

## تأثیر مدت زمان فرآیند پخت بر عملکرد حفاظتی پوشش زیست سازگار سیلان سل-ژل اعمال شده بر روی فولاد نرم

سامان نیک پور<sup>۱</sup>، رضا نادری محمودی<sup>۲</sup>، محمد مهدویان احدی<sup>۳</sup>

۱ دانشجوی کارشناسی ارشد خوردگی و حفاظت از مواد، دانشکده‌ی مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، تهران، ایران

۲ دانشیار، دانشکده‌ی مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، تهران، ایران

۳ استادیار، پژوهشکده‌ی پوشش‌های سطح و فناوری‌های نوین، موسسه‌ی پژوهشی علوم و فناوری رنگ و پوشش، تهران، ایران



چکیده

هدف اصلی این پژوهش، بررسی تأثیر مدت زمان پخت بر روی عملکرد حفاظتی پوشش زیست سازگار سیلان سل-ژل اعمالی بر روی فولاد نرم است. پوشش‌های مورد استفاده در این پژوهش متشکل از سه پیش ساز سیلان TEOS، MTES و GPS بود که به روش سل-ژل اعمال گردیدند و در سه زمان مختلف ۱۵، ۴۵ و ۷۵ دقیقه و دمای ۱۵۰ درجه‌ی سانتی‌گراد پخت شدند. به منظور بررسی رفتار خوردگی فلزات پوشش دار آزمون‌های مختلف الکتروشیمیایی و آنالیز سطح بکار گرفته شد. با استفاده از نتایج آزمون‌های طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون مدت زمان بهینه‌ی پخت پوشش مشخص گردید. نتایج حاصل از آزمون‌های آنالیز سطح نظیر HRSEM و زاویه تماس بیانگر شبکه‌ای شدن بهینه‌ی پوشش در مدت زمان ۴۵ دقیقه است که موثرترین خاصیت سدگری را از خود نشان داد.

تاریخ دریافت:

۹۶/۶/۲۱

تاریخ پذیرش:

۹۶/۸/۱۰

فولاد، پوشش زیست سازگار سیلان، فرآیند پخت، عملکرد حفاظتی

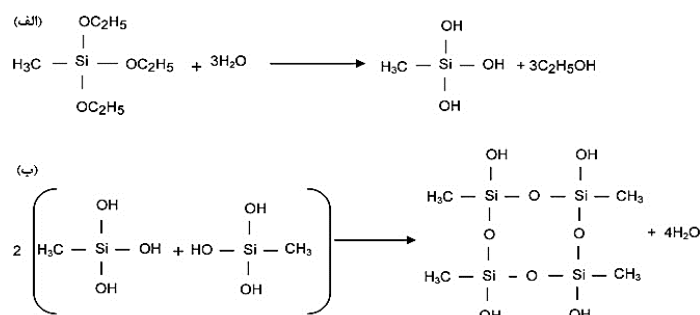
واژگان کلیدی

## ۱) مقدمه

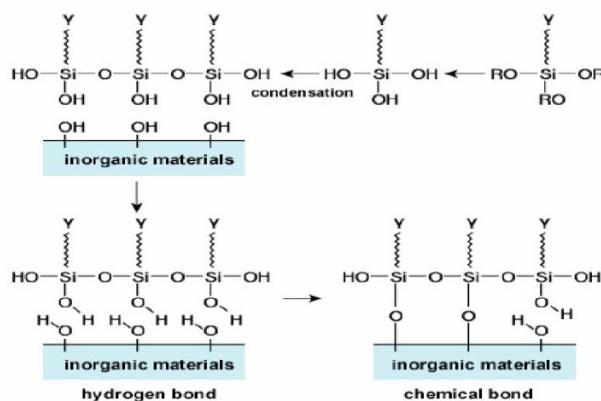
سپس مولکول‌های هیدرولیز شده از طریق تشکیل پیوند هیدروژنی به یکدیگر نزدیک شده و نهایتاً با ایجاد پیوند کوالانسی قوی، متراکم می‌شوند [۱۰ و ۱۱]. شکل ۱ به صورت شماتیک وقوع دو مرحله هیدرولیز و تراکم را برای مولکول MTES نشان می‌دهد. همزمان با متراکم شدن مولکول‌های سیلان، گروه‌های سیلانولی با گروه‌های هیدروکسیل موجود روی سطح فلز که عمدتاً نتیجه فعال‌سازی قلیایی می‌باشند، پیوند هیدروژنی تشکیل می‌دهند. در نهایت پوشش اعمال شده پخت می‌گردد تا فرآیند تراکم کامل شود و همچنین پیوندهای فلز-سیلوکسان (MeOSi) تشکیل شوند تا باعث افزایش چسبندگی فیلم سیلانی به زیرلایه فلزی شوند و بدین ترتیب فیلمی متراکم و چسبنده تشکیل می‌گردد (شکل ۲)، در واقع پخت پوشش باعث تسریع واکنش تراکمی بین گروه‌های سیلانولی می‌شود.

