

Research Paper

Synthesis of CuO/CuFe₂O₄ nanocomposite via polyacrylamide gel

Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi ^{1*}, Saeid Jabbarzare ¹

1. Department of Materials Engineering, Na.C., Islamic Azad University, Najafabad, Iran

Received:

Revised:

Accepted:

Use your device to scan and read the article online

DOI:

Keywords:

Polyacrylamide gel,
Nanocomposite, CuO,
CuFe₂O₄.

Abstract

Introduction:

Polyacrylamide gel synthesis is an advanced synthesis method for producing nanoparticles that involve the polymerization of polymeric network as a template for forming particles. This technique enables controlled nanoparticle formation with applications in biomedicine, catalysis, etc.

Methods:

In the present study, CuO/CuFe₂O₄ nanoparticles were synthesized via a polyacrylamide gel. Iron chloride and copper nitrate were utilized as raw materials for the fabrication of CuO/CuFe₂O₄ nanocomposite. For the formation of a polymeric network, acrylamide was utilized as the monomer. The nanoparticles were characterized with XRD, FTIR, and SEM techniques.

Findings:

XRD results revealed that as-prepared product was amorphous and CuO and CuFe₂O₄ phases were formed after calcination at 800 °C. Microstructural studies showed that the nanoparticles have a particle size distribution ranging from 60 to 120 nm. Most of the particles had a spherical morphology. The polyacrylamide network acted as a template for the formation of the nanoparticles. The lattice strain for copper ferrite and copper oxide was calculated to be approximately 0.0020 and 0.0029, respectively.

Citation:

***Corresponding author:** Sayed Ali Hassanzadeh-Tabrizi

Address: Department of Materials Engineering, Na.C., Islamic Azad University, Najafabad, Iran

Email: hassanzadeh@iaou.ac.ir

Extended Abstract

Introduction

Many efforts have been made towards the synthesis and identification of transition metal oxide particles at the nanoscale. Metal oxide nanocomposites have garnered significant attention in recent years due to their unique properties, including optical, electrical, mechanical, photocatalytic, thermal, and structural properties. These nanocomposites, formed by combining two, three, or more oxides at the nanometer scale, are used in photovoltaic applications, solar cells, battery materials, UV sensors, gas sensors, and fuel cells.

Magnetic spinel ferrite materials exhibit good chemical stability in various environments. These materials have the formula of MFe₂O₄, in which M is a divalent metal ion such as cobalt, nickel, iron, manganese, etc. Copper ferrite, as a member of this spinel group, has been used in many studies due to its suitable magnetic properties, such as high magnetization. Copper oxide (CuO) nanostructures are of great interest because of their potential applications in solar cells, catalysis, batteries, and sensors. In addition, this oxide has antibacterial properties. As an important p-type semiconductor, CuO has a narrow band gap of about 1.2–1.7 eV and can create electron-hole species after absorbing visible light, causing chemical reactions.

It has been reported that the method of manufacturing has a significant effect on the final properties of the product. So far, different methods have been reported for the synthesis of these oxides. For example, sol-gel, co-precipitation, hydrothermal, solvothermal, etc. have been reported as methods used for manufacturing. The polyacrylamide method is relatively new in the manufacture of these nanoparticles, which uses a polymer template as a substrate for construction and reaction. In this research, a composite of copper oxide-copper ferrite spinel was synthesized via the polyacrylamide gel method. The produced

composite was characterized using various analysis methods.

Experimental procedure

Iron(III) chloride hexahydrate and copper nitrate trihydrate were used as raw materials for synthesizing the CuO/CuFe₂O₄ nanocomposite. Acrylamide served as the monomer for forming the polymer network, while N, N'-methylenebisacrylamide, ammonium persulfate, and tetramethylethylenediamine acted as the crosslinker, initiator, and accelerator, respectively.

The X-ray diffraction patterns were obtained using a Philips PW 1710 diffractometer to identify the phases of products calcined at different temperatures. For studying the chemical bonds in the samples, an ASCO6300 FTIR spectrometer was employed. Samples were mixed with KBr powder and compressed using a press for this analysis. Microstructural investigations were conducted with a TESCAN MIRA scanning electron microscope.

Results and discussion

Figure 1 shows the X-ray powder diffraction (XRD) results of powders produced with polyacrylamide gel calcined at different temperatures. As observed, the uncalcined powders exhibit no distinct peaks, confirming the amorphous nature of the product. When the calcination temperature increased to 400°C, peaks corresponding to iron oxide (JCPDS No. 024-0072) and copper oxide (JCPDS No. 005-0661) phases appeared in the patterns. However, higher calcination temperatures led to the disappearance of iron oxide peaks and the formation of the CuFe₂O₄ phase. After calcination at 800°C, copper ferrite (JCPDS No. 034-0425) and copper oxide (JCPDS No. 005-0661) became the predominant components of the synthesized powders. No peaks corresponding to unwanted phases or impurities were observed in the XRD patterns after calcination at 800°C, indicating the high purity of the composite. These complete reactions between chemical components result

from the high-level molecular mixing of raw materials in chemical methods.

