



ساخت پوشش نانولوله‌های اکسید تیتانیوم آلاینده شده به روش آندایزینگ جهت افزایش فعالیت فتوکاتالیستی

ادیب خادمی^۱، شاهین خامنه اصل^۲، نعیمه سادات پیغمبردوست^۳

^۱ دانشگاه تبریز، دانشکده مهندسی مکانیک، گروه مهندسی مواد (کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

^۲ دانشگاه تبریز، دانشکده مهندسی مکانیک، گروه مهندسی مواد (عضو هیئت علمی دانشگاه تبریز - دانشیار)

^۳ دانشگاه تبریز، دانشکده مهندسی مکانیک، گروه مهندسی مواد (دانشجوی دکتری مهندسی مواد)

چکیده

نانولوله‌های دی اکسید تیتانیوم به دلیل ساختار نانولوله‌ای و خواص وابسته به اندازه آن مورد توجه بسیار قرار گرفته‌اند. با توجه به اینکه باند انرژی اکسید تیتانیوم در فاز آاناتاز (3.2 eV) خاصیت فتوکاتالیستی آن را تعیین می‌کند، که مربوط به جابه‌جایی الکترون‌های و حفره‌های نوار ظرفیت در فرایند فتوکاتالیستی می‌شود، اخیراً مطالعه روی بهبود خواص فتوکاتالیستی آرایه نانولوله‌های دی اکسید تیتانیوم از قبیل آرایش نانولوله‌های مواد فلزی، غیرفلزی و اصلاح نانوذره‌های نیمه‌هادی صورت گرفته است. در این پژوهش سنتز نانولوله‌های منظم با کنترل پارامترهای آندایزینگ و سپس آرایش این نانولوله‌ها جهت افزایش خواص فتوکاتالیستی انجام شده است. در ابتدا با بهینه نمودن پارامترهای سنتز، نانولوله‌های دی اکسید تیتانیوم به روش آندایزینگ تولید شدند. شرایط بهینه غلظت $0.5\% \text{ HF}$ ، زمان ۲۰ دقیقه و ولتاژ ۲۰ ولت بدست آمد، سپس بر روی آن‌ها عملیات آنبیل جهت به دست آوردن ساختار مناسب (آاناتاز) انجام شد و در پایان نانولوله‌ها توسط آهن آرایش شدند. خواص فتوکاتالیزوری آرایه نانولوله‌ها قبل و بعد آرایش به منظور تعیین تاثیر و مقدار ماده آلاینده انجام شد. جهت تعیین مورفولوژی و ساختار کریستالی و خواص فتوکاتالیستی و ماده آلاینده آنالیزهای XRD، SEM، EDX و اسپکتروفتومتر UV-vis انجام شد و مشخص گردید مقدار بهینه نیترات آهن جهت آرایش آهن برابر 1M می‌باشد و حضور آلاینده آهن به مقدار چشم‌گیری باعث افزایش خاصیت فتوکاتالیستی می‌شود.

واژه‌های کلیدی: آندایزینگ، نانولوله‌های اکسید تیتانیوم، خواص فتوکاتالیستی، آرایش نانولوله‌ها، گاف انرژی.

مقدمه

آندایزینگ فرایندی است که طی آن یک لایه اکسید متخلخل نانولوله‌ای شکل در سطح فلز مورد نظر به وجود می‌آید و از روش‌های مهم در سنتز نانولوله‌های اکسید تیتانیم می‌باشد. یکی از مهم‌ترین کاربردهای دی اکسید تیتانیم در کاربردهای فتوکاتالیزوری است. این امر به خاطر قابلیت‌های بالای ساختار دی اکسید تیتانیم، در برابر مواد آنتی باکتریال و واکنش‌های فتوکاتالیزوری است. خاصیت فتوکاتالیزوری دی اکسید تیتانیم در گندزدایی و تصفیه آب، پالایش هوا، تعدیل فاضلاب‌ها و همچنین حذف آلاینده‌های رنگی کارخانه‌های رنگ‌سازی اهمیت بالایی دارد. در سال ۱۹۹۱ زولینگ^۱ و همکارانش موفق به ایجاد نانو حفره‌هایی در سطح فویل تیتانیم از طریق آندایز کردن در الکترولیت اسید فلوریدریک شدند. در ادامه در سال ۲۰۰۱ گانگ^۲ و همکارانش موفق به سنتز نانولوله‌های تیتانیم در الکترولیت رقیق شده اسید فلوریدریک شدند [۱]. سپس لی و همکاران تاثیر نانولوله‌ها را بر خواص فتوکاتالیستی، با استفاده از میزان تجزیه متیل نارنجی در زیر اشعه فرابنفش بررسی کردند [۲]. به دلیل اینکه خاصیت فتوکاتالیستی نانولوله‌ها وابسته به گاف انرژی آن می‌باشد لذا آلودگی آن‌ها از اهمیت بسیار زیادی برخوردار است [۳]، از آنجا که نانولوله‌های دی اکسید تیتانیم حاصل از آندایز به دلیل حضور اکسیژن به صورت آنیزوتروپی از نوع نیمه رسانای نوع n می‌باشد، لذا با آلودگی می‌توان آن را به نیمه رسانای نوع p تبدیل کرد و به این ترتیب خاصیت فتوکاتالیستی را افزایش داد [۴]. هدف این پژوهش در بررسی و تقویت خاصیت فتوکاتالیستی حذف رنگدانه متیل اورانژ که ماده آلاینده محیط زیست است، می‌باشد.

