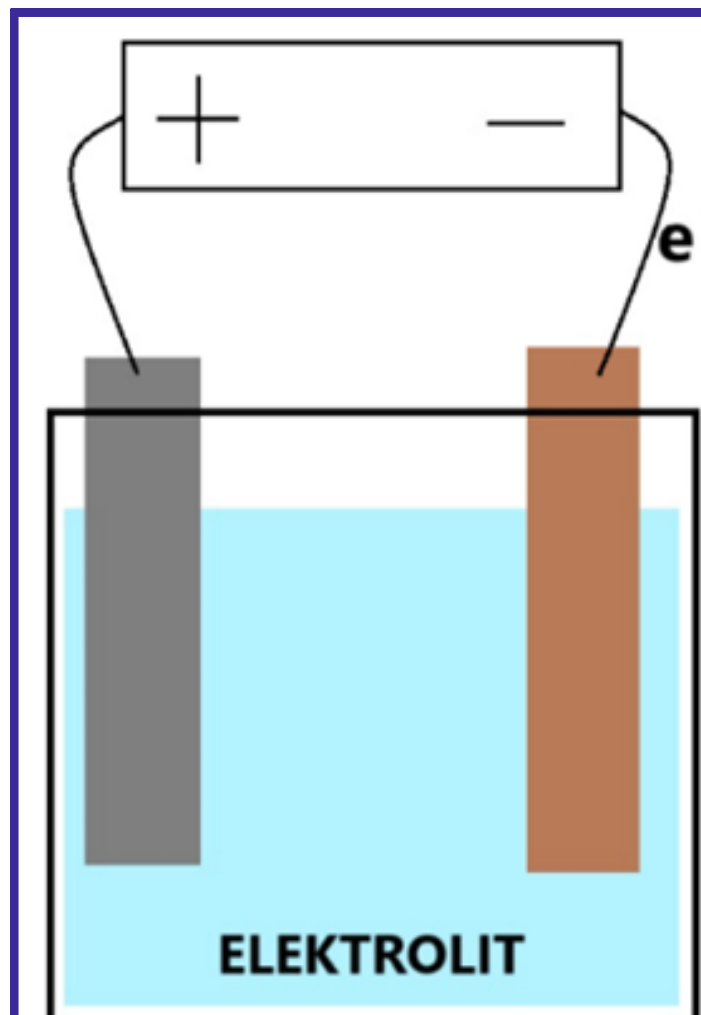




Autor pracy: Maja Augustyn; Promotor: dr Marta Michalska-Domańska

Temat: Badanie wpływu szybkości mieszania elektrolitu na morfologię anodowego tlenku tytanu

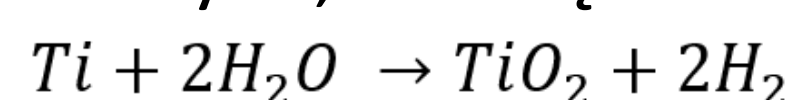
Cel badań: Celem mojej pracy inżynierskiej było zbadanie wpływu szybkości mieszania elektrolitu podczas anodyzacji tytanu na morfologię powstającego tlenku w różnych warunkach temperaturowych procesu. Badania opierały się na analizie parametrów morfologicznych anodowego tlenku tytanu takich jak grubość warstwy tlenku, porowatość, wartości średnic powstających nanorurek. Dla zapewnienia stałości warunków prowadzenia badania dla wszystkich próbek zastosowano jeden elektrolit, jedno napięcie (45V), jeden czas anodowania (60 minut).



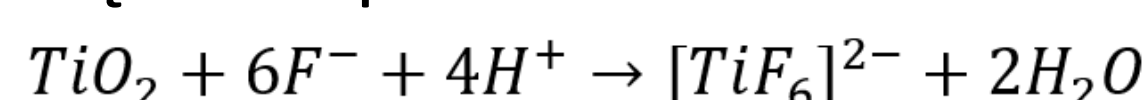
Anodyzacja jest to proces elektrochemicznego utleniania, podczas którego na powierzchni metali lub ich stopów tworzą się pasywne, tlenkowe powłoki. Proces tworzenia powłoki przebiega w roztworze elektrolitu pod wpływem działania pola elektrycznego.

