



بررسی اثر شرایط پیش عملیات الکتروپولیش بر کیفیت سطحی و رنگ ورقه آلومینیمی

حامد رضاقلی^۱، کریم زنگنه مدار^{*۲}، مسعود میرجانی^۲

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، ساوه، ایران، صندوق پستی: ۳۹۱۸۷-۳۶۶

۲- دانشیار، مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۷۷۴-۱۵۸۷۵

۳- کارشناس ارشد، مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۷۷۴-۱۵۸۷۵

تاریخ دریافت: ۹۱/۱/۵ تاریخ پذیرش: ۹۲/۳/۲۸ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۲/۱۲/۲۰

چکیده

در این تحقیق، تأثیر عملیات الکتروپولیش بر زبری، درخشش ورقه آلومینیم و همچنین کیفیت رنگ آبی پس از رنگ‌کاری روی فیلم آندایز شده مورد مطالعه قرار گرفت. برای این منظور، تأثیر غلظت محلول (اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵، ۱:۶ و ۱:۷)، ولتاژ (۵ الی ۲۵ ولت) و زمان عملیات الکتروپولیش (۲ الی ۹ دقیقه) مطالعه گردید. از میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) و نرم‌افزار فتوشاپ برای بررسی پوشش سطحی استفاده شد. نتایج AFM نشان دادند که فرآیند الکتروپولیش تحت شرایط بهینه (۲ دقیقه، ۱۵ ولت و محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵) تأثیر مطلوبی بر کیفیت سطحی دارد، به طوری که R_z برای نمونه‌های تحت آندایزینگ پس از رنگ‌کاری به واسطه پیش عملیات الکتروپولیش از ۳۴٫۳۵ نانومتر به ۱٫۵۰ نانومتر کاهش یافت.

واژه‌های کلیدی: الکتروپولیش، آندایزینگ، درخشندگی، فتوشاپ، زبری.

The Effects of Electropolishing Pretreatment Conditions on Surface Quality and Color of Aluminum Foil

H. Rezagholi¹, K. Zangeneh مدار^{*2}, M. Mirjani²

¹ Department of Metallurgy, Saveh Branch, Islamic Azad University, P.O. Box: 39187-366, Saveh, Iran

² Department of Materials Engineering, Malek-Ashtar University of Technology, P.O. Box: 15875-1774, Tehran, Iran

Received: 24-03-2012

Accepted: 18-06-2013

Available online: 11-03-2014

Abstract

In this research, the effect of electropolishing treatment on the roughness and luminosity of aluminum foil and quality of blue color after dyeing on anodized film was investigated. For this purpose, the effect of solution composition (Perchloric acid: ethanol with volume ratio 1:5, 1:6 and 1:7), voltage (5-25 volt) and electropolishing duration (2-9 min) were studied. Atomic force microscopy (AFM) and Photoshop were used to study on surface coating. The AFM results showed that electropolishing under optimal conditions (2 min, 15 volt, Perchloric: ethanol with volume ratio 1:5) have good effect on surface quality, so that R_z value for anodized sample after dyeing of 34.35 nm were reduced to 1.50 nm by electropolishing pretreatment. J. Color Sci. Tech. 7(2014), 297-307©. Institute for Color Science and Technology.

Keywords: Electropolishing, Anodizing, Luminosity, Photoshop, Roughness.

۱- مقدمه

طبق استاندارد شرکت ساندوز^۱ برای سنجش سطوح رنگ شده، آندایزینگ با محلول حاوی ۲۲۰ گرم در لیتر اسید سولفوریک انجام شد و طبق همان استاندارد از رنگ سانودال^۲ آبی فیروزه‌ای PLW شرکت ساندوز سوئیس نیز تحت pH کنترل شده (بالتر از ۴) با غلظت ۱۰ گرم بر لیتر استفاده شد [۷]. تأثیر غلظت‌های مختلف محلول حاوی اسید پرکلریک برای الکتروپولیش به همراه ولتاژ و زمان‌های مختلف تحت شرایط ثابت و استاندارد ذکر شده شرکت ساندوز بر روی سطح رنگ شده مورد بررسی قرار گرفت. تحقیقات انجام شده بر روی درخشش و رنگ ورقه آلومینیمی از لحاظ نحوه پژوهش و جمع‌آوری داده‌ها با توجه به استانداردهای موجود برای آندایزینگ و اعمال رنگ آلی روی سطوحی که دارای پیش‌عملیات الکتروپولیش طبق شرایط مشخص شده باشند، شیوه‌ای متفاوت و جدید در این مطالعه می‌باشد.

۲-۲- روش کار

در این تحقیق از ورقه آلومینیمی سری ۱۱۰۰ با مقطع ۱ در ۲ سانتی‌متر و ضخامت ۵۰ میکرون استفاده شد که به مدت ۲ دقیقه درون محلول کربنات سدیم - فسفات سدیم با درجه حرارت ۶۰ درجه سانتی‌گراد چربی‌گیری شد و بعد از شستشو با آب برای دوده‌زدایی به مدت ۲ دقیقه درون محلول اسید نیتریک با دمای محیطی (دمای تقریبی ۳۰ درجه سانتی‌گراد) قرار گرفت. ورقه آلومینیمی پس از شستشو در آب معمولی به مدت یک دقیقه درون آب مقطر قرار داده شد [۱۷].

دمای محلول الکتروپولیش با کمک دستگاه چیلر (Lauda- R410) به ۱۰ درجه سانتی‌گراد رسانده شد. از دستگاه هم‌زن مغناطیسی (IKT-RCT basic) ساخت ژاپن برای تلاطم محلول (با سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه) در فرآیند الکتروپولیش استفاده شده است.

با توجه به سنجش ولتاژ در مرحله الکتروپولیش، جریان باز در نظر گرفته شد و ولتاژ کنترل گردید. کاتد از جنس تیتانیم خالص تجاری انتخاب شد و نمونه‌ها بعد از الکتروپولیش به مدت یک دقیقه درون آب مقطر قرار گرفتند. یک بازه فرضی برای ولتاژ و زمان تعیین شد. الکتروپولیش تحت کمترین ولتاژ در این بازه با کم‌ترین و بالاترین زمان برای تعیین بازه مناسب ولتاژ و زمان درون محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵ انجام شد. مراحل آزمایش فوق پس از رسیدن به نتیجه مطلوب برای دو نمونه انتخاب شده در دو حالت غلظتی با محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۶ و ۱:۷ تکرار شد تا تأثیر غلظت محلول بر سطح نیز مشخص شود. میکروسکوپ نوری (Olympus-h-tvo-63xc) ساخت کشور ژاپن برای بررسی سطح استفاده شد. شدت درخشش

آلومینیم و آلیاژهای آن به دلیل جلوه ظاهری و قابلیت ایجاد لایه اکسید متخلخل و رنگ‌پذیر بر سطح فلز، از دیرباز مورد توجه خاصی بوده‌اند. علاوه بر این، آلومینیم به دلیل مقاومت به خوردگی بالا که در نتیجه لایه اکسیدی تشکیل شده در اثر واکنش با اتمسفر می‌باشد، از جایگاه خاصی در کاربردهای صنعتی برخوردار است. به دلیل وجود همین لایه اکسیدی است که آلومینیم مقاومت خوردگی نسبتاً مناسبی را در محیط‌های خورنده از خود نشان می‌دهد و می‌تواند در بسیاری موارد بدون هیچ پوشش محافظ سطحی استفاده شود. البته باید توجه داشت که میزان مقاومت به خوردگی فلز با توجه به شرایط محیطی و عوامل تأثیرگذاری چون دما و pH باید سنجیده شود. آندایزینگ آلومینیم فرآیندی متداول است که از آن برای بهبود مقاومت خوردگی و کیفیت سطحی آلومینیم استفاده می‌شود [۵-۱۱].

