

سنتز پودر اکسید سریم و اکسید نیکل دوپ شده به طور همزمان در زیرکونیای پایدار شده با ایتریا توسط روش سل-ژل

زهرا ابوالقاسمی^{۱*}، مرتضی تمیزی^۲، کاوه ارزانی^۱، علی نعمتی^۳ و ارسیا خانفکر^۲

۱- دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشکده مواد و متالورژی، تهران، ایران

۲- دانشکده مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

۳- دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۱/۱۱/۱۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۲/۰۱/۲۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۲/۰۳/۱۳

چکیده

این تحقیق با هدف بررسی ویژگی‌های سنتز پودر اکسید سریم و اکسید نیکل که به طور همزمان در زیرکونیای پایدار شده با ایتریا دوپ شدند، انجام گرفته است. روش انتخابی برای سنتز، سل-ژل پلیمری (پچینی) می‌باشد. این روش قابلیت تولید محصولاتی همگن با خلوص و اکتیویته بالا را دارد. برای تهیه پودر زیرکونیای پایدار شده با ایتریا (۸ درصد مولی ایتریا) از تتراکلراید زیرکونیم و نیترات ایتریا به عنوان منبع تامین زیرکونیا و ایتریا، همچنین از نیترات سریم و نیترات نیکل به عنوان منبع تامین سریم و اکسید نیکل استفاده شد. نمونه‌های سنتز شده بعد از خشک‌ایش در دمای ۱۴۰ °C به مدت ۲۴ ساعت، در دمای ۹۰۰ °C به مدت ۲ ساعت کلسینه شدند. ویژگی‌های پودر سنتز شده به کمک روش‌های XRD، DTA/TG، SEM و TEM به ترتیب برای بررسی محدوده دمای تشکیل فاز، تشخیص فازهای موجود در آن و بررسی خواص ریزساختاری مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آنالیز حرارتی محدوده دمایی تشکیل فاز بدست آمده از آنالیز XRD را تایید می‌کند. اندازه متوسط کریستالی فاز مورد نظر که توسط روش شرر محاسبه شد، ۱۱ nm می‌باشد. بر اساس نتایج SEM و TEM مورفولوژی کروی گزارش شده است.

واژه‌های کلیدی: سل-ژل، زیرکونیای پایدار شده با ایتریا، اکسید سریم، اکسید نیکل.

۱- مقدمه

عنوان یک الکترولیت مناسب عمل نمی‌کند و از هدایت یونی پایینی برخوردار است. اضافه کردن اکسیدهای دو سه ظرفیتی باعث پایداری فاز مکعبی می‌شود و با افزایش غلظت جاهای خالی اکسیژن، هدایت یونی افزایش پیدا می‌کند. ماده حاصله شامل خواصی همچون پایداری مناسب در اتمسفرهای اکسیدی و احیایی در دماهای بالا و غیرسمی بودن است. ایتریا یکی از معمول‌ترین افزودنی‌ها برای پایدار کردن است و این پایداری باعث استفاده مناسب از این محصول به عنوان الکترولیت می‌شود [۱، ۲].

زیرکونیا ماده‌ای است که شامل خصوصیتی از جمله دمای ذوب بالا، استحکام مکانیکی خوب، هدایت حرارتی پایین، هدایت یونی، مقاومت شیمیایی عالی، سختی و مدول الاستیک بالا و چقرمگی مناسب است. YSZ یکی از گسترده‌ترین مواد الکترولیتی است که برای کاربردهای پیل سوختی و سنسور اکسیژن در محیط‌های احیایی و اکسیدی مورد استفاده قرار می‌گیرد. زیرکونیای خالص به

