مجلهٔ پژوهش فیزیک ایران، جلد ۱۸، شمارهٔ ۲، تابستان ۱۳۹۷

. توهش فيرب

بررسی خواص فیزیکی نانوذرات فریت Ni-Cu-Zn به روش احتراق

افسانه ابارشی، محبوبه هوشیار، سحر عبدالعلی پور زمانی و لقمان جمیل پناه

دانشکدهٔ فیزیک، دانشگاه شهید بهشتی، تهران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۵/۱۲/۲۴ ؛ دریافت نسخهٔ نهایی: ۱۳۹۶/۰۸/۲۴)

چکیدہ

بالادانين بالادانين

در این مقاله ۵ نمونه از نانوذرات فریت نیکل روی مس (Ni., XCuxZn., YerO،) با میزان آلایش های مختلف ۸،۵، ۶،۵، ۴،۵، ۲۰، ۳۰ به روش احتراق و با استفاده از سوخت گلایسین سنتز شد، سپس خواص ساختاری، مغناطیسی و اپتیکی این نمونه ها مورد بررسی قرار گرفت. مشخصه یابی این نمونه ها توسط دستگاه های FTIR، XRD ، SEM و VSW مورد بررسی قرار گرفت. داده های حاصل از XRD وجود ساختار اسپینلی را برای کلیهٔ نمونه ها تأیید میکند. طیف FTIR و باند فلز اکسیژن O-M در جایگاه های هشتگانه و چهارگانه را نشان می دهد. تصاویر حاصل از SEM و باند فلز انسیزان داد. با استفاده از طیف سنج UV-Visible مشاهده شد که با افزایش آلایش مس گاف انرژی نانوذرات فریت نیکل روی مس کاهش می یابد و نیز نتایج حاصل از VSM نانوذرات فریت نیکل روی مس نشان داد که با افزایش آلایش مس مغناطش اشباع کاهش می یابد.

واژههای کلیدی: نانوذرات فریت نیکل روی مس، روش احتراق، ساختار اسپینلی، خواص مغناطیسی، منحنی پسماند

۱. مقدمه

فریت به آن دسته از مواد مغناطیسی اطلاق میشود که جزء اصلی تشکیل دهندهٔ آنها اکسید آهـن (III) است. دو دانشـمند ژاپنی به نامهای تاکشی و یوگور تحقیقـات جـدی را در زمینـه کاربردهای صنعتی فریتهای مس وکبالـت درسـال۱۹۳۲، آغـاز کردند. در سال ۱۹۴۶ شخصی بـهنـام اسـنوئک وجـود مـادهای مغناطیسی از نوع سرامیک (فریـت) را بـا خاصیت نفوذپـذیری مغناطیسی بسیار بالا، مقاومت الکتریکی خوب و تلفات هـدایتی کم جهت استفاده در رادارها کشف و نتیجه تحقیقات خود را در

سال ۱۹۴۷ منتشر کرد. پس ازآن، تحقیقات گستردهای پیرامون خواص مغناطیسی فریت ها انجام شد و دانشمندان دیگر توانستند ترکیبات مختلفی از مخلوط اکسیدهای آهن، نیکل، منگنز و روی را مورد آزمایش قرار دهند و به نتایج بسیار مطلوبی نظیر مقاومت الکتریکی بالا در مقایسه با سایر فلزات دست یابند [۱–۳]. از مهم ترین ویژگیهای فریت ها می توان به پارامترهای مغناطیسی مطلوبی نظیر: ضریب نفوذ پذیری مغناطیسی، اندوکسیون اشباع و مقاومت ویژهٔ الکتریکی بالا (در حدود ۵۲۳ ۱۰۲) اشاره کرد. بدین جهت فریت ها کاربردهای

بسیار وسیعی را در زمینه صنایع برق، الکترونیک، مخابرات، کامپیوتر و... به خود اختصاص دادهاند [۴–۵]. فریتها بـه طـور کلی به سه دسته تقسیم میشوند: ۱. فریتهای نـرم بـا سـاختار اسپینلی^۱ مکعبی. ۲. فریتهای نرم با ساختار گارنتی.

