

## مطالعه فازی، ریزساختاری و مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{CNT}$ تهیه شده به روش‌های سل‌–ژل هیدروترمال و مخلوط سازی مکانیکی

مرتضی ادبی<sup>۱</sup>، سید محمد میرکاظمی<sup>۲</sup>، سمیه اعلم الهدی<sup>۳</sup>

<sup>۱</sup> کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

<sup>۲</sup> دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

<sup>۳</sup> استادیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

\* [mirkazemi@iust.ac.ir](mailto:mirkazemi@iust.ac.ir)

### چکیده:

در این پژوهش تهیه نانوکامپوزیت فریت کبات/نانولوله کربن (حاوی ۱۰٪ وزنی نانو لوله کربن) با استفاده از دو روش سل‌–ژل هیدروترمال و مخلوط سازی مکانیکی در نسبت مولی اسید سیتریک به یون فلزی ۱ مورد بررسی قرار گرفته است. شناسایی فازی، مطالعات ریزساختاری و پراکندگی فازی و خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های تهیه شده با استفاده از روش‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترون روشنی (FESEM) و مغناطومتری نمونه لرزشی (VSM) مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. نتایج XRD نشان دهنده حضور فریت کبات به عنوان فاز اصلی بودند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشان دهنده پراکندگی فازی مناسب در نمونه‌های تهیه شده به هر دو روش بودند. نتایج به دست آمده از آزمون VSM نشان دادند که تهیه کامپوزیت به صورت درجا به کمک روش سل‌–ژل هیدروترمال باعث بهبود خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت و افزایش ۳۹ درصدی مغناطش اشیاع نانوکامپوزیت‌ها شده است.

### اطلاعات مقاله:

دريافت: ۴ تير ۱۳۹۷

پذيرش: ۱۸ آذر ۱۳۹۷

### كلید واژه:

سل‌–ژل هیدروترمال، فریت کبات،  
نانولوله کربن، نانوکامپوزیت  
مغناطیسی

### جاده‌های امواج الکترومغناطیس، مورد استفاده قرار

### ۱- مقدمه

فریت کبات عضوی از خانواده فریت‌های اسپینل و از لحاظ مغناطیسی دارای خواص فری مغناطیس است. این ماده دارای ساختار اسپینل معکوس جزئی با فرمول شیمیایی  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  است. از جمله خواص فریت کبات می‌توان به عایق بودن در برابر الکتریسیته، پایداری شیمیایی عالی و

طبق تعریف نانوکامپوزیت به موادی با بیش از یک فاز جامد که حداقل در یک بعد داری ابعاد نانومتری باشند، گفته می‌شود. نانوکامپوزیت‌های دارای اجزاء مغناطیسی در زمینه‌هایی مانند محرک‌ها یا عمل کننده‌ها، جداسازی مغناطیسی، دارو رسانی، کاتالیست‌ها، حسگرهای الکتروشیمیایی، سیستم‌های تصفیه و حذف آلودگی آب و



کربن انحلال پذیری بسیار محدودی در اغلب حالات ای و آبی دارد[16]-[11].

در پژوهشی که وانگ و همکارانش[17] به بررسی سنتز نانوکامپوزیت فریت کبالت/نانولوله کربن (حاوی ۸٪ وزنی نانولوله کربن)، با استفاده از روش سولوترمال پرداخته شده است. در این تحقیق ابتدا کلرید کبالت و کلرید آهن در اتیلن گلیکول حل می‌شوند پس از افزودن سدیم DEA هیدروکسید به محلول، سوسپانسیون نانولوله کربن و اضافه می‌شود. سوسپانسیون به دست آمده تحت فرآیند سولوترمال قرار می‌گیرد. فرآیند سولوترمال به مدت ۱۰ ساعت و در دماهای ۱۸۰، ۲۰۰، ۲۲۰، ۲۴۰ و ۲۶۰ درجه سانتیگراد انجام شده است. مغناطش اشباع پودر نانوکامپوزیت به دست آمده در دمای ۱۸۰ درجه سانتیگراد، ۱۰ emu/g و برای نمونه سنتز شده در ۲۶۰ درجه سانتیگراد، ۷۲ emu/g است.

