به نام خدا

گزارش کار آزمایشات مرحله دوم المپیاد فناوری نانو

گـــــروه : نانـــــو الکترونیـــــک

نام آزمایش : ساخت نانو کامپوزیت جاذب امواج رادار

نام و نام خانوادگی : صـــــادق قربان زاده

نام سرپرست : آقای مهـــــــندس قاسمی

عنوان گزارش:

ساخت نانو کامپوزیت جاذب امواج رادار با ماده تقویت کننده مگنتیت (Fe_3O_4) و نانو لوله های کربنی (CNT)

اهداف:

هدف کلی آزمایش مورد نظر تولید نانو کامپوزیت جاذب امواج رادار است که از معیار های کیفی و کمی مناسبی برخوردار باشد که این هدف کلی به چند زیر هدف تبدیل می شود ، که در ذیل ذکر شده اند :

1. **تولید نانو ذرات مگنتیت (Fe_3O_4) به عنوان ماده تقویت کننده اصلی ماده نانو کامپوزیت مورد نظر .**
2. **تولید کامپوزیت PVA بدون ماده تقویت کننده به منظور ایجاد یک نمونه مرجع برای تست های انجام شده بر دیگر نانو کامپوزیت ها ی تولیدی .**
3. **تولید نانو کامپوزیت زمینه پلیمر پلی ونیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانوذرات مگنتیت (Fe_3O_4) به میزان درصدهای جرمی ۱ و ۳ درصد . برای انجام تست های مورد نیاز به عنوان اولین مواد تولیدی جاذب امواج رادار .**
4. **تولید نانو کامپوزیت زمینه پلیمر پلی ونیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانوذرات مگنتیت (Fe_3O_4) به میزان درصدهای جرمی ۱ و ۳ درصد به اضافه ی یک درصد جرمی ماده تقویت کننده نانولوله ی کربنی .**
5. **تحلیل نمونه های تولیدی و کامپوزیت های ساخته شده با روش های مشخصه یابی مختلف مانند XRD ، FT-IR ، UV-Vis ، VNA ، .... .**

مقدمه:

یکی از طیف های امواج الکترومغناطیس طیف امواج رادار است که کاربرد های فراوانی در زندگی صنعتی امروز ایفا می کند ؛ از آشپزی در منازل تا کاربردهای نظامی فوق پیشرفته را می توان در لیست کاربرد های این طیف امواج الکترومغناطیس مشاهده نمود .به عنوان مثال با استفاده از این امواج رادار می توان

اشیا پرنده موجود در آسمان مانند هواپیما های جنگنده را شناسایی کرد به همین دلیل ایده طراحی هواپیماهایی با قابلیت اختفا در برابر امواج رادار به وجود آمد . در همین حین فناوری نانو دنیایی جدید از خواص مواد را معرفی کرد در این زمان دانشمندان ، بسیاری از ایده های خود را که قبلا به صورت رویا می دیدند ، قابل اجرا و عملی یافتند که تولید هواپیماهای رادار گریز یکی از این نوع ایده ها بود که به کمک فناوری نانو به وقوع پیوست ؛ ما نیز در این آزمایش قصد داریم به بررسی این ایده با تولید کامپوزیتی برای جذب امواج رادار بپردازیم .

لوازم و تجهیزات مورد نیاز:

در این بخش از گزارش تمام وسایل و تجهیزات مورد استفاده در روند کاری آزمایش ذکر شده است :

- ✓ **ارلن**
- ✓ **بشر با ظرفیت های متنوع**
- ✓ **بالن**
- ✓ **قاشقک (اسپاتول)**
- ✓ **همزن مغناطیسی (استیرر)**
- ✓ **مگنت استیرر**
- ✓ **سشوار (خشک کن)**
- ✓ **ترازوی دقیق**
- ✓ **بورت**
- ✓ **قیف**
- ✓ **پیپت**
- ✓ **پتری دیش به مقدار نیاز و فالکون**
- ✓ **دماسنج**
- ✓ **استوانه مدرج**
- ✓ **آهن ربا**
- ✓ **هاون**
- ✓ **آون (کوره)**
- ✓ **دستگاه طیف سنجی فروسرخ FT-IR (BRUKER-TENSOR27)**

- ✓ دستگاه پرس قرص FT-IR
- ✓ حمام آلتراسونیک (METASON200)
- ✓ دستگاه UV-Vis (PERKIN ELMER-LAMBDA25)
- ✓ دستگاه سانتریفیوژ (BIOFUGE STARTOS – HERAEUS)

مواد مورد نیاز:

- ✓ نمک آهن (II) چهار آبه ($FeCl_2.4H_2O$)
- ✓ نمک آهن (III) شش آبه ($FeCl_3.6H_2O$)
- ✓ اسید کلریک (HCl)
- ✓ آمونیاک (NH_3)
- ✓ تترا متیل آمونیوم هیدروکسید ($(CH_3)_4NOH$)
- ✓ پلیمر پلی ونیل الکل PVA ($(C_2H_4O)_n$)
- ✓ نانو لوله های کربنی (CNT)
- ✓ آب مقطر

شرح کار آزمایشگاه :

✓ **مرحله اول : ساخت نانو ذرات Fe_3O_4**

در آزمایش مورد بررسی اولین قدم تولید نانو ذرات Fe_3O_4 می باشد که به عنوان ماده تقویت کننده اصلی نانو کامپوزیت مورد استفاده قرار می گیرد . در ابتدا برای سنتز این نانو ذرات ، نمک های سازنده آن که نمک های $FeCl_2$ و $FeCl_3$ هستند به صورت محلول در هیدروکلریک اسید ۲ مولار که از به حجم رساندن ۲۱ میلی لیتر اسید کلریک ۳۰ درصد تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر تهیه شده بود ، تولید شدند که اطلاعات کمی آن در جدول ذیل خلاصه شده است .

ردیف	نمک مورد استفاده	مقدار ماده حل شده بر حسب gr	مقدار اسید مورد استفاده به عنوان حلال بر حسب ml	وضعیت مولاریته
۱	$FeCl_2$	۱۹,۹	۵۰	۱ مولار
۲	$FeCl_3$	۵۴,۱	۲۰۰	۲ مولار

البته با توجه غلظت بالای اسید مورد استفاده در آزمایش تمام موارد ایمنی ضروری در استفاده از این ماده شیمیایی ، اعم از استفاده از ماسک و عینک آزمایشگاه و همچنین استفاده از هود مناسب رعایت شد .

پس از تولید و آماده سازی محلول نمک ها نوبت به تهیه محلول آمونیاک ۱ مولار رسید ؛ برای تهیه این محلول ۱۳,۳ میلی لیتر آمونیاک غلیظ که با رعایت تمام نکات ایمنی از ظرف خارج شده بود به وسیله آب تا ۲۰۰ میلی لیتر به حجم رسانده شد . همچنین در استفاده از این محلول انتشار بوی نامطبوع و کاهش غلظت آن ، به طور مداوم در نظر گرفته می شد که تاثیر منفی بر غلظت های واکنش نداشته باشد . پس از آماده سازی محلول آمونیوم هیدروکسید ، سنتز نانو ذرات مگنتیت با مخلوط کردن ۱۶ میلی لیتر از محلول $FeCl_3$ با ۴ میلی لیتر از محلول $FeCl_2$ پیگیری شد. پس از هم زدن محلول فلز های آهن با استیرر و یکنواخت سازی آن و آماده سازی بورت بر روی پایه و پر کردن آن با محلول آمونیاک ۱ مولار سنتز نهایی نانوذرات با اضافه کردن قطره قطره ی آمونیاک به محلول یکنواخت فلزات و هم زدن مدوام آن در دمای محیط آغاز شد ، که این فرآیند زمانی بین ۱۰ تا ۱۵ دقیقه زمان نیاز داشت که این زمان با سرعت قطره های آمونیاک رابطه عکس داشت . پس از اضافه شدن قطره قطره محلول آمونیاک به تدریج

ذرات مگنتیت در محلول پدیدار شد پس اضافه شدن ۲۰۰ میلی لیتر محلول آمونیاک و هم زدن نهایی ، استیرر خاموش شد و مرحله نهایی که فراوری نانوذرات بود آغاز شد ؛ در این مرحله در ابتدا نانو ذرات به وسیله آهن ربا ته نشین شده و آب اضافه ی آن خالی شد و سه بار به همین صورت نانو ذرات شسته شدند و پس از پایان شست و شو ، ۴ میلی لیتر از محلول تترا متیل آمونیوم هیدروکسید آماده شد و به نانو ذرات مگنتیت اضافه شد تا این سورفکتانت از آگلومره شدن ذرات جلوگیری نماید . پس از شست و شو با سورفکتانت و خارج سازی آب اضافه ، نمونه در دستگاه آون یا کوره قرار گرفت تا خشک شود . پس از خشک شدن و هاون کردن ، نانو ذرات آماده ی استفاده هستند .

