



پوشش دهی ذرات آلومینویم پولکی و به کارگیری این ذرات در تولید سطوح فوق آب گریز

نوروز محمد نوری^{1*}، مصطفی شمسلی²، محمد سعادت بخش³

1- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
2- کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
3- دانشجوی دکتری، مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران
* صندوق پستی 1684813114، iust.ac.ir، mnouri

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: 22 دی 1394
پذیرش: 25 اسفند 1394
ارائه در سایت: 01 اردیبهشت 1395
کلید واژگان:
فوق آب گریز
آلومینویم پولکی
لایه نشانی فاز بخار
غوطه‌وری

چکیده

سطوح فوق آب گریز سطوحی هستند که به علت وجود لغزش؛ از خاصیت خود تمیز شونده بالایی برخوردار بوده و در کاربردهایی مثل کاهش پسای اصطکاکی، ضد خوردگی، ضد جلبک و خودتمیز شونده استفاده می‌شوند. امروزه روش‌های مختلفی برای ایجاد چنین سطوحی وجود دارد. با این وجود چالش اصلی، تولید سطح آب گریز در مقیاس وسیع و بر روی زیرپایه‌های مختلف است. یکی از روش‌های تولید سطوح فوق آب گریز، آب گریز کردن ذرات و سپس لایه نشانی آن‌ها بر روی سطح می‌باشد. در این تحقیق از دو روش غوطه‌وری و فاز بخار چرخشی جهت آب گریز کردن ذرات آلومینوم پولکی استفاده شده است. دو زمان واکنش که در مراجع مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد، مورد ارزیابی قرار گرفته و نتایج حاصل از روش غوطه‌وری و فاز بخار چرخشی برای دو اندازه مختلف پودر ارائه شده است. نتایج نشان دهنده آن است که روش فاز بخار چرخشی می‌تواند جایگزین مناسبی برای سایر روش‌های مرسوم از جمله روش غوطه‌وری بوده و استفاده از این روش مقرون به صرفه تر است. همچنین بررسی پایداری نمونه‌های آب گریز تولید شده نشان دهنده آن است که اندازه ذرات مورد استفاده در فرآیند آب گریزی مهم بوده و زمان واکنش 6 ساعت، به عنوان زمان مناسب پوشش دهی به دست آمده است.

Hydrophobic coating of aluminum flake particles and application of these particles to produce superhydrophobic surfaces

Nowrouz Mohammad Nouri^{*}, Mostafa Shamsi, Mohammad Saadat-Bakhsh

Department of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.
* P.O.B. 1684613114, Tehran, Iran, mnouri@iust.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 12 January 2016
Accepted 15 March 2016
Available Online 20 April 2016

Keywords:

Superhydrophobic
Aluminum flake
Vapor phase deposition
Immersion

ABSTRACT

Superhydrophobic surfaces are the surfaces with self-cleaning behavior due to surface slip condition. This property is applicable to produce drag reducing, anti-corrosive, and anti-fouling surfaces. Superhydrophobic coatings have been vigorously researched through numerous physical and chemical approaches, including lithography, self-assembly, electrospinning, chemical vapor deposition, plasma or chemical etching, and sol-gel techniques, and so forth. The large-scale fabrication of these surfaces is a challenging issue that restricts employment of these surfaces in industrial applications. Hydrophobic coating of micro/nano particles and deposition of the particles on the surface is a solution that facilitates large-scale fabrication of superhydrophobic surfaces. In this study, rotational vapor phase deposition and immersion method are used to fabricate hydrophobic aluminum flakes. Two reaction times are investigated and the results of two coating method and two particle sizes are presented. The results show that vapor phase deposition method is efficient as well as the immersion method while the latter is not cost effective. Stability test of the prepared samples showed that particle sizes are important in the vapor phase coating and the reaction time of 6 h is better than 12 h.

1- مقدمه

[2]. ترشوندگی یک سطح به وسیله زاویه تماسی قطره‌ای که بر روی آن قرار می‌گیرد، بیان می‌شود [3]. زاویه تماسی به صورت زاویه‌ای که بین خط تماسی که از محل تماس مایع - بخار به سمت مرز سه فاز رسم شده است، از سمت قطره اندازه‌گیری می‌شود (شکل 1).

در سال 1907 الیویر زاویه تماسی نزدیک به 180 درجه بر روی سطحی

یکی از مهم‌ترین خصوصیات یک سطح، خاصیت ترشوندگی¹ آن است [1]. ترشوندگی به صورت مستقیم با زبری² و ترکیب شیمیایی سطح³ ارتباط دارد

¹ Wettability
² roughness
³ chemical composition

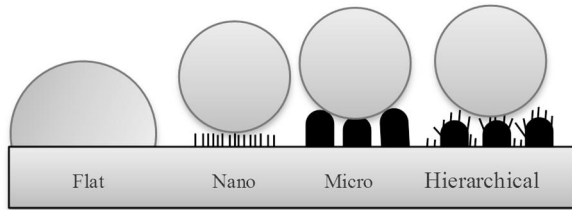


Fig. 2 Wetting of four surface patterns.

شکل 2 ترشوندگی چهار سطح مختلف.

