

کاربرد طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون در مطالعه خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌های زمینه اپوکسی حاوی هیبرید نانواکسید کبالت/اکسید گرافن

مریم میربهاالدین^۱، علی اکبر مهماندوست خواجه‌داد^{۱*}، و حامد خسروی^۲

۱. دانشکده علوم پایه، گروه فیزیک، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

۲. دانشکده مهندسی شهید نیکبخت، گروه مهندسی مواد، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

پست الکترونیکی: mehmandoost@phys.usb.ac.ir

(دریافت مقاله: ۱۴۰۳/۱۱/۲۷؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۴/۰۳/۰۳)

چکیده:

در این پژوهش، نانوکامپوزیت‌های زمینه اپوکسی حاوی مقادیر مختلف هیبرید نانواکسید کبالت (Co_2O_3)/اکسید گرافن (۰/۵، ۰/۱ و ۰/۳ درصد وزنی) ساخته شدند. موفق بودن فرایند نشان دادن نانوذرات Co_2O_3 بر روی سطح اکسید گرافن با استفاده از روش سنتز محلولی، توسط آزمون‌های EDX، SEM و XRD تأیید شد. آزمایش‌های اندازه‌گیری استحکام کششی و طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون بر روی نمونه‌ها انجام شد و در ادامه، ارتباط بین نتایج این دو نوع آزمون مورد مطالعه قرار گرفت. طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون با استفاده از یک سامانه متداول همزمانی تند-کند انجام شد. این سامانه از دو آشکارساز پلاستیک سریع (مدل NT-۸۵۰ با زمان خیزش سیگنال کمتر از ۲ نانوثانیه) و یک چشمه پرتوزای پوزیترون دهنده (^{22}Na ~۵μCi) استفاده می‌کند. با استفاده از تابش‌های گامای همزمان چشمه گامادهنده ^{60}Co ، قدرت تفکیک زمانی سامانه برابر با ۲۱۱ پیکوثانیه اندازه‌گیری شد. نتایج آزمون استحکام کششی نشان داد که نمونه حاوی ۰/۵ درصد وزنی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن، دارای بیشترین استحکام کششی (۴۶/۹ MPa) است. همچنین نتایج طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون نشان داد که کمترین حجم آزاد حفره‌های موجود در نمونه‌ها، مربوط به نمونه حاوی ۰/۵ درصد وزنی هیبرید نانواکسید کبالت/گرافن است. به طور کلی نتایج این پژوهش نشان داد که ارتباط مستقیمی بین کاهش حجم آزاد حفره‌ها و افزایش استحکام کششی نمونه‌ها وجود دارد.

واژه‌های کلیدی: اپوکسی، نانوکامپوزیت، هیبرید نانواکسید کبالت/اکسید گرافن، استحکام کششی، طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون.

در مقیاس‌های میکرو و نانو استفاده می‌شود و پژوهش‌های

بسیار زیادی نیز در این ارتباط صورت گرفته است [۱-۴].

گرافن یک شبکه بلوری لانه زنبوری متراکم ساخته شده از اتم‌های کربن با ضخامتی برابر با اندازه اتمی یک اتم کربن است و به دلیل استحکام بالا و رسانایی حرارتی و الکتریکی عالی تقویت‌کننده‌ای مؤثر برای اپوکسی است [۵-۷]، که افزودن آن موجب افزایش مقاومت و کاهش تخریب حرارتی کامپوزیت‌ها می‌شود [۸-۱۰].

۱. مقدمه

رزین‌های اپوکسی به دلیل خواص مکانیکی و شیمیایی بسیار مطلوب در زمینه‌های کاربردی مختلف همچون صنایع هوافضا، دریایی، دفاعی، خودروسازی و ساختمان استفاده می‌شوند. اپوکسی‌ها غالباً به خودی خود شکننده‌اند و نمی‌توانند از گسترش ترک‌ها جلوگیری کنند. از این‌رو، برای بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی این نوع پلیمر، از تقویت‌کننده‌های مختلفی

به طور کلی، صفحات نانوگرافن سازگاری ضعیفی با زمینه‌های پلیمری از خود نشان می‌دهند. بنابراین، اساساً نیاز به اصلاح سطح قبلی با روش‌های کووالانسی یا غیرکووالانسی دارند. اما در مقابل، اکسید گرافن به عنوان مشتقی از گرافن، حاوی گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار زیادی است که قادر است به طور مناسبی در زمینه پلیمر پراکنده شود. پراکنده‌سازی مناسب نانوذرات در زمینه‌های پلیمری از چالش‌های عمده در ساخت نانوکامپوزیت‌های پلیمری به شمار می‌رود [۱۱].

هنگامی که پوزیترون پرنرژی در ماده چگال رسوخ می‌کند، قبل از نابودی تحت چندین فرایند قرار می‌گیرد. زمانی که انرژی جنبشی آن بیش از 100 keV باشد، با احتمال زیادی، از طریق یونیزاسیون الکترون‌های اتم‌های میزبان، انرژی از دست می‌دهد. همین که انرژی اش کم می‌شود، تحریک‌های الکترون-حفره رخ می‌دهند. وقتی که انرژی جنبشی پوزیترون به کسری از یک الکترون‌ولت برسد، پراکندگی فونونی غالب می‌شود. در آخر، به واسطه جذب و دفع فونونی، پوزیترون‌ها به تعادل حرارتی با محیط می‌رسند. در خلال این رویدادها، انرژی جنبشی پوزیترون به کمتر از $1/10$ الکترون‌ولت می‌رسد. کل این فرایندهای متنوعی که منجر به حرارتی شدن پوزیترون می‌گردند، طی چند پیکوثانیه اتفاق می‌افتد که در مقایسه با طول عمر پوزیترون در ماده چگال، قابل چشم‌پوشی است. پوزیترون‌های حرارتی طول موجی حدود $nm \approx 5 \left(\frac{300 \text{ K}}{T} \right)^{1/2}$ دارند، به این معنی که حرکت پوزیترون حرارتی درون ماده چگال را می‌توان به صورت یک موج کوانتومی در نظر گرفت.