مواد و روش تحقیق

مواد شیمیایی استفاده شده در مرحله اکسیداسیون آندی در **Error! Reference source not found.**

found. جدول ۱ ذکر شده است. تجهیزات مورد استفاده نیز به شرح ذیل می‌باشد:

۱- منبع تغذیه ۶۰ ولت - ۳۰ آمپر (MASTECH DC POWER SUPPLY HY30001E)

۲- همزن مغناطیسی (Elma, S15H, Elmasonic)

۳- مولتی متر دیجیتالی (ESCORT 3146A DVAL DISPLAY MULTIMETER) با دقت یک میلی آمپر

و یک صدم میلی ولت

۴- کوره با قابلیت دمای بالا جهت آنیل پوشش‌ها

۵- صفحه کاتد با جنس پلاتین به ابعاد ۱×۲ سانتی متر

۶- بشر ۳۰۰ میلی لیتری، سیم‌های رابط مسی پوشش دار

۷- لامپ UV

¹ Zwilling

² Kang

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

ورق تیتانیوم مورد استفاده که دارای ضخامت $0/6$ میلی متر بود، در ابعاد 1×2 سانتیمتر بریده شد. به منظور سهولت در فرایند آماده سازی سطح نمونه ها، اچ شیمیایی به مدت ده دقیقه در محلول $0/75$ مولار HF برای از بین بردن ترک های و میکرو ترک ها انجام شده است، سپس نمونه ها توسط استون چربی زدایی شده تا سطحی کاملاً صاف و عاری از ترک به دست بیاید. از یک منبع DC به منظور تامین ولتاژ اعمالی در سلول استفاده شد. آند مربوطه که همان تیتانیوم مانع شده بود به قطب مثبت منبع و پلاتین که نقش کاتد را داشت، به قطب منفی وصل شدند. در جدول ۲ مشخصات الکترولیت های مورد استفاده، کاتد و شرایط آندایزینگ اعمال شده آمده است. در طول آندایزینگ الکترولیت توسط همزن هم زده شد تا پلاریزاسون غلظتی کاهش یابد. بسته به نوع الکترولیت و غلظت آن آزمایش ها در ولتاژها و زمان های مختلفی انجام شد. در ضمن تمام نمونه ها در دمای اتاق آندایز شدند. در پایان آندایزینگ، نمونه ها بلافاصله توسط اتانول شسته شدند و در مجاورت هوای گرم خشک شدند.

به منظور شناسایی و بررسی نانولوله ها از دو مدل میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. میکروسکوپ های مورد استفاده از نوع گسیل میدانی متعلق به دانشگاه تبریز بود. همچنین به منظور بررسی ابعاد نانولوله ها (قطر دهانه، طول و ضخامت دیواره ها) از این وسیله استفاده شد. برای این منظور از دستگاه های FESEM ساخت شرکت TESCAN مدل MIRA3 متعلق به آزمایشگاه زمین شناسی کرج استفاده شد.

برای به دست آوردن خواص فتوکاتالیزوری، نانولوله های دی اکسید تیتانیوم ابتدا در محیطی حاوی نور فرابنفش (شبه ساز نور خورشید با طول موج خاص) و رنگدانه آلی MO¹ آلاینده محیط زیست، در شرایط کنترل شده در مدت در زمان های تعیین شده قرار گرفت. محلول مورد استفاده از رنگدانه MO با غلظت ۱۰ ppm در مقادیر ۲۰ ml تهیه شد. نمونه هایی از محلول در بازه های زمانی ۶۰ دقیقه برای کلیه ی نمونه ها برداشته شده و برای اسپکتروفتومتری استفاده شد. نمونه های آزمایش شده که تحت شرایط مختلف از آزمایش برداشته شده اند، توسط اسپکتروفتومتر طیف سنجی می شوند. اسپکتروفتومتر uv/vis مورد استفاده در این پژوهش متعلق به آزمایشگاه خدماتی دانشکده شیمی دانشگاه تبریز ساخت شرکت WPA light wave مدل S۲۰۰۰ می باشد.

نتایج و بحث

نانولوله هایی برای خاصیت فتوکاتالیستی مناسب خواهند بود که از استحکام، پایداری، طول و قطر بیشتر برخوردار باشند [۵، ۶].

نحوه تشکیل فیلم های نانولوله ای اکسید تیتانیوم را به طور کلی می توان در چهار مرحله کلی تشریح کرد:

- (۱) تشکیل و رشد لایه اکسیدی
- (۲) ایجاد ترک ها و حفرات کوچک در لایه اکسیدی

^۱ متیل نارنجی

۳) رشد عمودی حفرات به درون لایه اکسیدی

۴) جدا شدن حفرات و تشکیل نانولوله [V]

شکل ۱ نمودار جریان-زمان در حین سنتز می‌باشد که مراحل فوق را مشخص می‌کند، در مرحله اول به دلیل تشکیل لایه اکسیدی افت شدیدی در نمودار ایجاد می‌گردد سپس با تشکیل ترک‌ها و حفرات موجود در لایه اکسیدی افزایش در جریان صورت می‌گیرد و با تشکیل نانولوله‌ها شیب نمودار کاهش می‌یابد.

