



مهندس فرزانه شول، نویسنده  
اول مقاله، دانشگاه شهید باهنر

## تأثیر غلظت ذرات $TiO_2/Al_2O_3$ ، دانسیته جریان و pH بر

## مقدار نشست ذرات و مورفولوژی پوشش کامپوزیتی

## $TiO_2-Ni-Al_2O_3$

فرزانه شول<sup>۱\*</sup>، مرتضی زند رحیمی<sup>۱</sup>، هادی ابراهیمی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> بخش مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهید باهنر، کرمان، ایران

<sup>۲</sup> بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک و مواد، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان، ایران

**چکیده:** پوشش‌های کامپوزیتی از جمله پوشش‌هایی هستند که به لحاظ خواص مناسب نظیر مقاومت به سایش، مقاومت به اکسیداسیون و سختی مورد توجه قرار گرفته‌اند. در این تحقیق پوشش کامپوزیتی  $Ni-Al_2O_3-TiO_2$  با استفاده از تکنیک رسوب‌دهی الکتریکی به روش جریان مستقیم بر روی زیر لایه AISI 316 پوشش داده شد. برای ایجاد رسوب بهینه، پارامترهای حمام آبکاری مورد بررسی قرار گرفتند. تأثیر مقدار ذرات  $Al_2O_3/TiO_2$  (۳۰، ۴۰، ۵۰ و  $60 g/L$ )، دانسیته جریان (۳، ۴، ۵ و  $6 A/dm^2$ ) و pH (۳، ۴، ۵ و  $6$ ) 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 آنالیز EDX استفاده شد. نتایج نشان داد که با افزایش  $Al_2O_3/TiO_2$  تا مقدار  $50 g/L$  نشست افزایش پیدا کرده و از آن به بعد کاهش می‌یابد. همچنین پیوستگی پوشش نیز تا غلظت  $50 g/L$  افزایش پیدا کرد و بعد از آن یکنواختی و پیوستگی رسوب الکتروشیمیایی کاهش پیدا کرد. بررسی تأثیر دانسیته جریان و pH نیز نشان داد که با افزایش مقدار دانسیته جریان و pH به ترتیب تا  $4 A/dm^2$  و ۴ مقدار نشست افزایش پیدا کرده و از آن به بعد کاهش می‌یابد. همچنین پیوستگی پوشش با افزایش دانسیته جریان و pH تا مقادیر ذکر شده افزایش پیدا کرد.

**کلمات کلیدی:** رسوب دهی الکتریکی، میکروساختار، نیکل،  $Al_2O_3$ ،  $TiO_2$

### ۱- مقدمه

به دلیل اینکه استحکام خزشی فولاد زنگ نزن ۳۱۶ بالاتر از دیگر استیل‌های کم آلیاژ است از آن به طور گسترده‌ای برای کاربردهای دمای بالا استفاده می‌شود. محافظت در برابر اکسیداسیون در آلیاژ ۳۱۶ AISI بوسیله استقرار لایه‌های اسپینل یا کرومیا، یک فاکتور محدود کننده را برای استفاده از آلیاژ در دماهای بالاتر از  $900^\circ C$  تا  $1000^\circ C$  در اتمسفر اکسیدکننده بوجود می‌آورد [۱]. یک راهکار موثر برای افزایش مقاومت این فولاد زنگ نزن در دماهای بالا استفاده از یک لایه پوشش محافظ است.

نیکل یکی از مواد پوشش خیلی مهم است و به طور گسترده‌ای برای زمینه فلزی استفاده می‌شود. پوشش‌های کامپوزیتی زمینه نیکل شامل ذراتی مانند  $TiO_2$ ،  $Al_2O_3$ ، SiC و TiN برای مقاومت سایشی بالا، میکروسختی بالا، مقاومت به خوردگی و مقاومت به اکسیداسیون دمای بالا در مقایسه با آبکاری فلز خالص ترجیح داده می‌شود [۲]. رسوب الکتروشیمیایی نیکل برای اصلاح کردن یا بهبود خواص سطحی مثل مقاومت به خوردگی، سختی، سایش و خواص مغناطیسی استفاده می‌شود [۳]. از جمله پارامترهای آبکاری که بر روی نشست ذرات در پوشش، خواص مکانیکی و مقاومت به اکسیداسیون پوشش تأثیر می‌گذارند میزان غلظت ذرات در حمام آبکاری، دانسیته جریان اعمالی و pH محلول است.

