

# سنتز و شناسایی ساختاری نانوذرات هسته-پوسته مگنتیت-سیلیکا عامل دار شده به وسیله گروه ایمیدی

کامبیز هدایتی<sup>۱\*</sup> | میثم شعبانیان<sup>۲</sup> | نسیم رحیمی<sup>۱</sup> | حسن مقنیان<sup>۳</sup>

۱. گروه علوم پایه، دانشگاه صنعتی اراک، اراک  
 ۲. پژوهشکده شیمی و پتروشیمی، پژوهشگاه استاندارد، کرج  
 ۳. گروه شیمی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد دزفول، دزفول

## چکیده

در این مقاله به بررسی ساختار نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی عامل دار شده بوسیله گروه ایمیدی با شیوه هم رسوبی پرداخته می‌شود. نانوذرات مگنتیت به عنوان هسته و یک ابرپارامغناطیس فوق اشباع و غیرسمی استفاده و روی آن با یک لایه سیلیکا پوشش داده شد. این نانوذرات هسته-پوسته به وسیله آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان عاملدار شد و در مرحله آخر رنگدانه‌های پرپیلن تترا کربوکسیلیک اسید دی نیدرید به نانوذرات مغناطیسی اضافه گردید. سپس تاثیر لایه‌های مختلف بر خواص مغناطیسی، ساختار و حرارتی نانو-ذرات هسته-پوسته مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. ساختار بلوری نانو ذرات توسط دستگاه پراش اشعه ایکس مطالعه گردید. برای تعیین شکل ظاهری ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده گردید و به منظور بررسی خواص مغناطیسی نانوذرات هسته-پوسته از دستگاه مغناطومتر نمونه مرتعش استفاده گردید. پایداری ساختار نانوذرات هسته-پوسته از آنالیز حرارتی بررسی گردید. در نهایت و به منظور شناسایی پیوندها از طیف سنج مادون قرمز استفاده شد.

واژگان کلیدی: ابرپارامغناطیس، گروه ایمیدی، مگنتیت،

هم‌رسوبی

نوری، تولید بلورهای فوتونی، پزشکی، تصویر برداری، دارورسانی هدفمند، شناسایی سلول‌های سرطان و مهندسی بافت کاربرد دارد [۱-۵].

علاوه بر افزایش بهبود خواص، مواد هسته-پوسته دارای اهمیت اقتصادی بوده و می‌توان به جای استفاده از یک ماده گران قیمت ذراتی با قیمت پایین را با یک ماده گران قیمت پوشش داد و جایگزین ماده خالص نمود. علاوه بر این نانو ذرات هسته-پوسته به عنوان یک الگو برای تهیه کپسول‌های توخالی پس از حذف هسته استفاده می‌شوند. نانو کپسول‌های تو خالی با ابعاد میکرومتر برای اهداف مختلفی مانند جاذب‌های کاتالیزوری، مواد با ساختاری‌های سبک و عایق الکتریکی و حرارتی استفاده می‌شوند [۶-۱۲].

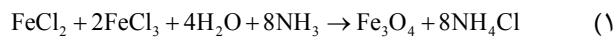
با توجه به اهمیت و کاربردهای متعدد نانوذرات هسته-پوسته در دو دهه گذشته مطالعات فراوانی در خصوص سنتز و بررسی خواص این مواد انجام گرفته است. نانوذرات  $Fe_3O_4$  به عنوان یک هسته ابرپارامغناطیس فوق اشباع و زیست سازگار با شرایط محیط بدن، دارای پایداری شیمیایی بالا و غیرسمی استفاده می‌گردد. خواص مغناطیسی مناسب، قیمت پایین و تهیه آسان از ویژگی دیگر اکسید آهن می‌باشد.

در این تحقیق نانوذرات مغناطیسی با شیوه هم رسوبی تهیه و سپس نانوذرات توسط تترا اتیل اورتو سیلیکات پوشش داده شد و در مرحله بعد نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$  به وسیله آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان عامل دار گردید و در مرحله آخر رنگدانه پرپیلن تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید به محصول اضافه شد و تاثیر این رنگدانه بر خواص نانوذرات هسته-

## ۱ مقدمه

نانوذرات هسته-پوسته مواد بسیار پرکاربرد با تغییر خواص جالب می‌باشند. گاهی اوقات خواص ناشی از هسته با پوسته مواد کاملاً متفاوت است. خواص مواد را با تغییر پوسته و یا اصلاح هسته می‌توان تغییر داد. نانوذرات هسته-پوسته به طور گسترده در زمینه‌های مختلف مانند الکترونیک، افزایش درخشندگی

پایین آمد. رسوب سیاه شکل گرفته به وسیله آهنربا از محلول جدا و با آب دوبار تقطیر و اتانول شستشو داده شد و پس از آن در آون خلاء با دمای ۶۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۲ ساعت خشک گردید معادله ۱ فرآیند تشکیل نانو ذرات مگنتیت را نشان می دهد.



