



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

منصور فربد^{*}، سید حسام الدین هاشمی

گروه فیزیک، دانشگاه شهید چمران/هواز، هواز

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

چکیده: در این پژوهش نانوذرات زیرکنات باریوم به روش سل-ژل با چهار دسته مختلف مواد اولیه ساخته شدند. در تمام روش‌ها زیرکونیوم $n\text{-پروپوکساید}$ ، $\text{Zr}(\text{OPr})_4$ به عنوان ماده‌ی زیرکونیوم‌دار به کار رفت. همچنین هیدروکسید باریوم هشت‌آبه، $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ و استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ به عنوان مواد باریوم‌دار و استیک اندیزید و ایزوپروپیل الکل و آب به عنوان حلال به کار گرفته شدند. سرنشی‌یابی 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 100°C درجه سانتی‌گراد و زمان یازده ساعت با اندازه‌ی میانگین 80 نانومتر ساخته شدند.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات BaZrO_3 ; SEM; XRD

مقدمه

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 زیرکنات باریوم پژوهش درباره خواص نانوذرات آن است. مواد سرامیکی نانوساختار به خاطر وابستگی سرنشی‌های 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 به منظور افزایش چگالی جریان بحرانی ابررساناهای (J_c) است. یکی از روش‌های افزایش چگالی جریان بحرانی در ابررساناهای آلایش آنها با نانوذرات است. این نانوذرات به عنوان مرکز میخکوبی شار عمل کرده و چگالی جریان بحرانی

زیرکنات باریوم اهمیت به سزایی در حوزه‌ی سرامیک‌ها دارد. این ترکیب یک اکسید با ساختار پروسکات مکعبی و با فرمول کلی ABO_3 است [۱]. زیرکنات باریوم دارای ویژگی‌هایی چون ثابت شبکه بزرگ (4.193\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، به طور 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

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

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 بودن 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 $n\text{-پروپوکساید}$, $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده‌ی زیرکونیوم‌دار و از استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ، به عنوان ماده‌ی باریوم‌دار و از استیک انیدرید و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال استفاده شدند. نخست دو محلول زیرکونیوم $n\text{-پروپوکساید}$ حل شده در ایزوپروپیل الکل و استات باریوم حل شده در استیک انیدرید داغ به نسبت‌مولی 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 $n\text{-پروپوکساید}$, $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده زیرکونیوم‌دار و از هیدروکساید باریوم، $\text{Ba}(\text{OH})_{2.8}\text{H}_2\text{O}$ ، به عنوان ماده باریوم‌دار استفاده شده است. آب و ایزوپروپیل الکل به عنوان حلال در این روش انتخاب شدند.

ابررسانا را افزایش می‌دهند [۱۰-۱۲]. تاکنون روش‌های گوناگونی برای ساخت نانوپودرهای BaZrO_3 ارائه شده‌اند از جمله تجزیه گرمایی نیترات، ترکیب نیترات‌ها با اوره به عنوان سوخت در مدد 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 روش گوناگون بر پایه سل-ژل ساخته شدند. به منظور بررسی عوامل مختلف مانند چشمی 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. سرشتی‌بایی 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 فیلیپس 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 $n\text{-پروپوکساید}$, $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ ، به عنوان ماده‌ی زیرکونیوم‌دار و از هیدروکساید باریوم هشت‌آبه، $\text{Ba}(\text{OH})_{2.8}\text{H}_2\text{O}$ ، 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 هیدروکساید 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 $n\text{-پروکساید}$ لازم برای موازنی 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.

دماهای بالایی نیاز نیست. بیشتر سرامیک‌ها در دماهای بالاتر از 800°C سانتی گراد تهیه می‌شوند.

