



دانشکده فیزیک رشته فیزیک گرایش نانوفیزیک

پایاننامه کارشناسی ارشد

سنتز و مشخصه یابی فریت منیزیم جهت کاربرد در حسگر گازی

نگارنده: مجتبی محسنی فرد

اساتید راهنما: دکتر مرتضی ایزدی فرد دکتر محمد ابراهیم قاضی

شهریور سال ۱۳۹۵

تقديم به بدر ومادر مهربانم:

خدای رایسی شاکرم که از روی کرم پر دومادی فداکار نصیم ساخته کا د سایه درخت پربار وجود شان بیاسایم و

ازریشه آن ایشاخ وبرک کسیرم واز سایه وجود شان دراه کسب علم و دانش تلاش غایم . والدینی که بودنشان

تاج افتحاری است برسرم و نامثدان دلیلی است بربودنم چراکه این دووجود پس از پروردگارمایه ^{می}تی ام

بوده انددستم را کرفتند وراه رفتن را در این وادی زندگی پراز فراز و نشیب آموختند.

.... تقديرونسكر:

شمکر و سپاس بی پایان محضوص خدایی است که بشتررا آ فریده و به او قدرت اندیثیدن داده و توانایی بهی بالقوه را در وجود انسان قرار داده و اورا امر به تلاش و کوشش نموده و را به مایانی را برای مدایت بشیر فرساده است. پس از ارادت خاضعانه به درگاه خداوند بی به تالازم است از اسانید ار حمندم **جناب آقایان دکتر مرتضی ایزدی فردودکتر محرابرا بیم قاضی** به خاطر سعه صدر و ر^منمود پهی دلسوزانه که در تهیه ی این پایان نامه مرامورد لطف خود قرار داده اند و رامنایی پهی لازم را نمودند کال مشکر و قدردانی را داشته باشم. جادارد از مهندس آقای **علی ممکری و آقای دکتر حسین عامریون** که در آزمایگاه نانوفنریک بیشتر از یک براد. در کنارم بودن و نه تنهابنده بلکه به بهمه دوستان لطف داشتند و در رفع امور ومشکلات دانشجویان ہیچ کونہ کاستی به خرج نمی دادند تشکر و قدردانی نایم . و از تام دوستان و سم کاران آ زمایشگاهی عزیز م بخضوص **آقای حمید بوژآبادی، آقای سید حمید موسوی زاده، آقای ادریس الاجه م کردی و آقای سعید آقاجانی** که در آزمایتگاه و محیط سیرون از دانتگاه لحظاتی سسرشار از صفاو صمیمیت برایم به یادگار کذاشتند به حاطر حايت ، پشان سايسكزار م و موفقيت ، كلان را از درگاه احديت خوا ، نم. و در پایان قدردان حضور و حایت **بدر، ماد، برادر، خواهرم و خانواده اش به خصوص خواهرزاده ام آقامهدی** سمیم که در شادی ^با سختی او د شواری ای زندگی ہموارہ یاوری دلسوز، فداکار، پشتیانی محکم و مطمئن برایم بودہ اند.

در این کار ابتدا نمونههای پودری فریت منیزیم MgFe₂O₄، به روشهای سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو سنتز شدند. نمونه های سنتز شده به روش سل-ژل خوداحتراقی در دماهای C^oC (S-G500)، S·· °C، (S-G700) ۲۰۰ °C)، P۰۰ °C) و نمونه سنتز شده به روش مایکروویو در دمای ۴۰۰ (MW600) (S-G700) بازیخت شدند. برای بررسی خواص حسگری نمونه ها، پودرهای تهیه شده به شکل قرص هایی به قطر ۱۵ mm درآمدند. سپس خواص ساختاری و اپتیکی نمونه ها مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفت. برای بررسی خواص ساختاری، ریختشناسی و ایتیکی نمونهها به ترتیب از آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الكتروني روبشي (SEM) و اندازه گيري طيفسنجي UV-Vis استفاده شد. الگوي پراش اشعه ايكس همه نمونهها حاکی از تشکیل فاز بلوری اسپینل مکعبی فریت منیزیم بود و همچنین هیچگونه فاز ناخالصی مشاهده نگردید. همچنین مشاهده شد با افزایش دمای کلسینه اندازه بلورکها نیز افزایش می یابند و همچنین نمونه سنتز شده به روش مایکروویو (MW600) دارای اندازه بلورک کمتر بود. تصاویر SEM ثبت شده از سطح نمونه ها نشان دادند که سطح نمونه ها از ذرات نسبتاً کروی شکل با توزیع یکنواخت تشکیل شده است. همچنین بررسی و مقایسه تصاویر SEM ثبت شده نشان داد که تخلخل نمونه MW600 کمی بیشتر از نمونه S-G600 است. آنالیز طیفسنجی UV-Vis نشان داد که جذب نمونهها با افزایش دمای کلسینه افزایش و گاف نواری با افزایش دمای کلسینه کاهش می یابد. در ادامه این کار خواص حسگری نمونههای S-G600 و MW600 برای گازهای استون و LPG بررسی شدند. برای این کار ابتدا دمای کار هر دو نمونه در غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز استون و LPG به دست آمد. دمای کار برای نمونههای S-G600 و MW600 در حسگری گاز استون به ترتیب برابر $^\circ$ ۲۵۰ و $^\circ$ ۳۰۰ و در حسگری گاز LPG برای هر دو نمونه برابر $^{\circ}$ ۳۰۰ به دست آمد. سیس در دمای کار محاسبه شده، پارامترهای حسگری به ازای غلظتهای متفاوت بین ۵۰۰ ppm تا ۴۵۰۰ pp گاز استون و LPG بررسی شدند. نتایج این بررسی

چکیدہ

نشان داد که کمترین دمای کار، زمان پاسخ و زمان بازگشت در حسگری گاز استون مربوط به نمونه -S G600 میباشد. همچنین بیشترین حساسیت در حسگری گاز استون برای نمونه MW600 به دست آمد. کوچکترین زمان پاسخ و زمان بازگشت و همچنین بیشترین حساسیت در حسگری گاز LPG برای نمونه MW600 به دست آمد. نتایج این بررسی نشان داد که انتخاب پذیری هر دو نمونه نسبت به گاز LPG بهتر از گاز استون است.

کلمات کلیدی: فریت منیزیم، سل-ژل خوداحتراقی، روش مایکروویو، اسپینل مکعبی، بازپخت، حسگری گاز، گاز استون، گاز LPG

فصل اول مقدمهای بر فریت ها، معرفی فریت منیزیم و روشهای رشد آن	۱
١-١ فريت	۲
۱-۱-۱ مروری کوتاه بر تاریخچه فریت ها	۳
۱–۱–۲ انواع فريت ها ـ	۴
١-١-٣ فريت اسپينلى	۵
۲-۱ ویژگی فریت منیزیم	۸
۳-۱ سنتز فریت اسپینلی	۸
۱–۳–۱ سل–ژل	۹
۱–۳–۲ خود احتراقی	۱۵
۱–۳–۳ گرمادهی با امواج ریز(مایکروویو)	١۶
۱-۴ کاربرد نانوذرات فریت	۱۷
فصل دوم مکانیسم حسگری گازها و مروری بر کارهای انجامشده در زمینه حسگرها	رهای
گازی بر پایه فریت منیزیم	۱۹
۲–۱ مقدمه	۲۰
۲-۲ ضرورت شناسایی گازهای سمی	۲۰
۲-۳ مروری بر انواع حسگرهای گازی	۲۱
۲-۴ شاخص عملکرد حسگرهای گازی	۲۲
۲-۵ حسگرهای مقاومتی گاز مبتنی بر نیمرساناهای اکسید فلزی	۲۴
۲-۶ حسگری بر پایه فریت	۲۶
۲-۷ مروری بر کارهای انجامشده در زمینه فریت منیزیم	٣٠
۲-۷-۱ اثر دمای بازپخت بر خواص فیزیکی و حسگری فریت منیزیم	۳۱

34	۲-۷-۲ اثر کاتالیزور بر حسگری فریت منیزیم
۳۷	۲-۷-۳ اثر آلایش بر حسگری فریت منیزیم مخلوط
47	فصل سوم معرفی ابزارهای اندازه گیری و مشخصه یابی ساختاری و حسگری
44	۱-۳ مقدمه
44	۳-۲ پراش پرتو ایکس (XRD)
41	۳-۳ ریختشناسی سطح
۴۸	۳-۴ طیف جذب اپتیکی
۵۰	۳–۵ دستگاه مایکروویو
۵١	۳-۶ دستگاه پرس
۵۲	۳-۷ كوره الكتريكى
۵۳	۳–۸ دستگاه کندوپاش
۵۴	٣-٩ المان حسگری
۵۴	۳-۱۰ اندازهگیری و مشخصه یابی حسگری گاز
۵۷	فصل چهارم کارهای آزمایشگاهی و آنالیز دادههای ساختاری، اپتیکی و حسگری
۵٨	۱-۴ مقدمه
۵٨	۴-۲ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به دو روش سل-ژل خود احتراقی و مایکروویو
كى	۴-۳ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به روش سل-ژل خوداحتراقی و مشخصه یابی ساختاری و اپتی
۵۹	نمونەھا
۶۰.	۴–۳–۱ مطالعه طيف پراش اشعه ايکس نمونهها
۶٣.	۴-۳-۲ گاف اپتیکی نمونهها
99.	۴-۴ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به روش مایکروویو و مشخصه یابی ساختاری
۶٨.	۴–۵ مقایسه مطالعه ساختاری نمونهها در دو روش سنتز سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو
۶٩.	۶-۴ بررسی تصاویر SEM نمونههای S-G600 و MW600

۴-۴ فرایند حسگری گازهای استون و LPG از نانوذرات فریت منیزیم	
۸-۴ نحوه اندازه گیری غلظت (ppm) گازها	
۴-۹ نتایج حاصل از حسگری فریت منیزیم برای نمونههای S-G600 و MW600	
۴-۹-۱ نتایج حاصل از حسگری گاز استون۷۶	
۴-۹-۱ دمای کار بهینه	
۴-۹-۱-۲ حساسیت نمونهها با تغییر غلظت گاز استون	
۲-۹-۴ نتایج حاصل از حسگری گاز LPG	
۴–۹–۲ دمای کار بهینه	
۲-۹-۴ حساسیت نمونهها با تغییر غلظت گاز LPG	
۴-۹-۴ بحث و نتیجه گیری حسگری نمونهها با دو گاز استون و LPG	
فصل پنجم جمعبندی و پیشنهادات برای پژوهشهای آتی۹۵	
۹۶۹۶	
۵-۲ بررسی خواص فیزیکی، ساختاری و اپتیکی نمونههای سنتز شده به روش سل-ژل خوداحتراقی ۹۶-	
۵-۳ بررسی خواص فیزیکی و ساختاری نمونه سنتز شده به روش مایکروویو	
۵-۴ ریختشناسی سطح نمونههای S-G600 و MW600	
۵-۵ بررسی خواص حسگری نمونههای S-G600 و MW600 نسبت به گازهای استون و LPG	
٩٧	
۵-۶ پیشنهادات پژوهشهای آتی	
مراجع	

شکل ۱-۱: هندسه اشغال جایگاه درون شبکهای در ساختار اسپینل
شکل ۱-۲: مکانهای چهاروجهی و هشتوجهی در شبکه مکعبی
شکل ۱–۳: فاصله یونی در ساختار اسپینل برای انواع متفاوت برهمکنش جایگاه شبکهای۷
شکل ۱-۴: طرحوارهای از ساختار اسپینلی فریت منیزیم۸
شکل ۱–۵: نگاهی به فرایند سل-ژل
شکل ۲-۱: طرحوارهای از پاسخ دینامیکی حسگر نیمرسانای اکسیدی
شکل ۲-۲: نمایش کاهش سد انرژی بین دانههای یک اکسید فلزی در اثر برهمکنش با گاز هدف:
الف) در حضور هوا، ب) در حضور گاز مونواکسید کربن ۲۶
شکل ۲-۳: نمودار نوعی رسانش-دمای حسگر $lpha - { m Fe}_2 0_3$
شكل۲-۴: الف) الگوی پراش XRD، ب) تصاویر SEM سمت چپ نمونه C۱ و سمت راست نمونه
C۲، ج) تابع مقاومت الکتریکی برحسب عکس دما ۳۲
شکل ۲-۵: الف) دمای کار برای گازهای متفاوت از نمونه C۱، ب) حساسیت نمونه C۱ با غلظتهای
متفاوت انواع گازها در دمای کار، ج) دمای کار برای گازهای متفاوت از نمونه C۲، د) حساسیت نمونه
C۲ با غلظتهای متفاوت انواع گازها در دمای کار ۳۳
شکل ۲-۶: الف) الگوی پراش پرتو ایکس، ب) تصاویر TEM که ب۱) نمونه با آلایش ٪۱ و ب۲)
نمونه با آلایش ٪۳ پالادیم، ج) طیف جذبی۳۶
شکل ۲-۷: نتایج حسگری فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم
شکل ۲-۸: الف) الگوی پراش XRD، ب) تصاویر SEM با غلظتهای متفاوت از یون ⁺² Cd ۳۹
شکل ۲-۹: حسگری از نمونههای فریت مخلوط منیزیم-کادمیم با درصدهای متفاوت از یون Cd ²⁺ .
۴۱
شکل ۳-۱: طرحوارهی پراش از یک شبکه بلوری برای نشان دادن قانون براگ

شکل ۳-۲: تصویری از دستگاه پراش پرتو ایکس مدل D8-Advance Bruker CuKa موجود در	
دانشگاه دامغان که در این پایاننامه از آن استفاده شده است	
شکل ۳-۳: (الف) نمایی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) موجود در مرکز پژوهش متالوژی	
رازی تهران، (ب) طرحوارهای از اجزاء داخلی مسیر عبور باریکه الکترونی تا سطح نمونه۴۸	
شکل ۳–۴: (الف) دستگاه اسپکتروفوتومتر مدل Shimadzu (UV-۱۸۰۰) موجود در دانشگاه	
صنعتی شاهرود (ب) جایگاههای شاهد و مرجع	
شکل ۳-۵: سلول حاوی محلول رنگی تحت تابش	
شکل ۳-۶: دستگاه مایکروویو موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود۵۱	
شکل ۳-۷: نمونه دستگاه پرس موجود در دانشگاه شاهرود	
شکل۳-۸: کوره الکتریکی موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود	
شکل ۳-۹: الف) دستگاه کندو پاش موجود در دانشگاه شاهرود، ب) محل قرار گیری نمونه، ج) پهنای	
الكترود	
شکل ۳-۱۰: نمونه قرص المان حسگری فریت منیزیم	
شکل ۳-۱۱: سیستمهای اندازه گیری حسگری موجود در پارک علم و فناوری شاهرود۵۵	
شکل ۴-۱: مراحل سنتز به روش سل-ژل خوداحتراقی	
شكل ۴-۲: طيف پراش اشعه ايكس نمونه S-G500	
شكل ۴-۳: طيف پراش اشعه ايكس نمونه S-G600	
شكل ۴-۴: طيف پراش اشعه ايكس نمونه S-G700	
شکل ۴-۵: طیف جذب نمونههای S-G500، S-G500 و S-G700	
شكل ۴-۶: گاف اپتيكي نمونههاي الف) S-G500، ب) S-G700، ج) S-G700	
شکل ۴-۷: جزییات سنتز به روش مایکروویو نمونه MW600	
شكل ۴–۸: طيف پراش اشعه ايكس نمونه MW600	
شکل ۴–۹: مقایسه طیف پراش اشعه ایکس نمونههای سنتز شده به روش سل-ژل خوداحتراقی و	
مايكروويو	

شکل ۴-۱۰: (الف) تغییرات میانگین اندازه بلورکها و (ب) تغییرات پارامترهای شبکه برای نمونههای
تهیهشده به روشهای سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو
شکل ۴–۱۱: (الف) و (ب) به ترتیب تصاویر SEM نمونه S-G600 با مقیاس μm ۱ و ۵۰۰ mm.
(ج) و (د) به ترتیب تصاویر SEM نمونه MW600 با مقیاس μm ۱ و ۵۰۰ nm
شکل ۴-۱۲: رفتار دینامیکی مقاومت حسگر MW600 در حضور گاز استون و نمایش پارامترهای حسگری
شکل ۴-۱۳: تغییرات حساسیت بر حسب دما برای حسگر S-G600 و MW600 به ازای غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز استون
شکل ۴–۱۴: نمودار پاسخ حسگر S-G600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دماهای متفاوت برحسب زمان
شکل ۴–۱۵: نمودار پاسخ حسگر MW600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دماهای متفاوت برحسب زمان
شکل ۴−۱۶: الف) حساسیت بر حسب دما نمونه ℃ ۲۰۰، ب) حساسیت بر حسب دما نمونه ۹۰۰ ℃
شکل ۴–۱۷: حساسیت حسگر S-G600 در دمای کار ℃ ۲۵۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز استون ۸۱
شکل ۴–۱۸: حساسیت حسگر MW600 در دمای کار ℃ ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز استون
شکل ۴–۱۹: مقایسه حساسیت دو نمونه حسگر S-G600 و MW600 در غلظتهای متفاوت از گاز استون
شکل ۴–۲۰: تغییرات بر حسب دما برای حسگرهای S-G600 و MW600 به ازای غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز LPG گاز
شکل ۴–۲۱: نمودار پاسخ حسگر S-G600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز LPG در دماهای متفاوت بر حسب زمان

شکل ۴-۲۲: نمودار پاسخ حسگر MW600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز LPG در دماهای متفاوت بر
حسب زمان
شکل ۴-۲۳: دمای کار حسگری فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم
شکل ۴–۲۴: پاسخ نمونههای M3 ،M2 و M4 به ۵ ppm گاز LPG
شکل ۴-۲۵: حساسیت حسگر S-G600 در دمای کار $^{\circ}$ ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز
٨٨ LPG
شکل ۴-۲۶: حساسیت حسگر MW600 در دمای کار [°] C ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز
٨٩LPG
شکل ۴–۲۷: مقایسه حساسیت دو نمونه حسگر S-G600 و MW600 به ازای غلظتهای متفاوت
از گاز LPG در دمای کار ۳۰۰ °۳۰۰
شکل ۴-۸۲: از بالا سمت چپ حساسیت بر حسب دما، سمت راست حساسیت بر حسب غلظت(در
دمای کار) نمونهها. از پایین سمت چپ حساسیت (در سه دمای متفاوت) نمونه MW600 بر حسب
۱۵۰۰ ppm گاز، سمت راست حساسیت (در سه دمای متفاوت) نمونه S-G600 بر حسب ۱۵۰۰
ppm گاز

جدول ۱-۱: مقایسه خصوصیات مواد مغناطیسی نرم و سخت
۲-۱ جدول ۱-۲: فواصل در شبکه اسپینل بر اساس تابعی از $\delta = u - 3/8$
جدول ۲-۱: برخی از پارامترهای نتایج طیف XRD سه نمونه اعم از مقادیر اندازه بلورک ۳۲
جدول ۲-۲: پارامتر های زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ و C۲
جدول ۲-۳: پارامترهای زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونههای فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم
جدول ۲-۴: نتایج برخی از پارامترهای ساختاری و حسگری فریت منیزیم-کادمیم خالص و آلاییده با یون ³⁺ Sm ³
جدول ۴-۱: مواد اولیه استفادهشده در سنتز پودر نانوذرات فریت منیزیم
جدول ۴-۲: پارامترهای محاسبهشده از طیف پراش اشعه ایکس نمونههای S-G500 ،S-G500 و S-G700
جدول ۴-۳: مقادیر گاف اپتیکی محاسبهشده نمونههای S-G600 ،S-G500 و S-G700 سیسیی ۶۵
جدول ۴-۴: پارامترهای محاسبهشده نمونه MW600 با استفاده از دادههای طیف پراش اشعه ایکس ۶۷
جدول ۴–۵: نتایج حاصل از حسگری S-G600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز استون
جدول ۴-۶: نتایج حاصل از حسگری MW600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز استون
جدول ۴-۷: نتیجه پاسخ حسگری نمونه S-G600 با تغییر غلظت گاز استون در دمای کار C° ۲۵۰ ۸۲
جدول ۴-۸: نتیجه پاسخ حسگری نمونه MW600 با تغییر غلظت گاز استون در دمای کار ۳۰۰ ۰۲۰

۴-۹: : نتایج حاصل از حسگری S-G600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت	جدول
۸۵LPC	از گاز E
۴-۱۰: نتایج حاصل از حسگری MW600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ غلظت	جدول
۸۵ LPC	از گاز i
۲۰۰ ۱۱-۴: نتیجه پاسخ حسگری نمونه S-G600 با تغییر غلظت گاز LPG در دمای کار	جدول
٩٠	°C
۴-۱۲: نتیجه پاسخ حسگری نمونه MW600 با تغییر غلظت گاز LPG در دمای کار ۳۰۰	جدول
٩٠	°C

فصل اول

مقدمهای بر فریت ها، معرفی فریت منیزیم و روشهای رشد آن

فریت ها^۱ ترکیبات سرامیکی تشکیلشده از اکسید آهن (Fe₂O₃) هستند که بهطور شیمیایی با یک یا چند عنصر فلزی پیوند برقرار می کنند [۱]. آنها نارسانای الکتریکی و فری مغناطیس^۲ هستند بدین منظور که مغناطیسی و یا جذب آهنربا میشوند. فریت ها به دو گروه کلی نرم و سخت تقسیم میشوند. این تقسیم بندی بر اساس میدان وادارندگی^۳ مغناطیسی و توانایی آنها در برابر مغناطیسی شدن یا نشدن است. مواد نرم بهراحتی مغناطیسی میشوند و بهراحتی هم این خاصیت را از دست میدهند، به همین دلیل در آهنربای الکتریکی بکار میروند، درحالی که مواد سخت در آهنربای دائمی مورد استفاده قرار می گیرند [۲و۳]. پسماند مغناطیسی[†] مواد مغناطیسی نرم کوچک است (میدان وادارندگی کم، وابستگی به شدت میدان مغناطیسی)، برخلاف مواد مغناطیسی نرم کوچک است (میدان وادارندگی کم، وابستگی به شدت میدان مغناطیسی)، مقایسهای بین مواد مغناطیسی نرم و سخت را نشان میدهد. مواد نرم با وادارندگی کمتر از More ۲۰، و مقایسهای بین مواد مغناطیسی نرم و سخت را نشان میدهد. مواد نرم با وادارندگی کمتر از میگر از گرا، و مقایسهای بین مواد مغناطیسی نرم و سخت را نشان میدهد. مواد نرم با وادارندگی کمتر از می میتر از ۲۰ می و

مواد مغناطیسی سخت	مواد مغناطیسی نرم
مغناطش اشباع زیاد(۲/۳–۱/۶ تسلا)	مغناطش اشباع زیاد(۱–۲ تسلا)
وادارندگی قوی	وادارندگی کم (H _c)
نفوذپذیری مغناطیسی کم	نفوذپذیری مغناطیسی بالا
ناهمسانگردی قوی	ناهمسانگردی ^۵ ضعیف
بیاهمیت	مغناطوتنگش ² ضعيف
دمای کوری بالا	($\mathrm{T_c})$ دمای کوری ^۷ بالا
تولید انرژی زیاد	تلفات انرژی کم
بیاهمیت	مقاومت الكتريكي بالا

جدول ۱-۱: مقایسه خصوصیات مواد مغناطیسی نرم و سخت.

