بسم الله الرحمن الرحیم

وزارت علوم تحقیقات و فناوری

دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی (گرایش معدنی)

تهیه و شناسایی نانوذرات اکسید نیکل و اکسید مس حاصل از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های N′,N-بیس(۲- پیریدیل‌متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) و مس(II)

توسط:

سید جواد حسینی نژاد

استاد راهنما:

دکتر عظیم ملک زاده

دکتر حمید رضا مردانی

شهریور ماه ۱۳۹۳

وزارت علوم تحقیقات و فناوری

دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی (گرایش معدنی)

تهیه و شناسایی نانوذرات اکسید نیکل و اکسید مس حاصل از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های N′,N-بیس(۲- پیریدیل‌متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) و مس(II)

توسط:

سید جواد حسینی نژاد

استاد راهنما:

دکتر عظیم ملک زاده

دکتر حمید رضا مردانی

شهریور ماه ۱۳۹۳

تعهدنامه یا اصالت پایان نامه دانشگاه دامغان

اینجانب **سید جواد حسینی نژاد** دانش‌آموخته‌ی مقطع **کارشناسی ارشد** رشته‌ی **شیمی** گرایش **معدنی** دانشکده‌ی شیمی دانشگاه دامغان به شماره دانشجویی **۹۱۳۵۳۰۰۸** که در تاریخ **۹۳/۶/۳۱** از پایان‌نامه‌ی خود تحت عنوان: **تهیه و شناسایی نانوذرات اکسید نیکل و اکسید مس حاصل از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های N′,N-بیس (۲- پیریدیل‌متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) و مس(II)** دفاع نموده‌ام، متعهد می‌شوم که :

:

۱. این پایان‌نامه را قبلاً برای دریافت هیچ گونه مدرک تحصیلی یا به عنوان هرگونه فعالیت پژوهشی در سایر دانشگاه‌ها و موسسات آموزشی و پژوهشی داخل و خارج کشور ارائه ننموده‌ام.

۲. این پایان‌نامه حاصل پژوهش انجام شده توسط اینجانب می‌باشد و در موارد استفاده از نتایج دیگران به مرجع مورد استفاده استناد شده است.

۳. در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت‌های آن‌ها) استفاده شده است، ضوابط و اصول اخلاقی علمی رعایت شده است.

۴. چنانچه بعد از فراغت از تحصیل، قصد استفاده یا هرگونه بازده‌برداری اعم از نشر کتاب، ثبت اختراع و ... از این پایان‌نامه را داشته باشم، از حوزه‌ی معاونت پژوهشی و فنّاوری دانشگاه دامغان، مجوزهای لازم را اخذ نمایم.

۵. در صورت ارائه مقاله‌ی مستخرج از این پایان‌نامه در همایش‌ها، کنفرانس‌ها، سمینارها، گردهمایی‌ها و انواع مجلات، نام دانشگاه دامغان را در کنار نام نویسندگان (دانشجو و اساتید راهنما و مشاور) ذکر نمایم.

۶. چنانچه در هر مقطع زمانی، خلاف موارد فوق ثابت شود، عواقب ناشی از آن (منجمله ابطال مدرک تحصیلی، طرح شکایت توسط دانشگاه و ...) را می‌پذیرم و دانشگاه دامغان را مجاز می‌دانم با اینجانب مطابق ضوابط و مقرّرات مربوطه رفتار نماید.

۷. مسئولیت صحّت و سقم تمامی مندرجات پایان‌نامه‌ی تحصیلی خود را بر عهده می‌گیرم.

نام و نام خانوادگی: **سید جواد حسینی نژاد**

امضاء:

تاریخ:

تمامی حقوق مادّی و معنوی مرتبط بر نتایج، ابتکارات، اختراعات، کتاب و نرم افزار حاصل از انجام این پایان‌نامه، متعلق به **دانشگاه دامغان** می‌باشد. نقل مطلب از این اثر، با رعایت مقرّرات مربوطه و ذکر منبع بلامانع است.

