

5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز





دانشگاه شیراز

انجمن مهندسين متالورژی ايران

انجمن علمی ریخته گری ايران

iMAT
Conference 2016

پنجمین کنفرانس بین المللی
مهندسی مواد و متالورژی

و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ايران

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵
دانشگاه شیراز

کتابی ارائه مقاله

پنجمین کنفرانس بین المللی
مهندسی مواد و متالورژی

ضمن تشکر و قدردانی از ارائه مقاله با عنوان

سنتز به روش پاش پودر میکروس دوم مرحله ای نانوذرات فیریت $CoNiFe_2O_4$

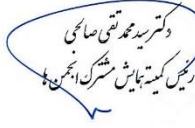
د پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ايران این کتابچه به

فرناز ابراهیمی، جواد حیدری، ابوالفضل یلمانی، سید عبدالکریم سجادی

اعطای گردد. موفقیت روز افزون شما را در پیشرفت علم و فناوری از خداوند متعال خواستاریم.



دکتر امیر آغاجانی



دکتر سید محمد تقی صابقی

رئیس کمیته پایش مشترک انجمن



دکتر سید محمد تقی زبرد

رئیس کمیته پایش



iMAT 2016

پنجمین کنفرانس بین‌المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری ايران
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز

شد. نمونه‌ها به روش آنالیز پراش پرتو ایکس برای بررسی خواص ساختاری، FT-IR برای شناسایی تشکیل کمپلکس‌ها و عوامل فعال کننده سطحی (capping agent) جذب اسپکتروفتومتر (UV-VIS) برای بررسی خواص نوری مورد مطالعه قرار گرفتند. نتایج نشان می‌دهد هنگامی که دما بالای ۲۱۰°C است، سولفات ایندیم به صورت کامل تجزیه شده و محصول بدست آمده محلول جامد CuInS₂ با ساختار بلوری بلی ناپ (ورتریت و کالکوپریت) با کمی فازهای جانبی (سولفید مس، سولفات ایندیم و سولفور) است. بنابراین با افزایش دما از ۱۲۰°C به ۲۴۰°C درجه ساختار بلوری کالکوپریت نسبت به ساختار ورتریت تقویت می‌شود. واژه‌های کلیدی: ترمولیز، فازهای جانبی، بلی ناپ، تجزیه کمپلکس

سنتر نانو پودر نیتريد تیتانيوم از پیش ماده حاصل از روش سل-ژل

ساناز راهرو، فرهاد گلستانی فرد، سید محمد میرکافلی
دانشگاه علم و صنعت

در این تحقیق پودر نیتريد تیتانيوم با ابعاد نانو از طریق واکنش پیش ماده حاصل از روش سل-ژل (TiO₂) در گاز هیدروژن و نیتروژن تولید شد. در روش سل-ژل، اکسید فلز تیتانیوم توسط آب هیدروژنیز شد. سرعت هیدروژنیز اکسید کاتالیز کنترل شد. سل حاصل پس از چگالشی در خشک-کن قرار گرفت و ژل حاصل در دمای ۵۴۰°C کلسینه شد و پودر TiO₂ با سطح ویژه بالا حاصل شد و سپس در کوره تپویی تحت اتمسفر نیتريد شده. فلو گاز متفاوت در زمان‌های متفاوت آزمایش شد و فلو

آنالیزهای پراش اشعه ایکس (XRD) و آنالیز مغناطیسی سنخ نمونه ارتعاشی (VSM) به ترتیب بیانگر سنتر موقیعت‌آمیز این نانوفریت‌ها و وجود خاصیت سوپر پارامغناطیسی در آن‌ها می‌باشد. به علاوه جهت مطالعه خواص مغناطیسی و تغییرات موضعی آن از میکروسکوپ نیروی مغناطیسی (MFM) استفاده شد. همچنین در بررسی اندازه و مورفولوژی توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) حضور این نانوفریت تک اندازه با میانگین اندازه ۵ نانومتر با مورفولوژی کروی، تأیید شدند.

