

تأثیر میزان عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین بر پوشش دهی پودر کاربید بور به روش آبکاری الکتروولس نیکل-بور

مینا سعیدی حیدری^{*}، جلال الدین قضاوتی

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

^{*} minasaeedi85@gmail.com

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 کاربید آن به علت سینتریندیری نامناسب، تاقنس شکست پایین و قابلیت ترشوندگی کم آن توسط مذاب بسیاری از فلزات محدود است. در این تحقیق سطح ذرات B_4C به روش الکتروولس 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 روشی 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 پوشش دهی الکتروولس، 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 الکتروولس در هر یک از دمایهای ثابت ۷۵ و ۸۵ درجه سانتی‌گراد از میزان پوشش نیکل کاسته شده است. همچنین آنالیزهای فازی ذرات B_4C پوشش داده شده در حمام آبکاری الکتروولس 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.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۵ مرداد ۱۳۹۶

پذیرش: ۱۳ اسفند ۱۳۹۶

کلید واژه:

B_4C عامل کمپلکس کننده، الکتروولس نیکل - بور

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

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

۱- مقدمه



می‌گیرد. رطوبت پذیری، واکنش لوله‌های مؤین، انحلال و رسوب مجدد، پارامترهای مهمی هستند که بر سینترپذیری و خواص مکانیکی محصول نهایی اثر گذار می‌باشند [۱]. پوشش دهی پودر با استفاده از آبکاری الکتروولس به عنوان روشی موثر در بهبود همگنی و سینترپذیری کامپوزیت‌های سرامیکی حاوی مقدار کمی فاز فلزی معرفی شده است. به نظر می‌رسد که این روش به طور خاص برای تولید کامپوزیت‌های سرامیک-فلز با ریزساختار کنترل شده پیشنهاد شده است [۱]. روش آبکاری الکتروولس بر پایه احیای خود کاتالیستی کنترل شده نمک فلز روی سطح عمل می‌کند. این روش به طور وسیعی برای تهیه یک پوشش مقاوم در برابر خوردگی و رطوبت عمل کرده و ترشوندگی سرامیک‌ها را با مذاب فلز بهبود می‌بخشد [۱۲].

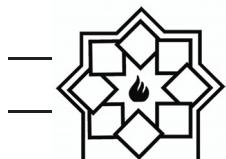
در مورد آبکاری الکتروولس پودرهای B_4C با فلزات پژوهش‌هایی صورت گرفته است. در صورتی که یک لایه نازک دما پایین روی سطح ذرات B_4C اعمال شود، سینتر این ذرات به مقدار قابل توجهی افزایش می‌یابد. هنگامی که این لایه نازک در یک مقدار بسیار کم کنترل شده و به طور همگن روی سطح ذرات B_4C توزیع شود، تأثیر مطلوبی بر فرایند سینتر خواهد داشت [۱۳]. نیکل یکی از فلزاتی است که به طور وسیع برای پوشش دهی به کار می‌رود 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، سینترپذیری آن را به مقدار زیادی افزایش می‌دهد. در مورد فلز نیکل بر پایه عوامل احیا کننده مختلف (هیپو فسفیت، بوروهیدرید یا دی‌آلکیل آمین بوران و هیدرازین)، لایه پوششی شامل $Ni-P$, $Ni-B$ و یا Ni

برابر لغزش مرز دانه و انرژی سطحی پایین کاربید بور خالص می‌باشد. کاربید بور خالص بدون کاربید 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)، سینترپذیری آن را کاهش می‌دهد [۵ و ۶].



علاوه بر سینترپذیری ضعیف، به علت چقرمگی شکست پائین (کمتر از $2/2 \text{ MPa.m}^{1/2}$) نیز کاربید کاربید بور محدود شده است [۷]. رسیدن به دانسیته ۱۰۰ درصد معمولاً با روش‌های پر هزینه پرس گرم در دماهای بالاتر از ۲۳۰۰ درجه سانتی‌گراد امکان پذیر است ولی در یک قطعه کاملاً متراکم کاربید بور، حساسیت به شکست ترد همچنان باقی مانده و یک محدودیت اصلی به شمار می‌رود [۸ و ۹].

