

بررسی ساختاری و ارزیابی خواص مغناطیسی پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم نانوساختار تهیه شده به روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی

بابک هاشمی^۱، مهسا پرمون^۲

^۱عضو هیئت علمی دانشگاه شیراز

^۲کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی-الکترو سرامیک دانشگاه شیراز

چکیده

یکی از ترکیبات معروف و پرکاربرد در حوزه مواد مغناطیسی پرمالوی‌ها هستند که در حالت نانو ساختار دارای ویژگی‌های مغناطیسی منحصر به فردی مانند نفوذپذیری مغناطیسی بالا، میدان پسماندزدا، کم، مغناطش اشباع نسبتاً مطلوب هستند که این ویژگی‌ها باعث شده، این آلیاژها کاربردهای گسترده‌ای در صنایع گوناگون مانند پزشکی، الکترونیک و هوافضا داشته باشند. اما به دلیل ضعف در خواص مکانیکی شان از جمله مقاومت به سایش پایین، طول عمر و زمان استفاده از آن‌ها محدود شده است. در این پژوهش سعی شده است با اضافه کردن کروم به عنوان عنصر آلیاژی سوم با استفاده از دو روش آبرکاری الکتریکی با جریان مستقیم و پالسی، با حفظ خاصیت مغناطیسی، خاصیت سایشی این آلیاژ بهبود یابد. در واقع این تحقیق مشتمل بر دو بخش است. در بخش اول تهیه پرمالوی (آهن-نیکل) نانوساختار با استفاده از روش رسوب‌دهی الکتریکی به روش پالسی در یک حمام با ترکیب شیمیایی مشخص و با اعمال سیکل کاری و فرکانس‌های متفاوت بررسی شد. در ابتدا با اعمال جریان مستقیم، پارامترهای موثر در پوشش دهی نظیر چگالی جریان، دما، زمان، pH و... بدست آورده شد و سپس با همین شرایط یکسان و در فرکانس ثابت (MHz) ۱۰۰ و سیکل‌های کاری ۱۰-۳۰-۵۰-۷۰-۹۰٪ نمونه‌سازی انجام شد. بهینه‌ترین حالت در این شرایط سیکل کاری ۱۰٪، تشخیص و سپس در این سیکل کاری و با تغییر فرکانس‌های (MHz) ۱۰-۵۰-۲۵۰-۵۰۰ نمونه‌سازی ادامه یافت. در این شرایط نیز بهینه‌ترین حالت در سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس (MHz) ۵۰۰ تشخیص داده شد. در بخش دوم در دو حالت بهینه بدست آمده عنصر کروم به عنوان عنصر سوم آلیاژی به ترکیب پوشش آلیاژی پرمالوی (آهن-نیکل) اضافه شد. با انجام آنالیز XRD فازهای تشکیل شده و اندازه دانه‌ها بررسی شد. به منظور بررسی مورفولوژی سطح پوشش‌ها از تصویربرداری با میکروسکپ الکترونی روبشی استفاده شد و برای محاسبه درصد عناصر موجود در هر پوشش آنالیز EDAX انجام گرفت. سپس برای بررسی خواص مغناطیسی و مقاومت به سایش نمونه‌ها به ترتیب از تست VSM و آزمون سایش پین روی دیسک استفاده شد. نتایج نشان داد که کاهش سیکل کاری و افزایش فرکانس باعث حصول بهترین نمونه از نظر مقاومت به سایش می‌شود که در واقع دلیل این اتفاق حضور کروم در پوشش آهن-نیکل است. اما یکی از عیوب اضافه شدن عنصر سوم به پوشش، افت خواص مغناطیسی آن است که در این پژوهش نیز با افزایش درصد وزنی موجود در پوشش مقاومت به سایش افزایش و خاصیت مغناطیسی کاهش یافت.

واژگان کلیدی: پرمالوی، خواص مغناطیسی، رسوب‌دهی الکتریکی پالسی، مقاومت به سایش

مقدمه

پیشرفت علم مغناطیس باعث ایجاد تحولات عظیم در حوزه‌های مختلف علم و مهندسی شده است و مواد مغناطیسی جزء پرکاربردترین و مهم‌ترین مواد مهندسی به شمار می‌روند. قطعات ذخیره اطلاعات، نانوحسگرها، مانند تشخیص و درمان تومور و دارورسانی هوشمند از جمله کاربردهایی هستند که پیشرفت آن‌ها تا حد زیادی مرهون پیشرفت در زمینه مواد مغناطیسی است. مواد نانوساختار مغناطیسی به دلیل نسبت سطح به حجم بالا می‌توانند دارای ویژگی‌های مطلوب تری از نظر خواص مغناطیسی، سختی، مقاومت به سایش و مقاومت به خوردگی در مقایسه با مواد میکروساختاری باشند. به همین دلیل امروزه تحقیقات زیادی در زمینه تولید پوشش‌های مغناطیسی نانوساختار به منظور دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب مانند مغناطش اشباع بالا، وادارندگی کم و همچنین سختی و مقاومت به سایش عالی همراه با ریزساختار و ترکیب شیمیایی مورد نظر در حال انجام است.

آلیاژهای آهن-نیکل جز مغناطیس‌های نرم قرار می‌گیرند و به دلیل دارا بودن این خاصیت مغناطیسی‌شان در مواردی از جمله قطعات کامپیوتری مانند هدهای نویسنده و خواننده، حسگرها، حافظه در رایانه‌ها و... مورد استفاده قرار می‌گیرند. بنابراین در چنین کاربردهایی علاوه بر رفتار مغناطیسی مطلوب و مورد نظر باید خواص مکانیکی مطلوب از جمله: سختی و مقاومت به سایش و چسبندگی مناسب به زیرلایه را نیز دارا باشند. [۵]

آلیاژهای آهن-نیکل به دلیل ضعف در خواص مکانیکی شان از جمله مقاومت به سایش و سختی پایین، دارای طول عمر و زمان استفاده محدود هستند. یکی از راه‌های بهبود خواص مکانیکی این آلیاژها اضافه کردن جزء سومی است که خاصیت سایشی و سختی مطلوبی را به وجود آورد و علاوه بر آن بر خاصیت مغناطیسی تاثیر نامطلوب نداشته باشد. عناصری از جمله: کبالت، تنگستن، کروم و نانو ذرات سرامیکی به عنوان جزء سوم انتخاب‌هایی هستند که می‌توانیم برای بدست آوردن خواص ذکر شده داشته باشیم.

در این پژوهش امکان تولید پرمالوی و پرمالوی همراه با عنصر آلیاژی سوم به روش آبکاری با جریان پالسی در متغیرهای فرکانس و سیکل کاری مورد بررسی قرار گرفت. در ابتدا مطالعاتی بر نحوه پایداری حمام و تاثیر آن بر پوشش ایجاد شده سپس خواص مغناطیسی، سایشی و سختی پوشش‌های آلیاژی مورد بررسی شد.

مبانی نظری

منشأ مغناطیس

همه ی موادی که با اعمال میدان مغناطیسی مغناطیس می‌شوند را مواد مغناطیسی گویند. منشأ خاصیت مغناطیسی وجود الکترون‌های فرد در اوربیتال‌ها می‌باشد که به واسطه حرکت مداری و اسپینی الکترون‌ها (حرکت الکترون به دور هسته و حرکت الکترون به دور خود) باعث ایجاد ممان مغناطیسی در اتم‌ها یا یون‌ها می‌گردد. ولی تعیین جهت‌گیری مغناطیسی الکترون‌های واقع در یک اتم یا یون که در یک شبکه بلوری قرار گرفته به برهم کنش بین ممان‌ها بستگی دارد. طبیعی‌ترین روش برای تعیین خواص مغناطیسی مواد، توجه به پاسخگویی آن‌ها به یک میدان مغناطیسی خارجی است.

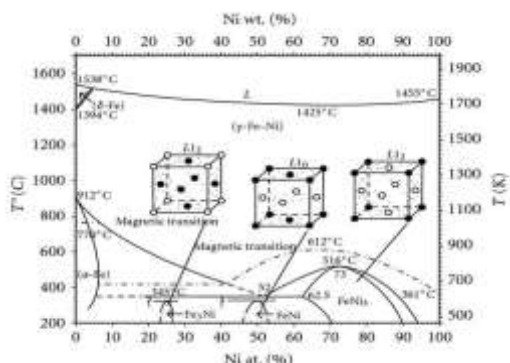
پوشش‌های نانو ساختار مغناطیسی

به طور کلی مواد نانوساختار به دلیل نسبت سطح به حجم بالا دارای ویژگی‌های منحصر به فردی مثل: خواص مغناطیسی، سختی، مقاومت به سایش، مقاومت به خوردگی بهتری در مقایسه با مواد میکرو ساختار هستند. امروزه تحقیقات زیادی در حوزه تولید پوشش‌های مغناطیسی نانو ساختار به منظور دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب مانند مغناطش اشباع بالا، وادارندگی کم، خواص مکانیکی عالی مانند مقاومت به سایش و سختی‌پذیری و همچنین ترکیب شیمیایی و ریزساختار مورد نظر در حال انجام است. تحقیقات نشان داده است که سنسورهای تولیدی از مواد فرومغناطیس نرم مانند آلیاژهای پرمالوی در مقایسه با دیگر سنسورهای مغناطیسی از ویژگی‌های جذابی مثل پایداری حرارتی، حساسیت بالا، اندازه کوچک، وزن سبک و مصرف انرژی کم برخوردار هستند. همچنین در حالی که نوارهای مغناطیسی با پوشش غیر فلزی اغلب برای ذخیره سازی دائم اطلاعات استفاده میشوند، اما امروزه پوشش‌های مغناطیسی آلیاژی به دلیل ارائه خواص منحصر به فرد و مزایای بهتر کاربرد زیادی دارند. یکی دیگر از کاربردهای پوشش‌های لایه نازک مغناطیسی کارت حافظه‌ها هستند. سرعت بالا و دسترسی

تصادفی به اطلاعات ذخیره سازی شده و قابلیت تکرارپذیری خوب از مهم ترین خصوصیت این پوشش ها می باشند. [۳،۴]

