

## وابستگی اندازه نانوذرات YSZ در نشست الکتروفورتیکی به روش ایجاد هدایت الکتریکی سطحی کامپوزیت NiO-YSZ جهت کاربرد در پیل سوختی اکسید جامد

طاهره طالبی<sup>\*</sup>، امیر مقصودی پور، بابک رئیسی و محسن حاجی

پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۸/۰۵/۰۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۸/۰۷/۰۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۰۸/۱۲

### چکیده

در این پژوهش، از ۳ روش مختلف جهت هادی‌سازی آند استفاده شد. روش اول، پوشش‌دهی گرافیت بر سطح زیرلایه‌های NiO-YSZ با استفاده از روش رنگ‌آمیزی بود. در روش دوم، کامپوزیت NiO-YSZ در دمای ۸۵۰ °C در اتمسفر هیدروژن/آرگون احیا و سرمت Ni-YSZ ساخته شد. در روش سوم، عملیات خاصی جهت هادی‌سازی انجام نگرفت، ولی این روش تنها در مورد زیرلایه‌های دارای تخلخل باز بیشتر از ۵۰ درصد قابل استفاده بود. سوسپانسیون یکنواخت و پایداری از YSZ در محیط آلی مخلوط استن و اتانول خالص جهت انجام فرآیند الکتروفورتیک، ساخته شد. سپس سینتر در دمای بالا انجام گرفت. در ادامه، جریان عبوری از مدار، وزن نشست و دانسیته فیلم اندازه‌گیری شد. نهایتاً ریزساختار سطح پوشش و ضخامت آن در حالت خام و سینتر شده توسط SEM بررسی گردید. نتایج نشان دادند که وزن نشست دانسیته فیلم و جریان عبوری از مدار با افزایش مقاومت کاهش پیدا می‌کند. همچنین مشاهده شد که با کاهش هدایت الکتریکی، اندازه ذرات نشست یافته به زیر ۱۰۰ نانومتر کاهش می‌یابد. کوچکترین اندازه ذره در هنگام استفاده از زیرلایه اشباع شده حاصل گردید که برابر ۵۹ nm اندازه‌گیری شد. کیفیت لایه نشست یافته نیز با افزایش هدایت الکتریکی زیرلایه بهبود می‌یابد.

**واژه‌های کلیدی:** نانو ذرات YSZ، هدایت الکتریکی آند، نشست الکتروفورتیکی، پیل سوختی اکسید جامد.

### ۱- مقدمه

شیمیایی حاصل از سوخت گازی را از طریق واکنش الکتروشیمیایی بین سوخت و اکسیدکننده به صورت مستقیم به انرژی الکتریکی و حرارتی تبدیل کنند. امروزه

پیل‌های سوختی ابزارهایی هستند که می‌توانند انرژی

<sup>\*</sup> عهده‌دار مکاتبات: طاهره طالبی

نشانی: تهران، کرج، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک

تلفن: ۰۲۶۱-۶۲۰۴۱۳۰-۹، دورنگار: ۰۲۶۱-۶۲۰۱۸۸۸، پست‌الکترونیکی: [talebytahereh@yahoo.com](mailto:talebytahereh@yahoo.com)

شد که مطالعات کمی بر آن انجام گرفته است. پس از اندازه‌گیری دقیق وزن نشست و جریان عبوری از مدار و محاسبه دانسیته خام، ریزساختار پوشش حاصله، مورفولوژی سطح نمونه‌ها و ضخامت فیلم نشست یافته، در حالت خام و سینتر شده توسط SEM بررسی شد. اندازه ذرات تشکیل‌دهنده فیلم نشست یافته حدود ۵۹ نانومتر اندازه‌گیری شد. مشاهده شد که مقاومت سطحی ویژه کمتر، باعث کیفیت بهتر نشست و سطح یکنواخت‌تر در هر دو حالت خام و سینتر شده می‌گردد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

ابتدا پودرهای YSZ ( $8 \text{ mol } \text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ , Tosoh, ژاپن)، NiO (Merck, #۷۸۲۱۰۰) و نشاسته به ترتیب با نسبت وزنی ۵:۵:۲، به مدت ۲۴ ساعت جهت آماده‌سازی کامپوزیت پیل سوختی بالمیل شدند. پس از خشک کردن مخلوط در  $70^\circ\text{C}$  به مدت ۲۴ ساعت، پودر حاصل به صورت قرص‌هایی با قطر ۱۵ میلی‌متر و ضخامت ۰/۷ میلی‌متر توسط پرس تک‌محوره هیدرولیک با فشار ۱۰۰ bar پرس شد.

