پانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح
پژوهشگاه مواد و انرژی
مهرماه ۱۳۹۳
انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران

بررسی ساختار نانو ذرات اکسید پوشش الکترولس Ni-B در آزمون اکسیداسیون در دمای ۱۰۰۰℃

اکبر چمی[۱]، رضا ابراهیمی کهریزسنگی[۲]، امیر عباس نور بخش[۳]، محمد قادری[۴]

[۱]. دانشجوی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرضا، شهرضا، اصفهان، ایران
[۲]. دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، نجف آباد، اصفهان، ایران
[۳]. استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرضا، شهرضا، اصفهان، ایران
[۴]. دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرضا، شهرضا، اصفهان، ایران

چکیده

در این تحقیق تاثیر اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B در رفتار مرفولوژی بررسی شده است. پوشش توسط حمام الکترولس با عامل احیا کننده بوروهیدات سدیم بر روی فولاد CK45 با ضخامت ۱۵±۲μm اعمال شد. اکسیداسیون پوشش تا دمای ۱۰۰۰℃ و با سرعت گرمایش ۵℃/min همراه با گاز ورودی اکسیژن در دستگاه TGA انجام شد. نمودار اکسیداسیون نشان می‌دهد که افزایش وزن پوشش الکترولس بعد از گذشت بیش از سه ساعت حدود ۶μm بوده است. تصاویر میکروکوپی الکترونی روبشی سطح پوشش نشان می‌دهد هیچ گونه ترک خوردگی سطحی پوشش ایجاد نشده و محصولات اکسیدی به صورت نانو ذرات کروی تشکیل شده است. نتایج XRD نشان می‌دهد محصولات اکسیداسیون پوشش شامل فازهای B_2O و Ni_2O بوده است. با بررسی‌های انجام گرفته توسط آنالیز EDS نقطه‌ای نشان داده شد که نانو ذرات کروی اکسیدهای بور (B_2O) می‌باشند.

واژه‌های کلیدی: پوشش الکترولس؛ Ni-B، اکسیداسیون؛ غیرهمدما؛ نانو ذره؛ مورفولوژی.

[1]. Ebrahimi@email.com

مقدمه

یکی از مشکلات عمده و مشترک در صنایع و کارخانه های تولیدی، اکسیداسیون جداره‌های خروجی گاز احتراق نظیر دودکش کوره‌ها و همچنین لوله های انتقال هوا گرم به داخل کوره ها می‌باشد و یا حتی در قطعات نظامی، صنایع هوایی و قطعات ریخته‌گی بالگرد نظیر بازوهای رابط، پوسته روغن و چرخ دنده که با دمای بالا روکار دارد تحت تاثیر اکسیداسیون قرار گیرد [۱]. اکسیداسیون این قسمت‌ها که عمدتاً از ورق‌های فولادی معمولی هستند باعث بروز توقفات زود هنگام، تخریب و خسارتهای مالی زیاد به منظور تعویض و جوشکاری نواحی خسارت دیده می‌شود. استفاده از پوشش‌های مناسب برای جلوگیری از اکسیداسیون می‌تواند هزینه تامین و نگهداری را تا حد ممکن کاهش دهد [۲].

