پژوهشهای نوین فیزیک (نشریه علوم دانشگاه خوارزمی)

تأثیر دمای بازپخت روی خواص المان حسگری گاز استون بر پایهٔ نانوذرات Ni0.9C00.1Fe2O4 سنتز شده به روش خوداحتراقی

فاطمه ربیعی، مرتضی ایزدیفرد*، محمد ابراهیم قاضی؛ دانشگاه صنعتی شاهرود، دانشکدهٔ فیزیک

دریافت ۹۴/۱/۱۷ پذیرش ۹۴/۱/۱۴

چکیدہ

در این کار ابتدا نانوذرات فریت نیکل خالص و آلاییده با ۱۰٪ کبالت (۱۹۵۰م Nio.9Co.،Fe2O4) به روش خوداحتراقی تهیه شدند. سپس نانوذرات تهیه شده، به شکل قرصهایی به قطر m۲ ۲/۵ cm درآمدند. قرصهای تهیه شده در دماهای °۰۰۰۶ °۲ ۶۵۰۶ و °۲ ۲۰۰۷ به مدت ۴ ساعت تحت عملیات بازپخت قرار داده شدند. ساختار بلوری قرصهای تهیه شده با استفاده از اندازه گیری طیف پراش اشعهٔ ایکس (XRD) و ثبت تصاویر از سطح نمونهها با استفاده از یک میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) بررسی شد. طیفهای پراش اشعهٔ ایکس اندازه گیری شده، تشکیل ساختار اسپینلی مکعبی نمونهها را نشان میدانی (FESEM) بررسی شد. طیفهای پراش اشعهٔ ایکس اندازه گیری شده، تشکیل ساختار اسپینلی مکعبی نمونهها را نشان دادند. قرصهای تهیه شده به عنوان المان حسگری گاز در دماهای کار مختلف در حضور گاز استون (۲۵۰۰pm) ارزیابی شدند. نتایج این تحقیق نشان داد که نمونههای خالص و آلاییده بدون بازپخت، حساسیت بیش تری در مقایسه با نمونههای بازیخت شده نسبت به استون از خود نشان میدهند، اگر چه حساسیت نمونهٔ خالص فریت نیکل خالص (NiFe2O4) بدون بازپخت از سایر نمونهها بیش تر بود. هم چنین حساسیت حسگرها به طور قابل توجهی تابع دمای کار حسگر بودند. نتایج این بررسی نشان داد که نمونهها بیش تر بود. هم چنین حساسیت حسگرها به طور قابل توجهی تابع دمای کار حسگر بودند. نتایج این بررسی نشان داد که نمونه فریت نیکل خالص (NiFe2O4) بدون بازپخت برای حسگر، گازی روش خوداحراق نمونه فریت نیکل خالص (NiFe2O4) بدون بازپخت برای حسگری گاز استون در مقایسه با سایر نمونهها مناسب تر است.

