

بررسی سنتز ذرات نانوساختار سیلیکات روی (Zn_2SiO_4) با فرآیند سل-ژل

داوود بارانی، رسول صراف ماموری* و مهرداد کوبی

تهران - دانشگاه تربیت مدرس - گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۸/۰۶/۲۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۸/۰۹/۱۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۱۱/۰۸

چکیده

در این تحقیق ذرات نانوساختار سیلیکات روی با فرآیند سل-ژل از پیش‌ماده‌های تترا اتیل اکسی سیلان و نیترات روی سنتز شدند. با آنالیزهای DTA از ژل و XRD از ژل کلسینه شده تغییرات ساختاری در دماهای مختلف بررسی شدند. نتایج XRD تشکیل ساختارهای آمورف و تشکیل فاز کریستالی Zn_2SiO_4 را با افزایش دمای کلسیناسیون نشان دادند. با توجه به الگوی XRD از نمونه‌های کلسینه شده در دماهای ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد و روش شرر به ترتیب اندازه دانه‌ها ۱۳ و ۲۷ نانومتر به دست آمد. همچنین آنالیز حرارتی مواد اولیه در دماهای کم پیک‌های گرماگیر تبخیر حلال و تجزیه فازهای آلی و در دمای بالا پیک گرمازای تشکیل فاز Zn_2SiO_4 را نشان داد. علاوه بر این تصاویر SEM نشان دادند که تفاوت بین اندازه ذرات فاز آمورف و فاز کریستالی ناچیز است و محدوده آن بین ۵۰ تا ۴۰۰ نانومتر می‌باشد. همچنین آزمون اسپکتروسکوپی UV نیز برای بررسی خواص فوتوکاتالیستی نتایج قابل قبول نشان داد.

واژه‌های کلیدی: ذرات نانوساختار Zn_2SiO_4 ، تترا اتیل اکسی سیلان، نیترات روی، فرآیند سل-ژل، فوتوکاتالیست.

۱- مقدمه

سال‌های اخیر توجه زیادی به ساخت انواع ترکیبات سرامیکی با اندازه ذرات زیر ۱۰۰ نانومتر انجام گرفته است که این امر به دلیل تفاوت چشمگیر خواص مواد بالک با مواد نانوساختار می‌باشد. از میان مواد سرامیکی، اکسیدها توجه زیادی را به خود اختصاص داده‌اند، اما مطالعات بر روی خواص و روش‌های تولید مواد دیگری از جمله نانوذرات سیلیکاتی کمتر انجام شده است [۱]. ترکیب سیلیکاتی Zn_2SiO_4 دارای خواص فوتولومینسانس و الکترولومینسانس می‌باشد و به دلیل بازده لومینسانس

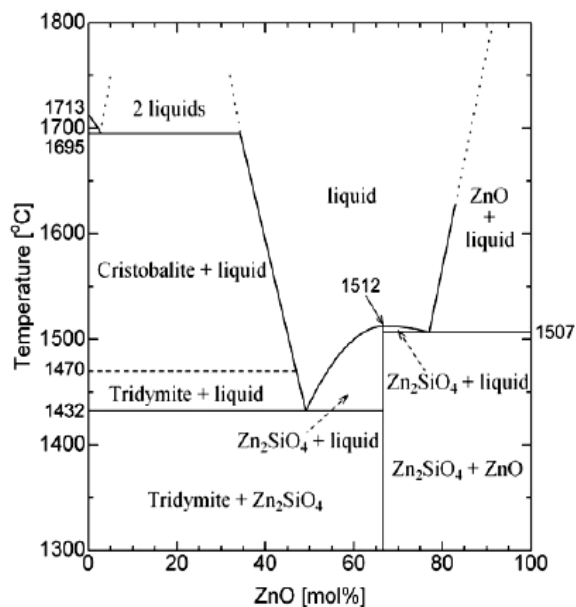
سرامیک‌های مهندسی کاربردهای متنوعی در صنایع مختلف از جمله صنایع الکترونیک، هوافضا، صنایع شیمیایی و دیرگداز دارند. خواص ویژه این مواد شامل خواص اپتیکی، الکتریکی، مغناطیسی و شیمیایی، پایداری حرارتی و غیره باعث استفاده وسیع آن‌ها در این صنایع شده است. این خواص بسته به روش تولید این مواد و مورفولوژی و اندازه ذرات آن‌ها متفاوت می‌باشد. در

* عهده‌دار مکاتبات: رسول صراف ماموری

نشانی: تهران، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۱-۴۴۴۷۴۳۲۱-۴، دورنگار: ۰۲۱-۴۴۴۷۴۳۱۹، پست الکترونیکی: rsarrafm@modares.ac.ir

