بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه آزاد اسلامي
تهران مركزي
دانشكده علوم پايه،گروه شيمي

پايان نامه براي دريافت درجه كار شناسي ارشد(M.Sc)
گرايش :شيمي آلی

عنوان :

سنتز نانو ذرات مغناطیسی و اصلاح آن‌ها با ترکیبات آلی از طریق پیوند کووالانسی

استاد راهنما :
دکتر مرجانه صمدی زاده

استاد مشاور :
دکتر زهرا عزیزی

پژوهشگر :
هدیه فرهومند خوانساری

تابستان 1391

.

Islamic Azad University

Central Tehran Branch

Faculty of basic sciences – Department of chemistry

"M.Sc" Thesis

On Organic Chemistry

Subject :

Synthesis of magnetic nanoparticles and modification of them with organic compounds via covalent bonds

Advisor:

Dr. Marjaneh Samadizadeh

Consulting – Advisor:

Dr. Zahra Azizi

By

Hedieh Farhumand Khanssari

Summer 2012

با سپاس ازسه وجود مقدس:

آنان که ناتوان شدند تا ما به توانايي برسيم ...

موهايشان سپيد شد تا ما روسفيد شويم...

و عاشقانه سوختند تا گرمابخش وجود ما و روشنگر راهمان باشند...

پدرانمان

مادرانمان

استادانمان

از استاد راهنمای عزیزم سرکار خانم دکتر صمدی‌زاده و جناب آقای دکتر احمد پناهی به دلیل یاری‌ها و راهنمایی‌های بی‌چشمداشتشان بسیاری از سختی‌ها را برایم آسان‌تر نمودند.

همچنین از استاد مشاور ارجمندم سرکار خانم دکتر عزیزی که صحیفه‌های سخن را علم پرور نمودند و همواره راه‌گشای در اتمام و کمال پایان نامه بودند، کمال تشکر را دارم.

به پاس تعبير عظيم و انسانيشان از كلمه ايثار و از خودگذشتگي، به پاس عاطفه سرشار و گرماي اميدبخش وجودشان كه در اين سردترين روزگاران بهترين پشتيبان است، به پاس قلب-هاي بزرگشان كه فرياد رس است و سرگرداني و ترس در پناهشان به شجاعت ميگراید و به پاس محبت هاي بيدريغشان كه هرگز فروكش نميكند،

اين مجموعه را به پدر و مادر عزيزم

تقديم ميكنم.

