

تحضير المركب $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3)$ النانوي بطريقة السول- جل ودراسة خصائصه التركيبية

فاروق أبراهيم حسين قادر

فراس محمد طعمة عباس

قسم الفيزياء /كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم)/جامعة بغداد

استلم في 5/تشرين الثاني/2015، قبل في 31/كانون الثاني/2016

الخلاصة

حضر المركب النانوي $(\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3)$ لقيم $(x=0.26,0.28,0.30,0.32,0.34)$ باستعمال طريقة السول – جل وتمت دراسة الخواص التركيبية للمركب الناتج باستعمال فحص حيود الاشعة السينية (XRD) وكذلك المجهر الالكتروني الماسح (SEM). وأظهرت النتائج لجميع العينات المحضرة من خلال الفهرسة البرمجية لطيف حيود الاشعة السينية انها تمتلك الطور الرباعي ولا توجد اطوار اخرى ظاهرة وان عملية استبدال ايون (Sr^{+2}) بدل ايون (Ba^{+2}) لم يغير طور المركب , كما تبين ان زيادة تركيز أيون (Sr^{+2}) ادى الى نقصان ثوابت الشبكة (c,a) ومن ثم نقصان حجم خلية الوحدة كما ان الحجم الحبيبي المحسوب من معادلتى ديبياي شرر و وليامسون-هول و الكثافة المحسوبة من طيف حيود الاشعة السينية تنقص بزيادة تركيز أيون (Sr^{+2}) . ومن خلال صور المجهر الالكتروني الماسح تبين ان حبيبات المسحوق المحضر تتخذ شكلا شبه الكروي .

الكلمات المفتاحية :- باريوم سترونتيوم تيتانيت , السول – جل , XRD , SEM, تصفية ريتقيلد .

المقدمة

ازداد الأهتمام بتحضير ودراسة خصائص المواد النانوية في السنوات الاخيرة وذلك بسبب خواصها الكيميائية والفيزيائية المميزة والناجثة عن تأثير حجم الحبيبات لهذه المواد. [1] تعد مادة تيتانيت الباريوم ($BaTiO_3$ or BT) وما شابهها من مواد متعددة التبلور مثل ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) لها نمط بلورات البيروفسكايت (Perovskite Crystals) ذات الصيغة العامة (ABO_3) من أشهر المواد الفيروكهربائية (Ferroelectric Materials)، إذ أن ($A = Ba, Sr, Pb, \dots$) و ($B = Ti, Ta, Zr, \dots$) إذ تمتاز هذه المركبات باستقراريتها الكيميائية وتحملها لدرجات الحرارة العالية فضلاً عن ثابت عزلها العالي ومعامل فقد المنخفض، كما ان الخواص الفيزيائية والكيميائية لهذه المواد تتأثر بشكل كبير بتركيبها وحجمها الحبيبي وشكلها مما يزيد من امكانية استعمالها عملياً. [1, 2]

من مميزات مركبات التيتانيت هي امكانية الاستبدال الجزئي للذرات او الأيونات عند الموقع (A) كما في مركب تيتانيت الباريوم ذات التركيب الرباعي عند درجة حرارة الغرفة، عند استبدال أيون (Ba^{+2}) بأيون (Sr^{+2}) للحصول على مركب باريوم سترونتيوم تيتانيت ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ or BST) إذ أن الأيونان المستبدل و البديل متمائلي التكافؤ [3]. عند تغير قيم (X) أو تركيز أيون (Sr^{+2}) يصبح من الممكن الحصول على خواص نوعية لهذا المركب مثل الخواص الكهربائية والعزلية لأن عملية الاستبدال قد تكون مؤثرة في الخواص التركيبية وذلك اعتماداً على تركيز أيون (Sr^{+2}) لذا فهو يكون مؤثراً أيضاً في خواص المادة الأخرى كالخواص الكهربائية والعزلية لأن هذه الأخيرة تعتمد بقوة على الخواص التركيبية والمجهرية للمادة مثل الحجم الحبيبي (Grain size) والكثافة (Density) وغيرها. [4]

يمتلك مركب باريوم سترونتيوم تيتانيت خواصاً مميزة يمكن الاستفادة منها في تطبيقات متعددة إذ يدخل هذا المركب في تصنيع اجزاء إلكترونية متنوعة منها مختلف انواع المتسعات عالية العزل (High Dielectric Capacitors)، الكواشف (Detectors)، المجسات (Sensors)، المضمنات البصرية (Optical Modulators) وغيرها الكثير من التطبيقات. [5] هناك طرائق متعددة استعملت في تحضير هذا النوع من مركبات التيتانيت فقد تم تحضيره أما بطريقة تفاعل الحالة الصلبة (Solid state reaction) أو باستعمال أحد الطرائق الكيميائية ومنها طريقة السول-جل (sol-gel) [6].

ان الهدف من بحثنا هذا هو تحضير المركب النانوي ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) ودراسة تأثير قيم الاستبدال (X) في التركيب البلوري وبعض الخواص التركيبية الأخرى.

