بررسی خواص ساختاری و ریزساختاری نانوساختارهای استانات استرانسیم تهیه شده به روش حالت جامد

صاحبعلی منافی، محمد نصرالهی

گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود



مهندس محمد نصرالهی مولف اصلی این مقاله، دانشجوی کارشناسی ارشد دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود می‌باشند.

Nasrollahei2016@gmail.com

چکیده: پروسکایت $SrSnO_3$ یک ماده دی الکتریک مهم می‌باشد و به دلیل داشتن ترکیب غیر متداولی از خواص مغناطیسی، الکترونیکی توجه دانشمندان مواد و فیزیک را به خود جلب کرده است. نانوساختارهای استانات استرانسیم با توجه به حوزه وسیع کاربردی‌شان، از جمله مهمترین مواد با ساختار پروسکایت محسوب می‌شوند. در این کار پژوهشی، نانو کریستال‌های پروسکایت استانات استرانسیم به روش حالت جامد تهیه شدند. نانو کریستال‌های $SrSnO_3$ بدست آمده، تجزیه حرارتی با استفاده از آنالیز حرارتی همزمان (DTA-TG)، خواص ساختاری و ریزساختاری آن (اندازه و شکل ذرات) به کمک پراش پرتوی ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شدند. نتایج نشان می‌دهد که، محصول حاصل از واکنش حالت جامد، ساختار پروسکایتی داشته، و محصول $SrSnO_3$ را با اندازه میانگین نانومتر ۳۴/۸۰ ایجاد می کند.

کلمات کلیدی: استانات استرانسیم، ساختار پروسکایت، واکنش حالت جامد

۱- مقدمه

استانات فلز قلیایی خاکی (Sr و Ca، M=Ba، $MSnO_3$) دارای ساختار بلوری پروسکایت مکعبی است [۱]. مطالعاتی که در سال‌های اخیر صورت گرفته نشان می‌دهد که $SrSnO_3$ توانایی بالایی در حذف آلاینده‌های زیست محیطی تحت رفتار فوتوکاتالیستی دارد. اثر فوتوکاتالیستی به طور کلی بر خواص جذب نوری، پایداری شیمیایی بالا، سطح بالا، تبلور بالا و غیره این خصوصیات بستگی دارد به سطح بالا فتوکاتالیستی یکی از عوامل با ارزش‌ترین است و آن را می‌توان با کنترل اندازه و مورفولوژی مواد به دست آورد. فرآیند سنتز مختلف می‌تواند برای تنظیم اندازه و مورفولوژی آن‌ها استفاده می‌شود. در حال حاضر $SrSnO_3$ به عنوان مواد کاتالیزور فعالیت فوتوکاتالیستی بزرگ آن استفاده می‌شود. استانات استرانسیم کاتالیزور مهم در جهان آلوده از این مواد به اندازه کافی در صنایع استفاده نمی‌شود. برای که، آن را هنوز هم چالش برای افزایش فعالیت فوتوکاتالیستی $SrSnO_3$ وجود دارد برخی از گزارشات فعالیت فوتوکاتالیستی پیشرفته از طریق کنترل اندازه و ساختار کریستال داده‌اند. همچنین به دلیل خواص دی الکتریک مطلوبش به عنوان خازن پایدار حرارتی در صنعت الکترونیک و به عنوان سنسور رطوبتی کاربرد دارد [۵،۲،۳]. استانات استرانسیم دارای سه فاز پلی مورفیک: مکعبی، تتراگونال و ارترومبیک می‌باشد. استانات استرانسیم در دمای بالا پارا الکتریک و دارای ساختار پروسکیت مکعبی ایده آل با گروه فضایی Pm3m و در دمای اتاق فروالکتریک و دارای ساختار ارتورومبیک با گروه فضایی Pnma است. تغییر از فاز ارتورمبیک به مکعبی طی دو مرحله انجام می‌گیرد: گذار از فاز ارتورومبیک Pnma به فاز تتراگونال I4/mcm درمحدوده دمایی ۱۳۷۳ تا ۱۴۲۳ و گذار از فاز تتراگونال I4/mcm به مکعبی Pm3m در دمای ۱۵۲۳±۱۰ است[۶-۴]. در این پژوهش به سنتز نانوساختارهای استانات استرانسیم به روش حالت جامد پرداخته خواهد شد. تاکنون روش های متعددی برای سنتز نانوذرات استانات استرانسیم $SrSnO_3$ مورد استفاده قرار گرفته است که از آن جمله می‌توان به موارد زیر اشاره نمود: برای تهیه این ترکیب از تکنیک‌های سنتز حالت جامد، احتراق و روش همرسوبی [۲]،

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

روش پیشرو پلیمری، خود احتراقی[1] و پلیمراسیون پیچیده برای تولید نانوکریستال سنتز نمودند [۱۲-۳]. لازم به ذکر است که انتخاب نوع فرایند سنتز در ایجاد فاز خالص و ریز ساختار مساعد در نمونه زینتر شده با خواص الکتریکی مطلوب موثر است. بسته به نوع روش فراوری، مواد اولیه مورد استفاده متفاوت می‌باشد. هدف‌های این پژوهش عبارتند از ۱- سنتز نانوساختار استانات استرانسیم به روش حالت جامد، ۲- تولید نانوساختارهای حالت جامد با احتمال ایجاد اشکال متفاوت در ذرات نهایی، ۳- بهینه نمودن فرآیند سنتز استانات استرانسیم، ۴-هدف از بکارگیری این روش، دستیابی به ذرات تا حد امکان ریزتر و یکنواخت‌تر می‌باشد، ۵- از آنالیز حرارتی (TG-DTA) برای تعیین محدوده دمایی مناسب برای تکلیس، جهت شناسایی فازی، ویژگی‌های ریز ساختاری و اندازه ذرات از آزمون‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و تعیین گروه‌های آلی از طیف سنجی FTIR بهره گرفته می‌شود. از روش شرر نیز جهت تعیین اندازه بلورکه‌ای استانات استرانسیم استفاده می‌شود.

