

# اثر متغیرهای رسوب دهی بر فرایند رسوب الکتریکی پالسی کامپوزیت نانوساختار FeNi-WC

آمنه وحیدیان<sup>۱\*</sup>، علی سعیدی<sup>۲</sup>، محمد علی گلغذار<sup>۳</sup>

۱- کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

۲- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

۳- استاد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

\*avahidian@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۰۳/۱۰، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۴/۰۷/۱۶)

## چکیده

نیاز روزافزون به مواد مغناطیسی در صنعت منجر به تولید کامپوزیت آلیاژهای مغناطیسی آهن-نیکل با ذرات سرامیکی شده است. در این تحقیق کامپوزیت نانوساختار FeNi-WC به روش رسوب دهی الکتریکی پالسی تولید شد. همچنین اثر عواملی چون pH و چگالی جریان و مقدار تقویت کننده بر ترکیب شیمیایی و مورفولوژی نمونه ها مورد بررسی قرار گرفت. همچنین برای بررسی مورفولوژی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، و تعیین عناصر موجود و محاسبه درصد وزنی آن ها از آنالیز پراش سنجی انرژی (EDS) و بررسی ساختار نمونه از پراش پرتو ایکس (XRD) استفاده گردید. نتایج نشان داد با افزایش pH، به مقدار کمی نیکل افزایش و آهن کاهش یافت و منجر به تغییر مورفولوژی از کروی به ستاره ای گردید. به دلیل اهمیت صرفه جویی در انرژی اثر این متغیرها بر پارامترهای راندمانی چون بازده جریان و انرژی مصرفی ویژه نیز مطالعه شد. مشاهده شد که با افزایش pH، بازده جریان افزایش و انرژی مصرفی ویژه کاهش یافت. افزایش چگالی جریان نیز بازده جریان را کاهش و انرژی مصرفی ویژه را افزایش داد. به طور کلی در چگالی جریان های بیشتر ( $100 \text{ mA/cm}^2$ ) و مقدار تقویت کننده کمتر ( $5 \text{ g/L}$ ) مورفولوژی یکنواخت تری مشاهده شد.

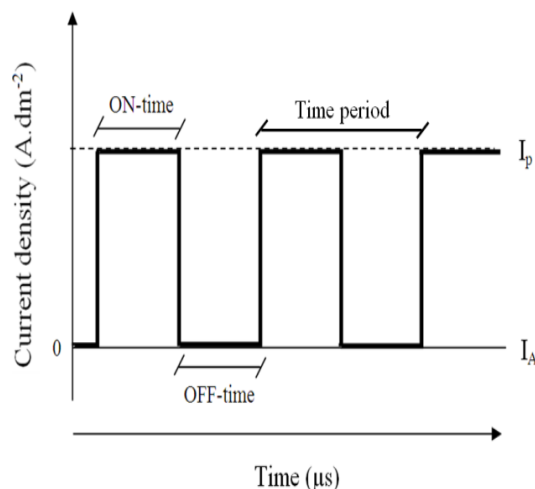
## واژه های کلیدی:

کامپوزیت، رسوب الکتریکی پالسی، آهن-نیکل، بازده جریان.

## ۱- مقدمه

آهن-نیکل با ذرات سرامیکی مثل  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ،  $\text{Si}_3\text{N}_4$  و  $\text{SiC}$  با روش های مختلفی چون آلیاژسازی مکانیکی بررسی شده است [۱-۳]. بدیهی است وجود ذرات سرامیکی سخت در زمینه فلزی باعث ارتقاء اکثر خواص مکانیکی میشود و از طرفی چون این

آلیاژهای آهن-نیکل به دلیل خواص مغناطیسی نرم و کاربرد وسیع، در صنایع مختلف بسیار مورد توجه بوده اند. کاربردهای اخیر آلیاژهای مغناطیسی در صنایع هوافضا و موتورهای الکتریکی باعث شده علاوه بر خواص مغناطیسی، خواص مکانیکی آنها نیز مورد توجه باشد. کامپوزیت سازی آلیاژهای



شکل (۱): نمودار جریان پالس [۷]

در آلیاژسازی به روش الکتروشیمیایی کنترل ترکیب آلیاژ بوسیله کنترل ترکیب، دما، و pH حمام (الکترولیت) و نیز دانسیته جریان انجام می شود و لذا ارتباط این پارامترها و بهینه سازی آنها برای رسیدن به یک آلیاژ با ترکیب معین حائز اهمیت است. بر خلاف پوشش دهی الکتروشیمیایی که در آن مشخصات سطحی پوشش و چسبندگی خوب آن به زیر لایه اهمیت دارد، در تولید آلیاژ پارامترهای فوق مهم نیست (حتی چسبندگی به زیر لایه باید خیلی کم باشد) و در عوض مصرف ویژه انرژی الکتریکی (راندمان جریان) حائز اهمیت می باشد به طوری که در تحقیقات زیادی، پارامتر بازده جریان مطالعه شده است [۸-۹].

در تحقیقات قبلی روی آلیاژهای آهن-نیکل در فرایند الکترولیز نمک های نیکل و آهن پدیده ای با عنوان رسوب دهی غیرعادی گزارش شده است، به طوری که یون های کمتر نجیب آهن (II) در برابر یون های نیکل به طور ترجیحی احیا می شوند. در حالت عادی نیکل نجیب تر از آهن است یعنی پتانسیل استاندارد الکترودی برای احیای  $Ni^{2+}$  خالص (۰/۲۵۷ V-) مثبت تر از  $Fe^{2+}$  (۰/۴۴۷ V-) می باشد که بنابر اصل تئوری رسوب دهی انتظار می رود احیای نیکل آسان تر باشد اما این دو عنصر در کنار هم درون الکترولیت به گونه ای دیگر رفتار می کنند. یعنی عملاً احیای آهن آسانتر از نیکل است. طبق تئوری داهم و کرول<sup>۳</sup> [۱۰] رسوب دهی غیرعادی بر مبنای هیدروکسید تعریف شده

ذرات وارد ترکیب فاز زمینه نمیشوند تاثیر قابل ملاحظه ای بر خواص مغناطیسی آن ندارند [۴].

روش های سنتی تولید کامپوزیت های زمینه فلزی عبارتند از: تولید در فاز مذاب و ریخته گری، آلیاژسازی مکانیکی، متالورژی پودر، و رسوب شیمیایی همزمان. اخیراً از روش رسوب الکتروشیمیایی نیز برای ساخت آلیاژ و کامپوزیت استفاده شده است. در این روش آلیاژ مورد نظر بر روی یک زیر لایه (کاتد) که قابلیت چسبندگی با آلیاژ ندارد رسوب داده می شود و سپس آلیاژ از سطح کاتد جدا می شود. در رسوب الکتریکی پالسی<sup>۱</sup> (PED) پتانسیل (و یا جریان) به سرعت میان دو مقدار متفاوت در نوسان است. این روش از مجموعه ای از دامنه، زمان و قطبیت یکسان ناشی می شود. به طوری که مطابق شکل (۱) هر پالس از یک زمان روشنایی ( $T_{ON}$ ) و یک زمان خاموشی ( $T_{OFF}$ ) تشکیل شده است که به ترتیب در اولی پتانسیل (و یا جریان) اعمال می شود و در دومی پتانسیل (و یا جریان) صفر اعمال می گردد. رسوب الکتریکی پالسی روشی موثر بر آشفستگی فرایند جذب-دفع در فصل مشترک کامپوزیت/الکترولیت می باشد و فرصت بیشتری برای کنترل میکروساختار محصول فراهم می کند. در رسوب الکتریکی پالسی با تغییر متناوب قطبیت جریان یا اعمال جریان پالس، رسوبات ریزدانه تری نسبت به رسوب الکتریکی با جریان مستقیم حاصل می شود. بعلاوه این روش دارای مزایایی از جمله خطر کم تر تردی هیدروژنی، کاهش نیاز به افزودنی و مقدار ناخالصی کم تر محصول نسبت به الکترولیت می باشد. در جریان پالس غلظت بیش تری از یون ها در لایه نفوذی وجود دارد. به همین دلیل محدوده چگالی جریان مورد استفاده بیش تر می باشد، هر چند سرعت پوشش دهی در آن کم تر است [۵-۷].