رسوب‌دهی شیمیایی بخار [17]، سل-ژل [18]، الکترو اسپینینگ [19] و روش غوطه‌وری [20، 21] می‌باشند. اگرچه امروزه روش‌های ساخت متنوع و زیادی گسترش یافته‌اند، با این وجود اکثر آن‌ها گران‌قیمت، زمان‌بر و پیچیده می‌باشند. بنابراین توسعه روش‌هایی که در عین سادگی از نظر اقتصادی نیز مقرون به صرفه باشند چالش مهمی در این حوزه می‌باشد. یکی از روش‌های ساخت سطوح فوق آب‌گریز، پوشش دهی پودر فلزات از جمله پودر آلومینیوم و نشان دادن آن بر روی سطح می‌باشد. از روش‌های مرسوم پوشش دهی پودر روش غوطه‌وری است. در این حالت پودر در محلول ماده آب‌گریز قرار می‌گیرد و پس از انجام واکنش‌های شیمیایی مواد با انرژی سطحی پائین بر روی سطح فلز لایه نشانی می‌شود. پوشش دهی با استفاده از ماده آب‌گریز سیلان به‌خوبی شناخته‌شده است و تحقیقات گسترده‌ای بر روی این ماده آب‌گریز انجام شده است. جین و همکارانش با استفاده از روش غوطه‌وری، نانو ساختارهای تری کلرو سیلان را بر روی یک زیرلایه شیشه ایجاد کرده و همچنین اثر فشردگی طول آلکیل بر روی سطح نانو ساختار و آب‌دوستی متناظر با آن را مورد مطالعه قرار داده‌اند. آن‌ها در پژوهش خود نشان دادند که متیل تری کلرو سیلان بیشترین خاصیت آب‌گریزی را در میان سایر آلکیل‌های تری کلرو سیلان (شامل پروپیل، اکتیل، دودسیل، اکتادسیل) ایجاد می‌کند [2]. گوان و همکارانش با استفاده از روش غوطه‌وری توانستند نانو ذرات Al_2O_3 را فوق آب‌گریز کرده و با اسپری کردن نانو ذرات فوق آب‌گریز شده با استفاده از روش اسپری الکترواستاتیکی، سطح فوق آب‌گریزی با زاویه تماسی 165 درجه بسازند. سانگ و همکارانش رابطه بین زمان غوطه‌وری و زاویه تماس استاتیکی را بر روی زیرپایه آلومینیوم مورد مطالعه قرار دادند [9]. جسیکا و همکاران با استفاده از روش غوطه‌وری و بررسی میزان غلظت متیل تری کلروسیلان و بهینه کردن مقدار آن سطح فوق آب‌گریز با زاویه تماسی بالای 150 درجه ساختند [22]. زیرپایه‌های مورد استفاده برای ساخت سطوح فوق آب‌گریز شامل زیرپایه‌های صلب مثل فلزات، چوب، شیشه و زیرپایه‌های انعطاف‌پذیر مثل فیلم‌های پلیمری [23] با سطح خشن و انرژی سطحی پائین است [24]. روش دیگر در آب‌گریز کردن پودرها روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار بوده که تاکنون بر روی زیرپایه‌های صلب مثل شیشه و آلومینیوم بکار گرفته شده است. زیمرمن با استفاده از روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار بر روی زیرپایه‌های شیشه، آلومینیوم و کتان، به سطوح فوق آب‌گریزی با زاویه تماسی بیشتر از 160 درجه و زاویه لغزشی کمتر از 20 درجه دست‌یافته است [25]. آن‌ها همچنین محفظه پوشش دهی برای ساخت سطوح در مقیاس وسیع به روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار طراحی و ساخته‌اند [26]. مک کارتی با استفاده از متیل تری کلرو سیلان، سطح فوق آب‌گریز کامل با زاویه تماسی 180 درجه را گزارش کرده‌اند [27]. رضایی و همکاران به کمک روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار، نانو ذرات سیلیکا را پوشش داده و سطح فوق آب‌گریز با نانو ساختارهایی با

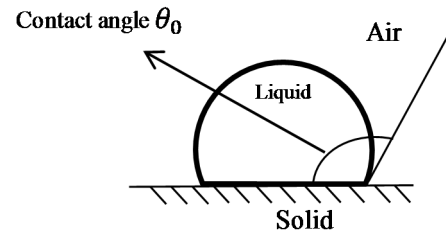


Fig. 1 Schematic representation of liquid droplet in contact with a smooth solid surface (contact angle, θ_0).

شکل 1 شماتیک زاویه تماسی استاتیکی بر روی یک سطح جامد صاف.

که به‌وسیله تری اکسید آرسنیک و پودر لیکوپودیوم¹ پوشش داده شده بود مشاهده کرد [4]. بعد از آن در سال 1923 اندرسون و همکاران به وسیله رسوب‌دهی اسید استتاریک بر روی سطح زبر گالن² به زاویه تماسی در حدود 160 درجه دست یافتند [4]. بارتل و همکاران در سال 1953 به وسیله زبر کردن پارافین از طریق ماشین‌کاری، توانستند به خاصیت فوق آب‌گریزی دست یابند [5]. این سطوح کاربردهای عملی بسیاری، شامل جداسازی نفت/آب از یکدیگر، خودتمیز شونده‌گی، کاهش پسابی اصطکاکی، ضد مه، ضد باکتری، ضد رسوب، ضد یخ‌زدگی و ضد خوردگی را دارا هستند [6]. سطوح فوق آب‌گریز به خاطر کاربردهای وسیعی که دارند، بر روی زیرپایه‌های متفاوتی مثل سیلیکون، پارچه، چوب، شیشه، آلومینیوم، فولاد و سایر فلزها ساخته می‌شوند. در طبیعت نیز نمونه‌های زیادی از سطوح فوق آب‌گریز دیده شده است، از جمله آن‌ها می‌توان به حشرات و گیاهانی مثل برگ لاتوس، برگ‌های گیاه برنج، گل برگ‌های گل رز و پاهای مارمولک آبی اشاره کرد که در ذات خود دارای خاصیت فوق آب‌گریزی هستند [7].

در دهه 1990، دانشمندان مواد و بیولوژی برای شناخت پدیده آب‌گریزی مطالعات خود را بر روی مکانیسم فوق آب‌گریزی برگ‌های لاتوس آغاز کردند، آن‌ها دریافته‌اند که در سطح برگ‌های این گیاه زبری‌هایی در مقیاس میکرو وجود دارد، علاوه بر زبری های میکرو، زبری‌هایی نیز در مقیاس نانو مشاهده شده است [8]. با الهام از این پدیده روش‌های بسیار گوناگونی برای ساخت سطوح فوق آب‌گریز، که به اصطلاح سطوحی با ساختارهای سلسله‌ای نامیده می‌شوند، ایجاد شده است [9]. روش‌های تولید این سطوح را می‌توان به صورت زیر دسته بندی کرد [10]:

- 1- ایجاد زبری بر روی سطحی که دارای انرژی سطحی پائینی است.
 - 2- زبر سازی یک سطح و نشان دادن مواد با انرژی سطحی پائین بر روی آن
- شکل 2 نشان‌دهنده تأثیر زبری میکرومتری و نانومتری بر روی آب‌گریزی یک سطح می‌باشد. همان‌طور که مشخص است زبری سلسله‌ای (که شامل زبری میکرونی و نانومتری است) دارای بیش‌ترین زاویه تماسی می‌باشد [11].

ترکیبات دارای فلوئور و سیلان مثل فلوئور آلکیل سیلان، تری اتوکسی سیلان و اسیدهای چرب موادی با انرژی سطحی پائین می‌باشند [9]. روش‌هایی که برای ساخت سطوح فوق آب‌گریز گسترش یافته‌اند شامل: واکنش شیمیایی مرطوب [12]، واکنش هیدروگرمایی³ [13]، رسوب‌دهی شیمیایی الکتریکی⁴ [14]، چینش لایه به لایه [15]، لیتوگرافی نرم [16]،

¹ lycopodium

² galena

³ hydrothermal reaction

⁴ electrochemical deposition

ارتفاع 7.5 تا 10 نانومتر تولید کرده اند [28].