۲- فعالیت‌های تجربی

مشخصات مواد اولیه در ساخت نانو پودر استانات استرانسیم در جدول۱به صورت درصد خلوص، نام تجاری و فرمول شیمیایی آمده است.

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در ساخت نانوپودراستانات استرانسیم

نام ماده مصرفی	درصد خلوص	شرکت تجاری	فرمول شیمیایی
نیترات استرانسیم	بالای ۹۹٪	(Merck)	$Sr(NO_3)_2$
اکسید قلع	بالای ۹۹٪	(Merck)	SnO_2
کربنات استرانسیم	بالای ۹۹٪	(Merck)1078610500	SrCO3
ایزوپروپانول	بالای ۹۹٪	(کدماده)1028836966	$CH_3CH(OH)CH_3$

پودرهای SnO_2 و $Sr(NO_3)_2$ با مقدار استوکیومتریک (۱/۱) بعد از توزین دقیق به صورت خشک مخلوط می‌شوند. سپس به مدت ۲۴ساعت در محلول ایزوپروپانل الکل توسط گلوله‌های زیرکونیایی در بالمیل آسیاب می‌شوند. برای حذف ایزوپروپانل از لامپ UV استفاده می‌شود. پس از آن پودر خشک شده به صورت دیسک با قطر ۱ سانتی‌متر و ارتفاع ۱۰ میلی‌متر تحت فشار ۱۰۰MPaپرس می‌شوند. سپس قطعات بدست آمده به مدت ۴ ساعت در دمای $800^{\circ}C$ کلسینه می‌شوند. سپس خرد شده و دوباره به صورت قرص درمی‌آیند و در دمای $1000^{\circ}C$ به مدت ۴ ساعت پخته می‌شوند. در این مرحله قرص‌های بدست آمده خرد شده و به صورت پودر همگن در می‌آید. که پودر بدست آمده با چسب PVA مخلوط شده و توسط پرس غیر محوری با فشار کمتر از ۱۰۰ MPa به صورت قرص خام در می‌آید. قرص‌های بدست آمده در دماهای مختلف زینتر می‌شوند.

$SrSnO_3$ به روش واکنش حالت جامد مطابق با واکنش زیر تولید می‌شود:

$$SnO_2(s) + Sr(NO_3)_2(s) \longrightarrow SrSnO_3(s) + 2NO_2(g) + \tfrac{1}{2}O_2(g)$$

قابل ذکر است که ایجاد ترکیب مطابق واکنش بالا در دمای کلسیناسیون نسبتا پایین رخ می‌دهد.

به منظور دستیابی به فاز استانات استرانسیم نمونه‌های آسیا شده مورد عملیات حرارتی قرار گرفتند. در این رابطه محصول حاصل از آسیا و سپس شستشوی مخلوط اولیه در محدوده دمایی ۷۵۰ تا ۱۱۰۰ آنیل گردید لازم به ذکر است کوره مورد استفاده از نوع کوره مقاومتی با اتمسفر هوا بود و در ضمن مدت زمان قرار گرفتن کلیه نمونه‌ها در دمای آنیل ۲ ساعت در نظر گرفته شد. جهت مطالعه رفتار حرارتی نمونه‌ها از دستگاه DTA/TG مدل Linseis L81 به سرعت گرمایش $10^{0}C/min$ و نمونه مرجع Al_2O_3 استفاده گردید. در این پژوهش آنالیز XRD بر روی نمونه‌های پخت شده در دما ۸۰۰ تا ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد برای بررسی فازهای تشکیل شده در بازه ($^{\circ}$۹۰-۵) 2θ انجام شد. به منظور محاسبه اندازه دانه پودر، براساس الگوی پراش ایکس از رابطه شرر استفاده

