

## تأثیر زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی بر رفتار سایشی پوشش‌های الکترولس خود روانکار

## نیکل-بور-گرافیت

وحید نیک‌صفت<sup>۱</sup>، فرزاد محبوبی<sup>۲\*</sup>

۱- دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

۲- استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

تهران، صندوق پستی ۱۵۷۸۵۴۴۱۳

(دریافت مقاله: ۱۴۰۳/۲/۳۱ - پذیرش مقاله: ۱۴۰۳/۳/۲۱)

## چکیده

هدف از انجام این پژوهش تولید پوشش کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت (Ni-B-Gr) نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده با خواص خود روانکاری و بررسی رفتار سایشی آن است. بدین منظور از یک حمام کامپوزیتی الکترولس نیکل بر پایه بورویدرید سدیم برای رسوب‌دهی پوشش‌های Ni-B-Gr روی فولاد AISI 4140 استفاده شد. زمینه Ni-B با شاخص لوچگی ۰/۱۲- به‌عنوان یک ماتریس سخت با قابلیت حفظ مواد روانکار و ذرات گرافیت (با اندازه کمتر از ۲۰ میکرومتر) با غلظت ۰/۲۷۵ گرم در لیتر به‌عنوان جزء روانکار جامد عمل می‌کنند. پوشش‌های کامپوزیتی در دمای ۴۰۰ درجه سانتیگراد در مدت‌زمان‌های ۳۰، ۶۰، ۱۲۰، ۱۸۰ و ۲۴۰ دقیقه در معرض نیتروژن‌دهی پلاسمایی در مخلوط گازی ۲۵ درصد نیتروژن و ۷۵ درصد هیدروژن قرار گرفتند. مشخصه‌یابی پوشش‌های کامپوزیتی Ni-B-Gr توسط بررسی ریزساختاری توسط آزمون پراش اشعه ایکس (XRD)، ریخت‌شناسی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM)، آزمون ریزسختی، زبری‌سنجی و ارزیابی سایش توسط آزمون پین روی دیسک (Pin-on-Disk) انجام شد. پوشش‌های الکترولس نیکل-بور-گرافیت ۶۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده، به سختی ۱۰۶۰ HV<sub>0.1</sub> رسیدند. در مقایسه با پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت خام (as-plate)، پوشش کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت ۶۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده، کاهش ۷۵ درصدی در نرخ سایش ویژه و کاهش ۳۱ درصدی در ضریب اصطکاک را نشان داد. علاوه بر این، وجود گرافیت به‌عنوان خود روانکار با توجه به کاهش سطح تماس بین پین فولادی و پوشش، با محدود کردن سایش چسبان و اکسیداسیون مقاومت سایشی کامپوزیت را افزایش می‌دهد.

## کلیدواژگان

الکترولس نیکل-بور، گرافیت، خودروانکار، نیتروژن‌دهی پلاسمایی، رفتار سایشی

## The effect of plasma nitriding duration on wear behavior of electroless self-lubricant nickel-boron-graphite coatings

Vahid Niksefat<sup>1</sup>, Farzad Mahboubi<sup>2\*</sup>

Department of Materials and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology (Tehran Polytechnic), Tehran, Iran.

## Abstract

The aim of this study is to develop a novel nickel-boron-graphite (Ni-B-Gr) composite coating via electroless plating, endowed with self-lubricating properties, and to analyze its wear characteristics. Electroless deposition of Ni-B-Gr coatings was achieved on AISI 4140 steel utilizing a sodium borohydride-based electroless nickel bath. The resulting composite features a nickel-boron matrix, characterized by a skewness index of -0.12, offering both hardness and fluid-retaining capabilities, augmented by graphite flakes (< 20 μm) at a concentration of 0.275 g/L, serving as a solid lubricant component. Plasma nitriding treatments were conducted at 400°C for varying durations (30, 60, 120, 180, and 240 minutes) in a gas mixture of 25% nitrogen and 75% hydrogen. Comprehensive characterization of the Ni-B-Gr composite coatings encompassed microstructural analysis via X-ray diffraction (XRD), morphology examination using field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), microhardness testing, roughness measurements, and wear assessment through pin-on-disk tests. Notably, the plasma nitrided Ni-B-Gr composite coatings for 60 minutes exhibited a significant enhancement in hardness, with a hardness of 1060 HV<sub>0.1</sub>. Moreover, compared to as-plated Ni-B-Gr coatings, the 60 minutes plasma-nitrided composites demonstrated a remarkable 75% reduction in specific wear rate and a 31% decrease in friction coefficient. The incorporation of graphite as a self-lubricating agent effectively mitigated adhesive wear and oxidation by reducing the contact surface between the steel pin and the coating, thereby enhancing the wear resistance of the composite.

Keywords Electroless Nickel-Boron, graphite, self-lubricant, plasma nitriding, tribological behaviour

E-mail of Corresponding author: mahboubi@aut.ac.ir

## ۱- مقدمه

در تلاش برای افزایش دوام سطح و کاهش سایش در کاربردهای مهندسی به‌منظور افزایش عمر قطعات صنعتی، ادغام تکنیک‌های پوشش‌دهی و استفاده از مواد مختلف جایگاه قابل توجهی پیدا کرده است. در میان روش‌های بهبود خواص سطح، نیتروژن‌دهی پلاسمایی به دلیل توانایی آن در اصلاح خواص سطحی بادقت و کارایی مناسب متمایز است. این روش همراه با رسوب‌دهی الکترولس پوشش‌های خود روانکار<sup>۱</sup> نیکل-بور-گرافیت، یک روش منحصر به فرد برای تولید پوشش‌های مهندسی با مقاومت در برابر سایش و ویژگی‌های خاص اصطکاکی ارائه می‌دهد.

روانکارهای جامد<sup>۲</sup> که در محیط‌های صنعتی استفاده می‌شوند، در دهه‌های اخیر به دلیل ضریب اصطکاک بسیار پایین مورد توجه صنعتگران قرار گرفته‌اند که می‌توانند منجر به افزایش عمر سایشی قطعات، کاهش هزینه‌های نگهداری و بهبود بهره‌وری انرژی شوند [۱]. گرافیت به دلیل ساختار لایه‌ای خود می‌تواند با اعمال مقدار کمی تنش برشی بلغزد و به سطوح در معرض سایش چسبیده و در دمای عملیاتی هیچ‌گونه تخریب شیمیایی ایجاد نکند. گرافیت دارای ضریب انبساط حرارتی خطی بسیار پایینی است و بنابراین، هنگامی که به‌عنوان یک ماده‌ی لغزنده در دمای بالا استفاده می‌شود، می‌تواند در برابر شوک حرارتی مقاومت کند. درجه کریستالینیتی، اندازه ذرات، شکل ذرات، ناخالصی‌های پودر گرافیت و شرایط محیطی می‌توانند بر روان‌کاری گرافیت تأثیر بگذارند [۲-۴]. علاوه بر این، محققان از گرافیت پوشش داده شده با نیکل<sup>۳</sup> [۵] برای بهبود ترشوندگی پودر گرافیت استفاده می‌کنند [۶]. یکی از مزایای تحقیق حاضر، پوشش همزمان نیکل روی گرافیت است در حالی که این ذرات از طریق آبکاری الکترولس در ماتریس نیکل-بور ادغام می‌شوند. به عبارت دیگر گرافیت به گرافیت پوشش‌دهی شده توسط نیکل

تبدیل شده و به ماتریس نیکل-بور اضافه می‌شود که باعث چسبندگی بهتر بین ماده‌ی افزودنی (گرافیت) و ماتریس (نیکل-بور) در این نوع کامپوزیت خودروانکار می‌شود. افزودن روانکارهای جامد به ماتریس فلزی و تولید کامپوزیت‌های خود روانکار اخیراً توجه زیادی را به خود جلب کرده است [۷، ۸]. چندین هدف کلیدی باید بدون توجه به نوع روانکار جامد، زمینه‌ی فلزی یا روش تولید استفاده برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی خود روانکار برآورده شوند. اولین هدف این است که روانکار جامد تا حد امکان به طور همگن در ماتریس فلزی پراکنده شود. کسر حجمی واقعی روانکار جامد اغلب تابعی از کاربرد مورد نظر است. زیرا خواص مکانیکی کامپوزیت به طور اجتناب‌ناپذیری با افزایش کسر حجمی روانکار جامد آسیب می‌بیند. در غلظت‌های بالاتر، استفاده از روانکار جامد منجر به نرم‌شدن کامپوزیت می‌شود. بنابراین، دومین هدف اصلی یافتن مقدار بهینه‌ی روانکار جامد در زمینه‌ی فلزی مورد نظر است. در حالت ایده‌آل، روانکار کافی برای حفظ یک لایه‌ی روانکار پایدار روی سطح پوشش در طول عمر آن مورد نیاز است. با این حال، روانکار بیش از حد منجر به کاهش غیر قابل قبول در خواص مکانیکی کامپوزیت می‌شود [۹]. علاوه بر این، افزودن گرافیت به ماتریس‌های فلزی و تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی خود روانکار به دلیل ترکیب خواصی مانند استحکام و مقاومت سایشی جایگاه ویژه‌ای در صنعت پیدا کرده است که منجر به کاهش نرخ سایش و ضریب اصطکاک می‌شود [۹]. به‌عنوان مثال، گرافیت در ماتریس‌های Fe-4Ni-0.5Si [۱۰]، آلیاژ مس [۱۱]، آلیاژ آلومینیوم [۱۲] و همچنین AZ91 [۱۳] گنجانده شده و خواص سایشی این کامپوزیت‌ها توسط محققان مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است.

