

## اثر غلظت عامل احیاکننده بر ساختار و سختی پوشش نیکل - بور الکترولس

سید ابوالفضل سید سجادی

دانشکده شیمی

دانشگاه علم و صنعت ایران

مجید رهگذر و حسن ثقفیان لاریجانی

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت مقاله: ۹۳/۱۱/۱۷ - پذیرش مقاله: ۹۴/۰۲/۱۹)

### چکیده

در تحقیق حاضر اثر غلظت یون بورهیدرید به عنوان عامل احیاکننده در حمام آبکاری بر روی ساختار و سختی پوشش نیکل-بور الکترولس در شرایط پس از آبکاری و نیز پس از عملیات حرارتی مطالعه شد. جهت بررسی ساختار پوشش Ni-B الکترولس، پوشش‌های اعمال شده، از سطح و مقطع مورد متالوگرافی قرار گرفتند. آنالیز XRD روی پوشش در دو شرایط قبل و بعد از عملیات حرارتی، حکایت از آمورف بودن پوشش پس از آبکاری و تبلور آن طی عملیات حرارتی داشته و آنالیز EDS عناصر نیکل، بور، آهن و سرب را در پوشش شناسایی کرد. نتایج آزمون میکروسختی نشان داد که افزایش غلظت سدیم بورهیدرید در حین آبکاری باعث افزایش میکروسختی پوشش در شرایط پس از آبکاری و پس از عملیات حرارتی می‌گردد و در غلظت یکسان عامل احیاکننده، میکروسختی پوشش عملیات حرارتی شده از پوشش فقط آبکاری شده بیشتر است. بیشینه میکروسختی حاصل برای پوشش‌های فقط آبکاری شده  $854 \text{ HV}_{0.05\text{g}}$  و برای پوشش‌های عملیات حرارتی شده  $1121 \text{ HV}_{0.05\text{g}}$  بود.

واژه‌های کلیدی: پوشش نیکل-بور الکترولس، عملیات حرارتی، سختی، عامل احیاکننده، سدیم بورهیدرید.

## The Effect of Reducing Agent Concentration on Microstructure and Hardness of Electroless Ni-B Coatings

M. Rahgozar and H. Saghafian

School of Metallurgy & Materials Engineering  
Iran University of Science & Technology

S.A. Seyed-Sadjadi

Department of Chemistry  
Iran University of Science & Technology

(Received 6 February 2015, accepted 9 May 2015)

### Abstract

In the present research, the effect of borohydride ion concentration existing in the electroless plating bath on the microstructure and hardness of electroless Ni-B coatings in the as-plated and heat treated conditions has been studied. In order to study the structure of electroless Ni-B coatings, the surface and cross-sectional images were examined. XRD analysis of the as-plated and heat-treated coatings showed that the former has an amorphous structure, while the latter has a crystalline one. EDS analysis confirmed the presence of Ni, B, Fe and Pb in the coatings. Microhardness test results revealed that the increasing of sodium borohydride concentration during plating enhanced the microhardness of the coatings in the as-plated and heat-treated conditions. Also, at constant concentration of sodium borohydride, applying the heat treatment led to increase the microhardness. The maximum microhardness for the as-plated and heat treated coatings were  $854 \text{ HV}_{0.05\text{g}}$  and  $1121 \text{ HV}_{0.05\text{g}}$  respectively.

**Keywords:** Electroless Ni-B coating, heat treatment, hardness, reducing agent, sodium borohydride.

**E-mail of corresponding author:** saghafian@iust.ac.ir

## مقدمه

که عامل احیاکننده هیپوفسفات تنها قادر به تهیه ۲ الکترون است [۹، ۸، ۶].

پوشش نیکل-بور الکترولس در شرایط پس از آبکاری دارای میکروسختی نوعی بین ۶۵۰ تا ۷۵۰ ویکرز است و ساختار سطح آن گل کلمی شکل است [۱۰-۱۳]. یکی از عوامل مهم در تعیین خواص پوشش Ni-B الکترولس، غلظت سدیم بورهیدرید در حمام آبکاری است. در حمام‌های بورهیدریدی با افزایش غلظت عامل احیاکننده، نرخ آبکاری افزایش می‌یابد که این امر ناشی از افزایش قدرت احیاکنندگی محلول است [۸، ۱۴، ۱۵]. با این حال رابطه نرخ آبکاری (ضخامت آبکاری شده) و زمان آن رابطه‌ای خطی نیست که علت آن کاهش غلظت عامل احیاکننده در اثر اکسیدشدن آن است [۸]. چنانچه غلظت سدیم بورهیدرید در حمام آبکاری نیکل-بور الکترولس افزایش یابد، درصد نیکل پوشش در ابتدا افزایش یافته، ولی سپس منجر به افزایش نسبی بور و کاهش نسبی نیکل در پوشش می‌گردد، زیرا که با افزایش بیشتر غلظت عامل احیاکننده، به تدریج پایداری حمام کاهش می‌یابد [۱۴].

