

SID



سرویس های ویژه



سرویس ترجمه تخصصی



کارگاه های آموزشی



بلاگ مرکز اطلاعات علمی



عضویت در خبرنامه



فیلم های آموزشی

کارگاه های آموزشی مرکز اطلاعات علمی جهاد دانشگاهی



کارگاه آنلاین آشنایی با پایگاه های اطلاعات علمی بین المللی و ترند های جستجو



مباحث پیشرفته یادگیری عمیق؛ شبکه های توجه گرافی (Graph Attention Networks)



کارگاه آنلاین مقاله نویسی IEEE و ISI ویژه فنی و مهندسی

بررسی اثر شرایط مختلف ساخت روی ویژگی‌های نانو ذرات Fe_3O_4

نریمانی، ساجده؛ سلامتی، هادی؛ احمدوند، حسین؛ عبدالحسینی، اسماعیل؛ اصلی بیگی، باقر

آزمایشگاه مغناطیس و ابر رسانایی، دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی اصفهان

چکیده

در این تحقیق نانو ذرات فریت مگنتایت (Fe_3O_4) با روش هم‌رسوبی در شرایط مختلف ساخته شد. خواص ساختاری و مغناطیسی نمونه‌ها با کمک طیف پراش اشعه‌ی X، مغناطش سنج ارتعاشی (VSM) و آزمایش FTIR مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج حاصل از این اندازه‌گیری‌ها نشان داد که تغییرات مغناطش اشباع (M_S) و میدان وادارندگی (H_C) نمونه‌ها متناسب با اندازه‌ی ذرات می‌باشند. که این مقادیر با افزایش اندازه‌ی بلور افزایش می‌یابد.

Influences of different synthesis conditions on properties of Fe_3O_4 nanoparticles

Narimani, sajede; Salamati, Hadi; Ahmadvand, Hossein; Abdolhosseini, Ismaeil; Aslibeiki, Bagher
magnetism and superconductivitis laboratory, Department of Physics, Isfahan University of Technology

Abstract

In this study Magnetite (Fe_3O_4) nanoparticles at different conditions were prepared by co-precipitation method. The structural and magnetic properties were investigated by means of X-ray diffraction, vibrating sample magnetometer (VSM) and Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR). The results of this measurements indicate that the saturation magnetization (M_S) and coersive field (H_C) values relate to size of particles. That with increasing the size of particles, this values are increased.

مقدمه

پارامغناطیس اکسید آهن به دلیل پایداری شیمیایی و سازگاری بیولوژیکی در پزشکی و علوم گوناگون از جمله علوم زیست محیطی بسیار مورد توجه واقع شده‌اند. همچنین مغناطش اشباع بالا ویژگی بسیار قابل ملاحظه‌ای است برای کاربرد این ماده در تصفیه‌ی آب‌های آلوده‌ی صنعتی و در پزشکی، چرا که می‌توان با صرف انرژی (میدان) کمتری، از خاصیت مغناطیسی این ماده استفاده کرد. از جمله کاربردهای این نانوذرات می‌توان به استفاده‌ی آن‌ها به عنوان حامل‌های دارو به منظور انتقال کنترل شده و رهایش عوامل درمانی به محل بیماری در پزشکی، به عنوان جاذب فلزات سنگین و مواد سمی و آلوده‌کننده‌ی محیط زیست در فرآیند جداسازی و تصفیه‌ی پساب‌های صنعتی [3]، در ضبط‌کننده‌های مغناطیسی و در فرآیند ذخیره‌سازی اطلاعات [4]، در جوهرهای چاپ و در تولید مایعات و سیالات مغناطیسی [3]، بهبود وضوح تصاویر MRI [5] و درمان سلول‌های سرطانی اشاره کرد.

