

# سنتز و بررسی مکانیسم شکل گیری میکروکره های $Fe_2O_3/C$ با استفاده از دوریزهای اکسیدی خط نورد به روش سولوترمال

حمید صفرزاده\*<sup>۱</sup>، رضا ابراهیمی کهریزسنگی<sup>۲</sup>، علی صفار تلوری<sup>۳</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، اصفهان،

ایران

۲- دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، اصفهان، ایران

۳- استادیار، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، اصفهان، ایران

\*hamidsafarzadeh65@yahoo.com

(تاریخ دریافت: ۹۲/۰۳/۱۳، تاریخ پذیرش: ۹۲/۰۵/۲۰)

## چکیده

نانو اکسیدهای عناصر واسطه جایگاه ویژه ای را در ساخت الکتروود آند باتری های یون لیتیومی دارند. در این تحقیق میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  با استفاده از روش سولوترمال یک مرحله ای، با فراوری دور ریزهای اکسیدی خط نورد، برای اولین بار در ایران تولید شد. آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی SEM جهت آنالیز محصولات استفاده شد. تعیین مقدار کربن در نمونه های سنتز شده با استفاده از آزمایش TGA انجام شد. نتایج بدست آمده نشان می دهد کربن در کامپوزیت به صورت آمورف می باشد و تنها پیک  $Fe_2O_3$  را در الگوی XRD می توان مشاهده نمود. محتوای کربن در کامپوزیت حدوداً برابر ۷۲ درصد وزنی محاسبه شد. تصاویر SEM نشان می دهد که سطح کره های تولید شده نسبتاً صاف و قطر آن ها در محدوده ۳/۵ تا ۳ میکرون می باشد. با مطالعه مکانیسم شکل گیری میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  می توان به این مطلب پی برد که نانو ذرات  $Fe_2O_3$  به صورت کاملاً همگن در تمام زمینه کربنی وجود دارند.

## واژه های کلیدی:

میکروکره، سولوترمال، اکسید آهن، کربن، الکتروود.

## ۱- مقدمه

خانگی و صنعتی بکار گرفته شود. از این رو از میکروکره های  $Fe_2O_3$  با ساختاری توخالی برای ساخت سنسور تشخیص بخارات استون و CO استفاده می شود [۲]. همچنین میکروکره های  $Fe_2O_3$  در پزشکی برای ساخت سنسورهای الکتروشیمیایی DNA برای تشخیص اسید نوکلئیک کاربرد

اکسید های فلزی عناصر واسطه با ساختار نانو جایگاه ویژه ای را در تولید الکتروودهای باتری های لیتیومی دارا می باشند [۱].  $Fe_2O_3$  یک ماده دوستدار محیط زیست و زیست سازگار به عنوان یک نیمه هادی نوع n می باشد و می تواند با تشخیص بخارات سمی، گازهای قابل اشتعال و مضر، برای کاربردهای

## ۲- مواد و روش ها

### ۲-۱- مواد

پوسته های اکسیدی از شرکت صنایع فولاد اصفهان با خلوص ۹۷ درصد وزنی اکسید آهن. اتانول ۹۶ درصد ساخت شرکت رازی، اسید سولفوریک ۹۹ درصد، گلوکز ۱۰۰ درصد، اسید نیتریک ۶۵ درصد و هیدرو اکسید سدیم ساخت شرکت مرک آلمان مهمترین مواد مصرفی می باشد.

### ۲-۲- تهیه کاتیون آهن ۳ از پوسته های اکسیدی

ابتدا پوسته های اکسیدی در اسید سولفوریک غلیظ حل گردید. دمای مخلوط به ۱۰۰ درجه سانتی گراد رسانده و تحت همزدن شدید مغناطیسی به مدت ۳۰ دقیقه قرار داده می شود. در ادامه اسید نیتریک ۶۵ درصد به آرامی به مخلوط بالا اضافه می شود، این امر باعث انحلال تمامی ذرات جامد اکسیدی می شود. محلول حرارت داده می شود تا کاملاً خشک شود. رسوب سفید رنگی که در ته بشر باقی می ماند عمدتاً نمک آهن ۳ وجود دارد [۱۴].

