

## بررسی تجربی خواص مغناطیسی و اپتیکی نانو ساختارهای هگزافریت استرانسیم تهیه شده به روش سل - ژل: تأثیر بازیخت و اثر نسبت مولی آهن به استرانسیم بر این خواص

اسماعیل آذرنوش<sup>۱</sup>، عبدالمحمود داورپناه<sup>۱</sup>، و سجاد رخشانی اول<sup>۲</sup>

۱. گروه فیزیک دانشگاه سیستان و بلوچستان، بلوار دانشگاه، زاهدان

۲. گروه شیمی، دانشگاه سیستان و بلوچستان، بلوار دانشگاه، زاهدان

پست الکترونیکی: a.m.davarpanah@phys.usb.ac.ir

(دریافت مقاله: ۱۴۰۳/۱۱/۲۳؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۴/۰۵/۰۸)

### چکیده:

در این کار پژوهشی، نانوذرات هگزافریت استرانسیم به روش سل - ژل تهیه شده است. ژل‌ها از نیترات فلزی و اسید سیتریک با نسبت مولی Fe/Sr مختلف و آمونیاک به عنوان عامل تنظیم کننده pH تهیه شدند. فاز، شناسایی پیوند و ترکیبات، ریخت‌شناسی و اندازه ذرات و خواص مغناطیسی نمونه‌ها با استفاده از پراش اشعه ایکس، طیف‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس و مغناطیس‌سنجی نمونه ارتعاشی مورد مطالعه قرار گرفته‌اند. اثر دمای بازیخت (دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سلسیوس) و همچنین اثر نسبت مولی Fe/Sr (۱۱، ۱۲ و ۱۳) بر ساختار بلوری و خواص مغناطیسی هگزافریت استرانسیم مورد بررسی قرار گرفته است. پراش اشعه ایکس، تشکیل فاز هگزافریت استرانسیم نوع M را نشان داده است. سه حالت ارتعاشی در طیف تبدیل فوریه فروسرخ نمونه‌های بازیخت شده مشاهده شد که نشان دهنده وجود پیوندهای کششی فلز - اکسیژن در هگزافریت بود. میدان وادارندگی (Oe) ۶۰۰۰-۲۵۰۰ در شرایط مختلف به دست آمد.

**واژه‌های کلیدی:** هگزافریت استرانسیم، سل - ژل، فریت، نانوذرات، خواص مغناطیسی

### ۱. مقدمه

مواد مغناطیسی طیف گسترده‌ای از مواد را در بر می‌گیرند که می‌توانند به عنوان مثال مواد مغناطیسی نرم یا سخت با طیف گسترده‌ای از کاربردهای صنعتی و فناوری طبقه‌بندی شوند. بر اساس ساختار بلوری و ترکیبات شیمیایی، هگزافریت‌ها به شش نوع اصلی (U, X, Z, Y, W, M) طبقه‌بندی می‌شوند. در بین این انواع مختلف هگزافریت‌ها،  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ، به دلیل خواصی مانند سختی مکانیکی، مقاومت در برابر خوردگی، میدان وادارندگی بالا با ناهمسانگردی قوی در امتداد محور c، دمای

کوری بالا و مغناطش اشباع زیاد مورد توجه ویژه‌ای در

تحقیقات مواد قرار گرفته است [۱].

هگزافریت‌های نوع M فریت‌هایی با ساختار شش ضلعی با فرمول کلی  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  که در آن M می‌تواند عناصر Ba, Sr, Pb, Ca, La باشد که متعلق به دسته اکسیدهای فرومغناطیسی هستند. از جمله کاربردهای آنها می‌توان به استفاده از آن در دستگاه‌های الکترونیکی، موتورهای الکتریکی، تولید نیروی ترموالکتریک، حسگرهای گازی، کاتالیزور برای تخریب برخی آلاینده‌ها و مخابرات اشاره کرد. اخیراً در کاربردهای زیست پزشکی مانند سامانه‌های دارورسانی، درمان فراگرایی سرطان و عوامل کنتراست برای تشدید مغناطیسی به کار می‌رود [۲].

### ۳. اثر دمای بازپخت بر نتایج آزمایش

#### ۳-۱- نتایج پراش پرتو ایکس

در شکل ۱ الگوهای پراش پرتو ایکس چهار نمونه در دماهای بازپخت ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سلسیوس در نسبت مولی Fe به Sr برابر ۱۲ مشاهده می‌شوند. قله‌ها در هر چهار الگوی پراش پرتو ایکس در زاویه‌های ۲θ برابر با ۳۲/۳۵، ۳۴/۱۸، ۳۷/۱۲، ۴۰/۳۸، ۵۶/۸۵ و ۶۳/۱۳ درجه ظاهر شده‌اند که به صفحات میلر (۱۰۷)، (۱۱۴)، (۲۰۳)، (۲۰۵)، (۲۱۱) و (۲۲۰) نسبت داده می‌شوند و با الگوی استاندارد برای بلورهای شش ضلعی نوع M،  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  مطابقت دارند. به علاوه، با افزایش دمای بازپخت (از ۷۵۰ به ۱۰۵۰ درجه سلسیوس)، شدت قله‌ها، به ویژه در  $2\theta = 34/18$ ، افزایش پیدا کرده است. که نشان از بهبود درجه بلورینگی پودرهای بازپخت شده است. از طرف دیگر، بازپخت در دمای  $750^\circ\text{C}$  برای به دست آوردن ساختار تک فاز بلور شش ضلعی کافی نبود، وجود قله‌هایی در زاویه‌های  $2\theta$  به صورت ۳۴/۲۱، ۳۵/۶۱، ۵۴/۰۱، ۴۹/۳۴ و ۲۴/۰۵ درجه بازتاب کننده حضور فاز اکسید آهن است. با افزایش دمای بازپخت شدت فاز  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  کمتر شده، در دماهای ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سلسیوس شدت کمتر ولی هنوز تک فاز هگزا فريت استرانسیم تشکیل نشده است. الگراله و همکاران [۱]، برای  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  دمای بازپخت ۱۲۰۰ درجه سلسیوس، فاز خالص و بدون ناخالصی را گزارش کرده‌اند.

اندازه متوسط بلورک‌ها نیز با توجه به جدول ۱ با افزایش دمای بازپخت افزایش و از ۳۵/۲ نانومتر در دمای بازپخت  $750^\circ\text{C}$  به ۵۳ نانومتر در دمای بازپخت  $1050^\circ\text{C}$  رسیده است.

