

رفتار حرارتی نانوذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی

مرجان لطفی شیرده^۱، سید حجت الله حسینی^۲، کریم زنگنه مدار^۳، رضا مظفری نیا^۱

دانشگاه صنعتی مالک اشتر

(تاریخ وصول: ۸۸/۶/۶ ، تاریخ پذیرش: ۸۹/۹/۲۶)

چکیده

از نانوذرات آلومینیوم به طور وسیعی در انواع مواد پر انرژی شامل پیروتکنیک‌ها، مواد منفجره و پیش‌رانه‌ها استفاده می‌شود. هدف از تحقیق حاضر بررسی و مقایسه رفتار حرارتی نانوذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی پودر میکرونی آلومینیوم می‌باشد. آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)، آنالیز میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) و آنالیز توزیع اندازه ذرات (PSA) بر روی نانوذرات آلومینیوم سنتز شده انجام گردید و همچنین رفتار حرارتی نانوذرات با آنالیز حرارتی بررسی شد تا خواص حرارتی نانوذرات تعیین گردد. از منحنی DTA مشخص شد که دمای اکسیداسیون نانوذرات و پودر میکرونی به ترتیب ۴۹۰ و ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد. همچنین مشخص شد که گرمای حاصل از واکنش اکسیداسیون نانوذرات نسبت به پودر میکرونی بیشتر است.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات، پودر آلومینیوم، چگالش گاز خنثی، دمای اکسیداسیون، رفتار حرارتی.

۱- مقدمه

آلومینیوم با شعاع r_s ρ_s دانسیته فاز جامد، σ_{sl} انرژی فصل مشترک جامد/مذاب و $\Delta H_f(\infty)$ گرمای نهان ذوب فلز آلومینیوم می‌باشد. مطابق رابطه ۱، با کاهش اندازه ذره، نقطه ذوب کاهش می‌یابد. همچنین طبق رابطه ۲ با کاهش اندازه ذره، گرمای نهان ذوب نیز کاهش می‌یابد [۱].

$$\Delta H_f(r) = \Delta H_f(\infty) - \frac{2\sigma_{sl}}{\rho_s \cdot r} \quad (2)$$

خواص حرارتی نانوذرات شامل نقطه ذوب و گرمای نهان ذوب از سال‌ها قبل مورد مطالعه قرار گرفته است. ارتباط بین نقطه ذوب و اندازه ذره توسط رابطه گیبس تامسون (رابطه ۱) بیان می‌گردد [۱].

$$T_m(r) = T_m(\infty) \left[1 - \frac{\sigma_{sl}}{\Delta H_f(\infty) \cdot \rho_s \cdot r} \right] \quad (1)$$

که در این رابطه $T_m(\infty)$ دمای ذوب فلز آلومینیوم، $T_m(r)$ دمای ذوب ذره

* E-mail: m_lotfi@mut-es.ac.ir

-۱- دانشجوی کارشناسی ارشد

-۲- محقق دانشگاه صنعتی مالک اشتر

-۳- دانشیار

-۴- دانشیار www.SID.ir

آلکس باشد. پودر آلکس مساحت سطحی ویژه بالاتری به نسبت ذرات میکرونی آلومینیوم دارد، دمای واکنش اکسیداسیون آلکس پایین تر است و فعالیت ذرات نانو بیشتر از ذرات میکرونی می باشد.

در سطح ذرات آلومینیوم معمولاً لایه اکسید آلومینیوم وجود دارد که نوعاً ضخامت نانومتری داشته و مانند یک لایه غیرفعال برای هسته آلومینیوم خالص عمل می کند. نانوذرات آلومینیوم به دلیل فعالیت بالا آتش زا هستند، بنابراین در صورت نبود این لایه، نانوذرات فوراً با اکسیژن در هوا واکنش می دهند که واکنش اکسیداسیون مربوطه گرمایش است [۹]. نانوذرات آلومینیوم به دو روش کلی از بالا به پایین و از پایین به بالا تولید می گردند. روش هایی نظیر انفجار الکتریکی سیم [۱۰]، پلاسمای حرارتی [۱۱]، کپسوله کردن توسط شعله [۱۲] و چگالش گاز خنثی، همگی بر پایه فاز گازی می باشند. همچنین می توان نانوذرات آلومینیوم را به روش مکانیکی نیز تولید نمود [۱۳].

