

سنتز نانو ذرات میله‌ای α -اکسید آهن به روش هم‌رسوبی جدید: به کارگیری در آتشزای ترمیتی

احمد ملایی^{۱*}، سیدمهدی عطیفه^۲، محمد طالبی^۳

۱- دکترا، ۲- دانشجوی دکترا، ۳- کارشناس ارشد دانشگاه جامع امام حسین (ع)

(تاریخ وصول: ۹۸/۱/۱۹، تاریخ پذیرش: ۹۸/۵/۶)

چکیده

اکسید آهن هماتیت یا $\alpha - Fe_2O_3$ در صنایع نظامی به عنوان جزء اصلی مخلوط‌های ترمیتی، کاتالیزور نرخ سوزش پیش‌رانه‌های کامپوزیتی و آتشزنده‌های پیروروشی مورد استفاده قرار می‌گیرد. فعالیت کاتالیستی و اکسیدکنندگی این ترکیب معدنی با کاهش اندازه ذرات به شدت افزایش می‌یابد. در این تحقیق، نانو ذرات اکسید آهن هماتیت به روش هم‌رسوبی جدید و با به کارگیری نیترات آهن ۹ آبه در محیط قلیایی با $pH=11$ سنتز شد. برای تکمیل مرحله اکسیداسیون، از آب اکسیژنه ۳۵ درصد در مرحله پایانی استفاده شد. محصول پس از جداسازی، شستشو و خشک کردن در دمای $60^\circ C$ ، با روش‌های $FT-IR$ ، TEM ، SEM و XRD مورد آنالیز قرار گرفت. تصاویر SEM و TEM نشان داد که محصول به شکل میله‌ای با قطر متوسط 40 nm و طول 150 nm است در ادامه، این ترکیب در فرمولاسیون آتشزای ترمیتی به کار رفت. نتایج نشان داد که فرمولاسیون ترمیتی حاوی نانو Fe_2O_3 در مقایسه با نمونه مشابه حاوی Fe_2O_3 میکرونیزه، دارای اثرات اشتعالی شدیدتری است. زمان سوزش این دو ترکیب به ترتیب ۳ و ۴ ثانیه بوده است. ضمن اینکه قطر سوراخ ایجاد شده بر روی هدف فولادی، با به کارگیری نانو اکسید آهن حدود ۲۳٪ افزایش داشته است.

واژه‌های کلیدی: نانو ذرات هماتیت، سنتز، هم‌رسوبی، مخلوط ترمیتی، اشتعال.

Synthesis of Nano-Rod α -Iron Oxide by a New Coprecipitation Method: Application in Thermite Incendiary

A. Mollaei*, S. M. Atifeh, M. Talebi

Imam Hossein University

(Received: 4/8/2019, Accepted: 7/28/2019)

Abstract

Hematite iron oxide ($\alpha-Fe_2O_3$) is used in military industries as a main component of thermite mixtures, burning rate catalyst of composite propellants and pyrotechnic igniter systems. Catalytic and oxidation activity of this mineral combination increases strongly with reduction of particle size. In this research, nanoparticles of hematite iron oxide was synthesized by a new co-precipitation method by using iron (III) nitrate monohydrate in alkaline environment ($pH=11$). In order of completion of oxidation, hydrogen peroxide 35% was added in the final step. Product was analyzed by SEM, TEM, FT-IR and XRD techniques after separation and drying at $60^\circ C$. SEM and TEM images indicated that the product is rod-shape by mean diameter of 40 nm and length of 150 nm . Afterward, this product was applied in incendiary thermite formulation. Results showed that the thermite formulation containing nano Fe_2O_3 has more intense ignition effects compared to the same composition containing micronized Fe_2O_3 . Burning time of these formulations were 3 and 4 sec respectively. Furthermore, the hole diameter created in steel target increased about 23% by using nano-iron oxide.

Keywords: Nano Hematite Particles, Synthesis, Co-precipitation, Thermite Mixture, Ignition.

۱- مقدمه

تهیه نانوذرات اکسید آهن به روش هم‌رسوبی عوامل مختلفی از جمله دما، غلظت نمک آهن و pH بر مورفولوژی محصول تأثیر می‌گذارد [۱۹]. مجید فرهمندجو و همکاران [۲۰] نانوذرات اکسید آهن هماتیت را به روش هم‌رسوبی و از طریق نمک نیترات آهن در محیط اسیدی با pH=1 سنتز کردند. اندازه ذرات محصول کوچک‌تر از ۲۰ nm بوده و شکل آن به میله‌ای گرایش داشت. آن‌ها همچنین موفق به سنتز نانو $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ کروی کوچک‌تر از ۲۰ nm از طریق واکنش کلرید آهن (۳) آبه با هیدروکسید آمونیوم شدند [۲۱].

