فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۷، شماره‌ی ۴، زمستان ۱۳۹۷

بررسی تاثیر DMOAP با گروه دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل بر خواص ترشوندگی TMOS

حمیدرضا احمدی[۱*]، حمیرا جمالی[۲]، علی نعمتی[۳]

[۱] گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، واحد ساوه، دانشگاه آزاد اسلامی، ساوه

[۲] گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران

[۳] گروه سرامیک، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران

* ahmadi@iau-saveh.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۸ مهر ۱۳۹۷

پذیرش: ۲۷ فروردین ۱۳۹۸

کلید واژه:

ترشوندگی، TMOS، DMOAP، هیبریدهای آلی – معدنی

چکیده:

در پژوهش حاضر، جهت بررسی تاثیر گروه دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل بر ترشوندگی TMOS، پوشش سیلیکای هیبرید آلی – معدنی با فرآیند سل - ژل به روش غوطه‌وری تهیه شد. محلول‌های سل طی واکنش هیدرولیز و کندانس شدن تترا متوکسی سیلان (TMOS) رقیق شده در متانول در حضور اسید استیک به عنوان کاتالیست و دی متیل اکتا دسیل (۳-(تری متوکسی سیل) پروپیل) آمونیوم کلرید (DMOAP) به عنوان عامل اصلاح کننده، در دمای اتاق تهیه و با روش ساده غوطه‌وری بر روی زیر لایه شیشه سودالایم پوشش داده شدند. در بررسی چگونگی اثر گروه دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل، نسبت مولی DMOAP /TMOS در بازه (۲-۰)، تغییر داده شد. در این شرایط نسبت مولی MeOH:TMOS؛ H_2O؛ CH3COOH به ترتیب در مقدارهای ۱: ۱۵: ۴: ۲ ثابت نگه داشته شد. بررسی خواص با تغییر نسبت مولی DMOAP /TMOS انجام گرفت. مورفولوژی لایه‌های تهیه شده و اصلاح شیمیایی سطح TMOS به ترتیب توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (Fe-SEM)، میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)، طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) وآنالیز حرارتی همزمان (STA) انجام گرفت. بررسی خواص فیزیکی از طریق اندازه گیری زاویه‌ی تماس قطره آب (CA) و طیف سنجی ماوراء بنفش – مرئی (UV-VIS) مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که با افزایش DMOAP، زاویه تر شوندگی TMOS افزایش یافت که احتمالا مربوط به در دسترس بودن بهینه مکان‌های فعال در سطح پوشش سیلیسی می‌باشد.

۱- مقدمه

انرژی و زبری سطح، فاکتورهای تعیین کننده در ترشوندگی سطح می‌باشند. به تقلید از سطوح طبیعی مثل برگ گل نیلوفر آبی، سطوح آبگریز مصنوعی بر اساس ترکیبات آلی، معدنی و هیبریدهای آلی – معدنی به صورت ساختارهایی در مقیاس میکرونی و یا اصلاح شیمیایی سطح با ساختار

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

میکرون یا نانو با استفاده از مواد با انرژی آزاد سطح کم ساخته می‌شوند [۱،۲]. تکنیک‌های مختلفی برای بررسی ترشوندگی وجود دارد. یکی از روش‌های مطلوب سنتز فرآیند سل – ژل می‌باشد؛ زیرا خواص مطلوب این پوشش‌ها را (سختی، زبری، شفافیت و انرژی سطحی و غیره) می‌توان با استفاده از فرموله کردن تعدیل کرد [۳]. S. S. Latthe و همکارانش [۴] گزارش کردند که با افزایش نسبت مولی TMES/ TMOS (از صفر تا ۳/۸) زبری و آبگریزی افزایش داشته ولی شفافیت پوشش از ۹۳٪ به ۵۷٪ کاهش یافته است. در پژوهشی مشابه، D.Y. Nadargi و همکارانش [۵] از تری متیل کلروسیلان (TMCS) به عنوان اصلاح کننده سطح در کنار تترامتوکسی سیلان (TMOS) به عنوان پیش ماده استفاده کردند. آنها بیان کردند که زاویه ترشوندگی در نسبت مولی بین ۰/۶ و ۱/۴ برای TMES/ TMCS حدود ۱۲۰ درجه بوده است. در تحقیقی که از ایزو- اکتیل تری متوکسی سیلان (ISO- OTMS) به عنوان اصلاح کننده سطح، در کنار اتیل تری اتوکسی سیلان (ETES) بیان شد که در نسبت مولی ۰/۶ برای ISO- OTMS/ ETES بهترین نتیجه را در بر داشته است و توانسته به زاویه تر شوندگی ۱۰۰ درجه برسد [۶].

در این پژوهش از ان، ان-دی متیل-ان-اکتا دسیل-۳-آمینو پروپیل تری متوکسی سیل کلراید[1] (DMOAP) به عنوان اصلاح کننده سطح پیش ماده ی تترامتوکسی سیلان (TMOS) استفاده شد. مطالعات نشان داد که تاثیر آن بر ترشوندگی آلکوکسیدهای سیلیسی، به ندرت مورد تحقیق قرار گرفته است.

[1] N-N-Dimethyl-N-octadecyl-3-amino propyl tri methoxy silyl chloride

۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش، تترا متوکسی سیلان (Merk ٪۹۹<)، دی متیل اکتا دسیل (۳- (تری متوکسی سیل) پروپیل) آمونیوم کلراید (Sigma Aldrich ۴۲٪) متانول (Merk ٪۹۹<)، اسید استیک (Merk ٪۹۹) و آب مقطر به عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفتند.