چگالش گاز خنثی روشی از پایین به بالا برای تولید نانوذرات بوده که شامل دو مرحله اساسی می باشد. گام اول شامل تبخیر فلز مورد نظر بوده که بسته به نوع روش می توان از منبع تبخیری مانند مقاومتی، کند و پاش، تفنگ یونی و لیزری استفاده نمود. بعد از بخار شدن فلز، مرحله دوم چگالش سریع توسط گاز خنثی و ایجاد محیط فوق اشباع می باشد. در فوق اشباع بالا بخار سریعاً جوانه زده، تعداد زیادی ذرات ریز تشکیل می شود. پارامترهایی نظیر نوع گاز خنثی، فشار گاز خنثی، دمای گاز خنثی، نرخ جریان، فاصله جمع آوری ذرات و نرخ تبخیر روی اندازه ذرات تاثیر دارند [۱۴].

در این تحقیق نانوذرات آلومینیوم به روش چگالش گاز خنثی تولید شدند. فلز آلومینیوم توسط روش مقاومتی ذوب و تبخیر شد، بخار فلز آلومینیوم در اثر برخورد با گاز آرگون به نانوذرات تبدیل گردید. ذرات تولیدی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، آنالیز توزیع اندازه ذرات، تفرق اشعه ایکس، آنالیز حرارتی مورد بررسی قرار گرفتند. هدف از این پژوهش بررسی رفتار حرارتی نانوذرات آلومینیوم و مقایسه خواص حرارتی با پودر میکرونی آلومینیوم می باشد.

۲- روش تحقیق

در این پژوهش نانوذرات آلومینیوم به روش چگالش گاز خنثی تولید گردید. تجهیزات استفاده شده در این تحقیق عبارتند از: محفظه تحت خلاء، ماده

نانوذرات آلومینیوم به علت گرمایی بالا در حین فرایند اکسیداسیون و دمای احتراق بالا، به طور گسترده در انواع مواد پرانرژی، مواد منفجره، پیشرانه ها و... استفاده می شوند [۲۰-۲۳].

نانوذرات آلومینیوم به عنوان افزودنی در سوت خنثی پیشرانه جامد استفاده می گردد. منج و همکارانش [۴] نرخ سوزش مخلوط پودر آلکس (پودر نانو آلومینیوم سنتز شده به روش انفجار الکتریکی سیم) و آمونیم پرکلرات را مورد مطالعه قرار دادند و به این نتیجه رسیده اند که پودر آلکس در مقایسه با پودر آلومینیوم میکرو سایز، موجب افزایش حدوداً ۱۰٪ نرخ سوزش می شود. زارک و همکارانش [۵] نیز بیان نمودند جایگزینی پودرهای تجاری آلومینیوم توسط پودر آلکس موجب کاهش زمان تأخیر آغازگری و افزایش نرخ سوزش در حد دو تا پنج برابر، در محدوده ۹۰ تا ۱۰۰ اتمسفر می شود، علاوه بر آن که توان فشار را نیز کاهش می دهد.

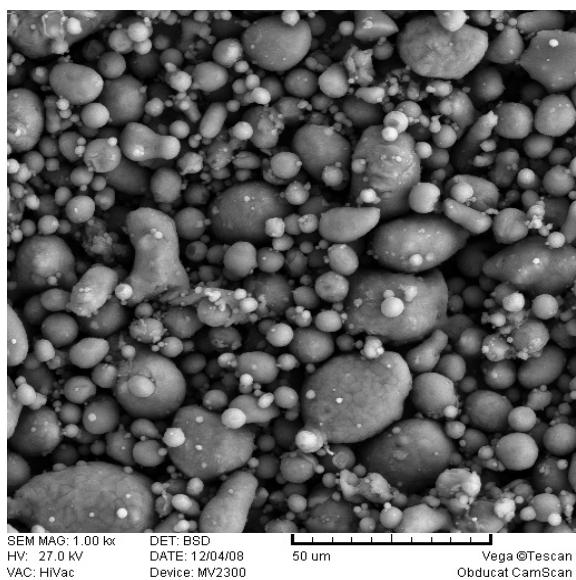
افزودن نانوذرات آلومینیوم به سوت مایع، موجب انجام سریع تر و آغازگری آسان تر واکنش ها و سوزش یکنواخت برای تولید هیدروژن داغ می شود که هیدروژن راحت تر اکسید می شود. این تحقیق توسط اینون و تپر [۶] صورت گرفته است.

