

ساخت نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل به روش الکترواکسیداسیون و بررسی اثر غلظت

بر خواص ساختاری و مغناطیسی آن

زینب اسکندری مقدم، صبا موسیوند*

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

*corresponding author's E-mail, Mosivand.S@lu.ac.ir

چکیده

با پیشرفت فناوری، تولید مواد نوین با خواص فیزیکی و شیمیایی بهبود یافته، به‌ویژه موادی با استحکام بالا و وزن کم، مورد توجه قرار گرفته است. در این میان، نانوکامپوزیت‌ها به دلیل داشتن تقویت‌کننده‌هایی در ابعاد نانو، از سطح تماس بالا و خواص متمایزی نسبت به میکروکامپوزیت‌ها برخوردارند. گرافن به عنوان یک ساختار دوبعدی با رسانایی بالا و نانوذرات نیکل با ویژگی‌های مغناطیسی، ترکیبی مؤثر برای تولید نانوکامپوزیت‌های مغناطیسی فراهم می‌آورند. روش الکترواکسیداسیون، به دلیل سادگی، هزینه پایین و قابلیت کنترل شرایط، روشی مناسب برای سنتز این ترکیبات محسوب می‌شود. هدف از این پژوهش، بررسی تأثیر پارامتر غلظت محلول بر خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل می‌باشد. در این مطالعه، نانوکامپوزیت‌های اکسیدگرافن/نیکل با استفاده از روش الکترواکسیداسیون و در غلظت‌های متفاوت محلول الکترولیت (۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۲۵ مولار) سنتز شدند. به منظور بررسی ساختار و خواص فیزیکی و مغناطیسی نمونه‌ها، آزمون‌های XRD، AAS، SEM، FTIR و VSM مورد استفاده قرار گرفت. نتایج حاصل از این پژوهش نشان داد که تغییرات غلظت محلول الکترولیت، تأثیر مستقیمی بر خواص ساختاری، مغناطیسی نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل (GO/Ni) دارند. آنالیز XRD بیانگر افزایش میزان بلورینگی، ظهور فازهای جدید نیکل و تشکیل فاز نیکل اگزالات در غلظت‌های مختلف بود. طیف‌سنجی FT-IR و تصاویر SEM/EDX نیز افزایش تشکیل پیوندهای نیکل-اکسیژن، رشد بلورهای نیکل، افزایش زبری سطح و ایجاد ساختارهای متراکم‌تر و ناهمگن‌تر را با تغییر غلظت الکترولیت تأیید کردند. آزمون مغناطیس‌سنجی نمونه ارتعاشی (VSM) نشان داد که رابطه‌ای غیرخطی میان غلظت نیکل و ویژگی‌های مغناطیسی برقرار است که خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت قابل تنظیم و بهینه‌سازی است. این پژوهش نشان داد که با استفاده از روش الکترواکسیداسیون و با تنظیم غلظت محلول، می‌توان خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل را به‌طور مؤثری کنترل کرد و تغییرات غلظت نقش کلیدی در کنترل ساختار بلوری، مورفولوژی سطح و خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های GO/Ni داشته است.

کلیدواژه‌ها: روش الکترواکسیداسیون، نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل، خواص مغناطیسی، ساختار بلوری

Fabrication of graphene oxide/nickel nanocomposite by electrooxidation method and investigation of concentration on its structural and magnetic properties

zeinab , Eskandari Moghadam ; Saba, Mosivand*

Physics Department, Faculty of Basic Sciences, Lorestan University, Khorram-Abad, Lorestan, Iran