در پژوهش حاضر نانوکامپوزیت فریت کبالت/نانولوله کربن حاوی ۱۰٪ وزنی نانولوله کربن با استفاده از دو روش مخلوط سازی مکانیکی و سل-ژل هیدروترمال تهیه شدند. نانوذرات فریت کبالت مورد استفاده در روش مخلوط سازی مکانیکی ابتدا با استفاده از سل-ژل هیدروترمال سنتز شدند سپس با استفاده از امواج فرماصوت با نانولوله کربن مخلوط شدند.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

### ۲-۱- مواد مورد استفاده

مواد استفاده شده در این پژوهش شامل نیترات کبالت ۶ آبه (Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.9H<sub>2</sub>O)، نیترات آهن ۹ آبه (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O)، سدیم هیدروکسید (NaOH)،

سختی مکانیکی خوب است. این ماده از نظر مغناطیسی در گروه مواد سخت مغناطیس با وادارندگی ۵۴۰۰ Oe گرفته و دارای مغناطش اشباع ۹۰ emu/g است[9]-[6]. یکی از موادی که در کنار نانوذرات مغناطیسی مورد استفاده قرار گرفته و منجر به بمبود خواص و گسترش حوزه کاربرد این ذرات می‌شوند، نانومواد بر پایه کربن هستند. نانومواد بر پایه کربن شامل فولرن، گرافن، نانولوله کربن، نانوالیاف کربن، نانومخروطها و نانوالماس‌ها هستند که به علت خواص فیزیکی و شیمیایی منحصر به فرد مانند هدایت حرارتی و الکتریکی، استحکام مکانیکی بالا و خواص نوری مورد توجه بسیاری از محققین و کاربردهای صنعتی قرار گرفته‌اند[10][1].

نانولوله‌های کربن در واقع صفحات گرافیت هستند که به صورت استوانه‌های توخالی یکپارچه به دور خود پیچیده شده‌اند و به صورت لوله درآمده‌اند و به دو شکل اصلی تک و چند جداره وجود دارند. نانولوله‌های کربن دارای خواص منحصر به فردی، از جمله، چگالی جریان الکتریکی عالی، هدایت حرارتی عالی و خواص مکانیکی فوق العاده هستند. در مواد با ابعاد نانومتری مانند نانولوله کربن با افزایش سطح ویژه نیروی جاذبه بین ذرات و تمایل به تشکیل کلوخه افزایش می‌یابد. از طرفی با توجه به نسبت طول به قطر و انعطاف پذیری بالا در نانولوله کربن، احتمال درهم فروافتگی و فشرده شدن، زیاد است. توانایی پراکندگی ضعیف نانولوله کربن نیز از تمایل آن‌ها به تشکیل کلافهایی از صدھا نانولوله کربن که توسط جاذبه واندروالس به هم متصل نیز می‌شوند، ناشی می‌شود. از طرفی به علت آبگریزی و ماهیت خشی سطوح، نانولوله



و آب دیونیزه شده، است. در جدول ۱ مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش آورده شده است.

سیتریک اسید ۱ آبه ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) ساخت شرکت مرک آلمان، نانو لوله کربن چند جداره ساخت شرکت NanoCyl

**جدول ۱ - مشخصات مواد اولیه**

نام	فرمول شیمیایی	شرکت سازنده	وزن مولکولی	خلوص	کد محصول
نیترات آهن ۹ آبه	$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	Merck	۴۰۳/۹۵	۹۹/۰ <	۱۰۳۸۸۳
نیترات کبالت ۶ آبه	$Co(NO_3)_2 \cdot 9H_2O$	Merck	۲۹۱/۰۴	۹۹/۰ <	۱۰۲۵۳۶
اسید سیتریک ۱ آبه	$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$	Merck	۲۱۰/۱۴	۹۹/۵ <	۱۰۰۲۴۲
هیدروکسید سدیم	NaOH	Merck	۴۰	۹۸ <	۱۰۶۴۸۲
نانولوله کربن چند جداره	-	NanoCyl	۱۲	-	NC700
آب مقطر و یون زدایی شده	$H_2O$	-	۱۸	-	-

شو داده شده تا pH به مقدار خنثی برسد. سپس پودر بدست آمده در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد و مدت ۳ ساعت خشک می‌شود.

