

## تأثیر میزان عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین بر پوشش‌دهی پودر کاربید بور به روش آبکاری الکترولس نیکل - بور

مینا سعیدی حیدری\*، جلال‌الدین قضاوتی

آموزشکده فنی و حرفه‌ای سما، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد اسلامشهر، اسلامشهر، ایران

\* minasaeedi85@gmail.com

### اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۵ مرداد ۱۳۹۶

پذیرش: ۱۳ اسفند ۱۳۹۶

### چکیده:

کاربید بور به دلیل خواصی مانند سختی بالا، مدول یانگ بالا و وزن مخصوص پایین بسیار مورد توجه قرار گرفته است، با این حال کاربرد آن به علت سینتریذیری نامناسب، تافنس شکست پایین و قابلیت ترشوندگی کم آن توسط مذاب بسیاری از فلزات محدود است. در این تحقیق سطح ذرات  $B_4C$  به روش الکترولس پوشش داده شده و تأثیر عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین ( $C_2H_8N_2$ ) در دو دمای ۷۵ و ۸۵ درجه سانتی‌گراد و pH برابر با ۱۳ مورد بررسی قرار گرفته است. برای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودرهای  $B_4C$  پوشش داده شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزگر EDS و به منظور تعیین ترکیب و فازهای موجود از دستگاه پراش اشعه ایکس استفاده شده است. نتایج نشان دهنده این است که در فرایند پوشش‌دهی الکترولس، میزان عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در ترکیب حمام آبکاری تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر روی سطح ذرات  $B_4C$  دارد. با افزایش عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در حمام آبکاری الکترولس در هر یک از دماهای ثابت ۷۵ و ۸۵ درجه سانتی‌گراد، از میزان پوشش نیکل کاسته شده است. همچنین آنالیزهای فاز ذرات  $B_4C$  پوشش داده شده در حمام آبکاری الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد نشان داد که در هر چهار ترکیب عامل کمپلکس کننده، فازهای  $B_4C$  و Ni حضور دارند. با این حال در نسبت‌های مولی ۱:۱ و ۱:۳ عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل، فاز  $Ni(OH)_2$  نیز قابل مشاهده است.

### کلید واژه:

$B_4C$ ، عامل کمپلکس کننده،  
الکترولس نیکل - بور

### ۱- مقدمه

کاربید بور ( $B_4C$ ) ماده‌ای مناسب برای بسیاری از کاربردهای دما بالا است و خواصی نظیر سختی بالا ( $۲۹/۱$  GPa)، دانسیته کم ( $۲/۵۲$  g.cm<sup>-3</sup>)، نقطه ذوب بالا

( $۲۴۵۰$  درجه سانتی‌گراد)، مدول الاستیک بالا ( $۴۴۸$  GPa) و پایداری شیمیایی را دارد [۱ و ۲]. با این حال ساخت سرامیک‌های کاربید بور با دانسیته بالا و به وسیله سینتر حالت جامد بسیار مشکل است که به علت پیوندهای کووالانت قوی، پلاستیسیته کم، نفوذ در خود پایین، مقاومت بالا در



برابر لغزش مرز دانه و انرژی سطحی پایین کاربید بور خالص می باشد. کاربید بور خالص بدون کاربرد فشار و دماهای بالا، به سختی به دانسیته تئوری بالاتر از ۸۰ درصد خواهد رسید [۳ و ۴]. علاوه بر این،  $B_2O_3$  موجود بر سطح ذرات کاربید (طبق رابطه ۱)، سینتر پذیری آن را کاهش می دهد [۵ و ۶].



علاوه بر سینتر پذیری ضعیف، به علت چقرمگی شکست پائین (کمتر از  $2/2 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) نیز کاربرد کاربید بور محدود شده است [۷]. رسیدن به دانسیته ۱۰۰ درصد معمولاً با روش های پر هزینه پرس گرم در دماهای بالاتر از ۲۳۰۰ درجه سانتی گراد امکان پذیر است ولی در یک قطعه کاملاً متراکم کاربید بور، حساسیت به شکست ترد همچنان باقی مانده و یک محدودیت اصلی به شمار می رود [۸ و ۹]. به همین علت مواد افزودنی بسیاری به عنوان کمک سینتر به کاربید بور افزوده شده اند که سبب تقویت سینتر فاز مایع شده و با افزایش نفوذ حجمی و نفوذ مرز دانه ای، تخلخل ها را کاهش و سینتر پذیری و سایر خواص را بهبود داده اند.

سینتر فاز مایع روشی توسعه یافته برای سینتر کاربیدهای سخت و از جمله کاربید بور متراکم با خواص مکانیکی مناسب و قابل قیاس با سرامیک های غیر اکسیدی دارای پیوند کوالانت نظیر کاربید بور، کاربید سیلیسیم و نیتريد سیلیسیم است، به این علت که از یک طرف مشکلات سینتر را کاهش داده و از طرف دیگر خواص ماده نظیر چقرمگی شکست، استحکام خمشی و مقاومت به خوردگی را به طور موثری بهبود داده است [۱۰]. سینتر فاز مایع کاربید بور از طریق واکنش هم زمان کاربید بور با ماده ای با نقطه ذوب پایین و به وسیله تشکیل ماده ای با نقطه ذوب پایین صورت

می گیرد. رطوبت پذیری، واکنش لوله های موئین، انحلال و رسوب مجدد، پارامترهای مهمی هستند که بر سینتر پذیری و خواص مکانیکی محصول نهایی اثر گذار می باشند [۱]. پوشش دهی پودر با استفاده از آبکاری الکترولس به عنوان روشی موثر در بهبود همگنی و سینتر پذیری کامپوزیت های سرامیکی حاوی مقدار کمی فاز فلزی معرفی شده است. به نظر می رسد که این روش به طور خاص برای تولید کامپوزیت های سرامیک-فلز با ریزساختار کنترل شده پیشنهاد شده است [۱۱]. روش آبکاری الکترولس بر پایه احیای خود کاتالیستی کنترل شده نمک فلز روی سطح عمل می کند. این روش به طور وسیعی برای تهیه یک پوشش مقاوم در برابر خوردگی و رطوبت عمل کرده و ترشوندگی سرامیک ها را با مذاب فلز بهبود می بخشد [۱۲].