در مرحله بعد، زیرلایه‌ها در دمای  $1000^\circ\text{C}$  به مدت ۳ ساعت پخت شدند تا کامپوزیت متخلخلی از NiO-YSZ به عنوان زیرلایه فرآیند EPD حاصل گردد. پس از انجام فرآیند پخت و خروج مواد آلی، قرص‌ها دارای استحکام کافی جهت انجام فرآیند نشست الکتروفورتیکی بودند. برای اندازه‌گیری مقدار تخلخل باز آندهای ساخته شده، از روش ارشمیدسی استفاده گردید.

زیرلایه‌های فرآیند نشست الکتروفورتیکی باید دارای هدایت الکتریکی باشند تا لایه نشست بر سطح آنها تشکیل گردد. بنابراین می‌بایست سطح آن‌ها را هادی نمود. در این مقاله، از ۳ روش مختلف جهت هادی‌سازی آند استفاده شد. روش اول پوشش‌دهی گرافیت بر سطح زیرلایه‌های NiO-YSZ با استفاده از روش رنگ‌آمیزی (painting) بود. در روش دوم، کامپوزیت NiO-YSZ در دمای  $850^\circ\text{C}$  در اتمسفر هیدروژن/آرگون با نسبت ۷:۹۳ به مدت ۵ ساعت با سرعت گرمایش و سرمایش  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  احیا و سرمت Ni-YSZ ساخته شد. در روش

پیل‌های سوختی اکسید جامد (SOFCs) به عنوان روش‌های جدید تولید برق، به دلیل راندمان تبدیل انرژی بالا و عمر طولانی بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱].

در این میان، پیل‌های سوختی اکسید جامد به علت استفاده از حامل‌های  $\text{O}^{2-}$  در الکترولیت و نیز دمای کارکرد بالا، دارای مزایای ویژه‌ای نسبت به سایر پیل‌های سوختی هستند. این مزایا عبارتند از: استفاده از سوخت‌های غیرهیدروژنی (و استفاده از جزء کربنی سوخت)، بازده بالاتر، استفاده از حرارت تولید شده، جامد بودن الکترولیت، عدم استفاده از مواد گران قیمت و عدم پلاریزاسیون [۲].

مهمترین ماده جهت ساخت الکترولیت نیز YSZ می‌باشد، چرا که دارای خواص منحصربفردی در زمینه‌هایی چون پایداری در زمان‌های طولانی، استحکام مکانیکی و دوام است [۳-۵]. جهت کاهش دمای کارکرد پیل‌های سوختی اکسید جامد می‌بایست الکترولیت‌هایی نازک و چگال از YSZ تولید نمود [۶،۷]. بنابراین، روش‌های گران تهیه لایه‌های نازک مانند: نشست بخار شیمیایی و فیزیکی (CVD، PVD) [۸،۹] و برخی از روش‌های کلوئیدی مانند: پوشش‌دهی دوغابی و نشست الکتروفورتیکی (Electrophoretic Deposition یا EPD) که مقرون به صرفه‌تر هستند، مورد بررسی قرار گرفته‌اند [۱۰،۱۱]. فرآیند پوشش‌دهی الکتروفورتیکی جهت تهیه پوشش‌های سرامیکی استفاده گردیده است [۶-۸]. در سال‌های اخیر، استفاده از این روش جهت ساخت الکترولیت نازک بر سطح آند و کاتد پیل سوختی اکسید جامد مورد توجه ویژه‌ای قرار گرفته است [۱۱]؛ زیرا می‌توان از آن جهت شکل‌دهی فیلم‌های یکنواخت نازک بر روی زیرلایه‌هایی با اشکال پیچیده مانند استک لوله‌ای پیل‌های سوختی (Tubular Cell Stack) بهره گرفت [۱۲]. این روش دارای سرعت نشست بالا و ریزساختار یکنواخت با ضخامت لایه یکسان در تمام سطح نشست می‌باشد [۱۳]. با این حال نیاز به تجهیزات پیچیده و گران قیمت ندارد. این مزایا روش EPD را جهت ساخت الکترولیت پیل‌های سوختی فرآیندی مناسب می‌سازد [۱۴]. عوامل موثر بر فرآیند نشست الکتروفورتیکی بسیار هستند. اما در این پژوهش، تنها عامل متغیر، هدایت الکتریکی زیرلایه در نظر گرفته

در هنگام انجام فرآیند EPD، جریان عبوری از مدار با استفاده از میکروآمپرسنج مدل Fluke187 برحسب زمان اندازه‌گیری و ثبت گردید. در نهایت پس از تهیه پوشش مناسب و یکنواخت بر سطح کامپوزیت‌های NiO-YSZ توسط روش‌های مختلف، سینتر نهایی در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت انجام شد.

با اندازه‌گیری دقیق جرم کامپوزیت‌ها قبل و بعد از فرآیند EPD، و نیز اندازه‌گیری مساحت نشست یافته بر سطح کامپوزیت، وزن نشست بر حسب مساحت محاسبه شد و جهت رسم نمودار مربوطه مورد استفاده قرار گرفت. ریزساختار پوشش حاصل و مورفولوژی سطح نمونه‌ها در حالت خام و سینتر شده و نیز ضخامت فیلم خام، توسط SEM (میکروسکوپ الکترونی روبشی، مدل Streoscan360) بررسی شد.