شرایط پخت پوشش عامل تعیین‌کننده ویژگی‌های پوشش نظیر ضخامت و کیفیت سدگری است. شبکه‌ای شدن پوشش طی پخت آن توسط پیوندهای Si-O-Si نفوذ عوامل مهاجم به سطح فلز را به تاخیر می‌اندازد. بنابراین دانسیته شبکه‌ای شدن پوشش بسیار حائز اهمیت است و وجود نواحی با دانسیته شبکه‌ای کم و همچنین

امروزه آماده‌سازی و اصلاح سطوح فلزی با استفاده از پوشش‌های هیبریدی سیلان سل-ژل به عنوان یک فناوری کارآمد مورد توجه قرار گرفته است. کاربرد این پوشش‌ها بر سطوح فلزی مختلف نظیر فولاد نرم [۱-۴]، فولاد زنگ‌نزن [۵ و ۶] و آلیاژهای آلومینیوم [۷ و ۸] به منظور بهبود مقاومت به خوردگی توسط محققین مختلفی گزارش شده است. با توجه به امکان اعمال پوشش‌های سیلان سل-ژل از طریق غوطه‌وری در محلول پایه آبی، این پوشش‌ها از ماهیتی غیر سمی و زیست‌سازگار برخوردارند و این قابلیت را دارند که به عنوان جایگزین مناسبی برای پوشش‌های تبدیلی کروماته مورد توجه صنایع قرار گیرند. پوشش‌های تبدیلی کروماته علی‌رغم ارائه مقاومت به خوردگی بالا، بدلیل سمی و سرطان‌زا بودن مورد محدودیت شدیدی از طرف سازمان‌های حامی محیط زیست قرار گرفته‌اند [۹]. تشکیل یک لایه متراکم مملو از اکسیژن و سیلیکون، با وجود ضخامت کم، به صورت یک سد فیزیکی در برابر نفوذ الکترولیت، عوامل مهاجم و اکسیژن عمل می‌کند. گروه‌های آلوکوسی پیش‌سازها (نظیر اتوکوسی در مولکول methyltriethoxysilane یا MTES) قابلیت هیدرولیز شدن دارند که به گروه‌های سیلانول (SiOH) تبدیل می‌شوند.



شکل ۱) مراحل (الف) هیدرولیز و (ب) تراکم مولکول MTES [۱۰].



شکل ۲) تشکیل پیوند بین مولکول سیلان و سطح فلز [۱۲].

شدند. ابتدا نمونه‌ها با ورقه‌های کاربید سیلیکون به ترتیب با شماره‌های ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰ و ۱۰۰۰ سنباده زده و در نهایت به منظور حذف چربی‌های موجود بر روی سطح با استن، چربی‌گیری شدند. به منظور تشکیل پوششی یکنواخت با ترشوندگی مناسب، قبل از اعمال پوشش بایستی سطح نمونه‌ها فعال شود که برای این منظور نمونه‌ها در محلول ۲/۵٪ هیدروکسید سدیم<sup>۳</sup> (محصول شرکت مرک<sup>۴</sup> آلمان) با دمای ۵۵ درجه سانتی‌گراد و به مدت ۷ دقیقه غوطه‌ور شدند و بلافاصله بعد از خروج، سطح آنها کاملاً با آب مقطر شسته شده و با دمش هوای سرد خشک شد. آماده سازی قلیایی منجر به ایجاد تعداد زیادی گروه‌های هیدروکسیل روی سطح می‌گردد، که این گروه‌های Me-OH عامل برهمکنش بین سطح فلز و مولکول‌های هیدرولیز شده سیلان می‌شوند و واکنش تراکمی بین این مولکول‌ها رخ خواهد داد. به منظور ساخت محلول سیلانی، سه پیش‌ساز سیلان یعنی TEOS، MTES و γ-GPS (محصول شرکت آلدریچ<sup>۵</sup>) مورد استفاده قرار گرفتند. جهت هیدرولیز مولکول‌های سیلان، یک محلول آبی رقیق شامل درصد وزنی یکسان از هر یک از سه مولکول ساخته شد. برای این منظور، ۱۰ درصد وزنی از مخلوط سیلان‌ها (نسبت وزنی ۱:۱:۱) به آب دی‌یونیزه اضافه شد [۷ و ۲۰]. در این پژوهش به منظور هیدرولیز بهتر، فرآیند هیدرولیز در شرایط اسیدی (pH در حدود ۳) انجام گرفت که برای تنظیم pH از اسید استیک استفاده گردید. پیش از اسیدی کردن محلول آبی، تمام سه مولکول سیلان با یکدیگر مخلوط شدند. در نهایت مخلوط حاصل به مدت ۲۴ ساعت با استفاده از همزن مغناطیسی با سرعت ۱۰۰۰ rpm هم زده شد تا فرآیند هیدرولیز کامل گردد؛ در این صورت ظاهر محلول از حالت کدری به شفافیت کامل تغییر یافت. اعمال پوشش سیلان روی سطح به صورت غوطه‌وری است. تبخیر آب و ژل شدن طی بیرون کشیدن نمونه فلزی از محلول سیلان آغاز می‌گردد. پیش از خروج از محلول با نرخ ۰/۳ m/min، نمونه‌های فلزی برای مدت زمان ۲ دقیقه در داخل آن قرار داده شدند. طی غوطه‌وری در محلول سیلان، پیوندهای ضعیف هیدروژنی تشکیل شده و مولکول‌ها روی سطح نظم می‌گیرند. پس از خروج از محلول، نمونه‌های فلزی در مدت زمان‌های مختلف ۱۵، ۴۵ و ۷۵ دقیقه در داخل آون