هو و همکارانش نشان دادند که با افزایش غلظت  $Al_2O_3$  در محلول، اندازه کریستال‌ها کاهش

می‌باید. در واقع ذرات نانومتری  $Al_2O_3$  جلوی رشد کریستال‌های نیکل را می‌گیرند و نتیجه آن ریز شدن دانه است و نتایج دیگری که بدست می‌آید: ۱- افزایش تعداد جوانه‌های رسوب کرده. ۲- به تعویق انداختن رشد دانه‌های نیکل ۳- تغییر در جهت‌گیری رشد ترجیحی دانه‌ها [۴]. صادقی و همکارانش نشان دادند که با افزایش غلظت ذرات  $TiO_2$  در الکترولیت، درصد حجمی ذرات به دام افتاده در پوشش نیز افزایش می‌یابد [۵]. الله یارزاده و همکارانش تاثیر غلظت نانوذرات SiC در حمام بر روی رسوب و خواص نانوکامپوزیت Ni-W-SiC را بررسی کردند. نتایج تحقیق آنها نشان داد که افزایش غلظت نانوذرات SiC در حمام از ۲ به ۱۰ g/l، جای‌گذاری ذرات SiC در پوشش را تقریباً از ۱ به ۳٪ wt افزایش می‌دهد [۶]. گلدسته و همکارانش در سال ۲۰۱۱ رابطه بین دانسیته جریان و مقدار نانو ذرات  $TiO_2$  رسوب کرده را بررسی کردند. نتایج تحقیق آنها نشان داد که درصد وزنی نانو ذرات  $TiO_2$  در پوشش، با افزایش دانسیته جریان تا  $5 A/dm^2$  افزایش می‌یابد و بعد از این مقدار دانسیته جریان، مقدار نانو ذرات  $TiO_2$  در پوشش کاهش می‌یابد [۷]. pH مهم‌ترین پارامتری است که پتانسیل زتا را تحت تاثیر قرار می‌دهد. اکثر مواد وقتی که در آب قرار می‌گیرند دارای پتانسیل زتا می‌باشند که تحت تاثیر pH، غلظت افزودنی یا قدرت یونی محیط قرار می‌گیرد [۸]. پتانسیل زتا، پتانسیل الکتریکی بین سطح ذره جامد و محیط آبی می‌باشد [۹]. مگانو و همکارانش از پتانسیل زتا برای توزیع بار سطحی ذرات استفاده کردند و سپس پتانسیل زتا را به عنوان پارامتر مهم برای مطالعه پدیده‌ی رسوب‌گذاری قرار دادند. ساسی و همکارانش پتانسیل زتا ذرات SiC را در الکترولیت با pH متفاوت بررسی کردند و ادعا کردند که ذرات SiC با بار سطحی منفی، یون‌های  $Ni^{2+}$  را جذب خواهند کرد و قطبیت سطحی را از منفی به مثبت تغییر می‌دهند که می‌تواند غلظت ذرات SiC در پوشش‌ها را افزایش دهد [۱۰]. من و همکارانش پتانسیل زتا ذرات  $Al_2O_3$  را در سیستم سولفامات اندازه گرفتند و تایید کردند که  $Co^{2+}$ ، تمایل قوی‌تری برای جذب روی ذرات  $\alpha-Al_2O_3$  دارد و به علت واکنش قوی بین ذرات  $\alpha-Al_2O_3$  و  $Co^{2+}$ ، رسوب آنها می‌تواند در طول جای‌گذاری ذرات کامپوزیت در الکترولیت سولفامات ترویج داده شود [۱۱]. هدف از این پژوهش بررسی تاثیر غلظت ذرات  $Al_2O_3/TiO_2$  دانسیته جریان و pH بر روی میزان نشست ذرات، مورفولوژی و ساختار رسوب الکتریکی Ni- $Al_2O_3-TiO_2$  ایجاد شده بر روی فولاد زنگ نزن استنیتی AISI 316 بود.

## ۲- مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از فولاد زنگ نزن استنیتی AISI 316 با ترکیب شیمیایی ۱۶/۶٪ کرم، ۱۸۷٪ منگنز، ۲/۰۴٪ مولیبدن، ۰/۰۷٪ کربن، ۱۰/۹٪ نیکل و بقیه آهن به عنوان زیر لایه استفاده شد. برای انجام آبکاری الکتریکی از فولاد AISI 316 قطعاتی به ابعاد  $10mm \times 10mm \times 2mm$  تهیه شد. در مرحله بعد نمونه‌ها با کاغذ سنباده SiC تا شماره ۲۵۰۰ پولیش داده شدند. سپس در محلول آب و صابون و سپس در استون با دستگاه آلتراسونیک به مدت ۱۰ دقیقه چربیگیری شدند. سپس وزن نمونه‌ها با ترازوی دیجیتال با دقت  $0.0001 g$  اندازه‌گیری شده و تغییرات وزن نمونه‌ها بر حسب  $mg.cm^{-2}$  محاسبه شد. برای آماده سازی سطح، نمونه‌ها در محلول اسید سولفوریک ۱۰٪ به مدت ۹۰ ثانیه اچ شدند. سپس نمونه‌ها بلافاصله در حمام آبکاری قرار داده شدند. برای تنظیم pH حمام از اسید سولفوریک و سدیم هیدروکسید استفاده شد. تمامی آزمایشات در ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول الکترولیت انجام شد. برای پوشش دهی از یک صفحه نیکل خالص با ابعاد  $20mm \times 20mm$  به عنوان آند استفاده شد که به قطب مثبت متصل شد. بعد از انجام پوشش دهی الکترودهای کاری با آب دو بار تقطیر شسته شدند و سپس در هوا خشک شدند. بعد از انجام آبکاری نمونه‌ها با آب مقطر شسته شدند و سپس وزن نمونه‌ها با ترازوی دیجیتال با دقت  $0.0001 g$  اندازه‌گیری شد. تغییرات وزن نمونه‌ها بر حسب  $mg.cm^{-2}$  محاسبه شد. جدول ۱ شرایط ثابت حمام پوشش دهی را نشان می‌دهد. سایر پارامترها به عنوان متغیرهای فرآیند در نظر گرفته شدند.