۱.Ferrite

۲.Ferrimagnetic

Coercive Field

F.Hysteresis Loop

۵.Anisotropy

9.Magnetostriction

V.Curie Temperature

۱-۱-۱ مروری کوتاه بر تاریخچه فریت ها

تاریخچه مواد مغناطیسی با توسعه تمدن بشری پدیدار شد. چینیها ۲۵۰۰ سال قبل از مسیح از جهت یاب استفاده می کردند. در آثار نوشتاری یونان به قدرت جذب آهن توسط آهنربا اشاره شده است. تاریخچه علمی مغناطیس با ماده معدنی مگنتایت ^۱ Fe₃O4 شروع شد. کلمه مگنت^۲ از کلمه یونانی منیزی^۳ گرفته شده است. سقراط دریافت که مگنتایت میتواند به آهن قدرت جذب را القا کند. در انگلیس قدیم هم از این ماده معدنی برای یافتن مسیر استفاده می شد که موسوم بود به سنگ آهن مغناطیسی^۲. گیلبرت^۵ (۱۹۵۰–۱۹۲۲) اولین مقاله علمی را با نام " آهنربا " منتشر کرد، و دریافت زمین دارای خاصیت مغناطیسی عظیم است که قطبنماها بر پایه آن کار می کنند. در سال ۱۹۱۹ اورستد^۶ مشاهده کرد با عبور جریان از یک سیم که در کنار قطبنماه بر پایه آن کار می کنند. در سال ۱۹۱۹ اورستد^۶ مشاهده کرد با عبور جریان از یک سیم که و بقیه توضیح داده شد و علم جدید الکترومغناطیس پدیدار گشت. در طی سالهای ۱۹۳۰ تحقیقات روی فریت های نرم بیشتر در ژاپن و هلند ادامه یافت. در سال ۱۹۴۵ اسنوک^۳ از آزمایشگاه تحقیقاتی فیلیپس در هاند موفق به تولید فریت نرم با کاربرد تجاری شد و در سال ۱۹۴۷ اسنوک^۳ از آزمایشگاه تحقیقاتی فیلیپس تحولات جدید در مواد فرومغناطیس " منتشر کرد. در سال ۱۹۴۷ اینوک از آزمایشگاه تحقیقاتی فیلیپس و مینا های نرم بیشتر در ژاپن و هلند ادامه یافت. در سال ۱۹۴۵ اسنوک^۳ از آزمایشگاه تحقیقاتی فیلیپس

^{1.}Magnetite

۲.Magnet

^r. Magnesia

f.Lodestone

۵.Gilbert

۶.H.C Oersted

V.J. L. Snoek

A.L. Neel

۹.Antiferromagnetism

تا زمانی که در سال ۱۹۵۹ اسمیت و ویجن کتاب جامعی با عنوان فریت منتشر کردند [۵-۷].

1-1-7 انواع فريت ها

فریت ها در سه نوع بلوری متبلور میشوند:

۱- فریت نرم اسپینل^۳ با ساختار اسپینل مکعبی [۸]. در ادامه بهطور مفصل بحث میشود.

۲- فریت نرم گارنت^۴ با ساختار مکعبی مرکب. فرمول عمومی گارنت آهن بهصورت Me₃Fe₅O₁₂ است که Me نماد یکی از عناصر خاکی شامل Sm ،Dy ،Er و غیره است. سلول واحد آن شامل ۸ واحد فرمولی یا ۱۶۰ اتم است. از گارنت های رایج که موردمطالعه قرارگرفته، Cu₃Al₂(SiO₄)₃ و از نوع گارنت آهن یا ۲۶۰ اتم است. [۹].

۳- فریت سخت با ساختار شش گوشی^۵. فرمول عمومی آنها به صورت MeO.6Fe₂O₃ است که Me می تواند سرب، استرانسیوم و یا باریم باشد. شبکه فریت شش گوشی شبیه به ساختار اسپینل با یونهای فشرده اکسیژن است، با این تفاوت که برخی از لایه ا شامل یون فلزی، تقریباً دارای شعاع یونی همانند یون اکسیژن هستند. این شبکه سه جایگاه متفاوت برای اشغال توسط فلزات دارد: چهاروجهی³، هشتوجهی^v و سه گوشی^۸ هرمی (توسط پنج اکسیژن احاطه شده است). فریت با ساختار شش گوشی به طور عمده در آهنربای دائمی است که المور عمده در آهنربای دائمی استفاده می شود [۹].

`J.Smit

^r.H.P.J. Wijn

".Spinel

^{*}.Garnet

- ^a.Hexagonal
- ⁹.Tetrahedral

^v.Octahedral

^{^.}Trigonal

1-1-۳ فریت اسپینلی

ساختار اسپینلی، در سال ۱۹۱۵ برای ماده معدنی MgAl₂O4 توسط برا^{ی ۱} معرفی شد. کلاسی از ماده معدنی با فرمول عمومی AB₂O4، جایی که A بیانگر جایگاه چهاروجهی و B جایگاه هشتوجهی کاتیونها که توسط شبکه مکعبی فشرده اکسیژن تشکیل میشود، است. ساختار بلوری آن یک مکعب مرکز وجوه پر است که چهار یون اکسیژن توسط جایگاه چهاروجهی و جایگاه هشتوجهی توسط شش یون اکسیژن احاطه است که چهار یون اکسیژن توسط جایگاه چهاروجهی و جایگاه هشتوجهی توسط شش یون اکسیژن احاطه شده است که چهار یون اکسیژن توسط جایگاه هشتوجهی و جایگاه هشتوجهی توسط شش یون اکسیژن احاطه شده است که چهار یون اکسیژن توسط جایگاه چهاروجهی و جایگاه هشتوجهی توسط شش یون اکسیژن احاطه شده است که چهار یون اکسیژن توسط جایگاه همتوجهی و همچنین مکانهای چهاروجهی و هشتوجهی و هشتوجهی به ترتیب در شده اند. نمایش کلی ساختار سلول اسپینلی و همچنین مکانهای چهاروجهی و هشتوجهی و هشتوجهی به ترتیب در شکل 1–۱ و 1–۲ نشان داده شده است. ۶۴ جایگاه A که تنها هشت مکان آن، و ۳۲ جایگاه B که تنها شانزده مکان آن توسط یون های فلزی اشغال هستند. در فریت اسپینل جایگاه B معمولاً توسط یون (III) جو جایگاه A که تنها هشت مکان آن، و ۳۲ جایگاه B که تنها شانزده مکان آن توسط یون (Mn ، Co ، Mi همیند ملول واحد فریت اسپینل جایگاه A میشوند. سلول واحد فریت اسپینل جزئی از ساختار مکعبی (گروه فضایی(Fd3m)) است که یک مکعب با ۸ مولکول فریت اسپینل جزئی از ساختار مکعبی (گروه فضایی(Fd3m)) است که یک مکعب با ۸ مولکول فریت اسپینل جزئی از ساختار مکعبی (و متشکل از ۳۲ آنیون -20 است.



شکل ۱-۱: هندسه اشغال جایگاه درونشبکهای در ساختار اسپینل [۸].

[\].Bragg



شکل ۱-۲: مکانهای چهاروجهی و هشتوجهی در شبکه مکعبی [۱۱].

برهمکنش فاصلهای بین O-Me و Me-O-Me در ۱۰ طرح در شکل ۱–۳ نشان داده شده است. کمترین u فاصله بهصورت q از دیگر فواصل p، r، q و t در جدول ۱–۲ بهصورت تابع متغیر $8/8 - u = \delta$ (که u پارامتر اکسیژن و مقدار آن برای MgFe₂O₄ برابر ۲۸۲۲ می باشد)داده شده است. از آنجایی که برهمکنش پارامتر اکسیژن و مقدار آن برای MgFe₂O₄ برابر ۲۸۲۲ می باشد)داده شده است. از آنجایی که برهمکنش جایگاههای جهاروجهی و هشتوجهی منجر به خصوصیات مغناطیسی متفاوتی در فریت های اسپینلی جایگاههای چهاروجهی و هشتوجهی منجر به خصوصیات مغناطیسی متفاوتی در فریت های اسپینلی می می شود. برحسب این توزیع سه نوع فریت اسپینلی را در ادامه معرفی می کنیم [7و۸و-۱۳].

۱- اسپینل نرمال: نسبت کاتیونها (A:B) ۱:۲ باشد اسپینل نرمال را نتیجه میدهد و همه کاتیونهای A اسپینل نرمال: سبت کاتیونها A را اشغال کنند. فرمول کلی این ساختار به صورت $O_4^{2^-}$ $O_4^{2^+}$

۲- اسپینل معکوس ^۱: زمانی اتفاق میافتد که همه کاتیون Me^{2+} در جایگاه B و یون Fe^{3+} بهطور مساوی (Fe₃O₄) بین جایگاههای A و B توزیع شوند. فرمول کلی بهصورت O_4^{2-} [$Me^{2+}Fe^{3+}$] (Fe_3O_4) است. (Fe₃O₄) بین جایگاههای A و NiFe₂O₄ است. (Fe₃O₄) در جایگاه NiFe₂O₄ و NiFe₂O₄ از دسته فریت اسپینل معکوس هستند. در فریت معکوس نصف Fe^{3+} در جایگاه

^{\.}Inversed Spinel



شکل ۱-۳: فاصله یونی در ساختار اسپینل برای انواع متفاوت برهمکنش جایگاه شبکهای [۸].

فاصله Me-O	فاصله Me-Me
$p = a \sqrt{\frac{1}{16} - \frac{1}{2}\delta + 3\delta^2}$	$b = \frac{1}{4}a\sqrt{2}$
$q = \left(\frac{1}{8} + \delta\right)\sqrt{3}$	$c = \frac{1}{8}a\sqrt{11}$
$r = a \sqrt{\frac{1}{24} + \frac{1}{4}\delta + 3\delta^2}$	$d = \frac{1}{4}a\sqrt{3}$
$s = a\sqrt{\frac{3}{16} + \frac{1}{2}\delta + 3\delta^2}$	$e = \frac{3}{8}a\sqrt{3}$
$t = a(\frac{1}{4} - \delta)\sqrt{3}$	$f = \frac{1}{4}a\sqrt{6}$

جدول ۱-۲: فواصل در شبکه اسپینل بر اساس تابعی از $\delta = u - 3/8$.

A واقع می شوند و مابقی در جایگاه B. گشتاور مغناطیسی هم متقابلاً خنثی است اما گشتاور کلی فریت ${
m A}$ ناشی از گشتاور مغناطیسی کاتیون دو ظرفیتی ${
m Me}^{2+}$ در جایگاه B است.

A اسپینل مخلوط: وقتی اتفاق میافتد که کاتیونهای Me^{2+} و Me^{3+} بهصورت تصادفی هر دو مکان A و $-\pi$ اسپینل مخلوط: وقتی اتفاق میافتد که کاتیونهای B و $B_{1-\delta}^{2+}Fe_{\delta}^{3+}$ [Me $_{\delta}^{2+}Fe_{2-\delta}^{3+}$] میباشد که δ درجه B را اشغال میکنند. فرمول کلی بهصورت $B_{1-\delta}^{2+}Fe_{\delta}^{3+}$ [Me $_{\delta}^{2+}Fe_{2-\delta}^{3+}$] میباشد که δ درجه B

وارونگی است. $MnFe_2O_4$ از این نوع ساختار است و با درجه وارونگی ۰/۲ که فرمول آن بهصورت $MnFe_2O_4$ است. δ برای اسپینل نرمال ۱، برای اسپینل معکوس و برای $^{-2}$ ا $Mn_{0.8}^{2+}Fe_{0.2}^{3+}$ [$Mn_{0.2}^{2+}Fe_{1.8}^{3+}$] O_4 $^{-2}$ است. معکوس محکوس محکوس محکوس اسپینل مخلوط ۱ محکوط است.

۱-۲ ویژگی فریت منیزیم

فریت منیزیم با فرمول شیمیایی MgFe₂O4 فریت مغناطیسی نرم و نیمرسانای نوع n با گاف نواری بین ۲/۰ تا ۲/۴ الکترون-ولت است. عمدتاً از نوع اسپینل معکوس است، اما از آنجایی که کسر اشغالی جایگاه چهاروجهی توسط یون ⁺⁴Fe به دما بستگی دارد در ساختار اسپینل نرمال هم مشاهده شده است. ساختار اسپینلی در شکل ۱-۴ نشان داده شده است. مواد بر پایه فریت منیزیم کاربردهایی در قطعات ریزموج، حافظه کامپیوتر، کاتالیست، بهعنوان حسگر گازی و رطوبتی و غیره دارند [۱۲–۱۷].



شکل ۱-۴: طرحوارهای از ساختار اسپینلی فریت منیزیم [۱۵].

۱-۳ سنتز فریت اسپینل

اخیراً توجه زیادی به توسعه و تحول روش سنتز ساده، اقتصادی، سازگار با محیطزیست برای ساخت صنعتی نانوذرات فریت و بهبود خواص آن پرداخت شده است. خواص فریت اسپینل تا حد زیادی به شرایط سنتز حساس است. برای این منظور، روشهای ساخت متنوعی همچون سنتز به روش سل-ژل^۱، همرسوبی^۲، خوداحتراقی^۳، هیدروترمال^۴، مایکروویو^۵، افشانهای^۶، میکروامولسیون^۷ و غیره وجود دارد [۱۸].

۱−۳−۱ سل−ژل

فرایند سل-ژل که با نام رسوب دهی محلول شیمیایی هم از آن یاد می شود، یک روش شیمی تر است که برای تولید مواد نانو ذرات در دماهای پایین استفاده می شود. این روش معمولاً برای تولید مواد (به عنوان مثال اکسید فلزات) با شروع از یک محلول کلوئیدی (سل) که به عنوان پیش ماده برای یک شبکه به هم پیوسته (ژل) از ذرات گسسته یا پلیمرهای شبکه ای است، بکار می رود. پیش ماده های معمول شامل آلکوکسید و نمک فلزات (از قبیل کلریدها، نیتراتها و استات ها) هستند که تحت واکنش های مختلف هیدرولیز^۸ و پلیمریزاسیون مرحله ای قرار می گیرند. انواع روش های سل- ژل بر اساس نوع پیش ماده مور داستفاده:

تقسیم،بندی بر اساس نوع نمک: پیش مادههای آلکوکسیدی، پیش مادههای نمک فلزی.

تقسیم بندی بر اساس نوع محیط پیرامون: پیش ماده های پلیمری، پیش ماده های آبی.

سل عبارت است از سوسپانسیون پایدار از ذرات جامد کلوئیدی و یا پلیمری که در یک مایع قرار دارند. این

۱.Sol-gel

Y.Co-Precipitation

F.Hydrothermal

۵.Microwave

۶.Spray

V.Microemulsion

[^]. Hydrolysis

ذرات می توانند آمورف و یا بلوری باشند. ذرات جامد کلوئیدی که ابعادی نانومتری دارند از طریق دو واکنش تشکیل می شوند، به زبانی ساده تر سل مخلوطی است از جامدهایی با اندازههای متفاوت و بین ۱ تا ۱۰۰ نانومتر در آب که تهنشین نمی شوند و عبارتاند از:

۱) هیدرولیز: در اثر حل شدن نمک در آب، کاتیون فلزی با آب کمپلکس تشکیل میدهد. در این حالت انتقال جفت الکترون از مولکول آب به اوربیتالهای خالی کاتیون فلز واسطه وجود دارد. بار جزئی هیدروژن افزایش مییابد و مولکول آب خاصیت اسیدی پیدا می کند. بر اساس مقدار اسیدی بودن آب، انواع واکنشهای هیدرولیز را میتوان داشت. به طورکلی با افزایش چگالی بار فلز، افزایش تعداد پلهای یونهای فلزی توسط لیگاندهای اکسو و هیدروکسو و افزایش تعداد هیدروژن موجود در لیگاندها، هیدرولیز آسان تر می شود .

۲) کندانسیون^۱: این واکنش توسط دو مکانیسم مختلف هستهدوستی انجام میشود و بستگی به عدد همسایگی فلز دارد. وقتی عدد همسایگی موردنظر مهیا باشد، کندانسیون توسط یک واکنش جانشینی هستهدوستی انجام میشود و وقتی عدد همسایگی موردنظر فلز مهیا نباشد، افزودنی هستهدوستی وجود دارد. واکنش کندانسیون که درواقع نوعی پلیمراسیون محسوب میشود خود به دو دسته تقسیم میشود: ۱- الیشن^۲: یک فرایند کندانسیون است بهطوری که پلهای هیدروکسیدی بین دو فلز به وجود میآید. ۲- اکسیلیشن^۳: واکنش کندانسیونی است که در آن پلهای اکسیژنی بین دو فلز به وجود میآید.

مراحل تشکیل سل بهطورکلی به سه دسته تقسیم بندی می شوند:

^{&#}x27;.Condensation

^r.Olation

[&]quot;.Oxolation

۱- تشکیل محلولی حقیقی از پیش مادهها موردنظر در حلال که میتواند آب، الکل یا اسید باشد.

۲- تشکیل محلول کلوئیدی (سل) از طریق تبدیل اتمهای فلزی به کمپلکسهای فلزی توسط واکنشهای هیدرولیز و کندانسیون، که درواقع واکنشهای به وجود آورنده ذرات کلوئیدی میباشند. در این مرحله نانوذرات که معمولاً آمورف میباشند تشکیل شده است.

۳- پایدار کردن ذرات کلوئیدی و جلوگیری از تهنشین شدن آنها توسط یک عامل پایدارکننده. این عامل می تواند توسط کنترل شود یا از می تواند توسط کنترل هم زدن سل کنترل شود یا از طریق افزودن مواد شیمیایی کنترل گردد.

انواع سل:

الف- سل کلوئیدی: منظور از سل کلوئیدی سلی است که در آن تشکیل ژل فقط از طریق چسبیدن (آگلومراسیون) ذرات کلوئیدی به وجود میآید.

ب- سلهای کلوئیدی تکپخشی: در این نوع سلها، تمام ذرات دارای شکل و اندازه یکسان میباشند و تشکیل این نوع سل به دلیل میل شدید به آگلومره شدن بسیار دشوار است.

پ- سلهای کلوئیدی چندپخشی: اکثر سیستمهای کلوئیدی به این صورت میباشند و اندازه ذرات در آنها یکسان نیست و برای بیان اندازه ذرات از متوسط مقادیر استفاده میشود.

ت- سلهای ماکرو مولکولی یا پلیمری: منظور از سل پلیمری سلی است که در آن تشکیل ژل از طریق اتصال ذرات کلوئیدی توسط زنجیرههای پلیمری به وجود میآید. در این سیستمها رشد ذرات با تشکیل پلیمر صورت می گیرد و این پلیمرها با یکدیگر اتصال برقرار کرده و سپس حلال ر ا در میان خود به تله میاندازند و سرانجام یک جسم نیمه جامد تشکیل می شود که به آن ژل می گویند. مکانیسم پایدارسازی در سلهای کلوئیدی: ارتباط متفاوت بین نیروی جاذبه و نیروی دافعه، سبب می شود که وقتی اندازه ذرات از حدی بزرگتر شد، نیروی دافعه بر نیروی جاذبه غلبه کرده و سل پایدار شود. موارد متأثر در انعقاد (آگلومره شدن و تشکیل ژل) در سلهای کلوئیدی: اصولاً انعقاد ذرات سل ناشی از موارد زیر است:

۱- کاهش پتانسیل سطحی ناشی از تغییر در pH.

۲- افزايش غلظت الكتروليت در حلال.

مکانیسم تشکیل نانوذرات در سلهای کلوئیدی: سه نوع مکانیسم مختلف برای تشکیل نانو ذرات و جلوگیری از درشت شدن ذرات در سلهای کلوئیدی پیشنهاد شده است که عبارتاند از:

الف- مكانيسم دافعه الكترواستاتيك.

ب- مكانيسم دافعه فضايي.

پ- مكانيسم دافعه الكترواستاتيك و فضايي بهصورت همزمان.

مکانیسم پایدارسازی در سلهای پلیمری: مکانیسم پایدارسازی در سلهای پلیمری عبارت است از تشکیل یک ابر مولکول که همچون یک نخ تسبیح طویل که مهرههای آن درواقع همان ذرات کلوئیدی میباشند در سرتاسر ظرف واکنش گسترش مییابد و بدین ترتیب با فراهم آوردن بستری مناسب باعث جلوگیری از رسوب ذرات کلوئیدی می گردد. درواقع این روش را میتوان به درخت سیبی تشبیه کرد که در آن شاخههای اصلی و فرعی درخت همان شبکه پلیمری و میوهها ذرات کلوئیدی میباشند که بعد از کلسینه کردن^۱ به شکل نانوذره تبدیل میشوند.

\.Calcination

مکانیسم تشکیل نانو ذرات در سلهای پلیمری: مکانیسم تشکیل نانو ذرات در سلهای پلیمری یا ماکرو مولکولی هر عاملی است که موجب پایداری شبکه پلیمری یا ابر مولکولی به وجود آمده میشود. این ابر مولکول حاصل واکنش شیمیایی بین مواد مورداستفاده جهت تشکیل یک پلیمر است.

ژل: عبارت است از یک شبکه پیوسته سهبعدی متخلخل که یک فاز مایع را در خود جای داده است. در اکثر سیستمهای سل – ژل، تشکیل ژل با ایجاد پیوندهای کووالانسی بوده و ژل برگشتپذیر نیست.

انواع ژل بر اساس مكانيسم تشكيل:

الف- ژلهای کلوئیدی: در ژل کلوئیدی، شبکه توسط آگلومره شدن (چسبیدن) ذرات کلوئیدی به وجود میآید.

ب- ژل پلیمری: در ژل پلیمری شبکه دارای یک ریزساختار پلیمری است به عبارتی واحدهای پلیمری میباشند که تشکیل ژل میدهند.

مراحل تشکیل ژل: بعد از مراحل ۳ گانه که در تشکیل سل بیان شد، مراحل تشکیل ژل بسته به نوع ژل (کلوئیدی یا پلیمری) عبارتاند از:

۱- اگر ژل کلوئیدی باشد، از به هم چسبیدن ذرات کلوئیدی توسط نیروهای ضعیف واندروالسی در اثر تبخیر حلال پیرامون ذرات کلوئیدی به وجود میآید.

۲- اگر ژل پلیمری باشد، یعنی محیط پیرامون ذرات کلوئیدی از مولکولهایی تشکیل شده باشد که مستعد تشکیل یک زمینه پلیمری باشد، در این صورت ذرات کلوئیدی همانند کشمش در یک کیک کشمشی تثبیت میشوند، لذا با تغییر عوامل پیرامونی مثل تنظیم pH، دما و زمان و یا افزودن مواد شیمیایی میتوان به پایدارسازی این شبکه پلیمری سوق پیدا کنیم. سپس با قرار دادن این ژل تشکیل شده در داخل آون می توان از سد شبکه پلیمری پیرامون آن خلاصی پیدا کرد و فقط نانو ذرات را خواهیم داشت. درنهایت با قرار دادن محصول حاصل در کوره و با دانستن کمترین دمای کلسینه آن می توان نانوذرات بی شکل را به نانو ذرات بلوری تبدیل نمود.

انواع ژل بر اساس نوع خشک شدن:

الف- زیروژل^۱: خروج حلال از حفرات در هنگام خشک کردن باعث ایجاد نیروی مویینگی شده و درنتیجه سبب انقباض شبکه ژل می شود. ژلی که در اثر خشک شدن به دست می آید زیروژل نامیده می شود. زیروژل نسبت به ژل تر اولیه معمولاً حجم کمتری دارد و به علت استرس ناشی از خشک کردن، ژل یکپارچه خراب شده و پودر حاصل می شود.

ب- ایروژل^۲: وقتی که ژل تر تحت شرایطی خشک شود که شبکه و حفرات تغییر حجم نداده و درنتیجه حجم ژل خشک به دست آمده برابر با حجم ژل تر باشد، این ژل چون در آن انقباض رخ نداده، که به این ژل حاصل شده ایروژل گفته می شود. چگالی بسیار کمی دارد و شدیداً متخلخل است ولی در آن استرس های ناشی از انقباض وجود ندارد. اگر ژل خیس درون اتو کلاو قرار داده شود و تحت شرایط خاصی خشک شود، ممکن است میزان انقباض به دلیل حذف فشار موئینگی اندک باشد. این فرایند به خشک کردن بحرانی موسوم است و محصول حاصل نیز ایروژل نامیده می شود.

انواع ژل بر اساس نوع حلال:

الف- آلكوژل": ژلی است که نوع حلال آن یک الکل بوده است.

[\].Xerogel

۲.Aerogel

[&]quot;.Alchogel

ب- هیدروژل^۱: ژلی است که حلال آن آب بوده است.

شکل ۱–۵ طرحوارهای از فرایند رشد به روش سل-ژل را نشان میدهد. روش سل ژل دارای مزایایی است که ازجمله مهمترین آنها میتوان به سنتز در دمای پایین، خلوص بالا، کنترل اندازه ذرات، کنترل استوکیومتری ماده، تولید لایهنازک به دلیل چسبندگی بالای ژل، همگنی کافی و غیره موارد زیر اشاره نمود. از معایب این روش میتوان به گران بودن مواد اولیه، زمان طولانی انجام فرایند و غیره اشاره کرد [۱۹]و ۲۰].



