فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۹، شماره‌ی ۲، تابستان ۱۳۹۹

تاثیر پارامترهای ابکاری بر میکروساختار و مقدار نشست ذرات سرامیکی در پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$

نوع مقاله: علمی پژوهشی

فاطمه رحیمی اخوندزاده[۱]، مرتضی زند رحیمی[۲]، هادی ابراهیمی‌فر[۳*]

[۱] کارشناسی ارشد، بخش مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهید باهنر، کرمان، ایران

[۲] استاد، بخش مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهید باهنر، کرمان، ایران

[۳] استادیار، بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک و مواد، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان، ایران

* H.Ebrahimifar@kgut.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۶ آبان ۱۳۹۸

پذیرش: ۷ اردیبهشت ۱۳۹۹

کلید واژه:

آبکاری الکتریکی؛ میکروساختار؛ ZrO_2؛ CeO_2.

چکیده:

فولادهای زنگ نزن آستنیتی از جمله فولادهای پر کاربردی هستند که کاربردهای مختلفی در پیل‌های سوختی اکسید جامد و لوله‌های دیگ بخار در شرایط کاری دمای بالا دارند. لایه اکسیدی Cr_2O_3 تشکیل شده روی سطح فولاد، در دماهای بالا ناپایدار شده و مقاومت به اکسیداسیون فولاد را کاهش می‌دهد. بنابراین محافظت از این فولادها در دماهای بالا امری ضروری می‌باشد. از این رو یکی از بهترین روش‌های مؤثر برای افزایش عمر این قطعات در مقابل اکسیداسیون اعمال پوشش‌های سطحی است. در این تحقیق پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ با روش آبکاری الکتریکی مستقیم بر روی سطح فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI 304 ایجاد شد. به منظور دستیابی به پوشش مناسب، تأثیر پارامترهای دانسیته جریان، pH و غلظت ذرات ZrO_2 در حمام مورد بررسی قرار گرفت. برای ایجاد رسوب بهینه، پارامترهای حمام ابکاری مورد بررسی قرار گرفتند. تاثیر مقدار ذرات ZrO_2 (۵، ۱۰ و ۲۵g/L)، دانسیته جریان (۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۳۰mA/cm^2) و pH (۳، ۳/۵، ۴ و ۴/۵) بر روی مقدار نشست و میکروساختار پوشش ایجاد شده بررسی شد. جهت مشاهده مورفولوژی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و جهت تعیین ترکیب شیمیایی از انالیز EDX استفاده شد. نتایج نشان داد که با افزایش ZrO_2 مقدار نشست ذرات ZrO_2 افزایش و مقدار نشست ذرات CeO_2 کاهش یافت. همچنین با افزایش دانسیته جریان و pH مقدار نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 کاهش یافت.

۱- مقدمه

امروزه پوشش‌های سطوح نقش مهمی را در تکنولوژی و بهره برداری کارآمد از مواد مهندسی ایفا می‌کنند. پوشش‌ها به طور گسترده باعث بهبود خواص مواد از جمله بهینه سازی خواص سطوح که نقش بسیار مهمی در طراحی و ساخت قطعات دارند، می‌شوند. همانطور که هو[۱] و همکارانش هم تایید کرده‌اند، پوشش‌های کامپوزیتی هم

[1] Hu

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

خواص زمینه وهم خواص فاز ثانویه را باهم دارند، قدرت دمایی بالا، مقاومت به خستگی بالا، هدایت حرارتی بالا و ضریب انبساط حرارتی پایین از جمله خواص پوشش‌های کامپوزیتی است [۱].

مطابق با نظر بورکار[1] پوشش‌های کامپوزیتی زمینه نیکلی که شامل ذرات ثانویه WC, Si_3N_4, Al_2O_3 و SiC هستند به منظور بهبود ویژگی‌هایی مانند مقاومت به خوردگی، مقاومت سایشی و سایر خواص استفاده می‌شوند. ذرات ثانویه با جلوگیری کردن از حرکت نابجایی‌ها سبب بهبود در خواص مکانیکی پوشش‌های کامپوزیتی می‌شوند [۲].

پارامترهای زیادی در نشست ذرات ثانویه در زمینه پوشش‌های کامپوزیتی موثر هستند که مهمترین انها شامل دانسیته جریان، غلظت ذرات سرامیکی و pH است.

دانسیته جریان یکی از پارامترهایی است که روی مورفولوژی و نحوه توزیع ذرات در پوشش اثر می‌گذارد. در پوشش‌های نانوکامپوزیتی مهمترین عامل در تعیین خواص، نحوه توزیع ذرات سرامیکی در زمینه کامپوزیت است. مشخص است که تجمع ذرات سرامیکی باعث کاهش پیوستگی فاز زمینه در آن مناطق می‌شود، که این باعث بروز خواص جهت دار و موضعی در آن مناطق خواهد شد و در نتیجه افت خواص مکانیکی نظیر میکروسختی، مقاومت به سایش و خوردگی را در اطراف این مناطق در بر خواهد داشت [۳].

زنگ[2] و همکارانش [۴] تأثیرغلظت ذرات سرامیکی موجود در حمام آبکاری را در پوشش کامپوزیتی Ni- CeO_2 بررسی کرده‌اند. نتایج تحقیق انها نشان داد که درصد وزنی نانوذرات CeO_2 به طور قابل توجهی با افزایش غلظت نانو ذرات در حمام افزایش می‌یابد.

در تحقیق یانگ[3] و همکارانش [۵] نیز تأثیرغلظت ذرات سرامیکی موجود در حمام آبکاری بررسی شد. آنها پوشش کامپوزیتی Ni-CeO_2-ZrO_2 را با استفاده از روش آبکاری پالسی روی زیرلایه فولاد زنگ نزن ایجادکردند. نتایج پژوهش انها نشان داد با افزایش نانوذرات ZrO_2 در حمام، مقدار نانو ذرات در پوشش‌ها در ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد.

کیو[4] و همکارانش [۶] نیز تأثیر دانسیته جریان را در پوشش نانو کامپوزیتی Ni–CeO_2 مورد بررسی قرار دادند. نتایج تحقیق آنها نشان داد مقدار ذرات CeO_2 موجود در پوشش‌های کامپوزیتی با افزایش دانسیته جریان برای غلظت‌های ۱۰، ۳۰ و ۵۰ گرم بر لیتر از نانوذرات کاهش‌می‌یابد.

کومار[5] و همکارانش [۷] پوشش‌نیکل–زیرکونیا را به روش آبکاری الکتریکی جریان مستقیم و جریان پالسی بر روی فولاد ساده کربنی ایجاد کردند. آنها تأثیر افزایش pH را بر ساختار و مورفولوژی پوشش نیکل–زیرکونیا بررسی کردند و نتایج حاکی از آن بود که علی‌رغم عدم تغییر ساختار پوشش نیکل، مورفولوژی تغییر کرد.

با توجه به مطالعات صورت گرفته و بررسی‌های انجام شده، تا کنون پوشش Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 تولید نشده است. انتظار می‌رود حضور اکسید سریم و اکسید زیرکونیوم، خواص پوشش‌های Ni-P را بهبود بخشد.

در تحقیق حاضر پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 بر روی زیرلایه فولاد زنگ نزن آستنیتی AISI304 به روش

[1] Borkar
[2] Zeng
[3] Yang
[4] Qu
[5] Kumar

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

آبکاری الکتریکی رسوب داده شد. پس از آن تاثیر مقدار غلظت ذرات ZrO_2 ،دانسیته جریان اعمالی و مقدار pH محلول روی مقدار نشست ذرات در پوشش و مورفولوژی پوشش مورد بررسی قرار گرفت. جهت مشاهده مورفولوژی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق از فولاد زنگ نزن AISI 304 تهیه شده از شرکت تکنو آلیاژ با ترکیب شیمیایی داده شده در جدول ۱ استفاده شد. برای تعیین ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزور EDS استفاده شد. ابتدا نمونه‌های فولادی ۳۰۴ با ابعاد ۱۰mm×۱۰mm×۳mm به عنوان کاتد و ورق نیکل خالص (خلوص بالای ۹۹٪) به ابعاد ۲۰mm×۲۰mm×۲mm به عنوان آند (تهیه شده از شرکت تکنو آلیاژ) برای فرآیند آبکاری تهیه شدند. سیم‌های مسی به طول ۱۰cm بریده شدند و توسط لحیم به یک طرف زیرلایه متصل و توسط چسب محکم گردیدند. عملیات آماده سازی نمونه‌ها قبل از آبکاری با توجه به استاندارد ASTM B 254 به این صورت انجام شد که در ابتدا صفحات فولادی با سمباده‌های شماره ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۵۰۰ پولیش شده و عملیات چربی‌گیری با استفاده از آب و صابون صورت گرفت. نمونه‌ها پس از شستشو با آب مقطر در محلول استون به مدت ۱۰ دقیقه در دستگاه آلتراسونیک قرار داده شدند. پس از خروج مجدداً با آب مقطر شسته شده و در مرحله آخر به منظور فعالسازی سطح در محلول اسید سولفوریک ۱۰٪ به مدت ۹۰ ثانیه اچ شده و با آب مقطر تمیز گردیدند. نمونه‌ها بعد از آماده سازی، به منظور جلوگیری از تشکیل لایه اکسیدی بلافاصله در محلول الکترولیت قرار داده شدند.