ترکیب حمام جهت ایجاد پوشش کامپوزیتی Ni- $Al_2O_3-TiO_2$  در جدول ۱ ارائه شده است. سورفکتانت سدیم دو دسیل سولفامات (SDS) به عنوان عامل ترکننده در فرایند پوشش دهی Ni- $Al_2O_3-TiO_2$  استفاده گردید. نمونه‌ها با غلظت‌های مختلف ذرات اکسیدی ( $30, 40, 50, 60 g/l$ )، دانسیته جریان کاتدی ( $3, 4, 5, 6 A/dm^2$ ) و pH ( $3, 3.5, 4, 4.5$ ) در حمام واتس آبکاری شدند. بررسی مورفولوژی سطح نمونه‌های پوشش داده شده با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) (Cam scan MV 2300) همراه با میکرو آنالیز (EDX) انجام شد.

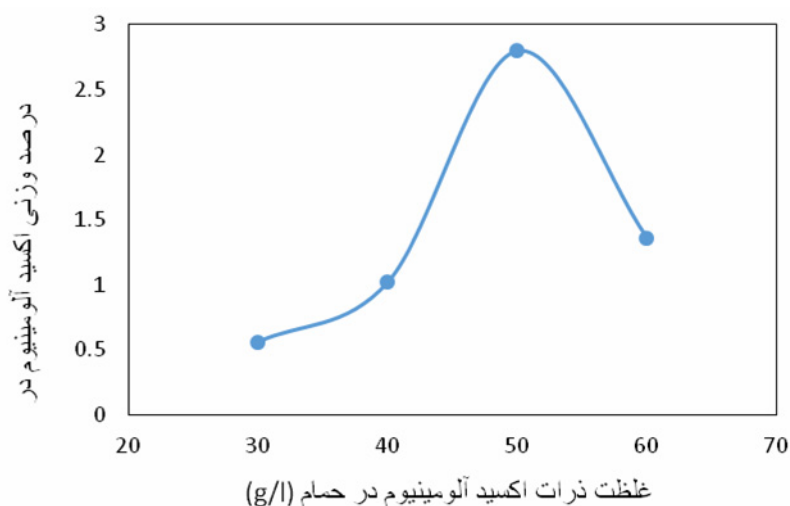
جدول ۱- ترکیب و شرایط حمام برای رسوب الکترو شیمیایی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ 

| Coating mixtures                          |                    | parameters/materials Electrodeposition |                                |
|-------------------------------------------|--------------------|----------------------------------------|--------------------------------|
| $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 280.00 g/L         | Current density                        | 3, 4, 5, 6 $\text{dA.cm}^{-2}$ |
| $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 42.00 g/L          | pH                                     | 3, 3.5, 4, 4.5                 |
| $\text{H}_3\text{BO}_3$                   | 32.00 g/L          | Plating time                           | 15 min                         |
| $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$      | 30, 40, 50, 60 g/L | Plating temperature                    | $40 \pm 5^\circ\text{C}$       |
| SDS                                       | 0.25 g/L           | Cathode                                | AISI 316 stainless steel       |
| Saccharin                                 | 1.00 g/L           | Anode                                  | Nickel plate                   |

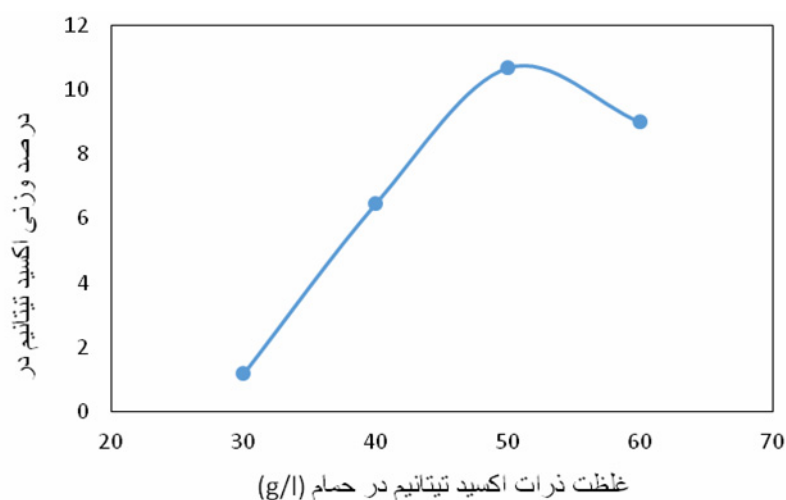
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- اثر غلظت ذرات $\text{TiO}_2$ و $\text{Al}_2\text{O}_3$ در حمام آبکاری بر مقدار ذرات در پوشش

