

iMat
Conference 2014

هشتمین همایش مشترک و
سومین کنفرانس بین المللی

مواد مهندسی

و متالورژی

انجمن مهندسیین متالورژی ایران

با همکاری دانشگاه تربیت مدرس

انجمن علمی ریخته گری ایران

۲۷ و ۲۸ آبان ۱۳۹۳ مرکز همایش های بین المللی شهید بهشتی، تهران

3rd International Engineering Materials & Metallurgy Conference

18 - 19 Nov., 2014 Shahid Beheshti Conference Center, Tehran, Iran

حامیان کنفرانس

برگزار کنندگان



شرکت ملی صنایع مس ایران



مرکز ملی تحقیقات مهندسی مواد



انجمن علمی ریخته گری ایران



۳۱ و ۳۲ آبان ۱۳۹۳
مرکز همایش‌های بین‌المللی شهید بهشتی، تهران
18 - 19 Nov, 2014
Shahid Beheshti Conference Center, Tehran, Iran

www.imatconf.com
info@imatconf.com



iMat

Conference 2014

3rd International Engineering
Materials & Metallurgy Conference

هشتمین همایش مشترک و سومین کنفرانس بین‌المللی

مواد مهندسی و متالورژی

(انجمن مهندسیین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری ایران)

شماره کوایی: ۹۳۰۸۳۷۴

گواهی ارائه مقاله

بدینوسیله گواهی می‌شود مقاله

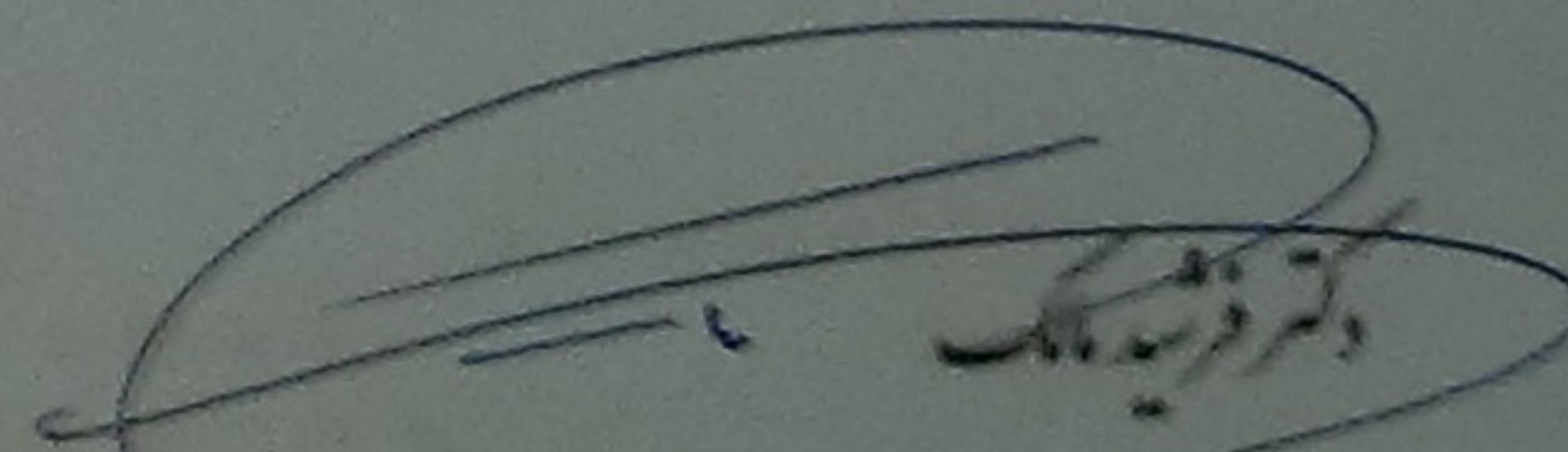
سترنانوذات آهن-نیکل به روش میکرومولسیون و بررسی تاثیر پارامترهای ساختمان بلور بر روی سایزذات

نویسنده اول: مهرداد درزی، نویسنده دوم: حسین مکی، نویسنده سوم: ابوالفضل باباخانی، نویسنده چهارم: سیل جلی، نویسنده پنجم: حسین شاپوچیان

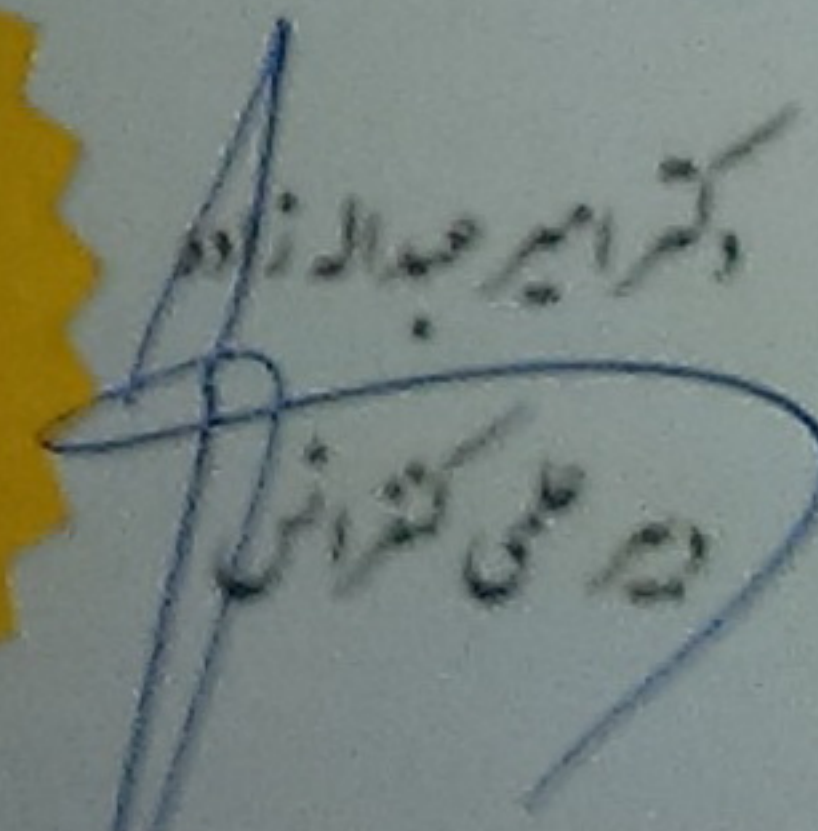
در بخش پوستر هشتمین همایش مشترک و سومین کنفرانس بین‌المللی مواد مهندسی و متالورژی

مورخ ۲۷ و ۲۸ آبان ماه سال ۱۳۹۳ پذیرفته شده است.

