

بررسی تأثیر اندازه و توزیع نانو ذرات الماس بر سختی و عبور نور نانوکامپوزیت سولفیدروی/الماس

المیرا کریم زاده^{۱*}، محمد حسین عنایتی^۱، محمد ملک محمد^۲، حمیدرضا فلاح^۲، امیر الحاجی^۱

^۱ دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ^۲ گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه اصفهان

* elmira.karimzadeh@gmail.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۳ مرداد ۱۳۹۷

پذیرش: ۹ مهر ۱۳۹۷

کلید واژه:

نانوکامپوزیت سولفیدروی/الماس،
سختی، عبور نور، پرس داغ، اندازه
ذرات، توزیع اندازه ذرات

چکیده:

در این پژوهش نانوکامپوزیت سولفیدروی/الماس حاوی یک درصد حجمی نانوذرات الماس با اندازه ذرات اولیه کمتر از ۱۰ نانومتر و حدود ۵۰۰ نانومتر با روش پرس داغ تف جوشی شد و تأثیر اندازه و توزیع ذرات نانوالماس در زمینه سولفیدروی بر سختی و میزان عبور نور آن‌ها مطالعه گردید. افزودن نانوذرات الماس منجر به افزایش سختی سولفیدروی در همه نمونه‌های تف جوشی شده گردید اما این افزایش سختی یکسان نبود و با اندازه و توزیع نانوذرات الماس ارتباط داشت به عبارت دیگر در نمونه‌هایی با اندازه ذرات ریزتر و توزیع یکنواخت‌تر، سختی بیشتری به دست آمد به گونه‌ای که نمونه‌ی تف جوشی شده حاوی نانوذرات الماس با اندازه‌ی کمتر از ۱۰ نانومتر و توزیع یکنواخت‌تر در زمینه، بیشترین سختی حدود ۴۷۵ ویکرز را نشان داد. پدیده پراکندگی به دلیل حضور ذرات نانو الماس و آگلومره‌های آن‌ها و همچنین حضور حفره‌ها در نمونه‌ها وجود دارد. با این وجود اثرات پراکندگی ناشی از حضور ذرات نانو الماس و آگلومره‌های آن قابل صرف نظر کردن است. اگرچه حضور حفره در نمونه‌های تف جوشی شده می‌تواند بر کاهش میزان عبور نور تأثیر بگذارد اما با توجه به نتایج می‌توان بیان کرد که در این پژوهش، جذب پدیده غالب در افت میزان عبور نور در همه نمونه‌های تف جوشی شده، است. علت اصلی جذب در نمونه‌های تف جوشی شده حاوی نانو ذرات الماس با اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر حضور ناخالصی‌های مانند نیتروژن ناشی از شرایط سنتز نانوذرات الماس اولیه و هم چنین تغییرات سطحی آن‌ها در حین تف جوشی است. هم چنین در نمونه‌های تف جوشی شده حاوی نانوذرات الماس با اندازه‌ی حدود ۵۰۰ نانومتر نیز علت جذب، تغییرات سطحی در مدت زمان تف جوشی می‌باشد. با بررسی میزان عبور نمونه‌های تف جوشی شده، بیشینه عبور (۳۵٪) در نمونه‌ی تف جوشی شده حاوی نانوذرات با اندازه‌ی حدود ۵۰۰ نانومتر اندازه گیری شد که نشان می‌دهد در این نمونه مجموع اثرهای جذب و پراکندگی در کمینه حالت خود قرار داشته است که منجر به بیشینه شدن عبور نور گردیده است.

۱- مقدمه

انرژی بزرگ، در محدوده وسیعی از طول موج‌ها عبور مناسبی را از خود نشان می‌دهد [۱،۲]. هم چنین از دیگر ویژگی‌های سولفیدروی می‌توان به پایداری حرارتی و

سولفید روی یکی از ترکیباتی است که به دلیل داشتن گاف



شیمیایی مناسب آن اشاره کرد. علیرغم این مزیت‌ها این ترکیب از استحکام مکانیکی پایینی برخوردار است که منجر به محدودیت در استفاده از آن در کاربردهای مختلف می‌شود [۳]. برای دستیابی به سرامیک‌های شفاف با پایداری و مقاومت به شوک حرارتی بیشتر و بهبود ویژگی‌های مکانیکی مانند استحکام و سختی، سرامیک‌های تک فاز بتدریج جای خود را به نانوکامپوزیت‌ها می‌دهند [۴-۶]. حضور تقویت کننده در زمینه سرامیکی منجر به بهبود برخی خواص مکانیکی می‌گردد اما از طرف دیگر ویژگی‌های اپتیکی ماده مانند عبور نور که مهم‌ترین پارامتر در سرامیک‌های اپتیکی است را تحت تأثیر قرار می‌دهد [۷]. بنابراین کنترل نوع، درصد و اندازه تقویت کننده می‌تواند به دستیابی به بیشینه میزان عبور و هم چنین بهینه خواص مکانیکی در کنار هم کمک قابل توجهی کند. اولین کامپوزیت اپتیکی، مخلوط زیرکونیا تتراگونال حاوی نانوذرات ThO_2 بود که توسط کنن^۱ و همکارانش در سال ۱۹۸۱ با روش پرس داغ ساخته شد [۸].

الماس ماده‌ای با ویژگی‌های مکانیکی ویژه‌ای است که در کامپوزیت‌های سرامیکی زیادی مانند کامپوزیت کاربرد سیلیکون/الماس، زیرکونیا/آلمینا/الماس و ... به عنوان تقویت کننده و به منظور بهبود ویژگی‌های مکانیکی استفاده شده است [۹]. علاوه بر آن، الماس ویژگی‌های اپتیکی فوق‌العاده‌ای مانند عبور نور بالا در محدوده وسیعی از طول موج‌ها نیز دارد. تقارن چهار وجهی کامل شبکه الماس مانع از جذب تابش فروسرخ می‌شود که منجر به استفاده از الماس در کاربردهایی در این محدوده مانند استفاده در

پنجره‌های فروسرخ می‌گردد [۱۰، ۲].

در این پژوهش نانوذرات الماس با دو اندازه متفاوت (کمتر از ۱۰ نانومتر و حدود ۵۰۰ نانومتر) به عنوان تقویت کننده در زمینه سولفیدروی با روش‌های مختلف مخلوط سازی شدند. پودرهای تهیه شده با روش پرس داغ تف جوشی شده و تأثیر نحوه توزیع و اندازه ذرات تقویت کننده بر سختی و میزان عبور نور نانوکامپوزیت سولفید روی/الماس مورد مطالعه قرار گرفت.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- آماده سازی نمونه‌ها

در جدول ۱ فهرست و مشخصات مواد اولیه به کار برده شده در این پژوهش آمده است.

