فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۵، شماره‌ی ۲، تابستان ۱۳۹۵

سنتز نانوذرات کامپوزیتی حاوی نانولوله‌های کربنی– پلی آنیلین– فریت نیکل و بررسی خواص ساختاری آن

فرهود حیدری[۱]، مهرداد منطقیان*[۲]، سید سلمان سید افقهی[۳]

[۱] گروه نانوفناوری، بخش مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس

[۲] دانشکده مهندسی شیمی، دانشگاه تربیت مدرس

[۳] مرکز مواد پیشرفته و نانوفناوری، دانشگاه جامع امام حسین (ع)

* manteghi@modares.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۳۹۵/۱/۲۱

پذیرش: ۱۳۹۵/۹/۳۰

کلید واژه:

نانوذرات فریت نیکل، مواد فرو مغناطیس، روش پلیمریزاسیون بذرافشانی، روش هم رسوبی

چکیده:

با توجه به اهمیت نانوذرات مغناطیسی در کاربردهایی همچون ذخیره مغناطیسی، زیستی، مواد با فرکانس بالا، کاتالیست‌ها و صنایع نفتی، در این تحقیق نانوذرات فریت نیکل ($NiFe_2O_4$) توسط روش همرسوبی (co-precipitation)، بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده توسط فرآیند پلیمریزاسیون بذرافشانی که حاوی مکان‌های مناسب جوانه‌زنی می‌باشند ایجاد گردیده‌اند. آنالیز ساختاری ماده توسط دستگاه پراش پرتو اشعه ایکس (XRD) صورت گرفت. با استفاده از رابطه شرر، متوسط اندازه کریستالیت، ۱۱/۶ نانومتر حاصل گردید. تست طیف سنجی مادون قرمز (FTIR)، در محدوده $300\ cm^{-1}$ تا $4000\ cm^{-1}$ صورت گرفت. دو باند جذب در $594cm^{-1}$ و $416cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش یون‌های فلزی در ساختار اسپینل و پیک‌های مربوط به نانولوله‌های کربنی عامل دار و پلی آنیلین هادی نیز شناسایی گردیدند. نتایج حاصل از منحنی‌های مرئی– فرابنفش موید ساخته شدن نانولوله‌های پلیمره گردیده می‌باشد. طبق تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)، نانوکامپوزیت ساخته شده حاوی نانولوله‌های کربنی با پوشش یکنواخت پلیمر و نانوذرات فریتی کروی با قطر متوسط ۸/۳۱ نانومتر می‌باشند.

۱- مقدمه

نانولوله‌های کربنی به علت دارا بودن خواص فیزیکی برجسته‌ای چون مساحت سطحی بسیار بالا، استحکام مکانیکی زیاد با وجود وزن بسیار سبک، پایداری دمایی و شیمیایی بالا، آنها را به کاندیدی ایده آل برای بارگذاری داروها [۱]، نقاط کوانتومی [۲]، کاتالیست‌ها [۳-۴]، ذرات مغناطیسی [۵]، و غیره [۶]، تبدیل نموده و لذا تحقیقات وسیعی در این ارتباط در حال انجام است.

در سال های اخیر، نانوذرات مغناطیسی به عنوان مواد جدید کاربردهایی در زمینه‌های مختلف چون ذخیره مغناطیسی [۷-۹]، زیستی [۱۰-۱۱]، و مواد با فرکانس بالا [۱۲-۱۳]

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

را به خود اختصاص داده‌اند. در بین نانوذرات مغناطیسی مختلف، آهن- کبالت و نیکل دارای خواص مغناطیسی ممتاز می‌باشند، مغناطیس اشباع بالا، نیروی پسماند زدای کم، دمای کوری بالا و القای مغناطیسی بزرگ جز ویژگی‌های این نانوذرات می‌باشند.

نیکل به علت فعالیت کاتالیستی نسبتا بالاتر و قیمت پایین‌تر در مقایسه با فلزات گرانبها، گزینه‌ای ایده‌آل برای ساخت نانوکامپوزیت نانولوله کربنی- نانوذرات فلزی بوده و در کاربردهایی چون کاتالیست (۱۴)، ذخیره سازی هیدروژن (۱۵)، باتری الکتروشیمیایی (۱۶) و غیره مورد استفاده قرار می‌گیرد.

تا به امروز فلزات زیادی چون پلاتین، طلا، پالادیوم، نقره، روتینیوم و نیکل به صورت موفقیت آمیزی بر سطح نانولوله‌های کربنی رسوب داده شده و نانولوله‌های کربنی آلاییده شده با نانوذرات فلزی یا اکسید فلزی حاصل گردیده‌اند [۱۷-۱۹].

آلاییدن نانولوله‌های کربنی، منجر به ایجاد خواصی جدید در نانولوله‌ها شده و در نتیجه حوزه کاربردی آن‌ها را گسترش خواهد داد. این نانوکامپوزیت‌ها، خواص حسگری [۲۰-۲۱]، و بازده کاتالیستی [۲۲] قابل توجهی را از خود نشان می‌دهند.

اخیرا، نانوذرات پلاتین بر سطح نانولوله‌های کربنی عامل دار شده توسط پلی اکریلیک اسید به عنوان زمینه‌ای برای نشانش نانوذرات رسوب داده شده‌اند [۲۳]. عامل دار شدن سطحی نانولوله‌های کربنی توسط پلیمر، فاکتوری مهم در کنترل جوانه زنی، رشد و توزیع نانوذرات فلزی رسوب داده شده بر سطح نانولوله‌ها می‌باشد.