الکتروپولیش آلومینیم به عنوان یک پیش‌عملیات سطحی مزایای زیادی نسبت به سایر روش‌های پولیش سطح دارد. الکتروپولیش می‌تواند بر کیفیت سطح آندایز شده آلومینیم تأثیرگذار باشد [۷، ۶]. تحقیقات نشان می‌دهد که شرایط عملیات الکتروپولیش به طور محسوس بر خواص فیزیکی و شیمیایی آلومینیم مؤثر است [۱۴-۸]. آندایزینگ مزایای بسیاری نسبت به روش‌های دیگر عملیات سطحی دارد. همچنین پوشش مناسبی از رنگ بر روی سطح آلومینیم بعد از فرآیند آندایزینگ می‌تواند سطحی با کیفیت بالا را برای کاربردهای صنعتی فراهم آورد. چگونگی اجرای یک پولیش مناسب و تأثیر آن بر روی پوشش اعمال شده از اهمیت بالایی برخوردار است [۱۶، ۱۵]. در این تحقیق تأثیرگذاری فرآیند الکتروپولیش تحت شرایطی که به‌طور معمول در مطالعات دیگر مورد استفاده قرار می‌گیرد (در یک بازه مناسب برای ولتاژ، زمان و غلظت محلول) بر روی لایه سطحی ورقه آلومینیم آندایز شده همراه با رنگ مورد سنجش قرار گرفته است. استفاده از نرم‌افزار فتوشاپ برای مقایسه درخشش سطوح و تأثیرگذاری ناهمواری‌ها بر روی درخشش سطحی و همچنین مقایسه سطوح پس از الکتروپولیش، آندایز و رنگ از لحاظ درصد حضور رنگ مذکور بر روی سطح، از نتایج برجسته و جدید این پژوهش به شمار می‌آید.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد

در این تحقیق از محلول ۱۵ گرم در لیتر کربنات سدیم و ۵ گرم در لیتر فسفات سدیم برای چربی‌گیری استفاده شد. همچنین به‌منظور دوده‌زدایی، از محلول حاوی ۱۵٪ حجمی اسید نیتریک و نیز جهت شستشوی نمونه‌ها، از آب معمولی و آب مقطر استفاده شد [۱۷]. محلول حاوی اسید پرکلریک ۷۰٪ و الکل اتیلیک ۹۶٪ با نسبت حجمی انتخابی نیز برای الکتروپولیش در نظر گرفته شد.

1- Sandoz
2- Sanodal

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تعیین بازه زمان و ولتاژ

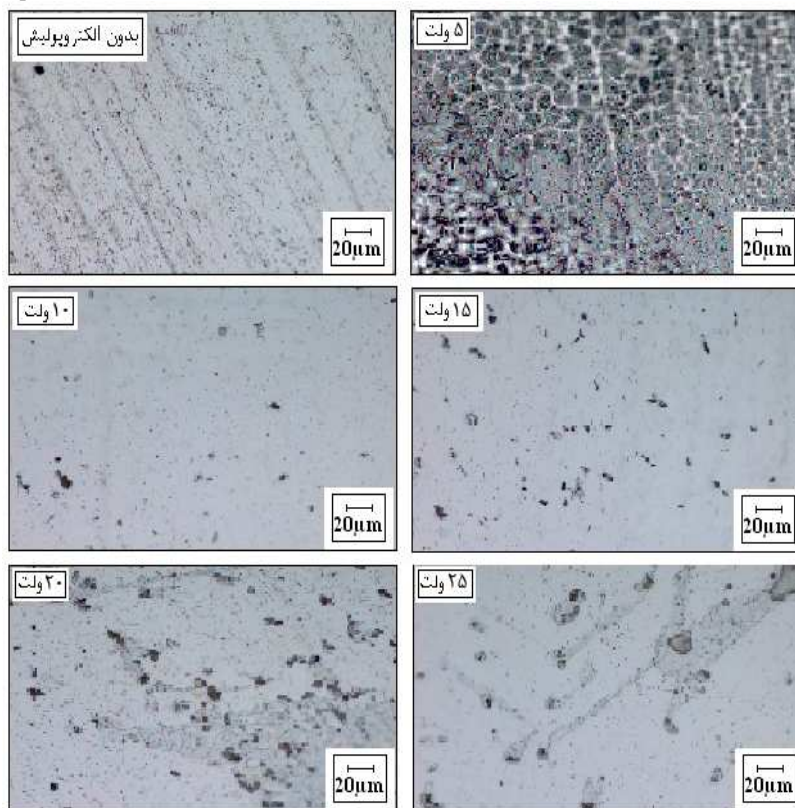
غلظت ماده خورنده، میزان حضور نمونه در ماده خورنده و جریان عملی در فرآیند، تأثیرات متفاوتی را بر میزان خوردگی آلومینیم می‌گذارد که دلیل آن در رفتار خوردگی فلز در مقابل قدرت اکسیدکنندگی محلول است [۱۸]. تحت یک بازه مناسب فرآیند الکتروپولیش با محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵ در بازه زمانی ۳ الی ۹ دقیقه، بازه ولتاژ بین ۱۵ الی ۲۵ ولت با حد افزایش ۵ ولتی در نظر گرفته شد [۸، ۱۹-۲۱]. تصاویر میکروسکوپی سطح الکتروپولیش شده نشان می‌دهند نمونه آزمایشی تحت شرایط ۱۵ ولت و زمان ۳ دقیقه با شکل ظاهری قابل قبول الکتروپولیش شده ولی تحت شرایط ۱۵ ولت و زمان ۹ دقیقه دچار خوردگی بیش از اندازه شده است. در مرحله بعد، از حد پایین بازه زمانی کاسته و نمونه‌ها در ۲ دقیقه تحت ولتاژهای پایین‌تر از حد پایین بازه ولتاژ یعنی ۵ و ۱۰ ولت نیز مورد بررسی قرار گرفتند، بدین معنی که ولتاژهای ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۲۵ ولت برای زمان ۲ دقیقه مورد مطالعه واقع شدند. تصاویر میکروسکوپ نوری این مرحله در شکل ۱ آورده شده است.

سطحی که از خواص فیزیکی اشیاء می‌باشد و نشان‌گر میزان انعکاس نور از سطح می‌باشد با نرم‌افزار فتوشاپ نسخه ۸ اندازه‌گیری شد.