شیمیایی مورد استفاده برای ساخت ۵۰۰ میلی لیتر محلول را نشان می دهد. برای تنظیم pH حمام نیز از اسید کلریدریک و هیدروکسید سدیم استفاده شد.

در این سری تست ها از زیرلایه فولادی زنگ نزن ۳۰۴ به عنوان کاتد و از ورق نیکلی در نقش آند استفاده شد. سطح کاتد با سنباده SiC تا شماره ۱۲۰۰ آماده سازی شد. سپس به منظور فعال سازی، سطح زیرلایه در اسید سولفوریک ۲۰٪ به مدت ۲۰ ثانیه فرو برده شد. پس از آن بلافاصله با آب مقطر شستشو و وارد حمام شد. برای رسوب دهی به روش جریان پالسی نیز از مولد جریان پالس ساخته شده در دانشگاه شیراز استفاده گردید. دمای فرایند رسوب دهی °C ۶۰ و زمان  $t_{on}$  و  $t_{off}$  برای تمامی نمونه ها ثابت و برابر ۵۰  $\mu s$  انتخاب شد. در طی رسوب دهی از همزن با سرعت ثابت ۴۰۰ rpm استفاده گردید.

است. به این صورت که رسوب دهی هیدروکسیدهای آهن روی سطح الکتروود باعث کاهش سطح مورد دسترسی برای نیکل شده و از احیای آن جلوگیری می کند.

در این تحقیق ساخت کامپوزیت FeNi-WC به روش رسوب الکتریکی پالسی انجام شد و اثر متغیرهایی مانند pH، چگالی جریان و مقدار فاز WC در الکتروولیت بر ترکیب رسوب (نسبت نیکل به آهن و در صد WC در رسوب) و پارامترهای بازده جریان و انرژی مصرفی ویژه نیز مورد بررسی قرار گرفت.

## ۲- مواد و روش تحقیق

مواد اولیه ای که برای ساخت حمام در این تحقیق استفاده شد شامل پودرهای تتراهیدرات کلرید آهن (144043Merck)، هگزاهیدرات کلرید نیکل (Sigma-Aldrich 31462)، اسید بوریک (100165Merck) و پودر تنگستن کاربید<sup>۴</sup> (149815 Merck) با دانه بندی کمتر از ۲ میکرون بود. جدول (۱) ترکیب

جدول (۱): شرایط الکتروولیت مورد استفاده در شرایط رسوب دهی الکتریکی پالسی

H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> (M)	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O (M)	FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O (M)	Ni/Fe
۰/۵	۰/۶۶	۰/۳۴	۱/۹

جدول (۲): نامگذاری و متغیرهای رسوب دهی الکتریکی با استفاده از جریان

پالسی				
میزان WC در حمام (g/L)	زمان (s)	pH	چگالی جریان (mA cm <sup>-2</sup> )	کد نمونه
۵	۴۳۲۰	۱/۵	۱۰۰	PE1
۵	۵۴۰۰	۱/۵	۸۰	PE2
۵	۶۳۲۰	۱/۵	۶۰	PE3
۴۰	۴۳۲۰	۱/۵	۱۰۰	PE4
۴۰	۵۴۰۰	۱/۵	۸۰	PE5
۴۰	۶۳۲۰	۱/۵	۶۰	PE6
۵	۴۳۲۰	۲	۱۰۰	PE7
۵	۴۳۲۰	۲/۵	۱۰۰	PE8

اثر متغیرهایی چون pH، چگالی جریان و مقدار تقویت کننده بر ترکیب محصول، و پارامترهایی چون بازده جریان و انرژی مصرفی ویژه مورد بررسی قرار گرفت. نامگذاری و متغیرهای رسوب دهی در جدول (۲) ارائه شده است.

پارامترهایی که در این پروژه بررسی می شوند عبارتند از: بازده جریان<sup>۵</sup> [۱۱] و انرژی مصرفی ویژه<sup>۶</sup> [۱۲] که در معادلات (۱) تا (۳) ارائه شده اند.

$$m = \frac{QA}{nF} \quad (1)$$

$$CE = \frac{m'}{m} \quad (2)$$

$$SEC = \frac{V \cdot I t}{m'} \quad (3)$$

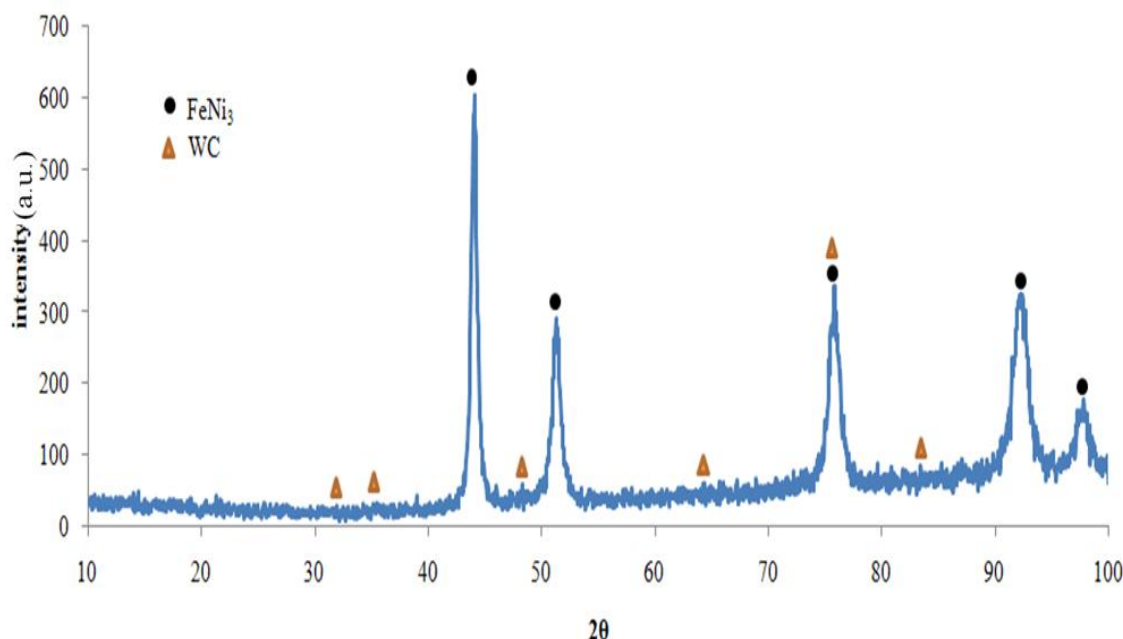
میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و برای محاسبه درصد وزنی عناصر از آنالیزور عنصری پراش سنجی انرژی (EDS) انجام شد. بدین منظور از دستگاه SEM نوع TESCAN مدل VEGA SERIES مجهز به ابزار آنالیز پراش سنجی انرژی استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

