

تهیه و مطالعه نانو اکسیدهای مختلط آهن-باریم با روش تجزیه حرارتی کمپلکس

معدنی

مسعود رفیق اسماعیل زائی، حمیده سراوانی* و مهدی شهرکی

دانشکده شیمی، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان، ایران

تاریخ دریافت: ۹۵/۰۶/۱۶

تاریخ تصحیح: ۹۶/۰۲/۱۱

تاریخ پذیرش: ۹۶/۰۲/۲۰

چکیده

در تحقیق حاضر، تهیه و شناسایی نانو ذرات اکسید مختلط آهن-باریم، $BaFe_2O_4$ با استفاده از کمپلکس $[Fe(phen)_3]_2[Ba(SCN)_6(H_2O)_2]$ به روش تجزیه حرارتی کمپلکس پیش‌ساز معدنی، گزارش گردیده است. کمپلکس فوق طبق مطالعات انجام شده به مدت ۴ ساعت در دمای $900^\circ C$ قرار گرفت. خواص و اندازه نانو ذرات بدست آمده با استفاده از تکنیک‌های SEM ، $FT-IR$ ، VSM و XRD مورد مطالعه و شناسایی قرار گرفت. تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل (۳) نشان می‌دهد نانو ذرات سنتز شده تقریباً مورفولوژی یکسان و تخلخل زیادی دارند و برای استفاده به عنوان کاتالیزور مناسب می‌باشند. با استفاده از معادله شرر میانگین اندازه بلورکها $5/41nm$ بدست آمد. از نتایج بدست آمده از مغناطیس سنج نشان داد که نانو ذرات سنتز شده از نوع فرومغناطیس نرم می‌باشد. همچنین با توجه به اینکه فقط یک فاز در ترکیب تشکیل شده بود و پراش‌ها فقط مربوط به $BaFe_2O_4$ می‌باشد، موید این واقعیت بود که فاز بلوری حاصل خالص می‌باشد.

واژگان کلیدی: تجزیه حرارتی، نانو ذرات اکسیدی باریم، نانو ذرات اکسیدی آهن.

۱- مقدمه

در سالهای اخیر معلوم شده است که نانوذرات اکسیدی آهن با توجه به مغناطیسی بودن، تقریباً خواص یکنواختی دارند این عامل باعث شده تا این نانو ذرات کاربردهای فراوانی در کشاورزی، پزشکی، مهندسی، صنایع فضایی، صنایع نظامی و سایر علوم پیدا کنند. نانو ذرات آهن به ویژه مگنتیت به علت داشتن کاربردهای فراوان مانند فتوکاتالیست‌ها، سیال‌های مغناطیسی، مواد مغناطیسی نرم، انتقال دارو، رنگ و غیره بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. یکی از کاربردهای نانوذرات آهن در پزشکی و در درمان سرطان می‌باشد. برای از بین بردن سلولهای سرطانی باید دما بین ۴۲ تا ۴۶ درجه سانتی گراد باشد که برای این روش درمانی از نانوذرات آهن اکسید به طور چشم‌گیری استفاده می‌شود با اتصال مواد دارویی به سطح نانوذرات آهن و تحت میدان مغناطیسی مستقیم، ذرات مذکور به طور ویژه‌ای به غده سرطانی متصل شده و تحت میدان

خارجی حرارت‌دهی می‌شوند و سرانجام منجر به از بین رفتن حرارتی غده‌ها و تومورها می‌شوند. نانوذرات آهن در درمان بیماری‌های ژنتیکی، عکسبرداری از بدن و تشخیص بیماری به وسیله MRI کاربرد دارند [۴-۱].