شکل ۱-۵: نگاهی به فرایند سل-ژل [۱۹].

۱-۳-۲ خود احتراقی

این فرایند به سل ژل خوداحتراقی نیز موسوم است که گاهی به فرایند خوداحتراقی نیترات-سیترات هم نامیده می شود. فرایندی بر اساس تولید ژلی از نیترات فلزات است که یک واکنش شیمیایی گرمازای خودبه خودی بین اکسیدکننده ها مانند نمک فلزی و یک سوخت آلی مانند اسیدسیتریک و یا اوره صورت

\.Hydrogel

می پذیرد که محصول نهایی پودری بسیار متخلخل، پف کرده و نرم است. این فرایند نیاز به منبع خارجی برای تأمین گرما ندارد چراکه گرمای موردنیاز واکنش به وسیله فرایند واکنش تأمین می شود. عوامل متعددی بر کیفیت محصول نهایی اثر می گذارد از جمله می توان به نوع مواد اولیه، نسب سوخت به نمک فلزی، pH محلول و دمای کلسینه اشاره کرد. pH سرعت واکنش را کنترل می کند، اگر افزایش یابد سرعت واکنش هم افزایش می یابد و گرمای بیشتر آزاد خواهد گشت و درنتیجه ذرات بزر گ تری تولید خواهند گشت. pH محلول امری مهم است که باید در حد مناسبی نگه داشته شود. سنتز خود احتراقی روشی مناسب برای تولید نانوذرات همگن با هزینه بسیار اندک است. می توان ذرات ریز یکنواختی تولید کرد که محصول نهایی دارای خلوص بالایی باشد. از مشکلات این روش می توان به ناتوانی در کنترل پراکندگی پایداری ذرات اشاره

۱–۳–۳ گرمادهی با امواج ریز(مایکروویو)

امواج ریز گسترهای از طیف امواج الکترومغناطیسی با طول موجی بین mm تا m و به ترتیب با فرکانسی بین ۳۰۲ GHz تا ۳۰۰ GHz است. تابش میکرو موج امروزه در عرصههایی همانند پزشکی (کشف و توسعه مواد دارویی جدید)، مصرف خانگی (طبخ غذا) و غیره پرکاربرد است.

تأثیر پذیری مولکولها از امواج ریز:

واکنش مواد و امواج ریز به سه دسته تقسیم میشود:

۱ - منعکس کننده امواج ریز: مثل فلزات و آلیاژها، که میتوان بهعنوان هدایت کننده امواج مورداستفاده قرار گیرد.

۲- عبور دهنده امواج از خود: نسبت به این امواج شفاف هستند. مثل زیرکونیم و برخی از شیشهها و تفلونها، که می توان آز آنها به عنوان محفظه انجام فرایند امواج ریز استفاده کرد. ۳- جاذب امواج ريز: در ادامه موردبررسی قرار میدهیم.

انتقال گرما به دو روش امکان پذیر است:

۱- گرمادهی مرسوم

۲– گرمادهی شتابدار

در روش اول، گرما از طریق منبع خارجی به جسم داده میشود. گرما از دیوارهها عبور کرده و سپس به حلال و واکنشدهندهها میرسد و آنها را فعال میکند. این روش برای انتقال انرژی به سیستم مناسب نیست. در روش دوم، امواج ریز مستقیماً به مولکولهای ماده تابیده شده و باعث ازدیاد ناگهانی دما میشود. ازآنجایی که این فرایند وابسته به رسانندگی گرمایی ظرف نیست، گرمای زیادی حاصل میشود که به چرخش دوقطبی یا رسانش یونش پاسخ خواهد داد. امواج ریز انرژی را در کمتر از یک نانوثانیه انتقال میدهند و به همین سبب مولکولها میتوانند برای رسیدن به تعادل کاملاً آزاد شوند. بنابراین یک حالت غیر تعادلی به وجود میآید که نتیجه آن ازدیاد ناگهانی دماست. فرایند انتقال انرژی گرمایی ناشی از امواج ریز درون یک ظرف شیشهای و به صورت متناوب انجام میپذیرد. در این فرایند مواد اولیه شامل ترکیبات آلی و اکسیدکنندهها یا منبع کاتیونها با سرعت زیادی گرم میشوند و درنتیجه دمای مواد واکنشدهنده

از مزایای این روش میتوان به دقت بالا، سرعت بالا رفتن دما، گرم شدن یکنواخت، کاهش زمان فرایند، مصرف انرژی کمتر و افزایش کیفیت محصول نهایی اشاره کرد [۲۳و۲۲].

۱-۴ کاربرد نانوذرات فریت

نانومواد به دلیل انرژی سطحی بالای آنها نقش مهمی در زمینههای فیزیکی، شیمیایی، زیست و پزشکی ایفا میکنند. در این میان نانوذرات فریت به دلیل کمهزینه بودن و کارایی الکترومغناطیسی بالایشان در گستره وسیعی از فرکانس ها، نسبت به فلزات خالص از مواد مغناطیسی مفیدی هستند. در سال های اخیر نانوذرات فریت کاربردهایی در زمینه های گوناگون همانند تفکیک سازی ماده معدنی، قطعات ذخیره سازی اطلاعات مغناطیسی، کاتالیست، سیستم خنک سازی مغناطیسی، جداسازی سلول مغناطیسی، رنگ دانه های قهوه ای، حذف 2O2، تصویربرداری تشدید مغناطیسی (MRI)، درمان سرطان، حسگرهای رطوبتی، باتری لیتیوم و در زمینه بیو پزشکی نانوذرات فریت در سیستم حمل دارو که بیشتر برای درمان سرطان ها مطرح است نقش مهمی ایفا می کنند. نانوذرات فریت در سیستم حمل دارو که بیشتر برای درمان سرطان ما مرح و عمل نمایند انتقال دارو به یک محل خاص باعث کاهش عوارض جانبی می شود. نانوذرات فریت می توانند قدرت تفکیک رنگی را در تصویربرداری تشدید مغناطیسی (MRI) افزایش دهند و برای پزشکان اجازه و عمل نمایند. انتقال دارو به یک محل خاص باعث کاهش عوارض جانبی می شود. نانوذرات فریت می توانند قدرت تفکیک رنگی را در تصویربرداری تشدید مغناطیسی (MRI) افزایش دهند و برای پزشکان اجازه رؤیت تومورهای سرطانی را قبل از عمل جراحی فراهم نمایند. همچنین از نانوذرات فریت برای ساخت

فصل دوم

مکانیسم حسگری گازها و مروری بر کارهای انجامشده در زمینه

حسگرهای گازی بر پایه فریت منیزیم

۲–۱ مقدمه

در این فصل ابتدا تاریخچهای از حسگری گازها، انواع حسگرها، مکانیسم حسگری بر پایه نیمرساناها، حسگری گازها بر پایه فریت و مروری بر کارهای انجام شده در زمینه حسگری گازها بر پایه فریت منیزیم خواهیم پرداخت.

۲-۲ ضرورت شناسایی گازهای سمی

از قدیم، نگرانی از آلودگیهای محیطی بهصورت گوناگون وجود داشته است. در محیطی مانند غارها تولید مونوکسید کربن بعد از سوختن آتش باعث مرگ انسانهای اولیه می شد. به نظر میرسد در معادن نیاز مبرمی برای شناسایی گازهای سمی و قابل احتراق در اوایل وجود داشته است، طوری که اولین ابزار شناسایی مورداستفاده قرارگرفته در این معادن چراغ شعله باز بوده است که با کاهش اکسیژن محیط، شعله چراغ خاموش می گشت. به دلیل ایمن نبودن این وسیله، در سال ۱۸۱۵ نسل جدیدی از آن ساخته شد. در این چراغ، شعله درون یک غلاف شیشهای مدرج و یک سیستم خروج گاز بود که با درجهبندی آن مقیاسی برای سنجش ارتفاع شعله و مشخص نمودن فشار جزئي اكسيژن در محيط حاصل مي شد. به اين ترتيب تا حدودي تشخیص گازها بهبود پیدا کرد اما هنوز کافی نبود [۲۷]. در ابتدای قرن بیستم، روشهای متفاوتی برای تشخیص و شناسایی گازها مورد استفاده قرار گرفت. در معادن از پرندگان در قفس مانند قناری استفاده می کردند که گازهای سمی قبل از آسیب رساندن به انسان موجب مرگ آنها می شدند و این یک هشدار برای کارگران معادن بود [۲۸]. دکتر تسوجی در سال ۱۹۲۵ برای شناسایی گازها روش تشخیص نوری را پیشنهاد داد. بدین صورت که با حضور گاز ضریب شکست هوا تغییر می کند و باعث جابجایی خطوط تداخل پرتو نور با پرتو مرجع می شد. تعداد خطوط جابجا شده با غلظت گاز هدف ارتباط دارد [۲۹]. دکتر جانسون در سال ۱۹۲۷ روشی بر پایه اثر کاتالیزوری پلاتین ارائه داد. بدینصورت که سیم پلاتین در اثر سوختن گاز سمی که در مجاورت پلاتین با اثر کاتالیزوری قرار دارد گرم و باعث تغییر مقاومت الکتریکی آن میشد. در
سال ۱۹۳۰ نمونه تجاری آن با ۵/۵ کیلوگرم وزن به بازار آمد که اولین حسگر از رده حسگرهای گازی بر پایه دماسنجی بود [۳۰]. پرداختن به حسگرهای گازی مبتنی بر نیمرساناها به سال ۱۹۵۳ برمیگردد. براتین و باردین در آزمایشگاه بل با کاوش بر روی ژرمانیوم، حساسیت خواص الکترونیکی آن را به تغییر ترکیب هوای محیط اطراف آن گزارش کردند [۳۱]. ده سال بعد سیاما گزارش حساسیت نیمرساناهای اکسید فلزی را نسبت به بعضی از گازها ارائه نمود [۳۲] و تاگوشی در همین سال یک حسگر گازی اکسید فلزی بر پایه قلع را ثبت اختراع نمود [۳۳].

۲-۳ مروری بر انواع حسگرهای گازی

حسگرهای نیمرسانای اکسیدی در حضور گازهای آلوده و خطرناک، یا بهصورت کلی گازهای کاهنده و اکساینده، کار میکنند و از نوع حسگرهای مقاومتی گاز بشمار میآیند [۳۴]. در حال حاضر، حسگرهای مقاومتی شامل مواد غیر اکسیدی نیز میشوند. مواد آلی پلیمری همانند پلی آنیلین از نوع حسگرهای مقاومتی هستند که در دمای اتاق کارکرده و در مقایسه با انواع متعدد اکسید فلزی از حساسیت بیشتری برخوردارند [۳۵]. در زمینه حسگرهای اکسید فلزی، مواد جدیدی با حساسیت فوق العاده بالا از نوع نانو ساختارهای صفر بعدی (نانوذرات)، یکبعدی (نانوسیم، نانولوله)، دوبعدی (نانوورقه) و سهبعدی (نانومکعب) ویژگی نسبت سطح به حجم بالای ذرات نانومتری اکسیدهای مورداستفاده نسبت دادهاند [۳۴]. دسته دیگری از حسگرهای گازی بر پایه نیمرساناها، به ویژه نیمرسانای اکسید فلزی، حسگرهای دیود شاتکی^۱ است که بر اصل تغییر ارتفاع سد پتانسیل بین فصل مشترک اتصال فلز-نیمرسانا در حضور گاز استوار است. در بایاس ثابت، جریان دیود به صورت نمایی وابسته به اندازهاین سد است که این سد پتانسیل با میزان

^{1.}Schottky diode

غلظت گاز هدف تغییر می کند. تغییرات ارتفاع این سد پتانسیل در حضور گاز احیایی منفی است که منجر به افزایش جریان الکتریکی می گردد و مشابه حسگرهای مقاومتی عمل می نماید. حسگرهای الکتروشیمیایی گاز در سال ۱۹۶۳ توسط گوتو و همکارانش به ثبت رسیده است. آنها دریافتند که یک سلول الکتروشیمیایی، شامل دو الکترود فلزی از دو جنس مختلف و یک الکترولیت جامد، نیروی محرکه پایداری را ایجاد کرده که با فشار جزئی اکسیژن در محیط وابسته است. با اندازه گیری اختلاف پتانسیل ایجادشده میان این دو الکترود می توان غلظت گاز اکسیژن در محیط را آشکار کرد. در صنایع اتومبیل این، حسگرهای گازی الکتروشیمیایی از پرکاربردترین حسگرها بشمار می آیند. این حسگرها، برای ترکیب بهینه نسبت سوخت به هوا و کاهش آلودگیهای خروجی از اگزوزها استفاده می شوند [۳۸]. انواع متعدد دیگری از حسگرهای گاز مورد تحقیق و بررسی قرار گرفتهاند مانند حسگرهای کاتالیزوری، حسگرهای نوری، ار مسگرهای صوتی و غیره. در ادامه درباره حسگرهای بر پایه ترکیبات نیمرسانای اکسیدی توضیحات بیشتری ارائه خواهد شد.

۲-۴ شاخص عملکرد حسگرهای گازی

حسگرهای گازی نوعی از حسگرهای شیمیایی هستند که از اهمیت بالایی برخوردار میباشند. حسگرهای شیمیایی شامل گیرنده و یک مبدل^۱ (برای تبدیل اطلاعات شیمیایی به سیگنال الکتریکی) هستند. وقتی حسگری در مجاورت گاز هدف قرار می گیرد پاسخ آن به صورت سیگنالی الکتریکی تغییر می کند. پس از گذشت زمان، پاسخ به پایداری می رسد و با خارج شدن از محیط گاز هدف، پاسخ آن به حالت اولیه برمی گردد. شکل ۲-۱ پاسخ دینامیکی یک حسگر نیمرسانای اکسیدی را نشان می دهد. خصوصیات کاربردی یک حسگر با ترکیبات می می کند. پس از یک حسگر با ترکیبات متفاوت به صورت زیر معرفی می کنیم:

^{\.}Transducer



شکل ۲-۱: طرحوارهای از پاسخ دینامیکی حسگر نیمرسانای اکسیدی.

خط پایه': پاسخ حسگر گازی در محیطی که گاز هدف وجود ندارد.

حساسیت ۲: تغییرات سیگنال اندازه گرفته شده به ازای واحد غلظت گاز هدف.

انتخاب پذیری^۳: خصوصیتی که مشخص می کند یک حسگر توانایی شناسایی انتخابی یک گاز از بین گازهای مختلف موجود در محیط را دارد و یا میتواند گروهی از گازهای مختلف را شناسایی کند. انتخاب گری نسبی در حسگرها برحسب تفاوت حساسیت به گازهای مختلف قابل استفاده است.

زمان پاسخ[†]: زمانی است که طی آن حسگر به تغییرات لحظهای غلظت گاز از صفر تا مقدار معینی از غلظت گاز هدف (۹۰ درصد از کل گاز هدف) پاسخ میدهد.

^{`.}Baseline

^r.Sensitivity

[&]quot;.Selectivity

^{*.}Response Time

اشباع حسگر: پاسخ حسگر با ازدیاد غلظت گاز هدف تا حد معینی بالا میرود و به اشباع در پاسخ میرسد. زمان بازگشت^۱: زمانی که طول می کشد تا سیگنال حسگر بعد از قطع گاز و به اشباع رسیدن در پاسخ، به ۱۰٪ از مقدار اولیه خود برسد.

دمای کار: دمایی است که در آن بیشترین حساسیت را از حسگر شاهد خواهیم بود. حد شناسایی^۲: به کمترین غلظت یک نوع گاز که توسط حسگر میتواند شناسایی شود گویند. محدوده پویا^۳: محدوده غلظت گاز هدف بین حد شناسایی و بیشترین حد غلظت (اشباع) را گویند. خطی بودن^۴: خطی بودن مبدل بیان میکند تا چه حد منحنی اندازه گیری شده واقعی حسگر، از منحنی ایده آل منحرف شده است که عوامل تأثیر گذار برای این رفتار عبارت از: دما، نوفه صوتی و رطوبت میباشند.

وضوح⁴: کمترین اختلاف در مقدار غلظت گاز که یک حسگر می تواند از هم متمایز کند [۳۹و۴۰].

۲-۵ حسگرهای مقاومتی گاز مبتنی بر نیمرساناهای اکسید فلزی

نیمرساناهای اکسید فلزی با داشتن فراوانی تهیجاهای اکسیژن در ساختار بلوری خود معمولاً از نسبت استوکیومتری دقیق خارج میشوند. مثلاً SnO_{2-δ} به دلیل فراوانی تهی جای اکسیژن بهصورت δ)SnO_{2-δ} (δ عددی مثبت) در میآید. این تهیجاها توزیع الکترونها را در نوارهای مجاز انرژی دستخوش تغییر قرار داده و حالتهایی در گاف انرژی نزدیک به نوار رسانش ایجاد میکنند. وجود این حالتها در دمای اتاق باعث تراکم الکترونها در نوار رسانش و در پی آن موجب افزایش رسانندگی بلور میشوند. در حسگرهای اکسید

^{&#}x27;.Recovery Time

^r.Detection limit

^r.Dynamic range

^{*}.Linearity

^a.Resolution

فلزی، حسگری اساساً مبتنی بر برهمکنش سطح حساس با گاز اکسیژن است که به دو مکانیسم حجمی و سطحی تقسیم میشود:

الف: تغییر فشار جزئی اکسیژن در پیرامون ماده، منجر به تغییر تراکم تهیجاها در ماده بلوری اکسید فلزی می شود و درنتیجه تغییر ضریب رسانندگی الکتریکی آن را به دنبال دارد. کاهش تراکم تهیجاهای اکسیژن با افزایش فشار جزئی اکسیژن در محیط را میتوان بر اساس اصل لوشاتلیه ^۱ توضیح داد. این تغییر رسانش از تغییر ضریب رسانندگی در تمام دانههای^۲ لایه بسبلوری ایجاد می شود. این مکانیسم در دمای اتاق، به دلیل نفوذ آهسته اکسیژن در ساختار بلوری بسیار کند اتفاق میافتد و کاملاً بازگشت پذیر است به این معنی که با بازگشت فشار اکسیژن در محیط را میتوان بر اساس اصل می وشاتلیه این مکانیسم در دمای اتاق، به از تغییر ضریب رسانندگی در تمام دانههای^۲ لایه بسبلوری ایجاد می شود. این مکانیسم در دمای اتاق، به دلیل نفوذ آهسته اکسیژن در ساختار بلوری بسیار کند اتفاق میافتد و کاملاً بازگشت پذیر است به این معنی که با بازگشت فشار اکسیژن به مقدار اول، ضریب رسانندگی ماده به سطح تعادل اولیه خود بازمی گردد. به همین دلیل عملکرد مکانیسم حجمی در دماهای بالاتر از ²⁰ ۵۰۰ می باشد.

ب: برهمکنش سطحی گاز با سطح مؤثر ماده بسبلوری مکانیسم اصلی شناسایی گاز هدف است. در این مواد، در فاصله میان دو الکترود حامل بار باید از تعداد زیادی دانههای بلوری و مرزدانهها^۳ گذر کند. برای عبور از هر دانه، حامل بار الکتریکی باید بر سد پتانسیل میان دو دانه مجاور غلبه کند و این قسمت اعظمی از مقاومت الکتریکی اندازه گیری شده بین دو الکترود را باعث می شود. این سد پتانسیل در نیمرساناهای اکسید فلزی به دلیل جذب اکسیژن به روی دانهها ایجاد می شود. در دمای کار حسگر، گاز هدف اکسیژن سطحی دانههای بلور را کاهش می دهد و باعث کاستن سد پتانسیل بیندانهای شده و در نتیجه مقاومت الکتریکی ماده کاهش می اید. این مقاومت کاهش یافته را بهعنوان حساسیت حسگر به گاز هدف در نظر می گیریم.در دمای اتاق مکانیسم سطحی نیز کند است و به همین دلیل دمای کار حسگر بین ^C

^{&#}x27;Le Chatelier's Principle

۲.Grain

[&]quot;.Grain Boundry

[°] ۵۰۰ انتخاب می گردد. در شکل ۲-۲ یک طرح شماتیک از سد انرژی ماده اکسید فلزی در اثر برهمکنش با گاز هدف نشان داده شده است [۳۸و۴۱و۴۲].



شکل ۲-۲: نمایش کاهش سد انرژی بین دانههای یک اکسید فلزی در اثر برهمکنش با گاز هدف: الف) در حضور هوا، ب) در حضور گاز مونواکسید کربن [۴۱].

۲-۶ حسگری بر پایه فریت

نحوه برهمکنش گاز با اکسید و سطح آن در فهم فرایند بنیادی حسگری گاز مهم است. تهی جاهای اکسیژن روی سطح بهعنوان جایگاههای جذب اکسیژن از هوا فعال هستند. برهمکنش این گونه جذب شده با گاز کاهنده باعث تغییر مقاومت الکتریکی نمونه خواهد شود. بازده حسگری گاز مواد به شدت به اندازه دانه، کاهنده باعث تغییر مقاومت الکتریکی نمونه خواهد شود. بازده حسگری گاز مواد به شدت به اندازه دانه، نسبت سطح به حجم، سطح ساختار ریز و تخلخل وابسته است. گازهای هدف به دو گروه گاز کاهنده اندازه دانه، نسبت سطح به حجم، سطح ساختار ریز و تخلخل وابسته است. گازهای هدف به دو گروه گاز کاهنده اندازه دانه، دهبنده الکترون) و گازهای اکسیزی از نوع کاهنده می شوند. گازهای و گازهای اکسیزی از نوع انوع n

^{&#}x27;.Porosity

^r.Reducing Gas

[&]quot;.Oxidizing Gas

همانند فریت منیزیم در معرض گاز کاهنده (اکساینده) قرار گیرد، رسانندگی آن افزایش (کاهش) مییابد. اکسیژن جذب شده روی سطح حسگر، الکترون را در حجم ماده به صورت گونه یونیزه شده ⁻O یا ⁻²O آزاد می کند که این مقاومت الکتریکی را افزایش می دهد. پس ازاینکه حسگر در معرض گاز کاهنده قرار گیرد، گاز کاهنده با ⁻O جذب شده برهمکنش کرده و الکترون به دام افتاده را در نوار رسانش آزاد می کند که در پی آن مقاومت ماده کاهش مییابد. تغییرات مقاومت با مقدار غلظت گاز هدف متناسب است. به خوبی معلوم است که جذب شیمیایی اکسیژن همانند ⁻ON، ⁻²₂O و _{Dac}O پاسخگوی رفتار رسانش حسگر گاز است. مکانیسم حسگر گازی فریت بر پایه فرایند "سطح-کنترل شده ^{(۳} است. شکل ۲-۳ نمودار نوعی رسانش مکانیسم حسگر گازی فریت بر پایه فرایند "سطح-کنترل شده ^{(۳} است. شکل ۲-۳ نمودار نوعی رسانش الکتریکی در شرایط جوی برحسب دما برای عنصر حسگری (منطقه A تا B) به دلیل رسانش یونی جذب فیزیکی آب روی ماده اکسیدی است. بعد از نقطه B با افزایش دما تا C) به دلیل رسانش نیز افزایش پیدا می کند که این خصوصیت ذاتی مواد نیمرسانا و منتسب به جذب شیمیایی گاز بهویژه د<u>O</u> و H₂O و Dac کاری رمانش دما تا B) به دلیل رسانش یونی می کند که این خصوصیت ذاتی مواد نیمرسانا و منتسب به جذب شیمیایی گاز بهویژه 2O و H₂O به روی اکسیژن بر روی سطح است. از یماند نیمرسانای حسگر گازی موسوم شده است. جذب شیمیایی از به ویژه 2O و H₂O به روی می کند که این خصوصیت ذاتی مواد نیمرسانا و منتسب به جذب شیمیایی گاز بهویژه 2O و H₂O به روی اکسیژن بر روی سطح است. جذب شیمیایی گازی و تغییرات تبدیلی آن به مورت زیر است [۳۲].

$$0_{2gas} \rightleftharpoons 0_{2ad} \rightleftharpoons 0_{2ad}^{-} \rightleftharpoons 0_{ad}^{-} \rightleftharpoons 0_{ad}^{2-} \rightleftharpoons 0_{lat}^{2-}$$
(1-7)

