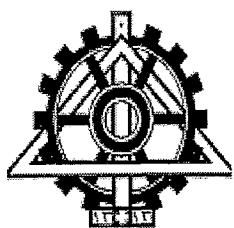
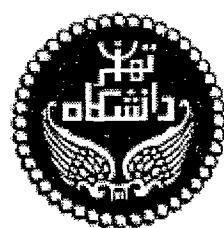




٩٣٩٧٠



دانشگاه تهران



پردیس دانشکده های فنی

دانشکده مهندسی متالورژی و مواد

عنوان:

تأثیر اتمسفر گازی حاوی هیدروژن بر مورفولوژی و ترکیب فازی

نانو ذرات مغناطیسی هگزافریت

نگارش:

حمیدرضا کوه دار

استاد راهنما:

دکتر سید علی سید ابراهیمی

استاد مشاور:

دکتر حسین عبدی زاده

پایان نامه جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته

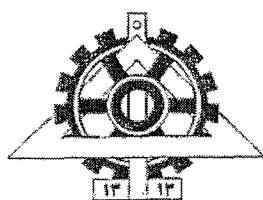
۱۳۸۷ / ۳ / ۲۸

مهندسی متالورژی و مواد

گرایش شناسایی، انتخاب و روش ساخت مواد مهندسی

زمستان ۱۳۸۶

۹۳۴۸۰



### تعهد نامه اصالت اثر

این‌جانب حمیدرضا کوه دار تایید می‌کنم که مطالب مندرج در این پایان نامه حاصل کار پژوهشی  
این‌جانب است و به دستاوردهای پژوهشی دیگران که در این نوشه از آنها استفاده شده است مطابق  
مقررات ارجاع گردیده است. این پایان نامه قبل از احراز هیچ مدرک هم سطح یا بالاتر ارائه نشده  
است.

کلیه حقوق مادی و معنوی این اثر متعلق به دانشکده فنی دانشگاه تهران می‌باشد.

نام و نام خانوادگی دانشجو: حمیدرضا کوه دار

امضاء دانشجو:

تقدیم به پدر پرتلاش و مادر مهربانم

## چکیده

در این تحقیق پودر نانو کریستالی هگزافریت استرانسیم از طریق عملیات حرارتی تحت اتمسفر دینامیک هیدروژن و کلسيناسیون مجدد پودر تهیه شده به روش مرسوم به دست آمد. ابتدا پودر هگزافریت استرانسیم از طریق روش مرسوم با کلسيناسیون کربنات استرانسیم و هماتیت در دمای  $1100^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت تهیه شد. سپس این پودر در اتمسفر دینامیک هیدروژن در دماها و دبی های گاز مختلف برای زمان های متفاوت حرارت داده شد و نمونه پودری هیدروژن دهی شده در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $60\text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت به عنوان نمونه بهینه انتخاب گردید. در اثر هیدروژن دهی یک تغییر در خواص مغناطیسی ماده از سخت به نرم به وسیله تجزیه هگزافریت و احیای اکسید آهن به آهن فلزی با دانه های بسیار ریز ایجاد شد. در مرحله بعد پودر بهینه هیدروژن دهی شده در دماهای مختلف به مدت یک ساعت کلسينه شد و نهایتاً پودر نانو کریستالی هگزافریت استرانسیم تک فاز بعد از کلسيناسیون در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  بدست آمد. در این کار، تاثیرات این فرایند بر روی فازهای ایجاد شده، مورفولوژی و اندازه ذرات و خواص مغناطیسی به وسیله آنالیز پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ های الکترونی روبشی و عبوری و دستگاه مغناطش سنج نمونه ارتعاشی (VSM) مورد بررسی قرار گرفت. اندازه متوسط کریستالهای هگزافریت بعد از عملیات گاز دهی و کلسيناسیون مجدد حدود  $40\text{ nm}$  اندازه گیری شد. همچنین نتایج بدست آمده یک افزایش قابل توجه در میزان میدان پسماندزدای مغناطیسی به وسیله اعمال این فرایند بر روی پودر هگزافریت را نشان داد.

## تقدیر و تشکر:

اکنون که به یاری پروردگار بخش دیگری از راه بلند و بی پایان کسب علم سپری شده است و گام دیگری از زندگی را پشت سر گذاشته ام برخود لازم می دانم از همه کسانی که مرا در این مسیر یاری کرده اند، تشکر و قدردانی کنم.

در ابتدا از استاد بزرگوارم جناب آقای دکتر سید علی سید ابراهیمی به خاطر صبر و شکیبایی شان در طول انجام این تحقیق تشکر می کنم.

