

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



معاونت پژوهش و فن آوری
به نام خدا
نمونه اخلاق پژوهش

بیاباری از خداوند سبحان و اعتماد بر این که عالم محضر خداست و بمواره ناظر بر اعمال انسان و به منظور پاس داشت مقام بلند دانش و پژوهش و نظریه ایست جایگاه دانشگاه در اعلامی فرهنگ و تمدن بشری، ماد انشویان و اعصاب، بهیئت علمی و احدیابی دانشگاه آزاد اسلامی

متعهد می گردیم اصول زیر را در انجام فعالیت های پژوهشی بد نظر قرار داده و از آن تعهد می کنیم:

- ۱- اصل حقیقت جویی: تلاش در راستای پی جویی حقیقت و وفاداری بر آن و دوری از حرکت زنهان سازی حقیقت.
- ۲- اصل رعایت حقوق: التزام بر رعایت کامل حقوق پژوهشگران و پژوهشگران (انسان، حیوان و نبات) و سایر صاحبان حق.
- ۳- اصل مالکیت مادی و معنوی: تعهد بر رعایت کامل حقوق مادی و معنوی دانشگاه و کلیه بهکاران پژوهش.
- ۴- اصل منافع ملی: تعهد بر رعایت مصالح ملی و در نظر داشتن بهیئت پژوهش و توسعه کشور در کلیه مراحل پژوهش.
- ۵- اصل رعایت انصاف و امانت: تعهد بر اجتناب از حرکت زنهان جانب داری غیر علمی و حفاظت از اموال، تجهیزات و منابع در اختیار.
- ۶- اصل رازداری: تعهد بر صیانت از اسرار و اطلاعات محرمانه افراد، سازمان ها و کشور و کلیه افراد و نهادهای مرتبط با تحقیق.
- ۷- اصل احترام: تعهد بر رعایت حریم ها و حرمت ها در انجام تحقیقات و رعایت جانب تقد و خودداری از حرکت زنهان حرمت شکنی.
- ۸- اصل ترویج: تعهد بر رواج دانش و اشتهار نتایج تحقیقات و انتقال آن به بهکاران علمی و دانشجویان به غیر از مواردی که منع قانونی دارد.
- ۹- اصل برانست: التزام بر برانست جویی از حرکت زنهان غیر حرفه ای و اعلام موضع نسبت به کسانی که حوزه علم و پژوهش را به مثابه ای غیر علمی می آید.



معاونت پژوهش و فن آوری

به نام خدا

تعهد اصالت رساله یا پایان نامه تحصیلی

اینجانب سمیه اسدپور دانش آموخته مقطع کارشناسی ارشد در رشته نانو شیمی که در تاریخ ۱۳۹۳/۱۲/۲۰ از پایان نامه خود تحت عنوان " ساخت و شناسایی نانو ذرات آهن-کبالت بر پایه نانو سیلیکا به روش تلقیح مزطوب و بررسی شرایط کلسینه کردن بروی ساختار آن اثر

" با کسب نمره دفاع نموده ام بدینوسیله متعهد می شوم:

- ۱) این پایان نامه حاصل تحقیق و پژوهش انجام شده توسط اینجانب بوده و در مواردی که از دستاوردهای علمی و پژوهشی دیگران (اعم از پایان نامه، کتاب، مقاله و ...) استفاده نموده ام، مطابق ضوابط و رویه موجود، نام منبع مورد استفاده و سایر مشخصات آنرا در فهرست مربوطه ذکر و درج کرده ام.
- ۲) این پایان نامه قبلاً برای هیچ مدرک تحصیلی (هم سطح، پایین تر یا بالاتر) در سایر دانشگاه ها و موسسات آموزش عالی ارائه نشده است.
- ۳) چنانچه بعد از فراغت از تحصیل، قصد استفاده و هرگونه بهره برداری اعم از چاپ کتاب، ثبت اختراع و ... از پایان نامه داشته باشم، از حوزه معاونت پژوهشی واحد مجوزهای مربوطه را اخذ نمایم.
- ۴) چنانچه در هر مقطع زمانی خلاف موارد فوق ثابت شود، عواقب ناشی از آن را می پذیرم و دانشگاه آزاد اسلامی واحد مرودشت مجاز است با اینجانب مطابق ضوابط و مقررات رفتار نموده و در صورت ابطال مدرک تحصیلی ام هیچگونه ادعایی نخواهم داشت.

