

بررسی تاثیر عوامل موثر بر مورفولوژی و ساختار نانویی پوشش های آلیاژی نیکل-آهن تهیه شده به روش آبکاری الکتریکی

سارا فضلی^۱، محمد ابراهیم بحر العلوم^{۲*}

۱- کارشناسی ارشد نانومواد، دانشکده مهندسی، بخش مهندسی مواد، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

۲- استاد، دانشکده مهندسی، بخش مهندسی مواد، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

*bahrolom@shirazu.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۴/۰۲/۰۹، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۳/۱۶)

چکیده

آبکاری پوشش های آلیاژی نیکل-آهن در ترکیب جدیدی از الکترولیت صورت گرفت. دما، میزان ساخارین و نحوه همزدن حمام به عنوان عوامل موثر بر ساختار، مورفولوژی و درصد پوشش های آلیاژی، مورد بررسی قرار گرفتند. پوشش های آلیاژی نیکل-آهن با ضخامت $100\mu\text{m}$ پس از ۳ ساعت آبکاری در دماهای ۲۵، ۴۵ و 75°C ، در حضور مقادیر مختلف ساخارین (۱، ۳، ۵ و 10g/L) در $\text{pH}=3/8$ و دانسیته جریان 100 mA/cm^2 حاصل شدند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و الگوی پراش اشعه ایکس سطح پوشش ها، حاکی از وجود ساختار گل کلم شکل و دانه بندی نانومتری ($26/65\text{nm}$) می باشد. افزایش دما به علت افزایش حلالیت نیکل در حمام، افزایش رسانایی، افزایش بازده و کاهش پلاریزاسیون در کاتد و آند، سبب افزایش میزان نیکل و در نتیجه کاهش آهن در پوشش شد. به علاوه کاهش اندازه دانه و کاهش زبری سطح نیز با افزایش دمای آبکاری حاصل شد. مقدار بهینه ساخارین در حمام 1g/L تعیین شد که به علت افزایش پتانسیل کاتدی اضافی و جلوگیری از رشد دانه ها، سبب افزایش نرخ جوانه زنی و در نتیجه کاهش اندازه دانه در پوشش می شود. مقادیر بیشتر ساخارین با وجود تاثیر ساخارین در ریز کردن اندازه دانه، به علت وجود ذرات زیاد ساخارین در پوشش، باعث افزایش زبری سطح شد. همزدن مغناطیسی به علت مغناطیسی بودن پوشش آلیاژی، سبب تغییر مورفولوژی پوشش ها شد. به منظور دستیابی به پوشش آلیاژی بهینه با چسبندگی مناسب و حداقل کرنش داخلی، حفره و ناخالصی، آبکاری الکتریکی در حضور 1g/L ساخارین در دمای 25°C و با همزن مکانیکی صورت گرفت.

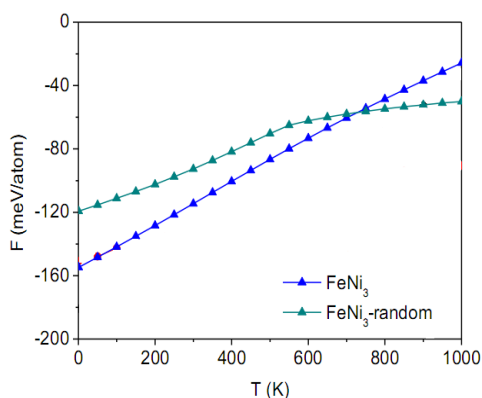
کلمات کلیدی:

پوشش، زبری، دما، ساخارین، همزدن.

۱- مقدمه

تکنیک آبکاری راهی برای تولید قطعات و ساختارهای ریز پیش رو گذاشت [۲]. به طور کلی خصوصیات پوشش های آبکاری الکتریکی تابع مورفولوژی و ریزساختارشان می باشد که آنها نیز به نوبه خود از پارامترهای فرآیند تولید تاثیر می پذیرند [۳]. فرایند آبکاری الکتریکی، فرایندی بسیار پیچیده می باشد که کنترل

آبکاری الکتریکی پوشش های کامپوزیتی نیکل - آهن برای اولین بار به سال ۱۸۷۱ برمی گردد. این پوشش توسط فردی به نام توماس فرن^۱ تهیه شد [۱]. در سال های ۱۹۰۰ تا ۱۹۳۰ در زمینه پوشش های آلیاژی نیکل - آهن تحقیقات فراوانی صورت گرفت. در دهه اخیر و با ورود تکنولوژی نانو به عرصه علم،



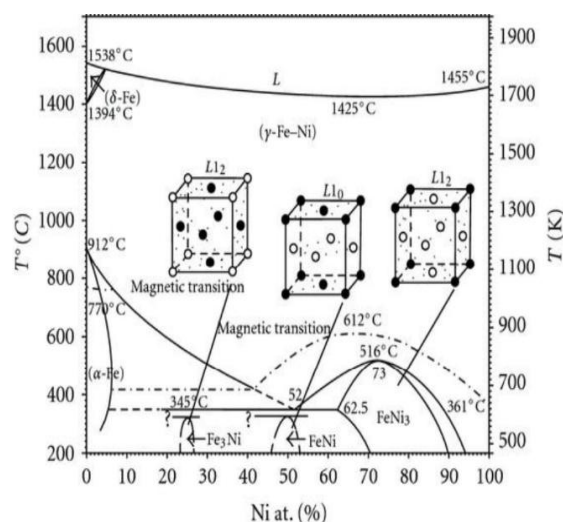
شکل (۲): مقایسه انرژی آزاد ساختار منظم و نامنظم فاز FeNi_3 در دماهای مختلف [۶]

