

اثر عامل تنظیم کننده pH بر ترکیب فازی پودرهای باریم هگزا فريت تهیه شده بروش سل-ژل احتراقی

ابوالقاسم عطائی

استادیار گروه مهندسی متالورژی و مواد - دانشکده فنی - دانشگاه تهران

امین مالی

فارغ التحصیل کارشناسی ارشد گروه مهندسی متالورژی و مواد - دانشکده فنی - دانشگاه تهران

(تاریخ دریافت ۸۲/۷/۱۲، تاریخ تصویب ۸۲/۱۲/۲۴)

چکیده

ذرات بلوری باریم هگزا فريت ($BaFe_{12}O_{19}$) در حد نانومتر بروش سل-ژل احتراقی و با استفاده از ژل نیترات-سیترات در دو حالت استفاده از آمونیاک و سدیم هیدروکسید بعنوان عامل تنظیم کننده pH تهیه شدند. نتایج نشان دادند که ژلهای نیترات-سیترات در هر دو حالت پس از احتراق یک رفتار خودپیشرونده دارند. فرآیند تجزیه حرارتی ژلهای نیترات-سیترات و پودر خام حاصل از احتراق با استفاده از روشهای XRD و DTA/TG مورد بررسی قرار گرفت و نتایج این بررسیها نشان داد که باریم هگزا فريت تک فاز در حالت استفاده از آمونیاک بعنوان عامل تنظیم کننده pH در دمای نسبتاً پایین $900^{\circ}C$ تشکیل می شود. بررسیهای SEM نشان داد که اندازه متوسط ذرات در حالت استفاده از آمونیاک بزرگتر از حالت استفاده از سدیم هیدروکسید می باشد. نتایج اندازه گیریهای خواص مغناطیسی توسط دستگاه VSM نیز نشان داد که پودرهای تهیه شده از ژل حاوی آمونیاک دارای خواص مغناطیسی بهتری نسبت به پودرهای تهیه شده از ژل حاوی سدیم هیدروکسید می باشند.

واژه های کلیدی: باریم هگزا فريت، سل-ژل، نیترات - سیترات، احتراق، خواص مغناطیسی

مقدمه

روشها مخلوط کردن مواد اولیه در مقیاس یونی می باشد، بنابراین بلورین شدن بعدی می تواند در دمای نسبتاً پایینی رخ دهد و در نهایت پودرهای حاصل، بسیار ریز و همگن، با خلوص بالا و توزیع یکنواخت اندازه ذرات می باشند.

در تحقیق حاضر برای تهیه ذرات در حد نانومتر باریم هگزا فريت از روش جدید سل-ژل احتراقی استفاده شده است. این روش ترکیبی بی نظیر از روش سل-ژل و فرآیند احتراقی می باشد که نسبت به روش سل-ژل ساده تر و به مواد اولیه ارزانه تری نیاز دارد. در این روش استفاده از آمونیاک یا سدیم هیدروکسید بعنوان عامل تنظیم کننده pH نقش مهمی در نحوه انجام واکنش احتراقی ایفا می کند و دمای واکنشها، تشکیل باریم هگزا فريت، اندازه و مورفولوژی ذرات و در نهایت خواص مغناطیسی پودرهای باریم هگزا فريت را بشدت تحت تاثیر قرار می دهد. در این پژوهش تاثیر استفاده از آمونیاک و سدیم هیدروکسید بعنوان عوامل تنظیم کننده pH بر

باریم هگزا فريت با فرمول شیمیایی $BaFe_{12}O_{19}$ یک ترکیب تک محوری فری مغناطیسی با ساختار منشوری مگنتوپلامبیت می باشد که نا همسانگردی و وادارندگی مغناطیسی بالا از مشخصات مهم آن است. علاوه بر این از نظر حرارتی، بالای دمای کیوری خود پایدار بوده و از سختی مکانیکی و مقاومت به خوردگی بالایی برخوردار است. این ویژگیها سبب شده است که باریم هگزا فريت بعنوان ماده ای مناسب در ساخت هسته های مغناطیسی القاگرها و وسایل انتقال استفاده شود [۱-۴]، اما مهمترین مورد استفاده آن در محیطهای ذخیره اطلاعات با ظرفیت بالا می باشد [۵و۶]. ویژگی مهم برای ذرات فريت بکار رفته در این محیطها، اندازه ذرات زیر $0.15 \mu m$ ، خلوص شیمیایی بالا و توزیع یکنواخت اندازه ذرات است [۷]. بمنظور رسیدن به باریم هگزا فريت همگن با ذرات بسیار ریز و دوری از فرآیند آسیا کردن روشهای مختلفی شامل همرسوبی شیمیایی [۱]، سل-ژل [۶]، سنتز احتراقی [۸] و هیدروترمال [۹] توسعه یافته اند. مهمترین ویژگی این

پارامترهای مذکور مورد بررسی قرار گرفته است.

