

دورهی هفتم شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ ISSN: 2322-2352

این نشریه در تاریخ ۱۳۹۰/۱۱/۱۰ طبق بخشنامهی شمارهی ۳/۲۳۳۲۰۰ کمیسیون نشریات علمی کشور موفق به دریافت درجهی علمی – پژوهشی گردیده است.

> **صاحب امتیاز:** انجمن سرامیک ایران

مدیر مسئول: دکتر واهاک کاسپاری مارقوسیان، دانشگاه علم و صنعت ایران

> سردبیر: دکتر جعفر جوادپور، دانشگاه علم و صنعت ایران

> > هيئت تحريريه:

دکتر محمد علی بهرهور، پژوهشگاه مواد و انرژی دکتر علی بیتاللهی، دانشگاه علم و صنعت ایران دکتر جعفر جوادپور، دانشگاه علم و صنعت ایران دکتر فرهاد گلستانیفرد، دانشگاه علم و صنعت ایران دکتر فرهاد گلستانیفرد، دانشگاه علم و صنعت ایران دکتر بیژن افتخاری، دانشگاه علم و صنعت ایران دکتر مهران صولتی، دانشگاه امیر کبیر دکتر احسان طاهری نساج، دانشگاه صنعتی شریف دکتر محمد علی فقیهی ثانی، دانشگاه صنعتی شریف دکتر علی نعمتی، دانشگاه صنعتی شریف

نشانی: تهران، نارمک، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکدهی مهندسی مواد و متالورژی، دفتر انجمن سرامیک ایران صندوق پستی: تهران، ۱۱۱– ۱۶۸۴۵ تلفن: ۷۷۸۹۹۳۹۹ دورنگار: ۷۷۸۹۹۳۹۹ پست الکترونیکی: Info@ijcse.ir نشانی سایت اینترنتی: www.ijcse.ir طراحی، گرافیک، صفحهآرایی: تمامطرح ۷۷۲۰۹۲۲۸

گروه مشاوران:

- < دکتر علیرضا آقایی- پژوهشگاه مواد و انرژی < دکتر سعید باغشاهی- دانشگاه بینالمللی امام خمینی (ره) 🖌 دکتر سیروس جوادپور – دانشگاه شیراز 🖌 دکتر محمد رضوانی– دانشگاه تبریز
 - 🖌 دکتر عبدالرضا سیم چی- دانشگاه صنعتی شریف
 - < دکتر تورج عبادزاده- پژوهشگاه مواد و انرژی
 - < دکتر ابوالقاسم عطایی- دانشگاه تهران

- 🖌 دکتر پروین علیزاده- دانشگاه تربیت مدرس
- < دکتر ابراهیم قاسمی موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ
 - 🖌 مهندس حسین قصاعی- دانشگاه علم و صنعت ایران
 - < دکتر رحیم نقیزاده- دانشگاه علم و صنعت ایران
 - 🖌 دکتر محمد علی هادیان دانشگاه تهران
- 🖌 دکتر عباس یوسفی– موسسه تحقیقاتی پر طاووس مشهد

داوران این شماره:

- 🖌 دکتر سید مرتضی مسعودپناه- دانشگاه علم و صنعت تاكستان ايران 🖌 دکتر محمد ولاشجردی – دانشگاه اراک 🖌 دکتر هاجر قنبری– دانشگاه علم و صنعت ایران 🖌 دکتر مهدی شاهدی اصل– دانشگاه محقق اردبیلی 🖌 دکتر احمد کیوانی – دانشگاه شهرکرد 🖌 دکتر جعفر جوادپور – دانشگاه علم و صنعت ایران
- 🖌 دکتر وحیدہ تاجر کجینہباف– دانشگاہ آزاد اسلامی واحد
 - 🖌 دکتر لیلا سمیعی– پژوهشگاه صنعت نفت
 - 🖌 دکتر مهدی کزازی– دانشگاه ملایر
 - 🖌 دکتر بابک مزینانی– دانشگاه ملایر
 - 🖌 دکتر رحیم نقی زاده- دانشگاه علم و صنعت ایران
 - < دکتر حمیدرضا رضایی- دانشگاه علم و صنعت ایران

فهرست مقالات

۱	بررسی خواص الکترولیت سدیم بتا آلومینا در حضور افزودنیهای زیر کونیای پایـدار شـده بـا
	ايتريم و اکسيد نايوبيوم
	هاجر احمدی مقدم، محمد حسین پایدار
۱۱	تولید نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم: بررسی اثر انرژی الکتریکی اعمـالی،
	سورفکتانت و خواص آنتی باکتریال
	رضا احمدی، داود یارعلی، زهرا عیوضی
۲۵	سنتز، مشخصهیابی و بررسی خواص فوتوکاتالیستی نانوکامپوزیت مزوپور اکسید تیتانیوم- اکسید
	روی آلاییده شده با نقره تحت نور مرئی و فرابنفش
	نازنین محمدی ظلانی، بابک مزینانی، مسعود سکاکی
۳۷	ساخت سرامیک شفاف Nd: Y ₂ O ₃ با بررسی خواص ساختاری و نوری آن
	وحيد اميرزاده فتوت، يوسف هاتفي
٥٣	بررسی تأثیر زمان آبکاری الکترولس نیکل بر پوششدهی پودر SiC
	محمد هفتنی، مینا سعیدی حیدری، جلالالدین قضاوتی
۷۱	ایجاد اتصال سرامیک به فلز در ساخت پوسته تفنگ الکترونی لامپهای موج رونده (TWT)
	محسن برزگر، احمدرضا محمد
۸۱	بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی بـه منظـور تهیـهی پودرهـای کـامپوزیتی
	منیزیم – کاربید سیلیسیوم از برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D

وحيد پويافر، سميه نيکمردان، محمدتقي همداني



بررسی خواص الکترولیت سدیم بتا آلومینا در حضور افزودنیهای زیرکونیای پایدار شده با ایتریم و اکسید نایوبیوم

هاجر احمدی مقدم^۱، محمد حسین پایدار^{۲*}

^۱ گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد ۲ بخش مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز

* paaydar@shirazu.ac.ir

اطلاعات مقاله:	چکیدہ:
دریافت: ۲۳ بهمن ۱۳۹۶	سرامیک سدیم بتا آلومینا با خاصیت
پذیرش: ۳۰ خرداد ۱۳۹۷	استفاده میشود. دست یابی به الکترو
	اهمیت زیادی دارد. در این تحقیق، تأ
کلید واژه:	صورت جزئی با ایتریم و اکسید نایوب بودر سلایہ بتا آلومینا با روش حالت
سيديير بتيا ألومينيا، إفن ودنيها،	پودر منديم بنا (ومل عان)

ســدیم بتــا آلومینــا، افزودنـــیهــا، ریزساختار، هدایت یونی، استحکام

سرامیک سدیم بتا آلومینا با خاصیت هادی یون سدیم به عنوان الکترولیت در باتری های سدیم سولفور استفاده می شود. دست یابی به الکترولیتی با هدایت یونی و خواص مکانیکی مناسب در طی فرآیند ساخت اهمیت زیادی دارد. در این تحقیق، تأثیر استفاده همزمان از دو افزودنی شامل زیرکونیای پایدار شده به صورت جزئی با ایتریم و اکسید نایوبیوم بر خواص سرامیک سدیم بتا آلومینا مورد بررسی قرار گرفته است. پودر سدیم بتا آلومینا با روش حالت جامد زتا سنتز گردید و نمونههای دیسکی شکل با روش پرس تک محوره تهیه گردید. از پراش پرتو اشعه ایکس برای بررسی فازها، میکروسکوپ الکترونی روبشی برای مطالعه ریز ساختار نمونهها، تست حلقه بر روی حلقه برای اندازه گیری استحکام شکست و از امپدانس برای اندازه گیری هدایت یونی استفاده شد. نتایج این تحقیق نشان داد که هدایت یونی و استحکام شکست سرامیک سدیم بتا آلومینا در حضور این دو افزدونی بهبود یافته است. افزایش هدایت یونی را می توان به افزایش دانسیته و یکنواختی ریز ساختار نسبت داد. حضور ذرات زیرکونیای پایدار شده با ایتریم به دلیل

۱– مقدمه

ذخیره انرژی به یک نگرانی جهانی به دلیل روند افزایش تقاضای انرژی همراه با غیر قابل تجدید بودن منابع سوختهای فسیلی تبدیل شده است. در میان تکنولوژیهای ذخیرهسازی انرژی، میتوان به سیستمهای الکتروشیمیایی یا باتریها مانند باتری سدیم سولفور اشاره

کرد. در سل باتری سدیم – سولفور بر خلاف سیستمهای الکتروشیمیایی رایج، الکترولیت به حالت جامد و الکترودها به صورت مایع است. الکترولیت جامدی که در این باتری به صورت گسترده استفاده می شود، سرامیک بر پایهی سدیم بتا آلومینا میباشد که به صورت انتخابی اجازه انتقال یون سدیم بین الکترود مثبت (سولفور مذاب) و منفی (سدیم مذاب) را فراهم می کند. این باتریها به دلایل بازدهی بالا، بررسی خواص الکترولیت سدیم بتا آلومینا در حضور افزودنیهای زیرکونیای پایدار شده ...

دانسیته انرژی بالا و توانایی ذخیره انرژی برای چندین ساعت مورد توجه قرار گرفتهاند و پیشرفتهای قابل توجهی در تکنولوژی ساخت این نوع باتریها در طی چند دهه اخیر حاصل شده است [۱،۲]. الکترولیت سدیم بتا آلومینا نقش بسیار مهمی در عملکرد باتری ایفا می کند و بایستی هدایت یونی بالا و استحکام مناسبی داشته باشد [۳].

ترکیب سدیم بتا آلومینا با روش های مختلفی از جمله واكنش حالت جامد، سل- ژل و روش احتراقی سنتز می گردد [۷-۴]. در روش واکنش حالت جامد موسوم به زتا، آلومينات سديم و آلومينات ليتيم به صورت جداگانه از طريق كلسيناسيون يودرهاى ألومينا، كربنات سديم و كربنات ليتيم سنتز وبر اساس تركيب شيميايي سديم بتا ألومينا (Na_{1.67}Al_{10.67}Li_{0.33}O₁₇)، آلومیناتھا با ھے مخلوط می شوند [۸]. ریز ساختار بتا آلومینا بعد از زینترینگ به طور معمول شامل دانههای بزرگ (۵۰-۵۰-۵۰) درون یک ماتریس ریز دانه (کمتر از ۱۰µm) میباشد که میتوان با استفاده از افزودنیها و کمک زینترهای مناسب از رشد دانه افراطی جلوگیری نمود [۲،۱]. هدایت یونی و استحکام مناسب الكتروليت سديم بتا آلومينا مستلزم دستيابي به ريز ساختار یکنواخت و دانسیته بالا در طی فرآیند ساخت الكتروليت بتا ألومينا است. بر طبق، نتايج مطالعات منتشر شده، افزودن اکسید نایوبیوم به مقدار ۰/۲ درصد وزنی منجر به افزایش هدایت یونی از طریق افزایش اندازه دانه می گردد [٩] و هم چنین افزودن اکسید زیرکونیا تا ۱۰ درصد وزنی بدون کاهش در هدایت یونی منجر به بهبود استحکام مكانيكي اين الكتروليت مي گردد [١٠]. در اين تحقيق، تأثير افزودن همزمان اکسید نایوبیوم به مقدار ۰/۲ درصد وزنی و

زیرکونیای پایدار شده با ایتریم به مقدار ۵ درصـد وزنـی بـر خواص الکترولیت سدیم بتا آلومینا به منظـور بهبـود هـر دو خاصیت هدایت یونی و استحکام بررسی میشود.

۲- فعالیتهای تجربی

در این تحقیق ترکیب سدیم بتا آلومینا به روش زتا سنتز شد [٨]. به این منظور از مواد اولیه شامل آلومینا با خلوص ۹۹/۶ درصد، کربنات سدیم و کربنات لیتیم مارک Carlo Erba و اکسید نایوبیوم و زیرکونیای پایدار شده به صورت جزئی با ایتریم (YSZ 3%) مارک Merck همگی با خلوص ۹۹/۹ درصد استفاده گردید. در این روش ابتدا ألومينات ليتيم (Li₂O.5Al₂O₃) و ألومينات سديم (Na₂O.(5.4)Al₂O₃) از طریق واکنش حالت جامـد سـنتز شدند. برای این منظور کربنات لیتیم و کربنات سدیم به ترتيب وبه صورت جداگانه با آلومينا در محيط اتانول مخلوط و بعد از خشک کردن دوغاب در دمای ℃ ۹۰، پودرها در کوره در دمای ℃۱۲۵۰ به مدت ۲ ساعت کلسینه شدند [۱۱]. بر اساس ترکیب شیمیایی سدیم بتا آلومینا (Na_{1.67}Al_{10.67}Li_{0.33}O₁₇)، مقادير ألومينات ليتيم و آلومينات سديم لازم محاسبه و دو پودر در محيط اتانول مخلوط و بعد از خشک کردن دوغاب، در دمای ^C ۱۳۰۰ به مدت ۲ ساعت کلسینه شدند. به منظور کاهش اندازه ذرات و دست یابی به مخلوط یکنواخت از پودر سنتز شده و افزودنی ها، پودر حاصل از عملیات کلسیناسیون به همراه ۰/۲ درصد وزنی اکسید نایوبیوم و ۵ درصد وزنی زیرکونیای یایدار شده با ایتریم به مدت ۶ ساعت تحت آسیاب سایشی با سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه با گلولههای زیرکونیایی با قطر



۵ میلی متر در محیط اتانول قرار گرفت. بعد از عبور پودر آسیاب شده از الک با مش ۶۰ و گرانوله کردن آن، دیسکهایی با قطر ۱۸ mm و ضخامت ۱۳ m با روش پرس تک محوره با فشار ۲۰۰ MPa تهیه شد. نمونهها در

دمای ۲۰°۲۶ به مدت ۱۵ دقیقه زینتر شدند [۱۱]. با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) تشعشع Cu-kα با طول موج ۲/۵۴۱۹ ساخت شرکت Brucker آلمان، بررسی فازها صورت گرفت. برای شناسایی فازهای ثبت شده و شدت نسبی پیکها، از نرم افزار X'Pert HighScore استفاده گردید. دانسیته نمونهها با استفاده از روش ارشیمیدس بر اساس استاندارد ASTMC-373 اندازهگیری شد. مورفولوژی و ریـز سـاختار نمونههای زینتر شده با استفاده از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شد. برای این منظور، سطح نمونه ها با استفاده از کاغذ سنباده ۳۰۰۰ و خمير الماسه برای دستیابی به سطح آینهای، پولیش و در دمای ۲۰ ۱۵۸۰°C به مـدت ۳۰ دقیقـه اچ حرارتـی شـدند. اسـتحکام نمونهها با استفاده از روش حلقه بر روی حلقه بر اساس استاندارد ASTM C-1499, 2003 بر روی نمونههای دیسکی شکل محاسبه گردید. به منظور بررسی هدایت یونی، از طیف نگاری امپدانس الکتروشیمیایی (EIS) در محدوده دمایی °C ۵۰۰–۲۰۰ در اتمسفر هوا استفاده شد. به این منظور از دستگاههای Solartron 1260 Solartron Analytical با اعمال ولتا شينوسي ١٠mV در رنج فرکانس Hz تا MHz ۵ استفاده گردید. در اینجا، يلاتين به عنوان الكترود بر سطح نمونهها يوشش داده شد. مدارهای الکتریکی معادل با نے مافزار ZPlot طراحی و ب

داشتن ابعاد نمونه و محاسبهی مقاومت نمونهها، میزان هدایت یونی تعیین شد.

۳- نتایج و بحث

شـکل ۱، الگوهای XRD پودرهای آلومینات لیتیم و آلومینات سدیم سنتز شده، در دمای ۲[°] ۲۵۵۰ به مدت ۲ ساعت را نشان میدهد. مقایسه آنها با الگوهای مرجع، بیان گر تشکیل فازهای مورد نظر است [۱۱]. شکل ۲، الگوهای XRD نمونههای زینتر شده خالص و حاوی افزودنیهای ZSZ و اکسید نایوبیوم را نشان میدهد. مقایسه نمونه خالص با الگوهای مرجع با کد -۵40-01 مقایسه نمونه خالص با الگوهای مرجع با کد -040-10 بیان گر تشکیل فاز سدیم بتا آلومینا مورد نظر میباشد [۸، ۱۱]. درالگوی XRD نمونه حاوی افزودنیها، پیکهای مربوط به فاز ZSZ مشخص شده است و با توجه به مقدار کم اکسید نایوبیوم این فاز یا دیگر فازهای ترکیبی قابل مشاهده نمیباشد. ترکیب ZSZ مورد استفاده حاوی از ساختارهای تتراگونال و منوکیلینیک میباشد.

دانسیته تئوری) و برای نمونه حاوی افزودنیها حدود ۲/۲۶g/cm³ (۹۹/۴ درصد دانسیته تئوری) اندازه گیری شد. استفاده از افزودنیها به منظور افزایش دانسیته و بهبود چگالش سرامیکها از طریق مکانیزم زینترینگ در حضور فاز مایع روش مناسب و متدوال میباشد [۱۴–۱۱]. حضور کمک زینتر اکسید نایوبیوم میتواند با ایجاد فاز مایع در طی فرآیند زینترینگ منجر به افزایش دانسیته سرامیک سدیم بتا آلومینا گردد [۹].





شکل ۱- الگوهای XRD پودرهای آلومینات لیتیم و آلومینات سدیم سنتز شده.



شکل ۲- الگوهای XRD نمونههای زینتر شده الف) خالص و ب) حاوی افزودنیهای YSZ و اکسید نایوبیوم.

🕈 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



شکل ۳ تصاویر SEM سطح مقطع شکست نمونههای زینترشده را نشان میدهد. وجود حفره و تخلخل در نمونه خالص مشخص است و مشاهده می شود که نمونه حاوی افزدونی ها دارای ریز ساختار متراکم تری می باشد. نقاط سفید رنگ در شکل ۳ ج تصویر الکترونی برگشتی (BSE) مربوط

به نمونه حاوی افزدونیها، نشان دهنده ذرات YSZ میباشد که توزیع تقریباً یکنواخت آنها نیز مشخص می باشند. تصاویر SEM اچ حرارتی نمونههای زینتر شده در شکل ۴ آورده شده است.



شکل ۳- تصاویر SEM سطح مقطع شکست نمونههای زینتر شده الف) خالص، ب) حاوی افزودنیهای YSZ و اکسید نایوبیوم و ج) تصویر BSE حاوی افزودنیها.

با ترکیب شیمیایی 3Na₂O.Nb₂O₅ و دمای ذوب نزدیک °C °C ۱۰۰۰ وجود دارد که پیکهای اصلی این فاز در زاویای تفرق ۱۶، ۲۲ و ۳۳ درجه قرار دارند که می تواند با فازهای ترکیب سدیم بتا آلومینا در این زوایا نیز هم پوشانی داشته باشند [۱۵]. حضور این فاز با دمای ذوب خیلی کمتر از دمای زینترینگ سرامیک سدیم بتا آلومینا می تواند منجر به مطابق با شکل ۴، استفاده از افزودنی ها منجر به تغییر شکل دانه ها از حالت میله ای به شکل های منظم چند ضلعی و به سمت کروی شده است. تغییر شکل دانه ها و افزایش دانسیته را می توان به حضور فاز مایع در نمونه حاوی افزودنی ها در طول فرآیند زینترینگ نسبت داد [۱۴–۱۱]. بر طبق نتایج گزارش شده در دیاگرام فازی سیستم Na₂O-Nb₂Os، فازی



زینترینگ فاز مایع گردد. البته با توجه به مقدار کم اکسید نایوبیوم، مقدار فاز مایع ایجاد شده در طی زینترینگ نیز کم خواهد بود. اولین تأثیر فاز مایع تغییر در شکل ذرات با استفاده از مکانیزم حلالیت و رسوب مجدد در طی زینترینگ و نزدیک شدن شکل ذرات به سمت کروی و منظم و کاهش تخلخل است [۱۶]. با توجه به نتایج دیگر محققان، استفاده از افزودنی اکسید نایوبیوم به تنهایی منجر به افزایش اندازه دانه

می گردد ولی ریز ساختار حاصل از آن به صورت یکنواخت نمی باشد [۹]. در اینجا یکنواختی مناسبی در ریز ساختار نمونه حاوی افزودنی ها وجود دارد. بر طبق نتایج مطالعات انجام شده، حضور ذرات ZrO₂ به صورت پایدار شده یا نشده، رشد دانه را در فاز زمینه سدیم بتا آلومینا محدود و از رشد دانه غیر نرمال و افراطی جلوگیری می کند و باعث یکنواختی ریز ساختار می گردد [۱۰].



شکل ۴- تصاویر SEM اچ حرارتی نمونههای زینتر شده الف) خالص و ب) حاوی افزودنیهای YSZ و اکسید نایوبیوم.

نمودارهای حاصل از تست امپدانس برای نمونه خالص و حاوی افزودنیها در دمای ۲۰۰^oC در شکل ۵ با هم مقایسه شده است. در نمودار نمونه خالص نیم دایره مربوط به سهم مرز دانه در ایجاد مقاومت کل میباشد. وجود دانههای میله ای شکل با نسبت های طول به عرض متفاوت در نمونه خالص میتواند بیان گر سهم زیاد مرزدانهها در مقاومت آن باشد. در شکل ۶ نمودار آرینوسی مربوط به هدایت الکتریکی اندازه گیری شده در دماهای مختلف آورده شده است. با توجه به این نتایج مشخص میشود که هدایت یونی الکترولیت سدیم بتا آلومینا در حضور افزودنیها بهبود یافته است. هدایت یونی در دمای ۲۰۰^o برای نمونه

Ω⁻¹.cm⁻¹ Ω⁻¹.cm⁻¹ و برای نمونه حاوی افزودنیها Ω⁻¹.cm⁻¹ ¹.cm⁻¹ × 1.cm⁻¹ اندازه گیری شد. انرژی اکتیواسیون با استفاده از شیب نمودارها، برای نمونه خالص ۷۹ ۳۵/۰ و نمونه حاوی افزودنیها ۷۳۳eV، محاسبه گردید. مطابق با شکل ۶۰ اختلاف در هدایت یونی نمونه ها در دماهای پایین شکل ۶۰ اختلاف در هدایت یونی نمونه ها در دماهای پایین بیشتر می باشد. در دماهای پایین سهم مقاومت مرزهای دانه در هدایت بیشتر است. بهبود در خواص هدایت یونی این سرامیک با استفاده از افزودنیها را میتوان به افزایش دانسیته و در نتیجه افزایش هدایت درون دانهها^۱

¹ Bulk







شکل ۵- نمودار تست امپدانس برای نمونه خالص و حاوی افزودنی ها در دمای $^{\circ}\mathrm{C}$.۳۰۰



شکل ۶- نمودار آرینوسی مربوط به هدایت اندازه گیری شده در دماهای مختلف.

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 🔰



برای تعیین استحکام مکانیکی متوسط، آزمون حلقه بر روی حلقه بر روی ۱۰ نمونه از هر ترکیب انجام شد. نتایج این تست نشان داد که نحوه شکسته شدن نمونهها با هم متفاوت بود. بطوری که نمونه های حاوی افزودنی ها به چندین قسمت شکسته می شد در حالی که اکثر نمونه های خالص به دو قسمت تبدیل می شدند (شکل ۷). استحکام شکست متوسط نمونه خالص ۱۵۰MPa به دست آمد و استحکام به مقدار ۲۱۵MPa+برای نمونه حاوی افزودنیها افزایش یافت. وجود ذرات YSZ در فاز زمینه میتواند مانعی برای گسترش ترکها باشد و به این ترتیب مقاومت نمونه در برابر شکسته شدن بیشتر خواهد بود. با توجه به این که ذرات YSZ به صورت جزئی پایدار شده هستند، میتوانند از طریق مکانیزم تافنس دهی تغییـر فـاز` باعث افزايش استحكام وتافنس سراميك سديم بتا ألومينا گردد. در این مکانیزم، ذرات تتراگونال ZrO₂ به منوکیلینیک در نوک ترک تبدیل میشود و تغییر حجم ناشی از این تبدیل فاز منجر به ایجاد تنش فشاری و در نتیجه افزایش مقاومت سرامیک به گسترش ترک می گردد. بنابراین می توان، چند تکه شدن نمونههای حاوی افزودنیها را به بالاتر بودن تافنس شکست در حضور افزدونی YSZ نـسبت داد [۲]. هم چنین از آنجا که با افزایش دانسیته استحکام الكتروليت سديم بتا ألومينا به شدت افزايش مي يابد [١٢، ۱۶]، می توان نتیجه گرفت که دانسیته ی بیشتر و شکل دانههای تقریباً منظمتر و چند ضلعی نمونههای حاوی افزودنی ها باعث افزایش استحکام شده است [۱۰، ۱۳].





شکل ۷- نحوه شکسته شدن نمونهها در تست حلقه بر روی حلقه الف) نمونه خالص و ب) نمونه حاوی افزودنیها.

۴- نتیجهگیری

در این مطالعه، پودر سدیم بتا آلومینا با روش زتا سنتز گردید و تأثیر استفاده همزمان از افزودنیهای اکسید نایوبیوم به مقدار ۲/۲ درصد وزنی و زیرکونیای پایدار شده با ایتریم به مقدار ۵ درصد وزنی بر خواص الکترولیت بتا آلومینا بررسی گردید. افزایش هدایت یونی و کاهش انرژی اکتیواسیون را میتوان به افزایش دانسیته و کاهش سهم مقاومت افزودنیها به دلیل ریز ساختار یکنواختتر با استفاده از میتواند به صورت مانعی برای گسترش ترکها عمل نماید و باعث افزایش استحکام نمونههای حاوی افزودنیها به صورت قابل توجهی گردد. طبق نتایج به دست آمده استفاده از افزودنیهای اکسید نایوبیوم و YSZ نه تنها منجر به افزایش استحکام گردید بلکه هدایت یونی را نیز بهبود داد.

مراجع

- [1] J. L. Sudworth and A. R. Tilley, "The Sodium Sulphur Battery", Chapman and Hall, London, 1985.
- [2] L. Xiaochuan, X. Guanguang, P .John and Y. Zhenguo, "Advanced materials for sodium-beta alumina batteries: Status,



 Y_2O_3 doped Na- β "-Al₂O₃ solid electrolyte by double zeta process", Ceramics International, Vol. 41, pp. 5355-5361, 2015.

- [13] L. Yang, S. Shan, X. Wei, X. Liu, H. Yang, and X. Shen, "The mechanical and electrical properties of ZrO_2 -TiO₂-Na- β/β "-alumina composite electrolyte synthesized via a citrate sol-gel method", Ceramics International, Vol. 40, pp. 9055–9060, 2014.
- [14] X. Wei, Y. Cao, L. Lu, H. Yang, and X. Shen, "Synthesis and characterization of titanium doped sodium beta"-alumina", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 509, pp. 6222–6226, 2011.
- [15] M.W. Shafer and R. Roy, "Phase equilibria in the system Na₂O–Nb₂O₅", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 42, No. 10, pp.482-486, 1959.
- [16] M. W. Barsoum, "Fundamentals of ceramics", CRC Press, USA, 2002.
- [17] I. Wynn Jones, "Recent advances in the development of sodium-sulphur batteries for load levelling and motive power applications", Electrochimica Acta, Vol. 22, No. 7, pp. 681–688, 1977.

challenges and perspectives", Power Sources, Vol. 195, pp. 2431-2442, 2010.

- [3] T. Oshima, M. Kajitaand A. Okuno, "Development of sodium-sulfur batteries", Applied Ceramic Technology, Vol. 1, pp. 269-276, 2004.
- [4] V. Jayaraman, T. Gnanasekaran and G. Periaswami, "Low-temperature synthesis of β -aluminas by a sol-gel technique", Materials Letters, Vol. 30, pp. 157-162, 1997.
- [5] A. Mali and A. Petr, "Synthesis of sodium -alumina powder by sol-gel combustion", European Ceramic Society, Vol. 32, pp. 1229-1234, 2012.
- [6] S. Sartori, A. Martucci, A. Muffato and M. Guglielmi, "Sol-gel synthesis of Nabeta-Al₂O₃ powders", European Ceramic Society, Vol. 24, pp. 911-914, 2004.
- [7] T. Mathews, "Solution combustion synthesis of magnesium compensated sodium-β-aluminas", Materials Science and Engineering B, Vol. 78, pp. 39-43, 2000.
- [8] K. Lee, S. Lee, D. Lee and S. Lim, "Phase formation of Na-beta-alumina synthesized by double zeta process", Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 19, pp. 829-837, 2013.
- [9] S.J. Visco, M. Liu, F. Lin, P. Kimes and L. Jonghe, "Properties and morphology of doped polycrystalline Na- β''-alumina electrolytes", Solid State Ionics, Vol. 62, pp. 185-191, 1993.
- [10] Y. Sheng and P. S. Nicholson, "Microstructural development of a ZrO_2 -Na β "-Al₂O₃ composite", Journal of Materials Science, Vol. 23, pp. 982–986, 1988.
- [11] H. Ahmadi Moghadam, M. H. Paydar, "The effect of nano CuO as sintering aid on phase formation, microstructure and properties of Li₂O-stabilized β "-alumina ceramics", Journal of Ceramic Science and Technology, Vol. 07, No. 04, pp. 441-446, 2016.
- [12] D. Xu, H. Jiang, M. Li, O. Hai, and Y. Zhang, "Synthesis and characterization of

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

٩

بررسی خواص الکترولیت سدیم بتا آلومینا در حضور افزودنیهای زیرکونیای پایدار شده ...



۱۳۹۷ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



تولید نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم: بررسی اثر انرژی الکتریکی اعمالی، سورفکتانت و خواص آنتی باکتریال

رضا احمدی^{1*}، داود یارعلی^۲، زهرا عیوضی^۳

^۱ استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بینالمللی امام خمینی (ره)، قزوین ۲ دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بینالمللی امام خمینی (ره)، قزوین ۳ دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه تربیت مدرس، تهران

* re.ahmadi@ENG.ikiu.ac.ir

چکيده:	اطلاعات مقاله:
در پژوهش حاضر نانوذرات اکسید مـس بـه روش انفجـار الکتریکـی مـس تهیـه و بـه روشهـای XRD	دریافت: ۱۴ اسفند ۱۳۹۶
FT-IR ،SEM و Spectroscopy UV-Vis مطالعه شدند. این روش امکان تهیـه نـانوذرات اکسـیدی و	پذیرش: ۸ مرداد ۱۳۹۷
فلزی با نرخ تولید بالا و فعالیت سطحی زیـاد را فـراهم مــیآورد. اثــر شــدت جریـان اعمـالی و اسـتفاده از	
سورفکتانت بر اندازه، ترکیب شیمیایی و نسبت فاز اکسیدی و فلزی بررسی شد. نتایج حاصـل نشـان داد در	کلید ماژه:
شرایط مختلف آزمایش، نانوذرات کروی و شبه کروی با اندازه میانگین ذرات ۲۴/۵ تا ۶۰/۳ نانومتر به روش	
انفجار الکتریکی سیم تشکیل شدند. با افزایش شدت جریان اعمـالی و مقـدار سـورفکتانت انـدازه نـانوذرات	تانودرات اکسید میں، انفجار
کاهش یافت. همچنین با افزایش مقدار سورفکتانت نسبت فاز اکسیدی افزایش یافت که احتمـالا بـه دلیـل	الكتريكـــى ســـيم، ســورفكتانت،
ترکیب اکسیژن ناشی از تبخیر و تجزیه مولکولهای سورفکتانت بـا اتـم مـس اسـت. فعالیـت ضـدباکتری	خاصیت انتی باکتریال
نانوذرات علیه باکتری اشرشیاکولی با استفاده از غلظتهای مختلف نانوذرات اکسـید مـس بـه روش تعیـین	
چگالی نوری بررسی شد. نتایج نشان دادند که این خاصیت بـا افـزایش غلظـت نـانوذره در محـیط مـایع و	
کاهش متوسط اندازه دانه، افزایش مییابد. بهمنظور بررسی خواص ضد بـاکتری نـانوذرات، نمونـههـای بـا	
غلظتهای مختلف نانوذرات به محیط کشت باکتری E.coli اضافه شد و تعداد باکتریهای زنده نسبت بـ ه	
نمونه شاهد مقایسه شد. نتایج نشان میدهند که خاصیت ضدباکتری با کاهش اندازه ذرات، افــزایش سـطح	
تماس نانوذرات با باکتری و افزایش غلظت افزایش یافته است.	