<sup>1</sup> Self-lubricant

<sup>2</sup> Solid-lubricants

<sup>3</sup> Nickel coated graphite (NCG)

کردن در اسید کلریدریک ۳۰ درصد به مدت ۲ دقیقه فعال شدند.

### آماده سازی حمام الکترولس

حمام الکترولس نیکل-بور حاوی کلرید نیکل ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) به عنوان منبع یون نیکل، اتیلن دی آمین ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ) به عنوان عامل کمپلکس کننده، بوروهیدرید سدیم ( $\text{NaBH}_4$ ) به عنوان عامل کاهنده، هیدروکسید سدیم ( $\text{NaOH}$ ) به عنوان تنظیم کننده pH و استات تالیوم ( $\text{CH}_3\text{COOTl}$ ) به عنوان تثبیت کننده است. همه موارد ذکر شده از شرکت مرک خریداری شده، به جز استات تالیوم که از شرکت سیگما-آلدریج تهیه شده است. دلونویس و همکاران [۲۶] جزئیات نحوه آماده سازی حمام الکترولس نیکل-بور را شرح دادند. یک حمام بن ماری با روغن سیلیکون و تنظیم کننده دمای اتوماتیک، حمام را در دمای ثابت ( $95^\circ\text{C}$ ) نگه می دارد. همچنین حمام در حین پوشش دهی توسط یک همزن مکانیکی با سرعت ۴۰۰ دور در دقیقه هم زده می شود. یک موتور الکتریکی جهت چرخش لایه ها را هر دو دقیقه تغییر می دهد تا پوششی یکنواخت حاصل شود. میرحسینی و همکاران [۲۷] نحوه راه اندازی حمام الکترولس نیکل-بور را شرح داده اند. در نهایت، زیرلایه فولادی و پودر گرافیت توسط پوشش نیکل-بور به طور همزمان رسوب داده شدند. همچنین پودر گرافیت ۱۵ دقیقه پس از شروع فرآیند پوشش دهی به حمام نیکل-بور اضافه شد تا پوشش چسبندگی بهتری به زیرلایه داشته باشد. به علاوه، رسوب نیکل-بور روی ذرات گرافیت در حین پوشش دهی به روش الکترولس به علت انرژی سطحی بالاتر ذرات گرافیت نسبت به زیرلایه فولادی، منجر به مصرف منابع در حمام می شود. به همین علت، دوباره پرسیازی<sup>۵</sup> حمام ۴۵ دقیقه پس از شروع فرایند الکترولس برای حفظ پایداری حمام و دستیابی به نرخ رسوب مناسب مورد استفاده قرار گرفت که جزئیات آن در جدول ۱ آورده شده است.

مطالعاتی روی کامپوزیت های خود روانکار بر پایه ی نیکل با گرافیت به عنوان روانکار جامد انجام شده است. یک مزیت این است که خواص سایشی این کامپوزیت ها در شرایط شدید (دمای بالا یا بار زیاد) بهبود می یابد. این نوع کامپوزیت ها با روش های مختلفی از جمله الکترولس [۱۴، ۱۵]، رسوب الکتریکی [۱۶]، متالورژی پودر [۱۷]، پرس گرم [۱۸] و ساخت افزایشی<sup>۴</sup> [۱۹] تولید می شوند. در این میان روش آبکاری الکترولس نیازی به تجهیزات خاصی ندارد و انعطاف پذیری آن باعث می شود که نقش مهمی را در میان روش های اصلی مهندسی سطح ایفا کند؛ از این رو یکی از روش های رایج در این زمینه محسوب می شود [۲۰، ۲۱]. علاوه بر این، از آبکاری الکترولس برای تولید کامپوزیت های نیکل-فسفر-گرافیت [۱۴، ۲۲] برای بهبود خواص تریبولوژیکی یا الکتریکی استفاده شده است.

مطالعات اندکی روی تأثیر نیتروژن دهی پلاسمایی روی پوشش های کامپوزیتی الکترولس نیکل-بور انجام شده است [۲۳-۲۵]. بنابراین هدف از این پژوهش بررسی رابطه بین زمان نیتروژن دهی پلاسمایی و رفتار سایشی پوشش های الکترولس نیکل-بور-گرافیت خود روانکار است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### آماده سازی زیرلایه

از دیسک های فولادی AISI 4140 (قطر ۲ سانتی متر و ارتفاع ۱ سانتی متر) به عنوان زیرلایه استفاده شد. برای همگن سازی خواص مکانیکی، زیرلایه ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد آستنیته شدند و پس از کوئنچ در روغن معدنی، به مدت ۱ ساعت در دمای ۵۶۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شدند. پس از آن، یک سطح صاف (درجه زبری: ۰/۴ میکرومتر) با کاغذهای SiC با گریدهای ۲۰۰ تا ۱۰۰۰ به دست آمد. نمونه ها قبل از پوشش دهی به دقت تمیز شدند و سپس با استون چربی زدایی شدند. سپس زیرلایه ها با غوطه ور

<sup>4</sup> Additive manufacturing

<sup>5</sup> Replenishment

کیلوهرتز) در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت قرار داده شد.

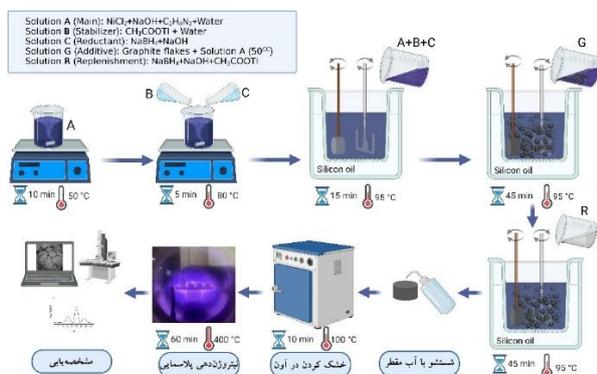
### عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی

تمام پوشش‌های الکترولس نیکل-بور-گرافیت در یک کوره با اتمسفر کنترل شده همراه با پلاسمای جریان مستقیم ۵ کیلووات استاندارد قرار گرفتند. فشار در محفظه پلاسمای ۱۰<sup>-۲</sup> تور تنظیم شد. تمام پارامترها و شرایط کاری در جدول ۲ خلاصه شده است. نمونه‌ها به تدریج تا دمای اتاق خنک شدند. روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به صورت شماتیک در جای دیگری نشان داده شده است [۲۷].

جدول ۲. پارامترها و شرایط کاری فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی

پارامترهای نیتروژن‌دهی پلاسمایی			
نسبت گاز	دما (°C)	زمان (min)	فشار (mbar)
H <sub>2</sub> ۷۵٪-N <sub>2</sub> ۲۵٪	۴۰۰	۳۰ تا ۲۴۰	۴
شرایط کاری نیتروژن‌دهی پلاسمایی			
چرخه کاری (%)	فرکانس (kHz)	ولتاژ تخلیه (V)	جریان (A)
۷۰	۹	۵۲۵±۲۵	۲ تا ۲/۵

همچنین خلاصه‌ای از مراحل آماده‌سازی حمام تا مشخصه‌یابی در شکل ۳ به صورت شماتیک آورده شده است.



شکل ۱. مراحل شماتیک آماده‌سازی حمام تا مشخصه‌یابی پوشش‌های کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت.

