

## افزایش سطح ویژه پودرهای $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ سنتز شده به روش احتراقی محلول به کمک کلرید پتاسیم: اثر مقدار KCl و pH اولیه

سعیده امیدی<sup>۱</sup>، عبدالمحمود داورپناه<sup>۱\*</sup>، و احمدرضا عباسیان<sup>۲</sup>

۱. گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

۲. گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی شهید نیکبخت، دانشگاه سیستان و بلوچستان، زاهدان

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

(دریافت مقاله: ۱۴۰۰/۰۳/۱۷؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۰/۰۵/۰۵)

### چکیده

در پژوهش حاضر از روش احتراقی محلول توسط نمک کلرید پتاسیم برای سنتز نانوذرات فریت کبالت استفاده شد. از نمک کلرید پتاسیم به عامل افزایش دهنده سطح ویژه و از اسید نیتریک به عنوان اکسنده کمکی و عامل تنظیم pH استفاده شد. اثر هم‌زمان pH اولیه محلول واکنش و اندازه افزودن نمک کلرید پتاسیم بر سطح ویژه، خواص ساختاری، ریزساختاری و مغناطیسی پودرهای سنتزی مطالعه شد. بدین منظور از تحلیل‌های پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی، تبدیل فوریه فروسرخ، مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی در دمای اتاق، و روش بروئتر - امت - تل‌لر استفاده شد. نتایج نشان داد pH اولیه و اندازه نمک کلرید پتاسیم اثر متقابل بر سطح ویژه پودرهای فریت کبالت داشت. در شرایط بهینه پودرهای فریت کبالت با سطح ویژه بالا  $87/77 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  با موفقیت سنتز شد. پودرهای سنتزی ریزساختار مزر و متخلخل و رفتار مغناطیسی سخت داشتند.

واژه‌های کلیدی: فریت کبالت، نانوذرات، مغناطش، افزودن نمک، سنتز احتراقی محلول، سطح ویژه

### ۱. مقدمه

کاتالیست برای اکسیداسیون الکل‌ها [۲-۴]، جاذب فلزات سنگین و رنگ‌ها برای حذف آلودگی از آب‌ها [۵ و ۶]، فتوکاتالیست برای تخریب آلاینده‌های محیط‌زیست [۷]، تجهیزات الکترونیک برای القاگرهای چندلایه [۸]، تجهیزات بسامد بالا [۹]، آشکار سازهای گازی [۱۰]، آشکار سازهای رطوبت [۱۱]، باتری [۱۲] و جاذب امواج الکترومغناطیس [۱۳]، زیست پزشکی برای حامل‌های دارو [۱۴] و درمان غدد

در سال‌های اخیر، نانو فریت‌های اسپینلی مغناطیسی به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته‌اند [۱]. فرمول عمومی این مواد مغناطیسی به صورت  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  است که در آن M یکی از فلزهای کبالت، منگنز، نیکل، روی، مس یا منیزیم است. دلیل توجهات به این مواد، کاربردهای رو به رشد انواع این‌گونه فریت‌ها در زمینه‌های مختلف همچون پایه

[۱۵] است.

پودرهای نانو متخلخل موادی هستند که اندازه حفرات آنها در مقیاس نانومتر است. بر اساس تعریف آیوپاک مواد متخلخل به سه دسته میکرو متخلخل، مزو متخلخل و ماکرو متخلخل تقسیم می‌شوند. در این بین مزو متخلخل‌ها موادی هستند که اندازه تخلخل‌هایشان ۲-۵۰ نانومتر است. پودرهای مزو متخلخل ضمن برخورداری از سطح ویژه بالا، قابلیت زیادی در جذب و برهمکنش با اتم‌ها، مولکول‌ها و یون‌ها دارند و به همین دلیل، کاربردی زیادی پیدا کرده‌اند. برای مثال در کاربردهای زیست‌محیطی پودرهای مزو متخلخل به دلیل ظرفیت جذب و قدرت انتخاب‌گری بالا و همچنین سینتیک مناسب جذب به‌عنوان مواد جاذب آلاینده‌های زیست‌محیطی به کار گرفته شده‌اند [۱۶-۱۸]. امکان توزیع مکان‌های فعال در مواد مزو متخلخل سبب استفاده از آنها به‌عنوان کاتالیزور نوری برای حذف و خنثی‌سازی آلاینده‌ها شده است [۱۹ و ۲۰]. مواد مزو متخلخل با دارا بودن مساحت سطح به مقادیر جزئی تغییرات در محیط پاسخ می‌دهند. به همین دلیل از این مواد به‌عنوان الکترودهای متخلخل برای پیل‌های سوختی [۲۱] و مواد الکترودی برای باتری‌ها استفاده می‌شود [۲۲].

به منظور سنتز نانو فریت‌های مغناطیسی تاکنون روش‌های سنتز متنوعی مانند: سل ژل [۲۳]، هم رسوبی [۲۴]، حلال گرمایی [۲۵]، احتراقی [۲۶] و ... مورد بررسی قرار گرفته است. در میان انواع مختلف روش‌ها، روش احتراقی محلول به علت ساده بودن فرایند، صرفه‌جویی قابل توجه در زمان و انرژی، توجه بسیاری را به خود جلب کرده است [۲۷]. در روش احتراقی محلول یک اکسیدکننده مناسب حاوی یون‌های فلزی (مانند نیترات‌های فلزی) با یک سوخت آلی به‌عنوان عامل احیاکننده در حلال مناسب حل شده و پس از آن حرارت داده می‌شوند. در اثر گرما بخشی از حلال تبخیر شده و ژلی متراکم به دست می‌آید. ژل با دریافت مقداری گرمای اولیه، طی یک واکنش گرمای احتراقی خود پیش‌رونده، به ماده اکسیدی متخلخل تبدیل می‌شود [۲۷].

با وجود اقتصادی بودن، محدودیت روش سنتز احتراقی

محلول، کلوخه‌ای شدن شدید نانو ذرات سنتز شده است که موجب کاهش سطح ویژه نانوذرات می‌شود [۲۸]. در گذشته برای حل این مشکل راهکارهایی همچون تنظیم نسبت مولی سوخت به اکسیدکننده، استفاده از منبع حرارت میکروموج و انتخاب سوختی که می‌تواند حجم زیادی از حرارت و گاز را در فرایند احتراق آزاد کند، ارائه شده است. لیکن این راهکارها نیز به موفقیت قابل توجهی دست نیافتند [۲۸].

در سال‌های اخیر گروه‌های پژوهشی مختلف با ارائه یک راهکار جدید با افزودن انواع نمک‌هایی مثل کلرید پتاسیم [۲۹]؛ کلرید سدیم [۳۰]، کلرید لیتیم [۳۱] و فلورید سدیم [۳۲] به محلول احتراق و حذف آن پس از سنتز نانوذرات از طریق شستشو، موفق به سنتز نانوذرات با سطح ویژه بسیار بالاتر شدند. پژوهش‌های آنها نشان داد با افزایش اندازه نمک، سطح ویژه افزایش می‌یابد؛ ولی افزایش نمک از یک حدی بیشتر موجب ایجاد فازهای نامطلوب می‌شود. دلیل آن جذب گرمای احتراق توسط نمک گزارش شده است؛ به طوری که در مقادیر بالای نمک، گرمای کافی برای تشکیل فاز مطلوب کاهش یافته و منجر به تولید نامطلوب می‌شود. عباسیان و همکاران [۳۳] اثر نوع نمک را مطالعه کردند. آنها نشان دادند نمکی مثل کلرید پتاسیم که در فرایند احتراق خنثی است و در حالت مذاب از ظرفیت گرمایی بالایی برخوردار است می‌تواند سطح ویژه بالاتری را برای پودرهای سنتز شده فراهم کند.

هدف از پژوهش حاضر پاسخ به این سؤال است که آیا با افزودن اسید نیتریک به‌عنوان اکسندۀ کمکی و کنترل pH می‌توان با بالا بردن دمای احتراق، نمک بیشتری اضافه کرد و به سطح ویژه بالاتری دست یافت؟ در پژوهش حاضر از روش احتراقی محلول برای سنتز نانوذرات اسپینل فریت کبالت با استفاده از نیترات آهن، نیترات کبالت و از گلاسیسین به‌عنوان سوخت استفاده شده است. در ضمن از نمک کلرید پتاسیم به‌عنوان عامل افزایش‌دهنده سطح ویژه و از اسید نیتریک به‌عنوان اکسندۀ کمکی و عامل تنظیم pH استفاده شده است. اثر هم‌زمان pH و مقدار نمک مورد استفاده بر سطح ویژه پودرهای سنتزی مورد مطالعه قرار گرفته است.

جدول ۱. مواد اولیه سنتز نانوذرات فریت کبالت به روش احتراقی محلول.

ردیف	نام ماده	فرمول شیمیایی	خلوص (درصد وزنی)	جرم مولکولی (گرم بر مول)	شرکت سازنده
۱	اسید نیتریک	HNO <sub>3</sub>	۶۵٪	۶۳/۰۱	مرک
۲	گلیسین	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>	۹۹٪	۷۵/۰۷	مرک
۳	نیتрат آهن	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .9H <sub>2</sub> O	۹۹٪	۴۰۴/۰۰	مرک
۴	نیترات کبالت	Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	۹۹٪	۲۹۱/۰۳	مرک
۵	کلرید پتاسیم	KCl	۹۵/۸۳	۷۴/۵۵	کارخانه فراوری پتاس خور و بیابانک

جدول ۲. تحلیل شیمیایی کلرید پتاسیم.

ترکیب	KCl	NaCl	MgCl <sub>2</sub>	CaCl <sub>2</sub>	رطوبت	سایر
wt%	۹۵/۸۳	۲/۵۳	۰/۴۹	۰/۳۰	۰/۳۲	۰/۵۳

## ۲. بخش تجربی

### ۲.۱. مواد و تجهیزات

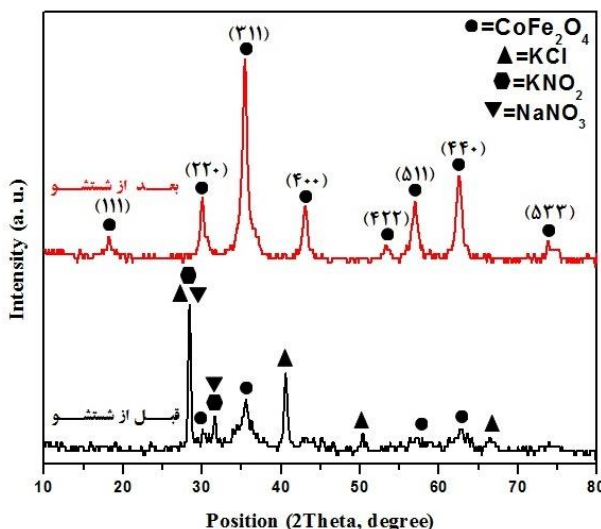
مواد اولیه‌ای که برای سنتز نانوذرات فریت کبالت به روش احتراقی محلول در این پژوهش مورد استفاده قرار گرفته‌اند در جدول ۱ ارائه شده است. تحلیل کلرید پتاسیم صنعتی مورد استفاده به طور جداگانه در جدول ۲ ارائه شده است.

