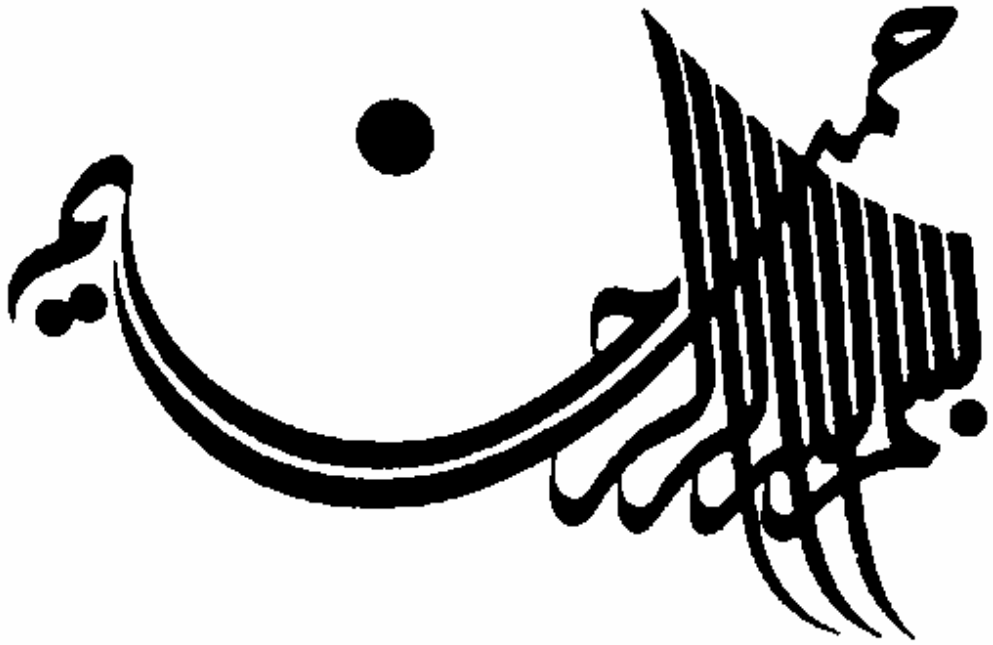
بسم الله الرحمن الرحيم

پژوهشکده: علوم و فناوری نانو

پایان‌نامه جهت اخذ درجه کارشناسی‌ارشد

در رشته: **علوم و فناوری نانو**

عنوان:

سنتز، شناسایی و بررسی خواص نانوذرات مغناطیسی فریتی با استفاده از روش هم‌رسوبی

استاد راهنما:

دکتر مسعود صلواتی نیاسری

نگارش:

تهمینه محمودی

شهریور 1387

تقدیم به پدر و مادر عزیزم

و

تقدیم به همسر گرامی‌ام

بر خود لازم می‌دانم از زحمات استاد گرانقدرم جناب آقای دکتر مسعود صلواتی نیاسری که در طول پروژه با تمامی وجود بنده را راهنمایی نمودند و تمامی امکانات انجام پروژه را در اختیار اینجانب قرار دادند تشکر و قدردانی نمایم و از خداوند برایشان آرزوی سلامتی و موفقیت روز افزون دارم.

چکیده:

اهمیت ساخت نانوذرات مغناطیسی و پتانسیل آن‌ها برای کاربردهای مختلف باعث شده است که بسیاری از محققان به مطالعه در این زمینه بپردازند. از طرفی گستره وسیع روش‌های تهیه و پارامترهای موثر بر رفتارهای این نانوذرات ما را بر آن داشت تا به سهم خود؛ هر چند کوچک؛ آن ها را بررسی کنیم. از بین روشهای متعددی که برای تهیه نانوذرات مغناطیسی به کار گرفته می‌شود، روش هم‌رسوبی علاوه بر بازده بالا تحت تأثیر پارامترهای بیشتری قرار دارد. هدف این کار بررسی اثر پارامترهای مختلف مانند دما، زمان واکنش، میزان حلال و حجم سورفکتانت[1] بر روی اندازه ذرات تهیه شده از روش هم‌رسوبی و کنترل قطر ذرات با تجهیزات آزمایشگاهی ساده در ابعاد نانومتر است.

این بررسی‌ها در مورد نانوذرات کبالت فریت انجام شد، و بعد از بدست آوردن شرایط بهینه این پارامترهای موثر، شرایط جدید برای تهیه سایر نانوذرات به‌کار گرفته شد.

نانوذرات تهیه شده در این کار عبارتند از: کبالت فریت، نیکل فریت، روی فریت، مس فریت و مگنتیت. در نانوذرات مس فریت، به دلیل تمایل فلز مس به تشکیل اکسید مس و ترجیح دادن آن به فریت، اثر درصد ترکیب مس و آهن در میزان بازده محصول مس فریت نیز بررسی شده است.