واژه‌های کلیدی: نانوفریت، مایسل معکوس، مغناطیسی سنخ نمونه ارتعاشی، میکروسکوپ نیروی مغناطیسی، سوپرپارامغناطیسی

اثر دما بر تشکیل فازهای مختلف

نانوذرات CuInS₂ سنتز شده به روش ترمولیز

مهسا پدالی^۱، سمیه اعظم الهادی^۱، سیدمحمد میرکافلی^۱ پاسروچی‌شاد^۱
۱- دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه علم و صنعت ایران
۲- پژوهشکده حمل و نقل سازمان فضایی ایران

نانوذرات CuInS₂ به روش سریع و تک مرحله ای ترمولیز سنتز شدند. در این تحقیق، دمای تجزیه کمپلکس‌ها مورد بررسی قرار گرفت. با انحلال CuCl₂ و In₂(SO₄)₃ به عنوان عناصر کاتیونی، تیولور (SC(NH₂)₂) به عنوان منبع گوگرد و بلی ویتیل پیرولیدون (PVP) به عنوان عامل اصلاح سطح (سورفکتانت) در دی اتیلان گلیکول (CH₂CH₂ OH)₂ به عنوان حلالی غیر سمی و ارزان قیمت و اتیلان دی آمین (C₂H₄N₂) کلونیید CuInS₂ نپه



iMAT 2016

پنجمین کنفرانس بین‌المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری ايران
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز

شدند. چگالی و تخلخل نمونه‌ها، استحکام خمشی سه نقطه‌ای، ریزساختار و آنالیز فازی کامپوزیت‌های تهیه شده اندازه‌گیری و با یکدیگر مقایسه شد. نتایج نشان داد که استفاده از کوره مایکروویو علاوه بر صرفه جویی در هزینه و زمان، موجب دستیابی به چگالی مناسب، تجزیه زیرکن در دمای کمتر و تشکیل فاز زیرکینی تتراکونال در کامپوزیت‌های آلومینا-مولایت-زیرکینیا می‌شود. کمترین تخلخل و بیشترین استحکام در نمونه‌های ۳ ساعت آسیاب شده و تهیه شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد با افزودن ۵٪ آنالوژیت دیده شد. ولی نمونه‌های سینتر شده در دمای کمتر، زیرکینی تتراکونال بیشتری داشتند. واژه‌های کلیدی: کامپوزیت آلومینا، آنالوژیت، مایکروویو، ترکیب فاز

سنتر به روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای نانو ذرات فریت CoNiFe₂O₄

فرناز ابراهیمی، جواد حیدری، ابوالفضل باباخانی، سید عبدالکریم سجادی
دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی متالورژی و مواد

با توجه به گسترش روزافزون نانوذرات فریت مغناطیسی در حوزه‌های گوناگون نظیر الکترونیک، پزشکی و داروسازی، در دهه‌ی گذشته مطالعات بر روی این دسته از نانوذرات اهمیت بسیاری یافته است. لذا در پژوهش حاضر سنتر نانوذرات فریت CoNiFe₂O₄ به عنوان یکی از مهم‌ترین نانو فریت‌ها به روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی‌های ساختاری و مغناطیسی صورت گرفته توسط

اسید نیتریک و ترمیز نیترات به محلول اولیه انجام شده است. تأثیر پارامترهای نسبت حجمی حلال به پیش ماده، درصد مولی ماده‌ی افزودنده و دما با استفاده از روش طراحی آزمایش تاکوچی بر اندازه ذرات سل زیرکینیا بررسی و شرایط بهینه‌شده است. نتایج نشان داد که با نسبت حجمی حلال به پیش ماده ۳۰، درصد مولی ماده‌ی افزودنده‌ی ۸ و دمای ۷۰۰°C شرایط بهینه برای اندازه ذرات سل معادل ۱/۶۴ پیش‌بینی می‌شود.

واژه‌های کلیدی: زیرکینیا، سل-ژل، طراحی آزمایش، تاکوچی، پایدار شده با منیزیا

تأثیر آنالوژیت ایرانی در سینتر مایکروویو آلومینای تقویت‌شده با زیرکینیا و مولایت

هودسا مجیدیان، لیلی نیکزاد، حسین اسلامی
شاهد، نورج عبدالزاده
پژوهشگاه مواد و انرژی