### ۲.۲. روش آزمایش

سنتز پودرهای فریت کبالت با در نظر گرفتن نسبت سوخت (گلیسین) به مجموع اکسندها (نیترات‌های آهن و کبالت) برابر با یک و همچنین نسبت مولی نیترات آهن به نیترات کبالت برابر با ۲ انجام شد. نمک (کلرید پتاسیم) در مقادیر دو سوم، یک، چهار سوم و پنج سوم مولی مجموع نیترات‌های فلزی مصرفی، در آزمایش‌های جداگانه استفاده شد. در هر آزمایش یک محلول با pH معین (مقادیر ۱، ۲، ۴، ۵/۵ و ۷) تهیه شد. برای تهیه محلول اسیدی، اسید نیتریک به آب دو بار تقطیر اضافه شد تا به pH دلخواه برسد. نمونه‌ها با کد PXY نام‌گذاری شدند. X معرف اندازه pH (یکی از مقادیر ۱، ۲، ۴، ۵/۵ و ۷) و Y معرف مقدار نمک است. Y به صورت یکی از مقادیر A، B، C و D که به ترتیب معرف اندازه‌های دو سوم، یک، چهار سوم

و پنج سوم نسبت مولی کلرید پتاسیم به مجموع نیترات‌های فلزی است، نشان داده شد.

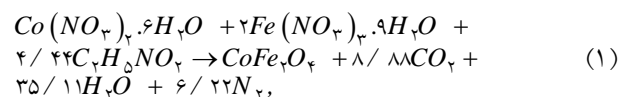
در هر آزمایش به ترتیب ده میلی مول نیترات کبالت، بیست میلی مول نیترات آهن، ۴۴/۴ میلی مول گلیسین و یکی از مقادیر ۲۰، ۳۰، ۴۰ و یا ۵۰ میلی مول کلرید پتاسیم در ۶۰ میلی‌لیتر از محلول با pH معین حل شد. فرایند انحلال روی یک گرم‌کن با دمای هشتاد درجه سلسیوس انجام شد. پس از انحلال کامل تمامی مواد اولیه در حلال، درجه دمای گرم‌کن (مدل IKA RH basic 2)، روی حداکثر اندازه ممکن تنظیم شد. بدین ترتیب، در حالی که محلول هم‌زده می‌شد تبخیر تدریجی حلال آغاز شد و با تداوم آن به مرحله‌ای رسید که محلول تغییر رنگ داد. در این مرحله، هم‌زدن محلول متوقف و با ادامه گرمادهی وقوع یک واکنش احتراقی منجر به تولید محصول پودری شد. پودر حاصل، مخلوطی از ذرات فریت کبالت و محصولات برجای مانده از احتراق بود. با توجه به عدم انحلال‌پذیری ذرات فریت کبالت در آب، با شستشوی پودر حاصل در آب گرم ناخالصی قابل حل پودر سنتزی جدا شد. در آخرین مرحله، پودرهای حاصل در یک اجاق خشک و تحت آزمون‌های مشخصه‌یابی قرار گرفتند.



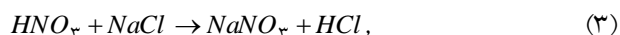
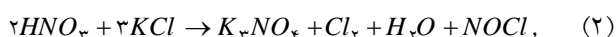
شکل ۱. الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دو سوم و pH محلول اولیه یک.

### ۳. نتایج و بررسی

#### ۳.۱. بررسی نحوه تشکیل پودرهای سنتز شده

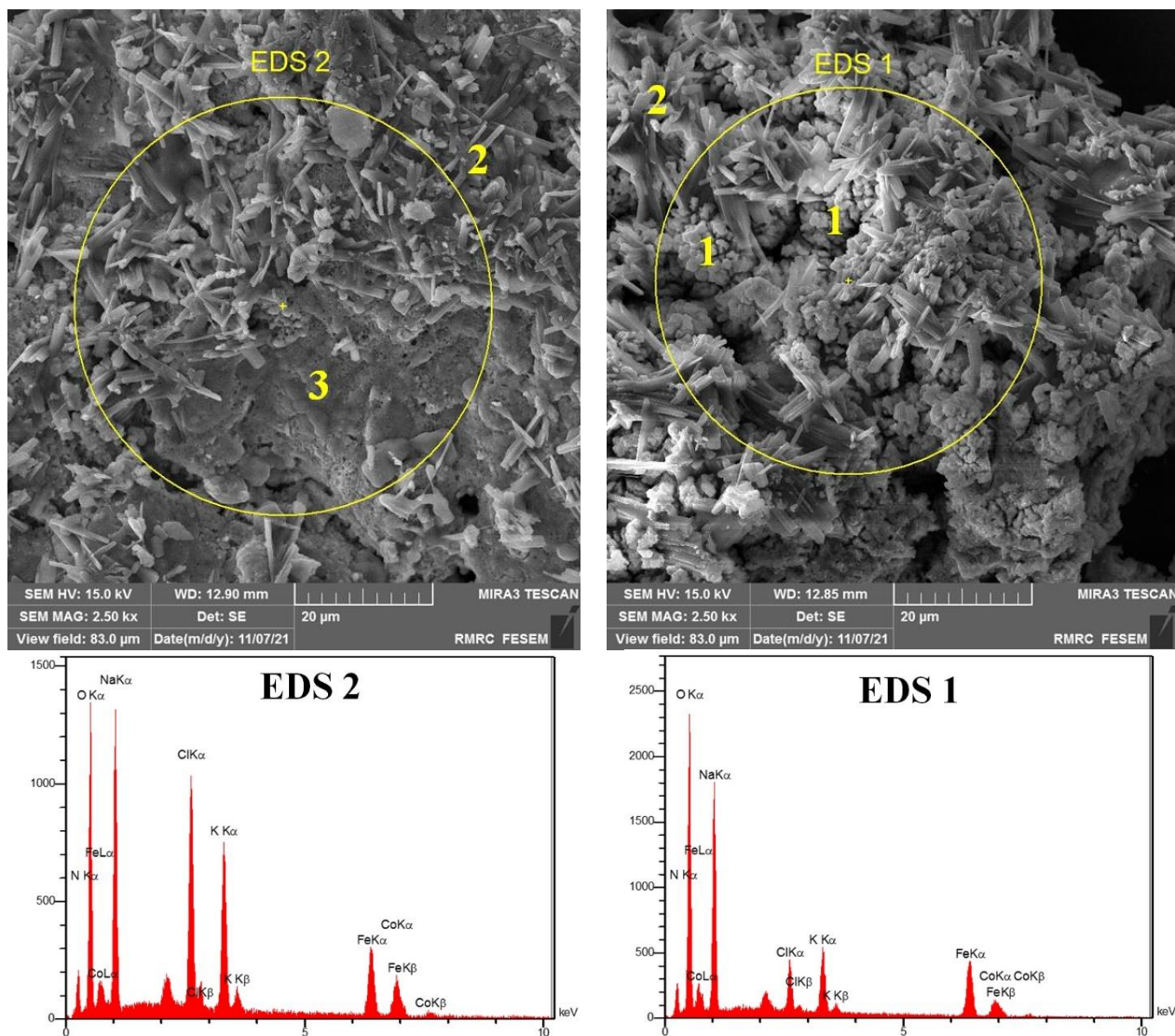


همچنین به دلیل حضور میزان بالای اسید نیتریک، بخشی از KCl در اثر واکنش کلرید پتاسیم با اسید نیتریک منجر به تشکیل نیترات پتاسیم مطابق واکنش (۲) می‌شود. این مشاهدات با نتایج پژوهش‌های گذشته در تطابق خوبی است. مهرینگ و همکاران [۳۴] واکنش بین کلرید پتاسیم و اسید نیتریک را مطالعه کردند. آنها متوجه شده‌اند که این واکنش منجر به تشکیل نیترات پتاسیم شده و در حین واکنش گاز کلر، بخار آب و کلرید نیتروسیل تشکیل می‌شود. همچنین مطابق واکنش (۳)، NaCl موجود در ترکیب کلرید پتاسیم (جدول ۲)، نیز با اسید سیتریک واکنش می‌دهد و سبب تشکیل نیترات سدیم می‌شود [۳۵].



در شکل ۲ ریزساختارهای پودرهای سنتزی قبل از شستشو، همراه با مشخصه‌یابی عنصری نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود پودرهای سنتزی قبل از شستشو به شدت کلوخه‌ای (کلوخه سخت) هستند. کلوخه‌ها از نظر نوع ریخت‌شناسی از سه نوع ذرات مختلف تشکیل شده‌اند. دسته اول ذرات ریز هم‌محوری که خود به صورت کلوخه هستند. دسته

به‌عنوان نمونه، الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دو سوم و pH محلول اولیه یک، قبل از شستشو و بعد از شستشو در شکل ۱ نشان داده شده است. همان طور که از شکل ۱ مشاهده می‌شود ساختار پودرها قبل از شستشو شامل فازهای فریت کبالت با ساختار اسپینلی مکعبی منطبق بر کارت شماره (۰۸۶۴-۰۰۳) متعلق به گروه فضایی Fd-3m، کلرید پتاسیم با ساختار مکعبی منطبق بر کارت شماره (۰۴۱-۱۴۷۶) متعلق به گروه فضایی Fm-3m، نیترات پتاسیم با ساختار بلوری مونوکلینیک منطبق بر کارت شماره (۰۸۹-۱۲۶۰) متعلق به گروه فضایی P21/c و نیترات سدیم با ساختار بلوری رومبوهدرال منطبق بر کارت شماره (۰۷۵-۱۴۹۴) متعلق به گروه فضایی R-3m هستند. بعد از شستشو تنها فاز فریت کبالت موجود است و اثری از سایر ناخالصی‌ها مشاهده نمی‌شود. در واقع به علت حلالیت بالای کلرید پتاسیم و نیترات‌های سدیم و پتاسیم در آب، در اثر شستشو آنها حذف شده‌اند. این نتایج نشان می‌دهد بخشی از نمک KCl به عنوان یک ماده خنثی در فرایند سنتز احتراقی حضور داشته و در واکنش سنتز فریت کبالت طبق واکنش (۱) شرکت نمی‌کند.