جدول ۲ ترکیب شیمیایی حمام برای ایجاد پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ را نشان می‌دهد. همچنین جدول ۳ شرایط حمام ابکاری جهت ایجاد پوشش را نشان می‌دهد. در این عملیات آبکاری ابتدا اجزا حمام به تفکیک، توسط ترازوی دیجیتالی مدل GF-300 وزن شد. همه مواد ذکر شده در جدول ۲ جامد بودند که مقدار این مواد در جدول ۲ بر حسب گرم بر لیتر ذکر شده است. در این تحقیق مواد وزن شدند و سپس با افزودن آنها به یک بشر و افزودن آب مقطر، حجم ظرف به ۱۰۰ میلی‌لیتر رسید. در وزن کردن مواد و اضافه کردن مواد به بشر ترتیب خاصی رعایت نشد. به عنوان مثال برای وزن کردن سولفات نیکل که مقدار آن ۳۰۰ گرم در یک لیتر ذکر شده است، ۳۰ گرم سولفات نیکل وزن شد و در بشر ریخته شد و بقیه مواد هم به همین ترتیب وزن شده و به بشر افزوده شدند. زیرکونیم اکسید و سریم اکسید نیز با استفاده از ترازو وزن شدند و به همراه بقیه مواد ذکر شده در جدول ۲ به داخل بشر افزوده شدند و با استفاده از یک همزن دستی مخلوط شدند. سپس به مواد موجود در بشر آب مقطر اضافه شد تا به حجم مواد به ۱۰۰ میلی لیتر رسید و سپس با استفاده از یک همزن دستی مخلوط شدند. مخلوط حاصل را به مدت ۱۰ دقیقه در دستگاه التراسونیک قرار داده شد تا مخلوط تولید شده همگن تر و یکنواخت تر شود. در ادامه محلول موجود در بشر به مدت ۴۵ دقیقه با استفاده از همزن مغناطیسی مدل ALFA-HS860 همزده شد. لازم به ذکر است که در طول فرآیند ابکاری همواره حمام توسط همزن مغناطیسی همزده شد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

جدول ۱- ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن ۳۰۴ (Wt.%)

Element	C	Cr	Ni	Mn	Si	P	S	Fe
Concentration (wt. %)	0.11	18.58	8.44	1.25	0.45	0.02	0.03	Bal

جدول ۲- ترکیب حمام جهت ایجاد پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$

Powders	Concentration
$NiSO_4.6H_2O$ (Merck, 99.99%)	300.00 g/L
$NiCl_2.6H_2O$ (Merck, 99.99%)	40.00 g/L
H_3BO_3 (Merck, 99.99%)	30.00 g/L
$CoSO_4.7H_2O$ (Merck, 99.99%)	6 g/L
ZrO_2 (Sigma-Aldrich, 99.99%)	5, 10, 25 g/L
CeO_2 (Merck, 99.99%)	10.00 g/L

جدول ۳- شرایط حمام ابکاری جهت ایجاد پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$

Electrodeposition parameters/materials	
Current density	15, 20, 25, 30 $mA.cm^{-2}$
pH	3, 3.5, 4, 4.5
Plating time	20 min
Plating temperature	55±5 °C
Cathode	AISI 304 stainless steel
Anode	Nickel plate

برای تهیه این پوشش از حمام وات استفاده شد که این حمام شامل اسید بوریک می‌باشد. اسید بوریک موجود در حمام‌های وات به منظور ثابت نگهداشتن pH در حدود ۴ و در نتیجه کاهش تمایل به هیدرولیز و کاهش ایجاد نمک‌های بازی استفاده می‌شود. همچنین اسید بوریک به عنوان پایدار کننده حمام جهت افزایش هدایت الکتریکی محلول و افزایش خواص تر کنندگی و فعال کنندگی سطح کاتد عمل می‌کند.

برای تولید جریان برق از منبع تغذیه مدل PROVA 8000 استفاده شد. تنظیم pH محلول با استفاده از اسید سولفوریک و یا سدیم هیدروکسید صورت گرفت و جهت کنترل آن از pH متر مدل AZ 8686 استفاده شد. pH محلول در دمای ۵۵±۵°C اندازه‌گیری شد.

آبکاری نمونه‌ها در غلظت‌های مختلف ذرات سرامیکی ZrO_2 شامل ۵، ۱۰ و ۲۵ g/L، دانسیته جریان‌های ۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۳۰ mA/cm^2 و pHهای ۳، ۳/۵، ۴ و ۴/۵ مطابق با شرایط جدول ۲ در حمام واتس صورت گرفت. انتخاب دامنه تغییرات پارامترهای ابکاری بر اساس نتایج سایر تحقیقات و بر اساس طراحی آزمایش انجام شد. با توجه به نتایج تحقیقات لی[1] و

[1] Li

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

همکارانش [۸]، یانگ[1] و همکارانش [۵] یک محدوده برای بررسی تاثیر غلظت ذرات ZrO_2 در نظر گرفته شد. برای تعیین محدوده pH از نتایج تحقیقات پژوهشگرانی مانند تیان[2] و همکارانش [۹] و قاجاری و همکارانش [۱۰] استفاده شد. همچنین با توجه به نتایج تحقیقات پژوهشگرانی نظیر کیو[3] و همکارانش [۶] یک محدوده برای بررسی تاثیر دانسیته جریان تعیین شد. سپس با استفاده از روش طراحی آزمایش یک سری آزمایش اولیه انجام شد. با توجه به نتایج بدست امده از طراحی آزمایش، بهترین شرایط برای پوشش‌دهی بدست آمد. سپس برای تعیین تاثیر پارامترهای آبکاری بر میکروساختار و مقدار نشست، با در نظر گرفتن نقطه بهینه، مقادیر بالاتر و پایین‌تر از نقطه بهینه در نظر گرفته شد.

پس از انجام آبکاری نمونه‌ها با آب مقطر شسته شدند. در پایان نمونه‌ها با استفاده از خشک‌کن خشک شدند. سپس با توجه به نتایج SEM و بررسی و ارزشیابی پوشش‌ها، بهترین پوشش تعیین شد.

به منظور بررسی و آنالیز میکروساختاری نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Cam Scan MV 2300 مجهز به آنالیز EDX استفاده شد. در بررسی مورفولوژی سطح نمونه‌ها توسط دستگاه SEM از ولتاژ ۲۰KV استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تأثیر غلظت ذرات ZrO_2 بر نشست و میکروساختار

شکل ۱ تأثیر غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت را روی مقدار نشست ذرات ZrO_2 در پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 در pH برابر ۳ و دانسیته جریان ۱۵ $mA.cm^{-2}$ نشان می‌دهد. با توجه به شکل با افزایش غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت، مقدار نشست ذرات در پوشش افزایش می‌یابد و در غلظت ۲۵ $g.L^{-1}$ درصد ذرات ZrO_2 موجود در پوشش به بیش‌ترین مقدار خود یعنی ۵/۴۵ wt.% می‌رسد.

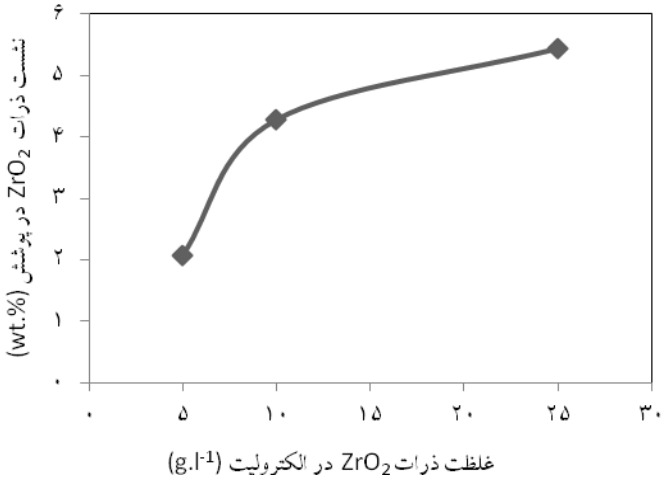
شکل ۲ نمایانگر تغییرات غلظت ذرات CeO_2 موجود در پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 در غلظت‌های متفاوت ذرات ZrO_2 در الکترولیت، pH برابر ۳ و دانسیته جریان ۱۵ $mA.cm^{-2}$ است. با توجه به شکل با افزایش غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت، درصد وزنی ذرات CeO_2 در پوشش به صورت پیوسته کاهش می‌یابد و بیش‌ترین مقدار ذرات CeO_2 موجود در پوشش در غلظت ۵ $g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2، روی‌می‌دهد که برابر ۲۳/۳۴ wt.% است.

جدول ۴ میزان نشست اجزای پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 را در pH برابر ۳ و دانسیته جریان ۱۵$A.cm^{-2}$ و در غلظت‌های متفاوت ذرات ZrO_2 در الکترولیت نشان می‌دهد.

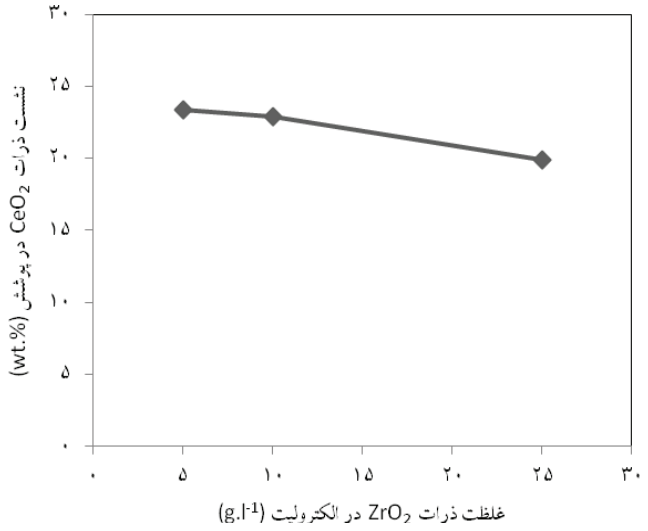
[1] Yang
[2] Tian
[3] Qu

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]



شکل ۱- تأثیر غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت بر مقدار نشست ذرات ZrO_2 در پوشش تحت دانسیته جریان ۱۵ و ۳ $mA.cm^{-2}$ =pH.