روش تحقیق

در تحقیق حاضر جهت تهیه پودرهای باریم هگزافریت بروش سل - ژل احتراقی از دو نوع محلول اولیه استفاده شده است. هر دو محلول شامل باریم نیترات، آهن (Fe^{3+}) نیترات، اسیدسیتریک و یک عامل تنظیم کننده pH با خلوص بسیار بالا (۹۹/۹٪) می باشند، با این تفاوت که عامل تنظیم کننده pH در یک مورد آمونیاک (N) و در مورد دیگر سدیم هیدروکسید (A) می باشد. مقادیر مناسب از آهن نیترات، باریم نیترات و اسیدسیتریک در آب مقطر حل شدند، بطوریکه نسبت مولی آهن (Fe)، به باریم (Ba)، برابر ۱۱ و نسبت مولی مجموع نیتراتهای فلزی (MN) به اسیدسیتریک (CA) برابر ۱ انتخاب شد. محلول بطور یکنواخت توسط یک همزن مغناطیسی در دمای $70^{\circ}C$ بهم زده شد. pH محلول با اضافه کردن تدریجی محلول آمونیاک یا سدیم هیدروکسید در مقدار برابر ۷ تنظیم و محلول حاصل (سل) برای تبدیل شدن به ژل توسط صفحه داغ در دمای حدود $100^{\circ}C$ حرارت داده شد. پس از تبخیر آب اضافی و بالا رفتن دمای ژل، احتراق از یک نقطه شروع و طی چند ثانیه تمام ژل را فرا گرفت. در صورت استفاده از هیدروکسید سدیم جهت تنظیم pH، خاکستر حاصل از احتراق بمنظور خروج یونهای Na^{+} چندین بار بوسیله آب مقطر شسته شد. اما در حالت استفاده از آمونیاک، بعلت خروج کامل آمونیاک از سیستم در حین احتراق، نیازی به شستن خاکستر حاصل از احتراق نیست. کلسینه کردن خاکستر حاصل از احتراق در دماهای ثابت $1000^{\circ}C$ ، $2000^{\circ}C$ ، $3000^{\circ}C$ به مدت یک ساعت انجام شد. در همه موارد نرخ گرمایش $10^{\circ}C/min$ و زمان کلسینه کردن ۱ ساعت انتخاب شد. آزمایشات آنالیز حرارتی DTA/TG برای ژل خشک شده و خاکستر حاصل از احتراق بترتیب در بازه دمایی $450^{\circ}C$ - $1100^{\circ}C$ توسط یک دستگاه آنالیز حرارتی (DTA/TG) نوع LINSEIS مدل L70/2171 با دقت اندازه گیری $0.1 \mu V$ و $0.1 mg$ انجام شد. نرخ گرمایش $10^{\circ}C/min$ در هوای ساکن و نمونه استاندارد از پودر آلومینای خالص انتخاب شد. مطالعه و بررسی ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM نوع

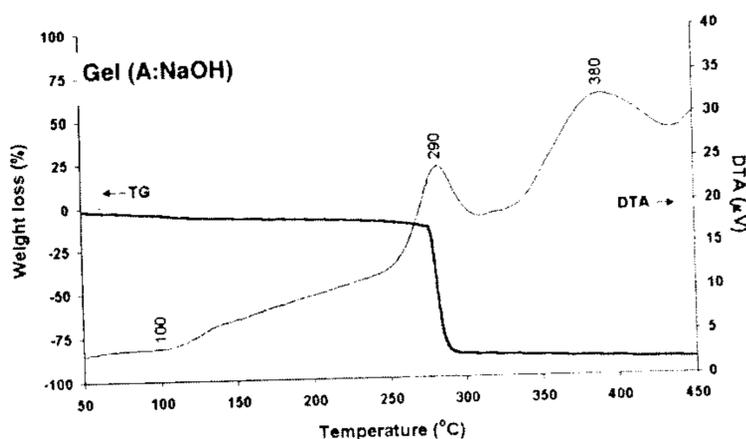
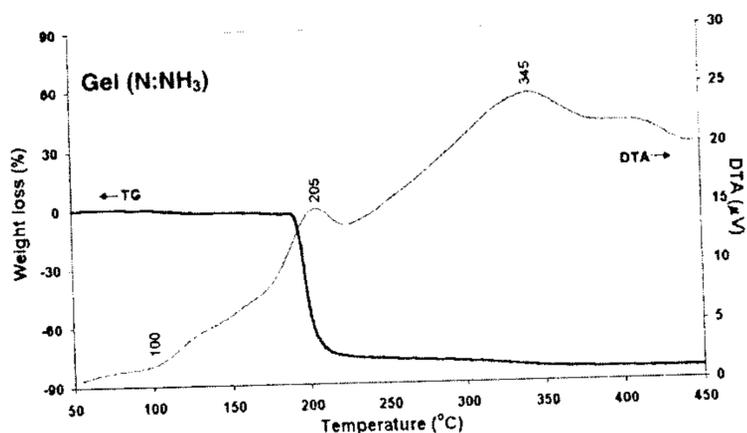
Cambridge S 360 انجام شد. جهت حصول کیفیت بهتر در تصاویر میکروسکوپی، سطح نمونه ها توسط دستگاه پوشش دهی از نوع پراکنشی با لایه ای نازک از طلا پوشش داده شد. الگوهای پراش اشعه ایکس پودرهای تهیه شده در بازه $2\theta = 20^{\circ}$ - 60° بوسیله یک دستگاه پراش پرتو ایکس از نوع Philips PW-1730 مجهز به یک تولید کننده پرتو $Cu-K\alpha$ با ولتاژ شتاب دهنده $40 kV$ بدست آمد. برای محاسبه اندازه متوسط بلوری ذرات از معادله شرر استفاده شد. خواص مغناطیسی پودرهای حاصل با استفاده از دستگاه VSM تحت حداکثر میدان $14 kOe$ اندازه گیری شد.

