

## ایجاد پوشش کامپوزیتی Ni-P/nanoPTFE به روش الکترولس و بررسی خواص آن

مرتضی تاج بخش<sup>۱\*</sup>، محمود فرهادی نیا<sup>۲</sup>، امین پوست دوز<sup>۳</sup> و امید یعقوبی زاده<sup>۱</sup>

### چکیده

در این پژوهش، خواص پوشش Ni-P/nano PTFE ایجاد شده به وسیله محلول تجاری بر زیرلایه آلومینیومی مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور، خصوصیات ریخت شناسی، سختی، ضخامت و زبری پوشش با تغییر در غلظت و دمای محلول حاوی نانوذرات PTFE مطالعه گردید. تاثیر عملیات حرارتی بر سختی و ساختار پوشش نیز بررسی شد. جهت سختی سنجی از معیار میکرو ویکرز و برای سنجش مقدار زبری، معیارهای Rz و Ra اندازه گیری شد. چگونگی توزیع ذرات در پوشش با میکروسکوپ الکترونی روبشی و ترکیب پوشش با آنالیز تفکیک انرژی و طیف سنج پراش اشعه ایکس مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج نشان دادند حضور نانوذرات PTFE، سختی پوشش نیکل را از ۵۲۰ ویکرز به نصف کاهش می دهد و زبری سطح (Rz) پوشش با افزایش غلظت ذرات نانو از ۲ g/l تا ۱۴g/l از ۱/۴۹μm تا ۴/۶μm تغییر می کند. هم چنین، با افزایش دمای محلول حین پوشش دهی از ۷۵ تا ۹۰ درجه سانتی گراد، سختی از ۱۲۵ ویکرز به ۲۱۰ ویکرز ارتقا یافت. نتایج نشان دادند که انجام عملیات حرارتی در دمای ۳۰۰ درجه سانتی گراد و زمان چهار ساعت به دلیل ایجاد فاز سخت Ni<sub>3</sub>P در پوشش، سختی آن را تا ۳۷۵ ویکرز افزایش می دهد.

واژه های کلیدی: الکترولس، PTFE، عملیات حرارتی، میکروسختی، زبری.

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع مواد و فناوری های ساخت، گروه مواد مرکب.  
 ۲- استادیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران، مجتمع مواد و فناوری های ساخت، گروه مواد مرکب.  
 ۳- دانشگاه آزاد اسلامی واحد خمینی شهر، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبه، خمینی شهر، ایران.

### پیشگفتار

از میان روش‌های گوناگون ایجاد پوشش‌های فلزی روی فلزات، فرایندهای رسوب فلز از محلول‌های آبی به خاطر آسانی کار، قابلیت کنترل و مزایای اقتصادی بسیار دارای اهمیت است. هم‌چنین، برای مثال، بکارگیری نمونه‌های آلومینیومی بدون ایجاد پوشش باعث تشدید خوردگی آن قطعه خواهد شد [۱]. در پوشش‌دهی الکتروسل، از منبع جریان خارجی استفاده نشده و رسوب، نتیجه احیای یون فلزی به اتم فلزی در حضور عوامل احیا کننده است. به دلیل مزایایی چون ایجاد لایه یکنواخت، نبود نیاز به تجهیزات الکتریکی جهت آبکاری و نبود محدودیت در حجم سیستم، پوشش‌دهی الکتروسل اهمیت ویژه صنعتی یافته است [۲]. امروزه آبکاری الکتروسل Ni-P کاربردهایی متنوع در صنایع گوناگون از جمله صنایع الکتریکی و الکترونیک، نفت، گاز و هوا و فضا به خود اختصاص داده است [۳]، اما نوین‌ترین پیشرفت در زمینه پوشش الکتروسل Ni-P رسوب دهی همزمان ذرات جامد در طول پوشش‌دهی است که بسته به نوع ذره، می‌تواند ذرات سخت و یا ذرات نرم باشد [۴]. ذرات سختی نظیر SiC،  $Al_2O_3$  و  $SiO_2$  جهت افزایش سختی و مقاومت به سایش پوشش استفاده می‌شود و ذرات نرمی چون PTFE،  $MoS_2$  و گرافیت به عنوان روانکار خشک با قرار گرفتن در پوشش الکتروسل Ni-P موجب کاهش ضریب اصطکاک و افزایش روانکاری پوشش می‌شوند [۵]. معمولاً روانکارهای جامد در محلی مورد استفاده قرار می‌گیرند که روانکار مایع نتواند استفاده شود. این موارد شامل دمای بالا، دمای به شدت پایین یا خلا بالا می‌باشد [۱۳]. تنها پلیمری که به صورت پوشش بر روی مواد سخت به گونه گسترده به عنوان یک روانکار بکار می‌رود PTFE می‌باشد. این ذرات به خاطر خواصی نظیر خاصیت روانکاری مناسب، عدم قابلیت حل شوندگی در بیش‌تر حلال‌ها، پایداری شیمیایی مناسب و ضریب اصطکاک

پایین نسبت به بقیه پلیمرها -به خاطر انرژی سطحی کم‌تر- به عنوان روانکار جامد ترجیح داده می‌شود. این روانکارها بین سطوح در حال لغزش، لایه ای را فراهم می‌کنند که استحکام برشی کم‌تری نسبت به دو سطح دارد و یا ممکن است در برخی موارد سطوح را کاملاً از هم جدا نگه دارند [۱۴-۱۶].

برای نخستین بار در عمل، در سال ۱۹۸۱ تولید یاتاقان از این نوع پوشش کامپوزیتی حاوی PTFE استفاده شد که موجب بالا رفتن تعداد رفت و برگشت‌های پیستون گردید [۱۶].

در این پژوهش با توجه به مطالعات محدودی که در زمینه خواص پوشش‌های کامپوزیتی Ni-P-PTFE انجام گرفته است، پس از اعمال این پوشش، ریخت شناسی، سختی و زبری پوشش و تاثیر عملیات حرارتی و غلظت نانوذرات بر خواص آن مورد بررسی و مطالعه قرار گرفته است.

### مواد و روش‌ها

در این پژوهش از صفحاتی از جنس آلیاژ آلومینیوم ۷۰۲۳ در ابعاد ۲۰ mm در ۲۰ mm جهت پوشش‌دهی استفاده شد. آنالیز شیمیایی نمونه‌های تهیه شده در جدول ۱ نشان داده شده است.