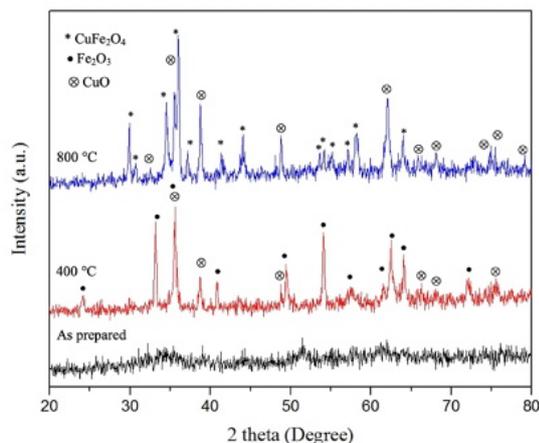


Figure 1. XRD patterns of samples calcined at different temperatures.

To better understand the chemical changes during calcination, FTIR analysis was taken from the samples (Figure 2). A broad peak around 3200 cm^{-1} and a smaller peak at 1640 cm^{-1} are likely due to stretching and bending vibrations of O-H bonds. The presence of O-H groups in the spectra indicates water in the samples. After calcination, the intensity of these peaks decreases, suggesting reduced water content. However, their persistence post-calcination is likely due to atmospheric water absorption, as calcination at 800°C is sufficient to remove all structural water from the samples. In the as-prepared powders, the peak around 1359 cm^{-1} corresponds to nitrate groups, attributed to residual metal nitrate precursors. This absorption peak disappears after calcination, indicating the decomposition of nitrate groups. Additionally, absorption peaks between 900–1100 cm^{-1} are linked to organic bonds, signifying the polyacrylamide structure. These peaks vanish in the spectra of the 800°C-calcined samples, confirming the breakdown of the polymer network after thermal treatment. Absorption peaks below 600 cm^{-1} are associated with metal-oxygen bonds. These

peaks intensify in calcined samples, indicating the formation of CuFe₂O₄ and CuO phases, consistent with XRD results.

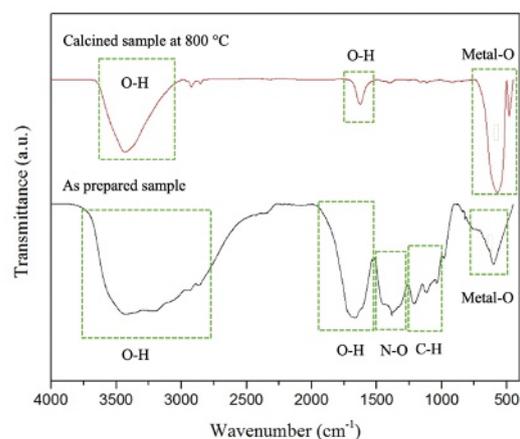


Figure 2. FTIR spectra of samples calcined at different temperatures.

Conclusion

CuFe₂O₄/CuO nanoparticles were synthesized using the polyacrylamide gel method. The polymeric gel acted as a temporary template for the nanoparticles. The effect of calcination temperature on the phase evaluation of the synthesized powders was investigated. Findings revealed that the synthesized samples without thermal treatment lacked a crystalline structure. Calcination at low temperatures produced CuO and Fe₂O₃, while powders treated at high temperatures contained CuFe₂O₄ and CuO. Most nanoparticles exhibited a spherical morphology with an average particle size of approximately 90 nm.

Funding

No funding.

Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest.

سنتز نانوکامپوزیت CuO/CuFe₂O₄ به روش ژل پلی آکریل آمیدسیدعلی حسن زاده تبریزی^{1*}، سعید جبارزاد¹

۱- گروه مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران

تاریخ دریافت:

تاریخ داوری:

تاریخ پذیرش:

چکیده

مقدمه: سنتز ژل پلی آکریل آمید یک روش سنتز پیشرفته برای تولید نانوذرات است که شامل پلیمریزاسیون شبکه پلیمری به عنوان الگوی برای تشکیل ذرات است. این تکنیک تشکیل نانوذرات کنترل شده را با کاربرد در زیست پزشکی، کاتالیزور و علم مواد امکانپذیر می‌سازد.

روش: در مطالعه حاضر، نانوذرات CuO/CuFe₂O₄ از طریق ژل پلی آکریل آمید سنتز شدند. از کلرید آهن و نیترات مس به عنوان مواد اولیه برای ساخت نانوکامپوزیت CuO/CuFe₂O₄ استفاده شد. برای تشکیل شبکه پلیمری، از آکریل آمید به عنوان مونومر استفاده گردید. نانوذرات با استفاده از تکنیک‌های XRD، FTIR و SEM مورد شناسایی و بررسی قرار گرفتند.

یافته‌ها: نتایج XRD نشان داد که محصول اولیه آمورف بوده و فازهای CuO و CuFe₂O₄ پس از کلسیناسیون در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد تشکیل شده‌اند. بررسی‌های ریزساختاری نشان داد که نانوذرات دارای توزیع اندازه ذرات بین ۶۰ تا ۱۲۰ نانومتر هستند. بیشتر ذرات دارای مورفولوژی کروی بودند. شبکه پلی آکریل آمید به عنوان قالبی برای تشکیل نانوذرات عمل کرد. کرنش شبکه برای فریت مس و اکسید مس به ترتیب تقریباً ۰/۰۰۲۰ و ۰/۰۰۲۹ محاسبه شد.