۲- روش تجربی

۲-۱- مواد شیمیایی و دستگاه‌ها

۲-۱-۱- مواد شیمیایی و حلال‌هایی که در این تحقیق استفاده شده اند به شرح زیر می‌باشند

اتانول مطلق (C_2H_5OH) از شرکت شیمیایی نور رازی تهیه شده است، ۱۰،۱- فنانترولین ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)، آهن II کلرید چهار آبه، باریم کلرید دو آبه از شرکت شیمیایی Merck تهیه شده اند آب دو بار تقطیر (H_2O) در آزمایشگاه تهیه شد

۲-۱-۲- دستگاه‌های مورد استفاده

طیف سنجی مادون قرمز (FT-IR)، آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف سنجی توزیع انرژی (EDX)، مغناطیس سنج با نمونه ارتعاشی (VSM)

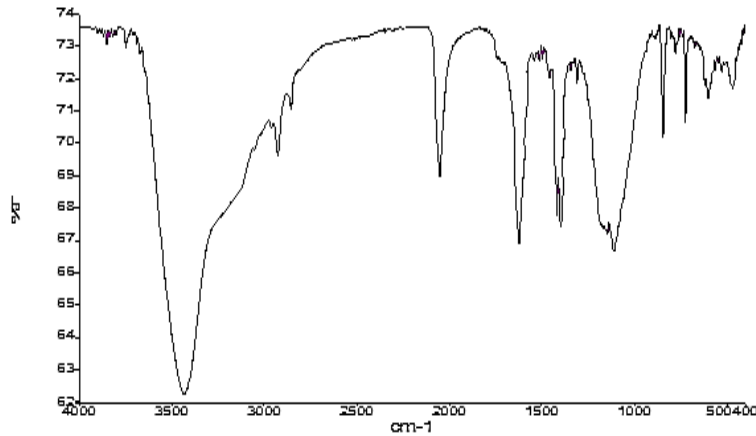
۲-۲- سنتز

برای تهیه کمپلکس (۱) $[Fe(phen)_3]_2[Ba(SCN)_6(H_2O)_2]$ ، بخش آنیونی و کاتیونی جداگانه سنتز و سپس کمپلکس آنیونی به آرامی به کمپلکس کاتیونی اضافه شد. بعد از چند روز بلورهای کمپلکس به روش تبخیر آهسته حلال تشکیل گردید. سپس، بلورهای کمپلکس فوق درون بوتله چینی در یک کوره الکتریکی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴ ساعت قرار داده شد و نانو ذرات اکسیدی $BaFe_2O_4$ حاصل شد.

۳- بحث و نتیجه گیری

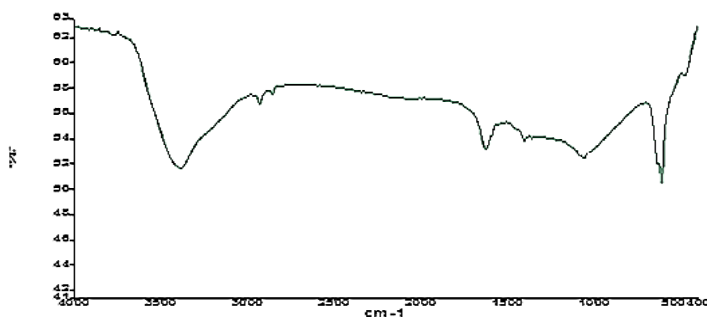
طیف مادون قرمز کمپلکس مورد نظر در شکل ۱ نشان داده شده است. همانگونه که در شکل دیده می‌شود نوار پهن در ناحیه $3500-3000\text{cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاشات کششی O-H آب و ارتعاش خمشی آن در ناحیه 1630cm^{-1} مشاهده می‌شود. نوارهای مربوط به ارتعاشات کششی C-H آروماتیک مربوط به لیگاند فنانترولین به صورت نوارهای ضعیف در ناحیه 3000cm^{-1} قابل رویت است. نوار مشاهده شده در ناحیه 2062cm^{-1} مربوط به $N=C$ لیگاند تیوسیانیید است. نوار مشاهده شده در ناحیه $1430-1320\text{cm}^{-1}$ مربوط به فرکانس ارتعاشات کششی $C=N$ و $C=C$ حلقه فنانترولین می‌باشد. [۵-۷] نوارهای ضعیف مشاهده شده در ناحیه $800-600\text{cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاشات نامتقارن حلقه پیریدینی می‌باشد. [۵] همچنین نوار کششی مربوط به C-S لیگاند تیوسیانیید در این ناحیه قرار می‌گیرد. [۹]

