فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۶، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۳۹۶

سنتز دما پایین کاربید سیلیسیم نانو سایز به روش منیزیوترمال با استفاده از پیش سازه‌های نانو لوله کربنی و نانو لوله کربنی عامل دار شده

دانیال دانایی[۱]، امیرعباس نوربخش[۱*]، پروانه عسگریان[۲]

[۱] گروه مهندسی مواد، واحد شهرضا، دانشگاه آزاد اسلامی، شهرضا، ایران

[۲] شرکت آروین دیرگداز ویژه سپانو، بلوار دانشگاه صنعتی اصفهان، شهرک علمی و تحقیقاتی اصفهان، ایران

* Anourbakhs@yahoo.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۱ دی ۱۳۹۶

پذیرش: ۱۳ اسفند ۱۳۹۶

کلید واژه:

کاربید سیلیسیم، منیزیوترمال، نانو لوله‌های کربنی، نانو لوله‌های کربنی عامل دار شده، MCM-48

چکیده:

در تحقیق حاضر، سنتز کاربید سیلیسیم به روش منیزیوترمال با استفاده از سیلیکای مزوحفره MCM-48 به عنوان منبع تامین کننده سیلیس و انواع مختلف کربن از جمله CNT[۱] و نانوکامپوزیت MCM-48/CNTF[۲] به روش تهیه درجا[۳] مورد بررسی قرار گرفت. آزمایش‌ها در نسبت‌های مولی مختلف MCM-48، کربن و منیزیم در اتمسفر آرگون در محدوده دمایی ۷۰۰-۶۵۰ درجه سانتی‌گراد انجام گرفت. در فرآیند سنتز به روش منیزیوترمال، خواص MCM-48، نانولوله‌های کربنی و نمونه‌های سنتز شده، توسط تکنیک‌های جذب و واجذب (BET)، پراش پرتو ایکس XRD، طیف سنجی مادون قرمز فوریه (FTIR)، تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدان (FESEM)، آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) و تصویر میکروسکوپ عبوری (TEM) شناسایی شد. همچنین پس از تهیه و شناسایی MCM-48 و نانو لوله‌ی کربنی، تاثیر میزان و نوع کربن نیز بر انجام واکنش در سنتز کاربیدسیلیسیم بررسی گردید. مقایسه آنالیز فازی XRD از نمونه‌هایی با منابع کربنی متفاوت در جهت سنتز کاربید سیلیسیم نشان داد نوع و مورفولوژی کربن و همچنین نحوه قرارگیری اجزاء واکنش در کنار یکدیگر عامل‌های مهمی در سنتز کاربید سیلیسیم می‌باشند. با توجه به بررسی‌های انجام گرفته مشخص گردید که ساختار کاربید سیلیسیم سنتز شده به صورت شبه الیافی و الگو گرفته از پیش سازنده نانو تیوپ کربنی است. همچنین عامل‌دار کردن نانو لوله کربنی سبب تماس مناسب تر پیش سازنده سیلیسی (MCM-48) و عامل کربنی (CNT) در فرآیند منیزیوترمال بوده و لذا راندمان سنتز کاربید سیلیسیم افزایش یافته‌است.

[1] Carbon Nano Tube
[2] Carbon Nano Tube Functionalized
[3] Insitu

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

۱- مقدمه

کاربید سیلیسیم (SiC) یکی از سرامیک‌های مهندسی پر کاربرد است. کاربید سیلیسیم دارای مزیت‌های برجسته بسیاری، نظیر پایداری حرارتی خوب در دمای بالا، مقاومت نسبت به سایش، پایداری شیمیایی نسبت به عوامل شیمیایی نظیر اسیدها یا بازها و به ویژه رسانایی حرارتی بالا است. با توجه به مطالب فوق، نانو SiC متخلخل با سطح ویژه‌ی بالا می‌تواند به عنوان پایه کاتالیست و همچنین به عنوان افزودنی زینترینگ در بدنه‌های SiC به کار گرفته شود[۱]. استفاده از مزوحفره[4]های سیلیکاتی متخلخل منظم با حفرات با اندازه‌ی (۲ تا۵۰ نانومتر)، مساحت سطح و حجم بالا به عنوان پیش‌سازه، مسیری برای تولید SiC متخلخل با مساحت سطح ویژه بالا می‌باشد [۲].

از متداول‌ترین روش‌های سنتز SiC احیای کربوترمال پیش‌سازنده نانو کامپوزیت سیلیکای مزوحفره/کربن است. در این روش سیلیکای مزوحفره هم به عنوان قالب وهم به عنوان واکنشگر در طول فرآیند سنتز عمل می‌کند که احتمال فروریختن بخشی از اسکلت مزوحفره‌ی سیلیس وجود دارد [۳]. پارمینتر و همکارانش در سال ۲۰۰۲، حفرات مزوحفره‌ی MCM-48 را با استفاده از نفوذ بخار شیمیایی پروپیلن (Propylene) به عنوان عامل کربن پلیمری تلقیح نموده و کاربید سیلیسیم با سطح ویژه‌ی بالا سنتز کردند[۱]. یانگ و لو و همکارانشان در سال‌های ۲۰۰۴ و۲۰۰۵، مزوحفره‌های SiC را با استفاده از روشی مشابه، اما با منابع مختلف کربن (Carbon)، یعنی ساکاروز (Sucrose) و فورفوریل الکل (Furfuryl alcohol) ساختند [۳ و۴].

روش دیگر سنتز SiC فرآیند منیزیوترمال می‌باشد، در فرآیند منیزیوترمال، تولید پودر نانو ساختار SiC از سیلیس وکربن، (به عنوان عامل واکنش کننده) و منیزیم به عنوان عامل احیا مد نظر است. در این ارتباط و با استفاده از مطالعه‌ی دیاگرام الینگهام مشاهده می‌گردد که منیزیم، نسبت به کربن می‌تواند سیلیس را در دماهای پایین‌تری احیا کند، بنابراین نیاز به صرف انرژی زیاد و هزینه برای تامین کوره‌های دما بالا نیست[۵].

