



تولید نانوذرات زیرکانات باریوم (BaZrO_3) به روش سل-ژل

منصور فربد^{*}، سید حسام الدین هاشمی

گروه فیزیک، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز

(دریافت مقاله: ۸۹/۱۱/۱۹، نسخه نهایی: ۹۰/۴/۳۱)

چکیده: در این پژوهش نانوذرات زیرکانات باریوم به روش سل-ژل با چهار دسته مختلف مواد اولیه ساخته شدند. در تمام روش‌ها زیرکونیوم n -پروپوکساید، $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ به‌عنوان ماده‌ی زیرکونیوم‌دار به کار رفت. همچنین هیدروکسید باریوم هشت‌آبه، $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ و استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ به‌عنوان مواد باریوم‌دار و استیک انیدرید و ایزوپروپیل الکل و آب به‌عنوان حلال به کار گرفته شدند. سرشتی‌یابی نمونه‌ها با پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام شد. با در نظر گرفتن عواملی هم چون زمان و کمینه دمای مورد نیاز برای دستیابی به یک نمونه خالص نانوذرات، شرایط بهینه ساخت انتخاب شدند. در حالت بهینه نانوذرات BaZrO_3 در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان یازده ساعت با اندازه‌ی میانگین ۸۰ نانومتر ساخته شدند.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات BaZrO_3 ; XRD; SEM

مقدمه

زیرکانات باریوم اهمیت به‌سزایی در حوزه‌ی سرامیک‌ها دارد. این ترکیب یک اکسید با ساختار پروسکات مکعبی و با فرمول کلی ABO_3 است [۱]. زیرکانات باریوم دارای ویژگی‌هایی چون ثابت شبکه بزرگ ($4/193 \text{ \AA}$)، نقطه‌ی ذوب بالا (2600°C)، ضریب انبساط گرمایی کوچک، رسانندگی گرمایی پائین و اتلاف دی‌الکتریک کم است [۲]. در سال‌های اخیر به‌علت ویژگی‌های خاص BaZrO_3 ، پژوهش‌هایی در زمینه‌ی چگونگی کاربردهای آن، به‌طور چشمگیری افزایش یافته است. حتی با توجه به قدمت شناخت این ترکیب، ضرورت حوزه‌های جدید علوم و فعالیت‌های صنعتی، کاربردهای آنرا افزایش داده است [۳-۵]. از کاربردهای این ترکیب می‌توان به

مواردی چون هوا فضا و صنایع وابسته به آن، با توجه به ویژگی‌های مکانیکی و گرمایی عالی [۶]، پیل‌های سوختی و حسگرها [۸، ۷] اشاره کرد. یکی از حوزه‌های پژوهشی در مورد زیرکانات باریوم پژوهش درباره خواص نانوذرات آن است. مواد سرامیکی نانوساختار به‌خاطر وابستگی سرشتی‌های فیزیکی آنها به اندازه‌ی ذره، تحولی در علم مواد به وجود آورده‌اند [۹]. از کاربردهای مهم و موثر مواد سرامیکی نانوساختار، استفاده از آنها در ترکیب‌های ابررسانای با دمای بالا به‌منظور افزایش چگالی جریان بحرانی ابررساناها (J_c) است. یکی از روش‌های افزایش چگالی جریان بحرانی در ابررساناها، آرایش آنها با نانوذرات است. این نانو ذرات به‌عنوان مراکز میخکوبی شار عمل کرده و چگالی جریان بحرانی

* نویسنده مسئول، تلفن: ۰۹۱۶۳۱۱۰۱۶۷، نمابر: ۳۳۳۷۰۰۹ (۰۶۱۱)، پست الکترونیکی: farbod_m@scu.ac.ir

ابرسانا را افزایش می‌دهند [۱۲-۱۰]. تاکنون روش‌های گوناگونی برای ساخت نانوپودرهای BaZrO_3 ارائه شده‌اند از جمله تجزیه گرمایی نیترات، ترکیب نیترات با اوره به عنوان سوخت در مد احتراقی، واکنش هیدروگرمایی، سنتز تابشی، روش پاشش گرمایی [۱۳] و سل-ژل [۱۴]. در این پژوهش با استفاده از روش سل-ژل، نانوذرات BaZrO_3 به راه‌های گوناگون ساخته شدند.

روش کار تجربی

ساخت نانوذرات BaZrO_3

در این پژوهش، نانوذرات BaZrO_3 با ۴ روش گوناگون بر پایه-ی سل-ژل ساخته شدند. به منظور بررسی عوامل مختلف مانند چشمه‌ی باریوم و یا وابستگی نوع حلال به زمان و دمای پخت و یا خلوص و اندازه‌ی ذرات نمونه‌ها، روش‌های گوناگونی برای تولید نانوذرات انتخاب شدند که به شرح آنها خواهیم پرداخت. سرشتی‌یابی نانوپودرهای به دست آمده به وسیله‌ی الگوهای پراش XRD و نیز تصاویر SEM صورت پذیرفت. طیف‌های XRD با دستگاه پرتو ایکس مدل PW1840 ساخت شرکت فیلیپسو تصاویر SEM با میکروسکوپ الکترونی فیلیپس مدل XL30 گرفته شدند. سپس با مقایسه‌ی روش‌های مورد استفاده، به شرح زیر حالت بهینه با در نظر گرفتن عواملی چون خلوص، طول زمان سنتز و بازده محصول، انتخاب شدند.

شرح کار ۱

در این روش از زیرکونیوم -n- پروپوکساید، $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده‌ی زیرکونیوم دار و از هیدروکسید باریوم هشت‌آبه، $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ، به عنوان ماده‌ی باریوم، و نیز از استیک انیدرید و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال استفاده شد.

