

ارزیابی پوشش‌های کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

سنتز شده از طریق فرآیند الکتروفوریتیک

بهنام مبینی دهکردی، بهروز شایق بروجنی، محمدرضا سائری

گروه مهندسی مواد، دانشگاه شهرکرد

(دریافت مقاله ۹۴/۱۰/۱۵ - پذیرش مقاله : ۹۵/۰۲/۱۹)

چکیده

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 الکتروفوریتیک (Electrophoretic) پوشش داده شدند. عملیات پوشش‌دهی در ولتاژهای مختلفی انجام شد، همچنین از روش کروئوآمپرومتری برای بررسی مکانیزم جوانه‌زنی و کیفیت سطحی پوشش‌ها استفاده گردید. از میکروسکوپ نوری به منظور اندازه‌گیری ضخامت و چسبندگی پوشش‌ها به زیرلایه استفاده شد. در آزمون اندازه‌گیری وزن پوشش نشان داده شد که وزن پوشش ایجاد شده با افزایش ولتاژ پوشش‌دهی افزایش می‌یابد. با اعمال ولتاژهای کم، بیشترین میزان پوشش در حضور سوسپانسیون بوتانولی ایجاد شد در حالی‌که با افزایش ولتاژ، پوشش‌های سنتز شده در حضور سوسپانسیون اتانولی از وزن بیشتری برخوردار شدند. در نتایج اندازه‌گیری وزن پوشش‌ها و مشاهده کیفی آن‌ها نشان داده شد که تغییرات وزن پوشش با ولتاژ (شدت میدان الکتریکی) و زمان از رابطه هاماکر پیروی می‌کنند.

واژه‌های کلیدی: نانو ذرات آلومینا-تیتانیا، فرآیند الکتروفوریتیک، روش کروئوآمپرومتری، میکروسکوپ نوری.

Evaluation of Nanostructure $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ 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 measurment 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

چسبندگی ضعیف پوشش به زیرلایه و هم‌وزنیته کم می‌شود [۵]. بنابراین در فرآیند EPD، حلال‌های آلی بر حلال‌های آبی ترجیح داده می‌شوند که در میان حلال‌های آلی، الکل‌ها بیشتر مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۹-۶]. در اکثر تحقیقات انجام گرفته بر روی فرآیند پوشش‌دهی به روش الکتروفوریتیک، اغلب از میدان الکتریکی با جریان مستقیم (DC) برای لایه نشانی استفاده شده است [۱۰-۱۲].

پوشش‌های سرامیکی به‌تازگی برای بهبود مقاومت در برابر سایش [۱۳-۱۵]، مقاومت در برابر خوردگی [۲۱-۱۶]، مقاومت در برابر حرارت [۲۲]، زیست‌سازگاری [۲۳-۲۶] و فعالیت فوتوکاتالیستی [۳۲-۲۷] 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 الکتروفوریتیک بر روی زیرلایه‌های فولادی Api5-GrB است.

نحوه آزمایش

مواد مصرفی

پودر $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ با وزن مولکولی $181/83 \text{ gr/mol}$ ، از شرکت سیگما-آلدریج (SIGMA-ALDRICH Corporation, st. Louis, MO) مورد استفاده قرار گرفت.

در شکل ۱، تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی

از تکنیک‌های الکتروشیمیایی جهت شناسایی فرآیندهایی که در سطح اتفاق می‌افتند، استفاده می‌شود. از روش‌های الکتروشیمیایی مانند ولتامتری سیکلی، کروماتوگرافی و کروماتوگرافی سیومتی به منظور بررسی مکانیزم روانه زنی و رشد رسوب نانوذرات (فلزی، سرامیکی) به صورت لایه نازک در حمام‌های مختلف استفاده شده است. تاکنون تحقیقات زیادی در مورد نشست الکتروشیمیایی آلیاژهای فلزی مختلف به صورت لایه نازک در حضور محلول‌های مختلف از جمله سولفات 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 [۱-۳].

