

تعیین شرایط بهینه سنتز نانوذرات آلیاژی آمورف Fe-B به روش احیای شیمیایی با استفاده از

طراحی تاگوچی

صابر شجری قاسم خیلی^۱، رسول صراف ماموری^{۲*}

چکیده

هدف از این پژوهش، بهینه‌سازی عامل‌های موثر بر سنتز نانوذرات آلیاژی آمورف Fe-B با روش احیای شیمیایی از مواد اولیه سولفات آهن آبدار ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) به عنوان منبع آهن و بوروهیدرید سدیم (NaBH_4) به عنوان عامل احیا کننده است. برای این منظور، از طراحی تاگوچی با ماتریس ترکیبی و استفاده از پارامتر اندازه‌گیری شده درصد آمورف شدن آلیاژ تعیین شد. چهار پارامتر تاثیرگذار در واکنش احیا به صورت سرعت افزودن محلول، غلظت محلول آبی حاوی یون آهن، دما و مقدار pH واکنش، در سه سطح در نظر گرفته شدند. از آنالیز واریانس برای دست‌یابی به بالاترین درصد فاز آمورف استفاده شد و شرایط بهینه برای واکنش به صورت افزودن محلول با سرعت ۵ mlit/min، دمای 10°C ، غلظت محلول یون آهن 0.1 mol/lit و مقدار pH ۷ معرفی گردید. در شرایط یاد شده، نتیجه مورد انتظار ۹۶/۷ درصد بدست آمد و آزمون تایید نیز ۱۰۰ درصد آمورف شدن را نشان داد. همچنین، غلظت محلول آبی یون آهن با مشارکت ۵۵/۳۱ درصد به عنوان موثرترین پارامتر تعیین شد.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات، آمورف، احیای شیمیایی، آلیاژ Fe-B، طراحی تاگوچی.

۱- دانشجوی دکتری، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی و مهندسی، بخش مهندسی مواد، گروه سرامیک.

۲- دانشیار، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی و مهندسی، بخش مهندسی مواد، گروه سرامیک.

*- نویسنده مسئول مقاله rsarrafm@modares.ac.ir

پیشگفتار

فلزات و آلیاژهای آمورف، جامدات نیمه پایداری هستند که دارای نظم بلند دامنه درون بلورها نمی‌باشند. آلیاژهای آمورف به خاطر ساختار نانوبلوری، نداشتن مرز دامنه و ماهیت همگن خود از لحاظ ساختاری و ترکیب، دارای خواص منحصر به فرد مکانیکی، مغناطیسی، کاتالیستی و مقاومت به خوردگی می‌باشند [۱-۴]. از میان آلیاژهای آمورف، سامانه آهن- بور یکی از سامانه‌های مهم آلیازی است که برای کاربردهای مغناطیسی نرم و کاتالیستی شناخته شده است [۵].

روش‌های سرمایه‌گذاری سریع، آلیاژسازی مکانیکی و احیای شیمیایی از متداول‌ترین روش‌های تولید آلیاژهای آمورف آهن- بور می‌باشند [۵-۷]. از این بین، روش احیای شیمیایی با استفاده از بوروهیدرید و هیپوفسفیته به عنوان عامل احیاکننده به دلیل سنتز نانوذرات آلیازی آمورف آهن- بور در محدوده‌ای گسترده از اندازه و ترکیب، مورد توجه بسیاری از جمله [۷] Saida، [۸] Jiang، [۹] Linderoth و [۱۰-۱۱] Chen قرار گرفت که در پژوهش‌های خود استفاده کردند.

