

تأثیر دما و زمان پخت بر ریزساختار نانوذرات هگزا فريت استرانسیم

شهاب‌الدین حسینی^{۱*}؛ سید ابراهیم موسوی قهفرخی^۲؛ مرتضی زرگر شوشتری^۳^۱ و ^۲ گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

Shahab.hosseini58@gmail.com

Musavi_Ebrahim@yahoo.co.uk

m_zargar@scu.ac.ir

چکیده

در این مقاله نانوذرات هگزا فريت استرانسیم ($SrFe_{12}O_{19}$) به روش سل ژل خود احتراقی تهیه گردید. ابتدا ژلی از نیترات‌های فلزی با نسبت مولی مشخص بوسیله فرآیند سل-ژل تهیه گردید. با استفاده از نمودار DTA/TG دمای کلسینه بهینه برای تشکیل هگزا فريت استرانسیم مشخص گردید. پودر حاصل در دماها و زمانهای مختلف بازپخت گردید. همچنین ساختار و ریزساختار هگزا فريت استرانسیم بوسیله SEM و XRD مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌ها نشان می‌دهد که فاز هگزا فريت استرانسیم با ابعاد نانومتری تهیه گردید.

واژه‌های کلیدی: هگزا فريت استرانسیم، سل-ژل، ریز ساختار، مونوفريت استرانسیم

Effect of temperature and annealing time on microstructure of strontium hexaferrites nanoparticle

Hosseini, Shahab.Al¹; Mousavi Ghahfarokhi, S.E²; Zargar Shoushtari, Morteza³^{1,2,3} Department of Physics, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz,

Abstract

In this paper, strontium hexaferrites nanoparticles were prepared by sol-gel self-combustion. Gel of the metal nitrates with determined molar ratio was prepared by the sol - gel. From the thermal analyses by DTA/TG found optimum temperature to form the strontium hexaferrites. The powders were annealed at different temperatures and times. Also hexaferrites structure and microstructure of strontium was studied by SEM and XRD. The results of the measurements show that the Nano-sized strontium hexaferrites were obtained.

Keywords: Strontium hexaferrites, sol-gel, microstructure, Strontium monoferrites

مقدمه

هگزا فريت استرانسیم ($SrFe_{12}O_{19}$) جزء مواد مغناطیسی سخت به شمار می‌آید. از آنجایی که این ماده دارای ناهمسانگردی تک محوری، دمای کوری و پسماند مغناطیسی بالا می‌باشد، در ساخت آهنرباهای دائمی، موتورهای الکتریکی، محیط‌های ذخیره اطلاعات و غیره کاربرد دارد. روش مرسوم تولید این ماده واکنش حالت جامد می‌باشد. در این روش از فرآیند آسیا کاری به منظور کاهش اندازه ذرات و رسیدن به ذرات تک‌حوزه استفاده می‌شود. این فرآیند باعث ورود ناخالصی‌ها و به وجود آمدن کرنش‌های شبکه‌ای می‌گردد [۱]. برای بدست آوردن ذرات بسیار ریز هگزا فريت استرانسیم و حذف فرآیند آسیا کاری روش‌های جدیدی از قبیل سنتز هیدروترموال [۲]، روش نمک مذاب [۳]، روش هم‌رسوبی [۴] و روش سل-ژل [۵، ۶] استفاده می‌شوند.

بیستمین همایش بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران

دانشگاه شهید چمران اهواز

۱۱ و ۱۲ بهمن ۱۳۹۱

در این تحقیق برای تهیه پودر هگزافریت استرانسیم با ابعاد نانومتری از روش سل-ژل احتراقی استفاده گردید. سپس تاثیر دما و زمان بازپخت بر ریزساختار نانوذرات هگزافریت استرانسیم مورد بررسی قرار گرفت.

شرح آزمایش

نیترات آهن و نیترات استرانسیم با نسبت مولی آهن به استرانسیم برابر ۱ به ۱ در آب دوبار یونیزه حل گردید. سپس اسید سیتریک با نسبت ۱/۵ برابر مجموع مول‌های فلزی به محلول اضافه شد. محلول به طور یکنواخت بوسیله هم‌زن مغناطیسی در دمای 95°C هم‌زده شد. با اضافه کردن تدریجی آمونیاک به محلول PH آن به ۷ رسانیده شد. فرآیند هم‌زدن در دمای 95°C تا تبدیل محلول به ژل ادامه یافت. نمونه حاصل از احتراق پس از هاون شدن در ماهای ۸۰۰، ۸۵۰، ۹۰۰، ۹۵۰، و 1000°C به مدت پنج ساعت کلسینه گردید. الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌ها تهیه گردید. اندازه متوسط بلورک‌ها با استفاده از رابطه دبای-شرر و همچنین چگالی اشعه ایکس به کمک نرم افزار $\text{Xpoder} - 2010$ محاسبه گردید. آزمایش آنالیز حرارتی در بازه دمایی $50 - 1200^{\circ}\text{C}$ توسط دستگاه آنالیز حرارتی (DTA/TG) انجام شد. بررسی ریزساختار، ریخت‌شناسی و اندازه متوسط نانوذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام گرفت.