تعداد پوزیترون‌های پرنرژی گسیل شده از یک ایزوتوپ پوزیترون دهنده نظیر ^{22}Na ، به محض ورود به محیط میزبان، با افزایش عمق نفوذ z به صورت تابع نمایی $P(z) \sim \exp(-z/z_0)$ کاهش می‌یابند. برای چنین پوزیترون‌هایی، میانگین عمق نفوذ z_0 در یک ماده چگال، در گستره 10 تا 100 میکرومتر است. بنابراین، پوزیترون‌های گسیل شده از چشمه‌های پرتوزا، خواص حجمی ماده را مورد کاوش قرار می‌دهند. به محض این‌که پوزیترون به تعادل حرارتی با محیط میزبان برسد، حالتش با پدیده پخش تحول

می‌یابد. برای فلزات در دمای اتاق، پویش آزاد میانگین پوزیترون (L_+) نوعاً از مرتبه 10 نانومتر است، در حالی که کل طول پخش پوزیترون قبل از نابودی (L_+) به حدود 100 nm نیز می‌رسد. در خلال پدیده پخش، پوزیترون با محیط اطرافش اندرکنش دارد که منجر به نابودی‌اش با یک الکترون اتمی می‌شود. در یک محیط همگن عاری از هر نوع عیبی، همه پوزیترون‌ها با نرخ یکسانی (که مشخصه ماده مورد کاوش است) نابود می‌شوند.

در یک محیط چگال، به واسطه دافعه کولنی ناشی از هسته‌ها، پوزیترون‌ها بیشتر در فضای بین اتم‌ها حرکت می‌کنند. در عیوب حجم-باز (نظیر یک جای خالی، خوشه‌های جای خالی، جابه‌جایی‌ها و غیره)، پتانسیلی که پوزیترون احساس می‌کند، به دلیل کاهش دافعه کولنی، کمتر می‌شود. بنابراین، حالت جایگزیده پوزیترون در عیب، انرژی کمتری نسبت به حالت غیرجایگزیده پوزیترون (پوزیترون آزاد) دارد. گذار از حالت آزاد به حالت جایگزیده، گیراندازی یا به دام افتادن پوزیترون نامیده می‌شود. انرژی بستگی یک حالت جایگزیده در عیبی نظیر یک جای خالی، نوعاً چند الکترون‌ولت است. بنابراین تعاملات حرارتی پوزیترون با محیط نمی‌تواند سبب رهایی‌اش از چنین دامی شود و پوزیترون تا زمان نابودی با یک الکترون، در قید دام باقی می‌ماند. اگر دام خیلی ضعیف باشد (یعنی انرژی بستگی آن کمتر از $1/10$ الکترون‌ولت باشد) جذب و دفع فونونی می‌تواند سبب رهایی پوزیترون از دام شود. چون چگالی موضعی الکترونی در محل عیب در مقایسه با چگالی الکترونی در محلی که عیب وجود ندارد، کمتر است، بنابراین پوزیترون به دام افتاده در عیب، عمر بیشتری نسبت به پوزیترون آزاد می‌کند. از این جهت، پیرو گیرافتادن پوزیترون در یک نوع عیب خاص، مؤلفه‌نمایی ویژه‌ای در طیف طول عمر نابودی پوزیترون ظاهر می‌شود.

در مواد با چگالی اتمی کم، پوزیترون می‌تواند قبل از نابودی تشکیل یک حالت شبه اتمی ناپایدار به نام پوزیترونیم دهد. انرژی بستگی پوزیترونیم، $1/6$ الکترون‌ولت و شعاع آن $1/06$ آنگستروم است. پوزیترونیم با حالت‌های یک‌گانه موسوم به پاراپوزیترونیم (P-Ps) و سه‌گانه موسوم به اورتوپوزیترونیم (O-Ps)، تشکیل می‌شود.

جدول ۱. مشخصات زمانی فرایندهای مختلف نابودی پوزیترون.

حالت پوزیترون	نوع فرآیند نابودی	زمان مشخصه (نانوثانیه)
پوزیترون آزاد	دو گامایی	۰/۰-۱/۴
پوزیترون به دام افتاده	دو گامایی	۰/۰-۲/۵
پاراپوزیترونیم	دو گامایی- نابودی خودبخودی	۰/۱
	دو گامایی-برچینش	بزرگتر از یک
اورتوپوزیترونیم	سه گامایی- نابودی خودبخودی	۱۴۰
	دوگامایی- برچینش	بزرگتر از یک

به دلیل قانون پایستگی تکانه زاویه‌ای، نابودی خودبخودی دوگامایی P-Ps مجاز ولی برای O-Ps غیرمجاز است. نابودی خودبخودی دوگامایی O-Ps از طریق فرایند دیگری موسوم به برچینش الکترون رخ می‌دهد. به دلیل اندرکنش تبادلی بین الکترون موجود در O-Ps و یک الکترون از اتم‌های محیط میزبان، O-Ps به فضای خالی در ماده دفع می‌شود.

فرایندهایی که پوزیترون قبل از نابودی‌اش در ماده با آن مواجه می‌شود با مقیاس زمان مشخصه و طول مشخصه توصیف می‌شوند. مطالعات متداول طیف‌سنجی نابودی پوزیترون در فلزات را می‌توان به شکل زیر نوشت [۱۲]:

$$A_+ \approx 0 \text{ nm} \leq l_+ \approx 10 \text{ nm} < L_+ \approx 100 \text{ nm} < z.$$

رابطه مشابهی بین طول‌های مشخصه، برای نیمه‌هادی‌ها و پلیمرها هم صادق است [۱۳-۱۵].