در روش احیای شیمیایی، پارامترهای متفاوتی بر تشکیل فاز آمورف تاثیر گذارند که بررسی تمامی این پارامترها و تاثیر متقابل آن‌ها بمنظور بهینه کردن، امری وقت‌گیر، پرهزینه و دشوار بنظر می‌رسد [۹-۱۳]. بنابراین، تحلیل نتایج با استفاده از روش‌های آزمایشی متداول تجربی ناکارآمد خواهد بود. روش تاگوچی ترکیبی از شیوه‌های ریاضی و آماری برای استفاده در پژوهش‌های تجربی است. با استفاده از این روش می‌توان شرایطی که کم‌ترین واریانس را داراست، به عنوان شرایط بهینه معرفی کرد [۱۳-۲]. در این روش به تعداد اندکی آزمایش نیاز است و با توجه به پرهزینه و زمان‌بر بودن آزمایش‌ها در روش احیای شیمیایی، نکته‌ای قابل توجه است. از این رو، در این پژوهش از روش تاگوچی برای بهینه‌سازی (افزایش) میزان تشکیل فاز آمورف در آلیاژ آهن- بور و تعیین درصد مشارکت هر یک از پارامترها در آن و بررسی پاسخ درحالت بهینه استفاده شد.

مواد و روش پژوهش

در این پژوهش، پودر آبی رنگ سولفات آهن آبدار (Merck با خلوص ۹۹ درصد) و پودر سفید رنگ بوروهیدرید سدیم (Merck با خلوص ۹۹ درصد) به عنوان مواد اولیه بکار رفتند. برای تنظیم مقدار pH واکنش نیز از اسید سولفوریک و سدیم هیدروکسید (Merck) استفاده شد. آزمایش‌ها با انحلال سولفات آهن آبدار ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) و بوروهیدرید سدیم (NaBH_4) در آب مقطر و تهیه محلول‌های اولیه با غلظت‌های مولی مشخص بر اساس جدول ۱ انجام گرفت. شرایط واکنش برای نمونه‌ها از نظر دمایی، pH و واکنش و نوع افزودن محلول‌ها به یکدیگر بر اساس طراحی تاگوچی در نظر گرفته شد به گونه‌ای که افزودن ۱۰۰ میلی لیتر محلول آبی حاوی یون Fe^{2+} به صورت قطره قطره، همراه با هم زدن شدید ۱۰۰ میلی لیتر محلول آبی حاوی یون احیا کننده BH_4^- ، به وسیله همزن مغناطیسی انجام گرفت.

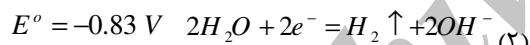
با افزودن محلول‌ها، رسوب سیاه رنگی تشکیل شد که نشان دهنده انجام سریع واکنش احیا بود. پس از پایان واکنش، رسوب بدست آمده به سرعت از محلول جدا و برای خارج ساختن یون‌های باقیمانده با آب مقطر برای چندین بار به دقت شسته شد. پس از آن، برای خارج ساختن آب باقیمانده بین ذرات محصول چندین بار با استون نیز شستشو داده شد. در نهایت، پودرهای مرطوب متشکل از ذرات سیاه رنگ و استون، در دمای اتاق و در درون محفظه‌ای با جریانی از گاز آرگون با خلوص بالای ۹۹/۹۹۹ درصد به مدت ۴ ساعت خشک گردید تا درحین خشک شدن، سطح ذرات غیر فعال شود. گفتنی است که ذرات سنتز شده به دلیل آمورف و نانو بودن به شدت با اکسیژن هوا واکنش می‌دهند و آتش‌زا می‌باشند. به همین دلیل، غیر فعال سازی سطح ذرات به همراه خشک شدن از اهمیتی ویژه برخوردار است. پس از خشک و غیر فعال شدن، فرآورده نهایی ذرات بسیار ریز سیاه رنگ بود.

آنالیز فازی به وسیله دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD) مدل Philips -Xpert، $\text{Cu K}\alpha = 1.54\text{\AA}$ ، $2\theta = 5-90^\circ$ در مورد تمام نمونه‌ها انجام و در الگوهای بدست آمده، درجه‌ی آمورف شدن با استفاده از روش Strickler -Ohlberg تعیین شد:

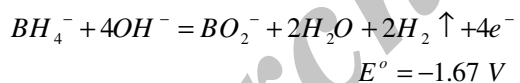
به آزمایش ۳ و ۵ است.