چند مزیت ویژه از جمله خلوص بالا، همگن بودن و دمای پایین کلسینه کردن را دارد. در سال‌های اخیر تلاش‌هایی برای ساخت این ماده و دوپ کردن فلزات واسطه با روش سل - ژل و با استفاده از پیش‌ماده‌های مختلف انجام شده است. در شکل ۱ دی‌گرام دوتائی ZnO-SiO₂ آورده شده است. همانطور که دی‌گرام نشان می‌دهد برای به‌دست آوردن سیلیکات روی نسبت ۲ به ۱ از ZnO و SiO₂ نیاز است [۳]. همچنین این ترکیب نقطه ذوب حدود ۱۵۱۲ درجه سانتیگراد دارد و دمای ذوب آن از مواد تشکیل دهنده ZnO و SiO₂ کمتر است. علاوه بر این تنها فاز میانی پایدار در دمای محیط در سیستم دوتائی Zn₂SiO₄ است.



شکل ۱: دی‌گرام دوتائی ZnO-SiO₂.

برای به‌دست آوردن این ترکیب در روش سل - ژل با مخلوط‌سازی مواد اولیه مرحله میانی تشکیل Zn₄(OH)₂Si₂O₇.H₂O را خواهیم داشت. پس از آن با تبخیر آب در سیستم سه‌تائی ZnO-SiO₂-H₂O (شکل ۲) تشکیل Zn₂SiO₄ را خواهیم داشت. هدف از کار حاضر، به دست آوردن ترکیب سیلیکاتی Zn₂SiO₄ از مواد اولیه نیترات روی و تترا اتیل اکسی سیلان است. همچنین استحاله‌های انجام شده و دمای این استحاله‌ها در حین کلسینه کردن ژل بررسی می‌شوند.

بالا به‌عنوان میزبان در لامپ‌های اشعه کاتدی همچنین در ابزارهای الکترو لومینسانس استفاده می‌شود [۲]. روش‌های زیادی برای سنتز ترکیب سیلیکات روی دوپ شده یا دوپ نشده وجود دارد. این ماده به صورت سنتی به‌وسیله واکنش حالت جامد خردایش و سپس حرارت دادن در دمای بالا انجام می‌شود. علاوه بر روش‌های حالت جامد [۳-۶]، روش‌های در حالت بخار نیز برای سنتز آن مشاهده شده است [۳]. یکی از کاربردهای پودر حاصل به‌عنوان رنگدانه در صنایع رنگ می‌باشد.

همچنین روش سل - ژل نیز به‌طور عمده و در آزمایشات مختلف با انواع مواد دوپ شونده بکار می‌رود. به‌عنوان مثال روش سل-ژل برای سنتز نانوذرات Zn₂SiO₄ با استفاده از مواد اولیه تترا اتیل اکسی سیلان (TEOS) و موادی مثل استات روی [۱،۷]، نیترات [۸]، کلرید [۹] و دی اتیل [۱۰] روی توسط محققین انجام شده و همچنین خواص فوتولومینسانس آن مورد بررسی قرار گرفته است. یکی دیگر از کاربردهای این ماده در نمایشگرهای انتشار میدانی به دلیل پایداری شیمیایی و بازده خوب در سیستم‌های خلاء است. سیلیکات روی به روش سل-ژل و با انواع پیش‌ماده‌های مختلف قابل تولید می‌باشد [۱۱،۱۲].

El Ghoul و همکارانش [۱۳] و El Mir و همکارانش [۱۴] سیلیکات روی را از استات روی و TEOS به روش سل-ژل سنتز نموده و خواص فوتولومینسانس آن را مورد بررسی قرار داده‌اند. با استفاده از یون‌های فلزات نادر و واسطه، سیلیکات روی می‌تواند نورهای آبی، سبز و یا قرمز را ساطع کند [۷]. همچنین با استفاده از مواد اولیه‌های همچون نیترات و استات و کلرید فلزات واسطه، این فلزات داخل ساختار کریستالی دوپ شده و خواص فوتولومینسانس ایجاد شده مورد بررسی قرار گرفته است. به‌عنوان مثال Yang و همکارانش [۱] نانوذرات Zn₂SiO₄ خالص و دوپ شده با نیکل را از مواد اولیه TEOS و استات روی و نیکل به روش سل-ژل سنتز نموده و تابش فوتولومینسانس سبز، سفید و قرمز را توسط آن مشاهده نمودند. همچنین Lin و همکارانش [۲] با استفاده از نانوذرات اکسید روی و TEOS و استات منگنز به روش سل-ژل، سیلیکات روی دوپ شده با منگنز را سنتز و خواص آن را مورد بررسی قرار داده‌اند. روش سل - ژل

