

اثر چرخه کار و فرکانس جریان پالسی بر خواص پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل- کاربیدسیلسیم

وحید ضرغامی^۱، محمد قربانی^۲

^۱ کارشناس ارشد خوردگی و حفاظت از مواد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف

^۲ استاد دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف

* نویسنده مسئول: ghorbani@sharif.edu

تاریخ دریافت: ۱۳۹۱/۱۰/۰۶ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۲/۰۴/۲۴

چکیده

پوشش های کامپوزیتی Ni-SiC کاربرد گسترده ای در صنعت (ابزارآلات ضدسایش، پوشش های مقاوم به خوردگی، پوشش های کشتی ها و بویلرها و...) داشته و به دلیل دارا بودن خواصی نظیر مقاومت به سایش و مقاومت به خوردگی بالا و خواص تریبولوژی خاص، مورد توجه محققان هستند. در این پژوهش پوشش کامپوزیتی نیکل- کاربید سیلسیم توسط جریان پالسی با استفاده از الکتروود دیسک چرخان ایجاد شد. درصد ذرات موجود در پوشش با تغییر فرکانس و چرخه کار در فرکانس ۱۰ هرتز و چرخه کار ۸۰ درصد به بیشترین مقدار خود رسید. تحت این شرایط پوششی با ۱۶/۲ درصد حجمی از نانو ذرات سیلسیم کاربید با ابعاد ۵۰ نانومتر حاصل شد. کمترین زبری در فرکانس ۱۰۰ هرتز در چرخه کار ۵۰ درصد برابر ۰/۳۸ میکرومتر حاصل گردید. در پوشش های حاصل با افزایش درصد حجمی ذرات موجود در پوشش دانسیته جریان خوردگی از ۷/۰۹ میکروآمپر بر سانتی مترمربع در حالت پوشش نیکل خالص به ۰/۱۵ میکروآمپر بر سانتی مترمربع در حالت کامپوزیتی حاوی ۷/۸ درصد حجمی ذرات SiC می رسد و مقاومت الکتروشیمیایی پوشش از ۱۰۲۹ اهم به ۷۲۳۲ اهم می رسد. مورفولوژی پوشش ها به صورت گل کلمی شکل و یا ترکیبی از هرم و حالت گل کلمی شکل حاصل شد.

کلمات کلیدی: پوشش نیکل- کاربید سیلسیم، جریان پالسی، فرکانس، چرخه کار، الکتروود دیسک چرخان

Effect of duty cycle and frequency of pulsed current on the properties of nickel - silicon carbide nanocomposite coatings

Vahid Zarghami¹, Mohammad Ghorbani^{2*}

¹ MSc of department, Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran.

² Professor of department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran.

*Corresponding Author: ghorbani@sharif.edu

Submission: December 26, 2012 Acceptance: July 25, 2013

Abstract

Ni-SiC composite coatings are widely used in industry (equipment high wear resistance coatings, corrosion resistant coatings, ship and boiler coatings, . . .). Its unique properties in high wear resistance, corrosion resistance and tribological properties. Researchers tend to investigate this coating. This study covers Ni-SiC composite coating under pulsed current using a rotating disk electrode. Coating properties were investigated by changing the duty cycle and frequency of pulsed current in waats' bath. Percent of the particles in the coating changes by the frequency and duty cycle. Amount of nanoSiC particles inside the deposit reached its maximum value in frequency of 10 Hz and 80% as duty cycle. In this condition, amount of nanoSiC particles inside the deposit was calculated at 16.2% as volume percent. The size of SiC powders is 50 nm in this state. Least roughness amount is 0.38 micrometer. It obtained at a frequency of 100 Hz and 50% as duty cycle. In nano composite coating with increasing of particle volume percent in coat the corrosion current density decreased from $7.09 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ to $0.015 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Also EIS resistant is increased from 1029Ω to 7232Ω . With increasing rotation speed of the electrode the morphology changed from composition of the pyramid-shaped and flower cabbage to flower cabbage mode completely.

Keywords: Ni-SiC coating, pulsed current, frequency, duty cycle, rotating disk electrode.

۱- مقدمه

تشکیل لایه اکسیدی بر روی سطح، افزایش می‌یابد. ذرات سرامیکی، مانع خوردگی در مرز دانه می‌شوند و نقش دیگر ذرات به دام افتاده، کوچک نمودن دانه‌ها می‌باشد. به عنوان مثال TiO_2 و SiC رشد ستونی دانه‌های نیکل را متوقف کرده و سایت‌های جدید جوانه زنی را افزایش می‌دهند و در اثر مجبوس شدن ذرات، نظم رشد دانه‌ها بهم می‌خورد و تنش‌های داخلی بیشتری در پوشش ایجاد می‌شود [۱۵].

روش‌های مختلف پوشش‌دهی کامپوزیتی بر مبنای معلق نگه داشتن ذرات درون الکترولیت در هنگام رسوبدهی از روش الکترولیتی استوار هستند. از اینرو تلاطم الکترولیت بخش جدایی ناپذیر تولید این پوشش‌هاست. با این رویکرد و از لحاظ عملی روش‌های تولید این پوشش‌ها را به سه روش عمده پوشش‌دهی با الکتروود موازی، رسوبدهی با الکتروود افقی و الکتروود چرخان می‌توان تقسیم بندی کرد. در روش پوشش‌دهی با الکتروود موازی آنند در بالای حمام قرار می‌گیرد و کاتد به صورت افقی زیر آنند خواهد بود. در طول فرآیند رسوبدهی در فواصل زمانی مشخص الکترولیت به شدت همزده می‌شود. رسوبدهی با الکتروود عمودی به عنوان روش مرسوم خوانده می‌شود که ذرات غیر قابل حل، درون الکترولیت مورد استفاده جهت پوشش‌دهی فلز پایه به وسیله همزدن معلق نگه داشته می‌شوند، و در الکترولیت، بین آنند و کاتد عمودی و موازی جریان الکتریکی برقرار می‌شود [۱۶]. روش الکتروود چرخنده به دو گونه زیر تقسیم می‌شوند: کاتد چرخنده به دور خود^۱ (CR) و کاتد چرخنده به دور آنند^۲ (ACR) که در نوع اول الکتروود چرخنده، سلول الکتروشیمیایی مرسوم مورد استفاده قرار می‌گیرد با این تفاوت که تلاطم در محلول از طریق چرخیدن کاتد به دور خودش رخ می‌دهد و رسوب الکتروشیمیایی پوشش نانوکامپوزیتی تشکیل می‌شود. در مقابل، در نوع دوم الکتروود چرخنده (ACR) تلاطم از طریق چرخش کاتد به دور آنند ایجاد می‌شود [۱۷].

