

سنتز و مشخصه‌یابی نانو ساختارهای اسپینل CuAl_2O_4

رضا پورنجف*، مهسا جعفری و سید علی حسن‌زاده تبریزی

باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، اصفهان، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۵/۰۱/۲۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۵/۰۳/۰۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۵/۰۳/۱۵

چکیده

پودر آلومینات مس نانوکریستال با روش ژل پلی اکریل آمید با استفاده از پیش‌ماده‌های نترات آلومینیم و نترات مس سنتز شد. نمونه‌ها با استفاده از پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی با گسیل میدانی، طیف‌سنجی مرئی-فرابنفش، آنالیز حرارتی افتراقی و توزین حرارتی همزمان و طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز مشخصه‌یابی شدند. آلومینات مس متبلور در ابتدا بعد از کلسیناسیون در 500°C مشاهده شد و پیک‌های خالص کریستال اسپینلی CuAl_2O_4 در دمای 700°C به دست آمد. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که نمونه‌ها دارای مورفولوژی لایه‌ای هستند که این لایه‌ها از نانوذرات بهم چسبیده تشکیل شده‌اند. با افزایش دما ساختار لایه‌ها به بخش‌های کوچکتری تبدیل شدند. نتایج نشان داد که دمای کلسیناسیون در رنگ آن تاثیر دارد.

واژه‌های کلیدی: CuAl_2O_4 ، سنتز شیمیایی، ژل پلی اکریل آمید، اسپینل.

۱- مقدمه

و ۶۴ جایگاه چهار وجهی می‌باشد که در این میان فقط ۸ جایگاه چهار وجهی و ۱۶ جایگاه هشت وجهی به ترتیب توسط کاتیون‌های دو ظرفیتی و سه ظرفیتی اشغال می‌شوند [۱،۳].

در میان انواع مختلف اکسیدهای اسپینلی، CuAl_2O_4 خواص کاتالیستی ویژه‌ای از خود نشان می‌دهد [۴]. علاوه بر این پایداری حرارتی بالا، مقاومت مکانیکی عالی، هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، مقاومت سایشی مناسب و سوپر پلاستیسیته در سرعت‌های کرنشی بالا از جمله خواص

اسپینل‌های اکسیدهای فلزات واسطه به خاطر مقاومت حرارتی بالا و خواص الکتریکی، نوری و کاتالیستی در حوزه‌های زیادی کاربرد دارند [۱،۲]. ساختار اسپینلی به دو نوع نرمال و معکوس تقسیم‌بندی می‌شود. ساختار اسپینل دارای فرمول عمومی AB_2O_4 می‌باشد که در آن A نشان‌دهنده کاتیون دو ظرفیتی و B نشان‌دهنده کاتیون سه ظرفیتی می‌باشد. این ساختار دارای ۳۲ جایگاه هشت وجهی

* عهده‌دار مکاتبات: رضا پورنجف

نشانی: اصفهان، نجف‌آباد، بلوار دانشگاه، دانشگاه آزاد اسلامی، باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، صندوق پستی ۸۵۱۳۵-۵۱۷

تلفن: ۰۳۱-۴۲۲۹۱۰۱۶، دورنگار: ۰۳۱-۴۲۲۹۱۰۱۶، پست الکترونیکی: reza_pournajaf@yahoo.com

آلومینات مس را با روش سل-ژل سنتز کردند. از دیگر کارهای انجام گرفته، می توان به پژوهش جعفری [۱۴] اشاره نمود. در این تحقیق نانواسپینل آلومینات کبالت توسط روش ژل پلی اکریل آمید سنتز شد. در تحقیق دیگری حسن زاده و همکارش [۱۵] نانوذرات فورستریت را با روش ژل پلی اکریل آمید سنتز کردند. اما در این میان تاکنون هیچ گونه گزارشی مبنی بر سنتز آلومینات مس با روش ژل پلی اکریل آمید صورت نگرفته است. با توجه به اینکه خواص رنگدانه، از قبیل رنگ، سایز ذرات و میزان آگلومراسیون ذرات ارتباط شدیدی با روش سنتز آن دارد، بررسی تاثیر روش های جدید سنتز بر خواص آن در میان پژوهشگران بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از این رو در این پژوهش هدف سنتز اسپینل نانو ساختار آلومینات مس به روش ژل پلی اکریل آمید می باشد. علاوه بر آن بررسی اثر دما بر ساختار و اندازه کریستال های آن در این روش و بررسی آن به عنوان رنگدانه از موضوعات مورد بحث در این تحقیق می باشد.

۲- فعالیت های تجربی

۲-۱- مواد

در این پژوهش از مواد اولیه شامل نیترات آلومینیم نه آبه $(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ و نیترات مس شش آب $(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ به عنوان نمک اولیه استفاده شد. همچنین از اکریل آمید (AM)، متیلن بیس اکریل آمید (MBAM)، آمونیم پرسولفات (APS) و تترامیل اتیلن دی آمین (TEMED) به ترتیب به عنوان مونومر اصلی، اتصال دهنده عرضی، آغازگر و شتاب دهنده استفاده شده است.