برای ایجاد پوشش سیلیکا یک گرم از نانوذرات مغناطیسی  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  سنتز شده در مرحله قبل را به همراه ۴۰ میلی لیتر اتانول و ۶ میلی لیتر آب مقطر در یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و به مدت ۲۰ دقیقه تحت امواج فراصوت و جو نیتروژن قرار داده شد. سپس ۱/۵ میلی لیتر آمونیاک به محلول اضافه گردید و به مدت ۲۰ دقیقه دیگر تحت جو نیتروژن و تحت امواج فراصوت قرار گرفت. در ادامه ۱/۴ میلی لیتر تترا اتیل اورتو سیلیکات به محلول اضافه گردید. پس از آن محلول به مدت ۱۲ ساعت تحت جو نیتروژن در دمای محیط همزده شد. پس از آن نانوذرات هسته-پوسته خالص چندین مرتبه با آب و اتانول شستشو داده شد و در آون خلاء در ۶۰ درجه سانتی گراد خشک گردید.

در مرحله بعد یک گرم نانوذرات پوشش دار شده  $\text{Fe}_3\text{O}_4@/\text{SiO}_2$  در یک بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری ریخته شد و به آن ۴۰ میلی لیتر تولوئن اضافه گردید و محلول واکنش به مدت ۳۰ دقیقه تحت جو نیتروژن تحت تابش امواج فراصوت قرار گرفت تا یک سوسپانسیون همگن ایجاد شود سپس ۰/۶ میلی لیتر ۳-آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان به محلول اضافه گردید و مخلوط واکنش تحت جو نیتروژن در دمای ۱۱۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۲ ساعت رفلکس شد، رسوب به دست آمده با کمک آهنربا از محلول واکنش جدا و چندین مرتبه با تولوئن شستشو داده شد سپس در آون خلاء در دما ۶۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۲ ساعت خشک گردید. در مرحله آخر یک گرم از نانوذرات هسته-پوسته پوشش داده شده در مرحله قبل را در یک بالن ته گرد ۱۰۰ میلی لیتری مجهز به همزن مغناطیسی ریخته و به آن ۴۰ میلی لیتر اتانول و یک گرم انیدرید اسید اضافه و در بالن درپوش گذاشته شد. ۰/۵ گرم پرین تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید به محلول اضافه و به مدت ۱۲ ساعت بهم زده شد. در انتها رسوب بدست آمده را با اتانول و آب دو بار تقطیر شده شستشو داده و در آون در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۲ ساعت قرار گرفت تا خشک شود. فرآیند مرحله به مرحله تشکیل نانوذرات هسته-پوسته امیدوار شده به صورت شماتیک در طرح ۱ نشان داده است.

پوسته بررسی گردید. پرین تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید یک نیم رسانا آلی است که از آن به عنوان یک پیش ماده برای یک کلاس از مولکول های شناخته به عنوان رنگدانه استفاده می شود [۱۳].

## ۲ بخش تجربی

### مواد و تجهیزات

برای تهیه نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی عامل دار شده بوسیله گروه ایمیدی از کلرید آهن (II) چهار آب  $(\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  با خلوص ۹۹٪، کلرید آهن (III) شش آب  $(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$  با خلوص ۹۹٪، آب مقطر دو بار تقطیر شده، اتانول، آمونیاک، تترا اتیل اورتو سیلیکات (TEOS)، ۳-آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان (APTES)، انیدرید اسید، رنگدانه پرین تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید  $(\text{C}_{24}\text{H}_{18}\text{O}_6)$  و تولوئن استفاده گردید. تمام مواد استفاده شده ساخت کمپانی مرک می باشند.

