Archive of SID

# سنتز و مشخصه یابی نانومیلههای Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>1</sub>9 و بررسی خواص مغناطیسی آنها

محمد جزیره پور<sup>1</sup>\*، محمد حسین شمس<sup>۲</sup> ۱- استادیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، پژوهشکده الکتروسرام، شاهین شهر، اصفهان، ایران ۲- پژوهشگر، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، پژوهشکده الکتروسرام، شاهین شهر، اصفهان، ایران Jazirehpour@Nano-ac.ir (تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۱۰/۰۲، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۴/۱۲/۲۰)

#### چکیدہ

در این مقاله نانومیلههای Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> با استفاده از یک فرآیند هیدروترمال ساده و ارزان با قابلیت تولید انبوه سنتز شده است. ویژگیهای مورفولوژیک نانومیلهها نظیر طول، قطر و نسبت ابعادی در این فرآیند قابل کنترل است. EDTA در این فرآیند بهعنوان عامل کنترل کننده رشد استفاده شده است. در این پژوهش تأثیر عوامل مختلفی نظیر دمای فرآوری هیدروترمال (۱۱۵، ۱۵۰ و ۱۸۰ درجه سانتیگراد)، زمان فرآوری هیدروترمال (۵، ۱۰ و ۴۰ ساعت)، نوع عامل کنترل کننده رشد (EDTA، CDG400 به CO) و نوع عامل قلیایی (NH و ۲۸۱) بررسی گردید. در شرایط مختلف اشکال گوناگون نظیر کرههایی با ابعاد ۵۰ تا ۱۰۰ نانومتر، نانومیلههایی با قطرهای ۵۰ تا ۴۰۰ نانومتر و طولهای ۱ تا ۲۰ میکرون سنتز شد. مشخصات مورفولوژی نمونهها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و خواص مغناطیسی نمونهها با استفاده از مغناطش سنج با مشخصات مورفولوژی نظیر کرههایی با ابعاد ۵۰ تا ۱۰۰ نانومتر، نانومیلههایی با قطرهای ۵۰ تا ۴۰۰ نانومتر و طولهای ۱ تا ۱۰ میکرون سنتز شد. مشخصات مورفولوژی نمونهها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و خواص مغناطیسی نمونهها با استفاده از مغناطش سنج با متاوب (AGFM) مورد مطالعه قرار گرفت. نانومیلههای مورد بررسی در این تحقیق در موضوعاتی نظیر حذف یونهای فلزات سنگین از پسابها، کاتالیستها، سلولهای خورشیدی و مواد جاذب امواج مایکروویو قابل کاربرد هستند.

## واژههای کلیدی:

نانوميله، هيدروترمال، اكسيد آهن، هماتيت، خواص مغناطيسي.

#### ۱- مقدمه

ساختارهای تک بعدی نظیر نانوسیمها [۱]، نانومیلهها [۲]، نانولولهها [۳]و نانو الیاف [۴] در سالهای اخیر توجهات زیادی را به خود جلب نموده است و این به سبب ویژگیهای ابعادی این اشکال خاص است [۵]. طیف وسیعی از کاربردها نظیر گسیل کنندههای میدان [۶]، نانو ژنراتورهای پیزوالکتریک [۷]، سلولهای خورشیدی [۸]، سیستمهای آبکافت [۹]،

فتوکاتالیستها [۱۰] و سنسورها [۱۱] در رابطه با نانو مواد تک بعدی بررسی شده است. ترکیبات آهن یکی از مهم ترین موادی هستند که ذرات تک بعدی آن ها برای کاربردهای مختلف مورد توجه هستند. ساختارهای تک بعدی ترکیبات آهن نظیر نانومیله ها، نانوسیم ها، نانولوله ها و نانوسوزن ها به روش های مختلفی نظیر سل ژل [۲]، میکروامولسیون [۱۲]، سولو/هیدروتر مال