موقعت روز افزون شماره عرصه‌های علمی و ابرایی کشور عزیزان آرزو مندیم


دکتر فرزاد زندی
در کنفرانس




دکتر امیر عبدالزاهد
در علمی کنفرانس

۳۳ و ۳۴ آبان ۱۳۹۳
مرکز همایش‌های بین‌المللی شهید بهشتی، تهران
18 - 19 Nov, 2014
Shahid Beheshti Conference Center, Tehran, Iran

www.imatconf.com
info@imatconf.com



iMat

Conference 2014

3rd International Engineering
Materials & Metallurgy Conference

هشتمین همایش مشترک و سومین کنفرانس بین‌المللی

مواد مهندسی و متالورژی

(انجمن مهندسیین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری ایران)

شماره کوایی: ۹۳۰۸۳۷۴

گواهی ارائه مقاله

بدینوسیله گواهی می‌شود مقاله

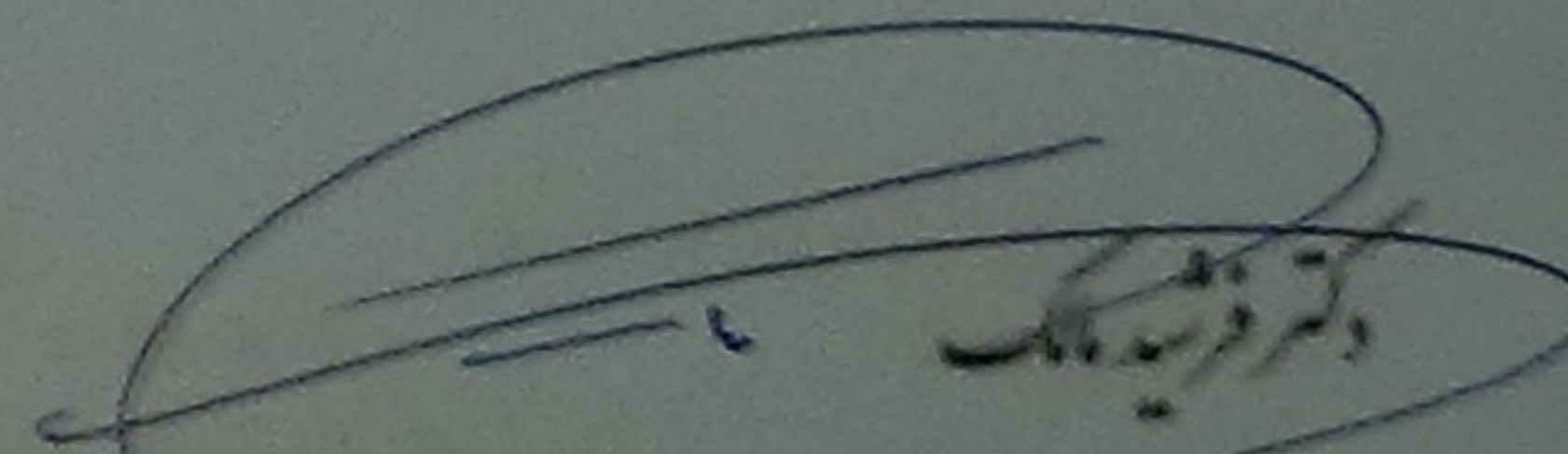
سترنانوذات آهن-نیکل به روش میکرومولسیون و بررسی تاثیر پارامترهای ساختمان بله‌سلی بروی سایزذات

نویسنده اول: مهرداد درزی، نویسنده دوم: حسین مکی، نویسنده سوم: ابوفضل باباخانی، نویسنده چهارم: سیل جلی، نویسنده پنجم: حسین شاپوچیان

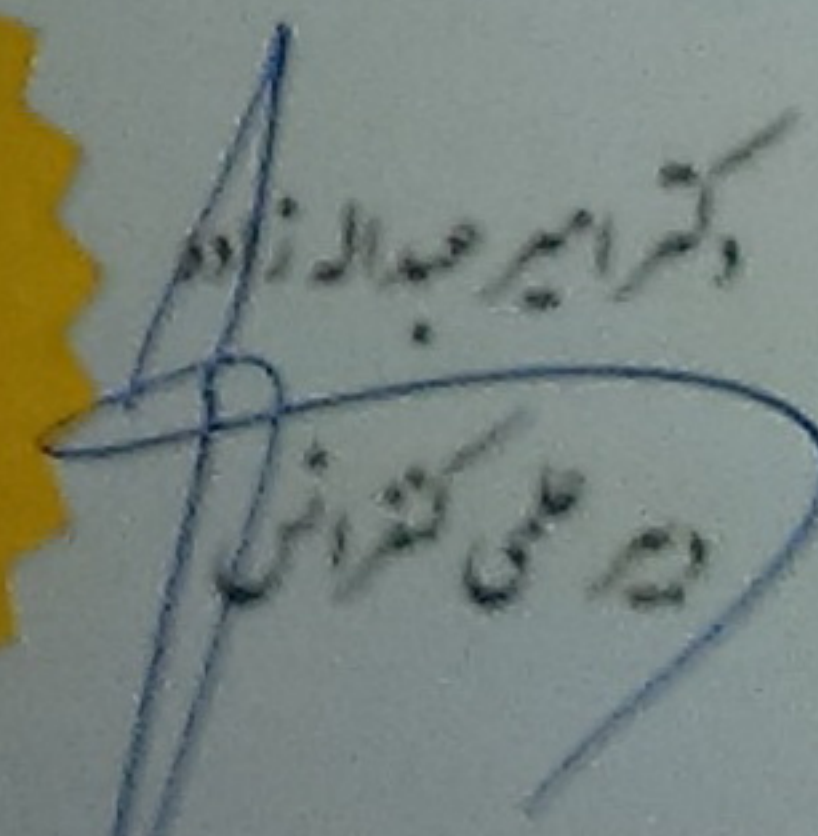
در بخش پوستر هشتمین همایش مشترک و سومین کنفرانس بین‌المللی مواد مهندسی و متالورژی

مورخ ۲۷ و ۲۸ آبان ماه سال ۱۳۹۳ پذیرفته شده است.

موقیعت روز افزون شماره ۱ عرصه‌های علمی و ابرایی کشور عزیزان آرزو مندیم


دکتر فرزاد ذاری
در کنفرانس




دکتر امیر عبدالزاهد
در علمی کنفرانس

Synthesis of Iron-Nickel nanoparticles by microemulsion method and investigation on the micellar parameters affected the particles size

Abstract

In this study, microemulsion method is used for synthesis of various iron-nickel nanoparticles compounds. Permalloy is the family of iron and nickel compounds which introduce such materials. These alloys are magnetically soft, with high Permeability and permittivity at low magnetically. In order to synthesis monodispersed and nano-sized nanoparticles with different morphologies, chloride salts of iron and nickel reduced by hydrazine under a reverse micelle interfaces environment. The effect of various micellar parameters are investigated on the particles size and composition of synthesized nanoparticles. These parameters are water to surfactant-cosurfactant ratio, water to oil ratio, oil to surfactant-cosurfactant ratio and two metal percentages. Synthesized nanoparticles were characterized via particle size analyzer (PSA), X-ray diffraction (XRD), atomic absorption spectrometry (AAS), thermo galvanometer analysis (TGA) and scanning electron microscopy (SEM). The results show that the size of nanoparticles increases by increasing the oil to surfactant-cosurfactant and water to oil ratios. Against, rising the surfactant-cosurfactant to water ratio lead to decreasing the size of nanoparticles. Therefore, Fe_{0.2}Ni_{0.8} alloy synthesized at microemulsion bath containing 10% water, 30% oil and %60 surfactant-cosurfactant found the minimum dimensions of 81 nm.

