

## Research Paper

# Investigation the effect of annealing on the structural, optical, and electrical properties of NaSbO<sub>3</sub> nanostructures

Ali Badree Khader<sup>1</sup>, Hosein Kafashan<sup>2\*</sup>

1. MSc student of Materials Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Ahv.C., Islamic Azad University, Ahvaz, Iran

2. Assistant prof. of Materials Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Ahv. C., Islamic Azad University, Ahvaz, Iran

Received: 2025/09/28

Accepted: 2025/12/04

PP: 16-34

Use your device to scan and read the article online

**Keywords:**NaSbO<sub>3</sub> nanostructures, Annealing treatment, Photoluminescence (PL), Raman spectra, Electrical properties**Abstract**

**Introduction:** Nanostructures, with their exceptional physicochemical properties such as high conductivity and durability, are widely used in optoelectronics, photonics, and catalysis. Perovskite oxides like NaSbO<sub>3</sub>, exhibiting multiple crystal phases and tunable optical and electrical properties, hold great potential for energy storage, sensing, and advanced photonic applications.

**Methods:** NaSbO<sub>3</sub> nanopowders (NPs) were synthesized via a chemical method. Initially, C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>K<sub>2</sub>O<sub>12</sub>Sb<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O was dissolved in deionized water, followed by the addition of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and NaOH and stirring at 60°C. The precursor was annealed at 400–1000°C to produce NaSbO<sub>3</sub> NPs. Structural, morphological, and elemental properties were analyzed using X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Optical properties were evaluated by photoluminescence and Raman spectroscopy, while electrical properties were assessed using compressed pellets with silver coatings through current-voltage characteristics.

**Findings:** The present study revealed that annealing NaSb(OH)<sub>6</sub> at 500°C yields a pure NaSbO<sub>3</sub> phase with optimal crystallinity. TEM images confirmed uniform particles (55–65 nm) at 500°C. UV-Vis, PL, and Raman spectra demonstrated high transmittance, strong emission intensity, and superior crystallinity at this temperature. Electrical characteristics also verified optimal conductivity at 500°C, making NaSbO<sub>3</sub> suitable for optoelectronic applications.

\* **Corresponding author:** Hosein Kafashan**Address:** Department of Materials Science and Engineering, Ahv. C., Islamic Azad University, Ahvaz, Iran**Tell:** +989166133227**Email:** Hosein840521@gmail.com**DOI:** <https://doi.org/10.71905/jnm.2025.1219402>

## Extended Abstract

### Introduction:

The advancement of nanostructured materials has drawn significant interest due to their unique physicochemical properties, distinct from bulk condition. Nanostructures such as nanowires, nanotubes, and nanoparticles exhibit promising potential in optoelectronics, catalysis, and biomedical imaging, with performance strongly governed by size, morphology, and crystallinity. In oxide systems, perovskites are particularly versatile because of their structural flexibility and tunable chemistry. Sodium antimonate (NaSbO<sub>3</sub>) is a notable candidate, exhibiting polymorphic phases including orthorhombic, rhombohedral, and cubic, which each associated with distinct electronic and optical characteristics. While conventional high-temperature solid-state or high-pressure synthesis enables NaSbO<sub>3</sub> formation, these methods suffer from coarse particle sizes and limited control. Consequently, low-temperature wet-chemical approaches, such as sol-gel and hydrothermal synthesis, have emerged, producing nanocrystals with improved homogeneity. Among post-treatments, annealing plays a critical role in tuning conductivity, crystallinity, and morphology, though excessive heating can degrade performance. In various oxide systems, annealing has been shown to reduce defects, narrow band gaps, and enhance photocatalytic activity. Despite these advances, little is known about how annealing influences NaSbO<sub>3</sub> nanostructures, particularly regarding phase stability and optoelectronic behavior. This study addresses that gap by synthesizing NaSbO<sub>3</sub> nanoparticles via co-precipitation that is a novel route for this compound.

### Findings and Discussion

In this research, XRD analysis showed that annealing NaSb(OH)<sub>6</sub> at 400°C and 500°C forms pure rhombohedral NaSbO<sub>3</sub>, with optimal crystallinity at 500°C indicated by sharper peaks. At 600–1000°C, secondary phases (Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub>) appear, with Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> dominating at 1000°C. Lattice strain ( $\epsilon$ ) decreases with annealing due to defect

reduction but increase at 800°C due to incomplete phase transitions, correlating with higher stacking fault energy. Crystallite size, via Williamson-Hall, rises from 25.5 nm (400°C) to 53.6 nm (500°C), drops to 15.3 nm (800°C), and increases at 1000°C, reflecting recrystallization.

TEM/FESEM revealed morphological shifts from irregular 155 nm particles (un-annealed) to uniform 55–65 nm plates at 500°C, rod-like at 800°C, and fragmented at 1000°C. PL intensity increased at 500°C with blue-green emissions (415–483 nm) originated from Sb<sup>3+</sup> and oxygen vacancies, declining at higher temperatures with new peaks (e.g., 607 nm, Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). UV-Vis showed higher transmittance at 400–600°C, reduced at 800–1000°C due to Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> defects. Bandgap decreased from 3.82 eV (400°C) to 3.46 eV (500°C). Raman and *I-V* analyses confirmed annealing at 500°C results in higher crystallinity and conductivity.

### Conclusion

Annealing NaSb(OH)<sub>6</sub> at 500°C optimizes single-phase NaSbO<sub>3</sub> formation with superior crystallinity, uniform morphology, enhanced PL, and high electrical conductivity, making it ideal for optoelectronics applications, while higher temperatures introduce secondary phases that reducing performance.

### Ethical Considerations compliance with ethical guidelines

The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.

### Funding

No funding.

### Authors' contributions

Design experiments and perform:

### Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest

## مقاله پژوهشی

# بررسی اثر فرآیند بازپخت بر خواص ساختاری، نوری و الکتریکی نانوساختارهای آنتیموانات سدیم ( $\text{NaSbO}_3$ )

علی بدری خضر<sup>۱</sup>، حسین کفاشان<sup>۲\*</sup>

۱- گروه مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران

۲- گروه مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران

## چکیده

**مقدمه:** نانوساختارها به دلیل خواص فیزیکی-شیمیایی منحصر به فرد، مانند هدایت الکتریکی و استحکام مکانیکی برتر، در اپتوالکترونیک، فوتونیک و کاتالیز کاربرد دارند. پروسکایت‌هایی مانند  $\text{NaSbO}_3$  با فازهای متنوع (اورتورومبیک، رومبوهدرال، مکعبی) خواص نوری و الکترونیکی متفاوتی ارائه می‌دهند که برای ذخیره‌سازی انرژی، حسگرها و فوتونیک مناسب‌اند.

**روش:** برای تولید نانوپودرهای  $\text{NaSbO}_3$  از روش شیمیایی استفاده شد. ابتدا  $\text{C}_8\text{H}_4\text{K}_2\text{O}_{12}\text{Sb}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  در آب دی‌یونیزه حل شد، سپس پراکسید هیدروژن و هیدروکسید سدیم اضافه شد تا pH به ۱۲ برسد. محلول در ۶۰ درجه سانتی‌گراد همزده و فیلتر شد تا نانوذرات  $\text{NaSbO}_3\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  جمع‌آوری شوند. به منظور تولید نانوپودرهای  $\text{NaSbO}_3$ ، این پیش‌ماده در دماهای ۴۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد بازپخت شده. ویژگی‌های ساختاری، مورفولوژی و ترکیب عنصری با استفاده از آزمون‌های پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی عبوری، میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیف نگار تفکیک انرژی پرتو ایکس بررسی شدند. خواص نوری با طیف‌سنجی نورتابناکی و رامان، و خواص الکتریکی با قرص‌های فشرده‌شده و پوشش نقره‌ای از طریق مشخصه‌های جریان-ولتاژ ارزیابی شدند.

**یافته‌ها:** یافته‌های پژوهش حاضر نشان داد که بازپخت  $\text{NaSb(OH)}_6$  در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تشکیل فاز خالص  $\text{NaSbO}_3$  با بلورینگی بهینه و اندازه ریزبلورک  $53/6 \text{ nm}$  نانومتر می‌شود، در حالی که در دماهای بالاتر (۶۰۰-۱۰۰۰ درجه)، فازهای ثانویه  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  و  $\text{Na}_3\text{SbO}_4$  ظاهر می‌شوند. تصاویر TEM ذرات یکتااخت‌تر (۵۵-۶۵ نانومتر) را در ۵۰۰ درجه تأیید کردند. طیف‌های UV-Vis، PL و رامان عبوردهی بالا، شدت گسیل قوی و کیفیت بلوری بهینه را در این دما نشان دادند. مشخصه‌های الکتریکی نیز هدایت بهینه در ۵۰۰ درجه را تأیید کردند، که  $\text{NaSbO}_3$  را برای کاربردهای اپتوالکترونیک مناسب می‌سازد.

**نتیجه‌گیری:** بازپخت  $\text{NaSb(OH)}_6$  در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز خالص  $\text{NaSbO}_3$  با بلورینگی بهینه و اندازه ریزبلورک  $53/6 \text{ nm}$  تولید می‌کند. بازپخت در این دمای بهینه، منجر به افزایش عبوردهی، هدایت الکتریکی و کاهش نقص‌های شبکه‌ای می‌شود. آزمون‌های پراش اشعه ایکس، نورتابناکی و رامان کیفیت بهینه  $\text{NaSbO}_3$  بازپخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد را تأیید کردند.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۴/۰۷/۰۶

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۹/۱۳

شماره صفحات: ۳۴-۱۶

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



## واژه‌های کلیدی:

نانوساختارهای  $\text{NaSbO}_3$ ، عملیات بازپخت، نورتابناکی، طیف‌نگاری رامان و خواص الکتریکی

\* نویسنده مسئول: حسین کفاشان

نشانی: گروه مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران

تلفن: ۰۹۱۶۶۱۳۳۲۲۷

پست الکترونیکی: Hosein840521@gmail.com

## مقدمه

پیشرفت سریع در مواد نانوساختار در سال‌های اخیر به دلیل خواص فیزیکی-شیمیایی استثنایی آن‌ها، که به طور قابل توجهی با مواد توده‌ای متفاوت است، توجه زیادی را به خود جلب کرده است. نانوساختارهایی مانند نانوسیم، نانولوله‌ها، نانوذرات و نانومکعب‌ها پتانسیل چشمگیری در زمینه‌های اپتوالکترونیک، فوتونیک، کاتالیز و تصویربرداری زیست‌پزشکی نشان داده‌اند. عملکرد این مواد به شدت تحت تأثیر عواملی مانند ساختار بلوری، مورفولوژی، اندازه ذرات و افزودن ناخالصی‌ها قرار دارد. به دلیل پدیده محصورشدگی کوانتومی و نسبت بالای سطح به حجم، این مواد اغلب هدایت الکتریکی برتر، انرژی پهنای باند تنظیم شده و استحکام مکانیکی بهبودیافته‌ای از خود نشان می‌دهند. به عنوان مثال، کاهش اندازه ریزبلورک، پراکندگی حامل‌ها را در مرزهای دانه افزایش داده که این امر انتقال حامل‌های بار در نیمه‌رساناهای چندبلوری را تغییر می‌دهد. چنین پدیده‌هایی اهمیت کنترل دقیق شرایط فرآوری را برای تنظیم خواص نانومواد در کاربردهای پیشرفته برجسته می‌کند (۱-۵).

در میان ترکیبات مبتنی بر اکسید، پروسکایت‌ها و مشتقات آن‌ها به دلیل انعطاف‌پذیری ساختاری و شیمی قابل تنظیم، دارای کاربردهای متنوعی هستند. آنتیموانات سدیم ( $\text{NaSbO}_3$ ) یک ترکیب چندساختاری که شامل فازهای اورتورومبیک، رومبوهدرال (نوع ایلمنیت) و فاز مکعبی شبه پایدار است، یک انتخاب امیدوارکننده بوده و هر یک از این فازها با خواص نوری و الکترونیکی متمایزی همراه هستند. فاز اورتورومبیک، که معمولاً تحت فشار بالا پایدار می‌شود، دارای انرژی پهنای باند  $3/4 \text{ eV}$  و رفتار عایق است، در حالی که فاز رومبوهدرال به دلیل آرایش لایه‌ای هشت‌وجهی خود، هدایت یونی کاهش‌یافته‌ای نشان می‌دهد. این ویژگی‌های چندساختاری، که به شدت به شرایط فرآوری مانند شیمی پیش‌ماده‌ها و دمای فرآوری حساس هستند، فرصت‌هایی را برای کاربردهای تبادل یونی و فوتونیک فراهم می‌کنند. مهم‌تر اینکه، این انطباق‌پذیری ساختاری،  $\text{NaSbO}_3$  را به عنوان ماده‌ای مورد توجه برای ذخیره‌سازی انرژی و حسگرها قرار می‌دهد، جایی که تبدیلات فازی می‌توانند قابلیت‌هایی را فعال کنند که در سیستم‌های توده‌ای وجود ندارند (۶-۱۰).

