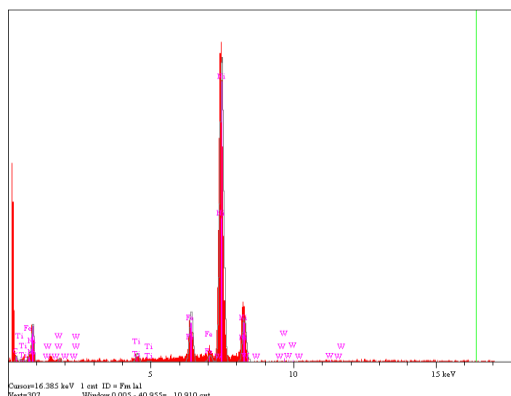
(ب)

(الف)

شکل 5: تصاویر SEM-SE از پوشش تولید شده بر روی زیرلایه فولادی در چگالی جریان ثابت $40(\text{mA}/\text{cm}^2)$ و مقادیر جرم کاربید مضاعف: 6 g/L (الف) و 16 g/L (ب)

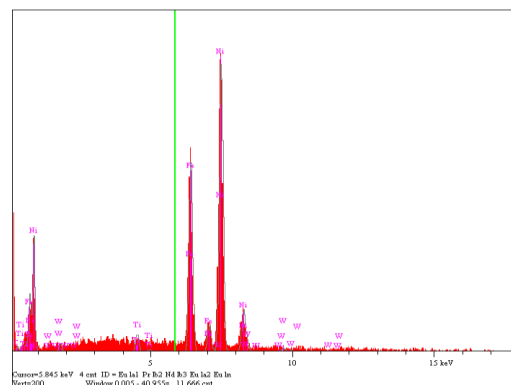
با مقایسه نتایج حاصل از آنالیز EDS پوشش هایی که در شکل (6-الف و 6-ب) ارائه شده است، مشخص می گردد که در چگالی جریان ثابت $40(\text{mA}/\text{cm}^2)$ با افزایش میزان کاربید مضاعف از 6 g/L به 16 g/L، میزان رسوب کاربید تیتانیوم-تنگستن در پوشش افزایش یافته است. با افزایش عامل کاربیدساز در حمام پوشش دهی، این ذرات منابع جوانه زنی فاز تقویت کننده در سطح کاتد را به طور قابل ملاحظه ای افزایش داده و در نتیجه رسوب گذاری ذرات کاربیدی در سطح پوشش افزایش یافته است [15].

El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.35	14.87	3.42	wt. %	
Ti	Ka	0.74	0.98	0.90	wt. %	
Fe	Ka	4.81	6.02	6.44	wt. %	
Ni	Ka	31.87	77.58	87.30	wt. %	
W	La	0.10	0.55	1.94	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total



(الف)

El.	Line	Intensity (c/s)	Atomic %	Conc	Units	
C	Ka	0.72	9.05	1.90	wt. %	
Ti	Ka	3.79	1.67	1.40	wt. %	
Fe	Ka	47.90	25.01	24.45	wt. %	
Ni	Ka	76.00	61.43	63.11	wt. %	
W	La	1.66	2.84	9.13	wt. %	
			100.00	100.00	wt. %	Total



(ب)

شکل 6: آنالیز EDS از پوشش تولید شده بر روی زیرلایه فولادی با چگالی جریان $40(\text{mA}/\text{cm}^2)$ و مقادیر جرم کاربید مضاعف: 6 g/L (الف) و 16 g/L (ب)

نتایج حاصل از ریزسختی سنجی و تخمین اندازه دانه پوشش های اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی در جدول 4 ارائه شده است. براساس نتایج این جدول مشخص می گردد که بیشترین ریزسختی در شرایطی که جرم کاربرد مضاعف ثابت و برابر با 6 g/L باشد، در چگالی جریان 40 mA/Cm^2 حاصل می شود. با توجه به اینکه میزان رسوب کاربرد مضاعف در چگالی جریان 40 mA/Cm^2 ، دارای بیشترین مقدار است، نانو ذرات پراکنده شده در زمینه مانعی در برابر حرکت نابجایی ها و جریان پلاستیک ماده بوده که این امر منجر به افزایش ریزسختی در چگالی جریان مذکور می باشد [16]. همچنین در چگالی جریان 40 mA/Cm^2 ، اندازه دانه کریستالی نیکل کمترین مقدار است. در چگالی جریان های کمتر از 40 mA/Cm^2 ، سرعت رسوب نیکل بر روی زیرلایه کمتر بوده و این امر منجر به رشد دانه های کریستالی نیکل می شود [13]، در حالی که در چگالی جریان های بالاتر از 40 mA/Cm^2 ، اندازه دانه کریستالی نیکل افزایش یافته است. قاعدتاً با افزایش چگالی جریان، سرعت جوانه زنی بیشتر از سرعت رشد رسوب بوده و لذا ساختار ریزدانه تر می گردد. اما در بعضی موارد، افزایش چگالی جریان پوشش دهی و یا کاهش مقاومت انتقال بار، باعث افزایش نفوذ سطحی یون های جذب سطحی شده و در نتیجه باعث جلوگیری از جذب گونه های الکتروشیمیایی بر روی محل های فعال رشد شده و درشت تر شدن اندازه دانه های نانو کریستالی نیکل را به همراه خواهد داشت [11].