جدول ۱. ترکیب حمام و پارامترهای رسوب‌دهی پوشش‌های الکترولس نیکل-بور-گرافیت

نوع ترکیب	مقدار (گرم بر لیتر)
کلرید نیکل	۲۵
بوروهیدرید سدیم	۰/۸
اتیلن دی‌آمین	۶۰
هیدروکسید سدیم	۴۰
استات تالیوم	۰/۰۲
گرافیت (اندازه ۲۰۰ میکرومتر)	۰/۲۷۵
ترکیب حمام دوباره‌پرسیازی (گرم بر لیتر)	
بوروهیدرید سدیم	۰/۴
هیدروکسید سدیم	۲۰
استات تالیوم	۰/۰۱
پارامترهای پوشش‌دهی	
مقدار pH	۱۴
دما (°C)	۹۵
سرعت همزن مکانیکی (rpm)	۴۰۰
تغییر جهت حرکت زیر لایه	هر ۲ دقیقه یک بار

### آماده‌سازی پودر گرافیت

میکروگرافیت سنتز شده (شماره محصول: ۲۸۲۸۶۳) با حداقل ناخالصی‌ها و اندازه کمتر از ۲۰ میکرومتر از شرکت سیگما آلدردیج تهیه شد. محققان از روش‌های مختلف برای آماده‌سازی پودر گرافیت برای بهبود ترشوندگی آن به منظور پراکندگی بهتر در طول فرایند الکترولس استفاده می‌کنند [۵]. بسته به نوع پودر گرافیت، این عملیات می‌تواند متفاوت باشد. برای پیش آماده‌سازی ذرات گرافیت از استون و اسید هیدروفلوئوریک استفاده و در نهایت از کوره خلاء (Townson and Mercer SVAC2-2) برای خشک کردن این پودرها استفاده شد. قبل از افزودن پودرهای گرافیت به حمام الکترولس، این پودرها با ۵۰ سی‌سی از حمام الکترولس نیکل-بور مخلوط شده و به مدت ۲۴ ساعت به صورت مغناطیسی هم‌زده شدند. درست قبل از آبکاری، محلول حاوی گرافیت در یک حمام اولتراسونیک (Eurosonic 4D) از EURONDA با توان ۳۵۰ وات و فرکانس ثابت ۴۰

دیسک با بار ۱۰ نیوتن توسط پین سایش فولادی ( AISI 52100) با قطر ۵ میلی‌متر، سختی ۸۵۰ ویکرز و سرعت پین ۰/۷ متر بر ثانیه در مسافت ۵۰۰ متر انجام شد. تمام آزمون‌ها در دما و رطوبت محیط (۲۶ درجه سانتی‌گراد و ۳۳ درصد رطوبت) انجام شد. معادله زیر برای محاسبه نرخ سایش ویژه،  $k$  استفاده شد [۲۸]:

$$k = \frac{V}{F.L} \left( \frac{mm^3}{N.m} \right) \quad (1)$$

در این معادله  $k$  نرخ سایش ویژه،  $F$  بار نرمال بر حسب نیوتن،  $L$  مسافت لغزش بر حسب متر و  $V$  حجم سایش دیسک (پوشش) بر حسب میلی‌متر مکعب است که توسط معادلات زیر محاسبه شد [۲۹]:

$$Area = \cos^{-1} \left( \frac{r-h}{r} \right) r^2 - (r-h) \sqrt{(2rh-h^2)} \quad (mm^2) \quad (2)$$

$$Circumference = 2 \times \pi \times R \quad (mm) \quad (3)$$

$$Volume = Area \times Circumference \quad (mm^3) \quad (4)$$

در معادلات بالا  $r$  شعاع کروی پین،  $R$  شعاع مسیر سایش و  $h$  عمق سایش است. تمام این پارامترها به صورت شماتیک در شکل ۲ ارائه شده است [۳۰]. علاوه بر این، مقدار دقیق عمق سایش ( $h$ ) توسط زبری‌سنج دستی TR-200 اندازه‌گیری شد. به منظور تحلیل ساز و کارهای سایشی حاکم، مسیر سایش توسط FE-SEM بررسی شد. همچنین ضریب اصطکاک پوشش‌ها با ترسیم نمودار ضریب اصطکاک بر حسب مسافت طی شده و محاسبه میانگین ضریب اصطکاک برای هر نمونه اندازه‌گیری شد.

### مشخصه‌یابی پوشش‌ها

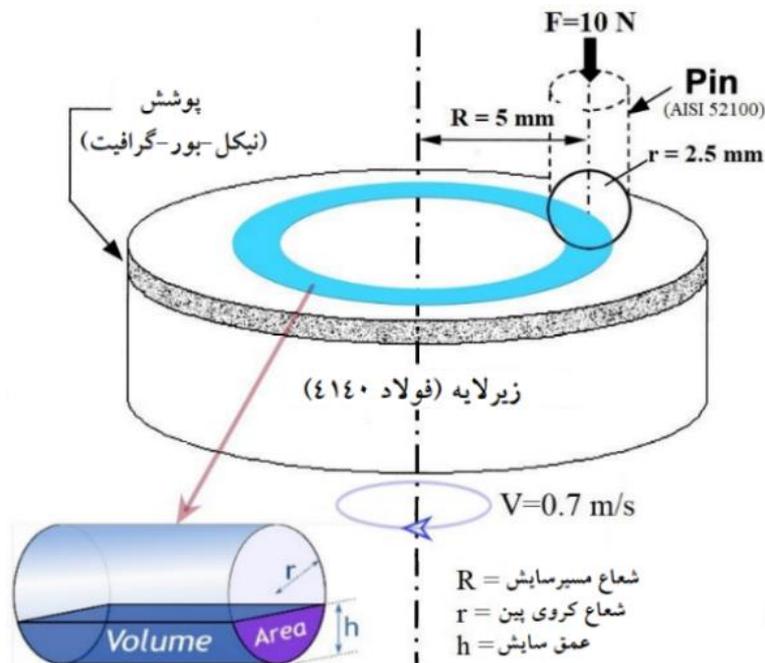
میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) مدل Mira3/TESCAN برای بررسی ریخت‌شناسی<sup>۶</sup> پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت استفاده شد. تجزیه و تحلیل EDAX با مدل SAMx برای تعیین درصد عناصر در مسیر سایش انجام شد. برای تحلیل تغییرات ساختاری پوشش‌ها، آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) با استفاده از منبع اشعه ایکس  $Cu K\alpha$  ( $\lambda = 1.54190 \text{ \AA}$ ) با سرعت اسکن ۰/۳۲ درجه بر ثانیه در شرایط کاری ۴۰ کیلوولت و ۳۰ میلی‌آمپر در محدوده  $2\theta$  بین ۱۰ تا ۹۰ درجه انجام شد.

برای تعیین ریزسختی پوشش‌ها از ریزسختی‌سنج شیمادزو (نوع M) با بار ۱۰۰ گرم و زمان ماندگاری ۵ ثانیه استفاده شد. سختی نهایی گزارش شده میانگین وزنی پنج اندازه‌گیری است. برای تأیید ریزسختی نمونه‌ها از استاندارد ASTM E384-22 استفاده شد.

پارامترهای زبری پوشش‌های کامپوزیتی با استفاده از دستگاه زبری‌سنج دستی TIME TR-200 با فیلتر RC اندازه‌گیری شد. نرم‌افزار TimeSurf for TR200 v1.3 نمودارهای زبری برحسب فاصله را بر اساس استاندارد ISO 21920-3 استخراج کرد. مقدار نهایی پارامترهای زبری میانگین وزنی پنج اندازه‌گیری است.

برای بررسی رفتار سایشی پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت از استاندارد ASTM G99-23 استفاده شد. آزمون پین روی

<sup>6</sup> Morphology



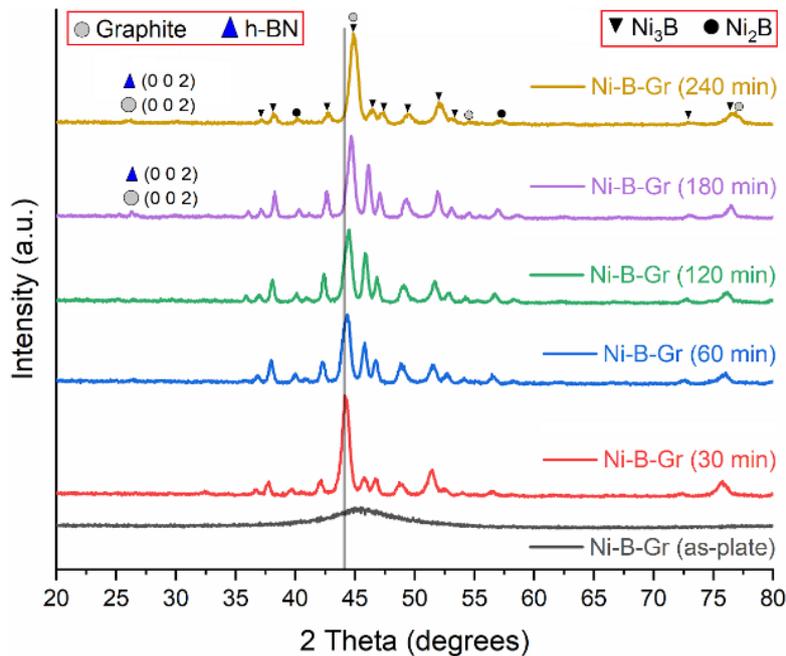
شکل ۲. پارامترهای سایش، مورد استفاده در محاسبه‌ی نرخ سایش ویژه [۳۰].