در آبکاری الکتریکی دو پارامتر خیلی مهم باید کنترل شود. یکی سرعت تشکیل هسته‌های فلزی روی کاتد و دیگر رشد این هسته‌ها است. کنترل هر عامل دیگر روی دو پارامتر مزبور اثر می‌گذارد. اگر شرایط برای پوشش‌دهی به گونه‌ای باشد که هسته‌های جدید بیشتری روی سطح کاتد تشکیل شود، پوشش دانه‌ریز، سخت و صاف تولید خواهد شد. برعکس اگر پارامترهای عملیات به گونه‌ای باشد که رشد هسته‌های روی کاتد تسریع شود، پوشش دانه درشت، زبر و نرم تولید خواهد شد [۷].

در پوشش آلیاژی نیکل-آهن، نیکل می‌تواند از کمپلکس سیانید و در بازده جریان کاتدی پایین، پوشش داده شود. این در حالی است که آهن نمی‌تواند از کمپلکس سیانیدی خود پوشش داده شود. بنابراین آبکاری الکتریکی آهن-نیکل از طریق حمام سیانیدی فقط در آزمایشگاه توسط استوت^۲ و کارول^۳ صورت گرفت و جنبه صنعتی ندارد [۸].

در سال ۲۰۱۰ ایجاد پوشش نانوکریستالی آلیاژ نیکل-آهن از طریق روش آبکاری الکتریکی بررسی شده است که البته در این تحقیق اندازه دانه و ترکیب آلیاژ با تغییر پارامترهای مختلف، متفاوت شده است. این مطالعات نشان می‌دهد با تغییر نسبت یون نیکل به یون آهن در الکترولیت، مقدار آهن موجود در پوشش قابل تغییر است. پوشش حاصله در این روش در بازه اندازه ۲۰ تا ۳۰ نانومتر دارد. مورفولوژی سطح به نسبت یون نیکل به یون

پارامترهای آن بسیار دشوار می‌باشد [۴]. در سالهای اخیر تحقیقات بسیاری در مورد کنترل ریزساختار فیلم های آبکاری شده انجام شده است [۵]. شکل ۱ دیاگرام فاز نیکل - آهن را نشان می‌دهد. با توجه به این نمودار در دمای پایین (۲۵، ۴۵ و ۷۵ درجه سانتی‌گراد) و در محدوده ۷۰ تا ۹۰ درصد وزنی نیکل، فاز FeNi_3 پایدار می‌باشد. همان طور که در نمودار مشخص است در دمای ۵۱۴ درجه سانتی‌گراد پدیده منظم شدن رخ داده است و در یک نقطه استحاله فاز نیکل رخ داده است. نحوه قرار گرفتن اتم‌ها در سه فاز منظم شده نیز در شکل ۱ مشاهده می‌شود. در FeNi_3 ساختار به صورت FCC است و در گوشه‌ها آهن و بر وجوه نیکل می‌نشینند.



شکل (۱): نحوه قرارگیری اتم‌ها در فازهای منظم شده نمودار فاز نیکل - آهن [۶]

در شکل ۲ انرژی آزاد ساختار منظم و نامنظم فاز FeNi_3 در دماهای مختلف نشان داده شده است. با توجه به این نمودار در دماهای مورد نیاز در این تحقیق (۲۵، ۴۵ و ۷۵ درجه سانتی‌گراد) ساختار منظم این ترکیب پایدارتر است. بنابراین در آبکاری آلیاژی پرم‌الوی در دمای محیط ترجیحا ساختار منظم FeNi_3 ایجاد می‌شود.

شکننده تهیه کرد [۱۱-۱۲]. میزان صافی سطح در پوشش‌دهی آهن به میزان pH برمی‌گردد. در pHهای پایین در حدود ۳، پوشش مستحکم و در عین حال چکش‌خوار و در pHهای بالاتر پوشش دارای تنش و ترد گزارش شده است [۱۰].

در این تحقیق به بررسی امکان ایجاد پوشش آلیاژی نیکل-آهن به روش آبکاری الکتریکی و با کنترل پارامترها (دما، میزان ساخارین، نوع و سرعت همزدن)، با استفاده از ترکیبی جدید از الکترولیت به منظور بررسی ساختار و برخی خواص از جمله زبری پوشش‌ها، پرداخته می‌شود. هدف انجام این پژوهش بررسی امکان ایجاد پوشش آلیاژی بهینه نیکل-آهن به صورت یکنواخت با حداقل زبری، تنش، حفره و ناخالصی، با چسبندگی مناسب و در عین حال ساختاری نانویی می‌باشد.

۲- مواد و روش‌ها

در این پژوهش، پوشش آلیاژی آهن - نیکل از طریق فرآیند آبکاری الکتریکی تهیه شد. در اینجا همان‌طور که در جدول شماره ۱ مشاهده می‌شود، از سولفات آهن و سولفات نیکل، لیگاند و مواد افزودنی دیگر به منظور دستیابی به خواص مورد نظر، جهت تهیه محلول الکترولیت استفاده شد. در این تحقیق پس از انجام آزمون‌های متعدد، pH بهینه ۳/۶ تا ۳/۸ انتخاب شد. در این تحقیق از کاتد مسی به عنوان زمینه استفاده شد. قطعات مسی در محلولی حاوی ۵۰ درصد حجمی آب مقطر، ۲۵ درصد حجمی اتانول و ۲۵ درصد حجمی اسید فسفریک در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد الکتروپولیش شدند. عملیات الکتروپولیش به مدت ۱۵-۲۰ ثانیه و با دانسیته جریان $30-35 \text{ A/dm}^2$ بر قطعات مسی صورت گرفت. با اعمال دانسیته جریان 100 mA/cm^2 پوشش‌های آلیاژی نیکل-آهن با ساختارهای متفاوت در دماهای (۲۵، ۴۵ و ۷۵ درجه سانتی‌گراد)، مقادیر مختلف ساخارین (۱، ۳، ۵ و ۱۰ گرم بر لیتر) و نوع همزدن متفاوت (مکانیکی و مغناطیسی) پس از ۳ ساعت آبکاری الکتریکی تهیه شدند. پس از اتمام مراحل آبکاری الکتریکی، سطح نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی و میکروسکوپ نوری مشاهده

