

سنتز نانوذرات سیلیکا (SiO₂) با روش اشتوبر

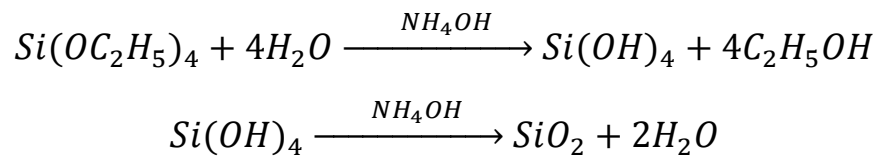
۱- هدف

سنتز نانوذرات سیلیکا با ابعاد حدود ۱۰۰ نانومتر به روش اشتوبر.

۲- تئوری آزمایش

سیلیکا با ثابت الکتریک ۴/۵ به سبب پایداری فوق العاده در برابر لخته شدن، ماده ای پرکاربرد برای سنتز ساختارهای هسته-پوسته است؛ همچنین بی اثر بودن سیلیکا از حیث شیمیایی، شفافیت و صورت نگرفتن واکنش های اکسایش-کاهش در سطح آن، از دیگر دلایل جذابیت این ماده است.

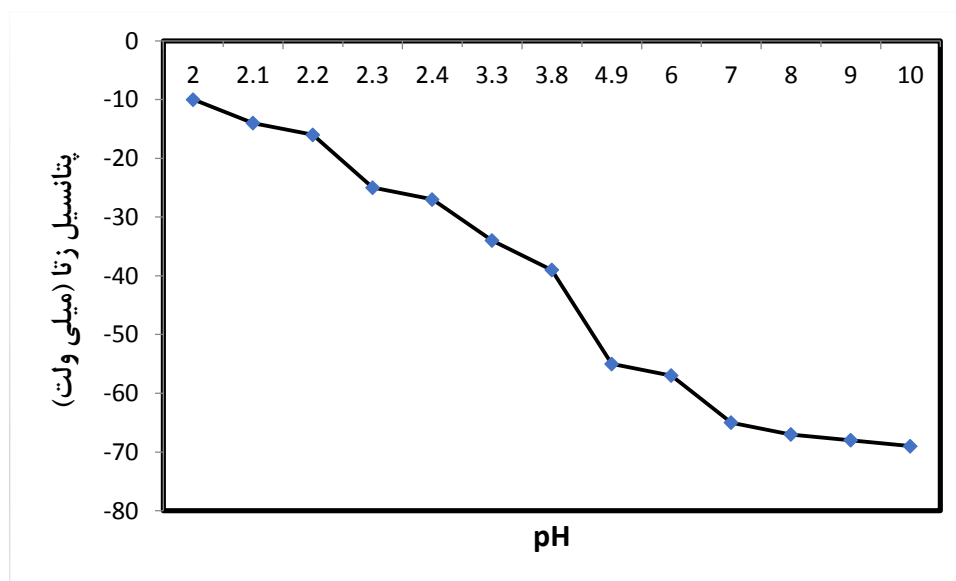
برای سنتز نانوذرات سیلیکا از روش اشتوبر که در سال ۱۹۶۸ ارائه شد استفاده می شود. این روش شامل هیدرولیز (یک فرآیند تجزیه شیمیایی که در آن از آب برای گسستن پیوندهای شیمیایی یک ماده استفاده می شود.) تترا اتیل اورتو سیلیکات در بستری از اتانول در حضور آمونیوم هیدروکسید است. در این روش از آمونیوم هیدروکسید به عنوان کاتالیزور استفاده می شود. طی سنتز نانوذرات سیلیکا، واکنش های زیر رخ می دهند:



مرحله اول سنتز نانوذرات سیلیکا، شامل هیدرولیز تترا اتیل اورتو سیلیکات و جانشینی یون های هیدروکسید به جای گروه های عاملی اتیل است. طی مرحله دوم که بسپارش تراکمی نامیده می شود، سیلیسیسم هیدروکسید در حضور کاتالیزور به سیلیکا تبدیل می گردد و محلولی شیری رنگ حاصل می شود.

قطر نانوذرات سیلیکا با تغییر غلظت تترا اتیل اورتو سیلیکات و آمونیوم هیدروکسید از ۵۰ نانومتر تا ۱ میکرون متغیر است. با کاهش غلظت تترا اتیل اورتو سیلیکات، قطر نانوذرات نیز کاهش می یابد. با افزایش غلظت آمونیم هیدروکسید، قطر ذرات ابتدا افزایش و سپس کاهش می یابد. دلیل افزایش اولیه، افزایش سرعت هیدرولیز تترا اتیل اورتو سیلیکات در حضور کاتالیست است ولی به تدریج با افزودن آمونیوم هیدروکسید، سرعت تراکم از سرعت هیدرولیز بیش تر شده و اندازه ذرات کاهش می یابد. میزان مصرف کاتالیزور علاوه بر اندازه ذرات بر تخلخل و مورفولوژی آن ها نیز تاثیرگذار است.

