

## تأثیر شرایط سنتز در روش هم‌رسوبی بر روی مکانیزم تشکیل ذرات نانوکریستالی هگزافریت باریم

مهدی منتظری‌پور و ابوالقاسم عطائی\*

دانشگاه تهران، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۱/۲۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح‌شده: ۱۳۸۸/۲/۲۱، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۸/۱۵

**چکیده** ذرات نانوکریستالی هگزافریت باریم به وسیله روش هم‌رسوبی با استفاده از محلول کلریدهای آهن و باریم تهیه شدند. در این فرآیند از آب و مخلوطی از دی اتیلن گلیکول و آب با نسبت حجمی ۱:۳ به عنوان حلال استفاده شد و پودرهای حاصل از هم‌رسوبی در دماهای مختلف برای ۱ ساعت کلسینه شدند. نتایج حاصل از XRD نمونه‌های کلسینه شده نشان داد که تشکیل تک فاز هگزافریت باریم برای نمونه سنتز شده در محلول آبی با نسبت مولی  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  برابر ۱۱ در دمای  $900^{\circ}C$  اتفاق می‌افتد و تشکیل آن ناشی از واکنش فازهای عمدتاً کریستالی است؛ درحالی‌که این دما برای نمونه سنتز شده در محلول مخلوط دی اتیلن گلیکول/آب با نسبت مولی  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  برابر ۱۲ تا  $700^{\circ}C$  کاهش یافته و تشکیل هگزافریت باریم شامل واکنش فازهای آمورف با فازهای کریستالی است. کریستالیت‌های تک فاز هگزافریت باریم با اندازه متوسط  $35\text{ nm}$  در تصویر TEM نمونه سنتز شده در محلول دی اتیلن گلیکول/آب بعد از کلسیناسیون در  $700^{\circ}C$  قابل مشاهده بودند و در این سیستم استفاده از نسبت مولی  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  برابر ۱۱ منجر به تشکیل تک فاز هگزافریت باریم نشد.

**کلمات کلیدی** هگزافریت باریم، نانوکریستال، هم‌رسوبی، دی اتیلن گلیکول.

## Effect of Synthesis Conditions in the Co-Precipitation Method on the Formation Mechanism of Barium Hexaferrite Nano-Crystalline Particles

M. Montazeri-Pour and A. Ataie\*

School of Metallurgy and Materials Engineering, University College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran

**Abstract** Nano-crystalline particles of barium hexaferrite have been prepared by co-precipitation route using solution of iron and barium chlorides. Water and a mixture of water and diethylene glycol with volume ratio of 1:3 were used as solvents in the process and co-precipitated powders were calcined at various temperatures for 1 h. The XRD results of calcined samples showed that the formation of single phase barium hexaferrite occurs at  $900^{\circ}C$  for sample synthesized in aqueous solution with a  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  molar ratio of 11 and its formation is resulted from the reaction between mainly crystalline phases, while this temperature decreased to  $700^{\circ}C$  for sample synthesized in diethylene glycol/water solution with a  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  molar ratio of 12 and the formation of barium hexaferrite consists of reactions between amorphous phases with crystalline phases. Crystallites of single phase barium hexaferrite with mean size of 35 nm were observed in the TEM image of the sample synthesized in diethylene glycol/water solution after calcination at  $700^{\circ}C$  and in this system the single phase barium hexaferrite could not be formed by using of the  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  molar ratio of 11.

**Keywords** Barium Hexaferrite, Nano-Crystalline Particles, Co-Precipitation, Diethylene Glycol.

\*عهده‌دار مکاتبات

نشانی: تهران، دانشگاه تهران، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد.

تلفن: ۸۲۰۸۴۰۸۴، دورنگار: ۸۸۰۰۶۰۷۶، پیام‌نگار: aataie@ut.ac.ir

## ۱- مقدمه

دی‌اتیلن‌گلیکول در محیط هم‌رسوبی بر روی ترکیب فازی، مکانیزم تشکیل و اندازه کریستالی هگزافریت باریم است.

