Archive of SID

طراحی و ساخت دستگاه تولید نانو ذرات به روش چگالش شیمیایی گاز(CVC)

سید احمد مهدوی اردکانی[۱] ; عبدالرضاسیم چی[۲] ; پیام کوهی[۲]

۱ دانشکدهٔ صنعت هواپیمایی کشوری، خ معراج، تهران
۲ دانشکده مهندسی علم مواد ، دانشگاه صنعتی شریف، خ آزادی ، تهران

چکیده

در این مقاله گزارش مراحل طراحی و ساخت یک دستگاه تولید نانو ذرات به روش چگالش شیمیایی گاز (CVC)در خلا ارائه می گردد. معرفی مشخصات کلی تجهیزات طراحی و ساخته شده مانند، محفظه خلا، تانک نیتروژن چرخان، واحد تولید بخارهای شیمیایی*، فیدتروهای مکانیکی، لوله کوارتز متصل به محفظه خلا و مشخصات بعضی از نانو ذرات تولید شده توسط دستگاه ارائه می گردد. توسط این دستگاه ذرات TiO2 باانـدازه متوسط ۷۵ nm تولید و مشخصه یابی گردید.

Design and manufacturing of a system for producing nanoparticles by chemical vapor condensation method

S. A. Mahdavi[1], A. Simchi[2] and P. Kohi[2]
[1]Aviation Technology College, Tehran, [2]Materials Science and Engineering Department, Sharif University of Technology, Tehran

Abstract

In this paper design and construction of a system in order to synthesize nano particles by CVC method in vacuum system is presented. Main components including vacuum chamber, spin liquid nitrogen tank bubbling unit, mechanical feedthroughs, quartz pipe attached to vacuum system and some of specifications of nanoparticles synthesized by this system are described. TiO_2 nanoparticles were synthesized and characterized .

* Bubbling unit

www.SID.ir

Archive of SID

مقدمه:

امروزه از فن آوری نانو به عنوان یکی از برترین فن آوریهای هزاره سوم که قادر است تحولی شگرف در عرصه علم و تکنولوژی ایجاد نماید نام برده می شود.

ازبخشهای مهم و مرتبط با این فن آوری روشهای مختلف تولید و سنتز مواد نانو متری می باشد. یکی از روشهای متداول تولید ذرات نانو متری سرامیکی، چگالش بخار شیمیایی (CVC) در فشار پایین می باشد. در این روش با توجه به نچسبیدن ذرات به یک دیگر می توان به ذرات نانومتری بسیار ریز و با خلوص بالا و عاری از آلودگی دست یافت [1,2]. به این منظور نیاز به مجموعه ای از قطعات و تجهیزاتی می باشد که باید به شکل علمی و صحیح طراحی، ساخته و مونتاژ شوند. این تجهیزات عبارتند از: محفظه خلا، واحد تولید بخارهای شیمیایی، تانک نیتروژن چرخان در داخل محفظه خلا با قابلیت شارژ پیوسته، لوله کوارتز با قابلیت تحمل دمای ۱۲۰۰درجه سانتیگراد و اتصال به محفظه خلا و تحمل فشار(10^{-6} mbar)، فشار سنج های خلا و اتصالات مختلف که در زیر به آنها اشاره می شود.

طراحی و ساخت

الف) محفظه خلا:

محفظه خلا با حجم تقریبی ۷۰ لیتر به گونه ای طراحی شده است که از زیر قابلیت نصب یک پمپ دیفیوژن با دهانه ۲۵۰ میلیمتر را دارا می باشد و از اطراف دارای سه عدد پنجره دیدبه قطر100 میلیمتر ،یک عدد فلانچ استاندارد ASA160 و یک ورودی CF2-3/4که با یک واشر مسی آب بندی می شود و مخصوص محفظه های UHV است می باشد. روی کف و در محفظه بیش از ۲۰ عدد سوراخ با قطر ۲۷ میلیمتر به گونه ای طراحی شده است تا بتوان قطعات مختلفی مانند فیدتروهای الکتریکی و مکانیکی، فشار سنج های خلا،ضخامت سنج و ... را به راحتی روی دستگاه سوار کرد. ابعاد همهٔ فلانچها و پنجره‌ها مطابق با استاندارد بوده و در صورت نیاز می‌توان به راحتی قطعات از پیش ساخته شده مانند شیرها، پمپها و ... را روی آنها نصب کرد شکل (۱).