شکل ۱ و ۲ اثر غلظت ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم حمام را بر درصد وزنی ذرات در پوشش، تحت شرایط  $\text{pH}=4$  و دانسیته جریان  $5 \text{ A/dm}^2$  نشان می‌دهد. با افزایش غلظت ذرات از ۳۰ تا ۵۰ g/l، درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در پوشش به ترتیب به  $2/8$  و  $10/7$  درصد وزنی می‌رسد. با افزایش بیشتر غلظت ذرات در حمام تا ۶۰ g/l، درصد وزنی ذرات در پوشش کاهش می‌یابد.



شکل ۱- تاثیر غلظت ذرات اکسید آلومینیوم حمام بر درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم پوشش

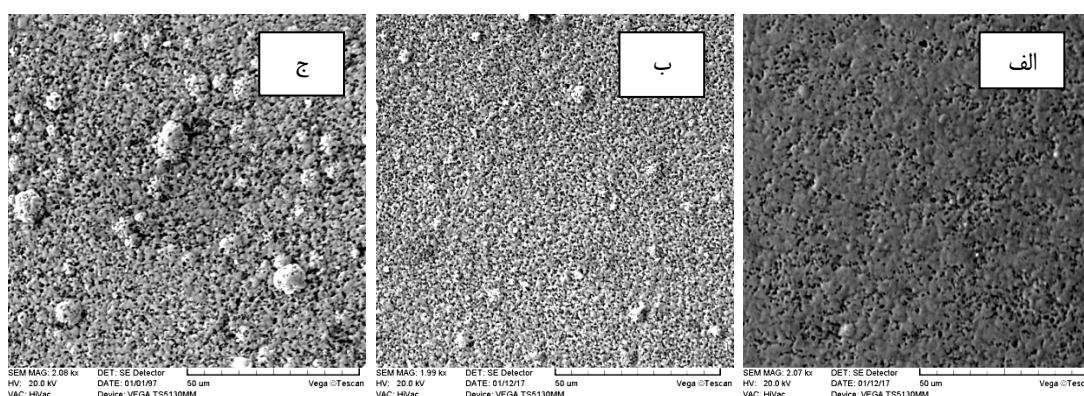


شکل ۲- تاثیر غلظت ذرات اکسید تیتانیوم حمام بر درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم پوشش

شکل ۳ مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  را در غلظت‌های مختلف ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  نشان می‌دهد. پوشش ایجاد شده در حمام با غلظت  $40 \text{ g/l}$  غیر یکنواخت بوده و در برخی از قسمت‌های آن حفره دیده می‌شود (شکل ۳-الف). با افزایش مقدار ذرات اکسیدی در حمام ( $50 \text{ g/l}$ ) رسوب الکتروشیمیایی ایجاد شده یکنواخت تر شده و اندازه دانه کاهش بیشتری دارد. با افزایش بیشتر ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در حمام آبکاری تمایل به آگلومره شدن ذرات افزایش می‌یابد. در حمام با مقدار ذرات اکسیدی  $60 \text{ g/l}$  پوشش غیر یکنواخت شده و برخی از قسمت‌ها پوشش آگلومره شده است.

ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم با جذب یون‌های نیکل به صورت مثبت باردار شده و می‌توانند در حین فرایند آبکاری به همراه نیکل رسوب یابند. از این رو، میزان یون‌های  $\text{Ni}^{2+}$  جذب شده بر روی سطح ذرات با افزایش در میزان ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در حمام، افزایش می‌یابد. با کمک میدان الکتریکی، ذرات به همراه یون‌های نیکل به سمت سطح کاتد حرکت کرده در آنجا یون‌های  $\text{Ni}^{2+}$  جذب شده دشارژ شده، در نتیجه بر روی سطح کاتد رسوب کرده و منجر به حبس ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در پوشش می‌شود. به عبارت دیگر با افزایش ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در الکترولیت، سرعت جذب ذرات افزایش یافته و در نتیجه منجر به هم رسوبی بیشتر ذرات اکسیدی خواهد شد [۵]. اگر مقدار ذرات در حمام آبکاری بیش از حد افزایش یابد ( $60 \text{ g/L}$ ) تمایل آنها به آگلومره شدن افزایش می‌یابد. علت آگلومره شدن ذرات در داخل حمام انرژی بین ذرات است، وقتی دو ذره در حمام آبکاری نزدیک هم قرار بگیرند اگر انرژی جاذبه بین آنها بیشتر باشد ذرات به هم می‌چسبند و آگلومره می‌شوند. ذرات آگلومره سبب زبری سطح و پوخته پوخته شدن سطح می‌شوند [۴].