Keywords: microemulsion, iron-nickel, surfactant, particle size analyzer (PSA), reverse micelle.

سنتر نانوذرات آهن-نیکل به روش میکروامولسیون و بررسی تاثیر پارامترهای ساختمان مایسلی بروی سایز ذرات

چکیده

در این پژوهش، از روش میکروامولسیون برای سنتز ترکیبات مختلفی از نانو ذرات آهن-نیکل استفاده می‌شود. پرمالوی (permalloy) عنوان آلیاژی می باشد که به خانواده این ترکیبات آهن و نیکل اطلاق می شود. این آلیاژ از نظر مغناطیسی نرم بوده و تحت نیروهای مغناطیسی کم نفوذپذیری و گذردهی زیادی از خود نشان می‌دهد. به منظور سنتز نانوذراتی تک سایز با مورفولوژی‌های مختلف، نمک‌های کلریدی آهن و نیکل توسط عامل احیا کننده هیدرازین در محیط واسط مایسل معکوس واکنش می‌دهند. تاثیر پارامترهای مختلف ساختمان مایسلی مانند نسبت آب به سورفکتانت، نسبت آب به روغن و نسبت روغن به سورفکتانت و همچنین نسبت ترکیب دو فلز بروی سایز و مورفولوژی ذرات مورد بررسی قرار گرفته است. مشخصات نانوذرات سنتز شده، به وسیله آنالیزاندازه ذرات، آنالیز پراش اشعه ایکس، آنالیز جذب اتمی، آنالیزهای حرارتی و میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج نشان می‌دهند که با افزایش نسبت روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت و همچنین نسبت آب به روغن، اندازه نانوذرات افزایش می‌یابد. در مقابل افزایش نسبت سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب باعث کاهش اندازه نانوذرات می‌شود. بر این اساس آلیاژ $Fe_{0.2}Ni_{0.8}$ با ترکیب ۱۰ درصد آب، ۳۰ درصد فاز روغن و ۶۰ درصد مخلوط سورفکتانت و کوسورفکتانت منجر به سنتز ذرات آهن-نیکل با ابعاد ۸۱ نانومتر می‌شود.

واژه‌های کلیدی: میکروامولسیون، آهن-نیکل، سورفکتانت، آنالیز اندازه ذرات (PSA).

مقدمه

به آلیاژ عناصر آهن و نیکل پرمالوی گفته می‌شود. آلیاژ پرمالوی دارای خواص مغناطیسی قابل توجهی از جمله نفوذپذیری بسیار زیاد در میدان نقاط قوی، وادارندگی کم (در نزدیکی صفر مغناطوتنگش^۱) و مغناطیسی ناهمسانگرد می باشد (Guyer, 1932). خاصیت خوب مغناطیسی آلیاژهای پرمالوی را می‌توان وابسته به شبکه کریستالی آن‌ها دانست (Bozorth & Walker, 1953). دارا بودن ویژگی نفوذپذیری مغناطیسی بالای این آلیاژ باعث می‌شود که این آلیاژ به عنوان هسته مغناطیسی مواد در تجهیزات الکتریکی و الکترونیکی و همچنین در پوشیدگی مغناطیسی برای جلوگیری از میدان مغناطیسی، بسیار مفید باشد (Gehrmann, 2005). همچنین، مغناطوتنگش کم برای کاربردهای صنعتی بسیار مهم است، زیرا اجازه می‌دهد آلیاژ پرمالوی در فیلم‌های نازک که در آن تنش‌های متغیر وجود دارد مورد استفاده قرار گیرد (Smith, 1958).

اخیرا سنتز نانو ذرات پرمالوی مورد توجه قرار گرفته است، زیرا محققان به این نتیجه رسیده‌اند که هر چه ابعاد این آلیاژ به محدوده نانو ذرات نزدیک تر شود خواص مغناطیسی آن بهتر می‌شود. همچنین با ایجاد نانو ذرات تک سایز و با مورفولوژی‌های خاص، خواص مغناطیسی بیشتر متاثر می‌شوند (Lu, Liang, & Zhang, 2007).

روش‌های بسیاری برای تولید نانو ذرات پرمالوی وجود دارد، در این میان روش میکرومولسیون برای سنتز نانو ذرات پرمالوی دارای مزایای زیادی از جمله قابلیت تولید نانو ذرات با اندازه‌ی ریز، تک سایز و کنترل شکل مورفولوژی تولیدی اشاره نمود (Ban, Drofenik, & Makovec, 2006; Ni, Su, Yang, & Zheng, 2003). در این فرایند از دو فاز آبی و آلی استفاده می‌کنند، که چنانچه با سرعت همزده شوند قطرات یک فاز به صورت سوسپانسیون در دیگری حل می‌شوند. اندازه این قطرات با افزایش سورفکتانت تا حد خیلی زیادی ریز می‌شود. مولکولهای سورفکتانت روی سطح یک قطره آب جمع شده و آن را پایدار می‌کنند. چنین قطره‌ای مایسل نامیده می‌شود. از آنجایی که قطره حاصله خیلی کوچک است به عنوان یک محیط واکنش ایده‌آل برای تشکیل نانو ذره می‌باشد. مقادیر کمی از واکنش‌دهنده می‌تواند به داخل این قطره نفوذ کند و وقتی واکنشگر دوم واکنش می‌دهد، ذره خیلی کوچکی حاصل می‌آید (Ni, et al., 2003).

در تولید نانو ذرات ریز با مورفولوژی کنترل شده به روش میکرومولسیون پارامترهای بسیار زیادی تاثیر گذار می‌باشند که می‌توان در سه بخش پارامترهای ساختمان مایسلی، پارامترهای ترکیب شیمیایی و پارامترهای فرایند دسته‌بندی نمود. در پژوهشی -Dong Hwang Chen و Szu-Han Wu تولید نانو ذرات نیکل از طریق احیای کلرید نیکل با هیدرازین در میکرومولسیون کاتیونی آب در روغن از water/CTAB در دمای ۷۳ درجه سانتی‌گراد را مورد مطالعه قرار دادند. مطالعه بر روی ترکیب محلول میکرومولسیون نشان داد که قطر متوسط نانو ذرات نیکل عمدتاً تحت تاثیر نسبت CTAB/n-hexanol و غلظت هیدرازین می‌باشد (Chen & Wu, 2000).

