

Fabrication of SiO₂ hollow fibers

R. S. Dariani¹
F. Najafi²

Received: 2014.1.28

Accepted: 2014.7.4

Abstract

In this paper, we have used cotton template for fabrication of SiO₂ hollow fibers. At first a suspension of SiO₂ powder with DI water is prepared and some pieces of cotton inserted to the suspension to get wet and then are dried. At final step, samples are calcinated in high temperatures to burn cotton. For morphology study of hollow fibers, four different experiments have been designed. In first experiment, three samples are dried at 40 °C for 1 h and finally calcinated at 500, 600 and 700 °C for 6 h. In second experiment, samples are dried at 40, 50 and 60 °C and finally calcinated at 600 °C. In third experiment, the SiO₂ powder have grinded in two times, 1 h and 30 min and dried at 50 °C and calcinated at 600 °C. In forth experiment, the weight ratio of SiO₂ powder and DI water is changed and dried at 50 °C and calcinated at 600 °C. Study of morphology of fabricated samples showed that a sample which is prepared with weight ratio of 1:100, dried at 50 °C, and calcinated at 600 °C is optimum sample. Fibers which are prepared by this method keep the structure of cotton and have high porosity and surface area. At optimum conditions; hollow fibers with 30 μm length, 3 μm diameter, and 300 nm tube thickness is obtained. Finally, the suspension is made with alcohol instead of DI water. Our results showed that alcohol helps to separate the cotton fibers and fabricated hollow fibers is obtained even with several centimeters length, 3.5 μm diameter, and 200 nm tube thickness and some fibers are seen twist which exist naturally in the cotton fibers.

Keywords: Hollow fibers, Cotton, SiO₂, Suspension, Calcination.

¹ Professor of Physics, Alzahra University, dariani@alzahra.ac.ir

² M. Sc. Student of Physics, Alzahra University

SiO₂ ساخت و بررسی فیبرهای توخالی

رضا ثابت داریانی^۱
فاطمه نجفی^۲

تاریخ دریافت: ۹۲/۱۱/۹

تاریخ تصویب: ۹۳/۴/۱۳

چکیده

در این مقاله برای ساخت فیبرهای توخالی SiO₂ از فیبرهای پنبه استفاده کردیم. به این صورت که سوسپانسیونی از پودر SiO₂ و آب دیونیزه درست کرده و مقداری از پنبه را در این سوسپانسیون خیسانده و سپس خشک می‌کنیم. آخرین مرحله نیز کلسینه کردن در دماهای بالا، جهت سوزاندن پنبه‌ها است. جهت بررسی ریخت‌شناسی فیبرهای توخالی تولید شده چهار آزمایش طراحی شد. در آزمایش اول سه نمونه را در ۴۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت خشک کرده و در دماهای مختلف ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه

^۱ استاد فیزیک، دانشگاه الزهرا (س)؛ dariani@alzahra.ac.ir

^۲ دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه الزهرا (س)

سانتیگراد و به مدت ۶ ساعت کلسینه کردیم. در آزمایش دوم نمونه‌ها در دماهای ۴۰، ۵۰ و ۶۰ درجه سانتیگراد خشک کرده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه کردیم. در آزمایش سوم پودر SiO₂ در دو زمان، ۳۰ دقیقه و ۱ ساعت را سائیده، در ۵۰ درجه سانتیگراد خشک و در دمای ۶۰۰ سانتیگراد کلسینه کردیم. در آزمایش چهارم نسبت‌های وزنی بین پودر SiO₂ و آب دیونیزه را تغییر داده، در ۵۰ درجه سانتیگراد خشک و در دمای ۶۰۰ سانتیگراد کلسینه کردیم. بررسی ریخت شناسی فیبرهای ساخته شده، نشان می‌دهد نمونه‌ای که سوسپانسیون آن در نسبت وزنی ۱:۱۰۰ تهیه شده، در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد خشک شده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه شده است، نمونه بهینه است. فیبرهایی که به این روش آماده شدند، ساختار پنبه را حفظ کرده و از تخلخل و مساحت سطحی نسبتاً بالایی برخوردار هستند. در شرایط بهینه، فیبرهای توخالی به طول در حدود ۳۰ میکرومتر، قطر ۳ میکرومتر و ضخامت دیواره ۳۰۰ nm می‌باشند. در انتها در سوسپانسیون به جای آب دیونیزه با الکل استفاده شد. نتایج ما به خوبی نشان می‌دهد که الکل (به عنوان حلال) به جدا کردن فیبرهای پنبه بیشتر کمک می‌کند و فیبرهای توخالی ساخته شده حتی به طول چندین سانتیمتر، قطر ۳/۵ μm و ضخامت دیواره ۲۰۰ nm هم می‌رسند و در بعضی از فیبرها پیچ خوردگی‌های که به طور طبیعی در فیبرهای پنبه وجود دارد نیز، دیده می‌شوند.

واژه‌های کلیدی: فیبرهای توخالی، پنبه، SiO₂، سوسپانسیون، کلسینه.

