

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



Magnetic behavior of Carbon nanotubes decorated with Nickel nanoparticles

Abstract

In this paper, nickel nanoparticles via wet chemical method were deposited on the external surface of multiwalled carbon nanotubes. As low reactivity of carbon nanotubes, at first acid treatment was selected to form functional groups on the surface of CNTs. After that, by wet chemical method nickel nitrate nanoparticles deposited on the surface of CNTs, they were calcinated in air atmosphere and finally product was reduced at H_2/N_2 atmosphere. In order to characterization of samples, TEM, VSM, XRD and TGA instruments were used. The results indicated that good dispersity of nickel nanoparticles on the surface of CNTs decorated with 15 and 35 Wt% Ni nanoparticles, besides the increment of magnetic behaviour of CNTs in the presence of nickel nanoparticle were shown. for example, the saturation magnetization of functionalized of CNTs is about $0.33 \frac{emu}{g}$, while for CNTs coated with 15 and 35 Wt% Ni nanoparticles are $7.1 \frac{emu}{g}$ and $15.3 \frac{emu}{g}$, respectively.

Keywords: multiwalled carbon nanotube, nickel, decoration, wet chemical method, magnetic behaviour.

ارزیابی خواص مغناطیسی نانولوله کربنی تزئین شده با نانوذرات نیکل

چکیده

در این تحقیق به منظور بهبود خواص مغناطیسی نانولوله کربنی جانشانی نانو ذرات نیکل بر سطح آن به روش شیمی تر صورت گرفت. به سبب واکنش پذیری ضعیف سطح نانولوله کربنی خام ابتدا با استفاده از فرایند اسیدشویی گروه های عاملی کربوکسیل و هیدروکسیل در سطح خارجی نانولوله های کربنی ایجاد شد. سپس با استفاده از روش شیمی تر نانو ذرات نیترات نیکل بر سطح نانولوله کربنی جانشانی و سپس در اتمسفر هوا کلسینه و در نهایت در اتمسفر هیدروژن نانو ذرات نیکل در سطح نانولوله کربنی ایجاد شد. بررسی خواص کامپوزیت تولیدی توسط میکروسکوپ های TEM، SEM و دستگاه وزن سنجی حرارتی، تفرق اشعه ایکس و مغناطوسنجی VSM صورت گرفت. نتایج تحقیقات بیانگر توزیع مطلوب نانو ذرات نیکل بر سطح نانولوله کربنی می باشد. ارزیابی VSM نشان داد که مغناطش اشباع در نانولوله کربنی اسیدشویی $0.33 \frac{\text{emu}}{\text{g}}$ بوده که با تزئین سطح آنها با ۱۵ و ۳۵ درصد وزنی نانوذرات نیکل به ترتیب کمیت مغناطش اشباع به میزان 7.1 و $15.03 \frac{\text{emu}}{\text{g}}$ افزایش یافته است.

واژه های کلیدی: نانولوله کربنی چند دیواره، نانو ذرات نیکل، تزئین، شیمی تر، خواص مغناطیسی.

مقدمه

از زمان کشف نانولوله کربنی در سال ۱۹۹۱ توسط ایجیما به سبب خواص فیزیکی بی نظیر چون خواص مکانیکی، هدایت الکتریکی و حرارتی فوق العاده پتانسیل کاربردی زیادی در زمینه هایی چون پزشکی، الکترونیک، کامپوزیت و کاتالیست ها داراست [۱-۲]. در کنار خواص مذکور به سبب خواص مغناطیسی ضعیف و واکنش پذیری کم سطح نانولوله کربنی دایره کاربردی آن محدود شده است. در صورتی که بتوان خواص مذکور را با بهبود شیمی سطح آنها که توسط عامل دار نمودن و تزئین سطح خارجی و یا داخلی CNT همراه نمود، می توان سطح کاربردی نانولوله های کربنی را در محدوده وسیعی از کاربردها ارتقا بخشید [۲-۳].

بهبود پراکندگی نانولوله کربنی در حلال و افزایش واکنش پذیری سطح نانولوله کربنی بدون انجام عملیات سطحی بر روی آنها فرایندی مشکل است. از این رو، اصلاح سطح نانولوله های کربنی با قرارگیری گروه های عاملی^۱ بر روی سطح خارجی نانولوله کربنی به عنوان روشی مناسب در جهت کاهش نیروی جاذبه بین نانولوله های کربنی، بهبود پراکندگی آن در محلول ها، ترشوندگی توسط حلال های قطبی و افزایش واکنش پذیری سطح آن به شمار می رود [۴-۵].

به منظور بهبود خاصیت مغناطیسی در نانولوله های کربنی از جانشانی نانو ذرات فلزی مغناطیس بر سطح آنها استفاده می شود. مشکل اصلی در فرایند جانشانی انرژی سطحی بالای نانو ذرات فلزی است که امکان ترکندگی خودبخودی سطح CNT را ندارند [۳]. در صورتی که بتوان با بهبود شیمی سطح CNT به طریقی نانو ذرات فلزی و یا اکسید فلزی را به آن متصل نمود، تغییرات فاحشی در خواص فیزیکی، مکانیکی، الکتریکی و بخصوص افزایش قدرت مغناطیسی نانولوله کربنی می توان ایجاد نمود، که نتیجه آن استفاده در ساخت کاتالیست، Optoelectronic، electro magnetic shielding film، ذخیره سازی هیدروژن و ... می باشد [۶-۷].