جهت سنتز SiC متخلخل تا کنون تلاش‌هایی با استفاده از سیلیکای مزوحفره‌به عنوان پیش‌سازنده و تبدیل مستقیم نانوساختارهای کامپوزیت SiO_2/C به SiC انجام شده است. در سال ۲۰۱۱، ژائو و همکاران کاربید سیلیسیم دارای مزو حفره را از طریق احیای منیزیوترمال کامپوزیت SBA-15/ ساکارز در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد سنتز کرده‌اند [۶].

برای تهیه نانوکامپوزیت مزوحفره سیلیکاتی/پلیمر حاوی مزو حفره روش‌های مختلفی از جمله فرآیند سل- ژل، مخلوط سازی و پلیمریزاسیون درجا وجود دارد[۷و ۸]. پلیمریزاسیون درجا مونومر در حفرات مزوحفره سیلیکا روش بسیار مناسبی برای افزایش سطح تماس سیلیکا و کربن است. از طرف دیگر به دلیل توزیع یکنواخت کربن در حفرات مزو سیلیکا در طی فرآیند سنتز SiC ساختار بهتر حفظ می‌شود.کلباسی و مصدق در سال ۲۰۱۱ سنتز نانو کامپوزیت MCM-48 / پلی(۴-وینیل پریدین) را با استفاده از پلیمریزاسیون درجای مونومرهای ۴-وینیل پریدیندر داخل حفرات MCM-48 انجام داده‌اند [۹].

[4] Mesopore

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

۲- فعالیت‌های تجربی

در فعالیت تحقیقاتی حاضر، سنتز کاربید سیلیسیم به روش منیزیوترمال با استفاده از MCM-48 به عنوان منبع تامین کننده سیلیس و منبع کربنی CNT و نانوکامپوزیت MCM-48/CNTF به روش تهیه درجا تحت اتسفر آرگون در نسبت‌های مختلف استوکیومتری مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور مراحل زیر به ترتیب انجام پذیرفت:

۲-۱- سنتز MCM-48

سیلیکای مزوحفره MCM-48 با ساختار سه بعدی مکعبی طبق روش ذکر شده در منبع [۱۰] و طبق مراحل زیر سنتز شد:

میزان مواد برای رسیدن به ۱/۵ گرم سیلیکای مزوحفره محاسبه شده است. ابتدا ۲/۴ گرم (۶/۶ میلی مول) ستیل تری متیل آمونیم برمید (CTAB) در ۵۰ میلی لیتر آب حل شد. سپس ۵۰ میلی لیتر اتانول (۰/۸۷ مول) و ۱۵/۳۶ میلی لیتر آمونیم هیدروکسید (۲۵ درصد وزنی) به محلول اضافه گردید. محلول بدست آمده، به مدت ۱۰ دقیقه روی همزن مغناطیسی هم زده شد. به محلول در حال همزدن ۳/۴ گرم (۱۶ میلی مول) تترا اتیل ارتو سیلیکات اضافه گردید. سپس مخلوط به مدت ۲ ساعت در دمای اتاق به هم زده شد. رسوب تشکیل شده فیلتر و با آب شستشو داده شد و سپس در دمای محیط خشک شد. به منظور حذف مولکول‌های آلی قالب دهنده (CTAB) کلسیناسیون در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۶ ساعت انجام گردید. ستیل تری متیل آمونیوم برمید، هیدروکسید آمونیوم و تتراتیل ارتو سیلیکات از شرکت مرک تهیه شد و در تمام مراحل تحقیق از آب دوبار تقطیر استفاده شد.

۲-۲- عامل دار کردن کربن

نانو لوله کربنی با خلوص ۱۰۰ از شرکت آلدریچ تهیه گردید و عامل دار کردن آن با روش ذکر شده در منبع [۱۲] و به شرح زیر انجام شد.

ابتدا ۱ گرم CNT وزن گردید و به داخل بالون منتقل شد سپس به آن، ۳۰ میلی لیتر اسیدنیتریک ۵ مولار اضافه شد. محلول سیاه رنگ حاصل به مدت ۸ ساعت در شرایط رفلاکس تحت دمای ۹۰-۹۵ درجه سانتیگراد قرار گرفت. سپس مخلوط توسط قیف بوخنر صاف گردید و جامد باقی مانده با مقدار زیادی آب دوبار تقطیر شستشو داده شد تا PH برابر ۷ شود. نهایتا CNT در آون خلاء در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ ساعت خشک شد.

۲-۳- تهیه نانوکامپوزیت MCM-48/CNTF

ابتدا ۲/۴ گرم (۶/۶ میلی مول) ستیل تری متیل آمونیوم برمید (CTAB) در ۵۰ میلی لیتر آب دو بار تقطیر حل شد. سپس ۵۰ میلی لیتر اتانول (۰/۸۷ مول) و ۱۵/۳۶ میلی لیتر آمونیوم هیدروکسید (۲۵ درصد وزنی،) به محلول اضافه گردید. محلول بدست آمده، به مدت ۱۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی به هم زده شد. برای تهیه کامپوزیت با نسبت استوکیومتری و ۱/۵ برابر استوکیومتری به محلول در حال همزدن به ترتیب ۰/۲گرم و ۰/۳ گرم نانو لوله کربنی و سپس ۳/۴ گرم (۱۶ میلی مول) تترا اتیل ارتو سیلیکات اضافه گردید. سپس مخلوط به مدت ۲ ساعت در دمای اتاق به هم زده شد. رسوب تشکیل شده فیلتر و با آب شستشو داده شد و سپس در دمای محیط خشک شد. به منظور حذف مولکول‌های آلی قالب دهنده (CTAB) تکلیس در

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت تحت خلاء انجام شد.

۲-۴- سنتز SiC

سه فرمول مطابق جدول ۱ بر اساس نسبت‌های مولی مختلف طراحی شد.