*Corresponding author e-mail: Mosivand.S@lu.ac.ir

Abstract

With the advancement of technology, the development of novel materials with enhanced physical and chemical properties—especially those with high strength and low weight—has attracted significant attention. Among these, nanocomposites have emerged as promising candidates due to the presence of nanoscale reinforcements, which offer a high surface area and distinct properties compared to microcomposites. Graphene, as a two-dimensional structure with excellent conductivity, combined with nickel nanoparticles exhibiting magnetic properties, provides

an effective combination for the fabrication of magnetic nanocomposites. Among various synthesis techniques, electrooxidation is considered a suitable method due to its simplicity, low cost, and controllability. The aim of this study is to investigate the effect of synthesis parameters, including applied electrolyte concentration, on the magnetic properties of graphene oxide/nickel nanocomposites. In this study, graphene oxide/nickel nanocomposites were synthesized using the electrooxidation method at various applied electrolyte concentrations (0.05, 0.1, and 0.75 M). To investigate the structural, physical, and magnetic properties of the samples, various characterization techniques including X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), and vibrating sample magnetometry (VSM) were employed. XRD analysis indicated an increase in crystallinity, the appearance of new nickel phases, and the formation of nickel oxalate phases at different concentrations. FT-IR spectroscopy and SEM/EDX images also confirmed the increase in nickel-oxygen bond formation, nickel crystal growth, increased surface roughness and the creation of denser and more heterogeneous structures with increasing electrolyte concentration. Vibrating sample magnetometry (VSM) test showed There is a nonlinear relationship between nickel concentration and magnetic properties. This research showed that using the electrooxidation method and by adjusting the solution concentration, the magnetic properties of graphene oxide/nickel nanocomposites can be effectively controlled, and concentration changes played a key role in controlling the crystal structure, surface morphology, and magnetic properties of GO/Ni nanocomposites.

Keywords: Electrooxidation method, graphene/nickel oxide nanocomposite, magnetic properties, crystal structure

۱- مقدمه

مواد نانوکامپوزیتی خصوصیات منحصر به فردی را ارائه می‌دهند که به‌طور منطقی از اندازه کوچک، سطح وسیع و البته از تعامل سطحی بین فازها ناشی می‌شود. از پتانسیل فوق‌العاده معمول آن‌ها به منظور افزایش پتانسیل بیولوژیکی بسیاری از داروها، مواد بیولوژیکی و کاتالیزورها استفاده شده است [۱]. گرافن به خاطر ویژگی‌های برجسته مکانیکی، الکتریکی و حرارتی‌اش، به عنوان یک ماده امیدوارکننده برای نانوکامپوزیت‌ها شناخته می‌شود [۲]. از سوی دیگر، نیکل (Ni) به عنوان یک فلز فرومغناطیس با خواص مغناطیسی قابل تنظیم و پایداری شیمیایی مطلوب، گزینه‌ای مناسب برای توسعه نانوکامپوزیت‌های مغناطیسی مبتنی بر GO محسوب می‌شود [۳]. در میان روش‌های مختلف سنتز، الکترواکسیداسیون به عنوان روشی ساده، کم‌هزینه و قابل کنترل، امکان رسوب مستقیم نانوذرات نیکل بر روی زیرلایه‌های رسانا را فراهم می‌سازد. یکی از پارامترهای مؤثر در این فرآیند، غلظت الکترولیت است که نقش اساسی در کنترل نرخ رشد، بلورینگی، مورفولوژی سطح و در نهایت خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت‌های حاصل ایفا می‌کند. تغییر غلظت می‌تواند منجر به اصلاح ریزساختار، بهبود پراکندگی نانوذرات و افزایش برهم‌کنش بین فاز نیکل و بستر اکسید گرافن شود. در این مطالعه نانوکامپوزیت‌های مغناطیسی GO/Ni به روش الکترواکسیداسیون سنتز شده و تأثیر غلظت بر ساختار بلوری، مورفولوژی سطح و رفتار مغناطیسی آن‌ها مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج این پژوهش می‌تواند دیدگاه مناسبی برای طراحی و بهینه‌سازی نانوکامپوزیت‌های مغناطیسی با خواص قابل تنظیم از طریق کنترل پارامترهای الکتروشیمیایی فراهم کند [۴].