جدول (۱) ترکیب شیمیایی ورقه‌های فولادی استفاده شده.

عنصر	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Co	Cu	Nb
درصد	بالا	۰/۱۹	۰/۴۱۵	۱/۳۹	<۰/۰۰۵۰	<۰/۰۰۵۰	۰/۰۲۶	۰/۰۱۸	۰/۰۵۵۹	۰/۰۴۲۹	۰/۰۴۸۱
وزنی	س										

۱ Phanasaonkar

۲ TG/DTA

۳ NaOH

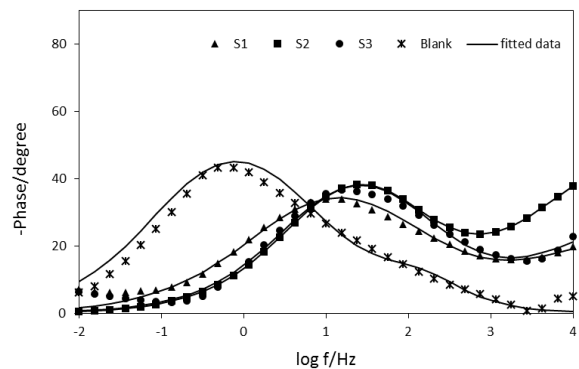
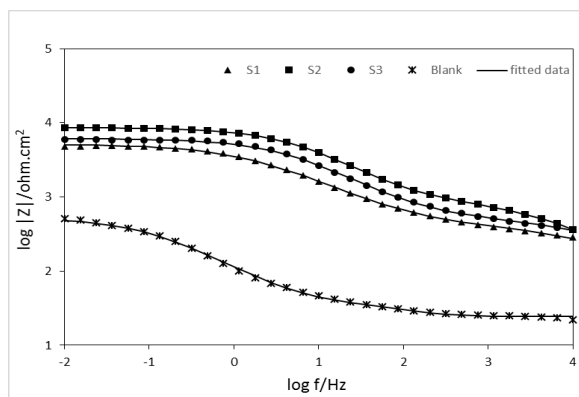
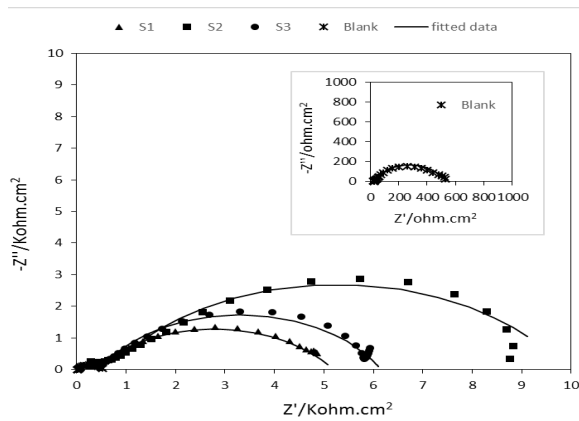
۴ Merck