به منظور تفسیر داده‌های طیف‌سنجی نابودی پوزیترون، ضروری است که مقیاس‌های طول مربوط به فرایندهای مختلف پوزیترون در ماده با طول‌های مشخص کننده میکروساختار ماده (نظیر اندازه دانه، متوسط فاصله‌های بین عیوب، بزرگی ناهمگنی نمونه و غیره) مقایسه شود. مقیاس زمانی مشخصه مربوط به فرایندهای مختلف نابودی پوزیترون در جدول ۱ نوشته شده است.

در سال‌های اخیر، روش طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون به طور موفقیت‌آمیزی برای توصیف حجم آزاد در نانوکامپوزیت‌های زمینه پلیمری استفاده شده است [۱۶-۲۲].

هدف از پژوهش حاضر، ساخت نانوکامپوزیت زمینه اپوکسی حاوی درصد‌های وزنی مختلف نانو اکسید کبالت/اکسید گرافن و مطالعه رفتار استحکام کششی نمونه‌ها و طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون در آنهاست تا بتوان ارتباطی بین استحکام کششی و حجم آزاد حفره‌های شکل گرفته در نمونه‌ها به دست آورد.

تاکنون تأثیر گرافن به صورت جداگانه، جهت تقویت زمینه اپوکسی در مطالعات متعددی بررسی شده، اما پژوهشی که به صورت هم‌زمان به بررسی ترکیب دو نانوماده گرافن و اکسید کبالت در زمینه اپوکسی بپردازد، به ویژه با استفاده از مجموعه‌ای کامل از تجزیه و تحلیل گره‌های SEM, EDX, XRD و PALS گزارش نشده است. پژوهش حاضر با ترکیب هم‌افزایی گرافن و نانو اکسید کبالت، باعث تولید نانوکامپوزیتی با شرایط مطلوب شده که از طریق روش PALS شناسایی شده است. این دستاورد می‌تواند راهگشای طراحی نسل جدیدی از نانوکامپوزیت‌های مهندسی با خواص بهبود یافته باشد.

۲. ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیتی

در این پژوهش، از اکسید گرافن با قطر میانگین ۳۰ میکرومتر، ضخامت میانگین ۵/۲ نانومتر با تعداد ۶ تا ۱۰ لایه و مساحت سطحی میانگین ۲۰۰ متر مربع بر گرم (محصول شرکت یو اس نانومتریال^۱ آمریکا) به عنوان فاز تقویت کننده استفاده شد.

شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی اکسید گرافن را نشان می‌دهد. ساختار ورقه‌ای گرافن به عنوان ماده اصلی مورد استفاده در این پژوهش، قابل مشاهده است. رزین مورد استفاده در این پژوهش، اپوکسی اپون ۸۲۸ به عنوان فاز زمینه بود. همچنین جهت سنتز هیبرید نانو اکسید کبالت/اکسید گرافن، از کلرید کبالت (II) شش آبه با فرمول $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ محصول شرکت مرک استفاده شد.

برای تهیه پودر هیبریدی نانو اکسید کبالت/اکسید گرافن، ابتدا ۲ گرم کلرید کبالت و ۰/۳ گرم اکسید گرافن درون بشری حاوی ۱۵۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه شدند. این مخلوط به مدت ۴ ساعت در دمای ۱۱۰ درجه سانتی گراد، روی همزن مغناطیسی قرار داده شد و همزمان سامانه خنک کننده نیز روی آن قرار گرفت.

۱. US Research Nanomaterials Inc.

ما فوق صوت (۱۵۰ وات، ۲۴ کیلوهرتز) قرار داده شد تا از کلوخه شدن ذرات در نانوکامپوزیت تا حد امکان جلوگیری شود. در انتها، ۶ گرم هاردنر آمینی به مخلوط اضافه شد، ۳ دقیقه به آرامی همزده شد و در انتها ترکیب حاصل در قالب های سیلیکونی از پیش ساخته شده، ریخته شد. خروج نمونه ها از قالب، پس از گذشت ۲۴ ساعت صورت گرفت.

