



بررسی اثر دمای الکترولیت بر خواص ساختاری نانوذرات اکسید نیکل تهیه شده به روش الکتروکریستالیزاسیون

نادیا گراوند

گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه لرستان، خرم آباد، لرستان، ایران

صبا موسیوند*

گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه لرستان، خرم آباد، لرستان، ایران

چکیده

در این پژوهش نانوذرات اکسید نیکل با استفاده از روش الکتروکریستالیزاسیون در یک سلول الکتروشیمیایی حاوی دو الکتروود آند و کاتد از جنس نیکل و نیز محلول الکترولیت آبی - آلی با اعمال ولتاژ ۱۰ ولت با موفقیت تولید شدند و اثر دمای الکترولیت بر ساختار، اندازه و شکل نانوذرات مورد مطالعه قرار گرفت. ماهیت ساختاری نانوذرات تولید شده با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) بررسی شد. نتایج این بررسی نشان داد نمونه‌ها بس-بلوری و دارای ساختار مکعبی می‌باشند. شکل و اندازه میانگین نانوذرات تولید شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد مطالعه قرار گرفت. تصاویر SEM نشان می‌دهد که دمای الکترولیت بر اندازه‌ی میانگین و نیز پراکندگی ذرات بسیار مؤثر است. اندازه‌ی میانگین ذرات رشد یافته در دمای ۱۰ °C در حدود ۱۹ نانومتر است. درحالی‌که با افزایش دما به 50°C این مقدار به حدود ۳۲ نانومتر افزایش نشان می‌دهد. طبق نتایج VSM ذرات مغناطش پسماند و نیز وادارندگی مغناطیسی از خود نشان نداده و دارای خاصیت سوپرپارامغناطیسی می‌باشند.

واژگان کلیدی: نانوذرات اکسید نیکل، الکتروکریستالیزاسیون، خواص ساختاری، دمای الکترولیت

مقدمه

نانوذرات مغناطیسی با قابلیت کاربرد فراوان در بخش‌های مختلف فنی و بیولوژیکی مانند ذخیره‌سازی اطلاعات، جداسازی آلاینده‌های محیط زیست، حمل هدفمند دارو و به‌عنوان کاتالیزگر در محیط‌های شیمیایی مورد توجه بسیاری از محققین قرار گرفته و دانشمندان روش‌های مختلف ساخت این دسته از نانوذرات را مورد مطالعه قرار داده‌اند (Liu, 2010) و (Gao et al, 2011). روش الکترواکسیداسیون به‌عنوان یک روش توانمند و کارآمد با سازگاری در شرایط متعارفی محیط، سرعت بالای ساخت، بدون نیاز به تجهیزات گران‌قیمت، روشی مقرون به‌صرفه است که امکان تولید انبوه این نانو ساختارها را فراهم آورده و خواص محصولات را به‌خوبی تحت کنترل قرار می‌دهد (Mosivand and Kazeminezhad, 2015) و (Mosivand et al, 2014).

اکسید نیکل به خاطر ویژگی‌های منحصر به فرد الکتریکی، اپتیکی و مغناطیسی یک ماده جذاب برای مطالعه محققان به شمار می‌رود. از جمله کاربردهای این ماده می‌توان به استفاده در باتری‌های لیتیوم-یونی قابل شارژ، سلول‌های خورشیدی، آندهای ترکیبی برای سلول‌های سوختی، مواد پادفرومغناطیس و در سالهای اخیر در کاتالیست‌ها، سنسورهای گاز، فیلم‌های الکتروکرومیک و مواد ترموالکتریک اشاره کرد.

هدف این تحقیق، بررسی اثر دمای الکترولیت بر خواص ساختاری و مغناطیسی نانوذرات اکسیدنیکل تهیه شده به روش الکترواکسیداسیون می‌باشد. انتظار می‌رود خواص نانوذرات حاصل در مقایسه با نمونه توده‌ای آن‌ها متفاوت بوده و رفتارهای جدیدی را به نمایش بگذارند.