۲. فریتهای سخت یا هگزا

در این مقاله فریت های نیکل روی مس که یکی از مهم ترین فریتهای نرم هستند را مورد بررسی قرار دادهایم، زیرا این فريتها از جمله مواد مغناطيسي هستند كه به خاطر تراوايي بسیار بالا، کاربرد فراوانی در ترانسفورماتورها و القا گرها دارند. تلفات انرژی در این فریت ها ناچیز است و در بسامدهای چندین مگا هرتز نیزکاربرد دارند و از دیگرکاربردهای مهم و بنیادی فریتها می توان به مواردی از جمله: محیط های ضبط مغناطیسی، حسکرها، آهن رباهای دائمی و فروشارهها و ... اشاره کرد. این نانو ذرات ویژگی های مغناطیسی متفاوتی نسبت به همتای نمونهٔ حجمی خود دارند و از سوی دیگر رفتارهای مغناطیسی آنها وابستگی چشمگیری بـه كـاهش انـدازهٔ ذرات و آثـار سـطح خواهد داشت. یکی ازمهمترین ویژگیهای نانوذرات کاهش مغناطش آنها در مقایسه با نمونیه حجیم است، کاهش در مغناطش اشباعی می تواند ناشی از بی نظمی گشتاورها در لاية سطحي ذرات باشد [۶-٨]. فريت هاي اسيينل به روش های گوناگونی از قبیل: روش سل ژل [۹]، روش واکنش حالت جامد [۱۰]، روش آسیاب توپی با انـرژی بـالا [۱۱]، روش رسوب دهی شیمیایی [۱۲]، روش سنتز موج میکـرو [۱۳]، روش خـود احتراقـی [۱۴]، روش سـنتز دو مرحلهای [۱۵] و... لایه نشانی می شوند. مطالعات گسترده بر روی فریت های نیکل، روی، مس نشان داده است که بیشتر آنها به روش واکنشی حالت جامد سنتز شدهاند [۱۶]. شروتری و همکارانش [۱۷] اثر جانشینی مس را روی ویژگیهای مغناطیسی فریت Ni،_{/۸}-xCu_xZn،_{/۲}Fe۲O۴ بررسی کردند و مشاهده کردند که با افزایش غلظت مس به بیش از

۲/۰=x چگالی بزرگ، مقاومت الکتریکی و نفوذ پذیری اولیه به طور قابل توجهی افزایش مییابند ولی مغناطش اشباع با افزایش غلظت مس کاهش مییابد. در این مقاله نانوذرات فریت نیکل روی مس (۱۹۰، ۲۹۰، ۲۹۰، ۲۹۰، ۲۹۰) با میزان آلایشهای ۸/۰، ۶/۰، ۴/۰، ۲/۰ ،۰=x به روش احتراق تولید شد و خواص ساختاری، مغناطیسی و اپتیکی نمونهها مورد بررسی قرار گرفت.

۳. بخش تجربی

برای ساخت نمونههای Ni_{0/A-x}Cu_xZn_{0/Y}Fe_YO₄ با میرزان آلایـشهای ۸/۵، ۶/۵، ۲/۵، ۲/۵، ۲/۵ به روش احتراق از گلایسین، نیترات آهن، نیترات نیکل، نیترات روی، نیترات مس با نسبت استوکیومتری مناسب ۴٫۴۴ :۱ ۲ استفاده شد.

با توجه به نسبت مولی عناصر و با استفاده از آب دوبار تقطیر محلولی از نیترات آهن ۹ آبه دو مولار، نیترات مس ۴ آبه ۸، مولار، نیترات روی ۶ آبه ۱، مولار و گلایسین ۴٬۴۴ مولار تهیه شد. سپس محلول به دست آمده را بر روی هیتر (به همراه همزن مغناطیسی) در دمای حدود ۲۰ ۱۰۰ قرار داده تا آب موجود در نمونهٔ تبخیر شده و مادهٔ داخل بشر به ژل تبدیل شود. با ادامه حرارت دهی ژل می سوزد و یک ماده متخلخل بر جای می ماند. سپس ماده متخلخل را در هاون ریخته و با ساییدن آن پودر همگنی به دست می آید، پودر حاصل را در کورهٔ دیجیتال قرار داده و با شیب دمایی ۳۰۵(m) تا دمای ۲۰۰۰ به مدت ۴ ساعت حرارت داده شده تا ناخالصی احتمالی از بین برود [۹].