امروزه پوشش‌های الکترولس یکی از روشهای پرکاربرد در صنایع است. این پوشش‌ها رفته رفته با بهبود پارامترهای آبکاری و خواص مکانیکی پوشش، جایگاه ویژه ای در صنایعی که تحت تاثیر عوامل خارجی نظیر محیطهای خورنده و سایشی به خود اختصاص داده‌اند. الکترولس پایه نیکل این از معروفترین دسته‌های آبکاری الکترولس می‌باشد [۳] علت استفاده از نیکل به عنوان پایه برای آبکاری، خواص منحصربه فرد نیکل می‌باشد. از مزایای مهم این روش می‌توان به یکنواختی رسوب مخصوصاً اگر قطعات کوچک و پیچیده باشند [۴]. امکان تولید پوشش کامپوزیتی و نانو ساختار از دیگر نکات قابل توجه این روش است [۵]. خواص پوشش‌های Ni-B حاصل از حمام‌هایی که شامل سدیم بورهیدرید هستند، شبیه به پوشش‌های الکترولس Ni-P است. سختی پوشش‌های Ni-B بسیار زیاد است و این پوشش‌ها می‌توانند در دماهای خیلی بالاتر نسبت به پوشش‌های کروم سخت، بکار برده شوند [۶]. مطالعات اکسیداسیون پوشش‌های الکترولس Ni-P در مقایسه با پوشش‌های آندایزینگ سخت مقاومت بهتری از خود نشان داده است [۷]. در این تحقیق سعی بر تجزیه و تحلیل رفتار اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B بر روی فولاد معمولی در دمای ثابت ۶۰۰°C شده است.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از فولاد CK45 به عنوان زیرلایه برای آبکاری الکترولس Ni-B استفاده شده است. ۳ عدد نمونه به شکل مکعب مستطیل به ابعاد ۱×۰/۴×۰/۴ cm توسط دستگاه برش سیمی[1] به منظور بالا بردن دقت ابعادی بریده شده است. پیش از فرایند آبکاری، پیش عملیات نمونه‌ها مطابق جدول ۱ انجام شد. یکنواختی سطوح نمونه‌ها تا درجه ۱۰۰۰ توسط کاغذ سنباده انجام گرفت سپس در استون تمیز شد و در مرحله بعد در محلول NaOH چربی‌زدایی گردید و در انتها در محلول ۱۰ درصد حجمی اسید سولفوریک اکسید زدایی و فعال سازی صورت گرفت. آبکاری نمونه‌ها توسط حمام آبکاری الکترولس Ni-B مطابق با جدول ۲ ساخته و مورد استفاده قرار گرفت. نیکل کلرید برای منبع یون نیکل و سدیم بورهیدرید به عنوان عامل احیا کننده مورد استفاده قرار گرفت. pH حمام توسط آمونیاک ۱۲/۵ و دمای حمام ۸۵±۲°C تنظیم شد.

[1] - wire cut

بررسی رفتار اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B توسط دستگاه TGA تا دمای ۱۰۰۰°C و با سرعت گرمایش‌های ۵ °C/min انجام گرفت. گاز ورودی دستگاه اکسیژن و فشار محفظه یک اتمفسر تنظیم شد. داده های بدست آمده توسط نرم افزار NETZSCH نویزگیری و تجزیه و تحلیل شد. انتخاب دمای ۸۰۰ تا ۹۵۰ ℃ برای اکسیداسیون پوشش‌ها را می‌توان بدلیل حداقل بودن نویز نمونه‌ها و دقیق‌تر شدن تجزیه و تحلیل اکسیداسیون‌ها بیان کرد.

به منظور ارزیابی رفتار اکسیداسیون پوشش الکترولس، از دستگاه میکروسکپ الکترونی روبشی (SEMPhilips ML30) و آنالیز کمی EDAX استفاده شد. همچنین سختی پوشش توسط دستگاه میکروسختی سنج توسط روش ویکرز با بار ۱ N انجام گرفت.

نتایج و بحث

شکل ۱ تصویر سطح مقطع پوشش الکترولس Ni-B را نشان می‌دهد. ضخامت پوشش ایجاد شده حدود ۱۵±۲μm می‌باشد. پوشش الکترولس Ni-B بطور ذاتی دارای تنش داخلی بالا و جز پوشش‌های سخت شناخته می‌شود [۸]. شکل ۲ نمودار آزمون اکسیداسیون پوشش Ni-B را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش دما میزان تغییرات وزن با سرعت مشخصی افزایش یافته است. وجود انحنا و افزایش یا کاهش ناگهانی وزن در پوشش ممکن است به دو معنا صورت گیرد. اول اینکه ممکن است پوشش در دما و زمان خاصی تغییر استحاله داده یعنی فاز اکسید نیکل از دو ظرفیتی به سه ظرفیتی تبدیل شده باشد و یا نسبت به حالت استکومتری تغییر کرده باشد. و دوم می‌تواند پوشش دچار ترک شده و شدت اکسیداسیون چند برابر شده باشد. بهرحال تحلیل شیب‌های منحنی نیاز به مطالعات و بررسی‌های میکروسکوپی دارد. در منحنی شکل ۲ مشاهده می‌شود که در دمای حدود ۴۵۰ تا ۷۲۰ ℃ کاهش وزن وجود دارد و بعد از آن وزن با شیب مشخصی افزایش می‌یابد. بعلت خواص پارامغناطیسی زیرلایه و میدان مغناطیسی دستگاه اندازه گیری بوجود آمده است. ولی تغییر شیب منحنی از دمای ۷۲۰ ℃ با نرخ بیشتری تغییر کرده است. شیب یکسان تغییرات وزن پوشش نشان می‌دهد که در طی عمل اکسیداسیون پوشش دچار شکست، تخریب و همچنین از زیرلایه جدا نشده است. نتایج XRD اکسیداسیون پوشش Ni-B در شکل ۳ آورده شده است. همانطور که دیده می‌شود فاز اکسید نیکل (NiO_2) و فاز اکسید بور (B_2O) تشکیل شده است. تصویر شکل ۴ اکسیدهای سطحی با مرفولوژی کروی را در سطح پوشش که دارای ابعاد حدود ۲۰ تا ۳۰ نانو متر هستند به وضوح نشان می‌دهد. از آنجا که عنصر بور دارای قطر اتمی کم می‌باشد تشخیص آن توسط دستگاه آنالیز کمی EDS با خطای زیادی همراه است ولی وجود عنصر بور را در کره‌های بوجود آمده تایید می‌کند. نتایج EDS از سطح پوشش در منطقه A و B شکل ۴ در جدول ۳ نشان داده شده است. در هیچ کدام از دو منطقه نیکل وجود ندارد. اکسید نیکل در فضاهای بین کره‌ها تشکیل