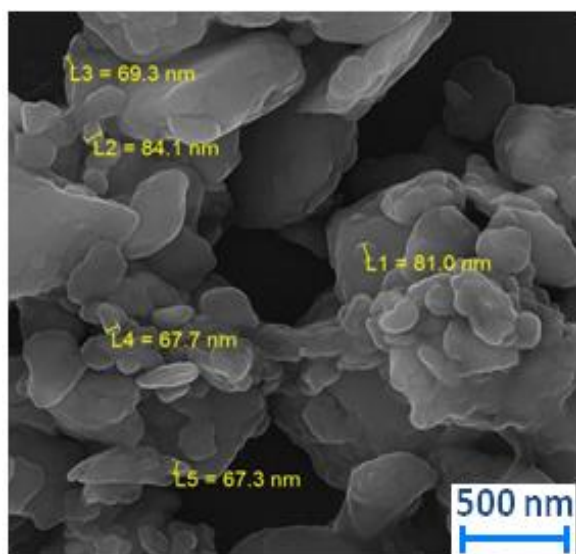
فرآیند الکتروفوریتیک (Electrophoretic) یکی از تکنیک‌های رسوب‌دهی ذرات کلئیدی است که دارای مزیت‌های زیادی از جمله آسان بودن روش، هزینه کم و کنترل میکروساختار پوشش از طریق منظم نمودن پارامترهای پوشش‌دهی است. روش الکتروفوریتیک یک فرآیند دو مرحله‌ای است:

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

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

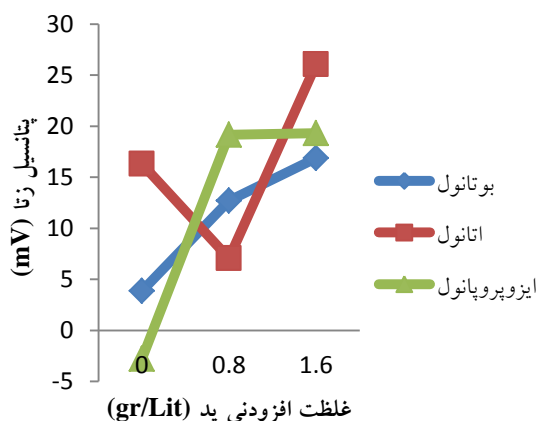
به منظور الکترولیز مولکول‌های حلال در ولتاژهای پایین، استفاده از آب به عنوان حلال برای تهیه سوسپانسیون در فرآیند الکتروفوریتیک دارای محدودیت است. الکترولیز آب باعث تشکیل گازهای هیدروژن و اکسیژن به ترتیب بر روی کاتد و آنود می‌شود که باعث ایجاد حفره در پوشش،

مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش‌های کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰ (۱۳۹۵) ۳۵



شکل ۱. تصویر FE-SEM ذرات سرامیکی آلومینا-تیتانیا.

آزمون پتانسیل زتا



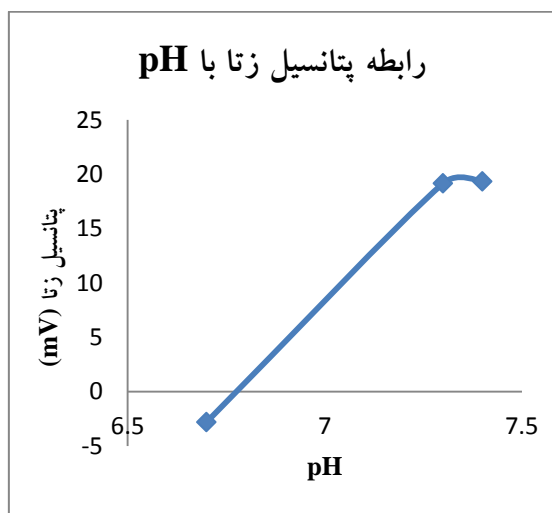
شکل ۲. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - تیتانیا بر حسب مقدار افزودنی پد.

برای تهیه الکترودهای کمکی و کار از قطعه‌های فولادی Api5-GrB با ابعاد (1cm × 2cm) استفاده شد.

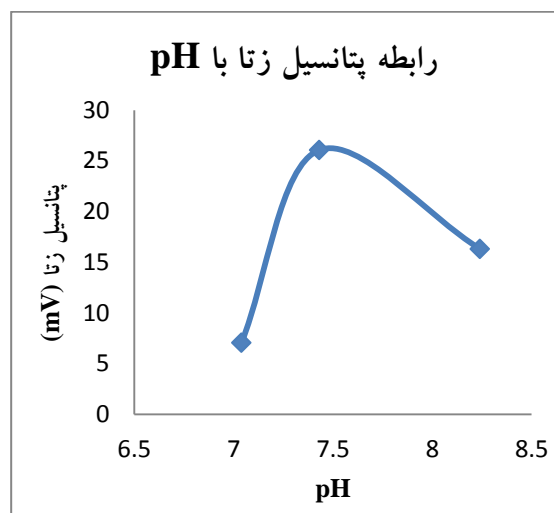
(FE-SEM) ذرات سرامیکی آلومینا - تیتانیا نشان داده شده است، در این تصویر اندازه برخی از ذرات نیز اندازه‌گیری شده است. الکل‌های اتانول با خلوص % ۹۹/۹ ≥، بوتانول و ایزوپروپانول هر دو با خلوص % ۹۹/۵ ≥ [همگی از شرکت مرک (Merck Corporation)] به عنوان حلال استفاده شدند، همچنین از ذرات پد به عنوان پراکنده‌ساز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