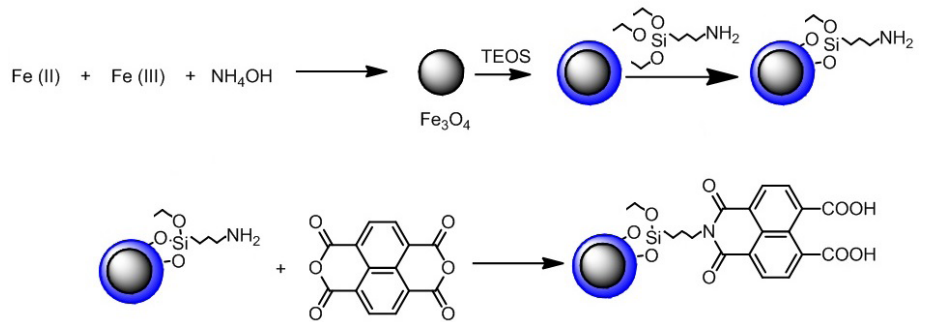
برای بررسی پایداری ساختار مواد از آنالیز حرارتی TGA دستگاه Dimond مارک Perkin Elmer استفاده شد. برای تعیین شکل ظاهری و مورفولوژی و همچنین تعیین تقریبی اندازه نانوذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مارک هیتاچی مدل S4160 استفاده گردید و به منظور شناسایی مولکول ها از طیف سنج مادون قرمز Galaxy مدل ۵۰۰۰ و با قرص KBr استفاده شد. ساختار بلوری نانوذرات توسط دستگاه پراش اشعه X شرکت فیلیپس مدل X'Pert 3370 بررسی شد و خواص مغناطیسی نانوذرات توسط دستگاه مغناطومتر نمونه مرتعش ساخت دانشگاه کاشان مطالعه گردید.

### روش آزمایش

جهت تهیه نانوذرات مگنتیت ۰/۹۹۴۱ گرم  $(\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  و ۲/۷۰۲۹ گرم  $(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$  در یک بالن ته گرد ۲۰۰ میلی لیتری مجهز به یک همزن مغناطیسی ریخته شد و به آن ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر دو بار تقطیر اضافه گردید. محلول تحت جو نیتروژن با دمای ۸۰ درجه سانتی گراد و سرعت چرخش همزدن ۳۰۰ دور بر دقیقه به مدت یک ساعت حرارت داده شد. سپس ۱۰ میلی لیتر آمونیاک به محلول واکنش اضافه گردید تا رنگ محلول از نارنجی به سیاه تغییر کند و تحت همین شرایط به مدت یک ساعت همزده شد. پس از آن دمای محلول به دمای محیط

نانوذرات  $Fe_3O_4$  می باشد. قله پهن موجود در ناحیه  $3421\text{ cm}^{-1}$  ناشی از ارتعاشات کششی پیوند OH است. قله‌ی که در  $1093\text{ cm}^{-1}$  و  $810\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده مربوط به پاد متقارن کششی Si-O-Si است که حاکی از وجود نانوذرات  $SiO_2$  می باشد. قله جذب در منطقه  $cm^{-1}$   $2800$  تا  $3025\text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات کششی متیل گروه نانوذرات هسته-

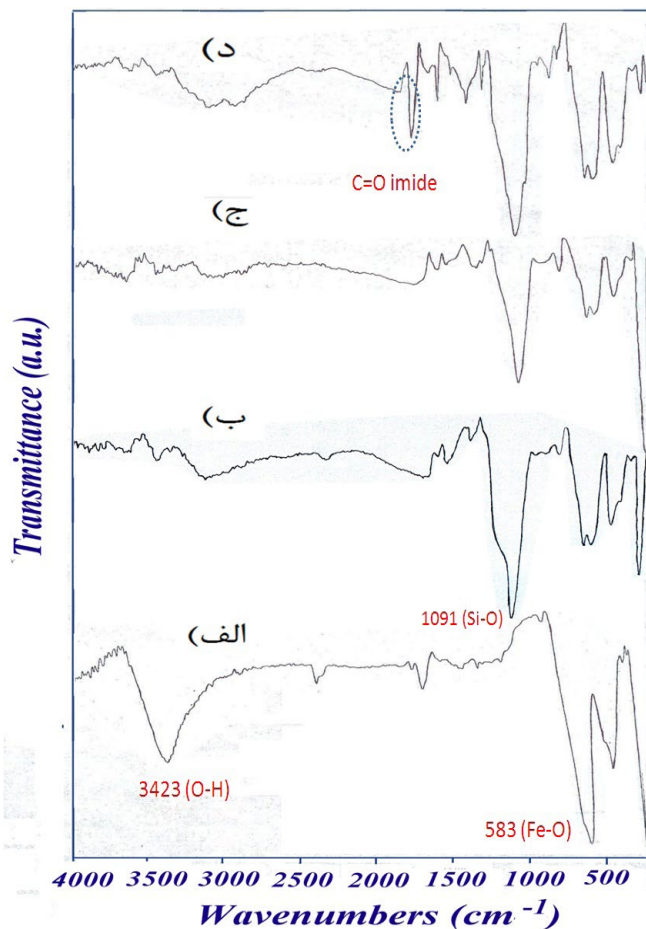
پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2-NH_2$  می باشد و نتیجه تشکیل یک پوسته سیلیکا بر روی نانوذرات مغناطیسی و عاملدار کردن پوسته سیلیکا از آمینو می باشد. حضور بسیاری از گروه‌های هیدروکسیل بر روی سطح نانو ذرات منجر به واکنش با ۳- آمینو پروپیل تری اتوکسی سیلان و تشکیل پیوندهای Si-O در ترمینال است که پشتیبانی از گروه‌های عاملی  $NH_2$  در نانوذرات هسته  $Fe_3O_4$  است.