مگنتایت (Fe_3O_4) یکی از اکسیدهای آهن با دمای گذار k 860 و ساختار بلوری اسپینل معکوس می‌باشد، که نیمی از یون-های Fe^{3+} در جایگاه‌های چهاروجهی و نیمی دیگر در جایگاه‌های هشت‌وجهی و همه یون‌های Fe^{2+} در جایگاه‌های هشت‌وجهی قرار دارند. هر جایگاه هشت‌وجهی شش همسایه نزدیک (یون O^{2-}) دارد در حالی‌که هر جایگاه چهاروجهی دارای چهار همسایه نزدیک (یون O^{2-}) است [1]. در Fe_3O_4 ویژگی‌های الکتریکی و مغناطیسی منحصر به فردی به علت انتقال الکترون‌ها بین یون‌های Fe^{2+} و Fe^{3+} در جایگاه هشت‌تایی دیده شده است. همچنین باتوجه به اینکه با کاهش اندازه‌ی ذرات و تغییرات اساسی در هم‌آرایی آنها، تقارن و... نانوذرات مغناطیسی ویژگی‌های جدیدی که متفاوت از حالت حجمی آنهاست را نشان می‌دهند، توجه زیادی به نانو ذرات مگنتایت شده است [2]. نانوذرات ابر

در نمونه‌ی چهارم نیز به منظور بررسی تاثیر دمای ساخت تمام مراحل سوم تکرار شد با این تفاوت که نمک‌های مورد استفاده در محیط آب و یخ مخلوط شدند و سل مورد نیاز ساخته شد. خواص ساختاری نمونه‌ها توسط طیف پراش پرتو X مورد بررسی قرار گرفت. طیف‌ها توسط نرم افزار FULLPROF مورد تحلیل قرار گرفتند. برای بررسی خواص مغناطیسی، از مغناطش سنج ارتعاشی (VSM) استفاده شد. همچنین برای اطمینان از تشکیل پیوندها، آنالیز FTIR از نمونه‌ها گرفته شد.

نتایج و بحث

شکل 1 طیف تجربی پراش اشعه‌ی X نمونه‌ها را نشان می‌دهد. قله‌های موجود در طیف پراش اشعه‌ی X نمونه اول با کارت مرجع (JCPDS No.00-019-0629) تطابق دارد و بیانگر تشکیل ساختار اسپینلی معکوس Fe_3O_4 است. پارامترهای شبکه و حجم یاخته واحد با استفاده از تحلیل ریتولد در جدول 1 نشان داده شده است. نتایج طیف تجربی پراش اشعه‌ی X نمونه دوم نشان می‌دهد که فاز مورد نظر تشکیل نشده و ماده آمورف است. نتایج طیف تجربی پراش اشعه‌ی X نمونه سوم با کارت مرجع (088-0315-01) تطابق دارد که مربوط به ساختار اسپینلی معکوس Fe_3O_4 می‌باشد. اندازه بلورک‌ها با استفاده از رابطه‌ی دبای- شرر برای نمونه 1 حدود 10 نانومتر و برای نمونه 3 حدود 21 نانومتر و برای نمونه چهارم حدود 16 نانومتر به دست آمد. اندازه بلورک‌ها، ثابت‌های شبکه و حجم یاخته‌ی واحدهای به- دست آمده از تحلیل ریتولد نمونه‌ها در جدول 1 آورده شده است.

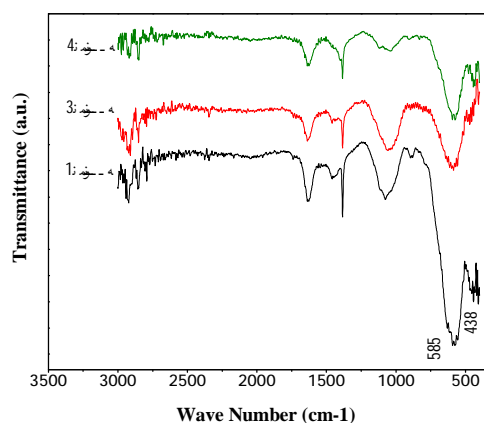
نانوذرات Fe_3O_4 به روش‌های مختلف مانند هم رسوبی [6]، سل ژل [7]، تجزیه‌ی گرمایی [8] و غیره ساخته می‌شوند. به علت اینکه شرایط ساخت روی اندازه‌ی ذرات و در نتیجه‌ی ویژگی‌های ماده بسیار مؤثر است، سعی بر آن شد تا یک- سری از شرایط ساخت در این تحقیق بررسی شود.