پیش از هرگونه عملیات آبکاری روی نمونه فلزی، باید عملیات آماده‌سازی سطح انجام شود. به گونه ای که پوشش به خوبی روی آن بنشیند. برای رسیدن به این هدف، باید یک یا چند عمل آماده‌سازی بمنظور پاک کردن آلودگی‌های سطح و فعال‌سازی آن انجام شود. بمنظور پاک سازی آلودگی‌ها و هم‌چنین، صیقلی کردن سطح ابتدا نمونه‌ها تحت عملیات سنباده زنی و پولیش قرار گرفتند. سپس مراحل آماده سازی سطح نمونه‌ها به

جدول ۱- آنالیز شیمیایی زیر لایه.

عنصر	Al	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti	Cr
درصد	Bal.	۱/۴	۲/۲	۰/۷	۰/۵۳	۰/۳	۰/۰۲	۴/۷	۰/۰۵	۰/۰۰۷	۰/۰۲	۰/۱

صورت سوسپانسیون شامل ۶۰ درصد وزنی نانوذرات با اندازه ذرات حدود ۱۰۰nm می‌باشد (شکل ۱).

نانوذرات PTFE پس از اضافه شدن به محلول و پیش از پوشش‌دهی به مدت ۵ ساعت با همزن مغناطیسی و دور ۱۰۰۰ دور بر دقیقه و سپس ۱۰ دقیقه، به وسیله همزن التراسونیک هم‌زده شدند تا از آگلومره شدن ذرات جلوگیری شود. حجم حمام مورد استفاده ۲۵۰ میلی‌لیتر در نظر گرفته شد و پس از پایان مدت زمان پوشش‌دهی، نمونه‌ها از محلول پوشش‌دهی خارج و با آب مقطر به خوبی شسته شدند. برای تنظیم pH از آمونیاک و اسید سولفوریک رقیق استفاده شد. در حین پوشش‌دهی نیز از همزن مغناطیسی با سرعت ۱۰۰ دور بر دقیقه استفاده شد. گفتنی است که pH و دمای پوشش‌دهی ارایه شده از طرف شرکت سازنده محلول به ترتیب مقادیر  $\text{pH}=5$  و  $85^{\circ}\text{C}$  و غلظت نانوذرات در محلول  $10\text{g/l}$  در نظر گرفته شده است. مدت زمان پوشش‌دهی چهار ساعت و ضخامت ایجاد شده نزدیک به  $25\mu\text{m}$  می‌باشد.

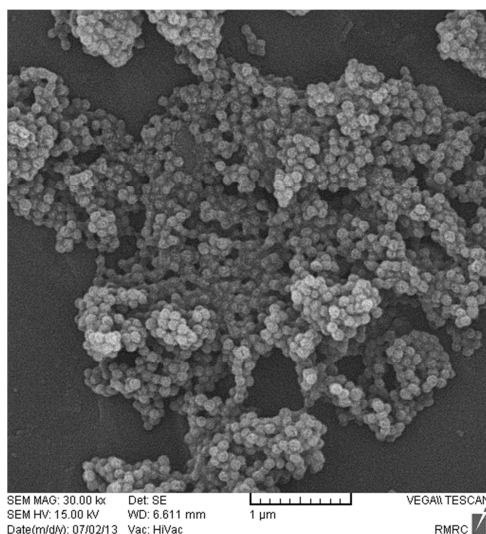
در این پژوهش برای بررسی توزیع ذرات نانو، ابعاد ذرات و درصد ذرات در پوشش از میکروسکوپ الکترونی روبشی و نرم افزار تحلیل تصویری استفاده شده است.

در این پژوهش با تغییر غلظت نانوذرات PTFE در محلول، تاثیر آن بر سختی، نرخ پوشش‌دهی و زبری

شرح زیر اعمال شد با این توضیح که بین هر مرحله قطعات به مدت دو دقیقه با آب مقطر شستشو شدند:

در مرحله نخست، چربی‌های سطحی با آب و صابون شسته شدند. در مرحله دوم، محلولی حاوی ۱۵ گرم بر لیتر کربنات سدیم و ۵ گرم بر لیتر فسفات سدیم تهیه شد. محلول چربی‌گیری تهیه شده را به دمای  $70^{\circ}\text{C}$  درجه سانتی‌گراد رسانده و نمونه‌ها به مدت ۴ دقیقه در آن قرار داده شدند. سپس نمونه‌ها به مدت ۲ دقیقه در محلول ۲ درصد حجمی سود غوطه‌ور و به منظور فعال سازی سطح، در محلول ۱۵ درصد حجمی اسید نیتریک وارد و به مدت ۱ دقیقه در آن نگاه داشته شدند. پس از فعال سازی سطح، نمونه‌ها به مدت  $1/5$  دقیقه در محلول زینکاته تجاری و پس از آن به جهت ایجاد زینکاته با کیفیت بالاتر بار دیگر در محلول فعال سازی (اسید نیتریک ۱۵ درصد) قرار داده شد (این بار به مدت ۳۰ ثانیه) و در پایان نمونه‌ها دوباره در محلول زینکاته قرار داده شده و پس از آن بلافاصله وارد محلول کترولس شدند.

برای پوشش‌دهی نمونه‌ها از یک حمام الکترولس تجاری با نام PTFE DURNI DISP N محصول شرکت آلمانی (RIAG) AHC-Surface استفاده شد. این حمام لکترولس از ترکیب سه بخش مجزا تهیه می‌شود که ترکیب نهایی شامل  $5\text{g/l}$  نیکل و  $20\text{g/l}$  هیپوفسفات سدیم و  $10\text{g/l}$  نانو ذرات PTFE است. گفتنی است که نانوذرات PTFE به



شکل ۱- نانوذرات PTFE

در این معادله  $h_{Al}$  ضخامت صفحات آلومینیومی پیش از پوشش‌دهی و  $W_b$  و  $W_a$  به ترتیب وزن این صفحات پیش و پس از پوشش‌دهی می‌باشد (دانسیته آلومینیوم معادل  $2.7 \text{ g/Cm}^3$  می‌باشد). در ضمن، باید توجه شود با توجه به این که دو طرف صفحات پوشش‌دهی می‌شود، معادله ۴ باید تقسیم بر دو شود. با مقایسه و ترکیب معادله‌های ۳ و ۴ مقدار ذرات PTFE معادل با رابطه ۵ می‌باشد:

$$\left(\frac{V_{PTFE}}{V}\right) = \frac{1}{\rho_{Ni-P} - \rho_{PTFE}} * \left(\rho_{Ni-P} - \rho_{Al} * \left(\frac{h_{Al}}{2h}\right) * \frac{W_a - W_b}{W_b}\right) \quad (5)$$

متغیر بعدی در نظر گرفته شده دمای محلول الکترولس در هنگام پوشش‌دهی است که تاثیر آن بر سختی پوشش مورد مطالعه قرار گرفت.