شکل ۱ اثرات عمده و اصلی پارامترها را نمایش می‌دهد. مشخص است که مقادیر بالای نتایج، درصدهای آمورف شدن بالاتر، مدنظر است و بنابراین، از مشخصه کیفی "هرچه بزرگ‌تر، بهتر" در تحلیل نتایج استفاده شد. بر این اساس، سطوح بهینه برای پارامترها عبارتند از: A_2 (سرعت افزودن محلول ۵ میلی لیتر بر دقیقه)، B_3 (دمای واکنش ۱۰ درجه سانتی‌گراد)، C_3 (غلظت محلول آبی حاوی یون آهن ۰/۱ مول بر لیتر)، D_2 (مقدار pH واکنش برابر ۷).

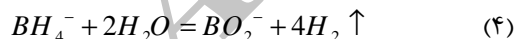
برای بررسی اثر پارامترهای گوناگون در سنتز نانوذرات آمورف به روش شیمیایی، دانستن واکنش‌های رخ داده در حین واکنش احیا ضروری است. واکنش‌های گوناگونی برای تشریح و توضیح واکنش‌های متقابل میان بوروهیدرید و یون فلز انتقالی در محلول آبی پیشنهاد شده است [۱]. زمانی که محلول آبی حاوی یون Fe^{2+} ناشی از انحلال سولفات آهن با سرعت مشخصی به درون محلول آبی یون احیاکننده BH_4^- ناشی از انحلال بروهیدرید سدیم افزوده شود، نیم واکنش‌های احیا به صورت زیر است [۲]:



(۳)

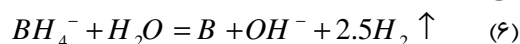
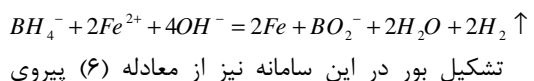


نتیجه ترکیب نیم واکنش‌های (۲) و (۳)، واکنش (۴) به صورت زیر می‌باشد:



و احیای یون آهن می‌تواند به وسیله معادله (۵) از ترکیب نیم واکنش‌های (۱) و (۳) بدست آید:

(۵)



این معادله‌های مستقل در واکنش‌های شیمیایی نقش مستقیم دارند و برهمکنش آن‌ها شرایط تشکیل آلیاژ

$$A = 100 - X = 100 - \left(\frac{U_0}{I_0} \times \frac{I_x}{U_x} \times 100 \right) \quad (1)$$

در این رابطه U_0 و U_x به زمینه پیک در نمونه تمام بلوری و آمورف، I_0 و I_x به مجموع شدت پیک‌ها در نمونه بلوری و آمورف ارتباط دارند. مقادیر A و X به ترتیب درجه آمورف شدن و بلورینگی هستند. ترکیب شیمیایی ذرات سنتز شده به وسیله طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) مدل Varian-SpectrAA220 و هم‌چنین، ریخت‌شناسی ذرات نیز با میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM)^۱ مدل Tescan-MIRA3 مورد بررسی قرار گرفت.

طراحی آزمایش با روش تاگوچی

پارامترهای متفاوتی بر روی تشکیل فاز آمورف در سامانه آلیاژی Fe-B تاثیر دارند. پارامترهای مورد بررسی و سطوح استفاده شده در طراحی به روش تاگوچی در جدول ۱ نشان داده شده است. طرح تاگوچی بر اساس رابطه (۲) بیان می‌شود:

$$Taguchi - Design : L_N (n^k) \quad (2)$$

در این رابطه L نماد طرح تاگوچی، N تعداد آزمایش‌ها، n تعداد سطوح متغییر و k تعداد متغییرهای ورودی فرآیند (تعداد پارامترها) می‌باشد [۲، ۴]. در این طراحی، از آن‌جا که چهار پارامتر سه سطحی وجود دارد، پس یک ماتریس متعامد L_9 مناسب خواهد بود که بر اساس روش‌های استاندارد ماتریس متعامد استاندارد L_9 در جدول ۲ ارائه گردید. در این پژوهش، برای بررسی کامل تمامی پارامترها و سطوح آن‌ها به تعداد 3^4 (سطوح) به توان پارامتر یعنی ۸۱ آزمایش نیاز بود. در حالی که روش تاگوچی این تعداد را به ۹ آزمایش کاهش داد.