نام و نام خانوادگی: سمیه اسدپور

تاریخ و امضاء



دانشگاه آزاد اسلامی

واحد مرودشت

دانشکده علوم پایه

گروه شیمی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد (M.Sc)

در گرایش نانو شیمی

عنوان:

ساخت و شناسایی نانو ذرات آهن-کبالت بر پایه نانو سیلیکا به روش تلقیح مرطوب و بررسی شرایط کلسینه

کردن بر روی ساختار آن اثر

استاد راهنما:

دکتر احد زارع

استاد مشاور:

دکتر مسلم ستوده خواه

نگارش:

سمیه اسدپور

تقدیم به

تمام کسانی که در راه اعتلای فرهنگ کشور عزیزمان "ایران" بی هیچ منت و چشم داشتی تلاش می کنند.

زمستان ۱۳۹۳

سپاسگزاری

از جناب آقایان دکتر احد زارع و دکتر مسلم ستوده خواه که به عنوان اساتید راهنما و مشاور در مراحل تدوین این پایان نامه با راهنمایی های خردمندانه من را یاری نموده اند تشکر می نمایم.

از سرکار خانم ها دکتر عمادی و دکتر کراچی که زحمت داوری این پایان نامه را بر عهده گرفته اند کمال تشکر را دارم.

از پدر و مادر عزیزم که همیشه دعای خیرشان بدرقه راه من بوده تشکر و قدر دانی نموده و بوسه بر دستان پر مهرشان می زنم .

از همسر عزیزم جناب آقای حمیدرضا دشت پیما که با صبر و شکیبایی من را در تمامی مراحل انجام نگارش این رساله یاری نموده است تشکر و قدردانی می نمایم.

از خواهرم سرکار خانم نرگس اسدپور و برادر مهربانم جناب آقای احمد اسدپور به پاس مهربانی بی دریغشان که همواره مایه دلگرمی من بوده اند تشکر می نمایم.

فهرست مطالب

۱	چکیده.....
۲	فصل اول.....
۳	۱-۱ فناوری نانو.....
۴	۲-۱ شاخه های فناوری نانو.....
۴	۱-۲-۱ نانو تکنولوژی مرطوب.....
۴	۲-۲-۱ نانو تکنولوژی خشک.....
۵	۳-۲-۱ نانو تکنولوژی محاسبه ای.....
۵	۳-۱ روش های تولید نانو ذرات.....
۶	۱-۳-۱ روش فیزیکی.....
۶	۲-۳-۱ روش شیمیایی.....
۷	۳-۳-۱ روش تلقیح مرطوب یا ترسیب شیمیایی.....
۹	۱-۳-۳-۱ واکنش های شیمیای در سنتز های نانو.....
۹	۲-۳-۳-۱ مکانیسم فرآیند ترسیبی.....
۹	۳-۳-۳-۱ هسته زایی.....

- ۱-۴-۱ نانو ذرات..... ۱۰.....
- ۱-۴-۱ دسته بندی نانو مواد یا نانو ذرات..... ۱۱.....
- ۱-۴-۲ مواد در مقیاس نانو..... ۱۲.....
- ۱-۴-۳ نانو مواد صفر بعدی..... ۱۲.....
- ۱-۳-۴-۱ فولرن..... ۱۲.....
- ۱-۳-۴-۲ درخت سان ها..... ۱۲.....
- ۱-۳-۴-۳ نانو ذرات..... ۱۳.....
- ۱-۴-۴ نانو مواد یک بعدی..... ۱۳.....
- ۱-۴-۴-۱ نانو سیم..... ۱۴.....
- ۱-۴-۴-۲ نانو لوله های کربنی..... ۱۴.....
- ۱-۴-۴-۳ نانو الیاف..... ۱۵.....
- ۱-۴-۴-۴ نانو جوانه..... ۱۶.....
- ۱-۴-۵ نانو مواد دو بعدی..... ۱۶.....
- ۱-۵-۴-۱ نانو سیم ها..... ۱۷.....
- ۱-۴-۶ نانو مواد سه بعدی..... ۱۷.....
- ۱-۶-۴-۱ نانو حفره ها..... ۱۸.....
- ۱-۶-۴-۲ نانو کامپوزیت..... ۱۸.....
- ۱-۶-۴-۳ طبقه بندی نانو کامپوزیت ها..... ۱۹.....