مقدمه

*نويسندهٔ مسئول: mizadifard@shahroodut.ac.ir

مختلف گازی مورد توجه زیادی قرار گرفتهاند. یک حسگر گازی نیمرسانا، بر پایهٔ تغییر در رسانندگی مادهٔ حسگر، زمانی که در معرض گاز قرار میگیرد، کار میکند. اساس کار حسگرهای گازی بر پایهٔ اکسید فلزی نیمرسانا جذب گاز روی سطح و در نتیجه تغییر مقاومت الکتریکی آن استوار است [۳–۲]. حسگرهای گازی اولین بار در سال ۱۹۷۰ تجاری سازی شدند و سپس از سال ۱۹۸۰ میلادی توسط شرکتهایی که به تولید حسگرهای متفاوت دیگری چون حسگرهای اپتیکی، الکتروشیمیایی، مقاومتی و وزنی مشغول بودند، توسعه یافتند [۴]. حسگرهای گازی علاوه بر کاربرد در زمینهٔ آشکارسازی گازهای خطرناک و آلایندهٔ محیطی، در صنایع تولید مواد غذایی و نوشیدنی نیز به کار می روند [۵]. تحقیقات انجام شده در سالهای اخیر نشان داده است که ترکیبات بر پایهٔ فریتها نیز کاندید مناسبی برای ساخت حسگرهای گازی هستند. اکثر ترکیبات فریتی از روشهای متعارفی مانند سل- ژل، آسیاب کاری، همرسوبی شیمیایی و هیدروترمال تهیه میشوند. در این روشها معمولاً سرعت تولید کم بوده و مواد اولیه استفاده شده گران قيمت هستند. روش ديگر تهيهٔ فريتها، روش ميكروموج است. روش ميكروموج يک روش كم هزينه بوده كه اغلب میتواند منجر به تولید یک محصول بهتر در زمان کوتاهتری شود. در این روش انرژی امواج ریز جذب محلول انباشت شده و به انرژی گرمایی تبدیل میشود. گرما از درون ماده تولید و باعث احتراق آن میشود. فرآیند گرمایی درونی سریع، باعث کاهش چشمگیر زمان فرآیند و کاهش انرژی مصرفی میشود [6]. توداراچ ۱ و همکارانش، لایههای فریت نیکل اَلاییده با درصدهای مختلف کبالت را با روش سل- ژل چرخشی تهیه نموده و سپس خواص حسگری اَنها را برای گازهایی نظیر استون، اتانول، متانول و LPG بررسی کردند [۷]. استون با فرمول شیمیایی (C₃H₅OH) یک مادهٔ بسیار فرار و قابل اشتعال بوده که استنشاق آن به مدت طولانی میتواند برای انسان آسیبهای زیادی به همراه داشته باشد. بنا براین ساخت، توسعه و بکارگیری حسگرهای این ماده در محیطهایی که احتمال نشت آن وجود دارد. ضروری است. از فریت نیکل برای تشخیص و آشکارسازی گازهای دیگری نظیر بنزن، تولئن و آمونیاک نیز استفاده می شود [۸]. به طور مثال خواص حسگری فریت نیکل خالص در حضور گازهای LPG، آمونیاک، متان و کربن مونواکسید در دماهای کار مختلف توسط گروه گدام^۲و همکاران بررسی شده است [۱]. نتایج این بررسی نشان داده است که فریت نیکل خالص بیشترین حساسیت را در دمای کار $^\circ\mathrm{C}$ نسبت به گاز LPG دارد. لازم به ذکر است که تاکنون سنتز فریت نیکل آلاییده با کبالت به روش میکروموج و بررسی خواص حسگری آن برای آلایش کبالت کمتر از ۰/۲۵ گزارش نشده است. در این کار ابتدا نانوساختارهای فریت نیکل خالص و آلاییده با ۱۰٪ کبالت (Ni1-xCoxFe2O4) به روش خوداحتراقی میکروموج تهیه شدند و پس از بازپخت خواص حسگری آنها نسبت به گاز استون در دماهای مختلف بررسی شد.

¹⁻ Tudorache

روش تهيهٔ نانوذرات فريت نيكل آلاييده با كبالت (Ni_{1-x}Co_xFe₂O₄).

به منظور تهيهٔ نانوذرات فريت نيكل خالص و آلاييده با ١٠٪ كبالت (Ni1-xCOxFe2O4) نيترات آهن، نيترات نیکل، نیترات کبالت و اوره با نسبتهای عنصری مناسب در آب دو بار تقطیر حل شدند. محلول نهایی در دمای $^{\circ
m C}$ به مدت ۲ ساعت روی همزن مغناطیسی مخلوط شد تا محلولی شفاف و همگن بهدست آید. سپس محلول حاصل درون یک ماکروویو با توان ۷۲۰W قرار داده شد. به این ترتیب آب محلول در اثر احتراق حاصل در مایکروویو حذف شده و گازهای سمی نظیر NO و NO از ماده خارج شدند. مادهٔ نهایی حاصل به رنگ خاکستری و کاملاً متخلخل بود. در یک هاون چینی به منظور یکنواخت کردن دانهها مادهٔ نهایی به مدت ۲۰ دقیقه ساییده شد و سپس به منظور ایجاد چسبندگی، مقداری پروپانول -۲ به این ماده اضافه شده است و برای تهیهٔ قرص مادهٔ حاصل در قالبی به قطر ۲/۵cm، تحت فشار ۱۵ تنی قرار گرفت. در این کار نمونههای فریت نیکل آلاییده با ۱۰٪ کبالت به مدت ($Ni_{0.9}Co_{0.1}Fe_2O_4$) در دماهای $^\circ$ ۲۰۰°، $^\circ$ ۶۰۰° و $^\circ$ ۲۰۰۰ و نمونهٔ فریت نیکل خالص در دمای $^\circ$ ۲۰۰۰ به مدت ۴ ساعت بازپخت شدند. خواص ساختاری نمونههای تهیه شده با استفاده از اندازه گیری پراش اشعهٔ ایکس (XRD) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) بررسی شدند. به منظور بررسی خواص حسگری، قرصهای تهیه شده الکترودگذاری شدند. برای این کار دو سیم مسی را با استفاده از چسب نقره به دو سر هر قرص متصل و سپسس هر قرص به عنوان عنصر حسگر در راکتور حسگر گازی قرار داده شد. برای بررسی خواص حسگری دو سر سیم هر عنصر حسگر به یک دستگاه مولتیمتر متصل شدند. خروجی این مولتیمتر به یک رایانه متصل بوده و به كمك نرمافزار مربوط Precessor (DMM Data) مقاومت لحظه به لحظهٔ قرصها در هوا و در حضور گاز هدف ثبت شدند. محفظهٔ راکتور مورد استفاده از جنس تفلون و مجهز به یک گرمکن (برای تغییر دمای نمونهها) و کنترل کنندهٔ دما و روزنهای برای ورود و خروج گاز بود.