همانگونه که در شکل (۲) مشاهده می گردد. آنالیز XRD برای نمونه PE1 حاکی از آن است که آهن-نیکل (فاز زمینه) دارای ساختار FCC می باشد. مطابق با گزارش صنعتی زاده و همکارانش [۱۳]، الگوی پراش نمونه PE1 بر پیک‌های مربوط به ساختار fcc منطبق بوده و نشانگر فاز منظم  $\text{FeNi}_3$  هستند. البته ذرات تقویت کننده WC به مقدار کمی خود را نشان داده است. با استفاده از فرمول شرر اصلاح شده [۱۴] اندازه دانه فازهای زمینه (آهن-نیکل) و تقویت کننده (تنگستن کاربید) محاسبه شد و به ترتیب مقادیر ۱۸ و ۷۴ نانومتر بدست آمد.

به صورتی که در روابط فوق،  $m$  جرم تئوری رسوب (با استفاده از فرمول فارادی [۱۱] در رابطه (۱)) و  $m'$  جرم بدست آمده از فرایند رسوب الکتریکی بر حسب گرم،  $Q$  مجموع بار گذر کرده از مدار بر حسب کولمب (حاصلضرب جریان عبوری از مدار در زمان فرایند)،  $A$  جرم مولی متوسط ترکیب رسوب دهی شده بر حسب گرم بر مول (با توجه به درصد اتمی عناصر در آنالیز EDS)،  $n$  تعداد الکترون‌های منتقل شده در حین فرایند رسوب دهی به ازای هر اتم فلز رسوب کرده (در اینجا  $n=2$ )،  $F$  ثابت فارادی (برابر با  $96500 \text{ C/mol}$ )،  $t$  زمان رسوب دهی،  $V$  ولتاژ مدار و  $I$  جریان اعمالی برای فرایند رسوب دهی الکتریکی می باشد. همچنین منظور از انرژی مصرفی ویژه، میزان انرژی مصرفی به ازای هر گرم ماده است. مشخصه بازده جریان نیز راندمان مصرف جریان را اعلام می کند. اندازه گیری این پارامترها با سه بار تکرار صورت گرفت و میانگین این اندازه گیری ها گزارش شد.

به جهت مشخصه یابی نمونه ها آنالیز XRD با دستگاه پراش پرتو ایکس Philips مدل MPD-X'PERT تحت ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ mA استفاده شد، و برای بررسی مورفولوژی آنالیز

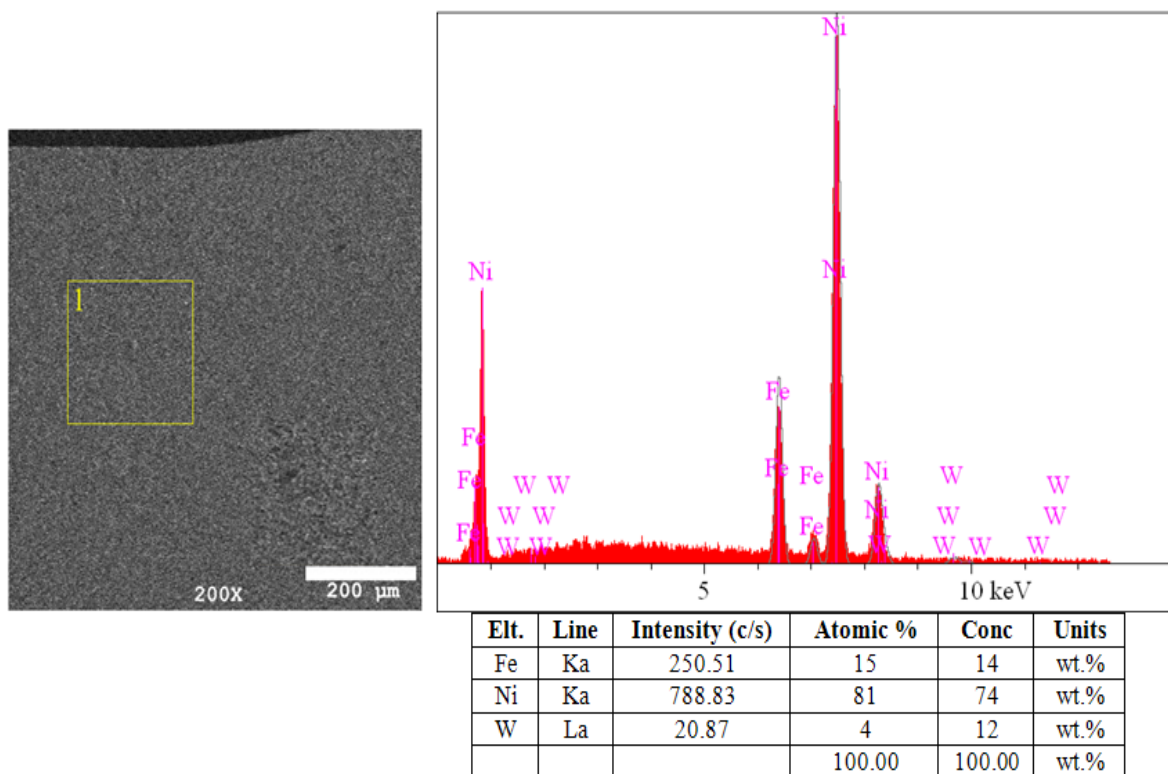


شکل (۲): الگوی XRD نمونه PE1 حاصل از رسوب الکتریکی پالسی

نیکل و آهن از طریق جذب کلریدی ( $MCl_{ad}$  نسبت به  $MOH_{ad}$  آسان تر رسوب می کند - M: فلزات آهن و نیکل) سریعتر جذب می گردد. از آنجایی که در ترکیب حمام مورد استفاده  $Ni/Fe = 1.9$  می باشد بنابراین نیکل غلظت بیشتری را در محصول خواهد داشت.

همچنین روند رسوب دهی غیرعادی نمی باشد زیرا با افزایش pH، کاهش مقادیر آهن و افزایش کسر Ni/Fe در نمونه های PE1، PE7 و PE8 را خواهیم داشت.