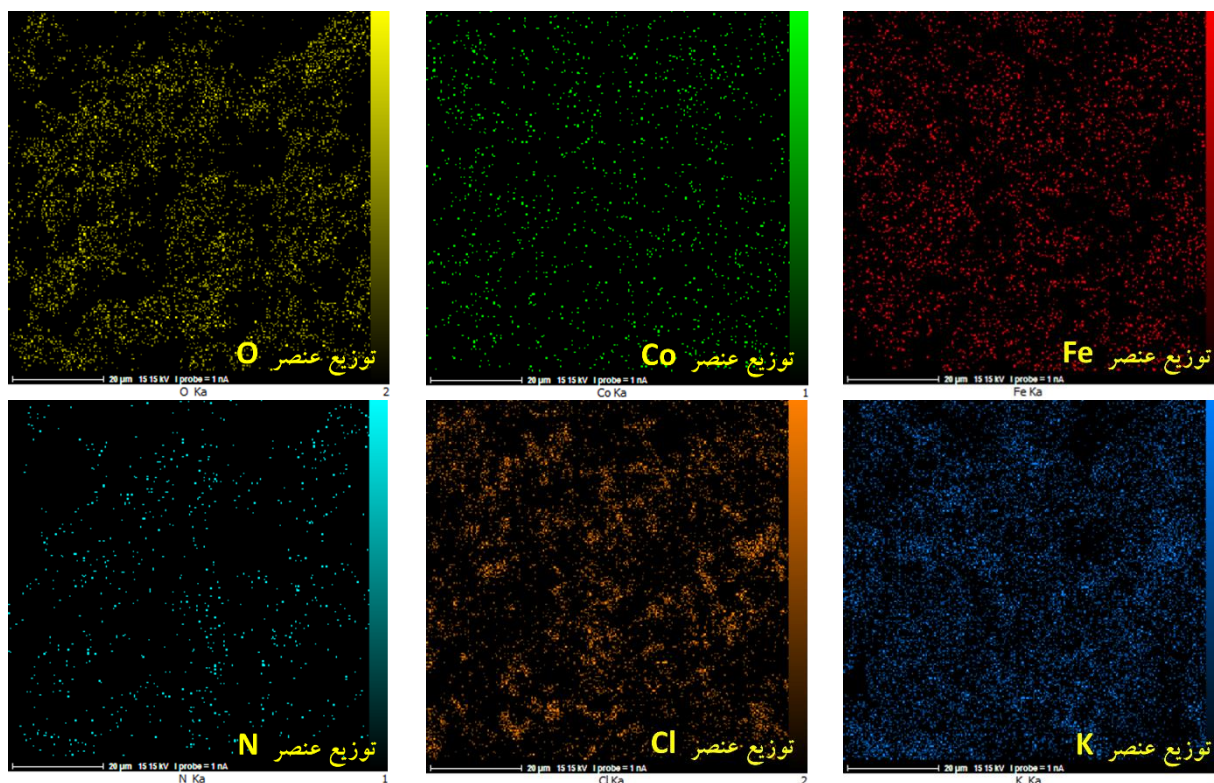
شکل ۲. تحلیل ریزساختاری (FESEM) و عنصری (EDS) پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دو سوم و pH محلول اولیه یک قبل از شستشو.

نیترات پتاسیم و نیترات سدیم ذوب شده‌اند. طبق گزارش مستعان و همکاران [۳۷] ذراتی که نقطه ذوب پایینی داشته و از یک مذاب با دمای بالا رشد می‌کنند، رشد آنها به صورت ویسکر یا میله‌ای خواهد بود. با توجه به تحلیل پراش پرتو ایکس (شکل ۱) و همچنین داده‌های تحلیل عنصری EDS (شکل ۲) که در جدول ۳ ارائه شده است، می‌توان ذراتی که به صورت میله‌ای رشد کرده‌اند را نیترات‌های پتاسیم و سدیم در نظر گرفت؛ زیرا این نیترات‌ها نسبت به کلرید پتاسیم نقطه ذوب پایینی دارند و فرصت رشد به صورت میله‌ای در زمان کوتاه

دوم ذراتی که به صورت میله‌هایی رشد کرده‌اند. دسته سوم ذراتی که به صورت پیوسته دیده می‌شوند و به نظر می‌رسد در اثر گرما ذوب شده‌اند. این سه دسته مختلف ذرات به ترتیب با شماره‌های ۱، ۲ و ۳ در تصاویر شکل ۲ مشخص شده‌اند. طبق گزارش پورگل محمد و همکاران [۳۶] دمای بی‌درروی تشکیل فریت کبالت در واکنش سنتز احتراقی ۱۶۷۰ کلوین است؛ در حالی که دمای ذوب کلرید پتاسیم، نیترات پتاسیم و نیترات سدیم به ترتیب ۱۰۴۹، ۶۰۷ و ۵۸۱ کلوین است. بنابراین به نظر می‌رسد در حین واکنش احتراقی نمک‌های کلرید پتاسیم،

جدول ۳. مقادیر عناصر به دست آمده از تحلیل های EDS نشان داده شده در شکل ۲.

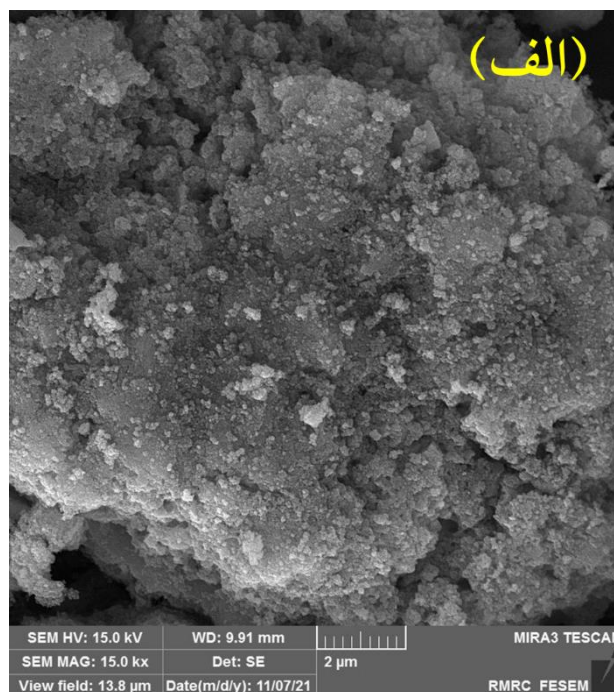
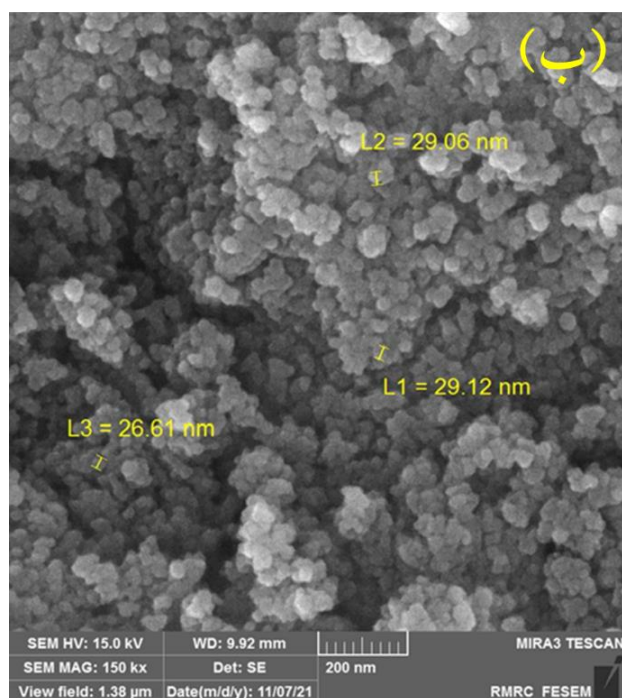
EDS 2		EDS 1		Elt
A%	W%	A%	W%	
۷/۴۵	۴/۵۲	۶/۳۳	۴/۱۰	N
۵۶/۳۳	۳۹/۱۰	۶۲/۳۹	۴۶/۱۵	O
۱۷/۹۴	۱۹/۲۲	۱۵/۵۲	۱۵/۳۲	K
۶/۵۵	۱۰/۰۸	۱/۹۷	۳/۲۳	Cl
۲/۹۳	۵/۳۰	۵/۳۱	۹/۰۰	Na
۵/۳۹	۱۳/۰۷	۶/۴۸	۱۶/۷۴	Fe
۳/۴۱	۸/۷۱	۲/۰۰	۵/۴۶	Co
۱۰۰/۰۰	۱۰۰/۰۰	۱۰۰/۰۰	۱۰۰/۰۰	



شکل ۳. تحلیل توزیع عنصری (MAP) از پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات های فلزی به اندازه دو سوم و pH محلول اولیه ۱ قبل از شستشو.

نتیجه گرفت ذرات به هم پیوسته کلرید پتاسیم هستند. ذرات هم محور موجود در ناحیه ۱ فریت کبالت هستند. در شکل ۳ نقشه توزیع عناصر توسط تحلیل MAP نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود شاهد فراوانی عناصر کبالت، آهن و اکسیژن به واسطه تشکیل فریت کبالت،

سنتز برای آنها وجود دارد. همچنین ذرات دسته سوم نشان داده در شکل ۲ کلرید پتاسیم هستند که در حین فرایند ذوب شده اند. همان طور که مشاهده می شود تحلیل EDS در ناحیه ۳ نشان داده شده در شکل ۲، مقدار کلرید پتاسیم را بالاتر و همزمان مقدار اکسیژن را پایین تر نشان می دهد، که می توان



شکل ۴. تحلیل ریزساختاری پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دو سوم و pH محلول اولیه یک بعد از شستشو در بزرگ‌نمایی‌های مختلف.

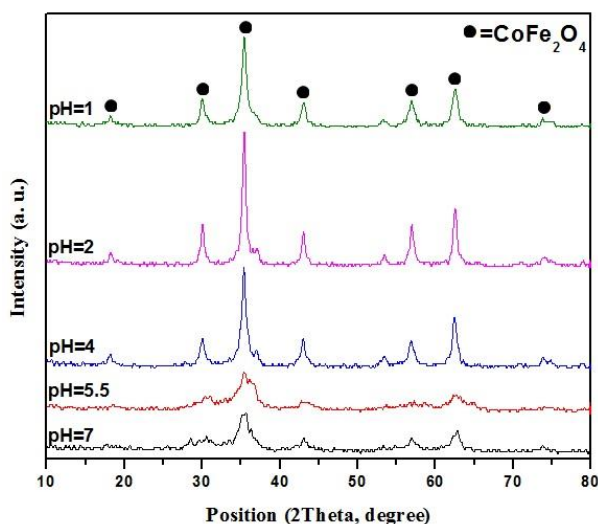
میانگین نسبت اتمی آهن به کبالت برابر با ۲/۰۱ محاسبه شد. بر اساس این نتایج می‌توان گفت فریت کبالت به صورت تک فاز و با خلوص بالا با نسبت استوکیومتری عناصر آهن و کبالت سنتز شده است.