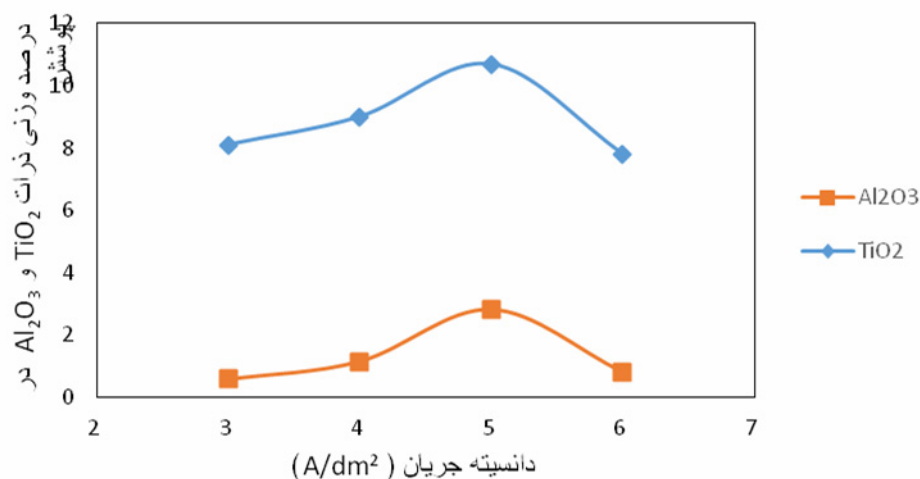
با افزایش غلظت ذرات درون حمام آبکاری احتمال برخورد آن‌ها با کاتد افزایش می‌یابد و درصد آن در پوشش بالا می‌رود. در حمام حاوی مقدار کم ذرات اکسیدی، تعداد یون‌های نیکل که بر روی ذرات جذب می‌شوند کم بوده که منجر به هم‌رسوبی کم ذرات اکسیدی می‌شود. در صورتی که مقدار ذرات درون حمام آبکاری بیش از حد زیاد شود، نیکل موجود در محلول نمی‌تواند تمامی ذرات را پوشش دهد که منجر به هم رسوبی کم ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  می‌شود



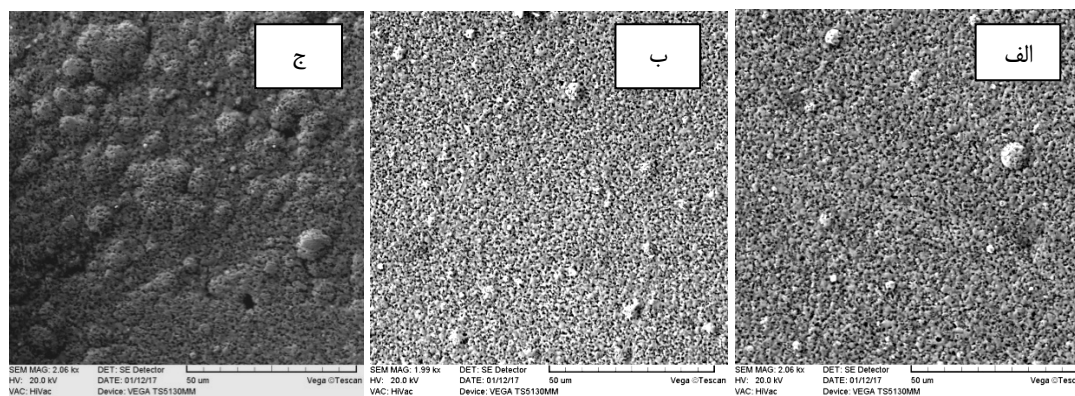
شکل ۳- مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  را در غلظت‌های مختلف ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .  
(الف)  $40 \text{ g/l}$  (ب)  $50 \text{ g/l}$  (ج)  $60 \text{ g/l}$

### ۳-۲- تاثیر دانسیته جریان بر نشست ذرات $\text{TiO}_2$ و $\text{Al}_2\text{O}_3$

شکل ۴ تاثیر دانسیته جریان بر درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در پوشش تحت شرایط  $\text{pH}=4$  و غلظت ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم،  $50 \text{ g/l}$  در حمام آبکاری را نشان می‌دهد. با افزایش دانسیته جریان تا  $5 \text{ A/dm}^2$  درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در پوشش به ترتیب به  $2/8$  و  $10/7$  درصد وزنی می‌رسد. اما با افزایش بیشتر دانسیته جریان، درصد وزنی ذرات در پوشش کاهش می‌یابد. مورفولوژی پوشش کامپوزیتی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  ایجاد شده تحت دانسیته جریان‌های ۴، ۵ و  $6 \text{ A/dm}^2$  در شکل ۵ نشان داده شده است. با افزایش دانسیته جریان، اندازه دانه‌ها کاهش می‌یابد. شکل ۵-الف نمونه‌ای را نشان می‌دهد که تحت دانسیته جریان  $4 \text{ A/dm}^2$  پوشش داده شده است. پوشش ایجاد شده غیر یکنواخت و در برخی از قسمت‌های آن حفره دیده می‌شود. با افزایش دانسیته جریان به مقدار  $5 \text{ A/dm}^2$  پوشش یکنواخت تر شده و اندازه دانه کاهش بیشتری دارد. در دانسیته جریان  $6 \text{ A/dm}^2$  پوشش غیر یکنواخت و برخی از قسمت‌های نمونه پوشش آگلومره شده است.