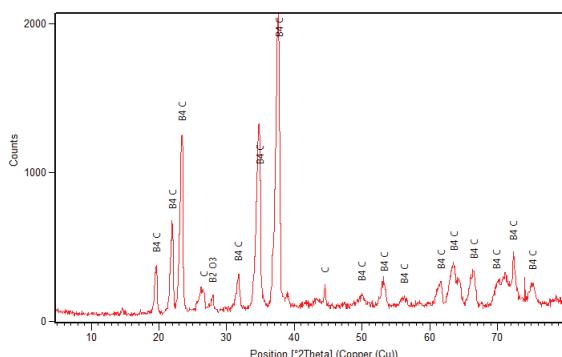
به همین علت مواد افزودنی بسیاری به عنوان کمک سینتر به کاربید بور افزوده شده‌اند که سبب تقویت سینتر فاز مایع شده و با افزایش نفوذ حجمی و نفوذ مرز دانه‌ای، تخلخل‌ها را کاهش و سینترپذیری و سایر خواص را بهبود داده‌اند. سینتر فاز مایع روشی توسعه یافته برای سینتر کاربیدهای سخت و از جمله کاربید بور متراکم با خواص مکانیکی مناسب و قابل قیاس با سرامیک‌های غیر اکسیدی دارای پیوند کوالانت نظیر کاربید بور، کاربید سیلیسیم و نیترید سیلیسیم است، به این علت که از یک طرف مشکلات سینتر را کاهش داده و از طرف دیگر خواص ماده نظیر چقرمگی شکست، استحکام خمی و مقاومت به خوردگی را به طور مؤثری بهبود داده است [۱۰]. سینتر فاز مایع کاربید بور از طریق واکنش هم زمان کاربید بور با ماده‌ای با نقطه ذوب پایین و به وسیله تشکیل ماده‌ای با نقطه ذوب پایین صورت



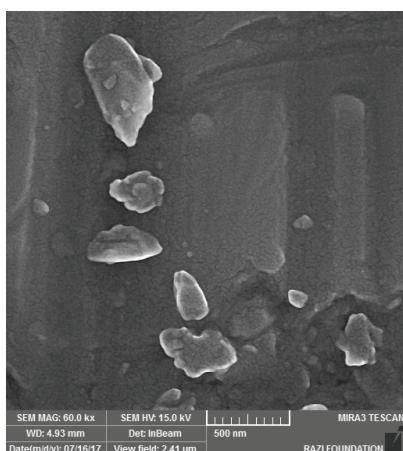
بور به وسیله فرایند آبکاری الکتروولس نیکل - بور مورد بررسی قرار گیرد.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق از پودر کاربید بور با متوسط اندازه ذرات $30.7\text{ }\mu\text{m}$ نانومتر ساخت شرکت چنگدا رانگ فنگ^۵ 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.

⁵ Chengdu Rong Feng Co.

خالص است [۱۴]. ارول^۱ و همکارانش [۱۵] پوشش Ni را به وسیله فرایند الکتروولس روی سطوح کاربید بور مورد بررسی قرار داده‌اند. نتایج نشان دهنده این است که با استفاده از فرایند آبکاری الکتروولس، لایه یکنواختی از نیکل روی پودرهای B_4C رسوب کرده که امکان تماس سطوح را ایجاد نموده است. کیلیکارسلان^۲ و همکارانش [۱۶] حاجی زمانی و همکارانش [۱۷] کیفیت پوشش Ni-P را روی سطوح کاربید بور بررسی کرده‌اند و لایه‌ای همگن و پیوسته از نیکل-فسفر را بر سطوح کاربید بور نشانده‌اند. لو^۳ و همکارانش [۱۳ و ۱۸] گزارش کرده‌اند که پوشش الکتروولس 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 $5\text{ }\mu\text{m}$ ، لایه پوشش داده شده پیوسته بوده و سطح ذرات کاربید بور را کاملاً پوشانده است. دیپا^۴ 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 $\text{pH} = 8$ 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 پوشش دهی 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 $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ بر پوشش دهی پودر کاربید

¹ Erol

² Kilicarslan

³ Lu

⁴ Deepa



پالادیوم ($PdCl_2$) و 40 ml/l اسید کلریدریک آماده شد که مانند محلول حساس‌سازی کاملاً بی‌رنگ است. سپس مانند مرحله حساس‌سازی، ذرات به این محلول افزوده شدند و درون دستگاه اولتراسونیک به مدت 15 دقیقه قرار گرفتند. پس از آن نیز مرحله گریز از مرکز و شستشو با آب مقطر و جداسازی مانند مرحله حساس‌سازی تکرار شد.

