

## تهیه لایه‌های نازک سرامیکی به روش Sol-Gel

رضا مظفری‌نیا<sup>\*</sup>، فخرالدین اشرفی‌زاده<sup>\*\*</sup> و محمد علی گل‌عذار<sup>\*\*\*</sup>

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۸۰/۱۱/۲۹ - دریافت نسخه نهایی: ۸۲/۶/۱۸)

چکیده - در این پژوهش دستیابی به تولید لایه‌های نازک سرامیکی با تکیه بر یک فناوری ساده مورد نظر قرار گرفته و لایه‌نشانی  $\text{SiO}_2$  به کمک فرایند نوین Sol-Gel بر روی زیرلایه‌هایی از جنس شیشه سودا - لایم انجام شده است. برای این منظور پس از آماده‌سازی نمونه‌ها و تهیه محلول Sol، عملیات لایه‌نشانی به روش غوطه‌وری در فواصل زمانی مختلف پس از ساخت محلول بر روی نمونه‌ها انجام شده و پس از خشک کردن، تحت عملیات پخت قرار گرفته‌اند. سپس اندازه‌گیری ضخامت پوشش بر روی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه زبری‌سنج انجام شده است. همچنین به منظور تعیین مقاومت لایه‌های پوشش داده شده، تعدادی از نمونه‌ها در محیط‌های شیمیایی و گرمایی قرار گرفته و دوام پوشش مورد ارزیابی واقع شده است. تصاویر SEM آنالیز EDAX و XRD نیز برای بررسی‌های میکروسکوپی از روی بعضی از پوششها تهیه شده است. نتایج حاصله نشان می‌دهد دستیابی به لایه‌های نازک در مقیاس صدم میکرومتر به خوبی توسط فرایند مذکور امکانپذیر بوده و تغییرات ضخامت در سطح پوشش ناچیز و از کیفیت مطلوبی برخوردار است. همچنین آزمایشهای انجام شده برای تعیین میزان مقاومت پوشش نشان می‌دهد لایه‌های پوششی به روش Sol-Gel در برابر محیط‌های مختلف پایدار و از دوام کافی برخوردار است.

واژگان کلیدی: فرایند Sol-Gel؛ الکوکسید، پلیمریزاسیون، هیدرولیز

## The production of Ceramic Thin Films by Sol-Gel Method

R. Mozaffarinia, F. Ashrafizadeh, M. Golozar

Department of Materials Engineering, Malek-ashtar University of Technology

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology

**Abstract:** The purpose of this work was to production of ceramic thin films by using of Sol-Gel process. For this purpose deposition of  $\text{SiO}_2$  on substrates of soda-lime glasses has been carried out. Coating treatments on prepared specimen were conducted in a Sol solution by means of dipping at various times. After drying and performing appropriate heat treatment on each sample, the thickness of coated layer was measured by means of roughness method. Some of the specimens were also exposed to heat and chemical environment to evaluate the coating resistance in such media. SEM examination and EDAX and XRD analysis of coating layers was also conducted on some samples.

The results indicated that by Sol-Gel method, it is easily possible to achieve thin layers in the scale of one hundredth micron meter. Any change of the thickness layer on the surface is negligible and the quality of the coating is excellent. Also, experiments indicated that deposited coatings by Sol-Gel process, are stable and give enough durability in various environments.

**Keywords:** Sol-Gel process, alkoxied polymerization, hydrolysis.

\*\*\* - استاد

\*\* - دانشیار

\* - دانشجوی دکتری

EDAX آنالیز عنصری به روش روبشی	$\eta$ ویسکوزیته
Gel حالت ژلاتینی	$\gamma_{LV}$ کشش سطحی
G نیروی جاذبه	$v$ سرعت بالا کشیدن
H ضخامت لایه	$\rho$ دانسیته سیال
M نوع فلز	$\lambda$ طول موج
R رادیکالهای الکلی	SEM میکروسکپ الکترونی روبشی
Sol محلول مواد خام	XRD آنالیز فازی به روش اشعه x

## ۱- مقدمه

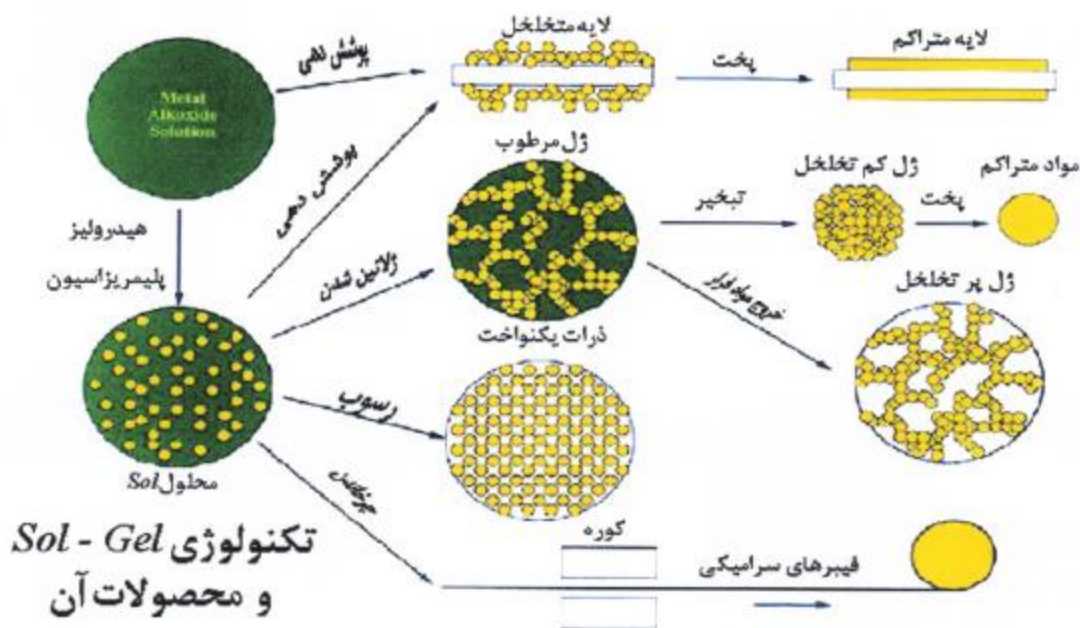
می‌شود. مرحله بعد پختن Gel خشک شده در دمای تفجوشی است. در عملیات پختن چسبندگی اجزای پوشش به یکدیگر و به زیرلایه صورت می‌گیرد. چنانچه مراحل مذکور به صورت کنترل شده انجام شود می‌توان اکسید موردنظر را فراهم کرد. در شکل (۱) مراحل این فرایند و شکل‌های تولید آن به نمایش گذاشته شده است. برای ایجاد لایه‌های پوششی با استفاده از این روش باید نمونه‌های موردنظر را در موقعیت خاص قبل از ژلاتین شدن محلول با سرعت مناسب به درون آن وارد و سپس با ملایمت خارج کرد [۴]. تهیه لایه‌های نازک سرامیکی به روش Sol-Gel نیاز به مراقبت‌های ویژه در حین لایه‌نشانی دارد. در این پژوهش تولید لایه‌های نازک به کمک فرایند مذکور تحت بررسی قرار گرفته و امکان ایجاد لایه‌هایی از جنس  $SiO_2$  در مقیاس صدم میکرون مورد ارزیابی قرار گرفته است.