۱– مقدمه

ایجادکننده عفونتها میتوانند متعدد باشند. تشکیل کلونی، رشد سلول باکتری و تشکیل ماتریکسهای بیو فیلمی فشرده میکروبی، باکتریها را در مقابل سیستم دفاعی میزبان مقاوم میکند، که نانوذرات از تشکیل این عوامل

بررسی اثرات ضد میکروبی که از رشد باکتریهای بیماریزا ممانعت میکنند، اهمیت روزافزونی پیدا کرده است. عوامـل توليد نانوذرات اكسيد مس به روش انفجار الكتريكي سيم: بررسي اثر انرژي الكتريكي ...



اوليه تـرد سـراميكي مناسـبند، همچنـين بـراي توليـد نانوساختارهای آلیاژی به کار میروند [۱۷–۱۶]. روشهای مبتنی بر تبخیر مادہ اولیہ مانند رسوبدھی فیزیکی و شیمیایی از فاز بخار برای تولید نانوذرات و لایههای نازک با ترکیبات و اندازه متنوع از پیش ماده های مختلف به کار می روند [۲۱–۱۸]. در این میان، انفجار الکتریکی سیم فرآیندی تک مرحله ای با بازدهی بالا، غیر مضر برای محيط زيست، مناسب براي توليد نانوذرات فلزي وسراميكي با خلوص بالا میباشد. در این روش، سیمهای بسیار نازک از فلزات با انعطاف يذيري مكانيكي و رسانايي الكتريكي بالا تحت اختلاف ولتاژ بالا (۲۰۴ تا ۱۰^۴ ولت) و شدت جریان بالا (دانسیته جریان بالاتر از ۲ (۱۰۱۰ A/m) در محیط گاز یا مایع با هم تماس داده می شوند. در نتیجه دمای بالای ناشی از قوس الکتریکی ایجاد شده (بالاتر از K ۱۰۰۰۰)، سیم فلزی در محل تماس تبخیر شده و اتمهای تبخیر شده به سرعت توسط محيط مايع يا گازي اطراف خنک مي شوند و ذرات فلزی یا سرامیکی تشکیل میدهند. نرخ بالای سرمایش امکان تجمع و به هم پیوستن تعداد زیادی از جوانههای اولیه را کاهش میدهد، بنابراین میانگین اندازه ذرات کاهش می یابد و ذرات نانومتری تشکیل می شوند [۲۳-۲۳]. بسته به محيط خنک کننده پيرامون سيم، نانوذرات فلزی، اکسیدی، کاربیدی، سولفیدی یا نیتریدی به این روش قابل تولید هستند. تاکنون تولید نانوذرات مختلفی مانند نانوذرات مس، طلا، نقره، آهن، نيكل، پلاتين، اكسيد مس، كاربيد تنگستن، اكسيد موليبدن، اكسيد آلومينيوم، اکسید زیر کونیوم، نیترید آلومینیوم و ... به این روش گزارش شده است [۲۹–۲۴]. همچنین تاثیر پارامترهای مختلفی

دفاعی میکروب در برابر سیستم ایمنی میزبان جلوگیری مي كنند [۲–۱]. اخيرا از مواد آلي حاوي اكسيد فلـزات بـه عنوان مواد ضد باکتری استفاده می شود. تاثیر ضد باکتری نانو ذرات اکسید فلزی به دلیل اندازه بسیار کوچک و نسبت بالای سطح به حجم آنهاست و این امکان را میدهد که مستقیم با غشا میکروبی تماس داشته باشند و یون فلزی تولید کنند [۳]. تولید، بررسی خواص و کاربردهای نانوذرات فلزی و اکسیدی در سالهای اخیر مورد توجه بسیاری قـرار گرفته است. در این میان، نانوساختارهای بر پایه اکسید مس به دلیل خواص الکتریکے مناسب، کاربردھای وسیعی در زمینه الکترونیک و اپتوالکترونیک دارند. برخی از این کاربردها شامل استفاده در باتریهای لیتیومی، سلولهای خورشیدی و ترانزیستورهای نشر میدانی میشود [۶–۱]. همچنین کاربردهای وسیعی در قطعات و پوشش های آنتیباکتریال و آنتیمیکروبال دارند [۱۰–۷]. اندازه، شکل و درصد فازهای اکسیدی نانوذرات اکسید مس تولید شده، تاثیر زیادی در استفاده از آنها در کاربردهای پیش گفته دارد. امروزه روشهای متنوعی برای تولید نانوذرات اکسیدی استفاده می شوند. روش همرسوبی به دلیل سادگی فرآیند، ارزان بودن و امکان تولید نانوذرات با ترکیبات شیمیایی متنوع مورد توجه زیادی قرار گرفته است [۱۳–۱۱]. روش هیدروترمال و روش تجزیه حرارتی در زمان، دما و فشار بالاترى نسبت به روش همرسوبي انجام مي شوند و منجر به تولید ذرات با توزیع اندازه باریکتر میشوند، همچنین تكرارپذيري نتايج اين فرآيندها نسبت به فرآيند هـمرسـوبي بیشتر است [۱۵–۱۴].روشهای مبتنی بر نیروهای مکانیکی مانند آسیاکاری مکانیکی برای تولید نانوساختارها از مواد



تشکیل شده در اطراف دیواره سلول میباشد، به همین علت از نانو ذرات اکسید فلزی برای از بین بردن این پوشش استفاده می شود [۳۷–۳۲].

تاکنون تاثیر نوع و مقدار سورفکتانت در سنتز نانوذرات به روش انفجار الکتریکی سیم بررسی نشده است. بنابراین در این پژوهش، نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم در محیط آبی در حضور و عدم حضور سورفکتانت های PEG و TMAH سنتز شدند و اثر نوع و مقدار سورفکتانتها در خواص نانوذرات (متوسط اندازه ذرات و درصد فاز اکسیدی) بررسی شد. نتایج مطالعات نشان داد با تغییر شرایط سنتز مانند شدت جريان اعمالي، نوع سورفكتانت و غلظت سورفکتانت نمونههای نانوذرات اکسید مس با اندازه میانگین حدود ۲۵ تا ۶۰ نانومتر تولید شدند. با افزایش شدت جریان اعمالی، افزایش مقدار سورفکتانت و حضور سورفکتانت نسبت به نمونههای مشابه و در عـدم حضـور سـورفکتانت، متوسـط اندازه ذرات كاهش يافته است. همچنين با افزايش مقدار سورفکتانت درصد فاز اکسیدی افزایش و درصد فاز فلزی كاهش يافته كه اثر اخير احتمالا به دليل تجزيه سورفكتانت و ترکیب اتم های اکسیژن حاصل از تجزیه سورفکتانت با اتمهای فلز تبخیر شده است. نانو ذرات سنتز شده توسط روش هـــای FT-IR ،XRD ،SEM و UV-Vis Spectroscopy مشخصهیابی شدند. رفتار ضدباکتری نانوذرات اکسید مس در برابر باکتری گرم منفی اشرشیاکولی تحت چهار غلظت ۲۵۰، ۵۰۰، ۷۵۰ و ۱۰۰۰ میلی گرم بر لیتر به روش تعیین چگالی نوری بررسی شد و نتایج به دست آمده افزایش خاصیت آنتی باکتریال با افزایش غلظت نانو ذرات و کاهش اندازه ذرات نشان داده شده است.

مانند جریان الکتریکی اعمالی ، نوع محیط سنتز و دمای محیط بر خصوصیات نانوذرات سنتز شده به روش انفجار الکتریکی سیم مورد بررسی قرار گرفته است. لی و همکاران نانوذرات مس را در فشارهای هوای مختلف سنتز کردند که با کاهش فشار از ۱ بار به ۵۰ میلیبار، متوسط اندازه ذرات از ۳۱/۳ به ۲۳/۶ کاهش یافته است [30]. کریشنا و همکاران تاثیر دمای محیط سنتز بر متوسط اندازه ذرات سنتز شده به روش انفجار الکتریکی سیم را بررسی کردند. نتایج نشان داد که رشد نانوذرات به دما وابسته بوده و کمترین متوسط اندازه ذره در دمای ۳۵ درجه سانتی گراد بهدست آمده است [31]. یارک و همکارانش نانوذرات اکسید مس با مورفولوژی مختلف در محیط آب و تحت تاثیر pH متغیر محیط سنتز کردند. در pHهای بالا نانوذرات اکسید مس با ساختار تودهای و جمعتری نسبت به pH های کمتر مشاهده شده است [32]. جان و هم كارانش اكسيد فلـزات مس، قلع، روی و سریم را به روش کاهش شیمیایی سنتز کردند. ساختارهای متفاوتی از اکسید فلزات به دست آمده و در ادامـه خـواص ضـدباکتری آنهـا در برابـر بـاکتری اشرشیاکولای مورد بررسی قرار گرفت که اکسید روی به دلیل کمتر بودن متوسط اندازه ذره رفتار ضدباکتری بهتری از خود نشان داد [33]. دو نوع دیواره سلولی در اطراف غشای سلولی باکتری وجود دارد که عمده تفاوت آنها در ضخامت لايه تشكيل دهنده ديواره سلولى يعنى لايه پپتیدوگلیکان میباشد [۳۵–۳۴]. باکتری اشرشیاکولی یک باکتری گرم منفی با دیواره سلولی پیچیده است که با توجه به این دیواره سلولی پیچیده مقاومت بهتری از خود در برابر دارو نشان میدهد که این به دلیل پوشش بیو فیلمی تولید نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم: بررسی اثر انرژی الکتریکی ...



۲- فعالیتهای تجربی

اشاره سیم از جنس مس به قطر ۲۵/۲ میلیمتر و خلوص بالای ۹۹/۹۹ درصد تهیه شد. سورفکتانت TMAH با فرمول C₄H₁₃NO و PEG با جرم مولکولی ۲۰۰۰۰ گرم بر مول و فرمول کلی $C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1}$ از شرکت مرک آلمان تهیه شد. در همه أزمايشها از أب مقطر دو بار تقطير استفاده شد. از منبع تغذيه DC با حداكثر شدت جريان ۵۰۰ أمير و اختلاف ولتاژ ۶۰ ولت برای ایجاد قـوس الکتریکی و تبخیر سیم استفاده شد. برای بررسی ساختار بلوری ذرات، دستگاه XRD مــدل Siemens D5000 بــا لامــپ اشــعه X مــس مورد استفاده قرار گرفت. موفولوژی و (λ_{Cu-Kα}=1.5406A^o) اندازه ذرات نمونهها به وسیله دستگاه SEM مـدل SEM XL 30 مطالعه و بررسی شد. برای بررسی پیوندهای سطحی نانوذرات از دستگاه FT-IR Spectrometer مدل FT-IR 500 در محدوده امواج فروسرخ استفاده شد. طيف جذبي نانوذرات در محدوده امواج مرئی و فرابنفش به وسیله دستگاه Varian Cary 100 UV- مدل UV-Vis Spectrometer Vis مطالعه و بررسی شد.

سیمهای مسی با قطر ۲۵/۰ میلیمتر تحت اختلاف ولتاژ ۵۰ ولت و شدت جریان ۵۰۰ آمپر به صورت نقطهای در محیط آب مقطر دو بار تقطیر با دمای ۲۵ درجه سانتیگراد با هم تماس داده شدند. در نتیجه قوس الکتریکی ایجاد شده، سیم در محل تماس تبخیر شده و رسوب سیاهرنگی تشکیل شد. این فرآیند تا تشکیل مقدار کافی رسوب برای آزمایشهای مختلف مشخصهیابی نانوذرات (حدود ۲۵/۰ گرم رسوب) تکرار شد. رسوب پیش گفته پس از جمع آوری و خشک کردن برای مشخصهیابی به روش XRD، FT-IR و TV-Vis

Spectroscopy آمادهسازی شد. برای بررسی اثر حضور سورفکتانت و مقدار شدت جریان بر اندازه و ترکیب شیمیایی ذرات، مراحل پیش گفته برای تولید نمونههای مختلف نانوذرات در شدت جریان ۲۵۰ و ۱۰۰ آمپر و حضور سورفکتانت PEG20000 و TMAH با نسبت وزنی ۳، ۵، ۶ و ۱۸ برابر نسبت به نانوذرات تولید شده انجام شد.

بررسی خاصیت ضدباکتری نانوذرات اکسید مس به روش تعیین چگالی نوری در طول موج ۶۰۰ نانومتر انجام شد. بدین منظور از باکتری گرم منفی اشرشیاکولی که منشا عفونتهای ادراری، خونی و بیمارستانی است و همچنین از LB براث به عنوان محیط کشتی که درآن باکتریهای مورد نظر به خوبی رشد می کنند، استفاده شد. باکتری اشرشیاکولی را به محیط کشت تلقیح نموده و در شیکر انکوباکتور با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد قرار داده شد تا غلظت باکتری معادل استاندارد cfu/ml در طول موج ۶۰۰ نانو متر گردد. سپس با اضافه کردن مقادیر مشخص از نانو ذرات اکسید مس به محیط کشت حاوی باکتری، محلول هایی با غلظت ۲۵۰، ۲۵۰ و ۷۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر تهیه و در شیکر انکوباتور با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد قرار داده شد و نرخ رشد میکروبی هر یک از نمونهها پس از هر بازه زمانی ۲ ساعته با اندازه گیری چگالی نوری در ۶۰۰ نانو متر (OD-600nm) توسط دستگاه Spectro UV-VIS مدل UVD-3200 تعيين شد.

۳- بحث و نتايج

در شکل ۱ تصویر SEM نمونه های S1، S2، S1 و S5 نشان داده شده است.





مقطر دوبار تقطیر تولید شدهاند (جدول ۱). مولکولهای سورفکتانت ذرات اولیه را احاطه میکنند و سرعت رشد نانوذرات را کاهش میدهند، بنابراین با افزایش مقدار

این نمونهها با فرآیند انفجار الکتریکی سیم به قطر ۰/۲۵ میلیمتر تحت اختلاف ولتاژ ۵۰ ولت و شدت جریان ۵۰۰ آمپر و مقادیر مختلف سورفکتانت PEG و TMAH در محیط آب تولید نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم: بررسی اثر انرژی الکتریکی ...

سورفکتانت اندازه ذرات کاهش مییابد (جدول ۱). اندازه ذرات نمونه S1 برابر ۲۰/۶ نانومتر است که با افزایش مقدار سورفکتانت PEG 20000 به ۲۴/۵ نانومتر در نمونه S3 کاهش مییابد. روند مشابهی در مورد نمونههای S4 و S5 وجود دارد و با افزایش مقدار سورفکتانت TMAH اندازه میانگین ذرات به ۲۵/۴ نانومتر کاهش یافته است. سرد شدن یکنواخت جوانههای اولیه به وسیله محیط مایع پیرامون، شرایط رشد یکنواخت در همه جهات را برای ذرات فراهم میآورد، بنابراین شکل ذرات کروی و شبه کروی است.

در شکل ۲ نمودار XRD نمونه های S1، S2، S2، S4 و S5 نشان داده شده است. پیک های مربوط به صفحات بلوری سه فاز اصلی CuO، Cu و Cu₂O در طرح پراش مربوط به این نمونه ها دیده می شود که درصد فازها با استاده از روش Rietveld محاسبه و در جدول ۱ ارائه شده است. همان طور که در شکل ۲ و جدول ۱ مشخص شده، در نمونه S1 که بدون حضور سورفکتانت سنتز شده، فازهای Cu و CuO حضور دارند. در حضور و درصد فاز فلزی فازهای Cu و Cu²O تشکیل شده اند و درصد فاز فلزی به کاهش یافته است (نمونه S2). کاهش درصد فاز فلزی به

این ترتیب قابل توجیه است که در حضور سورفکتانت PEG 20000 با فرمول کلی C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1} به دلیل افزایش مقدار اکسیژن ناشی از تبخیر و تجزیه سورفکتانت و ترکیب آن با اتمهای مس، درصد فاز اکسیدی افزایش و درصد فـاز فلزی کاهش می یابد. این روند با افزایش مقدار PEG در فرآيند تشكيل نمونه S3 ادامه پيدا ميكند، اگرچه ميزان کاهش فاز فلزی کم است. همین روند در نتیجه استفاده از سورفکتانت TMAH در نمونه S4 و S5 دیده می شود که درصد فاز فلزی در نمونه S5 به حدود ۹ درصد رسیده است. افزایش درصد فازهای اکسیدی و کاهش درصد فاز فلزی در اثر افزودن سورفکتانت در این روش تولید نانوذرات، بر خلاف اثر سورفکتانت در روش های دیگر نانوذرات مانند روش همرسوبی، هیدروترمال و ... که نقش سورفکتانت محافظت از اکسیداسیون سطحی نانوذرات است، می باشد [10-14]. پیک مربوط به PEG 3000 در نمودار XRD نمونه S2 و S3 دیده می شود که ناشی از سورفکتانت تجزیه نشده است [۳۸]. همچنین متوسط اندازه کریستالیت از رابطه شرر برای نمونههای سنتز شده به دست آمـده کـه در جدول زير ارائه شده است.

> جدول ۱ – شرایط تولید نمونههای S1، S2، S3 و S5 تهیه شده با فر آیند انفجار الکتریکی سیم تحت شدت جریان ۵۰۰ آمپر

میانگین اندازه کریستالیت	درصد وزنی Cu ₂ O	درصد وزنی CuO	درصد وزنی Cu	نسبت وزنی سورفکتانت به نمونه	سورفكتانت	نمونه
۴۰nm	-	٣٢	۶٨	_	-	S 1
۳۵nm	۵۰	-	۵۰	٣	PEG	S2
۲۴nm	78	78	۴۸	۵	PEG	S3
۲۸nm	-	<i>۶۶</i>	٣۴	۶	TMAH	S4
۲۵nm	-	٩١	٩	١٨	TMAH	S5

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

18





شکل ۲- طرح پراش اشعه X نمونههای S1، S2، S4 و S5.

نمودار FT-IR نمونه S1، S2 و S4 در شکل ۳ نشان داده شده است. پیک ¹⁻F۳ cm مربوط به پیوند O-u در ترکیب Cu-O نمونه S1 و S2 است که با نتیجه XRD این دو نمونه همخوانی دارد [۳۹]. پیک ¹⁻Acm نمونه S4 مربوط به پیوند O-u در ترکیب O₂u است [۴۰–۴۱]. پیکهای پهن ¹⁻Cu-O در ترکیب O₂u است [۴۰–۴۱]. پیکهای پهن ¹⁻F۰۰ cm و ¹⁻ ۲۶۳۰cm که در نمودار مربوط به هر سه نمونه دیده میشود به ترتیب مربوط به پیوند H-O و آب جذب شده هستند [۴۲–۴۳]. پیکهای در از CH-0-2 و آ- ۲۸۰۰cm و ¹⁻ ۲۶۰-۲۳]. پیکهای و پیک ¹⁻Ch مربوط به پیوند CO-2 است که ¹⁻CH2 مربوط به پیوند CO-2 است که ²⁻CH2 مربوط به پیوند S2 مربوط به پیوند PH مناقد CH2 مربوط به پیوند S2 مولکول های و پیک ¹⁻Ch مربوط به پیوند S2 است [۴۴]. پیکهای مشاهده شده نمودار S1 نمونه S2 است [۴۴]. پیکهای مشاهده شده نمودار FT-IR نمونه S4 در ¹⁻Ch و مولکول های IFA مربوط به پیونـد C-O-2 است که ³⁻

است. پیک ^{۱-} ۲۱۳۴ مربوط به ⁺²NO احتمالا در اثر تجزیه TMAH در نمودار مربوط به نمونه S4 ظاهر شده است [۴۵]. پیک تیز ¹⁻ ۹۵۳ cm مربوط به باند خمشی پیوند Cu-O-H و نشاندهنده جذب سطحی شیمیایی مولکولهای HOAH بر روی نانوذرات نمونه S4 است مولکولهای پیش گفته در نمودار FT-IR نمونههای S1، S2 و S4 شکل ۲ مشخص شده اند و نشاندهنده حضور نانوذرات این نمونهها هستند.

نمودار جذب پرتو UV نمونه S1 و S2 در شکل ۴ نشان داده شده است. پیک مشاهده شده در طول موج ۳۶۰ نانومتر نمونه S2 مربوط به پیوند O-Cu در نانوذرات OCu است [۴۶]، در صورتی که در نمونه S1 چنین پیکی دیده نمی شود. این نتیجه با نتایج XRD همخوانی دارد (شکل ۲ و جدول ۱).









شکل ۴- نمودار جذب UV نمونه S1 و S2

برای بررسی اثر شدت جریان اعمال شده بر روی اندازه ذرات، نمونههای S6 و S7 به ترتیب تحت اختلاف ولتـاژ ۵۰ ولـت و شـدت جریـان عبـوری ۲۵۰ و ۱۰۰ آمپـر و بـدون حضـور

سورفکتانت تولید شدند. قطر سیم منفجرشده مانند نمونههای پیشین ۰/۲۵ میلیمتر بود. تصویر SEM و نمودار توزیع اندازه ذرات نمونه S6 و S7 در شکل ۵ نشان داده شده است.

ب





شکل ۵- تصویر SEM و نمودار توزیع اندازه ذرات نمونههای الف) S6 و ب) S7

🚺 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



با کاهش شدت جریان از ۵۰۰ آمپر (نمونه S1) به ۲۵۰ آمپر (نمونه S6) و ۱۰۰ آمپر (نمونه S7) میانگین اندازه ذرات از ۴۰/۶ نانومتر به ترتیب بـه ۲۷/۲ و ۶۰/۳ نـانومتر افـزایش یافته است. این نتیجه همخوانی خوبی با نتایج پژوهشهای پیشین دارد [۲۲–۲۹]. با افزایش انرژی الکتریکی اعمالی به سیم، انفجار سیم جوانههای اولیه ریزتر و بیشتری را فـراهم میآورد و نرخ سـرمایش ایـن جوانـهها نیـز بیشـتر است، بنابراین اندازه ذرات کاهش مییابد.

اندازه سلول های باکتری معمولا در محدوده میکرومتر می باشد، در حالی که غشاهای خارجی باکتری منافذی در محدوده نانومتر دارند که نانوذرات بهراحتی میتوانند جذب این منافذ شوند. مکانیزمهای دقیقی برای نانو ذرات فلزی گزارش نشده، ولی بر اساس مطالعات انجام شده تاثیر یونهای فلزی بر روی پروتئینها و آنزیمهای موجود در باکتری سبب فعالیت ضد باکتری نانوذرات فلزی شده است. فعالیت ضد باکتری نانو ذرات مس توسط یون هایی است که از نانوذرات آزاد می شود و این فعالیت با کاهش اندازه دانه و افزایش مساحت سطح بیشتر می شود و این یون ها مستقیم با غشاهای میکروبی ارتباط برقرار کرده و فعالیتهای بیوشیمیایی داخل سلول را مختل می کند. اکسید فلزات در مقیاس نانو به دلیل مساحت سطح بالایی که دارند، واکنشهای شیمیایی و بیولوژیکی بهتری را از خود نشان میدهند. با توجه به این ویژگیها نانو ذرات اکسید فلزی به طور موثر با باکتری واکنش نشان داده و آنها را غیر فعال می کند [۴۷–۴۸]. همچنین برای نانو ذرات اکسید فلزی مکانسیمهای عمل متعددی در برابر باکتریها وجود دارد از جمله: تجزیه نانو ذرات اکسید فلزی و شکل گیری گونههای

اكسيژني، تعامل الكترواستاتيكي نانو ذرات اكسيد فلـزي بـا دیواره سلولی و فعالسازی فتوکات الیتیکی نوری نانو ذرات [۵۰-۴۹]. مکانیزم اصلی برای نانوذرات اکسید فلزی ازطريق استرس اكسيداتيو توليدشده توسط كونههاي واكنش اکسیژنه میباشدکه شامل رادیکالهای سوپراکسید، رادیکالهای هیدروکسیل، پراکسید هیدروژن واکسیژن مجزا هستند که می توانند بر روی سطح نانوذرات اکسید فلزی تشکیل شوند و موجب آسیب رساندن به پروتئین ها و آنزیمهای موجود در باکتریها و در نهایت مرگ سلولهای باكترى شوند. تفاوت درفعاليت ضدباكترى نانوساختارهاى مختلف اکسید فلـزی ممکـن اسـت بـه انـدازه ذرات آنهـا، مورفولوژی، حلالیت وخواص فیزیکی و شیمیایی نسبت داده شود. بهعنوان مثال نانوذرات ریز با مورفولوژی کروی نسبت به سایر مورفولوژیها خاصیت آنتی باکتریالی بهتری دارنـد. حلالیت اکسیدهای فلزی با کاهش اندازه دانه افزایش یافته و بالاتر بودن حلالیت نانوساختارهای اکسید فلزی میتواند غلظت یونهای محلول فلزی را افزایش دهد، در نتیجه خاصیت ضد باکتری افزایش می یابد [۵۱–۵۲]. شکل ۶ منحنی چگالی نوری در طول موج ۶۰۰ نانو متر بر حسب زمان را برای نمونه های S1، S1 و S7 در غلظت ۲۵۰ میکروگرم بر میلی لیتر نشان میدهد. طبق نتایج به دست آمده خاصیت آنتی باکتریالی نمونه S1 از S6 و S7 بیشتر بوده و در غلظتهای ۵۰۰، ۷۵۰ و ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلیلیتر، یک خاصیت ضدباکتری موثر از رشد باکتری اشرشیاکولی ایجاد شد. مکانیسم ضد باکتری نانو ذرات مس مربوط به این واقعیت است که یون Cu^{2+} ایجاد شده از نانو ذرات روی سطح سلول باکتری جذب شده و موجب آسیب



باکتری است [۵۰].

S6 و S7 به علت کوچکتر بودن میانگین اندازه ذرات و

سطح تماس بیشتر ذرات نمونه S1 با غشای سلول های

رساندن به غشای سلولهای مستحکم باکتری میشود و در غلظتهای بالا از یون ⁺²Cu سلولهای باکتری بیحرکت و غیر فعال شـده و در نهایـت موجـب مـرگ سـلول بـاکتری میشود. بالاتر بودن خاصیت آنتی باکتریـال S1 نسـبت بـه



شکل ۶- منحنی رشد باکتری نمونه های S1، S1 و S7 در غلظت ۲۵۰ ppm

۴- نتیجهگیری

در پژوهش حاضر، نانوذرات اکسید مس به روش انفجار الکتریکی سیم مس تهیه و مطالعه شدند. نتایج الگوی پراش اشعه ایکس تشکیل ساختارهای Cu2 و Cu2 و Cu را بهخوبی نشان میدهد. همچنین با افزایش نسبت وزنی سورفکتانت TMAH و 20000 PEG، درصد فاز اکسیدی افزایش و درصد فاز فلزی کاهش مییابد. این اثر احتمالا به دلیل تبخیر و تجزیه سورفکتانت و ترکیب اتم اکسیژن آزادشده با اتم مس است. نتایج تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه ها سنتز نانوذرات کروی و شبه کروی مس اکسید مس با متوسط اندازه ذرات ۲۴/۵ تا ۶۰/۳ نانومتر در شرایط مختلف آزمایش را

نشان داده است. مشاهده می شود که با افزایش شدت جریان عبوری از ۱۰۰ به ۲۵۰ و ۵۰۰ آمپر، متوسط اندازه ذرات از ۲۰/۳ نانومتر به ترتیب به ۲۷/۲ نانومتر و ۲۰/۶ نانومتر کاهش یافته است. همچنین با افزایش نسبت وزنی سورفکتانت TMAH و 20000 PEG، میانگین اندازه ذرات به ترتیب به ۲۵/۴ نانومتر و ۲۴/۵ نانومتر کاهش می یابد. رفتار ضد باکتری نانوذرات در برابر باکتری گرم منفی اشرشیاکولای و در محیط مایع بررسی و مشاهده شد که با کاهش متوسط اندازه ذرات و افزایش غلظت نانوذرات خاصیت ضدباکتری افزایش یافته به طوری که در غلطتهای بالاتر از Tom pro ۲۵۰ رشد باکتری به طور کامل متوقف شده است.

♦¥ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

مراجع



S., Kuo, C. H., Chen, Y. W., Hsieh, S. L. and Hsieh, S., "Silver decorated copper oxide (Ag@ CuO) nanocomposite enhances ROS-mediated bacterial architecture collapse". Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, vol. 155, pp.399-407, 2017.

- [9] Devi, A. B., Moirangthem, D. S., Talukdar, N. C., Devi, M. D., Singh, N. R. and Luwang, M.N., "Novel synthesis and characterization of CuO nanomaterials: Biological applications". Chinese Chemical Letters, vol. 25, no. 12, pp.1615-1619, 2014.
- [10] Khan, S., Ansari, A. A., Khan, A. A., Abdulla, M., Al-Obaid, O. and Ahmad, R., "In vitro evaluation of cytotoxicity, possible alteration of apoptotic regulatory proteins, and antibacterial activity of synthesized copper oxide nanoparticles". Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, vol. 153, pp.320-326, 2017.
- [11] Ahmadi, R., Hosseini, H.R.M., Masoudi, A., Omid, H., Namivandi-Zangeneh, R., Ahmadi, M., Ahmadi, Z. and Gu, N., "Effect of concentration on hydrodynamic size of magnetite-based ferrofluid as a potential MRI contrast agent" Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 424, pp.113-117, 2013.
- [12] Jeong, C., Hyun, M.J. and Suh, Y.W., "Activity of coprecipitatedCuO/ZnO catalysts in the decomposition of dimethylhexane-1, 6-dicarbamate". Catalysis Communications, vol. 70, pp.34-39, 2015.
- [13] Iniyavan, P., Balaji, G.L., Sarveswari, S. and Vijayakumar, V., "CuO nanoparticles: Synthesis and application as an efficient reusable catalyst for the preparation of xanthene substituted 1, 2, 3-triazoles via click chemistry". Tetrahedron Letters, vol. 56, no. 35, pp.5002-5009, 2015.
- [14] Ahmadi, R., Masoudi, A., Hosseini, H.R.M. and Gu, N., "Kinetics of magnetite nanoparticles formation in a

[1] Sharma, J.K., Akhtar, M.S., Ameen, S., Srivastava, P. and Singh, G., "Green synthesis of CuO nanoparticles with leaf extract of Calotropisgigantea and its dyesensitized solar cells applications", Journal of Alloys and Compounds, vol 632, pp.321-325, 2015.