نتايج و بحث

۱- ویژگیهای ساختاری

طیفهای پراش اشعهٔ ایکس (XRD) اندازه گیری شده برای نمونههای بدون بازپخت و بازپخت شده فریت نیکل خالص و آلاییده با ۱۰٪ کبالت در شکلهای ۱ و ۲ نشان داده شده است. طیف XRD نمونهها نشانگر پراش قوی از صفحات بلوری (۲۲۰)، (۲۱۱)، (۴۰۰)، (۵۱۱) و (۴۴۰) مربوط به تشکیل ساختار اسپینلی مکعبی بود که این نتیجه در توافق با گزارش سایر گروههای تحقیقاتی است [۹]. در طیفهای XRD نمونهها، قلههای پراش از صفحات (۲۲۲) و (۴۲۲) نیز به طور ضعیفی قابل مشاهده هستند. مقایسهٔ قلههای پراش در طیفهای XRD نشان داد که راستای ترجیحی صفحات، راستای (۳۱۱) است. مقایسهٔ طیفهای پراش در طیفهای TRD نشان داد که راستای کیفیت ساختاری نمونهها است. اندازهٔ متوسط بلورکها با استفاده از رابطهٔ شرر (۱) و ثابت شبکه با استفاده از رابطهٔ (۲) از مشخصات قله (۳۱۱) محاسبه شدند. نتایج این محاسبات در جدول (۱) گزارش شده است. پژوهشهای نوین فیزیک (نشریه علوم دانشگاه خوارزمی)

$$D = 0.9 \lambda / \beta \cos\theta \tag{1}$$

$$a = d_{hkl} * (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$$
(7)

heta در رابطهٔ (۱) D اندازهٔ بلورک، λ طول موج اشعهٔ X (برابر $X^{
m o}$ (۱/۵۴۰۶ $A^{
m o}$)، β پهنا در نصف بیشینهٔ بر حسب رادیان و θ زاویهٔ پراش است. در رابطهٔ (۲)، a ثابت شبکه و d_{hkl} فاصلهٔ دستهٔ صفحات hkl است.



شکل۱. طیفهای پراش اشعهٔ ایکس نمونههای فریت نیکل خالص (NiFe2O4) بازپخت شده و بدون بازپخت.



شکل۲. طیفهای پراش اشعهٔ ایکس نمونههای فریت نیکل آلاییده (Ni_{0.9}Co_{0.1}Fe₂O4) بدون بازپخت و بازپخت شده در دماهای مختلف.

تأثیر دمای بازپخت روی خواص المان حسگری گاز استون.....

(آلایش کبالت) x	دمای بازپخت (C°)	(nm) (5 * * *	اندازة متوسط بلوركها
		کابت سبکه (۱۱۱۱	(nm)
• / •	•	۰/۸۳۰	١٧
• / •	٧٠٠	•/٨٢٨	۲۵
• / \	•	•/እ۴۶	74
• / \	۶۰۰	۰/۸۳۸	۲۵
•/\	۶۵۰	۰/۸۳۶	۲۷
• / \	٧٠٠	۰/۸۳۵	۳۱

جدول۱. اندازهٔ متوسط بلورکها و ثابت شبکهٔ نمونههای فریت نیکل آلاییده با کبالت (Ni_{1-x}Co_xFe₂O₄).