### ۲-۳- سنتز میکروکره $Fe_2O_3/C$

۲/۵ گرم از نمک آهن ۳ را با ۱۶۰ میلی لیتر اتانول مخلوط نموده و تحت همزدن شدید مغناطیسی قرار داده می شود. دمای محلول را به ۶۰ درجه سانتی گراد رسانده تا تمامی نمک آهن حل شود. نتیجه حل شدن نمک آهن، PH محلول به ۱/۷ می رسد، در ادامه ۲ گرم گلوکز را در ۵ میلی لیتر آب یونیزه شده حل نموده و به محلول بالا اضافه می شود. سپس محلول به داخل اتوکلاوی از جنس فولاد زنگ نزن منتقل و درب اتوکلاو به طور کامل بسته شده و سیستم ایزوله می شود. محلول در اتوکلاو به مدت ۲۵ ساعت در دمای ۱۸۵ درجه سانتی گراد قرار گرفته و به آرامی تا دمای اتاق سرد می شود. محصولات که بصورت رسوب های سیاه رنگ در ته بشر می باشد، چندین مرتبه با اتانول شستشو و سانتریفیوژ می شود. این کار باعث می شود تمامی آنیون ها و کاتیون های باقیمانده از رسوبات جدا شود. رسوبات حاصل میکروکره های هیبریدی  $Fe_2O_3/C$  می باشد، که ساختاری

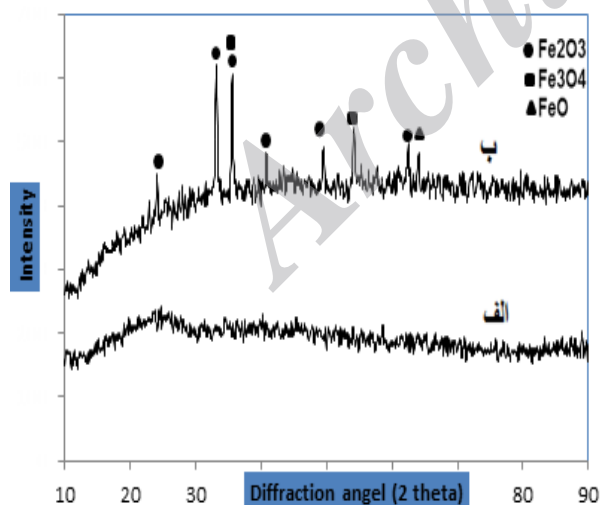
فراوان دارد [۳]. الکترودهای ساخته شده از نانو اکسیدهای فلزی عناصر واسطه نشان می دهد که این مواد دارای ظرفیت الکتروشیمیایی ۷۰۰ میلی آمپر بر گرم می باشند، که حاکی از ظرفیت الکتروشیمیایی بسیار بالای این نانو اکسیدها می باشد. این نانو اکسیدها می توانند جایگزین امیدوار کننده ای به جای الکترو کربن و نیکل - هیدرید فلز در باتری های لیتیومی باشند [۴]. اما بزرگترین مشکل این نانو اکسیدها که استفاده تجاری آن ها را با مشکل روبرو کرده، تغییر حجمی است که در نتیجه تجمع ذرات کوچک نانومتری و تبدیل شدن به ذرات بزرگتر می باشد [۵]. تغییرات مکرر حجم در طول فرآیند شارژ و دشارژ، باعث فرسودگی مواد الکترودها می شود، در نتیجه باعث کاهش کارایی سیکل های شارژ و دشارژ خواهد شد [۶]. برای رفع مشکل تغییر حجم مواد آلیاژی که باعث معیوب شدن الکترو د و در نهایت از کار افتادن آن می شود، راه حلی ارائه شده است و آن بکارگیری مواد نانوسایز و ترکیب با کربن و تولید کامپوزیتی در ابعاد میکرون می باشد، که نانو ذرات اکسیدی در درون کامپوزیت قرار دارند. حضور کربن در کامپوزیت به عنوان یک عامل باز دارنده برای تجمع ذرات نانو بوده است، در نتیجه باعث افزایش ثبات ساختاری آن ها در طول سیکل ها شده است [۵-۷]. کربن دارای رسانایی بالای الکتریکی می باشد و می تواند نقش رسانش اکسیدها را بهبود ببخشد و در بهبود ظرفیت الکتروشیمیایی نانو اکسیدها نقش بسزایی دارد. برای تولید میکرو کامپوزیت اکسید فلزات با کربن تاکنون روش هایی نظیر انحلال مبتنی بر نمک مذاب [۸]، سنتز دو مرحله ای با گرافن [۹]، روش های هیدرواکسیدی و هایدروترمال [۱۰]، فلوککلات [۱۱]، سل-ژل [۱۲] و پلاریزاسیون اسپری [۱۳] استفاده شده است. هدف این تحقیق استفاده از دور ریزهای اکسیدی خط نورد و فرآوری آن، که کاربرد چندانی تاکنون نداشته و تولید یک مرحله ای میکرو کره های کامپوزیتی  $Fe_2O_3/C$  با استفاده از روش سولوترمال می باشد.

