

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان  
مهندسی متالورژی و مواد

[www.Iran-mavad.com](http://www.Iran-mavad.com)



## سنتز نانو کامپوزيت Ni-TiC

علی سعیدی<sup>۱</sup>، رضا ابراهیمی<sup>۲</sup>، سید محسن سیدالنگی<sup>۳</sup>، اعظم اسدی<sup>۴</sup>

### چکیده

نانو کامپوزيت نیکل-کاربید تیتانیم از طریق رسوب الکتریکی محلول واتس بدست آمده است. در این مقاله اثرات کاتد چرخان، آلتراسونیک، استفاده از پودر سنتز احتراقی و کاربید خریداری شده با خلوص بالا بر روی ترسیب الکتروشیمیایی این نانو کامپوزيت مورد مطالعه قرار گرفت. مطالعات با استفاده از روش های تفرق اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و میکرو هاردنس انجام گرفت. بعلاوه کاربید تیتانیم با خلوص بالا با استفاده از روش سنتز احتراقی تولید گردید. همچنین اندازه دانه ها از رابطه شرر و با استفاده از نرم افزار Xpert HighScore محاسبه شد. مشاهده شد که بهترین نتیجه از سوسپانسیون حاوی کاربید های تولید شده با سنتز احتراقی حاصل گردیده است.

کلید واژه- رسوب الکتریکی، کاربید تیتانیم، نانو کامپوزيت، نیکل

---

۱- عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

۲- عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

۳- دانشجوی کارشناسی ارشد شناسایی و انتخاب مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد

۴- دانشجوی کارشناسی ارشد شناسایی و انتخاب مواد، دانشگاه شهید باهنر کرمان

## مقدمه

کاربید تیتانیم یک ترکیب سخت دارای خواص فیزیکی از قبیل سختی، دمای ذوب و هدایت الکتریکی بالا می باشد [1]. کامپوزیت های پایه ی نیکل، خصوصاً آنهایی که شامل ذرات سخت سرامیکی می باشند، جهت پوشش های مقاوم به سایش در دماهای بالا، مورد توجه قرار گرفته اند. کامپوزیت های نیکل شامل ذرات TiC به عنوان پوشش سخت برای غلتک های نورد فولادی و نیز پوشش های قالب های تزریقی توسعه یافته اند. [2].

رسوب الکتریکی نیکل با استفاده از حمام های نیکلی بر پایه سولفات یا سولفامات تولید شده اند که دارای مزایا از قبیل ۱- نگهداری آن نسبتاً بدون اشکال است ۲- سولفات نیکل با خلوص بالا با قیمت مناسب موجود است ۳- لایه های بدست آمده دارای خاصیت شکنندگی کمتر و کشش درونی پایین تر می باشد [3]. البته آقای باپو [2] برای تولید کامپوزیت Ni-TiC از حمام فلوربات استفاده کرده ولی در اندازه نانو نبوده است. اکثر گزارش های کامپوزیت های رسوب الکتریکی Ni-TiC دارای ثبت اختراع هستند و جزئیات کاری آنها دردسترس نمی باشد.

روشهای مختلفی جهت تولید نانو کامپوزیتها وجود دارد که مهمترین آنها عبارتند از:

■ آلیاژسازی مکانیکی

■ سنتز احتراقی

■ رسوب الکتروشیمیایی

تولید برخی از کامپوزیت ها به روش های متداول به لحاظ ترشوندگی بسیار کم فاز سخت توسط مذاب فاز زمینه با مشکلاتی همراه است. تولید الکتروشیمیایی این کامپوزیت می تواند تا حدی این مشکلات را برطرف کند. از سوی دیگر پوشش قطعات صنعتی با مواد کامپوزیتی عموماً از روش های اسپری حرارتی و PVD انجام می شود که طی آن اکسیداسیون شدیدی می تواند اتفاق بیفتد. استفاده از روش های الکتروشیمیایی ضمن سادگی سیستم و عدم نیاز به دستگاه های پیچیده مشکل اکسیداسیون نیز نخواهد داشت. عدم آلودگی محیط زیست و قابلیت کنترل از مزایا دیگر این روش می باشد. آلیاژسازی مکانیکی نیز به دلیل تنش پسماند زیاد دارای کیفیت مطلوب نمی باشد. لذا هدف از این پروژه تولید کامپوزیت Ni-TiC با استفاده از روش ساده الکتروشیمیایی می باشد که از این نقص ها نیز جلوگیری می کند.