شرح کار ۴

در این روش برای تولید نانوپودرها از استات باریوم، $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ، بعنوان ماده باریومدار و از آب و ایزوپروپیل الكل به عنوان حلال استفاده شد. مراحل کار همانند روش ۳ انجام شدند. بر خلاف روش ۳، طیف XRD ژل خشک شده در 100°C سانتی گراد هیچ‌گونه ساختاری را نشان نمی‌داد و کاملاً بی‌شکل بود. برای همین منظور پودرها در دماهای گوناگون 800°C ، 900°C و 1000°C سانتی گراد 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 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 0.4 مolar، دمای آن را به 60°C رسانده و ثابت نگهداشتیم. محلول دیگری نیز از الكل ایزوپروپانول و $\text{Zr}(\text{OPr}^n)_4$ با مولاریته 0.4 تهیه شد. محلول دوم را 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 الكل)، ژل را رسوب‌گیری کرده و سپس در فور در دمای 100°C سانتی گراد به مدت 10 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 100°C سانتی گراد، 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 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	آهنگ سرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
BZ1	۲ ساعت در دمای 800°C	۳	۵
BZ2	۱۰ دقیقه در دمای 800°C و سپس به طور مستقیم از کوره خارج شد	-	۵
BZ3	به طور مستقیم در 800°C وارد کوره شد و بلافضله بعد از سوختن از کوره خارج گردید	-	-
BZ4	به طور مستقیم در 800°C وارد کوره شد و در همین دما به مدت 2 ساعت ماند	۳	-

جدول ۲ شرایط گوناگون گرمادهی $BaZrO_3$ وابسته به شرح ۲.

شماره نمونه	زمان و دمای پخت	آهنگ گرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	آهنگ سرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
BZ5	۲ ساعت در دمای 800°C	۳	۵
BZ6	۲ ساعت در دمای 1000°C	۳	۵
BZ7	۲ ساعت در دمای 1200°C	۳	۵

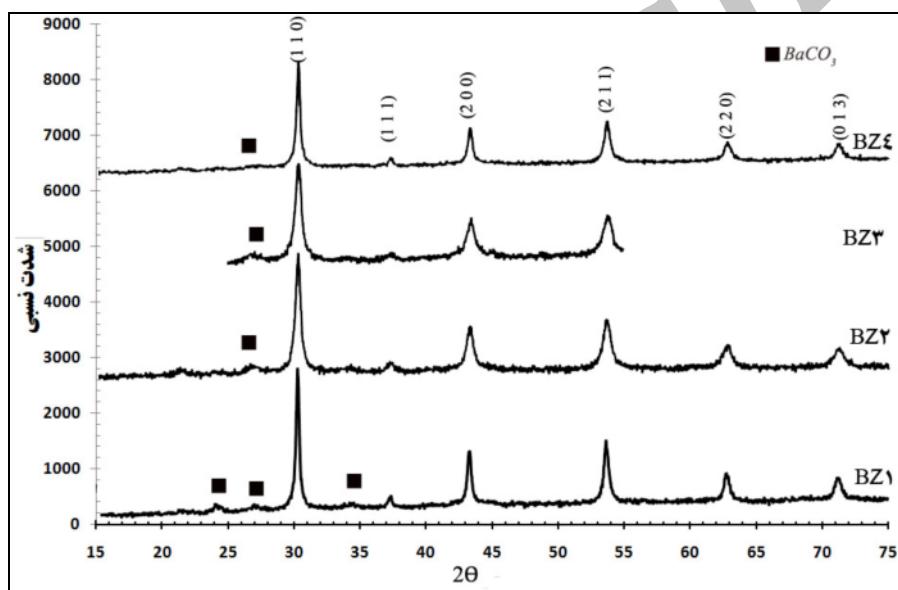
جدول ۳ شرایط گوناگون گرمادهی $BaZrO_3$ وابسته به شرح ۴.

شماره نمونه	زمان و دمای پخت	آهنگ گرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	آهنگ سرمایش $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
BZ9	۲ ساعت در دمای 800°C	۳	۵
BZ10	۲ ساعت در دمای 900°C	۳	۵
BZ11	۲ ساعت در دمای 1000°C	۳	۵