فرآوری حالت جامد متداول برای  $\text{NaSbO}_3$  نیازمند شرایط سخت، از جمله کلسیناسیون در دمای بالاتر از  $1100^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد برای مدت زمان طولانی است که منجر به تولید ذرات درشت و با کنترل ضعیف می‌شود. فرآوری تحت فشار بالا با استفاده از پرس‌های تقسیم‌کروی تک‌محوری ( $10/5$  گیگاپاسکال،  $1150^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد) امکان بازیابی فاز اورتورومبیک را فراهم کرده است، که پایداری ساختاری آن به

پیوندهای کووالانسی مرتبط است. این پیشرفت‌ها مصرف انرژی را کاهش داده و روش‌های عملی برای تولید نانوساختارهای خالص  $\text{NaSbO}_3$  ایجاد کرده‌اند. برای غلبه بر این محدودیت‌ها، روش‌های شیمیایی تر کم‌دما مانند سل-ژل، هیدروترمال، هم‌رسوبی و احتراق توسعه یافته‌اند، که یکنواختی و مورفولوژی بهبودیافته‌ای را فراهم می‌کنند. به عنوان مثال، پلیمریزاسیون آکریل‌آمید سل-ژل، نانوکریستال‌های  $\text{NaSbO}_3$  ( $27-94^\circ\text{C}$  نانومتر) فاز رومبوهدرال را در دمای  $600^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد تولید کرده است (۱۱). فرآیند بازیخت، ابزار قدرتمندی برای کنترل خواص نانومواد اکسیدی است که اغلب تغییرات غیرخطی در هدایت، بلورینگی و مورفولوژی ایجاد می‌کند. در سیستم‌های پروسکایتی، بازیخت در حدود  $500^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد با تنظیم چگالی نقص‌ها و خواص مرز دانه‌ها، انتقال حامل‌های بار را بهبود می‌بخشد، در حالی که گرمایش بیش از حد ممکن است از طریق درشت شدن دانه‌ها عملکرد را کاهش دهد. اثرات مشابهی در ذرات اکسید آهن مشاهده می‌شود، جایی که بازیخت در دمای بالا مورفولوژی‌های کروی و تبدیلات فازی را گسترش داده و خواص مغناطیسی را بهبود می‌بخشد. در اکسیدهای مبتنی بر آنتیموان، بازیخت پس از فرآوری انرژی پهنای باند را کاهش داده، چگالی نابجایی‌ها را کم می‌کند و زبری سطح را کاهش می‌دهد، در حالی که در موادی مانند  $\text{LiNbO}_3$  و  $\text{BiFeO}_3$ ، حذف نقص‌ها از طریق بازیخت عملکرد فتوکاتالیستی و الکتروشیمیایی را بهبود می‌بخشد (۱۲-۱۶). در مطالعه حاضر، روش هم‌رسوبی برای فرآوری نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  استفاده شد. بر اساس تحقیقات انجام شده، تاکنون این روش قبلاً برای فرآوری نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  به کار نرفته است، که نوآوری کار ارائه شده را برجسته می‌کند.

با وجود این پیشرفت‌ها، تأثیر بازیخت بر نانوساختارهای  $\text{NaSbO}_3$  همچنان به‌خوبی شناخته نشده است و مطالعات محدودی به نقش آن در پایدارسازی پلی‌مورف‌ها، تغییر هدایت الکتریکی یا تنظیم خواص نوری پرداخته‌اند. این شکاف دانش، فرصتی را برای بررسی چگونگی تأثیر بازیخت کنترل شده بر فعال‌سازی قابلیت‌های پنهان در نانوساختارهای  $\text{NaSbO}_3$  فراهم می‌کند. در این پژوهش، از یک فرآیند هدفمند به همراه عملیات حرارتی سیستماتیک برای بررسی این اثرات استفاده شد. یافته‌های ما با هدف برقراری ارتباط بین شرایط بازیخت، تکامل ساختاری و رفتار انتقال حامل‌های بار، نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  را به‌عنوان انتخاب مناسب برای کاربردهای نسل بعدی پیش می‌برند.

## مواد و روش‌ها

برای تولید نانوپودرهای  $\text{NaSbO}_3$  از روش شیمیایی تر استفاده شد.

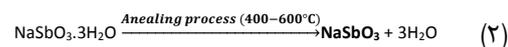
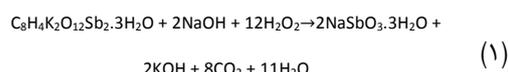
## نتایج

### ۱- بررسی‌های پراش پرتو ایکس و تحلیل فازی

پراش اشعه ایکس یک روش اساسی برای شناسایی ساختار بلوری، ترکیب فازی و جهت‌گیری شبکه در مواد است. شکل ۱- الف الگوی پراش اشعه ایکس نمونه بازیخت نشده را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، تمام قله‌های XRD با فاز NaSb(OH)<sub>6</sub> و مطابق با کارت JCPDS شماره ۰۱-۰۸۵-۰۳۶۳ مطابقت دارند. بر اساس شکل ۱-ب، پس از بازیخت، آب ساختاری NaSb(OH)<sub>6</sub> آزاد شده و به فاز اصلی NaSbO<sub>3</sub> و فازهای ثانویه Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و NaSbO<sub>4</sub> تبدیل می‌شود. تمام قله‌های پراش نمونه بازیخت شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد با فاز NaSbO<sub>3</sub> مطابق با کارت JCPDS شماره ۰۱-۰۸۲-۲۲۵۳ هم‌خوانی دارد (۱۷)، که مربوط به سیستم بلوری رومبوهدرال با گروه فضایی R-3 (شماره ۱۴۸) می‌باشد. پارامترهای شبکه گزارش شده عبارتند از  $a=b=5/3 \cdot 10 \text{ \AA}$  و  $c = 15/9 \cdot 320$  و  $\alpha=\beta=90^\circ$  و  $\gamma=120^\circ$ . همچنین، نمونه بازیخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز تنها قله‌های NaSbO<sub>3</sub> را با شدت بالاتر نشان می‌دهد، که حاکی از بهبود بلورینگی در مقایسه با نمونه آنبیل شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد است. در نمونه بازیخت شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، به جز قله مشاهده شده در حدود ۲۶ درجه، تمام قله‌های پراش XRD با فاز NaSbO<sub>3</sub> مطابقت دارند. با این حال، شدت قله‌های XRD این نمونه کمتر از نمونه‌های بازیخت شده در دماهای ۴۰۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد است، که ممکن است به کاهش کیفیت بلوری در مقایسه با این نمونه‌ها نسبت داده شود. در واقع، با رسیدن به دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، فاز Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> مطابق با کارت مرجع ۱۷۲۵-۰۷۴-۰۱ (۱۸) شروع به تشکیل شدن می‌کند.

افزایش دمای بازیخت در سیستم Na-Sb-O با پیش‌ماده NaSb(OH)<sub>6</sub> موجب تبدیل‌های فازی پیچیده‌ای می‌شود که از تعامل ترمودینامیک و سینتیک واکنش‌های حرارتی ناشی می‌گردد. در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، فاز پایدار رومبوهدرال NaSbO<sub>3</sub> که از دهیدراتاسیون کامل پیش‌ماده تشکیل شده، دچار ناپایداری جزئی شده و با فعال شدن فرآیندهای تجزیه، اکسید آنتیموان (Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) به‌عنوان نخستین فاز ثانویه ظاهر می‌شود. این تحول ناشی از جداسازی انتخابی Sb از شبکه NaSbO<sub>3</sub> و تشکیل فازهای غنی از Sb با انرژی آزاد گیبس کمتر در شرایط اکسیدکننده است که در الگوهای XRD با کاهش شدت قله‌های NaSbO<sub>3</sub> و ظهور قله در ۲۶° قابل مشاهده است. در دماهای بالاتر از ۶۰۰ °C تسریع نفوذ اتمی و تأثیر اکسیژن محیط، جداسازی عنصری و رشد فازهای ثانویه مانند Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و

ابتدا ۱/۶۶۹ گرم از C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>K<sub>2</sub>O<sub>12</sub>Sb<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O در ۵۰ میلی‌لیتر آب دی‌یونیزه با هم‌زدن مداوم تا حل شدن کامل حل شد. سپس، ۵۰ میلی‌لیتر پراکسید هیدروژن (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) به محلول اضافه شد و به مدت ۱۰ دقیقه دیگر هم‌زده شد. پس از آن، قرص‌های هیدروکسید سدیم (NaOH) به تدریج به محلول حاصل اضافه شدند تا pH به ۱۲ برسد. تمام مواد اولیه از شرکت مرک تهیه شدند. محلول حاصل در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶۰ دقیقه هم‌زده شد تا تشکیل نانوذرات NaSbO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O تسهیل شود. پس از واکنش، سوسپانسیون با استفاده از کاغذ صافی فیلتر شد تا نانوذرات رسوب شده جمع‌آوری شوند. ماده جمع‌آوری شده، که در ابتدا پیش‌ماده NaSbO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O (نمونه بدون بازیخت - شکل ۱-الف) بود، در کوره جعبه‌ای با اتمسفر هوا در دماهای ۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت بازیخت شده تا نمونه‌های نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده به دست آید. تشکیل نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> از طریق واکنش‌های زیر انجام شد:



ویژگی‌های ساختاری نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده با استفاده از پراش اشعه ایکس (XRD) با تابش Cu-K<sub>α</sub> با طول موج ۰/۱۵۴۰۶ nm توسط دستگاه Philips PANalytical انجام شد. مورفولوژی نانوساختارهای تهیه شده از طریق میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) توسط دستگاه TESCAN Mira 3-XMU انجام شد. ترکیب عنصری با استفاده از طیف‌سنجی پراش انرژی اشعه ایکس (EDS) تعیین گردید. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) با استفاده از دستگاه Zeiss EM10 به دست آمد. طیف‌های نورتابناکی (PL) و رامان با استفاده از دستگاه طیف‌سنج نوری دوگانه UniRAM جمع‌آوری شد. اندازه‌گیری‌های PL با استفاده از لیزر گازی He-Cd با طول موج برانگیختگی  $\lambda_{\text{exc}}=325 \text{ nm}$  صورت گرفت، در حالی که طیف‌سنجی رامان از لیزر حالت جامد با طول موج تحریک ۷۸۵ nm و توان ۲۰۰ میلی‌وات استفاده کرد. برای بررسی خواص الکتریکی، نمونه‌هایی به وزن ۰/۳ گرم تحت فشار ۲۵ پاسکال به شکل قرص‌های دایره‌ای با قطر تقریبی ۷ میلی‌متر تهیه شد. این قرص‌ها با خمیر نقره جهت ایجاد اتصال الکتریکی پوشش داده شدند تا خواص الکتریکی ارزیابی شود. مشخصه‌های جریان-ولتاژ با استفاده از دستگاه پتانسیواستات/گالوانواستات AutoLab PGSTAT 320N اندازه‌گیری شد.

فازهای آنتیموانات پایدارتر قرار می‌گیرد، اما تعادل کامل حاصل نمی‌شود. این واکنش ناقص، که اغلب تحت تأثیر عواملی مانند فشار جزئی اکسیژن است، منجر به ایجاد میکروساختار ناهمگن با چگالی نقص بالا، از جمله تولید نابجایی‌ها و عدم تطابق شبکه‌ای در مرزهای فازی می‌شود. در نتیجه، این اعوجاج‌های بهبود نیافته، میکروکرنش را تقویت می‌کنند. در این دما، وجود اندازه ریزبلورک در محدوده ۸-۱۶ nm و قله‌های XRD پهن‌تر در جدول ۱ مشخص است. در حالی که دماهای بالاتر (مثلاً ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد) امکان تثبیت کامل فاز و حذف نقص‌ها را فراهم می‌کنند.

تأثیر نقص‌های شبکه‌ای بر خواص ساختاری و نوری مواد به‌خوبی شناخته شده است. عیوب انباشتگی یکی از نقص‌های رایج در مواد بلوری هستند و کاهش وقوع آن‌ها منجر به بهبود بلورینگی می‌شود. میزان عیوب انباشتگی به انرژی عیوب انباشتگی<sup>۳</sup> (SFE) بستگی دارد که می‌توان آن را با استفاده از الگوهای پراش و از طریق رابطه زیر تعیین کرد (۲۰):

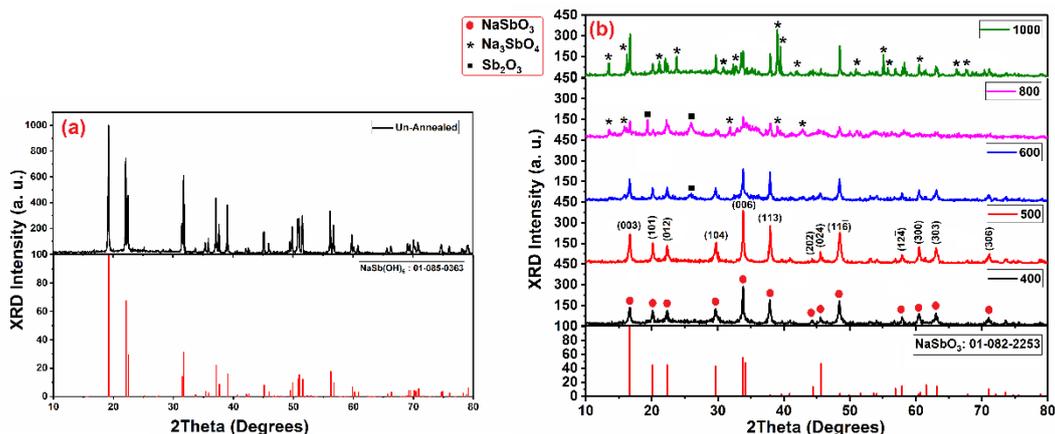
$$SFE = \left[ \frac{2\pi^2}{45(3\tan\theta)^{0.5}} \right] (FWHM) \quad (3)$$

در این رابطه  $\theta$  زاویه براگ و FWHM پهناي قله در نصف شدت بیشینه می‌باشد. دمای بازیخت به طور قابل توجهی فرآیندهای میکروساختاری مانند بازیابی، تبلور مجدد و رشد دانه را کنترل می‌کند که این فرآیندها اندازه ریزبلورک و میکروکرنش ( $\epsilon$ ) را تغییر می‌دهند. داده‌های به‌دست‌آمده نشان می‌دهند که انرژی نقص انباشتگی (SFE) تقریباً با  $\epsilon$  مرتبط می‌شود؛ به عنوان مثال،  $\epsilon$  بالا در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد با میانگین SFE بالاتر یعنی  $10^{-4} \times 54/47$  مطابقت دارد، در حالی که  $\epsilon$  کاهش یافته در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، SFE به‌مراتب پایین‌تری برابر با  $10^{-4} \times 9/91$  ایجاد می‌کند. از آنجا که SFE از پارامترهای استخراج‌شده از XRD، به‌ویژه FWHM که نشان‌دهنده حضور نقص‌های بلوری مانند عیوب انباشتگی است، به دست می‌آید، تغییرات در چگالی نقص‌ها و کرنش شبکه‌ای مستقیماً بر SFE محاسبه‌شده تأثیر می‌گذارند. در مقایسه با بازیخت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، در دماهای پایین‌تر بازیخت، کاهش اندازه ریزبلورک ( $D$ ) و افزایش  $\epsilon$  نشان‌دهنده بازیابی ناقص و غلظت بالاتر نقص‌های شبکه‌ای باقیمانده است که به SFE بالاتر منجر می‌شود.

Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> را تقویت می‌کند. در حدود ۸۰۰ °C و بیشتر، بر اساس پایداری ترمودینامیکی، ترکیبات غنی از Na نظیر Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> غالب می‌شوند. افزایش دما همچنین باعث رشد دانه، افزایش جاهای خالی اکسیژن، ناهمگنی شبکه و تغییر مورفولوژی از ساختار صفحه‌ای به میله‌ای یا تکه‌ای می‌شود، که این پدیده‌ها به نوبه‌ی خود جدایش فازی و پایداری فازهای Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> را در دماهای بالا تسهیل می‌کنند.

با افزایش دمای بازیخت تا ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، قله‌های پراش مربوط به فاز NaSbO<sub>3</sub> ضعیف‌تر می‌شوند و علاوه بر فاز Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> که از دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد شروع به تشکیل کرده بود، فاز Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> مطابق با شماره کارت مرجع ۱۳۲۴-۰۲۵-۰۰ شروع به تشکیل شدن می‌کند. افزایش بیشتر دمای بازیخت تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تقویت تشکیل فاز Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> می‌شود، به‌طوری‌که این فاز در این دما غالب می‌گردد. بنابراین، نتایج XRD تأیید می‌کنند که بازیخت، NaSb(OH)<sub>6</sub> را به فاز اصلی NaSbO<sub>3</sub> تبدیل می‌کند. در دماهای بالاتر، فازهای ثانویه مانند Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> و Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> به تدریج ظاهر می‌شوند و فاز Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به فاز غالب تبدیل می‌شود.

کرنش شبکه ( $\epsilon$ ) از طریق رابطه  $\epsilon = (\beta \cdot \cos\theta) / 4$  تعیین شد (۱۹). جدول ۱ مقادیر  $\epsilon$  و میانگین  $\epsilon$  را برای نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت‌نشده و بازیخت‌شده فهرست می‌کند. کاهش  $\epsilon$  با افزایش دمای بازیخت به دلیل فرآیندهای حرارتی است که تنش‌های داخلی و نقص‌های موجود در شبکه بلوری ماده را کاهش می‌دهند. در دماهای پایین‌تر بازیخت مثلاً ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، کرنش شبکه بالا ناشی از شبکه متراکم نقص‌هایی مانند نابجایی‌ها و عیوب انباشتگی است که بلورینگی شبکه را تضعیف می‌کنند. با افزایش دمای آنیلینگ مثلاً تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، اتم‌ها راحت‌تر حرکت می‌کنند و امکان بازیابی یا حذف نابجایی‌ها (بازیابی) و تشکیل دانه‌های جدید با نقص کمتر (تبلور مجدد) فراهم می‌شود. هر دو فرآیند نقص‌های شبکه را کاهش می‌دهند. کرنش شبکه بالا در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد مربوط به تشکیل فازهای جدید مانند Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> در طی فرآیند بازیخت در سیستم Na-Sb-O نسبت داده می‌شود. در این دمای میانی، ماده تحت تبدیل فازی جزئی از ساختارهای پیش‌ماده (مثلاً شامل Sb<sub>2</sub>O<sub>4</sub> یا آنتیموانات‌های مرتبط) به سمت



شکل ۱- الگوهای XRD نمونه‌های (الف) بازیخت نشده و (ب) بازیخت شده در دماهای مختلف

روش ویلیامسون-هال (W-H) به طور رایج برای استخراج اندازه ریزبلورک و کرنش شبکه از الگوهای XRD استفاده می‌شود. برخلاف روش دبای-شیرر، این روش تأثیر پهن‌شدگی ناشی از کرنش را در نظر می‌گیرد و تخمین دقیق‌تری از اندازه ریزبلورک ارائه می‌دهد. رابطه W-H به صورت زیر بیان می‌شود (۲۲):

$$\beta \cos \theta = k\lambda/D + 4\epsilon \sin \theta \quad (5)$$

شیب نمودار  $\beta \cos \theta$  بر حسب  $4\epsilon \sin \theta$  نشان‌دهنده کرنش شبکه ( $\epsilon$ ) و عرض از مبدا نشان‌دهنده اندازه ریزبلورک است. این روش به طور مؤثری تأثیرات اندازه و کرنش را از هم جدا می‌کند و پارامترهای ساختاری قابل اعتماد، به‌ویژه برای نانومواد، ارائه می‌دهد. شکل ۲ نمودارهای W-H را برای نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده را نشان می‌دهد.

ساختار NaSbO<sub>3</sub> دارای سیستم بلوری رومبوهدرال است که پارامترها و زوایای شبکه آن، همان‌طور که در کارت مرجع آن ذکر شده، با سیستم بلوری هگزاگونال هم‌خوانی دارد. بنابراین، پارامترهای شبکه  $a$  و  $c$  و حجم سلول واحد ( $V_{Hexagonal}$ ) با استفاده از معادله ۴ محاسبه می‌شوند (۲۱):

$$\left(\frac{1}{d_{hkl}}\right)^2 = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (4)$$

$$V_{Hexagonal} = \frac{\sqrt{3}}{2} a^2 c$$

جدول ۳ ثابت‌های شبکه و حجم‌های سلول واحد محاسبه شده برای نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده در دماهای مختلف را ارائه می‌دهد. پارامترهای شبکه همه نمونه‌ها تطابق خوبی با پارامترهای شبکه کارت مرجع شماره ۰۱-۰۸۲-۲۲۵۳ نشان می‌دهند.

جدول ۲- برخی مشخصات مربوط به ۵ قله قوی‌تر نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده

نمونه	$(2\theta)^\circ$	FWHM	$d_{hkl}$ (Å)	شدت پیک (%)	(hkl)	$D$ (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	Average		Average SFE $10^{-4} \times$
								$\epsilon \times 10^{-3}$	$10^{-4} \times$	
بازیخت نشده	۱۹/۲۴	۰/۱۸	۴/۶۰۸۶۷	۱۰۰/۰۰	(۱۱۱)	۴۶/۷±۲/۳	۰/۷۷		۱۹/۲۳	
	۲۲/۱۱	۰/۱۸	۴/۰۱۶۶۳	۷۵/۹۴	(۲۰۰)	۴۷/۰±۲/۴	۰/۷۷		۱۸/۰۰	
	۲۲/۵۱	۰/۱۸	۳/۹۴۶۷۸	۴۴/۴۵	(۰۰۲)	۴۷/۰±۲/۴	۰/۷۷	۱/۶۵±۰/۰۸	۱۷/۸۴	۱۴/۶۸±۰/۷۳
	۳۱/۷۸	۰/۱۱	۲/۸۱۳۳۹	۶۷/۲۰	(۲۰۲)	۷۸/۴±۳/۹	۰/۴۶		۹/۱۱	
	۳۷/۱۶	۰/۱۲	۲/۴۱۷۵۹	۴۶/۲۶	(۱۳۱)	۷۲/۹±۳/۶	۰/۵۰		۹/۱۵	
۴۰۰ °C	۱۶/۶۳	۰/۳۲	۵/۳۲۶۴۳	۴۸/۱۸	(۰۰۳)	۲۶/۲±۱/۳	۱/۳۸		۳۷/۰۰	
	۲۹/۷۰	۰/۵۱	۳/۰۰۶۰۵	۴۲/۱۷	(۱۰۴)	۱۶/۸±۰/۸	۲/۱۵		۴۳/۷۸	
	۳۳/۸۲	۰/۳۰	۲/۶۴۸۰۷	۱۰۰/۰۰	(۰۰۶)	۲۸/۹±۱/۴	۱/۲۵	۱/۴۶±۰/۰۷	۲۴/۰۵	۲۹/۶۵±۱/۴۸
	۳۷/۹۰	۰/۲۷	۲/۳۷۱۹۵	۷۰/۷۹	(۱۱۳)	۳۲/۵±۱/۶	۱/۱۱		۲۰/۳۷	
	۴۸/۴۳	۰/۳۵	۱/۸۷۷۹۱	۶۹/۷۹	(۱۱۶)	۲۶/۰±۱/۳	۱/۳۹		۲۳/۰۷	
۵۰۰ °C	۱۶/۶۶	۰/۳۳	۵/۳۱۷۸۴	۴۸/۱۲	(۰۰۳)	۲۵/۴±۱/۳	۱/۴۲		۳۸/۱۲	
	۲۰/۱۷	۰/۲۳	۴/۳۹۸۹۸	۳۶/۴۹	(۱۰۱)	۳۶/۶±۱/۸	۰/۹۹	۱/۲۱±۰/۰۶	۲۴/۱۱	۲۵/۴±۱/۲۷
	۳۳/۸۶	۰/۲۲	۲/۶۴۴۹۷	۱۰۰/۰۰	(۰۰۶)	۳۹/۴±۲/۰	۰/۹۲		۱۷/۶۳	

1 Williamson-Hall

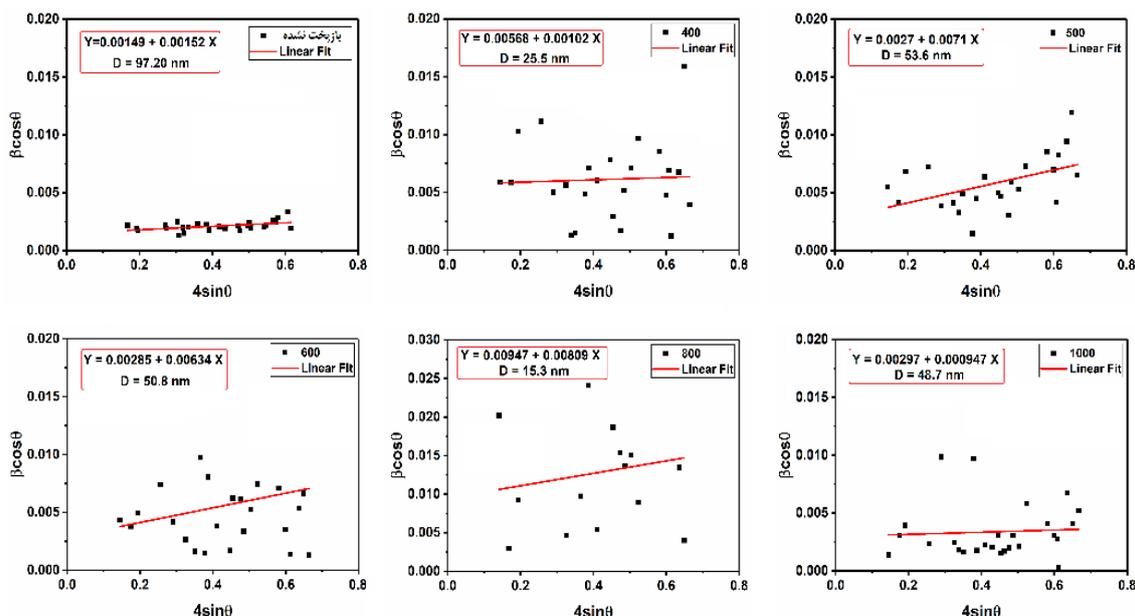
	۳۷/۹۵	۰/۲۵	۲/۳۶۸۹۰	۷۰/۳۸	(۱۱۳)	۳۵/۱±۱/۸	۱/۰۳	۱۸/۸۴	
	۴۸/۴۸	۰/۴۳	۱/۸۷۶۱۰	۵۵/۸۴	(۱۱۶)	۲۱/۲±۱/۱	۱/۷۱	۲۸/۳۳	
	۱۶/۶۲	۰/۲۷	۵/۳۲۹۲۴	۶۳/۴۴	(۰۰۳)	۳۱/۱±۱/۶	۱/۱۷	۳۱/۲۳	
	۲۰/۱۴	۰/۲۰	۴/۴۰۵۴۷	۴۰/۴۶	(۱۰۱)	۴۲/۱±۲/۱	۰/۸۶	۲۰/۹۸	
۶۰۰ °C	۳۳/۸۳	۰/۳۱	۲/۶۴۷۲۳	۹۲/۹۹	(۰۰۶)	۲۸/۰±۱/۴	۱/۲۹	۲۴/۸۵	۱۴/۶۸±۰/۷۳
	۳۷/۹۲	۰/۱۶	۲/۳۷۱۰۷	۱۰۰/۰۰	(۱۱۳)	۵۴/۸±۲/۷	۰/۶۶	۱۲/۰۷	
	۴۸/۴۳	۰/۲۳	۱/۸۷۷۹۶	۷۷/۸۸	(۱۱۶)	۳۹/۶±۲/۰	۰/۹۲	۱۵/۱۶	
	۱۶/۴۰	۱/۰۰	۵/۳۹۹۵۵	۵۵/۵۴	(۰۰۳)	۸/۴±۰/۴	۴/۳۲	۱۱۶/۴۴	
	۲۲/۳۰	۰/۵۰	۳/۹۸۵۵۶	۷۲/۵۹	(۰۱۲)	۱۶/۹±۰/۸	۲/۱۴	۴۹/۷۸	
۸۰۰ °C	۳۴/۱۴	۱/۰۵	۲/۶۲۴۴۵	۱۰۰/۰۰	(۰۱۵)	۸/۳±۰/۴	۴/۳۸	۸۲/۷۵	۵۴/۴۷±۲/۷۲
	۳۷/۹۰	۰/۲۰	۲/۳۶۹۳۰	۹۳/۰۰	(۱۱۳)	۴۳/۹±۲/۲	۰/۸۳	۱۵/۰۹	
	۴۸/۰۰	۰/۱۱	۱/۸۷۷۴۸	۸۳/۳۳	(۱۱۶)	۸۲/۶±۴/۱	۰/۴۴	۷/۲۹	
	۱۶/۷۰	۰/۰۷	۵/۳۰۸۶۳	۹۰/۳۸	(۰۰۳)	۱۱۹/۸±۶/۰	۰/۳۰	۸/۰۸	
	۲۹/۷۱	۰/۱۴	۳/۰۰۴۹۵	۳۷/۱۸	(۱۰۴)	۶۱/۳±۳/۱	۰/۵۹	۱۲/۰۲	
۱۰۰۰ °C	۳۷/۹۷	۰/۱۶	۲/۳۶۷۹۹	۴۰/۸۵	(۱۱۳)	۵۴/۸±۲/۷	۰/۶۶	۱۲/۰۶	۹/۹۱±۰/۵۰
	۳۹/۵۰	۰/۱۲	۲/۲۷۹۵۲	۵۳/۳۵	(۰۲۱)	۷۳/۵±۳/۷	۰/۴۹	۸/۸۵	
	۴۸/۴۹	۰/۱۳	۱/۸۴۵۸۱	۶۰/۰۳	(۱۱۶)	۷۰/۰±۳/۵	۰/۵۲	۸/۵۶	