پوشش سیلیسی اصلاح شده به روش سل – ژل و با یک مرحله کاتالیست آماده شد. ساخت پوشش سیلیکا دارای چهار مرحله‌ی، آماده سازی زیرلایه، تهیه ی سل، غوطه‌وری و عملیات حرارتی می‌باشد. در مرحله اول به منظور داشتن پوشش با کیفیت، اسلایدهای شیشه‌ای در ابعاد ۱mm×۱۵×۳۰ برای مدت ۱۰ دقیقه در هر یک از محلول‌های متانول و استون به طور جداگانه در دستگاه ماوراء صوت مدل URL قرار گرفتند و بعد از آن در ۱۱۰°C خشک شدند. سپس هیدرولیز و کندانس تترا متوکسی سیلان رقیق شده در متانول در حضور اسید استیک به عنوان کاتالیست و دی متیل اکتا دسیل (۳- (تری متوکسی سیل) پروپیل) آمونیوم کلراید به عنوان عامل اصلاح کننده در دمای اتاق انجام شد. در این پژوهش نسبت مولی TMOS :MeOH :H2O :CH3COOH به ترتیب در مقدارهای ۱: ۱۵: ۴: ۲ ثابت و نسبت مولی DMOAP/ TMOS در بازه (۲-۰)، تغییر داده شد. . ترکیب نمونه‌ها برای بررسی در این پژوهش در جدول ۱ آمده است. برای تکمیل هیدرولیز، محلول مورد نظر به مدت ۴ ساعت هم زده شد. در مرحله‌ی سوم زیر لایه به روش غوطه‌وری و با سرعت ۵ mm/s پوشش و بعد از پوشش، نمونه‌ها برای تشکیل ژل به مدت ۲۴ ساعت در دمای اتاق (۲۷ °C) و

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

محیط بسته قرار گرفتند. در پایان برای تشکیل پیوندها خروج حلال باقی مانده، عملیات حرارتی در دمای ۱۴۰°C با سرعت ۱ °C/min در خشک کن memmert مدل ۵۰۰ UFB انجام شد. با سرد شدن نمونه‌ها تا دمای محیط، آنالیزهای مختلف برای بررسی خواص آنها انجام گرفت.

جدول ۱- ترکیب نمونه‌های مورد بررسی در این پژوهش

کد نمونه	TMOS	DMOAP	MeOH	H_2O	CH_3COOH
M0	۱	۰	۱۵	۴	۲
M1	۱	۰/۱	۱۵	۴	۲
M2	۱	۰/۲	۱۵	۴	۲
M3	۱	۰/۳	۱۵	۴	۲
M4	۱	۰/۴	۱۵	۴	۲

برای اندازه گیری زاویه تماس (CA) از دستگاه Contact Angel system OCA مدل detapHysics استفاده شد. برای بررسی تغییر شیمی سطح پوشش سیلیکا از طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) در محدوده $۴۰۰۰cm^{-۱}$ – ۴۰۰ با استفاده از دستگاه مدل Spectrum RXI ساخت Pekin Elmer استفاده شد، طیف سنجی ماوراء بنفش – مرئی (UV-VIS) توسط دستگاه Lambda ۲۵ Spectrometer ساخت Pekin Elmer انجام شد، برای بررسی مورفولوژی سطح، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (Fe-SEM) مدل TESCAN \\MIRA و میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) مدل CP مد تماسی ساخت Park Scientific instruments بکار گرفته شدند. در این تحقیق، بررسی پایداری حرارتی پوشش سیلیکا و حصول دمای بهینه عملیات حرارتی با استفاده از آنالیز حرارتی همزمان STA توسط دستگاه STA مدل ۱۶۴۰- PL-STA ساخت کشور انگلستان بر روی پودر حاصله از فرآیند سل ــ ژل که در دمای محیط خشک شد، انجام گرفت. نمونه پودر مورد نظر از دمای اتاق تا دمای ۱۲۰۰ °C با سرعت ۱۰°C/min در محیط هوا حرارت داده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ساز وکار واکنش

فرایند سل – ژل شامل دو واکنش هیدرولیز و کندانس می‌باشد؛ که با تکمیل این دو واکنش و توجه به پارامترهای تاثیرگذار بر این واکنش‌ها ساختارهای شبکه‌ای متفاوتی می‌تواند به وجود آید. پایه واساس هر فرایند سل – ژل انتخاب مواد اولیه و حلال می‌باشد.

یکی از پر کاربردترین ژل‌های معدنی، شبکه ژل SiO_2 می‌باشد که در سنتز آن بیشتر از تترا آلکوکسی سیلان ها $(Si(OR)_4)$ به عنوان شبکه ساز سیلیس استفاده می‌شود؛ از معمولترین و پرکاربردترین آلکوکسی سیلان‌ها می‌توان به TMOS اشاره کرد که دارای چهار شاخه متوکسی OCH_3 می‌باشد که طی واکنش هیدرولیز در حضور آب، سیلانول $Si(OH)_4$ تشکیل خواهد شد و در ادامه واکنش کندانس شبکه ژل سیلیکا SiO_2 را خواهیم داشت.

واکنش‌های شیمیایی طی فرآیند سل – ژل در حضور تترامتوکسی سیلان برای تشکیل شبکه ژل معدنی SiO_2 را می‌توان در واکنش‌های ۱ تا ۳ به طور خلاصه بیان کرد:

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

۱) هیدرولیز $\equiv Si–OCH_3 + H_2O \leftrightarrow \equiv Si–OH + CH_3–OH$

۲) کندانس $\equiv Si–OH + HO–Si\equiv \leftrightarrow \equiv Si–O–Si\equiv + H_2O$

۳) کندانس $\equiv Si-OCH_3 + HO-Si\equiv \leftrightarrow \equiv Si-O-Si\equiv + CH_3-OH$

در فرآیند سل – ژل واکنش‌های هیدرولیز و کندانس به طور موازی با یکدیگر پیش می‌روند به طوری که در فضاهای میانی گروه‌های $Si – OCH_3$ و $Si – OH$ به طور همزمان وجود دارند.