## ۲- نحوه انجام آزمایش

در این تحقیق، از آب مقطر و همچنین مخلوطی از دی‌اتیلن‌گلیکول/آب مقطر با نسبت حجمی ۱:۳ به عنوان حلال استفاده شد. مواد اولیه شامل کلرید آهن ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) و کلرید باریم ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) هر دو با خلوص ۹۹٪ با نسبت-های مولی  $\text{Fe}^{+3}/\text{Ba}^{+2}$  متفاوت در حلال‌های اشاره شده حل گردیدند. جدول ۱ شرایط آماده سازی نمونه‌های سنتز شده در این تحقیق را نشان می‌دهد. واکنش هم‌رسوبی در محلول‌های آماده شده به وسیله اضافه کردن  $\text{NaOH}$  با نسبت مولی  $\text{OH}^-/\text{Cl}^-$  برابر با ۲ در دمای اتاق انجام پذیرفت. رسوبات حاصله با آب مقطر شسته شده و در دمای  $70^\circ\text{C}$  به مدت ۱۵ ساعت خشک شدند. سپس پودر خشک شده (پیش‌ساز) نمونه‌های مختلف در داخل کوره با سرعت  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  گرم شده و در محدوده دماهای ۴۰۰ تا  $900^\circ\text{C}$  برای یک ساعت کلسینه گردید تا فاز هگزافریت باریم به طور کامل تشکیل شود.

آزمایش‌های XRD به منظور شناسایی فازی نمونه‌ها توسط دستگاه Philips مدل PW3170 با استفاده از تابش  $\text{Co-K}\alpha$  انجام پذیرفت. اندازه متوسط کریستالی پودرهای  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  کلسینه شده در دماهای مختلف از پهن شدگی پراش صفحه (۱۱۴) (قویترین پیک XRD) با استفاده از معادله کلاسیک شرر محاسبه شد [۸]. به منظور بررسی ریزساختار پودر کلسینه شده از TEM با قدرت تفکیک بالا مدل CM200 Philips تحت ولتاژ شتاب دهنده ۲۰۰kV استفاده شد.

هگزافریت باریم ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) به سبب داشتن خواص مغناطیسی مناسب مانند دمای کوری نسبتاً بالا، نیروی و ادارندگی بزرگ و میدان انیزوتروپی مغناطیسی بالا همراه با پایداری شیمیایی عالی و مقاومت به خوردگی، یک ماده مغناطیسی سخت با اهمیت علمی و کاربردی زیاد است. ذرات ریز این ماده مغناطیسی نیز دارای خواص مناسب برای کاربرد در محیط‌های ذخیره اطلاعات هستند [۱].

روش سرامیکی مرسوم برای آماده سازی هگزافریت باریم که شامل کلسیناسیون مخلوط‌های اکسید آهن و کربنات باریم در دمای حدود  $1200^\circ\text{C}$  و آسیاب کردن محصول به دست آمده به منظور شکستن آگلومرها است، باعث ایجاد مخلوط‌های غیرهمگن در مقیاس میکروسکوپی و کرنش‌های شبکه‌ای در ماده می‌شود [۲]. بنابراین به منظور دستیابی به ذرات خیلی ریز هگزافریت باریم روش‌های مختلفی از قبیل هم‌رسوبی [۳]، هیدروترمال [۴]، سل-ژل [۵] و میکرومولسیون [۶] به کار برده شده‌اند.

بین روش‌های اشاره شده، روش هم‌رسوبی یک روش شیمیایی مناسب برای مخلوط شدن اجزای تشکیل دهنده هگزافریت باریم در مقیاس ریز است، ولی با این وجود سنتز نانوذرات هگزافریت باریم با استفاده از این روش به دلیل آگلومراسیون ذرات حاصل شده در محیط آبی چندان آسان نیست [۷]. در این میان استفاده از حلال‌های آلی می‌تواند نقش مهمی را در کنترل جوانه‌زنی و رشد مواد نانوکریستال بازی کنند. دی‌اتیلن‌گلیکول ( $\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ ) یک حلال قطبی است که به هر نسبتی با آب قابل مخلوط شدن است و اضافه کردن آن به آب به آسانی می‌تواند خواص فیزیکی-شیمیایی آب را تغییر دهد.

هدف از تحقیق حاضر بررسی اثر جایگزینی آب با

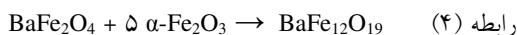
جدول ۱. شرایط تهیه نمونه های سنتز شده.

