

مطالعه‌ی تجربی اثر دمای کلسینه بر ساختار، مورفولوژی سطحی و خواص مغناطیسی نانوذرات نیکل اکسید

هادوی^۱، محمد سعید^۱؛ قرنی^۲، مهسا^۲ و حامدی^۳، اسما^۳

گروه فیزیک، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

چکیده

در این مقاله اثر دمای کلسینه بر ساختار، مورفولوژی سطحی و خواص مغناطیسی نانوذرات نیکل اکسید که با روش هم‌رسوبی تهیه شده‌اند مورد مطالعه قرار گرفته است. نتایج پراش اشعه ایکس نشان می‌دهد که با افزایش دمای کلسینه، اندازه بلورک‌ها افزایش می‌یابد. نتایج حاصل از میکروسکوپ نیروی اتمی نشان می‌دهد که مورفولوژی ذرات تقریباً کروی شکل هستند. نتایج حاصل از بررسی خواص مغناطیسی نانوذرات نیکل اکسید نشان داد که با افزایش دمای کلسینه، بیشینه مغناطش کاهش یافته و رفتار مغناطیسی نانوذرات از سوپرپارامغناطیس به آنتی فرامغناطیس تبدیل می‌شود.

Effect of calcination temperature on the structure, surface morphology and magnetic properties of nickel oxide nanoparticles

Hadavi, M.S¹ ; Gharani, Mahsa² and Hamedi, Asma³

1. Department of Physics, University of Sistan and Baluchestan, Zahedan

Abstract

In this paper the effect of calcination temperature on the structure, surface morphology and magnetic properties of nickel oxide nanoparticles were prepared with co-precipitation method has been studied. X-ray diffraction results show that the crystalite size increases with increasing the temperature. The results of Atomic force microscopy show that most of the prepared particles have spherical shape. The results of VSM show the maximum magnetization of the nanoparticles reduce with increasing the calcination temperature and also their magnetic behavior changes from super paramagnetic to anti-ferromagnetic with the temperature.

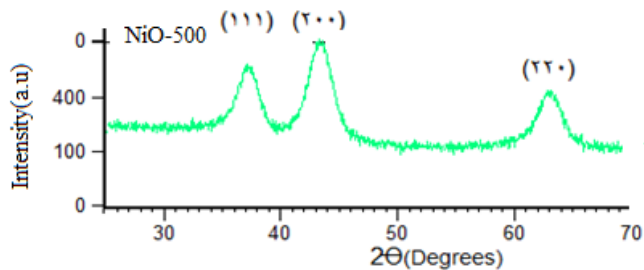
PACS No.81

مغناطیسی نانوذرات نیکل اکسید بسته به اندازه آنها می‌تواند به صورت‌های سوپرپارامغناطیس، آنتی فرامغناطیس، فرامغناطیس باشد. این نانوساختارها، به دلیل رفتار سوپرپارامغناطیسی می‌توانند برای کاربردهایی مانند انتقال هدفمند دارو در بدن و افزایش کیفیت تصویر برداری در MRI مورد استفاده قرار گیرند. نیکل اکسید کاربردهای زیادی در کاتالیست‌ها، باتری‌های کاتدی، حسگرهای گازی، فیلم‌های الکتروکرومیک، پیل‌های سوختی، ساخت

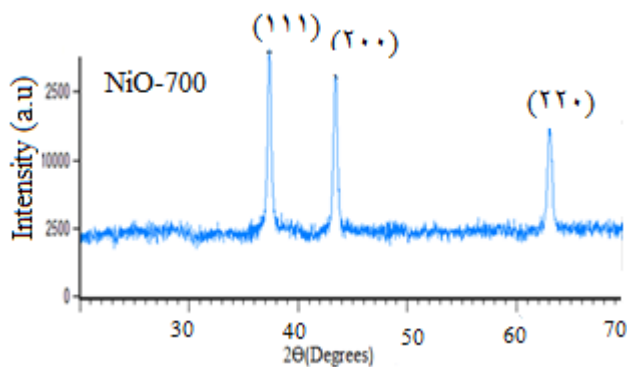
مقدمه

نیکل اکسید، یک نیم رسانای نوع p و پودری سبز رنگ بوده که می‌تواند به عنوان دریافت کننده الکترون عمل کند [۱]. این نیمه-هادی دارای پهنای نوار انرژی ۳/۴ تا ۴ الکترون ولت و شفافیت اپتیکی زیاد در ناحیه‌ی مرئی می‌باشد. نیکل اکسید دارای ساختار مکعبی با ثابت شبکه ۰/۴۱۹۵ نانومتر بوده و خواص مغناطیسی، کاتالیستی، الکتریکی و اپتیکی قابل توجهی دارد [۲، ۳]. رفتار

که β پهنای قله در ارتفاع نصف ماکزیمم بر حسب رادیان، θ محل قله، λ طول موج اشعه ایکس و D اندازه ذرات می باشد.