در دو دهه اخیر پوشش‌های کامپوزیتی از پیشرفت چشمگیری برخوردار بوده‌اند. در دهه‌های ۷۰ و ۸۰ تحقیقات بر روی تولید پوشش‌هایی با خواص عالی مکانیکی، خوردگی و سایشی متمرکز گردید. با ظهور مواد نانو ساختار در سه دهه گذشته، تکنیک‌های رسوبدهی الکتروشیمیایی راه‌های مشخصی برای تولید گونه‌های مختلف مواد نانو ساختار فراهم آوردند. این گونه‌ها، رسوب‌های نانوکریستالی، نانویابرها، نانوتیوبها، نانومولتی لایرها و نانوکامپوزیت‌ها را در بر می‌گرفت [۲۰۱]. با متنوع تر شدن ذرات در ابعاد نانو، استفاده از نانوذرات در پوشش‌های کامپوزیتی نیز رایج شد. نانوذرات در مرز دانه‌ها مانع از حرکت نابجاییها و رشد ناشی از تبلور مجدد در دمای بالا می‌شوند، لذا میکروسختی و پایداری حرارتی به گونه قابل توجهی افزایش می‌یابد. در اثر بهبود ساختار کریستالی و افزایش سختی، مقاومت به سایش نیز بالا می‌رود [۳]. میکرو سختی نانو کامپوزیت‌های Ni/SiC دو برابر میکرو سختی نیکل است و همچنین مقاومت به سایش این کامپوزیت بیشتر و ضریب اصطکاک آن کمتر است [۵]. لذا با افزودن SiC و یا WC به نیکل، سختی و مقاومت به سایش نیکل افزایش می‌یابد [۶]. همچنین در سال‌های اخیر علاوه بر SiC و WC در شبکه‌های فلزی یا آلیاژی، ذرات مختلفی از قبیل Al_2O_3 ، SiO_2 ، CaF_2 ، B_4C ، ZrO_2 ، TiO_2 ، Cr_2O_3 ، (پلی تترا فلورو اتیلن)، پلی اتیلن، گرافیت، نانوتیوبهای کربنی و غیره مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۷-۱۴]. افزودن TiO_2 به شبکه نیکل، سبب افزایش سختی و کاهش دمای تبلور مجدد آن می‌گردد زیرا این ماده، عیوب شبکه از قبیل دوقلوبی‌ها، نابجایی‌ها و مرز دانه‌های نیکل را افزایش می‌دهد [۱۲]. افزودن ذرات ZrO_2 به شبکه نیکل، سبب افزایش میکروسختی و خواص ضد سایشی آن می‌گردد [۱۳]. کامپوزیت Cr/Cr_2O_3 به منظور استفاده در دماهای بالا در مواد ضد سایشی تهیه شده است. علت مقاومت به سایش این ماده، تشکیل یک اکسید براق در سطح در حین سایش می‌باشد [۱۴]. مقاومت به خوردگی این پوشش نیز در اثر

1-Cathode Rotating

2- Anode Circumference Rotating

سیلیسیم در فرایند رسوبدهی پالسی با استفاده از الکتروود دیسک چرخان بررسی خواهد شد.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- زیر لایه

زیر لایه در نظر گرفته شده برای آبکاری پوشش نانوکامپوزیتی، ورق مس خالص با ضخامت نیم میلیمتر و به صورت دیسکی به قطر ۱۵ میلیمتر بود. ابتدا نمونه ها توسط سنباده های ۶۰۰ و ۱۰۰۰ و ۲۵۰۰ صیقلی شدند. برای حذف چربی ها و آلودگی های سطحی، نمونه ها به مدت ۱۰ دقیقه در داخل استون در معرض امواج التراسونیک مدل Soltec با انرژی ۸۰ وات قرار گرفتند و نهایتاً توسط آب مقطر شسته شده و خشک گردیدند.

۲-۲- محلول آبکاری نیکل- سیلیسیم کاربرد

در این پژوهش از حمام وات برای رسوبدهی پوشش کامپوزیتی Ni-SiC در سل RDE تحت شرایط جریان پالسی استفاده گردید. در این حمام از سولفات نیکل جهت تامین یون نیکل حمام به صورت غیر کمپلکس استفاده می شود. از کلرید نیکل جهت استفاده از قابلیت یون کلر در افزایش چگالی جریان های حدی با شکستن لایه نفوذی و اسید بوریک برای ثابت نگه داشتن pH حمام و کم کردن تمایل به هیدرولیز و کاهش ایجاد نمک های بازی استفاده می گردد. ترکیب این حمام در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱: ترکیب حمام وات مورد استفاده

ماده	مقدار
نیکل سولفات	۳۰۰ گرم در لیتر
نیکل کلرید	۴۰ گرم در لیتر
اسید بوریک	۳۰ گرم در لیتر

ذرات SiC به کار رفته به شکل کروی بوده و دارای اندازه قطر ۵۰ نانومتر می باشند. دمای مورد استفاده ۵۰ درجه سانتیگراد و pH محلول ۴/۵ می باشد. به منظور پخش یکنواخت ذرات SiC در حمام و ایجاد سوسپانسیون پایدار

