علوم و مهندسی سطح ۳۰(۱۳۹۵)۴۳–۳۳

# ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند الکتروفورتیک

بهنام مبینی دهکردی، بهروز شایق بروجنی، محمدرضا سائری گروه مهندسی مواد، دانشگاه شهرکرد ( دریافت مقاله ۹۴/۱۰/۱۵- پذیرش مقاله : ۹۵/۰۲/۱۹)

#### چکیدہ

در تحقیق حاضر، نانوذرات آلومینا- تیتانیا به صورت لایه نازک در محیطهای الکلی مختلف از جمله الکترولیتهای اتانولی، بوتانولی و ایزوپروپانولی بر روی زیرلایههای فولادی با استفاده از فرآیند الکتروفورتیک (Electrophoretic) پوشش داده شدند. عملیات پوشش دهی در ولتاژهای مختلفی انجام شد، همچنین از روش کرونوآمپرومتری برای بررسی مکانیزم جوانهزنی و کیفیت سطحی پوشش ها استفاده گردید. از میکروسکوپ نوری به منظور اندازه گیری ضخامت و چسبندگی پوششها به زیرلایه استفاده شد. در آزمون اندازه گیری وزن پوشش نشان داده شد که وزن پوشش ایجاد شده با افزایش ولتاژ پوشش دهی افزایش می ابد. با اعمال ولتاژهای کم، بیشترین میزان پوشش در حضور سوسپانسیون بوتانولی ایجاد شد در حالی که با افزایش ولتاژ، پوششهای سنتز شده در حضور سوسپانسیون اتانولی از وزن بیشتری برخوردار شدند. در نتایج اندازه گیری وزن پوششها و مشاهده کیفی آنها نشان داده شد که وزن پوشش این تغییرات وزن پوشش می ابد. با اعمال ولتاژهای کم، بیشترین میزان پوشش در حضور سوسپانسیون بوتانولی ایجاد شد در حالی که با افزایش ولتاژ، پوششهای سنتز شده در حضور سوسپانسیون اتانولی از وزن بیشتری برخوردار شدند. در نتایج اندازه گیری وزن پوششها و مشاهده کیفی آنها نشان داده شد که تغییرات وزن پوشش با ولتاژ (شدت میدان الکتریکی) و زمان از رابطه هاماکر پیروی میکند. واژههای کلیدی: نانو ذرات آلومینا- تیتانیا، فرآیند الکتر وفورتیک، روش کرونو آمیرومتری، میکروسکوب نوری.

# Evaluation of Nanostructure Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> Composite Coatings Synthesized By Electrophoretic Process

#### Behnam Mobini Dehkordi, Behrooz Shayegh Borujeny, Mohammad Reza Saeri

Department of Materials Engineering, Shahrekord University (Received 5 Jan 2016, accepted 8 May 2016)

#### Abstract

In this research, alumina - titania nanoparticles in thin-film forms and in different alcoholic environments such as ethanol, butanol and isopropanol were coated on API5-GrB steel substrates by electrophoretic process. coating operations was performed at different voltages, as well as chronoamperometry method was used to investigation of the mechanism of nucleation and surface qualities of coatings. in order to measurement of coating thickness and adhesion to the substrate, optical microscope was used. in the measurement the weight of the coating test showed that the weight of the coating increased via increasing voltage. by applying low voltage, the highest coverage was created in the presence of the butanol suspension, but via increasing the voltage, the maximum coverage was formed in the presence of the ethanol suspension. in the measurement results of coatings weight and their quality viewing showed that coating weight changes with voltage (electrical field intensity) and time follow the Hamaker relationship.

**Keywords:** *alumina- titania nanoparticles, electrophoretic process, chronoamperometry method, optical microscope.* **E-mail of corresponding author**: *bmobini\_d@yahoo.com* 

مقدمه

از تکنیکهای الکتروشیمیایی جهت شناسایی فرآیندهایی که در سطح اتفاق میافتند، استفاده میشود. از روشهای الکتروشیمیایی مانند ولتامتری سیکلی، کرونو آمپرومتری و کرونو پتانسیومتری به منظور بررسی مکانیزم جوانه زنی و رشد رسوب نانوذرات (فلزی، سرامیکی) به صورت لایه نازک در حمامهای مختلف استفاده شده است. تاکنون فلزی در حمامهای مختلف استفاده شده است. تاکنون فلزی مختلف به صورت لایه نازک در حضور محلولهای فلزی مختلف از جمله سولفاتی انجام گرفته است. از نشست الکتروشیمیایی مواد مهندسی به صورت آلیاژی به طور گستردهای برای تولید مواد با ساختار جدید و منحصر به فرد مانند لایههای نازک با خواص فیزیکی و شیمیایی متفاوت در سالهای اخیر مورد توجه قرار گرفته است. [۳-1].