جاستوز و همکاران [۱۰] با افزایش هیدروکسید سدیم ۰/۱ مولار به محلول کلرید آهن (۳) در آب و اتیلن‌گلیکول نانو ذرات اکسید آهن هماتیت را سنتز کردند. مخلوط واکنش با به‌کارگیری آمونیاک در pH=3 کنترل شد و اختلاط به مدت یک ساعت در دمای ۱۰۰°C ادامه یافت تا ذراتی با ابعاد کوچک‌تر از ۵۰ nm تهیه شد.

ایلونا [۲۲] ذرات ۱۰۰ نانومتری اکسید آهن را از طریق واکنش اگزالات آهن دوآبه با سود و اکسیدکننده کمکی نیترات سدیم سنتز کرد. این واکنش تحت اتمسفر ازت انجام شد تا اثر اکسیژن هوا حذف شود.

در این تحقیق نانو ذرات هماتیت با روش هم‌رسوبی، در دمای محیط و با بهره‌گیری واکنش دهنده‌های ساده در pH قلیایی سنتز شده است. علاوه بر این Scale-up محصول تا وزن ۲۵۰ گرم انجام شد. تفاوت اصلی این تحقیق با روش‌های معرفی شده در منابع در نوع واکنش دهنده‌ها (به‌کارگیری نیترات آهن، سود و آب اکسیژنه)، محیط واکنش (pH=11) و شکل ذرات سنتز شده است. همچنین با توجه به نقش اصلی اکسید آهن در فرمولاسیون آتشزای ترمیتی، اثرات اندازه ذرات سنتز شده در عملکرد اشتعالی این ترکیب مورد ارزیابی قرار گرفت.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد اولیه و تجهیزات

برای سنتز نانو ذرات اکسید آهن، از نمک نیترات آهن ۹ آبه تولید شرکت Lobachemie هند با خلوص ۹۹/۱۶ درصد استفاده شد. سود مصرفی از نوع صنعتی با دانه‌بندی میلی‌متری بوده است. هیدروژن پروکسید با غلظت ۳۵ درصد و تولید شرکت Merck آلمان به‌عنوان اکسید کننده کمکی استفاده شد. از اکسید آهن میکرونیزه محصول شرکت Riedel-De-Haen سوئیس برای آزمون‌های مقایسه‌ای مخلوط ترمیتی استفاده شد. سایر اجزای مخلوط ترمیت شامل پودر آلومینیوم ۹۸٪ صنعتی، نیترات باریم و گوگرد از شرکت Merck آلمان و لاک کلودیون ۴٪ از شرکت Lobachemie هند بوده است.

از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) Cambridge مدل VEGA|TESCAN برای تصویربرداری و اندازه‌گیری اندازه ذرات محصول استفاده شد. به‌منظور بررسی تشکیل پیوند Fe-O، نمونه محصول پس از ساخت قرص با KBr در دستگاه FT-IR مدل Spectrum 100 ساخت شرکت آمریکایی Perkin Elmer آنالیز شد. همچنین طیف

اکسید آهن هماتیت با فرمول مولکولی $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ دارای جرم مولکولی ۱۵۹/۶۹ g/mol، چگالی ۵/۲۶ g/cm³ و نقطه ذوب ۱۵۴۰°C، فراوان‌ترین و پایدارترین اکسید آهن موجود در طبیعت است [۱ و ۲]. این ترکیب دارای کاربردهای متنوعی در بخش‌های پزشکی، دارورسانی، کشاورزی، انرژی، محیط زیست، خودروسازی، صنایع الکترونیک و ساختمانی است [۳ و ۴].

در صنایع نظامی از اکسید آهن به‌عنوان کاتالیزور و اکسیدکننده در فرمولاسیون پیشرانده‌های جامد مرکب و آتشزنها استفاده می‌شود [۵] و [۶]. با کاهش اندازه ذرات، اثر کاتالیستی آن در احتراق فرمولاسیون‌های پراثری افزایش می‌یابد [۷].

در مقایسه با کاتالیزورهای دیگر نرخ سوزش پیشرانده‌ها نظیر مشتقات آلی آهن (نظیر کاتالیست‌های فروسن، کاتوسن و بوتاسن)، اکسید آهن از ساختار ساده‌تری برخوردار بوده، راحت‌تر سنتز می‌شود و مشکل مهاجرت در فرمولاسیون هم ندارد. علاوه بر این واکنش‌های ناخواسته جانبی با اجزای دیگر پیشرانده نداشته و به همین خاطر بر طول عمر پیشرانده اثر منفی نخواهد گذاشت.

از طرفی قیمت این ترکیب در مقایسه با کاتالیست‌های دیگر احتراق نظیر کرومیت مس (CuCr_2O_4)، فروسن و کاتوسن ارزان‌تر است [۵].