الجزء العملي

تم استعمال الطريقة الكيميائية (السول-جل) في تحضير المركب النانوي ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) لقيم ($x=0.34, 0.32, 0.3, 0.28, 0.26$) وكانت المواد الأولية المستعملة في تحضير المركب هي أسيتات الباريوم ($Ba(CH_3COO)_2$)، المانيسا، (99%)، و نترات السترونتيوم ($Sr(NO_3)_2$)، المانيسا، (99%)، وايزوبروبوكسايد التيتانيوم ($C_{12}H_{28}O_4Ti$) (TCI، اليابان، 99%)، وحمض الخليك ($C_2H_4O_2$) (STRT، الصين، 99%)، 2ميثوكسي الايثانول ($C_3H_8O_2$) (FREAK، المانيا، 99%).

استعملت النسبة المولية (1:1 mol) لكل من (Ba, Sr : Ti) على التوالي ولجميع قيم (X) للعينات المحضرة، وبعد وزن كميات المواد المستعملة لكل عينة تم اذابة كل من اسيتات الباريوم في كمية مناسبة من حامض الخليك و نترات السترونتيوم في كمية مناسبة من الماء المقطر (Distilled water) كما تم خلط ايزوبروبوكسايد التيتانيوم السائل مع كمية مناسبة من 2ميثوكسي الايثانول وكل على حده باستخدام خلاط مغناطيسي (Magnetic stirrer) ثم خلطت المحاليل الثلاثة في دورق زجاجي كبير مقاوم للحرارة (Pyrex) مع ضبط دالة الحامض (pH) الى حين الوصول الى ما يقارب (5) وذلك بإضافة الماء المقطر عند درجة حرارة الغرفة وبعدها رفعت درجة حرارة التفاعل الى ($120^\circ C$) وكانت هذه الدرجة ثابتة في تحضير جميع العينات، بعد مدة بدأت الغازات بالتصاعد واستمر التفاعل مع التحريك لحين تحول السائل (sol) الى الشكل الهلام (gel) بعدها اخذ الدورق ووضع في فرن تم تسخينه مسبقاً عند درجة ($120^\circ C$) لمدة (2h) لغرض تجفيف الجل ولضمان الحصول على الحرارة من جميع الجهات مما يضمن سرعة التجفيف من ثم اطفئ الفرن وترك الى اليوم التالي ليبرد بعدها تم استخراج الجل الجاف من الفرن ثم طحن وجمع المسحوق في بودقة خاصة وادخل الى الفرن لمدة ساعتين عند درجة ($900^\circ C$) لغرض الكسنة والحصول على الطور المطلوب وتم تحضير جميع العينات بالخطوات نفسها.

الخواص التركيبية

درست الخواص التركيبية للعينات المحضرة باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية (XRD) وكان الجهاز المستعمل من نوع (SHIMADZU 6000)، والباعث للأشعة السينية من نوع ($Cu-K\alpha$) وطول موجي ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) وبفولتية (40KV) وتيار (30Ma)، وبمقارنة النتائج والبيانات التي تم الحصول عليها مع البطاقات القياسية العالمية (JCPDS)، كما تم دراسة تشكيل السطح للعينات باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح (SEM).

تم حساب معاملات الشبيكة (Lattice parameters)، (a)، و (c) للتركيب الرباعي باستعمال مساحة السطوح (d-spacing) للأشعة السينية وحسب المعادلة الآتية. [7]

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

d : المسافة بين مستويين متوازيين متتاليين داخل البلورة , (hkl) معاملات ميلر

وحسب حجم خلية الوحدة V باستعمال المعادلة الاتية [8] .

$$V = a^2 c \dots \dots \dots (2)$$

وباستعمال العلاقة الاتية تم حساب الكثافة النظرية (ρ_{x-ray}) من طيف حيود الاشعة السينية [9] .

$$\rho_{x-ray} = \frac{zM_{wt}}{N_a V} \dots \dots \dots (3)$$

اذ ان z عدد الذرات في خلية الوحدة و M_{wt} الكتلة المولية و N_a عدد افكارو .

كما تم حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديبي-شرر (Debye – Scherer) (D_{sh}) [10] .

$$D_{sh} = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (4)$$

اذ ان k ثابت قيمته حوالي (0.9) , λ الطول الموجي الخاص بالهدف (Cu- K_α) ويساوي (0.154 nm) , β أقصى عرض عند منتصف القمة (FWHM) يقاس بوحدرة (rad) , θ زاوية سقوط الاشعة السينية (deg) .

وكذلك تم حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة وليامسون – هول (Williamson-Hall) (D_{w-H}) التي تأخذ بالحسبان الانفعال المجهرى (Micro strain) للشبكة البلورية [11] .

$$\beta \cos \theta = K\lambda / D_{w-H} + [4\epsilon \sin \theta] \dots \dots \dots (5)$$

اذ ان ϵ : الانفعال المجهرى (strain) و D_{w-H} الحجم الحبيبي (nm) , β أقصى عرض عند منتصف القمة (rad) , θ زاوية سقوط الاشعة السينية (deg) . k ثابت يساوي تقريبا 0.9 .