نتایج و بحث

تعداد ۹ آزمایش بر اساس الگوی تعیین‌شده به وسیله ماتریس متعامد انجام و درصدهای آمورف شدن بر اساس رابطه‌ی (۱) محاسبه شد. همان‌گونه که در جدول ۳ دیده می‌شود، بالاترین درصد فاز آمورف در میان نتایج مربوط

¹ - Field Emission Scanning Electron Microscope

آنالیز واریانس (ANOVA)

آنالیز واریانس روش استاندارد آماری است که با استفاده از آن می‌توان تاثیر عامل‌های گوناگون را در رسیدن به عملکرد بهینه بررسی کرد. تحلیل واریانس ابزاری قدرتمند جهت مشخص کردن معنی‌دار بودن اثرات است و به گونه گسترده در تحلیل‌های آماری بکار می‌رود [۲]. جدول (۴) نتایج مربوط به تحلیل استاندارد ANOVA را برای عامل‌ها و سطوح آن‌ها نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌شود، غلظت محلول آبی حاوی یون آهن و دمای واکنش به ترتیب با درصد مشارکت ۵۵/۳۱ درصد و ۳۵/۲۸ درصد بالاترین تاثیر را در میان پارامترها دارا هستند. همچنین با توجه به نسبت واریانس (نسبت F) در جدول (۴) و مقایسه F-table در سطح اعتماد ۹۷/۵ درصد و با ذکر این نکته که اگر مقدار نسبت واریانس از مقدار مشخص شده در جداول استاندارد بیشتر باشد، نشان‌دهنده تاثیرگذاری آن عامل بر پراکندگی نتایج است، می‌توان به این نتیجه رسید که تنها پارامتر غلظت در این سطوح معنی دار است.

پیش‌بینی و تایید نتایج

مرحله پایانی و با اهمیت طراحی تاگوچی پیش‌بینی نتایج در شرایط بهینه به همراه انجام آزمایش بمنظور بررسی شرایط بهینه با توجه به پارامترهای بهینه تعیین شده است. جدول (۵) نتیجه پیش‌بینی انجام شده را نشان می‌دهد. بر اساس رابطه (۳) پیش‌بینی شد که در حالت بهینه درصد آمورف شدن برابر با ۹۶/۷ درصد است. بر همین اساس، انجام آزمایش تایید با شرایط بهینه تعیین شده نیز انجام گرفت. شکل ۲ نتایج پراش اشعه ایکس نمونه در شرایط بهینه را نشان می‌دهد. مشاهده گردید که در حالت بهینه، درصد آمورف شدن برابر با ۱۰۰ درصد شد که این نتیجه در تطابق با پیش‌بینی‌های طراحی بود. بنابراین، خطای برآورد در حدود ۳/۳ درصد خواهد بود که نشان‌دهنده کارایی پیش‌بینی با روش تاگوچی است.

(۳):

$$Y_{opt} = \frac{T}{n} + (A_i - \frac{T}{n}) + (B_i - \frac{T}{n}) + (C_i - \frac{T}{n}) + (D_i - \frac{T}{n})$$

آمورف آهن- بور را مهیا می‌سازد [۱]. از طبقه‌بندی نموداری نتایج بدست آمده از آزمایش‌های تاگوچی برای پارامتر نخست مشاهده گردید که درصد فاز آمورف با سرعت افزودن محلول حاوی یون آهن تغییرات چندانی نداشته است. البته، افزایش بیشتر سرعت ریزش محلول حاوی یون آهن به محلول احیاکننده و به طبع کاهش زمان انجام واکنش منجر به عدم برهمکنش صحیح اتم‌های آهن و بور تشکیل شده از رابطه (۵) و (۶) دارد، که نتیجه آن عدم شکل‌گیری آلیاژ آمورف است. البته، زمان‌های طولانی برای واکنش نیز چندان مطلوب نیست چرا که درشت شدن و اکسید شدن ذرات تشکیل شده را در پی خواهد داشت.