نتایج و بحث

نتایج آزمایشهای انجام شده نشان داد که ژل حاصل از نیتراتهای فلزی و اسیدسیتریک با مشخصات ذکر شده در هر دو حالت استفاده از آمونیاک (N) و سدیم هیدروکسید (A) یک رفتار احتراقی خود پیش رونده دارد. شکل (۱) نمودارهای DTA/TG مربوط به ژل نیترات-سیترات حاوی آمونیاک و سدیم هیدروکسید را در محدوده دمایی $50^{\circ}C$ تا $450^{\circ}C$ نشان می دهد. در هر دو نمونه، با افزایش دما بترتیب یک پیک گرماگیر مربوط به خروج گروههای نیترونی نمکهای فلزی و بخارات آبی و یک پیک گرمازای شدید با کاهش وزنی بالا بدلیل احتراق ناشی از واکنش یونهای نیترات و اسیدسیتریک باقی مانده از احتراق ظاهر می گردد. در واکنش احتراقی، یونهای سیترات بعنوان یک احیا کننده و یونهای نیترات بعنوان یک اکسید کننده عمل می کنند و در نهایت سرعت واکنش اکسید شدن افزایش می یابد. دمای پایین به همراه سرعت بالای واکنش منجر به یک واکنش احتراقی خود پیش رونده با کاهش وزنی زیاد می گردد. جدول (۱) نتایج حاصل از منحنی های DTA/TG مربوط به ژل نمونه های تهیه شده از سدیم هیدروکسید و آمونیاک را نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود واکنش احتراقی و تجزیه اسیدسیتریک در نمونه A در دمای بالاتری نسبت به نمونه N انجام می گیرد. بنابراین در حالت استفاده از آمونیاک، واکنش احتراقی و تجزیه اسیدسیتریک به انرژی کمتری نسبت به حالت استفاده از سدیم هیدروکسید نیاز دارد و در دمای پایین تری انجام می گیرد. نکته دیگر که از مقایسه نمودارهای DTA/TG

بخارات آبی و بدنبال آن سه پیک گرمازا بترتیب مربوط به تجزیه مواد آلی باقیمانده از احتراق، تشکیل باریم مونوفریت ($BaFe_2O_4$) و تشکیل باریم هگزا فریت ($BaFe_{12}O_{19}$) ظاهر می گردد. جدول (۲) نتایج حاصل از نمودارهای DTA/TG مربوط به خاکستر حاصل از احتراق نمونه های A و N را نشان می دهد که حاکی از

مربوط به نمونه های A و N حاصل می شود شدیدتر بودن پیک مربوط به احتراق در نمونه A نسبت به نمونه N است که مشاهدات تجربی نیز این مطلب را تأیید می کند. شکل (۲) نمودارهای DAT/TG مربوط به خاکستر حاصل از احتراق نمونه های A و N را نشان می دهد. در این حالت مجدداً در ابتدا یک پیک گرماگیر بعلت خروج



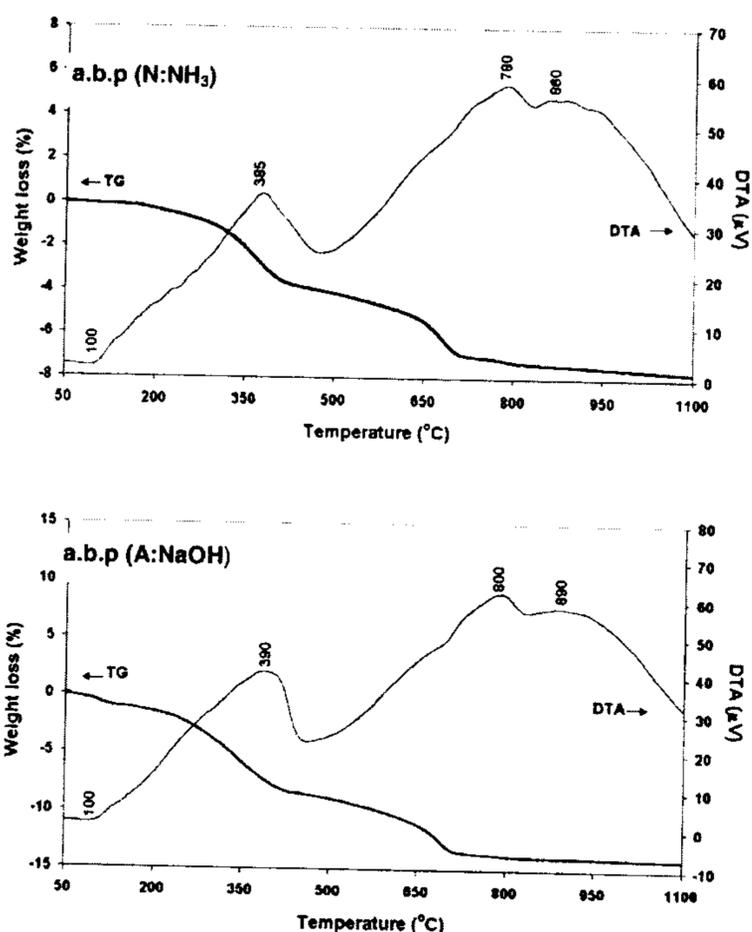
شکل ۱: نمودارهای آنالیز حرارتی DTA/TG مربوط به ژل نمونه های N و A.

جدول ۱: نتایج حاصل از منحنی های DTA/TG مربوطه به ژل نمونه های N و A.

نمونه	خروج بخارات و گازها		احتراق		تجزیه اسیدسیتریک	
	R.T (°C)	W.L (%)	R.T (°C)	W.L (%)	R.T (°C)	W.L (%)
N	۱۰۰	۴	۲۰۵	۷۴	۳۴۵	۶
A	۱۰۰	۱۱	۲۹۰	۷۶	۳۸۰	۴

جدول ۲: نتایج حاصل از منحنی های DTA/TG مربوط به خاکستر حاصل از احتراق نمونه های N و A.