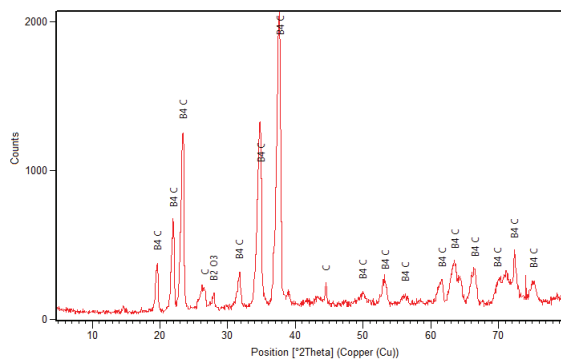
در مورد آبکاری الکترولس پودرهای  $B_4C$  با فلزات پژوهش هایی صورت گرفته است. در صورتی که یک لایه نازک دما پایین روی سطح ذرات  $B_4C$  اعمال شود، سینتر این ذرات به مقدار قابل توجهی افزایش می یابد. هنگامی که این لایه نازک در یک مقدار بسیار کم کنترل شده و به طور همگن روی سطح ذرات  $B_4C$  توزیع شود، تأثیر مطلوبی بر فرایند سینتر خواهد داشت [۱۳]. نیکل یکی از فلزاتی است که به طور وسیع برای پوشش دهی به کار می رود که به علت نرمی خوب، خاصیت روانی و مقاومت پوششی و خوردگی آن است. در صورتی که نیکل به صورت همگن روی سطح ذرات کاربید بور پوشش داده شود، سینتر پذیری آن را به مقدار زیادی افزایش می دهد. در مورد فلز نیکل بر پایه عوامل احیا کننده مختلف (هیپو فسفیت، بورو هیدرید یا دی آلکیل آمین بوران و هیدرازین)، لایه پوششی شامل Ni-B، Ni-P و Ni



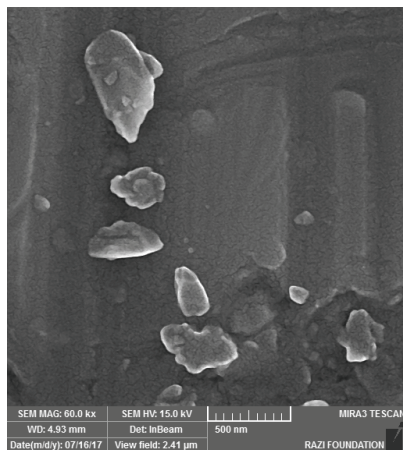
بور به وسیله فرایند آبکاری الکترولس نیکل - بور مورد بررسی قرار گیرد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق از پودر کاربید بور با متوسط اندازه ذرات ۳۰۷ نانومتر ساخت شرکت چنگدا رانگ فنگ<sup>۵</sup> از کشور چین استفاده شد. در شکل ۱ الگوی پراش اشعه X پودر کاربید بور نشان داده شده است که علاوه بر فاز  $B_4C$ ، فازهای  $B_2O_3$  و کربن نیز قابل مشاهده می‌باشند. تصویر SEM پودر کاربید بور نیز در شکل ۲ نشان داده شده است.



شکل ۱- الگوی پراش اشعه X پودر کاربید بور.



شکل ۲- تصویر SEM پودر کاربید بور.

خالص است [۱۴]. ارول<sup>۱</sup> و همکارانش [۱۵] پوشش Ni را به وسیله فرایند الکترولس روی سطوح کاربید بور مورد بررسی قرار داده‌اند. نتایج نشان دهنده این است که با استفاده از فرایند آبکاری الکترولس، لایه یکنواختی از نیکل روی پودرهای  $B_4C$  رسوب کرده که امکان تماس سطوح را ایجاد نموده است. کیلیکارسلان<sup>۲</sup> و همکارانش [۱۶] و حاجی زمانی و همکارانش [۱۷] کیفیت پوشش Ni-P را روی سطوح کاربید بور بررسی کرده‌اند و لایه‌های همگن و پیوسته از نیکل - فسفر را بر سطوح کاربید بور نشانده‌اند. لو<sup>۳</sup> و همکارانش [۱۳ و ۱۸] گزارش کرده‌اند که پوشش الکترولس نانو لایه Ni-B روی ذرات  $B_4C$  ممکن است نفوذ بور و کربن را در طول فرایند سینتر تسهیل کند. آن‌ها ضخامت‌های مختلفی از نانو لایه Ni-B را بر ذرات کاربید بور پوشش داده‌اند. در ضخامت‌های بیشتر از ۵ نانومتر، لایه پوشش داده شده پیوسته بوده و سطح ذرات کاربید بور را کاملاً پوشانده است. دیپا<sup>۴</sup> و همکارانش [۱۹] نیز پوشش Ni-B را با موفقیت روی  $B_4C$  نشانده‌اند. آن‌ها تأثیر pH را بر کیفیت پوشش Ni-B روی کاربید بور بررسی کرده‌اند و به این نتیجه رسیده‌اند که در  $pH = 8$  پوشش یکنواختی حاصل شده است که تمام سطح ذرات کاربید بور را پوشانده است. با توجه به بررسی‌های صورت گرفته مشخص شد که در بین عوامل مؤثر بر پوشش‌دهی پودر  $B_4C$ ، میزان عامل کمپلکس کننده نیز دارای اهمیت بسیاری است که تاکنون مورد بررسی قرار نگرفته است. به همین علت در این تحقیق تلاش شده است تا تأثیر میزان عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  بر پوشش‌دهی پودر کاربید

<sup>1</sup> Erol

<sup>2</sup> Kilicarslan

<sup>3</sup> Lu

<sup>4</sup> Deepa

<sup>5</sup> Chengdu Rong Feng Co.