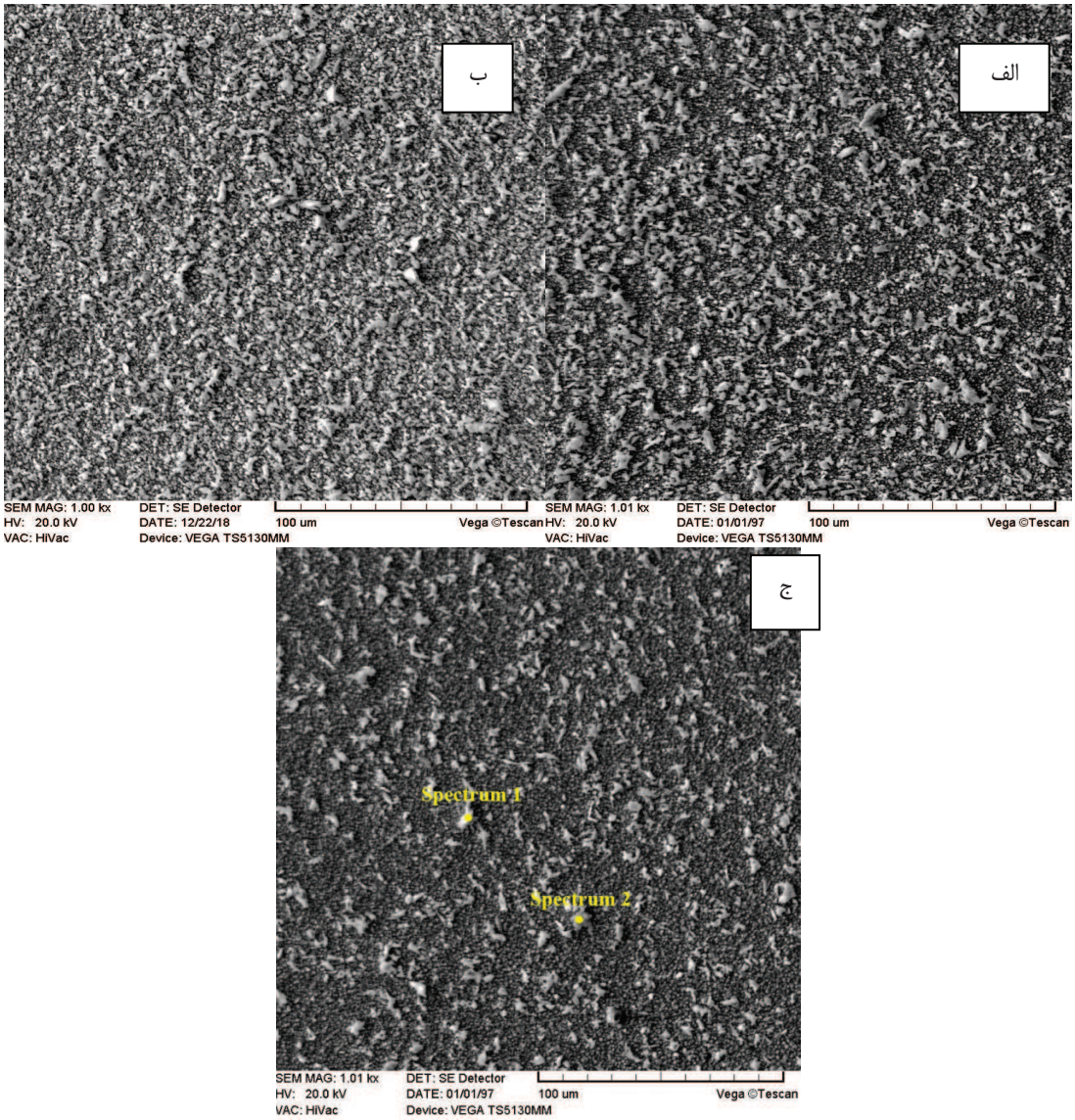
شکل ۲- تأثیر غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت بر مقدار نشست ذرات CeO_2 در پوشش تحت دانسیته جریان ۱۵ و ۳ $mA.cm^{-2}$ =pH.

جدول ۴- میزان نشست اجزای پوشش کامپوزیتی $Ni-Co-CeO_2-ZrO_2$ در غلظت‌های متفاوت ذرات ZrO_2

غلظت ZrO_2 موجود در الکترولیت (g/L)	Ni (wt.%)	Co (wt.%)	CeO_2 (wt.%)	ZrO_2 (wt.%)
۵	۵۵/۹۹	۱۵/۶۹	۲۳/۳۴	۲/۰۸
۱۰	۵۶/۵۳	۱۳/۹۹	۲۲/۹۲	۴/۲۹
۲۵	۵۸/۲۰	۱۳/۷۰	۱۹/۹۳	۵/۴۵

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

شکل ۳ مورفولوژی سطحی پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 رسوب داده شده در pH برابر ۳، دانسیته جریان ۱۵mA.cm^{-2} و غلظت‌های ذرات ZrO_2 برابر ۵g.L^{-1} (شکل ۳-الف)، ۱۰ g.L^{-1} (شکل ۳-ب) و ۲۵g.L^{-1} (شکل ۳-ج) را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 در تمامی غلظت‌ها یکنواخت بوده و هیچگونه عیبی از جمله ترک، تخلخل، آگلومیراسیون مشاهده نمی‌شود و در غلظت ۲۵ g.L^{-1} سطحی صاف و یکنواخت با بیش‌ترین میزان نشست ذرات ZrO_2 حاصل می‌شود. شکل ۴ انالیز EDX از جزایر سفید رنگ از نقاط ۱ (spectrum1) و ۲ (spectrum2) از پوشش تشکیل شده در غلظت ۲۵g.L^{-1} (شکل ۳-ج) را نشان می‌دهد.



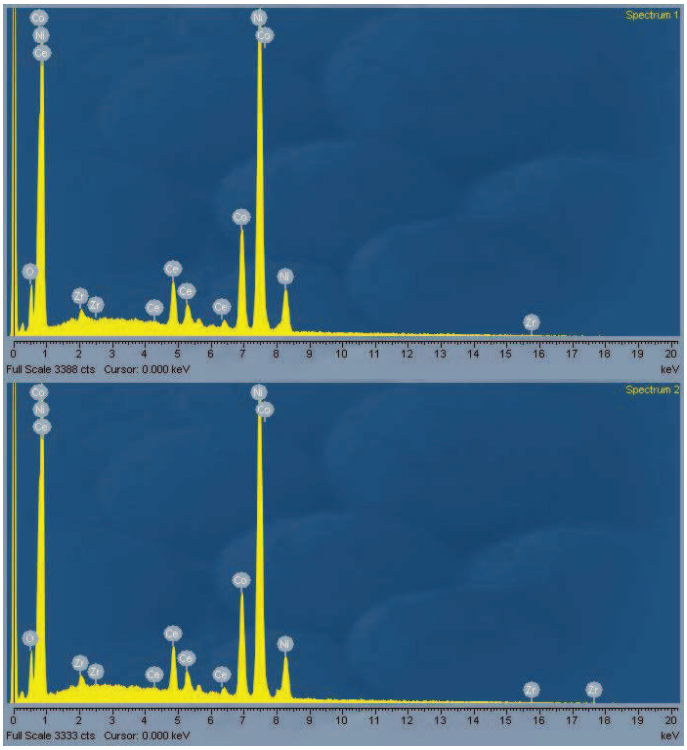
شکل ۳- مورفولوژی سطح پوشش Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 رسوب داده شده تحت غلظت‌های مختلف ذرات ZrO_2 الف) ۵ g.L^{-1}، ب) ۱۰ g.L^{-1}، ج) ۲۵ g.L^{-1}.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

همانگونه که مشاهده می‌شود در هر دو نقطه پیک‌های نیکل، کبالت، سریم و زیرکونیوم و اکسیژن مشاهده می‌شود. حضور این پیک‌ها نشست نیکل، کبالت، سریم و زیرکونیوم را تایید می‌کند. مقدار سریم و زیرکونیوم در spectrum1 (شکل ۴-الف) به ترتیب ۳۷/۳۱ و ۲۵/۳۴ درصد وزنی بود. همچنین مقدار سریم و زیرکونیوم در spectrum2 (شکل ۴-ب) به ترتیب ۴۱/۶۵ و ۲۷/۳۶ درصد وزنی بود. مقدار بیشتر سریم و زیرکونیوم در این جزایر سفید رنگ نشان دهنده این است که این جزایر اکسید سریم و اکسید زیرکونیوم می‌باشند. حضور بقیه عناصر در آنالیز ناشی از زمینه پوشش می‌باشد. به دلیل اینکه قدرت نفوذ اشعه ایکس زیاد است علاوه بر جزایر سفید رنگ مقداری از زمینه پوشش نیز تحت تاثیر آنالیز اشعه ایکس قرار می‌گیرد.

ذرات اکسیدی تمایل به آگلومره شدن در حمام را دارند و این تمایل به علت انرژی سطحی آزاد و غلظت بالای ذرات می‌باشد [۱۱]. به وسیله روش‌های فیزیکی و یا شیمیایی می‌توان فصل مشترک ذرات را تغییر داد و آگلومراسیون ذرات را کاهش داد. روش‌های شیمیایی شامل استفاده از افزودنی‌ها مانند سورفکتانت‌ها و روش فیزیکی شامل آلتراسونیک می‌باشد [۱۲]. در این تحقیق از روش فیزیکی استفاده شد و حمام در حین آبکاری همواره با استفاده از همزن مغناطیسی هم زده شدکه به کاهش آگلومره شدن کمک می‌کند. در واقع همزدن حمام اثر شایانی در رسوب ذرات بی اثر در رسوبگذاری الکتریکی فلز مشابه جذب یون دارد؛ به عبارت دیگر نرخ جذب یون با افزایش غلظت ذرات بی اثر در حمام بیشتر می‌شود؛ بدین ترتیب میزان نشست ذرات بیشتر می‌شود [۱۳].