از ادغام گرافیت در پوشش را کاهش می‌دهد. این موضوع با بررسی خط عمودی ترسیم شده در شکل ۳ ثابت می‌شود. در نتیجه، کاهش اعوجاج ناشی از نیتروژن‌دهی پلاسمایی بر نفوذ بین‌نشینی نیتروژن در ماتریس نیکل-بور غلبه می‌کند، که منجر به اصلاح عیوب ساختاری و شیفت پیک مربوط به فاز  $\text{Ni}_3\text{B}$  (۱ ۳ ۰) به زاویه بالاتر یعنی از  $44/2$  درجه به  $44/9$  درجه می‌شود. این موضوع در ادغام اکسید سریم (۵۰۰-۱۰۰) نانومتر) در پوشش الکترولس نیکل-بور نیز رخ داده است [۳۱].

### ۳- نتایج و بحث

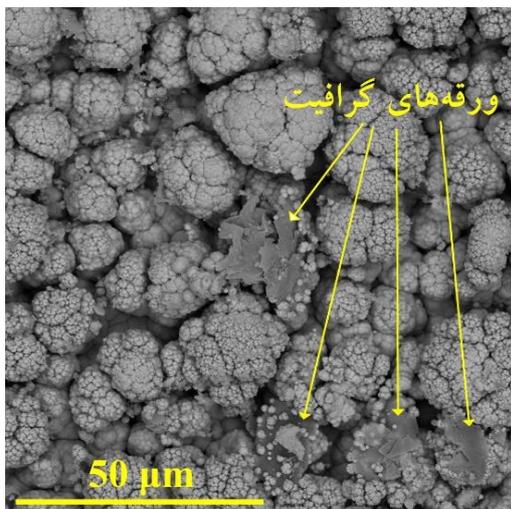
#### پراش اشعه ایکس

شکل ۳ الگوهای XRD پوشش‌های کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت را در حالت خام (as-plate) و در زمان‌های مختلف نیتروژن‌دهی پلاسمایی (۳۰، ۶۰، ۱۲۰، ۱۸۰ و ۲۴۰ دقیقه) نشان می‌دهد. در زاویه  $2\theta$  درجه همپوشانی پیک‌های گرافیت و نیتريدبور هگزاگونال (h-BN) مشهود است. همچنین نیتروژن‌دهی پلاسمایی با اصلاح عیوب شبکه، تنش‌های ناشی



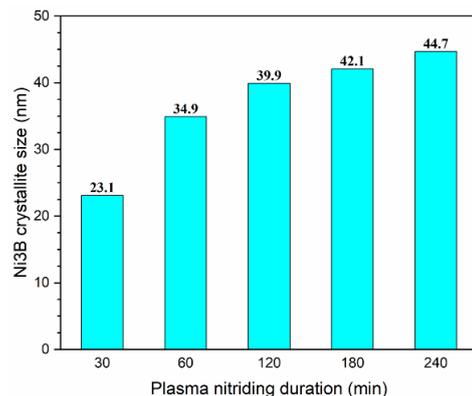
شکل ۳. الگوی پراش اشعه ایکس کامپوزیت های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن دهی پلاسمایی شده در زمان های مختلف.

می دهد. در این شکل، ورقه های گرافیتی در میان گل کلم های نیکل-بور مشاهده می شوند. همچنین، ورقه های گرافیت پوشیده شده توسط گل کلم های نیکل-بور نیز در ماتریس نیکل-بور مشخص هستند. این پدیده به همگن شدن ساختار کامپوزیت کمک می کند. در حقیقت ورقه های گرافیت به طور مؤثر در پوشش کامپوزیتی ادغام می شوند و چسبندگی آن ها به ماتریس با نیتروژن دهی پلاسمایی افزایش می یابد.



شکل ۵. ریخت شناسی سطح کامپوزیت های نیکل-بور-گرافیت نیتروژن دهی پلاسمایی شده در ۶۰ دقیقه.

در شکل ۴، اندازه کریستالیت های فاز  $Ni_3B$  در ساختار کریستالی نیکل-بور-گرافیت نمایش داده شده است. افزایش زمان نیتروژن دهی به علت بمباران سطح توسط یون های مثبت پرانرژی هیدروژن و نیتروژن منجر به افزایش دما و در نهایت رشد دانه های کریستالی می شود. این رشد دانه در نهایت منجر به کاهش سختی کامپوزیت می شود.

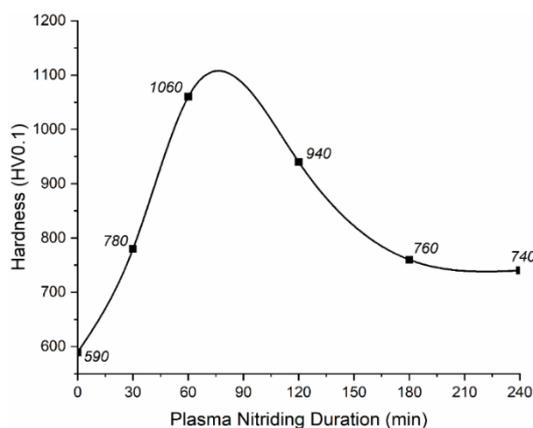


شکل ۴. اندازه کریستالیت های کامپوزیت های نیکل-بور-گرافیت نیتروژن دهی پلاسمایی شده در زمان های مختلف.

#### ریخت شناسی سطح

شکل ۵ تصویر ریخت شناسی سطح پوشش کامپوزیت نیکل-بور-گرافیت ۶۰ دقیقه نیتروژن دهی پلاسمایی شده را نشان

بمباران سطح توسط یون‌های هیدروژن و نیتروژن پراثری می‌شود [۲۵]. بنابراین، کاهش سختی پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده تا  $HV_{0.1}$  ۷۶۰ از جایگزینی اتم‌های بور با نیکل و کاهش محتوای بور در ماتریس نیکل-بور حاصل می‌شود [۲۴]. این برخلاف فرآیند تغییر سختی در پوشش‌های نیکل-بور عملیات حرارتی شده است. از آنجایی که بمباران و رسوب مجدد در فرآیند عملیات حرارتی رخ نداده و با تبدیل کامل ساختار کریستالی به فازهای  $Ni_2B$  و  $Ni_3B$ ، سختی پوشش‌های الکترولس نیکل-بور با افزایش مدت عملیات حرارتی تا حدود ۱۰ ساعت عملیات افزایش می‌یابد [۳۲].

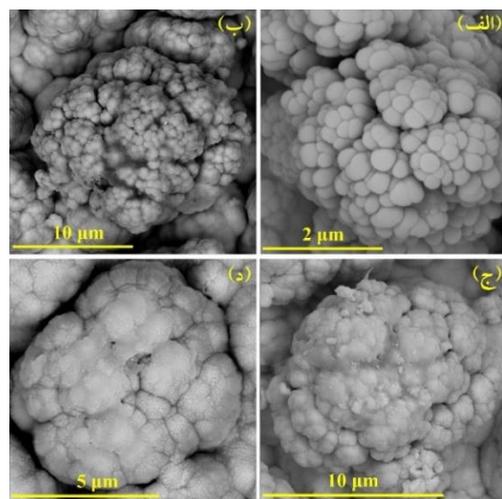


شکل ۷. عدد سختی کامپوزیت‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در زمان‌های مختلف.

### آزمون زبری

شکل ۸ پروفیل دو بعدی زبری سطح را برای پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در زمان‌های مختلف را همراه با پارامترهای  $R_a$  و  $R_s$  نشان می‌دهد. با توجه به زبری پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت خام (۱/۸ میکرومتر)، با افزایش مدت زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی تا ۱۸۰ دقیقه،  $R_a$  به دلیل فرآیندهای کندوپاش و رسوب مجدد افزایش می‌یابد. با توجه به حذف قله‌های باقی‌مانده و پر شدن دره‌ها،  $R_a$  در زمان‌های طولانی (۲۴۰ دقیقه) کاهش می‌یابد. علاوه بر این، فاصله بین پیک‌ها

شکل ۶ تغییر در ریخت‌شناسی گل‌کلم‌های نیکل-بور را در زمان‌های مختلف نیتروژن‌دهی پلاسمایی نشان می‌دهد. کامپوزیت نیکل-بور-گرافیت در حالت خام (شکل ۶ الف) با پوشش‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده (شکل ۶ ب تا د) مقایسه شدند. افزایش زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی از ۳۰ به ۲۴۰ دقیقه و در نتیجه کندوپاش ناشی از برخورد یون‌های هیدروژن و نیتروژن پراثری به سطح [۲۵]، گل‌کلم‌های نیکل‌بور را به دلیل اثر رسوب مجدد با یکدیگر ممزوج می‌کند. همچنین فضا‌های خالی بین آن‌ها پر می‌شود که به همگن شدن ساختار کامپوزیت و چسبندگی بهتر ذرات گرافیت به ماتریس نیکل-بور کمک می‌کند.