۵ Aldrich

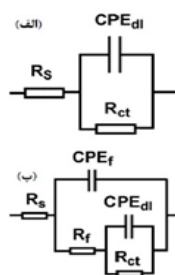
عیوبی نظیر ترک نفوذ الکترولیت و عوامل مهاجم را تسهیل می‌کند [۱۱ و ۱۳]. شرایط پخت پوشش نظیر دما و زمان می‌تواند مستقیماً روی میزان عیوب پوشش مثل ترک و همچنین میزان شبکه‌ای شدن تاثیر بگذارد. تلاش‌های زیادی به منظور بهبود خاصیت سد کنندگی پوشش سیلانی انجام شده است [۱۴-۱۷]. بدین منظور بررسی شرایط پخت به عنوان عاملی تاثیرگذار در خاصیت سد کنندگی توسط محققین مختلفی مورد بررسی قرار گرفته است [۱۸-۲۰]. فاناس گونکار<sup>۱</sup> و همکارانش با استفاده از آزمون گرما وزن سنجی/آنالیز حرارتی تفاضلی<sup>۲</sup> نشان دادند که در محدوده دمایی ۱۵۰ تا ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد تغییرات کاهش جرم تقریباً ثابت است، اما در ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد افت شدیدی مشاهده می‌شود که حاکی از وجود ترک در پوشش می‌باشد. بنابراین پیشنهاد دادند که محدوده دمایی مناسب برای پخت پوشش ۳۵۰-۱۵۰ درجه سانتی‌گراد است [۱۹]. رفیعیایی و همکارانش تاثیر دما و زمان پخت را روی خواص خوردگی پوشش سیلانی اعمال شده بر فولاد زنگ‌نزن مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها نشان دادند که هرچه مدت زمان و دمای پخت بیشتر باشد، شبکه‌ای شدن پوشش بیشتر صورت می‌گیرد [۹]. گزارش‌های زیادی مبنی بر کاربرد دمای ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد به عنوان دمای بهینه پخت وجود دارد [۱-۳ و ۷]. بنابراین در این پژوهش نیز دمای پخت پوشش ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب شد و تاثیر مدت زمان پخت بر کیفیت و مقاومت به خوردگی پوشش سیلانی متشکل از سه پیش‌ساز methyltriethoxysi- tetraethoxysilane (TEOS) و lane (MTES) γ-glycidoxypropyltriethoxysilane و اعمال شده بر فولاد نرم مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور آزمون‌های الکتروشیمیایی اعم از طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون بکار گرفته شدند تا مقاومت به خوردگی پوشش سیلان مورد ارزیابی قرار گیرد و همچنین آزمون‌های زاویه تماس و HRSEM نیز به منظور بررسی میزان آب‌گریزی و ضخامت پوشش مورد استفاده قرار گرفتند.

## ۲ روش تحقیق

به منظور انجام این پژوهش، ورقه‌های فولاد نرم با ترکیب شیمیایی نشان داده شده در جدول ۱ به ابعاد ۶۰×۳۰ میلی‌متر برش داده



شکل ۳ نمودارهای نایکیست و بد نمونه های غوطه ور شده در محلول ۰/۱ مولار سدیم کلرید بعد از ۶ ساعت.



شکل ۴ مدار الکتریکی برای مدلسازی طیف های امپدانس با (الف) یک و (ب) دو ثابت زمانی.

۱ Scan Rate

جدول ۲) کد نمونه های آزمایش شده.

کد نمونه	مدت زمان پخت
S1	۱۵
S2	۴۵
S3	۷۵

با دمای ۱۵۰ درجه سانتی گراد قرار گرفتند تا فرآیند پخت انجام شود. جدول ۲ شرایط مختلف نمونه ها را نشان می دهد.

آزمون های الکتروشیمیایی به منظور بررسی مقاومت به خوردگی پوشش ها انجام گرفت. به منظور انجام این آزمون ها، نمونه ها بعد از اعمال پوشش و پخت، به وسیله مخلوط مذاب بیژواکس و رزین کولوفونی به صورت کامل پوشانده شدند و فقط محدوده ای به مساحت یک سانتی متر مربع از سطح نمونه فولادی دارای پوشش در معرض محلول قرار گرفت. محلول مورد استفاده برای انجام این آزمون حاوی ۰/۱ مولار NaCl بود. آزمون های طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون با کمک سیستم سه الکترودی شامل الکتروود مرجع از نوع کالومل (SCE)، الکتروود کمکی از جنس گرافیت و الکتروود کاری (نمونه پوشش دار) صورت گرفت. طیف سنجی امپدانس برای تمام نمونه ها با استفاده از دستگاه ACM Gill پس از ۲ و ۶ ساعت غوطه وری در الکتروولت در دمای  $25 \pm 3$  درجه سانتی گراد بدست آمدند. در پتانسیل مدار باز (OCP)، موج سینوسی اعمال شده دارای دامنه ولتاژ ۱۰mV در محدوده فرکانس ۱۰kHz تا ۱۰mHz بکار گرفته شد. برازش داده ها با استفاده از نرم افزار Zview3.1c انجام گرفت. آزمون پلاریزاسیون با نرخ روبشی<sup>۱</sup> یک میلی ولت بر ثانیه در محدوده پتانسیل -۲۵۰ تا +۲۵۰ می ولت نسبت به پتانسیل مدار باز با استفاده از دستگاه ACM Gill انجام شد. مقادیر دانسیته جریان خوردگی با استفاده از ناحیه خطی منحنی ها (پتانسیل اضافه کمتر از  $50 \pm$  میلی ولت) از طریق روش برون یابی تافل محاسبه شدند. به منظور بررسی مورفولوژی و ضخامت پوشش اعمال شده، تصاویر میکروسکوپی با استفاده از HRSEM مدل CamScan-MV2300 (ساخت جمهوری چک) تهیه گردید و نهایتاً به منظور بررسی میزان آب گریزی پوشش با استفاده از دستگاه OCA ۱۵ plus، یک قطره آب دی یونیزه (حدوداً ۴ میکرولیتر) در شرایط استاتیک به صورت عمودی و در دمای  $25 \pm 3$  درجه سانتی گراد بر ۳ نقطه از سطح پوشش ها چکانده شد و زاویه تر شوندگی به کمک نرم افزار Image J اندازه گیری گردید.