آهن و همچنین به دمای آبکاری بستگی دارد. با افزایش مقدار آهن، مخصوصاً در زمان‌های کوتاه، اندازه دانه‌ها افزایش یافته و افزایش زمان آبکاری بر اندازه دانه‌ها تاثیر قابل ملاحظه‌ای ندارد [۹].

در حمام‌های آبکاری جهت تهیه پوشش آلیاژی نیکل - آهن افزودنی‌های مختلفی به عنوان بافر و یا عاملی جهت بهبود خاصیتی از پوشش، استفاده شده است. معمولاً از اسید بوریک به عنوان بافر استفاده می‌شود. گلاستون^۴ از استات به عنوان بافر استفاده کرده است [۱]. در این بین سترات که برای اولین بار توسط کرمن^۵ استفاده شد، افزودنی مناسبی برای تهیه آلیاژ نیکل - آهن شناخته شد. البته از سترات به عنوان عامل کمپلکس‌ساز نیز استفاده می‌شود. این امر توسط دو محقق به نام‌های راب^۶ و والتر^۷ مورد استفاده قرار گرفت [۱۰]. عوامل مختلفی از جمله دما، ریزکننده‌ها و نوع و سرعت همزدن بر ساختار پوشش‌ها تاثیر می‌گذارند. تاثیر دما بر پوشش آلیاژی به پارامترهای مختلفی بستگی دارد. در کل افزایش دما باعث پوشش‌دهی بیشتر فلز نجیب‌تر می‌شود [۱۰]. همزدن نیز تاثیر زیادی بر مورفولوژی و ساختار پوشش‌ها دارد. در هنگام همزدن احتمال کنده شدن ذراتی از آند و معلق شدن آنها در محلول و قرار گرفتن فیزیکی این ذرات بر پوشش و در نتیجه افزایش زبری پوشش، وجود دارد. بنابراین انتخاب میزان و سرعت همزدن حمام ضروری است. از آنجایی که نیکل و آهن موادی با استحکام بالا، سخت و مغناطیسی می‌باشند، بنابراین ترکیب این دو باعث گسترش کاربرد آنها می‌شود. در اغلب شرایط پوشش‌دهی آلیاژی نیکل - آهن، پوشش با تنش‌های داخلی همراه است. بنابراین ایجاد این پوشش آلیاژی در دمای اتاق بسیار مشکل است. راب طی آزمایشات خود به وجود ترک‌های بسیار ریزی بر پوشش آلیاژی نیکل - آهن در دمای اتاق اشاره می‌کند [۸]. تنش‌های داخلی در ایجاد این پوشش آلیاژی مانعی سر راه محققین بود تا اینکه ولف^۸ و مک کانال^۹ با افزودن ساخارین به حمام آبکاری تنش را کاهش دادند [۱۰]. کرمن در حمام آبکاری از یون‌های سیانید استفاده کرد و بدین ترتیب پوششی ضخیم تر اما ترد و

جدول ۲ مشاهده می‌شود، به طور کلی با افزایش دما، درصد نیکل افزایش می‌یابد. در تمام موارد دانسیته جریان 100 mA/cm^2 ، pH اولیه برابر با ۳/۸ و ترکیب حمام نیز مطابق جدول ۱ در نظر گرفته شد و همزدن نیز به صورت مکانیکی با دور مشخص ۱۶۰ rpm انجام گرفت. همان طور که مشاهده می‌شود، با افزایش دمای آبکاری الکتریکی، میزان نیکل افزایش و میزان آهن کاهش می‌یابد.

جدول (۱): ترکیب حمام پرم الوی

مواد	غلظت (g/L)
سولفات نیکل	۶۰
اسید بوریک	۴۵
سولفات آهن	۵
سیترات سدیم	۷۵
سولفات پتاسیم	۱/۵
سدیم دودسیل سولفات	۰/۲
ساخارین	۱

شد و برای اطمینان از تشکیل فاز مورد نظر در پوشش ایجاد شده در شرایط بهینه (با توجه به نمودار فازی نیکل - آهن)، آزمون تفرق اشعه ایکس نیز انجام شد. کرنش داخلی و اندزه دانه این نمونه نیز با استفاده از رابطه ویلیام هال مشخص شد. این رابطه به صورت زیر است:

$$\cos\theta = \frac{0.9\lambda}{D} + 2\varepsilon\sin\theta \quad (1)$$

که در آن $D, \theta, \lambda, \varepsilon$ به ترتیب نیم پهناي قله، طول موج پرتو ایکس، زاویه براگ، قطر متوسط دانه و کرنش نمونه است. آنالیز پراش پرتو ایکس با استفاده از دستگاه XRD ساخت شرکت Bruker آلمان، با تشعشع $\text{Cu K}\alpha$ در محدوده زاویه 10° - 20° درجه انجام شد. مقدار متوسط زبری سطح پوشش ها توسط دستگاه زبری سنج مدل Mitutoyo 201 surfest در شرایط مختلف تعیین شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تاثیر دما بر ساختار پوشش آلیاژی نیکل - آهن