- [2] Vidyasagar, C.C., Naik, Y.A., Venkatesh, T.G. and Viswanatha, R. "Solid-state synthesis and effect of temperature on optical properties of Cu–ZnO, Cu–CdO and CuO nanoparticles". Powder technology, vol. 214, no. 3, pp.337-343, 2011.
- [3] Ashokan, S., Ponnuswamy, V. and Jayamurugan, Р., "Synthesis and characterization of CuO nanoparticles, DBSA doped PANI and PANI/DBSA/CuO hybrid composites for device solar cell diode and development". Journal of Alloys and Compounds, vol. 646, pp.40-48, 2015.
- [4] Mohapatra, S., Nair, S. V., Santhanagopalan, D. and Rai, A.K., "Nanoplate and mulberry-like porous shape of CuO as anode materials for secondary lithium ion battery". ElectrochimicaActa, vol. 206, pp.217-225, 2016.
- [5] Subalakshmi, P. and Sivashanmugam, A., "CuOnano hexagons, an efficient energy storage material for Li-ion battery application". Journal of Alloys and Compounds, vol. 690, pp.523-531, 2017.
- [6] Wu, S., Li, F., Zhang, L. and Li, Z., "Enhanced field emission properties of CuO nanoribbons decorated with Ag nanoparticles". Materials Letters, vol. 171, pp.220-223, 2016.
- [7] Ghasemi, N., Jamali-Sheini, F. and Zekavati, R., "CuO and Ag/CuO nanoparticles: Biosynthesis and antibacterial properties". Materials Letters, vol. 196, pp.78-82, 2017.
- [8] Kung, M. L., Tai, M. H., Lin, P. Y., Wu,D. C., Wu, W. J., Yeh, B. W., Hung, H.

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ ۲

A., Srivastava, A.P., Patwardhan, A.W., Srivastava, D. and Joshi, J.B., "Few layered graphene by floating catalyst chemical vapour deposition and its extraordinary H2O2 sensing property". Materials Letters, vol. 199, pp.180-183, 2017.

- [22] Kotov, Y.A., "Electric explosion of wires as a method for preparation of nanopowders". Journal of Nanoparticle Research, vol. 5, no. 5-6, pp.539-550, 2003.
- [23] Nazarenko, O., "Nanopowders produced by electrical explosion of wires". Proc. Eur. Congr. Chem. Eng, pp.16-20, 2007.
- M.I., [24] Lerner, Glazkova, E.A., Lozhkomoev, A.S., Svarovskaya, N.V., Bakina, O.V., Pervikov, A.V. and "Synthesis of Psakhie, S.G., Al nanoparticles and Al/AlN composite nanoparticles by electrical explosion of aluminum wires in argon and nitrogen". Powder Technology, vol. 295, pp.307-314, 2016.
- [25] Gromov, A.A., Förter-Barth, U. and Teipel, U., "Aluminum nanopowders produced by electrical explosion of wires and passivated by non-inert coatings: Characterisation and reactivity with air and water". Powder technology, vol. 164, no. 2, pp.111-115, 2006.
- [26] Jung, T.K., Joh, D.W., Lee, H.S. and Lee, M.H., "Fabrication of Ni, Pt, Pt/Ni nano powders using wire explosion process and characterization". Procedia Engineering, vol. 10, pp.728-733, 2011.
- [27] Siwach, O.P. and Sen, P., "Fluorescence properties of Fe nanoparticles prepared by electro-explosion of wires". Materials Science and Engineering: B, vol. 149, no. 1, pp.99-104, 2008.
- [28] Krishnan, S., Haseeb, A.S.M.A. and Johan, M.R., "Low dimensional CuO nanocomposites synthesis by pulsed wire explosion and their crystal growth mechanism" Ceramics International, vol. 40, no. 7, pp.9907-9916, 2014.
- [29] Shabgard, M.R. and Najafabadi, A.F.,

one step low temperature hydrothermal process". Ceramics International, vol. 39, no. 5, pp.4999-5005, 2013.

- [15] Fterich, M., Nasr, F.B., Lefi, R., Toumi, M. and Guermazi, S., "Effect of concentration of hexamethylenetetramine in structure, microstructure and optical properties CuO nanoparticles of synthesized by hydrothermal route". Materials Science in Processing, Semiconductor vol. 43, pp.114-122, 2016.
- [16] Bianchi, A.E., Stewart, S.J., Punte, G., Viña, R., Plivelic, T.S. and Torriani, I.L., "Grain growth of CuO nanocrystal activated by high energy ball milling". Physica B: Condensed Matter, vol. 389, no. 1, pp.135-139, 2007.
- [17] Ryu, S.S., Park, H.R., Do Kim, Y. and Hong, H.S., "Effect of ball-milling time on structural characteristics and densification behavior of W-Cu composite powder produced from WO3-CuO powder mixtures". International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, vol. 65, pp.39-44, 2017.
- [18] Knoll, P., Reynvaan, J., Mayer, M., Surnev, S., Geistlinger, P., Krenn, K., Ettinger, K., Prietl, C., Hohenau, A., Gruenwald, J. and Kunert, B., "PECVD of carbon by inverted fireballs: From sputtering, bias enhanced nucleation to deposition. Diamond and Related Materials, vol. 65, pp.96-104, 2016.
- [19] Mahyavanshi, R.D., Kalita, G., Sharma, K.P., Kondo, M., Dewa, T., Kawahara, T. and Tanemura, M., "Synthesis of MoS2 ribbons and their branched structures by chemical vapor deposition in sulfurenriched environment. Applied Surface Science, vol. 409, pp.396-402, 2017.
- [20] Debbarma, M., Sudhakar, K. and Baredar, P., "Thermal modeling, exergy analysis, performance of BIPV and BIPVT: a review". Renewable and Sustainable Energy Reviews, vol. 73, pp.1276-1288, 2017.
- [21] Yadav, M.D., Dasgupta, K., Kushwaha,

۲۲ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



Aghaverdi, H., Stroeve, P. and Mahmoudi, M., "Bacterial effects and protein corona evaluations: crucial ignored factors in the prediction of bio-efficacy of various forms of silver nanoparticles". Chemical research in toxicology, vol. 25, no. 6, pp.1231-1242, 2012.

- [38] Aldén, M., Lydén, M. and Tegenfeldt, J., "Effect of counterions on the interactions in solid dispersions between polyethylene glycol, griseofulvin and alkali dodecyl sulphates". International journal of pharmaceutics, vol. 110, no. 3, pp.267-276, 1994.
- [39] Ethiraj, A.S. and Kang, D.J., "Synthesis and characterization of CuO nanowires by a simple wet chemical method". Nanoscale research letters, vol. 7, no. 1, p.70, 2012.
- [40] Sangsefidi, F.S., Salavati-Niasari, M., Khojasteh, H. and Shabani-Nooshabadi, M., "Synthesis, characterization and investigation of the electrochemical hydrogen storage properties ofCuO– CeO₂ nanocomposites synthesized by green method". International Journal of Hydrogen Energy, vol. 42, no. 21, pp.14608-14620, 2017.
- [41] Lim, Y.F., Choi, J.J. and Hanrath, T., "Facile synthesis of colloidal CuO nanocrystals for light-harvesting applications". Journal of Nanomaterials, 2012, p.4, 2012.
- [42] Lin, B.C., Chen, S.Y. and Shen, P., "(Zn, H)-codoped copper oxide nanoparticles via pulsed laser ablation on Cu-Zn alloy in water". Nanoscale research letters, vol. 7, no. 1, p.272, 2012.
- [43] Korzhavyi, P.A., Soroka, I.L., Isaev, E.I., Lilja, C. and Johansson, B., "Exploring monovalent copper compounds with oxygen and hydrogen". Proceedings of the National Academy of Sciences, vol. 109, no. 3, pp.686-689, 2012.
- [44] Hoost, T.E., Laframboise, K.A. and Otto, K., "NO adsorption on Cu-ZSM-5: assignment of IR band at 2133 cm-1". Catalysis letters, vol. 33, no. 1-2,

"The influence of dielectric media on nano-structured tungsten carbide (WC) powder synthesized by electro-discharge process". Advanced Powder Technology, vol. 25, no. 3, pp.937-945, 2014.

- [30] Lee, Y.S., Bora, B., Yap, S.L. and Wong, C.S., "Effect of ambient air pressure on synthesis of copper and copper oxide nanoparticles by wire explosion process". Current Applied Physics, vol. 12, no. 1, pp.199-203, 2012.
- [31] Krishnan, S., Haseeb, A.S.M.A. and Johan, M.R.,"Low dimensional CuO nanocomposites synthesis by pulsed wire explosion and their crystal growth mechanism". Ceramics International, vol. 40, no. 7, pp.9907-9916, 2014.
- [32] Park, E., Park, H.W. and Lee, J., "Synthesis of hierarchical copper oxide composites prepared via electrical explosion of the wire in liquids Surfaces method". Colloids and A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 482, pp.710-717, 2015.
- [33] Jan, T., Iqbal, J., Ismail, M., Badshah, N., Mansoor, Q., Arshad, A. and Ahkam, Q.M., "Synthesis, physical properties and antibacterial activity of metal oxides nanostructures". Materials Science in Semiconductor Processing, vol. 21, pp.154-160, 2014.
- [34] Mahapatra, O., Bhagat, M., Gopalakrishnan, C. and Arunachalam, K. "Ultrafine D., dispersed CuO nanoparticles and their antibacterial activity". Journal of Experimental Nanoscience, vol. 3, no. 3, pp.185-193, 2008.
- [35] Li, B., "Antibacterial vermiculite nanomaterial". J. Miner. Mater. Charact. Eng., vol. 1, pp.61-68, 2002.
- [36] Cao, H. and Liu, X., "Silver nanoparticles-modified films versus biomedical device-associated infections". Wiley Interdisciplinary Reviews: Nanomedicine and Nanobiotechnology, vol. 2, no. 6, pp.670-684, 2010.
- [37] Ashkarran, A. A., Ghavami, M.,

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 🌱



[52] Dizaj, S.M., Lotfipour, F., Barzegar-Jalali, M., Zarrintan, M.H. and Adibkia, K., "Antimicrobial activity of the metals and metal oxide nanoparticles". Materials Science and Engineering: C, vol. 44, pp.278-284, 2014. pp.105-116, 1995.

- [45] Zheng, L. and Liu, X., "Solution-phase synthesis of CuO hierarchical nanosheets at near-neutral pH and near-room temperature". Materials Letters, vol. 61, no. 11-12, pp.2222-2226, 2007.
- [46] Khanehzaei, H., Ahmad, M.B., Shameli, K. and Ajdari, Z., "Synthesis and characterization of Cu@ Cu2O core shell nanoparticles prepared in seaweed Kappaphycusalvarezii Media". Int J ElectrochemSci, vol. 9, pp.8189-8198, 2014.
- [47] Y. Zhang, B. Deng, T. Zhang, D. Gao, and A.-W. Xu, "Shape effects of Cu2O polyhedral microcrystals on photocatalytic activity". The Journal of Physical Chemistry C, vol. 114, no. 11, pp. 5073-5079, 2010.
- [48] Hajipour, M.J., Fromm, K.M., Ashkarran, A.A., de Aberasturi, D.J., de Larramendi, I.R., Rojo, T., Serpooshan, V., Parak, W.J. and Mahmoudi, M., "Antibacterial properties of nanoparticles". Trends in biotechnology, vol. 30, no. 10, pp.499-511, 2012.
- [49] Subbiahdoss, G., Sharifi, S., Grijpma, D.W., Laurent, S., van der Mei, H.C., Mahmoudi, M. and Busscher, H.J., "Magnetic targeting of surface-modified superparamagnetic iron oxide nanoparticles yields antibacterial efficacy against biofilms of gentamicin-resistant staphylococci". Actabiomaterialia, vol. 8, no.6, pp.2047-2055, 2012.
- [50] Sirelkhatim, A., Mahmud, S., Seeni, A., Kaus, N.H.M., Ann, L.C., Bakhori, S.K.M., Hasan, H. and Mohamad, D., "Review on zinc oxide nanoparticles: antibacterial activity and toxicity mechanism". Nano-Micro Letters, vol. 7, no. 3, pp.219-242, 2015.
- [51] Stankic, S., Suman, S., Haque, F. and Vidic, J., "Pure and multi metal oxide nanoparticles: synthesis, antibacterial and cytotoxic properties". Journal of nanobiotechnology, vol. 14, no.1, p.73, 2016.

۲۴ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



سنتز، مشخصهیابی و بررسی خواص فوتوکاتالیستی نانوکامپوزیت مزوپور اکسید تیتانیوم- اکسید روی آلاییده شده با نقره تحت نور مرئی و فرابنفش

نازنین محمدی ظلانی^{(*}، بابک مزینانی⁽، مسعود سکاکی^{(۲۰}

^۱ گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی، دانشگاه ملایر، ملایر، ایران ^۲ آزمایشگاه تحقیقات شیمی هیدروترمال، دانشگاه کوچی، کوچی، ژاپن

* N_mohamadi69@yahoo.com

چکيده:	اطلاعات مقاله:
در ایــن پــژوهش نانوکامپوزیــت مزوپــور اکســید تیتــانیوم- اکســید روی آلاییــده شــده بــا نقــره	دریافت: ۲۹ خرداد ۱۳۹۷
(TiO2-ZnO-5%Ag) به روش هیدروترمال سنتز و تهیه گردید. از تیتانیوم سولفات، نیتـرات روی ۶ آبـه و	پذیرش: ۱۹ شهریور ۱۳۹۷
نیترات نقره به ترتیب به عنوان پیش ماده اکسید تیتانیوم، اکسید روی و نقره استفاده شـد. جهـت شناسـایی	
فازهای تشکیل شده از آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) استفاده گردیـد. همچنـین جهـت مشخصـه یـابی	·^*/2 1.15
نانوذرات از طیف سنجی مرئی– فرابنفش (UV-Vis)، توزیـع انــرژی پرتــو ایکـس (EDS)، میکروسـکوپ	
الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM)، ایزوترم جذب– واجذب نیتروژن اسـتفاده شـد. فوتوکاتالیسـت	اکسید تیتانیوم– اکسید روی/ نقـره،
تهیه شده جهت تخریب متیلن بلو به عنوان مدلی از آلایندهی آلی، تحت تابشدهی اشـعه فـرابنفش و نـور	نانوكامپوزيـت،مزوپور، متــيلن بلــو،
مرئی به کار گرفته شد. نتایج آنالیز EDX ،XRD و Map، حضور اکسید روی، اکسید تیتانیوم و نقـره را در	فوتوكاتاليست
نانوکامپوزیت بعد از کلسینه کردن در دمای °C ۴۰۰ تاییدکرد، همچنین فعالیت فوتوکاتالیسـتی کامپوزیـت	
-Ag TiO2-ZnO با نمونه تجاری اکسید تیتانیوم دگوسا (P25) و نانو کامپوزیت TiO2-ZnO مقایسه	
گردید. بالاترین درصد تخریب آلاینده تحت نور مرئی توسط نمونه مزوپـور TiO2-ZnO-5%Ag مشـاهده	

۱– مقدمه

آلودگی آب و هوا یکی از مشکلات اصلی محیطزیست در سراسر جهان است، از اینرو در دهـه گذشـته احیـاء محیط زیست و زدودن آلودگی از آن، یکی از اولویـتهـای جهانی بوده است[1]. یکی از کاربردهای فـن آوری نـانو در زمینـه احیا محیط زیست و حذف آلایندهها استفاده از کاتالیستها

ثىد.

و فوتوکاتالیستها میباشد. فوتوکاتالیستها جز آن دسته از کاتالیستهایی هستند که با تابش نور فعال شده و آلاینده-های موجود در هوا و آب را به مواد کم ضرر مانند آب و دی اکسید کربن تبدیل میکنند[2]. اکسید تیتانیوم یکی از مهمترین نیمههادیها با خاصیت فوتوکاتالیستی بالا است که با داشتن ویژگیهایی همچون پایداری شیمیایی خوب،

غير سمي بودن و قيمت نسبتا ارزان بسيار مورد توجـه مـي-باشد[3][4].

انرژی باند ممنوعه اکسید تیتانیوم در حدود ۳/۲ev است و در اثر تابش نور UV الکترون و حفره تولید کرده و خاصیت اکسید کنندگی پیدا می کند. با توجه به اینکه اکسید تیتانیوم فقط قادر به جذب نور فرابنفش می باشد که تنها ۴٪ از نور خورشید را شامل می شود، به منظور افزایش دامنه جذب اکسید تیتانیوم به محدوده نور مرئی و همچنین افزایش بهره نور كاتاليزوري آن تحقيقات بسياري انجام شده است؛ ازجمله دوب کردن با فلزات نجیب، دوب کردن با یون های فلزی، دوپ کردن همزمان با فلز و نافلز و جفت کردن دو نیمههادی، که نتایج نشان دهندهی مفید بودن بسیاری از تحقيقات بوده است[5][6].

با جفت کردن دو نیمههادی به صورت کامیوزیت به دلیل افزایش جای خالی و نواقص سطحی یک باند ممنوعه جدید در کامپوزیت ایجاد می شود که موجب افزایش فعالیت فوتوكاتاليستي مي گردد[7][10]–[8]. در مطالعات ديگر ذكر شده است افزودن اکسید روی به اکسید تیتانیوم مانع از استحاله فاز آناتاز به روتایل گردیده است و از ترکیب مجدد جفت الكترون – حفره ممانعت مي كند [8]، [11]، [12]. از ایـن رو در صـورت کنتـرل دیگـر یـارامترهـا، فعالیـت فوتوكاتاليستى كامپوزيت اكسيد تيتانيوم- اكسيد روى نسبت به پودر اکسید تیتانیوم تجاری و اکسید روی خالص افزایش مى يابد [13]. افزودن دوينت به ساختار نيمه هادى موجب کاهش زمان بازترکیب الکترون–حفره و به تبع آن، بهبود عملكرد فوتوكاتاليستي مي شود. در ميان فلزات نجيب، نقره فلزی پایدار، غیر سمی و در مقایسه با دیگر فلزات نجیب

مقرون به صرفه می باشد. این فلز دارای بالاترین هدایت الکتریکی و حرارتی در میان فلزات می باشد. اصلاح ZnO و TiO₂ با استفاده از نقره به طور گستردهای توسط محققین مورد بررسى قرار گرفته است[14]. طبق مطالعات انجام شده، نقره با ایجاد ترازهای فرعی موجب کاهش باند ممنوعه اکسید تیتانیوم و اکسید روی می شود و به دلیـل قدرت الكترون بالا به عنوان دام الكتروني عمل مي كند و از بازترکیب الکترون و حفرههای ایجاد شده در اثر فرایند فوتوكاتاليستى جلوگيرى مىكند، همچنين نقره طول موج جذب اکسید تیتانیوم را به سمت طول موج مرئی سوق مــىدهــد[14][15]. لــى` و همكـارانش طــى پژوهشــى نانو كاميوزيت Ag/ZnO-TiO₂ را به روش مايكروويو سنتز کردند و خواص فوتوکاتالیستی آن را تحت تابش نور UV با آلاينده رودامين بررسي كردند، نتايج نشان داد كه فعاليت فوتوكاتاليستى كاميوزيت سنتز شده بسيار بالاتر از P25 وZnO است[16]. در پژوهشی دیگر کو⁷ و همکاران به بررسي فعاليت فوتوكاتاليستي اكسيد تيتانيوم آلاييده شده ب اکسید نقره پرداختند و به این نتیجه دست یافتند که فعالیت فوتوكاتاليستى TiO₂-Ag تحت نور مرئي بهتر از نور فرابنفش است [17]. تيان⁷ و همكارانش نانو فيلم -TiO₂ ZnO را به روش سل ژل سنتز کردند و درصد تخریب آلاينده متيل اورنژ (MO) را در ناحيه فرابنفش (UV) مورد بررسی قرار دادند و دریافتند که با کاهش درصد وزنی اکسید روى، خاصيت فوتوكاتاليستى بهبود مىيابد[9]. خواص فیزیکے، شیمیایی و فوتوشیمیایی کامپوزیت اکسید

¹ Lee

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 19



² Koo ³ Tian



تیتانیوم – اکسید روی/ نقره عمدتا وابسته به روش ساخت میباشد. روشهای مختلفی مانند سل ژل، هیدروترمال، همرسوبی برای سنتز TiO₂ و ZnO گزارش شده است. در این پژوهش از روش هیدروترمال به دلیل مزایای فراوان مانند دمای پایین واکنش، محصول خالص با توزیع اندازه ذرات باریک و درجه آگلومره شدن پایینِ ذرات بدست آمده استفاده شد[19], [18].

هدف از پژوهش حاضر سنتز نانو کامپوزیت مزوپـور -TiO TiO آلاییـده شـده بـا ۵ درصـد وزنـی نقـره (-TiO را-ZnO آلاییـده شـده بـا ۵ درصـد وزنـی نقـره (-ZnO/5%Ag روش هیدروترمال میباشـد، در صورتی کـه در مطالعـات پیشین سنتز نانوکامپوزیتهای چنـد جزئـی در چنـد مرحلـه پیشین سنتز نانوکامپوزیتهای چنـد جزئـی در چنـد مرحلـه انجام گرفته است. مهمترین ویژگی فوتوکاتالیست تولید شده در این تحقیق بازدهی بالای فوتوکاتالیستی در مـدت زمان کم و با استفاده از نور مرئی میباشد کـه خـود نویـد بخـش تصفیه پسابهای آبی و آلایندههای رنگی با استفاده از یک روش کارآمد و به ویژه مقرون صـرفه مـیباشـد، همچنـین فعالیت فوتوکاتالیستی نمونـه Ag %-ZnO با نـانو کامپوزیت TiO_2-ZnO و پودر تجاری اکسیدتیتانیوم دگوسا مقایسه گردید.

۲- فعالیتهای تجربی

به منظور سنتز نانو کامپوزیت مزوپور اکسید تیتانیوم⊣کسید روی آلاییده شده با ۵ درصد وزنی اکسید نقره، از تیتانیوم اکسی سولفات Ti(SO4)2 با خلوص ۹۹/۹۹٪ از شرکت سیگما آلدریچ به عنوان پیشماده اکسید تیتانیوم، P123 از شرکت سیگما آلدریچ به عنوان سورفکتانت، نیترات روی

شش آبه (Zn(NO₃)₂.6H₂O) از شرکت مرک به عنوان پیش ماده اکسید روی، نیترات نقره (AgNO₃) با خلوص ۹۹٪ از شرکت مرک به عنوان پیش ماده اکسید نقره ، اوره (CO(NH₂)₂) و آمونیوم فلوراید(NH₄F) محصول شرکت مرک و با خلوص بالا استفاده شد.

ابتدا ۳ گرم P123 را در ۸۰ میلی لیتر آب مقطر روی همزن مغناطیسی به طور کامل حل شد، پس از حل شدن به طور کامل ۳/۶۰ گرم تیتانیوم سولفات، ۴/۴۶۲ گرم نیترات روی، ۰/۵۵۵ گرم آمونیوم فلوراید و ۳/۶۰۳ گرم اوره به آرامی به محلول در حین همزدن اضافه کرده، محلول به مدت ۱ ساعت با سرعت متوسط همزده شد. ۰/۱۹۱ گرم نیترات نقره به محلول سفید رنگ اضافه شد و بعد از گذشت یک ساعت همزدن، محلول تهیه شده در اتوکلاو فولادی با آستری از جنس تفلون با حجم ۱۰۰ ml ریخته شد و در دمای ۲۵۰° ۱۸۰ به مدت ۶ ساعت در کوره قرار داده شـد. بعـد از گذشت مدت زمان ذکر شده و خارج کردن نمونهها از کوره، محلول به طور آهسته سرد گردید تا به دمای محیط برسد. سپس محلول حاصل سانتریفیوژ شد و با آب مقطر و اتانول ۳ مرتبه شستشو داده شد و در دمای ۲۰^oC به مدت ۲۴ ساعت در خشک کن قرار داده شد. به منظور حذف مواد آلی ناشی از سورفکتانت P123 و بررسی ساختار-های کریستالی و فاز-های موجود، پودر به دست آمده در دمای به مدت ۲ ساعت کلسینه شد. $^{\circ}$

اکسید تیتانیوم تجاری دگوسا (نسبت فاز آناتاز به روتایل در این محصول ۲۰ به ۳۰، سطح ویژه آن ۵۰m²/g و اندازه متوسط ذرات در این محصول در حدود ۲۱ نانومتر است) جهت مقایسه فعالیت فوتوکاتالیستی با نانو کامپوزیت سنتز سنتز، مشخصه یابی و بررسی خواص فوتوکاتالیستی نانوکامپوزیت مزوپور ...

شده TiO₂-ZnO-5%Ag مورد استفاده قرار گرفت و ماده آلاینده رنگی متیلن بلو (شرکت مرک) جهت تست تخریب به کار برده شد.

۲-۱ مشخصهیابی ترکیب سنتز شده به روش هیدروترمال

برای تعیین ساختار فازی و میزان کریستاله شدن ذرات نانو CuKα با پرتو XRD کامپوزیت سنتز شده از دستگاه XRD با پرتو MD300 آلمان مدل XMD300 آلمان مدل XMD300 (45KV) با طول موج Å ۱/۵۴ در محدوده زاویه TiO₂-ZnO- با در محدوده زاویه To--۲۰=۳۵ استفاده شد. مورفولوژی مزوپور -۸۰-۳۵ SMAg با دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی FE-SEM با ولتاژ ۲۰kv ساخت شرکت -۳ میدانی SCAN ولتاژ پر ۲۰kv ساخت شرکت -۲۰ Belsorp mini مدل BET مدل از سنتز نانو ساخت کشور ژاپن بررسی شد و از دستگاه اسپکتوفتومتر ulty-Vis ساخت کشور ژاپن بررسی خواص فوتوکاتالیستی نانو پودر و محاسبه درصد تجزیه شدن آلاینده استفاده گردید.

۲-۲- تست فوتوكاتاليستي

خواص فوتوکاتالیستی کامپوزیت مزوپور اکسید تیتانیوم-اکسید روی آلاییده شده با ۵ درصد وزنی نقره (-TiO₂ TiO-5%Ag)، با استفاده از لامپ یو وی ۱۲۵وات به عنوان منبع نور فرابنفش و لامپ حبابی با رشته تنگستنی با توان ۲۰۰ وات به عنوان منبع نور مرئی جهت تخریب رنگ متیلن بلو مورد ارزیابی قرار گرفت. برای این منظور ۰/۱ گرم از پودر سنتز شده به ۴۰ میلی لیتر محلول متیلن بلو با

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

غلظت (Nppm(mg/L) افزوده شد. مخلوط تهیه شده به مدت ۱ ساعت در محیط تاریک روی همزن مغناطیسی به منظور به تعادل رسیدن تحت همزدن قرار گرفت، سپس در فواصل زمانی معین (۳۰دقیقه)، ۳ میلی لیتر از محلول برای گرفتن طیف جذب و درصد تخریب برداشته شد. لازم به ذکر است جهت جداسازی نانو ذرات از محلول قبل از گرفتن جذب، نمونه به مدت ۲۰ دقیقه با دور ۵۰۰۰rpm سانتریفیوژ شد.

ثابت سرعت واکنش فوتو کاتالیستی(۲ K (min بر اساس معادله شبه مرتبه اول با استفاده از رابطه ۱ بدست میآید [17]:

$$Ln(A_0/A_t) = Kt$$
 (1)

در این رابطه A_0 جذب اولیه رنگ، A_t جذب رنگ پس از گذشت زمان t از شروع واکنش، k ثابت سرعت واکنش و t زمان انجام واکنش است[17]. با رسم نمودار $\ln(A_0/A_t)$ بر حسب t و محاسبه شیب آن میتوان ثابت سرعت واکنش را به دست آورد.

درصد تجزیه شدن محلول رنگی در حضور نانوکامپوزیت اکسید تیتانیوم – اکسید روی –نقره نیز با استفاده از رابطه۲ محاسبه شده است که از دادههای مربوط به آنالیز اسپکتروفتومتری نور مرئی – فرابنفش (UV-Vis) حاصل شده است[11].

$$d(\%) = (1 - A_t / A_0) \times 100$$
 (Y

در این رابطه، A₀ جذب اولیه محلول آلاینده بدون تابش UV-Vis در لحظه A_t ،t=0 مقدارجذب محلول آلاینده بعد از زمانهای تابش معین می باشد.





۳- نتایج و بحث

XRD آناليز

TiO₂- بالگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه مزوپور -TiO₂-ZnO و نانو کامپوزیت TiO₂-ZnO که به روش هیدروترمال در دمای ۲°۴۰۰ به مدت ۲ ساعت کلسینه شده به همراه نمونه تجاری اکسید تیتانیوم P25 در شکل ۱ نشان داده شده است. در شکل ۱–الف الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه P25 در زوایای ۲۵/۳۷٬ ۲۵/۳۸٬ ۲۵/۳۷۶ و ۲۵/۷۰۰ فاز آناتاز مطابق با کارت مرجع (-25:21

1272) و در زاویه $\tau \theta = \tau v/\tau$ فاز روتایل مطابق با کارت مرجع (JCPDS:21-1276) شناسایی شد. در شکل ۱–ب مربوط به نانو کامپوزیت اکسید تیتانیوم–اکسید روی، فاز آناتاز و فاز ورتزیت اکسید روی در زوایای مشخص مطابق با کارت مرجـــــع (JCPDS:21-1272) و (JCPDS:36-1451) مشاهده گردید. در شکل ۱–ج، مربـوط بـه نـانو کامپوزیت مزوپور اکسید تیتانیوم– اکسید روی–نقـره، شـدیدترین پیک مربوط به فلز نقره در زاویه $\tau \theta = \tau \Lambda/10^{\circ}$ و مطابق با کارت مربع (JCPDS:65-8426) مشاهده و فازهای آناتاز و اکسید روی در زوایای مشخص شناسایی شد.



شکل ۱ – الگوی پراش پرتو ایکس (الف) نمونه تجاری اکسید تیتانیوم P25 (ب) نانو کامپوزیت TiO₂-ZnO (ج) نانو کامپوزیت TiO₂-ZnO-5%Ag

۲-۳– میکروســکوپ الکترونــی روبشــی گسیل میدانی (FE-SEM)

نتایج حاصل از آنالیز FE-SEM از نمونه مزوپور -TiO2 از نمونه مزوپور -TiO2 با بزرگنماییهای مختلف در شکل ۲ –الف و شکل ۲–ب نشان داده شده است. با توجه به تصاویر، مورفولوژی ذرات کروی شکل و متوسط اندازه ذرات در

محدوده ۲۰–۴۰ نانومتر مشاهده میشود. در شکل ۲–ج، آنالیز EDS از نمونه TiO2-ZnO-5%Ag عنصر تیتانیوم، روی، نقره و اکسیژن شناسایی شد و هیچ گونه ناخالصی در نمونه مشاهده نمیشود. شکل ۲–د آنالیز عنصری صفحهای، درصد تجمع ذرات اکسید تیتانیوم، اکسید روی و نقره را نشان میدهد وتوزیع اندازه ذرات در کنار هم از همپوشانی بالایی برخوردار میباشد.



سنتز، مشخصه یابی و بررسی خواص فوتوکا تالیستی نانوکامپوزیت مزوپور ...

۳-۳- آناليز سطح ويژه

ایزوترم جذب– دفع و منحنی توزیع اندازه حفرات مربوط به نمونیه مزوپور TiO₂-ZnO-5%Ag و TiO₂-ZnO در شکل $^{\infty}$ نشان داده شده است. بر اساس طبقه بندی آیوپاک، ایزوترم جذب از نوع IV بوده که بر این اساس ماده سنتزی TiO₂-ZnO و TiO₂-ZnO از نوع مزوپور است و

حلقه هیسترزیس در ایـن ایزوتـرم مطـابق بـا طبقـه بنـدی BDDT نوع H2 است[20][21]. مساحت سطح ویژه و قطر حفرات نمونههای سنتز شده کـه با استفاده از آنالیز BET اندازه گیری شده در جدول ۱ نشان داده شده است.