به علاوه از جناب آقای دکتر حسین عبدی زاده که مشاوره این تحقیق بر عهده ایشان بود و آقایان دکتر پیروز مرعشی و دکتر شهرام رایگان که زحمت بازخوانی این پایان نامه را تقبل نمودند سپاسگزاری می کنم.

همچنین از همکارانم در آزمایشگاه مواد مغناطیسی که با تلاش های خود در مدت انجام این تحقیق موجبات به نتیجه رسیدن این تحقیق را فراهم کردند خصوصا آقایان مهندس یوردخانی و مهندس دهقان سپاسگزاری می نمایم.

در ضمن از مساعدت ها و همکاری های مرکز پژوهش شرکت ملی گاز ایران که با حمایت های مالی و معنوی خود امکان این تحقیق را فراهم کردند نهایت تشکر و قدردانی را دارم.

تو خوشبود باشی و ما رستگار

خدایا چنان کن سرانجام کار

## فهرست مطالب

صفحة	عنوان
۱	مقدمه
۴	فصل اول: مروری بر مفاهیم بنیادی مغناطیسی
۵	۱-۱- پارامترهای مغناطیسی
۷	۲-۱- انواع مواد مغناطیسی
۹	۳-۱- حوزه های مغناطیسی
۹	۴-۱- دیواره حوزه مغناطیسی
۱۰	۵-۱- ذرات تک حوزه
۱۱	۶-۱- حلقه پسماند
۱۱	۷-۱- نیروی پسماند زدای مغناطیسی
۱۲	۸-۱- مواد مغناطیسی سخت و نرم
۱۳	فصل دوم: مروری بر منابع
۱۴	۱-۲- سرامیک های مغناطیسی ( فریت ها )
۱۴	۱-۱-۲- فریت های مکعبی
۱۴	۲-۱-۲- فریت های هگزاگونال
۱۵	۲-۲- روش های فراوری هگزافریت ها
۱۵	۲-۲-۱- روش مرسوم
۱۷	۲-۲-۲- روش های غیر مرسوم
۲۴	۲-۳-۲- اثر عملیات حرارتی گازی و کلسیناسیون بعدی بر ترکیب فازی، ریز ساختار و خواص مغناطیسی هگزافریت استرانسیم
۲۴	۱-۳-۲- اثر عملیات حرارتی هیدروژن و کلسیناسیون بر ترکیب فازی هگزافریت استرانسیم
۲۶	۲-۳-۲- اثر عملیات حرارتی نیتروژن و کلسیناسیون بعدی بر ترکیب فازی هگزافریت استرانسیم
۲۷	۳-۳-۲- اثر عملیات حرارتی هیدروژن و کلسیناسیون بر میکروساختار هگزافریت استرانسیم
۲۹	۴-۳-۲- اثر عملیات حرارتی نیتروژن و کلسیناسیون بر ریز ساختار هگزافریت ها
۳۰	۵-۳-۲- اثر عملیات حرارتی گازی هیدروژن و کلسیناسیون بعدی بر خواص مغناطیسی
۳۲	۶-۳-۲- اثر عملیات حرارتی گازی نیتروژن دهی و کلسیناسیون بر خواص مغناطیسی
۳۳	۷-۳-۲- مقایسه خواص مغناطیسی پودر هیدروژن دهی و نیتروژن دهی شده
۳۵	فصل سوم: روش انجام آزمایش و تجهیزات مورد استفاده
۳۶	۱-۳- مواد اولیه
۳۶	۲-۳- تهیه پودر هگزافریت استرانسیم به روش مرسوم
۳۷	۳-۳- روش انجام آزمایش های عملیات حرارتی گازی تحت اتمسفر هیدروژن و کلسیناسیون
۳۸	۴-۳- تجهیزات مورد استفاده