برای بررسی اثر دما بر درصد عناصر آهن و نیکل در پوشش آلیاژی، در هر دما تست کوانتومتری انجام شد. همان طور که در

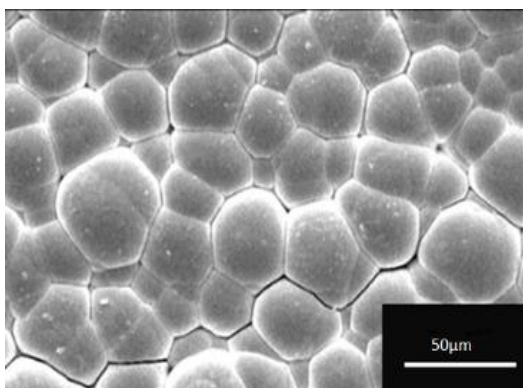
جدول (۲): ترکیب پوشش تهیه شده در دمای مختلف (همزن مکانیکی و میزان ۱g/L ساخارین)

دما (°C)	درصد وزنی عناصر													
	Ni	Si	Cr	Hf	Mn	Al	Fe	Co	Ti	Nb	W	V	S	C
۲۵	۱	۰/۰۰۵	۰/۰۰۵	<۰/۰۲	۰/۰۰۹	۰/۰۰۵	۳۹۲	۱۰۵۸	۰/۰۰۲	۲۸۳	<۰/۰۲	۰/۰۶	۰/۰۰۴	۰/۰۷
	۸۱	<	<			<	۱۸	۰	<	۰			<	
۴۵	۷	۰/۰۰۵	۰/۰۰۵	<۰/۰۲	۰/۰۰۴	۰/۰۰۵	۵۶۷	۰/۰۴	۰/۰۰۲	۳۰۵	<۰/۰۲	۱/۰۶۳	۰/۰۰۴	۱/۷۹
	۸۵	<	<			<	۱۳	۳	<	۰		۰	<	۰
۷۵	۶	۰/۰۰۵	۰/۰۱۵	<۰/۰۲	۰/۰۰۱	۰/۰۰۵	۸/۸۶۳	۰/۰۶	۰/۰۰۲	۳۲۴	<۰/۰۲	۱/۰۶۶	۰/۰۰۴	۱/۰۳۸
	۹۰	<	<			<		۰	<	۰		۰	<	۰

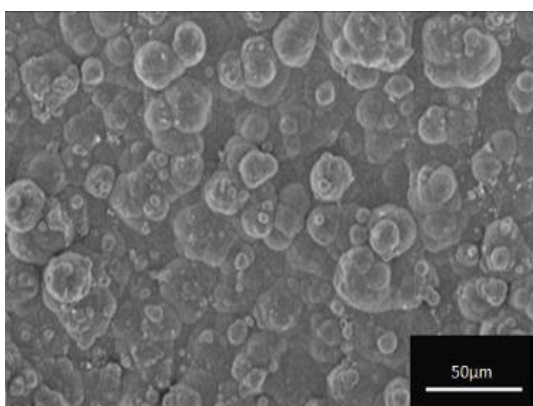
که تمایل زیادی به ترک خوردگی دارند. در این تحقیق به منظور کاهش تنش و ترک‌ها از عامل تنش‌زدا در حمام آبکاری استفاده شد. اکثر پوشش‌های آهن، بسته به نوع حمام آن، در

در آبکاری آهن، خواص پوشش آهن حاصله به میزان زیادی به دمای حمام بستگی دارد. پوشش تولید شده در دمای اتاق به نسبت سخت‌تر و شکننده‌تر و دارای تنش بالا می‌باشند به طوری

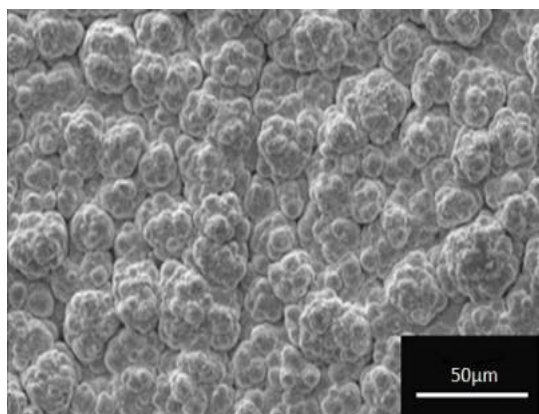
افزایش دمای آبکاری الکتریکی، از میزان آهن موجود در پوشش آلیاژی، کم می شود.



شکل (۳): تصویر SEM پوشش آلیاژی نیکل-آهن در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد (همزن مکانیکی و میزان ۱g/L ساخارین)



شکل (۴): تصویر SEM پوشش آلیاژی نیکل-آهن در دمای ۴۵ درجه سانتی گراد (همزن مکانیکی و میزان ۱g/L ساخارین)



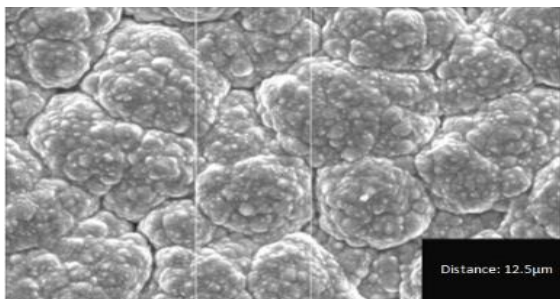
شکل (۵): تصویر SEM پوشش آلیاژی نیکل-آهن در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد (همزن مکانیکی و میزان ۱g/L ساخارین).