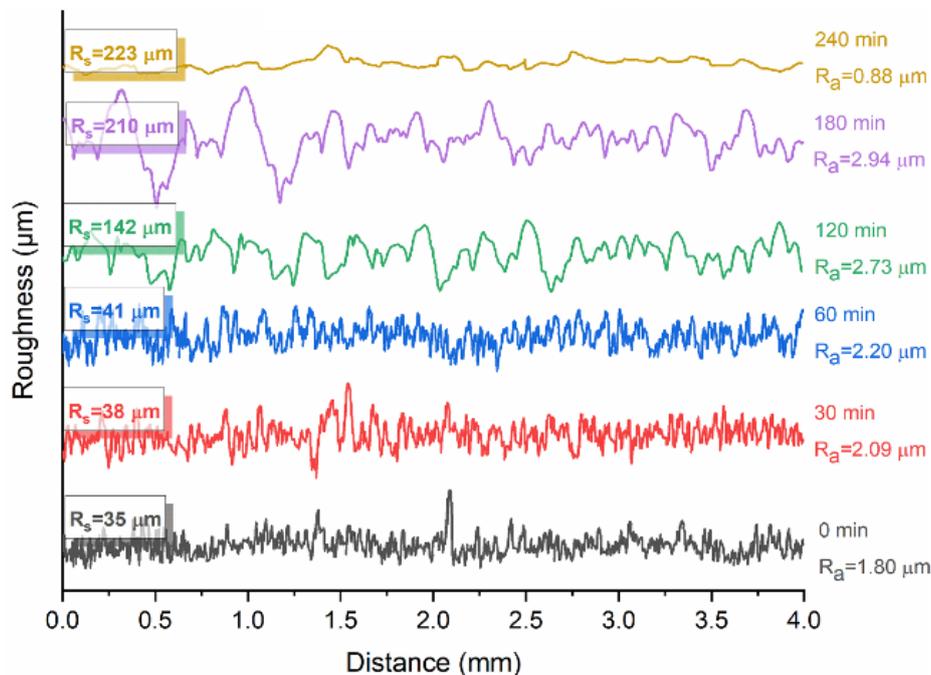


شکل ۶. ریخت‌شناسی گل‌کلم‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام (الف) و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در ۳۰ دقیقه (ب)، ۱۲۰ دقیقه (ج) و ۲۴۰ دقیقه (د).

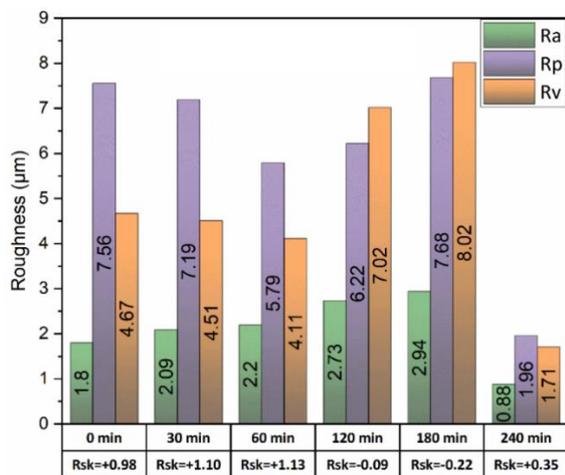
### آنالیز ریزسختی

شکل ۷ مقادیر سختی پوشش‌های کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت را در حالت خام و در زمان‌های مختلف نیتروژن‌دهی پلاسمایی نشان می‌دهد. در ۶۰ دقیقه ابتدایی نیتروژن‌دهی پلاسمایی، سختی به  $HV_{0.1}$  ۱۰۶۰ افزایش می‌یابد. این به دلیل کریستالی شدن ساختار، تشکیل فازهای صلب  $Ni_3B$  و بهینه‌شدن اندازه کریستالیت‌ها است. با این حال، افزایش مدت زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی منجر به اثر رسوب مجدد و

به دلیل کاهش پیک‌ها در حین نیتروژن‌دهی پلاسمایی افزایش می‌یابد. به همین دلیل،  $R_s$  از ۳۸ میکرومتر برای زمان ۳۰ دقیقه به ۲۲۳ میکرومتر برای زمان ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی افزایش می‌یابد.



شکل ۸. پروفیل‌های زبری کامپوزیت‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در زمان‌های مختلف.



شکل ۹. پارامترهای زبری سطح کامپوزیت‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در زمان‌های مختلف.

در مدت‌زمان‌های کمتر نیتروژن‌دهی پلاسمایی (۶۰ دقیقه)، به دلیل پر شدن دره‌ها،  $R_{sk}$  (ضریب لوچگی<sup>۷</sup>) اندکی افزایش یافته است. اما در زمان‌های طولانی‌تر (۱۲۰ و ۱۸۰

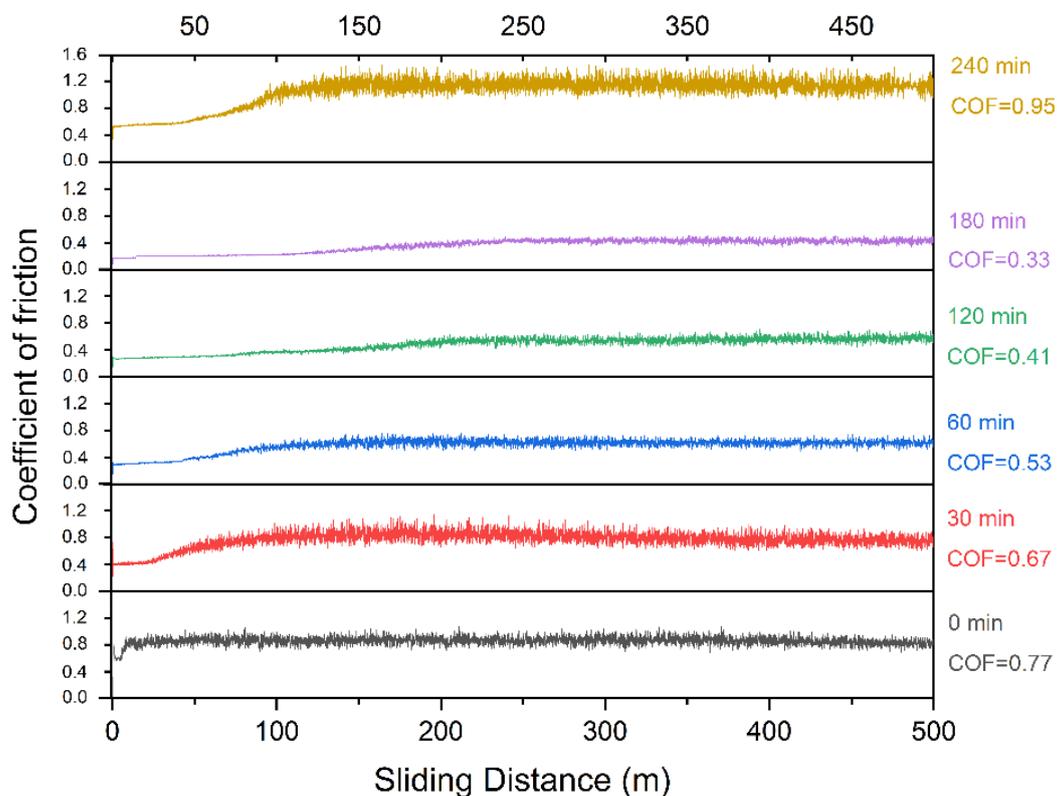
شکل ۹ پارامترهای زبری مانند  $R_a$ ،  $R_p$ ،  $R_v$  و  $R_{sk}$  را نشان می‌دهد. با افزایش زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی تا ۶۰ دقیقه، قله‌ها به دلیل کندوپاش و پر شدن دره‌ها کوتاه‌تر می‌شوند. در نتیجه،  $R_p$  و  $R_v$  از ۷/۵۶ و ۴/۶۷ میکرومتر به ۵/۷۹ و ۴/۱۱ میکرومتر در زمان ۶۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی کاهش می‌یابند. افزایش مدت زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی منجر به افزایش فرآیند رسوب مجدد و شکل‌دهی قله‌ها و دره‌های متمایز می‌شود که در نهایت  $R_p$  و  $R_v$  به مقادیر ۷/۶۸ و ۸/۰۲ میکرومتر برای ۱۸۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی افزایش می‌یابد. با این حال در مدت زمان طولانی‌تر (۲۴۰ دقیقه)، قله‌ها و دره‌ها هم‌سطح می‌شوند و  $R_p$  (۱/۹۶ میکرومتر) و  $R_v$  (۱/۷۱ میکرومتر) به طور قابل توجهی کاهش می‌یابند.