مقایسهٔ نتایج مربوط به پارامترهای ساختاری نمونهها نشان میدهد که به طور کلی به دلیل عملیات بازپخت ثابت شبکهٔ نمونههای بازپخت شده (آلاییده یا بدون آلایش)، نسبت به ثابت شبکهٔ نمونههای بدون بازپخت اندکی کاهش یافته است. همچنین مقایسهٔ ثابت شبکهٔ نمونههای آلاییده و بدون آلایش که دمای بازپخت آنها ۲۰۰°۷ است، نشان مىدهد كه ثابت شبكه با افزودن آلايش كبالت افزايش يافته است. اين افزايش مىتواند به دليل بزرگتر بودن شعاع یونی مربوط به یونهای کبالت (Å /۰/۷۸) در مقایسه با نیکل (۸ /۰/۷۴) باشد [۱۰]. این مطلب با جابهجایی زاویهٔ پراش مربوطه به سمت زوایای کوچکتر تأیید میشود. ثابت شبکه برای نمونههای آلاییده با افزایش دمای بازپخت تا ابتدا کاهش و سپس با افزایش دمای بازپخت تا $^{\circ}\mathrm{C}$ مجدداً افزایش مییابد. کاهش ثابت شبکه به دلیل $^{\circ}\mathrm{C}$ پیدایش کرنش تراکمی و افزایش ثابت شبکه به دلیل پیدایش کرنش کششی در ساختار شبکهٔ بلوری در اثر انجام عمليات بازپخت مربوط است. مقايسهٔ اندازهٔ متوسط بلورکها برای نمونههای بازپخت شده (اَلاييده يا بدون اَلايش)، نسبت به نمونههای بدون بازپخت نشان میدهد که به طور کلی با انجام عملیات بازپخت اندازهٔ متوسط بلورکها به دليل بهبود كيفيت بلوري نمونهها افزايش يافته است. همچنين با افزايش دماي بازيخت براي نمونههاي آلاييدهٔ اندازهٔ متوسط بلور کها نیز افزایش یافته است. این نشان میدهد با انجام عملیات بازپخت و همچنین افزایش دمای بازپخت درجهٔ بلورینگی نمونهها افزایش و در نتیجه اندازهٔ بلورکها نیز افزایش یافته است. برای بررسی بیشتر ساختار نمونهها، تصاویر FESEM از سطح آنها ثبت شد. نمونهای از تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونههای فریت نیکل خالص بدون بازیخت و بازیخت شده در دمای $^{\circ}\mathrm{C}$ در مقیاسهای ۵۰۰nm و ۱۰ μ m در شکل ۳ نشان داده شده $^{\circ}$ است. مقايسه تصاوير FESEM اين نمونهها نشان ميدهد كه ساختار فريت نيكل خالص بدون بازپخت و بازپخت شده تقريباً يكسان است و عمليات بازپخت تغيير قابل توجهي در ساختار أنها ايجاد نكرده است. البته افزايش نسبي کوچکی در اندازهٔ دانهها به هنگام مقایسه تصاویر FESEM این نمونهها در مقیاس ۵۰۰nm برای نمونه فریت خالص باز پخت شده قابل مشاهده می باشد. در بررسی تصاویر FESEM مربوط به نمونهٔ خالص بدون باز پخت (شکل ۳- الف) حضور فضاهای خالی بین کلوخههای تشکیل شده نشانگر تخلخل سطح نمونه است. مقایسهٔ تصاویر FESEM نمونهها

در مقیاس ۱۰µ۳ نشان میدهند که با انجام عملیات بازپخت خلل و فرج موجود (تخلخل) در نمونهٔ بازپخت شده اندکی افزایش یافته است که این می تواند نشانگر اندکی کاهش در کیفیت ساختاری این نمونه باشد. این نتایج با نتایج حاصل از اندازه گیریهای XRD برای این دو نمونه در توافق است (شکل ۲).



شکل۳. تصاویر FESEM از سطح نمونه های فریت نیکل خالص، الف) بدون بازپخت ب) بازپخت شده در دمای (سمت چپ). ۲۰۰°C

در شکل ۴ نمونهای از تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونههای بدون بازپخت و بازپخت شده فریت نیکل آلاییده با ۱۰٪ کبالت (Nio.9Coo.1Fe2O4) در مقیاسهای ۵۰۰nm و سب۱۰ نشان داده شده است. بررسی تصاویر FESEM ثبت شده در مقیاس بزرگتر (۱۰µm) نشان میدهد که سطح همهٔ نمونهها از قطعات کلوخه مانندی با ابعاد مختلف که هر یک از دانههایی با ابعاد ریزتری تشکیل شدهاند پوشیده شده است. بررسی تصاویر FESEM ثبت شده در مقیاس کوچکتر (۵۰۰m) نشان میدهند که این کلوخهها از ذرات تقریباً کروی شکل تشکیل شدهاند که با انجام عملیات بازپخت و افزایش دمای بازپخت، میانگین اندازهٔ آنها و همچنین توزیع آنها نسبتاً یکنواختتر شده است. مقایسهٔ تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونهها در مقیاس سا۱۰ نشان میدهد که با انجام عملیات است. مقایسهٔ تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونهها در مقیاس سا۱۰ نشان میدهد که با انجام عملیات بازپخت و افزایش دمای بازپخت، به طور محسوسی از میزان تخلخل مشاهده شده در ساختار نمونهها کاسته میشود. همان گونه که اشاره شد استفاده از دستگاه ماکروویو برای انجام سنتز خود احتراقی و در نتیجه نوع گرادیان گرمایی ایجاد شده میتواند روی همگنی و میزان یکنواختی ساختار نمونه تاثیرگذار باشد [۱۱].



شکل۴. تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونه های Ni_{0.9}Co_{0.1}Fe₂O4 : الف) بدون بازپخت ب) بازپخت شده در دمای C°۰۰۶ پ) بازپخت شده در دمای C°۶۵۰° ت) بازپخت شده در دمای C°۲۰۰ ، تصاویر سمت راست در مقیاس ۱۰µm و تصاویر سمت چپ در مقیاس ۵۰۰nm ثبت شدهاند.