از دیگر کاربردهای مهم نظامی اکسید آهن، مخلوط‌های ترمیتی هستند. خواص گرمایی واکنش ترمیتی اولین بار در سال ۱۹۰۳ و توسط گلدشمیت کشف شد. طی واکنش ترمیتی بین یک فلز و اکسید فلز دیگر، تبادل اکسیژن و آزادسازی مقدار زیاد انرژی صورت می‌گیرد [۸]. طی واکنش ترمیتی یک مول اکسید آهن با دو مول آلومینیم، ۸۵۰ کیلوژول انرژی انرژی آزاد می‌شود [۹].



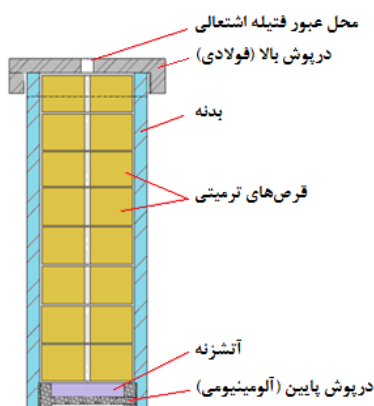
همراه با توسعه کاربردهای این اکسید فلزی، روش‌های بسیار متنوعی برای سنتز آن نیز پیشنهاد شده است. به‌طور عمومی سه روش اصلی شیمیایی، فیزیکی و بیولوژیکی برای سنتز نانوذرات اکسید آهن معرفی شده است که در این بین، روش‌های شیمیایی حدود ۹۰ درصد از تلاش‌ها در این زمینه را به خود اختصاص داده‌اند [۱۰].

روش‌های شیمیایی شامل فرایندهایی چون هیدروترمال [۱۱ و ۱۲]، میکرو امولسیون [۱۳]، سل-ژل [۱۴]، واکنش‌های سونو شیمیایی [۱۵]، روش‌های هیدرولیز و ترمولیز [۱۶]، روش‌های تزریق در جریان [۱۷] و روش هم‌رسوبی [۱۸] هستند.

در این میان بیشترین فراوانی مربوط به هم‌رسوبی است. روش هم‌رسوبی یا ترسیب شیمیایی از قدیمی‌ترین، ارزان‌ترین و سریع‌ترین روش‌های ساخت نانوذرات است. به‌طور عمومی، تشکیل محصولات کم‌محلول از فاز آبی شامل هسته‌زایی و رشد، اساس روش هم‌رسوبی است. همچنین افزایش مقیاس تولید با این روش امکان‌پذیر است. در

جدول ۱- اجزای فرمولاسیون آتشنزای ترمیتی.

| اجزاء | درصد وزنی |
|--------------|-----------|
| اکسید آهن | ۴۴ |
| آلومینیوم | ۲۵ |
| نیترات باریم | ۲۰ |
| گوگرد | ۱۱ |



شکل ۱- شمایی از سامانه آزمون فرمولاسیون ترمیتی.

در آزمون واکنش ترمیتی، دو نمونه با فرمولاسیون مشابه ولی با نوع اکسید آهن متفاوت (میکرونیزه و نانو) با یکدیگر مقایسه شدند. در این آزمون، مطابق شکل (۲) سامانه حاوی قرص‌های ترمیتی بر روی سه ورق فولادی به ضخامت ۱ mm و با فاصله جانبی ۱۵ میلی‌متر نسبت به یکدیگر قرار گرفت. شروع اشتعال با فیتیله اشتعالی و به دنبال آن واکنش آتشزنه در مجاورت قرص ترمیتی بوده است.



شکل ۲- چیدمان آزمون عملکردی اشتعال مخلوط ترمیتی.

۳- نتایج و بحث

۱-۳- نتایج مرحله سنتز نانو ذرات اکسید آهن هماتیت

در مراحل سنتز، با افزایش محلول نیترات آهن به محلول سود، رسوبات بسیار ریز اکسید آهن به سرعت تشکیل شده و با پیشرفت واکنش، رنگ مخلوط واکنش به تدریج به قهوه‌ای تیره متمایل می‌شود. طی این

پراش اشعه ایکس (XRD) با 2θ در محدوده 80°C تا 4°C با دستگاه X'Pert PRO MPD PANalytical Company ساخت کشور هلند تحت تابش k_{α} Cu ($\lambda = 1.54060\text{\AA}$) در دمای اتاق ثبت شد.

