سنتز نانوذرات مغناطیسی مگنتیت (Fe_3O_4) و بررسی خواص اپتیکی آن‌ها

فاطمه علوی و اسماعیل ساعی‌ور ایرانی‌زاد

گروه فیزیک ماده چگال، بخش فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، صندوق پستی ۱۷۵-۱۴۱۱۵

چکیده – در این مطالعه، نانوذرات مگنتیت *(Fe_3O_4)* با روش شیمیایی هم‌رسوبی سنتز شدند،که در یکی از نمونه‌ها از سورفکتانت سدیم اولئات استفاده شد، و در نمونه‌ی دیگر Fe_3O_4 خالص سنتز شد. نانوذرات مگنتیت باروش‌های پراش سنجی پرتو ایکس *(XRD)* ، میکروسکوپ الکترونی روبشی *(SEM)* ، طیف سنجی تبدیل فوریه‌ی فروسرخ *(FTIR)* ، طیف سنجی جذب مرئی - فرابنفش (UV-Visible) و آزمون مغناطیس سنجی (VSM) مشخصه‌یابی شدند. با استفاده از الگوهای پراش *(XRD)* طیف‌های *(FTIR)* شکل‌گیری نانوذرات مگنتیت *(Fe_3O_4)* در نمونه تأیید می‌شود. تصاویر *SEM* نشان داد که اندازه‌ی میانگین نمونه‌ی نانوذرات مگنتیت خالص حدود ۸۰ نانومتر و نمونه‌ی نانوذرات مگنتیت پوشیده شده با سورفکتانت سدیم اولئات حدود ۴۰ نانومتر می‌باشد. در نمونه‌ای که از سورفکتانت سدیم اولئات استفاده شده است، نسبت به نمونه‌ای که مگنتیت خالص سنتز شده، کلوخه شدن نانوذرات کمتر و اندازه‌ی نانوذرات کوچکتر می‌باشد. مورفولوژی ذراتی که با سدیم اولئات پوشش داده شده است، تقریبا کروی است، و توزیع اندازه ذرات تا حدودی یکنواخت می‌باشد. به کمک نتایج بدست آمده از آنالیز (UV-Vis) و به کمک رابطه‌ی تاک گاف نواری انرژی نانوذرات سنتزشده حدود ۲.۵الکترون ولت بدست آمد.

کلید واژه- نانوذرات مگنتیت، مشخصه‌یابی اپتیکی Fe_3O_4، هم‌رسوبی

Synthesis of magnetite nanoparticles (Fe3O4) and study of their optical properties

Fatemeh Alavi and Esmail Saievar

Condensed matter Physics Group, Department of Physics, Tarbiat Modares University,

Tehran, P.O. Box 14115-175 I.R Iran

In this study, magnetite(Fe_3O_4) nanoparticles with a size range of 40 nm were prepared by the modified controlled chemical co-pericipitation method. In the process, surfactant (sodium oleate) was used to attain ultrafine, nearly spherical and well-dispersed Fe_3O_4 nanoparticles. The size of nanoparticles were determined by particle size analyzer. The magnetite nanoparticles was characterized by X-ray powder diffraction (XRD) analysis, scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectrometer (FTIR), UV-Visible absorption spectroscopy and vibrating sample magnetometer (VSM). The results showed that the Fe3O4 nanoparticles coated by sodium oleate had a more uniform Size Distribution, smaller size and better dispersion than the pure magnetite nanoparticles. On the other hand, The morphology of particles coated with sodium oleate was spherical and the aggregation effect is low. The results obtained from the (UV-Vis) absorption spectroscopy and Tauc relation showed the band gap of nanoparticles was about 2.5ev.