روش کلی جهت افزایش واکنش پذیری نانولوله کربنی ایجاد گروه های عاملی و نقص در سطح نانولوله کربنی می باشد. در حقیقت گروه های عاملی موجود در سطح CNT واسطه پیوندی بین فلز و نانولوله کربنی هستند [۴]. در تحقیقات نشان داده شده است که انرژی پیوند فلزات و CNT با ایجاد گروه های عاملی در سطح نانولوله کربنی افزایش چشمگیری می یابد [۴].

از آنجایی که نانو لوله کربنی خام کاملاً خنثی بوده و سطح آن واکنش پذیری کمی دارد، به منظور جانشانی هر ترکیبی بر سطح آن ایجاد مکان های فعال و واکنش پذیر با ایجاد گروه های عاملی ضروری است [۵]. اکسیداسیون CNT توسط اسیدهای قوی چون اسید سولفوریک و یا اسید نیتریک استراتژی مطلوبی جهت تشکیل گروه های عاملی چون کربوکسیل، هیدروکسیل و کربونیل می باشد [۸-۹]. تشکیل گروه های عاملی مذکور سبب تغییر واکنش پذیری CNT و بهبود مشخصه ترشوندگی آن می گردد.

تا به امروز تعداد زیادی از نانو ذرات فلزی و یا اکسیدهای فلزی چون طلا، پلاتین، نقره، پالادیوم، کبالت، نیکل بر سطح نانولوله کربنی جانشانی شده اند [۱۰-۱۱]. افزودن نانو ذرات نیکل بر سطح نانولوله کربنی به اهداف متفاوتی چون بهبود خواص مغناطیسی، کاهش مقاومت اهمی تماسی با نانولوله کربنی، بهبود خاصیت کاتالیستی و افزایش قدرت ذخیره سازی انرژی

^۱Functional groups

نانولوله کربنی می باشد و از روش های مختلفی چون الکتروشیمیایی و یا شیمی تر نیز جهت جانشانی استفاده می گردد [۱۲]-۱۵.

در این تحقیق به منظور بهبود خواص مغناطیسی نانولوله کربنی از روش شیمی تر جهت جانشانی نانو ذرات نیکل استفاده شد. در ابتدا با انجام فرایند اسیدشویی واکنش پذیری سطح نانولوله کربنی بهبود یافت و سپس به کمک روش شیمی تر نیترات نیکل بر سطح CNT جانشانی شد و در طی فرایند کلسینه و احیا در اتمسفر هیدروژن-نیتروژن نانو ذرات نیکل به نیکل تبدیل شدند. در نهایت بررسی مورفولوژی ذرات و توزیع پذیری آنها در سطح نانولوله کربنی توسط میکروسکوپ TEM و بررسی خواص مغناطیسی آن نیز توسط دستگاه مغناطوسنجی VSM انجام شد.

روش پژوهش

مواد

در تحقیق حاضر نانولوله کربنی چندلایه^۲ (MWCNT) به قطر خارجی ۴۰-۶۰ نانومتر و طول ۵-۱۵ میکرومتر و خلوص بیش از ۹۵٪ از تولیدات شرکت Nanolin چین استفاده شد. اسیدشویی نانولوله های کربنی با استفاده از اسید نیتریک (۶۵٪) مرک و شستشوی نمونه ها با آب دیونیزه انجام شد. از نیترات نیکل $(\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ مرک جهت پوشش دهی سطح نانولوله کربنی به روش شیمی تر استفاده شد.

نمونه سازی

به منظور ایجاد اتصال بین نانو ذرات نیکل و سطح خارجی نانولوله کربنی و حذف ناخالصی های موجود در نانولوله کربنی خام (PCNT)، فرایند اسید شویی توسط اسید نیتریک با غلظت ۶۵٪ صورت گرفت. به این منظور ۰٫۱ گرم نانولوله کربنی به ۵۰CC اسید نیتریک اضافه شد و برای مدت ۲ ساعت تحت امواج فراصوت قرار گرفت و سپس نمونه به مدت ۲ ساعت دیگر در دمای محیط توسط همزن مغناطیسی مخلوط گردید. نمونه ها با استفاده از آب دیونیزه چندین بار شستشو داده شد تا Ph نهایی آب حاصل از فیلتر به حدود ۶ برسد. در نهایت جهت خشک شدن محصول، نمونه ها در دمای ۹۰°C به مدت ۲۴ ساعت در آون خلا قرار داده شد.

جانشانی نانو ذرات نیکل در سطح نانولوله کربنی توسط روش شیمی تر انجام شد. به این منظور ۰٫۰۵ گرم نانولوله کربنی اسید شویی (FCNT) در ۱CC متانول توسط امواج فراصوت به مدت 15min کاملاً توزیع گردید. مقادیر وزنی مختلفی از نیترات نیکل به ۲CC آب اضافه و پس از حل شدن کامل به محیط شامل نانولوله کربنی افزوده شد. مجدداً مخلوط به مدت ۲ ساعت تحت امواج فراصوت در حمام آلتراسون قرار گرفت. در نهایت مخلوط به مدت ۴۸ ساعت در دمای محیط نگهداری شد. سپس مخلوط، فیلتر و چندین بار با آب شستشو داده شد تا نیترات نیکل آزاد از سیستم حذف شود. حذف آب از محصول با قرار دادن نمونه ها در دمای ۱۰۰°C به مدت یک شبانه روز در آون خلا انجام شد.

