

تولید نانو ذرات مگنتیت و نمونه های جانمایی شده با منگنز به روش هم رسوبی

پریسا حاجی حاجی

کارشناسی ارشد، فیزیک حالت جامد، دانشگاه علوم تحقیقات مازندران (تهران)

نام نویسنده مسئول:

پریسا حاجی حاجی

چکیده

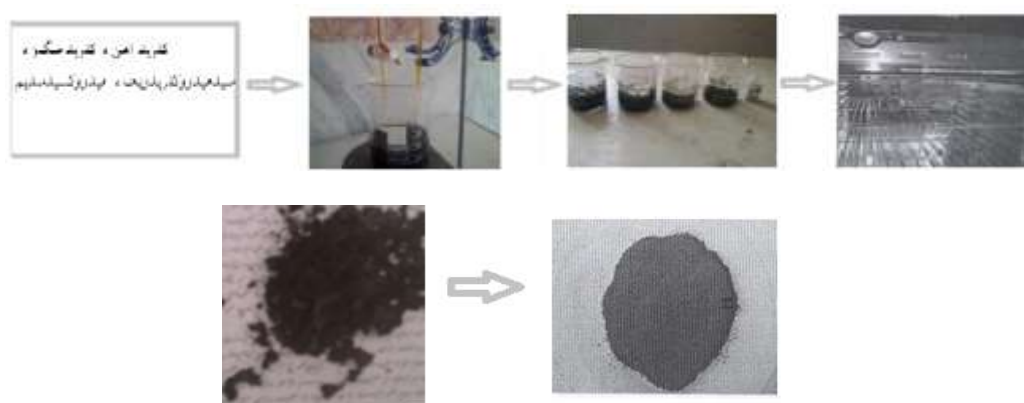
یک نانومتر، یک میلیارد متر است. این مقدار حدوداً چهار برابر قطر یک اتم هیدروژن است. اهمیت مقیاس نانو در این است که در این مقیاس، مواد خواص کاملاً متفاوتی از خود نشان می دهند. دو دلیل عمده برای متمایز شدن خواص مواد در مقیاس نانو وجود دارد، اول افزایش قابل توجه سطح واحد جرم است. این ویژگی باعث بهبود استحکام، خواص الکتریکی و افزایش واکنش پذیری مواد می گردد. دلیل دوم آشکار شدن تأثیرات کوانتومی در این مقیاس است، که باعث تغییر در خواص الکتریکی، اپتیکی و مغناطیسی مواد می شود. مواد می توانند یک بعد (پوششها و لایه ها)، دو بعد (نانوسیم ها و نانومتوپها) و یا سه بعد (نانو ذرات) در مقیاس نانو داشته باشند. خواص موجی شکل (مکانیک کوانتومی) الکترونیهای داخل ماده و اثر متقابل اتم ها با یکدیگر از جایجایی مواد در مقیاس نانومتر اثر می پذیرند. با تولید ساختارهایی در مقیاس مغناطیسی، ظرفیت بار و حتی رنگ مواد بدون تغییر در ترکیب شیمیایی به وجود می آید. استفاده از این پتانسیل به محصولات و تکنولوژی های جدیدی با کارایی بالا منتهی می شود که پیش از این میسر نبود. روش هم رسوبی یکی از متداول ترین روش های تولید نانوذرات است. در تهیه نانوذرات به این روش عواملی چون اثر جانمایی منگنز در ترکیب و تاثیر آن بر نوع و اندازه ذرات تولید شده بررسی میگردد. در این تحقیق به بررسی نحوه تولید نانو ذرات مگنتیت و نمونه های جانمایی شده با منگنز به روش هم رسوبی می پردازیم.

واژگان کلیدی: نانو ذرات مگنتیت، نمونه های جانمایی شده، منگنز، روش هم رسوبی.

