



## بررسی ویژگی مغناطیسی، مکانیکی و دیر سوزی نانوچندسازه‌های پلی استایرن/فریت کبالت

کامبیز هدایتی\*

گروه علوم پایه، دانشگاه صنعتی اراک، اراک، استان مرکزی

**چکیده:** در این پژوهش نانوچندسازه‌های پلی استایرن/ فریت کبالت به روش سل-ژل خود احتراقی سنتز شد. برای سنتز سبزی نانوذرات از آب طبیعی کیوی استفاده می‌شود. پس از سنتز نانوچندسازه پلی‌استایرن/ فریت کبالت ویژگی مغناطیسی آن‌ها با مغناطومتر نمونه مرتعش (VSM) بررسی می‌شود. ویژگی مکانیکی نانوچندسازه با مطالعه نمودار تنش- کرنش مشخص می‌شود. همچنین، ریخت شناسی نانوچندسازه‌ها و نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس (MAP) با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) انجام می‌شود. ساختار بلوری نانوچندسازه‌ها به وسیله پراش پرتو ایکس (XRD) مورد بررسی قرار گرفت. خلوص نانوچندسازه‌ها به وسیله طیف‌سنج فرو سرخ تبدیل فوریه (FTIR) بررسی شد. برای بررسی ویژگی دیرسوزی نانوچندسازه‌های یسپاری/ مغناطیسی از تست UL-94 استفاده شد. در نهایت، ویژگی مغناطیسی این نانوچندسازه با بررسی نمودار تنش- کرنش آن مورد بررسی قرار گرفت.

**واژگان کلیدی:** نانوکامپوزیت، سنتز سبزی، خواص مغناطیسی، خواص دیرسوزی

[k-hedayati@arakut.ac.ir](mailto:k-hedayati@arakut.ac.ir)

با اتم‌های اکسیژن پر می‌شود. همچنین، اتم‌های کبالت در جایگاه هشت وجهی در مرکز هشت وجهی و اتم اکسیژن در رأس‌های هشت وجهی قرار می‌گیرد و یون‌های آهن به صورت برابر بین جایگاه‌های چهار وجهی و هشت وجهی تقسیم می‌شوند [۲]. فریت کبالت در حسگرهای گازی، ضبط مغناطیسی، دارورسانی و درمان سرطان و دیگر کاربردهای مغناطیسی مورد استفاده قرار می‌گیرد [۳-۴]. امروزه استفاده از سنتز سبزی یکی از روش‌های تولید نانو ساختارهای دوستدار محیط زیست است. استفاده از آب طبیعی میوه‌ها به عنوان عوامل مهار کننده یکی از روش‌های سنتز سبزی و اقتصادی برای تولید نانو مواد است [۵-۶].

### ۱- مقدمه

نانوفناوری یک علم مفید برای طراحی ویژگی مواد با تغییر اندازه ذرات است که کاربردهای فراوانی در علوم و صنایع متفاوت دارد. نانوچندسازه‌ها به عنوان ترکیبی از مواد که یک جزء آن دارای ابعاد نانومتری است به عنوان یک شاخه اصلی از نانوفناوری مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱]. فریت کبالت ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) دارای ساختار مکعبی از نوع اسپینلی معکوس است. این ساختار از یک جایگاه چهار و یک جایگاه هشت وجهی تشکیل شده است. در هر یک از جایگاه‌های چهار وجهی یک یون در مرکز چهار وجهی قرار دارد و گوشه‌های آن

ساختار بلوری نانوساختارها با پراش پرتو ایکس با فیلتر نیکل و تابش  $Cu-K\alpha$  توسط دستگاه مارک Philips مدل PW3040 بررسی شد. ریخت‌شناسی نانوساختارها و نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مدل MIRA3TESCAN-XUM مورد بررسی قرار گرفت. پیوندهای مواد و خلوص آنها به وسیله طیف‌سنج فرسرخ تبدیل فوریه در گستره طول موج  $400\text{ cm}^{-1}$  الی  $4000$  با طیف‌سنج Bruker مطالعه شد. ویژگی مغناطیسی نانوذرات توسط مغناطومتر نمونه مرتعش ساخت شرکت مغناطیس کویر کاشان بررسی شد. ویژگی دیرسوزی چندسازه‌ها با تست UL-94 بررسی شد. در نهایت، بررسی ویژگی مکانیکی نانوپندسازه‌ها به وسیله تست کشش با دستگاه Zwick Roel Pro Line Z010 انجام شد.