اثر عملیات حرارتی بر روی پوشش بستگی به دمای عملیات حرارتی دارد [۱۶]. مشاهده شده است که در بالای دمای °C ۳۷۰-۳۸۰ پوشش کاملاً متبلور می‌گردد و ساختار نهایی پوشش پس از این عملیات حرارتی شامل فازهای Ni<sub>۲</sub>B، Ni<sub>۳</sub>B و نیکل فلزی است. به طور کلی عملیات حرارتی در دماهای ۲۸۰ تا °C ۶۰۰ خواص تریبولوژیکی پوشش Ni-B الکترولس را بهبود می‌بخشد، لیکن در دمای °C ۵۰۰ و بالاتر به علت رشد ذرات بورید نیکل، نسبت به سختی بیشینه کاهش در سختی رخ می‌دهد [۱۶]. بر اساس گزارش کریشناونی و همکارانش [۱۷]، منحنی میکروسختی در برابر دمای عملیات حرارتی دو ماکزیمم را نشان می‌دهد، یکی در دمای °C ۳۵۰ و دیگری در °C ۴۵۰، که میکروسختی در دمای °C ۴۵۰ بیشترین مقدار را دارا است که به ۱۲۰۰ HV می‌رسد، اما در جای دیگر بیشینه میکروسختی طی عملیات حرارتی یک ساعته در

در رابطه با دوام قطعات صنعتی، مسأله سایش از جمله مباحثی است که علم و مهندسی سطح به آن می‌پردازد. در گذشته استفاده از پوشش کروم سخت به عنوان یکی از روش‌های افزایش سختی و مقاومت به سایش قطعات نرم و چقرمه مطرح بود، اما به دلیل مسایل زیست‌محیطی، پوشش‌های نیکل-فسفر و نیکل-بور الکترولس جهت جایگزینی این پوشش‌ها مطرح گردیده‌اند [۱، ۲]. فناوری پوشش‌دهی نیکل الکترولسی که امروزه از آن استفاده می‌شود توسط برنر<sup>۱</sup> و ریدل<sup>۲</sup> در سال ۱۹۴۶م کشف شد [۱]. برای آبکاری نیکل الکترولس از محلول‌های شیمیایی مختلفی استفاده می‌شود. این محلول‌ها شامل ترکیباتی از جمله منبع نیکل، عامل احیاکننده، عامل کمپلکس‌ساز، عامل پایدارکننده، عامل تنظیم‌کننده pH و برخی مواد افزودنی هستند [۱، ۳، ۴]. حمام‌های الکترولس را می‌توان بر پایه نوع عامل احیاکننده، pH و یا دمای آبکاری تقسیم‌بندی نمود. مهم‌ترین روشی که حمام‌های الکترولس را بر پایه آن تقسیم‌بندی می‌کنند بر اساس نوع عامل احیاکننده است. بر این اساس، سه نوع حمام نیکل الکترولس وجود دارد: حمام‌های هیپوفسفاتی، حمام‌های حاوی ترکیبات بور و حمام‌های پایه هیدرازین. آبکاری پوشش نیکل-بور الکترولس فرآیندی است که در آن از ترکیبات حاوی بور به عنوان عامل احیاکننده استفاده می‌شود و در ترکیب شیمیایی پوشش آن علاوه بر نیکل، مقداری بور وجود دارد [۱]. در این میان پوشش‌هایی که در آبکاری آن‌ها از NaBH<sub>۴</sub> استفاده شده است، مقاومت سایشی و سختی بالاتری را ارائه می‌دهند [۵، ۶]. به علاوه یون بورهیدرید عامل احیاکننده قوی‌تری نسبت به ترکیبات آمین‌بوران است [۱، ۷]. سدیم بورهیدرید می‌تواند ۸ الکترون را برای احیای برخی فلزات مهیا سازد، در حالی

<sup>1</sup> Brenner

<sup>2</sup> Riddell

وارد محلول فعال‌سازی؛ حاوی اسید کلریدریک ۱۶٪ و  $400 \text{ mg/L Fe}_2\text{Cl}$  گردیدند. پس از آن زیرلایه‌ها بلافاصله به مدت ۱ دقیقه وارد محلول آبی دارای ۱۲٪ وزنی اسید هیدروکلریک و  $143 \text{ g/L NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  شده و در نهایت پس از فروبرده شدن در آب مقطر در مدت زمانی کمتر از ۳۰ ثانیه وارد حمام آبکاری شدند.

ترکیبات حمام آبکاری نیکل-بور الکترولسی که در این تحقیق استفاده گردید، در جدول ۱ نشان داده شده است. در این آزمایش متغیر مورد بررسی غلظت عامل احیاکننده بود و بدین منظور سه زوج زیرلایه فولادی در حمام‌های آبکاری حاوی غلظت‌های ۰/۵، ۰/۷۵ و ۱ g/L از عامل احیاکننده پوشش داده شدند. دمای آبکاری  $85^\circ\text{C}$  بود و حمام آبکاری با سرعت  $300 \text{ rpm}$  هم‌زده می‌شد. از هر زوج از نمونه‌ها، خواص یکی در حالت تنها آبکاری شده و دیگری پس از عملیات حرارتی مورد بررسی قرار گرفت. به منظور بررسی خواص پوشش نیکل-بور الکترولس بعد از عملیات حرارتی، سه عدد از نمونه‌ها که هر یک با غلظت متفاوتی از عامل احیاکننده آبکاری شده بودند، در دمای  $400^\circ\text{C}$  به مدت ۱ ساعت مورد عملیات حرارتی قرار گرفتند. برای انجام عملیات حرارتی، از اتمسفر هوا استفاده شد، اما برای جلوگیری از اکسیدشدن احتمالی سطح، نمونه‌ها داخل یک جعبه فولادی پر شده از ذغال قرار داده شده و سپس در داخل کوره قرار گرفتند.