با توجه به این‌که نفوذ و جای‌گیری منظم اتم‌های آهن برای تشکیل شبکه بلوری نیاز به دمای بالا دارد، مشاهده گردید که کاهش دما به عنوان یک مانع برای تشکیل حالت بلوری عمل کرد. همچنین، تغییرات غلظت با درصد آمورف شدن نشان داد که با افزایش غلظت Fe^{2+} در واکنش احیا، درصد فاز آمورف تشکیل شده کاهش یافت. در واقع، می‌توان گفت که برای احیای یون Fe^{2+} نیاز به غلظت مشخصی از مقدار احیاکننده BH_4^- است. با توجه به ثابت بودن غلظت محلول احیاکننده در این آزمایش، نسبت مولی احیاکننده به یون فلزی در نظر گرفته شد که با افزایش این نسبت، فاز آمورف بیش‌تری تشکیل گردید. در مورد اثر pH نیز با توجه به واکنش‌های (۵) و (۶) در واکنش احیا می‌توان نتیجه گرفت که با کاهش pH محیط واکنش و بر اساس اصل لوشاتلیه، واکنش (۵) به سمت تولید Fe کم‌تر و واکنش (۶) به سمت تولید B بیش‌تر می‌رود. با افزایش مقدار pH در این شرایط نیز اثر معکوسی خواهیم داشت. البته، به نظر می‌رسد در این حالت مقدار بهینه‌ای برای تعادل تولید آهن فلزی و بور وجود دارد که در مقدار pH برابر ۷ است. در این حالت میان آهن فلزی و بور تشکیل شده برای ایجاد شرایط آلیاژ آمورف آهن- بور تعادلی برقرار گردید که در آن بیش‌ترین درصد فاز آمورف تشکیل شد.

از طراحی تاگوچی مدنظر بود. غلظت محلول آبی حاوی یون آهن با مشارکت ۵۵/۳۱ درصد و دمای واکنش با مشارکت ۳۵/۲۸ درصد بالاترین تاثیر را در میان پارامترها دارا بودند. با در نظر گرفتن مشخصه کیفی "هرچه بزرگ تر، بهتر" سطوح بهینه پارامترها به صورت A_2 (سرعت افزودن محلول ۵ میلی لیتر بر دقیقه)، B_3 (دمای واکنش ۱۰ درجه سانتی گراد)، C_3 (غلظت محلول آبی حاوی یون آهن ۰/۱ مول بر لیتر) و D_2 (مقدار pH واکنش ۷) تعیین شد. در حالت بهینه، نتیجه مورد انتظار ۹۶/۷ درصد بود و آزمون تایید نیز از ۱۰۰ درصد آمورف شدن حکایت داشت که خطای اندازه گیری در حدود ۳/۳ درصد نشان دهنده کارایی پیش بینی با روش تاگوچی بود. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که محصول از ذرات ریز با اندازه زیر ۱۰۰ نانومتر تشکیل شده است. نتایج طیف سنجی جذب اتمی ترکیب نانوذرات آلیاژی آمورف Fe-B را نشان داد که به طور میانگین از ۸۹ درصد وزنی آهن تشکیل شده است.

References

- 1- Y. Chen, "Chemical Preparation and Characterization of Metal-Metalloid Ultrafine Amorphous Alloy Particles", *Catalysis Today*, Vol. 44, pp. 3-16, 1998.
- 2- ب. ناطق، ع. هنریخش رثوف و ج. وحدتی خاکی، "تعیین شرایط بهینه تولید آلیاژ آمورف در سامانه Ni-Sn در حضور تیتانیوم به روش آلیاژسازی مکانیکی با استفاده از روش تاگوچی"، چهارمین همایش مشترک انجمن مهندسیین متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ایران، دانشگاه علم و صنعت، ص ۴۳۸-۴۵۱، آبان ۱۳۸۹.
- 3- W. H. Wang, C. Dong and C. H. Shek, "Bulk Metallic Glasses", *Materials Science and Engineering R*, Vol. 44, pp. 45-89, 2004.
- 4- H. Habazaki, "Corrosion of Amorphous and Nanograined Alloys", *Shreir's Corrosion*, Vol. 3, pp. 2192-2204, 2009.
- 5- R. Babilas and R. Nowosielski, "Iron - Based Bulk Amorphous Alloys", *Archives of Materials Science and Engineering*, Vol. 44, pp. 5-27, 2010.