[۱۳] و رسوبدهی شیمیایی [۱۴] تولید شدهاند. ترکیبات آهن با ذرات دارای مورفولوژی تک بعدی در حوزههای مختلفی حایز اهمیت هستند که از آن جمله می توان به دارورسانی [۱۵]، تصویربرداری [۱۶]، ادوات ذخیره اطلاعات [۱۷]، ابرخازنها [۱۸]، فتوکاتالیستها [۱۹] و حذف آلایندگی [۲۰] اشاره کرد. هماتیت با فرمول Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به دلیل قیمت ارزان و سازگاری با محیط زیست و پایداری از لحاض ترمودینامیکی یکی از جذاب ترین ترکیبات آهن به حساب می آید [۲۱]. از کاربردهای شاخص نانوذارت هماتیت می توان به کاربرد آن به عنوان یک جاذب یونهای فلزی از پسابها، کاربردهای کاتالیستی و فتوکاتالیستی اشاره نمود [۲۰].

خواص مختلف نانو ذرات اكسيد آهن بهشدت به مشخصات شکلی و اندازه آنها وابسته است [۲۲-۲۲] در میان اشکال مختلف ذرات تكبعدي هماتيت به سبب سطح ويژه بسيار بالا قابليتهاي عملكردي بسيار بالاتري دارند [٢٣]. هماتيت از لحاظ مغناطيسي یک ماده آنتی فرومغناطیس است و لذا جذب آهنربا نمیشود [۲۳]. در این میان افزودن قابلیت مغناطیسی به این مواد می تواند ویژگی های عملکردی و سهولت کاربردی آن ها را با ایجاد قابلیت جداسازی مغناطیسی افزایش دهد. هگزافریت باریم با فرمول BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> یک ماده مغناطیسی سخت است که در ساخت آهنرباهای دائمی بسیار پرکاربرد است [۲۴]. لذا نانومیلههای Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> می تواند در کاربردهای کاتالیستی، تصفیه پساب و بازیافت بسیار مفید باشند. با توجه به ویژگیهای مغناطیسی نانومیلههای مورد اشاره این مواد همچنین در مباحث جاذبهای امواج الکترومغناطیسی نیز می توانند کاربرد داشته باشند. با توجه به اطلاعات نگارنده تولید نانومیلههای Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> تاکنون در منابع گزارش نشده است. در این مقاله به سنتز و مشخصه یابی نانومیله های Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> پرداخته میشود. در این بررسی علاوه بر سنتز نانومیلههای Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> به عوامل مؤثر در کنترل پارامترهای مورفولوژیک و خواص مغناطیسی این ذرات نیز پرداخته خواهد شد. با توجه به اطلاعات نگارنده سنتز نانومیلههای

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> سابقه نداشته و در این مقاله برای نخستین بار گزارش می شود. روش ارائه شده در این پژوهش برای سنتز این نانومیله ها فرآیندی هیدروترمال و بسیار ارزان قیمت است که قابلیت تولید این ساختارها را در مقیاس انبوه (در حد کیلو گرم) دارا می باشد. این در حالی است که اکثر روش های گزارش شده برای تولید تر کیبات تک بعدی صرفاً قابلیت تولید این تر کیبات را در مقیاس آزمایشگاهی (در حد گرم) دارند [۲۵–۲۴]. روش هیدروتر مال ذکر شده در مقاله حاضر امکان کنترل مؤثر شکل و اندازه ذرات را به نحوی مؤثر فراهم می کند. نانومیله های مورد بررسی در این تحقیق در موضوعاتی نظیر حذف یون های فلزات سنگین از پساب ها، کاتالیست ها، سلول های خور شیدی و مواد