## ۲- روش تحقیق

### ۱-۲ مواد

در این تحقیق نمونه‌های آزمایشگاهی با کیفیت سطحی استاندارد ساخت شرکت کرینگ<sup>۵</sup> آمریکا از جنس شیشه سودا- لایم به طول ۷۵، عرض ۲۵ و ضخامت ۱ میلی‌متر مورد استفاده قرار گرفته‌اند. ترکیب شیمیایی نمونه‌ها در جدول (۱) توسط آنالیز XRF تعیین شده است. الکوکسید سیلسیم با فرمول شیمیایی  $Si(OC_2H_5)_4$  به عنوان ماده خام اصلی و

در سال‌های اخیر فرایند Sol-Gel در تولید پوشش با خواص الکترونیکی، مغناطیسی، نوری و ... مورد استفاده قرار گرفته است [۱ و ۲]. Sol و Gel به دو حالت شیمیایی و فیزیکی اطلاق می‌شود که در طول این فرایند رخ می‌دهد. Sol محلولی شامل اجزای مختلف از جمله ترکیب موردنظر است که به صورت ذرات معلق در محلول بوده و از نظر ابعادی در وضعیتی هستند که نه در محلول حل می‌شوند و نه رسوب می‌کنند. هنگامی که ذرات وزن بحرانی پیدا می‌کنند ناپایدار می‌شوند، در این حالت کنترل محلول بسیار اهمیت دارد، زیرا ممکن است به جای پیوستن زنجیره‌ای ذرات به یکدیگر و تشکیل Gel از حالت تعلیق خارج شده و رسوب کنند. مواد خام اولیه برای تشکیل Sol از نوع ترکیبات آلی - فلزی است که الکوکسید<sup>۱</sup> نام دارد و با فرمول اختصاری  $M(OR)_n$  شناخته می‌شود که در آن M یک یون فلزی مثل AL و یا Si، R یک رادیکال الکلی مثل  $C_2H_5$  و n بیانگر ظرفیت و یا حالت اکسیداسیون فلز است [۳]. برای ایجاد ترکیب شیمیایی مناسب برای پوشش دهی باید افزودنی‌های دیگری به مواد خام اضافه کرد، سپس طی عملیات هیدرولیز<sup>۲</sup> و پلیمریزاسیون<sup>۳</sup> محلول Sol را به تدریج به حالت ویسکوالاستیک<sup>۴</sup> و سپس به حالت Gel تبدیل کرد. ماده مذکور شامل مواد و رادیکالهای الکلی است که طی مرحله خشک کردن به تدریج از Gel خارج



شکل ۱- مراحل فرایند Sol-Gel و اشکال مختلف تولید آن

نمونه‌ها با محلولهای تمیزکننده و با به‌کارگیری روش اولتراسونیک<sup>۱</sup> کاملاً مورد شستشو قرار گرفته، سپس در اتوکلاو خشک شدند. برای تهیه محلول Sol از  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ، مقادیر مناسبی از اتانول، اسیدکلریدریک، اسید نیتریک و آب مقطر به آن اضافه شد و سپس مواد حاصله به مدت نیم ساعت در دمای اتاق با همزن مغناطیسی یکنواخت شد [۵]. در مرحله بعد، عملیات لایه‌نشانی بر روی نمونه‌های زیرلایه به روش غوطه‌وری در محلول Sol انجام شد. برای این منظور تجهیزاتی مطابق شکل (۳) آماده و فراهم شد و نمونه‌های زیرلایه از طریق سیمهای نگهدارنده به یک بالابر الکتریکی متصل و پس از غوطه‌ور شدن در زمان مناسب به ملایمت و با سرعت آرام از درون محلول بیرون کشیده شدند. برای جلوگیری از رسوب گرد و غبار هوای محیط بر روی نمونه‌ها و مراقبتهای لازم در حین کار، عملیات پوشش‌دهی در درون یک اتوکلاو که در سقف آن روزنه‌هایی به قطر ۲ سانتی‌متر پیش‌بینی شده بود انجام شد. نمونه‌ها به یک صفحه نگهدارنده نمونه آویزان و از طریق سیم رابط به یک موتور دور متغیر برای تنظیم سرعت بالا و پایین بردن نمونه‌ها متصل شدند. ظرف محلول Sol بر روی