۲- ویژگیهای الکتریکی

جهت بررسی تغییرات مقاومت الکتریکی نمونهها در حضور گاز و پاسخ حسگر به گاز استون ابتدا رفتار اهمی اتصالات نمونهها آزمایش و سپس مقاومت الکتریکی نمونهها در هوا و در دماهای مختلف بررسی و اندازه گیری شدند. تغییرات مقاومت الکتریکی یک نمونهٔ فریت نیکل خالص و آلاییده با ۱۰٪ کبالت بر حسب دما در شکل ۵ نشان داده شده است. همان طوری که در این شکل مشاهده می شود با افزایش دما، مقاومت ویژهٔ نمونه کاهش یافته است که این رفتار نشانگر ویژگی نیم رسانایی این ترکیب است. مقایسهٔ تغییرات مقاومت نمونه های خالص و آلاییده نشان می دهد که در یک دمای ثابت مقاومت الکتریکی نمونهٔ آلاییده کاهش می یابد که این رفتار ممکن است به تغییر در نحوهٔ توزیع کاتیون ها، آرایش یون های +Fe² اضافی و اختلاف در اندازهٔ یونی کاتیون ها وابسته باشد [۱۰].



Ni1-) شكل ۵. تغييرات مقاومت الكتريكى بر حسب دما و آلايش كبالت براى نمونه هاى فريت نيكل آلاييده با كبالت (.Ni1-) xCoxFe2O4).

۳- بررسی و اندازه گیری پاسخ نمونه ها به استون

در ادامهٔ حساسیت نمونههای تهیه شده نسبت به گاز استون (۲۵۰۰ppm) بررسی شد. استون از جمله گازهای کاهنده است که واکنش این گاز با اکسیژن جذب سطحی شده با معادلات شیمیایی صورت زیر بیان میشود [۱۲]:

 $CH_{3}COCH_{3}+5O^{-}(ads) \rightarrow 3CO+3H_{2}O+5e \qquad (1)$

$$CH_{3}COCH_{3}+8O^{-}(ads) \rightarrow 3CO_{2}+3H_{2}O+8e \qquad (7)$$

- $CH_{3}COCH_{3}+5O_{2}^{-}(ads) \rightarrow 3CO+3H_{2}O+10e \qquad (\text{``)}$
- $CH_3COCH_3 + 8O_2^{-}(ads) \rightarrow 3CO_2 + 3H_2O + 16e \qquad (\ensuremath{\mathfrak{F}})$

در این واکنشها، گاز استون با اکسیژن جذب شده به صورت CO یا CO2 واکنش می دهد و به سطح اکسید، الکترون داده می شود که این الکترون به نوار رسانش اکسید فلز گذار می کند. بنا براین بار الکتریکی در نوار رسانش افزایش یافته و باعث افزایش رسانندگی نمونه می شود [1۲]. بسیاری از گازها مانند استون، به راحتی روی سطح اکسید فلز در دماهای کار بالا تجزیه می شوند و بنا براین شاهد تغییرات غلظت گاز مورد نظر در اکسید فلز خواهیم بود. وقتی یک گاز کاهنده مثل استون روی سطح ماده ای به طور شیمیایی جذب می شود، الکترونهای اضافی در سطح ماده ایجاد می شوند، در نتیجه مقاومت ماده کم می شود [۱۳]. پاسخ حسگر که بر حسب درصد بیان می شود، و گاهی حساسیت نیز نامیده می شود، به صورت نسبت تغییرات مقاومت الکتریکی حسگر در حضور گاز (R_g) به مقاومت الکتریکی حسگر در هوا (Ra) تعریف می شود:

$$S = (R_a - R_g)/R_a \times 100 = \Delta R/R_a \times 100$$
 (Δ)

پاسخ حسگر نه تنها به مورفولوژی سطح بلکه به دمای بازپخت، اجزای سازندهٔ فریت، غلظت گاز و نوع گاز آشکارسازی شده بستگی دارد [۷]. پاسخ حسگر به وسیلهٔ تعداد جایگاههای فعال روی سطح حسگر گازی تعیین میشود. مرز بین دانهها به عنوان جایگاههای فعال در نظر گرفته میشوند. زمان پاسخ حسگر به صورت مدت زمانی که نیاز است تا تغییرات مقاومت الکتریکی حسگر به ٪۹۰ مقدار تعادلی خود در حضور گاز هدف برسد، تعریف میشود. زمان پاسخ یکی از مهمترین پارامترهای حسگر گازی به شمار میرود.



شکل۶. پاسخ نمونه های (حسگرهای) Ni0.9C00.1Fe2O4 در دماهای کار مختلف نسبت به ۲۵۰۰ppm گاز استون



شکل ۲. پاسخ نمونه های فریت نیکل خالص در دماهای کار مختلف در حضور ۲۵۰۰ppm گاز استون.