۳۸	۱-۴-۳- پراش پرتو ایکس (XRD)
۴۰	۲-۴-۳- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
۴۰	۳-۴-۳- میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)
۴۰	۴-۴-۳- اندازه گیری مغناطیسی به روش نمونه ارتعاش کننده (VSM)
۴۱	<b>فصل چهارم: بحث و نتایج</b>
۴۲	۱- تولید هگزافریت استرانسیم به روش مرسوم
۴۳	۲-۴- اثر عملیات حرارتی گازی در اتمسفر هیدروژن بر ترکیب فازی هگزافریت استرانسیم
۵۴	۳-۴- اثر کلسیناسیون بر ترکیب فازی نمونه هیدروژن دهی شده بهینه
۵۷	۴-۴- اثر عملیات حرارتی گازی و کلسیناسیون بر مورفولوژی ذرات هگزافریت استرانسیم
۵۷	۱-۴-۴- اثر عملیات حرارتی گازی بر مورفولوژی ذرات هگزافریت استرانسیم
۶۶	۲-۴-۴- اثر کلسیناسیون بر مورفولوژی پودر حاصل از عملیات حرارتی گازی
۷۲	۴-۵-۴- اثر عملیات حرارتی گازی و کلسیناسیون بر اندازه ذرات و کریستالیت های نمونه پودری
۷۲	۱-۵-۴- اثر عملیات حرارتی گازی بر اندازه ذرات و کریستالیت ها
۷۳	۲-۵-۴- اثر کلسیناسیون بر اندازه ذرات و کریستالیت ها
۷۵	۴-۶- مقایسه خواص مغناطیسی پودر هگزافریت اولیه و پودر هگزافریت بعد از عملیات گازی و کلسیناسیون
۷۸	<b>فصل پنجم: نتیجه گیری</b>
۸۱	<b>مراجع</b>

## فهرست جداول

عنوان		صفحه
جدول ۱-۲- مقایسه خواص فیزیکی هگزافریت ها	۱۵	
جدول ۱-۳ مشخصات فیزیکی و شیمیایی مواد مورد استفاده	۳۶	
جدول ۲-۳ حروف اختصاری استفاده شده برای فازها	۳۹	
جدول ۴-۱- بهینه سازی پارامترهای عملیات هیدروژن دهی	۵۳	
جدول ۴-۲- اندازه کریستالیت های پودر بعد از عملیات حرارتی در اتمسفر هیدروژن در شرایط مختلف	۷۲	
جدول ۴-۳- اندازه کریستالیت های پودر عملیات حرارتی شده در شرایط بهینه و سپس کلسینه شده در دماهای $900^{\circ}\text{C}$ و $1100^{\circ}\text{C}$ به مدت ۱ ساعت	۷۳	
جدول ۴-۴- خواص مغناطیسی نمونه پودری هگزافریت استرانسیم اولیه تهیه شده به روش مرسوم	۷۵	
جدول ۴-۵- خواص مغناطیسی نمونه پودری هگزافریت استرانسیم هیدروژن دهی و سپس کلسینه شده بهینه	۷۶	

## فهرست شکل ها

صفحه	عنوان
۸	شکل ۱-۱- تقسیم بندی مواد مغناطیسی با توجه به گشتاورهای مغناطیسی اتمی
۹	شکل ۱-۲- چرخش ۱۸۰ درجه ای گشتاورهای مغناطیسی در دیواره حوزه مغناطیسی
۱۰	شکل ۱-۳- حرکت دیواره حوزه در اثر میدان اعمال شده
۱۱	شکل ۱-۴- حلقه هیسترزیس یک ماده مغناطیسی
۱۴	شکل ۱-۵- دیاگرام فازی $BaO-Fe_2O_3$ در هوا ( $P_{O_2}=0.2\text{atm}$ )
۱۶	شکل ۱-۶- مراحل فرایند تولید هگزافریت ها به روش مرسوم
۲۵	شکل ۱-۷- الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه های هیدروژن دهی شده در فشار ۱ بار به مدت ۱ ساعت در دمای (الف) $900^{\circ}\text{C}$ (ب) $700^{\circ}\text{C}$ ، $\text{SrO} \cdot 0.5\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Fe} \rightarrow [FeO] = FeO$
۲۵	شکل ۱-۸- الگوی پراش اشعه ایکس (a) پودر اولیه تهیه شده به روش مرسوم (b) پودر اولیه بعد از هیدروژن دهی در $700^{\circ}\text{C}$ در فشار $1/3$ بار به مدت ۱ ساعت (c) پودر کلسینه شده در دمای $1000^{\circ}\text{C}$ در هوا به مدت ۱ ساعت بعد از هیدروژن دهی ( $[FeO] = Fe$ , $Sr_7Fe_{10}O_{22}$ , $[Fe] = FeO$ )
۲۶	شکل ۱-۹- الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه های نیتروژن دهی شده (الف) در دمای $950^{\circ}\text{C}$ به مدت ۵ ساعت در فشار اولیه ۱ بار (ب) بعد از کلسیناسیون در دمای $1000^{\circ}\text{C}$ در هوا به مدت ۱ ساعت ( $Fe_3O_4 + Fe \rightarrow \Delta = Fe_2O_3$ )
۲۷	شکل ۱-۱۰- میکروساختار پودر اولیه که دانه های شش وجهی را نشان می دهد
۲۸	شکل ۱-۱۱- ریز ساختار پودر هگزافریت استرانسیم بعد از هیدروژن دهی در دمای $700^{\circ}\text{C}$ در فشار $1/3$ بار
۲۸	شکل ۱-۱۲- ریز ساختار پودر حاصل از کلسیناسیون بعد از هیدروژن دهی
۲۹	شکل ۱-۱۳- ریز ساختار پودر هگزافریت استرانسیم بعد از نیتروژن دهی در دمای $950^{\circ}\text{C}$ به مدت ۵ ساعت تحت فشار اولیه ۱ بار
۲۹	شکل ۱-۱۴- ریز ساختار پودر اولیه هگزافریت استرانسیم
۳۰	شکل ۱-۱۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک بالا از پودر هگزافریت استرانسیم بعد از نیتروژن دهی در دمای $950^{\circ}\text{C}$ به مدت ۵ ساعت تحت فشار اولیه ۱ بار و کلسینه شده در دمای $1100^{\circ}\text{C}$ در هوا به مدت ۱ ساعت
۳۰	شکل ۱-۱۶- مقایسه منحنی های مغناطیش بین پودر اولیه، پودر هیدروژن دهی شده و کلسینه شده
۳۱	شکل ۱-۱۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک بالا بعد از هیدروژن دهی در $700^{\circ}\text{C}$ به مدت ۱ ساعت، تحت فشار اولیه $1/3\text{ bar}$