## ۲- مواد و روش انجام تحقيق

براي توليد نانوميلهها به شيوه هيدرو ترمال در بررسي حاضر نيترات باريم و نیترات آهن مطابق نسبت مولی Fe/Ba در مقادیر ۸ ۱۰ و ۱۲ استفاده گردید. ۱/۱ مول نیترات باریم به همراه ۱/۲ مول نیترات آهن به ۳ لیتر آب مقطر اضافه شده و سپس تا زمانی که انحلال نیترات های اضافه شده در آب کامل شود هم زدن ادامه می یابد. در ادامه ۱/۰ مول EDTA به آن اضافهشده و تا همگن شدن کامل محلول هم زدن ادامه می یابد. سپس این محلول به درون اتوکلاو منتقل گردیده و محلول سود ۲ مولار بهصورت تدريجي به آن اضافه مي شود تا اينكه pH محلول به ١١ برسد، سپس اتوکلاو به مدت ۲۰ ساعت در دمای ۱۳۰ درجه سانتی گراد نگهداری می گردد. پس از سرد شدن رسوب بهدست آمده به همراه محلول درون اتو کلاو خارج گردیده و پس از تهنشین سازی چندین مرتبه با آب مقطر و یکمرتبه با اتانول شستشو داده می شود. پودر حاصل بهمنظور حذف رطوبت در آون قرار گرفته و در ادامه ماده خشک در کوره قرار داده می شود. نمونه در کوره با نرخ ۴/۵ درجه سانتی گراد در دقیقه تا دمای ۹۵۰ درجه حرارت داده می شود و نهایتاً ۵ ساعت در همين دما به منظور تشكيل فاز نگهداري مي گردد. 141

## ۳- نتايج و بحث

سازوکار دیگری که ممکن است مورفولوژی ذرات را در شرایط هیدروترمال از pH متأثر کند، تغییر شدت جوانه زایی است. با تغییر pH نرخ جوانه زایی افزایش می یابد و در چنین وضعیتی جوانه های اولیه فرصت چندانی برای رشد نخواهند داشت چراکه مواد اولیه در همان مراحل اولیه صرف تشکیل جوانه های جدید شده است [۲۳]. از طرفی جوانه ها هنوز به حدی رشد نکرده اند که امکان بروز یک جهت گیری مورفولوژیک در رشد آن ها فراهم شود لذا ذراتی با سایز یکنواخت و مورفولوژی کروی به دست خواهد آمد.

شکل ۱ تصاویر SEM مربوط به نمونه های نانو میله ای تولید شده با مقادیر pH مختلف می باشد. pH یکی از پار امتر های بسیار تأثیر گذار در فر آیند هیدرو تر مال به حساب می آید. تغییر Hp تغییر پتانسیل الکتریکی را در سطح ذرات و جوانه های اولیه به دنبال دارد و می تواند جهات ترجیحی برای رشد صفحات بلوری خاص را تحت تأثیر قرار دهد. چنانچه در شکل ۱ مشاهده می شود با کاهش Hp از ۱۳/۵ به ۷ نسبت L/D کاهش می یابد تا جایی که در V=pH مور فولوژی ذرات از حالت میله به کره تبدیل می شود. به نظر می رسد در این Hp هیچ گونه جهت گیری مرجحی برای رشد ذرات و جود ندارد [۲۳].



شكل (۱): تأثير pH بر نسبت L/D نانوميلهها: (الف و ب) pH=۱۳/۵ (پ و ت): pH=۹/۵ و (ث و ج): pH=۷



شکل (۲): تأثیر عامل قلیایی بر مورفولوژی: (الف و ب): NaOH و (پ و ت): NH<sub>3</sub>

کمتر گردد. شکل ۳ تأثیر غلظت محلول هیدروترمال را بر قطر نانومیله نشان میدهد. با کاهش ۷۰ درصدی غلظت محلول هیدروترمال قطر نانومیلهها بهوضوح کاهش مییابد و فرضیه مطرح شده را تقویت میکند. درواقع غلظت یونهای باریم و آهن در محلول درون اتوکلاو به ترتیب از ۲۰۰۲۰و ۲/۰ مول در لیتر به ۲۰۱۱، و ۱۳۲/۰ مول در لیتر کاهش یافته است.