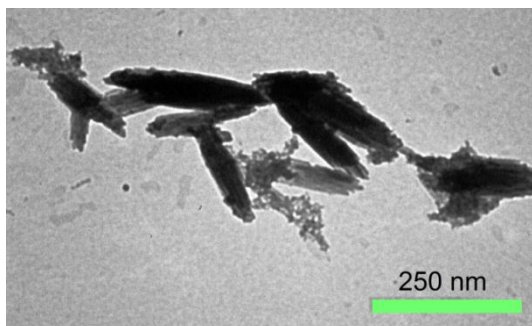
۲-۲- سنتز نانو اکسید آهن

برای سنتز نانو ذرات اکسید آهن هماتیت در مقیاس ۲۵۰ گرم، مقدار ۱۴۰۰ گرم نیترات آهن ۹ آبه ($3/46 \text{ mol}$) در یک ظرف ۲۰ لیتری با دقت ۰/۱ گرم وزن شد. سپس به آن، آب مقطر تا حجم ۴ لیتر اضافه شد. محتویات ظرف تا حل شدن کامل نمک نیترات، بهم زده شد تا محلول شفاف نارنجی رنگ به دست آمد. در یک ظرف ۲۰ لیتری دیگر، مقدار ۷۰۰ گرم هیدروکسید سدیم ($17/5 \text{ mol}$) در ۱۲ لیتر آب مقطر حل شد. در ادامه محلول نیترات آهن در دمای محیط با استفاده از یک قیف افزاینده به صورت قطره‌ای به محلول هیدروکسید سدیم اضافه شد. مخلوط با همزن مکانیکی بهم زده شد تا رسوبات اکسید آهن به تدریج تولید شد. در حین افزایش محلول نیترات آهن pH محلول در بالاتر از ۱۰ نگه داشته شد. در صورتی که pH از این مقدار پایین‌تر آمد، با افزایش سود مقدار pH تنظیم می‌شود. سپس برای تکمیل واکنش، حدود ۳۵۰ میلی‌لیتر آب اکسیژنه $3/5 \text{ mol}$ با قیف افزاینده به ظرف واکنش اضافه شد. در این هنگام همزن مکانیکی متوقف شده تا خروج گاز اکسیژن از سطح مخلوط به پایان رسد. پس از آن، رسوبات نانو اکسید آهن با دستگاه سانتریفیوژ از محلول جداسازی شد. رسوبات طی چند مرحله با آب مقطر شسته شد تا pH محلول به ۸ نزدیک شود. در هر مرحله از افزایش آب مقطر، جداسازی با سانتریفیوژ ضروری است. در پایان رسوبات در یک بشر جمع‌آوری شده و در دمای 60°C درجه سلسیوس خشک شد. مقدار رسوبات جمع‌آوری شده 253 g ($1/584 \text{ mol}$)، راندمان $91/3\%$ بود.

۳-۲- تهیه مخلوط ترمیتی و اجرای آزمون عملکردی

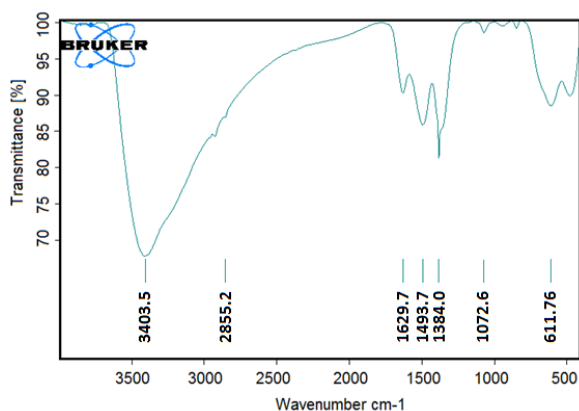
فرمولاسیون ترمیت به‌کار رفته در جدول (۱) آمده است. برای تهیه این فرمولاسیون ابتدا پودرهای تشکیل دهنده الک شدند. پس از آن مقادیر مورد نیاز هر یک با دقت $0/01 \text{ g}$ گرم توزین و به ظرف اختلاط منتقل شد. سپس مواد به صورت دستی و با یک قطعه پلاستیکی نرم ورز داده شد. تمام اجزاء از نوع پودر جامد خشک هستند و امکان پرس آن‌ها وجود ندارد. بنابراین با مقدار کافی لاک کلودیون 4% ترکیب شدند تا امکان پرس فراهم شود. پس از آن، نمونه به مدت ۲۴ ساعت درون آون 60°C تا 50°C قرار گرفت تا حلال آن به‌طور کامل خارج شود. در پایان مخلوط با استفاده از دستگاه پرس ۲ تن به شکل قرص‌های استوانه‌ای شکل توخالی با قطر داخلی ۶ mm قطر بیرونی ۳۰ mm و ارتفاع ۱۵ mm در آمد.

برای بررسی اشتعال مخلوط ترمیتی، از یک قالب با طرح شکل (۱) استفاده شد. بدنه و درپوش بالای این قالب از جنس فولاد با ضخامت ۳ mm و درپوش پایین از جنس آلومینیوم ساخته شد. در قسمت داخلی درپوش آلومینیومی یک پله تعبیه شده که پودر آتشزنه در آن شارژ شد.



شکل ۴- تصویر TEM نانو اکسید آهن سنتز شده.