نمونه	خروج رطوبت		تجزیه اسیدسیتریک		شکستن باندهای آلی و تشکیل باریم مونوفریت		تشکیل باریم هگزا فریت	
	R.T (°C)	W.L (%)	R.T (°C)	W.L (%)	R.T (°C)	W.L (%)	R.T (°C)	W.L (%)
N2	۱۰۰	۱	۳۸۵	۳	۷۸۰	۴	۸۶۰	۰
A2	۱۰۰	۲	۳۹۰	۴	۸۰۰	۴	۸۹۰	۰

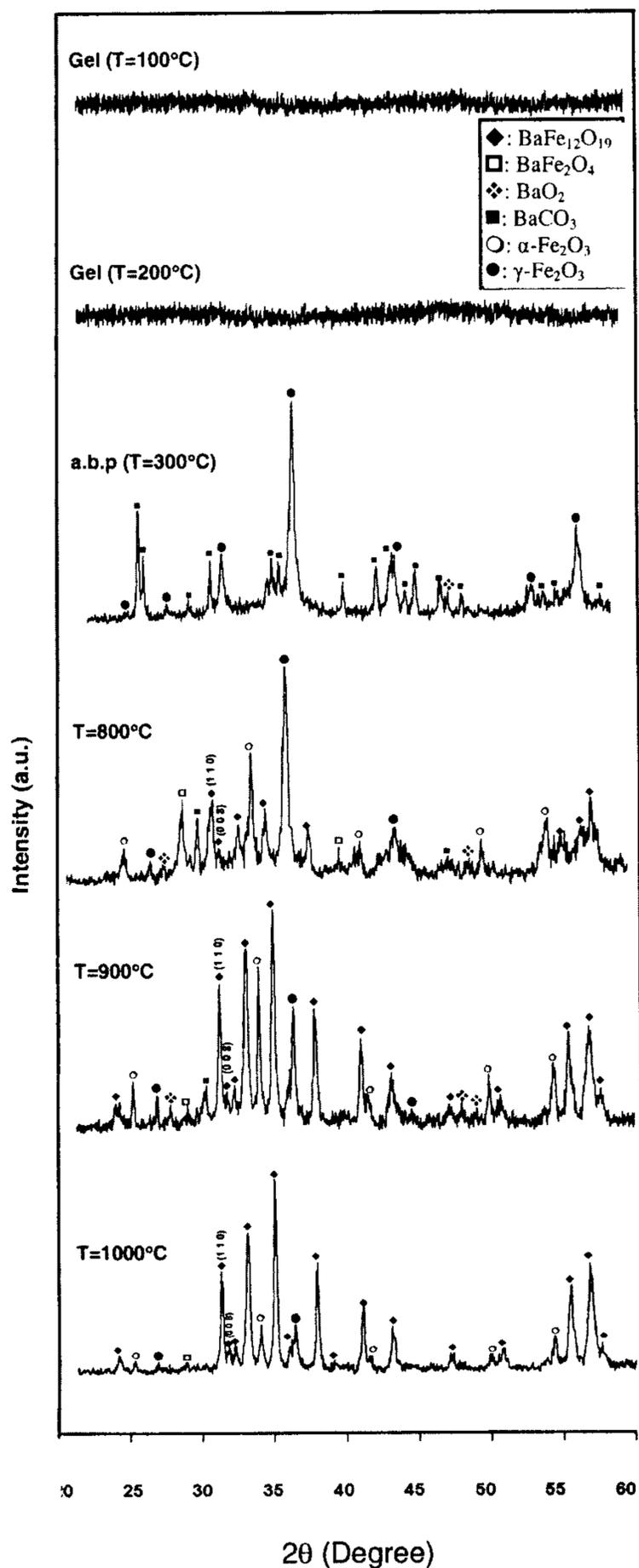


شکل ۲: نمودارهای آنالیز حرارتی DTA/TG مربوط به خاکستر حاصل از احتراق نمونه‌های N و A.

باریم‌نیترات و افزایش قابلیت حرکت ذرات سل در محلول حاوی سدیم‌هیدروکسید نسبت به محلول حاوی آمونیاک مربوط می‌شود، پهنای پیکهای XRD در دمای 300°C برای نمونه N بیشتر از نمونه A است که حاکی از ریزتر بودن ذرات خاکستر حاصل از احتراق در نمونه N نسبت به نمونه A است زیرا در نمونه N همانطور که در نمودارهای آنالیز حرارتی DTA/TG نیز دیده شد، پیک مربوط به احتراق ضعیف‌تر در نتیجه احتراق با شدت کمتری همراه است و گرمای کمتری نسبت به نمونه A تولید می‌کند، بنابراین رشد ذرات نیز کمتر است. اما همانطور که از الگوهای پراش اشعه ایکس مشخص است، در هر دو مورد پهن بودن پیکهای XRD مربوط به خاکستر حاصل از احتراق، حاکی از حضور ذرات بسیار ریز در حد نانومتر می‌باشد که به دو ویژگی واکنش احتراقی مربوط می‌شود. ویژگی اول اینکه واکنش‌گرها بطور یکنواخت در مقیاس اتمی درون ذل پخش شده‌اند. بنابراین هنگام احتراق، جوانه‌زنی بلورهای جدید از ماده آلی آمورف، تنها با مرتب شدن دوباره و نفوذ در فواصل کوتاه اتمهای مجاور انجام می‌شود و دیگر اینکه سرعت واکنش احتراقی در هر دو مورد به اندازه‌ای بالا می‌باشد که انرژی و زمان کافی برای نفوذ اتمی در فواصل طولانی