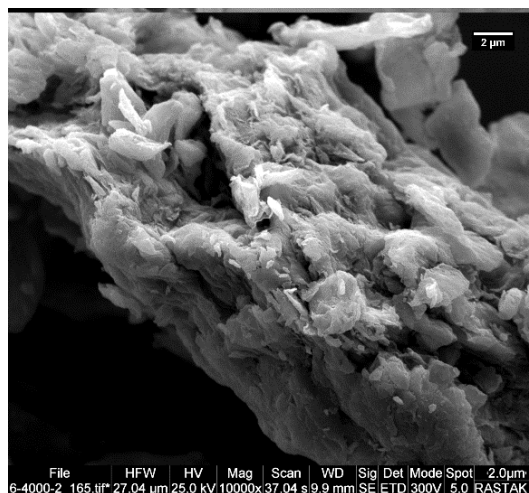
۳. طیف سنجی نابودی پوزیترون

۳.۱. مشخصات فنی سامانه طیف سنجی نابودی پوزیترون

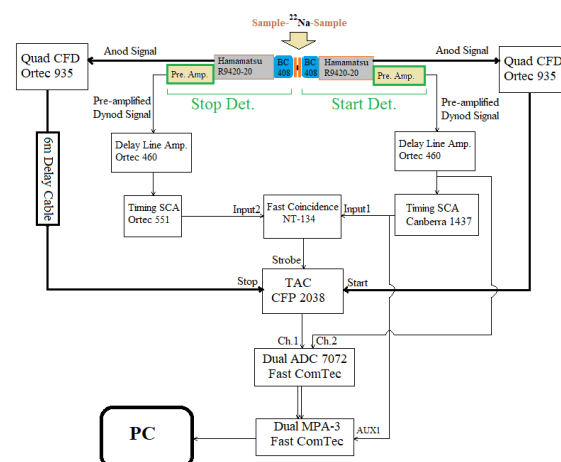
برای اندازه گیری طول عمر نابودی پوزیترون، از یک سامانه متداول همزمانی «تند-کند» استفاده شد. سامانه مورد استفاده در این پژوهش از دو آشکارساز سوسوزن سریع، متشکل از بلور سوسوزن پلاستیک BC۴۰۸ به همراه لامپ تکثیرکننده فوتوالکترونی مدل Hamamatsu R۹۴۲۰-۲۰، بهره می گیرد. چشمه پوزیترون دهنده متشکل از حدود ۵ میکروکوری نمک $^{22}\text{NaCl}$ است که بین دو ورقه نازک ۷ میکرومتری از جنس کاپتون رسوب داده شده است. مدار الکترونیک به کار رفته در این سامانه در شکل ۲ رسم شده است.

سیگنال خروجی از آند لامپ تکثیرکننده فوتوالکترونی، مستقیماً و بدون هرگونه تقویتی به ورودی تمایزگر کسر ثابت CFD-Ortec۹۳۵ داده شد. این سیگنال برای زمان سنجی استفاده می شود و بخش «تند» مدار همزمانی را تشکیل می دهد. سیگنال خروجی از یکی از دایندهای انتهایی لامپ تکثیرکننده فوتوالکترونی، به پیش تقویت کننده جفت شده به آشکارساز، داده می شود و پس از تقویت اولیه، به ورودی تقویت کننده تأخیری Delay line Amplifier-Ortec۴۶۰ داده می شود. این سیگنال برای اندازه گیری انرژی استفاده می شود و بخش «کند» مدار همزمانی را تشکیل می دهد.

زمان تولد پوزیترون از طریق ثبت گامای 1274 keV در آشکارساز «شروع»، که تقریباً همزمان با تولد پوزیترون در چشمه گسیل می گردد، اندازه گیری می شود. زمان مرگ پوزیترون، از طریق ثبت یک گاما با انرژی 511 keV در آشکارساز «توقف»، که حاصل نابودی پوزیترون است، اندازه گیری می شود.



شکل ۱. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از اکسید گرافن.



شکل ۲. مدار الکترونیک سامانه اندازه گیری طول عمر نابودی پوزیترون.

بعد از گذشت ۴ ساعت، ۲ گرم NaOH کم کم به محلول اضافه و همزدن تا یک ساعت دیگر ادامه پیدا کرد. پس از اتمام این مرحله، جداسازی پودر از محلول با استفاده از دستگاه سانتریفیوژ در زمان ۲۰ دقیقه صورت گرفت. پودر حاصل سه مرتبه توسط آب مقطر شسته شد. جهت ایجاد ساختار اکسید کبالت روی صفحات اکسید گرافن، پودرها به مدت ۴ ساعت در دمای 450°C درجه سانتی گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند.

برای تهیه نمونه های نانوکامپوزیتی، 50°C گرم رزین اپوکسی به عنوان ماده زمینه با درصد های وزنی مختلف نانواکسید کبالت/اکسید گرافن ($0/5$ ، $0/1$ و $0/3$) مخلوط و سپس به مدت ۲۰ دقیقه توسط یک همزن مکانیکی سرعت بالا، همزده شد. در ادامه، این مخلوط به مدت ۳۰ دقیقه در دستگاه

جدول ۲. مشخصات برخی نمونه‌های فلزی

نمونه	دمای ذوب (کلوین)	طول عمر تجربی نمونه بازپخت شده (پیکوثانیه)	طول عمر تجربی نمونه حاوی تک جای خالی (پیکوثانیه)
آلومینیوم	۹۳۳	۱۶۵	۲۴۴
ایندیوم	۴۳۰	۱۹۶	۲۷۰
سرب	۶۰۱	۲۰۴	۲۹۴

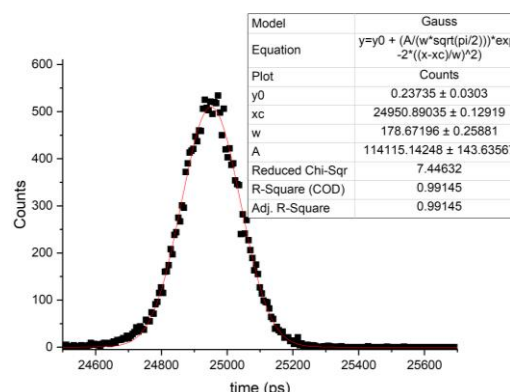
در چنین حالتی، مرکز قله گاوسی طیف همزمانی ناشی از چشمه ^{60}Co ، به ترتیب در کانال‌های ۲۵۵۷ و ۴۳۲۵ قرار گرفت. یعنی فاصله مراکز این دو قله از هم، معادل ۲ متر کابل تأخیری مدل $RG\ A/U\ 50\ \Omega$ شد. مطابق اعلام شرکت سازنده، هر متر از این کابل، تأخیری برابر ۵۱۴۰ پیکوثانیه به سیگنال ورودی می‌دهد. بنابراین، دو متر از این کابل، مقدار ۱۰۲۸۰ پیکوثانیه اختلاف زمانی ایجاد می‌کند. پس، پهنای هر کانال در مبدل زمان به دامنه، برابر با ۵/۸ پیکوثانیه شد.