برای سنتز نانولوله‌ها شرایط آندایز شامل غلظت محلول، ولتاژ و زمان آندایز بررسی شدند. به این دلیل که این پارامترها تاثیر زیادی بر کیفیت نانولوله‌ها دارند [۸-۱۰]. ولتاژ مورد استفاده در سنتز نانولوله‌های اکسیدتیتانیم نقش کلیدی را در کنترل ضخامت نانولوله‌های سنتز شده داراست [۱۱]. شکل ۲ نمودار تغییرات جریان بر حسب زمان را برای نمونه‌های تیتانیومی آندایز شده در سه ولتاژ ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ولت در محلول ۰.۵٪ وزنی HF به مدت ۲۰ دقیقه نشان می‌دهد. شماتیک مراحل رشد لایه اکسیدی در شکل نشان داده شده است. در ولتاژهای کمتر از ۱۰ و بیشتر از ۲۰ ولت از روی نمودار می‌توان تشخیص داد که نانولوله تشکیل نشده اند زیرا حالت تقعر مانند یعنی افت شدید و افزایش جریان بعد از آن مشاهده نمی‌شود. در شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نانولوله‌های سنتز شده در این سه ولتاژ نشانه داده شده‌اند. در ولتاژ اعمالی ۱۰ ولت حفره‌هایی با قطری در حدود ۳۰ نانومتر در سطح تیتانیوم به وجود آمده که نشان‌دهنده کم بودن ولتاژ برای انحلال منظم اکسید به منظور شکل‌گیری نانولوله‌ها است. در ولتاژ ۱۵ ولت نانولوله‌ها به صورت ناقص شکل گرفته‌اند ولی باز هم انحلال به صورت کامل صورت نگرفته است و در نهایت در ولتاژ ۲۰ ولت، نانولوله‌ها به صورت تفکیک شده و مجزا از هم با قطر ۱۵ نانومتر سنتز شده‌اند در واقع تاثیر دیگر ولتاژ بر روی قطر نانولوله‌های سنتز شده است که با افزایش ولتاژ افزایش می‌یابد. با استفاده از روابط ۱ و ۲ می‌توان به صورت تقریبی قطر نانولوله‌ها را با توجه به ولتاژ اعمالی به دست آورد و قطر نانولوله‌های سنتز شده را در ولتاژ و الکترولیت‌های مختلف باهم مقایسه کرد. بر طبق روابط ذکر شده رابطه قطر نانولوله‌ها با ولتاژ اعمالی به صورت خطی و با ضریب زاویه ۵ خواهد بود [۱۲].

$$U = F \times d \quad \text{رابطه ۱}$$

$$D = k \times V \quad \text{رابطه ۲}$$

U: اختلاف پتانسیل (ولت)

F: میدان الکتریکی

d: ضخامت لایه اکسیدی (نانومتر)

D: قطر نانولوله

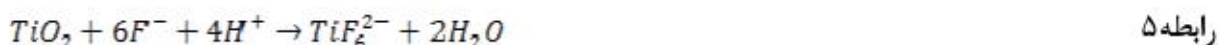
k: برابر با $2 \times fg$

fg: فاکتور رشد که برای اکسید تیتانیم برابر با 2.5 nm/V است

V: اختلاف پتانسیل (ولت)

همان طور که در نمودارهای **Error! Reference source not found.** شکل ۲ مشاهده می‌شود مقدار جریان ابتدایی برای ولتاژ ۲۰ بیشتر از ولتاژهای دیگر می‌باشد که موضوع به دلیل ایجاد یک میدان الکتریکی قوی تر در این ولتاژ است. همچنین منطقه شکست دی الکتریک نیز نسبت به ولتاژ ۱۵ و ۱۰ در محدوده گذار کوچک تری اتفاق افتاده است. علاوه بر این افزایش پس از شکست دی الکتریک نیز نسبت به ولتاژ ۱۵ بیشتر است که این خود نیز دلالت بر افزایش شدت میدان الکتریکی با افزایش ولتاژ آندایز (بر طبق رابطه ۱) دارد. به طور کلی کاهش و افزایش جریان در مرحله اول اکسیداسیون آندی در حدود ۶۰ تا ۹۰ ثانیه طول می‌کشد که بسته به نوع الکترولیت مورد استفاده در این محدوده تغییر می‌کند و بعد از این مرحله که جریان به حالت پایدار می‌رسد، رشد نانولوله‌ها شروع می‌شود. همان طور که در **Error! Reference source not found.** شکل ۴ نشان داده شده است نانولوله‌های دی اکسید تیتانیم در زمان ۱۵ دقیقه هنوز به رشد کامل خود نرسیده‌اند بعد از گذشت ۵ دقیقه از مرحله رشد یعنی در زمان ۲۰ دقیقه نانولوله‌های منظم در سطح با موفقیت سنتز شدند، در زمان ۳۰ دقیقه همان طور که در شکل مشخص است به دلیل خوردگی و انحلال بیش از حد نظم این نانولوله‌ها کاهش پیدا کرده است. به نظر می‌رسد که زمان تاثیر چندانی روی قطر نانولوله‌ها ندارد. زمان بهینه برای سنتز این نانولوله‌ها در این نوع محلول برابر ۲۰ دقیقه می‌باشد.