### ۳) نتایج و بحث

به منظور بررسی اثر حفاظتی پوشش سیلان، آزمون طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی بعد از ۲ و ۶ ساعت غوطه‌وری در محلول ۰/۱ مولار سدیم کلرید برای نمونه‌های پوشش داده شده با شرایط مختلف و همچنین نمونه بدون پوشش به عمل آمد که در شکل ۳ نشان داده شده است. در نگاه اول به نمودار می‌توان فهمید که پوشش پخت شده به مدت ۴۵ دقیقه بهترین عملکرد و بهبود مقاومت به خوردگی را دارد. همانطور که مشاهده می‌شود نمونه‌های پوشش داده شده به وسیله سیلان دارای دو ثابت زمانی هستند که ثابت زمانی اول احتمالاً مربوط به لایه سیلان و ثابت زمانی دوم مربوط به پاسخ فصل مشترک است. در حالی که منحنی مربوط به نمونه فاقد پوشش فقط یک ثابت زمانی را نشان می‌دهد که حاکی از فرآیند انتقال بار در فصل مشترک فلز و پوشش است. به منظور مدل کردن نمودارهای حاصل از طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و کسب اطلاعات بیشتر، مدارهای الکتریکی نشان داده شده در شکل ۴ مورد استفاده قرار گرفتند. اجزای الکتریکی شکل ۴ الف،  $R_s$ ،  $R_{ct}$  و  $CPE_{dl}$  است که به ترتیب بیانگر مقاومت محلول، مقاومت انتقال بار در فصل مشترک فلز/الکترولیت و ظرفیت لایه دوگانه غیر ایده آل را نشان می‌دهد. شکل ۴ ب، علاوه بر اجزای شکل الف، دارای  $R_f$  و  $CPE_f$  است که به ترتیب مقاومت و ظرفیت غیر ایده آل فیلم را نشان می‌دهد. برخی از پارامترهای بدست آمده از مدل کردن طیف‌های امپدانس الکتروشیمیایی در جدول ۳ ارائه شده است.

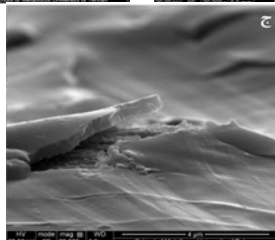
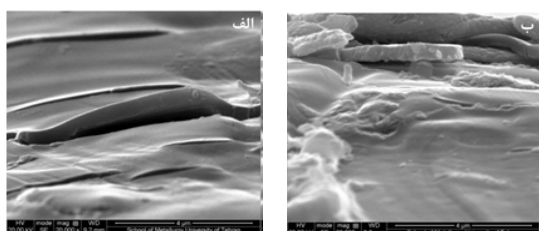
با توجه به نمودارهای طیف سنجی امپدانس و پارامترهای حاصل از برازش داده‌ها، ابتدا به این موضوع پی برده می‌شود که با گذشت زمان همه‌ی نمونه‌ها با افت خواص حفاظتی مواجه هستند که بیانگر نفوذ الکترولیت به داخل پوشش است، به عبارتی پوشش‌های هیبریدی سیلان نمی‌توانند محافظت طولانی مدت از خود ارائه دهند. در نمونه‌ی S1، زمان پخت به منظور تکمیل

واکنش‌های تراکمی کافی نبوده و از طرفی آب موجود در پوشش فرصت کافی جهت خروج نداشته است، لذا تراکم به خوبی صورت نگرفته و میزان شبکه‌ای شدن پوشش پایین است که منجر به سدگری ضعیف در برابر نفوذ عوامل مهاجم می‌شود. از طرفی آب باقی مانده در پوشش نهایتاً خارج می‌شود که ممکن است به هنگام خروج باعث ایجاد تنش و انبساط و یا حتی تخریب پیوندهای Si-O-Si شود که بدین ترتیب مسیر برای نفوذ عوامل مهاجم و الکترولیت به سطح فلز را آسان می‌کند. نمونه‌ی S3، احتمالاً بیش از حد پخت شده و واکنش‌های تراکمی به میزان زیادی انجام شده است لذا میزان دانسیته شبکه‌ای شدن پوشش زیاد شده و پوشش تحت تنش قرار گرفته که منجر به ایجاد ترک و تخریب پوشش می‌شود. بنابراین علی‌رغم انتظار پوششی متراکم تر و با خاصیت سدگری بیشتر، پوششی با عیوب بیشتری حاصل می‌شود. اما نمونه S2 بیانگر بهینه شرایط وقوع واکنش‌های تراکمی و چسبندگی مناسب پوشش به سطح زیرلایه می‌باشد. این موضوع را می‌توان با مقایسه میزان امپدانس در فرکانس‌های پایین که بیانگر مجموع کل مقاومت‌های موجود در سیستم پوشش است، فهمید. همانطور که مشاهده می‌شود نمونه S2 دارای مقادیر بیشتری است و از طرفی شعاع نیم دایره نمودار نایکویست نیز در شرایط پخت ۴۵ دقیقه بزرگتر از دو حالت دیگر است. زاویه فاز در فرکانس‌های بالا نیز تصدیقی است بر بهبود مقاومت به خوردگی نمونه S2. ارتباط بین میزان دانسیته شبکه‌ای شدن با میزان نفوذ عوامل مهاجم و به عبارتی وقوع واکنش‌های خوردگی در فصل مشترک طی مطالعات مختلفی گزارش شده است [۲۱ و ۲۲].