۲-۲- روش کار

ابتدا نیترات های آلومینیم و مس به نسبت ۱:۲ در آب مقطر حل شدند. سپس اکریل آمید و متیلن بیس اکریل آمید به محلول اضافه شدند. محلول در طول عملیات اختلاط توسط همزن مغناطیسی با سرعت یکنواخت هم زده شد. وقتی که

منحصر بفرد این ترکیب می باشد [۴،۵]. از آلومینات مس بدلیل داشتن خواص فوق به عنوان رنگدانه های سرامیکی، کاتالیست ها و پوشش ها در صنایع دفاعی، هوافضا، حمل و نقل، الکترودها، ترمینال های تماسی و بسته بندی الکترونیکی استفاده می شود [۶،۷].

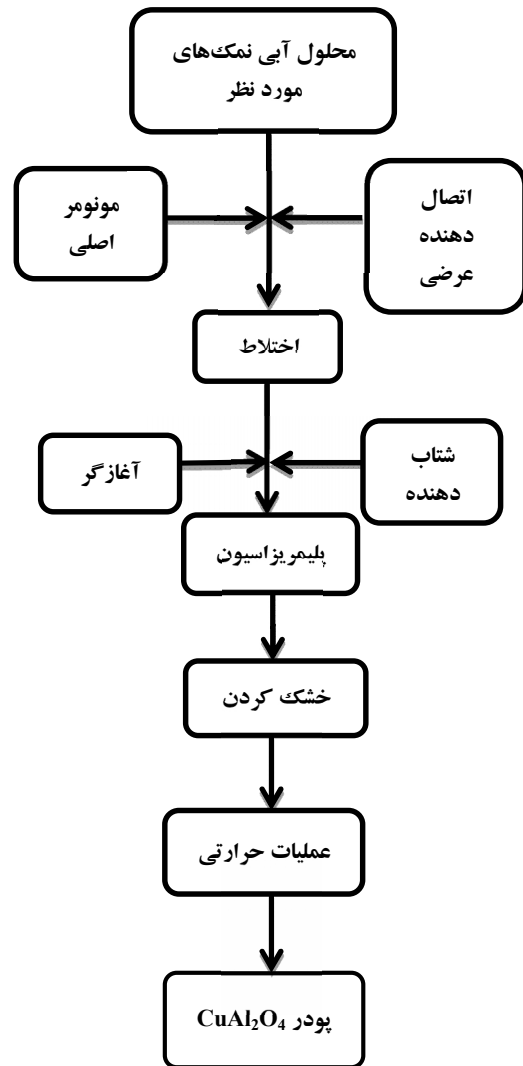
روش معمول برای تهیه آلومینات مس، روش واکنش حالت جامد بین اکسید مس و اکسید آلومینیم می باشد که نیازمند دمای بالا (بالای 1000°C) و زمان طولانی واکنش می باشد [۴،۸]. اما زمان طولانی و دمای بالا می تواند باعث رشد افراطی و نامطلوب دانه ها در حین پروسه سنتز و کیفیت پایین محصول نهایی گردد [۹]. در سال های اخیر، برای اصلاح عیوب این روش، تکنولوژی استفاده از روش های شیمی تر برای تولید آلومینات مس با یکنواختی بالا، دمای کلسیناسیون پایین و با اندازه ذرات ریز و کنترل شده گسترش یافته است. این روش ها شامل روش هایی مانند سل-ژل [۴،۸]، میکرومولسیون [۱۰]، احتراقی [۱۱،۱۲]، هم رسوبی [۱۲] و دیگر روش های شیمیایی [۵] بوده است. در میان این روش ها، روش ژل پلی اکریل آمید به عنوان یک روش ساده، ارزان، سریع و تکرارپذیر، کنترل مناسبی بر رشد و اندازه ذرات دارد و باعث کاهش آگلومراسیون ذرات می شود. در این روش عناصر در مقیاس اتمی باهم مخلوط شده و محلول یکسان و هموزنی از عناصر موجود ایجاد می شود که باعث یکنواختی محصول نهایی خواهد شد. علاوه بر این در طول فرآیند سنتز به روش پلی اکریل آمید بدلیل حل شدن و به دام افتادن یون های فلزی در شبکه پلیمری امکان تجمع و بهم چسبیدگی پودرهای سرامیکی هسته زایی شده، در طول مرحله عملیات حرارتی کاهش یافته و پودرهایی با اندازه های ریز نانومتری با تجمعات کم ایجاد می شود [۱۳،۱۴].

در سال های اخیر اسپینل های مختلفی با روش های شیمی تر سنتز شده اند. بوانسواری و همکاران [۱۱] اسپینل های آلومینات مس و آلومینات روی را با روش احتراقی سنتز کرده اند. در کار دیگری میندورا و همکارانش [۵] اسپینل

اندازه کریستال‌ها استفاده شد.