آلومینیوم غالباً به منظور بهبود نیروی بلاست^۱ به مواد منفجره آلی افزوده می شود. زیرا مقدار انرژی آزاد شده توسط آلومینیوم چندین برابر بیشتر از انرژی مواد منفجره پرقدرت آلی است. عملکرد آلومینیوم در مواد منفجره نیز مشابه سوت های پیشرانه جامد، در اثر سرعت سوزش پایین پودرهای آلومینیوم میکرو سایز محدود می شود. در اوایل دهه ۱۹۸۰، رشتور و همکارانش [۷] فهمیدند که پودر آلکس سرعت انفجار ماده منفجره هگزوزن^۲ را نیز بهبود می بخشند. افزودن مقادیر کم آلکس تأثیرات جزئی بر روی سرعت انفجار دارد اما افزودن بیش از ۵۰٪ پودر آلکس، موجب افزایش سرعت انفجار از ۵۴۰۰ به ۷۰۰۰ متر بر ثانیه می شود.

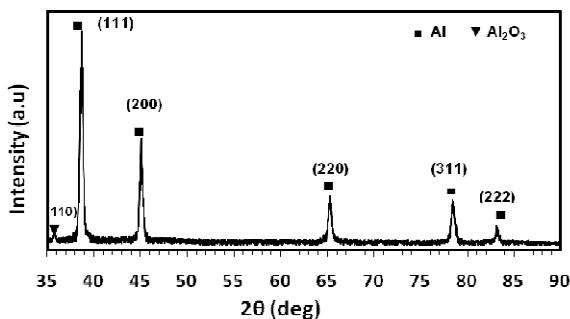
در سال ۱۹۹۸ منج و همکارانش [۸] رفتار حرارتی پودر آلومینیوم با قطر ۲۰ میکرون را با پودر آلکس بررسی کردند. از نتایج منحنی DTA مشخص گردید پیک گرمایی کوچکی بین ۵۸۰ و ۶۳۵ درجه سانتیگراد برای پودر میکرونی آلومینیوم حود دارد، در حالی که برای پودر آلکس پیک گرمایی تیزی در دمای کمتر بین ۵۳۰ و ۶۰۰ درجه سانتیگراد مشاهده می گردد که این اختلاف می تواند به علت کوچکتر بودن ذرات و فعالیت سطحی بالاتر پودر

1- Blast Force

2- Hexogen



شکل ۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر میکرونی آلمینیوم.



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات آلمینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی.

آنالیز SEM

شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوذرات آلمینیوم سنتز شده به روش چگالش با گاز آرگون به فشار ۱ میلی‌بار را نشان می‌دهد. مطابق شکل ذرات کروی بوده و خوش‌های آگلومرمه مشاهده می‌گردد. ذرات ریز در حد نانومتر دارای حرکت‌های نامنظم می‌باشند و در اثر برخورد به یکدیگر، به هم متصل شده و آگلومراسیون رخ می‌دهد.

جهت بررسی ترکیب نانوذرات از آنالیز EDS^۱ استفاده گردید. این آنالیز روی ذرات آگلومرمه بزرگ و در قسمت‌های مختلف پودرها انجام شد. جدول ۱ درصد عناصر موجود در نانوذرات آلمینیوم را نشان می‌دهد. مطابق جدول ۱،

اولیه آلمینیومی، بوته گرافیتی و گاز خنثی آرگون با خلوص ۹۹/۹۹٪ می‌باشد.

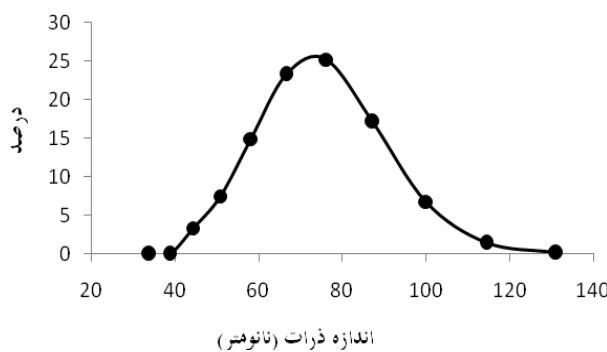
بوته گرافیتی در داخل محفظه بر روی پایه مسی که توسط سیستم آبگرد خنک می‌گردد قرار دارد. مقداری از آلمینیوم اولیه در داخل بوته قرار داده شده، درب پایین محفظه بسته و توسط پمپ روتوری و توربو، خلاً مورد نیاز در سیستم ایجاد می‌گردد. سپس شیر گاز خنثی باز شده و گاز آرگون با فشار ۱ میلی‌بار وارد محفظه می‌شود. با عبور جریان از بوته گرافیتی، آلمینیوم موجود در بوته تبخیر شده، چگالش ذرات در اثر برخورد بخار فلز با گاز خنثی صورت گرفته و ذرات به صورت پودر ایجاد می‌شوند.