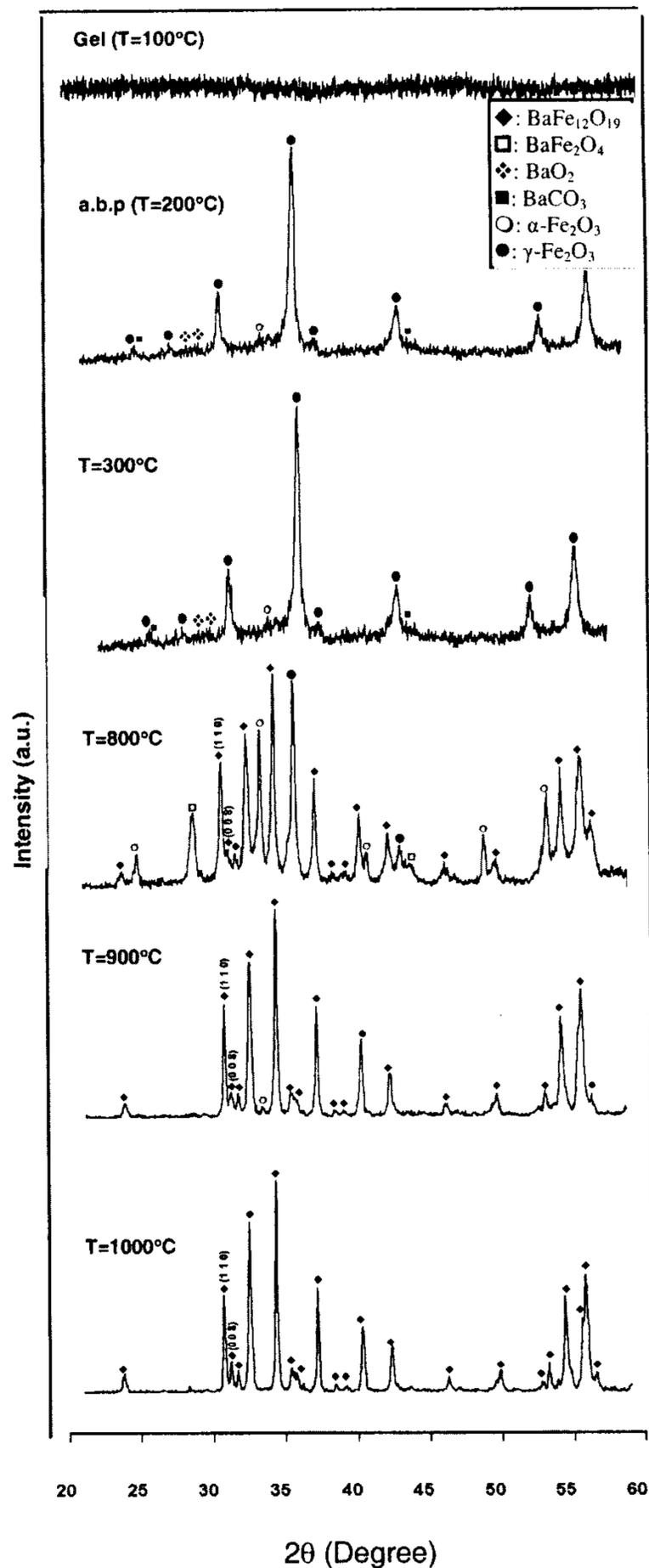
بالاتر بودن دمای تشکیل باریم‌مونوفریت و باریم‌هگزافریت در نمونه A نسبت به نمونه N می‌باشد. به منظور تأیید نتایج بدست‌آمده از منحنی‌های DAT/TG از آزمایشات تفرق اشعه ایکس (XRD) برای ذل، خاکستر حاصل از احتراق و پودرهای کلسینه شده در دماهای مختلف استفاده شد.

شکل‌های (۳) و (۴) الگوهای پراش پرتو ایکس ذل، خاکستر حاصل از احتراق و پودرهای کلسینه شده در دماهای 800°C ، 900°C و 1000°C ، بترتیب مربوط به نمونه‌های تهیه‌شده از آمونیاک و سدیم‌هیدروکسید را نشان می‌دهند. همانطور که انتظار می‌رفت الگوی پراش اشعه ایکس ذل در هر دو مورد، حاکی از حضور ماده آلی آمورف است. خاکستر حاصل از احتراق ذل در نمونه A در دمای بالاتری نسبت به نمونه N تشکیل می‌شود که حاکی از بالاتر بودن دمای احتراق در نمونه A نسبت به نمونه N می‌باشد که نتایج DTA/TG نیز این مطلب را تأیید می‌کنند. خاکستر حاصل از احتراق در هر دو نمونه شامل اکسید آهن ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) بعنوان فاز اصلی و مقدار جزئی باریم‌پراکسید (BaO_2) و باریم‌کربنات (BaCO_3) می‌باشد. بطور کلی شدت پیکهای مربوط به باریم‌کربنات در نمونه A بیشتر از نمونه N است که به حلالیت بیشتر



شکل ۴: الگوهای پراش اشعه ایکس ژل، خاکستر حاصل از احتراق و پودرهای کلسینه شده در دماهای مختلف به مدت ۱ ساعت، مربوط به نمونه A.