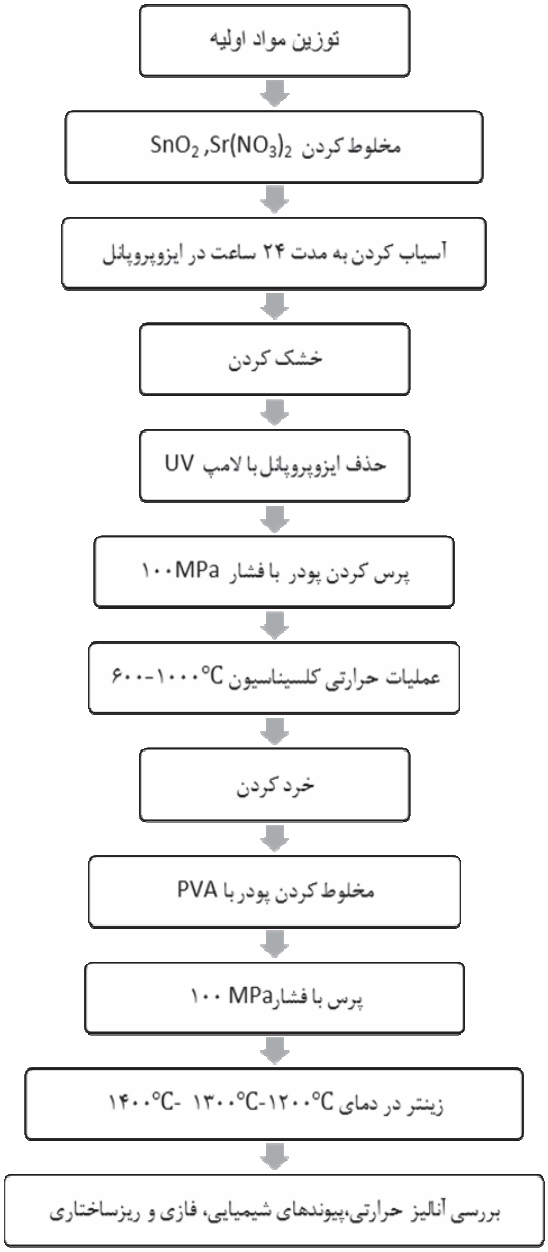
[1] Self-heat-sustained

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

شد. در این رابطه از دستگاه پراش سنج مدل Philips Xpert استفاده گردید. در این دستگاه زاویه پراشگر و همچنین سرعت شمارش آشکار ساز توسط کامپتر کنترل می‌شود و به این ترتیب فاصله صفحات کریستالی، پهنای خطوط و شدت کل خطوط به آسانی محاسبه می‌شود. همچنین پرتو مورد استفاده در دستگاه مزبور تشعشع Cu-kα با طول موج ۱/۵۴ آنگستروم و با استفاده از نرم افزار xpert، فازهای تشکیل شده در نمونه‌ها شناسایی شدند. طیف IR نمونه‌ها بین cm^{-1} ۴۰۰۰ -۴۰۰ توسط طیف‌سنج Thermo nicolet مدل IR Nexus 870 FT ساخت کشور آمریکا و با رزولوشن cm^{-1}۱ در دمای محیط انجام گرفت. از میکروسکوپ الکترونی روبشی جهت بررسی مورفولوژی پودرها تهیه شده استفاده گردید. جهت آماده سازی نمونه‌ها برای عکسبرداری، ابتدا نمونه‌های سنتز شده بعد از غوطه ور نمودن در الکل توسط قطره چکانی بر روی نوار چسب‌های دو طرفه که برروی نگهدارنده آلومینیومی چسبانده شده بود قرار گرفتند. سپس برای جلوگیری از شارژ نمونه‌ها توسط الکترون‌های تابش یافته با یک لایه نازک از طلا بر روی نمونه‌ها به روش رسوبگذاری فاز بخار با استفاده از دستگاه Sputter Coater ES200 پوشش داده شدند.

به طور کلی مراحل سنتز، پارامترهای موثر و دستگاهایی که جهت آنالیز مورد استفاده قرار گرفته‌اند در شکل ۱ مشاهده می‌شوند.

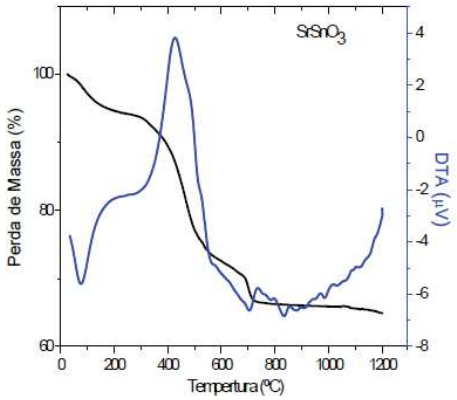


شکل ۱- فلوچارت مراحل و نحوه انجام تحقیق سنتز نانو ذرات $SrSnO_3$

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

۳- نتایج و بحث

در شکل ۳ منحنی تغییرات حرارتی (DTA-TG) پیش ماده‌ی $SrSnO_3$ تهیه شده به روش مخلوط جامد نشان داده شده است.

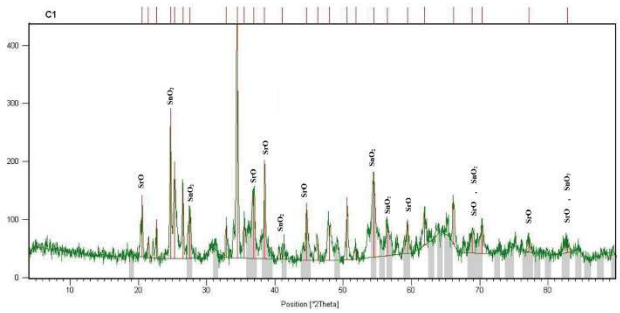


شکل ۲-منحنی رفتار حرارتی TG–DTA پیش ماده $SrSnO_3$ در شیب حرارتی ۱۰ در اتمسفر هوا

اولین پیک گرماگیر (اندوترمیک) در دمای کمتر از ۲۰۰°C تقریباً در دمای ۸۸°C در منحنی DTA همراه با کاهش وزن اندک در منحنی TG که تقریباً از دمای ۴۵°C به آرامی شروع شده، مشاهده می‌شود که می‌تواند به خروج آب (آب زدایی) و آب جذب شده بر روی سطح ماده نسبت داده شود. در حالی که می‌توان پیک گرماگیر در حوالی ۴۸۰°C را به تجزیه جزئی کربنات از مواد اولیه نسبت داد. پیک گرماگیر دیگری در دمای ۶۵۰°C همراه با کاهش وزنی به میزان ۲۹/۲ در منحنی TG مشاهده می‌شود به خاطر تجزیه کامل کربنات و شروع تشکیل فاز استانات استرانسیم باشد. این امر نشان دهنده‌ی آرایش مجدد اکسیدهای قلع و استرانسیم و تشکیل پروسکایت $SrSnO_3$ است. به کمک آنالیز حرارتی وزنی TGA این نوع واکنش‌های تجزیه در دماهای ذکر شده تصدیق می‌شود. در بالاتر از دمای ۷۱۰، تغییرات وزنی اندک است. اختلاف کم پیک‌ها از آنالیز حرارتی DTA منجر به محدوده دمایی ۲۰۰-۵۰°C می‌شود که اصولا به دلیل از دست دادن مولکول‌های آبی به همراه یون‌های NO_3^{-2} یا CO_3^{-2} رسوب است. حتی در محدوده دمایی ۵۰۰-۷۵۰ واکنش تجزیه یونی ادامه دارد. در دمای بالای ۸۰۰°C، ظهور پیک کوچک گرمازا (اگزوترمیک) ممکن است به خاطر تشکیل فاز $SrSnO_3$ باشد. بعد از تشکیل ماده اصلی تکمیل شد (آخرین پیک) مسیر صعودی به صورت صاف و بدون رخ دادن هیچ پیکی دیده می‌شود که احتمالا مربوط به تشکیل کامل ماده می‌باشد. این فرض بعدا از طریق مطالعات XRD تصدیق خواهد شد.

۳-۱- اثر دما بر نوع فاز

برای تعیین نوع فازهای تشکیل در نمونه‌های سنتز شده از دستگاه پراش اشعه ایکس XRD استفاده شد و از روی آن میزان تاثیر دما در تشکیل فاز مربوطه مشخص گردید. با توجه به محل پیک‌ها می‌توان نوع و تعداد فازهای موجود در نمونه را به دست آورد. در شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به پودر C1، سنتز شده با نیترات استرانسیم در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد دیده می‌شود.