در این پژوهش تلاشی شد تا کامپوزیت‌های آلومینا-مولایت-زیرکینیا با استفاده از مایکروویو سینتر شود. مواد اولیه، پودرهای آلومینا و زیرکن بوده که مقادیر ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد آنالوژیت ایرانی به آن افزوده شد. هدف از افزودن آنالوژیت استفاده از مواد داخلی و جایگزین کردن مواد خارجی با ماده داخلی و تشکیل مولایت بیشتر بوده است. پس از مخلوط‌سازی ژل در آسیاب ماهواره‌ای، نمونه‌ها با فشار ۲۵۰ مگاپاسکال پرس شدند. زمان مخلوط کردن پودر در آسیاب (۱ و ۳ ساعت) و دمای سینتر (۱۵۰۰، ۱۵۵۰ و ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد) پارامترهای مورد پژوهش بود. به منظور سینتر، نمونه‌ها در کوره مایکروویو به مدت ۱ دقیقه حرارت‌دهی



سنتز به روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای نانو ذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$

فرنز ابراهیمی^۱، جواد حیدری^۲، ابوالفضل باباخانی^۳، سید عبدالکریم سجادی^۴

چکیده

با توجه به گسترش روزافزون نانوذرات فریت مغناطیسی در حوزه‌های گوناگون نظیر الکترونیک و میکروالکترونیک، کامپیوتر، بیولوژی، پزشکی و دارورسانی، در دهه‌ی گذشته مطالعات بر روی این دسته از نانوذرات اهمیت بسیاری یافته است. لذا در پژوهش حاضر سنتز نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ به عنوان یکی از مهم‌ترین نانو فریت‌ها به روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی‌های ساختاری و مغناطیسی صورت گرفته توسط آنالیزهای پراش اشعه ایکس (XRD) و آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) به ترتیب بیانگر سنتز موفقیت‌آمیز این نانوفریت‌ها و وجود خاصیت سوپرپارامغناطیس در آن‌ها می‌باشد. به علاوه جهت مطالعه خواص مغناطیسی و تغییرات موضعی آن از میکروسکوپ نیروی مغناطیسی (MFM) استفاده شد. همچنین در بررسی اندازه و مورفولوژی توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) حضور این نانوذرات تک اندازه با میانگین اندازه ۵ نانومتر با مورفولوژی کروی، تأیید شدند.

واژه‌های کلیدی: نانوفریت، مایسل معکوس، مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی، میکروسکوپ نیروی مغناطیسی،

سوپر پارامغناطیس.

^۱ دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی متالورژی و مواد.
farnaz_ebrahimi@yahoo.com

^۲ دانشجوی کارشناسی، مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی متالورژی و مواد.

^۳ دانشیار، مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی متالورژی و مواد.

^۴ استاد، مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی متالورژی و مواد.



مقدمه

امروزه با توجه به گسترش نانوتکنولوژی در علوم مختلف، نانوذرات مغناطیسی با خاصیت سوپرپارامغناطیس، نظیر نانوفریت‌ها کاربردهای فراوانی یافته‌اند که از جمله‌ی آن‌ها می‌توان به ابزارهای الکترونیکی و میکروالکترونیک، سیستم‌های ذخیره اطلاعات، کاربردهای بیولوژیکی نظیر دارورسانی هدفمند، هایپرترمیا، جداسازی آنزیم‌ها و تصفیه آب اشاره نمود [۱-۳].

با کاهش اندازه‌ی ذرات مغناطیسی تا مقداری بحرانی برای هر ماده، انرژی تشکیل دیواره‌ی مغناطیس بین دو حوزه از انرژی مگنتواستاتیک تک حوزه‌ای شدن بیشتر شده و لذا نانوذرات تک حوزه‌ی مغناطیسی می‌توانند در حالت سوپرپارامغناطیس قرار گیرند [۴].

از میان روش‌های متعدد سنتز نانوذرات مغناطیسی نظیر سل-ژل، آسیاب مکانیکی، تجزیه هیروترمال، میکروامولسیون و رسوبگذاری شیمیایی، روش مایسل معکوس به دلیل قابلیت کنترل اندازه و توزیع یکنواخت ذرات و نیز توانایی کنترل مورفولوژی به یکی از پرکاربردترین روش‌های تولید نانوذرات مغناطیسی تبدیل شده است [۵و۶].

به طور کلی دو نوع مایسل معکوس و مستقیم وجود دارد که بر پایه امتزاج دو مایع غیر قابل حل در یکدیگر مانند روغن و آب، به واسطه یک سورفکتانت است. سیستم‌های مایسلی شفاف و پراکنده بوده و از لحاظ ترمودینامیکی پایدار می‌باشد. منظور از مایسل معکوس یا مایسل آب در روغن، احاطه شدن کره‌های آبی توسط سورفکتانت و پراکندگی در حجم روغن می‌باشد. در این روش سورفکتانت در فصل مشترک بین دو فاز آب و روغن قرار گرفته و کشش بین این دو فاز را تا حد قابل توجهی کاهش می‌دهد. واکنش‌های شیمیایی بین مواد در کره‌های آبی صورت می‌گیرد [۷و۸].