میانگین دمایی ۳۰ درجه سانتی گراد بوجود می آید. در مقابل، در آبکاری نیکل نیز با بالا رفتن دانسیته جریان، دمای بالاتر مناسب تر می باشد. به طور کلی پوشش نیکل در دماهای بالاتری نسبت به آهن ایجاد می شود. همان طور که از نتایج تست کوآتومتری و اشکال ۳ تا ۵ بر می آید در دمای بالا، میزان نیکل افزایش یافته است. افزایش رسوب نیکل در دمای بالا چند دلیل مهم دارد که از آن جمله می توان به افزایش حلالیت نیکل در حمام، افزایش رسانایی، کاهش پلاریزاسیون در کاتد و آند و همچنین افزایش بازده کاتد و آند اشاره کرد. البته پوشش دهی در دمای بالا معایبی نیز به همراه دارد که از آن جمله می توان به افزایش سرعت رسوب گذاری به خصوص رسوب گذاری ناخالصی هایی که سبب ایجاد حفره در پوشش می شوند، نام برد. همچنین با افزایش دما، تمایل رسوب گذاری افزودنی هایی مانند عناصر براق کننده نیز افزایش می یابد. از معایب دیگر دمای بالا می توان به افزایش نرخ تبخیر حمام و در نتیجه تغییر pH و تغییر غلظت حمام، اشاره کرد. به علاوه با افزایش دمای آبکاری، توان پرتاب یون ها نیز کاهش می یابد. بنابراین بسته به کاربرد مورد نظر، دمای آبکاری الکتریکی تعیین می شود [۸].

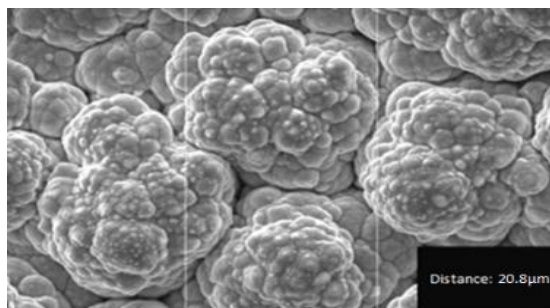
با افزایش دما، ساختار همگن تر شده و میزان نیکل در پوشش افزایش یافته است. همچنین کاهش دما سبب افزایش چسبندگی لایه رسوب داده شده به زیر لایه مسی می شود. با افزایش دما رسوب فلز غیر فعال تر افزایش می یابد. همچنین افزایش سرعت رسوب گذاری به خصوص رسوب گذاری ناخالصی ها سبب افزایش سرعت جوانه زنی و ریز شدن دانه بندی می شود. در عین حال، با افزایش سرعت رسوب گذاری، احتمال بروز ناصافی و همچنین ایجاد حفره در سطح افزایش می یابد. به علاوه با کاهش دمای آبکاری، سطح پوشش زبرتر می شود. در حین آماده سازی حمام آبکاری مشاهده شد که در دمای بالاتر رنگ حمام شفاف تر و در دمای پایین تر حمام کدرتر بود که علت این است که در دمای بالاتر مقدار بیشتری از نیکل که حجم عمده مواد جامد را تشکیل می دهد، در حمام آبی حل می شود [۸]. خلاصه مطالب ذکر شده در شکل ۶ مشاهده می شود. در این نمودار با

۳-۳- تاثیر نوع و سرعت همزدن بر ساختار پوشش آلیاژی نیکل - آهن

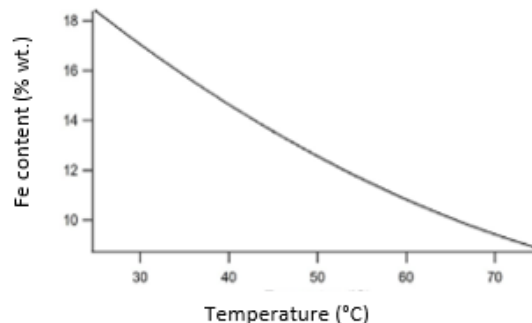
در این تحقیق سرعت متوسط 160rpm برای همزدن مکانیکی محلول، در نظر گرفته شد. این سرعت همزدن علاوه بر تسهیل جذب شدن یون های آهن و نیکل به سمت کاتد، با توجه به نتایج آزمون زبری و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، سبب ایجاد پوششی صاف و یکنواخت نیز می شود. در آبکاری الکتریکی پوشش نیکل - آهن، همزدن الکترولیت یک بار با همزن مغناطیسی و یکبار با همزن مکانیکی صورت گرفت. تصویر گرفته شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (اشکال ۷ و ۸)، گویای این مطلب است که با استفاده از همزن مغناطیسی اندازه گل کلم شکل های ایجاد شده ریزتر شده است. به طوری که اندازه تقریبی یکی از این گل کلم شکل ها در نمونه هم زده شده با روش مکانیکی $20/8$ میکرومتر و در روش همزدن مغناطیسی $12/5$ میکرومتر بود که تغییر محسوسی می باشد. لازم به ذکر است که سرعت در هر دو نوع همزدن یکسان و برابر 160rpm است. در ادامه علت این امر مورد بحث قرار گرفته است.