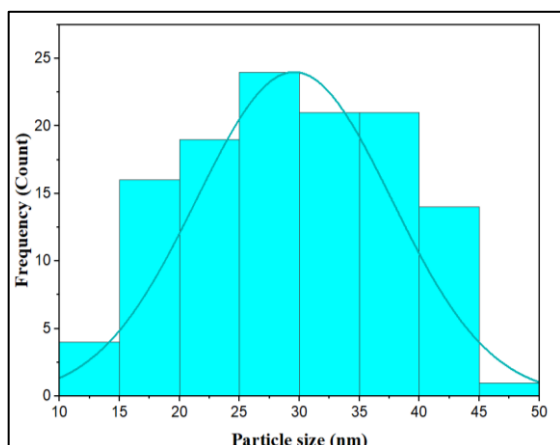
#### ۳-۲. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان

شکل ۲، تصویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط به نمونه بازپخت شده در دمای  $950^\circ\text{C}$  با نسبت مولی ۱۲ را نشان می‌دهد، که در مقیاس ۲۰۰ نانومتر با بزرگ‌نمایی دویست هزار برابر قابل مشاهده است. این تصویر شکل ذرات را تقریباً نزدیک به شش ضلعی برای ذرات فريت استرانسیم نشان می‌دهد.

در کار پژوهشی حاضر، پودر هگزا فريت استرانسیم  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  به روش سل ژل در مرکز تحقیقات نانوذرات مغناطیسی دانشگاه سیستان و بلوچستان تهیه شده است. هدف از این کار بررسی تغییر برخی خواص فیزیکی نمونه‌ها از جمله تعیین ارتباط بین خواص مغناطیسی و دمای بازپخت و همچنین بررسی اثر نسبت مولی Fe/Sr، بر خواص مغناطیسی و برخی مشخصات دیگر نانو مواد مورد نظر، بوده است.

### ۲. روش آزمایش

برای تهیه فريت استرانسیم از نیترات آهن نه آبه  $(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ ، نیترات استرانسیم  $(\text{Sr}(\text{NO}_3)_2)$  ساخت شرکت مرک آلمان و اسید سیتريك به عنوان مواد اولیه استفاده شده است. نیترات‌های فلزی با نسبت مولی مختلف Fe به Sr جداگانه در حداقل مقدار آب دوبار تقطیر شده حل شدند. مقدار ۲۱/۰ گرم نیترات استرانسیم در آب حل و به ترتیب نسبت‌های مولی آهن به استرانسیم ۱۱، ۱۲ و ۱۳ به ۴/۴۴، ۴/۸۴ و ۵/۲۵ گرم نیترات آهن نه آبه که در آب دوبار تقطیر حل شده بودند، به صورت جداگانه اضافه شدند، سپس هم‌زده تا محلول شفاف به دست آمد. اسید سیتريك به آرامی به محلول‌ها اضافه و دوباره به مدت بیست دقیقه محلول هم‌زده و سپس محلول آمونیاک کم کم اضافه تا pH در عدد هفت تنظیم شد. محلول‌ها به آرامی روی یک گرمکن در  $80^\circ\text{C}$  با هم زدن مداوم گرم شدند تا آب تبخیر شود و در نهایت ژل‌های قهوه‌ای چسبناک به دست آمدند. ژل‌های بدست آمده در دماهای مختلف بازپخت شدند. در مرحله اول پژوهش، ژل به دست آمده با نسبت مولی Fe به Sr برابر با ۱۲ در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سلسیوس بازپخت شد. در مرحله دوم پژوهش، نسبت‌های مولی Fe به Sr برابر با مقادیر ۱۱، ۱۲ و ۱۳ به کار برده شدند و ژل‌های بدست آمده در دمای ۹۵۰ درجه سلسیوس بازپخت شدند. سپس نمونه‌های بدست آمده تحت تحلیل‌های پراش پرتو ایکس، طیف‌سنجی تبدیل فوری، فرسرخ، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس و مغناطیس‌سنجی نوع ارتعاشی و طیف‌سنجی مرئی - فرابنفش قرار داده شدند. در ادامه، نتایج مورد تحلیل و بررسی قرار گرفته‌اند.



شکل ۳. نمودار توزیع اندازه ذرات برای نمونه با نسبت مولی ۱۲

با استفاده از تصویر به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط به نمونه با نسبت مولی ۱۲، توزیع اندازه ذرات برای ۱۲۰ ذره محاسبه و با استفاده از نرم افزارهای ایمج جی<sup>۱</sup> و اورجین<sup>۲</sup> رسم شده است. نتایج نشان از ذراتی با فراوانی بیش تر در محدوده بین ۳۰-۲۵ نانومتر دارد. کمترین اندازه بین ذرات ۱۲/۶۱ نانومتر و بیش ترین اندازه ۴۸/۳۴ نانومتر است. میانگین توزیع اندازه ذرات نیز ۲۹/۷۴ نانومتر است. منحنی مربوطه در شکل ۳ رسم شده است.

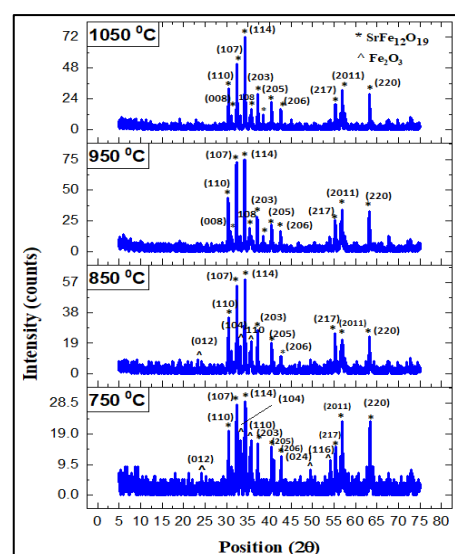
### ۳-۳. نتایج طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس

شکل ۴، طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس هگزاریت استرانسیم نوع M را نشان می دهد. همان طور که در شکل دیده می شود، فقط عناصر تشکیل دهنده هگزاریت استرانسیموم (Sr، Fe، O) شناسایی شده اند.

نتایج طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس خلاصه شده در جدول ۲ که از نمونه تهیه شده فراهم شده است، با مقادیر نظری به دست آمده توسط ابریم و همکاران [۳] مطابقت خوبی دارند.

### ۴-۳. نتایج طیف تبدیل فوریه فروسرخ

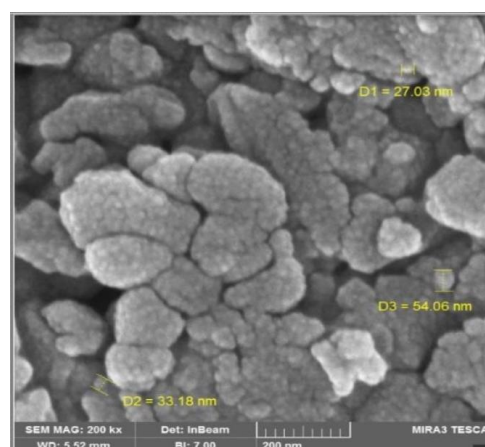
در شکل ۵، طیف تبدیل فوریه فروسرخ مربوط به چهار نمونه با نسبت مولی یکسان ۱۲ که در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سلسیوس بازپخت شده اند، نمایش داده شده است.