۴. بحث و نتیجهگیری

۴. ۱. ویژگیهای ساختاری

شکل ۱ الگوی حاصل از پراش پرتو ایکس را برای پنج نمونه از نانوذرات فریت ۲۹۰٬۳۶۴ یا میزان آلایش های ۸٬۰٬۴٬۰٫۶٬۰٬۴٬۰٬۲۰٬۰ میدهد. همان طور که در این شکل مشاهده میکنیم تمام نمونه ها دارای فاز یکسانی می باشند. همچنین وجود صفحات (۱۱۱۱)، (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۴۰۰)



شکل ۱. (رنگی در نسخهٔ الکترونیکی) طیف پراش پرتو ایکس برای نانوذرات،Ni._{//}۰، ۲e_۲O با میزان آلایش های ۸٬۰، ۶٬۰، ۴٬۰، ۲٬۰، x=۰.



شکل۲. انطباق طیف نمونهٔ Ni_{0/A}Zn_{0/T}Fe_tO4 با کارت استاندارد. (الف) ۲۳۴۰–۰۰۸۰۰۰۰، (ب) ۴۸۹۰–۰۴۸۰-۰۰.

(۴۲۲)، (۵۱۱) و (۴۴۰) تأکیـدی بـر ایجـاد سـاختار اسـپینلی مکعبی با گروه فضایی fd-3m است.

شکل ۲ نشان میدهد که الگوی حاصل از پراش پرتو ایکس برای نمونه فریت ۸۰٬۸۲۹٬۰۷۹ به ترتیب منطبق با دو کارت استاندارد ۲۳۴۰–۰۰۰۸۰ و ۰۴۸۹–۰۴۰۰-۰۰ میباشد. همان طور که دیده میشود فازهای فرعیای موجود میباشد که با تحلیل توسط نرمافزار Xpert High Score Plus مشخص شد مربوط به اکسید آهن است.

با استفاده از ۵ قلهٔ اصلی طیف XRD مقدار میانگین اندازهٔ بلورکها، مقدار ثابت شبکه تئوری، تجربی و حجم سلول واحد برای آلایشهای مختلف نانوذرات ۸.Ni_{۰/۸-x}Cu_xZn_{۰/۲}Fe در جدول ۱ آورده شده است.

x از جدول ۱ مشاهده می شود که با افـزایش میـزان آلایـش x (۸، ، ۶، ۰، ۴، ۰، ۲۰ ، ۰۰ اندازهٔ میانگین بلورکها، ثابت شبکه و در نتیجه حجم سلول واحد افزایش مـییابـد، بـه عبـارتی بـا

افزایش آلایش، ساختار شبکهٔ نمونهها بدون تغییری در تقارن، بسط مییابند.

۱ با استفاده از حجم سلول واحـد بـه دست آمـده در جـدول ۱ میتوان چگالی پرتو ایکس را با استفاده از رابطهٔ (۱) محاسبه کرد. $\rho_X = \frac{\Lambda M}{Na^r}$ (۱)

که در این رابطه، M وزن مولکولی، a ثابت شبکه، N عدد آووگادرو و ۸ تعداد مولکولهای موجود در هر سلول واحد است. طبق این رابطه چگالی پرتو ایکس با وزن مولکولی رابطهٔ مستقیم و با حجم سلول واحد رابطهٔ عکس دارد. در جدول ۲ مشاهده میکنید که با افزایش میزان آلایش تا ۶٫۰= x، با افزایش مس، وزن مولکولی و ثابت شبکه افزایش مییابد چون نرخ افزایش ثابت شبکه از وزن مولکولی کمتر است بنابراین با افزایش آلایش باید شاهد افزایش چگالی پرتو ایکس بود، اما از غلظت ۲٫۰=x نرخ افزایش ثابت شبکه