در مطالعه دیگری توسط Dong-Hwang Chen و Chih-Hsuan سنتز نانو ذرات نیکل به وسیله‌ی احیای کلرید نیکل با هیدرازین در محلول آبی از سورفکتانت کاتیونی CTAB/TC12AB مورد بررسی قرار گرفته است و مشخص شد که اندازه متوسط ذرات با افزایش غلظت کلرید نیکل یا کاهش غلظت هیدرازین، افزایش می‌یابد. زمانی که نسبت غلظت هیدرازین به کلرید نیکل بیشتر از ۴۰ شود، قطر متوسط نزدیک به مقدار ثابتی می‌شود (Chen & Hsieh, 2002).

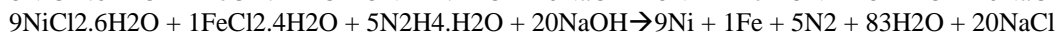
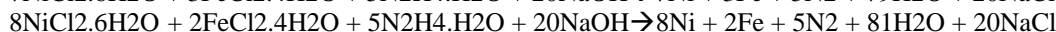
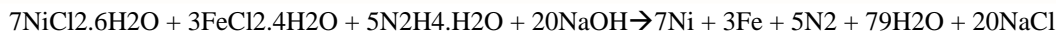
¹ Magnetostriction

در مقاله دیگری با عنوان تولید نانوذرات میله‌ای شکل نیکل در میکرومولسیون آب در روغن، نانومیله‌های نیکل با قطر ۸ تا ۱۰ و طول ۱۰۰ تا ۲۰۰ نانومتر به وسیله‌ی احیای کلرید نیکل توسط هیدرازین در آب/بوتانول/اولئات پتاسیم/ نفت سفید و به روش میکرومولسیون تولید شده است. اندازه نانولوله‌ها تحت تاثیر طول مایسل و نسبت مولی آب به سورفکتانت می‌باشد. اثر نسبت وزنی کو سورفکتانت به سورفکتانت تیر تشکیل ذرات نیز مورد بحث قرار گرفته است (Ni, et al., 2003).
Ban و همکارانش نیز به تولید نانوذرات آلیاژ آهن-نیکل از روش مایسل معکوس پرداخته شده است. در این مقاله نانوذرات آهن-نیکل با نسبت ۸۰٪ نیکل و ۲۰٪ آهن از طریق احیای نمک‌های با سدیم بور هیدرید در میکرومولسیون کاتیونی آب در روغن که شامل آب، CTAB، n-butanol و روغن می‌باشد در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد تولید شده است. همچنین مشخص شد مورفولوژی نانوذرات آلیاژ آهن-نیکل به ترکیب میکرومولسیون وابسته می‌باشد (Ban, et al., 2006).
در این پژوهش، روش میکرومولسیون برای سنتز نانوذرات پرملولی با ترکیبات مختلف استفاده می‌شود و تاثیر پارامترهای مختلف ساختمان مایسلی مانند نسبت آب به سورفکتانت، نسبت آب به روغن و نسبت روغن به سورفکتانت بروی سایز و مورفولوژی ذرات مورد بررسی قرار می‌گیرد.

روش انجام آزمایشات

مواد بکار گرفته شده شامل FeCl₂.4H₂O (Germany-Merck) و NiCl₂.6H₂O (Chevron Phillips) به عنوان نمک‌های اولیه، N₂H₄.H₂O (Spain-Scharlau) به عنوان عامل احیاکننده، NaOH (Germany-Merck) به عنوان کاتالیزور، ایزواکتان (India-SUVCHEM) به عنوان فاز روغنی، و در آخر CTAB (KBR) و n-Butanol (Flucka) نیز به عنوان سورفکتانت و کوسورفکتانت می‌باشند.

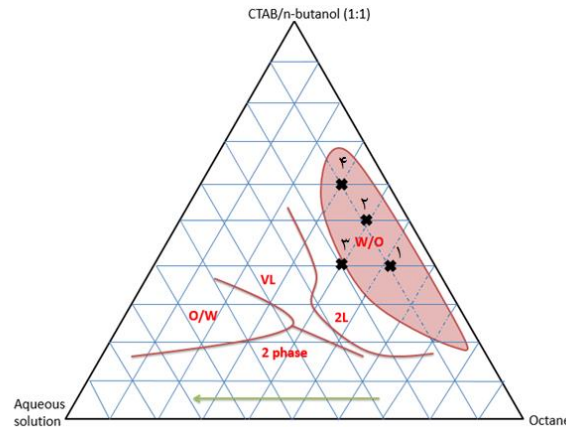
دو نوع میکرومولسیون تهیه شده است. میکرومولسیون اول شامل محلول ۵ مولار N₂H₄.H₂O و NaOH با مخلوطی از n-Butanol، Iso-OCTANE و CTAB می‌باشد. در میکرومولسیون دوم، محلول ۰/۵ مولار FeCl₂.4H₂O و NiCl₂.6H₂O با سه نسبت مولی متفاوت (برای تولید نمونه‌های به ترتیب Fe₀.1Ni₀.9، Fe₀.2Ni₀.8 و Fe₀.3Ni₀.7) با مخلوطی از n-Butanol، Iso-OCTANE و CTAB ترکیب شده است. استوکیومتری برای سه حالت Fe₀.1Ni₀.9، Fe₀.2Ni₀.8 و Fe₀.3Ni₀.7 در زیر آورده شده است:



میکرومولسیون اول و دوم به صورت همزمان بر روی همزن قرار گرفته و دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد، زمان ۵ دقیقه و سرعت همزن را ۱۰۰ دور بر دقیقه تنظیم شده است. پس از اینکه که هر دو میکرومولسیون محلولی شفاف رنگ شدند، میکرومولسیون دوم را به اولی اضافه می‌کنیم و به مدت ۸ دقیقه و در همان ۱۰۰ دور بر دقیقه و دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد این دو میکرومولسیون توسط همزن مخلوط می‌شوند. هنگامی که میکرومولسیون دوم به اولی اضافه شد به سرعت در همان ثانیه اول خیلی سریع رنگ محلول به سبز تیره تغییر کرد و سریع بعد چند ثانیه سیاه شد. pH اندازه گیری شده از میکرومولسیون اول و دوم عددی حدود ۱۱ تا ۱۲ را نشان می‌دهد.

به منظور بررسی تاثیر پارامترهای مختلف ساختمان مایسلی مانند مقدار آب، سورفکتانت و روغن بروی سایز و مورفولوژی ذرات، طراحی آزمایشات با نسبت ترکیب‌های مختلف استفاده شده است. نسبت هر یک از فازها هم در میکرومولسیون اول و هم در

میکروامولسیون دوم از نقاط نشان داده شده در شکل ۱ گرفته شده است که در کل شامل ۴ نقطه با نسبت‌های مختلف از n-Butanol, Iso-OCTANE, CTAB و محلول آبی می‌باشد تا با ثابت قراردادن یک یا چند پارامتر بتوان پارامترهای دیگر را در اندازه نانوذرات مقایسه نمود.