روش کار

سوسپانسیون‌هایی با غلظت ۱۰ gr/Lit، از پودر آلومینا-تیتانیا ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) در حضور الکترولیت‌های الکلی مختلف از جمله اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول تهیه گردید. از ذرات پد به عنوان پایدار ساز بهره گرفته شد. مقدار بهینه ذرات پد، با استفاده از آزمون پتانسیل زتا مشخص گردید. برای این منظور، پتانسیل زتا نانوذرات $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ در غلظت‌های ۰، ۰/۸ و ۱/۶ گرم بر لیتر از افزودنی پد محاسبه شد. بر اساس مقادیر پتانسیل زتا بدست آمده مطابق با شکل ۲، مقادیر ۱/۶، ۱/۶ و ۰/۸ به ترتیب برای سوسپانسیون‌های اتانولی، بوتانولی و ایزوپروپانولی به عنوان غلظت بهینه ذرات پد تعیین شدند. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - تیتانیا 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 آلتراسونیک قرار داده شدند.

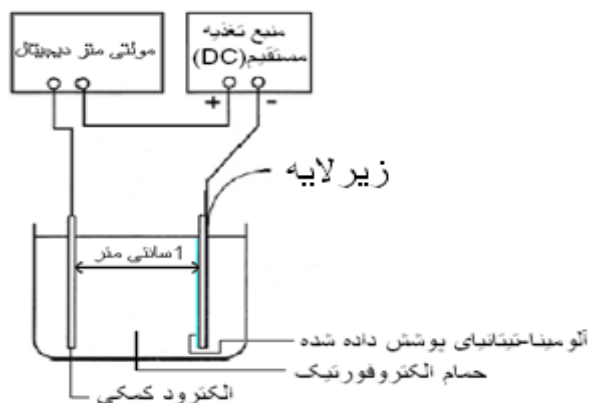


شکل ۵. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - تیتانیا بر حسب pH در سوسپانسیون ایزوپروپانولی.



شکل ۳. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - تیتانیا بر حسب pH در سوسپانسیون اتانولی.

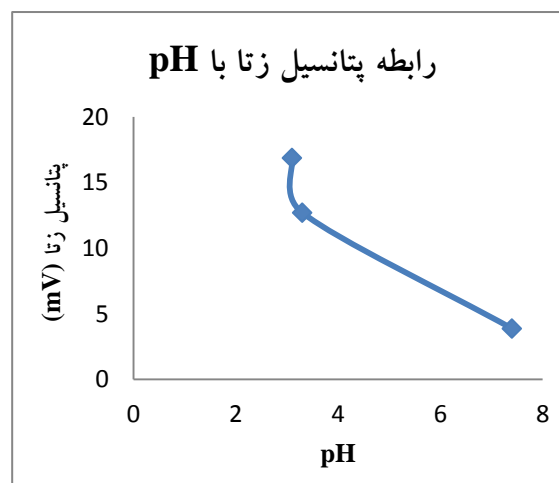
با توجه به شکل ۵، تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - تیتانیا بر حسب pH، ابتدا به صورت صعودی است و پس از آن به یک مقدار ثابت می‌رسد. تجهیزات مورد استفاده برای فرآیند لایه نشانی در منابع [۳۵ و ۳۶] توضیح داده شده است. در شکل ۶، شماتیکی از دستگاه الکتروفوریتیک نشان داده شده است.



شکل ۶. شماتیکی از دستگاه الکتروفوریتیک [۳۷].

از روش کروئوآمپرومتری 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.

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



شکل ۴. تغییرات پتانسیل زتا نانوذرات آلومینا - 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.

مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش‌های کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰ (۱۳۹۵) ۳۷

نتایج و بحث

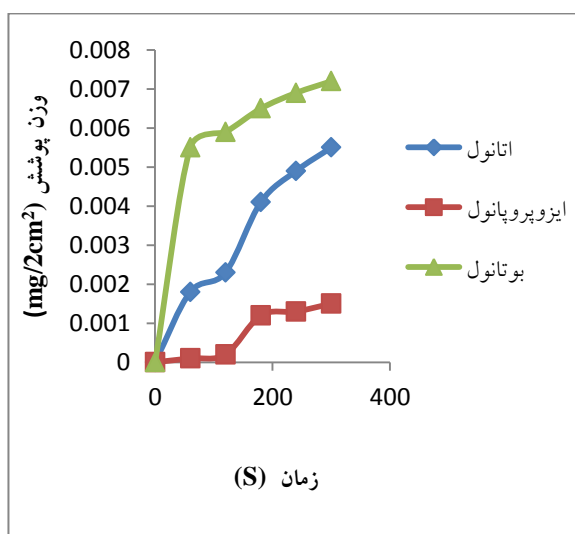
اثر زمان

با توجه به منحنی‌های 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 سپس در زمان‌های بالاتر کاهش می‌یابد در حالی که در حضور سوسپانسیون ایزوپروپانولی، در ابتدا شیب منحنی کم است، سپس افزایش می‌یابد و در زمان‌های بالاتر، مجدد کاهش می‌یابد. بر اساس رابطه هاماکر (Hamaker)، جرم نشست با زمان رابطه مستقیم خطی دارد [۳۸، ۱۲]:

$$dW/dt = f \cdot \mu \cdot E \cdot A \cdot C \quad (\text{معادله ۱})$$

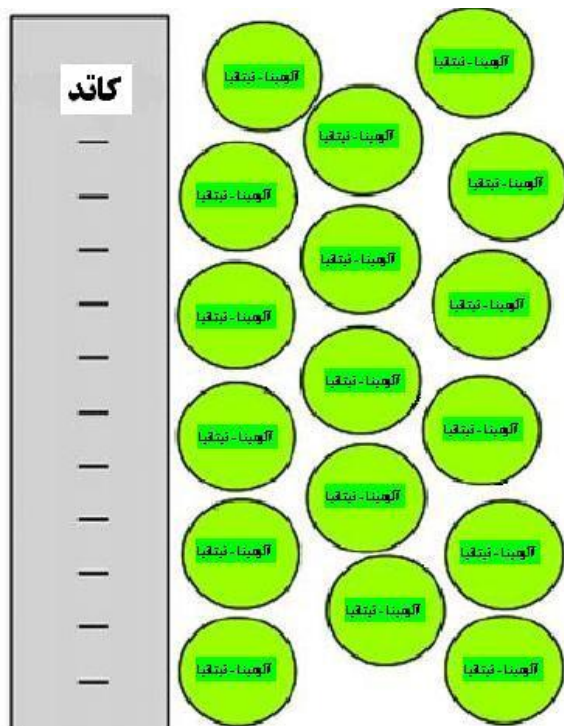
که در آن μ تحرک ذرات، E شدت میدان الکتریکی، A مساحت سطح نشست، C غلظت پودر جامد و f ضریبی است که نشان می‌دهد همه ذراتی که به سطح الکترود آورده می‌شوند در فرآیند پوشش‌دهی شرکت نمی‌کنند ($f \leq 1$).

در شکل‌های ۸ و ۹، تغییرات وزن پوشش ایجاد شده بر حسب زمان پوشش‌دهی، نشان داده شده است.



شکل ۸. تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوشش‌دهی، ولتاژ اعمالی: ۳۰ ولت.

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.