برای ایجاد خواص جدید، بدون تاثیر بر خواص مثبت اولیه‌ی شبکه ژل معدنی از جمله ایجاد آبگریزی (گروه‌های آلکوکسی موجود در شبکه ژل دارای خاصیت آب دوستی هستند که در نتیجه‌ی آن شبکه ژل SiO_2 حاصل نمی‌تواند آبگریز باشد.) در شبکه ژل می‌توان گروه‌های آلی را در زمینه ژل معدنی SiO_2 وارد کرد و بدین ترتیب به ژل‌های هیبرید آلی – معدنی با خواص جدید دست پیدا کرد. در سیستم‌های سیلیکات، معمولاً ترکیباتی از نوع $R'Si(OR)_3$ به کار می‌روند که 'R گروه آلی اصلاح کننده ژل معدنی، مستعد تشکیل پیوند کووالانس با سطح گروه‌های سیلانول در زمینه معدنی می‌باشد. چنانچه 'R در مخلوط $R'Si(OR)_3/Si(OR)_4$ خاصیت بازی داشته باشد مانند ترکیبات $(OR)_3Si(CH_2)_3NR'_2$ هر دو سیلان در ساخت شبکه ژل شرکت کرده و واکنش با حفظ خواص شبکه ژل، سریع‌تر انجام شده و انجام فرآیند با دو مرحله کاتالیست، نیاز نخواهد بود [۷ ، ۸].

۳-۲- اثر نسبت مولی DMOAP/TMOS بر زاویه ترشوندگی

زبری و انرژی سطح، دو عامل مهم تر شوندگی هستند. زاویه تر شوندگی در یک سطح صاف جامد بوسیله معادله یانگ ۴ بیان می‌شود[۱ و ۹]:

$$Cos\theta flat = [(\gamma SV - \gamma SL) / \gamma LV] \quad (۴$$

θflat: زاویه تر شوندگی

γSV: انرژی آزاد فصل مشترک فاز جامد- بخار

γSL: انرژی آزاد فصل مشترک فاز جامد- مایع

γLV: انرژی آزاد فصل مشترک فاز مایع- بخار

Wenzel توانست معادله یانگ را برای سطوح زبر بهبود بخشد و معادله ۵ را ارائه کرد:

$$Cos\theta rough = r[(\gamma SV - \gamma SL)/\gamma LV] = rCos\theta flat \quad (۵$$

θrough: زاویه تر شوندگی سطح زبر

r: فاکتور زبری (برای سطح صاف r=1 است و برای سطح زبر مقدار آن بیش از یک است.)

هنگامی‌که قطره مایعی بر روی سطح جامد و هوا قرار می‌گیرد، خواص ترشوندگی توسط حالت Cassie–Baxter بیان می‌شود. در این مورد زاویه تماس سطح توسط رابطه ۶ بدست می‌آید. در اینجا فرض می‌شود زاویه تماس آب در هوا ۱۸۰ درجه است [۱ و ۹]:

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

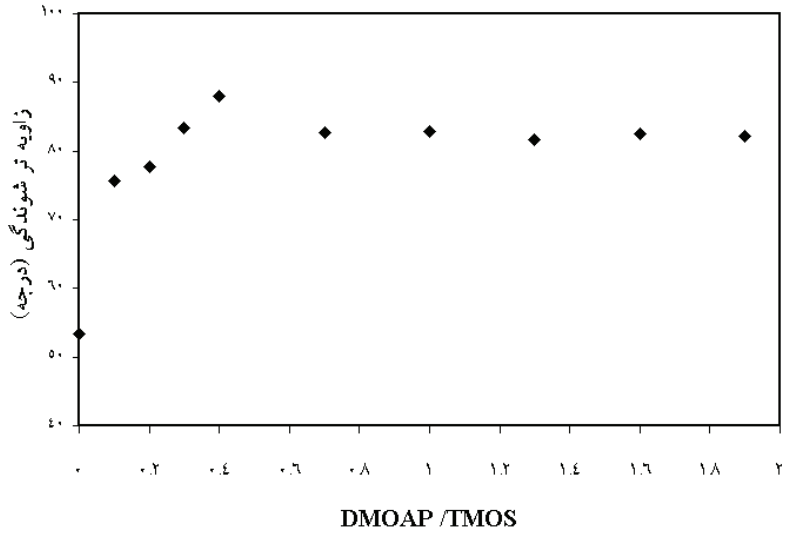
[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

$$Cos\theta rough=FCos\theta flat+(1-F)\ Cos180^{o}= \quad (۶$$

$$FCos\theta flat+F-1$$

F: کسری از سطح جامد که توسط مایع تر می‌شود.

تغییرات زاویه ترشوندگی آب با تغییر نسبت مولی DMOAP/TMOS در شکل ۱ نشان داده شده است. همانطور که ملاحظه می‌شود با افزایش غلظت DMOAP زاویه تر شوندگی تا نسبت ۰/۴ افزایش می‌یابد ولی بعد از آن روند کاهشی را بدنبال خواهد داشت.

