

تحقیقات بتن
سال نهم، شماره اول
بهار و تابستان ۹۵
ص ۲۷ - ۱۹
تاریخ دریافت: ۹۴/۹/۱۵
تاریخ پذیرش: ۹۵/۴/۱۰

پوشش دهی الکترولس مس نانولوله‌های کربنی به منظور استفاده در ساخت نانوکامپوزیت‌های هوشمند پایه سیمانی

علی صدرممتازی

دانشیار گروه عمران، دانشکده فنی، دانشگاه گیلان

حمیدرضا ناصر سعید *

دانشجوی دکتری مهندسی عمران، گرایش سازه، دانشکده فنی دانشگاه گیلان

ابوالفضل علیزاده صحرائی

دانشجوی دکتری مهندسی مکانیک، گرایش ساخت و تولید، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

چکیده

استفاده از مواد سیمانی تقویت شده با نانوذرات، با توجه به روش تولید و استفاده آن‌ها، خواص مکانیکی، الکتریکی و حرارتی متفاوتی برای بتن ایجاد می‌نماید. در این راستا، نانولوله‌های کربنی (CNT) به دلیل خواص منحصر به فرد خود، به عنوان یکی از کامل‌ترین نانوذرات شناخته می‌شوند. از طرف دیگر، استفاده از فلزات برای بهبود خواص الکتریکی کامپوزیت‌ها بسیار متداول است. بنابراین به نظر می‌رسد هم‌افزایی CNT و مس بتواند خواص پیزوالکتریکی مناسبی برای ماتریس‌های سیمانی بوجود آورد. در این تحقیق، فرایند پوشش دهی الکترولس CNT با فلز مس با کارایی بالا، جهت آماده‌سازی ماده اولیه کامپوزت‌های سیمانی مورد بررسی قرار گرفته است. مشخصه‌یابی نمونه‌های سنتز شده با آنالیزهای SEM، TEM، XRD، TGA، ICP و AAS مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج نشان داد فرایند معرفی شده توانایی ایجاد پوششی تقریباً همگن بر روی CNTها را دارا می‌باشد. همچنین بازده مصرفی مس بیشتر از ۹۹٪ حاصل گردید.

واژه‌های کلیدی: بتن هوشمند، نانولوله کربن، مس، پوشش دهی الکترولس.

* نویسنده مسئول: h_nasersaeed@hotmail.com

۱- مقدمه

پودرهای مس، نیکل و کربن سیاه نیز جزء دسته مواد ذره‌ای می‌باشند [۴, ۵].

استفاده از مواد فوق در ماتریس‌های سیمانی باعث به وجود آمدن خاصیت پیزوالکتریک در ماده می‌شود. این بدان معناست که با اعمال کرنش‌های خارجی به این مواد کامپوزیتی، مقاومت الکتریکی آن‌ها تغییر می‌کند. این خاصیت می‌تواند گزارش مناسبی از وضعیت سازه ارائه دهد.

از زمان کشف نانولوله‌های کربنی^۱ (CNTs) در سال ۱۹۹۱ [۶]، توجه بسیاری از محققان و دانشمندان به استفاده از خواص بی‌نظیر این دگرشکل کربن و یافتن راهکاری برای تولید انبوه آن‌ها جلب شده است. نسبت طول به قطر بالا، چگالی بسیار کم، مدول الاستیک و استحکام کششی بالا در کنار رسانایی الکتریکی بی‌نظیر CNTها [۷]، اهمیت استفاده از این مواد را در ساخت ماتریس‌های سیمانی برای ایجاد کامپوزیت‌های چندکاره نشان می‌دهد. در سال‌های اخیر، تحقیقات در زمینه ساخت کامپوزیت‌های سیمانی تقویت شده با CNTها آغاز شده است [۸, ۹]. از طرف دیگر، مس بعنوان یکی از شاخص‌ترین و پرمصرف‌ترین مواد هادی الکتریسته، کاربردهای متعددی در طراحی دستگاه‌های میکروالکترونیک، سنسورهای گازی و کرنش‌سنج‌ها دارا می‌باشد. به نظر می‌رسد افزودن توامان CNT و پودر مس تاثیر بسزایی در ایجاد خواص پیزوالکتریک در خمیر سیمان داشته باشد. یکی از روش‌هایی که می‌توان با استفاده از آن خمیر سیمان را با CNT و مس مسلح نمود این است که ابتدا ذرات نانومتری مس را بر روی سطح CNT پوشش دهیم. این بدان معناست که به جای افزودن جداگانه پودر مس و CNT به پایه سیمانی، CNT پوشش‌داده شده با مس به ماتریس سیمانی اضافه گردد. روش‌های محدودی برای پوشش‌دهی فلزی CNT ارائه شده است. این روش‌ها شامل رسوب‌دهی الکتروشیمیایی^۲ [۱۰]، رسوب‌دهی الکترولس^۳ [۱۱]، اختلاط سطح مولکولی^۴ [۱۲] و رسوب بخار فیزیکی/شیمیایی^۵ [۱۳] می‌باشد. از میان روش‌های ذکر شده، رسوب‌دهی الکترولس به علت بازده بالا و راحتی فرآیند، از اهمیت بالایی برخوردار است. هم‌چنین از این روش می‌توان برای