پژوهش های انجام شده در تولید سطوح فوق آب گریز ابتدا بر روی تولید سطح در مقیاس های آزمایشگاهی متمرکز بوده است. امروزه جهت به کارگیری سطوح فوق آب گریز در کاربردهای صنعتی، تولید سطح مقطع های بزرگ مورد توجه قرار گرفته است. به همین دلیل تمرکز بر روی تولید نانو ذرات یا میکروذرات آب گریز و لایه نشانی این ذرات بر روی سطح می باشد. متداول ترین ذراتی که تاکنون مورد استفاده قرار گرفته است اکسید سیلیسیم بوده، که غالباً از طریق روش غوطه وری آب گریز شده است. از آنجایی که زبری و ساختار سطحی پارامتر مهم دیگری بوده که بر خواص آب گریزی سطح اثر می گذارد، بنابراین شکل هندسی ذرات مورد استفاده در تولید سطح اهمیت زیادی پیدا خواهد کرد. از طرف دیگر هزینه تولید سطوح آب گریز پارامتر دیگری است که به کارگیری این سطوح در حوزه های کاربردی را محدود کرده است. بنابراین اگر ذرات آب گریز با ساختار سطحی مناسب تولید شده، که مواد اولیه آن ارزان و در دسترس بوده و همچنین روشی توسعه داده شود که بتوان این ذرات آب گریز را در مقادیر بالا تولید کرد، می توان به هدف مورد نظر که دستیابی به کاربردهای سطحی این سطوح است نزدیکتر شد. در این پژوهش، برای اولین بار روشی آسان، مقرون به صرفه، و مؤثر در تولید ذرات آب گریز آلومینیوم با ساختار پولکی ارائه شده است. روش رسوب دهی شیمیایی فاز بخار ارائه شده تک مرحله ای بوده و به کمک آن می توان ذرات آلومینیوم آب گریز را در مقادیر جرمی بالا تولید کرد. این روش در قیاس با روش غوطه وری آسان تر و مقرون به صرفه تر بوده و به کمک آن می توان پودرهای آب گریز را در مقادیر جرمی بالا تولید کرد. همچنین تولید ذرات آب گریز آلومینیوم با ساختار پولکی نیز موضوع جدیدی بوده که به خاطر شکل به خصوص ذرات آن می تواند خواص ویژه ای را به سطوح آب گریز اضافه کند.

2- مواد و روش آزمایش

متیل تری کلروسیلان از شرکت مرک تهیه شده و بدون دستکاری مورد استفاده قرار گرفته است. تولوئن (99.5 درصد) و اتانول (99.5 درصد) از شرکت دکتر مجللی خریداری شده است. آب مقطر به وسیله سیستم تولیدی آب مقطر فاطر تولید شده است. در این مطالعه دو نوع پودر استفاده شده است، پودر نوع 1 در بازار با عنوان پودر هندی شناخته می شود و متوسط ذرات آن 60 میکرومتر و به صورت آلومینیوم پولکی می باشد. پودر نوع 2 هم به صورت پولکی بوده و با نام 8980 شناخته می شود، اندازه ذرات این نوع پودر 3 تا 51 میکرومتر است. پودر آلومینیوم پولکی از شرکت ای وی ال خریداری شده است. مشخصات ذرات مورد استفاده در جدول 1 آمده است. طرح آزمایش نیز در جدول 2 آمده است. به طور کلی طرح آزمایش شامل پارامترهای کنترلی و مؤثر در هر آزمایش و مقادیر انتخابی برای هر یک از آن ها است. انتخاب مقادیر بر اساس کارهای علمی است که در زمینه ی فاز بخار و بر روی نمونه غیر پودری انجام شده است. پارامترهای انتخابی، شامل نوع پودر، زمان واکنش، مقدار ماده سیلان، زمان مقاوم سازی و دمای مقاوم سازی است.

1-2- آماده سازی پوشش فوق آب گریز

پودر با مشخصاتی که در جدول 1 آمده است، جهت فعال سازی سطحی به مدت 60 دقیقه در آب جوش قرار داده شده است.

واکنش بین آلومینیوم و آب به صورت رابطه 1 رخ می دهد [11]:

جدول 1 مشخصات میکرو ذرات خریداری شده از شرکت ای وی ال.

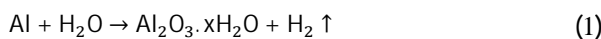
Table 1 Specifications of micro-particles, purchased from the AVL Company.

مقدار حد بالا	مقدار حد پایین	واحد	معیارهای بازرسی
-	99.7	%	خلوص فاز
			توزیع اندازه ذرات
5	3	μm	D10
16	12	μm	D50
51	35	μm	D90
1.20	0.80	g/cm ³	چگالی ظاهری
26000	19000	cm ² /g	ظرفیت پوشش
82	77	%	درصد رنگ دانه
23	18	%	درصد حلال

جدول 2 طرح آزمایش ها شامل: روش پوشش دهی، نوع پودر، مدت زمان پوشش دهی، مدت زمان و دمای مقاوم سازی در کوره.

Table 2 Experimental design.

روش پوشش دهی	نوع پودر	مدت زمان واکنش (ساعت)	مقدار ماده سیلان (میکرولیتر)	مدت زمان مقاوم سازی (ساعت)	دمای مقاوم سازی (درجه سانتی گراد)
غوطه وری	1	12	200	12	200
فاز بخار	1	12	200	12	200
فاز بخار	2	6	200	12	200
فاز بخار	2	6	200	12	200



به عنوان یک نتیجه Al به $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ، تبدیل می شود ضمن آنکه $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ می تواند با H_2O واکنش داده و کریستال های $\text{AlO}(\text{OH})$ را شکل دهد که به نام بوهمیت¹ شناخته می شود. واکنش های فوق باعث می شود سطح آلومینیوم به صورت زبر و متخلخل درآید. شکل 3 و شکل 4 به ترتیب تصویر میکروسکوپ الکترونی² سطح آلومینیوم را قبل و بعد از فرآیند جوشش نشان می دهد، همان طور که در شکل 4 مشخص است سطح آلومینیوم متخلخل و دارای زبری هایی در مقیاس میکرومتری می باشد.

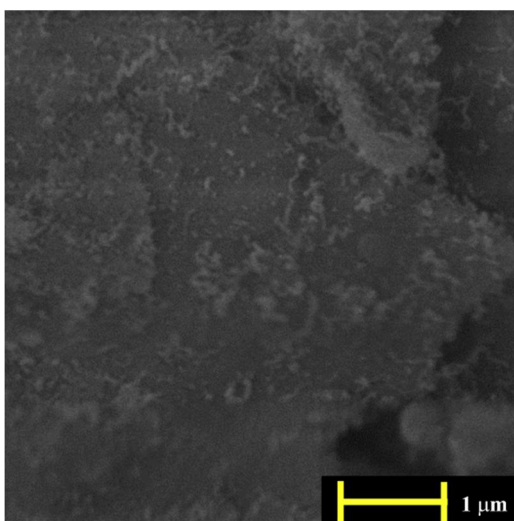


Fig. 3 Scanning electron microscopy (SEM) image of aluminum particle surface before boiling process.

شکل 3 تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح ذره آلومینیوم قبل از فرآیند جوشش.