ساخت و آزمایش

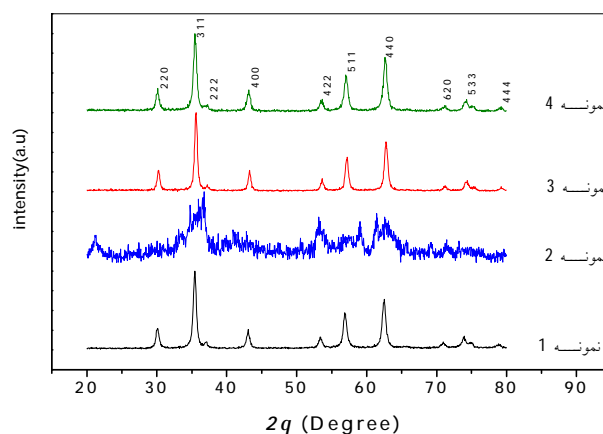
برای ساخت Fe_3O_4 از روش هم‌رسوبی استفاده شد. مواد اولیه با خلوص بالا (تهیه شده از شرکت Merck) و استوکیومتری مناسب شامل سولفات آهن $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ، کلرید آهن آبدار $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ، کلرید آهن $FeCl_3$ ، آمونیاک و هیدروکسید سدیم مورد استفاده قرار گرفتند. سه نمونه در شرایط مختلف ساخته شد. در نمونه‌ی اول کلرید آهن آبدار و سولفات آهن آبدار با نسبت 3 به 2 با استفاده از همزن مکانیکی، مخلوط شدند. سپس با استفاده از قطره چکان مقداری هیدروکسید سدیم به مخلوط اضافه شد. پس از گذشت چند دقیقه، با اضافه کردن هیدروکسید سدیم، pH محلول به 11 رسانده شد و سل سیاه‌رنگی به دست آمد. سل به مدت 30 دقیقه بوسیله‌ی همزن، به هم می‌خورد. سپس سل به مدت 30 دقیقه در دمای $80^{\circ}C$ داخل حمام روغنی قرار داده شد. و بعد از چند بار شستشو با آب مقطر، در دمای $65-70^{\circ}C$ داخل حمام روغنی و در زیر هود خشک شد.

در نمونه‌ی دوم، به منظور بررسی تاثیر دمای ساخت تمام مراحل اول تکرار شد با این تفاوت که نمک‌های مورد استفاده در محیط آب و یخ مخلوط شدند و سل مورد نیاز ساخته شد.

در نمونه‌ی سوم، کلرید آهن و سولفات آهن آبدار با نسبت 1 به 1 با استفاده از همزن مکانیکی مخلوط شدند. سپس با استفاده از قطره چکان مقداری آمونیاک به مخلوط اضافه شد. با اضافه کردن آمونیاک بیشتر، pH محلول روی 9 تنظیم شد و در نتیجه سل سیاه‌رنگی به دست آمد. سل به مدت 30 دقیقه بوسیله‌ی همزن، به هم می‌خورد. پس از یک هفته نگهداری، سل در دمای $110^{\circ}C$ به مدت 30 دقیقه داخل کوره نگه داشته شد و سپس در خلا و در دمای $65-70^{\circ}C$ داخل حمام روغنی خشک شد.

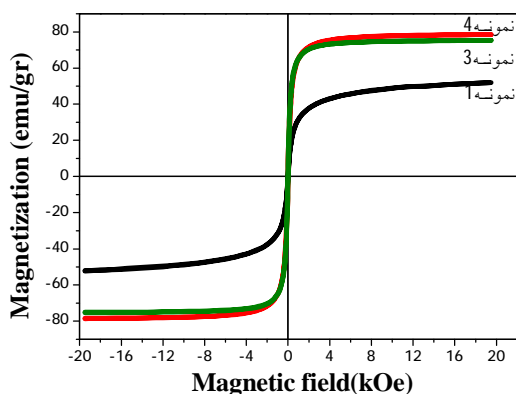


شکل 2: طیف مادون قرمز (FTIR) نمونه‌های 1 و 3 و 4.