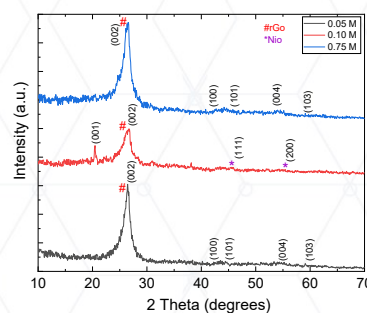
۲- مواد و روش‌ها

در این تحقیق، با استفاده از روش الکترواکسیداسیون که در آن دو صفحه یکی از جنس آهن به عنوان کاتد و دیگری گرافن به عنوان آنود مورد استفاده قرار گرفته، نانو کامپوزیت اکسید گرافن/نیکل تولید شد. سولفات نیکل هفت‌آبه ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) در آب دیونیزه به حجم ۲۰۰ ml به کار رفت و فرآیند الکترواکسیداسیون در غلظت‌های ۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۷۵ و به مدت ۳۵ دقیقه با اعمال ولتاژ ثابت ۲۰ v در شرایط محیطی انجام شد. پس از تولید، نمونه‌ها چندین بار با آب دیونیزه شسته و در دمای اتاق خشک شدند. نمونه‌ها برای بررسی ویژگی‌های ساختاری، مورفولوژیکی و مغناطیسی آماده شدند. ساختار بلوری و فازها با پراش پرتو ایکس (XRD) بررسی شد، گروه‌های عاملی و پیوندهای شیمیایی با (FTIR) تحلیل گردید،

مورفولوژی و توزیع عنصری با میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به EDS مطالعه شد و خواص مغناطیسی نمونه‌ها با (VSM) اندازه‌گیری گردید.

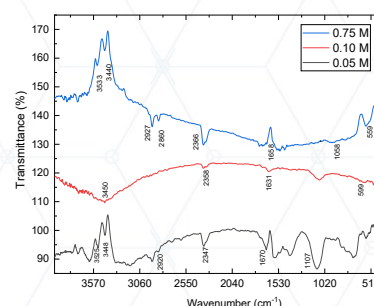
۳- بحث

۳-۱- **تحلیل XRD:** پیک کربن در شکل ۱ پیک پهن در حوالی زاویه $2\theta \approx 26^\circ$ که مربوط به صفحه‌ی (۰۰۲) گرافیت با شماره استاندارد (JCPD 00-008-0415) است، در تمامی نمونه‌ها مشاهده می‌شود و نشان‌دهنده حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته (rGO) در ساختار نهایی است [۵].



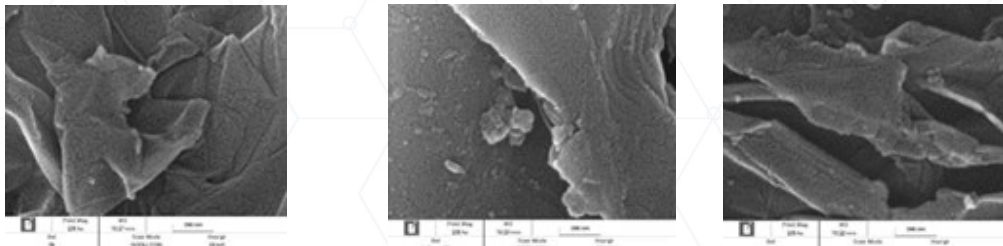
(شکل ۱). نمودار XRD برای غلظت‌های ۰/۷۵، ۰/۱۰، ۰/۰۵ M