۲-۳- آنالیز پراش پرتو ایکس

ژل به چند قسمت تقسیم شد. هر قسمت از ژل با سرعت ۵ درجه سانتیگراد بر دقیقه در کوره به ترتیب تا دماهای ۲۰۰، ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه حرارت داده شده و سپس در این دماها به مدت ۳ ساعت نگه داشته و بعد در کوره تا دمای محیط سرد شدند. آنالیز در دماهای بالاتر به خاطر تشکیل فاز شیشه‌ای و اتصال ذرات پودر انجام نشد. آنالیز XRD بر روی پودرهای به‌دست آمده از ژل‌های خشک شده به منظور تعیین ساختارهای به‌دست آمده و تغییرات فازی انجام شد. اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش موجود در شبکه کریستالی ذرات پودر را می‌توان با تکنیک پهن شدن پیک‌های اشعه ایکس بدست آورد. از این رو تعیین اندازه دانه‌ها بر اساس رابطه شرر (رابطه ۱) به‌دست آمد.

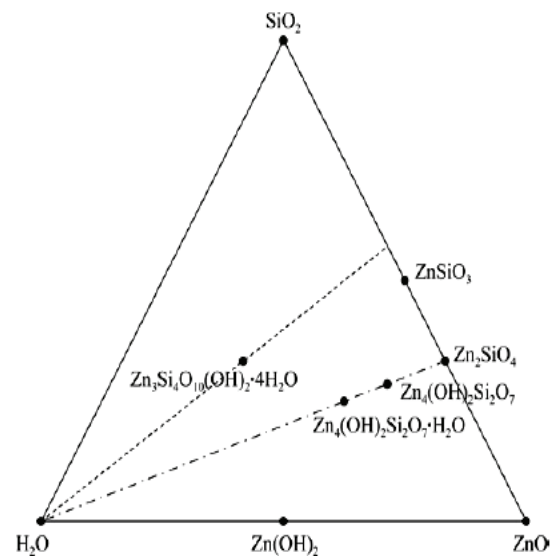
$$d = \frac{0.9\lambda}{b \cos \theta} \quad (1)$$

در این رابطه b پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان، λ طول موج پراش پرتو ایکس بر حسب nm، d قطر متوسط دانه‌ها بر حسب nm و θ زاویه تفرق بلندترین پیک بر حسب رادیان می‌باشد. این رابطه هنگامی قابل استفاده است که اندازه دانه‌های کریستالی کمتر از $0.1 \mu\text{m}$ (1000 \AA) باشد [۱۵].

۲-۴- آنالیز اسپکتروسکوپی ماوراء بنفش

برای بررسی خواص فوتوکاتالیستی Zn_2SiO_4 از آزمون UV-Visible استفاده شد. برای این منظور یک لام شیشه‌ای به روش غوطه‌وری در سل تهیه شده لایه‌نشانی شده و در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه شد. سپس این لام در محلول اتیلن آبی (Ethylene blue) تحت تابش UV در اتاقک UV قرار داده شد.

این محلول در مقابل تابش UV و در اثر خواص فوتوکاتالیستی تجزیه شده و رنگ آبی آن کمرنگ‌تر می‌شود. در زمان‌های مختلف میزان جذب نور توسط مایع اتیلن آبی که نمادی از میزان تجزیه آن است، توسط دستگاه اسپکتروسکوپی اندازه‌گیری شد. سپس میزان



شکل ۲: دیاگرام سه تایی ZnO-SiO₂-H₂O.

۲- فعالیت‌های تجربی

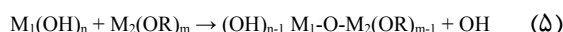
۲-۱- مواد اولیه و روش تهیه سل

مواد اولیه نیترات روی شش آب (Zn(NO₃)₂·6H₂O) از شرکت Applichem آلمان، تترا اتیل اکسی سیلان (TEOS) و اتانول خریداری شده از شرکت Merck آلمان در این آزمایش مورد استفاده قرار گرفت. در ابتدا ۲۰ cc اتانول و ۲۰ cc آب اسیدی (pH=۱/۷) و ۲۰ cc TEOS با یکدیگر جهت تشکیل سل SiO₂ در دمای ۵۵ درجه سانتیگراد در یک حمام آب بوسیله همزن مکانیکی مخلوط شدند. از طرف دیگر میزان ۱۵ گرم نیترات هیدراته روی با ۲۰ cc اتانول در داخل یک بشر جهت تشکیل سل ZnO التراسونیک شدند. این دو سل ۳۰ دقیقه جهت تشکیل سل پایدار هم زده شدند و سپس با یکدیگر مخلوط شده و هم زدن ۳۰ دقیقه دیگر ادامه پیدا کرده و سل نهایی در دمای محیط بعد از ۲ روز تبدیل به ژل شد.

