

# بررسی پارامترهای مؤثر بر سنتز نانو کامپوزیت تنگستن - مس به روش آسیابکاری مکانیکی و احیاء هیدروژنی

التفات احمدی<sup>۱\*</sup>، مهدیه ملک‌زاده<sup>۱</sup> و سید خطیب‌الاسلام صدرنژاد<sup>۲</sup>

۱- کارشناس ارشد، پژوهشگاه مواد و انرژی، تهران، ایران

۲- استاد، دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی و علم مواد، تهران، ایران

\*elt\_ahmadi@alum.sharif.edu

(تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۱۲/۲۳، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۳/۲۸)

## چکیده

در این تحقیق، یک فرآیند سه مرحله‌ای شامل آسیابکاری اسپکس، احیاء هیدروژنی و تفجوشی برای سنتز نانو کامپوزیت W-15wt%Cu استفاده شد. پودرهای اکسید تنگستن و مس تحت محیط اسید استناریک/ هوا برای زمان‌های ۱، ۲ و ۳ ساعت آسیابکاری شدند. سپس احیاء هیدروژنی در دماهای ۶۵۰، ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد برای زمان‌های ۱۵ تا ۹۰ دقیقه و تفجوشی در دماهای ۱۱۰۰، ۱۱۵۰، ۱۲۰۰ و ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶۰ دقیقه انجام شد. مورفولوژی و اندازه ذرات محصولات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، تفرق اشعه ایکس و تعیین توزیع اندازه نانوذرات مورد بررسی دقیق قرار گرفت. نتایج به دست آمده نشان دادند که اندازه میانگین ذرات همگن نمونه‌های آسیابکاری شده تحت محیط اسید استناریک در حدود ۶۳ نانومتر بود. اندازه میانگین ذرات و خوشه‌های نمونه‌های احیاء شده تحت هیدروژن در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد برای زمان ۹۰ دقیقه به ترتیب برابر ۷۲/۹ و ۴۴۵ نانومتر بودند. نتایج نشان می‌دهند که وقتی تفجوشی در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد برای ۶۰ دقیقه انجام می‌شود، نانو کامپوزیت تنگستن - مس با ساختار همگن با چگالی برابر ۱۶/۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب به دست می‌آید.

## واژه‌های کلیدی:

نانو کامپوزیت، تنگستن - مس، آسیابکاری، احیاء هیدروژنی.

## ۱- مقدمه

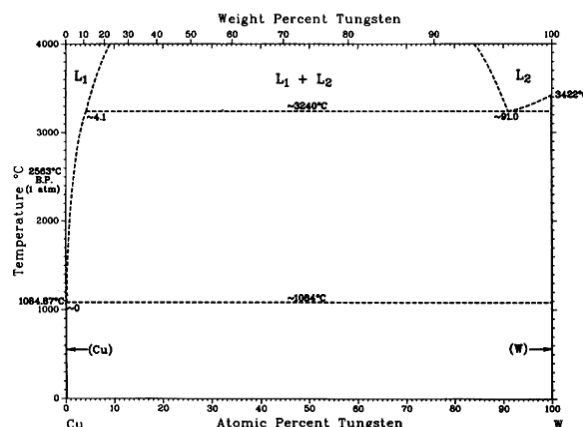
تنگستن و مس از طریق فرآیندهای فلزخورانی<sup>۱</sup> اسکلت تنگستنی با فلز مس تحت شرایط احیایی تهیه و ساخته می‌شوند. همانطور که دیاگرام فازی تنگستن - مس در شکل (۱) به وضوح نشان می‌دهد، فلزات تنگستن و مس در همدیگر انحلال‌ناپذیرند [۹-۴]. بنابراین سنتز کامپوزیت هموزن با چگالی نزدیک به چگالی تنوریک به جهت بزرگ بودن زاویه ترشوندگی بین

نانو کامپوزیت‌های تنگستن - مس پتانسیل استفاده خوبی به عنوان مواد پراکنده‌ساز حرارتی<sup>۱</sup> در زمینه میکروالکترونیک مانند ورقه‌های پراکنده‌ساز<sup>۲</sup> در راکتورهای گدازش<sup>۳</sup>، قطعات عایق حرارتی<sup>۴</sup> مانند سینک‌های حرارتی<sup>۵</sup> و مواد مورد استفاده در سطوح پلاسمای<sup>۶</sup> را دارند [۷-۱]. به طور معمول کامپوزیت

مس (آسیابکاری مکانیکی اکسیدها و احیاء هیدروژنی) به دلیل عدم استفاده از فعال‌کننده‌های سطحی، تنها با ایجاد ساختار نانومتری و تسریع فرآیند آرایش مجدد<sup>۹</sup> خواص فیزیکی کمتر تحت تأثیر قرار گرفته و یک روش مناسب برای سنتز نانوکامپوزیت حاضر خواهد بود [۱۸-۱۳]. در روش مکانیکی-شیمیایی، ابتدا پودرهای اکسیدی نانوساختار شامل اکسید تنگستن ( $WO_3$ ) و اکسید مس ( $CuO$ ) با استفاده از روش آسیابکاری پراورزی تهیه و در ادامه پودرهای تهیه شده تحت گاز هیدروژن تحت شرایط کنترل شده به صورت دو مرحله‌ای احیاء هیدروژنی می‌شوند. به این صورت که در ابتدا اکسید مس در دمایی در حدود ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به فلز مس احیاء شده و سپس اکسید تنگستن در چهار مرحله با تشکیل سه ترکیبات میانی  $WO_{2.9}$ ،  $WO_{2.72}$ ،  $WO_2$  در دماهای ۳۸۰، ۵۰۰، ۶۰۰ و ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد حاصل می‌شود [۲].

