مجله مهندسی مکانیک مدرس، تیر 1395، دوره 16، شماره 4، ص‌ص 289-296

ماهنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک مدرس

mme.modares.ac.ir

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

نوروزمحمد نوری[1*]، مصطفی شمسی[2]، محمد سعادت بخش[3]

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
* تهران، صندوق پستی 1684813114، mnouri@iust.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: 22 دی 1394
پذیرش: 25 اسفند 1394
ارائه در سایت: 01 اردیبهشت 1395

کلید واژگان:
فوق آب‌گریز
آلومینیوم پولکی
لایه نشانی فاز بخار
غوطه‌وری

چکیده

سطوح فوق آب‌گریز سطوحی هستند که به علت وجود لغزش؛ از خاصیت خود تمیز شوندگی بالایی برخوردار بوده و در کاربردهایی مثل کاهش پسای اصطکاکی، ضد خوردگی، ضد جلبک و خودتمیزشوندگی استفاده می‌شوند. امروزه روش‌های مختلفی برای ایجاد چنین سطوحی وجود دارد. با این وجود چالش اصلی، تولید سطح آب‌گریز در مقیاس وسیع و بر روی زیرپایه‌های مختلف است. یکی از روش‌های تولید سطوح فوق آب‌گریز، آب‌گریز کردن ذرات و سپس لایه نشانی آن‌ها بر روی سطح می باشد. در این تحقیق از دو روش غوطه وری و فاز بخار چرخشی جهت آب‌گریز 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 غوطه وری 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 آب‌گریزی 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

یکی از مهم‌ترین خصوصیات یک سطح، خاصیت تر شوندگی[1] آن است [1]. ترشوندگی به صورت مستقیم با زبری[2] و ترکیب شیمیایی سطح[3] ارتباط دارد [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 مماسی 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

[1] Wettability
[2] roughness
[3] chemical composition

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Please cite this article using:
N. M. Nouri, M. Shamsi, M. Saadat-Bakhsh, Hydrophobic coating of aluminum flake particles and application of these particles to produce superhydrophobic surfaces, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 4, pp. 289-296, 2016 (in Persian)

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]

[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

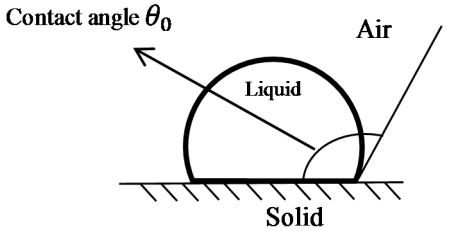

Fig. 1 Schematic representation of liquid droplet in contact with a smooth solid surface (contact angle, θ_0).

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

که به‌وسیله تری اکسید آرسنیک و پودر لیکوپودیوم[1] پوشش داده شده بود مشاهده کرد [4]. بعد از آن در سال 1923 اندرسون و همکاران به وسیله رسوب‌دهی اسید استئاریک بر روی سطح زبر گالن[2] 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 شوندگی، کاهش پسای 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 دریافتند 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 می شوند، ایجاد شده است [9]. روش‌های تولید این سطوح را می توان 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 نشاندن مواد با انرژی سطحی پائین بر روی آن

شکل 2 نشان‌دهنده تأثیر زبری میکرومتری و نانومتری بر روی آب‌گریزی یک سطح می باشد. همان‌طور که مشخص است زبری سلسله‌ای (که شامل زبری میکرونی و نانومتری است) دارای بیش‌ترین زاویه تماسی می باشد [11].