### ۳-۲- سنتز نانوکامپوزیت به صورت درجا

مراحل تهییه نانوکامپوزیت مشابه مراحل سنتز پودر است به جزء این که قبل از اضافه کردن سدیم هیدروکسید، سوسپانسیون حاوی نانولوله کربن که به مدت ۱۰ دقیقه تحت امواج فرماصوت با توان ۱۰۰ وات قرار گرفته به محلول حاوی نیترات‌های آهن، کبالت و اسید سیتریک اضافه می‌شود.

### ۴-۲- تهییه نانوکامپوزیت با استفاده از

#### روش مخلوط سازی مکانیکی

برای تهییه نانوکامپوزیت با استفاده از روش مخلوط سازی مکانیکی، ابتدا پودر فریت کبالت در ۱۰ میلی لیتر آب تحت امواج فرماصوت به مدت ۱۰ دقیقه با توان ۱۰۰ وات سونیکیت شده و سپس نانولوله کربن نیز در ۱۰ میلی لیتر

### ۲-۲- سنتز نانوذرات فریت کبالت

برای این منظور ابتدا، ۰/۸۷۳ گرم نیترات کبالت ۶ آبه (۰/۰۰۳ مول) و ۰/۴۲۲ گرم نیترات آهن ۹ آبه (۰/۰۰۶ مول) به صورت جداگانه در ۷ میلی لیتر آب دیونیزه ریخته شده برای ۱۰ دقیقه هم زده می‌شوند تا کاملا حل شوند. مقدار مناسب اسید سیتریک نیز در ۷ میلی لیتر آب دیونیزه حل شده و به صورت جداگانه به محلول‌های نیتراتی اضافه می‌شوند. سپس محلول نیترات کبالت و اسید سیتریک به آرامی به محلول نیترات آهن و اسید سیتریک اضافه شده و محلول بدست آمده نیز به مدت ۳ ساعت هم زده می‌شود. سپس محلول هیدروکسید سدیم به صورت قطره قطره اضافه می‌شود تا pH به ۱۲ برسد. سپس سوسپانسیون به دست آمده در محفظه از جنس استیل با جداره تفلون، در دمای ۱۸۰ درجه سانتیگراد و زمان ۹ ساعت تحت فرآیند هیدرولیکی قرار می‌گیرد. رسوب به دست آمده از فرآیند با استفاده از آهن ریای خارجی و دستگاه سانتریفیوژ شست و



از روش طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز و دستگاه Shimadzu 8500 در محدوده ۴۰۰۰-۴۰۰ cm<sup>-1</sup> مورد بررسی قرار گرفته است. نانوکامپوزیت تهیه شده به روش مخلوط سازی در این پژوهش با کد M1 و نانوکامپوزیت تهیه شده به روش سل-ژل هیدروترمال با کد S1 مشخص شده‌اند.

### ۳- نتایج و بحث

در شکل ۱ تیجه آنالیز طیف سنجی تبدیل فوریه نانولوله کربن مورد استفاده در این پژوهش آورده شده است. در این شکل پیک ۲۳۶۰ cm<sup>-1</sup> مربوط به کربن دی اکسید موجود در هوا و پیک‌های ۱۷۰۶ cm<sup>-1</sup>, ۱۵۵۲ و ۱۱۵۳ به ترتیب مربوط به گروه کربونیل موجود در کربوکسیل، گروه کربونیل و پیوند فرمات C=O، هستند [18]-[20].

در شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس نانوکامپوزیت‌های سنتز شده نشان داده شده است. تمامی پیک‌های مشاهده شده در هر دو نمونه مربوط به فریت کبات با ساختار مکعبی است. در نمونه‌ها پیک مربوط به نانولوله کربن نیز مشاهده نمی‌شود.

متوجه اندازه بلورک‌های به دست آمده از رابطه شرر در جدول ۲ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود اندازه بلورک‌های ذرات فریت کبات موجود در نانوکامپوزیت‌های تهیه شده به روش سل-ژل هیدروترمال ۳/۵ برابر اندازه بلورک‌های فریت کبات موجود در نانوکامپوزیت تهیه شده به روش مخلوط سازی مکانیکی است.