در روش دیگر می‌توان با تهیه محلول آبی از مواد اولیه نترات مس  $[(CuNO_3)_2 \cdot 3H_2O]$  و آمونیوم متانتگستات  $[(NH_4)_6 \cdot (H_2W_{12}O_{40}) \cdot 4H_2O]$  با ترکیب مشخص از فلزات تنگستن و مس و نیز انجام خشک کردن پاششی و کلسیناسیون نمک‌ها، اکسید تنگستن ( $WO_3$ ) به همراه تنگستات مس ( $CuWO_4$ ) نانوساختاری را تهیه و محصول را برای فرآیند احیاء هیدروژنی مورد استفاده قرار داد [۷-۴]. در نهایت نانوپودرهای سنتز شده از مرحله قبل تحت فرآیند تفجوشی به کامپوزیت نانوساختار و فلزی تبدیل می‌شود. در تحقیق حاضر، تهیه پودرهای نانومتری تنگستن و مس با ترکیبی از روش مکانیکی و احیاء هیدروژنی مورد بررسی قرار گرفته است.

پارامترهای مؤثر بر سنتز نانوکامپوزیت تنگستن-مس به روش آسیابکاری مکانیکی با استفاده از آسیابکاری به روش اسپکس به عنوان یک روش جدید در تهیه نانوذرات اکسیدی تنگستن و مس در مقایسه با سایر تحقیقات و نیز تعیین پارامترهای بهینه فرآیند احیاء هیدروژنی شامل دما و زمان به دلیل کمبود اطلاعات کافی در این زمینه به همراه بررسی اثر دما بر تفجوشی پودرهای نانوساختار در این تحقیق مورد مطالعه قرار گرفته است.



شکل (۱): دیاگرام فازی سیستم تنگستن-مس [۱۲].

تنگستن-مس و نیز ناهمگنی پودرهای مورد استفاده در فرآیند تفجوشی از مخلوط پودرهای تنگستن و مس به دلیل اختلاف زیاد چگالی مشکل می‌باشد [۸-۵]. استفاده از پودرهای اکسیدی تنگستن ( $WO_3$ :  $7/2 \text{ g/cm}^3$ ) و مس ( $CuO$ :  $6/3 \text{ g/cm}^3$ ) به دلیل اختلاف اندک چگالی نسبت به عناصر تنگستن ( $W$ :  $19/3 \text{ g/cm}^3$ ) و مس ( $Cu$ :  $8/9 \text{ g/cm}^3$ ) به دلیل قابلیت دستیابی به پودر همگن اکسیدی برای مرحله آسیابکاری و استفاده از آنها برای فرآیند احیاء هیدروژنی در سال‌های اخیر مورد توجه بسیاری از محققین قرار گرفته است [۷-۱۲]. با توجه به بزرگ بودن زاویه ترشوندگی بین تنگستن و مس، به طور معمول برای دستیابی به کامپوزیت W-Cu با چگالی نزدیک به چگالی تنوریک از فلزات  $Pd$ ،  $Ni$ ،  $Co$ ،  $Fe$  به عنوان فعال‌کننده سطحی با هدف کاهش زاویه ترشوندگی و نیز افزایش قابلیت تفجوشی در مرحله تفجوشی استفاده می‌شود [۱۲-۲۰]. هر چند که این فلزات به فرآیند تفجوشی برای ساخت کامپوزیت تنگستن و مس با چگالی بالا به واسطه تسریع رسوب‌گذاری مجدد محلولی<sup>۸</sup> کمک خواهند نمود، ولی افت خواص فیزیکی مانند هدایت حرارتی و الکتریکی کامپوزیت نهایی را به همراه خواهند داشت. از این میان کبالت و آهن به دلیل محدودیت انحلال در مس و نیز تشکیل فازهای بین فلزی با تنگستن، تأثیر بسزایی در دمای تفجوشی دارند. بنابراین با استفاده از روش جدید مکانیکی-شیمیایی سنتز نانو کامپوزیت تنگستن-

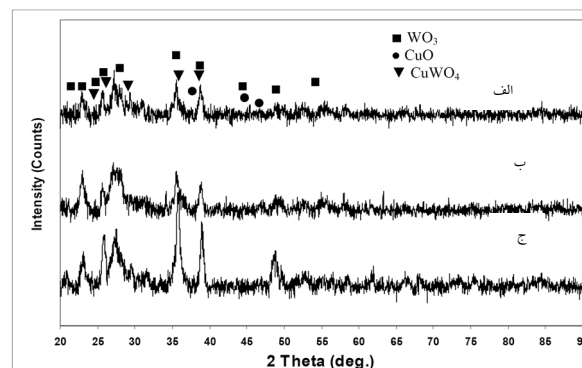
رویشی (SEM)، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) و روش توزین اندازه نانوذرات<sup>۱۱</sup> برای مشخصه‌یابی مورفولوژی و اندازه ذرات محصول استفاده شده است.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- تأثیر آسیابکاری اسپکس بر مورفولوژی و اندازه ذرات پودرهای اکسیدی تنگستن و مس