Keywords: magnetite nanoparticles, Optical Characterization of Fe3O4, co-precipitation method

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-12]

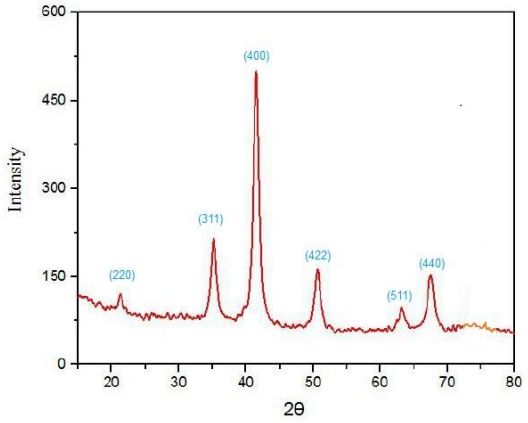
۱ - مقدمه

نانوذرات اکسید فلزی، به دلیل خواص ویژه‌ی نوری خود در سال‌های اخیر در کاربردهای نوری و الکتریکی مختلف بسیار مورد توجه می‌باشند. تغییر در اندازه‌ی نیم‌رساناها و فلزات، باعث تغییرات زیادی در خواص نوری آن‌ها مثل رنگ و شکاف انرژی می‌شود. زیرا با کاهش ابعاد ساختار الکترونیکی و ترازهای انرژی به‌خصوص تراز رسانش و پایین‌ترین تراز خالی تغییرات زیادی خواهند داشت. ازطرفی جذب و نشر نوری حاصل از گذار بین این نوارها با تغییر فاصله‌ی بین آن‌ها تغییر داشته و باعث تغییر در خواص نوری خواهد شد[1-3]. امروزه روش‌های مختلفی برای تولید نانوذرات اکسید فلزی مانند هم‌رسوبی، هیدروترمال، سل ژل، میکروامولسیون وجود دارد که در این بین، هم‌رسوبی یکی از متداول‌ترین و قابل کنترل‌ترین روش‌ها می‌باشد[۴]. در این روش از مواد قلیایی و به‌طور معمول از سدیم هیدروکسید و یا آمونیاک برای تولید نانوذرات اکسیدآهن استفاده می‌کنند. اندازه نانوذرات اکسیدآهن در این روش به عوامل مختلفی از جمله نسبت مولی نمک‌های آهن، نوع نمک و ماده قلیایی مورد استفاده، نسبت ترکیب آن‌ها، سرعت مخلوط کردن، میزان pH، درجه حرارت و حضور نیتروژن بستگی دارد[۵]. در این پژوهش نانوذرات مگنتیت به روش هم‌رسوبی سنتز شدند، و در سنتز آن‌ها برای جلوگیری از کلوخه شدن این نانوذرات و کنترل سایز آن‌ها از سورفکتانت سدیم اولئات استفاده شد.

۲- مواد و روش‌ها

سدیم اولئات، کلرید آهن(II)چهارآبه ($FeCl_2.4H_2O$)، کلرید آهن(III)شش آبه ($FeCl_3.6H_2O$) آمونیاک از sigma chemical company خریداری شدند. ابتدا ۱.۹۹ گرم از $FeCl_2.4H_2O$ و ۵.۴۱ گرم از $FeCl_3.6H_2O$ با نسبت مولی ۱:۲، در ۱۰۰میلی‌لیتر آب دیونیزه و در حضور نیتروژن استیرر شد. محلول حاصله ۳۰دقیقه در دمای اتاق استیرر شد تا به محلول همگن نارنجی رنگی تبدیل شد. سپس سورفکتانت سدیم اولئات به محلول اضافه شد. وقتی دمای محلول به 50^0C رسید، محلول تازه‌ای از هیدروکسیدآمونیوم(100ml,6.4M) بصورت قطره قطره به محلول اضافه شد. درطی فرآیند اضافه کردن آمونیاک، محلول بتدریج از نارنجی به قهوه‌ای و سپس به سیاه زغالی تغییر رنگ یافت. که نشان‌دهنده‌ی تشکیل نانوذرات Fe_3O_4 است.بعد از آن‌که pH محلول به ۱۱ رسید، اضافه کردن آمونیاک قطع شد. و محلول بمدت ۳۰دقیقه تحت استیرر شدید و گاز نیتروژن قرار گرفت. درنهایت نانوذرات مگنتیت با چرخه تکراری سانتریفیوژ و دیسپرس مجدد در آب دیونیزه و اتانول شسته شدند. درنهایت رسوب نانوذرات بمدت ۲۴ ساعت در دمای 40^0C در آون خلاء خشک شدند.