- ۱۹.....۲-۲-۶-۴-۱ نانو کامپوزیت های پایه پلیمری
- ۲۰.....۳-۲-۶-۴-۱ نانو کامپوزیت های پایه سرامیکی
- ۲۱.....۴-۲-۶-۴-۱ نانو کامپوزیت های پایه فلزی
- ۲۱.....۵-۲-۶-۴-۱ نانو کامپوزیت و آینده
- ۲۲.....۵-۱ خواص نانو ذرات
- ۲۲.....۱-۵-۱ خواص الکتریکی
- ۲۲.....۲-۵-۱ خواص شیمیایی
- ۲۲.....۳-۵-۱ خواص فیزیکی
- ۲۳.....۴-۵-۱ خواص مکانیکی
- ۲۳.....۵-۵-۱ خواص حرارتی
- ۲۳.....۶-۵-۱ خواص نوری یا اپتیکی
- ۲۴.....۷-۵-۱ خواص مغناطیسی
- ۲۴.....۸-۵-۱ خواص کاتالیستی
- ۲۵.....۶-۱ مشخصه یابی مواد نانو
- ۲۵.....۱-۶-۱ طیف سنجی پراش پرتو ایکس (XRD)
- ۲۶.....۲-۶-۱ میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
- ۲۸.....۷-۱ کار انجام شده در این پژوهش
- ۲۸.....۸-۱ پیشینه پژوهش در زمینه نانو ذرات اکسید آهن-کبالت

۲۹	۹-۱ هدف از انجام این پژوهش
۳۰	فصل دوم.....
۳۱	۱-۲ دستگاههای استفاده شده برای ساخت و بررسی نانو ذرات اکسید آهن - کبالت.....
۳۱	۲-۲ مواد مورد استفاده در این آزمایش.....
۳۲	۳-۲ کارهای آزمایشگاهی.....
۳۳	۴-۲ تهیه پیش ساز کاتالیست بهینه Fe-Co بر پایه نانو سیلیکا به روش تلقیح مرطوب.....
۳۴	۵-۲ بررسی اثر عوامل مختلف بر سنتز.....
۳۵	فصل سوم.....
۳۶	۱-۳ بررسی خصوصیات نانو ذرات سنتز شده.....
۳۷	۲-۳ بررسی طیف های (XRD).....
۳۸	۳-۳ بررسی تصاویر الکترونی روبشی (SEM).....
۳۸	۴-۳ بررسی طیف (EDX).....
۷۳	۵-۳ نتیجه گیری.....
۷۴	۶-۳ منابع.....

فهرست شکل ها

- شکل ۱-۳ XRD نمونه S1 کلسینه شدن در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۳۹
- شکل ۲-۳ EDX نمونه S1 کلسینه شدن در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۳۹
- شکل ۳-۳ XRD نمونه S2 کلسینه شدن در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۱
- شکل ۴-۳ EDX نمونه S2 کلسینه شدن در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۱
- شکل ۵-۳ XRD نمونه S3 کلسینه شدن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۳
- شکل ۶-۳ EDX نمونه S3 کلسینه شدن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۳
- شکل ۷-۳ XRD نمونه S4 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۵
- شکل ۸-۳ EDX نمونه S4 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۵
- شکل ۹-۳ XRD نمونه S5 کلسینه شدن در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۷
- شکل ۱۰-۳ EDX نمونه S5 کلسینه شدن در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۷
- شکل ۱۱-۳ XRD نمونه S6 کلسینه شدن در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۹
- شکل ۱۲-۳ EDX نمونه S6 کلسینه شدن در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۴۹
- شکل ۱۳-۳ SEM نمونه S1 کلسینه شدن در دمای ۴۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۱
- شکل ۱۴-۳ SEM نمونه S2 کلسینه شدن در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۲
- شکل ۱۵-۳ SEM نمونه S3 کلسینه شدن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۳