نخست محلولی به نسبت ۱ به ۱ حجمی از ایزوپروپیل الکل و استیک انیدرید تهیه شد و به مدت ۱۰ دقیقه با یک همزن مغناطیسی با هم مخلوط و سپس مقداری هیدروکسید باریوم هشت‌آبه به آن اضافه شد. محلول تعلیقی به دست آمده به مدت ۲ ساعت در حمام روغن و در دمای ۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد به آسایش رسید. پس از آسایش، مقداری زیرکونیوم -n- پروکساید لازم برای موازنه‌ی شیمیایی به محلول شفاف به دست آمده اضافه کردیم و سپس به مدت ۳۰ دقیقه روی همزن مغناطیسی که با سرعت در حال چرخش بود، قرار داده شد.

محلول شیری رنگ به دست آمده از مرحله‌ی قبل به مدت ۲ ساعت در آسایش قرار گرفت تا محلول شفافی بدست آمد. پس از پایان آسایش برای به دست آوردن ژل، دو سوم حلال تبخیر شد. برای از بین بردن حلال‌های آلی موجود دیگر، ژل به دست آمده با یک پمپ خلاء خشک و سپس به مدت ۱۲ ساعت در فور و در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. پیش ماده پودر مورد نظر (BaZrO_3) به دست آمد و بنابر طبق الگوی گرمایی متفاوت یاد شده در جدول ۱ گرمادهی شدند.

شرح کار ۲

در این کار از زیرکونیوم -n- پروپوکساید، $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده‌ی زیرکونیوم دار و از استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ، به عنوان ماده‌ی باریوم دار و از استیک انیدرید و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال استفاده شدند.

نخست دو محلول زیرکونیوم -n- پروپوکساید حل شده در ایزوپروپیل الکل و استات باریوم حل شده در استیک انیدرید داغ به نسبت مولی برابر تهیه شدند. محلول اول را به آرامی به محلول دوم که بر روی همزن مغناطیسی با سرعت در حال هم خوردن بود اضافه کردیم تا محلول تعلیقی شیری رنگی به دست آید. این محلول پس از ۲ ساعت آسایش به صورت محلول شفافی در آمد. برای اینکه گرما به طور یکسان به همه‌ی بخش‌های آن برسد، از حمام روغن با دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد استفاده کردیم. پس از پایان آسایش، محلول شفاف به دست آمده را در یک بالن ریخته روی بخاری با دمای ۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد قرار دادیم. پس از تبخیر حلال‌ها، ژل به دست آمده با یک پمپ خلاء خشک شد و در فور در دمای ۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت قرار داده شد تا حلال‌های آلی دیگر باقی‌مانده از بین بروند. پیش‌ماده‌ی پودر مورد نظر (BaZrO_3) به دست آمده، در کوره در دماهای ۸۰۰، ۱۰۰۰ و ۱۲۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد بنابر الگوی گرمایی جدول ۲ گرمادهی شدند.

شرح کار ۳

در این کار از زیرکونیوم -n- پروپوکساید، $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده زیرکونیوم دار و از هیدروکسید باریوم، $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ، به عنوان ماده باریوم دار استفاده شده است. آب و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال در این روش انتخاب شدند.

دماهای بالایی نیاز نیست. بیشتر سرامیک‌ها در دماهای بالاتر از ۸۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد تهیه می‌شوند.

شرح کار ۴

در این روش برای تولید نانوپودرها از استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ، به‌عنوان ماده باریوم‌دار و از آب و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال استفاده شد. مراحل کار همانند روش ۳ انجام شدند. بر خلاف روش ۳، طیف XRD ژل خشک شده در ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد هیچ‌گونه ساختاری را نشان نمی‌داد و کاملاً بی‌شکل بود. برای همین منظور پودرها در دماهای گوناگون ۹۰۰، ۸۰۰، و ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد بنابر الگوی گرمایی جدول ۳، در کوره قرار داده شدند و سپس طیف XRD و تصاویر SEM پودرها مورد بررسی قرار گرفتند. در این روش برخلاف روش ۱ و ۲، مرحله‌ی آسایش حذف شد و از نظر زمانی، نمونه‌ها در زمان کوتاه‌تری تهیه شدند.

نخست با تهیه‌ی محلول $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ۰/۴ مولار، دمای آن را به ۶۰ °C رسانده و ثابت نگهداشتیم. محلول دیگری نیز از الکل ایزوپروپانول و $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ با مولاریته ۰/۴M تهیه شد. محلول دوم را قطره قطره به محلول پایه که روی همزن مغناطیسی با سرعت در حال هم خوردن نبود، افزودیم. پس از پایان این مرحله، ژل شیری رنگی به دست آمد. برای از بین بردن حلال‌ها (آب و ایزوپروپیل الکل)، ژل را رسوب‌گیری کرده و سپس در فور در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد به مدت ۱۰ ساعت قراردادیم تا خشک شود. سپس به روش طیف‌سنجی XRD و تصویربرداری SEM، پودرها را مورد بررسی قرار دادیم. نمونه‌ی تهیه شده به این روش BZ8 نامیده شد و چنانکه الگوهای پراش XRD نشان می‌دهند، نانوذرات در دمایی بسیار پایین، یعنی ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، تولید شدند. این روش نسبت به روش‌های دیگر گفته شده در این پژوهش دارای این برتری است که برای تولید نانوذرات به

جدول ۱ شرایط گوناگون گرمادهی BaZrO_3 وابسته به شرح ۱.

شماره نمونه	زمان و دمای پخت	آهنگ گرمایش °C/min	آهنگ سرمایش °C/min
BZ1	۲ ساعت در دمای ۸۰۰°C	۵	۳
BZ2	۱۰ دقیقه در دمای ۸۰۰°C و سپس به طور مستقیم از کوره خارج شد	۵	-
BZ3	به طور مستقیم در ۸۰۰°C وارد کوره شد و بلافاصله بعد از سوختن از کوره خارج کردید	-	-
BZ4	به طور مستقیم در ۸۰۰°C وارد کوره شد و در همین دما به مدت ۲ ساعت ماند	-	۳

جدول ۲ شرایط گوناگون گرمادهی BaZrO_3 وابسته به شرح ۲.