۲-۲- آنالیز حرارتی ژل

به منظور تعیین تغییرات استحاله‌ها در حین گرمایش، آنالیز حرارتی افتراقی DTA بر روی قسمتی از ژل حاصل، در اتمسفر هوا و با سرعت ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه از دمای محیط تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد انجام شد.

در این واکنش‌ها R گروه آلکیل یا گروه اتیل می‌باشد [۱۶]. پس از هیدرولیز، طبق واکنش‌های ۴ و ۵ هیدروکسیدهای تشکیل شده کندانس شده و ذرات سل یا ماکرومولکول‌های حاوی دو عنصر سیلیسیم و روی را تشکیل می‌دهند.



که در آن‌ها n و m به ترتیب ظرفیت دو عنصر M_1 و M_2 هستند و این دو عنصر در این آزمایش سیلیسیم و روی هستند. بنابراین با پیشرفت واکنش ترکیبات تشکیل شده به صورت $Zn_{2x}Si_{2-x}O_4$ که در آن x مقداری بین صفر و یک است و همچنین ترکیبات آلی پیچیده حاوی این دو عنصر می‌باشد [۱۶].

۳-۲- نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس

برای مشخص شدن فازهای تشکیل شده در حین حرارت‌دهی ژل، آنالیز XRD بر روی نمونه‌های کلسینه شده در دماهای مختلف انجام شد. آنالیز XRD بر روی ژل‌های کلسینه شده در دماهای مختلف، نشان دهنده واکنش‌های انجام شده در حین حرارت‌دهی ژل ZnO/SiO_2 و فازهای تشکیل شده می‌باشد.

شکل ۲ نتایج XRD نمونه‌های کلسینه شده در دماهای ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. در آنالیز XRD ژل کلسینه شده در دماهای ۳۵۰ تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد هیچ پیک فاز کریستالی نشان داده نشده است. عدم پیک، عدم حضور فازهای کریستالی از جمله $Zn(OH)_2$ و یا $Si(OH)_4$ را نشان می‌دهد. با مروری اجمالی بر واکنش‌های هیدرولیز و کندانسیون در منابع مختلف، انتظار می‌رود که فازهای کریستالی مثل SiO_2 ، ZnO ، $Zn(OH)_2$ و $Si(OH)_4$ در آنالیز XRD حضور داشته باشد.

جذب نور توسط مایع بر حسب زمان برای این ماده به عنوان معیاری از خاصیت فوتوکاتالیستی ترسیم شد.

۲-۵- تعیین مورفولوژی ذرات ژل و محصول

مورفولوژی پودر قبل و بعد از کریستاله شدن توسط مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفت.

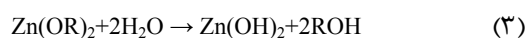
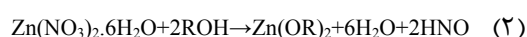
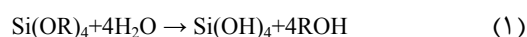
۳- نتایج و بحث