* عهده‌دار مکاتبات: زهرا ابوالقاسمی

واکنش گرمازا بین اکسیدکننده و سوخت دنبال می‌شود، صورت می‌گیرد اما کنترل روند واکنش و کسب همبستگی شیمیایی در این روش مشکل می‌باشد [۸،۱۱]. روش دیگر بر پایه واکنش حالت جامد در دمای بالا می‌باشد که سادگی این روش و استفاده از اکسیدهای ارزان به عنوان مواد اولیه از مزایای این روش می‌باشد و از معایب این روش می‌توان به دمای واکنش بالا، اندازه ذرات درشت و درجه کمی از یکنواختی شیمیایی اشاره کرد [۱۲]. روش‌هایی مانند سنتز با شعله (فرآیند فاز گاز) [۱۳]، تجزیه حرارتی حالت جامد از پیش سازنده‌های رسوب، شار کلرید مذاب و روش رسوب قلیایی می‌توانند ذرات ریز و هموزن با سطح ویژه بالا تولید کنند اما این روش‌ها پیچیده می‌باشند و نیازمند معرف‌های بسیار گران قیمت هستند [۱۲]. تکنولوژی سل-ژل از مدت‌ها پیش مورد استفاده بوده است و کاربردهایی در توسعه مواد نوین برای استفاده در کاتالیست‌ها، سنسورهای شیمیایی، ممبران‌ها، فیبرها و تجهیزات الکتروشیمیایی حالت جامد دارد و در رنج وسیعی از حوزه علمی و مهندسی مانند سرامیک، هسته‌ای و الکترونیک مورد استفاده قرار گرفته است [۱۴]. به دلیل مزیت‌های ذاتی این روش نسبت به فرآیندهای مرسوم دیگر که از آن جمله می‌توان به سنتز در دمای کم، خلوص بالا، همگنی مناسب، کنترل دقیق اندازه و توزیع ذرات، روشی مناسب برای مواد کریستالی، استوکیومتری دقیق در تولید ماده نهایی، امکان ساخت تمامی سرامیک‌های اکسیدی، انعطاف‌پذیر برای تهیه مواد نانو با خواص متفاوت، مقرون به صرفه بودن به منظور تهیه نانوذرات اکسید فلزی کامپوزیت یا منفرد، آسان برای تولید انبوه و کنترل محصول اشاره کرد، به طور وسیعی استفاده شده است [۱۵-۱۷]. در این میان روش سل-ژل پلیمری (روش پچینی) در میان چندین روش سنتز شیمیایی به دلیل مزیت‌های زیر بسیار مورد توجه می‌باشد [۲۰-۱۸]. مجاز به استفاده در دماهای مختلف، توانایی کنترل استوکیومتری ذره و یا آگلومره و مورفولوژی، همگنی ترکیب، سمیت کم برای تولید پودر نانومتری تک فاز، عدم حساسیت بوجود آب (برای معدودی موارد استثنا)، عدم نیاز به اتمسفر خنثی، قادر به بدست آوردن نمونه‌های عالی همگن با خلوص بالا بدون کنترل دقیق