ترکیب محصول رسوب کرده برای کلیه نمونه های جدول (۲) به کمک آنالیز EDS تعیین شد. به عنوان نمونه شکل (۳) آنالیز EDS حاصل از نمونه رسوب الکتریکی شده در چگالی جریان  $60 \text{ mA/cm}^2$  (PE3) را نشان می دهد. نتایج حاصل از آنالیز EDS نمونه های PE1، PE7 و PE8 در جدول (۳) جمع آوری شده است که نشان می دهد با افزایش pH، از ۱/۵ تا ۲/۵، مقدار نیکل و تنگستن کاربرد در رسوب افزایش و آهن کاهش یافته است. بنابراین گزارش گومز<sup>۸</sup> و همکارانش [۱۵] با افزایش pH محلول (کاهش  $H^+$ )، واکنش احیای هیدروژن کاهش یافته و



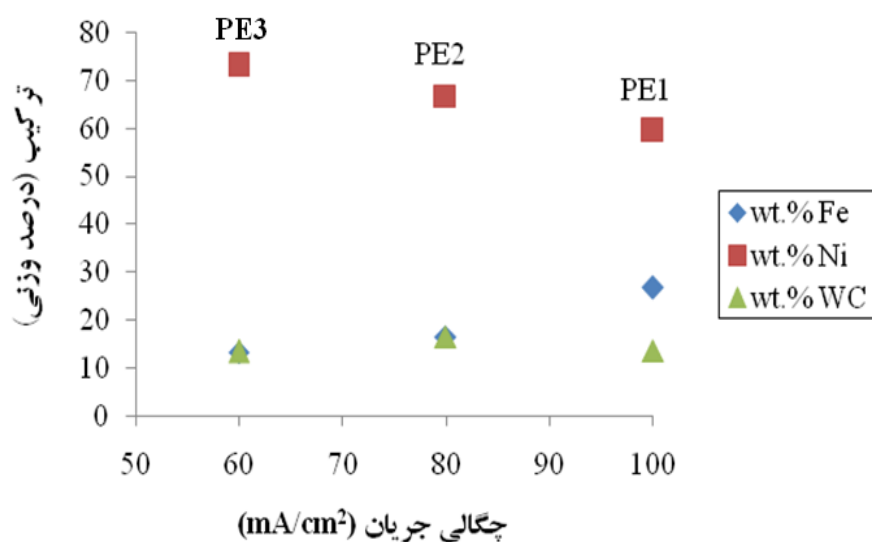
شکل (۳): نتایج آنالیز EDS نمونه رسوب الکتریکی پالسی حاصل از حمام حاوی ۵ گرم بر لیتر تنگستن کاربرد و در چگالی جریان  $60 \text{ mA/cm}^2$  (PE3)

جدول (۳): اثر pH بر ترکیب و نسبت Ni/Fe در نمونه های رسوب الکتریکی شده به روش جریان پالسی حاصل در چگالی جریان  $100 \text{ mA/cm}^2$

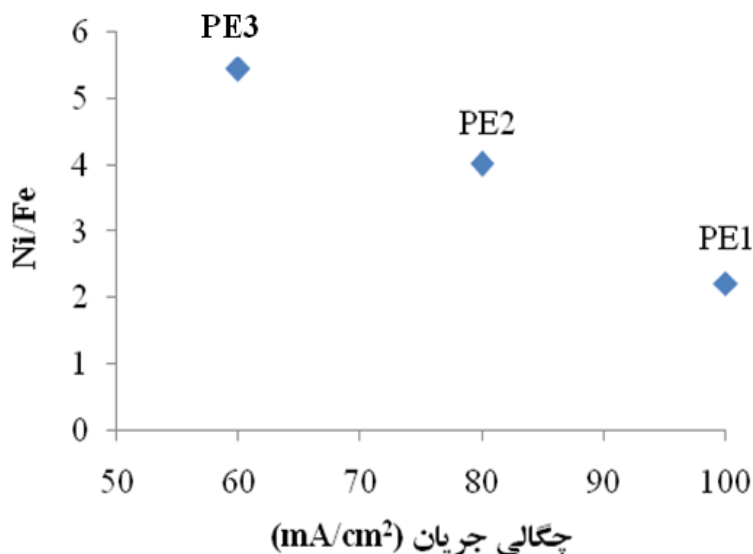
Ni/Fe	wt.% Fe	wt.% Ni	wt.% WC	pH	کد نمونه
۱/۷۷	۳۱	۵۵	۱۴	۱/۵	PE1
۲/۰۷	۲۷	۵۶	۱۷	۲	PE7
۲/۵۶	۲۳	۵۹	۱۸	۲/۵	PE8

گذاشت که موجب کاهش درصد نیکل در محصول می‌شود. محققان قبلی نیز مشاهدات مشابهی را گزارش نموده‌اند [۱۶-۱۷]. همچنین افزایش چگالی جریان نسبت Ni/Fe را کاهش و روند غیرعادی بودن رسوب‌دهی را افزایش می‌دهد یعنی کسر Ni/Fe را کاهش و آهن را افزایش می‌دهد (شکل (۵)).

همچنین نمودار تغییر ترکیبات نمونه‌های PE1، PE2 و PE3 با افزایش چگالی جریان از ۶۰ تا  $100 \text{ mA/cm}^2$  در شکل (۴) ترسیم شده است و ملاحظه می‌شود که با افزایش چگالی جریان، میزان آهن افزایش و نیکل کاهش یافته است و چون تغییرات WC با تغییر چگالی جریان کم است می‌توان از تغییرات آن چشم‌پوشی کرد. از آنجایی که نیکل نجیب‌تر از آهن است، افزایش چگالی جریان اثر زیادی در پلاریزاسیون آن خواهد

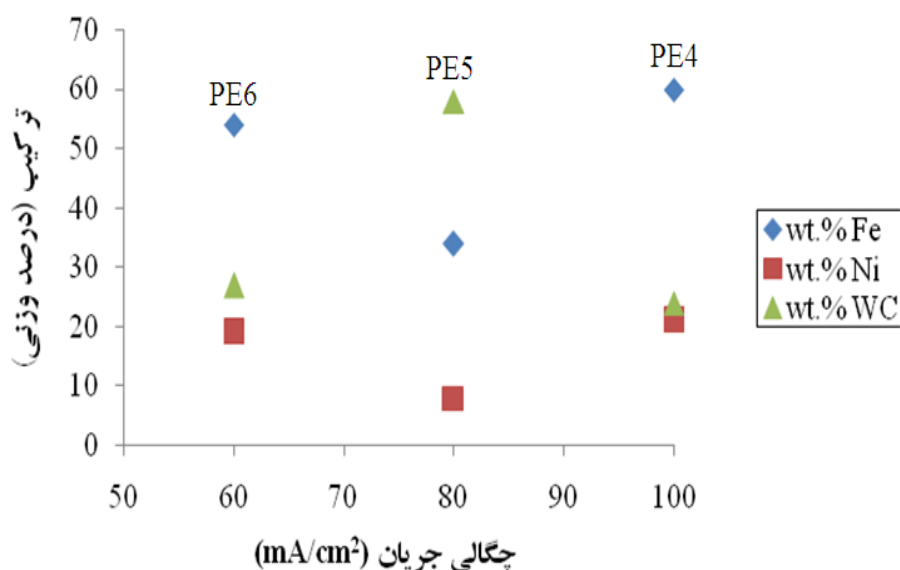


شکل (۴): اثر چگالی جریان بر ترکیب نمونه‌های رسوب الکتریکی به روش جریان پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی ۵ گرم بر لیتر تنگستن کاربید و در  $\text{pH} = 1/5$  و دمای  $60^\circ\text{C}$