فرآیند الکتروفورتیک (Electrophoretic) یکی از تکنیکهای رسوبدهی ذرات کلوئیدی است که دارای مزیتهای زیادی از جمله آسان بودن روش، هزینه کم و کنترل میکروساختار پوشش از طریق منظم نمودن پارامترهای پوششردهی است. روش الکتروفورتیک یک فرآیند دو مرحلهای است:

 ۱) در مرحله اول، ذرات باردار موجود در سوسپانسیون تحت تأثیر میدان الکتریکی اعمالی به طرف الکترود با بار مخالف حرکت میکنند.

۲) در مرحله دوم، ذرات بر روی الکترود با بار مخالف رسوب میکنند و یک لایه نسبتا متراکم را تشکیل میدهند [۴].

به منظور الکترولیز مولکولهای حلال در ولتاژهای پایین، استفاده از آب به عنوان حلال برای تهیه سوسپانسیون در فرآیند الکتروفورتیک دارای محدودیت است. الکترولیز آب باعث تشکیل گازهای هیدروژن و اکسیژن به ترتیب بر روی کاتد و آند می شود که باعث ایجاد حفره در پوشش،

چسبندگی ضعیف پوشش به زیرلایه و هموژنیته کم می شود [۵]. بنابراین در فرآیند EPD، حلالهای آلی بر حلالهای آبی ترجیح داده می شوند که در میان حلال های آلی، الکل ها بیشتر مورد استفاده قرار گرفته اند [۹–۶]. در اکثر تحقیقات انجام گرفته بر روی فرآیند پوشش دهی به روش الکتروفورتیک، اغلب از میدان الکتریکی با جریان مستقیم (DC) برای لایه نشانی استفاده شده است [۱-۱۰].

پوشش های سرامیکی بهتازگی برای بهبود مقاومت در برابر سایش [۱۵–۱۳]، مقاومت در برابر خوردگی [۲۱–۱۶]، مقاومت در برابر حرارت [۲۲]، زیستسازگاری [۲۶–۲۳] و فعالیت فوتوکاتالیستی [۳۲–۲۲] فلزات و آلیاژها مورد استفاده قرار گرفتهاند.

اکسیدهای آلومینیم، تیتانیم و کامپوزیتهایشان به خاطر دارا بودن خواص ویژهای از جمله: پایداری حرارتی، شیمیایی و مکانیکی و همچنین سطح ویژه بالا، کاربرد وسیعی در غشاءهای سرامیکی، سرامیکها و کاتالیستها پیدا کردهاند. آلومینا – تیتانیا مقاومت در برابر خوردگی بالاتری نسبت به اکسید آلومینیم خالص (آلومینا) دارد [۳۳ و ۳۴].

هدف از این تحقیق بررسی نشست الکتروشیمیایی نانوذرات سرامیکی آلومینا – تیتانیا به صورت لایه نازک در حضور الکترولیتهای الکلی مختلف از جمله اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول با استفاده از فرآیند الکتروفورتیک بر روی زیرلایههای فولادی Api5-GrB است.

نحوه آزمایش مواد مصرفی پودر Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> با وزن مولکولی ۱۸۱/۸۳ gr/mol، از شرکت سیگما–آلدریچ , SIGMA-ALDRICH Corporation) (st. Louis, MO مورد استفاده قرار گرفت.

در شکل ۱، تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی

مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش های کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح۳(۱۳۹۵) ۳۵

(FE-SEM) ذرات سرامیکی آلومینا – تیتانیا نشان داده شده است، در این تصویر اندازه برخی از ذرات نیز اندازهگیری شده است. الکلهای اتانول با خلوص % ۹۹/۹ ≤ ، بوتانول و ایزوپروپانول هر دو با خلوص % ۹۹/۵ ≤ [همگی از شرکت مرک (Merck Corporation)] به عنوان حلال استفاده شدند، همچنین از ذرات ید به عنوان پراکندهساز استفاده گردید.