Archive of SID



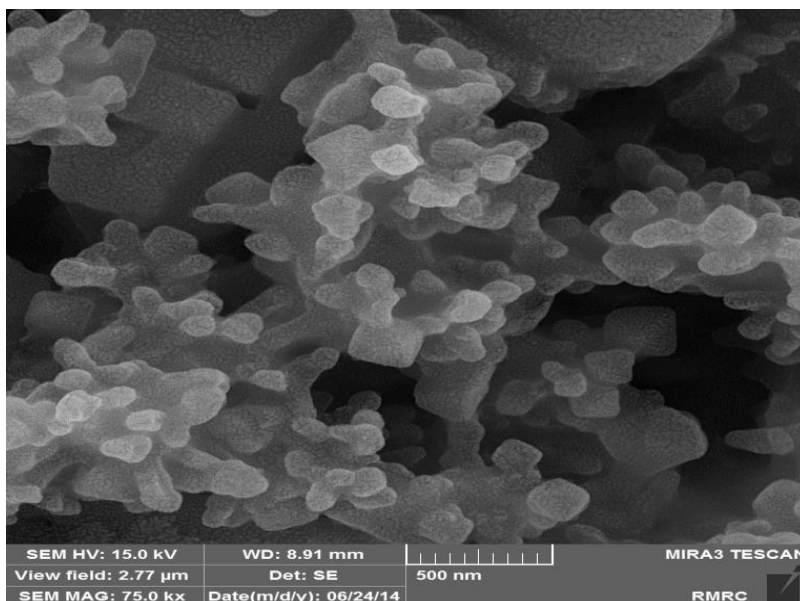
شکل ۱- طیف FT-IR کمپلکس (۱) به روش قرص KBr

طیف مادون قرمز کمپلکس مورد نظر بعد از کوره در شکل ۲ نشان داده شده است. نوار پهن در ناحیه cm^{-1} 3385^1 مربوط به ارتعاشات کششی O-H آب و نوار در ناحیه 1621cm^{-1} مربوط به ارتعاشات خمشی مولکول آب می‌باشد. نوار مربوط به آهن-اکسیژن در ناحیه $580-630\text{cm}^{-1}$ به وضوح دیده می‌شود که با نوار باریم-اکسیژن هم‌پوشانی می‌کند. [۱۰]



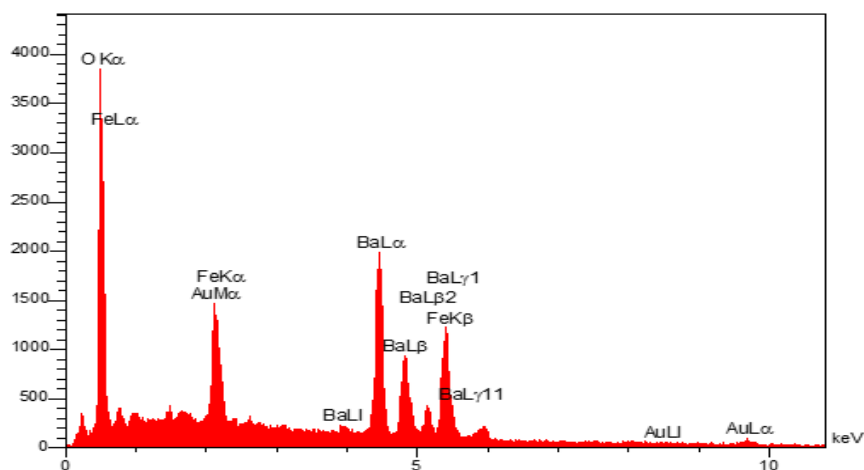
شکل ۲- طیف FT-IR کمپلکس (۱) بعد از کلسینه شدن به روش قرص KBr

تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی در شکل (۳) نشان می‌دهد نانو ذرات سنتز شده تقریباً مورفولوژی یکسان و تخلخل زیادی دارند و برای استفاده به عنوان کاتالیزور مناسب می‌باشد. اندازه نانو ذرات بدست آمده در محدوده ۵۴ نانومتر می‌باشد.



