

## تأثیر دما و زمان پخت بر خواص ساختاری و الکتریکی نانوذرات $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$

فرشته رنجبر، سید ابراهیم موسوی قهفرخی، مرتضی زرگر شوشتری

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

پست الکترونیکی: Zargar@scu.ac.ir

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۵/۲۷؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۳/۵/۲۹)

### چکیده

در این مقاله، نانوذرات هگزافریت استرانسیوم ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) با استفاده از روش سل-ژل تهیه شده‌اند. برای تهیه ژل هگزافریت استرانسیوم از نیترات‌های آهن ۹آبه و استرانسیوم با نسبت مولی مشخص و اسید سیتریک استفاده گردید. محصول حاصل، با استفاده از آنالیز توزین حرارتی (TG/DTA)، بررسی شد. بر اساس نتایج به دست آمده از آنالیز TG/DTA، پودر حاصله در دماهای  $600^\circ\text{C}$  تا  $1100^\circ\text{C}$  به مدت ۲ ساعت پخت شد. تأثیر دما ( $600^\circ\text{C}$  تا  $1100^\circ\text{C}$ ) و زمان پخت ( $0.5\text{h}$  تا  $3\text{h}$ ) بر تشکیل فاز، خواص ساختاری و الکتریکی  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  مورد مطالعه قرار گرفت. خواص ساختاری و ریخت‌شناسی نمونه‌ها با استفاده از پراش پرتوی ایکس، طیف مادون قرمز-تبدیل فوریه و میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شدند. همچنین مقاومت الکتریکی ویژه DC ( $\rho$ ) نمونه‌ها، توسط روش چهار میله‌ای اندازه‌گیری شد. نتایج حاصل از اندازه‌گیری پراش پرتوی ایکس نشان دادند که دما و زمان پخت بهینه برای تشکیل نانوذرات هگزافریت استرانسیوم خالص و تک‌فاز به ترتیب  $1000^\circ\text{C}$  و ۲ ساعت می‌باشد. با اندازه‌گیری خواص الکتریکی نمونه‌ها در دمای اتاق مشاهده گردید که مقاومت الکتریکی ویژه DC نمونه‌ها، با افزایش دمای حرارت‌دهی کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی: هگزافریت استرانسیوم، نانوذرات، خواص ساختاری و الکتریکی، سل-ژل

### ۱. مقدمه

خوب، مقاومت بالا در برابر خوردگی، مغناطش اشباعی بزرگ، نیروی وادارنده مغناطیسی بالا (حدود ۶۷ KOe)، ناهمسانگردی تک‌محوری بالا، دمای کوری بالا (۷۴۳ K)، مقاومت الکتریکی بالا و اتلاف پایین جریان‌های گردابی نسبت به دیگر مواد مغناطیسی، کاربردهایی از قبیل مغناطیس‌های دائمی، محیط‌های ضبط مغناطیسی، جاذب‌های میکروویو و رادار و تجهیزات میکروویو دارد [۲-۵]. برای بهبود خواص فریت‌های مغناطیسی، باید اندازه دانه‌های فریت کوچک‌تر از اندازه تک‌حوزه باشد

یکی از مهم‌ترین مواد در گروه فریت‌های شش‌گوشی، هگزافریت استرانسیوم ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) می‌باشد. این ترکیب برای اولین بار در سال ۱۹۳۸ میلادی، توسط آدلسکولد به‌روش هم‌رسوبی گرمایی از نیترات‌ها تهیه شد. پارامترهای شبکه آن ( $a, c$ ) توسط کیمورا، با مقادیر  $a = 0.58836 \text{ nm}$  و  $c = 2.30376 \text{ nm}$  در دمای اتاق اندازه‌گیری شدند [۱]. هگزافریت استرانسیوم به‌علت پایداری شیمیایی و گرمایی بسیار

تشکیل فاز، خواص ساختاری و الکتریکی هگزا فیریت استرانسیوم نوع M، مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲. بخش تجربی

برای تهیه نانوذرات هگزا فیریت استرانسیوم از نیترات آهن ۹آبه، نیترات استرانسیوم، اسید سیتریک و آمونیاک ساخت شرکت مرک آلمان با درجه خلوص بیش از ۹۹ درصد استفاده شد. ابتدا نیترات آهن ۹آبه و نیترات استرانسیوم را با نسبت مولی ۱۲ به ۱، در ۱۲۰ ml آب یونزدایی شده حل کرده و محلول به دست آمده، به منظور حرارت‌دهی غیرمستقیم برای تشکیل ژل، در حمام آب قرار داده شد. سپس برای همگن ساختن محلول، از یک هم‌زن مغناطیسی در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  استفاده گردید. پس از آن که مواد اولیه به طور کامل حل شدند، اسید سیتریک با نسبت مولی یک به یک به اسید سیتریک به  $\text{Sr}^{2+}$ ، به محلول اضافه شد. برای این که محلول اسیدی در محیطی خنثی به ژل تبدیل شود، از بازی که توانایی اکسایش مواد اولیه مورد نظر را داشته باشد، استفاده می‌شود. از آنجایی که آمونیاک برای واکنش‌هایی که بین نیترات‌ها و اسید سیتریک صورت می‌گیرد باز مناسبی است، بنابراین با اضافه کردن تدریجی آمونیاک به محلول، مقدار Hp بر روی عدد ۶ تنظیم گردید. ژل حاصله را در دمای  $90^{\circ}\text{C}$  خشک کرده تا ژل خشکی با رنگ قهوه‌ای تیره، به دست آید [۱۳]. برای تعیین دمای حرارت‌دهی بهینه، از بررسی توزین حرارتی (TG/DTA) استفاده شده است. بر اساس نتایج به دست آمده از این بررسی، ژل خشک هگزا فیریت استرانسیوم در دماهای  $600^{\circ}\text{C}$  تا  $1100^{\circ}\text{C}$  با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت، پخت شد. پس از تعیین دمای حرارت‌دهی بهینه، به بررسی زمان‌های حرارت‌دهی متفاوت در دماهای  $950^{\circ}\text{C}$  (۲، ۲/۵ و ۳ ساعت) و  $1000^{\circ}\text{C}$  (۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ ساعت) پرداخته شد. بررسی توزین حرارتی (TGA) و بررسی حرارتی تفاضلی (DTA) با استفاده از  $14.8\text{ mg}$  ژل خشک پیش‌ماده  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  در اتمسفر هوا با آهنگ حرارتی  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، از دمای  $50^{\circ}\text{C}$  تا  $1200^{\circ}\text{C}$ ، توسط دستگاه TG/DTA مدل STA 503/Bahr2010، انجام گرفته شده است.

(اندازه تک‌حوزه برای  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ، کمتر از  $940$  نانومتر در نظر گرفته می‌شود). همچنین باید این دسته از مواد از نظر بلوری ناهمسانگرد باشند. چون سازوکار مغناطیسی شدن در بیشتر این مواد به واسطه چرخش دیواره‌های حوزه‌ها به طرف میدان مغناطیسی است، بنابراین وادارندگی مغناطیسی در این نوع فیریت‌ها بالا خواهد بود. با توجه به ناهمسانگردی بلوری در  $\text{MFe}_{12}\text{O}_{19}$ ، که در آن M می‌تواند Sr، Ba، Pb باشد، و پیدایش علم نانو، تلاش‌های زیادی برای تولید آهن‌رباهای دائمی نوع M در ابعاد نانو آغاز گردید [۶ و ۷]. خواص مغناطیسی هگزا فیریت استرانسیوم به عوامل مختلفی از قبیل ریزساختار، روش ساخت، شرایط پخت، ترکیب شیمیایی، بار یونی، اندازه دانه‌ها، توزیع کاتیون‌ها، تخلخل و ... بستگی دارد [۶]. به طور کلی، هرچه دانه‌بندی ریزتر، ناخالصی کمتر و چگالی بیشتر باشد، خواص مغناطیسی هگزا فیریت‌ها مطلوب‌تر خواهد بود. وجود دانه‌هایی با رشد غیرمتعارف، از عوامل مهم کاهش خواص مغناطیسی محسوب می‌شود. بنابراین، احتمال دستیابی به توزیع اندازه ذرات ریز و قابل کنترل، هگزا فیریت‌ها را به‌عنوان یک گزینه خوب برای ساخت نانو ساختارها، معرفی می‌کند [۴]. برای ساخت هگزا فیریت‌های نوع M تک‌فاز به روش واکنش حالت جامد، نیاز به عملیات گرمایی در دمای بالا (بالای  $1373\text{ K}$ ) است. فرآیند ساخت در دمای بالا باعث رشد دانه‌ای نامطلوب هگزا فیریت (بیش از  $1\text{ }\mu\text{m}$ ) می‌شود. بنابراین برای جلوگیری از رشد نامطلوب دانه‌ای از فرآیند آسیا کردن به منظور کاهش اندازه ذرات و به دست آوردن ذرات تک‌حوزه استفاده می‌شود. فرآیند آسیا کردن نیز باعث ورود ناخالصی‌ها در نمونه‌ها می‌شود و این ناخالصی‌ها می‌تواند باعث به وجود آمدن کرنش‌های شبکه‌ای شود [۶]. برای به دست آوردن ذرات بسیار ریز و همگن هگزا فیریت استرانسیوم بدون استفاده از آسیا کردن، از روش‌های شیمیایی جدیدی از قبیل روش هم‌رسوبی [۸]، سنتز هیدروترمال [۹]، روش تبلور شیشه‌ای [۱۰]، سونوشیمیایی [۱۱] و سل-ژل [۱۲] استفاده می‌شود. در این مقاله برای تهیه نانوپودر هگزا فیریت استرانسیوم  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  خالص و تک‌فاز از روش سل-ژل استفاده شده است. همچنین تأثیر دما و زمان حرارت‌دهی بر