طیف‌سنجی FT-IR برای شناسایی مولکول‌ها به ویژه تشخیص پیوندهای تشکیل دهنده ساختار مواد مورد استفاده قرار می‌گیرد. طیف مادون قرمز محصول پس از خشک کردن نمونه سنتز شده در دمای PC ۶۰ (به مدت ۲۴ ساعت) در شکل (۵) نشان داده شد. این طیف با استفاده از قرص KBr در محدوده ۴۰۰ تا ۴۰۰۰ cm^{-1} گرفته شد. طبق منابع موجود [۲۳ و ۲۴] نوار جذب کمتر از ۷۰۰ cm^{-1} مربوط به پیوندهای اکسید فلزات است. بر این اساس، تولید محصول Fe_2O_3 با نوار ارتعاشی Fe-O در محدوده ۴۵۰-۶۲۰ cm^{-1} تأیید می‌شود. نوار مشخص در ۶۱۱ cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی Fe-O در $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ است. همچنین نوار مشاهده شده در ۴۸۰ cm^{-1} مربوط به ارتعاش خمشی Fe-O در $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ است. نوار پهن بزرگ در ۳۴۰۳ cm^{-1} نشان دهنده کوئوردیناسیون آب در شبکه در فرم هیدروکسید (کششی OH) است. پیک جذبی در ۱۶۲۹ cm^{-1} می‌تواند مربوط به ارتعاش گروه‌های OH باشد. پیک‌های محدوده ۱۴۰۰ cm^{-1} مربوط به ارتعاش خمشی OH است. دیگر پیک‌ها در ناحیه ۱۰۷۲ cm^{-1} به ناخالصی‌های نمونه مربوط است.

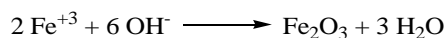


شکل ۵- طیف FT-IR محصول پیش از کلسینه شدن.

مطابق شکل (۶)، نوارهای مربوط به ارتعاشات گروه OH با حرارت‌دهی نمونه حذف شده و تنها پیک‌های نواحی عدد موج پایین باقی می‌مانند. در این طیف، نمونه ۱ بلافاصله پس از رسیدن به دمای ۸۰۰ °C از کوره خارج و آنالیز شد. نمونه ۲، ۳، ۴ و ۵ به ترتیب مربوط به نمونه‌هایی با توقف ۳۰، ۶۰، ۹۰ و ۱۲۰ دقیقه‌ای در کوره هستند.

افزایش pH محلول کاهش می‌یابد. با افزایش پروکسید هیدروژن در انتهای واکنش، حباب‌های ریز و بیشمار اکسیژن از سطح محلول خارج می‌شوند. همزدن مخلوط به خروج سریع‌تر آن کمک می‌کند. به دلیل اندازه بسیار ریز محصول، امکان جداسازی آن با کاغذ صافی (حتی به صورت چند لایه) وجود ندارد و ته‌نشینی رسوبات در مخلوط واکنش ساعت‌ها به طول می‌انجامد.

برای محاسبه راندمان تولید محصول، واکنش نیترات آهن با هیدروکسید سدیم لحاظ می‌شود. در شرایط ایده‌آل به ازای هر ۲ مول نیترات آهن ۹ آب (۸۰۸ گرم) یک مول اکسید آهن (۱۵۹/۶۹ گرم) تهیه می‌شود.

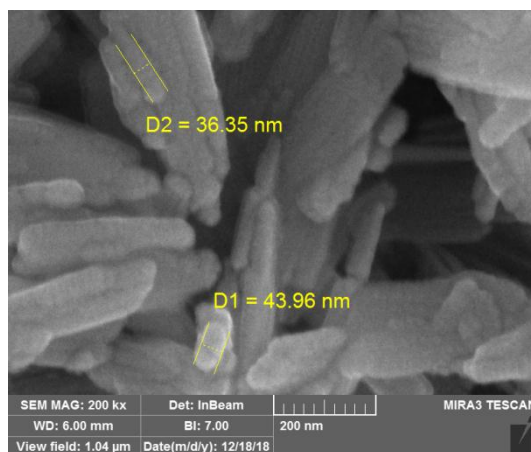


بنابراین راندمان تولید با معادله (۱) قابل محاسبه است.

$$\text{Yield} = \frac{m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times 2M_{\text{FN}} \times 100}{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times m_{\text{FN}}} \quad (1)$$

در این رابطه، m_{Product} جرم محصول به دست آمده پس از خشک کردن نهایی (در این روش ۴/۴ g)، M_{FN} جرم مولکولی نیترات آهن ۹ آب (۴۰۴ g/mole)، $M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ جرم مولکولی اکسید آهن (۱۵۹/۶۹ g/mole) و m_{FN} جرم نیترات آهن ۹ آب مورد استفاده در واکنش (۲۵ g) است. با قرار دادن این مقادیر در معادله (۱)، راندمان محصول ۸۹٪ درصد خواهد بود.