نتایج و بحث

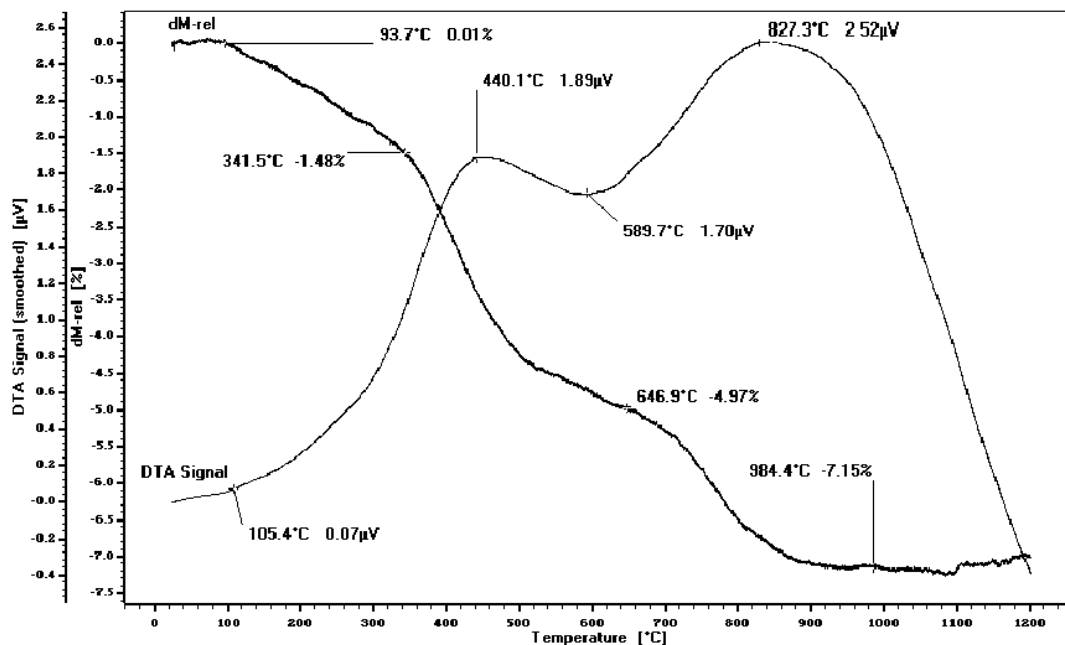
شکل ۱ نمودار (DTA/TG) مربوط به خاکستر حاصل از احتراق را نشان می‌دهد. در منحنی DTA دو قله گرماگیر و در منحنی TG چهار کاهش وزن مشاهده می‌شود. کاهش وزن اولیه در منحنی TG حدود ۱/۵ درصد است، که به علت خروج رطوبت جذب شده می‌باشد. در منحنی TG کاهش وزن در حدود ۱ درصد از دمای 500°C تا دمای 700°C مربوط به تجزیه کربنات استرانسیم و خروج گاز CO_2 است. پس از آن تا دمای 850°C کاهش وزنی مشاهده نمی‌شود. که احتمالاً مربوط به تشکیل مونوفریت استرانسیم و حذف هماتیت ($\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$) است. دو قله گرماگیر که در دماهای 440°C و 827°C در منحنی DTA مشاهده می‌شود، تشکیل هگزافریت استرانسیم را نشان می‌دهد.

با بررسی نتایج (DTA/TG) دماهای ۸۰۰، ۸۵۰، ۹۰۰، ۹۵۰ و 1000°C به منظور تعیین دمای تشکیل هگزافریت تک فاز انتخاب شدند. شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های بازپخت شده در دماهای مختلف با زمان پخت پنج ساعت را نشان می‌دهد. همان‌گونه که از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها مشاهده می‌شود با افزایش دما فاز غیرمغناطیسی هماتیت ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$) در نمونه‌ها کاهش می‌یابد و هگزافریت استرانسیم به طور کامل تشکیل می‌شود.