بسیاری از زیرساخت‌های شهری در سرتاسر دنیا در حال خرابی هستند و به تلاش‌های قابل توجهی برای ایمن ساختن نیازمندند. ریشه اصلی در بهسازی این نوع سازه‌ها، شناسایی خرابی و محل آن است. نبود ابزارهای ارزیابی پیشرفته و کمبود فناوری و مواد تعمیری مفید، از جمله مشکلات اساسی در این مقوله می‌باشند. استفاده از ترکیبات هوشمند و چندکاره راه حلی ایده‌آل برای حل این مشکلات است [۱].

می‌دانیم ملات‌های سیمانی در مقایسه با مواد دیگر ساختمانی (مانند فلزات و پلیمرها) ساختاری ترد و شکننده دارند و از مقاومت کششی ضعیفی نیز برخوردار می‌باشند. این مواد در طول عمر خود دچار افت و انقباض گردیده که از اثرات اساسی آن ایجاد ترک‌های ریز و تنش‌های پسماند می‌باشد. تحت بارهای اعمالی به سازه، این ترک‌های ریز انتشار یافته و بهم متصل می‌شوند. این اتفاق پیامدهای زیان‌باری را به همراه خواهد داشت.

تست‌های غیرمخرب مانند اتصال سنسورها از جنس‌های مختلف (کرنش‌سنج‌های مقاومتی، سنسورهای اپتیکی، سرامیک‌های پیزوالکتریک، آلیاژهای حافظه‌دار و پلیمرهای تقویت شده با فیبر) درون و یا بر روی سطوح سازه‌ها از جمله روش‌های متداول ارزیابی وضعیت سازه می‌باشد [۲, ۳]. اما استفاده از این نوع سنسورها با مشکلاتی از قبیل عمر پایین، حساسیت کم، قیمت بالا و افت خواص مکانیکی همراه خواهد بود. به نظر می‌رسد در این حالت اگر مواد سازه‌ای خود دارای قابلیت سنسوری باشند، با موانع کمتری روبه‌رو خواهیم بود. استفاده از مواد سیمانی هوشمند علاوه بر قابلیت‌های فوق، دارای پتانسیل برای استفاده در کنترل ترافیک جاده‌ای، بررسی ارتعاشات سازه‌ای و غیره نیز می‌باشند [۴, ۵].

موادی که برای ساخت کامپوزیت‌های سیمانی چندکاره استفاده می‌شوند می‌بایست علاوه بر خواص مکانیکی عالی، از خواص الکتریکی مناسبی نیز برخوردار باشند. تقویت‌کننده‌های هادی الکتریسته به دو دسته مواد فیبری و ذره‌ای تقسیم می‌شوند. از جمله فیبرهای پرکاربرد می‌توان به فیبرهای کربنی، فیبرهای فولادی و فیبرهای نایلونی پوشش‌داده شده با کربن اشاره نمود.

^۴ Molecular-Level Mixing

^۵ Chemical/Physical Vapor Deposition

^۱ Carbon Nanotubes

^۲ Electrochemical Deposition

^۳ Electroless Deposition

پارامترهای پوشش دهی از جمله میزان pH، دما، غلظت و سرعت اضافه کردن فرمالدهید (عامل احیا کننده)، نقش تعیین کننده‌ای در کیفیت پوشش دارد.

با توجه به توضیحات فوق، بررسی هم‌افزایی CNT و مس بر خواص مکانیکی و پیزوالکتریکی کامپوزیت سیمانی بسیار مورد توجه است. در این ارتباط با توجه به اهمیت موضوع و گستردگی روند ساخت، در پژوهش حاضر مراحل سنتز و مشخصه‌یابی پوشش دهی الکترولس CNT با فلز مس مورد بحث و بررسی قرار می‌گیرد. هدف اصلی ایجاد پوشش حجیم مس بر روی سطح خارجی CNT با معرفی یک حمام الکترولس با کارایی بالا می‌باشد. در تحقیقات آینده، این ماده سنتز شده به عنوان ماده اولیه در ساخت نانوکامپوزیت پایه سیمانی مورد استفاده و فرایند ساخت آن مورد بحث و بررسی قرار خواهد گرفت.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد اولیه

نانولوله کربن چند دیواره (MWCNT) با طول متوسط $15 \mu\text{m}$ -
۵، قطر خارجی تقریبی 50 nm و خلوص بیشتر از ۹۵٪ به عنوان ماده اولیه برای سنتز انتخاب شد. کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده در این تحقیق از مواد آزمایشگاهی با خلوص بسیار بالا، ساخت شرکت های Merck آلمان و Daejung کره جنوبی می‌باشند.