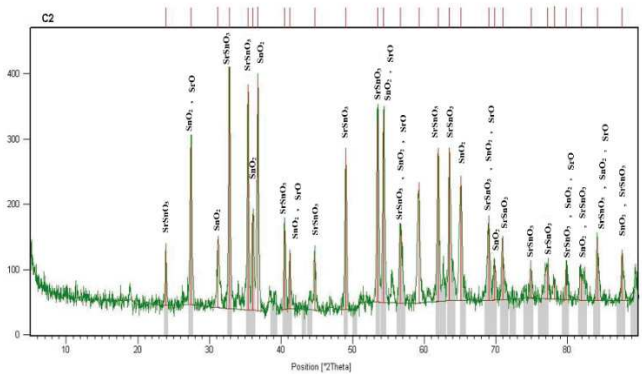


شکل ۳- آنالیز فازی نمونه C1 در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

همانطور که از آنالیز فازی آن مشخص می‌شود در این دما هیچ استانات استرانسیم تشکیل نشده و واکنش‌ها بصورت ناقص انجام شده. محصول حاصل دی اکسید قلع و اکسید استرانسیم می‌باشد. هیچ عکس‌العملی مطابق با دی اکسید قلع و اکسید استرانسیم در شکل مشاهده نشده است. در مرحله بعدی میزان دمای کلسیناسیون را تا دمای ۷۰۰ درجه بالا برده. در شکل ۴ آنالیز پودر حاصله مشاهده می‌شود.

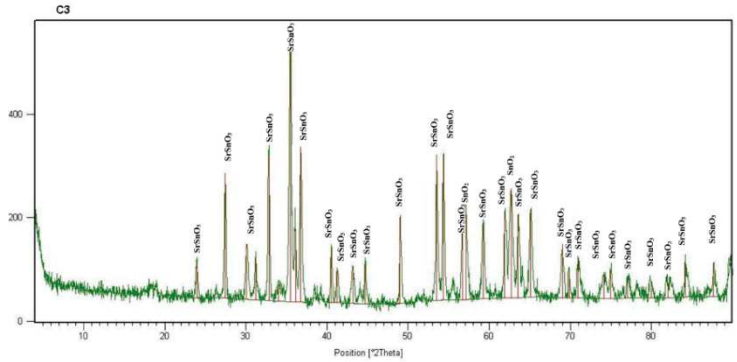
شکل ۵ الگوهای XRD در این دما، بطور واضح واکنش‌های مطابق با $SrSnO_3$ به عنوان فاز اصلی را نشان می‌دهد استانات استرانسیم تشکیل یافته ولی هنوز فاز ناخالص (واکنش ناقص) مانند دی اکسید قلع و اکسید استرانسیم پایدار و پابرجا است.



شکل ۴-آنالیز فازی نمونه C2 در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد

با مقایسه شکل ۵ و شکل ۴ نشان می‌دهد که شدت این پیک‌ها مربوط به ناخالصی دی اکسید قلع و اکسید استرانسیم کاهش پیدا کرده است در حالی که $SrSnO_3$ افزایش پیدا کرده است و به موجب آن کریستاله شدن به عنوان عملی از دما بهتر صورت می‌گیرد.

در شکل ۶ آنالیز مربوط به دمای ۸۰۰ درجه نشان داده شده است.

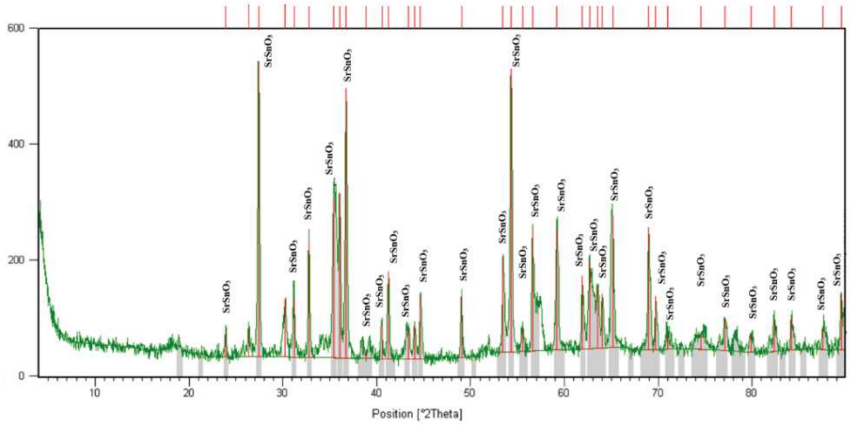


شکل ۵- آنالیز فازی نمونه C3 در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد

دمای ۸۰۰ درجه، دمای بهینه برای تشکیل استانات استرانسیم با پیش ماده نیترات استرانسیم بود. چرا که در دمای بالاتر و در ۹۰۰ درجه میزان تشکیل افت پیدا کرد. شکل ۷ آنالیز مربوط به دمای ۹۰۰ درجه را نشان می‌دهد. همانطور که شکل (۴-۴) در الگوی پراش مشاهده می‌شود انجام عملیات حرارتی در دمای ۸۰۰ °C منجر به تشکیل ساختار کریستالی پروسکایت (Provskite) شده است. مقایسه الگوی پراش با الگوی استاندارد JCPDS : 09-0086 نشان می‌دهد که انطباق قابل قبولی بین پیک‌ها با نمونه استاندارد وجود دارد. شدت‌های نسبی به دست آمده از الگوی پراش نیز به خوبی با نمونه استاندارد توافق دارند. بدین ترتیب بین دماهای آزمایش شده مشخص شد که دمای ۸۰۰ درجه مناسب‌ترین دما جهت سنتز استانات استرانسیم با پیش ماده نیترات استرانسیم بوده است. همانطور که در این الگو نشان داده شده است بیشتر پیک‌های این الگو متعلق به یک ماده به نام استانات استرانسیم با فرمول شیمیایی $SrSnO_3$ با ساختار کریستالوگرافی اورتورمبیک با گروه فضایی Pbnm می‌باشد. وجود این فاز در این الگوی پراش با توجه به آنالیز حرارتی TG کاملاً قابل پیش بینی می‌باشد. در ۸۰۰°C ناخالصی دی اکسید قلع و اکسید استرانسیم

