

## مطالعه نانو ساختار و خواص مغناطیسی نانوکامپوزیت های هگزا فیریت باریم /

### استرانسیوم تهیه شده به روش مایکروویو

فرناز مغازه<sup>۱</sup>، مینا باقرنژاد<sup>۲</sup>، داوود قنبری<sup>۳</sup>

۱ استادیار، گروه فیزیک و ریاضی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه آزاد واحد اراک، اراک، ایران

۲ دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه فیزیک و ریاضی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه آزاد واحد اراک، اراک، ایران

۳ استادیار، گروه علوم پایه، دانشگاه صنعتی اراک، اراک، ایران



نمونه های حاوی نانوذرات هگزا فیریت باریم و استرانسیوم با استفاده از دو نمک کلرید باریم و نیترات استرانسیوم به روش هم رسوبی در مایکروویو با استفاده از آب، اتیلن گلیکول و ترکیب این دو به عنوان حلال در حضور ۳ عامل فعال سطحی طبیعی و شیمیایی مختلف سنتز شدند. تحلیل های XRD و SEM به منظور ارزیابی خصوصیات ساختاری و ریخت شناسی نمونه ها انجام شد. قطر میانگین کمتر از ۱۰۰ نانومتر برای ذرات هگزا فیریت باریم و استرانسیوم نشان داد که در کلیه نمونه ها ساختار نانو شکل گرفته است. به کمک طیف FT-IR هر کدام از نمونه ها، خلوص نانوذرات در هر نمونه اثبات شد. همچنین نتایج SEM نشان دادند که با تغییر نوع حلال و عامل فعال سطحی، خصوصیات نانو ساختاری نمونه ها تغییر می کند و در نتیجه امکان کنترل نانو ساختار و اندازه دانه ها برای کاربردهای مختلف با تغییر شرایط اولیه آزمایش وجود دارد. در مرحله بعد با استفاده همزمان از کلرید باریم و نیترات استرانسیوم و به روش هم رسوبی و در مایکروویو نانوکامپوزیت های هگزا فیریت باریم و استرانسیوم با درصد های ترکیبی مختلف سنتز شدند. تحلیل XRD نشان داد که نانوکامپوزیت تهیه شده به طور خالص شامل نانوذرات هگزا فیریت باریم و استرانسیوم می باشد. برای بررسی خواص مغناطیسی نمونه های تهیه شده، تحلیل VSM انجام گرفت و منحنی های هیستریزس به دست آمده برای هگزا فیریت باریم و استرانسیوم و نانوکامپوزیت تهیه شده نشان دادند که تمامی نمونه ها دارای خاصیت فرومغناطیسی بوده اما نانوذرات هگزا فیریت استرانسیوم فرومغناطیس سخت، هگزا فیریت باریم فرومغناطیس نرم و نانوکامپوزیت هگزا فیریت باریم/ استرانسیوم حالت بینابینی آن ها می باشد.

نانوذرات هگزا فیریت باریم، نانوذرات هگزا فیریت استرانسیوم،  
خصوصیات نانو ساختاری، خواص مغناطیسی، نانوکامپوزیت

واژگان کلیدی

تاریخ دریافت:

۹۷/۰۹/۱۴

تاریخ پذیرش:

۹۷/۱۱/۰۷

## ۱) مقدمه

در سال های اخیر پیشرفت های صنعت الکترونیک به سمت استفاده از بسامدهای بالا سوق پیدا کرده است و همین مسئله منجر به افزایش تقاضا برای مواد با خواص مغناطیسی ایده آل به منظور استفاده در دستگاه های القایی برای کاربرد در بسامدهای بسیار بالا و در محدوده گیگاهرتز شده است [۱]. هگزا فیریت های نوع M شامل هگزا فیریت های باریم، استرانسیوم و سرب جزو شناخته شده ترین این مواد می باشند. ارزانی و در دسترس بودن این مواد باعث محبوبیت هر چه بیشتر آن ها در بین محققین صنعت الکترونیک شده است [۲]. هگزا فیریت های استرانسیوم و باریم به عنوان موادی شناخته شده اند که دارای مغناطش اشباع و وادارندگی زیاد، دمای کوری بالا، تولید انرژی مغناطیسی زیاد و پایداری حرارتی و شیمیایی عالی و مقاومت بالا در برابر خوردگی می باشند [۳-۷]. هر کدام از این خصوصیات به تنهایی می تواند این مواد را به گزینه های مناسبی برای بسیاری از کاربردها تبدیل کند. از مهم ترین این کاربردها می توان به کاربرد در وسایل جذب کننده امواج مایکروویو، وسایل مغناطی نوری، کاربردهای نظامی، استفاده در رادارها و موشک های ماوراء جو زمین و نیز استفاده به عنوان آهنرباهای ساده دائمی اشاره کرد [۸-۱۴].

اما شرط دستیابی به وادارندگی مغناطیسی بالا، هر چه ریزتر شدن دانه ها، توزیع یکنواخت دانه ها و یکنواختی شیمیایی نمونه می باشد [۱۵]. تهیه هگزا فیریت ها به صورت نانوذره امکان استفاده هر چه بهتر از آنها را در فناوری های نوین الکترونیک و بیوتکنولوژی فراهم می کند [۱۳].

امروزه برای تهیه نانوذرات هگزا فیریت های نوع M از روش های متعددی از جمله روش هم رسوبی شیمیایی [۱۷-۱۵]، روش هیدروترمال [۱۸، ۱۵، ۱۴]، اسپری پلاسمایی [۱۳، ۱۵]، سل - ژل [۲۰، ۱۹] و میکرومولسیون [۲۲، ۲۱] استفاده می شود.

در بین تمامی این روش ها، روش هم رسوبی به علت ساده و ارزان بودن و امکان کنترل شرایط اولیه آزمایش جهت دستیابی به نانوذراتی با نانوساختار ایده آل، از اهمیت خاصی برخوردار است [۲۳] و سنتز به روش هم رسوبی در داخل مایکروویو این امکان را فراهم می آورد تا در دمایی نه چندان بالا به یک ساختار یکنواخت و همگن ناشی از پخش حرارتی ذرات دست یابیم [۱۵].

در این تحقیق ابتدا هگزا فیریت های استرانسیوم و باریم به روش هم رسوبی و در مایکروویو با استفاده از دو نمک کلرید باریم و نیترات استرانسیوم تهیه شدند. اثر حضور و نوع عامل فعال سطحی و نیز نوع حلال روی نانوساختار نمونه ها بررسی شد و سپس با استفاده از همزمان از دو نمک مذکور، نانوکامپوزیت های هگزا فیریت باریم / استرانسیوم با درصدهای ترکیبی مختلف به همین روش سنتز شدند و خواص مغناطیسی نمونه ها با استفاده از تحلیل VSM مورد بررسی و مقایسه با یکدیگر قرار گرفت.

## ۲) روش انجام آزمایش

### ۲(۱) مواد و دستگاه های مورد استفاده

در این پژوهش از  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ،  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ،  $\text{BaCl}_2$ ،  $\text{NaOH}$ ،  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ،  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ ،  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$  و  $\text{NaCl}_2\text{H}_{25}\text{SO}_4$  ساخت کمپانی Merck و آب مقطر ساخت شرکت تهران اسید کیمیا استفاده شد.