طرح ۱۱ فرآیند مرحله به مرحله تشکیل نانوذرات هسته-پوسته امید دار شده.

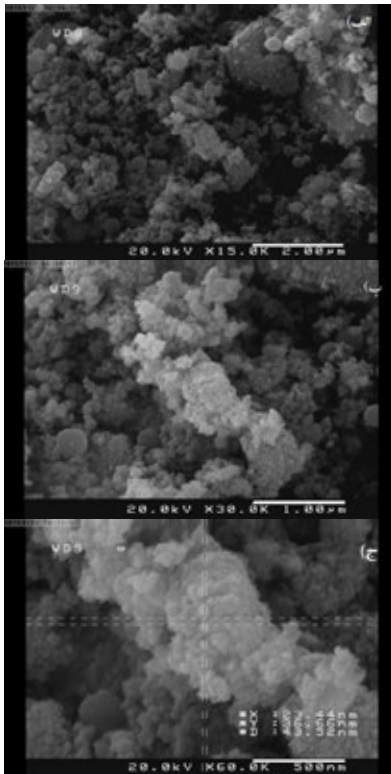
### ۳ نتایج و بحث

جهت بررسی خلوص و پیوندهای موجود در نانوذرات سنتز شده از آنالیز تبدیل فوریه مادون قرمز استفاده گردید. همان طور که در شکل ۱- الف نشان داده شده است طیف مادون قرمز نانو ذرات مغناطیسی جذب‌های کششی پیوند Fe-O در ناحیه  $582\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده است. همچنین قله پهن موجود در ناحیه  $3423\text{ cm}^{-1}$  ناشی از ارتعاشات کششی پیوند OH است. در بررسی نانوذرات هسته-پوسته طیف  $Fe_3O_4@SiO_2$  همان طور که در شکل ۱- ب مشاهده می شود جذب‌های کششی پیوند Fe-O در ناحیه  $586\text{ cm}^{-1}$  و  $399\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده است. قله پهن موجود در ناحیه  $3127\text{ cm}^{-1}$  ناشی از ارتعاشات کششی پیوند OH است. علاوه بر آن قله‌ی که در  $1093\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده مربوط به جذب پاد متقارن کششی Si-O-Si است که حاکی از وجود نانوذرات  $SiO_2$  دارد و جذب‌های خمشی Si-OH در ناحیه  $806\text{ cm}^{-1}$  مشاهده می شود که وجود این قله‌ها نشان دهنده تشکیل لایه سیلیکا در اطراف نانوذرات مغناطیسی آهن می باشد. همان طور که در شکل ۱- ج طیف نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2-NH_2$  مشاهده می شود، ارتعاشات خمشی پیوند Si-O-Si در ناحیه  $455\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده است. قله‌ی که در  $1091\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده مربوط به پاد متقارن کششی Si-O-Si است که حاکی از وجود نانوذرات  $SiO_2$  است. جذب‌های خمشی Si-OH در ناحیه  $cm^{-1}$   $802$  مشاهده می شود که وجود این قله‌ها نشان دهنده تشکیل لایه سیلیس در اطراف نانو ذرات مغناطیسی آهن می باشد. جذب‌های کششی Fe-O در ناحیه  $586\text{ cm}^{-1}$  و  $634\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده است. در شکل ۱- د طیف نانوذرات هسته-پوسته امید دار شده مشاهده می شود که جذب‌های کششی پیوند Fe-O در ناحیه  $580\text{ cm}^{-1}$  و  $634\text{ cm}^{-1}$  ظاهر شده است که بیانگر وجود

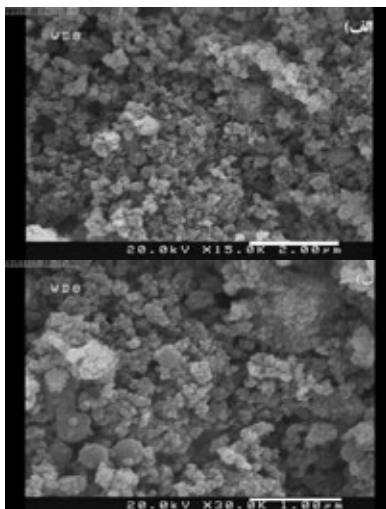


شکل ۱۱ طیف تبدیل فوریه مادون قرمز الف) نانو ذرات مغناطیسی، ب)  $Fe_3O_4@SiO_2$ ، ج)  $Fe_3O_4@SiO_2-NH_2$ ، د) نانوذرات هسته-پوسته امید دار شده.