محاسبه پاسخ در شرایط بهینه

در این رابطه A_i ، B_i ، C_i و D_i شرایط بهینه تعیین شده، n تعداد کل آزمایش ها و T مجموع کل نتایج بدست آمده است.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز در شکل ۳ نشان دهنده نانوذرات آلیاژی آمورف Fe-B می باشد. از تصاویر FE-SEM مشاهده گردید که ذرات به صورت تقریباً کروی و با اندازه زیر ۱۰۰ نانومتر تشکیل شدند. به دلیل آمورف و نانو سایز بودن ذرات آلیاژی تشکیل شده، سطح ویژه ذرات بسیار بالا بوده و در نتیجه، به شدت تمایل به تجمع و آگلومره شدن دارند. همچنین، برای تعیین درصد آهن در ترکیب نیز طیف سنجی جذب اتمی در مورد نانوذرات انجام گرفت. نتایج آنالیز جذب اتمی میزان ۸۹ درصد درصد وزنی را برای آهن نشان داد.

نتیجه گیری

در این پژوهش تعیین شرایط بهینه سنتز نانو ذرات آلیاژی آمورف Fe-B به روش احیای شیمیایی با استفاده از 6- J. Abenojar, F. Velasco, J. M. Mota and M. A. Martinez, "Preparation of Fe/B Powders by Mechanical Alloying", *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 177, pp. 382-388, 2004.

7- J. Saida, "The Formation of Nanostructured Materials by Consolidating Ultrafine Amorphous Alloy Particles Prepared by Chemical Reduction", *Materials Science and Engineering*, 179/A, Vol. 180, pp. 577-581, 1994.

7- J. Jiang, I. Dezi, U. Gonser and X. Lin, "A Study of the Preparation Conditions of Fe-B Amorphous Alloy Powders Produced by Chemical Reduction", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 124, pp. 139-144, 1990.

8- S. Linderth and S. Morup, "Chemically Prepared Amorphous Fe-B Particles: Influence of pH on the Composition", *Journal of Applied Physics A*, Vol. 67, pp. 4472-4474, 1990.

9- J. Shen, Z. Li, Q. Wang and Y. Chen, "Chemically Prepared Fe-B Ultrafine Amorphous Alloy Particles: Influence of

the Way of Mixing Reactants", Journal of Materials Science, Vol. 32, pp. 749-753, 1997.

10- J. Shen, Z. Li, Y. Fan and Y. Chen, "Chemically Prepared Fe-B Ultrafine Amorphous Alloy Particles: Influence of the Reaction Time on the Properties", Journal of Solid State Chemistry, Vol. 106, pp. 493-500, 1993.

11- J. Hu, Y. Fan and Y. Chen, "Preparation and Characterisation of Ultrafine Amorphous Alloy Particles", Journal of Applied Physics A, Vol. 68, pp.

225-229, 1999.

12- J. Rivas, M. A. Lopez, M. G. Bonome, R. J. Duro and J. M. Greneche, "Production and Characterization of Fe-B Amorphous Particles", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 122, pp. 1-5, 1993.

۱۳- ر. معمارزاده، س. جوادیپور و ف. پناهی، "بهینه سازی عوامل موثر بر اندازه نانو ذرات اکسید قلع به روش تاگوچی"، مجله مواد نوین، جلد ۲، شماره ۳، ص ۱۱-۲۰، بهار ۱۳۹۱.

پیوست‌ها

جدول ۱- پارامترهای انتخابی برای پژوهش به همراه سطوح آن‌ها.