<sup>7</sup> Skewness index

کاهش یافته است (از ۰/۶۷ برای ۳۰ دقیقه به ۰/۳۳ برای ۱۸۰ دقیقه). این موضوع از رابطه‌ی معکوس بین زبری و ضریب اصطکاک ناشی می‌شود [۳۳-۳۵]. در نتیجه، نیتروژن‌دهی پلاسمایی به دلیل کاهش نواحی تماس واقعی بین پین‌های سایش و پوشش‌ها به دلیل افزایش زبری، ضریب اصطکاک این پوشش‌ها را کاهش داده است. ضریب اصطکاک پوشش پس از ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی به دلیل کاهش زبری به ۰/۸۸ میکرومتر، دوباره تا مقدار ۰/۹۵ افزایش یافت.

دقیقه) به دلیل غلبه‌ی حذف قله‌ها بر پر شدن دره‌ها، تعداد دره‌ها افزایش یافته و مقدار  $R_{sk}$  منفی می‌شود. درحقیقت پوشش‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده به مدت ۱۲۰ تا ۱۸۰ دقیقه قابلیت حفظ روانکار جامد<sup>۸</sup> را بهبود می‌بخشند. باین‌حال، در مدت‌زمان طولانی‌تر (۲۴۰ دقیقه)، به دلیل پر شدن مجدد دره‌ها،  $R_{sk}$  دوباره افزایش یافته و مثبت می‌شود.

در شکل ۱۰، ضریب اصطکاک پوشش‌های کامپوزیت نیکل-بور-گرافیت با افزایش مدت زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی



شکل ۱۰. نمودارهای ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش برای کامپوزیت‌های نیکل-بور-گرافیت در حالت خام و نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده در زمان‌های مختلف.

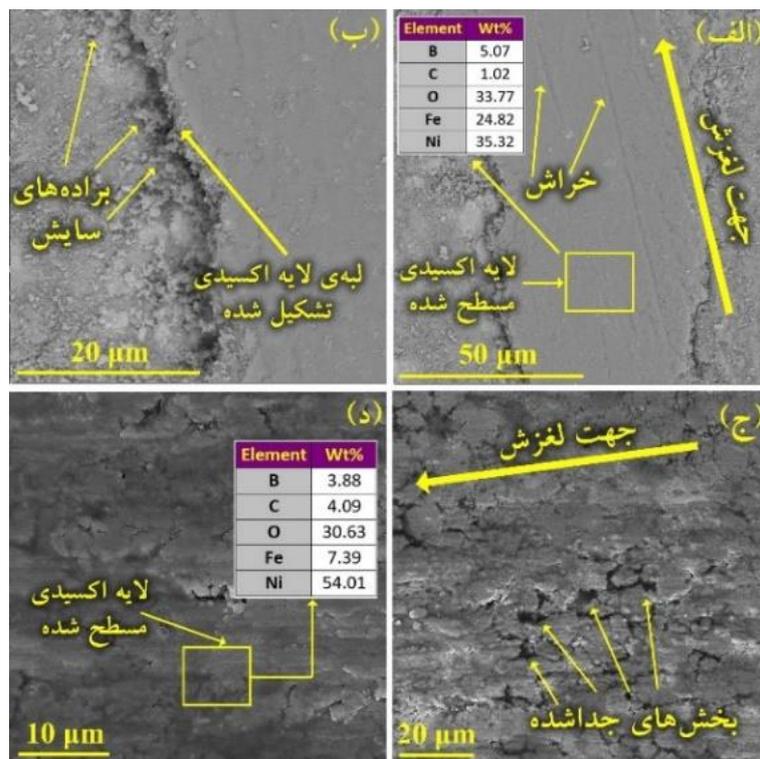
کاهش تعداد ریزترک‌ها می‌شود [۲۷]. پس از ۱۸۰ دقیقه، افزایش زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی به ۲۴۰ دقیقه منجر به بی‌ثباتی در منحنی‌های سایش و نوسانات بیشتر می‌شود. این موضوع به رشد دانه (شکل ۴) و کاهش بور در ساختار، ناشی

شیب ضریب اصطکاک در منحنی‌های ضریب اصطکاک بر حسب مسافت لغزش یک روند کاهشی را تا ۱۸۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی نشان می‌دهد. این به دلیل فشردگی و تراکم شدن ساختار ناشی از عملیات پلاسمای است که باعث

<sup>8</sup> Fluid-retaining capability

خراشان و اکسیداسیون است. افزایش دما در فصل مشترک بین و پوشش [۳۶] ممکن است منجر به ایجاد اکسیدهای نیکل و آهن شود [۳۷]. علاوه بر این، وجود آهن در داخل لایه‌ی اکسیدی که در شکل ۱۱ الف مشاهده می‌شود، نشان‌دهنده‌ی شروع سایش چسبان در این پوشش است.

از بمباران سطح با یون‌های هیدروژن و نیتروژن با انرژی بالا نسبت داده می‌شود [۲۴]. شکل ۱۱ الف و ب تصاویر FE-SEM از پوشش کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت خام را پس از آزمون سایش نشان می‌دهد. وجود شیارها در شکل ۱۱ الف، همراه با وجود یک لایه‌ی اکسید صاف شده، نشان می‌دهد که ساز و کار<sup>۹</sup> سایش،



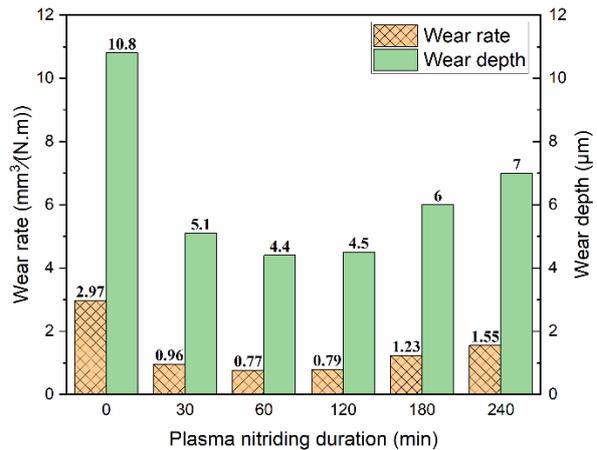
شکل ۱۱. تصاویر میکروسکوپ الکترونی مسیر سایش مربوط به پوشش‌های نیکل-بور-گرافیت خام (الف و ب) و نیتروژن دهی پلاسمایی شده به مدت ۶۰ دقیقه (ج و د).

در این مناطق فعال نمی‌شود و نرخ سایش تا مقدار  $0.79 \text{ mm}^3/N.m$  کاهش یافته که در شکل ۱۲ آورده شده است [۴۰].

گنجاندن گرافیت در پوشش، که دارای خواص خود روانکاری و ساختار لایه‌ای [۳۸] قابل مقایسه با h-BN [۲۳] و  $\alpha\text{-ZrP}$  [۳۹] است، با تشکیل یک لایه‌ی محافظ، توانایی پوشش را برای مقاومت در برابر سایش افزایش می‌دهد. به دلیل مقاومت در برابر اکسیداسیون در دمای بالا توسط گرافیت، بخش‌های خاصی از پوشش اکسید نشده باقی می‌ماند و فقط فشرده می‌شوند. وجود مقدار قابل توجهی نیکل بیشتر از این واقعیت حمایت می‌کند که سایش اکسیداسیون