شکل ۱: تصویر دستگاه CVC.

شیار اورینگهای مربوط به همهٔ فلانچها بر اساس استانداردهای موجود و به شکل دم کبوتری [۳] با دقت و بدون ایجاد خراش و ناهمواری با تراشکاری ایجاد شده است.

کلیهٔ فلانچها بعد از برش با پلاسما تراشکاری و سپس بر اساس استاندارد جوشکاری قطعات مربوط به محفظه‌های خلاء [۴] با جوش آرگون جوشکاری شدنده اند. با توجه به قدرت بسیار بالای جوش که سبب تاب برداشتن قطعات می‌شود کلیهٔفلانچها را توسط نگهدارنده‌هایی که از قبل به این منظور طراحی شده بود مقید کرده و سپس عملیات جوشکاری روی آنها به آرامی به انجام رسید.

به منظور رسیدن به فشارهای پایینتر در مدت زمان کوتاهتر، داخل محفظه را طی چند مرحله به طور مکانیکی به خوبی صیقلی کردیم تا امکان به تله افتادن گازها و بخار آب در سطح داخلی محفظه به حداقل برسد. در سیستم از هیچ گونه ماده پلاستیکی، برنجی وترکیبات کادمیم دار که با متصاعد کردن گاز از خود باعث افزایش فشار در محفظه می شوند استفاده نشده است.

ب) واحد تولید بخار:

www.SID.ir

Archive of SID

این قسمت متشکل از یک محفظه خلا کوچک از جنس استیل به حجم تقریبی یک لیتر با قابلیت ورود کنترل شده محلول شیمیایی، ورود گازهای حامل و واکنش دهنده از طریق شیرهای MFC، کنترل دمای محفظه و اتصال به لوله کوارتز می باشد (شکل ۲). دمای محفظه قابل کنترل بوده و با وجود تعداد زیادی اتصال قابلیت رسیدن به فشار 10^{-5} mbar را دارامی باشد.

در ابتدا محلول شیمیایی توسط یک شیر سوزنی که قابلیت کنترل جریان محلول را دارد به گونه ای تنظیم می شود که به محض برخورد قطرات محلول با سطح داغ محفظه، تبدیل به بخار شده و گاز حامل، بخارات تولید شده را به داخل کوره هدایت می کند و در درون کوره با ترکیب شدن با اکسیژنی که به صورت دقیق و کنترل شده توسط شیرهای MFC وارد کوره می شود واکنش داده و قبل ازاینکه ذرات فرصت رشد کردن، به هم پیوستن و بزرگ شدن را پیدا کنند وارد محفظه خلا شده و بلا فاصله روی سطح سرد تانک نیتروژن مایع چگالیده می شوند.

شکل۲: واحد تولید بخارهای شیمیایی

ج) کوره :

یک لوله کوارتز به طول تقریبی ۸۰ سانتیمتر که از یک سو به یک فلانچ CF2-3/4 ازجنس استیل جوش خورده است، با یک واشر مسی به محفظه خلا متصل وآب بندی می شود و به شکل کاملا افقی از درون یک کوره استوانه ای با قابلیت تنظیم دما تا ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و منطقه داغ به طول ۴۰ سانتیمترکه انرژی فعال سازی برای انجام واکنش شیمیایی را ایجاد می کند می گذرد. سمت دیگر این لوله به شکل کاملا ابتکاری توسط یک درپوش آلومینیومی برای رسیدن به خلا های پایین آب بندی شده است و با یک شیر 1/4اینچ از واحد تولید بخار جدا می شود.