بنام خدا

تهیه و شناسایی نانوذرات اکسید نیکل و اکسید مس حاصل از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های N′,N-بیس(۲- پیریدیل‌متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) و مس(II)

بوسیله

سید جواد حسینی نژاد

پایان‌نامه

ارائه شده به تحصیلات تکمیلی دانشگاه به عنوان بخشی از

فعالیت‌های لازم برای اخذ درجه کارشناسی ارشد

در رشته :

شیمی (گرایش معدنی)

از دانشگاه دامغان

ارزیابی و تایید شده توسط کمیته پایان‌نامه با درجه: عالی

دکتر عظیم ملک‌زاده، استادیار رشته شیمی، گرایش معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد راهنما اول)

دکتر حمید رضا مردانی، استادیار رشته شیمی، گرایش معدنی، دانشگاه پیام نور (استاد راهنما دوم)

دکتر سید جواد معافی، استادیار رشته شیمی، گرایش معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد داور)

دکتر غلامحسین گریوانی، دانشیار رشته شیمی، گرایش معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد داور)

دکتر حسین بهنیافر، دانشیار رشته شیمی، گرایش آلی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (نماینده تحصیلات تکمیلی)

شهریور ۱۳۹۳

الحمدلله رب العالمین و الصلاۀ و السلام علی سیّدنا و مولانا و شفیع ذنوبنا ابی‌القاسم محمد و آله الطیبین الطاهرین سیّما سیّدنا و مولانا و امامنا حضرت حجۀ بن الحسن العسکری عجل الله تعالی فرجه الشریف

الهی!

بساز کارمن، و منگر به کردارمن. دلی ده، که طاعت افزون کند. طاعتی ده، که به بهشت رهنمون کند.

علمی ده، که در او آتش هوا نبود. علمی ده، که در او آب زرق و ریا نبود.

دیده ای ده، که عز ربوبیت تو بیند. نفسی ده، که حلقه‌ی بندگی تو در گوش کند.

جانی ده، که زهر حکمت تو به طبع نوش کند. تو شفاساز، که از این معلولان شفایی نیامد.

توگشادی ده، که از این ملولان کاری نگشاید. به اصلاح آر، که نیک بی سامانیم، جمع دار، که بس پریشانیم.

تقدیم به پدر و مادر

عزیزم

تشکر و قدردانی

سر بر آستان جلال پروردگار بی همتا می‌سایم که دگر با توفیق اندوختن دانشی هر چند اندک را به من عطا فرمود.

سراسر وجودم اگر به تقدیر از **پدر** و **مادر مهربان** و **برادرها** و **خواهرهایم** واژه واژه تشکر شوند، تنها برگ سبزی خواهند بود به تلافی هزاران دشت صفا و مهربانی.

بر خود لازم می‌دانم از اساتید فرزانه، **جناب آقای دکترعظیم ملک زاده سیاهکلرودی**، و **جناب آقای دکترحمیدرضا مردانی کیاسری**، که راهنمایی این پروژه را به عهده گرفتند و دلسوزانه اینجانب را از راهنمایی‌های خردمندانه خود بهره‌مند کردند، کمال تشکر و امتنان را داشته باشم.

از **جناب آقای دکتر سیدجواد معافی** و **جناب آقای دکتر غلامحسین گریوانی** که مطالعه‌ی پایان‌نامه‌ی اینجانب را بر عهده گرفته و در جلسه‌ی دفاع شرکت نمودند بسیار سپاس‌گزارم. همچنین از جناب آقای **دکتر حسین بهنیافر** که به عنوان نماینده‌ی تحصیلات تکمیلی در جلسه‌ی دفاع حضور به عمل رساندند کمال تشکر را دارم.

همچنین قدردان **دوستان آقایان**: محمدطاهر رضایی، حسن عظیمی، محمد شاکری، محمد حیدری و روح الله ترکمانی و **خانم ها**: مسرورپور، سلیمانی، داوری، نیک صولت، حیدری، قیاسی، طهماسبی و همچنین قدردان **دوستان** دوران تحصیل به پاس تمام آموزه‌هایی که از این عزیزان دارم می‌باشم.

چکیده:

تهیه و شناسایی نانوذرات اکسید نیکل و اکسید مس حاصل از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های N′,N-بیس(۲- پیریدیل‌متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) و مس(II)

توسط:

سید جواد حسینی نژاد

هدف از این پروژه تحقیقاتی تهیه نانو ذرات اکسید نیکل NiO و اکسید مس CuO به روش تجزیه حرارتی پیش‌ماده‌های کمپلکسی N′,N-بیس(۲- پیریدیل¬متیل)- اتیلن دی آمین نیکل (II)نیترات و مس(II) نیترات در حضور و غیاب اکسی آمینو تری‌آذین (OAT)و تأثیر امولسیون کننده و تشکیل فاز و توزیع اندازه ذرات بررسی شد. و در ادامه تهیه نانوذرات اکسید نیکل NiO و اکسید مس CuO به روش تجزیه حرارتی پیش ماده کمپلکس¬های به ترتیب N′,N-بیس(۲- پیریدیل¬متیل) اتیلن دی آمین نیکل(II) نیتراتو تیوسیانات ، N′,N-بیس(۲- پیریدیل¬متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) تیوسیونات و N′,N-بیس(۲- پیریدیل¬متیل)- اتیلن دی آمین مس(II) تترا ایزوسیاناتو زینکات (II). ابتدا کمپلکس‌های پیش ماده تهیه و توسط طیف¬های FT-IR و جذبی و آنالیز گرمایی، TG-DTA و مغناطیس سنجی بررسی شد. سپس در دماهای ۲۰۰ ، ۳۰۰ و ۴۰۰ و ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی¬گراد برای مدت ۶ ساعت کلسینه شد. محصولات با استفاده از طیف¬بینی FT-IR و XRD مطالعه شد. سیستم در غیاب OAT به ترتیب مکعبی و مونوکلینیک و در حضور OAT نیز مکعبی و مونوکلینیک برای محصولات مشاهده شد. میانگین اندازه ذرات با استفاده از روش شرر محاسبه شد و با مقادیر اندازه‌گیری شده تصاویر SEM مقایسه شد. گاف انرژی نانوذرات تهیه شده با استفاده از طیف جذبی و رابطه تاوک محاسبه شد.

فهرست مطالب

عنوان صفحه

فصل اول: مقدمه ۱
۱ - ۱ - نانو ۲
۱-۲- نانوذرات ۵
۱-۳- طبقه‌بندی نانوساختارها ۵
۱-۴- روشهای ساخت نانوذرات ۵
۱-۵- بخشی از کاربردهای متنوع نانو ذرات اکسید فلزی ۶
۱-۶- اکسید نیکل (NiO) ۶
۱-۶-۱- شیمی اکسید نیکل ۷
۱-۶-۲- کاربرد ها ی اکسید نیکل ۷
۱-۷- اکسید مس (CuO) ۷
۱-۷-۱-کاربردهای اکسید مس ۸
۱-۸- روش‌های تهیه نانو ذرات اکسید نیکل و اکسید مس ۸
۱-۹ - روش تجزیه حرارتی ۱۰
فصل دوم: بخش تجربی ۱۲
۲--۱- تهیه N′,N-بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین نیکل(II) نیترات ۱۳
۲--۲- تهیه N′,N -بیس (۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین مس(II) نیترات ۱۴
۲-۳- تهیه کمپلکس N′,N–بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین نیکل (II) تیوسیانات ۱۴
۲-۴- تهیه کمپلکس دو هسته‌ایی N′,N –بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین مس(II) تترا ایزوتیوسیاناتو زینکات(II) $[Cu(L)][Zn(NCS)_4]$ ۱۵
۲-۵- تهیه کمپلکس N′,N بیس-(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین نیکل (II) نیترات تیوسیانات ۱۵
۲-۶- روش تهیه نانوذرات ۱۵
۲-۷- دستگاه ها ۱۶
۲-۷-۱- طیف‌بینی زیر قرمز تبدیل فوریه.. ۱۶
۲-۷-۲- مطالعه پراش پرتو X نمونه‌های پودری ۱۶

۲-۷-۳- تجزیه وزن سنجی گرمایی- تفاضلی..... ۱۷
۲-۷-۴- طیف بینی جذبی فرابنفش و مرئی UV-Vis..... ۱۷
۲-۷-۵- التراسونیک..... ۱۷
۲-۷-۶ - دستگاه آنالیز عنصری..... ۱۷
۲-۷-۷- ممان مغناطیسی موثر..... ۱۷
۲-۸- تعیین گاف انرژی..... ۱۸
فصل سوم: بحث ونتیجه گیری..... ۱۹
۳-۱- لیگاند N′,N-بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین (H_2pmen)..... ۲۰
۳-۱-۱- طیف FT-IR لیگاند آمینی H_2pmen (L)..... ۲۰
۳-۲- تهیه و شناسایی کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$..... ۲۱
۳-۲-۱ طیف FT-IR کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$..... ۲۲
۳-۲-۲- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$..... ۲۳
۳-۲-۳- آنالیز توزین حرارتی..... ۲۵
۳-۲-۴- بررسی آنالیز حرارتی کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$..... ۲۵
۳-۳- تهیه و شناسایی کمپلکس N′,N- بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین مس(II) نیترات $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۶
۳-۳-۱- تفسیر طیف FT-IR $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۶
۳-۳-۲- بررسی تأثیر پذیری مغناطیسی کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۸
۳-۳-۳- طیف جذب الکترونی کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۸
۳-۳-۴- آنالیز عنصری کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۹
۳-۳-۵- بررسی آنالیز حرارتی (TGA) کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$..... ۲۹
۳-۴- تهیه و شناسایی کمپلکس N′,N –بیس (۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین نیکل (II) تیوسیونات $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۰
۳-۴-۱- تهیه کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۰
۳-۴-۲- تفسیر طیف FT-IR کمپلکس $[Ni(L)](SCN)_2$..... ۳۱
۳-۴-۲-۱ بررسی طیف ارتعاشی لیگاند ایزو تیو سیانات:..... ۳۱
۳-۴-۳- بررسی تأثیر پذیری مغناطیسی کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۴
۳-۴-۴- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۵
۳-۴-۵- آنالیز عنصری کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۵
۳-۴-۶- بررسی آنالیز حرارتی (TGA) کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$..... ۳۶