جدول ۱- فهرست و مشخصات مواد اولیه				
ردیف	ماده اولیه	شرکت سازنده	اندازه ذره	خلوص
۱	ZnS	شرکت ایلیا صنعت آیسان	۲-۳ میکرومتر	۹۹/۹۹٪
۲	Nanodiamond	Sigma Aldrich	۱۰< نانومتر	۹۹/۹٪
		شرکت الماس تک آریا البرز	۵۰۰< نانومتر	۹۹/۵٪
۳	NaCl	Sigma Aldrich	-	۹۹/۹٪

پودرهای اولیه نانوکامپوزیت با ۱ درصد حجمی نانوالماس با اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر (ND10) با روش‌های مختلف تهیه شدند که در جدول ۲ به اختصار آمده است. همان گونه که از جدول ۲ مشاهده می‌شود، روش اصلی مخلوط سازی پودر نانو الماس ND10 با پودر سولفید روی روش آسیاب کاری مکانیکی است. نانوذرات در نمونه‌های

¹ Cannon et al



در نمونه پودری ZD4، پودرهای نانوالماس ND500 و سولفید روی در مدت زمان ۵ ساعت با دور ۲۵۰ با روش آسیاب کاری مکانیکی مخلوط شدند. اما در نمونه پودری ZD5 ابتدا پودر نانوالماس ND500 تحت عملیات التراسونیک (فرکانس ۱۵۰ هرتز در مدت زمان ۶۰ دقیقه) قرار گرفت. پس از آن، مخلوط سازی با پودر سولفیدروی به مدت ۳۰ دقیقه تحت فرکانس ۱۵۰ هرتز با روش التراسونیک انجام و سپس در آون در دمای ۹۰ درجه سانتی گراد به مدت ۴ ساعت خشک شد.

پس از آماده سازی پودرهای اولیه، نمونه‌ها با روش پرس داغ با فشار ۲۰۰ مگاپاسکال و در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد در قالبی از جنس سوپر آلیاژ اینکونل با قطر ۲۰ میلی‌متر در مدت زمان ۳۰ دقیقه و ضخامت ۱ میلی‌متر تفجوشی شدند.

الگوی‌های پراش پرتو ایکس به کمک دستگاه پراش پرتو ایکس مدل Bruker D8 با استفاده از پرتو $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 154.06 \text{ nm}$) با ولتاژ ۴۰ کیلوولت، جریان ۴۰ میلی آمپر و نرخ روبش ۰/۰۵ درجه بر دقیقه و گام زمانی ۲ ثانیه گرفته شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مدل MIRAIII و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل EM208S PHILIPS به ترتیب با ولتاژهای تسریع کننده ۲۰ و ۱۰۰ کیلوولت گرفته شدند. برای تصویر برداری از نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی، ابتدا نمونه‌ها با لایه نشانی طلا پوشش داده شدند. هم چنین پیش از

ZD2 و ZD3 پیش از مخلوط شدن با پودر سولفید روی به ترتیب با روش التراسونیک (فرکانس ۱۵۰ هرتز در مدت زمان ۹۰ دقیقه) و با استفاده از روش SAUD آگلومره‌زدایی شدند [۱۱]. پس از آن، مخلوط سازی نهایی با پودر سولفید روی با روش آسیاب کاری مکانیکی در مدت زمان ۵ ساعت با دور ۲۵۰ و در محیط تر (مخلوط آب و اتانول) انجام و سپس در آون در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴ ساعت خشک شد.

جدول ۲- روش‌های مختلف آماده سازی پودر نانوالماس با اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر (ND10) با پودر سولفیدروی

ردیف	کد	روش آگلومره زدایی اولیه پودر نانوالماس	روش مخلوط سازی
۱	ZD1	-	آسیاب کاری مکانیکی در محیط خشک
۲	ZD2	التراسونیک	آسیاب کاری مکانیکی در محیط تر
۳	ZD3	SAUD ¹	آسیاب کاری مکانیکی در محیط تر

مخلوط سازی پودر نانوالماس با اندازه‌ی حدود ۵۰۰ نانومتر (ND500) با پودر سولفیدروی نیز با دو روش انجام شد که در جدول ۳ آمده است:

جدول ۳- روش‌های مختلف آماده سازی پودر نانوالماس با اندازه کمتر از ۵۰۰ نانومتر (ND500) با پودر سولفیدروی

ردیف	کد	روش آگلومره زدایی اولیه پودر نانوالماس	روش مخلوط سازی
۱	ZD4	-	آسیاب کاری مکانیکی در محیط خشک
۲	ZD5	التراسونیک	التراسونیک

¹ Salt- Assisted Ultrasonic Deaggregation



تصویر برداری از نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی عبوری، نمونه‌ها تحت فرآیند التراسونیک در محیط اتانول قرار گرفته و پراکنده شدند و سپس بر روی گرید مسی قرار داده شدند. سختی نمونه‌ها با استفاده از دستگاه سختی سنج ویکرز مدل Micromet با نیروی بارگذاری ۰/۹۸۱ نیوتن بر روی سطح پولیش خورده نمونه‌ها انجام شد. به منظور افزایش دقت و اعتبار نتیجه آزمون سختی سنجی، این آزمون برای هر نمونه در ۱۰ نقطه متفاوت تکرار گردید و مقدار میانگین آن‌ها به عنوان سختی نمونه در نظر گرفته شد. هم چنین آزمون CHNS به کمک دستگاه FlashEA 1112 CHNS Elemental Analyzer برای تعیین درصد عناصر کربن، هیدروژن، نیتروژن و گوگرد بر روی نمونه پودری نانوالماس ND10 انجام شد. طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) با استفاده از دستگاه FT-IR spectroscopy مدل SHIMADZU8400S برای نمونه پودر الماس ND10 در سلول KBr و هم چنین اندازه گیری میزان عبور نور نمونه‌های تف جوشی شده در محدوده فروسرخ نیز به کمک این دستگاه اندازه گیری شد. برای انجام این آزمون بر روی نمونه‌های تف جوشی شده، سطح نمونه‌ها پولیش داده شدند که تا حد امکان عاری از وجود خش باشند.

۳- نتایج و بحث

الگوهای پراش پرتو ایکس پودر سولفیدروی، پودر الماس ND10 و پودر الماس ND500 به ترتیب در شکل ۱-الف و ۲-ب آمده است که با کارتهای استاندارد ICCP به کمک نرم افزار X'Pert HighScore مقایسه شدند.

پیک‌های ظاهر شده در ۲۸/۵، ۳۳/۱، ۴۷/۴، ۵۶/۳، ۵۹/۴، ۶۹/۴ و ۷۶/۷ درجه در الگوی پراش پرتو ایکس سولفید روی، انطباق کامل با صفحات کریستالی (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۲۲۲)، (۴۰۰) و (۳۳۱) مربوط به ساختار مکعبی وجه مرکزدار دارد [۱۲، ۱۳]. پیک کوچک مشخص شده در زاویه ۲۷/۱۶ درجه منطبق با صفحه کریستالی (۱۰۰) مربوط به حضور اندکی ناخالصی ساختار هگزاگونال سولفیدروی در این پودر است. در الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای نانوالماس دو پیک مشخصه الماس مکعبی در زوایای ۴۳/۹۱ و ۷۵/۳۷ درجه مربوط به صفحات کریستالی (۱۱۱) و (۲۲۰) ظاهر شده است با این تفاوت که پیک‌ها در الگوی پراش پودر نانوالماس ND10 نسبت به ND500 پهن‌تر می‌باشد که ناشی از کوچک بودن اندازه این پودر نسبت به پودر ND500 است [۱۴]. پیک‌های دیگری که نشان دهنده حضور فاز اضافی در پودرهای نانوالماس باشد، وجود ندارد.