دمای مورداستفاده در فرآیند هیدروترمال یکی از پارامترهای بسیار اساسی است. دما از یک سو نرخ نفوذ اجزا سازنده را تعیین می کند از طرف دیگر تعیین کننده میزان فشار درون محفظه اتو کلاو و نیز تعیین کننده وضعیت محلول درون اتو کلاو از لحاظ بحرانی بودن، فوق بحرانی بودن و یا زیربحرانی بودن است. درواقع میزان فشار محفظه میزان قطبیت مولکولهای آب و ضریب دی الکتریک آن را تحت تأثیر قرار می دهد. شکل ۴ تأثیر دمای به کاررفته در فرآیند هیدروتر مال را بر قطر نانو میله ها شکل ۲ تأثیر نوع عامل قلیایی را بر مورفولوژی ذرات مشخص می کند. در شکل ۲ (الف و ب) عامل قلیایی NaOH و در شکل ۲ (پ و ت) NH است. همان طور که مشاهده می شود در یک pH یکسان در نمونه ای که از آمونیاک به عنوان عامل قلیایی استفاده شده، میله هایی با اشکال منشوری شکل و با نسبت L/D استفاده شده میله هایی با اشکال منشوری شکل و با نسبت NaOH استفاده شده میله هایی با نسبت L/D بسیار بزرگتر ایجاد شده وچک ایجاد می شود، در حالی که در نمونه دیگر که از NaOH استفاده شده میله هایی با نسبت d/D بسیار بزرگتر ایجاد شده نقلیایی نیز در کنترل صفحات در حال رشد بلور تأثیر گذار است. قلیایی نیز در کنترل صفحات در حال رشد بلور تأثیر گذار است. قلیایی نیز در کنترل مفحات در حال رشد بلور تأثیر گذار است. مواد اولیه میزان ماده لازم برای رشد جوانه های اولیه محدود شود و این منجر به ایجاد یکسری جوانه های اولیه ریز تر شود که در ادامه جوانه های ریز تر موجب تشکیل نانومیله هایی با قطر افزایش دمای فرآیند در قطر نانومیلهها افزایش آشکاری اتفاق توليد گزارششده يكسان است. چنانچه مشاهده مىشود با مىافتد.



شکل (۳): تأثیر کاهش غلظت مواد اولیه در محلول درون اتو کلاو: (الف وب): غلظت باریم و آهن ۰٬۰۳۳ و ۰٬۰۳۴ مول در لیتر و (پ و ت): ۰٬۰۱۱ و ۰٬۱۳۲ مول در لیتر



شکل (۴): تأثیر دمای فر آیند هیدروترمال در سایز و مورفولوژی نانومیلهها: (الف و ب): دمای ۱۱۵ درجه سانتی گراد، (پ و ت): دمای ۱۵۰ درجه سانتی گراد و (ث و ج): دمای ۱۸۰ درجه سانتی گراد

با افزایش دما که توأم با افزایش شدت نفوذ مواد اولیه در محلول هیدروترمال است شرایط مساعدی برای انتقال جرم فراهم می شود و لذا مواد اولیه برای رشد نانو ذرات راحت تر در دسترس قرار می گیرد و شرایط رشد و قطورتر شدن نانومیله ها فراهم می شود و از سوی دیگر افزایش دما شرایط ترمودینامیکی جوانه زنی اولیه را به

نحوی تغییر میدهد که سایز بحرانی جوانههای اولیه افزایش یابد به این ترتیب با افزایش سایز بحرانی جوانهها، جوانههای با سایز کوچک تر از سایز بحرانی ناپایدار شده و از بین می روند. جوانههای اولیه در شت تر منجر به نانومیلههایی با قطرهای بیشتر می شود.