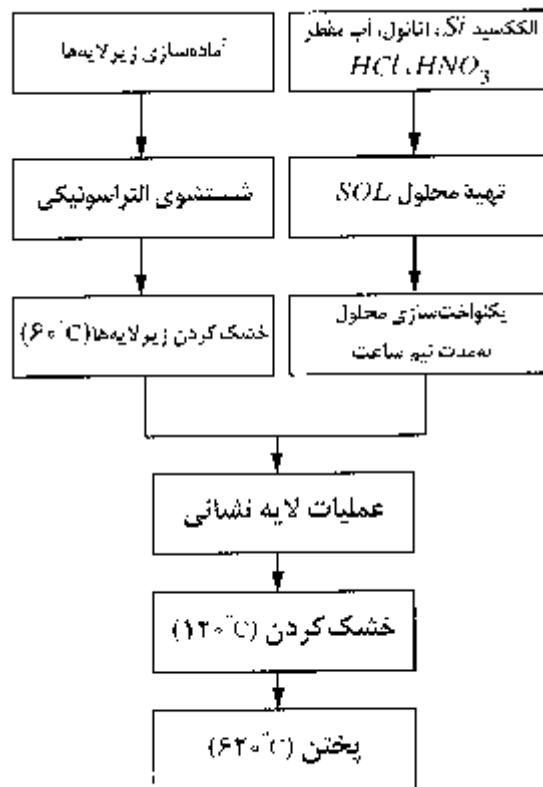
جدول ۱- ترکیب شیمیایی زیر لایه شیشه‌ای توسط روش XRF

ردیف	نوع اکسید	ترکیب شیمیایی
۱	$\text{Al}_2\text{O}_3$	۱/۱۱
۲	$\text{MgO}$	۴/۱۰
۳	$\text{CaO}$	۶/۸۷
۴	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	< ۰/۰۸
۵	$\text{TiO}_2$	< ۰/۰۴
۶	$\text{SiO}_2$	۷۳/۱۰
۷	$\text{Na}_2\text{O}$	۱۴/۰۵
۸	$\text{K}_2\text{O}$	۰/۴۴
۹	$\text{MnO}$	—
۱۰	$\text{SO}_3$	۰/۱۱

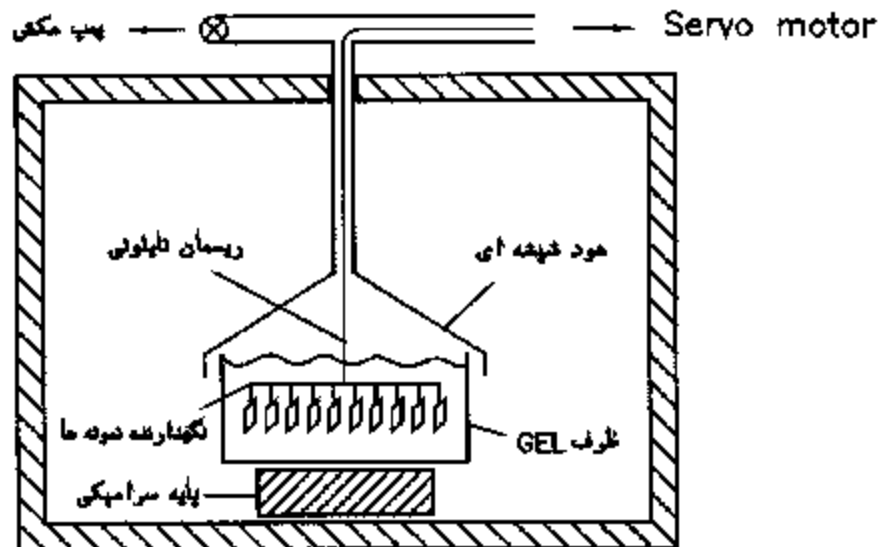
ترکیبات اتانول، اسیدکلریدریک، اسید نیتریک و آب مقطر به‌عنوان افزودنی برای ساخت محلول Sol مورد استفاده واقع شده است.

## ۲-۲ روش لایه‌نشانی

در شکل (۲) مراحل مختلف تهیه لایه‌های نازک سرامیکی سیلیسی به کمک فرایند Sol-Gel به نمایش گذاشته شده است.



شکل ۲- مراحل مختلف تولید لایه های نازک  $SiO_2$  به روش Sol-Gel



شکل ۳- تجهیزات مورد استفاده برای عملیات لایه نشانی به روش Sol-Gel

یک پایه سرامیکی مستقر و بر روی آن یک هود که با لوله رابط به یک پمپ مکش منتهی می‌شد نصب شد. سرعت فروری و بالا کشیدن زیرلایه‌ها بر روی موتور تنظیم و صفحه نگهدارنده به آرامی و با سرعت تنظیم شده پایین برده شد و هر دسته از نمونه‌ها در زمانهای ۱، ۲، ۵، ۷، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت پس از ساخت محلول Sol با ملایمت وارد محلول شدند. پس از غوطه‌وری با همان سرعت و با کنترل صفحه نگهدارنده به‌طوری‌که هیچ‌گونه لرزش و تکانی به نمونه‌ها وارد نشود، از محلول بیرون کشیده شدند و ضمن حفظ سیستم مکش، زیرلایه‌های پوشش داده شده در همان حالت نصب شده بر روی صفحه نگهدارنده تحت عملیات خشک کردن قرار گرفتند. عملیات خشک کردن نمونه‌ها در دمای  $120^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۰ دقیقه و سپس به منظور افزایش استحکام و تفجوشی، عملیات پخت در یک کوره الکتریکی تحت اتمسفر محیط در دمای  $620^{\circ}\text{C}$  به مدت ۴ ساعت انجام شد. تعدادی از نمونه‌های آماده شده نیز به منظور مقایسه ضخامت، در مراحل انتهایی تبدیل محلول به Sol به Gel در محلول غوطه‌ور و عملیات خشک کردن و پخت به صورت مشابه بر روی آنها انجام شد.

### ۳-۲ نحوه ارزیابی

تعیین ضخامت لایه‌های اعمال شده به کمک دستگاه زبری‌سنج انجام شد و به منظور بررسی‌های ساختاری، تصاویر میکروسکوپی SEM و آنالیز عنصری EDAX و آنالیز فازی XRD از روی نمونه‌ها تهیه شد. همچنین برای بررسی میزان مقاومت پوشش در برابر محیط‌های مختلف، مطابق با استاندارد ملی آمریکا Z26.1 تعداد دیگری از نمونه‌ها به ترتیب در محیط‌های آب جوش به مدت ۲ ساعت، رطوبت ۹۵ درصد و دمای  $50^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ هفته، اسیدسولفوریک یک درصد به مدت نیم ساعت، سود سوزآور یک درصد به مدت نیم ساعت، نور لامپ ۷۵۰ وات به مدت ۲ هفته و محیط متناوب  $90^{\circ}\text{C}$  -  $4^{\circ}\text{C}$  ساعت و  $40^{\circ}\text{C}$  -  $1/5$  ساعت به تعداد ۱۰ سیکل قرار گرفتند و

تغییر کیفیت پوشش اعمال شده نسبت به قبل از انجام آزمایشهای مذکور مورد بررسی قرار گرفت [۶].