شماره‌ی نمونه	زمان و دمای پخت	آهنگ گرمایش °C/min	آهنگ سرمایش °C/min
BZ5	۲ ساعت در دمای ۸۰۰°C	۵	۳
BZ6	۲ ساعت در دمای ۱۰۰۰°C	۵	۳
BZ7	۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰°C	۵	۳

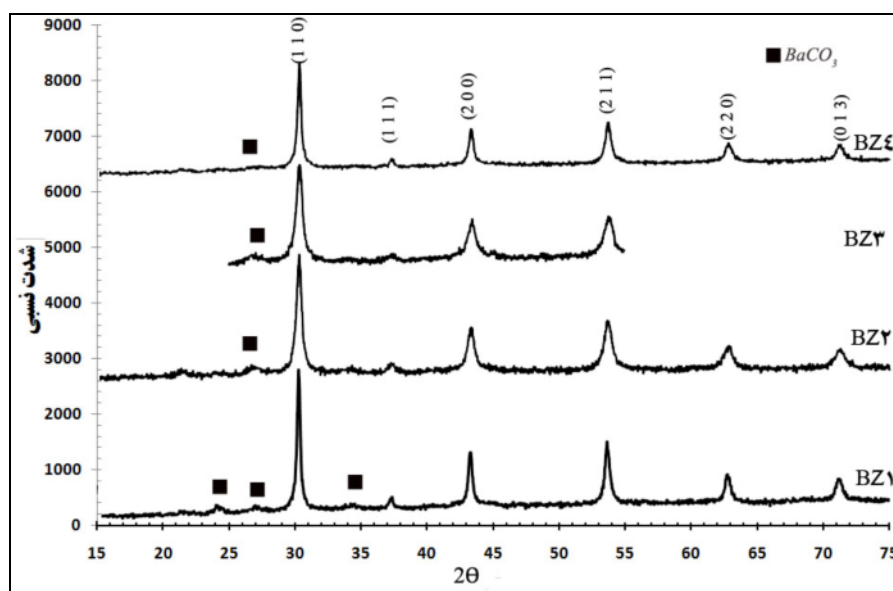
جدول ۳ شرایط گوناگون گرمادهی BaZrO_3 وابسته به شرح ۴.

شماره نمونه	زمان و دمای پخت	آهنگ گرمایش °C/min	آهنگ سرمایش °C/min
BZ9	۲ ساعت در دمای ۸۰۰°C	۵	۳
BZ10	۲ ساعت در دمای ۹۰۰°C	۵	۳
BZ11	۲ ساعت در دمای ۱۰۰۰°C	۵	۳

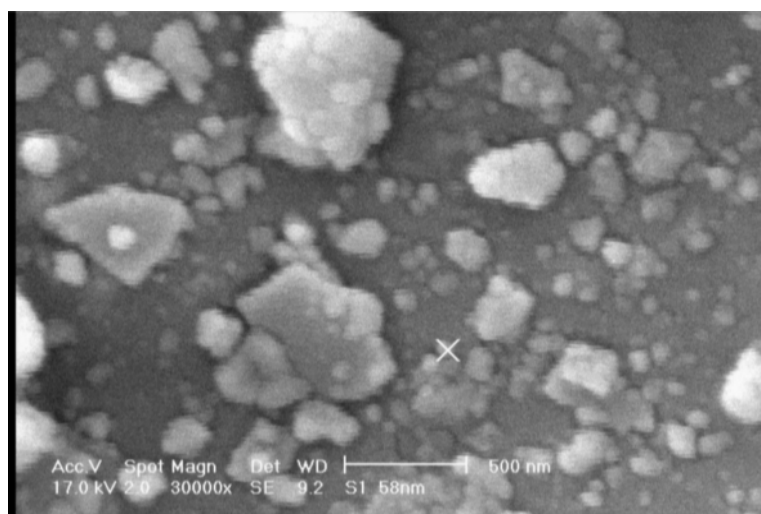
بحث و بررسی

شکل ۱ طیف XRD نمونه‌های BZ1 تا BZ4 گرمادهی شده بنابر جدول ۱ را نشان می‌دهد. چنان‌که دیده می‌شود، در تمامی الگوهای پراش XRD، قله‌های اصلی BaZrO_3 نمایان شده‌اند، و این الگوها کاملاً با کارت استاندارد (JCPDS06-0399) همخوانی دارند. قله اضافی وابسته به فاز ناخالصی کربنات باریوم نیز در این تصاویر وجود دارد که با علامت ■ مشخص شده است. البته شدت قله‌ی ناخالصی در نمونه‌های BZ1 تا BZ4 به مراتب کمتر از نمونه‌های دیگر است. تیزی و شدت قله‌های پراش این نمونه‌ها نیز نسبت به نمونه‌های دیگر بیشتر است که به معنای افزایش میزان بلوری شدن آنهاست.