شکل ۲- (الف، ب)-تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه TiO₂-ZnO-5%Ag در بزر گنمایی μm و TiO₂-ZnO-5%Ag شکل ۲- (الف، ب)-تصویر TiO₂-ZnO-5%Ag (ج) طیف EDS از نمونه EDS-ZnO-5%Ag (ج) طیف EDS از نمونه EDS-ZnO-5%Ag (د-۲) توزیع عنصر ZnO-5%Ag (د-۲) توزیع عنصر Ag در نمونه Ag در از نمونه TiO₂-ZnO-5%Ag

میانگین <u>قطر</u> حفرات	سطح ويژه	ش	نور فرابنف	L.	نور مرئے			
(nm)	(m ² /g)	K(min ⁻¹)	٪ تخريب آلاينده	K(min ⁻¹)	٪ تخريب آلاينده	تموته		
13/77	۶۲/۶۸	•/••۴٢	۵۲	•/••٣٩	44	TiO ₂ -ZnO-5%Ag		
10/188	87	•/••۳۵	۴۳	•/••٢٣	78	TiO ₂ -ZnO		
٢١	۵۰	•/••٨٧	۶۱/۲	•/••٣٢	٣١/٧	نمونه تجاری اکسید تیتانیوم دگوسا (P25)		

شده	ای سنتز	ز نمونهها	ت سطح	و مساح	ابنفش	و فر	مرئى	ت نور	لو تحد	متيلن ب	آلاينده	تخريب	درصد	– مقايسه	۱၂	جدو
	/ /				••••						••		-	••		

۴ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



تمكل ٣- (الف) ايزوترم جذب- واجذب نمونه TiO₂-ZnO (ب) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO شكل ٣- (الف) ايزوترم جذب- واجذب نمونه TiO₂-ZnO (د) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO (د) ايزوترم جذب- واجذب نمونه Ag الزوترم جذب- واجذب نمونه TiO₂-ZnO (د) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO (د) ايزوترم جذب- واجذب نمونه TiO₂-ZnO (د) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO (د) ايزوترم جذب (د) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO (د) ايزوترم جذب (د) منحنى توزيع اندازه حفرات نمونه TiO₂-ZnO (د) ايزوترم جذب (د) ايزوترم جذب (د) ايزوترم (د) ايزوت

۳-۴- بررسی فوتوکاتالیستی

همان طور که در شکل ۴-الف و ۴-ج مشاهده می شود، بر اساس مـدل Langmuir نمودار در مقابل زمان واکنش تحت تابش نور مرئی و فرابنفش رسم شـد کـه بـه صورت یک خط راست مشاهده می شود و شیب نمودار، ثابت سرعت (K) را نشان می دهد. بر این اساس تجزیـه فوتو کاتالیستی آلاینده متیلن بلو در حضور نانو کامپوزیت اکسید تیتانیوم-

اکسید روی آلاییده شده با نقره و دیگر نمونهها از سینتیک درجه یک پیروی می کند . شکل ۴-ب و د نمودار درصد تخریب آلاینده متیلن بلو را در اثر تابش نور مرئی و فرابنفش در مدت زمانهای ۰ تـا ۱۲۰ دقیقه را نشان می دهـد. در نمـودار ۴-ب بیشـترین درصـد تخریب آلاینده تحت نـور مرئی مربـوط بـه نانوکامپوزیت مزوپور TiO₂-ZnO-5%Ag مشاهده شد که دلیل این امـر را می توان به تاثیر مثبت افزودن نقـره در کنـار فـاز آناتـاز و



اکسید روی و سطح ویژه بالای این نمونه نسبت داد. در نمودار ۴-د، تحت تابش نور فرابنفش بالاترین فعالیت فوتوکاتالیستی در نمونه تجاری اکسید تیتانیوم دگوسا

(P25) مشاهده شد که این بازدهی بالا را میتوان به درصد (P25) بالای فاز آناتاز در این نمونه نسبت داد.



شکل ۴- مقایسه نمودار سینتیکی و تخریب متیلن بلو در زمانهای مختلف (الف-ب) تحت نور مرئی، (ج-د) تحت نور فرابنفش

درصد تخریب محلول آلاینده متیلن بلو و ثابت سرعت واکنش تحت نور مرئی و نور فرابنفش کامپوزیت اکسید تیتانیوم و اکسید روی آلاییده شده با نقره و نمونه تجاری اکسید تیتانیوم P25 بعد از گذشت ۱۲۰ دقیقه در جدول ۱ مشاهده می گردد.

۴- نتیجهگیری

در این تحقیق نانوکامپوزیت مزوپور TiO₂-ZnO-5%Ag با نسبت وزنی اکسید تیتانیوم به اکسید روی۱:۱ و با آلایـش

۵ درصد وزنی نقره به روش ساده هیدروترمال در یک مرحله سنتز شد. نتایج حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه TiO₂-ZnO-5%Ag حضور سه فاز اکسید تیتانیوم (آناتاز)، اکسید روی و نقره را نشان میدهد. نتایج حاصل از آنالیز BET نشان داد افزودن نقره به نانوکامپوزیت اکسید تیتانیوم- اکسید روی موجب افزایش سطح ویژه شده است که این عامل بر افزایش فعالیت فوتوکاتالیستی موثر بوده است. نتایج حاصل از آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه مزوپور TiO2-ZnO-5%Ag مورفولوژی ذرات را


"آماده سازی پوششهای نانو TiO₂ آلاییده شده با هـر دو يـون نیتـروژن و سـریم و بررسـی خـواص فوتوکاتالیستی آنها،" نانو مواد، سال سوم، شماره *Λ*، زمستان ۹۰.

- [6] C. Jaramillo-Páez, J. A. Navío, M. C. Hidalgo, and M. Macías, "High UVphotocatalytic activity of ZnO and Ag/ZnO synthesized by a facile method," Catal. Today, vol. 284, pp. 121–128, 2017.
- [7] S. Moradi, P. Aberoomand-Azar, S. Raeis-Farshid, S. Abedini-Khorrami, and M. H. Givianrad, "The effect of different molar ratios of ZnO on characterization and photocatalytic activity of TiO2/ZnO nanocomposite," J. Saudi Chem. Soc., vol. 20, no. 4, pp. 373–378, 2016.
- [8] C. Cheng, A. Amini, C. Zhu, Z. Xu, H. Song, and N. Wang, "Enhanced photocatalytic performance of TiO2-ZnO hybrid nanostructures.," Sci. Rep., vol. 4, 2014.
- [9] J. Tian, L. Chen, J. Dai, X. Wang, Y. Yin, and P. Wu, "Preparation and characterization of TiO2, ZnO, and TiO2/ZnO nanofilms via sol-gel process," Ceram. Int., vol. 35, no. 6, pp. 2261–2270, 2009.

کروی و محدوده اندازه ذرات را ۳۰ نانومتر گزارش داد. فعالیت فوتوکاتالیستی نمونه TiO₂-ZnO-5%Ag تحت نور مرئی بیشتر از نمونههای TiO₂-ZnO و P25 مشاهده شد.

۵- تشکر و قدردانی

این پروژه با حمایت مالی مرکز مطالعات و همکاریهای علمی بین الملل انجام شده است.

مراجع

- R. K. C. Walid Elshorbagy., "Water Treatment," vol. 15, 2013.
- [2] Q. Wan, T. H. Wang, and J. C. Zhao,
 "Enhanced photocatalytic activity of ZnO nanotetrapods," Appl. Phys. Lett., vol. 87, no. 8, 2005.
- [3] C.-L. Zhang, J.-J. Li, and S.-Y. Li,
 "Photocatalytic degradation of pefloxacin in water by modified nano-zinc oxide," Mater. Lett., vol. 206, no. June, pp. 146– 149, 2017.
- [4] B. Mazinani, A. K. A. K. Masrom, A. Beitollahi, and R. Luque, "Photocatalytic activity, surface area and phase modification of mesoporous SiO2-TiO2 prepared by a one-step hydrothermal procedure," Ceram. Int., vol. 40, no. 8 PART A, pp. 11525–11532, 2014.

[۵] احمدی، نسرین. نعمتی، علی. جمشیدی، علی



photocatalytic- activity- under- visiblelight- Effect- of- reducing- medium.pdf.". [۱۵] سارا، یزدخواستی. علی، دوست محمدی. منشی، احمد. "ساخت، مشخصهیابی و بررسی مقایسهای dag- احمد. "ساخت، مشخصهیابی و بررسی مقایسهای خاصیت آنتی باکتریال نابو ذرات -Ag خاصیت آنتی باکتریال نابو ذرات -Ag مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شماره۴، ۱۳۹۳.

- [16] Y. Liu, S. Wei, and W. Gao, "Ag/ZnO heterostructures and their photocatalytic activity under visible light: Effect of reducing medium," J. Hazard. Mater., vol. 287, pp. 59–68, 2015.
- [17] K. Kalpana and V. Selvaraj, "A novel approach for the synthesis of highly active ZnO/TiO2/Ag2O nanocomposite and its photocatalytic applications," Ceram. Int., vol. 41, no. 8, pp. 9671– 9679, 2015.
- [18] R. Kumar, M. S. Abdel-Wahab, M. A. Barakat, J. Rashid, N. Salah, and A. A. Al-Ghamdi, "Role of N doping on the structural, optical and photocatalytic properties of the silver deposited ZnO thin films," J. Taiwan Inst. Chem. Eng., vol. 69, pp. 131–138, 2016.
- [19] P. Nuengmatcha, S. Chanthai, R. Mahachai, and W. C. Oh, "Visible light-

- [10] H. R. Pant et al., "Antibacterial and photocatalytic properties of Ag/TiO2/ZnO nano-flowers prepared by facile one-pot hydrothermal process," Ceram. Int., vol. 39, no. 2, pp. 1503– 1510, 2013.
- [11] J. Tian et al., "Photocatalyst of TiO2/ZnO nano composite film: Preparation, characterization, and photodegradation activity of methyl orange," Surf. Coatings Technol., vol. 204, no. 1–2, pp. 205–214, 2009.
- [12] M. R. Delsouz Khaki, M. S. Shafeeyan,
 A. A. A. Raman, and W. M. A. W. Daud,
 "Evaluating the efficiency of nano-sized
 Cu doped TiO2/ZnO photocatalyst under
 visible light irradiation," J. Mol. Liq.,
 2017.
- [13] P. Silija, Z. Yaakob, V. Suraja, N. N. Binitha, and Z. S. Akmal, "An enthusiastic glance in to the visible responsive photocatalysts for energy production and pollutant removal, with special emphasis on titania," Int. J. Photoenergy, vol. 2012, 2012.
- [14] "10.1016- j.jhazmat.2014.12.045- Ag-ZnO- heterostructures- and- their-



driven photocatalytic degradation of rhodamine B and industrial dyes (texbrite BAC-L and texbrite NFW-L) by ZnOgraphene-TiO2 composite," J. Environ. Chem. Eng., vol. 4, no. 2, pp. 2170– 2177, 2016.

- [20] B. Mazinani, A. Beitollahi, A. K. Masrom, L. Samiee, and Z. Ahmadi, "Synthesis and photocatalytic performance of hollow sphere particles of SiO2-TiO2 composite of mesocellular foam walls," Ceram. Int., vol. 43, no. 15, pp. 11786–11791, 2017.
- [21] B. Mazinani et al., "The effects of hydrothermal temperature on structural and photocatalytic properties of ordered large pore size TiO 2-SiO 2 mesostructured composite," J. Alloys Compd., vol. 519, pp. 72–76, 2012.



ساخت سرامیک شفاف Nd: Y2O3 با بررسی خواص ساختاری و نوری آن

وحيد اميرزاده فتوت (*، يوسف ها تفي ۲

· کارشناسی ارشد، دانشگاه جامع امام حسین (ع)، ^۲ استادیار و دانشگاه جامع امام حسین (ع)

* v.amirzadeh757@gmail.com

ه مقاله: چکیده:	اطلاعات
۵ خرداد ۱۳۹۷ در این کار ابتدا نانو پودر Y ₂ O3 آلائیده به یون Nd ₂ O3 به میزان ۱، ۱/۵ و ۲ درصد مولی توسط بـال ه	دريافت:
۱۷ تیر ۱۳۹۷ به مدت ۲۰ ساعت تهیه شد، اندازه ذرات به طور معنی داری به ۹۲/۳ نانومتر کاهش یافت. نمونـه دیس	پذيرش:
سرامیک شفاف ایتریا خالص آلائیده به نئودمیوم که به عنوان محیط فعال لیزری در لیزرهای قدرت ک	
دارد با استفاده از تف جوشی جرقه پلاسمایی با نرخ گرمایش ۱۰۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه در دمـای ۰ ••	÷10.1.15
ین	مين ورر
، شـفاف، نمونـه دیسـکی	سراميک
ئیـده بـه /یتـریم، SPS، شفاف Nd: Y ₂ O3 به ضخامت ۲٫۵ میلیمتر در طول موج ۵ میکرومتر به ۸۳ درصد رسید که بسیار نزد،	ايتريا الا
عبور به مقدار تئوری ایتریا آلائیده به نئودمیوم بوده است.	سختی و

۱– مقدمه

سرامیکهای چندبلوری شفاف نسبت به تکبلورها از مزیتهای مختلفی مانند صرفه اقتصادی، تولید انبوه، سادگی کنترل شکل و خواص مکانیکی بهتر برخوردار هستند و به همین دلیل بیش از پیش مورد توجه قرار گرفتند [۱–۳]. مهمتر از همه، درصد آلائیده سرامیکهای شفاف چندبلوری به یونهای فعال از تکبلورها بیشتر است که باعث میشود لیزرهایی با کارایی بسیار بالا در دسترس باشند. لذا امروزه سرامیکهای شفاف چندبلوری میتوانند جایگزین بسیار خوبی برای تکبلورها و شیشهها جهت کاربردهای لیزر با انرژی و توان بالا باشند و از نمونه قرصی

شکل به عنوان محیط فعال در لیزرهای پر توان استفاده می شود و توان زیادی در حد کیلووات از آن بهدست آید [۴]. ایتریا به دلیل خواص بسیار خوب حرارتی، طیف گستردهای از شفافیت (μα ۸–۲/۲)، انـرژی فونـونی بسـیار پـایین (¹⁻ ۳۵ ۲۸۰)، مقاومـت بـه خـوردگی بـالا و ظرفیـت بـالای آلائیده به یونهای نادر خاکی به عنـوان یـک مـاده میزبـان لیزری شناخته شده است[۵]. ایتریا نسبت به AG۲هایی کـه بهطور معمول برای کاربردهای لیزری استفاده می شوند، دارای هدایت حرارتی بالاتر و ضریب انبسـاط حرارتی پـایین تـری هدایت حرارتی بالاتر و ضریب انبسـاط حرارتی پایین تـری لیزری، که با طولانی شدن کار لیزر موجـب تولیـد و افـزایش



حرارت می شود، از اهمیت ویژهای برخوردار است[۶]. استفاده از فناوریهای جدید همچ ون تفجوشی پلاسمای جرقهای (SPS) در سالهای اخیر توجه بسیاری از محققین را به خود جلب کرده است. بدین منظور در سال ۲۰۰۶ نخستین بار استفاده از فرایند SPS جهت ساخت ایتریای شفاف مورد ارزیابی قرار گرفته شد که در این تحقیق استفاده از فرایند HIP پس از SPS منجر به از بین رفتن تخلخلها شد[۷]. پس از آن در سالهای ۲۰۰۸ و۲۰۰۹ رفتار متراکم شوندگی و رشد دانه ایتریا توسط فرایندSPS مورد بررسی قرار گرفت و سپس در سال ۲۰۱۱ برای نخستین بار سرامیک ایتریای شفاف با استفاده از فرایند SPS ساخته شد[۸ و ۹]. در چند سال اخیر، تأثیر متغیرهای فرایند SPS از جمله نرخ حرارتدهی، فشار، دما وزمان نگهداری بر بهبود خواص نوری سرامیک ایتریای شفاف

هدف از این تحقیق بررسی رفتار تفجوشی و خواص نوری و مکانیکی اکسید ایتریای آلائیده شده با نئودمیم



- ۲- فعالیتهای تجربی
- ۲–۱– آماده سازی پودر

Nd ابتدا مطابق با فرمول ۱ فوق پودر با درصدهای مختلف Nd ترکیب شده است (شکل ۴–۴۰– آ). سپس به ترکیب فوق به مقدار ۸/۰٪ اتانول برای کمک پخت اضافه شده، پس از ترکیب اولیه، پودرها توسط دستگاه آسیاب سیارهای به مدت ۲۰ ساعت با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه آسیاب شده است (شکل ۴–۴۰– ب). سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد درآون نگهداری شده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت در کوره کلسینه شده است (شکل ۴–۴۰– پ). در نهایت پودرها از مش ۲۰۰ عبور داده شده اند (شکل ۴–۴۰– ت).

 $(100-x)Y_2O_3$, xNd_2O_3 , x=1, 1.5, 2 mol% ()



شکل ۱ – الف) پودر خالص ب) پودر آسیابکاری شده به مدت ۲۰ ساعت پ) پودر کلسینه شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت ت) پودر عبور داده شده از الک با مش ۲۰۰



۲–۲– آنالیز پودرهای اولیه

آنالیز فازی نمونههای آسیاب کاری شده و تفجوشی شده توسط دستگاه پراشسنج پرتو ایکس (XRD, X'Pert Pro, Panalytical, Holland) با استفاده از پرتونگاری با طول موج معين Cu-Kα، مربوط به Cu-Kα، فيلترشده با Ni، با ولتاژ ۴۰ kV، جریان۳۰mA، زاویه پـراش ۲۴ از ۱۰ تا ۸۰ درجه و اندازه گام (۲۰(۲۵) و نرخ روبش (۲θ/sec) ۰/۰۲، بهمنظور تشخیص ساختارهای بلوری مختلف ایتریا،استفاده شد. فازشناسی الگوهای پراش سنجی پرتو ایکس با استفاده از نرمافزار X'Pert HighScore انجام شد. بهمنظور تهيه تصاوير از يودر اوليه، سطح مقطع شكست نمونههای تفجوشی شده و سطح اثر فرورونده ویکرز روی سطح نمونههای تفجوشی شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مستقر در مرکز پژوهش متالورژی رازی (SEM,) VEGA, TESCAN, Czech Republic) و ميكروسكوپ الكتروني روبشي گسيل ميداني' (FE-SEM, MIRA3) LMU, TESCAN, Czech Republic) استفاده شد.

به منظور تعیین اندازه ذره و اندازه دانه با استفاده از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح شکست از SPSS استفاده شد. در این نرمافزار ابتدا تصویر انتخاب و سپس دانه ها و تخلخل های موجود برای نرمافزار تعریف شد. در نهایت اندازه دانه بهروش رهگیری خطی^۲ برای ۲۰۰ دانه و با ضریب ۱/۵۶محاسبه شد[۱۰]. چگالی نمونه های تفجوشی شده بهروش ارشمیدس طبق

استاندارد ASTM C 373-88 انجام شد.

¹ Field Emission Electron Microscope

² Linear Intercept Method

۲-۳- تـف جوشـی پلاسـمای جرقـهای Nd:Y₂O₃

دستگاه تفجوشی پلاسمای جرقهای SPS مـدل -SPS 60 10، ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر در پـژوهش حاضـر مورد استفاده قرار گرفت. پودر سنتز شده درون یک قالب گرافیتی با قطر داخلی ۲۰ میلی متری ریخته شد و توسط پانچهای گرافیتی فشرده شد. پودر با یک ورق گرافیتی از دیوارههای قالب و سطوح پانچ جدا شد. نمونهها در خلاء (۲- ۳ Pa)، تحت فشار یکنواخت ساخته شدند. در این تحقيق، يک فشار مکانيکي يک طرف انتخاب شد يعني نمونه با فشار MPa (فشار متوسط) با دمای °C ۱۴۰۰ و زمان ماندگاری ۱۵ دقیقه نمونه ساخته شد. سپس نمونههای تفجوشی شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد برای مدت ۱۰ ساعت در هوا آنیل شدند. در نهایت، نمونههای به دست آمده با استفاده از دوغاب الماس (تا ۱ میکرومتر) به دقت بـر روی هر دو طرف جلا داده شدند تا زبری سطح را از بین ببرند. کدهای نمونه مورد استفاده برای مطالعه حاضر در جدول ۱ آمده است.

جوشی شدہ	نمونههای تف	۱– کدگذاری	جدول
----------	-------------	------------	------

کد نمونه	S 1	S2	S3
درصد غلظت Nd (%mol)	١	۱/۵	۲

۳- نتایج و بحث

الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر ایتریا آلائیده به ۱ درصد نئودمیم در شکل ۲ نشان داده شده است. بررسیها نشان داد که پودر تهیه شده دارای پیکهای شاخص ایتریا با ساختار مکعبی (کد مرجع ۰۹۲۷–۰۹۲) است. با استفاده



از معادله شرر، اندازه بلورک برای ذرات پودر با استفاده از

جدول ۲ مشخص شده است. همان گونه که مشاهده می شود



جدول ۲– اندازه بلورک ذرات پودر ایتریا.			
اندازه بلورک (nm)	β	زاويه (20)	شمارہ پیک
٣٠	•/799	۲۰/۵۵۳	١
٣٣	•/۲۵١	29/1F	٢
۴۳	•/197	377/VVF	٣
49	•/\\YY	41/222	۷
۵۱	•/\\YY	۵۷/۶۲ ۱	۱٠
٤١		متوسط اندازه بلورك	

شکل ۲– الگوی پراش پر تو ایکس نانوپودر ایتر یا آلائیده به نئودمیم

در شکل ۳ تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از نانوپودر ایتریا با آلائیده به ۱ درصد نئودمیم به منظور بررسی ریخت و میزان آگلومراسیون نشان داده شده است. بررسی تصاویر نشان میدهد ذرات از درجه آگلومره نسبتاً کمی برخوردار است. متوسط اندازه ذرات آگلومره (چسبیدن ذرات به

هم) بین ۴۰۰۰۳–۲۰۰ است که از میزان آگلومره مناسب ذرات پودر برای انجام فرایند تفجوشی حکایت دارد. همچنین در تحقیقات نشان داده شده که میزان همگنی ذرات در نمونه خام، اثر قابل توجهی روی ویژگیهای تفجوشی دارد. در این خصوص پودرهای نانوبلور بهعلت اثرات تشکیل



آگلومره، میتوانند در وضعیت نامناسبی قرار گیرند. در اغلب
 قالب میشود. با این وجود برای تولید سرامیکهای شفاف
 پودرهای نانوبلور، بلورکها قویاً برای تشکیل آگلومره با
 درجه کمی از آگلومره مورد نیاز است.
 یکدیگر پیوند میدهند. این باعث ایجاد تخلخلهای داخل
 تایج بهدست آمده از اندازه و توزیع ذرات در شکل ۴ آورده
 آگلومرهای (در مقیاس نانو) و بین آگلومرهای (در مقیاس زیر شده است. مطابق شکل مشاهده می شود که ذرات نانوپودر میکرون و حتی میکرون) شود. برای حذف تخلخلهای بین
 آگلومرهای توزیع نرمال و یکنواختی است و اندازه ذرات آن
 آگلومرهای توزیع نرمال و یکنواختی است و اندازه ذرات آن
 آگلومرهای توضط فرایند تفجوشی، رشد دانه میتواند رخ دهد
 آگلومرهای توضط فرایند تفجوشی، رشد دانه میتواند رخ دهد
 همچنین، ذرات آگلومرهشده مانع از پرشدن یکنواخت



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از نانوپودر ایتریا با آلائیده به ۱ درصد نئودمیوم بزرگنمایی مختلف.



شکل ۴- نمودار فراوانی نسبی ذرات نانوپودر ایتریا آلائیده به نئودمیم ۱ درصد با استفاده از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی.



دانه مشاهده نمی شود. میانگین اندازه دانه، که از تعداد ۴۰ تا دانه و با استفاده از نرم افزار آماری SPSS محاسبه شده است، برای نمونه S1 از مقدار ۵۱/۳۰ نانومتر به مقدار ۵۴/۶۰ نانومتر برای نمونه S2 افزایش یافته است. (شکل۶)

شکل ۵، تصاویر FESEM سطح پولیش شده را پس از اچ کردن در اسیدسولفوریک به مدت ۱ دقیقه در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد نشان میدهد. اندازه دانه بدون در نظر گرفتن مقدار Nd، همگن بوده و هیچگونه رشد غیر طبیعی نداشته است. هیچ گونه تخلخل یا ناخالصی در مرز

الف



شکل ۵- عکسهای FESEM از سطح نمونههای تفجوشی شده SPS با درصد غلظت Nd

الف) ۱ درصد مولی ب) ۱/۵ درصد مولی



شکل ۶- توزیع متوسط اندازه دانهها از نمونههای سرامیک شفاف Nd:Y2O₃ با غلظت الف) ۱ درصد ب) ۱/۵ درصد

۴۲ دورهی ۲ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



متوسط اندازه کریستالیت ها با استفاده از معادله ویلیامسون-هال بر اساس الگوهای XRD محاسبه شده است، همانطور که در جدول ۳ نشان داده شده است. افزایش اندازه کریستالیت به دلیل تفاوت در اندازه دانه و افزایش رشد دانه در طی پروسه تفجوشی و افزایش غلظت افزایش بوده است، هر چه غلظت یون Nd بیشتر بوده اندازه بلورکها بزرگتر شده است.

نمودارهای پراش اشعه ایکس پودر و نمونههای سرامیک شفاف Nd:Y₂O₃ تفجوشی شده به روش SPS در شکل ۷ نشان داده شده است، دیده می شود که تنها پیکهای پراش مکعبی خالص Y₂O₃ در الگوهای XRD تشخیص داده شده است. این نشان داد که هیچ نوع فاز ثانویه در طول تفجوشی ایجاد نشد و تمام نمونه ها به خوبی بلورین شده و با فاز مکعبی Y₂O₃ همخوانی داشتند. به طور



Nd شکل ۷- نمودار XRD از پودر و نمونههای سرامیک شفاف تفجوشی شده Nd:Y₂O₃ با غلظت درصدهای مختلف یون Nd الف) ۱ ب) ۲/۵ ج) ۲ و د) پودر ۱ درصد

	نمونهها		نانوپودر	نانو پودر و نمونهها
٢	١/۵	١	١	درصد غلظت آلائیده به Nd
۶۵/۷	۳۷	۳۵/۴	۳١/٣	اندازه متوسط كريستاليت (نانومتر)

جدول ۳- اندازه متوسط بلور کها با محاسبه از نمودارهای XRD





اندازه دانه بدون توجه به مقدار Nd، بدون رشد دانه نسبتا همگن است. هیچ ناخالصی بر روی مرز دانه مشاهده نمی شود. میانگین اندازه دانه، که از تعداد ۱۰۰ دانه و با استفاده از نرم افزار محاسباتی SPSS انجام شده است، از مقدار ۳۹۲ به ۴۴۴ و ۵۳۲ نانومتر با غلظت یون Nd به

ترتیب ۱، ۵/۱و ۲ درصد افزایش مییابد. این تغییر اندازه دانه با محتوای Nd در سرامیک Y_2O_3 بر خلاف سرامیک شفاف YAG است، یعنی مقدار متوسط دانه به دلیل افزایش محتوای یون ⁴⁺Nd در Y_2O_3 افزایش مییابد. تفاوت شعاع بین یون ⁴⁺Nd و⁴⁺Y باعث اعوجاج شبکه میشود که سرعت انتقال جرم را در مرزهای دانه و رشد دانه در طی تفجوشی افزایش میدهد. بنابراین دانهها با افزایش محتوای یون ⁴⁺Nd بزرگتر میشود.



شکل ۸– تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از مقطع شکست نمونه نانوپودر ایتریای SPS شده آلائیده به Nd با درصدهای (الف) ۱، (ب) ۲ (ب) ۲

اثر غلظت Nd بر تراکم و رشد دانه در آن ها با توجه به اندازه گیری تراکم و اندازه دانه مورد بررسی قرار گرفت (شکل۹). همانطور که از نتایج حاصل شده در بخش قبلی انتظار می رفت، تمام نمونه ها رفتار عادی رشد دانه را نشان دادند. نمونه S3 در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد که با غلظت یون ^{۲+}Nd به میزان ۲ درصد غلیظ شد تراکم نسبی

آن برابر با ۹۷/۲۶ درصد بدست آمده در صورتی که برای S2 فقط یک افزایش متوسط (۹۹/۲۴٪) وجود داشت. همانطور که در شکل ۹ نشان داده شده است، در مقابل، تراکم نسبی برای S1 به شدت افزایش یافت، حداکثر تراکم (۹۹/۵۳٪) زمانی که غلظت به ۱٪ کاهش یافت بود رسیده است.

۴۴ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷





شکل ۹- نمودار چگالی نسبی و متوسط اندازه دانه بر حسب غلظت Nd

سختی توسط معادله ۱ تعریف شده است. ____ P

$$H = K \frac{P}{d^2}$$
 (1)

که P نیروی اثرگذار ((N)، K ثابت وابسته به هندسه اثرگذار (برای اثرگذار ویکرز برابر ۱/۸۵۴ است) و d طول قطـر اثـر است.

اثرات غلظت Nd روی سختی سرامیک شفاف Y₂O₃ در شکل ۱۰ نشان داده شده است. کاهش شدت سختی با افزایش تخلخل به طور گسترده گزارش شده است [۱۲– ۱۴]. علاوه بر این، نشان داده شده است که سختی مواد،

متناسب با ریشه مربع معکوس از متوسط اندازه دانه [۱۴– Nd:Y₂O₃ است. بنابراین، سختی سرامیک شفاف Nd:Y₂O₅ GPa با افزایش غلظت Nd از ۲ تا ۱/۵٪ از GPa Nd تفجوشی SPS با افزایش غلظت Nd از ۲ تا ۱/۵٪ از N۶۹ به ۲٪ منجر به رشد منافذ گردیده و باعث می گردد چگالی به ۲٪ منجر به رشد منافذ گردیده و باعث می گردد چگالی نسبی تا ۲۶/۲۶٪ کاهش یابد و در نتیجه باعث کاهش سختی به مقدار ۹۷/۳۹ GPa می گردد. در این کار نتیجه می گیریم هر چه درصد غلظت آلائیده به Nd بیشتر شود سختی کمتر می گردد.



شکل ۱۰ – میکرو سختی نمونههای تف جوشی شده در غلظتهای ۱، ۱/۵ و ۲ درصد





مییابد و بهترین درصد مطلوب برای نمونهی شفاف
سرامیکی با ۱٪ آلاییده به یون Nd بوده است.
شکل ۱۱ عکسهای نمونه سرامیک شفاف Nd:Y ₂ O ₃ با ۱
درصد آلائیده به Nd قبل و پـس از آنیـل کـردن در دمـای
۱۲۰۰ درجه سانتی گراد را نشان میدهد.