از جمله موارد قابل بررسی در سنتز نانوذرات سیلیکا، بارسطحی این ذرات است. در شکل ۱ تغییرات بارسطحی نانوذرات سیلیکا نسبت به pH سیال نشان داده شده است. با توجه به نمودار، بارسطحی نانوذرات سیلیکا در pH بیشتر از ۲، منفی است.



شکل ۱- تغییرات بارسطحی نانوذرات سیلیکا نسبت به pH محیط.

۳- روش کار آزمایش

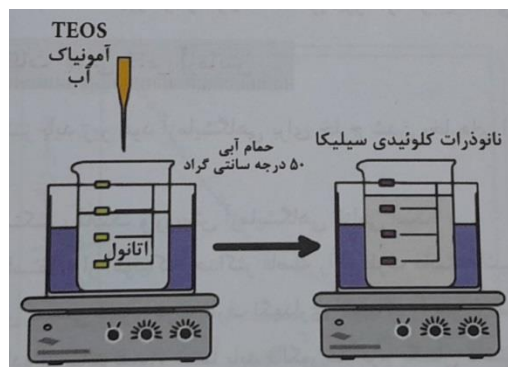
۳-۱- مواد و تجهیزات موردنیاز

مواد: محلول تترا اتیل اورتو سیلیکات، محلول آمونیاک، اتانول، آب مقطر.

تجهیزات: ترازوی دیجیتالی، pH متر، همزن مکانیکی، بالن دودخانه، استوانه مدرج، پیپت مدرج، هات پلیت استیر، اولتراسونیک، سانتریفیوژ، هود آزمایشگاهی، دماسنج.

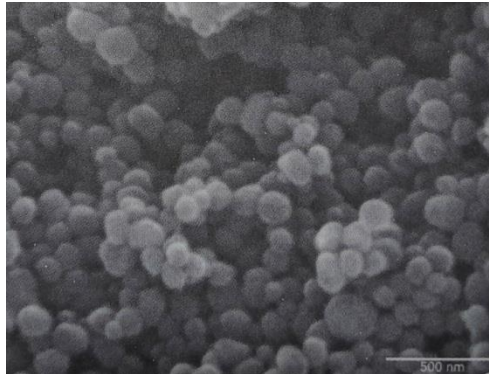
۳-۲- روش انجام آزمایش

۸/۵ میلی لیتر آمونیوم هیدروکسید، ۵ میلی لیتر آب مقطر و ۱/۵ میلی لیتر تترا اتیل اورتو سیلیکات را در بشری حاوی ۱۰۰ میلی لیتر اتانول افزوده و در دمای ۴۰ درجه سلسیوس به مدت ۳ ساعت هم زده می شوند. حدود ۲۰ دقیقه پس از شروع اختلاط، محلول تغییر رنگ می دهد و از بی رنگ به محلولی شیرینی رنگ تبدیل می شود که نشان دهنده تشکیل نانوذرات سیلیکاست. اندازه نانوذرات به دست آمده در حدود ۱۰۰ نانومتر است. با تغییر مقدار تترا اتیل اورتو سیلیکات به ۲/۵ میلی لیتر، نانوذرات سیلیکا با قطر متوسط ۲۵۰ نانومتر به دست می آید.



شکل ۲- نمای انجام آزمایش.

برای تعیین ابعاد ذرات و شکل آنها از میکروسکوپ الکترونی، برای تعیین توزیع اندازه ذرات از دستگاه DLS و برای تعیین بار سطحی نانوذرات سنتز شده در شرایط مختلف از دستگاه آنالیز Zeta potential استفاده می شود.



شکل ۳- تصویر میکروسکوپی الکترونی (SEM) نانوذرات سیلیکا.

ملاحظات ایمنی خاص آزمایش

- مراحل سنتز باید زیر هود آزمایشگاهی برای خارج شدن بخارهای ایجاد شده انجام شود.
- داشتن دستکش، ماسک و روپوش آزمایشگاهی الزامی است.
- در هنگام استفاده از آمونیاک، حداکثر فاصله را از ظرف داشته باشید تا بخارات آن وارد مجاری تنفسی نشود. درب ظرف نگهداری آمونیاک را پس از استفاده ببندید.
- برای استفاده از سانتریفیوژ، حتما باید فالكون ها جرم یکسان داشته باشند و صرفا حجم یکسان ملاک نیست.

۴- پرسش

- با تغییر بار سطحی به سبب تغییرات pH پایداری کلوئید سیلیکا به چه شکلی خواهد بود؟
- پایداری کلوئید سیلیکا سنتز شده، چه مدت است؟ (با مشاهده عینی می توان نظر داد).