فهرسة طيف حيود الاشعة السينية

هي احدى الطرائق التي يمكن استعمالها لاستخلاص المعلومات وتحديد معالم خلية الوحدة من مواقع القمم وهي تساعد في تفسير نموذج طيف حيود الاشعة السينية وذلك من خلال استعمال برمجيات معدة لذلك الغرض ومنها التصفية المعتمدة على تحليلات ريتفيلد (Rietveld Analysis) التي تستطيع ان تطور التركيب البلوري المقترض لكونها تعمل على تصفية المعالم التركيبية لكنها لا تستطيع ان تضيف معلومات جديدة غير مجهز لها اصلا , ومن خلال المعاينة البصرية للملائمة بين طيف الحيود الملاحظ والمحسوب يمكن معرفة مدى نجاح عملية التصفية كما انها تساعد في تخصيص معالم جديدة للتصفية تفود الى ملائمة جيدة تعمل على تطوير النموذج المقترض . من خلال علاقة رياضية لحساب الشدة ولطور احادي وتقريبها بتعبير تحليلي يتضمن تأثيرات أجهزة القياس والمعلمات التركيبية [12] .

$$y_{ci} = S \sum k L_k |F|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) O_k A + y_{bi} \dots \dots \dots (6)$$

اذ ان y_{ci} الشدة المحسوبة عند النقطة (i) , k يمثل معاملات ميلر (hkl) , L_k تضم عوامل لورنتز والاستقطاب وحد التعددية , ϕ دالة انعكاس الشكل الجانبي , O_k التوجيه التفضيلي , A عامل الامتصاص الذي يعتمد على سمك العينة وعلى هندسة الحيود , y_{bi} قيمة الشدة الخلفية لعدد (i) من نقاط البيانات .

ويتضمن برنامج التصفية عوامل موثوقية (R) (Reliability factors) او المسماة احيانا الاتفاق (Agreement) وهي المعيار الذي يساعد في الحكم على جودة عملية التصفية , من خلال اعطاء مؤشرات واضحة لمتابعة عملية التصفية وتعطى هذه العوامل على النحو الاتي :

أ- عامل موثوقية الشكل الجانبي (Profile reliability factor) الذي يعطى بالعلاقة الاتية [12,13]:

$$R_p = \frac{\sum_i |y_{oi} - y_{ci}|}{\sum_i y_{oi}} \dots \dots \dots (7)$$

y_{oi} : الشدة الملاحظة والمحسوبة على التوالي y_{ci} .

ب- عامل موثوقية الشكل الجانبي الموزون (Weighted profile reliability) الذي يعطى بالعلاقة الاتية [13]:

$$R_{wp} = \frac{\sum_i (y_{oi} - y_{ci})^2 w_i}{\sum_i (y_{oi})^2 w_i} \dots \dots \dots (8)$$

W_i عامل التوزين Weighing لنقطة i ويتم حسابه عند تلك النقطة بالعلاقة الآتية :

$$W_i = \frac{1}{y_{oi}} \quad \dots \dots \dots (9)$$

ت- عامل الموثوقية المتوقع (Expected reliability factor) اذا كانت الشدة الخلفية عالية فإن قيمة (R_{wp}) تصبح كبيرة تلقائياً وللحصول على قيمة مثالية فإن (R_{wp}) يجب ان تقترب من عامل الموثوقية المتوقع الذي يعبر عنه بالعلاقة الآتية: [13,14]

$$R_{exp} = \left[(N - P) / \sum_i^N W_i y_{oi}^2 \right]^{1/2} \quad \dots \dots \dots (10)$$

N : عدد النقاط في طيف حيود المسحوق الملاحظ .

P : عدد المعلمات التي تجري تصفيته .

ان قيمة (R_{exp}) تعكس نوعية البيانات المستخدمة , لذلك فإن النسبة بين (R_{wp}) و (R_{exp}) تمثل جودة عملية الملائمة (Goodness of fit) التي يعبر عنها كما يأتي: [14]

$$\chi^2 = [R_{wp}/R_{exp}]^2 \quad \dots \dots \dots (11)$$

فاذا كانت البيانات ذات جودة عالية فان قيمة (R_{exp}) ستكون صغيرة وقيمة χ^2 عند اكمال عملية التصفية ستكون اكبر من الرقم (1) .

النتائج والمناقشة

اولاً . **خصائص الطور** : يبين الشكل (1) انماط حيود الاشعة السينية لجميع العينات المحضرة, اذ اظهرت انماط حيود الاشعة السينية تشكل الطور الرباعي (Tetragonal phase) كما يبين الشكل وجود ثمانية قمم واضحة تعود للسطوح (100), (101), (002), (201), (211), (202), (103), (111) ضمن المدى الزاوي $0^{(10-80)}$ وعند مطابقتها مع البطاقات القياسية العالمية (JCPDS) تبين انها مطابقة للبطاقة القياسية (44-0093) , وبذلك يتضح ان استبدال ايون (Ba^{+2}) بالايون (Sr^{+2}) قد حافظ على الطور ولم يتغير الى طور اخر لجمع قيم x .