### روش کار

سوسپانسیونهایی با غلظت ۱۰ gr/Lit، از پودر آلومینا-تيتانيا (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>) در حضور الكتروليتهاى الكلى مختلف از جمله اتانول، بوتانول و ايزوپروپانول تهيه گردید. از ذرات ید به عنوان پایدار ساز بهره گرفته شد. مقدار بهینه ذرات ید، با استفاده از آزمون پتانسیل زتا مشخص گردید. برای این منظور، پتانسیل زتا نانوذرات Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> در غلظت های ۰، ۸/۰ و ۱/۶ گرم بر لیتر از افزودنی ید محاسبه شد. بر اساس مقادیر پتانسیل زتا بدست آمده مطابق با شکل ۲، مقادیر ۱/۶، ۱/۶ و ۸/۰ به ترتيب برای سوسپانسيونهای اتانولی، بوتانولی و ايزوپروپانولی به عنوان غلظت بهينه ذرات يد تعيين شدند. تغييرات پتانسيل زتا نانوذرات آلومينا – تيتانيا بر حسب pH در سوسپانسیونهای اتانولی، بوتانولی و ایزوپروپانولی به ترتیب در شکلهای ۳، ۴ و ۵، نشان داده شده است. سوسپانسیونهای آماده شده با استفاده از مقدار بهینه پراکنده ساز، به منظور پایدارسازی به ترتیب به مدت ۶ ساعت بر روی همزن مغناطیسی (stirrer) و ۱۰ دقیقه در معرض حمام آلتراسونيک قرار داده شدند.



شكل ۱. تصوير FE-SEM ذرات سراميكي ألومينا- تيتانيا.



**شكل ۲.** تغييرات پتانسيل زتا نانوذرات آلومينا – تيتانيا بر حسب مقدار افزودني يد.

برای تهیه الکترودهای کمکی و کار از قطعههای فولادی Api5-GrB با ابعاد (1cm × 2cm) استفاده شد. ۳۶ مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح۳(۱۳۹۵)



د سوسپانسیون اتانولی. در سوسپانسیون اتانولی.

با توجه به شکل ۳، تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا – تیتانیا بر حسب pH، ابتدا به صورت صعودی و سپس به صورت نزولی است.



mH شکل ۲. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات الومینا – تیتانیا بر حسب pH در سوسپانسیون بوتانولی.

مطابق با شکل ۴، با افزایش pH، پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا – تیتانیا ابتدا با شیب تند و پس از آن به تدریج کاهش یافته است.



در سوسپانسيون ايزوپروپانولي.

با توجه به شکل ۵، تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا – تیتانیا بر حسب pH، ابتدا به صورت صعودی است و پس از آن به یک مقدار ثابت میرسد. تجهیزات مورد استفاده برای فرآیند لایه نشانی در منابع [۳۵ و ۳۶] توضیح داده شده است. در شکل ۶، شماتیکی از دستگاه الکتروفورتیک نشان داده شده است.



از روش کرونوآمپرومتری به منظور ارزیابی مکانیزم جوانه زنی و بررسی کیفیت سطحی پوششها استفاده شد و از ولتاژهای ۳۰، ۴۰، ۵۰ و ۶۰ ولت به منظور پوششدهی استفاده گردید. مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح۳(۱۳۹۵) ۳۷

در شکل ۷، شماتیکی از ذرات آلومینا – تیتانیا پوشش داده شده بر روی زیرلایه های فولادی با بار مخالف نشان داده شده است.



**شکل ۷.** شماتیکی از ذرات آلومینا – تیتانیا پوشش داده شده بر روی زیرلایه های فولادی با بار مخالف.

نمونه های پوشش داده شده به منظور انجام عملیات پخت به مدت ۲ ساعت و در دمای ۳۵۰ درجه سلسیوس درون کوره الکتریکی قرار داده شدند، لازم به ذکر است که به منظور آسیب نخوردن به پوشش های سنتز شده، سرعت گرم و سرد کردن کوره به میزان ۳۳/۳ ۵ ۳/۳ قرار داده شد. تأثیر عوامل زمان، ولتاژ و الکترولیت های الکلی مختلف بر روی وزن پوشش های ایجاد شده و مورفولوژی آن ها مورد بررسی قرار گرفت. برای محاسبه وزن پوشش ها و عکس برداری از آن ها به ترتیب از ترازوی دیجیتالی -And, HR برداری از آن ها به ترتیب از ترازوی دیجیتالی دیمل (100 با دقت ۱/۰ میلی گرم، میکروسکوپ نوری مدل نوری مدل (ME-KUX 3RL) با حداکثر بزرگنمایی نوری مدل (ME-KUX 3RL) با حداکثر بزرگنمایی