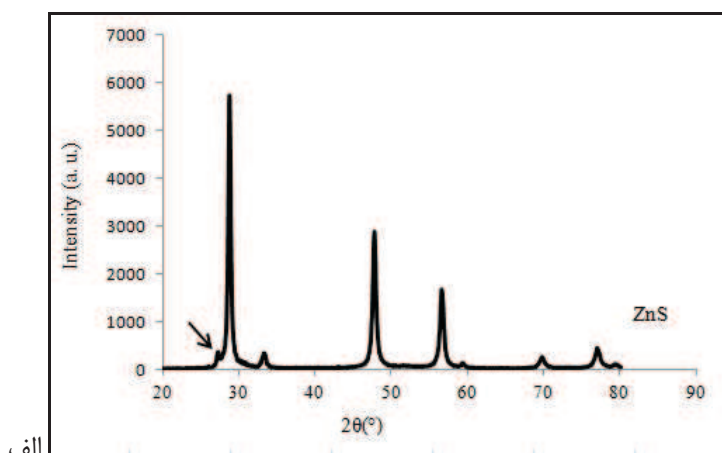
شکل ۲-الف تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از پودر سولفیدروی را نشان می‌دهد. همان گونه که در شکل مشاهده می‌شود، این پودر متشکل از گرانوله‌های کروی با اندازه حدود ۲-۳ میکرومتر می‌باشد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوپودرهای الماس نیز در شکل ۲-ب و ۲-ج دیده می‌شود. پودر الماس ND10 به شدت آگلومره و به هم چسبیده است اما اندازه ذرات الماس کمتر از ۱۰ نانومتر تخمین زده شد که به وضوح در تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مشخص است. آگلومره بودن و به هم چسبیدگی در تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر نانوالماس ND500 نیز دیده می‌شود. با این وجود



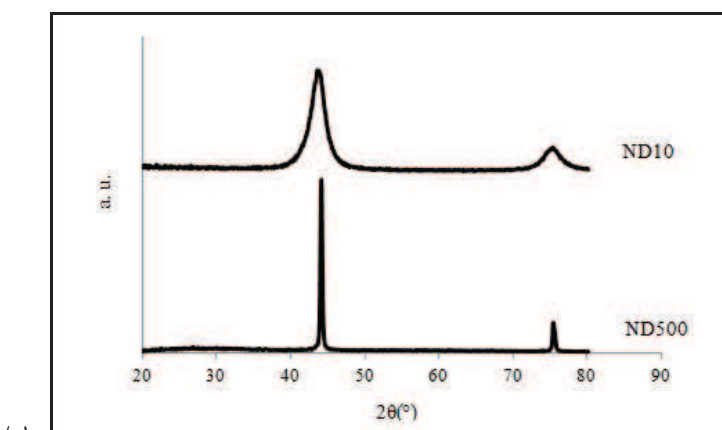
اندازه حدود ۳۰ نانومتر کاهش پیدا کرده است. نحوه توزیع ذرات نانوالماس در این نمونه‌ها مشخص نیست. اما در نمونه‌ی پودری ZD5 که تنها تحت عملیات التراسونیک قرار گرفته است، گرانوله‌های سولفید روی به وضوح در تصویر دیده می‌شود که نانوذرات الماس ND500 در بین آن‌ها قرار گرفته‌اند اما نمی‌توان یکنواخت بودن توزیع ذرات نانوالماس ND500 در زمینه سولفیدروی را تأیید کرد (شکل ۳-ه).

حالت چند وجهی الماس به وضوح در این تصویر مشخص است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشر میدانی از پودرهای فرآوری شده در شکل ۳ آمده است. همان گونه که در شکل‌های ۳-الف تا ۳-د مشاهده می‌شود (به ترتیب برای نمونه‌های ZD1، ZD2، ZD3 و ZD4)، میانگین اندازه ذرات سولفیدروی در همه نمونه‌هایی که تحت آسیاب کاری قرار گرفتند بسیار ریزتر شده و به میانگین

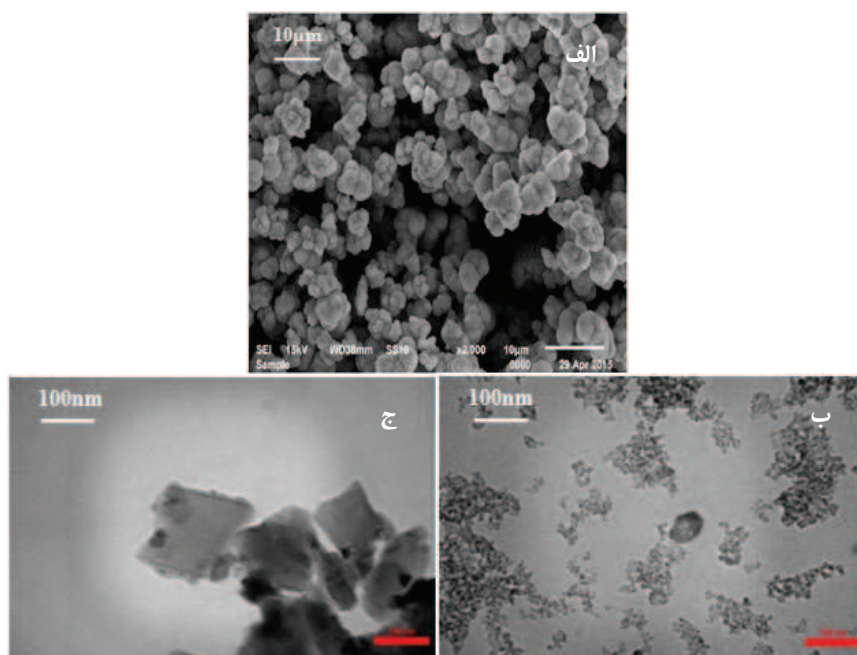
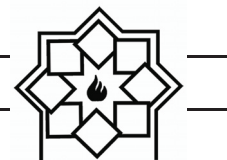