در فرمول ۱، واکنش به صورت استوکیومتری آورده شده است (واکنش ۱)[۱۱]. در فرمول ۱، SiO_2 از MCM-48، کربن از CNT و منیزیم از پودر آن تهیه شد. در فرمول ۲ و ۳ SiO_2 و کربن از کامپوزیت MCM-48 حاوی نانو لوله کربنی عامل دار شده (MCM/CNTF) و منیزیم از پودر منیزیم تهیه گردید. پودر منیزیم مورد استفاده دارای اندازه کمتر از ۰/۱ میلی متر و از شرکت مرک خریداری شده بود.

$$SiO_2 + 2Mg + C = SiC + 2MgO \quad (۱$$

نمونه‌ها پس از مخلوط کردن به صورت دستی در قایق آلومینایی قرار گرفت. نمونه‌ها در کوره تیوپی تحت اتمسفر آرگون و در محدوده‌ی دمایی (۶۵۰-۷۰۰) درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایش ۵ $^{o}C/min$ و زمان نگهداری در درجه حرارت بیشینه پنج ساعت به منظور سنتز SiC قرار گرفتند. پودر حاصل به منظور حذف فاز MgO و فازهای ناخالص دیگر در اسیدکلریدریک ۱۸٪ به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد تحت عملیات اسیدشویی قرار گرفتند و پس از شستشو با آب به مدت ۲۴ ساعت در دمای اتاق خشک گردیدند.

جدول ۱- ترکیب نمونه‌های تهیه شده

ردیف	کد نمونه	نوع کربن مورد استفاده	ترکیب شیمیایی	نسبت‌های مولی	درجه حرارت سنتز (درجه سانتی‌گراد)
۱	$CNT_{1.5}$	CNT	CNT:MCM-48:Mg	1.5:1:2	650-700
۲	$CCNTF_1$	CNTF	Composite (MCM-48 , CNT): Mg	(1,1):2	650-700
۳	$CCNTF_{1.5}$	CNTF	Composite (MCM-48 , CNT): Mg	(1,1.5):2	650-700

جهت آنالیز فازی منبع سیلیس (MCM-48) و محصولات تولید شده به ترتیب از دستگاه پراش پرتوایکس (Low Angle XRD)، BRUKER D8 ADVANCE، با تیوپ اندی مس در طول موج ۱/۵۴۰۶ آنگستروم و دستگاه پراش پرتوایکس، مدل (Philips- PW 3040) تحت ولتاژ 40Kv و جریان 30mA استفاده شد. زمان اقامت در هر گام یک ثانیه، اندازه گام ۰/۰۲ درجه و بسته به نوع ماده مورد آنالیز محدوده روبش انتخاب گردید. فازهای موجود با مقایسه زاویه تفرق پیک‌های XRD و میزان شدت مربوطه با مقادیر ارائه شده در کارت‌های ASTM شناسایی شدند. جهت بررسی ریزساختاری از دستگاه میکروسکوپ الکترونی گسیل میدان (FESEM) مدل (Mira3tescan-xmu) و دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مدل (Philips – CM120) استفاده شد. پارامترهای سطح‌ویژه (BET) با استفاده از دستگاه (Gemini modele 2365) ساخت شرکت Micromeritics اندازه گیری شد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

۳- نتایج و بحث

شکل (۱) الگوی پراش پرتو ایکس در زوایای کم[5] از سیلیکای مزو حفره MCM-48 بعد از کلسیناسیون در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. با توجه به الگوی پراش پرتو ایکس مزوحفره‌ی MCM-48 در $2\theta=2^o$-10^o و مقایسه آن با نمونه مرجع [۱۰]، یک پیک قوی در محدوده $2\theta=32^o$ مشاهده می‌شود که بیانگر تطابق ساختار با الگوی سه بعدی مکعبی می‌باشد[۱۳].

با توجه آنالیز BET، نانو لوله کربنی مورد استفاده دارای سطح ویژه ۱۳۰ m^2/g می‌باشد.

در نمونه‌ی $CNT_{1.5}$، نانو لوله کربنی، با منیزیم و سیلیس با نسبت مولی MCM-48;CNT;Mg=1:1.5:2 مخلوط شد و به مدت شش ساعت تحت اتمسفر آرگون در محدوده‌ی دمای (۷۰۰-۶۵۰) درجه سانتی‌گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفت. شکل (۲) الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌ی سنتز شده قبل از فرآیند تخلیص را نشان می‌دهد. مقایسه اطلاعات حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه قبل از فرآیند تخلیص با کارت‌های ASTM موجود در نرم افزار X'Pert نشان می‌دهد پیک‌های اصلی موجود در الگوی پراش پرتوایکس مربوط به فازهای MgO و Si و β-SiC به ترتیب با کدهای ۰۶۵۲-۰۸۷-۰۱، ۱۴۰۲- ۰۰-۰۲۷ و ۲۳۰۷-۰۷۴-۰۱ می‌باشد. شکل (۳) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ی $CNT_{1.5}$ بعد از فرآیند تخلیص را نشان می‌دهد. در الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه، با توجه به شدت پیک‌ها، حضور مقداری کربن در کنار کاربید سیلیسیم قابل رویت است. با توجه به نتایج حاصل می‌توان گفت به علت مورفولوژی نانو لوله کربنی، کاربید سیلیسیم حاصله در سطح آگلومره‌های نانو لوله کربنی تشکیل شده و CNT در بین لایه سطحی SiC به دام افتاده است و سیستم قادر به ادامه انجام واکنش نبوده است (شکل۴). لذا در تحقیق حاضر چنین پیش بینی گردید که با بوجود آمدن گروه‌های عاملی کربوکسیل و هیدروکسیل بر سطح نانو لوله کربنی و تشکیل درجای MCM-48/CNTF می‌توان به وضعیت مناسبی جهت اختلاط کربن و پیش سازه ی سیلیسی دست یافت که به تبع آن پیشرفت واکنش تهیه‌ی SiC را در برخواهد داشت.

در نمونه‌های $CCNTF_1$ و $CCNTF_{1.5}$، کامپوزیت MCM-48/CNTF با منیزیم با نسبت‌های مولی (MCM-48, CNT): Mg = (1,1): 2 و (MCM-48, CNT): Mg = (1,1.5) : 2 مخلوط شد و سپس به مدت شش ساعت در محدوده دمایی (۷۰۰-۶۵۰) درجه سانتی‌گراد در اتمسفر آرگون تحت عملیات حرارتی برای تشکیل فازهای مطلوب قرار گرفت.