۲-۲- مراحل سنتز CNTهای پوشش دار

در این مرحله، 0.3 گرم CNT اولیه با 100 میلی‌لیتر اسید نیتریک با غلظت 10 مولار مخلوط و به مدت 15 دقیقه در دمای اتاق التراسونیک شد. در مرحله بعد، این مخلوط در دمای 80°C و طی مدت زمان 2 ساعت رفلاکس شد. سپس با کمک سانتریفوژ ذرات جامد از اسید جدا شده و چندین بار تا رسیدن به pH خنثی با آب دیونیزه شست‌وشو شد. در نهایت نمونه‌های عامل دار جهت خشک شدن، به مدت 10 ساعت داخل آون با دمای 70°C قرار گرفتند. در مرحله دوم، محلول حساس سازی با غلظت 0.1 مولار کلرید قلع و 0.1 مولار اسید کلریدریک ساخته شد. سپس، 0.3 گرم CNT عامل دار شده در 100 میلی‌لیتر محلول فوق به مدت 30 دقیقه با

رسوب فلزات مختلف نظیر مس، نیکل، نقره و کبالت نیز استفاده کرد. حداقل ترکیبات لازم برای آبکاری الکترولس (که در اصطلاح به آن محتویات حمام الکترولس گفته می‌شود) عبارتند از: نمک‌های فلز و عامل احیا کننده. ولی بنابر استفاده ممکن است مواد دیگری نیز در ترکیبات حمام بکار رود. عوامل کمپلکس ساز، تسریع کننده و پایدار کننده از جمله اصلی ترین مواد موجود در حمام الکترولس می‌باشد. بین فلزات و موادی که هادی جریان الکتریکی نیستند، برای فرآیند آبکاری تفاوت اساسی وجود دارد. اساساً مواد برای آبکاری الکتریکی می‌بایست هادی جریان الکتریکی باشند. برای موادی که هادی جریان الکتریکی نیستند (مانند پلاستیک‌ها)، ابتدا لازم است با انجام عملیاتی، سطحشان هادی شوند. اگرچه CNTها خواص رسانایی بی نظیری دارند، اما سطح خارجی آنها مانند یک ماده عایق عمل کرده و هیچ گونه شرکنی در عبور جریان ندارد. آنچه در مورد CNTها در فرآیند پوشش دهی الکترولس اتفاق می‌افتد، بسیار شبیه به روند پوشش دهی پلاستیک‌ها است. سه مرحله الزامی قبل از پوشش دهی CNTها عبارتند از: عامل دار کردن (اسیدشویی)، حساس کردن (جذب قلع) و فعال کردن (جذب پالادیوم). آنک و همکاران [۱۱] جزء اولین محققینی بودند که با روش الکترولس، مس و نیکل را بر روی CNTها پوشش دادند. نتایج آنها نشان داد مرحله عامل دار کردن نقش اساسی در جذب قلع و پالادیوم دارد. به گونه‌ای که با استفاده از CNTهای اولیه، مقادیر بسیار ناچیز قلع و پالادیوم بر روی سطح CNTها نشست کرد. ونگ و همکاران [۱۴] لایه‌ی نازکی از مس به ضخامت 40 نانومتر را با استفاده از فرآیند الکترولس بر روی CNTها پوشش دادند. نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۱ مشخص کرد که مس به صورت تقریباً یکنواختی بر روی CNTها رسوب کرده است. هم چنین بررسی نتایج پراش اشعه X (XRD)^۲ نشان داد مس با ساختار شبکه‌ای fcc و اندازه کریستال 130 تا 180 نانومتر بر روی سطح CNTها نشانده شده است. در تحقیقی دیگر، ژو و همکاران [۱۵] با حذف مراحل حساس سازی و فعال سازی سطح، مس پُر تراکم را بر روی سطح CNT رسوب دادند. آنها ادعا کردند آماده سازی اولیه CNTها (منظور عامل دار کردن) در کنار کنترل