دیاگرام فازي آهن-نیکل

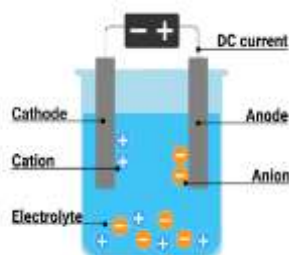
شکل ۱ دیاگرام فازي نیکل-آهن را نشان می دهد. با توجه به این نمودار در دمای 25°C در آلیاژ دارای ۸۰٪ اتمی نیکل فاز FeNi_3 پایدار می باشند. همانطور که در نمودار مشخص است در دمای 516°C و در یک نقطه استحاله فازي^۱ منظم شدن رخ داده است. در شکل ۱ نحوه قرار گرفتن اتم ها در مناطق فازي مختلف مشاهده می شود. در FeNi_3 ساختار بصورت FCC است که در گوشه ها آهن و بر روی وجوه نیکل قرار دارد. با توجه به این نمودار در دمای محیط ساختار منظم این ترکیب پایدارتر است. بنابراین در آبرکاری آلیاژ پرملالی در دمای محیط ترجیحا ساختار منظم ترکیب بین فلزی FeNi_3 ایجاد می شود. [۸،۱۳]



شکل ۱- نحوه قرارگیری اتم ها در فازهای منظم شده نمودار فازي آهن-نیکل [۸،۱۳]

رسوب دهی الکتریکی

روش های مختلفی مانند سل-ژل، رسوب فیزیکی و شیمیایی فاز بخار، کندوپاش و رسوب دهی تحت خلا به منظور تولید پوشش های لایه نازک مغناطیسی به کار می روند که در این بین روش رسوب دهی الکتریکی مزیت های زیادی نسبت به سایر روش های تولید مواد نانوساختار دارد و از جایگاه ویژه ای برخوردار می باشد. در فرآیند رسوب دهی الکتریکی از جریان یا پتانسیل الکتریکی به منظور رسوب دهی پوشش های مختلف از طریق احیا یون های فلزی بر روی زیر لایه استفاده می گردد. در شکل ۲ شماتیک یک فرآیند رسوب دهی الکتریکی نشان داده می شود.



شکل ۲- شماتیک یک فرآیند رسوب دهی الکتریکی [۴]

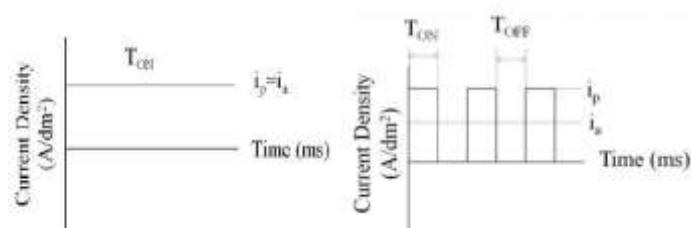
از مهم ترین مزایای فرآیند رسوب دهی الکتریکی می توان به امکان تولید پوشش های نانوساختار خالص، آلیاژی، کامپوزیتی با ضخامت های مختلف در محدوده چند میکرون، عدم نیاز به تجهیزات ایجاد خلاء و کار در دمای محیط، سرعت تولید بالا، هزینه پایین، کنترل دقیق ترکیب شیمیایی و امکان پوشش دهی قطعات پیچیده کوچک و بزرگ صنعتی اشاره کرد. همچنین با کنترل پارامترهای مختلف فرآیند، این روش می تواند به طور گسترده در تولید پوشش های نانوساختار آلیاژی و کامپوزیتی با خواص مکانیکی عالی و ریزساختار یکنواخت و مطلوب به کار رود. در فرآیند تولید پوشش های مغناطیسی نانوساختار به روش رسوب دهی الکتریکی، عوامل مختلفی مانند سرعت نفوذ سطحی یون ها، تعداد اتم های جذب سطحی شده و فراتانسیل بر سرعت جوانه زنی و در نتیجه اندازه دانه ها تاثیر گذار هستند. [۲]

1 Phase transition

رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی

طبق تحقیقات از مهمترین مزایای پوشش‌های تهیه شده با روش رسوب‌دهی پالسی نسبت پوشش‌های حاصله از جریان مستقیم، میتوان به موارد ذیل اشاره کرد:

- ۱- امکان دستیابی به پوشش‌های ریزدانه تر و با تنشهای داخلی و تخلخل کمتر.
 - ۲- ترکیب شیمیایی کنترل شده، ریزساختار همگن تر و با توزیع یکنواخت تر در پوشش.
 - ۳- بهبود چسبندگی و تشکیل پوشش با ضخامت یکنواخت در تمامی نقاط زیرلایه.
 - ۴- افزایش نرخ رسوب‌دهی، انعطاف پذیری در پارامترهای جریان پالس و کاهش محدودیت‌های فرآیند
 - ۵- بهبود در خواص پوشش‌های حاصله مانند مغناطش اشباع، سختی و مقاومت به سایش و خوردگی
- در سال‌های اخیر، رسوب‌دهی با جریان پالسی جایگزین مناسبی برای روش جریان مستقیم بوده است و تحقیقات زیادی در زمینه امکان دستیابی به پوشش‌های کامپوزیتی و آلیاژی با ریزساختار یکنواخت‌تر، ترکیب شیمیایی مورد نظر و خواص تریبولوژیکی مطلوب در حال انجام می‌باشد. در میان متغیرهای فرآیند مانند دانسیته جریان، درجه حرارت، غلظت و شرایط حمام، یکی از موثرترین عوامل بر روی ترکیب خواص پوشش حاصله، نوع جریان اعمال شده است. در شکل‌های (۳) به ترتیب شماتیک شکل موج جریان مستقیم و جریان پالسی نشان داده شده است. [۲،۵]



شکل ۳- شماتیک شکل موج جریان مستقیم و پالسی [۲،۵]

به منظور درک جامع از فرآیند رسوب‌دهی با جریان پالسی، بایستی با توجه به شکل (۳) پارامترهای موثر بر این فرآیند از جمله پیک دانسیته جریان (I_p)^۱، زمان فعال بودن جریان پالسی یا همان زمان روشن (TON)، زمان قطع بودن جریان پالسی یا همان زمان خاموش (TOFF)، فرکانس پالس (f)^۲ و سیکل کاری (D)^۳ را شناخت. پیک دانسیته جریان، مقدار جریان عبوری در طول زمان روشنی را نشان می‌دهد. چرخه کاری یا همان سیکل کاری نیز در محدوده ۱-۱۰۰٪ می‌باشد. در تکنیک جریان پالسی چون جریان قطع و وصل می‌شود، چرخه کاری متناسب با درصدی از زمان است که طی یک سیکل روشن است. همچنین فرکانس پالس، معادل معکوس زمان یک سیکل است. چرخه کاری با توجه به رابطه ۲-۶ و فرکانس نیز توسط رابطه ۲ محاسبه می‌شوند:

$$\theta = \frac{ton}{ton + toff} \times 100 \quad (1)$$

$$f = \frac{1}{ton + toff} \quad (2)$$

در حالیکه در روش جریان مستقیم تنها پارامتر مستقل دانسیته جریان است، در روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی پارامترهای سه‌گانه، پیک دانسیته جریان، زمان روشن و زمان خاموش بسیار مهم هستند و می‌توانند به طور مستقل تنظیم شوند. ضمناً تغییرات این سه پارامتر کلیدی مورفولوژی، ترکیب شیمیایی و خواص پوشش را تغییر می‌دهد. [۲،۱۹] در روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی فاکتورهای تأثیرگذار بر افزایش تشکیل کریستال‌های جدید، افزایش نرخ اتم‌های الحاقی، پتانسیل اضافی بالا و سرعت نفوذ سطحی کم می‌باشند. افزایش جریان اعمالی، باعث افزایش سرعت جوانه‌زنی در زمان روشنی

1 Peak current density

2 Pulse frequency

3 Duty Cycle

می‌گردد. فاکتورهای مذکور در جهت عکس رشد و توسعه کریستال‌های قبلی خواهند شد. سرعت تشکیل جوانه (γ) با استفاده از رابطه (۳) محاسبه می‌گردد، که در آن k_1 یک ثابت نسبی می‌باشد. همچنین k_2 که شامل I_p نیز می‌شود، مقدار انرژی مورد نیاز برای جوانه‌زنی است و η نیز بیانگر پتانسیل اضافی تبلور می‌باشد. [۲،۲۰]

$$\gamma = k_1 \exp\left(\frac{-k_2}{|\eta|}\right) \quad (3)$$

معرفی و ویژگی‌های آلیاژ سه تایی آهن-نیکل-کروم

امروزه تحقیقات بر روی فرآیند تولید پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم بسیار گسترش یافته است و اهمیت صنعتی قابل توجهی را یافته‌اند. از مهمترین خصوصیات پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم می‌توان به خاصیت مغناطیسی بالا همراه با خواص مکانیکی مطلوب مانند مقاومت به سایش و سختی بالا، و همچنین مقاومت به خوردگی مناسب در محیط‌های شیمیایی مختلف اشاره کرد. پوشش‌های غنی از آهن مقاومت بالا در برابر خوردگی را نشان می‌دهند. پوشش‌های غنی از نیکل سختی بالا و ویژگی‌های منحصر به فرد مغناطیسی را دارد. همچنین اگر کروم در پوشش افزایش یابد، پوشش آلیاژی حاصله ویژگی‌هایی مشابه کروم‌خالص مانند سختی بالا و مقاومت در برابر خوردگی مطلوب خواهد داشت و در نتیجه به عنوان پوشش‌های حفاظتی برای بسترهای نرم‌تر و محیط‌های خورنده‌تر به کار می‌رود. از مهمترین ویژگی‌های پوشش‌های کروم دار می‌توان به سختی و مقاومت به سایش بالا، کیفیت سطحی و ظاهر براق، چسبندگی مناسب و مقاومت به خوردگی مطلوب اشاره کرد، که در حوزه‌های قطعات زینتی و دکوراسیون و در ساخت پوشش‌های با ظاهر زیبا به طور گسترده‌ای به کار می‌روند. [۳۲]

مروری بر پژوهش‌های انجام شده

با توجه به اینکه مقاومت سایشی و خوردگی نسبتاً کم پرمالوی از جمله محدودیت‌های استفاده از این آلیاژ است. به‌منظور بهبود این خصوصیات تا کنون تحقیقات گسترده‌ای بر بسیاری از جنبه‌ها و عوامل تاثیرگذار بر خواص و کیفیت پوشش پرمالوی انجام شده است که از جمله می‌توان به موارد زیر اشاره نمود:

- تاثیر افزودن کروم به عنوان عنصر سوم بر خواص پوشش
- تاثیر نوع و میزان افزودنی‌ها به محلول الکترولیت بر خواص پوشش
- تاثیر دمای محلول الکترولیت بر مورفولوژی پوشش