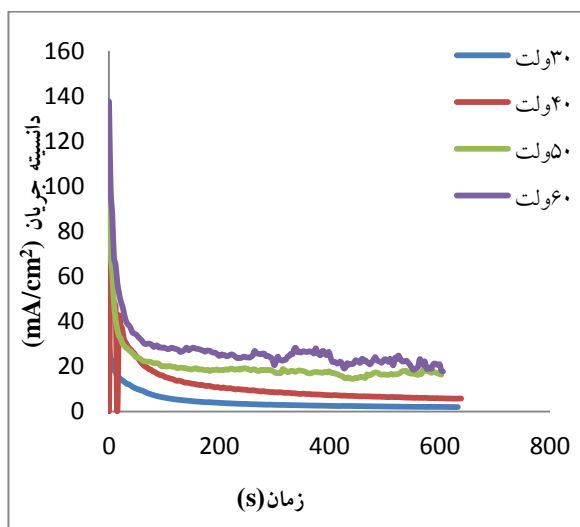
نمونه‌های پوشش داده شده به منظور انجام عملیات پخت به مدت ۲ ساعت و در دمای ۳۵۰ درجه سلسیوس درون کوره الکتریکی قرار داده شدند، لازم به ذکر است که به منظور آسیب نخوردن به پوشش‌های سنتز شده، سرعت گرم و سرد کردن کوره به میزان $3/3 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$ قرار داده شد. تأثیر عوامل زمان، ولتاژ و الکترولیت‌های الکلی مختلف بر روی وزن پوشش‌های ایجاد شده و مورفولوژی آن‌ها مورد بررسی قرار گرفت. برای محاسبه وزن پوشش‌ها و عکس برداری از آن‌ها به ترتیب از ترازوی دیجیتالی (And, HR-200) با دقت ۰/۱ میلی‌گرم، میکروسکوپ نوری مدل (IMM-420) با حداکثر بزرگنمایی $40 \times$ و میکروسکوپ نوری مدل (ME-KUX 3RL) با حداکثر بزرگنمایی $100 \times$ استفاده گردید.

باعث می‌شود 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].

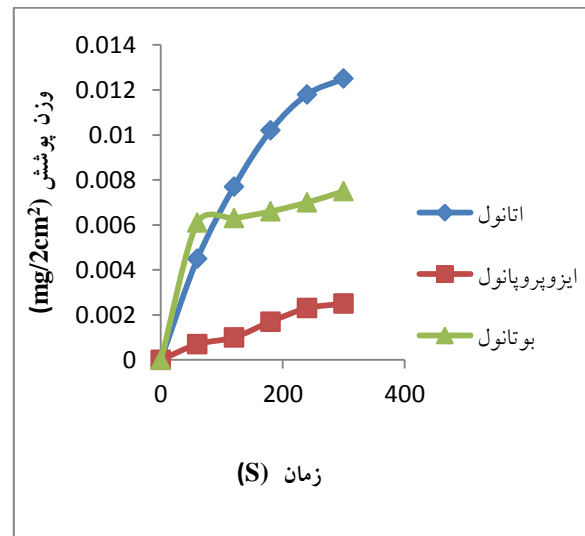
در این آزمایشات که از حالت ولتاژ ثابت استفاده شده است با گذشت زمان افزایش ضخامت پوشش موجب افزایش مقاومت الکتریکی شده و در نتیجه وزن پوشش، افزایش کمتری خواهد داشت.

اثر ولتاژ (شدت میدان الکتریکی)

با توجه به منحنی‌های تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوشش‌دهی می‌توان نتیجه گرفت که مقدار پوشش ایجاد شده بر روی الکترودها با افزایش ولتاژ (شدت میدان الکتریکی)، افزایش می‌یابد. بدیهی است که افزایش ولتاژ موجب افزایش نیرو محرکه لازم برای مهاجرت ذرات جامد به سمت الکترودها می‌شود، در نتیجه در یک زمان مشخص، تعداد ذرات بیشتری روی الکترودها می‌نشینند. در شکل ۱۰، منحنی‌های کرومپرومتری که نشان‌دهنده رابطه بین جریان پوشش‌دهی با ولتاژ اعمالی است، نشان داده شده‌اند.



شکل ۱۰. منحنی‌های کرومپرومتری (تغییرات جریان بر حسب زمان پوشش‌دهی) در حضور سوسپانسیون اتانولی.



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

با توجه به شکل ۹، می‌توان گفت که با اعمال ولتاژ (شدت میدان) ۶۰ ولت، منحنی‌های اتانولی و بوتانولی در یک نقطه با یکدیگر برخورد کرده و از آن به بعد منحنی وزن پوشش در حضور سوسپانسیون اتانولی نسبت به همین منحنی در حضور سوسپانسیون بوتانولی، مقادیر بالاتری را پیدا می‌کند. در کل می‌توان گفت در زمان‌های کم، رابطه وزن پوشش با زمان به صورت خطی است اما در زمان‌های زیاد، منحنی از روند خطی فاصله می‌گیرد تا به یک مقدار ثابتی برسد.

دلیل انحراف منحنی از حالت خطی را می‌توان به موارد زیر نسبت داد:

(۱) با گذشت زمان که فرآیند نشست انجام می‌شود، غلظت ذرات جامد داخل سوسپانسیون به تدریج کاهش می‌یابد.