(۰۲۴)، (۱۱۶)، (۲۱۴) و (۳۰۰) می باشند. کربن در هر دو حالت آمورف می باشد که مشابه نتایج آقای کیاو و هانگ می باشد [۵-۷ و ۱۰]. شدت برخی از پیک ها ضعیف می باشد، که به دلیل وجود ناخالصی های موجود در کامپوزیت است. همچنین در حین آتیل به دلیل دمای بالا و حضور کربن مقداری از  $Fe_2O_3$  کاهش پیدا کرده و تبدیل به  $Fe_3O_4$  شده است. اندازه دانه های  $Fe_2O_3$  با استفاده از رابطه شرر اصلاح شده محاسبه می شود در این روش از رابطه شرر لگاریتم طبیعی (Ln) گرفته می شود رابطه (۱) که:

$$L = 0.89\lambda / \beta \cos\theta$$

$$\beta = \frac{k\lambda}{L \cos\theta} \rightarrow \ln\beta = \frac{k\lambda}{L} + \ln \frac{1}{\cos\theta} \quad (1)$$

اکنون با رسم نمودار تغییرات  $\ln\beta$  بر حسب  $(1/\cos\theta)$  و با استفاده از کمترین مربعات خطا، عرض از مبدأ ترسیم شده،  $\ln(K\lambda/L)$  به دست می آید. پس از محاسبات مربوطه بر روی نتایج آنالیز فازی (XRD) پودر  $Fe_2O_3/C$  عرض از مبدأ عدد  $5/4886$  - به دست آمد. لذا با توجه به اینکه عرض از مبدأ برابر  $5/4886$  -،  $\lambda = 1/54059 \text{ \AA}$  و  $K = 0/89$  می باشد، اندازه نانوذرات  $Fe_2O_3$  به طور میانگین  $4 \pm 30$  نانومتر محاسبه شد.



شکل (۱): الگوی XRD میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  در حالت در حالت (الف): آتیل نشده و (ب): آتیل

شکل ۲ نشان دهنده نتایج منحنی تغییرات وزنی نمونه های آمورف پودر  $Fe_2O_3/C$ ، که در واکنش سولوترمال تولید شده

آمورف دارد. در انتها محصولات در خشک کن در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۰ ساعت خشک می شود.

**۲-۴- کربستاله کردن میکروکره های هیبریدی  $Fe_2O_3/C$**   
نمونه های آمورف  $Fe_2O_3/C$  که از واکنش سولوترمال تهیه شدند در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد در اتمسفر غنی آرگون، در کوره تیوبی آتیل می شود.

### ۲-۵- مشخصه یابی نمونه ها

#### ۲-۵-۱- آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)

تعیین کریستاله یا آمورف بودن کامپوزیت، تشخیص فازی، درجه کریستالی آن و همچنین اندازه دانه ها توسط دستگاه آنالیز پراش پرتو ایکس Philips (Cu K $\alpha$ ) و به کمک نرم افزار X'Pert HighScore صورت گرفت. محدوده پراش (2 $\theta$ ) بین ۱۰-۹۰ درجه انتخاب شد.

#### ۲-۵-۲- آنالیز حرارتی (TGA)

آنالیز حرارتی TGA در نرخ گرمادهی  $10^\circ C/min$  در اتمسفر هوا تا دمای  $800^\circ C$  توسط دستگاه TGA\_401 انجام شد.

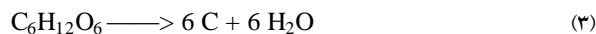
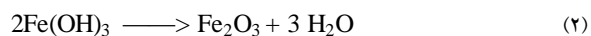
#### ۲-۵-۳- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

ریزساختار کامپوزیت تولیدی به روش سولوترمال توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل LEO-VP435 مشاهده شد.