شده، از طیف سنج مادون قرمز - تبدیل فوریه (FT-IR) مدل BOMEN/MB۱۰۲ در گستره عدد موج  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  استفاده شده است. مقاومت الکتریکی ویژه DC ( $\rho$ ) و تحرک سوقی ( $\mu_d$ ) نمونه‌ها (رابطه (۸))، توسط روش چهار میله اندازه‌گیری شده است

$$\mu_d = 1/nep, \quad (8)$$

در رابطه (۸)،  $e$  بار الکترون و  $n$  تراکم حامل‌های بار می‌باشد. می‌توان مقدار  $n$  را از رابطه زیر محاسبه نمود

$$n = N_A d_b P_{Fe} / M. \quad (9)$$

در رابطه (۹)،  $N_A$  عدد آووگادرو،  $d_b$  چگالی توده،  $M$  جرم مولکولی و  $P_{Fe}$  تعداد اتم آهن در فرمول شیمیایی نمونه‌ها می‌باشد [۱۵].

### ۳. بحث و نتیجه‌گیری

#### ۳.۱. بررسی دمای پخت

نخست تأثیر دمای پخت بر تشکیل فاز، خواص ساختاری و الکتریکی هگزا فريت استرانسیوم نوع M تهیه شده به روش سل - ژل مورد بررسی قرار می‌گیرد.

#### ۳.۱.۱. بررسی توزین حرارتی (TG/DTA)

بررسی حرارتی، برای بررسی سازوکار انتقال فاز ژل خشک و تشکیل فاز هگزا فريت، بررسی دماهای گرمازا - گرماگیر، مطالعه رفتار تجزیه حرارتی، فعل و انفعالات و کاهش وزن ماده با دما و مشاهده اثر گرمایش بر روی تغییرات ساختاری نمونه‌های ساخته شده، صورت می‌گیرد [۱۶ و ۱۷]. در طی عملیات حرارتی نمونه، چندین فرآیند از قبیل آب‌زدایی، تجزیه، سوختن و متراکم شدن ذرات رخ می‌دهد. مطابق شکل ۱، در منحنی TGA، چهار مرحله کاهش وزن وجود دارد. اولین مرحله کاهش وزن (حدود ۵.۵ درصد)، در گستره دمایی  $50^\circ\text{C}$  تا حدود  $205.5^\circ\text{C}$  می‌باشد که به علت تبخیر آب باقی مانده در نمونه است. دومین مرحله کاهش وزن، در گستره دمایی  $205.5^\circ\text{C}$  تا حدود  $300^\circ\text{C}$  رخ می‌دهد که ناشی از سوختن اسید سیتریک، تجزیه کامل نیترات‌ها و ترکیبات آلی موجود در

بررسی فازی نمونه‌ها و تعیین شاخصه‌های ساختاری آنها نظیر پارامترهای شبکه برای شبکه شش گوشه  $(a, c)$  (رابطه (۱))، نسبت  $c/a$ ، حجم سلول واحد شبکه شش گوشه (رابطه (۲))، چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس (رابطه (۳))، چگالی توده (رابطه (۴))، تخلخل (رابطه (۵))، اندازه بلورک‌ها به کمک رابطه دباي - شرر (رابطه (۶)) و درصد فازهای موجود در نمونه‌ها (رابطه (۷))، با استفاده از داده‌های به دست آمده توسط دستگاه پراش سنج پرتوی ایکس (XRD)، مدل 1840 - PW ساخت شرکت فیلیپس صورت گرفت. تعداد قله‌ها برای تعیین درصد فازها، همان قله‌های مشخص شده بر روی الگوهای پراش نمونه‌ها می‌باشند:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

$$V_{\text{cell}} = 0.8666 a^2 c \quad (2)$$

$$d_{x\text{-ray}} = d_x = \frac{ZM}{N_A V_{\text{cell}}} \quad (3)$$

$$d_b = \frac{m}{\pi r^2 h} \quad (4)$$

$$P = 1 - \left( \frac{d_b}{d_x} \right) \quad (5)$$

$$D = \frac{0.89 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (6)$$

$$X \% = \frac{\sum I_x}{\sum I_x + \sum I_y + \dots} \times 100 \quad (7)$$

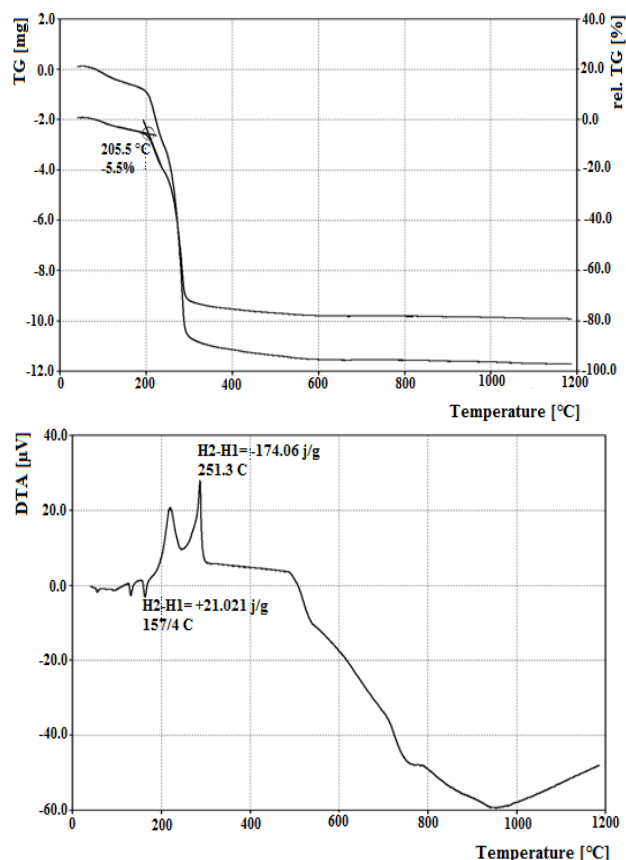
در روابط بالا،  $a$  و  $c$  پارامترهای شبکه شش گوشه،  $Z$  تعداد واحدهای فرمولی در یک سلول واحد (که در این جا مساوی ۲ است)،  $M$  جرم مولکولی،  $N_A$  عدد آووگادرو،  $V_{\text{cell}}$  حجم سلول واحد،  $m$  و  $r$  به ترتیب جرم، شعاع و ضخامت قرص،  $\lambda$  طول موج پرتوی ایکس،  $\beta$  پهنای نصف قله بیشینه،  $\theta$  نصف زاویه قله بیشینه،  $I_x$  و  $I_y$  به ترتیب شدت پرتوی ایکس مربوط به فازهای مختلف  $x$  و  $y$  می‌باشند [۱۴].