شده است. در بیشتر مطالعات فاز پایدار اکسید نیکل NiO می‌باشد در حالیه در این تحقیق نشان می‌دهد اکسید NiO_2 غالب بوده است.

نتیجه‌گیری

۱) اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B مقاومت خوبی در برابر ترک و شکست در دمای ۱۰۰۰℃ را دارد و این باعث می‌شود که از این پوشش در صنایع مختلف که تحت تاثیر اکسیداسیون می‌باشند استفاده کرد.

۲) مرفولوژی سطحی اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B نشان می‌دهد که اکسید بور به صورت کروی با ابعاد نانو متر در ساختار تشکیل شده است. نتایج XRD نشان می‌دهد نیکل در دمای بالا در دمای ۱۰۰۰℃ مقاومت خوبی داشته به‌صورت خالص (Ni) باقی مانده است.

۳) اکسیداسیون نیکل در دمای بالا در شرایط آبکاری همراه با عنصر بور به صورت NiO_2 و فاز اکسید بور به صورت B_2O بوجود آمده است.

مراجع

[۱] م. قادری، ح. ایزدی، ا. چمی، پ. صفایی، "بررسی و مقایسه رفتار اکسیداسیون AZ91C بدون پوشش و به همراه پوشش الکترولس نیکل-فسفر" *چهاردهمین سمینار مهندسی سطح*، انجمن خوردگی ایران، مهر ۱۳۹۲.

[2] J. G. Mathieson, J. S. Truelove, and H. Rogers, "Toward an understanding of coal combustion in blast furnace tuyere injection," *Fuel*, vol. 84, no. 10, pp. 1229–1237, Jul. 2005.

[3] R. Elansezhian, B. Ramamoorthy, P. Kesavan Nair "Effect of surfactants on the mechanical properties of electroless (Ni–P) coating" *Surface & Coatings Technology*, Vol. 203, pp. 709–712, 2008.

[4] Z. Abdel Hamid, H.B. Hassan, A.M. Attyia, "Influence of deposition temperature and heat treatment on the performance of electroless Ni–B films" S*urface & Coatings Technology*, Vol. 205 pp. 2348–2354, 2010.

[5] V. K. Bulasara, O.Chandrashekar, R. Uppaluri, "Effect of surface roughness and mass transfer enhancement" *chemical engineering research and design*, Vol. 89, pp. 2485–2494, 2011.

[6] B. Jiang, L. Xiao, S.Hu, J. Peng, H. Zhang, "Optimization and kinetics of electroless Ni–P–B plating of quartz optical fiber" *Optical Materials*, Vol. 31, pp. 1532–1539, 2009.

[7] F. Delaunois, J. . Petitjean, P. Lienard, and M. Jacob-Duliere, "Autocatalytic electroless nickel-boron plating on light alloys," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 124, no. 2–3, pp. 201–209, Feb. 2000.

[8] a. a. Zuleta, O. a. Galvis, J. G. Castaño, F. Echeverría, F. J. Bolivar, M. P. Hierro, and F. J. Pérez-Trujillo, "Preparation and characterization of electroless Ni–P–Fe3O4 composite coatings and evaluation of its high temperature oxidation behaviour," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 23, pp. 3569–3578, Aug. 2009.