ترکیبات دارای فلوئور و سیلان مثل فلوئور آلکیل سیلان، تری اتوکسی‌سیلان و اسیدهای چرب موادی با انرژی سطحی پائین می باشند [9]. روش‌هایی که برای ساخت سطوح فوق آب‌گریز گسترش یافته‌اند شامل: واکنش شیمیایی مرطوب [12]، واکنش هیدروگرمایی[3] [13]، رسوب‌دهی شیمیایی الکتریکی[4] [14]، چینش لایه به لایه [15]، لیتوگرافی نرم [16]،

[1] lycopodium
[2] galena
[3] hydrothermal reaction
[4] electrochemical deposition

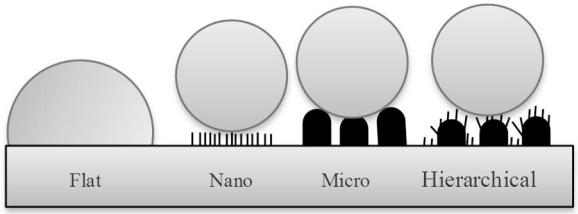

Fig. 2 Wetting of four surface patterns.

شکل 2 ترشوندگی چهار سطح مختلف.

رسوب‌دهی شیمیایی بخار [17]، سل-ژل [18]، الکترو اسپینینگ [19] و روش غوطه‌وری [21،20] می باشند. 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 می باشد. یکی از روش‌های ساخت سطوح فوق آب‌گریز، پوشش دهی پودر فلزات از جمله پودر آلومینیوم و نشاندن آن بر روی سطح می‌باشد. از روش‌های مرسوم پوشش دهی پودر روش غوطه‌وری است. در این حالت پودر در محلول ماده آب‌گریز قرار می-گیرد 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 انجام‌شده 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 نانوساختار 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]. گواتن 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 165درجه بسازند. سانگ و همکارانش رابطه بین زمان غوطه‌وری و زاویه تماس استاتیکی را بر روی زیرپایه آلومینیوم مورد مطالعه قراردادند [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 گرفته‌شده 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 فوق‌آب‌گریز با نانو ساختارهایی با

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

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

پژوهش های انجام شده در تولید سطوح فوق آب‌گریز ابتدا بر روی تولید سطح در مقیاس های آزمایشگاهی متمرکز بوده است. امروزه جهت به کارگیری سطوح فوق آب‌گریز در کاربردهای صنعتی، تولید سطح مقطع های بزرگ مورد توجه قرار گرفته است. به همین دلیل تمرکز بر روی تولید نانو ذرات یا میکروذرات آب‌گریز و لایه نشانی این ذرات بر روی سطح می باشد. متداول‌ترین ذراتی که تاکنون مورد استفاده قرار گرفته است اکسید سیلیسیم بوده، که غالبا از طریق روش غوطه وری آب گریز شده است. از آنجایی که زبری و ساختار سطحی پارامتر مهم دیگری بوده که بر خواص آب‌گریزی سطح اثر می‌گذارد، بنابراین شکل هندسی ذرات مورد استفاده در تولید سطح اهمیت زیادی پیدا خواهد کرد. از طرف دیگر هزینه تولید سطوح آب‌گریز پارامتر دیگری است که به کارگیری این سطوح در حوزه های کاربردی را محدود کرده است. بنابراین اگر ذرات آب‌گریز 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 آب‌گریز 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 ارائه‌شده است. روش رسوب‌دهی شیمیایی فاز بخار ارائه شده تک مرحله‌ای بوده و به کمک آن می توان ذرات آلومینیوم آب‌گریز را در مقادیر جرمی بالا تولید کرد. این روش در قیاس با روش غوطه وری آسان‌تر و مقرون به صرفه‌تر بوده و به کمک آن می توان پودرهای آب‌گریز 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 ویژه‌ای 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 (99.5درصد) 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 می‌شود و متوسط ذرات آن 60 میکرومتر و به‌صورت آلومینیوم پولکی می باشد. پودر نوع 2 هم به‌صورت پولکی بوده و با نام 8980 شناخته می‌شود، 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 طورکلی طرح آزمایش شامل پارامترهای کنترلی و مؤثر در هر آزمایش و مقادیر انتخابی برای هر یک از آن‌ها است. انتخاب مقادیر بر اساس کارهای علمی است که در زمینه‌ی فاز بخار و بر روی نمونه غیر پودری انجام‌شده است. پارامترهای انتخابی، شامل نوع پودر، زمان واکنش، مقدار ماده سیلان، زمان مقاوم‌سازی و دمای مقاوم‌سازی است.