- شکل ۱۴-۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی با قدرت تفکیک بالا بعد از هیدروژن دهی در  $700^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت، تحت فشار اولیه  $1/3 \text{ bar}$  و سپس کلسینه شده در هوا در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ ساعت
- شکل ۱۵-۲- منحنی مغناطیش پودر اولیه بعد از نیتروژن دهی تحت فشار ۱ بار، در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  به مدت ۵ ساعت که کاهش قابل ملاحظه‌ای در واکارندگی مغناطیسی مشاهده می‌شود
- شکل ۱۶-۲- منحنی مغناطیش نمونه بهینه هیدرژن دهی شده
- شکل ۱۷-۲- منحنی مغناطیش نمونه بهینه نیتروژن دهی شده
- شکل ۱-۳- نمایی از کوره مورد استفاده برای انجام عملیات حرارتی گازی تحت اتمسفر هیدروژن
- شکل ۲-۳- نمایی از کوره مورد استفاده برای انجام عملیات حرارتی گازی تحت اتمسفر هیدروژن همراه با تجهیزات کنترل جریان گاز
- شکل ۴-۱- الگوی پراش پرتو ایکس پودر هگزافریت استرانسیم تهیه شده به روش مرسوم(هگزافریت استرانسیم =  $\text{SH} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- شکل ۲-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $350^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، هگزافریت استرانسیم =  $\text{SH} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$  و مگنتیت =  $\text{M}$ )
- شکل ۳-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $450^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ CC/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، هگزافریت استرانسیم =  $\text{SH} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$  و مگنتیت =  $\text{M}$ )
- شکل ۴-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ CC/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، مگنتیت =  $\text{M} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- شکل ۵-۴- نمودار پایداری ترمودینامیکی آهن و اکسیدهای آن در احیا توسط هیدروژن
- شکل ۶-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $650^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، ووستیت =  $\text{W} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- شکل ۷-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، ووستیت =  $\text{W} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- شکل ۸-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن =  $\text{F}$ ، ووستیت =  $\text{W} = \text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )

- ۵۰ شکل ۹-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $50 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن = F و وستیت = W و  $S=\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- ۵۰ شکل ۱۰-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $60 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن = F و  $S=\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- ۵۱ شکل ۱۱-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $60 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت (آهن = F و وستیت = W و  $S=\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- ۵۲ شکل ۱۲-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  و دبی گاز  $60 \text{ cc/min}$  به مدت نیم ساعت (آهن = F و وستیت = W و  $S=\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- ۵۵ شکل ۱۳-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه کلسینه شده در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت (هگزافریت استرانسیم = SH، هماتیت =  $\text{Sr}_7\text{Fe}_{10}\text{O}_{22}$ )
- ۵۶ شکل ۱۴-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه کلسینه شده در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت (هگزافریت استرانسیم = SH)
- ۵۶ شکل ۱۵-۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه کلسینه شده در دمای  $1100^{\circ}\text{C}$  به مدت یک ساعت (هگزافریت استرانسیم = SH)
- ۵۷ شکل ۱۶-۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت استرانسیم تهیه شده به روش مرسوم
- ۵۸ شکل ۱۷-۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و دبی  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت
- ۵۹ شکل ۱۸-۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و دبی  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت
- ۶۰ شکل ۱۹-۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و دبی  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت
- ۶۱ شکل ۲۰-۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و دبی  $30 \text{ cc/min}$  به مدت یک ساعت