اندازه‌گیری‌های انجام شده بر روی این نانوذرات، آنالیزهای مغناطیسی، SEM، TEM، XRD و FT-IR می‌باشند.

[1] Surfactant

فهرست مطالب

عنوان

صفحه

مقدمه

فصل اول: اصول مغناطیس و نانوذرات مغناطیسی 1

1-1- اصول مغناطیسی و مواد مغناطیسی 2

1-1-1- ناحیه اتمی 2

2-1- انواع مواد از نظر خاصیت مغناطیسی 3

1-2-1- دیا مغناطیس 3

2-2-1- پارامغناطیس 4

3-2-1- فرومغناطیس 5

4-2-1- آنتی‌فرومغناطیس 6

5-2-1- فری‌مغناطیس 6

3-1- تعاریف مهم در فرومغناطیس 7

1-3-1- دمای کوری (T_c) 7
1-3-2- حوزه‌های مغناطیسی 7
1-3-3- پسماند مغناطیسی 8
1-4- ناهمسانگردی مغناطیسی 10
1-4-1- ناهمسانگردی مغناطوکریستالی 10
1-4-2- ناهمسانگردی شکل 11
1-5- انواع مواد فرومغناطیس 12
1-5-1- مواد مغناطیسی نرم 12
1-5-2- مواد مغناطیسی سخت 14
1-6- مغناطیس در ذرات کوچک 14
1-6-1- سوپرپارامغناطیس 16
1-7- ساختار بلوری ساختار اسپینل 18
1-8- روش‌های شناسایی 19
1-8-1- آنالیز میکروسکوپی 19
1-8-2- میکروسکوپ الکترونی روبشی 20

1-8-3- میکروسکوپ الکترون عبوری 22
1-8-4- طیف‌سنجی مادون قرمز (مادون قرمز و تبدیل فوریه مادون قرمز) 23
1-8-5- پراش اشعه ایکس 25
1-8-6- مغناطوسنجی نیروی گردایان متناوب (AGFM) 26
1-9- سنتز نانوذرات مغناطیسی 27
1-9-1- سورفاکتانت 28
1-9-2- روش هم‌رسوبی 28
1-9-3- روش شیمیایی سل- ژل 31
1-9-4- تجزیه حرارتی 32
1-9-5- میکروامولسیون‌ها 32
1-9-6- هیدروترمال 33
1-10- کاربرد نانوذرات مغناطیسی 34
1-10-1- ابزارهای ذخیره مغناطیسی 34
1-10-2- کاتالیست 35
1-10-3- بیوتکنولوژی و پزشکی 36

1-10- 4- رهایش دارو 37
1-10-5- سیال مغناطیسی 39

فصل دوم: **بخش آزمایشگاهی** 41
2-1- مواد اولیه 42
2-2- دستگاه‌های شناسایی مورد استفاده 42
2-3- بخش تجربی 43
2-4- روش انجام آزمایش 43
2-5- روش انجام آزمایش با اعمال شرایط جدید 45

فصل سوم: **آنالیز و نتیجه‌گیری** 48
3-1- آنالیز و نتیجه گیری 49
3-2- نانوذرات کبالت فریت $CoFe_2O_4$ 50
3-2-1- آنالیز XRD 50
3-2-2- آنالیزمغناطیسی 51
3-2-3- آنالیز SEM 55

3-2-3-1- اثر زمان 56
3-2-3-2- اثر دما 58
3-2-3-3- اثر میزان حلال 60
3-2-3-4- اثر میزان سورفاکتانت 62
3-2-4- آنالیز TEM 65
3-2-5- آنالیز FT-IR 65
3-3- نانومیله‌های اکسید آهن Fe_3O_4 69
3-4- نانوذرات روی فریت $ZnFe_2O_4$ 76
3-5- نانوذرات مس فریت $CuFe_2O_4$ 82
3-6- نانوذرات نیکل فریت $NiFe_2O_4$ 89
نتیجه گیری 95

فهرست شکل

عنوان

صفحه

شکل 1-1: مدار چرخش الکترون بدور هسته در اتم 2

شکل 1-2: جهت‌گیری ممان‌های اتمی در ماده دیا مغناطیس.....4

شکل 1-3: جهت‌گیری ممان‌های اتمی در ماده پارامغناطیس.....4

شکل 1-4: جهت‌گیری ممان‌های اتمی در ماده فرومغناطیس.....5

شکل 1-5: جهت‌گیری ممان‌های اتمی در ماده فری‌مغناطیس.....6

شکل 1-6: بوجود آمدن ناحیه و دیوار بین نواحی و جهتگیری اسپین‌ها در مرز دو ناحیه.....8