مقدمه

- مراحل ساخت نانو فریت ها

- ۱- ساخت محلول ۱ مولار HCL :
برای تهیه محلول ۱ مولار اسید هیدروکلریدریک، طی محاسبات انجام شده مقدار ۲/۰۷۲ میلی متر از اسید هیدروکلریدریک را در بالن با حجم ۵۰ میلی لیتر ریخته و با اضافه کردن آب مقطر یون زدایی شده به حجم 25 ml رسانده شد.
 - ۲- ساخت محلول ۲ مولار NaOH :
برای تهیه محلول ۲ مولار هیدروکسیدیم، طی محاسبات انجام شده مقدار ۴۰ میلی گرم از NaOH جامد توسط ترازوی دیجیتال وزن شد و در بالن با حجم 500 ml ریخته و سپس با ریختن آب مقطر یون زدایی شده به آرامی و با هم زدن به حجم 500ml رسانیده شد به طوری که یک محلول کاملاً شفاف به دست آمد.
 - ۳- حل کردن نمک های کلرید آهن و کلرید منگنز:
در این مرحله با توجه به مقدار لحاظ شده برای x، مقادیری برای کلرید آهن و کلرید منگنز وزن شد. برای $x=0$ ، کلرید آهن دوظرفیتی ($FeCl_2$) کلرید آهن سه ظرفیتی ($FeCl_3$) و برای $0 \leq x \leq 1$ کلرید آهن دوظرفیتی ($FeCl_2$) و کلرید آهن سه ظرفیتی ($FeCl_3$) و کلرید منگنز ($MnCl_2$) به نسبت مورد نیاز بود. بعد از وزن کشی مواد آنها با یکدیگر مخلوط و سپس محلول HCl به آن ها اضافه و به حجم ۲/۵ میلی لیتر رسانیده شد و با هم زن شیشه ای حل گردید.
 - ۴- رسانیدن محلول NaOH، ۲ مولار به دمای ۸۰ درجه سانتی گراد:
در این مرحله حجم ۲۵۰ میلی لیتر از محلول NaOH را روی هیتر قرار داده و به دمای 80°C رسانده شد. دمای محلول با استفاده از دماسنجی که در آن قرار داشت تعیین گردید.
 - ۵- اضافه کردن محلول ها و اسید به محلول NaOH و تشکیل فریت مغناطیسی:
محلول حاوی اسید و نمک ها به محلول NaOH که در دمای 80°C قرار دارد و توسط همزن مغناطیسی به هم زده می شود، به صورت قطره قطره و به آرامی طی مدت یک ساعت اضافه می شود، در این صورت محلول فریت که سیاه رنگ می باشد تشکیل خواهد شد.
 - ۶- شست و شو محلول نانو فریت
در این مرحله محلول نانو ذرات حاصل با آب دو بار تقطیر در ۴ مرحله شست و شو داده می شود، تا رسوب زدایی گردد. در مراحل شست و شو برای سرعت بیشتره نشینی ذرات مغناطیسی از یک آهنربای دائمی قوی استفاده شد.
 - ۸- خشک و پودر کردن:
در نهایت محلول نانو ذرات به دست آمده در خشک کن الکتریکی در دمای 100°C به مدت ۲ ساعت خشک شد، سپس در هاون کوبیده و تبدیل به نانو پودر گردید.
- برای تهیه همه ی فریت ها $Mn_xFe_{1-x}Fe_2O_4$ از مراحل و روش فوق استفاده می شود. تفاوت در به کار بردن نوع نمک ها و نسبت ها و مقادیر آن ها می باشد.

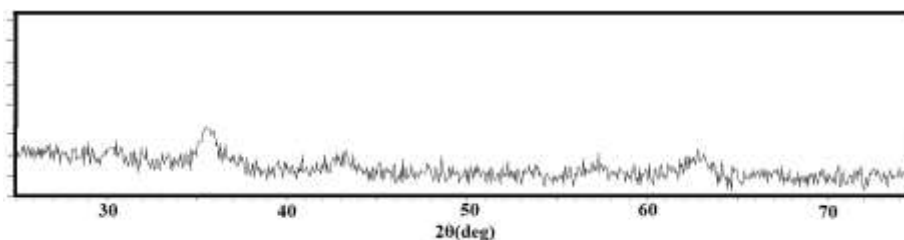
شکل (۱): تصویری از مراحل ساخت نانو ذرات $Mn_xFe_{1-x}Fe_2O_4$

- پراش پرتو x (XRD) (بررسی خواص ساختاری نمونه نوعی فریت ها)

اطلاعات عنصری و ساختاری مواد تهیه شده به وسیله دستگاه پراش اشعه X (XRD) مدل (SIE: D 3003) ساخت شرکت خوزستان و در دمای محیط مورد بررسی قرار گرفت. این وسیله مجهز به یک آند مسی می باشد که تابش α ($\lambda = 1.54\text{\AA}$) ایجاد می کند.

تشخیص فازی نمونه های تهیه شده به وسیله مقایسه داده های تفریق پودری اشعه X در برابر داده های کارت استاندارد (۱۹۶۴-۰۱-۰۷۳) انجام شد. محدوده زاویه در آزمایش از ۲۰ تا ۸۰ درجه بوده است. پس از به دست آوردن الگوهای پراش نمونه ها و مقایسه آنها با کارت های استاندارد، اندیس های میلر وابسته به هر قله پراش تعیین گردید. در الگوهای پراش نمونه، محور افقی زاویه 2θ و محور قائم شدت قله را نشان می دهد.