در ترکیبات SOFC، ترکیب NiO-YSZ به عنوان مواد اولیه برای ساخت آندهای Ni-YSZ استفاده شده است. مطرح شده که محلول جامد از مقدار کمی NiO داخل YSZ در طی سینتر ترکیب NiO-YSZ بوجود می‌آید. با این حال، تحقیقاتی در مورد ارتباط بین محلول جامد NiO و تغییر هدایت یونی YSZ انجام شده است [۳]. یکی از مسائل قابل توجه بکار بردن مواد جدید برای کارکرد SOFC در دمای متوسط (IT-SOFC) است. مطالعات بسیاری اخیراً بر روی این موضوع انجام شده است. سیستم بر پایه CeO_2 -YSZ که توسط Gorte و همکارانش مورد مطالعه قرار گرفته، برای کارکرد در دمای متوسط مناسب می‌باشد [۴]. ذرات اکسید فلزی با ساختارها، اندازه‌ها و مورفولوژی‌های گوناگون توسط روش‌های مختلف حاصل می‌شوند [۵]، که این روش‌ها می‌توانند به عنوان روش‌های شیمیایی مانند رسوب بخار شیمیایی، سنتز فاز بخار، سنتز هیدروترمال، سونوشیمی، فرآیند شیمیایی تر (رسوب شیمیایی، سل-ژل و میکرومولسیون) و یا فیزیکی مانند روش مکانیکی، لیزر، پیرولیز پاششی و چگالش گاز بی‌اثر تقسیم‌بندی شوند [۶،۷]. به منظور بدست آوردن نانوپودر زیرکونیای پایدار شده با ایترا چندین روش سنتز گزارش شده است، مانند روش هم‌رسوبی که در این روش سرامیک‌های زیرکونیا با تافنس بالا از طریق بهینه‌سازی پارامترهای سینتر یا توسط عملیات گرمایی در دمای بالاتر و در مدت زمان طولانی‌تر حاصل می‌شوند [۸]، همچنین منجر به تولید پودرهای هموزن با سایز کوچک می‌شود اما در این روش استوکیومتری مورد نیاز ممکن است از بین برود و یافتن عامل رسوب‌زای مناسب مشکل می‌باشد [۹]. فرآیند هیدروترمال روش دیگر سنتز می‌باشد که این روش توانایی تولید پودرهای نانو کریستال طی یک مرحله را دارا می‌باشد و سنتز در دمای پایین انجام می‌شود همچنین ذراتی با توزیع یکنواخت و نرم تولید می‌کند اما روشی است که وابسته به انحلال مینرال‌ها در آب داغ و تحت فشار بالا می‌باشد [۱۰]. سنتز احتراقی روشی است که می‌توان ترکیب پودر نهایی را به طور مستقیم و بدون استفاده از روش میانی تولید کرد همچنین روشی ساده و سریع می‌باشد که شروع فرآیند در دمای پایین با کمک منبع گرمایشی خارجی که توسط

شرایط و زمان فرآیند ژل شدن، قادر به تشکیل ترکیب مورد نظر در مقیاس نانومتری می‌باشد، زیرا اختلاط مواد اولیه در آب در مقیاس اتمی انجام می‌شود و این امر منجر به افزایش سرعت انجام واکنش و کاهش دمای سنتز می‌شود، همچنین به دلیل دمای پایین واکنش و خروج مواد آلی به صورت گاز از رشد ذرات جلوگیری می‌شود و پودرهای حاصل شده دارای سطح ویژه بالا و تخلخل زیاد می‌باشند، و بر پایه عدم تحرک یون‌های فلزی در یک شبکه پلیمری، استوار است به گونه‌ای که یون‌های فلزی در مقیاس اتمی، بدون رسوب و یا جدایش فازی در این شبکه پلیمری به صورت کمپلکس پخش می‌گردند. در این روش از انواع نمک‌های فلزی مانند کلریدها، کربنات‌ها، هیدروکسیدها، ایزوپروپوکسیدها و نیترات‌ها می‌توان استفاده نمود، سپس یک پلی هیدروکسی الکل (مانند اتیلن گلیکول (EG)) بعد از انحلال اسید سیتریک (CA) افزوده می‌شود، اسید با یون‌های فلزی تشکیل کمپلکس آلی (سیترات فلزی) می‌دهد و با افزودن EG کمپلکس‌های تشکیل شده و همچنین مقداری از اسید باقیمانده با الکل وارد واکنش می‌گردند و تولید استر آلی و آب می‌نمایند. سپس دما برای سرعت بخشیدن به تشکیل پلی‌استر به علت واکنش بین اسید سیتریک آزاد و اتیلن گلیکول افزایش می‌یابد که منجر به تولید یک سل همگن می‌گردد که یون‌های فلزی به طور یکنواخت در زمینه آلی گسترده شده‌اند. بعد از تشکیل پلاستیک شبیه ژل، دما برای حذف اتیلن گلیکول اضافی بیشتر افزایش می‌یابد. در نهایت ژل بدست آمده، خشک شده و در دمایی مناسب که در آن دما مواد آلی کاملاً خارج می‌شوند. برای اکسید کردن ترکیب‌های آلی و کریستاله شدن فاز مورد نظر، کلسینه می‌شود. این روش به عنوان روش پچینی (Pechini, ۱۹۶۷) شناخته شده است.