طبق استاندارد شرکت ساندوز (شرایط سنجش سطوح رنگ شده) آندایزینگ تحت چگالی جریان ۱،۵ آمپر بر دسی‌متر مربع، دما ۱۸ الی ۲۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۳۰ دقیقه در نظر گرفته شد. این شرایط برای تمامی نمونه‌ها ثابت بوده و شرایط شرکت ساندوز برای سنجش سطح رنگ شده با رنگ آبی نیز که اعمال رنگ در دمای 2 ± 80 درجه سانتی‌گراد و زمان ۱۵ دقیقه می‌باشد در نظر گرفته شد [۷]. به منظور همگنی محلول رنگ نیز از سرعت ۵۰ دور در دقیقه دستگاه هم‌زن مغناطیسی استفاده شد.

شرایط اعمال رنگ بر سطوح نمونه‌ها یکسان اختیار شد تا امکان مقایسه تأثیر شرایط مختلف الکتروپولیش ایجاد شود. نمونه‌ها بعد از آندایزینگ و عملیات رنگ‌کاری در شرایط یکسان توسط دوربین دیجیتالی ۱۲ مگا پیکسلی (Hitachi-Pc-1271) ساخت کشور ژاپن تصویربرداری و توسط نرم‌افزار فتوشاپ بررسی شدند. جهت بررسی تأثیر فرآیند الکتروپولیش که بر روی زبری سطح تأثیرگذار می‌باشد و بنابراین روی رنگ و انعکاس نور تأثیر گذار است از میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM-E-Hysitron)^۱ ساخت کشور آمریکا استفاده شد.

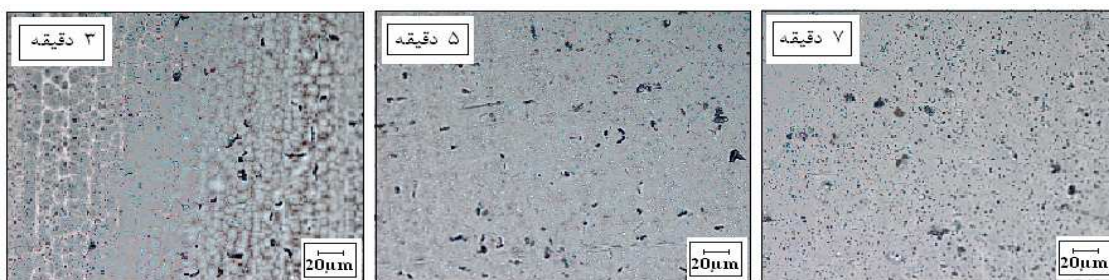
1- Atomic Force Microscope



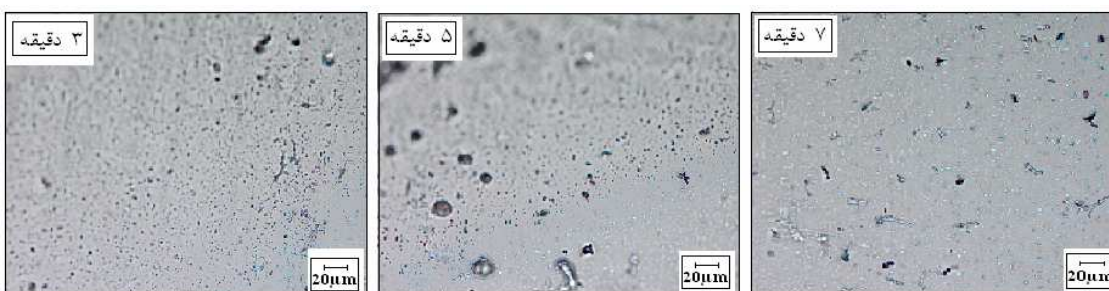
شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح الکتروپولیش شده مرحله اول تحت ولتاژهای مختلف، زمان ۲ دقیقه، دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد، سرعت ۵۰ دور در دقیقه و محلول اسید پرکلریک به الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵.

تحت زمان ۳ دقیقه انجام شده نیز برای ولتاژ ۵ ولت مشاهده می‌شود. همان‌طور که در شکل‌های ۱ الی ۴ مشاهده می‌شود با افزایش زمان از ابعاد حفرات در این مقیاس کاسته می‌شود که علت آن را می‌توان در افزایش توانایی فرآیند در لایه برداری از سطح و کوچک‌سازی حفرات سطحی به واسطه زمان خورده شدن بیشتر در محلول دانست. چنانچه مشهود است الکتروپولیش تحت حداقل زمان و ولتاژ به کار برده شده منجر به خوردگی غیریکنواخت و ناقص سطح می‌شود. با افزایش زمان، به علت افزایش میزان خوردگی از ناهمواری‌های موجود بر روی سطح ورقه کاسته شده و همچنین حفرات با افزایش زمان در شرایط مشابه کوچک‌تر می‌شوند.

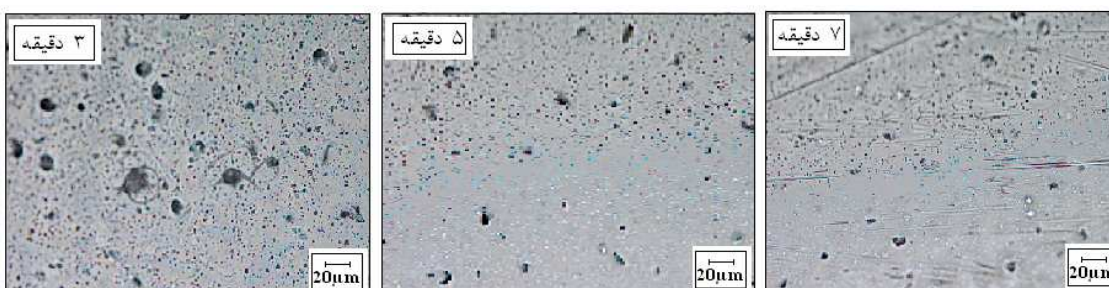
نمونه‌ها در ۲۰ و ۲۵ ولت، حتی برای زمان ۲ دقیقه الکتروپولیش نیز دچار خوردگی شدید می‌شوند، به همین دلیل در ۵، ۱۰ و ۱۵ ولت نمونه‌ها در بازه زمانی پایین‌تر از حد بالایی زمان آزمون اولیه (۹ دقیقه) یعنی در ۳، ۵ و ۷ دقیقه با افزایش زمانی برابر ۲ دقیقه مورد بررسی قرار گرفتند. تصاویر مربوطه در شکل‌های ۲، ۳ و ۴ مشاهده می‌شوند. همان‌گونه که مشاهده می‌شود سطح ورقه آلومینیمی تحت الکتروپولیش با ولتاژ ۵ ولت در شکل ۱ به دلیل پولیش ضعیف و عدم توانایی فرآیند در حذف کامل لایه سطحی دارای سطحی پوسته شده است که می‌توان قسمت‌های باقی مانده از سطح اولیه قبل از پولیش را در آن مشاهده کرد، این پوسته‌ها در شکل ۲ نیز که الکتروپولیش



شکل ۲: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح الکتروپولیش شده در زمان‌های مختلف و ولتاژ ۵ ولت، دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد، سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه و محلول اسید پرکلریک به الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵.