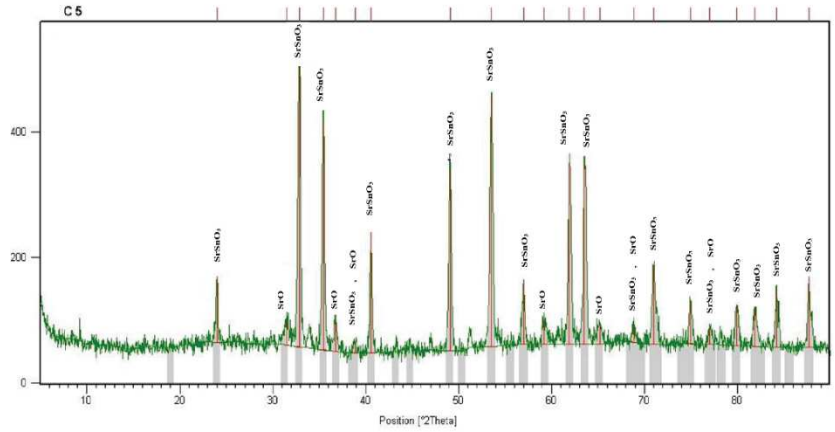
[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

نایافتنی است و تمامی واکنش‌ها مطابق با ساختاراورتورومبیک $SrSnO_3$ مشاهده شده است. با مقایسه با اشکال قبل می‌توان نتیجه گرفت که کلسیناسیون در حرارت بالاتر، کریستاله شدن را بدون فاز ناخالصی، افزایش می‌دهد. شکل گیری فاز $SrSnO_3$ در دمای حدود ۶۵۰°C شروع می‌شود و فاز خالص در دمای ۹۰۰°C بدست می‌آید.



شکل ۶-آنالیز مربوط به نمونه C4 در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد

بعد از بررسی سنتز استانات استرانسیم با پیش ماده نیترات استرانسیم، از کربنات استرانسیم به عنوان پیش ماده برای ساخت استانات استرانسیم استفاده کردیم. می‌توان به جای نیترید فلز از کربنات آن استفاده کرد. اما نیترید فلز باعث کاهش دمای کلسیناسیون می‌شود. نیترید فلز به دلیل داشتن کنتیک تجزیه مطلوب نسبت به کربنات یا اکسید فلز برتری دارد. در اینجا استانات استرانسیم به طور کامل و خوب تشکیل شد. در شکل ۸ آنالیز فازی مربوط به نمونه C5 که در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه شده است را مشاهده می‌کنیم.



شکل ۷- آنالیز فازی نمونه C5 در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد

میانگین اندازه‌ی بلورک بر پایه‌ی فرمول شرر از رابطه‌ی زیر محاسبه شد.

$$D= K \lambda / (\beta \cos\theta)$$

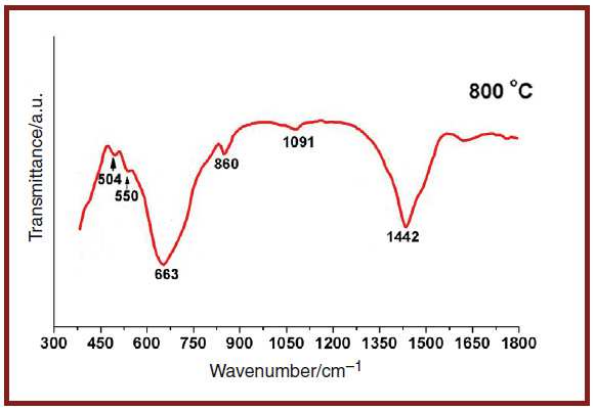
که D میانگین اندازه بلورک، K ثابت شرر و برابر با ۰/۸۹، ۸ طول موج اشعه X و برابر با ۰/۱۵۴ نانومتر، β عرض پیک در نصف شدت بیشینه (FWHM) و θ زاویه‌ی براگ است. پهن شدن تدریجی پیک‌ها در الگوی پراش نشان از ایجاد کریستالیت‌هایی با ابعاد پایین دارد. میانگین اندازه بلورک‌ها توسط رابطه شرر در محدوده ۱۵۰-۲۰ نانومتر بدست آمد که بیانگر افزایش سایز بلورک‌ها با افزایش دمای کلسیناسیون (۶۰۰ تا ۹۰۰°C) می‌باشد. زیرا کاهش دما رشد دانه کندتر شده همچنین با کاهش دما نوع فاز سنتزی تغییر می‌کند لذا بنظر می‌رسد تغییر سایز ناشی از تغییر شکل ماده سنتز شده است. با بررسی‌هایی که بر روی تک تک پیک‌های XRD انجام گرفته سپس محاسبه اندازه دانه براساس رابطه شرر می‌توان به این نتیجه رسد که هرچه پیک‌ها پهن‌تر شود اندازه

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

دانه کوچکتر می‌شود. (برای نمونه C3 اندازه بلورک‌ها ۳۴/۸۰nm بدست آمد). الگوی پراش پرتوی ایکس، توسط نرم افـزار Xpert، مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفت. جهت محاسبه اندازه نانو کریستال‌های استانات استرانسیم ابتدا FWHM برای سـه پیـک اصـلی استانات استرانسیم اندازه گیری شد اندازه نانو کریستال‌های استانات استرانسیم ۳۴/۸۰ نانومتر محاسبه گردید.