² X-Ray Diffraction

¹ Scannig Electron Microscopy

۲-۳- مشخصه یابی

شناسایی عناصر و مورفولوژی لایه رسوبی بر روی CNT در مراحل مختلف پوشش دهی الکترولس، با استفاده از عکس های SEM (Vega IITSCAN) مشاهده و بررسی شد. ترکیب عناصر مشاهده شده در عکس های SEM، با آنالیز EDX (SAMx) الحاقی به دستگاه SEM تعیین شد. هم چنین مورفولوژی پوشش فلزی رسوب داده شده روی سطح CNT ها با عکس برداری TEM (Philips EM208) نیز مورد بررسی قرار گرفت. اندازه ی کریستالی و ترکیب های موجود در لایه رسوبی سطحی CNT ها با آنالیز XRD (Philips X'Pert) مشخص شد. برای گزارش اندازه کریستالی فازهای رسوبی، از فرمول شرر استفاده شده است. برای اندازه گیری مجموع درصد وزنی عناصر رسوب داده شده بر روی سطح CNT ها، از آنالیز توزین حرارتی (TGA) و مشتق توزین حرارتی (DTA) (TG/DTA 6300, SII) استفاده شد. آنالیز TGA در اتمسفر هوا و با نرخ افزایش دمای $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از دمای اتاق تا 800°C انجام شد. مقدار قلع، پالادیوم و مس رسوبی با استفاده از طیف-سنجی نوری بر اساس نشر نور و برانگیختگی به کمک پلاسما (ICP) (Varian 735-ES) اندازه گیری شد. در نهایت پس از جداسازی CNT از حمام الکتروس، به منظور اندازه گیری راندمان مصرف مس، غلظت مس موجود در محلول فیلتر شده با طیف سنجی جذب اتمی (AAS) (Varian 400-MHz) اندازه گیری و گزارش شد.

۳- بحث و نتیجه گیری

تصاویر و طیف های SEM و EDX نمونه ها در شکل ۱ نشان داده شده است. همان طور که در شکل ۱-الف وب مشاهده می شود، میانگین قطر CNT های اولیه، حدود 50 نانومتر بوده و کاملاً در هم پیچیده شده اند. اسیدشویی، عملیاتی ضروری برای باز کردن پیچ خوردگی CNT ها و سهولت اختلاط آن ها در محیط آبی است. پس از مرحله ی حساس سازی، ذرات قلع بر روی سطح خارجی CNT ها رسوب کرده اند. نقاط سفید رنگ مشاهده در شکل ۱-ج نشان دهنده ذرات قلع رسوبی است. Sn^{2+} که در مرحله حساس سازی رسوب کرده است دو وظیفه دارد: اول، احیا یون های پالادیوم و دوم، چسبیدن به سطح CNT ها و متعاقب آن چسباندن پالادیوم

استفاده از دستگاه التراسونیک حساس شد. در نهایت CNT های حساس شده با استفاده از دستگاه سانتریفیوژ شست و شو و جداسازی شدند. در مرحله سوم، محلول فعال سازی حاوی کلرید پالادیوم و اسید کلریدریک به ترتیب با غلظت های 0.25 و 0.025 ساخته شد. سپس، 0.3 گرم CNT حساس شده در 100 میلی لیتر محلول فوق به مدت 30 دقیقه با استفاده از دستگاه التراسونیک فعال شد. در انتها CNT های فعال شده با استفاده از دستگاه سانتریفیوژ شست و شو و جداسازی شده و در دمای 70°C در آون خشک شدند.