پیش سازه بدست آمده (g)	هیدروکسید سدیم (g)	کلرید باریم (g)	کلرید آهن (g)	نسبت Fe/Ba مورد استفاده	محیط هم رسوبی	نمونه
۱۰/۵۸	۲۵/۴۶	۲/۲۲	۲۷/۰۴	۱۱	آب	W
۱۰/۷۲	۲۵/۴۶	۲/۲۲	۲۷/۰۴	۱۱	دی اتیلن گلیکول/آب با نسبت حجمی ۱:۳	DEG11
۱۱/۱۵	۲۵/۳۴	۲/۰۴	۲۷/۰۴	۱۲	دی اتیلن گلیکول/آب با نسبت حجمی ۱:۳	DEG12

## ۳- نتایج و بحث

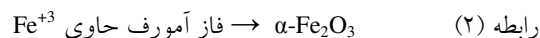
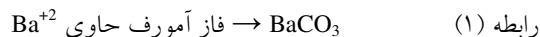
داشته باشد.

در دمای کلسیناسیون  $700^{\circ}\text{C}$ ، فاز کربنات باریم تجزیه شده و فاز میانی مونوفریت باریم ( $\text{BaFe}_2\text{O}_4$ ) تشکیل شده است؛ ولی فاز هماتیت همچنان به عنوان فاز اصلی نمونه باقی مانده و حتی شدت پیک‌های مربوط به آن افزایش یافته است که نشان دهنده ادامه انجام واکنش ۲ است. همچنین پیک‌های مربوط به هگزافریت باریم نیز در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه کلسینه شده در این دما مشاهده می‌شود. بدین ترتیب انجام واکنش‌های زیر در دمای کلسیناسیون فوق انتظار می‌رود [۹]:



در دمای  $800^{\circ}\text{C}$  فاز هگزافریت باریم به عنوان فاز اصلی در نمونه وجود دارد، ولی مقداری فازهای میانی واکنش نکرده از قبیل فاز مونوفریت باریم و فاز هماتیت هنوز در این نمونه قابل مشاهده هستند. باقی ماندن فازهای ناخالصی تا

الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه W بعد از کلسیناسیون به مدت یک ساعت در دماهای مختلف در شکل ۱ نشان داده شده است. نمونه به دست آمده بعد از کلسیناسیون در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  شامل فاز آمورف و فازهای کریستالی کربنات باریم و هماتیت است. با افزایش دمای کلسیناسیون به  $600^{\circ}\text{C}$  شدت پیک‌های مربوط به فازهای کریستالی افزایش یافته است. بنابراین انتظار می‌رود که استحاله‌های فازی زیر در این نمونه تا دمای  $600^{\circ}\text{C}$  اتفاق افتاده باشند:



با این حال، سرعت کریستالیزه شدن فاز هماتیت بیشتر بوده و در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  فاز کریستالی اصلی نمونه را تشکیل می‌دهد و کربنات باریم به عنوان فاز کریستالی ثانویه در نمونه وجود دارد. وجود مقادیر بیشتری از فاز آمورف حاوی  $\text{Fe}^{+3}$  در ترکیب کلی نمونه ممکن است در ایجاد این حالت نقش