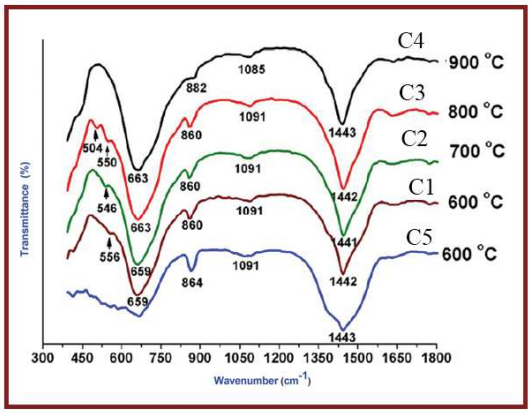
۳-۲- نتایج طیف سنجی FTIR

شکل ۹ طیف FTIR نانو پودر استانات استرانسیم در گستره عدد موجی $3000–2000cm^{-1}$را نشان می‌دهد. در طیف مربوط به نمونـه C3 در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد در این بازه دو قله جذبی در گستره $700–400cm^{-1}$ دیده مـی‌شـود کـه مـی‌توانـد مربـوط بـه نوسانات کششی پیوندهای فلز–اکسیژن (M-O) در ساختار پروسکایت باشد که در این جا M=Sr,Sn می‌باشد.



شکل ۸- طیف FT-IR گرفته شده از نمونه C3 در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد

قله جذبی اول در گستره‌ی عدد موج $400cm^{-1}$ وابسته به Sr-O و قله جذبی دوم در گستره‌ی عدد موج $600\ cm^{-1}$ وابسته به Sn-O است. پیک‌های جذبی نواحی $850cm^{-1}$، $1050cm^{-1}$ به ترتیب مربوط به ارتعاشات خمشی و کششی آنیون کربنات می‌باشد. افزون بر این پیوندهای دیده شده در ناحیه $1600cm^{-1}$ تا $3600cm^{-1}$ همپوشانی بسامدهای OH و نوسان‌های خمشی وابسته به مولکول‌های آب نیز در این ناحیه وجود داشته باشند. به علاوه قله‌های مشاهده شده در $3400–1630\ cm^{-1}$ مربوط بـه گـروه‌هـای O-H هستند. همچنین این گروه‌ها اثر قابل توجهی بر روی کاهش اکسیژن در نمونه سرامیکی تهیه شده از نانو پودرهای آن دارد.
مهم‌ترین باند ساختار پروسکایت در شکل ۱۰ در $660cm^{-1}$ ظاهر شد، که مربـوط بـه ارتعـاش کشـشی نامتقـارن پیونـد Sr-O در ساختار هشت وجهی SrO_6 می‌باشد. هشت وجهی SrO_6 دارای شش مد ارتعاشی است که در استرانسیم‌ها فقط دو مـد مربـوط بـه محدوده فروسرخ فعال هستند. مد کششی که مربوط به طول پیوند Sr-O-Sr یا Sr-O (باند $663\ cm^{-1}$) و مد خمشی کـه مربـوط بـه تغییر زاویه پیوند Sr-O-Sr (باند $550\ cm^{-1}$) است. ظاهر شدن مدهای کششی و خمشی در نمونه‌هـا نـشان دهنـده تـشکیل سـاختار پروسکایتی استانات استرانسیم است که تاییدی بر نتایج طیف پراش پرتوx می‌باشد.



شکل ۹-طیف FT-IR گرفته شده از نمونه‌های C4, C3, C2, C1, C5

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

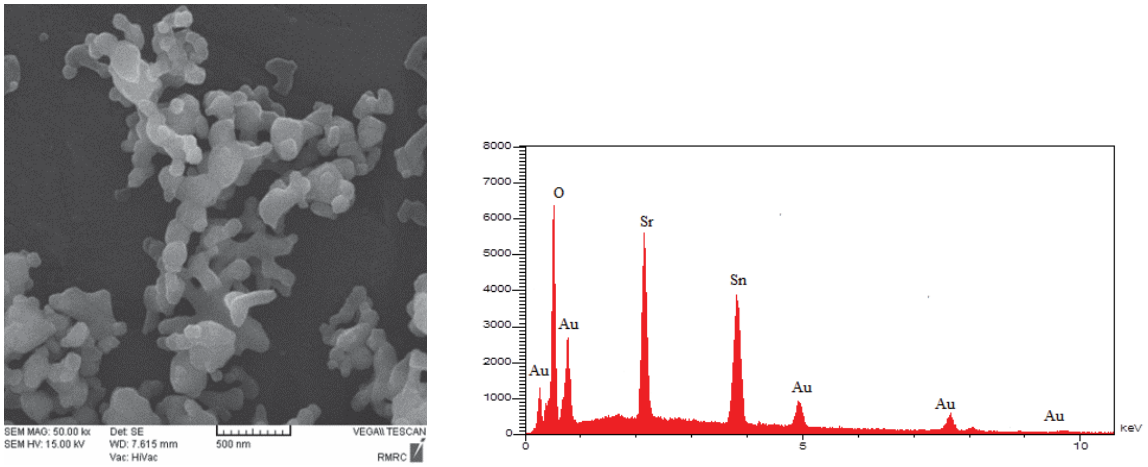
همچنین پیک جذبی و ملایم موجود در حدود عدد موج $3425cm^{-1}$ مربوط بـه حـضور آب در نمونـه اسـت و پیونـد O-H را نـشان می‌دهد. که البته با توجه به دمای بکار رفته برای کلسیناسیون، در نمونه‌های سنتز شده دیده نمی‌شود.

۳-۳- بررسی ساختار اتمی پودر استانات استرانسیم توسط میکروسکوپ الکترونی (SEM)

پس از اطمینان از سنتز نانو ذرات استانات استرانسیم تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه‌های سـنتز شـده مـورد بررسی قرار گرفته و سپس با آنالیز پراش اشعه ایکس مقایسه مـی‌شـود. تـصاویر SEM نمونـه‌هـای سـنتز شـده جهـت بررسـی مورفولوژی و تعیین دقیق‌تر اندازه نانو ذرات استانات استرانسیم به کار می‌رود.

پودرهای حاصل از روش حالت جامد در دماهای مختلف کلسینه گردیدند که کمترین دما برای تشکیل فاز پروسـکایت ۸۰۰ °C بـه دست آمد. برای تهیه‌ی نمونه‌ی سرامیکی، نمونه‌های حاصل از سنتز به روش فوق، با استفاده از دستگاه پرس و قالب حلقوی شکل تحت فشار ۱۰۰ بار قرار گرفتند و در نهایت فرآیند تفجوشی در دمای ۸۰۰ °C و به مدت ۴ساعت برروی آن‌ها انجام گردید. دمـای تفجوشی پایین به این علت انتخاب گردید که از پدید آمدن فازهای ثانویه در نمونه‌ها جلوگیری شود. بعد از آنکه دمای بهینه بـرای پیش ماده نیترات استرانسیم مشخص شد، از آن SEM و EDX تهیه شد.