پس از آن، محاسبه دانسیته خام لایه‌های نشست یافته در حالت پوشش‌دهی با گرافیت و اشباع شده انجام گرفت. علاوه بر آن، از مشاهدات میکروسکوپ نوری جهت تعیین کیفیت لایه سینتر شده استفاده گردید.

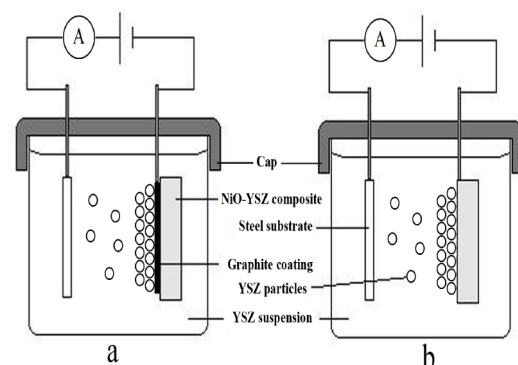
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی وزن نشست بر سطح کامپوزیت

در این مقاله تنها عامل متغیر، هدایت الکتریکی زیرلایه در نظر گرفته شد و از ۳ نوع زیرلایه که دارای مقدار مقاومت ویژه سطحی متفاوت بودند، استفاده شد. مقاومت ویژه سطحی زیرلایه روش پوشش‌دهی با گرافیت ( $33 \Omega\text{cm}$ ) کمتر از سایرین و نزدیک مقاومت ویژه سطحی زیرلایه احیا شده ( $60 \Omega\text{cm}$ ) است. همچنین مقاومت ویژه سطحی زیرلایه روش اشباع شده یا دارای تخلخل فراوان دارای تفاوت بسیاری بوده ( $5450 \Omega\text{cm}$ ) و به شدت بالاتر است (برای مقایسه، مقاومت ویژه فولاد ضد زنگ برابر  $72 \mu\Omega\text{cm}$  است [۱۰]). لازم به ذکر است، در روش سوم، در صورتی که تخلخل زیرلایه بیشتر از ۵۰ درصد باشد، انجام نشست الکتروفوریتیک امکان‌پذیر و هدایت نسبی در زیرلایه حاصل می‌گردد.

شکل ۲ آنالیز XRD از دو نمونه قبل و بعد از احیا در محیط ۷ درصد هیدروژن ۹۳ درصد آرگون در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، تنها تغییر

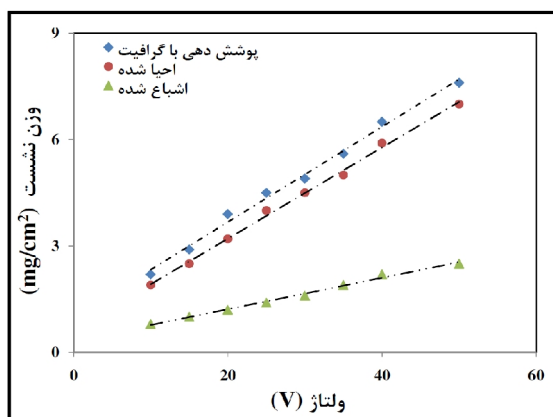
سوم، عملیات خاصی جهت هادی‌سازی انجام نگرفت، ولی این روش، تنها در مورد زیرلایه‌های دارای تخلخل باز بیشتر از ۵۰ درصد قابل استفاده بود. در این روش اشباع زیرلایه متخلخل از سوسپانسیون مورد آزمایش باعث ایجاد هدایت الکتریکی کمی می‌گردد و انجام نشست الکتروفوریتیک را ممکن می‌سازد. پس از هادی‌سازی آندها توسط ۳ روش مذکور، مقاومت الکتریکی ویژه سطحی زیرلایه توسط دستگاه Four Point Probe، USA، مدل FPP5000 اندازه‌گیری شد. جهت انجام فرآیند الکتروفوریتیک، سوسپانسیون یکنواخت و پایداری از YSZ توسط حمام اولتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه در محیط آلی مخلوط استن و اتانول خالص (Merck، #۱۰۰۲۹۹ و #۱۰۰۹۸۳، به ترتیب) با نسبت حجمی ۲۵:۷۵ ساخته شد. سوسپانسیون تهیه شده قبل از فرآیند EPD دوباره به مدت ۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار گرفت. پودر YSZ در سوسپانسیون استن- اتانول دارای پتانسیل زتا برابر  $2/05 \text{ eV}$  بود، که توسط دستگاه Malvern -Zetasizer 3000Hz اندازه‌گیری شد. فاصله بین کامپوزیت NiO-YSZ به عنوان الکترود منفی و صفحه فولادی ضد زنگ به عنوان الکترود مثبت در فرآیند EPD، ثابت و برابر ۱۰ میلی‌متر در نظر گرفته شد. دو الکترود در طول فرآیند EPD به صورت عمود، موازی و ثابت نگه داشته شدند. جهت جلوگیری از تبخیر سوسپانسیون از درپوش استفاده گردید. فیلم چگال و نازک YSZ در ولتاژهای متفاوت و زمان‌های متفاوت نشست داده شد. در شکل ۱ نمای شماتیک دستگاه نشست الکتروفوریتیک نشان داده شده است.