نانوساختارها با روش ساده مایکروویو با استفاده از دستگاه مایکروویو خانگی Panasonic با توان ۶۰۰ W تهیه شدند و اثر مدت زمان گرمادهی به عنوان یک متغیر اولیه روی ساختار و خصوصیات نمونه ها بررسی شد. حلال مورد استفاده آب، اتیلن گلیکول و ترکیب این دو بود که اثر تغییر حلال و تغییر درصد حجمی آب و اتیلن گلیکول در حلال ترکیبی روی نانوساختار نانوذرات تهیه شده مورد بررسی قرار گرفت.

همچنین سنتزها در حضور ۳ عامل فعال کننده سطحی ژلاتین، لاکتوز و سدیم دودسیل سولفات (SDS) تکرار شد تا اثر حضور و نوع سورفکتانت نیز روی نانوساختار ذرات مورد مطالعه قرار گیرد. هدف اصلی انتخاب دو ماده خوراکی لاکتوز و ژلاتین به عنوان ماده فعال سطحی ارزانی، در دسترس بودن و سازگاری آن ها با محیط زیست در مقایسه با SDS است که یک ماده شیمیایی و سمی با قیمت بالاتر می باشد. اگر نانوساختار و نتایج قابل قبول برای نمونه های سنتز شده در حضور این دو ماده طبیعی حاصل شود، مسلماً استفاده از آن ها به عنوان ماده فعال سطحی به استفاده از SDS صنعتی، گران قیمت و تبلیغ شده برتری خواهد داشت.

برای تشخیص خصوصیات ساختاری و نوع نانوذرات، از دستگاه XRD با تابش  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1/5418 \text{ \AA}$ ) در محدوده زوایای  $2\theta = 10 - 80^\circ$  استفاده شد. تصاویر SEM نیز با دستگاه LEO مدل VP 1655 گرفته شد.

خواص مغناطیسی نانوساختارها در دمای اتاق با استفاده از دستگاه VSM ساخت شرکت «مغناطیس کویر کاشان» در یک میدان مغناطیسی در محدوده  $\pm 10000 \text{ Oe}$  مورد بررسی قرار گرفت.

بالاخره با استفاده از دستگاه طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه، طیف درصد عبور بر حسب عدد موج نمونه های حاوی نانوذرات هگزا فیریت های باریم و استرانسیوم و نیز نانوکامپوزیت حاصل از ترکیب این دو به دست آمد تا پیوندهای تشکیل شده در هر نمونه و مقدار خلوص نمونه ها با دقت بالا تعیین شود.

### ۲(۲) سنتز نانوذرات هگزا فیریت باریم تحت شرایط اولیه مختلف

۰/۱ گرم  $\text{BaCl}_2$  با ۲/۳ گرم  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (نسبت مولی ۱:۱۲) و ۱۰۰ cc آب به عنوان حلال مخلوط شد و با همزن مغناطیسی هم زده شد تا محلول شفافی به دست آمد. در انتها حدود ۳۰ cc محلول NaOH یک مولار اضافه شد تا محلول با  $\text{pH} = 10$  حاصل شود. پس از

در مرحله اول برای ساخت نانوکامپوزیت با ترکیب (۱-۱)، ۰/۰۵ گرم از هر کدام از نمک‌های کلرید باریم و نیترات استرانسیوم (در مجموع ۰/۱ گرم نمک فلزی) را به همراه ۲/۳ گرم  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  در آب به میزان ۱۰۰ cc حل کرده و توسط همزن مغناطیسی مخلوط کردیم. حدود ۳۰ cc  $\text{NaOH}$  یک مولار به محلول اضافه شده همانند سنتزهای قبل نمونه به مدت ۱۵۰ ثانیه در مایکروویو قرار داده شد و ادامه مراحل سنتز روی آن انجام شد.

در مرحله بعد ترکیب (۱-۳) با ۰/۱۵ گرم کلرید باریم، ۰/۰۵ گرم نیترات استرانسیوم (در مجموع ۰/۲ گرم نمک فلزی) به همراه ۴/۶ گرم نیترات آهن در ۱۰۰ cc آب برای ساخت نانوکامپوزیت به کار رفت و مراحل بعد عیناً تکرار شد و در نهایت از ترکیب (۱-۳) با ۰/۰۵ گرم کلرید باریم، ۰/۱۵ گرم نیترات استرانسیوم به همراه ۴/۶ گرم نیترات آهن در ۱۰۰ cc آب برای ساخت نانوکامپوزیت استفاده شد. گفتنی است در این دو حالت اخیر برای این که  $\text{pH}=10$  حاصل شود، از حدود ۹۰ cc محلول  $\text{NaOH}$  با غلظت ذکر شده استفاده شد. شکل (۱) به طور گرافیکی نحوه ایجاد نمونه‌های حاوی نانوکامپوزیت هگزافریت باریم/ استرانسیوم را نشان می‌دهد.

### ۳) نتایج به دست آمده و تحلیل آن‌ها

#### ۳(۱) بررسی نتایج تحلیل پراش اشعه ایکس (XRD)

شکل (۲) منحنی XRD نمونه حاوی نانوذرات هگزافریت باریم سنتز شده به روش هم‌رسوبی در مایکروویو را نشان می‌دهد. الگوی پراش نشان‌دهنده ساختار هگزگونال با گروه فضایی P63/mmc است که دارای ثابت‌های شبکه  $a=b=5/876$  و  $c=23/17$  آنگستروم می‌باشد. قله‌های زیادی روی منحنی مربوط به هگزافریت باریم وجود دارند که نشان می‌دهد نمونه حاوی هگزافریت باریم تقریباً خالص می‌باشد. شکل (۳) الگوی پراش اشعه x نمونه حاوی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم را نشان می‌دهد که همانند حالت قبل، نشان‌دهنده ساختار هگزگونال و گروه فضایی P63/mmc ولی با ثابت‌های شبکه  $a=b=5/88$  و  $c=23/07$  آنگستروم می‌باشد. مشاهده می‌شود که تمام قله‌های به دست آمده روی منحنی، مربوط به هگزافریت استرانسیوم بوده و در نتیجه نمونه خالصی از این نانوذرات به دست آمده است.

تشکیل رسوب، نمونه به مدت ۱۵۰ ثانیه (پالس ۱۵ ثانیه‌ای + ۶۰ ثانیه استراحت) تحت تابش مایکروویو قرار گرفت. پس از تشکیل رسوب و شستشوی آن، نمونه سانتریفیوژ شد و سپس در کوره با درجه حرارت خشک گردید. سپس جهت کلسینه کردن به مدت ۲ ساعت در کوره در دمای قرار داده شد. این نمونه به عنوان نمونه شاهد، انتخاب شد. این سنتز با مدت زمان گرمادهی ۳۰۰ ثانیه در داخل مایکروویو تکرار شد.