۳.۳. اندازه‌گیری قدرت تفکیک زمانی سامانه

ایزوتوپ پرتوزای ^{60}Co به علت این‌که برای رسیدن به حالت پایه، معمولاً دو پرتو گامای تقریباً همزمان، با انرژی‌های keV ۱۱۷۳ و keV ۱۳۳۳ گسیل می‌کند، یکی از چشمه‌های پرکاربرد است که برای اندازه‌گیری قدرت تفکیک زمانی سامانه‌های متداول طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون مورد استفاده قرار می‌گیرد. پرتو گامای keV ۱۱۷۳ به عنوان گامای شروع و پرتو گامای keV ۱۳۳۳ به عنوان گامای توقف انتخاب شد. طیف همزمانی پس از ۱۴ ساعت داده‌گیری مداوم، در شکل ۳ رسم شده است. از برازش یک تابع گاوسی به این طیف و محاسبه تمام پهنای در نصف بیشینه، به قدرت تفکیکی برابر ۲۱۱ پیکوثانیه برای سامانه دست یافتیم.

۴.۳. بررسی طول عمر نابودی پوزیترون در چشمه

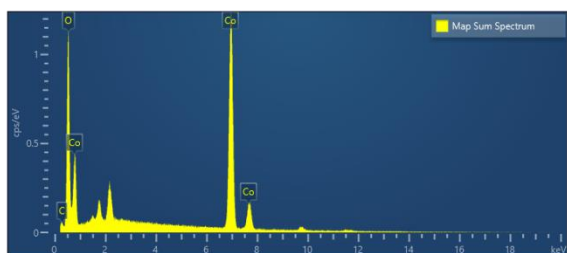
در طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون همواره کسر معینی از پوزیترون‌های فرودی، قبل از رسیدن به نمونه نابود و یا پس‌پراکنده می‌شوند. پوزیترون‌ها ممکن است درون چشمه (ورقه‌های کاپتون و نمک) یا در هوای بین چشمه و نمونه نابود شوند.

شکل ۳. طیف همزمانی چشمه پرتوزای ^{60}Co .

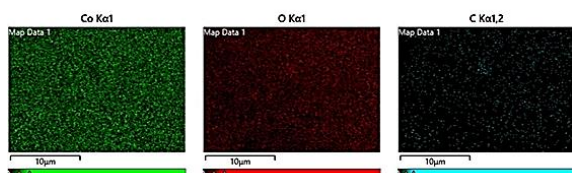
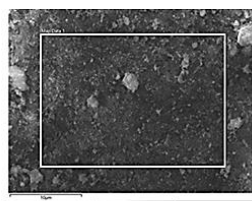
تحلیل گره‌های تک‌کاناله به کار رفته در مدار الکترونیکی شکل ۲، مسئول تعیین انرژی گاماهاى ثبت شده‌اند. خروجی تحلیل گره‌های تک‌کاناله به یک افزاره همزمانی سریع Fast Coincidence NT-۱۳۴ ساخت شرکت نوین‌طیف داده می‌شود تا اطمینان حاصل شود که سیگنال‌های ورودی، مربوط به یک رویداد نابودی پوزیترون است. طول عمر نابودی پوزیترون از طریق اندازه‌گیری اختلاف زمانی سیگنال‌های بخش «تند» مدار الکترونیکی و با استفاده از یک افزاره TAC CFP-۲۰۳۸ ساخت شرکت پاسارگاد به دست می‌آید. طیف طول عمری که در نهایت بر روی رایانه مشاهده می‌شود، ترکیبی از چند مؤلفه نابودی با شدت‌های مختلف است که جداسازی مؤلفه‌هایش توسط نرم‌افزار LT۱۰ انجام می‌شود. این نرم‌افزار، شدت و طول عمر هر مؤلفه را با توجه به قدرت تفکیک زمانی سامانه و تعداد مؤلفه‌های پیشنهادی کاربر، به دست می‌دهد [۲۳-۲۴].

۳.۲. مدرج کردن مبدل زمان به دامنه

طیف‌های حاصل از اندازه‌گیری طول عمر نابودی پوزیترون، برحسب شماره کانال است و باید به مقیاس زمانی تبدیل شوند. از این‌رو، سامانه طیف‌سنجی را به منظور اندازه‌گیری قدرت تفکیک زمانی سامانه، با استفاده از یک چشمه پرتوزای ^{60}Co ، تنظیم می‌کنیم. بنابراین همان‌طور که در مدار شکل ۲ مشخص شده است، خروجی یکی از تمایزگرهای کسر ثابت به ورودی شروع افزاره مبدل زمان به دامنه و خروجی تمایزگر کسر ثابت دیگر، به ترتیب با استفاده از کابل‌های تأخیری با طول‌های ۴ و ۶ متری، به ورودی توقف افزاره مبدل زمان به دامنه وصل می‌شود.



شکل ۶. طیف EDX پودر هیبریدی اکسید کبالت/اکسید گرافن.



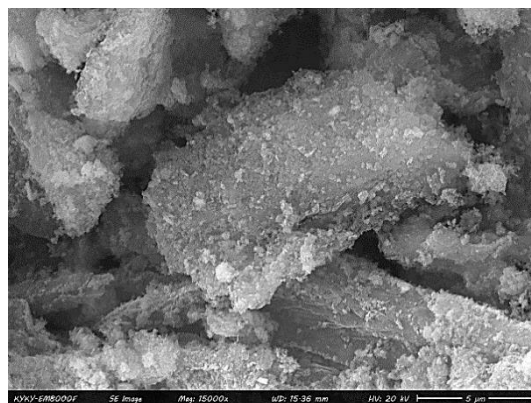
شکل ۷. تجزیه و تحلیل نقشه عنصری اشعه ایکس بر روی پودر هیبریدی اکسید کبالت/اکسید گرافن.

در آخر، بعد از گذشت ۲۴ ساعت، از کوره خارج شد. قبل از اندازه گیری طول عمر نابودی پوزیترون در نمونه ها، سطح آن با سمباده نرم تمیز و با آب و الکل شسته شد. برخی مشخصات کلی نمونه های فلزی به کار رفته در این پژوهش در جدول ۲ نوشته شده است.