پودرهای حاصله توسط میکروسکوپ روبشی (SEM) مدل XL30 ساخت شرکت Philips و پراش پرتو ایکس (XRD) مدل Philips Xpert pro مجهر به یک تولید کننده پرتو $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) با ولتاژ شتاب دهنده ۴۰ کیلوولت و آنالیز توزیع اندازه ذرات (PSA) توسط دستگاه HORIBA مدل LB550 بررسی شدند. برای آنالیز توزیع اندازه ذرات، ابتدا مقداری از پودر در مایع ایزوپروپانول معلق شد و سپس توسط آلتراسونیک با توان ۵۰ درصد و زمان ۶۰ ثانیه ذرات آگلومرمه از هم جدا شده و آنالیز انجام شد. برای بررسی رفتار حرارتی نانوذرات، آنالیز حرارتی توسط دستگاه Pyris Diamond انجام شد. در داخل بوته آلمینیابی مقدار ۳ میلی‌گرم از نانوذرات ریخته شد و آزمایش تحت اتمسفر هوا با نرخ گرمایش $5^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ در محدوده دمایی بین دمای محیط تا 750°C انجام شد. نتایج مورد بررسی قرار گرفت و خواص حرارتی نانوذرات آلمینیوم با پودر میکرونی آلمینیوم با خلوص بالای ۹۹٪ سنتز شده به روش اتمیزه گازی بررسی گردید. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر میکرونی آلمینیوم مطابق شکل ۱ می‌باشد.

۳- نتایج و بحث آنالیز پراش پرتو ایکس

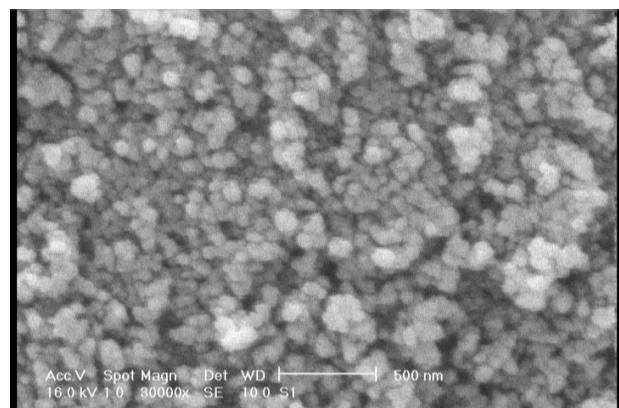
شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس برای نانوذرات آلمینیوم را نشان می‌دهد. با بررسی کارت‌های مرتبط با عناصر مختلف و تطبیق دادن با شکل موجود، آلمینیوم و اکسید آلمینیوم شناسایی گردید. همان طور که مشاهده می‌شود ظهور تنها پیک (۱۱۰) مربوط به اکسید آلمینیم در $2\theta = 37^{\circ}$ بیانگر آن است که لایه اکسیدی محافظ روی سطح ذرات آلمینیوم تشکیل شده است.

۱- Energy Dispersive Spectrometer



شکل ۴- نمودار توزیع اندازه ذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز.

تنها عناصر موجود آلومینیوم و اکسیژن بوده است. اکسیژن موجود به صورت اکسید آلومینیوم می باشد. پیک مرتبط با اکسید آلومینیوم در نتایج پراش پرتو ایکس مشاهده گردید.



شکل ۳- تصویر SEM نانوذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی، فشار گاز آرگون ۱ میلی‌بار.