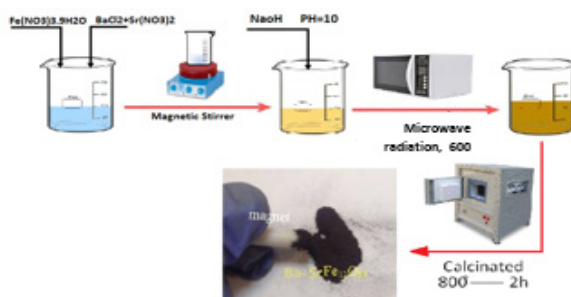
بار دیگر با تغییر حجم حلال، همین سنتز با نصف حجم حلال (آب به میزان ۵۰ cc) انجام شد. در مرحله بعدی به منظور بررسی اثر تغییر حلال و غلظت آن بر ساختار نمونه‌ها، سنتز نمونه شاهد را در سه نوبت با (۹۰ cc آب + ۱۰ اتیلن گلیکول)، (۵۰ cc آب + ۵۰ اتیلن گلیکول) و (۱۰۰ اتیلن گلیکول خالص به عنوان حلال تکرار کردیم. در نهایت سنتز را مانند سنتز نمونه شاهد اما در حضور ۰/۱ گرم از عوامل فعال سطحی SDS، لاکتوز و ژلاتین انجام دادیم.

#### ۳(۲) سنتز نانوذرات هگزافریت استرانسیوم تحت شرایط اولیه مختلف

۰/۱ گرم  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  و ۲/۲۹ گرم  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (نسبت مولی ۱:۱۲) به ۱۰۰ cc آب به عنوان حلال اضافه شد و با همزن مغناطیسی هم زده شد تا محلول شفاف به دست آمد. با اضافه کردن ۳۰ cc محلول  $\text{NaOH}$  یک مولار،  $\text{pH}$  به پایه ۱۰ رسانده شد. پس از تشکیل رسوب به مدت ۱۵۰ ثانیه در مایکروویو قرار گرفت و در ادامه کلیه مراحل ذکر شده در بخش (۲-۲) روی آن انجام گرفت تا نمونه شاهد حاوی ذرات هگزافریت استرانسیوم حاصل شود. در ادامه شرایط اولیه سنتز همانند آنچه در بخش (۲-۲) انجام گرفت، تغییر نمود تا اثر این تغییرات روی ساختار نمونه‌های حاوی ذرات هگزافریت استرانسیوم نیز مورد مطالعه قرار گیرد.

#### ۴(۲) ساخت نانوکامپوزیت‌های هگزافریت باریم/ استرانسیوم با درصدهای ترکیب مختلف

ساخت نانوکامپوزیت هگزافریت باریم/ استرانسیوم در سه حالت با درصدهای ترکیبی (۱-۱)، (۱-۳) و (۳-۱) انجام شد.



شکل ۱: طرح واره‌ای از نحوه ایجاد نمونه‌های حاوی نانوذرات هگزافریت‌های باریم و استرانسیوم و نانوکامپوزیت هگزافریت باریم/ استرانسیوم

### ۲(۳) نتایج به دست آمده از تحلیل SEM نمونه‌ها ۱(۲) بررسی اثر نوع حلال روی ساختار نانوذرات هگزاریت باریم و استرانسیوم از روی نتایج تحلیل SEM

شکل‌های (۵)، (۶) و (۷) نتایج حاصل از آنالیز SEM نمونه‌های حاوی نانوذرات هگزاریت استرانسیوم را به ترتیب با حلال آب خالص، (۱۰٪ اتیلن گلیکول + ۹۰٪ آب) و (۵۰٪ اتیلن گلیکول + ۵۰٪ آب) با بزرگ‌نمایی‌های مختلف نشان می‌دهد. ساختار شش گوشه ذرات در شکل‌ها کاملاً مشخص می‌باشد. به منظور سهولت مقایسه، شکل (۸) نتیجه به دست آمده برای هر سه حالت را به طور یکجا آورده است. همچنان که در شکل (۸-ج) دیده می‌شود، افزایش حجم اتیلن گلیکول باعث شده است که نمونه‌ای یکدست و یکنواخت حاوی نانوذراتی تقریباً هم اندازه شکل گیرد. جذب مؤثرتر انرژی توسط اتیلن گلیکول نسبت به آب باعث بیشتر شدن پخش سطحی شده و دانه‌ها جایگاه‌های مناسب را پیدا نموده و در نتیجه سطح یکنواخت‌تری حاصل شده است. با این وجود، ارزانی و فراوانی و بی ضرر بودن آب برای محیط زیست باعث می‌شود که معمولاً از آب به عنوان یک حلال دوستدار طبیعت استفاده شود. همین‌طور نتایج حاصل از تحلیل SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزاریت باریم با حلال آب به همراه ۱۰٪ اتیلن گلیکول در شکل (۹) مشاهده می‌شود.

در جدول (۲) قطر میانگین به دست آمده از روی نتایج SEM برای همه نمونه‌های مذکور، آورده شده است. برای نمایش بهتر

و بالاخره در شکل (۴) نتیجه حاصل از تحلیل XRD نانوکامپوزیت هگزاریت باریم - استرانسیوم دیده می‌شود که به نسبت ۱-۱ سنتز شده است. همچنان که دیده می‌شود ساختار هگزاگونال با گروه فضایی R-3c به دست آمده است و ثابت‌های شبکه  $a=b=5/0285$  و  $c=13/736$  آنگستروم می‌باشند. تمام قله‌های روی منحنی مربوط به یکی از هگزاریت‌های باریم یا استرانسیوم بوده که این مطلب بیانگر آن است که نانوکامپوزیت مذکور به خوبی متبلور شده است.

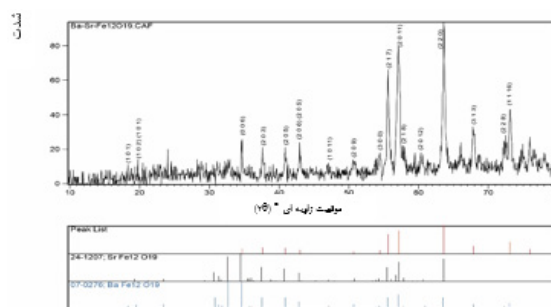
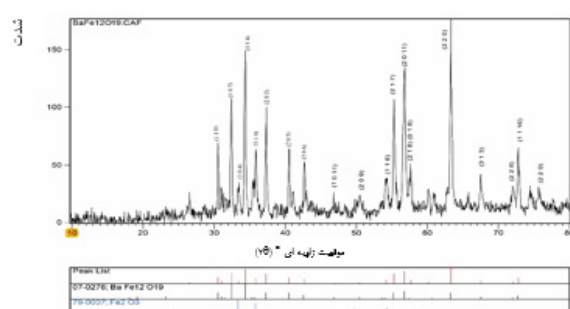
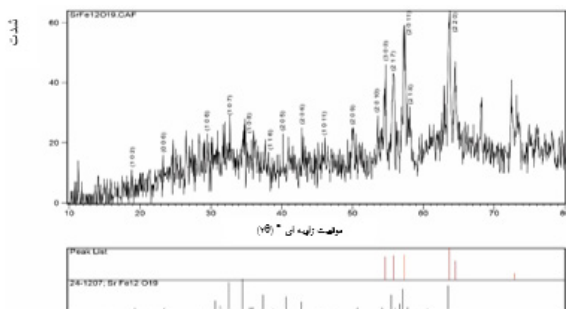
رابطه «شرر» می‌تواند اندازه بلورک‌های موجود در نمونه را نشان دهد:

$$D_c = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

که در آن  $\beta$  پهنای هر پیک در نصف شدت ماکزیمم (FWHM) بوده و  $k$  عاملی است که معمولاً حدود ۰/۹۴ فرض می‌شود.  $\lambda$  نیز طول موج اشعه ایکس چشمه می‌باشد که در این‌جا برابر nm ۰/۱۵۴ است.