ثانياً . **فهرسة اطراف حيود الاشعة السينية** : تم فهرسة اطراف الحيود لجميع العينات باستعمال برنامج (Dicvol 91) للفهرسة الذي يقوم بالنقاط الذروات وأجراء الحسابات اللازمة لعملية الفهرسة ومدخلات البرنامج هي البيانات المتحصلة من جهاز حيود الاشعة السينية لكل المدى الزاوي المفحوص على شكل ($2\theta_i, step, 2\theta_f$) . بعد ذلك تم إدخال مخرجات برنامج الفهرسة الى برنامج اخر هو (Fullprof) الذي يعتمد على تحليلات ريتفيلد (Rietveld Analysis) لتصفية البنية البلورية والحصول على بيانات اكثر دقة لمعاملات الشبكة من خلال مطابقة كامل الطيف الملاحظ الذي تم الحصول عليه من بيانات حيود الاشعة السينية وطيف الحيود المحسوب الذي يقوم البرنامج بحسابه بناءً على معطيات الإدخال كما في الشكل (2) . اما الشكل رقم (3) يبين مواقع ذرات العناصر في الشبكة البلورية الموضحة بالجدول رقم (1) . اما الجدول رقم (2) فيتضمن عوامل الموثوقية لنتائج الفهرسة البرمجية وكذلك المجموعات الفضائية والطور .

ثالثاً . **حجم خلية الوحدة ومعلمات الشبكة** : يبين الجدول رقم (3) نتائج كل من معاملات الشبكة (a), (c) وحجم خلية الوحدة (V) المحسوبة باستعمال المعادلتين (1,2) ومن خلال النتائج اتضح ان زيادة تركيز ايون (Sr^{+2}) يؤدي الى نقصان قيم (V,c,a) ويعود ذلك الى أن نصف القطر الايوني لأيون (Sr^{+2}) اصغر من نصف القطر الايوني لأيون (Ba^{+2}) المستبدل والشكل رقم (4) يوضح تغير معاملات الشبكة مع تغير تركيز ايون (Sr^{+2}) . وكذلك يبين الجدول ان النسبة (c/a) تكون قيمتها اكبر من الواحد لجميع العينات مما يدل على وجود الطور الرباعي بالرغم من زيادة تركيز أيون (Sr^{+2}) .

رابعاً . **الكثافة النظرية** : باستعمال معادلة (3) تم حساب الكثافة النظرية من خلال طيف حيود الاشعة السينية اذ اتضح من خلال النتائج المدرجة في جدول رقم (3) نقصان الكثافة النظرية بزيادة تركيز أيون (Sr^{+2}) وذلك بسبب تغلب الحجم على الكتلة المولية اذ ان متوسط تناقص حجم خلية الوحدة بزيادة تركيز أيون (Sr^{+2}) هو اكبر من متوسط تناقص الكتلة المولية وبعدها ادى الى نقصان الكثافة النظرية والشكل رقم (5) يوضح العلاقة بين الكثافة النظرية المحسوبة من طيف حيود الاشعة السينية و تغير تركيز أيون (Sr^{+2}) .

خامساً . **الحجم الحبيبي (Grain Size)** : تم حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديبيي شرر (4) وذلك من خلال منتصف القمة الاعلى شدة (101) كما ايضاً حسب استعمال معادلة وليامسون - هول رقم (5) التي تأخذ بالحسبان الانفعالات المجهرية للشبكة البلورية ودرجت النتائج في جدول رقم (4) ومن خلال النتائج اتضح ان الحجم الحبيبي في مدى الحجم النانوي كما لوحظ ان زيادة تركيز ايون (Sr^{+2}) ادى الى نقصان متوسط الحجم الحبيبي ولربما يعود السبب في ذلك الى ان نصف القطر الايوني (Ionic Radius) لأيون (Sr^{+2}) اصغر من نصف القطر الايوني لأيون (Ba^{+2}) وبما ان أيونات (Sr^{+2}) تحتل مواقع أيونات (Ba^{+2}) في الشبكة البلورية أدى ذلك الى صغر المسافة بين الايونات وزيادة قوة كولوم . ومن خلال مقارنة نتائج الطريقتين تبين ان متوسط الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة وليامسون - هول اكبر من

الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة ديبيي شرر وسبب ذلك ان معادلة وليامسون – هول قد اخذت بالحسبان تأثير الانفعال المجهري للشبيكة والذي بدوره يؤدي الى ازاحة مواقع القمم نحو الدرجات الاكبر عن مواقعها الاصلية لزوايا حيود براك (2 θ) في البطاقة القياسية.