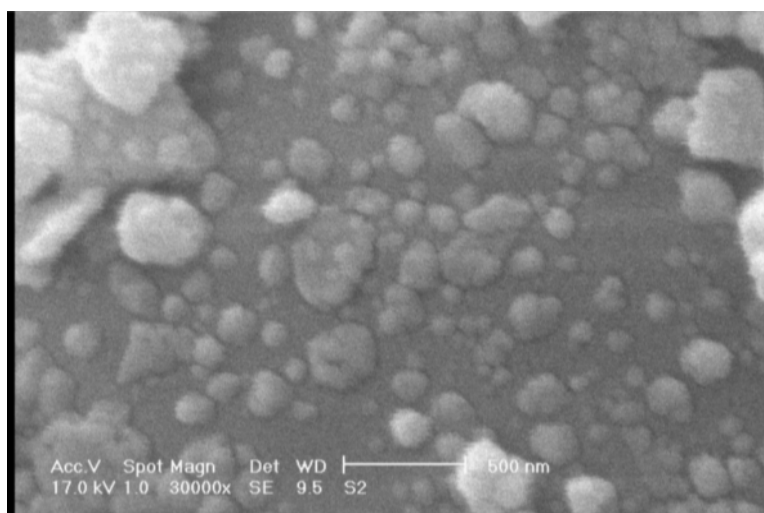
شکل‌های ۲ تا ۵ تصاویر SEM نمونه‌های BZ1 تا BZ4 را که بنابر شرح ۱ تهیه شده‌اند نشان می‌دهند. میانگین اندازه‌ی ذرات نمونه‌های BZ1 و BZ2 با استفاده از شکل‌های ۲ و ۳ محاسبه و به ترتیب ۶۰ و ۷۰ نانومتر به‌دست آمدند. این میانگین‌ها با نرم‌افزار Microstructure Measurement، با میانگین‌گیری روی بیش از ۲۰۰ ذره انجام شده است. گرچه اندازه‌ی ذرات در گستره‌ی نانومتری است ولی از همگنی مناسبی برخوردار نیستند. شکل‌های ۴ و ۵ تصاویر SEM نمونه‌های BZ3 و BZ4 را نشان می‌دهند. بنابر شکل دیده می‌شود که ذرات نانومتری با اندازه‌های میانگین به‌ترتیب ۸۰ و ۳۵ نانومتر روی کلوخه‌های حدود ۵۰۰ نانومتری گرد آمده‌اند.



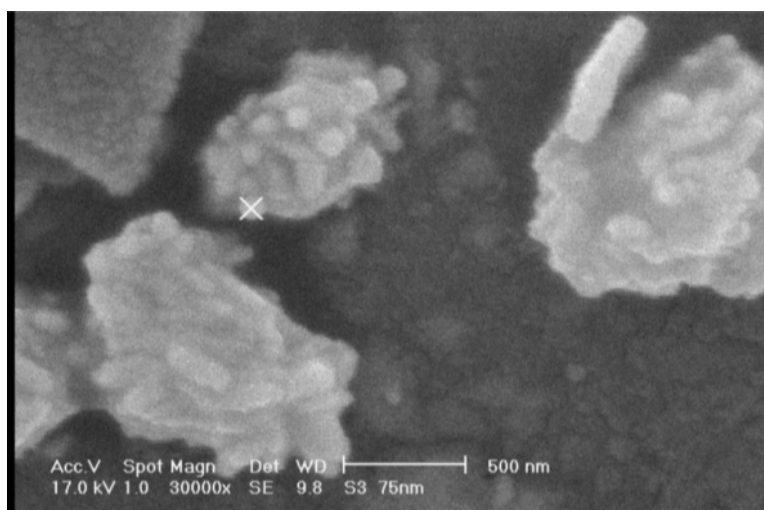
شکل ۱ طیف‌های XRD نمونه‌های BZ1 تا BZ4 گرمادهی شده بنابر جدول ۱.



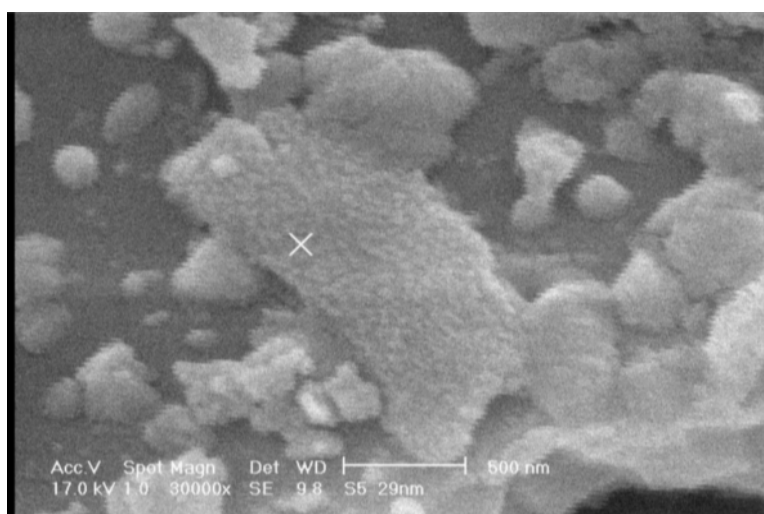
شکل ۲ تصویر SEM نانو پودرهای نمونه‌ی BZ1.



شکل ۳ تصویر SEM نانو پودرهای نمونه‌ی BZ2.



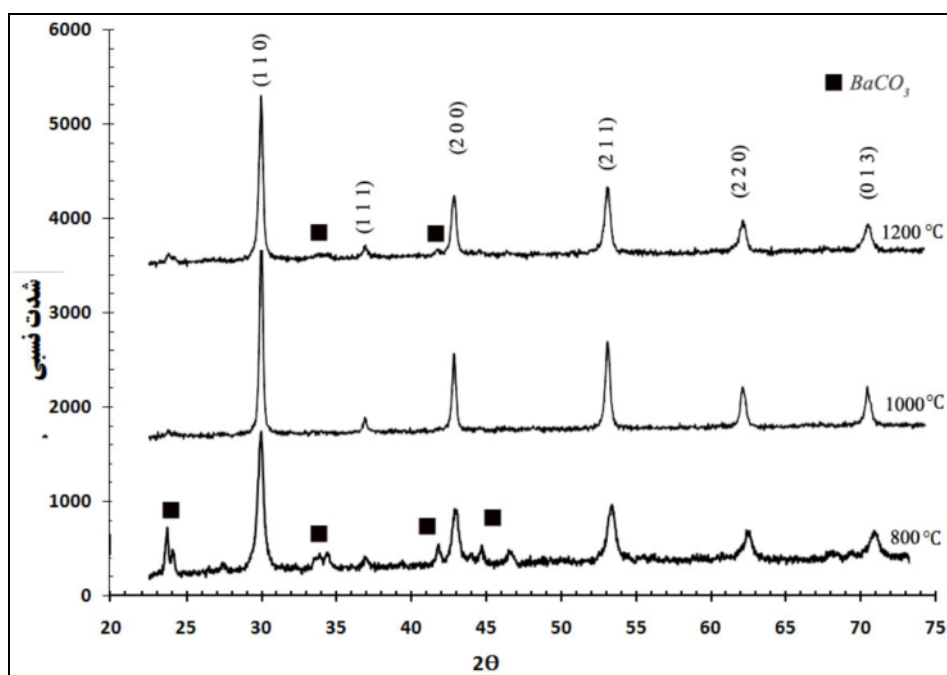
شکل ۴ تصویر SEM نانو پودرهای نمونه‌ی BZ3.