در شکل ۱۱ ریز ساختار اتمی استانات استرانسیم را برای نمونه C3 مشاهده می‌شود. همان‌طور که در شکل۱۱ مشاهده مـی‌شـود به علت اینکه واکنش‌ها بطور کامل انجام نشده و فقط در حـدود ۶۵٪ اسـتانات استرانـسیم داریـم، ذرات بـصورت آگلـومره بهـم چسبیده‌اند. اما با بررسی دقیق ذرات ریزی در حد ۳۰ نانو متر هم مشاهده می‌شود که همان استانات استرانسیم بوده است.



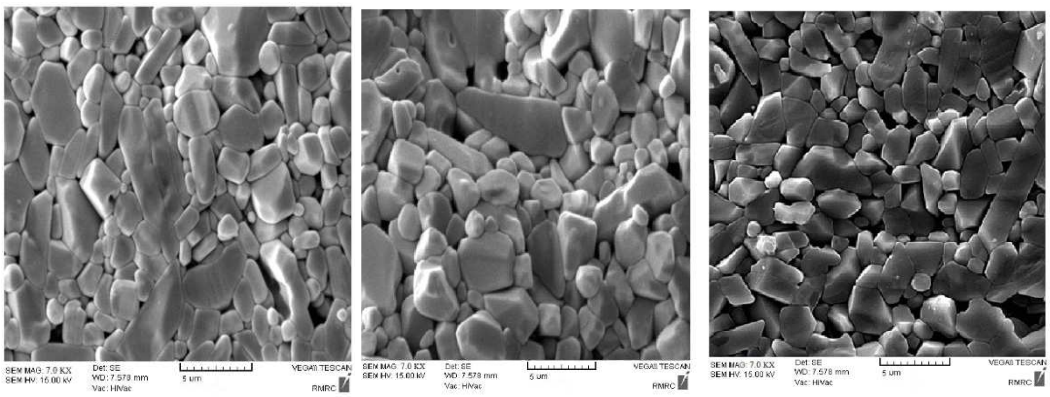
شکل ۱۰- ریز ساختار اتمی نمونه C3

از نمونه C3 که بهترین نمونه ساخته شده از پیش ماده نیترات استرانسیوم بود، آنالیز عنصری EDX نیز گرفته شد. نتـایج اصـل از آنالیز EDX نشان می‌دهد که میزان Sn و Sr موجود در پودر حاصل در مقایسه با میزان بار گذاری آن‌ها، نه تنهـا تفـاوت چنـدانی نداشته بلکه سازگاری بسیار خوبی نیز باهم دارند.

۴-۳- میکروگراف SEM نمونه‌های سرامیکی تهیه شده از پودرهای حاصل به روش واکـنش حالـت جامد

شکل ۱۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه‌های استانات استرانسیم سینتر شده در دمای ۱۲۰۰ ، ۱۳۰۰، ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد به مدت چهار ساعت تحت اتمسفر هوا را نشان می‌دهد. در این تـصاویر مـشاهده مـی‌شـود کـه نمونـه اسـتانات استرانسیم که در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد از نظر اندازه دانه نسبت به سایر دماها دارای اندازه دانه کمتری در حدود ۶۰۰ نـانو متر است (شکلa-۱۶)) و این اندازه دانه با افزایش دما افزایش می‌یابد و به مقداری در حدود ۹۰۰ نانومتر می‌رسد (شکلb-۱۶)). اندازه دانه استانات استرانسیم سینتر شده در دمای ۱۴۰۰°C در حدود ۱ میکرون است (شکلc-۱۶)).

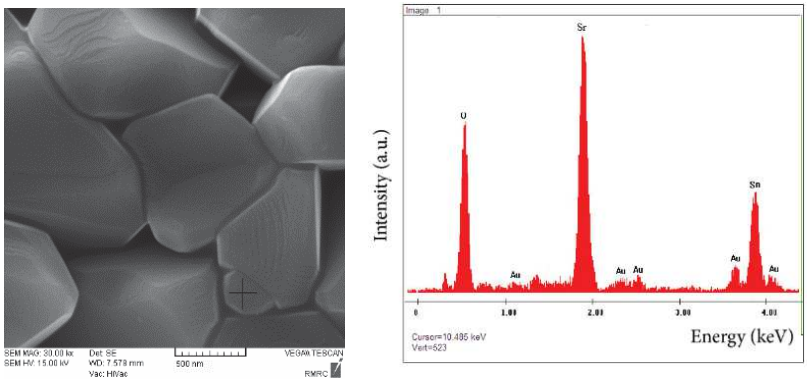
[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]



c b a

شکل ۱۱– a) ریز ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های استانات استرانسیم سینتر شده در دمای ۱۲۰۰°C
b) ریز ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های استانات استرانسیم سینتر شده در دمای ۱۳۰۰ °C
c) ریز ساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های استانات استرانسیم سینتر شده در دمای ۱۴۰۰ °C

شکل۱۷ با استفاده از آنالیز EDAX وجود فاز پروسکایت ($SrSnO_3$) در مرز دانه‌ها نشان داده شده است.



شکل ۱۲– آنالیز EDAX نمونه استانات استرانسیم زینتر شده در دمای ۱۲۰۰°C

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق نانو پودر استانات استرانسیم به روش واکنش حالت جامد تهیه شدند. خواص ساختاری آن‌ها توسط آنالیزهای طیف پراش پرتو x، تصاویر SEM و طیف FTIR مورد بررسی قرار گرفت.