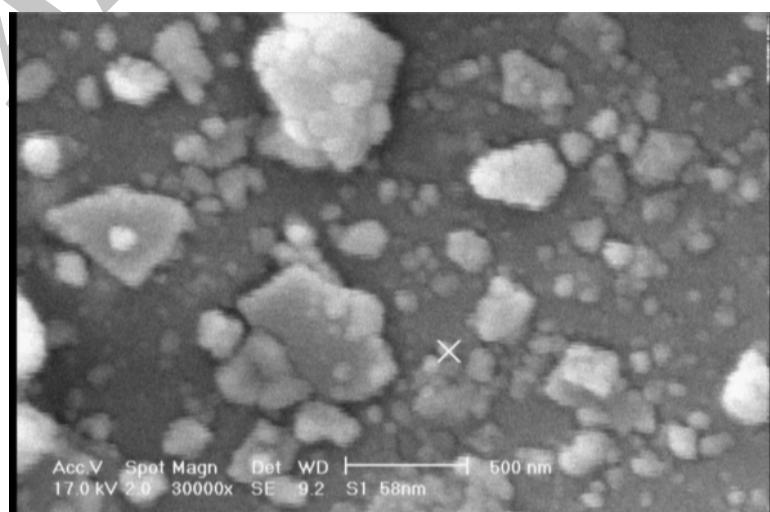
شکل‌های ۲ تا ۵ تصاویر SEM نمونه‌های BZ1 تا BZ4 را که بنابر شرح ۱ تهیه شده‌اند نشان می‌دهند. میانگین اندازه‌ی ذرات نمونه‌های BZ1 و BZ2 با استفاده از شکل‌های ۲ و ۳ محاسبه و به ترتیب ۶۰ و ۷۰ نانومتر به دست آمدند. این میانگین‌ها با نرم‌افزار Microstructure Measurement میانگین‌گیری روی بیش از ۲۰۰ ذره انجام 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 به ترتیب ۸۰ و ۳۵ نانومتر روی کلوجه‌های حدود ۵۰۰ نانومتری گرد آمده‌اند.

بحث و بررسی

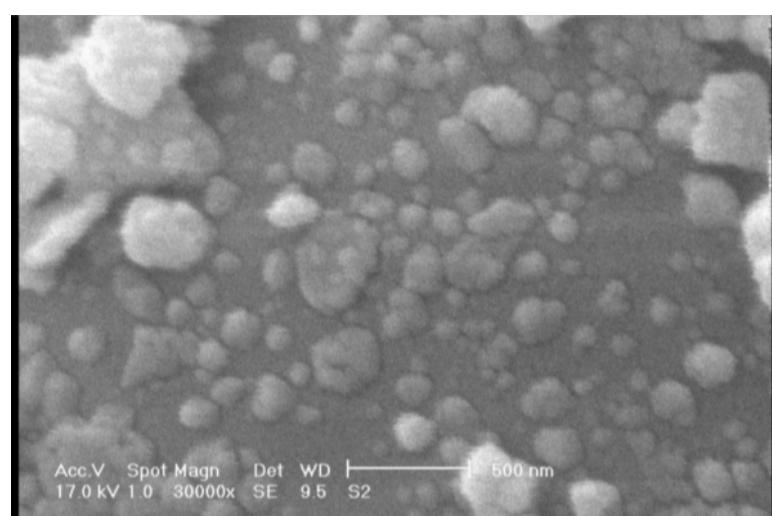
شکل ۱ طیف XRD نمونه‌های BZ1 تا BZ4 گرمادهی شده بنابر جدول ۱ را نشان می‌دهد. چنان‌که دیده می‌شود، در تمامی الگوهای پراش XRD، قله‌های اصلی BaZrO_3 نمایان JCPDS06-0399 شده‌اند، و این الگوها کاملاً با کارت استاندارد (JCPSD06-0399) همخوانی دارند. قله اضافی وابسته به فاز ناخالصی کربنات باریوم نیز در این تصاویر وجود دارد که با علامت ■ مشخص شده است. البته شدت قله‌ی ناخالصی در نمونه‌های BZ1 تا BZ4 به مرتبه 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.



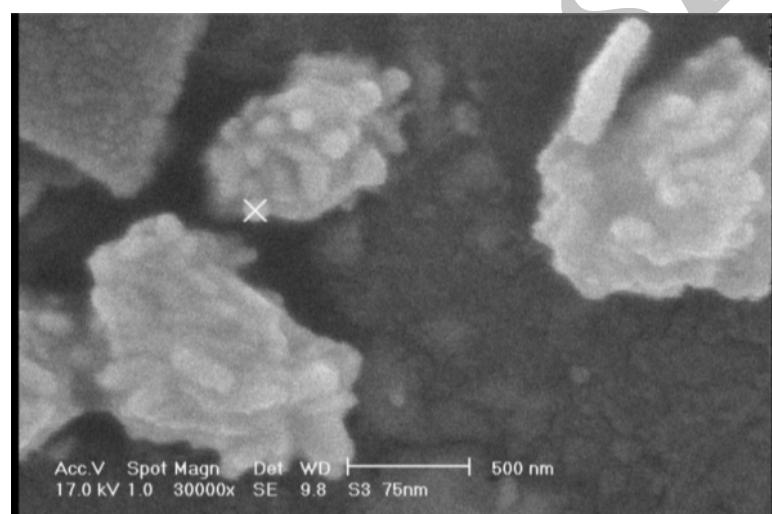
شکل ۱ طیف‌های XRD نمونه‌های BZ1 تا BZ4 گرمادهی شده بنابر جدول ۱.