- شکل ۱۶-۳ SEM نمونه S4 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۴
- شکل ۱۷-۳ SEM نمونه S5 کلسینه شدن در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۵
- شکل ۱۸-۳ SEM نمونه S6 کلسینه شدن در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۵۶
- شکل ۱۹-۳ XRD نمونه S7 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت..... ۵۸
- شکل ۲۰-۳ EDX نمونه S7 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت..... ۵۸
- شکل ۲۱-۳ XRD نمونه S8 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۶۰
- شکل ۲۲-۳ EDX نمونه S8 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۶۰
- شکل ۲۳-۳ XRD نمونه S9 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت..... ۶۲
- شکل ۲۴-۳ EDX نمونه S9 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت..... ۶۲
- شکل ۲۵-۳ XRD نمونه S10 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت..... ۶۴
- شکل ۲۶-۳ EDX نمونه S10 خشک کردن در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۲ ساعت..... ۶۴
- شکل ۲۷-۳ XRD نمونه S11 خشک کردن در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۲ ساعت..... ۶۶
- شکل ۲۸-۳ EDX نمونه S11 خشک کردن در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۲ ساعت..... ۶۶
- شکل ۲۹-۳ SEM نمونه S7 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت..... ۶۷
- شکل ۳۰-۳ SEM نمونه S8 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت..... ۶۸
- شکل ۳۱-۳ SEM نمونه S9 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت..... ۶۹
- شکل ۳۲-۳ SEM نمونه S10 کلسینه شدن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت..... ۷۰
- شکل ۳۳-۳ SEM نمونه S11 خشک کردن در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۲ ساعت..... ۷۱

فهرست جدول ها

جدول ۱-۲ مواد اولیه جهت ساخت نانوذرات آهن-کبالت به روش تلقیح مرطوب..... ۳۲

جدول ۲-۲ آماده سازی کاتالیست ها..... ۳۴

جدول ۱-۳ آماده سازی کاتالیست ها..... ۳۶

جدول ۲-۳ اندازه کریستالهای تخمین زده شده از معادله دبای شرر..... ۳۷

جدول ۳-۳ اندازه کریستالهای بدست آمده در دماهای مختلف با توجه به تصاویر SEM..... ۵۷

جدول ۴-۳ اندازه کریستالهای بدست آمده در زمانهای مختلف با توجه به تصاویر SEM..... ۷۲

چکیده

در این تحقیق نانو کاتالیست آهن- کبالت با روش تلقیح مرطوب از مواد اولیه نمکهای نیترات آهن-کبالت و هیدروکسی اتیل سلولز و نانو سلیکا در محیط آبی و دماهای کلسینه کردن مختلف سنتز شدند. و تاثیرگذاری شرایط مختلف سنتز بر روی فاز، اندازه و مورفولوژی نانو ذرات، مورد بررسی قرار گرفت. از طیف سنجی XRD میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز (EDX) برای شناسایی، تعیین و مقایسه ی مشخصه های فوق در نانو ذرات آهن-کبالت سنتز شده استفاده شد. نمونه سنتز شده دارای فازهای قابل انتظار $\text{COFe}_2\text{O}_4, \text{Fe}_3\text{O}_4$ هستند. ساختار آن به شکل مکعبی است.

بطور کلی با افزایش دما پیک ها تیزتر و باریک تر شده اند که نشان دهنده افزایش بلور است. تصاویر SEM نشان می دهد که تمامی نمونه ها دارای ابعاد نانومتر هستند مورفولوژی ذرات در تمامی نمونه ها نامنظم است.