جدول ۴ پارامترهای ساختاری و خواص مکانیکی سرامیک شفاف Nd:Y₂O₃ را برای ۱، ۱/۵ و ۲ درصد آلاییده از یون Nd را نشان میدهد. همانطور که مشاهده می شود، با افزایش غلظت Nd از ۱٪ مول به ۱/۵ و ۲٪ مول، چگالی نسبی و سختی متوسط کاهش ولی اندازه ذرات افزایش

N11 XZ O	<i>-</i> .						
Nd: Y_2O_3 million	سرامیک	، مکانیکی	، و خواص	ساختاری	مترهای	۳– یاراد	جدول

	_		
غلظت Nd ₂ O ₃ (٪)	چگالی نسبی (٪)	متوسط اندازه ذرات (μm)	سختی ویکرز (GPa)
١	٩٩/۵٣	•/٣٩٢	۲/۶۹
۱/۵	99/50	•/444	۲/۴۸
٢	۹٧/۲۶	•/۵۲۳	٧/٣٩



شکل ۱۱- عکسهای نمونه سرامیک شفاف Nd:Y2O₃ با ۱ درصد آلائیده به Nd (الف) قبل و (ب) پس از آنیل.

میزان عبور اثر بگذارد[۱۸].

Nd:Y₂O₃ شکل ۱۲ عبور را در ناحیه مریی سرامیک شفاف Nd:Y₂O₃ نشان می دهد که با غلظت ۱٪ آلائیده به Nd شـده است. در طول موج ۲۰۰ نانومتر، عبور حدود ۲۰٪ است، اما میـزان عبور آن به میزان قابل توجهی در ناحیـه مریـی بـا کـاهش طول موج کاهش مییابد. با توجه به نظریه پراکندگی رایلی، شدت پراکنـدگی بـه نسبت ⁴⁻ Λ (Λ طـول مـوج) افـزایش مییابد [۱۷]. مشاهده میشود که ضریب عبور در نمونـه بـا کاهش طول موج کاهش مییابد و این ممکن است ناشی از پراکندگی ناشی از منافذ و ورودیهای کوچک باشد. عـلاوه

طیفهای عبوری مادون قرمز متوسط از نمونه سرامیک شفاف Nd:Y₂O₃ با غلظت ۱٪ آلائیده به Nd با تفجوشی SPS در دمای ۲۰۵۰ و با ضخامت ۲/۵ میلیمتر در شکل ۱۳ نشان داده شده است. ضخامت و اندازه دانه مهمترین عوامل انتقال در حالت شفاف می باشد. بنابراین، پراکندگی و جذب نور در نمونه Nd:Y₂O₃ با توجه به اندازه بزرگ دانه و وجود تخلخل رخ داده است [۱۹]. در این راستا، چگالی نسبی افزایش یافته و تخلخلهای بیشتری از بین رفته و عبور بهتر انجام می شود. بهترین عبور در نمونه تفجوشی Y₂O₃ با

۴۶ دورهی ۲ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



پیوندهای جذب ضعیف ناشی از ناخالصی مانند گروه های OH⁻ در Y₂O₃ و نقایص کریستال میباشد [۲۰]. روشن است که رنگ نمونه آلائیده به Nd تیرهتر میشود و عبور نمونه تقریبا مستقل از غلظت Nd است.

غلظت ۱٪ آلائیده به Nd میباشد. عبور به میزان ۸۰٪ در محدوده μm ۶–۳ ظاهر می شود و بیشترین عبور به میزان ۸۳/۸٪ در طول موج ۵ میکرومتر اتفاق میافتد که به میزان ۹۸/۳ درصد مقدار تئوری میباشد. لازم به ذکر است که



شکل ۱۲- نمودار عبور نمونه سرامیک شفاف با ۱ درصد غلظت Nd بر حسب طول موج در ناحیه مریی



شکل ۱۳- نمودار عبور نمونه سرامیک شفاف با ۱ درصد غلظت Nd بر حسب طول موج در ناحه مادون قرمز متوسط

شکل ۱۴ نشان میدهد که از نمونه با ۱٪ آلائیده به Nd با استفاده از اسپکتروفتومتر S100 جذب و عبور گرفته شده است که جذب در طول موجهای ۵۸۱، ۵۹۰، ۷۴۵، ۸۰۶ و ۸۲۰ نانومتر دیده میشود. این طول موجهای جذب مربوط

به یون Nd است. شکل ۱۵طیفهای برانگیختگی که در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر مونیتور شده برای نمونههایی که با درصدهای ۱و ۱/۵ درصد آلائیده شده را نشان میدهد.



شکل ۱۴ – اسپکتروفتومتر از نمونه سرامیکی شفاف Nd: Y₂O₃ (خط آبی اسپکتروفتومتر بدون نمونه و خط قرمز اسپکتروفتومتر مربوط به نمونه Nd) است.



شکل ۱۵– طیف طول موجهای برانگیختگی که در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر دیده بانی شده است (خط قرمز نمونه ۱/۵ درصد و خط سبز نمونه ۱ درصد آلائیده به Nd)

> بر اساس شکل ۱۶، شدت گسیل در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر که با طول موج ۳۵۳ نانومتر برانگیخته شده بـرای نمونه با غلظت ۱٪ در حدود ۲ برابر شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ می باشد.

شکل ۱۷ نشان میدهد که شدت گسیل در طول موج ۱۰۶۴ نانومتر که با طول موج ۳۵۳ نانومتر برانگیخته شده برای نمونه با غلظت ۱۰٪ در حدود ۲ برابر شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ میباشد.

۴۸ دورهی ۲ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷





۴- نتیجهگیری

با استفاده از نانو پودر تجاری Nd:Y2O3 به عنوان مواد اولیه، سرامیک شفاف Nd:Y2O3 با دستگاه SPS با دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد برای ۱۵ دقیقه تحت فشار ۷۰ MPa

ساخته شد و نتایج زیر بدست آمدهاند:

- با کاهش غلظت Nd از ۲٪ به ۱٪، متوسط اندازه کریستالیت از ۶۵/۷ به ۳۵/۴ نانومتر کاهش یافت.
- با کاهش غلظت Nd از ۲٪ به ۱٪، تراکم نسبی از ۹۲/۲۶٪ به ۹۲/۲۶٪ افزایش یافت و اندازه دانه متوسط



مراجع

- S.F. Wang, J. Zhang, D.W. Luo, F. Gu, D.Y. Tang, Z.L. Dong, et al., "Transparent ceramics: processing, materials and applications," Progress in Solid State Chemistry, Vol. 41, pp. 20– 54, 2013.
- [2] L.B. Kong, Y.Z. Huang, W.X. Que, T.S. Zhang, S. Li, J. Zhang, Z.L. Dong, "Transparent Ceramics," Springer, 2015.
- [3] J. Binner, B. Vaidhyanathan, "Processing of bulk nanostructured ceramics," Journal of the European Ceramic Society, Vol. 28, pp. 1329–1339, 2008.
- [4] Y. Senatsky, A. Shirakawa, Y. Sato, J. Hagiwara, J. Lu, K. Ueda, Laser Phys. Lett., Vol. 1, pp. 500, 2004.
- [5] R.H. Hoskins, B.H. Soffer, Appl. Phys. Lett., Vol. 4, pp. 22, 1964.
- [6] D.C. Harris, "Materials for infrared windows and domes,"Washington, USA: SPIE-The International Society for Optical Engineering, 1999.
- [7] H. Mingsheng, L. Jianbao, L. Hong, G. Gangfeng, L. Long, "Fabrication of transparent polycrystalline yttria ceramics by combination of SPS and HIP, "Journal of Rare Earths, Vol. 24, pp. 222–224, 2006.
- [8] H. Yoshida, K. Morita, B.-N. Kim, K. Hiraga, M. Kodo, K. Soga, et al., "Densification of nanocrystalline yttria by low temperature spark plasma sintering," Journal of the American Ceramic Society, Vol. 91, pp. 1707– 1710, 2008.
- [9] R. Chaim, A. Shlayer, C. Estournes, "Densification of nanocrystalline Y₂O₃ ceramic powder by spark plasma sintering," Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, pp.91–98, 2009.
- [10] L.I. Mendelson, "Average grain size in polycrystalline ceramics, "Journal of the American Ceramic Society, Vol. 52, pp. 443–446, 1969.
- [11] R.W. Rice, "Comparison of stress

از ۰/۵۲۳ به ۳۹۲/۰میکرومتر کاهش یافت.

- دادههای تجربی بدست آمده به وضوح نشان داد که با
 ۷/۶۹ GPa به ۷/۳۹ به ۷/۶۹ GPa
 افزایش یافته است.
- پس از تفجوشی نمونه ها جهت حذف جاهای خالی
 اکسیژن، نمونه ها به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۱۲۰۰
 درجه سانتیگراد آنیل شدند.
- نرخ عبور سرامیک شفاف Nd:Y₂O₃ تفجوشی شده با SPS در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد و در طول موج ۷۰۰ نانومتر، حدود ۷۰ درصد بوده است.
- بهترین عبور خط انتقال در نمونه Nd:Y₂O₃ تفجوشی شده با SPS در حدود ۸۰٪ در محدود ۳ تا ۵ میکرومتر بوده و بیشترین عبور در طول موج ۵ میکرومتر ۸۳/۶۸٪ بوده که تا ۹۸/۳ درصد مقدار تئوری آن میباشد.
- با استفاده از اسپکتروفتومتر S100 که بر روی نمونه
 با استفاده از اسپکتروفتومتر Nto انجام شده
 ۲₂O₃
 ۲₄O₅ با غلظت ۱٪ آلاییده به یون Nd انجام شده
 است، محدوده جذب در طول موجهای ۵۸۱، ۵۹۰، ۵۹۰، ۷۴۵
 ۲۰۶ و ۸۲۰ نانومتر مشاهده شد. این طول موجهای
 جذب مربوط به یون Nd است.
- شدت گسیل با تحریک در طول موج ۳۵۳ و ۵۳۱ نانومتر برای نمونه با نانومتر با دیده بانی در ۱۰۶۴ نانومتر برای نمونه با غلظت ۱۰٪ آلاییده به یون Nd، حدود ۲ برابر بیشتر از شدت گسیل برای نمونه با غلظت ۱/۵٪ آلاییده به یون Nd
- بهترین نمونه سرامیک شفاف Y₂O₃ با غلظت ۱٪
 آلائیده به نئودیمیم بوده است.

🔥 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



concentration versus minimum solid area based mechanical propertyporosity relations," Journal of Materials Science, Vol. 28, pp. 2187– 2190, 1993.

- [12] R.W. Rice, "Grain size and porosity dependence of ceramic fracture energy and toughness at 22 °C, "Journal of Materials Science, Vol. 31, pp. 1969–1983, 1996.
- [13] F.P. Knudsen, "Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain Size," Journal of the American Ceramic Society, Vol. 42, pp. 367–387, 1959.
- [14] T. Tani, Y. Miyamoto, M. Koizumi, M. Shimada, "Grain size dependences of vickers microhardness and fracture toughness in Al2O3 and Y2O3 ceramics," Ceramics International, Vol. 12, pp. 33–37, 1986.
- [15] M. Boniecki, Z. Librant, A. Wajler, W. Wesołowski, H. Weglarz, "Fracture toughness, strength and creep of transparent ceramics at high temperature," Ceramics International, Vol. 38, pp. 4517 –4524, 2012.
- [16] Ikesue, K. Kam ata, T. Yamamoto, and I. Yamaga, "Optical Scattering Centers in Polycrystalline Nd: YAG Laser," J. Am. Ceram. Soc., vol. 80 [6], pp. 1517–22, 1997.
- [17] W.B. Liu, W.X. Zhang, J.Li, and Y.B. Pan, "Preparation of Spray- Dried Powders Leading to Nd:YAG Ceramics: The Effect of PVB Adhesive," Ceram. Int., 38 [1], pp. 259 – 64, 2012.
- [18] L. Jin, G. Zhou, S. Shimai, J. Zhang, S. Wang, "ZrO₂-doped Y₂O₃ transparent ceramics via slip casting and vacuum sintering," J.Eur.Ceram.Soc., vol. 30, pp. 2139–2143, 2010.
- Y. Tsukuda, "Properties of black Y₂O₃ sintered bodies, "Materials Research Bulletin, Vol. 16, pp. 453–459, 1981.



بررسی تأثیر زمان آبکاری الکترولس نیکل بر پوششدهی پودر SiC

محمد هفتنی (*، مینا سعیدی حیدری ، جلال الدین قضاوتی ۳

^۱ باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد دامغان، دانشگاه آزاد اسلامی، دامغان، ایران ۲ باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران ۳ گروه مهندسی مکانیک بیوسیستم، دانشکده فنی و مهندسی، واحد بناب، دانشگاه آزاد اسلامی، بناب، تبریز، ایران

* moh7tani@gmail.com

اطلاعات مقاله:	چکیده:
دریافت: ۱۴ فروردین ۱۳۹۷	در این تحقیق تأثیر زمان آبکاری بر پوشش دهی پودر SiC به روش الکترولس نیکل – بـور در سـه دمـای
پذیرش: ۱۷ تیر ۱۳۹۷	۷۵، ۸۵ و ۹۵ درجه سانتیگراد مورد بررسی قرار گرفته است. برای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودرهای
	SiC پوشش داده شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیزگر EDS استفاده شـد و بـه منظـور
كليد ه/ژه:	تعیین ترکیب و فازهای موجود در پودرهای SiC پوشش داده شده دستگاه پراش پرتو ایکس مورد استفاده
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	قرار گرفت. در فرآیند پوششدهی الکترولس، میزان زمان و دمای حمام آبکاری الکترولس تأثیر بسیاری بــر
نیکل- بـور، پوسـش دهـی، پـودر SiG ایکتر از مار آکا	میزان پوشش و یکنواختی آن بر روی سطح ذرات SiC دارند. نتایج نشان دهنده این است کـه بـیش تـرین
۵۱۵، الکترولس، زمان ابکاری	میزان پوشش نیکل– بور بر سطح ذرات SiC در زمان ۴۵ دقیقه و دمای ۹۵ درجه سانتیگراد حاصـل شـده
	است. با این حال یکنواختترین پوشش در زمان ۳۰ دقیقه و دمای ۸۵ درجه سانتیگراد به دست آمده است.
	آنالیز فازی نمونههای SiC پوشش داده شده نیز بیانگر آن است که در زمان ۳۰ دقیقه آبکاری الکترولس در
	هر سه دمای ۷۵، ۸۵ و ۹۵ درجه سانتیگراد؛ علاوه بر فاز SiC، فاز Ni نیز بر سطح ذرات SiC حضور دارد
	و با افزایش دما شدت پیکهای Ni افزایش یافته است.

۱– مقدمه

ذرات سرامیکی SiC دارای استحکام بالا، سختی بالا، مقاومت پوششی و مقاومت خوردگی بالا هستند که آنها را به عنوان مواد تقویت کننده ایده آلی در کامپوزیتهای زمینه فلزی مانند مواد زمینه آلومینیومی، زمینه آهن و زمینه منیزیم معرفی کرده است [۱–۳]. پودرهای سرامیکی پوشش داده شده با فلز به پودرهای کامپوزیتی با هستهای سرامیکی

و پوستهای فلزی اطلاق می شوند که به پودر سرامیکی خواص الکتریکی، مغناطیسی و شیمیایی ویژه می دهند و همزمان ترشوندگی میان فلز و ماده سرامیکی را بهبود می بخ شند [۴]. افزودن ذرات سرامیکی با استحکام و دیرگدازی بالا به یک زمینه فلزی منجر به تولید مادهای می شود که خواص آن بین آلیاژ زمینه و سرامیک تقویت کننده است. از مشکلات کاربرد صنعتی SiC در تولید مواد



در آبكارى الكترولس هيچ گونه جريان خارجي وجود ندارد و الکترون های مورد نیاز توسط واکنش شیمیایی در محلول تأمين مي شود. دليل گستردگي استفاده از اين روش، سازوکار تشکیل یوشش به وسیله احیای شیمیایی یا خود کاتالیزور یون های آبی روی سطح مورد نظر است. این سازوکار مزیت هایی نظیر قابلیت کنترل ساده، تکرارپذیری فرآیند، ایجاد لایه یکنواخت در تمامی سطوح و عدم وجود محدودیت در حجم سیستم دارد. بنابراین از فرأيند الكترولس مي توان به عنوان يک روش مؤثر بـراي اصلاح سطح بهره برد [۵–۷]. همچنین باید دقت کرد که در این روش پارامترهای مختلفی وجود دارد که می تواند بر کیفیت پوشش اثر بگذارد. تاکنون در خصوص پوشـشدهـی ذرات SiC بـه روش الکتـرولس نیکـل پارامترهای بسیاری مورد بررسی قرار گرفته است که شامل بررسی انواع روشهای فعالسازی، بررسی انواع مواد احیاکننده (هیدرازین و هیپو فسفیت) و انواع

نمکهای نیکل (سولفاتی و کلریدی) است و در آن ها نحوه یوشش دهی ذرات SiC با اندازه ذرات مختلف مورد بررسی قرار گرفته است [۲, ۸, ۹]. با این حال با توجه به بررسیهای صورت گرفته در خصوص ذرات SiC تاکنون تأثیر زمان فرآیند آبکاری الکترولس در حمامهای بوریدی مورد مطالعه قرار نگرفته است. البته تعدادی از دانشمندان اثر زمان در فرآیند الکترولس دیگر عناصر را بررسی کردهاند. شارما^۱ و همکارانش [۱۰] در بررسی پوشش های الكترولس نيكل روى آلياژهاي آلومينيوم تأثير افزايش زمان در دما و pH ثابت بر ضخامت لایه ایجادشده را به صورت خطی دانستند. بر اساس نتایج تحقیقات این دانشمندان با گذشت زمان نرخ رسوب گذاری مقدار اندکی کاهش می یابد که این امر می تواند به کاهش مقدار واکنش دهنده ها در الکترولیت مربوط باشد. نوری و همکارانش [۱۱] در تحقیقاتی که به منظور بررسی اثـر مورفولوژی ذرات اولیه SiC بر چگونگی ایجاد یوشش Co-P روى أن ها انجام دادهاند نشان دادند وجود نقايص بیشتر در سطح پودرهای اولیه نرخ رسوب گذاری را افزایش داده و موجب کاهش زمان مورد نیاز برای ایجاد یوشش می شود. ژانگ^۲ و همکارانش [۱۲] در سال ۲۰۰۵ در تحقیقاتی که به منظور بررسی تاثیر زمان رسوب گذاری بر مورفولوژی سطح و چگالی پوشش نیکل روی سطح ریز ذرات کروی شیشه انجام شد نشان دادنـد که با افزایش زمان ضخامت پوشش ایجادشده بیشتر می شود. با توجه به موارد ذکر شده در این مقاله تأثیر زمان آبکاری بر پوششدهی پودر SiC بهوسیله فرآیند

¹ Sharma

² Zhang



۱۵ میکرومتر، خلوص ۹۹/۹ درصد و ساخت شرکت

Chengdu Rong Feng کشور چین استفاده شد. در شکل

۱ الگوی پراش پرتو ایکس پودر کاربید سیلیسیم نـشان داده

شده است که تنها دارای فاز آلفا SiC است. تـصاویر SEM

آبكاري الكترولس نيكل بوربا استفاده از عامل احیاکنندہ بوروھیدرید سـدیم مـورد بررسـی قـرار گرفتـه است.

۲- فعالیتهای تجربی

در این تحقیق از پودر کاربید سیلیسیم با متوسط اندازه ذرات



شکل ۱ – الگوی پراش پر تو ایکس پودر SiC.



شکل ۲- تصاویر SEM پودر SiC.

پودر کاربید سیلیسیم مصرفی، ۱۵ میکرومتر است. آبکاری پودر کاربید سیلیسیم در حمام الکترولس نیکل – بور شامل ۴ مرحله است که در ادامه شرح داده شده است.

نتيجه حاصل از آناليز اندازه ذرات PSA³ و ميانگين اندازه ذرات پودر کاربید سیلیسیم مصرفی در شکل ۳ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود متوسط اندازه ذرات

³ Particle Size Analyser



شکل ۳– میانگین اندازه ذرات پودر SiC.

الف) شستشوی ذرات کاربید سیلیسیم بهوسیله استون و آب مقطر

برای هر بار پوشش دهی، ۲/۳ گرم پودر کاربید سیلیسیم به ۱۰ سی سی استون افزوده شد و به مدت ۱۵ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار گرفت تا آلودگی های احتمالی ذرات در استون حل شود. سپس استون حاوی ذرات اولتراسونیک شده در لوله های آزمایش ریخته شده و درون دستگاه گریز از مرکز قرار داده شدند تا ذرات از استون جدا گردند. مدت زمان ماندن لوله های آزمایش در دستگاه گریز از مرکز ۱۵ دقیقه بود. ذرات یکبار نیز با آب مقطر شستشو و در دستگاه گریز از مرکز قرار داده شدند. بعد از این مدت، ذرات از لوله آزمایش تخلیه گردیدند.

ب) مرحله حساسسازی

در این مرحله، محلول حساس سازی شده شامل ۰/۰۷ مولار کلرید قلع (SnCl₂) و ۴۰ میلی لیتر بر لیتر اسید کلریـدریک (HCl) آماده شد. این محلول کاملاً بی رنگ و شفاف است. ذرات کاربید سیلیسیم در این محلول ریخته شد و به مـدت ۱۵ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار داده شد و بعـد از آن، مانند مرحله قبل محلول درون لولههای آزمایش ریخته شده

و در دستگاه گریز از مرکز قرار داده شد تا ذرات از محلول جداشده و تهنشین شوند. شستشوی ذرات با آب مقطر نیز یکبار انجام شد. مرحله جداسازی ذرات در دستگاه گریز از مرکز ۱۵ دقیقه بود.

ج) مرحله فعالسازی

برای فعال سازی، ابتدا محلولی شامل ۰/۰۰۴۲ مولار کلرید پالادیوم (PdCl₂) و ۴۰ میلی لیتر بر لیت ر اسید کلریدریک آماده شد که مانند محلول حساس سازی کاملاً بیرنگ است. سپس مانند مرحله حساس سازی، ذرات به این محلول افزوده شدند و درون دستگاه اولتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه قرار گرفتند. پس از آن نیز مرحله گریز از مرکز و شستشو با آب مقطر و جداسازی مانند مرحله حساس سازی تکرار شد. د) مرحله آبکاری

آبکاری الکترولس پودرهای SiC در سه زمان ۱۵، ۳۰ و ۴۵ دقیقه در دماهای ۸۵، ۵۸ و ۹۵ درجه سانتی گراد مورد بررسی قرار گرفت. اجزای اصلی حمام آبکاری الکترولس و مقادیر آن ها در جدول ۱ آورده شده است. مقدار نمک سولفات نیکل، سدیم بوروهیدرید، کمپلکس کننده و NaOH بر اساس مقالات انتخاب شد [۱۴, ۱۴].



۳–۱– بررسی اثر زمـان در یوشـشدهـی	د اولیه ساخت حمام آبکا <i>ر</i> ی
بودر SiC به روش الکت ولس در	س پودر SiC
چ <u>بو</u> در عدی بانت کا در دی در دمام ۸۷ در جه سانت کا د	مقدار
	۱۵ گرم بر لیتر
شکا ۴ نمودار پراش پرتو ایکس نوونه های آرکاری شدو به	

شکل ۴ نمودار پراش پرتو ایکس نمونههای آبکاری شده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد را نشان میدهد. وجود پیکهای کوچک نیکل در این نمودار تشکیل پوشش نیکل بر سطح ذرات SiC را تأیید میکند. البته باید توجه کرد که به علت اینکه پوشش ایجادشده به صورت کامل روی ذرات ایجاد نشده است پیکهای نیکل در نمودار XRD با ارتفاع کم ظاهر شدهاند. نتایج حاصل از آنالیز EDS نیز که در شکل ۵ آورده شده است، وجود نیکل در پودرهای حاصل از آبکاری را تأیید می کند.

شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای آبکاری شده در دمای ۷۵ درجه سانتیگراد را نـشان مـیدهـد. وجود پوشش نیکل روی سطح ذرات SiC در این تصاویر قابل مشاهده است. اگرچه با افزایش زمان پوشش بیشتری روی سطح ذرات ایجاد شده است اما به طور کلی پوشش چندان یکنواخت به نظر نمی رسد که علت این امر را می توان پایین بودن دمای فرآیند آبکاری دانست. زیرا بر اساس نظر قضاوتی و سعیدی [۷] درجه حرارت مستقیماً روی واکنش هایی که در حمام الكترولس نيكل – بور انجام مي شود تأثير گذار است. دمای حمام روی سرعت واکنش های ۱ تا ۴ مؤثر است. به همین علت دمای حمام، میزان نیکل و بور واردشده به پوشـش را نیز کنترل می کند و سبب افزایش میزان نیکل و بور در پوشش می شود. در واقع پایین بودن دما سبب کاهش احیاء یون های نیکل شده است و در نتیجه فرآیند تشکیل لایه نیکل بر سطح ذرات SiC به خوبی انجام نمی شود.

جدول ۱ – مقادیر مواد اولیه ساخت حمام آبکاری
الکترولس یودر SiC

مقدار	مادہ
۱۵ گرم بر لیتر	NiSO ₄ - 6H ₂ O
به نسبت ۱ به ۱ با NiSO ₄ .6H ₂ O و به	NoDU
میزان ۱ سی سی در دقیقه	
به نسبت ۱ به ۳ با NiSO ₄ .6H ₂ O	$C_2H_8N_2$
۱۰ مولار	NaOH

یس از فرآیند آبکاری خشک کردن ذرات در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد و به مدت ۳ ساعت صورت گرفت. بـرای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودرهای SiC پوشـش داده شده از ميكروسكوپ الكتروني روبشي (Tescan (SEM ب ولتاژ اعمالی ۲۰–۱۵ کیلو ولت و مجهز به آنالیزگر EDS استفاده شد و به منظور تعیین ترکیب و فازهای موجود در یودرهای SiC یوشش داده شده دستگاه پراش پرتـو ایکـس (XRD) ساخت شرکت فیلیپس^[†] مورد استفاده قرار گرفت. الگوهای پراش با استفاده از پرتوی CuKα، فیلتر نیکل و ولتاژ ۴۰ کیلو ولت گرفته شدند.

۳- نتايج و بحث

به منظور بررسی چگونگی تأثیر زمان بر پوشش نیکل ایجادشده روی سطح ذرات SiC در فرآیند آبکاری تغییر وزن پودر SiC در دو حالت قبل و بعد از آبکاری محاسبه شد. در ادامه مقدار این تغییر وزن به همراه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نمودارهای پراش پرتو ایکس برای زمانهای ۱۵، ۳۰ و ۴۵ دقیقه در دماهای ۷۵، ۸۵ و ۹۵ درجه سانتی گراد آورده شده است.

¹ Philips

بررسی تأثیر زمان آبکاری الکترولس نیکل بر پوششدهی پودر SiC







شکل ۵- آنالیز EDS پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد و زمان الف) ۱۵، ب) ۳۰ و ج) ۴۵ دقیقه.

🗚 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷







شکل ۶– تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۷۵ درجه سانتیگراد و زمان الف) ۱۵، ب) ۳۰ و ج) ۴۵ دقیقه.

$BH_4^- + 4 OH^- = BO^{2-} + 2 H_2O + 2H_2 (g) + 4e^-$	(١
$BH_4^{-} = B + 2 H_2 (g) + e^{-}$	۲)
Ni $^{2+}$ + 2e $^{-}$ = Ni	۳)
$2 H_2O + 2 e^- = 2 OH^- + H_2 (g)$	۴)

است که این مقادیر به ترتیب معادل ۹، ۱۴ و ۱۸/۵ درصد افزایش وزن است. این اعداد نشان میدهد که با افزایش زمان آبکاری پوشش نیکل بیشتری روی سطح ذرات SiC رسوب نموده است که این امر در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز مشاهده شد.

در شـکل ۷–الـف و ۷–ب بـه ترتیـب نمـودار تغییـر وزن پودرهای SiC قبل و بعد از آبکاری در زمانهای مختلف در دمای ۷۵ درجه سانتی گراد به صورت مقدار و درصـد نـشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود اخـتلاف وزن پودرهای حاصل از آبکاری و پودرهای اولیـه در زمـانهـای ۱۵، ۳۰ و ۴۵ دقیقه به ترتیب ۲۰/۳ بـه ۲۰/۵ و ۲۰/۰۷ گرم

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 降





شکل ۷– الف) افزایش وزن و ب) درصد افزایش وزن پودرهای SiC قبل و بعد از آبکاری در دمای ۷۵ درجه سانتیگراد و زمانهای ۱۵، ۳۰ و ۴۵ دقیقه.

۲-۲- بررسی اثر زمـان در پوشــشدهــی پــودر SiC بــه روش الکتــرولس در دمای ۸۵ درجه سانتیگراد

شکل ۸ نمودار پراش پرتو ایکس نمونههای آبکاری شده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد را نشان میدهد. در این نمودار برخلاف نمودار مربوط به نمونه آبکاری شده در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد (شکل ۴)

پیکهای مربوط به نیکل با ارتفاع زیاد پدیدار شدهاند که نشاندهندهی وجود مقدار زیاد نیکل در نمونه است. بنابراین میتوان گفت احتمالاً در این دما پوشش نیکل با ضخامت و کیفیت مناسب روی سطح رسوب کرده است. در نتایج حاصل از آنالیز EDS نیز که در شکل ۹ آورده شده است، پیکهای نیکل با شدت مناسب در پودرهای حاصل از آبکاری دیده می شود.



شکل ۸- نمودار پراش پرتو ایکس نمونههای آبکاری شده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۸۵ درجه سانتیگراد.

♦ دورهی ۲ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷







کرده و خوشه ها را تشکیل می دهند و کلوخه های ریز همگن در فاصله بین خوشه ها تشکیل می شوند. کلوخه های بزرگ احتمالاً از هسته زایی ترجیحی بر اساس کاهش شیمیایی در مراحل اولیه ایجاد پوشش ناشی می شود. به همین دلیل رسوب نیکل اغلب روی نقاط کاتالیتیکی یا جزایر جدا از هم تشکیل شده و در ادامه به مجموعه های بزرگ تر از کلوخه ها تبدیل می شوند. پس از آن کلوخه های ریز و همگن در نتیجه هسته زایی و رشد Ni بر اساس مکانیزم های الکتروشیمیایی در همسایگی کلوخه های اصلی یا در فاصله خالی بین آن ها می توانند تشکیل شوند. با انجام فرآیند رسوب گذاری در زمان های بیش از ۱۵ دقیقه به تدریج سطح ذرات SiC با یک نازک باشد می تواند در اثر تجمع کلوخه های تشکیل شده در این دانشمندان پس از گذشت ۳۰ دقیقه از زمان رسوب گذاری این دانشمندان پس از گذشت ۳۰ دقیقه از زمان رسوب گذاری شکل ۱۰ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای آبکاری شده در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد را نشان می دهد. وجود پوشش نیکل روی سطح ذرات SiC در این تصاویر قابل مشاهده است. همان طور که در این تصویر مشاهده می شود با افزایش زمان آبکاری پوشش ایجادشده روی سطح ذرات افزایش یافته است، به طوری که در نمونه ی آبکاری شده در زمان ۳۰ دقیقه (شکل ۱۰–ب) سطح ذرات SiC به طور کامل پوشش یافته است. از طرفی در نمونه مربوط به ۴۵ دقیقه آبکاری (شکل ۲۰–ج) ضمن ضخیم تر شدن پوشش در کل سطح در برخی مناطق پوشش نیکل به صورت ناهمگن تجمع کرده است که موجب از بین رفتن یکنواختی پوشش شده است. علت این پدیده را می توان در مکانیزم ایجاد پوشش جستجو کرد. بر اساس نظر هی و همکارانش [۱۵] پس از ۱۰ دقیقه آبکاری ساختار کلوخهای نامنظم روی ذرات SiC شکل می گیرد. در این مرحله کلوخههای بـزرگ تجمع



یک لایه پیوسته و همگن به طور کامل سطح ذرات SiC را می پوشاند. آن ها همچنین بیان کردند تعدادی کلوخه همچنان روی لایه یایجاد شده رسوب می کنند و برخی از آن ها نیز باهم تجمیع می شوند. بر این اساس مکانیزم پیشنهادی برای تشکیل پوشش الکترولس نیکل روی ذرات SiC به شکل زیر است: رسوب گذاری از نقاط کاتالیتیکی آغاز شده و پس از آن واکنش هسته زایی الکتروشیمیایی در همسایگی کلوخه های نیکل و یا حد فاصل آن ها اتفاق می افتد و موجب تشکیل یک

ساختار کلوخهای نامنظم روی سطح می شود. با افزایش زمان سطح ذرات SiC با یک لایه پیوسته و نازک از جنس Ni پوشیده می شود. زمانی که فرآیند ادامه پیدا می کند کلوخههای نیکل تازه رسوب کرده به عنوان کاتالیست برای ادامه فرآیند ترسیب نیکل عمل می کنند. بر اساس این مکانیزم پس از تشکیل لایه اولیه در برخی مناطق کلوخه ها مجدداً تجمع کرده و باعث ضخیم شدن پوشش می شوند که این امر یکنواختی پوشش را از بین می برد.