کمیت مهم دیگر، زمان بازگشت حسگر است که به صورت زمان لازم برای این که سیگنال حسگر به ۲۰۰ مقدار اولیهٔ سیگنال اصلی، هنگامی که گاز هدف از سطح نمونه خارج میشود، برسد، تعریف میشود [۱۲]. برای اندازه گیری پاسخ نمونه ها به حضور گاز استون ابتدا مقاومت الکتریکی نمونهٔ (حسگر) بدون حضور گاز و در اتمسفر آزمایشگاه و سپس در حضور گاز استون اندازه گیری شدند. به منظور بررسی اثر دما بر عملکرد حسگر و پیدا کردن دمای کار بهینه، پاسخ حسگر از دمای اتاق تا دمای C⁰ ۳۵۰ با فاصلهٔ دمایی C⁰ ۵۰ اندازه گیری شد. نتایج این بررسی برای نمونه های فریت نیکل آلاییده با ۱۰٪ کبالت و نمونه های خالص به ترتیب در شکلهای ۶ و ۷ نشان داده شده است. این نتایج نشان می دهند با افزایش دمای کار، پاسخ حسگرها پس از افزایش به یک مقدار بیشینه رسیده و سپس کم میشود. کاهش پاسخ حسگر پس از رسیدن به مقدار بیشینه ممکن است ناشی از کاهش قدرت جذب گاز در دماهای بالاتر باشد. نتایج این بررسی نشان داد که دمای کار بهینه نمونههای فریت نیکل آلاییده با ۱۰٪ کبالت حدود C⁰ ۲۰ و برای نمونههای خالص حدود C⁰

همان طوری که نمودار پاسخ بر حسب دما مربوط به نمونههای آلاییده نشان میدهد (شکل ۶)، به طور کلی حساسیت نمونههای بدون بازپخت (آلاییده و بدون آلایش) از دیگر نمونهها بیشتر است. همچنین حساسیت نمونهٔ بازپخت شده در دمای 2°۶۰۰ از سایر نمونههای باز پخت شده بیشتر است و با افزایش دمای بازپخت، حساسیت حسگرها کاهش یافته است. با توجه به تصاویر FESEM ثبت شده از سطح نمونهها و همچنین مقادیر محاسبه شده برای اندازهٔ بلورکها این کاهش پاسخ را میتوان به کاهش تخلخل نمونهها و افزایش اندازهٔ متوسط بلورکها نسبت داد. هرچه تخلخل سطح حسگر بیشتر باشد، گاز به سطح بیشتری از حسگر دسترسی خواهد داشت. معمولاً ساختاری برای اندازهٔ بلورکها این کاهش پاسخ را میتوان به کاهش تخلخل نمونهها و افزایش اندازهٔ متوسط بلورکها نسبت داد. اوری اندازهٔ بلورکها این کاهش پاسخ را میتوان به کاهش تخلخل نمونهها و افزایش اندازهٔ متوسط بلورکها نسبت داد. ارای اندازهٔ بلورکها این کاهش پاسخ را میتوان به کاهش تخلخل نمونهها و افزایش اندازهٔ متوسط بلورکها نسبت داد. ارای اندازهٔ بلورکها این کاهش پاسخ را میتوان به کاه موان ازهٔ دانهٔ کوچکتر بود و هم سطح آن تخلخل بیشتری داشته برای انجام عملیات حسگری گاز مناسب است که هم اندازهٔ دانهٔ کوچکتر بود و هم سطح آن تخلخل بیشتری داشته باشد [۱۴]. بنا براین در نمونهٔ بدون بازیخت، به علت اندازهٔ کوچک بلورکها و تخلخل بیشتر سطح حسگر، شاهد افزایش پاسخ حسگر هستیم. پارامترهای حسگری اندازه گیری شدهٔ نمونه ها در دمای کار بهینه در جدول ۲ گزارش

دهای کار بهینه.						
(آلایش کبالت) x	دمای بازپخت	زمان پاسخ (s)	زمان بازگشت (min)	بيشينهٔ پاسخ (٪)		
	(°C)					
• / •	•	11	۶	٨٣/۵٩		
• / •	٧٠٠	22	۵	۵۲/۶۰		
• / 1	•	٣٣	۶	۷۸/۵۲		
• / \	۶۰۰	١٧	78	۷۴/۳۶		
• / 1	۶۵۰	۵۰	۱۵	D1/TT		
• / \	٧٠٠	77	۴	F9/V		

جدول۲. پارامترهای حسگری نمونه های فریت نیکل آلاییده (Ni_{1-x}Co_xFe₂O4) در حضور ۲۵۰۰ppm استون در دماع کار یفینه.