شكل (۵): فرآيند هيدروترمال با استفاده از: (الف): PEG400، (ب): PEG6000 و (ج): CA

به عنوان یکسری موانع عمل می کنند و این باعث می شود جوانه های اولیه کوچک تری در محلول هیدرو تر مال ایجاد شود که در ادامه منجر به تشکیل نانومیله هایی با قطر های کمتر می گردد. در حقیقت زنجیره های بلند PEG6000 یکسری موانع سینتیکی ایجاد می کنند. سازو کار اثر CA مقداری مقاوت است، احتمالاً CA برخلاف ATDT که در رشد صفحات بلوری نوعی ترجیح ایجاد می کرد هیچ گونه جهت ترجیحی را برای رشد ترغیب نمی کند و لذا ذرات تشکیل شده در حضور CA دارای مورفولوژی غیر میله ای هستند. در بررسی دیگری تأثیر استفاده از عوامل افزودنی دیگری غیر از EDTA مورد بررسی قرار گرفت، سایر پارامترهای فرآیند با آنچه در بخش فرآیند تولید گزارش شده یکسان است. شکل ۵ نتایج این بررسی را نشان می دهد. با استفاده از پلی اتیلن گلیکول با جرم مولکولی ۶۰۰۰ (PEG6000) نسبت به نمونههایی که از EDTA و یا پلی اتیلن گلیکول با جرم مولکولی ۴۰۰ (PEG400) استفاده شده بود قطر نانومیلهها به شدت کاهش یافت ولی در حضور اسیدسیتریک (CA) اصولاً نانومیله ای تشکیل نشده و ذرات به صورت کروی درمی آیند. احتمالاً زنجیره های پلیمری بسیار بلند PEG6000 140

زمان نگهداری در فرآیند هیدروترمال میتواند بهعنوان یکی از پارامترهای مؤثر در کیفیت تشکیل محصولات فرآیند باشد. در این بررسی نمونهها به مدت ۵، ۱۰ و ۴۰ ساعت تحت محیط هیدروترمال نگهداری گردید. چنانچه در شکل ۶ مشاهده می-شود با افزایش زمان از ۵ به ۱۰ ساعت طول و قطر نانومیلهها افزایش مییابد، اما با افزایش زمان از ۱۰ به ۴۰ ساعت طول و قطر نانومیلهها تغییر چندانی نمی کند. به نظر میرسد تمام شدن

مواد اولیه تغذیه کننده نانومیلهها علت توقف رشد بیشتر نانومیلهها باشد.

شکل ۷ مربوط به الگوی XRD نمونه ها در نسبت های مختلف Fe/Ba می باشد همان طور که در الگوهای XRD مشاهده می -شود، در شرایط مختلف مورد مطالعه نمونه ها حاوی دو فاز هماتیت Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و هگزافریت باریم BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> هستند که با کاهش نسبت Fe/Ba در صد فاز هگزافریت باریم افزایش می -یابد.