الف

ب

شکل ۴- آنالیز EDX از جزایر سفید رنگ در نقطه ۱ (شکل ۴-الف) و نقطه ۲ (شکل ۴-ب) بر روی سطح پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ ایجاد شده تحت غلظت $25\ g.L^{-1}$.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

وقتی دو ذره در الکترولیت به هم نزدیک می‌شوند، انرژی‌هایی بین دو ذره وجود دارد که تعیین کننده جذب و یا جدا شدن آن‌ها از هم می‌باشد. وقتی که نیروی جاذبه بیشتر از دافعه باشد، آگلومراسیون رخ می‌دهد. نیروی خالص بین دو ذره وابسته به شرایط و طبیعت سیستم می‌باشد. به وسیله روش‌های فیزیکی و یا شیمیایی شامل استفاده از افزودنی‌ها و روش فیزیکی شامل همزدن مغناطیسی می‌باشد [۱۴]. پخش ذرات در اثر همزدن ناشی از ایجاد و از بین رفت حباب حفرات[1] می‌باشد که به ویسکوزیته محلول و قابلیت فشرده شوندگی محلول و هدایت حرارتی حباب بستگی دارد. در حمام پوشش‌دهی الکترولیتی که آب جزء اصلی تشکیل دهنده می‌باشد و میدان فشاری صوتی در فرکانس‌های پایین دلیل اصلی تشکیل حفره می‌باشد و منجر به تشکیل میکرو جریان‌ها و امواج ضربه‌ای می‌شود. هرچه فرکانس پایین‌تر باشد، قطر این حباب‌ها بیشتر می‌شود و منجر به ایجاد تنش‌های برشی شده که می‌تواند ذرات موجود در محلول را ازهم جدا کند [۱۵]. بکارگیری همزن مغناطیسی و التراسونیکی در حین آبکاری منجر به کاهش آگلومراسیون ذرات شده که در این تحقیق نیز این موضوع مشاهده شد.

با افزایش سرعت تلاطم حمام آبکاری، میزان ذرات اکسید زیرکونیوم و اکسید سریم رسوب کرده در داخل پوشش به دلیل رسیدن ذرات بیشتر به سطح کاتد، افزایش پیدا می‌کند. ولی با افزایش بیشتر میزان تلاطم، به دلیل کاهش زمان تماس ذرات با کاتد همچنین جدا شدن ذرات دلیل نیروی هیدرودینامیکی از روی سطح، درصد حجمی ذرات کاهش می‌یابد. استفاده از امواج التراسونیک موجب کم شدن میزان آگلومره شدن ذرات رسوب کرده در داخل پوشش شده و سختی پوشش‌های کامپوزیتی را افزایش می‌دهد، هرچند این پوشش‌ها نسبت به پوشش‌های تهیه شده توسط همزن مغناطیسی، درصد حجمی کمتری از ذرات رسوب کرده دارند [۱۶].

ترکیب ذرات کامپوزیت در سطح پوشش به دو فاکتور برخورد ذرات کامپوزیت و زمان نفوذ ذرات در پوشش وابسته است [۱۷]. پایدار کننده‌ها و تر کننده‌ها اغلب برای کمک به جداسازی ذرات در حمام آبکاری استفاده می‌شود. پایدار کننده‌ها باعث افزایش ثبات و یکنواختی ذرات معلق می‌شود و همچنین آن‌ها جذب ذرات معلق را در کاتد با افزایش بار مثبت خالص خود بهبود می‌دهند. پایدار کننده بیش از حد توسط کاتد جذب خواهد شد و همواره نرخ رسوب ذرات Ni^{2+} و ZrO_2 و CeO_2 را تحت تأثیر قرار می‌دهد. پوشش رسوب داده شده در حضور پایدار کننده و تر کننده محکم‌تر و تخلخل کمتری دارد [۱۸]. همچنین به دلیل پراکندگی ذرات ZrO_2 و CeO_2 در زمینه نیکل باعث بهبود خواص مکانیکی از جمله مقاومت به سایش و میکروسختی، مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون در دمای بالا زیر لایه می‌گردد.

در طول دهه‌های گذشته تعدادی از مکانیزم‌های هم‌رسوبی ارائه شده است. سه مکانیزم کلی در این زمینه یعنی انتقال ذرات خنثی به سطح کاتد توسط عملیات الکتروفورتیک، به دام افتادن مکانیکی بوسیله به هم‌زدن یا نیروی هم‌زدن یا نیروی واندروالس و سپس دفن شدن ذرات در کاتد توسط رسوب‌دهی الکتریکی فلز بیان شده است [۱۹]. دو فرآیند

[1] Cavitational bubbles

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

کلی در هم‌رسوبی ذرات در پوشش‌های فلزی یعنی توزیع فیزیکی ذرات در الکترولیت و مهاجرت الکتروفورتیک ذرات را می‌توان تشخیص داد. مکانیزم‌های هم‌رسوبی مربوط به توزیع ذرات در پوشش‌های کامپوزیتی برگرفته از تحقیقات انجام گرفته شده قبلی روی ذرات میکرو می‌باشد. تئوری‌های زیادی پیشنهاد شده است که این تئوری‌ها براساس انتقال ذرات خنثی به دلیل: ۱) الکتروفورز، ۲) به دام افتادگی مکانیکی، ۳) جذب، ۴) نفوذ هم‌رفتی می‌باشد.

با افزایش غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت، مقدار نشست ذرات ZrO_2 در پوشش افزایش یافت و به یک مقدار بیشینه در ۲۵ $g.L^{-1}$ رسید که برابر ۵/۴۵ wt.% بود (شکل ۱). در واقع با افزایش غلظت ذرات درون الکترولیت احتمال برخورد آنها با کاتد افزایش یافته و درصد آنها در پوشش بالا می‌رود. افزایش نشست ذرات درون پوشش با افزایش غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت با مدل جذب دومرحله‌ای گاگلیلمی[1] قابل توضیح است که مرحله اول جذب یون‌های فلزی بر روی ذرات سخت است که این مرحله جذب ضعیف است و ذرات به‌صورت فیزیکی بر روی کاتد جذب می‌شوند. مرحله دوم مرحله جذب قوی است که با میدان الکتریکی همراه است که به وسیله واکنش الکتروشیمیایی، جذب قوی ذرات سرامیکی روی کاتد انجام می‌شود. در این مرحله یون‌های فلزی در کاتد تخلیه بار شده و در نتیجه ذرات در زمینه فلزی نشست می‌کنند. از این رو افزایش غلظت ذرات ZrO_2 در الکترولیت می‌تواند کمیت ذرات ZrO_2 جذب شده ضعیف بر روی سطح کاتد را افزایش داده که منجر به افزایش یکنواخت‌سازی سطحی ذرات ZrO_2 می‌شود.

[1] Guglielmi

افزایش یکنواخت سازی سطحی ذرات منجر به افزایش مقدار نشست ذرات ZrO_2 در پوشش می‌شود [۲۰].

از طرفی رابطه بین مقدار ذرات در الکترولیت و مقدار ذرات در پوشش به رقابت بین دو پارامتر بستگی دارد. اولین پارامتر، احتمال دریافت ذرات در سطح نمونه است و پارامتر دوم احتمال تماس بین ذرات در الکترولیت و آگلومراسیون ذرات سرامیکی است. با افزایش مقدار ذرات ZrO_2 در الکترولیت تا ۲۵ $g.L^{-1}$، اولین پارامتر بر دومین پارامتر غلبه می‌کند و مقدار ذرات رسوبی در پوشش افزایش می‌یابد [۲۱].

اما این تأثیر در مورد نشست ذرات CeO_2 در پوشش به گونه دیگری است. حضور بیشتر ذرات ZrO_2 در الکترولیت کاهش تدریجی ذرات CeO_2 موجود در پوشش را در پی دارد، به طوری که در غلظت ۲۵ $g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2 مقدار ذرات CeO_2 در پوشش به کمترین مقدار خود یعنی wt.% ۱۹/۹۳ می‌رسد (شکل ۲). تفاوت در میزان رسوب ذرات ZrO_2 و CeO_2 هم رسوب شده در پوشش می‌تواند به دلیل تفاوت در اکتیویته ذرات، خواص سطحی آنها و اثر متقابل‌شان با یون‌ها در حمام آبکاری باشد [۲۲]. همچنین تفاوت وزن و اندازه ذرات موجب می‌شود تا برای حرکت ذرات به سمت کاتد نیروی هیدرواستاتیکی متفاوتی لازم باشد که سبب متفاوت بودن احتمال رسیدن ذرات به سطح کاتد و نشست آنها می‌شود [۲۳].

تأثیر غلظت ذرات ZrO_2 روی مورفولوژی پوشش‌های کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ بدین‌صورت است که با افزایش غلظت ذرات ZrO_2 درالکترولیت تا مقدار ۲۵ $g.L^{-1}$ میزان نشست ذرات ZrO_2 در پوشش افزایش می‌یابد و در

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

غلظت $g.L^{-1}$ ۲۵ سطحی صاف و یکنواخت با بیش‌ترین میزان نشست ذرات ZrO_2 حاصل می‌شود (شکل ۳).

غلظت ذرات و دانسیته جریان دو فاکتور اساسی در مقدار همرسوبی ذرات می‌باشد [۲۴]. با افزایش مقدار ذرات در محلول، مقدار ذراتی که به سطح کاتد می‌رسند بیشتر می‌شود. فقط ذراتی که برای مدت زمان کافی به سطح کاتد می‌چسبند احتمال همرسوبی آنها بیشتر می‌باشد. بنابراین به دام افتادگی ذرات ZrO_2 در زمینه نیکل در حال رشد وابسته به نرخ ذرات ZrO_2 که به سطح کاتد می‌رسند و نرخ رسوب نیکل دارد. با افزایش محتوای ذرات ZrO_2 مقدار همرسوبی به ماکزیمم مقدار خود یا در واقع حالت تعادلی خود می‌رسد. حالت تعادلی زمانی رخ می‌دهد که تعداد ذرات ZrO_2 که رسوب می‌کنند با مقدار ذراتی که به سطح کاتد می‌رسند برابر باشد. با افزایش مقدار ذرات بیشتر از حد بهینه احتمال آگلومره شدن ذرات بیشتر می‌شود. خود ذرات آگلومره شده در برابر همرسوبی از خود مقاومت نشان می‌دهند و مانعی بر سر راه شار ذرات ZrO_2 ورودی به کاتد می‌شوند. بنابراین مقدار همرسوبی ذرات در زمینه نیکل کمتر می‌شود. تحت شرایطی که ذرات آگلومره نشوند با توجه به اینکه ظرفیت به دام انداختن فلز در حال رشد، ثابت باقی می‌ماند ممکن است بعد از اینکه غلظت معینی مقدار همرسوبی به سختی افزایش پیدا کند یا اینکه به مقدار ثابت برسد [۲۵].

