



farahmandjou@iauvaramin.ac.ir

دکتر مجید فرهمندجو،  
نویسنده‌ی مسئول مقاله، عضو  
هیات علمی دانشگاه آزاد  
اسلامی ورامین

# تأثیر ناخالصی اتم‌های آهن $Fe^{3+}$ در ویژگی‌های اپتیکی و ساختاری نانوذرات آلومینا ( $Al_2O_3$ ) تهیه شده با روش سل ژل

مجید فرهمندجو<sup>۱\*</sup>، ابوالفضل خدادادی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> دانشیار گروه فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، ورامین، ایران

<sup>۲</sup> گروه فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران شمال، تهران، ایران

چکیده: در این تحقیق نانوذرات آلومینای خالص و آلاینده شده با ناخالصی آهن، با روش شیمیایی سل ژل ساخته شدند. خواص بلوری، اپتیکی، مغناطیسی و مورفولوژیکی آلومینا و تأثیر آهن در آنها با آنالیزهای XRD، FESEM، TEM، FTIR و DRS مورد بررسی و مطالعه قرار گرفتند. نتایج آنالیز XRD نشان داد که ساختار نانوذرات بصورت هگزاگونال می‌باشد. نتایج همچنین نشان داد که اندازه نانوذرات با افزایش درصد ناخالصی کاهش می‌یابد، بطوریکه برای نمونه‌های خالص ۵۴nm و برای نمونه ناخالص با درصد ناخالصی ۳٪ برابر ۴۷nm بدست می‌آید. نتایج آنالیز FTIR حاکی از تشکیل پیوند اکسید آلومینا در عدد موج  $581\text{cm}^{-1}$  می‌باشد. نتایج آنالیز اپتیکی DRS حاکی از کاهش گاف نواری تا ۳/۶۲eV برای نمونه ناخالص می‌باشد. کلمات کلیدی: نانو کریستال، اکسید آلومینیوم، روش شیمیایی سل ژل، ناخالصی آهن.

## ۱- مقدمه

نانوذرات اکسید آلومینیوم (آلومینا)، به دلیل کاربرد زیاد آنها در صنایع الکترونیک، اپتوالکترونیک، پزشکی و پتروشیمی شده است [۱-۱۱]. خواص این نانومواد به طور قابل ملاحظه‌ای به دلیل افزایش نسبت سطح به حجم، تغییر می‌کند. آلومینا دارای فازهای  $\gamma$ ،  $\eta$ ،  $\kappa$ ،  $\delta$ ،  $\theta$  و  $\alpha$  می‌باشد که فاز  $\gamma$  دارای ساختار مکعبی و در دمای ۷۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد تشکیل می‌شود و به عنوان کاتالیست و محافظ کاتالیست کاربرد زیادی در کامپوزیت‌های ساختاری و صنعت سرامیک دارد در حالیکه فاز  $\alpha$  دارای ساختار هگزاگونال (HCP) که با افزایش دما تا  $1200^\circ\text{C}$  تشکیل می‌شود و به دلیل سختی زیاد در حفاری و تراش سنگ‌های ظریف کاربرد دارد. با وارد کردن مقدار کمی ناخالصی از نوع فلزات واسطه نظیر Co، Ti، Fe خواص کریستالی، مورفولوژیکی و اپتیکی نانوذرات آلومینا نظیر سختی، نظم کریستالی و گاف نواری بهبود می‌یابد [۴-۶]. از بین فلزات واسطه، Fe بدلیل داشتن شعاع اتمی نزدیک Al خواص فیزیکی موجود در آلومینا را بیشتر تحت تأثیر قرار می‌دهد [۱۱]. در این تحقیق، آلومینای خالص و آلومینا به همراه ناخالصی Fe، با روش هم‌رسوبی ساخته می‌شوند و تأثیر ناخالصی بر خواص بلوری، مورفولوژیکی و اپتیکی مورد بررسی قرار می‌گیرند.