شکل ۱: الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات نیکل اکسید برای نمونه های کلسینه شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد



شکل ۲: الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات نیکل اکسید برای نمونه های کلسینه شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد

با افزایش دمای کلسیناسیون، اندازه بلورک های نیکل اکسید در راستای رشد (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰) بزرگتر شده و با افزایش دمای کلسینه از ۵۰۰ به ۷۰۰، میانگین اندازه نانوذرات و شدت پیک ها افزایش یافته و درجه بلورینگی افزایش پیدا کرده است. میانگین اندازه نانوذرات با دمای کلسینه ۵۰۰ درجه، ۴۵ نانومتر می باشد. درحالیکه با افزایش دمای کلسینه به ۷۰۰ درجه، میانگین اندازه نانوذرات ۷۵ نانومتر می باشد.

نتایج تصویر میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)

تصاویر AFM از نیکل اکسید کلسینه شده در دماهای ۵۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتیگراد در شکل های ۳، ۴ نشان داده شده است.

باتری های قلیایی، پنجره های هوشمند، کامپوزیت ها، خازن ها و حسگرهای شیمیایی دارد [۲،۳،۴]. در این کار پژوهشی نانوذرات نیکل اکسید خالص تولید شده و اثر دمای کلسینه بر ساختار، مورفولوژی سطحی و خواص مغناطیسی مورد بررسی قرار گرفته است.

بخش تجربی

در این مطالعه، نانوذرات نیکل اکسید خالص به کمک روش ساده و کم هزینه هم رسوبی تولید شده اند. برای تولید نانوذرات نیکل اکسید خالص به روش هم رسوبی، مقدار معینی ماده اولیه شامل نیکل نیترات ۶ آبه (درصد خلوص ۹۹/۹٪) را با آرامی به ۸۰°C حلال (آب دو بار تقطیر) اضافه کرده تا به مدت ۱ ساعت توسط همزن مغناطیسی مخلوط شوند. سپس محلول ۰/۱ مولار سدیم هیدروکسید را به آرامی به محلول مورد نظر اضافه نموده تا اینکه رسوبات مورد نظر ته نشین شود. آنگاه محلول چندین بار سانتریفیوژ شده تا رسوبات سبز رنگ به دست آید. نمونه حاصل در دمای ۱۰۰ درجه خشک شده و سپس رسوبات خشک و در مرحله بعد به مدت ۲ ساعت به ترتیب در دماهای ۵۰۰، ۷۰۰ درجه سانتیگراد در کوره الکتریکی کلسینه شد. در مرحله مشخصه یابی، از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) برای مطالعه ساختار بلوری و محاسبه اندازه کریستالی نمونه ها، از میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) جهت بررسی مورفولوژی نانوذرات و از مغناطیس سنج ارتعاشی (VSM) برای بررسی خواص مغناطیسی استفاده شد.

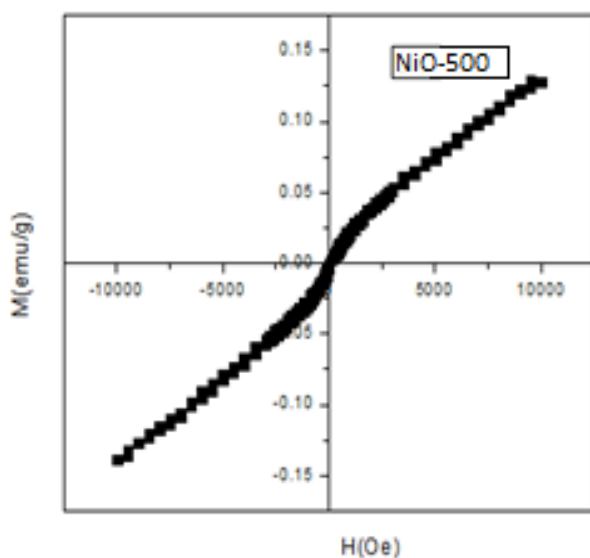
نتایج طیف پراش اشعه ایکس:

برای تعیین نوع ساختار بلوری مواد تولید شده، از پراش پرتو ایکس استفاده شده است. دستگاه XRD مورد استفاده از نوع Bruker. D8- Advance می باشد. با توجه به شکل ۲ همه ی نمونه ها دارای ساختار مکعبی بوده و با استفاده از معادله شرر می توان اندازه کریستالی نانوذرات را تخمین زد [۵]:

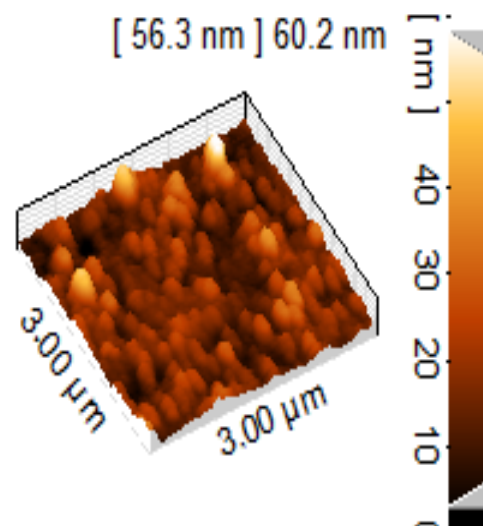
$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

نتایج حاصل از طیف سنجی مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM)

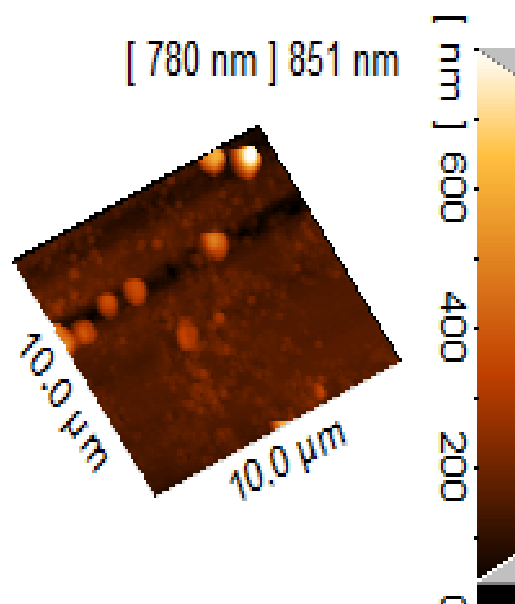
منحنی مغناطش بر حسب شدت میدان برای نمونه‌های نانوذرات نیکل اکسید در شکل‌های ۵ و ۶ رسم شده است. منحنی‌های مغناطش بوسیله ی دستگاه VSM از نوع MKD در دمای اتاق به دست آمده است. برای ترسیم منحنی پسماند نانوذرات ساخته شده، میدان مغناطیسی را در محدوده ۱۰۰۰۰- تا ۱۰۰۰۰ اورستد تغییر داده و در طول این تغییرات، میزان مغناطش نمونه اندازه گیری و منحنی مربوطه توسط نرم افزار Origin رسم شده است.



شکل ۵: نانوذرات NiO کلسینه شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد



شکل ۳: تصویر AFM نانوذرات نیکل اکسید کلسینه شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد



شکل ۴: تصویر AFM نانوذرات نیکل اکسید کلسینه شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد

همان‌گونه که در شکل‌های AFM مشاهده می‌شود نانوذرات تهیه شده تقریباً کروی شکل بوده و با افزایش دمای کلسیناسیون، میانگین اندازه ذرات بزرگتر شده است. در تصاویر AFM مشاهده می‌شود که با افزایش دمای کلسیناسیون از ۵۰۰ درجه سانتیگراد به ۷۰۰ درجه سانتیگراد تراکم نانوذرات نیز کاهش یافته است.