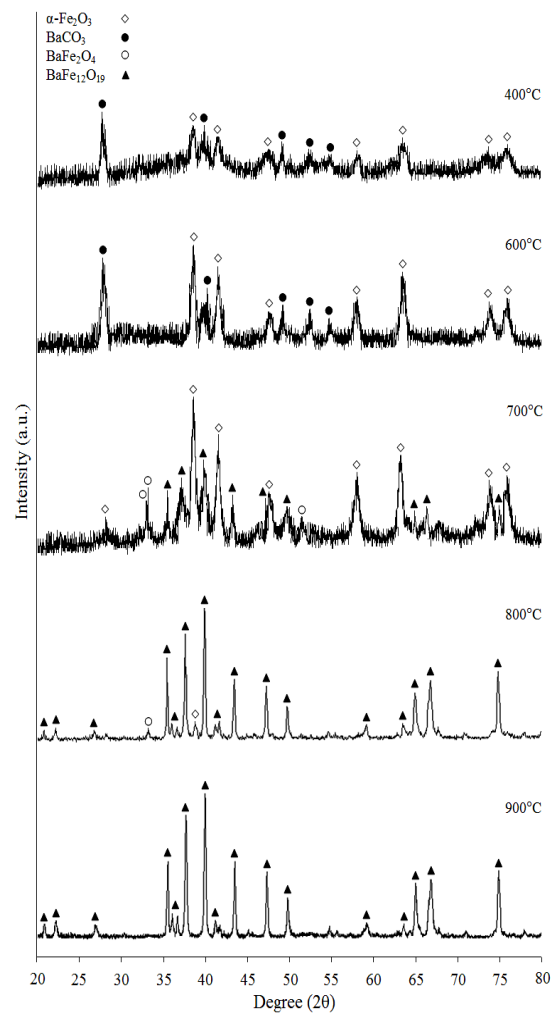
الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه DEG12 کلسینه شده در دماهای مختلف در شکل ۲ نشان داده شده است. نمونه سنتز شده در  $400^{\circ}\text{C}$  حاوی مقادیری از فاز آمورف و همچنین فاز کریستالی اصلی مگمایت ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) و فاز کریستالی ثانویه کربنات باریم است. با افزایش دمای کلسیناسیون به  $500^{\circ}\text{C}$  شدت پیک‌های مربوط به فازهای کریستالی افزایش یافته، ولی مگمایت همچنان به عنوان فاز کریستالی اصلی در نمونه وجود دارد. بنابراین تا دمای کلسیناسیون  $500^{\circ}\text{C}$  کریستالیزه شدن فازهای مگمایت و کربنات باریم از فاز آمورف مشابه با واکنش‌های ۱ و ۲ انتظار می‌رود. در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  فاز کربنات باریم از بین رفته و فاز  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  بیشتری به وجود آمده است. علاوه بر این مقادیری از فاز هگزافریت باریم نیز در این دما شروع به تشکیل نموده و فاز اصلی موجود در نمونه را تشکیل داده است. با توجه به پایین بودن نسبی دمای تجزیه فاز کربنات باریم موجود در این نمونه و همچنین عدم تشکیل فاز میانی مونوفریت باریم، می‌توان انجام واکنش زیر را برای مکانیزم احتمالی تجزیه کربنات باریم و تشکیل هگزافریت باریم در نظر گرفت:

رابطه  $\text{BaCO}_3 + \text{Fe}^{+3} \rightarrow \text{BaFe}_{12}\text{O}_{19} + \text{CO}_2(\text{g})$  فاز آمورف حاوی  $\text{Fe}^{+3}$  شایان ذکر است که فاز آمورف حاوی  $\text{Fe}^{+3}$  با داشتن پیوندهای بین اتمی شکسته شده و در نتیجه نقاط پرانرژی در ساختار به عنوان مکان‌های جوانه‌زنی مناسبی برای تشکیل هگزافریت باریم عمل می‌کند. به دلیل فقدان فاز کریستالی میانی حاوی  $\text{Ba}^{+2}$  در نمونه کلسینه شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$ ، بالاتر از این دما، واکنش ۶ برای تشکیل هگزافریت باریم پیشنهاد می‌شود:

رابطه (۶)  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \text{Ba}^{+2} \rightarrow \text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  فاز آمورف حاوی  $\text{Ba}^{+2}$

همان‌طور که از الگوهای پراش اشعه ایکس مشخص است؛ نمونه DEG12 کلسینه شده در دماهای  $700^{\circ}\text{C}$  و بالاتر فقط شامل فاز مغناطیسی هگزافریت باریم است و با افزایش

دمای کلسیناسیون  $800^{\circ}\text{C}$  نشان دهنده واکنش پذیری ضعیف پیش‌سازه هم‌رسوبی شده در محیط آبی (W) است. در دماهای بالاتر از  $800^{\circ}\text{C}$  نیز ادامه واکنش ۴ باعث تکمیل تشکیل هگزافریت باریم شده و در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  تک فاز هگزافریت باریم به دست می‌آید.



شکل ۱. الگوهای پراش اشعه ایکس برای نمونه W بعد از کلسیناسیون آن در دماهای مختلف به مدت یک ساعت.