در شکل (۲) نتایج الگوی پراش اشعه ایکس پودرهای آسیابکاری شده با استفاده از روش اسپکس در محیط اسید استناریک در محفظه‌های فولاد زنگ‌نزن برای زمان‌های ۱، ۲ و ۳ ساعت نشان داده شده است. نتایج حاصل بیانگر آن است که با افزایش زمان آسیابکاری، پیک‌های مربوط به اکسیدهای تنگستن و مس پهن‌تر و ارتفاع آنها کاهش یافته است. به طوری که بعد از زمان ۳ ساعت آسیابکاری تر پیک‌های مربوط به اکسید مس به واسطه ریز شدن ذرات ناپدید و تقریباً حذف شده است. بنابراین با افزایش زمان آسیابکاری اندازه ذرات به طور قابل ملاحظه‌ای در این روش آسیابکاری در مقایسه با سایر روش‌های آسیابکاری کاهش یافته است. همانطور که در شکل (۲) نشان داده شده است، علاوه بر کاهش اندازه ذرات در مرحله آسیابکاری، در اثر نفوذ بین اکسیدهای تنگستن و مس یک فاز اسپینل (CuWO<sub>4</sub>) نیز تشکیل شده است که نتایج حاصل این موضوع را به وضوح نشان می‌دهد.

تصویر میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) پودرهای WO<sub>3</sub> و CuO آسیابکاری شده به صورت خشک و تر به ترتیب در محیط‌های هوا و استناریک اسید با محفظه و گلوله‌های فولاد زنگ‌نزن و به مدت ۳ ساعت به ترتیب در شکل‌های (۳-الف و ب) نشان داده شده است. مقایسه مورفولوژی پودرهای آسیابکاری شده، نشان می‌دهد که نمونه‌های آسیابکاری شده تحت هوا بسیار آگلومره شده و پودرهای حاصل از یکنواختی خوبی برخوردار نمی‌باشد، در صورتی که نمونه‌های آسیابکاری شده تحت شرایط اسید استناریک در هموزن و یکنواخت بوده و دارای اندازه ذرات نانومتری (در حدود ۶۰ نانومتر) می‌باشند.



شکل (۲): الگوی پراش اشعه ایکس حاصل از آسیابکاری پودرهای اکسیدی تنگستن و مس در محیط اسید استناریک در زمان‌های مختلف، (الف) ۱ ساعت، (ب) ۲ ساعت و (ج) ۳ ساعت.

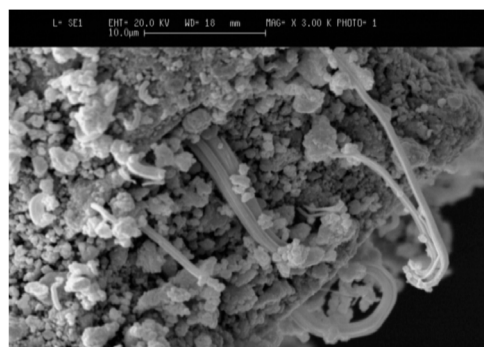
#### ۲- روش تحقیق

پودرهای اکسید تنگستن (WO<sub>3</sub>) با اندازه ذرات ۱۳ میکرون و خلوص ۹۹/۹۷٪ (Wolfram, Russia) و اکسید مس (CuO) با اندازه ذرات ۱/۵ میکرون و خلوص ۹۹/۹٪ (Merck, Germany) با استفاده از آسیاب پراثرژی اسپکس مدل (8000 Spex Mixer/Miller) برای مدت زمان ۳ ساعت تحت محیط اسید استناریک آسیابکاری شد. در ادامه ۱/۵ گرم از پودر حاصل از مرحله آسیابکاری تحت شرایط گاز هیدروژن به صورت دومرحله‌ای به شکل بستر ثابت با ارتفاع ۲ میلی‌متر در دماهای مختلف شامل ۴۰۰، ۶۰۰، ۶۵۰، ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت زمان‌های ۱۵، ۳۰، ۴۵، ۶۰، ۷۵ و ۹۰ دقیقه در قایقک‌های آلومینایی احیاء شده است. برای تولید گاز هیدروژن با خلوص بالا (۹۹/۹۹٪) از یک ژنراتور تولید هیدروژن (Hydrogen Generator PH 300, UK) استفاده شده است. دبی گاز هیدروژن ۰/۲ لیتر در دقیقه ثابت در نظر گرفته شده است. در ادامه نانوپودرهای احیاء شده تحت فشار ۳۰۰ مگاپاسگال به صورت قرص متراکم و در دماهای ۱۱۰۰، ۱۱۵۰، ۱۲۰۰ و ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به صورت ایزوترم تفجوشی گردیده است. در هر یک از مراحل سنتز شامل آسیابکاری مکانیکی، احیاء هیدروژنی و تفجوشی از روش‌های شناسایی مواد، شامل تفرق اشعه ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی

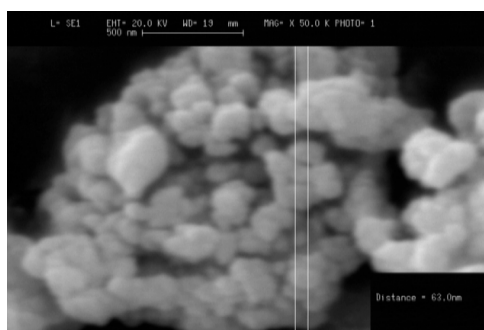
توزین اندازه نانوذرات پس از انجام آلتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه مورد مطالعه و ارزیابی قرار گرفته است. نتایج حاصل در شکل (۴) مشاهده می‌شود. چنانچه در شکل (۴) ملاحظه می‌شود، منحنی توزیع اندازه ذرات به دو قسمت تقسیم می‌شود. پیک کوچک‌تر که مربوط است به تشکیل ذرات نانومتری (۵۰ تا ۱۰۰ نانومتر) و (ب) پیک بزرگ‌تر که نشان‌دهنده خوشه‌های حاصل از آگلومراسیون جزئی (اندازه خوشه‌ها ۴۰۰ تا ۴۵۰ نانومتر). بنابراین نتایج حاصل از مطالعه توزیع اندازه ذرات مطابقت بسیار خوبی با تصاویر میکروسکوپ الکترونی داشته و آماده‌سازی نمونه‌های میکروسکوپی را نیز تأیید می‌نماید.

### ۳-۲- تأثیر پارامترهای دما و زمان در فرآیند احیاء هیدروژنی پودرهای اکسیدی تنگستن و مس

در شکل‌های (۵-الف، ب و ج) الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) نمونه‌های احیاء شده در دماهای ۶۵۰، ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت زمان ۱۵ الی ۹۰ دقیقه نشان داده شده است. همانطور که نتایج الگوی پراش اشعه ایکس نشان می‌دهد، با افزایش دمای احیاء هیدروژنی از ۶۵۰ به ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد فازها و ترکیبات میانی مانند  $WO_{2.9}$ ،  $WO_{2.72}$  و  $WO_2$  به تنگستن فلزی و اکسید مس به مس فلزی احیاء می‌گردند. نتایج حاصل از تحلیل احیاء هیدروژنی نمونه‌های اکسیدی تنگستن و مس در دماها و زمان‌های مختلف به طور مختصر به شرح زیر می‌باشد: الف) احیاء هیدروژنی به صورت ناقص انجام شده و رنگ پودرهای حاصل به صورت بنفش و آبی مایل به بنفش می‌باشد، ترکیبات اکسیدی میانی ( $WO_2$ ،  $WO_{2.72}$ ،  $WO_{2.9}$  و  $WO_3$ ) در نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) تمام نمونه‌ها مشاهده می‌شود. محصول احیاء هیدروژنی شامل اکسیدهای تنگستن، تنگستن و اکسید مس و مس می‌باشد. دما و زمان چندان مناسب نیست. ب) احیاء هیدروژنی به صورت کامل انجام شده و رنگ پودرهای حاصل به صورت خاکستری می‌باشد، ترکیبات اکسیدی میانی ( $WO_2$ ،  $WO_{2.72}$ ،  $WO_{2.9}$  و  $WO_3$ ) در نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) مشاهده نمی‌شود. محصول احیاء هیدروژنی شامل تنگستن و مس می‌باشد.

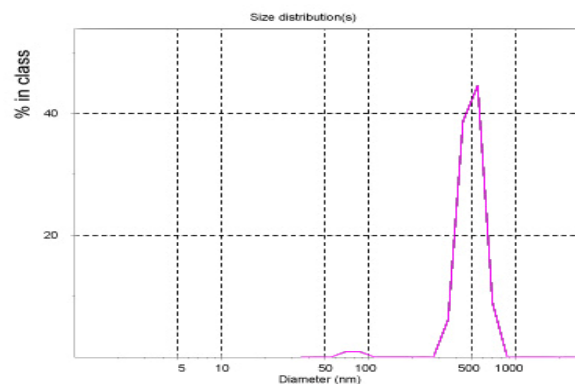


(الف)



(ب)

شکل (۳): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودرهای  $WO_3-CuO$  آسیابکاری شده به مدت ۳ ساعت، الف) آسیابکاری تر در محیط استتاریک اسید و ب) آسیابکاری خشک در هوا.



شکل (۴): توزیع اندازه ذرات پودرهای اکسیدی حاصل از مرحله آسیابکاری تر به مدت ۳ ساعت در محیط اسید استتاریک.

چنانچه در شکل (۳-الف) به وضوح دیده می‌شود، نانوذرات پودری در اثر آگلومراسیون جزئی به صورت خوشه‌های کوچک (در حدود ۴۵۰-۴۰۰ نانومتر) مشاهده می‌شوند. توزیع اندازه ذرات پودرهای اکسیدی حاصل از مرحله آسیابکاری در محیط اسید استتاریک به مدت سه ساعت با استفاده از روش

تنگستن با اندازه ذرات در حدود ۷۲/۹ نانومتر در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد به دست می‌آید. همچنین نتایج بررسی توزیع اندازه ذرات (شکل ۷) نشان‌دهنده این موضوع بوده و اندازه ذرات و خوشه‌های آگلومره شده را به ترتیب در حدود ۹۰ و ۴۴۵ نانومتر نشان می‌دهد.