### ۳- نتایج و بحث

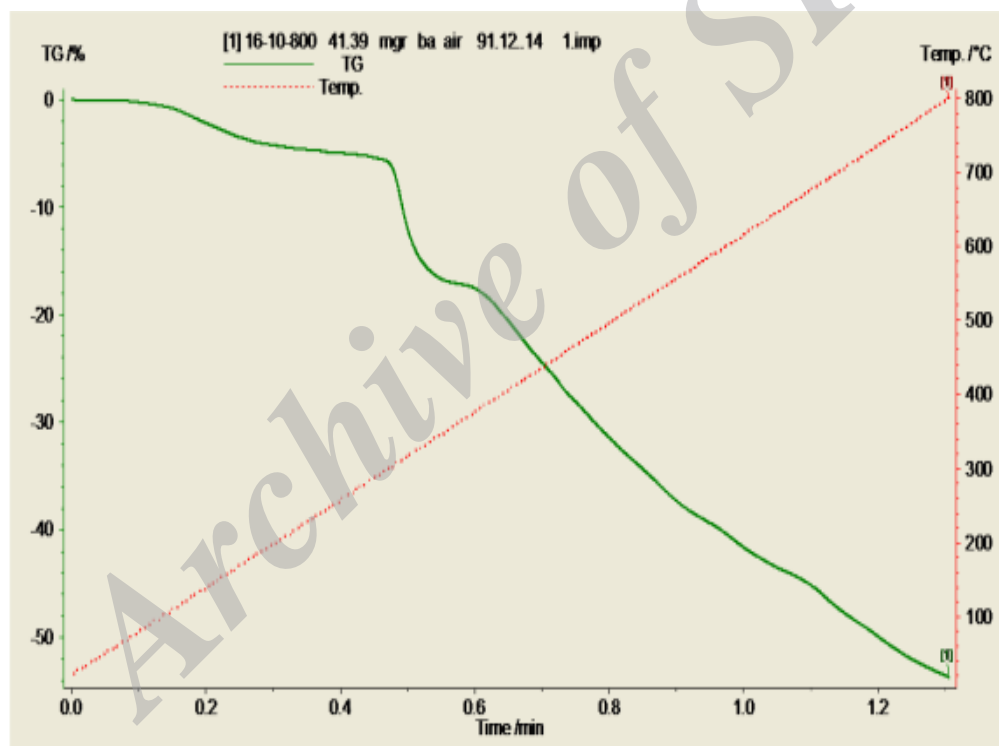
#### ۳-۱- مشخصه یابی میکروکره های $Fe_2O_3/C$

در شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) نمونه های آمورف و آتیل شده میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  نشان داده شده است. در شکل ۱-الف) آمورف بودن میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  نشان داده شده است. حرارت دادن در اتمسفر آرگون در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد باعث تبلور قابل توجهی در نمونه های  $Fe_2O_3/C$  شده است (شکل ۱-ب). پیک های نمونه آتیل شده در زوایای  $33/2^\circ$ ،  $35/7^\circ$ ،  $40/8^\circ$ ،  $49/5^\circ$ ،  $54/2^\circ$ ،  $62/4^\circ$ ،  $64/2^\circ$  می باشند که به ترتیب مربوط به صفحات (۱۰۴)، (۱۱۰)، (۱۱۳)،



مرحله سوم از محدوده ۳۶۰ تا ۸۰۰ درجه سانتی گراد است، که مربوط به اکسیداسیون کربن آمورف می باشد. کاهش وزن در این مرحله برابر ۳۶ درصد می باشد [۱۵]. محتوای کربن در کامپوزیت بر اساس محاسبات انجام شده از نمودار TGA و اکسیداسیون کامل کربن برابر ۷۲ درصد وزنی می باشد.

اندرا نشان می دهد. از منحنی TGA مشاهده می شود که کاهش وزن در سه مرحله اتفاق افتاده است. مرحله اول در محدوده دمای ۱۰۰ تا ۳۳۰ درجه سانتی گراد می باشد. وزن از دست رفته در این مرحله برابر ۵/۸ درصد می باشد، که می تواند به دلیل بخار و خارج شدن آب جذب شده و حلال باقیمانده باشد [۵]. در مرحله دوم کاهش وزن شدیدی در محدوده ۳۳۰ تا ۳۶۰ درجه سانتی گراد اتفاق می افتد. مقدار وزن از دست رفته در این مرحله برابر ۱۲/۲ درصد می باشد. دلیل آن تبدیل هیدرواکسید آهن به اکسید آهن همراه با آب، و آب ملکولی باقیمانده در حین فرآیند آبدهی گلوکز می باشد (رابطه ۲ و ۳).

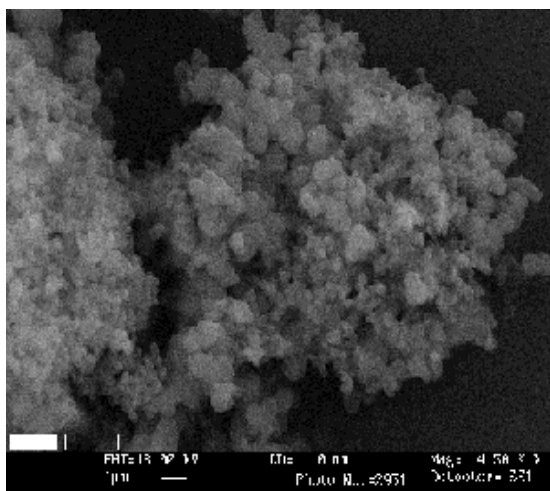


شکل (۲): منحنی آنالیز حرارتی میکروکره های آمورف  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{C}$  از دمای محیط تا دمای  $۸۰۰^\circ\text{C}$

دمای  $۸۰۰^\circ\text{C}$  را نشان می دهد. شکل و اندازه میکروکره ها بعد از آنیل در دمای  $۸۰۰^\circ\text{C}$  ثابت مانده است ولی صافی سطح به دلیل خروج گازها کمی خشن شده است. ثابت شده است، نانو ذرات  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  به روش سولوترمال به صورت کاملاً همگن در زمینه کربن قرار می گیرد [۵].