۱- مقدمه

فن آوری نانو می تواند ویژگی های ساختاری موادی که در هر سه بعد و یا حداقل در یک بعد، اندازه شان در بازه ۱۰۰-۱ نانومتر داشته باشند را توضیح دهد [۱]. نانو ساختارهای توخالی گروه ویژه ای از این مواد هستند که خصوصیات فیزیکی و شیمیایی متفاوتی از خود نشان می دهند. این خصوصیات به وسیله شکل، اندازه و ترکیب آن ها تعیین می شوند. در مقایسه با ذرات یکپارچه با اندازه مشابه، نانو ساختارهای توخالی به دلیل داشتن فضاهای توخالی در درون خود، ویژگی های منحصر به فرد دارند، از جمله: چگالی پایین، سطح فعال زیاد، ضریب انبساط حرارتی کم، ضریب شکست کم، نسبت سطح به حجم بالا، هزینه کم و روش های ساخت متنوع. نانوفیبرها یکی از انواع نانو ساختارهای توخالی هستند. نانوفیبرها اکثراً از نظر ضخامت قطر یکنواخت بوده و به صورت انبوه می توان آنها را ساخت. در میان روش های مختلف که شامل الکتروچرخشی، جدایی فاز و روش های قالبی می شود، در روش قالب قربانی شونده، قالب خود به عنوان واکنش دهنده در فرایند ساخت مواد وارد می شود. مشابه قالب های سخت، قالب های قربانی شونده مستقیماً شکل و اندازه تقریبی ساختارهای توخالی حاصله را تعیین می کنند. اما قالب به طور همزمان نقش چارچوب ساختاری و پیش ساز را برای پوسته بازی می کند. بنابراین، قالب های قربانی شونده در طی فرایند تشکیل پوسته به طور کامل حذف می شوند [۲]. این روش، ساده ترین و ارزان ترین روش است و موجب تولید فیبرهای بسیار متخلخل با مساحت سطحی بالا می شود.

دی اکسید سیلیکان یا سیلیکا یک ترکیب شیمیایی با فرمول SiO_2 است. سیلیکا یکی از فراوان ترین مواد در سطح زمین است که هم در مواد معدنی موجود است و هم به صورت شیمیائی تولید می شود. شکل های قابل توجه دی اکسید سیلیکان شامل کوارتز مذاب، بلوری، سیلیکای گرمازا^۳، سیلیکا ژل و آئروژل است. ساختار رایج سیلیکا، آمورف بوده و اغلب به صورت شیشه است. دی اکسید سیلیکان دارای پایداری گرمایی و گاف انرژی اپتیکی بالایی (۹ eV) است [۳]. شیشه ای از جنس دی اکسید سیلیکان نسبت به مواد

شیمیایی مقاوم است و در تجهیزات آزمایشگاهی و در پوسته لامپ کاربرد فراوانی دارد. همچنین یک پوشش محافظ بر روی مدارهای یکپارچه است. نقطه ذوب دی‌اکسید سیلیکان در حدود ۱۷۱۰°C است.

لی و همکارانش [۴]، با استفاده از قالب‌های زیستی (گل‌های درخت صنوبر فیبر مانند) توانستند میکرولوله‌های توخالی دنباله دار SiO₂ را تهیه کنند. میکرولوله‌های توخالی به کمک روش سل-ژل آماده شدند و از TEOS^۴ به عنوان منبع SiO₂، استفاده کردند [۴]. گائو و همکارانش [۵] با استفاده از کاغذ سلولزی نانولوله‌های توخالی SiO_x را تهیه کردند. زیرا استفاده از مواد سلولزی (کاغذ فیلتر) به عنوان قالب برای آماده‌سازی نانولوله‌های SiO_x به عنوان آند برای باتری لیتیومی روش مؤثری است [۵]. در این مقاله سعی شده است فیبرهای توخالی دی‌اکسید سیلیکان با استفاده از قالب پنبه و سوسپانسیونی از پودر SiO₂ و آب دیونیزه ساخته شوند و در شرایط ساخت متفاوت نظیر دمای کلسینه، دمای خشک، نسبت‌های وزنی و سایش پودر مورد بررسی قرار گیرند. همچنین در آزمایشی به جای آب دیونیزه در سوسپانسیون از الکل استفاده کردیم که نشان داد فیبرهای پنبه به راحتی جدا شده و فیبرهای توخالی به طول چندین سانتیمتر و ضخامت دیواره ۲۰۰ nm ساخته شدند. هدف اصلی این پژوهش، ساخت فیبرهای توخالی SiO₂ به ضخامت دیواره نانومتری از محلول سوسپانسیون بود که تحقیقات بسیار کمی بر روی آن انجام شده است.

۲- ساخت نمونه

۲-۱- مرحله آماده‌سازی فیبرهای پنبه: ابتدا ۰/۲۵ g دی‌اکسید سیلیکان را داخل یک بشر ریخته و سپس ۲۵ mL آب دیونیزه را به آن اضافه می‌کنیم و به مدت ۲۰ دقیقه تحت هم زنی شدید قرار می‌دهیم تا سوسپانسیون دی‌اکسید سیلیکان حاصل شود. سپس حدود ۰/۰۵ g پنبه خشک و تمیز را درون سوسپانسیون قرار می‌دهیم. در این حالت بشر حاوی سوسپانسیون و پنبه را به مدت ۳۰ دقیقه در دمای آزمایشگاه قرار می‌دهیم. پس از

1. Si(OC₂H₅)₄

طی کردن این مراحل، پنبه را از سوسپانسیون خارج می‌کنیم و چند دقیقه ای به طور عمودی قرار می‌دهیم تا سوسپانسیون اضافی از فیبرهای پنبه خارج شده و مرحله خشک شدن بهتر انجام گیرد.

مرحله خشک: سپس نمونه‌ها را تحت شرایطی که در آزمایش‌ها خواهد آمد، توسط دمای نور چراغ مطالعه خشک می‌کنیم. در این مرحله نمونه‌ها را برای خشک کردن روی بوته آلومینا قرار می‌دهیم. پس از طی مرحله خشک کردن، SiO_2 به شکل مناسبی بر روی فیبرهای پنبه روکش می‌شود.

مرحله کلسینه: در مرحله کلسینه کردن فیبرهای پنبه خشک شده با حذف فیبرهای پنبه و بدست آوردن فیبرهای توخالی SiO_2 آغاز می‌شود. در تمامی آزمایش‌ها، در مرحله کلسینه فیبرهای خشک شده در بوته‌های آلومینا قرار داده می‌شوند. کلسینه کردن فیبرها در کوره تحت هوای اتمسفر (بدون عبور هیچ نوع گاز حامل) و در دماهای ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت انجام می‌شود. آهنگ افزایش دمای کوره در مرحله کلسینه ۲۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه است. کوره را با این آهنگ تنظیم می‌کنیم تا از دمای آزمایشگاه به دمای مورد نظر رسیده و سپس ۶ ساعت در آن دما باقی بماند. پس از کلسینه شدن و اتمام ۶ ساعت، اجازه می‌دهیم که نمونه‌ها داخل کوره باقی مانده و کوره به طور طبیعی سرد شده و به دمای آزمایشگاه برسند.