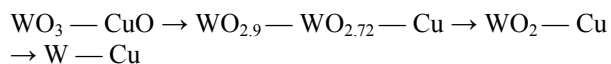
اندازه دانه تنگستن و مس با استفاده از نتایج الگوی پراش اشعه ایکس با کمک رابطه ویلیامسون- هال<sup>۱۱</sup> (معادله ۱) برای نمونه سنتز شده تحت فرآیند احیاء هیدروژنی در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد به صورت تخمینی در حدود  $۵۰/۲ \pm ۳/۱$  و  $۶۹/۳ \pm ۵$  نانومتر محاسبه شده است.

$$b \cos\theta = (0.9\lambda/d) + 2\sin\theta \quad (۱)$$

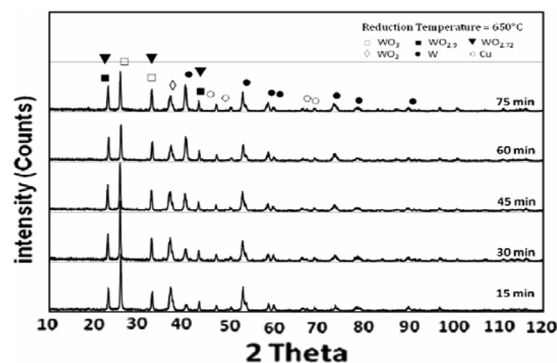
که  $b$  پهنای پیک در نصف شدت (Rad.)،  $\theta$  موقعیت پیک (Rad.)،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس (nm)،  $d$  اندازه میانگین دانه و  $\varepsilon$  میکرو کرنش در پودر است.

نتایج حاصل از تخمین اندازه دانه با رابطه ویلیامسون- هال صحت نتایج به دست آمده با استفاده از روش‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و توزیع اندازه ذرات را تأیید می‌کند. تشکیل فازهای میانی  $WO_2$  و  $WO_{2.72}$  در هنگام فرآیند احیاء هیدروژنی یکی از مهمترین تفاوت‌های احیاء در دماهای ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتی گراد می‌باشد.

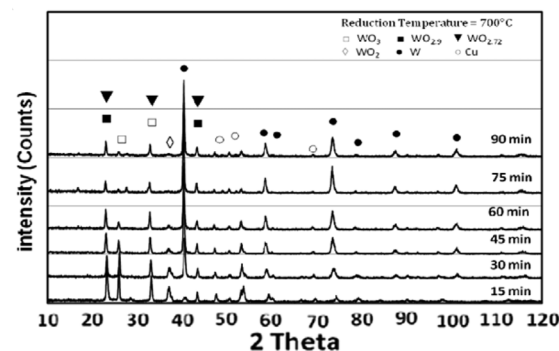
بنابراین مراحل احیاء هیدروژنی مخلوط پودرهای اکسیدی تنگستن و مس به صورت زیر می‌باشد که نتایج حاصل از الگوی پراش اشعه ایکس نیز این موضوع را به خوبی بیان می‌کند.



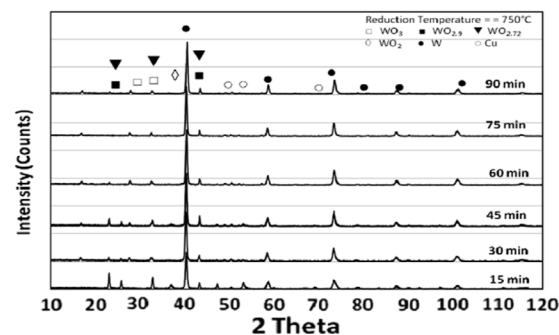
در دمای ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی گراد در مدت زمان ۹۰ دقیقه احیاء اکسیدها به طور کامل انجام می‌شود ولیکن نمونه‌های احیاء شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد دارای اندازه ذرات و خوشه‌های کوچک‌تری نسبت به نمونه ۷۵۰ درجه سانتی گراد می‌باشند. چنانچه در نتایج XRD مشاهده می‌شود، با افزایش دما پیک مربوط به فلز مس کوچک‌تر می‌شود، لذا می‌توان استنباط نمود که کامپوزیت نانو ساختار تنگستن- مس به طور جزئی در حین فرآیند احیاء تشکیل می‌شود. در نتیجه سنتز نانوپودر



(الف)



(ب)



(ج)

شکل (۵): الگوی پراش اشعه ایکس پودرهای احیاء شده تحت گاز هیدروژن در دماهای الف) ۶۵۰، ب) ۷۰۰ و ج) ۷۵۰ درجه سانتی گراد برای زمان‌های مختلف ۱۵ تا ۹۰ دقیقه.

زمان‌های بالا ۷۵ و ۹۰ مطلوب می‌باشد. ج) احیاء هیدروژنی به صورت کامل انجام شده و رنگ پودرهای حاصل به صورت خاکستری می‌باشد.

نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) نشان‌دهنده تنگستن و مس در محصول احیاء می‌باشد. در این دما، زمان ۶۰ دقیقه به بالا بسیار مناسب و مطلوب می‌باشد. نتایج تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (شکل‌های ۶- الف و ب) نشان می‌دهد، نانوذرات

جدول (۱): آنالیز EDAX محصول احیاء هیدروژنی در دماهای مختلف.

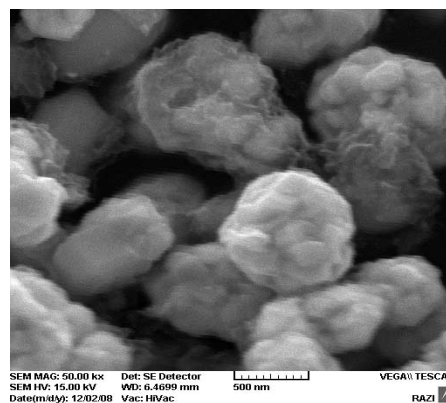
| دما (درجه سانتی گراد) | تنگستن (درصد وزنی) | مس (درصد وزنی) | اکسیژن (درصد وزنی) |
|-----------------------|--------------------|----------------|--------------------|
| ۶۰۰                   | ۸۸/۲۴              | ۱۶/۹۹          | ۰/۷۷               |
| ۶۵۰                   | ۸۰/۴۸              | ۱۹/۳۱          | ۰/۲۱               |
| ۷۰۰                   | ۸۴/۵۶              | ۱۵/۴۳          | ۰/۰۱               |
| ۷۵۰                   | ۸۴/۳               | ۱۵/۹۷          | ۰                  |

استنباط نمود که فرآیند احیاء از طریق نفوذ فاز بخار در حالت جامد (Chemical Vapor Transport: CVD) کنترل می‌شود و در مرحله اول احیاء اکسید مس به مس فلزی و اکسید آبی تنگستن ( $WO_3$ ) به  $WO_{2.72}$  و در ادامه احیاء اکسید تنگستن ( $WO_{2.72}$ ) به تنگستن فلزی صورت می‌گیرد. در ضمن، آنالیز EDAX محصول احیاء هیدروژنی در دماهای مختلف (جدول ۱) نیز حذف اکسیژن و فازهای میانی از محصول را به صورت مقایسه‌ای نشان می‌دهند. محصول پودر نهایی سنتز شده با روش مکانیکی شیمیایی (۷۰۰ درجه سانتی گراد، ۹۰ دقیقه) به صورت قرص تحت فشار ۳۰۰ MPa تهیه و در دماهای ۱۱۰۰، ۱۱۵۰، ۱۲۰۰ و ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد برای زمان ۶۰ دقیقه تفجوشی شده است. تصاویر SEM نمونه‌های تفجوشی (شکل ۸) بیانگر آن است که نمونه زینتر شده در دمای پایین‌تر ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد علاوه بر تفجوشی بهتر دارای اندازه ذرات ریزتر نسبت به سایر نمونه‌ها می‌باشد. بنابراین به عنوان یک نتیجه بسیار مهم می‌توان اشاره نمود، علاوه بر سنتز همگن نانوکامپوزیت تنگستن - مس، دستیابی به محصول تفجوشی از طریق ایجاد فاز مذاب در دماهای پایین‌تر و نزدیک به دانسیته تئوری ( $16/1 \pm 0/1 \text{ g/cm}^3$ ) اندازه‌گیری شده به روش ارشمیدوسی نسبت به نمونه سنتز شده از پودرهای میکرونی امکان‌پذیر می‌باشد.

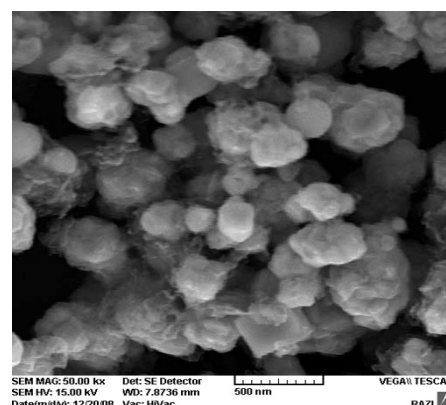
#### ۴- نتیجه‌گیری

از جمله مهمترین نتایج به شرح زیر می‌باشد:

- ۱- سنتز نانوپودر و کامپوزیت W-Cu با استفاده از روش شیمیایی - مکانیکی امکان‌پذیر می‌باشد.

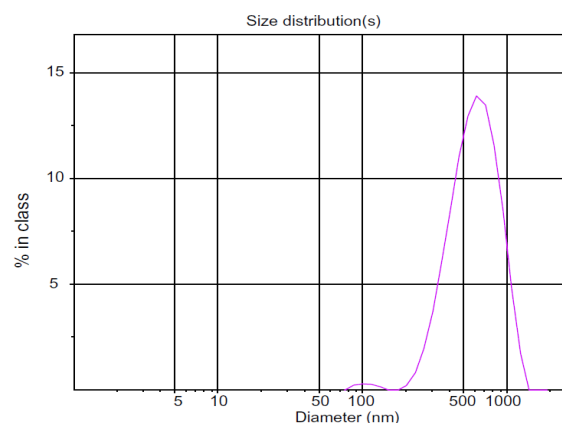


(الف)



(ب)

شکل (۶): تصویر SEM نمونه‌های احیاء هیدروژنی، (الف) دمای ۷۰۰ و (ب) دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد برای ۹۰ دقیقه.