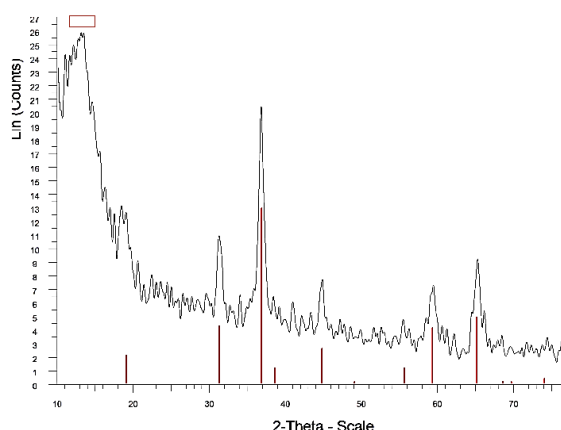
۴. ارائه و تفسیر نتایج

۴.۱. نتایج مربوط به سنتز پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن

در شکل ۴ تصویر SEM پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن نشان داده شده است. طیف XRD مربوط به پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن در شکل ۵ نشان داده شده است. خطوط عمودی نشان داده شده روی محور افقی، نشان دهنده محل قله های Co_3O_4 هستند. قله قابل مشاهده در $2\theta=13^\circ$ به اکسید گرافن مربوط می شود. همان طور که در این تصویر مشاهده می شود نانوذرات اکسید کبالت با موفقیت بر روی ذرات اکسید گرافن سنتز شده اند.



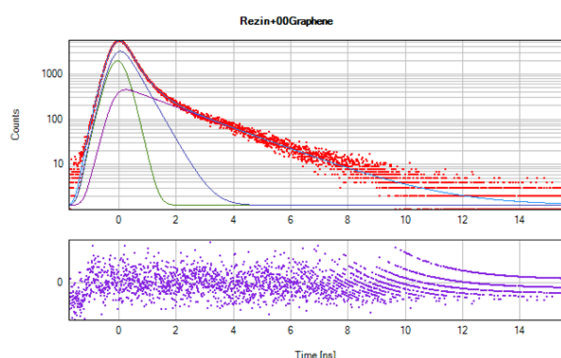
شکل ۴. تصویر SEM پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن.



شکل ۵. طیف XRD پودر هیبریدی اکسید کبالت/اکسید گرافن.

برای تعیین کسر نابودی پوزیترون در خارج از نمونه مورد مطالعه، از نمونه های فلزی خالصی که مؤلفه نابودی پوزیترون در آن ها ثابت و معلوم است، استفاده می شود. معمولاً با این روش، از صحت عملکرد کلی سامانه نیز اطمینان حاصل می کنند [۲۵].

در این پژوهش، طیف های نابودی پوزیترون در نمونه های پازپخت شده آلومینیومی، ایندیومی و سربی به طور یک جا (به طریقی که در قسمت بعدی توضیح داده می شود) با طیف های نابودی پوزیترون در نمونه های پلیمری تحلیل شدند. درجه خلوص اکثر نمونه های فلزی مورد استفاده در این پژوهش، بالاتر از ۹۹ درصد بود. برای عملیات حرارتی، از یک کوره حاوی جریان پیوسته گاز ازت استفاده شد. هر نمونه با نرخ 10°C/min درجه بر دقیقه به دمایی معادل 80°C در صد دمای نقطه ذوب اش (برحسب کلونین) رسید. سپس به مدت یک ساعت در همان دما ثابت نگه داشته شد و سپس با خاموش شدن کوره، به تدریج به دمای اتاق رسید.



شکل ۱۰. طیف تجربی طول عمر نابودی پوزیترون در نمونه پلیمری فاقد تقویت کننده با نقطه و مؤلفه‌های برازش شده توسط نرم افزار LT10 با خطوط تیره نشان داده شده است. اختلاف بین داده‌های تجربی و منحنی برازش شده در پنجره باقیمانده رسم شده است.

با افزایش عدد اتمی فلزات، به دلیل افزایش پس‌پراکندگی، سهم نابودی در چشمه افزایش می‌یابد. این سهم برای نمونه‌های پلیمری تغییر محسوسی نکرده است. ستون فیت در این شکل، بیانگر مقدار مربع کای تعمیم‌یافته است که برای کلیه طیف‌ها نزدیک به یک و قابل قبول است.

برای بیان نابودی O-Ps در نمونه‌های نانوکامپوزیت، از دو مؤلفه استفاده شد. لازم به یادآوری است که مؤلفه نابودی پوزیترون آزاد در نمونه‌های نانوکامپوزیتی در حدود مؤلفه نابودی پوزیترون در چشمه است و بنابراین جهت کاهش پارامترهای مجهول برازش، از تعریف مجدد آن اجتناب شد. پارامترهای مربوط به نابودی در نمونه‌های نانوکامپوزیت در شکل ۹ آمده است. در این پژوهش، τ_1 مربوط به نابودی P-Ps و τ_2 مربوط به نابودی O-Ps (از طریق فرایند برچینش) است. شدت نابودی P-Ps در نمونه‌های حاوی پودر نانواکسید کبالت/اکسیدگرافن با نمونه رزین خالص مقداری متفاوت است. تغییرات مؤلفه مربوط به نابودی O-Ps مستقیماً مربوط به حجم آزاد حفره‌های شکل گرفته در نمونه‌ها است که در ادامه محاسبه و رسم شده است.

لازم به یادآوری است که برای نابودی پوزیترون در نمونه‌های فلزی، یک مؤلفه طول عمر ثابت (مطابق جدول ۲)، لحاظ و به عنوان قید به نرم افزار تحمیل شده است.