پولیسوا و همکارانش [۹] در سال ۲۰۱۳ به بررسی ساختار و خاصیت مغناطیسی نانوفریت نیکل و کبالت سنتز شده به روش مایسل معکوس پرداخته‌اند. در این تحقیق نانوذرات فریت مذکور با استفاده از سه سیستم مایسلی حاوی مواد اولیه تهیه شده‌اند. به منظور حصول ترکیب شیمیایی گوناگون و بررسی تاثیر آن بر خواص مغناطیسی، با تغییر نسبت نمک‌های فلزی اولیه، نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ ، NiFe_2O_4 و CoFe_2O_4 تولید شدند. بررسی منحنی‌های هیستریزیس بیانگر خاصیت سوپرپارامغناطیس این فریت‌ها بود. نانو فریت CoFe_2O_4 به دلیل وجود کبالت با خاصیت سخت مغناطیسی، دارای بیشترین مغناطیش اشباع و نانوفریت NiFe_2O_4 به علت حضور نیکل با خاصیت نرم مغناطیسی دارای کمترین مغناطیش اشباع بود.

شریفی و همکارانش [۱۰] نیز طی پژوهشی با استفاده از روش مایسل معکوس به سنتز نانوذرات فریت کبالت پرداخته‌اند. آنالیز مغناطیسی نشان داد که مغناطیش اشباع برای این نانوذرات 13 emu/g می‌باشد. همچنین در این تحقیق توزیع کاتیونی و خواص مغناطیسی بررسی شده است که با استفاده از پراش اشعه ایکس



و طیف مادون قرمز تشکیل ساختار اسپینل تایید و با استفاده از روش ریتولد گروه فضایی مکعبی $fd3m$ بدست آمد و فرم توزیع کاتیونی تعیین شد.

در پژوهش دیگری کوساک و همکارانش [۱۱] به سنتز نانوذرات فریت منگنز-روی با استفاده از سیستم مایسلی آب/CTAB/بوتانول-هگزانول پرداختند. در این تحقیق که از روش مایسل معکوس استفاده شده بود، تاثیر ترکیب شیمیایی میکروامولسیون‌ها بر خواص مغناطیسی بررسی و مشخص شد که با افزایش محتوای فاز آبی در نسبت ثابت سورفکتانت/بوتانول، اندازه ذرات و متعاقباً مغناطش اشباع نیز افزایش می‌یابد. این مقدار در نانوذرات با سایز متوسط 3.3 نانومتر به 3.4 emu/g و برای ذرات با میانگین اندازه‌ی 8.5 نانومتر به 13.5 emu/g رسید.

در پژوهش حاضر، سنتز نانوذرات فریت مغناطیسی $CoNiFe_2O_4$ با استفاده از روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای صورت گرفته است. سپس به منظور بررسی خواص ساختاری و مغناطیسی از آزمون‌های پراش اشعه ایکس^۵، میکروسکوپ الکترونی عبوری^۶، میکروسکوپ نیروی مغناطیسی^۷ و مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی^۸ استفاده شد.

مواد و روش تحقیق

به منظور سنتز نانوذرات فریت $CoNiFe_2O_4$ ، سولفات نیکل ۶ آبه ($NiSO_4.6H_2O$)، سولفات کبالت ۷ آبه ($CoSO_4.6H_2O$) و سولفات آهن ۷ آبه ($FeSO_4.7H_2O$)، اسید سولفوریک (H_2SO_4)، هگزانول ($CH_3(CH_2)_5OH$)، تترامیل آمونیوم هیدروکسید ($C_4H_{13}NO$, TMAH, 25%)، از شرکت مرک آلمان و ستیل تری متیل آمونیوم برومید ($C_{19}H_{42}BrN$, CTAB) از شرکت سیگما و آب دیونیزه و آب اکسیژنه (H_2O_2 , 30%) به عنوان مواد اولیه تهیه شدند.