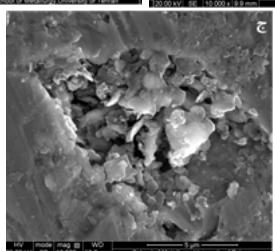
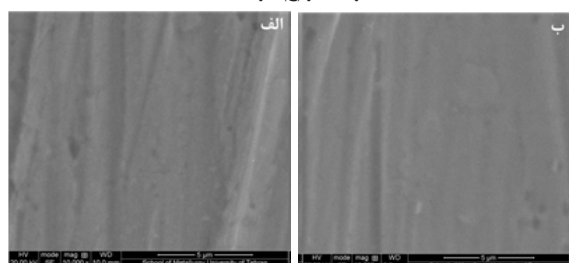
خواص الکتروشیمیایی پوشش‌ها با استفاده از آزمون پلاریزاسیون نیز مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از این آزمایش بعد از ۶ ساعت غوطه‌وری در محلول ۰/۱ مولار سدیم کلرید در شکل ۵ آورده شده است. به طور کلی منحنی‌های پلاریزاسیون نشان می‌دهند که پوشش اعمالی باعث انتقال پتانسیل خوردگی در جهت

جدول ۳) نتایج حاصل از برازش نمودارهای امپدانس الکتروشیمیایی.

کد نمونه	مدت زمان غوطه‌وری (ساعت)	$R_{ct}$ ( $\Omega \text{ cm}^2$ ) <sup>a</sup>	$R_f$ ( $\Omega \text{ cm}^2$ ) <sup>b</sup>	Chi-square
S1	۲	۱۱۲۷۵	۲۵۴	۰/۰۰۴۴
	۶	۴۹۱۷	۲۷۸	۰/۰۰۱۷
S2	۲	۱۸۸۱۹	۱۶۲۳	۰/۰۰۶۸
	۶	۹۰۱۱	۹۳۲	۰/۰۰۸۲
S3	۲	۱۱۶۳۵	۴۳۱	۰/۰۰۲۵
	۶	۶۰۲۳	۲۱۹	۰/۰۰۱۹



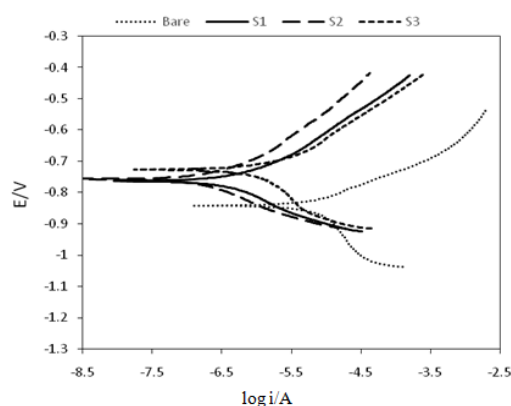
شکل ۶ تصاویر HRSEM از مقطع عرضی نمونه‌های پوشش داده شده، (الف) نمونه S1، (ب) نمونه S2 و (ج) نمونه S3.



شکل ۷ تصاویر HRSEM از مقطع عرضی نمونه‌های پوشش داده شده، (الف) نمونه S1، (ب) نمونه S2، (ج) نمونه S3.

زاویه تماس برای نمونه‌ها انجام شد (شکل ۸). مقادیر اندازه گیری شده زاویه تماس بیان می‌کند که در شرایط پخت ۴۵ دقیقه، پوششی آب‌گریزتر ایجاد شده است در حالی که مدت زمان پخت کمتر یا بیشتر به دلیل عدم ایجاد دانسیته شبکه‌ای شدن مناسب و باقی ماندن گروه‌های سیلانول واکنش نداده و به تبع آن مقادیر کمتر پیوندهای سیلوکسان، آب دوست تر شده‌اند که نتایج آزمون‌های قبلی را نیز تصدیق می‌کند. مقادیر زاویه تماس اندازه گیری شده برای نمونه S1، S2 و S3 به ترتیب عبارت است از  $65 \pm 2$  و  $79 \pm 1$  و  $59 \pm 4$  درجه.