متغیر بعدی در نظر گرفته شده دمای محلول الکترولس در هنگام پوشش‌دهی است که تاثیر آن بر سختی پوشش مورد مطالعه قرار گرفت.

هم‌چنین، در این پژوهش سختی پوشش پس از اعمال عملیات حرارتی در شرایط متفاوت مورد ارزیابی قرار گرفت. این شرایط عبارت است از دمای  $300^\circ\text{C}$  و زمان‌های سه، چهار و پنج ساعت. هم‌چنین، به منظور بهبود چسبندگی لایه پوشش با آلومینیم زمینه، نمونه‌ها در دمای  $180^\circ\text{C}$  به مدت ۴ ساعت و هم‌چنین، در دمای  $150^\circ\text{C}$  به مدت ۲۶ ساعت تحت عملیات حرارتی بدون کنترل اتمسفر کوره قرار گرفتند.

گفتنی است با توجه به نقطه ذوب PTFE که در حدود  $327^\circ\text{C}$  می‌باشد، اعمال عملیات حرارتی با دمای  $400^\circ\text{C}$  [۲۰، ۱۹]. منطقی به نظر نمی‌رسد و باعث آسیب دیدن پوشش و کاهش خواص سایشی آن می‌گردد. در نهایت، نیز به بررسی تاثیر عملیات حرارتی بر ساختار فازی پوشش پرداخته شد.

در این پژوهش برای ضخامت‌سنجی از میکروسکوپ نوری و هم‌چنین، ضخامت‌سنج مغناطیسی مدل FISCHERSCOPE MULTI 650/750C استفاده شد. برای سختی‌سنجی، سختی‌سنج Vickers مدل KOOPA MH3 بکار گرفته شد (مقدار نیروی اعمالی برای

پوشش مورد بررسی قرار گرفت. غلظت‌های بررسی شده شامل ۲، ۶، ۱۰، ۱۴ گرم بر لیتر محلول می‌باشند. در مورد معیارهای زبری از پایه شده لازم است اشاره شود که  $R_a$  میانگین ریاضی از نیم‌رخ زبری سطح و  $R_z$  میانگین پنج عدد از بلندترین برآمدگی و پنج عدد از عمیق‌ترین گودی در کل طول سطح نمونه برداری شده می‌باشد. افزون بر بررسی‌های بالا نتایج زبری‌سنجی بدست آمده از تماس مالشی دو قطعه یکسان با پوشش Ni-P-PTFE نیز مورد بررسی قرار گرفت.

مقدار PTFE الحاق شده به پوشش معمولاً به روش‌های تیتراسیون و یا فیلتر کردن (توزین مقدار PTFE به جای مانده در فیلتر) تعیین می‌گردد. در این روش‌ها پوشش در اسید نیتریک ۵۰ درصد حل شده و سپس مراحل توزین ذرات انجام می‌شود. یکی از مشکلات این دو روش وقت گیر بودن روش اندازه‌گیری می‌باشد. در این پژوهش مقدار ذرات PTFE به روش اندازه‌گیری ضخامت پوشش محاسبه شده است، با توجه به این که پوشش کامپوزیتی است، می‌توان بیان کرد که:

$$\rho_{Ni-P} * V_{Ni-P} + \rho_{PTFE} * V_{PTFE} = V * \rho \quad (1)$$

$$V_{Ni-P} + V_{PTFE} = V \quad (2)$$

در این معادله  $\rho_{Ni-P}$  و  $\rho_{PTFE}$  و  $\rho$  به ترتیب دانسیته پوشش نیکل فسفر، ذرات PTFE و دانسیته پوشش کامپوزیتی است و  $V_{Ni-P}$  و  $V_{PTFE}$  و  $V$  نیز به ترتیب حجم موارد نامبرده شده می‌باشد. براساس گزارش [۱۸] دانسیته پوشش نیکل فسفر با درصد فسفر ۸-۱۰٪ معادل  $7.9 \text{ g/Cm}^3$  و دانسیته PTFE معادل  $2.2 \text{ g/Cm}^3$  می‌باشد و با توجه به رابطه ۱ و ۲ می‌توان نسبت حجمی ذرات به پوشش کامپوزیتی را معادل رابطه زیر دانست:

$$\frac{V_{PTFE}}{V} = \frac{(\rho_{Ni-P} - \rho)}{\rho_{Ni-P} - \rho_{PTFE}} \quad (3)$$

برای محاسبه دانسیته پوشش، پوشش نیکل-تفلون روی صفحات آلومینیومی با اوزان و ابعاد مشخص ایجاد شد (وزن صفحات پیش و پس از پوشش‌دهی به دقت اندازه‌گیری شد)، بر اساس گزارش [۱۸] رابطه بین ضخامت پوشش کامپوزیتی ( $h$ ) و دانسیته پوشش ( $\rho$ ) به صورت زیر می‌باشد:

$$h = \left(\frac{h_{Al}}{2}\right) * \left(\frac{W_a - W_b}{W_b}\right) * \left(\frac{\rho_{Al}}{\rho}\right) \quad (4)$$

۱۰g/l است، در شکل ۲ نشان داده شده است. همان گونه که دیده می شود، در بزرگنمایی پایین و در محدوده بزرگنمایی زیر ۵۰۰۰ X امکان رویت واضح ذرات PTFE وجود ندارد (شکل ۲-الف).