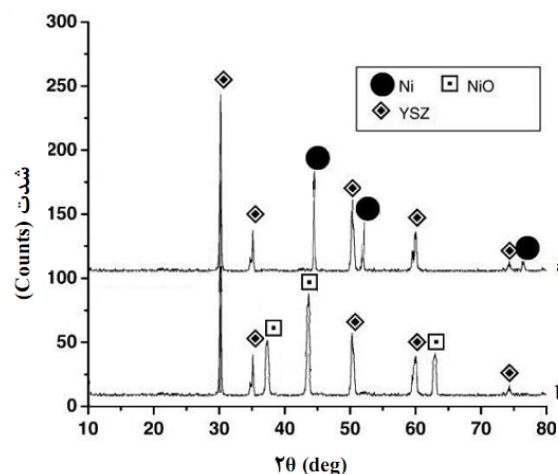
شکل ۱: نمای شماتیک دستگاه نشست الکتروفوریتیک مورد استفاده هادی‌سازی با (a) پوشش گرافیت و (b) زیرلایه احیا یا اشباع شده.

انجام گرفته، واکنش تبدیل و احیا اکسید نیکل به نیکل فلزی به صورت کامل بوده و تغییر فازی دیگری مشاهده نشد.

انجام گرفته، واکنش تبدیل و احیا اکسید نیکل به نیکل فلزی به صورت کامل بوده و تغییر فازی دیگری مشاهده نشد.



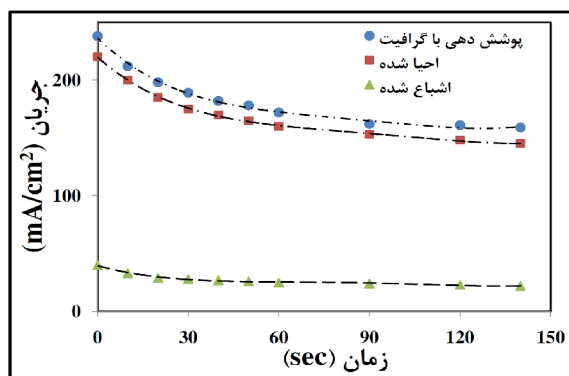
شکل ۳: رابطه وزن نشست و ولتاژ در سه روش متفاوت هادی‌سازی در زمان ۲ دقیقه.



شکل ۴: نتایج آنالیز XRD از دو نمونه (a) بعد از احیا و (b) قبل از احیا.

### ۳-۲- بررسی جریان عبوری از مدار فرآیند لایه نشانی الکتروفورزیس

در شکل ۴ نمودار جریان - زمان سه روش هادی کردن زیرلایه در ولتاژ ثابت ۲۰ V برای سوسپانسیون استن- اتانول آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، روش ایجاد هدایت با پوشش گرافیت دارای بالاترین جریان عبوری از مدار و روش هادی‌شده توسط اشباع از سوسپانسیون و میزان بالای تخلخل‌ها دارای کمترین جریان عبوری از مدار است.



شکل ۴: نمودار جریان - زمان سه روش هادی کردن زیرلایه در ولتاژ ثابت ۲۰ V.

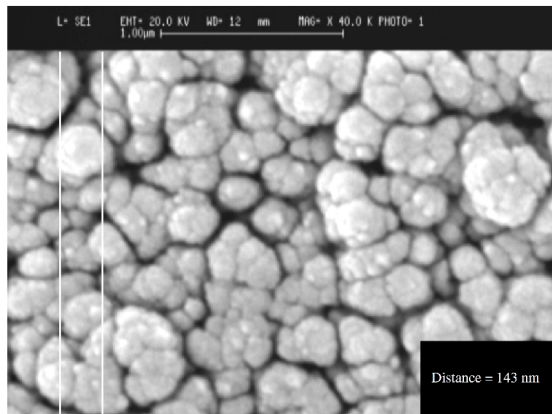
در شکل ۳، رابطه وزن نشست - ولتاژ برای سه روش هادی‌سازی در زمان ثابت ۲ دقیقه با استفاده از سوسپانسیون استن- اتانول نشان داده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، مقدار وزن نشست با استفاده از روش احیا و پوشش‌دهی با گرافیت تقریباً نزدیک به هم می‌باشد. با این حال، به علت هدایت الکتریکی بیشتر در روش پوشش‌دهی با گرافیت، وزن نشست آن کمی بالاتر است. در صورتی که از روش اشباع زیرلایه و تخلخل فراوان جهت EPD استفاده شود، وزن نشست بسیار کمتر خواهد بود.