## ۲-۲- سنتز نانوذرات فریت کبالت

مقدار  $g\ 1/6$  آهن نیترات و  $g\ 0/5$  کبالت نیترات در  $ml\ 10$  آب میوه خالص کیوی حل می‌شود. سپس، به صورت تدریجی آمونیاک  $10$  مولار به محلول افزوده می‌شود تا pH محلول به  $10$  برسد. در مرحله بعدی محلول حاصل آرام آرام گرم شده تا به دمای  $150^\circ C$  برسد و محلول به ژل تبدیل شود. پس از آن دمای ژل را تا  $250^\circ C$  افزایش می‌دهیم و پس از مدتی ژل حاصل ناگهان دچار خوداحتراقی شده و از آن دود و آتش بلند می‌شود و نانوذرات فریت کبالت حاصل می‌شود.

## ۲-۳- سنتز نانوپندسازه پلی استایرن/فریت کبالت

مقدار  $g\ 5$  پلی استایرن را داخل  $ml\ 30$  کلروفرم حل کرده و سپس، مقدار  $g\ 1$  از نانوذرات فریت کبالت سنتز شده در مرحله پیش به محلول بسپاری افزوده می‌شود. محلول حاصل به مدت  $5$  ساعت هم‌زده می‌شود. پس از آن محلول نهایی در قالب‌های آلومینیومی که دارای استاندارد تست UL-94 و تست کشش هستند، ریخته می‌شود و به مدت  $10$  ساعت در آون خلاء قرار می‌گیرد تا کامل خشک شود.

استفاده از سنتز نانوذرات به روش سل-ژل خوداحتراقی یکی از روش‌های ساده و کم هزینه است. این روش محصولاتی هم-اندازه و خالص تولید کرده و احتیاج به دمای بالا و یا جو خنثی ندارد [۷].

پلی استایرن به عنوان یک بسپار بسیار شفاف و با استحکام کششی بالا یک بسپار کاربردی برای استفاده در پوشش‌های ابزارهای الکتریکی است [۸]. اکثر بسپارها دارای ویژگی دیرسوزی بسیار پایینی هستند. اما افزودن نانوذرات مغناطیسی به بسپارها می‌تواند آنها را به شدت در مقابل آتش مقاوم کند.

وجود نانوذرات در بین زنجیره‌های بسپاری باعث می‌شود پس از سوختن درصدی از بسپار آلی ماده معدنی بر سطح باقی بماند و مانند سدی مغناطیسی باعث دیرسوز شدن بسپار شود زیرا از یک طرف مانع رسیدن شعله و اکسیژن به بسپار و از طرف دیگر مانع تبخیر اجزاء سوختنی می‌شود. هنگامیکه یک لایه بسپاری در مجاورت شعله قرار می‌گیرد بسپار شروع به ذوب شدن و چکه کردن می‌کند، وقتی بسپار حاوی نانوذرات مغناطیسی است این نانوذرات پس از ذوب شدن بسپار با توجه به ویژگی مغناطیسی خود به یکدیگر می‌چسبند و یک لایه زغالی متراکم را ایجاد می‌کنند که باعث بهبود ویژگی دیرسوزی بسپارها می‌شود. افزودن نانوذراتی مانند  $SiO_2$  به علت نفوذ در شبکه بسپاری و ایجاد لایه زغالی پس از سوختن بسپار، باعث دیرسوز شدن بسپار می‌شود اما استفاده از نانوذرات مغناطیسی به علت آنکه لایه زغالی متراکم-تری ایجاد می‌کند، ویژگی دیرسوزی را نسبت به نانوذرات غیرمغناطیسی بهبود بیشتری می‌بخشد [۹].