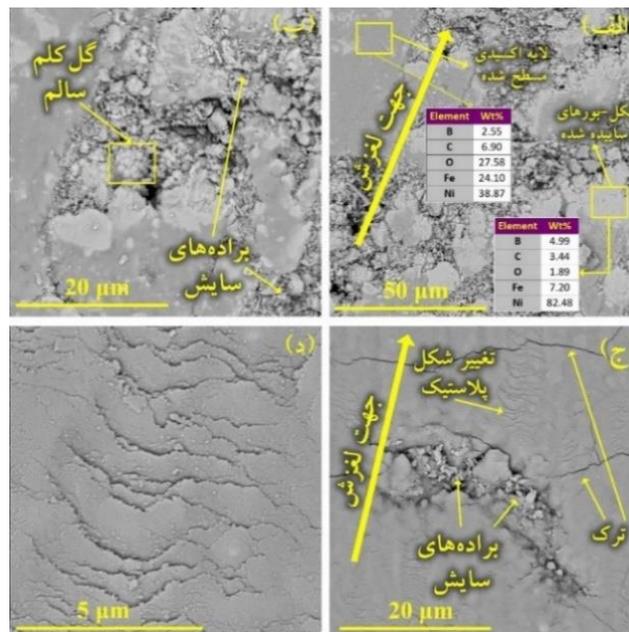
<sup>9</sup> Mechanism

پوشش و وجود هم زمان گرافیت در پوشش به عنوان روانکار و جدا شدن آن در طول فرایند کاهش یافته است (شکل ۱۱ ج؛ حفره ها، جدا شدن بخش هایی از پوشش را نشان می دهد). شکل ۱۳ تصاویر FE-SEM از پوشش کامپوزیت نیکل-بور-گرافیت را پس از ۱۲۰ دقیقه (شکل الف و ب) و ۲۴۰ دقیقه (شکل ج و د) نیتروژن دهی پلاسمایی نشان می دهد. افزایش زمان فرآیند نیتروژن دهی پلاسمایی به بیش از یک ساعت، به علت افزایش دمای پوشش ناشی از برخورد یون های پراثری هیدروژن و نیتروژن، منجر به رشد دانه (شکل ۴) می شود [۴۱]. فرآیند رشد دانه منجر به کاهش سختی و افزایش شکل پذیری پوشش می شود و در نتیجه منجر به افزایش سایش چسبان می شود و نرخ سایش ویژه را تا  $1/23 \text{ mm}^3/\text{N.m}$  (شکل ۱۲) افزایش می دهد [۴۲]. علاوه بر این، گنجاندن گرافیت در ماتریس نیکل-بور و افزایش انعطاف پذیری آن، تشکیل یک لایه ی محافظ متشکل از اکسید نیکل را تسهیل می کند. در نتیجه، لایه ی زیرین محافظت می شود و ساختار متمایز گل کلمی در این لایه های خاص حفظ می شود (شکل ۱۳ ب).



شکل ۱۲. نرخ سایش ویژه و عمق سایش برای پوشش های کامپوزیتی نیکل-بور-گرافیت در حات خام و نیتروژن دهی پلاسمایی شده در زمان های مختلف

به دنبال فرایند نیتروژن دهی پلاسمایی به مدت ۶۰ دقیقه، سایش چسبان در نتیجه کریستالی شدن ساختار، توسعه مرز دانه ها و ظهور فازهای سخت نیکل بورید محدود می شود. بررسی EDX لایه ی اکسید صاف شده (شکل ۱۱ د) تأیید می کند به علت درصد پایین آهن، سایش چسبان در این پوشش به دنبال عملیات نیتروژن دهی پلاسمایی محدود شده است. علاوه بر این، سایش خراشان در نتیجه افزایش سختی



شکل ۱۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی مسیر سایش مربوط به پوشش های نیکل-بور-گرافیت نیتروژن دهی پلاسمایی شده برای ۱۲۰ دقیقه (الف و ب) و ۲۴۰ دقیقه (ج و د).

میان افزایش زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی به ۱۸۰ دقیقه باعث افزایش زبری تا مقدار  $۲/۹۴$  میکرومتر می‌شود. کاهش مجدد عدد زبری تا  $۰/۸۸$  میکرومتر در زمان ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی مشاهده شد. نتایج آزمایش پین روی دیسک نشان داد که زبری بالاتر پوشش‌های الکترولس نیکل-بور-گرافیت ضریب اصطکاک کمتری را ارائه می‌کند. با این حال، در مورد پوشش نیکل-بور-گرافیت ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده، ضریب اصطکاک ( $۰/۹۵$ ) و نرخ سایش ویژه ( $۱/۵۵ \text{ mm}^3/\text{N.m}$ ) افزایش یافت. دلیل کاهش مقاومت سایشی کامپوزیت‌های نیکل-بور در زمان‌های بالای نیتروژن‌دهی پلاسمایی، کاهش سختی کامپوزیت به علت کاهش مقدار بور در اثر بمباران یون‌های پراثری هیدروژن و نیتروژن و رشد دانه ناشی از افزایش دمای پوشش است.

#### ۵- مراجع

- [1] Menezes, P.L.; P.K. Rohatgi; E. Omrani; *Self-Lubricating Composites*, Springer, 2022.
- [2] Rahman, M.M.; M. Islam; R. Roy; H. Younis; M. AlNahyan; H. Younes; "Carbon Nanomaterial-Based Lubricants: Review of Recent Developments", *Lubricants*, 10(11) (2022) 281.
- [3] Zhang, Z.J.; D. Simionesie; C. Schaschke; "Graphite and hybrid nanomaterials as lubricant additives", *Lubricants*, 2(2) (2014) 44-65.
- [4] Wang, H.-d.; *Graphite Solid Lubrication Materials*, *Encyclopedia of Tribology*, Springer US: Boston, MA, 1550-1555, 2013.
- [5] Xu, X.; Z. Cui; S. Zhu; Y. Liang; X. Yang; "Preparation of nickel-coated graphite by electroless plating under mechanical or ultrasonic agitation", *Surface and Coatings Technology*, 240 (2014) 425-431.
- [6] Wu, L.; H. Yang; J. Cheng; C. Hu; Z. Wu; Y. Feng; "Review in preparation and application of nickel-coated graphite composite powder", *Journal of Alloys and Compounds*, 862 (2021) 158014.

علاوه بر این، هنگامی که زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی بیش از ۲ ساعت باشد، پوشش افت محتوای بور را به دلیل وقوع رویدادهای کندوپاش تجربه می‌کند [۴۱]. در نهایت، در نتیجه‌ی از دست دادن سختی پوشش به دلیل رشد دانه (شکل ۴) و کاهش محتوای بور، نرخ سایش ویژه‌ی پوشش نیکل-بور-گرافیت پس از ۲۴۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی تا مقدار  $۱/۵۵ \text{ mm}^3/\text{N.m}$  (شکل ۱۲) افزایش می‌یابد. تغییرشکل پلاستیک و ترک در پوشش به دلیل شکل‌پذیری بیش از حد پوشش پس از سه ساعت یا بیشتر نیتروژن‌دهی پلاسمایی ایجاد می‌شود (شکل ۱۳ ج و د). تیما و همکاران یک تغییرشکل پلاستیکی مشابه را طی یک فرآیند ۴ ساعته نیتروژن‌دهی پلاسمایی در پوشش‌های نیکل-بور یافتند [۲۵]. علاوه بر این، به نظر می‌رسد که ویژگی‌های خود روانکاری گرافیت برش آسان را تسهیل می‌کند، مقاومت سایشی را افزایش داده و انتقال مواد به پین فولادی یا بالاعکس به ویژه در مراحل اولیه‌ی سایش کاهش می‌یابد [۴۳]. علاوه بر این، ذرات گرافیت در ماتریس نیکل-بور احتمال چسبندگی بین پوشش و پین فولادی را نیز کاهش می‌دهد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، پوشش‌های کامپوزیتی الکترولس نیکل-بور-گرافیت حاوی گرافیت ورقه‌ای روی فولاد AISI 4140 رسوب داده شدند و تأثیر زمان‌های مختلف نیتروژن‌دهی پلاسمایی (۳۰ تا ۲۴۰ دقیقه) بر ریخت‌شناسی، خواص ساختاری، ریزسختی، زبری‌سنجی و مقاومت سایشی این پوشش‌ها بررسی شد. مشخص شد که زمان نیتروژن‌دهی پلاسمایی به طور قابل توجهی بر ریخت‌شناسی این پوشش‌ها تأثیر می‌گذارد. پوشش نیکل-بور-گرافیت ۶۰ دقیقه نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده، دارای بالاترین سختی ( $\text{HV}_{0.1}$ ) ۱۰۶۰ به علت رسوب فازهای کریستالی نیکل بورید و نرخ سایش ویژه‌ی پایین ( $۰/۷۷ \text{ mm}^3/\text{N.m}$ ) به علت وجود گرافیت و فاز h-BN نسبت به سایر پوشش‌ها بود. در این