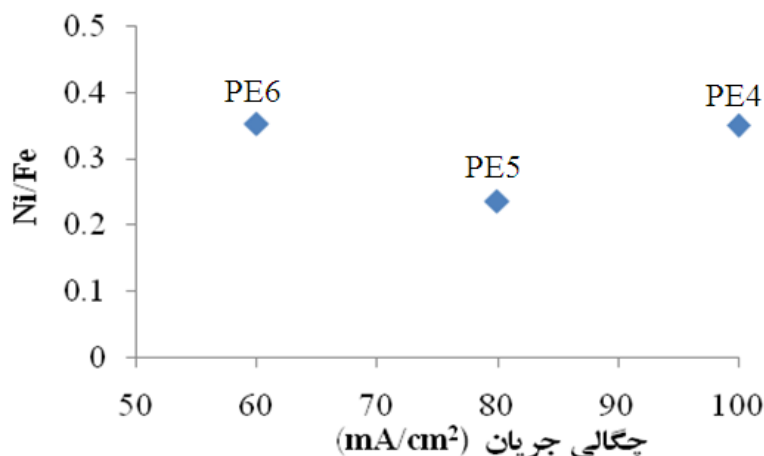


شکل (۵): اثر چگالی جریان بر نسبت Ni/Fe محصولات رسوب الکتریکی پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی ۵ گرم بر لیتر WC در pH=۱/۵ و دمای ۶۰ °C در شکل (۶) نیز روند تغییرات ترکیب شیمیایی نمونه‌های PE4، PE5 و PE6 حاصل از الکترولیتی با ۴۰ گرم در لیتر تنگستن کاربرد در اثر تغییر چگالی جریان ترسیم شده است. ملاحظه می شود که در ابتدا با افزایش چگالی جریان مقدار آهن و نیکل کاهش و میزان WC افزایش می یابد. در واقع در این مرحله چگالی جرمی زیاد WC در رسوب دهی اثر غالب دارد ولی با افزایش چگالی جریان بیش از ۸۰ mA/cm<sup>2</sup> این روند به گونه‌ای

است که آهن و نیکل آن افزایش و میزان WC در آن کاهش می یابد. به بیان دیگر در این مرحله چگالی جریان اثر غالب دارد به طوری که منجر به انتقال سریع تر یون های آهن و نیکل می گردد و میزان WC کاهش می یابد. روند تغییرات درصد WC با تحقیقات قبلی تطابق دارد [۱۸]. با توجه به شکل (۷) میزان آهن در این نمونه‌ها بیشترین و مقدار کسر Ni/Fe کمتر از مقدار آن در الکترولیت (Ni/Fe= 1.9) است.

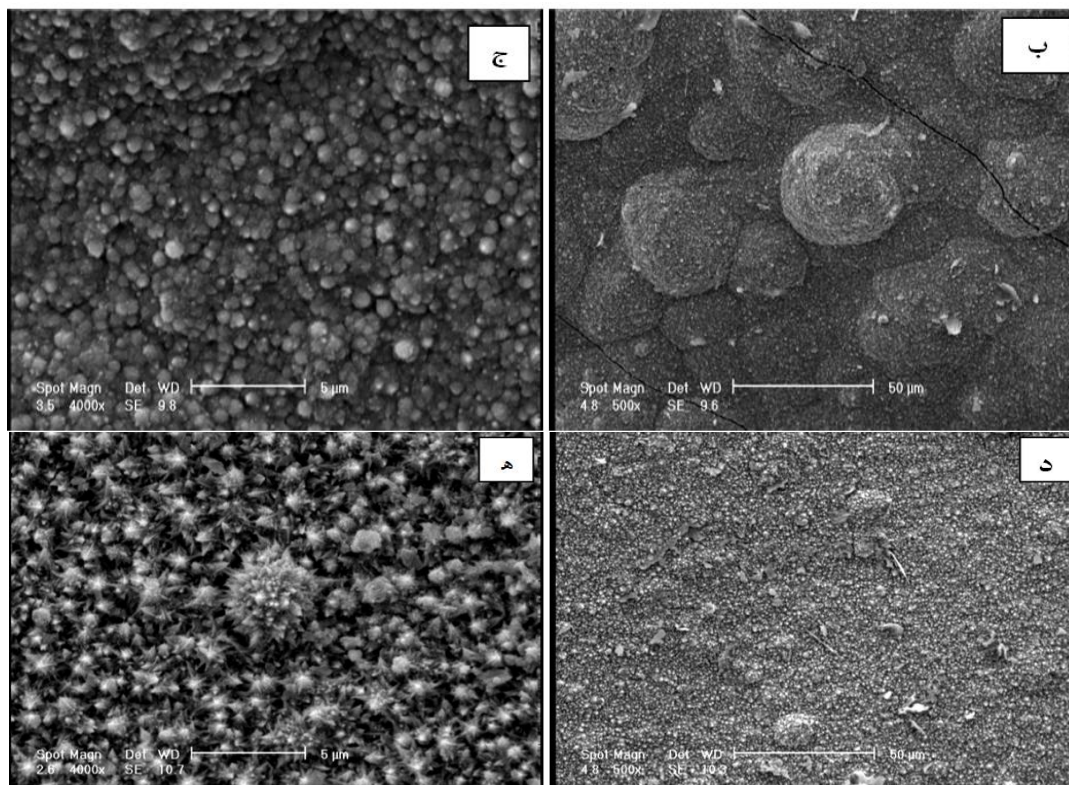
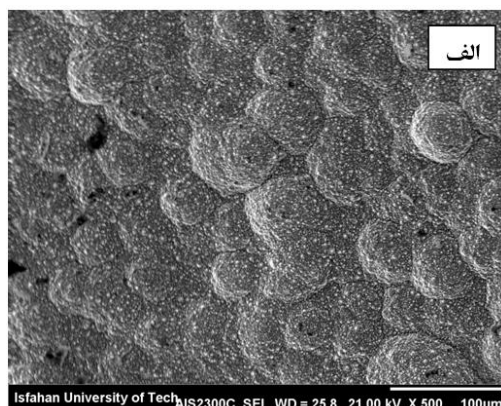


شکل (۶): اثر چگالی جریان بر ترکیب نمونه‌های رسوب الکتریکی به روش جریان پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی ۴۰ گرم بر لیتر WC و در pH=۱/۵ و دمای ۶۰ °C



شکل (۷): اثر چگالی جریان بر نسبت Ni/Fe محصولات رسوب الکتریکی پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی ۴۰ گرم بر لیتر WC و در pH=۱/۵ و دمای ۶۰ °C این تغییر مورفولوژی نمونه‌های PE1، PE7 و PE8 با تغییرات pH در شکل (۸) به نمایش گذاشته شده است. به طوری که در شکل (۸) قسمت‌های (الف) تا (ج) مورفولوژی کروی و در شکل‌های (۸) قسمت‌های (د) و (ه) مورفولوژی ستاره‌ای می‌باشد. از آنجایی که با تغییر pH از ۱/۵ تا ۲/۵، طبق جدول (۳) مقدار نیکل افزایش، آهن کاهش و تنگستن کاربید افزایش می‌یابد،

این تغییر مورفولوژی را می‌توان به تغییر مقدار نیکل نسبت داد. آن چنان که در تحقیق کو<sup>۹</sup> و همکارانش [۱۹] با افزایش مقدار نیکل، مورفولوژی ذرات چند وجهی می‌گردد. در تحقیق عبدالکریم<sup>۱۰</sup> و همکارانش [۲۰] نیز گزارش شده است که با افزایش مقدار آهن مورفولوژی کروی تر می‌شود.