(Ba^{2+}) آزاد می‌شوند، از طرفی مگه‌مایت ($\gamma-Fe_2O_3$) به هماتیت ($\alpha-Fe_2O_3$) تبدیل می‌شود. هماتیت حاصل با Ba^{2+} واکنش داده و باریم‌مونوفریت ($BaFe_2O_4$) را

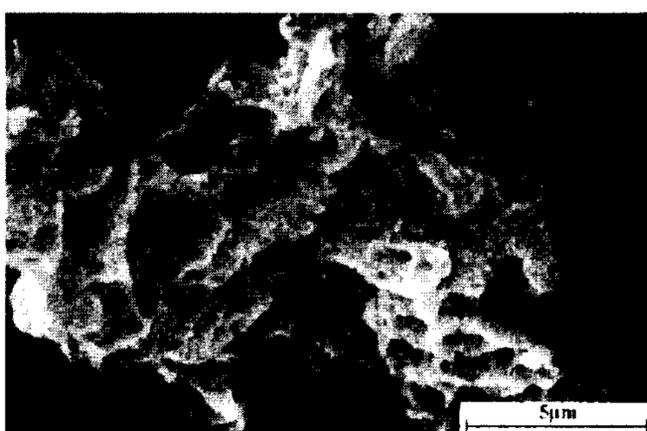


شکل ۳: الگوهای پراش اشعه ایکس ژل، خاکستر حاصل از احتراق و پودرهای کلسینه شده در دماهای مختلف به مدت ۱ ساعت، مربوط به نمونه N.

و رشد قابل ملاحظه بلوری فراهم نمی‌شود، بنابراین ذرات در همان مقیاس نانومتری باقی می‌مانند. با بالا رفتن دما تا $800^\circ C$ باندهای کرنی شکسته و یونهای باریم

جدول ۳: نتایج بدست آمده برای ضخامت (t)، قطر (D) و نسبت قطر به ضخامت (D/t) ذرات باریم‌هگزافریت در نمونه‌های N و A کلسینه شده در دماهای مختلف (اندازه ذرات در دماهای ۸۰۰ و ۹۰۰°C با استفاده از معادله شرر و در دماهای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C با توجه به تصاویر SEM بدست آمدند).

T(°C)	D (nm)		t (nm)		D/t	
	N2	A2	N2	A2	N2	A2
۸۰۰	۳۴	۳۱	۳۳	۲۸	۱	۱
۹۰۰	۵۱	۴۵	۵۱	۴۳	۱	۱
۱۰۰۰	۲۸۰	۲۵۰	۹۵	۸۵	۳	۳
۱۱۰۰	۳۰۰۰	۸۰۰	۴۳۰	۱۳۵	۷	۶



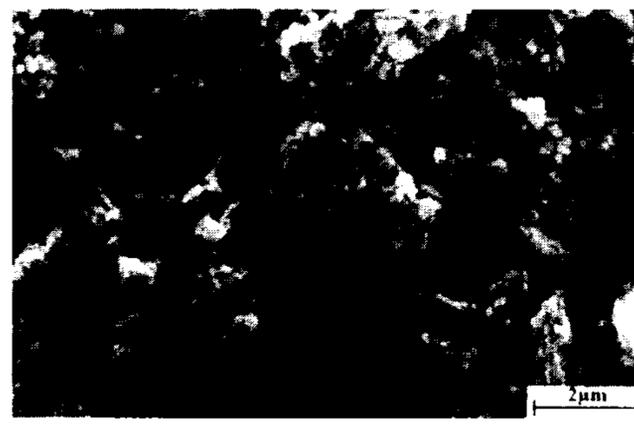
(الف)



(الف)



(ب)



(ب)



(ج)



(ج)

شکل ۶: تصاویر SEM مربوط به نمونه A، (الف): خاکستر حاصل از احتراق، (ب) و (ج): خاکستر حاصل از احتراق کلسینه شده بترتیب در دماهای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C.

شکل ۵: تصاویر SEM مربوط به نمونه N، (الف): خاکستر حاصل از احتراق، (ب) و (ج): خاکستر حاصل از احتراق کلسینه شده بترتیب در دماهای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C.

(D/t) ذرات باریم‌هگزافریت در نمونه‌های N و A کلسینه شده در دماهای مختلف در جدول (۳) جمع‌بندی شده است. همانطور که مشاهده می‌شود در هر دو نمونه N و A با افزایش دما، D/t افزایش می‌یابد که حاکی از تغییر شکل تدریجی ذرات از حالت کروی به حالت بشقابی هگزاگونال می‌باشد که تصاویر SEM نیز این مطلب را تایید می‌کنند. تفاوت اصلی در اندازه ذرات باریم‌هگزافریت می‌باشد. بطوریکه اندازه ذرات هگزافریت در نمونه A کوچکتر از نمونه N می‌باشد. دلیل اول را میتوان به وجود تخلخلهای میکروسکوپی بیشتر در خاکستر حاصل از احتراق نمونه A نسبت به نمونه N که بعنوان مانعی در مقابل رشد ذرات عمل می‌کنند، نسبت داد. و دلیل دوم می‌تواند بالاتر بودن دمای تشکیل هگزافریت در نمونه A نسبت به نمونه N باشد.

شکل (۷) منحنی‌های وام‌مغناطش نمونه‌های N و A کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰°C را نشان می‌دهد. نتایج حاصل از منحنی‌های وام‌مغناطش مربوط به نمونه‌های N و A کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰°C در جدول (۴) آمده‌است. بطور کلی نمونه‌های N نسبت به نمونه‌های A خواص مغناطیسی بالاتری دارند که این موضوع به حضور کمتر فازهای ناخالصی مانند فاز مغناطیسی نرم γ - Fe_2O_3 یا فاز مغناطیسی ضعیف α - Fe_2O_3 در نمونه‌های N نسبت به نمونه‌های A بعد از کلسینه کردن در دمای ۱۰۰۰°C مربوط می‌شود. این امر می‌تواند بدلیل پائین‌تر بودن دمای تشکیل باریم هگزافریت در نمونه‌های نوع N نسبت به نمونه‌های نوع A باشد.