تا کنون انواع جریان های مستقیم، پالسی و مثلثی برای تولید پوشش های کامپوزیتی مورد استفاده قرار گرفته اند، تغییر نوع جریان اعمالی روی میزان SiC درون پوشش و دیگر خواص پوشش تاثیرگذار است. جریان پالسی یک روش رسوبدهی همزمان ذرات جامد ترکیبات فلزی یا غیر فلزی یا پلیمرها با یک زمینه فلز یا آلیاژ است. در آبکاری پالسی، پتانسیل یا جریان به سرعت بین دو مقادیر متفاوت جابجا می شود [۱۸]. با افزایش چرخه کاری، جریان پیک پالسی به جریان مستقیم نزدیک می شود. لایه نفوذی جریان پالسی، متشکل از یک لایه ساکن و یک لایه متحرک است. در فرکانس های بالا، لایه دوگانه در زمان ON به طور کامل شارژ نمی شود و در زمان OFF به طور کامل دشارژ نمی شود. به طوری که اگر فرکانس به مقدار بالای ۵۰۰ Hz برسد ضخامت لایه نفوذی معادل آبکاری با جریان مستقیم خواهد شد. با این وجود در Ip خیلی بالا از فرکانس های بالا می توان استفاده کرد زیرا شارژ و دشارژ لایه دوگانه در زمان کوتاه تری صورت می گیرد و سرعت آبکاری جریان پالسی تحت تاثیر تبلور الکتریکی افزایش می یابد [۱۹]. به طور کلی تحت جریان پالسی، علاوه بر افزایش میزان کاربرد سیلیسیم درون پوشش، شدت جوانه زنی نیکل نیز افزایش می یابد در نتیجه اندازه دانه زمینه نیکلی نیز کاهش می یابد. در زمان های خاموش جریان در حالت پالسی، آنیون ها و دیگر اجزاء بیگانه بر روی پوشش قرار گرفته، از ادامه رشد آن در زمان برقراری جریان جلوگیری می کنند. در نتیجه در پالس بعدی جریان نیکل وادار به جوانه زنی مجدد خواهد شد. نتیجه حاصل پوشش بسیار ریز دانه با تنش داخلی خواهد شد. چنین پوشش های ریز دانه ای سختی بسیار بالایی خواهد داشت. هر چه زمان آسایش طولانی تر باشد میزان ممانعت کنندگی و در نتیجه ریز دانه گی پوشش نیز بیشتر خواهد شد [۲۰].

با توجه به توضیحات داده شده در رابطه با خواص پوشش های کامپوزیتی Ni-SiC و روش های مختلف اعمال این پوشش ها، در این مقاله اثر فرکانس و چرخه کار جریان پالسی بر خواص پوشش های نانوکامپوزیتی نیکل- کاربرد

$$V_F = \frac{\text{atom}\%(\text{Si}) \times V_s(\text{SiC})}{\text{atom}\%(\text{Si}) \times V_s(\text{SiC}) + \text{atom}\%(\text{Ni}) \times V_s(\text{Ni})} \quad (2)$$

در رابطه (۱) حجم مولی ماده مورد نظر از تقسیم جرم مولکولی بر چگالی به دست می آید [۲۱]. در رابطه (۲) درصد حجمی ذرات SiC رسوب کرده در پوشش به دست می آید. در این رابطه V_s بیانگر حجم مولی اجزاء و atom% نیز درصد مولی جزء در پوشش را نشان می دهد. مورفولوژی پوشش های نانوکامپوزیتی حاصل توسط میکروسکوپ الکترونی SEM بررسی گردید. میکروسکوپ الکترونی مورد استفاده جهت بررسی ریز ساختار پوشش ها ساخت شرکت تی اسکن (Tescan) و مدل وگا (Vega) بود. به منظور بررسی زبری پوشش های حاصل از دستگاه رافنس سنج مدل EMD-1500-311 استفاده گردید. نتایج حاصل به صورت میانگین رافنس بر حسب تغییر سرعت چرخش کاند گزارش گردید. رفتار خوردگی پوشش نانوکامپوزیتی حاصل در محلول کلرور سدیم ۳/۵ درصد مولی بررسی گردید. بررسی خواص خوردگی (انجام آزمون پلاریزاسیون خطی) توسط دستگاه Auto Lab الکتروشیمیایی مدل PGSTAT 302N انجام شد. برای رسم منحنی های پلاریزاسیون سرعت جاروب پتانسیل ۵ mV/sec در نظر گرفته شده و پتانسیل ها نسبت به الکتروود مرجع کالومل اشباع (SCE) ثبت شد. الکتروود آند از ورق فولاد زنگ نزن بوده و برای الکتروود کاری سطح پوشش ها یک سطح کاملاً پوشیده شده و حدود ۱ cm² از سطح در معرض محلول قرار داده شد. جهت مطالعه مقاومت پوشش از یک دستگاه EG&G مدل 237A استفاده شد. محدوده فرکانس ۱۰ میلی هرتز تا ۱۰۰ کیلوهرتز برای به دست آوردن نمودار نایکوئیست در نظر گرفته شد. محلول مورد استفاده برای انجام آزمایش ها نیز محلول ۳/۵ درصد NaCl بوده است. داده های حاصل جهت تعیین مقاومت پوشش، توسط نرم افزار ZsimDemo330 مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفتند.

حمام ها قبل از پوشش دهی به مدت ۲۰ دقیقه در معرض التراسونیک پرابدار مدل S-4000-010 قرار گرفتند.

۲-۳- سلول الکتروشیمیایی

برای تهیه پوشش های لازم از یک سلول الکتروشیمیایی RDE استفاده گردید. در این سلول آند و کاتد به صورت عمودی نسبت به همدیگر قرار می گیرند. کاتد چرخان که دیسک مسی بر سر آن قرار می گیرد به یک روتور چرخان وصل می گردد. آند پلاتینی نیز در کف سلول روبه روی کاتد قرار می گیرد. لذا با استفاده از این تکنیک پوشش هایی با ضخامت ۲۵ میکرون ایجاد شدند. ضخامت سنجی پوشش ها توسط دستگاه ضخامت سنج پوشش Elcometer انجام شد.