شکل ۱- دیاگرام سه تایی ترکیب فازی میکروامولسیون

پودر با ترکیب $Fe_{0.2}Ni_{0.8}$ توسط ۴ آزمایش مذکور سنتز شده و سایز آن مورد بررسی قرار می‌گیرد. همچنین، این پودر به روش غیر میکروامولسیونی نیز سنتز می‌گردد و سایز آن با روش دیگر مقایسه می‌گردد. سپس پودرهای با ترکیبات $Fe_{0.1}Ni_{0.9}$ و $Fe_{0.3}Ni_{0.7}$ با ترکیب میکروامولسیون بهینه بدست آمده از آزمایشات فوق سنتز می‌گردند. مشخصات نمونه‌های سنتز شده در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱- طراحی آزمایشات

شماره نمونه	ترکیب اسمی	water	Octan	CTAB+n-Butanol	سایز (نانومتر)
D0	۲۰-۸۰	Without Microemulsion			۸۷۳۰
D1	۲۰-۸۰	۱۰	۵۰	۴۰	۱۳۹
D2	۲۰-۸۰	۱۰	۴۰	۵۰	۱۱۵
D3	۲۰-۸۰	۲۰	۴۰	۴۰	۱۴۶
D4	۲۰-۸۰	۱۰	۳۰	۶۰	۸۱
D5	۳۰-۷۰	۱۰	۳۰	۶۰	۱۰۲
D6	۱۰-۹۰	۱۰	۳۰	۶۰	۹۵

برای اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات و مقادیر سطح ویژه پودرهای شیمیایی و سرامیکی از دستگاه آنالیز اندازه ذرات^۱ لیزری مدل Fritsch A22 استفاده شد. همچنین مورفولوژی نانوذرات آهن- نیکل توسط میکروسکوپ نوری عبوری^۲ (TOM) و میکروسکوپ

^۱ Particle size analyzer

^۲ Transmition Optical Microscope (TOM)

اکترونی روبشی^۱ (SEM) مدل VP 1450 بررسی شده است. برای آنالیز عنصری جذب اتمی از دستگاه شیماتسو^۲ ساخت ژاپن استفاده شده است.

همچنین، از ابزارهای طیف‌نمایی پراش اشعه ایکس^۳ (XRD) به منظور مطالعه عنصری و فازی پودر نانوذرات آهن-نیکل استفاده شده است. آنالیزهای پراش اشعه ایکس با استفاده از دستگاه Philips X'pert diffractometer و با استفاده از پرتوافشانی λ Cu K α ($\lambda = 0.15406$ nm) انجام شده است. برای بررسی مکانیزم احتراق پودر نانوذرات آهن-نیکل نیز از آنالیز توزین حرارتی (TGA) و آنالیز حرارتی افتراقی (DSC) در شرایط نرخ گرمایش ثابت $10^\circ\text{C}/\text{min}$ تا دمای 1000°C و اتمسفر محیط و با استفاده از دستگاه STA503 استفاده شده است.

نتایج و بحث

جدول ۱ میانگین اندازه ذرات هفت نمونه تولید شده در این پژوهش را نشان می‌دهد. ابتدا با مقایسه نمونه‌های D1، D2 و D3 به بررسی تاثیر پارامترهای ساختمان مایسلی بروی سایز ذرات می‌پردازیم. برای مقایسه‌ی پارامترهای تاثیرگذار بر روی اندازه ذرات با ثابت در نظر گرفتن یک پارامتر از سه پارامتر آب، روغن و ترکیب سورفکتانت/کوسورفکتانت و مقایسه‌ی نسبت دو پارامتر دیگر می‌توان عمل نمود. نتایج این مقایسه در جدول ۲ و شکل ۲ آورده شده است:

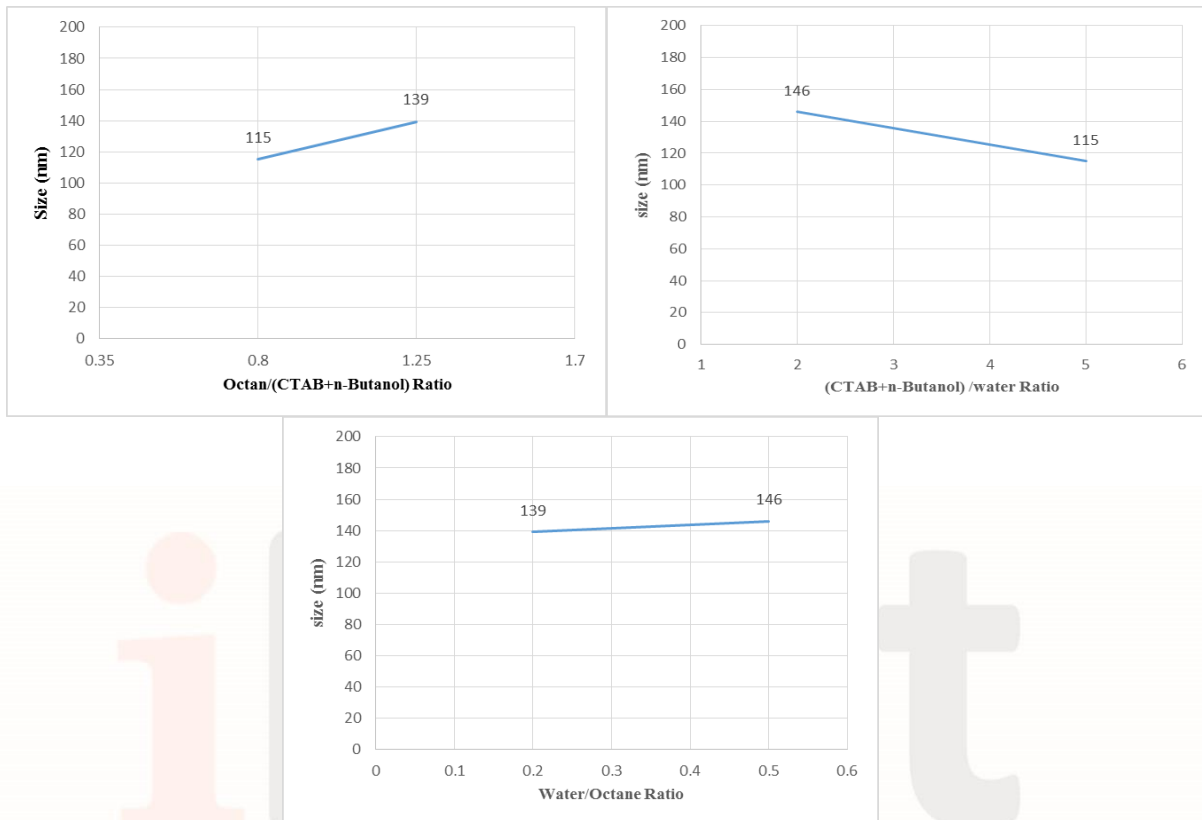
جدول ۲- تاثیر دو به دو نسبت‌های پارامترهای مایسلی