در این تحقیق پلی آنیلین هادی به روش بذر افشانی بر سطح نانولوله‌های کربنی پوشش داده شده و در ادامه یون‌های آلیاژی آهن-نیکل از طریق پیوند کووالانسی داتیو بر سطح شاخه های پلیمر احیا گردیده و نانوذرات آلیاژی جوانه زده و در ادامه توسط عامل احیایی سدیم بورو هیدرید یون‌های بیشتری احیا گردیده و رشد جوانه‌های تشکیل شده فریت اسپینل را خواهیم داشت. نتایج آزمایشگاهی نشان دهنده‌ی توزیع یکنواخت نانوذرات فریت اسپینل بر سطح خارجی نانولوله‌های پلیمره شده می‌باشد.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق، اسید نیتریک، اسید سولفوریک، آنیلین، پرسولفات آمونیوم، اسید هیدروکلریک، اتیلن گلیکول، سدیم بوروهیدراید، نیترات آهن و نیکل از شرکت MP هلند و نانولوله‌های کربنی از شرکت نوترینو تهیه گردید. در این تحقیق به منظور سنتز کامپوزیت مورد نظر ابتدا ۱ گرم نانولوله کربنی چند جداره به یک مخلوط حاوی ۷۰ سی‌سی اسید نیتریک غلیظ و ۱۰۵ سی سی اسید سولفوریک غلیظ اضافه گردید و به مدت ۲ ساعت تحت اعمال امواج آلتراسونیک در دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد و سپس به مدت ۶ ساعت تحت همزنی مکانیکی قرار داده شد. بعد از این مرحله مخلوط را سانتریفیوژ نموده و اسید باقی مانده را جدا کرده، سپس با استفاده از سیستم شستشوی طراحی گردیده که شامل قیف بوخنر، کاغذ صافی و پمپ خلأ می‌باشد اقدام به شستشوی نانو لوله‌های کربنی عامل دار نموده کرده و این عمل را چندین بار تکرار نمودیم، در نهایت نمونه‌ها را در داخل کوره‌ای با دمای ۶۰

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

درجه سانتی گراد و به مدت ۱۲ ساعت خشک نمودیم.

برای سنتز پلی آنیلین و نشاندن آن بر سطح نانولوله‌های کربنی از روش پلیمریزاسیون بذر افشانی استفاده گردید. برای این منظور ۴۰ سی سی محلولی آبی حاوی ۰/۲ سی‌سی مونومر آنیلین تهیه گردیده و ۲/۴ میلی گرم نانولوله کربنی عامل دار به آن اضافه گردیده و سوسپانسیون مورد نظر به مدت ۱۰ دقیقه تحت امواج آلتراسونیک پروبی به مدت ۱۰ دقیقه قرار داده شد، سپس آن را به داخل آلتراسونیک حمامی انتقال داده و توسط پیپت مدرج، ۱۰ سی‌سی محلول ۱ میلی مولار $(NH_4)_2S_2O_8$ را به همراه ۰/۱۱۴۴ سی‌سی HCl که قبلا تهیه شده بود را در مدت نیم ساعت به سوسپانسیون مورد نظر اضافه گردید. سوسپانسیون مورد نظر تحت همزنی مغناطیسی در داخل حمام یخ با دمای حدود ۳ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت به منظور تکمیل فرآیند پلیمریزاسیون قرار گرفته شد. پس از آن، سوسپانسیون را بدون همزنی ۱۵ دقیقه به حال خود رها کرده و آنگاه شاهد رسوب نانولوله‌های کربنی پلیمره شده بودیم در حالی که رنگ مایع بالای آن سبز رنگ بود. نمونه مورد نظر توسط سیستم شستشوی طراحی شده چندین بار توسط آب و اتانول شسته شد تا رنگ مایع خارج شده از قیف بوخنر بی رنگ گردد و در نهایت نمونه‌ها را در داخل کوره‌ای با دمای ۶۰ درجه سانتی گراد و به مدت ۱۲ ساعت خشک نمودیم.

بمنظور ایجاد نانوذرات مغناطیسی بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده، ۰/۱۵۱۷ گرم نمک نیتراتی آهن و نیکل را به نسبت وزنی یک به یک، به همراه ۳۰ میلی گرم نانوتیوب پلیمره شده و ۵۴ میلی گرم هیدروکسی سدیم مخلوط نموده و با افزودن اتیلن گلیکول، حجم به ۵۰ سی‌سی رسانده شد، سوسپانسیون حاصل گردیده به مدت نیم ساعت تحت سونیک پروبی با توان ۲۰۰ وات قرار داده شد. در ادامه محلول ۱۰ سی‌سی حاوی ۰/۵۲ گرم $NaBH_4$ و اتیلن گلیکول تهیه نموده و این محلول را در مدت نیم ساعت قطره قطره توسط پیپت مدرج به سوسپانسیون مورد نظر، تحت شرایط خلأ نسبی اضافه نمودیم، سوسپانسیون به مدت ۳ ساعت در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد تحت همزنی مغناطیسی قرار گرفته شد. در نهایت نمونه‌های ساخته شده در سیستم شستشو و توسط اتانول ۳ بار شسته شده و پس از خشک کردن در آون، نمونه‌ها در دسیکاتور خلأ نگهداری شدند.

مقداری از ماده ساخته شده را جهت بررسی اثر اندازه نانو ذره و اثر افزایش کریستالینیتی بر خواص مغناطیسی در دمای ۱۰۰°C به مدت ۱۲ ساعت تحت عملیات حرارتی آنیلینگ، در کوره خلأ قرار گرفته شدند.