✓ مرحله دوم : تولید نانو کامپوزیت ها با درصد های جرمی خاص

۱) ساخت کامپوزیت زمینه : در این مرحله از آزمایش برای تمام کامپوزیت های مد نظر یک ماده زمینه یکسان به شیوه ی زیر ساخته شد .

در ابتدا ۱۰ گرم پلیمر پلی ونیل الکل را توزین و آماده می کنیم . پس از آماده سازی PVA ، ۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر در یک بشر ۵۰۰ میلی لیتری ریخته و روی استیرر با دمای ۸۰ درجه قرار داده شد و اجازه داده شد که دمای آب به ۸۰ درجه برسد و دور آن روی ۱۲۰۰ دور در دقیقه تنظیم شد . پس از آماده شدن آب از نظر دمایی پلیمر PVA ، به صورت تدرجی به آن اضافه شد که این فرایند زمانی در حدود ۱,۵ ساعت به طول انجامید . پس از پایان یافتن ماده ی PVA اجازه داده شد استیرر به مخلوط سازی خود ادامه دهد و دما نیز در ۸۰ درجه سانتی گراد حفظ شد تا محلول همگن شود و آب اضافه محلول تبخیر و حجم محلول به ۱۰۰ میلی لیتر برسد . در این مرحله از کار ویسکوزیته محلول آب و پلیمر افزایش یافته است و استیرر به سختی می تواند آن را مخلوط کند . در این زمان بخش آماده سازی ماده زمینه کامپوزیت پایان یافت و برای اضافه کردن ماده تقویت کننده مورد نظر با درصد های جرمی مورد نظر آزمایش آماده شد که در زیر توضیحات تکمیلی و محاسبات تهیه کامپوزیت ها ذکر شده است .

۲) تهیه نانو کامپوزیت زمینه پلیمری پلی ونیل الکل و ماده تقویت کننده مگنتیت با میزان ۱ و ۳ درصد جرمی :

برای تولید کامپوزیت ۱ درصد در ابتدا ۰,۱ گرم از ذرات مگنتیتی که به طور کامل در آون خشک شده بود و کامل در هاون خرد شده بود ، وزن شد و برای کامپوزیت ۳ درصد نیز ۰,۳ گرم وزن شد و آماده مخلوط با ماده زمینه شدند . که محاسبات این اعداد به شرح ذیل است .

جرم کل ماده مخلوط شده : Total Mass

جرم مگنتیت مخلوط شده : Magnetite Mass

درصد جرمی : C Mass

$$C\ Mass = \frac{Magnetite\ Mass}{Total\ Mass} \times 100$$

$$1\% = \frac{Magnetite\ Mass}{10\ gr} \times 100 \rightarrow Magnetite\ Mass = 0.1\ gr\ \ Fe3O4$$

$$3\% = \frac{Magnetite\ Mass}{10\ gr} \times 100 \rightarrow Magnetite\ Mass = 0.3\ gr\ \ Fe3O4$$

پس از وزن شدن ذرات مگنتیت و اطمینان از صحت آن ها ، طبق بخش ۱ (ساخت کامپوزیت زمینه) قبل از اضافه کردن پلیمر PVA ، ذرات مگنتیت به آب با دمای ۸۰ درجه سانتی گراد اضافه می کنیم و بقیه ی مراحل طبق بخش ۱ ادامه می یابد .

۳) تهیه نانو کامپوزیت زمینه پلیمری پلی ونیل الکل و ماده تقویت کننده مگنتیت با میزان ۱ و ۳ درصد جرمی به انضمام نانو لوله کربنی با درصد جرمی ۱ درصد :

در تولید این کامپوزیت ها نیز با سیر کاری تولید کامپوزیت های بخش شماره ۲ فرآیند سنتز انجام شد که محاسبات مقدار مواد تقویت کننده در ذیل آمده است :

جرم کل ماده مخلوط شده : Total Mass

جرم مگنتیت مخلوط شده : Magnetite Mass

جرم نانوتیوب مخلوط شده : CNT Mass

درصد جرمی : C Mass

$$1\% = \frac{Magnetite\ Mass}{10\ gr} \times 100 \rightarrow Magnetite\ Mass = 0.1\ gr\ \ Fe3O4$$

$$3\% = \frac{Magnetite\ Mass}{10\ gr} \times 100 \rightarrow Magnetite\ Mass = 0.3\ gr\ \ Fe3O4$$

برای هر کدام از نانوکامپوزیت ها نیز با توجه به مقدار محاسبه زیر نانو تیوب اضافه می شود :

$$C\ Mass = \frac{CNT\ Mass}{Total\ Mass}$$

$$1\%\ CNT = \frac{CNT\ Mass}{10\ gr} \times 100 \rightarrow CNT\ Mass = 0.1\ gr\ \ CNT$$

البته این مقدار نانو تیوب به طور غیر مستقیم با محلول کردن ۱ گرم نانو تیوب در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب و برداشت ۱۰۰ میلی لیتر از آن به دست آمد و در حین اضافه کردن ذرات مگنتیت به محلول اضافه شد .