برای بررسی ریزساختار، ریخت‌شناسی نمونه‌ها و تعیین متوسط اندازه ذرات، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل S-۴۱۶۰ ساخت شرکت هیتاچی استفاده شد. برای شناسایی نوع گروه‌های عاملی و پیوندهای موجود در نمونه‌های ساخته

نشان داده شده است. مطابق شکل ۱، منحنی DTA دارای شش قله گرماگیر حوالی  $60^{\circ}\text{C}$ ،  $140^{\circ}\text{C}$ ،  $157.4^{\circ}\text{C}$ ،  $225^{\circ}\text{C}$ ،  $205.5^{\circ}\text{C}$  و  $780^{\circ}\text{C}$  و سه قله گرمازا حوالی  $205.5^{\circ}\text{C}$ ،  $251.3^{\circ}\text{C}$  و  $790^{\circ}\text{C}$  می‌باشد. سه قله گرماگیر اول به علت تبخیر آب موجود در نمونه می‌باشد. قله گرماگیر در حدود دمای  $225^{\circ}\text{C}$  که بین دو قله گرمازای  $205.5^{\circ}\text{C}$  و  $251.3^{\circ}\text{C}$  قرار دارد را می‌توان به تجزیه اسید سیتریک، نیترات‌ها و ترکیبات آلی دیگر نسبت داد. قله گرماگیر در حدود دمای  $780^{\circ}\text{C}$ ، بیانگر اندرکنش گرماگیری است که منجر به تشکیل فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  می‌شود. قله گرماگیر در دماهای نزدیک به  $940^{\circ}\text{C}$ ، بیانگر حذف تدریجی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  و تشکیل تک‌فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  می‌باشد که با نتایج حاصل از XRD نمونه‌ها در محدوده دمایی  $900^{\circ}\text{C}$  تا  $1100^{\circ}\text{C}$  مطابقت دارد (شکل ۲). اولین قله گرمازا در  $205.5^{\circ}\text{C}$ ، را می‌توان ناشی از سوختن اسید سیتریک و تجزیه نیترات‌ها و ترکیبات آلی دیگر دانست. دومین قله گرمازا در  $251.3^{\circ}\text{C}$  مربوط به تشکیل تدریجی فاز  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  می‌باشد. سومین قله گرمازا در حوالی  $790^{\circ}\text{C}$ ، بیانگر تشکیل فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  می‌باشد. نکته قابل توجه آن است که در نمودار TG/DTA و XRD (شکل ۲)، اثری از قله مربوط به تشکیل فاز مونوفزیت استرانسیوم ( $\text{SrFe}_2\text{O}_6$ ) دیده نمی‌شود.

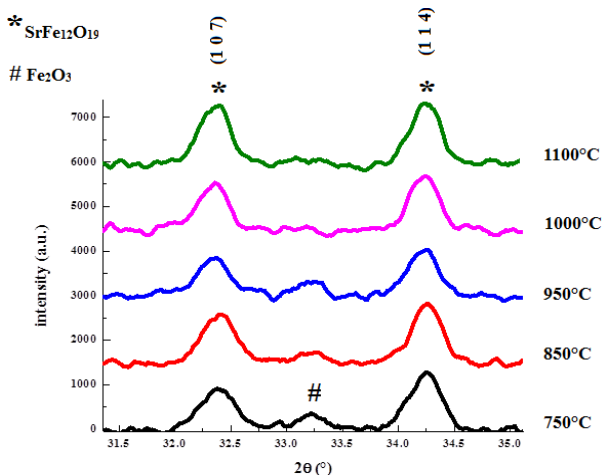
### ۲.۱.۳. الگوی XRD

ترکیب فازها، شاخصه‌های ساختاری و اندازه متوسط بلورک‌های نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف، با استفاده از الگوی پراش پرتوی ایکس بررسی شدند. شکل ۲، الگوهای XRD پودرهای  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  را با دماهای پخت  $600^{\circ}\text{C}$  تا  $1100^{\circ}\text{C}$  با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت نشان می‌دهد. الگوهای پراش پرتوی ایکس با کارت استاندارد (JCPDS# ۳۳-۱۳۴۰)، با گروه فضایی  $P6_3/mmc$ ، پارامترهای شبکه  $a = 5.886 \text{ \AA}$  و  $c = 23.037 \text{ \AA}$ ، حجم سلول واحد  $V = 691.38 \text{ \AA}^3$ ، چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس  $d_p = 5.1 \text{ gcm}^{-3}$  و قله‌های پراش با مقادیر  $2\theta$  برابر با  $34.183$ ،  $32.352$ ،  $56.852$ ،  $37.121$ ،  $63.132$ ،  $30.325$ ، که به ترتیب به صفحات پراش  $(110)$ ،  $(200)$ ،  $(203)$ ،  $(2011)$ ،  $(107)$ ،  $(114)$  می‌شوند، مطابقت دارند. فاز ناخالصی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  موجود در

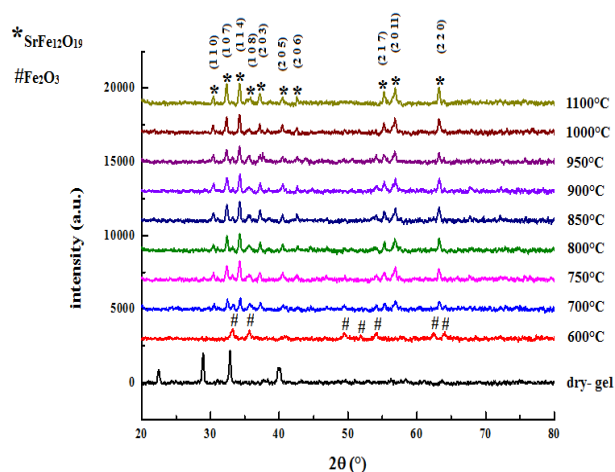


شکل ۱. منحنی TG/DTA مربوط به نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ .

نمونه است، به طوری که کاهش وزن تیز در حدود  $300^{\circ}\text{C}$  می‌باشد. سومین مرحله کاهش وزن، در بازه دمایی  $300^{\circ}\text{C}$  تا حدود  $600^{\circ}\text{C}$  است. این کاهش وزن به علت تشکیل فاز غیرمغناطیسی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (هماتیت) می‌باشد که با نتایج حاصل از XRD مطابقت دارد. در گستره دمایی  $600^{\circ}\text{C}$  تا  $850^{\circ}\text{C}$  وزن تقریباً ثابت می‌ماند و هیچ کاهش وزنی در نمونه دیده نمی‌شود. مطابق نتایج حاصل از XRD، شروع تشکیل فاز هگزافزیت استرانسیوم ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) در این گستره دمایی رخ می‌دهد. از دمای  $850^{\circ}\text{C}$  به بالا، یک کاهش وزن بسیار کم مشاهده شده است، که ناشی از حذف تدریجی فاز ناخالصی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  و تشکیل هگزافزیت استرانسیوم خالص و تک‌فاز می‌باشد. پس می‌توان نتیجه گرفت که تشکیل فاز شش گوش نوع M از  $600^{\circ}\text{C}$  شروع تا دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  ادامه می‌یابد. در این محدوده به تدریج فاز ناخالصی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  حذف و تک‌فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تشکیل می‌شود، که با نتایج حاصل از XRD مطابقت دارد (شکل ۲). رفتار ترموشیمیایی نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  توسط منحنی DTA در شکل ۱



شکل ۳. (رنگی در نسخه الکترونیکی) قله‌های بیشینه XRD نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای حرارت‌دهی متفاوت، با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.



شکل ۲. (رنگی در نسخه الکترونیکی) الگوی XRD نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای حرارت‌دهی متفاوت، با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.