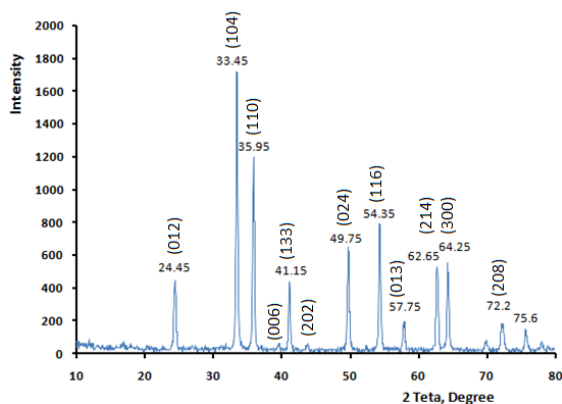
بر اساس تصاویر SEM، ذرات دارای شکل تقریباً میله‌ای با ابعاد نانومتری هستند که در امتداد طولی به هم چسبیده‌اند. قطر این ذرات در حدود ۳۰ تا ۵۰ نانومتر و طول آن‌ها در محدوده ۱۰۰ تا ۲۰۰ نانومتر است. شکل (۳) مورفولوژی ذرات اکسید آهن سنتز شده را با بزرگنمایی ۲۰۰ kx نشان می‌دهد.



شکل ۳- تصویر SEM نانو اکسید آهن با بزرگنمایی ۲۰۰ kx.

ابعاد و شکل ذرات هماتیت سنتز شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) هم مورد بررسی قرار گرفت. تصاویر به دست آمده، اگر چه به دلیل کیفیت پایین دستگاه، وضوح مناسبی ندارند اما مشخص است که انطباق خوبی با تصاویر SEM دارند. در شکل (۴) مورفولوژی ذرات میله‌ای با ابعاد نانومتری تأیید می‌شود.

در واکنش به هدف فولادی وارد می‌شود. حرارت تولید شده آسیب چندانی به بدنه فولادی و درپوش بالا وارد نکرد. تصاویر مربوط به واکنش نمونه‌های آزمایش شده در شکل‌های (۹ و ۱۰) ارائه شده است.



شکل ۸- طیف XRD محصول بعد از کلسینه شدن در دمای 800°C .



شکل ۹- واکنش مخلوط ترمیتی حاوی اکسید آهن میکرونیزه.

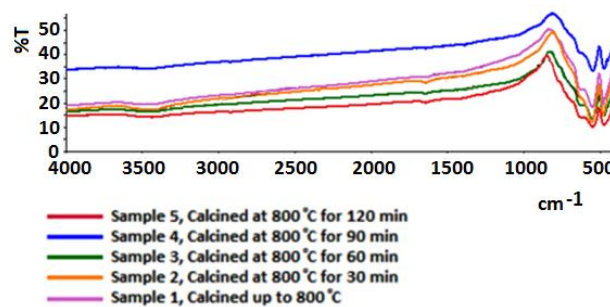


شکل ۱۰- واکنش مخلوط ترمیتی حاوی اکسید آهن نانو.

زمان سوزش این دو نمونه (فرمولاسیون حاوی Fe_2O_3 میکرونیزه و نانو) به ترتیب ۴ و ۳ ثانیه بوده است. اثر حرارت ناشی از واکنش ترمیتی حاوی پودر میکرونیزه و نانو به ترتیب در شکل‌های (۱۱ و ۱۲) نشان داده شد.

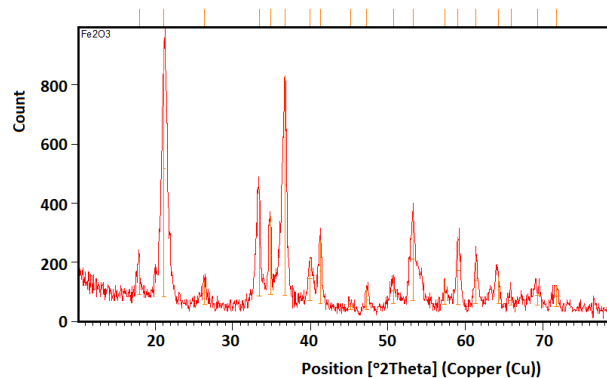
هر دو نمونه توانستند صفحه فولادی ۳ لایه را سوراخ کنند با این تفاوت که قطر سوراخ ایجاد شده با نمونه ترمیتی حاوی نانو ذرات Fe_2O_3 بیشتر بوده است. جمع‌بندی نتایج مقایسه‌ای دو نمونه در جدول (۲) آمده است.

همان‌طور که مشخص است، تفاوت چندانی در طیف‌ها دیده نمی‌شود. بنابراین حرارت‌دهی نمونه تا دمای 800°C منجر به حذف کلیه ناخالصی‌ها و رطوبت می‌شود.