گلدمن^۱ [34] در سال ۱۹۴۴ استفاده از مواد بافری را در نزدیک کردن پتانسیل رسوب عناصر پوشش‌های آلیاژی حاوی کروم موثر دانست. در واقع با توجه به pH پایین تشکیل ترکیبات هیدروکسیدی کروم و آهن، استفاده از مواد بافرکننده مانند اسید بوریک باید مد نظر قرار بگیرد. اسید بوریک به عنوان بافرکننده با تثبیت pH و جلوگیری از تشکیل هیدروکسیدها، بر عمر مفید حمام پوشش دهی موثر می‌باشد. کانگ و لالوانی^۲ [۳۵] در سال ۱۹۹۵ پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم را مورد بررسی قرار دادند. در این پژوهش تاثیر متغیرهای فرآیند و افزودن اسید فرمیک^۳ به عنوان یک عامل کمپلکس‌گر بر ترکیب شیمیایی، مورفولوژی و رفتار خوردگی مورد مطالعه قرار گرفت. طبق نتایج با افزایش مقدار کروم، سختی پوشش‌های حاصله بهبود چشمگیری پیدا کرد. به منظور افزایش بازده جریان و مقدار کروم در پوشش نیز، استفاده از دمای پایین‌تر توصیه گردید. دولتی و همکاران [۴۰] در سال ۲۰۰۳ گزارش کردند که حضور اسید گلیکولیک در کنار سیترات سدیم، به عنوان عامل کمپلکس‌کننده و تصحیح‌گر کمپلکس‌های کروم بسیار موثر بوده و می‌تواند با زمینه نیکل - آهن کمپلکس بسازد. لی‌جیان و همکاران^۴ [۳۶] در سال ۲۰۰۹ پوشش‌های آلیاژی نانو ساختار آهن-نیکل-کروم را به روش آبکاری با جریان مستقیم تهیه کردند و تاثیرات ترکیب حمام و پارامترهای فرآیند بر خواص پوشش‌های آلیاژی را مطالعه نمودند. نتایج نشان داد که مقدار کروم موجود در پوشش رابطه مستقیم با افزایش دانسیته جریان و کاهش

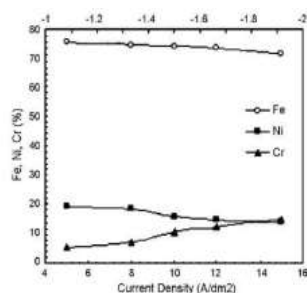
1 Goldman in 1944

2 Kang lavani in 1995

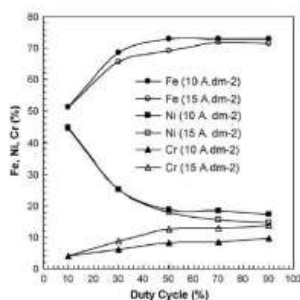
3 Formic acid(CH₂O₂)

4 Jian et al in 2009

نسبی دمای فرآیند دارد. همچنین پوشش‌های آلیاژی نانوساختار با اندازه دانه‌های (nm) ۸۷ حاصل شد و مقاومت در برابر خوردگی پوشش آلیاژی بهتر از پوشش نیکل خالص بود. عادل‌خانی و ارشادی [۳۷] در سال ۲۰۰۹ خواص پوشش آلیاژی آهن-نیکل-کروم با استفاده از هر دو روش جریان مستقیم و جریان پالسی را بررسی نمودند. نتایج نشان داد که در هر دو روش مستقیم و پالسی، افزایش دانسیته جریان باعث کاهش مقدار آهن و نیکل و نفوذ بیشتر کروم در پوشش می‌شود. همچنین با افزایش چرخه کاری در روش پالسی، مقدار نیکل کاهش، آهن به شدت افزایش و کروم روند افزایشی را نشان می‌دهد. در شکل‌های (۴) و (۵) به ترتیب تاثیر پارامترهای دانسیته جریان و سیکل کاری بر ترکیب شیمیایی پوشش‌های مذکور نشان داده شده است.



شکل ۴- تاثیر دانسیته جریان بر ترکیب شیمیایی پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم [۳۷]



شکل ۵- تاثیر سیکل کاری بر ترکیب شیمیایی پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم [۳۷]

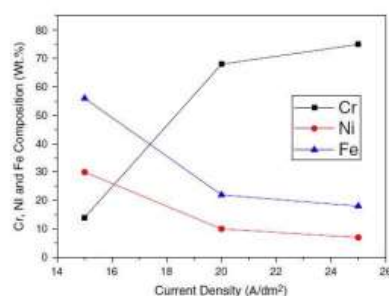
همچنین نتایج نشان داد که سختی پوشش‌های حاصله از فرآیند رسوبدهی الکتریکی با جریان پالس (۶۸۶HV حدوداً ۱/۵ برابر بیشتر از پوشش‌های حاصله از روش جریان مستقیم (۴۳۹HV) می‌باشد. ضمناً طبق نتایج می‌توان میکروترک‌ها را با استفاده از جریان پالسی کاهش داد و پوشش‌های حاصله از روش پالسی مقاومت در برابر خوردگی بهتری را از خود نشان می‌دهند. هونگ و همکاران^۱ [۲، ۲۴] در سال ۲۰۱۳ ریزساختار و رفتار خوردگی پوشش‌های آلیاژی نانوساختار کروم-نیکل-آهن حاصله از حمام با پایه کروم سه ظرفیتی را بررسی نمودند.

در این پژوهش گلیسرین^۲، تری سیترات سدیم^۳ و اسید فرمیک به عنوان عوامل کمپلکس‌ساز آلیاژ کروم-نیکل-آهن به حمام اضافه شدند. نتایج نشان داد که با افزایش دانسیته جریان از ۱۵ به 25 mA/cm^2 ، مقدار کروم افزایش پیدا می‌کند. در شکل (۶) ارتباط بین دانسیته جریان آبکاری و ترکیب شیمیایی پوشش‌های آلیاژی کروم-نیکل-آهن نشان داده شده است.

1 Hong et al in 2013

2 Glycerol($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$)

3 trisodium citrate($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$)



شکل ۶-ارتباط بین دانسیته جریان آبکاری و ترکیب شیمیایی پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم [۲،۲۴]

همچنین در دانسیته جریان 15 mA/cm^2 ، پوشش‌های آلیاژی غنی از آهن با اندازه دانه ۴۰ نانومتر و در دانسیته جریان 25 mA/cm^2 ، پوشش‌های آلیاژی آمورف غنی از کروم با اندازه ۲۰ نانومتر تولید شدند. همچنین در ترکیب شیمیایی یکسان، مقاومت در برابر خوردگی پوشش‌های حاصله در دانسیته جریان ۲۵ بهتر از پوشش‌های حاصله از دانسیته جریان ۲۰ گزارش شد. کاناگراج و همکاران^۱ [۲۱،۲] در سال ۲۰۱۴ پوشش‌های نازک نیکل-آهن-کروم را به روش رسوب‌دهی الکتریکی با تغییر دانسیته جریان و در $\text{pH}=3$ تولید و مشخصه‌یابی نمودند. در دانسیته جریان 2 mA/cm^2 ، پوشش‌هایی با کمترین اندازه دانه (27 nm)، کمترین نیروی پسماندزدا ($G 19/12$) و بیشترین مقدار مغناطش اشباع ($20/116 \text{ emu/cm}$) حاصل گردید. تراب نژاد و همکاران [۲۱،۲] نیز در سال ۲۰۱۷ تاثیر سیکل کاری پالس را بر خواص خوردگی پوشش چند لایه نیکل-آهن-کروم بررسی کردند.

تفرشی و همکاران [۳۹] در سال ۲۰۱۸ تاثیر دمای حمام آبکاری بر مورفولوژی پوشش مطالعه کردند. دمای تر سبب تاثیر زیادی بر مورفولوژی پوشش‌های آلیاژی دارد. با افزایش دما ناهمواری‌های سطحی افزایش یافته و مورفولوژی پوشش دانه درشت می‌شود. در دمای پایین واکنش احیا H^+ با سرعت کمتری انجام می‌شود. در نتیجه مواضع در دسترس برای احیا یون‌های فلزی بیشتر می‌شود. این پدیده باعث می‌شود که تعداد جوانه‌های روی سطح کاتد بیشتر شده و سرعت رشد کمتر شود و در نتیجه ساختار دانه ریز تر شود. در دمای بالا دانه درشت تر بودن ساختار را می‌توان به تعداد کم جوانه‌های تشکیل شده به دلیل تصاعد بالای هیدروژن روی سطح کاتد نسبت داد. این پژوهش سه دما $80, 60, 40^\circ\text{C}$ درجه سانتی گراد را به عنوان دمای حمام آبکاری انتخاب کرده و رسوب‌دهی در هر سه این دماها انجام شده. تاثیر افزایش و کاهش دما به عواملی از جمله غلظت یون‌ها، pH و دانسیته جریان بستگی دارد. افزایش دما در صورتی اثر مثبت بر کیفیت پوشش خواهد داشت که غلظت یون افزایش، pH و دانسیته جریان کاهش یابد در این شرایط سختی پوشش افزایش می‌یابد. در هر صورت افزایش دما بیش از 70°C به دلیل تصاعد هیدروژن و به وجود آمدن تنش پسماند در پوشش و علاوه بر آن غلظت بالایی از نسبت یون مورد نظر در محلول موجب به وجود آمدن ترک و ترد شدن پوشش می‌شود.

لازم به ذکر است که با وجود مزایای زیاد فرآیند رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی، پژوهش‌های بسیار اندکی بر پوشش‌های نانو ساختار آلیاژی آهن-نیکل-کروم و کامپوزیتی آهن-نیکل-تیتانیا با استفاده از این روش انجام شده است و اطلاعات در زمینه خواص سایشی و مغناطیسی پوشش‌های مذکور بسیار کم می‌باشد. بنابراین هدف از انجام این پژوهش تولید پوشش‌های نانو ساختار آلیاژی و کامپوزیتی مذکور به روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی و بررسی تاثیر دانسیته جریان بر مورفولوژی، ترکیب شیمیایی، رفتار مغناطیسی، سختی و مقاومت به سایش پوشش‌های کامپوزیتی حاصله بود.