میزان آلایشX	اندازة بلوركها	ثابت شبكه	ميانگين ثابت	ثابت شبكه دقيق	
	(nm)	تئوري (Å)	شبکهٔ تجربی (Å)	(Å)	حجم سلول واحد
٥	۳۰٬۵۸	٨,۴۴۰	$\Lambda/\Upsilon\Upsilon\Upsilon\pm \circ/\circ\circ\Delta$	۸٫۱۶۶۰	0V1/8847±0/0001
۰,۲	۴۸٫۴۵	٨, ۴۴٨	Λ/Ψ $\mathfrak{F} \circ \pm \circ / \circ \circ \mathfrak{F}$	٨,٢۴٩٢	$\texttt{AA} \circ / \circ \texttt{YV} \pm \circ / \circ \circ \circ \texttt{I}$
۰٫۴	۴٩٫००	٨,۴۵۶	Λ/Υ KT $\pm \circ / \circ \circ$ T	٨,٣۵٣۶	$\texttt{WA} \cdot \texttt{VIAA} + \texttt{o} / \texttt{o} \circ \texttt{o} I$
• , 9	۵۰٫۳۰	٨,494	$\Lambda/\Psi \mathcal{F} \Psi \pm \circ / \circ \circ \Lambda$	\wedge /TDA •	$\Delta \Lambda F/q \circ F T \pm \circ / \circ \circ \circ 1$
• , A	01,74	٨,۴٧٢	$\Lambda/$ °4 $\Lambda\pm\circ/\circ\circ$ ۵	٨,۴١٢۵	$\mathrm{d} \mathrm{A/th} \mathrm{ev} \pm \mathrm{e/ee} \mathrm{i}$

جدول۲. چگالی پرتو ایکس برای نانوذرات Ni.,/-xCuxZn.,rFerO4 با میزان آلایش های ۰٫۵، ۶٬۵، ۴٬۵، ۲٬۵، x=۰.

•_/A	°,۶	°,¥	۰٫۲	o	ميزان آلايش x
۵٫۳۷۳	0,411	۵٬۴۳۵	0/419	۵٫۴۱۰	چگالی پرتو ایکس ("gr/cm)
۶١	190	۵۴	٩٢	940	(چگالی صفحات ۳۱۱ (۳۱۱

بر وزن مولکولی چیره می شود و چگالی پرتو ایکس کم می شود.

همچنین چگالی صفحهٔ (۳۱۱) به دست آمده از طیف (XRD) میزان بلورینگی را نشان می دهد، که در جدول ۴ چگالی این صفحه نانوذرات ۸۱۰٬۰۰۳ با میزان آلایش های گوناگون از ۸/۰، ۶/۰، ۲/۰، ۲/۰ ،۰=x آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود بلورینگی روند مشخصی را دنبال نمی کند. ولی در ۴/۰=x جایی که مقدار آلایش مس و نیکل برابر است بلورینگی مقدار کمینهٔ خود را دارد.

۴. ۲. بررسی تصاویر FESEM نمونهها

شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) را برای نانوذرات ۸۰٬۳۴۹٬۰۳۴ با میزان آلایش های ۸٬۰ ۹٬۰، ۴٬۰، ۲٬۰، ۰۰=۲ نشان میدهد. مشاهده میکنیم که در تمامی نمونهها، نانوذرات تقریباً شبه کروی می باشند و توزیع نسبتاً یکنواختی دارند که به هم پیوستگی دانهها ناشی از جاذبهٔ مغناطیسی است. پس از اندازه گیری اندازهٔ دانهها توسط دستگاه FESEM مشاهده شد که اندازهٔ به دست آمده در این حالت از

آن دانههای به دست آمده از دادههای XRD بزرگتر است، زیرا هر دانه، از اجتماع چند نانو کریستال به وجود میآید.