۲-۴- بررسی اثر چرخه کار و فرکانس

به منظور بررسی سرعت چرخش کاتد از حمامی حاوی ۲۰ گرم بر لیتر ذرات ۵۰ نانومتری SiC استفاده گردید. دانسیته جریان پیک ۵ آمپر بر دسیمتر مربع مورد استفاده قرار گرفت. شرایط بررسی شده در جدول ۳ آمده است. علاوه بر موارد جدول ۲ نمونه ای در حمام نیکل خالص تحت سرعت چرخش کاتد ۶۰۰ دور بر دقیقه نیز ایجاد شد تا در بررسی خواص خوردگی پوشش جهت مقایسه با پوشش های کامپوزیتی مورد استفاده قرار گیرد. در این بررسی تمامی حالت های ممکن بررسی شد تا اثر تقابلی فرکانس و چرخه کار مورد بررسی قرار گیرد.

۲-۵- بررسی خواص پوشش

ترکیب شیمیایی پوشش ها توسط طیف نگاری EDX بررسی گردید. میزان ذرات سیلیسیم کاربرد رسوب کرده توسط این آنالیز در بزرگنمایی ۲۰ برابر تعیین گردیدند. برای محاسبه درصد حجمی ذرات رسوب کرده در داخل پوشش از فرمول زیر به نحو زیر استفاده شد:

$$V_s(X) = \frac{M(X)}{\rho(X)} \quad (1)$$

جدول ۲: اطلاعات مربوط به بررسی فرکانس و چرخه کار اعمالی

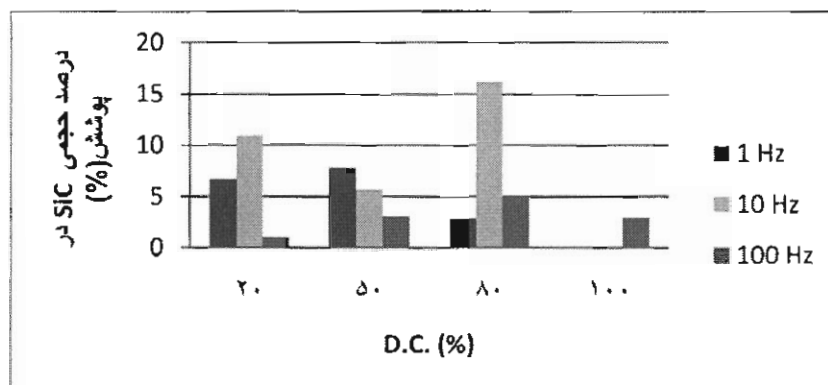
کد پوشش	D.C.(%)	F(Hz)	کد پوشش	D.C.(%)	F(Hz)
۱	۲۰	۱	۶	۵۰	۱۰۰
۲	۲۰	۱۰	۷	۸۰	۱
۳	۲۰	۱۰۰	۸	۸۰	۱۰
۴	۵۰	۱	۹	۸۰	۱۰۰
۵	۵۰	۱۰	۱۰	۱۰۰	مستقیم

۳- نتایج و بحث

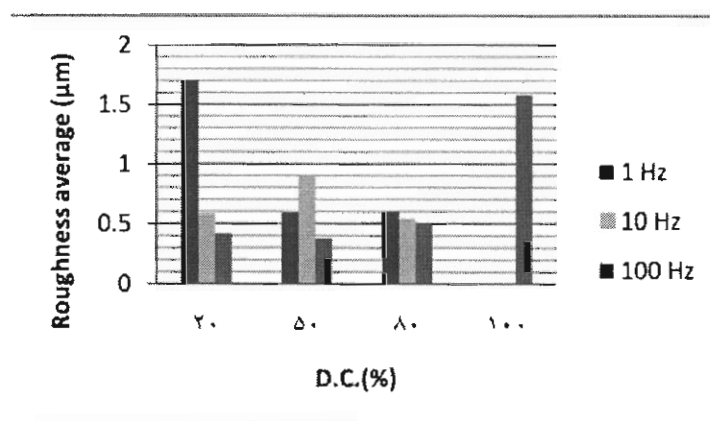
۳-۱- بررسی اثر فرکانس و چرخه کار بر ترکیب شیمیایی پوشش

در این مطالعه از سه فرکانس ۱ و ۱۰ و ۱۰۰ هرتز در چرخه های کاری ۲۰ و ۵۰ و ۸۰ درصد استفاده گردید. برای بررسی اثر تقابلی میان متغیرها تمامی حالات ممکن بررسی شدند. نتایج حاصل از این مطالعه در شکل ۱ نشان داده شده است.

بیشترین مقدار ذرات رسوب کرده در پوشش در فرکانس ۱۰ هرتز در چرخه کار ۸۰ درصد حاصل گردید. به غیر از فرکانس ۱ هرتز بیشترین درصد ذرات به طور کلی در چرخه کار ۸۰ درصد در فرکانس های ۱۰ و ۱۰۰ حاصل شده است. همان طور که قبلا نیز در مقدمه بحث شد میزان رسوب ذرات در حالت پالسی بیشتر از حالت جریان مستقیم است [۱۹-۲۰].



شکل ۱: نمودار اثر فرکانس و چرخه کار بر میزان ذرات رسوب کرده در پوشش تحت جریان پیک ۵ آمپر بر دسیمترمربع در سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه.



شکل ۲: نمودار اثر فرکانس و چرخه کار بر میزان زبری پوشش تحت جریان پیک ۵ آمپر بر دسیمترمربع در سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه.