تاثیر غلظت ذرات سرامیکی ZrO_2 و CeO_2 در الکترولیت بر غلظت ذرات در فلز رسوب داده شده از پدیده جذب ایزوترم لانگمیر تبعیت می‌کند [۲۶]. همرسوبی ذرات در ماتریکس نیکل کمتر می‌شود. تحت شرایطی که ذرات آگلومره نشوند با توجه به اینکه ظرفیت به دام انداختن فلز در حال رشد، ثابت باقی می‌ماند ممکن است بعد از یک غلظت معینی مقدار همرسوبی به سختی افزایش پیدا کند یا اینکه به مقدار ثابت برسد [۲۵، ۲۷]. همچنین ممکن است مقدار همرسوبی ذرات سرامیکی ZrO_2 و CeO_2 بعد از گذشت مدتی به علت آگلومره شدن ذرات کاهش پیدا کند [۲۸].

نرخ رسوب دهی رفتار مشابه‌ای با مقدار همرسوبی ذرات سرامیکی ZrO_2 و CeO_2 از خود نشان می‌دهد ولی در ذرات با ابعاد مختلف متفاوت می‌باشد که عامل آن سرعت الکتروفوز متفاوت در آنها می‌باشد [۲۵]. مطابق با گزارشات موجود هر چه اندازه ذره کوچکتر باشد همرسوبی ذرات سرامیکی مشکل‌تر می‌شود و مرحله تعیین کننده نرخ همرسوبی بوسیله فرآیند انتقال از جذب ضعیف به قوی کنترل می‌شود [۲۵، ۲۹]. همچنین مقدار همرسوبی ذرات سرامیکی کمتر می‌شود ولی آنچه که اهمیت دارد توزیع ذرات یا در واقع دانسیته عددی ذرات می‌باشد که با کاهش اندازه ذرات بیشتر می‌شود [۳۰]. همچنین با افزایش مقدار ذرات ZrO_2 در حمام آبکاری ویسکوزیته حمام آبکاری بیشتر می‌شود [۲۵]. همچنین اندازه دانه‌ها نیز تحت تاثیر توزیع و کسر حجمی ذرات قرار می‌گیرد [۳۱].

کاهش در اندازه ذرات سرامیکی ZrO_2 و CeO_2 تاثیر مثبتی روی چسبندگی پوشش دارد و منجر به کاهش در همرسوبی ذرات در زمینه فلزی می‌شود [۲۸].

در صورت مشاهده توزیع ذرات حبس شده در پوشش، تعداد ذرات بزرگتر در پوشش کمتر می‌باشد که عامل آن مشکل‌تر بودن حبس ذرات بزرگتر می‌باشد. در صورت حبس شدن ذرات در پوشش، می‌بایستی ذره در مقابل

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

نیروهای جدا کننده از خود مقاومت نشان دهد. هـر چـه ذره کوچکتر باشد نیروی جدا کننده خارجی کمتر می‌باشد و بهتر حبس می‌شود و منجر به همرسوبی بیشتر ذرات می‌شود کـه می‌تواند دلیلی بر این باشد که در صـورت اسـتفاده از مقـدار ذرات بیشتر در حمام مقدار همرسوبی کمتر می‌شـود. امـا بـا کوچکتر شدن بیشتر ذرات همرسوبی آنها مشکل‌تر می‌شـود که علت آن هنوز ناشناخته می‌باشد [۲۹].

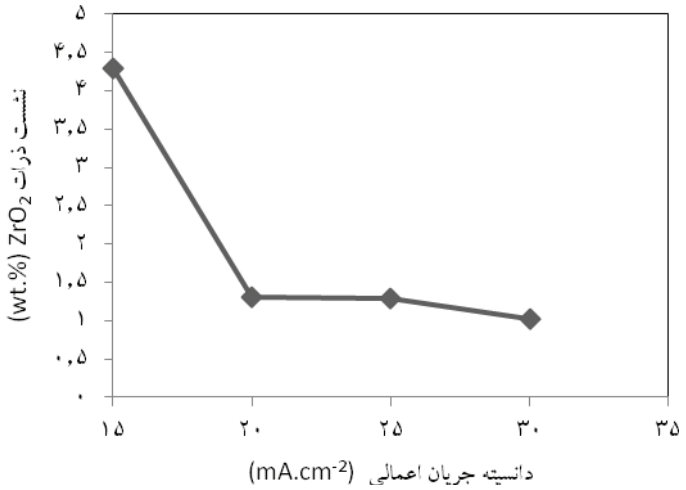
بنابراین هرچه ذرات ZrO_2 بیشتر آگلومره شوند تعـداد ذرات موثر کاهش می‌یابد و بنابراین تعداد ذرات همرسـوبی ZrO_2 و CeO_2 در لایه رسوب کاهش می‌یابد. هر چه ذرات مـوثر بیشتر باشند مقدار همرسوبی بیشتر می‌باشد [۲۹].

۳-۲- تأثیر دانسیته جریان بر نشـــست و میکروساختار

شکل ۵ مقـدار نشـست ذرات ZrO_2 را بـه صـورت تـابعی از دانسیته جریان اعمالی در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم $g.L^{-1}$ ۱۰ و pH برابر ۳ را نشان می‌دهد. با افزایش دانسیته جریـان از ۱۵ تا $۳۰mA.cm^{-2}$ مقدار نشست ذرات کاهش مـی‌یابـد و حداکثر مقدار نشست در دانسیته جریـان $۱۵\ mA.cm^{-2}$ روی می‌دهد، کـه برابـر ۴/۲۹ wt.% اسـت و در دانـسیته جریـان $۳۰mA.cm^{-2}$ میزان نشست به کمترین مقدار خود می‌رسد.

شکل ۶ تأثیر دانسیته جریان اعمالی را بر مقدار نشست ذرات CeO_2 در غلظت ذرات اکـسید زیرکونیـوم $۱۰\ g.L^{-1}$ و pH برابر ۳ نشان می‌دهد. طبق شکل مشاهده می‌شـود کـه بـا افزایش دانسیته جریان از ۱۵ تا $۳۰mA.cm^{-2}$ مقدار نشست ذرات CeO_2 کاهش مـی‌یابـد و حـداکثر مقـدار نشـست در دانسیته جریـان $۱۵\ mA.cm^{-2}$ بدسـت مـی‌آیـد، کـه برابـر ۲۲/۹۲wt.% اسـت و در دانـسیته جریـان $۳۰\ mA.cm^{-2}$ میزان نشست به کمترین مقدار خود می‌رسد.

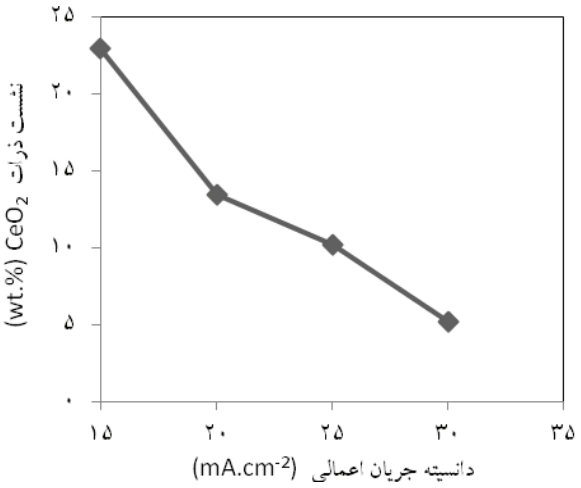
جدول ۵ میزان نشست اجزای پوشـش کـامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 را در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم $۱۰g.L^{-1}$ و pH برابر ۳ به صورت تـابعی از دانـسیته جریـان اعمـالی نشان می‌دهد.



شکل ۵- مقدار نشست ذرات ZrO_2 تابعی از دانسیته جریان اعمالی در غلظت $۱۰\ g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2 و pH=۳.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]



شکل ۶- مقدار نشست ذرات CeO_2 تابعی از دانسیته جریان اعمالی در غلظت $10 g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2 و pH= ۳.