پالادیوم ( $\text{PdCl}_2$ ) و  $40 \text{ ml/l}$  اسید کلریدریک آماده شد که مانند محلول حساس سازی کاملاً بی‌رنگ است. سپس مانند مرحله حساس سازی، ذرات به این محلول افزوده شدند و درون دستگاه اولتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه قرار گرفتند. پس از آن نیز مرحله گریز از مرکز و شستشو با آب مقطر و جداسازی مانند مرحله حساس سازی تکرار شد.

### د) مرحله آبکاری

آبکاری الکترولس پودرهای  $\text{B}_4\text{C}$  در چهار نسبت مولی عامل کمپلکس کننده  $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$  نسبت به نمک نیکل با مقادیر ۱:۱، ۱:۳، ۱:۶، و ۱:۹ (به ترتیب  $3/43 \text{ g/l}$ ) در دو دمای ۷۵ و ۸۵  $^\circ\text{C}$ ،  $10/28 \text{ g/l}$  و  $20/59 \text{ g/l}$  و  $30/83 \text{ g/l}$  در دو دمای ۷۵ و ۸۵ درجه سانتی‌گراد و pH برابر با ۱۳ مورد بررسی قرار گرفت. میزان نمک سولفات نیکل، سدیم بوروهیدرید و NaOH بر اساس مقالات انتخاب شده و به ترتیب برابر با  $15 \text{ g/l}$ ،  $2/16 \text{ g/l}$  و  $40 \text{ g/l}$  می‌باشند [۱۴ و ۲۰].

خشک کردن پودرها پس از آبکاری در دمای  $100^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد و به مدت ۳ ساعت صورت گرفت. برای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودرهای  $\text{B}_4\text{C}$  پوشش داده شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) Tescan با ولتاژ اعمالی ۲۰-۱۵ KV و مجهز به آنالیزگر EDS استفاده شد و به منظور تعیین ترکیب و فازهای موجود در پودرهای  $\text{B}_4\text{C}$  پوشش داده شده دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) ساخت شرکت فیلیپس<sup>۱</sup> مورد استفاده قرار گرفت. الگوهای پراش با استفاده از پرتوی  $\text{CuK}\alpha$ ، فیلتر نیکل و ولتاژ KV  $40$  گرفته شدند.

<sup>۱</sup> Philips

آبکاری پودر کاربید بور در حمام الکترولس نیکل - بور شامل ۴ مرحله است که در ادامه شرح داده شده است.

### الف) شستشوی ذرات کاربید بور به وسیله استون و آب مقطر

برای هر بار پوشش دهی، پودر کاربید بور با استفاده از استون شستشو داده شده و به مدت ۱۵ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار گرفت تا آلودگی‌های احتمالی ذرات در استون حل شود. سپس استون حاوی ذرات اولتراسونیک شده در لوله‌های آزمایش ریخته شده و درون دستگاه گریز از مرکز قرار داده شدند تا ذرات از استون جدا گردند. مدت زمان ماندن لوله‌های آزمایش در دستگاه گریز از مرکز  $15 \text{ min}$  بود. ذرات یک‌بار نیز با آب مقطر شستشو و در دستگاه گریز از مرکز قرار داده شدند. بعد از این مدت، ذرات از لوله آزمایش تخلیه گردیدند.

### ب) مرحله حساس سازی

در این مرحله، محلول حساس سازی شده شامل  $13/27 \text{ g/l}$  کلرید قلع ( $\text{SnCl}_2$ ) و  $40 \text{ ml/l}$  اسید کلریدریک (HCl) آماده شد. این محلول کاملاً بی‌رنگ و شفاف است. ذرات کاربید بور در این محلول ریخته شد و به مدت ۱۵ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار داده شد و بعد از آن، مانند مرحله قبل محلول درون لوله‌های آزمایش ریخته شده و در دستگاه گریز از مرکز قرار داده شد تا ذرات از محلول جدا شده و ته‌نشین شوند. شستشوی ذرات با آب مقطر نیز یک‌بار انجام شد. مرحله جداسازی ذرات در دستگاه گریز از مرکز ۱۵ دقیقه بود.

### ج) مرحله فعال سازی

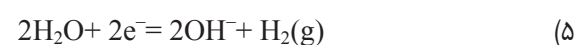
برای فعال سازی، ابتدا محلولی شامل  $0/74 \text{ g/l}$  کلرید



### ۳- نتایج و بحث

همچنین با توجه به اینکه عوامل کمپلکس کننده همانند عامل بافر محلول آبکاری هستند و از کاهش pH که ناشی از تولید یون‌های هیدروژن است جلوگیری می‌کنند [۲۳] سبب ثابت باقی ماندن شرایط آزمایش شده و لذا با افزایش میزان عامل کمپلکس کننده در حمام آبکاری الکترولس، از یک طرف پوشش بهتری از نیکل بر سطح ذرات کاربرد بور حاصل می‌شود و از طرف دیگر از میزان پوشش کاسته می‌شود.