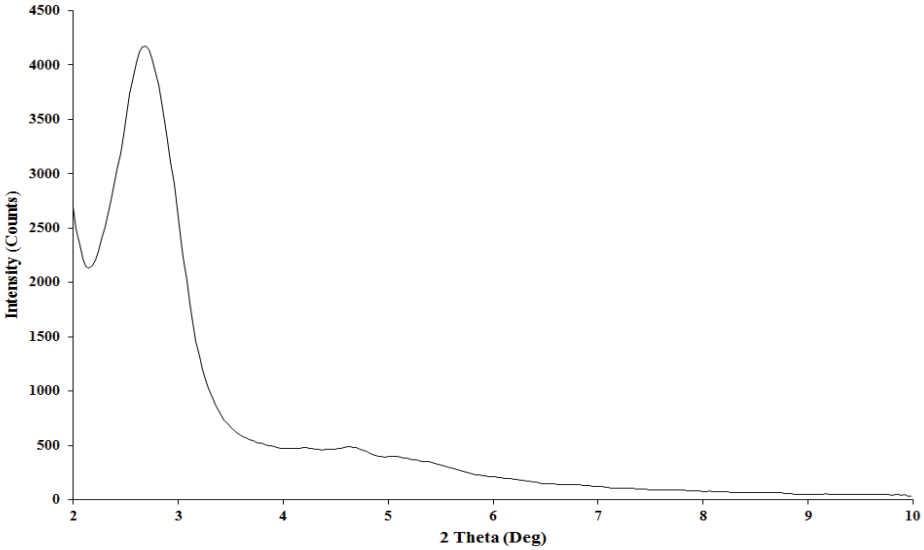
شکل (۵) الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌ی $CCNTF_1$ را بعد از فرآیند تخلیص نشان می‌دهد. با مقایسه نتایج بدست آمده از نمونه $CNT_{1.5}$ و $CCNTF_1$ می‌توان گفت با تهیه کامپوزیتMCM-48/CNTF و عامل دار کردن نانو لوله کربنی، سیلیس (MCM-48) مطمئنا در کنار CNT در شرایط ایده آل قرار دارد و فاصله نفوذی بین اجزاء واکنش دهنده کاهش یافته است. در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه ی $CCNTF_1$ اثر فازمربوط به SiC از فاز Si و فاز ناخالص Mg_2SiO_4 قوی تر است. بنابراین می‌توان این‌گونه نتیجه‌گیری کرد که با عامل دار کردن نانو لوله کربنی با

[5] Low Angel XRD

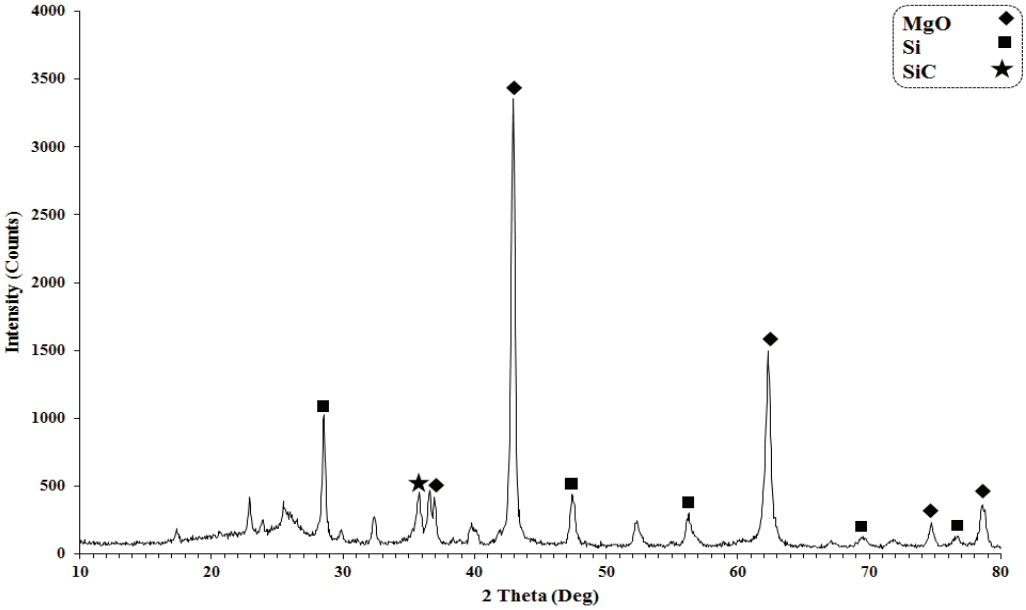
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

اسید نیتریک و تشکیل گروه‌های کربوکسیل با خاصیت اسیدی و گروهای هیدروکسیل با خاصیت قلیایی بر روی دیواره‌ی نانو لوله کربنی تمامی آن در تماس با سیلیس (MCM-48) بوده و وارد واکنش شده که منجر به تولید بیشتر فاز SiC شده است و سینتیک واکنش به صورت خوب پیش رفته است. در منبع ۱۱ به تشکیل کاربید سیلیسیم از پیش سازنده های MCM-48 همراه با ماده آلی و با روش منیزیوترمال انجام شد، آنها نیز در دمای ۵۵۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد قبل از فرآیند تخلیص فازهای MgO، SiC، Si، Mg_2SiO_4 و Mg_2Si را مشاهده کردند.



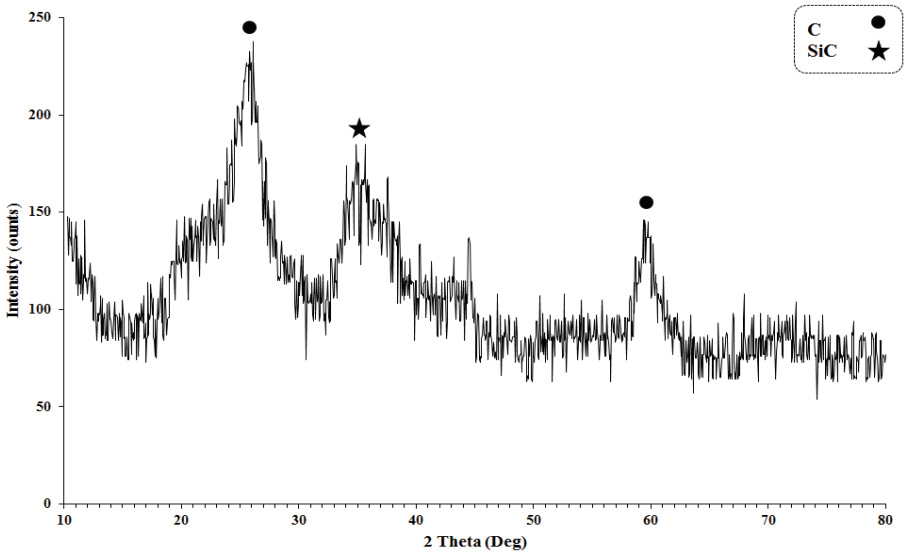
شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس مزو حفره سیلیکاتی MCM-48