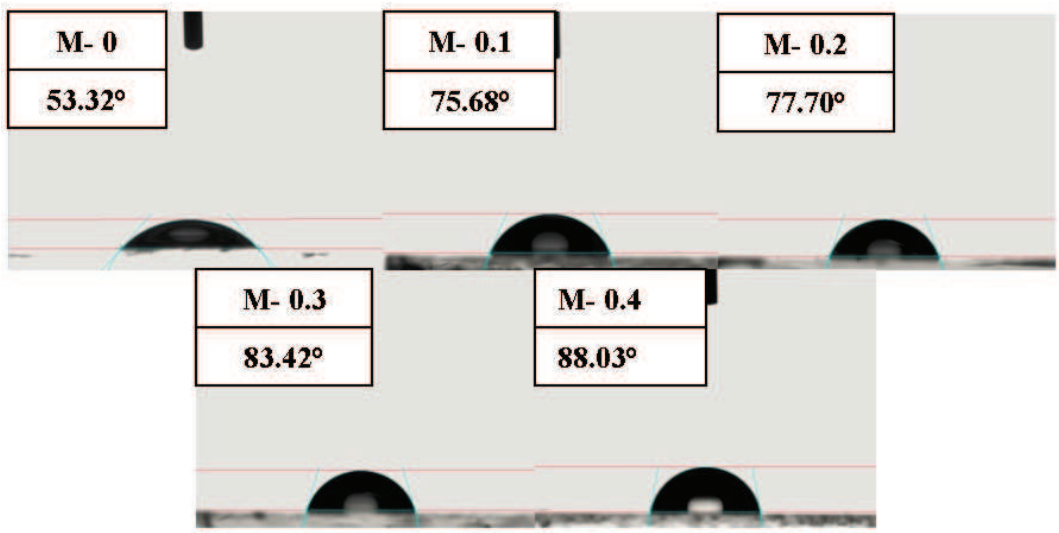


شکل ۱- تغییرات زاویه ترشوندگی با تغییر نسبت مولی DMOAP /TMOS

تصاویر قطره آب نمونه‌ها با تغییرنسبت مولی DMOAP /TMOS در شکل ۲ و تغییرات زمان ماندگاری و زاویه ترشوندگی پوشش سیلیکا در جدول ۲ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که در حالت خالص TMOS زاویه تر شوندگی برابر ۵۳/۳۲° درجه است. این ویژگی به حضور زیاد گروه‌های هیدروکسیل (OH) نسبت داده می‌شود که موجب آبدوستی سطح می‌شوند [۵ و ۱۱]. با استفاده از DMOAP به عنوان عامل اصلاح سطح در فرآیند سل-ژل تحت شرایط اسیدی، گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل جایگزین هیدروژن گروه‌های هیدروکسیل (OH) سطح می‌شوند و در سطح ذرات سیلیس پیوندهای پایدار $O\text{-}Si\text{-}(CH_2)_3N(CH_3)_2(CH_2)_{17}CH_3$ تشکیل خواهد شد که باعث افزایش زاویه تماس می‌گردد. شماتیک این فرآیند در شکل ۳ قابل مشاهده می‌باشد. در نسبت‌های کم DMOAP /TMOS، سطح لایه با گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل کمتری جایگزین می‌شود که زاویه‌ی تماس کمتری را موجب می‌شوند. با افزایش غلظت DMOAP و جایگزینی بیشتر گروه‌های مذکور، زاویه ترشوندگی افزایش پیدا می‌کند و خواص سطح از قطبی (آب دوست) به غیر قطبی (آبگریز) متمایل می‌شود؛ بطوری‌که بیشترین مقدار آنرا در نسبت ۰/۳، با در نظر گرفتن زمان پایداری سل با زاویه ترشوندگی ۸۳/۴۲ درجه را شاهد هستیم.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

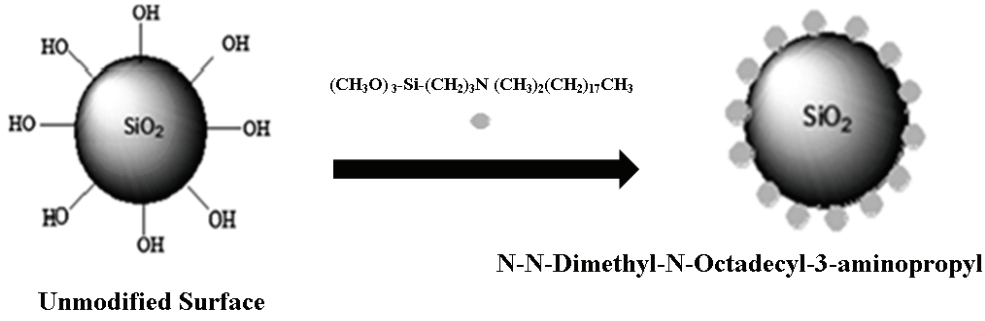
[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]



شکل ۲- تصاویر قطره‌های آب و زاویه ترشوندگی پوشش سیلیکا با تغییر نسبت مولی DMOAP /TMOS

جدول ۲- تغییرات زمان ماندگاری و زاویه ترشوندگی پوشش سیلیکا با تغییرنسبت مولی DMOAP /TMOS

کد نمونه	نسبت مولی DMOAP /TMOS	زاویه ترشوندگی (درجه)	زمان ماندگاری در محیط (روز)
M0	۰	۵۳/۳۲	۳۶۵
M1	۰/۱	۷۵/۶۸	۳۶۵
M2	۰/۲	۷۷/۷۰	۳۶۵
M3	۰/۳	۸۳/۴۲	۱۵
M4	۰/۴	۸۸/۰۳	رسوب کرد



شکل ۳- شماتیک جایگزینی هیدروژن گروه هیدروکسیل با کروه دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل پروپیل

با توجه به نتایج می‌توان گفت کـه حـد بهینـه‌ای بـرای تغییـر نسبت مولی DMOAP /TMOS وجود دارد؛ با افـزایش ایـن نـسبت در مقـادیر بـالای ۰/۴، هیـدروژن‌هـای بیـشتری از گروه‌های هیدروکسیل در سطح ذرات سیلیس توسط گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل جـایگزین مـی‌شـوند کـه در نتیجه‌ی آن سطح ذرات سیلیس نقاط فعـال (OH) کمتـری را