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

در این رابطه D اندازه کریستال‌ها، λ طول موج، θ زاویه پراش، β پهناى پیک در نصف شدت ماکزیمم می‌باشد. برای اندازه‌گیری اندازه کریستال‌های آلومینات مس از پیک صفحات (۳۱۱) و برای اکسید مس از پیک صفحات (۱۱۱) استفاده شد. برای بررسی مورفولوژی ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی با گسیل میدانی (FE-SEM) استفاده شد. آنالیز حرارتی همزمان DTA-TG تا درجه حرارت 1000°C و با استفاده از دستگاه STA1640 انجام شد. به این منظور 10 mg از ژل با نرخ حرارتی $10^\circ\text{C}/\text{min}$ و تا دمای 1000°C حرارت‌دهی شد. اثر دمای اعمالی بر نوع و ماهیت پیوندها در ژل و پودر کلسینه شده به وسیله آنالیز طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) مدل JASCO6300 بررسی شد. برای بررسی اثر دما بر رنگ پودر روی نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف، آزمون طیف‌سنجی مرئی-فرابنفش انجام شد. بنابراین از دستگاه طیف‌سنجی UV-Vis جامد، مدل JASCO V-607 استفاده شد.



شکل ۱: شماتیک روش تهیه پودر.

محلول مورد نظر شفاف شد، آمونیم پرسولفات و تترا متیل اتیلن دی آمین اضافه شدند. از این مرحله به بعد فرآیند ژل شدن آغاز گردید که این کار روی هیتربا دمای 30°C انجام شد. پس از چند دقیقه ژلی کاملاً شفاف به دست آمد. پس از این مرحله، ژل تشکیل شده در دمای 100°C خشک و سپس در کوره در دماهای مختلف سنتز شد. روند کلی تولید نانوپودر CuAl_2O_4 به روش ژل پلی اکریل آمید را می‌توان در شکل ۱ دید.

جهت تشخیص فازهای مختلف از آنالیز تفرق اشعه ایکس (XRD) و دستگاه Philips Xpert با $\text{CuK}\alpha=1.45060\text{ \AA}$ استفاده شد. همچنین از روش شرر (در رابطه ۱) جهت تعیین

۳- نتایج و بحث

۳-۱- آنالیز حرارتی همزمان

نمودار DTA-TG آنالیز حرارتی از نمونه به دست آمده به روش ژل پلی اکریل آمید در شکل ۲ نشان داده شده است. نمودار DTA دو پیک گرمازا را در دماهای 240°C و 460°C را نشان می‌دهد. با توجه به این واقعیت که حذف قسمت‌های آلی ژل از طریق واکنش اکسیداسیون، واکنشی گرمازا است، بنابراین حضور این دو پیک به اکسیداسیون باقی‌مانده‌های مواد آلی شبکه نسبت داده می‌شود که تا دمای 600°C در حضور اکسیژن هوا کامل می‌گردد.

۶۰۰ °C نیز پیک‌های هر دو فاز وجود دارند اما نسبت به دمای قبلی پیک‌های فاز اسپینلی بزرگتر شده و شدت پیک‌های اکسید مس کاهش یافته است. در الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه عملیات حرارتی شده در ۷۰۰ °C مشاهده شد که پیک‌های آلومینات مس قوی‌تر شده و شدت پیک اکسید مس کاهش یافته است که می‌توان گفت در این دما فاز واکنش نکرده اکسید مس به طور تدریجی به فاز اسپینلی پیوسته و کم‌کم شدت آن کاهش یافته و در سوی مقابل به شدت فاز اسپینلی افزوده شده است.

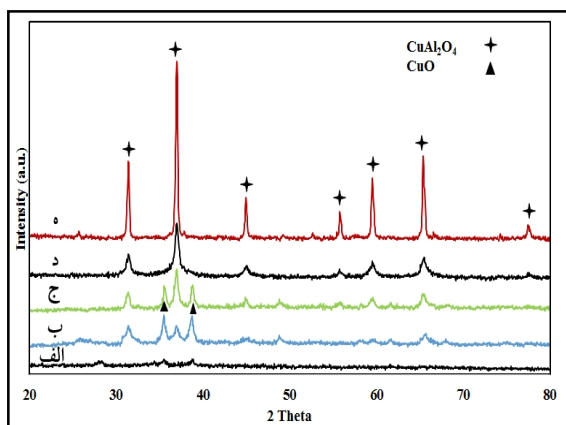
برای نمونه آنیل شده در دمای ۹۰۰ °C مشاهده می‌شود که در این دما فقط پیک‌های فاز اسپینلی آلومینات مس خالص در زوایای ۳۱/۱۸، ۳۸/۹۱، ۴۴/۹۰، ۵۵/۷۳، ۵۹/۴۴ و ۶۵/۴۵ حضور دارند [۱۷]، که بدین معناست که فاز اکسید مس با نفوذ اتم‌های مس به داخل فاز اسپینلی باعث رشد بیشتر فاز آلومینات مس با ساختار مکعبی اسپینلی شده است. کومار و همکاران [۱۷]، یان یان و همکارانش [۱۸] و همچنین صلواتی نیاسری و همکارانش [۱۹] به ترتیب نانو کریستال‌های آلومینات مس را به روش‌های سل-ژل و سل-ژل اصلاح شده سنتز کردند. بر طبق الگوهای پراش پرتو ایکس گزارش شده در تحقیقات آنها، در دمای ۹۰۰ °C به فاز اسپینلی آلومینات مس خالص دست یافتند. نتایج آنها حاکی از این بود که تنها در دماهای بالا فاز اسپینلی