جهت آرایش عنصر آهن در نانولوله‌های دی اکسید تیتانیم نیترات آهن به الکترولیت اضافه می‌شود، و آرایش در حین سنتز انجام داده می‌شود [۱۳]. به دلیل وجود نیترات آهن در داخل الکترولیت کلیه واکنش‌های مربوط به سنتز تغییر می‌کنند لذا کنترل مقدار نیترات آهن و دیگر پارامترهای لازم جهت سنتز نانولوله‌ها شامل ولتاژ، زمان، غلظت از اهمیت بسیار زیادی برخوردار هستند. **Error! Reference source not found.** شکل ۵ نمودار جریان زمان را برای سنتز نمونه‌های دو محلول ۰.۵٪wt HF و ۰.۵٪wt HF+1M Fe(NO₃)₃ تحت ولتاژ ۱۰ ولت می‌باشد. با مقایسه نمودار جریان زمان برای هر دو نمونه ملاحظه می‌شود که افت جریان در محلول حاوی نیترات آهن بیشتر بوده و منطقه جوانه زنی و رشد هم بیشتر است. توجه این پدیده به علت وجود عنصر آهن است که میزان فلوراید داخل محلول را مصرف می‌کند و تشکیل FeF_n^{3-n} (n=1,2,3,...) می‌دهد. تشکیل نانولوله‌های Fe-TiO₂ با واکنش‌های زیر توجه‌پذیر است [۱۴]:



رابطه ۴ نشان می‌دهد که مقداری یون فلورور مصرف می‌شود.

همان طور که در **Error! Reference source not found.** شکل ۶ نشان داده شده است نانولوله‌های TiO_2 در محلول حاوی غلظت‌های مختلف نیترات آهن با موفقیت ۱۰ ولت سنتز شدند. تاثیر یون آهن در ساختار نانولوله‌ها در این تصاویر به خوبی مشخص است. حضور یون آهن که غلظت فلونور را در محلول پایین می‌آورد، قطر نانولوله‌ها را کاهش داده است و با افزایش بیشتر غلظت نیترات آهن تاثیر جزئی روی کاهش نانولوله‌ها داشته است (**Error! Reference source not found.** شکل ۶(ب))، اما با افزایش بیشتر نیترات آهن تا غلظت ۰/۱۵ به دلیل مصرف بیش از حد فلور نانولوله‌ها شکل منظم خود را از دست داده‌اند و سطح نسبتاً متخلخل ایجاد شده است (**Error! Reference source not found.** شکل ۶(ج)). میزان بهینه برای غلظت نیترات آهن به طوری که هم نانولوله‌ها به خوبی سنتز شود و هم بیشترین میزان آهن به داخل نانولوله‌ها آلاینش شود برابر 0.1M می‌باشد. شکل ۷ تصویر EDX از نانولوله‌های آلاینش شده می‌باشد که حضور آهن در نانولوله‌ها را اثبات می‌کند و جدول ۳ نتایج آنالیز عنصری EDX است که مقدار آهن موجود را ۱٫۲ درصد وزنی نشان می‌دهد.

اسپکتروفتومتری جهت بررسی میزان حذف آلاینده در شکل ۸ برای دو نانولوله آلاینش شده و آلاینش نشده نشان داده شده است که میزان جذب برای نانولوله آلاینش شده بیشتر می‌باشد لذا خاصیت فتوکاتالیستی افزایش یافته است.

از آنجا که خاصیت فتوکاتالیستی اکسید تیتانیم در فاز آناتاز نسبت به سایر فازها بهتر است و این فاز تحت عملیات حرارتی در دمای ۴۸۰ درجه سلسیوس در زمان کافی حاصل می‌گردد [۱۵]، نانولوله‌ها را در شرایط مذکور عملیات حرارتی شدند تا فاز آناتاز بدست آید.

نتیجه‌گیری

(۱) در سنتز نانولوله‌های دی اکسید تیتانیم به روش آندایزینگ، رویدادهای حین سنتز شامل نمودار جریان-زمان و رنگ نانولوله‌ها، می‌تواند معیاری از موفقیت یا عدم موفقیت سنتز نانو ساختار مورد نظر باشد.

(۲) ولتاژ اعمالی تاثیر زیادی روی طول نانولوله‌ها دارد؛ به طوری که با افزایش ولتاژ آندایزینگ تا ۲۰ ولت طول نانولوله‌ها افزایش پیدا می‌کند و جهت گیری آن‌ها منظم خواهد شد، اما از ولتاژ ۲۰ ولت بیشتر به دلیل شکست دی‌الکتریک نانولوله‌ها از هم پاشیده و در سطح تشکیل نمی‌شوند

(۳) با افزایش زمان تا ۲۰ دقیقه رشد نانولوله‌ها ادامه پیدا می‌کند اما در زمان‌های بیشتر نانولوله‌ها تخریب می‌شوند.

(۴) مقدار بهینه نیترات آهن جهت آلاینش آهن برابر 1M می‌باشد.

(۵) حضور آلاینده آهن به مقدار چشم‌گیری باعث افزایش خاصیت فتوکاتالیستی می‌شود.