شکل ۱۰ – تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۸۵ درجه سانتیگراد و زمان الف) ۱۵، ب) ۳۰ و ج) ۴۵ دقیقه.

نانو بودن پوشش ایجاد شده روی سطح ذرات SiC به خوبی در شکل ۱۱ نشان داده شده است. در این تصویر که از پودرهای آبکاری شده در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد و زمان

۳۰ دقیقه تهیه شده است و با استفاده از نرمافزار دیجی مایزر تحلیل شده است ذرات نیکل با اندازهی کمتر از ۱۰۰ نانومتر به وضوح دیده می شوند.





شکل ۱۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد و زمان ۳۰ دقیقه.

در شکل ۱۲–الف و ۱۲–ب به ترتیب نمودار تغییر وزن پودرهای SiC قبل و بعد از آبکاری در زمانهای مختلف در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد به صورت مقدار و درصد نشان داده شده است. بر اساس این نمودارها پس از فرآیند آبکاری

و با ایجاد لایهی نیکل روی سطح ذرات وزن نمونهها افزایش مییابد و با افزایش زمان آبکاری اختلاف وزن اولیه و ثانویه بیشتر هم میشود که این امر از ضخیم تر شدن لایه تشکیل شده روی سطح ذرات حکایت دارد.





۳-۳- بررسی اثر زمان در پوشـشدهـی پـودر SiC بـه روش الکتـرولس در دمای ۹۵ درجه سانتی گراد شکل ۱۳ نمودار پراش پرتو ایکس نمونههای آبکاری شده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۹۵ درجه سانتی گراد را نـشان

میدهد. در این نمودار پیکهای مربوط به نیکل با ارتفاع زیاد پدیدار شدهاند که نشان دهنده ی وجود مقدار زیاد نیکل در نمونه است. در نتایج حاصل از آنالیز EDS نیز که در شکل ۱۴ آورده شده است، پیکهای نیکل با شدت مناسب در پودرهای حاصل از آبکاری دیده می شود. بررسی تأثیر زمان آبکاری الکترولس نیکل بر پوششدهی پودر SiC



شکل ۱۳ – نمودار پراش پر تو ایکس نمونه های آبکاری شده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۹۵ درجه سانتی گراد.



شکل ۱۴ – آنالیز EDS پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۹۵ درجه سانتی گراد و زمان الف) ۱۵، ب) ۳۰ و ج) ۴۵ دقیقه.

شکل ۱۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونـی روبـشی پودرهـای آبکاری شده در دمای ۹۵ درجه سانتیگراد را نشان مـیدهـد.

پوشش نیکل روی سطح ذرات SiC در این تصاویر به خوبی دیده می شود. همان طور که در این تصاویر مشاهده می شود



سرعت واکنش های ۱ تا ۴ افزایش مییابد و در نتیجه سرعت احیای نمک فلز و تولید یون نیکل بیشتر می شود [۷]. بنابراین بر اساس مکانیزم پیشنهادی هی و همکارانش [۱۵] تعدادی از یون های نیکل نمی توانند در محل مناسب رسوب کرده و هسته هایی مجزا از جنس نیکل تشکیل می شود.

در این دما نیز با افزایش زمان آبکاری پوشش ایجاد شده روی سطح ذرات افزایش یافته است. البته در این شکل میتوان برخی نقاط را که در آنها ذرات نیکل به صورت خوشه تجمع کرده و روی سطح ذرات SiC قرار نگرفتهاند نیز مشاهده نمود. علت این امر این است که با افزایش دما





الف

شکل ۱۵– تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای SiC آبکاری شده در دمای ۹۵ درجه سانتیگراد و زمان الف) ۱۵، ب) ۳۰ و ج) ۴۵ دقیقه.

> در شکل ۱۶-الف و ۱۶-ب به ترتیب نمودار تغییر وزن پودرهای SiC قبل و بعد از آبکاری در زمانهای مختلف در دمای ۹۵ درجه سانتی گراد به صورت مقدار و درصد نشان داده شده است. بر اساس این نمودارها پس از فرآیند آبکاری

و با ایجاد لایهی نیکل روی سطح ذرات وزن نمونهها افزایش مییابد و با افزایش زمان آبکاری اختلاف وزن اولیه و ثانویه بیشتر هم میشود که این امر از ضخیم تر شدن لایه تشکیل شده روی سطح ذرات حکایت دارد.





شکل ۱۶– الف) افزایش وزن و ب) درصد افزایش وزن پودرهای SiC قبل و بعد از آبکاری در دمای ۹۵ درجه سانتیگراد و زمانهای ۱۵، ۳۰ و ۵۵ دقیقه.

۴-۳- بررسی اثر زمـان در پوشــشدهــی پودر SiC به روش الکترولس

تغییرات وزنی پودر SiC و درصد این تغییرات پس از پوششدهی الکترولس نیکل در زمانها و دماهای مختلف آبکاری در شکل ۱۷ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود در همه دماها با افزایش زمان آبکاری از ۱۵ به ۳۰ و ۴۵ دقیقه، میزان پوشش نیکل افزایش یافته است.





شکل ۱۷ – الف) تغییرات وزنی و ب) درصد تغییرات وزنی پودر SiC پس از پوششدهی الکترولس نیکل در زمانها و دماهای مختلف آبکاری.

> همچنین با افزایش دمای حمام آبکاری الکترولس از ۷۵ به ۸۵ و ۹۵ درجه سانتی گراد بر میزان پوشش افزوده شده

است. این امر که در نمودار پراش پرتو ایکس (شکل ۱۸) به صورت افزایش شدت پیکهای مربوط به نیکل خود را

۶۶ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



شد در دماهای ۷۵ و ۹۵ درجه سانتی گراد به ترتیب کم بودن و زیاد بودن سرعت واکنش ها موجب عدم پوشش دهی و یا ایجاد پوشش غیریکنواخت در سطح ذرات SiC نشان میدهد، ناشی از افزایش فعل و انفعالات در حمام آبکاری و در نتیجه افزایش تولید یون فلزی است. البته میبایست دقت کرد که این افزایش وزن پوشش به معنای بهبود کیفیت آن نیست. چنانچه در بخشهای قبل بحث



می شود.

شکل ۱۸ – آنالیز فازی پودرهای SiC آبکاری شده در زمان ۳۰ دقیقه و دمای الف) ۷۵ درجه سانتیگراد، ب) ۸۵ درجه سانتیگراد و ج) ۹۵ درجه سانتیگراد.

مراجع

۴– نتیجهگیری

- [1] F. Kretz, Z. Gácsi, J. Kovács, and T. Pieczonka, "The electroless deposition of nickel on SiC particles for aluminum matrix composites," Surface and Coatings Technology, vol. 180, pp. 575-579, 2004.
- H. Zhang, X. Wu, Q. Jia, and X. Jia, "Preparation and microwave properties of Ni–SiC ultrafine powder by electroless plating," Materials & design, vol. 28, pp. 1369-1373, 2007.
- [3] L.-M. Luo, Z.-L. Lu, X.-Y. Tan, X.-Y.

در فرآیند پوشش دهی الکترولس، میزان زمان و دمای حمام آبکاری الکترولس تأثیر بسیاری بر میزان پوشش و یکنواختی آن بر روی سطح ذرات SiC دارند. نتایج نشان دهنده این است که بیش ترین میزان پوشش نیکل – بور بر سطح ذرات SiC در زمان ۴۵ دقیقه و دمای ۹۵ درجه سانتی گراد حاصل شده است. با این حال یکنواخت ترین پوشش در زمان ۳۰ دقیقه و دمای ۸۵ درجه سانتی گراد به پوشش در زمان ۳۰ دقیقه و دمای SiC درجه سانتی گراد به شده نیز بیانگر آن است که در زمان ۳۰ دقیقه آبکاری در هر سه دمای ۵۵، ۵۸ و ۹۵ درجه سانتی گراد؛ علاوه بر فاز SiC سه دمای ۱۵، ۵۸ و ۵۵ درجه سانتی گراد؛ علاوه بر فاز SiC، فاز IN نیز بر سطح ذرات SiC حضور دارد و با افزایش دما شدت ییکهای IN افزایش یافته است. "Preparation of Ni-coated SiC Ceramic composite powder by electroless plating," in Applied Mechanics and Materials, 2012, pp. 77-80.

- [10] A. Sharma, M. Suresh, H. Bhojraj, H. Narayanamurthy, and R. Sahu, "Electroless nickel plating on magnesium alloy," Metal finishing, vol. 96, p. 10121416, 1998.
- [11] H. Noori, R. T. Mousavian, R. A. Khosroshahi, D. Brabazon, and S. Damadi, "Effect of SiC particle morphology on Co–P electroless coating characteristics," Surface Engineering, vol. 32, pp. 391-396, 2016.
- [12] Q. Zhang, M. Wu, and W. Zhao, "Electroless nickel plating on hollow glass microspheres," Surface and Coatings Technology, vol. 192, pp. 213-219, 2005.
- [13] X. Zhu, "Processability of Nickel-boron Nanolayer Coated Boron Carbide," University Libraries, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2008.
- [14] H. Dong, X. Zhu, and K. Lu,"Morphology and composition of nickel-

Ding, L.-M. Huang, J.-G. Cheng, et al., "A specific chemical activation pretreatment for electroless nickel plating on SiC ceramic powders," Powder Technology, vol. 249, pp. 431-435, 2013.

- [4] G. Ling and Y. Li, "Influencing factors on the uniformity of copper coated nano-Al 2 O 3 powders prepared by electroless plating," Materials Letters, vol. 59, pp. 1610-1613, 2005.
- [5] W. Riedel, Electroless nickel plating: ASM International, 1991.
- [6] J. R. Davis, Surface engineering for corrosion and wear resistance: ASM international, 2001.
- [۷] جلال الدین قضاوتی، مینا سعیدی حیدری،
 ۳۲, ۳۲, ۳۹ بر pH بررسی تأثیر دما و میزان pH بر پوششدهی پودر SiC به روش الکترولس Ni-B
 ۱۹۹۴، اولین کنفرانس ملی رویکردهای
- [8] J. Pázmán, V. Mádai, J. Tóth, and Z. Gácsi, "Investigation of the electroless nickel plated SiC particles in metal matrix composites," Powder Metallurgy Progress, vol. 10, pp. 102-109, 2010.
- [9] H. Yao, G. L. Zhu, and Y. Z. Wang,

🗚 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷


boron nanolayer coating on boron carbide particles," Journal of Materials Science, vol. 43, pp. 4247-4256, 2008.

P. He, S. Huang, H. Wang, Z. Huang, J. Hu, X. Cheng, et al., "Electroless nickel–phosphorus plating on silicon carbide particles for metal matrix composites," Ceramics International, vol. 40, pp. 16653-16664, 2014.



ایجاد اتصال سرامیک به فلز در ساخت پوسته تفنگ الکترونی لامپهای موج رونده (TWT)

محسن برزگر، احمدرضا محمد

شركت گسترش كاربرد باريكه الكترون

* m.82.63.bh@gmail.com

اطلاعات مقاله:	چکیده:
دریافت: ۳ اردیبهشت ۱۳۹۷	هدف از این تحقیق، ساخت پوسته تفنگ الکترونی لامپهای موج رونده حاو ی اتصالات سرامیک بـه فلـز
پذیرش: ۶ تیر ۱۳۹۷	است. با توجه به هزینه بالای ساخت چنین قطعات اب بند به خلاء. کوچکترین اشتباه در این مسیر موجب از
	بین رفتن انرژی و هزینه زیادی خواهد گشت، بنابراین در ابتدا نمونههایی آزمایشی طبق استاندارد ASTM
• 6 # Ja 1. 15	F19 برای بررسی شرایط اتصال دهی و رسیدن به خواص استحکامی و آب بند بـودن بـه خـلاء بـه کمـک
کليد وارد.	روش قالب گیری تزریقی ساخته شدند و تحت عملیات متالا یزینگ و پخت در دماهای ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ درجه
تفنگ الکترونی، لامپهای مـوج	سانتیگراد به مدت ۴۰ دقیقه قرار گرفتند. نتایج حاصل از آزمونهای کشش و نشـت.یابی نشـان داد کـه در
رونـده، اتصـال سـراميک بـه فلـز،	دمای۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، اتصال به طور مناسبی برقرار گردیده است، بـه طوریکـه اسـتحکام چسـبندگی
اببندی خلاء، استحکام چسبندگی	اتصالات برابر ۶۶ مگاپاسکال و میزان نشتی آنها به کمتر از ^{۱۲-} ۱۰> میلی بار لیتر بـر ثانیـه رسـید. پـس از
	حصول این نتایج، عملیات مورد نظر بر روی قطعات اصلی پوسته تفنگ الکترونی به طـور موفقیـت آمیـزی
	انجام گردید.

۱– مقدمه

لامپ موج رونده^۲، یک نوع خاص از لامپهای خلاء میباشد که در سیستمهای مخابراتی برای تقویت کردن سیگنالهای فرکانس رادیویی در محدوده مایکروویو مورد استفاده قرار می گیرد[۱]. قسمت اصلی این لامپ، تفنگ الکترونی آن است که در انتهای لامپ قرار دارد و وظیفه

¹ Traveling-wave tube

اصلی آن تولید پرتوهای الکترونی و ساطع کردن آنها است. این قطعه متشکل از چندین جزء است که یکی از این اجزاء، بدنه آن میباشد که حاوی اتصالات سرامیک به فلز است[۲].

اتصالات سرامیک به فلز آب بند به خلاء، عمدتاً برای انتقال سیگنالها، ولتاژهای بالا، جریانهای زیاد، گازها و سیالات از بیرون یک محفظه آب بند به خلاء به درون آن استفاده میشوند. این نوع اتصالات در تجهیزاتی از جمله



دستگاههای طیف سنج جرمی، میکروسکوپهای الکترونی، شتاب دهندههای ذرات، لامپهای توان بالا، لیزرهای توان بالا و ... به عنوان جزء حیاتی از آنها هستند که در صورت خراب شدن آنها، دستگاه قابلیت استفاده نخواهد داشت. این اتصالات به گونهای طراحی می شوند که بتوانند شرایط عایق الکتریکی و استحکام مکانیکی بالایی را فراهم کنند و بالاترین میزان خلاء را در شرایط دماهای بالا و دماهای زیر صفر درجه حفظ کنند [۴و۳].

به طور کلی روش های اتصال سرامیک ها به فلزات را می توان به دو دسته مکانیکی و شیمیایی تقسیم بندی کرد. در روش های شیمیایی، اتصالات توسط تماس نزدیک اتمی در سطح تماس بین اجزای اتصال ایجاد شده و به دو دسته اتصال حالت جامد و اتصال حالت مذاب تقسیم بندی می شوند. از این میان فرآیند سینترینگ پودرهای فلزی یا فرآیند مولی – منگنز، به عنوان زیر مجموعه ای از اتصال حالت مذاب، یکی از بهترین و پر کاربردترین روش های اتصال سرامیک های آلومینایی به فلز برای کاربردهای آب بند به خلاء می باشند. زیرا که تغییرات جزئی در متغیرهای فرآیند اثر چندانی روی کیفیت اتصالات ندارد [۷وعو۵]. این فرآیند، لحیم کاری سخت سرامیک به فلز را امکان پذیر می نماید.

در این روش در لایه متالیزه عمدتاً از فلزات دیرگداز که دارای ضریب انبساط حرارتی پایینی میباشند، استفاده میشود، به طوری که ابتدا سطح سرامیک به کمک رنگهای حاوی پودرهای فلزی مولیبدن و منگنز پوششدهی و در ادامه به کمک آلیاژهای پرکننده فلزی، به همدیگر بریز میشوند[عو۵]. در این فرایند اتصال دهی در

صورت عدم ایجاد اتصال مناسب پوشش مولیبدنی به سرامیک، علاوه بر به هدر رفتن زمان زیاد، هزینههای بالایی نیز بابت ساخت قطعات سرامیکی و فلزی از دست خواهد رفت.

برای رسیدن به چسبندگی مطلوب، باید پارامترهای زیادی کنترل شود که یکی از مهمترین آنها انتخاب دمای مناسب برای عملیات سینترینگ یوشش متالایز است[۹و۸و۷]. محققان بیان کردهاند که دمای سینترینگ باید به گونهای باشد که حداقل ۲۰۰ درجه بالاتر از دمای یوتکتیک و حداکثر ۳۰۰ درجه پایین تر از دمای دفورمه شدن نمونههای سرامیکی باشد، به طوری که دمای مناسب باری عملیات زینتر پودرهای متالایز ۱۴۰۰ تا ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد گزارش شده است و در صورت انتخاب صحیح پارامترها، استحکام اتصالات سرامیک به فلز باید بیشتر از ۵۰ مگاپاسکال گردد[۱۰و۷و۵]. همچنین با انتخاب دمای مناسب میتوان از صرف انرژی های اضافی مربوط به افزایش دما و زمان زینتر، جلوگیر کرد که از لحاظ صنعتی یک پارامتر مهم در تولید به حساب میآید. بنابراین هدف از این تحقیق، انتخاب دمای مناسب برای ایجاد اتصال سرامیک به فلز و اجرای مناسب فرآیند اتصال دهى براى ساخت پوسته تفنگ الكتروني لامپهاى

موج رونده است که حاوی چندین اتصال سـرامیک بـه فلـز میباشند.

۲- فعالیتهای تجربی

در این تحقیق، ابتدا، برای بررسی اتصال سرامیک به فلز، از سرامیکی با ترکیب شیمیایی ۹۴ درصد آلومینا و فلـزی



از جنس آلیاژ آهن- نیکل-کبالت با نام تجاری کوار استفاده گردید. برای ساخت خمیر متالایز، ابتدا پودرهای مولیبدن و منگنز به نسبت ۸۰ به ۲۰ با همدیگر مخلوط و بعد از آن به محلولی شامل استون و لاک نیتروسلولوز اضافه شدند و به مدت ۱۵ ساعت، تحت عملیات مخلوط سازی (به منظور هموژن سازی پودر با مواد آلی) قرار گرفتند[۵]. ترکیب شیمیایی خمیر متالایز در جدول ۱ نشان داده شده است.

در ایـن راسـتا بـرای بررسـی اولیـه خـواص اسـتحکامی و ریزسـاختاری اتصـالات، نمونـههـای سـرامیکی و فلـزی و نگهدارندههای آنها در حین آزمون کشـش طبـق اسـتاندارد شکل ۲۱ و سپس به وسیله یک قلمو، خمیر متالایز بر روی (شکل ۱) و سپس به وسیله یک قلمو، خمیر متالایز بر روی سطح مقطع مورد نظر سرامیک برای اتصال اعمال شد. ایـن نمونهها، تحت اتمسفر هیدروژن بـا دیوپوینـت بـالاتر از ۲۰ درجـه سـانتیگراد و در دماهـای ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ درجـه سانتیگراد به مدت زمان ۴۰ دقیقه پخت شدند. بعد از آن بـر روی سـطح متـالایز شـده نمونـهها، یـک لایـه نیکـل بـا فخامت ۲۰ تـا ۱۵ میکـرون، بـه روش آبکـاری الکتریکی، پوششدهـی شـد. ایـن پوشـشهـا در دمـای ۱۰۰۰ درجـه سانتیگراد تحت اتمسفر هیدروژن خشک، با دیوپوینت کمتـر از ۲۰– درجه سانتیگراد، آنیل شدند.

بعد از عملیات آبکاری و آنیل، عملیات اتصال دهی به روش لحیم کاری سخت و با استفاده از آلیاژ پرکننده پایه نقره (Ag-28Cu) انجام شد. برای بررسی میزان نشتی اتصالات از دستگاه نشتی یاب مدل 1300 Leybold و برای بررسی میزان استحکام اتصال از دستگاه کشش مدل

SANTAM STM-250 استفاده شد. همچنین جهت مشاهده ریزساختارها از میکروسکوپهای الکترونی روبشی مدل ISI ABT SR-50 و مدل VEGA// TESCAN نتایج مجهز به آنالیزگر EDS بهره گرفته شد. بعد از بررسی نتایج حاصل از آزمونهای انجام شده بر روی نمونههای آزمایشی کشش، عملیات فوق بر روی نمونههای اصلی انجام شد. نقشه و قطعات آماده شده برای ساخت تفنگ الکترونی در شکل ۲ و ۳ نشان داده شده است.

جدول ۱ – ترکیب شیمیایی خمیر متالایز (٪).

nitrocellulose lacquer	methyl ethyl ketone	acetone	Mo	Mn
١٢	۶	١٣	۵۵	14



شکل ۱ – نقشه نمونههای سرامیکی و فلزی مورد نیاز برای آزمون کشش به همراه نگهدارنده آنها.



۳- نتایج و بحث

در شکل ۴، آنالیز پراکنش اشعه ایکس از سرامیک ساخته شده قبل و بعد از عملیات پخت پوشش متالایز نشان داده شده است. نتایج نشان میدهد که نمونههای سرامیکی حاوی فازهای کریستالی آنورتیت و اسپینل میباشند. محققان بیان کردهاند که در صورت حضور فاز آنورتیت در ساختار و عدم حذف شدن آن، در حین سرد شدن این فاز کریستالی رشد کرده و باعث ایجاد ترک در فصل مشترک اتصال لایه متالایز با سرامیک میشود[۸]. با بررسی دو دمای ۱۵۰۰ و ۱۹۰۰ درجه سانتیگراد، مشخص شد که در دمای متالایز ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، بعد از سرد شدن تحت سرعت ۱۰۰ درجه بر دقیقه تا دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد، هیچ پیک آنورتیتی تشخیص داده نشده است، اما در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد این فازها

نمایی از نمونههای متالایز شده و بریز شده در شکل ۵ نشان داده شده است که طبق استاندارد ASTM F19 (شکل ۱) ساخته شدهاند. همچنین در شکل ۶۰ تصویری از آزمون کشش با استفاده از نگهدارندههای مورد نیاز برای قرارگیری نمونههای کشش در فک دستگاه، قابل مشاهده است. نتایج حاصل از آزمون کشش (جدول ۲) نشان داد که میزان استحکام اتصال پوشش حاصل در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد برابر ۲۲ مگاپاسکال و در دمای ۱۶۰۰ درجه ماناسب برای قابلیت کاربرد اتصالات سرامیک به فلز در تجهیزات خلاء باید از ۵۰ مگاپاسکال بیشتر باشد. [۷].که تنها دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد، موجب ایجاد استحکام مطلوب شده است. علاوه بر این آزمون نشت یابی نیز نشان



جنس قطعه	نام قطعه	شماره
کوار	رابط اتصال تفنگ الکترونی به آند	١
سرامیک	سرامیک اصلی	٢
کوار	پوسته متمرکز کننده	٣
سرامیک	رینگ سرامیکی ۱	۴
کوار	مقر کاتد	۵
سرایک	رینگ سرامیکی ۲	۶
کوار	اتصال خارجي رشته گرمساز	٧

شکل ۲ – نقشه پوسته تفنگ الکترونی



شکل ۳– قطعات ساخته شده برای تولید پوسته تفنگ الکترونی

۷۴ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



میلی بار لیتر بر ثانیه) برای کاربردهای آب بند خلاء رسیده است (شکل ۷).

میدهد که سرعت نشتی بعد از فرآیند متالایزینگ در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد به کمترین میـزان ممکـن (^{۱۲-}۱۰>



شکل ۴– پراکنش اشعه ایکس از نمونه الف) قبل از فرآیند متالایزینگ و بعد از فرآیند متالایزینگ با سرعت سرد شدن ۱۰۰ درجه بر دقیقه از دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد ب) بعد از فرآیند متالایزینگ با سرعت سرد شدن ۱۰۰ درجه بر دقیقه از دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد.



شکل ۵- نمونه استاندارد برای بررسی میزان استحکام چسبندگی لایه متالایز.



شکل ۶- آزمایش کشش برای نمونههای اتصال دهی شده در شکل ۴.





شکل ۷- آزمون نشت یابی برای نمونههای اتصال دهی شده در شکل ۴.

نرخ نشتی (Mbarlit/S)	استحکام کششی (Mpa)	دمای متالایز (℃)
<\. ⁻ *	٢٢	10
<111	<i>۶⁹</i>	18

مىدھد.

شت یابی محلهای اتصال.	ون کشش و ن	حاصل از آزمو	جدول ۲- نتایج
-----------------------	------------	--------------	---------------

نتایج بررسیهای ریزساختاری فصل مشترک اتصال قطعات به کمک میکروسکوپ الکترونی، در شکل ۸ نشان داده است. در شکل ۹ نیز، نتایج آنالیز خطی از فصل مشترک اتصال سرامیک به فلزتحت دمای متالایز ۲۶۰۰ درجه سانتیگراد ، نشان داده شده است. با توجه به نتایج آنالیز خطی مشاهده میشود که فاز شیشه به طور مناسب به درون لایه مولیبدن نفوذ کرده است، به طوری که هیچگونه نفوذی از آلیاژ پرکننده به درون لایه متالایز و رسیدن به سطح اتصال تشخیص داده نشد. این نتایج ریزساختاری به نوبه خود، نتایج حاصل از آزمون کشش و نشت یابی را تایید می کند، به طوریکه در اثر عدم نفوذ فاز شیشه به داخل لایه

مولیبدن و نفوذ آلیاژ پرکننده به درون آن، لایه متالایز دچار نشتی شده و به استحکام مطلوب دست نمییافت [۱۴و۱۳]. این درحالی است که تحت دمای متالایز ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد، در حین آزمون کشش لایه متالایز به راحتی از سطح سرامیک جدا شد (شکل۱۰). بعد از دست یابی به نتایج مطلوب اتصال دهی سرامیک به فلز، عملیات اتصال دهی برای ساخت پوسته تفنگ الکترونی به طور موفقیت آمیزی انجام شد. شکل ۱۰، تصویری از پوسته تفنگ الکترونی بعد از عملیات اتصال دهی را نشان

۷۶ دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷





شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فصل مشترک اتصال نمونههای کشش، متالایز شده

در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد.





شکل ۹– آنالیز خطی از لایه متالایز پوشش داده شده بر روی سرامیک تحت دمای ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد.



نقره

ایجاد اتصال سرامیک به فلز در ساخت پوسته تفنگ الکترونی لامپهای موج رونده



شکل ۱۰ – تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فصل مشترک اتصال نمونه های کشش، متالایز شده

تحت دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد.



شكل ۱۱- پوسته تفنگ الكترونی بعد از عملیات بریزینگ.

۴- نتیجه گیری

- با انتخاب دمای مناسب برای پخت پوشش های متالایز (مولیبدن) بر روی سرامیک آلومینایی ۹۴ درصد، می توان فازهای کریستالی نامناسب برای استحکامدهی را حذف کرد، به طوری که فاز آنورتیت به عنوان فازی نامطلوب برای چسبندگی پوشش متالایز، در دمای پخت ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد حذف گردید و استحکام اتصال افزایش یافت.
- نتایج حاصل از آزمون کشش نشان میدهد که با افزایش دمای متالایز از ۱۵۰۰ به ۱۶۰۰ درجه

سانتیگراد، استحکام چسبندگی اتصال از ۲۲ به ۶۶ مگاپاسکال بهبود یافته است. این درحالی است که با افزایش استحکام، سرعت نشتی نیز به سرعت کاهش بافته است.

- با استفاده از روش اتصال سرامیک به فلز، پوسته تفنگ الكترونى لامپ موج رونده به طور موفقيت أميزى ساخته شد. با توجه به این دست یافت، میتوان پوستههای تفنے الکترونی برای دستگاہ ای دیگری ماننے د شتابدهندهها و جوشکاری تحت خلاء را نیز فراهم کرد.

> دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 28



Electronics Comp onents of Domestic and Oversea", Vacuum Electronics, Vol. 4, pp. 1-6, 2003.