### ۳.۲. اثر pH

اثر تغییر pH اولیه محلول بر ساختار پودرهای سنتز شده در حضور اندازه ثابت نمک در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دو سوم در شکل ۵ نشان داده شده است. همان طور که ملاحظه می‌شود فاز فریت کبالت به صورت تک فاز در همه نمونه‌ها تشکیل شده است. میزان بلورینگی پودرها متناسب با سطح زیر قله‌های الگوی پراش است. از شکل ۵ مشاهده می‌شود که با کاهش pH از ۷ تا ۲، میزان بلورینگی نمونه‌ها افزایش ولی با کاهش بیشتر pH بلورینگی به طور نسبی تا حدودی کاهش یافته است. با استفاده از الگوهای پراش پرتو ایکس و رابطه شرر (رابطه ۴) و همچنین روابط مربوط به ساختار اسپینلی مکعبی (روابط ۵) تا

همچنین فراوانی عناصر پتاسیم و کلر به واسطه تشکیل کلرید پتاسیم هستیم. علاوه بر این مشاهده می‌شود در جایی که میزان تجمع عنصر اکسیژن و نیتروژن بالاتر است، تجمع عنصر پتاسیم نیز نسبت به کلر فراوان‌تر است که نشان دهنده تشکیل نیترات پتاسیم است.

در شکل ۴ ریزساختارهای پودرهای سنتزی بعد از شستشو نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود بر خلاف پودرهای سنتزی قبل از شستشو که به صورت کلوخه سخت بودند، بعد از شستشو کلوخه‌های سخت به دلیل حذف نمک‌ها در اثر شستشو به کلوخه نرم تبدیل می‌شوند. شکل ۴ الف و تصویر با بزرگ‌نمایی بالا (شکل ۴ ب) به خوبی نشان دهنده محدوده اندازه ذرات نانومتری (عمدتاً زیر ۳۰ نانومتر) است. برای آگاهی از ترکیب عنصری از ۳ محل مختلف، تحلیل EDS انجام شد. نتایج تحلیل نشان دهنده کبالت، آهن و اکسیژن بود. مقدار سایر عناصر بسیار جزئی بود. همچنین نسبت اتمی آهن به کبالت در این سه تحلیل به ترتیب ۲/۵، ۱/۸۱ و ۱/۹۷ بود.



شکل ۵. الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای سنتز شده در نسبت مولی KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به اندازه دوسوم و pH محلول اولیه متغیر.

جدول ۴. کمیت‌های فاصله صفحات بلوری، اندازه بلورک‌ها، ثابت شبکه و حجم سلول واحد پودرهای سنتز شده.

۷	۵/۵	۴	۲	۱	pH میزان
۲/۵۳۶۵	۲/۵۲۰۵	۲/۵۳۷۹	۲/۵۳۶۹	۲/۵۳۵۸	فاصله صفحات بلوری (آنگستروم)
۸/۴۱۳	۸/۳۶۰	۸/۴۱۷	۸/۴۱۴	۸/۴۱۰	اندازه ثابت شبکه (آنگستروم)
۵/۲	۳/۲	۱۱/۰	۱۷/۰	۱۱/۹	اندازه بلورک (نانومتر)
۵۹۵/۴۶	۵۸۴/۲۸	۵۹۶/۳۱	۵۹۴/۶۷	۵۹۴/۸۲	حجم سلول بلوری (مکعب آنگستروم)

طبق جدول ۴، اندازه ثابت شبکه به جز در نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵، تغییر محسوسی ندارد. پژوهشگران زیادی به روش‌های مختلف فریت کبالت را سنتز و اندازه ثابت شبکه را گزارش کرده‌اند. برخی از این گزارش‌ها در جدول ۵ خلاصه شده است. مقایسه اندازه ثابت شبکه محاسبه شده در کار فعلی با مقادیر گزارش شده قبلی، نشان می‌دهد اندازه‌های ثابت شبکه پودرهای سنتز شده در کار حاضر به جز نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵ اندکی بالاتر از گزارش‌های سایر پژوهشگران است. اندازه ثابت شبکه نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵ در تطابق با گزارش‌های قبلی است.

اندازه اتمی یون‌های کبالت، آهن، اکسیژن، سدیم و پتاسیم به ترتیب حدوداً ۲، ۱/۳، ۱/۵، ۲/۳ و ۲/۸ آنگستروم است. با توجه به این که اندازه اتمی یون‌های سدیم و پتاسیم بزرگ‌تر از یون‌های کبالت و آهن است، به نظر می‌رسد احتمالاً مقادیر

کمیت‌های اندازه بلورک‌ها، فاصله صفحات بلوری، ثابت شبکه و حجم سلول واحد محاسبه شد. نتایج محاسبات در جدول ۴ گردآوری شده است.

$$D = \frac{K\lambda}{B\cos\theta} \quad (4)$$

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (5)$$

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (6)$$

$$V = a^3 \quad (7)$$

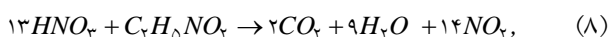
در روابط (۴) تا (۷)،  $D$  اندازه بلورک برحسب نانومتر،  $K$  عدد ثابت که در اینجا ۰/۹ در نظر گرفته شد،  $\lambda$  طول موج پرتو ایکس برحسب نانومتر،  $B$  پهنای قله (۳۱۱) در نصف ارتفاع آن برحسب رادیان،  $\theta$  زاویه پراش قله (۳۱۱)،  $d$  فاصله صفحات بلوری،  $a$  اندازه ثابت شبکه،  $V$  حجم سلول بلوری و بالاخره  $h$ ،  $k$  و  $l$  به ترتیب ۳، ۱ و ۱ هستند.



جدول ۵. اندازه ثابت شبکه گزارش شده برای فریت کبالت سنتز به روش‌های مختلف.

روش سنتز	اندازه ثابت شبکه (آنگستروم)	حجم سلول بلوری (مکعب آنگستروم)	مرجع
تجزیه حرارتی	۸/۳۹۸	۵۹۲/۳	[۳۸]
میکرو امولسیون	۸/۳۹۰	۵۹۰/۶	[۳۹]
هم رسوبی	۸/۳۹۲	۵۹۱/۰	[۴۰]
سنتز احتراقی	۸/۳۸۰	۵۸۸/۵	[۴۱]
سل-ژل	۸/۳۸۲	۵۸۸/۹	[۴۱]
حالت جامد	۸/۳۸۴	۵۸۹/۳	[۴۱]
احتراقی	۸/۳۶۰	۵۸۴/۳	[۴۲]
هم‌رسوبی	۸/۳۷۰	۵۸۶/۴	[۴۲]
رسوبی	۸/۳۴۰	۵۸۰/۱	[۴۲]
حلال گرمایی	۸/۳۷۳	۵۸۷/۰	[۴۳]
سل-ژ خود احتراقی	۸/۳۷۰	۵۸۶/۴	[۲۶]

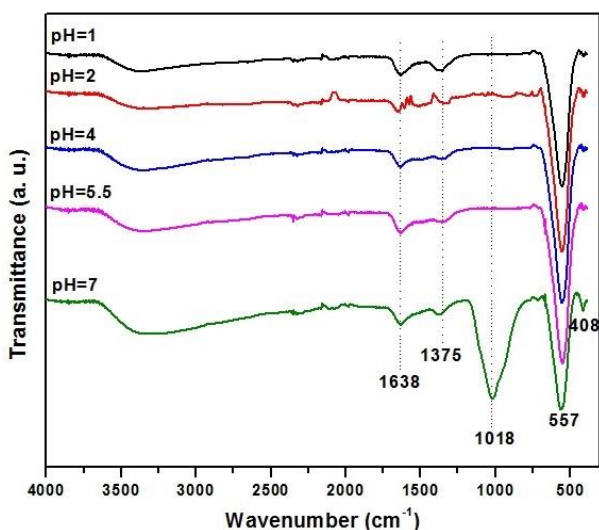
نیتریک) به دلیل ایجاد و احتمال خروج بیشتر گازها، دمای مجموعه به طور نسبی کاهش می‌یابد و منجر به کاهش بلورینگی نمونه‌ها می‌شود.



در شکل ۶ طیف‌های تبدیل فوریه فروسرخ نمونه‌های سنتز شده در مقادیر مختلف pH در حضور اندازه ثابت نمک، نشان داده شده است. قله‌های مشاهده شده اعداد موج ۴۰۸ و  $cm^{-1}$  ۵۶۷ مربوط به ارتعاشات پیوندهای فلز-اکسیژن در ساختار اسپینلی فریت کبالت است [۴۴-۴۵]. عدد موج  $cm^{-1}$  ۵۶۷ مربوط به پیوندهای Fe-O و  $cm^{-1}$  ۴۰۸ مربوط به پیوندهای Co-O است. لازم به توضیح است که عدد موج به‌جز در نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵، جابه‌جایی محسوسی ندارد. عدد موج مربوط به پیوند Fe-O در نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵، به سمت اعداد موج کوچک‌تر جابه‌جا شده است که همان‌طور که قبلاً توضیح داده شد می‌تواند مربوط به عدم حضور یون‌های سدیم/پتاسیم در شبکه بلوری باشد. قله‌های مشاهده شده در عدد موج  $cm^{-1}$  ۱۳۷۵ مربوط به یون‌های نیترات است [۳۶]. قله‌های مشاهده شده در عدد موج  $cm^{-1}$  ۱۶۳۸ مربوط به پیوندهای  $NH_2$  است [۳۶]. قله مشاهده شده در عدد موج  $cm^{-1}$  ۱۰۱۸ مربوط به

ناچیزی از یون‌های پتاسیم و سدیم توانسته‌اند وارد ساختار شبکه فریت کبالت شوند و موجب افزایش اندازه ثابت شبکه شوند. در نمونه سنتز شده با pH برابر ۵/۵ به دلیل ناکافی بودن مقدار اسید نیتریک (اکسنده) واکنش احتراقی به خوبی سایر نمونه‌ها انجام نشده و بنابراین هم بلورینگی نمونه کاهش یافته و هم دمای لازم برای نفوذ یون‌های پتاسیم/سدیم در شبکه بلوری فراهم نشده است. در نمونه سنتز شده با pH برابر ۷ برای رساندن میزان pH به ۷ از مقداری آمونیاک استفاده شد. به نظر می‌رسد هرچند آمونیاک توانایی اکسیدکنندگی اسید نیتریک را ندارد ولی تا حدودی توانسته است با وارد کردن اکسیژن به احتراق کمک کند و سبب افزایش جزئی بلورینگی شود.