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید

DOI:

واژه‌های کلیدی:

ژل پلی آکریل آمید، نانوکامپوزیت، CuO، CuFe₂O₄

* نویسنده مسئول: سید علی حسن زاده تبریزی

نشانی: گروه مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران

پست الکترونیکی: hassanzadeh@iau.ac.ir

مقدمه

نشت کم یونهای فلزی و قابلیت بازیافت خوب آنها می‌باشد. علاوه بر این، مواد اسپینلی فریتی مغناطیسی پایداری شیمیایی خوبی در محیط‌های مختلف نشان می‌دهند. این مواد شامل ساختار MFe₂O₄ می‌باشند که در این ساختار به جای M یک یون فلزی دوظرفیتی مثل کبالت، نیکل، آهن، منگنز و غیره قرار می‌گیرد. فریت مس به عنوان یک عضو از این گروه اسپینلی به دلیل خواص مغناطیسی مناسب مثل مغناطش بالا در بسیاری از تحقیقات مورد استفاده قرار گرفته است (۴-۶).

نانوساختارهای بر پایه اکسید مس (CuO) به دلیل کاربردهای بالقوه در سلولهای خورشیدی، کاتالیز، باتری‌ها و حسگرها بسیار مورد توجه هستند. این ماده دارای خاصیت آنتی باکتریال می‌باشد. به عنوان یک نیمه‌رسانای p-type مهم، CuO دارای شکاف باند باریک در حدود ۱/۷-۱/۷ الکترون ولت می‌باشد و می‌تواند پس از جذب نور مرئی الکترون-حفره ایجاد کند و سبب واکنش‌های شیمیایی شود (۷-۱۰). گزارش شده است روش ساخت این نانوذرات اثر مهمی در خواص نهایی محصول دارد (۱۱، ۱۲). تاکنون روش‌های مختلفی برای سنتز این اکسیدها گزارش شده است. به طور مثال سل-ژل هم‌رسوبی، هیدروترومال

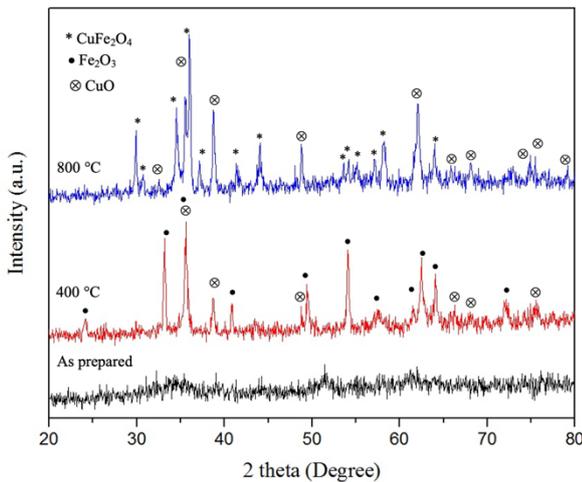
تلاش‌های زیادی در جهت سنتز و شناسایی ذرات اکسید فلز واسطه در اندازه نانو صورت گرفته است. نانوکامپوزیت‌های اکسید فلزی در سالهای اخیر توجه قابل توجهی را به دلیل ویژگی‌های منحصر به فرد خود از جمله خواص نوری، الکتریکی، مکانیکی، فوتوکاتالیستی، حرارتی و ساختاری جلب کرده‌اند. این نانوکامپوزیت‌ها که از ترکیب دو، سه یا چند اکسید در مقیاس نانومتری تشکیل می‌شوند، در کاربردهای فوتولتائیک، سلولهای خورشیدی، مواد باتری، حسگرهای UV، حسگرهای گازی و پیل‌های سوختی کاربرد دارند. ترکیب اکسیدهای فلزی مختلف در یک نانوکامپوزیت نه تنها خواص تک تک اکسیدها را تقویت می‌کند، بلکه مسیرهای تحقیقاتی تازه‌ای را در حوزه‌های زیستی، اپتوالکترونیکی، حرارتی و الکتریکی می‌گشاید. معرفی یک فاز جدید به یک ماده کامپوزیتی می‌تواند ویژگی‌های الکترونیکی آن را دگرگون کند (۱-۳).

در سالهای اخیر، مواد اسپینل فریتی مغناطیسی به عنوان کاتالیزور و عامل تولید گرما در درمان سرطان و همچنین سنسورهای گازی بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند که به علت ایمنی، کارایی بالا، جداسازی آسان،

یک پرس فشرده شد. برای بررسی‌های ریزساختاری نمونه‌ها، از میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN MIRA استفاده شد.