روش تحقیق

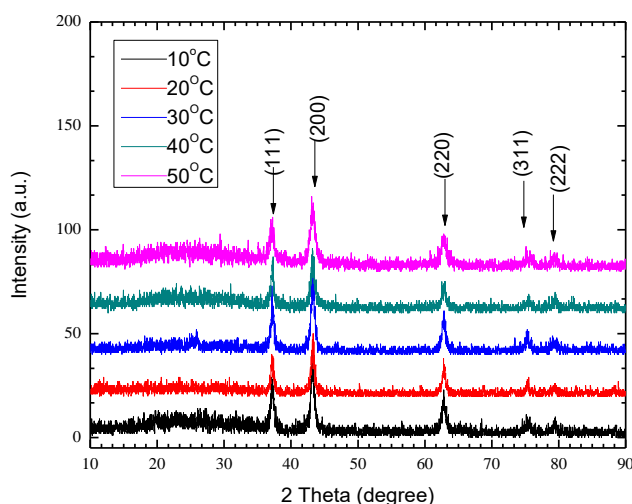
در این تحقیق برای ساخت نانوذرات مغناطیسی اکسید نیکل روش الکترواکسیداسیون بکار گرفته شد. در این روش سلول الکتروشیمیایی حاوی دو قطعه کوچک از فلز نیکل به ابعاد $2\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ و $4\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ به ترتیب به عنوان آند و کاتد و محلول الکترولیت با غلظت 0.075 M مولار نمک تترامتیل آمونیوم کلراید آماده شد. به منظور زدودن آلودگی‌های احتمالی از روی سطح الکترودها ابتدا به صورت مکانیکی توسط سنباده سایش شدند که موجب برطرف شدن آلودگی‌های ظاهری از سطح الکترودها شد. سپس برای از بین بردن تمام ناخالصی‌ها و آلودگی‌های برجای مانده پس از سونش مکانیکی که قابل مشاهده نیستند از امواج فراصوت استفاده شد. به این منظور الکترودها به مدت ده دقیقه در دمای اتاق درون حمام آلتراسونیک با اتانول قرار گرفتند و بعد از شستشو با آب مقطر کاملاً خشک و آماده ماسک‌گذاری گردیدند.

پس از سونش و پاکسازی کامل الکترودها، به منظور برقراری جریان الکتریکی لازم در سلول اکسیداسیون یک رشته سیم مسی بر سطح هر یک از الکترودها قرار گرفت. پس از قرار دادن رشته سیم روی الکترودهای آند و کاتد به وسیله چسب نواری به طور کامل ماسک گذاری شدند. در این پژوهش به منظور اعمال ولتاژ 10 V و ولت و برقراری جریان الکتریکی برای تولید نانوذرات اکسیدنیکل، از سلول الکترواکسیداسیون از یک منبع تغذیه DC مدل PHYWE 11709.93، استفاده شد. در این تحقیق اثر دماهای مختلف الکترولیت در بازه 10°C تا 50°C بر خواص محصولات مورد بررسی قرار گرفت. پس از اعمال ولتاژ، با شروع واکنش‌های الکتروشیمیایی رنگ محلول الکترولیت ابتدا بی‌رنگ بود و به تدریج به رنگ سبز تغییر یافت. پس از 30 دقیقه، جریان الکتریکی قطع گردید و رسوب تولید شده توسط دستگاه سانتریفیوژ با دور 6000 rpm از محلول جدا شد. به منظور از بین بردن آمین متصل بر سطح ذرات رسوبات جمع‌آوری شده سه بار با آب مقطر شستشو داده شدند و سپس به مدت 2.5 ساعت در دمای 40°C پخت داده شدند.

شناسایی ساختار محصولات تولید شده به‌وسیله دستگاه پراش پرتو ایکس XRD، مدل X'Pert PRO انجام شد و تصویربرداری از نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی، SEM مدل MIRA 3-LMU صورت پذیرفت. اندازه‌گیری‌های مغناطیسی دمای اتاق با استفاده از مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) ساخت شرکت ایرانی مغناطیس کویر کاشان انجام شد.