(د) مرحله آبکاری

آبکاری الکترولیس پودرهای B_4C در چهار نسبت مولی عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ نسبت به نمک نیکل با مقادیر $1:1$ ، $1:3$ ، $1:6$ و $1:9$ (به ترتیب g/l) در $20/59$ و $20/83$ در دو دمای 75 و 85 درجه سانتی‌گراد و pH برابر با 13 مورد بررسی قرار گرفت. میزان نمک سولفات نیکل، سدیم بوروهیدرید و $NaOH$ بر اساس مقالات انتخاب شده و به ترتیب برابر با $1/15$ ، $1/16$ و $1/20$ می‌باشد [۱۴ و ۲۰].

خشک کردن پودرها پس از آبکاری در دمای 100 درجه سانتی‌گراد و به مدت 3 ساعت صورت گرفت. برای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودرهای B_4C پوشش داده شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با ولتاژ $15-20$ KV و مجهر به آنالیزگر EDS استفاده شد و به منظور تعیین ترکیب و فازهای موجود در پودرهای B_4C پوشش داده شده دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) ساخت شرکت فیلیپس^۱ مورد استفاده قرار گرفت. الگوهای پراش با استفاده از پرتوی $CuK\alpha$ ، فیلتر نیکل و ولتاژ KV ۴۰ گرفته شدند.

آبکاری پودر کاربید بور در حمام الکترولیس 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 15 دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار گرفت تا آلدگی‌های 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 15min 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 حساس‌سازی

در این مرحله، محلول حساس‌سازی شده شامل $1/27$ g/l کلرید قلع ($SnCl_2$) و 40 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 15 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 تهشیین شوند. شستشوی ذرات با آب مقطر نیز یکبار انجام شد. مرحله جداسازی ذرات در دستگاه گریز از مرکز 15 دقیقه بود.

(ج) مرحله فعال‌سازی

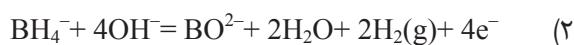
برای فعال‌سازی، ابتدا محلولی شامل $0/74$ g/l کلرید

¹ Philips



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 باقی‌ماندن شرایط آزمایش شده و لذا با افزایش میزان عامل کمپلکس کننده در حمام آبکاری الکترولنس، از یک طرف پوشش بهتری از نیکل بر سطح ذرات کاریبید 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 $1\text{ g}/1\text{ g}$, $3/4\text{ g}/1\text{ g}$, $10/28\text{ g}/1\text{ g}$, $20/59\text{ g}/1\text{ g}$ و $20/83\text{ g}/1\text{ g}$, نمونه‌های پوشش داده شده در دمای ۷۵ درجه سانتی‌گراد تغییر وزن کمی داشته‌اند. با افزایش دما در حمام آبکاری الکترولنس به ۸۵ درجه سانتی‌گراد، میزان تغییر وزن افزایش یافته است. در توجیه این امر باستی ذکر کرد که درجه حرارت مستقیماً روی واکنش‌هایی که در حمام الکترولنس نیکل-بور انجام می‌شود تأثیرگذار است. دمای حمام روی سرعت واکنش‌های ۲ تا ۵ 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 تسريع احیاء یون‌های نیکل شده است و در نهایت منجر به قرار گرفتن فلز نیکل بیشتری بر سطح ذرات B_4C می‌شود.