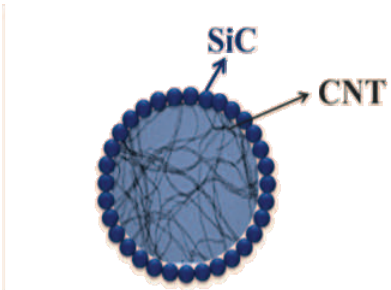
شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه $CNT_{1.5}$ **قبل از اسیدشویی**

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

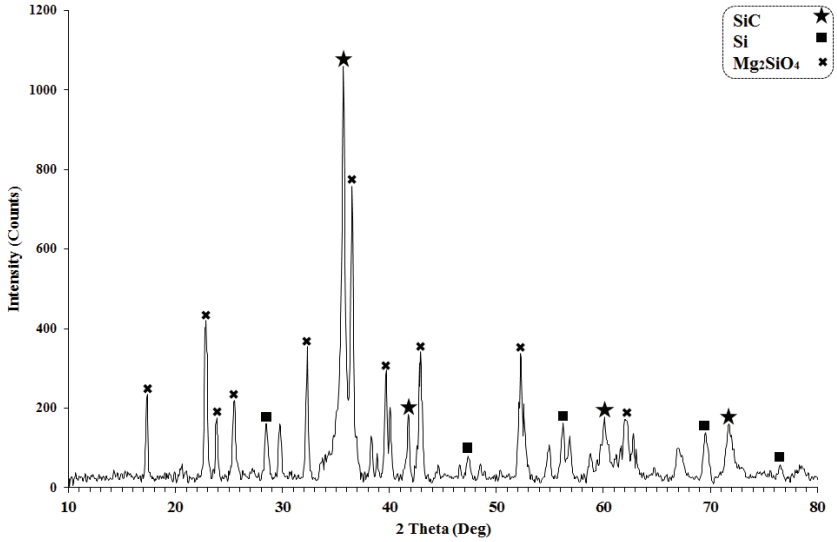
[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]



شکل ۳- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه $CNT_{1.5}$ بعد از اسیدشویی



شکل ۴- شماتیک مقطع فرضی از سنتز SiC با استفاده از CNT



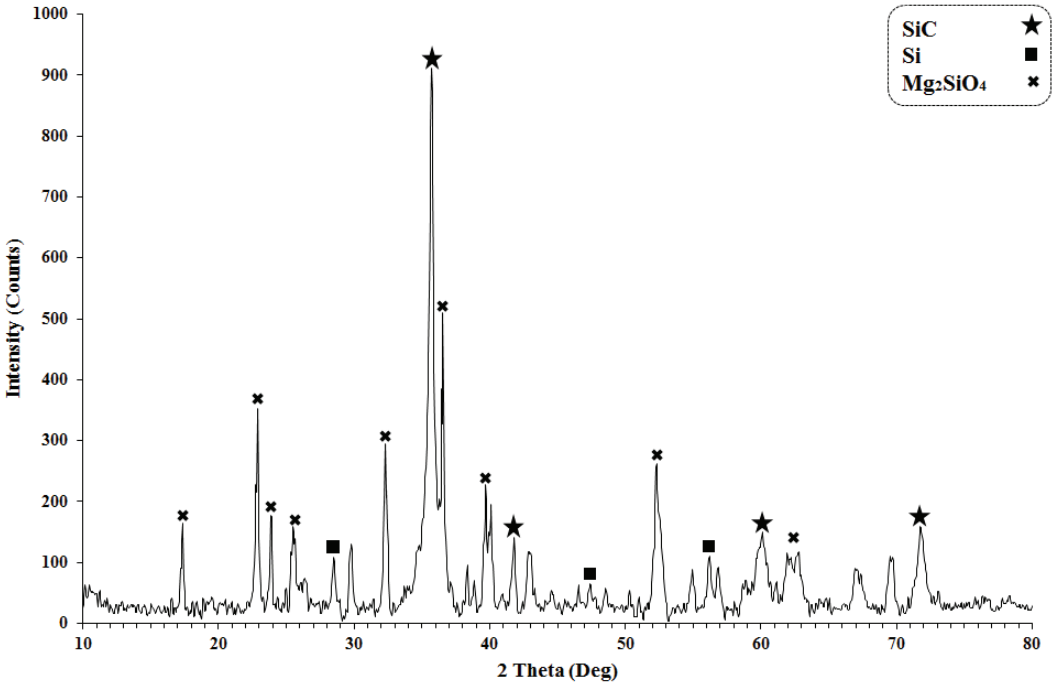
شکل ۵- الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌ی $CCNTF_1$ بعد از اسیدشویی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه $CCNTF_{1.5}$ با نسبت مولی MCM-48; CNT; Mg =1:1.5:2 بعد از فرآیند تخلیص در شکل ۶ آورده شده است. همانطور که در فعالیت‌های تجربی بیان شد از اسید کلریدریک ۱۸٪ وزنی جهت فرآیند تخلیص استفاده شد. با توجه به اینکه فاز MgO در محلول اسید کلریدریک به $MgCl_2$ تبدیل می‌شود و این فاز قابلیت حل شدن در آب را دارد بنابراین فاز MgO در فرآیند تخلیص کاملا حذف شده ولی فاز Mg_2SiO_4 در محلول اسید کلریدریک تشکیل کلرید نمی‌دهد در نتیجه حذف کامل ناخالصی‌های ایجاد شده در سنتز با استفاده از اسید کلریدریک امکانپذیر نیست و به علت اینکه مجموعه‌های مجزا هستند با روش‌های شستشوی دیگر قابل حذف هستند منتها فرآیند شستشو باید مورد بررسی قرار گیرد. البته در پژوهش حاضر بیشتر مقایسه سنتز کاربید سیلیسیم از پیش سازنده‌های نانو لوله کربنی و نانو لوله کربنی عامل‌دار شده مطرح بود.