2-1- آماده‌سازی پوشش فوق آب‌گریز

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 به‌صورت رابطه 1 رخ می‌دهد [11]:

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

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

معیارهای بازرسی	واحد	مقدار حد پائین	مقدار حد بالا
خلوص فلز	%	99.7	-
توزیع اندازه ذرات			
D10	µm	3	5
D50	µm	12	16
D90	µm	35	51
چگالی ظاهری	g/cm³	0.80	1.20
ظرفیت پوشش	cm²/g	19000	26000
درصد رنگ‌دانه	%	77	82
درصد حلال	%	18	23

جدول 2 طرح آزمایش‌ها 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)
غوطه‌وری	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

$$Al + H_2O \rightarrow Al_2O_3.xH_2O + H_2 \uparrow \quad (1)$$

به‌عنوان یک نتیجه Al به $Al_2O_3.xH_2O$ ، تبدیل می‌شود ضمن آنکه $Al_2O_3.xH_2O$ می‌تواند با H_2O واکنش داده و کریستال های $AlO(OH)$ را شکل دهد که به نام بوهمیت[1] شناخته می‌شود. واکنش های فوق باعث می‌شود سطح آلومینیوم به‌صورت زبر و متخلخل درآید. شکل 3 و شکل 4 به ترتیب تصویر میکروسکوپ الکترونی[2] سطح آلومینیوم را قبل و بعد از فرآیند جوشش نشان می‌دهد، همان‌طور که در شکل 4 مشخص است سطح آلومینیوم متخلخل و دارای زبری‌هایی در مقیاس میکرومتری می باشد.

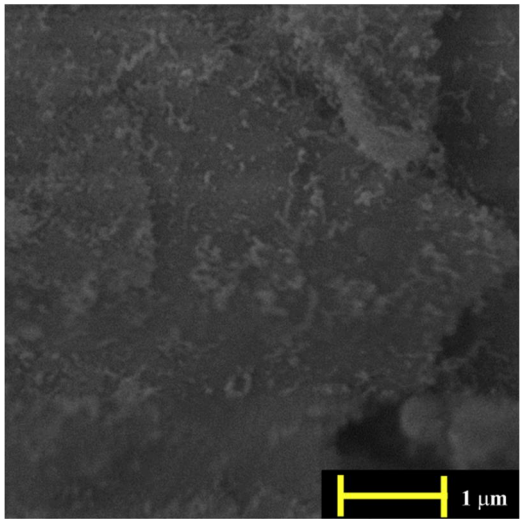

Fig. 3 Scanning electron microscopy (SEM) image of aluminum particle surface before boiling process.

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

[1] Boehmite
[2] Scanning electron microscope

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

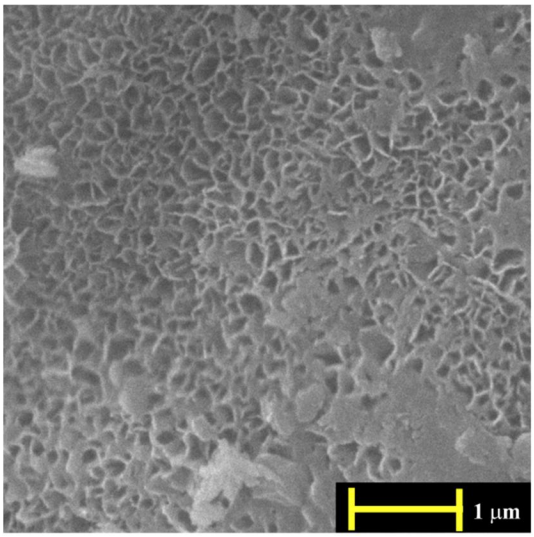

Fig. 4 Scanning electron microscopy (SEM) image of aluminum particle surface after boiling process.