نسبت اندازه ذرات	نسبت تغییرات متغیر	نسبت متغیر	پارامتر ثابت	مقایسه نمونه‌ها
$\frac{139}{115}$	$\frac{50}{40} = 1.25$	روغن	آب	D2 و D1
	$\frac{40}{50} = 0.8$	سورفکتانت - کوسورفکتانت		
$\frac{139}{146}$	$\frac{10}{50} = 0.2$	آب	سورفکتانت-کوسورفکتانت	D3 و D1
	$\frac{20}{40} = 0.5$	روغن		
$\frac{115}{146}$	$\frac{50}{10} = 5$	سورفکتانت - کوسورفکتانت	روغن	D3 و D2
	$\frac{40}{20} = 2$	آب		

¹ Scanning Electron Microscopy (SEM)

² Shimadzu

³ X-ray diffraction (XRD)



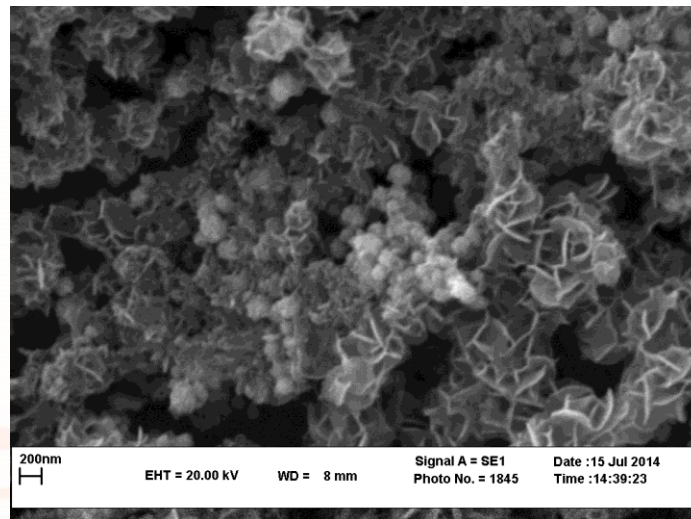
شکل ۲- تاثیر پارامترهای ساختمان مایسلی بروی سایز ذرات

طبق نتایج بدست آمده نشان می‌دهد که با افزایش نسبت روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت و همچنین نسبت آب به روغن اندازه نانوذرات افزایش می‌یابد. در مقابل افزایش نسبت سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب باعث کاهش اندازه نانوذرات می‌شود. در میان این سه نسبت، نسبت سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب بیشترین تاثیر را در سایز ذرات دارد (۵۰ درصد تاثیر). بعد از آن نسبت روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت بیشترین تاثیر را دارد (۳۸/۷ درصد تاثیر) و در آخر هم نسبت آب به روغن تاثیرگذار می‌باشد (۱۱/۳ درصد تاثیر).

در بین سه ماده آب، روغن و سورفکتانت، مقدار سورفکتانت بیشترین تاثیر را نسبت به آب و روغن بروی سایز ذرات دارد (Ban, et al., 2006). بنابراین کسری که سورفکتانت در آن وجود داشته باشد بیشترین اثر را خواهد داشت. حال بین دو نسبت سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب و روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت، با افزایش یا کاهش کسر روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت به علت اینکه صورت و مخرج عکس هم تغییر می‌کنند و در اینجا با توجه به اینکه می‌دانیم افزایش یا کاهش هر دو پارامتر تاثیر یکسانی روی اندازه ذرات دارند بنابراین در کل تا حدودی اثر هم را خنثی می‌کنند. در حالی که می‌دانیم با افزایش یا کاهش کسر سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب باعث می‌شود صورت و مخرج، عکس هم تغییر کنند ولی چون افزایش یا کاهش هر دو پارامتر تاثیر یکسانی ندارند بنابراین در کل مقدار هم را تقویت می‌کنند. پس نتیجه می‌شود کسر سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب

بیشترین تاثیر را داشته باشد و بعد از آن کسر روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت بیشترین تاثیر را دارا باشد. در آخر نیز کسر آب به روغن تاثیر گذار می‌باشد.

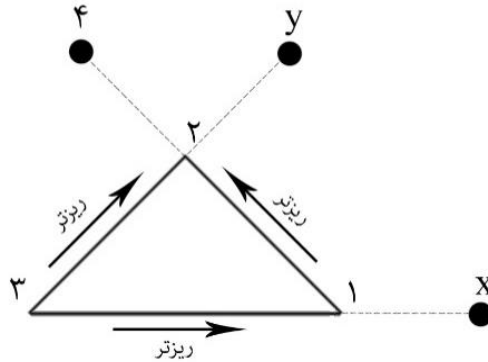
شکل ۳ تصویر SEM ذرات آهم- نیکل که از نمونه‌ی D3 ثبت شده است را نشان می‌دهد. با توجه به تصویر دو نوع مورفولوژی کرومی و ورقه‌ای^۱ دیده می‌شود. ابعاد تقریبی مورفولوژی کرومی در حدود ۱۱۵ نانومتر می‌باشد و ابعاد ورقه‌ای‌ها بزرگ تر می‌باشد. در تصویر آگلومره شدن ذرات را شاهد هستیم که در مورد مورفولوژی ورقه‌ای بیشتر اتفاق افتاده است. یکنواختی اندازه ذرات نیز مشاهده می‌شود. علت آگلومره شدن را می‌توان در خطای آماده‌سازی نمونه جویا شد. به این علت که در جداسازی با دستگاه سانتریفیوژ آب و روغن جدا و ذرات به صورت خوشه‌ای در کنار هم قرار گرفتند.



شکل ۳- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

می‌توان با توجه به نتایج جدول ۱ و بر اساس شکل ۱ بیان نمود که با حرکت از نقطه‌ی ۱ به ۲، اندازه ذرات نانوذرات ریزتر شده و همچنین با حرکت از نقطه‌ی ۲ به ۳ اندازه نانوذرات درشت‌تر شده است و با حرکت از نقطه‌ی ۱ به ۳ اندازه نانوذرات درشت‌تر می‌شود. (شکل ۴) بنابراین نقطه‌ی ۴ را به موارد مورد بررسی اضافه نمودیم چون می‌توان پیش‌بینی نمود با ادامه‌ی حرکت از نقطه‌ی ۱ به ۲، نقطه‌ی دیگری با اندازه نانوذرات ریزتر بدست آورد. نقاط x و y نیز طبق استدلال بالا باید ریزتر می‌شدند که به خاطر خارج شدن از محدوده آب در روغن مورد بررسی قرار داده نشدند. با رجوع به جدول ۱، نتایج اندازه نانوذرات مشاهده می‌شود که همانطور که پیش‌بینی شده بود اندازه حاصل از نقطه‌ی ۴ با اندازه‌ی ۸۱ نانومتر به مراتب ریزتر می‌باشد.