نمودار TG، کاهش وزن کلی پودر تا دمای ۸۰۰ °C را حدود ۸۰٪ گزارش می‌دهد که این کاهش وزن در دو مرحله انجام شده است. اولین مرحله کاهش وزن حدود ۲۲٪ است که در محدوده دمایی ۳۰۰-۱۱۰ °C اتفاق افتاده است. دومین مرحله در محدوده دمایی ۵۵۰-۳۰۰ °C و در حدود ۵۸٪ می‌باشد.

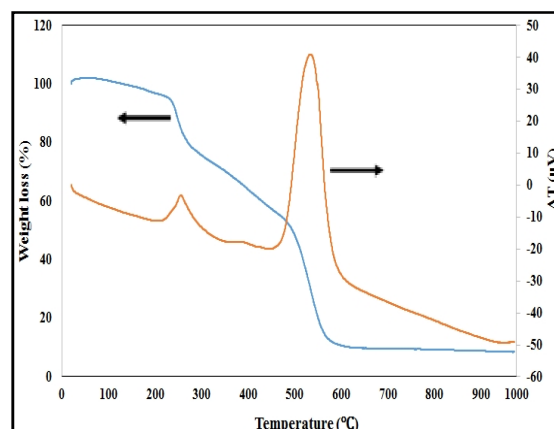
اولین کاهش وزن را می‌توان به تجزیه زنجیره‌های جانبی پلی‌اکریل آمید نسبت داد [۱۵]. دومین کاهش وزن گرمای در دمای ۴۳۴ °C رخ داده که بدلیل تجزیه زنجیره‌های داخلی و مستحکم پلی‌اکریل آمید و خروج نیترات‌ها در داخل ساختار بوده است [۱۶]. از دمای ۵۵۱ °C به بعد هیچ کاهش وزنی صورت نگرفته است که بدلیل از بین رفتن کامل مواد آلی در داخل ترکیب می‌باشد.

۳-۲- نتایج پراش پرتو ایکس

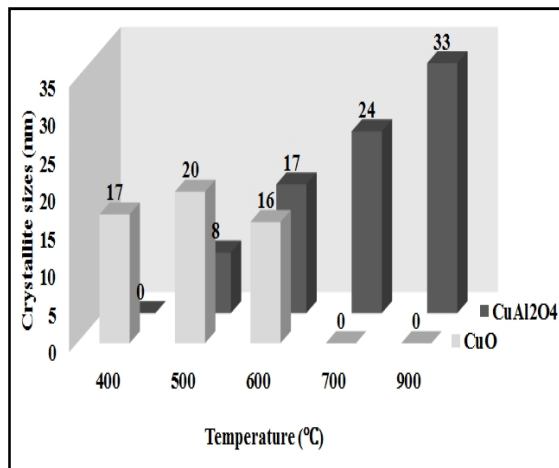
شکل ۳ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های کلسینه شده در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. ژل عملیات حرارتی شده در دمای ۴۰۰ °C پیک‌های ضعیفی از ساختار مونوکلینیک فاز اکسید مس (CuO) را نشان می‌دهد (JCPDS 45-0937). با افزایش دما به ۵۰۰ °C پیک‌های اکسید مس با شدت بیشتری نمایان شده‌اند. اما در این دما پیک‌های دیگری نیز نمایان شده‌اند که نشان‌دهنده فاز اسپینلی $CuAl_2O_4$ هستند (JCPDS 01-1153). در دمای



شکل ۳: الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های کلسینه شده در دماهای (الف) ۴۰۰، (ب) ۵۰۰، (ج) ۶۰۰، (د) ۷۰۰ و (ه) ۹۰۰ °C.



شکل ۲: آنالیز حرارتی همزمان از ژل به دست آمده به روش ژل پلی‌اکریل آمید با نرخ حرارتی ۱۰ °C/min.



شکل ۴: اندازه کریستال‌های اندازه‌گیری شده توسط رابطه شرر در دماهای مختلف کلسیناسیون.

ساختاری را ایجاد نموده‌اند [۱۳]. در دیگر روش‌های استفاده شده برای سنتز اسپینل آلومینات مس، ذرات به صورت توده درآمده‌اند. برای مثال صلواتی نیاسری و همکارانش [۱۹] اسپینل آلومینات مس را با روش سل-ژل اصلاح شده در دمای ۸۰۰ °C تولید کردند ولی ذرات سنتز شده، با ساختار توده‌ای و به صورت آگلومره به دست آمده بود. همچنین میندورا و همکارانش [۵] در سال ۲۰۱۵ پودر آلومینات مس را در دمای ۹۰۰ °C و به روش شیمیایی سنتز کرده که مورفولوژی ذرات آنها به صورت بهم چسبیده و آگلومره با اندازه میکرو بوده است.