## ۲- بخش تجربی

### ۲-۱- مواد و آنالیزها

برای سنتز نانوپندسازه‌های پلی استایرن/فریت کبالت از مواد ذیل استفاده می‌شود. آهن نیترات  $9$  آبه  $(Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O)$ ، کبالت نیترات  $6$  آبه  $(Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O)$ ، آمونیاک  $(NH_3)$ ، پلی استایرن (MW:350000) و کلروفرم، که همه مواد ساخت شرکت مرک و دارای خلوص بسیار بالا هستند.

## ۳- نتایج و بحث

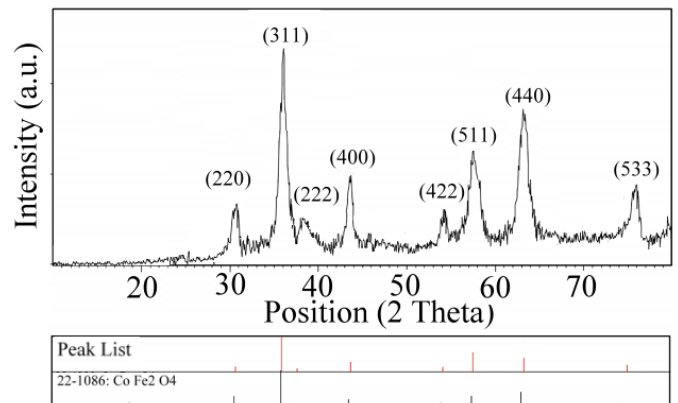
### ۳-۱- پراش پرتو ایکس

ساختار بلوری و اندازه بلورکها برای نانوذرات فریت کبالت با پراش پرتو ایکس بررسی می‌شود. نقش پراش پرتو ایکس نانوذرات فریت کبالت در شکل ۱ نشان داده شده است. نقش پراش حاصل دارای ساختار مکعبی خالص و دارای گروه فضایی  $Fd\bar{3}m$  است و با کارت استاندارد JCPDS شماره ۱۰۸۶-۲۲ تطابق کامل دارد. همچنین، اندازه بلورک‌های این نانوذرات با استفاده از رابطه دبی-شرر محاسبه می‌شود [۱۰].

(۱)

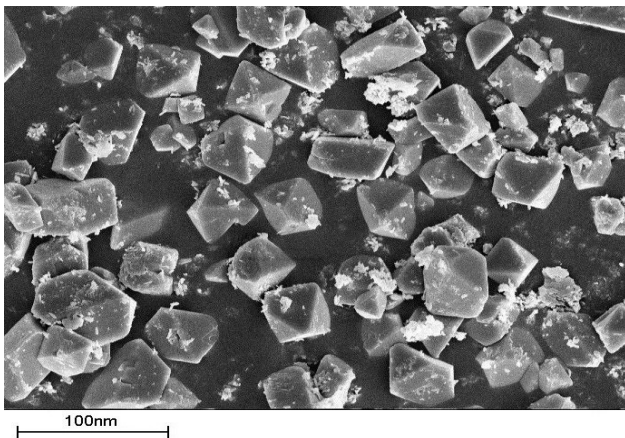
$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

که در آن  $D$  اندازه متوسط بلورک‌ها،  $\lambda$  طول موج پرتو ایکس و برابر  $1.54 \text{ \AA}$ ، زاویه پیک و  $\beta$  پهنای پیک در نصف ارتفاع آن است. با استفاده از این رابطه اندازه بلورک‌ها برای نانوذرات فریت کبالت  $45 \text{ nm}$  محاسبه شد.

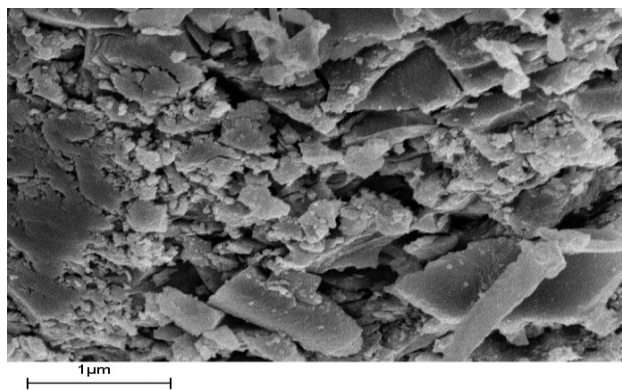


شکل ۱: نقش پراش پرتو ایکس نانوذرات فریت کبالت.