مراجع

1. T.-S. Kang, A. P. Smith, B. E. Taylor, and M. F. Durstock, "Fabrication of highly-ordered TiO₂ nanotube arrays and their use in dye-sensitized solar cells," *Nano letters*, 9, 2009, 601-606.
2. H. Li, L. Cao, W. Liu, G. Su, and B. Dong, "Synthesis and investigation of TiO₂ nanotube arrays prepared by anodization and their photocatalytic activity," *Ceramics International*, 38, 2012, 5791-5797.
3. L. Deng, S. Wang, D. Liu, B. Zhu, W. Huang, S. Wu, *et al.*, "Synthesis, characterization of Fe-doped TiO₂ nanotubes with high photocatalytic activity," *Catalysis letters*, 129, 2009, 513-518.
4. K. Nagaveni, M. Hegde, N. Ravishankar, G. Subbanna, and G. Madras, "Synthesis and structure of nanocrystalline TiO₂ with lower band gap showing high photocatalytic activity," *Langmuir*, 20, 2004, 2900-2907.
5. T. Kasuga, M. Hiramatsu, A. Hoson, T. Sekino, and K. Niihara, "Titania nanotubes prepared by chemical processing," *Advanced Materials*, 11, 1999, 1307-1311.
6. R. Liu, W.-D. Yang, L.-S. Qiang, and J.-F. Wu, "Fabrication of TiO₂ nanotube arrays by electrochemical anodization in an NH₄F/H₃PO₄ electrolyte," *Thin Solid Films*, 519, 2011, 6459-6466.
7. G. K. Mor, O. K. Varghese, M. Paulose, K. Shankar, and C. A. Grimes, "A review on highly ordered, vertically oriented TiO₂ nanotube arrays: fabrication, material properties, and solar energy applications," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 90, 2006 2011-2075.
8. S. Biswas, M. Shahjahan, M. F. Hossain, and T. Takahashi, "Synthesis of thick TiO₂ nanotube arrays on transparent substrate by anodization technique," *Electrochemistry Communications*, 12, 2010, 668-671.
9. X. Chen, M. Schriver, T. Suen, and S. S. Mao, "Fabrication of 10 nm diameter TiO₂ nanotube arrays by titanium anodization," *Thin solid films*, vol. 515, 2007, 8511-8514.
10. D. Regonini and F. Clemens, "Anodized TiO₂ Nanotubes: Effect of anodizing time on film length, morphology and photoelectrochemical properties," *Materials Letters*, 142, 2015, 97-101.
11. D. Wang, F. Zhou, Y. Liu, and W. Liu, "Synthesis and characterization of anatase TiO₂ nanotubes with uniform diameter from titanium powder," *Materials Letters*, 62, 2008, 1819-1822.
12. J. Macak, H. Tsuchiya, A. Ghicov, K. Yasuda, R. Hahn, S. Bauer, *et al.*, "TiO₂ nanotubes: self-organized electrochemical formation, properties and applications," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 11, 2007, 3-18.
13. Y.-F. Tu, S.-Y. Huang, J.-P. Sang, and X.-W. Zou, "Preparation of Fe-doped TiO₂ nanotube arrays and their photocatalytic activities under visible light," *Materials Research Bulletin*, 45, 2010, 224-229.

14. L. Sun, J. Li, C. Wang, S. Li, H. Chen, and C. Lin, "An electrochemical strategy of doping Fe^{3+} into TiO_2 nanotube array films for enhancement in photocatalytic activity," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93, 2009, 1875-1880.
15. Y.-K. Lai, J.-Y. Huang, H.-F. Zhang, V.-P. Subramaniam, Y.-X. Tang, D.-G. Gong, *et al.*, "Nitrogen-doped TiO_2 nanotube array films with enhanced photocatalytic activity under various light sources," *Journal of Hazardous Materials*, 184, 2010, 855-863.

جدول ۱: مواد مورد استفاده در مرحله اکسیداسیون آندی

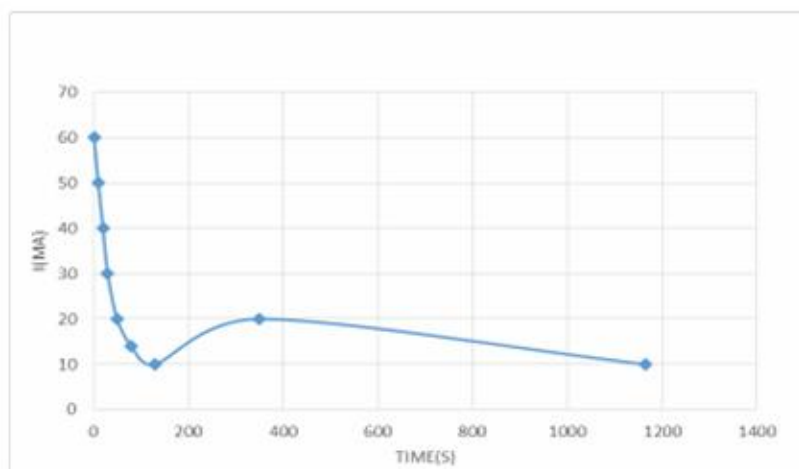
ردیف	نام مواد و ترکیب شیمیایی	کیفیت و کارخانه سازنده
۱	متیل اوراتر (MO)	MERCK Pro Analyti
۲	نترات آهن ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$)	MERCK Pro Analyti
۳	آمونیاک ($\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$)	
۴	اسید هیدروفلوربوریک (HF)	MERCK Pro Analyti
۵	آب یونزدایی شده	