در شکل (۲-۳) الگوی پراش پرتو x یک نمونه نوعی از نانو ذرات فریت Fe_3O_4 که با نرم افزار Xpoder ترسیم گردیده است، دیده می شود. با مقایسه الگوی پراش پرتو x نمونه با الگوی پراش کارت استاندارد (۱۹۶۴-۰۱-۰۷۳) مشاهده می شود.

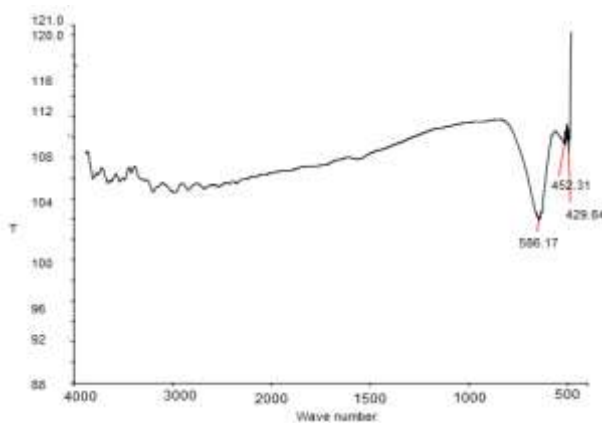


شکل (۲): پراش پرتو ایکس نانوذرات فریت Fe_3O_4

- مطالعه اسپکتروسکوپی نمونه فریت

به منظور حصول اطمینان از تشکیل نانو ذرات $\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ، پودرهای تیره رنگ به دست آمده توسط اسپکترومتر FT_IR مورد بررسی قرار گرفتند.

طیف FT_IR به دست آمده در شکل (۳) آورده شده است که می توان آن را به چندین ناحیه تقسیم کرد.



شکل (۳): طیف IR نانوذرات Fe_3O_4

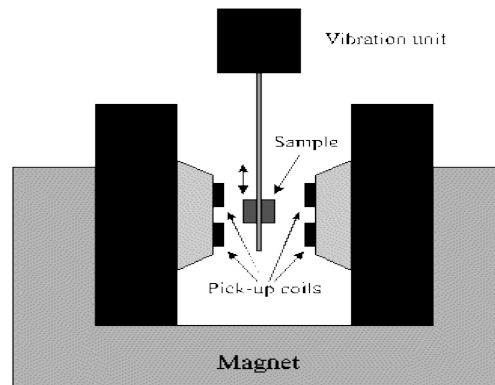
- بررسی ویژگی های مغناطیسی نانوذرات تهیه شده توسط دستگاه VSM

برای اندازه گیری مغناطش نمونه مغناطیسی می توان مغناطش سنج ارتعاشی را به کاربرد. طرحواره ای از این دستگاه در شکل (۵-۱) نشان داده شده است. همان گونه که در شکل نشان داده شده است، این دستگاه از یک آهن ربای بزرگ تشکیل شده که میدان مغناطیسی قابل ملاحظه ای تولید می کند. به دو قطب این آهن ربا دو پیچه متصل است و نمونه به یک میله متصل است و عمود بر میدان مغناطیسی در بین دو پیچه نوسان می کند. در اثر حرکت ارتعاشی نمونه، شار مغناطیسی که از پیچه ها می گذرد تغییر می کند و یک ولتاژ القائی در پیچه ها ایجاد می شود:

$$V(t) = C \frac{d\Phi(t)}{dt} \quad (6-3)$$

که در آن $\frac{d\phi}{dt}$ تغییر شار در پیچه ها است.

ولتاژ القائی در پیچه ها به گشتاور مغناطیسی نمونه وابسته است ولی به میدان مغناطیسی اعمال شده بستگی ندارد. ولتاژ تولید شده کوچک و در حد نانو ولت است، بدین ترتیب ولتاژ با به کاربردن یک تقویت کننده اندازه گرفته می شود. منحنی پسماند ماده با اندازه گیری در میدان یک آهن ربای الکتریکی خارجی به دست می آید. در این پژوهش برای اندازه گیری مغناطیسی نمونه های وستایت و مگنتایت یک دستگاه VSM با بیشینه میدان مغناطیسی kOe موجود در دانشگاه کاشان به کار گرفته شد.