### ۳ - یافته‌ها و بحث

نتایج مربوط به ارزیابی مقاومت پوششها به حرارت، رطوبت، محیط‌های اسیدی و قلیائی، نور شدید و تناوب حرارتی در جدول (۲) تنظیم شده است. همان‌طورکه مشاهده می‌شود هیچ‌گونه تغییر قابل ملاحظه‌ای در وضعیت پوشش در برابر حملات محیط‌های مختلف مشاهده نشد. این موضوع حاکی است لایه‌های پوشش داده شده پایدار و از استحکام کافی برای استفاده در شرایط مختلف برخوردار است.

نتایج ضخامت‌سنجی لایه‌های سرامیکی اعمالی در شکل (۴) به نمایش گذاشته شده است. از بین پارامترهای مؤثر در تعیین ضخامت پوشش در فرایند Sol-Gel همچون ویسکوزیته، سرعت بالا کشیدن زیرلایه از محلول، غلظت و دما، ویسکوزیته، سرعت بالا کشیدن زیرلایه از محلول، غلظت و دما، ویسکوزیته محلول از این جهت که بدون انجام عملیات خاصی بر روی محلول و تنها طی فرایند هیدرولیز و پلیمریزاسیون و با تبخیر تدریجی محلول در دمای موردنظر تغییر می‌یابد، بهترین متغیر است. به همین دلیل با علم به اینکه با گذشت زمان در ساعات اولیه ویسکوزیته محلول به آرامی افزایش می‌یابد و در ساعات انتهایی افزایش ویسکوزیته رشد فزاینده‌ای خواهد داشت، عملیات پوشش‌دهی برای دستیابی به ضخامت‌های نازک در حداکثر ۲۰ ساعت اولیه پس از ساخت محلول Sol صورت گرفت [۷]. نتایج به‌دست آمده از ضخامت‌سنجی به‌خوبی با تجزیه و تحلیل مذکور منطبق است. همان‌طورکه ملاحظه می‌شود ضخامت لایه‌های پوشش در چند ساعت اول پس از ساخت محلول Sol حدود  $0.03$  میکرومتر و با گذشت زمان در ۲۰ ساعت اولیه حداکثر تا  $0.06$  میکرومتر در ناحیه اصلی نمونه (ناحیه B) افزایش یافته است. بنابراین نتایج حاصل از اندازه‌گیری ضخامت نشان می‌دهد تغییرات ضخامت در ساعات ابتدایی پس از تهیه محلول Sol چندان

جدول ۲- نتایج آزمایشات مربوط به پوششها

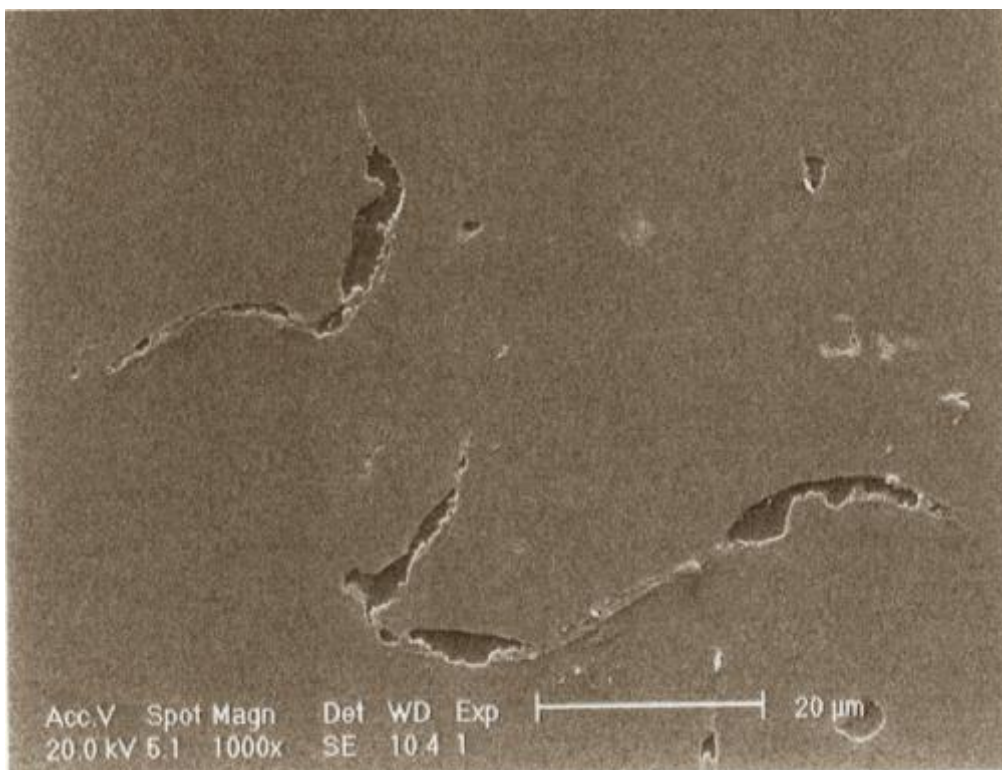
نوع آزمایش	شرایط	نتیجه
مقاومت گرمایی	نگهداری بمدت ۲ ساعت در آب جوش	تغییری مشاهده نشد
پایداری در مقابل رطوبت	نگهداری بمدت ۲ هفته در رطوبت ۹۵ درصد و دمای ۵۰°C	“.....“
مقاومت به اسید	غوطه‌وری در اسید سولفوریک یک درصد به مدت نیم ساعت	“.....“
مقاومت به قلیایی	غوطه‌وری در سود یک درصد به مدت ۲۴ ساعت	“.....“
مقاومت در برابر نور	قرار دادن در نور شدید لامپ ۷۵۰ بمدت ۲ هفته	“.....“
تناوب گرمایی	۴/۹۰°C و ۱/۵/۴۰°C ساعت به تعداد ۱۰ سیکل	“.....“