برای شناسایی ترکیب فازی پودر سنتز شده از پراش اشعه ایکس استفاده شد. از دستگاه پراش اشعه ایکس مدل XMD 300 که منبع X-ray مورد استفاده در آن تفنگ نشر کننده CuK_α بود استفاده شد و انجام عملیات پراش در محدوده ۸۰-۱۰ درجه صورت گرفت. طیف سنجی مادون قرمز با استفاده از دستگاه FT-IR مدل Bruker استفاده شد. جهت بررسی مورفولوژی پودر از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل VEGA/TESCAN-LMU استفاده شد. جهت بررسی ریزساختاری از دستگاه TEM مدل Zeiss-EM10C-80 KV استفاده شد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

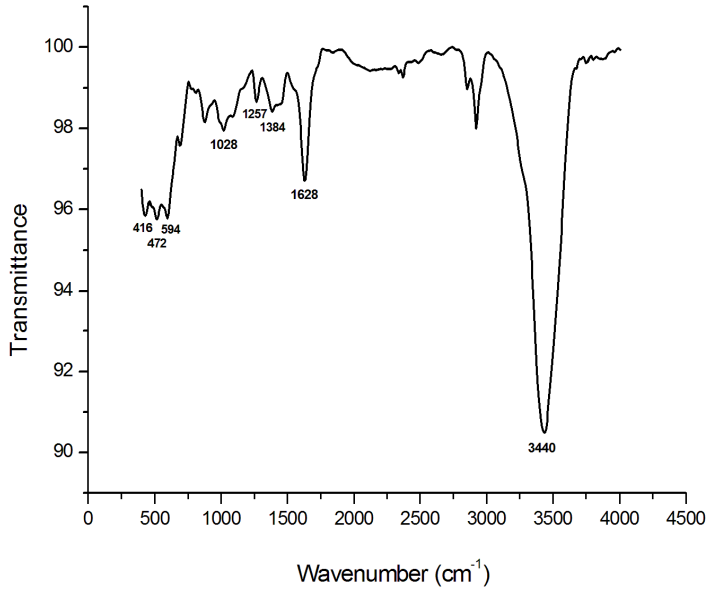
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

۳- نتایج و بحث

۳-۱- طیف سنجی مادون قرمز

طبق شکل ۱ پیک‌های جذب تبدیل فوریه مادون قرمز مربوط به نانوکامپوزیت CNT–PANI-$NiFe_2O_4$ در ۴۱۶، ۴۷۲، ۵۹۴، ۱۰۲۸، ۱۲۵۷، ۱۳۸۴، ۱۶۲۸، ۳۴۴۰ بر سانتی‌متر مشاهده گردید.

پیک مشخصه‌ی نانو لوله کربنی، در ۱۶۲۸ بر سانتی متر بوده، که ناشی از ارتعاش انبساطی متقارن پیوند C=C می‌باشد. پیک ۱۳۸۴ مربوط به ارتعاش انبساطی پیوند C=O می‌باشد و پیک مشاهده گردیده در ۱۰۲۸ مربوط به گروه‌های O-H– می‌باشد. پیک ۱۰۲۸ بر سانتی‌متر مربوط به ارتعاش پیوند O-H می‌باشد [۲۴]. نتایج بالا بیانگر تشکیل گروه‌های کربوکسیلیک اسید بر دیواره‌های جانبی نانولوله‌های کربنی می‌باشد. باند مشاهده گردیده در ۱۲۵۷ بر سانتی‌متر، مربوط به پیوند C-N در حالت انبساطی بوده و پیک مشاهده گردیده در ۴۷۲ بر سانتی‌متر را می‌توان به ارتعاش خارج از صفحه‌ی گروه‌های C-H= موجود در موقعیت ۱ و ۴ حلقه بنزنی نسبت داد و این مؤید وجود پلی آنیلین در کامپوزیت مورد نظر می‌باشد.



شکل ۱- آنالیز FT-IR از نانولوله‌های کربنی پلیمره شده حاوی نانو ذرات فریتی

در این پیک‌ها، دو پیک در محدوده $۶۰۰cm^{-1}$ -$۳۰۰cm^{-1}$ مشاهده می‌شود که تشکیل فاز فریت نیکل را تایید می‌نمایند. در ساختار اسپینل فریت نیکل دو زیر شبکه تتراهدرال (tetrahedral) و اکتاهدرال (octahedral) وجود دارد که این دو زیر شبکه در طیف مادون قرمز دارای دو باند جذبی در محدوده $۶۰۰ cm^{-1}$ و $۴۲۵ cm^{-1}$ می‌باشند. که این پیک‌ها در این ساختار در ۵۹۴ و ۴۱۶ قرار دارند. که مشخص کننده ساختار دو پیک اولیه هستند و جابجایی موقعیت پیک‌ها به علت فاصله بین یون‌های Fe^{3+} و O^{2+} می‌باشد، پیک‌های مشاهده گردیده در $۱۶۲۸cm^{-1}$ و $۳۴۴۰cm^{-1}$ به ترتیب مربوط به انبساط پیوند O-H و ارتعاش ناشی از خمش H-O-H بوده و این ناشی از جذب آب می‌باشد.

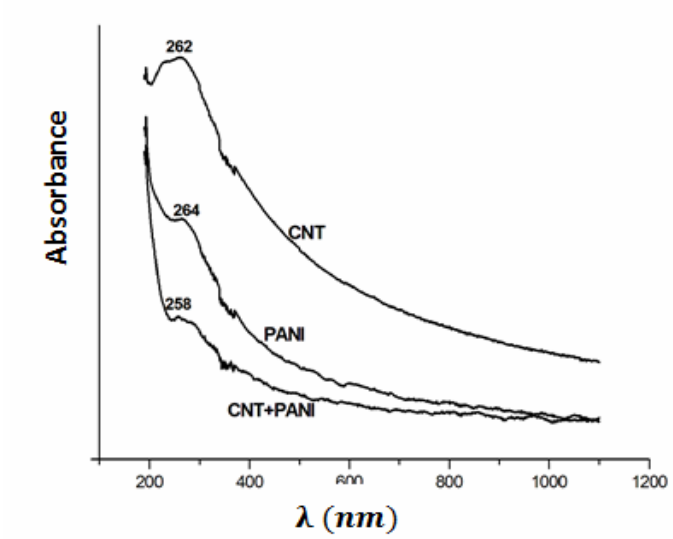
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

همانطور که در ادامه مشاهده خواهد شد، نتایج حاصل گردیده در توافق با نتایج حاصل از تست UV-vis، SEM و TEM می‌باشد بنابراین نتیجه‌گیری می‌گردد که پلی آنیلین سطح نانو لوله‌های کربنی را به خوبی پوشش داده و نانوکامپوزیت حاوی نانوتیوب کربنی و پلیمر و فریت نیکل به صورت موفقیت آمیزی سنتز گردیده است.