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 گلس[1] 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 2±43 درصد رطوبت زنی شده و دما نیز بر روی 0.5±30 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 کاملا آب‌بند شده و واکنش پوشش‌دهی با تزریق 1.5±200 میکرولیتر متیل تری کلرو سیلان به وسیله میکروپیپت 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 تشعشعی با دمای 5±200 درجه سانتی گراد به مدت 12 ساعت قرار می‌گیرند.

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

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

این مرحله شامل مراحل زیر است:

1- محلول سازی:

حجم محلول 33 سی‌سی در نظر گرفته‌شده است. با توجه به انتخاب غلظت 0.05 مولار برای محلول، مقدار ماده آب‌گریز لازم به‌صورت زیر محاسبه می‌شود:

مولاریته یک محلول به‌صورت رابطه 2 تعریف می‌شود:

$$C = \frac{n}{V} \tag{2}$$

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

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

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

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

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

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

2- افزودن 5 گرم پودر درون 33 سی‌سی تولوئن 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 تشعشعی در دمای 200 درجه قرارگرفته‌اند.

2-2- آماده‌سازی نمونه

جهت ارزیابی رفتار ذرات آب گریز تولید شده ابتدا یک لایه نازک از پلیمر پلی دیمتیل سیلوکسان [2] (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 2×2 سانتی‌متر

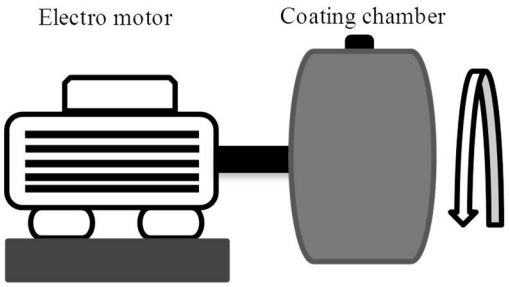

Fig. 5 Schematic of the coating chamber.

شکل 5 شماتیک محفظه پوشش دهی.

[2] Polydimethylsiloxane

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

و با ضخامت 2.5 میلی‌متر انتخاب‌شده‌اند. جهت لایه نشانی پلیمر، محلول 10 درصد وزنی پلی دیمتیل سیلوکسان/تولوئن، با فشار 2 بار بر روی قطعات شیشه اسپری شده است. پس از لایه نشانی ذرات بر روی سطح، جهت خشک شدن لایه پلیمر، نمونه‌ها به مدت 30 دقیقه در دمای 100 درجه سلسیوس قرار داده شده‌اند. یادآور می‌شود که روش‌های 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 می‌باشد، بنابراین از این روش ساده به نحوی استفاده شده است که سایر عوامل موجود در سایر روش‌های لایه نشانی پودر، در کیفیت سطوح تولید شده اثر گذار نبوده و نتایج اندازه گیری شده دقیقا مربوط به پودر آب‌گریز 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، اندازه‌گیری شده است. روش اندازه‌گیری به این صورت می باشد که با استفاده از دوربین عکس‌برداری نیکون دی 300 از قطره قرار داده شده روی سطح عکس برداری شده و پس از تحلیل در نرم‌افزار سالید ورک[1] زاویه تماسی گزارش شده است. برای محاسبه زاویه تماسی استاتیکی هر نمونه، 25 بار اندازه‌گیری انجام شده و عدد گزارش شده به صورت متوسط اندازه‌گیری‌ها می باشد. شکل 6 نشان‌دهنده نحوه اندازه‌گیری زاویه تماسی است. خطا و عدم قطعیت نمایش داده‌شده در نمودارها ناشی از خطای انسانی در آزمایش‌های انجام‌شده و خطای سیستماتیک ابزارهای اندازه‌گیری است. خطای انسانی می‌تواند ناشی از عدم یکنواخت و یکدست بودن فیلم چسب ایجادشده به وسیله لرزش دست به هنگام اسپری بر روی سطح نمونه‌های یک آزمایش و عدم پاشش یکنواخت پودر بر روی سطح لام باشد.