سطح و ناحیه زیر سطح نمونه‌های به دست آمده به روش فوق مورد بررسی میکروسکوپی نوری و الکترونی روبشی قرار گرفتند. همچنین جهت بررسی فازهای موجود در پوشش Ni-B الکترولس، آنالیز XRD توسط دستگاه JEOL مدل JDX-8030 با منبع اشعه ایکس  $\text{Cu K}\alpha$  مورد استفاده قرار گرفت. از آنجا که ضخامت پوشش‌های اعمال شده برای این بررسی کمتر از مقدار حداقل ( $100 \mu\text{m}$ ) برای آنالیز با دستگاه مذکور بود، تنها نمونه‌های آبکاری شده در حمام حاوی ۱ g/L عامل احیاکننده، در دو وضعیت فقط آبکاری شده و عملیات حرارتی شده مورد

دمای  $400^\circ\text{C}$  به دست آمده است [۱۸]. لازم به ذکر است که به طور کلی دمای عملیات حرارتی پوشش نیکل-بور الکترولس پایین‌تر از دمای عملیات حرارتی بسیاری از زیرلایه‌های فلزی است [۲].

پیش از این آنیک و همکاران وی [۱۹] در تحقیق خود روی حمام آبکاری نیکل-بور الکترولس (حاوی عامل پایدارکننده تالیم استات) گزارش کرده‌اند که با افزایش غلظت بور در پوشش Ni-B الکترولس، سختی پوشش در شرایط پس از آبکاری افزایش می‌یابد. همچنین در مطالعه صورت گرفته توسط بسکاران و همکاران وی [۸] بیان شده است که با افزایش غلظت سدیم بورهیدرید در محلول آبکاری Ni-B الکترولسی که در دمای  $45^\circ\text{C}$  قرار دارد، اندازه توده‌های کل کلمی شکل در ساختار سطحی پوشش نیکل-بور الکترولس افزایش می‌یابد، ضمن اینکه خلل و فرج موجود میان توده‌های گل کلمی شکل نیز عمیق‌تر می‌گردند. بر این اساس هدف از تحقیق حاضر دستیابی به روند تغییر سختی پوشش نیکل بور الکترولس (در هر دو شرایط آبکاری شده و عملیات حرارتی شده) و ساختار سطحی آن در اثر افزایش غلظت سدیم بورهیدرید در حضور عامل پایدارکننده  $\text{Pb}(\text{WO}_4)$  و دمای آبکاری  $85^\circ\text{C}$  است.

#### مواد و روش آزمایش‌ها

در تحقیق حاضر سه جفت زیرلایه فولادی از جنس آلیاژ St37 با ابعاد  $30 \text{ mm} \times 12 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$  مورد آزمایش قرار گرفتند. زیرلایه‌های فولادی پس از سایش با کاغذ سنباده سیلیکون‌کاربید تا  $1200$  مش، به مدت ۵ دقیقه در محلول  $40 \text{ g/L}$  سود چربی‌گیری اولیه شده و سپس دوباره با سنباده‌های  $800$ ،  $1000$  و  $1200$  مش پرداخت گردیدند. این پرداخت مجدد باعث فعال‌سازی بهتر زیرلایه‌های فولادی می‌شود. بعد از این مرحله، زیرلایه‌ها به مدت ۳ دقیقه در استون چربی‌گیری شدند. پس از این کار و فروبردن نمونه‌ها در آب مقطر، زیرلایه‌ها به مدت ۳ دقیقه

جدول ۱. ترکیبات حمام آبکاری نیکل-بور الکترولس.

عملکرد ماده	نوع ماده	مقدار	شرکت سازنده	خلوص
منبع نیکل	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	۲۴ g/L	مرک	$\leq 98\%$
عامل احیا کننده	$\text{NaBH}_4$	۰/۵۰ - ۱/۰۰ g/L	مرک	$\leq 96\%$
عامل کمپلکس کننده	$\text{NH}_4\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$	۶۰ mL/L	مرک	$\leq 99\%$
ماده تنظیم کننده pH	$\text{NaOH}$	۳۹ g/L	مرک	۱۰۰-۹۹٪
عامل پایدار کننده	$\text{Pb}(\text{WO}_4)$	۰/۰۳ g/L	مرک	$\leq 99\%$

### نتایج و بحث

شکل ۱ تصاویر متالوگرافی از سطح بالایی و سطح مقطع پوشش‌ها و جدول ۲ تأثیر افزایش غلظت عامل احیاکننده بر روی ضخامت پوشش و قطر متوسط توده‌های گل کلمی شکل را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌گردد افزایش غلظت عامل احیاکننده منجر به درشت‌تر شدن توده‌های گل کلمی شکل روی سطح پوشش و نیز افزایش ضخامت پوشش Ni-B الکترولس شده است. افزایش ضخامت پوشش متناسب با غلظت سدیم بورهیدرید از ۱۰ به  $20 \mu\text{m}$ ، ناشی از افزایش ظرفیت حمام آبکاری برای احیای فلز نیکل است و افزایش اندازه توده‌های سطحی را می‌توان منبث از افزایش ضخامت پوشش و حذف توده‌های ریزتر طی فرآیند رشد رقابتی بین توده‌ها دانست. نکته حایز اهمیت در رابطه با افزایش قطر توده‌های گل کلمی شکل در اثر افزایش غلظت عامل احیاکننده، این است که بر خلاف کار انجام شده توسط بسکاران و همکاران وی [۸]، این افزایش قطر همراه با شکل‌گیری تخلخل‌های عمیق در پوشش نیست. با توجه به اینکه دمای آبکاری در تحقیق حاضر  $85^\circ\text{C}$  و در تحقیق انجام شده توسط بسکاران و همکاران وی  $45^\circ\text{C}$  است، این امر را می‌توان به سرعت رشد بیشتر پوشش در دمای بالاتر و پرشدن تخلخل‌ها در اثر این سرعت رشد بیشتر و رسیدن توده‌های گل کلمی به یکدیگر نسبت داد.