پوشش R50-c: حاوی ۱۶/۲ درصد حجمی سیلیسیم کاربرد حاصل از فرکانس ۱۰ هرتز و چرخه کار ۸۰ درصد. منحنی های پلاریزاسیون حاصل در شکل ۳ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود در تمامی منحنی ها یک منطقه پسیو کوچکی در شاخه آندی منحنی ها دیده می شود که این ناحیه می تواند به دلیل اکسید شدن لایه نیکل و یا ایجاد دی اکسیدسیلیسیم در سطح پوشش باشد. روند کلی حاکم بر منحنی ها حاکی از آن است که سرعت و پتانسیل خوردگی نسبت به پوشش خالص به ترتیب کاهش و افزایش یافته اند. نتایج حاصل برای سرعت و پتانسیل خوردگی پوشش ها در جدول ۳ آمده است. با زیاد شدن درصد حجمی ذرات SiC ۵۰ نانومتری در پوشش سرعت خوردگی کاهش می یابد. منتهی یک تناقض در روند مقاومت به خوردگی این پوشش ها مشاهده می گردد و آن هم این است که در پوشش R50-c علی رغم زیاد بودن درصد ذرات مدفون در پوشش سرعت خوردگی نسبت به پوشش های با درصد SiC بالاتر بیشتر است در حالی که انتظار می رفت کمتر باشد. این رفتار می تواند در اثر وجود ترک در پوشش به دلایلی چون آگلومره شدن ذرات و ایجاد ذرات درشت درون پوشش و ایجاد تنش و ترک بر روی سطح رخ دهد.

۳-۲- بررسی اثر فرکانس و چرخه کار بر زبری پوشش

شکل ۲ نمودار اثر فرکانس و چرخه کار بر میزان زبری پوشش راتحت جریان پیک ۵ آمپر بردسی متر مربع در سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه نشان می دهد.

کمترین زبری در فرکانس ۱۰۰ هرتز در چرخه کار ۵۰ درصد برابر ۰/۳۸ میکرومتر حاصل گردید. این حاکی از آن است که در این حالت نشست به صورت آرام صورت گرفته و ذرات توانسته اند در فضاهای خالی سطح به خوبی رسوب نمایند.

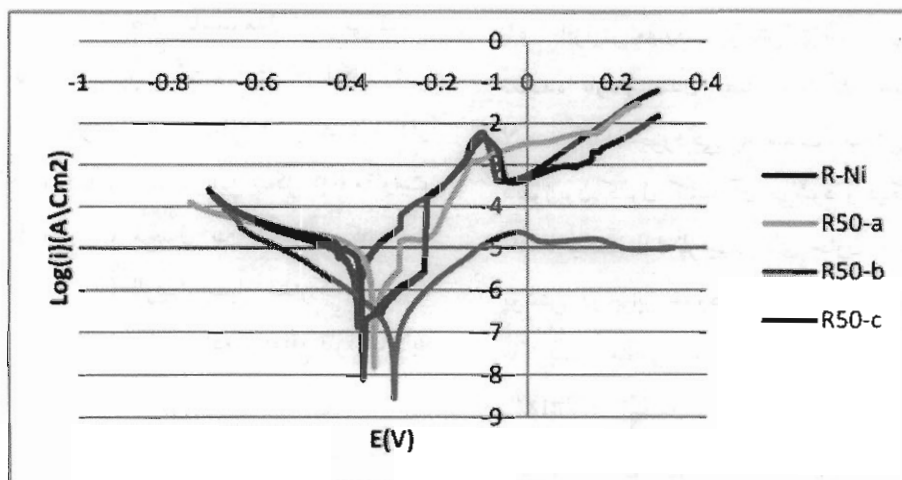
۳-۳- بررسی مقاومت به خوردگی پوشش ها با درصد SiC مختلف در پوشش

به منظور بررسی اثر درصد حجمی ذرات SiC ۵۰ نانومتری در پوشش از چهار پوشش به شرح زیر استفاده گردید:

پوشش R-Ni: نیکل خالص به دست آمده از حمام نیکل فاقد ذرات سیلیسیم کاربرد حاصل از فرکانس ۱۰ هرتز و چرخه کار ۸۰ درصد.

پوشش R50-a: حاوی ۲/۹ درصد حجمی سیلیسیم کاربرد حاصل از فرکانس ۱۰ هرتز و چرخه کار ۵۰ درصد.

پوشش R50-b: حاوی ۷/۸ درصد حجمی سیلیسیم کاربرد حاصل از فرکانس ۱ هرتز و چرخه کار ۵۰ درصد.



شکل ۳: دیاگرام های پلاریزاسیون انجام شده در محلول ۳/۵ درصد NaCl پوشش های نانوکامپوزیتی Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری در سرعت جاروب شدن پتانسیل ۵ mV/sec

جدول ۳: اطلاعات مربوط به مطالعه خوردگی پوشش‌های نانوکامپوزیتی Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری در سرعت جاروب شدن پتانسیل ۵ mV/sec در محلول ۳/۵ درصد NaCl.

پوشش	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Ecorr (V)	β_c (V/dec)	β_a (V/dec)
R-Ni	۷/۰۹	-۰/۴۰	۰/۱۸	-۰/۳۳
R50-a	۱/۰۳	-۰/۳۴	۰/۲	-۰/۳۵
R50-b	۰/۰۱۵	-۰/۳۰	۰/۵	-۰/۴
R50-c	۰/۰۷۶	-۰/۳۶	۰/۵	-۰/۱۲

پوشش R50-a: حاوی ۲/۹ درصد حجمی سیلیسیم کاربید حاصل از فرکانس ۱۰۰ هرتز و چرخه کار ۵۰ درصد پوشش R50-b: حاوی ۷/۸ درصد حجمی سیلیسیم کاربید حاصل از فرکانس ۱ هرتز و چرخه کار ۵۰ درصد منحنی‌های نایکوئیست حاصل در شکل ۵ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش میزان ذرات SiC در پوشش مقاومت پوشش افزایش و ظرفیت خازنی کاهش می‌یابد. نتایج حاصل برای مقاومت پوشش و ظرفیت خازنی و مقاومت محلول در جدول ۴ آمده است. مکانیزم افزایش مقاومت پوشش می‌تواند به این نحو باشد که ذرات خنثی سیلیسیم کاربید در زمینه نیکل قرار گرفته و درزها و شکاف‌ها و حفره‌ها را پر می‌کنند. در نتیجه اولاً پوشش فشرده و یکنواختی حاصل می‌شود ثانیاً نانوذرات SiC به عنوان یک مانع فیزیکی خنثی شروع خوردگی را به تعویق می‌اندازند و به این نحو خوردگی بهبود می‌یابد [۲۲].