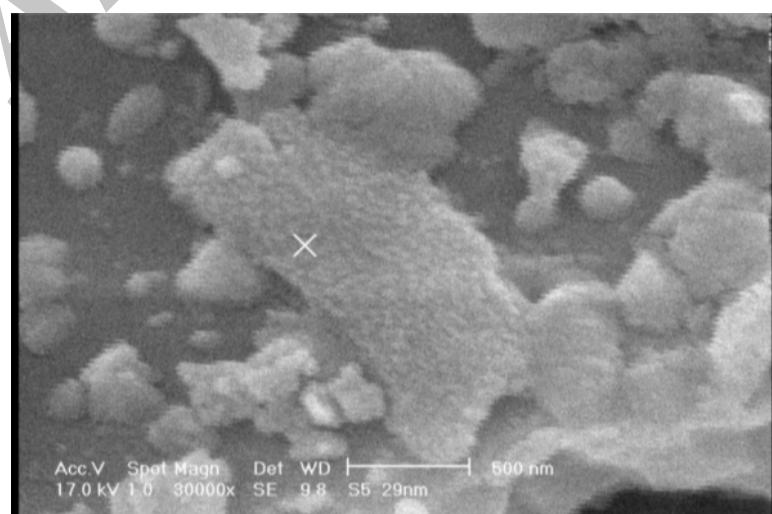
شکل ۲ تصویر SEM نانو‌پودرهای نمونه‌ی BZ1.



شکل ۳ تصویر SEM نano پودرهای نمونه‌ی BZ2



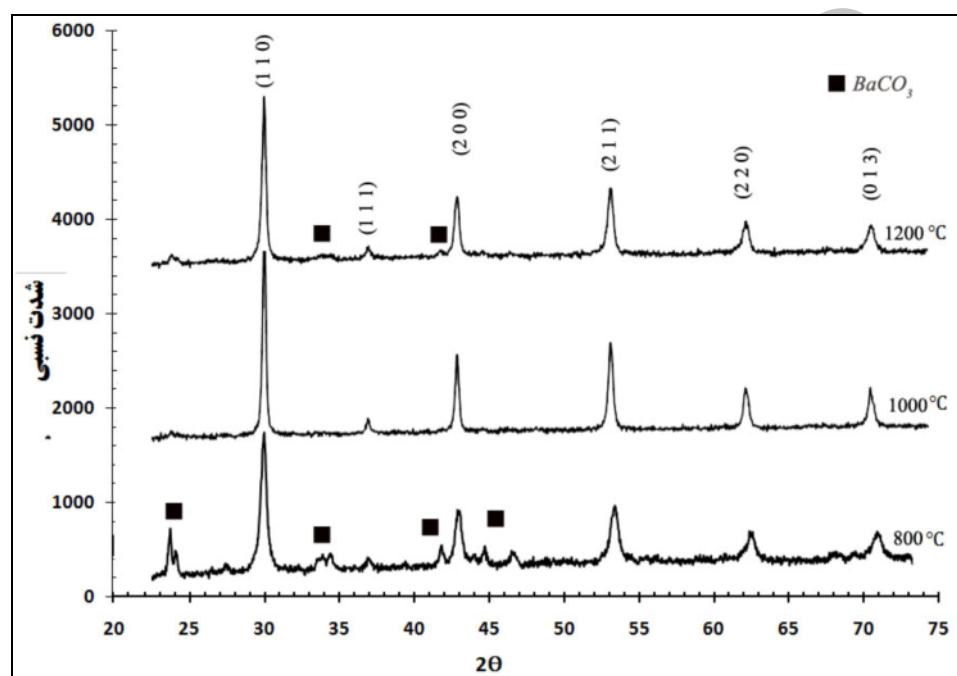
شکل ۴ تصویر SEM نano پودرهای نمونه‌ی BZ3