بررسی نتایج بهدست آمده نشان میدهد که با آلایش ۱۰٪ کبالت در نمونههای بدون بازپخت، بیشینهٔ پاسخ حسگرها از حدود ٪۸۳ به ۸۷٪ کم می شود که این با نتایج گروه توداراچ و همکارانش در توافق است [۷]. با توجه به تصاویر FESEM، کاهش پاسخ حسگر با آلایش کبالت را میتوان به کاهش تخلخل سطح حسگر و پر شدن فضای بین دانهها که منجر به کاهش تعداد جایگاههای فعال می شود نسبت داد. علاوه بر این کاهش پاسخ حسگر ممکن است به دلیل جانشینی یونهای کبالت در شبکهٔ یونهای نیکل باشد که فرآیند تبادل الکترون جهت تغییر در رسانندگی را مختل میکند. بررسی زمان بازگشت حسگرها نشان می دهد که این زمان نسبتاً طولانی است و این میتواند به دلیل ساختار حجمي نمونهها باشد. از أن جايي كه نمونهها به شكل قرص درآمدهاند گاز به درون أنها نفوذ كرده و به آرامي از آن خارج میشود، در نتیجه انتظار داریم زمان بازگشت حسگرها افزایش یابد. در بین نمونهها، نمونههای فریت نیکل آلاییده با ۱۰٪ کبالت، بدون بازیخت و نمونهٔ بازیخت شده در دمای C°۷۰۰، زمان بازگشت کمتری دارند. زمان پاسخ با افزایش دمای بازپخت از دمای $^{\circ}\mathrm{C}$ تا $^{\circ}\mathrm{C}$ ابتدا افزایش یافته و سپس با افزایش بیشتر دمای بازپخت تا مجدداً کاهش یافته است. با توجه به تعریف زمان پاسخ این وضعیت نشان میدهد مدت زمان برای تغییر m Cمقاومت الکتریکی تا %۹۰ مقدار تعادلی آن در حضور گاز برای نمونهٔ آلاییده و بازپخت شده در دمای $^\circ
m C$ نسبت به نمونهٔ آلاییده و بازیخت شده در دمای C۰۰°۲ بیشتر است. چون زمان پاسخ حسگر به دلیل تغییر مقاومت الکتریکی به تحرک حاملهای بار و در نتیجه تعداد جایگاههای فعال (مرز بین دانهها) روی سطح المان حسگری بستگی دارد لذا به نظر می سد مرزدانه ها روی سطح نمونه حسگر آلاییده و بازیخت شده در دمای ۲۰۰[°]۲ به دلیل بزرگتر بودن اندازهٔ متوسط بلورکهای آن کم تر بوده و در نتیجه زمان پاسخ برای این نمونه نسبت به نمونهٔ آلاییده و بازپخت شده در دمای $^{\circ}C$ ۶۵۰ $^{\circ}$ کوتاهتر است. زمان پاسخ و بازگشت، دو پارامتر مهم در حسگری محسوب میشوند، بنا براین نمونههای بدون بازپخت و بازپخت شده در دمای ۲۰۰[°]۲۰ برای انجام عملیات حسگری، نمونههای مناسبی هستند. پس از مشخص شدن دمای کار بهینه حسگرها، پاسخ نمونه ها در غلظت های مختلف گاز استون بررسی شدند. نتایج این بررسی برای نمونههای فریت نیکل آلاییده و خالص به ترتیب در شکلهای ۸ و ۹ نشان داده شده است.



شکل۸. پاسخ نمونههای Ni_{0.9}Co_{0.1}Fe₂O4 بدون باز پخت و باز پخت شده در دمای ۲۰۰°C در حضور گاز استون با غلظتهای مختلف در دمای کار بهینه ۲۵۰°C.



شکل ۹. پاسخ نمونههای فریت نیکل خالص بدون بازپخت و بازپخت شده در دمای C°۷۰۰، در حضور گاز استون با غلظتهای مختلف در دمای کار بهینه C°۳۰۰.

بررسی این نتایج نشان داد که با افزایش غلظت گاز، پاسخ نمونههای خالص و آلاییده (بدون بازپخت و بازپخت شده) افزایش مییابد. در غلظتهای کم استون به دلیل پوشش کمتر دانههای سطح حسگر به وسیلهٔ مولکولهای گاز، واکنش سطحی کمتری روی سطح حسگر اتفاق میافتد. اندازه گیری پاسخ نمونهها نسبت به غلظت گاز استون نشان می دهد که با افزایش غلظت گاز، واکنشهای سطحی افزایش یافته و در نتیجه انتظار داریم که بیشینهٔ پاسخ حسگر نیز افزایش یابد. حساسیت نمونهها در غلظتهای حدود ۴۵۰۰ppm به حالت اشباع نزدیک می شود. علاوه بر این بیشینه پاسخ نمونههای بدون بازپخت، خالص و آلاییده از نمونههای بازپخت شده بیش تر است که این می تواند به دلیل تخلخل پاسخ نمونههای بدون بازپخت، خالص و آلاییده از نمونههای بازپخت شده بیش تر است که این می تواند به دلیل تخلخل می تر نمونههای بدون بازپخت، خالص و آلاییده از نمونههای بازپخت شده بیش تر است که این می تواند به دلیل تخلخل واکنش دهد. بنا براین در اثر بالا رفتن واکنشهای سطحی، بیشینهٔ پاسخ حسگر افزایش می یابد. در حسگرهای مقاومتی با افزایش غلظت گاز تا یک غلظت آستانه، پاسخ حسگر به حالت اشباع می رسد، زیرا در این حالت همهٔ مقاومتی با افزایش غلظت گاز تا یک غلظت آستانه، پاسخ حسگر به حالت اشباع می سد، زیرا در این حالت همهٔ مقاومتی با افزایش علقت گاز تا یک غلظت آستانه، پاسخ حسگر به حالت اشباع می رسد، زیرا در این حالت همهٔ