3-2- الگوریتم ارزیابی سطوح

برای ارزیابی فوق آب‌گریزی پودر ساخته‌شده مراحل ارزیابی و ساخت سطح به شرح زیر است:

1- الک کردن پودرها

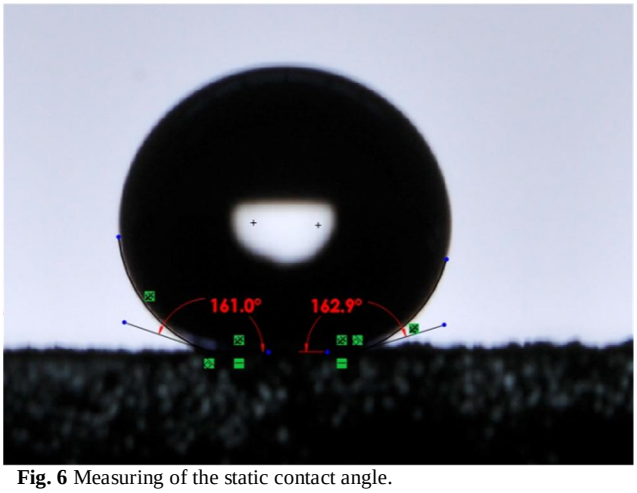

Fig. 6 Measuring of the static contact angle.

شکل 6 نحوه اندازه‌گیری زاویه تماس استاتیکی.

[1] Solidworks

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 (حل‌شده در تولوئن) - با فشار 2 بار)

3- گذشتن 10 دقیقه زمان پس از لایه نشانی پلی دیمتیل سیلوکسان جهت تبخیر تولوئن

4- پاشش پودر آب‌گریز 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 نچسبیده اند.

7- استفاده از تصاویر میکروسکوپ جهت اطمینان از یکنواختی پوشش سطح توسط ذرات آب‌گریز

8- اندازه‌گیری زاویه استاتیکی

9- قرار دادن سطوح در آب به ارتفاع 2 سانتی‌متر 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- اندازه‌گیری زاویه تماسی

12- مقایسه زاویه‌های تماسی گرفته‌شده قبل و بعد از آزمایش پایداری در آب

13- قرار دادن دوباره نمونه‌ها 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 آب‌گریز بر روی زاویه تماسی اندازه‌گیری شده تاثیر گذار می‌باشد. بنابراین جهت اطمینان از پوشش یکنواخت سطح ها توسط پودر آب‌گریز از تصاویر میکروسکوپ الکترونی استفاده شده است. شکل 7 نشان‌دهنده سطحی است که به طور کامل توسط پودر پوشیده نشده و شکل 8 نشان‌دهنده سطحی است که پودر کاملا روی سطح را پوشانده است. مقایسه شکل های 7 و 8 نشان می‌دهد 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 آب‌گریز پوشیده شده است. بنابراین قبل از ارزیابی زاویه تماسی از پوشیده بودن کل سطح اطمینان حاصل شده است.

نمونه‌ها 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 آن‌ها اندازه‌گیری شده است. نتایج ارزیابی در شکل 9 آمده است.