سادساً . فحص المجهر الالكتروني الماسح : باستعمال تقنية المجهر الالكتروني الماسح (SEM) تم تصوير العينتين (So, S3) أذ اظهرت صور العينتين الشكل شبه الكروي الذي تتخذه حبيبات المركب النانوية كما هو موضح بالشكل رقم (6) ,وباستعمال برنامج (Image –J) وهو من البرامج التي تستعمل لتحليل الصور الذي يزودنا بملخص يتضمن متوسط مساحة الجسيمات الموجودة في الصورة ومن خلاله نحصل على متوسط الحجم الحبيبي (D) الموضح بالشكل (7) , اذ كان متوسط الحجم الحبيبي للعينه S₀ (38.964 nm) , وللعينه S₃ (36.067 nm) . ومن خلال النتائج يتضح ان زيادة تركيز ايون (Sr⁺²) ادى الى نقصان متوسط الحجم الحبيبي وهذا السلوك وافق النتائج التي تم الحصول عليها سابقاً عند حساب متوسط الحجم الحبيبي من تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) وللأسباب المذكورة نفسها .

الاستنتاجات

من طيف حيود الاشعة السينية يتضح تشكل الطور الرباعي لجميع العينات المحضرة بالرغم من استبدال ايون (Sr⁺²) بدل ايون (Ba⁺²) ولا توجد اطوار اخرى ظاهرة وهذا ما اكدته التصفية البرمجية لطيف حيود الاشعة السينية . ومن حساب قيمة الحجم الحبيبي تبين انه ضمن المدى النانوي لجميع العينات كما لوحظ ان زيادة تركيز أيون (Sr⁺²) ادى الى نقصان ثوابت الشبيكة وحجم خلية الوحدة والحجم الحبيبي والكثافة النظرية ومن خلال فحص المجهر الالكتروني الماسح تبين ان الحبيبات النانوية تتخذ شكلاً اشبه بالشكل الكروي . ومن خلال حساب الحجم الحبيبي من خلال صورة (SEM) باستعمال برنامج (Image –J) لوحظ تطابق النتائج التي تم الحصول عليها عند حساب متوسط الحجم الحبيبي من تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) .

المصادر

1. Parviz, A.,(2011)," Synthesis and characterization of barium strontium Titanate (BST) micro/nanostructures prepared by improved methods",IJND,2(2), 85-103 .
2. سليمان محمد امين , (2010) , "فيزياء الجوامد" , دار الفكر العربي , 313-311 .
3. Souza, A. E. , (2011)," Morphology and Properties of (Ba, Sr, Ca) Titanate Synthesized by Microwave-Assisted Hydrothermal Method" , IOP Publishing Ltd, (18),1-4.
4. Noor Jawad Ridha ,(2009)," Effect of Sr Substitution on Structure and Thermal Diffusivity of Ba_{1-x}Sr_xTiO₃ Ceramic " ,American J. of Engineering and Applied Sciences, 2(4),661-664.
5. Enhessarib, M.,(2011) ," Wet chemistry synthesis of stoichiometric barium strontium Titanate Nano rods, Ba_{1-x}Sr_xTiO₃ (BST) through acetic acid gel (AAG) technique" , Journal of Chemistry and Environment, 15(2),397-400 .
6. Teresa Hungri'a ,(2005) ," Dense, Fine-Grained Ba_{1-x}Sr_xTiO₃ Ceramics Prepared by the Combination of Mechano-synthesized Nano powders and Spark plasma sintering", chem. Mater, 17, 6205-6212 .
7. Yendrapati Taraka Prabhu,(2014) ," X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation", World Journal of Nano Science and Engineering,(2),21-28 .
- 8.Sabah, A. Salman,(2014)," Effect of annealing and doping with (Mo , V and Ni) elements oxides on structural properties of BaTiO₃ thin films", Diyala journal for pure science,2(10),98-114 .
9. Farouq, I. ;Hussain Qader,(2014) ," Structure ,Rietveld Refinement Study of BaCo_xTi_xFe_{12-2x}O₁₉ ferrite Using Powder XRD Analysis ",Ibn Al-Haitham Jour. for Pure & Appl. Sci,27(2),70-77 .
10. Vinila V. S. ,(2014), " XRD Studies on Nano Crystalline Ceramic Superconductor PbSrCaCuO at Different Treating Temperatures", Crystal Structure Theory and Applications,(3),1-9 .
11. Yendrapati Taraka Prabhu,(2013) ," X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation" , World Journal of Nano Science and Engineering,(4),21-28 .
12. McCusker L. B , (1999)," Rietveld refinement guidelines", J. Appl. Cryst,(32),36-50.
13. AL-Dhahir, T.A , (2013) ," Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxide From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method",Diyala journal for pure sciences, 2(9),108-119.
14. Tariq, A. Al-Dhahir,(2014) ," Characterization of CdO film AFM and XRD Diffraction Using Rietveld Refinement", Ibn Al-Haitham Jour. for Pure & Appl. Sci,27(1),83-92 .