بهرتر شده به طوری که قله‌های مربوط به فاز هماتیت، که اثر نامطلوبی بر خواص مغناطیسی دارد، به‌طور کامل حذف شده است. از الگوهای پراش شکل ۲ مشاهده می‌شود که با افزایش دمای پخت، شدت قله‌ها و در نتیجه بلورینگی بیشتر شده (یعنی قله‌ها تیزتر می‌شوند) و همچنین شدت قله‌های ناخالصی هماتیت کاهش یافته تا این‌که در دمای  $1000^\circ\text{C}$  قله‌های ناخالصی کاملاً حذف شده و نمونه خالص و تک‌فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  به‌دست می‌آید. بنابراین به نظر می‌رسد که دمای  $1000^\circ\text{C}$  برای تشکیل هگزافریت استرانسیوم تک‌فاز کفایت می‌کند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری پارامترهای شبکه شش گوش  $(a, c)$ ، نسبت  $c/a$ ، حجم سلول واحد بسط  $(V_{\text{cell}})$ ، چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس  $(d_x)$ ، درصد فازهای موجود در نمونه و متوسط اندازه بلورک‌ها  $(D)$ ، نمونه‌های تهیه‌شده در دماهای مختلف، در جدول ۱ آورده شده‌اند. طبق نظریه ورستگن و استیولس، با بررسی نسبت پارامترها  $(c/a)$  می‌توان نوع ساختار را تعیین کرد. طبق این نظریه، اگر مقدار  $c/a$  کمتر از  $3/98$  باشد آن‌گاه ساختار مورد نظر یک ساختار شش گوش نوع M است [۱۲].

با توجه به جدول ۱ می‌توان نتایج زیر را به‌دست آورد:

(الف) چون مقادیر  $c/a$  برای همه نمونه‌ها کمتر از  $3/98$  است پس می‌توان نتیجه گرفت که ساختار همه نمونه‌ها،

برخی نمونه‌ها، با کارت استاندارد (JCPDS# ۳۳-۰۶۶۴)، که در آن، قله‌های پراش با مقادیر  $2\theta$  برابر با  $33/153$ ،  $35/612$ ،  $54/091$  و  $49/48$ ، به ترتیب به صفحات پراش  $(104)$ ،  $(10)$ ،  $(116)$  و  $(024)$  مربوط می‌شوند، مطابقت دارند. همان گونه که از الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌ها (شکل ۲) مشاهده می‌شود، نمونه تهیه شده در دمای  $600^\circ\text{C}$  از بلورینگی و شدت قله‌های پایینی برخوردار می‌باشد که بیانگر الگوی پراش فاز هماتیت  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  می‌باشد و اثری از قله‌های پراش فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  در آن دیده نمی‌شود.

الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه تهیه شده در دمای  $700^\circ\text{C}$ ، که از بلورینگی و شدت قله‌های پایینی برخوردار است دارای مقدار قابل توجهی فاز هماتیت باقی مانده در نمونه می‌باشد. کم بودن بلورینگی را می‌توان به فرآیند پخت موضعی و تشکیل ناقص فاز هگزافریت استرانسیوم در نمونه دانست [۱۸]. شدت قله‌ها و بلورینگی الگوهای پراش پرتوی ایکس در دماهای  $750^\circ\text{C}$ ،  $800^\circ\text{C}$  و  $850^\circ\text{C}$  تقریباً بهتر شده است که علت آن به دلیل کاهش ناخالصی فاز هماتیت می‌باشد. در الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌های تهیه شده در دماهای  $900^\circ\text{C}$  و  $950^\circ\text{C}$  مشاهده می‌شود که فاز ناخالصی هماتیت تقریباً در حال حذف شدن می‌باشد. با افزایش دمای حرارت‌دهی شدت قله‌ها و بلورینگی نمونه‌ها

جدول ۱. پارامترهای شبکه شش گوشه  $(a, c)$ ، نسبت  $c/a$ ، حجم سلول واحد بسیط  $(V_{cell})$ ، چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس  $(d_x)$ ، درصد فازها، متوسط اندازه بلورک‌ها و متوسط اندازه ذرات نمونه‌های ساخته شده در دماهای پخت متفاوت با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت. (نماد --- بیانگر این است که اندازه‌گیری صورت نگرفته است.)

دمای حرارت دهی (°C)	زمان حرارت دهی (h)	$a(\text{Å})$	$c(\text{Å})$	$c/a$	$V_{cell}(\text{Å}^3)$	$d_x$	درصد فازها در نمونه‌ها	متوسط اندازه بلورک‌ها (nm)	متوسط اندازه ذرات (nm)
۶۰۰	۲	-	-	-	-	-	۹,۷۱% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۹۰,۲۹% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۱۷,۴۳	-
۷۰۰	۲	۵,۸۷۶	۲۲,۸۶۰	۳,۸۹۰	۶۸۴,۰۰۴	۵,۱۵۵	۷۸,۸۵% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۲۱,۱۵% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۸,۹۹	-
۷۵۰	۲	۵,۸۷۴	۲۳,۰۵۶	۳,۹۲۵	۶۸۹,۳۹۷	۵,۱۱۵	۸۴,۷۱% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۱۵,۲۹۵% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۳,۸۶	۳۶,۶۰
۸۰۰	۲	۵,۸۸۰	۲۳,۰۳۲	۳,۹۱۷	۶۹۰,۰۸۹	۵,۱۱۰	۸۴,۸۸% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۱۵,۱۲% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۵,۸۰	۳۹,۳۸
۸۵۰	۲	۵,۸۸۴	۲۳,۰۱۸	۳,۹۱۲	۶۹۰,۶۰۸	۵,۱۰۶	۸۴,۸۸% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۱۵,۱۲% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۶,۹۰	۴۵,۶۰
۹۰۰	۲	۵,۸۷۸	۲۳,۱۰۴	۳,۹۳۱	۶۹۱,۷۷۵	۵,۰۹۷	۸۸,۴۲% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۱۱,۵۸% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۵,۴۱	۴۸,۲۴
۹۵۰	۲	۵,۸۸۰	۲۳,۰۹۲	۳,۹۲۷	۶۹۱,۸۸۶	۵,۰۹۶	۹۱,۶۱% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۸,۳۹% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۶,۸۱	-
۱۰۰۰	۲	۵,۸۸۴	۲۳,۰۶۶	۳,۹۲۰	۶۹۲,۰۴۸	۵,۰۹۵	۱۰۰% SrFe <sub>۱۲</sub> O <sub>۱۹</sub> ۰% α-Fe <sub>۲</sub> O <sub>۳</sub>	۲۶,۳۰	۵۱,۵۲

جدایی ذرات نمونه از هم افزایش می‌یابد و بالعکس [۱۹]. بنابراین انتظار داریم که با کاهش تخلخل، اندازه بلورک‌ها افزایش یابد (شکل ۶).

(ت) اندازه بلورک‌ها با افزایش دمای پخت، به علت افزایش بلورینگی، افزایش پیدا می‌کند (شکل ۶)، که این را نیز می‌توان از کاهش پهنای قله نمونه‌ها با افزایش دمای پخت (شکل ۳)، نتیجه گرفت [۱۷]. مقادیر اندازه بلورک‌های داده شده در جدول ۱، بسیار کوچک‌تر از اندازه بحرانی بلورک‌ها در ساختار تک‌حوزه SrFe<sub>۱۲</sub>O<sub>۱۹</sub>، محاسبه شده توسط نظریه کیتل، (۲۷۰ nm)، می‌باشند و بیانگر این است که می‌توان ذراتی با ساختار تک‌حوزه را با روش سل - ژل ساخت [۲۰].

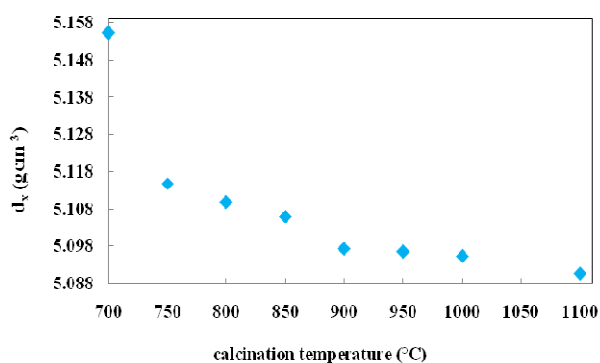
### ۳.۱.۳. تصاویر SEM

شکل ۷ تصاویر SEM نمونه‌های تهیه شده در دماهای ۷۵۰°C

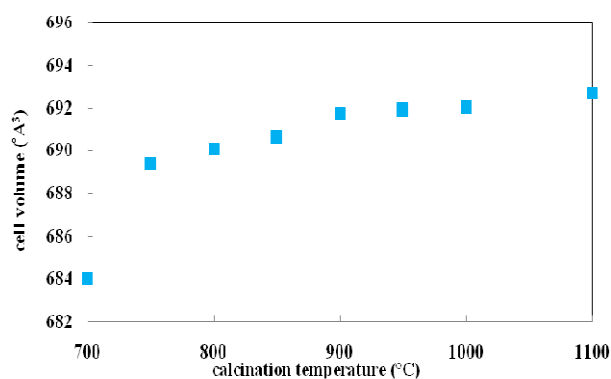
شش گوشه از نوع M می‌باشد.