سه میکروامولسیون مجزا با مقادیر مساوی از 6.58 میلی‌لیتر هگزانول به عنوان فاز روغنی، 3.17 گرم CTAB به عنوان سورفکتانت تهیه شد. میکروامولسیون اول شامل 1.43 میلی‌لیتر محلول آبی از سولفات‌های فلزی و اسید سولفوریک بود. به منظور جلوگیری از اکسید شدن زود هنگام یون‌های Fe^{2+} نسبت به Fe^{3+} ، pH

⁵ X-ray Diffraction (XRD)

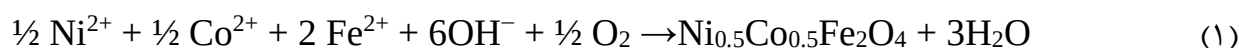
⁶ Transmission Electron Microscopy (TEM)

⁷ Magnetic Force Microscopy (MFM)

⁸ Vibrating Sample Magnetometer (VSM)



در میکرومولسیون اول باید همواره کمتر از ۲ نگه داشته شود. میکرومولسیون دوم و سوم نیز به ترتیب شامل ۱،۴۳ میلی‌لیتر TMAH به عنوان عامل رسوب‌گذار و H_2O_2 به عنوان عامل اکسنده بود. ابتدا هر سه محلول برای هم دما شدن و رسیدن به دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد بر روی هم‌زن مغناطیسی قرار گرفته تا حرارت دریافت کنند. در مرحله‌ی اول سنتز، پس از هم دما شدن هر سه میکرومولسیون و رسیدن به دمای ۵۰ درجه، میکرومولسیون دوم به میکرومولسیون اول افزوده شد. این محلول به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ثابت ۵۰ درجه نگهداری شد. این مرحله، با تشکیل $Fe(OH)_2$ ، $Ni(OH)_2$ و $Co(OH)_2$ همراه است. در مرحله‌ی دوم سنتز، میکرومولسیون سوم به عنوان عامل اکسنده به محلول قلیایی هیدروکسیدی اضافه شد که به دنبال آن واکنش شدیدی به صورت کف کردن درون بالن رخ داده که بیان‌گر آغاز اکسایش محلول هیدروکسیدی و تشکیل هسته‌های ذرات فریت مورد نظر است. در این مرحله محلول نهایی به مدت ۱ ساعت در دمای ۵۰ درجه بر روی هم‌زن مغناطیسی قرار گرفته تا تشکیل فریت $CoNiFe_2O_4$ با واکنش اکسید شدن هیدروکسیدها ادامه یافته و کامل شود. برای تشکیل فریت، پس از اکسایش $Fe(OH)_2$ ، pH باید بالاتر از ۸ باشد. واکنش‌های صورت گرفته حین فرآیند به صورت معادله ۱ می‌باشد:



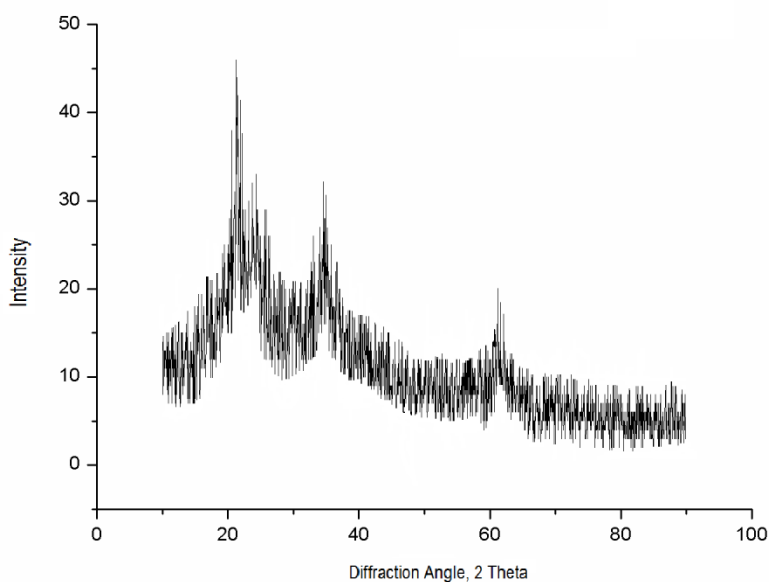
محصول نهایی پس از سانتریفیوژ کردن و شستشو با آب دیونیزه و اتانول، به مدت ۱ ساعت در خشک‌کن در دمای ۷۰ درجه قرار گرفت.

آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) با استفاده از دستگاه D8 Bruker ساخت کشور آلمان و پرتوافشانی $Cu K\alpha$ ($\lambda = 0.15406 \text{ nm}$) به منظور مطالعه فازی و بررسی ساختاری نانوذرات فریت سنتز شده انجام شد. آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) نیز به منظور بررسی خواص مغناطیسی با استفاده از دستگاه Lake Shore ۷۴۰۰ ساخت کشور آمریکا صورت گرفت. همچنین به منظور مطالعه‌ی خواص مغناطیسی موضعی از میکروسکوپ نیروی مغناطیسی (MFM) و دستگاه Multi-Mode-Full Plus استفاده شد. به علاوه اندازه، ساختار و مورفولوژی نانوذرات فریت توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) و دستگاه Leo 912 AB بررسی شد.



نتایج و بحث

برای اثبات سنتز موفقیت‌آمیز نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ و نیز وجود یا عدم وجود ناخالصی در محصول از آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) استفاده گردید. نتیجه این آنالیز در شکل ۱ با الگوی XRD در منابع مطابقت دارد. این الگو شامل پیک‌هایی در زوایای 22° ، 35° و 63° درجه می‌باشد [۹].

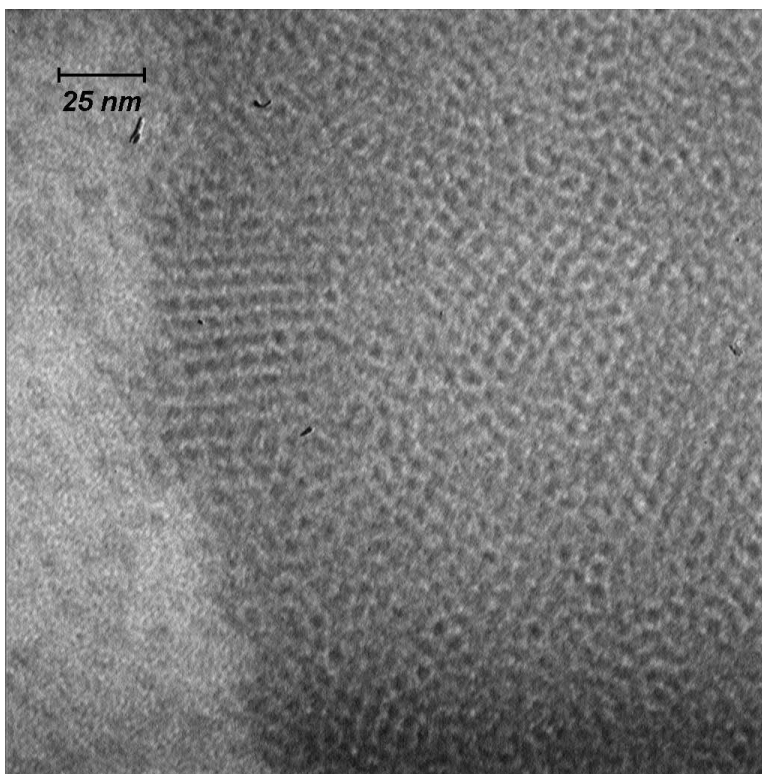


شکل ۱. آنالیز XRD نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$



بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که نانوذرات تولید شده، فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ و بدون هیچگونه ناخالصی می‌باشد. چنانچه به منظور تولید فریت، مرحله‌ی اکسید شدن محلول هیدروکسیدی در مرحله‌ی اول سنتز، توسط کلسینه کردن انجام شود، میزان کریستالینه شدن ذرات افزایش یافته و در نتیجه پراش بیشتری صورت گرفته و پیک‌های آزمون اشعه ایکس تیزتر می‌باشند. اما استفاده از این روش، موجب افزایش اندازه‌ی ذرات و در نتیجه خارج شدن از خاصیت سوپرپارامغناطیس می‌شود [۱۲].