جدول ۱- درصد عناصر موجود در نانوذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی (آنالیز EDS).

| عنصر | درصد وزنی | درصد اتمی |
|-----------|-----------|-----------|
| اکسیژن | ۷/۷۲ | ۱۲/۳۶ |
| آلومینیوم | ۹۲/۲۸ | ۸۷/۶۴ |

با توجه به اینکه حین فرآیند تولید، ذخیره‌سازی، حمل و نقل و فرآوری، فعالیت پایین پودر آلومینیوم و در فرآیند اکسیداسیون سرعت زیاد و درجه بالای فعالیت مطلوب است، به منظور بررسی واکنش‌پذیری پودرهای، پارامترهای دمای شروع اکسیداسیون، دمای ماکزیمم سرعت اکسیداسیون و اثر حرارتی به عنوان سطح زیر پیک منحنی DTA بررسی گردید. شکل‌های ۵ و ۶ به ترتیب آنالیز حرارتی نانوذرات آلومینیوم و پودر میکرونی آلومینیوم را نشان می‌دهند.

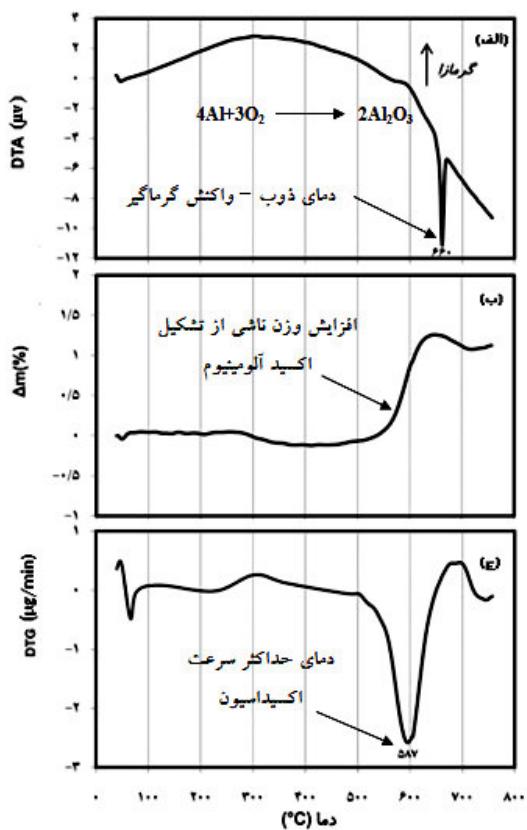
از نتایج فوق می‌توان دمای آغاز اکسیداسیون پودرهای را تعیین نمود. این واکنش به صورت پیکی گرمایزا در منحنی‌های DTA ملاحظه می‌شود. با توجه به اینکه استخراج دمای شروع از این منحنی‌ها ممکن است از دقت کافی برخوردار نباشد، دمای آغاز اکسیداسیون از منحنی TG و DTG تشخیص داده شده است تا نتایج برای مقایسه دقت بالاتری داشته باشند. با توجه به ماهیت واکنش اکسیداسیون آلومینیوم، این فرآیند با افزایش وزن همراه است که در شکل‌های ۵ و ۶ (ب) و (ج) ملاحظه می‌شود.

بنابراین دمای شروع اکسیداسیون نانوذرات و پودر میکرونی آلومینیوم به ترتیب حدود 490°C و 550°C است. لذا دمای آغاز اکسیداسیون نانوذرات تهیه شده در این پژوهش حدود 60°C کمتر از دمای آغاز اکسیداسیون مربوط به پودر میکرونی است. در حالی که با توجه به بررسی‌های انجام شده توسط سایر محققین [۱۵] محدوده دمای شروع اکسیداسیون برای نانوپودرهای آلومینیوم با اندازه متوسط ذرات تا ۵۰ نانومتر، حدود 660°C بوده است.

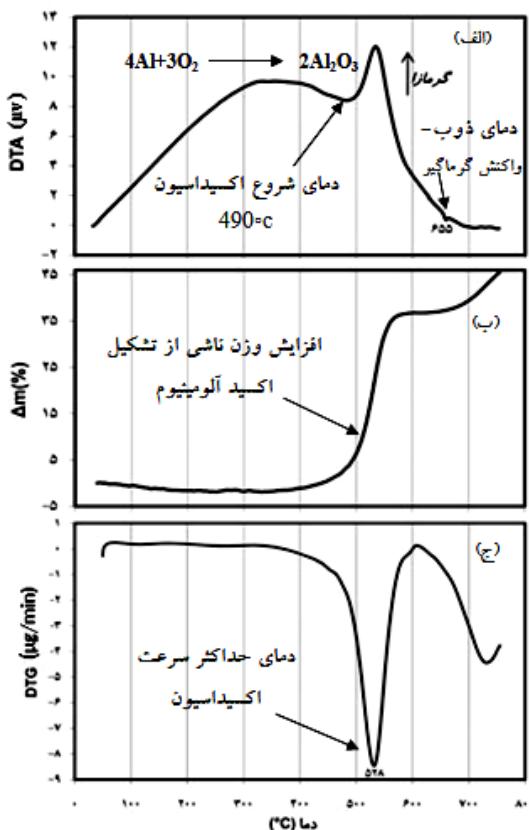
اکسیژن تنها به صورت ترکیب اکسید آلومینیوم (Al_2O_3) در پودر وجود دارد لذا می‌توان درصد وزنی اکسید آلومینیوم و آلومینیوم فلزی را تعیین نمود. بر همین اساس درصد وزنی آلومینیوم فلزی موجود در نانوذرات $83/6$ و درصد وزنی اکسید آلومینیوم آن $16/40$ درصد (معادل با $8/68$ درصد وزنی آلومینیوم موجود به صورت اکسیدی) است. این بدان معنی است که مقدار آلومینیوم فعال و قابل احتراق در محصول به دست آمده حدود $83/6$ درصد است.