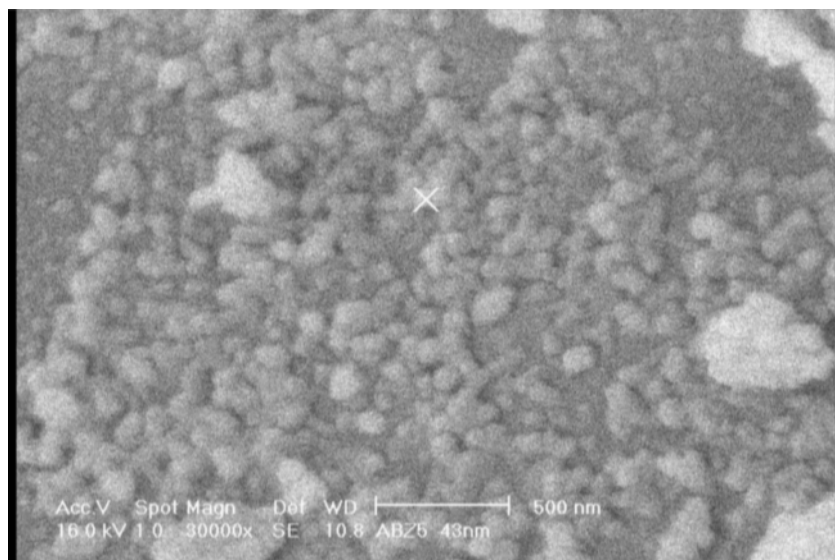
شکل ۵ تصویر SEM نانو پودرهای نمونه‌ی BZ4.

پراش XRD نمونه‌های BZ6 و BZ7 گرمادهی شده در دمای ۱۰۰۰ و ۱۲۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد کاملاً با کارت استاندارد (JCPDS 06-0399) همخوانی دارد. شکل ۷ تصویر SEM وابسته به نمونه‌ی BZ7 پخت شده در ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی-گراد را نشان می‌دهد که بر اساس الگوی پراش XRD ناخالصی ندارد. با توجه به مقیاس ۵۰۰ نانومتری تصویر، میانگین اندازه‌ی ذرات در حدود ۴۵ نانومتر اندازه‌گیری شد.

شکل ۶ الگوی پراش XRD نمونه‌های BZ5 تا BZ7 تهیه شده بر پایه‌ی شرح ۲ (جدول ۲) را نشان می‌دهد. چنان‌که دیده می‌شود، الگوی پراش نمونه‌ی BZ5 که در ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد تولید شد، اگرچه قله‌های اصلی BaZrO_3 نمایان است ولی قله‌های اضافی وابسته به فاز ناخالصی کربنات باریوم نیز در آن وجود دارد. با افزایش دما نه تنها این قله‌های ناخالصی از بین رفتند، بلکه تیزی قله‌ها که به معنای افزایش میزان بلورینگی نمونه‌ها است نیز افزایش یافته است. الگوی



شکل ۶ طیف‌های XRD نمونه‌های BZ5 تا BZ7 گرمادهی شده بر پایه‌ی جدول ۲.

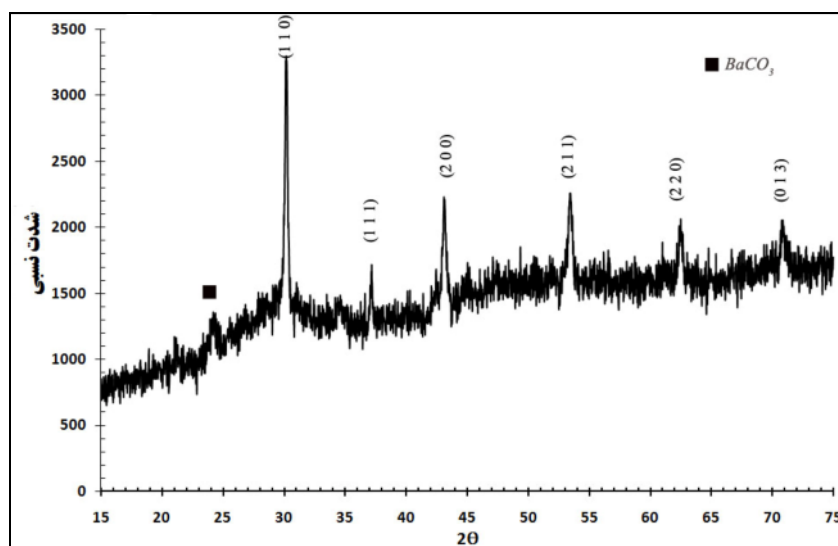


شکل ۷ تصویر SEM نانو پودرهای گرمادهی شده‌ی نمونه‌ی BZ7.