آزمون قرار گرفتند، زیرا این دو پوشش نسبت به سایر پوشش‌ها ضخامت بیشتری داشتند.

جهت شناسایی عناصر حاضر در پوشش نیکل-بور الکترولس، آنالیز EDS با استفاده از دستگاه SEM شرکت TESSCAN مدل VEGA-XMU روی ناحیه زیر سطح (سطح مقطع) پوشش فقط آبکاری شده با  $1 \text{ g/L}$  سدیم بورهیدرید انجام گرفت.

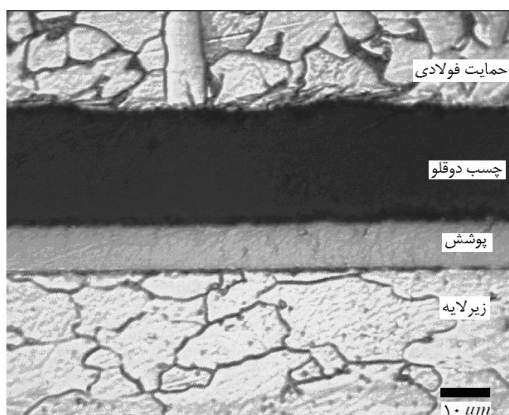
به‌منظور بررسی میکروسختی پوشش‌ها با توجه به اینکه ضخامت پوشش‌ها کم است (حداکثر  $20 \mu\text{m}$ ) و اینکه عمق وارد شدن نفوذکننده ویکرز در پوشش باید کمتر از  $0.1-0.2$  ضخامت پوشش باشد [۲۰]، آزمون میکروسختی ویکرز از سطح نمونه‌ها با نیروی  $50 \text{ g}$  به عمل آمد (حداقل ۵ تکرار برای هر نمونه) و سپس برای تعیین روال تغییر میکروسختی در نمونه‌ها، مقطع آن‌ها نیز مورد بررسی میکروسختی با نیروی  $10 \text{ g}$  قرار گرفت (حداقل ۱۰ تکرار برای هر نمونه). دستگاه میکروسختی مورد استفاده ساخت شرکت BUEHLER مدل MXT-a1 بود.

جدول ۲. ضخامت پوشش‌ها و اندازه توده‌های سطحی.

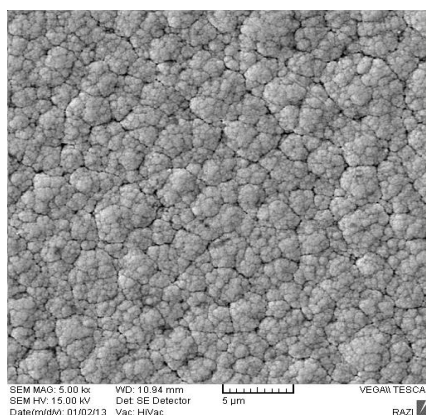
غلظت عامل احیاکننده (g/L)	ضخامت ( $\mu\text{m}$ )	متوسط قطر توده‌ها ( $\mu\text{m}$ )
۰/۵۰	۱۰	$1.6 \pm 0.6$
۰/۷۵	۱۵	$1.94 \pm 0.84$
۱/۰۰	۲۰	$2.02 \pm 0.25$

پراش آن دیده نمی‌شود، اما در شرایط پس از عملیات حرارتی در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت، پوشش کاملاً متبلور گردیده و پیک‌های متعلق به فازهای نیکل و بورید نیکل (Ni<sub>۳</sub>B) قابل مشاهده هستند.

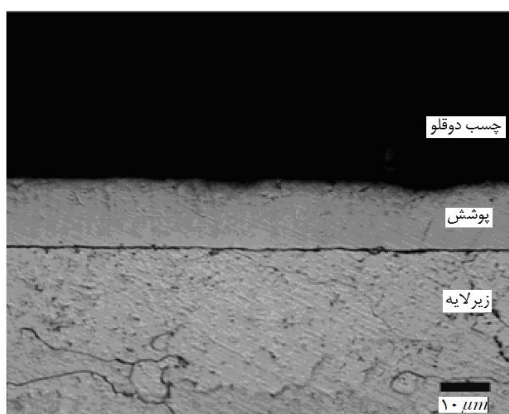
شکل ۲ الگوی پراش اشعه X را در مورد دو نمونه آبکاری شده با ۱ g/L سدیم بورهیدرید در شرایط پس از آبکاری و شرایط پس از عملیات حرارتی نشان می‌دهد. مطابق شکل، در شرایط پس از آبکاری، ساختار بلورشناختی پوشش آمورف یا نیمه آمورف است، چون پیک تیز در الگوی