۳-۲- **تحلیل FT-IR:** آنالیز FTIR نانوکامپوزیت GO/Ni در بازه $4000-400\text{ cm}^{-1}$ حضور هم‌زمان گروه‌های عاملی گرافن اکسید و ترکیبات نیکل را تأیید می‌کند. باند پهن حدود 3400 cm^{-1} به گروه‌های -OH، [۶] باند 1720 cm^{-1} به گروه کربونیل (C=O) [۷] و باندهای $1640-1620\text{ cm}^{-1}$ ، $1350-1230\text{ cm}^{-1}$ و $1080-1020\text{ cm}^{-1}$ به ترتیب به ارتعاشات -OH/C=C، اپوکسی (C-O-C) و آلکسی (C-O) مربوط بوده و حفظ ساختار GO را نشان می‌دهند. در ناحیه پایین‌تر از 700 cm^{-1} ، باندهایی مشاهده می‌شوند که مربوط به ارتعاشات کششی پیوند Ni-O هستند. این باندها حضور نانوذرات نیکل یا نیکل اکسید در کامپوزیت را تأیید می‌کنند. مکان قرارگیری این باندها معمولاً در حدود 500 cm^{-1} است و با ساختار بلوری NiO تطابق دارد [۸]. در برخی نمونه‌ها، باندهای اضافی در ناحیه حدود $450-420\text{ cm}^{-1}$ نیز ظاهر شده‌اند که می‌تواند به حضور فازهای هیدراته نیکل مانند $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ اشاره داشته باشد [۹]. جابه‌جایی و کاهش شدت برخی باندهای GO نیز بیانگر برهم‌کنش یون‌های Ni^{2+} با گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار سطح گرافن است که تشکیل موفق نانوکامپوزیت GO/Ni را تأیید می‌کند (شکل ۲).



(شکل ۲). نمودار FT-IR برای غلظت‌های ۰/۷۵، ۰/۱۰، ۰/۰۵ M

۳-۳-تحلیل SEM: باتوجه به شکل ۳ در غلظت‌های (۰/۰۵ و ۰/۷۵) مولار در ۲۰ ولت، سطح دچار زبری و ناهمواری‌های بیشتری شده و تجمعات بلوری به صورت آشکارتر ظاهر شده‌اند این رفتار را می‌توان به افزایش یون‌های فعال در محلول و افزایش سرعت واکنش نسبت داد که منجر به رشد ناهمگون ساختارها شده است. این ناهمواری احتمالاً ناشی از توزیع یکنواخت نانوذرات NiO بر سطح GO است که موجب افزایش فعالیت سطحی می‌گردد [۱۰].



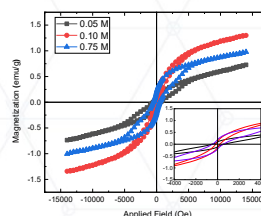
(شکل ۳ الف) ۲۰ V، ۰/۰۵M (شکل ۳ ب) ۲۰ V، ۰/۱M (شکل ۳ ج) ۲۰ V، ۰/۷۵M

در تمامی نمونه‌ها، پیک‌های مشخصی مربوط به عناصر اصلی C, O, Ni مشاهده می‌شود. طیف‌های EDX در تمامی نمونه‌ها حضور عنصر نیکل (Ni) را به عنوان عنصر اصلی تأیید می‌کند. همچنین پیک‌های مربوط به اکسیژن (O) در برخی نمونه‌ها نشان‌دهنده احتمال تشکیل لایه‌های نیکل اکسید NiO یا $\text{Ni}(\text{OH})_2$ در کنار فلز نیکل است (شکل ۴).



(شکل ۴ الف) ۲۰ V، ۰/۰۵M (شکل ۴ ب) ۲۰ V، ۰/۱M (شکل ۴ ج) ۲۰ V، ۰/۷۵M

۳-۴-تحلیل VSM: مقایسه مستقیم منحنی‌ها در شکل ۵ نشان می‌دهد که با افزایش غلظت از ۰/۰۵M به ۰/۱M، روند صعودی آشکاری در مقدار مغناطش اشباع وجود دارد؛ اما افزایش بیشتر غلظت تا ۰/۷۵M نه تنها بهبود بیشتری ایجاد نکرده بلکه کاهش محسوسی را سبب شده است. این موضوع نشان می‌دهد که رابطه‌ای غیرخطی میان غلظت نیکل و ویژگی‌های مغناطیسی برقرار است و تنها در یک بازه مشخص می‌توان به شرایط بهینه دست یافت. به طور کلی، نتایج حاکی از آن است که غلظت ۰/۱M شرایط ایده‌آلی برای دستیابی به بیشترین مقدار مغناطش در نانوکامپوزیت اکسید گرافن/نیکل تحت ولتاژ ۲۰ ولت فراهم می‌آورد و این غلظت می‌تواند به عنوان نقطه بهینه برای سنتز در نظر گرفته شود.