د) تانک چرخان نیتروژن مایع:

یکی از پارامترهای مو ثر درکاهش اندازه ذرات تولید شده به این روش، سرعت سرد کردن بخارهای شیمیایی است که در کوره تشکیل شده اند. به این منظوراز نیتروژن مایع که یکی از مناسب ترین ابزارها برای رسیدن به دماهای پایین می باشد استفاده شد، لذا یک مخزن از جنس استیل با حجم تقریبی دو لیترکه سطح آن به خوبی صیقلی شده است و توسط یک فیدترو مکانیکی ویژه که قادر است علاوه بر وزن خود، فشار اتمسفررا نیز به خوبی تحمل کندو با وجود برودت بسیار زیاد سطح آن و اتصالات مربوطه می تواند بدون ایجاد نشت علاوه بر چرخش با سرعت متغیر به طور پیوسته با نیتروژن مایع شارژ شود روی در محفظه تعبیه شده است(شکل ۳).

شکل۳: تصویری از تانک نیتروژن چرخان که روی در محفظه نصب شده است.

تولید نانوذراتTiO_2 :

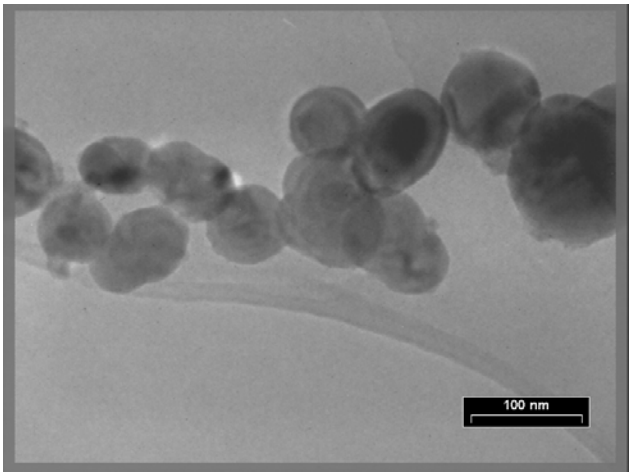
برای آزمایش عملکرد دستگاه، یک نمونه پودر TiO2 به شرح زیر تولید شد.

ماده اولیه محلول تیتانیم ترا ایزو پروپکساید (TTIP) بود که با نرخ کنترل شده به آرامی به داخل واحد تولید بخار که تا

www.SID.ir

Archive of SID

حدود ۸۰ درجه سانتیگراد گرم شده بود، ریخته شد. گاز حامل آرگون با جریان ml/min ۲۵ بخار حاصله را به داخل کوره منتقل کرده و در آنجا با گاز اکسیژن که با جریان ml/min ۲۵ وارد کوره می شد ترکیب شده و به سرعت بر روی تانک نیتروژن مایع چگالیده شد. شکل۴ تصویر TEM ذرات تولید شده را نشان می دهد، همان طوری که مشاهده می شوداندازه ذرات به طور متوسط ۷۰ نانو متر می باشد .



شکل۴: تصویر TEM ذرات TiO2

قدردانی:

با تشکر از دانشگاه صنعتی شریف و مرکز صنایع نوین که منابع مالی این طرح را فراهم نمودند .

نتیجه:

با طراحی، ساخت و انجام آزمایش های موفقیت‌آمیز مجموعهٔ فوق که با هزینه‌ای به مراتب کمتر از مشابه خارجی به انجام رسید هم اکنون دارای دانش فنی تولید ذرات نانو متری در خلا به روش CVC می باشیم و قادریم نیازهای داخلی مراکز تحقیقاتی کشور را در این زمینه تأمین کنیم.

مراجع:

[1] A.S. Edelstein, R.C. Cammarata (Eds.) *Nanomaterials,: Synthesis, Properties and Applications*, Ch. 2, Institute of Physics, Bristol, Philadelphia, *1996, pp. 39– 40.*
[2] *R.W. Siegel, Nanostruct. Mater. 4 (1994) 121.*
[3] Nigel S.Harris , *Modern Vacuum Practice* , Mcgrow – Hill , UK, 1989 , P.202.
[4] Nigel S.Harris , *Modern Vacuum Practice* , Mcgrow – Hill , UK , 1989 , P.205.

www.SID.ir