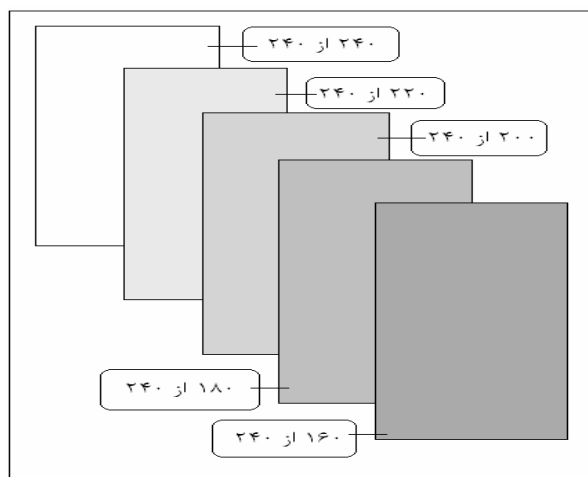
شکل ۳: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح الکتروپولیش شده در زمان‌های مختلف و ولتاژ ۱۰ ولت، دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد، سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه و محلول اسید پرکلریک به الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵.



شکل ۴: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح الکتروپولیش شده در زمان‌های مختلف و ولتاژ ۱۵ ولت، دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد، سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه و محلول اسید پرکلریک به الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵.

۲-۲- درخشندگی سطوح الکتروپولیش شده

عوامل سطحی کاهنده بازتابش سطحی از شدت درخشش سطحی نیز می‌کاهند [۲]. با بررسی درخشش سطحی مشخص می‌شود که چه میزان از آن توسط تیرگی مربوط به پستی و بلندی‌ها از بین رفته است. شکل ۵ میزان درخشش سطحی را در چند سطح مختلف نشان می‌دهد. میزان درخشش سطوح که با استفاده از نرم‌افزار فتوشاپ (بدون تیرانس) به دست آمده در جدول ۱ مشهود است.



شکل ۵: پنج نمونه طرح نشان دهنده درخشش در سیستم RGB^۱ همراه با میانگین و میانه هیستوگرام فتوشاپ.

با توجه به داده‌های جدول ۱ که نتایج دو مرحله ولتاژ متغیر (شکل ۱) و زمان متغیر (شکل ۲، ۳ و ۴) را نشان می‌دهد، نتایج بهینه زیر برای شرایط الکتروپولیش حاصل شد، نمونه‌های ۶، ۱۰ و ۱۴ بالاترین میانگین هیستوگرام را تحت محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵ به دست آوردند:

- نمونه ۶: زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۱۰ ولت با میانه هیستوگرام ۱۸۳

- نمونه ۱۰: زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۱۵ ولت با میانه هیستوگرام ۱۸۲

- نمونه ۱۴: زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۲۰ ولت با میانه هیستوگرام ۱۸۲

نمونه ۱۴ به دلیل خوردگی بیش از حد معمول و لوله شدن ورقه کنار گذاشته شد. شرایط نمونه‌های ۶ و ۱۰ برای مرحله تغییر غلظت محلول با توجه به بالاتر بودن میانه هیستوگرام درخشش فتوشاپ (۲۴۰-۰) که نشان‌دهنده انعکاس بهتر از سطح می‌باشد، مناسب تشخیص داده شد. با توجه به افزایش خوردگی مشاهده شده با افزایش ولتاژ، شرایط نمونه ۱۰ تحت همان ولتاژ و زمان برای محلول‌های رقیق‌تر در نظر گرفته می‌شود ولی در مورد شرایط نمونه ۶ با توجه به پایین بودن ولتاژ نسبت به نمونه ۱۰، ولتاژ ۱۰ ولت با زمان ۳ دقیقه (۱ دقیقه بیشتر) برای مرحله تغییر غلظت (با محلول رقیق‌تر) لحاظ می‌شود.

^۱ Red-Green-Blue

جدول ۱: اطلاعات هیستوگرام درخشش فتوشاپ مرحله اول.

| ردیف | شرایط الکتروپولیش | | |
|------|-------------------|--------------|------------------------------|
| | ولتاژ (ولت) | زمان (دقیقه) | محلول (اتانول: اسید پرکلریک) |
| ۱ | | | نمونه بدون الکتروپولیش |
| ۲ | ۵ | ۲ | ۱:۵ |
| ۳ | ۵ | ۳ | ۱:۵ |
| ۴ | ۵ | ۵ | ۱:۵ |
| ۵ | ۵ | ۷ | ۱:۵ |
| ۶ | ۱۰ | ۲ | ۱:۵ |
| ۷ | ۱۰ | ۳ | ۱:۵ |
| ۸ | ۱۰ | ۵ | ۱:۵ |
| ۹ | ۱۰ | ۷ | ۱:۵ |
| ۱۰ | ۱۵ | ۲ | ۱:۵ |
| ۱۱ | ۱۵ | ۳ | ۱:۵ |
| ۱۲ | ۱۵ | ۵ | ۱:۵ |
| ۱۳ | ۱۵ | ۷ | ۱:۵ |
| ۱۴ | ۲۰ | ۲ | ۱:۵ |
| ۱۵ | ۲۵ | ۲ | ۱:۵ |