۲ Multi walled carbon nanotube

فرایند کلسینه نانو ذرات نیترات نیکل موجود در سطح نانولوله های کربنی در دمای 350°C در کوره با اتمسفر هوا به مدت ۲ ساعت صورت گرفت. به منظور احیای نانو ذرات اکسید نیکل موجود روی سطح نانولوله کربنی از کوره تحت اتمسفر هیدروژن ساخت کمپانی THERMOLAB-FORNOS ELECTRICOS.Ida با مشخصه AP.126-3754-909 (پرتغال) استفاده شد. احیای ذرات اکسید نیکل جانشانی شده در سطح نانولوله کربنی توسط کوره با اتمسفر ۵-۹۵ هیدروژن- نیتروژن در دمای 400°C به مدت ۲ ساعت تحت فشار ۵۰ mbar و با نرخ جریان گاز ۵۰ ml.min⁻¹ انجام شد. نام گذاری نمونه های نانولوله کربنی تزیین شده با ذرات نیکل در جدول (۱) نشان داده شده است.

جدول (۱): نحوه نامگذاری نانولوله کربنی تزیین شده با نانو ذرات اکسید نیکل، نیکل.

کد	مقدار FCNT (درصد وزنی)	میزان NiO (درصد وزنی)	میزان Ni از احیا (درصد وزنی)
DO50	۴۵	۵۰	--
DN20	۸۵	--	۱۵
DN40	۶۵	--	۳۵

DO: Decoration of Nickel Oxide, and DN: decoration of Nickel on the surface of FCNT.

مشخصه یابی

ارزیابی مورفولوژی نانولوله های کربنی و اندازه گیری قطر تقریبی نانولوله های کربنی و نحوه قرار گیری نانوذرات فلزی در داخل و یا سطح نانولوله ی کربنی توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی عبوری^۳ (TEM) مدل LEO912AB انجام شد. به این منظور سوسپانسیون رقیقی از نانولوله کربنی / استون تهیه گردید.

از دستگاه پراش پرتوی ایکس (XRD) PC1800 با ولتاژ ۴۰ KV و جریان ۳۰ mA جهت شناسایی نانولوله کربنی و ذرات موجود روی سطح نانولوله ی کربنی استفاده شد. لامپ دستگاه از جنس مس بوده و در تمامی آزمایشات از اشعه ی $\text{Cu}_{K\alpha}$ با طول موج ۱.۵۴۰۴ Å استفاده شد.

تعیین دامنه دمایی پایداری نانولوله ی کربنی و نانولوله های کربنی تزیین شده با نانوذرات اکسید نیکل، نیکل با کمک دستگاه^۴ TGA-1000 (TA Instrument, New Castle, DE, USA) انجام شد. برای انجام آزمایش، نمونه هایی با وزن تقریبی ۲ میلی گرم از نمونه های نانولوله ی کربنی تهیه شد. نمونه ها با سرعت $10 \frac{^{\circ}\text{C}}{\text{min}}$ از درجه حرارت محیط تا دمای 1000°C حرارت داده شدند و در نهایت کاهش وزن نمونه ها با تغییر زمان و دما ثبت گردید. آزمون ها تحت اتمسفر هوا صورت گرفت.

³Transition Electron Microscopy (TEM)

⁴ThermogravimetryAnalyzer (TGA)

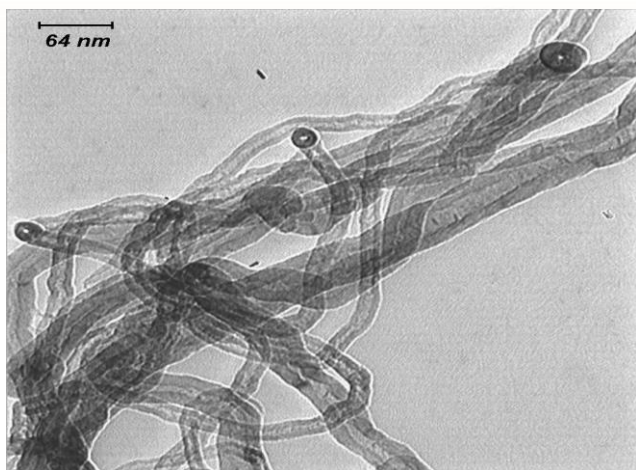
ارزیابی خواص مغناطیسی نانولوله‌های کربنی خالص و تزئین شده با نانوذرات نیکل توسط مغناطومتر^۵ VSM ساخت شرکت مغناطش دقیق کاشان انجام شد. دستگاه حلقه‌ی پس ماند هر نمونه را در دمای محیط مشخص می‌کند و به کمک حلقه‌ی به دست آمده، پارامترهای مغناطش حالت اشباع و وادارندگی اندازه‌گیری شد.

تجزیه و تحلیل داده‌ها

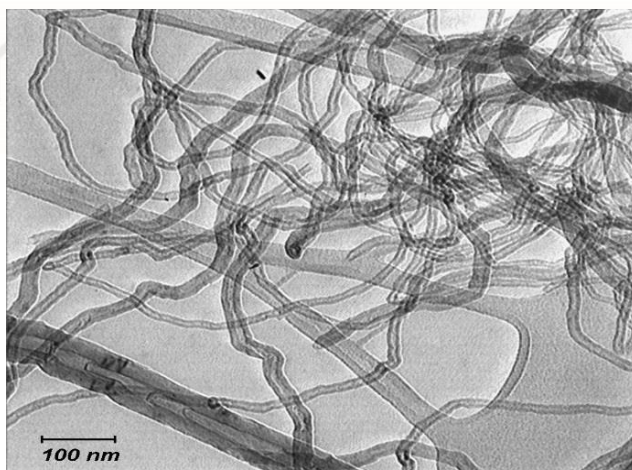
در شکل (۱-الف) تا (۱-ت) تصاویر TEM گرفته شده از نمونه‌های PCNT، FCNT، DN20 و DN40 آورده شده است. با توجه به شکل (۱-الف)، نانولوله‌های کربنی خام دارای قطر خارجی تقریبی ۲۰-۶۰ nm بوده و مقادیری ناخالصی ناشی از صفحات کربنی و یا کاتالیست‌های فلزی در تصویر مشاهده می‌شود.