جدول (۱) نتایج به دست آمده برای میانگین اندازه بلورک‌ها را برای نانوذرات هگزاریت باریم، هگزاریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت هگزاریت باریم / استرانسیوم نشان می‌دهد.

در حالت کلی نانو ذرات وقتی به اندازه نهایی خود می‌رسند که فرایندهای هسته‌بندی و رشد دانه‌ها به یک تعادل نسبی برسند. با تغییر متغیرهای اولیه سنتز، می‌توان تغییراتی را در اندازه ذرات و خواص مغناطیسی نمونه‌ها مشاهده کرد و در نتیجه با تغییر شرایط اولیه سنتز، این اندازه‌ها و خواص را متناسب با کاربرد مورد نظر کنترل نمود.



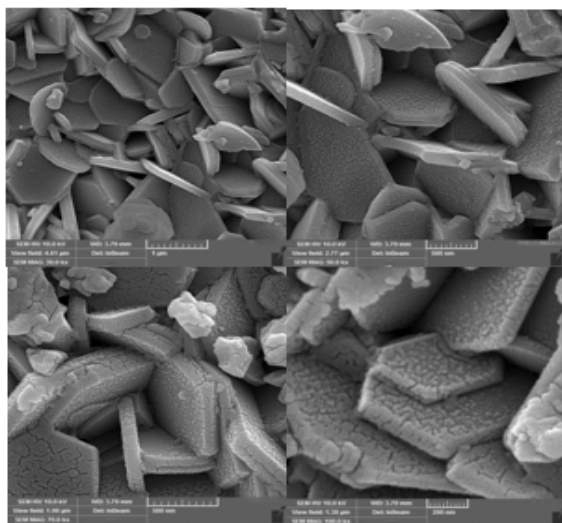
در حضور SDS، ژلاتین و لاکتوز به عنوان عامل فعال سطحی در مایکروویو سنتز شده‌اند، نشان می‌دهند. برای سهولت مقایسه تصاویر با بزرگنمایی‌های یکسان برای هر سه عامل فعال سطحی در شکل (۱۴) آورده شده است. همچنان که دیده می‌شود، با وجودی که ساختار هگزاگونال ذرات در تمامی تصاویر قابل مشاهده است، اما عامل‌های فعال سطحی کربوهیدراتی خوراکی نسبت به SDS شیمیایی و سمی، اثر بهتری روی ریخت شناسی شش گوسی فریت‌های سنتز شده دارند به طوری که یکنواخت‌ترین ساختار متشکل از دانه‌های تقریباً هم اندازه و کوچک در حضور لاکتوز دیده می‌شود.

برای نمونه‌های نانوذرات هگزا فریت باریم، تحلیل SEM روی نمونه‌های سنتز شده در مایکروویو در حضور ۲ عامل SDS و لاکتوز انجام شد که نتایج آن در شکل‌های (۱۵) و (۱۶) آورده شده است که در این حالت، ساختار نمونه در حضور SDS منظم‌تر و دارای ذرات کوچک‌تر می‌باشد.

برای مقایسه اثر حضور و نوع عوامل فعال سطحی روی ساختار نمونه‌های نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم و باریم با یکدیگر، تصاویر SEM این نمونه‌ها در حضور SDS و لاکتوز با یک بزرگنمایی معین، به ترتیب در شکل‌های (۱۷) و (۱۸) آورده شده است.

**جدول ۱:** نتایج به دست آمده برای میانگین اندازه بلورکها برای نانوذرات هگزا فریت باریم، هگزا فریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت هگزا فریت باریم/ استرانسیوم

میانگین اندازه بلورکها (nm)	نمونه
۴۴	$BaFe_{12}O_{19}$
۲۶/۵	$SrFe_{12}O_{19}$
۳۱/۲	$Ba-SrFe_{12}O_{19}$

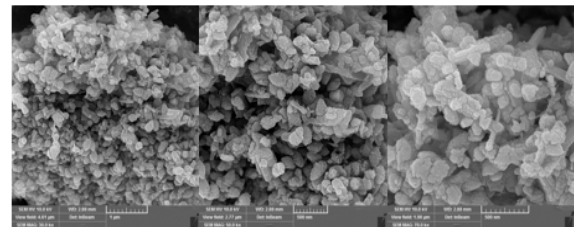


**شکل ۷:** تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم با حلال (۵۰٪ اتیلن گلیکول + ۵۰٪ آب)

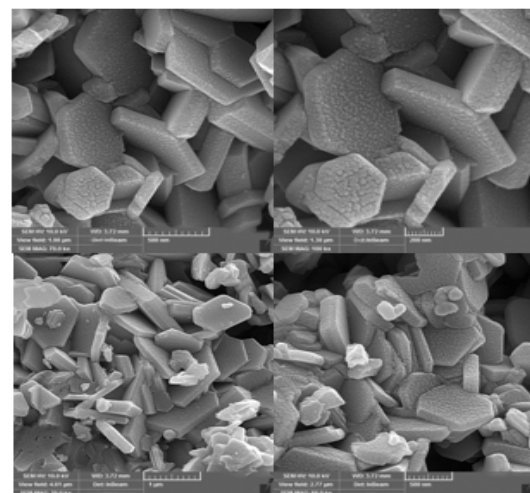
نتایج، نمودار ستونی قطر میانگین ذرات برای این نمونه‌ها نیز در شکل (۱۰) آورده شده است. همچنان که دیده می‌شود در نمونه‌های هگزا فریت استرانسیوم با اضافه شدن درصد اتیلن گلیکول به عنوان حلال، اندازه میانگین دانه‌ها کاهش می‌یابد. اما با مقایسه نمونه‌های هگزا فریت باریم و استرانسیوم با حلال (۱۰٪ اتیلن گلیکول + ۹۰٪ آب) مشاهده می‌شود که ذرات موجود در نمونه حاوی نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم بسیار کوچکتر از ذرات نمونه حاوی نانوذرات هگزا فریت باریم هستند. علت آن است که روابط حلال پوشی و برهمکنش نمک‌های کلرید باریم (II) و نیترات استرانسیوم (II) به دلیل اختلاف اندازه شعاع یونی در حلال با یکدیگر متفاوت می‌باشند و از سوی دیگر نیترات آهن با نمک نیترات استرانسیوم به خوبی واکنش داده و انرژی اولیه برای شروع واکنش در این حالت نسبت به نمک کلرید باریم کمتر است. در نتیجه برای این نمونه‌ها هسته‌زایی به رشد پیشی گرفته و نانوذراتی با کیفیت بهتر و اندازه کوچک‌تر حاصل شده است.

### ۲(۲)۳ بررسی اثر نوع عامل فعال سطحی روی ساختار نانوذرات هگزا فریت باریم و استرانسیوم از روی نتایج تحلیل SEM

شکل‌های (۱۱)، (۱۲) و (۱۳) تصاویر SEM به دست آمده از تحلیل نمونه‌های نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم را که به ترتیب



**شکل ۵:** تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم با حلال آب خالص



**شکل ۶:** تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم با حلال (۱۰٪ اتیلن گلیکول + ۹۰٪ آب)

استرانسیوم به همراه لاکتوز نسبت به نانوذرات سنتز شده با نمک کلرید باریم کیفیت بهتری دارند در حالی که برای سنتز به همراه SDS، نتیجه بهتر با نمک کلرید باریم به دست آمده است. اختلاف اندازه شعاع یونی دو نمک کلرید باریم (II) و نیترات استرانسیوم (II) در حلال و مهمتر از آن، آنیون متفاوت کلرید با نیترات باعث این تفاوت نانوساختاری شده است.