ROUGHNESS TEST TECHNICAL DATA					
EQUIPMENT MODEL	MEASURING RANGES (cm)	DISTANCE PROBE TRAVELED (mm)	ACCURACY OF MEASUREMENT		
SURTRONIC 3	<input type="checkbox"/> 0-9.99 <input checked="" type="checkbox"/> 0-25	<input type="checkbox"/> 1.75 <input type="checkbox"/> 4.5 <input checked="" type="checkbox"/> 13	2% OF READING VALUE		
Result					
SR. NO.	PART CODE	C.Th(µm) MAX	C.Th(µm) MIN	AVERAGE	SKETCH
1	T.1	0.09	0.03		
2	T.2	0.16	0.03		
3	T.3	0.12	0.03		
4	T.4	0.13	0.04		
5	T.5	0.17	0.05		
6	T.6	0.16	0.06		
7	T.7	0.28	0.05		
REMARK :					(A) ناحیه با پوشش ضخیم (B) ناحیه با پوشش نازک

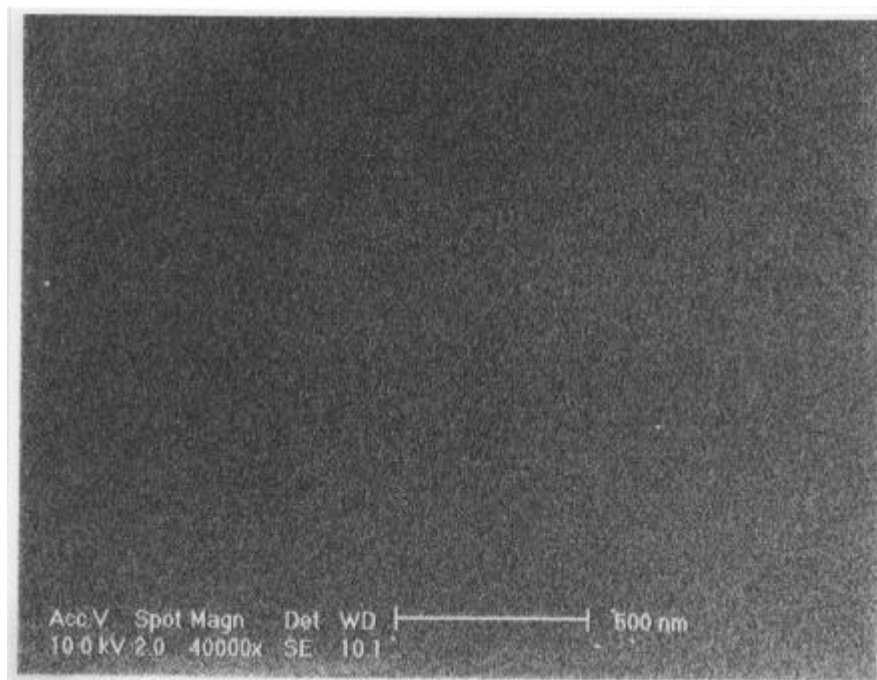
شکل ۴- نتایج اندازه‌گیری ضخامت لایه‌های پوششی به روش Sol-Gel

لایه به زیرلایه در نقاطی که زیرلایه به خوبی از آلودگیها زدوده نشده است صورت نخواهد گرفت. در شکل (۵) تصویر میکروسکوپی SEM از سطح لایه پوششی که در قسمتهایی از آن به دلیل مذکور پوشش شکل نگرفته، نشان داده شده است. در شکل (۶) تصویر SEM از سطح پوشش بدون عیب به

محسوس نیست، این بدان معنی است که برای دستیابی به لایه‌های نازک با استفاده از این روش نیاز به سطوحی بسیار صیقلی و عاری از هرگونه گرد و غبار و ذرات چسبنده به سطح زیرلایه است و هرگونه چربی و اثر انگشتان دست و غیره عملیات پوشش‌دهی را با مشکل روبرو می‌سازد و چسبندگی



شکل ۵ - تصویر میکروسکوپی SEM از لایه پوششی  $\text{SiO}_2$  بر روی زیرلایه شیشه‌ای، آلودگیهای سطحی بر روی زیرلایه باعث عدم تشکیل پوشش در بعضی از قسمتهای آن شده است.



شکل ۶ - تصویر میکروسکوپی SEM از سطح پوشش بدون عیب در بزرگنمایی  $\times 40000$

نمایش گذاشته شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود حتی تا بزرگنمایی  $\times 40000$  هیچ‌گونه اثری از عدم تشکیل پوشش در سطح لایه مشاهده نمی‌شود. آنالیز عنصری EDAX از سطح پوشش در شکل (۷) حاکی از وجود درصد بالای Si و مقادیر جزئی دیگر از عناصر Na و Mg و Ca و C در لایه است. مقدار ناچیز کربن احتمالاً مربوط به حضور باقیمانده رادیکالهای الکلی است که در مرحله پخت از لایه پوششی خارج نشده است و بقیه عناصر نیز مربوط به اجزای زیرلایه است که به دلیل ضخامت بسیار کم لایه توسط روش مذکور آنالیز شده است. شکل (۸) آنالیز فازی XRD از سطح پوشش را نشان می‌دهد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود هیچ‌گونه آثاری از حضور اجزای کریستالی در لایه وجود ندارد و پیکهای آشفته فاز آمورف  $\text{SiO}_2$  تمام سطح لایه را به خود اختصاص داده است. اساساً لایه‌نشانی به روش Sol-Gel به شکل آمورف بوده و چنانچه رسوب پوشش به صورت کریستالی مورد نظر باشد، باید طی مراحل دیگری در عملیات پخت و تحت شرایط خاص تبدیل فاز آمورف به کریستالی انجام شود. نکته دیگر تغییر ضخامت پوشش در دو ناحیه A و B است. در پوشش‌دهی زیرلایه‌ها با استفاده از فرایند Sol-Gel نقاط و سطوحی از زیرلایه که در مرحله آخر از محلول بیرون کشیده می‌شوند دارای ضخامت بیشتری نسبت به سایر سطوح هستند، بدیهی است هرچه ویسکوزیته محلول بالا برود این عیب کمتر خود را نشان می‌دهد زیرا حالت ویسکوالاستیک<sup>۶</sup> اجازه نمی‌دهد نیروی جاذبه بر لایه پوششی در حین بالا کشیدن نمونه غلبه پیدا کند. این اتفاق تنها در ۳ الی ۵ میلیمتر از ۳۵ میلیمتر انتهایی عمق ناحیه غوطه‌ور شده بروز پیدا کرده است (ناحیه A). با دقت در تغییرات ضخامت در ناحیه B که در شکل (۹) رسم شده است، ملاحظه می‌شود که افت و خیز ضخامت نسبت به ناحیه A بسیار کمتر اتفاق افتاده و تقریباً با یک شیب آرامی نسبت به افزایش ویسکوزیته ضخامت بالا رفته است.