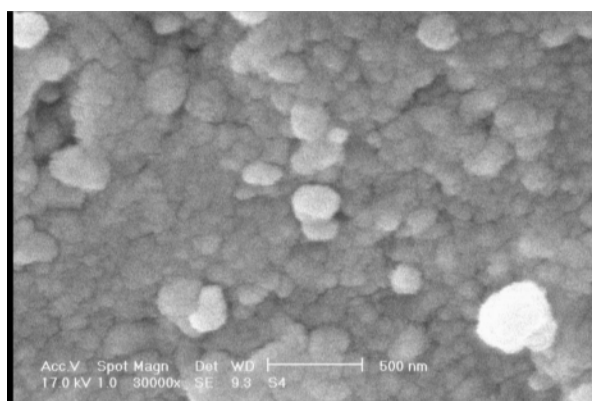
۱۰۰ درجه‌ی سانتی گراد هیچگونه فازی تشکیل نشده است. لازم به یادآوری است که تفاوت شرح ۳ و ۴ در استفاده از منابع باریوم اولیه متفاوت است. برای تولید نمونه با شرح ۳ از هیدروکساید باریوم و در شرح ۴ از استات باریوم استفاده شد. به‌منظور بلوری شدن نمونه‌ها، ژل خشک شده در دماهای مختلف ۸۰۰، ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد بنابر جدول ۳ گرمادهی شدند. شکل ۱۱ الگوی XRD وابسته به نمونه‌های BZ9 تا BZ11 را که در دماهای مختلف ۸۰۰، ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد تهیه شده‌اند، نشان می‌دهد. چنانکه از الگوهای پراش پیدا است، با افزایش دما، قله‌های فاز ناخالصی BaCO_3 از بین رفته و شدت قله‌ها افزایش یافته و پودرها بلوری‌تر شده‌اند. شکل ۱۲ تصویر SEM وابسته به نمونه‌ی گرمادهی شده در ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. با توجه به مقیاس ۵۰۰ نانومتری تصویر، میانگین اندازه‌ی ذرات ۶۵ نانومتر اندازه‌گیری شد.

شکل ۸ الگوی پراش XRD وابسته به نانوپودرهای تولید شده با شرح ۳ را نشان می‌دهد. نمونه در این اینجا ژل خشک-شده در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد بود و دیده شد که الگوی پراش آن کاملاً با کارت استاندارد (JCPDS 06-0399) همخوانی دارد که بدین معنی است که فاز مورد نظر در مرحله-ی ژل شدن تشکیل شده است. شدت قله‌ها بیانگر آن است که بلوری شدن ذرات به طور مطلوبی صورت پذیرفته است و نیازی به مرحله‌ی پخت نیست. شکل ۹ تصویر SEM نمونه‌ی تولید شده با این روش را نشان می‌دهد. با توجه به مقیاس ۵۰۰ نانومتری تصویر، اندازه‌ی ذرات ساخته شده با این روش، ۸۰ نانومتر اندازه‌گیری شد.

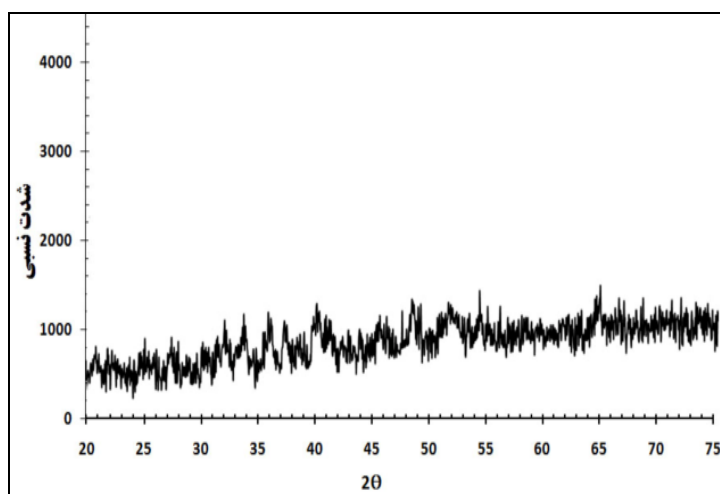
شکل ۱۰ الگوی XRD وابسته به ژل خشک شده نمونه-های تولیدی با شرح ۴ را نشان می‌دهد. برخلاف ژل ساخته شده با هیدروکساید باریوم (شرح ۳)، ژل خشک شده هیچگونه قله‌ای را نشان نمی‌دهد. بنابراین می‌توان گفت که در دمای



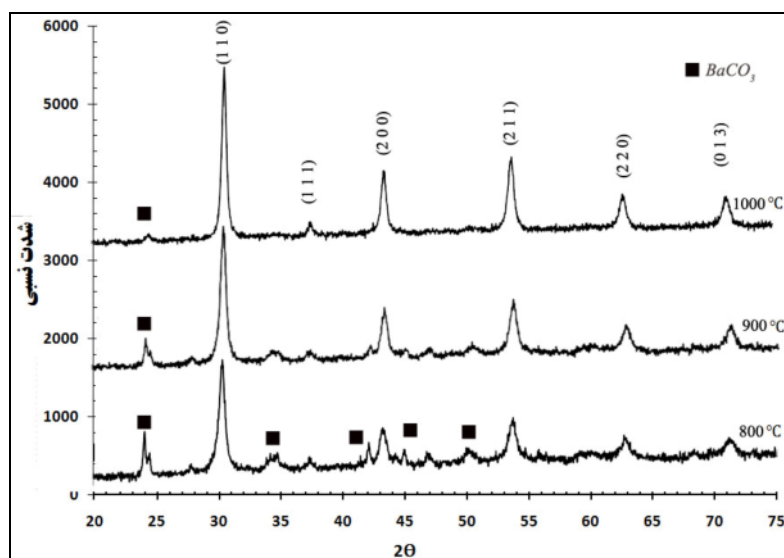
شکل ۸ الگوی XRD ژل خشک شده در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد وابسته به شرح کار ۳.