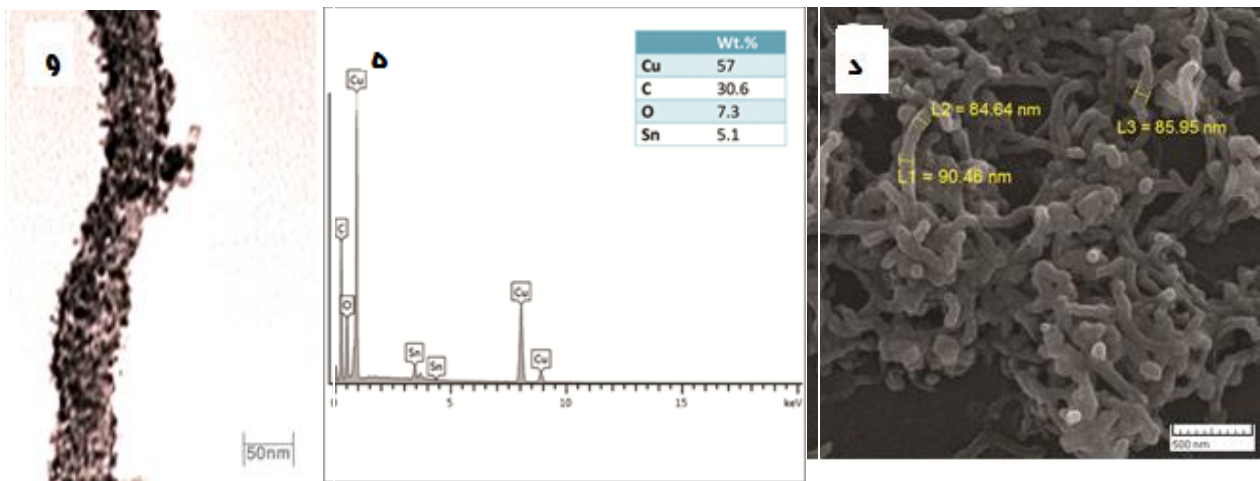
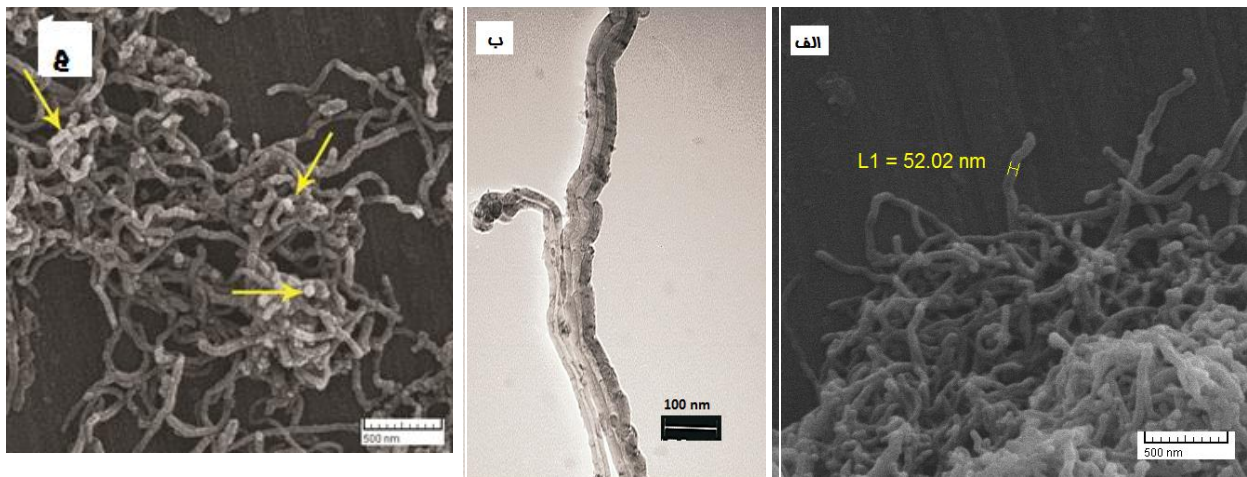
پس از اتمام مراحل آماده سازی سطح، به منظور پوشش دهی CNT ها، از حمام الکترولس با ترکیب مواد ذکر شده در جدول ۱ استفاده شد. با اضافه کردن مقدار کافی سدیم هیدروکسید، pH به مقدار تقریبی $12/8$ رسانده شد. قبل از اضافه کردن فرمالدهید (عامل احیا کننده)، 0.2 گرم CNT فعال شده به محلول اضافه می شود. در مرحله ی بعد، محلول را داخل حمام التراسونیک قرار داده و فرمالدهید را اضافه کردیم. پس از گذشت حدود 2 دقیقه، واکنش پوشش دهی با ظاهر شدن حباب های هیدروژن بر روی سطح، آغاز می شود. از آنجا که از یک طرف، پیشرفت واکنش با افت pH همراه بوده و از طرف دیگر، واکنش پوشش دهی در pH خاصی انجام می شود، اندازه گیری مرتب مقدار pH ضروری است. کاهش pH می بایست با اضافه کردن سدیم هیدروکسید محلول، جبران شود. دمای فرآیند در بازه 22°C تا 27°C ثابت نگه داشته شد. از نشانه های اتمام فرایند، تثبیت مقدار pH و محو شدن رنگ آبی محلول است. پس از اتمام فرآیند، CNT های پوشش داده شده شست و شو و با استفاده از سانتریفیوژ از محلول جدا و در دمای 70°C در آون خشک شدند.