همچنین مشاهده می‌شود که در همه نسبت‌های کمپلکس کننده نسبت به نمک نیکل با مقادیر  $3/43 \text{ g/l}$ ،  $10/28 \text{ g/l}$ ،  $20/59 \text{ g/l}$  و  $30/83 \text{ g/l}$  نمونه‌های پوشش داده شده در دمای  $75$  درجه سانتی‌گراد تغییر وزن کمی داشته‌اند. با افزایش دما در حمام آبکاری الکترولس به  $85$  درجه سانتی‌گراد، میزان تغییر وزن افزایش یافته است. در توجیه این امر بایستی ذکر کرد که درجه حرارت مستقیماً روی واکنش‌هایی که در حمام الکترولس نیکل-بور انجام می‌شود تأثیرگذار است. دمای حمام روی سرعت واکنش‌های  $2$  تا  $5$  اثرگذار است. به همین علت دمای حمام، میزان نیکل وارد شده به پوشش را نیز کنترل می‌کند و سبب افزایش میزان نیکل در پوشش می‌شود. در واقع بالا رفتن دما سبب افزایش و تسریع احیاء یون‌های نیکل شده است و در نهایت منجر به قرار گرفتن فلز نیکل بیشتری بر سطح ذرات  $B_4C$  می‌شود.

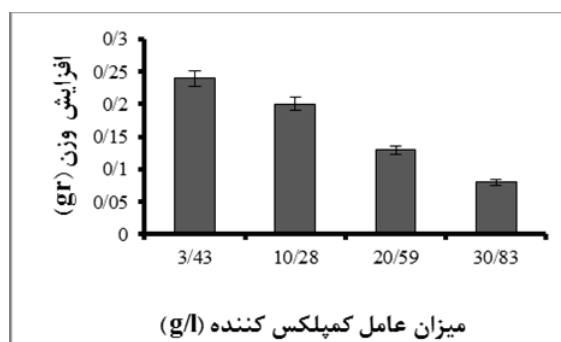


در این بخش تاثیر عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  بر پوشش دهی پودر  $B_4C$  به روش الکترولس نیکل-بور مورد بحث و بررسی قرار گرفته است. عامل کمپلکس کننده برای جلوگیری از تجزیه سریع و خود به خودی محلول الکترولس نیکل-بور، کنترل واکنش جهت انجام واکنش روی سطح فعال و در نتیجه کنترل میزان نیکل آزاد به حمام آبکاری الکترولس اضافه می‌شود [۲۳]. برای بررسی اثر میزان عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  بر پوشش دهی نمونه‌های کاربرد بور در حمام آبکاری الکترولس، تغییرات وزنی پودر  $B_4C$  پس از پوشش دهی الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل در دماهای  $75$  و  $85$  درجه سانتی‌گراد به ترتیب در شکل‌های ۳ و ۴ آورده شده است. همانطور که در این شکل‌ها مشاهده می‌شود با افزایش عامل کمپلکس کننده در حمام آبکاری الکترولس در هر یک از دماهای ثابت  $75$  و  $85$  درجه سانتی‌گراد، از میزان پوشش نیکل کاسته شده است. علت این امر آن است که عامل کمپلکس کننده سبب کنترل واکنش‌ها در درون حمام آبکاری شده و از سرعت آبکاری کاسته است و لذا میزان پوشش نیکل کمتری حاصل شده است. به بیان دیگر افزودن مقادیر بیشتر عامل کمپلکس کننده به حمام آبکاری الکترولس سبب افزایش زمان تأخیر (زمان شروع فرایندها و خروج گاز هیدروژن از حمام آبکاری الکترولس) شده است و در نتیجه میزان پوشش نیکل کاهش یافته است. اساساً عامل کمپلکس کننده، محلول را پایدار و سرعت ته نشین شدن نیکل را کنترل می‌کند که این امر در نهایت منجر به کنترل سرعت آبکاری می‌شود.