$\text{SiO}_2\text{-NH}_2$  می‌باشد. مقایسه این طیف با طیف TGA مربوط به نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی ایمید دار شده در شکل ۵-د، درصد کاهش وزنی برابر با ۶۵٪ را نشان می‌دهد که به اتصال سیلیکا و آمین سیلان دار و رنگدانه پیریلن تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید به سطح نانوذرات  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  مربوط می‌باشد. از مقایسه درصد کاهش وزن طیف TGA با طیف ترکیب  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$  می‌توان دریافت که میزان پیریلن تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید متصل شده برابر با ۱۲٪ می‌باشد.



شکل ۲-۲ تصاویر SEM نانوذرات هسته-پوسته  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$  با طول مقیاس الف) ۲ μm، ب) ۱ μm، ج) ۵۰۰nm.

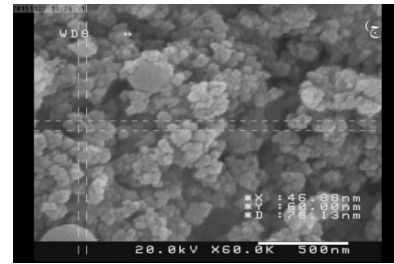


جهت بررسی مورفولوژی و ریخت‌شناسی نانوذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده گردید. شکل ۲ تصاویر SEM مربوط به نانوذرات هسته-پوسته  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$  را نشان می‌دهد. تصاویر مشاهده شده از این نانوذرات هسته-پوسته با طول مقیاس ۲ μm، ۱ μm و ۵۰۰nm نشان داده شده است. در تمامی شکل‌ها ساختارهای کره‌ای شکل دیده می‌شود که سطح آن با  $\text{SiO}_2$  پوشیده شده است. در واقع نانوذرات  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  در هسته قرار دارد و این شکل تاییدی بر ساختار هسته-پوسته می‌باشد. شکل ۳ تصاویر SEM نانوذرات هسته-پوسته  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$  همان  $\text{NH}_2$  را در سه طول مقیاس متفاوت نشان داده است. همان طور که ملاحظه می‌کنید ذرات تقریباً به صورت کروی مشاهده می‌شوند. در این تصاویر ذرات به صورت کره‌هایی با اندازه‌ای در محدوده ۳۰-۵۰nm می‌باشد که به صورت خوشه‌ای به هم متصل، در این تصاویر ذرات به صورت کم رنگ و پر رنگ دیده می‌شوند که نشان دهنده نانوذرات هسته-پوسته می‌باشد. شکل ۴ تصاویر مربوط به نانوذرات مغناطیسی ایمید دار شده را نشان می‌دهد. تصویر مشاهده در طول مقیاس ۵۰۰nm نانو کره‌ها با اندازه تقریبی ۳۰-۵۰nm که به صورت خوشه‌ای به هم متصل شده‌اند را نشان می‌دهند. علاوه بر این در طول مقیاس‌های ۲ μm و ۱ μm ساختارهای رشته‌ای شکل دیده می‌شود که تاییدی بر تشکیل ساختار پلیمر می‌باشد.

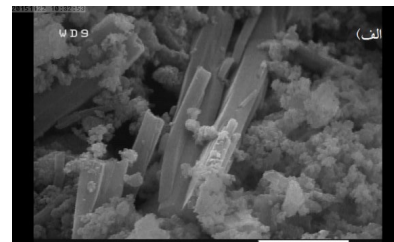
استفاده عملی از مواد، نیاز به دانشی دارد تا بتواند عمر حرارتی مواد را بر اساس معیارهای خاص مورد سنجش قرار دهد، به این منظور نمونه‌ها با آنالیز حرارتی TGA مورد بررسی قرار گرفتند. شکل ۵-الف منحنی آنالیز حرارتی TGA برای نانو مغناطیس مگنتیت را نشان می‌دهد، که مقاومت نانومغناطیس مگنتیت را در برابر حرارت نشان می‌دهد. به طور کلی در تمام طیف‌های TGA مطرح شده، کاهش وزن در محدوده تقریبی ۸۰ تا ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، به تبخیر آب جذب شده به طریق فیزیکی یا شیمیایی در سطح نانوذرات نسبت داده می‌شود. مقایسه درصد کاهش وزن در طیف TGA در شکل ۵-ب مربوط به  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  پوشش داده شده با سیلیکا و طیف TGA مربوط به نانوذرات  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  خالص، نشان می‌دهد که طیف TGA کاهش وزن برابر ۳٪ دارد که مربوط به اتصال سیلیکا به نانوذرات  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  می‌باشد. در طیف TGA شکل ۵-ج کاهش وزنی برابر ۱۶٪ دارد که مربوط به تخریب گروه آمین و ترکیبات آلی سیلان دار در  $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2$