۲-۲- فرآیند آزمایش: جهت بررسی ریخت‌شناسی فیبرهای توخالی تولید شده، چهار آزمایش طراحی شد.

آزمایش اول (دمای کلسینه): فیبرهای پنبه در دمای ۴۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت خشک می‌شوند و در سه دمای ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت، تحت هوای اتمسفر و با شرایط گفته شده، در کوره کلسینه می‌شوند.

آزمایش دوم (دمای خشک): در این آزمایش پارامتری که تغییر آن بر کیفیت فیبرهای توخالی SiO₂ مورد بررسی قرار می‌گیرد، دمای خشک کردن فیبرهای پنبه است. بر خلاف آزمایش اول که در آن دمای خشک کردن فیبرهای پنبه یکسان بود این بار فیبرهای پنبه به منظور تهیه فیبرهای توخالی در سه دمای ۴۰، ۵۰ و ۶۰ درجه سانتیگراد خشک می‌شوند و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۶ ساعت، تحت هوای اتمسفر در کوره کلسینه می‌شوند.

آزمایش سوم (نسبت وزنی پودر SiO₂ و آب دیونیزه): در این آزمایش پارامتری که تغییر آن بر کیفیت فیبرهای توخالی SiO₂ مورد بررسی قرار می‌گیرد، نسبت وزنی پودر SiO₂ و آب دیونیزه مورد استفاده در سوسپانسیون است. نسبت‌های وزنی ۱:۱۰۰، ۱:۷۵، ۱:۵۰ و ۱:۲۵ در این آزمایش مورد بررسی قرار گرفتند. البته نمونه‌ها در این مرحله در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد خشک و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه می‌شوند.

آزمایش چهارم (سایش پودر SiO₂): در این آزمایش پارامتری که تغییر آن بر کیفیت فیبرهای توخالی SiO₂ مورد بررسی قرار می‌گیرد، سایش پودر SiO₂ در دو زمان ۱ ساعت و ۳۰ دقیقه است. نمونه‌ها همانند آزمایش قبلی در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد خشک و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه می‌شوند.

۳- نتایج و بحث

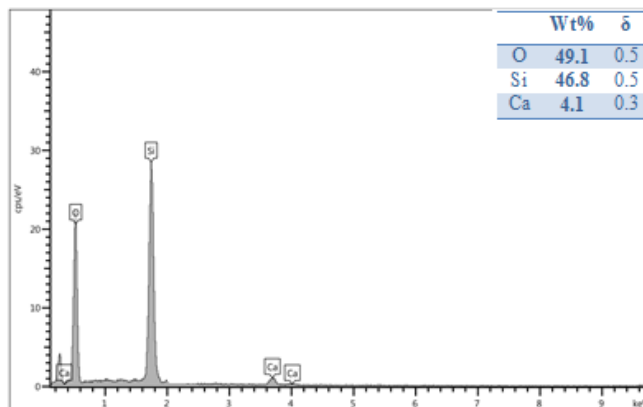
فیبرهای پنبه عمدتاً از سلولز تشکیل شده‌اند. بدیهی است که مواد غیر سلولزی به فیبرهای پنبه متصل شده و در آنها حضور دارند، مانند قند، نشاسته، پروتئین و تعدادی مواد غیر آلی. سلولز تنها پلیمری است که به وفور در طبیعت یافت می‌شود و در شکل پنبه سطح مؤثر بسیار خوبی به مقدار $1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ دارد. بنابراین برای هدف ما بسیار مناسب بوده و هم چنین بسیار مقرون به صرفه و سازگار با محیط زیست است [۶]. در این پژوهش از پنبه، به این دلیل استفاده کرده‌ایم که یک قالب طبیعی و سازگار با محیط زیست است. همچنین پنبه از

مواد طبیعی، ارزان، فراوان و تجدیدپذیر است. پنبه‌های استفاده شده، معمولی و قابل تهیه از داروخانه‌ها می‌باشند.

در تشکیل فیبر توخالی سیلیکا، پنبه‌هایی که به عنوان قالب استفاده شده بود، به علت حرارت در مرحله کلسینه از بین می‌روند. فرآیند تجزیه پنبه تقریباً از ۲۷۰ درجه سانتیگراد شروع می‌شود و در ۴۵۰ درجه سانتیگراد کامل می‌شود [۷]. خانم کرمی [۸] به تفسیر طیف EDS عناصر موجود در خاکستر پنبه را مورد بررسی قرار داده و نشان دادند در طی این فرایند پنبه به طور کلی سوخته و از بین رفته و فقط فیبرهای توخالی باقی می‌ماند.

۳-۱- آنالیز EDS

در ابتدا برای اینکه نشان دهیم فیبرهای توخالی ساخته شده و دارای ساختار دی‌اکسید سیلیکان است از نمونه‌های ساخته شده طیف EDS تهیه شد (شکل ۱).

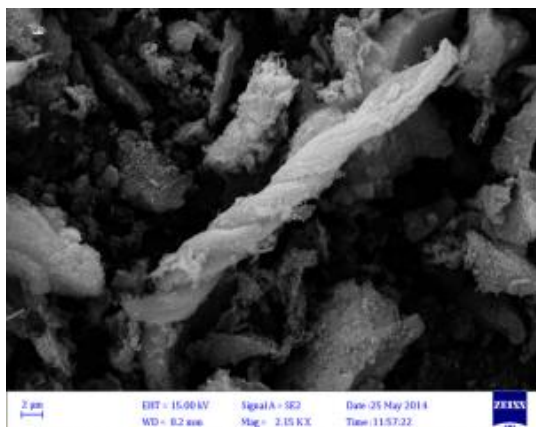


شکل ۱: طیف EDX یکی از نمونه‌ها.