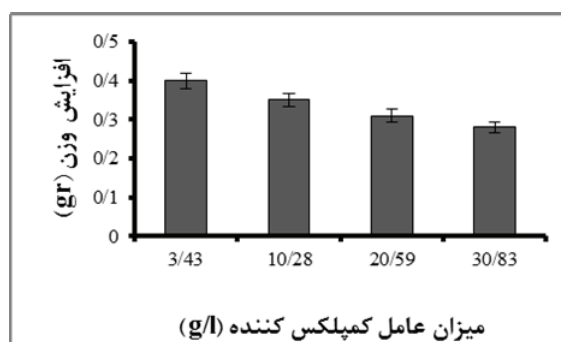


آنالیزهای فاز ذرات  $B_4C$  پوشش داده شده در حمام آبکاری الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد در شکل ۵ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود در هر چهار ترکیب عامل کمپلکس کننده، فازهای  $B_4C$  و  $Ni$  حضور دارند. با این حال در نسبت های ۱:۱ و ۱:۳ عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل (به ترتیب مقادیر  $3/43$  و  $10/28$  g/l)، فاز  $Ni(OH)_2$  نیز قابل مشاهده است. همچنین مشاهده می شود که با افزایش میزان عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در ترکیب حمام آبکاری الکترولس، میزان نیکل کاهش یافته و پیک های مختص فاز  $Ni$  کوتاه تر شده اند که با نتایج حاصل از آنالیز عنصری و محاسبات عددی حاصل از تغییرات وزنی قبل و پس از پوشش دهی در تطابق است. در توضیح مکانیزم عملکرد عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین باید به این نکته اشاره کرد که یون های  $Ni^{2+}$  در محلول آبی به عنوان یون های آزاد باقی نمی ماند. در عوض، آن ها به تعداد خاصی از مولکول های آب می پیوندند و به شکل  $[Ni(H_2O)_x]^{2+}$  ( $x = 1-6$ ) در می آیند. برای جلوگیری از تشکیل  $Ni(OH)_2$  تحت شرایط قلیایی، یون های  $Ni^{2+}$  باید قبل از مواجهه با شرایط pH بالا در طول فرایند آبکاری الکترولس، به وسیله عامل کمپلکس کننده قوی تری نسبت به آب کمپلکس شوند [۲۰]. عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  علاوه بر جلوگیری از کاهش بسیار سریع pH محلول، از رسوب  $Ni(OH)_2$  نیز جلوگیری کرده و غلظت یون های  $Ni^{2+}$  آزاد را کاهش می دهد. همان طور که در رابطه ۶ نشان داده شده است، دو تا از ۶ مولکول آب که در ابتدا با یون های  $Ni^{2+}$  کمپلکس شده می توانند به وسیله یک مولکول  $C_2H_8N_2$  جابه جا شوند و کمپلکس نیکل نوع I را تشکیل دهند.

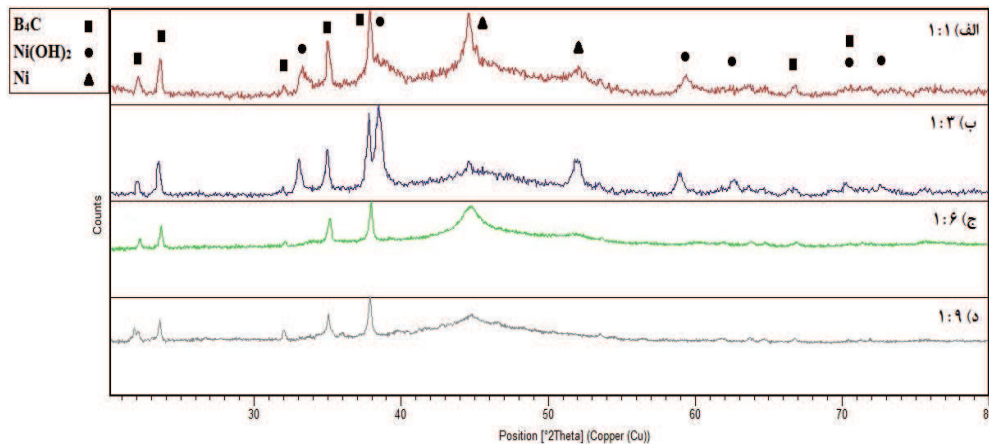
در واقع تغییر وزن کمتر نمونه های پوشش داده شده در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد، نشان دهنده پوشش کمتر آن ها است. علت این امر آن است که در این دما نیروی محرکه لازم برای عمل احیا کم بوده و در نتیجه پوشش دهی بر سطح ذرات  $B_4C$  به طور کامل صورت نگرفته است. با افزایش دما در حمام آبکاری الکترولس به ۸۵ درجه سانتی گراد، تغییر وزن و میزان پوشش افزایش یافته است. به بیان دیگر افزایش دما سبب افزایش واکنش ها در حمام آبکاری شده و منجر به نشست رسوب بیشتر نیکل بر روی ذرات کربید بور می شود.



شکل ۳- تغییرات وزنی پودر  $B_4C$  پس از پوشش دهی الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد.

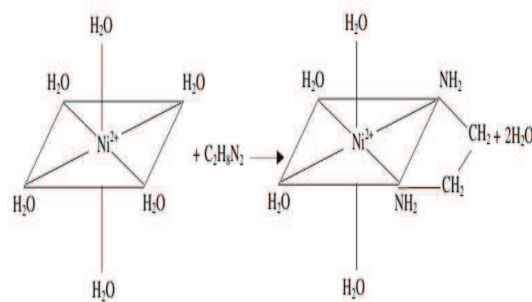


شکل ۴- تغییرات وزنی پودر  $B_4C$  پس از پوشش دهی الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد.



شکل ۵- آنالیزهای فازی  $B_4C$  پس از پوشش الکترولس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد:

الف) نسبت ۱:۱ ( $3/43$  g/l)، ب) نسبت ۱:۳ ( $10/28$  g/l)، ج) نسبت ۱:۶ ( $20/59$  g/l) و د) نسبت ۱:۹ ( $30/83$  g/l).



(۶)

(به ترتیب مقادیر  $3/43$  g/l و  $10/28$  g/l) عامل کمپلکس کننده به نمک نیکل، نمی تواند یون های  $Ni^{2+}$  را پایدار کند و رسوب  $Ni(OH)_2$  در شرایط  $pH = 13$  تشکیل شده است. نتایج پژوهش های دانگ<sup>۱</sup> و همکارانش [۲۰] نیز نشان داده است که نسبت ۱:۳ نمی تواند یون های  $Ni^{2+}$  را پایدار کند و رسوب  $Ni(OH)_2$  در شرایط  $pH$  بین ۱۴-۱۲ تشکیل می شود. پس جهت پایداری بیشتر حمام آبرکاری الکترولس نیکل - بور، میزان  $C_2H_8N_2$  به نمک نیکل بیشتری نسبت به ۱:۱ و ۱:۳ مورد نیاز است. به همین علت در مورد عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین نیز در این پژوهش، نسبت های ۱:۶ و ۱:۹ (به