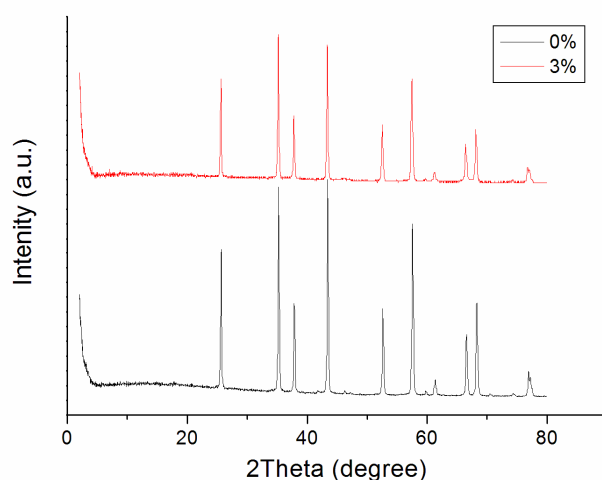
## ۲- روش آزمایش

نانوذرات خالص و آلیاژی آهن-آلومینا با روش سل ژل با پیش‌ماده‌های  $AlCl_3$  و  $FeCl_3$  ساخته شدند. ابتدا برای ساخت نمونه خالص، محلول ۵ مولار نمک  $AlCl_3$  تهیه شد. سپس محلول در دمای اتاق تحت هم‌زن مغناطیسی هم‌زده می‌شود، تا محلول شفاف فراهم گردد. دمای محلول آلومینا را تا  $70^\circ\text{C}$  افزایش داده شد. پودر حاصل چندین مرتبه با آب مقطر و اتانول شستشو داده شد تا ناخالصی‌ها از نمونه حذف شود. برای ساخت نمونه ناخالص  $Fe/Al_2O_3$ ، ابتدا محلول ۵ مولار

نمک  $\text{FeCl}_3$  را آماده و سپس این محلول را با درصد مورد نظر به محلول آلومینا اضافه کرده و مشابه با حالت خالص عمل می‌شود. پودرهای بدست آمده در دمای  $1000^\circ\text{C}$  برای مدت ۳ ساعت تحت عملیات گرمایی قرار داده شدند.