که کلمات lat ،ad و gas به ترتیب نشاندهنده اکسیژن جذبی، شبکهای و گازی است. یونیزاسیون اکسیژن در دماهای مختلف با معادلات شیمیایی زیر مشخص می شود: [۴۴و۴۴]:

^{&#}x27;.Surface-Controlled

^r.Cantalini



شکل ۲-۳: نمودار نوعی رسانش-دمای حسگر $\alpha - Fe_2O_3$ [۴۳].

$$0_{2(gas)} \rightleftharpoons 0_{2(ad)} \tag{7-7}$$

$$O_{2(ad)} + e^{-} \rightleftharpoons O_{2(ad)}^{-} \qquad T < 1 \text{ fy } ^{\circ}C \qquad (7-7)$$

$$O_{(ad)}^{-} + e^{-} \rightleftharpoons O_{(ad)}^{2-} \qquad T > \forall \forall \circ C \qquad (\Delta - \forall)$$

اکسیژن در دمای بالاتر از ℃ ۵۹۷ جذب شبکه ماده می شود. بدیهی است که این برهمکنش اساس گیراندازی الکترون در ماده است که باعث کاهش رسانش الکتریکی حول منطقه C-D در شکل ۲-۳ شده است. از سوی دیگر جذب شیمیایی آب روی سطح به صورت یون هیدروژن و یا گروه هیدروکسیلی را شاهد خواهیم بود. یون

$$\mathrm{H}^{+} + \mathrm{O}_{0}^{\mathrm{x}} \rightleftharpoons [\mathrm{OH}]_{0}^{\mathrm{i}} \tag{9-7}$$

همچنین گروه هیدروکسیلی با اتمهای آهن شبکه پیوند برقرار میکنند [۴۱]:

$$OH^{-} + Fe_{Fe}^{x} \rightleftharpoons [OH - Fe_{Fe}]_{0}^{x} + e^{-}$$

$$(Y-Y)$$

این بدان معنی است که وجود جذب شیمیایی آب یا گروههای هیدروکسیلی سطح، رسانش مواد را افزایش می دهند. گروه هیدروکسیلی سطح در ^C ۴۷۵ کاملاً از بین می وند که یک آهنگ از بین رفتن سریع در ^C ۵۰ ۳۷۵ را مشاهده می کنیم. بنابراین افت رسانش از نقطه C در شکل ۲-۳ می تواند توسط واجذبی آب که به طور شیمیایی جذب سطح شده بود و اکنون با مصرف الکترون و خارج کردن الکترون از فرایند رسانش توضیح داده می شود که با معادله زیر نمایش داده می شود [۴۳]:

$$[OH - Fe_{Fe}]^{x} + [OH]_{0}^{i} + e^{-} \rightleftharpoons H_{2}O + O_{0}^{x} + Fe_{Fe}^{x}$$
(\lambda-\gamma')

در این معادله O_0^x و ${
m Fe}_{
m Fe}^x$ به ترتیب بیانگر اکسیژن شبکه و اتمهای آهن شبکه است.

$$R \rightleftharpoons R_{(ad)} \tag{9-7}$$

$$R_{(ad)} + O_{(ad)}^{-} \rightleftharpoons RO_{(ad)} + e^{-}$$
(1.-7)

$$R_{(ad)} + O_{(ad)}^{2-} \rightleftharpoons RO_{(ad)} + 2e^{-}$$
(11-7)

درنهایت واجذبی حاصل بهصورت زیر است [۴۵]:

$$\mathrm{RO}_{(\mathrm{ad})} \rightleftharpoons \mathrm{RO}_{(\mathrm{gas})}$$
 (17-7)

$$C_2H_5OH_{(gas)} + O^- \rightleftharpoons CH_3CHO + H_2O + e^-$$
(1)\(\mathbf{T}-\mathbf{T})

$$C_2H_5OH_{(gas)} \rightleftharpoons H + C_2H_5O_{(surface)}$$
(14-7)

$$C_2H_5O \rightarrow H + CH_3CHO$$
 (10-7)

$$C H_3 CHO + O_{(bulk)} \rightleftharpoons C H_3 COOH + O_{(vacancies)}$$
(19-7)

خاصیت حسگری گاز برای گازهای مختلف به دلیل تفاوت در جذب و فرایند برهمکنش است. مقدار گونههای اکسیژن جذبی از اهمیت بالایی برخوردار است، مشروط بر اینکه واکنش کننده و واکنشدهنده کافی برای این برهمکنش موجود باشد.

۲-۷ مروری بر کارهای انجامشده در زمینه فریت منیزیم

از مطالعات پاسخ حسگرها میتوان دریافت که فرایندی است به دمای کار، نوع گاز، ترکیبات فریت و اندازه دانه وابسته هستند. همچنان مشاهده شده است که با افزایش دمای بازپخت تخلخل نمونه کاهش میباید و اندازه دانهها افزایش پیدا میکند که باعث تضعیف حساسیت حسگر میشود. حساسیت به گاز این حسگرها به روشهای متعددی، چون آلایش^۱ حجمی فریت مورداستفاده یا آرایش سطحی آن با انواع مواد کاتالیزوری، قابل افزایش است. به این ترتیب میتوان حساسیت و انتخاب گری حسگر را افزایش داده و باعث کاهش زمان پاسخ و دمای کار آنها شد. به طور کلی پارامترهایی همچون نوع فاز، اندازه بلورک، آلایش، مساحت سطح، حساسیت، انتخاب پذیری، دمای کار، غلظت گاز، زمان پاسخ و زمان بازگشت نقش مهمی در توسعه حسگرهای گازی بر پایه فریت دارند [۴۵]. در این بخش برخی کارهای تجربی انجامشده بر روی فریت منیزیم و حسگری آن توسط دیگران را موردبررسی قرار میدهیم. از بین پارامترهای مختلفی که در

`.Doping

حسگری گازها موردبحث قرار می گیرد به چند مورد آن در ادامه خواهیم پرداخت.

۲-۷-۱ اثر دمای بازپخت بر خواص فیزیکی و حسگری فریت منیزیم

پاتیل^۱ و همکارانش نانوذرات فریت منیزیم را به روش سل-ژل خوداحتراقی سنتز کرده و سپس به خواص فیزیکی و حسگری آن پرداختند [۲۷]. این گروه برای سنتز نانوذرات از نیترات منیزیم ۶ آبه و نیترات آهن ۹ آبه بهعنوان منبع کاتیون و اسیدسیتریک بهعنوان منبع سوخت استفاده کردند. نسبت کل نیترات به سوخت، ۳ به ۵ انتخاب شد. سپس بر روی صفحه داغ با چرخش ثابت گرما داده شد که ابتدا سل ویسکوز شکل گرفت و در پی آن ژل و درنهایت با احتراق به پودر تبدیل شد. پودر حاصل را ابتدا در ۷۳۷ کلوین به مدت ۲ ساعت کلسینه کردند تا فاز بلوری فریت منیزیم شکل بگیرد. سپس این پودر را در قالبی ۱۵ میلیمتری با فشار ² ton/cm² و با استفاده از چسب پلی وینیل الکل^۲ به قرص تبدیل کردند. این قرصها را در دو دمای ۹۷۳ کلوین (نمونه ۲۱) و ۱۱۷۳ کلوین (نمونه ۲۲) دوباره بازپخت کردند.

در شکل ۲-۴ الگوی پراش XRD سه نمونه، تصاویر SEM و نمودار مقاومت الکتریکی نمونهها بر حسب K⁻¹ (عکس دما) و در جدول ۲-۱ مقادیر اندازه بلورکها آمده است. از نتایج XRD میتوان دریافت که رشد بدون وجود ناخالصی بوده و همه قلهها مربوط به ساختار اسپینلی فریت منیزیم است. با افزایش دمای بازپخت بلورینگی ماده افزایش پیداکرده و همچنین اندازه بلورک نیز افزایش یافته است. تصاویر SEM نشان می دهد که هر دو نمونه به صورت متخلخل رشد پیدا کردهاند. با افزایش دمای بازپخت بلورینگی ماده افزایش یافته است. تصاویر که می در بازپخت بلورینگی ماده افزایش پیداکرده و همچنین اندازه بلورک نیز افزایش یافته است. تصاویر SEM می دمای می دهد که هر دو نمونه به صورت متخلخل رشد پیدا کردهاند. با افزایش دمای بازپخت ذرات به صورت می دهد که هر دو نمونه به صورت متخلخل رشد پیدا کرده است. نمونه ۲۲ دانههای یکسان و بهتری نسبت کلوخهای تر رشد کردند و تخلخل نمونهها کاهش پیدا کرده است. نمونه ۲۲ دانههای یکسان و بهتری نسبت به نمونه ۲۱ دارد. تخلخل بیشتر نمونه ۲۱ مانع از حرکت حامل بار می شود و منجر به افزایش مقاومت شده است. رابطه خطی مقاومت الکتریکی با دما در شرایط محیطی نشان می دهد که با کاهش دما افزایش مقاومت

[\]. J.Y. Patil

^r.Polyvinyl Alcohol (PVA)



شکل۲-۴: الف) الگوی پراش XRD، ب) تصاویر SEM سمت چپ نمونه C۱ و سمت راست نمونه C۲، ج) تابع مقاومت

الکتریکی برحسب عکس دما [۴۷].

Sr.No.	MgFe ₂ O ₄	Avarage particle size (nm)	Bulk density (gm/cm ³)	Porosity P (%)
١	As-synthesized	٢۵	-	-
٢	С١	٣٠	۲/۳۰۰	49/7
٣	С۲	٣٧	2/820	41/4

[47]	اندازہ بلور ک	م از مقادیر	XRD سه نمونه اع	های نتایج طیف	يارامتره	خي از	۲–۱: بر	جدول
------	---------------	-------------	-----------------	---------------	----------	-------	---------	------

مقاومت الکتریکی را شاهدیم و همچنین دیده می شود نمونه C۲ مقاومت کمتری نسبت به نمونه C۱ دارد که به تخلخل کمتر نمونه C۲ مربوط است.

شکل ۲–۵ حسگری این نمونه ها را در دماهای مختلف برای گازهای استون، گاز مایع ^۱LPG، اتانول و آمونیاک در ۲۰۰۰ ppm نشان میدهد. برای نمونه C۱ دمای کار برای گازهای استون و اتانول ۴۹۸ کلوین، آمونیاک ۶۲۳ کلوین و برای ۶۴۸ LPG کلوین گزارش شده است. بیشترین پاسخ برای گاز استون در دمای



شکل ۲–۵: الف) دمای کار برای گازهای متفاوت از نمونه C۱، ب) حساسیت نمونه C۱ با غلظتهای متفاوت انواع گازها در دمای کار، ج) دمای کار برای گازهای متفاوت از نمونه C۲، د) حساسیت نمونه C۲ با غلظتهای متفاوت انواع گازها در دمای کار [۴۷].

^{&#}x27;.Liquefied petroleum gas

۴۹۸ کلوین است. همچنین حساسیت نمونه C۱ در دمای کار با غلظتهای متفاوت نشان می دهد که با افزایش غلظت گاز حساسیت نیز افزایش پیداکرده و این نمونه نسبت به استون حساسیت و انتخاب پذیری بهتری دارد. در نمونه C۲ دمای کار برای گازهای PV۳ LPG کلوین، گاز آمونیاک ۶۷۳ کلوین، گاز استون و اتانول ۶۲۳ کلوین گزارش شده است. بیشترین پاسخ برای گاز PG در دمای کار ۶۷۳ کلوین است. در نمونه C۲ شاهد آن هستیم که دمای کار افزایش پیدا کرده است. اما نکته قابل توجه در نمونه C۲ این است که برای این نمونه حساسیت نسبت به گاز DP4 بهتر از نمونه C۱ که در دمای پایین تری بازیخت شده است، می باشد. دمای کار بالاتر نمونه C۲ به گاز LPG بهتر از نمونه C۱ که در دمای پایین تری بازیخت شده پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ و C۲ را در جدول ۲-۲ مشاهده می کنید. در نمونه C۱ کمترین زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ و C۲ را در جدول ۲-۲ مشاهده می کنید. در نمونه C۱ کمترین زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ و C۲ را در مقایسه بین نمونه C۲ مشاهده می شاهده می شاهده می شود زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ بهتر از نمونه C۱ برای گاز LPG است. زمان در مای بازگشت نمونه C۱ به برای زمان

Sr. No.	Name of the sample	Test gas	Response time (s)	Recovery time (s)
		LPG	Y١	١١٢
١	С١	Asetone	14.	222
		Ethanol	11.	۲۳۰
٢	С٢	LPG	٣۴	۶۷

جدول ۲-۲: پارامتر های زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونه C۱ و C۲ [۴۷].

۲-۷-۲ اثر کاتالیزور بر حسگری فریت منیزیم

پالادیم به عنوان کاتالیزور نقش مهمی در افزایش حساسیت گاز دارد و افزودن آن به نانو ساختار فریت

منیزیم باعث می شود تا دمای کار پایین آمده و حسگری بهتری از این ماده شاهد باشیم.

دارشان ^۱ و همکارانش با استفاده از روش سنتز نمک مذاب^۲، تأثیر افزودن پالادیم به نانوذرات فریت منیزیم ۹ و حسگری آن را موردبررسی قرار دادند [۴۴]. آنها در این کار ابتدا سولفات منیزیم ۹ آبه، نیترات آهن ۹ آبه، سدیم هیدروکسید و سدم کلرید با نسبت ۱۰:۸:۲۰۱ باهم به مدت ۹۰ دقیقه در هاون مخلوط کردند و در ادامه واکنش گرماده خودبه خودی آغاز و رنگ محلول از قرمز روشن به قهوهای تبدیل میگردد. سپس مخلوط در یک بوته شیشهای به مدت یک ساعت در دمای ^C ۹۰ بازپخت گردید. نمونه سپس با آب مقطر شستشو داده شد و در دمای ^C وزنی، PdCl به مدت ۴ ساعت خشک گردید. برای آلایش فریت منیزیم با

شکل ۲-۶ الگوی پراش XRD ، تصویر TEM و طیف جذبی گرفته شده را نشان می دهد. آنالیز XRD مشاهده می دهد که فریت منیزیم خالص و فریت منیزیم آلاییده با پالادیم یکسان هستند و هیچ فاز ناخالصی مشاهده نمی شود و تمام قله ها مربوط ساختار اسپینلی فریت منیزیم است. میانگین اندازه بلورک ۱۵-۱۷ نانومتر و پارامترهای a، d و c برابر ۸/۰ نانومتر گزارش شده است. تصویر TEM فریت منیزیم آلاییده با ٪۱ پالادیم و کلسینه شده در دمای C⁰ ۲۰۰۰، نشان از تشکیل ذرات با شکل کروی می دهد که اندازه ای بین ۸ تا ۱۵ نانومتر دارند. از آنالیز طیف جذب، گاف نواری ۲/۳۴ eV برای فریت منیزیم خالص و ۲/۳۰ برای فریت منیزیم آلاییده با ٪۱ پالادیم گزارش کردند. جابجایی قرمز لبه جذب به دلیل اثر محدودیت برانگیزش^۳ ذرات فریت منیزیم قرار گرفته در زمینه پالادیم است.

Sonali Darshane

^r.Molten salt

[&]quot;. Excitation Confinement



شکل ۲-۶: الف) الگوی پراش پرتو ایکس، ب) تصاویر TEM که ب۱) نمونه با آلایش ٪۱ و ب۲) نمونه با آلایش ٪۳ پالادیم، ج) طیف جذبی [۴۴].

در قسمت (الف) شکل ۲-۷، پاسخ حسگری فریت منیزیم خالص و آلایش یافته نسبت به گاز LPG و در قسمت (ب)، نتایج حساسیت حسگر برای گازهای مختلف را نشان میدهد (غلظت گازها ۲۰۰ ppm). در قسمت (الف) می توان دید که فریت منیزیم خالص با افزایش آلایش از ٪۱ تا ٪۳ باعث شد تا دمای کار آن در حالت خالص از C⁰ ۳۵۰ به C⁰ ۲۰۰ در ٪۱ و C⁰ ۱۸۰ در ٪۳ برسد و دمای کار حسگری تا حد زیادی پایین آید. همچنین مشاهده می شود با افزایش ناخالصی حساسیت حسگر افزایش می ابد. در جدول ۲-۳



جدول ۲-۳: پارامترهای زمان پاسخ و زمان بازگشت نمونههای فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم [۴۴].

Time(t)	MgFe ₂ O ₄	۲٪. Pd-MgFe ₂ O ₄	۳′′. Pd-MgFe ₂ O ₄
Time(t)	operating temperature ۲۰۰ °C	operating temperature ۲۰۰ °C	operating temperature ۲۰۰ °C
tresponse	Δs	۳s	Υs
t _{recovery}	۵ min	۲ min	۲ min

مشاهده می شود که در دمای ^oC ۲۰۰ برای ۲۰۰ Ppm گاز LPG، زمان پاسخ و زمان بازگشت با افزایش ناخالصی کاهش یافته و باعث بهبود آن شده است.

۲-۷-۳ اثر آلایش بر حسگری فریت منیزیم مخلوط

فریت های مخلوط خواص فیزیکی متفاوتی از خود نشان میدهند و حسگری آنها موردمطالعه قرار گرفته است. گدکاری^۱ و همکارانش با استفاده از روش سنتز همرسوبی اگزالات^۲، فریت مخلوط منیزیم-کادمیم با درصدهای متفاوت کادمیم بهصورت (Mg1-xCdxFe2O4) و با افزودن ناخالصی ⁺³ Sm³ به مقدار ثابت ٪۵ به همه ترکیبات متفاوت فریت منیزیم-کادمیم با ۱ (Mg1-xCdxFe2O4) و x=۰, ۲/۲, ۰/۴, ۰/۶, ۰/۶, ۱ به مقدار ثابت ٪۵ به نمونهها متناظر با x متفاوت فریت منیزیم-کادمیم با Cl2 LPG و اتانول را موردبررسی قرار دادند [A۴و۴۹]. در این کار ابتدا از مواد 2 (SO4).8H2O (SO4).9E و SeSO4.7H2O و SeSO4.7H2O استفاده شد. همچنین از آب مقطر بهعنوان حلال استفاده کردند. PH محلول با اضافه کردن 4 SO4 در ۸/۴ ثابت نگه داشته شد. سپس محلول به مدت یک ساعت در ℃ ۸۰ گرما داده شد. سپس آمونیوم اگزالات محلول در آب مقطر بهصورت قطرهقطره به محلول در حال هم خوردن اضافه شد تا رسوب شکل بگیرد. سپس این مونوب پالایش شده و با آب مقطر شستشو داده شد تا یونهای سولفات از بین بروند. در ادامه این رسوب را خشک کردند و در دمای ℃ به محلول در حال هم خوردن اضافه شد تا رسوب شکل بگیرد. سپس این خشک کردند و در دمای ℃ به محلول در حال هم خوردن اضافه شد تا رسوب شکل بگیرد. سپس این معاون ساییده شد و در دمای ℃ ۲۰ به مدت ۶ ساعت پیش باز پخت شدند. آنگاه رسوب به دست آمده در خشک کردند و در دمای ℃ ۲۰ به مدت ۶ ساعت پیش باز پخت شدند. آنگاه رسوب به دست آمده در ماون ساییده شد و در دمای ℃ ۲۰۵۰ به مدت ۶ ساعت بازپخت گردید. پودر به دستآمده با اضافه کردن موان ساییده شد و در دمای ℃ ۲۰۵۰ به مدت ۵ ساعت بازپخت شدند. آنگاه رسوب با مدوس تا مده در ۲/۲ پلی وینیل الکل بهعنوان چسب، در قالبی ۱۳ میلیمتری با فشار ۲۵/۵ کر به قرص تبدیل شد.

در شکل ۲–۸ الگوی پراش XRD و تصاویر SEM همه نمونهها آمده است. آنالیز XRD نشان از ساختار اسپینل مکعبی دارد و همچنین همه نمونهها فاز ثانویه SmFeO₃ را در راستای (۲۱۰)، (۳۱۰) و (۴۳۲) نشان میدهند که به دلیل واکنش پذیری بالای یون ⁺³Fe با یون ⁺³Sm در مرزدانهها است. تصاویر SEM نیز نشان میدهند که سطح نمونهها از حالت خالص فریت منیزیم-کادمیم خارج شده است و این به دلیل فاز ثانویه SmFeO₃ است. همچنین نتایج گزارش شده در جدول ۲–۴ نشان میدهد که با افزایش مؤلفه X

۱.Gadkari

^r.Oxalate Co-precipitation



شکل ۲-۸: الف) الگوی پراش XRD، ب) تصاویر SEM با غلظتهای متفاوت از یون ⁺²Cd [۴۹و۴۹].

غلظت ⁺²Cd²، میانگین اندازه دانهها افزایش یافته است که به دلیل تحرک پذیری بالای یون ⁺²Cd به هنگام تفجوشی در فاز مایع است. سپس با افزودن ٪^۵ Sm³⁺ دیده شد که میانگین اندازه دانهها کاهش پیدا کرده است که این به دلیل نشستن یون ⁺³Sm روی مرز دانهها است که از افزایش حجم دانهها جلوگیری کرده است.

Cd^{2+}	Grain	size(µm)	Crystallite	Operating	Response and recovery time(s)					
content(x)	Mg-	Mg-	size(nm)	temp.(°C)	LPG		Cl ₂		C ₂ H ₅ OH	
	Cd	Cd+Sm ³⁺			Res.	Rec.	Res.	Rec.	Res.	Rec.
•	•/۵۸۹	•/٣٨٨	۲۸/۶۹	777	780	31.	780	31.	780	34.
• /٢	•/841	•/۵۲۲	۳۰/۶۰	۲۰۰	-	-	-	-	-	-
•/۴	•/٧٨۴	•/۵۴۳	87/88	۱۹۸	۲۰۰	۲۵۰	۲۰۰	۲۵۰	۲۵۰	٣٠٠
• 8	۰/ ۸۳ ۰	•/۵۶۶	۳١/٨٢	۲۲۰	-	-	-	-	-	-
• / ٨	•/٩۶١	•/۶٩٧	۳۲/۰۵	747	-	-	-	-	-	-
١	۱/۲۰۵	• / ٧ • •	۲٩/۵۶	۳۳.	۱۸۰	222	۱۸۰	222	۲۱۰	79.

جدول ۲-۴: نتایج برخی از پارامترهای ساختاری و حسگری فریت منیزیم-کادمیم خالص و آلاییده با یون ⁺³Sm [۴۹و۴۹].

 $Mg_{0.6}Cd_{0.4}Fe_2O_4$ $Mg_{0.8}Cd_{0.2}Fe_2O_4$ $MgFe_2O_4$ $MgFe_2O_4$ و $Mg_{0.2}Cd_{0.8}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Mg_{0.4}Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Cd_{0.6}Fe_2O_4$ $Cd_{0.6}Fe$



شکل ۲-۹: حسگری از نمونههای فریت مخلوط منیزیم-کادمیم با درصدهای متفاوت از یون ⁺²Cd²⁺ [۴۹].

فصل سوم

معرفی ابزارهای اندازه گیری و مشخصه یابی ساختاری و حسگری

با توجه به توسعه و فراوانی گسترش سنتز نانومواد در چند سال گذشته، استفاده از فناوریهای نوین در بررسی ماهیت این مواد و سطوح آنها بهسرعت رو به رشد است. نانومواد، خواص منحصربهفردی از خود نشان میدهند که باعث تغییر جدی در ابزار مورداستفاده بشر شده است. ایجاد چنین ویژگیهای شگرف نیاز به کنترل دقیق ساختار، نوع مواد، نوع ناخالصی، ضخامت، نوع و چگالی ناکاملیهای ساختاری در هنگام فرآیند سنتز و غیره دارد. برای تعیین هر یک از خصوصیات بالا از ابزار و روشهایی استفاده می شود که اطلاعات دقیق و مفیدی را از نمونه به دست میدهد.

در این فصل به معرفی وسایل و ابزارهایی که در سنتز پودر فریت منیزیم و مشخصه یابی فیزیکی آن مورد استفاده قرار گرفتهاند، می پردازیم. این ابزارها شامل پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیفنگاری نوری (Uv-Vis)، دستگاه مایکروویو، دستگاه پرس و ابزار حسگری گاز است.