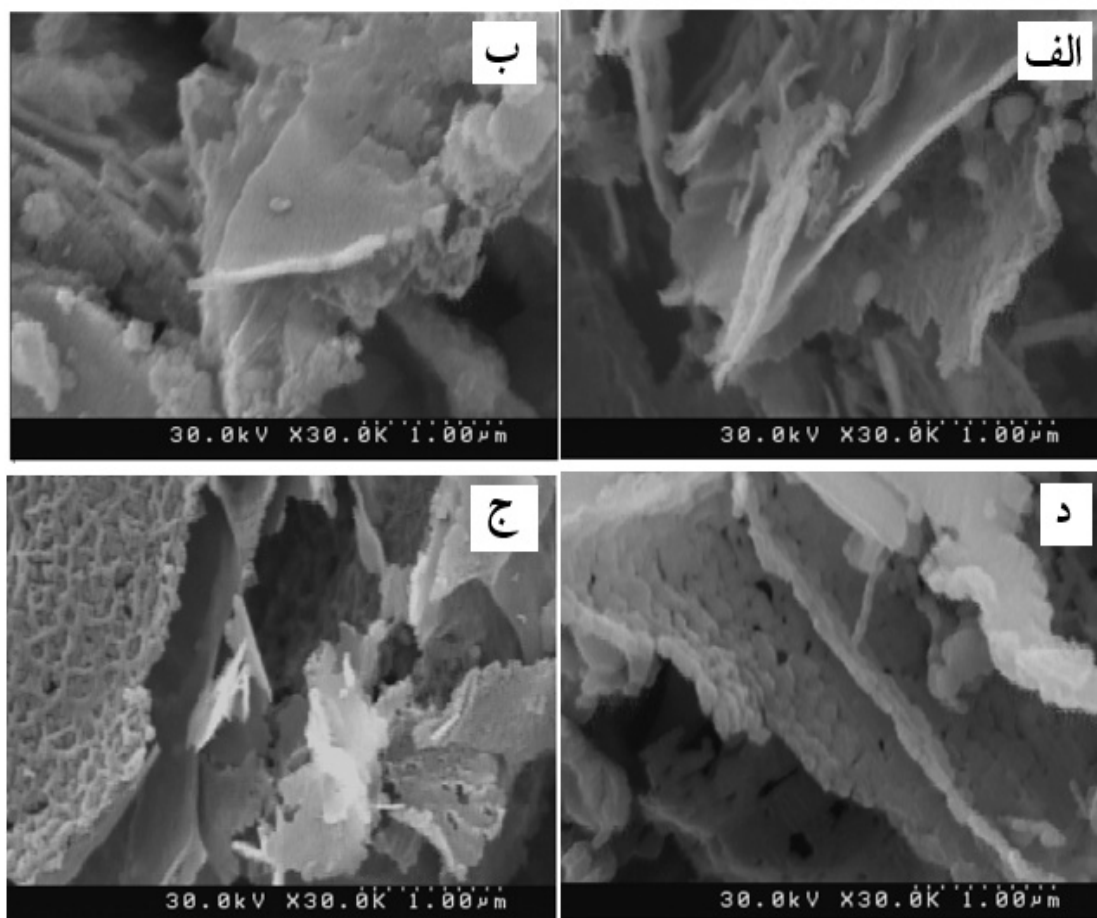
با توجه به تصاویر مشاهده می‌شود که در دماهای پایین ذرات ریزتر بوده و دارای تراکم بیشتری است و بین ذرات فاصله‌ای وجود ندارد. با افزایش دما تخلخلی بین ذرات به وجود آمده است. ضخامت لایه‌ها توسط نرم‌افزار تحلیل تصاویر دیجیمایزر برای نمونه‌ها ۷۰، ۹۰، ۹۵ و ۱۱۰ nm به دست آمد. همانطور که در شکل مشخص است، در دمای ۶۰۰ °C در یک لایه تخلخل زیادی بین ذرات ایجاد شده و با افزایش دما تا ۷۰۰ °C تخلخل بین ذرات در تمام لایه‌ها به وجود آمده است. می‌توان ایجاد تخلخل و فاصله بین ذرات را ناشی از خارج شدن کربن و تجزیه مواد فرار باقی‌مانده نیز تنش قابل توجه ناشی از فشار مواد فرار دانست [۱۴].

خالص به وجود می‌آید و در دماهای پایین این فاز با فاز اکسید مس همراه است.