## مواد و روش تحقيق

توليد مواد سراميکی، کامپوزيتی و ديرگداز به روش سنتز احتراقي موضوع بسياری از پژوهش های اين دو دهه بوده است. در اين روش پودرهای گوناگون مخلوط و فشرده، در هوا يا اتمسفر خنثی مشتعل شده و با انجام يک واکنش شيميايی گرمازا جبهه ي احتراق ايجاد می شود. سپس با عبور اين جبهه از واکنش دهنده ها محصولات ساخته می شوند [4].

در اين تحقيق ابتدا ۱۲ گرم پودر تيتانيم با دانه بندی ۱۵۰µm با ۳/۵۸ گرم کربن (کمتر از ۱ میکرون) به صورت دوده به مدت ۱۵ دقيقه به صورت دستی مخلوط گرديد. سپس اين مخلوط در ته قالبی با قطر حدود ۱۰ ميلي متر ريخته شده و چاشنی بر روی آن قرار گرفت. چاشنی مورد استفاده در اين آزمایش از مخلوط سازی ۵ گرم  $FeTi_2$  و ۱/۵ گرم کربن (کمتر از ۱ میکرون) دوده ای به دست آمد. قرص دولایه به دست آمده پرس گرديده و در بوته قرار گرفت و روی با پودر  $Al_2O_3$  پوشانده شد. جهت خارج ساختن مواد فرار ابتدا بوته به مدت ۵۰ دقيقه در کوره الکتریکی با دمای ۱۵۰ درجه سانتی گراد پيش گرم شده و سپس برای انجام واکنش وارد کوره الکتریکی با دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد گرديد. پس از ۱۵ دقيقه بوته خارج شده و با جداسازی چاشنی کاربيد تيتانيم خالص به دست آمد.

جهت رسوب الکتریکی نانو کامپوزيت ابتدا محلول واتس با ترکيب ۳۰۰ g/l سولفات نیکل، ۳۵ g/l کلرور نیکل، ۴۰ g/l اسيد بوریک با PH ۴/۴ تهيه گرديد برای همزدن و بالا بردن دمای محلول از يک shaker با سرعت ۱۰۰۰ rpm استفاده شد و پس از آنکه دما به ۵۰ درجه سانتی گراد رسيد پودر TiC با اندازه متوسط ۵ میکرومتر اضافه گرديد. سپس برای ايجاد يک سوسپانسيون يکنواخت محلول به

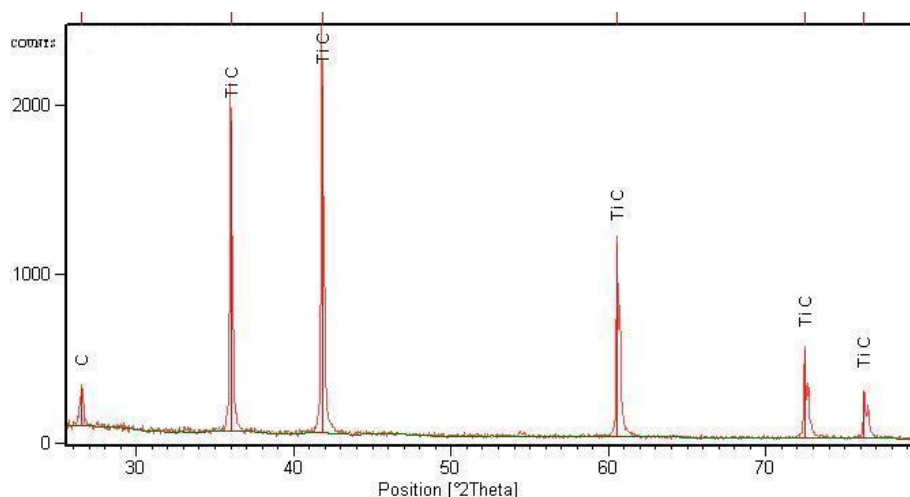
مدت ۵۰ دقیقه با همزن شیشه‌ای و shaker و magnetic stirrer همزده شد. برای برقراری جریان از فولاد زنگ‌نزن (۳۱۶) با ابعاد  $1 \times 1 \times 1$  cm به عنوان کاتد و گرافیت به عنوان آنود استفاده شد و ولتاژ ۲/۵ V توسط رکتی‌فایر اعمال شد. دانسیته جریان ثابت و به میزان  $0.07 \text{ A/cm}^2$  در نظر گرفته شد. در ضمن رسوب، کاتد به صورت دستی حالت دورانی داشت تا از ته نشین شدن ذرات کاربرد جلوگیری شود. پس از ۲۰ دقیقه جریان قطع و لایه رسوب کرده جهت آزمایشات XRD و SEM برداشته شد. از آنجا که رسوب حاصله عاری از تنش پسماند می‌باشد، ساین دانه را به راحتی می‌توان از طریق رابطه شرر محاسبه کرد که عبارتست از:

$$D = 0.9\lambda / \beta \cdot \cos \theta \quad (1)$$

$\lambda$  طول موج برحسب انگستروم،  $\theta$  زاویه پراش و  $\beta$  پهنای پرتو (برحسب رادیان) در نصف شدت ارتفاع ماکزیمم است. در این تحقیق ساین دانه‌ها توسط نرم‌افزار Xpert HighScore و بر اساس رابطه شرر محاسبه شده است.

## یافته ها

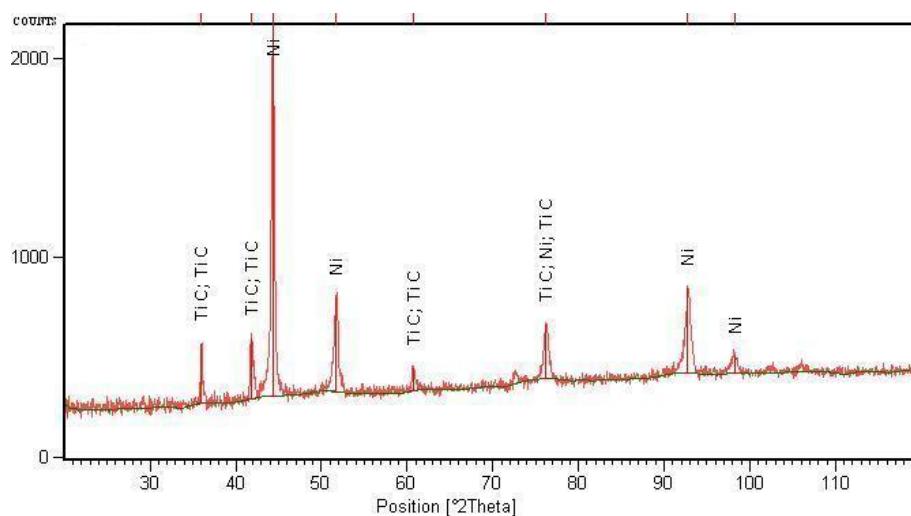
در شکل ۱ الگوی تفرق اشعه ایکس کاربرد تولید شده توسط سنتز احتراقی نشان داده شده است .