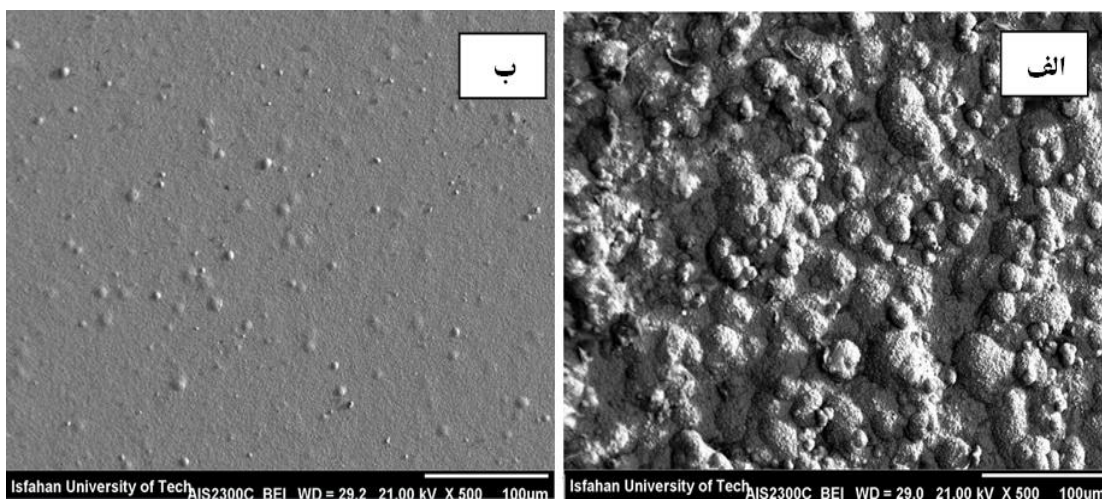
شکل (۸): تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های رسوب الکتریکی پالسی حاصل از حمام حاوی ۵ g/L تنگستن کاربید، در دمای ۶۰ °C و pH‌های:

(الف): pH=۱/۵، (ب وج): pH=۲، و (د و ه): pH=۲/۵

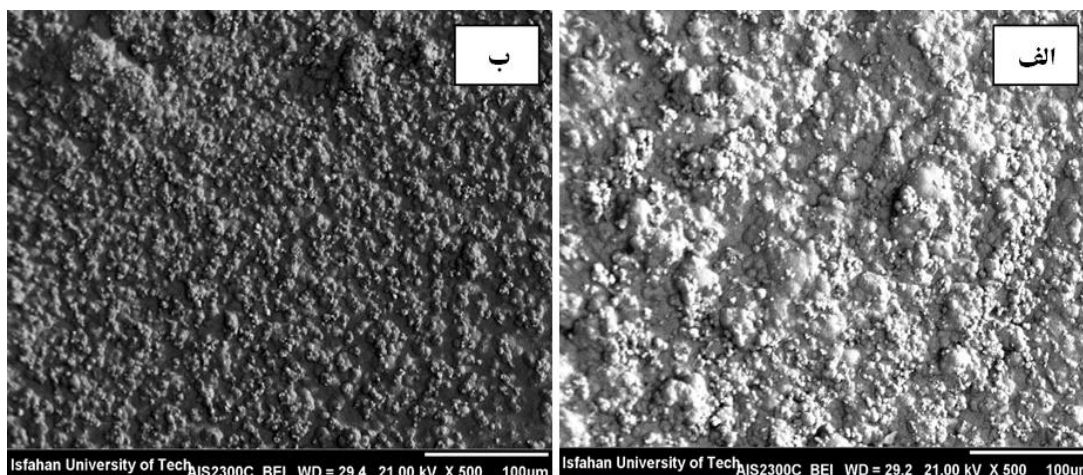


در شکل (۹-الف) نمونه حاصل در چگالی جریان  $60 \text{ mA/cm}^2$  با ترکیب  $73\% \text{ Ni}-13\% \text{ Fe}-14\% \text{ WC}$  دارای مورفولوژی ناصاف و گل کلمی ماندنی است. در حالی که نمونه حاصل در چگالی جریان  $100 \text{ mA/cm}^2$  با آهن بیشتر و نیکل کم تر، با ترکیب  $59\% \text{ Ni}-27\% \text{ Fe}-14\% \text{ WC}$  طبق شکل (۹-ب) مورفولوژی صاف تر و یکنواخت تری دارد. هنگامی که جریان میان دو صفحه الکترود موازی افزایش یابد، شدت میدان الکتریکی بین دو الکترود و سرعت انتقال یون ها به طور قابل توجهی افزایش می یابد. در نتیجه با ایجاد شانس بیشتر برای جوانه زنی، میکروساختار رسوبات فشرده تر و یکنواخت تر می گردد. در زمان

برای احیای میان یون های آهن و نیکل هیچ ترجیحی وجود ندارد. در نتیجه یون های آهن (فلز کمتر نجیب) آزادانه روی کاتد رسوب می کند و مقدار آهن را متناسب با میزان آن درون حمام افزایش و نیکل را کاهش خواهد داد [۲۱]. همچنین تصاویر SEM دو نمونه رسوب الکتریکی شده حاصل از حمام حاوی  $40$  گرم بر لیتر WC در چگالی جریان های  $60$  و  $100 \text{ mA/cm}^2$  به ترتیب در شکل (۱۰) قسمت های (الف) و (ب) ارائه شده اند. به طور کلی در چگالی جریان  $100 \text{ mA/cm}^2$  مورفولوژی یکنواخت تری مشاهده می شود.



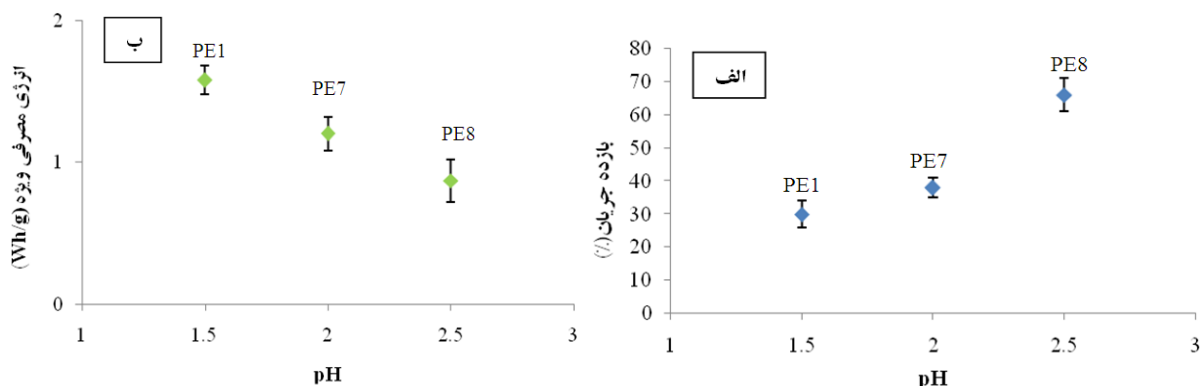
شکل (۹): تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه رسوب الکتریکی پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی  $5$  گرم بر لیتر WC و در  $\text{pH}=1/5$ ، دمای  $60^\circ \text{C}$  و در چگالی جریان های: (الف)  $60 \text{ mA/cm}^2$  و (ب)  $100 \text{ mA/cm}^2$