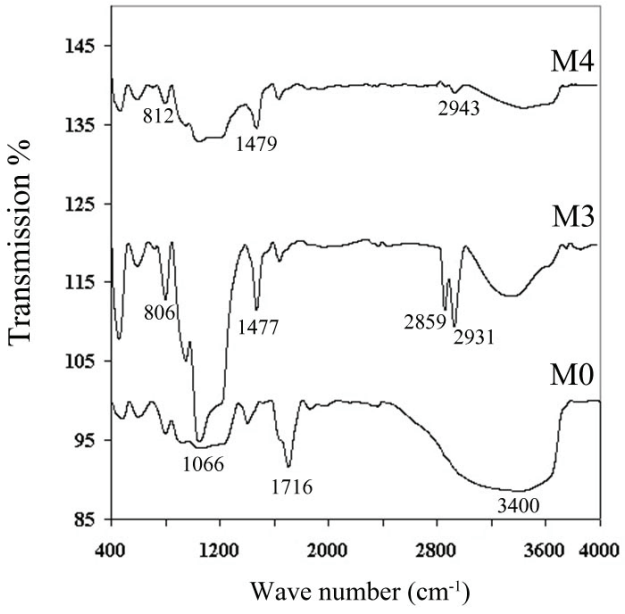
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

برای اتصال به سطح زیرلایه خواهند داشت که باعث کاهش زاویه تماس در مقادیر بالای ۰/۴ می‌شود. همچنین در نسبت‌های بیش از ۰/۴، سل‌ها در محیط پایدار نبوده و رسوب کردند که شاید ناشی از هیدرولیز اسید باشد[۵].

افزایش تقریبی 30° زاویه تماس نمونه M3 ($83/42^{\circ}$) در مقایسه نمونه اصلاح نشده ($53/32^{\circ}$) نشان دهنده تاثیر شاخه دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل بر TMOS می‌باشد که نتایج FTIR و AFM که در ادامه مباحث خواهند آمد نیز تاییدی بر آن است؛ اگر چه نمی‌توان سطح را آبگریز نامید.

۳-۳- بررسی طیف‌های FTIR

ترکیب شیمیایی پوشش سیلیکای بر روی زیر لایه‌ی شیشه سودالایم، توسط اسپکتروسکوپی FT-IR با استفاده از روش KBr، مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۴ طیف FTIR نمونه‌های M0، M3 و M4 است. در طیف نمونه M0، پیک پهن مشاهده شده در محدوده $3400\ cm^{-1}$ و پیک $1716\ cm^{-1}$ مربوط به پیوند OH- گروه Si- OH می‌باشند. با ورود DMOAP و وارد شدن گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل (نمونه‌های M3 و M4)، پیک‌هایی در $2859cm^{-1}$، $2931cm^{-1}$ و $2943\ cm^{-1}$ (به ترتیب برای نمونه‌های M3 و M4) و پیک‌هایی در $1477cm^{-1}$ و $1479cm^{-1}$ (به ترتیب برای نمونه‌های M3 و M4) ظاهر شده‌اند که به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی متقارن و نامتقارن پیوندهای C-H و $N-CH_2$ می‌باشند. پیک‌های ظاهر شده در $806cm^{-1}$ و $812cm^{-1}$ (در نمونه‌های M3 و M4) که با ورود گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل بوجود آمده‌اند، بیانگر ارتعاشات پیوند Si-C است. همچنین پیک مشاهده شده در $1066cm^{-1}$ (در نمونه‌های M3 و M4) نشان‌دهنده ارتعاشات خمشی نامتقارن Si-O-Si است [۴، ۵، ۶، ۱۱ و ۱۳]. تفکیک پیک در $1066cm^{-1}$ (Si-O-Si) به دوباند مجزا نشانه‌ی تشکیل ساختار پوشش هیبریدی می‌باشد.[۱۴]



شکل ۴- طیف FTIR با تغییر نسبت مولی DMOAP/TMOS

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

گروه‌های Si-OH منبع و عامل اصلی ترشوندگی هستند؛ پیک‌های OH– پوشش سیلیکا در طیف نمونه M0 کاملا مشهود است اما شدت آنها با ورود DMOAP و وارد شدن گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل (نمونه‌های M3 و M4) کاهش می‌یابند. بطوری‌که شدت پیک در محدوده‌ی $3400\ cm^{-1}$ و شدت پیک $1716\ cm^{-1}$ کاهش یافته است. این کاهش با افزایش نسبت DMOAP/TMOS بیشتر می‌شود. این در حالی است که شدت پیک‌های C-H در $2859\ cm^{-1}$، $2931\ cm^{-1}$ و $1477\ cm^{-1}$ و شدت پیک‌های Si-C در $806\ cm^{-1}$ و $812\ cm^{-1}$ افزایش می‌یابد. این امر احتمالا می‌تواند موید جایگزینی H گروه‌های Si-OH سطح توسط گروه‌های غیر قابل هیدرولیز دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل و افزایش زاویه تر شوندگی باشد.

۳-۴- بررسی مورفولوژی سطح

در بررسی مورفولوژی سطح پوشش سیلیکای رسوب داده شده بر زیر لایه‌ی شیشه سودالایم و خواص ترشونگی آن با تغییر نسبت مولی DMOAP/TMOS، تصاویر سه بعدی AFM و تصاویر Fe-SEM در شکل ۵ و مقادیر آن در جدول ۳، برای نمونه‌های اصلاح نشده (M0) و اصلاح شده (M3 و M4) نشان داده شده‌اند. با توجه به تصاویر AFM و نتایج جدول ملاحظه می‌شود که میانگین زبری سطح (Ra) نمونه اصلاح نشده (M0) برابر ۰/۲۷۹۳ nm می‌باشد که با معرفی DMOAP و اصلاح سطح، مقدار آن افزایش و به ۲/۷۵۲۳nm و ۵/۱۰۷۳ nm به ترتیب برای نمونه‌های M3 و M4 می‌رسد. همچنین مشاهده می‌شود که با افزایش نسبت مولی DMOAP/TMOS، میانگین زبری سطح (Ra) افزایش می‌یابد. به نظر می‌آید که همین امر باعث افزایش زاویه تر شوندگی در نمونه‌های اصلاح شده شده است. با اینکه بیشترین میانگین زبری سطح (Ra) و بیشترین زاویه تر شوندگی مربوط به نمونه M4 است ولی با توجه به رسوب آن و پایداری بسیار اندک آن، نمونه M3 به عنوان نمونه بهینه انتخاب شد.