جدول ۲: الکترولیت های مورد استفاده در آندایزینگ

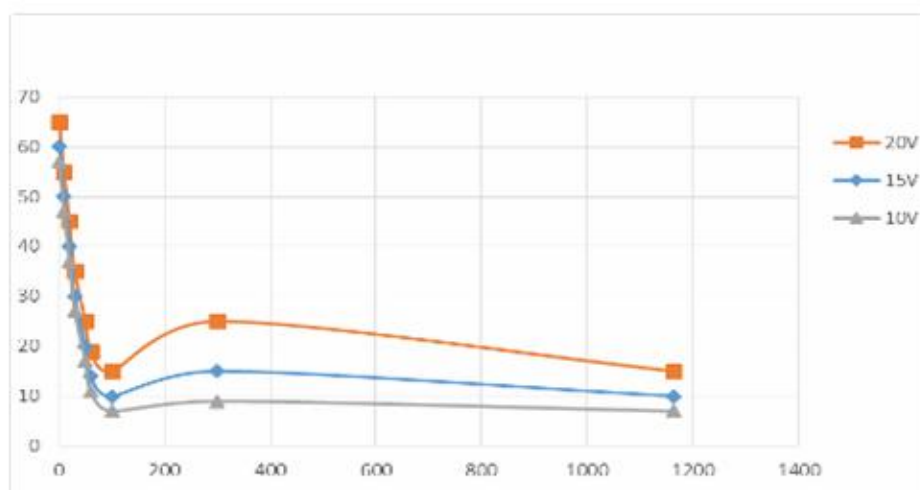
الکترولیت	ولتاژ (ولت)	زمان (دقیقه)
HF 0.5wt%	۱۰، ۱۵ و ۲۰	۲۰ و ۳۰
HF 1wt%	۲۰	۲۰ و ۳۰
HF 0.5%wt+0.5,1,1.5wt% $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	۱۰	۲۰

جدول ۳: نتایج آنالیز عنصری EDX

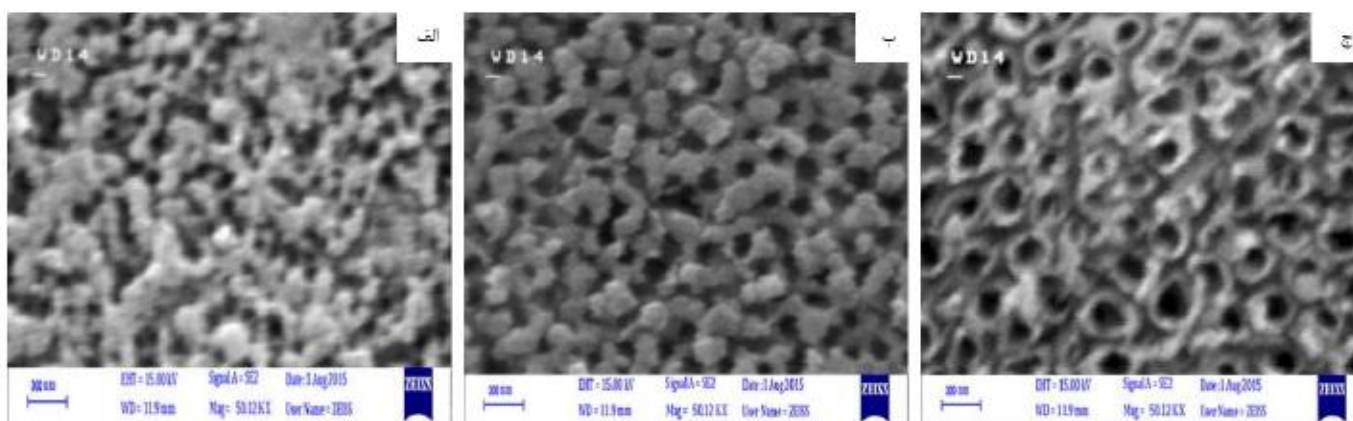
Elt	Line	Int	Error	K	Kr	W%	A%
O	Ka	191.3	10.9833	0.0468	0.0346	38.13	64.98
Ti	Ka	3225.5	0.7378	0.9499	0.7021	60.75	34.38
Fe	Ka	5.8	0.2004	0.0034	0.0025	1.12	0.64
				1.0000	0.7391	100.00	100.00