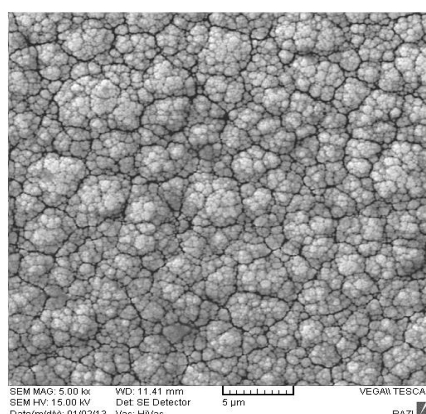
ب



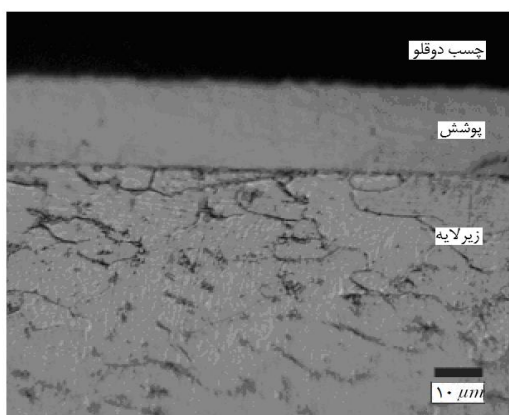
الف



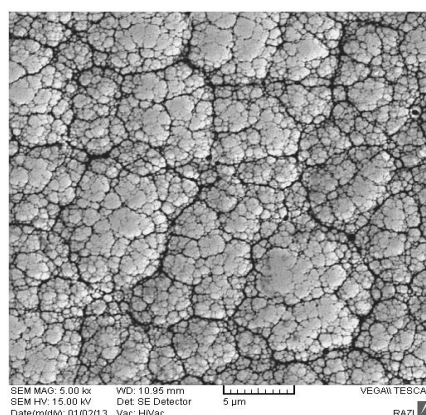
ت



پ



ج



ث

شکل ۱. اثر غلظت عامل احیاکننده بر سطح بالایی (الف، پ و ث) و سطح مقطع (ب، ت و ج) پوشش نیکل- بور الکترولس. غلظت سدیم بورهیدرید در تصاویر (الف) و (ب) ۰/۵ g/L، در تصاویر (پ) و (ت) ۰/۷۵ g/L و در تصاویر (ث) و (ج) ۱ g/L است.

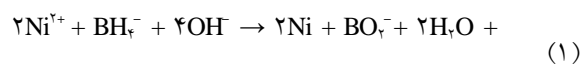
می‌تواند از حمام آبکاری نیکل-بور الکترولس بر روی عیوب زیرلایه فولادی به‌طور بسیار جزئی رسوب نماید. آهن نیز از طریق حل شدن زیرلایه در حمام آبکاری طی واکنش جایگزینی آن توسط عنصر نجیب‌تر نیکل و سپس احیاشدن یون آهن وارد شده به حمام آبکاری توسط یون بورهیدرید، به پوشش وارد گردیده است. ورود اتم آهن زیرلایه در پوشش Ni-Co-B الکترولس قبلاً توسط ونگ [۲۳] مورد تایید قرار گرفته‌است.

مطابق شکل ۳، غلظت اتم آهن در سطح پوشش کمترین مقدار و در فصل مشترک پوشش-زیرلایه بیشترین مقدار را داراست. این امر ناشی از این است که با پوشیده شدن زیرلایه فولادی توسط پوشش نیکل-بور الکترولس، دیگر یون آهنی وارد حمام آبکاری نمی‌شود و با احیا شدن یون آهن توسط یون بورهیدرید، غلظت یون آهن در حمام آبکاری کاهش یافته و به دنبال آن غلظت اتم آهن در پوشش نیز کاهش می‌یابد.

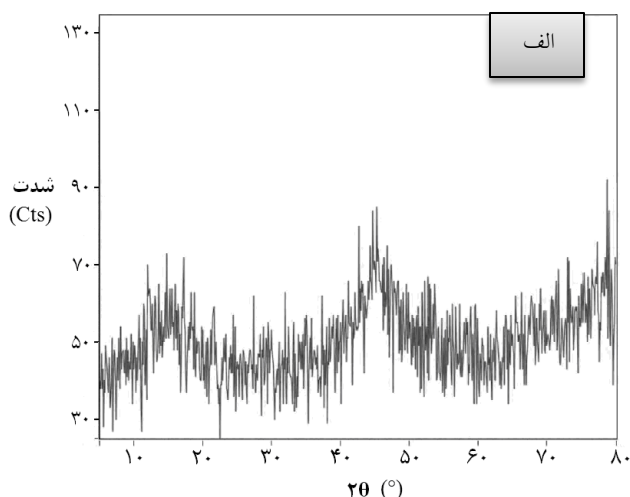
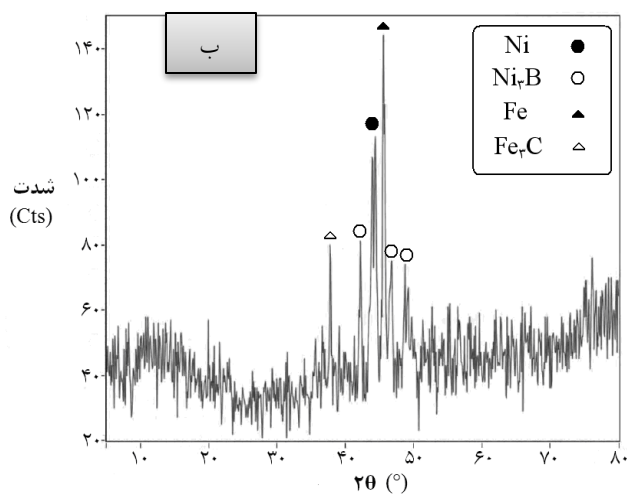
وارد شدن اتم آهن زیرلایه به پوشش در تبدیل سازوکار چسبندگی این پوشش به زیرلایه از یک اتصال فقط مکانیکی به یک اتصال شیمیایی نقش به‌سزایی دارد. در تحقیقات قبلی ذکر شده است که پوشش Ni-B الکترولس چسبندگی بسیار خوبی به زیرلایه خود دارد [۲].