شکل (۷): اندازه ساختار گل کلم شکل در روش همزدن مغناطیسی (1g/L ساخارین و 25°C)



شکل (۸): اندازه ساختار گل کلم شکل در روش همزدن مکانیکی (1g/L ساخارین و 25°C)



شکل (۶): تاثیر دمای آبکاری بر میزان آهن پوشش آلیاژی نیکل-آهن

۳-۲- تاثیر میزان ساخارین بر ساختار پوشش آلیاژی نیکل - آهن

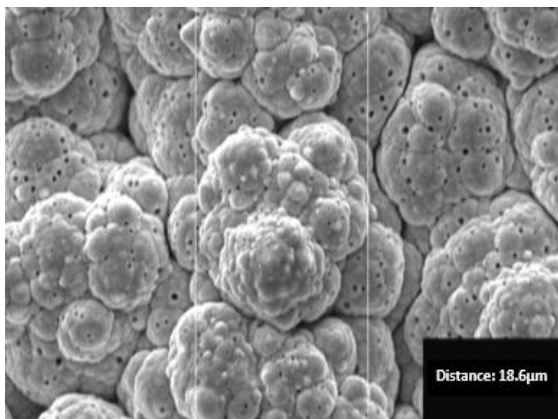
همان طور که در جدول ۳ مشاهده می شود، میزان ساخارین در مقادیر 10 ، 5 و 3 گرم بر لیتر به علت وجود ذرات ساخارین در پوشش، سبب زبر شدن پوشش شد. این در حالی است که نتایج تست زبری نشان می دهد که آبکاری الکتریکی با مقدار بهینه 1 گرم بر لیتر ساخارین در عین حالی که ساخارین نقش خود را در ریز کردن دانه ها بازی می کند، سبب زبری بیش از حد پوشش نیز نمی شود. ساخارین در این حمام دارای دو نقش متفاوت می باشد: (۱) افزایش قدرت پتانسیل کاتدی اضافی از طریق تغییر در ساختار لایه دوگانه که این پدیده باعث افزایش شدید نرخ جوانه زنی می گردد [۱۳]. (۲) ساخارین می تواند به مکان های رشد فعال بر سطح کاتد جذب شود و با ساخت لایه های فیزیکی و شیمیایی گذرا مانع از جذب سطحی اتم ها و یون ها بر سطح کاتد می شود و به این صورت مانع از رشد دانه ها می گردد [۱۳].

جدول (۳): نتایج تست زبری در سه نقطه مختلف پوشش پرمالوی در مقادیر

مختلف ساخارین (همزن مکانیکی و 25°C)

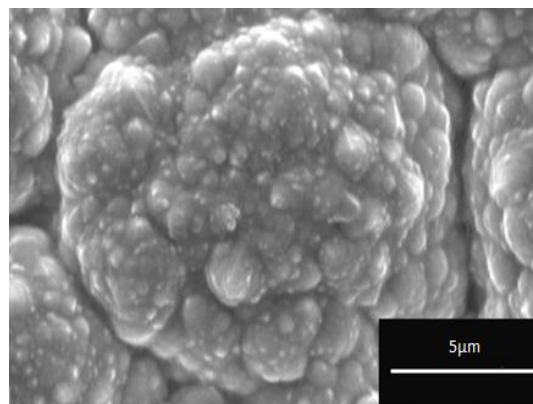
میزان ساخارین (g/L)	نقطه ۱ (μm)	نقطه ۲ (μm)	نقطه ۳ (μm)	میانگین (μm)
۱۰	۲/۷۷	۲/۷۱	۲/۷۸	۲/۷۵
۵	۲/۰۶	۲/۱۱	۲/۱۹	۲/۱۲
۳	۱/۸۴	۱/۴۷	۱/۹۸	۱/۷۶
۱	۱/۲۳	۱/۲۶	۱/۷۷	۱/۴۲

به طور کلی هر ساختار گل کلم شکل متشکل از میلیون ها اتم است. در روش همزدن مغناطیسی به علت وجود مگنت در کف ظرف، اتم های سطحی که کمترین عدد همسایگی (۲ پیوند) را دارند و راحت تر جدا می شوند، توسط میدان مغناطیسی ناشی از مگنت جذب شده و بدین ترتیب سطح صاف تر می شود. بنابراین در این حالت نیروی مغناطیسی حاصل از آهنربا بر نیروی پیوند اتم های سطحی غلبه کرده و مانع چسبیدن این اتم ها (اتم های سطحی ساختار گل کلم شکل) به سایر اتم های پوشش می شود و در نتیجه سطح صاف تر و اندازه گل کلم ها کوچک تر خواهد بود. در واقع مگنت باعث ایجاد نیروی ممانعت کننده ای برای جذب اتم نیکل و آهن در پوشش می شود. اما در حالت همزدن مکانیکی که این نیروی مغناطیسی وجود ندارد، تمام اتم ها به راحتی به کاتد چسبیده و سطح زبرتر و ساختار درشت تر می شود. شکل ۱۱ تاثیر عدم همزدن را بر ساختار پوشش نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود، پوشش حاصله در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و بدون استفاده از همزن دارای حفرات ناشی از تصاعد گاز هیدروژن حین عملیات پوشش دهی است که پوششی نامطلوب محسوب می شود و به همین دلیل باید از تصاعد بیش از حد گاز هیدروژن جلوگیری کرد. بنابراین سرعت همزدن در آبکاری الکتریکی پارامتر تاثیر گذاری محسوب می شود.