همان‌طور که در شکل 9 مشاهده می‌شود، ابتدا تمام نمونه‌ها خاصیت فوق آب‌گریزی داشته و با گذشت زمان این خاصیت کاهش یافته است. به طوری‌که پودر نوع 2 که با استفاده از روش فاز بخار پوشش دهی شده است، بیشترین کاهش خاصیت آب‌گریزی را داشته است. این در حالی است که پودر شماره 1 که با دو روش فاز بخار و غوطه‌وری پوشش دهی شده است، تقریبا خاصیت خود را حفظ کرده است. نکته قابل‌توجه این است که کیفیت آب‌گریزی روش فاز بخار برای پودر نوع 1 در حد کیفیت روش غوطه‌وری

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

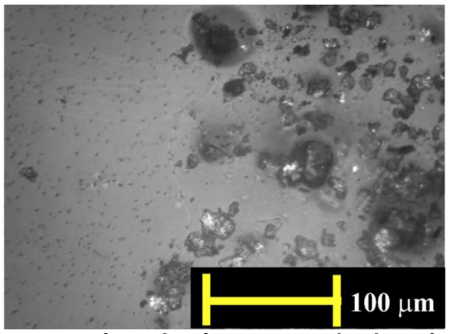

Fig. 7 Investigation of coated surfaces to ensure that the surface is totally covered by the aluminum particles, a surface which is not totally covered with aluminum particles.

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

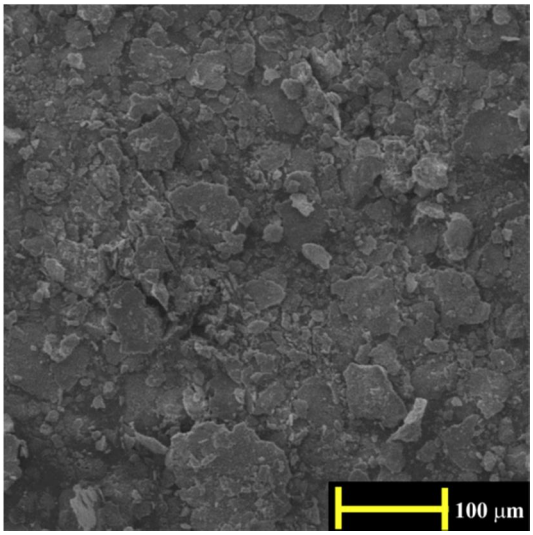

Fig. 8 Investigation of coated surfaces to ensure that the surface is totally covered by the aluminum particles, a surface which is totally covered with aluminum particles.

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

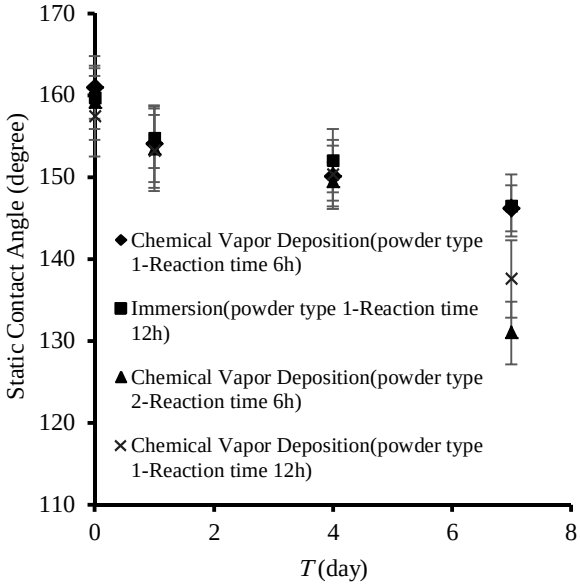

Fig. 9 Water contact angle based on the stability in water.

شکل 9 زاویه تماسی بر اساس میزان پایداری در آب.

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 می باشد. ولی در مجموع می‌توان گفت که کیفیت پوشش ایجاد شده با روش فاز بخار به خوبی روش غوطه وری می باشد.