۳-۲- بررسی طیف مادون قرمز- مرئی (UV-vis)

طیف UV-vis حاصل گردیده از نانو لوله‌های کربنی، پلی آنیلین و کامپوزیت نانولوله کربنی- پلی آنیلین در شکل ۲ نشان داده شده است. نانولوله کربنی یک پیک جذب را در طول موج ۲۶۲ نانومتر وپلی آنیلین یک پیک جذبی را در طول موج ۲۶۴ نانومتر، مطابق شکل از خود نشان داده‌اند. در کامپوزیت CNT-PANI پیک جذبی در طول موج ۲۵۸ نانومتر مشاهده گردیده است که به میزان ۴ نانومتر با پیک مشاهده گردیده در CNT اختلاف دارد که علت آن می‌تواند ناشی از ناشی از فعل و انفعال انجام گرفته بین نانو لوله‌های کربنی و لایه پلیمری و حالت الکترونی القا شده در اثر عمل دوپینگ باشد که در اثر آن، فعل و انفعال بین موقعیت‌های ایمینی در پلی آنیلین و گروه‌های کربوکسیلیک موجود در سطح نانو تیوب‌ها انجام گرفته و تسهیل در جابجایی الکترونی در داخل کامپوزیت نتیجه می‌گردد، و لذا افزایش هدایت الکتریکی کامپوزیت پلیمری را خواهیم داشت [۲۵].



شکل ۲- طیف مرئی- فرابنفش حاصل گردیده از نانولوله‌های کربنی، پلی آنیلین و ساختار هسته- پوسته آن‌ها

۳-۳- بررسی فازی (XRD)

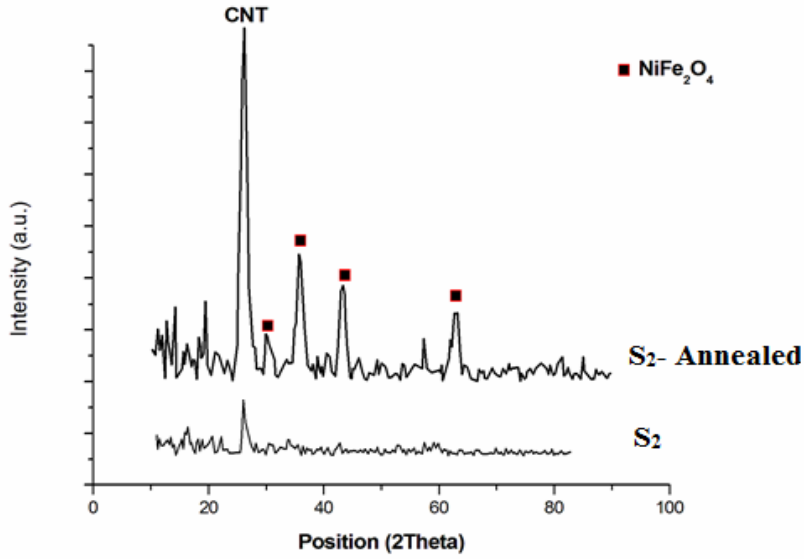
تشخیص فاز و بلورینگی نمونه‌های حاوی فریت اسپینل نیکل که در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت ۱۲ ساعت در کوره خلأ تحت عملیات آنیلینگ قرار گرفته‌اند، از طریق شدت پیک و موقعیت الگوهای حاصل از پراش پرتو ایکس آشکار سازی شده‌اند. پیک‌های پراش مربوط به $NiFe_2O_4$ در شکل شماره ۳ نشان داده شده است. نتایج مشابهی برای فاز $NiFe_2O_4$ مشاهده می‌گردد و

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

پیک‌های مربوط به این فاز در زوایای ۳۰/۲۴، ۳۵/۷۲، ۴۳/۱۹، ۶۲/۸۶، ۷۸/۴۲ مشخص گردیده‌اند. فاز فریت اسپینل نیکل با کد مرجع ۰۸۷۵-۰۰۳-۰۰، با ساختار کریستالی مکعبی و با پارامتر شبکه ۸/۳۴ انگستروم کاملا مطابقت دارد، این پیک‌ها را می‌توان به ترتیب به انعکاس از صفحات (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۴۰۰)، (۴۴۰)، (۴۴۴) نسبت داد.

سایز متوسط دانه‌های فریتی با استفاده از رابطه شرر، ۱۱/۶ نانومتر حاصل شده است. تشکیل اسپینل $NiFe_2O_4$ بلورینه از آمورف با انجام عملیات کلسینه در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت یک ساعت انجام گرفته است. و نمونه‌های آمورف اولیه که هیچ پیک مشخصه‌ای را نشان نمی‌دادند با افزایش بلورینگی شاهد پیک‌های مشخصه‌ای در آن‌ها می‌باشیم.



شکل ۳- الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌های سنتز شده، قبل و بعد از عملیات آنیل

همان‌طور که ملاحظه می‌گردد، قبل از عملیات آنیل، در الگوی پراش مربوط به کامپوزیت ساخته شده، به جز پیک مربوط به نانولوله‌های کربنی، پیکی با شدت قابل توجه مشاهده نمی‌گردد و این نشان‌دهنده آمورف بودن نانوذرات فلزی رسوب کرده بر سطح نانولوله‌های کربنی می‌باشد و علت آن را می‌توان به بالا بودن سرعت احیا یون‌ها و تشکیل نانوذرات نسبت داد. مکانیزم تشکیل این نانوذرات را می‌توان به صورت ذیل بیان نمود.

$$C_2H_4(OH)_2 \rightarrow C_2H_4^{2+} + OH^- \qquad (۱$$

$$Ni(NO_3)_2 \rightarrow Ni^{2+} + NO_3^- \qquad (۲$$

$$Fe(NO_3)_2 \rightarrow Fe^{2+} + NO_3^- \qquad (۳$$

$$NaBH_4 \rightarrow Na^+ + BH_4^- \qquad (۴$$

(۵

$$BH_4^- + Fe^{2+} + Ni^{2+} + 2OH^- + O_2 \rightarrow \tfrac{1}{2}NiFe_2O_4 + BO_2^- + 2H_2 + 2H^+ + \tfrac{1}{2}Ni$$