- [14] JX. ZHANG, L.Q GAO, "Study on Sintering Mechanism of the Metallized Layers of 95% Al2O3 Ceramic in Mo-Mn Process", Vacuum Electronics, Vol. 4, pp.1-3, 2007.
- Luiz, Robert. "A Comprehensive Review of Travelling-Wave Tube Technology", DEFENCE RESEARCH ESTABLISHMENT OTTAWA, No. DREO-TN-80-1, 1979.
- [2] https://www.britannica.com/technology/e lectron-gun
- [3] AG. Pincus, "Metallographic Examination of Ceramic-Metal Seals", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 36, pp. 152-8, 1953.
- [4] A. Roth, "Vacuum sealing techniques. Springer Science & Business Media", pp. 201-210,1994.
- [5] WH. Kohl, "Handbook of materials and techniques for vacuum devices", 1967.
- [6] F. Rosebury, "Handbook of electron tube and vacuum techniques", pp. 54-75,1956.
- [7] J. T. Klomp, "Joining of Ceramic–Metal Systems: Procedures and Microstructures", In Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials", Oxford, pp. 263-271, 1991.
- [8] ME. Twentyman, P. Popper, "Hightemperature metallizing". Journal of Materials Science".Vol. 10, pp. 777-90, 1975.
- [9] I. Foroutan, R. S. Mamoory, N. Ranjbar, "Investigating effect of temperature and time of metalised layer sintering by SMPP method on tensile strength and thermal shock resistance", Materials Science and Technology, Vol. 26, pp.487-492, 2010.
- [10] Y. Zhang, XC. Chen, "Progress in joining ceramics to metals". Journal of iron and steel research, international, Vol. 13, pp. 1-5, 2006.
- [11] ASTM F19 11, "Standard Test Method for Tension and Vacuum Testing Metallized Ceramic Seals", 2016.
- [12] AWS C3.2M/C3.2:2008, "Standard Methods for Evaluating the Strength of Brazed Joints", 2008.
- [13] Z. Ju-xian, "Microstructure of Metallized Alumina Ceramics Applied in Vacuum

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 📢

مراجع



بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی منیزیم- کاربید سیلیسیوم از برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D

وحيد پويافرا*، سميه نيکمردان'، محمدتقي همداني'

^۱ گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز ^۲ گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز، تبریز

* pouyafar@tabrizu.ac.ir

اطلاعات مقاله:	چکيده:
دریافت: ۲۹ اردیبهشت ۱۳۹۷	در این تحقیق از فرآیند آسیای مکانیکی به عنوان ب
پذیرش: ۲۴ شهریور ۱۳۹۷	خام و انرژی، برای تولید پودر از برادههای آلیـاژ من
	آسیای گلولهای سیارهای استفاده گردید. پودرهای با
· 0 * 10 1.15	سیلیسیوم در دو اندازهی ریز و درشت توسط همـا
لي وارد.	پارامترهای آسیا و آلیاژسازی مکانیکی (زمان، نسبت
اليــاژ منيــزيم AZ91D، اســياي	میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میـدانی (SEM
مکانیکی برادهها، کاربید سیلیسیوم،	بررسی قرار گرفت. بازدهی پودر نیز بهعنوان یکی ا
الیاژسازی مکانیکی	از آسیای گلولهای، در پودرهای آسیا شده تعیین شد

۱– مقدمه

فرآوری فلزات و صنایع مشابه مربوط به فرآیندهای ساخت از قبیل ماشین کاری، پرداخت سطح و رنگزنی به عنوان

در این تحقیق از فرآیند آسیای مکانیکی به عنوان یک روش بازیافتی مؤثر در جلوگیری از مصرف زاید مواد خام و انرژی، برای تولید پودر از برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D با متوسط اندازهی (mm) ۴×۲×۱ در آسیای گلولهای سیارهای استفاده گردید. پودرهای به دست آمده با ۷۰ درصد وزنی (۵۷ درصد حجمی) کاربید سیلیسیوم در دو اندازهی ریز و درشت توسط همان دستگاه، آلیاژسازی مکانیکی شد. تأثیر همزمان پارامترهای آسیا و آلیاژسازی مکانیکی (زمان، نسبت وزنی گلوله به پودر) بر پودرهای تولید شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) و دستگاه مانیژی مخدان اندازهی ذرات (PSA) مورد بررسی قرار گرفت. بازدهی پودر نیز به عنوان یکی از مهمترین شاخصها در تخمین مقدار پودر حاصل پس از آسیای گلولهای، در پودرهای آسیا شده تعیین شد. تایج به دست آمده ادر تخمین مقدار پودر حاصل پس مکانیکی با انتخاب نسبت وزنی گلوله به پودر بالا میتوان در زمانهای آسیای پایین تری به پودر با اندازهی درات ریزر، بازدهی بیشتر و توزیع یکنواختتر ذرات کامپوزیتی دست یافت. بهترین نتیجه در مورد آسیای مکانیکی در شرایط ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵۰۱ و در موره آسیای پایین تری به پودر با اندازهی برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و هم ۲۳۲ میکرونی، در شرایط ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پ در برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و هم ۲۳۸ میکرونی، در شرایط ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پ در ۲۰:۱ به دست آمد. الگوهای پراش اشعه ی ایکس (ARD) برادهها و پودر حاصل از آسیا و آلیاژسازی مکانیکی، هر مکانیکی نشان دهندهی عدم ایجاد فاز ناخواستهای در این فرآیندها میهاند.

صنایع آلاینده پذیرفته شدهاند. بخش عمدهی موضوعات مورد بحث در رابطه با فرآوری/ تولید فلزات، ماشین آلات و بخشهای خودکار، مصرف مقادیر زیاد مواد خام و انرژی بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...

میباشد [1]. با استفاده از روش های بازیافتی مؤثر می توان از مصرف زاید مواد خام و انرژی جلوگیری کرد [3,2].

منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل وزن سبک و استحکام ویژهی بالایشان اهمیت تکنولوژیکی قابل توجهی در صنایع اتومبیل، دفاعی و هواپیمایی دارند. ماشین کاری یکی از مهمترین فرآیندهای مورد استفاده در ساخت محصولات نهایی و نیمه نهایی منیزیم و آلیاژهای منیزیم از طریق برداشتن قسمتهای اضافی به شکل برادههای ریز می باشد. مقدار برادههای تولید شده در نتیجهی فرآیند ماشین کاری بالاست بهطوری که بازیافت برادههای ماشین کاری به دلایل صنعتی و محیطی ضروری می باشد. معمولاً ریخته گری به عنوان یک روش سنتی بازیافت براده در نظر گرفته می شود. با این وجود در دو دههی پیشین معلوم شده است که بازیافت برادهها از طریق ریخته گری، یک فرآیند انرژیبر، مخرب محیطی و با هزینه ی بالا می باشد. همچنین مشخص شده است که درصد بالایی از جرم براده ها حین بازيافت توسط فرآيند ريخته گرى هدر مىرود [4]. علاوه بر این، زنجیرهی فرآیند ریخته گری مرسوم شامل چهار مرحلهی اصلی میباشد: (۱) متراکم کردن برادههای فلز، (۲) ذوب شمش برادهها با استفاده از کوره، (۳) اتمیزاسیون فلزات ذوب شده، (۴) آنالیز دانهبندی با الک'. اما تولید یودرهای فلزی از برادهها می تواند با استفاده از آسیای مکانیکی^۲ (MM) در یک مرحله صورت گیرد.

آسیای مکانیکی از ضربههای با انرژی بالا بر روی ذرات از طریق برخوردهای گلوله – ذره – گلوله و گلوله – ذره – ظرف که باعث تغییرشکل پلاستیکی شدید، شکسته شدن و

🗚 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

جوش خوردگی سرد مکرر ذرات و منجر به تولید یودرهای میکرونی و زیرمیکرونی مے شود استفادہ مے کند [6,5]. آسیای مکانیکی یک جایگزین مهم باری سایر روش های تولیدی در آمادهسازی یودرهای نانوکریستال، یودرهای نانو، پودرهای کامپوزیتی و ترکیبات بین فلزی با محدودهی وسیعی از ترکیب و ساختار در سال های اخیار ایجاد کارده است. آسیای مکانیکی یک روش فرآوری پودر میباشد و به ویژه برای ساخت پودرهای کامپوزیتی و آلیاژی که تهیه کردن شان با فرآیندهای مرسوم به علت فشار بخار بالا یا اختلاف زیاد در دمای ذوب اجزا مشکل است، مفید می باشد [7,6]. آسیای مکانیکی پودرهایی با خواص فوق العاده مانند توزیع اندازه با گسترهی محدود در مقایسه با سایر روشهای توليد پودر از قبيل اتميزاسيون، رسوبدهي شيميايي بخار و الكتروليز توليد مي كند. بعـ لاوه، أسـياي مكانيكي يتانسـيل بالایی در ترکیب انواع مختلفی از پودرهای نانوکریستالین، يودرهاي كاميوزيت زمينه فلز و يودرهاي آلياژي بـا خـواص منحصر بهفرد نشان داده است [9,8].

در سالهای اخیر بررسیهای بسیاری بر روی آلیاژها و کامپوزیتهای زمینه فلزی تولید شده از طریق متراکم کردن برادههای ماشین کاری با استفاده از روش آسیای مکانیکی و متالورژی پودر گزارش شده است. ثین و همکاران [10]، آسیاکاری مکانیکی را برای تولید پودر نانوکامپوزیت آسیاکاری مکانیکی را برای تولید پودر نانوکامپوزیت برادههای منیزیم بازیافتی به کار بردند. پودرها تحت فرآیندهای پرس تکمحوره، زینترینگ و اکستروژن گرم به منظور تولید نمونههای حجیم جامد قرار گرفتند و تأثیر آسیاکاری و درصد تقویت کنندهی نیترید آلومینیوم بر روی



¹ Sieve Analysis

² Mechanical Milling



خواص مکانیکی مانند استحکام کششی و انعطاف پذیری بررسی شد. در نمونههای با ۱% و AlN ۲% حداکثر استحکام پس از ۱۰ ساعت آسیا و حداکثر انعطاف پذیری پس از ۳۰ ساعت آسیا بهدست آمد؛ در نمونههای با AlN %۵ نیز حداکثر استحکام یس از ۱۰ ساعت آسیا ولی حداکثر انعطاف پذیری پس از ۲۰ ساعت آسیا حاصل شد. پراسویریاکاو [11] کامیوزیتهای پایه مس تقویت شده با ۳۵–۱۵ درصد وزنی کاربید سیلیسیوم را با استفاده از برادههای آسیا شدهی مس با اندازهی کمتر از ۵۰۰۰ میکرومتر و ذرات کاربید سیلیسیوم ۱۰ میکرومتری توسط آلیاژسازی مکانیکی⁽ (MA) در یک آسیای سیارهای و پرسکاری داغ تھیے کرد. در این تحقيق تأثير مقدار SiC بر روى سختى، رسانايي الكتريكي، چگالی و ضریب انبساط حرارتی کامپوزیتها بررسی شد. با افزایش زمان آسیا و مقدار SiC (تا ۲۵% وزنی) به دلیل همگنی ریزساختار و ریز شدن ذرات تقویت کننده، سختی كامپوزيت افزايش يافت؛ ولي افزودن بيش از ٢٥% وزني (۴۸% حجمی) مقدار SiC به علت کاهش شدید همگنی ریزساختاری و افزایش تخلخل نمونههای بهدست آمده، باعث کاهش سختی کامپوزیت شد. رسانایی الکتریکی و ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت ها در سراسر محدودهی حجمی SiC کاهش داشتند. شرافت و همکاران [12]، امکان بازیافت برادههای آلیاژ Al7075 به کمک پودرهای آلومینیوم خالص تجاری، از طریق روش متالورژی پودر و فرآیند اکستروژن داغ را بررسی کردند. تأثیر پودرهای آلومینیوم و مقادیرشان بر روی خواص مکانیکی برادههای بازیافتی مطالعه شد. طبق نتایج بهدست آمده با افزایش مقدار براده در نمونهها استحکام

¹ Mechanical Alloying

[13] برادههای بهدست آمده از ماشین کاری آلیاژ آلومینیوم A2011 را در قالب فلزی تا ۹۰% چگالی واقعی در دمای اتاق متاراکم کارده و از فرآیناد اکستروژن در محدودهی نیمهجامد استفاده کردند. مشاهده شد کـه نیـروی اکسـتروژن نیمه جامد در مقایسه با اکستروژن داغ حدود ۴۰ درصد یایین تـر اسـت و قطعـات اکسـترود شـدهی نیمـهجامـد بـا نسبتهای اکستروژن بیشتر از ۱۰ دارای خاصیت افزایش طول عالى در مقايسه با محصول تجارى شده مىباشند. همانطور که قبلاً اشارہ شد با توجیہ ہے اهمیت تکنولوژیکی بالای منیزیم و آلیاژهای آن و لزوم بازیافت برادههای تولیدی به دلایل صنعتی و محیطی و نیز استفاده از آسیای مکانیکی در تولید پودرهای فلزی از برادهها با خواصی منحصر بهفرد، در تحقيق حاضر فرآيند آسياي مكانيكي برادههاي آلياژ منيزيم و آلیاژسازی مکانیکی پودر بهینهی حاصل همراه با ذرات تقویت کننده بررسی شده است. همچنین در سایر تحقیقات انجام شده تا به حال، مطالعه بر روی هر یک از پارامترهای این فرآیندها بهصورت مجـزا صـورت گرفتـه اسـت. در ایـن تحقیـق تـأثیر همزمان پارامترهای فرایند بر پودرهای تولید شده قبل و بعد از آلیاژسازی مکانیکی مورد بررسی قرار گرفته است.

افزایش و انعطاف پذیری کاهش یافت. سوگییاما و یاناگیموتو

۲- فعالیتهای تجربی ۲-۱- مواد

در این تحقیق از برادهای آلیاژ منیزیم AZ91D ماشین کاری شده توسط دستگاه فرز با متوسط اندازهی (mm) ۲×۲×۴ استفاده شد. برای جلوگیری از اشتعال برادهها حین ماشین کاری از آب صابون استفاده و در پایان برادهها بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...

شستشو داده شد. شکل ۱ تصویر این برادهها را نشان میدهد. آنایلز ترکیب شیمیایی آلیاژ مورد نظر توسط تکنیک طیفسنجی پلاسمای کوپل شده ی القایی⁽ (ICP) بر روی برادهها انجام شد. درصد وزنی عناصر موجود در این آلیاژ در جدول ۱ آورده شده است. پودر کاربید سیلیسیوم با ساختار بلوری از نوع آلفا و در دو اندازه ی ذرات ۲ و ۲۳۸ میکرون به عنوان تقویت کننده به کار رفت. میزان SiC مورد استفاده، ۷۰ درصد وزنی (۵۷ درصد حجمی) انتخاب گردید.



شکل ۱– برادههای ماشینکاری شدهی آلیاژ منیزیم AZ91D

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ منیزیم AZ91D

(درصد وزنی)

Ni	Fe	Cu	Si	Mn	Zn	Al	Mg
0.0004	0.003	0.004	0.008	0.2	0.5	8.53	فلز پايه

۲-۲- آسیای مکانیکی برادهها و بررسـی پودر تولید شده

به منظور انجام فرآیند آسیای مکانیکی و همچنین آلیاژسازی مکانیکی از آسیای گلولهای سیارهای که در شکل ۲ نشان داده شده است استفاده شد. این آسیا دارای دو کاپ فولادی به حجم ۲۵۰ میلیلیتر میباشد. برای جلوگیری از اکسید

¹ Inductively Coupled Plasma

🗚 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷

شدن و آلودگی برادهها و پودرها در حین آسیای مکانیکی از گاز آرگون با فشار ۲۰۰–۱۵۰ میلیبار و برای جلوگیری از جوش سرد اضافی در حین فرآیند آسیاکاری از اسید استئاریک به عنوان عامل کنترل کننده ی فرآیند^۲ (PCA) استفاده شد. برادهها در ۳ زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر^۳ (BPR) مختلف آسیا شده و پودر بهدست آمده از لحاظ مورفولوژی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی^۴ مدانی^۴ (FESEM)، اندازه ی ذرات توسط دستگاه سنجش اندازه ی ذرات^۵ (PSA) و بازدهی پودر بررسی شد. شرایط فرآیند آسیاکاری در جدول ۲ آورده شده است. پودر بهینه ی حاصل از این بخش به عنوان ماده ی اولیه در تولید پودر کامپوزیتی از این بخش به عنوان ماده ی استفاده شده است.



شکل ۲– (a) آسیای گلولهای سیارهای و (b) کاپهای آسیا شامل گلولهها، براده و پودر

² Process Control Agent

³ Ball to Powder Ratio

⁴ Field Emission Scanning Electron Microscope

⁵ Particle Size Analyzer

۲–۳– آلیاژسازی مکانیکی پودر حاصل از آسیا و ذرات تقویت کننده و بررسی پودر مخلوط شده

جهت تولید پودر کامپوزیتی AZ91D-SiC، پودر بهینه ی حاصل از آسیای برادهها به همراه ذرات سرامیکی SiC در ۲ اندازهی ریز و درشت و در ۲ زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف توسط آسیای گلولهای سیارهای مخلوط شدند. به دلیل بالا بودن انرژی آسیا، پودر عمل آمده آلیاژسازی مکانیکی می گردد؛ بدین صورت که ذرات پودر در اثر برخوردهای انرژی می گردد؛ بدین صورت که ذرات پودر در اثر برخوردهای انرژی نالا به صورت اتمی در یک دیگر نفوذ کرده و باعث افزایش نهایی کامپوزیت ساخته شده بستگی به پارامترهای آسیای نهایی کامپوزیت ساخته شده بستگی به پارامترهای آسیای میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (PSA) و اندازهی ذرات توسط دستگاه سنجش اندازهی ذرات (PSA) بررسی شد. الگوی پراش اشعهی ایکس مربوط به برادهها و پودرها قبل و بعد از آلیاژسازی مکانیکی با یک دیگر مقایسه

جدول ۲- شرایط فر آیند آسیای مکانیکی

نوع / مقدار	پارامتر
فولاد ابزار	جنس کاپھا
استیل با روکش کروم سخت	جنس گلولەھا
۲cm	قطر گلولەھا
۵ و ۱۰ ساعت	زمان آسيا
۲۰:۱ و ۱۰:۱	نسبت وزنی گلوله به پودر
۳۰۰ گرم	وزن گلولهها در هر کاپ
۲۰۰rpm	سرعت چرخش
اسيد استئاريک	عامل کنترل کنندهی فرآیند
گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹	اتمسفر آسيا

جدول ۳– شرایط فر آیند آلیاژسازی مکانیکی

نوع/ مقدار	پارامتر
فولاد ابزار	جنس کاپھا
استیل با روکش کروم سخت	جنس گلولەھا
۲cm	قطر گلولهها
۵ و ۱۰ ساعت	زمان آسيا
۲۰:۱ و ۱۰:۱	نسبت وزنی گلوله به پودر
۳۰۰ گرم	وزن گلولهها در هر کاپ
۲۰۰rpm	سرعت چرخش
اسيد استئاريک	عامل کنترل کنندهی فرآیند
گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹	اتمسفر آسيا

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی تأثیر همزمان پارامترهای آسیای مکانیکی بر ویژگیهای پودر تولید شده

فرآیند آسیای پودرهای با ترکیب یکنواخت، مانند پودرهای فلزات خالص، ترکیبات بینفلزی یا پیش آلیاژ شده، که در آن نیازی به جابجایی ماده برای همگنسازی نیست آسیاکاری مکانیکی نامیده میشود. از طرف دیگر، آلیاژسازی مکانیکی به فرآیندی گفته میشود که در آن مخلوطی از پودرها (از فلزات یا آلیاژها/ ترکیبات مختلف) با هم آسیا میشوند. این فرآیند مستلزم جابجایی ماده برای بهدست آمدن یک آلیاژ همگن میباشد [14]. در شکل ۳ تصویر برادههای MZ91D پس از ۲۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۵:۱ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده میشود تغییر واضحی در اندازهی برادهها اتفاق نیفتاده است؛ فقط بعضی از آنها شکسته شدهاند. شکل ۴ تصویر MSEM بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...

شکل ۵ مراحل مختلف آسیا کردن مکانیکی برای یک سیستم داکتیل – داکتیل (وقتی تمامی ذرات پودر داخل ظرف از نوع داکتیل بوده و ذرات ترد تقویت کننده حضور ندارند) را نشان میدهد. همانطور که مشاهده میشود، در مورفولوژی ذراتی که دستخوش تغییرشکل میشوند، در تغییر می کند. مکانیزم جوش خوردگی، غالب میشود که باعث تشکیل ذرات هم محور در مرحلهی دوم می گردد. در این مرحله مرزهای بینوجهی جهتدار مشاهده میشود. سپس مکانیزمهای جوش خوردگی و شکست به تعادل میرسند و ذرات با مرزهای بینوجهی که بهطور تصادفی جهتدار شدهاند تشکیل میشوند. مرحله ی پایانی، فرآیند میتواند ادامه یابد ولی اندازه ی ذره و توزیع اندازه تقریباً میتواند ادامه یابد ولی اندازه ی ذره و توزیع اندازه تقریباً بدون تغییر باقی میمانند [1].



شکل ۵- مراحل مختلف آسیای مکانیکی برای یک سیستم داکتیل – داکتیل [17]

در شکل ۶ مراحل مختلف آسیای مکانیکی برادههای ماشین کاری شده، نشان داده شده است. آسیای براده شامل چهار مرحله ی اصلی است. مرحله ی ابتدایی آسیای براده را ترتیب با نسبتهای وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ و ۲۰:۱ را



۲۰ شکل ۳– (a) برادههای اولیه و (b) برادهها پس از BPR 15:1 ساعت آسیا با





شکل ۴– تصاویر SEM پودر آلیاژ منیزیم AZ91D: (a) پس از 10 ساعت آسیا با BPR 25:1 و (b) پس از 15 ساعت آسیا با BPR 20:1

🗚 دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷



می توان شکست در اثر جدا شدن مناطق شکسته شده ی بدنه ی اصلی نامید. جوش خوردگی سرد بین براده و پودرها فرآیند غالب در مرحله ی دوم آسیای براده است. بعلاوه، فرآیند تغییرشکل که جوش خوردگی سرد را شامل نمی شود در این مرحله مشاهده می گردد. در مرحله ی سوم آسیای براده، مورفولوژی تمامی براده ها تغییر کرده و در اثر تغییرشکل، پودرها تشکیل می شوند. به عبارت دیگر، کل براده های داخل ظرف به پودر تبدیل می شوند که مهم ترین اتفاق مشاهده شده در مرحله ی سوم است. دیده می شود که یک تعادل بین فرآیندهای شکست و جوش خوردگی سرد در مرحله ی پایانی آسیا وجود دارد [16].





اندازهی ذرات تا یک زمان آسیای مشخص یک توزیع دو نمایی از براده و پودر را نشان میدهد. مقدار برادهها با افزایش زمان آسیا کاهش، درحالی کـه مقـدار یـودر افـزایش مى يابد. افزايش مقدار اين يودرها مى تواند به نرخ كار سختى ذرات براده و اثر برخورد گلولهها روی آنها بستگی داشته باشد. برادهها به علت فرآيند آسياي مكانيكي، تغييرشكل یلاستیکی چشمگیری پس از گذشت زمان آسیاکاری بحرانی که در آن مورفولوژی براده (شکل مقطّع) به مورفولوژی پودر (شکل نامنظم) تغییر می یابد نشان میدهند. دو فرآیند مهم آسیای مکانیکی، جوشخوردگی سرد (به علت ضربههای گلوله – پودر – گلوله) و شکست (به دلیل تردی ناشی از کارسختی پودرها) میباشند [18,14]. فرآیند جوش خوردگی سرد باعث کلوخهای شدن و در نتیجه افزایش اندازهی ذرات می شود؛ برعکس، فرآیند شکست سبب شکستگی ذرات یودر و بنابراین باعث کاهش انـدازهی ذرات می گردد. برتری نسبی این پدیده ها بستگی به مشخصات يودر و شرايط آسياكاري دارد [20,19]. زمان آسیا یکی از مهمترین پارامترهای فرآیند آسیاکاری است. به عنوان یک قانون کلی می توان دریافت که زمان رسیدن به یک حالت پایا بین شکستگی و جوش خوردگی سرد ذرات پودر در آسیاهای انرژی بالا، کوتاه و برای یک آسیای انرژی پایین، بلندتر است [14]. نتایج حاصل از آزمایش های انجام گرفته توسط کانکسی و وارل [16] نشان میدهند متوسط اندازههای ذرات به طور محسوسی برای زمان های مختلف آسیا متفاوت است که دلالت بر چشمگیر بودن اثر زمان آسیا دارد.

¹ Bimodal Distribution

بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...

منحنی توزیع اندازهی ذرات یودرهای بهدست آمـده یـس از ۱۰ و ۱۵ ساعت آسیا به ترتیب با نسبتهای وزنی گلوله به یودر ۲۵:۱ و ۲۰:۱ در شکل ۷ آورده شده است. D₅₀ به D_{90} - D_{10} معنای حداقل قطر معادل $3 \cdot 0$ ذرات و نشاندهندهی گسترهی توزیع اندازهی ذرات می باشد. همان طور که مشاهده می شود در منحنی ۲–(a) نسبت به منحنی V-(b)، با افزایش ۲۵ درصدی BPR و کاهش ۳۳ درصدی زمان، مقدار D₅₀، ۶۶ درصد کاهش داشته است. گسترهی توزیع اندازهی ذرات نیز ۴۱ درصد محدودتر شده است. مواد با توزیع اندازهی محدود کمتر مستعد جدایش هستند. هر چند برای یک سیستم پودری مشخص، توزیع اندازهی ذرات بهینه، بسته به شرایط و روش متراکمسازی مورد استفاده، می تواند متف اوت باشد. پودره ای با توزیع اندازهی محدود به دلیل قابلیت زینتر شدن بالا و کنترل ریزساختار قطعات متراکمشده نسبت به یودرهای تک اندازه يا با توزيع اندازهي وسيع ترجيح داده مي شوند [21]. بهعنوان یک نتیجه گیری کلی، با انتخاب نسبت وزنی گلوله به پودر بالا می توان در زمان های آسیای پایین تری به پودر با اندازهی ذرات ریزتر و توزیع اندازهی محدودتر دست ىافت.

بازدهی پودر یکی از مهمترین شاخصها در تخمین مقدار پودر آسیا شدهی حاصل پس از آسیای گلولهای است که معمولاً به صورت نسبت بين وزن پودرها بعد و قبل از آسیای گلولهای بیان میشود. همچنین بازدهی پودر می تواند به طور کمّی انعکاس دهنده ی درجه ی چسبندگی يودرها حين آسياي مكانيكي باشد. برخورد بين گلولههاي آسیا، یودرها و ظرف آسیا، تغییر شکل پلاستیکی یودرهای

آسیا شده حین آسیای گلولهای را نتیجه میدهد. یودرهای ريز شده به طور خود به خود به دليل افزايش فعاليت سطحی، تمایل به یکجا جمع شدن و ایجاد لایهای بر روی گلولههای آسیا و ظرف دارنـد [22]. بـازدهی فرآینـد آسیای مکانیکی به صورت نسبت وزنی بین کل پودر قـرار داده شده در داخل ظرف آسیا و پودر جمع آوری شده در انتهای فرآیند محاسبه می شود. باید توجه شود که چون اًسیای مکانیکی اتلاف ذوب را شـامل نمـیشـود، بـازدهی یودرها در مقایسه با روشهای اتمیزاسیون بالا و با تلفات كمتر مي باشد. اين يارامتر براي شرايط ١٥ ساعت آسيا بــا نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱، ۹۷۹٬۰ و برای شرایط ۱۰ ساعت آسيا با نسبت وزني گلوله به پودر ۲۵:۱، ۹۹۶/۰ محاسبه شد.



شکل ۷– منحنیهای توزیع اندازهی ذرات پودرهای بهدست آمده: (a) پس از ۱۰ ساعت آسیا با BPR 25:1 و (b) يس از ۱۵ ساعت آسيا با BPR 20:1)

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ **



۲-۲- بررسی تأثیر همزمـان پارامترهـای آلیاژسازی مکانیکی بر ویژگـیهـای پودر کامپوزیتی تولید شده

پودر حاصل از آسیای برادهها با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ و ۳۰–۱۰ ساعت آسیا، پس از الک با مش ۱۴۰، با ۷۰

درصد وزنی پودر کاربید سیلیسیوم ۲ و ۲۳۸ میکرونی در آسیای گلولهای سیارهای آلیاژسازی شد. شکل ۸ تصاویر SEM پودرهای کامپوزیتی AZ91D-SiC را پس از ۵ و ۱۰ ساعت آلیاژسازی به ترتیب با نسبتهای وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ و ۲۰:۱ نشان میدهد.



شکل ۸– تصاویر SEM پودرهای کامپوزیتی SiC wt.% SiC میکرون، ۵ اندازهی ذرات کاربید سیلیسوم ۲ میکرون، ۵ ساعت آسیا با BPR 20:1، (d) اندازهی ذرات کاربید سیلیسوم ۲۳۸ میکرون، ۵ ساعت آسیا با bPR 20:1، (c) اندازهی ذرات کاربید سیلیسوم ۲ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با BPR 10:1 و (d) اندازهی ذرات کاربید سیلیسوم ۲۳۸ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با BPR 10:1

تقویت کننده که با ذرات پودر آلیاژ منیزیم مخلوط شده است، طبقهبندی آلیاژسازی/ آسیاکاری مکانیکی را از سیستم داکتیل – داکتیل به یک سیستم داکتیل- جزء ترد تغییر همان طور که مشاهده می شود یکنواختی توزیع ذرات در شرایط ۵ ساعت آلیاژسازی با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ بیش تر است (تصاویر ۸–(a) و ۸–(b)). حضور ذرات بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...

میدهد. در شکل ۹ یک طرح شماتیکی احتمالی برای فرآیند آلیاژسازی مکانیکی این سیستم پیشنهاد داده شده است.





در مرحله ی ابتدایی آسیا، ذرات داکتیل دستخوش تغییرشکل شده، درحالی که ذرات ترد متحمل خردشدگی می شوند. در ادامه ی فرآیند زمانی که ذرات داکتیل شروع به جوش خوردن می کنند ذرات ترد در لحظه ی برخورد گلوله ها بین دو یا چند ذره ی داکتیل به دام می افتند. در نتیجه ذرات تقویت کننده ی خرد شده در مرزهای سطح مشتر ک ذرات فلزی جوش خورده، قرار می گیرند و باعث تشکیل یک ذره ی کامپوزیتی واقعی می شوند. هنگامی که جوش خورد گی مکانیزم غالب در فرآیند است مورفولوژی ذرات با انباشته شدن ذرات ورقه ای تغییر می یابد. این پدیده ها، تغییر شکل، شدن ذرات ورقه ای تغییر می یابد. این پدیده ها، تغییر شکل، ماده و افزایش فرآیند شکست که به مورفولوژی ذرات هم محور نیز کمک می کند می شوند. در نهایت مکانیزم های جوش خورد گی و شکست به تعادل می رسند که تشکیل خرات کامپوزیتی دارای مرزهای مشتر کا با جهت گیری

تصادفی را توسعه میدهند. در حالت پایا، ریزساختار دستخوش یک اصلاح شدیدی شده و دیگر مرزهای مشترک با میکروسکوپ نوری قابل مشاهده نیستند [15]. فرآیند آسیاکاری با انرژی بـالا انـدازهی تقویـتکننـدههـا را کاهش میدهد و تمایل به حذف عیوب و لبههای تیز تقویت کننده ها و ایجاد مورفولوژی گردتر آن ها دارد که باعث بهبود خواص كامپوزیت می شود [15]. منحنی های توزيع اندازهی ذرات برای پودرهای کامپوزیتی -AZ91D SiC در شکل ۱۰ آورده شده است. همان طور که مشاهده م_یشود در منحنے های ۱۰–(b) و ۱۰–(b) نسبت به منحنی های ۱۰-(c) و ۱۰-(d)، با افزایش ۱۰۰ درصدی BPR و کاهش ۵۰ درصدی زمان، مقادیر D₅₀ و BPR به ترتیب ۹۸ درصد و ۹۰ درصد برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و ۵۸ درصد و ۹۷ درصـد بـرای ذرات کاربیـد ۲۳۸ میکرونی کاهش داشته است. در منحنیهای ۱۰–(c) و ۱۰– (d) اندازهی ذرات به علت آگلومراسیون، بزرگتر شده است. بنابراین دیده میشود نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتر تـأثیر بیشتری بر یکنواختی توزیع ذرات پودر کامپوزیتی در مقایسه با زمان های بالا دارد.