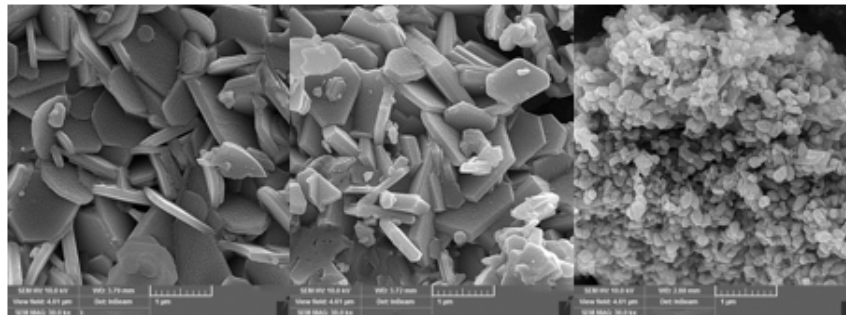
در جدول (۳) نتایج به دست آمده از تحلیل SEM برای میانگین قطر

از شکل (۱۷) مشخص است که در حضور SDS، نمونه‌های نانوذرات هگزاریت باریم دارای ساختار منظم‌تر و دانه‌های کوچکتری می‌باشد در حالی که در حضور لاکتوز، شکل (۱۸) نشان می‌دهد که نتایج بهتری برای نانوذرات هگزاریت استرانسیوم به دست آمده و دانه‌ها در این نمونه به مراتب از دانه‌های موجود در نمونه هگزاریت باریم کوچکتر و منظم‌تر هستند.

پس می‌توان نتیجه گرفت نانوذرات سنتز شده با نمک نیترات

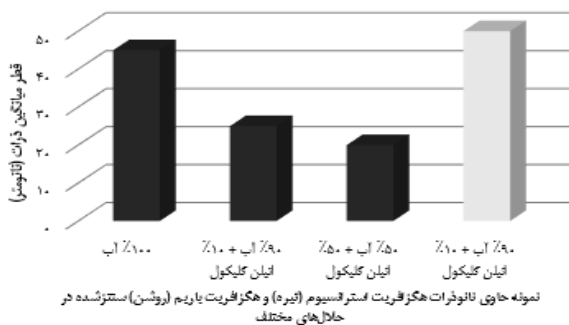
جدول ۲: قطر میانگین به دست آمده برای ذرات نمونه‌های حاوی هگزاریت باریم و استرانسیوم با حلال‌های مختلف

ردیف	تمپه	حلال	سورفکتانت	قطر میانگین ذرات (نانومتر)
۱	هگزاریت استرانسیوم	۱۰٪ آب	-	۴۵
۲	هگزاریت استرانسیوم	۹۰٪ آب + ۱۰٪ اتیلن گلیکول	-	۲۵
۳	هگزاریت استرانسیوم	۵۰٪ آب + ۵۰٪ اتیلن گلیکول	-	۲۰
۴	هگزاریت باریم	۹۰٪ آب + ۱۰٪ اتیلن گلیکول	-	۵۰

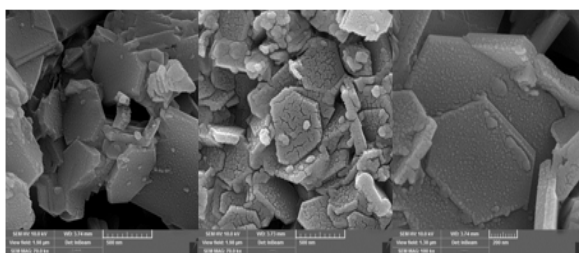


(الف) (ب) (ج)

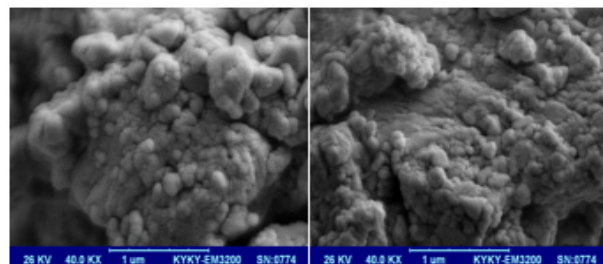
شکل ۸: تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزاریت استرانسیوم با حلال: (الف) آب خالص (ب) ۱۰٪ اتیلن گلیکول + ۹۰٪ آب (ج) ۵۰٪ اتیلن گلیکول + ۵۰٪ آب



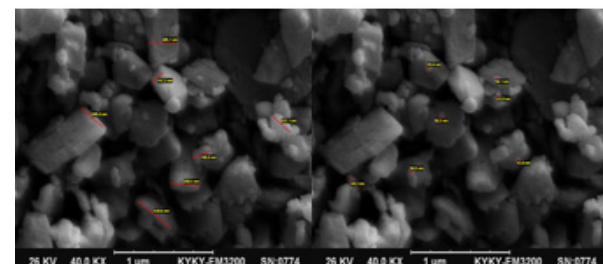
شکل ۱۰: مقایسه قطر میانگین ذرات بر حسب نانومتر در نمونه‌های حاوی نانوذرات هگزاریت استرانسیوم و هگزاریت باریم سنتز شده در حلال‌های مختلف



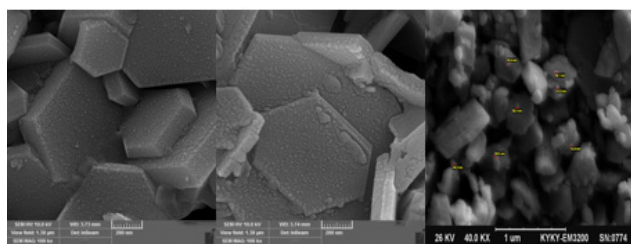
شکل ۱۲: تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزاریت استرانسیوم با حلال آب در حضور ژلاتین به عنوان عامل فعال سطحی



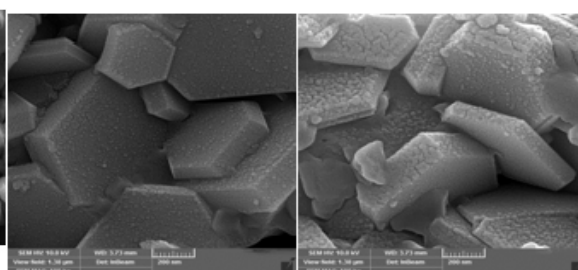
شکل ۹: تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزاریت باریم با حلال: (۱۰٪ اتیلن گلیکول + ۹۰٪ آب)