مثبت تر می‌شود و همچنین افت قابل ملاحظه‌ای دانسیته جریان خوردگی را نیز به دنبال دارد که بیانگر ایجاد شرایط حفاظتی برای زیرلایه است. مطابق با نمودار و نتایج حاصل شده از آزمون‌های پلاریزاسیون که در جدول ۴ ارائه شده است، در میان سه نمونه S1، S2 و S3 بهترین عملکرد مقاومت به خوردگی با کمترین دانسیته جریان خوردگی متعلق به نمونه S2 است، و نمونه S1 و S3 به



شکل ۵ نمودارهای پلاریزاسیون به دست آمده بعد از ۶ ساعت غوطه‌وری در محلول ۰/۱ مولار سدیم کلرید برای نمونه‌های مختلف.

جدول ۴ مقادیر جریان و پتانسیل خوردگی حاصل از نمودارهای پلاریزاسیون.

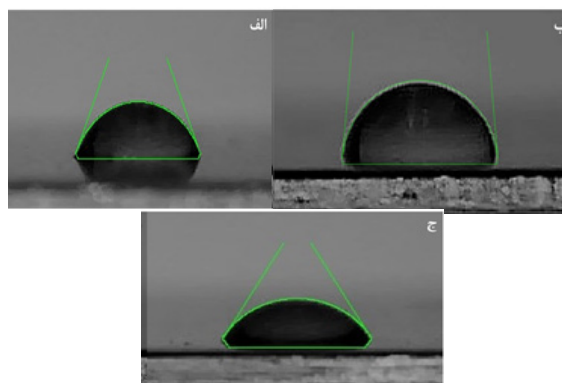
کد نمونه‌ها	$E_{corr}$ (V)	$i_{corr}$ ( $\mu A/cm^2$ )
S1	$-0.791 \pm 0.014$	$0.5 \pm 0.02$
S2	$-0.786 \pm 0.022$	$0.2 \pm 0.01$
S3	$-0.722 \pm 0.028$	$2.1 \pm 0.24$
Bare	$-0.852 \pm 0.015$	$6.3 \pm 0.18$

ترتیب در رده‌های بعدی قرار دارند. تصاویر مقاطع عرضی با استفاده از میکروسکوپ HRSEM نشان می‌دهد که نمونه پخت شده به مدت ۴۵ دقیقه دارای بیشترین ضخامت است. ضخامت پوشش‌های نمونه S1 و S2 حدوداً ۵۰۰ نانومتر است. ضخامت نمونه S3 در حالی که نمونه S3 تقریباً ۳۰۰ نانومتر است. ضخامت نمونه S3 به دلیل پخت زیاد کم شده است در حالی که نمونه S1 تقریباً دارای ضخامتی مشابه نمونه S2 می‌باشد (شکل ۶). از طرفی تصاویر گرفته شده از سطح پوشش که در شکل ۷ نشان داده شده است بیانگر وجود ترک و حفرات در نمونه S3 است. وجود این عیوب همان طور که در قسمت‌های قبل نیز اشاره شد به دلیل ایجاد تنش ناشی از دانسیته شبکه‌ای شدن بیش از حد می‌باشد.

به منظور بررسی تغییرات خاصیت آب‌گریزی سطح پوشش آزمون

## ۵) مراجع

- [۱] Alinejad S, Naderi R, Mahdavian M., The effect of zinc cation on the anticorrosion behavior of an eco-friendly silane sol – gel coating applied on mild steel, *Progress in Organic Coatings*, 101, 2016, 142–148.
- [۲] Alinejad S, Naderi R, Mahdavian M, Effect of inhibition synergism of zinc chloride and 2-mercaptobenzoxzole on protective performance of an eco-friendly silane coating on mild steel, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 48, 2017, 88–98.
- [۳] Asadi N, Naderi R, Saremi M, Determination of optimum concentration of cloisite in an eco-friendly silane sol-gel film to improve corrosion resistance of mild steel, *Applied Clay Science*, 95, 2014, 243–251.
- [۴] Suegama P, De Melo H., Recco A, Tschiptschin A, Aoki I, Corrosion behavior of carbon steel protected with single and bi-layer of silane films filled with silica nanoparticles, *Surface and Coatings Technology*, 202, 2008, 2850–2858.
- [۵] Castro Y, Duran A, Damborenea J, Conde A, Electrochemical behaviour of silica basic hybrid coatings deposited on stainless steel by dipping and EPD, *Electrochimica Acta*, 53, 2008, 6008–6017.
- [۶] Chou T, Organic inorganic hybrid coatings for corrosion protection, *Journal of Non Crystalline Solids*, 290, 2001, 153–162.
- [۷] Naderi R, Fedel M, Deflorian F, Poelman M, Olivier M, Synergistic effect of clay nanoparticles and cerium component on the corrosion behavior of eco-friendly silane sol-gel layer applied on pure aluminum, *Surface and Coatings Technology*, 224, 2013, 93–100.
- [۸] Palanivel V, Huang Y, Van Ooij W, Effects of addi-



شکل ۸ زاویه تماس نمونه های پوشش داده شده، (الف) نمونه S1، (ب) نمونه S2 و (ج) S3.