- شکل ۴-۲۱- آنالیز EDS نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن  
در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت مربوط به موضع  
⊗ در شکل ۲۰-۴
- شکل ۴-۲۲- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت  
استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۲۳- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت  
استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۲۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت  
استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۲۵- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه پودری هگزافریت  
استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۲۶- آنالیز EDS نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن  
در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت مربوط به موضع  
① در شکل ۲۴-۴
- شکل ۴-۲۷- آنالیز EDS نمونه پودری هگزافریت استرانسیم احیا شده توسط هیدروژن  
در دمای ۵۵۰ درجه سانتیگراد و دبی ۳۰ cc/min ۳۰ به مدت یک ساعت مربوط به موضع  
② در شکل ۲۴-۴
- شکل ۴-۲۸- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۲۹- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۰- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۱- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۲- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۳- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط  
هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت

- شکل ۴-۳۴- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۵- آنالیز EDS نمونه بهینه تهیه شده توسط هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت مربوط به موضع  $\times$  در شکل ۴-۴
- شکل ۴-۳۶- تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۷- تصویر میکروسکپ الکترونی عبوری (TEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۸- تصویر میکروسکپ الکترونی عبوری (TEM) نمونه بهینه تهیه شده توسط هیدروژن و سپس کلسینه شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت
- شکل ۴-۳۹- حلقه هیسترزیس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم اولیه تهیه شده به روش مرسوم
- شکل ۴-۴۰- حلقه هیسترزیس نمونه پودری هگزافریت استرانسیم تولید شده پس از هیدروژن دهی و کلسیناسیون بهینه

# مقدمة

هگزافریت استرانسیم با فرمول شیمیایی  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  و ساختار کریستالی هگزاگونال جزء اکسیدهای فری مغناطیس بوده و به دلیل داشتن خواص مناسب مانند درجه حرارت کوری بالا، میدان پسماند زدای مغناطیسی بزرگ، مقاومت به خوردگی مناسب و هزینه کم تولید به عنوان یک ماده مغناطیسی دائم در کاربردهای میکروویو و محیطهای ذخیره اطلاعات مورد استفاده قرار می‌گیرد. قدیمی ترین روش جهت تهیه هگزافریت استرانسیم روش مرسوم بوده که شامل واکنش در حالت جامد بین هماتیت ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) و کربنات استرانسیم ( $\text{SrCO}_3$ ) در دمای بالاتر از  $1100^\circ\text{C}$  و سپس خرد کردن و آسیا کردن برای تهیه پودری با اندازه ذره مناسب می‌باشد. این روش ساده و ارزان بوده ولی در عین حال دارای محدودیتهایی از جمله بزرگ بودن اندازه ذرات پودر، آلودگی پودر و دمای بالای فرایند است. جهت غلبه بر محدودیتهای موجود در روش مرسوم از روش‌های دیگری تحت عنوان روش‌های غیر مرسوم جهت تهیه نانو ذرات هگزافریت استرانسیم استفاده می‌شود که از آن جمله می‌توان به روش‌های آلیاژسازی مکانیکی، هیدروترمال، هم رسوبی، سل-ژل و سل-ژل خود احتراقی اشاره کرد. عملیات حرارتی تحت اتمسفر استاتیک هیدروژن و سپس کلسیناسیون پودر تهیه شده به روش مرسوم روش دیگری جهت تهیه نانوذرات هگزافریت استرانسیم است که در دهه گذشته بدان پرداخته شده است. با این روش می‌توان بعد از عملیات حرارتی گازی و کلسیناسیون مجدد پودر اولیه، میدان پسماند زدای مغناطیسی بزرگتری در مقایسه با پودر تهیه شده به روش مرسوم (پودر اولیه) بدست آورد.

در تحقیق حاضر تأثیر عملیات حرارتی تحت اتمسفر دینامیک هیدروژن و کلسیناسیون مجدد بر روی پودر هگزافریت استرانسیم تهیه شده به روش مرسوم بررسی شده است.