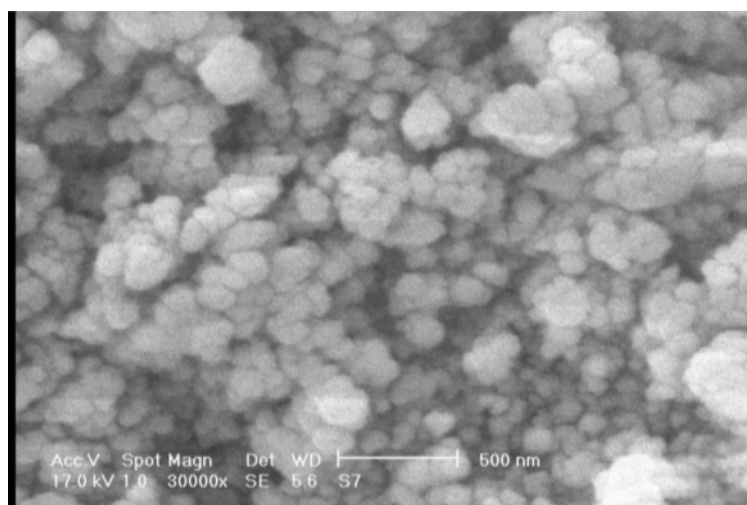
شکل ۹ تصویر SEM نانوپودرهای تولید شده‌ی نمونه BZ8 با شرح کار ۳.



شکل ۱۰ الگوی XRD ژل خشک شده در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد وابسته به شرح کار ۴.



شکل ۱۱ طیف‌های XRD وابسته به نمونه‌های تولید شده با شرح کار ۴، گرمادهی شده مطابق جدول ۳.



شکل ۱۲ تصویر SEM نمونه‌ی BZ11.

نیز کوتاه‌تر خواهد شد. خلوص محصول از عوامل مهم تولید است. هرچه خلوص بالاتر باشد ارزش و کیفیت نمونه‌های تولیدی بهتر است. در نهایت اگر هدف، تولید نانو ذرات سرامیکی است اندازه‌ی آنها و نیز همگن بودن اندازه‌ی ذرات از عوامل اصلی در انتخاب شرایط بهینه تولیدند.

برای بررسی عوامل گفته شده، اطلاعات مربوط به هر یک از روش‌های ساخت نانوذرات BaZrO_3 ، یعنی زمان و دمای پخت و نیز خلوص و اندازه‌ی ذرات در جدول ۴ ارائه شده‌اند. دیده می‌شود که از لحاظ اندازه و خلوص فاز، نمونه‌های BZ1 ، BZ2 ، BZ6 ، BZ8 و BZ11 نمونه‌های مناسبی هستند یعنی هم اندازه‌ی ذرات آنها در گستره‌ی زیر ۱۰۰ نانومتر هستند و هم ناخالصی بسیار کمی دارند. ولی با توجه به زمان تولید نمونه‌ها و دمای لازم، نمونه‌ی BZ8 که فقط به ۱۱ ساعت زمان نیاز دارد و دمای تهیه‌ی آنها ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد است، از هر نظر مناسب‌اند. انحراف معیار توزیع اندازه‌ی ذرات برای این نمونه از دیگر نمونه‌ها کمتر بود، بنابراین شرایط ساخت این نمونه به عنوان شرایط بهینه انتخاب شد. ضمناً اگر هدف، ساخت ذراتی با اندازه‌ی خاص باشد و زمان و دمای پخت مهم نباشد، از هر یک از روش‌های گفته شده می‌توان برای تولید نمونه‌های BZ1 ، BZ2 ، BZ6 ، BZ8 و BZ11 برای ساخت نانوذراتی با اندازه‌های گفته شده استفاده کرد. به عبارتی کنترل اندازه ذرات با انتخاب روش ساخت مناسب امکان پذیر است.

به منظور بررسی همگنی نمونه‌ها، انحراف معیار توزیع اندازه ذرات محاسبه شد. انحراف معیار برای نمونه‌ی BZ1 برابر با ۲۵/۴ و برای نمونه‌های BZ7 ، BZ8 و BZ11 به ترتیب ۱۶، ۱۳/۲ و ۱۴/۷ محاسبه شدند. برای نمونه‌های BZ2 ، BZ3 و BZ4 ، با توجه به پراکندگی آشکار اندازه‌ی ذرات، محاسبه‌ی صورت نگرفت. چنانکه از تصاویر SEM (شکل‌های ۹ و ۱۲) پیداست همگنی نمونه‌های BZ8 و BZ11 بسیار خوب است ولی انحراف معیار محاسبه شده نمونه‌ی BZ8 را همگن‌تر نشان می‌دهد.

انتخاب حالت بهینه‌ی ساخت نانوذرات BaZrO_3

برای انتخاب شرایط بهینه‌ی ساخت، باید عوامل موثر در تولید و مشکلات یا برتری‌های آنها را در نظر داشت تا با توجه به آنها شرایط بهینه انتخاب شوند. عواملی مانند دما، زمان پخت، خلوص، نانویی بودن و همگن بودن ذرات تولید شده برای انتخاب شرایط بهینه مورد نظر بوده‌اند.

یکی از مشکلات تولید سرامیک‌ها، نیاز به ایجاد دماهای بالای پخت است که هزینه‌های تولید به لحاظ تهیه‌ی کوره‌های با دمای بالا و انرژی لازم برای ایجاد دمای بالا را افزایش می‌دهد. از برتری‌های تولید سرامیک‌ها به روش سل-ژل پایین بودن دمای پخت و به عبارتی کاهش هزینه‌هاست. عامل دیگر که باید مورد توجه قرار گیرد زمان پخت است. پایین بودن زمان پخت به معنی تولید بیشتر و درآمدزایی بیشتر است. البته اگر بتوان دمای تولید را پایین آورد، زمان لازم برای تولید

جدول ۴ مقایسه ویژگی‌های محصول در روش‌های مختلف تولید نانوذرات BaZrO_3 .

