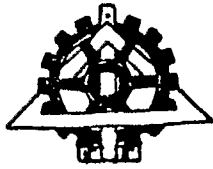


بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه تهران

دانشکده فنی

گروه مهندسی متالورژی و مواد

عنوان :

بررسی تأثیر شرایط سنتز بر خواص پودر هگزاflریت باریم
تهیه شده به روش سنتز احتراقی

نگارش :

روزبه نیکخواه مشایی

اساتید راهنما :

دکتر سیدعلی سید ابراهیمی دکتر ابوالقاسم عطایی

استاد مشاور :

دکتر علی محمد هادیان

پایان نامه جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته مهندسی متالورژی و مواد

گرایش : شناسایی ، انتخاب و روش ساخت مواد مهندسی

شهریور ماه ۱۳۸۱

۴۷۸۴۴



بنام خدا
دانشگاه تهران

دانشکده فنی

گروه آموزشی متالورژی و مواد

گواهی دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد

هیات داوران پایان نامه کارشناسی ارشد آقای روزبه نیکخواه مشایی
در رشته مهندسی متالورژی و مواد گرایش شناسایی، انتخاب و روش ساخت مواد مهندسی

با عنوان «بررسی تأثیر شرایط سنتز بر خواص پودر هگزافریت باریم تهیه شده به روش احتراقی»

را در تاریخ ۸۲/۶/۳۱

۱۳۸۲ / ۱۸ / ۲۰

به عدد به حروف با نمره نهایی :

و درجه : ارزیابی نمود.

ردیف	مشخصات هیات داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبۀ دانشگاهی	دانشگاه یا موسسه	امضاء
۱	استاد راهنما	دکتر سیدعلی سیدابراهیمی	استادیار	دانشگاه تهران	
	استاد راهنمای دوم (حسب مورد):	دکتر ابوالقاسم عطایی	استادیار	دانشگاه تهران	
۲	استاد مشاور	دکتر علی محمد هادیان	دانشیار	دانشگاه تهران	
۳	استاد مدعو (یا استاد مشاور دوم)	دکتر سعید حشمتی منش	استادیار	دانشگاه تهران	
۴	استاد مدعو	دکتر رسول صراف مأموری	دانشیار	دانشگاه تربیت مدرس	
۵	نماینده کمیته تحصیلات تکمیلی گروه آموزشی :	دکتر حمیدرضا قاسمی منفرداد	دانشیار	دانشگاه تهران	

تذکر: این برگه پس از تکمیل توسط هیات داوران در نخستین صفحه پایان نامه درج می گردد.



تقدیم به اساتید ارجمندم :

دکتر سید علی سید ابراهیمی و دکتر ابوالقاسم عطایی

و

تقدیم به :

پدر و مادر بزرگوارم

چکیده

در این تحقیق، پودر هگزا فریت باریم با روش سنتز دمای بالای خود پیشرو (SHS) از مواد اولیه پودر آهن، اکسید آهن و نیترات باریم تهیه شد. نسبت مولی $\frac{Fe}{Ba}$ برابر ۹، ۱۰، ۱۱، ۱۲ انتخاب و آنیل محصولات در محدوده دمایی ۸۵۰ تا ۱۱۵۰° C انجام شد. ساختار فازی و نوع واکنش‌های صورت گرفته طی فرآیند مورد بررسی قرار گرفت. بررسی الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های SHS شده حاکی از حضور فازهای منوفریت باریم، وستیت، مگنتیت و در برخی نمونه‌ها مقدار کمی هماتیت و هگزا فریت باریم است. نتایج آزمایش DTA/TG نشان می‌دهد که دمای تشکیل فاز هگزا فریت باریم با افزایش نسبت $\frac{Fe}{Ba}$ کاهش می‌یابد. نتایج XRD حاکی از آن است که با انتخاب نسبت مولی $\frac{Fe}{Ba} = ۱۲$ و آنیل در دمای ۱۱۵۰° C به مدت دو ساعت، هگزا فریت باریم تک فاز حاصل می‌شود که میکروگراف‌های SEM این نمونه نیز ذرات شش ضلعی هگزا فریت باریم با ابعاد حدود ۲ μm را نشان می‌دهد. نمونه با نسبت مولی $\frac{Fe}{Ba} = ۱۲$ که پس از SHS در دمای ۱۰۵۰° C به مدت دو ساعت آنیل شده است دارای خواص مغناطیسی $M_s = ۶۰ \frac{emu}{g}$ و $H_c = ۲/۵۴ kOe$ می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: سنتز دمای بالای خود پیشرو، هگزا فریت باریم، آنالیز فازی، آنالیز حرارتی

تشکر و قدردانی

نخست خداوند منان را شکرگزارم که مسیر متعالی یادگیری و تحقیق را بر من گشود تا باریکه‌ای از نور ارزشمند و هستی‌بخش دانش و معرفت وجودم را روشنایی بخشد.