آب تحت امواج فراصوت به مدت ۱۰ دقیقه با توان ۱۰۰ وات سونیکیت می‌شود. در انتهای دو سوسپانسیون با هم مخلوط شده و سپس برای ۱۰ دقیقه تحت امواج فراصوت با توان ۱۰۰ وات سونیکیت می‌شوند. پودر نهایی در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد و به مدت ۳ ساعت خشک می‌شود.

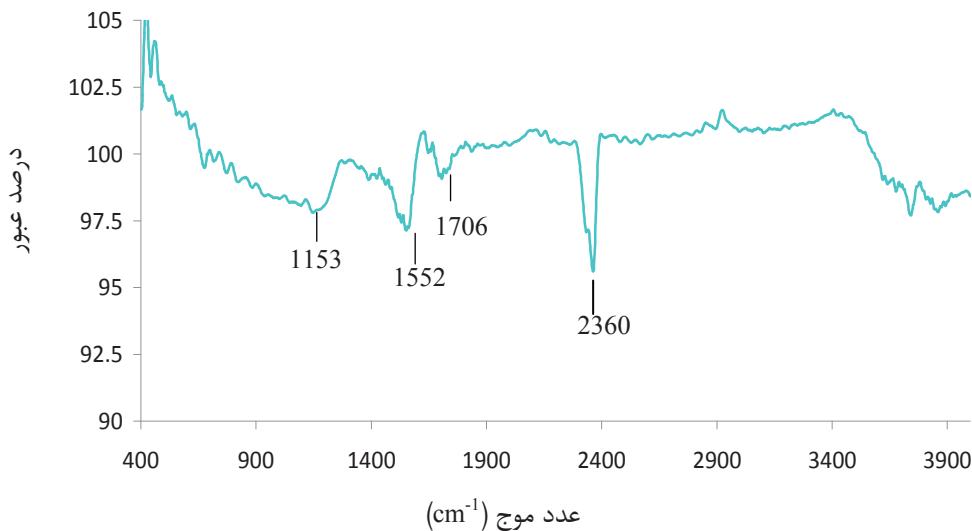
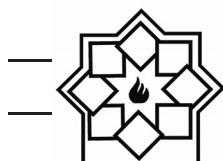
### ۴-۲- مشخصه‌هایی

بررسی و مطالعات فازی نمونه‌ها با استفاده از روش پراش پرتو ایکس (XRD) دستگاه Rigaku Ultima IV مدل CuKα انجام شد. با استفاده از رابطه شرر و نتایج به دست آمده از آنالیز پراش پرتو ایکس متوسط اندازه بلورک‌ها محاسبه شدند.

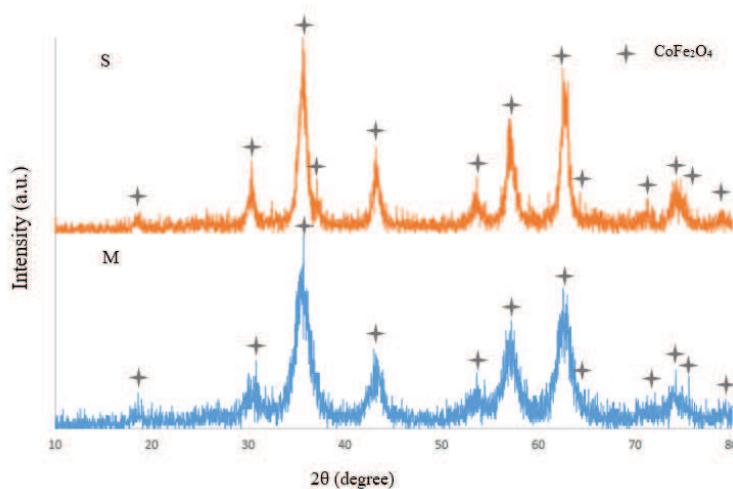
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

که در این رابطه D متوسط اندازه بلورک و  $\theta$ ,  $\beta$ , K و  $\lambda$  به ترتیب زاویه پراش، عرض پیک در نصف ارتفاع، ثابت و طول موج پرتو ایکس هستند.