روش ساخت	نمونه	زمان ساخت (ساعت)	وجود ناخالصی	اندازه ذرات (nm)	دمای تولید ($^{\circ}\text{C}$)
شرح کار ۱	BZ1	۲۷	بسیار ناچیز	۶۰	۸۰۰
	BZ2	۲۴	بسیار ناچیز	۷۰	۸۰۰
	BZ3	۱۹	بسیار ناچیز	ذرات ۸۰ nm بر روی کلوخه‌های درشت	۸۰۰
	BZ4	۲۲	بسیار ناچیز	ذرات ۳۵ nm بر روی کلوخه‌های درشت	۸۰۰
شرح کار ۲	BZ5	۲۵	زیاد	-	۸۰۰
	BZ6	۲۶	بسیار ناچیز	۴۵	۱۰۰۰
	BZ7	۲۷	کم	-	۱۲۰۰
شرح کار ۳	BZ8	۱۱	بسیار ناچیز	۸۰	۱۰۰
شرح کار ۴	BZ9	۲۱	زیاد	-	۸۰۰
	BZ10	۲۲	کم	-	۹۰۰
	BZ11	۲۳	بسیار ناچیز	۶۵	۱۰۰۰

برداشت

در این پژوهش نانوذرات BaZrO_3 بر پایه‌ی روش سل-ژل، به روش‌های مختلف تولید شدند. در تمامی این روش‌ها ساختار بلوری نمونه‌ها کاملاً شکل گرفته و اندازه‌ی میانگین نانوذرات زیر ۱۰۰ نانومتر است. با بررسی عواملی همچون پایین بودن دمای ساخت نانوذرات، زمان مورد نیاز برای تولید نانوذرات، خلوص محصول، همگنی و ریز بودن اندازه‌ی نانوذرات بدست آمده در میان روش‌های گفته شده در بالا، روش تولید نمونه‌ی BZ8 به عنوان حالت بهینه انتخاب شد. در این روش زمان تولید ۱۱ ساعت، دمای تولید ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و اندازه‌ی ذرات ۸۰ نانومتر است. روش‌های دیگری که ارائه شده‌اند روش‌هایی برای تولید نانوذرات BaZrO_3 با اندازه‌های گوناگون است.

مراجع

- [1] Guillaume B., Boschinia F., Garcia-Cano I., Rulmont A., Cloots R., Ausloos M., "Optimization of BaZrO_3 sintering by control of the initial powder size distribution; a factorial design statistical analysis", Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 3593–360.
- [2] Jali V.M., Aparna S., Sanjeev G., Krupanidhi S.B., "AC conductivity studies on the electron irradiated BaZrO_3 ceramic", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 257 (2007) 505–509.
- [3] Badica P., Aldica G., Iyo A., Bradea I., Jaklovszky J., "Ba/Zr=1:1 freeze-dried and conventional chloride powders synthesis of BaZrO_3 and phase formation", Materials Letters 58 (2003) 250–256.
- [4] Li G., Litao J., Shuqing G., Yunfeng L., Xu L., Qinglin G., Zhiping Y., Guangsheng F., "Luminescent properties of Eu^{3+} -doped BaZrO_3 phosphor for UV white light emitting diode", Journal of rare earths 28 (2010) 292–294.
- [5] Moreira M. L., Volanti D. P., Andre's J., Montes P. J., Valerio M., Varela J. A., Longo E., "Radioluminescence properties of decaoctahedral BaZrO_3 ", ScriptaMaterialia 64 (2011) 118–121.
- [6] Goretta K.C., Park E.T., Koritala R.E., Cuber M.M., Pascual E.A., Chen N., de Arellano-Lopez A.R., Routbort J.L., "Thermoelastic response of polycrystalline BaZrO_3 ", Physica C 309 (1998) 245–250.
- [7] Kreuer K.D., Adams St., Munch W., Fuchs A., Klock U., Maier J., "Proton conducting alkaline earth zirconates and titanates for high drain electrochemical applications", Solid State Ionics 145 (2001) 295–306.
- [8] Chen X., Rieth L., Miller M.S., Solzbacher F., "Comparison of Y-doped BaZrO_3 thin films for high temperature humidity sensors by RF sputtering and pulsed laser deposition", Sensors and Actuators B 148 (2010) 173–180.
- [9] Aimable A., Xin B., Millot N., Aymes D., "Continuous hydrothermal synthesis of nanometric BaZrO_3 in supercritical water", Journal of Solid State Chemistry 181 (2008) 183–189.
- [10] Pompeo N., Galluzzi V., Rogai R., Celentano G., Silva E., "Change of strength of vortex pinning in YBCO due to BaZrO_3 inclusions", Physica C 468 (2008) 745–748.
- [11] Strickland N.M., Long N.J., Talantsev E.F., Hoefakker P., Xia J., Rupich M.W., Kodenkandath T., Zhang W., Li X., Huang Y., "Enhanced flux pinning by BaZrO_3 nanoparticles in metal-organic deposited YBCO second-generation HTS wire", Physica C 468 (2008) 183–189.
- [12] Wimbush S. C., Walsh D., Hall S. R., "Synthesis and characterization of BaZrO_3 -doped $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ microtapes with improved critical current densities", Physica C 470 (2010) 373–377.
- [13] Mirosław M. Bućko, Jan Obłakowski, "Preparation of BaZrO_3 nanopowders by spray pyrolysis method", Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 3625–3628.
- [14] Cervera R. B., Oyama Y., Yamaguchi S., "Low temperature synthesis of nanocrystalline proton conducting $\text{BaZr}_{0.8}\text{Y}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ by sol-gel method", Solid State Ionics 178 (2007) 569–574.