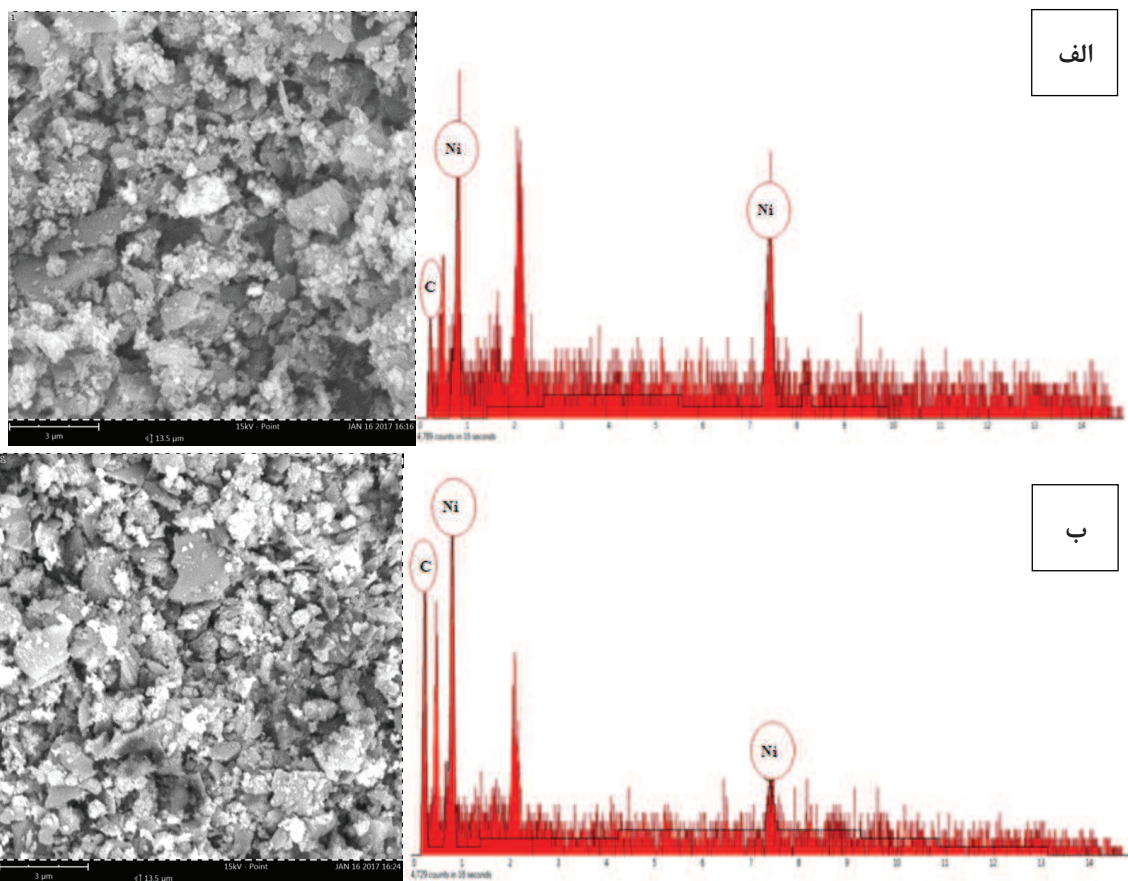
علاوه بر این، هنگامی که ۴ یا ۶ مولکول آب جایگزین شدند، دو یا سه مولکول  $C_2H_8N_2$  می توانند با یون های  $Ni^{2+}$  کمپلکس شوند و کمپلکس های نیکل نوع II و III را تشکیل دهند. هنگامی که عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  اضافه می شود، میزان کمپلکس شدن می تواند به وسیله تغییر رنگ محلول از آبی به بنفش روشن مشاهده گردد. بیشترین محصول کمپلکس پایدار، کمپلکس نیکل نوع III است و نسبت مولی تئوری  $Ni^{2+}:C_2H_8N_2$ ، نسبت ۱:۳ ( $10/28$  g/l) می باشد. با این حال، همانطور که در تصویر آنالیز فازی نمونه های پوشش داده شده در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد در شکل (۵، الف و ب) قابل مشاهده است؛ نسبت های ۱:۱ و ۱:۳

<sup>1</sup> Dong



روی سطح ذرات  $B_4C$  دارد. آنالیزهای EDS بیانگر آن است که در همه نسبت‌های کمپلکس کننده ۱:۱، ۱:۳، ۱:۶ و ۱:۹ نسبت به نمک نیکل پوشش نیکل بر سطح ذرات کاربید بور قرار گرفته است و با افزایش عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در حمام آبکاری الکترولس از میزان پوشش نیکل کاسته شده است. همچنین مشاهده می‌شود که در نمونه آبکاری شده با نسبت ۱:۶ ( $20/59 \text{ g/l}$ ) عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  به نمک نیکل در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد که در بزرگنمایی بالاتر نیز آورده شده است (شکل ۶ ج) پوشش شبکه‌ای نیکل بر سطح ذرات کاربید بور قرار گرفته که در ابعاد نانومتری است.