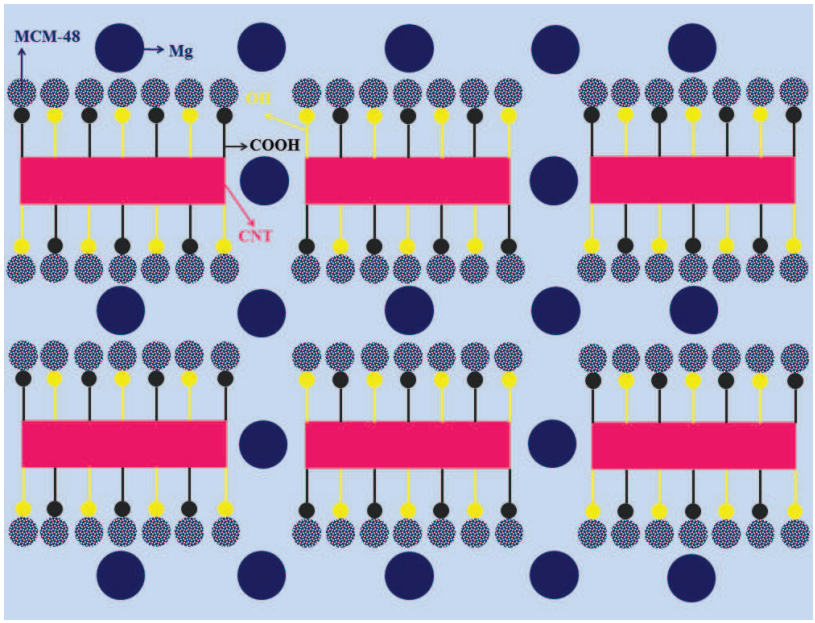
با عامل دار کردن نانو لوله کربنی (CNT) و تهیه نانو کامپوزیت این کربن با MCM-48 در واقع واکنش طوری طراحی شده که ذرات سیلیس (MCM-48) توسط گروه‌های عاملی کربوکسیل و هیدروکسیل به طور کامل در تماس با سطح نانو لوله کربنی(CNT) قرار گرفته و واکنش سیلیس (MCM-48) و کربن (CNT) با سهولت بیشتری انجام گرفته (شکل ۷) و به همین دلیل در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های $CCNTF_1$ و $CCNTF_{1.5}$ با اینکه درصد کربن افزایش پیدا کرده است تغییر چندانی در شدت پیک‌های این دو نمونه مشاهده نمی‌شود.



شکل ۶- الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌ی $CCNTF_{1.5}$ بعد ازاسیدشویی

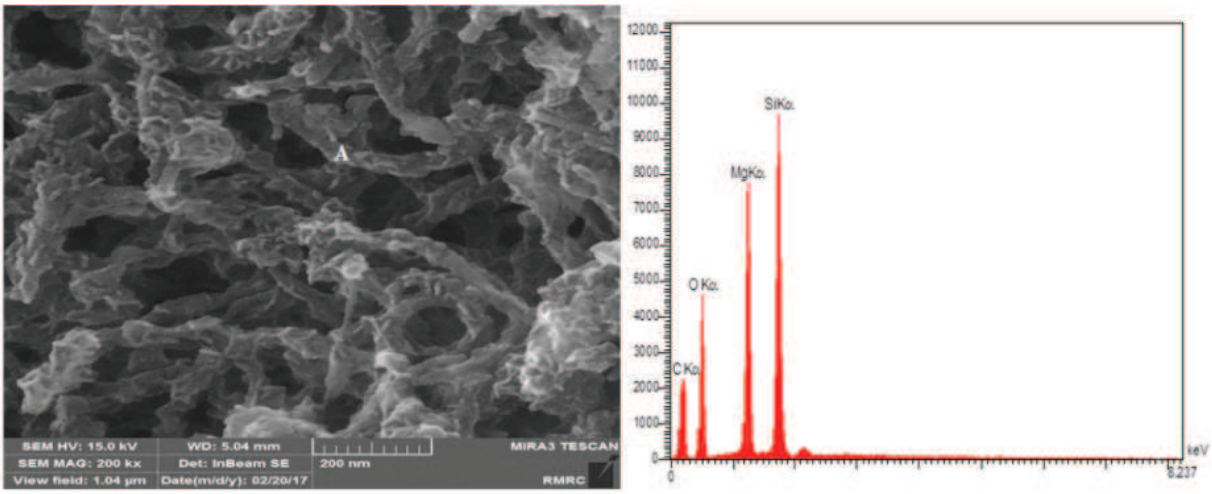
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]



شکل ۷- شماتیکی از نحوه قرار گیری نانو کامپوزیت MCM-48/CNTF و منیزیم قبل از شروع انجام واکنش

شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدان (FESEM) و آنالیز نقطه‌ای EDX، نمونه $CCNTF_{1.5}$ سنتز شده بعد از فرآیند تخلیص در بزرگنمایی، ۲۰KX را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود ساختارهای سنتز شده دارای مورفولوژی شبه الیافی به تبعیت از نانو لوله‌های کربنی بوده و به ندرت ساختارهای کروی قابل رویت است.



شکل ۸- تصویر FESEM و آنالیز نقطه ای نمونه $CCNTF_{1.5}$ بعد از اسیدشویی تصویر FESEM و آنالیز نقطه ای نمونه $CCNTF_{1.5}$ بعد از اسیدشویی