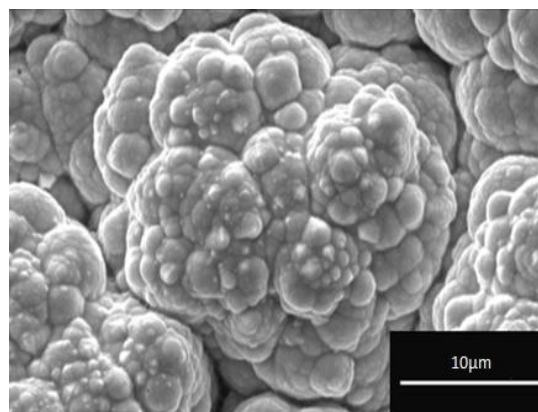


شکل (۱۱): پوشش آلایژی نیکل - آهن (بدون همزدن، ۱g/L ساخارین و ۲۵°C)

به علاوه در شکل های ۹ و ۱۰ مشاهده می شود که سطح نمونه هم زده شده با روش مکانیکی به ظاهر زبرتر از سطح نمونه در روش همزن مغناطیسی است. این امر توسط دستگاه زبری سنجی نیز مورد بررسی قرار گرفت.



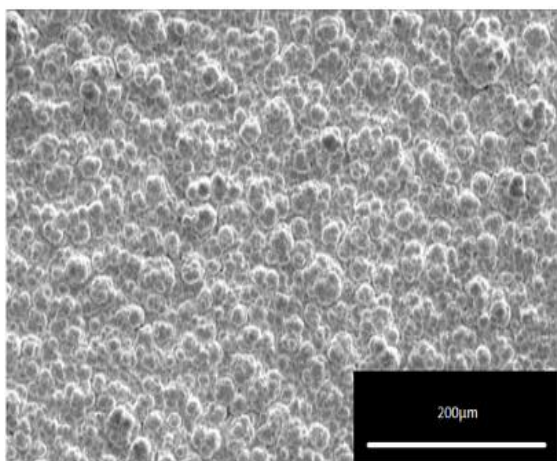
شکل (۹): پوشش آلایژی نیکل - آهن (همزدن مغناطیسی با سرعت ۱g/L ساخارین و ۲۵°C، ۱۶۰rpm)



شکل (۱۰): پوشش آلایژی نیکل - آهن (همزدن مکانیکی با سرعت ۱g/L ساخارین و ۲۵°C، ۱۶۰rpm)

نتایج تست زبری نشان می دهد که میانگین زبری پوشش آلایژی در صورت استفاده از همزن مغناطیسی در حین آبکاری الکتریکی، ۰/۶۷۶ میکرون می باشد. این در حالی است که میانگین زبری پوشش آلایژی در صورت استفاده از همزن مکانیکی در حین آبکاری الکتریکی، ۱/۴۲ میکرون می باشد. لازم به ذکر است که در هر دو حالت زمان آبکاری ۳ ساعت بوده است.

شکل ۱۳، مورفولوژی سطح این پوشش را پس از ۳ ساعت آبرکاری الکتریکی و با اعمال دانسیته جریان 100 mA/cm^2 نشان می‌دهد. این ساختار گل کلم شکل از تعداد زیادی اتم تشکیل شده است که با ادامه رشد خود در نهایت شبکه عظیم و پیوسته‌ای را حاصل می‌شوند. مراحل ایجاد ساختار گل کلم شکل شامل جوانه‌زنی و رشد سه بعدی این هسته‌ها و پیوستن به یکدیگر می‌باشد. تجمع این کریستال‌های سه بعدی سبب تشکیل شبکه‌ای به هم پیوسته می‌شود که همواره در سه بعد در حال رشد است. در نهایت در مرحله آخر تشکیل یک رسوب یکنواخت و پیوسته را مشاهده خواهد گردید.



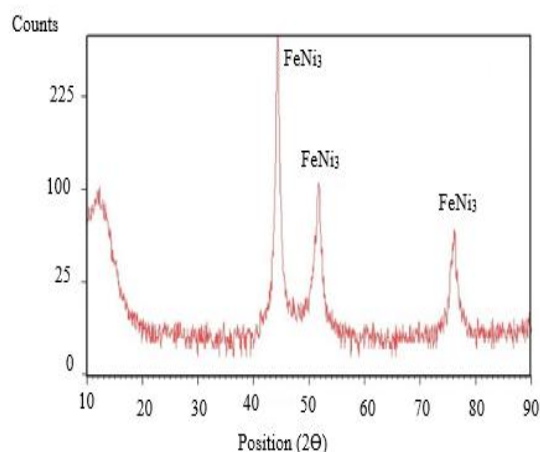
شکل (۱۳): مورفولوژی آلیاژ نیکل - آهن ایجاد شده در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد و میزان ساختارین 1 g/L

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق آبرکاری الکتریکی آلیاژ نیکل - آهن در شرایط کنترل شده به طور موفقیت آمیز انجام شد. دما، نحوه همزدن الکترولیت در حین آبرکاری الکتریکی و میزان ساختارین از عوامل موثر بر ساختار پوشش می‌باشند. با افزایش دما، مقدار فلز غیر فعال تر در پوشش افزایش می‌یابد. بدین ترتیب افزایش سرعت رسوب‌گذاری به خصوص رسوب‌گذاری ناخالصی‌ها سبب افزایش سرعت جوانه‌زنی و ریز شدن دانه‌بندی می‌شود. در عین حال، با افزایش سرعت رسوب‌گذاری، احتمال بروز ناصافی و همچنین ایجاد حفره در سطح افزایش می‌یابد. ساختارین موجود در الکترولیت سبب ریز کردن دانه‌ها و کاهش تنش

۳-۴- ساختار پوشش آلیاژی آهن-نیکل

برای اطمینان از ایجاد فاز FeNi_3 ، از پوشش حاصل در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد و مقدار ۱ گرم بر لیتر ساختارین در حمام، آزمون تفرق اشعه ایکس گرفته شد. همان طور که در شکل ۱۲ نشان داده شده است، فاز FeNi_3 بوجود آمده است، این موضوع از طریق نمودار فازی قابل پیش بینی بود.