کاهش غلظت دو دلیل اصلی دارد:

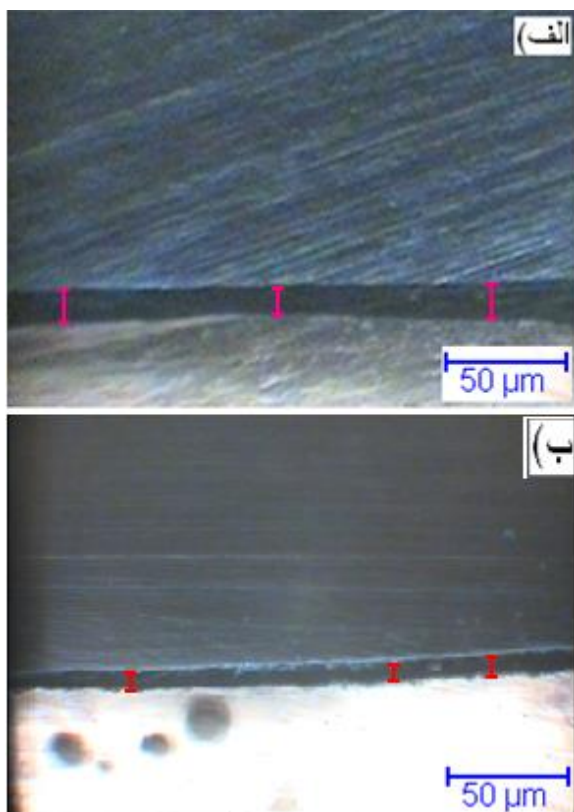
(الف) نشست ذرات روی الکترودها، (ب) ته نشین شدن برخی از ذرات پودر داخل سوسپانسیون. بنابراین در زمان‌های طولانی، تعداد ذرات جامدی که برای نشست روی الکترودها موجود هستند، کمتر می‌شود.

(۲) از آنجا که مقاومت الکتریکی ذرات جامد از سوسپانسیون بیشتر است، تشکیل پوشش روی الکترودها

مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش‌های کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰ (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 الکتروود 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 پوشش‌دهی توسط سمباده به خوبی صیقل داده و براق شدند.

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

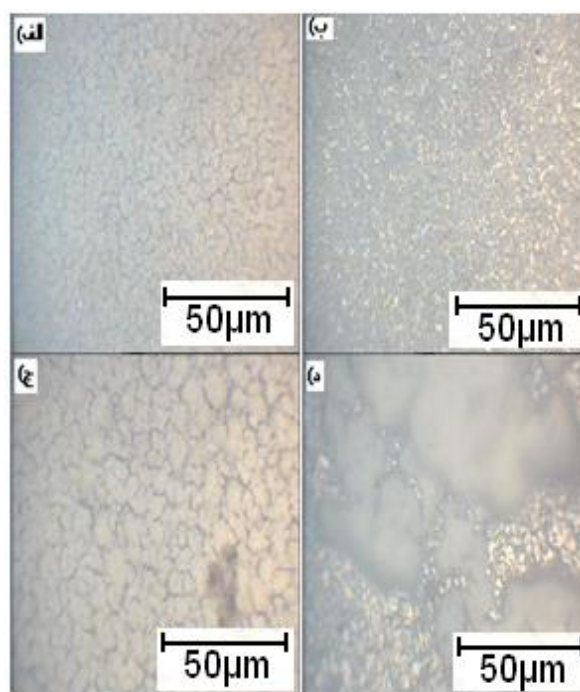


شکل ۱۲. تصاویری از پوشش‌های ایجاد شده در محیط اتانولی، الف) اعمال ولتاژ ۴۰ ولت، ب) اعمال ولتاژ ۵۰ ولت.

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 می‌توان گفت هرچه قدر ولتاژ اعمالی افزایش یابد، منحنی‌های تغییرات جریان بر حسب زمان پوشش‌دهی دارای نویز بیشتری می‌شوند 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 ثانیه‌های ابتدایی (پس از صعود و نزول تیز)، یک ناپایداری در منحنی کرومپرومتری 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 پوشش‌های ایجاد شده در محیط اتانولی: الف) ۳۰ ولت، ب) ۴۰ ولت، ج) ۵۰ ولت، د) ۶۰ ولت.

جدول ۱. خواص فیزیکی حلال‌های آلی [۳۷].