۲−۳ پراش پر تو ایکس (XRD)

اندازه گیری پراش پرتو x (XRD) ساده ترین روش برای شناسایی ساختار نانومواد است. خواص فیزیکی نانومواد ممکن است تحت تأثیر طبیعت بلوری آنها باشند. یک قانون پایه که روش پراش آنالیز ساختاری را شامل می شود، قانون براگ است. شبکه بلوری، یک مجموعهای از صفحات موازی را تشکیل می دهند. هنگامی که امواج پرتو ایکس تکفام بر روی اتمها شبکه بلوری فرود می آیند، هر اتم به عنوان یک منبع پراکننده عمل می کند. در صورتی که مسیر متفاوت بین دو موج بازتاب شده از دو صفحه متفاوت مضرب درستی از λ باشد، شدت پرتو بازتابیده در زوایای خاصی بیشینه می شود (شکل ۳–۱). این شرط به قانون

^{&#}x27;.Bragg's Law



شکل ۳-۱: طرحوارهی پراش از یک شبکه بلوری برای نشان دادن قانون براگ.

براگ مرسوم بوده و با رابطه زیر تعریف میشود:

 $2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \tag{1-7}$

در این رابطه،
$$\lambda$$
 فاصله بین صفحات موازی متوالی، hkl اندیسهای میلر^۱، λ طول موج پرتو ایکس، n مرتبه
پراش و θ زاویه براگ است. اکنون با معلوم شدن b و با استفاده از رابطه (۳–۲) که برای ساختارهای مکعبی
و (۳–۳) که برای ساختارهای چهارگوشی تعریف میشوند، میتوان ثابتهای شبکه بلوری " a " و " d " و
" c " را به دست آورد [۵۰]:

$$a = d_{hkl}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$
 (7-r)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$
(٣-٣)

در فیزیک نانومواد می توان از طیف پراش پر تو ایکس اطلاعاتی راجع به ساختار بلوری، راستای ترجیحی، ابعاد بلورکها، فازها بلوری و همچنین شناسایی مواد مختلف با استفاده از بانکها اطلاعاتی موجود نظیر

[\].Miller Index

کارتهای استاندارد ^۱ JCPDS به دست آورد. شکل ۳-۲ نمونهای از دستگاه پراش پرتو ایکس موجود در دانشگاه دامغان که در این پایاننامه از آن استفاده شده است را نشان می دهد. نمونه پودرها جهت بررسی در جایگاه ویژه نمونه که در دستگاه تعبیه شده است قرار گرفته و پرتویی با خط تابش Cu:Ka (برابر با طول موج Å 1/2 به نمونه که در دستگاه تعبیه شده است قرار گرفته و پرتویی با خط تابش 1/2 (برابر با طول موج Å 1/2 (براز با است، پرتوی فرود می آید. از آنجا که نگهدارنده لایه قابل چرخش است، پرتوی فرودی می تواد در محدوده زاویهای (1/2 مانه از آن استفاده شده است قرار گرفته و پرتویی با خط تابش (1/2 مانه است، پرتوی فرود می آید. از آنجا که نگهدارنده لایه قابل چرخش است، پرتوی فرودی می تواند در محدوده زاویهای (1/2 مانه در از آنجا که نگهدارنده ای قابل چرخش است. پرتوی فرودی می تواند در محدوده زاویهای (1/2 مانه در از آنجا که نگهدارنده ای قابل چرخش است. پرتوی فرودی می تواند در محدوده زاویه در (1/2 مانه در از آنجا که نگهدارنده را جاروب کند. متوسط اندازه بلورک فرودی می تواند در محدوده زاویه در (1/2 مانه در از آنجا که نگهدارنده را جاروب کند. در مانه در (1/2 مانه در (1/2 مانه در ای موج در (1/2 مانه در (1

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \tag{f-T}$$

که در این رابطه λ طول موج پرتو ایکس، β بزرگی تمام پهنا در نصف بیشینه ^۳(FWHM) و θ زاویه پراش براگ است. از نتایج مربوط به آنالیز ساختاری نمونهها، میتوان کمیتهای دیگری مانند کرنش (٤) و چگالی دررفتگی (δ) را محاسبه نمود. کمیت کرنش (٤) که از بزرگی تمام پهنا در نصف بیشینه قلهها مشاهده شده در طیف XRD نمونهها به دست میآید، با رابطه (۳–۵) تعیین می شود [۵۲]:

$$\varepsilon = \frac{\beta \cos\theta}{4} \tag{d-r}$$

همچنین چگالی دررفتگی (δ)، که بهعنوان طول خطوط دررفتگی بر واحد حجم بلور تعریف می شود، از رابطه (۳-۶) به دست می آید که در این رابطه D، ابعاد بلورک نمونه است [۵۳]:

$$\delta = \left(\frac{1}{D^2}\right) \tag{9-7}$$

^{&#}x27;Joint Committee of Powder Difraction Society

^r.Debye-Scherrer

[&]quot;.Full Width of Half Maximum



شکل ۳-۲: تصویری از دستگاه پراش پرتو ایکس مدل D8-Advance Bruker CuKa موجود در دانشگاه دامغان که در این پایاننامه از آن استفاده شده است.

۳-۳ ریختشناسی سطح

انواع گوناگونی از طیفنگاریها الکترونی و یونی برای بررسی ترکیبات شیمیایی نمونهها، تعیین مقدار ناخالصیها و تحلیل سطح به کار میروند. یکی از این روشها ثبت تصاویر از سطح مقطع نمونهها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی ^۱ است.

در شکل ۳-۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) موجود در مرکز پژوهش متالوژی رازی تهران به همراه یک طرحوارهای از نحوه عملکرد آن نشان دادهشده است، که در این پایاننامه مورد استفاده قرار گرفته است. در میکروسکوپهای الکترونی روبشی از یک تفنگ الکترونی برای تولید پرتو الکترونی مبتنی بر پدیده تونل زنی استفاده میشود. برای تولید باریکه الکترونی میتوان الکترونهای ایجادشده را به کمک

¹.Scanning Electron Microscopy (SEM)

میدانهای مغناطیسی (موسوم به لنز مغناطیسی) کانونی کرد. الکترونها ثانویه در اثر برخورد باریکه الکترونی با ماده تولید میشوند. علاوه بر الکترونهای ثانویه، الکترونها پس پراکندهشده (بازگشتی) نیز وجود دارند. پرتو الکترونهای ثانویه که از نزدیکی سطح ساطع میشوند، حاوی اطلاعاتی از مشخصات سطحی یا توپوگرافی سطح نمونه هستند، درصورتیکه پرتو الکترونهای بازگشتی حاوی اطلاعاتی در رابطه با ترکیب شیمیایی ماده میباشند [۵۴]. برای برقراری اتصال الکتریکی بین نمونه و پایه معمولاً سطح نمونههایی که رسانندگی الکتریکی پایینی دارند را با لایهنازکی از کربن، طلا یا آلیاژ طلا پوشش میدهند.



شکل ۳-۳: (الف) نمایی از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) موجود در مرکز پژوهش متالوژی رازی تهران، (ب) طرحوارهای از اجزاء داخلی مسیر عبور باریکه الکترونی تا سطح نمونه.

۳-۴ طیف جذب اپتیکی

با استفاده از طیف عبور و جذب اپتیکی نمونه و روابط فیزیکی مربوطه میتوان برخی از پارامترهای وابسته به خصوصیات اپتیکی ماده ازجمله گاف نواری نمونه را به دست آورد. یک نمونه از دستگاه اندازه گیری طیف عبور نمونهها در شکل (۳–۴) نشان داده شده است. آمادهسازی نمونه: ازآنجایی که محصول بهدستآمده در سنتز سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو بهصورت پودر میباشد، آمادهسازی نمونهها بهصورت زیر است:



شکل ۳-۴: (الف) دستگاه اسپکتروفوتومتر مدل (۱۸۰۰-Shimadzu (UV) موجود در دانشگاه صنعتی شاهرود (ب) جایگاه-های شاهد و مرجع.

ابتدا محلول مرجعی با توجه به نوع ماده پودر موردنظر انتخاب کرده و پودر را با غلظت مشخصی (بیشتر از ۱۰/۰ مولار) در محلول مرجع، پخش^۱ کرده و سپس در قسمت مرجع، سلول UV حاوی محلول مرجع و در قسمت شاهد پودر پخششده در محلول مرجع را قرار میدهیم. شکل ۳-۵ نمونه سلول UV تحت تابش را نشان میدهد. هرگاه فوتونی که با انرژی vh بر مادهای فرود میآید از انرژی برابر یا بیشتر از گاف نواری برانرا نشان میدهد. هرگاه فوتونی که با انرژی vh بر مادهای فرود میآید از انرژی برابر یا بیشتر از گاف نواری برخوردار باشد، فوتون جذب شده و انرژی آن صرف برانگیختگی الکترون از نوار انرژی ظرفیت به نوار رسانش میگردد. این فرایند جذب به مستقیم یا غیرمستقیم بودن گاف نواری نمونهها بستگی دارد. گاف نواری نواری نمونهها بستگی دارد. گاف بواری دسانش میگردد. این فرایند جذب به مستقیم یا غیرمستقیم بودن گاف نواری نمونهها بستگی دارد. گاف نواری نواری نمونهها را میتوان با رسم نمودار ^m(αhv) برحسب vh و تقاطع آن با محور افقی مطابق فرمول زیر به دست آورد:

$$(\alpha h\nu)^{m} = A(h\nu - E_{g}) \tag{Y-T}$$

hv ، که در آن E_g انرژی گاف نواری که فاصلهی بین بیشینهی نوار ظرفیت تا کمینه نوار رسانش است E_g که در آن واری فوتون و α ضریب جذب، مقدار m=1 بیانگر گاف نواری غیرمستقیم و m=1 مربوط به گاف نواری

[\]. Disperse



شکل ۳-۵: سلول حاوی محلول رنگی تحت تابش.

مستقیم است [۵۵و۵۶]. برای به دست آوردن جذب از قانون بیر-لمبرت^۱ (رابطه ۳-۸) که توصیفی از رابطه بین غلظت محلول رنگی و جذب است، استفاده می شود:

$$\alpha = 2.303 \frac{A}{t} \tag{A-T}$$

که در این رابطه A جذب است (بدون واحد)، t ضخامت سلول UV و α ضریب جذب نوری (با واحد $\frac{L}{mol.cm}$) [۵۷].

۵-۳ دستگاه مایکروویو

در سنتز به روش مایکروویو از دستگاه مایکروویو LG مدل CC-۳۰۸۱NR /۰۱ با فرکانس ۲/۴۵ GHz مر موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود استفاده شد. شکل ۳-۶ دستگاه مایکروویو استفاده شده در این پایاننامه را نشان میدهد. این دستگاه شامل قسمتهای زیر است:

الف- درب محفظه شیشهای با قابلیت دیدن داخل محفظه از بیرون و فرایند سنتز است.

^{&#}x27;.Beer-Lambert

ب- محفظه داخلی شامل یک صفحه شیشهای دایرهای که بر روی یک غلتک قابل چرخش است.

همچنین درون محفظه روزنههایی است که گاز متصاعد شده از فرایند سنتز قابل هدایت به بیرون است و بهنوعی هوای داخل را تهویه میکند. داخل محفظه شامل لامپ ساطع کننده امواج ریز است که شکننده هستند.

ج- بر روی دستگاه کلیدهای کنترلی مختلفی با قابلیت تنظیم ازجمله توان امواج ریز، زمان فرایند، دکمه شروع و پایان فرایند و برخی دیگر وجود دارد.

صفحه شیشهای دوار داخل محفظه چرخش آن ثابت است و قابل تنظیم نیست. قبل از شروع فرایند سنتز ابتدا این صفحه شیشهای، درب محفظه و فضای داخلی محفظه را با آب مقطر، اتانول و درنهایت با استون بهخوبی شستشو میدهیم تا آلودگی ناشی از آنها در نمونه پودر را شاهد نباشیم.



شکل ۳-۶: دستگاه مایکروویو موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود.

۳-۶ دستگاه پرس

جهت ساختن قرص از نمونههای پودری از دستگاه پرس موجود در دانشگاه شاهرود که در شکل ۳-۷ مشاهده میکنید استفاده شد. با تراش بر روی بدنهای از جنس فولاد، قالبی استوانهای به قطر داخلی ۱۵ میلیمتر ساخته شد که جهت انجام پرس بر روی جایگاه قطعه پرس شونده قرار می گیرد. این قالب قبل از عمل پرس با مایع ظرفشویی، آب مقطر، اتانول و استون بهخوبی شستشو داده می شود.



شکل ۳-۷: نمونه دستگاه پرس موجود در دانشگاه شاهرود.

۳-۷ کورہ الکتریکی

برای انجام خشکسازی اولیه پودرها (روش سنتز سل-ژل خوداحتراقی)، بازپخت پودرها و نمونه قرصها از دستگاه کوره محفظهای (شکل ۳-۸) موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود استفاده کردیم.



شکل۳-۸: کوره الکتریکی موجود در آزمایشگاه نانوفیزیک دانشگاه شاهرود.

این کوره شامل برنامهریزی ۹ مرحلهای و دارای دقت ۱ درجه سانتی گراد است.

۳-۸ دستگاه کندویاش

کندوپاش کاتدی یا بهعبارتدیگر کندوپاش مواد (معمولاً جامدها) یک روش فیزیکی باکیفیت و با قابلیت صنعتی برای رشد لایههای نازک و نانو ساختار است. در شکل ۳-۹ نمونهای از یک دستگاه کندوپاش رومیزی ساخت شرکت پوششهای نانوساختار مدل DSR۱ موجود در دانشگاه صنعتی شاهرود نشان داده شده است.

فرآیند کندوپاش در یک محفظه خلاً صورت می گیرد. ابتدا سیستم به وسیله پمپهای خلاً تا فشار حداقل ^۶-۱۰ تور تخلیه میشود، خود فرآیند کندوپاش در تخلیه تابان و در فشاری بین ^۲-۱۰ تا ^۳-۱۰ تور بسته به متغیر خاص مربوط به این روش انجام میشود. ماده هدف بهعنوان کاتد به ولتاژ منفی در حدود چند کیلوولت متصل است درحالی که زیرلایه بهعنوان آند در سیستم قرار می گیرد. برای ابقای تخلیه تابان گاز خنثی (معمولاً آرگون یا زنون) از طریق یک شیر سوزنی یا کنترل کننده شار جرمی گاز وارد سیستم شده و خری عمل تخلیه صورت می گیرد. بون مان کند و نشار می توان د مان می شود. ماده می متعیر خاص مربوط به این روش انجام می شود. ماده هدف به عنوان کاتد به ولتاژ منفی در حدود چند کیلوولت متصل است درحالی که زیرلایه به عنوان آند در سیستم قرار می گیرد. برای ابقای تخلیه تابان گاز خنثی (معمولاً آرگون یا زنون) از طریق یک شیر سوزنی یا کنترل کننده شار جرمی گاز وارد سیستم شده و عمل تخلیه صورت می گیرد. بونای می می در ناحیه افت کاتدی به دست می آورند با کاتد برخورد می کند.



شکل ۳-۹: الف) دستگاه کندو پاش موجود در دانشگاه شاهرود، ب) محل قرار گیری نمونه، ج) پهنای الکترود.

در اثر برخورد یونها به کاتد ذراتی که عمدتاً خنثی هستند در اثر پدیده انتقال تکانه از کاتد به بیرون پرتاب میشوند. این ذرات از گاز گذشته و روی زیرلایه چگال میشوند. به منظور ایجاد اتصالات اهمی بهتر روی قرصها جهت اندازه گیری مقاومت الکتریکی، ابتدا روی آنها با استفاده از دستگاه کندوپاش DC یک لایهنازک با ضخامت Å ۱۵۰۰ لایه نشانی شد.

۳–۹ المان حسگری

بعد از تبدیل پودرها به قرص و انجام عملیات لایه نشانی طلا، بهمنظور استفاده از قرص بهعنوان حسگر نیاز به اتصالات اهمی داریم که برای این منظور با استفاده از چسب نقره و سیم مسی اتصالات را بر روی سطح لایه نشانی شده با طلا انجام میدهیم. شکل ۳–۱۰ نمونه المان حسگری بهصورت قرص از نمونه پودرهای فریت منیزیم را مشاهده می کنید.



شكل ٣-١٠: نمونه قرص المان حسكرى فريت منيزيم.

۳-۱۰ اندازهگیری و مشخصه یابی حسگری گاز

برای اندازه گیریهای حسگری نمونه قرصها، از سیستم مشخصه یابی پارامترهای حسگرهای گازی مدل GSCS-۴۰۰ و GST-۳۲۰ شرکت نانو شرق ابزار توس موجود در پارک علم و فناوری شاهرود که در شکل ۲۰–۱۱ مشاهده می کنید استفاده شده است. این سیستم مشخصه یابی حسگری قابلیت حسگری در شرایط مختلف اتمسفری اعمالی توسط کاربر و در دو حالت استاتیک و دینامیک را داراست. محفظه استیل این حسگر در کنار قابلیت اعمال فشارهای مثبت و منفی برای سیستم امکان حسگری گازهای خورنده را نیز فرا این فراهم می آورد. همچنین استفاده از این محفظه (از جنس فلز که درون آن مانند قفس فارادی است) حسگر فراهم می آورد. همچنین استفاده از این محفظه (از جنس فلز که درون آن مانند قفس فارادی است) حسگر فراهم می آورد. همچنین استفاده از این محفظه (از جنس فلز که درون آن مانند قفس فارادی است) حسگر



شکل ۳–۱۱: سیستمهای اندازه گیری حسگری موجود در پارک علم و فناوری شاهرود. را در حالت کاملاً ایزوله از میدانهای مغناطیسی قرار می دهد که امکان رسیدن تا خلأهای بسیار بالا، قابلیت اندازه گیری پارامترهای ذاتی حسگر را در حالت کاملاً ایزوله فراهم می آورد. با استفاده از ورودیهای مختلف تعبیه شده بر روی سیستم امکان تزریق گاز به هر دو صورت استاتیک و دینامیک وجود دارد. قسمتهای مختلف این سیستم عبارتند از:

الف- محفظه حسگری با حجم ۲ لیتر.

ب- دریچه ورود و خروج گاز.

ج- سیستم کنترلی دقیق دما (PID).

د- گرم کننده الکتریکی: در محفظه حسگری گرماساز الکتریکی بر روی یک پایه نگهدارنده PTFE قرار داده شده است که نمونه بر روی آن قرار می گیرد. به دلیل رسانا بودن سطح گرماساز از اتصال الکتریکی حسگر با سطح جلوگیری به عمل می آوریم تا پاسخ اشتباه برای حسگر ثبت نگردد.

ذ- مولتی متر دیجیتال مدل Prova ۹۰۳ برای ثبت مقاومت الکتریکی لحظهای نمونه با قابلیت انتقال به

کامپیوتر و ثبت اطلاعات در نرمافزار موردنظر.

برای ورود گاز مورد نظر برای حسگری، با استفاده از یک سرنگ مقدار گاز موردنظر وارد محفظه حسگری میگردد.
فصل چهارم

کارهای آزمایشگاهی و آنالیز دادههای ساختاری، اپتیکی و حسگری

در این فصل به سنتز نانوذرات فریت منیزیم به دو روش سل-ژل خوداحتراقی و فرایند مایکروویو میپردازیم. سپس جزییات آزمایشگاهی و نتایج بهدستآمده از خواص ساختاری، اپتیکی و حسگری نمونهها با گازهای استون و LPG را موردبررسی قرار میدهیم.

۴-۲ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به دو روش سل-ژل خود احتراقی و مایکروویو در این کار نمونههای بهدستآمده در روش سل-ژل خوداحتراقی با علامت اختصاری S-G و نمونههای بهدستآمده در روش مایکروویو با علامت MW نامگذاری شدند.

مواد اوليه:

۱- در روش سل-ژل خوداحتراقی از نمک نیتراتهای فلزی بهعنوان منبع کاتیونها، اسیدسیتریک بهعنوان منبع منبع کاتیونها، اسیدسیتریک بهعنوان منبع سوخت و محلول آمونیاک (٪۲۵) بهعنوان تنظیم کننده pH استفاده شد.

۲- در روش مایکروویو از نمک نیتراتهای فلزی و اسید اوره استفاده کردیم.

خلوص تمامی مواد بالای ٪۹۹ و ساخت شرکت مرک آلمان بودند. همچنین از آب دوبار تقطیر بهعنوان حلال استفاده شد. در جدول ۴–۱ مشخصات مواد به کار رفته ذکر شده است.

نام ماده	نام/ترکیب شیمیایی	جرم مولی(g/mol)
نیترات آهن ۹ آبه	Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	4.2/90
نیترات منیزیم ۶ آبه	Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	۲۵۶/۴۱
اسیدسیتریک	$C_6H_8O_7$	510/18
اسيد اوره	CO(NH ₂) ₂	۶۰/۰۶

جدول ۴-۱: مواد اولیه استفاده شده در سنتز پودر نانوذرات فریت منیزیم.

۴–۳ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به روش سل-ژل خوداحتراقی و مشخصه یابی ساختاری و اپتیکی نمونهها

در سنتز به روش سل-ژل خود احتراقی ابتدا نیترات آهن ۹ آبه و نیترات منیزیم ۶ آبه را با نسبت مولی ۱:۲ در آب دوبار تقطیر حل کردیم و بر روی همزن مغناطیسی قرار دادیم. سپس اسیدسیتریک با نسبت مولی ٥/٠ برابر كل مول نيترات فلزات به تركيبات اضافه شد تا كامل حل شود. سپس محلول آبي آمونياك (٢٥٪) را قطر مقطره اضافه کردیم تا pH محلول به ۷/۱ و ۷/۳ (در ادامه توضیح میدهیم) برسد. همزن مغناطیسی با چرخش ثابت و در دمای $^{
m oC}$ ۶۵ برای هم زدن محلول استفاده شد. در این مرحله شاهد سل آلبالوییرنگ بودیم. پس از گذشت زمان رنگ محلول تا قهوهای سوخته و سپس به رنگ سیاه رسید تا اینکه بعد از گذشت زمان ۱۶ ساعت با تبخیر حلال شاهد ژل ضخیم به رنگ سیاه بودیم. این ژل ضخیم با احتراق خودبهخودی مواجه می شود که از یک نقطه شروع می شود و در سرتاسر ماده ادامه پیدا می کند و بر روی سطح آن شاهد نقاط زردرنگی ناشی از سوختن بودیم. در این مرحله ماده به رنگ قهوهای تیره درآمد. بهمنظور کامل شدن فرایند سوختن و خشک شدن ماده(از بین رفتن حلال) آن را در یک کوره الکتریکی با دمای $^{
m oc}$ ۱۳۰ به مدت ۱۲ ساعت قرار دادیم. بعد از فرایند خشکسازی ماده به رنگ قهوهای روشن درآمد. سپس ماده را که بهصورت جسمی سخت بود در هاون چینی ساییدیم تا بهصورت پودر درآید. این پودر را برای پیش بازپخت در دماهای ℃ ۵۰۰، ℃ ۶۰۰ و ℃ ۷۰۰ درون بوته ریخته و وارد کوره کردیم تا برخی ناکاملیهای ترکیبی و ساختاری از بین رود و فاز بلوری فریت منیزیم شکل بگیرد. آهنگ گرم و سرد شدن کوره ۵ درجه بر دقيقه انتخاب شد. در شكل ۴-۱ مراحل تهيه يودر نهايي از ابتدا به انتها نشان داده شده است. واكنش شیمیایی مواد اولیه در سنتز پودر نانوذرات فریت منیزیم بهصورت زیر است [۴۴]:

$$Mg(NO_3)_2 6H_2 O + 2Fe(NO_3)_3 9H_2 O + 5C_6 H_8 O_7 + 11O_2 \rightarrow$$

$$MgFe_2 O_4 + 4.5N_2 + 30CO_2 + 44H_2 O \qquad (1-f)$$



۲: ژل ضخیم در حال مشتعل شدن ۲: ساعاتی بعد و تبدیل شدن به رنگ سیاه ۱ . سُل آلبالویی



شكل ۴-۱: مراحل سنتز به روش سل-ژل خوداحتراقي.