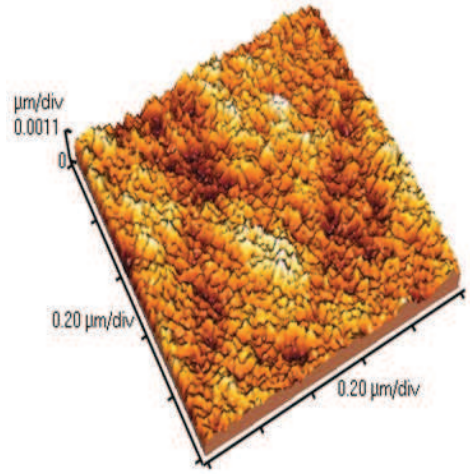
در تصاویر Fe-SEM نمونه‌های اصلاح نشده (M0) و اصلاح شده (M3 و M4) به نظر می‌آید که پس از اصلاح سطح، ذرات سیلیس بزرگتر شده‌اند. با حضور عامل اصلاح کننده DMOAP گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل در سطح ذرات سیلیس قرار گرفته و یک پوشش خارجی روی آن تشکیل می‌دهند. به عبارت دیگر با اصلاح سطح توسط DMOAP اندازه ذرات سیلیس افزایش یافته است [۱۲].

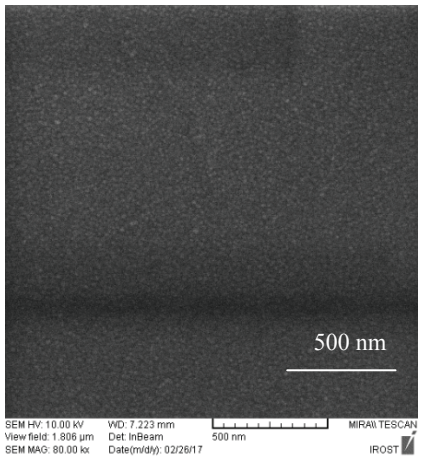
جدول ۳- نتایج AFM و زاویه ترشوندگی نمونه‌های M0، M3 و M4

نمونه	میانگین زبری سطح (Ra-nm)	زاویه ترشوندگی
M0	۰/۲۷۹۳	۵۳/۳۲
M3	۲/۷۵۲۳	۸۳/۴۲
M4	۵/۱۰۷۳	۸۸/۰۳

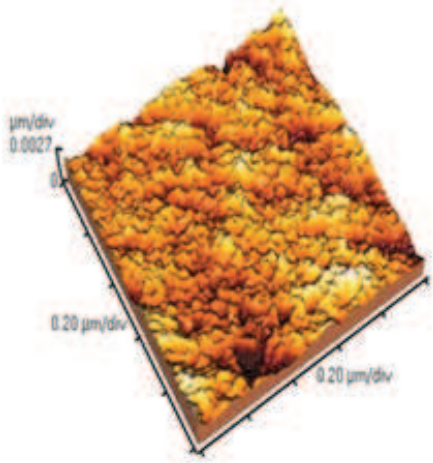
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

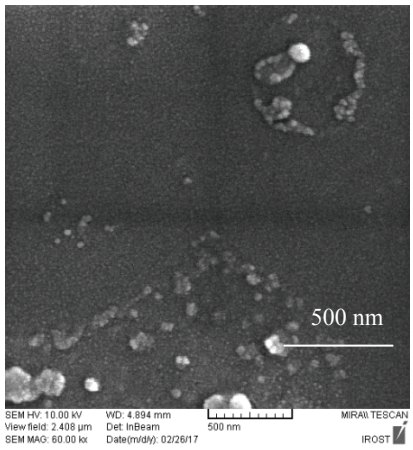
[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]