شکل 1-7: حلقه پسماند و ساختار مغناطیسی ماده در حالت‌های مغناطیس اشباع و باقیمانده و میدان وادارنده.....9

شکل 1-8: منحنی مغناطیسی تک کریستال‌های الف) آهن و ب) کبالت .....
11
شکل 1-9: نمودارهای M-H مواد مغناطیسی نرم و سخت .....
13
شکل 1-10: آرایش حوزه‌های مغناطیسی در ماده فرومغناطیس الف) چند ناحیه، ب) تک ناحیه...
14
شکل 1-11: رابطه وادارندگی و اندازه ذره .....
15
شکل 1-12: چاه پتانسیل مضاعف (دوتایی) بیان کننده حالت سوپرپارامغناطیس
.....16 1
شکل 1-13: حلقه پسماند ماده سوپرپارامغناطیس.....
17
شکل 1-14: طرحی از میکروسکوپ الکترونی روبشی .....
20
شکل 1-15: نمایی از سیستم پراش اشعه ایکس.....
25
شکل 1-16: نمایی از سیستمAGFM (1- سیم پیچ 2- آهنربای اصلی 3- پیزوالکتریک 4- نمونه 5- میله شیشه‌ای 6- محفظه ضربه زننده ارتعاشی)
..... 27

شکل 2-1: الف) نمونه تهیه شده با آب دیونیزه و دوبارتقطیر، ب) نمونه تهیه شده با آب مقطر.... 47

شکل3-1: تصویر طیف XRD نانوذره کبالت فریت سنتزی در مقایسه با طیف مربوط به کبالت فریت با کد 1121-01..... 50

شکل3-2: حلقه‌های پسماند نمونه‌های نانوذرات، الف) 25 نانومتری، ب) 35 نانومتری، ج) 45 نانومتری، د) 55 نانومتری، در دمای اتاق (300K) و حداثر میدان بکارگرفته شده 10kOe..... 52

شکل 3-4: رابطه وادارندگی با اندازه ذره..... 55

شکل 3-5: تصاویر SEM نمونه‌های تهیه شده در، الف) 30 دقیقه، ب)40 دقیقه، ج) 50 دقیقه، د) 1ساعت..... 57

شکل 3-6: تصاویر SEM از نمونه‌های تهیه شده در دماهای، الف) 60°C، ب)70° C، ج) 80°C، د) 90°C..... 59

شکل 3-7: تصاویر SEM نانوذرات تهیه شده در حجم‌های، الف) 125 ml، ب) 175 ml، جو د) 225 ml، ه و و) 50:50 آب و اتانول..... 61

شکل 3-8: تصاویر SEM نمونه‌های تهیه شده با حجم سورفکتانت، الف‌وب) 1ml، ج‌ود)1/5ml، ه‌وو)2ml، ز) 2/5ml، ح) 3ml 64
شکل 3-9: تصویر TEM نانوذرات کبالت فریت 66
شکل3-10: طیف FT-IR نمونه کبالت فریت 67
شکل 3-11: آنالیز XRD نمونه نانوذرات مگنتیت به همراه طیف مگنتیت با کد 1035-02 69
شکل 3-12: حلقه‌های پسماند نانوذرات مگنتیت 70
شکل 3-13: تصاویر SEM نانومیله‌های Fe_3O_4 72
شکل3-14: تصاویر TEM نانومیل ه‌های مگنتیت (Fe_3O_4) 73
شکل 3-15: طیف FT-IR نانومیله‌های مگنتیت 74
شکل 3-16: آنالیز XRD نمونه نانوذرات روی فریت به همراه طیف اکسید روی‌آهن با کد 1022-22 76
شکل 3-17: حلقه پسماند نانوذرات روی فریت ($ZnFe_2O_4$) 77
شکل 3-18: تصاویر SEM نانوذرات $ZnFe_2O_4$ 79
شکل3-19: تصویر TEM نانوذرات روی فریت 80
شکل 3-20: طیف FT-IR نانوذرات روی فریت 81
شکل 3-21: آنالیز XRD نمونه نانوذرات مس فریت با ترکیب درصد 1:1 82
شکل 3-22: آنالیز XRD نمونه نانوذرات مس فریت با ترکیب درصد 1:2 83
شکل 3-23: آنالیز XRD نمونه نانوذرات مس فریت با ترکیب درصد 1:3 84
شکل 3-24: آنالیز XRD نمونه نانوذرات مس فریت با ترکیب درصد 2:1 84
شکل 3-25: حلقه پسماند نانوذرات مس فریت ($CuFe_2O_4$) 85