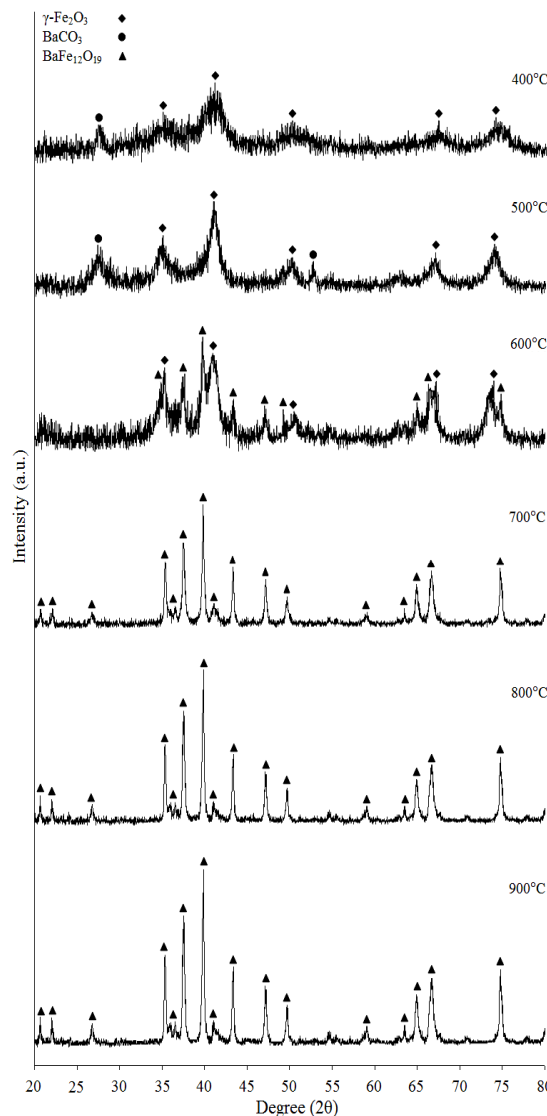
همچنین فاز کریستالی اصلی کربنات باریم و فاز کریستالی ثانویه مگمایت است. با افزایش دمای کلسیناسیون به  $500^{\circ}\text{C}$  شدت پیک‌های مربوط به فازهای کریستالی افزایش یافته، ولی کربنات باریم همچنان به عنوان فاز کریستالی اصلی در نمونه وجود دارد. بنابراین انجام استحاله‌هایی مشابه با واکنش‌های ۱ و ۲ تا دمای کلسیناسیون  $500^{\circ}\text{C}$  در این نمونه نیز انتظار می‌رود.

در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  مقدار فاز کربنات باریم کم شده و فاز مگمایت بیشتری به وجود آمده است؛ به گونه‌ای که در این دما مگمایت فاز اصلی شده است. علاوه بر این مقداری از فاز هگزافریت باریم نیز در این دما شروع به تشکیل نموده و فاز کریستالی ثانویه نمونه را تشکیل می‌دهد. با توجه به پایین بودن نسبی دمای تجزیه فاز کربنات باریم و همچنین عدم تشکیل فاز میانی مونوفریت باریم می‌توان گفت که مقداری از فاز کربنات باریم مطابق با واکنش ۵ در واکنش با فاز آمورف حاوی  $\text{Fe}^{+3}$  تجزیه شده و موجب ایجاد فاز هگزافریت باریم شده است.

با توجه به افزایش تدریجی فاز کریستالی مگمایت در حین افزایش دمای کلسیناسیون و همچنین وجود فاز مونوفریت باریم در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه کلسینه شده در  $700^{\circ}\text{C}$ ، به نظر می‌رسد که بالاتر از دمای کلسیناسیون  $600^{\circ}\text{C}$ ، همان مکانیزم حالت جامد مطرح شده برای تشکیل هگزافریت باریم در نمونه سنتز شده در آب، مکانیزم غالب بوده و هگزافریت باریم مطابق با واکنش‌هایی مشابه با واکنش‌های ۳ و ۴ تشکیل می‌شود.

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه DEG11 کلسینه شده در  $700^{\circ}\text{C}$  شامل فاز هگزافریت باریم و مقداری فاز مونوفریت باریم است و با افزایش دما، شدت پیک‌های مربوط به هگزافریت باریم افزایش یافته و در مقابل شدت پیک‌های مربوط به فاز مونوفریت باریم کاهش می‌یابد؛ ولی مشاهده

دما شدت پیک‌های مربوط به این فاز افزایش یافته‌اند.