الف

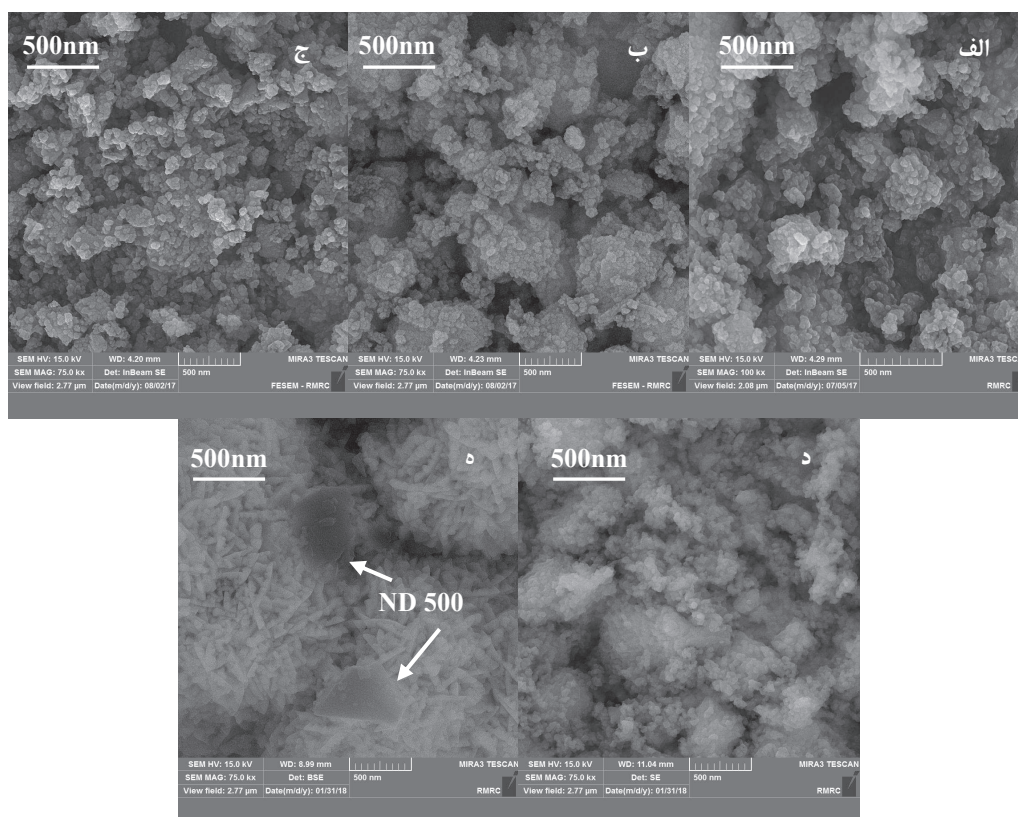


ب

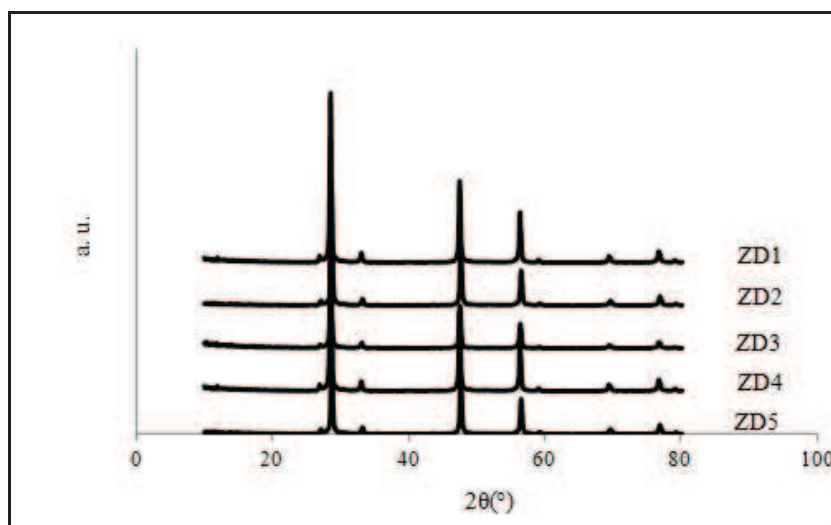
شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای الف) سولفیدروی ب) نانوالماس



شکل ۲- تصویر الف) میکروسکوپ الکترونی نشر میدانی پودر سولفیدروی ب) میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوپودر ND500 و ND10



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی پودرهای فرآوری شده الف) ZD1، ب) ZD2، ج) ZD3، د) ZD4 و ه) ZD5