شکل ۶- طیف FT-IR محصول پس از کلسینه شدن در شرایط مختلف.

طیف XRD نمونه نانو اکسید آهن هماتیت در دو شرایط قبل و بعد از کلسینه کردن تهیه شد. طیف XRD محصول قبل از کلسینه شدن در شکل (۷) نشان داده شد. ترکیب پیشنهادی دستگاه اکسید آهن هیدروژن دار است که با نتایج طیف‌سنجی FT-IR نیز مطابقت دارد. هر دو آنالیز، حضور گروه‌های هیدروکسیل (نشان دهنده حضور آب)، مشخص است.



شکل ۷- طیف XRD محصول قبل از کلسینه کردن نمونه.

طیف XRD نمونه بعد از کلسینه شدن در دمای 800°C در شکل (۸) نشان داده شد. در این طیف، پیک‌هایی در موقعیت‌های مختلف دیده می‌شود که دقیقاً با منابع موجود مطابقت دارد. پیک‌های نشان‌داده شده متعلق به سطوح (012)، (104)، (110)، (113)، (024)، (116)، (018)، (214) و (300) ساختار رومبوهدرال $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ است [۲۴ و ۲۵].

۳-۲- نتایج آزمون اشتعالی مخلوط ترمیتی

نتایج آزمون عملکردی نشان داد که هر دو نمونه با اشتعال آتش‌زنه، مشتعل می‌شوند. سرعت واکنش اشتعالی فرمولاسیون حاوی نانو ذرات اکسید آهن در مقایسه با فرمولاسیون حاوی اکسید آهن میکرونیزه بیشتر بوده است. نتایج همچنین نشان داد که عمده حرارت تولید شده

مراجع

- [1] Cornell, R. M. "The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Use"; Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, ISBN 9783527602094, 2004.
- [2] Teja, A. S.; Koh P. Y. "Synthesis, Properties, and Applications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles"; Prog. Cryst. Growth. Charact. Mater. 2009, 55, 22-45.
- [3] Ali, A.; Zafar, H.; Zia, M.; Haq, I.; Phull, A. R.; Ali, J. S.; Hussain, A. "Synthesis, Characterization, Applications, and Challenges of Iron Oxide Nanoparticles"; Nanotechnol. Sci. Appl. 2016, 9, 49-67.
- [4] Wang, R.; Li, B. G.; Huang, T.; Shi, L. "NbCl₅ Catalyzed One-Pot Mannich-type Reaction, Three Component Synthesis of β -Amino Carbonyl Compounds"; Tetrahedron Lett. 2007, 48, 2071-2073.
- [5] Bogusz, R.; Magnuszewska, P.; Florczak, B.; Maranda, A.; Drozdewska, K. "Studies of the Influence of Nano Iron (III) Oxide on Selected Properties of Solid Heterogeneous Propellants Based on HTPB"; Cent. Eur. J. Energ. Mater. 2016, 13, 1051-1063.
- [6] Shamsipour, M.; Pourmortazavi, S. M.; Hajimirsadeghi, S. S. "An Investigation on Decomposition Kinetics and Thermal Properties of Copper-Fueled Pyrotechnic Compositions"; Combust. Sci. Tech. 2011, 183, 575-587.
- [7] Satyawati S. J.; Prajakta R. P.; Krishnamurthy V. N. "Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate in the Presence of Nanosized Ferric Oxide"; Def. Sci. J. 2008, 58, 721-727.
- [8] Sui, H. "Investigation on Reaction Mechanism of Nano-energetic Materials and Application in Joining"; Ph.D. Thesis, Waterloo, Ontario, Canada, 2019.
- [9] ملائی، احمد "شیمی ترکیبات آتشنا"; انتشارات جاودان خرد، چاپ اول، تابستان ۱۳۹۲.
- [10] Justus, J. S.; Roy, S. D. D.; Raj, A. M. E. "Synthesis and Characterization of Hematite Nanopowders"; Mater. Res. Express. 2016, 3, 105037.
- [11] Lee, J. B.; Kim, H. J.; Luznik, J.; Jelen, A.; Pajic, D.; Wencka, M.; Jaglicic, Z.; Meden, A.; Dolinsek, J. "Synthesis and Magnetic Properties of Hematite Particles in a "Nanomedusa" Morphology"; J. Nanomater. 2014, Article ID 902968, 1-9.
- [12] Haw, C. Y.; Mohamed, F.; Chia, C. H.; Radiman, S.; Zakaria, S.; Huang, N. M.; Lim, H. N. "Hydrothermal Synthesis of Magnetite Nanoparticles as MRI Contrast Agents"; Ceram. Int. 2010, 36, 1417-1422.
- [13] Chin, A. B.; Yaacob, I. I. "Synthesis and Characterization of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles via W/O Microemulsion and Massart's Procedure"; J. Mater. Process. Technol. 2007, 191, 235-237.
- [14] Alborno, C.; Jacobo, S. E. "Preparation of a Biocompatible Magnetic Film from an Aqueous Ferrofluid"; J. Magn. Mater. 2006, 305, 12-15.
- [15] Hee, K. E.; Sook, L. H.; Kook, K. B.; Kim, B. K. "Synthesis of Ferrofluid with Magnetic Nanoparticles by Sonochemical Method for MRI Contrast Agent"; J. Magn. Mater. 2005, 289, 328-330.
- [16] Sun, C.; Lee, J. S. H.; Zhang, M. "Magnetic Nanoparticles in MR Imaging and Drug Delivery"; Adv. Drug Delivery Rev. 2008, 60, 1252-1265.
- [17] Kimata, M.; Nakagawa, D.; Hasegawa, M. "Preparation of Monodisperse Magnetic Particles by Hydrolysis of Iron Alkoxide"; Powder Tech. 2003, 132, 112-118.