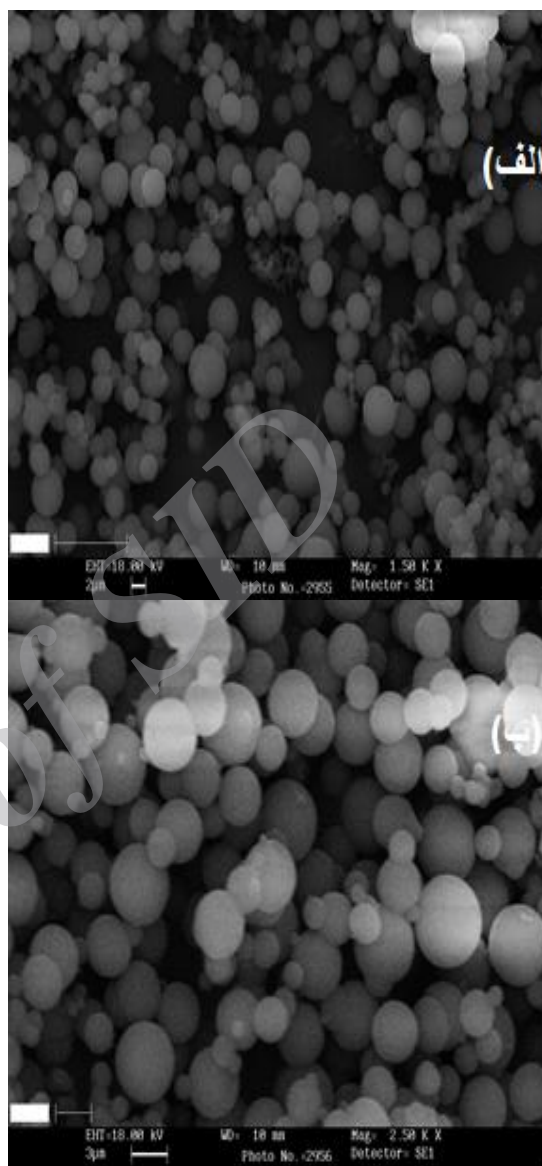
شکل ۳- الف) تصویر تهیه شده توسط SEM از میکروکره های  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{C}$  را نشان می دهد، که به خوبی کروی بودن مورفولوژی کامپوزیت تهیه شده را نشان می دهد. اندازه این کره ها نسبتاً یکنواخت و قطر آن ها در محدوده ۱ تا ۳/۵ میکرون می باشد. شکل ۳- ب) تصویر میکروکره های  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{C}$  را با بزرگنمایی بیشتر در حالت آنیل شده در اتمسفر آرگون و در

کردن محلول هیدرواکسید سدیم به  $PH=۲/۵$  رسیده است، نشان می‌دهد. همانطور که از تصویر مشخص است مورفولوژی به سمت خوشه‌ای شدن در حال تغییر می‌باشد.



شکل (۴): تصویر SEM تهیه شده از نمونه‌ای با  $PH=۲/۵$

**۳-۲- مکانیسم شکل‌گیری میکروکره های  $Fe_2O_3/C$**   
 مکانیسم تشکیل میکرو کره های  $Fe_2O_3/C$  شامل دو مرحله جوانه زنی و رشد می‌باشد. شکل جوانه اولیه یک فاکتور ذاتی برای تشکیل ماده محسوب می‌شود و به ویژگی‌های ذاتی کامپوزیت بر می‌گردد. در مقابل رشد یک فاکتور ترمودینامیکی و به صورت قابل کنترل می‌باشد [۱۷]. مکانیسم شامل تشکیل اولیه ترکیبات آروماتیک<sup>۴</sup>، حاوی یون‌های کاتیون و پلیمریزاسیون گلوکز می‌باشد. پس از آن تشکیل همزمان کربن و نانوذرات اکسید فلز و گنجانده شدن نانو ذرات اکسید فلز در زمینه کربن می‌باشد. در تشریح مطلب بالا می‌توان گفت در پلیمریزاسیون گلوکز گروه‌های آبگریز نقش دم و دنباله را دارند و شامل ترکیباتی رادیکالی هیدروکربن (C-H) می‌باشد سرآبدوست شامل گروه‌های -OH، -CHO و -COO می‌باشد [۱۶ و ۱۸]. کاتیون‌های  $Fe^{3+}$  از طریق فعل و انفعالات الکتروستاتیکی جذب قسمت‌های آبدوست مسیل<sup>۵</sup> کروی می‌شود [۱۹]. گلوکز بر روی کشش سطحی اتانول تاثیر گذار است و می‌تواند بر نرخ جوانه زنی ذرات  $Fe_2O_3$  بسیار موثر باشد. با