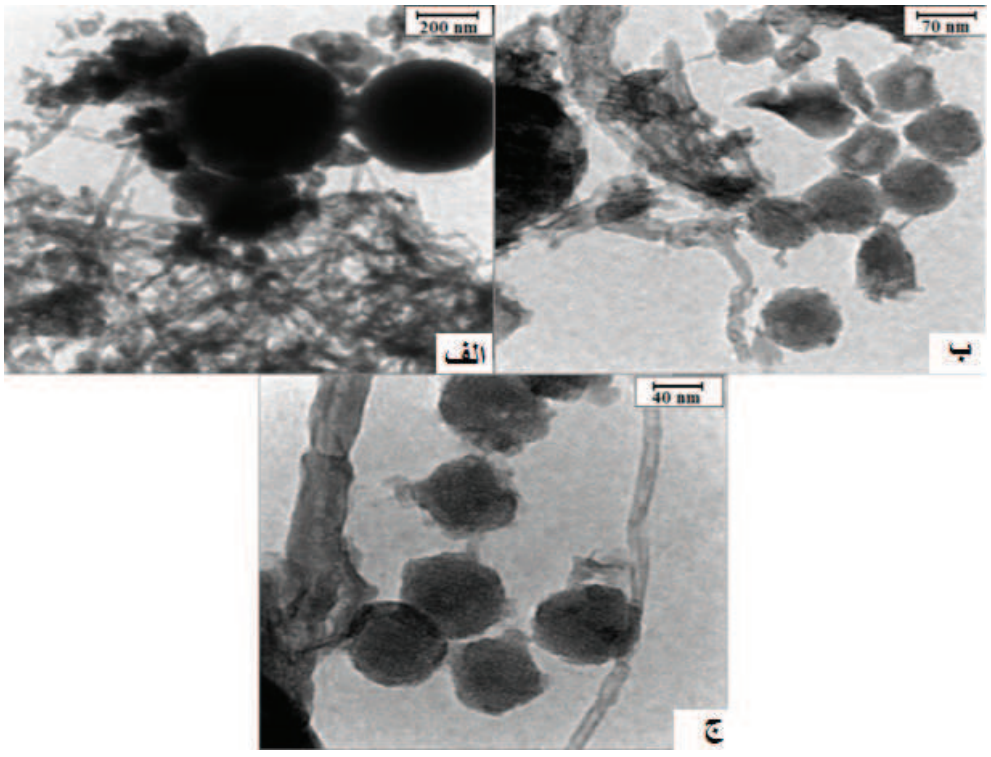
با توجه به نتایج بدست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه CCNTF1.5 (شکل ۶) و نتایج EDX (شکل ۸) می‌توان بیان کرد ساختارهای شبه الیافی مربوط به فاز کاربید سیلیسیم است که ساختاری مشابه نانو لوله کربنی را

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

به خود گرفته‌اند. حضور عناصر Mg، O و Si اضافی در نتایج EXD مربوط به حضور فاز Mg_2SiO_4 است. فاز Mg_2SiO_4 باقی مانده در ساختار مشخص می‌کند برای دستیابی به نمونه‌ای با خلوص بالاتر لازم است این فاز اضافی با روش‌های شستشوی دیگری حذف شود، بنابراین باید فرآیند تخلیص مورد بررسی قرار گیرد.

نتایج بررسی‌های ریز ساختاری از نمونه $CCNTF_{1.5}$ توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM در شکل۹ نمایش داده شده است. همان گونه که ملاحظه می‌گردد ساختار الیافی کاربید سیلیسیم قابل مشاهده است. در شکل ۹ الف یک سری از فازهای تشکیل شده دارای مورفولوژی میله‌ای شکل هستند که این مورفولوژی را به غیر از SiC نمی‌توان به فاز دیگری نسبت داد البته ممکن است تا حدودی مربوط به ناخالص‌های ناشی از منیزیم باشد ولی عمدتا کاربید سیلیسیم هستند. برای اثبات این قضیه، نمونه $CCNTF_{1.5}$ در بزرگنمایی بیشتر مورد بررسی و تحلیل قرار گرفت. با مقایسه نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) و تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری می‌توان گفت ساختار کاربید سیلیسیم سنتز شده در نمونه $CCNTF_{1.5}$ دارای ساختار شبه الیافی شبیه منبع کربنی CNT است. در شکل ۹ ب ساختارهای کروی شکل با قطر حدود ۵۰ نانومتر و کمتر مشاهده می‌شود، اندازه این ساختارهای کروی در حدود اندازه سیلیس (MCM-48) مورد استفاده است، از آنجایی که با عامل دار کردن نانو لوله کربنی ذرات سیلیس (MCM-48) از یک طرف در تماس با کربن هستند و از طرف دیگر در تماس با منیزیم قرار دارند احتمالا ناخالصی‌های فاز منیزیم (Mg_2SiO_4) ساختار کروی منبع سیلیس (MCM-48) را به خود گرفته‌اند. در شکل ۹ ج نیز ساختارهای فیبری و ساختارهای کروی کاملا قابل مشاهده هستند.



شکل ۹- تصویر TEM نمونه $CCNTF_{1.5}$ بعد از فرآیند

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

۴- نتیجه‌گیری

با توجه به بررسی‌های انجام گرفته مشخص گردید که ساختار کاربید سیلیسیم سنتز شده به صورت شبه الیافی و الگو گرفته از پیش سازنده نانو تیوپ کربنی است. همچنین عامل‌دار کردن نانو لوله کربنی سبب تماس مناسب تر پیش سازنده سیلیسی (MCM-48) و عامل کربنی (CNT) در فرآیند منیزیوترمال بوده و لذا راندمان سنتز کاربید سیلیسیم افزایش یافته‌است. مقایسه نتایج بین استفاده از نانو لوله کربنی و نانو لوله کربنی عامل دار شده نتایج فوق را تایید نمود. همچنین نانو ساختار بودن کاربید سیلیسیم سنتز شده توسط تصاویر TEM مورد تایید قرار گرفت.

مراجع

[1] J. Parmentier, J. Patarin, J. Dentzer, C. V.Guterl, "Formation of SiC via carbothermal reduction of a carbon-containing mesoporous MCM-48 silica phase: a new route to produce high surface area SiC", Ceramics International, Vol. 28, pp. 1-7, 2002.

[2] J. S. Beck, J. C. Vartuli, W. J. Roth, M. E. Leonowicz, C. T. Kresge, K. D. Schmitt, C. T. W. Chu, D. H. Olson, E. W. Sheppard, "A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid crystal templates", Journal Of The American Ceramic Chemical Society, Vol. 114, pp.10834-10843, 1992.

[3] Z. X. Yang, Y. D. Xia, R. Mokaya, " High surface area silicon carbide whiskers and nanotubes nanocast using mesoporous silica", Chemistry Of Materials , Vol. 16, No. 20, pp. 3877-3884, 2004.