شکل (۶): تأثیر زمان نگهداری: (الف و ب): ۵h، (پ و ت): ۱۰h و (ث و ج): ۴۰h





شکل (۹): تأثیر دمای فر آیند هیدروترمال بر خواص مغناطیسی نانومیلهها

چنانچه در قسمتهای پیشین ذکر گردید pH محیط هیدروترمال می تواند در نسبت L/D نانومیلهها تأثیر گذار باشد. شکل ۱۰ تأثيرات pH بر خواص مغناطيسي نانوميله ها را به نمايش مي گذارد. با افزایش pH از ۷ به ۹/۵ شکل ذرات از کره به نانومیله تغییر می کند و يسازآن با افزايش pH به ١٣/٥ طول نانوميله ها افزايش مي يابد و این افزایش طول منجر به افزایش نسبت L/D نانومیلهها می گردد. با توجه به اینکه قطر میانگین غالب نانومیلهها و نیز قطر ذرات کروی در حد تک حوزگی میباشد. لذا اختلاف H<sub>c</sub> در این نمونهها را بیشتر می توان با وابستگی H<sub>c</sub> به ناهمسانگردی شکلی و سطحی مرتبط دانست [۲۳]. با کاهش نسبت L/D ناهمسانگردی سطحی افزایش یافته و ناهمسانگردی شکلی کاهش مییابد. در مورد کره با L/D=۱ حداقل ناهمسانگردی شکلی و حداکثر ناهمسانگردی سطحی مشاهده می گردد. درحالی که در مورد نانومیلهها بیشتر ناهمسانگردی شکلی غالب است به هر حال با توجه به اینکه نسبت L/D نانومیله ها در pH=۹/۵ و pH=۱۳/۵ اختلاف شدیدی ندارد اختلاف H<sub>c</sub> در این دو نمونه شدید نیست ولی با این وجود H<sub>c</sub> در نمونه با pH=۱۳/۵ به دلیل L/D بزرگ تر بیشتر از نمونه با pH=۹/۵ و دارای L/D کمتر است، هرچند این اختلاف H<sub>c</sub> بسیار جزئی است، اما این مسئله مشخص می کند تأثیر تکحوزه بودن ذرات بر Hc در قیاس با تأثیرات ناهمسانگردی شکلی و سطحی بسیار Hc چشمگيرتر است [۲۳]. رفتار پسماند مغناطیسی نانومیلههای تولیدشده به روش هیدروترمال توسط دستگاه AGFM مورد ارزیابی قرار گرفت. شکل ۸ تأثیر نسبت Fe/Ba را بر خواص مغناطیسی نانومیلهها مشخص می کند. چنانچه مشاهده می شود با کاهش نسبت Fe/Ba، میزان بیشینه مغناطش نمونهها در بازه مطالعه افزایش می یابد که این رفتار به خوبی مؤید یافتههای حاصل از الگوهای XRD مبنی بر افزایش میزان فاز مغناطیسی هگزافریت باریم با کاهش نسبت Fe/Ba در نمونهها است.



شکل (۸): تأثیر نسبت مولی Fe/Ba بر خواص مغناطیسی نانومیلهها

شکل ۹ نشان دهنده تغییر الگوهای پسماند نمونههای تولیدشده در دماهای مختلف مورد استفاده برای انجام فر آیند هیدرو ترمال را نشان می دهد. با افزایش دما از ۱۱۵ به ۱۸۰ درجه سانتی گراد، میزان H کاهش می یابد. این مطلب را می توان ناشی از افزایش قطر نانو میله ها دانست که منجر به کاهش نسبت L/D و کاهش ناهمسانگردی شکلی می گردد [۳۳] . همچنین در این ارتباط می توان به افزایش قطر متوسط میله ها به بیش از حد تک حوز گی نیز اشاره کرد که به نوبه خود عامل بسیار مؤثری در راستای کاهش می افزایش دمای چنانچه در الگوهای پسماند مشاهده می شود با افزایش دمای فر آیند هیدرو ترمال مقادیر بیشینه مشاهده شده برای مغناطش در بازه مورد مطالعه افزایش می یابد که نشانه ای از افزایش نظم بلوری فاز مغناطیسی در نانو میله ها می باشد [۲۲]. 147