جدول ۳- پارامترهای شبکه و حجم سلول واحد نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده

نمونه	پارامترهای شبکه		V	% ε <sub>a</sub>	% ε <sub>c</sub>	% ε <sub>v</sub>
	a = b	c				
NaSbO <sub>3</sub> ۰۱-۰۸۲-۲۲۵۳	۵/۳۰۱۰	۱۵/۹۳۲۰	۳۸۷/۷۲	-	-	-
۴۰۰	۵/۲۷۰۳	۱۵/۹۷۹۳	۳۸۴/۳۷۸	-۰/۵۸	۰/۳۰	-۰/۸۶
۵۰۰	۵/۲۷۳۳	۱۵/۹۵۳۵	۳۸۴/۱۹۵	-۰/۵۲	۰/۱۳	-۰/۹۱
۶۰۰	۵/۲۸۶۵	۱۵/۹۸۷۷	۳۸۶/۹۴۸	-۰/۲۷	۰/۳۵	-۰/۲۰
۸۰۰	۵/۲۳۸۶	۱۶/۱۹۸۷	۳۸۴/۹۸۳	-۱/۱۸	۱/۶۷	-۰/۷۱
۱۰۰۰	۵/۲۶۵۹	۱۵/۹۲۵۹	۳۸۲/۴۵۵	-۰/۶۶	-۰/۰۴	-۱/۳۶

مواردی است که در سایر سیستم‌های نانوذرات گزارش شده، جایی که دماهای بالای بازیخت به تجزیه ساختاری یا ناپایداری فازی منجر می‌شود (۲۳، ۲۴). هنگامی که دمای بازیخت به ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد، اندازه ریزبلورک دوباره افزایش می‌یابد که به دلیل تبلور مجدد و بازیابی کیفیت بلوری است. در این دما، بازآرایی‌های اتمی آسیب‌های قبلی را جبران کرده و باعث تیزتر شدن قله‌های XRD می‌شوند. لذا ترمیم در دمای بالا باعث کاهش نقص‌ها و آرایش مجدد می‌شود (۲۵). بنابراین، دمای بهینه بازیخت برای دستیابی به NaSbO<sub>3</sub> تک‌فاز با بزرگ‌ترین اندازه ریزبلورک، ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد است. الگوهای XRD نشان دادند که NaSbO<sub>3</sub> خالص تنها در دماهای ۴۰۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به دست آمد، در حالی که در دماهای ۶۰۰، ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، قله‌های ناخالصی مربوط به فازهای Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> مشاهده شدند.

با افزایش دمای بازیخت از ۴۰۰ به ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، اندازه ریزبلورک نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> به طور قابل‌توجهی از ۲۵/۵ به حدود ۵۳/۶ نانومتر افزایش یافت. این بزرگ‌شدن به دلیل افزایش انتشار آتم‌ها و تحرک مرزهای دانه است که به بلورهای کوچک‌تر اجازه می‌دهد ادغام شوند و نقص‌ها کاهش یابند، در نتیجه بلورینگی بهبود می‌یابد. روندهای مشابهی در (۱۲) مشاهده شده است. با این حال، با افزایش بیشتر دمای بازیخت به ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، اندازه ریزبلورک‌ها اندکی کاهش می‌یابد (۵۰/۸ نانومتر)، که احتمالاً به دلیل تنش حرارتی، شروع نقص‌های شبکه‌ای یا تجمع کرنش است که رشد را خنثی می‌کند. در این حالت، درشت شدن دانه‌ها توسط فرآیندهای بی‌نظم‌کننده<sup>۱</sup> تعدیل می‌شود. در دمای بالاتر (۸۰۰ درجه سانتی‌گراد)، اندازه ریزبلورک به شدت کاهش می‌یابد (حدود ۱۵،۳ نانومتر)، که نشان‌دهنده تخریب جدی ساختار بلوری است که باعث اختلال در نظم بلندبرد و پهن‌شدگی قله‌های XRD می‌گردد. این مشاهدات مشابه



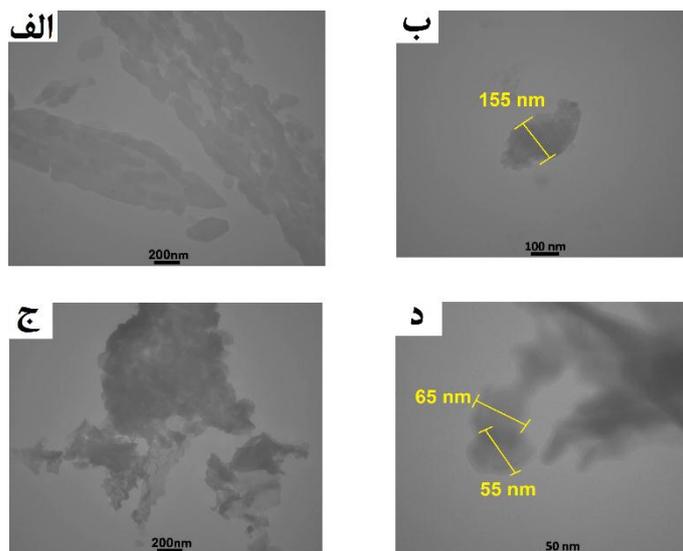
شکل ۲- نمودارهای ویلیامسون - هال نانوساختارهای NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده

## ۲- بررسی ریز ساختاری

یکنواخت تر می‌کند. ضمن آگاهی از نتایج XRD، تصاویر FESEM در شکل ۴ به‌وضوح تأثیر قابل توجه دمای بازیخت بر مورفولوژی و تکامل اندازه ذرات NaSb(OH)<sub>6</sub> و تبدیل آن به NaSbO<sub>3</sub> را نشان می‌دهند. نمونه بازیخت نشده (شکل ۴-الف) توزیع پراکنده‌ای از نانوذرات ریز با شکل نامنظم را نشان می‌دهد. با بازیخت در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۴-ب)، ذرات شروع به ادغام کرده و مرزهای مشخص تری پیدا می‌کنند که نشان‌دهنده آغاز تبلور است.

در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۴-ج)، ذرات به ساختارهای صفحه‌مانند یا پوسته‌مانند تغییر کرده که نشان‌دهنده بهبود تبلور و تشکیل NaSbO<sub>3</sub> با کیفیت بلوری بالاتر است. افزایش دما به ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۴-د) منجر به تشکیل تجمعات متراکم‌تر و بزرگ‌تر با وجوه بلوری مشخص می‌شود که رشد پیش‌رونده دانه‌ها را تحت تأثیر انرژی حرارتی تأیید می‌کند. تغییر مورفولوژیکی چشمگیری در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۴-ه) مشاهده می‌شود، جایی که ذرات به ساختارهای بلوری میله‌مانند یا کشیده تبدیل می‌شوند و نشان‌دهنده رشد بلوری ناهمسانگرد فاز NaSbO<sub>3</sub> و تشکیل فازهای ناخالص شامل Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> و Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> است.

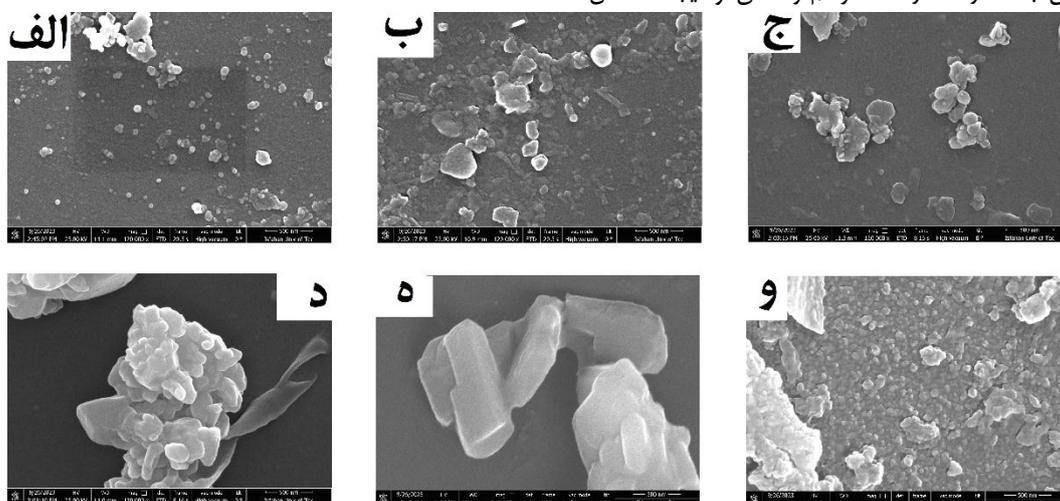
بررسی‌های ریز ساختاری با استفاده از آنالیزهای TEM و FESEM انجام شد تا ساختار داخلی نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده مورد مطالعه قرار گیرد. تصاویر TEM اطلاعات دقیقی در مورد مورفولوژی نانومقیاس، توزیع اندازه دانه‌ها و ساختار شبکه‌ای نمونه ارائه داد. تصاویر TEM در شکل ۳ تغییرات مورفولوژیکی قابل توجهی را در NaSbO<sub>3</sub> ناشی از بازیخت نشان می‌دهند. شکل‌های ۳-الف و ۳-ب، مربوط به نمونه بازیخت نشده، ذرات نسبتاً بزرگ و نامنظم با اندازه ذره متوسط حدود ۱۵۵ نانومتر را نشان می‌دهند که حاکی از تجمع و توزیع گسترده ذرات است. در مقابل، شکل‌های ۳-ج و ۳-د، که نشان‌دهنده NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد هستند، نانوذرات کوچک‌تر و یکنواخت‌تر با اندازه ذرات در محدوده ۵۵ تا ۶۵ نانومتر را نمایش می‌دهند، که نشان می‌دهد بازیخت باعث کم شدن اندازه ذرات و کاهش تجمع می‌شود. هنگامی که NaSbO<sub>3</sub> تا دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده می‌شود، ساختارهای بزرگ و ناهموار آن به نانوذرات کوچک‌تر و یکنواخت‌تر تبدیل می‌شوند. این تغییر نشان‌دهنده کیفیت بلوری بهتر و رشد کنترل‌شده‌تر ذرات در این دما است. این فرآیند نقص‌های ساختاری را کاهش داده و نمونه را به طور کلی



شکل ۳- تصاویر TEM نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  (الف، ب) بازپخت نشده و (ج، د) بازپخت شده در دمای  $500^\circ\text{C}$

ناهمسانگرد تا دمای  $800^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد می‌شود. با این حال، در دماهای بسیار بالا ( $1000^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد)، نانوساختارهای جدیدی به دلیل تشکیل و تثبیت فازهای جدید ایجاد می‌شوند که منجر به ایجاد مورفولوژی‌های با اندازه کوچکتر و ظاهر نامنظم‌تر می‌گردد.

با این حال، در دمای  $1000^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد (شکل ۴-و)، مورفولوژی به ذرات کوچکتر و تکه‌تکه شده بازمی‌گردد که احتمالاً به دلیل تکه‌تکه شدن دانه‌ها یا اثرات بازبلورسازی سطحی ناشی از حرارت است که توزیع اندازه ذرات را کاهش می‌دهد. به طور کلی، بازپخت  $\text{NaSb(OH)}_6$  را به  $\text{NaSbO}_3$  تبدیل می‌کند و همچنین باعث رشد ذرات، متراکم‌تر شدن و ایجاد اشکال



شکل ۴- تصاویر FESEM نانوساختارهای (الف) بازپخت نشده و بازپخت شده در دماهای (ب)  $400^\circ\text{C}$ ، (ج)  $500^\circ\text{C}$ ، (د)  $600^\circ\text{C}$ ، (ه)  $800^\circ\text{C}$  و (و)  $1000^\circ\text{C}$  درجه سانتی‌گراد

### ۳- طیف سنجی عنصری EDS

هستند که از زیرلایه شیشه‌ای منشأ می‌گیرند. در فاز استوکیومتریک  $\text{NaSbO}_3$  انتظار می‌رود درصد اتمی Na حدود  $20\%$  باشد، در حالی که مقادیر اندازه‌گیری شده از نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  بین  $37\%$  تا  $45\%$  درصد است. درصد اتمی بالاتر Na نسبت به مقدار تعادلی می‌تواند به مشارکت Na ناشی از زیرلایه شیشه سودالایم نسبت داده شود. علاوه بر این، با افزایش دمای

ترکیب عنصری نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  بازپخت شده در دماهای مختلف با استفاده از طیف‌های EDS بررسی شد که در جدول ۴ ارائه شده‌اند. بر اساس طیف‌های EDS تمام نمونه‌ها، حضور عناصر Na، Sb، و O به وضوح مشاهده می‌شود که می‌تواند نشان‌دهنده تشکیل فاز  $\text{NaSbO}_3$  باشد. علاوه بر این، قله‌های دیگر شناسایی شده مربوط به عناصری مانند Ca، Mg و Si

بازیخت، کاهش مقدار Sb مشاهده می‌شود. بر اساس نتایج XRD، این رفتار می‌تواند به تشکیل فاز Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> نسبت داده شود که درصد اتمی کمتری از Sb در مقایسه با فاز NaSbO<sub>3</sub> دارد. بنابراین، نتایج EDS تطابق خوبی با یافته‌های XRD نشان می‌دهند.