۳- نتایج و بحث

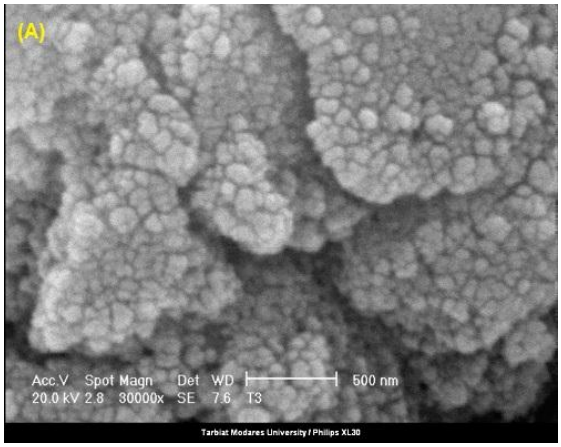


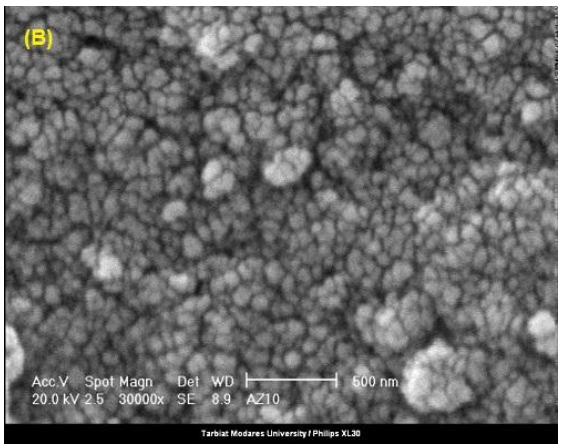
شکل ۱) الگوی پراش پرتوX نانوذرات مگنتیت

شکل ۱ نشان دهنده‌ی الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) اکسیدآهن سنتز شده می‌باشد. در این الگو ۶ قله‌ی پراش در زوایای (2θ) ۲۱.۲۹°، ۳۵.۰۵°، ۴۱.۳۵°، ۵۰.۴۴°، ۶۳.۱۰° و ۶۷.۲۸° وجود دارد، که متناظر با صفحات بلوری نشان داده شده در شکل می‌باشند. الگوی پراش اشعه‌ی ایکس Fe_3O_4 منطبق با الگوی مرجع خود با کد شناسایی (JCPDS No.82-1533) می‌باشد. میانگین اندازه‌ی بلورک‌ها ۲۲نانومتر است، که بر حسب محاسبات رابطه‌ی شرر بدست آمد. همه‌ی پیک‌ها براساس استانداردهای JCPDS جای‌گذاری شدند، که نشان دهنده‌ی سنتز صحیح نانوذرات مگنتیت می‌باشد.

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

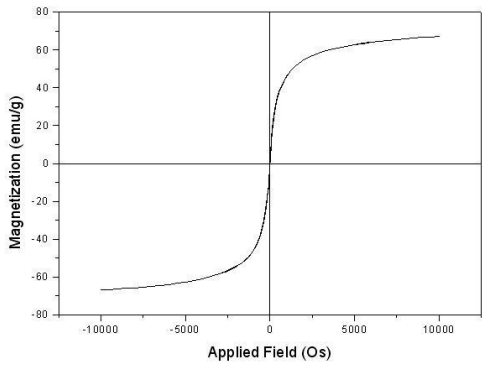
[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-12]