در شکل ۲-ب و شکل ۲-ج ساختار سطحی پوشش در بزرگنمایی ۲۰۰۰۰X و بالاتر نشان داده شده است. ذرات PTFE در شکل بالا تیره تر از زمینه نیکل می باشند. مشاهده می شود توزیع ذرات PTFE در این زمینه به خوبی صورت گرفته و پدیده آگلومراسیون به ندرت مشاهده می شود. این پدیده حکایت از انجام درست فرایند پوشش دهی دارد، بی گمان، توزیع یکنواخت ذرات در پوشش اثری مثبت در کاهش ضریب اصطکاک [۲۲،۲۱] و سایش قطعه خواهد داشت [۲۴،۲۳].

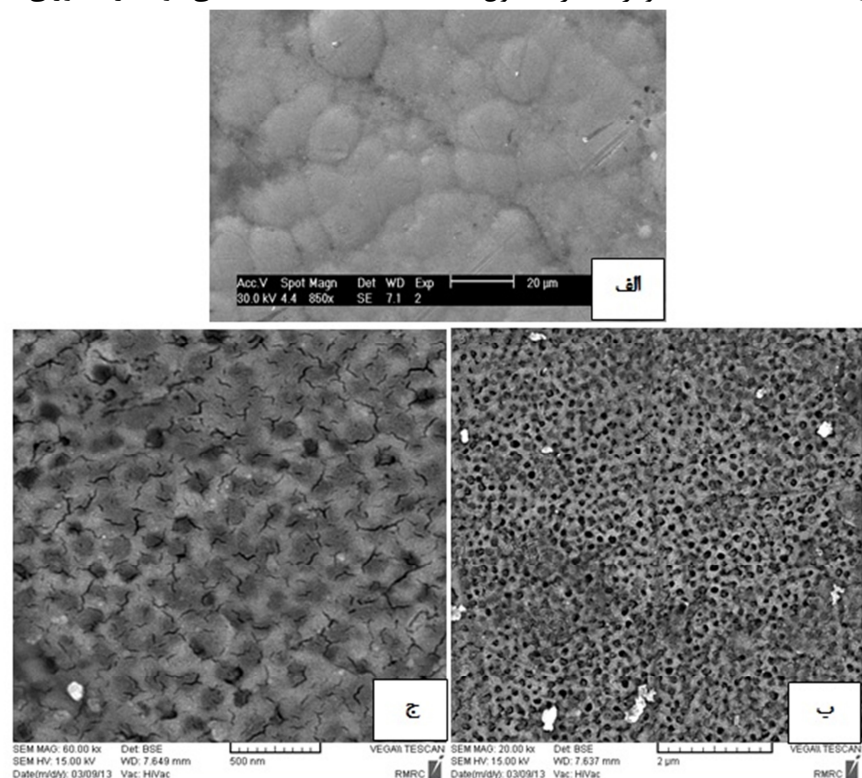
هم چنین، نمونه های پوشش یافته تحت آنالیز تفکیک انرژی قرار گرفتند که نتایج این آزمون برای نمونه پوشش دهی شده در pH=۵ و دمای ۸۵°C که غلظت نانوذرات در محلول ۶ g/l است، در شکل ۳ ارائه شده است. همان گونه که مشاهده می شود، درصد وزنی تقریبی فلئور که

سختی سنجی ۵۰ گرم و مدت زمان اعمال نیرو ۱۰ ثانیه بود). ریخت شناسی پوشش به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN مدل VEGA II و ترکیب شیمیایی آن به وسیله آنالیز تفکیک انرژی EDX و طیف سنج پراش اشعه ایکس، Philips X'Pert Pro مدل PW 3040/60 مورد بررسی قرار گرفت. آنالیز کوانتومتری زیرلایه نیز با دستگاه BelecVario Lab انجام و در نهایت، زبری پوشش پس از پوشش دهی (پوشش نیکل و پوشش کامپوزیتی با مقادیر گوناگونی از مقدار ذرات PTFE) هم-چنین، زبری آن پس از سایش زیر بار ۳۰۰g در زمان های گوناگون با استفاده از دستگاه Mitutoyo مدل SJ-201 که مجهز به پراب تماسی از جنس الماس می باشد، اندازه گیری شد.

## نتایج و بحث

### بررسی ریخت شناسی پوشش

ریخت شناسی سطح پوشش نمونه پوشش دهی شده در pH=۵ و دمای ۸۵°C که غلظت نانوذرات در محلول



شکل ۲- الف و ب و ج) ریخت شناسی سطح نمونه پوشش دهی شده (در pH=۵ و دمای ۸۵°C و مقدار ۱۰g/l تفلون) در بزرگنمایی های گوناگون.

است. همان گونه که مشاهده می‌شود، با این که سختی پوشش Ni-P مقدار ۵۲۰ ویکرز اندازه‌گیری شد، ولی با اضافه کردن تنها ۲ گرم بر لیتر PTFE به محلول این سختی به نصف کاهش یافته است. در ادامه با اضافه شدن PTFE از ۶ تا ۱۴ گرم بر لیتر، سختی باز هم کاهش می‌یابد، ولی نرخ اثر ذرات PTFE بر سختی کم و کم‌تر می‌شود. همان گونه که در جدول ۲ مشاهده می‌شود، با افزایش مقدار ذرات PTFE در محلول مقدار ذرات PTFE

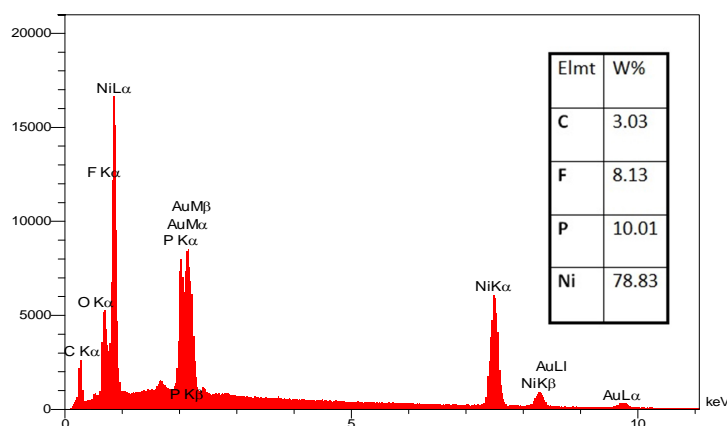
نشان‌دهنده مقدار ذرات PTFE می‌باشد، ۸/۱۳ است. مقدار PTFE الحاق شده به پوشش، پوشش کامپوزیتی بر اساس رابطه ۵ محاسبه و در جدول ۲ نمایش داده شده است. همان گونه که مشاهده می‌شود، با افزایش مقدار PTFE در محلول مقدار ذرات الحاق شده به پوشش نیز افزایش می‌یابد.