در نمونه FCNT اثری از ناخالصی‌های موجود در نمونه PCNT نیست و در تصویر SEM نمونه‌ای از باز شدن سرهای انتهایی نانولوله کربنی نشان داده شده است، علاوه بر این طول نانولوله کربنی کاهش چشمگیری نداشته است (شکل (۱-ب)). سرهای نانولوله کربنی به سبب وجود حلقه‌های پنج ضلعی و کرنش ناشی از هرمی شدن از واکنش پذیری بالاتری نسبت به حلقه‌های شش ضلعی در دیواره نانولوله کربنی برخوردار است و در نتیجه باز شدن سرهای انتهایی نانولوله کربنی رخ می‌دهد [۱۶].

در شکل (۱-پ) و (۱-ت) تصاویر TEM نمونه DN20 و DN40 در بزرگنمایی‌های مختلف آورده شده است. با توجه به تصاویر جانمایی نانوذرات نیکل در سطح خارجی نانولوله کربنی صورت گرفته و مورفولوژی نانوذرات همگون و کروی شکل است. قطر متوسط ذرات در نمونه‌های DN20 حدود ۱۵ nm بوده و در بعضی از مناطق نیز ذرات آگلومره با ابعاد ۲۰-۴۰ nm دیده می‌شود. در نمونه DN40 ابعاد نانو ذرات نیکل در محدوده ۱۵-۲۵ nm بوده و فاصله متوسط ذرات در قیاس با نمونه DN20 کاهش یافته است. در بعضی از مناطق نیز درشت شدن ابعاد نانوذرات نیکل در نمونه DN40 دیده می‌شود.

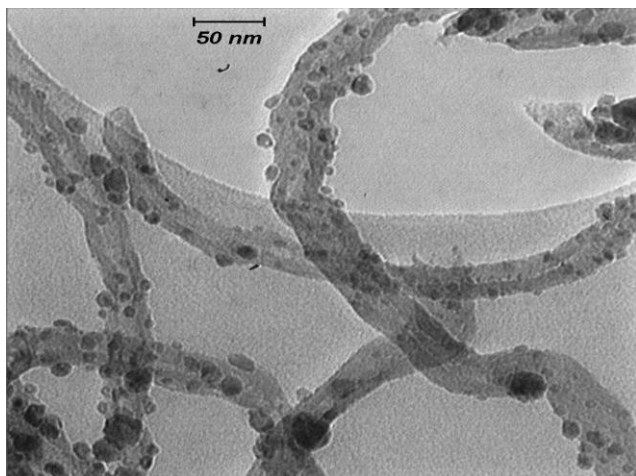


(ب)

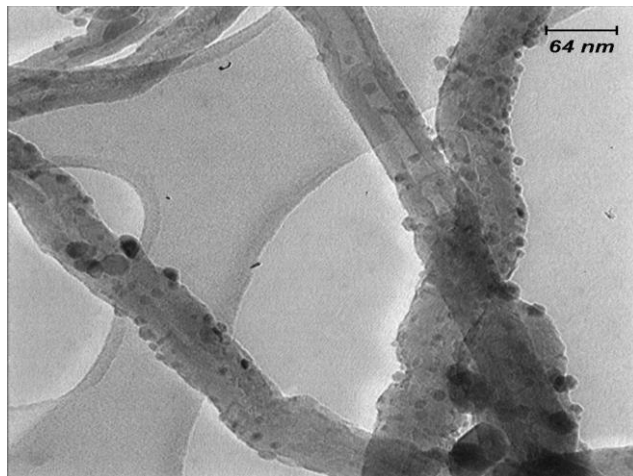


(الف)

^۵vibrating sample magnometer (VSM)



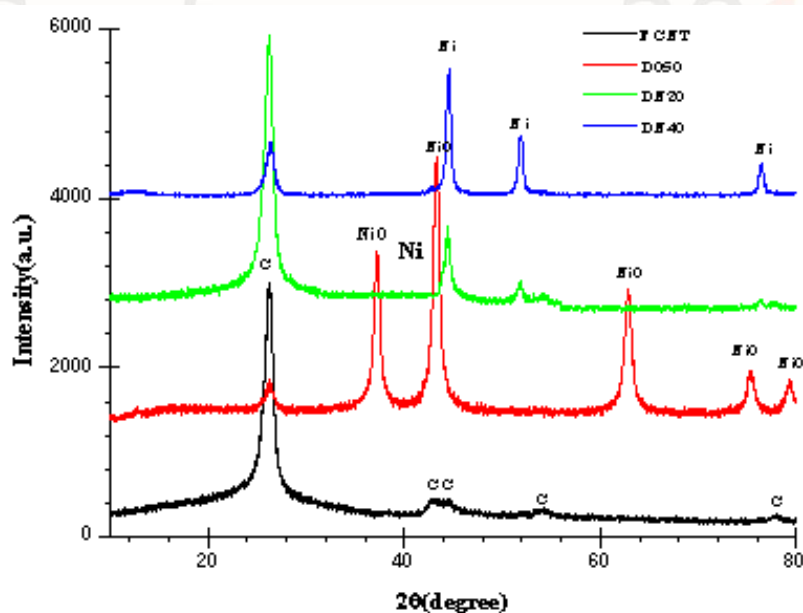
(ت)



(پ)