## ۴) نتیجه گیری

تأثیر مدت زمان پخت بر عملکرد حفاظتی پوشش زیست سازگار سیلان سل-ژل اعمالی بر روی فولاد نرم با استفاده از آزمون های الکتروشیمیایی و آنالیز سطح در این پژوهش مورد بررسی قرار گرفت. آزمون های طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون نشان دادند که مدت زمان ۴۵ دقیقه بیشترین مقاومت به خوردگی را از خود نشان می-دهد. با توجه به تصاویر میکروسکوپی مشخص شد که بیشترین ضخامت مربوط به نمونه S2 می باشد و افزایش مدت زمان پخت باعث کاهش ضخامت و ایجاد نواقصی در فیلم می شود که ناشی از دانسیته شبکه ای شدن بالا در این حالت است. همچنین آزمون زاویه تماس نیز بیانگر شرایط آب گریزتر پوشش سیلانی است که در زمان ۴۵ دقیقه پخت شده است. این مساله نشانه ای است از شبکه ای شدن بهتر این پوشش و تعداد بیشتر گروه های سیلوکسان و کمتر سیلانول در فیلم حاصل است.

2007, 90–98.

[۱۷] Deflorian F, Rossi S, Fedel M, Motte C, Electrochemical investigation of high-performance silane sol – gel films containing clay nanoparticles, *Progress in Organic Coatings*, 69, 2010, 158–166.

[۱۸] Franquet A., Terryn H., Vereecken J, IRSE study on effect of thermal curing on the chemistry and thickness of organosilane films coated on aluminium, *Applied Surface Science*, 211, 2003, 259–269.

[۱۹] Phanasgaonkar A, Raja V, Influence of curing temperature , silica nanoparticles- and cerium on surface morphology and corrosion behaviour of hybrid silane coatings on mild steel, *Surface and Coatings Technology*, 203, 2009, 2260–2271.

[۲۰] Rafiaei F, Naderi R, Dehghanian C, Impact of curing on the corrosion performance of an eco-friendly silane sol – gel coating on 304L, *RSC Advances*, 2015, 43225–43233.

[۲۱] Asadi N, Naderi R, Saremi M., Effect of curing conditions on the protective performance of an ecofriendly hybrid silane sol-gel coating with clay nanoparticles applied on mild steel, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 53, 2014, 10644–10652.

[۲۲] Bierwagen G, Reflections on corrosion control by organic coatings, *Progress in Organic Coatings*, 28, 1996, 43-48.

tion of corrosion inhibitors to silane films on the performance of AA2024-T3 in a 0.5 M NaCl solution, *Progress in Organic Coatings*, 53, 2005, 153–168.

[۹] Eichinger E, Osborne J, Van Cleave T, Hexavalent chromium elimination: An aerospace industry progress report, *Metal Finishing*, 95, 1997, 36–41.

[۱۰] Nadargi D, Rao A, Methyltriethoxysilane : New precursor for synthesizing silica aerogels, *Journal of Alloys and Compounds*, 467, 2009, 397–404.

[۱۱] Van Ooij W, Zhu D, Stacy M, Seth A, Mugada T, Gandhi J, Puomi P, Corrosion Protection Properties of Organofunctional Silanes — An Overview, *Tsinghua Science & Technology*, 10, 2005, 639-664.

[۱۲] Chaudhury M., Gentle T, Plueddemann P, Adhesion mechanism of polyvinyl chloride to silane primed metal surfaces, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 4243, 2017, 29-38.

[۱۳] Quinet M, Neveu B, Moutarlier V, Audebert P, Ricq L, Corrosion protection of sol – gel coatings doped with an organic corrosion inhibitor : Chloranil, *Progress in Organic Coatings*, 58, 2007, 46–53.

[۱۴] Gandhi J, Metroke T, Eastman M, Van Ooij W, Apblett A, Effect of the Degree of Hydrolysis and Condensation of Bis- [ Triethoxysilylpropyl ] Tetrasulfide on the Corrosion Protection of Coated Aluminum Alloy 2024-T3, *Corrosion*, 62, 2006, 612–623.

[۱۵] Suegama H, Aoki I, Montemor M, Palomino M, Electrochemical study of modified non-functional bis-silane layers on Al alloy 2024-T3, *Corrosion Science*, 50, 2008, 1258–1266.

[۱۶] Suegama P, Recco A, Tschiptschin A, Aoki I, Influence of silica nanoparticles added to an organosilane film on carbon steel electrochemical and tribological behaviour, *Progress in Organic Coatings*, 60,