شکل (۱۰): تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه رسوب الکتریکی پالسی حاصل از الکترولیتی حاوی  $40$  گرم بر لیتر WC و در  $\text{pH}=1/5$ ، دمای  $60^\circ \text{C}$  و در چگالی جریان های: (الف)  $60 \text{ mA/cm}^2$  و (ب)  $100 \text{ mA/cm}^2$

دانست زیرا در این صورت میزان احیای هیدروژن نیز کاهش می‌یابد که یک فرایند مصرفی و تقریباً غیر قابل اجتناب می‌باشد.

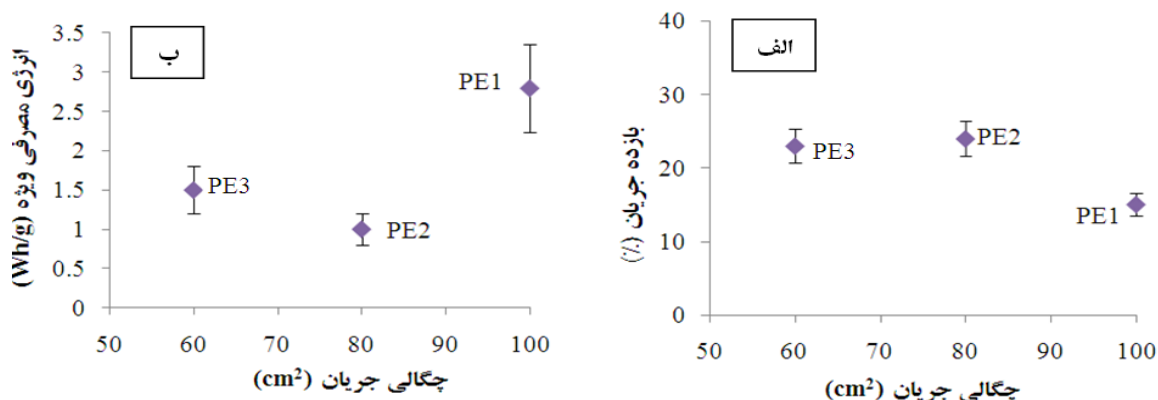
در رسوب‌دهی پالسی، در شکل (۱۱)، با افزایش pH از ۱/۵ تا ۲/۵ میزان بازده جریان افزایش و انرژی مصرفی ویژه آن کاهش می‌یابد. شاید بتوان علت این امر را در کاهش  $H^+$  با افزایش pH



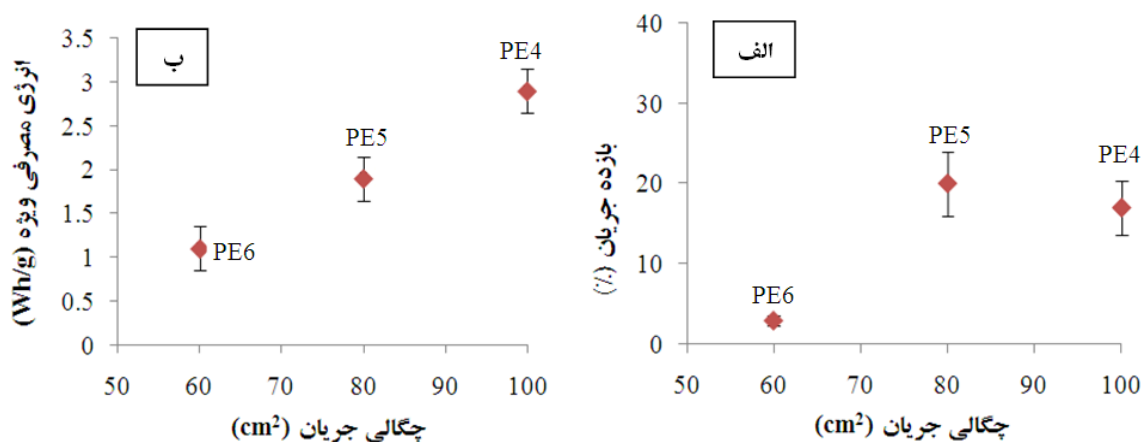
شکل (۱۱): اثرات pH بر: (الف): بازده جریان و (ب): انرژی مصرفی ویژه در نمونه‌های رسوب الکتریکی پالسی حاصل از حمامی حاوی ۵ گرم بر لیتر تنگستن کاربید، دمای  $60^{\circ}C$  و در چگالی جریان  $100 \text{ mA/cm}^2$

افزایش یافته و احتمالاً در این میان ذرات WC بیش تری درون فیلم فلزی در حال رشد محبوس می‌شوند. در این صورت با افزایش مقدار WC در پوشش، احیای هیدروژن نیز افزایش می‌یابد زیرا افزایش WC منجر به افزایش تعداد مکان‌های فعال برای احیای هیدروژن در فصل مشترک میان ذرات WC و Ni می‌گردد و کسری از جریان را هدر می‌دهد. در نتیجه افزایش WC باعث کاهش بازده جریان و افزایش انرژی مصرفی ویژه می‌گردد که در توافق با تحقیقات قبلی می‌باشد [۲۲ و ۲۳].

در شکل‌های (۱۲) و (۱۳) به ترتیب میزان تغییرات بازده جریان و انرژی مصرفی ویژه با چگالی جریان اعمالی در حمام‌های حاوی مقادیر ۵ و ۴۰ گرم بر لیتر تنگستن کاربید نشان داده شده است. به طور کلی می‌توان گفت با افزایش چگالی جریان تقریباً روند بازده جریان کاهشی و انرژی مصرفی ویژه افزایشی است. بعلاوه دو فاکتور اصلی چگالی جریان و مقدار ذرات در محلول بر درصد WC اثر می‌گذارد. سیلان ذرات تقویت کننده به سمت سطح کاتد نیز مقدار WC در محصول رسوب‌دهی را تعیین می‌کند. بنابراین با افزایش چگالی جریان، سیلان یون‌های فلزی



شکل (۱۲): اثر چگالی جریان بر (الف): بازده جریان و (ب): انرژی مصرفی ویژه در نمونه‌های رسوب الکتریکی پالسی حاصل از حمام‌هایی با  $5 \text{ g/L WC}$  و در  $pH=1/5$  و دمای  $60^{\circ}C$



شکل (۱۳): اثر چگالی جریان بر الف) بازده جریان و ب) انرژی مصرفی ویژه در نمونه‌های رسوب الکتریکی پالسی حاصل از حمام‌هایی با  $40 \text{ g/L WC}$  و در  $\text{pH}=1/5$  و دمای  $60^\circ \text{C}$

3147-3151, 2009.