اندازه pH متناسب با اندازه اسید نیتریک اضافه شده به محلول اولیه است. به نظر می‌رسد اسید نیتریک ( $HNO_3$ ) به عنوان اکسنده کمی نقش کلیدی بر سنتز احتراقی دارد. واکنش اسید نیتریک با سوخت گلاسیسین طبق واکنش (۸) به احتراق بهتر گلاسیسین کمک کرده و در نتیجه سوخت گلاسیسین کامل‌تر در واکنش سنتز احتراقی شرکت کرده و در نتیجه دمای مجموعه به طور نسبی بالاتر رفته و به افزایش بلورینگی نمونه‌ها کمک می‌کند. با کاهش بیشتر pH (افزایش اندازه اسید



شکل ۶. طیف‌های تبدیل فوریه فروسرخ پودرهای سنتز شده در مقادیر مختلف pH در حضور اندازه ثابت نمک.

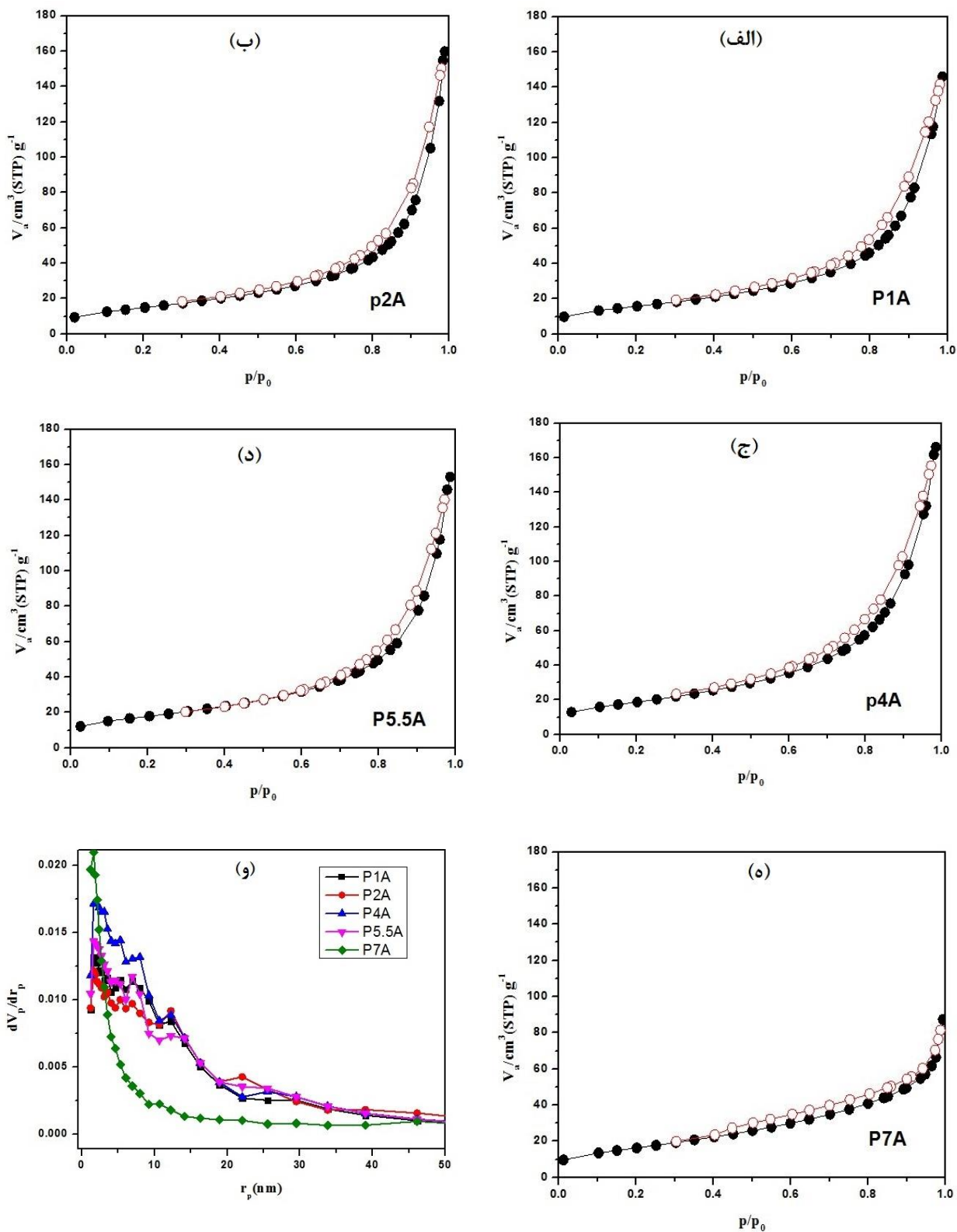
شکل ۸ مقایسه شده‌اند. همان طور که از شکل ۸ ملاحظه می‌شود اندازه pH محلول اولیه اثر زیادی بر اندازه سطح ویژه پودرهای سنتز شده دارد. با کاهش pH تا اندازه ۴، سطح ویژه تا اندازه  $68/45 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  افزایش می‌یابد ولی با کاهش بیشتر اندازه pH، سطح ویژه کاهش می‌یابد. بنابراین می‌توان اندازه pH اولیه محلول به اندازه ۴ را به عنوان اندازه بهینه در نظر گرفت. مزروعی و سعیدی [۴۷] به روش سنتز احتراقی سنتی با استفاده از سوخت گلاسیسین (بدون استفاده از نمک) پودرهای فریت نیکل با سطح ویژه  $14/1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  را سنتز کردند. این نشان می‌دهد که استفاده از نمک چه تأثیر شگرفی بر افزایش سطح ویژه دارد.

در شکل ۹ نتایج محاسبه سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع حجم حفرات پودرهای سنتز شده در pH های مختلف با یکدیگر مقایسه شده‌اند. همان طور که از شکل ۹ مشاهده می‌شود با کاهش pH، میانگین اندازه حفرات افزایش می‌یابد که به دلیل افزایش حجم گازهای خروجی در طی فرایند سنتز احتراقی است. مجموع اندازه حفرات با کاهش pH تا اندازه ۴ افزایش، ولی با کاهش بیشتر pH مجموع حجم حفرات کاهش می‌یابد. در شرایط pH با اندازه ۴، حفرات مزو تشکیل شده از نظر فراوانی، تعدادشان بیشتر بوده و در نتیجه سبب افزایش مجموع حجم حفرات و اندازه سطح ویژه

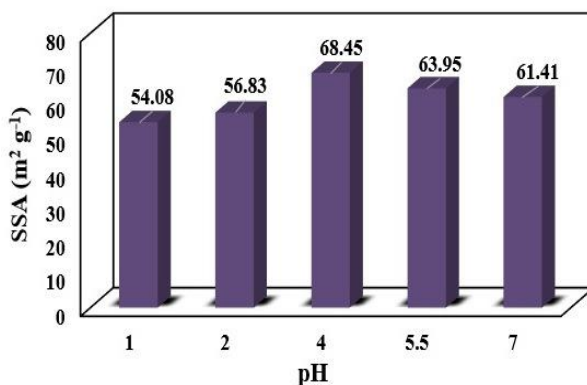
ارتعاشات کششی پیوند C-O است [۴۶]. همان طور که از شکل ۴ مشاهده می‌شود طیف واقع در عدد موج  $1018 \text{ cm}^{-1}$  که مربوط به کربن باقیمانده است صرفاً در نمونه سنتز شده در pH محلول اولیه برابر با هفت رؤیت می‌شود. در واقع در سنتز این نمونه از اسید نیتریک استفاده نشد. در سایر نمونه‌ها که اسید نیتریک حضور دارد اثری از کربن باقیمانده وجود ندارد. بنابراین تأیید می‌شود که اسید نیتریک به عنوان اکسنده کمکی به احتراق بهتر گلاسیسین کمک می‌کند.

نمودارهای جذب و واجذب گاز نیتروژن در دمای ۷۷ کلوین، همچنین نمودار توزیع اندازه تخلخل محاسبه شده به روش برت - جوینر - هالندا (BJH) مربوط به پودرهای سنتز شده در pH های مختلف و در حضور مقدار ثابت نمک KCl در شکل ۷ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود، نمودارهای جذب و واجذب گاز نمونه‌ها به صورت پسماند هستند. طبق استاندارد آیوپاک وجود حلقه پسماند نشان می‌دهد پودرها تخلخل‌هایی از نوع مزو دارند. نمودار توزیع اندازه تخلخل نشان می‌دهد که میانگین اندازه مزو تخلخل‌ها عمدتاً زیر بیست نانومتر هستند.

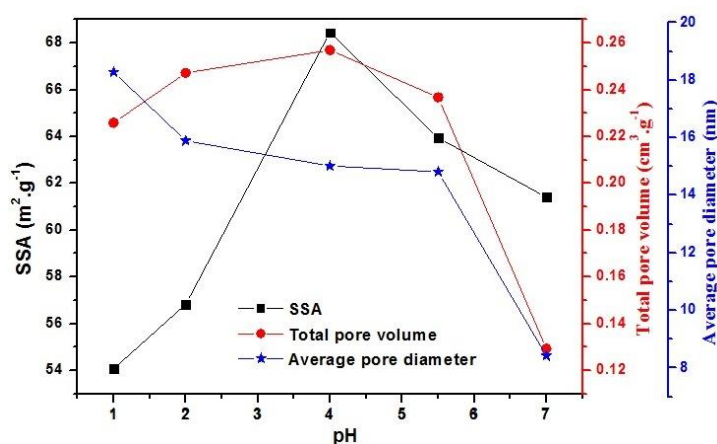
با استفاده از نمودارهای جذب و واجذب به روش رونتر - امت - تلر (BET) اندازه سطح ویژه پودرهای سنتز شده در pH های مختلف و در حضور اندازه ثابت نمک محاسبه و در



شکل ۷. الف) تا ه) نمودارهای جذب (دایره توپر) و واجذب (دایره توخالی) گاز نیتروژن در دمای ۷۷ کلوین و (و) نمودار توزیع اندازه تخلخل محاسبه شده به روش برت - جوینر - هالندا (BJH) مربوط به پودرهای سنتز شده در pHهای مختلف و در حضور مقدار ثابت نمک KCl.



شکل ۸. مقایسه سطح ویژه پودرهای سنتز شده در pH های مختلف و در حضور اندازه ثابت نمک KCl.



شکل ۹. مقایسه سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع حجم حفرات پودرهای سنتز شده در pH های مختلف.

می‌شوند.