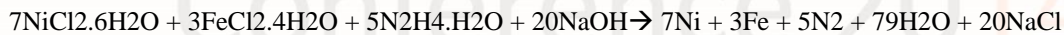
¹ Flake



شکل ۴- نقاط قابل پیش‌بینی برای تولید نانوذرات ریزتر

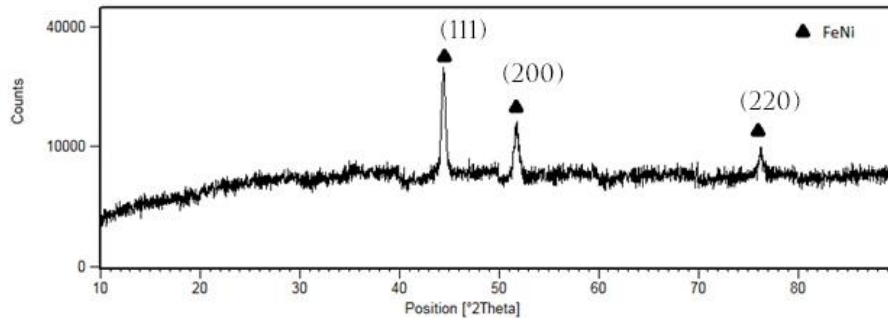
با مقایسه‌ی بین نمونه‌ی D0 با نمونه‌های D1، D2، D3 و D4 می‌توان مشاهده نمود اندازه ذرات در حالت بدون میکروامولسیون بسیار بیشتر از حالتی می‌باشد که با میکروامولسیون تولید شده‌اند. این نتیجه نشان می‌دهد که روش میکروامولسیون نسبت به روش معمول به دلیل انجام واکنش در راکتور کوچکتر مایسلی به مراتب باعث سنتز ذرات کوچکتری می‌شود. بنابراین تا اینجا بهترین نقطه از نظر ریزتر بودن اندازه نانوذرات، ترکیب در نقطه‌ی ۴ می‌باشد.

شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس نانوذرات آهن- نیکل که مربوط به نمونه‌ی D4 می‌باشد را نشان می‌دهد. الگوی مشاهده شده با الگوی کد مرجع ۰۰-۰۱۲-۰۷۳۶ که مربوط به ماده FeNi می‌باشد تطابق کاملی دارد. همانطور که پیش‌بینی شده بود، در الگوی پراش نیز پیک‌ها فقط ذرات آهن- نیکل را نشان می‌دهند و مواد اضافه و یا ناخواسته‌ی دیگری در حین تولید پدید نیامده‌اند. با دانستن اینکه در محیط آبی آهن و نیکل تمایل زیادی به اکسید شدن دارند و اینکه روش مایسل معکوس در محیط آبی اتفاق می‌افتد، احتمال تشکیل اکسید بسیار بالا بود اما چون در استوکیوتری که در زیر نیز آورده شده نیتروژن تولید می‌شود بنابراین واکنش تحت اتمسفر نیتروژنی اتفاق می‌افتد و از اکسید شدن جلوگیری می‌کند.



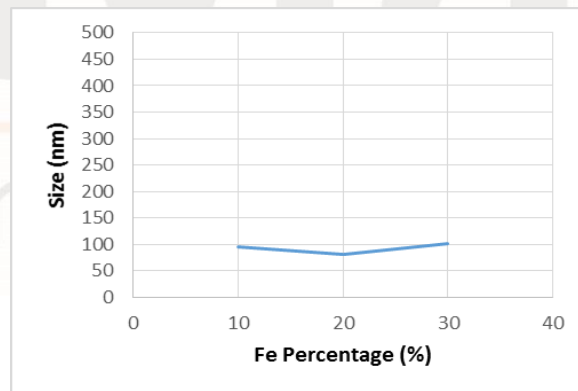
همچنین، اندازه کریستالیت‌های نانوذرات آهن- نیکل با استفاده از الگوی اشعه X و نرم افزار X'Pert High Score بر اساس روش شرر محاسبه شده است. میانگین اندازه کریستالیت‌های نانوذرات آهن- نیکل در این نمونه ۲۷ نانومتر محاسبه شده است که نشان دهنده ماهیت نانو کریستالی نانوذرات می‌باشد.

¹ Reference Code



شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه D4

حال همانطور که در قسمت طراحی آزمایشات نیز بیان شد، مقایسه‌ای بین سه ترکیب $Fe_{0.3}Ni_{0.7}$ و $Fe_{0.2}Ni_{0.8}$ ، $Fe_{0.1}Ni_{0.9}$ در نقطه‌ی ثابت ۴ صورت گرفته است. شکل ۶ نتایج تاثیر ترکیب شیمیایی بر روی اندازه دانه را نشان می‌دهد که با توجه به شکل می‌توان مشاهده نمود با افزایش یا کاهش درصد آهن یا نیکل تغییر چشمگیری در اندازه نانوذرات شاهد نیستیم. این نتیجه به این دلیل می‌باشد که اندازه ذرات به مقدار مواد و نسبت اجزای میکرومولسیون وابسته می‌باشد و متاثر از ترکیب شیمیایی نیستند. تفاوت اندک مشاهده شده را می‌توان ناشی از خطای اندازه‌گیری و دستگاه‌ها، خطای آماده‌سازی نمونه، نحوه توزیع ذرات، اثرات مغناطیسی و غیره دانست.



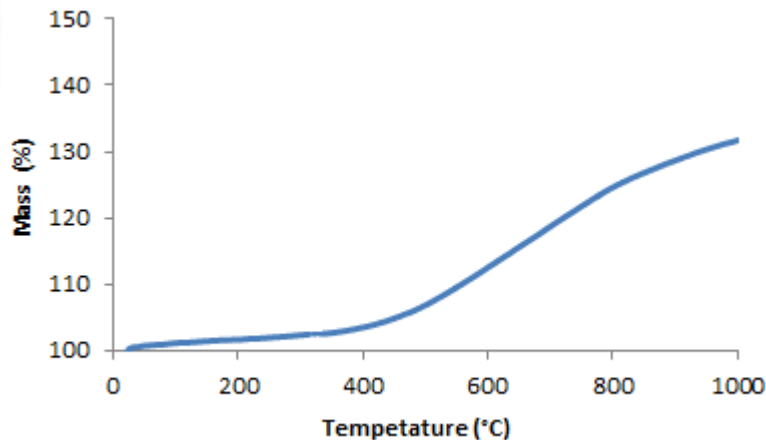
شکل ۶- تاثیر ترکیب شیمیایی بر روی اندازه دانه

نتایج آنالیز عنصری جذب اتمی (AAS) سه نمونه D4، D5 و D6 در جدول ۳ بر اساس درصد، آورده شده است. طریقه آماده‌سازی نمونه‌ها به اینصورت می‌باشد که مقداری از نانوذرات پرمالوی در محلول اسید نیتریک حل شده و آنالیز بر روی این محلول صورت می‌گیرد. حاصل این آزمایش غلظت یون هر عنصر می‌باشد که آن را می‌توان به درصد تبدیل نمود که در جدول زیر آورده شده است. درصدهای بدست آمده از آنالیز جذب اتمی تطبیق خوبی با درصدهای ترکیب اولیه دارند اما همین مقدار اختلاف را نیز می‌توان تحت تاثیر عواملی همچون خطای اندازه‌گیری، خطای دستگاه‌های مورد استفاده حین تولید و یا خلوص مواد اولیه به کار گرفته شده، که باعث کامل انجام نشدن واکنش استوکیومتری می‌شود، دانست.