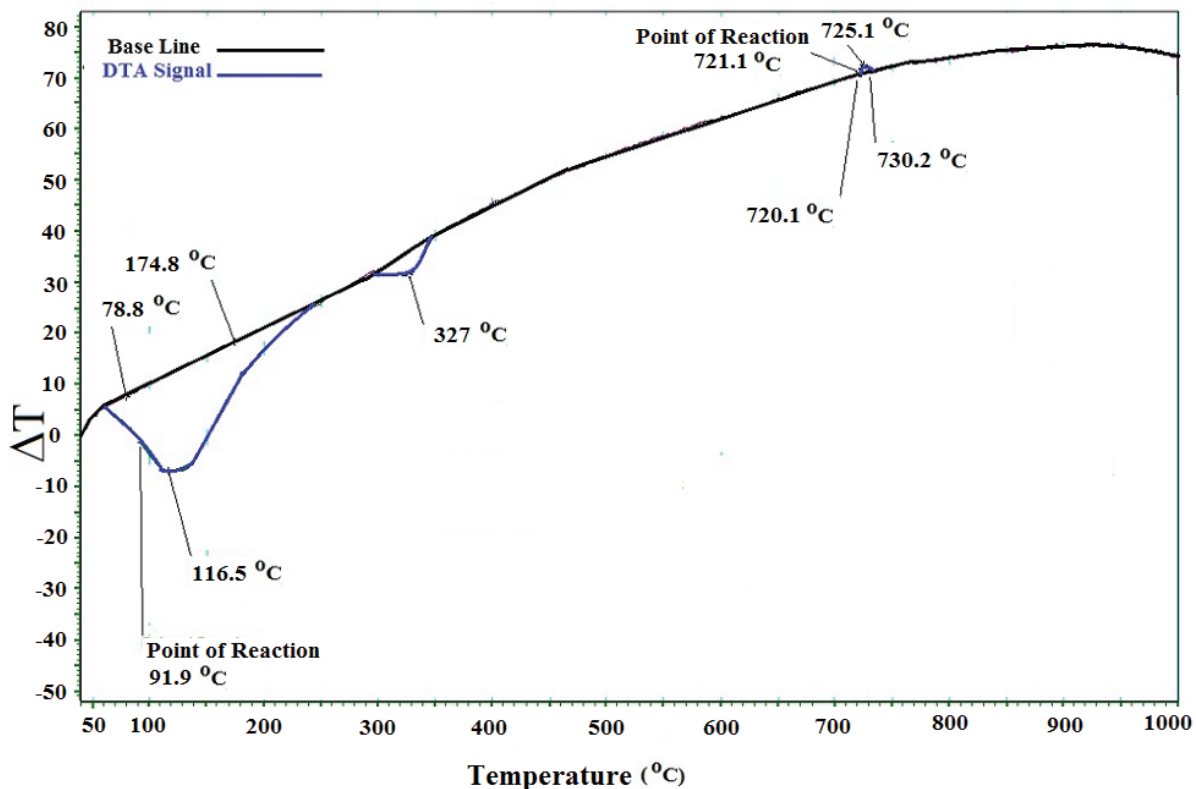
۳-۱- بررسی آنالیز حرارتی ژل

نتایج آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) نمونه ژل ZnO/SiO_2 در شکل ۳ آمده است. در نمودار DTA ژل ZnO/SiO_2 سه پیک در محدوده‌های ۷۰ تا ۲۵۰، ۳۰۰ تا ۳۵۰ و دیگری در ۷۰۰ تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد مشاهده می‌شود. پیک گرماگیر در محدوده ۷۰ تا ۲۵۰ درجه سانتیگراد احتمالاً مربوط به تبخیر حلال و تجزیه فازهای آلی موجود در ژل می‌باشد. پیک گرماگیر دوم نیز احتمالاً مربوط به تجزیه برخی فازهای آلی می‌باشد که در زیر دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد تجزیه می‌شوند.

اما در دمای بین ۷۰۰ تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد یک پیک گرمازا مشاهده می‌شود که نشان دهنده انجام یک واکنش شیمیایی و تولید یک فاز می‌باشد. در اثر حرارت دادن این ترکیبات تجزیه شده و فاز آمورف از آن‌ها تشکیل می‌شود که بعداً با کریستاله شدن ترکیب Zn_2SiO_4 را تشکیل می‌دهد.

در این فرآیند ابتدا تترا اتیل اکسی سیلان طبق واکنش ۱ و از طرف دیگر نیترات روی نیز طبق واکنش‌های ۲ و ۳ هیدرولیز می‌شوند.





شکل ۳: آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) ژل ZnO/SiO₂.

است. در شکل ۴ نیز همان‌طور که دیده می‌شود فاز آمورف تشکیل شده در دمای ۳۲۵ درجه سانتیگراد در دمای ۵۰۰ درجه سانتیگراد نیز وجود دارد. همچنین تا دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد همچنان فاز کریستالی وجود نداشته و ساختار آمورف می‌باشد.

همچنین با افزایش دما از ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد در آنالیز DTA هم واکنشی اتفاق نیفتاده است. البته فرآیند تشکیل سیلیکات روی در حالت جامد و برای پودر با اندازه میکرونی حداقل در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد انجام می‌گیرد [۳]، ولی به دلیل اندازه ریز ذرات و اثرات سطح ویژه در حالت نانو که باعث افزایش ضریب نفوذ نسبت به حالت بالک می‌شود، واکنش تشکیل سیلیکات روی در دماهای پایین‌تر انجام می‌گیرد [۱۷].