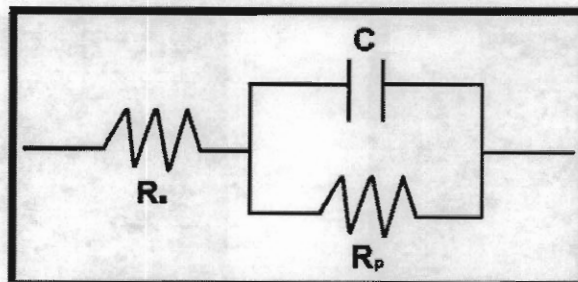
۳-۴- بررسی مقاومت الکتروشیمیایی پوشش (EIS)
جهت مطالعه مقاومت پوشش از دستگاه EG&G استفاده شد. در EIS پیل الکتروشیمیایی توسط یک مدار الکتروشیمیایی معادل که هر قسمت آن مربوط به یک فرایند فیزیکی، شیمیایی و یا الکتروشیمیایی رخ داده در پیل می‌باشد، مدل‌سازی می‌شود. اگر امیدانس مدل فرض شده با امیدانس مشاهده شده تفاوت داشته باشد، مدل تغییر می‌کند تا زمانی که نتایج تطابق قابل قبولی داشته باشند. در این بررسی مدار معادل مطابق ساده‌ترین حالت (شکل ۴) توسط نرم افزار ZsimDemo330 مدل‌سازی شد. در این شکل Rp مقاومت پلاریزاسیون، Rs مقاومت محلول بین الکتروود کاری و الکتروود مرجع می‌باشد. C ظرفیت فصل مشترک پوشش/ الکتروولیت می‌باشد که در حالات ساده در واقع ظرفیت لایه دوگانه است.

به منظور بررسی اثر درصد حجمی ذرات SiC ۵۰ نانومتری در پوشش از سه پوشش به شرح زیر استفاده گردید: پوشش R-Ni: نیکل خالص به دست آمده از حمام نیکل فاقد ذرات سیلیسیم کاربید حاصل از فرکانس ۱۰ Hz و چرخه کار ۸۰٪.

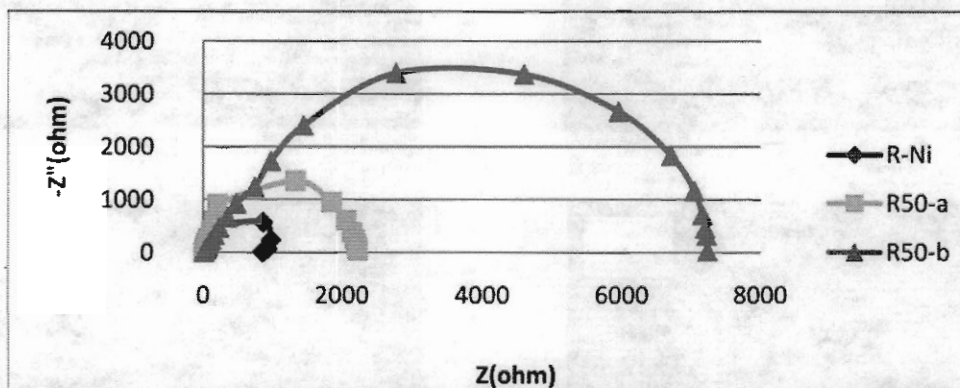
مکانیزم افزایش مقاومت به خوردگی می‌تواند به این نحو باشد که ذرات خنثی سیلیسیم کاربید در زمینه نیکل قرار گرفته و درزها و شکاف‌ها و حفره‌ها را پر می‌کنند. در نتیجه اولاً یک پوشش فشرده و یکنواختی حاصل می‌شود ثانیاً نانوذرات SiC به عنوان یک مانع فیزیکی خنثی شروع خوردگی را به تعویق می‌اندازند و به این نحو خوردگی بهبود می‌یابد [۲۲].

۳-۴- بررسی مقاومت الکتروشیمیایی پوشش (EIS)
جهت مطالعه مقاومت پوشش از دستگاه EG&G استفاده شد. در EIS پیل الکتروشیمیایی توسط یک مدار الکتروشیمیایی معادل که هر قسمت آن مربوط به یک فرایند فیزیکی، شیمیایی و یا الکتروشیمیایی رخ داده در پیل می‌باشد، مدل‌سازی می‌شود. اگر امیدانس مدل فرض شده با امیدانس مشاهده شده تفاوت داشته باشد، مدل تغییر می‌کند تا زمانی که نتایج تطابق قابل قبولی داشته باشند. در این بررسی مدار معادل مطابق ساده‌ترین حالت (شکل ۴) توسط نرم افزار ZsimDemo330 مدل‌سازی شد. در این شکل Rp مقاومت پلاریزاسیون، Rs مقاومت محلول بین الکتروود کاری و الکتروود مرجع می‌باشد. C ظرفیت فصل مشترک پوشش/ الکتروولیت می‌باشد که در حالات ساده در واقع ظرفیت لایه دوگانه است.

به منظور بررسی اثر درصد حجمی ذرات SiC ۵۰ نانومتری در پوشش از سه پوشش به شرح زیر استفاده گردید: پوشش R-Ni: نیکل خالص به دست آمده از حمام نیکل فاقد ذرات سیلیسیم کاربید حاصل از فرکانس ۱۰ Hz و چرخه کار ۸۰٪.