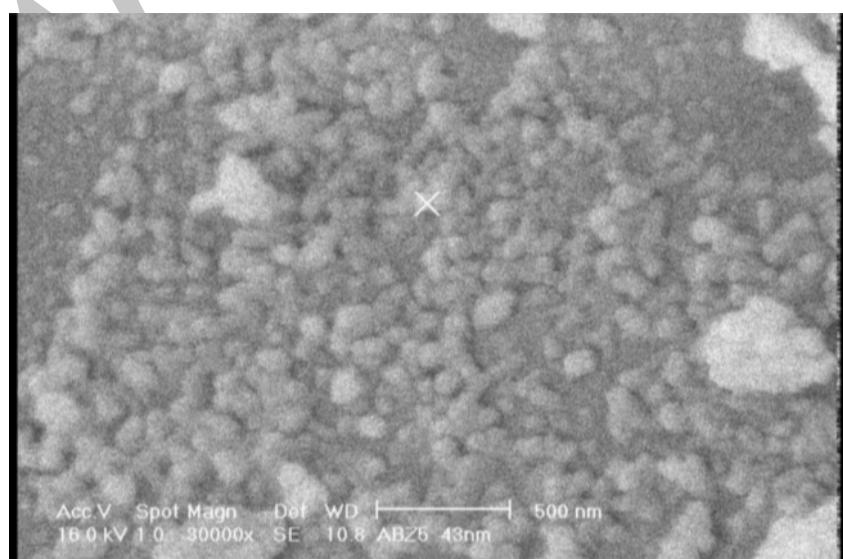
شکل ۵ تصویر SEM نano پودرهای نمونه‌ی BZ4

پراش XRD نمونه‌های BZ6 و BZ7 گرمادهی شده در دمای ۱۰۰۰ و ۱۲۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد کاملاً با کارت استاندارد SEM 06-0399 (JCPSD) همخوانی دارد. شکل ۷ تصویر SEM وابسته به نمونه‌ی BZ7 پخت شده در ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد 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 BZ7 تا BZ5 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 BZ7 تا BZ5 گرمادهی شده بر پایه‌ی جدول ۲.

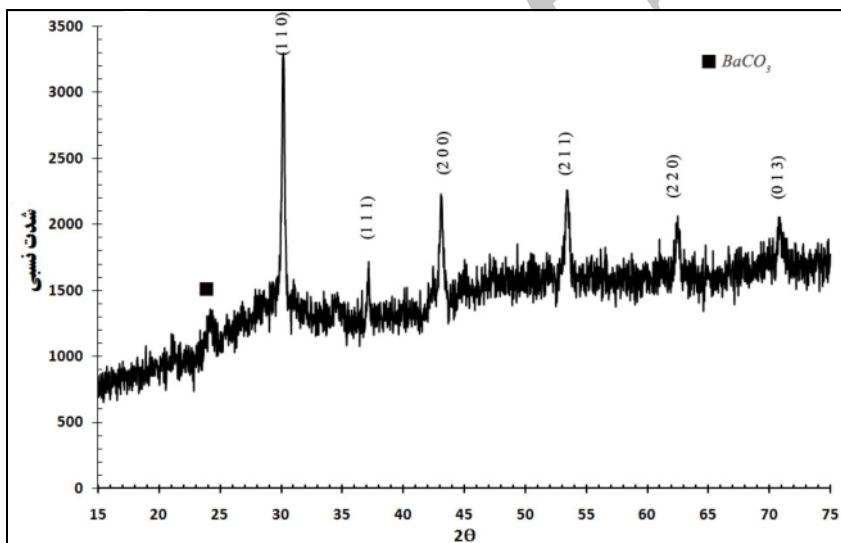


شکل ۷ تصویر SEM نانو‌پودرهای گرمادهی شده نمونه‌ی BZ7.