جهت بررسی خواص مغناطیسی منحنی پسماند نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$  در میدان  $-9000$  تا  $+9000$  اورستد رسم گردید که در شکل ۶- الف قابل رویت است این شکل به خوبی نشان می‌دهد که میزان پسماند تقریباً ناچیز و میدان زدایش و پسماند مغناطیسی بسیار کوچک است و منحنی مغناطش ذرات تقریباً از مبدا عبور کرده است همچنین میزان مغناطش اشباع نانوذرات برابر  $38 \text{ emu/gr}$  می‌باشد. بنابراین می‌توان گفت نانوذرات سنتز شده همگی در دمای اتاق دارای خاصیت ابرپارامغناطیس می‌باشند. منحنی پسماند نانوذرات مغناطیسی امید دار شده در میدان  $-9000$  تا  $+9000$  اورستد در شکل ۶- ب قابل رویت است که این نمودار نیز دارای خاصیت ابرپارامغناطیس می‌باشد و میزان مغناطش اشباع نانوذرات برابر  $47 \text{ emu/gr}$  است. بنابراین با اتصال رنگدانه‌های پرپلن تترا کربوکسیلیک اسید دی انیدرید در اطراف نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی مقدار مغناطش اشباع کاهش می‌یابد که به این پدیده در سایر پژوهش‌ها نیز اشاره شده است [۱۴].

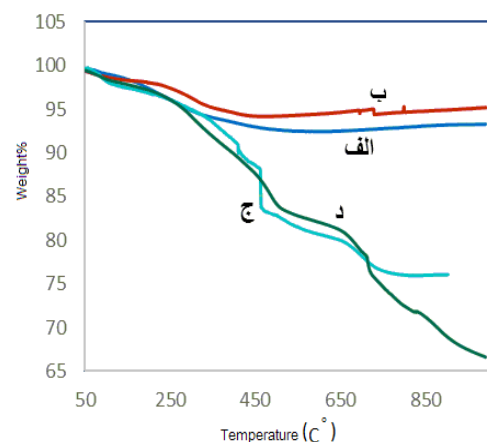
از آنالیز XRD برای بررسی کریستالوگرافی نانوذرات هسته-پوسته استفاده گردید. شکل ۷- الف الگوی XRD نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$  را نشان می‌دهد. همان طور که در شکل قله‌های مشخصه همراه با صفحات بلوری دیده می‌شود نقش پراش با قله‌های نانوذرات مغناطیسی مگنتیت تطابق دارد که نشان می‌دهنده خلوص نانوذرات مگنتیت و ساختار اسپینلی آن‌ها می‌باشد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت فرایند پوشش دار کردن باعث تغییر فاز نانوذرات آهن نشده است. الگوی XRD نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی امید دار شده در شکل ۷- ب نشان داده شده است. در این الگو انعکاس مربوط به (۳۱۱) از همه شدیدتر است و انعکاس صفحه (۱۱۱) نیز از همه ضعیف‌تر است. همانطور که در شکل دیده طیف حاصل توافق خوبی با کارت استاندارد JCPDS شماره ۰۶۲۹۰-۱۹ دارد. قله پهن و ظاهر شده در طیف در ناحیه ۲۳ درجه تاییدی بر وجود پوشش  $SiO_2$  می‌باشد. اندازه متوسط برای بلورک‌های نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$  با استفاده از رابطه دبای-شر حدود  $10 \text{ nm}$  و برای نانوذرات مغناطیسی امید دار شده حدود  $8 \text{ nm}$  بدست آمد.



شکل ۳ تصاویر SEM نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$  با طول مقیاس الف (ب  $2 \mu m$ ، ج  $1 \mu m$ )،  $500 \text{ nm}$ .