۳-۴- بررسی ریزساختاری با SEM و TEM

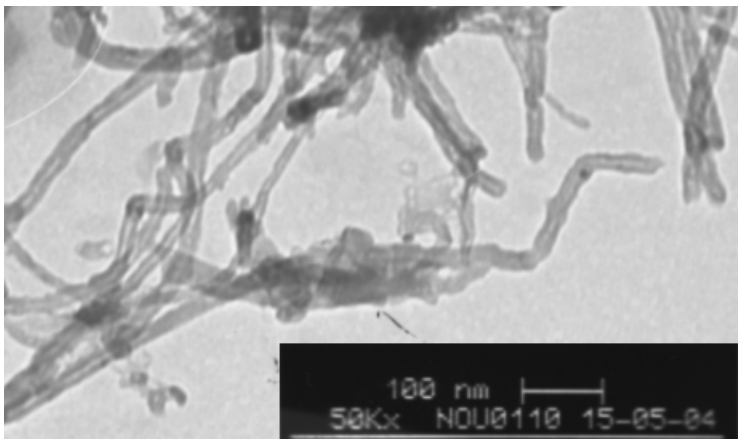
شکل ۴ نانولوله‌های عامل دار شده با گروه‌های

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

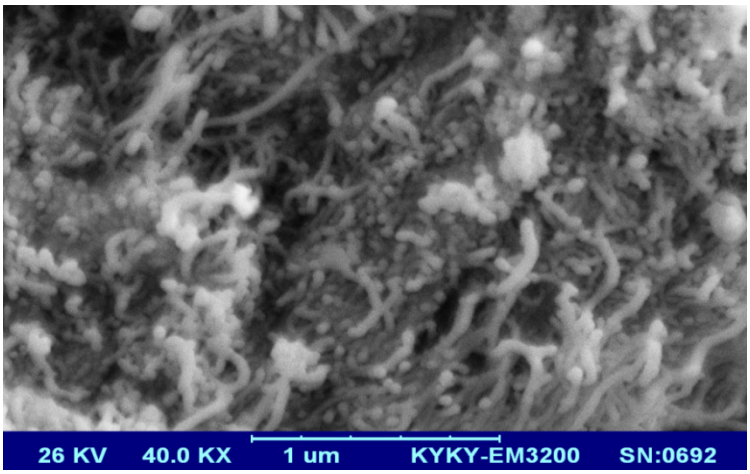
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

کربوکسیلیک اسید را قبل از انجام فرآیند پلیمریزاسیون و احیای نانوذرات فلزی نشان داده شده‌اند که دارای سطحی یکنواخت و صاف می‌باشند.

همانطور که در شکل ۵ مشاهده می‌گردد با انجام فرآیند پلیمریزاسیون بذرافشانی که نانو لوله‌های کربنی به عنوان بذر اولیه و جوانه زا برای پلیمریزاسیون و نشانش پلیمر بر سطح نانو لوله‌های کربنی عمل می‌نماید لایه‌ای از پلیمر بر سطح نانولوله‌های کربنی عامل دار ایجاد گردیده است. انرژی اکتیواسیون مورد نیاز برای تشکیل پلیمر بر سطح نانولوله‌های کربنی به مراتب کمتر از تشکیل پلیمر در عدم حضور این‌گونه سطوح می‌باشد لذا پلیمریزاسیون تمایل به شروع و تشکیل بر این‌گونه سطوح را دارد.



شکل ۴- تصویر TEM از نانولوله‌های کربنی عامل دار، قبل از فرآیند پلیمریزاسیون



شکل ۵- تصویر SEM از نانولوله‌های کربنی بعد از فرآیند پلیمریزاسیون

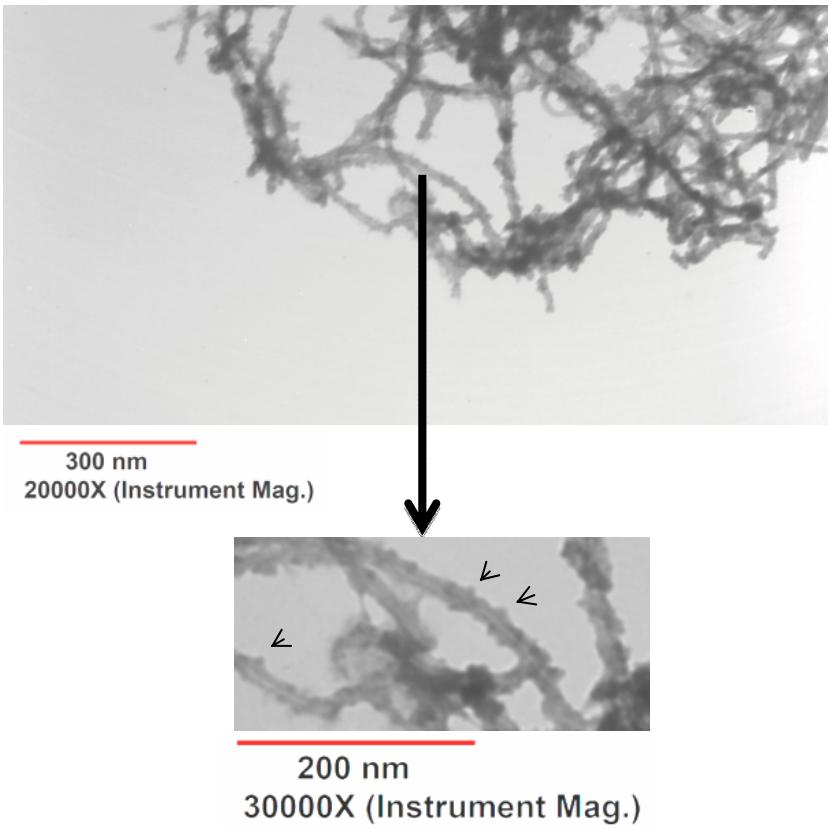
قطر اولیه نانولوله‌های کربنی ۱۰ الی ۲۰ نانومتر می‌باشد و همان‌طور که در شکل مشاهده می‌گردد بعد از فرآیند پلیمریزاسیون قطر متوسط به ۳۶ نانومتر افزایش یافته است و در ضمن پوشش تقریبا یکنواختی بر سطح نانو لوله‌های کربنی تشکیل یافته است و دفن شدگی نانو لوله‌ها که معمولا در فرآیند پلیمریزاسیون اتفاق می‌افتد را شاهد

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

نمی‌باشیم وعلت این را می‌توان در نسبت مناسب مونومر آنیلین به نانو لوله‌های کربنی نسبت داد.