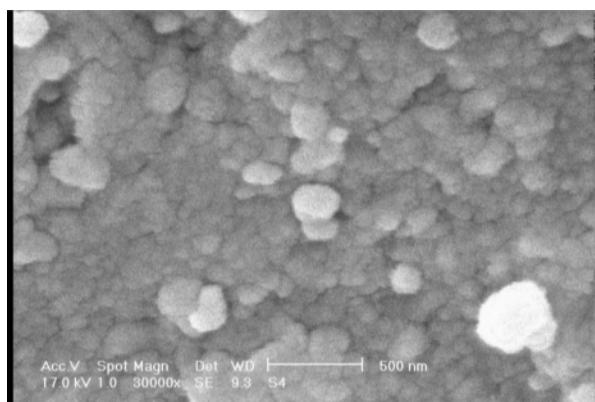
۱۰۰ درجه‌ی سانتی گراد هیچگونه فازی تشکیل نشده است. لازم به یادآوری است که تفاوت شرح ۳ و ۴ در استفاده از منابع باریوم اولیه متفاوت است. برای تولید نمونه با شرح ۳ از هیدروکساید باریوم و در شرح ۴ از استات باریوم استفاده شد. بهمنظور بلوری شدن نمونه‌ها، ژل خشک شده در دماهای مختلف ۸۰۰، ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی گراد 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 سانتی گراد 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 سانتی گراد را نشان می‌دهد. با توجه به مقیاس ۵۰۰ نانومتری تصویر، میانگین اندازه‌ی ذرات ۶۵ نانومتر اندازه گیری 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 سانتی گراد 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 مرحله‌ی 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 اندازه ذرات ساخته شده با این روش، ۸۰ نانومتر اندازه گیری شد.

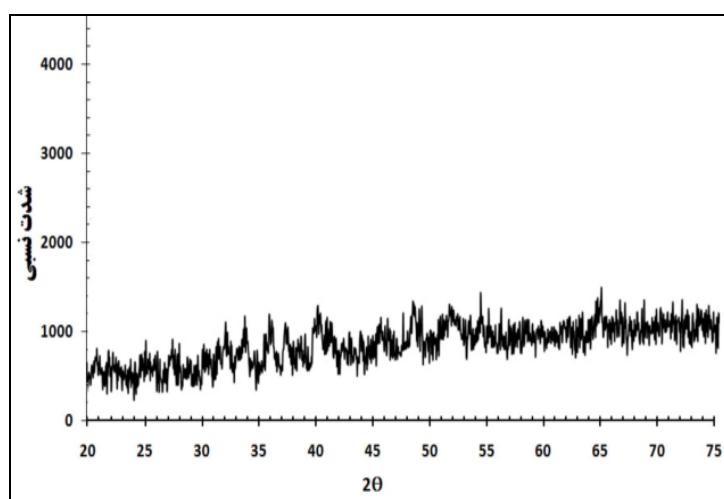
شکل ۱۰ الگوی XRD وابسته به ژل خشک شده نمونه‌های تولیدی با شرح ۴ را نشان می‌دهد. پرخلاف ژل ساخته شده با هیدروکساید باریوم (شرح ۳)، ژل خشک شده هیچگونه قله‌ای را نشان نمی‌دهد. بنابراین می‌توان گفت که در دمای



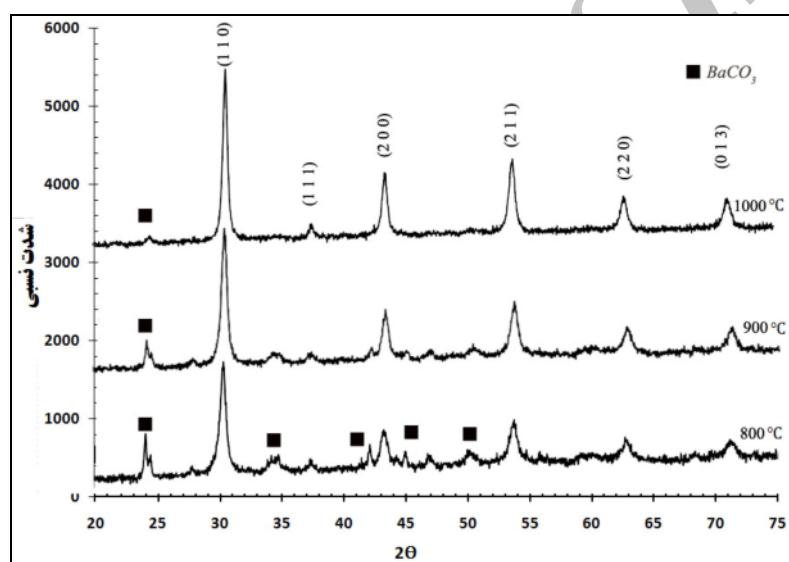
شکل ۸ الگوی XRD ژل خشک شده در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی گراد وابسته به شرح کار.^۳