سپاس بی‌واژه‌ام را تقدیم می‌دارم به محضر اساتید گرانمایه و دلسوزم جناب آقای دکتر سید علی سید ابراهیمی و جناب آقای دکتر ابوالقاسم عطایی، که به فرجام رسیدن این تحقیق بدون وجود والا و حضور ثمربخشان مقدرور نمی‌گشت. برخورد لازم می‌دانم از استاد معظم و سرور ارجمندم جناب آقای دکتر علی محمد هادیان که زحمت مشاوره این تحقیق را بر عهده داشتند، قدردانی ویژه نمایم. همچنین از اساتید بزرگوار جناب آقای دکتر صراف و جناب آقای دکتر حشمتی‌منش که زحمت بازخوانی این پایان‌نامه را تقبل فرمودند سپاسگزاری می‌نمایم.

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
	فصل اول : مقدمه
۲	۱-۱- مروری بر خواص مواد مغناطیسی
۲	۱-۱-۱- پارامترهای مغناطیسی
۲	۱-۱-۱-۱- میدان مغناطیسی
۲	۱-۱-۱-۲- القای مغناطیسی
۳	۱-۱-۱-۳- شدت مغناطش
۳	۱-۱-۲- حلقه پسماند مواد مغناطیسی
۴	۱-۱-۳- تقسیم‌بندی مواد از لحاظ خواص مغناطیسی
۴	۱-۱-۴- مواد مغناطیس نرم و سخت
۴	۱-۱-۴-۱- مواد مغناطیس سخت
۴	۱-۱-۴-۲- مواد مغناطیس نرم
۵	۱-۲- سرامیکهای مغناطیسی (فریتها)
	فصل دوم : مروری بر منابع
۷	۱-۲- تاریخچه سنتز احتراقی
۱۰	۲-۲- ترمودینامیک سنتز احتراقی
۱۱	۲-۳- مروری بر فرآیند سنتز احتراقی
۱۱	۲-۳-۱- مواد واکنش‌دهنده و مورفولوژی آنها
۱۲	۲-۳-۲- فرآیند و مشخصه‌های آن
۱۵	۲-۳-۳- محصولات SHS

صفحه	عنوان
۱۶	۴-۳-۲- تحقیقات انجام شده در زمینه SHS
۱۷	۵-۳-۲- پایه‌های تئوری SHS
۱۸	۶-۳-۲- روشهای تولید مواد با استفاده از SHS
۱۸	۷-۳-۲- کاربرد محصولات SHS
۱۹	۸-۳-۲- مزایای SHS
۱۹	۴-۲- واکنش احتراق
۱۹	۱-۴-۲- انواع احتراق
۲۰	۲-۴-۲- انفجار حرارتی
۲۱	۳-۴-۲- عوامل تأثیر گذار بر احتراق
۲۲	۴-۴-۲- سنتز احتراقی ترکیبات بین فلزی
۲۳	۵-۴-۲- سنتز احتراقی نیتrideهای دیرگداز
۲۴	۶-۴-۲- روش چگال کردن
۲۵	۵-۲- سنتز دمای بالای خود پیشروی (SHS) هگرافریتها
فصل سوم: روش انجام آزمایشها و تجهیزات مورد استفاده	
۳۱	۱-۳- مواد اولیه مورد استفاده
۳۱	۲-۳- آزمایشهای انجام شده
۳۲	۳-۳- تجهیزات مورد استفاده
فصل چهارم: نتایج و بحث	
۳۴	۱-۴- نتایج XRD و بررسی آنها
۳۹	۲-۴- نتایج آنالیز حرارتی و بررسی آنها
۴۱	۳-۴- تفاوت عملکرد پراکسید باریم و نیترات باریم در SHS

صفحه	عنوان
۴۲	۴-۴- مقایسه نتایج بدست آمده در خصوص تأثیر روش سنتز بر نسبت مولی بهینه $\frac{Fe}{Ba}$
۴۴	۵-۴- بررسی نتایج خواص مغناطیسی (VSM)
۴۶	۶-۴- بررسی نتایج SEM
۴۶	۷-۴- جمع بندی نتایج
	فصل پنجم : نتیجه گیری
۵۰	- پیشنهادات
۵۱	- مراجع
۵۴	- جداول
۵۷	- شکلها