Płytkę tytanową (anoda) jest zanurzona w roztworze elektrolitu, przyłożone jest na nią dodatnie napięcie. Drugą elektrodą (katodą) jest zwykle metal np. platyna, w postaci płytki lub siateczki (Rys. 1)

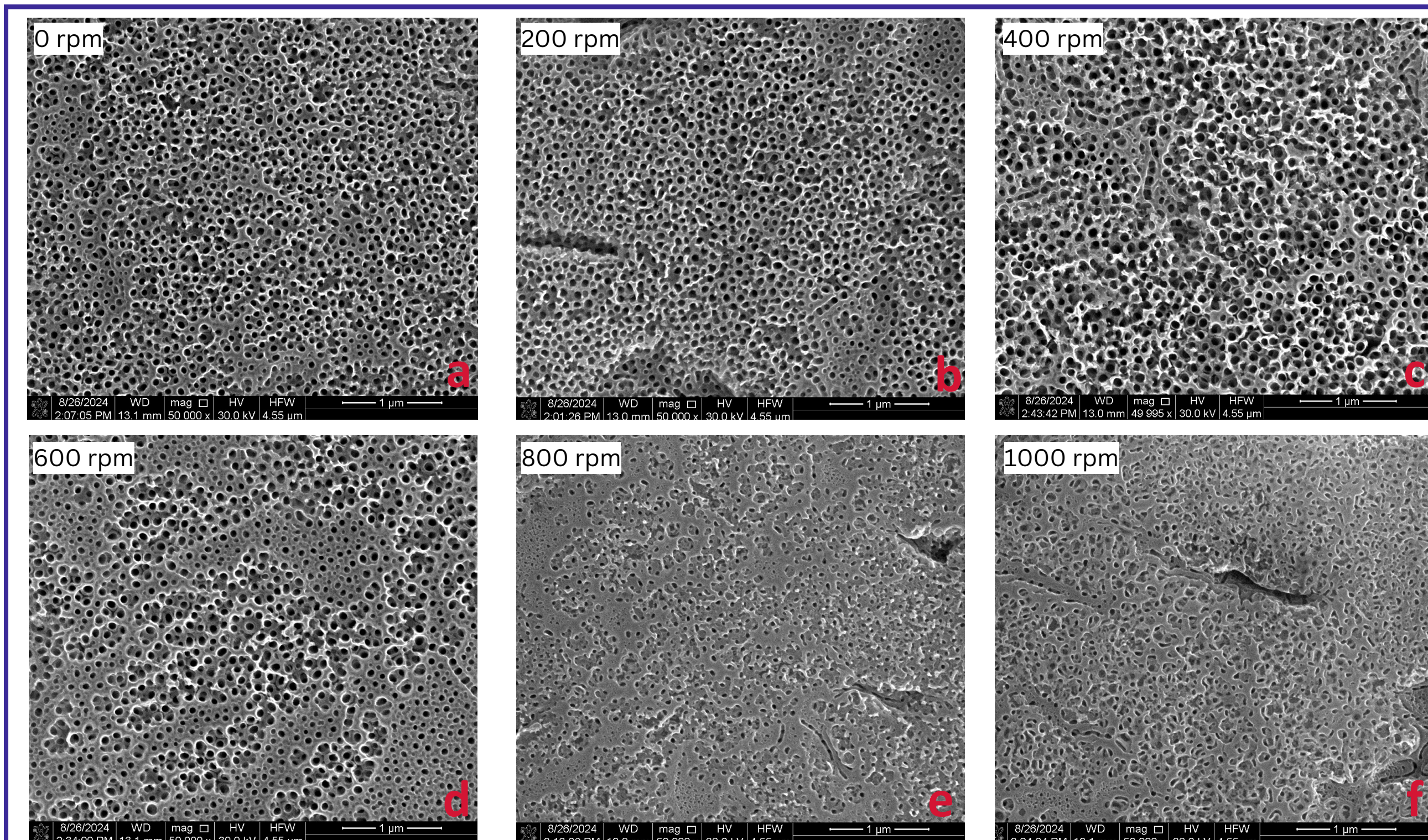
Na płytce tytanowej zachodzi utlenianie tytanu. W wyniku tego procesu tytan reaguje z jonami tlenowymi, tworząc warstwę tlenku tytanu (TiO_2):