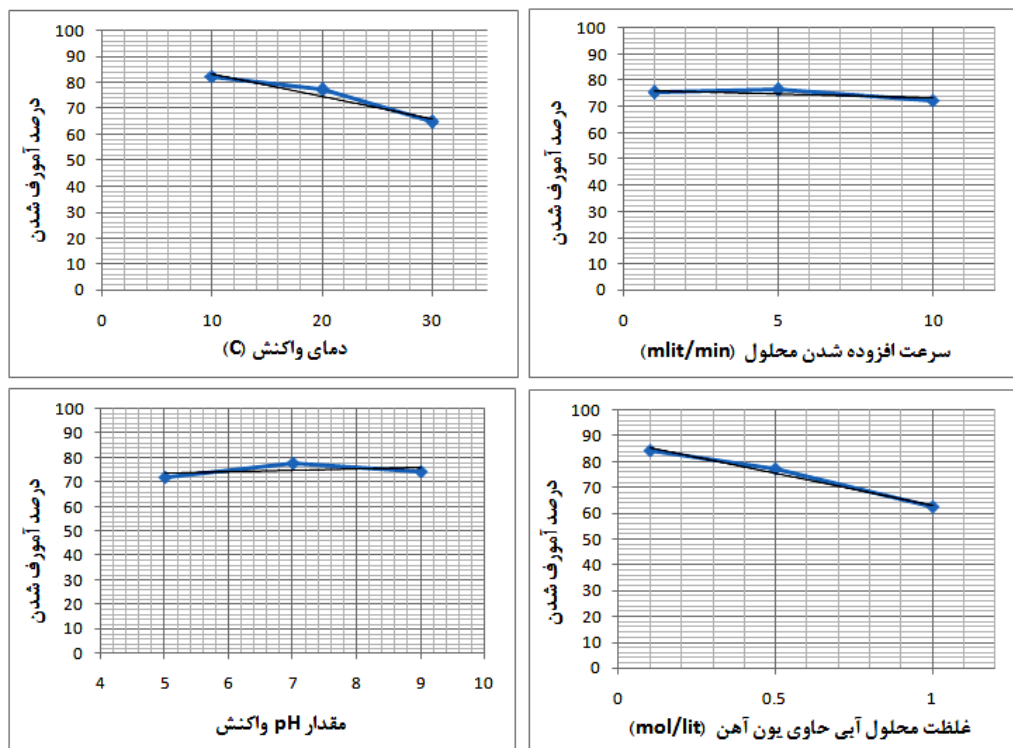
پارامترها	سطح ۱	سطح ۲	سطح ۳
A: سرعت افزودن محلول mlit/min	۱۰	۵	۱
B: دمای واکنش °C	۳۰	۲۰	۱۰
C: غلظت محلول mol/lit Fe ²⁺	۱	۰/۵	۰/۱
D: مقدار pH واکنش	۵	۷	۹

جدول ۲- ماتریس متعامد L₉ مورد استفاده در آزمایش.

آزمایش	سرعت افزودن محلول mlit/min	دمای واکنش °C	غلظت محلول یون آهن mol/lit	pH واکنش
۱	۱۰	۳۰	۱	۵
۲	۱۰	۲۰	۰/۵	۷
۳	۱۰	۱۰	۰/۱	۹
۴	۵	۳۰	۰/۵	۹
۵	۵	۲۰	۰/۱	۵
۶	۵	۱۰	۱	۷
۷	۱	۳۰	۰/۱	۷
۸	۱	۲۰	۱	۹
۹	۱	۱۰	۰/۵	۵

جدول ۳- درصد آمورف شدن برای هر یک از نمونه های جدول تاگوچی.

آزمایش	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹
درصد آمورف شدن	۴۷/۸۰	۸۰/۴۵	۸۹/۲۴	۶۸/۵۳	۸۵/۹۴	۷۴/۸۱	۷۸/۱۷	۶۵/۱۳	۸۲/۹۴



شکل ۱ - نمودار اثرهای اصلی برای هر یک از پارامترهای واکنش احیای شیمیایی.

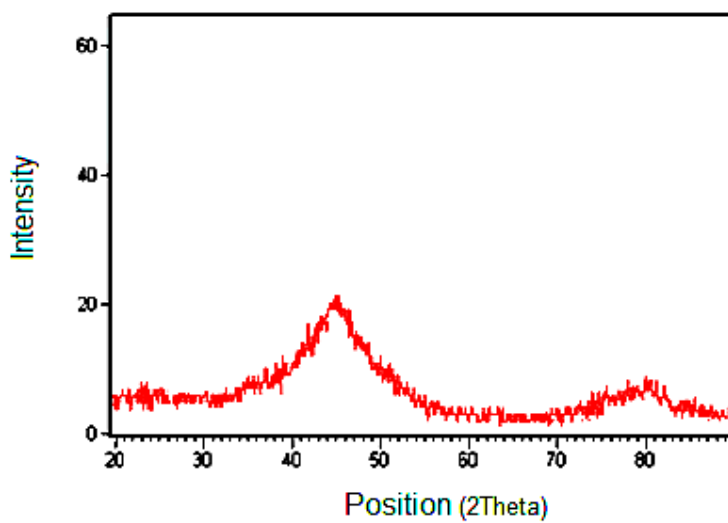
جدول ۴ - نتایج تحلیل استاندارد ANOVA.