ترتیب مقادیر  $20/59 \text{ g/l}$  و  $30/83 \text{ g/l}$  نیز برای میزان عامل کمپلکس کننده به نمک نیکل مورد بررسی قرار گرفتند و همانطور که در شکل (۵، ج و د) مشاهده می‌شود رسوب  $Ni(OH)_2$  در این حمام‌های آبکاری حاصل نشده است. تصاویر SEM و آنالیزهای EDS ذرات پوشش داده شده با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  نسبت به نمک نیکل در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود در فرایند پوشش دهی الکترولس، میزان عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  در ترکیب حمام آبکاری تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر

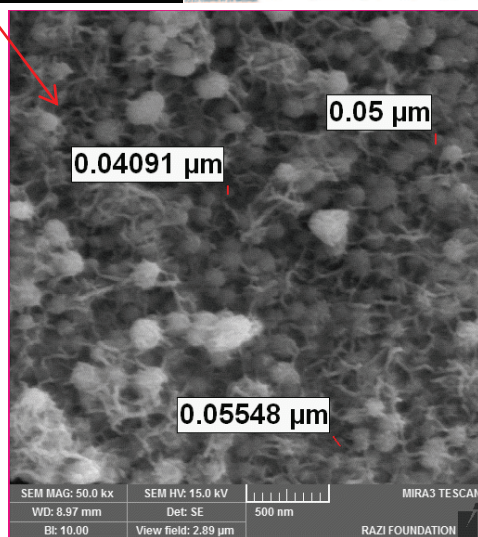
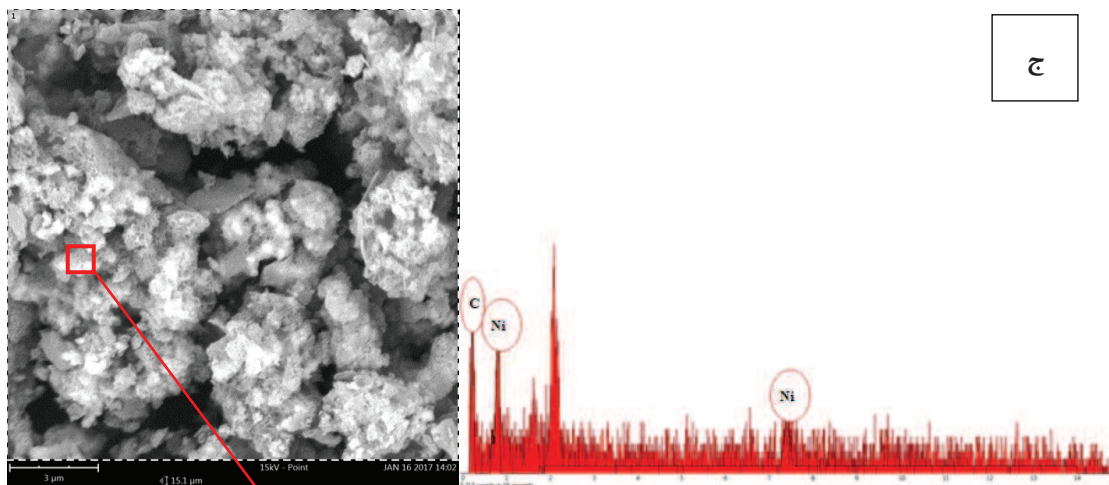


شکل ۶- تصاویر SEM و آنالیز EDS پودرهای  $B_4C$  آبکاری شده با نسبت‌های مختلف عامل کمپلکس کننده  $C_2H_8N_2$  به نمک نیکل در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد: الف) نسبت ۱:۱ ( $3/43 \text{ g/l}$ )، ب) نسبت ۱:۳ ( $10/28 \text{ g/l}$ )، ج) نسبت ۱:۶ ( $20/59 \text{ g/l}$ ) و د) نسبت ۱:۹ ( $30/83 \text{ g/l}$ ).

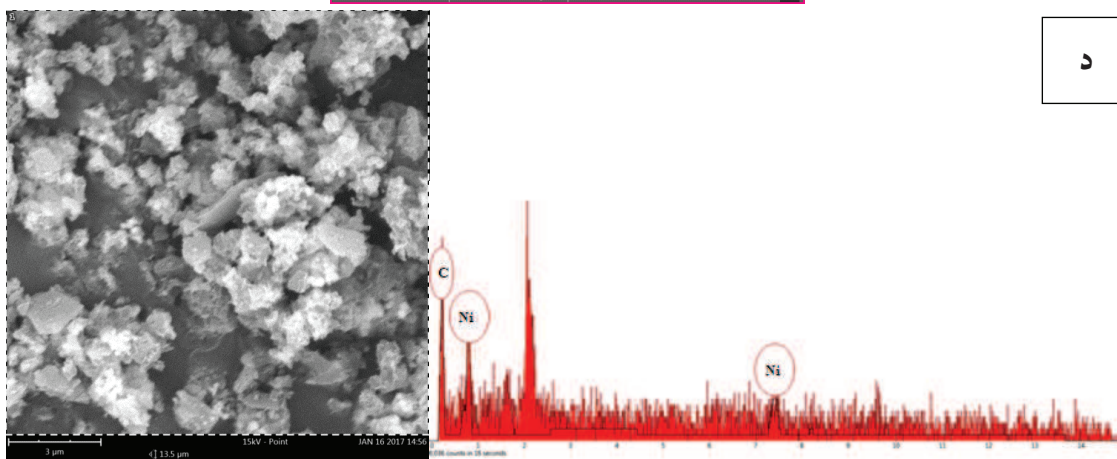




ج



د



ادامه شکل ۶



#### ۴- نتیجه گیری

نوین در مهندسی مواد، شماره ۱۰، ۱۹۶-۱۸۵،  
۱۳۹۵."