شکل مشخص است که نانوذرات دارای اشکال مکعبی بوده و دارای ابعاد کوچکتر از  $100 \text{ nm}$  هستند. همچنین تصویر FESEM نانوذرات پلی استایرن/ فریت کبالت در شکل ۳ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود لایه‌های چندسازه تشکیل شده و نانوذرات فریت کبالت به صورت کامل داخل ماتریس بسپاری قرار گرفته‌اند.



شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نانوذرات فریت کبالت.



شکل ۳: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نانوذرات پلی استایرن/ فریت کبالت.

### ۳-۳- نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس

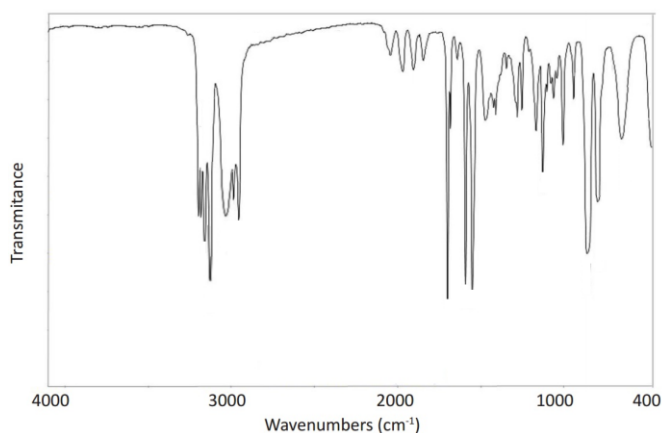
نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس برای نانوذرات پلی استایرن/ فریت کبالت در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل مشخص است، تمامی عناصر آهن (رنگ قرمز)، کبالت (رنگ صورتی) و اکسیژن (رنگ خاکستری) مربوط به فریت

### ۳-۲- ریخت‌شناسی

ریخت‌شناسی نانوساختارهای سنتز شده به وسیله میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی مورد بررسی قرار گرفت. در شکل ۲، تصویر FESEM نانوذرات فریت کبالت مشاهده می‌شود. در این

### ۳-۵- بررسی ویژگی مغناطیسی

به منظور بررسی ویژگی مغناطیسی نانوذرات و نانوچندسازه‌ها منحنی پسماند مغناطیسی هریک از نمونه‌ها رسم شد. همانطور که در شکل ۶ (الف) منحنی پسماند مربوط به نانوذرات فریت کبالت مشاهده می‌شود، نانوذرات گفته شده دارای مغناطش اشباع  $52 \text{ emu/g}$  و میدان وادارندگی  $150 \text{ Oe}$  هستند. در شکل ۶ (ب) منحنی پسماند نانوچندسازه پلی استایرن/ فریت کبالت مشاهده می‌شود. براساس منحنی مغناطش اشباع  $23 \text{ emu/g}$  و میدان وادارندگی  $170 \text{ Oe}$  است. کاهش مغناطش اشباع به دلیل پوشیده شدن نانوذرات با لایه بسپاری است. همچنین، نفوذ اندک بسپار به داخل ساختار بلوری باعث افزایش میدان وادارندگی می‌شود، زیرا ناخالصی وادارندگی مغناطیسی را افزایش می‌دهد [۱۲].

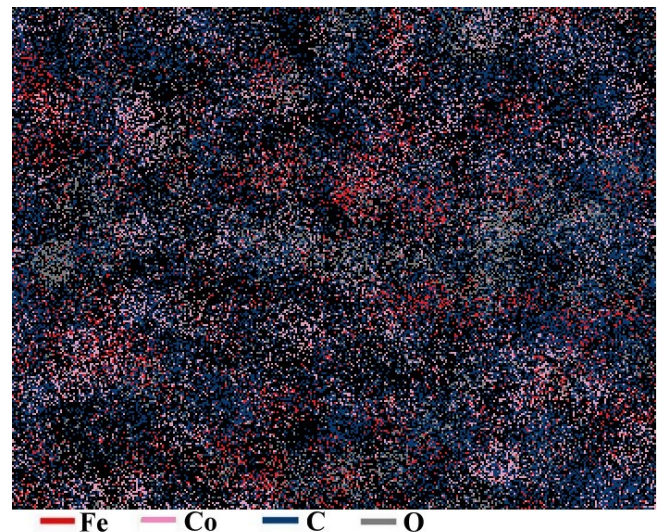


شکل ۵: طیف تبدیل فوریه فرو سرخ نانوچندسازه پلی استایرن/ فریت کبالت.