۳-۳- الگوهـای پـراش اشـعهی ایکـس برادهها و پودرهای حاصل از آسـیا و آلیاژسازی مکانیکی

در شکل ۱۱ الگوهای پراش اشعه ی ایکس برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D و پودر حاصل از آسیای آنها پس از الک با مش ۱۴۰ و بعد از آلیاژسازی با ۲۰% وزنی پودر کاربید میلیسیوم نشان داده شده است. آلیاژ منیزیم AZ91D آلیاژی دو فازی شامل زمینهای از فاز ۵-Mg (اولیه و



یوتکتیک) و فاز Mg₁₇Al₁₂ (ذرات یوتکتیک و رسوبات لایهای) میباشد. همان طور که مشاهده می شود پیکها پهنتر، شدت آنها کمتر و در نهایت بیشتر آنها با ادامهی فرآیند آسیا ناپدید می شوند. افزایش پهنای پیک پراش اشعهی ایکس نشاندهندهی تشکیل فاز آمرف، ریز شدن دانههای کریستالی و/ یا افزایش چگالی عیوب میباشد. در الگوی پراش پودر کامپوزیتی AZ91D-SiC پیک جدید فاز بیین فلزی Mg₂Si به علت ورود عنصر Si از ذرات تقویت کننده به پودر کامپوزیتی نمایان شده است. اساساً دو واکنش احتمالی برای تشکیل فاز Mg₂Si وجود دارد [23]

$$2Mg+Si \rightarrow Mg_2Si$$
 (1)

$$4Mg+SiO_2 \rightarrow Mg_2Si+2MgO$$
 (Y

در حالت واکنش ۲، MgO محصول دیگر واکنش می باشد

که پیک مربوط به آن در الگوی پراش مشاهده نشد. آلـودگی از کاپها و گلولههای آسیا یکی از مشـکلات بسـیار مهـم در فرآیند آسیا و آلیاژسازی مکانیکی هنگامی کـه از زمـانهـای آسیای طولانی، سرعت آسیای بالا و ترکیبات سخت اسـتفاده میشود، میباشد. باید توجه شود که پودرهای فلزی میتوانند به آسانی بر روی سطوح گلولههای آسیا و دیوارههای داخلی کاپ، پوشش نازکی را تشکیل دهند که ایـن پوشـش باعـث کاهش مقدار آلودگی از طریق ممانعت محیط آسیا از تماس با پودرهای آسیا شده میشود. بـا مشـاهدهی الگوهـای پـراش مشخص میشود فاز ناخواستهای بـا کسـر حجمی بـالای 5 درصد (با توجه به دقت XRD در تعیین فازهـا) حـین انجـام فرایندهای آسیا و آلیاژسـازی مکانیکی تحـت اتمسـفر گـاز آرگون در پودرها به وجود نیامده است.



شکل ۱۰ – منحنی توزیع اندازهی ذرات پودرهای کامپوزیتی SiC % wt. 3 میکرون، ۵) اندازهی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرون، ۵ ساعت آسیا با BPR 20:1، (b) اندازهی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، ۵ ساعت آسیا با BPR 20:1، (c) (c) اندازهی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲ میکرون، ۱۰ ساعت آسیا با 10:1 BPR و (b) اندازهی ذرات کاربید سیلیسیوم ۲۳۸ میکرون، BPR 10:1 ساعت آسیا با ۱۰

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ ۹۱





شکل ۱۱– الگوی پراش اشعهی ایکس (a) برادههای AZ91D، (b) پودر حاصل از آسیای برادهها با BPR 25:1 و ۳۰–۱۰ ساعت آسیا پس از الک با مش ۱۴۰ و (c) پودرهای کامپوزیتی AZ91D-70 wt.% 2μm SiC پس از ۵ ساعت آلیاژسازی با BPR 20:1

۴- نتیجهگیری

در این تحقیق فرآیند آسیای مکانیکی برادههای آلیاژ منیزیم AZ91D و آلیاژسازی مکانیکی پودر حاصل همراه با ذرات کاربید سیلیسیوم مورد مطالعه قرار گرفت و نتایج زیر حاصل گردید:

- مقایسه ی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و منحنی های توزیع اندازه ی ذرات مربوط به پودرهای حاصل از آسیای براده های آلیاژ منیزیم AZ91D در سه زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف نشان می دهد نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتر تأثیر بیش تری بر ریز شدن ذرات آسیا شده در مقایسه با زمان های بالا دارد. بازدهی پودر نیز در نسبت های وزنی بالاتر مقدار بیش تری دارد. بهترین حالت در شرایط ۱۰ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۵:۱ به دست آمد.
- مقایسه ی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و منحنی های توزیع اندازه ی ذرات مربوط به پودرهای حاصل از آلیاژسازی پودر آلیاژ منیزیم AZ91D و ذرات

کاربید سیلیسیوم ریز و درشت در دو زمان و نسبت وزنی گلوله به پودر مختلف، نشان می دهد نسبت وزنی گلول ه به پودر بالاتر تأثیر بیش تری بر یکنواختی توزیع ذرات پودر کامپوزیتی در مقایسه با زمانهای بالا دارد. بهترین حالت هم برای ذرات کاربید ۲ میکرونی و هم ۲۳۸ میکرونی در شرایط ۵ ساعت آسیا با نسبت وزنی گلول ه به پودر ۲۰:۱ به دست آمد.

- مقایسه ی الگوهای پراش اشعه ی ایکس براده و پودرهای
 حاصل از آسیا و آلیاژسازی مکانیکی نشان میدهند که با
 انجام این فرآیندها پیکها پهن تر، شدت آن ها کم تر و در
 نهایت بیشتر آن ها با ادامه ی فرآیند ناپدید می شوند.
- در فرآیند آسیای مکانیکی بهعنوان یک جایگزین مهم
 برای سایر روشهای تولید پودر از براده و آمادهسازی
 پودرهای کامپوزیتی، با انتخاب نسبت وزنی گلوله به
 پودر بالا میتوان در زمانهای آسیای پایین تری به پودر
 با اندازهی ذرات ریزتر، بازدهی پودر بیشتر و توزیع
 یکنواخت تر ذرات کامپوزیتی دست یافت.

مراجع



composite powder based on AlSi5Cu2 alloy chips modified by SiC particles, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 58, No. 2, pp. 437-441, 2013.

- [10] M. A. Thein, L. Lu, M. O. Lai, Effect of milling and reinforcement on mechanical properties of nanostructured magnesium composite, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, No. 9, pp. 4439-4443, 2009.
- [11] A. S. Prosviryakov, SiC content effect on the properties of Cu–SiC composites produced by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 632, pp. 707-710, 2015.
- [12] Z. Sherafat, M. H. Paydar, R. Ebrahimi, Fabrication of Al7075/Al, two phase material, by recycling Al7075 alloy chips using powder metallurgy route, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 487, No. 1-2, pp. 395-399, 2009.
- [13] S. Sugiyama, J. Yanagimoto, Solidification and Forming Technology of Minute Scrap Metal by Semisolid Process, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol. 3, No. 2, pp. 227-235, 2009.
- [14] A. Canakci, F. Erdemir, T. Varol, A. Patir, Determining the effect of process parameters on particle size in mechanical milling using the Taguchi method: measurement and analysis, Measurement, Vol. 46, No. 9, pp. 3532-3540, 2013.
- [15] J. B. Fogagnolo, F. Velasco, M. H. Robert, J. M. Torralba, Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, Materials Science and Engineering: A, Vol. 342, No. 1-2, pp. 131-143, 2003.
- [16] A. Canakci, T. Varol, A novel method for the production of metal powders without conventional atomization process, Journal of Cleaner Production, Vol. 99, pp. 312-319, 2015.
- [17] B. J. M. Aikin, T. H. Courtney, The kinetics of composite particle formation during mechanical alloying,

- E. Alkaya, G. N. Demirer, Greening of production in metal processing industry through process modifications and improved management practices, Resources, Conservation and Recycling,
- Vol. 77, pp. 89-96, 2013.
 [2] H. Hatayama, I. Daigo, Y. Matsuno, Y. Adachi, Evolution of aluminum recycling initiated by the introduction of next-generation vehicles and scrap sorting technology, Resources, Conservation and Recycling, Vol. 66, pp. 8-14, 2012.

[1]

- [3] S. Koyanaka, K. Kobayashi, Automatic sorting of lightweight metal scrap by sensing apparent density and threedimensional shape, Resources, Conservation and Recycling, Vol. 54, No. 9, pp. 571-578, 2010.
- [4] M. Samuel, A new technique for recycling aluminium scrap, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 135, No. 1, pp. 117-124, 2003.
- [5] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in materials science, Vol. 46, No. 1-2, pp. 1-184, 2001.
- [6] S. N. Alam, Synthesis and characterization of W-Cu nanocomposites developed by mechanical alloying, Materials Science and Engineering: A, Vol. 433, No. 1-2, pp. 161-168, 2006.
- [7] B. S. Murty, S. Ranganathan, Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling, International materials reviews, Vol. 43, No. 3, pp. 101-141, 1998.
- [8] M., Suśniak, P. Pałka, J. Karwan-Baczewska, Influence of Milling Time on the Crystallite Size of AlSi5Cu2/SiC Composite Powder, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 61, No. 2, pp. 977-980, 2016.
- [9] M. Śusniak, J. Karwan-Baczewska, J. Dutkiewicz, M. A. Grande, M. Rosso, Structure investigation of ball milled

دورهی ۷ شمارهی ۱ بهار ۱۳۹۷ 🖤

بررسی فرآیند آسیای مکانیکی و آلیاژسازی مکانیکی به منظور تهیهی پودرهای کامپوزیتی ...



Metallurgical transactions A, Vol. 24, No. 3, pp. 647-657, 1993.

- [18] A. Canakci, T. Varol, S. Ozsahin, Analysis of the effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measurement and modeling, Measurement, Vol. 46, No. 6, pp. 1818-1827, 2013.
- [19] T. Varol, A. Canakci, Effect of weight percentage and particle size of B₄C reinforcement on physical and mechanical properties of powder metallurgy Al2024-B₄C composites, Metals and Materials International, Vol. 19, No. 6, pp. 1227-1234, 2013.
- [20] A. K. Shukla, N. Nayan, S. V. S. N. Murty, K. Mondal, S. C. Sharma, K. M. George, S. R. Bakshi, Processing coppercarbon nanotube composite powders by high energy milling, Materials characterization, Vol. 84, pp. 58-66, 2013.
- [21] J. Ma, L. C. Lim, Effect of particle size distribution on sintering of agglomeratefree submicron alumina powder compacts, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 22, No. 13, pp. 2197-2208, 2002.
- [22] S.G. Zhu, C.X. Wu, Y.L. Luo, Effects of stearic acid on synthesis of nanocomposite WC-MgO powders by mechanical alloying, Journal of Materials Science, Vol. 45, pp. 1817-1822, 2010.
- [23] B. Inem, G. Pollard, Interface structure and fractography of a magnesium-alloy, metal-matrix composite reinforced with SiC particles, Journal of Materials Science, Vol. 28, No. 16, pp. 4427-4434, 1993.



واژگان مصوب فرهنگستان زبان و ادب فارسی

واژگان مصوب:

واژهٔ بیگانه	معادل پیشنهادی	رديف
ceramic	سرامیک	١
advanced ceramic	سرامیک پیشرفته	1-1
engineering ceramic	سرامیک مهندسی	1-7
magnetic ceramic	مغناسراميک	۱–۳
structural ceramic	سرامیک سازهای	1-4
ceramic whiteware	سپیدافزارِ سرامیکی	٢
fine ceramic	سرامیک ظریف	٣
ceramic process	فرايند ساخت سراميك	۴
ceramics	سرامیکشناسی	۵
electroceramic	الكتروسراميك	۶
optical ceramic	سرامیک اپتیکی	۷
china clay syn. kaolin	خاکِ چینی <i>مت</i> . ⁽ <i>کائولن</i>	٨
fireclay syn. fireclay refractory	ر <i>ُسِ</i> دیرگداز	٩
ball clay	سياەر <i>ئس</i>	١.
whiteware	سپیدافزار، سپیدینه))
alumina whiteware	سپيدينة آلومينى	11-1
stoneware	سنگینه، داشخال	١٣

chemical stoneware	سنگینهٔ شیمیایی/داشخال شیمیایی	13-1
earthenware	رئسينه	14
sanitary earthenware	رسینهٔ بهداشتی	14-1
vitreous china	چینی شیشهای، چینی زجاجی	۱۶
vitreous china sanitaryware	چینی شیشهای بهداشتی، چینی زجاجی بهداشتی	18-1
slip	دوغاب	١٧
slip casting	ريخته گرى دوغابى	14-1
drain casting	ريختەگرى توخالى	۱۸
solid casting	رىختەگرى توپُر	۱۹
pressure casting	ريخته گری فشاری	۲.
centrifugal casting	ریخته گری مرکز گریز	71
plastic forming	شكلدهي مومسان	77
deflocculation	لختەزدايى، روانسازى	۲۳
deflocculant	لختەزدا، روانساز	۲۳-۱
glaze	لعاب	74
glazing	لعابدهى	24-1
matt glaze	لعاب مات	74-7
opaque glaze	لعابِ کدر	۳–۲۴
raw glaze	لعاب خام	74-4
glaze firing	پخت لعاب	۵–۲۴
crackle glaze	لعابترك	74-8
on-glaze decoration	تزيين رولعابي	۲۵
in-glaze decoration	تزيين تولعابي	78
underglaze decoration	تزيين زيرلعابي	۲۷
enamel	لعاب، لعابفلز	۲۸
glass enamel	مینای شیشه	۲۸ – ۱
enamel firing	پختِ تزيين	۲۸ –۲
frit ¹	فریت	۲ ۹
frit ²	فریتسازی	٣٠
fritted glaze	لعاب فريتشده	۳۱
biscuit	بيسكويت	٣٢
biscuit firing	پخت بيسكويت	۳۲-۱

99

furnace	کوره	٣٣
annealing furnace	كورة تابكارى	۲۳-۱
electric furnace	كورة برقى	۳۳-۲
glass furnace	كورة شيشه	۳۳–۳
tank furnace	كورة محفظهاي	۳۳-۴
box furnace	كورة اتاقكى	۳۳–۵
kiln	كورة پخت، پزاوه	٣۴
kiln furniture	پختاسباب	۳۴-۱
saggar (sagger)	جعبة كوره	۳۵
saggar clay	رس جعبهٔ کوره	۳۵-۱
refractory	دیرگداز	۳۶
refractoriness	دیرگدازی	۳۶-۱
refractory cement	سیمان دیرگداز، سیمان نسوز	78-7
refractory concrete	بتن ديرگداز، بتن نسوز	۳۶–۳
refractory ceramic	سرامیک دیرگداز	۳۶-۴
refractory oxide	اکسید دیر گداز	۳۶-۵
refractory sand	ماسهٔ دیرگداز	۳۶-۶
refractory lining	آستری دیرگداز، جدارهٔ دیرگداز	۳۶-۲
refractory coating	پوشش دیرگداز	۳۶-۸
castable refractory	دیرگداز ریختنی	۳۶–۹
fused cast refractory	دیرگداز ذوبی- ریختگی	78-10
bulk volume	حجم کلی	٣٧
apparent volume	حجم ظاهري	۳۸
true volume	حجم واقعى	٣٩
true density	چگالی واقعی	۴۰
theoretical density	چگالی نظری	۴۱
tap density	چگالی تقەای	۴۲
green density	چگالی خام	۴۳
green body	بدنهٔ خام	۴۴
green strength	استحكام خام	۴۵
glass annealing	تابكارىِ شيشە	۴۷



glass-ceramic	شیشه– سرامیک	۴۸
glass softening point	نقطة نرمشوندكى شيشه	۴٩
glass refining/ fining	حبابزدایی شیشه	۵۰
sheet glass	شیشهٔ جام	۵۱
container glass	شيشهٔ ظرف	۵۲
glass container	ظرف شیشهای	۵۳
sodalime glass	شیشهٔ سدآهکی	۵۴
network former	شبكەساز	۵۵
network modifier	دگرگونساز شبکه	۵۶
bridging oxygen	اكسيژن پُلزن	۵۷
non-bridging oxygen	اكسيژن غيرپُلزن	۵۷–۱

راهنمای تهیهٔ مقاله

نشریه علمی- پژوهشی علم و مهندسی سرامیک با هدف گسترش دانش سرامیک به انتشار نتایج پژوهش های اساتید و محققان و صنعتگران این رشته اقدام مینماید.

موضوعات پذیرش مقاله شامل موارد ذیل است: مواد اولیه، کاشی، سیمان، شیشه و شیشه سرامیکها، چینی، لعاب و رنگ، دیرگداز، مدیریت راهبردی در صنعت سرامیک، نانوسرامیک، کامپوزیت، فرآیند و کنترل کیفیت سرامیکهای اکسیدی و غیر اکسیدی، بیوسرامیک، الکتروسرامیک و نیز موضوعات مرتبط به علم و مهندسی سرامیک

نویسندگان محترم خواهشمند است موارد زیر را رعایت فرمایند:

مقاله لازم است شامل بخش های زیر باشد:

مقدمه یا مرور منابع مطالعاتی، فعالیتهای تجربی، نتایج و بحث، نتیجه گیری، مراجع

همچنین مشخصات کامل نویسندگان همراه با محل کار بدون ذکر القاب و عناوین به فارسی و انگلیسی، پست الکترونیکی نویسنده مسئول، چکیده و کلید واژه به فارسی و انگلیسی

* به منظور ترویج زبان فارسی، لازم بـه ذکر است کـه در نگارش مقالـه از لغـات مصـوب فرهنگستان زبـان و ادب فارسـی اسـتفاده شـود. www.persianacademy.ir

۲) مقاله به صورت یک فایل word شامل متن مقاله همراه با کلیه جداول و شکل ها (فایـل اصـلی جـداول و شکل هـا (TIF) بـه صـورت جداگانه نیز ارسال گردد)

(شكل ها با كيفيت حداقل ۳۰۰ dpi باشد)

در تهیه شکلها و جداول به نکات زیر توجه گردد.

- زمینه جداول و شکل ها به رنگ سفید باشند.
- متن و اعداد داخل جداول و شکلها فارسی باشند.
 - شکلها و نمودارها قاب و حاشیه نداشته باشند.

۳) نگارش مقاله با فرمت زیر تنظیم گردد:

کاغذ A4 با حاشیه ۲/۵ سانتیمتر از هر طرف و بالا و پایین، متن مقاله به صورت نرمال با قلم نازنین ۱۲، عنوان مقاله نازنین ۱۶ به صورت Bold، نام نویسندگان و محل کار نازنین ۱۴، فاصله خطوط با فاصله خط ۱/۵ (line space 1.5)، تعداد صفحات حدود ۱۰ صفحه ۴) مراجع در متن با شماره مربوط به خود مشخص شوند. متن مراجع و منابع به صورت کامل حاوی نـام نویسندگان، عنوان و نـام مجلـه یـا کتاب و سال انتشار باشد.

مثال:

- K. A. Maskall and D. White, "Vitreous Enamelling", (Oxford: pregamon Press, 1986) - شيمي تجزيه پيشرفته، دكتر محمد ادريسي، ١٣٨١، انتشارات اميد مجد

مراجع فارسی و انگلیسی فونت صحیح داشته باشند.

۵) از به کار بردن نام و نشان شرکت یا موسسات به صورت طراحی در صفحات خودداری به عمل آید. در صورت لـزوم در قسـمت پایـانی مقاله به صورت تقدیر آورده شود.

۴) پس از تحویل کامل مقاله به نشریه حذف، افزودن و یا تغییر نام هیچ یک از نویسندگان امکان پذیر نیست.

ضمن تشکر از انتخاب این نشریه خواهشمند است با رعایت نکات ذکر شده همراه با مقاله "فرم تعهدنامه" که در سایت نشریه قابل دسترسی است توسط همه نویسندگان مقاله تکمیل و امضا گردیده و به سایت نشریه (www.ijcse.ir) ارسال گردد. مقالات به ترتیب دریافت در هیات تحریریه نشریه مورد داوری و ارزیابی قرار می گیرند.

هیات تحریریه نشریه تلاش دارد تا با بررسی دقیق علمی و در کوتاهترین زمان نسبت به بررسی مقالات ارسالی اقدام نماید.

Study of the Mechanical Milling and Alloying Processes for Obtaining Mg - Silicon Carbide Composite Powders from AZ91D Magnesium Alloy Chips

Vahid Pouyafar^{1*}, Somayeh Nikmardan¹, Mohammad Taghi Hamedani²

¹ Department of Mechanical Engineering, University of Tabriz, Tabriz, Iran ² Department of Materials Engineering, University of Tabriz, Tabriz, Iran

* pouyafar@tabrizu.ac.ir

Abstract: In this research, the mechanical milling process as an effective recycling method in preventing the waste of raw materials and energy consumption was used to produce powders from the AZ91D magnesium alloy chips with average size of $4 \times 2 \times 1$ (mm) in a planetary ball mill. The powders obtained were mechanically alloyed with 70 wt.% (57 vol.%) silicon carbide of two coarse and fine sizes by the same apparatus. The simultaneous effect of mechanical milling and alloying parameters (time, ball to powder ratio) on the produced powders were investigated by a field emission scanning electron microscopy (FESEM) and particle size analyzer (PSA). Powder yield was also determined in milled powders as one of the most important indicators to estimate the amount of powders obtained after ball milling. The results show that in the mechanical milling process, by choosing the high ball to powder ratio, smaller particle size, higher yield and more uniform distribution of composite particles can be achieved at lower milling times. The best result was obtained for the mechanical milling in the condition of 10-hour milling with a BPR 25:1, and for mechanical alloying, Both for the 2-micron and 238-micron carbide particles, in condition of 5-hour milling with a BPR 20:1. X-ray diffraction (XRD) patterns of chips and powders obtained mechanical milling and alloying indicate that there is no unwanted phase in these processes.

Keywords: AZ91D Magnesium Alloy, Mechanical Milling of Chips, Silicon Carbide, Mechanical Alloying.

Ceramic-Metal Joining in Electron Gun Shell for Traveling-Wave Tubes

Mohsen Barzegar¹, Ahmadreza Mohammad²

¹ Master of Science in Metallurgical Engineering ² Electrical Engineering.

* m.82.63.bh@gmail.com

Abstract: This study discusses about ceramic-metal joints for electron gun shell in traveling wave tubes. Because of high cost of making such parts, the slightest mistake in this path will lead to a loss of energy and cost. Therefore, test specimens were made according to the ASTM F19 standard for investigation of the bonding conditions and vacuum sealing properties and they was subjected to metallization and sintering process at 1500 and 1600°C for 40 minutes. The results of tensile and leak tests showed that at 1600°C, The joining is established properly, so that joining Strength and helium leak rates was measured as 66 Mpa and < $1.0E^{-12}$ atm-cc/secand,respectively. After obtaining these results, the operation was successfully carried out on the main parts of the gun shell. **Keywords:** Electron gun shell, Ceramic-metal joints, Vacuum sealing, Joining Strength.

Effect of Nickel Electroless Plating Time on the Coating of SiC Powder

Mohamad Haftani¹, Mina Saeedi Heydari², Jalaleddin Ghezavati³

¹ Young Researchers and Elite Club, Damghan Branch, Islamic Azad University, Damghan,

Iran

² Young Researchers and Elite Club, South Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

³ Department of Biosystem Mechanic, Faculty of Technical and Engineering, Bonab Branch, Islamic Azad University, Bonab, Tabriz, Iran

* moh7tani@gmail.com

Abstract: In this study the effect of time on coating of SiC powder by electroless nickelboron process at three temperatures of 75, 85 and 95°C has been investigated. To study the microstructure and morphology of coated SiC powder, a scanning electron microscope equipped with an EDS analyzer was used and to determine the composition and phases of coated SiC powder, the X-ray diffraction device was used. The time and temperature of the electroless plating bath have a great influence on the amount of coating and its uniformity on the surface of SiC particles. The results show that the highest amount of nickel-boron coating on the surface of SiC particles was obtained at 45 min and 95°C. However, the most uniform coating has been obtained at 30 min and 85°C. Phase analysis of coated SiC samples also indicates that at the time of 30 min of electroless plating at all three temperatures of 75, 85 and 95°C, the Ni phase also appears on the surface of the SiC particles in addition to the SiC phase and by increasing of the temperature, the intensity of Ni peaks increased.

Keywords: Nickel - Boron, coating, SiC powder, electroless, plating time.

The Production of Nd:Y₂O₃ Transparent Ceramics with Its Optical and Structural Pproperties

Vahid Amirzadeh-Fotovat^{*}, Yousof Hatefi

Imam Hossein University, Tehran

* v.amirzadeh757@gmail.com

Abstract: In this work, the nanoscale Y_2O_3 powder was prepared with Nd₂O₃ ion at 1, 1.5 and 2% mol by ball milling for 20 hours, the particle size decreased significantly to 92.3 nm. A transparent pure ceramic disc of pure Yttrium doped with neodymium, which is used as laser active medium in power lasers, was made by a plasma spark sintering with a heating rate of 100°C/min at 1400°C for 15 minutes at a pressure of 70 MPa.The sample of Nd:Y₂O₃ transparency ceramic disc was significantly increased at the wavelength of the lens. The highest transmittance of Nd:Y₂O₃ ceramic reached 83% at the wavelength of 5 µm for 2.5 mm thick, Which is very close to the value of the theory of yttria that has been dopped to neodymium.

Keywords: Nd³⁺:Y₂O₃ ceramics, Transparent ceramic, SPS, Hardness, And Transparency.

Synthesis, Characterization and Photocatalytic aActivity of Doped Ag/TiO₂-ZnO Nanocomposite for MB dye Degradation under Visible Light and UV-A Light

Nazanin mohamadi Zalani^{1*}, Babak Mazinani¹, Masoud Sakaki^{1,2}

¹ Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Malayer University, Iran ² Research Laboratory of Hydrothermal Chemistry, Kochi University, Japan

* N_mohamadi69@yahoo.com

Abstract: In this study, mesoporous TiO₂-ZnO-5%Ag nanocomposite was prepared by a one-step hydrothermal synthesis method. Titanium sulfate, Zinc nitrate hexahydrate and silver nitrate were used as Titanium, Zinc and Silver precursors, respectively. X-ray diffraction analysis was used to identify the present phases in the structure. Also, Ultraviolet–visible spectroscopy (UV-Vis), Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) and N₂ adsorption–desorption have been used for the characterization of the nanoparticles. The as-prepared photocatalyst was applied under UV and visible light irradiations as a model of organic pollutant for Methylene Blue (MB) degradation The results of XRD, EDS and Map analysis confirmed the presence of Titanium dioxide, Zinc oxide and Silver phases in the nanocomposite after calcination at the temperature of 400°C. The photocatalytic activity of TiO₂-ZnO-5%Ag nanocomposite was compared with the P25 (Degussa) commercial sample and TiO₂-ZnO nanocomposite. The highest percent of degradation of pollutant under visible light was observed by mesoporous TiO₂-ZnO-5%Ag sample.

Keywords: ZnO -TiO₂/ Ag, nanocomposite, mesoporous, Methylene Blue, photocatalyst.
Synthesis of Copper Oxide Nanoparticles via Electro-Explosion of Wire Method: Investigation of the Effect of Applied Electrical Energy, Surfactant and Antibacterial Properties

Reza Ahmadi^{1*}, DavoodYarali², Zahra Eyvazi³

^{1,2} Department of Materials and Metallurgy, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran

³ Faculty of Materials Science, TarbiatModarres University, Tehran, Iran

* re.ahmadi@ENG.ikiu.ac.ir

Abstract: In the present study, Copper Oxide nanoparticles have been synthesized via Electro-explosion of Wire (EEW) method and studied via XRD, SEM, FT-IR and UV-Vis Spectroscopy techniques. The EEW method provides a feasible way through which the oxide and metallic nanoparticles are produced with an increased productivity and a high surface chemical activity. The effect of the applied electric current and the use of surfactant on the size, chemical composition and oxide and metallic oxide ratio of the particles were investigated. The results showed that, in different situations, spherical and semi spherical nanoparticles with an average particle size of 24.5 to 60.3 nm were formed by electrical explosion of the wire. By increasing the intensity of the flow and the amount of surfactant, the size of the nanoparticles decreased. Besides, following a rise in the amount of surfactant, the oxide phase ratio increased; probably due to a reaction between the Oxygen atoms, derived from the evaporation and decomposition of the surfactant molecules, and the Copper atoms. . In order to evaluate the antibacterial effect of nanoparticles, samples containing different nanoparticles were added to the culture medium of Escherichia coli and the number of live bacteria was compared to a control sample without bacteria. The results show that, the antibacterial effect of the particles increases by decreasing the particle size, increasing the contact surface of nanoparticlesbacteria and increasing the concentration of nanoparticles.

Keywords: Copper oxide nanoparticles, Electro explosion of wire, Surfactant, Antibacterial properties.

Investigation of the Properties of Sodium Beta-Alumina Electrolyte in the Presence of Yttria Stabilized Zirconia and Niobium Oxide as Additives

Hajar Ahmadi Moghadam¹, Mohammad Hossein Paydar^{2*}

¹ Department of Material Engineering, Faculty of Engineering, Shahrekord University,

Shahrekord

² Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz

* paaydar@shirazu.ac.ir

Abstract: Sodium beta Alumina electrolyte as a sodium ion conductor is used in sodium sulfur batteries. It is important to achieve appropriate ionic conductivity and mechanical properties during the manufacturing process. For that purpose, in the present work, the effect of the simultaneous use of two additives, including yttria stabilized zirconia and niobium oxide, on the properties of sodium beta alumina ceramic has been investigated. Sodium beta powder synthesized by the solid state method and the raw samples were formed by uniaxial pressing. From X-ray diffraction analysis to study the phases, a scanning electron microscope to study the microstructure of the samples, from the ring on the ring test to measure the fracture strength and impedance for measuring ion conduction were used. The results of this study showed that the ionic conductivity and fracture strength of sodium beta-alumina ceramic have improved in the presence of these two additives. Increasing ionic conductivity can be attributed to the higher density and more uniform microstructure. The presence of yttria stabilized zirconia particles, due to the prevention of crack growth, improves the mechanical properties of this electrolyte. **Keywords:** Sodium beta alumina, Additive, Microstructure, Ionic conductivity, Strength.

1

Iranian Journal of Ceramic Science & Engineering

Vol. 7, No. 1, 2018 ISSN: ۲۳۲۲-۲۳۵۲

Advisory Board:

Dr. A. Aghaiee **Research Materials and Energy** Dr. S. Baghshahi Materials Department, Engineering Faculty, Imam Khomeini International University Dr. S. Javadpoor Department of Materials Science and Engineering, University of Shiraz Dr. M. Rezvani Department of Materials Engineering, Faculty of Mechanical Engineering. University of Tabriz Dr. A. Simchi Department of Materials Science and Engineering, Sharif university of Technology Dr. T. Ebadzadeh **Research Materials and Energy** Prof. A. Ataiee Department of Metallurgy and Materials Engineering, Tehran University Dr. P. Alizadeh Department of Materials Science and Engineering, Tarbiat Modares University Dr. E. Ghasemi Institute for Color Science and Technology Eng. H. Ghassai Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Dr. R. Naghizadeh Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Dr. M.A. Hadian Department of Metallurgy and Materials Engineering, Tehran University Dr. A. Youssefi Pare Tayous Research Institute

Iranian Journal of

Ceramic Science & Engineering

Vol. 7, No. 1, 2018 ISSN: ۲۳۲۲-۲۳۵۲

Published by: Iranian Ceramic Society (ICerS)

Editor in Charge:

Prof. V. K. Marghussian

Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

Editor in Chief:

Prof. H. Sarpoolaky

Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

Editorial Board:

Prof. M. A. Bahrevar Materials and Energy Research Center Prof. A. Beitollahi Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Prof. F. GolestaniFard Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Prof. J. JavadPour Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Prof. A. Kianvash Department of Materials Engineering, Faculty of Mechanical Engineering, University of Tabriz Prof. F. MoztarZadeh Department of Mining and Metallurgy and Petroleum, Amir Kabir University of Technology Prof. B. Eftekhari Department of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology Dr. M. A. Faghihi-Sani Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology Dr. A. Nemati Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology Dr. M. Solati Department of Mining and Metallurgy and Petroleum, Amir Kabir University of Technology Dr. E. TaheriNassaj Department of Materials Science and Engineering, Tarbiat Modares University Adress: ICerS Office, Iran University of Science and Technology, Narmak, Tehran, Iran

P.O.Box: 16845-111 Tel.: +9821-77899399 Fax.: +9821-77899399

> E-mail: Info@ijcse.ir www.ijcse.ir Formatted & Graphic by: Tamam Tarh, 021- 77209228