۳-۵- تهیه و شناسای کمپلکس دو هسته ایی N′,N –بیس (۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین مس (II) تترا ایزوتیوسیاناتو زینکات (II) ۳۶
۳-۵-۱- تهیه کمپلکس $[Cu^{II}(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۶
۳-۵-۲- تفسیر طیف FT-IR کمپلکس دو هسته ایی $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۷
۳-۵-۳- بررسی تأثیر پذیری مغناطیسی کمپلکس $[Cu^{II}(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۹
۳-۵-۴- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس $[Cu^{II}(L)][Zn(NCS)_4]$ ۴۰
۳-۵-۵- آنالیز عنصری کمپلکس دو هسته ایی $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ ۴۰
۳-۵-۶- بررسی آنالیز حرارتی (TGA) کمپلکس $[CuL][Zn(SCN)_4]$ ۴۱
۳-۶- تهیه و شناسای کمپلکس N′,N –بیس (۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین نیکل (II) نیترات تیوسیانات ۴۲
۳-۶-۱- تهیه کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۴۲
۳-۶-۲- تفسیر طیف FT-IR کمپلکس $[Ni^{II}(L)]\ (NO_3)(NCS)$ ۴۳
۳-۶-۳- بررسی تأثیر پذیری مغناطیسی کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۴۴
۳-۶-۴- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس $[NiL](\ NO_3)(SCN)$ ۴۵
۳-۶-۵- آنالیز عنصری کمپلکس $[Ni^{II}(L)]\ (NO_3)(NCS)$ ۴۶
۳-۶-۶- بررسی آنالیز حرارتی (TGA) کمپلکس$[NiL](NO_3)(NCS)$ ۴۶
۳-۷- شناسایی نانواکسید های سنتز شده ۴۷
۳-۷-۱ -تفسیر طیف FT-IR نمونه های اکسید نیکل ۴۷
۳-۷-۲- تفسیر طیف FT-IR اکسید نیکل(II) برای نمونه های ۱A و ۲A ۴۷
۳-۷-۳- تفسیر طیفFT-IR نمونه مس(II) برای ۱Bو۲B ۴۸
۳-۷-۴- تفسیر طیف FT-IR اکسید نیکل(II) برای نمونه های C ۴۹
۳-۷-۵- تفسیر طیفFT-IR نمونه مسD ۴۹
۳-۷-۶- تفسیر طیف FT-IR اکسید نیکل برای نمونه E ۵۰
۳-۸- مطالعه طیف XRD نمونه های اکسید مس و نیکل تهیه شده ۵۱
۳-۸-۱- مقدمه ۵۱
۳-۸-۲- طیف XRD نمونه های ۱A و۲A ۵۱
۳-۸-۳- طیف XRD نمونه ۱B و۲B ۵۲
۳-۸-۴- طیف XRD نمونه C ۵۴
۳-۸-۵- طیف XRD نمونه‌ی D ۵۵
۳-۸-۶- طیف XRD نمونه‌ی E ۵۶

۳-۹- نتایج تصاویر SEM ۵۶
۳-۱۰- تعیین گاف انرژی ۵۹
۳-۱۰-۱- تعیین گاف انرژی نمونه نیکل حاصل از کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۶۰
۳-۱۰-۲- تعیین گاف انرژی نمونه مس حاصل از کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۶۱
۳-۱۰-۳- تعیین گاف انرژی نمونه نیکل حاصل از کمپلکس $[NiL](SCN)_2$ ۶۲
۳-۱۰-۴- تعیین گاف انرژی نمونه مس حاصل از کمپلکس $[Cu^{II}(L)][Zn(NCS)_4]$ ۶۳
۳-۱۰-۵- تعیین گاف انرژی نمونه نیکل حاصل از کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۶۴
۳-۱۱- نتیجه گیری ۶۵
۳-۱۱-۱- پیشنهادات ۶۵
منابع ۶۶