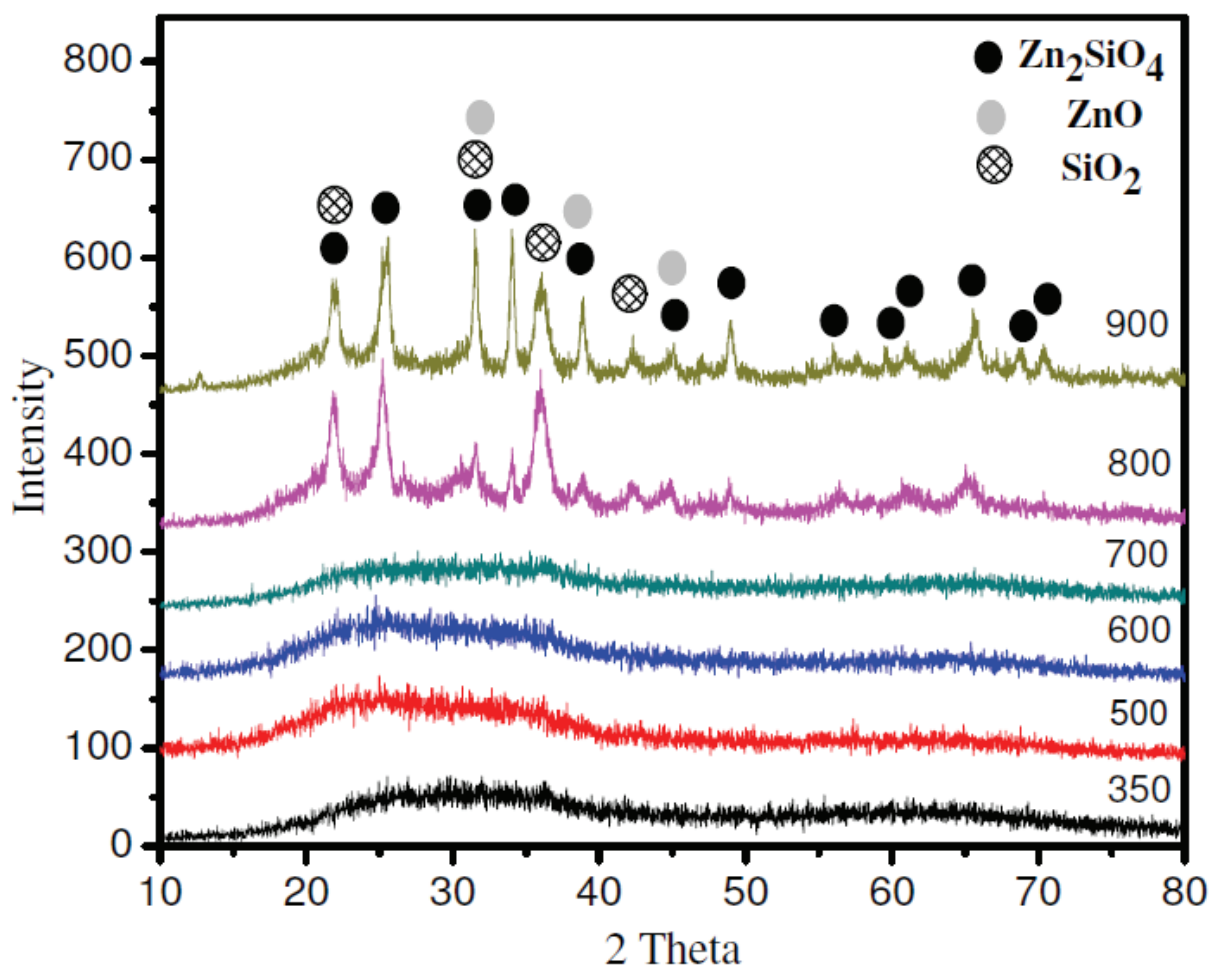
همچنین آنالیز XRD از نمونه در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد افزایش تشکیل Zn₂SiO₄ و کاهش مقدار فازهای SiO₂ و ZnO را نشان داده است. بنابراین در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد فاز Zn₂SiO₄ با خلوص بالا به دست آمده است.

این در حالی است که در حقیقت بررسی‌های انجام شده در این منابع فقط در مورد تشکیل باندهای Si-O-Si و Zn-OH و Si-OH و باندهای دیگر بحث شده است و حضور این باندها و تشکیل آن‌ها در حین این واکنش‌ها الزاما نشان دهنده تشکیل ترکیبات سرامیکی بالا نیست. تشکیل فازهای سرامیکی با نظم پردامنه همان‌طور که در ساختارهای سرامیکی وجود دارد در حین واکنش‌های هیدرولیز و کندانسین امکان‌پذیر نیست.

همان‌طور که در نمودار DTA مربوط به ژل ZnO/SiO₂ (شکل ۳) مشاهده می‌شود، در دمای ۳۲۷ درجه سانتیگراد یک واکنش گرماگیر انجام می‌شود و نمودار XRD ژل کلسینه شده تا دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد هم نشان‌دهنده ساختار آمورف می‌باشد.