فهرست جداول

صفحه	عنوان
۵۵	جدول (۱-۲) : مواد تولید شده به روش SHS به همراه دمای احتراق آنها
۵۵	جدول (۲-۲) : خواص مغناطیسی فریتهای تهیه شده به روش SHS
۵۶	جدول (۱-۴) : مقایسه نتایج آزمایشات DTA/TG, XRD و VSM

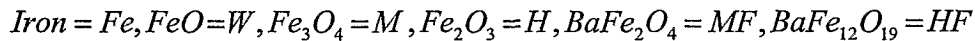
فهرست شکلها

صفحه	عنوان
۵۸	شکل (۱-۱) : حلقه پسماند مغناطیسی مواد مغناطیسی
۵۸	شکل (۲-۱) : مقایسه حلقه پسماند مواد مغناطیسی نرم (a) و سخت (b)
۵۹	شکل (۱-۲) : روند نمادین سنتز احتراقی
۵۹	شکل (۲-۲) : نمودار نسبت گرمای تشکیل مواد به ظرفیت گرمایی آنها در ۲۹۸k برحسب دمای بی دررو (برای موادی که دمای بی دروی آنها کمتر از دمای ذوبشان است)
۶۰	شکل (۳-۲) : تصاویر حالت‌های مختلف احتراق که به کمک تکنیک عکسبرداری سریع بدست آمده است، (a) احتراق پایدار؛ (b) احتراق اسپینی؛ (c) احتراق نوسانی خود به خود؛ (d) احتراق تکرارشونده؛ (e) احتراق با برخورد جبهه‌ها
۶۱	شکل (۴-۲) : پیک گرمای شمایتهک در احتراق از نوع انفجار حرارتی
۶۱	شکل (۵-۲) : اثر (a) استوکیومتری ، (b) دمای پیشگرم ، (c) اندازه ذره و (d) مقدار رقیق‌کننده بر سرعت پیشروندگی (\bar{V}) و دمای احتراق (T_c)
۶۲	شکل (۶-۲) : منحنی DTA/TG پودر اولیه مخلوط در سیستم ($Fe-Fe_2O_3-SrO_2-O_2$)، درصد وزنی پودر آهن (α) برابر ۲۱ درصد و Δm افت وزنی و \dot{q} قدرت حرارتی است.
۶۲	شکل (۷-۲) : وابستگی T_c و U_c به (a) اندازه ذرات آهن، (b) چگالی نسبی شارژ اولیه، (c) فشار اکسیژن در $\Delta=0/35$ ؛ ۱ و ۲ سیستم حاوی پراکسید استرانسیم؛ ۳ و ۴ سیستم حاوی کربنات استرانسیم
۶۳	شکل (۸-۲) : ترموگرام سنتز احتراقی فریت باریم با استفاده از (۱) ۲۰ و (۲) ۲۵ درصد وزنی آهن در سیستم ($Fe+Fe_2O_3+BaCO_3$)

- شکل (۲-۹): اثر مقدار آهن بر دما و سرعت احتراق در سنتز فریت استرانسیم ۶۳
- شکل (۲-۱۰): اثر مقدار آهن در مخلوط اولیه بر خواص مغناطیسی هگزا فریت باریم ۶۳
- شکل (۲-۱۱): (a) الگوی XRD محصول SHS در هوا پس از آنیل در دمای ۶۴
 1200°C به مدت دو ساعت، (b) الگوی XRD استاندارد هگزا فریت استرانسیم
- شکل (۲-۱۲): حلقه پسماند فریت استرانسیم تهیه شده از SHS (—) در مقایسه با ۶۴
 فریت باریم تجاری (---)
- شکل (۲-۱۳): الگوی XRD هگزا فریت استرانسیم تهیه شده از SHS در هوا پس از ۶۵
 آنیل در دمای 1150°C به مدت دو ساعت
- شکل (۲-۱۴): حلقه پسماند مغناطیسی هگزا فریت استرانسیم تهیه شده از SHS در هوا ۶۵
 پس از آنیل در دمای 1150°C به مدت دو ساعت در نسبتهای $\frac{Fe}{Sr}$ برابر با ۴ (-----)،
 ۹ (—) و ۱۲ (---)
- شکل (۲-۱۵): نمودار DSC پودرهای مخلوط شده Fe ، Fe_2O_3 و BaO_2 ۶۶
- شکل (۲-۱۶): نمودار DSC/TG پودرهای Fe ، Fe_2O_3 ، BaO_2 ، SrO_2 و PbO_2 ۶۶
 در اکسیژن
- شکل (۲-۱۷): تصویر یک نمونه SHS شده از مخلوط Fe ، SrO_2 و Fe_2O_3 در ۶۷
 میدان مغناطیسی ۱۵T، قطر نمونه ۱۷mm است. مناطق مات و براق در نمونه قابل
 مشاهده هستند.
- شکل (۳-۱): تصویر نمونه خام تهیه شده از پودرهای Fe ، Fe_2O_3 و $Ba(NO_3)_2$ (قبل ۶۷
 از SHS)
- شکل (۳-۲): تصویر نمونه SHS شده ۶۷
- شکل (۳-۳): تصویر مجموعه ساخته شده جهت انجام SHS ۶۸