Jony fluorkowe (F^-) pochodzące z fluorku amonu (NH_4F) zawartego w elektrolicie reagują z nowo powstałą warstwą tlenku, częściowo ją rozpuszczając i tworząc nanoporowate lub nanorurkowe struktury:



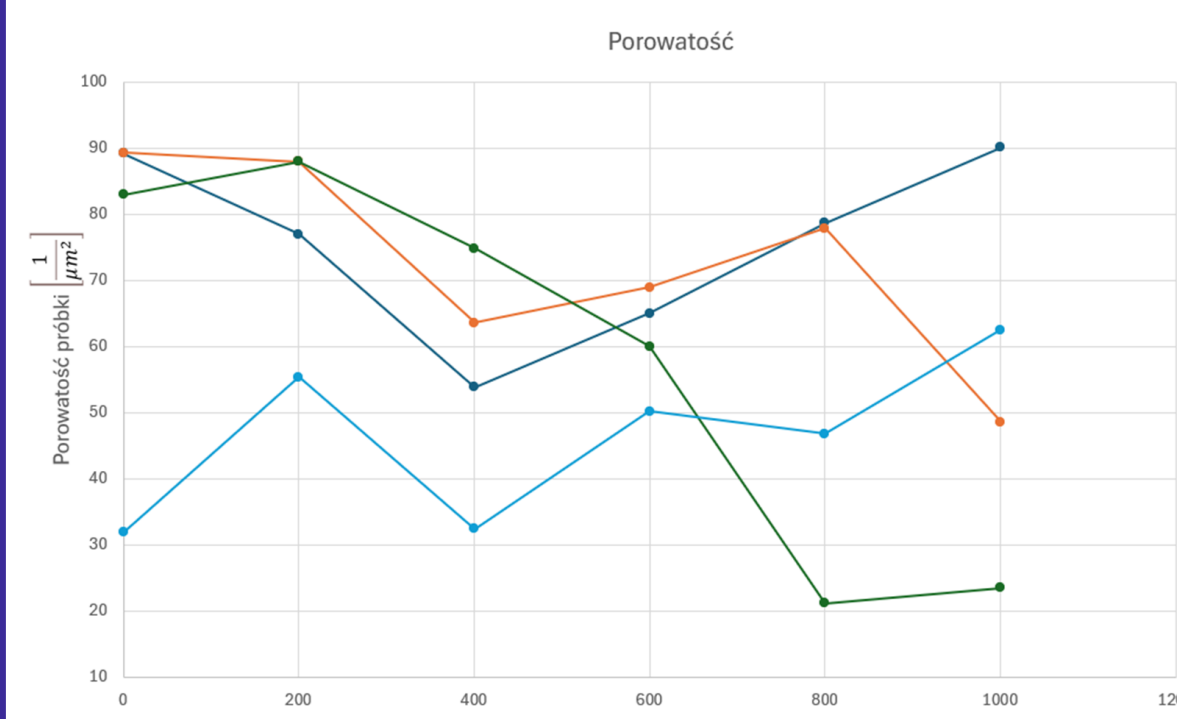
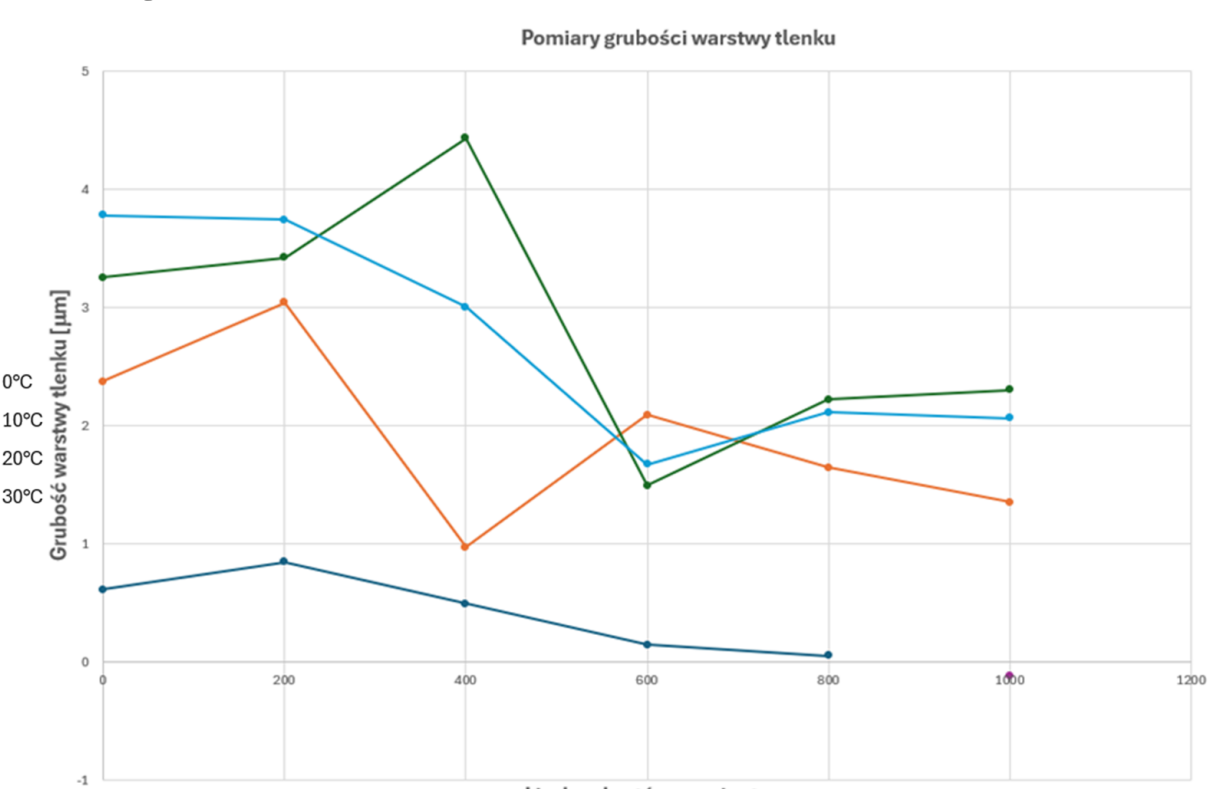
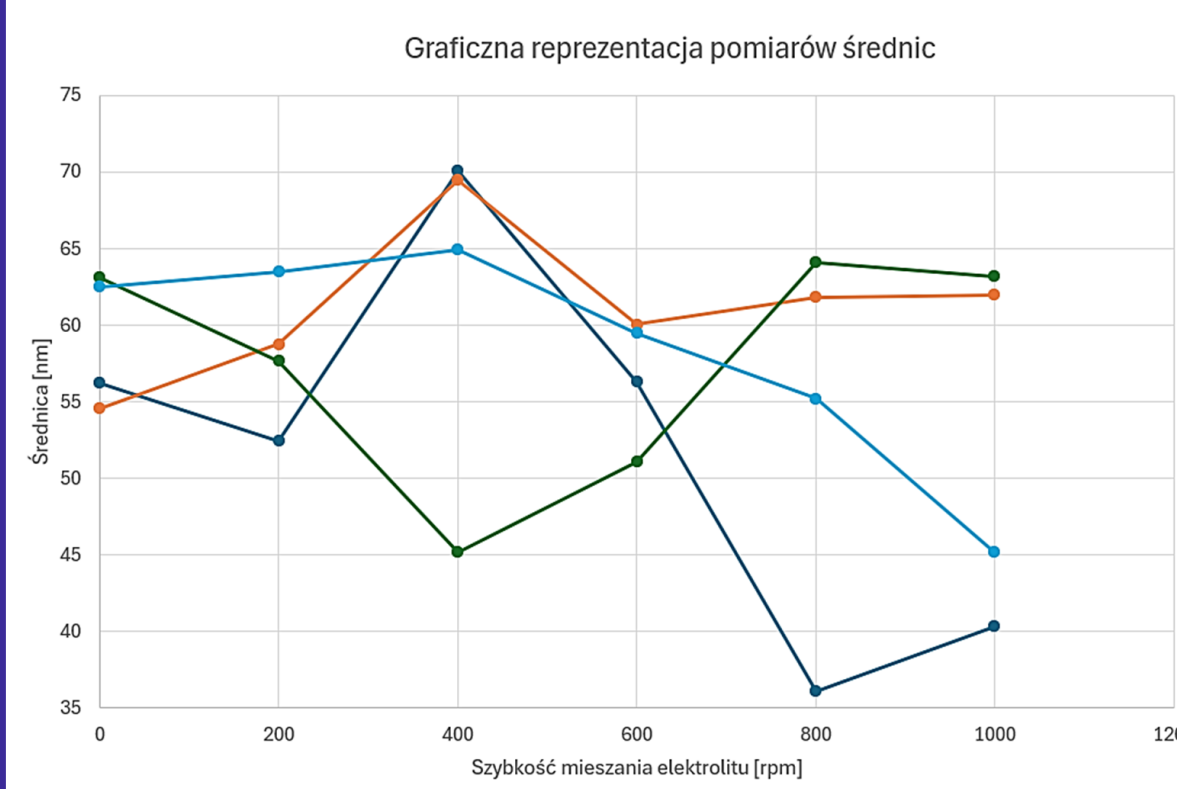
Anodowy tlenek tytanu (ang. anodic titanium oxide, ATO) to cienka (w skali nanometrowej) warstwa tlenku tytanu powstała na powierzchni tytanu w wyniku elektrochemicznego procesu anodyzacji. Po raz pierwszy został zsyntetyzowany w 1999 roku przez Zwillinga i jego grupę badawczą [1].