(ب) حجم سلول واحد بسیط نمونه‌ها با افزایش دمای پخت افزایش می‌یابد (شکل ۴)، که افزایش در حجم سلول واحد شبکه، بیانگر کاهش تهی‌جاها اکسیژن در ساختار نوع M می‌باشد [۱۲].

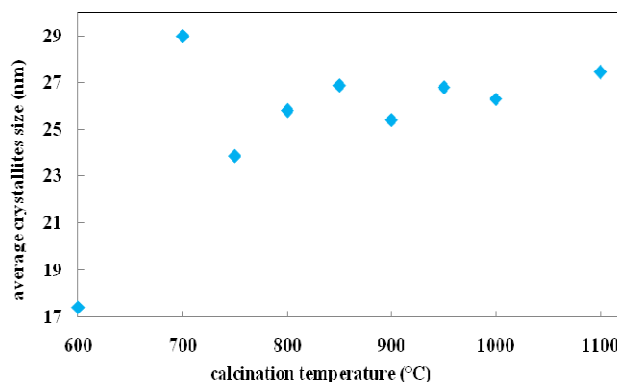
(پ) مقدار چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس  $(d_x)$ ، با افزایش دمای پخت کاهش می‌یابد (شکل ۵). طبق رابطه (۳)،  $d_x$  به  $M$  و  $V_{cell}$  وابسته است و از آنجایی که در این جا جرم مولی ( $M$ ) ثابت است، با افزایش دمای حرارت‌دهی، حجم سلول واحد افزایش یافته و در نتیجه  $d_x$  کاهش می‌یابد. با کاهش  $d_x$ ، طبق رابطه  $[P=1-(d_b/d_x)]$  تخلخل ( $P$ ) نیز کاهش می‌یابد [۱۵]. کاهش تخلخل با افزایش دما، بیانگر این مطلب است که افزایش دما می‌تواند فرآیند متراکم کردن ماتریس هگزا فريت را سرعت بخشد. تغییر تخلخل نیز به نوبه خود با تغییر اندازه بلورک‌ها مطابقت دارد، به گونه‌ای که تخلخل با



شکل ۵. نمودار چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتوی ایکس ( $d_x$ ) نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای پخت متفاوت، با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.



شکل ۴. نمودار حجم یاخته واحد نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای حرارت‌دهی متفاوت، با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.



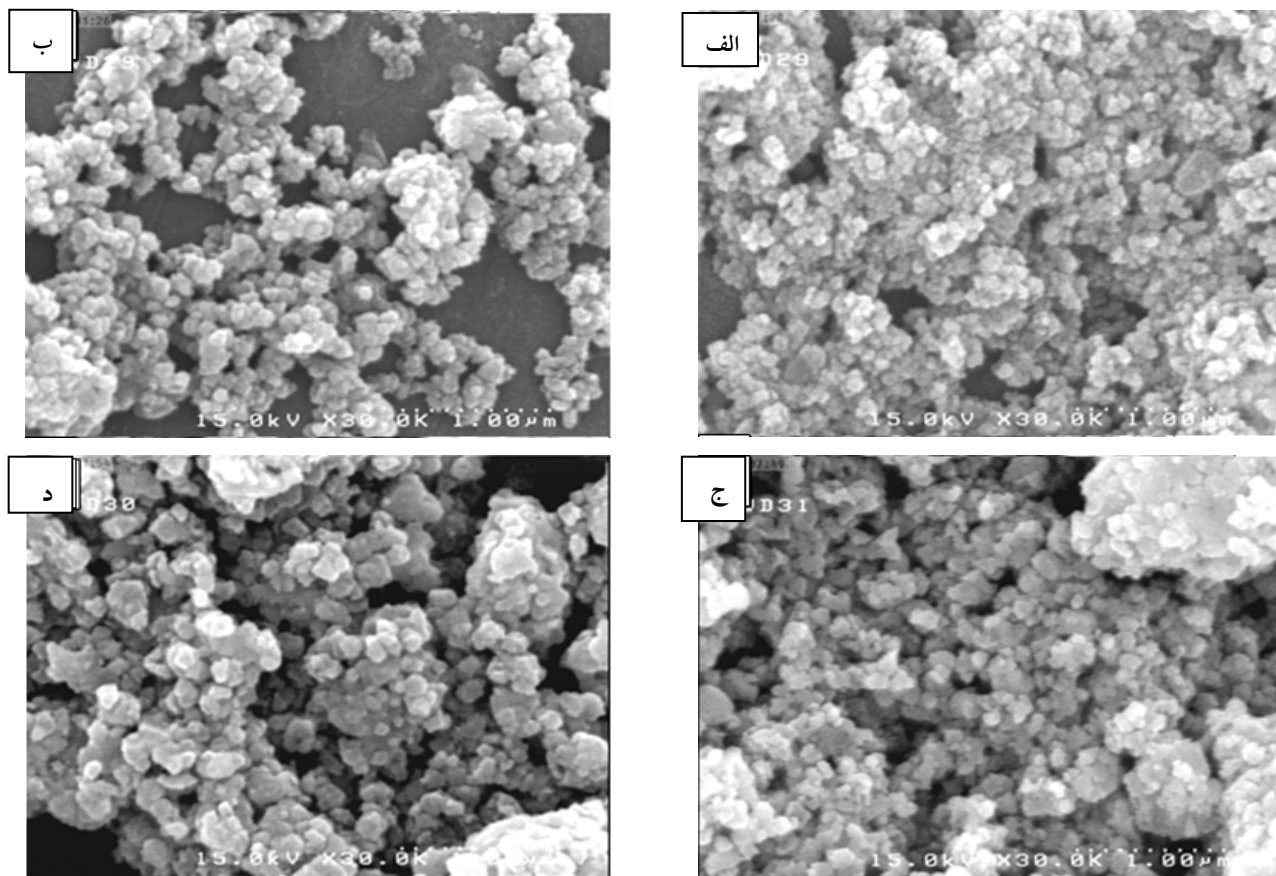
شکل ۶. نمودار متوسط اندازه بلورکهای نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای پخت متفاوت، با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.

جذب‌ی موج‌بود در  $480,501 \text{ cm}^{-1}$ ،  $568,781 \text{ cm}^{-1}$  و  $1470,29 \text{ cm}^{-1}$  متناظر با ارتعاشات Fe-O-Fe مربوط به  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  هستند و جذب موجود در  $1635,3 \text{ cm}^{-1}$  به مولکول‌های آب جذب شده نسبت داده می‌شود [۱۴ و ۲۲]. طیف FT-IR نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماهای حرارت‌دهی  $750^\circ\text{C}$  تا  $1000^\circ\text{C}$ ، تنها شامل سه پیوند جذبی می‌باشد که همه این پیوندها، متناظر با ارتعاشات کششی پیوندهای فلز-اکسیژن در فریت‌ها می‌باشند. پیوندهای جذبی در گستره  $550\text{--}580 \text{ cm}^{-1}$  و  $430\text{--}470 \text{ cm}^{-1}$ ، به ترتیب متناظر با تشکیل خوشه‌های چهاروجهی و هشت‌وجهی می‌باشند، که حضور پیوند کششی فلز-اکسیژن را در  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تأیید می‌کنند. مد ارتعاشی خوشه‌های چهاروجهی در مقایسه با خوشه‌های هشت‌وجهی بزرگ‌تر هستند، که این ناشی از طول پیوند کوتاه‌تر خوشه‌های چهاروجهی می‌باشد [۲۳]. همچنین جذب در حوالی  $605 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  می‌باشد [۱۴].

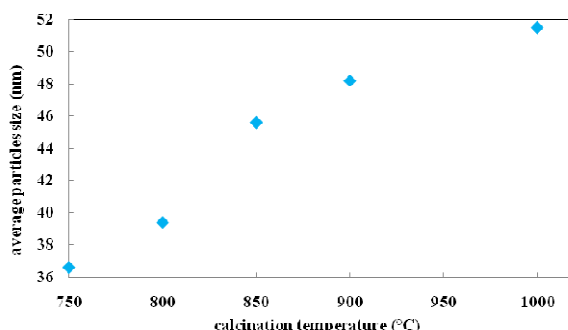
$800^\circ\text{C}$ ،  $850^\circ\text{C}$  و  $1000^\circ\text{C}$  را نشان می‌دهد. تصاویر SEM نمونه‌ها نشان می‌دهند که ریخت نانوذرات تقریباً کروی بوده و متوسط اندازه ذرات با افزایش دمای حرارت‌دهی افزایش یافته است (شکل ۸).