شکل (۷): توزیع اندازه ذرات نمونه احیاء هیدروژنی در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد برای زمان ۹۰ دقیقه.

تنگستن و مس در دماهای ۷۰۰ و ۷۵۰ محتمل بوده و اندازه ذرات آنها در زمان‌های بالاتر از ۶۰ دقیقه بالای ۷۰ نانومتر می‌باشد. بر پایه نتایج سایر تحقیقات و نتایج حاضر می‌توان

زمان ۹۰ دقیقه برای دستیابی به اندازه ذرات در حدود ۷۰ نانومتر با اندازه خوشه‌های ۴۴۵ نانومتر می‌باشد.

۴- نمونه‌های نانوپودری تهیه شده در دماهای پایین‌تری نسبت به سایر نمونه‌ها تفجوشی دارای ساختار همگن و تفجوشی بهتری می‌باشند.

۵- اندازه ذرات تخمینی از روش‌های مختلف مانند توزیع اندازه ذرات (۹۵ نانومتر) تفرق اشعه ایکس ( $69 \pm 0.5$  نانومتر) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی (۷۲/۹ نانومتر) مطابقت بسیار خوبی با همدیگر دارند.

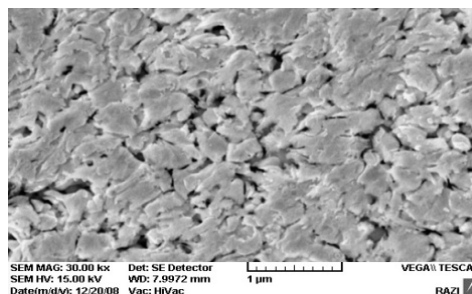
۶- دما و زمان تفجوشی مناسب به ترتیب ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد و ۶۰ دقیقه می‌باشند.

#### ۵- تشکر و قدردانی

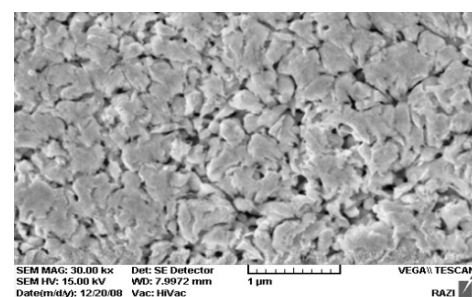
بدینوسیله از حمایت‌های مادی پژوهشگاه مواد و انرژی و زحمات مسئولین آزمایشگاه‌ها بخصوص آقای حسن‌زاده تشکر و قدردانی می‌شود.

#### ۶- مراجع

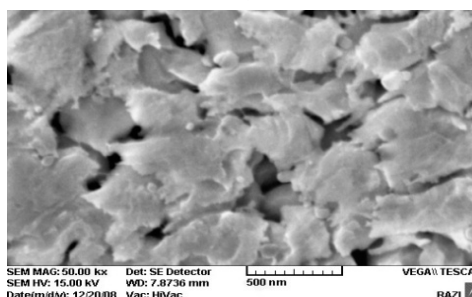
- [1] E. S. Yoon, J. S. Lee, S. T. Oh and B. K. Kim, "Microstructure and Sintering Behavior of W-Cu Nanocomposite Powder Produced by Thermo-Chemical Process", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 20, pp. 201-206, 2002.
- [2] D. G. Kim, S. T. Oh, H. Jeon, C. H. Lee and Y. D. Kim, "Hydrogen-Reduction Behavior and Microstructural Characteristics of  $WO_3$ -CuO Powder Mixtures with Various Milling Time", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 354, pp. 234-239, 2003.
- [3] W. S. Wang and K. S. Hwang, "The Effect of Tungsten Particle Size on the Processing and Properties of Infiltrated W-Cu Compacts", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29, pp. 1509-1516, 1998.
- [4] L. J. Kecskes, B. R. Klotz, K. C. Cho, R. J. Dowding and M. D. Trexler, "Densification and Structural Change of Mechanically Alloyed W-Cu Composites", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32, pp. 2885-2893, 2001.
- [5] S. K. Joo, S. W. Lee and T. H. Ihn, "Effect of Cobalt Addition on the Liquid-Phase Sintering of W-Cu Prepared by the Fluidized Bed Reduction Method", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25, pp. 1575-1578, 1994.
- [6] S. Lee, M. H. Hong, J. W. Noh and W. H. Baek, "Microstructural Evolution of a Shapedcharge Liner and



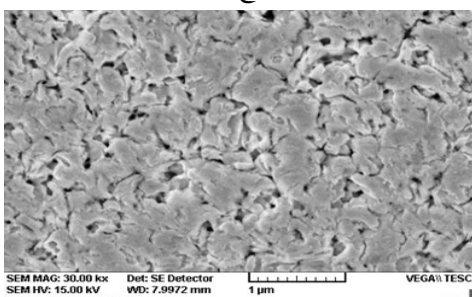
(الف)



(ب)



(ج)



(د)

شکل (۸): تصاویر SEM نمونه‌های تفجوشی شده برای ۶۰ دقیقه در دماهای (الف) ۱۱۰۰، (ب) ۱۱۵۰، (ج) ۱۲۰۰ و (د) ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد.