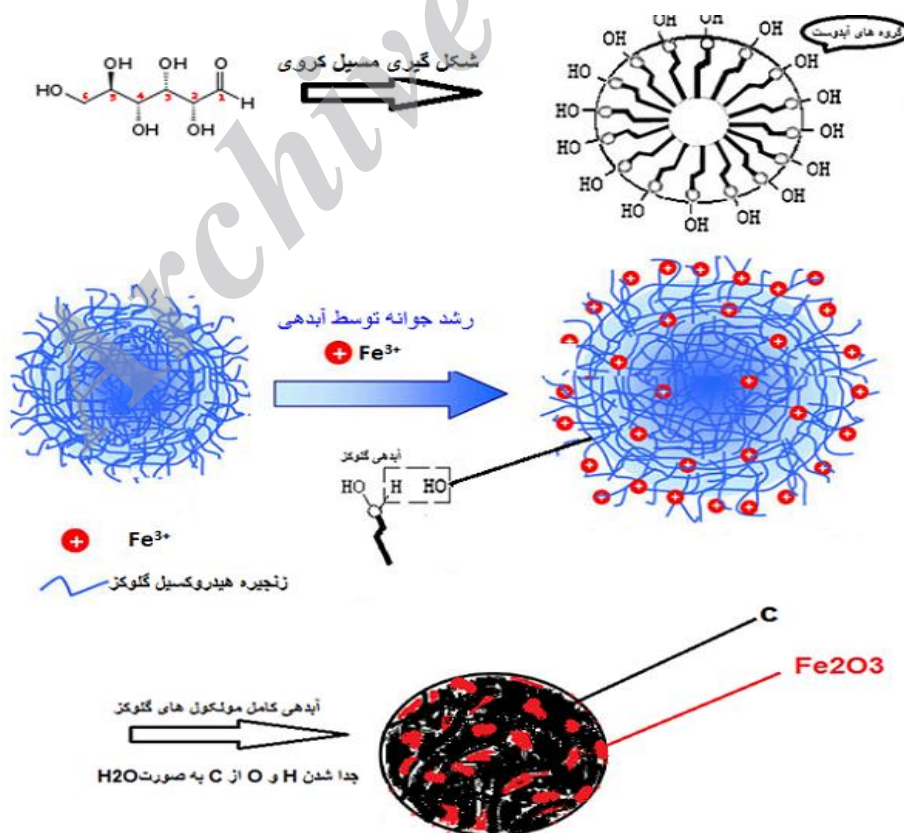
شکل (۳): تصویر SEM میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  که نانوذرات  $Fe_2O_3$  ( $۳۰\pm ۴nm$ ) در داخل کره های کربنی قرار گرفته اند: (الف): در حالت آمورف (ب): آتیل شده در دمای  $۸۰۰^{\circ}C$

بررسی‌ها نشان داد میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  در زیر دمای  $۱۴۰^{\circ}C$  درجه سانتی‌گراد تولید نمی‌شود، که با نتایج بدست آمده از مطالعات قبلی مطابقت دارد [۱۶]. مشخص شد در صورت عدم حضور پیش ماده نمک آهن هیچ محصولی از محلول گلوکز و اتانول تولید نمی‌شود. همچنین برای داشتن مورفولوژی کروی شرایط واکنش باید به نحوی باشد که  $PH$  کم [۱۶] و زیر  $۲$  باشد. شکل ۴ تصویر SEM تهیه شده از نمونه‌ای را که با اضافه



طول مسیر واکنش به سمتی حرکت می کنند که منجر به کاهش انرژی آزاد گیبس ( $\Delta G$ ) شوند. تشکیل میکروکره ها باید تحت سلطه  $\Delta G$  باشد از طرفی مولکول ها تنش های سطحی خود را با تشکیل مورفولوژی کروی برای کاهش انرژی آزاد سطح، به حداقل می رسانند. در حقیقت یک رقابت بین انرژی آزاد سطح ( $F$ ) و انرژی آزاد گیبس در تشکیل شکل نهایی کامپوزیت وجود دارد. هنگامی که اندازه ذره کوچک است انرژی آزاد سطح مکانیسم غالب می باشد و با تشکیل مورفولوژی کروی، به دلیل کمترین نسبت سطح به حجم انرژی خود را به حداقل می رساند [۲۰]. رفته رفته با افزایش اندازه کره ها انرژی آزاد سطح سهم کمتری را در مورفولوژی ماده به اشتراک می گذارد. از طرفی لازم به توضیح است که با کنترل متغیرهایی همانند دما، غلظت پیش ماده، PH و غیره سهم هر کدام از این دو عامل یعنی  $\Delta G$  و  $F$  را می توان تغییر داد.