الجدول (1): يبين مواقع ذرات المركب BaSrTiO₃

| Atom | BaSrTiO ₃ | | |
|------|----------------------|-----|--------|
| | X | Y | Z |
| Ba | 0 | 0 | 0 |
| Sr | 0 | 0 | 0 |
| Ti | 0.5 | 0.5 | 0.4820 |
| O1 | 0.5 | 0 | 0.5150 |
| O2 | 0.5 | 0.5 | 0.041 |

الجدول (2): يبين عوامل موثوقية تصفية ريتفيلد

| sample | X | R _p | R _{wp} | R _{exp} | χ ² | GOF | Space group | Phase |
|--------|------|----------------|-----------------|------------------|----------------|------|-------------|------------|
| S0 | 0 | 35.7 | 46.6 | 39.6 | 3.33 | 1.82 | P4mm | Tetragonal |
| S1 | 0.26 | 28.5 | 36.4 | 37.0 | 1.91 | 1.38 | P4mm | Tetragonal |
| S2 | 0.28 | 27.0 | 35.2 | 36.9 | 1.94 | 1.39 | P4mm | Tetragonal |
| S3 | 0.3 | 21.7 | 29.7 | 28.42 | 2.34 | 1.52 | P4mm | Tetragonal |
| S4 | 0.32 | 28.4 | 37.6 | 36.9 | 2.04 | 1.43 | P4mm | Tetragonal |
| S5 | 0.34 | 28.3 | 37.9 | 37.89 | 2.27 | 1.5 | P4mm | Tetragonal |

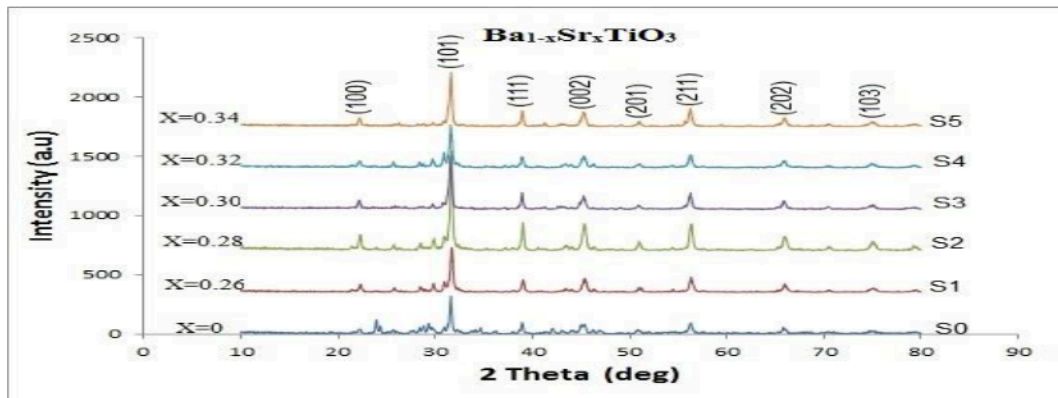
الجدول (3): يبين معاملات الشبكة والكثافة النظرية لعينات المركب (Ba_{1-x}Sr_xTiO₃)

| Sample | X | a (Å) | c (Å) | c/a | V (Å ³) | ρ _{x-ray} (g/cm ³) |
|--------|------|--------|--------|----------|---------------------|---|
| S0 | 0.00 | 4.0017 | 4.0250 | 1.005823 | 64.45475 | 6.007700 |
| S1 | 0.26 | 3.9980 | 4.0014 | 1.000850 | 63.95839 | 5.718783 |
| S2 | 0.28 | 3.9970 | 4.0008 | 1.000951 | 63.91682 | 5.696676 |
| S3 | 0.30 | 3.9960 | 4.0005 | 1.001126 | 63.88005 | 5.674114 |
| S4 | 0.32 | 3.9890 | 3.9958 | 1.001705 | 63.58165 | 5.674778 |
| S5 | 0.34 | 3.9850 | 3.9950 | 1.002509 | 63.44150 | 5.661295 |