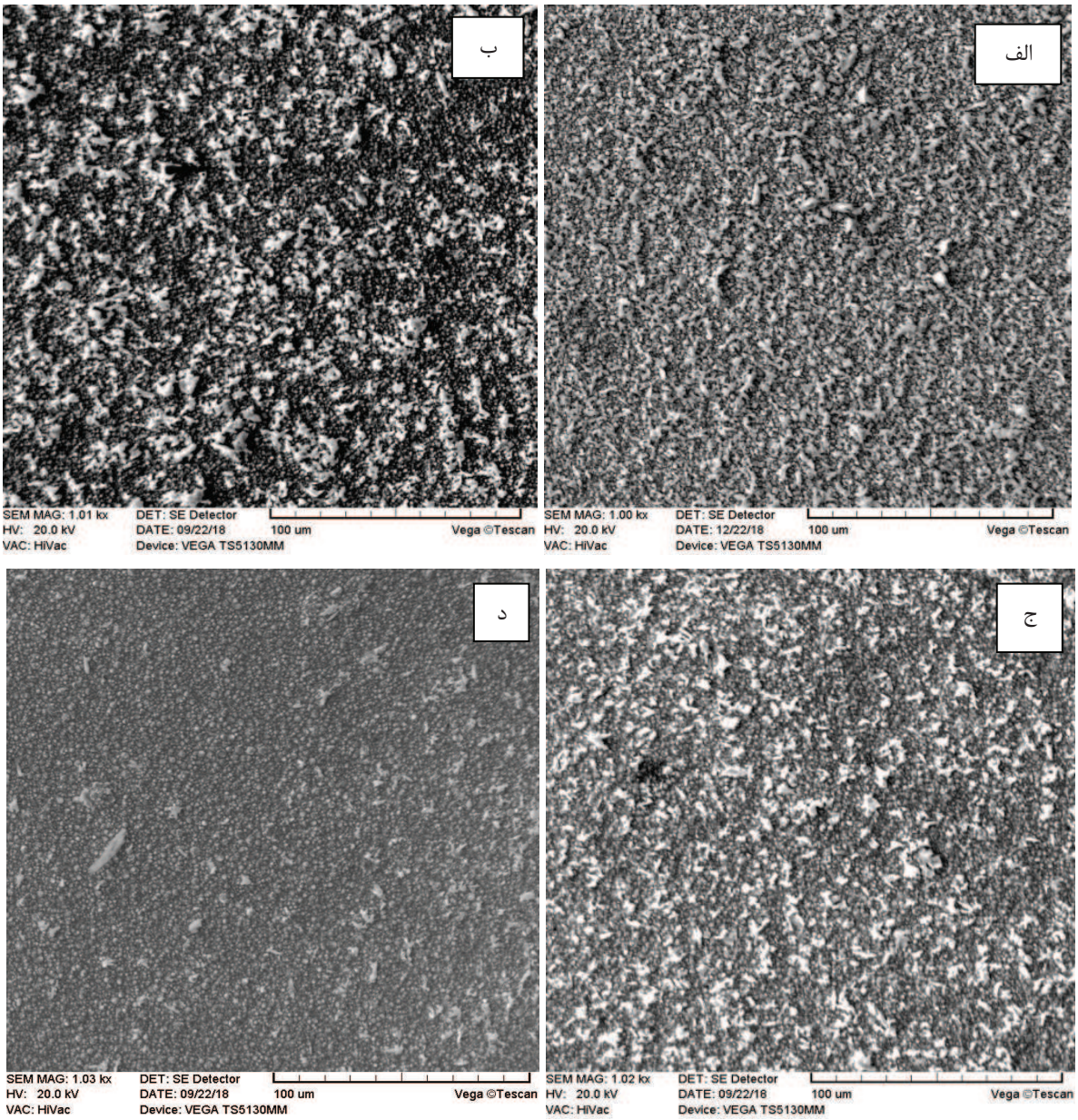
جدول ۵- میزان نشست اجزای پوشش کامپوزیتی $Ni-Co-CeO_2-ZrO_2$ به صورت تابعی از دانسیته جریان اعمالی

دانسیته جریان ($mA.cm^{-2}$)	Ni (wt.%)	Co (wt.%)	CeO_2 (wt.%)	ZrO_2 (wt.%)
۱۵	۵۶/۵۳	۱۳/۹۹	۲۲/۹۲	۴/۲۹
۲۰	۶۷/۵۸	۱۵/۳۵	۱۳/۴۷	۱/۳۱
۲۵	۶۹/۶۲	۱۶/۲۶	۱۰/۱۹	۱/۲۹
۳۰	۷۴/۴۴	۱۷/۲۳	۵/۱۹	۱/۰۲

شکل ۷ مورفولوژی سطح پوشش $Ni-Co-CeO_2-ZrO_2$ رسوب داده شده تحت دانسیته جریان‌های $15mA.cm^{-2}$ (شکل ۷-الف)، $20mA.cm^{-2}$ (شکل ۷-ب)، $25mA.cm^{-2}$ (شکل ۷-ج) و $30mA.cm^{-2}$ (شکل ۷-د) را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۵ و ۶، با افزایش دانسیته جریان میزان نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کاهش می‌یابد. در دانسیته جریان $15 mA.cm^{-2}$ مورفولوژی پوشش نسبت به سایر دانسیته جریان‌ها یکنواخت‌تر است. با افزایش دانسیته جریان اعمالی میزان نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 کاهش می‌یابد (شکل‌های ۵ و ۶). بیشینه مقدار نشست ذرات در دانسیته جریان $15 mA.cm^{-2}$ رخ داده است که بیشینه مقدار نشست ذرات ZrO_2 برابر ۴/۲۹ wt.% و بیشینه مقدار نشست ذرات CeO_2 برابر ۲۲/۹۲ wt.% است. بیشینه بودن مقدار نشست ذرات در دانسیته جریان $15 mA.cm^{-2}$ ناشی از بیشتر بودن تمایل ذرات جذب شده برای رسیدن به سطح کاتد است. با افزایش دانسیته جریان و در دانسیته‌های بیشتر از $15 mA.cm^{-2}$ حرکت یون‌های فلزی به سطح کاتد سریع‌تر از ذرات جذب شده است و نشست ذرات افزایش پیدا نمی‌کند. از طرفی افزایش دانسیته جریان باعث می‌شود تا آزادسازی هیدروژن روی سطح کاتد به مقدار قابل توجهی افزایش پیدا کند، که این امر سبب تشکیل حباب‌های هیدروژن خواهد شد. این حباب‌های ایجاد شده از رسوب

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

ذرات روی سطح کاتد جلوگیری کرده و سبب کاهش مقدار هم‌رسوبی می‌شوند [۵،۳۲،۳۳،۳۴]. بنابراین با افزایش دانسیته جریان درصد وزنی ذرات سرامیکی ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کاهش می‌یابد و نرخ رسوب بالایی برای کاتیون‌های نیکل بدست می‌آید زیرا سرعت حرکت یون‌های نیکل از محلول به سطح کاتد بیشتر از سرعت حرکت ذرات سرامیکی است [۳۵].



شکل ۷- مورفولوژی سطح پوشش $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ رسوب داده شده تحت دانسیته جریان‌های مختلف.

الف) $mA.cm^{-2}$ ۱۵، ب) $mA.cm^{-2}$ ۲۰، ج) $mA.cm^{-2}$ ۲۵ و د) $mA.cm^{-2}$ ۳۰.

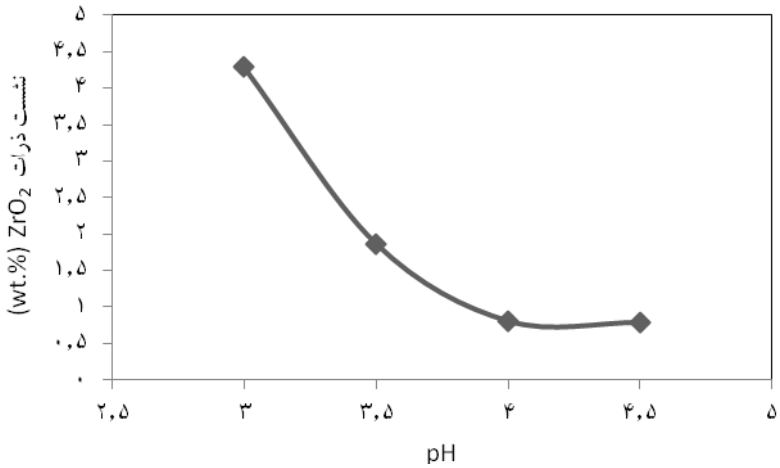
[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

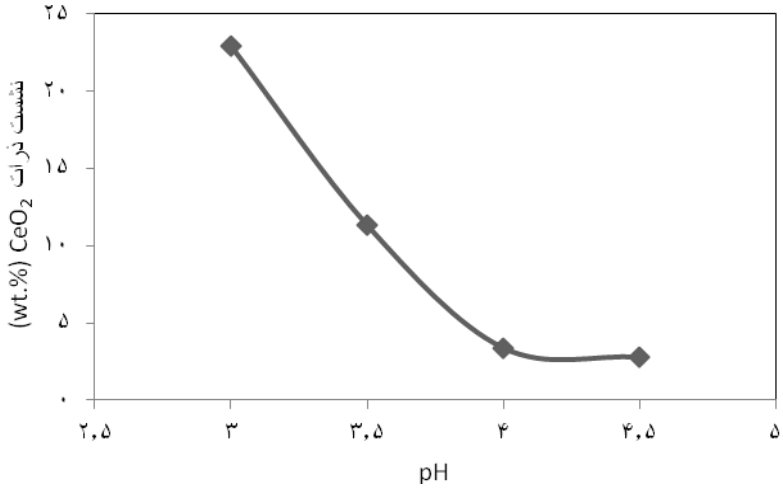
۳-۳- تـــأثیر pH بـــر روی نشـــست و میکروساختار

شـکل ۸ تـأثیر pH را روی مقـدار نشـست ذرات ZrO_2 در غلظت ذرات اکسید زیرکونیـوم $۱۰g.L^{-1}$ و دانـسیته جریـان $۱۵mA.cm^{-2}$ نشان می‌دهد. همانطور که در شکل مـشاهده می‌شود، با افزایش مقدار pH، مقدار نشـست ذرات ZrO_2 در پوشش کامپوزیتی کاهش می‌یابد. در pH برابر ۳، بیـشترین مقدار نشست ذرات بدست می‌یاید. در این pH مقدار نشست ذرات ۴/۲۹ wt.% است.

شکل ۹ تـأثیر pH را روی مقـدار نشـست ذرات CeO_2 در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم $۱۰ g.L^{-1}$ و دانـسیته جریـان $۱۵mA.cm^{-2}$ را نشان می‌دهد. با توجه به شکل، با افـزایش مقدار pH، مقدار نشست ذرات CeO_2 در پوشش کـامپوزیتی کاهش می‌یابد. در pH برابر ۳، بیشترین مقدار نشست ذرات CeO_2 روی مـی‌دهـد. در ایـن pH مقـدار نشـست ذرات ۲۲/۹۲wt.% است.



شکل ۸- تأثیر pH روی مقدار نشست ذرات ZrO_2 در غلظت $۱۰g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2 و دانسیته جریان $۱۵mA.cm^{-2}$.