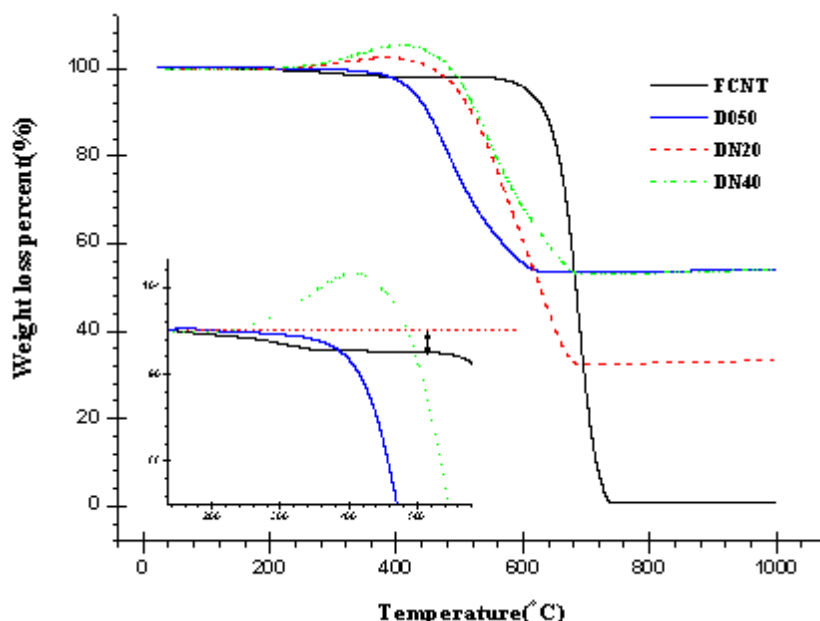
شکل ۱- تصاویر TEM نمونه های (الف) PCNT، (ب) FCNT، (ت) DN20 و (پ) DN40.

در شکل (۲) نیز طیف پراش پرتوی ایکس نانولوله کربنی اسیدشویی و تزئین شده با نانوذرات اکسید نیکل و نیکل آورده شده است. با توجه به پراش پرتوی ایکس نمونه DO50 فرایند کلسینه به خوبی صورت گرفته و محصول تولیدی شامل گرافیت و اکسید نیکل می باشد. بر اساس طیف پراش دو نمونه DN40 و DN20 نیز می توان ادعا نمود که به طور کامل فرایند احیا صورت گرفته است زیرا که پیک های مشخصه اکسید نیکل در طیف دو نمونه مشاهده نمی شود و تنها پیک های قابل مشاهده مربوط به نیکل در زوایای $44/5^\circ$ ، $51/8^\circ$ و $76/3^\circ$ و پیک با بیشترین شدت در $2\theta = 26/2^\circ$ مربوط به صفحه گرافیت (002) می باشد و سایر پیک های گرافیت در محدوده $42/7^\circ$ ، $53/8^\circ$ و $77/6^\circ$ می باشد. با توجه به شکل با افزایش میزان درصد نیکل در ساختار، پیک های نیکل بزرگتر و نسبت عددی ارتفاع پیک ها کاهش یافته است.



شکل ۲- طیف پراش پرتوی ایکس نمونه های FCNT، DO50، DN20 و DN40.

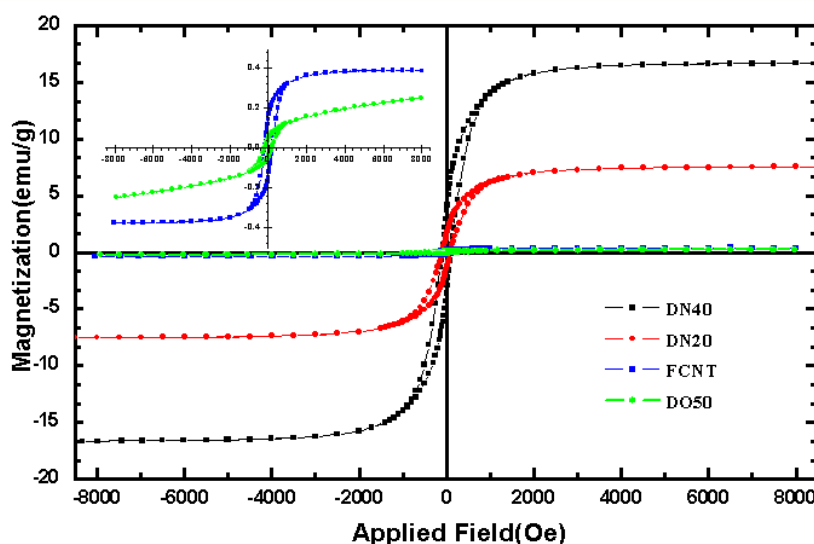
در شکل (۳) تغییرات افت وزن برای نمونه‌های FCNT، DO50، DN20 و DN40 آمده است. با توجه به شکل تخریب نانولوله کربنی اسیدشویی در دمای 597°C آغاز می‌شود. علاوه بر این در طی فرایند اسیدشویی گروه‌های عاملی در سطح CNT ایجاد شده است. با توجه به شکل کاهش وزن تا دمای 400°C مربوط به گروه‌های فعال در سطح نانولوله کربنی می‌باشد [۱۷]. پایداری حرارتی نانولوله کربنی از 597°C در حضور نانوذرات اکسید نیکل به 501°C کاهش می‌یابد. به سبب افزایش سطح در تماس ساختار گرافیتی با اکسیژن و افزایش میزان نواقص ساختاری در سطح نانولوله کربنی دمای اکسیداسیون نمونه DO50 کمتر از سایر نمونه‌ها می‌باشد. علاوه بر این با توجه به شکل (۳) میزان اکسید نیکل موجود در ساختار نمونه DO50 نیز پس از کسر خاکستر باقیمانده در دمای 1000°C برابر ۵۰ درصد می‌باشد. نمونه DN40 محصول احیای نمونه نانولوله کربنی تزیین شده با ۵۰ درصد وزنی اکسیدنیکل (DO50) می‌باشد. با توجه به شکل پس از سوختن کامل دو نمونه مذکور وزن باقیمانده هر دو نمونه برابر یکدیگر است که نشان دهنده اکسایش کامل ذرات نیکل در طی فرایند سوختن و تبدیل آنها به اکسید نیکل می‌باشد. علاوه بر این به سبب حضور نانوذرات نیکل و کاهش سطح در تماس ساختار گرافیتی با اکسیژن هوا نمونه DN40 در مقایسه با نمونه DO50 پایداری حرارتی بالاتری را از خود نشان می‌دهد. افزایش وزنی مشاهده شده در نمودار برای دو نمونه DN20 و DN40 مربوط به اکسیداسیون نانوذرات نیکل موجود در سطح نانولوله کربنی است. میزان نیکل موجود در نمونه‌های DN20 و DN40 پس از کسر خاکستر و فرض اکسید کامل نانوذرات نیکل در دمای 800°C به ترتیب برابر ۱۵ و ۳۵ درصد وزنی می‌باشد.