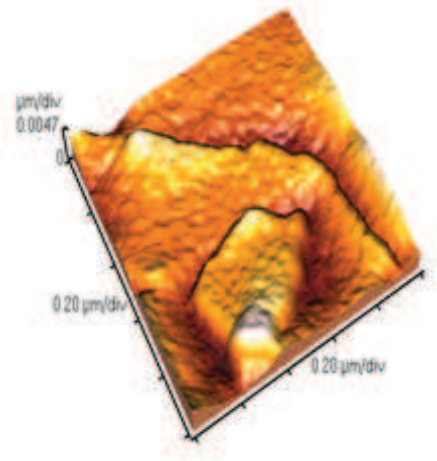


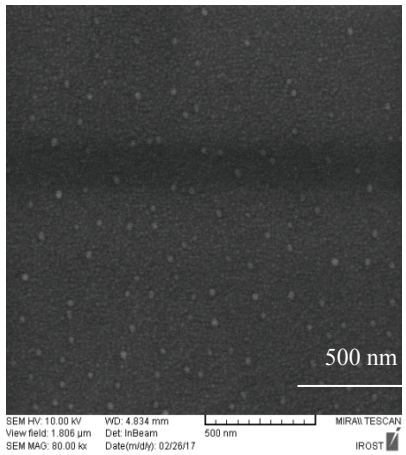
M0





M3





M4

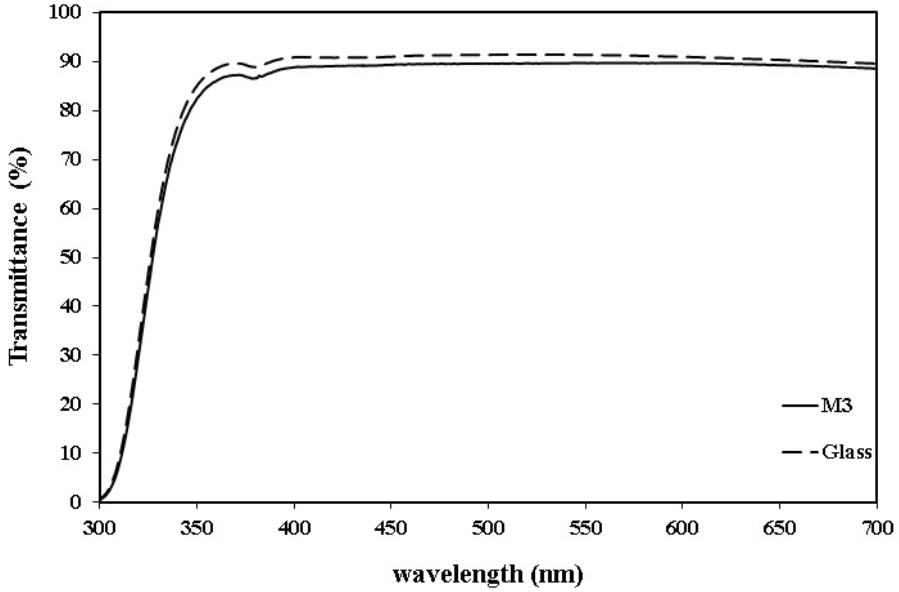
شکل ۵- تصاویر سه بعدی AFM و تصاویر Fe-SEM نمونه‌های M0، M3 و M4

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

۳-۵- بررسی عبور نور

شفافیت پوشش و زبری در ارتباط با یکدیگر می‌باشند؛ چرا که از عوامل پراکندگی نور و کاهش شدت عبور نور، زبری سطح می‌باشد. هنگامیکه زبری سطح افزایش می‌یابد، آبگریزی نیز زیاد می‌شود اما شفافیت، اغلب کاهش می‌یابد. در شرایطی که ابعاد زبری بسیار کمتر از طول موج نور مرئی باشد، به علت تغییر ضریب شکست بین هوا و زمینه پوشش شفاف می‌شود که کاهش شدت شکست در فصل مشترک هوا (یا آب) و پوشش و افزایش شفافیت را به دنبال دارد. برای رسیدن به شفافیت بالا در محدوده نور مرئی اندازه زبری سطح باید کمتر از ۱۰۰ نانومتر باشد [۱۵]. شکل ۶ نشان دهنده میزان عبور نور نمونه بهینه M3 در مقایسه با شیشه بدون پوشش در محدوده ۷۰۰-۳۰۰ نانومتر است. ملاحظه می‌شود که میزان عبور نور در محدوده ی نور مرئی از ۹۱/۵٪ در شیشه سودالایم بدون پوشش به ۸۹/۷٪ در M3 کاهش یافته است که علت آن، افزایش زبری در نمونه M3 است. البته تغییرات بسیار ناچیز می‌باشد چرا که زبری به دست آمده کمتر از ۱۰۰ nm می‌باشد.



شکل ۶- طیف درصد عبور در محدوده ی طول موج نور مرئی (۷۰۰-۳۰۰nm) نمونه M3 و شیشه

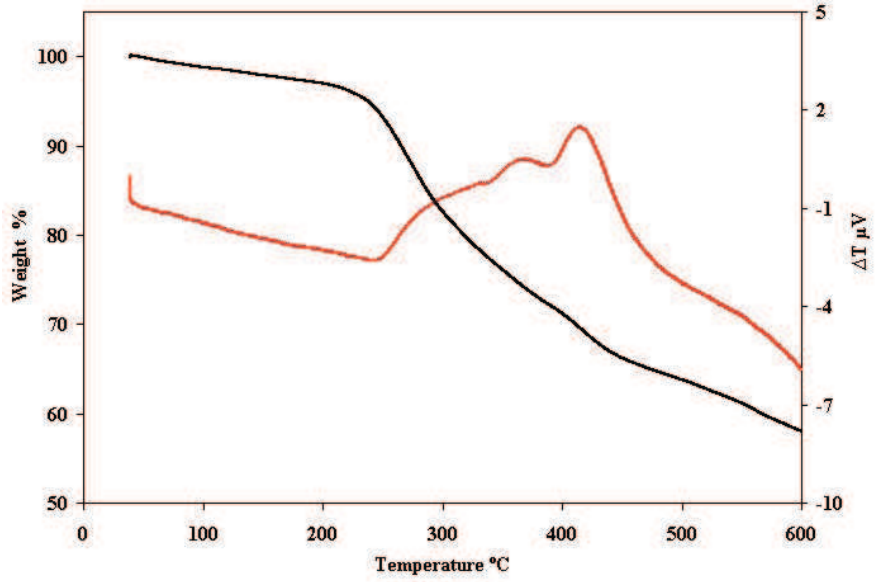
۳-۶- پایداری حرارتی پوشش سیلیسی

به منظور بررسی پایداری حرارتی پوشش سیلیس نمونه بهینه از آن آنالیز حرارتی همزمان (STA) گرفته شد که در شکل ۷ مشاهده می‌شود. مشاهده می‌شود که، تجزیه حرارتی ترکیب از دمای ۲۰۰ °C شروع می‌شود و همزمان با آن شروع پیک گرمازا در منحنی DTA ماکزیمم دمای کاربرد را نشان می‌دهد. پیک گرمازا نزدیک دمای ۴۲۰ °C در منحنی DTA و مطابق با آن، کاهش وزن قابل توجه حدود ۳۰٪ در محدوده‌ی دمای °C (۶۰۰-۲۰۰) در منحنی TGA، به علت تجزیه گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل موجود در DMOAP می‌باشد. پایداری حرارتی پوشش سیلیکا به علت ذرات سیلیکای اصلاح شده با

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

گروه‌های دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل موجود درDMOAP می‌باشد؛ که بالاتر از ۲۰۰ °C با شروع اکسیداسیون گروه‌های آلی، خواص ترشوندگی کاهش می‌یابد و در ۲۲۰ °C سطح به آب دوستی متمایل می‌شود. با توجه به نتایج، ماکزیمم دمای پایداری حرارتی پوشش سیلیسی ۲۰۰ °C می‌باشد.