- [2] R. Liu, Z. Jiang, Q. Liu, X. Zhu, L. Liu, L. Ni & C. Shen, "Novel red blood cell shaped [small alpha]-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> microstructures and FeO(OH) nanorods as high capacity supercapacitors", RSC Advances, Vol. 5, pp. 91127-91133, 2015.
- [3] W. Wu, X. Xiao, S. Zhang, J. Zhou, L. Fan, F. Ren & C. Jiang, "Large-Scale and Controlled Synthesis of Iron Oxide Magnetic Short Nanotubes: Shape Evolution, Growth Mechanism, and Magnetic Properties", The Journal of Physical Chemistry C, Vol. 114, pp. 16092-1610, 2010.
- [4] K. V. Manukyan, Y. S. Chen, S. Rouvimov, P. Li, X. Li, S. Dong, X. Liu, J. K. Furdyna, A. Orlov, G. H. Bernstein, W. Porod, S. Roslyakov & A. S. Mukasyan, "Ultrasmall α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Superparamagnetic Nanoparticles with High Magnetization Prepared by Template-Assisted Combustion Process", The Journal of Physical Chemistry, Vol. 118C, pp. 16264-16271, 2014.
- [5] T. Wang, S. Zhou, C. Zhang, J. Lian, Y. Liang & W. Yuan, "Facile synthesis of hematite nanoparticles and nanocubes and their shapedependent optical properties", New Journal of Chemistry, Vol. 38, pp. 46-49, 2014.
- [6] T. Yang, Z. Huang, Y. Liu, M. Fang, X. Ouyang & M. Hu, "Controlled synthesis of porous FeCO<sub>3</sub> microspheres and the conversion to α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with unconventional morphology", Ceramics International, Vol. 40, pp. 11975-11983, 2014.
- [7] A. A. Ayachi, H. Mechakra, M. M. Silvan, S. Boudjaadar & S. Achour, "Monodisperse α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoplatelets: Synthesis and characterization", Ceramics International, Vol. 41, pp. 2228-2233, 2015.
- [8] J. Hua & Z. Kang, "Hydrothermal Synthesis and Magnetic Property of Monodisperse Plate-Like α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles", Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic and Nano-Metal Chemistry, Vol. pp, 20150
- [9] J. Jayashainy & P. Sagayaraj, "Investigation on the shape evolution of 1D mesoporous hematite nanoparticles prepared via anion-assisted hydrothermal approach", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 626, pp. 323-329, 2015.



شکل (۱۰): تأثیر pH محیط هیدروترمال بر خواص مغناطیسی نانومیلهها

## ۴- نتیجه گیری

روش هيدروترمال با كمك عامل EDTA بهطور موفقيت آميزي یر ای ساخت نانو میله های Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> به کار گرفته شد. در pH=۷ ذرات به صورت کروی با قطر متوسط ۱۰۰ نانومتر تشکیل شد و با تغییر pH به حالت قلیایی ذرات کروی به شکل میله تغییر شکل یافته و طول نانومبلهها با افزایش pH افزایش یافت. بر رسی نوع عامل قلیایی نشان داد که با استفاده از آمونیاک به جای سو د به عنوان عامل قلبایی ضمن کاسته شدن از نسبت ابعادی نانو میله ها به شكل منشوري تغيير حالت دادند. كاهش غلظت اجزاي سازنده محلول هيدروترمال منجر به كاهش قطر نانوميلهها گرديد. همچنین با افزایش دمای فر آیند هیدروترمال از ۱۱۵ به ۱۸۰ درجه سانتی گراد قطر نانومیلهها بهوضوح افزایش یافت. جایگزینی EDTA با اسيدستريك به جاي نانوميله منجر به تشكيل ذرات کروی گردید. در حالی که استفاده از PEG منجر به تشکیل نانومیله گردید با این حال شایان ذکر است که PEG400 در مقایسه با PEG6000 نانومیله های ضخیم تری ایجاد کرد. بررسی تأثیر نسبت اجزا سازنده نشان داد که نمونه حاوی Fe/Ba=۸ بیشترین مغناطش بیشینه را در شرایط اندازه گیری نمونهها داشت.

### ۵- مراجع

[1] T. Guo, M. S. Yao, Y. H. Lin & C. W. Nan, "A comprehensive review on synthesis methods for transition-metal oxide nanostructures", CrystEngComm, Vol. 17, pp. 3551-3585, 2015.