شکل ۴: مدار الکتریکی معادل پوشش Ni-SiC



شکل ۵: منحنی های نایکوئیست به دست آمده در محلول ۳/۵ درصد NaCl پوشش های نانوکامپوزیتی Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری

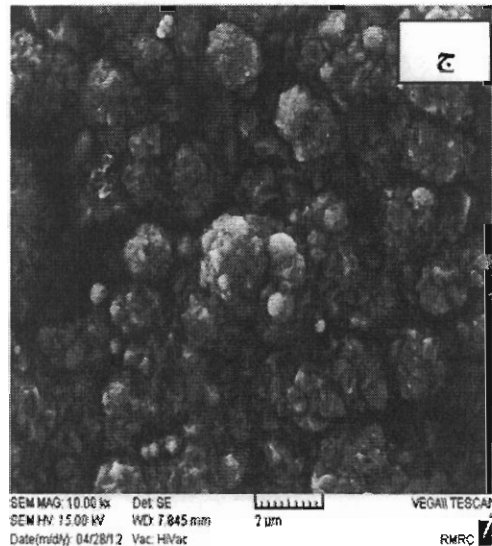
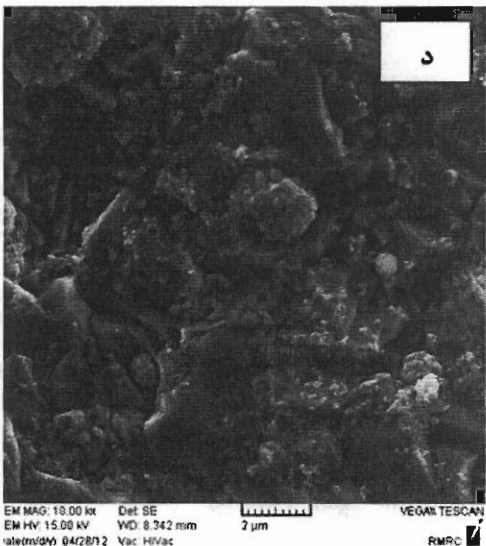
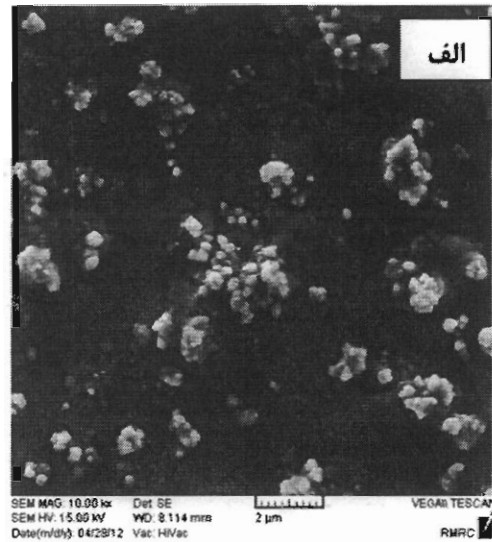
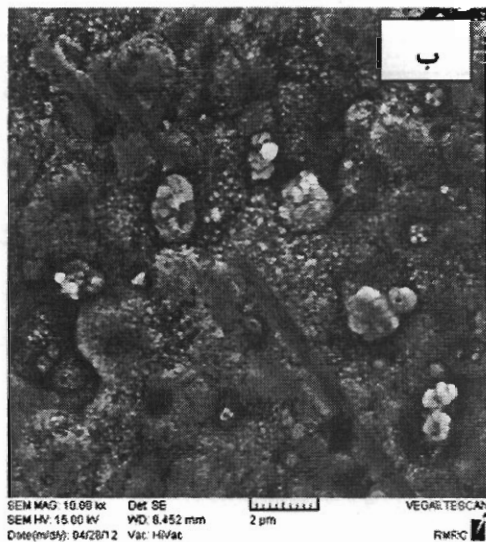
جدول ۴: اطلاعات مربوط به مطالعه EIS پوشش های نانوکامپوزیتی Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری در محلول ۳/۵ درصد NaCl

پوشش	Rp(ohm)	C(μF)	Rs(ohm)
R-Ni	۱۰۲۹	۴۲/۲	۱۴/۹
R50-a	۲۴۵۱	۱۵/۳	۱۴/۹
R50-b	۷۲۲۲	۲/۲۷	۱۴/۹

ذرات موجود در محلول در اثر چرخیدن الکتروود می باشد. شکل ۶- ج تصویر SEM پوشش Ni-SiC را در چرخه کار ۵۰ درصد و فرکانس ۱ هرتز نشان می دهد. در این حالت ساختار به صورت گل کلمی در آمده است. شکل ۶- د تصویر SEM پوشش Ni-SiC در چرخه کار ۸۰ درصد و فرکانس ۱۰ هرتز را نشان می دهد. در این شکل به خوبی رقابت میان رشد طبیعی نیکل بر روی زیر لایه به صورت هرمی شکل و اثر ذرات و چرخش الکتروود به خوبی قابل مشاهده می باشد که برخی مناطق ساختار هرمی و در بعضی مناطق ساختار گل کلمی دیده می شود.

۳-۵- بررسی مورفولوژی پوشش های Ni-SiC

شکل ۶- الف تصویر SEM پوشش Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری به دست آمده تحت جریان پالسی (چرخه کار ۲۰ درصد و فرکانس ۱۰ هرتز) ۵ آمپر بر دسیمترمربع در سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه از حمام حاوی ۲۰ گرم بر لیتر SiC را نشان می دهد. ذرات سفید پراکنده بر روی مورفولوژی پوشش ذرات SiC هستند که تا حدودی آگلومره شده و بر روی کل سطح پخش گردیده اند. شکل ۶- ب تصویر SEM پوشش Ni-SiC در چرخه کار ۲۰ درصد و فرکانس ۱۰۰ هرتز نشان می دهد. گودی ایجاد شده بر روی سطح پوشش به دلیل ایجاد خطوط سایش توسط



شکل ۶: تصویر SEM پوشش Ni-SiC حاوی ذرات ۵۰ نانومتری به دست آمده تحت جریان پالسی ۵ آمپر بر دسیمترمربع در چرخه کار و فرکانس (الف) ۲۰ درصد و ۱۰ هرتز، (ب) ۲۰ درصد و ۱۰۰ هرتز، (ج) ۵۰ درصد و ۱ هرتز، (د) ۸۰ درصد و ۱۰ هرتز در بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر

۴- نتیجه گیری

گردید. در پوشش های حاصل با افزایش درصد حجمی ذرات موجود در پوشش مقاومت به خوردگی و مقاومت الکتروشیمیایی پوشش افزایش می یابد. کمترین دانسیته جریان خوردگی در پوشش دارای بیشترین مقدار درصد کاربید سیلیسیم برابر $0.15/1$ میکرو آمپر بر سانتی متر مربع به دست آمد. در این حالت مقاومت الکتروشیمیایی پوشش برابر با ۷۲۳۲ اهم تعیین گردید. تصاویر SEM ایجاد ساختارهایی به صورت گل کلمی شکل یا مرکب از هرم و گل کلمی شکل را تایید نمود.