¹ Boehmite

² Scanning electron microscope

2-1-2- مراحل پوشش دهی پودر به روش غوطه‌وری

این مرحله شامل مراحل زیر است:

1- محلول سازی:

حجم محلول 33 سی سی در نظر گرفته شده است. با توجه به انتخاب غلظت 0.05 مولار برای محلول، مقدار ماده آب‌گریز لازم به صورت زیر محاسبه می‌شود:

مولاریته یک محلول به صورت رابطه 2 تعریف می‌شود:

$$C = \frac{n}{V} \quad (2)$$

$$C = \frac{n}{V} \rightarrow 0.05 = \frac{n}{0.033} \rightarrow n = 1.65 \text{ mmol}$$

$$\rho_{\text{MTCS}} = 1.273 \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3} = 1.273 \times 10^3 \frac{\text{gr}}{\text{lit}}$$

$$M_{\text{MTCS}} = 149.48 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$M_{\text{MTCS}} = 149.48 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \times \frac{1 \text{ lit}}{1.273 \times 10^3} = 0.117 \frac{\text{lit}}{\text{mol}}$$

$$1.65 \text{ mmol} \times 117.42 \frac{\text{mlit}}{\text{mol}} = 0.2 \text{ cc} = 200 \mu\text{l}$$

بنابراین مقدار 0.2 سی سی ماده سیلان برای رسیدن به غلظت 0.05 مولار در 33 سی سی تولون مورد نیاز می باشد.

2- افزودن 5 گرم پودر درون 33 سی سی تولون و استفاده از استیرر با سرعت 60 دور بر دقیقه جهت جلوگیری از ته نشین شدن ذرات و یکسان سازی واکنش.

3- اضافه کردن 200 میکرو لیتر ماده سیلان (متیل تری کلروسیلان)

4- انجام واکنش به مدت 12 ساعت

5- جدا کردن پودر از محلول و شستشوی آن با اتانول و آب مقطر

6- قرارگیری پودرها درون کوره به مدت 12 ساعت در دمای 200 درجه

پس از انجام واکنش به مدت 12 ساعت، جهت پخت لایه ایجاد شده، پودرها به مدت 12 ساعت درون کوره تشعشی در دمای 200 درجه قرار گرفته‌اند.

2-2- آماده‌سازی نمونه

جهت ارزیابی رفتار ذرات آب گریز تولید شده ابتدا یک لایه نازک از پلیمر پلی دیمتیل سیلوکسان² (این ماده دارای خاصیت آب‌گریزی و با زاویه تماس استاتیکی 106 درجه است [29]) روی سطح لایه نشانی شده و سپس با غوطه ور ساختن سطح توسط ذرات آب‌گریز تولید شده، نمونه های آب‌گریز آماده شده است. نمونه ها بر روی قطعات شیشه در اندازه‌های 2x2 سانتی‌متر

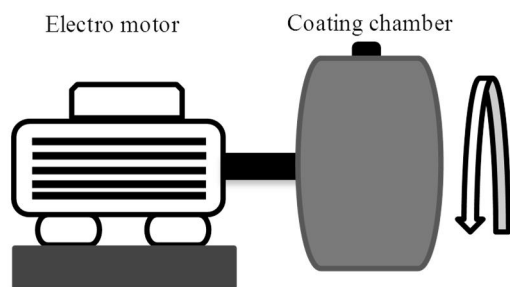


Fig. 5 Schematic of the coating chamber.

شکل 5 شماتیک محفظه پوشش دهی.

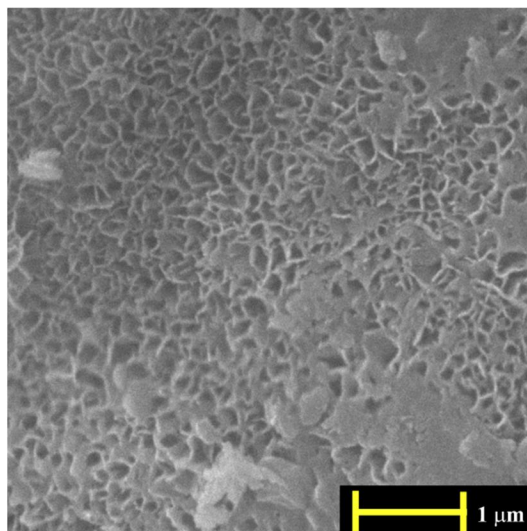


Fig. 4 Scanning electron microscopy (SEM) image of aluminum particle surface after boiling process.

شکل 4 تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح ذره آلومینیوم بعد از فرآیند جوشش، ایجاد ساختارهای عمود بر سطح در اثر فرآیند جوشش.

پس از آماده سازی سطح و ایجاد پیوندهای OH، که فرآیند جوشش عامل آن می باشد، ذرات آلومینیوم به مدت 2 ساعت، در دمای 120 درجه سانتی گراد قرار می‌گیرد. فرآیند آماده‌سازی پودر نوع 1 و نوع 2 مشابه یکدیگر می‌باشد.

2-1-1- مراحل پوشش دهی پودر به روش فاز بخار چرخشی

با توجه به اینکه ماده سیلان (متیل تری کلرو سیلان) بسیار خورنده است بنابراین محفظه پوشش دهی مخزنی از جنس پلکسی گلس¹ است که در مقابل خوردگی این ماده مقاوم است. حجم محفظه 1.5 لیتر می‌باشد. شماتیک محفظه پوشش دهی در شکل 5 نشان داده شده است.

ابتدا 5 میلی‌گرم از پودر را درون محفظه قرار داده، سپس محفظه با سرعت دورانی 2 دور بر دقیقه چرخانده می شود. به علت زیاد بودن سطح تماس مؤثر ذرات پودر آلومینیوم، برای در تماس قرارگیری این سطح با ماده سیلان و انجام کامل واکنش شیمیایی، محفظه با سرعت ثابت و بسیار پائین می‌چرخد. لازم به ذکر است که سرعت‌های بالا، باعث سایش ذرات پودر بر روی هم شده و باعث تخریب لایه های آب گریز ایجاد شده، خواهد شد. نکته قابل توجه این است که در روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار مهم ترین پارامترهای کنترل کننده کیفیت پوشش ایجاد شده، دما و رطوبت نسبی می باشند. بدین منظور محفظه پوشش دهی با استفاده از جریان هوای مرطوب در رطوبت نسبی 43 ± 2 درصد رطوبت زنی شده و دما نیز بر روی 30 ± 0.5 درجه سانتی‌گراد قرار داده می‌شود. رطوبت به وسیله رطوبت سنج و دما به کمک سنسور دما اندازه گیری می‌شود. بعد از به تعادل رسیدن دما و رطوبت، محفظه پوشش دهی کاملاً آب‌بند شده و واکنش پوشش‌دهی با تزریق 200 ± 1.5 میکرو لیتر متیل تری کلرو سیلان به وسیله میکروپمپ آغاز می‌شود. بعد از گذشت 12 ساعت از انجام واکنش، پودرها از محفظه خارج و جهت پخت لایه آب‌گریز ایجاد شده بر روی ذرات آلومینیوم پولکی، این ذرات در کوره تشعشی با دمای 200 ± 5 درجه سانتی‌گراد به مدت 12 ساعت قرار می‌گیرند.