پس زمینه روش پیشنهادی واکنش استری شدن بین گلیکول و اسید کربوکسیلیک (مانند اسید سیتریک، EDTA) (اتیلن دی آمین تترا استیک اسید) و غیره) می‌باشد [۲۱-۲۳]. هدف از انجام این پژوهش تهیه نانوپودر از ماده مذکور توسط روش سل-ژل پلیمری است. با توجه به مقالات نسبت مولی CA/EG برابر با ۱، به دلیل ایجاد متخلخل‌ترین رزین میانی [۲۴] و نسبت مولی

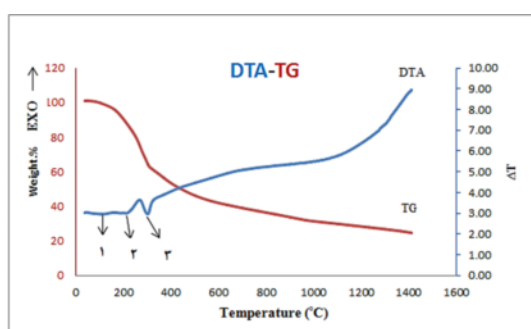
۲- فعالیت‌های تجربی

برای تهیه پودر از روش سل-ژل پلیمری استفاده شد، به این صورت که تتراکلرید زیرکونیم و نیترات ایتیریم با نسبت مولی ۰/۹۲ به ۰/۰۸ برای تولید $ZrO_2-8Y_2O_3$ در آب دیونیزه حل شده، سپس نیترات نیکل با ۱/۵٪ مول و نیترات سریم با ۱/۵٪ مول به عنوان دوپنت به محلول اولیه برای تهیه 1.5Ni/15Ce-8YSZ افزوده شد. اسید سیتریک با نسبت مولی اسید سیتریک به یون‌های فلزی برابر ۴ به محلول قبل اضافه شد. اتیلن گلیکول با نسبت مولی اسید سیتریک به اتیلن گلیکول برابر ۱ به محلول فوق پس از یکنواخت شدن محلول افزوده شد.

در طول مدت همزدن مواد جهت رسیدن pH محلول به pH مناسب (pH=۸)، آمونیا توسط پیپت به صورت قطره قطره به محلول فوق اضافه گردید و مقدار آن به طور پیوسته توسط دستگاه اندازه‌گیر pH اندازه‌گیری شد. محلول بدست آمده به منظور کامل شدن واکنش‌های تشکیل کمپلکس میان اسید سیتریک و یون‌های فلزی (زیرکونیم و ایتیریم) و همچنین واکنش‌های تشکیل پلی‌استر میان CA و EG در دمای $80^\circ C$ بر روی صفحه داغ توسط همزن مغناطیسی، همزده شد. آب محلول به طور پیوسته با نکه داشتن محلول در دمای فوق تبخیر شد و در نهایت سل به یک ژل غلیظ تبدیل شد که هیچگونه جدایش فازی در آن مشاهده نشد. ژل بدست آمده در دمای $140^\circ C$ به مدت ۲۴ ساعت در یک خشک‌کن حرارت داده شد.

به ماده بدست آمده ژل خشک شده گفته می‌شود. ژل خشک شده توسط یک هاون عقیق مقداری آسیا شد. مقداری از پودر حاصل شده مورد آزمایش DTA-TG قرار گرفت و در نهایت با انجام عملیات کلسیناسیون ($900^\circ C$ به مدت ۲ h) با سرعت گرمایشی ۵ درجه سانتیگراد بر دقیقه بر روی ژل خشک شده در کوره با

زنجیره گروه‌های آلی و تجزیه ترکیبات آلی می‌باشد که مواد آلی در این مرحله خارج می‌شوند [۲۹-۳۱]. پیک گرم‌مازای (اگزوترمیک) مشاهده شده از دمای حدود 400°C تا دمای حدود 900°C مربوط به تشکیل ساختارهای اکسید ماده و همچنین تشکیل محلول جامد که منجر به تشکیل ساختار بلوری مکعبی می‌شود، می‌باشد [۹،۳۲،۳۳]. بعد از اینکه تشکیل ماده اصلی تکمیل شد (آخرین پیک گرم‌مازا) سیر صعودی به صورت صاف و بدون رخ دادن هیچ پیک اضافی دیده می‌شود که احتمالاً مربوط به تشکیل کامل ماده می‌باشد.