شکل ۳- تغییرات افت وزن برای نمونه‌های FCNT، DO50، DN20 و DN40.

به منظور بررسی تغییرات خواص مغناطیسی نانولوله کربنی در حضور نانوذرات نیکل، آزمون مغناطوسنجی VSM انجام شد. در شکل (۴) تغییرات مغناطش ماده بر حسب تغییرات میدان مغناطیسی رسم شده است. با توجه به شکل در نمونه‌های FCNT و DO50 خاصیت مغناطیسی ماده قابل صرف‌نظر کردن می‌باشد. اما با افزایش میزان نیکل در سطح نانولوله کربنی قدرت آهن‌ربایی ماده افزایش یافته است. در تمامی نمونه‌های منحنی مغناطش نسبت به $H=0$ متقارن است. مشاهده حلقه هیستریزس در نمونه‌های تزیین شده با ذرات نیکل نشان دهنده رفتار فرومغناطیس ماده می‌باشد. در شکل (۵) مقادیر عددی

مغناطش اشباع^۶ (Ms)، میدان اشباع^۷ (Hs)، مغناطش پسماند^۸ (Mr) و میدان وادارندگی^۹ (Hc) به دست آمده از منحنی (۴) جهت مقایسه بهتر رسم شده است. با توجه به شکل، مقدار عددی مغناطش اشباع در نمونه FCNT (0.33 emu.g^{-1}) کمی بزرگتر از نمونه DN50 (0.2 emu.g^{-1}) می‌باشد، علت این امر را به ایجاد عیوب در سطح نانولوله کربنی و از طرفی حضور ذرات غیر مغناطیس اکسید نیکل در طی فرایند جانشانی می‌توان نسبت داد. پس از انجام فرایند احیا، به سبب حضور نانوذرات فرومغناطیس نیکل، خاصیت مغناطیسی ماده افزایش می‌یابد. مقدار عددی Ms در نمونه‌های DN20 و DN40 به ترتیب برابر $7/1$ و $15/03 \text{ emu.g}^{-1}$ می‌باشد، که نشان دهنده افزایش خاصیت آهن‌ربایی نمونه‌های مذکور می‌باشد. مقدار عددی مغناطش اشباع در این دو نمونه در قیاس با مقدار عددی مغناطش اشباع ذرات نیکل که برابر $51/3 \text{ emu.g}^{-1}$ می‌باشد، کمتر است [۱۸]. مطالعات نشان می‌دهد که مقدار عددی مغناطش اشباع به ترکیب شیمیایی و ابعاد و شکل ذرات وابسته است. ابعاد کوچکتر نانو ذرات نیکل در قیاس با نمونه توده و حضور نانولوله کربنی در ساختار سبب افت خاصیت مغناطیسی در دو نمونه مذکور شده است [۱۹-۲۳]. در نمونه DN40 به سبب افزایش ابعاد نانوذرات و از طرفی افزایش میزان درصد نیکل موجود در ساختار افزایش قابل ملاحظه مقدار عددی مغناطش اشباع مشاهده می‌شود.



شکل ۴- تغییرات مغناطش بر حسب میدان مغناطیسی اعمالی نمونه‌های FCNT، DO50، DN20 و DN40.