۴. ۳. بررسی طیف FTIR

برای آماده سازی نمونه ها جهت استفاده از دستگاه FTIR باید ماده سنتز شده به صورت قرص در آورده شود، برای ساخت قرص از پتاسیم برامات (KBr) استفاده می شود، به دلیل این که KBr یک ترکیب یونی است و در طیف FTIR قلهای ایجاد نمی کند.

مقداری از KBr و مقداری از نمونه سنتز شده را به نسبت ۱ به ۱۰۰ داخل هاون ریخته تا به خوبی ساییده شوند و پودر همگنی به وجود آید، سپس این پودر را به صورت یکنواخت، داخل قالب مورد نظر ریخته و تحت فشار حدود ۶ تن قرار داده می شود. شفافیت قرص فقط بر روی شدت قلهها اثر دارد ولی در مکان آنها هیچ تأثیری نمی گذارد. وقتی قرص از دستگاه پرس خارج شد، در معرض پرتو قرار داده شده و با استفاده از نرم افزار Miekors نمودار طیف عبوری را می توان مشاهده کرد.



شکل ۳. تصویر SEM نانوذرات ،Ni.,،xCuxZn.,rFerO با میزان آلایش های ۸،۵، ۶،۵، ۴،۵، ۷،۵، ۲.۵، x=۰،



شکل ۴. (رنگی در نسخهٔ الکترونیکی) نمودار طیف عبوری بر حسب عدد موج برای نانوذرات Ni_{0/A}-xCuxZn_{0/T}FerO_{*} با میزان آلایـشـهـای ۰٫۸، ۲٫۰، ۴٫۰، ۲٫۰، ۲٫۰، x=۰۰

سنتز شده را نشان میدهد. باند ایجاد شده در ^۱-۳۸ مربوط به ارتعاشات کششی C=O گروه کربوکسیل است و باند ایجاد شده در محدودهٔ ^۱-۹۹ دمربوط به ارتعاشات کششی گروه نیتراتهاست که با افزایش آلایش مس این باند ناپدید میشود.

آلایش های ۸٫۵، ۶٫۶، ۴٫۵، ۲٫۵، ۵= x در شـکل ۴ نشـان داده شـده است. در شکل ۴ مشاهده میشود که باند ایجاد شده در عدد مـوج حدود ⁽⁻۳۴۱۵cm و ^۱۶۲۱ cm ۱۶۲۱ مربوط به آب موجود در نمونهها میباشد. این باند به روشنی وجود گروه هیدروکسـیل در نـانوذرات



شکل ۵. (رنگی در نسخهٔ الکترونیکی) نمودار گاف انرژی مستقیم برای نانوذرات (الف) Ni_{*//}Zn_{*//}Fe₇O₄ و (ب) Ni_{*//}Cu_{*//}Fe₇O₄ و (ب)

نوع مادہ	مقدار گاف انرژی مستقیم	-
$Ni_{*/\text{A}}Zn_{*/\text{T}}Fe_{\text{T}}O_{\text{T}}$	$\Delta/TA eV$	-
$Ni_{*/^{F}}Zn_{*/^{T}}Cu_{*/^{T}}Fe_{T}O_{F}$	۴,۵۵ eV	

جدول ۳. مقدار گاف انرژی مستقیم برای نانو ذرات Ni., Xn., YFerO و Ni., KerO و Ni.

که A ثابت جذب، E_p انرژی فوتون فرودی و p شاخصی است که فرایند جذب اپتیکی را مشخص میکند و به طبیعت گذار وابسته است و مقدار ۲=p برای گذار مجاز مستقیم و ۲٫۲=p برای گذار مجاز غیرمستقیم میباشد. ضریب جذب مواد تابعی از انرژی فوتون و انرژی گاف نواری است. این ضریب میزان افت انرژی فوتون فرودی، پس از تابش بر روی واحد ضخامت از سطح نمونه را بیان میکند. علت اصلی این افت به فرایندهای جذب نسبت داده می شود.