نتایج و بحث

شکل ۲ نتایج پراش پودر اشعه ایکس (XRD) از پودرهای تولید شده با ژل پلی آکریل آمید را نشان می‌دهد که در دماهای مختلف کلسینه شده‌اند. همانطور که مشاهده می‌شود، پودرهای عملیات حرارتی نشده هیچ پیک واضحی را نشان نمی‌دهند که ماهیت آمورف محصول را تایید می‌کند. با افزایش دمای کلسینه شدن به ۴۰۰ درجه سانتیگراد، پیک‌های مربوط به فازهای اکسید آهن (JCPDS No. 024-0072) و اکسید مس (JCPDS No. 005-0661) در الگوها ظاهر شدند. با این حال دمای کلسینه شدن بالاتر منجر به حذف پیک‌های اکسید آهن و تشکیل فاز CuFe_2O_4 شد. بنابراین، پس از کلسینه شدن در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد، فریت مس (JCPDS No. 034-0425) و اکسید مس (JCPDS No. 005-0661) اجزای اصلی پودرهای تولید شده هستند. هیچ پیک مربوط به فازهای ناخواسته یا ناخالصی‌ها در پیک‌های XRD پس از کلسینه شدن در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد مشاهده نشد که خلوص مناسب کامپوزیت را نشان می‌دهد. این واکنش‌های کامل بین اجزای شیمیایی نتیجه اختلاط بالای مواد اولیه در سطح مولکولی در روش‌های شیمیایی مرطوب مانند تکنیک ژل پلی آکریل آمید است.



شکل ۲- الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها عملیات حرارتی شده در دماهای مختلف

از رابطه ویلیامسون-هال (رابطه ۱، (۲۲)) و نتایج بدست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه کلسینه شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد برای محاسبه اندازه بلورها و کرنش استفاده شد.

$$\beta \cos \theta = 4 \varepsilon \sin \theta + \frac{0.9 \lambda}{d} \quad (1)$$

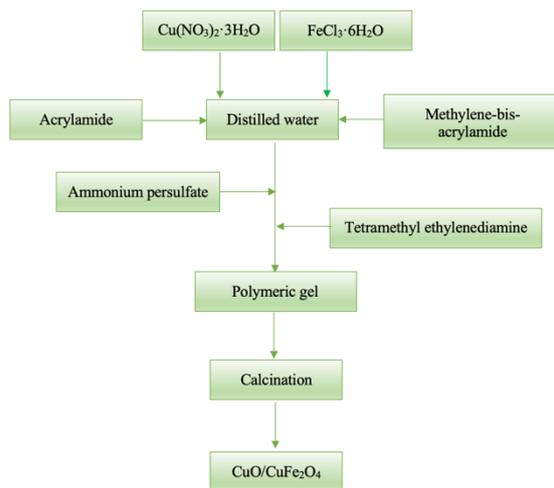
که در آن d اندازه بلورک ε کرنش شبکه، λ طول موج، θ زاویه پراش، و β پهنای پیک در نیمی از حداکثر شدت است. با رسم منحنی $\beta \cos \theta$ در مقابل $\sin \theta$ ، می‌توان اندازه بلورک و کرنش شبکه را تخمین زد. شیب خط کرنش را نشان می‌دهد و عرض از مبدأ اندازه بلورک را نشان می‌دهد (شکل ۳). برای تعیین این پارامترها از پیک‌های مربوط به هر دو فاز استفاده شد. اندازه متوسط بلورک برای فریت مس و اکسید مس به ترتیب تقریباً ۸۲ و ۴۸ نانومتر محاسبه شد. همانطور که مشخص است، ذرات فریت مس دارای اندازه بلورک بزرگتری هستند. کرنش شبکه برای فریت مس و اکسید مس به ترتیب تقریباً ۰/۰۰۲۰ و ۰/۰۰۲۰

سلووترمال و غیره از روش‌های مورد استفاده برای ساخت گزارش شده است (۱۳-۱۶). روش پلی آکریل آمید یک روش نسبتاً نوین در ساخت این نانوذرات می‌باشد که با استفاده از یک قالب پلیمری به عنوان بستر ساخت و واکنش مواد اولیه است (۱۷). نانوذرات مختلفی مانند فریت کبالت (۱۸)، اکسید تیتانیوم (۱۹)، آلومینا (۲۰)، اکسید بریلیوم (۲۱) و غیره به این روش به طور موفقیت‌آمیزی سنتز شده‌اند. در این پژوهش برای اولین بار ترکیب کامپوزیتی اکسید مس-اسپینل فریت مس به روش ژل پلی آکریل آمید سنتز شد. سیستم تولیدی با استفاده از روش‌های مختلف آنالیز مشخصه یابی شد.

مواد و روش‌ها

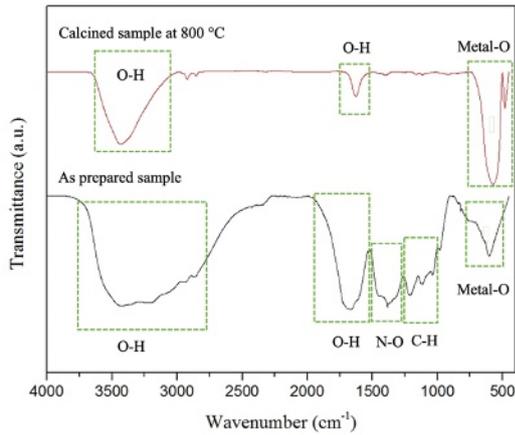
کلرید آهن (III) هگزا هیدرات ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ، مرک) و نیترات مس تری هیدرات ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ، مرک) به عنوان مواد اولیه برای ساخت نانوکامپوزیت $\text{CuO/50 wt.\%CuFe}_2\text{O}_4$ استفاده شدند. برای تشکیل شبکه پلیمری، آکریل آمید به عنوان مونومر استفاده شد.