شکل ۲. الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه DEG12 بعد از کلسیناسیون آن در دماهای مختلف به مدت یک ساعت.

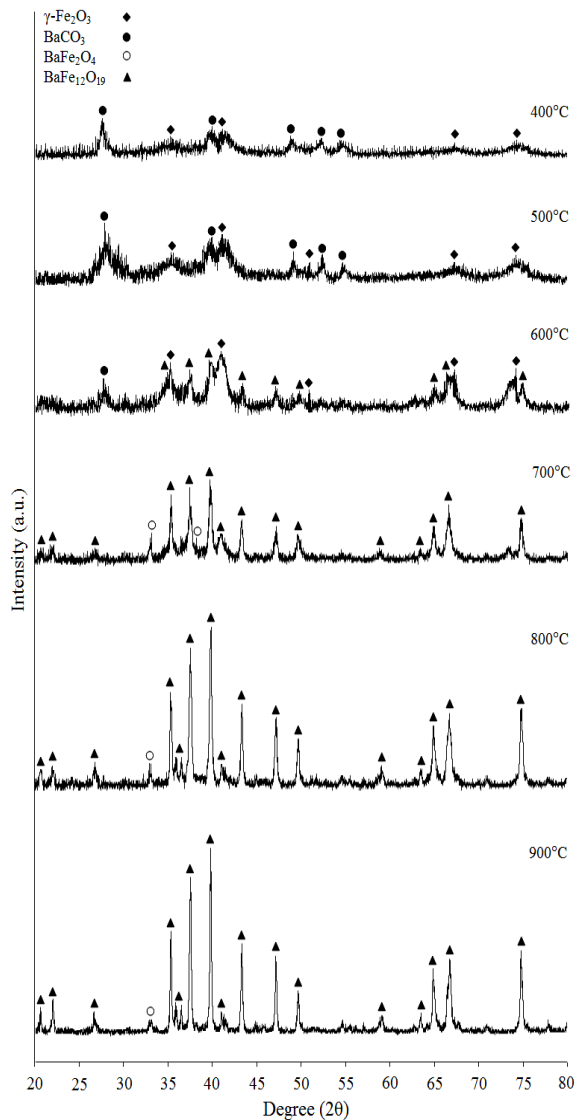
شکل ۳ الگوهای پراش اشعه ایکس پیش سازه DEG11 را بعد از کلسیناسیون آن در دماهای مختلف نشان می‌دهد. نمونه سنتز شده در  $400^{\circ}\text{C}$  حاوی مقادیری فاز آمورف و

علت تفاوت دمای تشکیل تک فاز هگزافریت باریم در حقیقت در مکانیزم تشکیل این فاز در حین انجام عملیات حرارتی است. بدین ترتیب برای نمونه سنتز شده در محیط آبی (W)، فازهای حاوی یونهای  $Fe^{+3}$  یا  $Ba^{+2}$  در دماهای بالا غالباً در حالت کریستالی با یکدیگر واکنش کرده و بنابراین بر طبق مکانیزم حالت جامد فاز هگزافریت باریم را به وجود آورده و دمای تشکیل تک فاز هگزافریت باریم را تا  $900^{\circ}C$  افزایش می‌دهند. از طرف دیگر از آنجایی که پیوندهای بین اتمی در فاز آمورف نسبتاً ضعیف است، این پیوندها در مرحله کلسیناسیون به راحتی گسسته شده و فاز هگزافریت باریم از طریق آن در دمای پایین تری تشکیل می‌شود. بدین ترتیب در نمونه سنتز شده در محیط دی اتیلن گلیکول با نسبت  $Fe/Ba$  برابر ۱۲ (DEG12)، یکی از فازهای واکنش کننده حاوی یونهای  $Fe^{+3}$  یا  $Ba^{+2}$  در حین عملیات حرارتی در حالت آمورف بوده و فاز دیگر حالت کریستالی دارد و دمای تشکیل تک فاز هگزافریت باریم در آن تا  $700^{\circ}C$  کاهش یافته است.