۴-۳-۱ مطالعه طيف پراش اشعه ايکس نمونهها

همان طور که در بخش ۴–۳ گفته شد در روش سل-ژل پودرها را در دماهای C[°] ۵۰۰، C[°] و C[°] ۹۰۰ و C[°] ۹۰۰ بازی بازپخت نمودیم که به ترتیب با S-G600 که G500 و S-G600 تام گذاری می کنیم. برای مطالعه ساختاری از این پودرها طیف پراش اشعه ایکس گرفته شد که طیف XRD آنها در شکلهای ۴–۲، ۴–۳ و ۴–۴ برای نمونههای G500 که G500 و S-G600 در شرایط V-۳ بازم به ذکر است که نمونه S-G600 در شرایط V-۴ بازی PH=۷ و نمونههای S-G500 و S-G700 در شرایط ۳/۳ تهیه شدهاند.











شكل ۴-۴: طيف پراش اشعه ايكس نمونه S-G700.

 دمای کلسینه، اندازه بلورک نیز افزایش مییابد و بلورینگی ماده بهبود پیدا میکند [۵۸–۶۰]. همچنین مشاهده میشود با افزایش دمای کلسینه پارامتر ثابت شبکه نیز اندکی افزایش پیدا میکند.

نمونه	S-G500	S-G600	S-G700
اندازه بلورک از قله (۲۲۰) (nm)	78/84	۲۵/۵۳	21/11
اندازه بلورک از قله (۳۱۱) (nm)	26/17	51/15	۲۵/۹۵
اندازه بلورک از قله (۴۰۰) (nm)	۱۸/۸۲	१९/४१	۲۸/۱۵
اندازه بلورک از قله (۵۱۱) (nm)	19/48	۱٩/٩۵	51/55
اندازه بلورک از قله (۴۴۰) (nm)	۱۷/۵۷	۱۸/۳۱	۲۵/۴۰
میانگین اندازه بلورک (nm)	21/28	۲۰/۸۶	20/09
ثابت شبکه (nm)	•/٨٣٧	•/٨٣٨	•/829
فاصله دسته صفحات d ₃₁₁ (Å)	2/222+	7/5797	2/2201

جدول ۴-۲: پارامترهای محاسبه شده از طیف پراش اشعه ایکس نمونه های S-G600 ، S-G500 و S-G700.

۴-۳-۲ گاف اپتیکی نمونهها

به منظور بررسی گاف اپتیکی نمونه ها، طیف های جذب نمونه ها در بازه طول موجی MT ۸۰۰ – ۳۰۰ با استفاده از دستگاه UV-Visible اندازه گیری شدند. ابتدا مقدار ۰/۰۰۰۱ گرم از پود فریت منیزیم را در ۱۰ میلی لیتر آب دوبار تقطیر به مدت ۴۵ دقیقه در دستگاه اولتر اسونیک، پخش کردیم. نتایج مربوط به اندازه گیری جذب نمونه ها در شکل ۴–۵ نشان داده شده است. مقایسه طیف های جذب نشان می دهد که میزان جذب در نمونه S-G500 از سایر نمونه ها بیشتر است، اگرچه رفتار طیف جذب در بازه طول موجی اندازه گیری شده یکسان می باشد. افزایش ابعاد دانه ها می تواند باعث کاهش تعداد ذرات و در نتیجه کاهش قابل ملاحظه در میزان



شكل ۴-۵: طيفهاي جذب نمونههاي S-G600 & S-G500 و S-G700.

شدت جذب نمونهها گردد. با استفاده از رابطه (۳–۸) ضریب جذب α محاسبه شدند. در ادامه با استفاده از رابطه (۳–۷) و با اختیار کردن ۳=m نمودار ²(αhv) برحسب hv برای نمونهها رسم شدند. نتایج این بررسیها در شکل ۴–۶ در قسمتهای (الف)، (ب) و (ج) به ترتیب برای نمونههای G500 که G500 و G600 S-G600 در محارسیها در شکل ۴–۶ در قسمتهای (الف)، (ب) و (ج) به ترتیب برای نمونههای G500 که G500 در G500 در معادیر به بررسیها در شکل ۴–۶ در قسمتهای (الف)، (ب) و (ج) به ترتیب برای نمونههای G500 که G500 در G500 در معادیر به بررسیها در شکل ۴–۶ در قسمتهای (الف)، (ب) و (ج) به ترتیب برای نمونههای G500 که G500 در G500 در معادیر به در سیما در شکل ۴–۶ در قسمتهای (الف)، (ب) و (ج) به ترتیب برای نمونههای G500 در قده در معادیر به در سیما در شده است. مقادیر که نواری نمونهها در جدول ۴–۳ گزارش شده است. مقادیر به دست آمده برای گاف نواری نمونهها نشان می دهد که با افزایش دمای کلسینه گاف نواری از ۷۹ ۳/۸ در نمونه و می از کا ۳/۸ در نمونه و می دهد که با افزایش دمای کلسینه گاف نواری از ۷۹ ۳/۸ در نمونه دوم در مونه و می در نمونه و می در معان می دهد که با افزایش دمای کلسینه گاف نواری از ۷۹ ۳/۸ در نمونه دوم در و همکارانش مقدار گاف نواری ۷ ۹ ۱/۹ در است. گروه دوم ^۲ و همکارانش مقدار گاف نواری کا ۱/۹ و گروه شن^۲ و همکارانش مقدار گاف نواری کا ۱/۹ و کراه شری دول ۱ (۲۰ و کردها افزایش یافته است. ۱/۸ (۱۴] گزارش کردهاند. با افزایش دمای کلسینه مشاهده شد که اندازه بلورکها افزایش یافته است

`.Dom

۲.Shen



و دلیل افزایش گاف نواری با کاهش اندازه بلورک را می وان به اثر حبس کوانتومی ٔ نسبت داد.

شكل ۴-۶: گاف اپتيكي نمونههاي الف) S-G500، ب) S-G700، ج) S-G700.

S-G700 _s S-G600	نمونەھاي S-G500،	بتيكي محاسبهشده	۴-۳: مقادیر گاف ای	جدول
	<u> </u>		*	\cup ·

نمونه	S-G500	S-G600	S-G700
گاف اپتیکی (eV)	١/٨٣	١/٧۴	١/٧٠

^{&#}x27;.Quantum confinement

۴-۴ سنتز نانوذرات فریت منیزیم به روش مایکروویو و مشخصه یابی ساختاری

در سنتز به روش مایکروویو ابتدا نیترات فلزات آهن و منیزیم را با نسبت مولی ۲:۱ در مقدار مشخصی از آب دوبار تقطیر حل کرده و بر روی همزن مغناطیسی قرار دادیم. سپس اسید اوره به ترکیبات اضافه شد. همزن مغناطیسی با چرخش ثابت و در دمای ۲۰ ۵۷ نگه داشته شد. پس از هم زده شدن محلول را در یک دستگاه مایکروویو و در مرکز صفحه دایرهای آن قرار دادیم تا با تابش امواج ریز پودر موردنظر به دست آید. پودر بهدستآمده در دمای ۲۰ ۶۰۰ کلسینه شد که این نمونه MW600 نامگذاری شد. در شکل ۴-۷ مرحواره جزییات انجام این کار نشان داده شده است. طیف پراش اشعه ایکس این نمونه در شکل ۴-۸ نشان داده شده است. با استفاده از تحلیل طیف پراش ایکس نمونه، پارامترهای محاسبه شده از جمله اندازه بلورک، ثابت شبکه و فاصله دسته صفحات (۳۱۱) در جدول ۴-۴ گزارش شده است. تمامی قلههای طیف پراش XRD نمونه مربوط به فاز مکعبی فریت منیزیم با گروه فضایی (۲27)Fd3m



شكل ۴-۷: جزييات سنتز به روش مايكروويو نمونه MW600.

کارت استاندار ۰۳۹۸–۰۳۶-۰۰ مطابقت دارد. از تحلیل طیف پراش اشعه ایکس نمونه مشخص گردید میانگین اندازه بلورک محاسبه شده حدود ۱۲ nm و ثابت شبکه Å ۰/۸۳۸ می باشد.



شكل ۴-۸: طيف پراش اشعه ايكس نمونه MW600.

نمونه	MW600
اندازه بلورک از قله (۳۱۱) (nm)	۱۱/۰۸
اندازه بلورک از قله (۴۰۰) (nm)	17/97
اندازه بلورک از قله (۴۴۰) (nm)	۱۳/۲۸
میانگین اندازه بلورک (nm)	17/40
ثابت شبکه (nm) a	•/٨٣٨
فاصله دسته صفحات d ₃₁₁ (Å)	2/0289

جدول ۴-۴: پارامترهای محاسبه شده نمونه MW600 با استفاده از داده های طیف پراش اشعه ایکس.

۴–۵ مقایسه مطالعه ساختاری نمونهها در دو روش سنتز سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو برای مقایسه کلی بین روش سنتز سل ژل-خوداحتراقی و مایکروویو طیفهای پراش اشعه ایکس آنها در شکل ۴–۹ آمده است. همچنین تغییرات ثابت شبکه و میانگین اندازه بلورک نمونهها در شکل ۴–۱۰ رسم شده است. از مقایسه پهنای قله (β) مربوط به پراش از صفحات مشاهده می شود که تغییرات پهنا در نصف بیشینه به صورت زیر است:

β(MW600) > β(S-G600) > β(S-G500) > β(S-G700) و این نشان میدهد پهنای قله بیشتر دارای اندازه بلورک کمتر است.

همچنین در مقایسه بین نمونههای سنتز شده به روش سل-ژل مشاهده میکنیم که با افزایش دمای



شکل ۴-۹: مقایسه طیف پراش اشعه ایکس نمونههای سنتز شده به روش سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو.



سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو.

کلسینه، قلهها حدود ^۰/۷ به سمت چپ جابجا شدهاند. با توجه به رابطه (۳–۱) جابجایی به سمت چپ (یعنی زاویه کوچکتر)، نشاندهنده افزایش فاصله دسته صفحات میباشد. نتایج گزارش شده در جدول ۴–۲ این افزایش را با افزایش دمای کلسینه نمونهها نشان میدهد. نمونه سنتز شده به روش مایکروویو در دمای ^O ۶۰۰ کلسینه شده است که اندازه بلورک کمتری نسبت به نمونه سنتز شده به روش سل-ژل و کلسینه شده در دمای ^O ۶۰۰ دارد. دمای کلسینه یکی از پارامترهایی است که در حسگری نقش مهمی دارد و اندازه دانه کمتر برای عملیات حسگری مناسبتر است. بنابراین از دو نمونه (۵۰ MW600 و ۲۰ MW600 برای حسگری گازهای استون و LPG استفاده شد که در ادامه به نتایج آن اشاره خواهیم کرد.

۴-۶ بررسی تصاویر SEM نمونههای S-G600 و MW600

تصاویر SEM تهیهشده از نمونه قرصهای S-G600 و MW600 در شکل ۴–۱۱ نشان داده شده است. بررسی این تصاویر نشان میدهد که نانوذرات فریت منیزیم به صورت کلوخهای و شبه کروی رشد یافتهاند و توزیع ذرات تقریباً یکنواخت است و پوشش سطح در هردو نمونه تقریباً همسان میباشد. همچنین مشاهده میشود تخلخل نمونه رشد داده شده به روش مایکروویو (MW600) کمی بیشتر از نمونه رشد داده شده به روش سل-ژل (S-G600) میباشد. بررسیها نشان داد که اندازه دانهها در نمونه S-G600 بین ۳۵ mm تا ۵۵ nm و در نمونه MW600 بین ۲۵ nm تا ۴۰ nm



شکل ۴–۱۱: (الف) و (ب) به ترتیب تصاویر SEM نمونه S-G600 با مقیاس ۱ μm و ۵۰۰ nm. (ج) و (د) به ترتیب تصاویر SEM نمونه MW600 با مقیاس ۱ μm و ۵۰۰ nm.

۴-۴ فرایند حسگری گازهای استون و LPG از نانوذرات فریت منیزیم

به منظور بررسی و اندازه گیری حسگری از قرصهای ساخته شده ی S-G600 و MW600، برای محاسبه داده های مقاومت بر حسب دما در حضور و غیاب گاز کاهنده از سیستم مشخصه یابی حسگری استفاده شد. گازهای استون و LPG از نوع گاز کاهنده می باشند. همان طور که در فصل دوم گفته شد، به طور کلی واکنش گاز کاهنده با اکسیژن جذبی سطح حسگر به صورت زیر می باشد:

$$R_{(gas)} \rightleftharpoons R_{(ads)} \tag{9-7}$$

$$R_{(ads)} + O_{(ads)}^{-} \rightleftharpoons RO_{(ads)} + e^{-}$$
 (1.-7)

که در آن (R_{(ads} گاز کاهنده، O_{(ads}) اکسیژن جذبی و e هم الکترون آزاد است.

حساسیت یا پاسخ حسگر برحسب رابطه زیر بیان می شود [۴۸]:

$$S(\%) = \frac{\Delta R}{R_{air}} \times 100 = \frac{|R_{air} - R_{gas}|}{R_{air}} \times 100$$
 (1-

۴)

که در آن R_{ai} و R_{gas} به ترتیب برابر با مقاومت حسگر در غیاب گاز (مقاومت حسگر در هوا) و مقاومت حسگر در حضور گاز کاهنده می باشد. با استفاده از رابطه (۴–۱) منحنی حساسیت بر حسب زمان برای نمونههای S-G600 و MW600 به دست آمد.

نمونههای پودری S-G600 و MW600 بهمنظور آمادهسازیشان برای انجام عملیات حسگری ابتدا با استفاده از چسب PVA بهصورت قرص درآمدند. برای این منظور ابتدا مقدار ۱۰ گرم از پودر پلی وینیل الکل را در ۹۰ میلیلیتر آب دوبار تقطیر بر روی هم زن مغناطیسی در دمای C^o ۶۰ حل کردیم تا چسب آماده شود. سپس مقدار ۰/۶۵ گرم از نمونه پودر را با چند قطره PVA مخلوط کرده و در قالب موردنظر ریخته و تحت فشار ton/cm² نمونه های پودری را به قرص تبدیل کردیم. سپس قرص ساخته شده به منظور از بین بردن نقص ساختاری ایجاد شده ناشی از فشار پرس در دمای C⁰ ۶۰۰ به مدت ۳ ساعت باز پخت شدند. پس از انجام باز پخت نمونه برای تبدیل قرص ها به یک قطعه حسگری با استفاده از روش کندو پاش الکترود گذاری طلا در دو طرف نمونه ها انجام شدند. فاصله بین دو الکترود ۵ سانتیمتر انتخاب شد. سپس با سیم های مسی و چسب نقره بر روی مکان الکترود گذاری شده اتصالات موردنظر برقرار شدند. اکنون قطعه حسگری آماده اندازه گیری های حسگری با گازهای استون و LPG است.

استون دارای فرمول شیمیایی CO₂(CH₃) میباشد که مایعی با بوی مشخص، بیرنگ، فرار، آتش گیر، با جرم مولى ۵۸/۰۸ g.mol⁻¹، نقطه ذوب C° ۹۴/۷°-، نقطهجوش C° ۵۶/۰۵، نقطه اشتعال C° ۲۰- بوده که بهعنوان حلال بکار می ود و قابلیت حل شدن در آب ⊣تانول ⊣یزوپروپانول را دارد و همچنین در دمای ۲۰ °C تبخیر میشود. نوشیدن حجم بالایی از آن، سبب بیهوشی و آسیب به مخاط دهانی میشود. در اثر $^\circ\mathrm{C}$ تماس با پوست باعث سوزش، تحریک پوست و صدمه زدن به آن می شود. بررسی های انجام شده روی حیوانات آزمایشگاهی نشان میدهد که تنفس استون و قرار گرفتن در معرض آن بهصورت طولانیمدت باعث آسیبهای کلیوی، کبدی، صدمه به دستگاه عصبی، نقصهای مادرزادی و پائین آمدن قدرت باروری در جنس نر می شود. یکی از کاربردهای حسگری استون تعیین میزان قند خون بیماران دیابتی به کمک اندازه گیری غلظت استون از بازدم آنها است. بخش عمدهای از هوای بازدم انسان شامل نیتروژن، اکسیژن، دیاکسید کربن، آب و گازهای بیاثر است. با این حال، تعدادی گازهای فرار معمولی همچون استون، اتان و اتانول نیز در آن وجود دارد. تحقیقات نشان داده که میزان اتانول و استون بازدم رابطه زیادی با مقدار قند خون دارد. میانگین غلظت استون در بازدم یک انسان سالم ۳۵ ppm ۰/۸۵ ppm است که این میزان در افراد دیابتی به بیش از ۲ ppm تا ۲/۵ ppm می سد. واکنش سطح حسگر با گاز کاهنده استون به صورت زیر میباشد [۴۴]: $CH_3COCH_3 + 80^- \rightarrow 3CO_2 + 3H_2O + 8e^-$ (Y-F)

$$C_n H_{n+2} + 20^- \rightarrow H_2 0 + C_n H_{2n:0} + e^-$$
 (°-*)

$$C_n H_{2n:0} + 0^- \to CO_2 + H_2 O + e^-$$
 (f-f)

$$C_4H_{10} + 130^- \rightarrow 4CO_2 + 5H_2O + 13e^-$$
 ($\Delta-F$)

گونه کاهنده هیدروژن موجود در مولکولهای پروپان و بوتان با اتمهای کربن پیوند برقرار کرده است، بنابراین واکنش سطح با گاز کاهنده را شاهد خواهیم بود.

۸-۴ نحوه اندازهگیری غلظت (ppm) گازها

ازآنجاکه حجم محفظه حسگری ۲ لیتر(m³ ۲۰۰×۲) میباشد، برای تعیین غلظت گاز یا همان ppm از رابطه (۴-۴) استفاده شد.

ppm ppm =
$$\frac{V_{gas}}{V_{gas}+V_{air}} \times 10^6 \approx \frac{V_{gas}}{V_{air}} \times 10^6$$
 (۶-۴)

که در آن ${
m V}_{
m gas}$ حجم گاز در حالت بخار و ${
m V}_{
m air}$ حجم هوای محفظه میباشد.

گاز LPG استفاده شده از رابطه (۴-۴) تبعیت میکند. اما برای محاسبه غلظت استون که در حالت مایع است ابتدا با استفاده از معادله گازهای ایده آل رابطهای بین جرم مایع استون و غلظت آن مشخص می شود:

$$PV = nRT$$
, $n = \frac{m}{M}$ (Y-F)

که در آن P فشار و معادل $P = 10^{\circ} Pa$ مقدار مول مایع، m جرم مایع، M جرم مولکولی استون $N = 0.5 \, {\rm m}$ معادل $P = 0.5 \, {\rm m}$ مایع، M جرم مایع، M جرم مولکولی استون جرم $M = 0.5 \, {\rm m}$ مایع ماده موردنظر می توان به حجم اشغالی آن در محفظه پی برد [۶۶ $-9.5 \, {\rm m}$].

به عنوان مثال برای غلظت ۲۰۰۰ ppm استون داریم:

$$V_g = 2000(ppm) \times 2 \times 10^{-3} (m^3) \times 10^{-6} = 0.4 \times 10^{-5} (m^3)$$
این حجم اشغالی بخار استون در داخل محفظه است ولی ازآنجاییکه از استون در حالت مایع استفاده
میشود باید جرم مایع متناظر با این حجم اشغالی را به دست آوریم:

$$n = {10^5 (Pa) \times 0.4 \times 10^{-5} (m^3) \over 8.314 (j. mol^{-1}. K^{-1}) \times 300 (K)} = 0.00016 (mol)$$
به این ترتیب با توجه به $m = {m \over M}$ ، مقدار گرم ماده استون را که متناظر با ۲۰۰۰ ppm میباشد به دست

 $m = 0.00016 (mol) \times 58.08 (g. mol^{-1}) = 0.0092 gram$

پس مقدار ۰/۰۰۹۲ گرم استون معادل ۲۰۰۰ ppm گاز از این ماده خواهد بود.

۴-۹ نتایج حاصل از حسگری فریت منیزیم برای نمونههای S-G600 و MW600

از دو نمونه S-G600 و MW600 برای اندازه گیری حسگری نسبت به دو گاز استون و LPG استفاده شد. اندازه گیری ها را برای دماهای متفاوت ۱۵۰، ۲۰۰، ۲۵۰، ۲۵۰، ۳۵۰ (درجه سانتی گراد) و با غلظتهای متفاوت ۵۰۰، ۱۰۰۰، ۱۵۰۰، ۲۵۰۰، ۲۵۰۰ و ۴۵۰۰ (ppm) از گازهای موردنظر انجام شدند. دقت اندازه گیری غلظت گازهای حسگری حدود ppm ۵۰± بود. دو سر اتصال قرص ها به یک مولتی متر دیجیتال برای ثبت داده ها متصل شدند. قبل از ورود گاز محفظه هیچ گونه نشتی ندارد و در هر دمای کاری ۲۰ دقیقه صبر کردیم تا مقاومت الکتریکی پایدار شود. این مقاومتهای الکتریکی از طریق مولتی متری که به کامپیوتر صبر کردیم تا مقاومت الکتریکی پایدار شود. این مقاومتهای الکتریکی از طریق مولتی متری که به کامپیوتر متصل است توسط نرمافزار ثبت شدند. سپس گاز موردنظر را از طریق سرنگ وارد محفظه کردیم. با ورود که از نوع گاز کاهنده می المان حسگری تغییر می کند. مقاومت الکتریکی حسگر با ورود گازهای استون و LPG کاه میافته پایدار می شود که این بیشینه پاسخ حسگر می باشد. سپس محفظه برای خروج گاز روزنه محفظه باز می شود و با خارج شدن گاز از سطح حسگر، مقاومت به حالت پایه نزدیک می گردد. برای خروج کامل گاز بهمنظور آزمایش بعدی، حسگر را به مدت ۲۰ دقیقه در دمای C^{on} بالاتر از دمای کار فعلی قرار داده و سپس آزمایش بعدی، را شروع کردیم.

به عنوان مثالی از نحوه محاسبه، شکل ۴–۱۲ رفتار تغییرات مقاومت المان حسگری نمونه MW600 را در حضور ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دمای ^C ۲۵۰ نشان میدهد. سایر پارامترهای حسگری نیز در این شکل نشان داده شده است. برای محاسبه پارامتر زمان پاسخ و زمان برگشت، همانطور که در فصل دوم اشاره شد زمان پاسخ (بازگشت) را جایی انتخاب میکنیم که مقاومت حسگر از ۲۰/ (۹۰/) پاسخ به ۹۰/ (۲۰/) پاسخ در حضور (قطع) گاز برسد.



شکل ۴-۱۲: رفتار دینامیکی مقاومت حسگر MW600 در حضور گاز استون و نمایش پارامترهای حسگری.

۴–۹–۱ نتایج حاصل از حسگری گاز استون

۴-۹-۱-۱ دمای کار بهینه

به منظور یافتن دمای کار بهینه حسگرها آنها را در دمای بین C^o ۱۵۰ تا C^o ۳۵۰ با گام دمایی C^o ۵۰ ب تحت غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز استون قرار دادیم و دادههای مقاومت الکتریکی شان را بر حسب زمان ثبت و با استفاده از رابطه (۴–۱) حساسیت حسگرها را محاسبه کردیم.

در شکل ۴–۱۳ نحوه تغییرات حساسیت برحسب دما برای هر دو حسگر نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می کنید تا دمای ^C ۲۵۰ پاسخ هر دو حسگر رو به افزایش است. از دمای ^C ۲۵۰ به بعد پاسخ حسگر G600-S کاهش می یابد ولی برای حسگر MW600 تا دمای ^C ۳۰۰ پاسخ افزایش و بعد از دمای ^C ۳۰۰ پاسخ آن کاهش می یابد. دمای بهینه برای حسگرها آنجایی تعریف می شود که به ازای آن دما بیشینه پاسخ را از حسگر داشته باشیم. نتایج به دست آمده نشان دادند که دمای کار بهینه برای حسگر G600-S، ^C ۲۵۰ و برای حسگر MW600 برابر ^C ۳۰۰ می باشد. نمودار دینامیکی تغییرات لحظهای حساسیت حسگر به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دماهای متفاوت برای هر دو حسگر S-G600 و MW600 را به ترتیب در شکل ۴–۱۴ و ۴–۱۵ نشان داده شده است. نتایج به دست آمده از پاسخ حسگرها به ازای غلظت ۱۵۰۰ ppm از گاز استون در دماهای متفاوت در جدول ۴–۵ و ۴–۶ گزارش شده است.