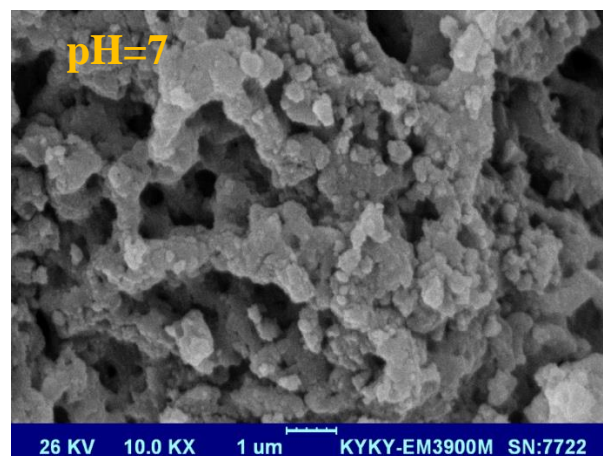
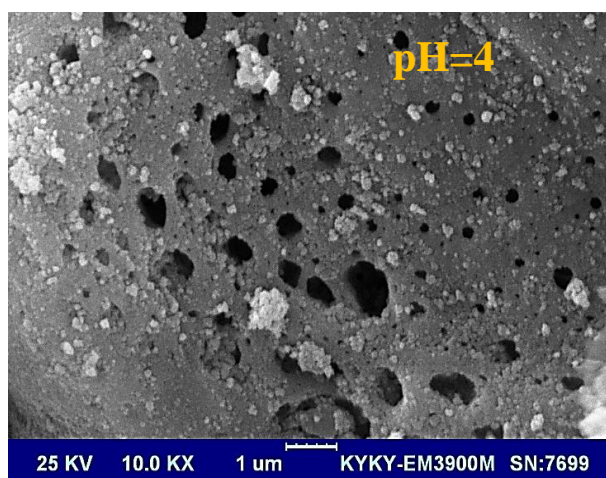
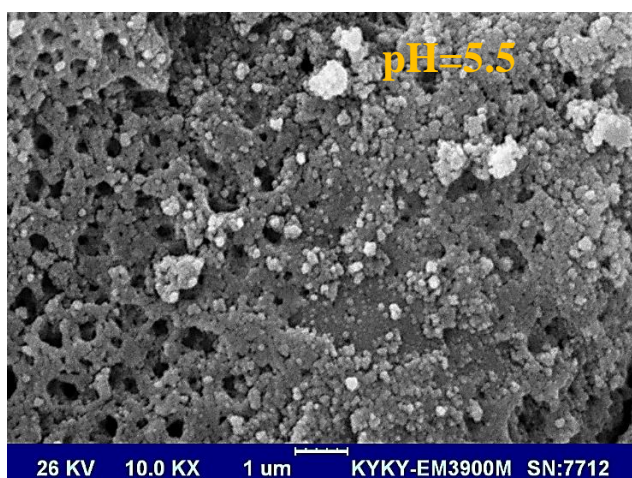
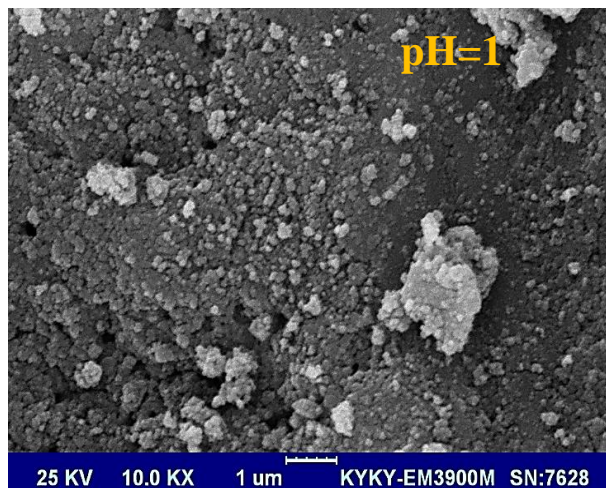
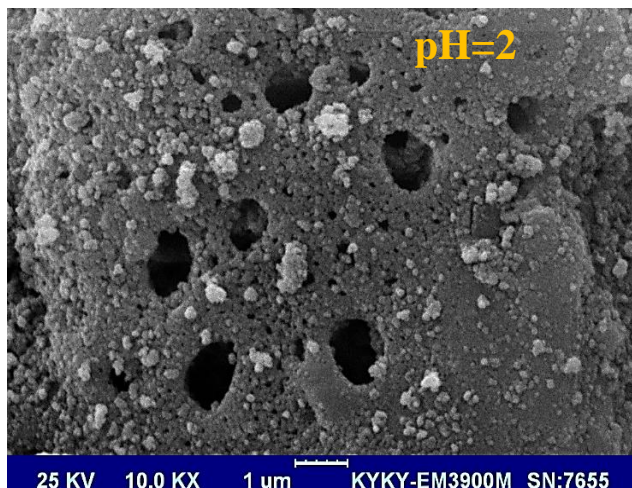
حضور مقادیر مختلف نمک و اندازه pH ثابت ۲ در شکل ۱۱ نشان داده شده است. همان طور که از شکل ۱۱ مشاهده می‌شود، با تغییر مقادیر نمک باز هم نمودارهای جذب و واجذب گاز نمونه‌ها به صورت پسماند هستند. طبق استاندارد آیوپاک وجود حلقه پسماند نشان می‌دهد پودرها تخلخل‌هایی از نوع مزو دارند. نمودار توزیع اندازه تخلخل‌های مزو در شکل ۱۱ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که فراوانی حفرات مزو با اندازه زیر ۵ نانومتر در نمونه با کد P2B نسبت به سایر نمونه‌ها بیشتر است.

با استفاده از نمودارهای جذب و واجذب به روش رونتر - امت - تلر (BET) اندازه سطح ویژه پودرهای سنتز شده در حضور مقادیر مختلف نمک و اندازه pH ثابت ۲ محاسبه و در شکل ۱۲ مقایسه شده‌اند. همان طور که در شکل ۱۲ دیده می‌شود در ابتدا با افزایش مقدار نمک از اندازه مولی دوسوم تا

در شکل ۱۰ ریزساختارهای نمونه‌های سنتز شده با مقادیر مختلف pH در حضور اندازه ثابت نمک، با بزرگ‌نمایی‌های یکسان با یکدیگر مقایسه شده‌اند. همان طور که از شکل ۱۰ مشاهده می‌شود ریزساختار نمونه‌های سنتز شده در pH های اسیدی، کاملاً با نمونه سنتز شده در pH خنثی (pH=7) متفاوت است. نمونه‌های سنتز شده در pH های مختلف، اندازه تخلخل‌های متفاوت دارند که به طور دقیق توسط آزمون جذب و واجذب گاز نیتروژن مورد مطالعه قرار گرفته‌اند.

### ۳.۳. بررسی اثر مقدار نمک

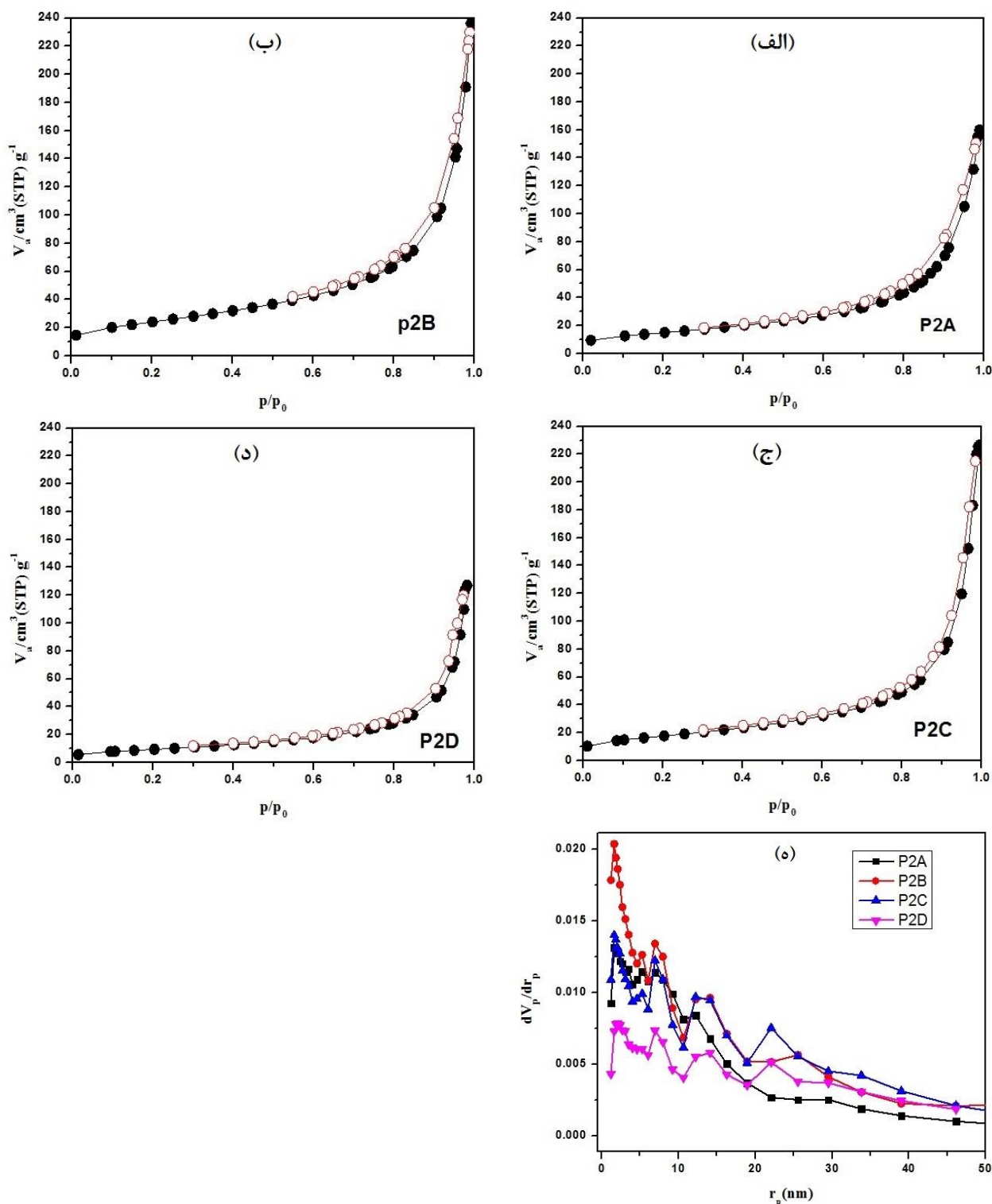
نمودارهای جذب و واجذب گاز نیتروژن در دمای ۷۷ کلوین، همچنین نمودار توزیع اندازه تخلخل محاسبه شده به روش برت - جوینر - هالندا (BJH) مربوط به پودرهای سنتز شده در



شکل ۱۰. ریزساختارهای نمونه‌های سنتز شده در مقادیر مختلف pH در حضور مقدار ثابت نمک.