فهرست مطالب

عنوان صفحه

چکیده فارسی 1

فصل اول 2

1-1 تاریخچه فناوری نانو 3

1-2 تعریف نانو تکنولوژی 6

1-3مشاهیر در حیطه نانو 7

1-4 مواد و ذرات نانو 9

1-5هوش مغناطیسی نانو ذرات 10

1-6 ماهیت مغناطیسی نانو ذرات 11

1-7 روش سنتز نانو ذرات.. 13

1-7-1 سنتز در فاز مایع 13

1-7-2 سنتز در فاز گازی 27

1-7-3 سنتز در فاز جامد 29

1-8 محافظت و پایدار کردن نانو ذرات مغناطیسی 31

عنوان صفحه

1-9 کاربرد نانو ذرات.....34

فصل دوم.....37

2-1 مقدمه.....38

2-2 خواص فیزیکی..... 39

2-3 حالت طبیعی.....39

2-4 خواص شیمیایی.....40

2-5 اثرات بیولوژیکی سرب.....40

2-6 سرب در محیط زیست.....42

2-7جلوگیری از انتشار سرب در محیط زیست.....43

2-8 روش‌های اندازه‌گیری سرب.....43

2-8-1 روش اسپکتروفتومتری.....43

2-8-2 روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای.....44

2-8-3 روش اسپکترومتری جذب اتمی کوره گرافیتی.....44

عنوان صفحه

2-8-4 روش الکتروشیمیایی.....44

2-8-5 روش‌های دیگر برای اندازه‌گیری سرب.....45

2-8-6 تاثیر سرب در آب‌ها.....45

فصل سوم.....48

3-1 مقدمه.....49

3-2 طبقه بندی نانو کامپوزیت ها.....50

3-2-1 نانو کامپوزیت های پایه پلیمری.....50

3-2-2 نانو کامپوزیت های پایه سرامیکی.....51

3-2-3 نانو کامپوزیت های پایه فلزی.....52

3-3 روش‌های تهیه‌ی نانو کامپوزیت‌های پلیمری.....53

فصل چهارم 54

4-1 مقدمه 55

4-2 روش کار.....55

عنوان صفحه

4-2-1مواد و تجهیزات مورد استفاده 55
4-2-2سنتز نانو ذرات اکسید آهن 58
4-2-3مواد و تجهیزات مورد استفاده 58
4-2-4مراحل سنتز پلیمر 67
4-3 بررسی پارامترهای مختلف بر روی جذب سرب توسط پلیمر سنتز شده 75
4-3-1مواد و تجهیزات مورد استفاده 75
4-3-2 تهیه بافر ها 77
4-3-3 روش کار 78
نتیجه گیری 98
پیشنهادات 99
پیوست ها 100
منابع و مراجع 119
چکیده انگلیسی 124

فهرست جداول

عنوان صفحه

جدول 1- 1مقایسه ویژگی‌های 4 روش سنتزی رایج در نانوذرات مغناطیسی.....25

جدول 4- 1 مواد مورد استفاده در ستنز نانو ذرات اکسید آهن.....56

جدول 4- 2مشخصات فیزیکی و شیمیایی ایمینو دی استیک اسید 60

جدول 4- 3مشخصات فیزیکی و شیمیایی آلیل گلیسیدیل اتر 61

جدول 4-4 مشخصات فیزیکی و شیمیایی NوN دی متیل آکریل آمید.....62

جدول 4-5 مشخصات فیزیکی و شیمیایی آغازگر2 و ´2 – آزو بیس 2-متیل پروپیونیتریل ..63

جدول 4-6 مشخصات فیزیکی و شیمیایی 3- مرکاپتو پروپیل تري متوکسي سیلان.....64

جدول 4- 7مشخصات فیزیکی و شیمیایی 1و4-دی اکسان 65

جدول 4- 8 مشخصات فیزیکی و شیمیایی پروپانون.....66

جدول 4- 9 مشخصات شیمیایی و فیزیکی اتانول.....67

جدول 4- 10 مشخصات فیزیکي و شیمیایي پتاسیم هیدروکسید 67

عنوان صفحه

جدول 4-11 طیف FT-IR از کوپلیمر AGE/IDA.....72

جدول4-12 نتایج حاصل از طیف ^{13}CNMR.....73

جدول 4- 13نتایج بدست آمده از آنالیز عنصری CHN 77

جدول 4-14مواد مورد استفاده بررسی پارامترهای مختلف بر جذب توسط پلیمر سنتز شده....79

جدول 4-15ررسی اثر pH 83

جدول 4- 16بررسی اثر زمان 84

جدول 4- 17ظرفیت در مقابل غلظت 86

جدول 4- 18تایج حاصل از تست نمونه آب رودخانه 89

فهرست نمودارها

عنوان صفحه

نمودار 1- 1دیاگرام LaMer 14

نمودار 1- 2اثر دما و زمان واکنش بر اندازه، مورفولوژی و خاصیت مغناطیسی 23

نمودار 4- 1 جذب در مقابل pH 83

نمودار 4- 2 درصد سرب جذب شده در مقابل زمان..... 85

نمودار 4- 3 درصد اشباع در مقابل زمان..... 87

فهرست اشکال

عنوان صفحه

شکل 1- 1 جام لیکورگوس..... 3

شکل 1- 2 جام لیکورگوس..... 4

شکل 1-3 تصویر میکروسکوپی از ذرات تقویت‌کننده کربن سیاه کروی در داخل لاستیک مصنوعی 5