شکل ۴-۱۳: تغییرات حساسیت بر حسب دما برای حسگر S-G600 و MW600 به ازای غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز استون.



شکل ۴-۱۴: نمودار پاسخ حسگر S-G600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دماهای متفاوت برحسب زمان.



شکل ۴-۱۵: نمودار پاسخ حسگر MW600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز استون در دماهای متفاوت برحسب زمان.

دما (C ⁰)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
10.	4/8	٨٠	٣
۲۰۰	۲۶/۳	١	٣
۲۵۰	۵۸	۷۵	۴
۳۰۰	۵۶/۱۱	۱۰۰	٣/۵
۳۵۰	۵۳/۹	1	۴/۵

جدول ۴-۵: نتایج حاصل از حسگری S-G600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز استون.

جدول ۴-۶: نتایج حاصل از حسگری MW600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز استون.

e , , ,	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	, , ,	
دما (C ⁰)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
10.	٧/٩	14.	۴
۲۰۰	۳۳/۹	11.	۴
۲۵۰	۵۴	17.	٣
۳۰۰	80/8	۶۰	۴
۳۵۰	87	18.	۴

از مقایسه نتایج به دست آمده مشاهده می شود که دمای کار کمتر (^C^o ۲۵۰) مربوط به حسگر ساخته شده به روش سل-ژل است. هرچند نمونه سنتز شده به روش مایکروویو در دمای کار بالاتر یعنی ^C^o ۳۰۰ حساسیت بیشتری نسبت به نمونه سنتز شده به روش سل-ژل دارد. از آنجایی که زمان پاسخ و زمان بازگشت از پارامترهای مهم در حسگری می باشند، زمان کمتر این دو پارامتر مؤید بهتر بودن المان حسگری است. مشاهده شد که زمان پاسخ و بازگشت نمونه می می باشند، زمان کمتر این دو پارامتر مؤید بهتر بودن المان حسگری است. مشاهده شد که زمان پاسخ و بازگشت نمونه می می باشند، زمان کمتر این دو پارامتر مؤید بهتر بودن المان حسگری است. مشاهده شد که زمان پاسخ و بازگشت نمونه S-G600 بهتر از نمونه MW600 می باشد هرچند حساسیت حسگر نمونه MW600 می باشد می باشد می باشد.

پاتیل و همکارانش [۶۷] در گزارشی با روش سل-ژل خوداحتراقی و با استفاده از سوخت گلایسین، فریت منیزیم تولید کردند و نمونه قرصها را در دماهای ℃ ۲۰۰ و ℃ ۹۰۰ بازپخت نمودند و به بررسی خواص حسگری نمونهها پرداختند. در شکل ۴–۱۶ حساسیت نمونهها به ppm ۲۰۰۰ غلظت از گازهای متفاوت را مشاهده می کنید. برای نمونه ℃ ۲۰۰ دمای کار حسگری گاز استون را ℃ ۳۲۵ و برای نمونه ℃ دمای کار حسگری گاز استون را ℃ ۳۵۰ گزارش کردند. در این پایاننامه دمای کار حسگری نمونههای ساخته شده نسبت به گاز استون را ℃



شكل ۴-19: الف) حساسيت بر حسب دما نمونه ℃ ٧٠٠، ب) حساسيت بر حسب دما نمونه ℃ ٩٠٠ [۶۵].

منزله بهبود دمای کار باشد. تفاوت کار انجامشده در این پایاننامه با گزارش آنها در نوع سوخت، نسبت سوخت به نیترات، دمای بازپخت و میزان فشار در مرحله قرص سازی میباشد.

همانطور که در بخش ۲-۷-۱ گفته شد، پاتیل و همکارانش در گزارشی دیگر به بررسی خواص حسگری فریت منیزیم پرداختند. در شکل ۲-۵ مشاهده میشود که دمای کار حسگری با گاز استون برای نمونه کلسینه شده در دمای ۲[°] ۲۰۰ را ۲[°] ۲۲۵ و برای نمونه کلسینه شده در دمای ۲[°] ۹۰۰ را ۲[°] ۳۵۰ گزارش کردهاند. نمونه ساخته شده در این پایان نامه در دمای ۲[°] ۶۰۰ کلسینه شد و دمای کار بهینه آن را حدود ۲۵[°] ۲۵۰ گزارش کردیم که اندکی بیشتر از گزارش دمای کار حسگری با گاز استون نمونه کلسینه شده در دمای ۲[°] ۲۵۰ گزارش آن ها می باشد. تفاوت کار انجام شده در این پایان نامه با گزارش آن ها در نسبت سوخت به نیترات، دمای باز پخت و میزان فشار در مرحله قرص سازی می باشد.

۴–۹–۱–۲ حساسیت نمونهها با تغییر غلظت گاز استون

در مرحله بعد در دماهای کار ^O° ۲۵۰ و ^O° ۳۰۰ که به ترتیب برای نمونههای G600 و دادههای مربوطه ثبت دست آمدند، غلظتهای متفاوت گاز استون از MW600 تا ۴۵۰۰ ppm اعمال و دادههای مربوطه ثبت گردیدند. شکلهای ۴–۱۷ و ۴–۱۸ به ترتیب نشاندهندهی حساسیت حسگرهای G600 و MW600 به ازای غلظتهای متفاوت گاز استون بر حسب زمان و شکل ۴–۱۹ مقایسه بین این دو حسگر بر حسب حساسیت نسبت به غلظت گاز استون نشان میدهند. بررسی این نتایج نشان دادند که با افزایش غلظت گاز حساسیت حسگرها افزایش پیدا می کند و این افزایش حساسیت تا جایی ادامه می یابد که سطح حسگر مملو از گاز شده باشد و بعد از آن با افزایش غلظت پاسخ حسگر به اشباع رسیده و مقدار ناچیزی افزایش در حساسیت را شاهد خواهیم بود. همچنین مشاهده گردید که پاسخ حسگر MW600 به ازای تغییر غلظت گاز در مقایسه با نمونه G600 - 8 بهتر است. در جدولهای ۴–۷ و ۴–۸ خلاصه نتایج حسگری از حساسیت دو نمونه با تغییر غلظت گاز استون در دمای کار ^O MW600 گزارش شده است. نتایج گزارش شده مشخص گردید که زمان پاسخ و زمان بازگشت بهتر مربوط به نمونه S-G600 میباشد هرچند نمونه MW600 حساسیت بیشتری نسبت به یک غلظت معین از گاز



شکل ۴-۱۷: حساسیت حسگر S-G600 در دمای کار ℃ ۲۵۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز استون.



شکل ۴–۱۸: حساسیت حسگر MW600 در دمای کار $^{\circ}$ ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز استون.

استون در مقایسه با نمونه S-G600 دارد و این میتواند به دلایلی همچون دمای کار بالاتر، تخلخل بالاتر و اندازه دانههای کوچکتر (طبق تصاویر SEM) نمونه MW600 باشد. زمان بازگشت بیشتر نمونه MW600 نسبت به نمونه S-G600 میتواند به دلیل تخلخل بالاتر آن میباشد که در تخلخل بیشتر گاز نفوذ بیشتری در سطح ماده داشته و زمان بیشتری صرف میشود تا از آن خارج گردد.



شکل ۴-۱۹: مقایسه حساسیت دو نمونه حسگر S-G600 و MW600 در غلظتهای متفاوت از گاز استون.

=			= =
غلظت (ppm)	بیشینه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۵۰۰	Y &/Y	٧٠	٣
۱۰۰۰	۴۹	٨۵	٣
10	۵۸	۷۵	۴
۲۵۰۰	۲۸/۹	۶.	٣/۵
۳۵۰۰	۸۲/۸	٧.	٣/۵
40	٨۶/٣	۷۵	۵

جدول ۴-۷: نتیجه پاسخ حسگری نمونه S-G600 با تغییر غلظت گاز استون در دمای کار °C ۲۵۰.

		, ., .	
غلظت (ppm)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۵۰۰	۳۰/۹	٩٠	۴
۱۰۰۰	۵۶/۹	١	۴
10	80/8	۶.	۴
20	۸۱/۳	٧٠	۵
۳۵۰۰	٨۴/٨	۷۵	۶/۵

جدول ۴–۸: نتیجه پاسخ حسگری نمونه MW600 با تغییر غلظت گاز استون در دمای کار ^{°C} ۳۰۰.

۲-۹-۴ نتایج حاصل از حسگری گاز LPG

۴-۹-۲-۱ دمای کار بهینه

برای دو نمونه المان حسگری S-G600 و MW600 به منظور یافتن دمای کار بهینه آنها با گرمادهی از ۱۵۰۰ ۲۰ موام المان حسگری ۵۰ ۵۰ (با گام دمایی ۲۰ ۵۰)، تغییرات لحظه ای مقاومت الکتریکی شان را تحت غلظت ۱۵۰۰ (ppm از گاز LPG ثبت و با استفاده از رابطه (۱–۱) حساسیت حسگرها را محاسبه کردیم. در شکل ۴-۲۰



شکل ۴–۲۰: تغییرات حساسیت بر حسب دما برای حسگرهای S-G600 و MW600 به ازای غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز LPG

تغییرات حساسیت بر حسب دما برای هر دو حسگر آمده است. همان طور که مشاهده می شود تا دمای ۳۰۰ ^C پاسخ هر دو حسگر رو به افزایش است و پس از دمای ^C⁰ ۳۰۰ پاسخ آنها کاهش می یابد. بیشینه پاسخ هر دو حسگر در دمای ^C⁰ ۳۰۰ می باشد که این دما را به عنوان دمای کار حسگری هر دو نمونه انتخاب کردیم. نمودار دینامیکی تغییرات لحظه ای حساسیت المان حسگری به ازای غلظت TON و ۲۰۰ گاز LPG کردیم. نمودار دینامیکی تغییرات لحظه ای حساسیت المان حسگری به ازای غلظت TON و ۲۰۰ گاز LPG کردیم. نمودار دینامیکی تغییرات لحظه ای حساسیت المان حسگری به ازای غلظت TON و ۲۰۰ گاز LPG کردیم. نمودار دینامیکی تغییرات لحظه ای حساسیت المان حسگری به ازای غلظت TON و ۲۰۰ و ۲۰۰۴ نشان در دماهای متفاوت برای هر دو حسگر G600 و MW600 به ترتیب در شکلهای ۲۰۴ و ۲۰۱۴ و ۲۰۱۴ نشان متفاوت در جدول ۲۰۹ و ۲۰۱۴ گزارش شده است. از نتایج به دست آمده مشخص گردید که نمونه سنتز منفونه سنتز شده به روش سل-ژل دارد و همچنین این منفونه زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتری نسبت به نمونه سنتز شده به روش سل-ژل دارد و همچنین این نمونه زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتری نسبت به نمونه سنتز شده به روش سل-ژل دارد و همچنین این به در نمونه زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتری نسبت به نمونه سنتز شده به بروش سل-ژل دارد و همچنین این به دلیل تخلخل بالاتر و اندازه دانههای کوچکتر آن می باشد که به سبب آن سطح مؤثر تماس (نسبت سطح به دلیل تخلخل بالاتر و اندازه دانههای کوچکتر آن می باشد که به سبب آن سطح مؤثر تماس (نسبت سطح به دلیل تخلخل بالاتر و اندازه دانههای کوچکتر آن می باشد که به سبب آن سطح مؤثر تماس (نسبت مطح به در بی) با گاز افزایش یافته و در پی آن حالتهای سطحی بیشتری(وابسته به تهی جاهای اکسیژن)



شکل ۴-۲۱: نمودار پاسخ حسگر S-G600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز LPG در دماهای متفاوت بر حسب زمان.



شکل ۴-۲۲: نمودار پاسخ حسگر MW600 به ازای ۱۵۰۰ ppm گاز LPG در دماهای متفاوت بر حسب زمان.

			=
دما (⁰ C)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۱۵۰	٧/٣	۱۱۵	۵/۵
۲۰۰	344	17.	۶
۲۵۰	$\Delta V / \lambda$	11.	۵
٣٠٠	۲۲/۴	٩۵	۴/۵
۳۵۰	87/4	٨۵	۴

جدول ۴-۹: نتایج حاصل از حسگری S-G600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز LPG.

جدول ۴-۱۰: نتایج حاصل از حسگری MW600 در دماهای متفاوت نسبت به ۱۵۰۰ ppm غلظت از گاز LPG.

دما (⁰ C)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۱۵۰	818	17.	۶
۲۰۰	٣٩/٩	11.	۵
۲۵۰	87/8	٩۵	٣/۵
٣٠٠	¥¥/¥	٩٠	٣/۵
۳۵۰	۶۸/۹	٨٠	٣

همانطور که در شکل ۴–۱۶ از بخش ۴–۹–۱–۱ مشاهده می شود، پاتیل و همکارانش دمای کار حسگری نمونههای ۲۰ ۷۰۰ و ۲۰ ۹۰۰ را نسبت به گاز LPG به ترتیب ۲۰ ۴۰۰ و ۲۰ ۴۲۵ گزارش کردند. دمای کار حسگری نمونههای S-G600 و MW600 نسبت به گاز LPG حدود ۲۰ ۳۰۰ می باشد و کمتر از گزارشی است که پاتیل و همکارانش ارائه دادهاند که این بهبودی در دمای کار بهینه حسگری با گاز LPG در این پایان نامه می باشد.

داراشان و همکارانش [۴۴] در گزارشی با روش سنتز نمک مذاب و افزودن ناخالصی پالادیم، فریت منیزیم تولید کردند و پودر را در دمای ^C^O ۷۰۰ کلسینه نمودند و سپس قرص ساختهشده را در دمای ^C^O ۹۰۰ بازپخت کردند و به بررسی خواص حسگری نمونهها پرداختند. شکل ۴–۲۳ دمای کار حسگری فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم را به ازای ۲۰۰ ppm غلظت از گاز LPG را نشان میدهد. آنها دمای کار فریت منیزیم خالص را ^O ۳۵۰ گزارش کردند که با افزودن ناخالصی دمای کار کاهش پیدا می کند. بازهم مشاهده منیزیم منیزیم خالص را کار گزارش شده در این پایانامه کمتر از گزارشی است که آنها ارائه دادهاند. زمان پاسخ



شکل ۴-۲۲: دمای کار حسگری فریت منیزیم خالص و آلاییده با پالادیم [۴۲].

فریت منیزیم خالص را در دمای C^o ۲۰۰ حدود ۵ ثانیه و زمان بازگشت آن را ۵ دقیقه گزارش کردهاند. در این پایاننامه در دمای C^o ۲۰۰ و غلظت ۱۵۰۰ ppm گاز LPG زمان پاسخ به طور میانگین ۱۱۰ ثانیه و زمان بازگشت بین ۵ تا ۶ دقیقه در هر دو نمونه گزارش شده است. از آنجایی که غلظت گاز اعمالی در این پایاننامه بیشتر از گزارش آنها میباشد قادر به مقایسه پارامتر زمان پاسخ نیستیم. با این حال در مقایسهای بین پارامتر زمان بازگشت میتوان دید که زمان بازگشت نمونه ی ساخته شده در این پایان نامه، با توجه به غلظت بررسی شده بهبود یافته است. تفاوت کار انجام شده در این پایاننامه با گزارش آنها در روش سنتز و

گادبل^۱ و همکارانش [۶۸] در گزارشی با استفاده از روش سنتز سل-ژل خوداحتراقی و با استفاده از سوخت گلایسین و نسبتهای سوخت به نیترات ۰/۵ (نمونه M1)، ۰/۶۶ (نمونه M2)، ۰/۸۳ (نمونه M3) و ۱ (نمونه M4) فریت منیزیم نوع-P تولید کردند و به بررسی خواص حسگری نمونهها پرداختند. شکل ۴-۲۴ حساسیت بر حسب دمای نمونهها را در غلظت ۵ ppm از گاز LPG نشان میدهد. آنها در این کار کاهش



شكل ۴-۲۴: پاسخ نمونههای M3 ،M2 و M4 به ppm ۵ گاز LPG [۶۶].

[\].R.V. Godbole

دمای کار را با افزایش نسبت سوخت گزارش کردند. دمای کار برای نمونه M4 حدود C^o ۲۵۰ در کار آنها گزارش شد که در توافق با دمای کار نمونه S-G600 سنتز شده به روش سل-ژل در این پایاننامه است، اگرچه سوخت مورداستفاده در این پایاننامه اسیدسیتریک و با نسبت مولی ۰/۵ برابر کل مول نیترات میباشد که نسبت کوچکتری است. تفاوت پروژه انجامشده در این پایاننامه با گزارش آنها در نوع سوخت، نسبت سوخت به نیترات و دمای کلسینه میباشد.

4-9-۲-۲ حساسیت نمونه ها با تغییر غلظت گاز LPG

در این مرحله در دمای کار C^o ۲۰۰ غلظتهای متفاوتی از ۵۰۰ ppm تا ۵۰۰ تا LPG گاز LPG به دو نمونه المان حسگری S-G600 و MW600 اعمال و دادههای مربوطه ثبت شدند. در شکلهای ۴–۲۵ و ۲۶-۴ به ترتیب برای نمونههای S-G600 و MW600 نمودار حساسیت بر حسب زمان به ازای غلظتهای متفاوت گاز LPG نشان داده شده است. در شکل ۴–۲۷ مقایسه تغییرات حساسیت بر حسب غلظت گاز برای هر دو نمونه المان حسگری آمده است. نتایج حاصل از حسگری گاز LPG اعم از بیشینه حساسیت،



شکل $^{\circ}$ -۲۵: حساسیت حسگر S-G600 در دمای کار $^{\circ}$ ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز LPG.

زمان پاسخ و زمان بازگشت برای دو نمونه المان حسگری در جدولهای ۴–۱۱ و ۴–۱۲ گزارش شده است. نتایج به دست آمده نشان میدهند که با افزایش غلظت گاز حساسیت نیز تا جایی که سطح حسگر مملو از



شکل ۴-۲۶: حساسیت حسگر MW600 در دمای کار ℃ ۳۰۰ به ازای غلظتهای متفاوت گاز LPG.



شکل ۴-۲۷: مقایسه حساسیت دو نمونه حسگر S-G600 و MW600 به ازای غلظتهای متفاوت از گاز LPG در دمای $^{\circ}$ ۲۷- ۴. کار $^{\circ}$ ۲۰۰ .

گاز شده و حالت اشباع اتفاق می افتد، افزایش می یابد. از مقایسه نتایج گزارش شده مشاهده می شود که با تغییر غلظت، حسگر MW600 از حساسیت بالاتری برخوردار بوده و از زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتری برخوردار است.

غلظت (ppm)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۵۰۰	377/8	110	٣
۱۰۰۰	۵۹/۸	۱۰۰	٣/۵
10	٧٢/۴	٩۵	۴/۵
۲۵۰۰	νλ/۵	٩٠	۵
۳۵۰۰	٨۴/٧	۷۵	Δ/Δ
40	٨۶/۴	۶۵	٧

جدول ۴-۱۱: نتیجه پاسخ حسگری نمونه S-G600 با تغییر غلظت گاز LPG در دمای کار ℃ ۳۰۰.

غلظت (ppm)	بيشينه پاسخ حسگر(٪)	زمان پاسخ (ثانیه)	زمان بازگشت (دقیقه)
۵۰۰	41/9	١	۲/۵
١٠٠٠	۶۲/۸	٩۵	٣
10	YY/Y	٩٠	٣/۵
۲۵۰۰	۸۳/۷	٧٠	۴/۵
۳۵۰۰	٨٩/۶	۶۵	۵
40	۹۱/۵	۶.	۶/۵

جدول ۴–۱۲: نتیجه پاسخ حسگری نمونه MW600 با تغییر غلظت گاز LPG در دمای کار ^{°C} ۳۰۰.

LPG بحث و نتیجه گیری حسگری نمونه ها با دو گاز استون و

مکانیسم پاسخ به گاز حسگری برای فریت منیزیم بر پایه نوع "سطح-کنترل شده" است که تغییرات در مقاومت الکتریکی نمونه توسط گونههای اکسیژن جذب شیمیایی شده کنترل می شود. برهمکنش گونه گاز احیاکننده با اکسیژن جذبی باعث آزادسازی الکترون گیر افتاده و در نتیجه باعث افزایش چگالی حاملهای

بار در نوار رسانش شده و مقاومت الکتریکی در پی آن کاهش مییابد که این را بهعنوان پاسخ حسگر تعریف می کنیم. در شکل ۴-۲۸ یک مقایسه کلی حسگری بین گازهای استون و LPG برای هر دو نمونه المان حسگری نشان داده شده است. در قسمت مربوط به دمای کار مشاهده می کنیم که حساسیت تا دمای کار افزایش پیدا کرده و سپس کاهش می یابد. در دمای کار پایین پاسخ به گاز توسط آهنگ برهمکنش ضعیف سطح با گونههای شیمیایی و در دماهای بالاتر از دمای کار پاسخ به گاز توسط کند شدن آهنگ نفوذ مولکولهای گاز در سطح می توان توضیح داده شود [۴۸]. در حسگری با گاز استون نمونه S-G600 دارای دمای کار C۵۰ °C می باشد که کمتر از دمای کار نمونه MW600 یعنی C۳۰ ۳۰۰ است، اما حساسیت نسبت به استون برای نمونه تهیهشده به روش مایکروویو (MW600) بیشتر از نمونه تهیهشده به روش سل-ژل (S-G600) می باشد. در حسگری با گاز LPG نیز مشاهده کردیم که هر دو نمونه حسگر در دمای کار . بهترین عملکرد را دارند و همچنین حساسیت نمونه MW600 نسبت به گاز LPG بیشتر می باشد. $^{\circ}\mathrm{C}$ حساسیت بیشتر نمونه MW600 را می توان با توجه به تصاویر SEM این طور بیان کرد که از تخلخل بالاتر و اندازه دانه کمتری برخوردار است و در نتیجه سطح مؤثر تماس و نسبت سطح به حجم افزایش می یابد. با در نظر گرفتن نمونه S-G600 و در مقایسهای بین نوع گاز مورد آزمایش مشاهده می شود که دمای کار نمونه در برای گاز استون C^oC ۲۵۰ و برای گاز LPG حدود C^oC ۳۰۰ میباشد. دمای کار بالاتر برای گاز LPG با توجه به رابطه (۴–۵) می تواند به این دلیل باشد که بوتان به گونههای CO₂ و H₂O اکسید می شود که برای تأمین این انرژی فعال سازی نیاز به انرژی گرمایی دارد و به همین دلیل دمای کار بالاتری مورد نیاز است تا گاز LPG شناسایی شود. در مقایسه بین تغییرات حساسیت بر حسب غلظت باید گفت که در غلظتهای کم گاز، سطح دانهها با مولکولهای گاز کمتری اشغال می شود و این موضوع حالتهای سطحی کمتری ایجاد کرده و ممکن است حساسیت کم نمونه ها در غلظت های کم به این دلیل باشد. با افزایش غلظت گاز حالتهای سطحی بیشتری ایجاد می شود و حساسیت افزایش می یابد و تا جایی این حالتهای

سطحی افزایش مییابد که تمامی سطح دانهها از مولکولهای گاز پر شوند و بعد از آن به اشباع رسیده و حساسیت ثابت بماند. همچنین با افزایش غلظت گاز، افزایش در زمان بازگشت میتواند امری طبیعی باشد چراکه مولکولهای جذب شده بیشتری سطح را اشغال کردهاند و برای آزاد شدن از سطح زمان بیشتری لازم میباشد. همان طور که مشاهده شد با افزایش غلظت حساسیت نمونه افزایش مییابد و تا جایی ادامه مییابد که پاسخ تقریباً ثابت شود و به حالت اشباع در پاسخ برسد. نتایج به دست آمده نشان دادند که گاز استون



سه دمای متفاوت) نمونه S-G600 بر حسب ۱۵۰۰ ppm گاز.
زودتر سطح حسگر را پر می کند و به حالت اشباع نزدیک می شود اما گاز LPG دیرتر به اشباع می رسد. از نظر پارامتر انتخاب پذیری گاز که در فصل دوم توضیح داده شد، مشاهده گردید که هر دو نمونه حسگر نسبت به گاز LPG تشخیص بهتری از خود نشان می دهند.