پژوهش حاضر مشتمل بر پنج فصل است که در فصل اول به مروری بر مفاهیم بنیادی مغناطیس اشاره دارد. در فصل دوم به مروری بر منابع موجود در این زمینه و تحقیقات صورت گرفته در گذشته پرداخته شده است. فصل بعدی در مورد روش انجام آزمایش و تجهیزات مورد استفاده است. در فصل چهارم به

نتایج حاصل از عملیات حرارتی تحت اتمسفر دینامیک هیدروژن و کلسیناسیون مجدد پودر اولیه و تحلیل آنها پرداخته شده است. در نهایت نتایج نهایی حاصل از این پژوهش به صورت طبقه بندی شده در فصل پنجم ارائه شده اند.

# فصل اول

مروری بر مفاهیم بنیادی مغناطیس

## ۱- مروری بر مفاهیم بنیادی مغناطیسی

### ۱-۱ پارامترهای مغناطیسی

#### الف) میدان مغناطیسی

یکی از اساسی ترین مفاهیم در مغناطیسی، میدان مغناطیسی ( $H$ ) می باشد. اثراتی که یک آهنربا در فضای اطراف خود ایجاد می کند را میدان مغناطیسی گویند. میدان مغناطیسی میدان نیرویی شبیه به میدان های الکتریکی و جاذبه است. این میدان به وسیله حرکت بار الکتریکی و یا توسط یک آهنربا ایجاد می شود.

در مورد آهنربا های دائمی هیچ جریان الکتریکی وجود ندارد اما حرکت های اسپینی و اوربیتالی الکترون ها در داخل آهنربا منجر به ایجاد میدان مغناطیسی در اطراف آن می شود. در دو انتهای هر آهنربا، حوزه پتانسیل مغناطیسی وجود دارد که قطب های مغناطیسی نامیده می شود. بر خلاف میدان های الکتریکی و جاذبه، آهنربای تک قطبی وجود ندارد و آهنرباها همیشه به صورت دوقطبی هستند. یک جریان یک آمپری که از یک سیم به طول یک متر عبور می کند، میدان مماسی  $\frac{\pi}{4} \text{ آمپر بر متر}$  در فاصله شعاعی یک متر از سیم ایجاد می نماید. واحد میدان مغناطیسی در سیستم SI، آمپر بر متر ( $A/m$ ) و در سیستم cgs ارستد ( $Oe$ ) است [۱].

#### ب) القای مغناطیسی

نتیجه اعمال میدان مغناطیسی با شدت  $H$ ، القای مغناطیسی  $B$  است. در سیستم mks واحد  $B$ ، تسلا نامیده می شود. در مورد برخی مواد  $B$  تابعی خطی از  $H$  است و رابطه ۱-۱ در خلاصه بین این دو پارامتر برقرار است:

$$B = \mu H \quad (1-1)$$

که . $\mu$  نفوذ پذیری مغناطیسی در خلاء است. در اغلب موارد به ویژه در مواد فرومغناطیس و فری مغناطیس،  $B$  تابعی خطی از  $H$  نیست و رابطه ۱-۲ بین این دو برقرار است:

$$B = \mu H \quad (1-2)$$

$\mu$  قابلیت نفوذ پذیری مغناطیسی ماده است و لزوماً ثابت نیست [۱].

### پ) مغناطش

مغناطش طبق تعریف، گشتاور مغناطیسی بر واحد حجم بوده و توسط رابطه ۱-۳ بیان می‌گردد:

$$M = m / V \quad (3-1)$$

$m$  گشتاور مغناطیسی و  $V$  حجم ماده است.

رابطه بین سه پارامتر اساسی مغناطیس ( $M, H, B$ ) در سیستم mks توسط رابطه عمومی زیر بیان می‌شود.

$$B = \mu \cdot (H + M) \quad (4-1)$$

واحد  $H$  و  $M$  بر حسب آمپر بر متر و  $B$  بر حسب تسلا است [۱].

### ت) نفوذ پذیری و پذیرفتاری مغناطیسی

نفوذ پذیری ( $\mu$ ) و پذیرفتاری مغناطیسی ( $\chi$ )، دو پارامتر مهم مورد استفاده در مطالعه مواد مغناطیسی می‌باشند که این پارامترها توسط روابط ۱-۵ و ۱-۶ بیان می‌گردند [۱].

$$\mu = B / H \quad (5-1)$$

$$\chi = M / H \quad (6-1)$$