شکل ۱: نمودار جریان-زمان برای نمونه ستنز شده در ولتاژ ۲۰ و محلول ۱٪ وزنی HF

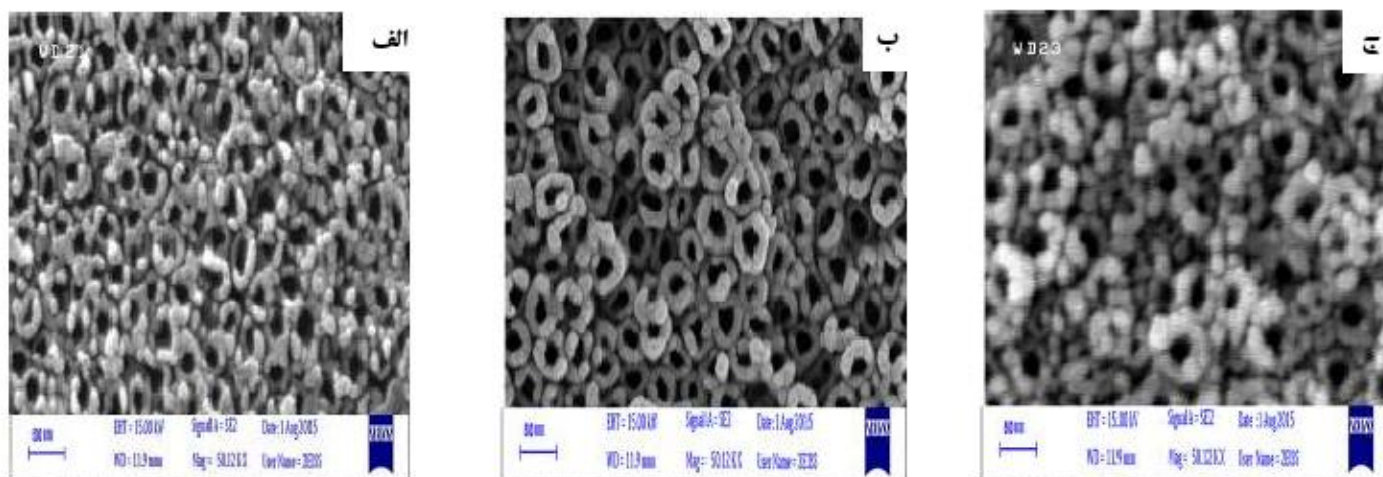


شکل ۲: منحنی های جریان-زمان برای نمونه های آندایز شده در سه ولتاژ ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ولت

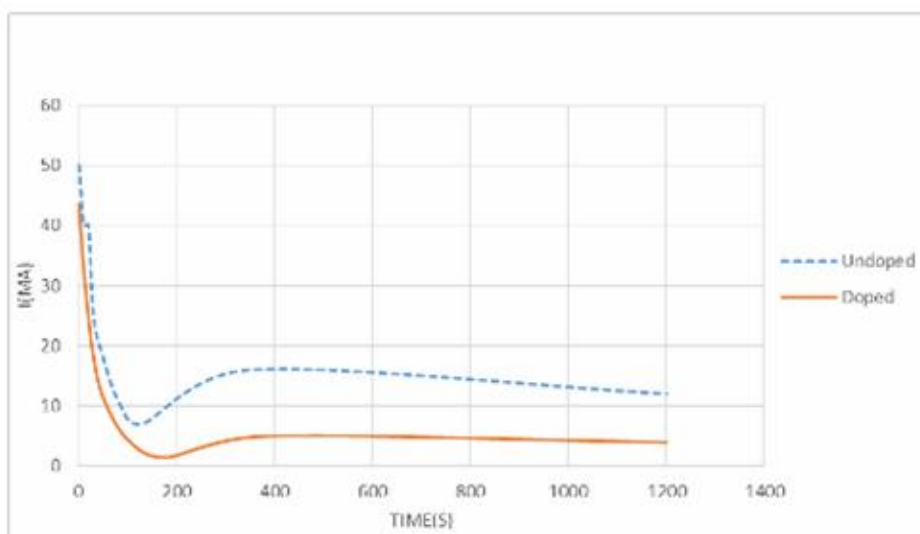


شکل ۳: تصاویر میکروسکوپی الکترونی روشی از تیتانیوم آندایز شده در الکترولیت اسید فلوریدریک ۰٫۵ درصد وزنی الف) ولتاژ ۱۰ ولت
ب) ولتاژ ۱۵ ولت ج) ولتاژ ۲۰ ولت

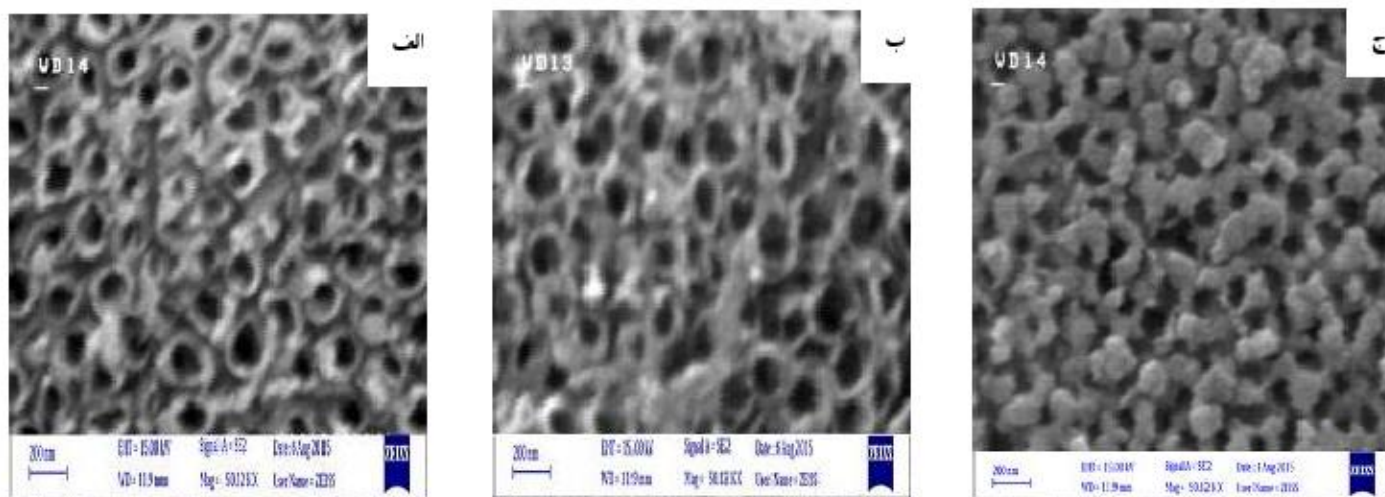
ساخت پوشش نانولوله‌های اکسیدتیتانیم ...