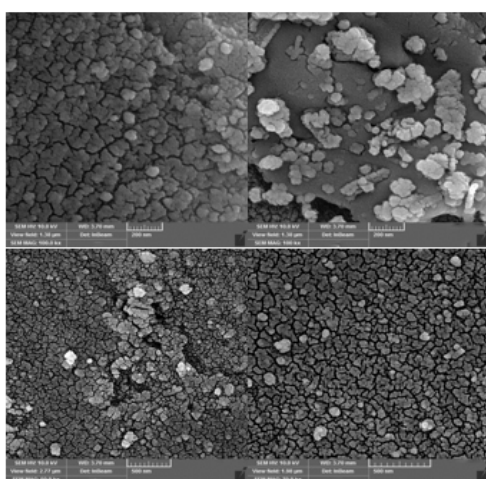
شکل ۱۱: تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزاریت استرانسیوم با حلال آب در حضور SDS به عنوان عامل فعال سطحی



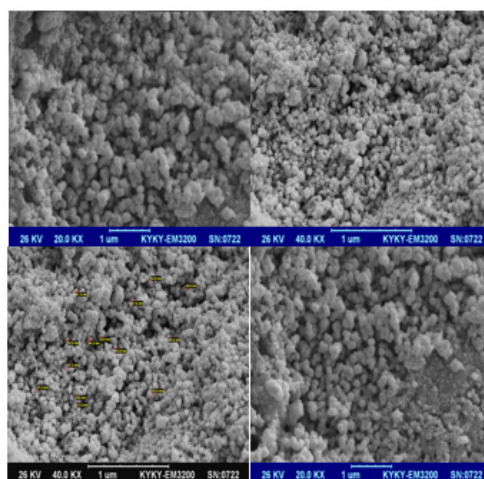
شکل ۱۴: تصاویر SEM نمونه حاوی هگزافریت استرانسیوم با حلال آب در حضور عامل‌های فعال سطحی: الف) SDS ب) ژلاتین ج) لاکتوز



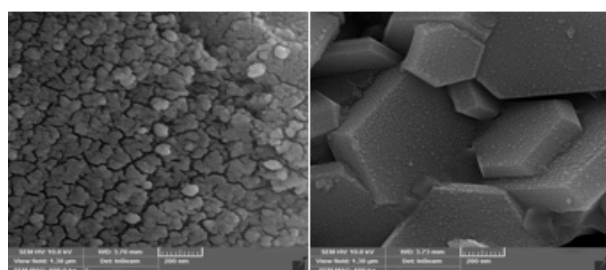
شکل ۱۳: تصاویر SEM نمونه حاوی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم با حلال آب در حضور لاکتوز به عنوان عامل فعال سطحی



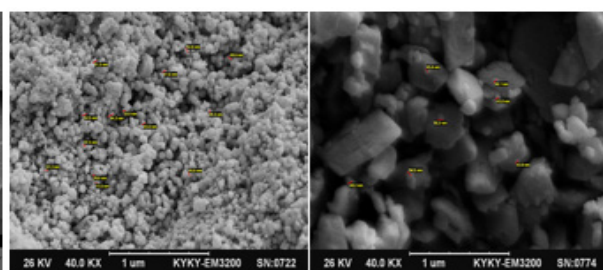
شکل ۱۶: نتایج حاصل از تحلیل SEM نمونه نانوذرات هگزافریت باریم در حضور لاکتوز به عنوان عامل فعال سطحی



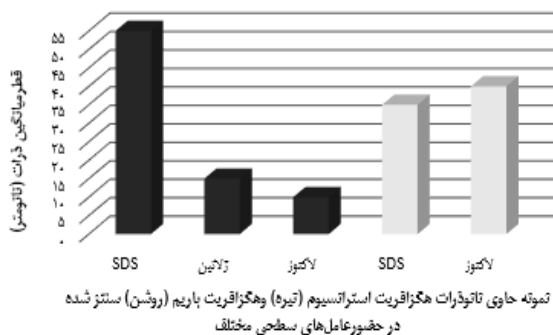
شکل ۱۵: نتایج حاصل از تحلیل SEM نمونه نانوذرات هگزافریت باریم در حضور SDS به عنوان عامل فعال سطحی



شکل ۱۸: نتایج حاصل از تحلیل SEM الف) نانوذرات هگزافریت استرانسیوم ب) نانوذرات هگزافریت باریم در حضور لاکتوز



شکل ۱۷: نتایج حاصل از تحلیل SEM الف) نانوذرات هگزافریت استرانسیوم ب) نانوذرات هگزافریت باریم در حضور SDS



شکل ۱۹: مقایسه قطر میانگین ذرات برحسب نانومتر در نمونه‌های حاوی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم و هگزافریت باریم سنتز شده در حضور عامل‌های فعال سطحی مختلف

جدول ۳: قطر میانگین به دست آمده برای ذرات نمونه‌های حاوی هگزافریت باریم و استرانسیوم با حلال آب در حضور عامل‌های فعال سطحی مختلف

ردیف	نمونه	حلال	عامل فعال سطحی	قطر میانگین ذرات (نانومتر)
۱	هگزافریت استرانسیوم	آب	SDS	۵۵
۲	هگزافریت استرانسیوم	آب	ژلاتین	۱۵
۳	هگزافریت استرانسیوم	آب	لاکتوز	۱۰
۴	هگزافریت باریم	آب	SDS	۲۵
۵	هگزافریت باریم	آب	لاکتوز	۴۰

همان طور که دیده می شود کلیه متغیرهای مغناطیسی نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم بزرگتر از متغیرهای نانوذرات هگزارفیت باریم بوده و نسبت مغناطش پسماند به اشباع نیز در هگزارفیت استرانسیوم بزرگتر است که نشان دهنده مساحت زیاد حلقه هیستریزس نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم می باشد.

از روی منحنی های هیستریزس به دست آمده برای هر دو هگزارفیت و مقادیر متغیرهای مغناطیسی آنها می توان نتیجه گرفت که هر دو نمونه، خاصیت فرومغناطیسی دارند، اما بزرگتر بودن مغناطش پسماند برای نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم نشان می دهد که این ماده برای وا مغناطیده شدن نیاز به میدان بزرگتری دارد و در نتیجه یک فرومغناطیس سخت است در حالی که نانوذرات هگزارفیت باریم از نوع فرومغناطیس نرم می باشند.

اما منحنی هیستریزس به دست آمده از تحلیل VSM برای نانوکامپوزیت هگزارفیت باریم/ استرانسیوم در شکل (۲۲) دیده می شود. شکستگی ایجاد شده روی منحنی، دو فازی بودن این هگزارفیت را نشان می دهد. در این نانوکامپوزیت، مغناطیس اشباع

$(\text{emu/g})$  ۱۴، وادارندگی  $2500 \text{ Oe}$  و مغناطش پسماند  $(\text{emu/g})$  ۸ می باشد و در نتیجه عدد  $0.57$  برای نسبت مغناطش پسماند به مغناطش اشباع به دست آمده است. وادارندگی به دست آمده،

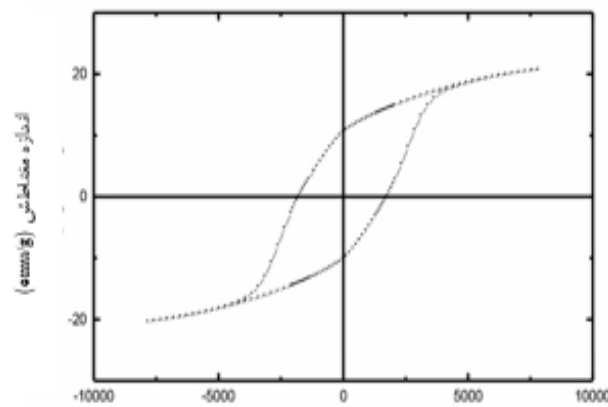
ذرات در کلیه نمونه های مذکور آورده شده است. شکل (۱۹) نیز نمودار ستونی قطر میانگین بدست آمده برای نانوذرات نمونه های حاوی هگزارفیت باریم و استرانسیوم با حلال آب در حضور عامل های فعال سطحی مختلف را نشان می دهد.