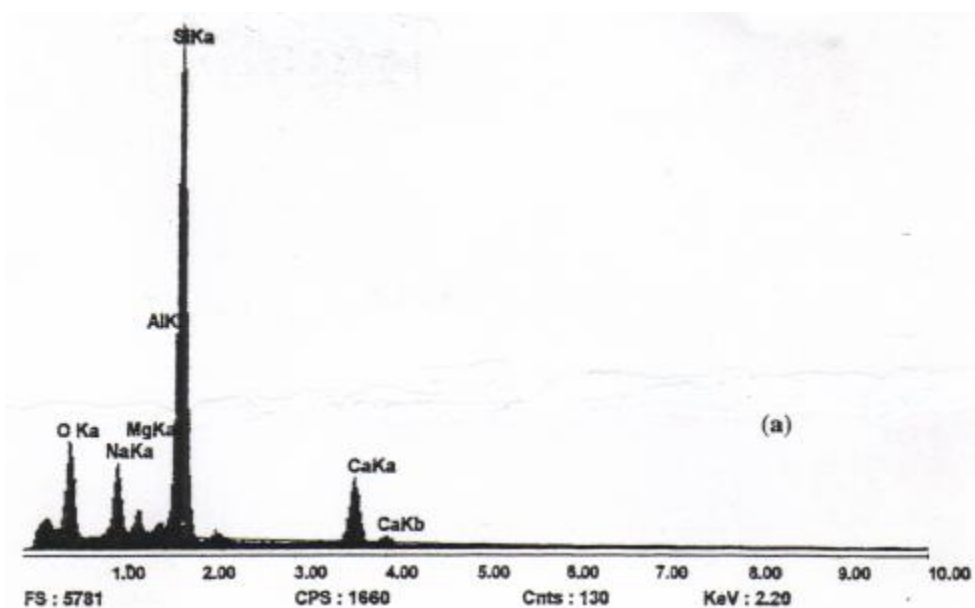
در شکل (۱۰) تصویر میکروسکوپی SEM از مقطع یکی از نمونه‌های مانع شده که لایه پوششی بر روی آن در فواصل

زمانی انتهایی تبدیل Sol به Gel (حدود ۶۰ ساعت پس از ساخت محلول Sol) اعمال شده، به نمایش گذاشته شده است. ضخامت لایه‌ها توسط SEM بین ۶ الی ۲۰ میکرومتر اندازه‌گیری گردیده است. بنابراین برای بدست آوردن لایه‌های نازک در حدود صدم میکرون باید عملیات پوشش‌دهی در ۱ تا ۲ ساعت اولیه بلافاصله پس از ساخت محلول Sol انجام شود. در غیراین صورت روند افزایش ویسکوزیته محلول منجر به تولید لایه‌هایی با ضخامتهای چند میکرونی می‌شود. در کاربردها معمولاً معادله تجربی (۱) برای محاسبه ضخامت لایه‌های پوشش داده شده به روشهای مرطوب به کار می‌رود [۴].

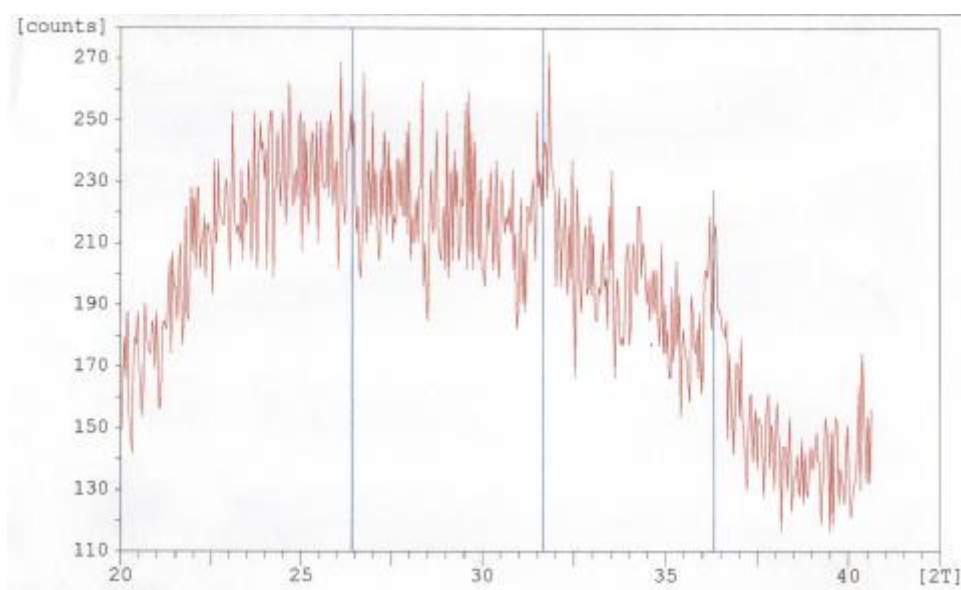
$$t = 0.94 \frac{(P.V)^2}{\gamma_{LV} \cdot \rho} \quad (1)$$