جهت بررسی خواص مغناطیسی در این تحقیق از دستگاه مغناطومتر نمونه ارتعاشی (VSM) ساخت شرکت مغناطیسی دقیق کویر مدل MDK6 استفاده شده است. اندازه‌گیری در دمای اتاق و تحت میدان ۱ تسلا انجام شده است. برای بررسی ابعاد، موافلوزی و پراکندگی فازی نانوذرات و نانوکامپوزیت‌های سنتز شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان ساخت شرکت Tescan و مدل MiraII با ولتاژ اعمالی ۱۵ کیلوولت استفاده شده است. گروه‌های عاملی قرار گرفته بر روی نانولوله کربن با استفاده



شکل ۱- نتیجه آنالیز طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز نانولوله کربن



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوکامپوزیت‌های تهیه شده به روش‌های مخلوط سازی مکانیکی و روش سل-ژل هیدروترمال

جدول ۲- متوسط اندازه بلورک‌ها

نمونه	متوسط اندازه بلورک‌ها (nm)
S1	۱۶/۳
M1	۴/۷

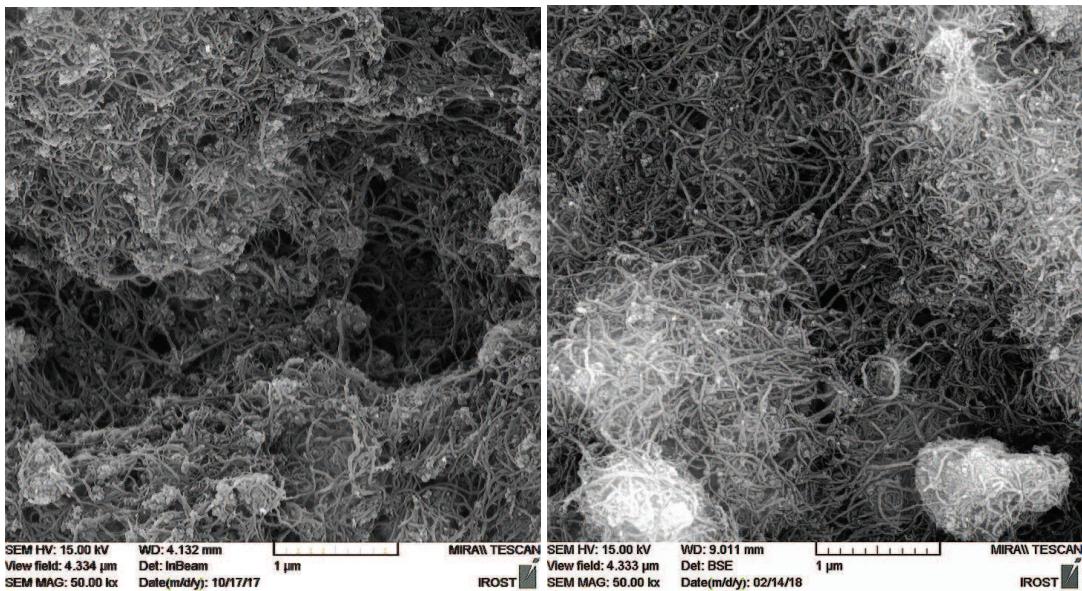
مکانیکی و روش درجا را به صورت الکترون بازگشتی نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود هر دو نمونه دارای

شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی گسیل میدان نانوکامپوزیت‌های تهیه شده به روش‌های مخلوط سازی



نانولوله کردن نیز دیده می‌شود این موضوع نشان دهنده پراکندگی فازی مناسب در نانوکامپوزیت‌های تهیه شده است.