جدول ۴- آنالیز عنصری NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده

نمونه	درصد Na	درصد Sb	درصد O
۴۰۰	۳۷/۱۳	۱۸/۲۰	۴۴/۶۷
۵۰۰	۳۸/۵۶	۱۵/۹۲	۴۵/۵۳
۶۰۰	۳۸/۸۳	۱۵/۳۰	۴۵/۸۷
۸۰۰	۳۵/۸۶	۱۴/۵۳	۴۹/۶۱
۱۰۰۰	۴۷/۸۴	۷/۱۴	۴۵/۰۲

#### ۴- طیف سنجی نور تابناکی (فوتولومینسانس)

آنالیز فوتولومینسانس (PL) برای بررسی نقص‌های ساختاری و خواص نیمه‌رسانایی مواد به کار گرفته شد. شکل ۵ طیف‌های PL نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده را مقایسه می‌کند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، با افزایش دمای بازیخت تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، شدت PL افزایش می‌یابد، در حالی که در دماهای بالاتر از ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، شدت PL کاهش می‌یابد. این پدیده به کیفیت بلوری بالاتر نمونه بازیخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد نسبت داده می‌شود که دارای فاز خالص NaSbO<sub>3</sub> است. شکل ۵-ب طیف PL نمونه بدون آنیل (NaSb(OH)<sub>6</sub>) را نشان می‌دهد که دو قله PL در ۴۱۷/۳ و ۴۹۳/۸ نانومتر را نمایش می‌دهد. گسیل nm ۴۱۷/۳ در NaSb(OH)<sub>6</sub> به احتمال زیاد به انتقال‌های الکترونی با انرژی بالا، مانند انتقال بار از لیگاند به فلز از اوربیتال‌های غیرپیوندی اکسیژن هیدروکسید به اوربیتال‌های خالی (اوربیتال 5p آنتیموان یا ترازهای ضدپیوندی) یا با بازترکیب تابشی از طریق حالات تله مرتبط با نقص‌های عمیق یا هیدروکسیل مرتبط است. همچنین، گسیل nm ۴۹۳/۸ مربوط به بازترکیب با انرژی پایین‌تر از طریق حالات تله کم‌عمق یا مراکز نقص/سطحی نسبت داده می‌شود که ممکن است شامل بازترکیب الکترون-حفره در این حالات موضعی، یا به دلیل حضور ناخالصی‌های جزئی Sb<sup>3+</sup> دارای انتقال‌های انرژی-پایین باشد (۲۶-۲۸).

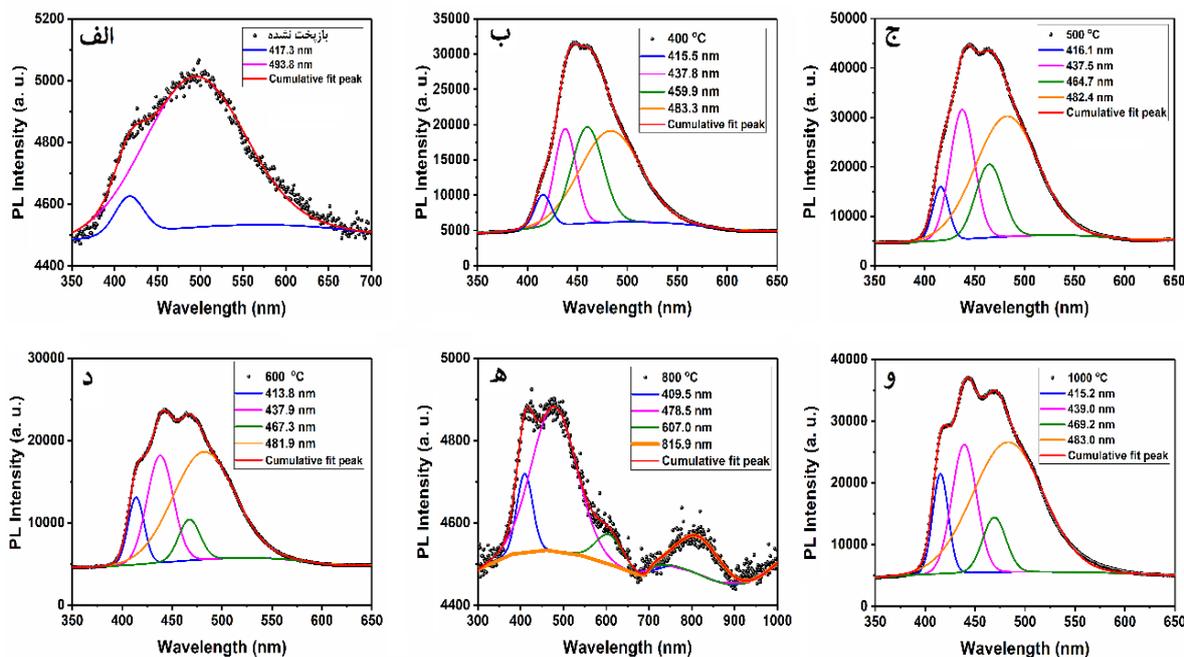
بر اساس شکل ۵-ج، طیف PL نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد چهار قله متمایز در طول موج‌های ۴۱۵/۵، ۴۳۷/۸، ۴۵۹/۹ و ۴۸۳/۳ نانومتر را نشان می‌دهد. این ویژگی‌های PL با انتقال‌های الکترونی متمایز یا حالات مرتبط با نقص در شبکه NaSbO<sub>3</sub> ارتباط دارند. بر اساس مطالعات انجام شده، این گسیل‌های PL شناسایی شده از نانوذرات NaSbO<sub>3</sub>

می‌توانند ترکیبی از مراکز الکترونی مرتبط با آنتیموان و حالات نقص مرتبط با اکسیژن تفسیر شوند. گسیل طیف آبی با انرژی بالاتر (تقریباً ۴۱۵ تا ۴۳۷ نانومتر) با انتقال‌های تابشی شامل مراکز Sb<sup>3+</sup> یا حالات اکسایتون خود-به‌دام‌افتاده مرتبط با آنتیموان هم‌خوانی دارند. یون‌های Sb<sup>3+</sup> در میزبان‌های اکسیدی به دلیل گسیل قوی آبی تا فیروزه‌ای شناخته شده هستند و می‌توانند قله‌هایی در محدوده ۴۰۰ تا ۴۴۰ نانومتر ایجاد کنند، در حالی که باندهای سبز رنگ با انرژی پایین‌تر (تقریباً ۴۵۹ تا ۴۸۳ نانومتر) معمولاً به بازترکیب مرتبط با نقص، به‌ویژه جاهای خالی اکسیژن، حالات سطحی یا سطوح تله کم‌عمق نسبت داده می‌شوند که در بسیاری از اکسیدهای فلزی گسیل سبز/سبز-زرد تولید می‌کنند و به‌صورت نظری و تجربی به‌عنوان منبع اصلی تولید گسیل آبی-سبز در نانومواد اکسیدی شناسایی شده‌اند. همچنین، انتقال حامل‌ها از لیگاند به آنتیموان یا خود-به‌دام‌افتادگی اکسایتون<sup>۱</sup> می‌تواند به گسیل نور آبی کمک کند، و مراکز Sb با ظرفیت مختلط می‌توانند باعث جابه‌جایی یا شکافت باند شوند و چندین قله ظاهر شوند (۲۸-۳۱).

همان‌طور که مشاهده می‌شود، نمونه‌های بازیخت شده در دماهای ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد طیف‌های PL مشابهی را به دلیل حضور فاز غالب NaSbO<sub>3</sub> نشان می‌دهند. با این حال، باید توجه داشت که طیف PL نمونه ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد شدت بالاتر و قله‌های تیزتری را نشان می‌دهد که نشان‌دهنده کیفیت بلوری برتر در مقایسه با سایر نمونه‌ها است. در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، شدت PL در مقایسه با نمونه ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش می‌یابد. علاوه بر این، در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، شدت PL به‌طور قابل‌توجهی کاهش می‌یابد که می‌تواند به تخریب ساختار بلوری و کاهش بلورینگی در این دما نسبت داده شود. همچنین، در این دما، دو قله در حدود ۴۶۰ و ۴۸۰ نانومتر که در دماهای بازیخت پایین‌تر قابل مشاهده بودند، ناپدید می‌شوند، در حالی که دو قله جدید در ۶۰۷ و ۸۱۵ نانومتر ظاهر می‌شوند. این تغییرات بارز به‌وضوح با تحولات ساختاری شدید در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد مرتبط هستند، همان‌طور که پیش‌تر توسط تحلیل XRD تأیید شده است. هنگامی که NaSbO<sub>3</sub> در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد بازیخت می‌شود، فاز ثانویه Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> می‌تواند تشکیل شود. ظهور یک باند PL جدید در حدود ۶۰۷ نانومتر به احتمال زیاد ناشی از مراکز نورزایی و نقص‌ها در Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> است. اکسید Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> که حاوی یون‌های فعال Sb<sup>3+</sup> است، به دلیل تولید گسیل قوی در نور مرئی شناخته شده است. طول موج دقیق گسیل به‌شدت به عواملی مانند مورفولوژی، نقص‌ها و شرایط بازیخت بستگی دارد.

در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، ساختار بلوری از طریق بازبلورسازی بازسازی می‌شود که منجر به افزایش شدت PL می‌شود، در حالی که موقعیت قله‌ها به‌طور نزدیکی با نمونه‌های بازپخت شده در دماهای ۴۰۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد مطابقت دارد. به‌طور کلی، با توجه به گسیل‌های سبز و آبی نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> این مواد می‌توانند در دیودهای ساطع‌کننده نور (LED) آبی و سبز استفاده شوند.

این گسیل‌ها عموماً به حالات سطحی، جاهای خالی اکسیژن و سایر فرآیندهای بازترکیب مرتبط با نقص، اثرات نوری وابسته به مورفولوژی و مراکز اکسیتونی یا انتقال بار مرتبط با  $Sb^{3+}$  نسبت داده می‌شوند (۳۲-۳۴). گسیل گسترده در نزدیکی ناحیه مادون قرمز (NIR) در ۸۱۵/۹ نانومتر نشان‌دهنده حضور حالات نقص عمیق است. این گسیل احتمالاً از بازترکیب حفره‌های فوتونیک در باند ظرفیت با سطوح نقص نوع دهنده ناشی می‌شود که مشابه مکانیزم‌های گزارش‌شده در مرجع (۳۵) می‌باشد. با بازپخت بیشتر



شکل ۵- طیف PL نانوپودرهای NaSbO<sub>3</sub> بازپخت نشده و بازپخت شده در دماهای مختلف.

## ۵- طیف نگاری UV-Vis

طیف‌سنجی UV-Vis برای اندازه‌گیری خواص نوری نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازپخت نشده و بازپخت شده به کار گرفته شد. بر اساس شکل ۶-الف، طیف‌سنجی جذب UV-Vis نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> به جذب قوی‌ای در ناحیه فرابنفش نشان داد که نشان‌دهنده ماهیت نیمه‌رسانای با انرژی پهنای باند وسیع آن‌هاست. انرژی پهنای باند نوری تخمین زده‌شده، که از نمودار تاک به دست آمده، پتانسیل این نانوذرات را برای کاربردهای فتوکاتالیتیک و اپتوالکترونیک برجسته می‌کند. طیف‌های جذب نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> به شدت تحت تأثیر دمای بازپخت و تکامل فازی مرتبط با آن قرار دارند. نمونه بازپخت نشده، که حاوی فاز NaSb(OH)<sub>6</sub> است، بالاترین شدت جذب را به دلیل وجود گروه‌های هیدروکسیل فراوان و نقص‌های ساختاری نشان می‌دهد که حالات موضعی را ایجاد کرده و برهم‌کنش نور-ماده را تقویت می‌کنند. با بازپخت در دماهای ۴۰۰ تا ۶۰۰ درجه

سانتی‌گراد، تبدیل به فاز NaSbO<sub>3</sub> منجر به کاهش قابل توجه جذب می‌شود که می‌توان آن را به بهبود بلورینگی، افزایش اندازه ریزبلورک و کاهش چگالی نقص نسبت داد، که پراکندگی و انتقال‌های غیرتابشی را به حداقل می‌رساند. با این حال، در دماهای بازپخت بالاتر (۸۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، تشکیل فازهای ثانویه مانند Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> ساختار الکترونی را تغییر داده و انتقال‌های نوری اضافی ایجاد می‌کند که منجر به افزایش جذب کلی می‌شود (۷).