#### - تاثیر غلظت ذرات بر سختی پوشش

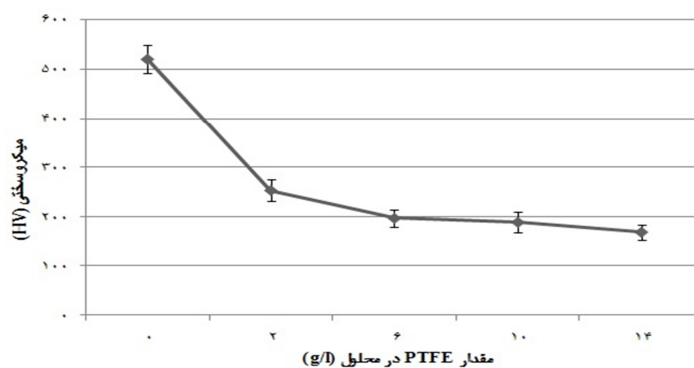
نتایج بدست آمده از بررسی سختی به ازای غلظت‌های گوناگون نانو ذرات PTFE در شکل ۴ نشان داده شده

جدول ۲- درصد ذرات PTFE الحاق شده به پوشش.

درصد ذرات الحاق شده به پوشش (%)	غلظت ذرات در محلول (g/l)
۰	۰
۶/۹	۲
۱۱/۲	۶
۲۱	۱۰
۲۵/۴	۱۴



شکل ۳- آنالیز تفکیک انرژی از سطح پوشش (شرایط پوشش دهی: pH=۵ و دمای ۸۵°C و مقدار ۶ g/l تفلون).



شکل ۴- تاثیر غلظت ذرات بر میکروسختی پوشش.

### - تاثیر غلظت ذرات بر زبری پوشش

نتایج بدست آمده از این بررسی در جدول ۳ ارایه شده است.

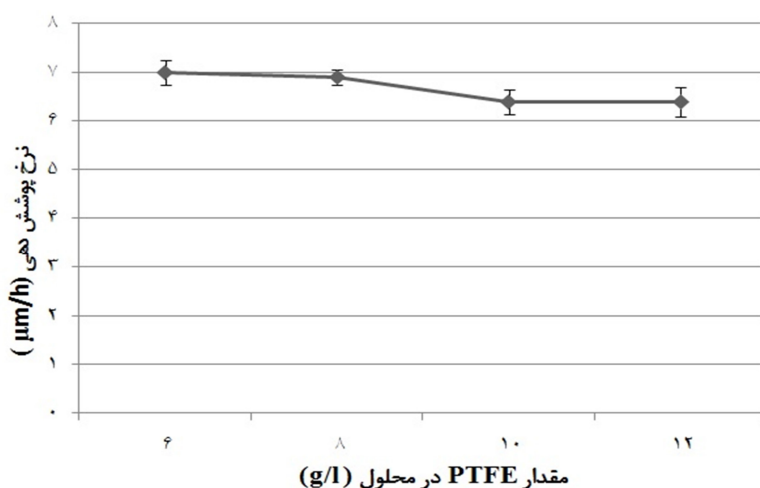
چنانکه انتظار می‌رفت، پس از اضافه کردن ذرات PTFE، مقدار زبری نیز زیاد شده است. همچنین، این جدول نشان می‌دهد که با افزایش مقدار PTFE به حمام، زبری پوشش نیز اندکی افزایش و تقریباً به ثبات می‌رسد. با توجه به این که قطعات پوشش یافته Ni-P-PTFE روی یکدیگر می‌لغزند، از این رو، نمونه‌های ۱۰ گرم بر لیتر و ۱۴ گرم بر لیتر مورد سایش قرار گرفتند تا نتایج پس از لغزش نیز بررسی شود. نمونه‌های ۱۴ گرم بر لیتر، زیر باری معادل ۳۰۰g به مدت ۳۰ ثانیه روی هم لغزیدند و سپس زبری آن‌ها دوباره اندازه گیری شد. نتایج جدول ۳ نشان می‌دهد که پس از انجام این عمل تغییر چندانی در زبری بوجود نیامده است، اما با افزایش زمان سایش به ۵ دقیقه، زبری سطح به ۱/۷ کاهش یافت. همین آزمون برای نمونه ۱۰ گرم بر لیتر در ۵ دقیقه انجام و نتایج آن کاهش زبری تا ۱/۸۷ بوده است. با توجه به نتایج بدست آمده می‌توان فهمید که نخست، زبری سطح پوشش قطعات پس از پوشش و پس از سایش تفاوت دارند و دوم این که زبری نهایی Ni-P-PTFE پس از سایش به زبری Ni-P نزدیک می‌شود.

موجود در پوشش افزایش می‌یابد، از سوی دیگر، بر اساس قانون مخلوطها در کامپوزیت، با افزوده شدن سهم یکی از اجزای کامپوزیت خواص نهایی کامپوزیت به همان نسبت تغییر می‌کند، بنابراین، انتظار می‌رود که با افزایش حضور ماده‌ای نرم مانند ذرات PTFE، سختی کامپوزیت کاهش یابد.

بنابراین، به نظر می‌رسد حضور ذرات نرم پلیمری در زمینه سخت فلزی عامل اصلی کاهش سختی باشد. گفتنی است با وجود کاهش سختی این پوشش تا حدود ۲۰۰ ویکرز، باز هم سختی آن از سختی زیرلایه که چیزی در حدود ۹۰ ویکرز است، بسیار بالاتر است.

### - تاثیر غلظت ذرات بر نرخ پوشش‌دهی

نتایج بدست آمده از ضخامت‌سنجی پوشش به ازای غلظت‌های گوناگون PTFE در شکل ۵ ارایه شده است. بر اساس شکل بالا نرخ پوشش‌دهی با ازدیاد مقدار ذرات PTFE اندکی کاهش یافته است. مشهود است ازدیاد مقدار PTFE به ۱۰ و ۱۲ گرم بر لیتر، نرخ پوشش‌دهی را به محدوده ۶/۵ میکرون بر ساعت می‌رساند، ولی با توجه به خطای دستگاه ضخامت‌سنج و پارامترهای دیگر، روی هم رفته، در محدوده انتخاب این آزمون می‌توان گفت که نرخ پوشش‌دهی تقریباً یکسان است و این پارامتر تاثیری شایان توجه بر نرخ پوشش‌دهی نخواهد داشت.