لازم به ذکر است که نانوکامپوزیت های هگزارفیت باریم/ استرانسیوم سنتز شده در حضور عوامل فعال سطحی ذکر شده دارای یک ساختار کلوخه ای و غیر تک پخش بودند و در نتیجه این عوامل پوشاننده سطحی اثر مثبتی روی نانوساختار شش گوشه نانوکامپوزیت های ایجاد شده نداشتند.

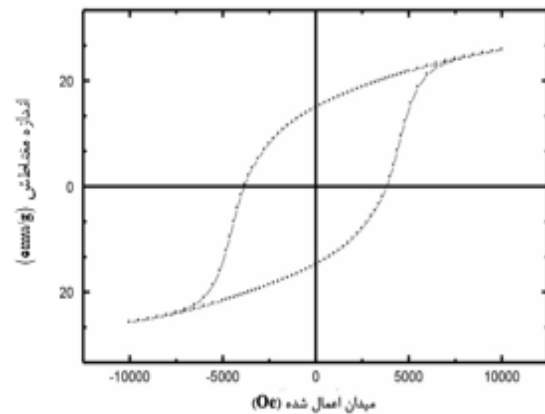
### ۳(۳) بررسی خواص مغناطیسی نمونه های نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم و باریم و نانوکامپوزیت هگزارفیت باریم/ استرانسیوم

خواص مغناطیسی نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم و باریم با استفاده از دستگاه مغناطش سنج نمونه مرتعش (VSM) مورد بررسی قرار گرفت. منحنی های هیستریزس این نمونه ها به ترتیب در شکل های (۲۰) و (۲۱) دیده می شوند.

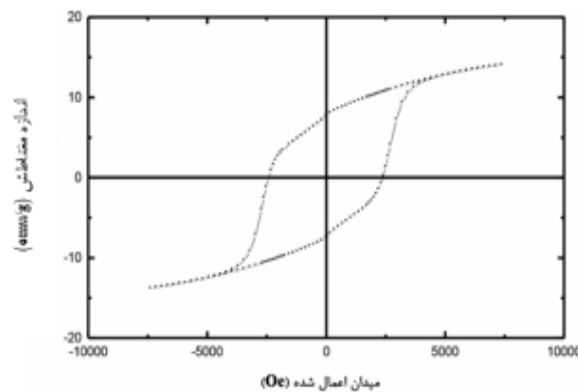
جدول (۴) نتایج به دست آمده برای متغیرهای مغناطیسی این نمونه ها را که از روی منحنی ها به دست آمده اند، نشان می دهد.



شکل ۲۱: منحنی هیستریزس نمونه حاوی نانوذرات هگزارفیت باریم

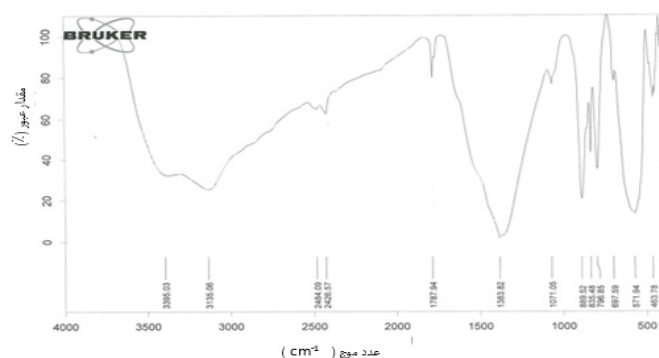


شکل ۲۰: منحنی هیستریزس نمونه حاوی نانوذرات هگزارفیت استرانسیوم

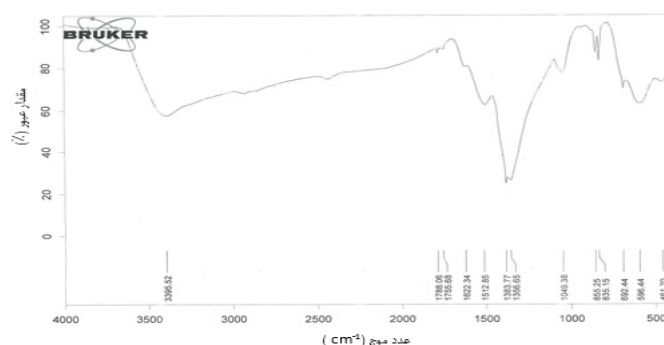


شکل ۲۲: منحنی هیستریزس نانوکامپوزیت هگزارفیت باریم/ استرانسیوم





شکل ۲۳: طیف FT-IR حاصل برای نانوذرات هگزافریت استرانسیوم



شکل ۲۴: طیف FT-IR حاصل برای نانوذرات هگزافریت باریوم

جدول ۴: نتایج به دست آمده برای متغیرهای مغناطیسی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم و باریوم و نانوکامپوزیت آنها

ردیف	نمونه	مغناطیس اشباع (emu/g)	مغناطیس پسماند (emu/g)	مغناطیس پسماند/ مغناطیس اشباع	وادارتدگی مغناطیسی (Oe)
۱	هگزافریت باریوم	۲۱	۱۲	۰/۵۷	۱۸۰۰
۲	هگزافریت استرانسیوم	۲۵	۱۶	۰/۶۴	۲۷۰۰
۳	نانوکامپوزیت باریوم / استرانسیوم	۱۴	۸	۰/۵۷	۲۵۰۰

همراه یک پیک جذبی پهن در مربوط به پیوند O-H می‌باشد. و هیچ ناخالص آلی در نمونه‌ها دیده نمی‌شود.

#### ۴) نتیجه‌گیری

نمونه‌های حاوی نانوذرات هگزافریت باریوم و هگزافریت استرانسیوم به روش هم رسوبی در مایکروویو با استفاده از حلال‌های آب، اتیلن گلیکول و ترکیب این دو در حضور ۳ عامل فعال سطحی طبیعی و شیمیایی مختلف سنتز شدند. نتایج FT-IR نشان دادند که نمونه‌های خالص از این نانوذرات به دست آمده است. ریخت شناسی و قطر میانگین ذرات در هر مورد بررسی شد. مشاهده شد که بهترین نتیجه برای یکنواختی سطح و اندازه ذرات برای نمونه حاوی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم در حضور لاکتوز و برای نانوذرات هگزافریت باریوم در حضور SDS با حلال آب خالص به دست آمده است.

در هر حال در تمامی نمونه‌ها قطر میانگین ذرات کمتر از ۱۰۰ نانومتر بودند که این مسئله ایجاد ساختار نانو را در نمونه‌ها تأیید نمود.

مابین وادارندگی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم و باریوم می‌باشد که بیانگر آن است که این نانوکامپوزیت نسبت به هگزافریت باریوم یک فرومغناطیس سخت بوده اما سختی آن از فرومغناطیس هگزافریت استرانسیوم کمتر است.