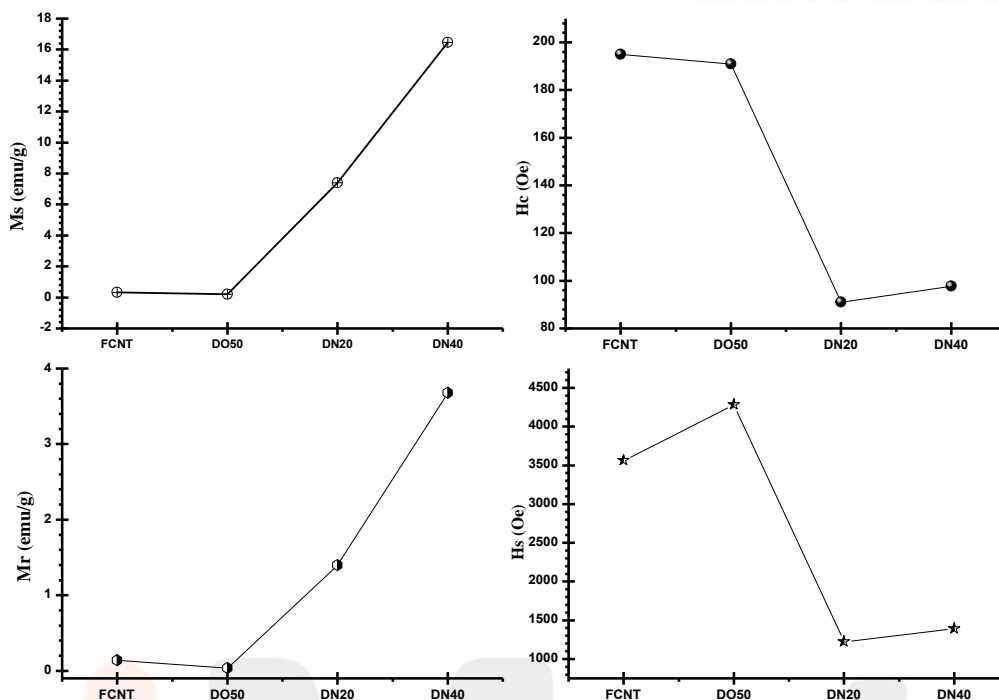
نکته قابل توجه دیگر مقایسه میدان مغناطیسی لازم برای رسیدن به مغناطش اشباع است. با توجه به نمودار مقدار Hs با تشکیل ذرات مغناطیسی نیکل بر سطح نانولوله کربنی کاهش می‌یابد، که نشان دهنده افزایش قدرت آهن‌ربایی نمونه با افزایش درصد وزنی نیکل می‌باشد.

^۶ Saturation Magnetization (Ms)

^۷ Coercive force at saturation magnetization (Hs)

^۸ Remanence Magnetization-Retentivity (Mr)

^۹ Coercivity (Hc)



شکل ۵- مقادیر عددی مغناطش اشباع (M_s)، میدان اشباع (H_s)، مغناطش پسماند (M_r) و میدان وادارندگی (H_c) نمونه های FCNT، DO50، DN20 و DN40.

تغییرات مغناطش باقیمانده در نمونه پس از حذف میدان مغناطیسی M_r ، نیز بیانگر افزایش خاصیت آهن ربایی نانولوله کربنی با افزایش درصد وزنی نیکل می باشد. پارامتر مهم دیگری که از منحنی مغناطش-میدان مغناطیسی به دست می آید، میدان وادارندگی یا H_c می باشد. با توجه به شکل مقادیر عددی این کمیت برای نمونه های DN20 و DN40 به ترتیب برابر ۹۰/۱ و ۹۷/۸۰ Oe می باشد، که در مقایسه با نیکل توده ای با مقدار عددی ۱۰۴ [۲۴] کمتر است. کاهش این کمیت در مقایسه با توده نیکل را به سبب حضور ساختار گرافیتی گرافیت و حساسیت به ابعاد این پارامتر می توان وابسته دانست [۲۵].

نتیجه گیری

در این پژوهش تولید نانولوله کربنی تزئین شده با نانو ذرات نیکل در طی فرایند شیمی تر صورت گرفت. در ابتدا برای افزایش استحکام پیوند فرایند اسیدشویی به منظور تشکیل گروه های عاملی انجام شد. سپس با استفاده از روش شیمی تر نانو ذرات نیترات نیکل بر سطح نانولوله کربنی جانشانی و در نهایت پس از انجام فرایند کلسینه و احیای محصول تولیدی عاری از هرگونه ترکیبات اکسید نیکل بوده و تنها در طیف پراش پرتوی ایکس حضور نانو ذرات نیکل و گرافیت مشاهده شد. میزان نانو ذرات نیکل موجود در دو نمونه مذکور برابر ۲۰ و ۴۰ درصد وزنی نیکل بوده که در طی فرایند وزن سنجی حرارتی و اعمال حرارت در اتمسفر هوا محصول باقیمانده تنها اکسید نیکل و خاکستر می باشد حضور نانو ذرات اکسید نیکل تاثیری بر خواص مغناطیسی نانولوله کربنی نداشته ولی با کامل شدن فرایند احیا و تشکیل نانو ذرات نیکل خواص مغناطیسی ماده بهبود یافته است و تمامی نمونه های حاوی نانو ذرات نیکل دارای رفتار فرومغناطیس می باشند.