فهرست شکل‌ها

عنوان صفحه

شکل ۱-۱- نمودار طبقه‌بندی نانوساختارها. ۵
شکل ۱-۲- ساختار بلوری اکسید نیکل . ۶
شکل ۱-۳-.نانو پودرهای اکسید نیکل. ۶
شکل ۱-۴- ساختار بلوری اکسید CuO . ۸
شکل ۱-۵- نانو پودرهای Cuo . ۸
شکل ۱-۶- ساختار آملید و آملین . ۹
شکل ۲-۱- لیگاند N′,N-بیس(۲-پیریدیل متیل)- اتیلن دی آمین (ترکیب۱). ۱۳
شکل ۳-۱- واکنش تهیه لیگاند. ۲۰
شکل۳-۲- طیف زیر قرمز لیگاند H_2pmen ۲۱
شکل ۳-۳- واکنش تهیه‌ی کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$] ۲۲
شکل ۳-۴- طیف زیر قرمز کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۲۳
شکل۳-۵- طیف زیر قرمز کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۲۳
شکل۳-۶- طیف طیف جذبی الکترونی کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۲۴
شکل۳-۷- نمودار TGA کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۲۵
شکل ۳-۸- تهیه کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۶
شکل ۳-۹- طیف زیر قرمز کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۷
شکل ۳-۱۰- مقایسه طیف زیر قرمز کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۷
شکل ۳-۱۱- طیف جذب الکترونی کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۹
شکل ۳-۱۲- نمودار TGA کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۳۰
شکل ۳-۱۳- واکنش تهیه‌ی کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$ ۳۱
شکل ۳-۱۴- طیف زیر قرمز کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$ ۳۳
شکل ۳-۱۵- مقایسه طیف زیر قرمز کمپلکس $[NiL](NCS)_2$ و مواد اولیه تشکیل دهنده. ۳۴
شکل ۳-۱۶- طیف جذب الکترونی کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NCS)_2$ ۳۵
شکل ۳-۱۷- نمودار TGA کمپلکس $[NiL](NCS)_2$ ۳۶

شکل ۳-۱۸- واکنش تهیه‌ی کمپلکس $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۷
شکل۳-۱۹- طیف زیر قرمز کمپلکس $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۸
شکل۳-۲۰- مقایسه طیف زیر قرمز کمپلکس $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ با مواد اولیه ۳۹
شکل ۳-۲۱- طیف جذب الکترونی کمپلکس $[CuII(L)][Zn(NCS)_4]$ ۴۰
شکل ۳-۲۲- نمودار TGA کمپلکس $[CuL][Zn(NCS)_4]$ ۴۱
شکل ۳-۲۳- واکنش تهیه‌ی کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۴۲
شکل۳-۲۴- طیف زیر قرمز کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۴۴
شکل ۳-۲۵- طیف جذب الکترونی کمپلکس $[Ni^{II}(L)](NO_3)(NCS)$ ۴۵
شکل ۳-۲۶- نمودار TGA کمپلکس $[NiII(L)](NO_3)(NCS)$ ۴۶
شکل۳-۲۷- طیف زیر قرمزنمونه‌های ۱A و ۲A ۴۸
شکل۳- ۲۸- طیف زیر قرمز نمونه‌های B ۱ و B ۲ ..... ۴۸
شکل۳-۲۹- طیف زیرقرمزنمونه C ۴۹
شکل۳-۳۰- طیف زیرقرمز نمونه D ۵۰
شکل۳-۳۱- طیف زیرقرمز نمونه E ۵۰
شکل ۳-۳۲- طیف XRD نمونه‌های ۱A و ۲A ۵۱
شکل۳-۳۳- طیف XRD نمونه‌های ۱B و ۲B ۵۳
شکل۳-۳۴- طیف XRD نمونه‌ی C ۵۴
شکل ۳-۳۵- طیف XRD نمونه‌ی D ۵۵
شکل ۳-۳۶- طیف XRD نمونه‌ی E ۵۶
شکل ۳-۳۷ - تصاویر SEM نمونه ۲A ۵۷
شکل ۳-۳۸- تصاویر SEM نمونه ۱A ۵۸
شکل ۳-۳۹- تصاویر SEM نمونه ۲B ۵۹
شکل۳-۴۰- طیف جذب الکترونی نمونه ۲A ۶۰
شکل۳-۴۱- نمودار تاک نمونه ۲A ۶۰
شکل۳-۴۲- طیف جذب الکترونی نمونه ۲B ۶۱
شکل۳-۴۳- نمودار تاک نمونه ۲B ۶۱
شکل۳-۴۴- طیف جذب الکترونی نمونه C ۶۲
شکل۳-۴۵- نمودار تاک نمونه C ۶۲
شکل۳-۴۶ - طیف جذب الکترونی نمونه D ۶۳
شکل۳-۴۷- - نمودار تاک نمونه D ۶۳
شکل۳-۴۸- طیف جذب الکترونی نمونه E ۶۴
شکل۳-۴۹- طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه E ۶۴