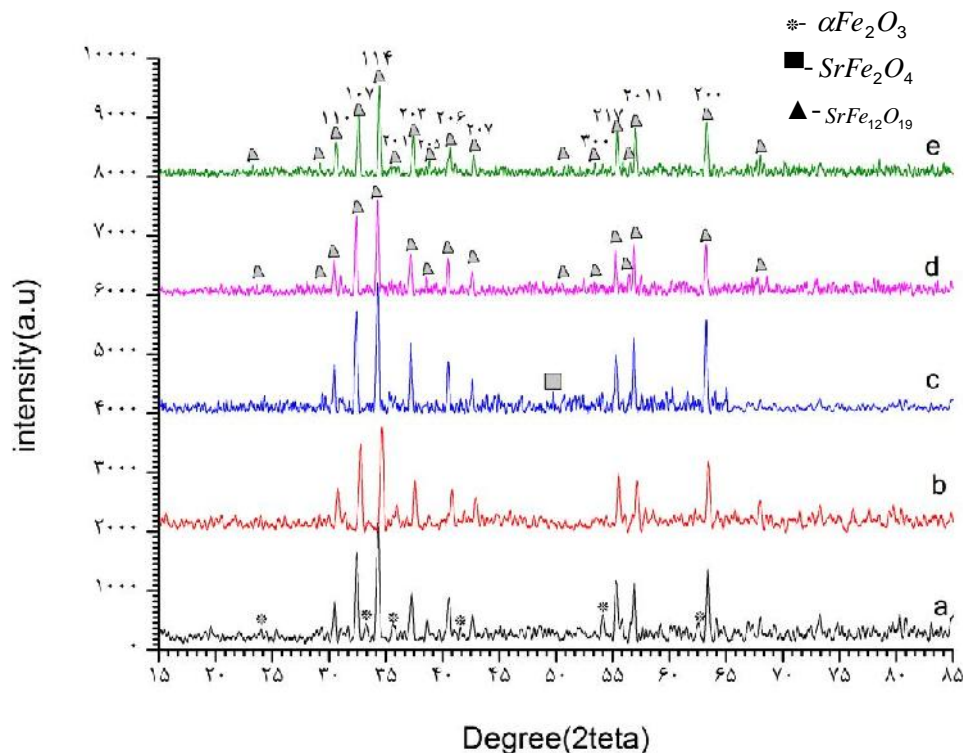
بیستمین همایش بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران

دانشگاه شهید چمران اهواز

۱۱ و ۱۲ بهمن ۱۳۹۱



شکل ۱: منحنی DTA/TG نمونه بازیخت شده در دمای ۱۰۰۰



شکل ۲: الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های بازیخت شده در دماهای (a) ۸۰۰°C، (b) ۸۵۰°C، (c) ۹۰۰°C، (d) ۹۵۰°C و (e) ۱۰۰۰°C.

بیستمین همایش بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران

دانشگاه شهید چمران اهواز

۱۳۹۱ بهمن ۱۲ و ۱۱

در الگوی پراش نمونه کلسینه شده در دمای 900°C قله‌های مربوط به فاز هماتیت به طور کامل حذف شده و در زاویه 49° درجه قله مربوط به فاز مونوفریت استرانسیم تشکیل گردیده است. قله‌های الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های بازپخت شده در دمای 850°C ، 900°C و 950°C به کمک نرم‌افزار X'Pert HighScore Plus مورد بررسی قرار گرفت و با کارت استاندارد شماره (۱۲۰۷-۰۲۴-۰۰) مربوط به هگزافریت استرانسیم تک فاز مقایسه شدند. نتایج این مقایسه در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱: نتایج حاصل از مقایسه الگوی پراش نمونه‌ها با کارت استاندارد با استفاده از نرم‌افزار X'Pert HighScore Plus

مقیاس در مقایسه با کارت	نمره نزدیکی ساختار به نمونه استاندارد از ۱۰۰	شماره کارت استاندارد	دمای کلسینه C°
۰/۱۵۶	۲۳	۰۰-۰۲۴-۱۲۰۷	۸۵۰
۰/۸۲۴	۶۲	۰۰-۰۲۴-۱۲۰۷	۹۰۰
۰/۸۵۶	۷۰	۰۰-۰۲۴-۱۲۰۷	۹۵۰
-	منطبق نیست	۰۰-۰۲۴-۱۲۰۷	۱۰۰۰