افزایش نرخ جوانه زنی  $Fe_2O_3$  تشکیل ذرات کوچکتر در اندازه های نانومتری اتفاق خواهد افتاد [۱۹]. در ادامه با پلیمریزاسیون مولکولهای گلوکز، غلظت به حد بحرانی میسل (CMC) می رسد و کمپلکس به شکل میسل کروی، که گروه های آبگریز هسته میسل و هیدروکسیل های آبدوست سطح بیرونی هسته را تشکیل می دهند. شکل (۵) نحوه تشکیل میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  را نشان می دهد. پس از فرایند جوانه زنی، هیدروکسیل های آبدوست سطح همچنان با نزدیکترین مولکول های آزاد ترکیب می شوند [۱۸] و منجر به آبدهی جوانه می شود و میسل شروع به رشد کردن می کند. کاتیون های  $Fe^{3+}$  به طور مداوم به قسمت های آبدوست کره در حال رشد جذب می شوند و پس از تشکیل  $Fe(OH)_3$  به  $Fe_2O_3$  تبدیل می شوند. این روند تا هنگامی که مولکول های گلوکز مصرف شود، ادامه پیدا می کند. دلیل کروی شدن میکروکامپوزیت سنتز شده را می توان بدین صورت توجیح نمود: واکنش های شیمیایی همیشه در



شکل (۵): شماتیکی از فرایند تشکیل جوانه اولیه میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  و رشد جوانه

- microspheres and their application for acetone sensor”, *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 183, pp. 2869–2876, 2000.
- [3] W. Zhang, T. Yang, X. Li, D. Wang & K. Jiao, “Conductive architecture of  $Fe_2O_3$  microspheres/self-doped polyaniline nanofibers on carbon ionic liquid electrode for impedance sensing of DNA hybridization”, *Biosensors and Bioelectronics*, Vol. 25, pp. 428–434, 2009.
- [4] K. Anandan & V. Rajendran, “Morphological and size effects of NiO nanoparticles via solvothermal process and their optical properties”, *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol. 14, pp. 43–47, 2011.
- [5] H. Qiao, Q. Luo, J. Fu, J. Li & D. Kumar, “Solvothermal preparation and lithium storage properties of  $Fe_2O_3/C$  hybrid microspheres”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 513, pp. 220–223, 2012.
- [6] X. H. Huang, C. B. Wang, S. Y. Zhang & F. Zhou, “CuO/C microspheres as anode materials for lithium ion batteries”, *Electrochimica Acta*, Vol. 56, pp. 6752–6756, 2011.
- [7] H. Qiao, D. Yao, Y. Cai, F. Huang & Q. Wei, “One-pot synthesis and electrochemical property of MnO/C hybrid microspheres”, *Ionics*, 2012.
- [8] M. F. Hassana, M. M. Rahmana, Z. P. Guoa, Z. X. Chenc & H. K. Liua, “Solvent-assisted molten salt process: A new route to synthesise  $Fe_2O_3/C$  nanocomposite and its electrochemical performance in lithium-ion batteries”, *Electrochimica Acta*, Vol. 55, pp. 5006–5013, 2010.
- [9] S. Y. Liu, J. Xie, Q. Pan, C. Y. Wu, G.S. Cao, T. Zhu & X. B. Zhao, “Graphene Anchored with Nanocrystal  $Fe_2O_3$  with Improved Electrochemical Li-Storage Properties”, *Int. J. Electrochem. Sc*, Vol. 7, pp. 354 – 362, 2012.
- [10] X.H. Huang, J. P. Tu, C. Q. Zhang & J. Y. Xiang, “Net-structured NiO–C nano composite as Li-intercalation electrode material”, *Electrochemistry Communications*, Vol. 9, pp. 1180–1184, 2007.
- [11] H. Mi, Y. Xu, W. Shi, H. Yoo & S. Mo Oh, “Flocculant-assisted synthesis of  $Fe_2O_3$ /carbon composites for superior lithium rechargeable
- #### ۴- نتیجه گیری
- در این تحقیق میکروکره های کامپوزیتی  $Fe_2O_3/C$  با استفاده از روش سولوترمال با استفاده از پوسته های اکسیدی نورد تهیه شد و نتایج زیر بدست آمد:
- ۱- از آنالیز پراش پرتو X می توان پیک های ذرات  $Fe_2O_3$  را به خوبی مشاهده کرد. همچنین با مطالعه مکانیسم رشد، می توان نتیجه گرفت ذرات  $Fe_2O_3$  به طور همگن در ماتریس کربنی قرار گرفته اند. کربن در کامپوزیت چه در حالت آنیل و غیر آنیل، آمورف می باشد.
- ۲- از منحنی TGA و اکسیداسیون کامل کربن، محتوای کربن موجود در میکرو کامپوزیت  $Fe_2O_3/C$  برابر ۷۲ درصد وزنی می باشد.
- ۳- از تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی می توان سطحی کروی و صاف مشاهده نمود. اندازه میکروکره ها نسبتاً یکنواخت و قطر آن ها در محدوده ۱ تا ۳/۵ میکرون می باشد.
- ۴- برای سنتر میکروکره های  $Fe_2O_3/C$  شرایط واکنش می بایست به نحوی باشد که  $PH < 2$  و دما بالای ۱۴۰ درجه سانتی گراد باشد.
- ۵- گلوکز علاوه بر منبع کربن، باعث کاهش کشش سطحی اتانول و افزایش نرخ جوانه زنی نانوذرات  $Fe_2O_3$  و در نتیجه باعث کاهش اندازه ذرات  $Fe_2O_3$  در نزدیکی زنجیره آبنگریز خود می شود.
- #### ۵- تشکر و قدردانی
- نویسندگان مقاله ار آقای دکتر مجید قشنگ استاد یار محترم دانشکده مهندسی مواد دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، کمال تشکر و قدردانی را می نمایند.
- #### ۶- مراجع
- [1] P. Poizot, S. Laruelle, S. Grugeon, L. Dupont & J. M. Tarascon, “Towards the Next Generation of Lithium Batteries Based On Nanomaterials”, *Nature*, Vol. 407, pp. 496–499, 2000.
- [2] S. Wang n, L. Wang, T. Yang, X. h. Liu, J. Zhang, B. Zhu & S. Zhang, “Porous a- $Fe_2O_3$  hollow