شکل ۵- تاثیر غلظت ذرات بر نرخ پوشش‌دهی.

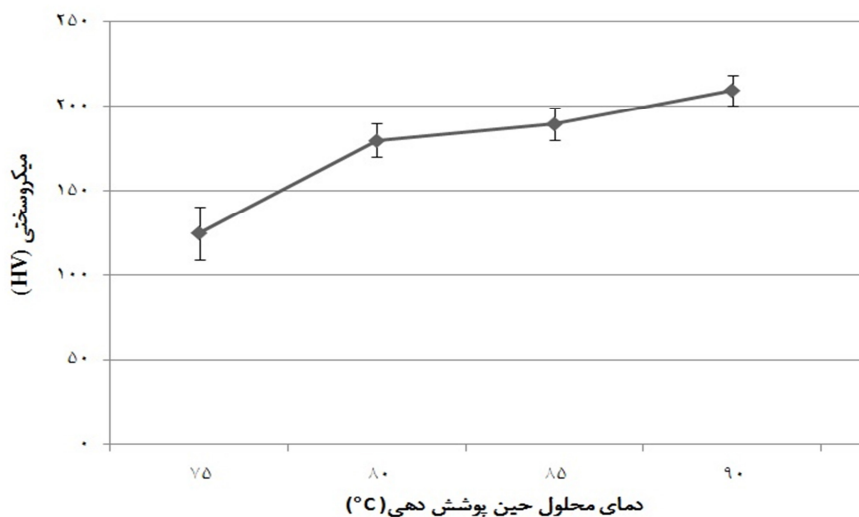
## - تاثیر دمای محلول بر سختی پوشش

نتایج این بررسی در شکل ۶ آمده است. همان گونه که در شکل مشاهده می شود، سختی پوشش با دمای فرایند رابطه مستقیم دارد. سختی در دمای  $75^{\circ}\text{C}$  حدود ۱۲۵ ویکرز و در دمای  $90^{\circ}\text{C}$ ، ۲۱۰ ویکرز می باشد. سختی کم

در دماهای پایین بخاطر پوشش ضعیف و وجود عیوب سطحی پوشش می باشد. تصویر نمونه پوشش دهی شده در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  در شکل ۷ به نمایش در آمده است. همان گونه که در شکل مشاهده می شود، سطح پوشش حاوی تخلخل بوده و کیفیت ظاهری آن مناسب نمی باشد.

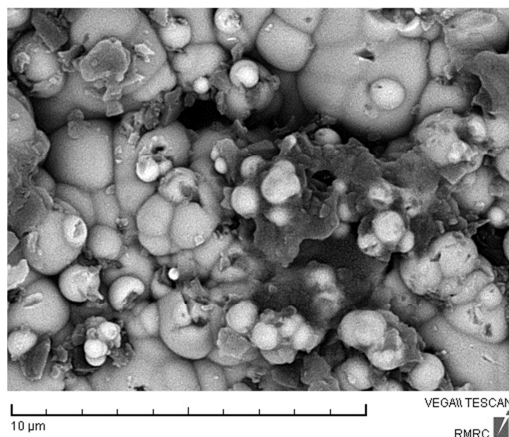
## جدول ۳- نتایج بدست آمده از زبری سنجی زیرلایه و پوشش.

$R_z(\mu\text{m})$	$R_a(\mu\text{m})$	نمونه مورد بررسی
۱/۴۹	۰/۲۶	زیرلایه آلومینیمی
۱/۹	۰/۲۸	پوشش Ni-P
۲/۸	۰/۴۰	پوشش Ni-P-PTFE (2 g/l)
۳/۳	۰/۴۵	پوشش Ni-P-PTFE (6 g/l)
۴/۴	۰/۷۵	پوشش Ni-P-PTFE (10 g/l)
۴/۶	۰/۷۸	پوشش Ni-P-PTFE (14 g/l)
۴/۵	۰/۸۰	پوشش Ni-P-PTFE (14 g/l) پس از ۳۰ ثانیه سایش
۱/۷	۰/۲۷	پوشش Ni-P-PTFE (14 g/l) پس از ۵ دقیقه سایش
۱/۸۷	۰/۳۴	پوشش Ni-P-PTFE (10 g/l) پس از ۵ دقیقه سایش



شکل ۶- تاثیر دمای محلول بر سختی پوشش.





شکل ۷- تصویر پوشش ایجاد شده در دمای ۷۰°C.

پس از انجام آن نمونه‌ها مورد آزمون طیف‌سنج پراش اشعه ایکس قرار گرفتند.

نتایج مربوط به طیف‌سنجی پراش اشعه ایکس نمونه عملیات حرارتی نشده در شکل ۸ نشان داده شده است.

جدول ۴- نتایج میکروسختی پوشش بدست آمده از عملیات های حرارتی گوناگون.

میکروسختی	زمان عملیات	دمای عملیات
۳۴۶ HV	۳ ساعت	۳۰۰ °C
۳۷۵ HV	۴ ساعت	۳۰۰ °C
۳۷۲ HV	۵ ساعت	۳۰۰ °C
۳۵۳ HV	۴ ساعت	۱۸۰ °C
۳۴۰ HV	۲۶ ساعت	۱۵۰ °C

همان گونه که نشان داده خواهد شد، نوسان‌ها با دامنه بلند و پیک در زاویه حدود ۴۴ درجه حاکی از ساختار تقریباً آمورف پوشش می باشد. پیک انکسار بیش‌تر مربوط به ذرات ریز کریستالی نیکل با ساختار FCC می‌باشد که به گونه همگن در پوشش توزیع شده اند. این شکل نشان می‌دهد که پوشش ایجاد شده دارای مخلوطی از ریزساختار آمورف و کریستالی است. در این منحنی پیک دیگری در زاویه تقریباً ۱۸ درجه مشاهده می‌شود که مربوط به ذرات PTFE می‌باشد.

در ادامه الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ای که در دمای ۳۰۰°C به مدت چهار ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفته است، به نمایش درآمده است (شکل ۹).