یافته ها

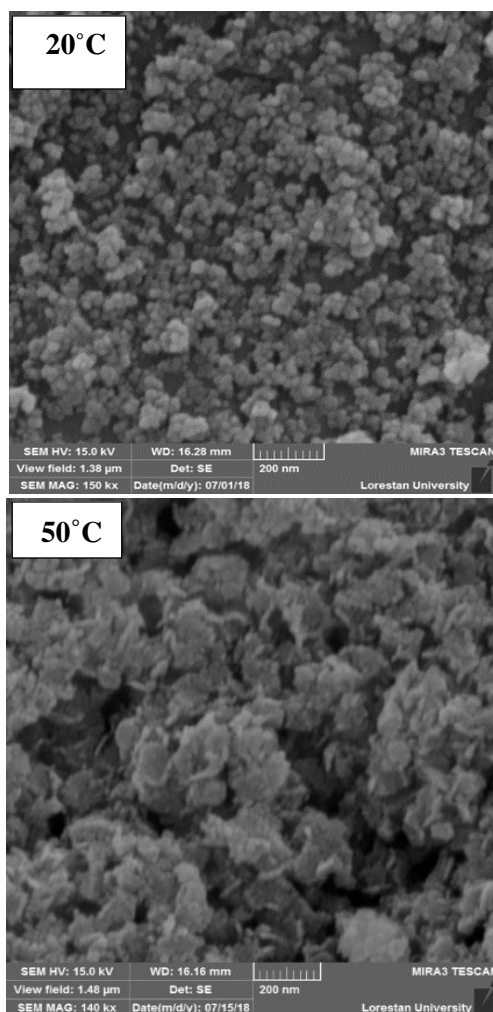
بررسی نوع ساختار و ماهیت بلوری نانوذرات تولید شده از دستگاه XRD استفاده شد. در شکل ۱ الگوهای پراش پرتو X نمونه‌های ساخته شده در دماهای مختلف الکترولیت به همراه اندیس‌های میلر آن‌ها مشاهده می‌شود. از مقایسه الگوی پراش به دست آمده از نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده با دماهای مختلف الکترولیت با کارت استاندارد به شماره (JCPDS 00-001-1047)، مشاهده می‌شود که تمامی نمونه‌های تولید شده دارای فاز مکعبی NiO هستند و هیچ‌گونه ناخالصی در نمونه‌ها وجود ندارد.



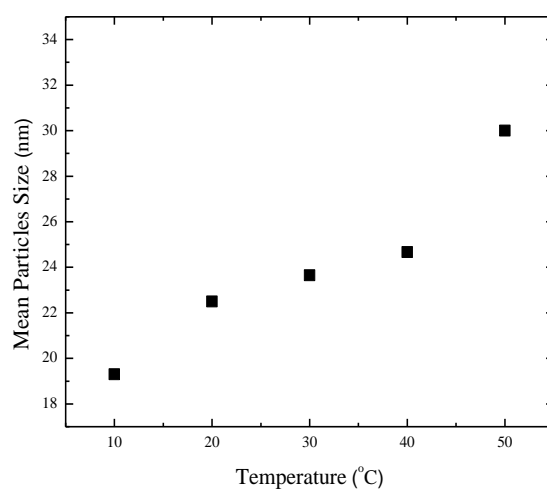
شکل ۱: الگوی پراش نانوذرات NiO ساخته شده در دماهای مختلف الکترولیت.

تصاویر SEM نمونه‌های رشد یافته در دماهای مختلف الکترولیت و نیز نمودار تغییرات اندازه ذرات بر حسب دمای الکترولیت به ترتیب در شکل ۲ و ۳ ارائه شده است؛ همان‌گونه که از تصاویر نیز مشهود است با افزایش دمای الکترولیت، میانگین اندازه ذرات افزایش می‌یابد. ذرات ساخته شده در دمای ۱۰°C، دارای کوچک‌ترین اندازه میانگین یعنی ۱۹ nm می‌باشند که این مقدار با افزایش دما به ۵۰°C به حدود ۳۲ نانومتر می‌رسد.