در این پژوهش پوشش کامپوزیتی نیکل- کاربید سیلیسیم توسط جریان پالسی با استفاده از الکتروود دیسک چرخان ایجاد شده است. پارامتر مورد بررسی تغییر فرکانس و چرخه کار جریان پالسی در حمام وات بوده است. درصد ذرات موجود در پوشش با تغییر فرکانس و چرخه کار در فرکانس ۱۰ هرتز و چرخه کار ۸۰ درصد به بیشترین مقدار خود رسید. تحت این شرایط پوششی با $16/2$ درصد حجمی از نانو ذرات با ابعاد ۵۰ نانومتر حاصل شد. کمترین زبری در فرکانس ۱۰۰ هرتز در چرخه کار ۵۰ درصد برابر 0.38 میکرومتر حاصل

مراجع

1. C. T. J. Low, R. G. A. Wills, F. C. Walsh, "Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit", *Surface & Coating Technology*, Vol. 21, 2006, Pp.371-383.
2. S. Wang, W. J. Wei, "Kinetics of electroplating process of nano-sized ceramic particle/Ni composite", *Materials Chemistry and Physics*, Vol.78, 2003, Pp. 574-580.
3. Y.S. Dong, P.H. Lin, H.X. Wang, "Electroplating Preparation Of Ni-Al₂O₃ Graded Composite Coatings Using A Rotating Cathode", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 200, 2006, Pp. 3633- 3636.
4. Y.Zhou, H.Zhang, B.Qian, "Fabrication and wear properties of the co-deposited Ni-SiCnanocomposite coating", *Applied Surface Science*, Vol. 253, 2007, Pp. 8335-8339.
5. Y.Yao, S.Yao, L.Zhang, H.Wang, "Electrodeposition and mechanical and corrosion resistance properties of Ni-W/SiCnanocomposite coatings", *Material Letters*, Vol. 61, 2007, Pp. 67-70.
6. M.Surender, B.Basu, R.Balasubramaniam, "Wear characterization of electrodeposited Ni-WC composite coatings", *Tribology International*, Vol. 37, 2004, Pp. 743-749.
7. Gang Wu,, Ning Li, Derui Zhou, KurachiMitsuo , "Electrodeposited Co -Ni-Al 2O3 composite coatings ",*J. Surface and Coatings Technology*, Vol. 176, 2004, pp. 157-164.
8. M. Pushpavanam, "Properties of Ni-WC electrocomposites", *Plating and Surface Finishing* vol. 84, 1997, Pp. 88-90.
- 9.Y. L. Wang, Y. Z. Wan, "Electrodeposition and characterization of Al₂O₃-Cu(Sn), CaF₂-Cu(Sn) and talc-Cu(Sn) electrocomposite coatings", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 106, 1998, Pp.162-166.
10. V. Bhalla, G. Ramasamy, N. Singh, M. Pushpavanam, "Friction and wear characteristic of electrodeposited copper composites", *Plating and Surface Finishing* 82 (1995), Pp. 58-67.
11. D. Yang, C. Jiang, "A chromium/graphite electrodeposited composite coating for unlubricated sliding wear", *Plating and Surface Finishing*, Vol. 85, 1998, Pp. 110-112.
12. C.S.Lin, C.Y.Lee, C.F.Chang, C.H.Chang, "Annealing behavior of electrodeposited Ni-TiO₂ composite coatings", *Surface and Coating Technology*, Vol. 200, 2006, Pp. 36902-3697.
13. W.Wang, F.Hou, H.Wang, H.Guo, "Fabrication and characterization of Ni-ZrO₂ composite nano-coatings by pulse electrodeposition", *ScriptaMaterialia* Vol.53, 2005, Pp. 613-618.
14. K.Kumar, R.Chandramohan, D.Kalyanaraman, "Effect of heat treatment on Cobalt and Nickel electrodeposited surfaces with Cr₂O₃ dispersions", *Applied Surface Science*, Vol. 227, 2004, Pp. 383-386.
15. I.Garcia, A.Conde, G.Langelaan, J.Fransaer, J.P.Celis, "Improved corrosion resistance through microstructural modifications induced by co-deposition of SiC-particles with electrolytic nickel", *Corrosion Science*, Vol. 45, 2003, Pp. 1173-1178.
16. N. Sombatsompop, K. Sukeemith, T. Markpin, N. Tareelap, "A new experimental apparatus of electro-codeposited system for Ni-WC composite coatings", *Materials Science and Engineering*, Vol. 381, 2004, Pp. 175-188.
17. Allen J. Bard, Larry R. Faulkner, "Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications", Second Edition, John Wiley & Sons, INC, 2001.
18. M. S. Chandrasekar, MalathyPushpavanam, "Pulse and pulse reverse plating Conceptual, advantages and applications", *ElectrochimicaActa*, Vol. 53, 2008, Pp. 3313-3322.
19. D. Landolt, A. Marlot, "Microstructure and composition of pulse-plated metals and alloys", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 169 -170, 2003, Pp.8-13.

20. E.A. Pavlatou, M. Stroumbouli, P. Gyftou, "Hardening Effect Induced By Incorporation Of SiC Particles In Nickel Electrodeposits", Journal of Applied Electrochemistry, Vol. 36, 2006, Pp. 385-394.
21. A. Sohrabi, A. Dolati, M. Ghorbani, M.R. Barati, P. Stroeve, Elucidation of the Structural Texture of Electrodeposited Ni/SiCNanocompositeCoatings, J. Phys. Chem. Vol.116, 2012, Pp. 4105-4118.
22. L. Benea, P. L. Bonora, A. Borello and S. Martelli, Effect of SiC size dimensions on the corrosion wear resistance of the electrodeposited composite coating, J. Mat.& Corr., Vol. 53, 2002, Pp. 23-29.