جدول ۱- مواد و غلظت های مورد استفاده در حمام آلتراسونیک

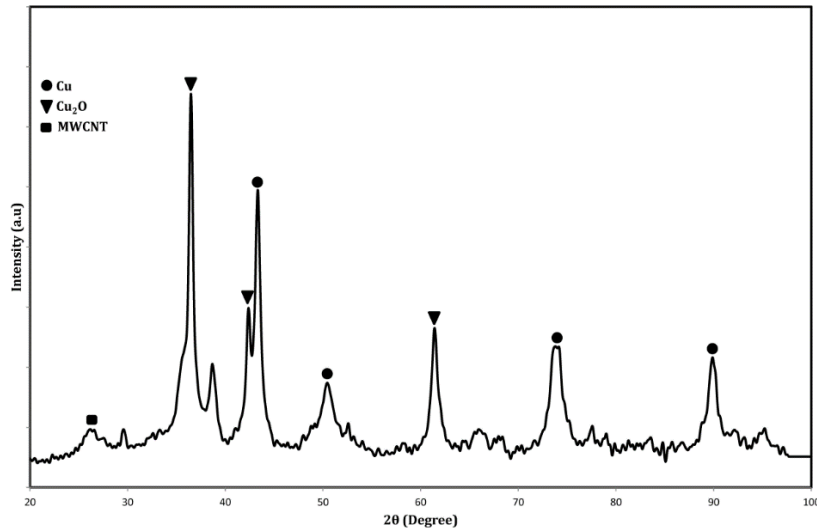
مواد	نقش	غلظت
سولفات مس ۵ آبه	منبع مس	0.1 مولار
پتاسیم سدیم تارتارات (نمک راجل)	عامل کمپلکس کننده	0.5 مولار
فرمالدهید	عامل احیا کننده	1% حجمی
سدیم هیدروکسید	تنظیم کننده pH	-

چه عملیات سطحی قبل از پوشش‌دهی بهتر و یکنواخت‌تر باشد، مس نیز بصورت یکنواخت‌تر بر روی CNTها رسوب خواهد کرد. فازهای شیمیایی موجود در پوشش رسوبی، با استفاده از آنالیز XRD (شکل ۲) مطالعه شد. بررسی الگوی XRD نشان می‌دهد لایه رسوبی حاوی فازهای فلزی مس و اکسید مس (Cu₂O) می‌باشد. پیک‌های ۴۳/۳، ۵۰/۴، ۷۴/۱ و ۸۹/۹ $2\theta^\circ$ به ترتیب متعلق به صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰) و (۳۱۱) ساختار مس fcc است. از طرف دیگر، پیک‌های ۳۶/۴، ۴۲/۳ و ۶۱/۳ $2\theta^\circ$ به صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) فاز اکسید مس تعلق دارند. میانگین اندازه‌ی کریستالی فازهای رسوبی مس و اکسید مس، اندازه‌گیری شده با فرمول شرر به ترتیب ۱۹/۱۷ و ۲۳/۴۱ نانومتر محاسبه شد.

به زیرلایه. ذرات پالادیوم رسوبی به عنوان مراکز اولیه رشد مس عمل می‌کنند. با بررسی مرفولوژی مس رسوبی بر روی CNTها (شکل ۱-د)، به نظر می‌رسد مس با ضخامت‌های متغیر بر روی CNTها رسوب کرده است، اما نکته‌ای که در تصاویر واضح است، رسوب ذرات فلزی بر روی سطح اکثر CNTها می‌باشد. مطالعه طیف EDX نمونه پوشش داده شده (شکل ۱-ه) حضور کربن، مس، اکسیژن و درصد ناچیز قلع را نشان می‌دهد. در اینجا اکسیژن مشاهده شده به احتمال زیاد به رسوب هم‌زمان مس و اکسید مس در مرحله پوشش‌دهی مربوط می‌شود. بررسی‌های دقیق‌تر با عکس-برداری TEM (شکل ۱-و) یکنواختی رسوب مس بر سطح خارجی یک CNT منفرد را اثبات می‌کند. لازم به توضیح است هر



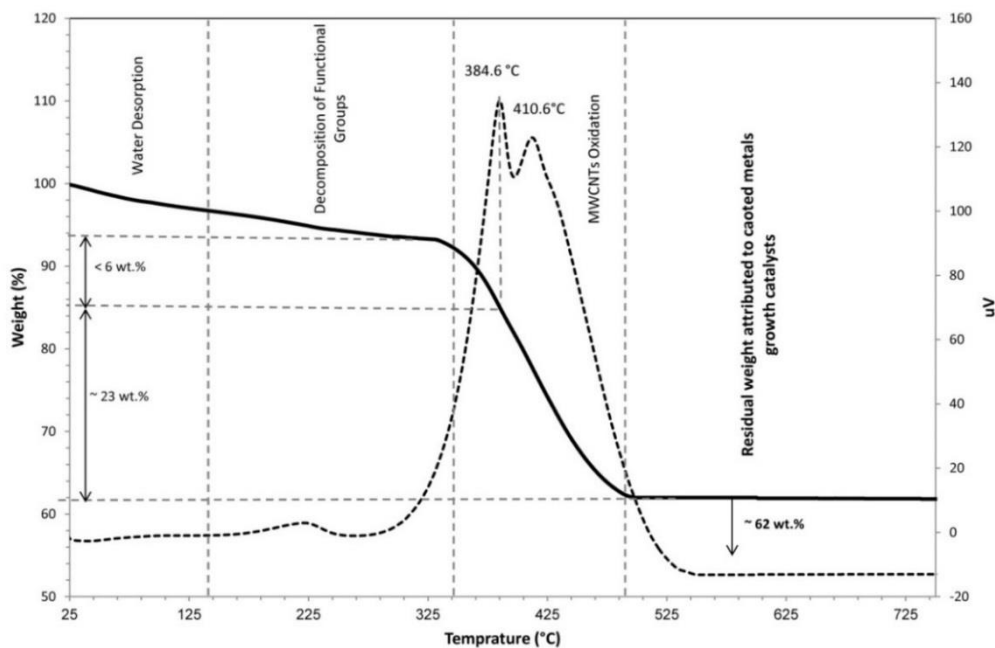
شکل ۱- الف) SEM نانولوله‌های اولیه، ب) TEM نانولوله اولیه، ج) SEM نانولوله‌های حساس شده، د) SEM نانولوله‌های پوشش داده شده، ه) طیف EDX نمونه د (نانولوله‌های پوشش داده شده) و) TEM نانولوله پوشش داده شده.