نشست الکتروفورزیس عموماً بر زیرلایه‌هایی با هدایت الکتریکی امکان‌پذیر است. با این حال مشاهده شد بر سطح زیرلایه با مقاومت سطحی بسیار بالا نیز نشست انجام گرفت. جهت توجیه این پدیده، در مقاله ماتسودا پیشنهاد شده است که به علت تخلخل بسیار زیاد این زیرلایه‌های اشباع شده، در درون آنها مسیر هدایت الکتریکی ایجاد شده و باعث به وجود آمدن هدایت الکتریکی نسبی در سطح زیرلایه می‌شود و در نتیجه انجام نشست ممکن می‌گردد [۵].

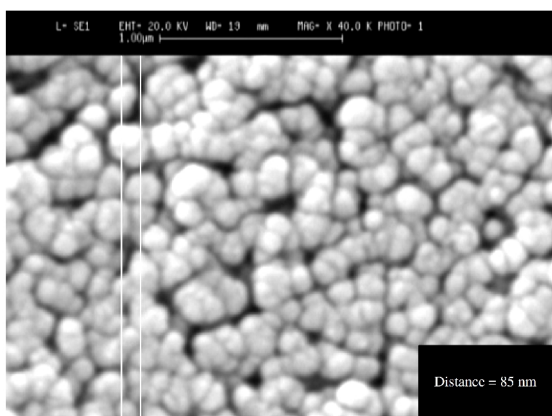
نتایج حاصل از آزمایش‌های EPD روند معکوسی را بین مقاومت سطحی ویژه و وزن نشست یافته نشان می‌دهد. بدین معنی که، کاهش مقدار مقاومت ویژه سطحی منجر به افزایش وزن نشست یافته می‌گردد. به نظر می‌رسد، با

حالت اشباع شده از سایر روش‌ها کوچکتر بوده و حدود ۵۹ نانومتر بوده است.

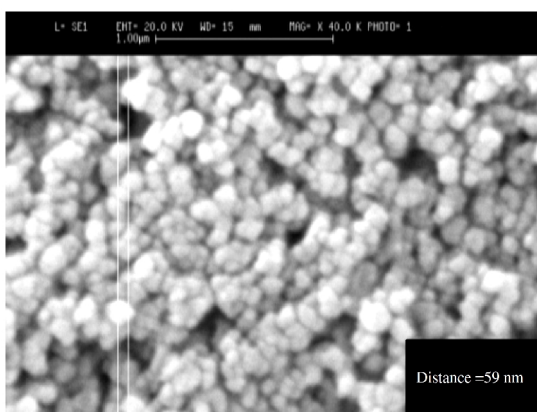
در ادامه دو روش زیرلایه با پوشش گرافیتی و اشباع شده که دارای تفاوت بیشتری بودند، مورد بررسی‌های بیشتر قرار گرفته‌اند.



(a)



(b)



(c)

شکل ۵: تصاویر SEM با بزرگنمایی بالا از سطح پوشش در زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۲۰ V (a)، پوشش‌دهی با گرافیت، (b) زیرلایه احیاشده و (c) زیرلایه اشباع شده.

همان‌طور که ذکر شد، مقاومت ویژه سطحی زیرلایه پوشش یافته از گرافیت برابر  $33 \Omega \text{cm}$ ، زیرلایه احیا شده برابر  $60 \Omega \text{cm}$  و زیرلایه اشباع شده نیز  $5450 \Omega \text{cm}$  است. همچنین، بر طبق قانون اهم هر چه مقاومت اجزاء تشکیل‌دهنده مدار کمتر باشد، جریان عبوری از مدار بالاتر خواهد رفت [۱۲]. بنابراین، هنگامی که زیرلایه پوشش یافته گرافیتی استفاده می‌شود، به دلیل اینکه این زیرلایه نسبت به دو روش دیگر دارای مقاومت پایین‌تری است، جریان عبوری از مدار افزایش می‌یابد.