شکل 3-26: تصاویر SEM نانوذرات $CuFe_2O_4$ با قطر متوسط 22 نانومتر 86
شکل3-27: تصویر TEM نانوذرات مس فریت..... 87
شکل 3-28: طیف FT-IR نانوذرات مس فریت..... 88
شکل 3-29: آنالیز XRD نمونه نانوذرات نیکل فریت 89
شکل3-30: حلقه پسماند نانوذرات نیکل فریت..... 92
شکل 3-31: آنالیز SEM نانوذرات نیکل فریت در بزرگنمایی های 1 µm و 200 nm 92
شکل 3-32: تصاویر TEM نانوذرات نیکل فریت 93

فهرست جدول

عنوان

صفحه

جدول 1-2: آزمایش‌های پیش‌بینی شده برای بررسی شرایط واکنش .....
45

جدول 1-3: اطلاعات مربوط به حلقه‌های پسماند .....
52

جدول 2-3: رابطه بین Ms و روش‌های تهیه نانوذرات نیکل فریت .....
91

فهرست نمودار

عنوان

صفحه

نمودار 3-1: منحنی تغییرات مغناطیس اشباع بر حسب اندازه ذرات .....
53

نمودار 3-2: رابطه بین وادارندگی (H_c) و قطر ذرات .....
54

نمودار 3-3: رابطه بین زمان واکنش و اندازه ذرات .....
58

نمودار 3-4: رابطه بین اندازه ذرات با حجم حلال .....
62

نمودار 3-5: رابطه بین حجم سورفکتانت و اندازه ذرات .....
63

مقدمه

نانوتکنولوژی علم کنترل و دستکاری مواد در مقیاس نانومتری (به خصوص ابعاد زیر 100 نانومتر) است. محدوده وسیعی از علوم مختلف به تحقیق و تفحص در این علم می‌پردازند. علومی مانند شیمی، فیزیک، بیولوژی، علوم فنی، پزشکی و . . . .

نانوساختارها به دلیل پتانسیل بالا در کاربردهای مختلف مانند علوم پزشکی، الکترونیک، اپتیک، مغناطیس، ذخیره انرژی، الکتروشیمی و کامپوزیت بسیار مورد علاقه پژوهشگران قرار گرفته است. نانوتکنولوژی افق‌های جدیدی را در نانوروبشگرها در اندازه‌های زیر میکرون گشوده است که ابزار بسیار پرکاربردی برای سنجش و اندازه‌گیری می‌باشد.

مواد را از جهات مختلفی مطالعه و دسته‌بندی می‌شوند. یکی ازعمده‌ترین این دسته‌بندی-ها، تقسیم مواد بر اساس ابعاد آن‌ها می‌باشد. بدین ترتیب مواد را به چهار گروه عمده تقسیم می‌کنند:

الف- مواد صفر بعدی که از هر سه بعد محدود و از مرتبه نانومترهستند، مانند نانوذرات و نقاط کوآنتومی؛

ب- مواد یک بعدی که در دو بعد محدود و از مرتبه نانومترهستند و بعد سوم تا میکرومتر گسترش یافته است، مانند نانوسیم‌ها ،نانو تیوب‌ها و نانومیله‌ها؛

ج- مواد دو بعدی که تنها در یک بعد محدودند که لایه‌های نازک را شامل می‌شوند؛

د- مواد بالک (توده‌ای) که هیچ محدودیتی در ابعاد ندارند.

نانوذرات به عنوان افزودنی برای تغییر خواص مواد و دست‌یابی به خواص مطلوب به خصوص در پلیمرها و سیلیکا با عنوان نانوکامپوزیت به کار می‌روند. مغناطیس پدیده‌ای است که بعضی مواد نیروهای جاذبه یا دافعه به سایر مواد اعمال می‌کند. تمام مواد به گونه‌ای تحت تأثیر میدان مغناطیسی قرار می‌گیرند، اگرچه در بیشتر موارد این تأثیرپذیری بسیار کوچک‌تر از آنست که بتوان براحتی آن را شناسایی کرد و برای تشخیص آن نیاز به لوازم مخصوص و پیچیده است.

نانوکریستال‌های فریتی به دلیل خواص فیزیکی قابل کنترل و انعطاف‌پذیر، موضوع تحقیق و بررسی بسیاری از گروه‌های تحقیقاتی هستند. با تغییر دادن نوع کاتیون در فریت‌ها قادر خواهیم بود خواص فیزیکی موردی نظر خود را با توجه رفتارهای متفاوت فریت‌های حاصل نمود. کاربردهای نانوذرات فریتی در ابزار حافظه مغناطیسی، سیالات مغناطیسی، رهایش دارو در بدن، سنسورها و ... می‌باشد.

فصل اول:

اصول مغناطیس و نانوذرات مغناطیسی