روش پژوهش

مواد مورد استفاده

لیست مواد شیمیایی مورد استفاده در این تحقیق در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱- مواد شیمیایی مصرفی

ماده مصرفی	فرمول	خلوص	کاربرد
کلرید کروم ۶ آبه	$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	٪۹۸	تامین کننده عنصر کروم در حمام
کلرید آهن ۳ آبه	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	٪۹۷	تامین کننده عنصر آهن در حمام
کلرید نیکل ۶ آبه	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	٪۹۸	تامین کننده عنصر نیکل در حمام
بوریک اسید	H_3BO_3	٪۹۹/۹	تثبیت کننده pH
کلرید آمونیوم	NH_4Cl	٪۹۹	تقویت خواص بافری و افزایش هدایت الکتریکی در حمام
تری سدیم سیترات	$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	٪۹۹/۸	کمپلکس کننده
آسکوربیک اسید	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$	٪۹۸	تثبیت کننده pH
سدیم دوسیل سولفات	$\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$	٪۹۹	ریزدانه کردن پوشش
ساخارین	$\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3\text{S}$	٪۹۸	بهبود تراکم پوشش و چسبندگی به زیرلایه

دستگاه و تجهیزات مورد استفاده

در این تحقیق از تجهیزات و دستگاه‌های زیر برای ساخت نمونه‌ها استفاده شد.

منبع تغذیه تولید جریان مستقیم و ضربانی

آبکاری پوشش آلیاژی پرمالوی توسط منبع تغذیه جریان مستقیم مدل $\text{MPSAC } \% 230 \pm 10$ انجام شد. این دستگاه با دقت جریان (mA) ۱ جریان مستقیم اعمال می‌کند (شکل ۷). از آنجایی که هدف پژوهش تهیه پوشش آلیاژی به وسیله جریان پالسی است لذا، دستگاهی تحت

عنوان دستگاه پالس به منبع تغذیه موجود متصل می‌گردد که باعث می‌شود بتوان تغییرات دانسیته جریان را به وسیله دو پارامتر فرکانس و سیکل کاری کنترل کرده و نتایج حاصل را با نتایج بدست آمده به وسیله جریان مستقیم مقایسه کرد.

pH متر

بعد از آماده‌سازی حمام، pH قبل از شروع آبکاری و همچنین در حین آبکاری توسط pH متر با مشخصات Metrohm ساخت شرکت ZAGCHEM با دقت ± 0.01 در محدوده ۰ تا ۱۴ اندازه‌گیری و کنترل شد.

ترازوی دیجیتال دقیق

برای وزن کردن مواد شیمیایی محلول از ترازوی دقیق مدل KernALJ-220-04NM با دقت (mg) 0.0001 استفاده شد.

حمام التراسونیک

برای چربی زدایی از سطح کاتد، از حمام التراسونیک مدل METASON 500 استفاده شد.

کاتد

برای تهیه پوشش پرمالوی از ورق مسی با ابعاد (mm) $10 \times 10 \times 0.5$ به عنوان کاتد استفاده شد. پوشش دهی فقط در یک طرف از سطح کاتد انجام پذیرفت و بدین منظور سطوح جانبی و پشتی کاتد کاملاً عایق گردید. در مهندسی سطح و تولید لایه‌های نازک به منظور دستیابی به پوشش‌هایی با ریزساختار بهینه و خواص مکانیکی مطلوب آماده سازی سطح بسیار مهم

است. بنابراین، سطح زیر لایه باید از هرگونه آلودگی و مواد زائد مانند گرد و خاک، چربی و پوسته‌های اکسیدی پاک گردد. در این پژوهش ابتدا با توجه به ساختار نرم زیرلایه مسی نمونه‌ها بصورت مکانیکی توسط کاغذهای سمباده با شماره‌های ۶۰۰ الی ۳۰۰۰ پرداخت شد و سپس چربی‌زدایی سطح نمونه‌ها در محلول استون و در مدت زمان ۵ دقیقه در حمام التراسونیک انجام پذیرفت. در نهایت نمونه‌ها با آب مقطر دوبار تقطیر شده شستشو داده شد و سریعاً وارد الکترولیت گردید.

آند

به طور کلی آند برای بسته شدن مدار و اعمال جریان، کنترل توزیع جریان برکاتد و جبران یون فلز مورد نظر برای پوشش‌دهی استفاده می‌شود. در اغلب آبکاری‌های آلیاژی به منظور افزایش بازده نیاز است که آند مصرفی فلزات موجود در پوشش آلیاژی را با نسبت مورد نظر تامین کند اما عملکرد آند نسبت مستقیمی با درصد فلزها در آلیاژ ایجاد شده ندارد و آلیاژ نهایی به طور مستقیم به ترکیب حمام مربوط می‌شود. در این پژوهش از دو نمونه آند که شامل گرافیت و فولاد زنگ نزن SA-304L بود استفاده شد و نتایج مورد بررسی قرار گرفت و در نهایت فولاد زنگ نزن به عنوان آند مورد نظر انتخاب گردید. سطح آند با ابعاد (mm) $10 \times 20 \times 20$ تهیه شد و در فواصل (cm) ۵، ۳، ۲ نسبت به کاتد تنظیم گردید و کیفیت پوشش در هر سه حالت بررسی شد و نهایتاً فاصله ۵ (cm) بین آند و کاتد به عنوان فاصله بهینه برای ادامه کار انتخاب شد. یکی دیگر از عوامل تاثیرگذار در کیفیت ظاهری پوشش فاصله کاتد از کف ظرف تشخیص داده شد و در فواصل (cm) ۰/۵ و ۱ پوشش دهی انجام شد و حداقل فاصله (cm) ۱ تا کف ظرف به عنوان فاصله بهینه انتخاب گردید.



شکل ۷- راه‌اندازی سیستم پوشش دهی پالسی

فرآیند پوشش‌دهی و آماده سازی نمونه‌ها

برای شروع عملیات آبکاری ابتدا آند و کاتد مطابق آنچه قبلاً توضیح داده شد آماده گردید، سپس به تهیه محلول حمام آبکاری و فرآیند پوشش‌دهی پرداخته شد.

آماده سازی حمام پوشش دهی

ترکیب حمام اولیه مورد استفاده برای ساخت پوشش آلیاژی پرمالوی و همچنین پوشش آلیاژی پرمالوی همراه با عنصر افزودنی کروم در جدول ۱ آورده شده است. لازم به ذکر است که میزان نمک‌های نیکل-آهن-کروم موجود در حمام برای تهیه پوشش با توجه به ترکیب شیمیایی پوشش ابتدا محاسبه شد و سپس با روش آزمون و خطا و بررسی پوشش از نظر شکل ظاهری و انجام آنالیز EDAX پس از هر بار پوشش دهی، مقادیر مناسب نمک‌ها و ترکیب بهینه حمام بدست آمد. سیترات سدیم نقش لیگاند^۱ و بافر را بازی می‌کند و اهمیت نقش لیگاندی سیترات سدیم بیشتر از نقش بافری آن است چرا که با وجود سیترات سدیم موجود در حمام pH حمام در حین فرآیند تغییر کرد، بنابراین از بوریک اسید نیز به عنوان بافر در حمام استفاده شد. سدیم دوسیل سولفات^۲ به عنوان سورفکتانت^۳ به منظور افزایش ترشده‌گی در سطح کاتد مورد استفاده قرار گرفت. وجود ساخارین در حمام باعث جلوگیری از رشد دانه‌ها و به عنوان عامل تنش‌زدا استفاده شد.

جدول ۲- ترکیب شیمیایی حمام

ماده مصرفی	فرمول	مقدار (g/l)
کلرید کروم ۶ به	$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	۲۰

1 Ligand

2 Sodium dodecyl sulfate($\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$)

3 Surfactant

۵/۸	$\text{FeCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	کلرید آهن ۳ آبه
۲۲/۵	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	کلرید نیکل ۶ آبه
۷	H_3BO_3	بوریک اسید
۶/۵	NH_4Cl	کلرید آمونیوم
۷/۵	$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	تری سدیم سیترات
۰/۳۵	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$	آسکوربیک اسید
۰/۰۰۱	$\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$	سدیم دوسیل سولفات
۰/۲	$\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3\text{S}$	ساخارین
به میزان مورد نیاز	HCl	هیدروکلریک اسید

پایداری حمام

در این مرحله مطالعاتی بر پایداری و pH حمام صورت گرفت. همان طور که گفته شد با توجه به نتایج آزمایشات pH مطلوب بین ۱/۵-۲ انتخاب گردید که به واسطه آن پوششی با خواص ظاهری مطلوب و بدون ایجاد پوسته و لایه اکسیدی بدست می آید.

دانسیتته جریان پوشش دهی

با توجه به آلیاژی بودن پوشش مورد نظر دانسیته جریان پوشش دهی بر درصد عناصر موجود در پوشش بسیار موثر است. بدین منظور با اعمال دانسیته جریان های متفاوت پوشش های بدست آمده با هم مقایسه شدند و بصورت تجربی و بر اساس ظاهر پوشش های انجام شده

دانسیته جریان $0/09 \text{ (mA/cm}^2\text{)}$ برای استفاده از گرافیت به عنوان آند و $0/03 \text{ (mA/cm}^2\text{)}$ برای استفاده از فولاد زنگ نزن SA-304L به کار گرفته شد.

فرکانس و سیکل کاری

با توجه به شرایط اعمال جریان در فرایند پوشش دهی پالسی و تاثیر آن بر خواص پوشش بدست آمده مانند: اندازه دانه و به تبع آن خاصیت مغناطیسی، سایشی و کیفیت پوشش بدست آمده، دو پارامتر مهم یعنی فرکانس و سیکل کاری که با استفاده از آن زمان های قطع و وصل بودن و اعمال جریان را میتوان تنظیم کرد مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور فرکانس و سیکل کاری هایی مطابق جدول ۲ در نظر گرفته شد.

جدول ۳- متغیرهای اصلی رسوب دهی الکتروشیمیایی جریان ثابت و ضربانی

شماره نمونه	فرکانس f(MHz)	سیکل کاری (%) (θ)	جریان (mA/cm ²) I
۱	--	--	۰/۰۳
۲	--	--	۰/۰۹
۳	۱۰۰	٪۱۰	۰/۰۳
۴	۱۰۰	٪۳۰	۰/۰۳
۵	۱۰۰	٪۵۰	۰/۰۳
۶	۱۰۰	٪۷۰	۰/۰۳
۷	۱۰۰	٪۹۰	۰/۰۳
۸	۱۰	٪۱۰	۰/۰۳

۰/۰۳	٪۱۰	۵۰	۹
۰/۰۳	٪۱۰	۱۰۰	۱۰
۰/۰۳	٪۱۰	۲۵۰	۱۱
۰/۰۳	٪۱۰	۵۰۰	۱۲

پوشش دهی نمونه‌ها

پس از کنترل دما و pH حمام، آند و کاتد به دستگاه منبع تغذیه متصل گردید و بسته به نوع آند انتخابی دانسیته جریان مناسب به کار گرفته شد. در حین عملیات آبکاری به علت استفاده از بافر، pH حمام ثابت ماند و به علت طولانی نبودن زمان آبکاری مقدار بافر به کار گرفته شده مناسب بود.