شکل ۱. الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه ها در دماهای بازپخت متفاوت با نسبت مولی ۱۲

جدول ۱. میانگین اندازه بلورکها و دمای بازپخت متفاوت در نسبت مولی ۱۲

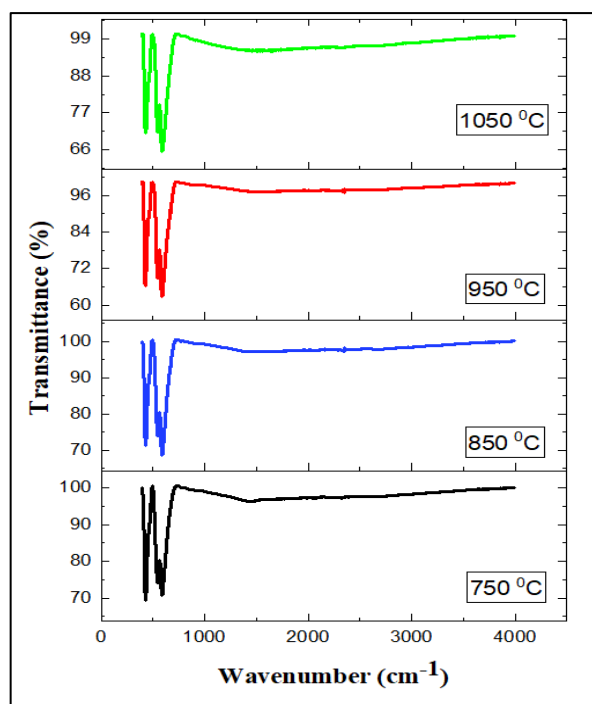
| دمای بازپخت °C | میانگین اندازه بلورکها (نانومتر) |
|----------------|----------------------------------|
| ۷۵۰            | ۳۵/۲                             |
| ۸۵۰            | ۴۲/۲                             |
| ۹۵۰            | ۴۲/۴                             |
| ۱۰۵۰           | ۵۳/۰                             |



شکل ۲. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط به نمونه با نسبت مولی ۱۲.

۱. Image J

۲. Origin



شکل ۵. طیف تبدیل فوری فروسرخ نمونه‌ها در دماهای بازپخت متفاوت.

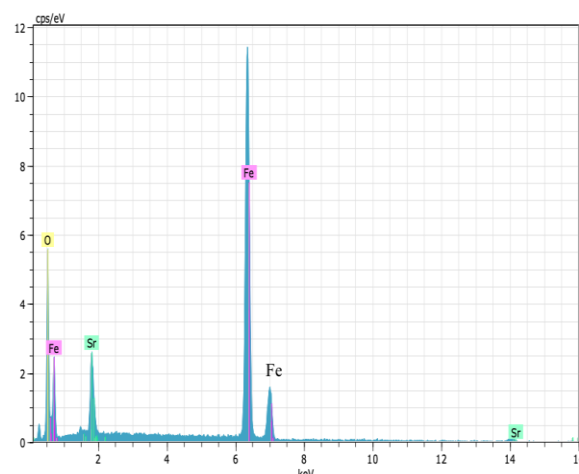
بر این، قله‌ها در  $426/26$  و  $586/95$  بر سانتی‌متر شدید هستند، در حالی‌که قله در  $544/36$  بر سانتی‌متر شبیه یک بریدگی کوچک است. اکنون می‌توان نتیجه گرفت که ترکیبات آلی در دمای بالاتر از  $950$  درجه سلسیوس حذف شده و پیوندهایی بین فلزات و اکسیژن تشکیل شده است.

### ۳-۵. نتایج مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی

شکل ۶، نتایج حاصل از مغناطیس سنجی را نشان می‌دهد که با دستگاه مغناطیس‌سنج نوع مرتعش ساخت شرکت مغناطیس دانش پژوه واقع در دانشگاه کاشان گرفته شده است. منحنی پسماند مغناطیسی نمونه‌های بازپخت شده را در دماهای  $750$ ،  $850$ ،  $950$  و  $1050$  درجه سلسیوس نشان می‌دهد. میدان مغناطیسی خارجی اعمال شده (H) تا بیشینه پانزده هزار اورستد بوده است.

با توجه به شکل ۶، مقادیر عددی میدان وادارندگی ( $H_c$ )، مغناطش باقیمانده ( $M_r$ ) و مغناطش اشباع ( $M_s$ ) برای چهار نمونه هگزافریت ظاهر شده است. قله در  $426/26$  بر سانتی‌متر نشان هگزافریت ظاهر شده است. قله در  $426/26$  بر سانتی‌متر نشان

جدول ۳ ارائه شده است.



شکل ۴. طیف پراکندگی انرژی پرتو ایکس نمونه بازپخت شده در  $950$  °C با نسبت مولی ۱۲.

جدول ۲. مقایسه نتایج طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس حاصل از نمونه تهیه شده با مقادیر نظری

| عنصر | درصد وزنی نمونه<br>آزمایشگاهی (%) | درصد وزنی نظری (%) | درصد خطای وزنی نمونه<br>آزمایشگاهی (%) |
|------|-----------------------------------|--------------------|----------------------------------------|
| Fe   | ۶۱/۵۳                             | ۶۳/۱۰              | ۱/۵۷                                   |
| O    | ۳۱/۳۲                             | ۲۸/۶۳              | ۲/۵۹                                   |
| Sr   | ۷/۱۶                              | ۸/۲۵               | ۱/۰۹                                   |

برای هر چهار نمونه، قله‌های تقریباً مشابهی دیده می‌شود، به عنوان مثال در نمونه بازپخت شده در دمای  $950$  °C قله‌هایی در  $426/26$ ،  $544/36$  و  $586/95$  بر سانتی‌متر ظاهر شده اند که ناشی از ارتعاشات کششی فلز - اکسیژن هگزافریت استرانسیوم است.