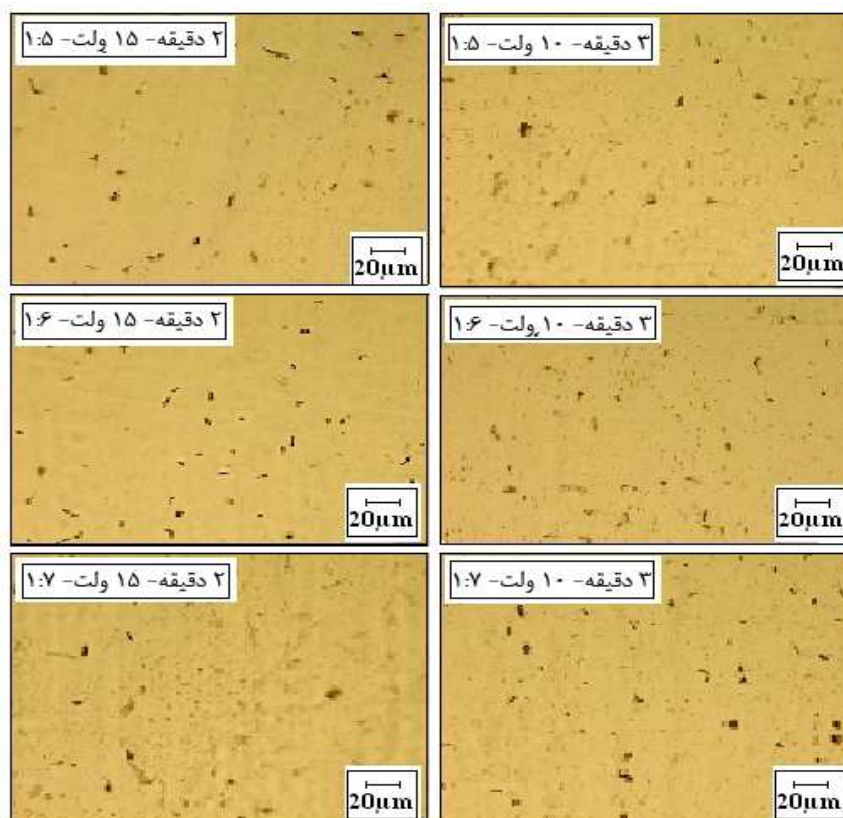
۳-۳- تغییر غلظت محلول

الکتروپولیش مجدد تکرار شد و تأثیر تغییر غلظت محلول الکتروپولیش بر سطح تحت شرایط انتخابی بررسی شد. تصاویر میکروسکوپ نوری در شکل ۶ با استفاده از نرم‌افزار فتوشاپ بررسی شده و داده‌های هیستوگرام درخشش (بدون تکرار) در جدول ۲ ثبت شدند. در این مرحله به دلیل نزدیک بودن اندازه‌های میانه از میانگین هیستوگرام نیز استفاده شد. شرایط الکتروپولیش: زمان ۲ دقیقه، ولتاژ ۱۵ ولت و محلول اسید پرکلریک و اتانول با نسبت حجمی ۱:۶ به دلیل بالا و نزدیک تر بودن میانه و میانگین در جدول ۲ بهترین حالت را دارد.

براقیت یک پدیده سطحی است و کیفیت و کمیت آن به عواملی مانند کیفیت سطحی بستگی دارد [۲۲]. با توجه به داده‌های جدول ۱، نتایج بهینه و مطالعه روی محلول‌های رقیق‌تر دو حالت (زمان ۲ دقیقه، ۱۵ ولت و محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵ و زمان ۳ دقیقه، ۱۰ ولت و محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵) برای این مرحله انتخاب شدند. در ادامه با تغییر غلظت محلول برای دو حالت مطلوب با نسبت حجمی ۱:۶ و ۱:۷

جدول ۲: اطلاعات هیستوگرام درخشش فتوشاپ مرحله دوم.

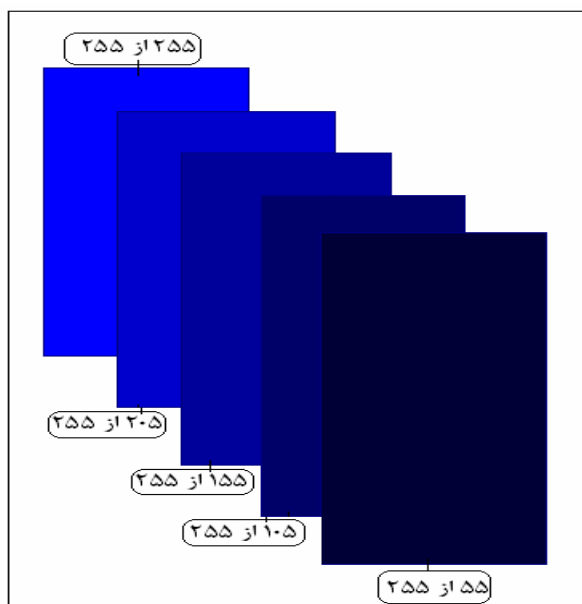
| ردیف | شرایط الکتروپولیش | | | وضعیت هیستوگرام درخشش | |
|------|-------------------|--------------|------------------------------|-----------------------|-------|
| | ولتاژ (ولت) | زمان (دقیقه) | محلول (اتانول: اسید پرکلریک) | میانگین | میانه |
| ۱ | ۱۰ | ۳ | ۱:۵ | ۱۷۶,۸۳ | ۱۷۸ |
| ۲ | ۱۰ | ۳ | ۱:۶ | ۱۷۶,۳۲ | ۱۷۸ |
| ۳ | ۱۰ | ۳ | ۱:۷ | ۱۷۷,۳۰ | ۱۸۰ |
| ۴ | ۱۵ | ۲ | ۱:۵ | ۱۷۷,۰۹ | ۱۷۹ |
| ۵ | ۱۵ | ۲ | ۱:۶ | ۱۷۸,۲۹ | ۱۸۰ |
| ۶ | ۱۵ | ۲ | ۱:۷ | ۱۷۵,۶۹ | ۱۷۸ |



شکل ۶: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح الکتروپولیش شده مرحله دوم همراه دو نمونه انتخابی مرحله اول، شرایط از راست به چپ: زمان، ولتاژ و نسبت حجمی اسید پرکلریک به الکل اتیلیک - دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد - سرعت ۵۰۰ دور در دقیقه.

پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت‌های حجمی ۱:۵ و ۱:۷ الکتروپولیش شده‌اند اعمال خواهد شد. انتخاب ردیف ۴ به دلیل آن است که افزایش رنگ آبی با تغییر در غلظت محلول الکتروپولیش مورد سنجش قرار گیرد. تصاویر سطحی نمونه‌ها در شکل ۹ با همان شرایط تصویربرداری مرحله قبل مشاهده می‌شوند.

علی‌رغم تفاوت جزئی بین داده‌های ردیف ۱ و ۲ به دلیل غلظت پایین محلول حاوی اسید پرکلریک ردیف ۲، داده‌های جدول ۴ (بدون تیرانس) نشان می‌دهند که رنگ آبی در نمونه تحت الکتروپولیش با محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۵ به میزان حداکثری خود رسیده است.



شکل ۷: پنج نمونه طرح رنگ پایه آبی در سیستم RGB به همراه عدد میانگین و میانه هیستوگرام فتوشاپ.

۴-۳- تأثیر الکتروپولیش بر رنگ اعمال شده روی سطوح

فرآیند الکتروپولیش به واسطه یک پرداخت مناسب و یکنواخت تأثیر مطلوبی بر بازتابش سطحی و انعکاس نور از سطح دارد [۷]. برای رنگ‌کاری از محلول رنگ در دمای 20 ± 80 درجه سانتی‌گراد با pH معادل ۵ استفاده شد. تأثیر الکتروپولیش بر رنگ اعمالی روی نمونه آندایز شده با الکتروپولیش تحت ولتاژهای ۱۰ و ۱۵ ولت در محلول اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۶ و زمان‌های ۲، ۳ و ۷ دقیقه با شرایط آندایزینگ استاندارد اعلام شده (برای سنجش سطوح رنگ شده) از طرف شرکت سازنده مورد بررسی قرار گرفت.

درصد رنگ به دست آمده در سیستم رنگ RGB با توجه به میزان حضور رنگ سیاه در رنگ اعمالی متغیر است و همان‌طور که در شکل ۷ مشاهده می‌شود با افزایش آن میانگین و میانه به دست آمده از هیستوگرام رنگ آبی کاهش می‌یابد. همچنین در صورتی که توزیع رنگ در کل تصویر به صورت یکنواخت باشد میانگین و میانه یک عدد را نشان می‌دهند که هر چه این دو به هم نزدیک‌تر باشند یکنواختی پوشش سطحی نمونه بیشتر است.