شکل 1-4 بازپخت محلول جامد Fe/C در دماهای مختلف..... 31

شکل 1-5 پایدار کردن نانو ذرات..... 32

شکل3- 1 نانو کامپوزیت نیترید سیلیسیم حاوی نانو لوله‌های کربنی چند دیواره..... 52

شکل 4-1 ساختار مولکولی ایمینودی استیک اسید..... 60

شکل 4-2 ساختار مولکولی آلیل گلیسیدیل اتر..... 61

شکل 4-3 ساختار مولکولی N,N دی متیل آکریل آمید..... 62

شکل 4-4 ساختار مولکولی آغازگر 2 و ´2 – آزو بیس 2- متیل پروپیونیتریل..... 63

شکل 4-5 ساختار مولکولی 3- مرکاپتو پروپیل تری متوکسی سیلان..... 64

عنوان صفحه

شکل 4–6 ساختار مولکولی 1و4– دی اکسان.....65

شکل 4–7 ساختار مولکولی پروپانون(استون).....65

شکل 4- 8 ساختار مولکولي اتانول 66

شکل 4– 9 ساختار مولکولی پتاسیم هیدروکسید 67

شکل 4-10 واکنش اصلاح نانو ذرات اکسید آهن.....70

شکل 4-11 واکنش سنتز کوپلیمر AGE-IDA 71

شکل 4-12 طرح پیشنهادی برای مرحله گرافت زدن.....75

شکل 4- 13 تصاویر SEM 77

چکیده فارسی

در این تحقیق، با استفاده از محلول آبی کلرید آهن(II) چهار آبه و کلرید آهن(III) شش آبه، تحت اتمسفر نیتروژن ذرات نانو مغناطیس سنتز گردید. در مرحله بعد، ابتدا مونومر عامل‌دار شده از طریق کوپل آلیل گلاسیدیل اتر و ایمینو دی استیک اسید تهیه و سپس به همراه مونومر دی متیل آکریل آمید بر روی بدنه نانو ذرات مغناطیسی پیوند داده می شود. نانو جاذب تهیه شده از طریق طیف مادون قرمز فوریه ، آنالیز عنصری ، آنالیز وزن سنجی گرمایی مورد شناسایی و تأیید قرار گرفت. مورفولوژی نانو جاذب از طریق میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد مطالعه قرار گرفت.

برای بررسی کاربرد نانوجاذب سنتز شده، مقدار جذب–واجذب سرب توسط پلیمر در شرایط مختلف با استفاده از روش جذب اتمی مورد ارزیابی قرار گرفت. pH بهینه برای جذب سرب5 بود. بررسی سینیتیکی مرحله جذب نشان داد که پلیمر مورد نظر می‌تواند در مدت زمان 90 دقیقه 100 درصد از کل مقدار قابل جذب را به خود جذب کند. ظرفیت جذب 3.8میلی‌گرم برگرم به دست آمد. حلال برای واجذب نیز بررسی شد. از نمونه‌ی حقیقی چون آب رودخانه استفاده شد که درصد بازیافت آن 98.86 به دست آمد.

فصل اول

نانو ذرات مغناطیسی

1-1 تاریخچه‌ی فناوری نانو[1]

استفاده از فناوری نانوتوسط انسان بر خلاف تصور عمومی دارای سابقه تاریخی طولانی می باشد.در این رابطه شواهدی مبنی بر نانو ساختاری بودن رنگ آبی به کار برده شده توسط قوم مایا وجود دارد[2].

پس از آن رومیان از این مواد در ساخت جام‌های با رنگ‌های زنده استفاده کردند[3].به این صورت که آن‌ها از ذرات طلا برای رنگ‌آمیزی این جام‌ها بهره می‌گرفتند. نمونه‌ای از این جام-ها که برای اولین بار کشف شد جام لیکورگوس[1] می باشد که متعلق به قرن چهارم قبل از میلاد بوده و دارای ذرات نانو متری طلا و نقره است که در هنگام قرار گرفتن در نورهای مختلف رنگ‌های گوناگونی را از خود نشان می‌دهد. در شکل‌های1-1 و1-2 جام لیکورگوس که در نورهای مختلف قرار گرفته نشان داده شده است. بعدها در قرون وسطی از این روش برای ساخت شیشه کلیسا استفاده گردید.