پراکندگی مناسبی از هر دو فاز هستند. ذرات فریت کیالت دارای ابعاد نانومتری با موفولوژی نامنظم هستند که به یکدیگر چسبیده و تشکیل کلخه داده‌اند. در برخی کلخه‌ها



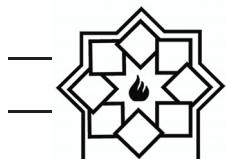
الف

شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی گسیل میدان نانوکامپوزیت‌های تهیه شده  
الف) روش مخلوط سازی مکانیکی ب) روش سل-ژل هیدروترمال

تهیه شده به روش سل-ژل هیدروترمال دارای متوسط اندازه بلورک  $3/5$  برابری و  $13/9$  emu/g مغناطش اشباع بیشتر نسبت به نانوکامپوزیت تهیه شده به روش مخلوط سازی مکانیکی هستند این تفاوت می‌تواند به این علت باشد که، نتایج آزمون طیف سنجی تبدیل فوریه نشان می‌دهند نانولوله کربن عامل دار شده دارای گروههای کربوکسیلاتی و کربونیلی بر روی سطح خود هستند. به طور مشابه اکسید گرافن نیز دارای گروههای عاملی، اپوکسی ( $1, 2$ -اتر)، هیدروکسیل، کربوکسیل، کربونیل و کربوکسیلیک اسید بر روی سطح خود است. یکی از راههای احیای گرافن اکسید، فرآیند هیدروترمال است. در طی این فرآیند آب که در اثر دما

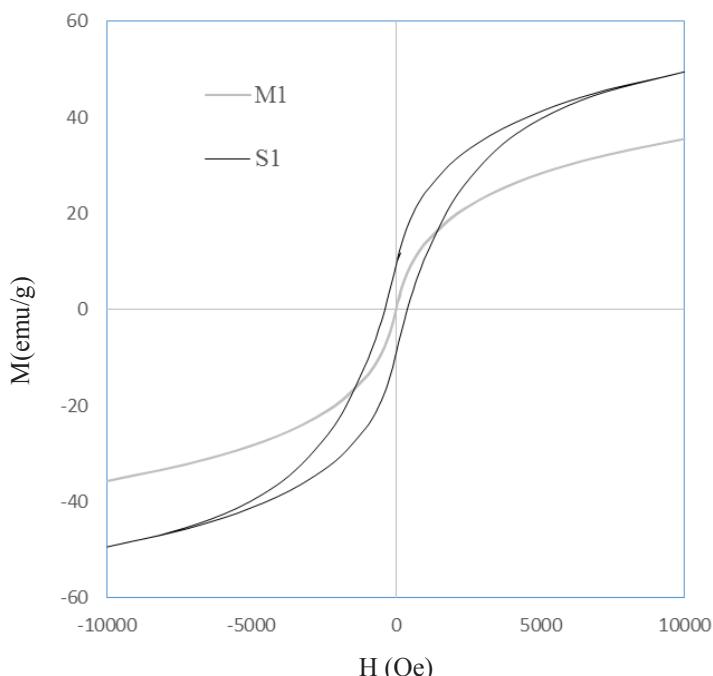
شکل ۴ نتایج آزمون VSM نانوکامپوزیت‌های تهیه شده را نشان می‌دهد. نتایج به دست آمده نشان می‌دهند که، مغناطش اشباع و وادارندگی نانوکامپوزیت‌های تهیه شده به روش مخلوط سازی مکانیکی  $35/6$  emu/g و  $5$  Oe برای نانوکامپوزیت‌های سنتز شده به روش سل-ژل هیدروترمال،  $49/5$  emu/g،  $400$  Oe است. نتایج نشان می‌دهند مغناطش اشباع نانوکامپوزیت سنتز شده با روش سل-ژل هیدروترمال در مقایسه با نانوکامپوزیت تهیه شده به روش مخلوط سازی مکانیکی  $13/9$  emu/g معادل  $39\%$  بیشتر است.

نتایج آنالیزهای XRD و VSM نشان می‌دهند نانوکامپوزیت



اکسیدی از سطح نانولوله جدا شده و در محیط آزاد شوند. در این صورت اکسیژن های آزاد شده باعث اکسیدی تر شدن محیط واکنش (بالا رفتن pH) می شوند. از طرف دیگر در تحقیقی که توسط جوانویچ و همکارانش [24] انجام شده، نشان داده شده که افزایش pH در سنتز نانو ذرات فریت کبالت به روش هیدروترمال موجب رشد ذرات و افزایش مغناطش اشباع و وادارندگی ذرات می شود.