پس از آماده سازی تمام کامپوزیت ها و آماده سازی آن ها در ظروف پتری دیش ، آون در دمای ۱۰۰ درجه و خلا تنظیم شد و تمام کامپوزیت ها در آن قرار داده شد و پس از ۱۲ ساعت کامپوزیت ها به طور کامل خشک شده و آماده تحلیل های مورد نیاز شده بودند .

در این مرحله کار تولید ذرات و نانوکامپوزیت ها به طور کامل به پایان رسید .

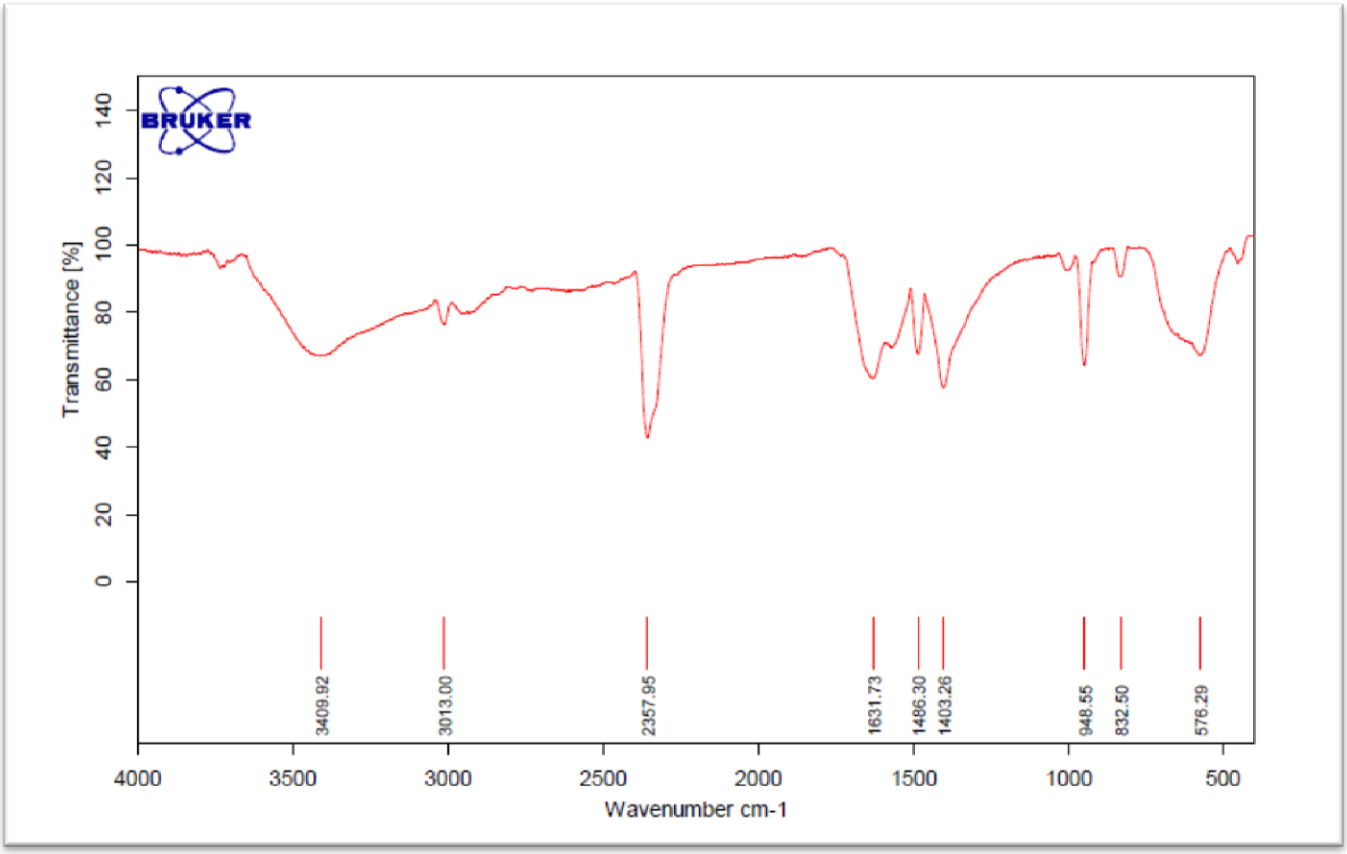
نتایج و تحلیل نتایج:

در این بخش ازگزارش به طور خلاصه نتایج مشاهده شده با چشم غیرمسلح و ابزار ها مطرح شده اند :

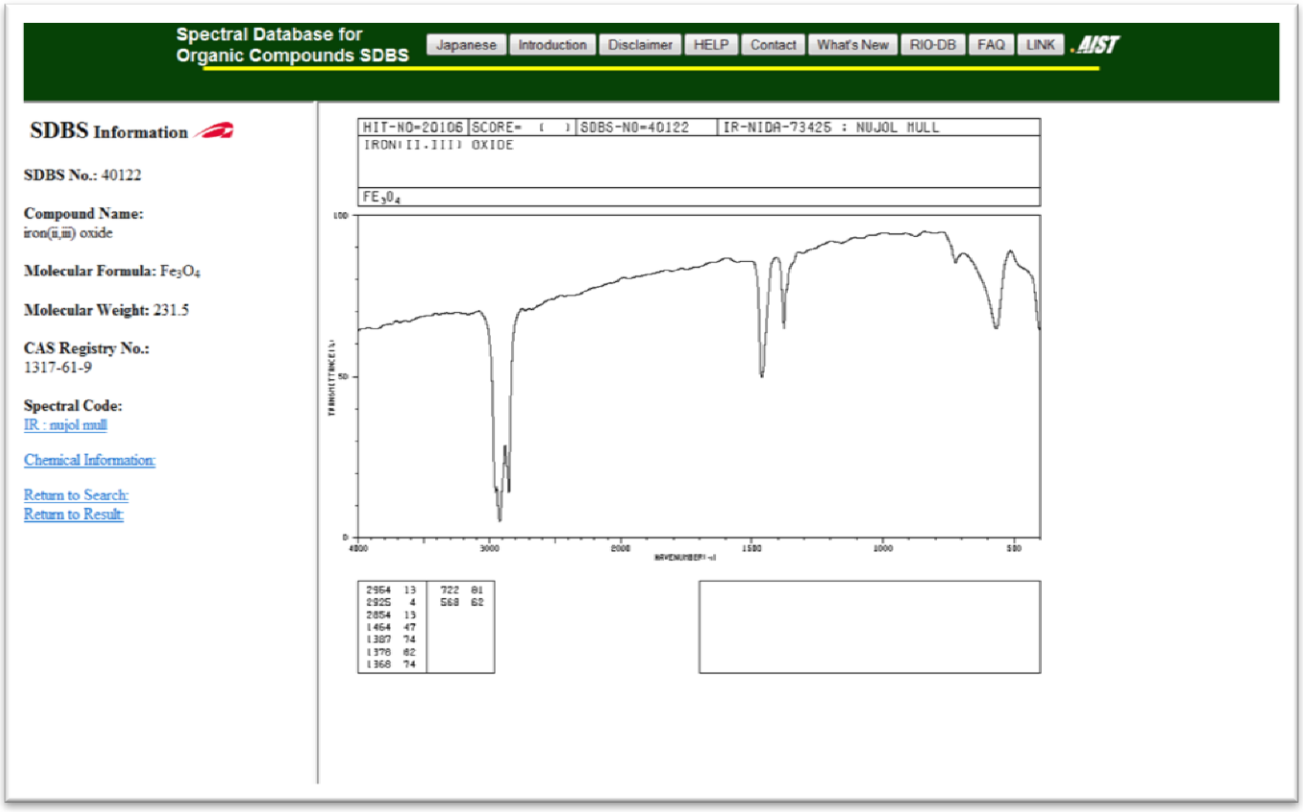
۱) **وضعیت ظاهری ذرات تولیدی مگنتیت : پس از تولید ذرات مگنتیت وضعیت مناسب ذرات می توانست با توجه به رنگ مناسب و قابل توجیه و همچنین خاصیت مغناطیسی آن ها تایید شود . زیرا با توجه به مراجع موجود بهینه ترین رنگ برای نانو ذرات مشکی تیره است که نشان از تولید شدن مناسب ذرات است . و همچنین ذرات تولیدی پس از خشک شدن و خرد شدن به راحتی با قرار گرفتن در میدان به طور کامل سوزنی می شدند که نشان از قدرت مناسب پارامغناطیسی ذرات تولیدی بود.**

۲) تست FT-IR :

پس از آماده نمودن ذرات مگنتیت به صورت قرص مورد نیاز برای دستگاه تحلیل FT-IR و پس از انجام تحلیل ، نمودار تولیدی سیستم به صورت زیر می باشد .