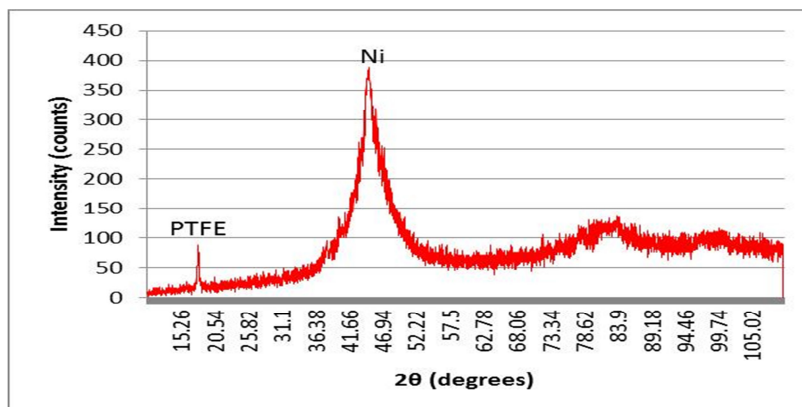
تأثیر دمای عملیات حرارتی بر سختی و ترکیب پوشش

سختی پوشش Ni-P-PTFE پیش از عملیات حرارتی نزدیک به ۲۰۰ ویکرز بدست آمد. نتایج سختی‌سنجی ناشی از عملیات حرارتی نمونه‌ها در دماها و زمان‌های گوناگون در جدول ۴ ارایه شده است، مشاهده می‌شود انجام عملیات حرارتی باعث افزایش سختی پوشش شده است.

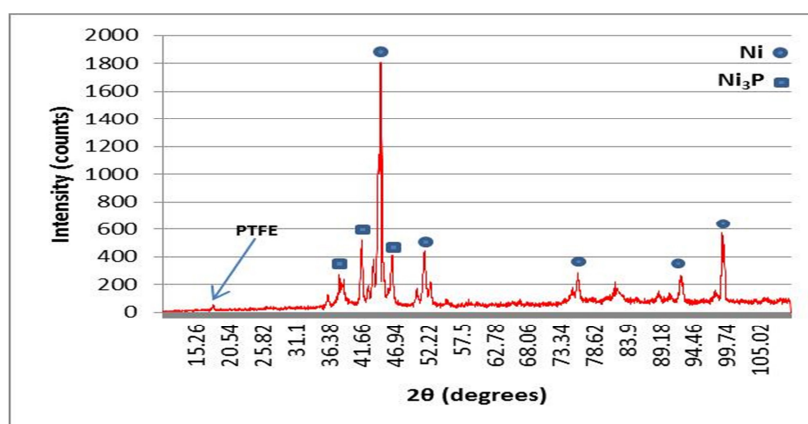
مشاهده می‌شود در دمای ۳۰۰°C زمان مناسب برای رسیدن به بالاترین سختی ۴ ساعت می‌باشد و باعث ایجاد سختی در حدود ۳۷۵ ویکرز می‌گردد. گرچه ادامه عملیات حرارتی تا ۵ ساعت افت چندانی در سختی ایجاد نمی‌کند. هم‌چنین مشاهده می‌شود انجام عملیات حرارتی در دماهای ۱۸۰°C و ۱۵۰°C که اصولاً برای افزایش چسبندگی پوشش بکار می‌روند، سختی در حدود ۳۵۰ ویکرز ایجاد کرده اند.

همان گونه که مشاهده می‌شود، سختی پوشش‌ها با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی افزایش یافته‌است، در واقع با انجام عملیات حرارتی فازهای میانی Ni<sub>3</sub>P تشکیل و با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی مقدار فاز میانی افزایش می‌یابد. این فازها به نوبه خود به عنوان مانعی در برابر حرکت ناب‌جایی‌ها و تغییر شکل پلاستیک عمل کرده و باعث افزایش سختی پوشش می‌شوند.

برای بررسی اثر عملیات حرارتی بر ترکیب پوشش و تأیید تشکیل فاز Ni<sub>3</sub>P پیش از انجام عملیات حرارتی و



شکل ۸- الگوی پراش پرتو ایکس از پوشش پیش از عملیات حرارتی.



شکل ۹- الگوی پراش پرتو ایکس از پوشش پس از عملیات حرارتی.

### نتیجه‌گیری

- نتایج بدست آمده از این پژوهش عبارتند از:
- با بررسی ریخت شناسی مشاهده گردید ساختار این پوشش به صورت گرده ای است و نانوذرات PTFE به گونه یکتواخت و همگن در پوشش پراکنده شده‌اند.
  - با افزایش غلظت ذرات در محلول و در پی آن در پوشش، سختی پوشش کاهش می‌یابد که دلیل آن نرمی ذرات PTFE و اسفنجی شدن پوشش است.
  - تغییر غلظت ذرات PTFE (از ۶ تا ۱۲ گرم در لیتر) تاثیر چندانی در نرخ پوشش‌دهی ایجاد نمی‌کند.
  - با افزایش غلظت ذرات در محلول و در پی آن در پوشش، زبری پوشش افزایش می‌یابد.
  - دمای محلول در حین پوشش‌دهی بر سختی پوشش تاثیرگذار است و با افزایش این دما تا ۹۰°C در شرایط استاندارد پوشش‌دهی، سختی به مقدار بیشینه خود می‌رسد.

همان گونه که مشاهده می‌شود منحنی پس از عملیات حرارتی تغییراتی عمده داشته‌است. از جمله مهم‌ترین تغییرات حضور پیک‌های جدید و زیاد شدن شدت پیک‌هاست. این پدیده البته قابل انتظار بوده است. طی عملیات حرارتی و نوسان‌های اتم‌ها پدیده جابه‌جایی اتم‌ها یا دیفوزیون در پوشش صورت می‌گیرد. به دلیل تعداد بسیار زیاد اتم‌های نیکل، دانه‌های کریستالی FCC رشد می‌کنند و در نتیجه، بزرگ‌ترین شدت پیک انرژی منحنی مربوط به عنصر نیکل می‌باشد. حضور فسفر در نزدیکی نیکل به همراه مکانیزم جابه‌جایی یا دیفوزیون منجر به تشکیل کریستال‌های Ni<sub>3</sub>P با ساختار BCC و تشکیل پیک‌های کریستالی مربوط به آن در الگوی ارایه شده می‌شود که البته، شدت این پیک‌ها کم‌تر از نیکل می‌باشد. در ضمن، طبق انتظار پیک مربوط به ذرات PTFE در اثر عملیات حرارتی بدون تغییر مانده و دوباره در زاویه حدود ۱۸ درجه ظاهر شده است.