جدول ۱: فرایند پیش عملیات نمونه ها قبل از آبکاری

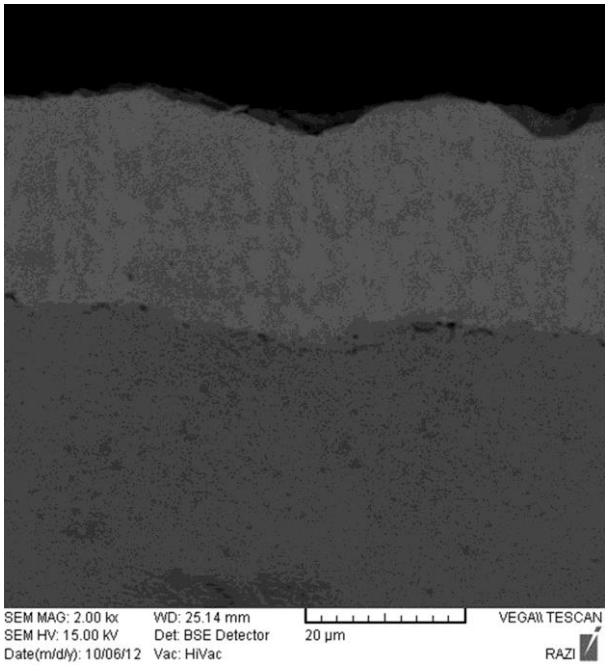
مراحل	توضیحات
شست و شو	توسط استون به مدت ۱۵ دقیقه
سنباده زنی	توسط کاغذ سنباده تا درجه ۱۰۰۰
چربی زدایی	محلول ۲۵٪ وزنی NaOH در دمای ۵۰°C به مدت ۲۰ دقیقه
اکسید زدایی	محلول ۱۰٪ وزنی HCl در دمای محیط به مدت ۱ دقیقه

جدول ۲: ترکیب شیمیایی و پارامترهای آبکاری الکترولس Ni-B

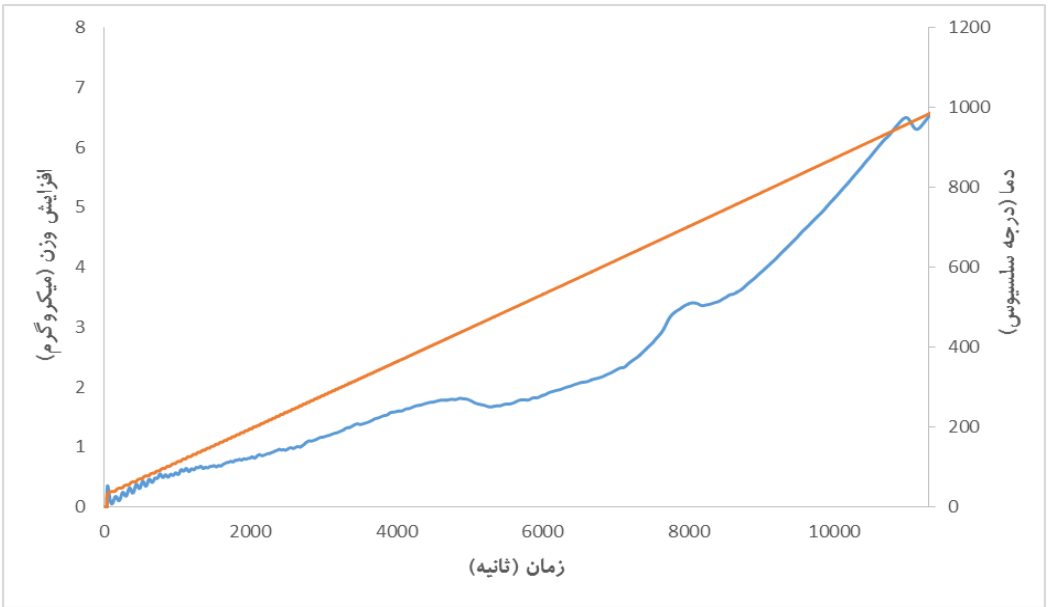
ترکیبات حمام	مقدار
Nickel chloride	20 g/l
Sodium borohydride	1 g/l
Ethylenediamine (98%)	64 ml/l
Sodium hydroxide	40 g/l
Thallium acetate	1 mg/l
pH	12.5
دما	85±2°C