و فشار بالا به حالت فوق بحرانی رسیده است به عنوان عامل احیا کننده عمل می کند [22]. از طرفی بررسی ها نشان می دهد که pH های بازی مانع در برابر فرآیند احیاء نیست [23]. بنابراین، از آنجایی که نوع گروه های قرار گرفته بر روی سطح گرافن اکسید و نانو لوله کربن مشابه اند، این اتفاق یعنی احیاء می تواند برای نانولوله کربن عامل دار شده نیز رخ دهد یعنی در طی فرآیند هیدروترمال گروه های



شکل ۴- نمودار خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت های تهیه شده با استفاده از روش های کامپوزیت سازی درجا و مخلوط سازی مکانیکی

سیتریک به یون فلزی ۱ سنتز شدند سپس نانولوله کربن و نانوذرات سنتز شده با استفاده از امواج فراصوت با یکدیگر مخلوط شدند. برای تهیه نانوکامپوزیت به روش درجا نیز نانوذرات فریت کبالت در حضور نانولوله های کربن به روش سل-ژل هیدروترمال سنتز شدند. نتایج تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی گسیل میدان نشان دهنده

#### ۴- نتیجه گیری

نانوکامپوزیت فریت کبالت / نانولوله کربن حاوی ۱۰٪ وزنی نانولوله کربن با استفاده از دو روش مخلوط سازی مکانیکی و سل-ژل هیدروترمال تهیه شدند. نانو ذرات فریت کبات مورد استفاده در روش مخلوط سازی مکانیکی ابتدا با استفاده از روش س-ژل هیدروترمال در نسبت اسید

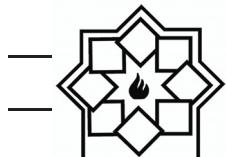


- ferrite: a road towards diverse applications," Rsc Adv., vol. 6, no. 100, pp. 97694–97719, 2016.
- [8] L. Ajroudi, S. Villain, V. Madigou, N. Mliki, and C. Leroux, "Synthesis and microstructure of cobalt ferrite nanoparticles," J. Cryst. Growth, vol. 312, no. 16–17, pp. 2465–2471, 2010.
- [9] J.-G. Lee, J. Y. Park, and C. S. Kim, "Growth of ultra-fine cobalt ferrite particles by a sol–gel method and their magnetic properties," J. Mater. Sci., vol. 33, no. 15, pp. 3965–3968, 1998.
- [10] B. T. Zhang, X. Zheng, H. F. Li, and J. M. Lin, "Application of carbon-based nanomaterials in sample preparation: A review," Analytica Chimica Acta, vol. 784, pp. 1–17, 2013.
- [11] L. Vaisman, H. D. Wagner, and G. Marom, "The role of surfactants in dispersion of carbon nanotubes," Adv. Colloid Interface Sci., vol. 128, pp. 37–46, 2006.
- [12] H. Sadegh and R. Shahryari-ghoshekandi, "Functionalization of carbon nanotubes and its application in nanomedicine: A review," Nanomedicine J., vol. 2, no. 4, pp. 231–248, 2015.
- [13] R. S. Ruoff, D. Qian, and W. K. Liu, "Mechanical properties of carbon nanotubes: theoretical predictions and experimental measurements," Comptes Rendus Phys., vol. 4, no. 9, pp. 993–1008, 2003.
- [14] N. Choudhary, S. Hwang, and W. Choi, "Carbon Nanomaterials: A Review," in Handbook of Nanomaterials Properties, B. Bhushan, D. Luo, S. R. Schricker, W. Sigmund, and S. Zauscher, Eds. Springer, 2014, pp. 709–769.
- [15] L. Zhang, Y. Hashimoto, T. Taishi, and Q.-Q. Ni, "Mild hydrothermal treatment to prepare highly dispersed multi-walled carbon nanotubes," Appl. Surf. Sci., vol. 257, no. 6, pp. 1845–1849, 2011.
- [16] Y.-C. Chiang, W.-H. Lin, and Y.-C. Chang, "The influence of treatment duration on multi-walled carbon