بدین ترتیب مشخص است که می‌توان از نانوذرات هگزافریت استرانسیوم سنتز شده و نیز نانوکامپوزیت تهیه شده در آهن ربا‌های دائمی استفاده نمود.

#### ۴(۳) بررسی ساختار و خلوص نانوذرات سنتز شده به

##### کمک طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز FT-IR

طیف FT-IR نانوذرات هگزافریت استرانسیوم در شکل (۲۳) و طیف مربوط به نانوذرات هگزافریت باریوم در شکل (۲۴) دیده می‌شوند.

ترتیب مربوط به پیوند آهن - اکسیژن و استرانسیوم - اکسیژن و یک پیک جذبی پهن در مربوط به پیوند O-H می‌باشد.

همین‌طور نانوذرات هگزافریت باریوم دارای پیک جذبی در مربوط به پیوند آهن - اکسیژن و پیک مربوط به پیوند باریوم - اکسیژن به

## ۵ مراجع

- [۱] س.س. سید اقهی، م. جعفریان، مشخصه‌های ریزساختاری، مغناطیسی و جذب امواج میکروویو هگزاریت باریم جانشین شده با یون‌های قلع، کروم و کبالت به روش مکانوشیمیایی، علم و مهندسی سرامیک، دوره ۴(۱۳۹۴)، ۲، ۱-۱۰.
- [2] F. M. M. Pereira, M. R. P. Santos, R.S.T. Sohn, J.S. Almeida, A.M.L. Medeiros, M.M. Costa, A.S.B. Sombra, Magnetic and dielectric properties of the M-type barium strontium hexaferrites in the RF and microwave frequency range. *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, 20, 5(2009), 408-417.
- [۳] ز. مصلح، پ. کاملی، ساخت و بررسی ویژگی‌های ساختاری، مغناطیسی و جذب امواج میکروویو فریت باریم آلاش یافته با سریوم، پژوهش فیزیک ایران، جلد ۱۴، ۴(۱۳۹۳)، ۳۴۱-۳۴۹.
- [4]. K. O'Grady, H. Laidler, The limits to magnetic recording-media considerations. *J. Magn. Magn. Mater.*, 200, 1-3(1999), 616-633.
- [5]. R.C. Buchanan, *Ceramic Materials for Electronics*, 2nd edition, Marcel Dekker Inc., New York, (1991), 207-210.
- [6]. V. Babu, P. Padaikathan, Structure and hard magnetic properties of barium hexaferrite with and without La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> prepared by ball milling. *J. Magn. Magn. Mater.*, 241, 1(2002) 85-88.
- [7]. Y. Bai, J. Zhou, Z. Gui, Z. Yue, L. Li, Preparation and magnetic characterization of Y-type hexaferrites containing zinc, cobalt and copper. *Mater. Sci. Eng.*, B99, 1-3(2003) 266-269.
- [8]. G. Li, G.G. Hu, H.D. Zhou, X.J. Fan, X.G. Li, Attractive microwave-absorbing properties of La<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>MnO<sub>3</sub> manganite powders. *Mater. Chem. Phys.*, 75, 1-3(2002) 101-104.
- [9]. B. Lax, K.J. Button, *Microwave ferrites and ferrimagnetics*, Mc Graw Hill Book Co., (1962).
- [10]. A.J. Baden Fuller, *Ferrites at microwave frequencies*, Peter Peregrinuss Ltd., London, (1987).
- [11]. I. Wane, A. Bassaudon, F. Cosset, A. Caterier, Thick barium hexaferrite (Ba-M) films prepared by electron-beam evaporation for microwave application. *J. Magn. Magn. Mater.*, 211, 1-2(2000) 309-313.
- [12]. V.R.K. Murthy, S. Sundaram, B. Vishwanathan, *Microwave Materials*, Narosa Publishing House, New Delhi, (1993).
- [13]. R. Valenzuela, Novel applications of ferrites. *PHys. Res. Int.*, 2012(2012) 1-10.
- [14]. M. Jean, V. Nachbaur, J. Bran, J. Le Breton, Synthesis and characterization of SrFe<sub>2</sub>O<sub>19</sub> powder obtained by hydrothermal process. *J. of Alloys and Compounds*, 496(2010) 306-312.
- [15]. K. Sadhana, K. Praveena, S. Matteepanavar, Structural and magnetic properties of nanocrystallines BaFe<sub>2</sub>O<sub>19</sub> synthesized by microwave hydrothermal method. *Applied Nanoscience*, 2, 3(2012) 247-252.
- [16]. J.M. Yang, W.J. Tsuo, F.S. Yen, Preparation of ultrafine nickel ferrite powders using mixed Ni and Fe tartrates. *Journal of Solid State Chemistry*, 145, 1(1999) 50-57.

در مرحله بعد نانوکامپوزیت هگزاریت باریم / استرانسیوم به روش هم رسوبی در میکروویو با استفاده از حلال آب خالص تهیه شد. برای بررسی خواص مغناطیسی نمونه‌ها از آنالیز VSM استفاده شد. منحنی‌های هیستریزس نمونه‌ها نشان دادند که نانوذرات هگزاریت استرانسیوم و باریم و نانوکامپوزیت تهیه شده همگی خاصیت فرومغناطیسی داشته اما هگزاریت استرانسیوم فرومغناطیس سخت، هگزاریت باریم فرومغناطیس نرم و نانوکامپوزیت تهیه شده حالت بینابینی دارد. در نتیجه می‌توان از نانوذرات هگزاریت استرانسیوم و نانوکامپوزیت تهیه شده برای ساخت آهن‌رباهای دائمی استفاده کرد.

- [17]. Z.F. Zi, Y.P. Sun, X.B. Zhu, Z.R. Yang, J.M. Dai, W.H. Song, Structural and magnetic properties of SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hexaferrite synthesized by a modified chemical co-precipitation method. *J. Magn. Mater.*, 320(2008) 2742-2746.
- [18]. J. Zhou, J. Ma, C. Sun et al., Low-temperature synthesis of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> by a hydrothermal method. *Journal of the American Ceramic Society*, 88, 12(2005) 3535-3537.
- [19]. M.G. Hasab, S.S.A. Ebrahimi, A. Badiei, An investigation on physical properties of strontium hexaferrite nanopowder synthesized by a sol-gel auto-combustion process with addition of cationic surfactant. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 27(2007) 3637-3640.
- [20]. D.H. Chen, X.R. He, Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method. *Materials Research Bulletin*, 36, 7-8(2001) 1369-1377.
- [21]. J. Fang, J. Wang, L. Gan, S. Ng, J. Ding, X. Liu, Fine strontium ferrite powders from an ethanol-based microemulsion. *J. Am. Ceram. Soc.*, 83(2000) 1049-1055.
- [22]. E. Roohani, H. Arabi, R. Sarhaddi, S. Sudkhak, A. Shabani, Effect of annealing temperature on structural and magnetic properties of strontium hexaferrite nanoparticles synthesized by sol-gel combustion method. *Int. Journal of Modern Physics*, B29(2015) 1550190-1550201.
- [23]. Ma. Ganjali, Mo. Ganjali, A. Eskandari, M. Amin zare, Effect of heat treatment on structural and magnetic properties of nanocrystalline SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hexaferrite synthesized by co-precipitation method. *J. of Advanced Materials and Processing*, 1, 4(2013) 41-48.