کشش سطحی، دانسیته و ویسکوزیته پارامترهای مربوط به محلول غوطه‌وری و سرعت بالابری نمونه از محلول از جمله پارامترهای تکنولوژیکی در حین لایه‌نشانی است. یک محلول پوشش‌دهی مطلوب، بهترین سازگاری را بین زمان نگاهداری، غلظت، کشش سطحی و پارامترهای دائمی و حتی هزینه‌های تولید برقرار می‌کند. غلظت باید طوری انتخاب شود که سرعت بالا کشیدن زیاد، ضخامت لایه مورد نظر را ایجاد کند. ویسکوزیته محلول نیز یکی از عوامل تعیین‌کننده سرعت بالا کشیدن زیرلایه از محلول است و به میزان زیادی بستگی به دمای محلول دارد. از طرف دیگر نگهداری دمای محلول به میزان ثابت ضروری است. اتمسفر هوا در محفظه بالا کشیدن زیرلایه از محلول نیز باید به صورت ثابت به منظور برطرف کردن بخارات حلال پوشش غوطه‌وری تغییر کند. رطوبت و دمای اتمسفر محفظه باید به طور دقیق در مقادیر مورد لزوم نگهداری شود. همچنین مکانیزم بالابری مورد استفاده برای بالا کشیدن زیرلایه از محلول باید به گونه‌ای باشد که هیچ‌گونه لرزش و تکانی ایجاد نکند و صفحات زیرلایه را با سرعت ثابت مورد نظر بالا بکشد. عملیات خشک کردن و پخت نیز تأثیر بسیار زیادی در ضخامت نهایی دارد. در عملیات حرارتی





شکل ۷ - آنالیز عنصری EDAX از سطح لایه‌های پوششی  $\text{SiO}_2$  به روش Sol-Gel

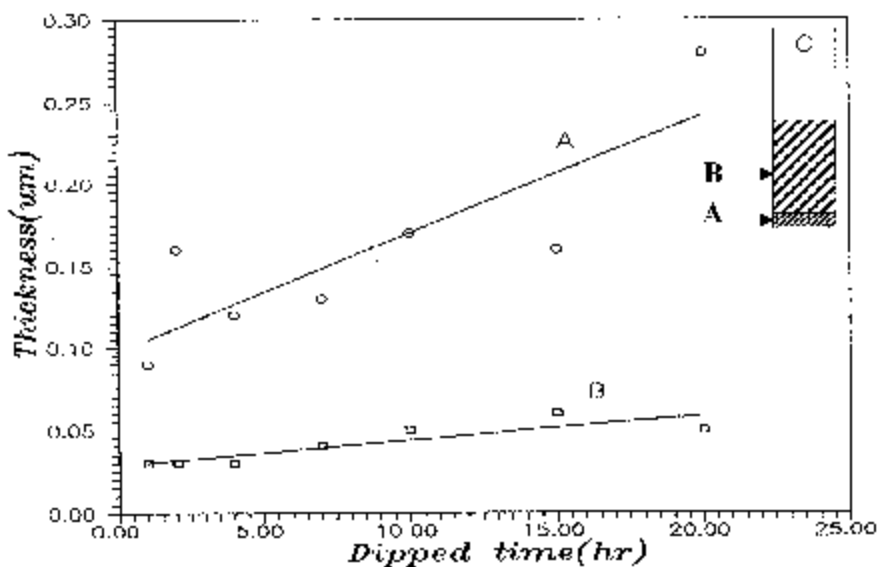


شکل ۸ - آنالیز فازی XRD از سطح لایه‌های پوششی  $\text{SiO}_2$  به روش Sol-Gel

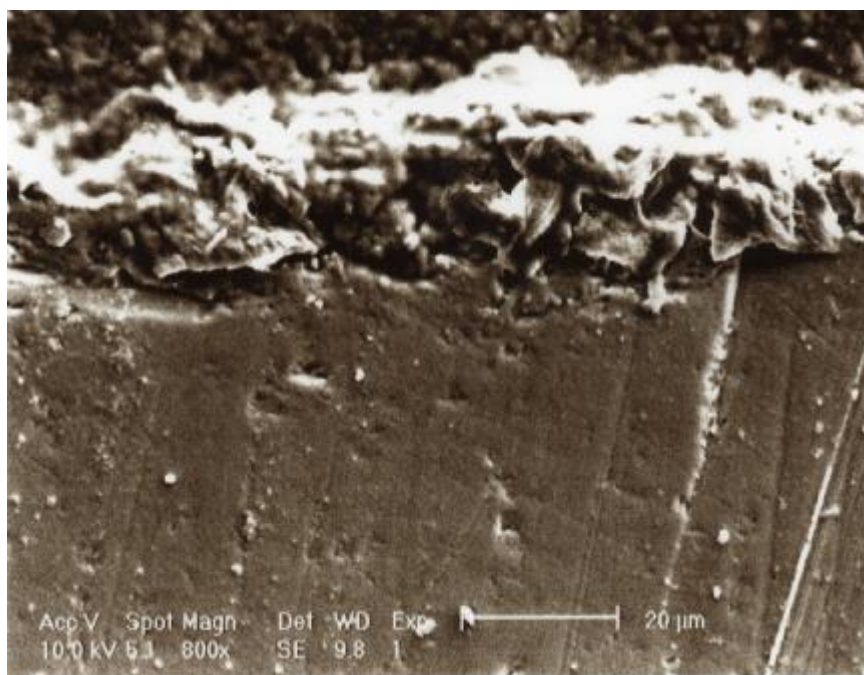
شکل (۴) پارامترهای مؤثر در تعیین ضخامت در معادله (۱) همچون کشش سطحی، دانسیته و سرعت بالاکشیدن ثابت نگاهداشته شده و تنها با تغییر ویسکوزیته محلول، ضخامتهای متفاوت بر روی زیرلایه ایجاد شد. بنابراین اگر سایر پارامترها به جز ویسکوزیته ثابت فرض شود، در این صورت ضخامت با ویسکوزیته مطابق معادله (۲) با توان  $\frac{2}{3}$  رابطه خواهد داشت.

نه تنها دمای نهایی حائز اهمیت است، بلکه واکنشهای شیمیایی بین زیرلایه و اولین لایه پوششی که با نفوذ چسبنده همراه است نیز اهمیت دارد. بنابراین شیب دمای پخت به میزان زیادی در خواص پوشش مؤثر است [۸].