شکل ۱: منحنی DTA/TG مربوط به زل خشک شده Ni/Ce-YSZ.

۳-۲- بررسی نتایج آنالیز XRD

شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به کلسینه شدن زل خشک شده در دمای 900°C را نشان می‌دهد. در حین عملیات کلسینه کردن تا دمای 900°C پیک‌های مربوط به Ni/Ce-YSZ در الگوی پراش ماده ظاهر شده است. این مشاهدات نشان دهنده بلوری شدن ماده می‌باشد. مقایسه پیک‌ها در شکل ۲ با مقایسه پیک‌ها با توجه به کارت‌های استاندارد ۱۴۶۸-۳۰ برای YSZ و ۳۹۴-۰۳۴ برای اکسید سریم و ۱۱۷۹-۷۱ برای اکسید نیکل انجام گرفته است. برای اندازه‌گیری میانگین اندازه بلورک‌های پودر سنتز شده از رابطه شرر (رابطه ۱) استفاده شد.

$$D = 0.9\lambda / B \cos\theta \quad (1)$$

در این رابطه B پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان، λ طول موج اشعه ایکس (CuK α) بر حسب

اتم‌سفر هوا پودر نانو ساختار بدست آمد. جدول ۱ نشان دهنده اختصار عبارات استفاده شده در متن می‌باشد همچنین مشخصات مواد اولیه در جدول ۲ درج شده است.

جدول ۱: اختصار عبارات استفاده شده در متن.

عبارت اصلی	اختصار عبارت
CeO ₂	Ce
NiO	Ni
Ni/Ce-YSZ	NiO/CeO ₂ -YSZ
1.5/molNiO/15/molCeO ₂ -8/molYSZ	1.5Ni/15Ce-8YSZ

جدول ۲: مشخصات مواد اولیه مورد استفاده.

شرکت سازنده	فرمول شیمیایی	نام ماده
Merck, $\geq 98\%$ ۸۰۸۹۱۳۰	ZrCl ₄	تتراکلرید زیرکونیوم
Korea, $\geq 99/9$ ۳۸۸/۰۱	Y(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	نیترات ایتريم شش آبه
Merck, $\geq 98/5$ ۱۰۲۲۷۱۰	Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	نیترات سریم شش آبه
Merck, $99/9$ ۱۰۶۷۲۱	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	نیترات نیکل شش آبه
Merck ۸۱۸۷۰۷	C ₆ H ₈ O ₇	اسید سیتريك
LoT ۸۱۶۴۳	C ₂ H ₆ O ₂	اتیلن گلیکول
CY3P۰۱۱X	H ₂ O	آب دی‌نیزه
Merck, 25 ۱۰۵۴۳۲	NH ₄ OH	آمونیا

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی آنالیز DTA/TG

به منظور شناسایی عواملی از قبیل دمای کریستاله شدن، دمای تجزیه مواد آلی از دستگاه STA استفاده شد. بدین منظور زل‌های خشک شده با آهنگ گرمایشی $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و در اتمسفر هوا تحت آنالیز DTA/TG قرار گرفتند. مطابق شکل ۱، اولین پیک گرماگیر (اندوترمیک) مربوط به آب‌زدایی (از بین رفتن آب) می‌باشد [۲۸]. پیک گرماگیر دوم تصور می‌شود که به دلیل دهیدراسیون زل و تبخیر EG واکنش نداده باشد [۲۲،۲۴]. پیک گرماگیر سوم که شارپ می‌باشد احتمالاً مربوط به گسسته شدن