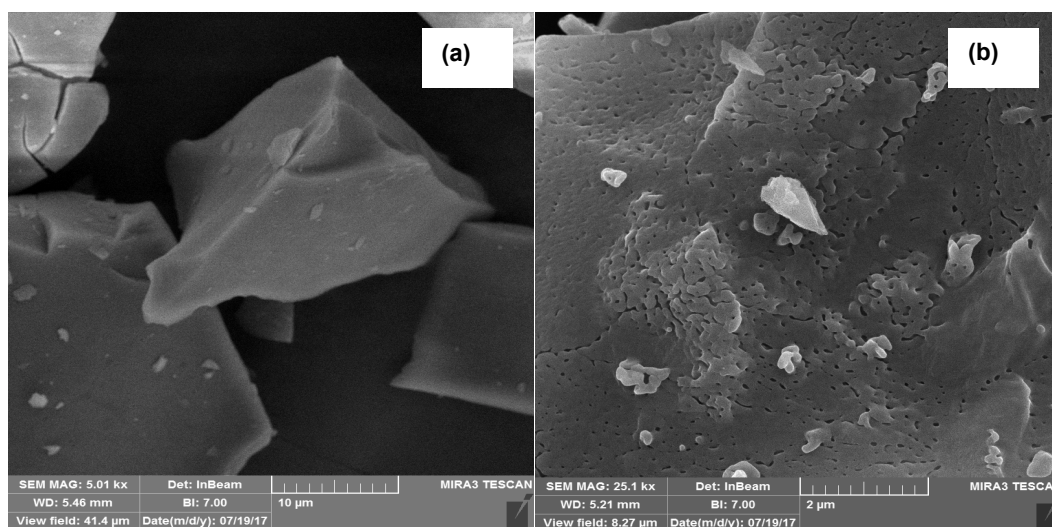
### ۳- نتایج و بحث

شکل ۱، آنالیز XRD نمونه خالص و نمونه با ناخالص آهن ۳٪ را نشان می‌دهد. همانگونه که از تصاویر XRD مشخص است، ساختار نمونه بصورت هگزاگونال با فاز  $\alpha$  می‌باشد، که با افزودن ناخالصی Fe، ساختار بدون تغییر باقی می‌ماند. قله‌های ایجاد شده در طیف پراش اشعه X نشانگر فاز  $\alpha$  آلومینا با ساختار هگزاگونال می‌باشند. اندازه نانوکریستال‌ها با استفاده از رابطه شرر [۱۲] محاسبه می‌شود. بطوریکه برای نانوذرات خالص اندازه کریستالی برابر  $54\text{nm}$  و برای نمونه ناخالصی اندازه کریستالی برابر با  $47\text{nm}$  بدست می‌آید.



شکل ۱- الگوهای XRD مربوط به نانوذرات آلومینا خالص و آلومینا با ناخالصی آهن ۳٪

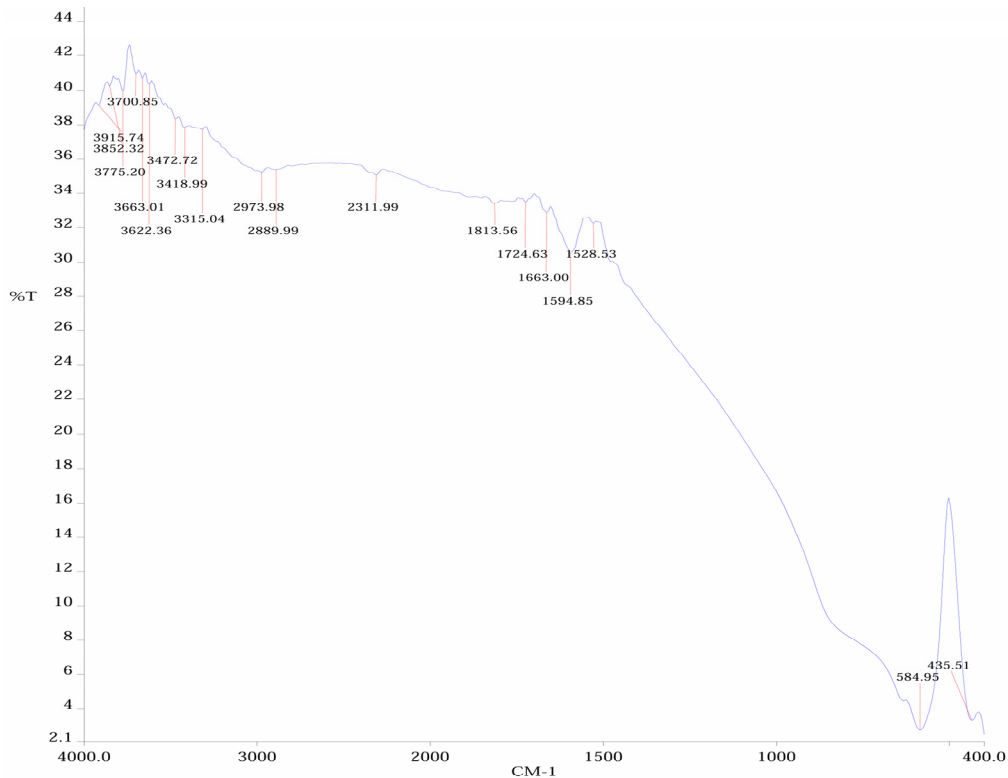
شکل ۲، تصاویر FESEM نانوذرات خالص آلومینا و نانوذرات آلیاژی با ناخالصی آهن ۳٪ را نشان می‌دهد. همانگونه که از شکل مشخص است با وجود ناخالصی، یکنواختی نانوذرات افزایش یافته است و اندازه آنها نسبت به حالت خالص بطور میانگین تا  $47\text{nm}$  کاهش داشته است.