شکل ۲- طیف XRD نمونه CNT پوشش داده شده با مس

شکل ۳ آنالیز TG/DTA مربوط به CNT پوشش داده شده را نشان می‌دهد. وزن کاسته شده در دماهای کم‌تر از 140°C به علت آزاد شدن گازها و یا رطوبت احتمالی جذب شده بر روی سطح CNT می‌باشد. در دمای بین 140°C تا 350°C ، گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار تجزیه می‌شوند. مجموع وزن کم شده از نمونه در این دو بازه (دمای اتاق تا 140°C و 140°C تا 350°C) به ترتیب ۳/۳ و ۵/۳٪ وزنی اندازه‌گیری شد. کاهش وزن CNT از 350°C شروع شده و با توجه به پیک‌های نمودار DTA، در دماهای 385°C و 410°C ، دو واکنش اکسیداسیون روی می‌دهد. به دلیل ساختار لایه لایه MWCNT، نرخ اکسیداسیون ورقه‌های گرافیتی در

MWCNTها، از نرخ اکسیداسیون کربن آمرف کم‌تر است [۱۶]. به همین علت دو پیک مشاهده شده در نمودار DTA، به ترتیب می‌تواند مربوط به دمای سوختن کربن آمرف و CNT باشد. بنابر توضیحات فوق، کربن آمرف CNTهای استفاده شده در این تحقیق، کم‌تر از ۶٪ وزنی می‌باشد. سوختن CNTها در دمای نزدیک به 500°C تمام می‌شود. وزن باقی‌مانده به ازای دماهای بیشتر از 500°C ، که حدود ۶۲٪ وزنی است، مربوط به وزن مجموع عناصر رسوب داده شده (مس، پالادیوم و قلع) و نیز ذرات کاتالیستی باقی مانده از مرحله سنتز CNTها می‌باشد.



شکل ۳- آنالیز TG/DTA نمونه CNT پوشش داده شده با مس

- Environment Infrastructures in Developing Countries, Algeria. 2009.
- [2] Chung, D.D.L., Piezoresistive Cement-Based Materials for Strain Sensing. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2002. 13(9): p. 599-609.
- [3] Qu, J. and B. Han, Piezoresistive Cement-based Strain Sensors and Self-sensing Concrete Components. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2008.
- [4] Han, B. and J. Ou, Embedded piezoresistive cement-based stress/strain sensor. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2007. 138(2): p. 294-298.
- [5] Han, B.G., et al., Development of a wireless stress/strain measurement system integrated with pressure-sensitive nickel powder-filled cement-based sensors. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2008. 147(2): p. 536-543.
- [6] Iijima, S., Helical microtubules of graphitic carbon. *nature*, 1991. 354(6348): p. 56-58.
- [7] Ajayan, P. and O. Zhou, Applications of Carbon Nanotubes, in *Carbon Nanotubes*, M. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and P. Avouris, Editors. 2001, Springer Berlin Heidelberg. p. 391-425.
- [8] Makar, J., J. Margeson, and J. Luh, Carbon nanotube/cement composites-early results and potential applications. 2005.
- [9] Nochaiya, T. and A. Chaipanich, Behavior of multi-walled carbon nanotubes on the porosity and microstructure of cement-based materials. *Applied Surface Science*, 2011. 257(6): p. 1941-1945.
- [10] Quinn, B.M., C. Dekker, and S.G. Lemay, Electrodeposition of noble metal nanoparticles on carbon nanotubes. *Journal of the American Chemical Society*, 2005. 127(17): p. 6146-6147.
- [11] Ang, L.M., et al., Decoration of activated carbon nanotubes with copper and nickel. *Carbon*, 2000. 38(3): p. 363-372.
- [12] Cha, S.I., et al., Extraordinary strengthening effect of Carbon Nanotubes in Metal-Matrix Nanocomposites processed by molecular-level mixing. *Advanced Materials*, 2005. 17: p. 1377-1381.
- [13] Knez, M., K. Nielsch, and L. Niinistö, Synthesis and Surface Engineering of Complex Nanostructures by Atomic Layer Deposition. *Advanced Materials*, 2007. 19(21): p. 3425-3438.
- [14] Wang, F., S. Arai, and M. Endo, Metallization of multi-walled carbon nanotubes with copper by an electroless deposition process. *Electrochemistry Communications*, 2004. 6(10): p. 1042-1044.
- [15] Xu, C., et al., Preparation of copper nanoparticles on carbon nanotubes by electroless