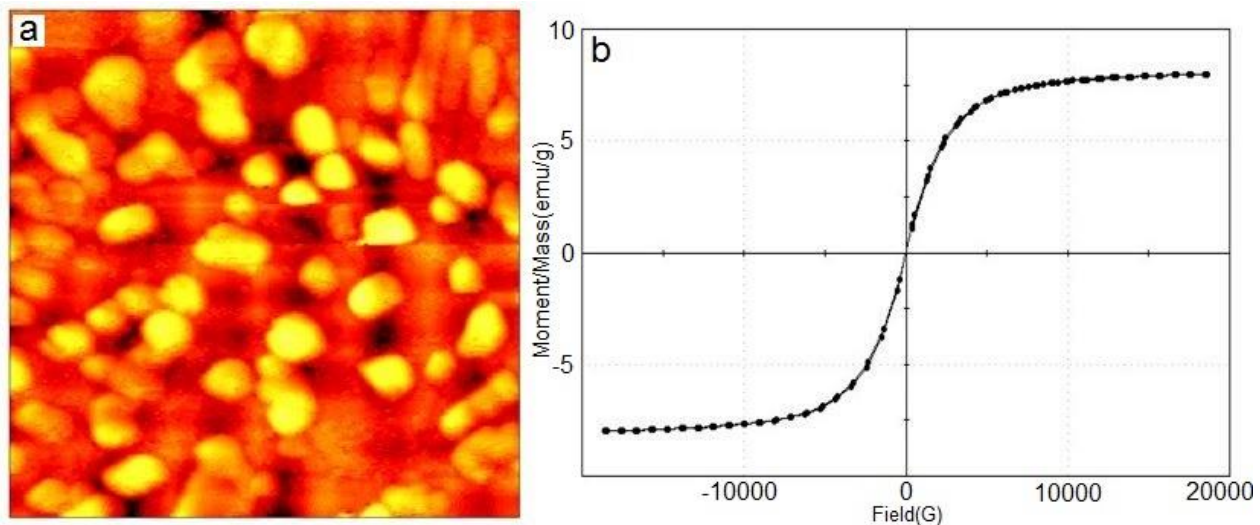
برای بررسی اندازه، توزیع ذرات و مورفولوژی نانوذرات فریت سنتز شده از TEM استفاده شد که در شکل ۲ دیده می‌شود. با توجه به شکل، نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ با اندازه‌ی متوسط ۵ نانومتر، دارای توزیع اندازه‌ی باریک، مناسب و یکنواخت می‌باشند. ذرات دارای مورفولوژی کروی بوده و عدم وجود پدیده آگلومراسیون در آن‌ها مشاهده می‌شود.



شکل ۲. تصویر TEM نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$



به منظور مشاهده و بررسی خواص مغناطیسی و تغییرات موضعی آن از VSM و نیز میکروسکوپ نیروی مغناطیسی استفاده شد. شکل ۳ نشان‌دهنده‌ی نمودار هیستریزیس و تصویر MFM نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ می‌باشد. همانطور که ملاحظه می‌شود، تصویر ۳-a با کنتراست نسبتاً قوی، نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ با خاصیت سوپرپارامغناطیس را به صورت کره‌هایی با رنگ روشن نشان می‌دهد. در تصویر ۳-b منحنی هیستریزیس خطی (و نه به صورت حلقه‌ی بسته) و عدم وجود پسماند مغناطیسی، وجود خاصیت سوپرپارامغناطیس را اثبات می‌کند. همانطور که دیده می‌شود مقدار مغناطش اشباع برای این نانوذرات در حدود 7.5 emu/g می‌باشد.



شکل ۳. (a) تصویر MFM و (b) منحنی هیستریزیس نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$

نتیجه گیری



در این پژوهش سنتز نانوذرات فریت $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ به روش مایسل معکوس دو مرحله‌ای صورت گرفت و خواص ساختاری و مغناطیسی ذرات مورد مطالعه قرار گرفت. با استفاده از این روش نانوذراتی با توزیع باریک و مناسب ذرات با میانگین اندازه‌ی ۵ نانومتر و دارای مغناطش اشباع 7.5 emu/g ، بدون پسماند مغناطیسی حاصل شد. عوامل متعددی بر روی خاصیت مغناطیسی تاثیرگذارند که از جمله مهم‌ترین آن‌ها می‌توان به اندازه و توزیع ذرات اشاره کرد. لذا روش مایسل معکوس، روش بسیار مناسبی برای سنتز نانوذرات مغناطیسی با توزیع و یکنواختی اندازه‌ی ذرات به منظور دستیابی به خاصیت سوپرپارامغناطیس می‌باشد. هرچه اندازه‌ی ذرات بزرگتر باشد، مغناطش اشباع افزایش خواهد یافت.