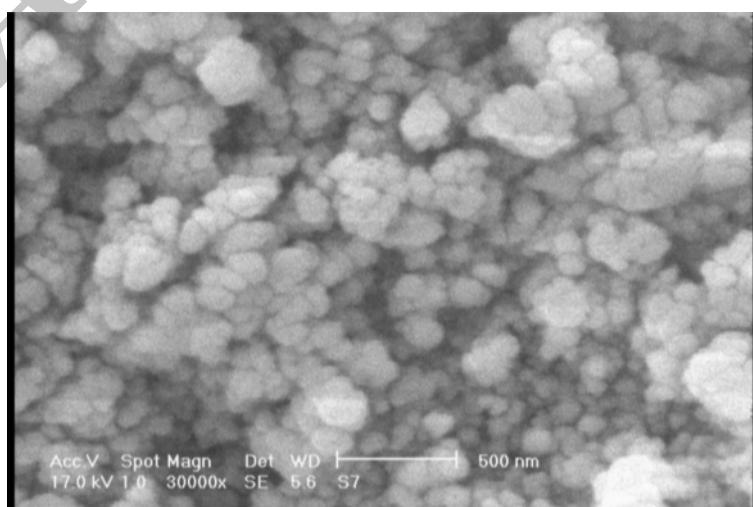
شکل ۹ تصویر SEM نانوپودرهای تولید شده نمونه BZ8 با شرح کار.^۳



شکل ۱۰ الگوی XRD ژل خشک شده در دمای 100°C 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 نمونه 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 شده اند. $BZ1$ 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 تهییه‌ی 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 اندازه‌ذرات با انتخاب روش ساخت مناسب امکان پذیر است.

به منظور بررسی همگنی نمونه‌ها، انحراف معیار توزیع اندازه‌ذرات محاسبه شد. انحراف معیار برای نمونه‌ی $BZ1$ برابر $25/4$ و برای نمونه‌های $BZ7$, $BZ8$ و $BZ11$ به ترتیب 16 , $13/2$ و $14/7$ محاسبه شدند. برای نمونه‌های $BZ2$, $BZ3$ و $BZ4$, با توجه به پراکندگی آشکار اندازه‌ی ذرات، محاسبه‌ای 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 تهییه‌ی 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 هزینه‌های است. 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)	دماهای تولید ($^{\circ}C$)
شرح کار ۱	$BZ1$	۲۷	بسیار ناچیز	۶۰	۸۰۰
	$BZ2$	۲۴	بسیار ناچیز	۷۰	۸۰۰
	$BZ3$	۱۹	بسیار ناچیز	ذرات 80 nm بر روی کلوجه‌های درشت	۸۰۰
	$BZ4$	۲۲	بسیار ناچیز	ذرات 35 nm بر روی کلوجه‌های 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
	$BZ9$	۲۱	زیاد	-	۸۰۰
شرح کار ۴	$BZ10$	۲۲	کم	-	۹۰۰
	$BZ11$	۲۳	بسیار ناچیز	۶۵	۱۰۰۰

"Radioluminescence properties of decaoctahedral BaZrO₃", Scripta Materialia 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 BaZrO₃", 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 BaZrO₃ 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 BaZrO₃ 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 BaZrO₃ 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 BaZrO₃ 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 BaZrO₃-doped YBa₂Cu₃O_{7-δ} microtapes with improved critical current densities", Physica C 470 (2010) 373–377.*

[13] Mirosław M. Bućko, Jan Obłakowski, *"Preparation of BaZrO₃ 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 BaZr_{0.8}Y_{0.2}O_{3-δ} by sol-gel method", Solid State Ionics 178 (2007) 569–574.*

برداشت

در این پژوهش نانوذرات BaZrO₃ 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 BaZrO₃ با اندازه‌های گوناگون است.

مراجع

- [1] Guillaume B., Boschinia F., Garcia-Cano I., Rulmont A., Cloots R., Ausloos M., *"Optimization of BaZrO₃ 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 BaZrO₃ 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 BaZrO₃ 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 Eu³⁺-doped BaZrO₃ 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.,