شکل (۳-۴): طرحواره ای از دستگاه مغناطش سنج ارتعاشی

نتیجه گیری

در این تحقیق ضمن آشنایی با ساختار و ویژگی های فریت $Mn_xFe_{1-x}Fe_2O_4$ ، تجهیزات آزمایشگاهی مورد استفاده در این پروژه معرفی شد. سپس مکانیسم و کلیه مراحل ساخت نانوذرات ذکر شده با جانشانی درصد های مختلف x به روش هم رسوبی شرح داده شد و به بررسی نانوذرات توسط دستگاه های آنالیز XRD، FT-IR و VSM پرداخته شد.

منابع و مراجع

- [۱] اشراقی م، اصلی بیگی ب، کاملی پ، سلامتی ه. ۱۳۸۹. بررسی ویژگی های مغناطیسی نانو فریت منگنز. دومین همایش ملی نانو مواد و نانو تکنولوژی. دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، ۵ صفحه.
- [۲] پور قاضی ا، صفا م، عمیقان ج، ۱۳۸۷، آشنایی با فیزیک حالت جامد، انتشارات مرکز نشر دانشگاهی.
- [۳] حسین پور ا، نظریه مغناطیس های سرامیکی، ۱۳۷۲. دانشکده فیزیک، دانشگاه شیراز.
- [۴] سیم چی ع، ۱۳۸۷، آشنایی با نانو ذرات: خواص روش های تولید کاربرد. تهران: انتشارات علمی دانشگاه صنعتی شریف، ۲۶۵ صفحه.
- [۵] شلیلیان ه، ۱۳۹۰، ساخت نانوپودرهای فریت نیکل - روی - مس و بررسی خواص آن ها، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه علوم تحقیقات واحد خوزستان، ایران.
- [۶] عنایتی م ح، ۱۳۸۶. مواد نانوساختار. اصفهان: انتشارات جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، ۱۹۳ صفحه.
- [۷] کالیته بی دی، ۱۳۷۵. مبانی پراش پرتو ایکس، ترجمه ب اعتمادی، ج عمیقان، شیراز: انتشارات دانشگاه شیراز، مرکز نشر، ۳۹۰ صفحه.
- [۸] کریم زاده ا، عمیقان ج، مظفری م، ۱۳۸۹. تهیه نانوپودرهای مگنتیت و بررسی ویژگی های آن، دومین همایش ملی نانو مواد و نانو تکنولوژی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، ۶ صفحه.
- [۹] کریم زاده ف، قاسمعلی ا، سالمی زاده س. ۱۳۸۴. نانومواد؛ خواص، تولید و کاربرد، جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان.
- [۱۰] ویلسون ام، ۱۳۸۳، تکنولوژی علم پایه و تکنولوژی نو ظهور، ترجمه جعفر وطن خواه دولت سرا، نشر طراح، تهران.

[11] Ashcroft N W, Mermin N D, 1981, Solid state physics Book, Saunders, 826 pages.

[12] Bedanta S, Kleemann W, 2009, Supermagnetism, Journal of Physics D-Applied Physics 42, 13001.

[13] Betombi Soibam I, Phanjoubam S, Parkash C, 2009, Magnetic and Mossbauer studies of Ni substituted Li-Zn ferrite, Journal of magnetism and magnetic Materials, vol 321, pp. 2779-2782.

[14] Brock J.R, 1997, nanostructured materials: science & technology, pub. By Kluwer Acad.

[15] Brown W. F, 1963, Thermal Fluctuations of a Single-Domain Particle, Physical Review 130, pp. 1677-1686.

[16] Bruus H, 2004, Introduction to nanotechnology, Department of Micro and nanotechnology, Sun Diago, 870 pages.

[17] Brian S. M, 2004, An Introduction to Materials Engineering and Science, John Wiley & Sons, Inc, New Jersey.

[18] Carter C. B, Norton M. G, 2007, Ceramic Materials, Science and Engineering, Springer.

[19] Chikazumi S, Charap S. H, 1964, Physics of Magnetism, pp. 13-15.

[20] Criak D.J, 1971, Structure and Properties of Magnetic Materials, Poin Limited, London.

[21] Cullity B.D, Graham C.D, 2009, Introduction to magnetic Materials, New Jersey.

[22] Cushing B. L, Kolesnichenho V. L, O'Connor C. J, 2004, Recent Advances in the liquid- phase syntheses of Inorganic Nanoparticles, chem.Rev., 104, pp. 3893-3946.

[23] Edel J, demello A. J, 2009, nanofluidics: nanoscience and nanotechnology, Journal of Royal Society of Chemistry, vol 395(3), pp. 545-546.