زمان پوشش دهی

از آنجایی که طبق رابطه فاراده، ضخامت پوشش به شدت جریان و زمان اعمال جریان بستگی دارد بنابراین زمان آبکاری پارامتری اساسی در ایجاد ضخامت مورد نظر است. بنابراین در این پژوهش و طی آزمایشات و به صورت تجربی زمان ۱ ساعت و ۳۰ دقیقه برای تهیه پوشش‌های آهن-نیکل و ۱ ساعت برای نمونه‌های آهن-نیکل-کروم در نظر گرفته شد.

چگونگی افزودن کروم به پوشش بعنوان عنصر سوم

بعد از نمونه‌سازی آلیاژ آهن-نیکل با استفاده از جریان پالسی و بدست آمدن بهینه‌ترین حالت‌ها در دو حالت سیکل کاری متغییر با فرکانس ثابت و فرکانس متغیر با سیکل کاری ثابت، برای مشاهده تاثیر جزء سوم بر خواص مغناطیسی و سایشی پوشش‌های تهیه شده، از کلرید کروم استفاده شد و به حالت‌های بهینه اضافه شد و نتایج با نمونه‌های مرجع مقایسه گردید.

آزمون‌های انجام شده بر روی نمونه‌ها

برای دستیابی به نتایج مورد نظر پژوهش از آزمون‌هایی از جمله: آزمون تفرق اشعه ایکس، بررسی میکروسکپ الکترونی، آنالیز^۱ EDAX، آزمون^۲ VSM و آزمون سایش استفاده شد.

بررسی تفرق اشعه ایکس

برای تعیین فازهای موجود در پوشش از دستگاه پراش پرتو ایکس^۳ مدل (D8-ADVANCE) مجهز به لامپ پرتو Cu- α با طول موج (nm) ۰/۱۵۴۰۶ استفاده شد. آنالیز نمونه‌ها در محدوده زوایای^۴ (۹۰-۱۰) صورت گرفت. نتایج توسط نرم افزار XPert high score بررسی شد و برای تعیین اندازه دانه پوشش‌ها از رابطه ویلیامسون هال^۴ استفاده گردید.

بررسی میکروسکپ الکترونی

مورفولوژی سطح و ریزساختار پوشش‌های مذکور با استفاده از میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM)^۵ مدل (TESCAN-VEGA3) مورد بررسی قرار گرفت و علاوه بر تهیه تصاویر، ترکیب شیمیایی و میزان عناصر موجود در پوشش‌های حاصله با استفاده از آنالیز عنصری طیف سنجی توزیع انرژی پرتو اشعه ایکس (EDAX) مشخص گردید.

آزمون VSM^۶

خواص مغناطیسی پوشش‌های نانوساختار با ابعاد (mm) ۵/۵×۵/۵ و ضخامت (μm) ۱ توسط دستگاه مغناطیس سنج لرزشی مدل (shore cryotronic) تحت میدان مغناطیسی موازی (Oe) ۲۵۰۰ در دمای اتاق مورد آنالیز قرار گرفت. این روش براساس قانون القای فارادی عمل می‌کند که براساس آن تغییرات میدان مغناطیسی را می‌توان بدست آورد. در واقع نتایج توسط رایانه در یک نمودار مغناطش برحسب شدت میدان گزارش می‌شود و خروجی این آنالیز حلقه‌های هیستریزیس می‌باشد که از طریق آن مغناطش اشباع و میدان پسماندزدای مغناطیسی پوشش‌ها اندازه‌گیری می‌شود.

1 X-ray energy diffraction spectroscopy

2 Vibrating sample magnetometer

3 X-Ray Power Diffraction (XRD)

4 Williamson-Hall (W-H) Method

5 Scanning Electron Microscope (SEM)

6 Vibration Sample Magnetometer

آزمون سایش

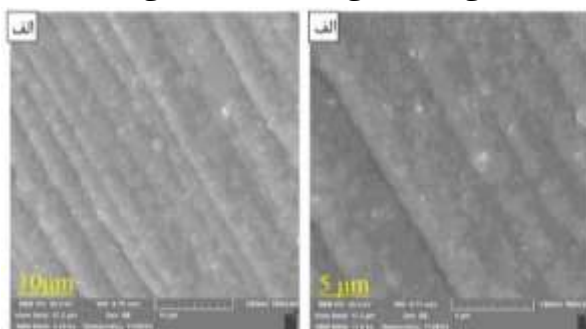
مقاومت به سایش پوشش‌ها توسط دستگاه اندازه‌گیری سایش پین روی دیسک^۱ و در دمای اتاق (در غیاب روانکار) مورد ارزیابی قرار گرفت. بدین منظور ابعاد نمونه‌ها برای انجام این آزمون $1 \times 20 \times 20$ (mm) انتخاب شدند. نمونه‌های ساخته شده تحت بار 2N، سرعت چرخش ۵ (cm/s)، شعاع حرکت ۵ (mm) و فاصله ۱۰۰ (mm) تست شدند. در این آزمایش یک پین از فولاد سخت SAE ۵۲۱۰۰ با ضخامت ۵ (mm)، سختی (HV) ۸۰۰ و ارتفاع ۵۰ (mm) و زبری سطح $0.1 \mu\text{m}$ استفاده شد. مقادیر نرخ سایش نمونه‌ها توسط روش کاهش وزن با استفاده از ترازوی دیجیتال با دقت ± 1 (mg) تعیین شد. علاوه بر این سطوح ساییده شده و نوع مکانیزم حاکم بر سایش با استفاده از تصاویر SEM مورد بررسی قرار گرفتند. ضمناً در ابتدای آزمایشات، نیرو سنج کالیبره شد و در حین آزمایش سرعت متوسط خطی حرکت نمونه و نیروی عمودی که به پین وارد می‌شود محاسبه و نمودار ضریب اصطکاک بر حسب مسافت پیموده شده ثبت شد. همچنین تمامی نمونه‌ها قبل از انجام تست سایش به خوبی تمیز و خشک شدند تا از هرگونه آلودگی خارجی که باعث ایجاد خطا در توزین دقیق آن‌ها می‌شود پاک شوند.

تجزیه و تحلیل یافته‌های پژوهش

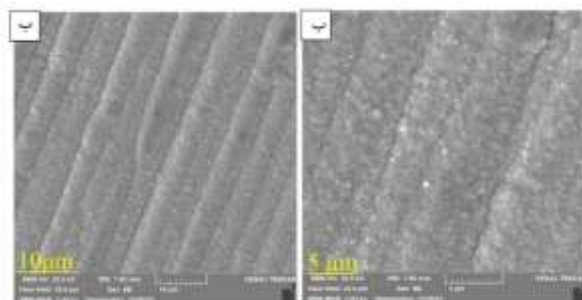
مورفولوژی سطحی پوشش‌های نانو ساختار آهن-نیکل-کروم

در شکل ۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح نمونه‌ها نشان داده شده است. هر دو پوشش ایجاد شده دارای سطحی یکنواخت، متراکم و بدون هیچ گونه میکرو ترک می‌باشند. همچنین با حضور مقادیر بالای Ni-Fe در رسوبات مورفولوژی سوزنی کوچک در سطح پوشش‌های Fe-Ni-Cr مشاهده می‌شود. چنین ساختار یکنواخت و متراکمی می‌تواند به دلیل مزایای روش آبکاری پالسی باشد. این روش باعث کاهش رشد دانه‌ها و هسته‌های اولیه می‌شود و همین امر موجب دستیابی به ساختار متراکم و ریزدانه می‌شود.

طبق پژوهش‌های پیشین یکی از مشکلات اصلی در پوشش‌های آلیاژی حاوی کروم، ترک خوردگی در سطح می‌باشد. حضور این میکرو ترک‌های ذاتی در رسوبات آلیاژی بر پایه کروم و پوشش‌های حاوی کروم به علت تجزیه هیدریدهای کروم و تنش‌های رسوبی می‌باشد. اما روش آبکاری پالسی زمان کافی برای خروج هیدروژن آزاد شده از سطح رسوب فراهم می‌کند. این آزاد سازی هیدروژن در زمان خاموش شدن در آبکاری پالسی باعث جلوگیری از ترک خوردگی و کاهش میکرو ترک‌های سطحی در پوشش‌های حاوی کروم می‌باشد. بنابراین می‌توان با استفاده از این روش پوشش‌های بدون ترک یا با حداقل میکرو ترک‌های سطحی تولید کرد و خواص مکانیکی، مغناطیسی، مقاومت به خوردگی را بهبود بخشید. [۲، ۳۸، ۵۸]



1 Pin On Disk



شکل ۸- مورفولوژی سطحی پوشش نانو ساختار Fe-Ni-Cr

الف) فرکانس (MHz) ۱۰۰ (ب) فرکانس (MHz) ۵۰۰

ترکیب شیمیایی پوشش‌های نانو ساختار پوشش آهن- نیکل- کروم

نتایج آنالیز EDAX نمونه‌ها در جدول ۴ گزارش شده است. در مقایسه با جدول ۴-۷ حضور کروم در ترکیب حمام باعث تغییر محسوس در ترکیب شیمیایی پوشش‌های بوجود آمده گردیده و همچنین درصد عنصر کروم در نمونه تهیه شده با فرکانس (MHz) ۵۰۰ بیشتر از نمونه تهیه شده در فرکانس (MHz) ۱۰۰ است.