برای بررسی سطوح رنگ شده با رنگ آبی از نرم‌افزار فتوشاپ استفاده شد و داده‌های هیستوگرام (بدون تیرانس) رنگ آبی تصاویر نمونه‌های شکل ۸ که در شرایط یکسان زیر نور فلورسنت و با زاویه ۶۰ درجه تحت فاصله ثابت ۱۵ سانتی‌متری به وسیله دوربین دیجیتالی گرفته شده در جدول ۳ درج شده است.

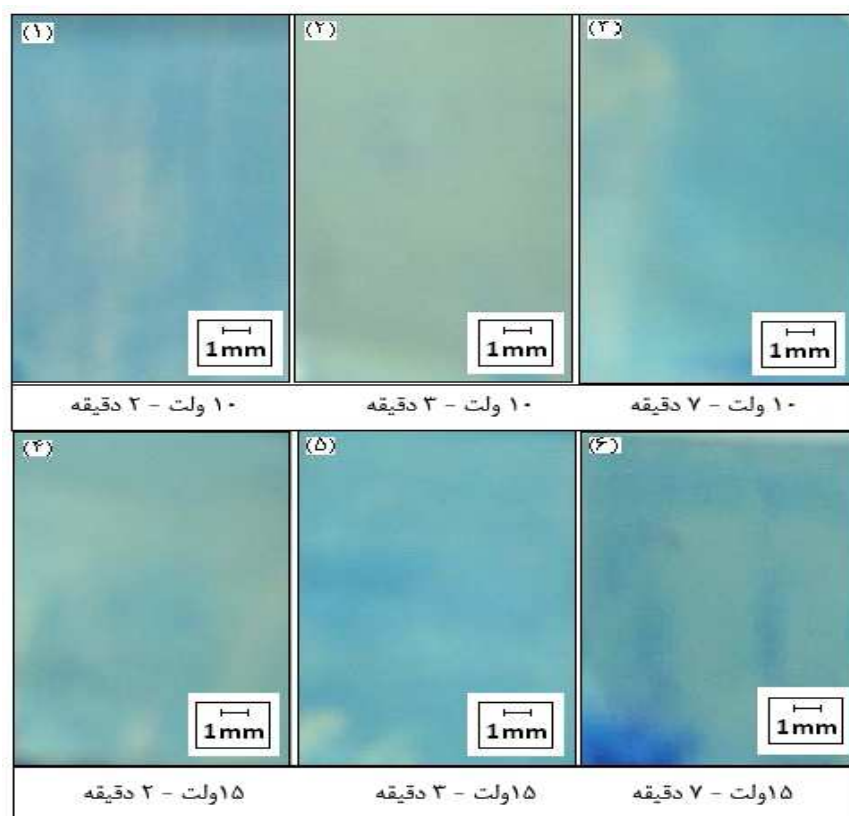
همان‌طور که در جدول ۳ مشخص است افزایش رنگ آبی برای نمونه‌ها با گذار از الکتروپولیش با شرایط (۱۵ ولت - ۲ دقیقه) به (۱۵ ولت - ۳ دقیقه) برای محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۶ از لحاظ چگونگی روند افزایش رنگ آبی دارای قابلیت بررسی بیشتر است. رنگ آبی اعمال شده برای ردیف ۴ جدول ۳ برای نمونه‌هایی که با شرایط سابق ولی در محلولی حاوی اسید

جدول ۳: اطلاعات هیستوگرام رنگ آبی فتوشاپ مرحله اول.

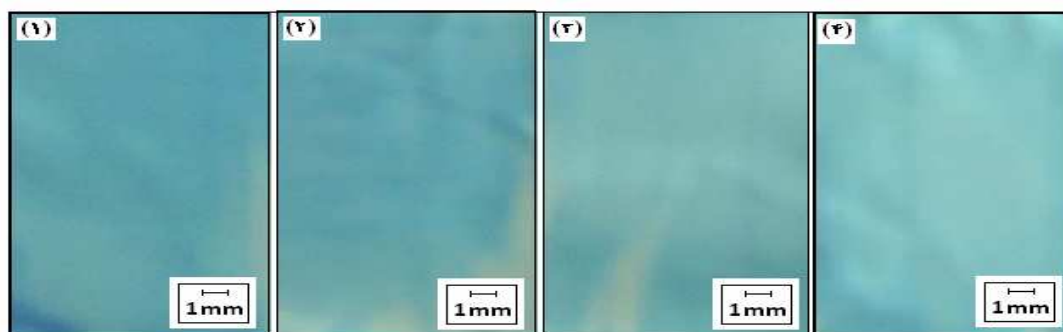
| ردیف | ولتاژ (ولت) | زمان (دقیقه) | شرایط الکتروپولیش | | هیستوگرام رنگ آبی | |
|------|-------------|--------------|-------------------------|---------|-------------------|--|
| | | | (اتانول : اسید پرکلریک) | میانگین | میانه | |
| ۱ | ۱۰ | ۲ | ۱:۶ | ۱۸۲,۸۸ | ۱۸۴ | |
| ۲ | ۱۰ | ۳ | ۱:۶ | ۱۶۹,۹۵ | ۱۷۰ | |
| ۳ | ۱۰ | ۷ | ۱:۶ | ۱۸۳,۴۱ | ۱۸۲ | |
| ۴ | ۱۵ | ۲ | ۱:۶ | ۱۷۳,۴۶ | ۱۷۴ | |
| ۵ | ۱۵ | ۳ | ۱:۶ | ۱۸۷,۵۳ | ۱۸۷ | |
| ۶ | ۱۵ | ۷ | ۱:۶ | ۱۶۹,۱۲ | ۱۶۸ | |

جدول ۴: اطلاعات هیستوگرام رنگ آبی فتوشاپ مرحله دوم.

| ردیف | ولتاژ (ولت) | زمان (دقیقه) | شرایط الکتروپولیش | |
|------|-------------|--------------|-------------------------|------------------------------|
| | | | (اتانول : اسید پرکلریک) | هیستوگرام رنگ آبی |
| ۱ | | | بدون الکتروپولیش | میانگین ۱۶۸,۶۳ میانها ۱۶۹ |
| ۲ | ۱۵ | ۲ | ۱:۷ | میانگین ۱۶۹,۵۵ میانها ۱۷۰ |
| ۳ | ۱۵ | ۲ | ۱:۶ | میانگین ۱۷۳,۲۴ میانها ۱۷۵ |
| ۴ | ۱۵ | ۲ | ۱:۵ | میانگین ۱۹۲,۵۰ میانها ۱۹۳ |



شکل ۸: سطوح رنگ شده مرحله اول - متغیرهای الکتروپولیش: ولتاژ و زمان - محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۱:۶، شرایط رنگ کاری: غلظت رنگ ۱۰ گرم بر لیتر، دمای 80 ± 2 درجه سانتی گراد، pH معادل ۵ و سرعت ۵۰ دور در دقیقه.