شکل ۳- تصویر SEM کاتالیست $BaFe_2O_4$

نتایج حاصل از طیف سنجی تفرق انرژی نانو بلورهای اکسید آهن-باریم در شکل ۴ نمایش داده شده است، بیانگر این واقعیت است که نمونه‌های سنتز شده از عنصرهای آهن، باریم و اکسیژن تشکیل شده‌اند. همچنین $A\%$ و $W\%$ عناصر نمونه در جدول ۱ آمده است.

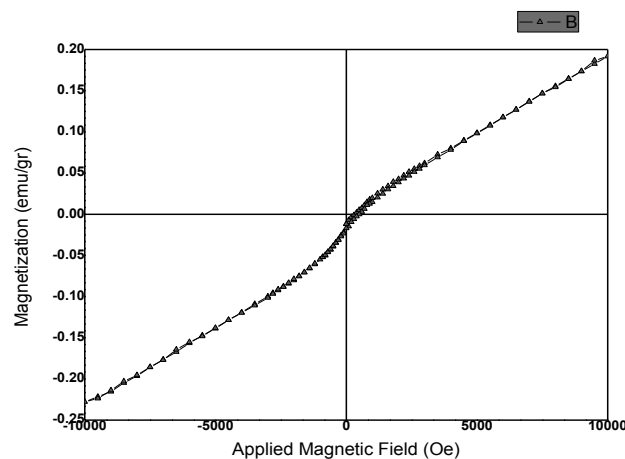


شکل ۴- طیف EDX نانو ذرات $BaFe_2O_4$ حاصل از کمپلکس (۱)

جدول ۱. نتایج مربوط به طیف نانو اکسید BaFe₂O₄ حاصل از کمپلکس (۱)

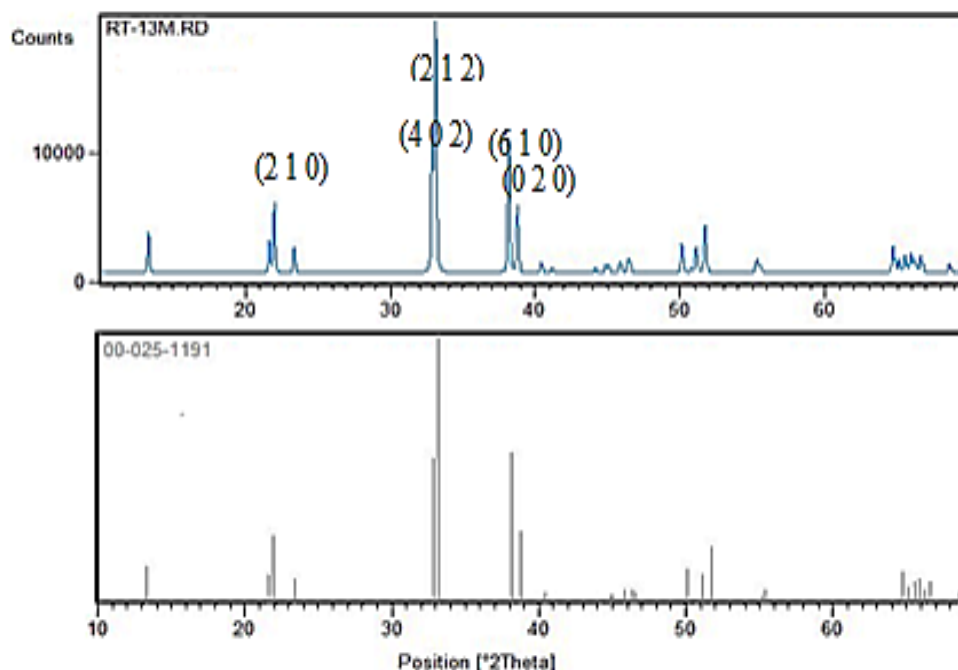
عنصر	درصد اتمی	درصد وزنی
O	۵۷/۹۱	۱۹/۱۸
Fe	۲۶/۱۲	۳۰/۸۲
Ba	۱۲/۲۴	۳۴/۷۹
Au	۳/۷۳	۱۵/۲۱

مواد در میدان مغناطیسی خارجی رفتار متفاوتی از خود نشان می دهند و با توجه به جهت گیری مغناطش می توان نوع گونه مغناطیس را مشخص نمود. شکل ۵ نمودار مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی را نشان می دهد. نتایج بدست آمده از مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی برای نانو ذرات تهیه شده موید این مطلب است که نانو ذرات بدست آمده در ناحیه میدان اعمال شده $H_c = 83/3 \text{ emu/gr}$ مقدار $4000 - (-4000)$ می باشد و کمتر از ۱۰۰ است منحنی بدست آمده دارای حلقه هیسترزیس باریک می باشد. از نتایج بدست آمده می توان نتیجه گرفت که نانو ذرات سنتز شده از نوع فرومغناطیس نرم می باشد.