سخت  $Ni_3P$  افزایش می‌یابد که این سختی با اعمال عملیات حرارتی بالا به مدت چهار ساعت به بیشینه خود می‌رسد.

### References

- ۱- سعید عظیمی ابرقوئی، احمد ساعتچی و رضا ابراهیمی کهرزیسنگی، "استفاده از روشی نوین جهت بررسی خوردگی موضعی آلیاژهای آلومینیوم ۲۰۲۴، ۷۰۷۵ و ۶۰۶۱ در محیط های شبه اتمسفر دریایی"، نشریه مواد نوین، دوره ۴، شماره ۱۳، صفحه ۶۹-۸۲، پاییز ۱۳۹۲.
- 2- R. Tenno, "Electroless Nickel Plating", Finishing Publications LTD, Stevenage, Hertfordshire, England, 1991.
- 3- W. Riedel, "Electroless Nickel Plating", ASM International, Metals Park, Ohio, USA, 1991.
- 4-M. Ratzker, D. S. Lashmore, K. W. Pratt, "Plating Surface Finish", pp. 73-74, 1986.
- 5-S. Alirezaei, S. M. Monirvaghefi, M. Salehi, A. Saatchi, "Wear Behavior of Ni-P and Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Electroless Coatings", Wear, Vol. 262, pp. 978-980, 2007.
- 6-S. M. Moonir-vaghefi, A. Saatchi, "Tribologicalbehaviour of electroless Ni-P-MoS<sub>2</sub>", Metallkd, Vol. 88, pp. 498-501, 1997.
- 7-Y. Wu, L. Lei, B. Shen and W. Hu. "Investigation in Electroless Ni-P-C<sub>g</sub> (graphite)-SiC Composite Coating", Surface & Coatings Technology, Vol. 201, pp. 441-445, 2006.
- 8-Y. Wu, H. Liu, B. Shen, L. Liu and W. Hu, "The Friction and Wear of Electroless Ni-P Matrix with PTFE and/or SiC particles composite", Tribology International, Vol. 39, pp. 553-559, 2006.
- 9-Y. Wu, B. Shen, L. Liu and W. Hu, "The Tribological Behaviour of Electroless Ni-P-Gr-SiC Composite", Wear, Vol. 261, pp. 201-207, 2006.
- 10-O. A. Leo'n, M. H. Staia and H. E. Hinterman, "Wear Mechanism of Ni-P-BN (h) Composite Autocatalytic Coatings", Surface & Coatings Technology, Vol. 200 pp. 1825 - 1829, 2005.
- 11- Z. Abdel Hamid, S. A. El Badry and A. Abdel Aal, "Electroless Deposition and Characterization of Ni-P-WC Composite - عملیات حرارتی در دمای ۳۰۰°C باعث ایجاد ساختار کریستالی شده و بنابراین سختی پوشش به دلیل تغییر ساختار از آمورف به کریستالی و ایجاد فاز Alloys", Surface & Coatings Technology, Vol 201, pp. 5948-5953, 2007.
- 12-S. M. Moonir-vaghefi, A. Saatchi and J. Hejazi, "The Effect of Agitation on Electroless Nickel-Phosphorus-Molybdenum Disulfide Composite Plating", Metal Finishing, Vol 95, pp. 102-106, 1997.
- 13-S. M. Moonir-Vaghefi and A. Saatchi, "Deposition and Properties of ElectrolessNickel-Phosphorus-Molybdenum Disulfide Composites", Metal Finishing, Vol 95, pp. 46-52, 1997.
- 14-E. Pena-Munoz, P. Bercot, A. Grosjean, M. Rezrazi and J. Pagetti, "Electrolytic and electroless coatings of Ni-PTFE composites Study of some characteristics", Surface and Coatings Technology, , Vol. 107, pp. 85-93, 1998.
- 15-Y. S. Huang, X. T. Zeng, I. Annergren and F. M. Liu, "Development of Electroless Ni-P-PTFE-SiC Composite Coating", Surface and Coatings Technology, Vol. 167, pp. 207-211, 2003.
- 16-M. D. Ger, K. H. Hou, B. J. Hwanh, "Transient Phenomena of the Codeposition of PTFE with Electroless Ni-P Coating at the Early Stage", Material Chemistry & Physics, Vol. 87, pp.102-108, 2004.
- 17-J. Colaruotolo and D. Tramontana, "Engineering Applications of Electroless Nickel", American Electroplaters Society, pp. 207-220, 1968.
- 18-Q.zhao, Y.Lio and H.Muller, "Graded Niptfe coating and their Protential application", Surface and Coating Technology, Vol. 155, pp. 279-284, 2002.
- 19-G.O. Mallory and J.B. Hajdu, Electroless Plating: Fundamentals and Applications, AESF, Orlando, pp. 189-190, 1991.
- 20-D. Gutsev, M. Antonov, I. Hussainova and A.Ya. Grigoriev, "Effect of SiO<sub>2</sub> and PTFE additives on dry sliding of NiPelectroless Coating", Tribology International, vol. 65, pp. 295-302, 2013.
- 21-F. Wang, S. Arai and M. Endo, "Electrochemical Preparation and Characterization of Nickel/Ultra-Dispersed PTFE Composite Films from Aqueous

Solution”, Materials Transactions, Vol. 45, pp. 1311-1316, 2004.

22-M. D. Ger and B. J. Hwang, “Effect of Surfactants on Codeposition of PTFE Particles with Electroless Ni-P Coating”, Materials Chemistry and Physics, Vol. 76, pp. 38–45, 2002.

23-K.W. Liew, S.Y. Chia, C.K. Kok and K.O. Low, “Evaluation on Tribological Design Coatings of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni-P-PTFE and MoS<sub>2</sub> on

Aluminium Alloy 7075 Under Oil Lubrication”, Materials and Design, vol. 48, pp. 77–84, 2013.

24-Y. Z. Zhang, Y. Y. Wu, K. N. Sun and M. Yao, “Characterization of Electroless Ni-P-PTFE Composite Deposits”, Journal Of Materials Science Letters, vol. 17, pp.119-122, 1998.