[4] H. Lu, W. Schmidt, W. Kiefer, F. Schüth, "High surface area mesoporous SiC synthesized via nanocasting and carbothermal reduction process", Journal Of Materials Science, Vol. 40, pp. 5091-5093, 2005.

[5] Y. Shi, F. Zhang, Y. S. Hu, X. Sun, Y. Zhang, H. I. Lee, L. D. Chen, G. Stucky, " Low-Temperature Pseudomorphic Transformation of Ordered Hierarchical Macro-mesoporous SiO2/C Nanocomposite to SiC via Magnesiothermic Reduction", Journal of The American chemical Society, Vol. 132, pp. 5552–5553, 2010.

[6] Zhao, H. Zhang, H. Tao, Z. Tan, Z. Jiao, Zh. Jiao, M.Wu, " Low temperature synthesis of mesoporous silicon carbide via magnesiothermic reduction", Materials Letters, Vol. 65, pp. 1552–1555, 2011.

[7] P. Gómez-Romero, C. Sanchez, Functional hybrid materials, Wiley-VCH, Weinheim, pp. 86-121, 2003.

[8] L. Wei, N. Hu, Y. Zhang, "Synthesis of polymer-mesoporous silica nanocomposites" Materials, Vol. 3, pp. 4066-4079, 2010.

[9] R. J. Kalbasi, N. Mosaddegh, "Synthesis and characterization of Poly(4-vinylpyridine)/ MCM-48 catalyst for one-pot synthesis of substituted 4H-chromenes", catalysis communications,Vol. 12, pp. 1231-1237, 2011.

[10] Pham-Huu, N. Keller, G. Ehret, M.J.Ledoux, "The First Preparation of Silicon Carbide Nanotubes by Shape Memory Synthesis and Their Catalytic Potential", Journal of Catalysis, Vol. 200, pp. 400-410, 2001.

[11] Z. Saeedifar, A.A. Nourbakhsh, R.J. Kalbasi, R. Ebrahimi, " Low-temperature Magnesiothermic Synthesis of Mesoporous Silicon Carbide from an MCM-48/Polyacrylamide Nanocomposite Precursor " J. Mater. Sci. Technol, Vol. 29(3), pp.255-260, 2013.

[12] K. Balasubramanian, M. Burghard,

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

"Chemically Functionalized Carbon Nanotubes", Nano Small Micro, Vol. 1, pp. 180-192, 2005.

[13] K. Wang, Y. Lin, M. A. Morris, J.D.Holmes, "Prepraration of MCM-48 Materials ithenhanced hydrothermal stability", Jornal of materials Chemistry, Vol. 16, pp. 4051-4057, 2006.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]

فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۶، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۳۹۶

بررسی تاثیر دانسیته جریان اعمالی بر روی مورفولوژی و خواص خوردگی پوشش اکسید تیتانیوم ایجاد شده به روش اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی

حسن بختیاری‌زمانی[۱]، احسان صائب‌نوری[۲*]، سید علی حسن‌زاده تبریزی[۳]

[۱] دانشجوی کارشناسی ارشد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران

[۲] استادیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران

[۳] دانشیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران

* saebnoori@pmt.iaun.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۱ دی ۱۳۹۶

پذیرش: ۶ اسفند ۱۳۹۶

کلید واژه:

اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی، الکترولیت کربناتی قلیایی، دانسیته جریان فرآیند پوشش‌دهی، دهانه‌های آتشفشانی، ضخامت پوشش، مقاومت به خوردگی

چکیده:

در این پژوهش خواص ریزساختاری و خوردگی پوشش سرامیکی اکسید تیتانیوم ایجاد شده در یک الکترولیت کربناتی تحت تاثیر عامل کلیدی دانسیته جریان فرآیند پوشش‌دهی مورد بررسی قرار گرفت. عملیات پوشش‌دهی اکسیداسیون الکترولیتی پلاسمایی در دانسیته جریان‌های ۶۵، ۸۲/۵ و ۱۰۰ mA/cm^2، فرکانس ۱۵۰۰ Hz و سیکل کاری ۱۰٪ طی مدت ۱۰ دقیقه بر روی سطح تیتانیوم خالص تجاری انجام گردید. نتایج نشان داد که مورفولوژی سطح و خواص خوردگی پوشش‌ها به تغییرات دانسیته جریان بستگی دارد. افزایش دانسیته جریان اعمالی منجر به تغییراتی در مورفولوژی، از حالت پنکیکی به پنکیکی با دهانه‌های آتشفشانی می‌شود و متوسط قطر حفرات از حدود ۱ میکرومتر به ۴ میکرومتر افزایش می‌یابد که سبب افزایش زبری سطح نیز می‌گردد. تغییرات دانسیته جریان سبب تغییرات ولتاژ و شدت پلاسما اطراف نمونه‌ها می‌شود به طوری که بر روی شدت میکروجرقه‌ها و گرادیان حرارتی فیلم اکسیدی تاثیر مستقیم می‌گذارد و باعث تبدیل هر چه بیشتر فاز اکسیدی آناتاز به روتیل می‌شود. مقاومت به خوردگی پوشش‌های ایجاد شده با افزایش دانسیته جریان پوشش‌دهی افزایش می‌یابد به طوری که شدت جریان خوردگی نسبت به نمونه بدون پوشش ۱۰ برابر کاهش یافته است که علت آن به افزایش ۲/۵ برابری ضخامت پوشش و فشرده‌تر شدن لایه درونی پوشش، کاهش تخلخل‌های باز سطحی فلز و وجود فاز عمده روتیل نسبت داده شد.

۱- مقدمه

تیتانیوم و آلیاژهای آن دارای خواص عالی چون دانسیته و مدول الاستیک کم، دمای ذوب و نسبت استحکام به وزن بالا، مقاومت به خوردگی خوب، زیست سازگاری بالا، مقاومت به خزش و خستگی خوب، خواص مکانیکی مطلوب و غیر مغناطیسی بودن هستند[۱و۲]. این فلز مقاومت خوبی نسبت به خوردگی یکنواخت در محیط‌هایی مثل آب مقطر، آب دریا (هوا زدایی شده و اکسیژن‌دار) و آب شور دارد. افزون بر این، تیتانیوم در محیط‌های حاوی اسیدهای اکسید

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-20]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.3.2.3]