# نتایج و بحث اثر زمان

با توجه به منحنی های تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان، با اعمال ولتاژهای ثابت، جرم نشست با گذشت زمان افزایش یافته است و روند تغییرات آن در حضور الکترولیتهای اتانولی و بوتانولی به این صورت است که ابتدا شیب منحنی زیاد است و سیس در زمانهای بالاتر کاهش می یابد در حالی که در حضور سوسپانسیون ايزوپروپانولي، در ابتدا شيب منحني كم است، سپس افزایش مییابد و در زمانهای بالاتر، مجدد کاهش مییابد. بر اساس رابطه هاماکر (Hamaker)، جرم نشست با زمان رابطه مستقیم خطی دارد [۲۸، ۲۸]:  $dW/dt = f.\mu.E.A.C$ (معادله ۱) که در آن µ تحرک ذرات، E شدت میدان الکتریکی، A مساحت سطح نشست، C غلظت پودر جامد و f ضریبی است که نشان میدهد همه ذراتی که به سطح الکترود آورده می شوند در فرآیند یوشش دهی شرکت نمی کنند  $(f \le 1)$ در شکلهای ۸ و ۹، تغییرات وزن پوشش ایجاد شده بر حسب زمان پوشش دهی، نشان داده شده است.



۳۸ مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش های کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح۳(۱۳۹۵)



**شکل ۹**. تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوششردهی، ولتاژ اعمالی: ۶۰ ولت.

با توجه به شکل ۹، می توان گفت که با اعمال ولتاژ (شدت میدان) ۶۰ ولت، منحنی های اتانولی و بوتانولی در یک نقطه با یکدیگر برخورد کرده و از آن به بعد منحنی وزن پوشش در حضور سوسپانسيون اتانولي نسبت به همين منحنی در حضور سوسپانسیون بوتانولی، مقادیر بالاتری را پیدا میکند. در کل می توان گفت در زمان های کم، رابطه وزن پوشش با زمان به صورت خطی است اما در زمانهای زیاد، منحنی از روند خطی فاصله می گیرد تا به یک مقدار ثابتی برسد. دليل انحراف منحني از حالت خطي را مي توان به موارد زیر نسبت داد: ۱) با گذشت زمان که فرآیند نشست انجام می شود، غلظت ذرات جامد داخل سوسپانسيون به تدريج كاهش مييابد. کاهش غلظت دو دلیل اصلی دارد: الف) نشست ذرات روی الکترودها، ب) ته نشین شدن برخی از ذرات پودر داخل سوسپانسیون. بنابراین در زمانهای طولانی، تعداد ذرات جامدی که برای نشست روى الكترودها موجود هستند، كمتر مي شود. ۲) ازآنجا که مقاومت الکتریکی ذرات جامد از سوسپانسيون بيشتر است، تشكيل پوشش روى الكترودها

باعث می شود که مقاومت الکتریکی بین الکترودها بیشتر شود و در نتیجه شدت میدان به تدریج کاهش یابد، بنابراین برای ادامه انجام فرآیند، به شدت میدان با ولتاژ بیشتری نیاز است [۳۸]. در این آزمایشات که از حالت ولتاژ ثابت استفاده شده است با گذشت زمان افزایش ضخامت پوشش موجب افزایش مقاومت الکتریکی شده و در نتیجه وزن پوشش، افزایش کمتری خواهد داشت.

اثر ولتاژ (شدت ميدان الكتريكي)

با توجه به منحنی های تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوشش دهی می توان نتیجه گرفت که مقدار پوشش ایجاد شده بر روی الکترودها با افزایش ولتاژ (شدت میدان الکتریکی)، افزایش می یابد. بدیهی است که افزایش ولتاژ موجب افزایش نیرو محرکه لازم برای مهاجرت ذرات جامد به سمت الکترودها می شود، در نتیجه در یک زمان مشخص، تعداد ذرات بیشتری روی الکترودها می نشینند. در شکل ۱۰، منحنی های کرونو آمپرومتری که نشان دهنده رابطه بین جریان پوشش دهی با ولتاژ اعمالی است، نشان داده شدهاند.



**شکل ۱۰**. منحنی های کرونوآمپرومتری (تغییرات جریان بر حسب زمان پوششدهی) در حضور سوسپانسیون اتانولی.

مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۹ (۱۳۹۵) ۳۹

در تصاویر موجود در شکل ۱۱، با افزایش ولتاژ پوششدهی از کیفیت پوششها کاسته شده اما پوششها ضخیمتر شده و وزن نشست آنها نیز افزایش یافته است، به عنوان مثال در مورد ۱۱ – د (۶۰ ولت)، مشاهده میشود که پوشش بر روی همه سطح الکترود نشانده نشده ولی پوشش ایجاد شده ضخامت بالایی دارد. نقاط سفید براق در تصاویر میکروسکوپ نوری بالا، نشانگر نقاطی از زیرلایههای فولادی است که پوشش بر روی آنها تشکیل نشده است چرا که سطح زیرلایههای فولادی قبل از انجام عملیات پوشش دهی توسط سمباده به خوبی صیقل داده و براق شدند.