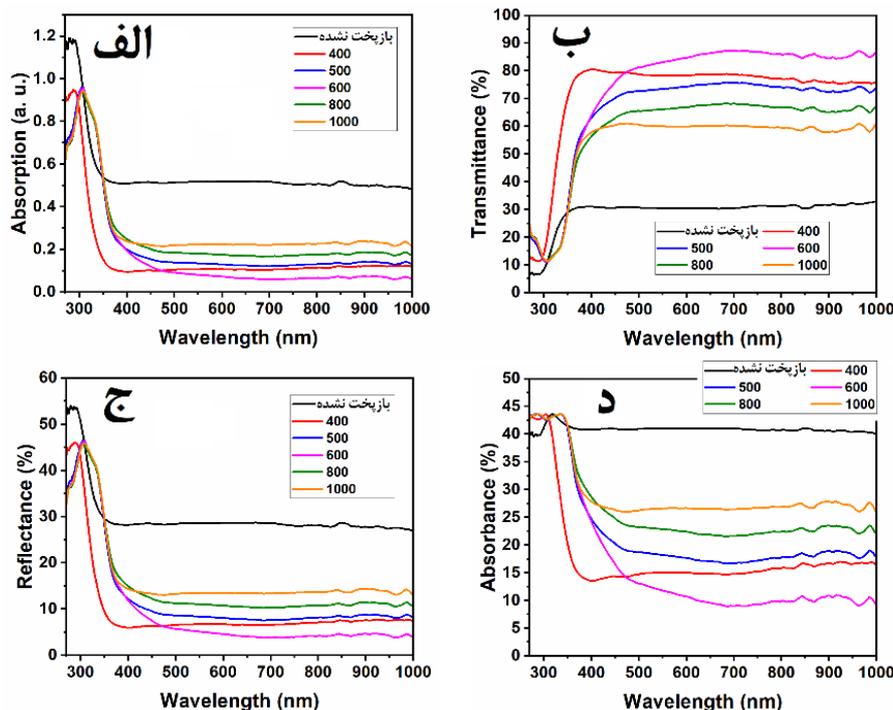
شکل ۶-ب طیف‌های عبوردهی (T) نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازپخت نشده و بازپخت شده را نشان می‌دهد. تغییرات مشاهده‌شده در طیف‌های T به دو عامل اصلی نسبت داده می‌شود. عامل اول، تبدیل‌های ساختاری و فازی ناشی از فرآیند بازپخت است که منجر به تشکیل فازهای جدید در دماهای مختلف می‌شود. عامل دوم، تغییر در کیفیت بلوری است که مستقیماً بر طیف‌های

عبوردهی تأثیر می‌گذارد. افزایش عبوردهی در نمونه‌های بازیخت شده در دماهای ۴۰۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد در مقایسه با نمونه بازیخت نشده، به دلیل بهبود کیفیت بلوری با افزایش دمای بازیخت است. عبوردهی با افزایش اندازه ریزبلورک افزایش می‌یابد، زیرا بلورک‌های بزرگ‌تر مرزهای دانه و محل‌های نقص کمتری دارند که پراکندگی نور و جذب مرتبط با نقص را کاهش می‌دهد (۳۶). در این راستا، عبوردهی بالاتر مشاهده شده برای نانوذرات بازیخت شده در دماهای ۴۰۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که این نمونه‌ها برای کاربردهای اپتوالکترونیک مناسب هستند. با این حال، با افزایش دمای بازیخت به ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، عبوردهی نور کاهش می‌یابد که می‌توان آن را به تشکیل فازهای جدید، به‌ویژه فاز Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> نسبت داد. عبوردهی بالاتر نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> در مقایسه با Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> به تفاوت‌های ساختاری و نقص‌های مرتبط با آن‌ها نسبت داده می‌شود. ماده NaSbO<sub>3</sub> با ساختار شبه‌پروسکایتی خود تمایل به بلوری شدن با حالات نقص کمتری دارد که با نور مرئی برهم‌کنش می‌کنند، در حالی که Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> با ساختار اورتورومبیک بیشتر مستعد تشکیل نقص‌هایی مانند جاهای خالی اکسیژن و نقص‌های آنتی‌سایت است. بررسی تأثیر کیفیت بلوری بر میزان عبوردهی در تحقیقات پیشین گزارش شده است (۱۹). این نقص‌ها حالات الکترونی را در باند ممنوعه ایجاد می‌کنند که به‌عنوان مراکز جذب اضافی عمل کرده و عبوردهی کلی را کاهش می‌دهند. علاوه بر این، تفاوت‌های کیفیت ذرات و مورفولوژی بین این دو ترکیب ممکن است پراکندگی و جذب نور را در Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> افزایش دهد و شفافیت نوری آن را بیشتر کاهش دهد. در نتیجه، کاهش چگالی مراکز جذب و پراکندگی مرتبط با نقص در NaSbO<sub>3</sub> منجر به عبوردهی بالاتر آن در مقایسه با Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> می‌شود (۶، ۷، ۳۷).

بنابراین، افزایش دمای بازیخت نانوذرات سنتز شده از NaSb(OH)<sub>6</sub> موجب تغییرات چشمگیری در عبوردهی نوری (T) به دلیل تحول‌های فازی، تکامل میکروساختاری و تغییر در نقص‌های بلوری می‌شود. در محدوده ۴۰۰-۶۰۰ سانتی‌گراد، تشکیل فاز خالص رومبوهدرال NaSbO<sub>3</sub> با بلورینگی بالا و اندازه

ریزبلورک بزرگ‌تر، موجب کاهش پراکندگی نور و افزایش عبوردهی می‌گردد. در این بازه، بهبود کیفیت بلوری و کاهش نقص‌ها عامل اصلی شفافیت بیشتر است. با افزایش دما به ۸۰۰ و سپس به ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، تشکیل فازهای ثانویه Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub>، همراه با افزایش کرنش شبکه، رشد ناهمگن دانه‌ها و ایجاد جاهای خالی اکسیژن، موجب افزایش پراکندگی و جذب نور و در نتیجه کاهش قابل توجه عبوردهی می‌شود. هم‌زمان، تغییر مورفولوژی از ساختار صفحه‌ای یکنواخت به اشکال میله‌ای و تکه‌تکه، مراکز پراکندگی نور را افزایش می‌دهد (۳۸، ۳۹).

طیف‌های انعکاس (R) با استفاده از رابطه  $(T \times \text{Exp}(A))^{-1}$  - $R=1$  ترسیم شدند (۴۰)، که در آن A جذب و T عبوردهی می‌باشد. شکل ۶-ج طیف‌های انعکاس را برای تمام نمونه‌ها نشان می‌دهد. طیف‌های انعکاس نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده در دماهای مختلف به شدت به فرآیند بازیخت وابسته است، که با رفتار عبوردهی سازگار است. نمونه بازیخت نشده، که در فاز NaSb(OH)<sub>6</sub> قرار دارد، انعکاس بالایی در ناحیه مرئی نشان می‌دهد که به دلیل ماهیت فاز NaSb(OH)<sub>6</sub> با توجه به حضور گروه‌های هیدروکسیل نقص‌های بیشتری دارد. بازیخت در دماهای ۴۰۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد انعکاس را، به‌ویژه در محدوده مرئی کاهش می‌دهد. زیرا بهبود بلورینگی و رشد بلورها پراکندگی و انعکاس مرتبط با نقص را به حداقل می‌رساند. در مقابل، بازیخت در دماهای ۸۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد انعکاس را دوباره به دلیل تبدیل فازی از NaSbO<sub>3</sub> به Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> افزایش می‌دهد. فاز اورتورومبیک حاوی جاهای خالی اکسیژن و نقص‌های آنتی‌سایت بوده که منجر به ایجاد حالات موضعی در باند ممنوعه شده و به‌عنوان مراکز پراکندگی و جذب/بازتاب عمل می‌کنند. بر این اساس، کاهش شدت انعکاس می‌تواند به حضور مرزهای دانه نسبت داده شود که چگالی کمتری نسبت به دانه‌های مجاور دارند. شکل ۶-د طیف‌های درصد جذب را برای تمام نمونه‌ها نشان می‌دهد. این پارامتر با استفاده از رابطه  $A+R+T=100$  به دست می‌آید (۱۹). روند این نمودار مشابه شکل ۶-الف است. توضیحات مربوط به دلایل تغییرات در طیف‌های درصد جذب با دماهای بازیخت (شکل ۶-الف) قبلاً ارائه شده است (۷).

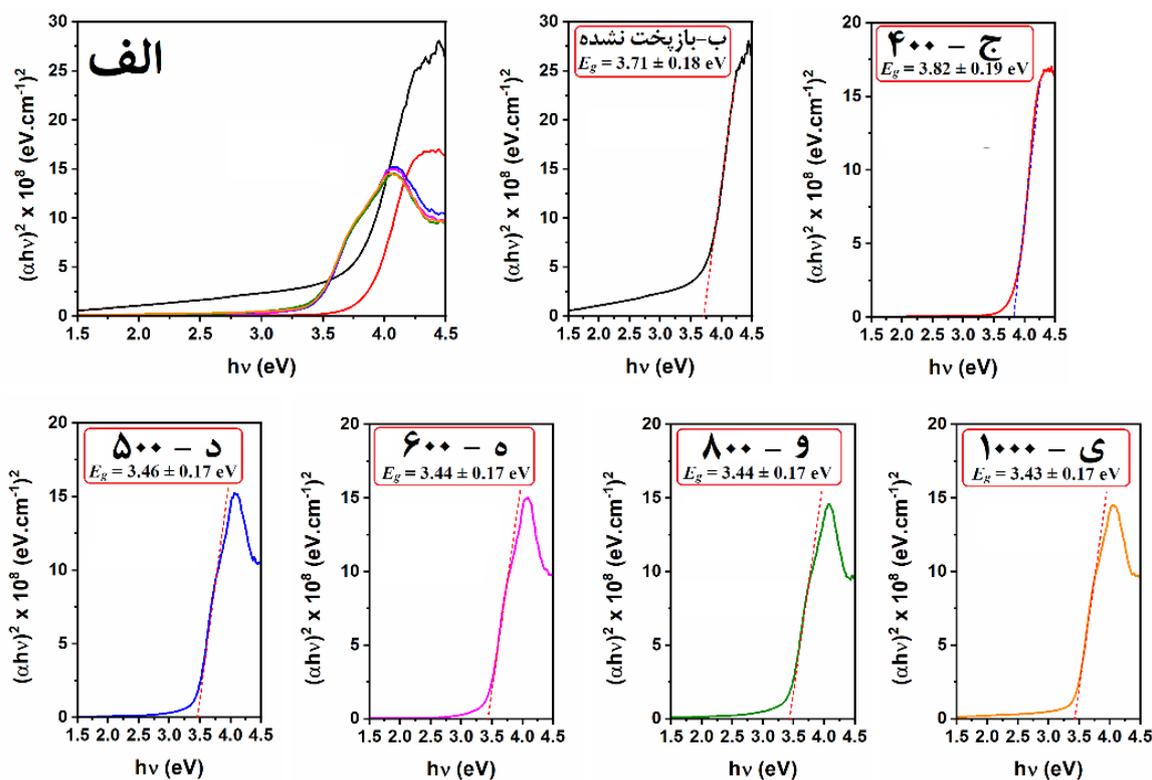


شکل ۶- نمودارهای الف) قابلیت جذب نور، ب) عبوردهی نور، ج) انعکاس نور و د) درصد جذب نور نانوپودرهای NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده در دماهای مختلف

### ۶- تخمین انرژی پهنای باند ( $E_g$ )

$E_g$  کاهش می‌یابد که نشان‌دهنده گذار به خواص الکترونی شبیه به مواد توده‌ای است. همان‌طور که مشخص است، با افزایش دمای بازیخت از ۴۰۰ به ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد،  $E_g$  از ۳/۸۲ eV به ۳/۴۶ eV کاهش می‌یابد که به دلیل رشد بلور است. با این حال، باید توجه داشت که  $E_g$  در نمونه‌های بازیخت شده در دماهای ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش یافت. البته این نمونه‌ها در مقایسه با نمونه بازیخت شده در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد اندازه بلورک کوچک‌تری دارند. این امر به تشکیل فاز  $Na_3SbO_4$  در این دماها نسبت داده می‌شود که توسط الگوهای XRD تأیید شده و دارای انرژی پهنای باند ۲/۸۴ eV است، که منجر به کاهش  $E_g$  در این نمونه‌ها می‌شود. در واقع، دو مکانیزم در این نمونه‌ها نقش دارند: افزایش  $E_g$  به دلیل اندازه بلورک کوچک‌تر و کاهش  $E_g$  به دلیل تشکیل فاز  $Na_3SbO_4$ ، که مکانیزم دوم غالب بوده و منجر به کاهش کلی  $E_g$  در این نمونه‌ها می‌شود.

تعیین انرژی پهنای باند مستقیم ( $E_g$ ) معمولاً بر اساس رابطه تاک انجام می‌شود که به صورت  $(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g)$  بیان می‌گردد، که  $h\nu$  انرژی فوتون و  $A$  یک ثابت تناسب است (۴۱). شکل ۷ نمودارهای تاک مربوط به تمام نمونه‌ها را نشان می‌دهد. انرژی پهنای باند نمونه بازیخت نشده، که دارای فاز  $NaSb(OH)_6$  است (شکل ۸-ب)، مقدار ۳/۷۱ eV تعیین شد. بر اساس شکل‌های ۸-ب تا ج، مقدار  $E_g$  نانوذرات  $NaSbO_3$  بازیخت شده در دماهای ۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب ۳/۸۲، ۳/۴۶، ۳/۴۴، ۳/۴۳ و ۳/۴۳ محاسبه شد که با گزارش‌های قبلی هم‌خوانی دارد (۶). دمای بازیخت به طور قابل توجهی بر اندازه بلورک‌ها و انرژی پهنای باند آن تأثیر می‌گذارد، به طوری که دماهای بالاتر تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به افزایش اندازه بلور و کاهش  $E_g$  می‌شود. این روند با اثر محصورشدگی کوانتومی سازگار است، جایی که اندازه‌های بلورهای کوچک‌تر به دلیل محدودیت فضایی حامل‌های بار،  $E_g$  بزرگ‌تری ایجاد می‌کنند (۴۲). برعکس، با افزایش اندازه بلورها در دماهای بازیخت بالاتر،



شکل ۷- نمودارهای تاک نانویودرهای NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده در دماهای مختلف.

#### ۷- طیف نگاری رامان (Raman)

بلوری بهینه‌ای (حداکثر شدت رامان، قله‌های کاملاً مشخص) ایجاد می‌کند، در حالی که دماهای بالاتر نظم را کاهش داده یا بی‌نظمی چندفازی را القا می‌کنند.