با توجه به جستجوهای انجامشده، تاکنون گزارشی مبنی بر حسگری گاز فریت منیزیم سنتز شده به روش مایکروویو ارائه نشده است و به این دلیل قادر به مقایسه نتایج حاصلشده با کار دیگران نشدیم، اگرچه مقایسه نتایج به دست آمده در این کار نشان داد که روش سنتز مایکروویو منجر به بهبود برخی پارامترهای حسگری می شود.

فصل پنجم

جمعبندی و پیشنهادات برای پژوهشهای آتی

در این پروژه، به مطالعه مورفولوژی، خواص ساختاری و اپتیکی نمونههای فریت منیزیم سنتز شده به روشهای سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو پرداخته شده است و همچنین مشخصه حسگری گاز نمونههای بازپخت شده در دمای ^C ۶۰۰ روشهای سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو مورد مطالعه قرار گرفته است. در این فصل به جمعبندی و نتیجه گیری دادهها و مشخصات فریت منیزیم و خواص حسگری نمونهها یرداخته شده است.

۵-۲ بررسی خواص فیزیکی، ساختاری و اپتیکی نمونههای سنتز شده به روش سل-ژل خوداحتراقی

فریت منیزیم را با استفاده از روش سنتز سل-ژل خوداحتراقی و سوخت اسیدسیتریک تهیه نمودیم و سپس پودرها را در دماهای ۲^۵ ۵۰۰، ۲^۵ ۶۰۰ و ۲^۵ ۷۰۰ کلسینه کردیم. آنالیز طیف پراش اشعه ایکس نمونهها حاکی از تشکیل فاز بلوری اسپینل مکعبی نمونهها بدون حضور فاز ناخالصی دارد. بهطورکلی اندازه بلورک نمونهها با افزایش دمای کلسینه افزایش یافته است. نمونه کلسینه شده در دمای ۲^۵ ۲۰۰ به دلیل داشتن pH پایین ر دارای اندازه بلورک کمتری نسبت به نمونه ۲۰ ۵۰۰ میباشد. میانگین اندازه بلورک نمونههای 2[°] ۵۰۰، ۲[°] ۲۰۰۰ به ترتیب ۲۱/۲۲، ۲۱/۲۶ و ۵۶/۲۵ نانومتر میباشند و همچنین ثابت شبکه به ترتیب برابر ۳/۸۱، ۲۸/۸۰ و ۳/۸۱، ۲۱/۲۷، ۲۰/۲۶ و ۱۵/۵۶ نانومتر میباشند و همچنین ثابت شبکه است. طیف جذب نمونهها نشان میدهد با افزایش دمای کلسینه میزان جذب افزایش مییابد. همچنین گاف نواری نمونهها با افزایش دمای کلسینه کاهش یافته است. ۲۰ ۵۰۰ م ۲۰۰۰ به ترتیب برابر ۲۰/۸۰ و ۲۰۰۸ ایکترون-ولت میباشد.

۵-۳ بررسی خواص فیزیکی و ساختاری نمونه سنتز شده به روش مایکروویو

فریت منیزیم را با استفاده از روش سنتز مایکروویو و سوخت اوره تهیه نمودیم و سپس پودر به دست آمده را در دمای C^o ۶۰۰ کلسینه کردیم. آنالیز طیف پراش اشعه ایکس نمونه حاکی از تشکیل فاز بلوری اسپینل مکعبی نمونه بدون حضور فاز ناخالصی دارد. میانگین اندازه بلورک محاسبهشده برابر با ۱۲/۴۵ نانومتر و ثابت شبکه برابر با ۱۲/۴۵ نانومتر میباشد شده به شبکه برابر با ۱۲/۴۵ نانومتر و شبک شبکه برابر با ۱۲/۴۵ نانومتر میباشد. مقایسه اندازه بلورکها نشان میدهد که نمونه سنتز شده به روش می روش می روش مایکروویو دارای اندازه بلورک محاسبه کم محاسبه کردیم. آنالیز طیف پراش اشعه ایک محاسبه می می می می می روش می می مرابر با ۱۲/۴۵ نانومتر و روش می دارد. میانگین اندازه بلورک محاسبه می می می از با می دارد می روش مایکروویو دارای اندازه بلورک کوچکتر می باشد.

۵-۴ ریختشناسی سطح نمونههای S-G600 و MW600

ربخت شناسی سطح نمونهها نشان داد که ذرات به شکل کلوخهای و شبه کروی با توزیع یکنواخت رشد یافتهاند. همچنین مشاهده شد تخلخل نمونه MW600 بیشتر از نمونه S-G600 است. دانههای نمونه MW600 دارای اندازهای بین nm ۲۵ nm و نمونه S-G600 دارای اندازهای بین nm ۳۵ تا ۵۵ nm می باشد.

۵-۵ بررسی خواص حسگری نمونههای S-G600 و NW600 نسبت به گازهای استون و PS کلسینه پودرهای بهدستآمده در روشهای سنتز سل-ژل خوداحتراقی و مایکروویو را در دمای ℃ ۶۰۰ کلسینه کردیم و سپس این دو نمونه پودر را به قرص تبدیل نمودیم و در دمای ℃ ۶۰۰ بازپخت کردیم. سپس به بررسی خواص حسگری این دو نمونه پرداختیم. نتایج نشان داد که در حسگری با گاز استون نمونه -S 6000 دارای دمای کار کمتر یعنی ℃ ۲۵۰ میباشد و از آن طرف نمونه MW6000 دارای دمای کار بالاتر یعنی ℃ ۳۰۰ میباشد. زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتر مربوط به نمونه G600 دارای دمای کار بالاتر SEM در دمای کار بالاتر از حساسیت بیشتری برخوردار است که از دلایل آن با توجه به تصاویر SEM نمونه MW600 در دمای کار بالاتر از حساسیت بیشتری برخوردار است که از دلایل آن با توجه به تصاویر SEM نمونه م0000 دارای دمای کار بالاتر از حساسیت بیشتری برخوردار است که از دلایل آن با توجه به تصاویر SEM نمونه م0000 دارای دمای کار بالاتر از حساسیت بیشتری برخوردار است که از دلایل آن با توجه به تصاویر SEM نمونه م00000، میتوان اشاره کرد از اندازه دانه کمتری برخوردار است که از دلایل آن با توجه به تصاویر SEM حجم بالاتری دارد و همچنین از تخلخل بیشتری برخوردار است. در حسگری با گاز PT دمای کار هر دو نمونه حسگر ۲۰۰۰ به دست آمد. زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتر و همچنین حساسیت بیشتر مربوط به نمونه MW600 بوده است. همچنین در مقایسه بین دو گاز هدف مورد آزمایش مشاهده کردیم که زمان پاسخ و زمان بازگشت کمتر مربوط به گاز هدف LPG برای هر دو نمونه حسگر بوده است. بهطورکلی هر دو نمونه حسگر نسبت به گاز LPG از پارامترهای حسگری بهتری برخوردار بوده است و بیشترین حساسیت مربوط به نمونه MW600 در برابر گاز LPG بوده است.

۵-۶ پیشنهادات پژوهشهای آتی

۱) استفاده از آلایشهای مختلف مانند Sn و Mo برای بهبود خواص حسگری فریت منیزیم. ۲) استفاده از فریت منیزیم مخلوط با اضافه کردن مقادیر کم مس، منگنز، کبالت، کادمیم و بررسی خواص حسگری آنها. ۳) تغییر پارامترهای روشهای سنتز همچون نسبت سوخت به نیترات، pH محلول، دمای کلسینه و غیره برای بررسی خواص حسگری فریت منیزیم.

۴) سنتز و مشخصه یابی فریت منیزیم با روشهای دیگر مانند همرسوبی، افشانهای، هیدروترمال و غیره.

۵) افزودن فلزات کاتالیزوری مانند Au ،Pt ،Pd به فریت منیزیم و بررسی خواص حسگری آنها.

۶) بررسی خواص حسگری فریت منیزیم با دیگر گازها مانند اتانول، آمونیاک و H₂S.

[1]. Carter, C. Barry; Norton, M. Grant (2007) "Ceramic Materials: Science and Engineering" Springer, pp. 212–15. ISBN 0-387-46270-8.

[2]. Daliya S. M., and Juang, R. S. (2007) "An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their synthesis in microemulsions" Chemical Engineering Journal, 129 (1-3): 51–65.

[3]. Okamoto, A. (2009, November), "The Invention of Ferrites and Their Contribution to the Miniaturization of Radios", In 2009 IEEE Globecom Workshops (pp. 1-6).

[4]. Jiles, D. (**1991**), "**Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**", (First ed) Londond: Chapman & Hall.

[5]. A. H. Morrish, (1965), "The Physical Principles of Magnetism", J. Wiley and Sons, New York.

[6]. S. Chikazumi, (1997), "The Physics of ferromagnetic", Oxford university press, Oxford.

[7]. De Lacheisserie, E. D. T., Gignoux, D., & Schlenker, M. (Eds.). (2012), "Magnetism: II-Materials and Applications" Springer Science & Business Media.

[8]. Goldman, A. (2006), "Modern Ferrite Technology", Crystal Structure of Ferrites, 51-70.

[9]. Winkler, G. E. R. H. A. R. D. (**1971**), "**Magnetic properties of materials**", Crystallography, chemistry and technology of ferrites, McGraw-Hill, New York.

[10]. Sabo, D. E. (2012) "Novel synthesis of metal oxide nanoparticles via the aminolytic method and the investigation of their magnetic properties", Georgia Institute of Technology.

[11]. Smit, J., & Wijn, H. P. J. (1959), "Ferrites: physical properties of ferrimagnetic oxides in relation to their technical applications", Wiley.

[12]. Gorter, E. W. (1954), "Saturation magnetization and crystal chemistry of ferrimagnetic oxides", Philips Res. Rep. 9, 321.

[13]. Cotton, F. A.; Wilkinson, G. (1966), "Advanced Inorganic Chemistry", Wiley.

[14]. Shen, Y., Wu, Y., Li, X., Zhao, Q., & Hou, Y. (2013) "One-pot synthesis of MgFe₂O₄ nanospheres by solvothermal method" Materials Letters, 96, 85-88.

[15]. Liu, H., & Liu, H. (**2014**) "Synthesis of nanosize quasispherical MgFe2O4 and study of electrochemical properties as anode of lithium ion batteries" **Journal of electronic materials**, **43**(7), **2553-2558**.

[16]. Köferstein, R., Walther, T., Hesse, D., & Ebbinghaus, S. G. (2013) "Preparation and characterization of nanosized magnesium ferrite powders by a starch-gel process and corresponding ceramics" Journal of Materials Science, 48(19), 6509-6518.

[17]. Benko, F. A., & Koffyberg, F. P. (**1986**) "The effect of defects on some photoelectrochemical properties of semiconducting MgFe2O4" Materials research bulletin, **21**(10), **1183-1188**.

[18]. Verma, S., Joy, P. A., Khollam, Y. B., Potdar, H. S., & Deshpande, S. B. (2004) "Synthesis of nanosized MgFe₂O₄ powders by microwave hydrothermal method" Materials Letters, 58(6), 1092-1095.

[19]. Scherer, G. W., & Brinker, C. J. (**1990**), "Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing" Academic Press1990.

[۲۰]. سیم چی ع، (**۱۳۹۳)، "آشنایی با نانوذرات: خواص، روشهای تولید، و کاربرد"** انتشارات دانشگاه صنعتی شریف، موسسه انتشارات علمی.

[21]. Challa Kumar, (**2009**), "**Magnetic Nanomaterials**", vol 4, ISBN: 978-3-5527-32154-4.

[22]. Sertkol, M., Köseoğlu, Y., Baykal, A., Kavas, H., Bozkurt, A., & Toprak, M. S. (2009) "Microwave synthesis and characterization of Zn-doped nickel ferrite nanoparticles" Journal of Alloys and Compounds, 486(1), 325-329.

[23]. Ibrahim, A. M., El-Latif, M. A., & Mahmoud, M. M. (2010) "Synthesis and characterization of nano-sized cobalt ferrite prepared via polyol method using conventional and microwave heating techniques" Journal of Alloys and Compounds, 506(1), 201-204.

[24]. Liu, C., Zou, B., Rondinone, A. J., & Zhang, Z. J. (2000) "Chemical control of superparamagnetic properties of magnesium and cobalt spinel ferrite nanoparticles through atomic level magnetic couplings" Journal of the American Chemical Society, 122(26), 6263-6267.

[25]. Faraji, M., Yamini, Y., & Rezaee, M. (2010) "Magnetic nanoparticles: synthesis, stabilization, functionalization, characterization, and applications" Journal of the Iranian Chemical Society, 7(1), 1-37.

[26]. Sun, C., Lee, J. S., & Zhang, M. (2008) "Magnetic nanoparticles in MR imaging and drug delivery" Advanced drug delivery reviews, 60(11), 1252-1265.

[27]. http://www.goacd.com, "A summary of gas detection", pdf, Last visited on May-2016.

[28]. Dubaniewicz, T. H., & Chilton, J. E. (1995), "Optically powered remote gas monitor. US Department of the Interior", Bureau of Mines.

[29]. Fabricius, N., Gauglitz, G., & Ingenhoff, J. (**1992**) "A gas sensor based on an integrated optical Mach-Zehnder interferometer" **Sensors and Actuators B: Chemical**, **7**(**1-3**), **672-676**.

[30]. Azad, A. M., Akbar, S. A., Mhaisalkar, S. G., Birkefeld, L. D., & Goto, K. S. (1992) "Solid-state gas sensors: A review" Journal of the Electrochemical Society, 139(12), 3690-3704.

[31]. Brattain, W. H., & Bardeen, J. (1953) "Surface properties of germanium" Bell System Technical Journal, 32(1), 1-41.

[32]. Siyama, T., & Kato, A. (1962) "A new detector for gaseous components using semiconductor thin film" Anal. Chem, 34(11), 1502-1503.

[33]. Taguchi N (1962) "Gas-detecting device" Jpn Pat 45-38200.

[۳۴]. ظهرابی ی، (۱۳۹۱)، پایاننامه ارشد، "سنتز نانوساختارهای فریت نیکل با هدف بکار گیری در حسگری"، دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی شاهرود.

[35]. Bai, H., & Shi, G. (2007) "Gas sensors based on conducting polymers" Sensors, 7(3), 267-307.

[36]. Lee, J. H. (2009) "Gas sensors using hierarchical and hollow oxide nanostructures: overview" Sensors and Actuators B: Chemical, 140(1), 319-336.

[37]. Raible, I., Burghard, M., Schlecht, U., Yasuda, A., & Vossmeyer, T. (2005) " V_2O_5 nanofibres: novel gas sensors with extremely high sensitivity and selectivity to amines" Sensors and Actuators B: Chemical, 106(2), 730-735.

[38]. Hosein Babaei F. (2014) "Gas Sensors: Fundamentals, Applications, and Scope" JoC., 8(3) :1-25.

[39]. Bochenkov, V. E., & Sergeev, G. B. (2010) "Sensitivity, selectivity, and stability of gas-sensitive metal-oxide nanostructures" Metal Oxide Nanostructures and Their Applications, 3, 31-52.

[40]. D'AMICO, A., & Di Natale, C. (2001) "A contribution on some basic definitions of sensors properties" IEEE Sensors Journal, 1(3), 183-190.

[41]. Wang, C., Yin, L., Zhang, L., Xiang, D., & Gao, R. (2010) "Metal oxide gas sensors: sensitivity and influencing factors" Sensors, 10(3), 2088-2106.

[42]. Barsan, N., & Weimar, U. (2001) "Conduction model of metal oxide gas sensors" Journal of Electroceramics, 7(3), 143-167.

[43]. Liu, X. Q., Tao, S. W., & Shen, Y. S. (1997) "Preparation and characterization of nanocrystalline α -Fe₂O₃ by a sol-gel process" Sensors and Actuators B: Chemical, 40(2), 161-165.

[44]. Darshane, S., & Mulla, I. S. (2010) "Influence of palladium on gas-sensing performance of magnesium ferrite nanoparticles" Materials Chemistry and physics, 119(1), 319-323.

[45]. Gadkari, A. B., Shinde, T. J., & Vasambekar, P. N. (2011) "Ferrite gas sensors" IEEE Sensors Journal, 11(4), 849-861.

[46]. Guatwei, L., Xian-ju, T., Choongyew, C., Gaiktin, A., & Zailani, A. B. M. (2011) "Development of Tungsten Oxide Based Gas Sensor for Ethanol Vapor Detection" Journal of Materials Science and Engineering, 5(3), 271.

[47]. Patil, J. Y., Mulla, I. S., & Suryavanshi, S. S. (**2013**) "Gas response properties of citrate gel synthesized nanocrystalline MgFe₂O₄: Effect of sintering temperature" **Materials Research Bulletin**, **48**(2), **778-784**.

[48]. Gadkari, A. B., Shinde, T. J., & Vasambekar, P. N. (2013) "Effect of Sm^{3+} ion addition on gas sensing properties of $Mg_{1-x}Cd_xFe_2O_4$ system" Sensors and Actuators B: Chemical, 178, 34-39.

[49]. Gadkari, A. B., Shinde, T. J., & Vasambekar, P. N. (**2009**) "Structural analysis of Sm³⁺ doped nanocrystalline Mg–Cd ferrites prepared by oxalate co-precipitation method" **Materials Characterization**, **60**(**11**), **1328-1333**.

[50]. Cattin, L., Reguig, B. A., Khelil, A., Morsli, M., Benchouk, K., & Bernede, J. C. (2008) "Properties of NiO thin films deposited by chemical spray pyrolysis using different precursor solutions" Applied Surface Science, 254(18), 5814-5821.

[51]. Sawaby, A., Selim, M. S., Marzouk, S. Y., Mostafa, M. A., & Hosny, A. (2010) "Structure, optical and electrochromic properties of NiO thin films" **Physica B: Condensed** Matter, 405(16), 3412-3420.

[52]. BAO Fang Zha Zhu Zhenya, (2012) "Energy-saving door/window base material with high oxidation resistance" CN Application, Patent, CN 201210516719.

[53]. Lohar, G. M., Shinde, S. K., Rath, M. C., & Fulari, V. J. (**2014**) "Structural, optical, photoluminescence, electrochemical, and photoelectrochemical properties of Fe doped ZnSe hexagonal nanorods" **Materials Science in Semiconductor Processing**, **26**, **548-554**.

[54]. Kaufmann E. N. and Wiley J. & Sons, Inc. (2003), "Characterization of Materials", Vol. 3, 2nd Edition.

[55]. Romero, R., Martin, F., Ramos-Barrado, J. R., & Leinen, D. (**2010**) "Synthesis and characterization of nanostructured nickel oxide thin films prepared with chemical spray pyrolysis" **Thin Solid Films**, **518**(**16**), **4499-4502**.

[56]. Purushothaman, K. K., Antony, S. J., & Muralidharan, G. (2011) "Optical, structural and electrochromic properties of nickel oxide films produced by sol–gel technique" Solar Energy, 85(5), 978-984.

[57]. Harish, K. N., Naik, H. B., Kumar, P. P., Vishwanath, R., & Kumar, G. Y. (2013) "Optical and photocatalytic properties of $CdFe_2O_4$ nanocatalysts: potential application in water treatment under solar light irradiation" Arch. Appl. Sci. Res., 5, 42-51.

[58]. Huang, Y., Tang, Y., Wang, J., & Chen, Q. (2006) "Synthesis of MgFe₂O₄ nanocrystallites under mild conditions" Materials Chemistry and physics,97(2), 394-397.

[59]. Yue, Z., Guo, W., Zhou, J., Gui, Z., & Li, L. (2004) "Synthesis of nanocrystilline ferrites by sol-gel combustion process: the influence of pH value of solution" Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 270(1), 216-223.

[60]. Srivastava, M., Ojha, A. K., Chaubey, S., Sharma, P. K., & Pandey, A. C. (2010) "Influence of pH on structural morphology and magnetic properties of ordered phase cobalt doped lithium ferrites nanoparticles synthesized by sol–gel method" Materials Science and Engineering: B, 175(1), 14-21.

[61]. Nair, S. S., Mathews, M., & Anantharaman, M. R. (2005) "Evidence for blueshift by weak exciton confinement and tuning of bandgap in superparamagnetic nanocomposites" Chemical physics letters, 406(4), 398-403.

[62]. Dom, R., Subasri, R., Radha, K., & Borse, P. H. (**2011**) "Synthesis of solar active nanocrystalline ferrite, MFe₂O₄ (M: Ca, Zn, Mg) photocatalyst by microwave irradiation" **Solid State Communications**, **151**(6), **470-473**.

[63]. Ames, S., & Crowhurst, D. (1988) "Domestic explosion hazards from small LPG containers" Journal of hazardous materials, 19(2), 183-194.

[64]. Qi, D. H., Bian, Y. Z., Ma, Z. Y., Zhang, C. H., & Liu, S. Q. (2007) "Combustion and exhaust emission characteristics of a compression ignition engine using liquefied petroleum gas-diesel blended fuel" Energy conversion and management, 48(2), 500-509.

[۶۵]. توکلی ن، (۱۳۹۰)، پایاننامه ارشد، "حسگر گازی بر پایه سیلیکون متخلخل"، دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی شاهرود.

[۶۶]. رحمانی م، (۱۳۸۳)، پایاننامه ارشد، "ساخت حسگرهای گازی اکسید-فلز و بررسی اثر ناخالصیها در افزایش حساسیت آنها به گاز هیدروژن"، دانشکده فیزیک، دانشگاه فردوسی مشهد.

[67]. Patil, J. Y., Khandekar, M. S., Mulla, I. S., & Suryavanshi, S. S. (2012) "Combustion synthesis of magnesium ferrite as liquid petroleum gas (LPG) sensor: effect of sintering temperature" Current Applied Physics, 12(1), 319-324.

[66]. Godbole, R. V., Rao, P., Alegaonkar, P. S., & Bhagwat, S. (**2015**) "Influence of fuel to oxidizer ratio on LPG sensing performance of MgFe₂O₄ nanoparticles" **Materials Chemistry and Physics, 161, 135-141**.

Abstract

In this work, magnesium ferrite powders (MgFe₂O₄) were firstly synthesized by the sol-gel auto-combustion and microwave methods. Synthesized sol-gel autocombustion samples were annealed at 500 °C (S-G500), 600 °C (S-G600) and 700 °C (S-G700). Synthesized microwave sample was also annealed at 600 °C (MW600). In order to investigate the sensing properties of the samples, some disks with radius of 15 mm were made by the prepared powders. Then, the structural and optical properties of the samples were investigated. Structural and optical parameters of the samples were measured by the X-Ray diffraction analysis, scanning electron microscope (SEM) and UV-Vis spectroscopy respectively. X-ray diffraction patterns indicated that all samples have cubic spinel crystal phase of magnesium ferrite wihtout any impurity phase. It was also seen as the calcination temperature increases, the crystallite size also increases. The results also showed that synthesized microwave sample (MW600) have smallest crystallite size. SEM images of the samples showed that the surface of all samples are including nearly spherical particles with uniform distribution. It was also observed MW600 sample have more porosity than S-G600 sample. UV-Vis Spectroscopy analysis indicated as the calcination temperature increases, the adsorption of the samples increases and the band gap energy decreases. In this work the sensing properties of S-G600 and MW600 samples for acetone and LPG were also investigated. Therefore, the operating temperature of both samples for 1500 ppm of acetone and LPG were measured. The operating temperature of S-G600 and MW600 samples for acetone gas were 250 °C and 300 °C, respectively. The operating temperature of both samples was 300 °C for LPG. Then at operating temperature, sensing properties were measured at different gas sensing concentarion (500 ppm-4500 ppm). The results showed for sensing of acetone gas, S-G600 sample has the lowest operating temperature, response and recovery time. Moreover, MW600 sample has most sensivity for acetone gas. It was also obtained MW600 sample had minimum response and recovery time and most sensivity for LPG. The results showed that the selectivity of both samples for LPG is better than acetone.

Keywords: magnesium ferrite, auto-combustion, microwave method, cubic spinel, gas sensing, acetone gas, LPG gas.



Shahrood University of Technology

Faculty of physics

MSc Thesis in Nanophysics

Synthesis and Characterization of Magnesium Ferrite for Gas Sensor Application

By: Mojtaba Mohsenifard

Supervisor(s): Dr Morteza Izadifard Dr Mohammad Ebrahim Ghazi

September 2016