شکل ۴- تاثیر دانشیه جریان بر درصد وزنی ذرات  $TiO_2$  و  $Al_2O_3$  پوشش



شکل ۵- مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی  $Ni-Al_2O_3-TiO_2$  را در دانشیه‌های مختلف ذرات.

الف)  $4 A/dm^2$  ب)  $5 A/dm^2$  ج)  $6 A/dm^2$

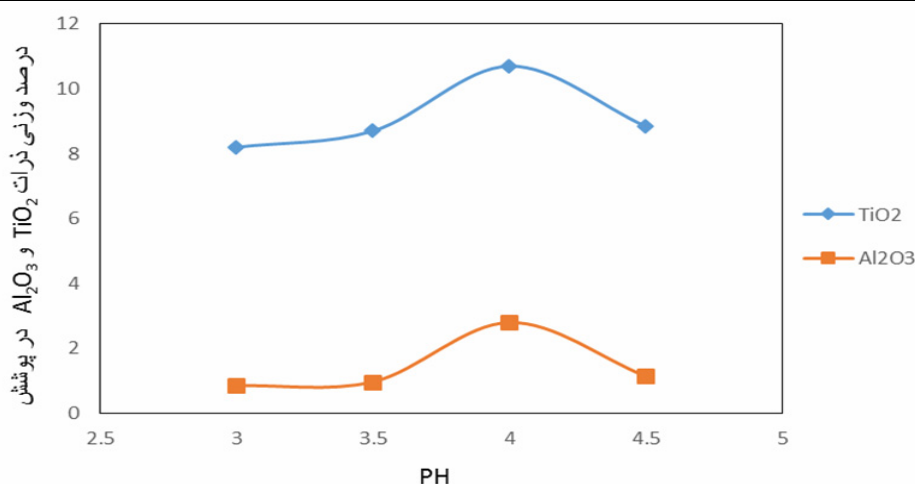
دو مکانیزم برای تاثیر دانشیه جریان بر غلظت ذرات رسوب کرده در پوشش‌های کامپوزیتی گزارش شده است: ۱- گاکلیمی<sup>۱</sup> پیشنهاد کرد که در مرحله اول ذرات به طور ضعیف روی کاتد بوسیله نیروی واندروالس جذب می‌شوند و در مرحله دوم ذرات به طور قوی روی کاتد بوسیله نیروی کلمبی جذب می‌شوند و در نهایت همراه با فلزات رسوب کرده دفن می‌شوند. ۲- کوروزاکی پیشنهاد کرد که در مرحله اول ذرات به لایه دوگانه هلمهولتز بوسیله تلاطم مکانیکی منتقل می‌شوند و در مرحله دوم ذرات در شیب پتانسیلی بالایی به سطح کاتد بوسیله نیروی الکترواستاتیکی منتقل می‌شوند و در مرحله سوم ذرات روی سطح کاتد بوسیله نیروی کلمبی که بین ذرات و یون‌های جذب شده وجود دارد، جذب می‌شوند و بوسیله فلزات رسوب کرده دفن می‌شوند [۱۲]. با افزایش مقدار دانشیه جریان تمایل برای جذب ذرات پس از رسیدن به سطح کاتد افزایش می‌یابد. در دانشیه جریان‌های بالا چون احیای یون‌های نیکل تحت کنترل انتقال جرم بوده و حرکت یون‌های آزاد نیکل خیلی سریع‌تر از یون‌های نیکل محصور کننده ذرات است، از این رو یون‌های محصور کننده ذرات شانس کمتری برای رسیدن به سطح کاتد دارند. به عبارت دیگر یون‌های آزاد خیلی سریع‌تر به سطح کاتد می‌رسند و نشست می‌یابند و در نتیجه میزان هم‌رسوبی با افزایش جریان کاهش می‌یابد. دلیل دیگر کاهش نشست ذرات در دانشیه جریان‌های بالا این است که یون‌های مثبت نیکل به علت سرعت زیادی که دارند نمی‌توانند روی سطح ذرات قرار بگیرند پس ذرات با قدرت کمتری روی سطح کاتد جذب می‌شوند و چون نرخ رسیدن نانوذرات به سطح ذرات زیاد است ذراتی که با نیروی ضعیف به سطح کاتد چسبیده‌اند در اثر برخورد ذرات بعدی از سطح کاتد جدا می‌شوند [۱۳].