² Polydimethylsiloxane

¹ Plexiglas (Poly (methyl methacrylate) (PMMA))

- 2- ایجاد فیلم یکنواخت پلی دیمتیل سیلوکسان به ضخامت 10 تا 20 میکرون به روش لایه نشانی اسپری (پاشش پلی دیمتیل سیلوکسان بر روی لام با غلظت 10 درصد وزنی (حل شده در تولون) - با فشار 2 بار)
 - 3- گذشتن 10 دقیقه زمان پس از لایه نشانی پلی دیمتیل سیلوکسان جهت تبخیر تولون
 - 4- پاشش پودر آب گریز بر روی لامها
 - 5- گذاشتن سطوح درون کوره به مدت 30 دقیقه در دمای 100 درجه جهت خشک شدن لایه پلیمر
 - 6- قرار دادن نمونه ها در معرض جریان هوا با فشار 3 بار جهت جدا شدن ذراتی که به خوبی به سطح نجسیده اند.
 - 7- استفاده از تصاویر میکروسکوپ جهت اطمینان از یکنواختی پوشش سطح توسط ذرات آب گریز
 - 8- اندازه گیری زاویه استاتیکی
 - 9- قرار دادن سطوح در آب به ارتفاع 2 سانتی متر جهت بررسی پایداری، به مدت 24 ساعت برای بار اول، 4 روز برای بار دوم و 7 روز برای بار سوم
 - 10- قرار دادن سطوح در کوره به مدت 30 دقیقه در دمای 100 درجه (قبل از اندازه گیری زاویه تماسی و جهت اطمینان از خشک بودن سطح نمونه ها)
 - 11- اندازه گیری زاویه تماسی
 - 12- مقایسه زاویه های تماسی گرفته شده قبل و بعد از آزمایش پایداری در آب
 - 13- قرار دادن دوباره نمونه ها در آب برای پایداری به مدت 4 و 7 روز
 - 14- ارزیابی زاویه تماسی استاتیک بر حسب زمان به عنوان معیاری برای پایداری پودرهای تولید شده
- روش لایه نشانی ذرات بر روی سطح اثر بسیار زیادی بر خواص آب گریزی سطح دارد. به عنوان مثال پوشیده نشدن یکنواخت سطح توسط ذرات آب گریز بر روی زاویه تماسی اندازه گیری شده تاثیر گذار می باشد. بنابراین جهت اطمینان از پوشش یکنواخت سطح ها توسط پودر آب گریز از تصاویر میکروسکوپ الکترونی استفاده شده است. شکل 7 نشان دهنده سطحی است که به طور کامل توسط پودر پوشیده نشده و شکل 8 نشان دهنده سطحی است که پودر کاملا روی سطح را پوشانده است. مقایسه شکل های 7 و 8 نشان می دهد که سطح موجود در شکل 7 به طور کامل پوشیده از پودر نبوده در حالی که سطح نشان داده شده در شکل 8 به طور کامل توسط ذرات آب گریز پوشیده شده است. بنابراین قبل از ارزیابی زاویه تماسی از پوشیده بودن کل سطح اطمینان حاصل شده است.
- نمونه ها طبق الگوریتم ارزیابی بار اول به مدت 24 ساعت، بار دوم به مدت 4 روز و بار سوم به مدت 7 روز درون آب قرار گرفته و سپس زاویه تماسی آن ها اندازه گیری شده است. نتایج ارزیابی در شکل 9 آمده است. همان طور که در شکل 9 مشاهده می شود، ابتدا تمام نمونه ها خاصیت فوق آب گریزی داشته و با گذشت زمان این خاصیت کاهش یافته است. به طوری که پودر نوع 2 که با استفاده از روش فاز بخار پوشش دهی شده است، بیشترین کاهش خاصیت آب گریزی را داشته است. این در حالی است که پودر شماره 1 که با دو روش فاز بخار و غوطه وری پوشش دهی شده است، تقریباً خاصیت خود را حفظ کرده است. نکته قابل توجه این است که کیفیت آب گریزی روش فاز بخار برای پودر نوع 1 در حد کیفیت روش غوطه وری

و با ضخامت 2.5 میلی متر انتخاب شده اند. جهت لایه نشانی پلیمر، محلول 10 درصد وزنی پلی دیمتیل سیلوکسان/تولون، با فشار 2 بار بر روی قطعات شیشه اسپری شده است. پس از لایه نشانی ذرات بر روی سطح، جهت خشک شدن لایه پلیمر، نمونه ها به مدت 30 دقیقه در دمای 100 درجه سلسیوس قرار داده شده اند. یادآور می شود که روش های مختلفی جهت لایه نشانی ذرات بر روی سطح وجود دارد ولی به علت آنکه هدف اصلی از این پژوهش ارزیابی فرآیند تولید پودر آب گریز می باشد، بنابراین از این روش ساده به نحوی استفاده شده است که سایر عوامل موجود در سایر روش های لایه نشانی پودر، در کیفیت سطوح تولید شده اثر گذار نبوده و نتایج اندازه گیری شده دقیقاً مربوط به پودر آب گریز باشند و تحت تاثیر شرایط لایه نشانی قرار نگیرند.

3- ارزیابی و نتایج

3-1- زاویه تماسی

زاویه تماسی با قرار دادن قطرات با حجم 5 میکرولیتر بر روی سطح و عکس برداری از آن، اندازه گیری شده است. روش اندازه گیری به این صورت می باشد که با استفاده از دوربین عکس برداری نیکون دی 300 از قطره قرار داده شده روی سطح عکس برداری شده و پس از تحلیل در نرم افزار سالید ورک¹ زاویه تماسی گزارش شده است. برای محاسبه زاویه تماسی استاتیکی هر نمونه، 25 بار اندازه گیری انجام شده و عدد گزارش شده به صورت متوسط اندازه گیری ها می باشد. شکل 6 نشان دهنده نحوه اندازه گیری زاویه تماسی است. خطا و عدم قطعیت نمایش داده شده در نمودارها ناشی از خطای انسانی در آزمایش های انجام شده و خطای سیستماتیک ابزارهای اندازه گیری است. خطای انسانی می تواند ناشی از عدم یکنواختی و یکدست بودن فیلم چسب ایجاد شده به وسیله لرزش دست به هنگام اسپری بر روی سطح نمونه های یک آزمایش و عدم پاشش یکنواخت پودر بر روی سطح لام باشد.

3-2- الگوریتم ارزیابی سطوح

برای ارزیابی فوق آب گریزی پودر ساخته شده مراحل ارزیابی و ساخت سطح به شرح زیر است:

1- الک کردن پودرها

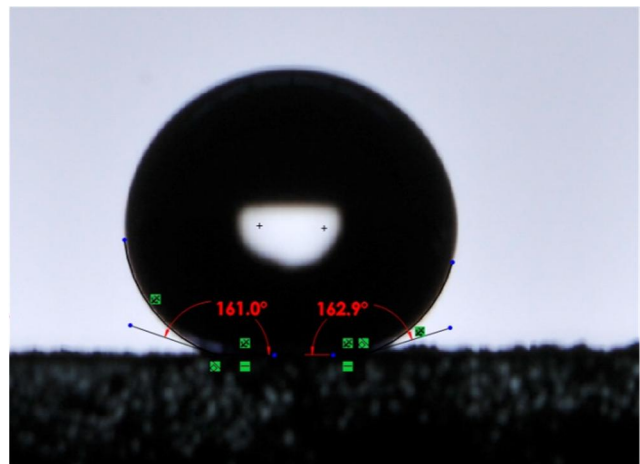


Fig. 6 Measuring of the static contact angle.