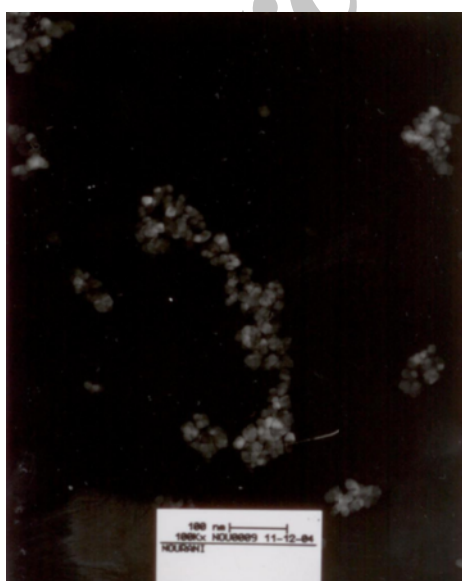
تصویر SEM نشان دهنده مورفولوژی کروی به همراه تشکیل آگلومره بین نانوپودرها می باشد که نوعی از مواد پلیمری غیرآلی با تخلخل و سطح زیاد را نشان می دهد. میانگین اندازه ذرات که توسط نرم افزار Microstructure Measurement محاسبه شده، در جدول ۳ نشان داده شده است.

جدول ۳: میانگین اندازه ذرات (نانومتر).

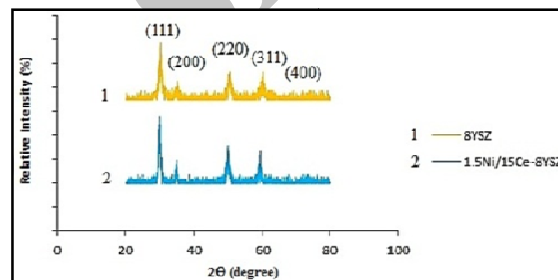
X data	Y data	Line
۴۸/۱۸۹۲۷۴	۶/۰۲۳۶۵۹	۴۸/۵۶۴۲۹۳
۳۶/۱۴۱۹۵۵	۶/۰۲۳۶۵۹	۳۶/۶۴۰۴۸۹
۴۸/۱۸۹۲۷۴	۱۸/۰۷۰۹۷۸	۵۱/۴۶۶۱۶۷
۴۲/۱۶۵۶۱۴	۶/۰۲۳۶۵۹	۴۲/۵۹۳۷۰۳
۳۰/۱۱۸۲۹۶	۳۶/۱۴۱۹۵۵	۴۷/۰۴۶۲۸۲
-	-	میانگین: ۴۵ ~

۳-۴- بررسی نتایج حاصل از TEM

جهت اطمینان از نانو بودن اندازه پودر سنتز شده به روش سل-ژل پلیمری (پچینی)، نمونه $1/5\text{Ni}/15\text{Ce}-\lambda\text{YSZ}$ در اتانول و n-هگزان حل و به مدت یک ساعت آلتراسونیک شد. سپس مورفولوژی و اندازه ذرات آن مورد آزمایش قرار گرفت. با توجه به شکل ۴، توزیع ذرات کروی و یکنواخت است. همچنین اندازه دانه های محاسبه شده در بزرگنمایی ۱۰۰ هزار برابر (100kX)، حدود ۱۷ نانومتر می باشد که نتایج حاصل از XRD را تایید می کند.

شکل ۴: آنالیز TEM از پودر $1/5\text{Ni}/15\text{Ce}-\lambda\text{YSZ}$.