### ۳-۶- بررسی ویژگی دیرسوزی

برای بررسی ویژگی دیرسوزی نانوچندسازه‌های پلی استایرن/ فریت کبالت از تست UL-94 استفاده شد. در این تست، اگر نمونه در کمتر از  $10 \text{ s}$  مشتعل شود و بسپار مدت زیادی پس از آنکه شعله وجود ندارد چکه کند، نمونه دارای رده بندی V-0 است. اگر بسپار در کمتر از  $30 \text{ s}$  مشتعل شده و نمونه مدت زیادی پس از آنکه شعله وجود ندارد چکه کند، دارای رده بندی V-1 است. اگر نمونه مورد بررسی در کمتر از  $30 \text{ s}$  مشتعل شده و پس از برطرف شدن شعله، چکه کردن متوقف شود، دارای رده-

کبالت در آنالیز مشاهده می‌شوند. همچنین، عنصر کربن (رنگ آبی) مربوط به زمینه بسپاری پلی استایرن نیز در آنالیز رویت می‌شود. این آنالیز نشان می‌دهد نانوذرات کبالت به صورت یکنواخت و همگن داخل زمینه بسپاری پخش شده‌اند. همچنین، با توجه به آنکه در این آنالیز عنصر دیگری در نمونه مشخص نشده است، نانوچندسازه پلی استایرن/ فریت کبالت دارای ناخالصی کمتر از دقت دستگاه MAP است.

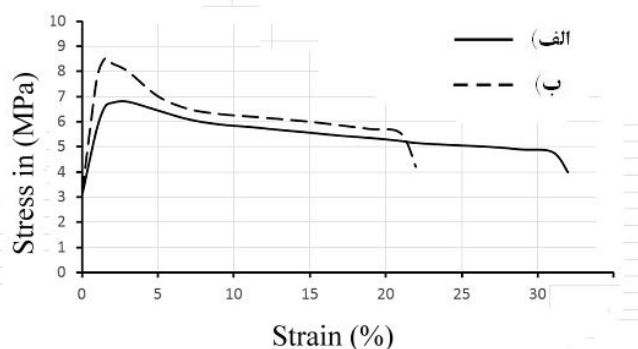


شکل ۴: نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس نانوچندسازه پلی استایرن/ فریت کبالت.

### ۳-۴- طیف‌سنجی فرو سرخ تبدیل فوریه

طیف فروسرخ تبدیل فوریه نانوچندسازه پلی استایرن/ فریت کبالت در شکل ۵ رسم شده است. پیک‌های  $410 \text{ cm}^{-1}$  و  $560 \text{ cm}^{-1}$  در این طیف مربوط به نانوذرات فریت کبالت بوده و سایر پیک‌ها مربوط به پلی استایرن است. از جمله می‌توان به نوار  $1450 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به پیوند C=C و نوار  $3430 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به پیوند O-H مربوط به آب داخل بسپار اشاره کرد. نتایج بدست آمده با سایر مقالات مرتبط همخوانی دارد [۱۰ و ۱۱].

بسپاری در فصل مشترک آن‌ها باشد که با پژوهش‌های پیشین نیز سازگاری دارد [۱].

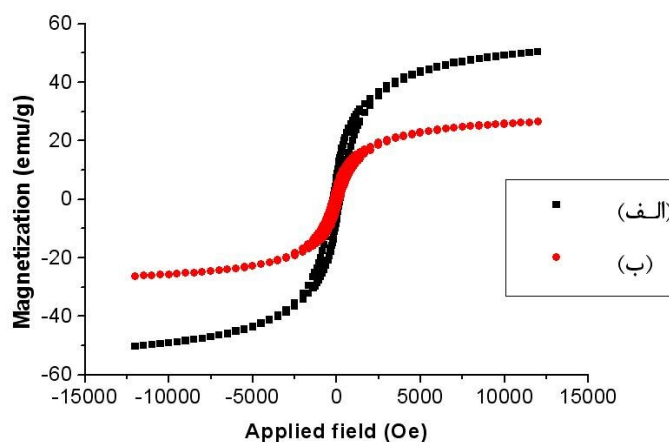


شکل ۷: نمودار تنش-کرنش (الف) پلی استایرن خالص، (ب) نانوچندسازه پلی استایرن / فریت کبالت.

#### ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، نانوذرات فریت کبالت به روش سل-ژل خود احتراقی سنتز و سپس، در داخل ماتریس پلی استایرن قرار گرفت. آنالیز پراش پرتو ایکس ساختار اسپینلی نانوذرات فریت کبالت را نشان می‌دهد و اندازه بلورک‌ها با استفاده از رابطه دبی-شرر حدود ۴۵ nm بدست آمد. ریخت‌شناسی نانوذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی بررسی شد و این ذرات دارای اشکال مکعبی بوده و پس از چندسازه شدن به صورت کامل در داخل ماتریس بسپاری قرار گرفتند. نقشه توزیع عناصر با پرتو ایکس توزیع یکنواخت نانوذرات در ماتریس بسپاری و همچنین، طیف فرسرخ تبدیل فوریه نمونه چندسازه نوارهای مربوط به پیوندهای اتمی نانوذرات فریت کبالت و پلی استایرن را نشان می‌دهد و بیان کننده وجود این پیوندها در چندسازه است. منحنی پسماند مغناطیسی نمونه‌ها نشان می‌دهد مغناطش اشباع نانوچندسازه نسبت به نانوذرات فریت کبالت کاهش می‌یابد اما میدان وادارندگی آن افزایش یافته است. همچنین نانوچندسازه سنتز شده از نظر دیر سوزی در رده بندی HB قرار می‌گیرد. در نهایت، با افزایش نانوذرات فریت کبالت به پلی استایرن مدول کشسانی نسبت به بسپار خالص افزایش می‌یابد.

بندی V-2 است. در نهایت، اگر بسپار بسیار آهسته و با آهنگ کمتر از ۷۶ mm/min بسوزد، دارای رده بندی HB است [۹]. در تست انجام شده پلی استایرن خالص دارای رده بندی V-0 و نانوچندسازه پلی استایرن / فریت کبالت دارای رده بندی HB بود. علت این پدیده تشکیل لایه زغالی مغناطیسی در محل سوختن نانوچندسازه است که از رسیدن اکسیژن به بسپار جلوگیری می‌کند.



شکل ۶: منحنی پسماند مغناطیسی (الف) نانوذرات فریت کبالت، (ب) نانوچندسازه پلی استایرن / فریت کبالت.

#### ۳-۷- بررسی ویژگی مکانیکی

ویژگی مکانیکی نانوچندسازه‌ها با استفاده از رسم نمودار تنش-کرنش نمونه انجام می‌شود. برای بررسی این ویژگی ابتدا منحنی تنش-کرنش برای نمونه بسپاری خالص پلی استایرن که در شکل ۷ (الف) نشان داده شده است، رسم شد. سپس منحنی تنش-کرنش برای نانوچندسازه پلی استایرن / فریت کبالت بررسی شد که در شکل ۷ (ب) نشان داده شده است. بر اساس این نمودارها مشخص می‌شود که با افزودن نانوذرات فریت کبالت به پلی استایرن استحکام کششی حدود ۲۵٪ افزایش می‌یابد اما ازدیاد طول آن که مشخصه شکل پذیری نمونه است کاهش می‌یابد. همچنین، مدول کشسانی نانوچندسازه پلی استایرن / فریت کبالت از پلی استایرن خالص بیشتر است. افزایش مدول الاستیسیته می‌تواند بر اثر برهم کنش مناسب نانوذرات و ماتریس