بررسی نتایج جدول ۱ نشان می‌دهد با افزایش دمای کلسینه درصد انطباق ساختار بلوری نمونه با نمونه استاندارد کارت (۱۲۰۷-۰۲۴-۰۰) بیشتر می‌شود و در حدود 950°C به حداکثر می‌رسد. سپس با افزایش دما به دماهای 1000°C و بالاتر ساختار نمونه‌های بازپخت شده دچار کرنش شده و از حالت استاندارد هگزافریت استرانسیم خارج می‌شود. به منظور تعیین شرایط بهینه دمایی و زمانی، بازپخت در دمای 900°C در زمان‌های ۶ و ۷ ساعت و در دمای 950°C با زمان‌های ۴، ۵ و ۶ ساعت تکرار شد. با استفاده از داده‌های الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها، اطلاعات ریزساختاری شامل چگالی اشعه ایکس، اندازه بردارهای شبکه a ، b و c ، حجم سلول واحد و اندازه متوسط بلورک‌ها استخراج گردید که در جدول ۲ آورده شده است.

جدول ۲: خصوصیات ریزساختاری نمونه‌های مختلف با استفاده از نرم‌افزار ۲۰۱۰- X'Powder

اندازه متوسط بلورک (nm)	حجم سلول واحد (\AA^3)	$c(\text{\AA})$	$b(\text{\AA})$	$a(\text{\AA})$	چگالی اشعه ایکس (g/cm^3)	زمان بازپخت	دمای بازپخت
۳۷/۵	۶۸۵/۶۸	۲۲/۹۶۱	۵/۸۷۵	۵/۸۷۵	۵/۱۱۲	۶	۹۰۰
۴۰/۰	۶۸۶/۳۶	۲۲/۹۵۸	۵/۸۷۵	۵/۸۷۶	۵/۱۳۷	۷	۹۰۰
۳۷/۴	۶۸۹/۸۵	۲۳/۰۲۳	۵/۸۸۲	۵/۸۸۲	۵/۳۷۵	۴	۹۵۰
۳۷/۹	۶۸۶/۳۲	۲۲/۹۵۸	۵/۷۵۸	۵/۷۳۵	۵/۱۳۷	۵	۹۵۰
۳۸/۰	۶۸۸/۳۶	۲۳/۰۶۰	۵/۸۷۱	۵/۸۷۱	۵/۱۱۲	۶	۹۵۰

با توجه به جدول ۲ مشاهده می‌شود که چگالی اشعه ایکس نمونه‌های بازپخت شده در دمای 900°C به مدت ۷ ساعت و نمونه بازپخت شده در دمای 950°C به مدت ۴ ساعت بالاتر از سایر نمونه‌ها است. بررسی نتایج جدول ۲ نشان می‌دهد که دمای بهینه برای تشکیل هگزافریت استرانسیم تک فاز 950°C و زمان بهینه ۴ ساعت می‌باشد.

شکل‌های ۳ و ۴ تصاویر بدست آمده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM نمونه‌های بازپخت شده در دماهای 950°C و 1000°C را نشان می‌دهد. اندازه متوسط نانوذرات در نمونه بازپخت شده در دمای 950°C تقریباً ۴۶ نانومتر است. از مقایسه این تصاویر

بیستمین همایش بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران

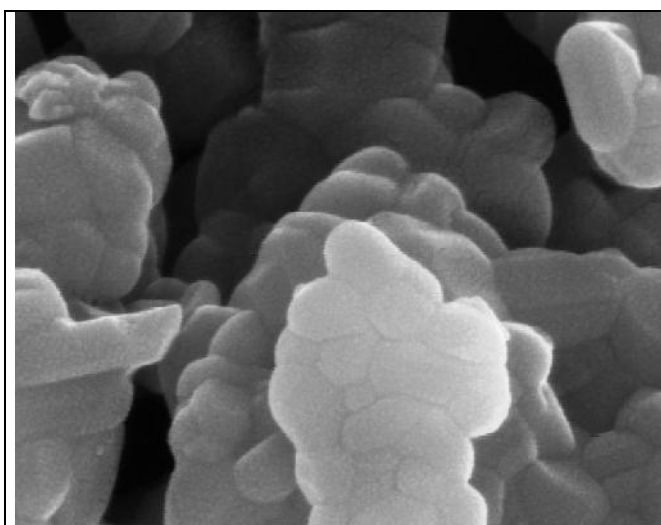
دانشگاه شهید چمران اهواز

۱۳۹۱ بهمن ۱۲ و ۱۱

مشاهده می شود که با افزایش دمای بازیخت به 1000°C به دلیل ذوب جزئی ساختار از هگزاگونال خارج شده و شکل ورقه‌ای نانوذرات و ضوح بیشتری دارد و اندازه نانوذرات بزرگتر می شود.