شکل 6 نحوه اندازه گیری زاویه تماس استاتیکی.

¹ Solidworks

می‌باشد. علت کاهش آب‌گریزی نمونه‌ها با گذشت زمان می‌تواند به دو علت باشد. با گذشت زمان تعدادی از ذرات از سطح جدا شده که به نوبه خود باعث کاهش زاویه تماسی استاتیکی خواهد شد. بخش دیگر کاهش نیز مربوط به پایداری شیمیایی پیوندهای ایجاد شده بین لایه‌های آب‌گریز و سطح پودر آلومینیوم می‌باشد. ولی در مجموع می‌توان گفت که کیفیت پوشش ایجاد شده با روش فاز بخار به خوبی روش غوطه‌وری می‌باشد.

برای بررسی تکرارپذیری آزمایش‌های انجام‌شده، زاویه تماسی اندازه‌گیری شده از آزمایش فاز بخار (پودر نوع 1 و زمان واکنش 12 ساعت) در شکل 10 نشان داده شده است. نتایج حاصل از 25 اندازه‌گیری مختلف نشان دهنده تکرار پذیر بودن اندازه‌گیری‌ها می‌باشد.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روشی گرفته‌شده از سطوح در شکل 11، شکل 12 و شکل 13 نشان داده شده است.

مقایسه شکل 11 با شکل‌های 12 و 13، نشان می‌دهد که ساختار پوشش در روش غوطه‌وری نسبت به روش فاز بخار ریزتر بوده و در روش فاز

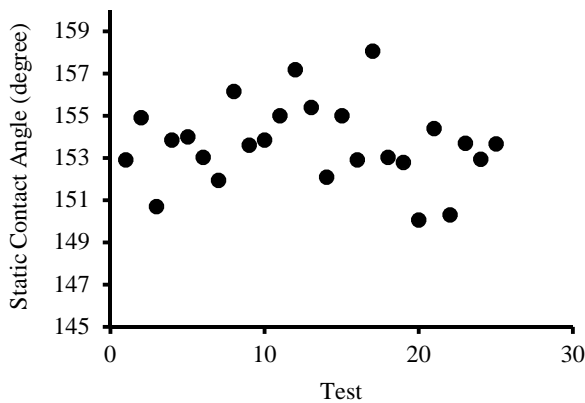


Fig. 10 Repeatability study of vapor phase powder type 1, 12 hours reaction.

شکل 10 بررسی تکرارپذیری آزمایش برای روش فاز بخار - پودر نوع 1، 12 ساعت واکنش.

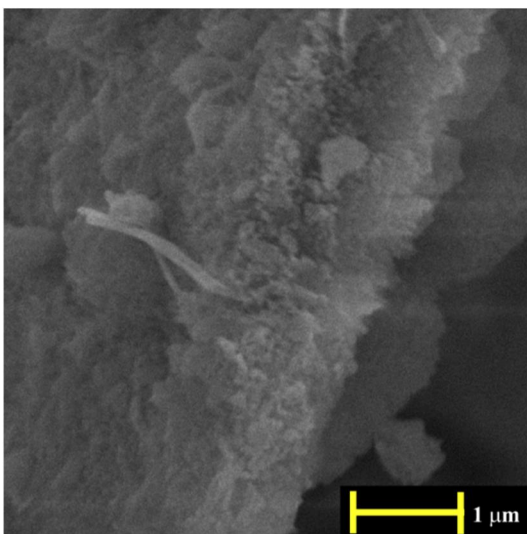


Fig. 11 Scanning electron microscopy (SEM) image of the superhydrophobic surfaces produced by immersion method (powder type 1).

شکل 11 تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح فوق آب‌گریز تولیدشده به روش غوطه‌وری - پودر نوع 1.

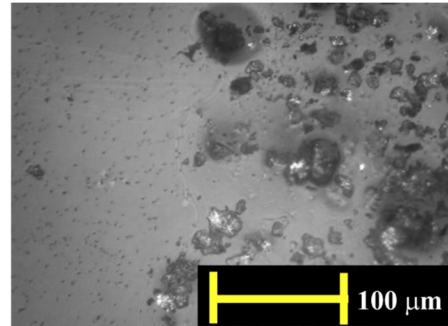


Fig. 7 Investigation of coated surfaces to ensure that the surface is totally covered by the aluminum particles, a surface which is not totally covered with aluminum particles.

شکل 7 ارزیابی پوشیده بودن کامل سطح توسط ذرات آلومینیوم، سطحی که توسط ذرات به طور کامل پوشیده نشده است.

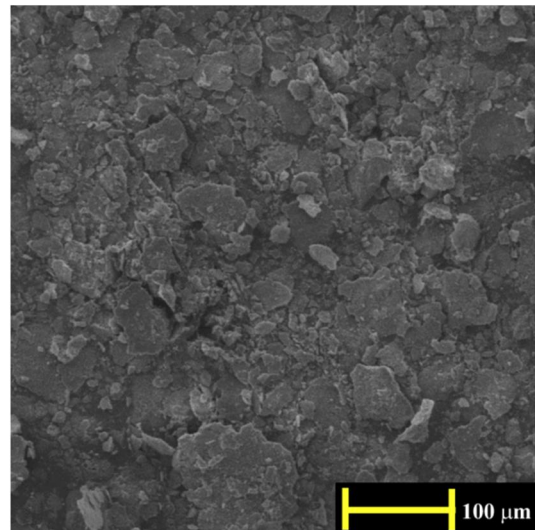


Fig. 8 Investigation of coated surfaces to ensure that the surface is totally covered by the aluminum particles, a surface which is totally covered with aluminum particles.

شکل 8 ارزیابی پوشیده بودن کامل سطح توسط ذرات آلومینیوم، سطحی که توسط ذرات به طور کامل پوشیده شده است.

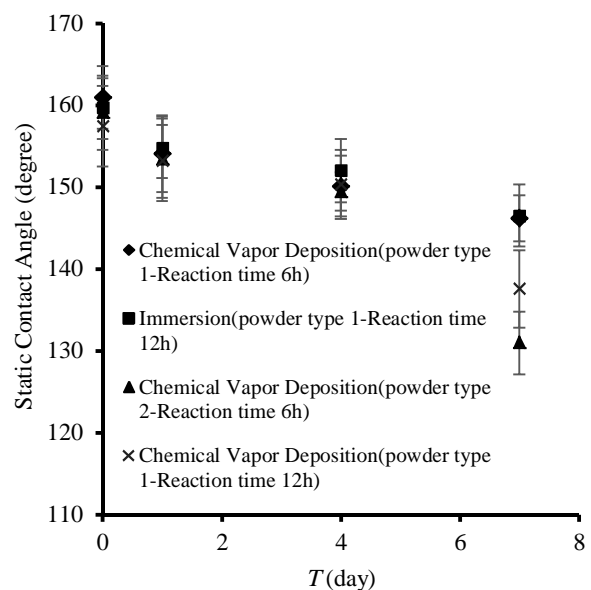


Fig. 9 Water contact angle based on the stability in water.