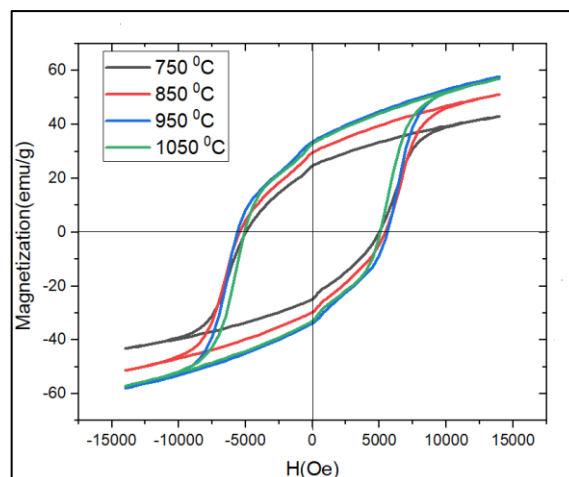
پس از بازپخت نمونه در دمای  $950$  درجه سلسیوس، هیچ قله‌ای مربوط به اسید سیتریک ( $C_6H_8O_7$ ) مشاهده نشده است که احتراق کامل اسید سیتریک را تأیید می‌کند. علاوه بر این، سه قله جذبی مشخص در باندهای  $426/26$ ،  $544/36$  و  $586/95$  بر سانتی‌متر به دلیل ارتعاش کششی فلز - اکسیژن هگزافریت ظاهر شده است. قله در  $426/26$  بر سانتی‌متر نشان دهنده ارتعاش پیوندهای هشت‌وجهی  $FeO_4$  و دو قله دیگر نشان دهنده ارتعاش پیوندهای سه‌وجهی  $FeO_4$  هستند. علاوه

بازپخت  $1050^{\circ}\text{C}$  کاهش یافته است. این می‌تواند ناشی از انتقال از ساختار تک حوزه مغناطیسی به ساختار چند حوزه‌ای مغناطیسی در طول رشد اندازه ذرات باشد [۴]. این نتایج، با نتایج گارسیا و همکاران [۵] و روحانی و همکاران [۴] در تهیه نانوذرات هگزافریت استرانسیم به روش سل - ژل همخوانی دارد. در نتیجه می‌توان خواص مغناطیسی را با دماهای بازپخت تنظیم کرد.

### ۳-۶. نتیجه‌گیری

در این پژوهش تأثیر دمای بازپخت بر خواص ساختاری و مغناطیسی نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تهیه شده به روش سل - ژل مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج به دست آمده از تحلیل پراش اشعه ایکس، طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی و طیف سنجی مرئی - فرابنفش مطالعه شد و جمع‌بندی آن به شرح زیر است:

- طیف پراش اشعه ایکس حاصل از نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  پس از بازپخت در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  وجود دو فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  و  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  را که دارای ساختارهای شش گوشه هستند را تایید می‌کند. با افزایش دما، فاز  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  کم کم ناپدید و در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  و  $1050^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس تک فاز هگزافریت استرانسیم به دست آمده است.
- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  بعد از بازپخت، نزدیکی اندازه بلورک‌ها را با مقداری که از رابطه شرر به دست آمده را تایید می‌کند.
- در طیف تبدیل فوریه فرو سرخ همه نمونه‌های بازپخت شده، سه باند بسامدی در محدوده  $435-445$ ،  $560-550$  و  $610-590$  ظاهر شده است که وجود ارتعاشات کششی اکسیژن - فلز هگزافریت استرانسیم را تایید می‌کند.
- نتایج طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس وجود عناصر تشکیل دهنده هگزافریت استرانسیم را تایید می‌کند.
- نتایج مغناطیس سنجی نانوذرات نشان می‌دهد که با افزایش دمای بازپخت از  $750^{\circ}\text{C}$  تا  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس مغناطیس اشباع، مغناطش باقی مانده و میدان وادارندگی افزایش

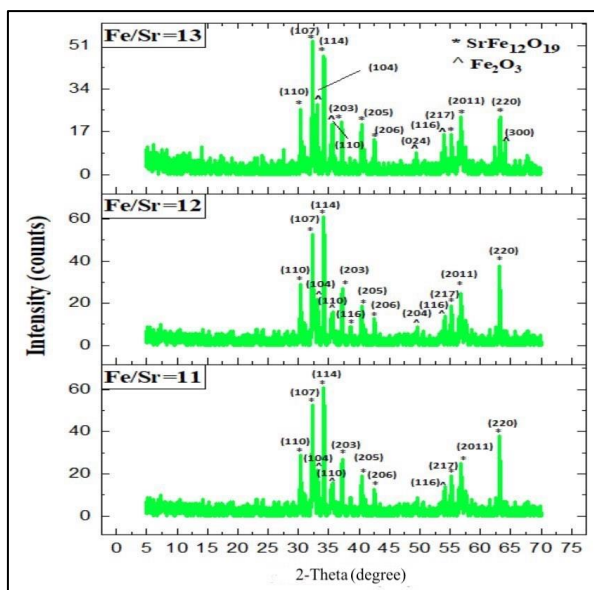


شکل ۶. منحنی‌های پسماند چهار نمونه در دماهای بازپخت متفاوت.

جدول ۳. نتایج مغناطیس‌سنجی نمونه‌های بازپخت شده در دماهای متفاوت

| دمای بازپخت<br>$^{\circ}\text{C}$ | میدان وادارندگی<br>( $H_c$ )<br>(Oe) | مغناطش<br>باقیمانده<br>( $M_r$ ) (emu/g) | مغناطش اشباع<br>( $M_s$ ) (emu/g) |
|-----------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------|
| ۷۵۰                               | ۵۰۰۰                                 | ۲۵/۱۳                                    | ۴۳/۰۹                             |
| ۸۵۰                               | ۵۵۰۰                                 | ۳۰/۰۰                                    | ۵۱/۲۰                             |
| ۹۵۰                               | ۵۵۰۰                                 | ۳۴/۱۳                                    | ۵۷/۸۹                             |
| ۱۰۵۰                              | ۵۰۰۰                                 | ۳۳/۲۸                                    | ۵۷/۰۵                             |

طبق نتایج دستگاه مغناطیس‌سنج نوع ارتعاشی، برای سه نمونه با دماهای بازپخت  $750^{\circ}\text{C}$ ،  $850^{\circ}\text{C}$  و  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس، در طی افزایش دمای بازپخت از دمای پایین‌تر به دمای بالاتر به دلیل حذف تدریجی فاز  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ، مغناطش اشباع افزایش یافته است [۳]. اما وقتی دمای بازپخت به  $1050^{\circ}\text{C}$  افزایش پیدا کرده، مغناطش اشباع کاهش یافته است. مغناطش باقیمانده مربوط به دمای بازپخت  $950^{\circ}\text{C}$  بیشتر از سه نمونه دیگر است، مغناطش باقیمانده نیز با افزایش دما از  $750^{\circ}\text{C}$  به  $850^{\circ}\text{C}$  و سپس  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس افزایش پیدا کرده و در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  کاهش یافته است. کم‌ترین میدان وادارندگی ( $H_c$ ) در دماهای بازپخت  $750^{\circ}\text{C}$  و  $1050^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس و بیش‌ترین مقادیر آن در دماهای بازپخت  $850^{\circ}\text{C}$  و  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس به دست آمده است. با افزایش دمای بازپخت میدان وادارندگی افزایش، سپس در دمای



شکل ۷. الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های با نسبت‌های مولی متفاوت در دمای بازپخت  $950^{\circ}\text{C}$ .