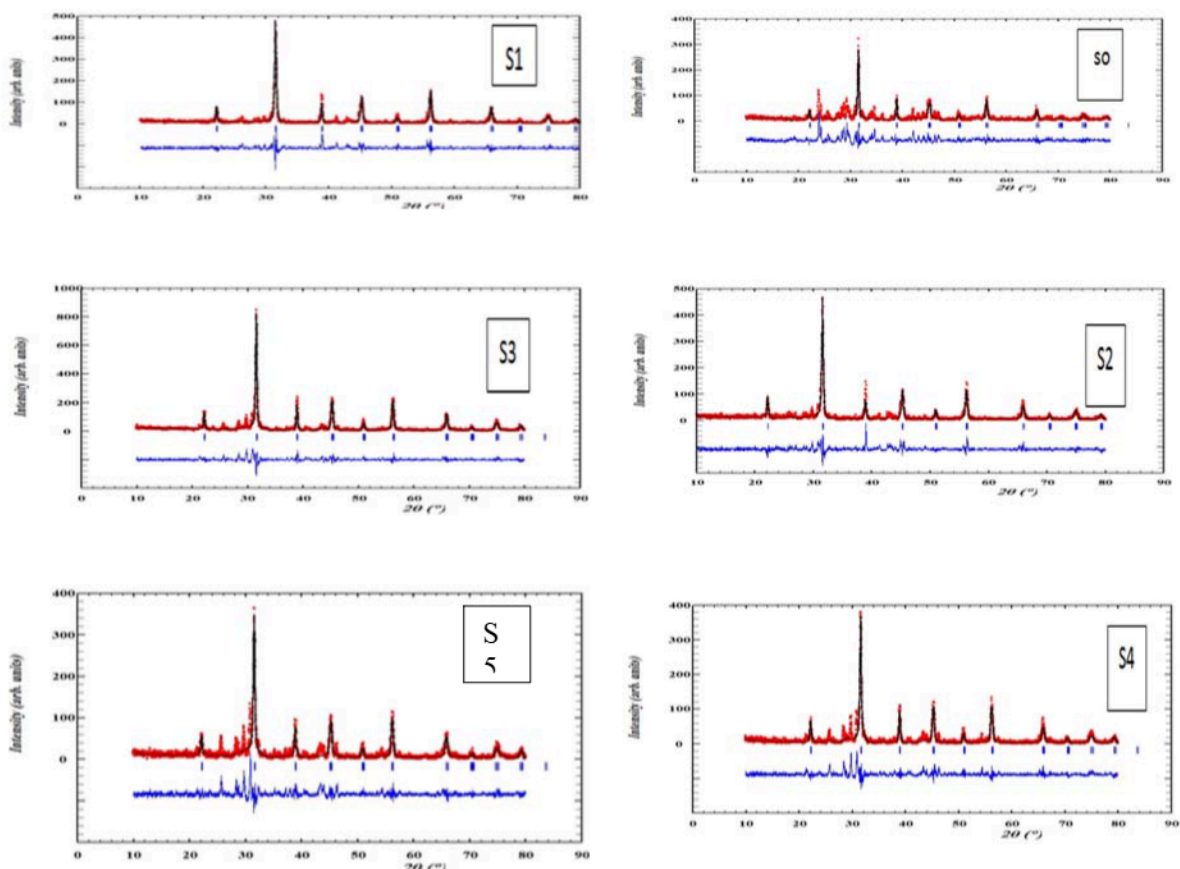
الجدول (4): يبين الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة ديبي شرر ومعادلة وليامسون - هول

والانفعال الداخلي للشبكة البلورية لعينات المركب (Ba_{1-x}Sr_xTiO₃)

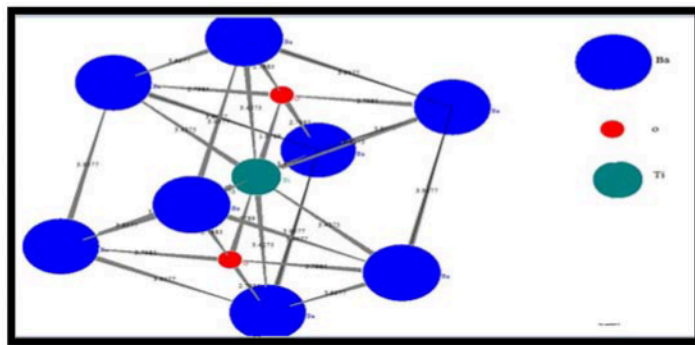
| Sample | X | D _{sh} (nm) | D _{w-H} (nm) | Strain*10 ⁻⁴ |
|--------|------|----------------------|-----------------------|-------------------------|
| S0 | 0.00 | 42.2 | 44.7 | 8.75 |
| S1 | 0.26 | 27.8 | 36.4 | 15.20 |
| S2 | 0.28 | 26.8 | 34.6 | 7.50 |
| S3 | 0.30 | 26.6 | 33.8 | 8.00 |
| S4 | 0.32 | 24.1 | 33.0 | 14.75 |
| S5 | 0.34 | 22.7 | 29.4 | 5.50 |



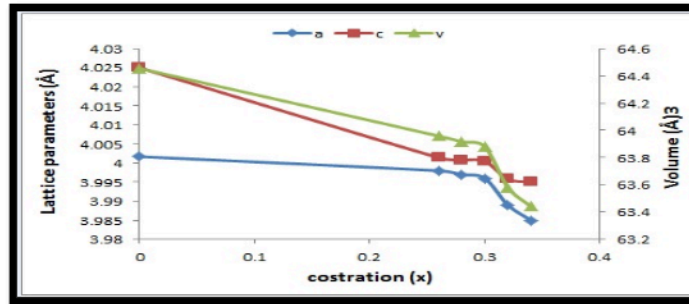
الشكل (1): يوضح طيف حيود الاشعة السينية للعينات المحضرة