رائو و همکارانش [۱۳] بیان داشته‌اند که پوشش نیکل-بور الکترولس پس از آبکاری ساختاری نیمه‌آمورف دارد و هر چه که در پوشش به زیرلایه نزدیک‌تر می‌شویم درصد بیشتری از فاز بلوری نیکل در پوشش وجود دارد. پیش از این در رابطه با علت وجود فاز آمورف در پوشش نیکل-بور الکترولس پس از آبکاری آن، تفاوت در شبکه بلوری و عدد همسایگی نیکل و بور، میل شیمیایی این دو عنصر نسبت به یکدیگر و دمای پایین فرآیند آبکاری مورد تاکید قرار گرفته است [۲۲]. لازم به ذکر است که چون ضخامت نمونه‌های مورد بررسی کم بود، آنالیز XRD پیک‌های مربوط به زیرلایه را نیز نشان داده‌است.

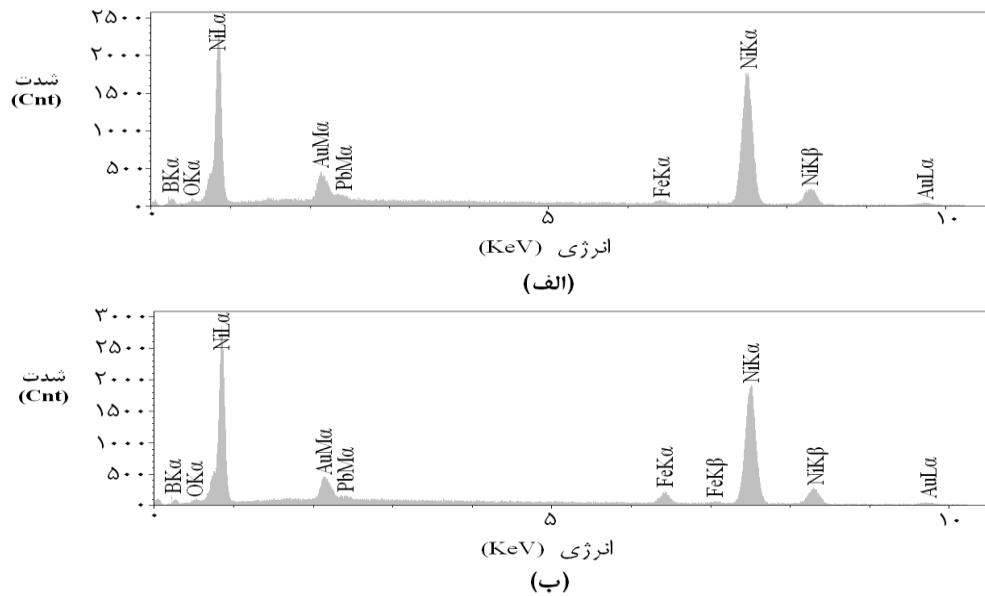
نتایج آنالیز EDS حضور عناصر نیکل، بور، آهن و سرب را در پوشش تایید می‌کند (شکل ۳). واکنش احیای نیکل توسط یون بورهیدرید منجر به کاهش pH می‌شود (معادله ۱). از آنجا که بورهیدرید تنها در pH بالای ۱۲ پایدار است، این امر سبب هیدرولیز آن (معادله ۲) و ورود اتم بور به پوشش می‌شود [۱، ۱۲].



عامل حضور سرب در پوشش استفاده از تنگستات سرب برای پایدارسازی حمام است. ویتری و همکارانش [۲۲] نشان دادند که حتی در عدم حضور احیاکننده، سرب



شکل ۲. الگوی پراش اشعه X از پوشش Ni-B الکترولس، الف) در شرایط پس از آبکاری، ب) در شرایط پس از عملیات حرارتی.



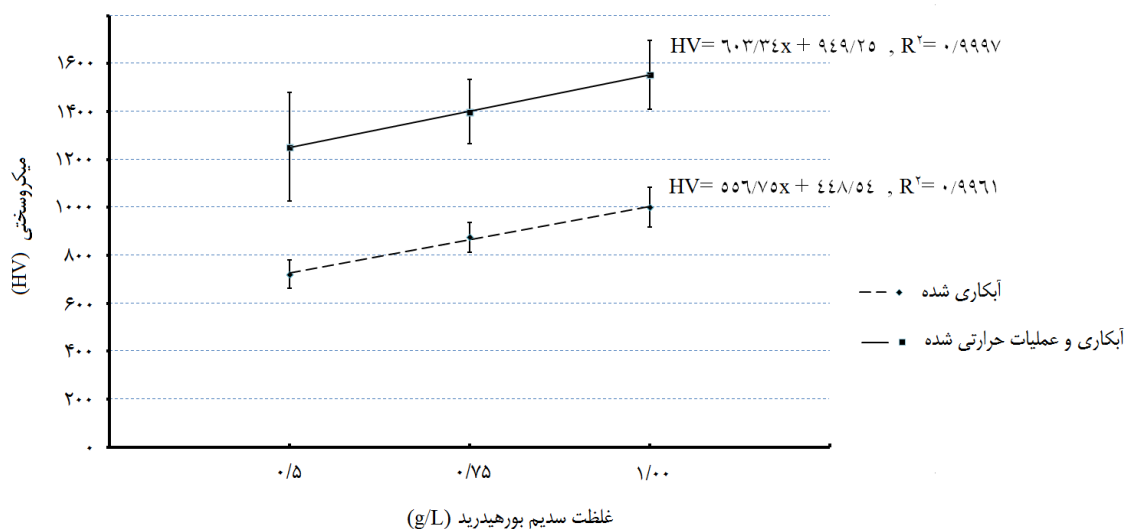
شکل ۳. نتایج آنالیز EDS از پوشش Ni-B الکترولس (الف) در نزدیکی سطح پوشش (ب) در داخل پوشش و در نزدیکی فصل مشترک پوشش-زیرلایه.