برای بررسی گاف نواری، ابتدا باید ضریب جذب را محاسبه کرد. ضریب جذب برای نانوذرات با استفاده از رابطهٔ (۳) به دست می آید:

$$\alpha(\mathbf{v}) = (\mathbf{v}_{/}\mathbf{v} \cdot \mathbf{v} / L)\mathbf{A} , \qquad (\mathbf{v})$$

که در آن A مقدار جذب نمونه و L طول مسیر اپتیکی (طول سل uv که برابر با ۱ سانتی متر می باشد). حال گاف نواری را می توان از برازش خطی داده های ۹(مEp) بر حسب Ep به دست آورد.

شکل ۵. الف و ب به ترتیب نمودار گاف انرژی مستقیم برای دو نمونهٔ Ni،/۲Er،/۲Cu،/۲Fe۲O۴ و Ni،/۲Er،/۲Cu،/۲Fe۲O۶ را نشان می دهد که جدول ۳ مقدار گاف انرژی مستقیم را برای این دو نمونه بیان کرده است. در محدودهٔ ^۱-۸۰۰ دو باند اصلی جذبی مشاهده می شود. این دو باند که یکی در محدودهٔ ^۱-۵۰۴ و دیگری در محدودهٔ ^۱-۴۶۳ cm ۴۶۴ ایجاد شده است، به ترتیب مربوط به ارتعاشات چهارگانه و هشتگانه در باند فلز اکسیژن M-O، در شبکهٔ نانوذرات سنتز شده می باشند. از آنجایی که در جایگاه هشتگانه با افزایش ND مقدار Ni کاهش می یابد و چون وزن اتمی Cu بیشتر از Ni است، پس با افزایش مقدار آلایش مشاهده می کنیم این باند به سمت بسامدهای کمتر حرکت می کند، زیرا عدد موج با وزن اتمی رابطهٔ معکوس دارد.

۴. ۴. طیف سنجی فرابنفش بنفش و محاسبهٔ گاف اپتیکی برای آماده سازی نمونه جهت استفاده از دستگاه UV-visible مقدار بسیار کم از نمونه را در اتانول ریخته و در دستگاه ماورای صوت قرار داده تا به خوبی حل شود. سپس محلول را در دستگاه UV-Visible قرار داده تا طیف جذبی نانوذرات در محدودهٔ ۳۳ ۹۰۰۹–۲۰۰۰ به دست آید.

گاف انرژی اپتیکی E_g، بـر حسـب ضـریب جـذب α و بـا استفاده از رابطهٔ (۲) –رابطهٔ تاک– به دست میآید.

$$\alpha E_p = A \Big(E_p - E_g \Big)^q \,, \tag{(Y)}$$



شکل۶. (رنگی در نسخهٔ الکترونیکی) مقدار مغناطیس اشباع تا میدان ۱۵۰۰ Oe در دمای اتــاق بــرای نــانوذرات Ni./۸-xCuxZn./۲Fe۲O۲ بـا میــزان آلایش های ۰٫۸، ۶٫۰، ۰٫۴، ۰٫۲، x=۰۰.

جدول۴. توزيع كاتيوني نانوذرات Ni_{*/۸}-xCu_xZn_{*/۲}Fe_۲O_۴ با ميزان الايش هاي ۸،۵،۶ ۹،۵، ۴،۵، x=۰، . x=۰،