شکل ۶ نانولوله‌های کربنی را پس از فرآیند پلیمریزاسیون و احیای نانوذرات فلزی نشان می‌دهد. از اشکال زیر پیداست که نانوذرات سنتز شده دارای مورفولوژی کروی با قطر متوسط ۹/۳۵ نانومتر بوده و توزیع اندازه بسیار باریکی را دارا می‌باشند تکرار پذیری و رسوب تقریبا یکنواخت نانوذرات بر سطح پوشش پلیمری از نکات قابل توجه اشکال ذیل می‌باشد.



شکل ۶- تصاویر TEM حاصل از نانوکامپوزیت زیر خوشه‌ای و توزیع نانوذرات فریتی بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده

قبل از تهیه تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری، نمونه‌ها در داخل دی کلرومتان با اعمال امواج آلتراسونیک به مدت ده دقیقه توزیع گردیده‌اند. کنده شدن نانوذرات فریتی از سطح نانولوله‌های کربنی که حاوی پوشش پلیمری می‌باشند بعد از سونیک، مشاهده نمی‌گردد و این بیانگر ایجاد پیوند قوی با سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده می‌باشد.

با توجه به شکل حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری (شکل ۶)، خوشه‌های نانوذرات فریتی بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده مشاهده می‌گردد. وقتی از لایه پلی آنیلین بر سطح نانولوله کربنی به عنوان مواد پشتیبان استفاده گردیده است، نانوذرات فریتی به صورت یکنواخت بر سطح خارجی نانولوله‌های کربنی پوشش داده شده با پلیمر توزیع شده‌اند.

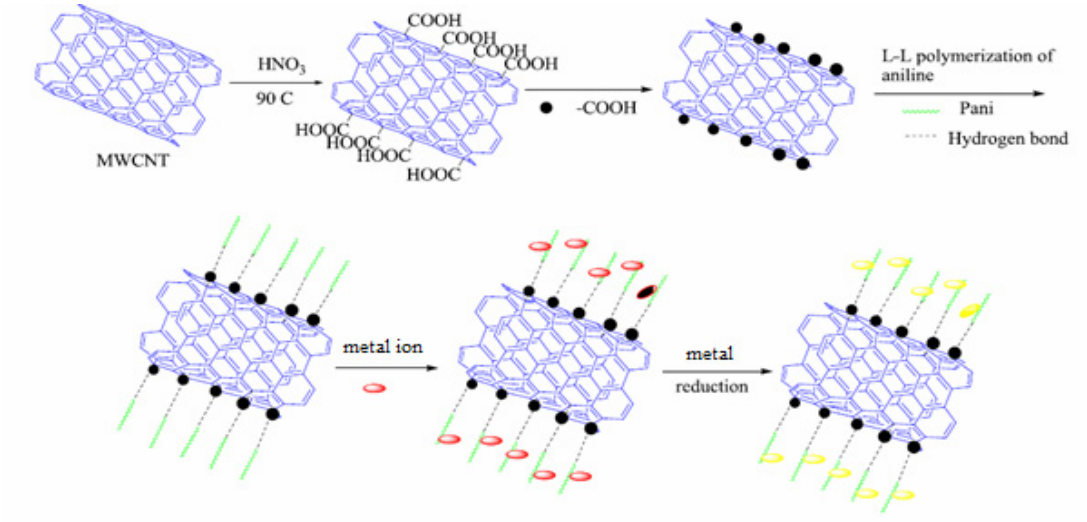
این نتایج نشان دهنده آن است که پوشش پلیمر پلی آنیلین بر سطح نانو لوله‌های کربنی سبب رسوب یکنواخت نانوذرات فریت نیکل بر سطح خارجی نانولوله‌های کربنی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

می‌شود. حضور پلی آنیلین برای جلوگیری از آگلومراسیون نانو ذرات فریتی و رسوب مناسب آن‌ها بر سطح نانولوله‌های کربنی موثر می‌باشد، زنجیرهای پلیمری به هم پیوسته نه تنها سبب افزایش انحلال پذیری نانولوله‌های کربنی در محیط واکنش شده بلکه با ایجاد مکان‌های مناسب فراوان برای جوانه زنی و رشد نانوذرات، از ادغام و آگلومراسیون آن‌ها بدون اینکه از عامل فعال کننده سطحی استفاده گردد جلوگیری می‌نماید.

نیتروژن‌های حاوی جفت الکترون‌های غیر پیوندی که به تعداد زیاد در شاخه‌های پلی آنیلین پوشش دهنده سطح نانولوله‌های کربنی موجود می‌باشند، از نظر انرژی ناپایدار بوده و علاقه‌مند هستند که این جفت الکترون‌ها را با یون‌های دارای بار مثبت به اشتراک گذارده و با تشکیل پیوند کووالانسی کوئوردینانسی به پایداری نسبی برسند، طیف حاصل از تبدیل فوریه مادون قرمز وجود پیوند بین نیتروژن و انتهای فرآیند نشان داده شده است.