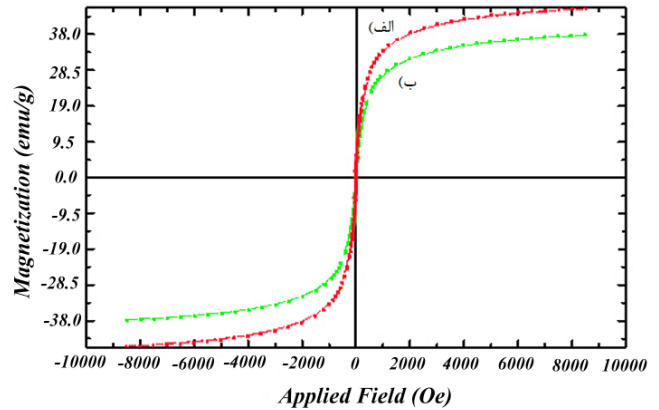


شکل ۴ تصاویر SEM مغناطیسی امید دار شده با طول مقیاس الف (ب  $2 \mu m$ ، ج  $1 \mu m$ )،  $500 \text{ nm}$ .

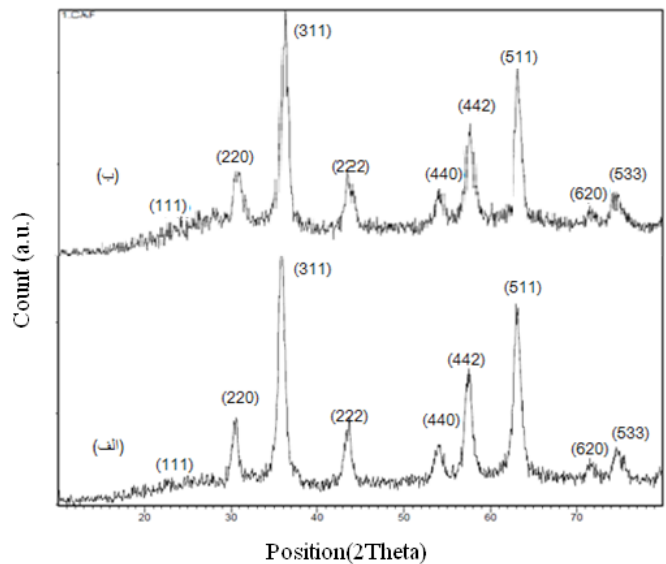


شکل ۵ آنالیز حرارتی الف) نانوذرات مغناطیسی، ب) نانوذرات هسته-پوسته  $Fe_3O_4@SiO_2$ ، ج)  $Fe_3O_4@SiO_2-NH_2$ ، د) نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی امید دار شده.

موقعیت قله‌ها و شدت‌های مربوطه در طیف‌های XRD مشاهده شده موافقت خوبی با نمونه‌های استاندارد دارد و ساختار خالص و اسپینلی نانوذرات مغناطیسی را نشان می‌دهد. طیف TGA نمونه‌ها کاهش وزن ناشی از دست دادن باقیمانده حلال‌ها و گروه‌های عاملی را نشان می‌دهد. در مرحله آخر نشان می‌دهد نمونه توسط گروه‌های آلی پروپیل تری اتوکسی سیلان عامل‌دار شده است و سپس سطح توسط گروه ایمیدی و اسیدی عامل‌دار شده است. منحنی پسماند نانوذرات خاصیت ابرپارامغناطیسی را برای آنها نشان می‌دهد.



شکل ۶ | منحنی پسماند الف) نانوذرات هسته-پوسته  $\text{Fe}_3\text{O}_4@$  و ب) نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی امید دار شده.



شکل ۷ | نقش پراش اشعه ایکس الف) نانوذرات هسته-پوسته  $\text{Fe}_3\text{O}_4@$  و ب) نانوذرات هسته-پوسته مغناطیسی امید دار شده

## ۵ نتیجه‌گیری

در این پژوهش توسط یک استراتژی آسان و راحت بر اساس روش هم‌رسوبی برای آماده سازی نانوذرات مغناطیسی امید دار شده با حساسیت مغناطیسی بالا سنتز نانوذرات هسته-پوسته صورت پذیرفت. طیف مادون قرمز تشکیل پیوندهای مربوط به Fe-O در نانوذرات مگنتیت و Si-O-Si را در نانوذرات هسته-پوسته نشان داد، علاوه بر این در هر مرحله گروه‌های عاملی اضافه شده نیز در طیف قابل مشاهده است. در تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی اندازه نانو ذرات از ۳۰ تا ۵۰ نانومتر بوده علاوه بر این در نانوذرات مغناطیسی امید دار شده ساختار رشته‌ای که ناشی از تشکیل ساختار پلیمری است مشاهده می‌گردد.