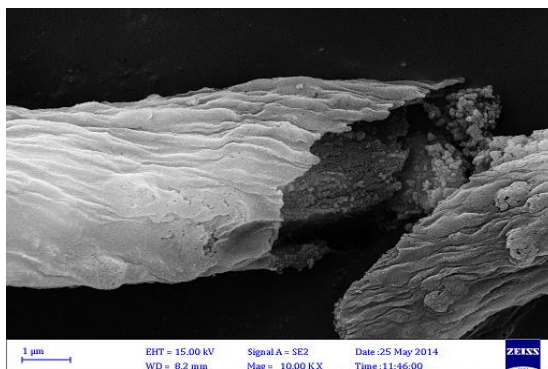
همان‌طور که در شکل دیده می‌شود قله‌های گوگرد، آلومینیوم، پتاسیم، کلر، آهن، روی و مس که در خاکستر پنبه وجود دارند، به سختی قابل تشخیص هستند، به این علت که این قله‌های پاشندگی ضعیف دارند و بوسیله قله‌های پاشندگی قوی دی‌اکسید سیلیکان پوشش داده می‌شوند. ضمناً در این طیف فقط اندکی کلسیم مشاهده می‌شود که می‌توان فهمید نمونه‌های دی‌اکسید سیلیکان توخالی تهیه شده دارای خلوص بالایی هستند.

۲-۳- مشاهده SEM

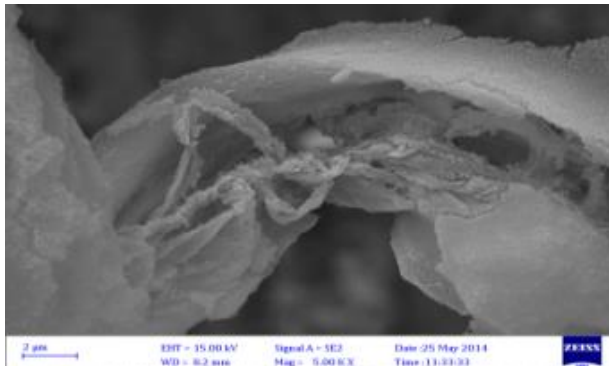
شکل های ۲، ۳ و ۴، بزرگنمایی های متفاوت از ریزنگاری های SEM (ZEISS, Germany) فیبرهای توخالی تهیه شده از آزمایش اول نشان می دهد. از این شکل ها درمی یابیم که طول فیبرها در حدود ۲۰ میکرومتر می باشد و فیبرهای توخالی تقریباً یکنواخت شکل گرفته اند. از شکل ۳ ساختار توخالی فیبر مشخص است و قطر فیبر در حدود ۲-۴ میکرومتر است. شکل ۳ مربوط به نمونه ای که تحت دمای ۶۰۰°C کلسینه شده است. رشد یکنواخت SiO₂ روی فیبر پنبه مشاهده می شود. شکل ۴ مربوط به نمونه ای که تحت دمای ۷۰۰°C کلسینه شده است.



شکل ۲: تصویر SEM مربوط به فیبرهای SiO₂ خشک شده در ۴۰°C و کلسینه شده در ۵۰۰°C.



شکل ۳: تصویر SEM مربوط به فیبرهای SiO₂ خشک شده در ۴۰°C و کلسینه شده در ۷۰۰°C.

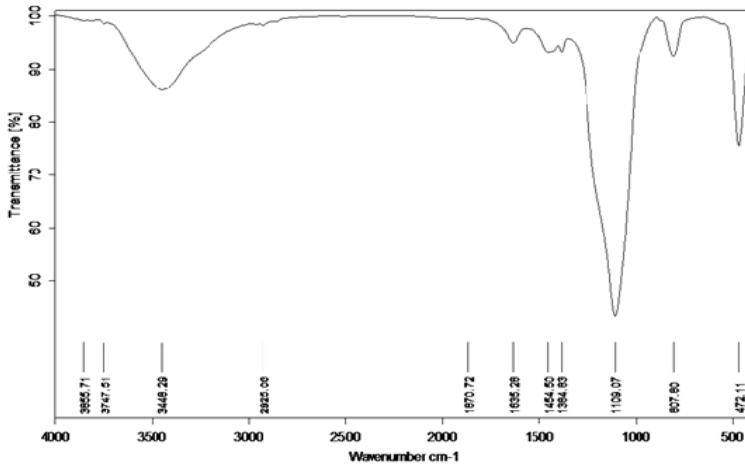


شکل ۴: تصویر SEM مربوط به فیبرهای SiO_2 خشک شده در 40°C و کلسینه شده در 700°C .

تصویر SEM نمونه کلسینه شده در 500°C درجه سانتیگراد مارپیچی بوده و فیبرهای توخالی دنباله دار را نمی تواند ایجاد کند. در نمونه کلسینه شده در 700°C درجه سانتیگراد، ضخامت کمتری دارد اما استحکام فیبرها بسیار پایین است بر همین اساس دمای 600°C درجه سانتیگراد را به عنوان دمای بهینه کلسینه به دست آمد.