شکل ۷- مکانیزم جوانه‌زنی نانو ذرات از طریق پیوند کووالانسی داتیو بر سطح شاخه‌های پلیمر

علاوه بر این، شاخه‌های پلیمری که سطح نانولوله‌های کربنی را احاطه نموده‌اند، مکان‌های مناسبی برای جوانه‌زنی نانوذرات فریتی می‌باشند، از آنجایی‌که نسبت مولی نمک فلزت به نانولوله‌های کربنی یک به یک بوده و دمای انجام واکنش را نیز پایین گرفته‌ایم لذا هسته‌های فلزی کمتری تشکیل خواهند شد که بر سطح خارجی نانولوله‌های کربنی پلیمره شده وصل شده و به صورت یکنواخت رسوب خواهند کرد همان‌طور که در اشکال TEM نشان داده شده است.

نیکل و آهن دارای خاصیت مغناطیسی دائمی می‌باشند که هر ذره به صورت ذاتی، میدان‌های مغناطیسی را در اطراف خود ایجاد می‌نماید.

میدان مغناطیسی اطراف نانوذرات فلزی مغناطیسی که چه از طریق ایجاد پیوند کووالانسی کوئوردیناسیونی با نیتروژن‌های موجود در شاخه‌های پلی آنیلین و چه از طریق رسوب بر سطح شاخه‌های پلیمر بعلت انرژی کمتر جوانه‌زنی و رشد ایجاد شده‌اند، سبب رانده شدن نانوذرات جدید ایجاد گردیده در محیط واکنش در امتداد خطوط نیروی مغناطیسی و تراکم و بهم پیستگی آن‌ها در سطح نانولوله‌های پلیمره

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

شده می‌گردند. بنابراین نانوذرات ایجاد شده بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد دارای مورفولوژی دانه‌ای شکل می‌باشند.

با ادامه فرآیند و تشکیل نانوذرات فریتی بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده، افزایش سرعت احیا یون‌های فلزی موجود در محلول را خواهیم داشت و در نتیجه نانوذرات بیشتری تشکیل شده و همان‌طور که در اشکال حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری نشان داده شده است، به ذرات اولیه موجود بر سطح نانو لوله‌های کربنی پلیمره شده اضافه می‌گردند. دلیل این را می‌توان به خارج کردن مداوم یون‌های احیا شده نسبت داد که با خارج شدن این یون‌ها از داخل محلول، غلظت این یون‌ها کاهش یافته و در نتیجه امکان برخورد یون‌های فلزی با عوامل احیاکننده مثل بوروهیدرید افزایش یابد و در نتیجه سرعت احیا بالاتر رود.

۴- نتیجه‌گیری

نانوکامپوزیت هسته- پوسته نانولوله‌های کربنی پلیمره شده حاوی نانوذرات فریت اسپینل نیکل، به روش پلیمریزاسیون بذرافشانی و احیا همرسوبی سنتز گردیده و به‌وسیله آنالیزهای XRD، FT-IR، UV-Vis، SEM و TEM مورد بررسی قرار گرفت.

نتایج حاصل از طیف سنجی مرئی- فرابنفش موید ایجاد پیوند بین پلی آنیلین و سطح نانولوله‌های کربنی می‌باشد. نتایج آزمون پراش اشعه ایکس نشان داد که نانوذرات فریت اسپینل نیکل رسوب کرده بر سطح نانولوله‌های کربنی پلیمره شده، دارای ساختار کریستالی مکعبی، با اندازه متوسط دانه ۱۱/۶ نانومتر می‌باشند، آنالیز FT-IR مؤید تشکیل پیوندهای موجود در این نانوکامپوزیت بود. از طرفی تصاویر حاصل از SEM نشان داد که پلی آنیلین به عنوان یک پلیمر هادی، پوششی یکنواخت بر سطح نانولوله‌ها را ایجاد می‌نماید و تصاویر حاصل از TEM نیز نشان داد که نانو ذرات فریت نیکل به صورت یکنواخت، با مورفولوژی کروی و با قطر متوسط ۸/۳۱ نانومتر بر سطح نانولوله‌های پلیمره شده بدون نیاز به سرفکتانت، رسوب نموده است و با توجه به یکسان بودن تقریبی اندازه ذرات سنتز گردیده و اندازه دانه حاصل گردیده، می‌توان تک کریستال بودن ذرات ساخته شده را ادعا کرد، علت این را می‌توان ناشی از وجود مکان‌های فراوان مناسب جوانه‌زنی چون نیتروژن‌های با جفت الکترون‌های غیر پیوندی در پلی آنیلین دانست. در ادامه، رشد در اثر میدان مغناطیسی اطراف نانوذرات فلزی مغناطیسی که سبب رانده شدن نانوذرات جدید احیا شده در محیط واکنش در امتداد خطوط نیروی مغناطیسی و تراکم و بهم پیوستگی آن‌ها در سطح نانولوله‌های پلیمره شده می‌گردد، انجام می‌گیرد.

مراجع

[1] Z. Liu, X. Sun, RN Nakayama, H. Dai, "Ferroelectric ceramics: history and technology"-, ACS Nano, Vol 1 (1), p 50, (2007).

[2] S. Chaudhary, J. H. Kim, K. V. Singh, M. Ozkan, "Fluorescence Microscopy Visualization of Single-Walled Carbon Nanotubes Using Semiconductor Nanocrystals", Nano Lett, Vol 4 (12), pp 2415–2419, (2004).

[3] V. Georgakilas, D. Gournis, V. Tzitzios, L. Pasquato, D.M.Guldi, M.Prato, " Decorating carbon nanotubes with metal

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

or semiconductor nanoparticles" J. Mater.Chem. Vol 17,pp 2679-2694, (2007).

[4] L. Chen, G. Z. Hu, G. J. Zou, S. J. Shao, X. L. Wang, "Efficient anchorage of Pd nanopar-ticles on carbon nanotubes as a catalyst for hydrazine oxidation", Electrochemistry Commun-ications, Volume 11, Issue 2, Pages 504–507, (2009).