## مراجع

- [1] X. Huang, P. Jiang, "Core-Shell Structured High-k Polymer Nanocomposites for Energy Storage and Dielectric Applications" *Advanced Materials*, vol, 27, pp. 546-554, 2015.
- [2] R. G. Chaudhuri, S. Paria, "Core/Shell Nanoparticles: Classes, Properties, Synthesis Mechanisms, Characterization, and Applications" *Chem. Rev*, vol, 112, pp. 2373-2433, 2012.
- [3] K. Chatterjee, S. Sarkar, K. J. Rao, S. Paria, "Core/shell nanoparticles in biomedical applications" *Advances in Colloid and Interface Science*, vol, 209, pp. 8-39, 2014.
- [4] A. L. Ortega, M. Estrader, G. S. Alvarez, A. G. Roca, J. Nogues, "Applications of exchange coupled bi-magnetic hard/soft and soft/hard magnetic core/shell nanoparticles" *Physics Reports*, vol 553, pp. 1-32, 2015.
- [5] N. Z. Knezevic, E. R. Hernandez, W. E. Hennink, M. V. Regi, "Magnetic mesoporous silica-based core/shell nanoparticles for biomedical applications" *RSC Adv.*, vol, 3, pp. 9584-9593, 2013.
- [6] X. Lai, J. E. Halpert, D. Wang, "Recent advances in micro-/nano-structured hollow spheres for energy applications: From simple to complex systems" *Energy Environ. Sci.*, vol, 5, pp. 5604-5618, 2012.
- [7] M. Chen, C. Ye, S. Zhou, L. Wu, "Recent Advances in Applications and Performance of Inorganic Hollow Spheres in Devices" *Advanced Materials*, vol, 25, pp. 5343-531, 2013.
- [8] F. Dong, W. Guo, S. K. Park, C. S. Ha, "Controlled synthesis of novel cyanopropylpoly-silsesquioxane hollow spheres loaded with highly dispersed Au nanoparticles for catalytic applications" *Chem. Commun.*, vol, 48, pp. 1108-1110, 2012.
- [9] N. Li, P. Zhao, D. Astruc, "Anisotropic Gold Nanoparticles: Synthesis, Properties, Applications, and Toxicity" *Angewandte Chemie International Edition*, vol, 53, pp. 1756-1789, 2014.
- [10] S. K. Das, M. K. Bhunia, D. Chakraborty, A. R. K. Bukhsh, A. Bhaumik, "Hollow spherical mesoporous phosphosilicate nanoparticles as a delivery vehicle for an antibiotic drug" *Chem. Commun.*, vol, 48, pp. 2891-2893, 2012.
- [11] M. Y. Masoomi, A. Morsali, "Applications of metal-organic coordination polymers as precursors for preparation of nano-materials" *Coordination Chemistry Reviews*, vol, 256, pp. 2921-2943, 2012.
- [12] S. Shi, F. Chen, W. Cai, "Biomedical applications of functionalized hollow mesoporous silica nanoparticles: focusing on molecular imaging" *Nanomedicine*, vol, 8, pp. 2027-2039, 2013.
- [13] R. Hudej, G. Bratina, "Electronic transport in perylenetetracarboxylicdianhydride: The role of In diffusion" *J. Vac. Sci. Technol. A.*, vol, 20, pp. 797-801, 2002.
- [14] P. Zhang, "Self-assembled core-shell  $Fe_3O_4@SiO_2$  nanoparticles from electro spun fibers", *Materials Research Bulletin*, vol, 48, pp. 3058-3064, 2013.

# Synthesis and Characterization of Imide Functionalized Magnetite-silica Core-shell Nanoparticles

K. Hedayati<sup>1\*</sup> | M. Shabanian<sup>2</sup> | N. Rahimi<sup>1</sup> | H. Moghanian<sup>3</sup>

1. Department of Science, Arak University of Technology, Arak, Iran

2. Faculty of Chemistry and Petrochemical Engineering, Standard Research Institute (SRI), Karaj, Iran

3. Department of Chemistry, Dezful Branch, Islamic Azad University, Dezful, Iran

## Abstract

In this paper, the structure of the magnetic core-shell nanoparticles functionalized by an imide group was investigated by a simple co-precipitation method. The  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles as a super paramagnetic and Non-toxic core it was covered with a layer of silica. The resulting nanoparticle functionalized by amino triethoxy silane and then by Perylene pigments Tetracarboxylic acid anhydride. The magnetic structural and thermal properties of the new imide functionalized nanoparticles investigated. The crystalline structures of the nanoparticles were studied by X-ray diffraction and crystalline size was calculated using the Debye-Scherrer formula. The shape, morphology and The approximate size of the nanoparticles was determined by scanning electron microscopy (SEM). The magnetic properties of nanoparticles was investigated by Magnetometer vibrating sample (VSM) that shown superparamagnetic behavior for the samples. The thermal properties of the new imide functionalized nanoparticles were investigated by thermal analysis (TGA). Finally, infrared spectrometer (FTIR) was used to identify the nanoparticles functionality.

## Keywords

Superparamagnetic, Imide functionalized, Magnetite, Co-precipitation