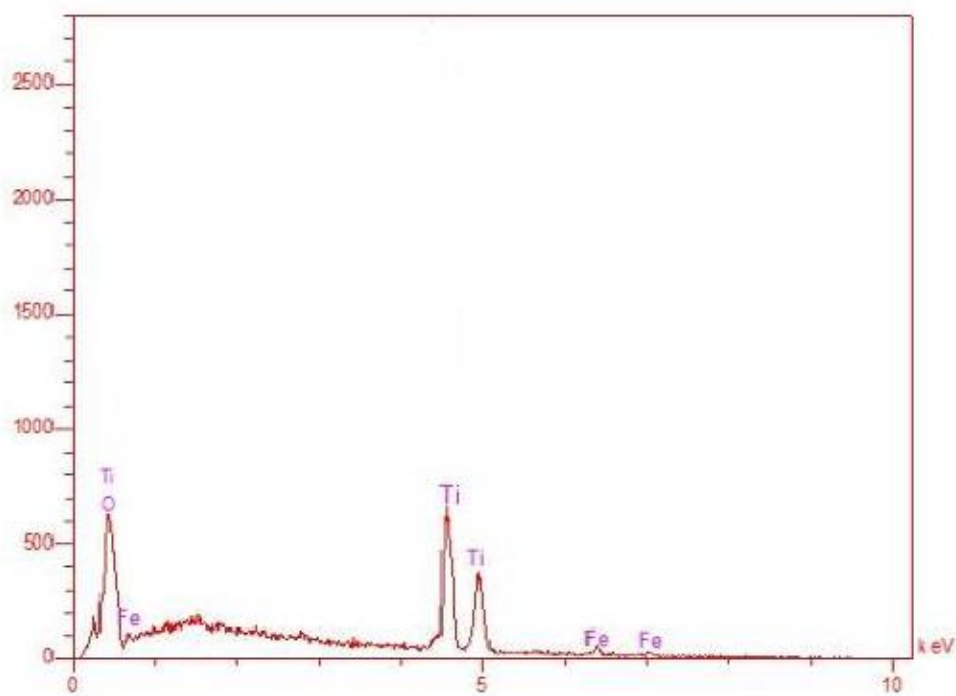
شکل ۴: تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نانولوله‌های سنتز شده در (الف) ۱۵ دقیقه، (ب) ۲۰ دقیقه و (ج) ۳۰ دقیقه



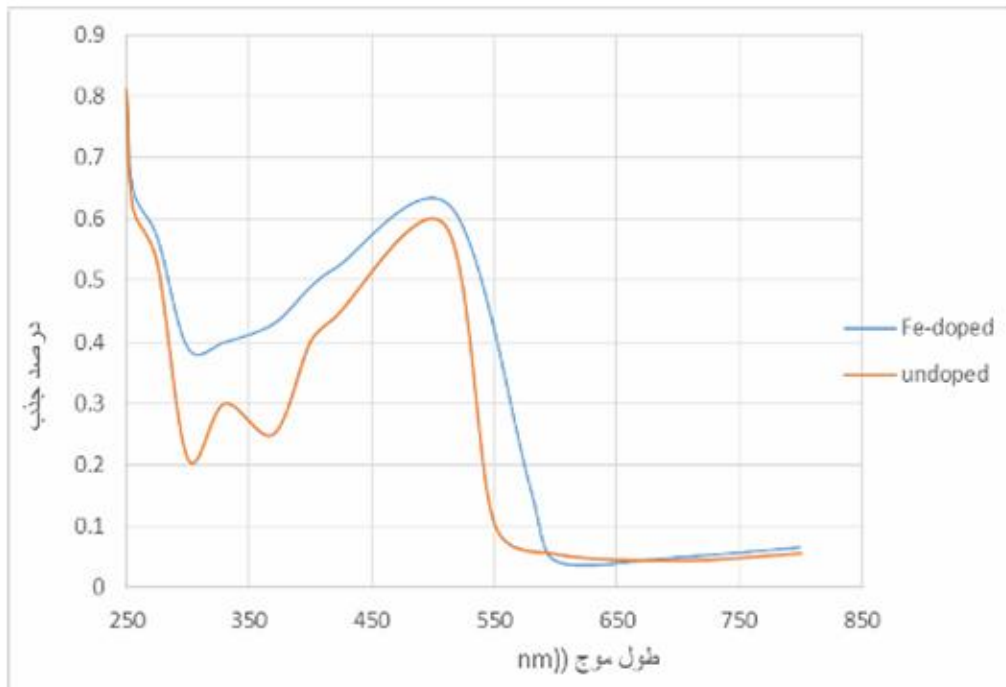
شکل ۵: نمودار جریان-زمان برای نمونه‌های آلایش شده و نشده در ولتاژ ۱۰ ولت



شکل ۶: تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نانولوله های TiO_2 در غلظت های مختلف (الف) ۰,۰۵ (ب) ۰,۱ و (ج) ۰,۱۵ مولار نترات آهن در ولتاژ ۱۰ ولت



شکل ۷: تصویر EDX از نانولوله های آلاینش شده با آهن



شکل ۸: طیف UV/VIS محلول‌های نمونه‌برداری شده از آزمون فتوکاتالیزوری نانولوله‌های آلایش شده با آهن و آلایش نشده