- [8] K. Ruan, Y. Guo, Y. Tang, Y. Zhang, J. Zhang, M. He, J. Kong, J. Gu, "Improved thermal conductivities in polystyrene nanocomposites by incorporating thermal reduced graphene oxide via electrospinning-hot press technique" *Composites Communications*, 10, 68-72, 2018.
- [9] K. Hedayati, M. Goodarzi, D. Ghanbari, "Hydrothermal Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles and Flame Resistance Magnetic Poly styrene Nanocomposite" *Journal of Nanostructure*, 7, 32-39, 2017.
- [10] J. Goldstein, D. E. Newbury, D. B. Williams, "X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments" Springer Science & Business Media, 2012.
- [11] K. Hedayati, S. Azarakhsh, D. Ghanbari, "Synthesis and magnetic investigation of cobalt ferrite nanoparticles prepared via a simple chemical precipitation method", *Journal of Nanostructure*, 6 127-131, 2016.
- [12] D. C. Jiles, "Introduction to Magnetism and Magnetic Materials" CRC Press, 1998.
- [1] M. Joulaei, K. Hedayati, D. Ghanbari, "Investigation of magnetic, mechanical and flame retardant properties of polymeric nanocomposites: Green synthesis of MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> by lime and orange extracts" *Composites Part B: Engineering*, 176, 107345, 2019.
- [2] B. J. Rani, M. Ravina, B. Saravanakumar, G.Ravi, V. Ganesh, V.Ganesh, R.Yuvakkumar, "Ferrimagnetism in cobalt ferrite (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticles" *Nano-Structures & Nano-Objects*, 14, 84-91, 2018.
- [3] T. R. Ravikumar, N. Joshi, S. A. Shivashankar, P. J. Bindu, "Low-temperature microwave-assisted synthesis and antifungal activity of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles" *Materials Nano Science*, 6, 67-72, 2019.
- [4] Y. Z. Dong, S. H. Piao, H. J. Choi, "Effect of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles on a carbonyl iron based magnetorheological suspension", 537, 102-108, 2018.
- [5] M. Saeed, A. Mansha, M. Hamayun, A. Ahmad, A. Ulhaq, M. Ashfaq, "Green synthesis of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and investigation of its catalytic efficiency for degradation of dyes in aqueous medium", *Z. Phys. Chem.* 232(3), 359–371, 2018.
- [6] N. Ntallis, M. Vasilakaki, D. Peddis, K. N. Trohidou, "Effect of organic coating on the charge distribution of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles", *Journal of Alloys and Compounds*, 796, 9-12, 2019.
- [7] K. L. Routray, S. Saha, D. Behera, "Green synthesis approach for nano sized CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> through aloe vera mediated sol-gel auto combustion method for high frequency devices", *Materials Chemistry and Physics*, 224, 29-35, 2019.



# Magnetic, mechanical and flame retardant properties study of polystyrene/ cobalt ferrite nanocomposites

K. Hedayati\*

Department of Science, Arak University of Technology, Arak

**Abstract:** In this study the cobalt ferrite nanoparticles synthesized via a sol-gel green auto-combustion method using kiwi fruit extract. Then cobalt ferrite was added to polystyrene (PS) polymer. The X-ray diffraction pattern of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles shown pure cubic phase and the crystallite size was calculated by Debye -Scherrer's formula about 45 nm. The SEM images of cobalt ferrite illustrated cubic shape. The FESEM image of polystyrene/ cobalt ferrite nanocomposites had been shown nanoparticles being inside polymer matrix. X-ray mapping provides presence all elements distributed homogeneously in polymer. The FT-IR spectrum of the nanocomposites exhibits all cobalt ferrite and polystyrene atomic bond peaks. Hysteresis loops of cobalt ferrite nanoparticles and magnetic/polymer nanocomposites shown cobalt ferrite nanoparticles have more saturated magnetization and less coercivity than nanocomposites. The cobalt ferrite effect on the flame retardancy polystyrene was investigated applying UL-94 test. The pure polystyrene had V-0 classification and polystyrene/ cobalt ferrite nanocomposites have HB category. The mechanical properties of samples pure polystyrene and polystyrene/ cobalt ferrite nanocomposites have been studied by tensile testing machine. The stress-strain curves for these two samples shown addition nanoparticles to polymer increase the tensile strength and decrease the elongation of sample.

**Keywords:** Nanocomposites, Green synthesis, magnetic properties, flame retardant