<sup>1</sup> Gogilimi

در دانسیته جریان‌های پایین نیروی الکتروفراتیک برای انتقال ذرات به سمت کاتد کاهش می‌یابد و در نتیجه ذرات کمتری به سطح کاتد می‌رسند همچنین یون‌های نیکل که در آند حل می‌شوند به آهستگی حرکت می‌کنند در نتیجه نیروی کلمبی بین آنیون‌های جذب شده بر روی سطح ذرات و کاتد ضعیف شده و سبب می‌شود تعداد ذرات احاطه شده توسط یون‌های مثبت نیکل به میزان کمتری به سمت کاتد حرکت کنند و منجر به نشست کم نانوذرات در پوشش می‌شود [۱۴]. با افزایش دانسیته جریان هیدروژن بیشتری روی سطح کاتد آزاد می‌شود که نشست ذرات را سخت می‌کند و باعث ایجاد حفره درون پوشش می‌شود.

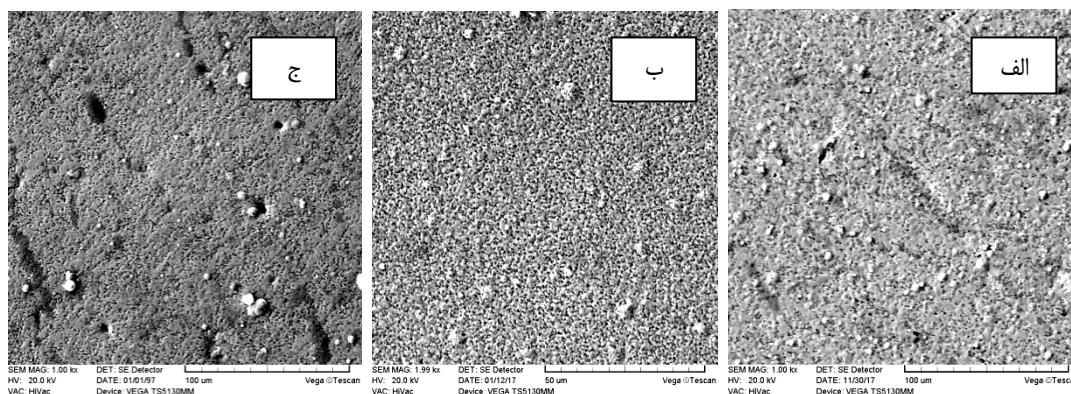
### ۳-۳- تاثیر pH بر نشست ذرات $\text{TiO}_2$ و $\text{Al}_2\text{O}_3$

شکل ۶ اثر pH بر غلظت ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در پوشش را تحت شرایط غلظت ذرات ۵۰ g/l و دانسیته جریان ۵ A/dm<sup>2</sup> نشان می‌دهد. با افزایش pH تا مقدار ۴، درصد وزنی ذرات اکسید آلومینیوم و اکسید تیتانیوم در پوشش به ترتیب به ۲/۸ و ۱۰/۷ درصد وزنی افزایش می‌یابد.



شکل ۶- تاثیر pH بر درصد وزنی ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  پوشش

شکل ۷ مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  را در pHهای مختلف نشان می‌دهد. در pH=۳/۵ (شکل ۷-الف) پوشش غیر یکنواخت است در حالی که پوشش بدست آمده در pH=۴ یکنواخت و پیوسته است (شکل ۷-ب). با افزایش pH به مقدار ۴/۵، رسوب ایجاد شده یکنواخت نبوده و در برخی از قسمت‌ها ناپیوستگی‌هایی دیده می‌شود.



شکل ۷- مورفولوژی سطح پوشش کامپوزیتی  $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  را در pH های مختلف (الف) pH=۳/۵ (ب) pH= ۴ (ج) pH=۴/۵

مقدار پتانسیل زتا بیانگر برخورد ذرات و معیاری برای پایداری سوسپانسیون می‌باشد. با اضافه کردنقلیایی‌ها، pH افزایش می‌یابد و سطح ذرات منفی‌تر می‌شود یا حداقل مقدار مثبت آن کمتر می‌شود. اگر به محیط، اسید اضافه شود یونیزاسیون منجر به کاهش یون‌های هیدروکسیل شده که منجر به مثبت‌تر شدن سطح می‌شود. بنابراین مواد در pH پایین، مثبت تر و در pH بالا، منفی‌تر می‌شوند [۸].

با افزایش مقدار pH، پتانسیل زتا کاهش می‌یابد و به مقادیر منفی نزدیک‌تر می‌شود. همچنین افزایش بار سطحی ذرات باعث افزایش نیروی دافعه بین ذرات می‌شود و در نتیجه از آگلومره شدن ذرات در محلول جلوگیری می‌کند. پس با کنترل pH نه تنها می‌توان از آگلومره شدن ذرات در محلول جلوگیری کرد بلکه می‌توان حرکت ذرات به سمت کاتد و یا آنُد را کنترل کرد [۸، ۱۱]. اگر pH محلول الکترولیت واتس بسته به مقدار یون‌های کلرید، خیلی زیاد یا خیلی کم باشد، اکسیژن بیشتری آزاد خواهد شد و سپس یون‌های هیدروکسید به جای حل شدن نیکل، دچار می‌شوند. تحت این شرایط، آنُد نیکل پسیو می‌شود و راندمان حل شدن نیکل تقریباً صفر می‌شود [۱۵].