جدول ۳. نتایج میکروسختی‌سنجی پوشش‌های اعمال‌شده.

بررسی میکروسختی از مقطع با نیروی ۱۰ g (HV)	بررسی میکروسختی از سطح با نیروی ۵۰ g (HV)	مشخصات نمونه	
		غلظت عامل احیاکننده (g/L)	وضعیت پوشش
۷۲۲ ± ۶۰	۶۸۱ ± ۲۱	۰/۵۰	صرفاً آبکاری شده
۸۷۶ ± ۶۲	۷۸۲ ± ۳۲	۰/۷۵	
۱۰۰۰ ± ۸۳	۸۵۴ ± ۲۹	۱/۰۰	
۱۲۵۲ ± ۲۲۶	۸۹۹ ± ۳۳	۰/۵۰	آبکاری و عملیات حرارتی شده
۱۳۹۹ ± ۱۳۴	۱۰۰۱ ± ۳۹	۰/۷۵	
۱۵۵۴ ± ۱۴۴	۱۱۲۱ ± ۴۰	۱/۰۰	

یافته است. پیش از این ثابت گردیده‌است که با افزایش غلظت عامل احیاکننده، درصد بور پوشش افزایش می‌یابد [۱۴]، بنابراین علت این افزایش در میکروسختی را می‌توان ناشی از افزایش درصد بور پوشش دانست. لازم به ذکر است که این امر با مشاهدات آنیک و همکاران وی [۱۹] مطابقت دارد.

جدول ۳ و شکل ۴ تغییرات میکروسختی پوشش را به دنبال افزایش غلظت عامل احیاکننده در حمام آبکاری، در شرایط پس از آبکاری و نیز پس از عملیات حرارتی مذکور نشان می‌دهند. همانطور که ملاحظه می‌گردد، با افزایش غلظت عامل احیاکننده در حمام آبکاری، میکروسختی پوشش در شرایط پس از آبکاری افزایش



شکل ۴. بررسی روند تغییر میکروسختی پوشش Ni-B الکترولس برحسب غلظت سدیم بورهیدرید در شرایط قبل و پس از عملیات حرارتی (اندازه‌گیری با نیروی ۱۰ g از مقطع). در معادلات برازش شده، HV میکروسختی بر حسب ویکرز، x غلظت سدیم بورهیدرید مورد مصرف و  $R^2$  مجموع مربعات باقیمانده است.

افزایش غلظت عامل احیاکننده (سدیم بورهیدرید) از ۰/۵ تا ۱ g/L در حمام آبکاری بودند.

(۲) آنالیز XRD صورت گرفته روی نمونه‌ها حاکی از آمورف بودن پوشش پس از آبکاری بود که این پوشش ضمن انجام عملیات حرارتی در دمای  $400^\circ\text{C}$  و مدت زمان ۱ ساعت با تشکیل فاز نیکل و  $\text{Ni}_3\text{B}$  متبلور گردید.

(۳) آنالیز EDS از پوشش نیکل-بور الکترولس، حضور عناصر نیکل، بور، آهن (ناشی از حل شدن جزیی زیرلایه فولادی در محلول آبکاری و سپس احیای یون آهن) و سرب (به علت استفاده از عامل پایدارکننده سرب‌دار) را در پوشش اثبات نمود.

(۴) افزایش غلظت سدیم بورهیدرید در حمام آبکاری منجر به افزایش میکروسختی پوشش‌های نیکل-بور الکترولس هم در شرایط فقط آبکاری شده و هم پس از عملیات حرارتی شد. بیشینه میکروسختی حاصل برای پوشش‌های فقط آبکاری شده  $854\text{ HV}_{0.05\text{g}}$  و برای پوشش‌های

مطابق نتایج تحقیق حاضر در حالت عملیات حرارتی شده نیز افزایش غلظت بور پوشش به دنبال افزایش غلظت عامل احیاکننده، باعث افزایش میکروسختی پوشش گردیده است، زیرا با حضور بیشتر بور در پوشش، درصد فاز سخت بورید نیکل افزایش یافته و بنابراین میکروسختی فزونی می‌یابد. در مقایسه پوشش‌های فقط آبکاری شده و عملیات حرارتی شده نیز باید گفت که پوشش‌های عملیات حرارتی شده میکروسختی بیشتری به موجب حضور بورید نیکل در خود دارند.