نتيجهگيرى

در این کار ابتدا نانوپودر فریت نیکل خالص (NiFe2O4) و آلاییده (Ni0.9Coo.1Fe2O4) به روش خوداحتراقی میکروموج تهیه شدند. سپس با استفاده از این نانوپودر قرصهایی به قطر ۲/۵cm به عنوان عنصر حسگری تهیه شدند. قرصهای تهیه شده در دماهای C^o۰۶۰۰ ک^o۶۵۰ و C^o۷۰۰ به مدت ۴ ساعت بازپخت شدند. ویژگیهای ساختاری نمونهها به وسیلهٔ اندازهگیریهای پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) بررسی شد. با الکترودگذاری روی قرصهای تهیه شده، یک المان حسگری تهیه شد و پاسخ حسگرها در دماهای کار مختلف نسبت به گاز استون (۲۵۰۰ppm) بررسی شد و دمای کار بهینه برای آنها بهدست آمد. نتایج این تحقیق نشان داد که با انجام آلایش، پاسخ حسگرها میشود که این ممکن است ناشی از جانشینی یونهای کبالت در شبکهٔ یونهای نیکل و کاهش تخلخل سطح نمونهها باشد. همچنین مشاهده شد که با افزایش غلظت استون پاسخ حسگرها افزایش مییابد. مقایسهٔ پاسخ نمونههای بدون بازپخت و بازپخت شده نشان داد که نمونههای بدون بازپخت در مقایسه با نمونههای بازپخت شده حساسیت بیشتری از خود نشان میدهند. در بین نمونههای تهیه شده، نمونههای فریت نیکل خالص (NiFe2O4) بدون بازپخت، بیشترین حساسیت را نسبت به گاز استون از خود نشان دادند. بنا براین نتایج این بررسی نشان داد که این نمونه برای حسگری گاز استون در مقایسه با سایر نمونهها مناسبتر است.

منابع

1. N. N. Gedam, A. V. Kadu, P. R. Padole, A. B. Bodade, G. N. Chaudhari, Sens. Transducers .j. vol. 110, Issue 11 (2009), pp.86-95.

 Chengxiang Wang, Longwei Yin, Luyuan Zhang, Dong Xiang and Rui Gao, (2010), Sensors 10, 2088-2106.

 N. Rezlescu, N. Iftimie, E. Rezlescu, C. Doroftei, P. D. Popa, (2006), Sensors and Actuators B 114, 427–432.

4. Michele Penza, Giorgio Sberveglieri, Wojtek Wlodarski, Yongxiang Li, (2009), Journal of Sensors, doi:10.1155/2009/924941.

5. Jose A. Rodriguez, Marcos Fernandez- Garcia, (2007), "SYNTHESIS, PROPERTIES, AND APPLICATION OF OXIDE NANOMATERIALS ", Printed in the United States of America.

6. M. Sertkol, Y. Koseo^{*}glu, A. Baykal, H. Kavas, A. Bozkurt, M.S. Toprak, (2009), Journal of Alloys and Compounds 486, 325–329.

7. Florin Tudorache, Paul Dorin Popa, Marius Dobromir, Felicia Iacomi, (2013), Materials Science and Engineering B ,1334-1338.

8. Ya Tang, XinweiWang, QinghongZhang, Yaogang Li, HongzhiWang,(2012), Progress in Natural Science: Materials International 22(1):53–58.

9. Nguyen Khanh Dung, Nguyen Hoang Tuan, (2009), Journal of Science, Mathematics - Physics 25, 153-159.

10. R. C. Kambale, P.A. Shaikh, S.S. Kamble, Y.D. Kolekar, (2009), Journal of Alloys and Compounds 478, 599–603.

11. Amal M. Ibrahim, M.M. Abd El-Latif, Morsi M. Mahmoud, (2010), Journal of Alloys and Compounds 506, 201–204

12. JIAO Wan-li, ZHANG Lei, (2012), Trans. Nonferrous Met. Soc. China 22, 1127-1132.

13. M. M. Arafat, B. Dinan, Sheikh A. Akbar, A. S. M. A. Haseeb, (2012), Sensors 12, 7207-7258.

14. A. Sutka, M. Stingaciu, G. Mezinskis, A. Lusis, (2012), J Mater Sci 47, 2856–2863.