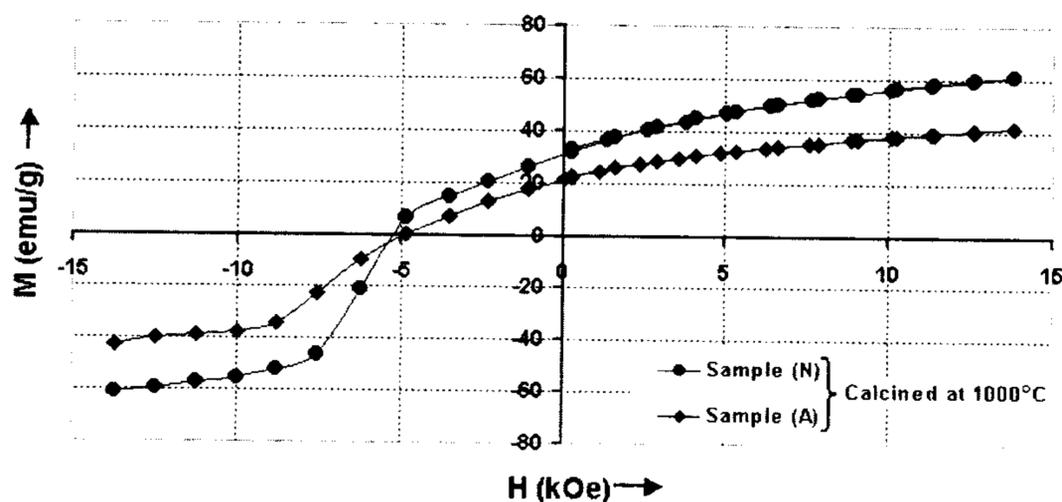
نتیجه‌گیری

پودرهای بسیار ریز باریم‌هگزافریت در حد ۵۰nm بروش سل-ژل احتراقی با استفاده از ژل نیترات-سیترات در دو حالت استفاده از آمونیاک و سدیم‌هیدروکسید تهیه شدند. نتایج نشان داد که ژل نیترات-سیترات در هر دو حالت طی یک فرآیند احتراقی خودپیشرونده به خاکستری نرم شامل کربنات‌ها و اکسیدهای فلزی تجزیه می‌گردد. کلسینه کردن خاکستر حاصل از احتراق به تشکیل یکسری فازهای میانی مانند α - Fe_2O_3 و γ - Fe_2O_3 ، BaO_2 و $BaFe_2O_4$ و فاز نهائی باریم

تشکیل می‌دهد.

$BaFe_2O_4$ حاصل مجدداً با α - Fe_2O_3 یا γ - Fe_2O_3 باقی‌مانده وارد واکنش شده و باریم‌هگزافریت را تشکیل می‌دهد. افزایش دما سبب تکمیل واکنشها و درنهایت تشکیل باریم‌هگزافریت تک‌فاز می‌گردد. بر خلاف نمونه A که در دمای ۹۰۰°C و حتی ۱۰۰۰°C حاوی مقادیر زیادی از فازهای ناخالصی مانند $BaFe_2O_4$ و α - Fe_2O_3 می‌باشد، نمونه N کلسینه شده در دمای ۹۰۰°C شامل باریم‌هگزافریت تک‌فاز همراه با مقدار بسیار جزئی α - Fe_2O_3 که در دمای ۱۰۰۰°C کاملاً حذف می‌شود، می‌باشد. پایین‌تر بودن دمای تشکیل باریم هگزافریت تک فاز در نمونه N نسبت به نمونه A می‌تواند بدلیل کاهش دمای واکنش احتراقی و تجزیه اسیدسیتریک در نمونه N که منجر به کاهش دمای تجزیه باریم‌کربنات و دمای تشکیل باریم‌مونوفریت می‌گردد، باشد. علاوه بر این در نمونه N حرارت دادن و احتراق ژل سبب تجزیه کامل آمونیاک و خروج آن از سیستم می‌شود درحالی‌که در مورد سدیم‌هیدروکسید اینگونه نیست و برای خروج یونهای Na^+ از نمونه A، خاکستر حاصل از احتراق باید چندین بار شسته شود. در اینحالت باز هم احتمال حضور درصد هر چند جزئی (غیر قابل تشخیص توسط XRD) از یونهای Na^+ وجود دارد که سبب تشکیل فازهای میانی ناخواسته مانند $NaFeO_2$ حین کلسینه کردن می‌گردد و در نهایت منجر به افزایش دمای تشکیل باریم‌هگزافریت می‌شود.

شکل‌های (۵) و (۶) تصاویر SEM خاکستر حاصل از احتراق و پودرهای کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C بترتیب مربوط به نمونه‌های N و A را نشان می‌دهند. برای نمونه‌های کلسینه شده زیر ۱۰۰۰°C بعلت ریز بودن بیش از حد ذرات $(\lambda < 0.1)$ تصویر SEM واضحی بدست نیامد. بنابراین بمنظور تعیین ضخامت (t) و قطر (D) تقریبی ذرات شش‌وجهی باریم‌هگزافریت کلسینه شده در دماهای ۸۰۰ و ۹۰۰°C بترتیب از انعکاسهای (۰۰۸) و (۱۱۰) در معادله شرر: $D = K\lambda / h_{1/2} \cos\theta$ استفاده شد که D اندازه متوسط کریستالی، K ثابت شرر، λ طول موج (Å) $(1/54.05)$ ، $h_{1/2}$ عرض پیک در نصف ارتفاع پیک بر حسب رادیان و θ محل پیک می‌باشد [۱۰]. نتایج بدست آمده برای ضخامت (t) قطر (D) و نسبت قطر به ضخامت



شکل ۷: منحنی‌های وامغناطش نمونه‌های N و A کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰°C.

جدول ۴: نتایج حاصل از منحنی‌های وامغناطش مربوط به نمونه‌های N و A کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰°C.