- 1- Z.P.Xu,Q.H.Zeng,G.Q.Lu,A.B.Yu,“Inorganic nanoparticles as carriers for efficient cellular delivery”
Journal of Chemical Engineering Science, 61(3), February 2006,1027–1040.
- 2- A.S.Lubbe,C.Bergemann,J.Brock,D.G.McClure, “Physiological aspects in magnetic drug-targeting”,
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 194(1–3), April 1999, 149–155.
- 3- H.Ai,C.Flask,B.Weinberg,X.Shuai,M.D.Pagel,D.Farrell,J.Duerk,J.M.Gao, “Magnetite-Loaded
Polymeric Micelles as Ultrasensitive Magnetic-Resonance Probes”, Journal of Advanced Materials,
17(16), August 2005, 1949–1952.
- 4- Kronmuller, H., in General Micromagnetic Theory, Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic
Materials, Vol. 2, ed. H.K.a.S. Parkin, Wiley, Chichester.
- 5- M. A. Malika, M. Y. Wanib, M. A. Hashima, “Microemulsion method: A novel route to synthesize
organic and inorganic nanomaterials : 1st Nano Update”, Arabian Journal of Chemistry, 5(4), October
2012, 397–417.
- 6- D. Shukla, A. A. Joshi, A. Mehra, "Modeling of formation of nanoparticles in reverse micellar
system:Ostwald ripening of silver halid particles", Langmuir Journal, 25, 2009.
- 7- T. Li, Y. Zhang, B. Geng, D. Wang, S. Wang, Z. H. Jin, "Preparation of nanoiron by water-in-oil
microemulsion for reduction of nitrate in water", IEEE Transactions on Magnetics, 978, 2008.
- 8- J. Klier, Christopher J. Tucker, Thomas H. Kalantar, D. P. (Patrick) Green, “Properties and
Applications of Microemulsions”, Journal of advanced materials, 12(23), December 2000.
- 9- P.Pulisova, J.Kovac , A.Voigt , P.Raschman, “Structure and magnetic properties of Co and Ni nano-
ferrites prepared by a two-step direct microemulsions synthesis”, Journal of Magnetism and Magnetic
Materials, 341, September 2013, 93-99.
- ۱۰- ابراهیم شریفی، هومان شکراللهی، محمدمهدی درودمند، رضا خلیفه، سمیه امیری، روح الله صافی، "سنتز به روش میکرومولسیون و
بررسی توزیع کاتیونی و خواص مغناطیسی نانوذرات فریت کبالت"، پنجمین همایش مشترک انجمن مهندسين متالورژی و جامعه علمی
ریخته‌گری، دانشگاه صنعتی اصفهان، سال ۱۳۹۰.
- 11- A. Košak, D. Makovec, M. Drofenik, “The preparation of MnZn-ferrite nanoparticles in a
water/CTAB, 1-butanol/1-hexanol reverse microemulsion”, physica status solidi (c), 1(12), December
2004, 3521–3524.
- 12- D.Makovec, A Kosak, M. Drofenik, “The preparation of MnZn-ferrite nanoparticles in water–CTAB–
hexanol microemulsions”, Journal of Nanotechnology, 15, January 2004, 160–166.



Synthesis of $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ ferrite nanoparticles by two-step reverse micelle method

F. Ebrahimi*, J. Heydari, A. Babakhani, S.A. Sajjadi

**Corresponding Author Address: Department of Metallurgy and Materials engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.*

Corresponding Author E-mail: farnaz_ebrahimi@yahoo.com

Abstract

According to development of magnetic ferrite nanoparticles in various fields such as electronics and microelectronics, computers, biology, medicine and drug delivery, studies on these nanoparticles has been started since past decade. Therefore, in this study the synthesis of $\text{CoNiFe}_2\text{O}_4$ ferrite nanoparticles as one of the most important nanoferrites was studied by two-step reverse micelle method. Structural and magnetic investigations were carried out by X-ray diffraction analysis (XRD) and vibrating sample magnetometer analysis (VSM) respectively, to represent the successful synthesis and superparamagnetic property of these nanoferrites. In addition, to study the local magnetic properties of the nanoparticles, magnetic force microscope (MFM) was used. Also for study the size and morphology transmission electron microscopy (TEM) was used and the nanoparticles with an average size of 5 nm, mono-dispersed and spherical morphology were confirmed.

Keywords: Ferrite nanoparticles, reverse micelle, vibrating sample magnetometer, magnetic force microscopy, superparamagnetic.