مقدار دقیق فلزات رسوب کرده بر روی CNTها، با آنالیز ICP اندازه‌گیری شد. مقدار این عناصر در جدول ۲ گزارش شده است. نتایج به دست آمده از آنالیز ICP، هم‌خوانی بسیار خوبی با نتایج آنالیز TGA دارد. اختلاف تقریبی ۳/۵٪ وزنی مشاهده شده بین آنالیزهای ICP و TGA، احتمالاً مربوط به ذرات کاتالیستی باقی مانده از مراحل سنتز باشد.

جدول ۲- درصد وزنی عناصر رسوبی اندازه‌گیری شده با آنالیز ICP

قلع (٪ وزنی)	پالادیوم (٪ وزنی)	مس (٪ وزنی)
۰/۱	۰/۱۲	۵۸/۲

غلظت یون مس باقی مانده در محلول حمام الکترولس، $14/1 \text{ mg/l}$ اندازه‌گیری شد. با انجام محاسبات استوکیومتری مشخص شد بیش‌تر از ۹۹/۵٪ از مس موجود در حمام بر روی سطوح CNTها رسوب کرده است. این راندمان قابل توجه، می‌تواند به علت نسبت مناسب عامل کمپلکس‌ساز به منبع مس، عملکرد مؤثر عامل کمپلکس‌ساز انتخاب شده (نمک راجل) و استفاده از امواج التراسونیک باشد.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق، مس به صورت موفقیت‌آمیز با عامل‌دار کردن با اسید نیتریک و حساس و فعال سازی دو مرحله‌ای بر روی سطح خارجی CNT رسوب داده شد. نتایج نشان داد مواد و غلظت‌های استفاده شده در این آزمایش، نسبت عامل کمپلکس‌کننده به منبع مس، pH نزدیک به ۱۲/۸ و استفاده از امواج التراسونیک انتخاب‌های مناسبی برای رسیدن به یک حمام با کارایی بالا می‌باشد. بگونه‌ای که پوشش تقریباً همگن با بازده بیش از ۹۹٪ حاصل شد. هم‌افزایی CNT و مس به ماتریس‌های سیمانی با توزیع یکنواخت که سهولت انجام آن مهیا گردیده است، جای‌گزین اختلاط مجزای هر کدام که موانع بیشتری به همراه دارد، راه کار مناسبی برای پژوهش بیشتر در این عرضه را بوجود خواهد آورد.

۵- مراجع

- [1] Banthia, N. Fiber reinforced concrete for sustainable and intelligent infrastructure. in *First International Conference on Sustainable Built*

plating method. Materials Research Bulletin, 2004. 39(10): p. 1499-1505.

[16] Maghrebi, M., et al., Detailed profiling of CNTs arrays along the growth window in a floating catalyst reactor. Applied Surface Science, 2009. 255(16): p. 7243-7250.

Electroless deposition of Carbon nanotubes with Copper particles as a Reinforcement material in Smart Cement based Nanocomposites

A. Sadr Momtazi

Associate Professor, Guilan University, Iran

H. Naser Saeed*

Ph.D. Student of Civil Engineering, Guilan University, Iran

A. Ali Zadeh Sahraei

Ph.D. Student of Mechanical Engineering, University of Tehran, Iran

Abstract

Application of nanoparticles in cement, regarding their synthesis and utilization procedure, provides various mechanical, electrical and thermal properties to cement based composites. The superior properties of carbon nanotubes (CNTs) have made them as one of the most beneficial nano-reinforcement material. On the other hand, metal particles have been known to be effective for enhancing electrical properties. Accordingly, it seems that the synergistic incorporation of CNTs and copper particles can introduce suitable piezoelectric properties to cement matrices. To this end, in the current investigation, in order to prepare the reinforcement material, copper coated CNTs were prepared using an efficient electroless deposition process. The synthesized samples were characterized using SEM, TEM, XRD, TGA, ICP and AAS. Our results revealed that the process covers most surfaces of the CNTs. Furthermore, the calculated bath efficiency showed to be more than 99%.

Keywords: Carbon Nanotubes, Smart Concrete, Copper, Electroless Coating.

* Corresponding Author: h_nasersaeed@hotmail.com