به دلیل قابلیت حل شدن ضعیف منبع کاتیونهای  $Ba^{+2}$  پیش سازه W در آب، نسبت مولی  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  در محیط آبی برابر ۱۱ انتخاب شد [۷]؛ و با استفاده از این نسبت تک فاز هگزافریت باریم حاصل شد. در حالیکه خاصیت کیلیت سازی دی اتیلن گلیکول از خروج یونهای باریم اضافی از محلول هم‌رسوبی جلوگیری کرده و باعث می‌شود که در استفاده از نسبت  $Fe^{+3}/Ba^{+2}$  برابر ۱۱، این یونهای باریم اضافی در حین کلسیناسیون در نمونه DEG11 باقی مانده و در نهایت ناخالصی فازی مونوفریت باریم را در آن تا دماهای بالا بر جای گذارند.

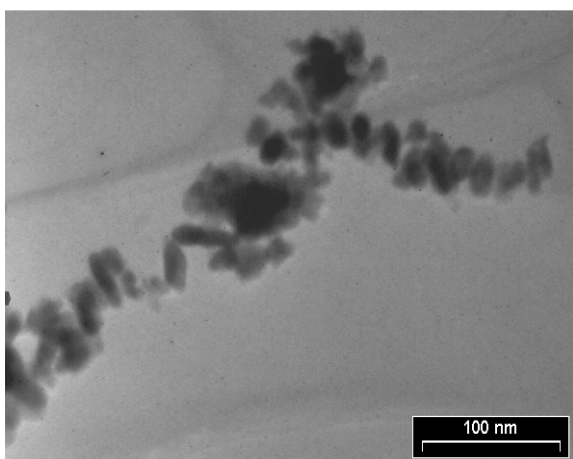
قابل اشاره است که محیط محلول در روش هم‌رسوبی به طور قابل توجهی می‌تواند بر روی روند تشکیل ذرات پیش سازه و در نتیجه مکانیزم تشکیل هگزافریت باریم مؤثر باشد. همزمان با تشکیل جوانه‌های فاز جامد در داخل محلول دی-

می‌شود که حتی بعد از کلسیناسیون این نمونه در  $900^{\circ}C$  پیک مربوط به ناخالصی فازی مونوفریت باریم حذف نشده است. باقی ماندن فاز مونوفریت باریم در این نمونه تا دماهای بالا بیانگر وجود باریم اضافی در ترکیب آن می‌باشد.



شکل ۳. الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه DEG11 بعد از کلسیناسیون آن در دماهای مختلف به مدت یک ساعت.

تفکیک شده مشاهده می‌شوند که در کنار یکدیگر به صف شده و آرایش نسبتاً منظمی پیدا کرده‌اند. این آرایش احتمالاً به دلیل وجود خواص مغناطیسی در نمونه است. اندازه متوسط کریستالیت‌ها در حدود ۳۵ nm اندازه‌گیری شد که با اندازه به دست آمده از رابطه شرر سازگار است. با این وجود در برخی از نقاط به دلیل غلبه آگلومراسیون، کریستالیت‌ها تجمع بیشتری داشته و ذراتی را تشکیل داده‌اند.



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نمونه DEG12 کلسینه شده در دمای ۷۰۰°C به مدت یک ساعت.

#### ۴- نتیجه گیری

ذرات نانوکریستالی هگزافریت باریم در دمای نسبتاً پایین ۷۰۰°C به وسیله روش هم‌رسوبی با استفاده از محلول مخلوط دی اتیلن گلیکول/آب از کلریدهای آهن و باریم سنتز شدند. تصویر TEM نشان داد که کریستالیت‌های هگزافریت باریم با اندازه متوسط ۳۵ nm با استفاده از این روش قابل دستیابی هستند.

آنالیز XRD نشان داد که تک فاز هگزافریت باریم با اندازه متوسط کریستالی ۴۹ nm به وسیله استفاده از آب به

اتیلن گلیکول، سطح آنها سریعاً به وسیله دی اتیلن گلیکول به عنوان یک عامل کی‌لیت‌ساز کمپلکس می‌شود. این عمل از یک طرف رشد کریستال‌ها را محدود کرده و از طرف دیگر از آگلومراسیون ذرات جلوگیری می‌کند [۱۰]. بدین ترتیب پیش-سازه هم‌رسوبی شده در محلول دی اتیلن گلیکول با داشتن فاز آمورف بیشتر، واکنش پذیری بالاتری داشته و می‌تواند به تشکیل تک فاز هگزافریت باریم در دماهای پایین‌تر منجر شود. جدول ۲ اندازه متوسط کریستالیت‌های پودر سنتز شده در شرایط مختلف هم‌رسوبی را خلاصه کرده است. با توجه به دمای نسبتاً پایین تشکیل تک فاز هگزافریت باریم در نمونه DEG12، کریستالیت‌های آن در حین افزایش دما فرصت بیشتری برای رشد داشته و اندازه آنها در دماهای مشابه از اندازه کریستالیت‌های نمونه‌های دیگر بیشتر است.