که با توجه به اطلاعات استخراج شده از پایگاه اطلاعاتی SDBS که به صورت زیر می باشد :

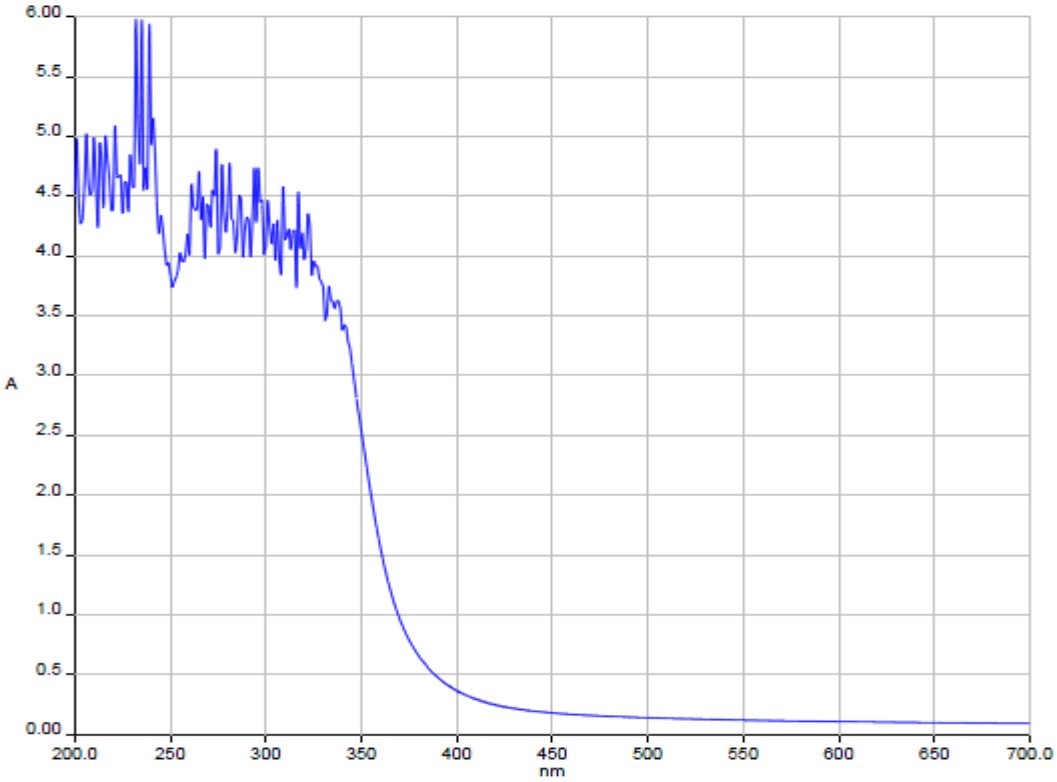


نتیجه می شود که ذرات تولیدی به طور واقع ذرات مگنتیت می باشند که برای اثبات این ادعا به اطلاعات پیک های موجود در جدول ارجاع داده شد .