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 داده‌شده است. نتایج حاصل از 25 اندازه‌گیری مختلف نشان دهنده تکرار پذیر بودن اندازه‌گیری‌ها می باشد.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته‌شده از سطوح در شکل 11، شکل 12 و شکل 13 نشان داده‌شده 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

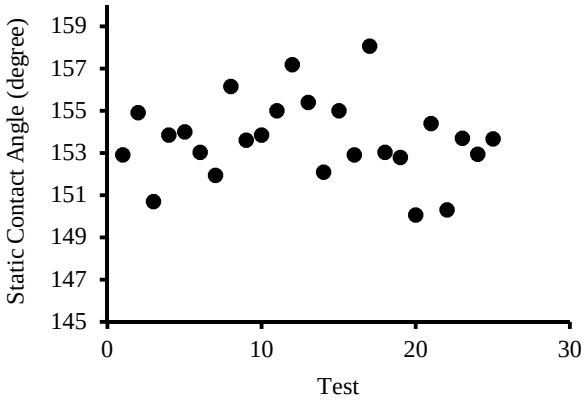

Fig. 10 Repeatability study of vapor phase powder type 1, 12 hours reaction.

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

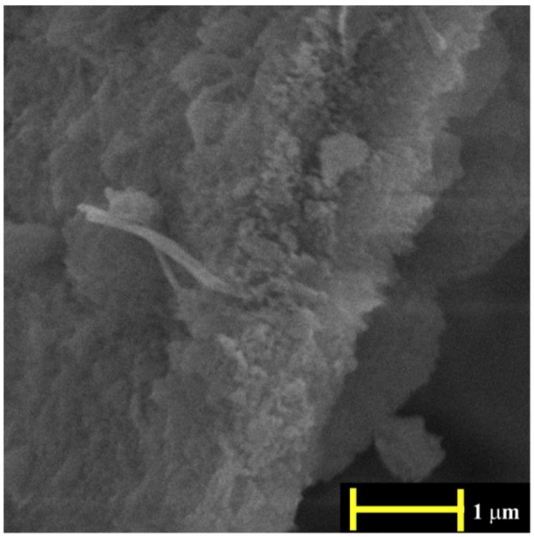

Fig. 11 Scanning electron microscopy (SEM) image of the superhydrophobic surfaces produced by immersion method (powder type 1).

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

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

بخار پوشش‌های درشت‌تری نسبت به روش غوطه‌وری ایجاد شده است. شکل 14 نحوه قرارگیری قطره آب روی سطح فوق آب‌گریز تولید شده به روش غوطه‌وری و شکل 15 نیز چگونگی قرارگیری قطره آب روی سطح فوق آب‌گریز ساخته‌شده 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 غوطه وری وجود ندارد. بنابراین کیفیت پوشش ایجاد شده توسط دو روش پوشش دهی مورد بررسی در این تحقیق تقریبا یکسان می‌باشد.

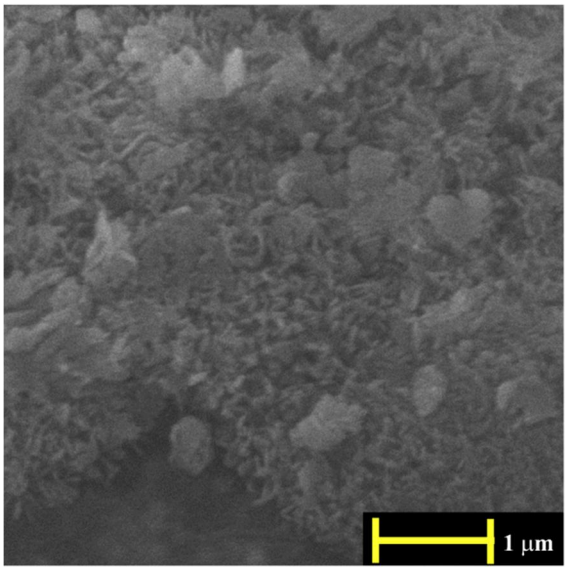

Fig. 12 Scanning electron microscopy (SEM) image of the superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition (powder type 1).