[24] Fultz B, Howe J.M, 2001, Transmission Electron Microscopy and Electron Diffraction of Materials, Springer.

- [25] Goldmen A, 2006, modern ferrite technology, springer science & business, 438 pages.
- [26] <http://www.irannano.org>
- [27] <http://www.nano.ir>
- [28] <http://www.matter.org.uk>
- [29] <http://danesh.mygiti.com/content/view/54/6/>
- [30] Huang W. J, Fang G. C, Wang C. C, 2005, Colloid surfaces ZnO nanoparticles supported on mesoporous MCM-41 and SBA-15, Journal of Physics chemistry engineering Aspects, vol260, pp. 45.
- [31] Jardim R.F, Fonseca F.C, Goya G.F, 2002, superparamagnetism and magnetic properties of Ni nanoparticles embedded in SiO_2 , Journal of physical Review B66, pp. 107706.
- [32] Jiles D, 1991, Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, London.
- [33] Kelsall R. W, Hamley I. W, Geoghegan M, 2005, Nanoscale science and Technology, John Wiley & Sons.
- [34] Kohler M, Fritzsche W, 2004, Nanotechnology (An Introduction to Nanostructuring techniques), Wiley-VHC.
- [35] Labaye Y, Crisan O, Berger L, Greneche J. M, Coey J. M. D, 2002, Surface anisotropy in ferromagnetic nanoparticles, Journal of Applied Physics 91, pp. 8715-8719.
- [36] Martin D. H, 1967, Magnetism in solids, London, The M.I.T. press.
- [37] Massart R, 1981, IEEE Trans, Magn.
- [38] Mohanraj V. J, Chon Y, 2006, Nanoparticles-A Review, Tropical Journal of Pharmaceutical Research, pp 561-573.
- [39] Moriarty P, 2001, Nanostructured materials, Vol.67, page 297.
- [40] Moroi M, Street R, McCormick P.G, Amighion J, 2001, Magnetic Properties of ultrafine MnFe_2O_4 powder prepared by mechanochemical processing.
- [41] Morrish A. H, 1965, New York, The Physical Principles of Magnetism, IEEE Press, 680 pages.
- [42] Morup S, 2003, Spin-canting and Transverse Relaxation at Surface and in the Interior of Ferrimagnetism Particles, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol 266, pp. 110-118.
- [43] Msomi J.Z, Moyo T, Abdallah H.M.I, 2011, Magnetic Properties of $\text{Mg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Nanoferrites, J Supercond Nov Magn, DOI 10.1007.
- [44] O'Handly R. C, 2000, Modern Magnetic Materials, New York, John Wiley & Sons.
- [45] Ratner M.A, Ratner D, 2003, Nanotechnology, : a gentle introduction to the next big idea, prentice Hall professional Reference.
- [46] Sato T, 1970, Formation and Magnetic properties of Ultrafine spinel ferrite, IEEE Transactions on magnetics, pp. 765-799.
- [47] Schmid G, 2004, Nanoparticles, from theory to application, wiley-VHC Verlage GmbH.
- [48] Seip C. T, Carpenter E. E, 1998, Magnetic Properties of a Series of ferrite Nanoparticles Synthesized in Reverse Micelles; IEEE Trans On Magnetics, Vol.34, No 4, pp. 1111-1113.

- [49] Smit J, 1971, Magnetic Properties of Materials, McGraw-Hill.
- [50] Somiya Sh, 1989, Advanced Technical Ceramics, Academic press, chapter 11.
- [51] Sun C, Lee J.S, Zheng M, 2008, Magnetic nanoparticles in MR imaging and drug delivery, Journal of Advanced Drug Delivery Reviews, vol60(11), pp. 1252-1265.
- [52] Suryanarayana C, 1995, Nanocrystalline materials, Int. Mat. Rev., Vol40, pp. 41-64.
- [53] Suryanarayana C, Jogender S, F. H. fores, 1996, "processing and properties of nanocrystalline materials " Minerals, Metals & Materials Society.
- [54] Tebble R. S, Craik D. J, 1969, Magnetic Materials , Bristol, John Wiley & Sons.
- [55] White R. M, 1970, Quantum Theory of Magnetism, McGraw-Hill, New York.
- [56] Wohlfarth E. P, 1986, Ferromagnetic Materials, Elsevier Science publishers, North-Holland physics Publishing, Amsterdam.
- [57] Yue Z, Li L, Zhou J, Zheng h, Gui Z, 1999, preparation and characterization of NiCuZn Ferrite nanocrystalline powders by auto-combustion of nitrate-citrate gels, Journal of materials science and Engineering volB64, pp.68-72.