جدول ۴. میانگین اندازه بلورک‌ها در نسبت‌های مولی متفاوت

| نسبت مولی Fe/Sr | میانگین اندازه بلورک‌ها (نانومتر) |
|-----------------|-----------------------------------|
| ۱۱              | ۴۴/۷۰                             |
| ۱۲              | ۴۲/۸۵                             |
| ۱۳              | ۴۱/۸۳                             |

داد که اندازه متوسط بلورک‌ها با افزایش نسبت مولی Fe/Sr کاهش یافته است. جدول ۴، میانگین اندازه بلورک‌ها را در نسبت‌های مولی متفاوت نشان می‌دهد.

#### ۴-۲. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان

شکل ۸، تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط به نمونه‌های بازپخت شده در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس با نسبت‌های مولی ۱۱، ۱۲ و ۱۳ را نشان می‌دهد، که در مقیاس دوپست نانومتر با بزرگ‌نمایی دوپست هزار برابر قابل مشاهده است. این تصاویر نشان از ذراتی نزدیک به شش ضلعی برای ذرات فریت استرانسیم دارد.

با استفاده از تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط به نمونه‌ها با نسبت مولی ۱۱، ۱۲ و ۱۳، توزیع اندازه ذرات برای  $120^{\circ}$  ذره محاسبه و در شکل ۹ نشان داده شده است. برای انجام این کار از نرم‌افزارهای ایمج

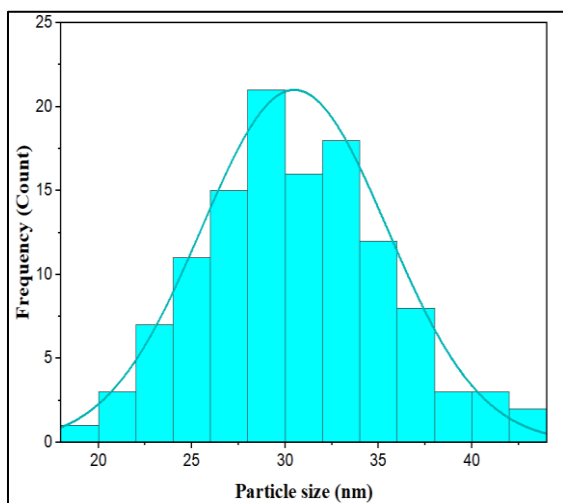
در  $1050^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس این کمیت‌ها کاهش پیدا کرده است.

#### ۴. اثر نسبت مولی آهن به استرانسیم بر نتایج آزمایش

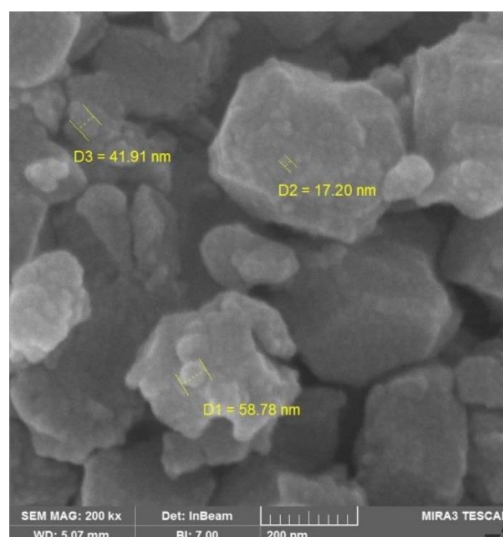
##### ۴-۱. نتایج پراش اشعه ایکس

شکل ۷، الگوهای پراش پرتو ایکس پودرهای هگزافریت استرانسیم با نسبت مولی Fe/Sr متفاوت ۱۱، ۱۲ و ۱۳ با دمای بازپخت  $950^{\circ}\text{C}$  به مدت دو ساعت و  $\text{pH} = 7$  در تشکیل  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  را نشان می‌دهد که توسط دستگاه Bruker advance D8 واقع در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه سیستان و بلوچستان گرفته شده است. الگوهای پراش پرتو ایکس پودرهای تولید شده در نسبت مولی ۱۲، وجود فازهای شش ضلعی فریت استرانسیم و اکسید آهن را نشان می‌دهد. الگوی پراش پرتو ایکس در زاویه‌های  $2\theta$  به صورت،  $30/37$ ،  $32/35$ ،  $34/18$ ،  $37/12$ ،  $40/38$ ،  $56/85$  و  $63/13$  درجه که به ترتیب به شاخص‌های میلر (۱۱۰)، (۱۰۷)، (۱۱۴)، (۲۰۳)، (۲۰۵)، (۲۰۱۱)، (۲۲۰) و نسبت داده شده‌اند، بازتاب دهنده الگوی استاندارد برای بلورهای شش ضلعی نوع M،  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (کارت JCPDS شماره ۱۱۹۸-۸۰) هستند. علاوه بر این، شاخص‌های میلر، (۱۰۴)، (۱۱۰)، (۱۱۶) و (۰۲۴) به ترتیب در زوایای  $2\theta$  برابر  $33/17$ ،  $35/61$ ،  $49/34$  و  $54/01$  بازتاب دهنده حضور فاز اکسید آهن است [۴].

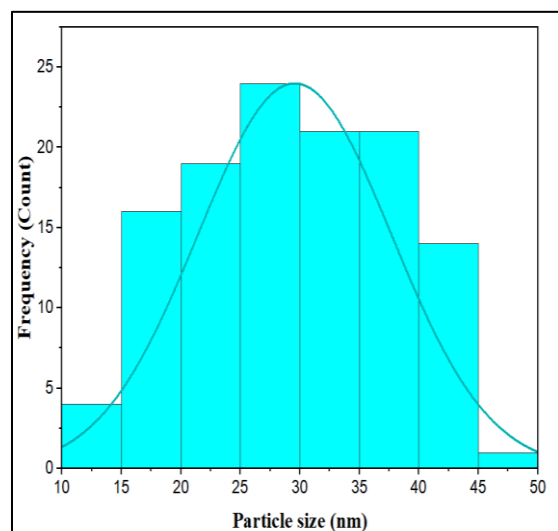
کاهش نسبت مولی آهن به استرانسیم باعث افزایش درصد تشکیل تک فاز شش ضلعی فریت استرانسیم شده است. در رسیدن نسبت مولی از ۱۱ به ۱۲ از پنج قله مربوط به اکسید آهن دو قله آخر حضور ندارند و شدت تشکیل تک فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  افزایش یافته است. در نسبت مولی ۱۳، یک قله در  $64/05$  دیده می‌شود که مربوط به اکسید آهن است و حاکی از کاهش درصد فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  است. کاهش درصد تشکیل فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  با افزایش نسبت مولی آهن به استرانسیم با بررسی الگوهای پراش سه نمونه مطالعه شده، در پژوهش محمود حسین و همکاران [۶] نیز دیده شده است. نتایج نشان