جدول ۲. اندازه متوسط کریستالیت‌های هگزافریت باریم سنتز شده تحت شرایط مختلف.

نمونه	دما (°C)	اندازه کریستالیت‌ها (nm)
W	۸۰۰	۴۰
	۹۰۰	۴۹
DEG 11	۷۰۰	۲۷
	۸۰۰	۳۹
	۹۰۰	۵۲
DEG 12	۷۰۰	۳۳
	۸۰۰	۴۵
	۹۰۰	۵۹

شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نمونه DEG12 کلسینه شده در دمای ۷۰۰°C را نشان می‌دهد. کریستالیت‌های هگزافریت باریم در برخی از نقاط به صورت

9. Benito, G., Morales, M.P., Requena, J., Raposo, V., Vazquez, M. and Moya, J.S., "Barium hexaferrite monodispersed nanoparticles prepared by the ceramic method", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 234 (2001) 65-72.
10. Yu, Y., Ma, L., Huang, W., Li, J., Wong, P. and Yu, J.C., "Coating MWNTs with Cu<sub>2</sub>O of different morphology by a polyol process", *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 178 (2005) 1488-1494.

عنوان حلال، بعد از کلسیناسیون در ۹۰۰°C به دست می آید. تشکیل هگزافریت باریم از طریق فازهای میانی کریستالی دلیل افزایش دمای تشکیل آن است. حضور فاز آمورف در واکنش های تشکیل هگزافریت باریم در حین کلسیناسیون موجبات کاهش دمای تشکیل آن را فراهم می آورد.

خواص دی اتیلن گلیکول در محیط هم رسوبی از قبیل توانایی آن در کمپلکس کردن سطح ذرات می تواند در کاهش اندازه ذرات و افزایش فاز آمورف در پیش سازه و در نتیجه کاهش دمای تشکیل هگزافریت باریم نهایی مؤثر باشد.

## مراجع

1. Goldman, A., "Modern Ferrite Technology", 2<sup>nd</sup> Edition, Pittsburgh, Springer, (2006).
2. Stablein, H., Hard ferrites and Plastroferrites, in Wohlfarth, E.P. (Ed), *Ferromagnetic Materials*, Vol. 3, Amsterdam, North-Holland, (1982) 441-602.
3. Ataie, A., Heshmati-Manesh, S. and Kazempour, H., "Synthesis of barium hexaferrite by the co-precipitation method using acetate precursor", *Journal of Materials Science*, Vol. 37 (2002) 2125-2128.
4. Duong, G.V., Turtelli, R.S., Thuan, B.D., Linh, D.V., Hanh, N. and Groessinger, R., "Magnetic properties of nanocrystalline BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> prepared by hydrothermal method", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 353 (2007) 811-813.
5. Mendoza-Suarez, G., Cisneros-Morales, M.C., Cisneros-Guerrero, M.M., Johal, K.K., Mancha-Molinar, H., Ayala-Valenzuela, O.E. and Escalante-Garcia, J.I., "Influence of stoichiometry and heat treatment conditions on the magnetic properties and phase constitution of Ba-ferrite powders prepared by sol-gel", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 77 (2002) 796-801.
6. Palla, B.J., Shah, D.O., Casillas, P.G. and Aquino, J.M., "Preparation of nanoparticles of barium ferrite from precipitation in microemulsions", *Journal of Nanoparticles Research*, Vol. 1 (1999) 215-221.
7. Chen, D.H. and Chen, Y.Y., "Synthesis of barium ferrite nanoparticles by coprecipitation in the presence of polyacrylic acid", *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 235 (2001) 9-14.
8. Cullity, B.D., "Elements of X-ray Diffraction", Massachusetts, Addison-Wesley, (1978).