### نتیجه‌گیری

پوشش نیکل-بور الکترولس با داشتن خواصی همچون مقاومت به ساییش و سختی بالا، توجه خاصی را به خود جلب کرده است. در این تحقیق اثر غلظت عامل احیاکننده بر ساختار و سختی پوشش مذکور مورد بررسی قرار گرفت. بر این اساس:

(۱) بررسی‌های متالوگرافی نشان‌دهنده درشت شدن ساختار گل‌کلمی سطح و نیز افزایش ضخامت پوشش به دنبال



- using low temperature bath and evaluation of their characteristic properties, *Surfaced & Coatings Technology*, 200 (2006) 6888-6894.
9. K. Krishnaveni, T.S.N. Sankara Narayanan and S.K. Seshadri, *Electroless Ni-B and Ni-B-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite coatings- their role in surface engineering*, International Symposium of Research Students on Materials Science and Engineering, (2004).
  10. Y. W. Riddle, T.O. Bailerare, *Friction and Wear Reduction via an Ni-B Electroless Bath Coating for Metal Alloys*, *JOM*, 57 (2005) 40-45.
  11. A.-F.Kanta, V. Vitry, F. Delaunois, *Wear and corrosion resistance behaviours of autocatalytic electroless plating*, *Alloys and Compounds*, 486 (2009) L21-L23.
  12. F. Delaunois, J.P Petitjean, P Lienard, M. Jacob-Duliere, *Autocatalytic electroless nickel-boron plating on light alloys*, *Surface and Coating Technology*, 124(2000)201-209.
  13. Qun-li Rao, Gang Bi, Qing-hua Lu, Hao-wei Wang, Xiao-lan Fan, *Microstructure evolution of electroless Ni-B film during its depositing process*, *Applied Surface Science*, 240 (2005) 28-33.
  14. N. Parvini Ahmadi, R. A. Khosroshai, M. Abdeli, *A Study of The Chemical Composition and Heat Treatment Of Electroless Ni-B-Tl Alloy Coating on AISI 316 Stainless Steel*, *ISSI*, 2 (2005) 19-23.
  15. Shi Ziyuan, Wang Deqing, Ding Zhimin, *Surface strengthening pure copper by Ni-B coating*, *Applied Surface Science*, 221 (2004) 62-68.
  16. F. Delaunois, P. Lienard, *Heat Treatments for electroless nickel-boron plating on aluminum alloys*, *Surface and Coatings Technology*, 160 (2002) 239-248.
  17. K. Krishnaveni, عملیات حرارتی شده ۱۱۲۱ HV<sub>0.۰۵g</sub> بود. همچنین به‌طور کلی عملیات حرارتی یک‌ساعته پوشش نیکل-بور الکترولس در دمای ۴۰۰ °C میکروسختی آن را افزایش داد.
- مراجع
1. Wolfgang Riedel, *Electroless Nickel plating*, ASM International, First Edition (1991) 5-11, 26-32, 81-82, 115-116, 122-129.
  2. Yancy W. Riddle, C. Edward McComas, *Advances in Electroless Nickel Boron Coatings: Improvements to lubricity and Wear Resistance on Surface of Automotive Components*, SAE World Congress(2005), Detroit, Michigan(2005).
  3. Mordechay Schlesinger, Milan Paunonic, *Modern Electroplating*, A Wiley-Interscience Publication, 14 (2000) 673 - 678.
  ۴. محمد قربانی، پوشش‌دادن فلزات، مؤسسه انتشارات علمی دانشگاه صنعتی شریف، جلد دوم، چاپ دوم (۱۳۸۵) ۱۷۲-۱۶۹.
  5. T.S.N. Sankara Narayanan, K. Krishnaveni, S.K. Seshadri, *Electroless Ni-P/Ni-B duplex coatings: preparation and evaluation of microhardness, wear and corrosion resistance*, *Materials Chemistry and physics*, 82 (2003) 771-779.
  6. T.S.N. Sankara Narayanan, S.K. Seshadri, *Formation and characterization of borohydride reduced electroless nickel deposits*, *Alloys and Compounds*, 365 (2004) 197-205.
  7. C.T. Dervos, J. ovakovic, P. Vassiliou, *Vacuum heat treatment of electroless Ni-B coatings*, *Materials Letters*, 58 (2004) 619-623.
  8. I. Baskaran, R. Sakthi Kumar, T.S.N. Sankara Narayanan, A. Stephen, *Formation of electroless Ni-B coatings*

- T.S.N Sankara Narayanan, S.K. Seshadri, *Electroless Ni-B coatings: preparation and evaluation of hardness and wear resistance*, Surface & Coatings Technology, 190 (2005) 115-121.
18. ASM Metals Handbook, *Surface Engineering*, ASM International, 5(1994) 982.
19. Mustafa Anik, Erhan Körpe, Esin Şen, *Effect of coating bath composition on the properties of electroless nickel-boron films*, Surface & Coatings Technology, 202 (2008) 1718-1727.
20. B. Oraon, G. Majumdar, B. Ghosh, *Improving hardness of electroless Ni-B coatings using optimized deposition conditions and annealing*, Materials and Design, 29 (2008) 1412-1418.
21. Tohru Watanabe, *Nano-Plating*, Elsevier, First edition, (2004) 113-131.
22. V. Vitry, A.-F. Kanta, F. Delaunois, *Initiation and formation of electroless nickel-boron coatings on mild steel: Effect of substrate roughness*, Material Science and Engineering B, 175 (2010) 266-273.
23. Sen-lin Wang, *Electroless Deposition of Ni-Co-B Alloy films and influence of heat treatment on the substrate and the magnetic performance of the film*, The Solid Films, 515 (2007) 8419-8423.