جدول ۴- نتایج آنالیز عنصری نمونه‌های تهیه شده در فرکانس (MHz) ۵۰۰، ۱۰۰ و سیکل کاری ۱۰٪

نمونه	I(mA/cm ²), F(MHz), Θ(%)			% Ni	% Fe	Cr%
۱	I=0/03, ۱۰۰ F=, Θ=۱۰			۹/۱۴	۹۶/۹	۰/۲۱
۲	I=0/03, ۰۰ F=5, Θ=۱۰			۲۶/۲۹	۶۸/۰۸	۵/۶۲

مقدار رسوب کروم به علت ویژگی‌های ترمودینامیکی احیا یون Cr^{+3} در فرآیند رسوب‌دهی الکتریکی پوشش‌های آلیاژی سه تایی برپایه کروم پوشش‌های Fe-Ni-Cr است. در واقع برای توضیح این رفتار بایستی فرآیند هم رسوبی مورد توجه قرار بگیرد. از دیدگاه ترمودینامیکی احیا Cr^{+3} پایین تر از Fe^{+2} , Ni^{+2} است. بنابراین برای رسوب کروم به اورپتانسیل‌های بالاتری نسبت به رسوب آهن و نیکل نیاز است. افزایش دانسیته جریان باعث ایجاد اورپتانسیل‌های بالاتریمی شود و در نتیجه می‌تواند شرایط مناسب برای احیا Cr^{+3} را از یک حمام کلریدی ایجاد می‌کند و در نهایت منجر به افزایش مقدار رسوب کروم بر سطح کاند می‌گردد. بنابراین متداول‌ترین راه برای رسوب‌دهی همزمان عناصر Cr, Ni, Fe در پوشش‌های آلیاژی، افزایش دانسیته جریان و یا تغییر غلظت نمک‌ها در الکترولیت می‌باشد.

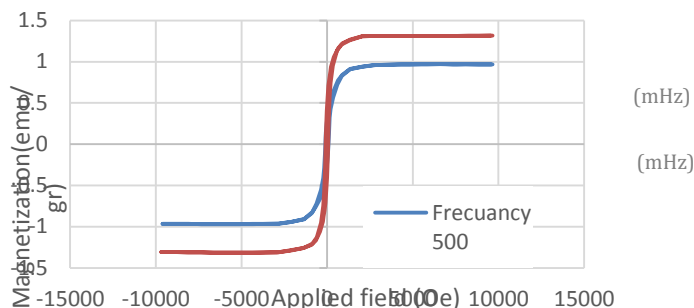
در این پژوهش طبق آزمون‌های انجام شده دانسیته جریان، دما، pH بهینه بدست آمده و ثابت نگه داشته شد بنابراین تغییرات درصد کروم مشاهده شده در دو نمونه بدست آمده ناشی از اثر فرکانس می‌باشد و سیکل کاری اعمالی می‌باشد.

خاصیت مغناطیسی پوشش نانو ساختار پوشش آهن- نیکل- کروم

منحنی‌های هیستریزس پوشش‌های آلیاژی تهیه شده در سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس‌های (MHz) ۱۰۰ و ۵۰۰ در شکل ۹ نشان داده شده است. تغییرات مغناطش اشباع (Ms) و میدان پسماندزدا (Hc) در جدول ۵ آورده شده است.

جدول ۵- مقادیر مغناطش اشباع و میدان پسماندزدا نمونه‌های تهیه شده در فرکانس (MHz) ۵۰۰، ۱۰۰ و سیکل کاری ۱۰٪

نمونه	I(mA/cm ²), F(MHz), Θ(%)			Mr	Ms	Hc
۱	I=0/03, ۰۰ F=5, Θ=۱۰			۰/۲۶۹	۰/۹۷۰	۸۷/۹۷۴
۲	I=0/03, ۰۰ F=1, Θ=۱۰			۰/۴۳۸	۱/۳۱۶	۷۲/۰۴۲



شکل ۹- مقایسه منحنی‌های هیستریزیس نمونه‌های تهیه شده در سیکل‌های کاری ۱۰٪ با فرکانس (MHz) ۵۰۰ و ۱۰۰

با توجه به جدول ۵ افزایش درصد کروم و کاهش درصد آهن و نیکل موجود در پوشش موجب کاهش مغناطش اشباع و افزایش کرنش شبکه باعث افزایش میدان پسماندزدا می‌گردد. عنصر آهن در بین مواد مغناطیسی نرم بهترین ماده فرومغناطیس است بنابراین محتوی Fe یک عامل موثر در تعیین خواص مغناطیسی است. با آن که مغناطش اشباع نیکل پایین تر از آهن است اما کاهش مقدار نیکل نیز منجر به افت خواص مغناطیسی می‌شود. از سوی دیگر حضور مقدار کروم بالاتر در نمونه‌ها باعث کاهش مغناطش اشباع پوشش‌ها می‌شود. کروم یک عنصر غیر مغناطیسی است و رفتار پارامغناطیس دارد بنابراین افزایش مقدار آن باعث کاهش مغناطش اشباع می‌گردد.

رفتار تربیولوژیکی پوشش نانو ساختار آلیاژی آهن-نیکل-کروم

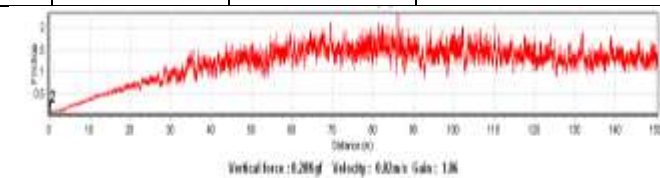
مورفولوژی، ساختار فازی، میکروترک‌ها و پارامترهای فرآیند سایش (مانند بار و سرعت) عوامل موثر بر مقاومت به سایش پوشش‌ها هستند. با این حال، ترکیب شیمیایی و سختی پارامترهای بسیار مهم بر ضریب اصطکاک و نرخ سایش پوشش‌ها می‌باشند تغییرات ضریب اصطکاک و نرخ سایش پوشش‌های Fe-Ni-Cr به عنوان تابعی از سیکل کاری و فرکانس در شکل ۱۰ مشاهده می‌شود. تغییرات ضریب اصطکاک و نرخ سایش پوشش‌های Fe-Ni-Cr به عنوان تابعی از سیکل کاری و فرکانس در جدول ۶ آورده شده است.

همانطور که مشاهده می‌شود مقادیر ضریب اصطکاک و نرخ سایش پوشش‌ها با تغییر فرکانس تغییر می‌کند. تغییرات ترکیب شیمیایی و اندازه دانه پوشش‌ها عوامل تعیین کننده ضریب اصطکاک هستند. حضور کروم در ترکیب پوشش با توجه به تغییری که در ترکیب شیمیایی پوشش‌ها بوجود آورده و همچنین اثراتی که بر اندازه دانه و کرنش شبکه‌ای داشته است سبب تغییر در رفتار سایشی نمونه‌ها گردیده است. اثر کروم بر روی خواص سایشی این پوشش‌ها در غلظت‌های کروم بالاتر بسیار بیشتر است.

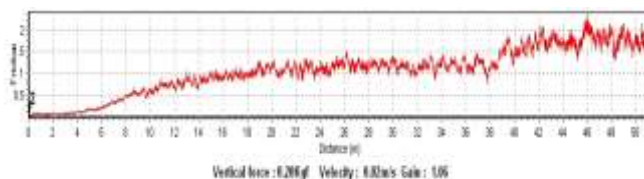
جدول ۶- تغییرات وزن نمونه‌های آهن-نیکل-کروم تهیه شده در فرکانس (MHz) ۵۰۰، ۱۰۰ و سیکل کاری ۱۰٪

نمونه	$F(\text{MHz}), \theta(\%)$ $I(\text{mA}/\text{cm}^2)$	وزن نمونه قبل از تست سایش (g)	وزن نمونه بعد از تست سایش (g)	تغییر وزن (g)
۱	$I=0/03, \theta=5, F=5$	۳/۹۰۹۵	۳/۹۰۵۵	۰/۰۰۴
۲	$I=0/03, \theta=1, F=1$	۷/۶۴۳۰	۷/۶۱۴۲	۰/۰۲۸۸

الف



ب

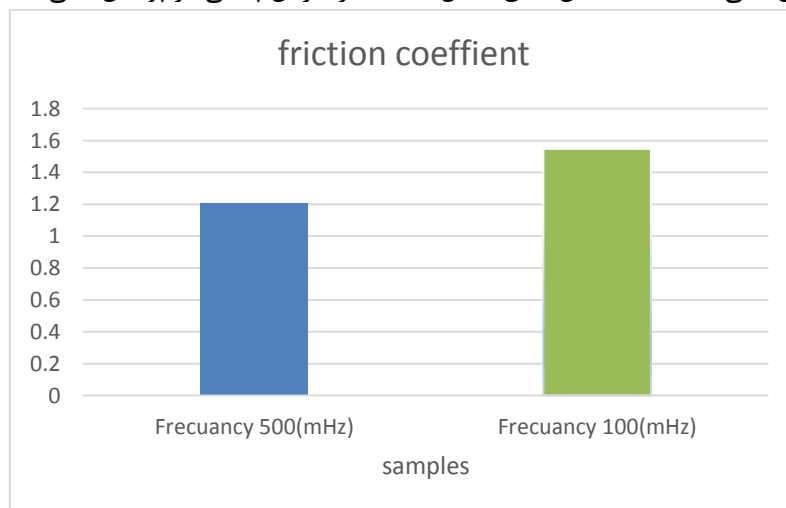


شکل ۱۰- نمودار ضریب اصطحکاک بر حسب مسافت نمونه‌های پوشش‌دهی شده در الف) فرکانس (MHz) ۱۰۰
ب) فرکانس (MHz) ۵۰۰

یکی از ویژگی‌های منحصر به فرد عنصر کروم ضریب اصطحکاک بسیار پایین آن است به طوری که سطحی کاملاً یکنواخت تولید می‌شود که حتی بدون انجام تست سایش و کشیدن جسمی سخت بر روی پوشش این موضوع ثابت می‌شود. بنابراین با افزایش درصد کروم در پوشش شاهد کاهش ضریب اصطحکاک بودیم. طبق نتایج بدست آمده از آنالیز EDAX درصد کروم موجود در نمونه پوشش‌دهی شده با فرکانس (MHz) ۵۰۰ بیشتر از نمونه تهیه شده با فرکانس ۱۰۰ است، کاهش ضریب اصطحکاک و بهبود مقاومت به سایش نمونه تهیه شده در سیکل کاری ۵۰۰ این موضوع را تایید می‌کند.

طبق مطالعات انجام شده [۲، ۵۵، ۵۶، ۵۷] و بصورت تجربی بار تعیین شده جهت انجام آزمون سایش ۲N و مسافت طی شده را تا زمان از بین رفتن پوشش در نظر گرفته شد. نمونه تهیه شده در فرکانس ۱۰۰ پس از طی مسافت ۵۰ (m) سطح پوشش از بین رفته و به زیر لایه رسید. سایش انجام شده در سطح این نمونه سایش چسبان تشخیص داده شد (شکل ۱۲) زیرا بقایای سایش به پین چسبیده و سطح سایش یافته دچار تغییر شکل پلاستیک شده بود علاوه بر این یکی از نشانه‌های سایش چسبان افزایش نرخ باربرداری و کاهش درصد وزنی بیشتر نمونه ساییده شده است.