Solvent	Viscosity (cP) (= 10^{-3} N.s.m $^{-2}$)	Relative dielectric Constance (-)
Ethanol	۱/۰۸۸۵	۲۴/۵۵
n-butanol	۲/۵۸۷۵	۱۷/۵۱
Iso-propanol	۲/۰۴۳۹	۱۹/۹۲

با توجه به رابطه هاماکر، وزن نشست رابطه مستقیمی با مویلیته (تحرک) مولکول‌های الکترولیت‌های الکلی دارد، مویلیته از رابطه زیر بدست می‌آید [۳۹]:

$$\mu = (\epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \zeta) / \eta \quad (\text{معادله ۲})$$

در این رابطه μ مویلیته، ϵ_0 ضریب گذردهی الکتریکی خلأ (8.85×10^{-12} F/m)، ϵ_r ثابت دی الکتریک نسبی، ζ پتانسیل زتا و η ویسکوزیته (گرانروی) است.

در رابطه (۲) که به رابطه هنری معروف است، تحرک (μ) با ثابت دی الکتریک نسبی (ϵ_r) رابطه مستقیم و با ویسکوزیته (η) رابطه معکوس دارد.

نسبت ثابت دی الکتریک نسبی به ویسکوزیته (ϵ_r/η) 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.

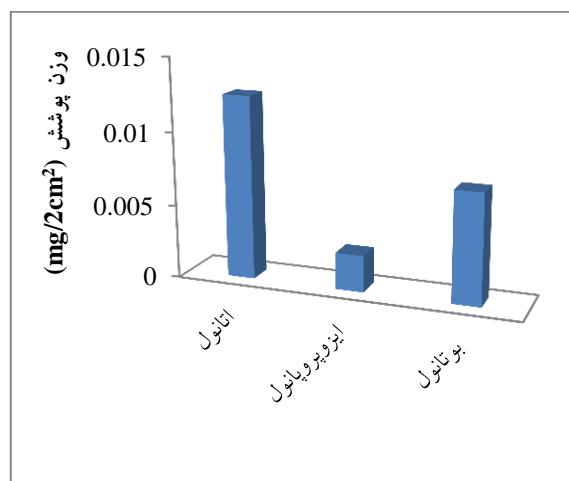
در شکل ۱۴، تصاویری از پوشش‌های ایجاد شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت در حضور محیط‌های الکلی مختلف نشان داده شده‌اند.

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 اعمال ولتاژ ۴۰ ولت برابر $18/11 \mu\text{m}$ و مقدار ذکر شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت برابر $20/98 \mu\text{m}$ است.

اثر محیط

در شکل ۱۳، تأثیر سه محیط الکلی شامل: اتانول، بوتانول و ایزوپروپانول بر روی وزن نشست پودر سرامیکی $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ به صورت سه بعدی نشان داده شده است.



شکل ۱۳. تأثیر محیط‌های الکلی مختلف بر روی وزن نشست پودر $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ در ولتاژ اعمالی ۶۰ ولت و زمان ۵ دقیقه.

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

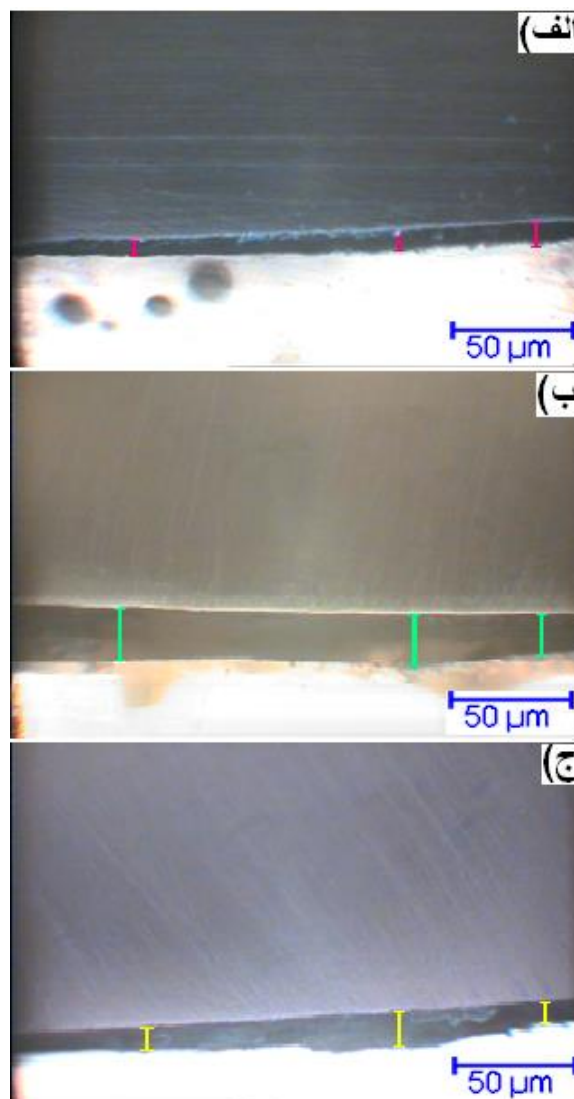
مبینی و همکاران، ارزیابی پوشش‌های کامپوزیتی نانو ساختار $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ سنتز شده از طریق فرآیند، علوم و مهندسی سطح ۳۰ (۱۳۹۵) ۴۱