در شکل ۱۲، تصاویری از پوشش های ایجاد شده در محیط اتانولی، با اعمال ولتاژهای ۴۰ و ۵۰ ولت نشان داده شده است.



شکل ۱۲. تصاویری از پوشش های ایجاد شده در محیط اتانولی، الف) اعمال ولتاژ ۴۰ ولت، ب) اعمال ولتاژ ۵۰ ولت.

در شکل ۱۰، روند تغییرات منحنیها ابتدا به صورت یک صعود تیز و سپس به صورت نزولی است تا اینکه به مقادیر ثابتی برسند، که این صعود تیز و سپس نزول نشان دهنده جوانه زنی اولیه است. با توجه به این شکل می توان گفت هرچقدر ولتاژ اعمالی افزایش یابد، منحنیهای تغییرات جریان بر حسب زمان پوشش دهی دارای نویز بیشتری می شوند که این نویزها بیانگر این است که پوشش دارای تخلخل بوده و از کیفیت سطحی آن کاسته شده است.

با اعمال ولتاژ ۴۰ ولت، در ثانیه های ابتدایی (پس از صعود و نزول تیز)، یک ناپایداری در منحنی کرونو آمپرومتری ایجاد شده است که نشاندهنده تخلخل پوشش سنتز شده است.

در شکل ۱۱، تصاویری از پوششهای ایجاد شده در حضور سوسپانسیون اتانولی تحت ولتاژهای مختلف نشان داده شده است.



**شکل ۱۱**. تصاویر میکروسکوپ نوری از پوشش های ایجاد شده در محیط اتانولی: الف) ۳۰ ولت، ب) ۴۰ ولت، ج) ۵۰ ولت، د) ۶۰ ولت.

۴۰ مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح۳(۱۳۹۵)

Solvent	Viscosity (cP) (=10 <sup>-3</sup> N.s.m <sup>-2</sup> )	Relative dielectric Constance (–)
Ethanol	1/• 1/4	74/00
n-butanol	7/0720	17/01
Iso-propanol	۲/۰۴۳۹	१९/९४

**جدول ۱**. خواص فیزیکی حلالهای آلی [۳۷].

با توجه به رابطه هاماکر، وزن نشست رابطه مستقیمی با موبیلیته (تحرک) مولکول های الکترولیت های الکلی دارد، موبیلیته از رابطه زیر بدست می آید [۳۹]: (معادله ۲) (۲۰۵، ۲۵) (۲۰۵۰) در این رابطه µ موبیلیته، ۵۵ ضریب گذردهی الکتریکی خلأ در این رابطه µ موبیلیته، ۵۵ ضریب گذردهی الکتریکی خلأ (۲۰) ۲۰۳ (۲۰۸۸)، ۲۵ ثابت دی الکتریک نسبی، ک پتانسیل زتا و ۹ ویسکوزیته (گرانروی) است. در رابطه (۲) که به رابطه هنری معروف است، تحرک (۳) با ثابت دی الکتریک نسبی (۶۰) رابطه مستقیم و با ویسکوزیته (۹) رابطه معکوس دارد.

نسبت ثابت دی الکتریک نسبی به ویسکوزیته (β,/۹) برای اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول به ترتیب برابر ۲۲/۵۵، ۶/۷۶، ۹/۷۴ است، بنابراین در ولتاژهای بالای پوشش دهی میتوان مقدار زیاد پوشش ایجاد شده در محیط اتانولی را در مقدار زیاد نسبت ثابت دی الکتریک نسبی به ویسکوزیته و در نتیجه به تحرک زیاد پودر آلومینا – تیتانیا در این محیط نسبت داد. لازم به ذکر است که عوامل دیگری همچون پتانسیل زتا نیز در مقدار تحرک و در نتیجه در مقدار پوشش ایجاد شده بر روی زیرلایههای فولادی مؤثر است.