- [19] J. Zhao, H. S. Chen, K. Matras Postolek & P. Yang, "Morphology evolution of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> controlled via incorporation of alkaline earth metal ions", CrystEngComm, Vol. 17, pp. 7175-7181, 2015.
- [20] L. Y. Novoselova, "Hematite nanopowder obtained from waste: Iron-removal sludge", Powder Technology, Vol. 287, pp. 364-372, 2016.
- [21] H. Hao, D. Sun, Y. Xu, P. Liu, G. Zhang, Y. Sun & D. Gao, "Hematite nanoplates: Controllable synthesis, gas sensing, photocatalytic and magnetic properties", Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 462, pp. 315-324, 2016.
- [22] M. Jazirehpour & S. A. Seyyed Ebrahimi, "Carbothermally synthesized core-shell carbonmagnetite porous nanorods for high-performance electromagnetic wave absorption and the effect of the heterointerface", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 639, pp. 280-288, 2015.
- [23] M. Jazirehpour & S. A. Seyyed Ebrahimi, "Effect of aspect ratio on dielectric, magnetic, percolative and microwave absorption properties of magnetite nanoparticles", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 638, pp. 188-196, 2015.
- [24] M. Jazirehpour, M. H. Shams & O. Khani, "Modified sol-gel synthesis of nanosized magnesium titanium substituted barium hexaferrite and investigation of the effect of high substitution levels on the magnetic properties", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 545, pp. 32-40, 2012.
- [۲۵] ص. منافی و ع. سلطانمرادی، "بررسی تغییرات کریستالی نانوپودرهای هیدروکسی آپاتیت سنتز شده به روش هیدروترمال"، فصلنامه علمی پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۶، صفحه ۲۹–۳۶، ۱۳۹۱.
- [۲۶] ص. منافی و م. جعفریان، "ستنز نانوذرات باریم تیتانات با درجه بلورینگی بالا به روش هیدروترمال"، فصلنامه علمی پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۷. صفحه ۱۳–۲۰، ۱۳۹۳.

- [10] D. Kumar, H. Singh, S. Jouen, B. Hannoyer & S. Banerjee, "Effect of precursor on the formation of different phases of iron oxide nanoparticles", RSC Advances, Vol. 5, pp. 7138-7150, 2015.
- [11] H. Liang, W. Chen, R. Wang, Z. Qi, J. Mi & Z. Wang, "X-shaped hollow α-FeOOH penetration twins and their conversion to α- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocrystals bound by high-index facets with enhanced photocatalytic activity", Chemical Engineering Journal, Vol. 27, pp. 224-230, 2015.
- [12] D. Maiti & P. Sujatha Devi, "Selective formation of iron oxide and oxyhydroxide nanoparticles at room temperature: Critical role of concentration of ferric nitrate", Materials Chemistry and Physics, Vol. 154, pp. 144-151, 2015
- [13]B. P. Singh, N. Sharma, R. Kumar & A. Kumar, "Simple Hydrolysis Synthesis of Uniform Rice-Shaped  $\alpha$ -FeOOH Nanocrystals and Their Transformation to  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Microspheres", Indian Journal of Materials Science, Vol. 2015, pp. 7, 2015.
- [14]S. Okada, K. Takagi & K. Ozaki, "Synthesis of submicron plate-like hematite without organic additives and reduction to plate-like α-Fe", Materials Letters, Vol. 140, pp. 135-139, 2015.
- [15]S. Rehman, W. Yang, F. Liu, Y. Hong, T. Wang, Y. Hou, "Facile synthesis of anisotropic single crystalline α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoplates and their facetdependent catalytic performance", Inorganic Chemistry Frontiers, Vol. 2, pp. 576-583, 2015.
- [16] M. Tadic, I. Milosevic, S. Kralj, M. L. Saboungi & L. Motte, "Ferromagnetic behavior and exchange bias effect in akaganeite nanorods", Applied Physics Letters, Vol. 106, pp. 183706, 2015.
- [17]X. Xu, Y. Wan, Y. Sha, W. Deng, G. Xue & D. Zhou, "Nanoporous iron oxide@carbon composites with low carbon content as high-performance anodes for lithium-ion batteries", RSC Advances, Vol. 5, pp. 89092-89098, 2015.
- [18] S. Yang, B. Zhou, Z. Ding, H. Zheng, L. Huang, J. Pan, W. Wu & H. Zhang, "Tetragonal hematite single crystals as anode materials for high performance lithium ion batteries", Journal of Power Sources, Vol. 286, pp. 124-129, 2015.