اندازه کریستال‌ها توسط رابطه شرر اندازه‌گیری شد که تغییرات اندازه کریستال‌ها با افزایش دما در شکل ۴ نشان داده شده است. همانطور که از شکل مشخص است اندازه کریستال‌های CuO با افزایش دما به ۵۰۰ °C ابتدا افزایش یافته و سپس با افزایش دما به ۶۰۰ °C اندازه کریستال‌های آن رو به کاهش می‌رود. دلیل این پدیده را چنین می‌توان توضیح داد که در دماهای پایین ابتدا فاز اکسید مس تشکیل شده و سپس با افزایش دما کریستال‌های آن رشد کرده، اما بعد از آن با نفوذ اتم‌های آن به فاز اسپینلی و رشد فاز آلومینات مس به تدریج اندازه کریستال‌های اکسید مس کاهش یافته تا در نهایت در حدود دمای ۷۰۰ °C تمامی اتم‌های آن به فاز اسپینلی پیوسته و فاز اکسید مس به طور کلی به فاز آلومینات مس تبدیل می‌شود. در سوی دیگر در دمای پایین، فاز آلومینات مس مشاهده نمی‌شود. با افزایش دما به ۵۰۰ °C کریستال‌های آلومینات مس شروع به رشد کرده و بعد از آن با افزایش دما کریستال‌ها، با نفوذ اتم‌های فاز اکسید مس و تبدیل آن به آلومینات مس، رشد کرده است. سپس در دمای ۷۰۰ °C فاز اکسید مس به طور کلی به فاز اسپینلی نفوذ کرده و باعث رشد آن می‌شود.

۳-۳- بررسی مورفولوژی ذرات

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی را از پودرهای عملیات حرارتی شده در درجه حرارت‌های مختلف را نشان می‌دهد. همانطور که در تصاویر دیده می‌شود در همه نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای مختلف بیشتر فازهای تشکیل شده دارای مورفولوژی ورقه‌ای هستند. ایجاد ساختار ورقه‌ای می‌تواند بدلیل استفاده از این روش سنتز و تشکیل شبکه پلیمری اکریل آمید باشد. در این روش یک شبکه پلیمری تشکیل می‌شود. این شبکه بهم پیوسته می‌تواند کاتیون‌های فلزی را در جایگاه‌های منظمی به دام بیاورد. ذرات با اتصال به یکدیگر در جهت‌های مشخص چنین



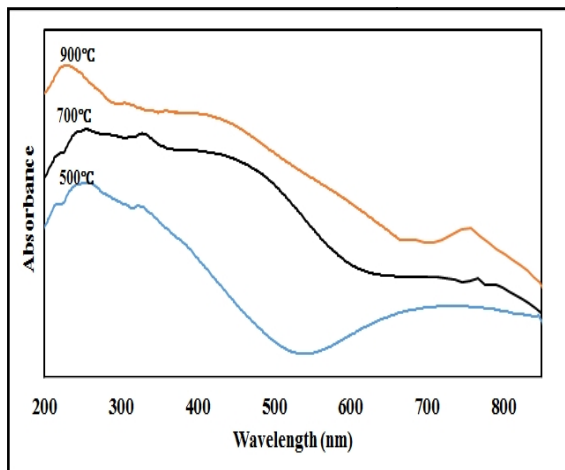
شکل ۵: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی را از پودرهای عملیات حرارتی شده در، الف) ۵۰۰، ب) ۶۰۰، ج) ۷۰۰ و د) ۹۰۰ °C.

قبلی صورت گرفته در این مورد [۲۰] مطابقت می‌کند. در پژوهش میندرا و همکارانش [۵] نیز پیک پهنی در محدوده طول موج ۸۵۰-۶۰۰ nm دیده می‌شود. نمونه‌های کلسینه شده در دمای ۵۰۰ °C، رنگ خاکستری و ۷۰۰ °C، رنگ قهوه‌ای تیره و نمونه کلسینه شده در ۹۰۰ °C رنگ قهوه‌ای روشن را نشان می‌دهند. ایجاد رنگ قهوه‌ای در نمونه‌ها، تبلور کامل فاز اسپینل را تایید می‌کند و این نتیجه با داده‌های XRD مطابقت می‌کند. ایجاد رنگ بدلیل انتقال الکترون $3d^9$ یون‌های Cu^{2+} در محل‌های تتراهدرال می‌باشد [۶]. این تغییر رنگ می‌تواند بدلیل مرتب‌سازی سطح انرژی اوربیتال‌های d اتفاق بیافتد [۲۱]. همانطور که در شکل نیز مشاهده می‌شود، با افزایش دما از ۷۰۰ به ۹۰۰ °C، شدت پیک در محدوده طول موج ۸۰۰-۷۰۰ nm افزایش می‌یابد

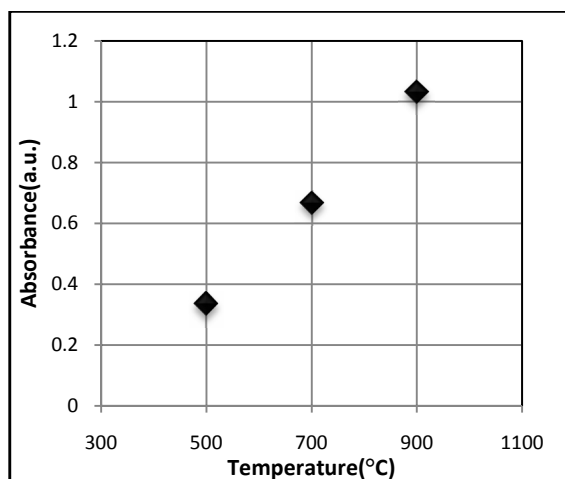
همچنین با افزایش دما افزایش ضخامت لایه‌ها و اندازه ذرات را شاهد هستیم.