(شکل ۵) VSM برای غلظت‌های ۰/۰۵، ۰/۱، ۰/۷۵ مولار

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، نانوکامپوزیت اکسید گرافن/نیکل با موفقیت به روش الکترواکسیداسیون سنتز شد و نتایج نشان داد که غلظت الکترولیت نقش مهمی در ساختار، مورفولوژی و خواص مغناطیسی آن دارند. آنالیزهای XRD و FT-IR تشکیل فازهای بلوری نیکل، حضور گروه‌های عاملی GO و پیوندهای Ni-O را تأیید کرده و برهم‌کنش مؤثر میان نیکل و بستر گرافن اکسید را نشان دادند. تصاویر SEM و آنالیز EDX نیز تغییر مورفولوژی و رشد نانوذرات نیکل با تغییر پارامترهای فرآیند را آشکار ساختند. بررسی‌های مغناطیسی (VSM) نشان می‌دهد غلظت محلول تأثیر قوی بر افزایش مغناطش اشباع دارد و تأیید کننده رفتار مغناطیسی نرم در غلظت‌های بالا است. در مجموع، این مطالعه نشان می‌دهد که کنترل شرایط الکترواکسیداسیون روشی مؤثر برای تنظیم خواص ساختاری و مغناطیسی نانوکامپوزیت GO/Ni است.

۵- تقدیر و تشکر

از تمامی کسانی که در این پژوهش مرا یاری نمودن به ویژه از دانشگاه لرستان بخاطر تجهیزات و حمایت مالی سپاس گذارم.

۶- مراجع

- [۱] ایرانشاهی، س.، ۱۴۰۰. ساخت نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/کبالت به روش الکترواکسیداسیون و بررسی اثر ولتاژ بر خواص ساختاری و مغناطیسی آن، دانشگاه لرستان، ۱۵۴ صفحه.
- [2] Asif Iqbal, Md.; Sakib, N.; Lqbal, P.; Nuruzzaman, D.; "Graphene-based nanocomposites and their fabrication, mechanical properties and applications", Materialia, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100815>.
- [3] Inkson, B.J.; "Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods", woodhead publishing, p.p.17-43, 2016 .
- [۴] اسکندری مقدم، ز.، ۱۴۰۴. ساخت نانوکامپوزیت اکسیدگرافن/نیکل به روش الکترواکسیداسیون و بررسی اثر ولتاژ بر خواص ساختاری و مغناطیسی آن، دانشگاه لرستان، ۱۳۰ صفحه.
- [5] International Centre for Diffraction Data. (2001). Graphene Oxide (GO), JCPDS Card No. 00-041-1487. Powder Diffraction File.
- [6] Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. (2005). Spectrometric identification of organic compounds (7th ed.). Wiley.
- [7] Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. Chemical Society Reviews, 39(1), 228–240. <https://doi.org/10.1039/B917103G>
- [8] Biesinger, M. C., Payne, B. P., Grosvenor, A. P., Lau, L. W. M., Gerson, A. R., & Smart, R. S. C. (2009). Surface analysis of Ni and NiO using XPS and FTIR. Surface and Interface Analysis, 41(4), 324–332. <https://doi.org/10.1002/sia.3026>.
- [9] Socrates, G. (2001). Infrared and Raman characteristic group frequencies: Tables and charts (3rd ed.). Wiley.

[10]Manikandan, V., Elancheran, R., Revathi, P., Vanitha, U., Suganya, P., & Krishnasamy, K. (2021). Synthesis, characterization, photocatalytic and electrochemical studies of reduced graphene oxide doped nickel oxide nanocomposites. Asian Journal of Chemistry, 33(2), 411-422.