ستون	پارامترها	درجه آزادی	مجموع مربعات	واریانس	نسبت واریانس	درصد مشارکت
۱	A: سرعت افزودن محلول	-	-	-	-	-
۲	B: دمای واکنش	۲	۴۸۴/۹۹	۲۴۲/۴۹	۱۹/۴۳	۳۵/۲۸
۳	C: غلظت محلول Fe^{2+}	۲	۷۴۶/۱۸	۳۷۳/۰۹	۲۹/۸۹	۵۵/۳۱
۴	D: مقدار pH واکنش	۲	۴۷/۷۸	۲۳/۸۹	۱/۹۱	۱/۷۵
خطا	Pooled (A)	۲	۲۴/۹۷	۱۲/۴۸	۱	۷/۶۵
مجموع		۸	۱۳۰۲/۹۲			~درصد ۱۰۰

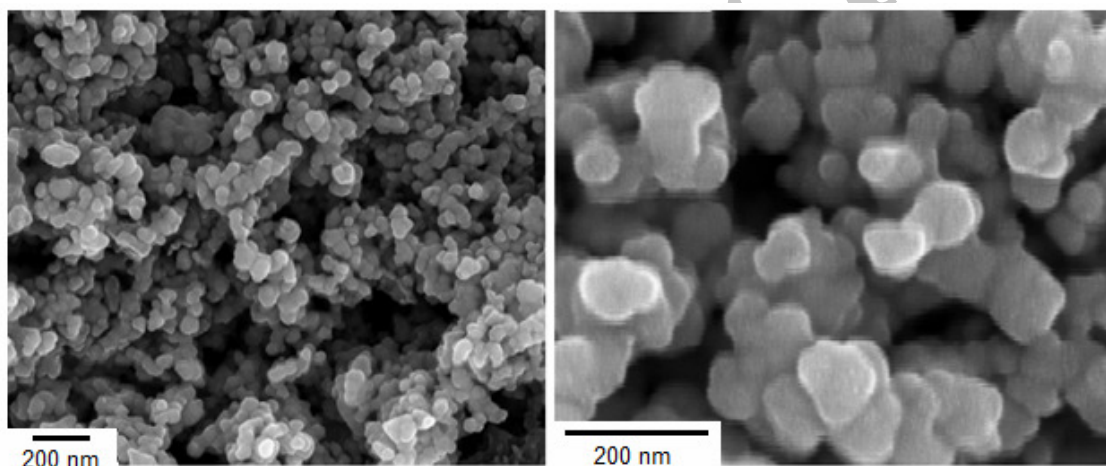
F-table (97.5%) = 39

جدول ۵ - برآورد اجرا در شرایط بهینه انجام آزمایش احیای شیمیایی بر اساس نتایج طراحی تاگوچی.

توصیف پارامتر	توصیف سطح	سطح	درصد مشارکت
A: سرعت افزودن محلول	A_2	۲	۱/۶۵
B: دمای واکنش	B_3	۳	۷/۵۶
C: غلظت محلول Fe^{2+}	C_3	۳	۹/۶۸
D: مقدار pH واکنش	D_2	۲	۳/۰۴
میانگین نتایج آزمایشها			۷۴/۷۷
نتیجه‌ی مورد انتظار در شرایط بهینه			۹۶/۷



شکل ۲- تصویر الگوی پراش برای نمونه سنتز شده در شرایط بهینه طراحی تاگوچی.



شکل ۳- تصاویر FE-SEM از نانو ذرات آلیاژی آمورف Fe-B برای نمونه سنتز شده در شرایط بهینه طراحی تاگوچی.