Powyżej widoczne są **zdjęcia SEM** próbek anodowanych w temperaturze 0°C i prędkościach mieszania elektrolitu od 0 rpm (zdjęcie a) do 1000 rpm (zdjęcie f) z krokiem co 200 rpm.

Zwiększanie prędkości mieszania elektrolitu w zakresie od 0 do 400 rpm prowadzi do systematycznego udoskonalania morfologii powierzchni warstwy tlenkowej (regularne i równomiernie rozmieszczone pory o zbliżonej średnicy). Przy dalszym zwiększaniu prędkości mieszania elektrolitu od 400 do 1000 rpm następuje degradacja morfologii ATO.

Analiza danych:



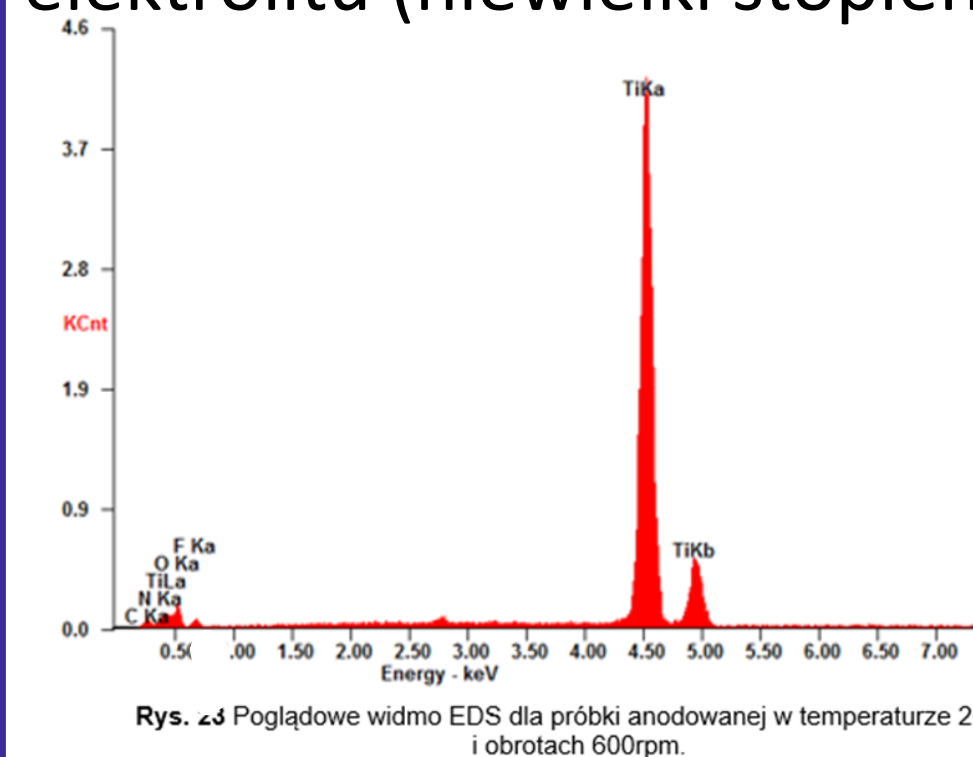
Na podstawie wyników **pomiarów grubości** warstwy anodowego tlenku tytanu można stwierdzić, że zależy ona zarówno od temperatury procesu, jak i od prędkości mieszania elektrolitu. Wraz ze wzrostem prędkości mieszania elektrolitu obserwuje się systematyczny spadek grubości warstwy ATO, co