۳-۴- بررسی اثر دما بر رنگ پودر

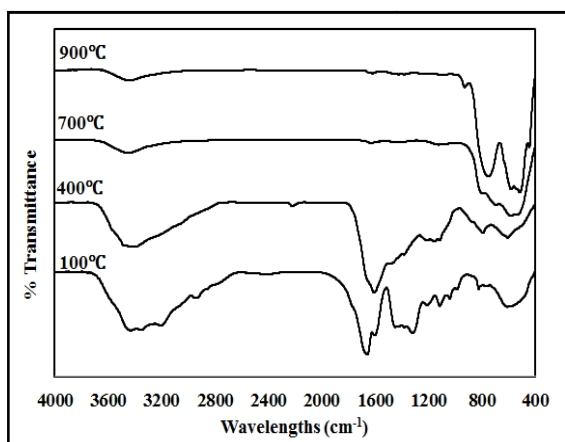
برای هر رنگدانه، رنگ و خواص رنگی از مهمترین ویژگی‌هایی است که باید بررسی شود. معمولاً بررسی رنگدانه بر اساس کاتیون فلزی و انتقال الکترون است که بر رنگ آنها تاثیر می‌گذارد. نه فقط الکترون، بلکه اندازه دانه نمونه‌ها نیز می‌تواند بر رنگ رنگدانه‌ها تاثیر گذار باشد. شکل ۶ طیف UV-Vis در محدوده طول موج ۹۰۰-۲۰۰ nm از رنگدانه‌های کلسینه شده در دماهای ۵۰۰، ۷۰۰ و ۹۰۰ °C می‌باشد. مطابق شکل، پیک پهنی در طول موج ۷۶۰ nm مشاهده می‌شود، که این نتیجه با تحقیقات



شکل ۶: طیف UV-VIS در محدوده طول موج ۲۰۰ تا ۹۰۰ nm از رنگدانه‌های کلسینه شده در دماهای مختلف.



شکل ۷: جذب نمونه‌ها با دماهای مختلف کلسینه در محدوده طول موج ۷۶۰ nm.



شکل ۸: آنالیز FTIR رسوب‌های عملیات حرارتی شده در دماهای مختلف.

که تغییر رنگ رنگدانه از قهوه‌ای تیره به قهوه‌ای روشن را نیز به دنبال دارد. پیک موجود در طول موج ۷۶۰ nm در نمونه‌های ۷۰۰ °C و ۹۰۰ °C، مربوط به تغییر ساختار یون Cu^{2+} می‌باشد [۲۱].

شکل ۷ جذب نمونه‌ها با دماهای مختلف کلسینه در محدوده طول موج ۷۶۰ nm را نشان می‌دهد. می‌توان مشاهده کرد که با افزایش دمای کلسینه، جذب نمونه‌ها افزایش یافته است. طبق نمودار، نمونه کلسینه شده در ۹۰۰ °C بیشترین جذب را نشان می‌دهد. همانطور که گفته شد، تغییر جذب رنگدانه قهوه‌ای می‌تواند در اثر تغییر ساختار یون Cu^{2+} باشد. در دمای ۵۰۰ °C فاز واکنش نکرده اکسید مس به همراه ساختار CuAl_2O_4 وجود دارد. ولی با افزایش دما، فاز اکسید مس وارد ساختار اسپینلی شده و باعث رشد بیشتر فاز آلومینات مس می‌شود. در نهایت این امر، تغییر جذب رنگدانه قهوه‌ای را به همراه دارد.

۳-۵- آنالیز طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز

برای بررسی دقیق‌تر تاثیر دما بر ایجاد و نوع ساختار رنگدانه، طیف FTIR نیز از ژل خشک شده و نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف، گرفته شده است (شکل ۸). محدوده طول موج $450-700 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های Cu-O-Al و Al-O ، Cu-O می‌باشد [۱۹]. باند جذب 1079 cm^{-1} به گروه CH-OH مربوط می‌باشد [۱۰]. باندهای ضعیفی در $1100-1650$ و $3000-3500$ دیده می‌شود که احتمالاً بدلیل این است که طیف به موقع گرفته نشده و جذب H_2O و CO_2 از اتمسفر محیط رخ داده که سبب ایجاد این باندها شده است [۱۵]. مطابق شکل‌ها، با حرارت دادن شبکه از دمای ۴۰۰ °C تا ۷۰۰ °C پیک مربوط به پیوندهای آلی (طول موج $3430-1000 \text{ cm}^{-1}$) از بین می‌رود که این با نتایج حاصل از تصاویر XRD داده‌های DTA-TG مطابقت می‌کند و خارج شدن کربن موجود در شبکه پلیمری را با افزایش دما نشان می‌دهد. باندهای جذب در طول موج $450-700 \text{ cm}^{-1}$ که مربوط به

توسط باشگاه پژوهشگران و نخبگان جوان دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد تامین شده است. بدینوسیله نویسندگان مراتب تقدیر و تشکر خود را از حمایت‌های آن نهاد اعلام می‌دارند.