M_r emu/g(mT)		M_s emu/g(mT)		H_c kOe(kA/m)	
N	A	N	A	N	A
۳۱/۲(۲۰۷/۸)	۲۱/۳(۱۴۱/۹)	۶۱/۲(۴۰۷/۶)	۴۱/۶(۲۷۷/۱)	۵/۱(۴۰۵/۹)	۴/۹(۳۸۹/۹)

پژوهشی ۱۳۸۳/۳/۱۰۱۲، همچنین از گروه مهندسی متالورژی و مواد دانشکده فنی بخاطر در اختیار گذاشتن امکانات آزمایشگاهی تشکر و قدردانی می‌نمایند.

فهرست علائم

- N: نمونه تهیه شده با استفاده از آمونیاک بعنوان عامل تنظیم‌کننده pH
- A: نمونه تهیه شده با استفاده از سدیم‌هیدروکسید بعنوان عامل تنظیم‌کننده pH
- a.b.p: خاکستر حاصل از احتراق
- W.L: کاهش وزن
- R.T: دمای واکنش
- T: دمای کلسیناسیون
- D: قطر
- t: ضخامت
- M: مغناطش
- M_r : پسماند مغناطیسی
- M_s : مغناطش اشباع
- H: میدان خارجی اعمالی
- H_c : وادارندگی مغناطیسی
- a.u.: واحدهای اختیاری

هگزافریت می‌انجامد. دمای تشکیل باریم‌هگزافریت تک‌فاز در حالت استفاده از آمونیاک بعنوان عامل تنظیم‌کننده pH، بدلیل خروج کامل آمونیاک طی احتراق و خلوص بالای محصول، در حدود ۹۰۰°C می‌باشد، درحالی‌که برای حالت استفاده از سدیم‌هیدروکسید بدلیل حضور مقادیر هرچند جزئی از یونهای سدیم در خاکستر حاصل از احتراق، این دما تا حدود ۱۱۰۰°C افزایش می‌یابد. اندازه ذرات باریم‌هگزافریت تهیه شده در حالت استفاده از سدیم‌هیدروکسید بدلیل بالاتر بودن دمای تشکیل هگزافریت و حضور تخلخل‌های بیشتر در خاکستر حاصل از احتراق نسبت به حالت استفاده از آمونیاک ریزتر است. بطور کلی خواص مغناطیسی بدست آمده برای پودرهای تهیه شده با استفاده از آمونیاک بالاتر از خواص مغناطیسی بدست‌آمده برای پودرهای تهیه شده با استفاده از سدیم‌هیدروکسید در دمای کلسیناسیون یکسان می‌باشد که این امر به خلوص بالاتر و دمای پایین‌تر تشکیل هگزافریت در حالت استفاده از آمونیاک نسبت به سدیم‌هیدروکسید مربوط می‌شود.

تشکر و قدردانی

نویسندگان مقاله از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه تهران بخاطر تامین مالی پروژه طی قرارداد

مراجع

- 1 - Ataie, A. and Heshmati-manesh, S. (2001). "Synthesis of ultra-fine particles of strontium hexaferrite by a modified co-precipitation method." *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 21, PP. 1951-1955.
- 2 - Licci, F. and Besagni, T. (1984). "Organic resin method for high reactive and homogeneous hexaferrite powders." *IEEE Trans. on Magn.*, Vol. 20, No. 5, PP. 1639-1641.
- 3 - Liu, X., Zhong, W., Yang, S., Yu, Z. and Benxi, G. (2002). "Influence of La^{3+} substitution on the structure and magnetic properties of M-type strontium ferrite." *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 238, PP. 207-214.
- 4 - Pankov, V. (1997). "Modified aerosol synthesis for nanoscale hexaferrite particles preparation." *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 224, PP. 101-106.
- 5 - Chin, T. S., Hsu, S. L. and Deng, M. C. (1993). "Barium ferrite particulates prepared by a salt-melt method." *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 120, PP. 64-68.
- 6 - Pullar, R. C., Taylor, M. D. and Bhattacharya, A. K. (1997). "Novel aqueous sol-gel preparation and characterization of barium M-ferrite, $BaFe_{12}O_{19}$ fibres." *J. Mater. Sci.*, Vol. 32, PP. 342-352.
- 7 - Sakai, H., Hanawa, K. and Aoyagi, K. (1992). "Preparation and magnetic properties of barium ferrite fine particles by the coprecipitation salt-catalysis method." *IEEE Trans. on Magn.*, Vol. 28, No. 6, PP. 3355-3362.
- 8 - Castro, S. C., Gayoso, M., Rivas, Y. and Mira, Y. J. (1996). "Structural and magnetic properties of barium hexaferrite nanostructures particles prepared by the combustion method." *Magn. Magn. Mater.*, Vol. 152, PP. 61-69.
- 9 - Liu, X., Wang, J., Gan, L.M. and Ng, S.C. (1999). "Improving the magnetic properties of hydrothermally synthesised barium ferrite." *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 195, PP. 452-459.
- 10 - Liu, W. T. and Wu, J. M. (2001). "The effect of the vacuum extraction and the Fe/Ba ratio on the phase formation of barium ferrite thin film synthesized by sol - gel method.", *J. Mater. Chem. Phys.*, Vol. 69, PP. 148-153.

واژه‌های انگلیسی به ترتیب استفاده در متن

- 1 - Ferrimagnetic
- 2 - Magnetoplumbite
- 3 - Coercivity
- 4 - Curie
- 5 - Sputtering
- 6 - Barium Hexaferrite
- 7 - Barium Monoferrite
- 8 - Maghemite
- 9 - Scherre