آنالیز توزیع اندازه ذرات (PSA)

شکل ۴ آنالیز توزیع اندازه ذرات آلومینیوم سنتز شده به روش چگالش با گاز آرگون و فشار ۱ میلی‌بار را نشان می‌دهد. محدوده ابعادی ذرات از 40 تا 120 نانومتر می‌باشند. میانگین قطر ذرات 65 نانومتر تعیین شد.



شکل ۶- نمودارهای آنالیز حرارتی مربوط به پودر میکرونی آلمینیوم
(الف) DTA، (ب) TG، (ج) DTG



شکل ۵- نمودارهای آنالیز حرارتی مربوط به نانوذرات آلمینیوم سنتز شده به روش چگالش گاز خنثی
(الف) DTA، (ب) TG، (ج) DTG

گردید با تغییر شکل ذرات از کروی به خطی دمای شروع اکسیداسیون نیز کاهش می‌یابد^[16].

دمای حداکثر سرعت انجام فرآیند اکسیداسیون با توجه به منحنی‌های DTG شکل‌های (۵ و ۶ج)، برای نانوذرات حدود ۵۲۸ °C و برای پودر میکرونی حدود ۵۸۷ °C است. علت کمتر بودن دمای اکسیداسیون نانوذرات نسبت به پودر میکرونی علاوه بر سطح بالاتر به سبب اندازه کوچکتر ذرات، به انحراف بیشتر شکل ذرات از حالت کروی در نانوپودر تهیه شده نسبت به پودر میکرونی (شکل ۱) مربوط است. مطلب حائز اهمیت دیگر در این نتایج، گرمایی بیشتر حاصل از واکنش اکسیداسیون نانوذرات نسبت به پودر میکرونی است. این موضوع از بیشتر بودن سطح زیر پیک گرمایشی مربوط به اکسیداسیون نانوذرات در منحنی DTA (شکل ۵ الف) نسبت به سطح بسیار کوچک زیر پیک گرمایشی پودر میکرونی در (شکل ۶ الف) قابل استنباط است. همچنین با توجه به اینکه سطح زیر هر یک از پیک‌های گرمایشی و گرمایشی بیانگر سهم آلمینیوم فلزی در آن فرآیندها است، ملاحظه می‌شود در نمونه نانوذرات آلمینیوم در واکنش گرمایشی اکسیداسیون شرکت کرده در حالی که

دمای شروع اکسیداسیون نانوذرات تهیه شده در این پژوهش کمی پایین‌تر از نتایج سایر محققین است که علت آن احتمالاً به توزیع وسیع اندازه ذرات نانوپودر مرتبط می‌باشد با توجه به شکل ۴، توزیع اندازه ذرات از ۴۰ تا ۱۳۰ نانومتر می‌باشد. زیرا این گستردگی اندازه ذرات سبب شده تا ذرات با ابعاد ریز در نمونه حضور داشته که طی افزایش دما در فاصله زمانی کوتاه‌تری اکسید شده و با آزاد شدن گرمایی حاصل از اکسیداسیون این ذرات، احتراق سایر ذرات نیز تسهیل می‌شود. بنابراین دمای آغاز واکنش نانوپودر در این پژوهش، کمتر بدست آمده است.