[5] G. Korneva, H. H. Ye,Y. Gogotsi, D. Halverson, G. Friedman, J. C.Bradley, K. G. Korn-ev, "Carbon Nanotubes Loaded with Magnetic Particles", Nano Lett, volume 5 (5), pp 879–884, 2005.

[6] X. G. Hua, S. J.Dong, "Metal nanomaterials and carbon nanotubes-synthesis, functionali-zetion and potential applications towards electrochemistry", J. Mater. Chem, volume 18, pp 1279-1295, (2008).

[7] D. Hisada, Y. Fujiwara, H. Sato, M. Jimbo, T. Kobayashi, K. Hata, "Structure and magn-etic properties of FeCo nanoparticles encapsulated in carbon nanotubes grown by microwave plasma enhanced chemical vapor deposition", Volume 323, Issue 24 , Pages 3184–3188, (2011).

[8] T. Suzuki, T. Tanaka, K. Ikemizu, "High density recording capability for advanced parti-culate media", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Volume 235, Issues 1–3, Pag-es 159–164, (2001).

[9] T. Suzuki, T. Tanaka, "Inter-particle interaction and thermal stability of ultra-fine Ba ferrite particles for high-density recording", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Volume 242–245, Part 1, Pages 328–330, (2002).

[10] Seo, Won Seok, Jin Hyung Lee, Xiaoming Sun, Yoriyasu Suzuki, David Mann, Zhuang Liu, Masahiro Terashima et al, " FeCo/graphitic-shell nanocrystals as advanced magnetic-resonance-imaging and near-infrared agents", Nature Materials, Volume 5, pp 971- 976, (2006).

[11] Lewin, Maite, Nadia Carlesso, Ching-Hsuan Tung, Xiao-Wu Tang, David Cory, David T. Scadden, and Ralph Weissleder. "Tat peptide-derivatized magnetic nanoparticles allow in vivo tracking and recovery of progenitor cells", Nature Biotechnology, volume 18, pp 410-414, (2000).

[12] D. Hasegawa, H. Yang, T. Ogawa, M. Takahashi, "Challenge of ultra high frequency limit of permeability for magnetic nanoparticle assembly with organic polymer-Application of superparamagnetism", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, volume 321, pp 746-749, (2009) .

[13] H. T. Yang, D. Hasegawa, M. Takahashi, T. Ogawa, "Achieving a noninteracting magn-etic nanoparticle system through direct control of interparticle spacing", Applied Physics Let-ters, volume 94, (2009).

[14] S. H. Wu, D. H. Chen, "Synthesis and characterization of nickel nanoparticles by hydra-zine reduction in ethylene glycol", Journal of Colloid and Interface Science, Volume 259, Issue 2, pp 282–286, (2003).

[15] C. T. Hsieh, Y. W. Chou, J. Y. Lin, "Fabrication and electrochemical activity of Ni attac-hed carbon nanotube electrodes for hydrogen storage in alkali electrolyte", International Jour-nal of Hydrogen Energy, Volume 32, Issue 15, pp 3457–3464, (2007).

[16] C. T. Hsieh, Y. W. Chou, W. Y. Chen, "Synthesis and electrochemical characterizat-ion of carbon nanotubes decorated with nickel nanoparticles for use as an electroche-mical capacitor", Journal of Solid State Electrochemistry, Volume 12, Issue 6, pp 663-669, (2008).

[17] L. M. Ang, T. S. A. Hor, G. Q. Xu, C. H. Tung, S. P. Zhao, J. L. S. Wang, "Electroless plating of metals onto carbon nanotubes activated by a single-step

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]

activation method", Chem. Mater, volume 11, pp 2115-2118, (1999).
[18] J. Chen, M. Wang, B. Liu, Z. Fan, K. Cui,Y. Kuang, "Platinum Catalysts Prepared with Functional Carbon Nanotube Defects and Its Improved Catalytic Performance for Methanol Oxidation", J. Phys. Chem. B, volume 110 (24), pp 11775–11779, 2006.
[19] J. S. Ye, H. F. Cui, X. Liu, T. M. Lim, W. D. Zhang, F. S. Sheu, "Preparation and Characterization of Aligned Carbon Nanotube–Ruthenium Oxide Nanocomposites for Supercapacitors", Small, volume1 , Issue 5, pp 560–565, (2005).
[20] J. N. Xie, S.Y.Wang, L. Aryasomayajula, V. K. Varadan, "Platinum decorated carbon nanotubes for highly sensitive amperometric glucose sensing", Nanotechnology, Volume 18, Number 6, (2007).
[21] Liu, J., Guo, Z., Meng, F., Jia, Y., & Liu, J. "A novel antimony-carbon nanotube-tin oxide thin film: carbon nanotubes as growth guider and energy buffer. Application for indoor air pollutants gas sensor.", The Journal of Physical Chemistry C 112.15, pp 6119- 6125, (2008).
[22] G. Girishkumar, K. Vinodgopal, P. V. Kamat, "Carbon Nanostructures in Portable Fuel Cells: Single-Walled Carbon Nanotube Electrodes for Methanol Oxidation and Oxygen Reduction", J.Phys.Chem.B, volume 108 (52), pp 19960–19966, (2004). .
[23] G. Q. Guo, F. Qin, D. Yang, C.C. Wang, H.L. Xu, S. Yang, "Synthesis of Platinum Nanoparticles Supported on Poly(acrylic acid) Grafted MWNTs and Their Hydrogenation of Citral", Chem. Mater, volume 20, pp 2291–2297, (2008).
[24] C. Dhand, S. K. Arya, S. P. Singh, B. P. Singh, M. Datta and B. D. Malhotra, "Prepara-tion of polyaniline/multiwalled carbon nanotube composite by novel electrophoretic route", Carbon, volume46, pp 1727–1735, 2008.
[25] T. Jeevananda, K. Siddaramaiah, N. H. Kim, S.-B. Heo and J. H. Lee, "Synthesis and characterization of polyaniline multiwalled carbon nanotube nanocomposites in the presence of sodium dodecyl sulfate", Polym. Adv. Technol, volume 19, pp 1754–1762, (2008).

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.2.5.7]