شکل ۹- تأثیر pH روی مقدار نشست ذرات CeO_2 در غلظت $۱۰g.L^{-1}$ از ذرات ZrO_2 و دانسیته جریان $۱۵mA.cm^{-2}$.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

جدول ۶- میزان نشست اجزای پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ به صورت تابعی از pH

pH	Ni (wt.%)	Co (wt.%)	CeO_2 (wt.%)	ZrO_2 (wt.%)
۳	۵۶/۵۳	۱۳/۹۹	۲۲/۹۲	۴/۲۹
۳/۵	۶۵/۸۰	۱۸/۷۶	۱۱/۳۲	۱/۸۷
۴	۷۱/۴۵	۲۱/۹۵	۳/۳۶	۰/۸۱
۴/۵	۷۳/۴۷	۲۱/۰۰	۲/۷۶	۰/۷۹

جدول ۶ میزان نشست اجزای پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ را در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم $۱۰g.L^{-1}$ و دانسیته جریان $۱۵\ mA.cm^{-2}$ به‌صورت تابعی از pH نشان می‌دهد.

شکل ۱۰ مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ رسوب داده شده در شده تحت pHهای ۳ (شکل ۱۰-الف)، ۳/۵ (شکل ۱۰-ب)، ۴ (شکل ۱۰-ج) و ۴/۵ (شکل ۱۰-د) را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۸ و ۹، با افزایشpH میزان نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کاهش می‌یابد. در pH برابر ۳ سطحی صاف و یکنواخت با بیش‌ترین میزان نشست ذرات ایجاد می‌شود.

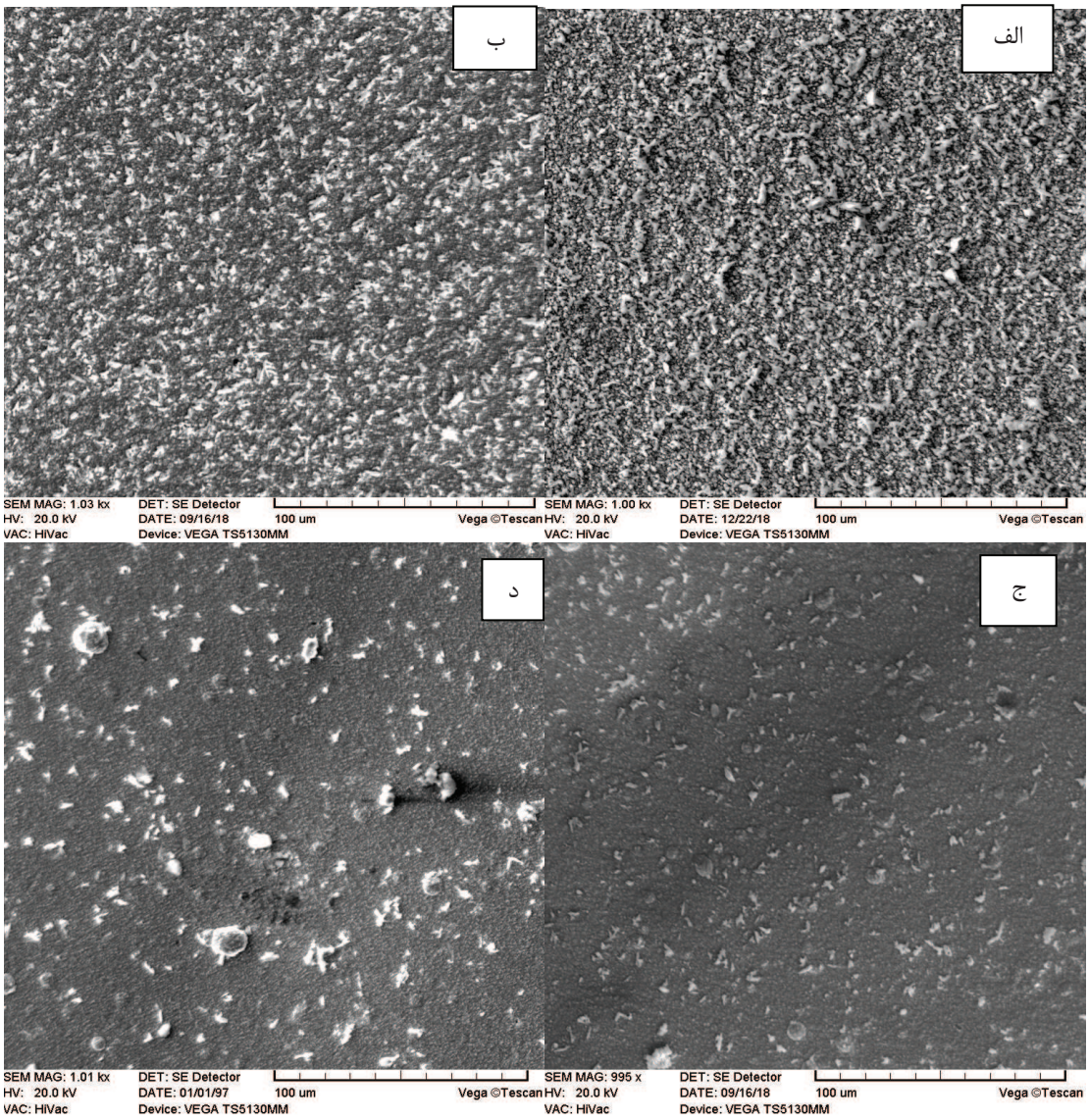
با افزایش pH از ۳ تا ۴/۵ میزان نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 کاهش می‌یابد (شکل‌های ۸ و ۹). مقدار نشست ذرات در pH=۳ بیشینه است که بیشینه مقدار نشست ذرات ZrO_2 برابر wt.% ۴/۲۹ و بیشینه مقدار نشست ذرات CeO_2 برابر wt.% ۲۲/۹۲ است. کاهش میزان نشست ذرات با افزایش pH به این دلیل است که افزایش pH باعث افزایش جذب و هم‌رسوبی ذرات نا محلول مثل هیدرات نیکل بر روی سطح کاتد می‌شود. این ذرات نامحلول هم مکان‌های جوانه‌زنی را اشغال می‌کنند و هم از رشد کریستال جلوگیری خواهندکرد. به همین دلیل با افزایش pH، میزان نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کاهش یافته و در برخی از نقاط ذرات اگلومره شده‌اند [۳۶]. پتانسیل زتا که پتانسیل الکتریکی بین سطح ذره جامد و محلول الکترولیت می‌باشد، بیانگر برخورد ذرات بوده و معیاری برای سوسپانسیون می‌باشد [۳۷]. اگر پتانسیل زتا خیلی منفی و یا مثبت باشد ذرات تمایل به دفع یکدیگر داشته و در مقابل آگلومره شدن مقاومت می‌کنند. اگر پتانسیل زتا کم باشد و نزدیک به صفر باشد هیچ عاملی مانع نزدیک شدن ذرات به یکدیگر یا آگلومره شده ذرات نمی‌شود. مرز پایداری و ناپایداری سوسپانسیون 30mv+ و 30mv- می‌باشد. ذراتی که پتانسیل زتا آنها خیلی مثبت‌تر از 30mv+ یا خیلی منفی‌تر از 30mv- می‌باشد پایدار در نظر گرفته می‌شوند. pH مهمترین پارامتری می‌باشد که پتانسیل زتا را تحت تأثیر قرار می‌دهد. در یک pH خاصی پتانسیل زتا صفر می‌شود که نقطه ایزوالکتریک نامیده می‌شود [۳۸]. در واقع با تغییر pH محلول بار سطحی ذرات تغییر می‌کند و به طور کلی رابطه مستقیمی بین بار سطحی ذرات (پتانسیل زتا) و تحرک ذرات وجود دارد. بنابراین ذراتی که دارای بار سطحی زیاد هستند، می‌توانند در میدان الکتریکی اعمال شده در محلول با سرعت بیشتری به سمت کاتد حرکت کرده و در نتیجه بیشتر در پوشش قرار بگیرند. از طرفی

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

افزایش بار سطحی ذرات باعث افـزایش نیـروی دافعـه بـین ذرات مـی‌شـود و بـه ایـن صـورت از آگلـومره شـدن ذرات جلوگیری می‌شود [۳۹]. همان‌گونـه کـه در تـصاویر SEM دیده می‌شود محدوده انتخاب pH به گونه‌ای است که سبب می‌شود پتانسیل زتا مخالف صفر بوده و آگلومره شـدن روی ندهد.

در بررسی مورفولوژی سطح پوشش‌های کامپوزیتی Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 مشاهده می‌شـود کـه بـا افـزایش pH میـزان نشست ذرات در پوشش کاهش می‌یابـد. بهتـرین پوشـش در pH=۳ بدست آمـد و مورفولـوژی پوشـش یکنواخـت اسـت. مورفولوژی پوشش ایجاد شده در pH=۴/۵ نـسبت بـه سـایر پوشش‌ها از یکنواختی کمتری برخوردار است (شکل ۱۰).



شکل ۱۰- مورفولوژی سطح پوشش Ni-Co-CeO_2-ZrO_2 رسوب داده شده تحت pHهای مختلف.