پراکندگی فازی مناسب از هردو فاز هستند. نتایج آزمون‌های XRD و VSM نشان دهنده افزایش متوسط اندازه بلورک‌ها، مغناطیس اشباع و وادارنده نانوذرات فریت کبات در نانوکامپوزیت‌های سنتز شده به روش سل-ژل هیدروترمال است. به صورتی که اندازه بلورک‌های فریت کبات موجود در نانوکامپوزیت تهیه شده به روش درجا ۳/۵ برابر و مغناطیس اشباع ذرات emu/g ۱۳/۹ بیشتر از نمونه‌های تهیه شده به روش مکانیکی هستند.

## مراجع

- [1] C. Cha, S. R. Shin, N. Annabi, M. R. Dokmeci, and A. Khademhosseini, "Carbon-Based Nanomaterials: Multi-Functional Materials for Biomedical Engineering," ACS Nano, vol. 7, no. 4, pp. 2891–2897, Apr. 2013.
- [2] C. S. S. R. Kumar, Ed., "Magnetic Nanomaterials," in Nanomaterials for the Life Sciences, Wiley, 2009, p. 468.
- [3] Z. Xu and J. Dong, "Synthesis, Characterization, and Application of Magnetic Nanocomposites for the Removal of Heavy Metals from Industrial Effluents," in Emerging Environmental Technologies, V. Shah, Ed. Springer, 2008, pp. 105–148.
- [4] S. Behrens and I. Appel, "Magnetic nanocomposites," Curr. Opin. Biotechnol., vol. 39, pp. 89–96, 2016.
- [5] M. Zhu and G. Diao, "Review on the progress in synthesis and application of magnetic carbon nanocomposites," Nanoscale, vol. 3, no. 7, pp. 2748–2767, 2011.
- [6] D. S. Mathew and R.-S. Juang, "An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their synthesis in microemulsions," Chem. Eng. J., vol. 129, no. 1, pp. 51–65, 2007.
- [7] S. Jauhar, J. Kaur, A. Goyal, and S. Singhal, "Tuning the properties of cobalt



nanotubes functionalized by H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HNO<sub>3</sub> oxidation," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 6, pp. 2401–2410, 2011.

- [17] B. B. Zhang et al., "Microwave absorption and magnetic properties of cobalt ferrites/carbon nanotubes nanocomposites," *Nano*, vol. 10, no. 5, p. 1550070, 2015.
- [18] S. Yesil and G. Bayram, "Effect of Carbon Nanotube Purification on the Electrical and Mechanical Properties of Poly (ethylene terephthalate) Composites with Carbon Nanotubes in Low Concentration," *J. Appl. Polym. Sci.*, 2011.
- [19] F. Avilés, J. V Cauich-Rodríguez, L. Moo-Tah, A. May-Pat, and R. Vargas-Coronado, "Evaluation of mild acid oxidation treatments for MWCNT functionalization," *Carbon N. Y.*, vol. 47, no. 13, pp. 2970–2975, 2009.
- [20] N. B. Colthup, L. H. Daly, and S. E. Wiberley, *Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy*. Academic Press, 1990.
- [21] D. S. Shin et al., "Distribution of oxygen functional groups of graphene oxide obtained from low-temperature atomic layer deposition of titanium oxide," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 23, pp. 13979–13984, 2017.
- [22] S. Pei and H.-M. Cheng, "The reduction of graphene oxide," *Carbon N. Y.*, vol. 50, no. 9, pp. 3210–3228, 2012.
- [23] Y. Zhou, Q. Bao, L. A. L. Tang, Y. Zhong, and K. P. Loh, "Hydrothermal dehydration for the 'green' reduction of exfoliated graphene oxide to graphene and demonstration of tunable optical limiting properties," *Chem. Mater.*, vol. 21, no. 13, pp. 2950–2956, 2009.
- [24] S. Jovanović, M. Spreitzer, M. Otoničar, J.-H. Jeon, and D. Suvorov, "pH control of magnetic properties in precipitation-hydrothermal-derived CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>," *J. Alloys Compd.*, vol. 589, pp. 271–277, 2014.