شکل 1: طیف پراش اشعه‌ی X نمونه‌های Fe_3O_4 ساخته شده.

جهت بررسی خواص مغناطیسی، حلقه‌ی پسماند نمونه‌ها توسط مغناطش سنخ ارتعاشی (VSM) اندازه‌گیری شد. شکل 3 نشان دهنده تغییرات مغناطش نمونه‌ها بر حسب شدت میدان می‌باشد. مغناطش اشباع در نمونه 1 حدود 52 emu/g و در نمونه 3 حدود 78 emu/g و برای نمونه 4 حدود 75 emu/g می‌باشد. که مغناطش اشباع در نمونه‌های 3 و 4 حدود 80% میزان مغناطش اشباع مگنتایت در حالت حجمی که حدود 93 emu/g است می‌باشد. این رفتار می‌تواند به دلیل وابستگی مغناطش اشباع به نسبت سطح به حجم باشد. با توجه به اینکه با کاهش اندازه ذرات نسبت سطح به حجم افزایش می‌یابد و بنابر این بی‌نظمی مغناطیسی در سطوح خارجی افزایش می‌یابد، در نتیجه مغناطش اشباع کاهش می‌یابد [9].



شکل 3: نمودار VSM برای نمونه‌های 1 و 3 و 4.

اندازه‌ی بلورک-ها (nm)	a, b, c (Å)	$V(\text{Å}^3)$	نمونه
10	8/4127	595,3941	نمونه 1
21	8,3987	592,429	نمونه 3
16	8,3911	590,8313	نمونه 4

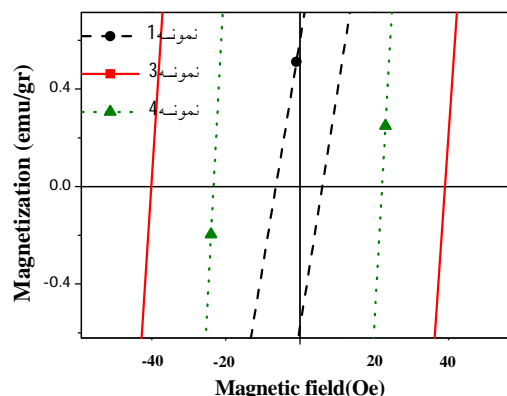
جدول 1: ثابت‌های شبکه و حجم یاخته واحد نمونه‌ها.

برای بررسی بیشتر چگونگی تشکیل پیوندها، طیف FTIR نمونه‌ها اندازه‌گیری شد که شکل 2 نشان‌دهنده FTIR نمونه‌ها می‌باشد. در شکل 2 برای سه نمونه، دو قله در مقادیر 438 cm^{-1} و 585 cm^{-1} مشاهده می‌شود که این قله‌ها مربوط به پیوندهای Fe-O به ترتیب در مکان‌های هشت‌تایی (O) و چهارتایی (T) می‌باشند [8].

اشباع نمونه‌ها با افزایش اندازه‌ی آنها افزایش می‌یابد. همچنین میدان وادارندگی نیز با افزایش اندازه‌ی ذرات افزایش می‌یابد.