به منظور رعایت نکات مذکور و حصول خواص مطلوب در لایه‌های پوششی به کمک تجهیزات نشان داده شده در



شکل ۹- مقایسه تغییرات ضخامت نسبت به افزایش ویسکوزیته در دو ناحیه A و B



شکل ۱۰- تصویر میکروسکوپی SEM از مقطع ضخامت لایه پوششی ضخیم SiO<sub>2</sub> بر روی زیر لایه شیشه‌ای

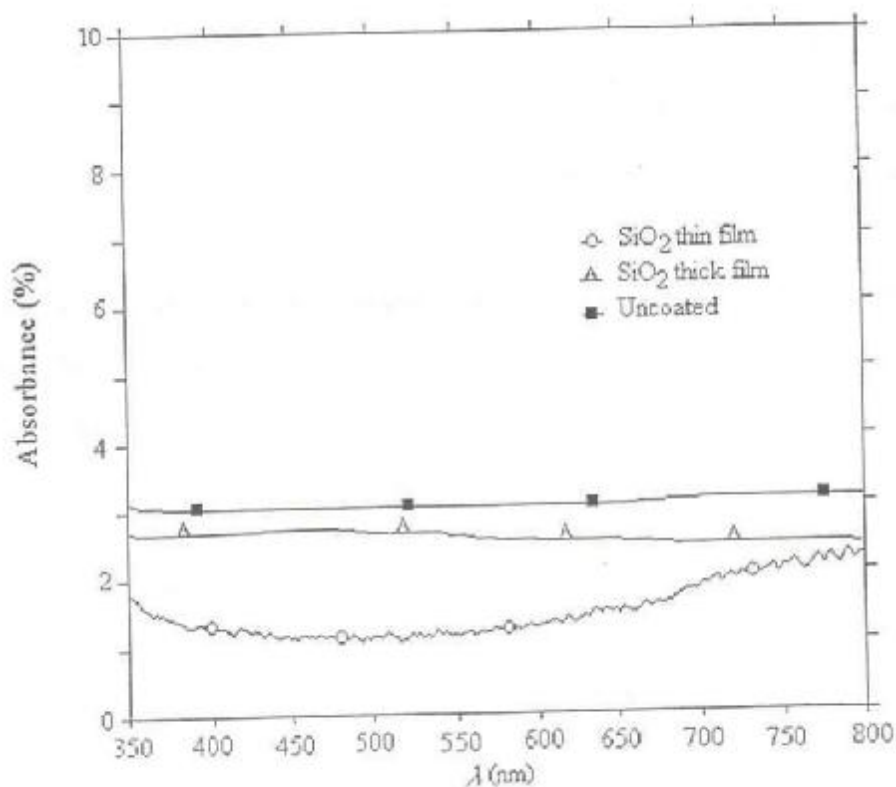
در ناحیه B خیلی تند نیست و تغییرات ضخامت با ویسکوزیته به آرامی صورت می‌پذیرد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

با استفاده از روش Sol-Gel می‌توان لایه‌هایی با ضخامت از چند صدم میکرون تا چندین میکرون تهیه کرد. از میان

$$h = a\eta^{\frac{2}{3}} \quad (2)$$

تغییرات ضخامت برحسب ویسکوزیته حاصل از این تحقیق نیز رفتاری مشابه با معادله (۲) را در قسمت ثابت منحنی تأیید می‌کند، به عبارت دیگر شیب تغییرات



شکل ۱۱- بررسی کیفی تغییرات ضخامت بر روی نمونه ها بوسیله طیف سنجی نوری

مناسبی دسترسی پیدا کرد. مراقبتهای لازم در حین لایه نشانی برای ثابت نگاهداشتن سایر پارامترهای مرتبط با مخلوط و پارامترهای تکنولوژیکی خصوصاً "اطمینان از عدم لرزش و تکان خوردن دستگاه و تجهیزات پوشش دهی می تواند تا حدود زیادی ضخامت موردنظر و یکنواختی آن را حاصل کند.

پارامترهای مؤثر در تعیین ضخامت پوشش در این روش، ویسکوزیته محلول Sol از این جهت که با گذشت زمان تغییر می کند بهترین پارامتر برای کنترل ضخامت است. برای به دست آوردن ضخامت موردنظر در لایه های سرامیکی SiO<sub>2</sub> به کمک این روش می توان با انتخاب زمان غوطه وری پس از ساخت محلول Sol به محدوده ضخامت پیش بینی شده با تقریب

#### واژه نامه

- |               |                   |               |
|---------------|-------------------|---------------|
| 1. alkoied    | 3. polymerization | 5. coring     |
| 2. hydrolysic | 4. viscoelastic   | 6. ultrasonic |

#### مراجع

- Schmidt, H. and Menning, M. "Wet Coating Technologies for Glass," saarbrucken, Germany, 2000.
- Tadanaga, K., and Katata, N., "Formation Process of Supper - Water - Repellent Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coating Films with High Transparency by the Sol-Gel Method," Osada University, Japan, 1997.
- Mackenzie, J.D. *Application of Sol-Gel Method for Glass and Ceramic Processing*, Wiley Interscience, pp. 6-11, Florida, 1984.
- Yi, G., and Sayer, M. "Sol-Gel Processing of Complex Oxide films," *Ceramic Bulletin* Vol.70, No.7, 1991.

5. Hench, Larrgl and Ulrich, D.R. " Ultra – Structure Processing of Ceramics, Glasses, and Composites," University of Florida, pp. 6-20, 1984.
6. Takemura, K. Doushita, K. Yokoi, k. and Mizuno, T. " Development of Wet Chemical Processing in Nippon Sheet Glass," *Central Research Laboratory* , Japan, 1998.
7. Atkinson, A. Doorbar, J. Hudd, A. Segal, D.L. and White, P.J." Sol-Gel Science and Technology," 1997.

۸ - مظفری‌نیا، ر. ، اشرفی‌زاده، ف، گل‌عذار، م، (ارزیابی فرایند نوین Sol-Gel در تولید پوشش‌های سرامیکی)، مجموعه مقالات چهارمین همایش ملی مهندسی سطح، ص - ۳۴-۲۹ اصفهان، ۱۳۸۰.