کلید واژه : تلقیح مرطوب، کلسیناسیون، نانو ذرات اکسید آهن - کبالت، نانو سلیکا

فصل اول

مقدمه

۱-۱- فناوری نانو

کلمه نانواژ واژه Nanous گرفته شده است که در زبان یونانی به معنای ریز بوده و اصطلاح فن آوری نانو به معنی شیوه به کارگیری ریزساختارهای بزرگ مقیاس که هر چند در ساختار بزرگ محسوس نیستند اما تمام ویژگی های بزرگ ساختار را تحت کنترل قرار می دهند-می باشند. فناوری نانو یکی از مدرن ترین فناوری های روز دنیاست که دارای خصوصیات منحصر به فرد با کاربردهایی در تمام زمینه های علم و فناوری است. همین کاربردهای وسیع فناوری نانو که از آن به عنوان ویژگی بین رشته ای بودن آن یاد می شود عامل مهمی در فراگیر شدن این پدیده جدید است [۱].

تعریف فناوری نانو با توجه به ماهیت و زمینه های گسترده فعالیت آن، در عین سادگی بسیار دشوار است. شاید بتوان گفت هنوز تعریف کاملی که تمام خصوصیات این پدیده را بیان کند، وجود ندارد. با وجود این، در اینجا به چند تعریف مفید و کاربردی اشاره می کنیم. فناوری نانو یعنی بررسی مواد در ابعاد اتمی یا مولکولی و یا بررسی مواد در مقیاس یک میلیاردیوم آن بوده که این ساده ترین تعریفی است که میتوان ارائه داد [۲].

آلبرت فرانکس^۱ از پیشگامان توسعه کاربردهای صنعتی فناوری نانو معتقد است: "فناوری نانو بخشی از علم و فناوری است که از ابعاد کوچکترین ارقام با معنی در محدوده ۰/۱ تا ۱۰۰ نانومتر در آن نقش اساسی ایفا می کنند" [۳].

با این توضیحات فناوری نانو در واقع نگرشی مدرن به انواع رشته های علمی بوده و تمام عرصه های مختلف علم و فناوری را در بر می گیرد. اگرچه حدود چهل سال پیش، ریچارد فاینمن^۲ متخصص کوانتوم نظری و برنده جایزه نوبل، در سخنرانی معروف خود با عنوان "آن پایین فضای بسیاری هست" به بررسی بعد رشد نیافته علم

^۱ . Franci Albert

^۲ Richard Feynman

مواد پرداخت و اولین جرقه های رویکرد به این فناوری را روشن کرد، اما در واقع نانو ذرات، ۲۰۰۰ سال پیش در شیشه رومی ها به کار می رفته اند. یعنی جایی که خوشه ای از نانو ذرات طلا برای تولید رنگهای شفاف مورد استفاده قرار می گرفت. از قرن دهم میلادی بدین سوء این مورد استعمال به طور گسترده ای در سرامیک ها و شیشه ها ادامه داشته است.

اما حرکت واقعی به سمت استفاده از نانو ذرات در اوایل قرن بیستم محقق شد. در دهه ۴۰ میلادی بود که با تولید دوده کربن و متعاقبا سیلیکای دود داده شده، گام های اساسی برای استفاده از نانو ذرات برداشته شد [۴].

۲-۱- شاخه های فناوری نانو

به طور کلی مطالعات نانوفناوری را می توان به سه دسته تقسیم کرد که اگرچه روشهای تحقیقاتی در آن ها متفاوت است، اما این سه شاخه کاملا به یکدیگر مرتبط هستند و پیشرفت در یکی از شاخه ها می تواند در شاخه های دیگر نیز کاملا موثر باشد.

۱- نانو تکنولوژی مرطوب ۲- نانوتکنولوژی خشک ۳- نانو تکنولوژی محاسبه ای [۵].

۱-۲-۱ - نانوتکنولوژی مرطوب

این شاخه به مطالعه سیستم های زنده ای می پردازد که اساسا در محیط های آبی وجود دارند. در این شاخه ساختمان مواد ژنتیکی، غشاءها و سایر ترکیبات سلولی در مقیاس نانومتر مورد مطالعه قرار می گیرد. پژوهشگران موفق شده اند ساختارهای زیستی فراوانی تولید کنند که نحوه عملکرد آنها در مقیاس نانویی کنترل می شود. این شاخه دربرگیرنده علوم پزشکی، دارویی و به طور کلی علوم و روشهای مرتبط با زیست فناوری است.