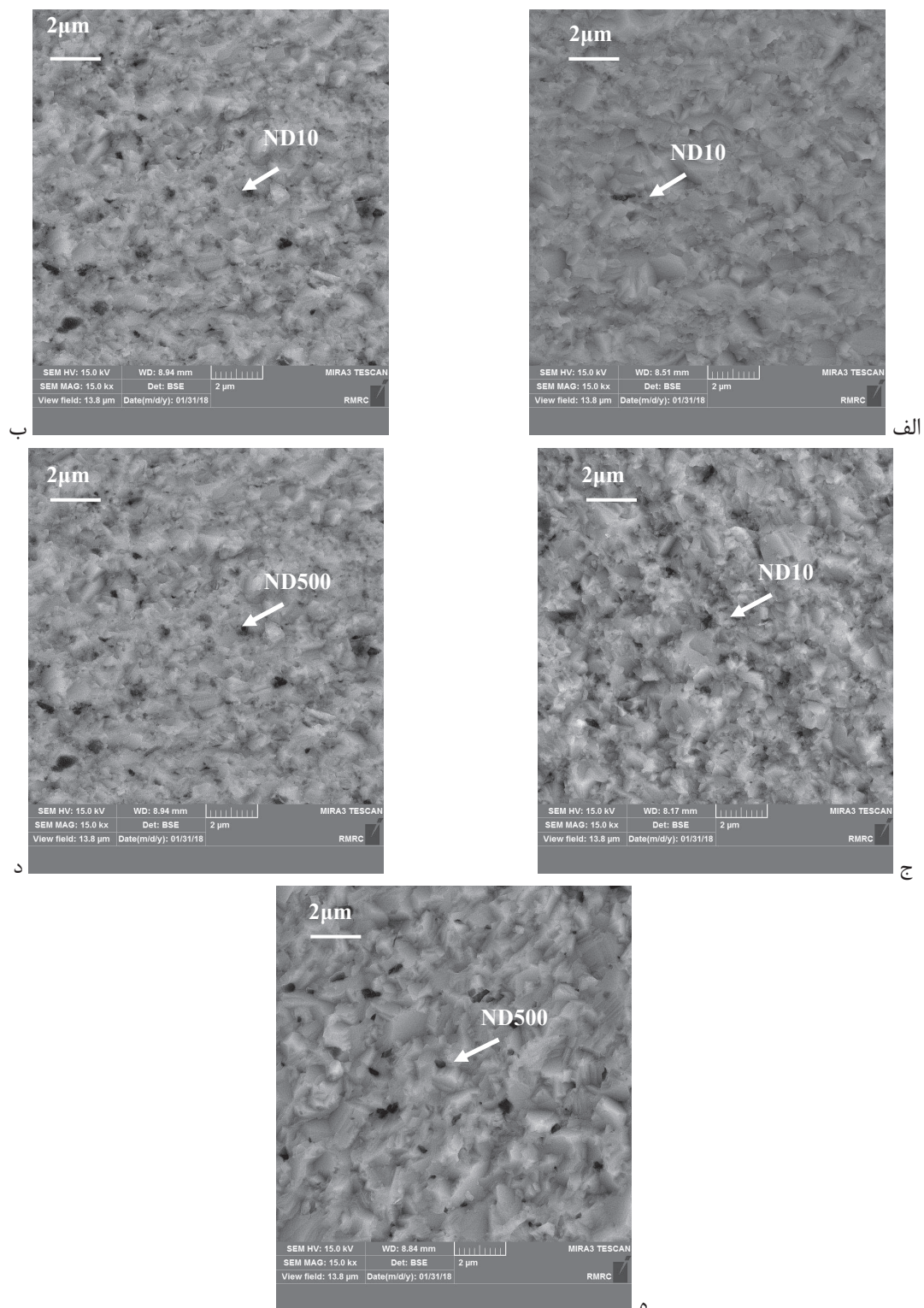


شکل ۴- الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های تف جوشی شده

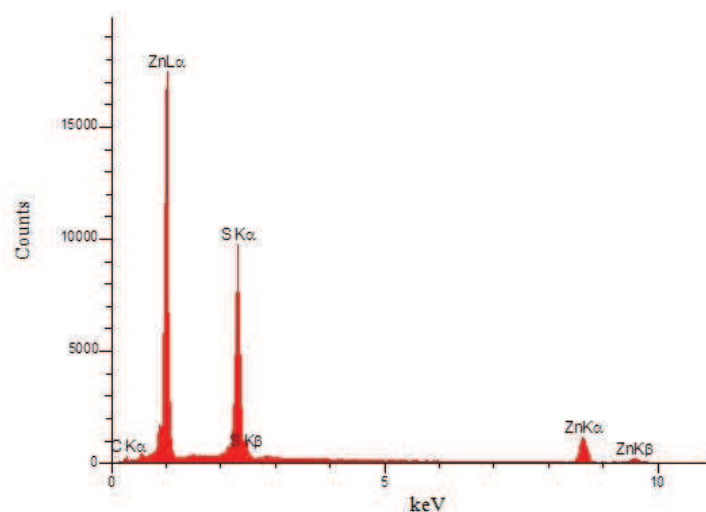
کاری مکانیکی برای تهیه پودر اولیه استفاده شده بود، توزیع مناسبی از نانو ذرات الماس ND10 دیده نمی‌شود. در نمونه‌های ZD2 و ZD3 که پودر نانوالماس پیش از آسیاب کاری مکانیکی با پودر سولفیدروی آگلومره زدایی شده اند دارای توزیع یکنواخت تر و آگلومره‌های کوچک تر نسبت به نمونه ی قبلی هستند. در نمونه ZD4، که در آن نیز مانند نمونه ZD1 تنها از روش آسیاب کاری برای مخلوط سازی پودرهای اولیه استفاده شده بود، توزیع نانوذرات الماس ND500 نسبت به نمونه ZD1 یکنواخت تر است. این نتایج ناشی از این واقعیت است که نانو ذرات الماس ND10 تمایل به آگلومره شدن بیشتری نسبت به نانوذرات الماس ND500 دارند. هم چنین توزیع نانوذرات الماس ND500 در هر دو نمونه ZD4 و ZD5 تقریباً مشابه است و تفاوت چشمگیری میان آن‌ها وجود ندارد. این امر نشان می‌دهد که هر دو روش فرآوری پودر توزیع مناسبی را در این نمونه‌ها ایجاد کرده است.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های تف جوشی شده در شکل ۴ آمده است. الگوهای پراش نمونه‌ها مشابه یکدیگر بوده و حضور فاز سولفیدروی با ساختار مکعبی که اندکی ساختار هگزاگونال نیز دارد را تأیید می‌کند. پیک‌های مربوط به نانوالماس‌ها به دلیل اندک بودن در نمونه‌ها در الگوهای پراش پرتو ایکس دیده نمی‌شود.

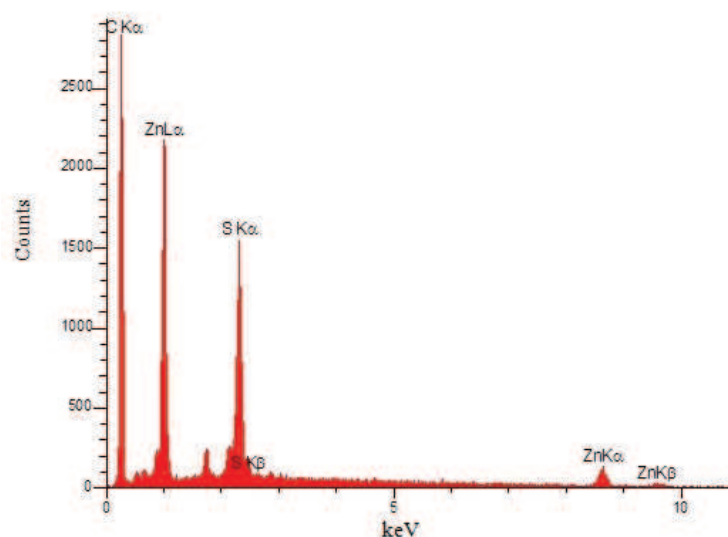
تصاویر FESEM نمونه‌های تف جوشی شده در شکل ۵ دیده می‌شود که در آن‌ها لکه‌های سیاه رنگ نانوذرات الماس هستند که در زمینه خاکستری رنگ سولفیدروی پراکنده شده‌اند. در شکل ۶ آزمون EDX از دو ناحیه سیاه و خاکستری رنگ برای نمونه ZD1 در شرایط یکسان پرتو دهی الکترون آورده شده است. همان گونه که مشاهده می‌شود درصد کربن در ناحیه سیاه رنگ به طور چشمگیری نسبت به ناحیه خاکستری رنگ افزایش داشته است. این نمونه‌های دیگر نیز نتیجه مشابه نمونه ZD1 داشتند. این تصاویر نشان می‌دهند که در نمونه ZD1، که تنها از آسیاب



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی نمونه‌های تف جوشی شده الف) ND1 (ب) ND2 (ج) ND3 (د) ND4 (ه) ND5



(الف)



(ب)

شکل ۶- نمودار تجزیه و تحلیل تفکیک انرژی (الف) قسمت خاکستری رنگ (ب) قسمت سیاه رنگ نمونه ZD1

اختلاف میان سختی نمونه‌ها ناشی از دو پارامتر است: (الف) اندازه فاز ثانویه [۱۵]: هر دو پودر اولیه نمونه‌های ZD1 و ZD4 به کمک آسیاب کاری مکانیکی با شرایط مشابه تهیه شدند و اختلاف آن‌ها در اندازه پودرهای الماس اولیه بود که به ترتیب نمونه‌ها شامل پودر نانو الماس ND10 با اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر و ND500 با اندازه کمتر ۵۰۰ نانومتر بودند.