- Ni-P coatings", *Metal Powder Report*, (2020) 344-349.
- [15] He, M.-f.; W.-b. Hu; C. Zhong; J.-f. Weng; S. Bin; Y.-t. Wu; "Effect of wear conditions on tribological properties of electrolessly-deposited Ni-P-Gr-SiC hybrid composite coating", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(10) (2012) 2586-2592.
- [16] Pinate, S.; C. Zanella; "Wear behavior of Ni-based composite coatings with dual nano-SiC: graphite powder mix", *Coatings*, 10(11) (2020) 1060.
- [17] Lu, J.; S. Yang; J. Wang; Q. Xue; "Mechanical and tribological properties of Ni-based alloy/CeF<sub>3</sub>/graphite high temperature self-lubricating composites", *Wear*, 249(12) (2001) 1070-1076.
- [18] Zhen, J.; J. Cheng; H. Tan; Q. Sun; S. Zhu; J. Yang; W. Liu; "Investigation of tribological characteristics of nickel alloy-based solid-lubricating composites at elevated temperatures under vacuum", *Friction*, 9(5) (2021) 990-1001.
- [19] Nartu, M.; T. Torgerson; S. Mantri; R. Banerjee; T. Scharf; "Directed energy deposition of Ni-Al-Cr-C composites: Microstructural evolution during solidification and wear", *Additive Manufacturing*, 42 (2021) 102000.
- [20] Shi, X.; D. Song; "Study on Alleviating Fretting Damage Properties of Ni-B-C60 Nano-Composite Coating on Titanium Alloy", *2010 International Conference on E-Product E-Service and E-Entertainment*. IEEE, 2010.
- [21] Delaunois, F.; V. Vitry; L. Bonin; *Electroless Nickel Plating: Fundamentals to Applications*, CRC Press, 2019.
- [22] Han, Y.; M. Ma; G. Li; J. Yu; G. Liu; Q. Jing; X. Chen; Q. Wang; R. Liu; "(Ni-P)/graphite composite film plated on bulk metallic glass", *Materials Letters*, 62(10) (2008) 1707-1710.
- [23] Mirhosseini, S.S.; F. Mahboubi; M. Azadfalsh; "Effect of different plasma nitriding durations on the tribological characteristics of nickel-boron-nanodiamond electroless nanocomposite coatings", *Surface and Coatings Technology*, 476 (2024) 130181.
- [7] Gudala, S.; M. Ramesh; N.S. Shanmugam; "Influence of Solid Lubricants on Microstructure and Tribological Performance of Nickel-Based Composite Coatings", *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 11(2) (2022) 281-292.
- [8] وتوت, ف.م.ز.; "تأثیر نیتروژن‌دهی پلاسمایی و غلظت اکسیدگرافن کاهش‌یافته بر رفتار سایشی پوشش‌های الکتروولس Ni-B-rGO", علوم و مهندسی سطح, ۵۷ (۱۴۰۲) ۲۹-۴۱.
- [9] Khatkar, S.; N. Suri; S. Kant; "A review on mechanical and tribological properties of graphite reinforced self lubricating hybrid metal matrix composites", *Reviews on Advanced Materials Science*, 56(1) (2018) 1-20.
- [10] Ebersbach, F.G.; G. Mõnego; M.H. Cornelsen; J.D.B. de Mello; G. Hammes; C. Binder; A.N. Klein; "Effect of reaming on surface properties of self-lubricating composites", *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 45(3) (2023) 1-14.
- [11] Chen, Z.; H. Fan; H. Tan; W. Chen; S. Zhu; J. Cheng; Y. Zhang; J. Yang; "Effects of graphite contents on the microstructure evolution, mechanical properties and high temperature tribological behavior of Cu-Ni-Al/Gr solid-lubricating composites", *Tribology International*, 179 (2023) 108193.
- [12] Patil, N.A.; S.R. Pedapati; R.V. Marode; "Wear Analysis of Friction Stir Processed AA7075-SiC-Graphite Hybrid Surface Composites", *Lubricants*, 10(10) (2022) 267.
- [13] Khatkar, S.K.; R. Verma; S. Kant; N.M. Suri; "Effect of reinforcements on the sliding wear behavior of self-lubricating AZ91D-SiC-Gr hybrid composites", *International Journal of Surface Engineering and Interdisciplinary Materials Science (IJSEIMS)*, 10(1) (2022) 1-19.
- [14] Thakur, I.; V. Pandey; P. Rao; S. Tyagi; D. Goyal; "Tribological study of mechanically milled graphite nanoparticles codeposited in electroless

- [34] Madah, F.; C. Dehghanian; A.A. Amadeh; "Investigations on the wear mechanisms of electroless Ni-B coating during dry sliding and endurance life of the worn surfaces", *Surface and Coatings Technology*, 282 (2015) 6-15.
- [35] Sürdem, S.; C. Eseroğlu; R. Çitak; "A parametric study on the relationship between NaBH<sub>4</sub> and tribological properties in the nickel-boron electroless depositions", *Materials Research Express*, 6(12) (2019) 125085.
- [36] Arias, S.; J.G. Castaño; E. Correa; F. Echeverría; M. Gómez; "Effect of heat treatment on tribological properties of Ni-B coatings on low carbon steel: wear maps and wear mechanisms", *Journal of Tribology*, 141(9) (2019) 091601.
- [37] Vitry, V.; A.F. Kanta; F. Delaunois; "Application of nitriding to electroless nickel-boron coatings: Chemical and structural effects; mechanical characterization; corrosion resistance", *Materials & Design*, 39 (2012) 269-278.
- [38] Fazel, M.; M.G. Jazi; S. Bahramzadeh; S. Bakhshi; M. Ramazani; "Effect of solid lubricant particles on room and elevated temperature tribological properties of Ni-SiC composite coating", *Surface and Coatings Technology*, 254 (2014) 252-259.
- [39] Yan, L.; S. Yan; Y. He; Y. He; H. Li; R. Song; H. Zhou; X. Cheng; "Preparation, corrosion resistance and mechanical properties of electroless Ni-B/ $\alpha$ -ZrP composite coatings", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 654 (2022) 130132.
- [40] Nishira, M.; K. Yamagishi; O. Takano; "Formation and Characteristics of Electroless Ni-B-Graphite Composite Coatings", *Journal of The Surface Finishing Society of Japan*, 44(11) (1993) 961-965.
- [41] Bayatlı, A.; E.F. Şahin; M. Kocabaş; "Effect of boron carbide reinforcement on surface properties of electroless Ni-B and Ni-B-W coatings", *Materials Chemistry and Physics*, 305 (2023) 127899.
- [42] Aydeniz, A.I.; A. Göksenli; G. Dil; F. Muhaffel; C. Calli; B. Yüksel; [24] Yazdani, S.; R. Tima; F. Mahboubi; "Investigation of wear behavior of as-plated and plasma-nitrided Ni-B-CNT electroless having different CNTs concentration", *Applied Surface Science*, 457 (2018) 942-955.
- [25] Tima, R.; F. Mahboubi; "Ability of plasma nitriding to improve tribological behavior of medium and high boron electroless nickel coatings", *Tribology International*, 156 (2021) 106822.
- [26] Delaunois, F.; J. Petitjean; P. Lienard; M. Jacob-Duliere; "Autocatalytic electroless nickel-boron plating on light alloys", *Surface and Coatings Technology*, 124(2-3) (2000) 201-209.
- [27] Mirhosseini, S.S.; F. Mahboubi; "Effect of plasma nitriding on tribological properties of nickel-boron-nanodiamond electroless coatings", *Surface and Coatings Technology*, 435 (2022) 128216.
- [28] Stachowiak, G.; A. Batchelor; *Engineering Tribology*, Elsevier, 2013.
- [29] Bayer, R.G.; T.-C. Ku; *Handbook of analytical design for wear, Handbook of Analytical Design for Wear*, Springer, 1-97, 1964.
- [30] Hwang, B.; J. Ahn; S. Lee; "Correlation of microstructure and wear resistance of ferrous coatings fabricated by atmospheric plasma spraying", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33 (2002) 2933-2945.
- [31] Gültekin, D.; E. Duru; H. Akbulut; "Improved Wear Behaviors of Lead-Free Electroless Ni-B and Ni-B/CeO<sub>2</sub> Composite Coatings", *Surface and Coatings Technology*, (2021) 127525.
- [32] Pal, S.; N. Verma; V. Jayaram; S.K. Biswas; Y. Riddle; "Characterization of phase transformation behaviour and microstructural development of electroless Ni-B coating", *Materials Science and Engineering: A*, 528(28) (2011) 8269-8276.
- [33] Dong, C.X.; W.C. Sun; J. Zhang; H. Cai; L.B. Niu; "Effects of NaBH<sub>4</sub> and Heat-Treat on Corrosion Resistance of Electroless Plating Ni-B Coating", *Materials Science Forum*. Trans Tech Publ, 2015.

"Electroless Ni-BW coatings for improving hardness, wear and corrosion resistance", *Materiali in tehnologije*, 47(6) (2013) 803-806.

- [43] Nemane, V.; S. Chatterjee; "Nanomechanical, Tribological, and Scratch Properties of Electroless Ni-B-W Alloy and Ni-BW-SiC Composite Coatings", *Journal of Tribology*, 144(5) (2022) 051402.