جدول ۳- نتایج آنالیز عنصری جذب اتمی

نمونه	ترکیب تئوری		ترکیب آنالیز جذب اتمی	
	Fe	Ni	Fe	Ni
D4	۲۰	۸۰	۱۸/۳۲۷	۸۱/۶۷۳
D5	۳۰	۷۰		
D6	۱۰	۹۰		

برای بررسی رفتار حرارتی آهن و نیکل از آنالیز توزین حرارتی (TGA) استفاده شده است. در این آنالیز حدود ۱۳/۶۳ میلی‌گرم از پودر مورد نظر درون بوته آلومینیایی قرار گرفته شده و تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد در اتمسفر محیط حرارت داده می‌شوند. شکل ۷، آنالیز حرارتی مخلوط بال میل شده پودرهای آهن و نیکل را نشان می‌دهد. پودرهای مورد آزمایش شامل ۷۰ درصد نیکل و ۳۰ درصد آهن بودند. همانطور که مشاهده می‌شود سیر صعودی در شکل نشان دهنده افزایش وزن نمونه با افزایش دما دیده می‌شود. این افزایش وزن به دلیل اکسیداسیون نمونه می‌باشد. در شکل سه مرحله قابل مشاهده می‌باشد، مرحله اول در از دمای محیط تا دمای حدود ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، مرحله دوم در محدوده دمایی ۴۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد و مرحله سوم در محدوده دمایی ۱۰۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد. منطقه اول مربوط به اکسیداسیون نیکل و مناطق دوم و سوم اکسیداسیون آهن می‌باشند. آهن دارای سه اکسید هماتیت (Fe_2O_3)، مگنتیت (Fe_3O_4) و وستیت (FeO) می‌باشد. سرعت رشد اکسید وستیت نسبت به دو اکسید دیگر بالا می‌باشد. این اکسید در دماهای بالای ۵۷۰ درجه سانتی‌گراد پایدار می‌باشد. در دماهای کمتر از ۵۷۰ درجه سانتی‌گراد دو اکسید دیگر تشکیل می‌شوند. در دماهای بالاتر از ۵۷۰ درجه سانتی‌گراد با تشکیل وستیت سرعت اکسیداسیون بالا می‌رود و این امر منجر به افزایش شیب شکل در مرحله دوم می‌شود. بر اساس نتایج بالا می‌توان به این مهم دست یافت که در زمان خشک کردن اکسید شدن نمونه اتفاق نمی‌افتد. در الگوی پراش اشعه ایکس این نمونه هم هیچگونه اکسیدی مشاهده نشده است زیرا دمای اکسید شدن این آلیاژ از حدود ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به بالا اتفاق می‌افتد اما در این مقاله مواد در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد خشک شده‌اند.



شکل ۷- نمودار آنالیز حرارتی آلیاژ $Ni_{0.7}Fe_{0.3}$

نتیجه گیری

در این پژوهش، روش میکرومولسیون برای سنتز نانوذرات پرمالوی با ترکیبات مختلف استفاده شده است و تاثیر پارامترهای مختلف ساختمان مایسلی مانند نسبت آب به سورفکتانت، نسبت آب به روغن و نسبت روغن به سورفکتانت بروی سایز و مورفولوژی ذرات مورد بررسی قرار گرفته است. مشخص شده است که با افزایش نسبت روغن به سورفکتانت-کوسورفکتانت و همچنین نسبت آب به روغن اندازه نانوذرات افزایش می‌یابد. در مقابل افزایش نسبت سورفکتانت-کوسورفکتانت به آب باعث کاهش اندازه نانوذرات می‌شود. بر این اساس آلیاژ Fe_{0.2}Ni_{0.8} با ترکیب ۱۰ درصد آب، ۳۰ درصد فاز روغن و ۶۰ درصد مخلوط سورفکتانت و کوسورفکتانت منجر به سنتز ذرات آهن-نیکل با کوچکترین ابعاد (۸۱ نانومتر) می‌شود. در الگوی پراش اشعه X این نمونه فقط پیک ذرات آهن-نیکل مشاهده می‌شود و مواد اضافه و یا ناخواسته‌ی مانند اکسید یا مواد اولیه مورد استفاده در نانوذرات تولیدی وجود ندارند. همچنین میانگین اندازه کریستالیت‌های نانوذرات آهن-نیکل در این نمونه ۲۷ نانومتر محاسبه شده است. همچنین، در آنالیز عنصری جذب اتمی صورت گرفته از نمونه‌های D4، D5 و D6، درصد‌های بدست آمده از آنالیز جذب اتمی تطبیق خوبی با درصد‌های ترکیب اولیه دارند.

منابع

- Ban, I., Drofenik, M., & Makovec, D. (2006). The synthesis of iron–nickel alloy nanoparticles using a reverse micelle technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 307(2), 250-256.
- Bozorth, R. M., & Walker, J. G. (1953). Magnetic Crystal Anisotropy and Magnetostriction of Iron-Nickel Alloys. *Physical Review*, 89(3), 624-628.
- Chen, D.-H., & Hsieh, C.-H. (2002). Synthesis of nickel nanoparticles in aqueous cationic surfactant solutions. [10.1039/B200603K]. *Journal of Materials Chemistry*, 12(8), 2412-2415.
- Chen, D.-H., & Wu, S.-H. (2000). Synthesis of Nickel Nanoparticles in Water-in-Oil Microemulsions. *Chemistry of Materials*, 12(5), 1354-1360.
- Gehrmann, B. (2005). Nickel–iron alloys with special soft magnetic properties for specific applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 290–291, Part 2(0), 1419-1422.
- Guyer, E. M. (1932). The relative permeability of iron, nickel and permalloy in high frequency electromagnetic fields. *Journal of the Franklin Institute*, 213(1), 75-88.
- Lu, X., Liang, G., & Zhang, Y. (2007). Synthesis and characterization of magnetic FeNi₃ particles obtained by hydrazine reduction in aqueous solution. *Materials Science and Engineering: B*, 139(2–3), 124-127.
- Ni, X.-M., Su, X.-B., Yang, Z.-P., & Zheng, H.-G. (2003). The preparation of nickel nanorods in water-in-oil microemulsion. *Journal of Crystal Growth*, 252(4), 612-617.
- Smith, D. O. (1958). Static and Dynamic Behavior of Thin Permalloy Films. *Journal of Applied Physics*, 29(3), 264-273.