شکل ۷- منحنی TGA و DTA نمونه M3 (DMOAP/TMOS=۰/۳)

۴- نتیجه‌گیری

- نتایج نشان داد که با افزایش DMOAP، زاویه تر شوندگی TMOS افزایش یافته است.
- با در نظر گرفتن زمان ماندگاری سل، در نسبت ۰/۳ زاویه ترشوندگی از ۵۳/۳۲ به ۸۳/۴۲ درجه افزایش یافت؛ که احتمالا به علت در دسترس بودن بهینه مکان‌های فعال در سطح پوشش سیلیسی می‌باشد.
- نتایج FTIR نشان داد که شدت پیک‌های C-H در $2859\ cm^{-1}$، $2931\ cm^{-1}$ و $1477\ cm^{-1}$ و شدت پیک‌های Si-C در $806\ cm^{-1}$ و $812\ cm^{-1}$ افزایش می‌یابد. این امر احتمالا می‌تواند موید جایگزینی H گروه‌های Si-OH سطح توسط گروه‌های غیر قابل هیدرولیز دی متیل اکتا دسیل آمین پروپیل و افزایش زاویه تر شوندگی باشد.
- با افزایش نسبت مولی DMOAP /TMOS، میانگین زبری سطح (Ra) افزایش یافته و در نتیجه زاویه تر شوندگی در نمونه‌های اصلاح شده نیز زیاد می‌شود.
- میزان عبور نور در محدوده‌ی نور مرئی از ۹۱/۵٪ در شیشه سودالایم بدون پوشش به ۸۹/۷٪ در نسبت ۰/۳، کاهش یافته است که علت آن، افزایش زبری در نمونه M3 است. البته تغییرات بسیار ناچیز می‌باشد چرا که زبری به دست آمده کمتر از ۱۰۰ nm می‌باشد.
- با توجه به نتایج آنالیز حرارتی همزمان (STA)، ماکزیمم دمای پایداری حرارتی پوشش سیلیسی بهینه ۲۰۰ °C می‌باشد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]

مراجع

[1] Akira Nakajima, Kazuhito Hashimoto, and Toshiya Watanabe, Invited Review Recent Studies on Super-Hydrophobic Films,J. Monatshefte fuÈ r Chemie 132, (2001), 31-41.

[2] Minglin Ma, Randal M. Hill, Superhydrophobic surfaces, J. Current Opinion in Colloid & Interface Science 11 (2006) 193–202.

[3] Divya Kumar a, XinghuaWua,b, QitaoFua, Jeffrey WengChye Ho a,b, Pushkar D. Kanhere b, Lin Li c, Zhong Chen" Hydrophobic sol–gel coatings based on polydimethylsiloxane for self-cleaning applications" Materials and Design 86 (2015) 855–862.

[4] Sanjay S. Latthe, Digambar Y. Nadargi, A. Venkateswara Rao" TMOS based water repellent silica thin films by co-precursor method using TMES as a hydrophobic agent" Applied Surface Science 255 (2009) 3600–3604.

[5] D. Y. Nadargi, J.L. Gurav, N. El Hawi, A.V. Rao, M. Koebel" Synthesis and characterization of transparent hydrophobic silica thin films by single step sol–gel process and dip coating" Journal of Alloys and Compounds 496 (2010) 436–441.

[6] MaedehRamezani, Mohammad Reza Vaezi, AsgharKazemzadeh"The influence of the hydrophobic agent, catalyst, solvent and water content on the wetting properties of the silica films prepared by one-step sol–gel method" Applied Surface Science 326 (2015) 99–106.

[7] N.H.using, U.Schubert, "Aerogels", Wiley, pp.1-27, (2005).

[8] I.M.El-Nahhal, N.M.El-Ashg, "A review on polysiloxane-immobilized ligand systems: Synthesis, characterization and applications", J.Organometallic Chemistry, 692 (2007) 2861–2886

[9] A.Nakajima, K.Hashimoto, and T.Watanabe, "Invited Review Recent Studies on Super-Hydrophobic Films", J.Monatshefte fur Chemie, 132 (2001) 31-41

[10] A.I.Ranka, P.V.Mehta, "Organosilicon Compounds", Patent Application Publication, US2008/0009644A1, pp.1-8.

[11] Satish A. Mahadik, Vinayakparale, Rajiv S. Vhatkara, Dinesh B. Mahadik, Mahendra S. Kavale, Pratap B. Wagh, Satish Gupta, JyotiGurav" Superhydrophobic silica coating by dip coating method" Applied Surface Science 277 (2013) 67– 72.

[12] MaedehRamezania, Mohammad Reza Vaezi, AsgharKazemzadeh" Preparation of silane-functionalized silica films via two-step dipcoating sol–gel and evaluation of their superhydrophobic properties" Applied Surface Science 317 (2014) 147–153.

[13] Guojian Wang, Jiayun Yang, Quan Shi" Preparation of transparent ultrahydrophobic silica film by sol–gel process" J. Coat. Technol. Res., 8 (2011)53–60

[14] X.Zhang, W.Wu, J.Wang, X.Tian, "Direct synthesis and characterization of highly ordered functional mesoporous silica thin films with high amino-groups content", J.Applied Surface Science, 254 (2008) 2893–2899

[15] L. Xu, R.G. Karunakaran, J. Guo, S. Yang, Transparent, superhydrophobic surfaces from one step spin coating of hydrophobic nanoparticles, Appl. Mater. Interfaces 4 (2012) 1118–1125.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-12]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.4.4.4]