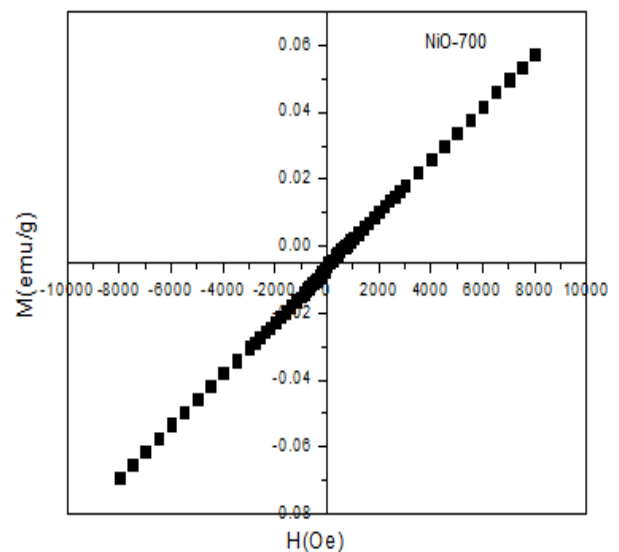
شکل‌های ۵ و ۶ نشان می‌دهند با افزایش دمای کلسینه بیشینه مغناطش کاهش یافته و رفتار سوپرپارامغناطیس که در آن ذرات تک حوزوی هستند به رفتار آنتی فرومغناطیس که گشتاور مغناطیسی اتم‌ها به صورت ترکیبی از موازی و پاد موازی جهت گیری کرده اند تغییر حالت داده‌اند و منحنی با افزایش دمای کلسینه خطی شده است.

نتیجه گیری

در این تحقیق، نانوذرات نیکل اکسید به روش هم‌رسوبی سنتز و مورد تعیین مشخصه به روشهای XRD, AFM, VSM قرار گرفت. نتایج بدست‌آمده نشان داد که با افزایش دمای کلسیناسیون، اندازه بلورک های نیکل اکسید تهیه شده در راستای رشد (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰) بزرگتر شده است، بررسی مورفولوژی نانوذرات توسط AFM نشان داد که ذرات تهیه شده تقریباً کروی شکل بوده، همچنین بر اساس نتایج حاصل از VSM با افزایش دمای کلسیناسیون، اشباع مغناطیسی کاهش یافته و رفتار نمونه‌ها از سوپرپارامغناطیس (که در آن ذرات تک حوزوی هستند) به آنتی فرومغناطیس تبدیل می‌شوند.

مراجع

- [1] Sato. H., Minami. T, Takata . S. and Yamada. T., *Thin Solid Films*, **2361(1993)**, P.27
- [2] Anandann. K., Rajendran.V, *Morphological and size effects of NiO nanoparticles via solvothermal process and their optical properties*, Department of Physics, Presidency College, Chennai **600 005**, Tamil Nadu, India
- [3] Han,. D.Y. *Synthesis and size control of NiO nanoparticles by water-in- microemulsion*, State Key Laboratory for Corrosion and Protection, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang **110016**,China
- [4] Saeid Farhadi, Zeinab Roostaei. *Simple and Low-temperature Synthesis of Nio Nano particles through Solid-State thermal decomposition of the hexa Ni (II) nitrat* , Department of Chemistry, Lorestan University, Khoramabad.**68135-465**, Iran.



شکل ۶: نانوذرات NiO کلسینه شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد

جدول ۱: اطلاعات بدست آمده از روی منحنی M-H نانوذرات NiO در دمای کلسینه متفاوت

نمونه	بیشینه مغناطش (emu/g)	بیشینه میدان (Oe)
NiO-500	۰/۱۱۰۷۶	۸۰۰۰
NiO-700	۰/۰۵۷۲۹	۸۰۰۰

بیشینه مغناطش و بیشینه میدان برای نمونه های نانوذرات نیکل اکسید کلسینه شده در دماهای ۵۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتیگراد از روی منحنی M-H بدست آمده است. مطابق جدول ۱، بیشینه مغناطش برای نانوذرات نیکل اکسید کلسینه شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد ۰/۱۱۰۷۶ emu/g و برای نانوذرات نیکل اکسید کلسینه شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد ۰/۰۵۷۲۹ emu/g می‌باشد که این نتایج نشان می‌دهد با افزایش دمای کلسیناسیون و بزرگتر شدن اندازه ذرات، بیشینه مغناطش کاهش یافته است. با افزایش دمای کلسینه، منحنی از حالت سوپر پارامغناطیس به حالت آنتی فرومغناطیس در می‌آید، چون با افزایش دمای کلسینه، اندازه ذرات بزرگتر و نسبت سطح به حجم کاهش می‌یابد. همچنین افزایش دما، اغتشاشات گرمایی را افزایش داده و هم‌سویی گشتاورهای مغناطیسی را بر هم زده و مغناطش را کاهش می‌دهد. در مواد سوپرپارامغناطیس پسماند مغناطیسی وجود ندارد. همان طور که