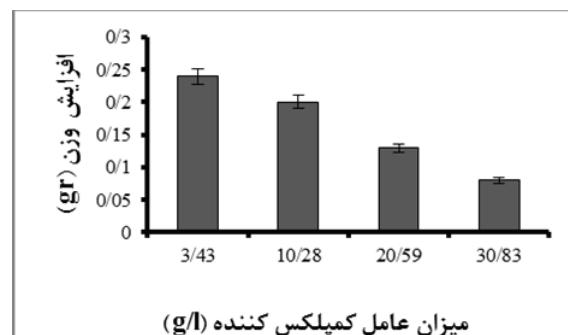
۳- نتایج و بحث

در این بخش تاثیر عامل کمپلکس کننده $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ بر پوشش‌دهی پودر B_4C به روش الکترولنس نیکل-بور مورد بحث و بررسی قرار گرفته است. عامل کمپلکس کننده برای جلوگیری از تجزیه سریع و خود به خودی محلول الکترولنس نیکل-بور، کنترل واکنش جهت انجام واکنش روی سطح فعال و در نتیجه کنترل میزان نیکل آزاد به حمام آبکاری الکترولنس اضافه می‌شود [۲۳]. برای بررسی اثر میزان عامل کمپلکس کننده $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ بر پوشش دهی نمونه‌های کاربید B_4C بور در حمام آبکاری الکترولنس، تغییرات وزنی پودر B_4C پس از پوشش دهی الکترولنس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ نسبت به نمک نیکل در دماهای ۷۵ و ۸۵ 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 الکترولنس در هر یک از دماهای ثابت ۷۵ و ۸۵ 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 الکترولنس سبب افزایش زمان تأخیر (زمان شروع فرایندها و خروج گاز هیدروژن از حمام آبکاری الکترولنس) 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.



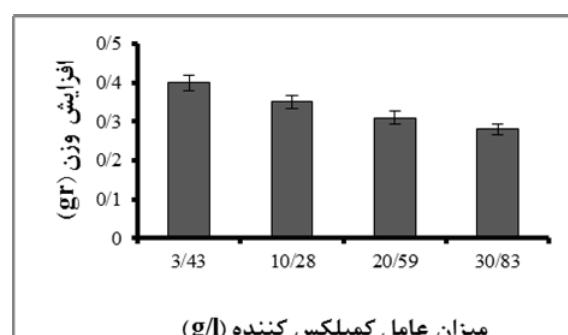
آنالیزهای فازی ذرات B_4C پوشش داده شده در حمام آبکاری الکترولیس نیکل - بور با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد در شکل ۵ نشان داده است. همان طور که مشاهده می شود در هر چهار ترکیب عامل کمپلکس کننده، فازهای B_4C و Ni حضور دارند. با این حال در نسبت های ۱:۱ و ۳:۱ عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ نسبت به نمک نیکل (به ترتیب مقادیر ۱/۴۳ g و ۱/۳ g)؛ 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 الکترولیس، 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 مانند. 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 الکترولیس، به وسیله عامل کمپلکس کننده قوی تری نسبت به آب کمپلکس شوند [۲۰]. عامل کمپلکس pH کننده $C_2H_8N_2$ علاوه بر جلوگیری از کاهش بسیار سریع 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 $C_2H_8N_2$ جایه 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 الکترولیس 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 نشستن رسوب بیشتر نیکل بر روی ذرات کاربید بور می شود.



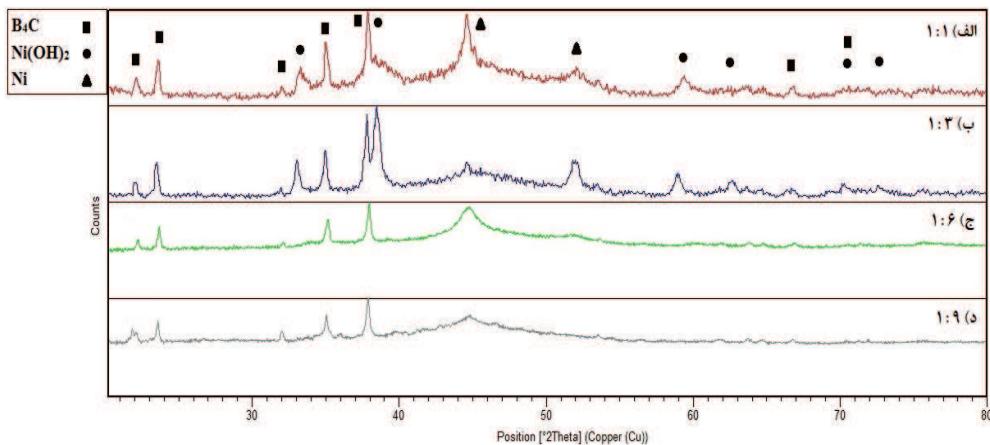
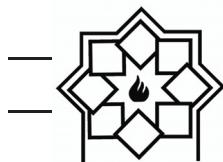
میزان عامل کمپلکس کننده (g/l)