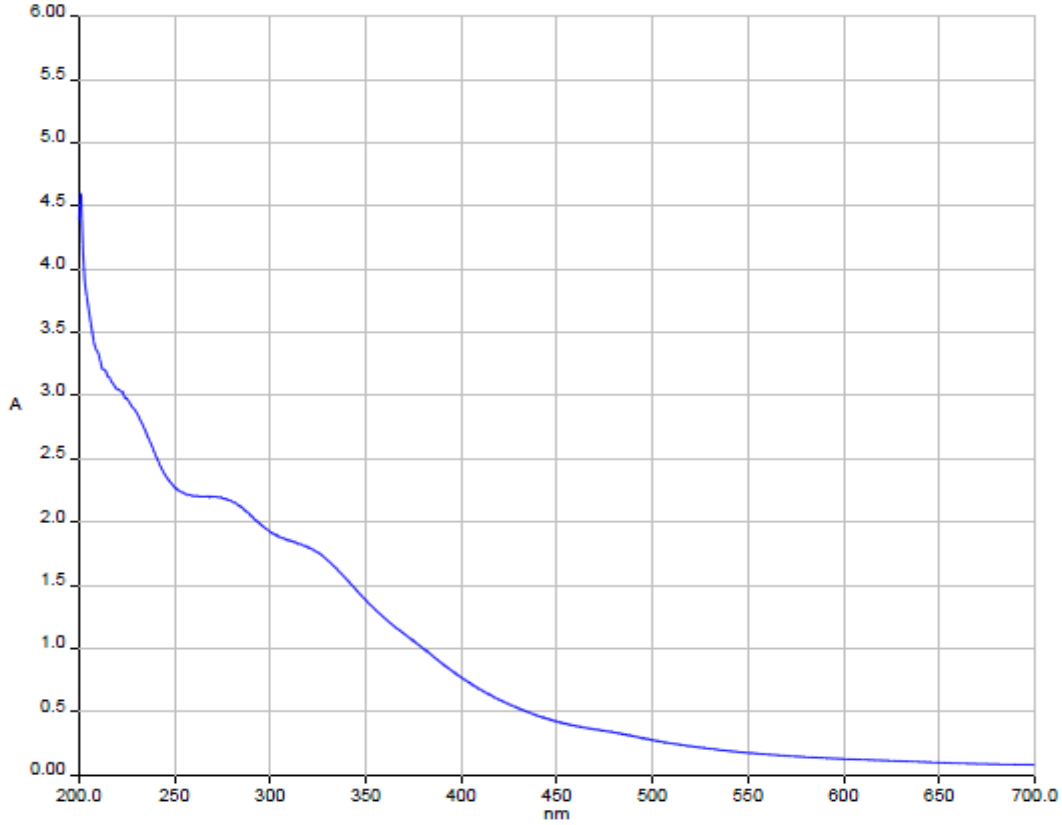
پیک موجود در نمودار ذرات تولیدی	پیک های موجود در داده های مرجع
۱۴۸۶	۱۴۶۴
۱۴۰۳	۱۳۸۷
۵۷۶	۵۶۸

۳) تست UV-Vis :

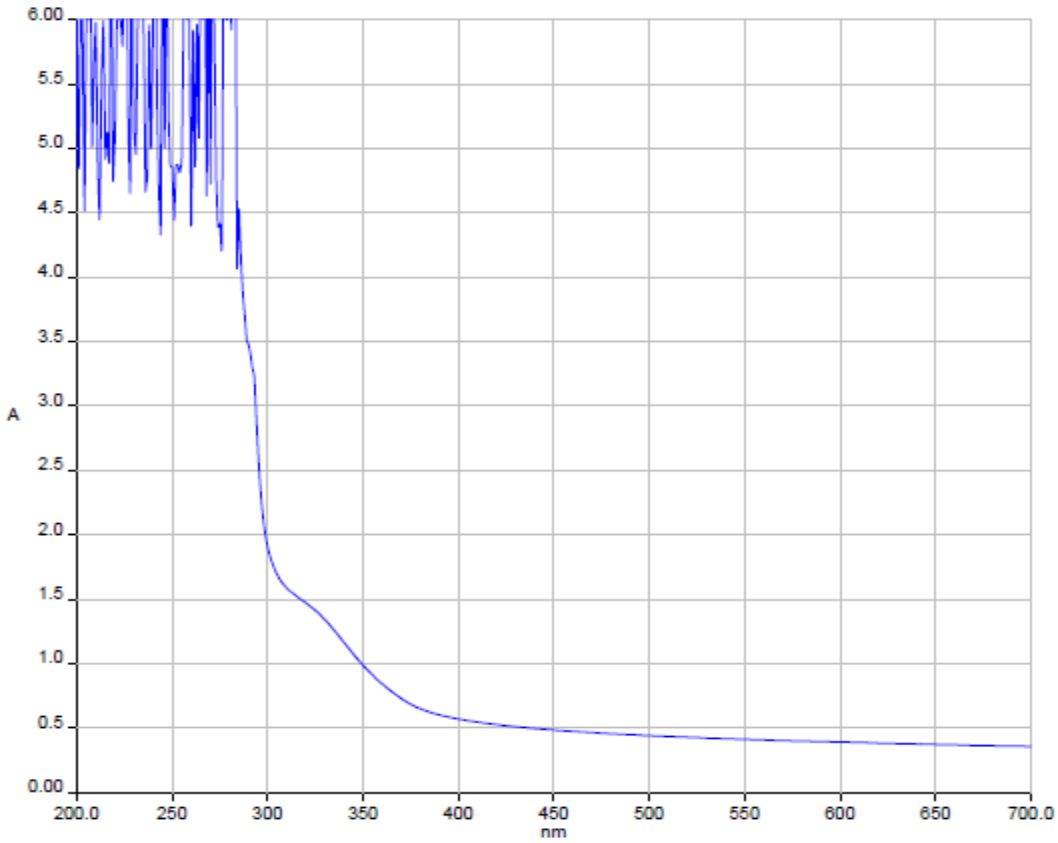
در این تست هدف مورد نظر میزان جذب موج های نور مریی و امواج ماورابنفش در کامپوزیت های تولیدی بود . پس از آماده سازی محلول ها در سل های دستگاه تستر و آماده سازی سل ناظر یا بلنک و انجام تست توسط سیستم ، نمودارهای ذیل تولید شد که تحلیل آن ها ادامه به طور مختصر آمده است .