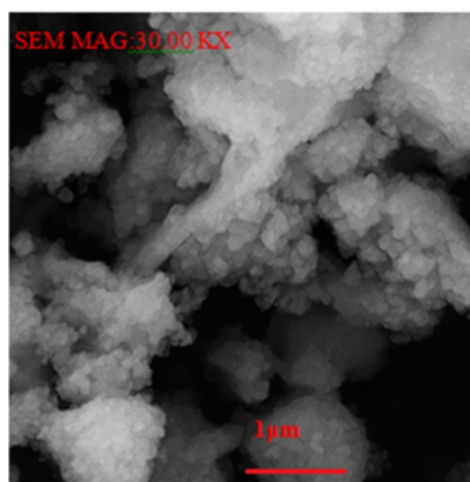
نانومتر، D قطر متوسط دانه ها برحسب نانومتر و θ زاویه پراش بلندترین پیک بر حسب درجه می باشد. با توجه به شکل ۲، الگوی XRD از نمونه YSZ مربوط به تک فاز زیرکونیای پایدار شده با ایتریا با تقارن مکعبی می باشد. افزودن همزمان اکسید سریم و اکسید نیکل منجر به تک فاز مشابه با پیک های یکسان و حضور تقارن بلوری YSZ شده است، همچنین موقعیت پیک ها را به سمت زوایای کمتر سوق داده است که نشان دهنده غالب بودن دوپنت اکسید سریم نسبت به اکسید نیکل می باشد، زیرا ورود یون های Ce به داخل شبکه منجر به انبساط حجم شبکه و افزایش پارامتر شبکه می شود. میانگین اندازه بلورک برای نمونه $1/5\text{Ni}/15\text{Ce}-\lambda\text{YSZ}$ ، ۱۱ نانومتر محاسبه شده است.



شکل ۲: الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه YSZ مربوط به تک فاز زیرکونیای پایدار شده با ایتریا.

۳-۳- بررسی نتایج حاصل از SEM

جهت بررسی مورفولوژی پودر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شده است.

شکل ۳: آنالیز SEM از پودر $1/5\text{Ni}/15\text{Ce}-\lambda\text{YSZ}$.

- [7] S.A. Jadhav, R. Bongiovanni, *Advanced Materials Letters*, **3**, 2012, 356.
- [8] M. Ghate, J.T. Irvine, *Hydrogen Energy*, **35**, 2010, 9427.
- [9] G. Shao, H. Cai, J. Xie, X. Duan, B. Wu, R. Yuan, J. Guo, *Materials Letters*, **57**, 2003, 3287.
- [10] B.I. Kharisov, O.V. Kharissova, U.O. Mendez, "Microwave Hydrothermal and Solvothermal Processing of Materials and Compounds", Open Access Book, Chapter 5, 2012.
- [11] M. Biswas, P.K. Ojha, E.M. Jayasingh, C.D. Prasad, *Nanomaterials and Nanotechnology*, **1**, 2011, 55.
- [12] S. Sompech, A. Srion, A. Nuntiya, *Science Asia*, **38**, 2012, 102.
- [13] B.M. Kumar, S.Sh. Bhattacharya, *Processing and Application of Ceramics*, **6**, 2012, 165.
- [14] U.G. Akpan, B.H. Hameed, *Applied Catalysis A: General*, **375**, 2010, 1.
- [15] A. Bahari, N. Mirnia, M. Noori, *Science Innovations and Discoveries*, **2**, 2012, 213.
- [16] M.F. Fouda, M.B. Elkholy, S.A. Mostafa, A.I. Hussien, M.A. Wahba, M.F. El-Shahat, *Advanced Materials Letters*, **4**, 2013, 347.
- [17] X. Tao, X. Chen, Y. Xia, H. Huang, Y. Gan, R. Wu, F. Chen, W. Zhang, *Journal of Materials Chemistry A*, **1**, 2013, 3295.
- [18] P.C. Ribeiro, A.C. Figueiredo de Melo da Costa, R.H. Kiminami, J.M. Sasaki, H.L. Lira, *Materials Research*, ISSN, 2012, 1516-1439.
- [19] Sh. Qiu, H. Fan, X. Zheng, *Sol-Gel Science Thechnology*, **42**, 2007, 21.
- [20] H. Zhang, X. Fu, Sh. Niu, G. Sun, Q. Xin, *Materials Letters*, **61**, 2007, 308.
- [21] S. Sakka, "Sol-Gel Science and Technology Processing Characterization and Application Handbook", NorWell, MA: Technology and Engineering, 2005.
- [22] T. Razpotnik, J. Macek, *European Ceramic Society*, **27**, 2007, 1405.
- [23] P.A. Lessing, *Ceramic Bulletin*, **68**, 1989, 1002.
- [24] Ch. Laberty-Robert, F. Ansart, C. Deloget, M. Gaudon, A. Rousset, *Materials Research Bulletin*, **36**, 2001, 2083.
- [25] C.L. Robert, F. Ansart, S. Castillo, G. Richard, *Solid State Sciences*, **4**, 2002, 1053.
- [26] V. Menvie Bekale, C. Legros, C. Haut, G. Sattonnay, A.M. Huntz, *Solid State Ionics*, **177**, 2006, 3339.
- [27] J. Macek, B. Novosel, M. Marinsek, *European Ceramic Society*, **27**, 2007, 487.
- [28] T. Razpotnik, V. Francetic, J. Macek, *Material in Technology*, **40**, 2006, 69.
- [29] F. Vratny, S. Kern, F. Gugliotta, *Inorganic and Nuclear Chemistry*, **17**, 1961, 281.
- [30] P. Mazur, D. Hreniak, J. Nittykoski, J. Holsa, *Materials Science Poland*, **24**, 2005, 261.
- [31] M.A. Elmasry, A. Gaber, E.M. Khater, *Thermal Analysis and Calorimetry*, **52**, 1998, 489.
- [32] Ch. Kuo, Y. Lee, K. Fung, M. Wang, *Non-Crystalline Solids*, **351**, 2005, 304.
- [33] C. Suci, A.C. Hoffmann, E. Dorolti, R. Tetean, *Chemical Engineering*, **140**, 2008, 586.