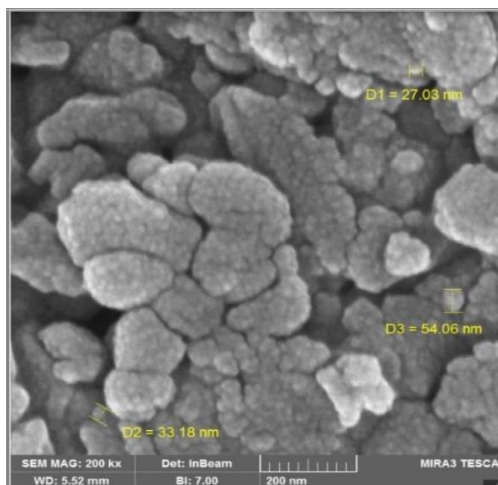
نسبت مولی ۱۱



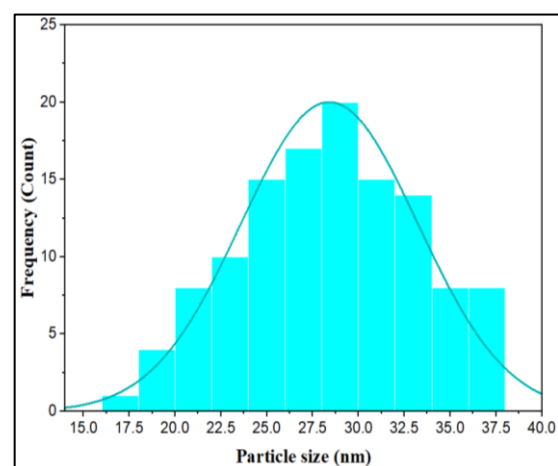
نسبت مولی ۱۱



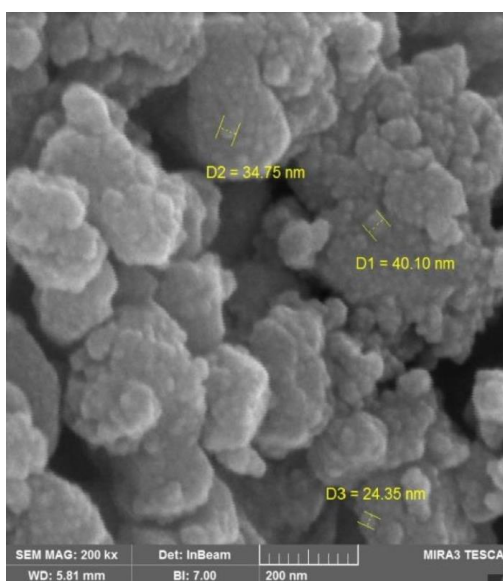
نسبت مولی ۱۲



نسبت مولی ۱۲



نسبت مولی ۱۳



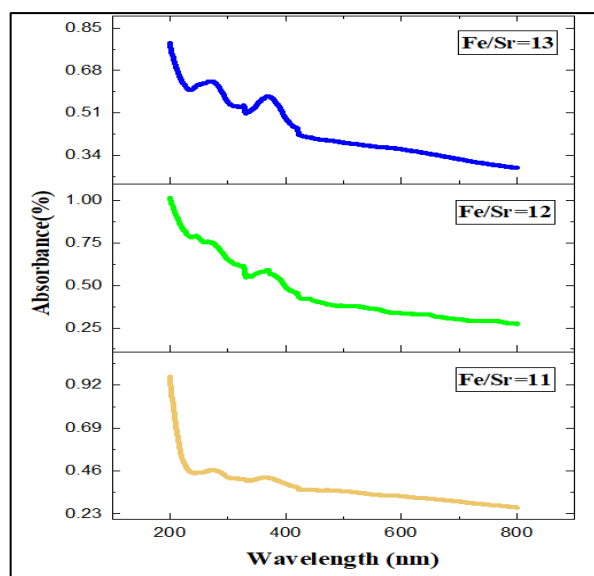
نسبت مولی ۱۳

شکل ۹. نمودار توزیع اندازه ذرات برای نمونه‌های با نسبت مولی

۱۱، ۱۲ و ۱۳.

شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مربوط

به نمونه‌های با نسبت مولی ۱۱، ۱۲ و ۱۳.



شکل ۱۰. طیف های جذبی طیف سنجی مرئی - فرابنفش سه نمونه با نسبت های مولی متفاوت.

که در آن  $h$  ثابت پلانک،  $\nu$  بسامد،  $\beta$  ثابت مقایسه ای و  $E_g$  شکاف انرژی است. توان  $1/2$  به خاطر گذار غیر مستقیم استفاده شده است، اگر گذار مستقیم باشد مقدار آن ۲ در نظر گرفته خواهد شد. برای ارزیابی معادله (۱) ابتدا مقادیر  $(ah\nu)^{1/2}$  و  $h\nu$  محاسبه می شوند، مرحله بعدی ترسیم نتایج است. نمودار، منحنی نامنظمی را ارائه می دهد اما برخی قسمت ها به شکل یک خط عمودی مستقیم یا خطی هستند. مطابق معادله (۱) که در آن مقدار  $E_g$  باید مستقیماً متناسب با مقدار  $(ah\nu)^{1/2}$  باشد، معادله در ناحیه خطی این منحنی اعمال می شود. بعد در قسمت خطی برون یابی انجام می شود به طوری که محور  $h\nu$  را قطع کند. تقاطع خط برون یابی با محور  $h\nu$  مقدار شکاف انرژی ماده مورد نظر است.

شکل ۱۱، شکاف انرژی از برون یابی منطقه خطی محور  $(ah\nu)^{1/2}$  بر محور  $h\nu$  را نشان می دهد که برای نمونه با نسبت مولی ۱۱، برابر  $1/65$  (eV) به دست آمده است. مقدار نظری شکاف انرژی برای حالت تک فاز هگزامریت استرانسیم بین  $1/86$  و  $1/91$  الکترون ولت است [۹]. اما در این نمونه با توجه به نتایج پراش پرتوی ایکس حالت تک فاز هگزامریت استرانسیم نداریم.

جی و اورجین استفاده شده است.

نتایج برای نسبت مولی ۱۱ نشان از ذراتی با فراوانی بیشتر در محدوده بین ۲۸-۳۰ نانومتر دارد و کمترین اندازه بین ذرات برای این نمونه برابر ۱۸/۸۴ نانومتر و بیشترین اندازه ۴۲/۶۳ نانومتر است، میانگین توزیع اندازه ذرات نیز ۳۰/۱۱ نانومتر است. برای نمونه با نسبت مولی ۱۲، توزیع اندازه ذرات همانند قبل محاسبه شد. نتایج برای این نسبت مولی نشان داد که ذراتی با فراوانی بیشتر در محدوده بین ۲۵-۳۰ نانومتر وجود دارد. کمترین اندازه ذرات ۱۲/۶۱ نانومتر و بیشترین اندازه ۴۸/۳۴ نانومتر است، میانگین توزیع اندازه ذرات نیز ۲۹/۷۴ نانومتر است.