علاوه بر این ملاحظه می‌شود که دمای آغاز اکسیداسیون هر دو پودر مورد بررسی، کمتر از نقطه ذوب آلمینیوم (640 °C) است. این در حالی است که در موارد بسیار محدودی^[16] دمای آغاز اکسیداسیون مربوط به پودرهای میکرونی به مقدار ۸۲۰ °C و ۹۲۰ °C نیز گزارش شده است که بیشتر از نقطه ذوب آلمینیوم است. یعنی ذرات پس از ذوب اکسید می‌شوند. علت این مقادیر بالای دمای شروع اکسیداسیون به اندازه ذرات میکرونی و شکل آنها ارتباط داده شده است، با بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی مشخص

سطحی ذرات نانومتری مربوط می‌شود.

۴-نتیجه گیری

با حرارت دادن آلومینیوم در محفظه تبخیر و چگالش توسط گاز آرگون با فشار ۱ میلی‌بار نانوذرات آلومینیوم تولید شدند. بر روی پودر سنتز شده آنالیز توزیع اندازه ذرات، آنالیز پراش پرتو ایکس و آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام گردید. همچنین رفتار حرارتی نانوذرات و پودر میکرونوی آلومینیوم با آنالیز حرارتی تعیین شد و نتایج زیر حاصل گردید:

- ۱- قطر میانگین ذرات ۶۵ نانومتر و محدوده ابعادی ذرات از ۴۰ تا ۱۳۰ نانومتر متغیر می‌باشد؛
- ۲- ذرات حاصله کروی بوده و خوش‌های آگلومره در تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مشاهده گردید. از آنالیز EDS، آلومینیوم و اکسیژن حاصل گردید. اکسیژن به صورت لایه اکسید آلومینیوم روی سطح ذرات وجود دارد. پیک مرتبط با اکسید آلومینیوم در الگوی پراش پرتو ایکس مشاهده گردید؛
- ۳- از منحنی DTA دمای شروع اکسیداسیون و دمای ذوب نانوذرات به ترتیب ۴۹۰ و ۶۵۵ درجه سانتی‌گراد بدست آمد. این مقادیر کمتر از پودر میکرونوی آلومینیوم به ترتیب ۵۵۰ و ۶۶۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد.

مراجع

- [1]. Sun, J. "Thermodynamics and Kinetics at the Nanoscale."; Ph.D. Thesis, Texas Tech University, pp.13-15, 2004.
- [2]. Jayaraman, K.; Chakravarthy, S. R. "Behavior of Nano-Aluminum In Solid Propellant Combustion."; 44th AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference & Exhibit, Hartford, 1-9, 2008.
- [3]. Galfetti, L.; DeLuca, L. T.; Severini, F.; Colombo, G. "Pre and Post-Burning Analysis of Nano-Aluminized Solid Rocket Propellants."; Aerospace Science and Technology, 2007, 11, 26-32.
- [4]. Mench, M. M.; Yeh, C. L.; Kuo, K. K. "Propellant Burning Rate Enhancement and Thermal Behavior of Ultra-Fine Aluminum Powders (Alex)."; In: Proc. of the 29th Int. Annual Conference of ICT, Karlsruhe, 30, 1998.
- [5]. Simonenko, V. N.; Zarko, V. E. "Comparative Study of the Combustion Behavior of Composite Propellants Containing Ultra Fine Aluminum."; In: Proc. of the 30th Int. Annual Conference of ICT, Karlsruhe, 21, 1999.

تنها بخش ناچیزی از آن در مرحله بعد طی واکنش گرمایی ذوب شده است.

اما در نتایج DTA مربوط به نمونه میکرونوی نتایج برعکس است. به نحوی که طی فرآیند اکسیداسیون در حالت جامد تنها مقدار ناچیزی از نمونه اکسید شده (سطح کوچک زیر پیک گرمایی) و عمدۀ پودر فقط ذوب شده است (سطح بزرگ زیر پیک گرمایی). این موضوع نیز تأیید دیگری بر واکنش‌پذیری بالاتر نانوذرات آلومینیوم تهیه شده در این تحقیق است. البته علت احتمالی دیگر سطح کمتر پیک گرمایی مربوط به نانوپودر نسبت به پودر میکرونوی و به عبارتی گرمایی ذوب کمتر نانوذرات، افزایش سطح انرژی جامد ناشی از حضور عیوب یا بی‌نظمی‌ها در ساختارهای نانومتری است.