به عنوان نمونه، شکل ۱۰ طیف طول عمر نابودی پوزیترون در نمونه پلیمری فاقد هیبرید نانواکسید کبالت/اکسید گرافن را نشان می‌دهد.

Project properties	Search	AnilMetals	NanoComposits	source	prompt
Spectrum	Key value	Model	Fit	τ_1	Contrib.
				Common...	Local Free
Al	13	AnilMetals	0.9681	0.388	28.8
In	49	AnilMetals	1.2576	-	33.3
Pb	82	AnilMetals	1.1742	-	47
Rezin0	0	NanoComposits	0.9373	-	55
Rezin0.05	5	NanoComposits	0.8527	-	56
Rezin0.1	10	NanoComposits	0.9131	-	56
Rezin0.3	30	NanoComposits	0.9477	-	54

شکل ۸. صفحه چشمه در نرم افزار LT10.

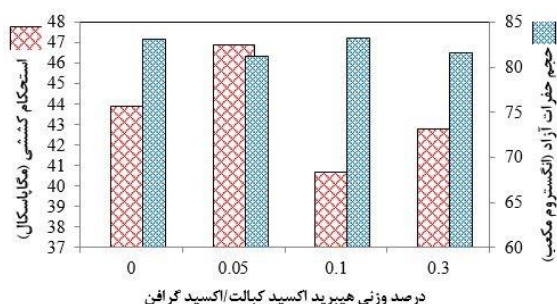
Project properties		Search	AnilMetals	NanoComposits	source	prompt	
sample	ranges						
Spectrum	Key value	Fit	int ₁	τ ₁	int ₂	τ ₂	τ _{avg}
			Local Free	Local Free	Local Free		
Rezin0	0	0.9373	56.611	0.146	43.4	1.844	0.882446
Rezin0.05	5	0.8527	52.9863	0.135	47.0	1.823	0.928615
Rezin0.1	10	0.9131	54.7707	0.101	45.2	1.845	0.889863
Rezin0.3	30	0.9477	55.3697	0.134	44.6	1.826	0.889324

شکل ۹. صفحه نمونه در نرم افزار LT10.

طیف EDX پودر هیبریدی اکسید کبالت/اکسیدگرافن در شکل ۶ آورده شده است که به وضوح حضور عنصر کبالت را در کنار عناصر اکسیژن و کربن نشان می‌دهد. تجزیه و تحلیل نقشه عنصری اشعه ایکس (شکل ۷)، نحوه توزیع عناصر کبالت، اکسیژن و کربن را در پودر هیبریدی اکسید کبالت/اکسیدگرافن نشان می‌دهد. توزیع یکنواخت عنصر کبالت روی سطح اکسید گرافن قابل مشاهده است.

۲.۴. نتایج طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون

طیف‌های مربوط به نمونه‌های فلزی بازپخت شده آلومینیومی، ایندیومی و سربی به عنوان یک پوشه و طیف‌های مربوط به نمونه‌های پلیمری به عنوان پوشه‌ای دیگر، ذیل یک گروه مشترک، در ساختار نرم افزار LT۱۰ تعریف شدند [۲۳-۲۴]. پارامترهای چشمه و پاسخ، برای هر دو پوشه مشترک در نظر گرفته شد، اما محدوده لازم برای انجام برازش و همچنین مؤلفه‌های نابودی در نمونه‌های دو پوشه، متفاوت در نظر گرفته شد. برای نابودی در چشمه، یک مؤلفه طول عمر در نظر گرفته شد که برای هر دو پوشه مشترک است و می‌تواند به صورت آزاد تخمین زده شود. شکل ۸، صفحه مربوط به پارامترهای چشمه را در نرم افزار نشان می‌دهد. ملاحظه می‌شود که نرم‌افزار پس از برازش همه طیف‌ها با هم، به مؤلفه‌ای برابر با ۳۸۸ پیکوثانیه برای نابودی در چشمه رسیده است. نکته جالب توجه این است که سهم نابودی در چشمه به عدد اتمی نمونه مورد مطالعه وابسته است.



شکل ۱۱. ارتباط استحکام کششی با حجم حفره‌های آزاد در نمونه‌های نانوکامپوزیتی حاوی درصد‌های وزنی مختلف هیبرید نانواکسید کبالت/اکسید گرافن.

همان‌گونه که انتظار می‌رود، با افزایش حجم آزاد حفره‌ها، استحکام کششی نمونه‌ها کاهش می‌یابد. بیشترین استحکام کششی مربوط به نمونه حاوی ۰/۰۵ درصد وزنی هیبرید نانواکسید کبالت/اکسید گرافن با مقدار ۴۶/۹ مگاپاسکال است. حجم حفره‌های آزاد مربوط به این نمونه برابر ۸۱/۲۶ آنگستروم مکعب برآورد شده است.

۵. نتیجه‌گیری

در این پژوهش، ابتدا پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن تهیه و در ادامه ساختار و ریزساختار پودر با تحلیل‌گرهای XRD، EDX و SEM مطالعه شد. سپس نمونه‌های نانوکامپوزیتی متشکل از یک زمینه اپوکسی تقویت شده با پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن در درصد‌های وزنی مختلف (۰/۰۵، ۰/۱ و ۰/۳)، ساخته شدند. آزمون‌های اندازه‌گیری استحکام کششی و طیف‌سنجی طول عمر نابودی پوزیترون روی نمونه‌ها انجام و نتایج زیر حاصل شد:

- نتایج تجزیه و تحلیل‌ها نشان داد که سنتز نانوذرات اکسید کبالت بر روی سطح اکسید گرافن با استفاده از روش سنتز محلولی با موفقیت انجام شده است.
- نتایج آزمون کشش نشان داد که نمونه حاوی ۰/۰۵ درصد وزنی هیبرید نانو اکسید کبالت/اکسید گرافن دارای بیشترین استحکام کششی (۴۶/۹ مگاپاسکال) بود. افزودن بیشتر تقویت کننده سبب کاهش استحکام کششی نمونه نسبت به اپوکسی خالص شد.