۳-۳- بررسی طیف های عبوری FTIR نمونه های تهیه شده در آزمایش اول

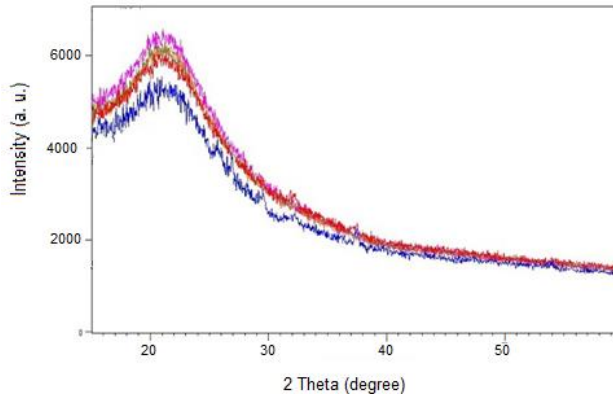
برای به دست آوردن طیف های FTIR نمونه های مورد نظر از طیف سنج BRUKER مدل TENSOR 27 استفاده کردیم. شکل ۵ طیف های عبوری FTIR فیبرهای SiO_2 که در دمای 40°C درجه سانتیگراد خشک و در دمای 500°C درجه سانتیگراد کلسینه شدند را نشان می دهد. قله در 3448 cm^{-1} مربوط به ارتعاش های کششی در مولکول های آب و هیدروکسیل های سیلیکان است. قله در 1635 cm^{-1} مربوط به ارتعاش های خمشی مولکول های آب است. قله قوی و گسترده در 1109 cm^{-1} مربوط به ارتعاش های کششی نامتقارن Si-O-Si است. قله 807 cm^{-1} را می توان به کشش ارتعاشی در اتصال متقارن O-Si-O نسبت داد، در حالی که قله 472 cm^{-1} مربوط به ارتعاش های خمشی O-Si-O است [۹]. همچنین نتایج ما نشان داد طیف های عبوری FTIR فیبرهای SiO_2 در آزمایش های بعدی نیز، طیف مشابه شکل ۵ را دارند.



شکل ۵: طیف های عبوری FTIR فیبرهای SiO₂ که در دمای ۴۰ درجه سانتیگراد خشک و در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه شدند.

۳-۴- آنالیز XRD و نتایج آن

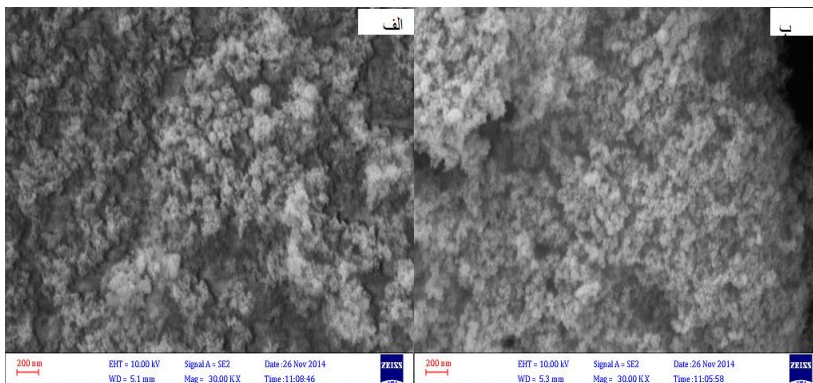
الگوهای XRD فیبرهای SiO₂ آزمایش اول و دوم در شکل ۶ آمده است. پهنای قله‌ها خود حاوی اطلاعاتی از نمونه می باشد. اندازه حوزه بلوری و میکرو کرنش (کرنش کوتاه برد که در اثر عیوب شبکه ایجاد می شود) عوامل مؤثر در پهنای قله می باشند. بدیهی است هر چه حوزه بلوری بزرگتر و عیوب شبکه کمتر باشد پهنای قله‌ها کمتر است. حوزه‌های آمورف قله‌های پهن و حوزه‌های بلوری، قله‌های تیز در الگو تشکیل می دهند. شکل ۶ هر پنج الگوی نمونه‌ها را جهت مقایسه نشان می دهد. همان‌طور که مشاهده می شود، هر پنج الگو دارای روند یکسان هستند و تفاوت واضحی بین الگوی پنج نمونه دیده نمی شود. در این پژوهش، قله آمورف در $2\theta = 21/7^\circ$ مشاهده شد که با داده‌های کارت استاندارد 00-029-0085 مطابقت دارد. بدین ترتیب در شکل ۶ قله پهنی که در $2\theta = 20^\circ - 35^\circ$ قرار دارد و مشخص می کند که محصول بدست آمده آمورف بوده یا بلورینگی پایینی دارد [۵].



شکل ۶: الگوهای XRD فیبرهای SiO₂ آزمایش اول و دوم.

۳-۵ مشاهدات SEM در آزمایش سوم و چهارم

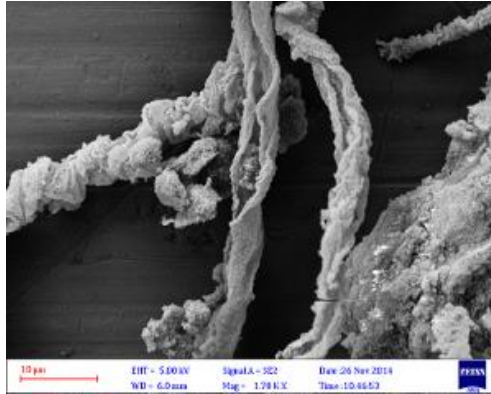
پودر SiO₂ تهیه شده از شرکت مرک ذراتی با اندازه حدود ۰/۵ mm است. آزمایش سوم به بررسی تأثیر اندازه ذرات پودر SiO₂ بر فیبرهای تهیه شده، می‌پردازد. پودرهای دو زمان ۳۰ دقیقه و ۱ ساعت در یک هاون چینی ساییده شدند و در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد خشک شده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد کلسینه شدند. شکل ۷ تصاویر SEM پودرهای ساییده شده را نشان می‌دهد. این شکل نشان می‌دهد، اندازه ذرات پودر SiO₂ که ۳۰ دقیقه ساییده شده تقریباً ۳۰ nm و پودر SiO₂ که ۱ ساعت ساییده شده تقریباً ۲۰ nm است.