مقدار آلومینیوم فعال موجود در نمونه (C) از طریق منحنی TG و با استفاده از رابطه ۳، قابل محاسبه است [۱۵].

$$\%C = \frac{108}{96} \Delta m(\%) \quad (3)$$

که در این رابطه Δm درصد افزایش وزن در منحنی TG است. لذا با توجه به درصد افزایش وزن در مرحله اکسیداسیون نانوپودر تا حدود ۳۷ درصد، مقدار C حدود ۴۲ درصد به دست می‌آید. البته تفاوت در مقدار آلومینیوم موجود در نتایج حاصل از EDS و TG به زمان نگهداری طولانی (حدود چند ماه) محصول در آزمایشگاه مربوط بوده که طی این مدت احتمالاً ضخامت لایه اکسید سطحی نانوذرات بیشتر شده است. با این وجود بخشی از آلومینیوم فلزی نانو سایز از مرحله اکسیداسیون باقی مانده و پس از ذوب اکسید می‌شود. علت افزایش وزن مرحله دوم در منحنی TG نانوذرات (شکل ۵ ب) در دماهای بیش از 700°C نیز به همین موضوع مربوط است.

همان‌طور که در شکل (۶ ب) مشاهده می‌شود، پس از ذوب پودر میکرونوی آلومینیوم با افزایش دما نه تنها وزن افزایش نیافرته بلکه کاهش وزن در نمونه اتفاق افتد. این در حالی است که با توجه به درصد آلومینیوم ذوب شده بیشتر در این نمونه (نسبت به نانوذرات)، افزایش وزن قابل توجهی به سبب اکسیداسیون مذاب انتظار می‌رود.

نکته قابل توجه دیگر در منحنی‌های DTA به تفاوت نقطه ذوب آلومینیوم در دو نوع پودر مربوط می‌شود. با توجه به شکل (۵ الف و ۶ الف) نقطه ذوب نانوذرات و پودر میکرونوی به ترتیب برابر 655°C و 660°C است. لذا همانطوری که انتظار می‌رود، نانوذرات آلومینیوم در دمای کمتر نسبت به پودر میکرونوی ذوب می‌شود. این موضوع به افزایش شدید تعداد اتم‌های

- [11]. Ivanov, D.; Frolov, Yu. "Plasma Synthesized Nano-Aluminum Powders."; *J. Therm. Anal. Cal.* 2006, 86, 733–738.
- [12]. Tomito, M.; Saito, Y.; Hayashi, T. "LaC₂ Encapsulated in Graphite Nano-Particle."; *J. Appl. Phys.* 1993, 32, 280-282.
- [13]. Kearns, M. "Development and Applications of Ultrafine Aluminium Powders."; *J. Mater. Sci. Eng. A*. 2004, 375–377, 120–126.
- [14]. Simchi, A. "Kinetics and Mechanisms of Nanoparticle Formation and Growth in Vapor Phase Condensation Process."; *Materials and Design* 2007, 28, 850–856.
- [15]. Suna, J.; Simon, S. L. "The Melting Behavior of Aluminum Nanoparticles."; *Thermochimica Acta* 2007, 463, 32-40.
- [16]. Ilyin, A.; Gromov, A. "Characterization of Aluminum Powders I. Parameters of Reactivity of Aluminum Powders."; *Propell. Explos. Pyrotech.* 2002, 27, 361-364.
- [6]. Ivanov, G. V.; Tepper, F. "Activated Aluminum as a Stored Energy Source for Propellants."; *A Challenge in Propellants and Combustion*, Begell House, Stockholm, 636–645, 1997.
- [7]. Reshetov, A. A.; Shneider, V. B.; Yavorovski, N. A. "Ultradispersed Aluminum's Influence on the Speed of Detonation of Hexogen."; *Mendeleev All-Union Society Abstracts*, 1, 1984.
- [8]. Mench, M. M.; Kuo, K. K.; Yeh, C. L.; Lu, Y. C. "Comparison of Thermal Behavior of Regular and Ultra-fine Aluminum Powders (Alex) Made from Plasma Explosion Process."; *Comb. Sci. Tech.* 1998, 135, 269 -292.
- [9]. Watson, K. "Fast Reaction of Nano-Aluminum."; *M.Sc. Thesis*, Texas Tech University, Kyle Watson, 2007.
- [10]. Sen, P.; Ghosh, J.; Abdullah, A.; Kumar, P. "Preparation of Cu, Ag, Fe and Al Nanoparticles by the Exploding Wire Technique."; *Proc. Indian Acad. Soc.* 2003, 115 , 499–508.