- [3] H. Ye, "Microstructure and Chemistry of Grain-Boundary Films and Triple-Junction Phases in Liquid-Phase Sintered SiC Ceramics," 2002.
- [4] F. Thevenot, "A review on boron carbide," Key Engineering Materials, vol. 56, pp. 59-88, 1991.
- [5] R. Speyer and H. Lee, "Advances in pressureless densification of boron carbide," Journal of materials science, vol. 39, pp. 6017-6021, 2004.
- [6] O. Grigor'ev, T. Dubovik, N. Bega, O. Shcherbina, V. Subbotin, V. Kotenko, et al., "Effect of silicon-containing additives on the phase constitution and properties of boron carbonitride composites," Powder Metallurgy and Metal Ceramics, vol. 50, pp. 194-201, 2011.
- [7] P. Lü, X. Yue, H. Ru, and L. Yu, "Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub>-Al composites fabricated by vacuum infiltration," Rare Metals, vol. 29, pp. 92-97, 2010.
- [8] D. D. Radev, "Pressureless Sintering of Boron Carbide-Based Superhard

در فرایند پوشش دهی الکترولس، میزان عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین (C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>) در ترکیب حمام آبکاری تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر روی سطح ذرات B<sub>4</sub>C دارد. نتایج نشان دهنده این است که در همه نسبت‌های کمپلکس کننده، نمونه‌های پوشش داده شده در دمای ۷۵ درجه سانتی‌گراد تغییر وزن کم و پوشش نیکل کمی داشته‌اند و با افزایش دما در حمام آبکاری الکترولس به ۸۵ درجه سانتی‌گراد، میزان پوشش افزایش یافته است. بیشترین و یکنواخت‌ترین پوشش نیکل بر سطح ذرات B<sub>4</sub>C در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد و نسبت کمپلکس کننده به نمک نیکل ۱:۶ (۲۰/۵۹ g/l) حاصل شده است.

#### ۵- تشکر و قدردانی

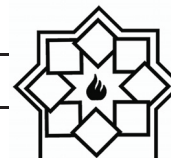
این مقاله برگرفته از طرحی است که با حمایت دانشگاه آزاد اسلامی واحد اسلامشهر صورت گرفته است؛ لذا نویسندگان مقاله بدین وسیله از حمایت مادی و معنوی آن واحد کمال تشکر و امتنان را دارند.

#### مراجع

- [1] A. Suri, C. Subramanian, J. Sonber, and T. Murthy, "Synthesis and consolidation of boron carbide: a review," International Materials Reviews, vol. 55, pp. 4-40, 2010.
- [۲] م. شکوری، م. سعیدی حیدری، ح. ر. بهاروندی، "مروری بر تأثیر کمک سینترهای اکسیدی بر رفتار سینتزپذیری کامپوزیت های کاربید بور"، فرایندهای



- of the American Ceramic Society, vol. 92, pp. 1500-1505, 2009.
- [14] X. Zhu, "Processability of Nickel-boron Nanolayer Coated Boron Carbide," University Libraries, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2008.
- [15] E. Ayhan and A. Yonetken, "Microwave Sintering of Electroless Ni Plated B4C Powders."
- [16] A. Kilicarslan, F. Toptan, and I. Kerti, "Electroless nickel-phosphorus coating on boron carbide particles," *Materials Letters*, vol. 76, pp. 11-14, 2012.
- [17] M. Hajizamani, A. Alizadeh, and N. Ehsani, "Deposition of a Ni<sub>3</sub>P nano-scale layer on B4C nanoparticles by simple electroless plating in an acidic bath," *Applied Nanoscience*, vol. 2, pp. 417-421, 2012.
- [18] K. Lu and X. Zhu, "Nickel-boron nanolayer evolution on boron carbide particle surfaces during thermal treatment," *Thin Solid Films*, vol. 517, pp. 4479-4483, 2009.
- [19] J. Deepa, V. Resmi, T. Rajan, C. Pavithran, and B. Pai, "Studies on the influence of surface pre-treatments on Materials," *Solid State Phenomena*, vol. 159, pp. 145-148, 2010.
- [9] D. C. Halverson, A. J. Pyzik, I. A. Aksay, and W. E. Snowden, "Processing of Boron Carbide-Aluminum Composites," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 72, pp. 775-780, 1989.
- [10] M. Lixin, G. Yunqi, and L. Wenxin, "Experimental Study and Performance Analysis of New Ceramic Materials," in *Management and Service Science (MASS), 2010 International Conference on*, pp. 1-3, 2010.
- [11] J. Li, Y.-s. Yin, R.-x. Shi, L.-p. Ma, and J. Li, "Microstructure and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC-4vol.% Co composites prepared from cobalt coated powders," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, pp. 3705-3712, 2006.
- [12] C. Zhang, G. Ling, and J. He, "Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites powder prepared by electroless plating," *Materials Letters*, vol. 58, pp. 200-204, 2004.
- [13] K. Lu, X. Zhu, and K. Nagarathnam, "Nickel-Boron Nanolayer-Coated Boron Carbide Pressureless Sintering," *Journal*



electroless copper coating of boron carbide particles," Applied Surface Science, vol. 257, pp. 7466-7474, 2011.

- [20] H. Dong, X. Zhu, and K. Lu, "Morphology and composition of nickel-boron nanolayer coating on boron carbide particles," Journal of Materials Science, vol. 43, pp. 4247-4256, 2008.

[۲۱] آ. سمیعی و م. ح. پایدار، "بررسی اثر زمان فرآیندهای حساس سازی و فعال سازی و تاثیر دمای عملیات الکترولس جهت ایجاد پوشش یکنواخت فلز مس بر روی ذرات سرامیکی  $B_4C$ "، مواد نوین، شماره ۵، ۲۰-۱۳، ۱۳۹۳.

- [22] R. L. Meek, "Study of electroless Cu plating," J. Electrochem. Soc., pp. 1978-1981, 1975.

[۲۳] م. ص. کیا، "بررسی رفتار تریبولوژیکی پوشش های الکترولس نانو کامپوزیتی  $Ni-P-Al_2O_3$ "، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، ۱۳۸۷.