نتایج برای نسبت مولی ۱۳ نشان از ذراتی با فراوانی بیشتر، در محدوده بین ۲۸-۳۰ نانومتر دارد. کمترین اندازه ذرات ۱۶/۰۲ نانومتر و بیشترین اندازه ۳۷/۵۷ نانومتر است، میانگین توزیع اندازه ذرات نیز ۲۸/۷۸ نانومتر است.

### ۳-۴. نتایج تحلیل طیف سنجی مرئی - فرابنفش

طیف جذبی هگزامریت استرانسیم در سه نسبت مولی آهن به استرانسیم ۱۱، ۱۲ و ۱۳ در طول موج های ۲۰۰ تا ۸۰۰ نانومتر در شکل ۱۰ نشان داده شده است. برای نسبت مولی ۱۱، در ۲۷۳ نانومتر یک قله جذب مشاهده می شود، برای نسبت مولی ۱۲، در ۲۴۵، ۳۳۴ و ۳۷۰ نانومتر قله جذب داریم، برای نسبت مولی ۱۳، در ۲۶۹ و ۳۷۰ نانومتر دو قله جذب اصلی دیده می شود. در ادامه، با استفاده از داده های بدست آمده از طیف سنجی مرئی - فرابنفش، شکاف انرژی برای سه نمونه بدست آورده شده است.

شکاف انرژی با استفاده از طیف های جذبی طیف سنجی مرئی - فرابنفش به روش تاک<sup>۱</sup> محاسبه شد. محاسبه شکاف انرژی با استفاده از این روش فقط به داده های طیف جذبی طیف سنجی مرئی - فرابنفش نیاز دارد. با توجه به روش تاک، مقادیر شکاف انرژی را می توان از رابطه زیر بدست آورد:

$$(\alpha h\nu)^{1/2} = \beta(h\nu - E_g) \quad (1)$$

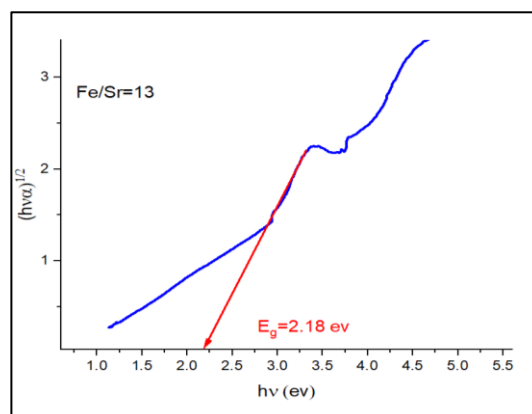
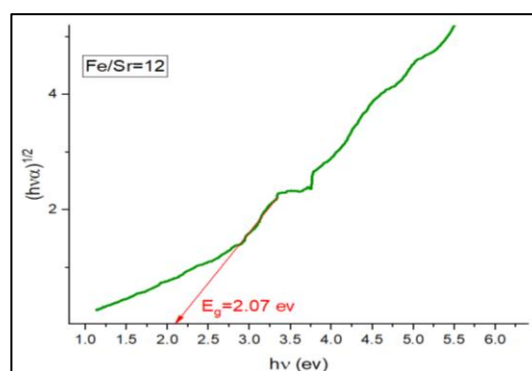
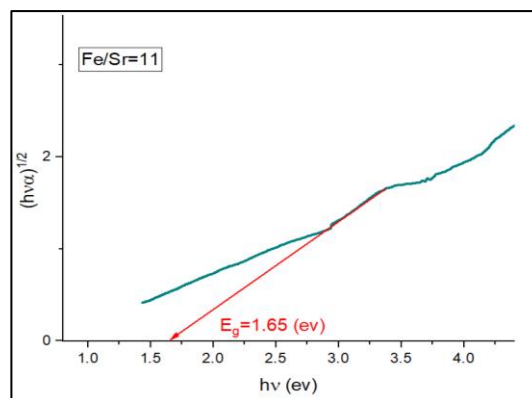
۱۲ مقدار بیشتری را نشان می‌دهد، و اختلاف (eV) ۰/۲۷ با حالت نظری دارد. باید توجه داشت که درصد فاز هگزاریت استرانسیم در این نمونه نسبت به دو نمونه دیگر کمتر است.

#### ۴-۴. نتایج مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی در دمای اتاق

شکل ۱۲، نتایج حاصل از مغناطیس‌سنجی را برای سه نمونه با نسبت‌های مولی ۱۱، ۱۲ و ۱۳ را نشان می‌دهد که با دستگاه مغناطیس‌سنج نوع مرتعش ساخت شرکت مغناطیس دانش پژوه واقع در دانشگاه کاشان گرفته شده است. کم‌ترین میدان وادارندگی ( $H_c$ ) مربوط به نمونه با نسبت مولی ۱۳ و بیش‌ترین مقدار آن مربوط به نمونه با نسبت مولی ۱۱ است. میدان وادارندگی برای سه نمونه با توجه به افزایش نسبت مولی، روندی کاهشی دارد، از ۶۰۰۰ (Oe) در نسبت مولی ۱۱ به ۲۵۰۰ اورستد در نسبت مولی ۱۳ رسیده است. در نسبت مولی ۱۲ این مقدار برابر با ۵۵۰۰ (Oe) است که در مقایسه با نسبت مولی ۱۱ کمتر و نسبت مولی ۱۳ بیشتر است. این روند کاهش میدان وادارندگی با کاهش نسبت مولی Fe به Sr در کار یانگ فی وانگ و همکاران [۷] نیز گزارش شده است.

مغناطش اشباع نیز روند کاهشی از نسبت مولی ۱۱ به ۱۲ دارد و از ۳۶/۹ (emu/g) در نسبت مولی ۱۱ به ۳۶/۶ (emu/g) در نسبت مولی ۱۲ رسیده است. همچنین مغناطش باقیمانده نیز از ۲۲/۶۷ (emu/g) در نسبت مولی ۱۱ به ۲۲/۶۳ (emu/g) در نسبت مولی ۱۲ رسیده، که این تغییرات مشابه کارین پی‌فو و همکاران [۸] است. مغناطش اشباع و مغناطش باقیمانده در نسبت مولی ۱۳ در مقایسه با نسبت‌های مولی ۱۱ و ۱۲ افزایش یافته است، به طوری که مغناطش اشباع در نسبت مولی ۱۳ برابر با ۳۷/۷ (emu/g) و مغناطش باقیمانده ۲۳/۴۷ (emu/g) است. این نتایج در جدول ۵ خلاصه شده‌اند.