شکل ۷: تصاویر SEM پودر SiO₂ ساییده شده،

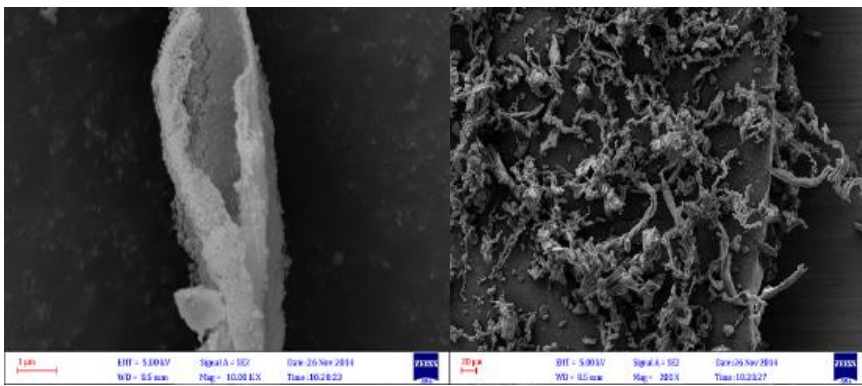
(الف) پودر با ۱ ساعت سایش و (ب) پودر با ۳۰ دقیقه سایش.

شکل ۸ تصاویر SEM فیبرهای توخالی SiO₂ که با پودری که ۳۰ دقیقه سایش داشته را نشان می‌دهد. این فیبرهای توخالی دارای طول تقریبی ۷۰-۶۰ میکرومتر و قطر ۳/۴ میکرومتر هستند.



شکل ۸: تصاویر SEM مربوط به نانوفیبرهای توخالی SiO₂ با پودری که ۳۰ دقیقه سایش داشته و در ۶۰۰°C کلسینه شده و در ۵۰°C خشک شده.

شکل ۹ تصاویر SEM نانوفیبرهای توخالی SiO₂ که با پودری که ۱ ساعت سایش داشته را نشان می‌دهد. اندازه طول فیبرها در این نمونه ۷۰-۶۰ میکرومتر و قطر فیبرها ۱/۴۶ μm است.



شکل ۹: تصاویر SEM مربوط به نانوفیبرهای توخالی SiO₂ با پودری که ۱ ساعت سایش داشته و در ۶۰۰°C کلسینه شده و در ۵۰°C خشک شده.

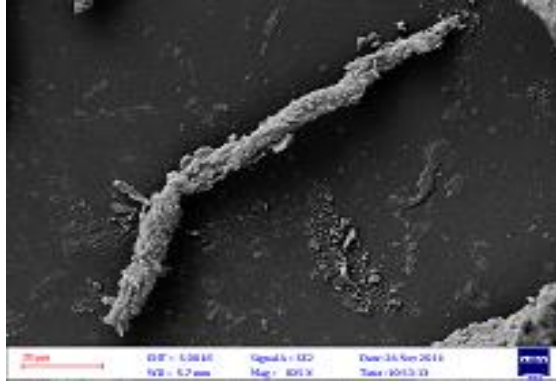
نتایج ما نشان می‌دهد پودر دی‌اکسید سیلیکان که ۱ ساعت ساییده شده بود، به دلیل کوچک شدن اندازه ذرات، رشد مناسب‌تری روی فیبرهای پنبه دارد.

در آزمایش‌های اول و دوم نسبت وزنی ۱:۱۰۰ بین SiO_2 و آب مقطر برقرار بود. در این مرحله با تغییر در نسبت‌ها که در جدول ۱ به طور کامل مشاهده می‌کنید، روند تغییر در فیبرهای توخالی بدست آمده مورد بررسی قرار می‌گیرد. البته نمونه‌ها در این مرحله در شرایط بهینه تهیه می‌شوند. منظور از شرایط بهینه، خشک کردن نمونه‌ها در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد و کلسینه کردن در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد است.

جدول ۱: مشخصات نمونه‌های تهیه شده در آزمایش چهارم.

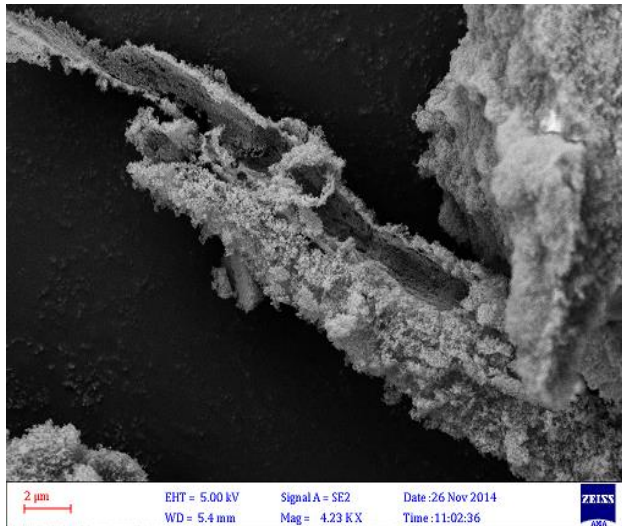
شماره نمونه‌ها	زمان خشک کردن (h)	دمای خشک کردن ($^{\circ}\text{C}$)	زمان کلسینه (h)	دمای کلسینه ($^{\circ}\text{C}$)	نسبت وزنی
S-3-1	۱	۵۰	۶	۶۰۰	۱:۱۰۰
S-3-2	۱	۵۰	۶	۶۰۰	۱:۷۵
S-3-3	۱	۵۰	۶	۶۰۰	۱:۵۰
S-3-4	۱	۵۰	۶	۶۰۰	۱:۲۵

همان‌طور در شکل ۱۰ مشاهده می‌شود، در نسبت وزنی ۱:۲۵ رشد ناهمگونی روی فیبرهای پنبه مشاهده می‌شود و درصد بالایی از پودر SiO_2 روی پنبه مانع از تشکیل فیبرهای توخالی شده است و تنها ریخت‌شناسی فیبرهای پنبه حفظ شده و طول فیبرها ۴۰-۵۰ میکرومتر است.