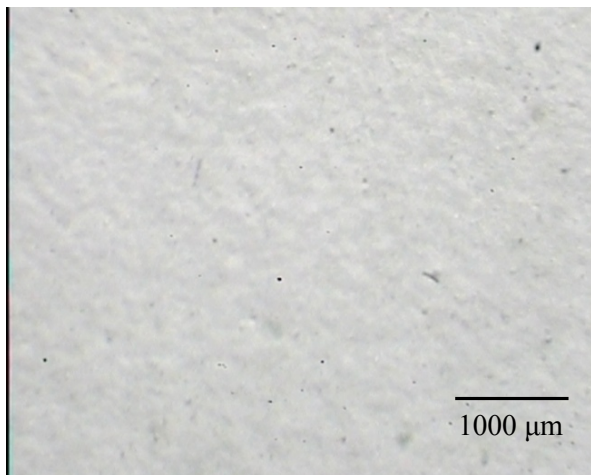
از نتایج تغییرات جریان عبوری از مدار فرآیند لایه‌نشانی الکتروفورزیس در بررسی‌های ریزساختاری فیلم نشست یافته استفاده گردید.

### ۳-۳- بررسی ریزساختاری سطح فیلم‌های نشست یافته خام توسط SEM

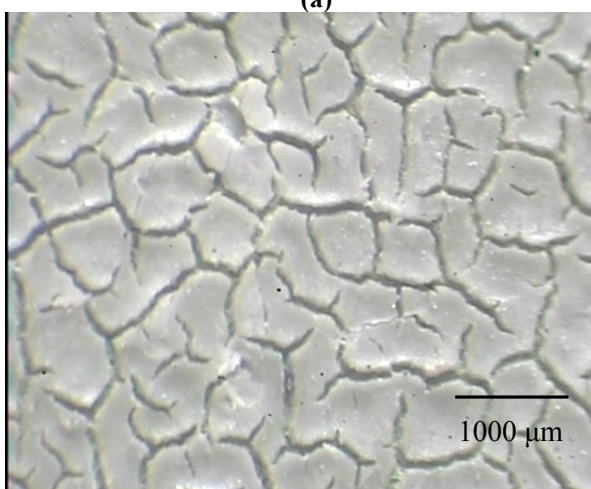
در شکل ۵a-c، تصاویر SEM از سطح سه نمونه که با روش‌های مختلف هادی شده‌اند، در زمان ۲ دقیقه و ولتاژ ۲۰ V مشاهده می‌شود. همان‌طور که دیده می‌شود، تفاوت مشخصی بین اندازه دانه در سطح نمونه‌های زیرلایه با گرافیت پوشش داده شده و زیرلایه اشباع شده و نیز زیرلایه احیا شده وجود دارد.

همچنین شکل ۵ نشان می‌دهد، ذراتی که بر سطح زیرلایه پوشش داده شده با گرافیت نشست یافته‌اند، بزرگتر از دو روش دیگر هستند. اما به نظر می‌رسد که آنها از ذرات کوچکتری شکل یافته و در حقیقت به صورت الگومره‌های کوچک بر سطح کامپوزیت NiO-YSZ نشست پیدا کرده‌اند، در حالی که دانه‌های موجود بر سطح زیرلایه اشباع شده به صورت پراکنده بوده و دارای اندازه بسیار کوچکتری در حدود ۵۹ nm هستند.

این تفاوت اندازه ذرات، احتمالاً به دلیل تفاوت هدایت الکتریکی زیرلایه‌ها مشاهده می‌گردد. به علت هدایت الکتریکی تقریباً مشابه زیرلایه‌های احیا شده و پوشش داده شده با گرافیت، تفاوت کمتری بین دو دسته از نمونه‌ها دیده می‌شود. اما هنگامی که از زیرلایه اشباع شده استفاده می‌گردد که دارای اختلاف بسیار شدیدتری با دو نمونه قبلی است، این تفاوت اندازه دانه خود را به خوبی نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که اندازه دانه‌های ذرات در



(a)



(b)

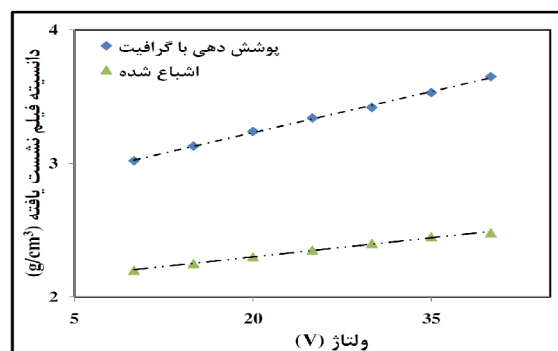
شکل ۷: تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح فیلم YSZ سینتر شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت، (a) پوشش داده شده با گرافیت و (b) اشباع شده.