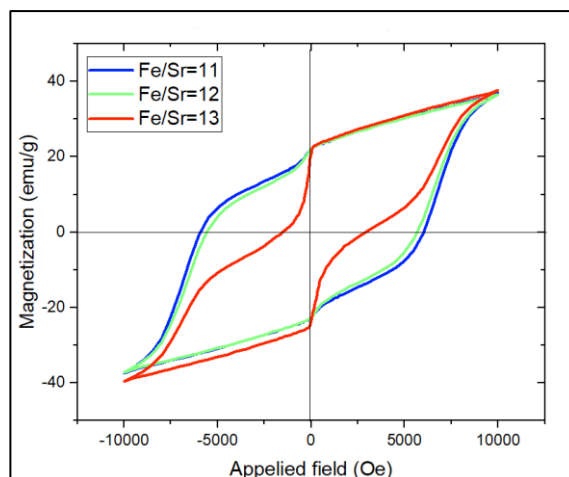
در شکل‌های ۶ و ۱۲، زانو در منحنی‌های پسماند مغناطیسی معمولاً به تغییر ناگهانی در رفتار ماده تحت میدان مغناطیسی اعمالی اشاره دارد. زانو نشان دهنده شروع اشباع مغناطیسی است. دامنه‌های مغناطیسی دیگر نمی‌توانند با افزایش میدان (H) همسو شوند. مواد مغناطیسی نرم (مثل فریت‌ها) زانوی



شکل ۱۱. تعیین شکاف انرژی نمونه‌های با نسبت‌های مولی ۱۱، ۱۲ و ۱۳.

مقدار شکاف انرژی برای نمونه با نسبت مولی ۱۲، برابر ۲/۰۷ الکترون ولت بدست آمده است، که نسبت به نمونه با نسبت مولی ۱۱ مقدار بیشتری را نشان می‌دهد. با توجه به نتایج پراش پرتوی ایکس، درصد فاز هگزاریت استرانسیم در نسبت مولی ۱۲ کمتر از نسبت مولی ۱۱ است، اختلاف ۰/۱۶ الکترون ولت با حالت نظری هم می‌تواند به علت تک فاز نبودن هگزاریت استرانسیم باشد.

مقدار شکاف انرژی برای نمونه با نسبت مولی ۱۳، ۲/۱۸ (eV) بدست آمده است، که نسبت به نمونه‌های با نسبت مولی ۱۱ و



شکل ۱۲. منحنی‌های پسماند سه نمونه با نسبت‌های مولی متفاوت.

جدول ۵. نتایج مغناطیس‌سنجی نمونه ارتعاشی سه نمونه با نسبت‌های مولی متفاوت

| نسبت مولی Fe/Sr | میدان وادارندگی $H_c$ (Oe) | مغناطش باقیمانده $M_r$ (emu/g) | مغناطش اشباع $M_s$ (emu/g) |
|-----------------|----------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| ۱۱              | ۶۰۰۰                       | ۲۲/۶۷                          | ۳۶/۹                       |
| ۱۲              | ۵۵۰۰                       | ۲۲/۶۳                          | ۳۶/۶                       |
| ۱۳              | ۲۵۰۰                       | ۲۳/۲۶                          | ۳۷/۷                       |

مشخص‌تری دارند. کاربردشان در طراحی ترانسفورماتورها و سلف‌ها است. مکان دقیق زانو به عواملی مانند: ترکیب شیمیایی ماده، ناخالصی‌ها و نقایص کریستالی، دمای محیط، آهنگ تغییرات میدان اعمالی وابسته است.

#### ۴-۵. نتیجه‌گیری

تأثیر نسبت مولی Fe/Sr بر خواص ساختاری و مغناطیسی نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تهیه شده به روش سل - ژل نیز مورد بررسی قرار گرفته است.

نتیجه‌گیری حاصل از تحلیل پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس و مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی به شرح زیر خلاصه می‌شود:

#### ۵. مراجع

1. G A Al-Garalleh, I. Bsoul, Y. Maswadeh, E. Al-Hwaitat, S. H. Mahmood, *Applied Physics A* **125** (2019) 467.
2. M A Urbano-Peña, S A Palomares - Sánchez I Betancourt, T J Pérez - Juache, F Ruiz, *Applied Physics A* **125** (2019) 711.

- طیف پراش اشعه ایکس حاصل از نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  پس از بازپخت در دمای  $750^\circ\text{C}$  وجود دو فاز  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  و  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  را که دارای ساختارهای شش گوشه هستند را تایید کرد.
- در نمونه با نسبت مولی ۱۲ بازپخت شده در  $950^\circ\text{C}$  نیز این دو فاز وجود داشت که با کاهش نسبت مولی درصد حضور فاز هگرافیت استرانسیم و با افزایش نسبت مولی درصد حضور فاز مربوط به اکسید آهن  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  افزایش یافته است.
- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان نانوذرات با نسبت‌های مولی متفاوت نشان داد که با افزایش نسبت مولی آهن به استرانسیم اندازه نانوذرات کاهش یافته است.
- نتایج طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس وجود عناصر تشکیل دهنده هگرافیت استرانسیم را تایید کرده است.
- برای نمونه‌های بازپخت شده در  $950^\circ\text{C}$  مغناطش اشباع، مغناطش باقیمانده از نسبت مولی ۱۱ به نسبت مولی ۱۲ روندی کاهشی و در نسبت مولی ۱۳ روند افزایشی داشت. میدان وادارندگی از نسبت مولی ۱۱ به ۱۲ و ۱۳ روندی کاهشی داشتند که با کار یانگ فی وانگ و همکاران [۷] در توافق خوبی است.
- نتایج مغناطیس‌سنجی نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  در دمای اتاق نشان دهنده فرومغناطیس سخت بودن نمونه‌ها است.
- مغناطش پسماند نسبتاً بالا (حدود ۲۵-۳۷ emu/g) و وادارندگی بالا، این مواد را به کاندیداهای مهمی برای کاربردهای آهنربای دائمی تبدیل می‌کند.

3. B Abraime, M Ait Tamerd, A Mahmoud, F Boschini, A Benyoussef, M Hamedoun, Y Xiao, A El Kenz, O Mounkachi, *Ceramics International* **43**, 17 (2017) 15999.
4. E Roohani, H Arabi, R Sarhaddi, S Sudkhah, and A Shabani, *International Journal of Modern Physics B* **29** (2015) 27.
5. L A García-Cerda, O S Rodríguez-Fernández, P J Reséndiz-Hernández, *Journal of Alloys and Compounds*, **369** (2004) 182.
6. M M Hessien, N El-Bagoury, M H H Mahmoud, M Alsawat, A K Alanazi, M M Rashad, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **498** (2020) 166187.
7. Y Wang, Q Li, C Zhang, B Li, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **321**, 19 (2009) 3368.
8. Y P Fu, C H Lin, *Journal of Alloys and Compounds* **386** (2005) 222.
9. O Mohanta, Y N Singhababu, S K Giri, D Dadhich, N N Das, R K Sahu, *Journal of Alloys and Compounds* **564** (2013) 78.