عامل کراس لینک، آغازگر و شتاب دهنده به ترتیب N,N -متیلن بیس آکریل آمید (مرک)، آمونیوم پرسولفات (مرک) و تترا متیل اتیلن دی آمین (مرک) بودند. کلرید آهن (۰/۲ میلی مول) و نیترات مس (۰/۳ میلی مول) در آب دیونیزه (۲۰ میلی لیتر) به مدت ۲۰ دقیقه تحت هم‌زد مغناطیسی قرار گرفتند تا نیترات‌های فلزی به طور کامل در آب حل شوند. سپس، آکریل آمید (۹/۱ گرم) و متیلن بیس آکریل آمید (۰/۴ گرم) به محلول اضافه شدند و به مدت ۱۵ دقیقه به شدت هم‌زده شدند. برای تشکیل ژل تترا متیل اتیلن دی آمین (۲/۵ گرم) و آمونیوم پرسولفات (۰/۳۵ گرم) اضافه شدند. ژل تولید شده در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک روز خشک شد و به طور کامل در یک هاون سرامیکی خرد شد. پودر حاصل در دماهای ۴۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت کلسینه شد. سپس، پودرها به مدت ۱۰ دقیقه تحت فرآیند آسیای مکانیکی با انرژی بالا قرار گرفتند تا ذرات تجمعی تشکیل شده در طول کلسینه شدن خرد شوند. مراحل سنتز به صورت شماتیک در شکل ۱ نشان داده شده است.



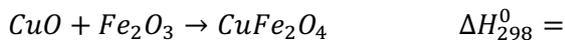
شکل ۱- مراحل ساخت کامپوزیت اکسید مس-فریت مس

از دستگاه فیلیپس PW-1710 با لامپ مس برای به دست آوردن الگوی پراش اشعه ایکس به منظور شناسایی فاز محصولات کلسینه شده در دماهای مختلف استفاده شد. برای مطالعه پیوندهای شیمیایی نمونه‌ها، از دستگاه ASCO6300 FTIR استفاده گردید. به این منظور، نمونه‌ها با پودر KBr مخلوط شده و سپس مخلوط با استفاده از



شکل ۴- طیف‌های نمونه‌های کامپوزیتی کلسینه نشده و عملیات حرارتی شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد

مکانیسم سنتر کامپوزیت $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{CuO}$ را می‌توان به صورت زیر شرح داد. تشکیل ژا به دلیل اتصال متقابل یا عرضی آکریل آمید است. این پلیمریزاسیون با رادیکال‌های آزاد پس از افزودن آمونیوم پرسولفات آغاز می‌شود. تترامتیل اتیلن‌دی‌آمین به عنوان کاتالیزور عمل می‌کند تا واکنش‌ها را تسهیل کند (۲۴). آکریل آمید یک سر واکنش پذیر دارد و به دلیل وجود یک پیوند دوگانه در این سر، به آذ توانایی ایجاد دو پیوند با مونومرهای دیگر را می‌دهد. استفاده تنها از مونومرهای آکریل آمید در محلول منجر به تشکیل زنجیره‌ای می‌شود که همیشه مستقیم است و بدون اتصال بین زنجیره‌ها است. با این حال همانطور که در شکل نشان داده شده است، متیلن بیس آکریل آمید دو انتهای واکنش پذیر دارد که می‌تواند در واکنش‌های اتصال متقابل بین دو زنجیره شرکت کنند و آنها را به هم متصل کنند. بنابراین، متیلن بیس آکریل آمید می‌تواند یک شبکه پلیمری سه‌بعدی تشکیل دهد که یونهای فلزی را به دام می‌اندازد. این به دام اندازی یک الگوی پلیمری برای تشکیل نانوذرات ایجاد می‌کند. پس از کلسینه شدن این شبکه پلیمری می‌سوزد و حذف می‌شود. با این حال نتایج XRD نشان داد که دماهای کلسینه شدن پایین منجر به تشکیل اکسید آهن و اکسید مس می‌شود. دماهای کلسینه شدن بالاتر (در حدود ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد) منجر به تشکیل فریت مس بر اساس واکنش ۲ می‌شود. بنابراین در پایانه فریت مس و همچنین اکسید مس واکنش نکرده باقی می‌ماند.