۱-۲-۲ - نانو تکنولوژی خشک

این شاخه از علوم پایه شیمی و فیزیک مشتق می شود و به مطالعه تشکیل ساختارهای کربنی، سیلیکون و مواد غیر آلی و فلزی می پردازد. نکته قابل توجه این است که الکترونهای آزاد که در فناوری مرطوب موجب انتقال مواد و انجام واکنش ها می گردند، در فناوری خشک خصوصیات فیزیکی ماده را پدید می آورند. در

نانوتکنولوژی خشک، کاربرد مواد نانویی در الکترونیک، مغناطیس و ابزارهای نوری مورد مطالعه قرار می گیرد. برای مثال طراحی و ساختن میکروسکوپ هایی که بتوان با استفاده از آنها مواد را در ابعاد نانومتر دید.

۱-۲-۳- نانوتکنولوژی محاسبه ای

در بسیاری از مواقع، ابزار آزمایشگاهی موجود برای انجام برخی از آزمایشها در مقیاس نانومتر مناسب نیستند و یا آنکه انجام این آزمایشها بسیار گران تمام می شود.

در این حالت از رایانه ها برای شبیه سازی فرایندها و واکنش های اتم ها و مولکول ها استفاده می شود. شناختی که به وسیله محاسبه به دست می آید، باعث می شود که زمان لازم برای پیشرفت نانوتکنولوژی خشک بطور محسوسی کاهش یابد و البته تأثیر مهمی در نانوتکنولوژی مرطوب نیز خواهد داشت [۶-۵].

۱-۳- روشهای تولید نانو ذرات

اصلی ترین روشهای ساخت مواد در مقیاس نانو به دو روش کلی بالا به پایین و روش پایین به بالا خلاصه می شوند. روش بالا به پایین اولین بار توسط فاینمن^۱ به عنوان روشی برای ساخت ذرات در ابعاد نانومتری مطرح شد. در این روش با استفاده از دستگاه ها و روش های مکانیکی مانند: آسیاب کردن و غیره نانو ذرات از توده مواد با ابعاد بزرگتر تولید می شود [۷].

روش پایین به بالا درست در جهت مخالف روش قبلی است که در این روش مواد نانو با استفاده از بهم پیوستن واحد های بنیادی سازنده و قرار دادن آنها کنار هم ایجاد می شوند. این روش اولین بار توسط درکسلر^۲ ارائه گردید. این روش با روش تولید بالا به پایین بسیار متفاوت است زیرا در روش بالا به پایین حجم بسیار زیادی از مواد زائد حاصل از تراش دور ریخته می شود ولی روش پایین به بالا ضایعات کمتری دارد و انرژی لازم در آن نیز کمتر است. علاوه بر این استحکام ماده تولیدی نیز به علت ایجاد پرونده های قویترین ذرات تشکیل دهنده بالا می رود. روش های تولید نانو ذرات به طور کلی به دو دسته شیمیایی و فیزیکی تقسیم

¹ Richard Feynman

² Eric Drexler

می شوند و برخی روش ها نیز با نام فرآیندهای مکانیکی-شیمیایی خوانده می شود. روش های بسیاری برای تولید نانو ذرات یا ذرات نانو ساختار توسعه یافته اند که شامل فرآیندهای حالت بخار، مایع و جامد است. که معمولا فرآیند حالت بخار و جامد جز دسته روش های فیزیکی هستند و اکثر روش های شیمیایی جز فرآیند حالت مایع محسوب می شوند [۸].

۱-۳-۱- روش فیزیکی

نانو ذرات در روش های فیزیکی بدون انجام واکنش و فقط توسط فرآیندهای فیزیکی تولید می شوند. معمولا روش های تولید بالا و پایین جز روش های فیزیکی، مکانیکی هستند. آسیاب کاری از روش های قدیمی و متداول برای تولید پودرها است که جز همین دسته روش های فیزیکی محسوب می شوند.

آسیاب کاری-روش معیان بخار-اسپری پیرولیز-روش احتراق-روش مکانوشیمی [۹].

۱-۳-۲- روش شیمیایی

روشهای شیمیایی میکروامولسیون و مایسل معکوس، روش سل ژل، روش رسوب گذاری، روش تلقیح خشک و مرطوب -روش تخریب حرارتی-سونو شیمی می باشد [۱۰].