این نمونه‌ها در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  برای ۲ ساعت سینتر شده بودند. ترک‌های فراوانی بر سطح فیلم YSZ زیرلایه اشباع شده مشاهده می‌گردد. در حالی که بر سطح فیلم YSZ زیرلایه پوشش داده شده با گرافیت هیچ ترکی مشاهده نشده و فیلم سفید و یکدستی مشاهده می‌گردد. استفاده از زمان کم سینتر به دلیل به دست آوردن تصاویر واضح‌تر و مشاهده دقیق‌تر بود. زیرا با بالا بردن زمان و شفاف شدن فیلم، مشاهده تمایز بین این دو زیرلایه سخت‌تر می‌شد. همچنین زمان بیشتر می‌توانست تا حدی ترک‌های سطحی را از بین برده و در مشاهدات، تداخل دو اثر را ایجاد کند. این تصاویر نشان می‌دهد کیفیت فیلم بر سطح زیرلایه پوشش داده شده با گرافیت، بهتر از زیرلایه اشباع شده بود.

### ۳-۴- بررسی ولتاژ با دانسیته لایه خام نشست یافته

رابطه دانسیته فیلم نشست یافته بر حسب ولتاژ در شکل ۶ نشان داده شده است. با بررسی دانسیته خام در دو حالت با تفاوت بیشتر مقاومت الکتریکی، مشاهده گردید فیلم نشست یافته بر پوشش گرافیتی دارای دانسیته خام بسیار بالاتری بود.

دلیل این مساله می‌تواند جریان بالاتر ذرات در مدار فرآیند لایه‌نشانی الکتروفورزیس باشد [۸،۹]. در نتیجه، ذرات پراکنده شده در سوسپانسیون در هنگام حرکت به سمت زیرلایه با هدایت الکتریکی بیشتر، دارای سرعت بالاتری بوده و نشست متراکم‌تری تشکیل می‌دهد. بنابراین دانسیته فیلم در حالت استفاده از زیرلایه پوشش داده شده با گرافیت، بیشتر از زیرلایه اشباع شده است.

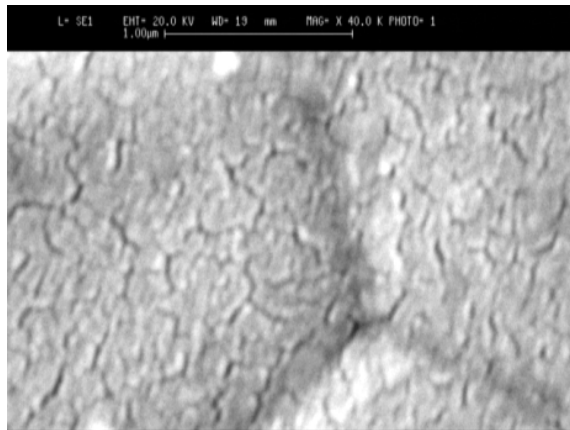


شکل ۶: رابطه دانسیته فیلم نشست یافته و ولتاژ در دو روش متفاوت هادی‌سازی در زمان ۲ دقیقه.

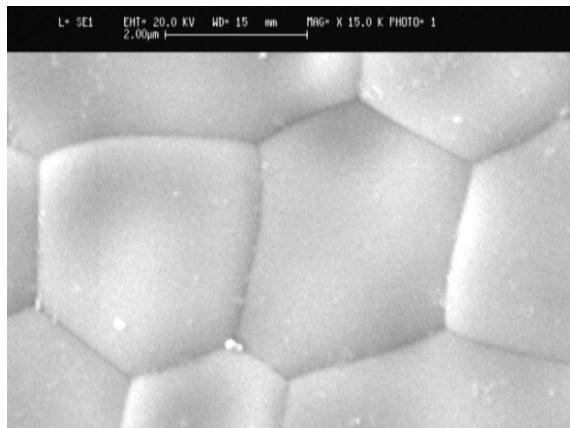
دانسیته فیلم‌های خام بر کیفیت این فیلم‌ها به خصوص پس از سینتر بسیار موثر بود؛ که در بخش بعد به آن پرداخته خواهد شد.

### ۳-۵- بررسی کیفیت فیلم YSZ سینتر شده توسط میکروسکوپ نوری

شکل ۷a,b تصاویر سطح سینتر شده از فیلم‌های YSZ بر زیرلایه‌های پوشش داده شده با گرافیت و اشباع شده را نشان می‌دهد که در ولتاژ ۲۰ V و زمان ۶ دقیقه پوشش داده شده است. زمان طولانی‌تر نشست الکتروفوریک به علت مشاهده آسان‌تر تفاوت دو روش توسط میکروسکوپ نوری، مورد استفاده قرار گرفته است.



(b)



(c)

شکل ۸: تصاویر SEM سطح فیلم YSZ سینتر شده بر زیرلایه، (a,b) اشباع شده در بزرگنمایی‌های متفاوت (c) پوشش داده شده با گرافیت (مقیاس‌ها برابر نیستند).

#### ۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، از ۳ روش مختلف جهت هادی‌سازی آند استفاده شد. روش اول پوشش‌دهی گرافیت بر سطح زیرلایه‌های NiO-YSZ با استفاده از روش painting بود. در روش دوم، کامپوزیت NiO-YSZ در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  در اتمسفر هیدروژن/آرگون احیا و سرمت Ni-YSZ ساخته شد. در روش سوم، عملیات خاصی جهت هادی‌سازی انجام نگرفت، ولی این روش تنها در مورد زیرلایه‌هایی که دارای تخلخل باز بیشتر از ۵۰ درصد بودند، قابل استفاده بود. جهت انجام فرآیند الکتروفورسیس، سوسپانسیون یکنواخت و پایداری از YSZ در محیط آلی مخلوط استن و اتانول خالص ساخته شد. جریان عبوری از مدار و وزن نشست محاسبه شد. در نهایت ریزساختار حاصله و

#### ۳-۶- بررسی کیفیت فیلم YSZ سینتر شده توسط میکروسکوپ الکترونی

شکل ۸ تصاویر SEM سطح فیلم YSZ سینتر شده در دمای  $1400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت بر زیرلایه اشباع شده در بزرگنمایی‌های متفاوت (a,b) و زیرلایه پوشش داده شده با گرافیت (c) را نشان می‌دهد. قسمت مشخص شده در شکل ۸a در شکل ۸b با بزرگنمایی بیشتر نشان داده شده است.

هنگامی که پوشش گرافیت بر سطح زیرلایه اعمال می‌گردد، پس از سینتر، فیلم YSZ به صورت بسیار یکنواخت‌تری مشاهده می‌گردد. تصاویر SEM فیلم YSZ سینتر شده بر زیرلایه اشباع شده حاکی از وجود نانوترک‌هایی بر سطح فیلم YSZ است. با این حال، ترک‌های مشابهی بر سطح فیلم YSZ سینتر شده دیده نمی‌شود. این مساله نشان‌دهنده استحکام کمتر فیلم YSZ سینتر شده در حالت استفاده از زیرلایه اشباع شده است. در این حالت، وجود نانوترک‌ها حاکی از وجود پیوند ضعیف اولیه در بین ذرات و دانسیته کم فیلم نشست یافته توسط الکتروفورزیس است. وجود این پیوند ضعیف و دانسیته کم در حالت خام، باعث به‌وجود آمدن ترک‌های بزرگ‌تر پس از سینتر خواهد شد که در شکل ۷b نیز نشان داده شده بود. با وجود کیفیت متفاوت فیلم پوشش داده شده در هنگام استفاده از دو روش هادی‌سازی با تفاوت الکتریکی بیشتر، اندازه دانه‌های YSZ در هر دو حالت تقریباً برابر و حدود  $2\ \mu\text{m}$  است. این مساله به علت یکسان بودن دمای پخت آنها مشاهده می‌گردد.



(a)

- [2] Z. Xu, G. Rajaram, J. Sankar, D. Pai, *Surface & Coating Technology*, **201**, 2006, 4484.
- [3] S. Kim, O. Kwon, S. Kumar, Y. Xiong, C. Lee, *Surface & Coating Technology*, **202**, 2008, 3180.
- [4] L. Besra, M. Liu, *Progress in Materials Science*, **52**, 2007, 1.
- [5] T. Hosomi, M. Matsuda, M. Miyake, *Journal of the European Ceramic Society*, **27**, 2007, 173.
- [6] S.T. Aruna, K.S. Rajam, *Materials Chemistry and Physics*, **111**, 2008, 131.
- [7] I. Zhitomirsky, A. Petric, *Journal of Materials Science*, **39**, 2004, 825.
- [8] S. Ciou, K. Fung, K. Chiang, *Journal of Power Sources*, **175**, 2008, 338.
- [9] L. Jia, Z. Lu, X. Huang, *Journal of Alloys and Compounds*, **424**, 2006, 299.
- [10] S. Hayashi, C. Sato, Z. Nakagawa, *Journal of Materials Science*, **41**, 2006, 8068.
- [11] S. Ciou, K. Fung, K. Chiang, *Journal of Power Sources*, **172**, 2007, 385.
- [12] X.J. Lu, X. Wang, P. Xiao, *Thin Solid Films*, **494**, 2006, 223.
- [13] P. Sarkar, D. De, H.R. Ho, *Journal of Materials Science*, **39**, 2004, 819.
- [14] M. Pihlatie, A. Kaiser, M. Mogensen, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 2009, 1657.

مورفولوژی سطح پوشش خام و سینتر شده توسط SEM بررسی گردید. مشاهده شد با افزایش مقاومت الکتریکی ویژه سطحی، اندازه ذرات نشست یافته به زیر ۱۰۰ نانومتر کاهش یافت.

## سپاسگزاری

از اساتید محترم و نیز محققین پژوهشگاه مواد و انرژی جهت راهنمایی‌شان سپاسگزاری می‌نماییم.

## مراجع

- [1] L. Besra, C. Compson, M. Liu, *Journal of Power Sources*, **173**, 2007, 130.