پیوندهای فلز- اکسیژن است [۱۴، ۱۹]، نیز ظاهر شده و شدت آنها افزایش می‌یابد. این نتیجه نیز ایجاد ساختار کامل CuAl_2O_4 را تایید می‌کند.

۴- نتیجه‌گیری

مهمترین نتایج این پژوهش در چند مورد قابل ذکر است:

- در این پژوهش نانوپودر اسپینلی آلومینات مس با روش ژل پلی اکریل آمید با استفاده از پیش ماده‌های نیترات مس و نیترات آلومینیم با موفقیت سنتز شد.
- اندازه کریستال‌های آلومینات مس با افزایش دمای کلسیناسیون افزایش یافت.
- نتایج نشان داد که پودرها دارای ابعاد نانومتری بودند.
- نتایج پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در دماهای مختلف نشان داد در حدود دمای 700°C تمامی اتم‌های آن به فاز اسپینلی پیوسته و مابقی فازهای موجود به طور کلی به فاز آلومینات مس تبدیل می‌شود.
- با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تمامی نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای مختلف دارای مورفولوژی ورقه‌ای بودند، که این ورقه‌ها خود از ذرات به هم پیوسته تشکیل شده‌اند.
- روش پلی اکریل آمید روشی کارآمد برای سنتز نانوذرات اسپینلی مس در دماهای پایین تر نسبت به دیگر روش‌ها شناخته شد.

سپاسگزاری

این مقاله نتیجه طرح تحقیقاتی بوده که تمامی هزینه‌های آن

مراجع

- [1] S. Salem, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **20**, 2014, 818.
- [2] C. Ragupathi, J.J. Vijaya, L.J. Kennedy, M. Bououdina, *Ceramics International*, **40**, 2014, 13067.
- [3] R.K. Sharma, *Ceramics International*, **40**, 2014, 3209.
- [4] B.K. Kwak, D.S. Park, Y.S. Yun, J. Yi, *Catalysis Communications*, **24**, 2012, 90.
- [5] I. Mindru, D. Gingasu, L. Patron, G. Marinescu, J.M. Calderon-Moreno, S. Preda, O. Oprea, S. Nita, *Ceramics International*, **42**, 2016, 154.
- [6] C.H. Marques, A. Mesquita, V.D. Araujo, M.I.B. Bernardi, *Materials Research*, **16**, 2013, 100.
- [7] C. Ragupathi, J. Judith Vijaya, R. Thinesh Kumar, L.J. Kennedy, *Journal of Molecular Structure*, **1079**, 2015, 182.
- [8] N. Bayal, P. Jeevanandam, *Journal of Alloys and Compounds*, **516**, 2012, 27.
- [9] W. Lv, Z. Luo, H. Yang, B. Liu, W. Weng, J. Liu, *Ultrasonics Sonochemistry*, **17**, 2010, 344.
- [10] J. Chandradass, K.H. Kim, *Journal of Ceramic Processing Research*, **11**, 2010, 150.
- [11] G. Buvanewari, V. Aswathy, R. Rajakumari, *Dyes and Pigments*, **123**, 2015, 413.
- [12] E.M.M. Ewais, D.H.A. Besisa, A.A.M. El-Amir, S.M. El-Sheikh, D.E. Rayan, *Journal of Alloys and Compounds*, **649**, 2015, 159.
- [13] M. Jafari, S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, M. Ghashang, R. Pournajaf, *Ceramics International*, **40**, 2014, 11877.
- [14] M. Jafari, S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, *Powder Technology*, **266**, 2014, 236.
- [15] S.A. Hassanzadeh-Tabrizi, E. Taheri-Nassaj, *Ceramics International*, **39**, 2013, 6313.
- [16] S. Wu, Y. Liu, L. He, *Materials Letters*, **58**, 2004, 2772.
- [17] R.T. Kumar, P. Suresh, N.C.S. Selvam, L.J. Kennedy, J.J. Vijaya, *Journal of Alloys and Compounds*, **522**, 2012, 39.
- [18] J. Yanyan, L. Jinggang, S. Xiaotao, N. Guiling, W. Chengyu, G. Xiumei, *Journal of Sol-gel Science and Technology*, **42**, 2007, 41.
- [19] M. Salavati-Niasari, F. Davar, M. Farhadi, *Journal of Sol-gel Science and Technology*, **51**, 2009, 48.
- [20] N.K. Mukhopadhyay, T.P. Yadav, R.S. Tiwari, O.N. Srivastava, *Zeitschrift fuer Kristallographie*, **223**, 2008, 716.
- [21] T. James, M. Padmanabhan, K.G.K. Warriar, S. Sugunan, *Materials Chemistry and Physics*, **103**, 2007, 248.