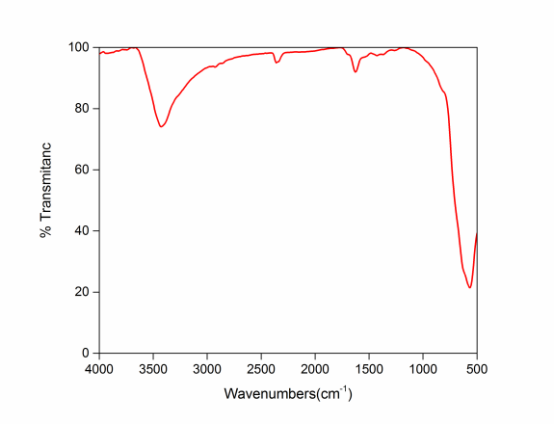
شکل۲) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نانوذرات مگنتیت خالص(A) و نانوذرات مگنتیت پوشش داده شده با سورفکتانت سدیم اولئات(B)

در شکل۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مربوط به دونمونه‌ی سنتز شده از نانوذرات مگنتیت نشان داده شده است، که تصویر (A) مربوط به نانوذرات خالص مگنتیت و تصویر (B) مربوط به نانوذرات مگنتیت پوشش داده شده با سورفکتانت سدیم اولئات می‌باشد. این تصاویر نشان دادند که ذرات مگنتیت خالص سنتز شده اندازه‌ای حدود ۸۰ نانومتر دارند درحالی‌که ذرات مگنتیت پوشش داده شده با سورفکتانت، دارای اندازه‌ی حدود ۴۰ نانومتر می‌باشند. ازنظر مورفولوژی هردو کروی می‌باشند، اما ذرات نمونه‌ای که در آن سورفکتانت به‌کار رفته است یکنواخت‌تر، و اثر کلوخه شدن در آن‌ها کمتر می‌باشد.



شکل۳) چرخه پسماند نانوذرات مغناطیسی Fe_3O_4 تولید شده به روش هم‌رسوبی

برای اندازه‌گیری مغناطش نمونه دردمای اتاق از یک دستگاه VSM استفاده شد. در شکل ۳ چرخه های پسماند مگنتیت در دمای اتاق آورده شده است. مغناطش اشباع نانوذرات سنتز شده برابر 70 emu/g شد.

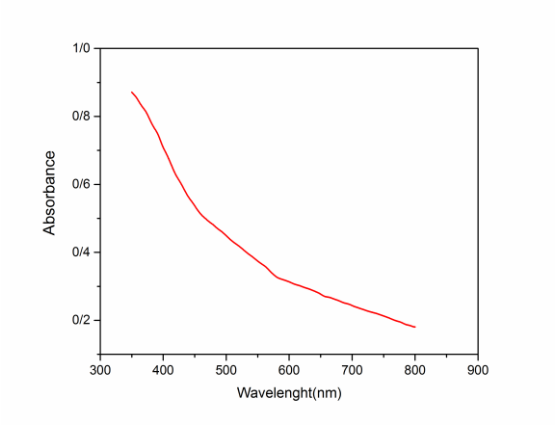


شکل۴) طیف FTIR نانوذرات اکسیدآهن Fe_3O_4

نمودار FTIR نانوذرات اکسیدآهن در شکل ۴ نشان داده شده است. پیک ظاهر شده در $3425cm^{-1}$ به پیوند کششی OH– نسبت داده می‌شود، که دلیل آن جذب OH^- توسط نانوذرات Fe_3O_4 است. پیک ظاهر شده در $566cm^{-1}$ به پیوند ارتعاشی Fe-O در Fe_3O_4 نسبت داده می‌شود[۶, ۷].