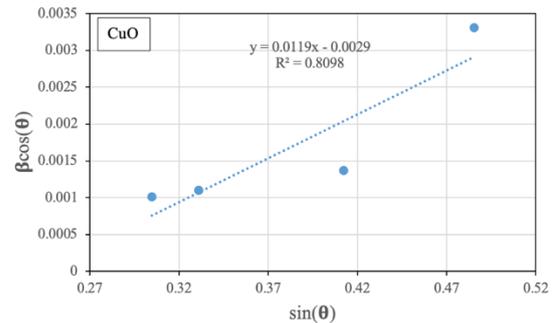
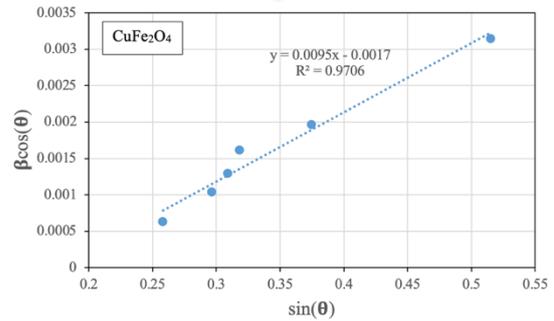


$$+13.6 \text{ kJ/mol} \quad \Delta G_{298}^0 = +10.3 \text{ kJ/mol} \quad (۲)$$

مقدار مثبت استاندارد تغییر انرژی آزاد گیبس در واکنش (۲) عدم امکان واکنش را در ۲۹۸ درجه کلوین نشان می‌دهد. تغییر آنتالپی مثبت نشان می‌دهد که این یک واکنش گرماگیر است که باید برای انجام آن انرژی مصرف شود. بنابراین واکنش زمانی صورت می‌گیرد که دمای کلسینه به حد کافی افزایش یابد.

شکل ۵ تصویر SEM، هیستوگرام توزیع اندازه ذرات، و آنالیز EDS از نانوذرات $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{CuO}$ کلسینه شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. تصویر SEM نشان می‌دهد که بیشتر ذرات دارای مورفولوژی کروی هستند. همچنین تصویر بدست آمده نشان می‌دهد که نانوذرات دارای درجه‌ای از تجمع هستند. در پودرهای اندازه نانو، ایجاد نانوذرات تجمعی یک پدیده رایج است. سطح بالای نانوذرات منجر به انرژی سطحی بالایی می‌شود. برای کاهش سطح خود و ایجاد یک حالت پایدارتر از نظر انرژی، نانوذرات به هم می‌چسبند و حالت‌های

محاسبه شد. به نظر می‌رسد بلورکهای فریت مس بیشتر از بلورکهای اکسید مس رشد کرده‌اند، اما کرنش شبکه‌ای کمتری دارند.



شکل ۳- منحنی ویلیامسون-هال مربوط به نمونه کلسینه شده در ۸۰۰ درجه سانتیگراد برای محاسبه اندازه بلورک فریت مس و اکسید مس

برای درک بهتر تغییرات شیمیایی پودرها در طول کلسینه شدن طیف‌های FTIR از نمونه‌های آماده شده و نمونه کلسینه شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد گرفته شد. نتایج در شکل ۴ نشان داده شده است. پیک بزرگ در حدود 3400 cm^{-1} و پیک کوچکتر در 1640 cm^{-1} احتمالاً به دلیل ارتعاشات کششی و خمشی پیوندهای اکسیژن-هیدروژن است. وجود گروه‌های O-H در طیف‌ها نشان دهنده حضور آب در نمونه‌ها است (۲۳). پس از کلسینه شدن شدت این پیک‌ها کاهش می‌یابد که نشان دهنده کاهش محتوای آب در نمونه‌ها است. با این حال وجود این پیک‌ها پس از کلسینه شدن احتمالاً به دلیل جذب آب از جو است زیرا کلسینه شدن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد کافی است تا تمام آب ساختاری را از نمونه‌ها حذف کند. در پودرهای آماده شده، پیک در حدود 1359 cm^{-1} به دلیل گروه‌های نیترات است که مربوط به پیش‌ماده‌های نیترات فلزی باقی‌مانده است (۲۳). این پیک جذب پس از کلسینه شدن پودرها ناپدید شده که نشان دهنده تجزیه گروه‌های نیترات است. علاوه بر این، پیک‌های جذب بین 900 cm^{-1} و 1100 cm^{-1} مربوط به پیوندهای آلی است و نشانه دهنده ساختار پلی‌آکریل آمید است (۲۳). این پیک‌ها از طیف نمونه‌های کلسینه شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد حذف شدند که تجزیه شبکه پلیمری پس از درمان حرارتی را تأیید می‌کند. پیک جذب زیر 600 cm^{-1} مربوط به پیوندهای فلز-اکسیژن است. این پیک‌ها برای نمونه‌های کلسینه شده شدیدتر می‌شوند که نشان دهنده تشکیل فازهای CuO و CuFe_2O_4 است و با نتایج XRD مطابقت دارد.

شکل ۵- الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، ب) هیستوگرام توزیع اندازه ذرات، ج) آنالیز EDS

نتیجه گیری

نانوذرات $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{CuO}$ با استفاده از روش ژل پلی آکریل آمید سنتز شدند. ژل پلیمری به عنوان قالب موقت برای نانوذرات عمل کرد. اثر دمای کلسیناسیون بر ارزیابی فازی پودرهای سنتز شده مورد بررسی قرار گرفت. نانوذرات با روشهای مختلفی نظیر XRD، FTIR، SEM مشخصه یابی شدند. یافته‌ها نشان داد که نمونه‌های سنتز شده بدون عملیات حرارتی، ساختار بلوری ندارند. کلسیناسیون پودرها در دمای پایین منجر به تولید CuO و Fe_2O_3 شد، در حالی که پودرهای عملیات حرارتی شده در دمای بالا حاوی CuO و CuFe_2O_4 بودند. بیشتر نانوذرات دارای ریخت شناسی کروی با اندازه ذرات بین ۶۰ تا ۱۲۰ نانومتر بودند.

ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنا بوده است.

حامی مالی

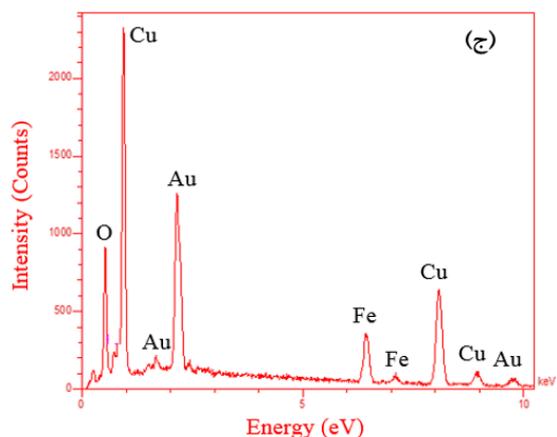
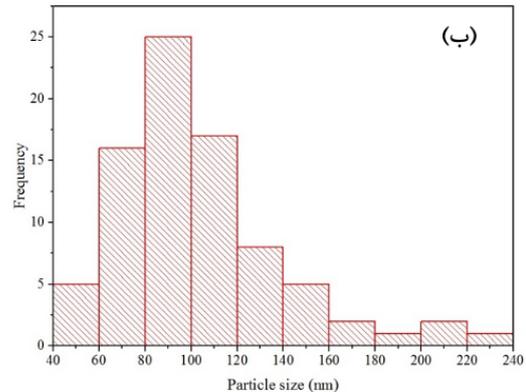
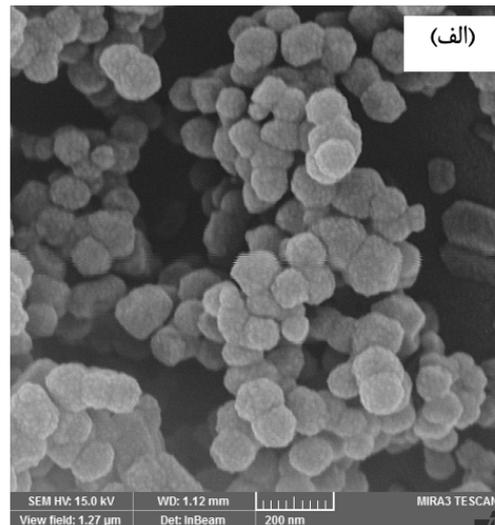
هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

تجمعی را تشکیل می‌دهند (۲۵). هیستوگرام توزیع اندازه ذرات (شکل ۵ ب) نشان می‌دهد که توزیع اندازه ذرات باریک است و بیشتر ذرات دارای اندازه‌های بین ۶۰ تا ۱۲۰ نانومتر هستند. همانطور که مشاهده می‌شود، اندازه و مورفولوژی ذرات تا حد زیادی توسط شبکه پلیمری کنترل می‌شود. آنالیز EDS از سطح تصویر بدست آمده از نمونه برای مطالعه ترکیب شیمیایی انجام شد که در شکل ۵ ج نشان داده شده است.

عناصر Cu ، Fe ، Au و O در نانوذرات تشخیص داده شدند. حضور Cu ، Fe و O مربوط به اجزای CuFe_2O_4 و CuO هستند. با این حال وجود طلا در طیف به دلیل اعمال پوشش طلا بر روی نمونه‌ها برای آماده‌سازی نمونه SEM است. عنصر دیگری در طیف بدست آمده مشاهده نشد.



9. Saleem MH, Ejaz U, Vithanage M, Bolan N, Siddique KHM. Synthesis, characterization, and advanced sustainable applications of copper oxide nanoparticles: a review. *Clean Technol Environ Policy*. 2024;1–26.
10. Al-Fa'ouri AM, Lafi OA, Abu-Safe HH, Abu-Kharma M. Investigation of optical and electrical properties of copper oxide-polyvinyl alcohol nanocomposites for solar cell applications. *Arab J Chem*. 2023;16(4):104535.
11. Hachem K, Ansari MJ, Saleh RO, Kzar HH, Al-Gazally ME, Altimari US, et al. Methods of chemical synthesis in the synthesis of nanomaterial and nanoparticles by the chemical deposition method: a review. *Bionanoscience*. 2022;12(3):1032–57.
12. Das RP, Pradhan AK. An introduction to different methods of nanoparticles synthesis. *Bio-nano interface Appl food, Healthc Sustain*. 2021;21–34.
13. Althomali RH, Adeosun WA. Wet chemically synthesized metal oxides nanoparticles, characterization and application in electrochemical energy storage: An updated review. *Synth Met*. 2023;298:117424.
14. Bokov D, Turki Jalil A, Chupradit S, Suksatan W, Javed Ansari M, Shewael IH, et al. Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and application. *Adv Mater Sci Eng*. 2021;2021(1):5102014.
15. Nandihalli N, Gregory DH, Mori T. Energy-saving pathways for thermoelectric nanomaterial synthesis: Hydrothermal/solvothermal, microwave-assisted, solution-based, and powder processing. *Adv Sci*. 2022;9(25):2106052.
16. Trifoi AR, Matei E, Răpă M, Berbecaru A-C, Panaitescu C, Banu I, et al. Coprecipitation nanoarchitectonics for the synthesis of magnetite: A review of mechanism and characterization. *React Kinet Mech Catal*. 2023;136(6):2835–74.
17. Pournajaf R, Hassanzadeh-Tabrizi SA. Polyacrylamide synthesis of nanostructured copper aluminate for