- electrochemical property”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 495, pp. 82–87, 2010.
- [18] Q. Wang, H. Li, L. Chen & X. Huang, “Novel spherical microporous carbon as anode material for Li-ion batteries”, *Solid State Ionics*, Vol. 152–153, pp. 43– 50, 2002.
- [19] H. Du, L. Jiao, Q. Wang, L. Guo, Y. Wang & H. Yuan, “Facile carbonaceous microspheres templated synthesis of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hollow Spheres and their Electrochemical Performances in Supercapacitors”, *Nano Research*, 2012.
- [20] Y. Chen, X. Shi, B. Han, H. Qin, Z. Li & Y. Lu, “The Complete Control for the Nanosize of Spherical MCM-41”, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 12, pp. 1–11, 2012.
- batteries”, *Materials Research Bulletin*, Vol. 47, pp. 152–155. 2012.
- [12] M. Y. Li, Y. Wang, C. L. Liu, H. Gao & W. S. Dong, “Iron oxide/carbon microsphere lithium-ion battery electrode with high capacity and good cycling stability”, *Electrochimica Acta*, Vol. 67, pp. 187– 193, 2012.
- [13] M. M. Rahman, S. L. Chou, C. Zhong, J. Z. Wang, D. Wexler & H. K. Liu, “Spray pyrolyzed NiO–C nanocomposite as an anode material for the lithium-ion battery with enhanced capacity retention”, *Solid State Ionics*, Vol. 180, pp. 1646–1651, 2012.
- [14] M. A. Legodi & D. d. Waal, “The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste”, *Dyes and Pigments*, Vol. 74, pp. 161-168, 2007.
- [15] J. Zheng & Z.Q Liu, “one-step solvothermal synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@C core-shell nanoparticles with tunable sizes”, *Nanotechnology*, Vol. 23, 2012.
- [16] H. Qiao, L. Xiaoa, Z. Zhengb, H. Liuc, F. Jia & L. Zhanga, “One-pot synthesis of CoO/C hybrid microspheres as anode materials for lithium-ion batteries”, *Journal of Power Sources*, Vol. 185, pp. 486–491, 2008.
- [17] L. Wang, Y. Zhao, Q. Lai & Y. Hao, “Preparation of 3D rose-like NiO complex structure and its

#### ۷- پی نوشت

- [1] X-Ray Diffraction  
 [2] Thermogravimetric Analysis  
 [3] Scanning Electron Microscopy  
 [4] Aromatic  
 [5] Micelle  
 [6] Concentration Micelle Critical