منابع

- [۱] Zhang, J., Liu, X., Blume, R., Zhang, A., Schlogl, R. & Su, D.S. (2008). 'Surface-Modified Carbon Nanotubes Catalyze Oxidative Dehydrogenation of n-Butane'. **Science**, vol. 322, pp. 73-77.
- [۲] He, Ch., Zhao, N., Shi, Ch. Sh., Li, J., Li, H. (2008). 'Magnetic properties and transmission electron microscopy studies of Ni nanoparticles encapsulated in carbon nanocages and carbon nanotubes', **Materials Research Bulletin**, vol. 43, pp. 2260-2265.
- [۳] Dujardin, E., Ebbesen, T.W., Hiura, H., Tanigaki, K., (1994). 'Capillarity and. Wetting of Carbon Nanotubes', **Science**, vol. 26, pp 1850-1852.
- [۴] H.L. Zhuang, G.P. Zheng, A.K. Soh, 'Interactions between transition metals and defective Carbon nanotubes', **Comp. Mater. Sci**, vol. 43, pp.823-828, 2008.
- [۵] P. Martis, B.R. Venugopal, J. Delhalle, Z. Mekhalif, 'Selective decoration of nickel and nickel oxide nanocrystals on multiwalled carbon nanotubes', **J. Solid State Chem**, vol.184, pp.1245-1250, 2011.
- [۶] Tang, Y., Yang, D., Qin, F., Hu, J., Wang, C. & Xu, H. (2009). 'Decorating multi-walled carbon nanotubes with nickel nanoparticles for selective hydrogenation of citral'. **Journal of Solid State Chemistry**, vol. 182, pp. 2279-2284.
- [۷] Park, H.S., Park, T.J., Huh, Choi, B.G., Ko, S., Lee, S.Y. & Hong, W.H. (2010) 'immobilization of genetically engineered fusion proteins on gold-decorated carbon nanotube hybrid films for the fabrication of biosensor platforms'. **Journal of Colloid Interface science**, vol. 350, pp. 453-458.
- [۸] Kundu, S., Wang, Y., Xia, W. & Muhler, M. (2008). 'Thermal Stabiliy and Reducibility of Oxygen-Containing Functional Groups on Multivalled Carbon Nanotube Surfaces: A Quantitative High-Resolution XPS and TPR/TPR Study', **Journal of Physical Chemistry. C**, vol. 112, pp.16869-16878.
- [۹] Hung, N.T., Anoshkin, I.V., Dementjev, A.P., Katorov, D.V., Rakov, E.G.(2008). 'Functionalization and solubilization of thin multiwalled carbon nanotubes', **Inorganic Materials**, vol. 44, pp.219-223.
- [۱۰] Chen, J., Wang, M., Liu, B., Fan, Z., Cui, K. & Kuang, Y.(2006). 'Platinum Catalysts Prepared with Functional Carbon Nanotube Defects and Its Improved Catalytic Performance for Methanol Oxidation', **journal of phiscal chemistry B**, vol.110, pp.11775-11779.
- [۱۱] Wang, Y., Xu, Tian, Z., Zong, Y., Cheng, H. & Lin, C.(2006). 'Selective heterogeneous nucleation and growth of size-controlled metal nanoparticles on carbon nanotubes in solution', **Chemistry a-European journal**, vol. 12, pp.2542-2549.
- [۱۲] Arai, S., Endo, M. & Kaneko, N. (2004). 'Ni-deposited multi-walled carbon nanotubes by electrodeposition', **Carbon**, vol. 42, pp.641-644.
- [۱۳] Ayala, P., Freirejr, F.L., Gu, L., Smith, D.J. Solo'rzano, , I.G., Macedo, D.W., Vander Sande, J.B., Terrones, H., Rodriguez-Manzo, J., & Terrones, M. (2006). 'Decorating carbon nanotubes with nanostructured nickel particles via chemical methods', **Chemical Physics Letters**, vol.431, pp. 104-109.

- [۱۴] Azadi, P., Farnood, R. & Meier, E. (2010). 'Preparation of Multiwalled Carbon Nanotube-Supported Nickel Catalysts Using Incipient Wetness Method', **Journal of Physical Chemistry. A**, vol. 114, pp. 3962–3968.
- [۱۵] Tessonnier, J. Ph. , Ersen, O., Weinberg, G., Pham-Huu, C., Sheng Su, D. & Schlogl, R. (2009). 'Selective Deposition of Metal Nanoparticles Inside or Outside Multiwalled Carbon Nanotubes', **Acsnano**, vol. 3, pp. 2081–2089.
- [۱۶] Harris, P.J.F. (2009). Carbon nanotube science: synthesis, properties and applications, New York.
- [۱۷] Yang, H., Song, Sh., Rao, R., Wang, X., Yu, Q. & Zhang, A. (2010). 'enhanced catalytic activity of benzene hydrogenation over nickel confined in carbon nanotubes', **Journal of Molecular Catalysis A**, vol. 323, pp. 33-39.
- [۱۸] Si, P.Z., Zhang, Z.D., Geng, D.Y., You, C.Y., Zhao, X.G. & Zhang, W.S. (2003). 'Synthesis and characteristics of carbon-coated iron and nickel nanocapsules produced by arc discharge in ethanol vapor', **Carbon**, vol. 41, pp. 247-251.
- [۱۹] Bica, I. (1999). 'Nanoparticle production by plasma', **Materials Science and Engineering: B**, vol. 68, pp. 5-9.
- [۲۰] Zhao, X.Q., Liang, Y., Hu, Z.Q. & Liu, B.X. (1996). 'Oxidation characteristics and magnetic properties of iron carbide and iron ultrafine particles', **Journal of Applied Physics**, vol. 80, pp. 585-5860.
- [۲۱] Hofer, L. and Cohn, E.M. (1959). 'Saturation Magnetizations of Iron Carbides', **Journal of the American Chemical Society**, vol. 81, pp. 1576-, 195-1582.
- [۲۲] Zhao, X. Q., Liu, B.X., Liang, Y. & Hu, Z.Q. (1996). 'Oxidation behavior and magnetic properties of metallic ultrafine particles', **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, vol. 164, pp. 401-410.
- [۲۳] Cheng, J. P., Zhang, X.B., Yi, G.F., Ye, Y. & Xia, M.S. (2008). 'Preparation and magnetic properties of iron oxide and carbide nanoparticles in carbon nanotube matrix', **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 455, pp. 5–9.
- [۲۴] Ang, K.H., Alexandrou, I., Mathur, N.D., Amaratunga, G.A.J. & Haq, S. (2004). 'The effect of carbon encapsulation on the magnetic properties of Ni nanoparticles produced by arc discharge in de-ionized water', **Nanotechnology**, vol. 15, pp. 520-525.
- [۲۵] Sepahvand, R. and Mohamadzade, R. (2011). 'Synthesis and Characterization of Carbon Nanotubes Decorated with Magnesium Ferrite (MgFe₂O₄) Nanoparticles by Citrate-Gel Method', **Journal of Sciences, Islamic Republic of Iran**, vol. 22, pp. 177-182.