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



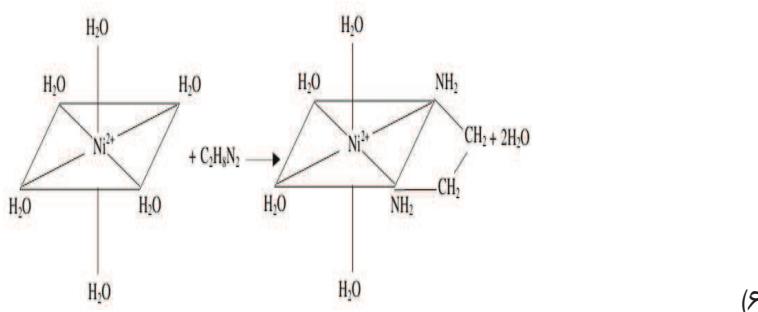
میزان عامل کمپلکس کننده (g/l)

شکل ۴- تغییرات وزنی پودر B_4C پس از پوشش دهی الکترولیس 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 الکتروولس 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 (۳/۴۳ g/l)، (ب) نسبت ۱:۳ (۲۰/۲۸ g/l)، (ج) نسبت ۱:۶ (۲۰/۵۹ g/l) و (د) نسبت ۱:۹ (۳۰/۸۳ g/l).



(به ترتیب مقادیر ۳/۴۳ g/l و ۲۰/۲۸ g/l) عامل کمپلکس کننده به نمک نیکل، نمی‌تواند یون‌های Ni^{2+} را پایدار کند و رسوب $Ni(OH)_2$ در شرایط $pH = 13$ تشکیل شده است. نتایج پژوهش‌های دانگ^۱ و همکارانش [۲۰] نیز نشان داده است که نسبت ۱:۳ نمی‌تواند یون‌های Ni^{2+} را پایدار کند و رسوب $Ni(OH)_2$ در شرایط pH بین ۱۲-۱۴ تشکیل می‌شود. پس جهت پایداری بیشتر حمام آبکاری الکتروولس 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، نسبت‌های ۱:۶ و ۱:۹ (به