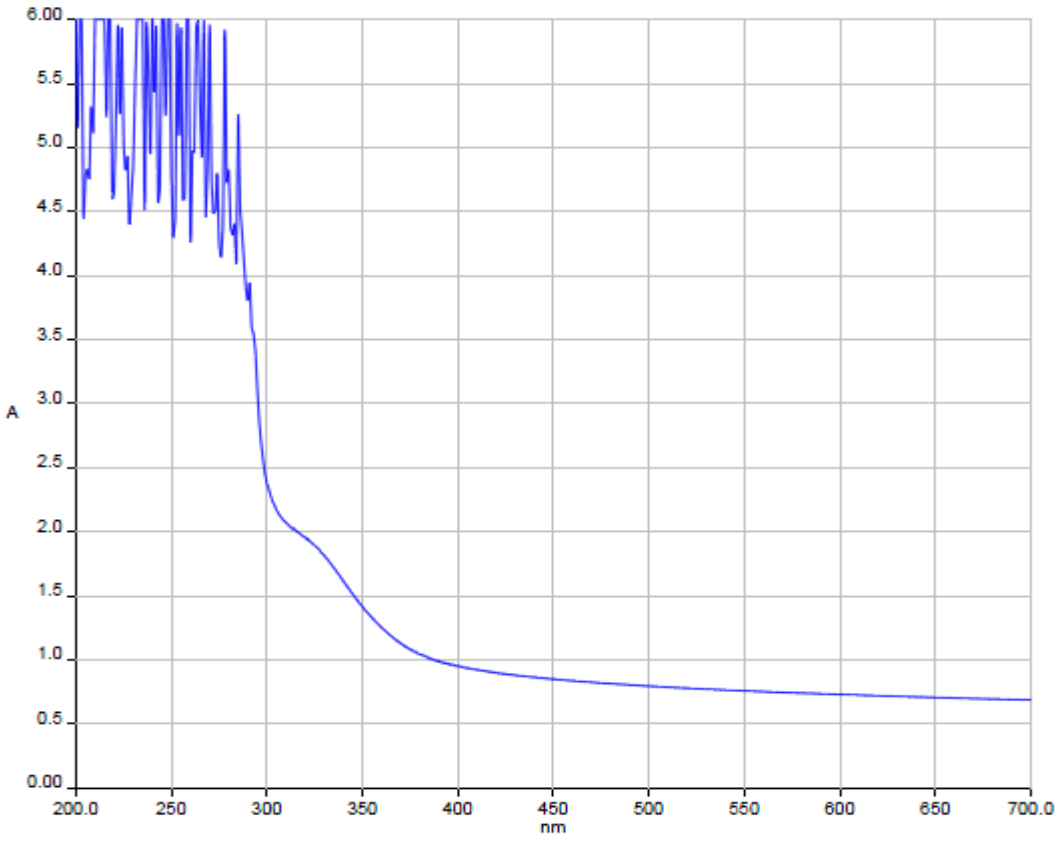
نمونه شاهد یا بلنک



مگـــنـــتیـــت ۱٪



مگنتیت ۱٪ و نانو تیوب



مگنتیت ۳٪ و نانو تیوب

با توجه به نمودار ها فوق و نمودار نمونه شاهد می توان گفت که در حالت مگنتیت با درصد جرمی ۱ درصد در نور مریی جذب بسیار پایین و در نوری فرا بنفش جذب متوسطی دارد . اما در نمونه هایی که دارای نانو لوله های کربنی هستند به نسبت جذب نور مریی افزایش می یابد و در نور فرابنفش نیز شدت جذب با اغتشاشات دیده می شود که دو دلیل برای آن می توان ذکر کرد :

۱- جذب بیش از حدی نانو کامپوزیت در بخش امواج ماورابنفش .

۲- محدود بودن مقیاس اندازه گیری دستگاه به نسبت جذب پلیمر

که البته به احتمال زیاد هر دو عامل در این نویز های موجود موثر بوده اند .