فهرست جداول

عنوان صفحه

جدول ۱-۱- مقایسه روش‌های تهیه نانوساختارها ۱۰

جدول ۲-۱- شرایط کلسینه شدن کمپلکس‌های پیش ماده ۱۶

جدول ۳-۱- نتایج طیف IR برای لیگاند ۲۱

جدول ۳-۲- نتایج طیف IR کمپلکس $[NiL](NO_3)_2$ ۲۲

جدول ۳-۳- نتایج طیف IR کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۷

جدول ۳-۴- ممان مغناطیسی موثر ($_f\mu_{ef}$) کمپلکس $[CuL](NO_3)_2$ ۲۸

جدول ۳-۵- نتایج آنالیز عنصری برای کمپلکس$[CuL](NO_{3)2}$ ۲۹

جدول ۳-۶- نتایج طیف IR کمپلکس $[Ni(L)](SCN)_2$ ۳۳

جدول ۳-۷- ممان مغناطیسی موثر ($_f\mu_{ef}$) کمپلکس $[Ni^{II}(L)]\ (NCS)_2$ ۳۴

جدول ۳-۸- نتایج آنالیز عنصری برای کمپلکس $[Ni^{II}\ L](NCS)_2$ ۳۵

جدول ۳-۹- نتایج طیف IR کمپلکس $[Cu^{II}(L)][Zn(NCS)_4]$ ۳۸

جدول۳-۱۰- ممان مغناطیسی موثر $_f\mu_{ef}$ کمپلکس $[Cu^{II}\ L\ ][Zn\ (NCS)_4]$ ۳۹

جدول ۳-۱۱- نتایج آنالیز عنصری برای کمپلکس $[Cu^{II}\ L\ ][Zn\ NCS)_4]$ ۴۱

جدول ۳-۱۲- نتایج طیف IR برای کمپلکس $[NiL](\ NO_3)(SCN)$ ۴۳

جدول ۳-۱۳- ممان مغناطیسی موثر ($_f\mu_{ef}$) کمپلکس $[NiL](NO_3)(SCN)$ ۴۵

جدول ۳-۱۴- نتایج آنالیز عنصری برای کمپلکس $[NiL](\ NO_{3)}\ (\ NCS)$ ۴۶

جدول ۳-۱۵- بررسی فرکانس کششی پیوندNi-O در برخی از مقالات ۴۷

جدول ۳-۱۶- میانگین اندازه ذرات بر حسب نانومتر برای نمونه‌های ۱A و ۲A ۵۲

جدول ۳-۱۷- پارامترهای شبکه برای نمونه‌های A ۱ و ۲A ۵۲

جدول ۳-۱۸- میانگین اندازه ذرات بر حسب نانومتر برای نمونه‌های ۱B و ۲B ۵۳

جدول ۳-۱۹- پارامترهای شبکه برای نمونه‌هایB ۱ و ۲B ۵۳

جدول ۳-۲۰- میانگین اندازه ذره و پارامتر شبکه بر حسب نانومتر برای نمونه C ۵۴

جدول ۳- ۲۱- میانگین اندازه ذره و پارامتر شبکه بر حسب نانومتر برای نمونه‌ی D ۵۵

جدول ۳-۲۲- میانگین اندازه ذره و پارامترهای شبکه بر حسب نانومتر برای نمونه‌ی E ۵۶

فصل اول

مقدمه

مقدمه

۱-۱ نانو

پیشوند نانو در اصل کلمه یونانی است. معادل لاتین این کلمه، Dwarf است که به معنی کوتوله و قد کوتاه است. این پیشوند در علم مقیاس‌ها به معنی یک میلیاردم است. بنابراین یک نانومتر، یک میلیاردم متر است ($۱\ nm = ۱۰^{-۹}\ m$). این مقیاس را با ذکر مثال هایی عینی، بهتر می توان حس کرد. تار موی انسان به طور متوسط قطری حدود ۵۰۰۰۰ نانومتر دارد. سلول باکتری، قطری معادل چند صد نانومتر دارد. کوچک‌ترین اشیای قابل دید توسط چشم غیر مسطح اندازه‌ای حدود ۱۰۰۰۰ نانومتر دارند. فقط حدود ۱۰ اتم هیدروژن در یک خط، یک نانومتر را می سازند. یک مولکول آب دارای قطری در حد ۱ نانومتر است. قطر یک نانو لوله‌ی تک لایه ۱/۲۰ نانومتر است، کوچک‌ترین ترانزیستورها به اندازه‌ی ۲۰ نانومتر هستند، مولکول DNA در حدود ۲/۵ نانومتر پهنا دارد و پروتئین‌ها بین ۱ تا ۲۰ نانومتر می‌باشند. قطر ATP حدود ۱۰ نانومتر است.