#### ۴.۱.۳. طیف FT-IR

شکل ۹، طیف FT-IR نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تهیه شده در دماهای حرارت‌دهی  $600^\circ\text{C}$  تا  $1000^\circ\text{C}$  را در گستره عدد موج  $4000\text{--}400 \text{ cm}^{-1}$  نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۹ (الف)، پیوندهای جذبی موجود در  $824,762 \text{ cm}^{-1}$  و  $1384,22 \text{ cm}^{-1}$  متناظر با پیوند ارتعاشی کششی ( $\text{NO}_3^-$ ) می‌باشند [۲۱]، که این قله‌ها بیانگر وجود نیترات‌ها در نمونه قبل از پخت می‌باشند. پیوندهای جذبی موجود در  $1609,19 \text{ cm}^{-1}$  و  $3147,89 \text{ cm}^{-1}$  را می‌توان به مولکول‌های آب جذب شده نسبت داد. مطابق شکل ۹ (ب) پیوندهای



شکل ۷. تصاویر SEM نانوذرات  $SrFe_{12}O_{19}$  ساخته شده در دماهای پخت متفاوت (الف)  $750^{\circ}C$ ، (ب)  $800^{\circ}C$ ، (ج)  $850^{\circ}C$  و (د)  $1000^{\circ}C$  با زمان حرارت دهی ۲ ساعت.



شکل ۸. نمودار متوسط اندازه ذرات نانوذرات  $SrFe_{12}O_{19}$  ساخته شده در دماهای پخت متفاوت با زمان حرارت دهی ۲ ساعت.

### ۵.۱.۳. مقاومت الکتریکی ویژه $DC$ ( $\rho$ )

رسانش الکتریکی در فریت‌ها بر اساس سازوکار پرش وروی<sup>۱</sup> مورد بررسی قرار می‌گیرد. طبق این سازوکار، رسانش الکتریکی در فریت‌ها به علت پرش الکترون‌ها بین یون‌هایی که بیش از یک حالت ظرفیت دارند و به طور کاتوره‌ای در جایگاه‌های شبکه توزیع شده‌اند، صورت می‌پذیرد. چون فاصله بین دو یون

با توجه به طیف FT-IR نمونه‌ها مشاهده می‌شود که با افزایش دمای حرارت‌دهی، قله‌های جذبی مشخصه  $SrFe_{12}O_{19}$  تقریباً بدون تغییر باقی مانده و هیچ قله‌ای که متناظر با اسید سیتریک باشد وجود ندارد، که این بیانگر سوختن کامل اسید سیتریک است. نتایج حاصل از جذب FT-IR نمونه‌ها نشان می‌دهد که با افزایش دما فاز  $SrFe_{12}O_{19}$  تشکیل می‌شود، و با نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌های TG/DTA و XRD سازگاری خوبی دارد.

۱. Verwey's hopping mechanism



بنابراین، سازوکار رسانش الکتریکی در هگزافریت‌های نوع M را می‌توان بر اساس پرش الکترون بین یون‌های  $Fe^{2+}$  و  $Fe^{3+}$  در جایگاه‌های هشت‌وجهی (B)، توصیف کرد:



در رابطه (۱۱)، h حفره است [۱۴].

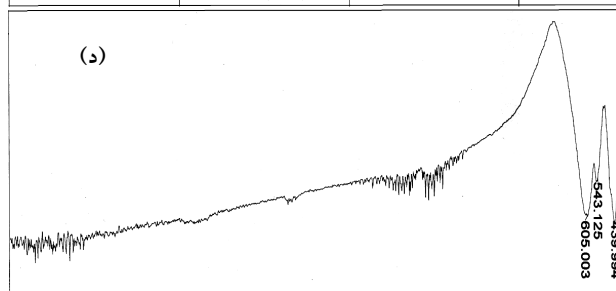
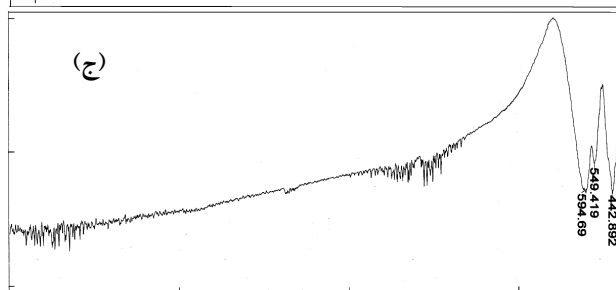
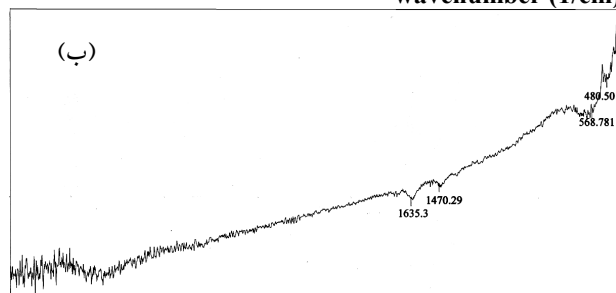
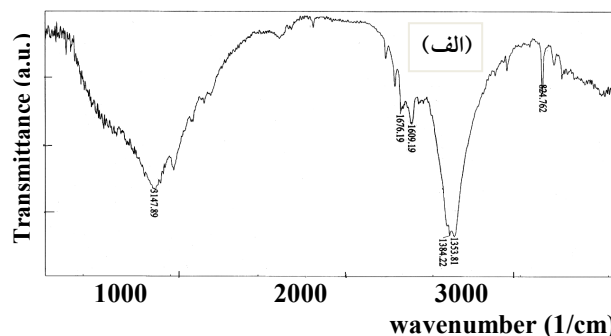
با افزایش دما، رسانش به‌واسطه پرش پولارون طبق سازوکار پرش و روی، رخ می‌دهد. مقاومت الکتریکی در فریت‌ها با افزایش دما، به‌علت افزایش انرژی جنبشی الکترون‌ها و افزایش نرخ پرش الکترون‌ها از یک جایگاه B به جایگاه دیگر، کاهش می‌یابد. بنابراین هگزافریت‌های نوع M شبیه یک نیم‌رسانا عمل می‌کنند [۲۴].

در این مقاله، مقاومت الکتریکی ویژه DC ( $\rho$ )، در دمای اتاق توسط روش چهارمیله اندازه‌گیری شده است. نمونه‌های استفاده شده در این اندازه‌گیری، میله‌های مکعب مستطیل به ابعاد  $2.95 \text{ mm} \times 6.95 \text{ mm} \times 23.3 \text{ mm}$  هستند، که تحت فشار  $10^6 \text{ N/m}^2$  ساخته شده‌اند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌های مقدار تخلخل ( $P$ )، مقاومت الکتریکی ویژه DC ( $\rho$ )، تراکم حامل‌های بار ( $n$ ) و تحرک سوقی ( $\mu_d$ ) در دمای اتاق برای نمونه‌های ساخته شده در دماهای پخت متفاوت با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت در جدول ۲ آورده شده است. از جدول ۲ مشاهده می‌شود که مقدار مقاومت الکتریکی ویژه DC در دمای اتاق نمونه‌ها، با افزایش دمای حرارت‌دهی کاهش یافته است. علت این کاهش عبارت‌اند از:

(الف) کاهش تخلخل نمونه‌ها ( $P$ ) با افزایش دمای پخت (مطابق جدول ۲)، موجب کاهش جدایی بین دانه‌ها شده و بنابراین رسانش الکترون‌های آزاد از یک دانه به دانه‌های دیگر افزایش، و مقاومت الکتریکی کاهش می‌یابد [۱۵].

(ب) افزایش دمای پخت باعث افزایش اندازه ذرات نمونه‌ها شده (مطابق جدول ۱) و بنابراین به‌علت کاهش تعداد مرزدانه‌ها به‌عنوان محیط مقاومتی، مقاومت الکتریکی کاهش می‌یابد [۲۴].