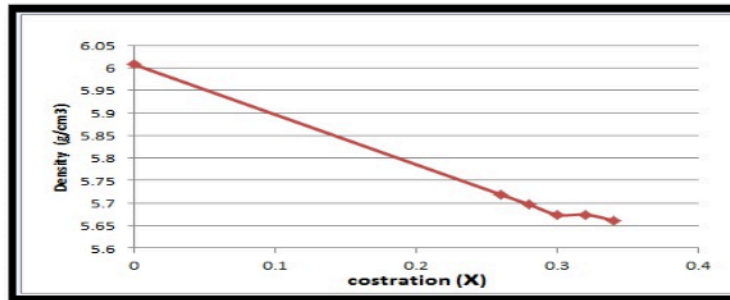
الشكل (2): الطيف الملاحظ والمحسوب لتصفية البنية البلورية , النقاط الحمراء تدل على الطيف الملاحظ والخط الاسود المتصل يدل على الطيف المحسوب والخط الازرق يدل على الفرق بين الطيف الملاحظ والمحسوب والخطوط الزرقاء العمودية تدل على مواقع انعكاس براك



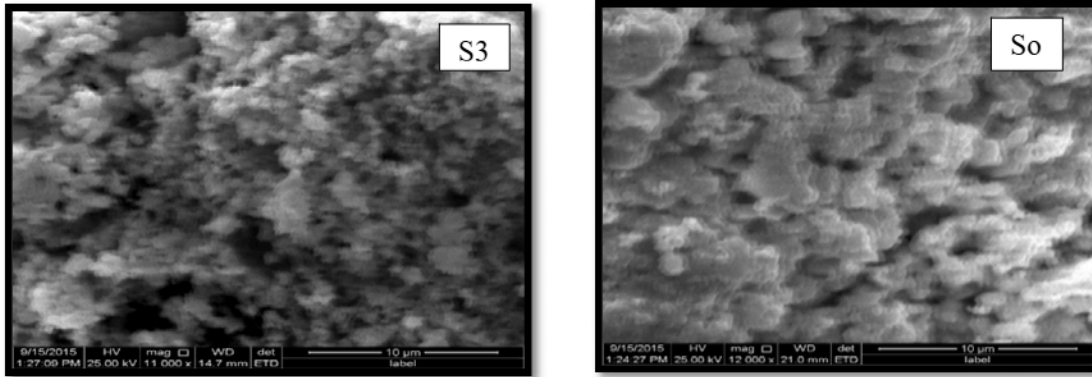
الشكل (3): يوضح مواقع الذرات في الشبكة البلورية



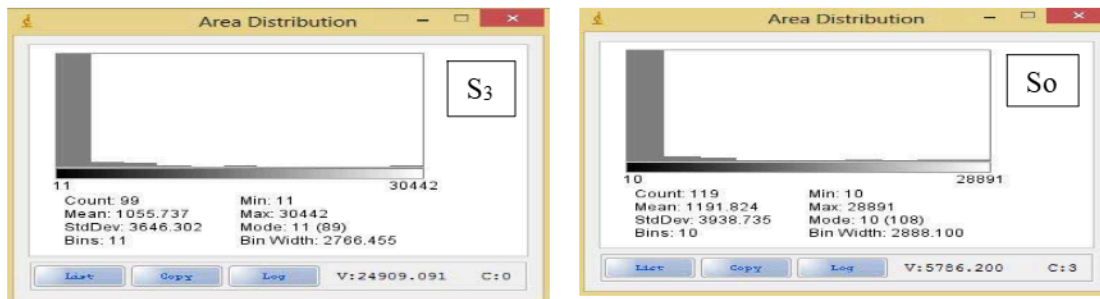
الشكل (4): يوضح تغير معالم الشبكة مع تركيز أيون (Sr⁺²)



الشكل (5): يوضح تغير الكثافة مع تركيز أيون (Sr⁺²)



الشكل (6): صورة المجهر الالكتروني الماسح للعينتين S3 و So



الشكل (7): يوضح ملخص تحليل برنامج (Image-J) لصورة (SEM) للعينتين S3 و So



Synthesis of Nano Compound ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) by Sol-Gel Method and Study its Structural Properties

Farouq I. Hussain

Firas M. Tuamaa

Dept. of Physics / College of Education for Pure Science/(Ibn Al-Haitham)/
University of Baghdad

Received in : 5/November/2015,Accepted in :31/January/2016

Abstract

The Nano compound ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) as ($X=0,0.26,0.28,0.30,0.32,0.34$) was synthesized by using sol-gel method, the structural properties of result compound were studied by using x-ray diffraction test (XRD) and scanning electron microscope (SEM). the results were exhibited and by using software indexing to x-ray diffraction pattern that all prepared samples possess tetragonal phase and there is not any other phases were existed. also the substitution process didn't change the phase of compound and increase in (Sr^{+2}) ion concentration leads to decrease lattice parameters (a,c) then the unite cell volume was decreased, as the particle size calculated from Debye-Scherrer and Williamson-Hall equations , and the calculated density from x-ray diffraction spectrum exhibited they were decreased with increase of (Sr^{+2}) ion concentration, and scanning electron microscope pictures showed that prepared particles take a shape-like spherical shape.

Key word : $BaSrTiO_3$,sol – gel , XRD, SEM, Rietveld refinement.