jest widoczne dla próbek wykonanych przy wszystkich badanych temperaturach. Zwiększenie temperatury procesu anodyzacji prowadzi do zwiększenia grubości warstwy tlenku.

Największe **wartości średnicy** nanorurek dla próbek otrzymanych w temperaturze 0°C, 10°C i 30°C otrzymano przy szybkości mieszania elektrolitu 400 rpm. Odstępstwa obserwuje się dla próbek tlenku otrzymanych w temperaturze 20°C.

Na podstawie wykresu stwierdzono, że **porowatość** (ilość porów na jednostkę powierzchni ATO) próbek zależy zarówno od temperatury, jak i od szybkości mieszania elektrolitu. Dla próbek anodowanych w temperaturze 0°C, 10°C i 30°C widoczna jest tendencja spadkowa. Podobnie jak w przypadku pozostałych parametrów wyróżnia się wynik dla próbek anodowanych w 20°C.

W trakcie prowadzonych badań dokonano **analizy składu chemicznego** próbek przy użyciu spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS). Przy wzroście prędkości mieszania elektrolitu obserwujemy ogólną tendencję spadkową zanieczyszczenia próbek ATO atomami węgla (C). Zawartość fluoru (F) w badanych próbkach pozostaje stosunkowo stabilna dla każdej temperatury i wszystkich badanych prędkości mieszania elektrolitu (niewielki stopień zanieczyszczenia)



600rpm	0 °C	10 °C	20 °C	30 °C	Średnia
Ck	4,95	6,88	6,89	5,50	6,06
Ok	20,87	21,89	22,63	22,41	21,95
Fk	5,23	5,23	4,37	4,42	4,81
TiK	68,95	66,00	66,11	67,67	67,18

Tabela Zestawienie wyników analizy składu chemicznego (%Wt) dla próbek T0_600, T10_600, T20_600, T30_600.

Wnioski:

- Prędkość mieszania elektrolitu ma znaczący wpływ na cechy geometryczne anodowanego tlenku tytanu.
- W zależności od tego jaki efekt końcowy chce się osiągnąć należy zastosować różne prędkości mieszania elektrolitu dla różnej temperatury
- Należy powtórzyć badania dla tytanu anodowanego w temperaturze 20°C aby uwzględnić czas niezbędny do kondycjonowania elektrolitu co może wpłynąć na uzyskane wyniki.

REFERENCJE

[1] V. Zwilling, E. Darque-Ceretti, A. Boutry-Forveille, D. David, M. Y. Perrin, and M. Aucouturier, "Structure and Physicochemistry of Anodic Oxide Films on Titanium and TA6V Alloy," Surf. Interface Anal., vol. 27, no. 7, pp. 629–637, 1999, doi: 10.1002/(SICI)1096-9918(199907)27:7<629::AID-SIA551>3.0.CO;2-0

Specjalność: **OPTOELEKTRONIKA DLA INŻYNIERII BIOMEDYCZNEJ**