شکل (۱-۴) : نمودار فازهای موجود در نمونه‌های SHS شده و نیز آنیل شده در

۶۹ دماهای مختلف بر اساس نسبت مولی $\frac{Fe}{Ba}$ ،



شکل (۲-۴) : نمودار واکنشهای صورت گرفته در نمونه‌ها در حین SHS و نیز در حین

۶۹ آنیل در دماهای مختلف بر اساس نسبت مولی $\frac{Fe}{Ba}$

۷۰ شکل (۳-۴) : الگوی XRD نمونه A_1 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از انجام SHS

۷۰ شکل (۴-۴) : الگوی XRD نمونه A_2 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 6$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از انجام SHS

۷۱ شکل (۵-۴) : الگوی XRD نمونه A_3 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 1/3$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از انجام SHS

۷۱ شکل (۶-۴) : الگوی XRD نمونه B ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$ و $\frac{Fe}{Ba} = 10$) پس از انجام SHS

۷۲ شکل (۷-۴) : الگوی XRD نمونه C ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$ و $\frac{Fe}{Ba} = 11$) پس از انجام SHS

۷۲ شکل (۸-۴) : الگوی XRD نمونه D ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$ و $\frac{Fe}{Ba} = 12$) پس از انجام SHS

۷۳ شکل (۹-۴) : الگوی XRD نمونه A_1 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از SHS و آنیل در

دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت

۷۳ شکل (۱۰-۴) : الگوی XRD نمونه A_2 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 6$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از SHS و آنیل در

دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت

۷۴ شکل (۱۱-۴) : الگوی XRD نمونه A_3 ($\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 1/3$ و $\frac{Fe}{Ba} = 9$) پس از SHS و

آنیل در دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت

- ۷۴ شکل (۱۲-۴): الگوی XRD نمونه B ($\frac{Fe}{Ba} = 10$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۵ شکل (۱۳-۴): الگوی XRD نمونه C ($\frac{Fe}{Ba} = 11$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۵ شکل (۱۴-۴): الگوی XRD نمونه D ($\frac{Fe}{Ba} = 12$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $850^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۶ شکل (۱۵-۴): الگوی XRD نمونه A_1 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۶ شکل (۱۶-۴): الگوی XRD نمونه A_2 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 6$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۷ شکل (۱۷-۴): الگوی XRD نمونه A_3 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 1/3$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۷ شکل (۱۸-۴): الگوی XRD نمونه B ($\frac{Fe}{Ba} = 10$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۸ شکل (۱۹-۴): الگوی XRD نمونه C ($\frac{Fe}{Ba} = 11$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۸ شکل (۲۰-۴): الگوی XRD نمونه D ($\frac{Fe}{Ba} = 12$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $950^\circ C$ به مدت دو ساعت

- ۷۹ شکل (۲۱-۴): الگوی XRD نمونه A_1 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۷۹ شکل (۲۲-۴): الگوی XRD نمونه A_2 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 6$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۰ شکل (۲۳-۴): الگوی XRD نمونه A_3 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 1/3$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۰ شکل (۲۴-۴): الگوی XRD نمونه B ($\frac{Fe}{Ba} = 10$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۱ شکل (۲۵-۴): الگوی XRD نمونه C ($\frac{Fe}{Ba} = 11$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۱ شکل (۲۶-۴): الگوی XRD نمونه D ($\frac{Fe}{Ba} = 12$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1050^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۲ شکل (۲۷-۴): الگوی XRD نمونه A_1 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1150^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۲ شکل (۲۸-۴): الگوی XRD نمونه A_2 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 6$) پس از SHS و آنیل در دمای $1150^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۳ شکل (۲۹-۴): الگوی XRD نمونه A_3 ($\frac{Fe}{Ba} = 9$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 1/3$) پس از SHS و آنیل در دمای $1150^\circ C$ به مدت دو ساعت
- ۸۳ شکل (۳۰-۴): الگوی XRD نمونه B ($\frac{Fe}{Ba} = 10$ و $\frac{Fe}{Fe_2O_3} = 2$) پس از SHS و آنیل در دمای $1150^\circ C$ به مدت دو ساعت