۴- نتیجه گیری

- با استفاده از فناوری سنتز توسط روش سل-ژل پلیمری، زیرکونیای پایدار شده با ایتریا (YSZ) حاوی افزودنی‌های اکسید سریم و اکسید نیکل به نحو مطلوبی تهیه شد بطوریکه نانوپودر Ni/Ce-YSZ ایجاد گردید.
- فاز مورد نظر در دمای کلسیناسیون ۹۰۰ °C تشکیل شد.
- نتایج XRD نشان دهنده تک فاز بودن نمونه می‌باشد.
- ورود یون‌های اکسید سریم و اکسید نیکل به داخل شبکه YSZ باعث تشکیل محلول جامد شده است.
- میانگین اندازه بلورک محاسبه شده توسط رابطه شرر ۱۱ نانومتر می‌باشد. دمای مناسب کلسیناسیون دلیلی بر عدم رشد افراطی ذرات تشخیص داده شد.
- نتایج SEM نشان دهنده رشد غیرافراطی دانه‌ها است و دانه‌های خیلی ریز در کنار دانه‌های خیلی درشت رشد نکرده‌اند.
- میانگین اندازه ذرات پودر حاصله توسط SEM حدود ۴۵ نانومتر تعیین شده است.
- میانگین اندازه ذرات پودر سنتز شده توسط آنالیز TEM، حدود ۱۷ نانومتر گزارش شد.

مراجع

- [1] A. Mukherjee, B. Maiti, A.D. Sharma, R.N. Basu, H.S. Maiti, *Ceramics International*, **27**, 2001, 731.
- [2] P. Lenormand, D. Caravaca, C. Liberty-Robert, F. Ansart, *European Ceramic Society*, **25**, 2005, 2643.
- [3] H. Kondo, T. Sekino, T. Kusunose, T. Nakayama, Y. Yamamoto, K. Niihara, *Materials Letters*, **57**, 2003, 1624.
- [4] S. Somacescu, V. Parvulescu, P. Osiceanu, J.M. Calderon-Moreno, B. Su, *Colloid and Interface Science*, **363**, 2011, 165.
- [5] A. Tiwari, A.K. Mishra, H. Kobayashi, A.P. Turner, "Intelligent Nanomaterials", Wiley, New York, 2012.
- [6] C.Y. Hawa, F. Mohamed, C.H. Chia, S. Radiman, S. Zakaria, N.M. Huang, H.N. Lim, *Ceramics International*, **36**, 2010, 1417.