در شکل ۱۴، تصاویری از پوشش های ایجاد شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت در حضور محیط های الکلی مختلف نشان داده شدهاند. در تصاویر شکل ۱۲، قسمتهای مشخص شده، نشان دهنده پوششهای سنتز شده است، با توجه به این تصاویر میتوان گفت که با افزایش ولتاژ به منظور انجام فرآیند پوششدهی، ضخامت پوششهای ایجاد شده در محیط اتانولی افزایش یافته در حالیکه از میزان چسبندگی این پوششها به زیرلایههای فولادی کاسته شده است. لازم به ذکر است که ضخامت پوششهای ایجاد شده در تصاویر بالا با استفاده از نرم افزار متالوگرافی MIP محاسبه شده و به قرار زیر هستند: مقدار میانگین اندازه ضخامت پوششهای ایجاد شده با مقدار میانگین اندازه ضخامت پوششهای ایجاد شده با اعمال ولتاژ ۴۰ ولت برابر mμ ۱۸/۱۱ و مقدار ذکر شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت برابر mμ ۲۰/۹۸ است.

در شکل ۱۳، تأثیر سه محیط الکلی شامل: اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول بر روی وزن نشست پودر سرامیکی Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> به صورت سه بعدی نشان داده شده است.



شکل ۱۳. تأثیر محیطهای الکلی مختلف بر روی وزن نشست پودر Al₂O3-TiO₂، در ولتاژ اعمالی ۶۰ ولت و زمان ۵ دقیقه.

در جدول ۱، خواص فیزیکی برخی از حلالهای آلی آورده شده است. Archive of SID

مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰ (۱۳۹۵) ۴۱



**شکل ۱۴**. تصاویری از پوششهای ایجاد شده در محیطهای مختلف: الف) اتانولی، ب) ایزوپروپانولی، ج) بوتانولی.

با توجه به تصاویر نشان داده شده، پوششهای ایجاد شده در محیط ایزوپروپانولی از کیفیت بالاتر و چسبندگی بهتری نسبت به پوشش های ایجاد شده در دو محیط اتانولی و بوتانولی، برخوردار هستند.

مقدار میانگین اندازه ضخامت پوشش های ایجاد شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت در محیط اتانولی برابر ۲۰/۹۸ در محیط ایزوپروپانولی برابر ۶۲/۲۲ μm و در محیط بوتانولی ۲۷/۶۲ μm

# نتيجه گيري

در این تحقیق، تأثیر عوامل زمان، ولتاژ (شدت میدان الکتریکی) و محیطهای الکلی مختلف شامل: اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول بر روی وزن پوشش ایجاد شده و الگوی نشست (ظاهر کیفی پوشش) نانو ذرات آلومینا – تيتانيا (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>) به روش الکتروفورتيک با ميدان الکتریکی جریان مستقیم DC، مورد بررسی قرار گرفت. نتایج اندازهگیری وزن پوششها و مشاهده کیفی آنها نشان دادند که تغییرات وزن پوشش با ولتاژ (شدت میدان الکتریکی) و زمان از رابطه هاماکر پیروی می کنند. در منحنی های تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوشش دهی مشاهده شد که در ولتاژهای پایین (۳۰ و ۴۰ ولت) بيشترين پوشش ايجاد شده در حضور سوسپانسيون بوتانولی است اما در ولتاژهای بالا (۵۰ و ۶۰ ولت) بیشترین پوشش در محیطهای اتانولی ایجاد شده است. وزن پوشش بدست آمده در محيط اتانولي با اعمال ولتاژهای بالا (۵۰ و ۶۰ ولت) به دلیل نسبت بیشتر ثابت دی الکتریک نسبی به ویسکوزیته ( $\epsilon_{
m r}/\eta$ ) در مقایسه با محیطهای بوتانولی و ایزوپروپانولی بیشتر بود. بنابراین بسته به عوامل ولتاژ (شدت ميدان الكتريكي) و نوع محيط، می توان پوشش هایی با کیفیت های مختلف بدست آورد. در نتایج اندازه گیری ضخامت پوشش ها، مشخص گردید که بیشترین ضخامت در حضور محیط ایزوپروپانولی تشکیل شده است.

# سپاسگزارى

از اساتید گرامی و کارشناسان محترم گروه مهندسی مواد دانشگاه شهرکرد جهت همکاری و راهنماییشان کمال تشکر و قدردانی را دارم. 12. P. Sarkar, P. S. Nicholson, *Electrophoretic Deposition (EPD): Mechanisms, Kinetics, and Application to Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc., (1996),79,1987-2002.

13. X. Wu, P. Su, Z. Jiang, S. Meng, *Influences* of current density on tribological characteristics of ceramic coatings on ZK60 Mg alloy by plasma electrolyticoxidation, ACS App. Mate. Interfaces 2 (2010) 808–812.