نمک، میزان سطح ویژه به شدت کاهش می‌یابد. بنابراین می‌توان اندازه نسبت مولی نمک KCl به مجموع نیترات‌های فلزی به

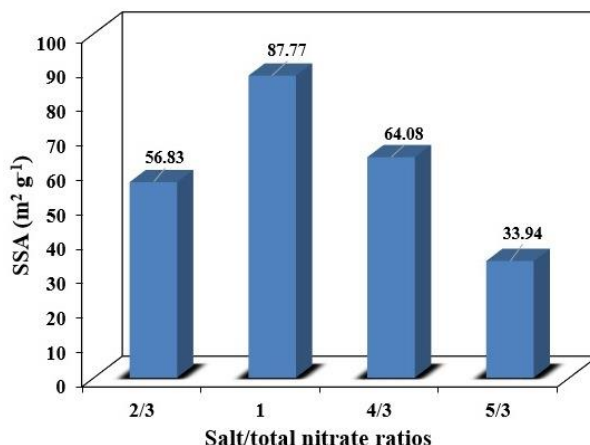
یک برحسب مجموع نیترات فلزی استفاده شده، اندازه سطح ویژه تا اندازه  $87/77 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  افزایش ولی با افزایش اندازه بیشتر



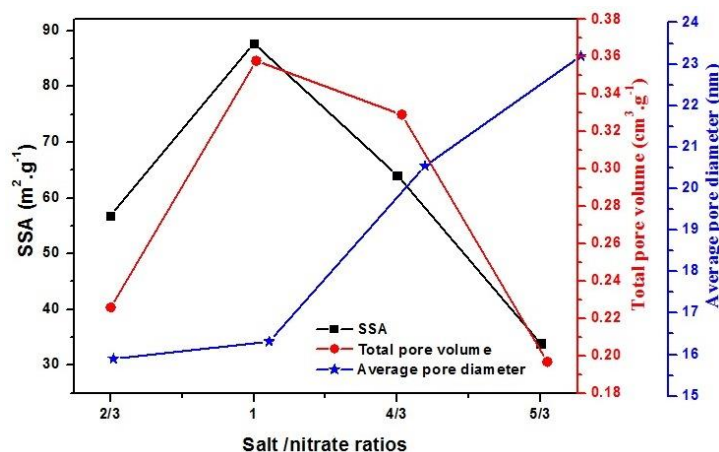
شکل ۱۱. (الف) تا (د) نمودارهای جذب (دایره توپر) و واجذب (دایره توخالی) و (ه) توزیع اندازه تخلخل پودرهای سنتز شده در حضور مقادیر مختلف نمک و اندازه pH ثابت ۲.

حجم حفرات پودرهای سنتز شده در pH ثابت ۲ و در حضور مقادیر مختلف نمک با یکدیگر مقایسه شده است. با افزایش

اندازه یک را به عنوان اندازه بهینه در نظر گرفت. در شکل ۱۳ نتایج محاسبه سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع



شکل ۱۲. مقایسه سطح ویژه پودرهای سنتز شده در حضور مقادیر مختلف نمک KCl و pH ثابت.



شکل ۱۳. مقایسه سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع حجم حفرات پودرهای سنتز شده در حضور مقادیر مختلف نمک.

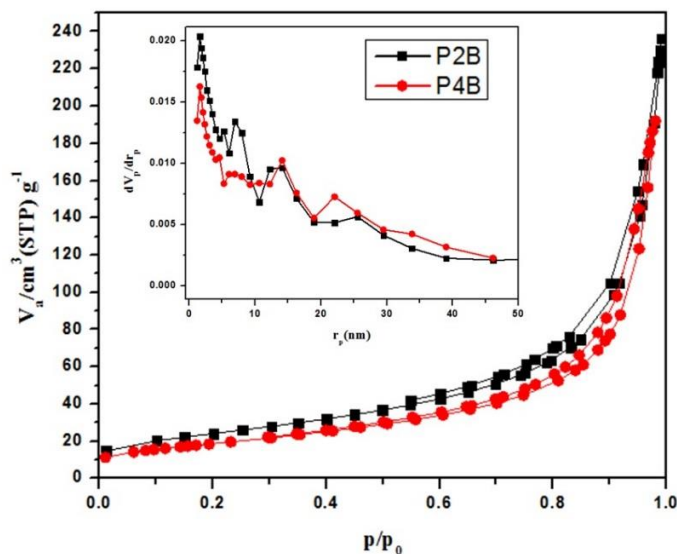
ویژه بالا بود. طبق بخش ۲.۳ برای دستیابی به بیشترین اندازه سطح ویژه، اندازه pH بهینه ۴ به دست آمد. طبق بخش ۲.۳ برای دستیابی به بیشترین اندازه سطح ویژه، اندازه نسبت مولی نمک به مجموع نیترات‌های فلزی برابر با یک در pH ثابت ۲ به دست آمد. برای بررسی اثر متقابل pH و مقدار نمک، پودرهای تهیه شده در pH های ۲ و ۴ در حضور اندازه بهینه نمک، با هم از نظر اندازه سطح ویژه و خواص مغناطیسی مقایسه شده‌اند.

در شکل ۱۴ نمودارهای جذب و واجذب گاز نیتروژن در دمای ۷۷ کلون، همچنین نمودار توزیع اندازه تخلخل محاسبه شده به روش برت - جویئر - هالندا (BJH) مربوط به پودرهای سنتز شده در حضور اندازه نسبت مولی ثابت نمک به مجموع نیترات‌های فلزی برابر با یک و اندازه‌های pH برابر ۲ و

اندازه نمک تا نسبت مولی یک، به علت این که پس از حذف نمک تخلخل بیشتری بر جای می‌ماند، بنابراین منجر به افزایش سطح ویژه پودر سنتزی می‌شود. با افزایش بیشتر نمک، خود نمک‌ها بخشی از حرارت مجموعه را برای ذوب شدن جذب می‌کنند. در استفاده از نمک در مقادیر بیشتر از نسبت یک، به دلیل کاهش دمای مجموعه، گرانیوی (ویسکوزیته) نمک مذاب کاهش یافته و نمی‌تواند به خوبی در بین ذرات پخش شود. بنابراین سبب ذوب موضعی نمک شده و پس از شستشو تخلخل‌های با اندازه بزرگ بر جای می‌گذارد.

#### ۴.۳. بررسی اثر متقابل pH و مقدار نمک

هدف اصلی پژوهش حاضر سنتز پودر فریت کبالت با سطح



شکل ۱۴. نمودارهای جذب و واجذب گاز و توزیع اندازه تخلخل پودرهای سنتز شده در حضور مقادیر مختلف pH برابر ۲ و ۴ و مقدار ثابت نمک.

جدول ۶. سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع حجم حفرات پودرهای سنتز شده در pH ثابت ۲ و ۴ در حضور مقدار ثابت نمک.

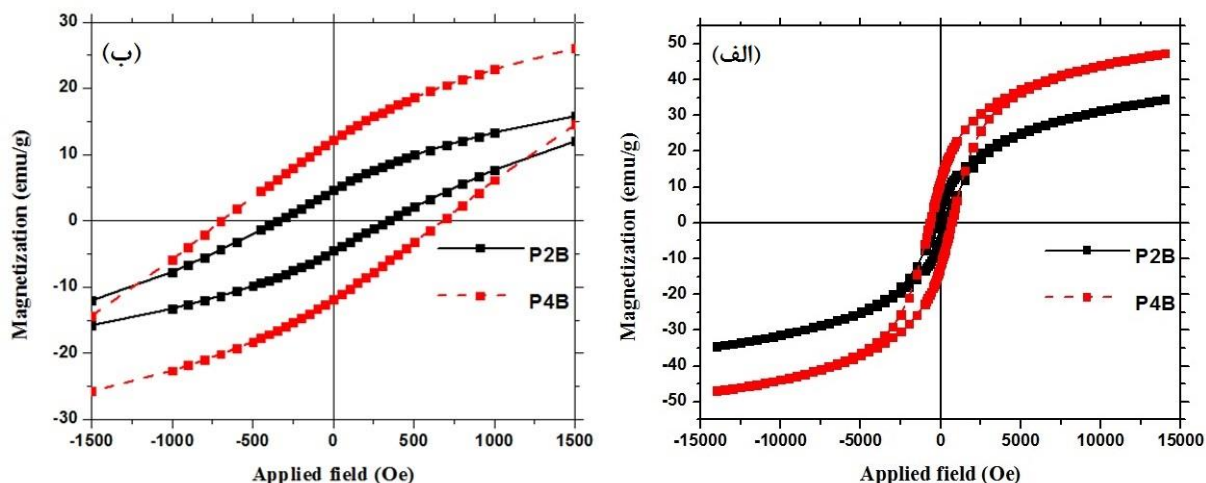
کد نمونه	سطح ویژه ( $m^2 g^{-1}$ )	مجموع حجم ویژه تخلخل ( $cm^3 g^{-1}$ )	میانگین اندازه تخلخل (nm)
P2B	۸۷/۷۷	۰/۳۵۸	۱۶/۳۱
P4B	۶۷/۳۲	۰/۲۹۷	۱۷/۶۵

۴ نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل ۱۴ مشاهده می‌شود اندازه جذب و واجذب گاز در فشارهای نسبی بالا برای نمونه سنتز شده با pH ثابت ۲ بیشتر است که نشان دهنده وجود حفرات با اندازه کوچک‌تر در این نمونه است. نمودار برت - جویئر - هالندا (BJH) هم به خوبی نشان می‌دهد فراوانی حفرات با اندازه زیر ۱۰ نانومتر در این نمونه بیشتر است. نتایج محاسبه سطح ویژه، میانگین اندازه حفرات و مجموع حجم حفرات پودرهای سنتز شده در pH ثابت ۲ و ۴ در حضور اندازه ثابت نمک در جدول ۶ با یکدیگر مقایسه شده است. نتایج جدول ۶ نشان می‌دهد که مقادیر pH و نمک اثر متقابل دارند. در شرایط استفاده از مقدار نمک به میزان دوسوم، اندازه pH بهینه برابر ۴ است. ولی با افزایش اندازه نمک به نسبت یک، برای رسیدن به سطح ویژه بالاتر نیاز است از pH کمتر از ۲ استفاده شود. طبق روابط (۲) و (۳) با افزایش اندازه

در شکل ۱۵ مغناطیس‌سنجی نمونه ارتعاشی (شرکت

کلرید پتاسیم اندازه بیشتری از اسید نیتریک برای تشکیل نیترات پتاسیم/سدیم مصرف می‌شود. بنابراین در شرایط pH کمتر، احتمالاً مقادیر بیشتری از نیترات پتاسیم/سدیم تشکیل می‌شود. از آنجا که نیترات پتاسیم/سدیم نسبت به کلرید پتاسیم دمای ذوب کمتری دارد لذا همان‌طور که در تصاویر ریزساختاری شکل ۲ مشاهده شد به صورت میله‌ای رشد کرده و می‌تواند بهتر در بین ذرات پخش شود و در نتیجه پس از شستشوی پودر حفرات با اندازه نسبی کوچک‌تری از خود بر جای بگذارد. خدایی و همکاران [۲۹] اندازه نمک به میزان دوسوم را به عنوان نسبت بهینه برای سنتز فریت کبالت به دست آورده‌اند. نتایج کار فعلی نشان داد که با در نظر گرفتن اثر همزمان می‌توان مقدار بالاتر نمک در نسبت یک را مورد استفاده قرار داد که سبب افزایش سطح ویژه می‌شود.