تولید ۱

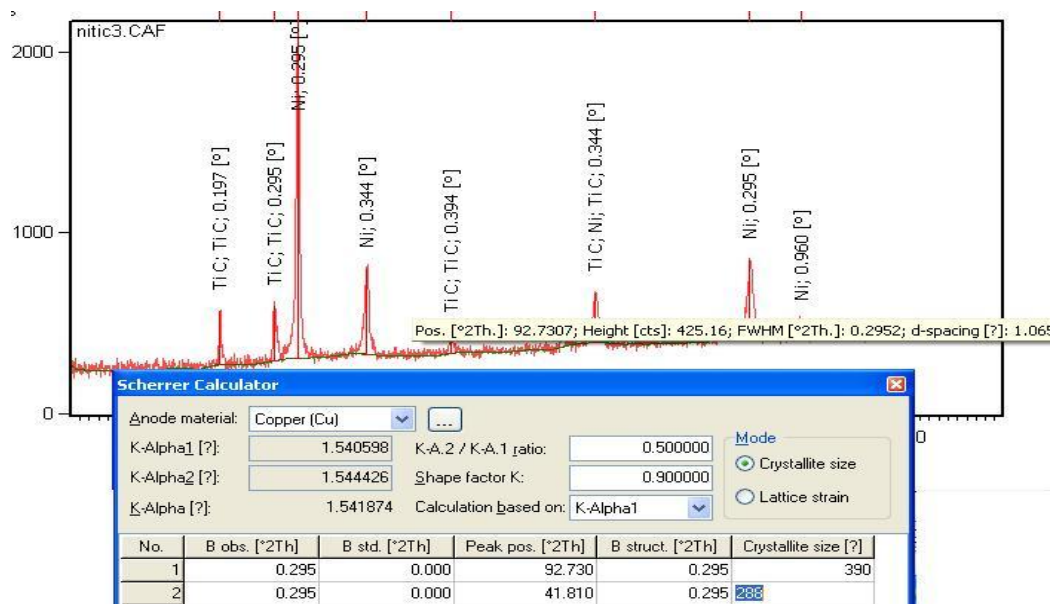
شکل ۱. الگوی پراش کاربید تولید شده توسط سنتز احتراقي

در شکل ۲ الگوی پراش رسوب حاصله آورده شده است که پیکهای نیکل و کاربید تیتانيم در آن به وضوح نشان داده شده است.



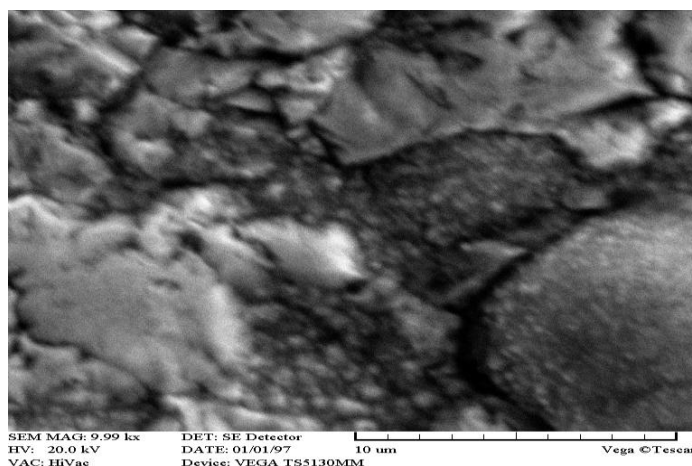
شکل ۲. الگوی XRD از رسوب به وجود آمده

در شکل ۳ نحوه اندازه گیری قطر دانه ها توسط نرم افزار نشان داده شده است. در این روش زاویه تفرق و پهنای پیک در نصف ارتفاع (FWHM) وارد جدول شده، مقدار استاندارد نیز ۰/۰۰۱ در نظر گرفته شده و بقیه محاسبات توسط نرم افزار انجام می شود. قطر دانه همانطور که در شکل آمده است ۳۹ نانومتر می باشد.



شکل ۳. اندازه گیری سایز دانه ها توسط نرم افزار بر طبق رابطه شرر

نتایج SEM به عمل آمده از رسوب نیز در شکل ۴ آورده شده است که در آن منطقه دوفازی به وجود آمده به وضوح نشان داده شده است.



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از کامپوزیت تولید شده با بزرگنمایی ۱۱۰۰۰

سختی رسوب حاصله ۲۳۵ ویکرز بود. نتایج میکروهاردنس نیز که از نقاط مختلف به دست آمده همگی بین ۲۳۵ تا ۲۴۰ ویکرز بود

### بحث

در الگوی پراش پرتوی ایکس شکل ۱، می توان دریافت که کاربید تولید شده توسط سنتز احتراقی دارای خلوص بالایی می باشد. در الگوی پراش شکل ۲ پیکهای Ni و TiC بخوبی دیده می شود و شارپ بودن پیک Ni نشان از فاز زمینه و کوتاه بودن پیک TiC نشان از فاز دوم ( تقویت کننده) دارد. با توجه به عدم وجود تنش می توان از رابطه شرر استفاده کرده و با انجام محاسبات که توسط نرم افزار Xpert صورت می گیرد می توان اندازه دانه های Ni را بدست آورد، که اندازه دانه ۳۹ نانومتر می