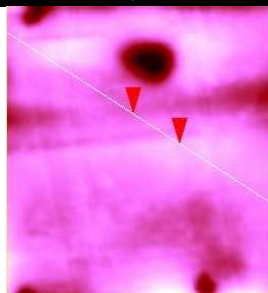
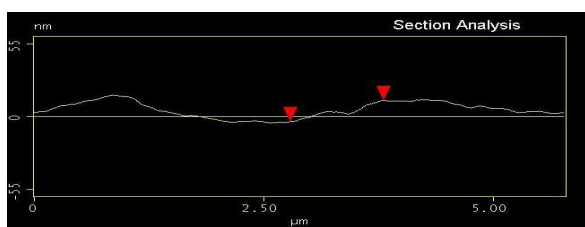


شکل ۹: سطوح رنگ شده مرحله دوم - شرایط عملیات الکتروپولیش: ولتاژ ۱۵ ولت، زمان ۲ دقیقه و نسبت حجمی اسید پرکلریک به الکل اتیلیک متغیر: ۱- بدون الکتروپولیش ۲- محلول ۱:۷ ۳- محلول ۱:۶ ۴- محلول ۱:۵ - شرایط رنگ کاری: غلظت رنگ ۱۰ گرم بر لیتر، دمای 80 ± 2 درجه سانتی گراد، pH معادل ۵ و سرعت ۵۰ دور در دقیقه.

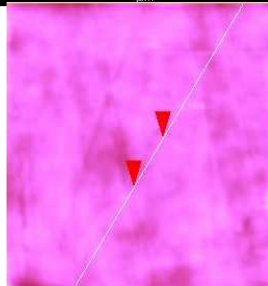
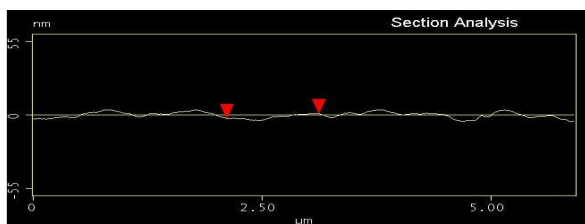
حالت بهینه مرحله سنجش سطوح رنگ شده (زمان ۲ دقیقه، ۱۵ ولت و محلول حاوی اسید پرکلریک و الکل اتیلیک با نسبت حجمی ۵:۱) است. آندایزینگ طبق شرایط آزمون شرکت ساندوز و رنگ‌کاری سطوح هم طبق حالت استاندارد و بهینه انجام شد. تمامی تصاویر تحت مقیاس ۱۲۰ نانومتر به تصویر کشیده شده‌اند. تمامی متغیرهای مربوط به آندایزینگ، رنگ‌کاری و آنالیزهای AFM یکسان لحاظ شدند تا نتایج تنها نشان‌دهنده تأثیر فرآیند الکتروپولیش روی سطح ورقه قبل و بعد از آندایزینگ و رنگ‌کاری باشند.

متغیر R_a که نشان‌دهنده میانگین زبری حفرات است برای کل قسمت تصویربرداری شده توسط AFM مورد بررسی قرار گرفت. اطلاعات مربوط به R_a نمونه‌های ۱ الی ۴ در جدول ۵ مشاهده می‌شوند.

2- Roughness average



شکل ۱۱: تصویر AFM از سطح ورقه آلومینیمی الکتروپولیش شده به همراه آنالیز سطح.



شکل ۱۳: تصویر AFM از سطح ورقه آلومینیمی آندایز شده با الکتروپولیش و رنگ به همراه آنالیز سطح.

۳-۵ نتایج AFM

مطالعه سطحی در مقیاس نانومتریک این امکان را ایجاد می‌کند تا از مشخصات لایه موجی اکسید سطحی و مشخصات آن اطلاع حاصل شود [۷]. برای شناخت علل کاهش و افزایش میزان داده‌های فتوشاپ مربوط به سطوح رنگ شده، نمونه‌ها باید در چهار حالت زیر به‌وسیله AFM مورد مطالعه قرار گیرند تا تأثیر شرایط الکتروپولیش در قبل و بعد از فرآیند آندایزینگ و رنگ‌کاری مشخص شود:

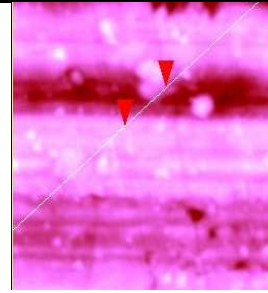
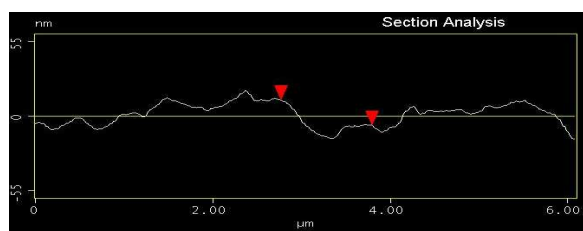
(۱) بدون الکتروپولیش

(۲) الکتروپولیش شده

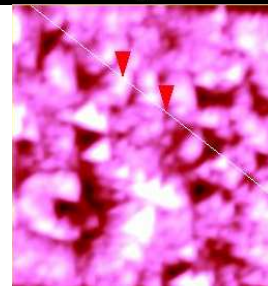
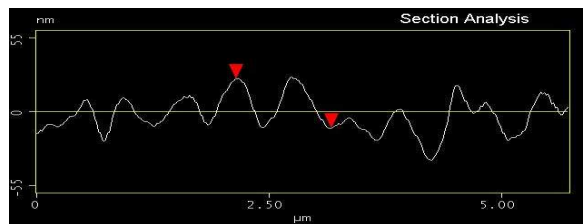
(۳) آندایز شده و رنگ‌کاری شده بدون الکتروپولیش

(۴) آندایز شده و رنگ‌کاری شده با الکتروپولیش

شکل‌های ۱۰ تا ۱۳ تصاویر مربوط به سطوح نمونه‌های ۱ الی ۴ با آنالیز مربوط به حفرات را نشان می‌دهند. شرایط الکتروپولیش نمونه‌ها



شکل ۱۰: تصویر AFM از سطح ورقه آلومینیمی الکتروپولیش نشده به همراه آنالیز سطح.



شکل ۱۲: تصویر AFM از سطح ورقه آلومینیمی آندایز شده با رنگ بدون الکتروپولیش به همراه آنالیز سطح.

بیشتر از نمونه ورقه آلومینیمی بدون الکتروپولیش است و تأثیر پستی و بلندی‌های سطحی بر روی حالت بهینه کمتر از نمونه‌های دیگر است.

تحت زمان و ولتاژ مناسب الکتروپولیش (زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۱۵ ولت)، افزایش غلظت حجمی اسید پرکلریک نسبت به الکل اتیلیک (از ۱:۷ تا ۱:۵) منجر به افزایش میزان رنگ آبی تصاویر نمونه‌های آندایز شده با الکتروپولیش و رنگ می‌شود (میان‌ه هیستوگرام رنگ آبی از ۱۷۰ به ۱۹۳ رسیده است). این به دلیل آن است که هیستوگرام رنگ آبی نرم‌افزار با افزایش درخشندگی سطح تصویر، میانگین و میان‌ه بیشتری را در بازه ۰-۲۵۵ نشان می‌دهد که به واسطه کاهش پستی و بلندی‌ها (بازتابش بهتر سطح) است. سازوکار این تأثیرگذاری به این صورت است که هرچه شرایط فرآیند در جهت تعادل یون‌های مؤثر در واکنش پیش رود، خوردگی به صورت یکپارچه و منظم‌تری انجام می‌شود و فرآیند به کاهش ناهمواری‌های حاصل از بی‌نظمی در خوردگی منجر می‌شود.