الف) ۳، ب) ۳/۵، ج) ۴ و د) ۴/۵.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش پوشش کامپوزیتی $Ni\text{-}Co\text{-}CeO_2\text{-}ZrO_2$ با استفاده از روش آبکاری الکتریکی جریان مستقیم بر روی فولاد زنگ نزن AISI 304 ایجاد شد و نتایج زیر حاصل شد:

- با توجه به نتایج SEM بهترین پوشش در شرایط دانسیته جریان $15\ mA.cm^{-2}$، pH برابر ۳ و غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم برابر $25\ g.L^{-1}$ تشکیل شد.
- با افزایش غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم در الکترولیت، در pH برابر ۳ و تحت دانسیته جریان $15\ mA.cm^{-2}$، مقدار نشست ذرات ZrO_2 افزایش و مقدار نشست ذرات CeO_2 در پوشش کامپوزیتی کاهش یافت که بیشترین مقدار نشست ذرات ZrO_2 در غلظت ذرات $25\ g.L^{-1}$ و بیشینه مقدار نشست ذرات CeO_2 در غلظت ذرات $5g.L^{-1}$ بود.
- با افزایش دانسیته جریان در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم برابر $10\ g.L^{-1}$ و pH برابر ۳، مقدار نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کامپوزیتی کاهش یافت و بیشترین مقدار نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در دانسیته جریان $15\ mA.cm^{-2}$ بود.
- با افزایش مقدار pH در غلظت ذرات اکسید زیرکونیوم برابر $10\ g.L^{-1}$ و دانسیته جریان $15\ mA.cm^{-2}$، مقدار نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در پوشش کامپوزیتی کاهش یافت و بیشترین مقدار نشست ذرات ZrO_2 و CeO_2 در pH برابر ۳ بود.

مراجع

[1] Hu, F., Chan, K. C., Deposition behavior and morphology of Ni-SiC electro-composites under triangular wave form, Applied surface science, 2005, Vol.243, 251-258.

[2] Borkar, T., electrodepodition of nickle composite coatings, Bachelor of Engineering in Mechanical Engineering, Mumbai University Mumbai, Maharashtra, India, 2007.

[3] Jiang, Y., Xu, Y., Feng, G. and Yao, H., (2016)." High-frequency pulse electro-deposition and characterization of Ni–Co/ZrO_2 nanocomposite coatings" Journal of Materials Science: Materials in Electronics, Vol 27, 8, 8169-8176.

[4] Zeng, Y. B. , Qu, N. S., Hu, X. Y., Preparation and Characterization of Electrodeposited Ni-CeO_2 Nano-composite Coatings with High Current Density, International journal of electrochemical science ,2014, 9(12), 8145-8154 .

[5] Yang, X. Y., Xue, Y. J., Yang, F., Liu, C.Y., Li, J. S., Preparation of Ni-ZrO_2-CeO_2 Nanocomposite Coatings by Pulse Electrodeposition, Applied Mechanics and Materials, 2013, Vols. 395-396, 174-178.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

[6] Qu, N. S., Hu, X. Y., Qian, W. H., Zhu, Z. W., Enhancement of microhardness and wear resistance of Ni–CeO_2 nanocomposite, Surface Engineering, 2014, VOL 30, 159-164.

[7] Kumar, K. A., Mohan, P., Kalaignan, G. P., Muralidharan, V. S., Electro-deposition and characterization of Ni-ZrO_2 nanocomposites by direct and pulse current methods. Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2012, Vol. 12, 8364–8371.

[8] Li, S., Ju, P., Zhang, Y., Zhang, X., Zhao, X., Tang, Y., Zuo, Y. and Pu, L., Effect of Bath ZrO_2 Concentration on the Properties of Ni-Co/ZrO_2 Coatings Obtained by Electrodeposition, International Journal of Electrochemical Science, 2018, 13 ,7688-7695.

[9] Tian, L., Xu, J., Xiao, S., The influence of pH and bath composition on the properties of Ni–Co coatings synthesized by electrodeposition, Vacuum, 2011, 86, 1, 27-33.

[۱۰] قاجاری، م .ا .، اله کرم، س.ر .و مهدوی، س.، مشخصه‌یابی و مطالعه رفتار سایشی پوشش‌های کبالت و نانو کامپوزیتی Co/ZrO_2 تولید شده به روش آبکاری الکتریکی پالسی، دومین همایش بین‌المللی و هفتمین همایش مشترک انجمن مهندسی متالورژی ایران و انجمن ریخته‌گری ایران، ۱۳۹۲.

[11] Wang, Y., Tay, S.L., Wei, Sh., Xiong, Ch., Shakoor, R.A., Kahraman, R., Microstructure and properties of sol-enhanced Ni-Co-TiO_2 nano-composite coatings on mild steel, Journal of Alloys and Compounds, 2015,649, 222-228.

[12] Chen, L., Wqng, L., Zeng, Zh., Zhang, J., Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni–Al_2O_3 composite coatings, Materials Science and Engineering, 2006, 434, 319-325.

[13] Wang, Y., Shu, X., Gao, W., Micro-structure and properties of Ni Co TiO_2 composite coatings fabricated by electroplating, International Journal of Modern Physics B, 2015, 29, 7.

[14] Yu, H., Photocatalytic Activity of TiO2 Thin Film Non-Uniformly Doped by Ni. Materials Chemistry and Physics, 2006, 97(1), 59-63.

[15] Shivakumara, S. Influence of Additives on Electrodeposition of Bright Zn-Ni

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

Alloy on Mild Steel From Acid Sulphate Bath. Bulletin of Materials Science, 2007, 30, 455-462.

[16] Chang, L., Chen, C. H. , Fang, H., Electrodeposition of Ni-P Alloys From a Sulfamte Electrolyte Relationship Between Bath pH and Structural Characterristics. Journal of The Elctrochemical Socitey, 2008, 155(1),.

[17] Gadhari, P. and Sahoo, P., Optimization of Coating Process Parameters to Improve Microhardness of Ni-P-TiO_2 Composite. Coatings Materials Today Proceedings, 2015, Vol 2, 2367-2374.

[18] Tamilarasan, T. ,Effect of Surfactants on The Coating Properties and Corrosion Behaviour of Ni–P–Nano-TiO_2 Coatings. Surface and Coatings Technology. 2015, Vol 276, 320-326.

[19] Lee, E. C., J Wch. ,Study on The Mechanism of Formation of Electro-deposited Ni-diamond Coatings, Surface and Coating Technology, 2001, 148(2-3), 234-240.

[20] Guglielmi, N., Kinetics of the deposition of inert particles from electrolytic baths, Journal of Electrochemical Society, 1972, Vol.119, 1009-1012.

[21] Arghavanian, R., Parvini Ahmadi, N., Electrodeposition of Ni-ZrO_2 composite coatings and evaluation of particle distribution and corrosion resistance, Surface Engineering, 2011, 27(9), 649-654.

[22] Borkar, T., Harimkar, S. P., Effect of electrodeposition conditions and reinforcement content on microstructure and tribological properties of nickel composite coatings, Surface and Coatings Technology, 2011, 205, 4124-4134.

[23] Alizadeh, M., Mirak, M., Salahinejad, E., Ghaffari, M., Amini, R., Roosta, A., Structural characterization of electro-codeposited Ni-Al_2O_3-SiC nano-composite coatings, Journal of Alloys and Compounds, 2014, 611,161-166.

[24] SHIVAKUMARA, S., ARTHOBA NAIK, Y., MANOHAR, U. and VENKATESHA, T. V., Influence of additives on electrodeposition of bright Zn–Ni alloy on Bull, Mater. Sci. 30(5), 445-462.

[25] Lee, H. K., Lee, H.-Y. and Jeon, J.-M., Codeposition of micro- and nano-sized SiC particles in the nickel matrix composite coatings obtained by

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

electroplating, Surface and Coatings Technology, 2007. 201(8), 4711-4717.

[26] Low, C.T.J., Wills, R.G.A., and Walsh F.C., Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit, Surface and Coatings Technology, 2006. 201(1-2), 371-383.

[27] Haq, I.U., et al., Electrodeposition of Ni–Fe_2O_3 nanocomposite coating on steel, Surface and Coatings Technology, 2013. 235, 691-698.

[28] Baghery, P., et al., Ni–TiO_2 nano-composite coating with high resistance to corrosion and wear, Surface and Coatings Technology, 2010. 204(23), 3804-3810.

[29] Ger, M. D., Electrochemical deposition of nickel/SiC composites in the presence of surfactants, Materials Chemistry and Physics, 2004. 87(1), 67-74.

[30] Zimmerman, A. F., Clark, D. G., Aust, K. T., Erb, U., Pulse electrodeposition of Ni–SiC nanocomposite. materials letters, 2002, 52, 85-90.

[31] Hu, F. and Chan K.C., Deposition behaviour and morphology of Ni–SiC electro-composites under triangular waveform, Applied Surface Science, 2005. 243(1-4), 251-258.

[32] Wonbaek, K., Rolf, W., Pulse plating effects in nickel electrodeposition, Surface and Coatings Technology, 1989, vol 38, 289-298.

[33] Zheng, H.y., An, M.Z., Lu, J. F., Surface characterization of the Zn–Ni–Al_2O_3 nanocomposite coating fabricated under ultrasound condition, Applied Surface Science, 2008, Vol. 254, 1644-1650.

[34] Shi, L., Sun, C., Gao, P., Zhou, F., Liu, W., Mechanical properties and wear and corrosion resistance of electrodeposited Ni-Co/SiC nanocomposite coating, Applied Surface Science, 2006, 252, 3591-3599.

[35] Qu, N. S., Qian, W. H., Hu, X. Y., Zhu, Z. W., Fabrication of Ni-CeO_2 Nano-composite Coatings Synthesised via a Modified Sediment Co-Deposition Process, Int. J. Electrochem. Sci., 2013, 8, 11564 - 11577.

[36] Monshi, A., Foroughi, M. R., Monshi, M. R., Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD, 2012, Vol.2 (3), 154-160.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]

[37] Chen, L., Wqng, L., Zeng, Zh., Zhang, J., Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni–Al_2O_3 composite coatings, Materials Science and Engineering, 2006. 434, 319-325.

[38] Lee, H. K., Lee, H. Y., Jeon, J. M., Codeposition of micro- and nano-sized SiC particles in thenickel matrix composite coatings obtained by electroplating, Surface and Coatings Technology, 2007. 201(8), 4711-4717.

[39] Simović, K., Mis ˇkovic-Stankovic, V.B., Kic´evic, D., Jovanic, P., Electrophoretic deposition of thin alumina films from water suspension, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2002. 209(1), 47-55.

[Downloaded from ijcse.ir on 2025-12-26]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1399.9.2.3.3]