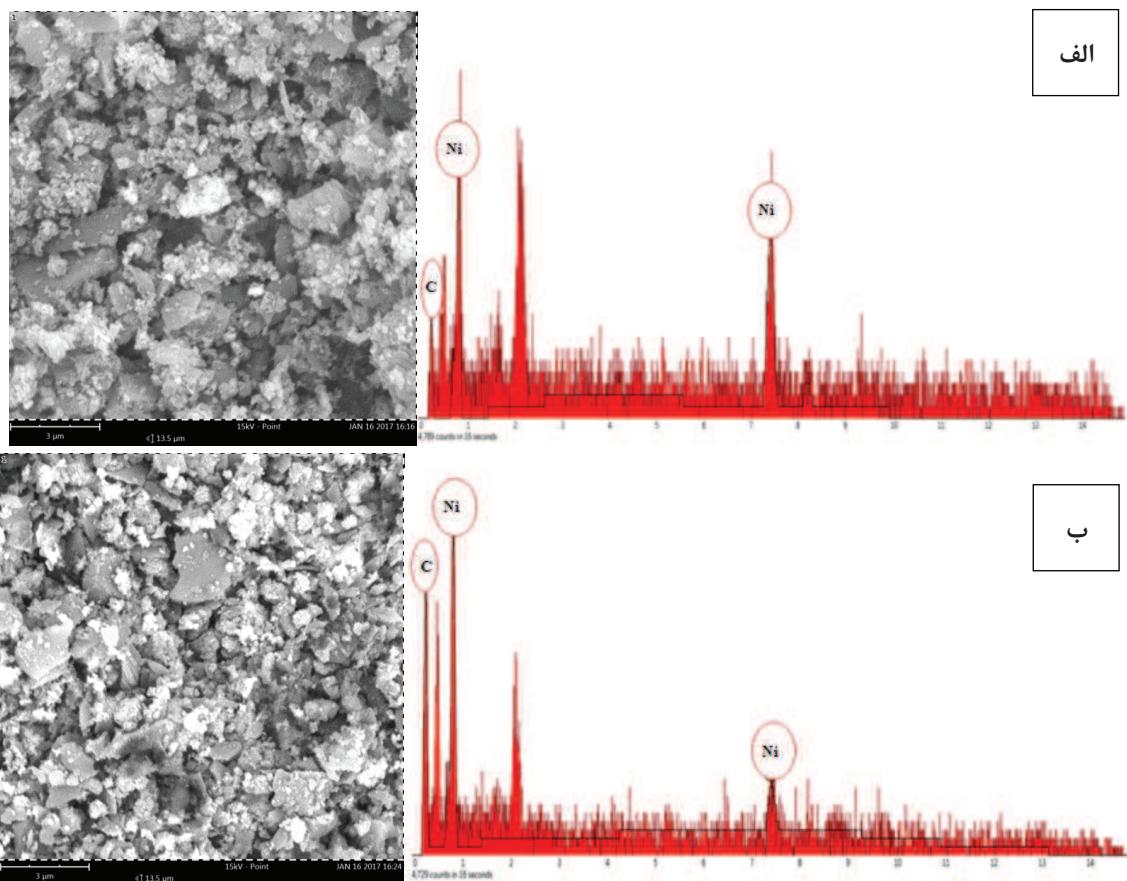
علاوه براین، هنگامی که ۶ یا ۶ مولکول آب جایگزین شدند، Ni^{2+} دو یا سه مولکول $C_2H_8N_2$ می‌توانند با یون‌های کمپلکس شوند و کمپلکس‌های نیکل نوع II و III را تشکیل دهند. هنگامی که عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ اضافه می‌شود، میزان کمپلکس شدن می‌تواند به وسیله تغییر رنگ محلول از آبی به بنفش روشن مشاهده گردد. بیشترین محصول کمپلکس پایدار، کمپلکس نیکل نوع III است و نسبت مولی تشوری $Ni^{2+}:C_2H_8N_2$ نسبت ۱:۳ (۲۰/۲۸ g/l) می‌باشد. با این حال، همانطور که در تصویر آنالیز فازی نمونه‌های پوشش داده شده در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد در شکل (۵، الف و ب) قابل مشاهده است؛ نسبت‌های ۱:۱ و ۱:۳

¹ Dong

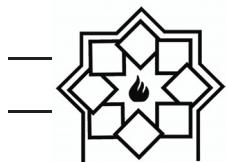


روی سطح ذرات B_4C دارد. آنالیزهای EDS بیانگر آن است که در همه نسبت‌های کمپلکس کننده $1:1$ ، $1:3$ ، $1:6$ و $1:9$ نسبت به نمک نیکل پوشش نیکل بر سطح ذرات کاربید بور $C_2H_8N_2$ قرار گرفته است و با افزایش عامل کمپلکس کننده در حمام آبکاری الکتروولس از میزان پوشش نیکل کاسته شده است. همچنین مشاهده می‌شود که در نمونه آبکاری شده با نسبت $1:6$ ($20/59\text{ g/l}$) عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ به نمک نیکل در دمای 85 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.