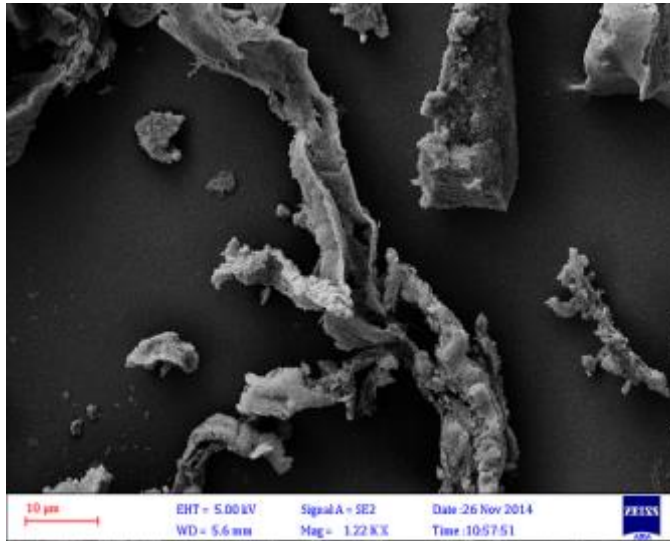
شکل ۱۰: تصاویر SEM مربوط به فیبرهای SiO₂ با نسبت وزنی ۱:۲۵، کلسینه شده در ۶۰۰°C و خشک شده در ۵۰°C.

فیبرهای آماده شده با نسبت وزنی ۱:۵۰، رشد یکنواختی از ذرات SiO₂ در روی فیبرهای پنبه مشاهده نشد. طول فیبری که در شکل ۱۱ مشاهده می‌کنیم، ۶۰-۵۰ میکرومتر است. این فیبر از یک سو توخالی شده است اما در انتها توخالی بودن مشاهده نمی‌شود.



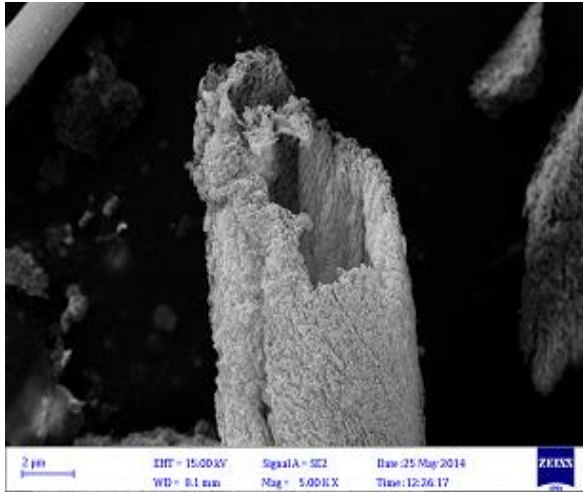
شکل ۱۱: تصاویر SEM مربوط به فیبرهای SiO₂ با نسبت وزنی ۱:۵۰، کلسینه شده در ۶۰۰°C و خشک شده در ۵۰°C.

همان‌طور که در شکل ۱۲ مشاهده می‌شود، در نسبت وزنی ۱:۷۵ به راحتی می‌توان توخالی بودن فیبرهای SiO_2 را مشاهده کرد. فیبرهای توخالی که در این مرحله بدست آمده ریخت‌شناسی پنبه را حفظ کرده است. فیبرهای توخالی با طول ۵۰ میکرومتر، قطر در حدود ۴ میکرومتر و ضخامت دیواره ۵۰۰ nm درست شده‌اند.



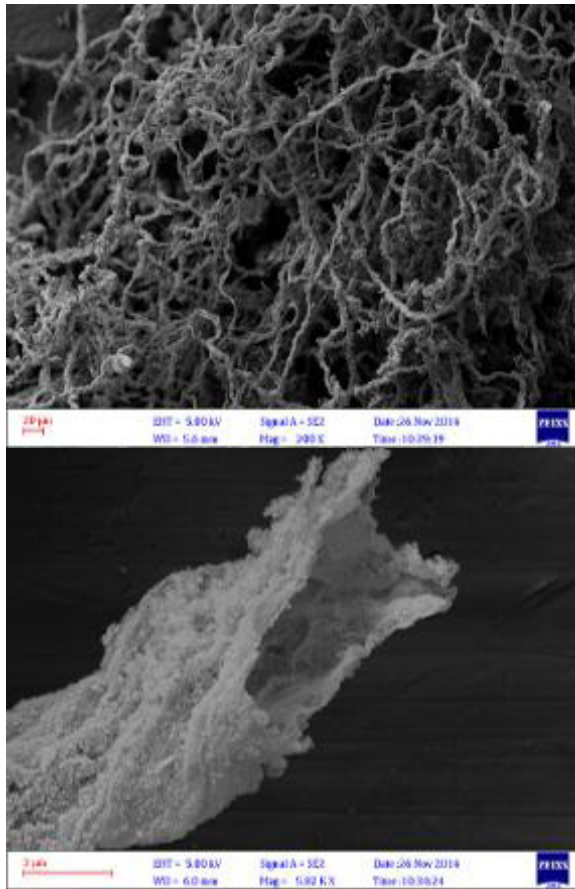
شکل ۱۲: تصاویر SEM مربوط به فیبرهای SiO_2 با نسبت وزنی ۱:۷۵، کلسینه شده در 600°C و خشک شده در 50°C .

همان‌طور که در شکل ۱۳ ملاحظه می‌شود در نمونه‌ای که در دمای 50°C درجه سانتیگراد خشک شده فیبرهای بدست آمده با نسبت وزنی ۱:۱۰۰ توخالی هستند و تخلخل روی دیواره فیبرهای SiO_2 مشاهده می‌شود. در قسمت الف این شکل به خوبی مشاهده می‌شود که ریخت‌شناسی پنبه پس از کلسینه شدن در دمای 600°C درجه سانتیگراد باقی مانده است. در قسمت ب توخالی بودن فیبرها مشاهده می‌شود. از این شکل‌ها در می‌یابیم که طول فیبرها حدود ۳۰ میکرومتر می‌باشد و فیبر کاملاً یکنواخت شکل گرفته‌اند. قطر فیبر ۳ میکرومتر و ضخامت فیبر در حدود ۳۰۰ nm است.