شکل 1- 1جام لیکورگوس [3]

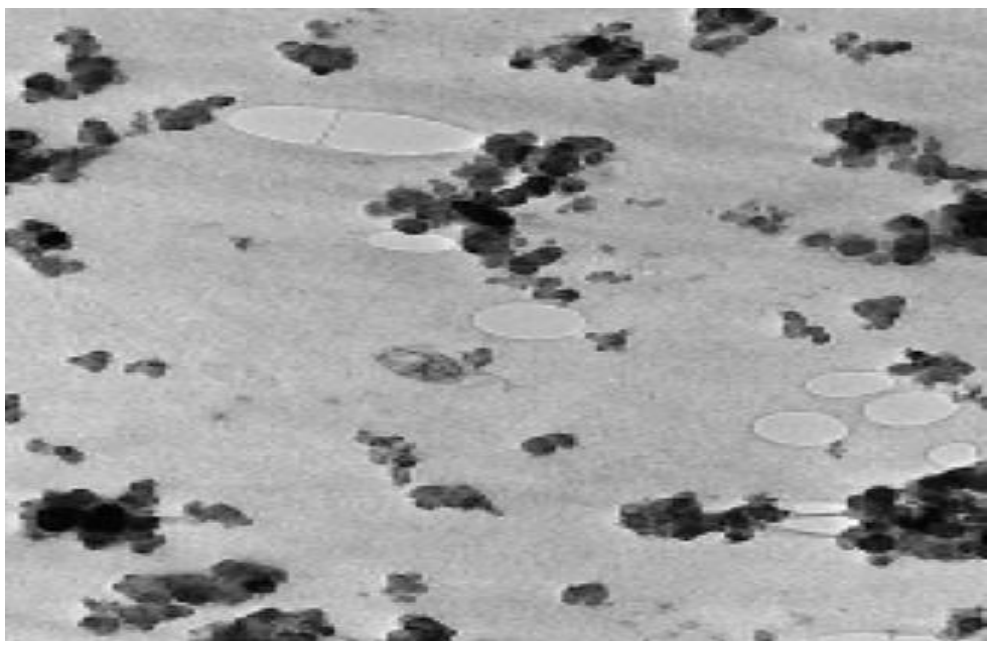
1-Lycuigus

شکل 1- 2 جام لیکورگوس

در میان شاخه‌های مختلف علمی ، بیولوژی اولین شاخه‌ای است که وارد این حوزه علمی گردید. اساس کار ماشین‌های بیولوژی براساس واکنش‌های در ابعاد نانومتری می باشد. از پشه، مورچه، مگس می‌توان به عنوان نمونه‌ای از این نانو ماشین‌های طبیعی نام برد.

با این وجود داستان عملی نانو تکنولوژی چیز دیگری است. یکی از این گزارش‌های علمی در این رابطه، گزارش ساخت کلویید ذرات طلا در سال 1857 توسط مایکل فارادی می باشد. بعدها از کربن سیاه به عنوان یک ماده افزودنی برای رنگ کردن و استحکام بخشی به لاستیک استفاده شد. استفاده از کاتالیست‌های با ساختار نانو متری از 70 سال پیش آغاز گردید. در اوایل دهه 1940 ذرات نانو متری تبخیر وته‌نشین شده سیلیکا ساخته شد و در آمریکا و آلمان به عنوان جایگزینی برای ذرات ریز کربن سیاه برای مقاوم‌سازی لاستیک به مصرف رسید.ذرات آمورف سیلیکا کاربرد وسیعی در محصولات تجاری روزمره پیدا کردند. این گونه محصولات دارای محدوده وسیعی می باشند. از پودرهای شیر خشک بدون شیر و مخصوص قهوه گرفته تا لاستیک اتومبیل و فیبرهای نوری در این محدوده قرار دارند[4].

در دهه 1960 و 1970 پودرهای نانو متری فلزات برای ذخیره اطلاعات بر روی نوارها استفاده شد. در سال 1976 در کریستال‌های نانو متری توسط گرانکویست[1] و بورمن[2] ، با استفاده از روش تغییر گاز کامل تولید گردید.



شکل 1- **3** تصویر میکروسکوپی از ذرات تقویت‌کننده کربن سیاه کروی شکل

درداخل لاستیک مصنوعی که در شاخه تایر به کار رفته است

شاید بتوان بزرگترین تحول در تاریخ نانو تکنولوژی را سخنرانی فیزیکدانی به نام ریچارد فیمن در کنفرانس انجمن فیزیک آمریکا در سال 1959 دانست. در این کنفرانس ایشان با ارائه مقاله‌ای به نام «فضای خالی کافی در پایین وجود دارد» ؛ درباره دستکاری مواد در ابعاد اتمی

1-Granqvist

2-Buhrman