نتیجه‌گیری

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 - تیتانیا ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) به روش الکتروفوریتیک با میدان 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 می‌کنند. در منحنی‌های تغییرات وزن پوشش بر حسب زمان پوشش دهی مشاهده شد که در ولتاژهای پایین (۳۰ و ۴۰ ولت) بیشترین پوشش ایجاد شده در حضور سوسپانسیون بوتانولی است اما در ولتاژهای بالا (۵۰ و ۶۰ ولت) بیشترین پوشش در محیط‌های اتانولی ایجاد شده است. وزن پوشش بدست آمده در محیط اتانولی با اعمال ولتاژهای بالا (۵۰ و ۶۰ ولت) به دلیل نسبت بیشتر ثابت دی الکتریک نسبی به ویسکوزیته (ϵ_r/η) در مقایسه با محیط‌های بوتانولی و ایزوپروپانولی بیشتر بود. بنابراین بسته به عوامل ولتاژ (شدت میدان الکتریکی) و نوع محیط، می‌توان پوشش‌هایی با کیفیت‌های مختلف بدست آورد. در نتایج اندازه‌گیری ضخامت پوشش‌ها، مشخص گردید که بیشترین ضخامت در حضور محیط ایزوپروپانولی تشکیل شده است.

سپاسگزاری

از اساتید گرامی و کارشناسان محترم گروه مهندسی مواد دانشگاه شهرکرد جهت همکاری و راهنمایی‌شان کمال تشکر و قدردانی را دارم.



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 پوشش‌های ایجاد شده در دو محیط اتانولی و بوتانولی، برخوردار هستند.

مقدار میانگین اندازه ضخامت پوشش‌های ایجاد شده با اعمال ولتاژ ۵۰ ولت در محیط اتانولی برابر $20/98 \mu\text{m}$ ، در محیط ایزوپروپانولی برابر $62/22 \mu\text{m}$ و در محیط بوتانولی $37/62 \mu\text{m}$ هستند.

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 electrolytic oxidation*, 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 films produced 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 the structure 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 $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanocomposite coatings*, Applied Surface Science. 353 (2015) 1242–1252.

22. X.Q. Cao, R. Vassen, D. Stoeber, *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. Shoaie-Rad, S. Abassi, *Innovative fabrication of $\text{ZrO}_2\text{-HAP-TiO}_2$ nano/micro-structured composites*

مراجع

۱. دولتی، ابوالقاسم، مطالعه سینتیک رسوب الکتروشیمیایی آلیاژ کبالت- نیکل نانوکریستالی به صورت لایه نازک در محلول سولفات، مجله تحقیقات مواد نانو کامپوزیتی، ۱: ۱۳۸۸، ۱۴۲-۱۳۵.

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 and Electrophoretic 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.

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 SnO₂ 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 Frequency Alternating Electrophoretic Deposition*, J. Mater. Lett, 43, (2008), 2507-2508.
37. H. Negishi, K. Yamaji, N. Sakai, T. Horita, H. Yanagishita, 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 ZrO₂-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 ZrO₂-HAp-TiO₂ nanostructured porous layers*, J. Alloys Comp. 509 (2011) 9351-9355.
26. A. Seyfoori, S. Mirdamadi, A. Khavandi, Z.S. Raufi, *Biodegradation behavior of micro-arc 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 TiO₂ 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 WO₃-loaded TiO₂ 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 WO₃-TiO₂ 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 Al₂O₃-TiO₂ 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.