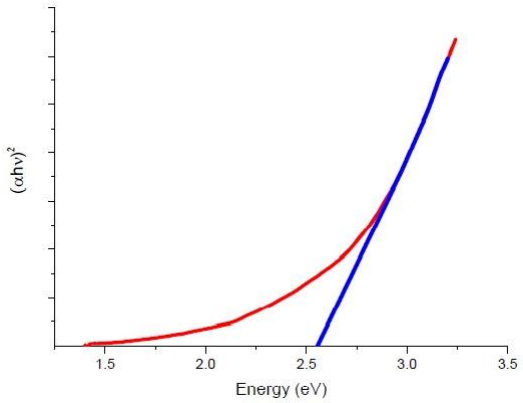
این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-12]



شکل۴) نمودار UV-Vis مربوط به نانوذرات اکسیدآهن Fe_3O_4

همان‌طور که در شکل ۴ نشان داده شده است، جذب نانوذرات Fe_3O_4 به‌ازای طول موج‌های محدوده‌ی ۴۰۰ تا ۸۰۰ نانومتر کاهش می‌یابد. نانوذرات اکسیدآهن مگنتیت در محدوده‌ی طیف مرئی (محدوده‌ی طول موج‌های ۴۰۰ تا ۷۰۰نانومتر) بصورت خطی بوده، و هیچ پیک رزونانس پلاسمونی ندارند.



شکل۵) تعیین گاف انرژی اپتیکی به کمک رابطه‌ی تاک

درشکل(۵) گاف نواری انرژی نانوذرات سنتزشده، به کمک رابطه‌ی تاک رسم شده است[۸]. طبق نمودار بالا گاف نواری انرژی نانوذرات ۲.۵ الکترون‌ولت بدست آمد. ازطرفی گاف انرژی نیمه رساناها بین 0-3ev می باشد، که نشان دهنده‌ی نیمه رسانا بودن نانوذرات مگنتیت می باشد.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش دو نمونه از نانوذرات اکسیدآهن Fe_3O_4 به روش هم‌رسوبی سنتز شد. در نمونه‌ی اول نانوذرات مگنتیت خالص و در نمونه‌ی دوم نانوذرات پوشش داده شده با سورفکتانت سدیم اولئات سنتز شد. اندازه‌ی ذرات نمونه‌ی اول حدود ۸۰ نانومتر و نمونه‌ی دوم ۴۰ نانومتر است. پیک ظاهر شده در $566cm^{-1}$ به پیوند ارتعاشی Fe-O در Fe_3O_4 را تأیید می‌کند. باتوجه به نتایج آنالیز UV-Vis گاف انرژی نانوذرات سنتز شده حدود ۲.۵الکترون ولت بدست آمد.

۵- مراجع

۱. *Kelly, K.L., et al., The optical properties of metal nanoparticles: the influence of size, shape, and dielectric environment, 2003, ACS Publications.*
۲. *Kelsall, R., I.W. Hamley, and M. Geoghegan, Nanoscale science and technology. 2005: John Wiley & Sons.*
۳. *Turkki, T., Studies on preparation and properties of nanophase metal oxides, 1999, Materialvetenskap.*
۴. *Sun, Y.-k., et al., Synthesis of nanometer-size maghemite particles from magnetite. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2004.* ***245****(1): p. 15-19.*
۵. *Gregorio-Jauregui, K.M., et al., One-step method for preparation of magnetic nanoparticles coated with chitosan. Journal of Nanomaterials, 2012.* ***2012****: p. 4.*
۶. *Cornell, R.M. and U. Schwertmann, The iron oxides: structure ,properties, reactions, occurrences and uses. 2003: John Wiley & Sons.*
۷. *Ma, M., et al., Preparation and characterization of magnetite nanoparticles coated by amino silane. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2003.* ***212****(2): p .* ۲۱۹-۲۲۶.
۸. *Tauc, J., R. Grigorovici, and A. Vancu, Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. physica status solidi (b), 1966.* ***15****(2): p. 627-637.*

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد

[Downloaded from opsi.ir on 2025-07-12]