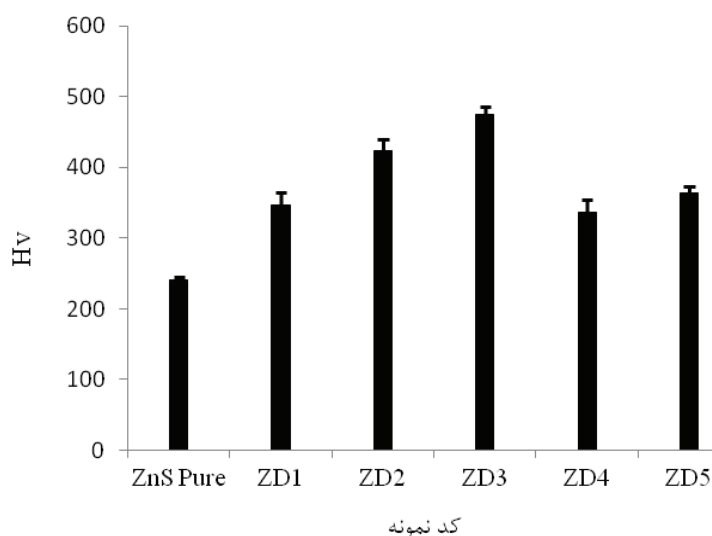
۳-۱- سختی

سختی ویکرز نمونه‌های تف جوشی شده در شکل ۷ مشاهده می‌شود. مقدار سختی نمونه سولفیدروی تف جوشی شده نیز بدون افزودن فاز ثانویه الماس به منظور مقایسه نتایج اندازه‌گیری شد. هر چند افزایش سختی در همه نمونه‌ها دیده می‌شود اما بیشترین سختی را نمونه‌های ZD2 و ZD3 از خود نشان دادند که به ترتیب ۴۲۴ و ۴۷۵ ویکرز بود.

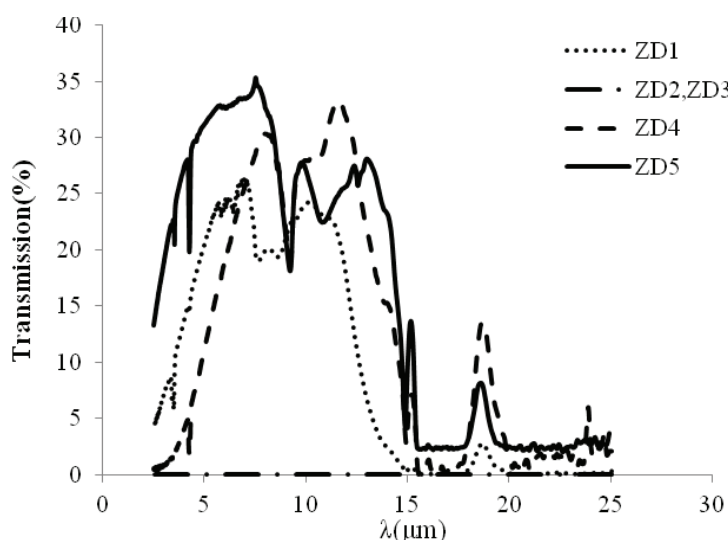


سولفیدروی/الماس بر بهبود توزیع الماس در زمینه‌ی سولفیدروی در نمونه‌های تف جوشی شده تأثیر چشمگیری داشتند. اما اختلاف میان سختی‌های نمونه‌های ZD4 و ZD5 که دارای فاز ثانویه مشابه (ND500) چندان قابل توجه نیست که می‌توان ناشی از توزیع تقریباً یکنواخت فاز دوم در هر دو نمونه دانست.

(ب) توزیع فاز ثانویه در زمینه [۱۶]: نمونه‌های ZD1، ZD2 و ZD3 دارای فاز ثانویه مشابه (ND10) هستند. با این وجود محدوده سختی‌های به دست آمده برای این نمونه‌ها به ترتیب ۳۴۰، ۴۲۴ و ۴۷۵ ویکرز به دست آمد. همان‌گونه که در شکل (۱) دیده می‌شود و پیشتر نیز توضیح داده شد، روش‌های متفاوت آماده سازی پودرهای نانوکامپوزیت



شکل ۷- سختی ویکرز نمونه‌های تف جوشی شده



شکل ۸- منحنی عبور-طول موج نمونه‌های تف جوشی شده



۳-۲- عبور نور

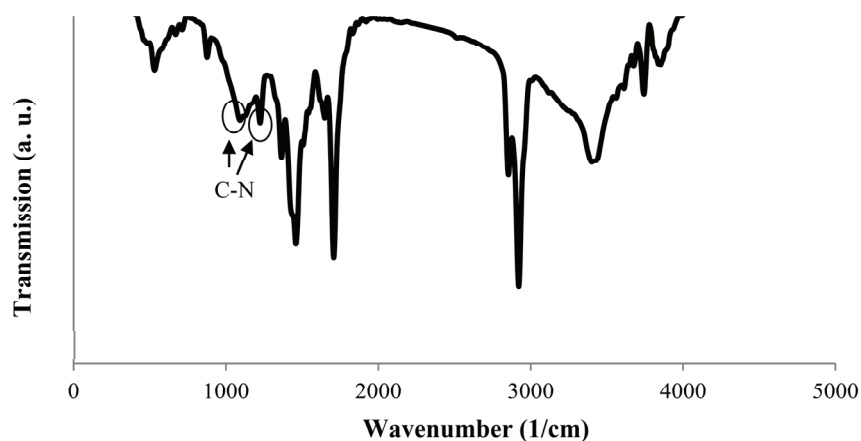
نمودار عبور نانوکامپوزیت سولفیدروی/الماس برای نمونه‌های تف جوشی شده با ضخامت ۱ میلی متر در شکل ۸ دیده می‌شود. نمونه‌های تف جوشی شده ZD1، ZD4 و ZD5 عبور نور در محدوده فروسرخ داشتند اما بالاترین میزان عبور را در میان نمونه‌ها داشت.

جذب و پراکندگی از عوامل موثر بر کاهش میزان عبور در قطعه تف جوشی شده هستند [۱۷]. حضور فاز دوم و هم چنین حفره در نمونه‌ها می‌توانند منجر به ایجاد پراکندگی نور گردند. تأثیر فاز دوم به چند در پراکندگی نور در زمینه سولفیدروی اندک و قابل چشم‌پوشی است: اختلاف اندک ضریب شکست الماس و سولفیدروی، کوچک بودن اندازه ذرات نانوالماس نسبت به طول موج‌ها در محدوده فروسرخ و هم چنین اندک بودن مقدار نانوالماس‌ها در زمینه (۱٪ کسر حجمی). در جدول ۴ چگالی نسبی نمونه‌های تف جوشی شده، آمده است. همان گونه که مشاهده می‌شود نمونه‌ها کاملاً چگال نبوده و تخلخل در آن‌ها وجود دارد که بر کاهش میزان عبور نور تأثیر می‌گذارد.

جدول ۴- چگالی نسبی نمونه‌ها

نمونه	چگالی نسبی (%)
ZD1	۹۸
ZD2	۹۷
ZD3	۹۸
ZD4	۹۷/۵
ZD5	۹۸

عامل جذب پارامتر مهم دیگری است که در تعیین میزان عبور نهایی نور نقش موثری دارد که در نمونه‌های تف جوشی شده سولفیدروی/الماس به دلایل زیر ایجاد می‌شود: الف) معمولاً در پودرهای نانوالماس در اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر خریداری شده حدود ۲ تا ۲/۵٪ نیتروژن وجود دارد که می‌تواند به شکل ناخالصی یا به صورت دوپ شده در ساختار نانوالماس وجود داشته باشد [۱۸]. همان گونه که در طیف سنجی فروسرخ تبدیل فوریه پودر نانوالماس ND10 نیز دیده می‌شود (شکل ۹)، دو پیک ضعیف ناشی از مد کششی (C-N) وجود دارد که نشان دهنده‌ی حضور نیتروژن است.