جدول ۳: آنالیز نقطه ای از پوشش الکترولس Ni-B علامت زده شده در شکل ۴-ب

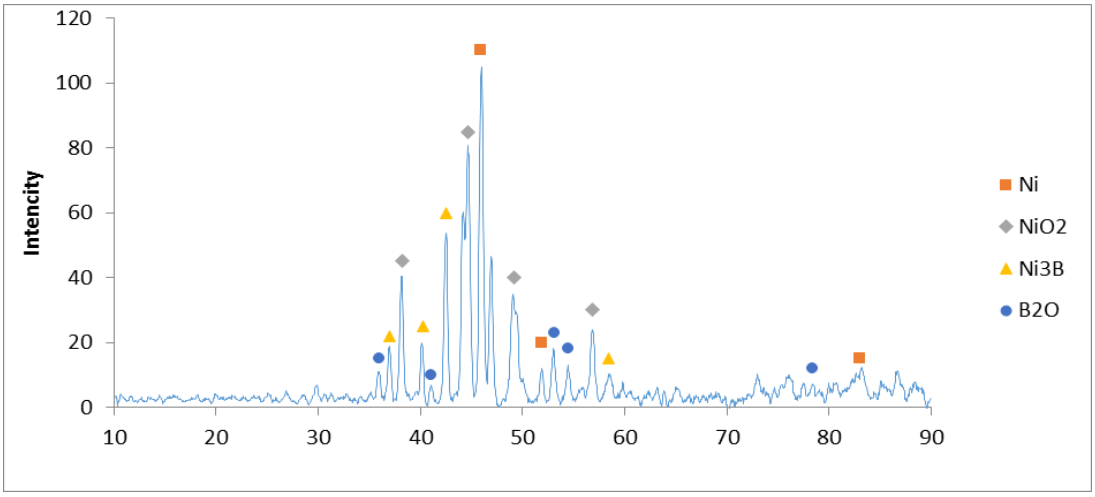
منطقه	O wt.%	B wt.%	Ni wt.%
A	۳۹	۲	۴
B	۴۹	۱	۴
زمینه	۴۵	۰	۲۷



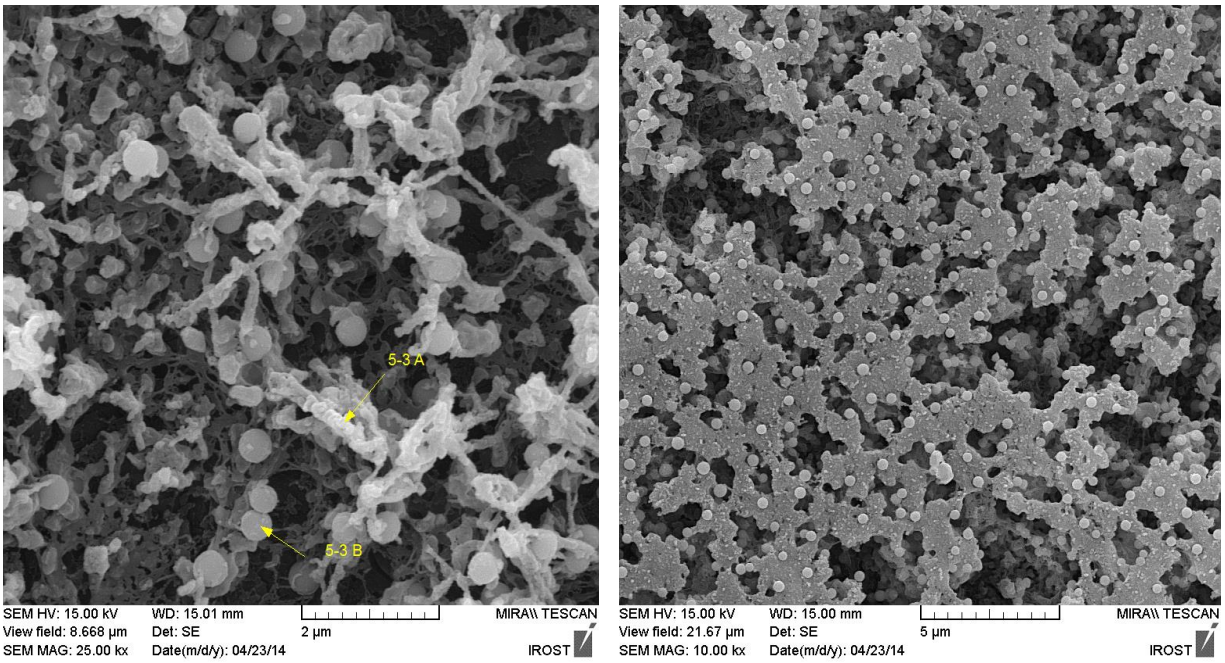
شکل ۱: تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از سطح مقطع پوشش الکترولس Ni-B



شکل ۲: نمودار اکسیداسیون پوشش الکترولس Ni-B با سرعت گرمایش ۵℃/min



شکل ۳: نمودار XRD سطح پوشش الکترولس Ni-B بعد از آزمون اکسیداسیون در دمای ۱۰۰۰℃



ب الف

شکل ۴: مورفولوژی سطح پوشش الکترولس Ni-B بعد از آزمون اکسیداسیون در دمای ۱۰۰۰℃