شکل (۱۲): الگوی پراش اشعه ایکس پوشش پرم‌الوی (همزن مکانیکی، 1 g/L ساختارین و 25°C)

محاسبات میزان کرنش داخلی و اندازه دانه پوشش آلیاژی در شرایط بهینه (دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد و میزان ساختارین 1 g/L) در جدول ۴ خلاصه شده است. کم بودن میزان کرنش حاکی از وجود موثر عامل تنش‌زدا (ساختارین) می‌باشد. ساختارین علاوه بر جلوگیری از ایجاد تنش و بروز ترک در پوشش، سبب ریز شدن اندازه دانه و رسیدن به دانه‌های نانومتری شده است.

جدول (۴): کرنش داخلی و اندازه دانه پوشش سانتی‌گراد (همزن مکانیکی، 1 g/L ساختارین و 25°C)

پرم‌الوی	نمونه
۰/۰۰۱۳	کرنش داخلی
۲۶/۶۵	اندازه دانه (nm)

- [6] W. Matthew, J. Losey & J. Kelly, "Electrodeposition", *Comprehensive Microsystems*, Vol. 1, pp. 271-292, 2008.
- [7] A. Brenner, "Electrodeposition of alloys", Academic Press, New York and London, Vol. 2, pp. 265-277, 1963.
- [8] 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*, Vol. 1, pp. 921-929, 2011.
- [9] W. Blum & G. B. Hogaboom. "Principle of electroplating and electroforming", McGraw-Hill Book Company, Inc, New York, Toronto, London, Vol. 3, pp. 356-382, 1949.
- [10] I. W. Wolf, & V. P. McConnell, "Nickel-iron alloy electrodeposits for magnetic shielding", *Proc. Am. Electroplater's Soc.*, pp. 215-218, 1956.
- [11] I. W. Wolf, "Further studies on nickel-iron alloy electrodeposits", *Proc. Am. Electroplater's Soc.*, pp. 121-123, 1957.
- [12] A. Afshar, A. G. Dolati & M. Ghorbani, "Electrochemical characterization of the Ni-Fe alloy electrodeposition from chloride-citrate-glycolic acid solutions", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 77, PP. 352-358, 2003.
- [13] E. Moti, M. H. Shariat & M. E. Bahrololoom, "Electrodeposition of Nanocrystalline Nickel by using Rotating Cylindrical Electrodes", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 11, pp. 469-474, 2008.

۶- پی نوشت

- [1] Thomas Fern
 [2] Stout
 [3] Carol
 [4] Glasstone
 [5] Kermann
 [6] Raub
 [7] Walter
 [8] Wolf
 [9] McConnell

موجود در نمونه می شود. از طرفی افزودن میزان ساخارین بیشتر از ۱g/L به حمام آبکاری به علت رسوب ذرات ساخارین حین پوشش دهی باعث زبر شدن سطح نمونه می شود. استفاده از همزن مغناطیسی به علت جذب اتم های آهن و نیکل سطحی تشکیل شده بر سطح کاتد، سبب کاهش زبری شده و ساختار کل شکل کوچک تری را تشکیل می دهد. در نهایت آبکاری الکتریکی پوشش آلیاژی نیکل-آهن در شرایط بهینه دمای ۲۵°C، میزان ۱g/L ساخارین و همزدن مکانیکی با سرعت ۱۸۰rpm سبب تشکیل پوشش پرم الوی (۸۰% wt.) نیکل و ۲۰% wt. آهن) با چسبندگی مناسب و حداقل کرنش داخلی، حفره و ناخالصی می شود.

۵- مراجع

- [1] S. Glasstone "The cathodic behavior of alloys. I. Iron-nickle alloys", *Trans. Faraday Soc.*, Vol. 19, pp. 574-583, 1924.
- [۲] م. رستمی، ر. ابراهیمی و احمد ساعتچی، "اثر افزایش مقدار نانو ذرات SiC بر سختی پوشش های نانو کامپوزیتی Ni-SiC-Gr، حاصل از آبکاری الکتریکی"، فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۶، شماره ۱، صفحه ۹۷-۱۰۴، ۱۳۹۱.
- [3] D. C. Wang & J. B. Talbot, "Microstructural Study of Gradient Copper-Alumina Films Electrodeposited Using A Rotating Cylinder Electrode", *Morphological Evolution in Electrodeposition, 19th Meeting Program Information JI, Washington*, 2001.
- [4] J. Fustes, A. Gomes & P. da Silva, "Electrodeposition of Zn-TiO₂ Nanocomposite films- Effect of Bath Composition", *J. Solid State Electrochem*, Vol. 12, pp. 1435-1443, 2008.
- [۵] ا. آقایی، ع. نصرافهانی، ا. یعقوبی زاده و ا. ر. خضزلو، "بررسی تأثیر غلظت ذرات SiC در الکترولیت بر خواص تریبولوژیکی پوشش کامپوزیتی Ni-SiC حاصل از آبکاری الکترولیتی با جریان منقطع"، فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۸، شماره ۳، صفحه ۹۹-۱۰۶، ۱۳۹۳.