دمای الکترولیت یکی از عوامل تأثیرگذار بر ویژگی‌های نانوذرات است. زیرا با تغییر دمای محلول الکترولیت جنب‌وجوش و ضریب پخش یون‌ها در محلول تحت تأثیر قرار گرفته و با تغییر سرعت انتقال و جابه‌جایی جرم و ماده در الکترولیت، سینتیک و پیشرفت واکنش‌های الکترودی، رسانندگی محلول الکترولیت و نیز بازده فرآیندهای الکترواکسیداسیون دستخوش تغییر می‌گردد. پرواضح است که با افزایش دما، تحرک یون‌ها و ذرات در محلول افزایش یافته و این عامل موجب افزایش تعداد برخورد بین آن‌ها می‌گردد. در نتیجه در این شرایط احتمال کلوخه‌ای شدن ذرات و به هم چسبیدن آن‌ها بیشتر می‌شود که این عوامل منجر به بزرگ‌تر شدن اندازه ذرات می‌شود.



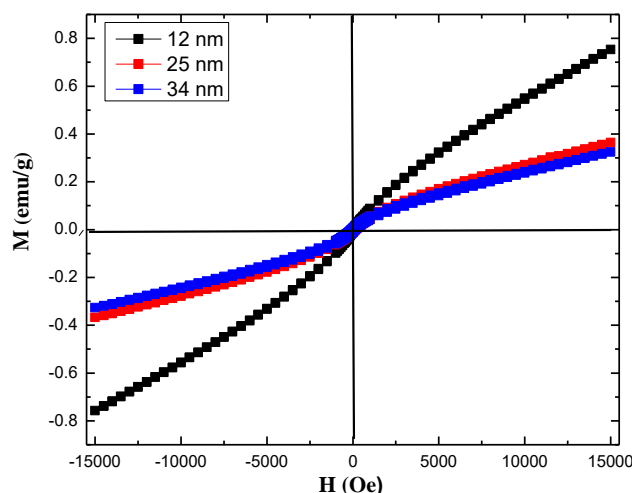
شکل ۲: تصاویر نوعی SEM نانوذرات ساخته شده تحت دماهای گوناگون الکترولیت.



شکل ۳: نمودار تغییرات اندازه ذرات بر حسب دمای الکترولیت.

ویژگی مغناطیسی سیستم‌های نانوذرات از موضوعات مورد علاقه در تحقیقات بنیادی و کاربردهای تکنولوژی است. یکی از خواص جالبی که در ابعاد نانو دستخوش تغییر می‌شود، خاصیت مغناطیسی است. از مهمترین دلایل این تغییرات می‌توان به بروز پیرنگ اثرات سطحی و کوانتومی با ورود به قلمرو نانو اشاره کرد. علاوه بر این، اندازه دانه بر خواص مواد فرومغناطیسی نیز تأثیرگذار است. یکی از خواص جالب توجه که در نانوذرات بسیار کوچک و در محدوده ذرات تک حوزه دیده می‌شود، ظهور خاصیت سوپرپارامغناطیسی است. خواص سوپرپارامغناطیس نانوذرات مستقیماً تحت تأثیر ناهمسانگردی مغناطیسی نانوذرات است. این ناهمسانگردی به عنوان سدی برای تغییر جهت دوقطبی‌های مغناطیسی است. هنگامی که اندازه نانوذرات تا حد آستانه‌ای کاهش می‌یابد، این سد برابر با انرژی فعال‌سازی گرمایی می‌شود. با وجود سد انرژی ناهمسانگردی کوچک، جهت مغناطیسی نانوذرات به راحتی توسط انرژی فعال‌سازی گرمایی و یا میدان مغناطیسی خارجی تغییر می‌کند. در ماده سوپرپارامغناطیس جهت مغناطیسی نانوذرات به جای جهت خاصی سریع در حال تغییر است. یک ماده سوپرپارامغناطیس هیچ حلقه هیستریزی ندارد و میدان وادارندگی آن صفر است.

در این تحقیق منحنی مغناطش سه نمونه با اندازه میانگین ذرات متفاوت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از این بررسی در شکل ۳ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود که ذرات مغناطش پسماند و نیز وادارندگی مغناطیسی از خود نشان نداده و می‌توان نتیجه گرفت که دارای خاصیت سوپرپارامغناطیسی هستند.



شکل ۳: منحنی مغناطش نانوذرات ساخته شده تحت دماهای گوناگون الکترولیت با اندازه‌های گوناگون.