شکل ۲- تصاویر FESEM نانوذرات  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (a) نمونه خالص، (b) نمونه‌های آلوده شده با آهن ۳٪

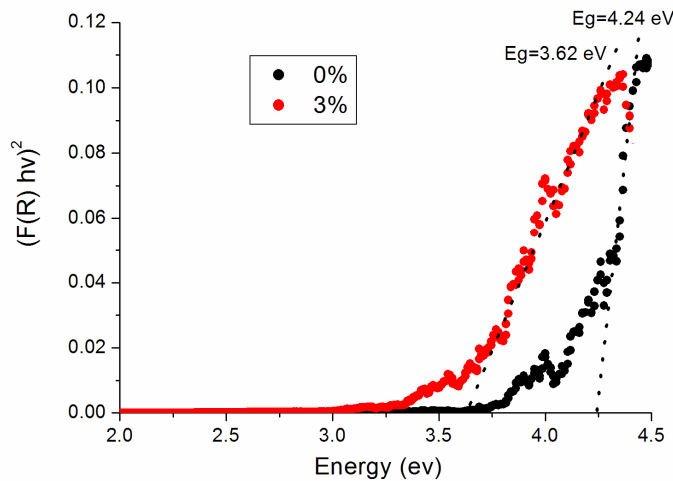
شکل ۳، آنالیز FTIR نمونه با ناخالصی آهن ۳٪ را در بازه عدد موج  $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$  نشان می‌دهد. برای نمونه خالص، قله جذب ایجاد شده در عدد موج  $2312\text{cm}^{-1}$  مربوط به پیوند ارتعاشی C-H و قله ایجاد شده در عدد موج  $1594\text{cm}^{-1}$  مربوط به پیوند

ارتعاشی کششی C=C و در نهایت قله‌های جذب شدید ایجاد شده در عدد موج‌های  $584\text{ cm}^{-1}$  و  $435\text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاش Al-O می‌باشد.



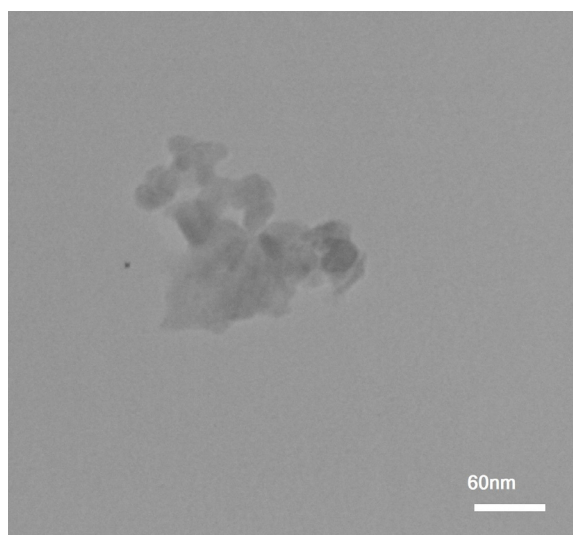
شکل ۳- طیف مادون قرمز (FTIR) نمونه ناخالص آهن- آلومینا

شکل ۴، آنالیز DRS نمونه‌های خالص و نمونه‌های ناخالص را نشان می‌دهد. برای محاسبه گاف نوار انرژی، با استفاده از تابع Tauc (تائوک)، منحنی  $(F(R)hv)^2$  برحسب انرژی  $hv$  رسم گردید، بطوریکه  $F(R)$  تابع کوبلکا-مونک تعریف می‌شود [۱۰]. نتایج نشان می‌دهند که گاف نوار انرژی برابر با  $4.24\text{ eV}$  و  $3.62\text{ eV}$  به ترتیب برای نمونه‌های خالص و ناخالص ۳٪ بدست می‌آید.