نتایج AFM نشان می‌دهند که فرآیند الکتروپولیش میزان زبری را قبل و بعد از آندایزینگ کاهش داده است. چنین به نظر می‌رسد که خوردگی حاصل از آندایزینگ در نمونه بدون الکتروپولیش موجب افزایش ناهمواری‌ها شده است در حالی که در نمونه الکتروپولیش شده میزان زیادی از ناهمواری‌ها توسط خوردگی پوشانده شده است (میزان R_z در نمونه آندایز شده با الکتروپولیش و رنگ نسبت به ورقه معمولی از ۲۰,۴۰ به ۱,۵۰ نانومتر رسیده است).

جدول ۵: اعداد مربوط به R_a نمونه‌های تحت سنجش AFM.

| نمونه | (۱) | (۲) | (۳) | (۴) |
|------------|------|------|-------|-----|
| R_a (nm) | ۸,۳۷ | ۶,۶۷ | ۱۱,۲۲ | ۲,۳ |

متغیر R_z که همان بیشینه ارتفاع در برش عمودی است برای یک محدوده ۱۶,۰ میکرومتری از برش عمودی سطوح تصویربرداری شده در نظر گرفته شد. اطلاعات مربوط به R_z نمونه‌های ۱ الی ۴ در جدول ۶ مشاهده می‌شوند.

جدول ۶: اعداد مربوط به R_z نمونه‌های تحت سنجش AFM.

| نمونه | (۱) | (۲) | (۳) | (۴) |
|------------|-------|------|-------|------|
| R_z (nm) | ۲۰,۴۰ | ۲,۰۸ | ۳۴,۳۵ | ۱,۵۰ |

همان‌طور که داده‌های جداول ۵ و ۶ (بدون تلرانس) نشان می‌دهند، فرآیند الکتروپولیش موجب کاهش R_a و R_z سطح ورقه شده است. ورقه بدون الکتروپولیش بعد از آندایزینگ و رنگ دچار زبری بیشتری شده است، در حالی که ورقه آلومینیمی الکتروپولیش شده زبری کمتری داشته و حتی بعد از آندایزینگ و رنگ کمتر نیز شده است. البته با توجه به نحوه اندازه‌گیری زبری باید گفت که پیوستگی بین مقادیر R_a و R_z وجود ندارد.

۴- نتیجه‌گیری

تحلیل نرم‌افزاری از درخشش تصاویر میکروسکوپ نوری نشان داد که نمونه الکتروپولیش شده با شرایط بهینه دارای سطحی با درخشش

۵- مراجع

- H. Sun, X. Li, Enhanced corrosion resistance of discontinuous anodic film on in situ TiB₂p/A356 composite by cerium electrolysis treatment. *J Mater Sci.* 44(2009), 786-793.
- T. Shih, P. Wei, Effect of abrasives on the glossiness and reflectance of anodized aluminum alloys. *J Mater Sci.* 43(2008), 1851-1858.
- G. Lanzani, R. Martinazzo, Chemistry at surfaces: from ab initio structures to quantum dynamics. *Theor Chem Acc.* 117(2007), 805-825.
- S. Mirabedini, S. Moradian, M. Arami, Surface oxidation of aluminum for achievement of brilliant colors and suitable physico - mechanical properties. *J Color Sci. Tech.* 3(2010), 157-167.
- C. Girginov, I. Kanazirski, Electrolytic coloring of anodic alumina films in metal ions containing solution part one: Electrolytic coloring in NiSO₄ containing solution. *J. Chem. Technol. Metall.* 47(2012), 187-192.
- H. Abbasian, Nanostructure - Synthesis of carbon nanotube arrays into AAO nanopores by CVD method and Consideration of their growth by SEM images, in Proceedings of the 8th congress of the Iranian conference of physics, PSI, Orumieh, Iran, (2011), 1943-1947.
- P. Sheasby, R. Pinner, The surface treatment and finishing of aluminum and its alloys. ASMI, Inc., Ohio. 2001, 65-68-832.
- K. Huang, S. Huang, Porous alumina films with width-controllable alumina stripes. *Nanoscale Res Lett.* 5(2010), 1977-1981.
- Y. Jun, L. Jian, Morphology and growth of porous anodic oxide films on Ti-10V-2Fe-3Al in neutral tartrate solution. *J. Cent South Univ.* 18(2011), 6-15.
- Z. Abdolldhi, A. Ziaee, A. Afshar, Investigation of titanium oxide layer in thermal-electrochemical anodizing of Ti6Al4V alloy. *Int. J. Chem. Biol. Eng.* 2(2009), 44-47.
- A. Araoynbo, A. Rahmat, Room temperature anodization of aluminum and the effect of the electrochemical cell in the formation of porous alumina films from acid and alkaline electrolytes. *Adv. Mat. Lett.* 3(2012), 273-278.
- D. Sulka, K. Hnida, Distributed Bragg reflector based on porous anodic alumina fabricated by pulse anodization. *Nanotechnol.* 23(2012), 1-8.

13. H. Peng Xiang, L. Chang, Carbon nanotubes prepared by anodic aluminum oxide template method. *Chin Sci Bull.* 57(2012), 187-204.
14. K. Yang, C. Chen, Alumina template assistance in Titania nanotubes dye-sensitized solar cell (TiO₂ NT-DSSC) device fabrication. *ISRN Nanotechnol.* 1(2012), 1-10.
15. G. Eddy, J. Poinern, Progress in nano-engineered anodic aluminum oxide membrane development. *Mater.* 4(2011), 487-526.
16. M. Shahzad, M. Chaussumier, Effect of sealed anodic film on fatigue performance of 2214-T6 aluminum alloy. *Sur. Coat. Technol.* 206(2012), 1-8.
17. M. Ghorbani, Coating metals. Sharif Scientific Pub., Tehran. 2006, 314-315.
18. A. Saatchi, Corrosion engineering. Jahad Daneshgahi, Inc., Isfahan. 2009, 27-34.
19. M. Salerno, N. Patra, Use of liquid in fabrication, characterization and processing of anodic porous alumina. *Nano Res Lett.* 4(2009), 865-872.
20. P. Bocchetal, C. Sunseri, Asymmetric alumina membranes electrochemically formed in oxalic acid solution. *J. Appl. Electrochem.* 32(2002), 977-985.
21. H. Wang, H. W. Wang, Synergistic effect of rare earth salt and organic acid in the anodization of aluminum in phosphoric acid. *J Mater Sci.* 41(2006), 4759-4763.
22. M. Safi, N. Khalili, M. Arabi, Effect of various opacifiers on color parameters and gloss of glazed tiles. *J. Color Sci. Technol.* 5(2012), 253-261.