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

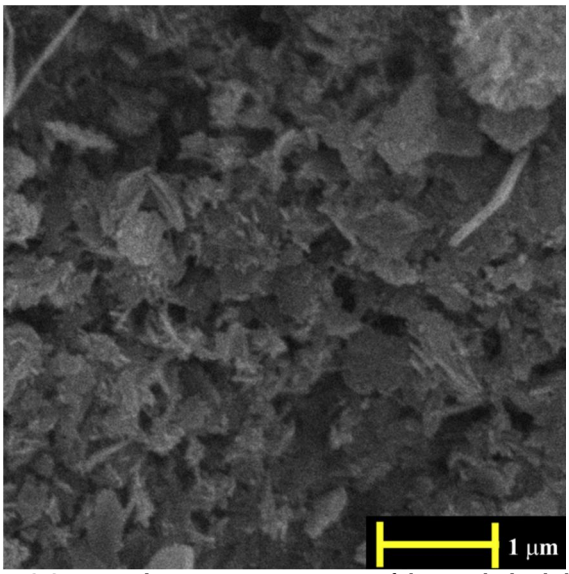

Fig. 13 Scanning electron microscopy image of the superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition method (powder type 2).

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

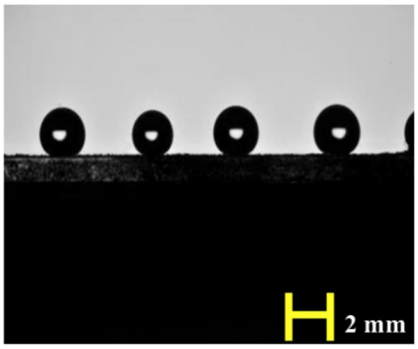

Fig. 14 The superhydrophobic surfaces produced by immersion method.

شکل 14 سطح فوق آب‌گریز تولیدشده به روش غوطه‌وری

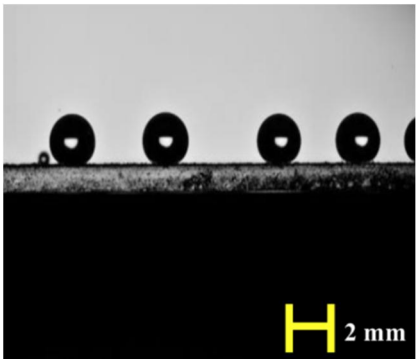

Fig. 15 The superhydrophobic surfaces produced by Chemical Vapor Deposition method.

شکل 15 سطح فوق آب‌گریز تولیدشده به روش فاز بخار

4- نتیجه‌گیری

یکی از روش‌های مرسوم پوشش دهی پودر و تبدیل آن به پودر فوق آب‌گریز، 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 آب‌گریز ذرات آلومینیوم پولکی به‌کار 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 به‌صورت زیر ارائه کرد:

- روش رسوب‌دهی شیمیایی بخار می‌تواند جایگزین روش مرسوم غوطه وری 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 بیش تری نسبت به روش غوطه وری داشته و زمان مناسب 6 ساعت برای این روش پیشنهاد می گردد.

5- فهرست علائم

C	مولاریته
℃	واحد دما(درجه سلسیوس)

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]

day	روز
gr	گرم
h	ساعت
L	لیتر
M	جرم مولی
Psi	پوند بر اینچ مربع ، واحد فشار
T	زمان‌بر حسب روز

علائم یونانی

μ	میکرو
ρ	چگالی
θ	زاویه تماس استاتیکی

زیرنویس‌ها

MTCS	متیل تری کلرو سیلان

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-architectured 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 Edittion, 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 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. Menceloglu, 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 luoroethylene (ptfe), micro sized aluminum particles and sio2 nano-particles,*Modares Mechanical Engineering*, Vol. 15, No. 11, pp. 26-32, 2015. (in Persian فارسی)

[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.

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-04-20]

[DOR: 20.1001.1.10275940.1395.16.4.18.7]