

به نام خدا

## آزمایشات مرحله دوم المپیاد

### گروه نانو الکترونیک

نام آزمایش: ساخت نانو کامپوزیت جذب امواج رادار

#### مراحل آزمایش:

- ۱- تولید نانو ذرات  $Fe_3O_4$  با روش احیاء
- ۲- ساخت نانو کامپوزیت پلیمری: ماده زمینه پلیمر پلی وینیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانو ذرات  $Fe_3O_4$
- ۳- ساخت نانو کامپوزیت پلیمری: ماده زمینه پلیمر پلی وینیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانو ذرات  $Fe_3O_4$  به اضافه نانو لوله های کربنی عامل دار شده
- ۴- ایجاد یک لایه نازک از نانو کامپوزیت ذکر شده بر روی یک زیر لایه شیشه ای با استفاده از دستگاه  $Spin Coating$
- ۵- بررسی خواص نانو کامپوزیت های ذکر شده

#### مواد مورد نیاز برای انجام آزمایش:

- ۱- نمک آهن II ( $FeCl_2$ ) چهار آبه
- ۲- نمک آهن III ( $FeCl_3$ ) شش آبه
- ۳- اسید کلریدریک (HCl)
- ۴- هیدروکسید آمونیوم ( $NH_4OH$ )
- ۵- تترا متیل آمونیوم هیدروکسید  $[(CH_3)_4NOH]$
- ۶- پلیمر PVA
- ۷- آب مقطر
- ۸- نانو لوله های کربنی عامل دار شده

#### تجهیزات مورد نیاز:

- ۱- همزن مغناطیسی
- ۲- خشک کن (تا دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد)
- ۳- حمام اولتراسونیک و یا سونیکیتور
- ۴- دستگاه  $Spin Coating$

#### نحوه انجام آزمایش:

##### ۱- ساخت نانو ذرات $Fe_3O_4$

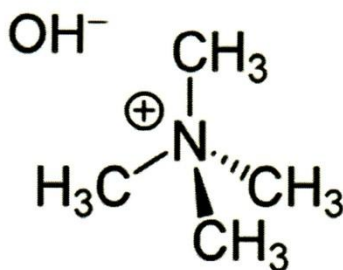
نانو ذرات مغناطیسی  $Fe_3O_4$  را می توان از طریق مخلوط کردن نمک های آهن II و III در یک محلول پایه بدست آورد. برای انجام آزمایشات لازم است تا نانو ذرات به صورت معلق در داخل محلول باقی بمانند (سوسپانسیون) و از به هم چسبیدن و ته نشین شدن آنها جلوگیری کرد. بدین منظور از موادی به نام سورفکتنت<sup>۱</sup> استفاده می کنند. سورفکتنت ها

<sup>۱</sup>- Surfactant

مولکول های پلیمری هستند که به صورت زنجیر بر روی سطح نانو ذرات قرار می گیرند و مانع از به نزدیک شدن ذرات می شوند.

#### مواد لازم :

- نمک آهن II ( $\text{FeCl}_2$ ) چهار آبه
- نمک آهن III ( $\text{FeCl}_3$ ) شش آبه
- اسید کلریدریک ( $\text{HCl}$ )
- هیدروکسید آمونیوم ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )
- تترا متیل آمونیوم هیدروکسید [ $(\text{CH}_3)_4\text{NOH}$ ] (در شکل ۱ نحوه ترکیب عناصر مختلف در تترا متیل آمونیوم هیدروکسید آمده است).



شکل ۱- نحوه ترکیب عناصر مختلف در تترا متیل آمونیوم هیدروکسید.

#### شرح آزمایش :

۱ ابتدا برای تهیه نمک های آهن، از اسید کلریدریک ۲ مولار استفاده می شود. برای تهیه اسید کلریدریک ۲ مولار، ۲۱ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ را در ۲۵۰ میلی لیتر آب رقیق کنید.<sup>۱۱</sup>