14. H. Dong, T. Bell, *Enhanced wear resistance* of titanium surfaces by a new thermal oxidation treatment, Wear 238 (2000) 131–137.

15. D.S.R. Krishna, Y.L. Brama, Y. Sun, *Thick rutile layer on titanium for tribological applications*, Tribol. Int. 40 (2007) 329–334.

16. A.L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, *Characterisation of oxide filmsproduced by plasma electrolytic oxidation of a Ti–6Al–4V alloy*, Surf.Coat.Technol. 130 (2000) 195–206.

17. M. Montazeri, C. Dehghanian, M. Shokouhfar, A. Baradaran, *Investigation of the voltage and time effects on the formation of hydroxyl apatite-containing titania prepared by plasma electrolytic oxidation on Ti–6Al–4V alloy and its corrosion behavior*, Appl. Surf. Sci. 257 (2011) 7268–7275.

18. A. Ghasemi, V.S. Raja, C. Blawert, W. Dietzel, K.U. Kainer, *Study of thestructure and corrosion behavior of PEO coatings on AM50 magnesium alloy by Electrochemical impedance spectroscopy*, Surf. Coat.Technol. 202 (2008) 3513–3518.

19. L. Wen, Y.M. Wang, Y. Liu, Y. Zhou, L.X. Guo, J.H. Ouyang, D.C. Jia, *EIS study of a self-repairing micro arc oxidation coating*, Corros. Sci. 53 (2011) 618–623.

20. M. Herrmann, *Corrosion of silicon nitride materials in aqueous solutions*, J.Am. Ceram. Soc. 96 (2013) 3009–3022.

21. H. Niazi, S. Yari, F. Golestani-Fard, M. Shahmiri, W. Wang, A. Alfantazi and R. Bayati, *How deposition Parameters affect corrosion behavior of*  $TiO_2$ - $Al_2O_3$  *nanocomposite coatings*, Applied Surface Science.353 (2015) 1242–1252.

22. X.Q. Cao, R. Vassen, D. Stoever, *Ceramic materials for thermal barrier coatings*, J. Eur.Ceram. Soc. 24 (2004) 1–10.

23. F. Samanipour, M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, H.R. Zargar, A.R. Mirhabibi, V.Shoaei-Rad, S. Abassi, *Innovative fabrication of ZrO\_2*– HAp–TiO<sub>2</sub> nano/micro-structured composites مراجع ۱.دولتی، ابوالقاسم.، مطالعه سینتیک رسوب الکتروشیمیایی آلیاژ کبالت- نیکل نانوکریستالی به صورت لایه نازک در محلول سولفاتی، مجله تحقیقات مواد نانو کامپوزیتی، ۱۳۸۸،۳۰۱، ۱۴۲-

2. S.D. Leith, S. Ramli, D.T. Schwartz, Journal of the Electrochemical Society, 146, (1999), 1431.

3.S.D. Leith, W. Wang, D.T. Schwartz, Journal of the Electrochemical Society, 145, (1999), 2827.

4.L. Besra and M. Liu, *A Review on Fundamental and Applications of Electrophoretic Deposition*, Prog.Mater. Sci., 52 [1] 1–61, (2007).

5. T. Uchikoshi, K. Ozawa, B.D. Hatton and Y. Sakka, *Electrophoretic Deposition of Al\_2O\_3 Suspension in a Magnetic Field*, J. Mater. Res., 16 [2] 321–4 (2001).

6. A. M. Popa, J. Vleugels, J. Vermant, and O. Van der Biest, *Influence of Ammonium Salt of Poly-Methacrylic Acid and Butylamine Addition on the Viscosity andElectrophoretic Deposition Behavior of Ethanol-Based Powder Suspensions, Colloids Surf. A: Physicochem.* Eng. Aspects, 267 [1–3] 74–8, (2005).

7. M. Shan, X.Mao, J. Zhang and Sh. Wang, *Electrophoretic Shaping of Sub-Micron Alumina in Ethanol*, Ceram. Int., 35 [5] 1855– 61 (2009).

8. X. F. Xiao and R. F. Liu, *Effect of Suspension Stability on Electrophoretic Deposition of Hydroxyapatite Coatings*, Mater. Lett., 60 [21–22] 2627–32 (2006).

9. H. C. Hamaker, *Formation of a Deposit by Electrophoresis*, Trans. Faraday Soc., 36, 279–87, (1940).

10. Morteza Farrokhi-Rad, Mohammad Ghorbani. *Electrophoretic Deposition of Titania Nanoparticles in Different Alcohols: Kinetics of Deposition*, J. Am Ceram.Soc, (2011), 94 [8] 2354–2361.