References

1. Nandagudi A, Nagarajarao SH, Santosh MS, Basavaraja BM, Malode SJ, Mascarenhas RJ, et al. Hydrothermal synthesis of transition metal oxides, transition metal oxide/carbonaceous material nanocomposites for supercapacitor applications. *Mater Today Sustain*. 2022;19:100214.
2. Dharmalingam P, Palani G, Apsari R, Kannan K, Lakkaboyana SK, Venkateswarlu K, et al. Synthesis of metal oxides/sulfides-based nanocomposites and their environmental applications: A review. *Mater Today Sustain*. 2022;20:100232.
3. Sharma RK, Bandichhor R, Mishra V, Sharma S, Yadav S, Mehta S, et al. Advanced metal oxide-based nanocatalysts for the oxidative synthesis of fine chemicals. *Mater Adv*. 2023;4(8):1795–830.
4. Salih SJ, Mahmood WM. Review on magnetic spinel ferrite (MFe_2O_4) nanoparticles: From synthesis to application. *Heliyon*. 2023;9(6).
5. Jasrotia R, Jaswal N, Prakash J, Kit CC, Singh J, Kandwal A. Photocatalytic application of magnesium spinel ferrite in wastewater remediation: a review. *J Magnes Alloy*. 2024;
6. SOUFI A, HAJJAOUI H, ELMOUBARKI R, ABDENNOURI M, QOURZAL S, BARKA N. Spinel ferrites nanoparticles: synthesis methods and application in heterogeneous Fenton oxidation of organic pollutants—a review. *Appl Surf Sci Adv*. 2021;6:100145.
7. Naz S, Gul A, Zia M, Javed R. Synthesis, biomedical applications, and toxicity of CuO nanoparticles. *Appl Microbiol Biotechnol*. 2023;107(4):1039–61.
8. Cuong HN, Pansambal S, Ghotekar S, Oza R, Hai NTT, Viet NM, et al. New frontiers in the plant extract mediated biosynthesis of copper oxide (CuO) nanoparticles and their potential applications: A review. *Environ Res*. 2022;203:111858.

22. Kahouli M, Barhoumi A, Bouzid A, Al-Hajry A, Guermazi S. Structural and optical properties of ZnO nanoparticles prepared by direct precipitation method. *Superlattices Microstruct.* 2015;85:7–23.
23. Greluk M, Gac W, Rotko M, Słowik G, Turczyniak-Surdacka S. Co/CeO₂ and Ni/CeO₂ catalysts for ethanol steam reforming: Effect of the cobalt/nickel dispersion on catalysts properties. *J Catal.* 2021;393:159–78.
24. Ji H, Song X, Cheng H, Luo L, Huang J, He C, et al. Biocompatible in situ polymerization of multipurpose polyacrylamide-based hydrogels on skin via silver ion catalyzed. *ACS Appl Mater Interfaces.* 2020;12(28):31079–89.
25. Chen Z-Y, Shao W-Z, Li W-J, Sun X-Y, Zhen L, Li Y. Suppressing the Agglomeration of ZnO Nanoparticles in Air by Doping with Lower Electronegativity Metallic Ions: Implications for Ag/ZnO Electrical Contact Composites. *ACS Appl Nano Mater.* 2022;5(8):10809–17.
- photocatalytic application. *J Adv Mater Process.* 2018;5(4):12–9.
18. WP W, Yang H, Xian T, JL J. XPS and magnetic properties of CoFe₂O₄ nanoparticles synthesized by a polyacrylamide gel route. *Materials Transactions.* 2012;53(9):1586-9.
19. Xian T, Yang H, Di LJ, Chen XF, Dai JF. Polyacrylamide gel synthesis and photocatalytic properties of TiO₂ nanoparticles. *Journal of sol-gel science and technology.* 2013;66(2):324-9.
20. Tahmasebpour M, Babaluo AA, Shafiei S, Pipelzadeh E. Studies on the synthesis of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanopowders by the polyacrylamide gel method. *Powder Technology.* 2009;191(1-2):91-7.
21. Norazlina MS, Shanmugan S, Mutharasu D. Structural analysis of BeO nanoparticles synthesized by polyacrylamide gel route. *Advanced Science Focus.* 2013;1(4):362-6.