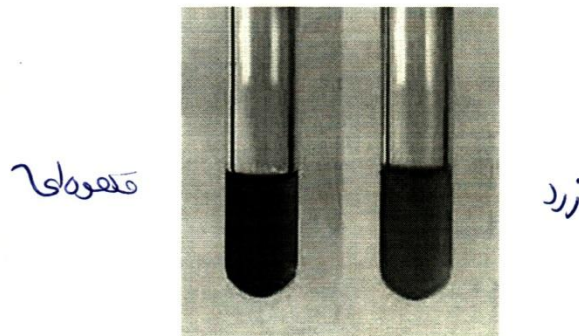
سپس باید دو محلول ۲ مولار  $\text{FeCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4$  و یک مولار  $\text{FeCl}_3(\text{H}_2\text{O})_6$  را در اسید کلریدریک ۲ مولار تهیه کرد. بدین منظور ابتدا ۱۹/۹ گرم از  $\text{FeCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4$  را در ۵۰ میلی لیتر اسید کلریدریک ۲ مولار حل کنید. این ماده به راحتی در اسید کلریدریک حل می شود. اما محلول حاصل به سادگی با اکسیژن واکنش می دهد بنابراین باید محلول را در زمان آزمایش تهیه و بلافاصله از آن استفاده کرد. هر بار آزمایش به ۴ میلی لیتر از این محلول احتیاج دارد. سپس ۵۴/۱ گرم از  $\text{FeCl}_3(\text{H}_2\text{O})_6$  را نیز در ۲۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک ۲ مولار حل کنید. این ترکیبات به کندی در یکدیگر حل می شوند. هر بار آزمایش به ۱۶ میلی لیتر از این محلول احتیاج دارد.<sup>۱۲</sup>

مرحله بعد تهیه محلول آمونیاک ۱ مولار است. ۳۰۰ میلی لیتر از هیدروکسید آمونیوم غلیظ را با آب به حجم ۳ لیتر برسانید. هر گروه به ۲۰۰ میلی لیتر از این محلول احتیاج دارد. توجه داشته باشید که باز بودن ظرف محتوی محلول آمونیاک، علاوه بر انتشار بوی ناخوشایند در محیط، سبب کاهش غلظت آن شده و در نتایج آزمایش، تاثیرات نامطلوبی دارد. مرحله بعد تهیه محلول ۲۵ درصدی تترا متیل آمونیوم هیدروکسید در آب است. این محلول به صورت صنعتی در بازار موجود است. بوی زننده آمین که شبیه بوی ماهی است، نشان دهنده هیدرولیز شدن محصولات است و ممکن است نتایج نامطلوبی در سنتز نانو ذرات داشته باشد.

توجه: محلول های آهن باید کاملاً به صورت شفاف و عاری از هر گونه ذره‌ای حل نشده‌ای باشند و در ظرفی در پوش دار نگهداری شوند.

توجه: سیالات مغناطیسی می‌توانند روی هر نوع پارچه‌ای لکه‌هایی دائمی از خود به جا بگذارند.  
توجه: اگر چه محلول یک مولار آمونیاک نسبتاً رقیق است، اما توجه داشته باشید که آمونیاک یک باز قوی است.

پیش از اینکه آزمایش را آغاز کنید، به رنگ محلول آهن (II) توجه کنید زیرا به آرامی با اکسیژن واکنش داده و تبدیل به آهن (III) می‌شود. رنگ محلول‌های آهن (II) (سمت راست) و آهن (III) (سمت چپ) در شکل ۲ نشان داده شده است.



شکل ۲- رنگ محلول‌های آهن (II) (سمت راست) و آهن (III) (سمت چپ).

درون یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری،  $\frac{1}{2}$  میلی لیتر از محلول  $FeCl_3$  و ۱ میلی لیتر از محلول  $FeCl_2$  اضافه کنید. درون بشر یک مگنت بیندازید و آن را روی همزن مغناطیسی (Stirrer) قرار دهید تا محلول هم بخورد. ضمن هم خوردن محلول، ۵ میلی لیتر از محلول آمونیاک را طی ۵ دقیقه به آرامی به آن اضافه کنید (می‌توانید از بورت برای اضافه کردن قطره قطره ۲۰۰ ای آمونیاک به ظرف بشر استفاده کنید). بعد از مشاهده‌ی رسوب‌های اولیه قهوه‌ای رنگ، رسوب‌های سیاه رنگ تشکیل می‌شوند (آهن مغناطیسی).