همچنین براساس نتایج جدول مذکور مشخص می گردد که با افزایش میزان کاربرد مضاعف از 6 g/L به 16 g/L در چگالی جریان 40 mA/Cm^2 ریزسختی از 1750 ویکرز به 1800 ویکرز افزایش یافته است. دلیل پدیده فوق را می توان اینگونه بیان کرد که نانو ذرات پراکنده شده در زمینه مانعی در برابر حرکت نابجایی ها و جریان پلاستیک ماده بوده، بنابراین هرچه میزان این ذرات تقویت کننده در زمینه پوشش بیشتر باشد، ریزسختی نیز افزایش می یابد [17]. همچنین در شرایط مذکور با افزایش جرم کاربرد در حمام پوشش دهی، اندازه دانه کریستالی نیکل از 27nm در جرم کاربرد 6 g/L به 18nm در جرم کاربرد 16 g/L کاهش یافت. با افزایش جرم کاربرد در حمام پوشش دهی، سرعت رسوب گذاری ذرات روی سطح کاتد بیشتر شده که این ذرات منابع بیشتری برای جوانه زنی روی سطح پوشش ایجاد می کنند. این عامل باعث می گردد که میزان مرزدانه ها افزایش یابد و دانه های کریستالی نیکل با سرعت بیشتری تشکیل شود و در نتیجه نیکل کریستالی ریزدانه تر می شود [18].

جدول 4: ریزسختی و اندازه دانه نمونه های پوشش داده شده بر روی زیرلایه فولادی .

40	20	40	150	چگالی جریان (mA/Cm^2)
16	6	6	6	جرم کاربرد مضاعف (g/L)
1800	1500	1750	1320	ریزسختی (ویکرز)
18	35	27	30	اندازه دانه (nm)

4. نتیجه گیری

پوشش نانوکامپوزیتی Ni-Fe(Ti,W)C بر روی زیرلایه فولادی به روش رسوب گذاری الکتریکی قابل تولید می باشد و زیرلایه فولادی نسبت به برنجی جهت رسوب گذاری پوشش فوق مناسب تر است. چگالی جریان بهینه برای رسوب گذاری نانوکامپوزیت Ni-Fe(Ti,W)C بر روی زیرلایه فولادی با مقدار کاربرد مضاعف 6g/L، 40 mA/Cm^2 می باشد. در شرایط مذکور (جرم کاربرد مضاعف ثابت 6 g/L) حداکثر ریزسختی برابر با 1750 ویکرز و حداقل اندازه دانه کریستالی نیکل برابر با 27 نانومتر در چگالی جریان بهینه حاصل گردید. با کاهش چگالی جریان، پوشش از مورفولوژی صاف تر و پیوستگی و اتصال مناسب تری برخوردار است. همچنین در چگالی جریان مذکور، با افزایش جرم کاربرد مضاعف، تجمع کاربرد مضاعف در بیشتر نواحی پوشش افزایش یافت و حداکثر ریزسختی برابر با 1800 ویکرز و حداقل اندازه دانه کریستالی نیکل برابر با 18 نانومتر حاصل گردید.

5. مراجع

- [1] A. M. U. Erb, A. M. El-Sherik, G. Palumbo, K. T. Aust, Synthesis structure and properties of electroplated nanocrystalline materials, *Nanostructured materials* (1993) 383-390.
- [2] F. Ebrahimi, L. Hongqi, M. Scripta, Grain growth in electrodeposited nanocrystalline FCC Ni-Fe alloys (2006) 263.
- [3] Th.Lampk, A.Leopold, "Correlation between structure and corrosion behavior of nickel dispersion coatings containing ceramic particles of different size", *surface and coatings technology*, (2006).
- [4] M.Pushpavanam, G.Varadajan, "Composite Coatings", *Electroplating and metal finishing*, 10-15, (1974).
- [5] M. Surender, R. Balasubramanian, B. Basu, Electrochemical behavior of electrodeposited Ni-WC composite coatings *surface and coating technology* (2004) 93-97.
- [6] R. Mishra, R. Balasubramaniam, Effect of nanocrystalline grain size on the electrochemical and corrosion behavior of nickel, *corrosion science*, 46 (2004) 3019-3029.
- [7] R.C. Tucker, "Thermal spray coating", *ASM Handbook*, 5 (1994) 497-509.
- [8] D.M. Mattox, "Physical vapor deposition coating processes", *ASM Handbook*, 5 (1994) 538-555.
- [9] L.P. Wang, Y. Gao, T. Xu, X. Qunji, A comparative study on the tribological behavior of nanocrystalline nickel and cobalt coatings correlated with grain size and phase structure, *Materials chemistry and physics* (2006) 96-103.
- [10] D. Rieke, Magnetic properties of nanostructured materials, *Chemical materials*, 8 (1996) 1770-1783.
- [11] F. Ebrahimi, Z. Ahmed, The effect of current density on properties of electrodeposited nanocrystalline nickel, *Journal of applied electrochemistry*, 33 (2003) 733-739.
- [12] K. A. Mechanical properties of nanostructured materials, *Materials science and engineering*, 304 (2001) 200-205.
- [13] V.B. Singh, Electrodeposition and characterization of Ni-TiC composite using N-methylformamide bath, *Materials Science and Engineering A*, 532 (2012) 493-499.
- [14] V.B. Singh, Electrodeposition and characterization of Ni-TiC composite using N-methylformamide bath, *Materials Science and Engineering A* 532 (2012) 493-499.
- [15] K. A. Mechanical properties of nanostructured materials, *Materials science and engineering* 304 (2001) 200-205.
- [16] G. N. K. Ramesh Bapu, "Electrocodeposition and characterization of nickel-titanium carbide composites", *Surface and Coatings Technology*, 67 (1994) 105-110.
- [17] G. N. K. Ramesh Bapu, "Electrocodeposition and characterization of nickel-titanium carbide composites", *Surface and Coatings Technology* 67 (1994) 105-110.
- [18] S. Mohajeri, A. Dolati, S. Rezagholibeiki, Electrodeposition of Ni/WC nano composite in sulfate solution, *Materials Chemistry and Physics* 129 (2011) 746-750.