#### ۴- نتیجه‌گیری

- فولاد زنگ نزن آستینیتی ۳۱۶ توسط  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  با استفاده از روش آبکاری الکتریکی پوشش داده شد. تاثیر دانسیته جریان بر روی کیفیت پوشش و میکرو ساختار و بازدهی جریان بررسی شد.
- با افزایش مقدار غلظت ذرات  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  در الکترولیت، نشست ذرات ابتدا افزایش پیدا کرد و سپس به علت آگلومره شدن ذرات میزان نشست کاهش یافت.
  - با افزایش شدت جریان از  $3 \text{ A/dm}^2$  به  $5 \text{ A/dm}^2$  پوشش یکنواخت تر شد و اندازه دانه نیز با افزایش شدت جریان کاهش یافت.
  - با افزایش شدت جریان، احیاء هیدروژن در کاتد افزایش یافت و بازدهی جریان کاتدی کاهش پیدا کرد.
  - با افزایش pH تا مقدار ۴ نرخ رسوب‌دهی افزایش یافت و سطح پوشش‌ها صاف و یکنواخت شد.

#### مراجع

- [1] E. Frutos, P. Adeva, J.L. González-Carrasco, P. Pérez, "Oxidation behavior of AISI 316 steel coated by hot dipping in an Al-Si alloy". Surface & Coatings Technology, (2013). 236: p. 188-199.
- [2] K. Sunil. P. Shivani., and V. Prateek. "Adhesion Failure Behavior of Ni-TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> & Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite". Layers Coatings Evaluated using Microscratch Testing. International Journal of Current Engineering and Technology, (2015). 5: P. 704-705.
- [3] A.M. Rashidi., A. Amadeh, "The effect of saccharin addition and bath temperature on the size of nanocrystalline nickel coatings". Surface and Coatings Technology, (2009). 204:p. 353-358.
- [4] K.H. Hou, Y.C. Chen, "Preparation and wear resistance of pulse electrodeposited Ni-W/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings". Applied Surface Science, (2011). 257(15): p. 6340-634.
- [۵] ا. ر. صادقی، آذری خسروشاهی، ز. صادقیان، مقایسه ریزسختی، مقاومت به خوردگی و نفوذ هیدروژنی پوشش نیکل و پوشش کامپوزیتی Ni-nano TiO<sub>2</sub> تولید شده بروش رسوب دهی الکتریکی. علوم و مهندسی سطح، ۱۳۹۰. ص ۲۵-۳۵.
- [6] M.H. Allahyarzadeh, M. Aliofkhaezraei, A.R. Sabour Rouhaghdam, V. Torabinejad, "Electrodeposition of Ni-W-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite coating with functionally graded microstructure". Journal of Alloys and Compounds, (2016). 666: p. 217-226.
- [7] H. Goldasteh., S. Rastegari, "The influence of pulse plating parameters on structure and properties of Ni-W-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coatings". Surface and Coatings Technology, (2014). 259: p. 393-400.
- [8] A. Bund, D. Thiemi, "Influence of bath composition and pH on the electrocodeposition of alumina nanoparticles and nickel". Surface and Coatings Technology, (2007). 201: p. 7092-7099.
- [9] L. Chen, L. Wang, X. Zeng, Zhang. "Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings". Materials Science and Engineering, (2006). 434: p. 319-325.
- [10] W. Sassi, L.Dhouibi, P. Berçot, M. Rezrazi, "The effect of SiO<sub>2</sub> nanoparticles dispersion on physico-chemical properties of modified Ni-W nanocomposite coatings". Applied Surface Science, (2015). 324: p. 369-379.
- [11] J. Man, S. Zhang, J. Li, B. Zhao, Y. Chen, "Effects of electrolyte pH on morphologies and mechanical properties of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni composite coatings and role of zeta potentials in co-deposition process". Surface and Coatings Technology, (2014). 249: p. 118-124.
- [12] S.K. Kim, H.J. Yoo, "Formation of bilayer Ni-SiC composite coatings by electrodeposition". Journal Of Surface and Coatings Technology, (1998). 109:p. 564-569.
- [13] M.L. Lau, E.J. Lavernia, "Microstructural evolution and oxidation behavior of nanocrystalline 316-stainless steel coatings produced by high-velocity oxygen fuel spraying". Materials Science and Engineering, (1999). 272:p. 222-229.
- [14] R. Elansezhan, R. Ramamoorthy, "The influence of SDS and CTAB surfactants on the surface morphology and surface topography of electroless Ni-P deposits". Journal Of Materials Processing Technology, (2009). 209: p. 233-240.
- [15] N. Shrestha, K. Masuko, M. Saji. "Composite plating of Ni/SiC using azo-cationic surfactants and wear resistance of coatings". Wear, (2003). 254: p. 555-564.