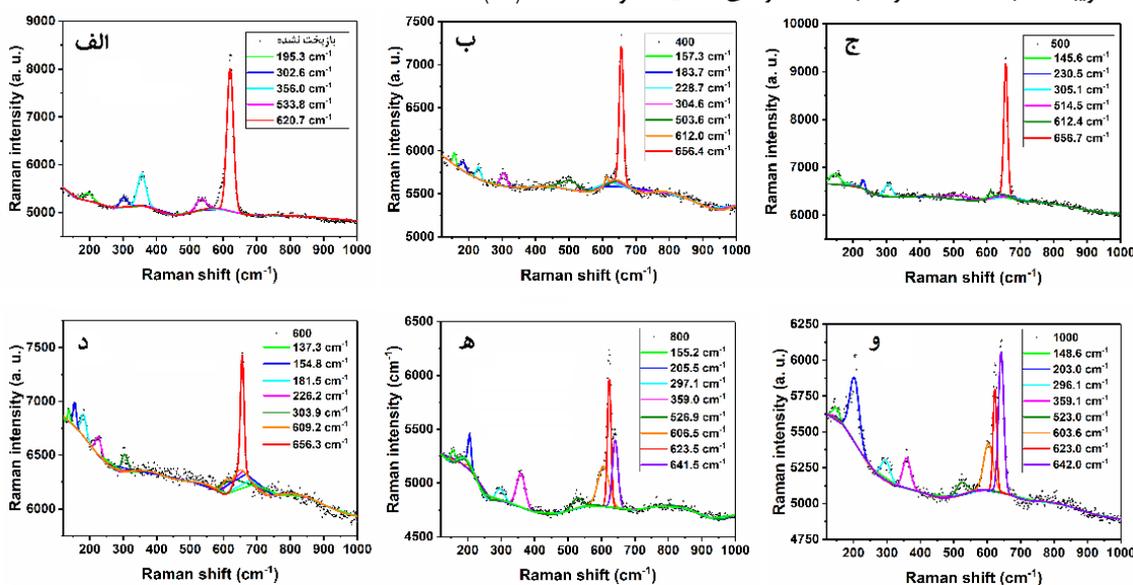
شکل ۸- الف طیف رامان نمونه بازیخت نشده را نشان می‌دهد که دارای تک‌فاز NaSb(OH)<sub>6</sub> است. برای نانوذرات NaSb(OH)<sub>6</sub>، باند رامان با کمترین انرژی در نزدیک ۱۹۵ cm<sup>-1</sup> به ارتعاشات شبکه‌ای خارجی چارچوب Na-Sb-OH نسبت داده می‌شود. چنین فونون‌های با فرکانس پایین معمولاً در کانی‌های اکسیدی هیدراته و پیچیده دیده می‌شوند و اغلب تحت تأثیر جهت‌گیری بلوری و برهم‌کنش‌های نمونه قرار می‌گیرند. باند در حدود ۳۰۲ cm<sup>-1</sup> به ارتعاشات خمشی O-Sb-O در چندوجهی-های Sb-O مربوط است، در حالی که ویژگی در حدود ۳۵۶ cm<sup>-1</sup> با حالت‌های پل‌زنی Sb-O-Sb هم‌خوانی دارد. در انرژی‌های بالاتر، قله در حدود ۵۳۳ cm<sup>-1</sup> از کشش نامتقارن Sb-O ناشی می‌شود و باند قوی در نزدیکی ۶۲۰ cm<sup>-1</sup> مشخصه کشش متقارن Sb-O در چندوجهی‌های Sb-O است که با حالت‌های مشاهده‌شده برای آنتیموانات سدیم و فاز NaSbO<sub>3</sub> (معمولاً بین ۶۶۰-۶۱۷ cm<sup>-1</sup>) تطابق دارد (۴۴، ۴۵). شکل ۸- ب طیف رامان نمونه بازیخت شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان داده که تطابق کاملی با نتایج پژوهش (۴۵) نشان می‌دهد. در این نمونه، باندهای فرکانس بالا به برهم‌کنش‌های

طیف‌سنجی رامان از طریق شناسایی نور پراکنده‌شده غیرالاستیک، حالت‌های ارتعاشی را بررسی می‌کند و اطلاعات ارزشمندی درباره پیوندهای شیمیایی و طراحی مولکولی ارائه می‌دهد. این آنالیز به‌عنوان یک روش چندمنظوره و پرکاربرد در شیمی، علم مواد و پزشکی برای شناسایی مواد مختلف استفاده می‌شود. با توجه به شکل ۸، با افزایش دمای بازیخت از دمای اتاق (بدون آنیل) به ۴۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، طیف‌های رامان افزایش قابل‌توجهی در شدت قله‌ها و تیز شدن حالت‌های ارتعاشی را نشان می‌دهند که نشان‌دهنده بهبود چشمگیر کیفیت بلوری است، زیرا پیش‌ماده آمورف یا هیدروکسیدی NaSb(OH)<sub>6</sub> به NaSbO<sub>3</sub> با نظم بالا تبدیل می‌شود. در این محدوده، حالت‌های فونونی منسجم‌تر هستند، نقص‌ها کمتر شده و تقارن ارتعاشی بهتر می‌شود. در دماهای بازیخت بالاتر (۸۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، فازهای جدیدی مانند Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> ظاهر می‌شوند که باعث پهن شدن قله‌های رامان، کاهش شدت یا مخلوط شدن آن‌ها و جابه‌جایی جزئی در موقعیت قله‌ها به دلیل کرنش، بی‌نظمی یا برهم‌کنش محیط‌های پیوندی مختلف می‌شود. جابه‌جایی قله‌ها همچنین نشان‌دهنده تغییرات در طول پیوندها و هماهنگی محلی در طی تبدیل‌های فازی است و انبساط حرارتی، انقباض و اکسیداسیون بر شبکه تأثیر می‌گذارند (۴۳). بنابراین، بازیخت در دماهای ۴۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد کیفیت

Na<sub>3</sub>SbO<sub>4</sub> در این دماها تشکیل می‌شوند، دو قله جدید در ۳۵۹ و ۶۲۳ cm<sup>-1</sup> ظاهر می‌شوند. مطالعات دینامیک شبکه و اندازه‌گیری‌های رامان پلی‌مورف‌های Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (سنارمونتیت، والتینیت و فازهای مرتبط) به‌طور مداوم قله‌های قوی را در محدوده ۳۰۰-۴۰۰ cm<sup>-1</sup> نشان می‌دهند که به خمشی Sb-O-Sb یا دیگر حرکات داخلی با فرکانس پایین نسبت داده می‌شوند. همچنین باندهای کششی Sb-O قوی بین ۶۶۰-۶۰۰ cm<sup>-1</sup> را نشان می‌دهند که با قله مشاهده‌شده در ۶۲۳ cm<sup>-1</sup> مطابقت دارند. بنابراین، قله‌های ۳۵۹ و ۶۲۳ cm<sup>-1</sup> ناشی از تشکیل و بلورینگی Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> یا اکسیدهای غنی از آنتیموان می‌باشد (۴۱، ۴۳). علاوه بر این، قوی‌ترین قله تمام نمونه‌ها، در حدود ۶۵۶ cm<sup>-1</sup> بوده که با افزایش دمای بازیخت به سمت مقادیر جابه‌جایی رامان پایین‌تر جابه‌جا می‌شود. این رفتار به کاهش کرنش شبکه ناشی از دمای بازیخت بالاتر نسبت داده می‌شود. کاهش کرنش شبکه باعث جابه‌جایی طیف‌های رامان به مقادیر پایین‌تر می‌شود (۴۶).

پیوندی آنیون آنتیمونیت که از طریق اتم‌های اکسیژن واسطه می‌شوند، نسبت داده می‌شوند. بنابراین، قله ۶۱۲ cm<sup>-1</sup> به پیوند Sb-O و همچنین به حالت ارتعاشی گروه Sb(OH)<sup>2+</sup> نسبت داده می‌شود. باند قوی مشاهده‌شده در ۶۵۵/۶ cm<sup>-1</sup> به ارتعاش کششی متقارن v<sub>1</sub> گروه SbO<sub>3</sub><sup>-</sup> نسبت داده می‌شود. همچنین، قله در حدود ۵۰۳/۶ cm<sup>-1</sup> به‌عنوان ارتعاش کششی نامتقارن v<sub>3</sub> گروه SbO<sub>6</sub> مربوط می‌شود. باندهای رامان شناسایی‌شده در ۱۵۷/۳، ۱۸۳/۷، ۲۲۸/۷ و ۳۰۴/۶ cm<sup>-1</sup> عمدتاً به ارتعاشات خمشی O-Sb-O مرتبط هستند.

در طیف رامان NaSbO<sub>3</sub> بازیخت شده در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد، قله‌ها مشابه نمونه ۴۰۰ درجه ولی با شدت بیشتر مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده بهبود کیفیت بلوری است. در مقابل، نمونه ۶۰۰ درجه به دلیل افت کیفیت بلوری شدت رامان کمتری دارد. با افزایش بیشتر دمای بازیخت در ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، رفتار طیف‌های رامان اندکی تغییر کرد. طیف‌های رامان این دو نمونه تقریباً مشابه هستند. از آنجا که فازهای Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و



شکل ۸- طیف PL نمونه‌های بازیخت نشده و بازیخت شده در دماهای مختلف.

## ۸- مشخصه‌یابی الکتریکی

مطابق شکل ۹، مشخصه جریان-ولتاژ (I-V) برای بررسی خواص الکتریکی نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> بازیخت نشده و بازیخت شده اندازه‌گیری شد. منحنی‌های I-V نانوذرات NaSbO<sub>3</sub> وابستگی قابل توجهی به دمای بازیخت دارند، به‌طوری‌که نمونه بازیخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد بالاترین چگالی جریان را در محدوده پتانسیل اعمالی ۵- تا ۵ ولت نشان می‌دهد که نشان‌دهنده هدایت الکتریکی برتر آن است. در مقابل، نمونه بازیخت نشده و بازیخت شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد کمترین چگالی جریان را دارند، در حالی که سایر دماها (۴۰۰،

۶۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد) پاسخ‌های متفاوتی را به‌صورت تدریجی نشان می‌دهند. این روند غیرخطی نشان‌دهنده شرایط بازیخت بهینه در حدود ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد است، جایی که ماده به تعادلی از خواص ساختاری و نقص‌های شبکه‌ای دست می‌یابد که به انتقال بار کمک می‌کند. این تغییرات را می‌توان به اصلاحات ناشی از بازیخت در نانوساختار، از جمله اندازه ریزبلورک، چگالی نقص و ویژگی‌های مرزهای دانه نسبت داد. در دماهای بازیخت پایین‌تر (مانند نمونه بازیخت نشده یا بازیخت شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد)، تبلور ناقص و غلظت بالای

دماهای بالاتر (۶۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد)، فازهای ثانویه مانند  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  و  $\text{Na}_3\text{SbO}_4$  ظاهر شده و در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز  $\text{Na}_3\text{SbO}_4$  غالب می‌شود.

۲- بررسی‌های ریزساختاری FESEM و TEM حاکی از تغییرات مورفولوژیکی قابل توجه است؛ نمونه بازیخت نشده ذرات بزرگ و نامنظم (حدود ۱۵۵ نانومتر) دارد، اما در ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد ذرات کوچک‌تر، یکنواخت‌تر و صفحه‌مانند (۵۵-۶۵ نانومتر) تشکیل می‌شوند، در حالی که در دماهای بالاتر (۸۰۰-۱۰۰۰ درجه) ساختارهای میله‌مانند یا تکه‌تکه‌شده ظاهر می‌شود که نشان‌دهنده تأثیر حرارت بر رشد دانه و کاهش تجمع است.

۳- تحلیل EDS نانوساختارهای  $\text{NaSbO}_3$  وجود عناصر Na، Sb و O را تأیید می‌کند که می‌تواند نشان‌دهنده تشکیل فاز  $\text{NaSbO}_3$  باشد.

۴- طیف نورتانباکی، افزایش شدت گسیل در نمونه بازیخت شده در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد که به کیفیت بلوری برتر فاز خالص  $\text{NaSbO}_3$  نسبت داده می‌شود که دارای قله‌های آبی-سبز مرتبط با نقص‌های اکسیژن و مراکز  $\text{Sb}^{3+}$  می‌باشد. در حالی که در دماهای بالاتر شدت PL کاهش یافته و قله‌های جدیدی به دلیل ایجاد فازهای ثانویه ظاهر می‌شوند.

۵- نانوپودرهای بازیخت شده در دماهای ۴۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل بالاتر بودن کیفیت بلوری و کاهش نقص‌ها دارای خاصیت عبوردهی نور بهتری می‌باشند. در حالی که، در دماهای بالاتر ۸۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل تشکیل فاز  $\text{Na}_3\text{SbO}_4$  که دارای نقص‌های ساختاری بیشتری است، عبوردهی نور کاهش پیدا می‌کند.

۶- با توجه به نتایج طیف رامان و مشخصه الکتریکی  $I-V$ ، دمای بازیخت ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل شدت رامان بالاتر و هدایت الکتریکی بهتر ناشی از کاهش کرنش و نقص‌های شبکه-ای، دمای بهینه می‌باشد. در حالی که در دماهای بالاتر بی‌نظمی فازی و مرزهای دانه افزایش یافته و عملکرد نانوذرات کاهش پیدا می‌کند.

### ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

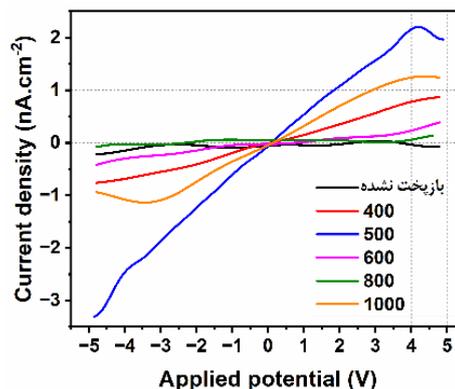
### حامی مالی

هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

### تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

نقص‌های سطحی یا تله‌ها، تحرک یونی و الکترونی را مختل می‌کند و منجر به پاسخ‌های  $I-V$  غیرفعال می‌شود. بازیخت در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد اتصال دانه‌ها را بهبود می‌بخشد و مقاومت مرزهای دانه را کاهش می‌دهد، که انتقال حامل‌های بار را تسهیل کرده و جریان‌های بالاتری ایجاد می‌کند. با این حال، بازیخت در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تولید بلورک‌های کوچک‌تر و افزایش چگالی مرزهای دانه می‌شود که به عنوان موانع پراکنده عمل کرده و باعث کاهش هدایت الکتریکی می‌شود. در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، بازیابی در اندازه بلورک‌ها ممکن است برخی از این آسیب‌های ساختاری را کاهش دهد، اما همچنان آسیب‌های ساختاری یا ناپایداری‌های فازی باقیمانده مانع بهینه‌سازی کامل می‌شوند (۴۷-۴۹). به طور کلی، تغییرات در رفتار  $I-V$  نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  از دو اثر متضاد ناشی می‌شود: در آنیلینگ در دمای ۴۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، کیفیت بلوری بهبود یافته و نقص‌ها کاهش می‌یابند، اما در بازیخت در دمای بسیار بالا، مرزهای دانه جدید و ناپایداری ظاهر می‌شوند. این پدیده نشان می‌دهد که کنترل دقیق دمای بازیخت برای دستیابی به بهترین عملکرد الکتریکی ضروری است.



شکل ۹- نمودار  $I-V$  نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  بازیخت نشده و بازیخت شده در دماهای مختلف

به طور کلی، این تحلیل‌های چندجانبه نشان می‌دهند که دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به عنوان شرایط بازیخت ایده‌آل برای نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  تعیین می‌شود، که منجر به خلوص تک‌فازی، حداکثر یکپارچگی بلوری و بهبودهای هم‌افزای اپتوالکتریکی می‌شود. این ویژگی‌ها نانوذرات  $\text{NaSbO}_3$  را برای پیشرفت در فناوری‌های فتوکاتالیست، دیودهای ساطع‌کننده نور و ذخیره‌سازی انرژی بسیار مناسب می‌سازد.

### نتیجه‌گیری

۱- نتایج XRD نشان می‌دهد که بازیخت  $\text{NaSb(OH)}_6$  در دماهای ۴۰۰ و ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تشکیل فاز خالص  $\text{NaSbO}_3$  با سیستم بلوری رومبوهدرال می‌شود، در حالی که در

## References

- Khan I, Saeed K, Khan I. Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. *Arabian J Chem*. 2019;12(7):908-31.
- Katiyar NK, Goel G, Hawi S, Goel S. Nature-inspired materials: Emerging trends and prospects. *NPG Asia Materials*. 2021;13(1):56.
- Baig N, Kammakakam I, Falath W. Nanomaterials: a review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges. *Materials Advances*. 2021;2(6):1821-71.
- Patel KD, Singh RK, Kim H-W. Carbon-based nanomaterials as an emerging platform for theranostics. *Materials Horizons*. 2019;6(3):434-69.
- Yi S, Dai F, Zhao C, Si Y. A reverse micelle strategy for fabricating magnetic lipase-immobilized nanoparticles with robust enzymatic activity. *Scientific Reports*. 2017;7(1):9806.
- Quiroz A, Chavira E, Palomino-Merino R, Guzmán J, Flores C. Polymorphic synthesis and structural characterization of NaSbO<sub>3</sub> prepared by sol-gel acrylamide polymerization. *Journal of Solid State Chemistry*. 2022;315:123478.
- Mizoguchi H, Woodward PM, Byeon S-H, Parise JB. Polymorphism in NaSbO<sub>3</sub>: Structure and Bonding in Metal Oxides. *J Am Chem Soc*. 2004;126(10):3175-84.
- Kim M, Klenner S, McNally GM, Nuss J, Yaresko A, Wedig U, et al. Mixed Valence and Superconductivity in Perovskite Antimonates. *Chem Mater*. 2021;33(17):6787-93.
- Allan PK, Griffin JM, Darwiche A, Borkiewicz OJ, Wiaderek KM, Chapman KW, et al. Tracking Sodium-Antimonide Phase Transformations in Sodium-Ion Anodes: Insights from Operando Pair Distribution Function Analysis and Solid-State NMR Spectroscopy. *J Am Chem Soc*. 2016;138(7):2352-65.
- Wang B, Chen SC, Greenblatt M. The Crystal Structure and Ionic Conductivity of the Ilmenite Polymorph of NaSbO<sub>3</sub>. *Journal of Solid State Chemistry*. 1994;108(1):184-8.
- Chen DP, Bowers W, Skrabalak SE. Aerosol-Assisted Combustion Synthesis of Single-Crystalline NaSbO<sub>3</sub> Nanoplates: A Topotactic Template for Ilmenite AgSbO<sub>3</sub>. *Chem Mater*. 2015;27(1):174-80.
- Chakraborty AR, Zohora Toma FT, Alam K, Yousuf SB, Hossain KS. Influence of annealing temperature on Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles: Synthesis optimization and structural, optical, morphological, and magnetic properties characterization for advanced technological applications. *Heliyon*. 2024;10(21):e40000.
- Ansari MR, Khaladkar S, Kalekar A, Pathi P, Peta KR. Effect of annealing temperature on structural and optical properties of BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocrystals: Energy storage applications. *Journal of Energy Storage*. 2025;113:115650.
- Shyam R, Negi D, Shekhawat K, Kumar M, Gupta M, Vashishtha P, et al. Investigation of annealing effects on structural, morphological, optical, chemical, and luminescent properties of (K,Na)NbO<sub>3</sub> thin films. *Phys B*. 2023;660:414908.
- Fakhri MA, Salim ET, Hashim U, Abdulwahhab AW, Salim ZT. Annealing temperature effect on structural and morphological properties of nano photonic LiNbO<sub>3</sub>. *J Mater Sci: Mater Electron*. 2017;28(22):16728-35.
- Pikula T, Szumiata T, Siedliska K, Mitsuik VI, Panek R, Kowalczyk M, et al. The Influence of Annealing Temperature on the Structure and Magnetic Properties of Nanocrystalline BiFeO<sub>3</sub> Prepared by Sol-Gel Method. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2022;53(2):470-83.
- Yu G, Wang W, Jiang C. Synthesis and the characterization for transition metal-ion based photonics: Broadband near-IR emission properties of nickel ion doped NaSbO<sub>3</sub> ceramics. *Ceram Int*. 2021;47(1):776-81.
- Zamiri R, Bahari-Poor H-R, Zakaria A, Jorfi R, Zamiri G, Rebelo A, et al. Upconversion properties of the Er-doped Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles fabricated by pulsed laser ablation in liquid media. *Chin Phys Lett*. 2013;30(11):118103.
- Alizadeh A, Kafashan H. The effect of Cu-dopant on the structural, optical, and electrical properties of NiSe<sub>2</sub> nanostructures. *Ceram Int*. 2025;51(21, Part B):34555-70.
- Alizadeh A, Kafashan H. Physical properties of Co-doped NiSe<sub>2</sub> nanostructures. *Ceram Int*. 2025;51(22, Part B):37931-44.
- Akl AA, Hassanien AS. Microstructure and crystal imperfections of nanosized Cd<sub>x</sub>Se<sub>1-x</sub> thermally evaporated thin films. *Superlattices Microstruct*. 2015;85:67-81.
- Mote VD, Lokhande SD, Kathwate LH, Awale MB, Sudake Y. Structural, optical and magnetic properties of Mn-doped CuO nanoparticles by coprecipitation method. *Mater Sci Eng, B*. 2023;289:116254.
- Ayon SA, Billah MM, Hossain MN. Effect of annealing temperature on structural, optical, and photocatalytic properties of modified sol-gel-driven ZnO nanoparticles. *Surface and Interface Analysis*. 2023;55(6-7):443-9.
- Alwany AB, Youssef GM, Samir OM, Algrade MA, NA AY, Swillam MA, et al. Annealing temperature effects on the size and band gap of ZnS quantum dots fabricated by co-precipitation technique without capping agent. *Sci Rep*. 2023;13(1):10314.
- Yimamu AU, Adoons VN, Phokojoe RA. Effect of annealing temperatures on the properties of CdZrS nanoparticles prepared by sol-gel synthesis method. *Heliyon*. 2024;10(23):e40514.
- Shou C, Yang T, Ren K, Almuhtabi A, Zhu E, Mahmud QS, et al. Photoluminescence study of

- optical transitions in spinel zinc gallium oxide thin films. *Scientific Reports*. 2025;15(1):16667.
27. Sousa FB, Fujisawa K, Menescal F, Matos MJS, Pimenta MA, Chacham H, et al. Optical spectroscopy of defects in atomically thin transition metal dichalcogenides. *Applied Physics Reviews*. 2025;12(2).
28. Noculak A, Morad V, McCall KM, Yakunin S, Shynkarenko Y, Wörle M, et al. Bright Blue and Green Luminescence of Sb(III) in Double Perovskite Cs<sub>2</sub>MInCl<sub>6</sub> (M = Na, K) Matrices. *Chem Mater*. 2020;32(12):5118-24.
29. Boutinaud P. Luminescence of Sb<sup>3+</sup> in closed shell transition metal oxides. *J Lumin*. 2019;208:394-401.
30. Yasukawa M, Hosono H, Ueda N, Kawazoe H. Photoemission studies on valence band structure of AgSbO<sub>3</sub>. *Solid State Commun*. 1995;95(6):399-403.
31. Teixeira GF, Wright TR, Manfroi DC, Longo E, Varela JA, Zaghete MA. Photoluminescence in NaNbO<sub>3</sub> particles and films. *Mater Lett*. 2015;139:443-6.
32. Naidu BS, Pandey M, Sudarsan V, Vatsa RK, Tewari R. Photoluminescence and Raman spectroscopic investigations of morphology assisted effects in Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Chem Phys Lett*. 2009;474(1):180-4.
33. Deng Z, Chen D, Tang F, Ren J, Muscat AJ. Synthesis and purple-blue emission of antimony trioxide single-crystalline nanobelts with elliptical cross section. *Nano Research*. 2009;2(2):151-60.
34. Kim HW, Kim HS, Na HG, Yang JC, Kebede MA, Lee C. Growth of Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> submicron rods by the thermal evaporation of a mixture of Zn and Sb powders. *Ceram Int*. 2011;37(2):593-8.
35. Mizoguchi H, Woodward PM, Park C-H, Kesler DA. Strong Near-Infrared Luminescence in BaSnO<sub>3</sub>. *J Am Chem Soc*. 2004;126(31):9796-800.
36. Chen H, Zhao J, Shimai S, Mao X, Zhang J, Zhou G, et al. High transmittance and grain-orientated alumina ceramics fabricated by adding fine template particles. *Journal of Advanced Ceramics*. 2022;11(4):582-8.
37. Homcheunjit R, Pluengphon P, Tubtimtae A, Teesetsoyon P. Structural, optical, and electrical properties via two simple routes for the synthesis of multi-phase potassium antimony oxide thin films. *Phys B*. 2022;637:413885.
38. Haddad N, Mahdhi H, Ghribi F, Țălu Ș, Khirouni K, Ben Ayadi Z. Impact of annealing temperature on structural, optical, and dielectric properties of SnO<sub>2</sub> nanostructures synthesized via sol-gel methods. *J Alloys Compd*. 2025;1020:179473.
39. Ramírez-Meneses E, Chavira E, Domínguez-Crespo M, Escamilla R, Flores-Flores J, Soto-Guzmán A. Synthesis and characterization of NaSbO<sub>3</sub> compound. *Superficies y vacío*. 2007;20(4):14-8.
40. Güneri E, Kariper A. Optical properties of amorphous CuS thin films deposited chemically at different pH values. *J Alloys Compd*. 2012;516:20-6.
41. Gunes I, Sarica E, Bilgin V, Kucukarslan A. Tailoring the physical properties of ultrasonically spray pyrolyzed SnS thin films with silver doping. *J Sol-Gel Sci Technol*. 2025.
42. Makhlof O, Khadraoui M, Aissat A, Sahraoui K, Miloua R. Structural, optical and electrical properties of mixed PbS – SnS thin films deposited by spray pyrolysis. *Materials Today Communications*. 2025;46:112923.
43. Pereira ALJ, Gracia L, Santamaría-Pérez D, Vilaplana R, Manjón FJ, Errandonea D, et al. Structural and vibrational study of cubic Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under high pressure. *Phys Rev B*. 2012;85(17):174108.
44. Bahfenne S, Frost RL. Raman spectroscopic study of the antimonate mineral roméite. *Spectrochim Acta, Part A*. 2010;75(2):637-9.
45. Frost RL, Bahfenne S. Raman spectroscopic study of the antimonate mineral brizziite NaSbO<sub>3</sub>. *Radiation Effects and Defects in Solids*. 2010;165(3):206-10.
46. Kafashan H, Rabiei Baboukani A. Electrochemically deposited nanostructured Cd-doped SnS thin films: Structural and optical characterizations. *Ceram Int*. 2024;50(3, Part B):5717-27.
47. Cai H, Yu T, Xie D, Sun B, Cheng J, Li L, et al. Microstructure and ionic conductivities of NASICON-type Li<sub>1.3</sub>Al<sub>0.3</sub>Ti<sub>1.7</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> solid electrolytes produced by cold sintering assisted process. *J Alloys Compd*. 2023;939:168702.
48. Leng H, Huang J, Nie J, Luo J. Cold sintering and ionic conductivities of Na<sub>3.25</sub>Mg<sub>0.128</sub>Zr<sub>1.872</sub>Si<sub>2</sub>PO<sub>12</sub> solid electrolytes. *J Power Sources*. 2018;391:170-9.
49. Hitesh B, Sil A. Effect of sintering and annealing on electrochemical and mechanical characteristics of Na<sub>3</sub>Zr<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>PO<sub>12</sub> solid electrolyte. *Journal of the American Ceramic Society*. 2023;106(11):6743-54.