11. L. Besra, M. Liu, A Review on Fundamentals and Applications of Electrophoretic Deposition (EPD), Prog.Mater., Sci, (2007), 52, 1-61. مبینی و همکاران، ارزیابی پوششهای کامپوزیتی نانو ساختار Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰(۱۳۹۵) ۴۳

34. Wei, Z. B. and Yan, W. and Zhang, H. and Ren, T. and Xin, Q. and Li, Z. Appl. Catal. A: Gen. 167 (1998) 39.

35. A. R. Gardeshzadeh, B. Raissi, E. Marzbanrad, *Electrophoretic Deposition of SnO*<sub>2</sub> *Nanoparticles Using Low Frequency AC Electric Fields*, Mater. Lett, (2008) ,62,1697-(1699).

36. A. R. Gardeshzadeh, B. Raissi, E. Marzbanrad, *Preparation of Si Powder Thick Films by Low Frequenc Alternating Electrophoretic Deposition*, J. Mater. Lett, 43, (2008), 2507-2508.

37. H. Negishi, K. Yamaji, N. Sakal, T. Horita, H. Yanaglshlta,H.Yokokawa, *Electrophoretic Deposition of YSZ Powders for Solid Oxide Fuel Cells*, Journal of Materials Science, (2004),39,833-838.

38. S. N. Heavens, *Electrophoretic Deposition as A Processing Route for Ceramics*, Advanced Ceramic Processing and Technology, Vol. 1, Noyes Pub. NJ, USA, (1990), 255-283.

39. A. V. Delgado, F. González-Caballero, R. J. Hunter, L. K.Koopal, J. Lyklema," *Measurement and Interpretation of Electrokinetic Phenomena*, J. Colloid Interf. Sci, (2007),309,194-224. through MAO/EPD combined method, Mater. Lett. 65 (2011) 926–928.

24. F. Samanipour, M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, H.R. Zargar, T. Troczynski, A.R.Mirhabibi, An innovative technique to simply fabricate ZrO<sub>2</sub>-HA-Ti nanostructured layers, Colloids Surf. B 86 (2011) 14–20.

25. F. Samanipour, M.R. Bayati, H.R. Zargar, F. Golestani- Fard, T. Troczynski, M.Taheri, *Electrophoretic Enhanced micro arc oxidation* of ZrO<sub>2</sub>-HAp-TiO<sub>2</sub> nanostructured porous layers, J. Alloys Comp. 509 (2011) 9351–9355.

26. A. Seyfoori, S. Mirdamadi, A. Khavandi, Z.S. Raufi, *Biodegradation behavior of microarc oxidized AZ31 magnesium alloys formed in two different electrolytes*, Appl. Surf. Sci. 261 (2012) 92–100.

27. M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, A.Z. Moshfegh, *How photocatalytic activity of the* MAO-grown  $TiO_2$  nano/micro-porous films is influenced by growth parameters, Appl.Surf.Sci. 256 (2010) 4253–4259.

28. M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, A.Z. Moshfegh, *Visible photodecomposition of methylene blue over micro arc oxidized WO*<sub>3</sub>–*loaded TiO*<sub>2</sub> *nano-porous layers*, Appl. Catal. A. 382 (2010) 322–331.

29. M.R. Bayati, F. Golestani-Fard, A.Z. Moshfegh, R. Molaei, A photocatalytic approach in micro arc oxidation of  $WO_3$ -Ti $O_2$  nano porous semiconductors under pulse current, Mater. Chem. Phys. 128 (2011) 427–432.

30. M.R. Bayati, A.Z. Moshfegh, F. Golestani-Fard, *Effect of electrical parameters on morphology, chemical composition and photoactivity of the nano-porous titania layers synthesized by pulse-microarc oxidation*, Electrochim. Acta, 55(2010) 2760–2766.

31. M.R. Bayati, A.Z. Moshfegh, F. Golestani-Fard, *In situ growth of vanadia–titania nano/micro-porous layers with enhanced photocatalytic performance by micro-arc oxidation*, Electrochim. Acta, 55 (2010) 3093– 3102.

32. M.R. Bayati, H.R. Zargar, A. Talimian, A. Ziaee, R. Molaei, *Characterization of*  $Al_2O_3$ -*TiO*<sub>2</sub> *nano porous Solar absorbers derived via MAO/sol-gel hybrid process*, Surf.Coat. Technol. 205 (2010) 2483–2489.

33. Tomkiewicz, M. and G. Dagan, and J. Phys. Chem. 97 (1993) 12651.