(پ) مقاومت الکتریکی ویژه DC بالا در نمونه‌های ناخالص نسبت به نمونه‌هایی با خلوص بیشتر، می‌تواند ناشی از حضور فاز غیرمغناطیسی هماتیت ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) باشد [۱۴].



شکل ۹. طیف FT-IR نانوذرات  $SrFe_{10}O_{19}$  ساخته شده در دماهای پخت متفاوت: (الف) ژل خشک، (ب)  $600^\circ\text{C}$ ، (ج)  $850^\circ\text{C}$  و (د)  $1000^\circ\text{C}$  با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.

فلزی در جایگاه هشت‌وجهی B، کوچک‌تر از فاصله بین یک یون فلزی در جایگاه B و یون فلزی دیگر در جایگاه چهاروجهی A است. بنابراین، در شرایط عادی احتمال پرش الکترون بین جایگاه‌های A-B، در مقایسه با پرش الکترون بین جایگاه‌های B-B، خیلی کمتر است. پرش الکترون بین جایگاه‌های A-A وجود ندارد زیرا در جایگاه A، فقط یون‌های  $Fe^{3+}$  وجود دارد و هیچ یون  $Fe^{2+}$  وجود ندارد. یون‌های  $Fe^{2+}$  در طی فرآیند، ترجیحاً فقط جایگاه‌های B را اشغال می‌کنند.

**جدول ۲.** مقادیر چگالی توده ( $d_b$ )، چگالی نمونه بر مبنای پرتوی ایکس ( $d_x$ )، تخلخل ( $P$ )، مقاومت الکتریکی ویژه DC ( $\rho$ )، تراکم حامل‌های بار ( $n$ ) و تحرک سوقی ( $\mu_d$ ) اندازه‌گیری شده در دمای اتاق برای نمونه‌های ساخته شده در دماهای پخت متفاوت با زمان حرارت‌دهی ۲ ساعت.

دمای حرارت دهی ( $^{\circ}\text{C}$ )	$d_b$	$d_x$	$P(\%)$	$\rho(\Omega\text{-m})$	$n$ ( $10^{23} \text{ cm}^{-3}$ )	$\mu_d$ ( $\text{cm}^2/\text{Vs}$ )
۷۵۰	۳,۱۱	۵,۱۱۵	۳۹/۲	$۴,۰۶ \times 10^9$	۰,۲۱۲	$۷,۳۶ \times 10^{-14}$
۸۵۰	۳,۳۷	۵,۱۰۶	۳۴	$۲,۳۹ \times 10^9$	۰,۲۲۹	$۱,۱۴ \times 10^{-13}$
۹۰۰	۳,۶۲	۵,۰۹۷	۲۹/۹۸	$۱,۵۴ \times 10^9$	۰,۲۴۶	$۱,۶۵ \times 10^{-13}$
۱۰۰۰	۳,۷۵	۵,۰۶۹	۲۶/۰۲	$۷,۵۴ \times 10^6$	۰,۲۵۵	$۳,۲۵ \times 10^{-11}$

ناخالصی افزایش یافته است.

شکل ۱۱، الگوهای XRD نمونه‌های  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تهیه شده در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  در مدت زمان‌های مختلف (۰,۵ h، ۱ h، ۱,۵ h و ۲ h) را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۱۱، می‌توان گفت که با افزایش زمان حرارت‌دهی به تدریج درصد فاز ناخالصی کاهش یافته و سرانجام در زمان ۲ ساعت فاز ناخالصی به‌طور کامل حذف شده و نمونه خالص و تک‌فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  به‌دست می‌آید (جدول ۳).

پارامترهای شبکه شش گوش ( $a$ ,  $c$ )، نسبت  $c/a$ ، حجم سلول واحد بسیط ( $V_{cell}$ )، درصد فازهای موجود در نمونه و متوسط اندازه بلورکها ( $D$ ) برای هر یک از نمونه‌های بررسی شده در این بخش، در جدول ۳ آورده شده است.

#### ۴. نتیجه‌گیری

نانوذرات هگزا فیریت استرانسیوم به روش سل-ژل ساخته شد و تأثیر دما و زمان حرارت‌دهی بر روی خواص ساختاری و الکتریکی نمونه‌ها مطالعه گردید و نتایج حاصل از این بررسی‌ها در زیر آمده‌اند:

(الف) افزایش دمای حرارت‌دهی از  $600^{\circ}\text{C}$  تا  $1000^{\circ}\text{C}$ ، منجر به افزایش تشکیل  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تک‌فاز می‌شود.

(ب) با افزایش دمای پخت، مقدار حجم سلول واحد بسیط نمونه‌ها افزایش می‌یابد.

(پ) متوسط اندازه بلورکها با افزایش دمای پخت، به‌علت افزایش بلورینگی، افزایش پیدا می‌کند این افزایش بلورینگی را می‌توان از کاهش پهنای قله نمونه‌ها با افزایش دمای حرارت‌دهی نیز نتیجه گرفت.

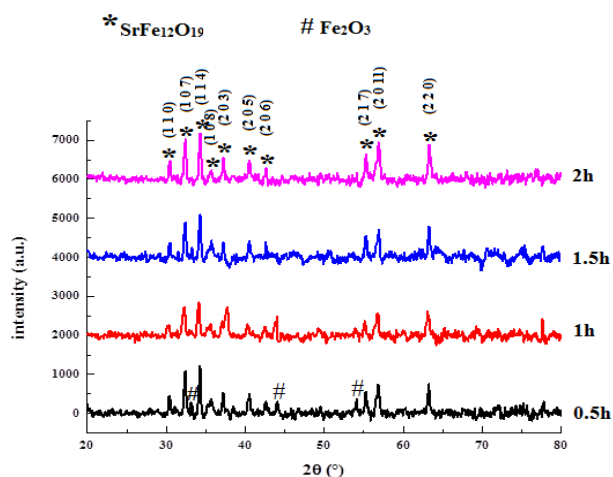
همچنین با توجه به جدول ۲، مقدار تحرک سوقی نمونه‌ها با افزایش زمان حرارت‌دهی، به‌علت کاهش مقاومت الکتریکی ویژه، افزایش یافته است [۱۵].

#### ۲.۳. بررسی اثر زمان حرارت‌دهی

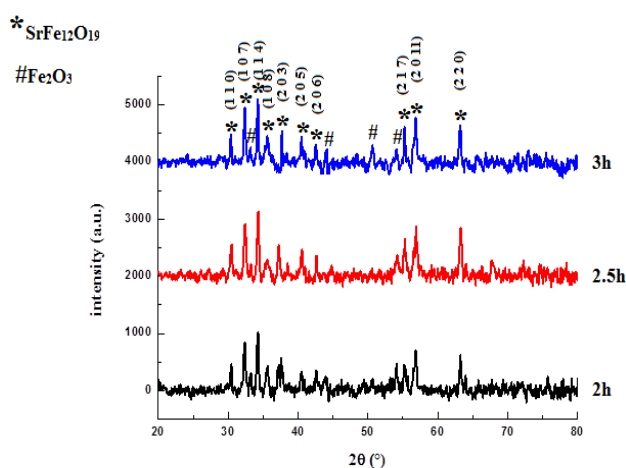
پس از بررسی تأثیر دمای پخت بر تشکیل فاز، خواص ساختاری و الکتریکی هگزا فیریت استرانسیوم نوع M و تعیین دمای پخت  $1000^{\circ}\text{C}$  به‌عنوان دمای بهینه بین دماهای آزمایش شده برای تشکیل  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تک‌فاز، به بررسی تأثیر زمان حرارت‌دهی بر تشکیل فاز و خواص ساختاری نمونه‌ها پرداخته شد. بدین منظور برای بررسی زمان حرارت‌دهی بر فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ، نمونه‌ها در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  با زمان‌های حرارت‌دهی ۲، ۲,۵، ۳ ساعت و دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  با زمان‌های حرارت‌دهی ۰,۵، ۱، ۱,۵ و ۲ ساعت بررسی شده‌اند.