- الگوهای XRD نمونه‌های پودری کلسینه شده در دماهای مختلف نشان داد که تشکیل ناقص $SrSnO_3$ در دمای ۷۰۰°C را تصدیق می‌نماید. به طوری از نتایج XRD مشاهده می‌شود، فقط بالای این دما، تشکیل فاز کامل یا تک فاز $SrSnO_3$ ممکن است. بنابراین نتایج XRD نشان می‌دهند که ماده تک فاز می‌تواند با روش مخلوط جامد در دمای ۷۰۰°C و بالاتر حاصل شود.
- نتایج حاصل از الگوی XRD حاکی از آن است که پروسکایت $SrSnO_3$، کاملا خالص، با ساختار اورتورمبیک و پروسکایت تک فاز در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد تشکیل شده است.
- با استفاده از فرمول شرر، اندازه ذره کریستال‌های نانو ذرات تهیه شده،۳۴/۸۰ nm محاسبه شد. شکل گیری فاز $SrSnO_3$ در دمای حدود ۶۵۰°C شروع می‌شود و فاز خالص در دمای ۹۰۰°C بدست می‌آید. کلسیناسیون در حرارت بالاتر، کریستاله شدن را بدون فاز ناخالصی، افزایش می‌دهد.
- بر اساس روابط شرر اندازه‌های بدست آمده با افزایش دما از ۶۰۰ درجه سانتیگراد تا ۹۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می‌یابد. بعد از جذب انرژی حرارتی بیشتر کریستالیزاسیون کامل‌تر می‌شود و اندازه‌های کریستالی افزایش می‌یابد. نتیجه می‌گیریم که حرارت و دمای اعمالی مهمترین و اصلی‌ترین عامل در تشخیص اندازه ذرات است.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]

- توسط روش نوین اندازه گیری نانو ذرات اندازه ذرات حاصله برابر ۳۴/۸۰nm نانومتر بدست آمد که این عدد با تقریب بسیار کمی توسط تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تایید گردید.
- نتایج حاصل از آنالیز EDX نشان می‌دهد که میزان Sr و Sn موجود در پودر حاصل در مقایسه با میزان بارگذاری آنها، نه تنها تفاوت چندانی نداشته بلکه سازگاری بسیار خوبی نیز باهم دارند.
- پیک جذبی ظاهر شده در محدودی $۶۹۰-۵۳۱Cm^{-1}$ در طیف FTIR بدست آمده از ماده سنتز شده، مربوط به پیوندهای Sr-O-Sn می‌باشد که نشان دهنده تشکیل نانو کریستال‌های $SrSnO_3$ بعد از کلسینه کردن است.
- –تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نیز تایید کننده که ذرات به طور تقریبا همگنی تشکیل شده‌اند و اندازه ذرات با مقدار میانگین محاسبه شده از رابطه شرر همخوانی خوبی دارد و نیز تایید کننده شکل گیری نانوساختار استانات استرانسیم می‌باشند که با افزایش دمای کلسینه کردن اندازه ذرات افزایش یافته است.

مراجع

[1] Patcharanan Junploy, Somchai Thongtem, Titipun Thongtem" Photoabsorption and photocatalysis of $SrSnO_3$ produced by a cyclic microwave radiation" *Superlattices and Microstructures*, *Volume 57*, *May 2013*, *Pages 1-10*.

[2] Jinwen Shi, Liejin Guo "ABO_3-based photocatalysts for water splitting"*Progress in Natural Science: Materials International*, *Volume 22, Issue 6*, *December 2012*, *Pages 592-615*.

[3] Yafeng Li, Huixing Zhang, Binbin Guo, Mingdeng Wei " Enhanced efficiency dye-sensitized $SrSnO_3$ solar cells prepared using chemical bath deposition"*Electrochimica Acta*, *Volume 70*, *30 May 2012*, *Pages 313-317*.

[4] Žaneta Dohnalová, Nataliia Gorodylova, Petra Šulcová, Milan Vlček "Synthesis and characterization of terbium-doped $SrSnO_3$ pigments" *Ceramics International*, *Volume 40, Issue 8, Part B*, *September 2014*, *Pages 12637-12645*

[5] Shumei Wang, Mengkai Lu, Guangju Zhou, Haiping Zhang, Zhongsen Yang "Systematic investigations into $SrSnO_3$ nanocrystals (II) photoluminescent properties of the as-synthesized nanocrystals" *Journal of Alloys and Compounds*, *Volume 452, Issue 2*, *20 March 2008*, *Pages 432-434*

[6] Yafeng Li, Huixing Zhang, Binbin Guo, Mingdeng Wei" Enhanced efficiency dye-sensitized $SrSnO_3$ solar cells prepared using chemical bath deposition" *Electrochimica Acta*, *Volume 70*, *30 May 2012*, *Pages 313-317*.

[7] N. Zidi, S. Omeiri, B. Hadjarab, A. Bouguelia, A. Akroun, and M. Trari, “Transport properties and photo electrochemical characterization of oxygen-deficient $ASnO_{3-\delta}$ (A=Ca, Sr and Ba),” *Physica B*, vol. 405, no. 16, pp. 3355–3359, 2010.

[8] M. C. F. Alves, S. Boursicot, S. Ollivier et al., “Synthesis of $SrSnO_3$ thin films by pulsed laser deposition: Influence of substrate and deposition temperature,” *Thin Solid Films*, vol. 519, no. 2, pp. 614–618, 2010.

[9] J. Ahmed, C. K. Blakely, S. R. Bruno, and V. V. Poltavets, “Synthesis of $MSnO_3$ (M= Ba, Sr) nanoparticles by reverse micelle method and particle size distribution analysis by whole powder pattern modeling,” *Materials Research Bulletin*, vol. 47, no. 9, pp. 2282–2287, 2012.

[10] P. Junploy, S. Thongtem, and T. Thongtem, “Photoabsorption and photocatalysis of $SrSnO_3$ produced by a cyclic microwave radiation,” *Superlattices and Microstructures*, vol. 57, pp. 1–10, 2013.

[11] G. Prathiba, S. Venkatesh and N. Harish Kumar (2010) Structural, Magnetic and Semiconducting properties of Fe doped $SrSnO_3$ Solid State Communication, 150, 1436-1438.

[12] Vegas, A., M. Vallet-Regí, J. M. Gonzàles-Calbet, M. A. Alario-Franco (1986) The $ASnO_3$ (A=Ca,Sr) perovskites. Acta Crystallogr. B42, 167-172.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-28]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1394.11.3.6.9]