بنابراین با توجه به منحنی DTA و آنالیز XRD، واکنش گرماگیر موجود در واکنش تجزیه بقیه فازهای آلی موجود در ژل و تشکیل ساختار آمورف می‌باشد.

همان‌طور که آنالیزهای DTA و XRD نشان می‌دهند، از دمای ۳۵۰ تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد واکنشی اتفاق نیفتاده



شکل ۴: نتایج XRD مربوط به نمونه‌های کلسینه شده به ترتیب در دماهای ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد.

از لایه نشانده شده از جنس Zn_2SiO_4 را داریم. به معنای دیگر جذب نور زیاد آبی در ابتدا زیاد می‌باشد. همچنین با گذشت زمان میزان جذب کاهش می‌یابد و در زمان ۱۰۰ دقیقه به ۶۶ درصد مقدار اولیه می‌رسد. علاوه بر این سرعت کاهش جذب نور کم است.

۳-۴- نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی

در شکل ۶ مورفولوژی پودر قبل و بعد از کریستاله شدن نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود اندازه ذرات پودر قبل و بعد از کریستاله شدن تفاوت زیادی با یکدیگر ندارد.

علاوه بر این به روش شرر اندازه دانه‌های فاز Zn_2SiO_4 به دست آمد، که در دمای ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد به ترتیب اندازه دانه‌های ۱۳ و ۲۷ نانومتر را نشان داده است. از این رو با افزایش دما افزایش اندازه دانه‌ها را در محصول نهایی داشته‌ایم، البته اندازه دانه‌های نهایی در مقیاس نانومتر باقی مانده‌اند.

۳-۳- نتایج بررسی خواص فوتوکاتالیستی

نتایج آزمون اسپکتروسکوپی ماوراء بنفش برای بررسی خواص فوتوکاتالیستی در نمودار شکل ۵ ترسیم شده است. همانطور که مشاهده می‌شود خواص فوتوکاتالیستی بالایی

درجه سانتیگراد برای نانو ذرات روی و سیلیس مخلوط شده [۷،۸] انجام شده و نشان دهنده این موضوع است که ماکرومولکول‌های حاوی دو عنصر روی و سیلیسیم در هنگام تشکیل دو سل با یکدیگر امتزاج پیدا نموده و ذرات دیده شده در حالت آمورف حاوی هر دو عنصر می‌باشد.

۴- نتیجه‌گیری

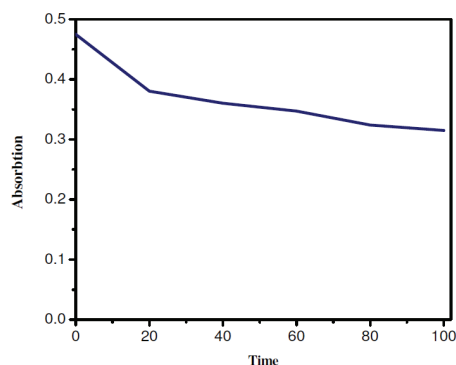
نانو ذرات سیلیکات روی با روش سل-ژل از پیش‌ماده‌های تترا اتیل اکسی سیلان و نیترات روی قابل تولید می‌باشد. بعد از کلسینه کردن مواد اولیه در دمای ۷۲۳ درجه سانتیگراد ساختار کریستالی سیلیکات روی سنتز شده و اندازه دانه‌ها و ذرات در محدوده نانومتر می‌باشد. همچنین در این روش نسبت به روش‌های حالت جامد دمای رسیدن به محصول کمتر است. در طی فرآیند سنتز در دماهای پایین، واکنش‌های گرماگیر تخییر حلال و تجزیه فازهای آلی و در دمای بالا، تشکیل فاز Zn_2SiO_4 اتفاق افتاد. همچنین لایه نشانه شده از این جنس بر روی لام شیشه‌ای دارای خواص فوتوکاتالیستی بالایی می‌باشد.

سپاسگزاری

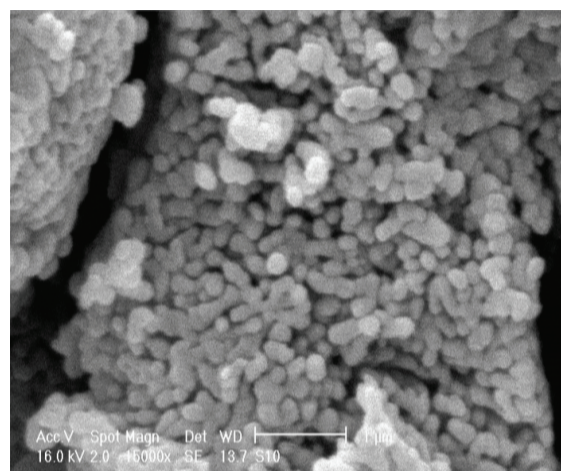
وظیفه خود می‌دانیم از راهنمایی‌های ارزنده اساتید دانشگاه تربیت مدرس در راستای ویرایش مقاله، و مسئولین و کارشناسان محترم آزمایشگاه‌های دانشگاه تربیت مدرس و تمام افرادی که ما را در انجام این تحقیق یاری نمودند تشکر و قدردانی نماییم.