شکل ۴- منحنی تائوک نمونه‌های خالص و ناخالص برای محاسبه گاف نوری

شکل ۵، آنالیز TEM نانوذرات  $\text{Al}_2\text{O}_3$  با ناخالصی ۵٪ را نشان می‌دهد. همانطور که از شکل مشخص است، شکل نانوذرات بصورت شبه کروی می‌باشد که تا اندازه‌های بهم چسبیده می‌باشند.



شکل ۵- تصویر TEM نمونه‌های سنتز شده با درصد ناخالصی ۳٪

#### ۴- نتیجه گیری

نانوکریستال‌های خالص آلومینا و به همراه ناخالصی آهن با روش سل ژل ساخته شدند. نتایج XRD نشان دادند که فاز آلفا-آلومینا با ساختار هگزاگونال در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  ایجاد می‌شوند. همچنین نتایج نشان دادند که اندازه نانوذرات در حالت ناخالصی آهن ۳٪ تا ۴۷ nm کاهش می‌یابد. آنالیز اپتیکی UV-DRS نشان داد که با افزایش ناخالصی Fe، گاف نوار انرژی تا  $3/62\text{eV}$  کاهش می‌یابد که کاربرد این نانوذرات را در زمینه اپتوالکترونیک و کاتالیست مهیا می‌سازد.

#### مراجع

- [1] Agrawal, D., (2010). "Latest global developments in microwave materials processing." *Materials Research Innovations* 14(1), 3-8.
- [2] Farahmandjou, M. and Golabiyani, N., (2015) "Solution combustion preparation of nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$ : Synthesis and characterization" *Transport Phenomena in Nano & Micro Scale*, 3, 100-105.
- [3] Farahmandjou, M. and Golabiyani, N., (2015) "New pore structure of nano-alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) prepared by sol gel method" *Journal of Ceramic Processing Research* 16(2), 237-240.
- [4] Farahmandjou, M., Golabiyani, N., (2016) "Synthesis and characterization of Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) nanoparticles prepared by simple sol-gel method" *International Journal of Bio-Inorganic and Hybrid Nanomaterials* 5, 73-77.
- [5] Annamalai, R., Nekatibeb, F., Upadhyaya, A. and Agrawal, D.K., (2013). "Effect of heating mode on sinterability of carbonyl iron compacts" *Materials Research Innovations* 17(1), 10-16.
- [6] Annamalai, R., Upadhyaya, A. and Agrawal, D., (2013). "An investigation on microwave sintering of Fe and Fe-Cu-C alloys." *Bulletin of Materials Science* 36(3), 447-456.
- [7] Hassan, S. and Gupta, M., (2005). "Development of high performance magnesium nano-composites using nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  as reinforcement" *Materials Science and Engineering: A* 392(1), 163-168.
- [8] Jeyasimman, D., Narayanasamy, R., Ponalagusamy, R., Anandakrishnan, V. and Kamaraj, M., (2014). "The effects of various reinforcements on dry sliding wear behaviour of A nanocomposites." *Materials & Design* 64, 783-793.
- [9] Jeyasimman, D., Sivaprasad, K., Sivasankaran, S., Ponalagusamy, R., Narayanasamy, R. and Iyer, V., (2015). "Microstructural observation, consolidation and mechanical behaviour of A nanocomposites reinforced by  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  nanoparticles" *Advanced Powder Technology* 26(1), 139-148.
- [10] Landolsi, F., Sun, Y., Lu, H., Ghorbel, F. H. and Lou, J., (2010). "Regular and reverse nanoscale stick-slip behavior: Modeling and experiments." *Applied Surface Science* 256(8), 2577-2582.
- [11] Mahapatra, A., Mishra, B. G. and Hota, G., (2013). "Electrospun  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$  nanocomposite fibers as efficient adsorbent for removal of heavy metal ions from aqueous solution." *Journal of hazardous materials* 258, 116-123.
- [12] Scherrer. P., (1918) "Göttinger Nachrichten Gesell" *Mathematisch-Physikalische Klasse*, 2, 98-100.