شکل 9 زاویه تماسی بر اساس میزان پایداری در آب.

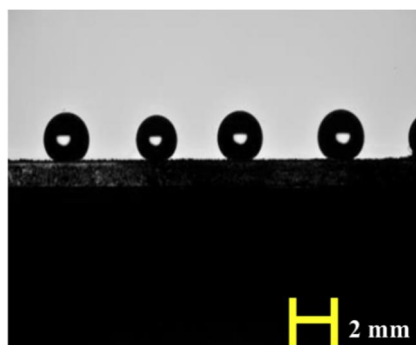


Fig. 14 The superhydrophobic surfaces produced by immersion method.

شکل 14 سطح فوق آب گریز تولیدشده به روش غوطه‌وری

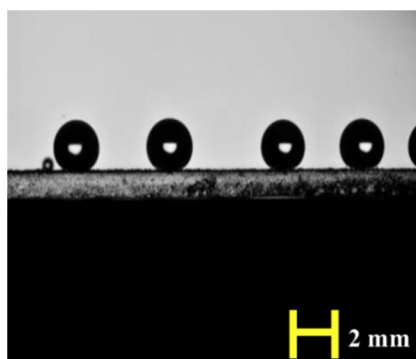


Fig. 15 The superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition method.

شکل 15 سطح فوق آب گریز تولیدشده به روش فاز بخار

4- نتیجه گیری

یکی از روش‌های مرسوم پوشش دهی پودر و تبدیل آن به پودر فوق آب گریز، روش غوطه‌وری است، پیچیده بودن فرآیند تولید، داشتن مراحل مختلف، هزینه‌های بالا، زمان‌بر بودن و پائین بودن تولید جرمی پودر از معایب مربوط به این روش می باشد. در این پژوهش روش پوشش دهی فاز بخار که روشی ساده، آسان و اقتصادی است برای اولین بار برای تولید پودر فوق آب گریز ذرات آلومینیوم پولکی به کار گرفته شده است. ابتدا دو نوع پودر موجود در بازار انتخاب شده و با هر دو روش غوطه‌وری و فاز بخار پوشش داده شده‌اند، سپس الگوریتمی برای ارزیابی پودرهای تولیدشده ارائه و مطابق با آن ارزیابی انجام شده است. نتایج به دست آمده را می‌توان به صورت زیر ارائه کرد:

- روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار می‌تواند جایگزین روش مرسوم غوطه‌وری گردد.
- ساختار پوشش در روش غوطه‌وری ریزتر از ساختار پوشش در روش پوشش دهی فاز بخار می باشد.
- روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار وابسته به نوع پودر و اندازه ذرات آن است.
- در روش پوشش دهی فاز بخار زمان واکنش اهمیت بیشتری نسبت به روش غوطه‌وری داشته و زمان مناسب 6 ساعت برای این روش پیشنهاد می گردد.

5- فهرست علائم

C	مولاریته
°C	واحد دما (درجه سلسیوس)

بخار پوشش‌های درشت‌تری نسبت به روش غوطه‌وری ایجاد شده است. شکل 14 نحوه قرارگیری قطره آب روی سطح فوق آب گریز تولید شده به روش غوطه‌وری و شکل 15 نیز چگونگی قرارگیری قطره آب روی سطح فوق آب گریز ساخته شده به روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار را نشان می‌دهد. همانطور که در این دو تصویر مشاهده می شود از نظر کیفی نیز تفاوت چندانی بین زاویه استاتیکی سطوح تولید شده به روش‌های رسوب‌دهی شیمیایی بخار و غوطه‌وری وجود ندارد. بنابراین کیفیت پوشش ایجاد شده توسط دو روش پوشش دهی مورد بررسی در این تحقیق تقریباً یکسان می‌باشد.

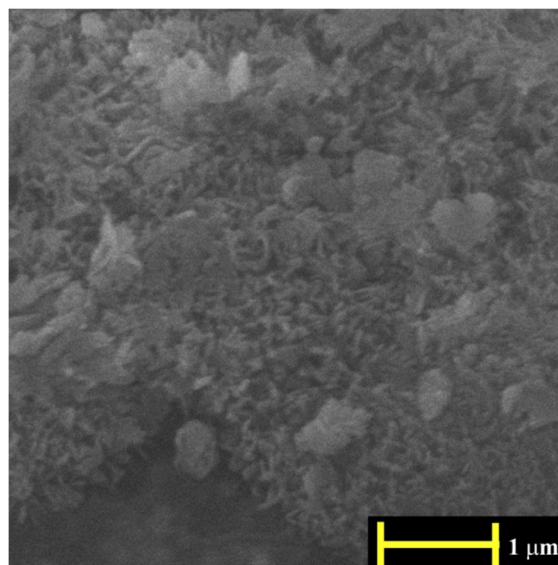


Fig. 12 Scanning electron microscopy (SEM) image of the superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition (powder type 1).

شکل 12 تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح فوق آب گریز تولیدشده به روش فاز بخار - پودر نوع 1.

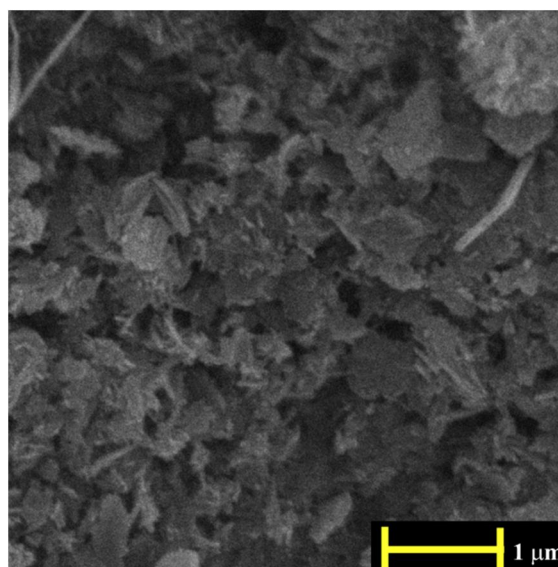


Fig. 13 Scanning electron microscopy image of the superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition method (powder type 2).

شکل 13 تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح فوق آب گریز تولید شده به روش فاز بخار - پودر نوع 2.