۲- اندازه ذرات اکسیدی تهیه شده با آسیابکاری اسپکس در حدود ۶۰ نانومتر بوده و اکسیدها به صورت یکنواخت مخلوط می‌گردند.

۳- دمای بهینه احیاء هیدروژنی ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت

- [17] R. Haubner, W. D. Schubert, E. Lassner, M. Schreiner and B. Lux, "Mechanism of Technical Reduction of Tungsten", Part I. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 2, pp. 108-15, 1983.
- [18] Y. Li, X. Qu, Z. Zheng, C. Lei, Z. Zou and S. Yu, "Properties of W-Cu Composite Powder Produced by a Thermo-Mechanical Method", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 21, pp. 259-264, 2003.
- [19] L. P. Dorfman, D. L. Houck, M. J. Scheithauer and T. A. Frisk, "Synthesis and Hydrogen Reduction of Tungsten-Copper Composite Oxides", Journal of Materials Research, Vol. 17, pp. 821-830, 2002.
- [20] L. P. Dorfman, D. L. Houck and M. J. Scheithauer, "Consolidation of Tungsten-Coated Copper Composite Powder", Journal of Materials Research, Vol. 17, pp. 2075-2084, 2002.
- [21] M. K. Yoo, J. K. Park, K. T. Hong and J. Choi, "Tungsten Skeleton Structure Fabrication Method Employed in Application of Copper Composite Material Fabrication Method", United States Patent 5963773, 1999.
- [22] S. C. Tjong and H. Chen, "Nanocrystalline Materials and Coatings", Materials Science and Engineering R, Vol. 4, pp. 1-88, 2004.
- [7] D. G. Kim, K. W. Lee, S. T. Oh and Y. D. Kim, "Preparation of W-Cu Nanocomposite Powder by Hydrogen-Reduction of Ball-Milled W and CuO Powder Mixture", Materials Letters, Vol. 58, pp. 1199-1203, 2004.
- [8] W. S. Shim, D. G. Kim, T. Sekino, J. W. Noh, Y. D. Kim and I. H. Moon, "Reduction and Sintering of WO<sub>3</sub>-CuO Nanocomposite Powders Produced by High Energy Ball Milling Process", Journal of Ceramic Processing Research, Vol. 109, pp. 109-113, 2002.
- [9] D. G. Kim, G. S. Kim, M. J. Suk, S. T. Oh and Y. D. Kim, "Effect of Heating Rate on Microstructural Homogeneity of Sintered W-15 wt%Cu Nanocomposite Fabricated from W-CuO Powder Mixture", Scripta Materialia, Vol. 51, pp. 677-681, 2004.
- [10] D. G. Kim, K. H. Min, S. Y. Chang, S. T. Oh, C. H. Lee and Y. D. Kim, "Effect of Pre-Reduced Cu Particles on Hydrogen-Reduction of W-Oxide in WO<sub>3</sub>-CuO Powder Mixtures", Materials Science and Engineering A, Vol. 399, pp. 326-331, 2005.
- [11] D. G. Kim, B. H. Lee, S. T. Oh, Y. D. Kim, and S. G. Kang, "Mechanochemical Process for W-15 wt.%Cu Nanocomposite Powders with WO<sub>3</sub>-CuO Powder Mixture and its Sintering Characteristics", Materials Science and Engineering A, Vol. 395, pp. 333-337, 2005.

## ۷- پی نوشت

- 1- Heat Dissipation Materials
- 2- Divertor Plates
- 3- Fusion Reactors
- 4- Thermal Management
- 5- Heat Sink
- 6- Plasma Facing Materials
- 7- Infiltration
- 8- Solution-Reprecipitation
- 9- Rearrangement
- 10- Nanoparticles Zeta-Sizer
- 11- Williamson-Hall

- [12] D. G. Kim, G. S. Kim, S. T. Oh and Y. D. Kim, "The Initial Stage of Sintering for the W-Cu Nanocomposite Powder Prepared from W-CuO Mixture", Materials Letters, Vol. 58, pp. 578-581, 2004.
- [13] R. G. German and E. Olevisky, "Strength Predictions for Bulk Structures Fabricated from Nanoscale Tungsten Powder", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 23, pp. 77-84, 2005.
- [14] D. R. Li, Z. Y. Liu, Y. Yu and E. D. Wang, "Numerical Simulation of Hot Hydrostatic Extrusion of W-40 wt.% Cu", Materials Science and Engineering A, Vol. 499, pp. 118-122, 2009.
- [15] W. D. Schubert, "Kinetics of the Hydrogen Reduction of Tungsten Oxides", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 9, pp. 178-191, 1990.
- [16] R. Haubner, W. D. Schubert, H. Hellmer, E. Lassner and B. Lux, "Mechanism of Technical Reduction of Tungsten: Part 2, Hydrogen Reduction of Tungsten Blue Oxide to Tungsten Powder", International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 2, pp. 156-163, 1983.