باشد. در شکل ۴ تصوير میکروسکوپ الکترونی رویشی به خوبی دو فاز روشن و تیره دیده می شود. با آنالیز خطی در هر فاز نشان داد که منطقه روشن کاربید تیتانیم و منطقه تیره نیکل می باشد که خود دلیلی بر پایداری زیاد فاز کاربید می باشد. در تست میکروسختی سنجی، سختی در سرتاسر رسوب بطور یکنواخت دیده می شود که نشان از توزیع یکنواخت کاربید در زمینه می باشد.

طبق تحقیقات انجام شده در ضمن رسوب الکتریکی جذب هیدروژن و اکسیژن سبب تشکیل کمپلکسهای نظیر  $NiH^+$  و  $NiOH^+$  می گردد که این ترکیبات در سایت های رشد قرار گرفته و از رشد نیکل جلوگیری می کند. در نتیجه زمینه نیکل با ساختار نانو حاصل خواهد شد [5].

### نتیجه گیری

باتوجه به آزمودن پارامترهای مختلف، بهترین نتیجه از محلول واتس حاوی سوسپانسیون کاربید های تولید شده با سنتز احتراقی حاصل گردیده است که شرایط دمایی و PH آن به ترتیب ۵۰ درجه سانتی گراد و ۴/۴ می باشد. با استفاده از رابطه شرر اندازه دانه های  $Ni$ ، ۳۹ نانومتر بدست آمد.

با استفاده از تست میکروسختی سنجی، سختی ۲۳۵ ویکرز در سرتاسر رسوب بدست آمد که نشان از یکنواختی ساختار نانو می باشد. همچنین با استفاده از SEM و EDX اثبات دیگری برای تولید این کامپوزیت بدست آمد.

و در نهایت می توان خاطر نشان کرد که با استفاده از یک روش ساده نیز یک نانو کامپوزیت تولید کرد.

### مراجع

- ۱-M.Constantino,B.Campillo,M.H.Staia,"Pulsed electrode deposition of superhard coatings on steel substrates:microstructural and chemical study"Surface engineering(2006)vol22,No3,212-218
- ۲-G.N.K.Ramesh Bapu,"Electrodeposition and charactrization of nickel-titanium carbide composites",surface and coating technology,67 (1994) 105-110

۳-مریم اسلاملو،فاطمه علوی نائینی،"آبکاری با مس و نیکل"،جهاد دانشگاه صنعتی اصفهان،۱۳۶۳

۴-منصور براتی، سید محمدعلی جزایری،"درآمدی بر فرآیند سنتز احتراقی" دنیای مواد،سال سوم،شماره

۵، ۱۳۸۰، صص. ۲۳-۲۶



Sh.Hassani, K.Raeissi, M.A.Golozar, "Effects of saccharin on the electrodeposition of Ni-Co nanocrystalline coatings", J Appl Electrochem(2008)38,689-694

## The synthesis of Ni-TiC nano composite

A. Saidi<sup>1</sup>, R. Ebrahimi<sup>2</sup>, S.M. Seyedalangi<sup>3</sup>, A. Asadi<sup>4</sup>

Nickel- titanium carbide was obtained by electro deposition from Watss solution. In this paper the effect of rotating cathode, ultrasonic and use of powder produced by combustion synthesis and purchased carbide with high purity on electro deposition of this nano composite was also studied. These studies were carried out by X-ray diffraction, scanning electro microscopy and micro hardness. Moreover titanium carbide with high purity was produced by combustion synthesis also known as self-propagating high temperature (SHS). The grain size was obtained by Scherrer formula and Xpert HighScore software. It was found that the best composite was obtained from suspension with synthesised carbide by SHS.

---

1- Isfahan University of Technology, a.saidi@cc.iut.ac.ir

2- Islamic Azad University, Najafabad Branch, rezaebrahimi@iaun.ac.ir

3- Islamic Azad University, Najafabad Branch, mohsen\_alan@yahoo.com

4- Shahid Bahonar Kerman University, azam\_asadizadeh@yahoo.com