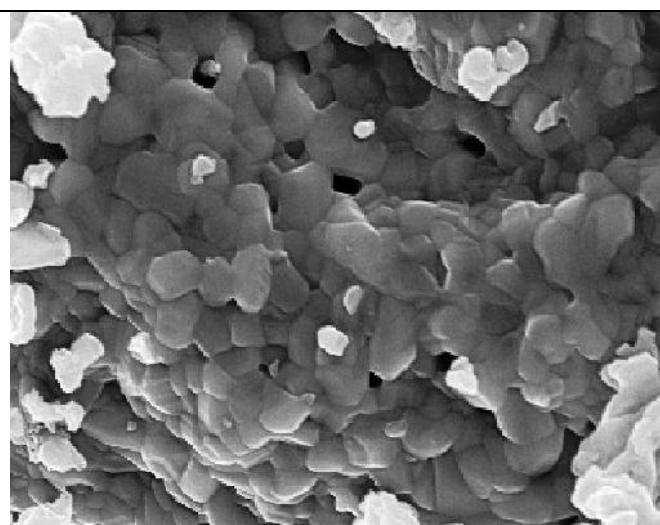
نتیجه گیری

با استفاده از روش سل-ژل هگزاferit استرانسیم تهیه گردید. نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس (XRD) نشان می دهد که با افزایش دما تا 950°C درصد فاز غیرمغناطیسی هماتیت ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$) کاهش و درصد هگزاferit استرانسیم افزایش می یابد. با افزایش دما به بالاتر از 950°C ، اندازه نانوذرات کاهش و ساختار از حالت بهینه خارج می شود. نتایج حاصل از اندازه گیری ها نشان می دهد بهترین نمونه، نمونه‌ی با دما 950°C و زمان پخت ۴ ساعت می باشد.



SEM HV: 20.00 kV W/D: 5.942 mm
View field: 1.445 μm Det: InBeam 200 nm
SEM MAG: 150.00 kx Date:(m/d/y): 09/24/12
MIRAX TESCAN IROST

شکل ۴: تصویر SEM نمونه بازیخت شده در دمای 1000°C



SEM HV: 20.00 kV W/D: 5.942 mm
View field: 1.448 μm Det: InBeam 200 nm
SEM MAG: 150.00 kx Date:(m/d/y): 09/24/12
MIRAX TESCAN IROST

شکل ۳: تصویر SEM نمونه بازیخت شده در دمای 950°C

مرجع ها

- [1]. Y. P. Fu, C. H. Lin, and K. Y. Pan, "Strontium hexaferrite powders prepared by a microwave-induced combustion process and some of their properties" Journal of alloys and compounds 349 (1), 228-231(2003)
- [2]. JF Wang, CB Ponton, and IR Harris, "A study of Pr-substituted strontium hexaferrite by hydrothermal synthesis" Journal of alloys and compounds 403 (1), 104-109 (2005).
- [3]. Z.B. Guo, W.P. Ding, W. Zhong, J.R. Zhang, and Y.W. Du, "Preparation and magnetic properties of SrFe₁₂O₁₉ particles prepared by the salt-melt method" Journal of magnetism and magnetic materials 175 (3), 333-336 (1997).
- [4]. D. H. Chen and Y. Y. Chen, "Synthesis of strontium ferrite nanoparticles by coprecipitation in the presence of polyacrylic acid" Materials research bulletin 37 (4), 801-810 (2002).
- [5]. LA Garcia-Cerda, OS Rodriguez-Fernández, and PJ Reséndiz-Hernández, "Study of SrFe₁₂O₁₉ synthesized by the sol-gel method" Journal of alloys and compounds 369 (1), 182-184 (2004).
- [6]. X. Yang, Q. Li, J. Zhao, B. Li, and Y. Wang, "Preparation and magnetic properties of controllable-morphologies nano-SrFe₁₂O₁₉ particles prepared by sol-gel self-propagation synthesis," Journal of alloys and compounds 475 (1), 312-315 (2009).

Surf and download all data from SID.ir: www.SID.ir

Translate via STRS.ir: www.STRS.ir

Follow our scientific posts via our Blog: www.sid.ir/blog

Use our educational service (Courses, Workshops, Videos and etc.) via Workshop: www.sid.ir/workshop