رفتار مواد در ابعاد نانو در مقایسه با رفتار ساختارهای حجیم بسیار تفاوت دارد. نانوتکنولوژی، فناوری جدیدی است که تمام دنیا را فرا گرفته است. به تعبیر دقیقتر «نانوتکنولوژی بخشی از آینده نیست بلکه همه آینده است». علم نانو، مطالعه پدیده‌ها و دست-کاری مواد در مقیاس اتمی و مولکولی است. فن‌آوری نانو امکان ساخت و تولید اشیای بسیاری را در قیمت‌های کم و بدون آلودگی فراهم می آورد و پیشرفتی شگرف و مهم خواهد بود [۲-۱]. نانوتکنولوژی، توانمندی تولید مواد، ابزارها و سیستم‌های جدید با کنترل سطوح ملکولی و اتمی و استفاده از خواصی است که در آن سطوح ظاهر می‌شود. از همین تعریف ساده برمی‌آید که نانوتکنولوژی رشته جدید نیست، بلکه رویکردی جدید در تمام رشته‌ها است.

آزمایش‌ها و تحقیقات پیرامون نانوتکنولوژی از ابتدای دهه ۸۰ قرن بیستم بطور جدی پیگیری شد. اثرات تحول آفرین، معجزه آسا و باورنکردنی آن در روند تحقیق و توسعه باعث شد نظر تمامی کشورهای بزرگ به این موضوع جلب شود. فناوری نانو از مهمترین اولویت‌های تحقیقاتی دهه اول قرن بیست و یکم است. در حال حاضر نانوفناوری به بزرگی و عظمت مهندسی ژنتیک است. نانو تکنولوژی انسان‌ها را در معرض انقلاب تکنیکی جدید قرار داده است. از قابلیت‌های آن می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:

- ساخت کامپیوترهایی با سرعت میلیاردها برابر بیشتر از کامپیوترهای امروزی.

- اراضی کشاورزی حاصل‌خیزتر.

- سامان‌دهی مناسب‌تر کشاورزی.

- ساخت ابزارهای نوین مولکولی منحصر به فرد با به کارگیری خواص شیمیایی کاملاً شناخته شده اتم ها و مولکول‌ها.

- ساخت بتن‌های مستحکم.

- شکل گیری معماری چنان‌که خرابی در پی زلزله ایجاد نمی شود.

کاهش تقاضا برای سوخت های فسیلی.

- شناسایی فوری کلیه خصوصیات ژنتیکی و اخلاقی و استعدادهای ابتلا به بیماری.

- از بین رفتن کامل ناچیزترین آلاینده های شهری و صنعتی و مصون شدن کامل محیط زیست.

- معکوس شدن روند زیانبار ناشی از انقلاب صنعتی.

نقطه شروع و توسعه اولیه فناوری نانو به طور دقیق مشخص نیست. شاید بتوان گفت که اولین نانوتکنولوژیست‌ها شیشه‌گران قرون وسطایی بوده‌اند که از قالب‌های قدیمی برای شکل‌دادن شیشه‌هایشان استفاده می‌کرده‌اند. البته این شیشه‌گران نمی‌دانستند که چرا با اضافه‌کردن طلا

به شیشه، رنگ آن تغییر می‌کند. در آن زمان برای ساخت شیشه‌های کلیساهای قرون وسطایی از ذرات نانومتری طلا استفاده می‌شد. با این کار شیشه‌های رنگی بسیار جذابی بدست می‌آمد. این قبیل شیشه‌ها هم‌اکنون در بین شیشه‌های بسیار قدیمی یافت می‌شوند. رنگ به‌وجودآمده در این شیشه‌ها بر این حقیقت استوار است که خواص مواد در ابعاد نانو با ابعاد میکرو متفاوت است.

در ۱۰ تا ۱۵ سال گذشته، پیشرفت در علوم و فناوری نانو همراه با روش‌های جدید ساخت، مطالعه و اصلاح نانوذرات و نانوساختارها بوده است. گسترش و پیشرفت در این زمینه ناشی از پیشرفت در نانوشیمی است. نانوشیمی از دو دیدگاه مهم است:

۱- خواص شیمیایی مختص هر عنصر را در سیستم‌های نانومتری بررسی و مسائل بنیادی جدیدی را در این علم پایه‌ریزی می‌کند.