جدول ۳. شعاع و حجم آزاد حفره‌های موجود در نمونه‌های نانوکامپوزیتی حاوی درصد‌های وزنی مختلف پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن.

درصد وزنی تقویت کننده	R (Å°)	ΔR (Å°)	V (Å ³)
صفر	۷۰۷/۲	۰/۰۱	۸۳/۰۹
۰/۰۵	۲/۶۸۷	۰/۰۰۹	۸۱/۲۶
۰/۱	۲/۷۰۸	۰/۰۰۹	۸۳/۱۸
۰/۳	۲/۶۹۰	۰/۰۰۹	۸۱/۵۳

جدول ۴. استحکام کششی نمونه‌های نانوکامپوزیتی حاوی درصد‌های وزنی مختلف پودر هیبریدی نانواکسید کبالت/اکسید گرافن.

درصد وزنی تقویت کننده	استحکام کششی (MPa)
صفر	۴۳/۹
۰/۰۵	۴۶/۹
۰/۱	۴۰/۷
۰/۳	۴۲/۸

شمارش طیف‌ها با هم برابر و حدود یک میلیون است. با توجه به شدت پایین چشمه پوزیترونی، پائین بودن بهره آشکارسازی و تنظیمات سخت افزاری، متوسط نرخ شمارش همزمانی حدود ۶ شمارش بر ثانیه و زمان برداشت هر طیف حدود ۴۸ ساعت بود. با استفاده از الگوی تائو-الدراب [۲۸-۲۶]، شعاع و حجم آزاد حفره‌های موجود در نمونه‌ها محاسبه و در جدول ۳ ثبت شده است.

۳.۴. نتایج آزمون کشش

برای اندازه‌گیری استحکام کششی نمونه‌ها از دستگاه آزمون Hounsfield: H25K مطابق استاندارد ASTM D ۶۳۸ استفاده شد. نمونه‌ها در دمای اتاق با سرعت یک میلی‌متر بر دقیقه تحت آزمون قرار گرفتند. مقادیر استحکام کششی نمونه‌ها از تقسیم مقدار حداکثر بار مشاهده شده روی منحنی نیرو-جابجایی بر سطح مقطع نمونه‌ها، به دست آمدند. استحکام کششی نمونه‌ها در جدول ۴ گزارش شده است.

استحکام کششی نمونه‌های نانوکامپوزیتی مورد مطالعه در این پژوهش در مقایسه با مقادیر حجم آزاد محاسبه شده، در شکل ۱۱ رسم شده است.

۳) نتایج طیف‌سنجی نابودی پوزیترون نشان داد که کمترین
حجم آزاد حفره‌های موجود در نمونه‌ها، مربوط به نمونه
حاوی ۰/۰۵ درصد هیبرید نانو اکسید کبالت/اکسید گرافن
بود.

۶. مراجع

1. H Amirbeygi, H Khosravi, and E Tohidlou, *Journal of Applied Polymer Science* **136** (2019) 47410.
2. R Anjabin, and H Khosravi, *Polymer Composites* **40** (2019) 4281.
3. J Zhang, et al., *Journal of Alloys and Compounds* **922** (2022) 166096.
4. M Kim, et al., *Plastics Rubber and Composites* **40** (2011) 481.
5. R Shah, et al., *Materials Research Innovations* **19** (2015) 97.
6. L Gong, et al., *Composites Science and Technology* **121** (2015) 104.
7. Y J Wan, et al., *Carbon* **69** (2014) 467.
8. V B Mbayachi, et al., *Results in Chemistry* **3** (2021) 100163.
9. S Mahaki, H Khosravi, and E Tohidlou, *Journal of Applied Polymer Science* **139** (2022) e53228.
10. J Yan, S Yi, and X Yuan, *Pack Technology Science* **37** (2024) 335.
11. M Vakhshouri, and H Khosravi, *Polymer Composites* **41** (2020) 2643.
12. I Prochazka, *Materials Structure* **8** (2001) 55.
13. G P Karwasz, et al., *Journal of Alloys and Compounds* **382** (2004) 244-251.
14. S McGuire, and D J Keeble, *Journal of Applied Physics* **100** (2006) 103504.
15. E Tayebfard, et al., *Iranian Journal of Physics Research* **15** (2015) 34.
16. P N Patil, et al., *ChemPhysChem* **13** (2012) 3916.
17. M A H El-meniawi, K R Mahmoud, and M Megahed, *Journal of Polymer Research* **23** (2016) 181.
18. M Shirazinia, et al., *Polimery W Medydcynie* **46** (2016) 2.
19. A Biganeh, et al., *Radiation Physics and Chemistry* **166** (2020) 108461.
20. J Widakdo, et al., *Separation and Purification Technology* **322** (2023) 124366.
21. M Koohkan, A A Mehmandoost-Khajeh-Dad, and H Khosravi, *Journal of Particle Science and Technology* **10** (2024) 51.
22. R Helm, et al., *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **549** (2024) 165263.
23. D Giebela, and J Kansy, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Section B* **392** (2016) 21.
24. D Giebel, and J Kansy, *Physics of the Solid State* **52** (2010) 1946.
25. R Krause-Rehberg, and H S Leipner, "Positron annihilation in semiconductors: Defect studies", 2nd edition, Springer, Berlin, 2003.
26. S J Tao, *The Journal of Chemical Physics* **56** (1972) 5499.
27. M Eldrup, D Lightbody, and J N Sherwood, *Chemical Physics* **63** (1981) 51.
28. M Khaghani, and A A Mehmandoost-Khajeh-Dad, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **396** (2017) 11.