#### ۱.۲.۳. الگوی XRD

ترکیب فازها، شاخصه‌های ساختاری و متوسط اندازه بلورک‌های نمونه‌های پخت شده در دماهای  $950^{\circ}\text{C}$  و  $1000^{\circ}\text{C}$  با مدت زمان‌های حرارت‌دهی متفاوت با استفاده از الگوی پراش پرتوی ایکس بررسی شدند. شکل ۱۰، الگوهای XRD نمونه‌های  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تهیه شده در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  در مدت زمان‌های ۲h، ۲,۵h و ۳h را نشان می‌دهد. همان‌گونه که از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها (شکل ۱۰) مشاهده می‌شود، با افزایش زمان حرارت‌دهی، نه تنها قله‌های مربوط به فاز ناخالصی  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  حذف نمی‌شوند بلکه بالعکس، هم شدت و هم تعداد قله‌های این فاز ناخالصی بیشتر شده و درصد فاز



شکل ۱۱. (رنگی در نسخه الکترونیکی) الگوی XRD نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دمای حرارت دهی  $1000^\circ\text{C}$ ، در مدت زمان های حرارت دهی ۰٫۵، ۱، ۱٫۵ و ۲ ساعت.



شکل ۱۰. (رنگی در نسخه الکترونیکی) الگوی XRD نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دمای حرارت دهی  $950^\circ\text{C}$  در مدت زمان های حرارت دهی ۲، ۲٫۵ و ۳ ساعت.

جدول ۳. پارامترهای شبکه شش گوشه ( $a$ ،  $c$ )، نسبت  $c/a$ ، حجم یاخته واحد بسیط ( $V_{\text{cell}}$ )، درصد فازهای موجود در نمونه و متوسط اندازه بلورک های ( $D$ ) نانوذرات  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ساخته شده در دماها و زمان های حرارت دهی متفاوت.

دمای حرارت دهی ( $^\circ\text{C}$ )	زمان حرارت دهی (h)	$a(\text{\AA})$	$c(\text{\AA})$	$c/a$	$V_{\text{cell}}(\text{\AA}^3)$	درصد فازها در نمونه ها	متوسط اندازه بلورک ها (nm)
۹۵۰	۲	۵٫۸۸۰	۲۳٫۰۹۲	۳٫۹۲۷	۶۹۸٫۸۸۶	۹۵٫۸۵% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۴٫۱۵ % $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۶٫۸۱
۹۵۰	۲٫۵	۵٫۸۷۷	۲۳٫۱۸۶	۳٫۹۴۵	۶۹۳٫۹۹۴	۹۱٫۹۳% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۸٫۰۷% $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۵٫۳۳
۹۵۰	۳	۵٫۸۷۵	۲۳٫۱۵۴	۳٫۹۴۱	۶۹۲٫۵۶۵	۸۹٫۴۹% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۱۰٫۵۱% $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۹٫۱۹
۱۰۰۰	۰٫۵	۵٫۸۸۲	۲۳٫۰۷۴	۳٫۹۲۳	۶۹۱٫۸۰۳	۸۶٫۵۱% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۱۳٫۴۹ % $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۷٫۷۱
۱۰۰۰	۱	۵٫۸۵۸	۲۳٫۲۹۰	۳٫۹۷۶	۶۹۲٫۶۰۷	۸۹٫۳۶% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۱۰٫۶۴ % $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۲٫۰۶
۱۰۰۰	۱٫۵	۵٫۸۷۶	۲۳٫۱۲۱	۳٫۹۳۵	۶۹۱٫۸۱۳	۹۳٫۸۵% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۶٫۱۵ % $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۷٫۲۶
۱۰۰۰	۲	۵٫۸۸۴	۲۳٫۰۶۶	۳٫۹۲۰	۶۹۲٫۰۴۸	۱۰۰% $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ۰ % $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	۲۶٫۰۳

بدون تغییر می ماند.

(ج) مقاومت الکتریکی ویژه DC نمونه ها ( $\rho$ ) در دمای اتاق، با افزایش دمای پخت کاهش یافته است.  
(چ) در دمای پخت  $950^\circ\text{C}$ ، با افزایش زمان حرارت دهی نه تنها

(ت) متوسط اندازه ذرات نمونه ها با افزایش دمای پخت افزایش می یابد.

(ث) با توجه به طیف FT-IR نمونه ها، مشاهده شد که با افزایش دمای پخت، قله های جذبی مشخصه  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  تقریباً

نانوذرات هگزا فريت استرانسیوم خالص و تک فاز در این تحقیق، به ترتیب  $1000^{\circ}\text{C}$  و ۲ ساعت به دست آمده است.

### قدردانی

نویسندگان از دانشگاه شهید چمران اهواز برای حمایت مالی از این کار پژوهشی کمال تشکر و قدردانی را دارند.

بهبودی حاصل نشده است، بلکه درصد فاز ناخالصی موجود در نمونه نیز بیشتر می شود. اما در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$ ، با افزایش زمان حرارت دهی به تدریج درصد فاز ناخالصی کاهش یافته و سرانجام در زمان ۲ ساعت فاز ناخالصی به طور کامل حذف شده و نمونه خالص و تک فاز  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  به دست می آید. (ح) پایین ترین دما و زمان حرارت دهی ممکن برای تشکیل

### مراجع

1. C M Fang, F Kools, R Metselaar, G de With, and R A de Groot, *Physics: Condensed Matter* **15** (2003) 6229.
2. S Hussain, N A Shah, Maqsood, A A Ali, M Naeem, and W Ahmad Adil Syed, *Superconductivity and Novel Magnetism* **24** (2011) 1245.
3. M N Ashiq, M J Iqbal, and I H Gul, *Alloys and Compounds* **487** (2009) 341.
4. A Sharbati, S Choopani, A M Azar and M Senna, *Solid State Communications* **150** (2010) 2218.
5. M J Iqbal, M N Ashiq, and P H Gomez, *Alloys and Compounds* **478** (2009) 736.
6. T Kikuchi, T Nakamura, T Yamasaki, M Nakanishi, T Fujii, J Takada, and Y Ikeda, *Magnetism and Magnetic Materials* **322** (2010) 2381.
7. ع کیانوش، س ع سیدابراهیمی، «بهبود مراحل تولید آهن رباهای سرامیکی فريت استرانسیوم نوع جهت کسب خواص مغناطیسی بالا»، دومین کنگره سرامیکی ایران، تهران (۱۳۷۴).
8. M M Hessien, M M Rashad, and K El-Barawy, *Magnetism and Magnetic Materials* **320** (2008) 336.
9. M Jean, V Nachbaur, J Bran, and J L Breton, *Alloys and Compounds* **496** (2010) 306.
10. P E Kazin, L A Trusov, D D Zaitsev, and Y D Tret'yakov, *Inorganic Chemistry* **54** (2009) 2081.
11. I Perelshtein, N Perkas, Sh Magdassi, T Zioni, M Royz, Z Maor, and A Gedanken, *Nanopart. Res.* **10** (2008) 191.
12. G B Teh, Y Ch Wong, and R D Tilley, *Magnetism and Magnetic Materials* **323** (2011) 2318.
13. W Yongfei, L. Qiaoling, Z Cunrui, and J Hongxia, *Alloys and Compounds* **467** (2009) 284.
14. M J Iqbal, M N Ashiq, and I H Gul, *Magnetism and Magnetic Materials* **322** (2010) 1720.
15. S Hussain and A Maqsood, *Alloys and Compounds* **466** (2008) 293.
16. S Tyagi, H B Baskey, R C Agarwala, T C Shami, *Journal of Electronic Materials* **40** (2011) 2004.
17. L A Garcia-Cerda, O S Rodriguez-Fernandez, and P J Resendiz-Hernandez, *Alloys and Compounds* **369** (2004) 182.
18. H F Lu, R Y Hong, and H Z Li, *Alloys and Compounds*, **509** (2011) 10127.
19. M J Iqbal, and S Farooq, *Materials Chemistry and Physics* **118** (2009) 308.
20. Q Fang, H Cheng, K Huang, J Wang, R Li, and Y Jiao, *Magnetism and Magnetic Materials* **294** (2005) 281.
21. X Shen, M Liu, F Song, and X Meng, *Sol-gel Science Technology* **53** (2010) 448.
22. M V Bukhtiyarova, A S Ivanova, E M Slavinskaya, L M Plyasova, V V Kaichev, and P A Kuznetsov, *Applied Catalysis A: General* **384** (2010) 230.
23. S Singhal, T Namgyal, J Singh, K Chandra, and S Bansal, *Ceramics International* **37** (2011) 1833.
24. M Anis-ur-Rehman, and G Asghar, *Alloys and Compounds* **509** (2011) 435.