۲- می‌تواند به ساخت، اصلاح و پایداری نانوذرات منفرد کمک کند و به تهیه نانوساختارهای خودآرا کمک می‌کند.

به هر حال تغییر خواص ساختارهای تهیه شده توسط تغییر اندازه و شکل نانو ذرات به طور دلخواه امکان‌پذیر است [۳]. تفاوت دقیق بین خوشه[1]، نانوذره و نقاط کوانتومی هنوز در تحقیقات مشخص نیست. واژه خوشه بیشتر برای ذراتی استفاده می‌شود که شامل تعداد کمی از اتم‌ها هستند و از قواعد آماری پیروی می‌کنند. نانوذره به تعداد اتم‌های کلوخه شده‌ی بیشتری اطلاق می‌شود. واژه‌ی نقاط کوانتومی برای ذرات و جزایر نیمه هادی استفاده می‌شود. مواد در مقیاس نانو به نانولایه‌ها، نانوپوشش‌ها، نانوخوشه‌ها، نانوسیم‌ها، نانولوله‌ها، نانوحفره‌ها و نانوذرات تقسیم می‌شوند.

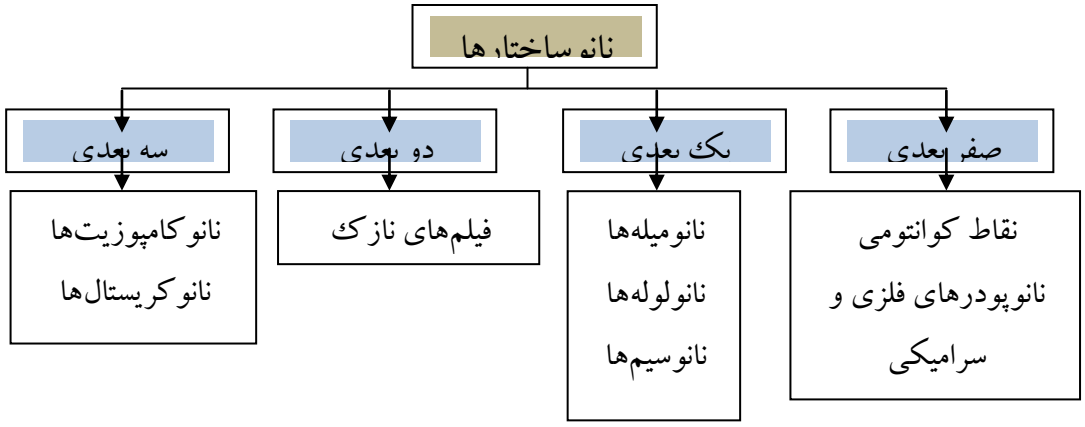
[1] Cluster

۱-۲ نانوذرات

نانوذرات از ده‌ها تا صدها اتم یا مولکول با اندازه و مورفولوژی آمورف، کریستالی، کروی، سوزنی و غیره با ساختار کروی، فلسی، ورقه‌ای، شاخه‌ای، لوله‌ای و میله‌ای یافت می‌شوند.

۱-۳ طبقه‌بندی نانوساختارها

نانوساختار جامدی است که کریستال‌های آن حداقل یک بعد نانومتری دارد. در طبقه‌بندی نانوساختارها می‌توان از ابعاد هندسی بهره گرفت. بطور کلی نانوساختارها به چهار دسته نانومواد صفر بعدی، یک بعدی، دو بعدی و سه بعدی طبقه‌بندی می‌شوند (شکل ۱-۱) [۴, ۵].



شکل ۱-۱: نمودار طبقه‌بندی نانوساختارها.

۱-۴ روش‌های ساخت نانوذرات

اندازه، توزیع، مورفولوژی، خلوص و درجه کریستالی نانوذرات به روش تولید آن‌ها بستگی دارد. در چند دهه گذشته روش‌های مختلفی برای تولید نانوذرات ابداع داده‌شده‌اند. برخی روش‌ها مزیت‌هایی دارند که کاربرد آن‌ها را گسترده‌تر می‌کند. روش‌های تهیه نانوذرات از یک جنبه به دو دسته‌ی کلی فیزیکی و شیمیایی و از جنبه دیگر به سه دسته سنتز در فاز مایع، سنتز در فاز جامد و سنتز در فاز گاز طبقه بندی می شوند. عمده بحث بر روی سنتز در فاز مایع متمرکز می شود که روشهای سل-ژل نیز از روشهای مطرح شده در این سنتز می‌باشند.