یکی دیگر از عوامل تعیین کننده مقاومت در برابر سایش ضخامت پوشش است. با توجه به ایجاد شرایط یکسان در پوشش دهی دو نمونه Fe-Ni-Cr، اما ضخامت نمونه ایجاد شده در فرکانس (MHz) ۱۰۰ کمتر از نمونه تهیه شده در فرکانس (MHz) ۵۰۰ بود. بنابراین یکی از دلایل مقاومت به سایش کمتر نمونه تهیه شده در فرکانس (MHz) ۱۰۰ را میتوان ضخامت کم لایه پوشش دهی شده دانست. این اتفاق بدلیل استفاده از جریان پالسی در پوشش دهی است.



شکل ۱۱- مقایسه ضریب اصطحکاک نمونه‌های تهیه شده در فرکانس (MHz) ۵۰۰، ۱۰۰ و سیکل کاری ۱۰٪

رابطه سایشی آرچارد ارتباط بین مقاومت به سایش و سختی پوشش‌ها را نشان می‌دهد. در واقع آرچارد نرخ سایش پوشش‌ها را محاسبه می‌کند که این امر در رابطه ۴ نشان داده شده است. [۲، ۵۶، ۵۷]

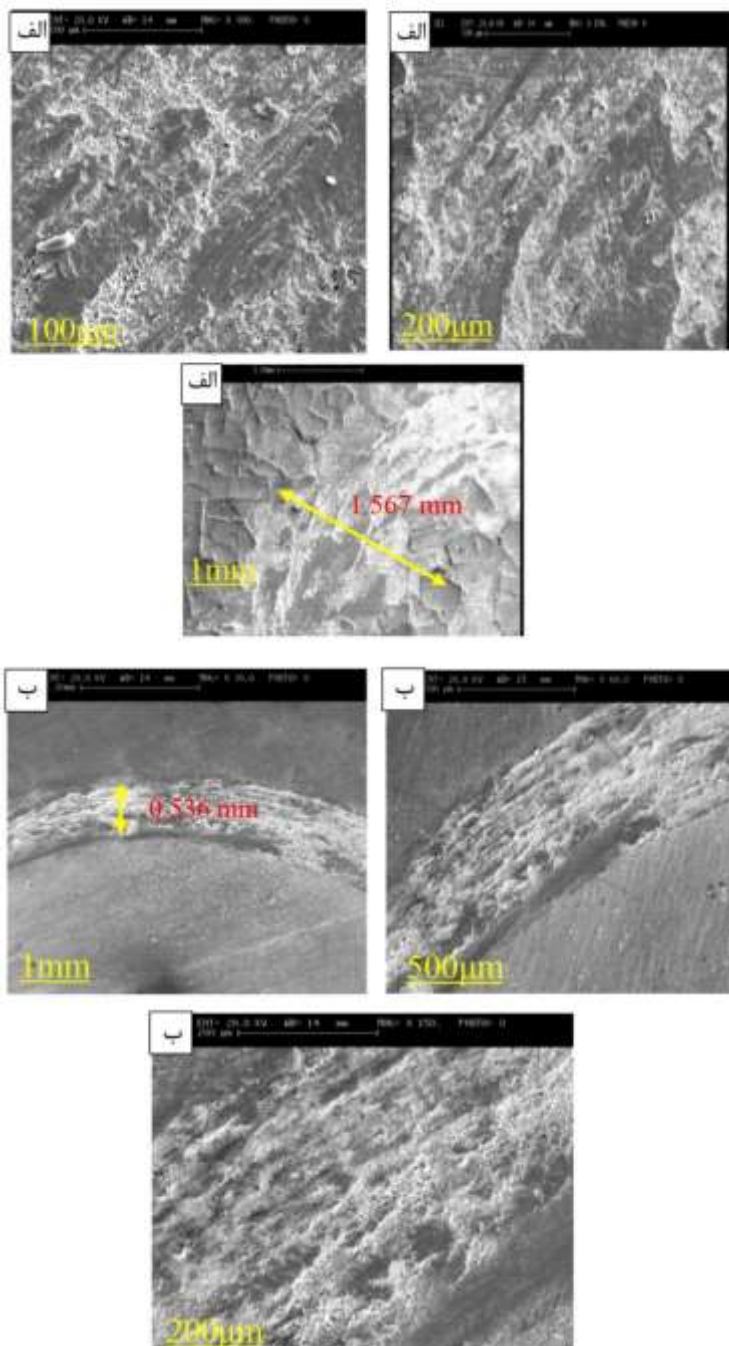
$$\Delta V = \frac{KLS}{H} \quad (۴)$$

در این رابطه ΔV برابر با حجم سایشی، L بار اعمالی نرمال و S مسافت سایشی برای هر سیکل می‌باشد. H میکروسختی و K ضریب اصطحکاک است. با توجه به تئوری آرچارد، مقاومت به سایش بهتر و بهبود رفتار تریبولوژیکی پوشش‌ها میتواند در

تطابق با سختی بالاتر آنها باشد.

با افزایش سختی، سطح تماس بین پین ساینده و سطوح پوشش‌ها کاهش می‌یابد. این اثر موجب کاهش ضریب اصطکاک و نرخ سایش می‌گردد.

به طور کلی نتایج رفتارهای تریبولوژیکی^۱ نشان داد که کاهش اندازه دانه، مقادیر آهن و نیکل کمتر، نرخ هم‌رسوبی بالاتر کروم در زمینه آهن-نیکل، و همچنین استفاده از روش رسوبدهی الکتریکی با جریان پالسی به افزایش سختی و کاهش مقادیر ضریب اصطکاک و نرخ سایش کمک می‌کند. این اثرات به طور قابل توجهی موجب بهبود مقاومت سایش و تولید پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم با خواص مکانیکی بهتر می‌گردد.



شکل ۱۲- تصاویر میکروسکپ الکترونی روبشی سطوح ساییده شده نمونه‌های تهیه شده

در الف) فرکانس (MHz) ۱۰۰ (ب) فرکانس (MHz) ۵۰۰

نتایج

در این پژوهش پوشش‌های نانوساختار پرمالوی آهن-نیکل و آلیاژهای آهن-نیکل-کروم به روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان مستقیم و پالسی تهیه شدند. تاثیر فرکانس و سیکل کاری بر مورفولوژی سطحی، ترکیب شیمیایی، ریزساختار، خواص مغناطیسی و رفتار تریبولوژیکی پوشش‌ها مورد مطالعه قرار گرفتند که مهم‌ترین نتایج در زیر ذکر شده است:

(۱) پوشش‌های تهیه شده در سیکل کاری پایین تر یک مورفولوژی متشکل از سوزن‌های کوچک و گرانوله ریز می‌باشد. در حالی که با افزایش سیکل کاری و نزدیک شدن به شرایط پوشش دهی با جریان ثابت ساختار غیریکنواخت و دارای توده‌های اتمی و میکروتکرک‌های سطحی است.

(۲) پوشش‌های تهیه شده در فرکانس‌های بالاتر مورفولوژی سطح پوشش تغییر کرده و از حجم ساختار سوزنی کاسته شده و حفره‌هایی بسیار کوچک اما عمیق بین آن‌ها و تقریباً عمود بر سطح زیرلایه تشکیل شده است.

(۳) کاهش سیکل کاری و افزایش فرکانس با توجه به هم رسوبی غیرنرمال آهن و نیکل موجب افزایش غلظت نیکل و کاهش مقدار آهن می‌شود. در واقع با نزدیک شدن به حالت رسوب‌دهی با جریان ثابت غلظت آهن بیشتر و غلظت نیکل کمتر شده است.

(۴) الگو پراش پرتو ایکس نشان داد که پوشش‌های کامپوزیتی فاز غالب دارای ساختار FCC است. در سیکل‌های کاری بالا و فرکانس‌های کم با توجه به غلبه نرخ جوانه‌زنی بر نرخ رشد یک تاثیر مثبت بر اصلاح اندازه دانه دارد و کمترین اندازه دانه به 3 (nm) در پوشش‌های آهن-نیکل با سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس 500 (MHz) حاصل شد. در پوشش‌های کروم دار نیز فازهای $\text{Cr}_{0.19}\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.11}$ ، $\text{Cr}_{0.03}\text{Fe}_{2.96}\text{Ni}_{0.01}\text{O}_4$ با ساختار FCC مشاهده گردید.

(۵) بالاترین میزان مغناطش اشباع و کمترین نیرو پسماندزدا در پوشش آهن-نیکل تهیه شده با سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس 100 (MHz) حاصل گردید. اما در پوشش‌های تهیه شده با فرکانس‌ها و سیکل‌های کاری دیگر با توجه به اندازه دانه، ترکیب شیمیایی، دانسیته میکروتکرک‌ها مقدار مغناطش اشباع و نیرو پسماندزدا به ترتیب کاهش و افزایش یافت.

همچنین هم رسوبی کروم-آهن-نیکل باعث افزایش قابل توجه اندازه دانه و به تبع آن کاهش مقدار مغناطش اشباع و افزایش نیرو پسماندزدا می‌شود. به طوری که کمترین مغناطش اشباع $0.97\text{ (emu/cm}^2\text{)}$ و بیشترین نیرو پسماندزدا $87/9\text{ (Oe)}$ در نمونه رسوب‌دهی شده در سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس 500 (MHz) حاصل گردید.

(۶) کاهش اندازه دانه و مقدار آهن در زمینه آهن-نیکل و همچنین افزایش غلظت کروم مقاومت به سایش و سختی پوشش‌ها بهبود میابد. همچنین به دلیل اصلاح اندازه دانه‌ها، مکانیزم استحکام پراکندگی، مقادیر ضریب اصطحاک کمتر می‌شود که این امر موجب کاهش درگیری پین ساینده با سطح پوشش و قفل شدن سطوح شده و در نتیجه سبب کاهش نرخ سایش پوشش‌های آلیاژی آهن-نیکل-کروم نسبت به پوشش‌های پرمالوی آهن-نیکل می‌گردد.

ضمناً کمترین مقدار ضریب اصطحاک و نرخ سایش در نمونه رسوب‌دهی شده در سیکل کاری ۱۰٪ و فرکانس 500 (MHz) حاصل گردید.