مراجع

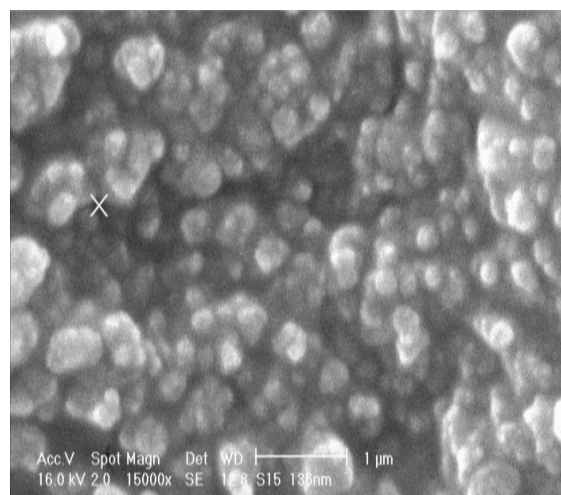
- [1] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, D.R. Yuan, D. Xu, F. Gu, D.X. Cao, D.H. Chen, *Inorganic Chemistry Communications*, **5**, 2002, 482.
- [2] J. Lin, D.U. Sanger, M. Mennig, K. Barner, *Materials Science and Engineering B*, **64**, 1999, 73.
- [3] M. Takesue, H. Hayashi, R.L. Smith, *Journal of Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, **55**, 2009, 98.
- [4] Z. Ji, L. Kun, S.Y. Ye, *Journal of Crystal Growth*, **255**, 2003, 353.
- [5] T. Ohtake, K. Ohkawa, N. Sonoyama, T. Sakata, *Journal of Alloys and Compounds*, **421**, 2006, 163.
- [6] K.S. Sohn, B. Cho, H.D. Park, Y.G. Choi, K.H. Kim, *Journal of the European Ceramic Society*, **20**, 2000, 1043.



شکل ۵: نمودار جذب UV با گذشت زمان از نمونه Zn_2SiO_4



(الف)



(ب)

شکل ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه پودر (الف) در حالت آمورف و (ب) بعد از کریستاله شدن در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد.

نبودن تفاوت بین اندازه ذرات پودر قبل و بعد از کریستاله شدن فاز Zn_2SiO_4 و اینکه این استحاله نفوذی در دمای بسیار پایین‌تر از دمای تشکیل آن در حالت جامد (۱۱۷۲)

- [14] L. El Mir, A. Amlouk, C. Barthou, *Physica B*, **388**, 2007, 412.
- [15] B.D. Cullity, "Elements of X-ray diffraction", second edition, edited by Morris Cohen, Addison- Wesley, publishing, San Diego, 1977.
- [۱۶] عبدالرضا سیمچی، "آشنایی با نانوذرات (خواص، روش‌های تولید و کاربرد)"، موسسه انتشارات علمی دانشگاه صنعتی شریف، چاپ اول، ۱۳۸۷ ص ۸۱-۸۲.
- [۱۷] فتح‌اله کریمزاده، احسان قاسمعلی، سامان سالمی‌زاده، "نانومواد (خواص، تولید و کاربردها)"، جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، چاپ اول، زمستان ۱۳۸۴ ص ۷۲-۸۳.
- [7] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, F. Gu, S.F. Wang *Inorganic Chemistry Communications*, **7**, 2004, 268.
- [8] H. Cui, M. Zayat, D. Levy, *Journal of Alloys and Compounds*, **474**, 2009, 292.
- [9] J. Wan, X. Chen, Z. Wang, L. Mu, Y. Qian, *Journal of Crystal Growth*, **280**, 2005, 239.
- [10] C.C. Lin, P. Shen, *Journal of solid state chemistry*, **112**, 1994, 387.
- [11] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, F. Gu, *Inorganic Chemistry Communications*, **7**, 2004, 268.
- [12] J. El Ghoul, C. Barthou, M. Saadoun, L. El Mir, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **71**, 2010, 194.
- [13] J. El Ghoul, C. Barthou, M. Saadoun, L. El Mir, *Physica B*, **05**, 2010, 597.