در روش هاش شیمیایی ابتدا واکنش شیمیایی بین واکنشگرها صورت گرفته، سپس نانو ذرات تولید شده از محیط جدا می شوند. سنتز شیمیایی شامل تشکیل و رشد ذرات در یک واسطه مایع حاوی انواع واکنشگرها است. به طور کلی برای کنترل شکل نهایی ذرات، روش های شیمیایی بهتر از روشهای فیزیکی هستند. در روش های شیمیایی، اندازه نهایی ذره را می توان با توقف فرآیند در هنگامی که اندازه مطلوب به دست آمد با توقف رشد، در یک اندازه خاص کنترل نمود. روش شیمیایی به دلیل چینش مواد در شرایط نانو متری به منظور دستیابی به خواص مورد نظر، توانایی منحصر به فردی در زمینه تکنولوژی و علم مواد نانو ساختار دارد.

رسوب دهی یا کریستالیزاسیون یک فاز جامد از یک محلول، روش عمومی برای تولید نانو ذرات است. فرآیند کلی در این روش عبارت است از واکنش هایی که در محلول های آبی یا غیر آبی حاوی نمک ها و یا محلول

انجام می پذیرد. پس از اینکه محلول از حل شونده اشباع شد، با تغییر از حالت اشباع، رسوبدهی و یا تشکیل کریستال صورت می گیرد. می توان این فرآیند را مشابه یک واکنش شیمیایی در نظر گرفت [۱۱].

بنابراین غلظت واکنش دهنده ها، دمای واکنش، pH محیط و نسبت افزایش واکنش دهنده ها به محیط واکنش، بر توزیع اندازه و خواص فیزیکی محصول (کریستال های نهایی) موثرند.

پتانسیل های فراوانی که برای کاربرد نانو ذرات در دنیای فناوری وجود دارد موجب پیدایش تحقیقات فراوانی برای یافتن راه های جدید تولید این مواد و برطرف ساختن مشکلات موجود در مسیر تولید آنها شده است.

از جمله مشکلات عمده ای که در تولید نانو ذرات وجود دارد می توان به هم پیوستن ذرات کلوخه ای شدن آنها و نیز اکسایش سطح آنها را نام برد. یکی از پارامترهای کلیدی در کیفیت نانو ذرات کوچک بودن ابعاد آنهاست. لذا فرآیند تولید باید به گونه ای طراحی شود که این ذرات بهم نچسبند و به اصطلاح کلوخه نشوند.

زیرا این پدیده موجب رشد ناخواسته ذرات می شوند. همچنین سطح تماس ذرات با کوچک شدن ابعاد آنها بالا رفته، موجب اکسید شدن سطح ذرات فلزی می شود و این پدیده در مواردی که هدف ما تولید ذرات فلزی و غیر اکسیدی نظیر نیتrideها باشد، یکی از مشکلات است که باید بر آن غلبه نمود. اهمیت یافتن نانو ذرات در دهه های اخیر نه تنها از اهمیت روش های قدیمی تولید ذرات نکاسته است بلکه خود باعث به وجود آمدن روش های نوینی در تولید این ذرات شده است. تولید ذرات نانو به روش های شیمیایی کاربردهای زیادی در تولید مواد نوری، الکترونیکی، مغناطیسی، زیستی، کاتالیزوری و زیست پزشکی دارد [۱۲].

۱-۳-۳- تلخیص مرطوب

در بسیاری از سنتزهای نانو، هدف تهیه نانو ذرات تک پخش^۱ است. همچنین یک روند سنتز زمانی ارزشمند است که تغییرات در اندازه ذرات محصول کمتر از ۰.۵٪ باشد. نانو ذراتی که گستره اندازه محدود دارند، خصوصیات همگن ویژه ای را از خود نشان می دهند. تنها چنین نانو ساختارهایی این قابلیت را دارند که به طور گسترده در محصولات صنعتی به کار روند. از این رو ارائه روش های سنتز نانو مواد در مقیاس بالا که منجر به تولید ذرات تک پخش همگن می شوند بسیار قابل توجه است [۱۳].

¹ Homogeneous