شکل ۱۳: تصاویر SEM مربوط به فیبرهای SiO₂ با نسبت وزنی ۱:۱۰۰، کلسینه شده در ۶۰۰°C و خشک شده در ۵۰°C.

در انتها، برای ساخت سوسپانسیون از الکل به جای آب دیونیزه استفاده کردیم. مشابه قبل، نمونه‌ها در این سوسپانسیون در دمای ۵۰°C خشک و در دمای ۶۰۰°C کلسینه کردیم. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی ریخت‌شناسی این نمونه‌ها و نانوفیبرهای توخالی SiO₂ تشکیل شده را بررسی کردیم. شکل ۱۴ تصاویر SEM از نمونه‌ای است که سوسپانسیون آن با الکل ساخته شده است. این تصاویر به خوبی نشان می‌دهد که ریخت‌شناسی پنبه را حفظ می‌کند. الکل (به عنوان حلال) به جدا کردن فیبرهای پنبه کمک می‌کند. طول آنها چندین سانتیمتر بوده و در بعضی از فیبرها پیچ‌خوردگی‌های که به طور طبیعی در فیبرهای پنبه وجود دارد، دیده می‌شود. همان‌گونه که در شکل مشاهده می‌کنیم فیبرهای تهیه شده توخالی‌اند و دیواره‌های متخلخل دارند. پس با حضور الکل در سوسپانسیون پودر SiO₂، ریخت‌شناسی بهتری در نمونه‌ها دیده می‌شود. از این شکل‌ها به دست می‌آید که طول فیبرهای توخالی حدود چندین سانتیمتر با قطر تقریباً ۳/۵ μm و ضخامت دیواره در حدود ۲۰۰ nm هستند.



شکل ۱۴: تصاویر SEM از نمونه‌ای است که سوسپانسیون آن با الکل ساخته شده است و در ۶۰۰°C کلسینه شده و در ۵۰°C خشک شده.

۴- نتیجه گیری

در این مقاله، ساخت نانوفیبرهای تو خالی دی‌اکسید سیلیکان با روشی ساده و مقرون به صرفه با استفاده از سوسپانسیون ابداعی در این آزمایش، انجام شد. پس از تولید نانوفیبرها، عواملی همچون دمای کلسینه، دمای خشک و نسبت‌های وزنی بین پودر دی‌اکسید سیلیکان و آب دیونیزه و سایش پودر SiO_2 ، بر روی فیبرهای پنبه بررسی شد. از تمامی نمونه‌های تولید شده برای بررسی ریخت شناسی نمونه‌ها تصاویر SEM گرفته شد. در این تصاویر نمونه‌هایی که در ۵۰ درجه سانتیگراد خشک شده و در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد

کلسینه شدند، دارای ساختارهای منظم استوانه ای و نانو فیبرهای توخالی هستند. از طیف EDS نتیجه گرفتیم که پنبه کاملاً در فرآیند ساخت از بین رفته و فقط قله های سیلیکان، اکسیژن و اندکی کلسیم در آن مشاهده می شوند. الگوهای XRD به خوبی با داده های کارت استاندارد 00-029-0085 مطابقت دارد. قله گسترده در الگوی XRD به SiO₂ آمورف با تبلور کم اختصاص دارد. با جایگزینی الکل به جای آب دیونیزه در سوسپانسیون توانستیم فیبرهای تنخالی به طول چندین سانتیمتر، قطر ۳/۵ μm و ضخامت ۲۰۰ nm بسازیم.

۵- قدردانی

این کار توسط دانشگاه الزهرا حمایت مالی شده است. ضمناً بدینوسیله از نظرات سازنده علمی همکار محترم دکتر عبدالله مرتضی علی استاد فیزیک دانشگاه الزهرا^(س) تشکر و قدردانی می گردد.

۶- منابع

[1] C.N.R. Rao and A.K. Cheetham; "Science and technology of nanomaterials: current status and future prospects"; *Journal of Materials Chemistry* **11** (2001) 2887-2894.

[2] X. Lou, L. Archer, and Z. Yang; *Advanced Materials* **20** (2008) 3987.

[۳] شهروز نصیریان و حسین میلانی مقدم "بررسی تغییر رفتار گاف انرژی اپتیکی نانو ذرات تیتانیا با افزودن زمینه سیلیکا"، مجله پژوهش فیزیک ایران، ۱۳ (۱۳۹۲) ۱۳۱-۱۳۹.

[4] Y. Le, D. Guo, B. Cheng, and J. Yu; *Applied Surface Science* **274** (2013) 110-116.

[5] H. Gue, R. Mao, X. Yang, and J. Chen; *Electrochimica Acta* **74** (2012) 271-274.

[۶] سیامکی، یاسمن "ساخت و بررسی فیبرهای نانوساختار توخالی اکسیدهای فلزی ZnO، NiO و TiO₂ توسط پنبه به عنوان قالب"، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه تربیت مدرس، ۱۳۹۰.

[۷] احمدی، راحله؛ ثابت داریانی، رضا؛ "بررسی مورفولوژی نانو ساختار توخالی اکسید روی"، دومین کنفرانس رشد بلور ایران، دانشگاه سمنان، ۱۳۹۱.

[۸] ثابت داریانی، رضا؛ کرمی، زهرا "ساخت و بررسی ساختاری و ریخت شناسی فیبرهای نانویی توخالی TiO_2 "، مجله فیزیک کاربردی دانشگاه الزهرا، ۳(۲) (۱۳۹۲) ۵-۲۰.

[9] S. Music, N. Filipovic-Vincekovic, and L. Sekovanic; "Precipitation of Amorphous SiO_2 Particles and their Properties"; *Brazilian Journal of Chemical Engineering* **28** (2011) 89-94.