پیشنهادها

(۱) تولید پوشش‌های نانوساختار آلیاژهای آهن-نیکل به روش رسوب‌دهی الکتریکی با جریان پالسی و بررسی اثر ضخامت بر خاصیت مغناطیسی پوشش.

(۲) استفاده از ذرات سرامیکی به عنوان جز سوم در پوشش آهن-نیکل و بررسی خواص مغناطیسی و سایشی این کامپوزیت.

منابع

[1] Livingston, J. D. (1999). Electronic properties of engineering materials. New York: Wiley.

[۲] ابرهیم یوسفی (۱۳۹۸) خصیهای ساختاری و ارزیابی خواص مغناطیسی و سایشی پوشش‌های نانوساختار آلیاژی

آهن- نیکل- کروم و کامپوزیتی آهن- نیکل- تیتانیا تهیه شده به روش رسوبدهی الکتریکی با جریان پالسی رساله دکتری (نانو مواد) دانشگاه شهید باهنر کرمان

- [3] Mc Crea, J.L., Kim, S., Jeong, D.H., Gonzalea, F., Palumbo, G.,(2005) Nanocrystalline Co-P coatings for chrome replacement, AESF SUR/FIN,, p. 1-13
- [4] Lei Kang, C., et al.,(2009) Electroplating a magnetic core for micro fluxgate senso. Microsyst Technol., 15: p. 413-419
- [5] Borkar,T.(2010).Electrodepositionof nickel composite coatings. Oklahoma State University.
- [6] Cullity, B. D., & Graham, C. D. (2011). Introduction to magnetic materials. John Wiley & Sons.
- [7] Butler,R.,(2003),MagneticDomainstoGeologicTerranesA992”,Blackwell,Oxford
- [۸] فضلای سارا (۱۳۹۳) تولید پرمالوی نانوساختار به روش الکتروفرمینگ و بررسی خواص مغناطیسی آنها پایان نامه کارشناسی ارشد (نانو مواد) دانشگاه شیراز
- [9] Jiles, D.,(1998),”Introduction to Magnetism and Magnetic Materials”,CRC Press.PP.354
- [10] Green, Allen (2004). "150 Years Of Industry & Enterprise At Enderby's Wharf".History of the Atlantic Cable and Undersea Communications. FTL Design. Retrieved 2008-12-14.
- [11] Gupta, K., Rina, K. K., Sinha, S.K.,(2007) Influence of process parameters and alloy composition on structural, magnetic and electrical characteristics of Ni-Fe permalloy. Journal of Alloys and Compounds,, 429: p. 357–364.
- [12] Shokrollahi, H.,(2009) The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying. Materials and Design,, 30: p. 3374-3387.
- [13] Afshar,A.,Dolati,A.G.,Ghorbani,M.,(2003)”Electrochemicalcharacterization of the Ni-Fe alloy electrodeposition from chloride-citrate-glycolic acid solutions”,Materials Chemistry and physics, Vol.PP.352-358.
- [14] Bahrami, A. (2013). "The effect of Si addition on the microstructure and magnetic properties of Permalloy prepared by mechanical alloying method." Advanced Powder Technology 24(1): 235-241.
- [15] Hosseinzadeh, M.(2018). "The Effect of Temperature on the Magnetic Properties of Hard Magnet Nd₂Fe₁₄B Produced by Hot Press Method." Journal of Advanced Materials in Engineering (Esteghlal) 37(2): 13-27
- [16] Kadam, R.(2013). "Fabrication of Co_{0.5}Ni_{0.5}Cr_xFe_{2-x}O₄ materials via sol–gel method and their characterizations." Journal of magnetism and magnetic materials 327: 167-171.
- [17] Butherus, A. and S. Nakahara (1985). "Annealing kinetics of thin permalloy films." IEEE transactions on magnetics 21(4): 1301-1305.
- [18] Vahid Torabinejad, Mahmood Aliofkhazraei, Alireza Sabour Rouhaghdam, Mohammad Hossein Allahyarzadeh(2017). Corrosion properties of Ni-Fe-Cr (III) multilayer coating synthesized via pulse duty cycle variation [J]. Materials and Corrosion,, 68: 347–354. (Journal publication)
- [19] Adelkhani, H., Arshadi, M. R.,(2009) "Properties of Fe–Ni–Cr alloy coatings by using direct and pulse current electrodeposition", Journal of Alloys and Compounds, 476, 234–237.
- [20] Abdel Aal A., (2008)Hard and corrosion resistant nanocomposite coating for Al alloy. Materials Science and Engineering A., 474: p. 181-187.
- [21] Torabinejad, V., Aliofkhazraei, M., Assareh, S., Allahyarzadeh, M.H., Sabour Rouhaghdam.A.,(2017)Electrodeposition of Ni-Fe alloys, composites, and nano coatings- A review. Journal of Alloys and Compounds,, 691: P. 841-859
- [22] Kieling, V.C.,(1997) Parameters influencing the electrodeposition of Ni-Fe alloys.

Surface and Coating Technology,, 96: P. 135-139.

[23] Srimathi, S. N.,(1982) Electrodeposition of binary magnetic alloys. Surface Technology,,16: p. 277-322

[24] Ching An H., Jo Hsuan Ch., Chao Yu Ch., Kang Yu L., Joachim M.,(2013) Microstructure and electrochemical corrosion behavior of Cr–Ni–Fe alloy deposits electroplated in the presence of trivalent Cr ions. Thin Solid Films,, 544: p. 69-73

[25] Low, C.T.G., Wills, r.g.a., Walsh, F.C, (2006), Electro deposition of composite coatings nanoparticlesin a metal deposite”,Surface and Technology ,Vol.201,Issues 1-2,12,pp.371-383

[26] Banovic, s.w., Barmak, k., Marder, A.R., (1999), Charactrization Of Single And discrectely-stepped electro-composite coating of Nickel-alumina “, Material Science Electrochemistry ,Vol.34,Issue13,pp.3203-3211

[27] Brenner, A., (1963), Electro deposition of alloys”,Vol.2.265-2778,Academic Press,New York and London.

[28] Zhang,y.,Ding,G.,Cai,Y.,Wang,H.,Cai,B.,(2006),Electroplating of low stress permalloy for MEMS”,Materials characterization,Volume 57,pp.121-126.

[29] Blum, W., Hogaboom. G.B., (1949), ”Principle of electro platin gandelectro forming”, Vol.3, pp.356-382, McGraw-Hill book Company, Inc, New York, Toronto, London.

[30] Schlesinger, M., Paunivic, M., (2000), ”Modern Electroplating”, New York, GohnWiley and Sons,Inc.

[31] Gurrappal, I., Binder, L.,(2008) Electrodeposition of nanostructured coatings and their characterization-a review.Science and Technology of Advanced Materials,,9: p. 1-11.

[32] Jacob Fraden (2010). Handbook of Modern Sensors Physics, Designs, and Applications. Springer New York Heidelberg Dordrecht London.

[33] Lajevardi, S.A. and Shahrabi, T.,(2010) Effects of pulseelectrodeposition parameters on the properties of Ni–TiO₂ nanocomposite coatings. Applied Surface Science,, 256: p. 6775-6781.

[34] Goldmann, M.,(1994) Comparative Study of Several Iron-Chromium-Nickel Alloy Plating Baths. Galvanotechnik,, 85: pp:. 1117-1126

[35] Kang,J.C.,andLalvani,S.B.,(1995)Electrodeposition and characterization of amorphous FeNi-Cr-based alloys. Journal of applied electrochemistry,, pp:25: 376-383.

[36] Lijian, Xu.,(2009) "Preparation and characterization of nanocrystalline Fe-Ni- Cr alloy electrodeposits on Fe substrate", Journal of applied electrochemistry, pp:39, 713-718.

[37] Hadi Adelkhani, Mohammad Reza Arshadi.(2009) Properties of Fe–Ni–Cr alloy coatings by using direct and pulse current electrodeposition. [J]. Journal of Alloys and Compounds,,pp: 476: 234–237. (Journal publication)

[38] Qi Jun-Zhong, Li Bin-Yu, Yi Xiao, Jian Feng-Gu, Qing Dong-Zhong, Ji Bo-Jiang, Qiong Yu-Zhou.(2013) The electrodeposition of Ni-Fe-Cr alloy coatings on mild steel surfaces and evaluation of corrosion resistance. [J]. Advanced Materials Research, , pp:948: 785-786.(Journal publication)

[39] M. Tafreshi S. R. Allahkaram H. Farhangi.(2018) Effect of Electrodeposition Parameters on Chemical Composition, Cathodic Current Efficiency, Hardness and Morphology of Zn-Ni Alloy Coatings..10.22067/ma.v0i29.47786.

[40] Dolati, A.G., Ghorbani, M., and Afshar, A.,(2003) The Electrodeposition of Quaternary Fe-Cr-Ni-Mo Alloys from the Chloride- Complexing Agent Electrolyte. Surface and Coatings Technology,,pp:166: 105-110.

[41] Pavithra, G. P. and Hegde, A.,(2012) Magnetic property and corrosion resistance of electrodeposited nanocrystalline iron–nickel alloys. Applied Surface Science, , 258:p. 6884-6890

[42] Motion with soft magnetic iron-Nikel alloys “<http://pouyabfelez.ir>

- [۴۳] سیده سپیده رسولی (۱۴۰۱) ایجاد پوشش دی اکسید قلع به روش رسوبدهی الکتروشیمیایی و بررسی خواص آن به منظور استفاده در باتری‌های لیتیوم-یون / پایان نامه کارشناسی ارشد-دانشگاه شیراز
- [۴۴] حبیبی، علی، نقش آرا، حمید، و محمدی عارف، ساجده. (۱۳۹۵). آنالیز الگوی پراش پرتو ایکس لایه‌های نازک نانوساختار اکسید روی با استفاده از روش ویلیامسون-هال (W-H) کنفرانس ماده چگال انجمن فیزیک ایران.
- [45] P. Muhammad Shafi, and A. Chandra Bose, (2015) "Impact of crystalline defects and size on x-ray line broadening: a phenomenological approach for tetragonal SnO₂ nanocrystals", AIP Advances, vol. 5, no. 5, pp.:1-10
- [46] Torabinejad, V., Sabour Rouhaghdam. A., Aliofkhaeaei, M., Allahyarzadeh, M.H. (2016), Electrodeposition of Ni-Fe and Ni-Fe-(nano Al₂O₃) multilayer coatings. Journal of Alloys and Compounds, 657: p. 526-536.