شکل ۵- نمودار خاصیت مغناطیسی نانو ذرات

شکل ۶ الگوی XRD مربوط به نمونه کلسینه شده کمپلکس (۱) را نمایش می دهد. برای تعیین ساختار بلوری، از دستگاه پراش اشعه X با طول موج $\lambda = 0.15405 \text{ nm}$ در زوایای $70^\circ - 10^\circ$ استفاده شده است. بلورکهای سنتز شده دارای تقارن ارتورومبیک می باشد و با نمونه استاندارد (۱۱۹۱-۰۲۵۱-۰۰) تطابق دارد. پراش با بیشترین شدت در $2\theta = 33/156$ قرار دارد که دارای اندیس میلر (۲۱۲) با فاصله بین صفحات $d = 3/137$ است. میانگین اندازه بلورک ها $5/417 \text{ nm}$ می باشد. با توجه به اینکه فقط یک فاز در ترکیب تشکیل شده و پراشها فقط مربوط به BaFe₂O₄ می باشد بیانگر این واقعیت است که فاز بلوری حاصل خالص می باشد.



شکل ۶- الگوی XRD کمپلکس ۱ بعد از کلسینه شدن

خلاصه

این مطالعه تأییدی بر استفاده‌ی موفقیت‌آمیز از تجزیه حرارتی کمپلکس‌های معدنی جهت سنتز نانو ذرات بود. نتایج بدست آمده بیانگر این واقعیت است که نمونه کلسینه شده تک فازی بوده و متعلق به $BaFe_2O_4$ می‌باشد میانگین اندازه ذرات با استفاده از معادله شرر $5/417nm$ محاسبه شد. همچنین خواص مغناطیسی مواد در حالت توده‌ای با مقیاس نانو متفاوت بوده و نمونه‌های کلسینه شده مورفولوژی یکسان و تخلخل بالایی دارند. از آنجا که وجود باریم مقاومت حرارتی را افزایش می‌دهد با استفاده از باریم در نانوذرات آهن می‌توان به نانوذراتی با خاصیت مغناطیسی و همراه با مقاومت حرارتی بالا دست یافت.

۴- تقدیر و تشکر

نویسندگان مقاله از حمایت‌های مالی معاونت پژوهشی و فناوری دانشگاه سیستان و بلوچستان صمیمانه تشکر می‌نمایند.

۵- مراجع

[۱] دهنوخلیجی، علی اکبر؛ دانشگاه گلستان، مجله شیمی کاربردی، شماره ۳۱ (۱۳۹۳) ص ۳۹.

- [2] M. Ashraf, M.R. Foolad, *Environmental and Experimental of Botany*, **59** (2007) 206–216.
 [3] M.T. Swihart, *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, **8** (2003) 127-133.
 [4] M.C. Michael, R.D Shull, R.D. Swartzendruber, L.J. Bennett, *J. Magn. Magn. Mater*, **111** (1992) 29-33.
 [5] G. Aharon, *Science Direct*, **1** (2004) 47-55.
 [6] B. Laik, M. Durandetti, J. Pe´richon, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, **602** (2007) 275–279.

- [7] S. Archana ., R. J. Shanthi, *Indian Journal of Advances in Chemical Science*, **2** (1) (2013) 83-88.
- [8] E. Guney, V. T. Yilmaz, C. Kazak, *Polyhedron*, **29** (2010) 1285–1290.
- [9] A. Sabatini, I. Bertini, *Inorg. Chem.* **4** (1965) 1665-1667.
- [10] P. Laokul, V. Amornkitbamrung, S. Seraphin, S. Maensiri, *Current Applied Physics*, **11** (2011) 101-108.