همزن مغناطیسی (استیرر) را خاموش کنید و با استفاده از یک آهن ربای قوی، به سرعت مگنت را از کنار دیواره‌ی بشر بیرون بکشید. قبل از این که مگنت به آهن ربا بچسبد، آن را با انبر یا دستتان بگیرید (طی انجام آزمایش از دستکش استفاده کنید). اجازه بدهید ذرات مغناطیسی ته نشین شوند. برای این منظور می‌توانید از یک آهن ربا در زیر بشر استفاده کنید. جامدات تهیه شده را به ظرف توزین منتقل کنید. برای انتقال بهتر ذرات می‌توانید با کمک یک آب‌فشان بخش‌های داخلی بشر را بشوید. برای نگه داشتن مایع مغناطیسی (فرولوید) در ته ظرف توزین، از یک آهن ربای قوی استفاده کنید. آب روی ذرات را سر ریز کنید تا جایی که آب تمیز به نظر برسد. دوباره ذرات مغناطیسی را با آب بشویید و آب را سرریز کنید. عمل شستن را سه بار انجام دهید.

دو میلی لیتر از محلول تترا متیل آمونیوم هیدروکسید را به ظرف توزین اضافه کنید و با استفاده از همزن شیشه‌ای، حداقل به مدت یک دقیقه آن را هم بزنید تا ذرات در محلول به صورت معلق درآیند (باز هم از یک آهن ربای قوی برای ته نشین کردن ذرات در ته ظرف توزین استفاده کنید). مایع سیاه رنگ را سر ریز کنید و دور بریزید. آهن ربای قوی را دور ظرف حرکت دهید و دوباره مایع را سرریز کنید. اگر ذرات مغناطیسی شکل سوزنی به خود نگرفته‌اند، بار دیگر آهن ربا را به دور ظرف حرکت دهید و مایع اضافی را سرریز کنید.

۲- تهیه نانو کامپوزیت زمینه پلیمر پلی ونیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانو ذرات  $Fe_3O_4$  به میزان

- ۱ و ۳٪  
 - ۳ گرم PVA را توزین نمایید  
 - در یک بشر با حجم ۳ میلی لیتر، ۳ میلی لیتر آب مقطر بیفزایید تا محلول ۱۰٪ وزنی PVA تهیه شود.  
 توجه: PVA را پس از رسیدن آب به دمای ۸۰ درجه به آهستگی به آن بیفزایید  
 - نانوذرات  $Fe_3O_4$  را با توجه به درصد وزنی مورد (۱٪ و ۳٪) نظر وزن کرده و به مواد داخل بشر بیفزایید (اینکه ۱٪ و ۳٪ چند گرم از نانو ذرات  $Fe_3O_4$  می‌شود را محاسبه کنید).



- - بشر را روی همزن گذاشته و در حین گرم کردن آن تا دمای ۸۰ درجه سانتی گراد، با همزن مغناطیسی و دور rpm ۱۲۰۰ مواد را هم بزینید
- پس از ۲ ساعت هم خوردن گرم کن همزن را خاموش نمایید تا دما به آرامی به دمای محیط برسد ولی همزن روشن باشد
- پس از همدما شدن محلول با دمای محیط (حداقل یک ساعت از خاموش کردن گرم کن گذشته باشد) محلول را توسط سونیکیتور هم بزینید تا ذرات به خوبی پخش شوند
- محلول را در قالب ریخته و در آون با دمای ۵۰ درجه سانتی گراد قرار دهید. پس از یک ساعت دما را به ۸۰ درجه افزایش دهید.

۳- ساخت نانو کامپوزیت پلیمری : ماده زمینه پلیمر پلی ونیل الکل (PVA) و ماده تقویت کننده نانو ذرات  $Fe_3O_4$  ۱٪ و ۳٪ به اضافه نانو لوله های کربنی عامل دار شده ۵٪/۰٪

#### روش های مشخصه یابی :

- ۱- DLS : بررسی اندازه نانو ذرات  $Fe_3O_4$  تولید شده
- توجه : به جای این تست، از XRD و FTIR نیز می توان استفاده کرد.
- ۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM): به منظور بررسی نحوه توزیع نانو ذرات داخل ماده زمینه
- ۳- طیف سنج نوری UV-Visible : بررسی شفافیت، میزان عبور و میزان جذب امواج UV
- ۴- Vector Network Analyzer (VNA) : بررسی میزان جذب رادار
- ۵- Pull Out یا Cross Out: به منظور بررسی چسبندگی لایه به زیر لایه