شکل ۹- طیف عبور مادون قرمز پودر نانوالماس



نتیجه آزمون CHNS از پودرهای نانوالماس ND10 نیز حضور درصد بالای نیتروژن را تأیید می‌کند که درصدی از آن نیز می‌تواند در ساختار نانوالماس ND10 دوپ شده باشد (جدول ۵). به طور کلی حضور نیتروژن منجر به افزایش پیوندهای جذبی در طول موج ۷/۵ تا ۲۵ میکرومتر می‌گردد [۲].

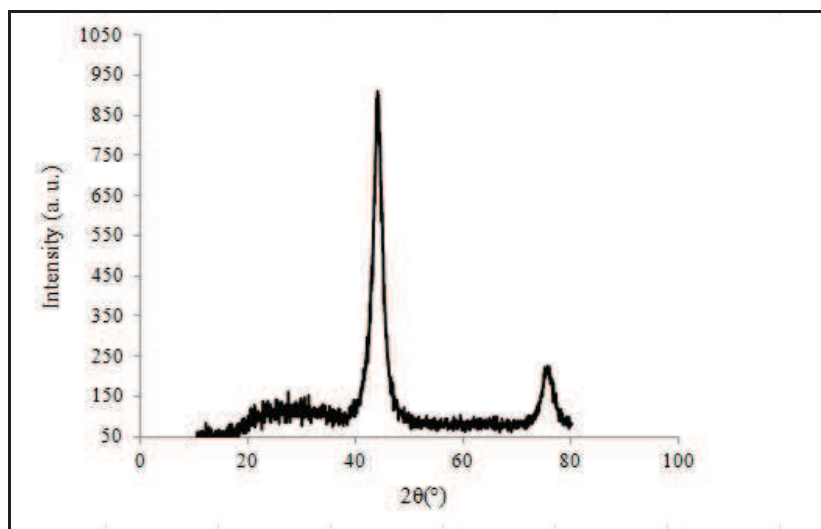
جدول ۵- تعیین درصد عناصر سولفور، نیتروژن، هیدروژن و کربن در پودر نانو الماس ND10 به کمک آزمون CHNS

عنصر	C	H	N	S
درصد	۹۰/۶۴	۳/۵۸	۲/۴۴	۰/۱۶

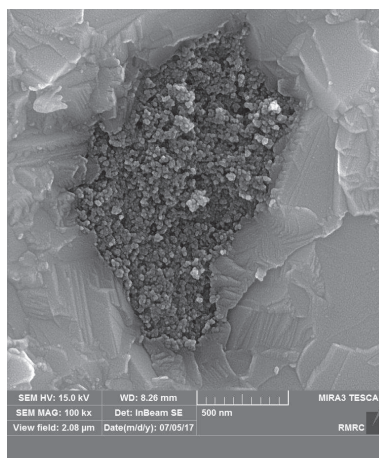
ب) به طور کلی آنیل نانوذرات الماس با اندازه‌ی کمتر از ۱۰ نانومتر در محیط خنثی منجر به ایجاد لایه‌های گرافیتی در سطح ذرات می‌گردد. این پدیده در ذرات با اندازه کوچکتر در دمای حدود ۶۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد ایجاد می‌شود و در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد در سطح اکثریت نانوذرات لایه‌های گرافیتی دیده می‌شود. تف جوشی نانوکامپوزیت سولفیدروی/الماس در دمای حدود ۸۰۰ تا ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد و در محیط خلأ انجام می‌گیرد، در این دما

درصدی از ذرات نانوالماس دارای لایه‌های گرافیتی شده که این امر منجر به افزایش جذب نور می‌گردد [۱۹]. شکل ۱۰ الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات الماس در شرایط تف جوشی را نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌گردد پیک ظاهر شده در حدود ۲۶ درجه ناشی از صفحات (۰۰۲) کربن‌های گرافیتی sp^2 است.

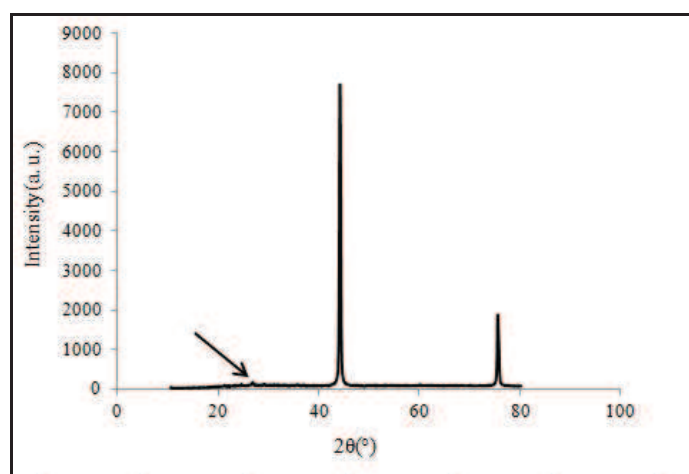
نمونه ZD1 در مقایسه با دو نمونه ZD2 و ZD3 عبور اندکی را از خود نشان می‌دهد. به طور کلی جذب مجموعه‌ای از جذب سطحی و جذب حجمی در ذره است که در الماس به دلیل شفاف بودن آن در محدوده وسیعی از طول موج‌ها، جذب حجمی نقش بسزایی را ایفا نکرده و جذب سطحی تعیین کننده نهایی میزان عبور نور در الماس است [۲]. حضور آگلومره‌های درشت از نانوذرات الماس ND10 در نمونه ZD1 و کاهش میزان سطح به حجم آگلومره‌ها نسبت به تک نانوذرات الماس ND10، به نظر می‌آید جذب سطحی ناشی از حضور کربن‌های گرافیتی کاهش یافته و نمونه عبور اندکی را از خود نشان می‌دهد.



شکل ۱۰- الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات الماس ND10 در شرایط تف جوشی



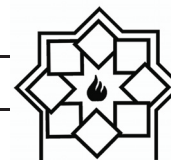
شکل ۱۱- نمونه‌ای از آگلومره‌ی نانوذرات الماس در نمونه تف جوشی شده ZD1



شکل ۱۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات الماس ND500 در شرایط تف جوشی

از گرافیت شدن آن‌ها است. الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات الماس ND500 در شرایط تف جوشی در شکل ۱۲ آورده شده است که در آن پیک مشخص شده ناشی از کرین‌های گرافیتی sp^2 در آن است. بهر حال نانوذرات الماس ND500 دارای ساختار کامل‌تر و نزدیک‌تر به الماس بالک هستند و به طور کلی میزان گرافیت شدن آن‌ها کمتر از نانوذرات الماس ND10 است [۱۹، ۲۰]. با توجه به نتایج توزیع فاز دوم و هم چنین چگالی نسبی نمونه‌های ZD4 و ZD5 انتظار می‌رود نمودارهای عبور آن‌ها تفاوت چندانی با یکدیگر نداشته باشد.