بحث و نتیجه‌گیری

نانوذرات مغناطیسی اکسید نیکل در محلول الکترولیت با دماهای مختلف به‌روش الکترواکسیداسیون رشد داده شدند. مطالعات صورت گرفته روی ماهیت ساختار ذرات نشان داد که نمونه‌ها بس‌بلوری و دارای ساختار مکعبی می‌باشند. نتایج SEM نشان می‌دهد که دمای الکترولیت بر اندازه‌ی میانگین و نیز پراکندگی ذرات بسیار مؤثر است. اندازه‌ی میانگین ذرات رشد یافته در دمای ۱۰°C در حدود ۱۹ نانومتر است. درحالی‌که با افزایش دما به ۵۰°C این مقدار به حدود ۳۲ نانومتر افزایش نشان می‌دهد. طبق نتایج VSM ذرات مغناطش پسماند و نیز وادارندگی مغناطیسی از خود نشان نداده و دارای خاصیت سوپرپارامغناطیسی می‌باشند. پیشنهاد می‌شود اثر دیگر پارامترهای آزمایشگاهی مانند اندازه سطح الکترودها بر خواص نانوذرات مورد بررسی قرار گیرد.



منابع

- G. Gao, P. Huang, Y. Zhang, K. Wang, W. Qin, D. Cui. (2011). Gram scale synthesis of superparamagnetic Fe_3O_4 nanoparticles and fluid via a facile solvothermal route. Cryst Eng Comm. Vol. 13. 1782-1785.
- J. Liu, B. Sun, J. Hu, Y. Pei, H. Li, M. Qiao. (2010). Aqueous-phase reforming of ethylene glycol to hydrogen on Pd/ Fe_3O_4 catalyst prepared by co-precipitation: Metal-support interaction and excellent intrinsic activity. J Catalysis. Vol. 274. 287-295.
- S. Mosivand, I. Kazeminezhad. (2015). A novel synthesis method for manganese ferrite nanopowders: The effect of manganese salt as inorganic additive in electrosynthesis cell. Ceramics International. Vol. 41. 8637–8642.
- S. Mosivand, I. Kazeminezhad. (2015). Structural and magnetic characterization of electro-crystallized magnetite nanoparticles under constant current. Materials Research Bulletin. Vol. 70. 328–335.
- S. Mosivand, I. Kazeminezhad. (2015). Synthesis of electrocrystallized cobalt ferrite nanopowders by tuning the cobalt salt concentration. RSC Advanes. Vol. 5. 14796.
- S. Mosivand, LM.A. Monzon, K. Ackland, I. Kazeminezhad, J.M.D. Coey. (2014). Structural and magnetic properties of sonoelectrocrystallized magnetite nanoparticles. Journal of Physics D: Applied Physics. Vol. 47. 055001.



Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles by Electro-crystallization and the Effect of Electrolyte Temperature on Their Structural Properties

Nadia Garavand

Department of Physic, Faculty of Basic sciences,
Lorestan University, Khorram-Abad, Lorestan, Iran

Saba Mosivand*

Department of Physic, Faculty of Basic sciences,
Lorestan University, Khorram-Abad, Lorestan, Iran

Abstract

In this research, nickel oxide nanoparticles were successfully produced using the electrocrystallization method in an electrochemical cell containing two nickel anode and cathode electrodes and an aqueous-organic electrolyte solution by applying a voltage of 10 volts, and the effect of electrolyte temperature on the structure, size and shape of nanoparticles was studied. The structural nature of the produced nanoparticles was investigated using X-ray diffraction (XRD). The results of this investigation showed that the samples are polycrystalline and have a cubic structure. The shape and average size of produced nanoparticles were studied by scanning electron microscope (SEM). The SEM images show that the temperature of the electrolyte is very effective on the average size and dispersion of the particles. The average size of the particles grown at 10°C is about 19 nm. While increasing the temperature to 50°C, this value increases to about 32 nm. According to the (vibrating sample magnetometer) VSM results, the particles do not show residual magnetization and magnetic coercivity and have superparamagnetic properties.

Keywords: Nickel oxide nanoparticles, Electrocrystallization, Structural properties, Electrolyte temperature