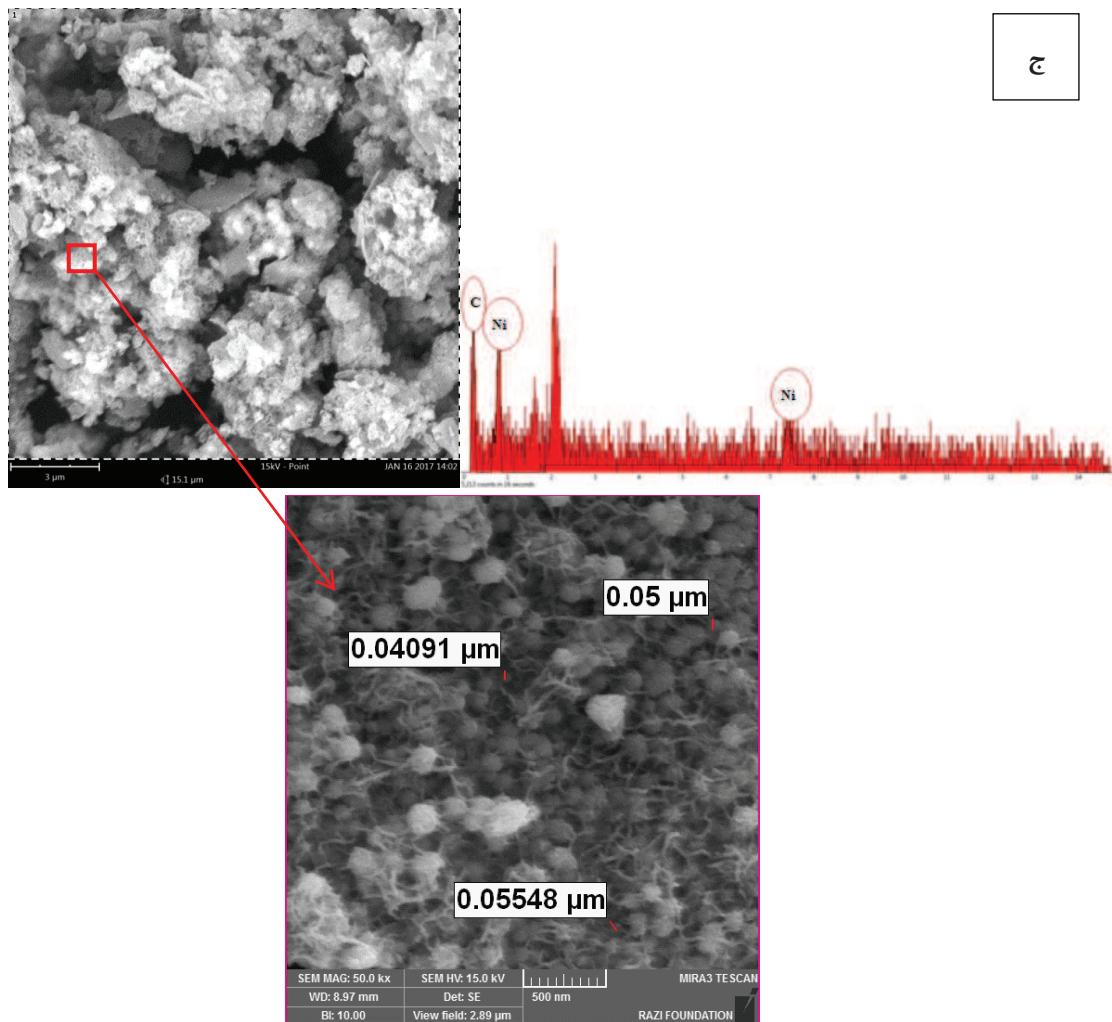
ترتیب مقادیر 1 g/l $20/59\text{ g/l}$ و 1 g/l $30/83\text{ g/l}$ نیز برای میزان عامل کمپلکس کننده به نمک نیکل مورد بررسی قرار گرفتند و همانطور که در شکل (۵، ج و د) مشاهده می‌شود رسوب $Ni(OH)_2$ در این حمام‌های آبکاری حاصل نشده است. تصاویر SEM و آنالیزهای EDS ذرات پوشش داده شده با مقادیر مختلف عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ نسبت به نمک نیکل در دمای 85 درجه سانتی‌گراد در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود در فرایند پوشش دهی الکتروولس، میزان عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ در ترکیب حمام آبکاری تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر



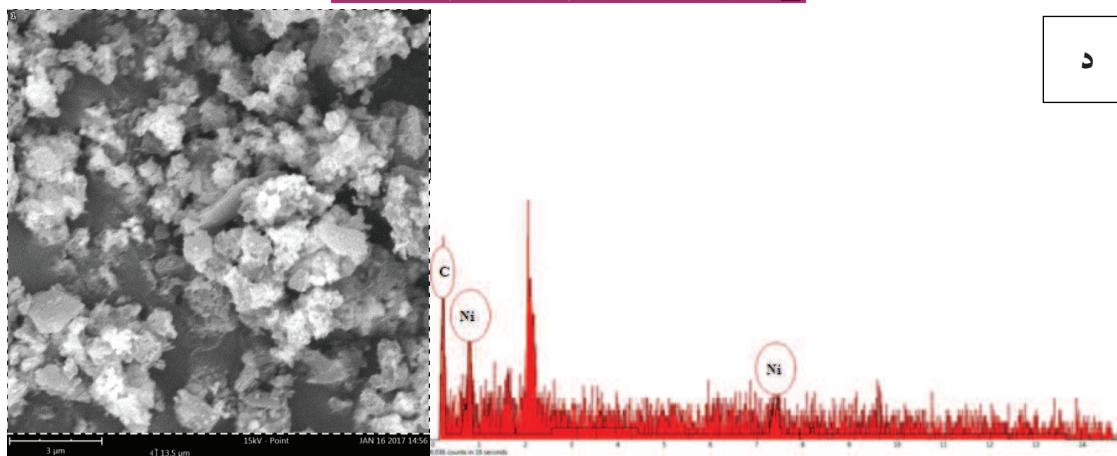
شکل ۶- تصویر SEM و آنالیز EDS پودرهای B_4C آبکاری شده با نسبت‌های مختلف عامل کمپلکس کننده $C_2H_8N_2$ به نمک نیکل در دمای 85 درجه سانتی‌گراد: (الف) نسبت $1:1$ ($10/28\text{ g/l}$)، (ب) نسبت $1:3$ ($30/43\text{ g/l}$)، (ج) نسبت $1:6$ ($20/59\text{ g/l}$) و (د) نسبت $1:9$ ($30/83\text{ g/l}$).



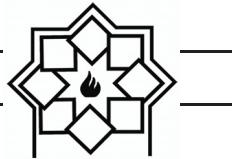
۲



۳



ادامه شکل ۶



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 B₄C-TiB₂-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

۴- نتیجه‌گیری

در فرایند پوشش دهی الکتروولس، میزان عامل کمپلکس کننده اتیلن دی آمین (C₂H₈N₂) در ترکیب حمام آبکاری تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر روی سطح ذرات B₄C دارد. نتایج نشان دهنده این است که در همه نسبت‌های کمپلکس کننده، نمونه‌های پوشش داده در دمای ۷۵ درجه سانتی‌گراد تغییر وزن کم و پوشش نیکل کمی داشته‌اند و با افزایش دما در حمام آبکاری الکتروولس به ۸۵ درجه سانتی‌گراد، میزان پوشش افزایش یافته است. B₄C بیشترین و یکنواخت‌ترین پوشش نیکل بر سطح ذرات در دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد و نسبت کمپلکس کننده به نمک نیکل (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 نویسنده‌گان 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، "مروی بر تاثیر کمک سینترهای اکسیدی بر رفتار سینترپذیری کامپوزیت‌های کاربید بور"، فرآیندهای



- 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 Ni₃P 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 Al₂O₃-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-Al₂O₃ 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. سمعی و م. ح. پایدار, "بررسی اثر زمان فرآیندهای حساس‌سازی و فعال‌سازی و تاثیر دمای عملیات الکتروولس جهت ایجاد پوشش یکنواخت فلز مس بر روی ذرات سرامیکی B_4C ", مواد نوین, شماره ۵، ۱۳۹۳، ۱۳-۲۰.

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

[۲۳] م. ص. کیا, "بررسی رفتار تربیوژئیکی پوشش‌های الکتروولس نانو کامپوزیتی $Ni-P-Al_2O_3$ ", پایان‌نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، ۱۳۸۷.