- superhydrophobicity, self-cleaning, low adhesion, and drag reduction, *Progress in Materials Science*, Vol. 56, No. 1, pp. 1-108, 2011.
- [12] Z. Guo, J. Fang, L. Wang, W. Liu, Fabrication of superhydrophobic copper by wet chemical reaction, *Thin Solid Films*, Vol. 515, No. 18, pp. 7190-7194, 2007.
- [13] X. Liu, J. He, One-step hydrothermal creation of hierarchical microstructures toward superhydrophilic and superhydrophobic surfaces, *Langmuir*, Vol. 25, No. 19, pp. 11822-11826, 2009.
- [14] X. Zhang, F. Shi, X. Yu, H. Liu, Y. Fu, Z. Wang, L. Jiang, X. Li, Polyelectrolyte multilayer as matrix for electrochemical deposition of gold clusters: toward super-hydrophobic surface, *Journal of the American Chemical Society*, Vol. 126, No. 10, pp. 3064-3065, 2004.
- [15] N. Zhao, F. Shi, Z. Wang, X. Zhang, Combining layer-by-layer assembly with electrodeposition of silver aggregates for fabricating superhydrophobic surfaces, *Langmuir*, Vol. 21, No. 10, pp. 4713-4716, 2005.
- [16] B. Liu, Y. He, Y. Fan, X. Wang, Fabricating super-hydrophobic lotus-leaf-like surfaces through soft-lithographic imprinting, *Macromolecular rapid communications*, Vol. 27, No. 21, pp. 1859-1864, 2006.
- [17] M. Ma, Y. Mao, M. Gupta, K. K. Gleason, G. C. Rutledge, Superhydrophobic fabrics produced by electrospinning and chemical vapor deposition, *Macromolecules*, Vol. 38, No. 23, pp. 9742-9748, 2005.
- [18] K. Tadanaga, J. Morinaga, A. Matsuda, T. Minami, Superhydrophobic-superhydrophilic micropatterning on flowerlike alumina coating film by the sol-gel method, *Chemistry of materials*, Vol. 12, No. 3, pp. 590-592, 2000.
- [19] K. Acatay, E. Simsek, C. Ow-Yang, Y. Z. Menciloglu, Tunable, superhydrophobically stable polymeric surfaces by electrospinning, *Angewandte Chemie International Edition*, Vol. 43, No. 39, pp. 5210-5213, 2004.
- [20] M. Qu, B. Zhang, S. Song, L. Chen, J. Zhang, X. Cao, Fabrication of Superhydrophobic Surfaces on Engineering Materials by a Solution-Immersion Process, *Advanced Functional Materials*, Vol. 17, No. 4, pp. 593-596, 2007.
- [21] J. Xu, J. Xu, Y. Cao, X. Ji, Y. Yan, Fabrication of non-flaking, superhydrophobic surfaces using a one-step solution-immersion process on copper foams, *Applied Surface Science*, Vol. 286, pp. 220-227, 2013.
- [22] J. X. Wong, H. Asanuma, H.-Z. Yu, Simple and reproducible method of preparing transparent superhydrophobic glass, *Thin Solid Films*, Vol. 522, pp. 159-163, 2012.
- [23] N. M. Nouri, M. Saadat-Bakhsh, R. Bagheri, Robust superhydrophobic surface with polytetra fluorethylene (ptfe), micro sized aluminum particles and SiO_2 nano-particles, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 15, No. 11, pp. 26-32, 2015. (in Persian)
- [24] C.-H. Xue, S.-T. Jia, J. Zhang, J.-Z. Ma, Large-area fabrication of superhydrophobic surfaces for practical applications: an overview, *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 11, No. 3, pp. 033002, 2010.
- [25] J. Zimmermann, G. R. Artus, S. Seeger, Superhydrophobic silicone nanofilament coatings, *Journal of Adhesion Science and Technology*, Vol. 22, No. 3-4, pp. 251-263, 2008.
- [26] G. R. Artus, S. Seeger, Scale-up of a reaction chamber for superhydrophobic coatings based on silicone nanofilaments, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Vol. 51, No. 6, pp. 2631-2636, 2012.
- [27] T. McCarthy, A perfectly hydrophobic surface, *Journal of the American Chemical Society*, Vol. 128, No. 28, pp. 9052-9053, 2006.
- [28] S. Rezaei, I. Manoucheri, R. Moradian, B. Pourabbas, One-step chemical vapor deposition and modification of silica nanoparticles at the lowest possible temperature and superhydrophobic surface fabrication, *Chemical Engineering Journal*, Vol. 252, pp. 11-16, 2014.
- [29] Z. He, M. Ma, X. Xu, J. Wang, F. Chen, H. Deng, K. Wang, Q. Zhang, Q. Fu, Fabrication of superhydrophobic coating via a facile and versatile method based on nanoparticle aggregates, *Applied Surface Science*, Vol. 258, No. 7, pp. 2544-2550, 2012.
- روز day
گرم gr
ساعت h
لیتر L
جرم مولی M
پوند بر اینچ مربع ، واحد فشار Psi
زمان بر حسب روز T
علائم یونانی
میکرو μ
چگالی ρ
زاویه تماس استاتیکی θ
زیرنویسها
متیل تری کلرو سیلان MTCS

6- مراجع

- [1] Z. Yuan, J. Xiao, C. Wang, J. Zeng, S. Xing, J. Liu, Preparation of a superamphiphobic surface on a common cast iron substrate, *Journal of Coatings Technology and Research*, Vol. 8, No. 6, pp. 773-777, 2011.
- [2] M. Jin, S. Li, J. Wang, M. Liao, Y. Zhao, Controllable fabrication of organosilane nano-architected surfaces with tunable wettability, *Applied Surface Science*, Vol. 258, No. 19, pp. 7552-7555, 2012.
- [3] X.-M. Li, D. Reinhoudt, M. Crego-Calama, What do we need for a superhydrophobic surface? A review on the recent progress in the preparation of superhydrophobic surfaces, *Chemical Society Reviews*, Vol. 36, No. 8, pp. 1350-1368, 2007.
- [4] X. Zhang, F. Shi, J. Niu, Y. Jiang, Z. Wang, Superhydrophobic surfaces: from structural control to functional application, *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 18, No. 6, pp. 621-633, 2008.
- [5] A. Carré, K. L. Mittal, *Superhydrophobic Surfaces*, First Edition, pp. 11-12, LEIDEN, VSP/Brill, 2009.
- [6] N. M. Nouri, S. Sekhavat, A. Mofidi, Drag reduction in a turbulent channel flow with hydrophobic wall, *Journal of Hydrodynamics, Ser. B*, Vol. 24, No. 3, pp. 458-466, 2012.
- [7] Y. Liu, S. Li, J. Zhang, Y. Wang, Z. Han, L. Ren, Fabrication of biomimetic superhydrophobic surface with controlled adhesion by electrodeposition, *Chemical Engineering Journal*, Vol. 248, pp. 440-447, 2014.
- [8] J. Song, W. Xu, X. Liu, Y. Lu, Z. Wei, L. Wu, Ultrafast fabrication of rough structures required by superhydrophobic surfaces on Al substrates using an immersion method, *Chemical Engineering Journal*, Vol. 211, pp. 143-152, 2012.
- [9] I. Karapanagiotis, P. N. Manoudis, A. Savva, C. Panayiotou, Superhydrophobic polymer-particle composite films produced using various particle sizes, *Surface and Interface Analysis*, Vol. 44, No. 7, pp. 870-875, 2012.
- [10] L. Feng, Y. Che, Y. Liu, X. Qiang, Y. Wang, Fabrication of superhydrophobic aluminium alloy surface with excellent corrosion resistance by a facile and environment-friendly method, *Applied Surface Science*, Vol. 283, pp. 367-374, 2013.
- [11] B. Bhushan, Y. C. Jung, Natural and biomimetic artificial surfaces for