- [2] R. Starosta & A. Zielinski, "Effect of Chemical Composition on Corrosion and Wear Behaviour of the Composite Ni-Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  Coatings", Journal of Material Processing Technology, Vol. 157-158, pp. 434-441, 2009.
- [3] X. Li & Z. Li, "Nanosized  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Reinforced NiFe Nanocomposites by Electroplating", Material Science Engineering, Vol. 358A, pp. 107-113, 2003.
- [4] H. Ataee-Esfahani, M. R. Vaezi, L. Nikzad, B. Yazdani & S. K. Sadrmezhaad, "Influence of SiC Nanoparticles and Saccharin on The Structure and Properties of Electrodeposited Ni-Fe/SiC Nanocomposite Coatings", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 484, pp. 540-544, 2009.
- [5] Ch. R. Raub & A. Knodler, "The Electrodeposition of Gold by Pulse Plating", Gold Bulletin, Vol. 10, No. 2, pp. 38-44, 1977.
- [6] M. S. Chandrasekar, M. Pushpavanam, "Pulse and pulse reverse plating—Conceptual, advantages and applications", Electrochimica Acta, Vol. 53, pp. 3313-3322, 2008.
- [7] Ch. R. Raub & A. Knodler, "The Electrodeposition of Gold by Pulse Plating", Gold Bulletin, Vol. 10, No. 2, pp. 38-44, 1977.
- [8] Balasubramanian, D. S. Srikumar, G. Raja, G.

#### ۴- نتیجه گیری

کامپوزیت نانوساختار FeNi-WC به روش رسوب الکتریکی پالسی تولید شد. نتایج این تحقیق نشان داد:

۱- با افزایش pH الکترولیت مقدار نیکل آن افزایش یافت و موجب تغییر مورفولوژی از کروی به ستاره‌ای شد.

۲- چگالی جریان بر مقدار ذرات تقویت کننده (WC) در نمونه های کامپوزیتی حاصل از حمام حاوی  $5 \text{ g/L}$  اثر چندانی نداشت ولی افزایش چگالی جریان تغییرات زیادی را در ترکیب نمونه های حاصل از حمام حاوی  $40 \text{ g/L}$  تنگستن کاربرد موجب گردید.

۳- تصاویر SEM نشان داد که برای نمونه حاصل از الکترولیت حاوی  $5 \text{ g/L}$  تنگستن کاربرد با چگالی جریان  $100 \text{ mA/cm}^2$  مورفولوژی یکنواخت تری بدست آمده است.

۴- با افزایش pH، بازده جریان فرایند رسوب دهی افزایش و انرژی مصرفی ویژه آن کاهش می یابد. اما با افزایش چگالی جریان بازده جریان کاهش و انرژی مصرفی ویژه افزایش یافت.

#### ۵- مراجع

- [1] N. park, D. Lee, I. Ko, J. Yoon & I. Shon, "Rapid Consolidation of Nanocrystalline  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Reinforced Ni-Fe Composite from Mechanically Alloyed Powders by High Frequency Induction Heated Sintering", Ceramics International, Vol. 35, pp.

- Saenapitak & S. Sangsuk, "Effects of WC Addition on Structure and Hardness of Electrodeposited Ni-W", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 203, pp. 3590-3594, 2009.
- [19] B. Koo & B. Yoo, "Electrodeposition of Low-Stress NiFe Thin Films from a Highly Acidic Electrolyte", *Surface & Coatings Technology*, Vol. 205, pp. 740-744, 2010.
- [20] R. Abdel-Karim, Y. Reda, M. Muhammed, S. El-Raghy, M. Shoeib & H. Ahmed, "Electrodeposition and Characterization of Nanocrystalline Ni-Fe Alloys", *Journal of Nanomaterials*, Article ID 519274, pp. 8, 2011.
- [21] N. D. Nikolic, L. J. Pavlovic, M. G. Pavlovic & K. I. Popov, "Effect of Temperature on the Electrodeposition of Disperse Copper Deposits", *Journal of Serbian Chemical Society*, Vol. 72, pp. 1369-1381, 2007.
- [22] D. K. Singh, M. K. Tripathi & V. B. Singh, "Electro-Codeposition and Characterization of Ni-WC Composite Coating from Non-Aqueous Bath", *International Journal of Materials Science and Applications*, Vol. 2, pp. 68-73, 2013.
- [23] V. Marinovic, J. Stevanovic, B. Jugovic & M. Maksimovic, "Hydrogen Evolution on Ni/WC Composite Coatings", *Journal of Applied Electrochemistry*, Vol. 36, pp. 1005-1009, 2006.
- Saravanan & S. Mohan, "Effect of Pulse Parameter on Pulsed Electrodeposition of Copper on Stainless Steel", *Surface Engineering*. Vol. 25, No. 5, pp. 389-392, 2009.
- [9] M. Saitou, S. Teruya & S. M. Asadul Hossain, "Temperature-Dependence of Deposition Rate and Current Efficiency in Platinum Electrodeposition at a Fixed Average Current Density", *the Open Electrochemistry Journal*, Vol. 3, pp. 1-5, 2011.
- [10] H. Dahms & I. M. Croll, "The Anomalous Codeposition of Iron-Nickel Alloys", *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 112, pp. 771-775, 1965.
- [11] W. Lu, P. Huang, C. He and B. Yan, "Compositional and Structural Analysis of FeCo Films Electrodeposited at Different Temperatures", *International Journal of Electrochemical Science*, Vol. 7, pp. 12262-12269, 2012.
- [12] Yuliy D. Gamburg & G. Zangari, "Theory and Practice of Metal Electrodeposition", Springer, 2011.
- [13] Sanaty-Zadeh, K. Raeissi, & A. Saidi, "Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe-Ni Alloys Synthesized by Direct and Pulse Electrodeposition", *International Journal of Modern Physics*, Vol. 25B, pp. 2031-2038, 2011.
- [14] B. D. Cullity, "Elements of X-Ray Diffraction", 2nd ed, Addison-Wesley Publishing Company, pp. 284, 1987.
- [15] E. Gomez, R. Pollina & E. Valles, "Nickel Electrodeposition on Different Metallic Substrates", *Journal of Electroanalytical Chemistry*, Vol. 386, pp. 45-56, 1995.
- [16] M. R. Zamanzad-Ghavidel, K. Raeissi & A. Saatchi, "Effect of Substrate Texture and Deposition Current Density on Properties of Ni Nanocrystalline Electrodeposits", *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, Vol. 9, 2012.

## ۶- پی نوشت

- [1] Metal Matrix Composite  
 [2] Pulse Electrodeposition  
 [3] Dahms and Croll  
 [4] tungsten carbide (WC)  
 [5] Current Efficiency  
 [6] Specific Energy Consumption  
 [7] Scherer  
 [8] Gomez  
 [9] Koo  
 [10] Abdel-Karim

- [۱۷] ع. نصر اصفهانی و م. حیدرزاده سهی، "آبکاری آلایز روی-نیکل بر روی فولاد با استفاده از جریان منقطع"، نشریه استقلال ۲۳، شماره ۲، اسفند سال ۱۳۸۳.

- [18] Y. Boonyongmaneerat, K. Saengkiattiyut, S.