شکل ۱۵. (الف) نمودار پسماند مغناطیسی پودرهای سنتز شده در حضور اندازه ثابت نمک و اندازه‌های pH محلول اولیه ۲ و ۴ و (ب) بزرگ‌نمایی نمودار (الف).

جدول ۷. پارامترهای مغناطیسی نمونه‌های P2B و P4B.

کد نمونه	مغناطش اشباع $M_s$ (emu.g <sup>-1</sup> )	مغناطش باقی‌مانده $M_r$ (emu.g <sup>-1</sup> )	میدان وادارنده $H_c$ (Oe)	$M_r/M_s$
P2B	۳۴/۵	۴/۵	۳۳۳	۰/۱۳
P4B	۴۷/۳	۱۱/۹	۶۹۸	۰/۲۵

پودرهای سنتز شده به روش هم‌روسوبی گزارش کردند، در حالی که مقدار مغناطش اشباع نمونه‌های تهیه شده در حدود نمونه P2B سنتز شده در کار حاضر است. همچنین ناچیها و همکاران [۴۹] برای پودرهای سنتز شده به روش سل-ژل احتراقی بدون استفاده از نمک، مقدار ۸۷۴ ارستد را گزارش کردند که خیلی بالاتر از مقدار ۳۳۳ ارستد در کار حاضر است. در کار حاضر سنتز احتراقی به صورت یک مرحله‌ای و بدون نیاز به عملیات گرمایی بعدی انجام شد و پودر فریت کبالت با خواص مغناطیسی قابل قبول به دست آمد. در حالی که برخی پژوهشگران که فریت کبالت را به روش احتراقی محلول به کمک کلرید پتاسیم سنتز کرده‌اند، برای رسیدن به خواص مغناطیسی مشابه از عملیات حرارتی کلسیناسیون در دمای پایین استفاده کرده‌اند. برای مثال خدایی و همکاران [۲۹] پودر فریت کبالت را به مدت یک ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس کلسینه کردند. ژانگ و همکاران [۵۰] نیز در دمای

مغناطیس دقیق کویر، کاشان، ایران) پودرهای سنتز شده در حضور نسبت مولی ثابت نمک به مجموع نیتراهای فلزی برابر با یک و اندازه‌های pH برابر ۲ و ۴ نشان داده شده است. اندازه‌های مغناطیسی نمونه‌های P2B و P4B به دست آمده از نتایج مغناطیس‌سنجی در جدول ۴ داده شده است. همان‌طور که در شکل ۱۵ و جدول ۷ مشاهده می‌شود نمونه سنتز شده در شرایط pH برابر با ۴ از اندازه مغناطش باقیمانده و مغناطش بیشینه بیشتر و همچنین از حلقه پسماند مغناطیسی بزرگ‌تری برخوردار است. اندازه بزرگ‌تر ذرات سنتز شده در شرایط pH برابر ۴ می‌تواند دلیل این مشاهدات باشد. همچنین رفتار مغناطیسی پودرهای فریت کبالت سنتز شده نشان می‌دهد که آنها از نوع فریت سخت هستند. پودرهای فریت کبالت سنتز شده به علت تشکیل شدن از ذرات ریز نسبت به فریت‌های کبالت متداول از میدان وادارندگی پایینی برخوردار هستند. برای مثال سینوهاجی و همکاران [۴۸] مقدار ۵۵۶ ارستد را برای

۶۰۰ درجه سلسیوس نمونه را عملیات حرارتی کردند.

#### ۴. نتیجه گیری

با استفاده از روش احتراقی محلول توسط نمک کلرید پتاسیم، نانوذرات فریت کبالت سنتز شدند. به منظور بررسی اثر هم‌زمان pH اولیه محلول واکنش و افزودن مقدار نمک کلرید پتاسیم بر سطح ویژه، خواص ریزساختاری و مغناطیسی پودرهای سنتزی از تحلیل‌های پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی، تبدیل فوریه فروسرخ، مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی، و روش بروئتر - امت - تل‌لر استفاده شد. از نمک کلرید پتاسیم به عامل افزایش دهنده سطح ویژه و از اسید نیتریک به عنوان اکسنده کمکی و عامل تنظیم pH استفاده شد.

pH محلول اولیه تأثیر زیادی بر واکنش سنتز احتراقی فریت کبالت داشت. pH اسید در اثر افزودن اسید نیتریک سبب افزایش قدرت اکسایش سوخت شد و در نتیجه کربن باقیمانده از احتراق سوخت را به شدت کاهش داد. اندازه‌های pH و نمک کلرید پتاسیم استفاده شده بر سطح ویژه پودرهای فریت کبالت اثر هم‌زمان داشت. دستیابی به بالاترین اندازه سطح ویژه در pH برابر ۲ و نسبت مولی نمک کلرید پتاسیم به مجموع نیترات‌های فلزی برابر یک به دست آمد. پودرهای فریت کبالت با سطح ویژه بالای  $87/77 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  با موفقیت سنتز شد. پودرهای فریت کبالت سنتز شده به روش احتراقی به کمک نمک کلرید پتاسیم رفتار مغناطیس سخت از خود نشان دادند.

#### مراجع

1. T M Hakami, et al., *Journal of Molecular Structure* **1165** (2018) 344.
2. F Kaedi, et al., *RSC Advances* **11** (2021) 11813.
3. F Kaedi, et al., *Ceramics International* **46** (2020) 25741.
4. F Kaedi, et al., *New Journal of Chemistry* **43** (2019) 3884.
5. A R Abbasian, et al., *International Journal of Nano Dimension* **11** (2020) 144.
6. S A Hosseini, et al., *International Journal of Environmental Science and Technology* **16** (2019) 7455.
7. K K Kefeni and B B Mamba, *Sustainable Materials and Technologies* **23** (2020) e00140.
8. R Jasrotia, et al., *Journal of Solid State Chemistry* **289** (2020) 121462.
9. P Akhtar, et al., *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **32** (2021) 7692.
10. M Deepty, et al., *Sensors and Actuators B: Chemical* **316** (2020) 128127.
11. I C Sathisha, et al., *Journal of Alloys and Compounds* **848** (2020) 156577.
12. W Zayani, et al., *International Journal of Energy Research* **45** (2021) 5235.
13. M Qin, et al., *Advanced Science* **8** (2021) 2004640.
14. M Amiri, M Salavati Niasari, and A Akbari, *Advances in Colloid and Interface Science* **265** (2019) 29.
15. S B Somvanshi, et al., *Ceramics International* **46** (2020) 7642.
16. B Sarani, M Rahmani, and A R Abbasian, *Journal of Particle Science & Technology* **6** (2020) 103.
17. M Baninaam, S A Hosseini, and A R Abbasian, *Applied Petrochemical Research* **10** (2020) 49.
18. S Shojaei, et al., *Chemistry Select* **6** (2021) 4782.
19. S A Hosseini, M Davodian, and A R Abbasian, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* **75** (2017) 97.
20. S A Hosseini, V Majidi, and A R Abbasian, *Journal of Sulfur Chemistry* **39** (2018) 119.
21. S Gomroki, et al., *International Journal of Applied Ceramic Technology* **18** (2021) 2099.
22. A R Abbasian, M R Rahimipour, and Z Hamnabard, *Procedia Materials Science* **11** (2015) 336.
23. L E Caldeira, et al., *Ceramics International* **46** (2020) 2465.
24. M Basak, et al., *Materials Chemistry and Physics* **264** (2021) 124442.
25. A R Abbasian, et al., *Journal of the Australian Ceramic Society* **56** (2020) 1119.
26. M S Al Maashani, et al., *Journal of Alloys and Compounds* **817** (2020) 152786.
27. A R Abbasian and M Rahmani, *Inorganic Chemistry Communications* **111** (2020) 107629.
28. A R Abbasian and M Shafiee Afarani, *Applied Physics A* **125** (2019) 721.
29. M Khodaei and S Fayazzadeh, *Materials Research Express* **6** (2019) 086115.
30. M S Morassaei, S Zinatloo Ajabshir, and M Salavati Niasari, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **27** (2016) 11698.
31. M K Lee and S Kang, *Ceramics International* **45** (2019) 6665.
32. W Wen and J M Wu, *ACS Applied Materials & Interfaces* **3** (2011) 4112.

33. A R Abbasian, A Mahvary, and S Alirezaei, *Ceramics International* **47** (2021) 23794.
34. A L Mehring, W H Ross, and A R Merz, *Preparation of Potassium Nitrate, Industrial & Engineering Chemistry* **21** (1929) 379.
35. M Hess, *et al.*, "Uptake of Nitric Acid on NaCl Single Crystals Measured by Backscattering Spectrometry" Springer Netherlands, Dordrecht (2007).
36. B Pourgolmohammad, S Masoudpanah, and M Aboutalebi, *Ceramics International* **43** (2017) 3797.
37. H Mostaan, *et al.*, *Ceramics International* **43** (2017) 2680.
38. X Li, *et al.*, *Journal of Alloys and Compounds* **841** (2020) 155710.
39. E J Choi, *et al.*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **262** (2003) L198.
40. Y Qu, *et al.*, *Materials Letters* **60** (2006) 3548.
41. C H Yan, *et al.*, *Solid State Communications* **111** (1999) 287.
42. M Houshiar, *et al.*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **371** (2014) 43.
43. A Manohar, *et al.*, *Ceramics International* **46** (2020) 28035.
44. M Shaterian, A Rezvani, and A R Abbasian, *Journal of Polymer Research* **28** (2021) 170.
45. A M Davarpanah, *et al.*, *Journal of Molecular Structure* **1175** (2019) 445.
46. M Shaterian, A Rezvani, and A R Abbasian, *Materials Research Express* **6** (2020) 1250e1255.
47. A Mazrouei and A Saidi, *Materials Chemistry and Physics* **209** (2018) 152.
48. P Sinuhaji, *et al.*, *Case Studies in Thermal Engineering* **26** (2021) 101040.
49. C Z Najeehah, K T Chaudhary, and J Ali, *Solid State Phenomena* **307** (2020) 58.
50. X Zhang, *et al.*, *Journal of Alloys and Compounds* **475** (2009) L34.