مرجع‌ها

- [۱] R.C. O'Handley, *Modern Magnetic Materials: Principles and Applications*, John Wiley & Sons, New York, 2000, p. 126
- [۲] D.L. Leslie-Pelecky, R.D. Rieke, *Chem. Mater.* 8 (1996) 1770.
- [۳] Cabrera, L., Gutierrez, S., Menendez, N., Herrasti, P., and et. al, *Electrochimica Acta* 53 (2008) 3436-3441.
- [۴] K.-H. Choi, S.-H. Lee, J.-H. Park, and et. al, *Journal of magnetism and magnetic materials* 310 (2007) e861-e863.
- [۵] D. K. Kim et al. Characterization and MRI study of surfactant-coated superparamagneticnanoparticles administrated into the rat brain. *J. Magn. Magn. Mater.*, 225:256, 2001.
- [۶] R.Y. Hong, J.H. Li, J. Wang, *Chin. Particuol.* 5 (2007) 186-191.
- [۷] J. Xu, H.B. Yang, W.Y. Fu, K. Du, Y.M. Sui, J.J. Chen, Y. Zeng, M.H. Li, G.T. Zou, *J. Magn. Magn. Mater.* 309 (2007) 307.
- [۸] M. Rajendran; R. C. Pullar; A. K. Bhattacharya; D. Das; S. N. Chintalapudi; C. K. Majumdar; "Magnetic properties of nanocrystalline CoFe₂O₄ powders prepared at room temperature: variation with crystallite size"; *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 232 (2001) 71.
- [۹] Tevhide Ozkayaa, Muhammet S. Toprakb, Abdulhadi Baykala, H useyin Kavas c, Y uksele K oseogluc, Bekir Aktas, d *Journal of Alloys and Compounds* 472 (2009) 18-23.
- [۱۰] Ming Ma, Ya Wu, Jie Zhou, Yongkang Sun, Yu Zhang, Ning Gu *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 268 (2004) 33-39.
- [۱۱] Yujun Song, Ruixue Wang, Rong Rong, Jie Ding, Jing Liu, Runsheng Li, Zhenghua Liu, Hao Li, Xiaoying Wang, Jue Zhang, and Jing Fang *Eur. J. Inorg. Chem.* 2011, 3303-3313.



شکل 4: نمودار VSM در نزدیکی میدان صفر.

شکل 4 قسمت مرکزی حلقه‌های پسماند را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکل دیده می‌شود میدان وادارندگی (H_C) برای نمونه 1 برابر 10 Oe، نمونه 4 برابر 16 Oe و نمونه 3 برابر 33 Oe می‌باشد. که علت آن نیز وابستگی شدید میدان وادارندگی نانو ذرات به اندازه نانوذرات (D) می‌باشد. اگر اندازه بلورک‌ها کمتر از شعاع بحرانی باشد این وابستگی برای نانو ذرات به صورت $H_C \propto D^6$ می‌باشد [10]. با مقایسه اندازه‌ی بلورک‌ها در جدول 1، دیده می‌شود که تغییرات H_C هم راستا با تغییرات D می‌باشد به طوری که در جایی که D افزایش (کاهش) می‌یابد H_C نیز افزایش (کاهش) می‌یابد. همچنین غیر صفر بودن میدان وادارندگی ممکن است به علت کلوخه شدن یک سری از ذرات در حین ساخت نمونه باشد که در نتیجه آن ممکن است ذرات بزرگ فرومغناطیس ایجاد شده و مانع از صفر شدن میدان وادارندگی شوند [11]. در نتیجه باوجود غیر صفر بودن میدان وادارندگی، اما بدلیل کم بودن این میدان (کمتر از 30 Oe) می‌توان با تقریب خوبی نمونه 1 و 4 را ابرپارامغناطیس دانست [11].

نتیجه‌گیری

نانو ذرات Fe_3O_4 به روش هم‌رسوبی در شرایط مختلف ساخته شد. با استفاده ازطیف پراش اشعه X، حلقه‌ی پسماند و آزمایش FT-IR خواص ساختاری و مغناطیسی نمونه‌ها موردبررسی قرار گرفت. نتایج حاصل نشان می‌دهد که مغناطش

SID



سرویس های ویژه



سرویس ترجمه تخصصی



کارگاه های آموزشی



بلاگ مرکز اطلاعات علمی



عضویت در خبرنامه



فیلم های آموزشی

کارگاه های آموزشی مرکز اطلاعات علمی جهاد دانشگاهی



کارگاه آنلاین آشنایی با پایگاه های اطلاعات علمی بین المللی و ترند های جستجو



مباحث پیشرفته یادگیری عمیق؛ شبکه های توجه گرافی (Graph Attention Networks)



کارگاه آنلاین مقاله نویسی IEEE و ISI ویژه فنی و مهندسی