چنانچه نانوذرات الماس یک ذره بزرگ با اندازه حدود ۱ میکرومتر در نظر گرفته شوند، نسبت سطح به حجم در ذره‌هایی با اندازه میکرومتری بسیار کمتر از ذره‌های نانومتری است. بنابراین احتمالاً به دلیل افزایش نسبت سطح به حجم نانوذرات الماس و کوچک تر شدن آگلومرها و تأثیر حضور لایه‌های گرافیتی در سطح ذرات، جذب در نمونه‌های ZD2 و ZD3 سطحی افزایش داشته که منجر به کاهش میزان عبور نور تا حدود صفر می‌گردد. اما جذب در نمونه‌های حاوی نانوذرات الماس ND500 نیز ناشی



۴- نتیجه گیری

حضور نانوذرات الماس در زمینه سولفیدروی منجر به افزایش سختی در همه‌ی نمونه‌های تف جوشی نسبت به سولفیدروی خالص شد. این افزایش در نمونه‌های تف جوشی شده با حضور ذرات نانو الماس ریزتر و با توزیع یکنواخت تر در نمونه‌ها بیشتر بود به گونه‌ای که میزان سختی به حدود دو برابر سولفیدروی خالص افزایش یافت. میزان عبور نور در نمونه‌های تف جوشی شده حاوی ذرات نانوالماس با اندازه حدود ۵۰۰ نانومتر نسبت به نمونه‌های تف جوشی شده حاوی ذرات نانوالماس با اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر، بیشتر بود. هم چنین میزان عبور نور در نمونه‌های تف جوشی شده حاوی ذرات الماس با اندازه حدود ۵۰۰ نانومتر که دارای توزیع فاز دوم و چگالی نسبی تقریباً مشابهی بودند، بسیار به یکدیگر نزدیک بود. بنابراین می‌توان گفت هر چند بهبود خواص مکانیکی در نانوکامپوزیت سولفیدروی با ذرات نانوالماس در اندازه کمتر از ۱۰ نانومتر نسبت به نانوکامپوزیت سولفیدروی با ذرات نانوالماس با اندازه حدود ۵۰۰ نانومتر بیشتر است، اما عبور نور به شدت افت می‌کند. بنابراین برای داشتن خواص اپتیکی و مکانیکی مناسب در کنار هم، انتخاب ذرات نانوالماس با اندازه حدود ۵۰۰ نانومتر گزینه‌ی مناسب‌تری است.

مراجع

- performance, SPIE press, 1999.
- [3] L. A. Xue, D. S. Farquhar, T. W. Noh, A. J. Sievers and R. Raj, "Optical and Mechanical Properties of Zinc Sulphide Diamond Composites", *Acta Metallurgica et Materialia*, . 38, No. 9, pp. 1743-1752, 1989.
- [4] K. Niihara, "New design concept of structural ceramics", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 99 (1991) 974-982.
- [5] B. Derby, "Ceramic nanocomposites: mechanical properties", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 3 (1998) 490-495.
- [6] H. Elyas, T.W. Kim, B.-K. Jang, K.S. Lee, "Damage and wear resistance of Al₂O₃-SiC microcomposites with hard and elastic properties", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 126 (2018) 21-26.
- [7] T.-C. Wen, D.K. Shetty, "On the Effect of Birefringence on Light Transmission in Polycrystalline Magnesium Fluoride", *American Ceramics Society*, 98 (2015) 829-837.
- [8] D. C. Harris, L. R. Cambrea and L. F. Johnson, "Properties of an Infrared-Transparent MgO:Y₂O₃ Nanocomposite", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 1-8, 2013.
- [9] E. Ekimov, A. Gavriluk, B. Palosz, S. Gierlotka, P. Dluzewski, E. Tatianin, Y. Kluev, A. Naletov and A. Presz, "High-pressure, high-temperature synthesis of SiC-diamond nanocrystalline ceramics", *Applied Physics Letters*, Vol. 77, No. 7, pp. 954-956, 2000.
- [10] K. E. Spear, J.P. Dismukes, *Synthetic diamond: emerging CVD science and technology*, John Wiley & Sons 1994.
- [11] K. Turcheniuk, C. Trecuzzi, C. Deeleeponanan and V. N. Mochalin, "Salt-assisted ultrasonic deaggregation of nanodiamond", *ACS Applied Materials & Interfaces*, Vol. 8, No. 38, pp. 25461-25468, 2016.
- [1] E. V. Yashina, "Preparation and Properties of Polycrystalline ZnS for IR Applications", *Inorganic Materials*, Vol. 39, No. 7, pp. 663-668, 2003.
- [2] D. C. Harris. *Materials for infrared windows and domes properties and*



- transformation", *Nanotechnology*, Vol. 24, No. 20, pp. 205703, 2013.
20. O. A. Williams, "Nanocrystalline diamond", *Diamond and Related Materials*, Vol. 20, No. 625-640, 2011.
- [12] P. Vaziri, M. Navasery, A. Abedini, G. Bahmanrokh, M. Erfani, M.Z. Hussein, E. Saion, N. Soltani, "Visible Light-Induced Degradation of Methylene Blue in the Presence of Photocatalytic ZnS and CdS Nanoparticles", *International Journal of Molecular Sciences*, 13 (2012) 12242-12258.
- [13] A. K. Kole, P. Kumbhakar, "Cubic-to-hexagonal phase transition and optical properties of chemically synthesized ZnS nanocrystals", *Results in Physics*, 2 (2012) 150-155.
- [14] Q. Zou, M. Wang, Y. Li, "Analysis of the nanodiamond particle fabricated by detonation", *Journal of Experimental Nanoscience*, 5 (2010) 319-328.
15. S. Alalhessabi, S. Manafi, E. Borhani, "The Structural and Mechanical Properties of Al-2.5% wt. B4C Met-al Matrix Nano-composite Fabricated by the Mechanical Alloying", *Mechanics of Advanced Composite Structures*, 2 (2015) 39-44.
16. A. K. Mishra, *Sol-gel Based Nanoceramic Materials: Preparation, Properties and Applications*, Springer 2017.
17. W. Zhang, T. Lu, N. Wei, Y. Wang, B. Ma, F. Li, Z. Lu and J. Qi, "Assessment of light scattering by pores in Nd:YAG transparent ceramics", *Alloys and Compounds*, Vol. 520, No. 36-41, 2012.
18. O. A. Shenderova, I. I. Vlasov, S. Turner, G. Van Tendeloo, S. B. Orlinskii, A. A. Shiryayev, A. A. Khomich, S. N. Sulyanov, F. Jelezko and J. Wrachtrup, "Nitrogen control in nanodiamond produced by detonation shock-wave-assisted synthesis", *The Journal of Physical Chemistry C*, Vol. 115, No. 29, pp. 14014-14024, 2011.
19. J. Cebik, J. K. McDonough, F. Peerally, R. Medrano, I. Neitzel, Y. Gogotsi and S. Osswald, "Raman spectroscopy study of the nanodiamond-to-carbon onion