شکل ۱۱- اثر واکنش ترمیتی حاوی اکسید آهن میکرونیزه.



شکل ۱۲- اثر واکنش ترمیتی حاوی اکسید آهن میکرونیزه.

جدول ۲- مقایسه نتایج واکنش ترمیتی حاوی Fe₂O₃ نانو و میکرونیزه.

| نتایج | | مشخصات |
|----------------------|-----------------------|-------------------------------|
| نمونه حاوی ذرات نانو | نمونه حاوی ذرات میکرو | |
| ۳ | ۴ | زمان سوزش (Sec) |
| ۳۷ | ۳۰ | قطر سوراخ در صفحه فولادی (mm) |

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق نانو ذرات اکسید آهن هماتیت با مورفولوژی میله‌ای طی فرایند ساده هم‌رسوبی با نمک نیترات آهن در محیط قلیایی سنتز شده است. قطر ذرات در حدود ۴۰ nm و طول متوسط آن‌ها در حدود ۱۵۰ nm بود. محصول پس از خشک شدن در آون ۶۰ °C همچنان دارای رطوبت است که در آنالیزهای FT-IR و XRD تأیید شد. با کلسینه شدن نمونه اثر گروه هیدروکسیل در طیف‌ها از بین رفت. در طیف FT-IR نوار ارتعاشی پیوند Fe-O در ناحیه عدد موج پایین پدیدار شد. در آنالیز XRD هم ساختار کریستالی رومبوهدرال برای محصول اثبات شد. استفاده از این محصول از طریق بهبود سطح درگیر واکنش، موجب افزایش کارایی اشتعالی مخلوط ترمیتی مشابه حاوی ذرات میکرونیزه شده و زمان سوزش آن را در حدود ۲۵ درصد کاهش داده است. علاوه بر این با افزایش سرعت سوزش، کارایی آن بر روی هدف بیشتر شده است.

- [22] Nyiro-Kosa, I.; Recnik, A.; Posfai, M. "Novel Methods for the Synthesis of Magnetite Nanoparticles with Special Morphologies and Textured Assemblages"; *J. Nanoparticle Res.* 2012, 14, 1150.
- [23] Yousefi, T.; Golikand, A. N.; Mashhadizadeh, M. H. "Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles at low Bath Temperature Characterization and Energy Storage Studies"; *Mater. Sci. Semicond. Process* 2013, 16, 1837-1847.
- [24] Sreeja, V.; Joy, P. A. "Microwave-Hydrothermal Synthesis of γ - Fe_2O_3 Nanoparticles and Their Magnetic Properties"; *Mater. Res. Bull.* 2007, 42, 1570-1576.
- [25] Phuoc, L. H.; Tho, D. D.; Dien, N. D.; Hien, V. X.; Vuong, D. D. " $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ and LPG Sensing Properties of α - Fe_2O_3 Microflowers Prepared by Hydrothermal Route"; *Sci. Tech. Dev.* 2016, 19, 107-115.
- [18] Lassoued, A.; Ammar, S. "Control of the Shape and Size of Iron Oxide (α - Fe_2O_3) Nanoparticles Synthesized through the Chemical Precipitation Method"; *Results Phys.* 2017, 7, 3007-3015.
- [19] Cui, H.; Feng, Y.; Ren, W.; Zeng, T.; Lv, H.; Pan, Y. "Strategies of Large Scale Synthesis of Monodisperse Nanoparticles"; *Recent Pat. Nanotech.* 2009, 3, 32-41.
- [20] Farahmandjou, M.; Soflaee, F. "Low Temperature Synthesis of α - Fe_2O_3 Nano-Rods Using Simple Chemical Route"; *J. Nanostruct.* 2014, 4, 413-418.
- [21] Farahmandjou, M.; Soflaee, F. "Synthesis and Characterization of α - Fe_2O_3 Nanoparticles by Simple Co-Precipitation Method"; *Phys. Chem. Res.* 2015, 3, 193-198.