میزان آلایش x	فرمول شيميايي	نحوة توزيع كاتيوني
۰/۲	$Ni_{{}^{\scriptscriptstyle {\rm o}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}}Cu_{{}^{\scriptscriptstyle {\rm o}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}}Zn_{{}^{\scriptscriptstyle {\rm o}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}}Fe_{{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}}O_{{}^{\scriptscriptstyle {\rm f}}}$	$(Zn_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Fe_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle A}})_{tet}[Ni_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle 9}}Cu_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Fe_{{\scriptscriptstyle 1}/{\scriptscriptstyle Y}}]_{oct}$
۰/۴	$Ni_{{\scriptscriptstyle \circ}/{{\scriptscriptstyle \rm Y}}}\ Cu_{{\scriptscriptstyle \circ}/{{\scriptscriptstyle \rm Y}}}\ Zn_{{\scriptscriptstyle \circ}/{{\scriptscriptstyle \rm Y}}}Fe_{{\scriptscriptstyle \rm Y}}O_{{\scriptscriptstyle \rm Y}}$	$(Zn_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Fe_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle A}})_{tet}[Ni_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Cu_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Fe_{{\scriptscriptstyle 1}/{\scriptscriptstyle Y}}]_{oct}$
•/ \$	$Ni_{{}_{*}/{}_{Y}} Cu_{{}_{*}/{}_{Y}} Zn_{{}_{*}/{}_{Y}} Fe_{{}_{Y}}O_{{}_{Y}}$	$(Zn_{{}_{^{\prime}}/^{^{\prime}}}Fe_{{}_{^{\prime}}/^{^{\prime}}})_{tet}[Ni_{{}_{^{\prime}}/^{^{\prime}}}Cu_{{}_{^{\prime}}/^{^{\prime}}}Fe_{{}_{^{\prime}}/^{^{\prime}}}]_{oct}$
•/٨	$Cu_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle A}}Zn_{{\scriptscriptstyle \circ}/{\scriptscriptstyle Y}}Fe_{{\scriptscriptstyle Y}}O_{{\scriptscriptstyle Y}}$	$(Zn_{{}^{*/Y}}Fe_{{}^{*/A}})_{tet}[Cu_{{}^{*/A}}Fe_{{}^{1/Y}}]_{oct}$

۴. ۵. بررسی منحنی پسماند

شکل ۶ مقدار مغناطیس اشباع تا میدان Oe ۱۵۰۰ رادر دمای اتاق نشان میدهد. همان طور که در شکل مشخص است، اشباع ممان مغناطیسی در حدود Oe ۱۰۰۰ به بعد اتفاق میافتد و این امر می تواند به دلیل کج شدگی اسپین که علت آن کوچک شدن سطح به حجم در نمونههای نانو می باشد، رخ بدهد.

۸.۵.۴ توزیع کاتیونی نانوذرات Ni_{°/۸-x}Cu_xZn_{°/7}Fe₇O₆

در جدول ۴ توزیع کاتیونی نانوذرات Ni_{•//*}xCu_xZn_{*/7}Fe_YO_۴ با میزان آلایشهای ۸/۰، ۶/۰، ۴/۰، ۲/۰ x=۰٫۲ نشان داده شده است. نحوهٔ این توزیع به شکل Zn_{*/7}Fe_{*//})tet[Ni_{*/5}Cu_{*/7}Fe_{1/7}]oct) نمایش داده شده است.

توزیع کاتیونی به صورت ENi،/۶Cu،/۲Fe،/۸) [Ni،/۶Cu،/۲Fe،/۸] م نشان داده می شود. با در نظر گرفتن این نکته که در جایگاه A دو کاتیون ^{۲+}Fe و ۲^{+۲} وجود دارد و این که ممان مغناطیسی Zn صفر می باشد، در برهم کنش A-O-B فقط یون ^{۳+}Fe قادر به

برهم کنش با کاتیونهای جایگاه B میباشد. در جایگاه B همگی یونها مغناطیسی هستند بنابراین برهم کنش B-O-B نیز وجود دارد. بنابراین در کلیهٔ نمونهها هردو برهم کنش موجود میباشد. البته برهم کنش B-O-A به دلیل دارا بودن زاویه در حدود ۱۲۵۵ به مراتب قوی تر از برهم کنش B-O-B است که دارای زاویه مواتب میباشد، وجود هر دو برهم کنش باعث ایجاد ساختار مغناطیسی ای به صورت یک مثلث می شود که به ساختار یافت کیتل (شکل ۷) معروف است [۱۸].

۴. ۵. ۲. مغناطش اشباع

مقدار مغناطش اشباع به طور مستقیم از منحنی پسماند استخراج می شود. در جدول ۷ مقادیر مغناطیس اشباع برای نانوذرات فریت Ni_{0/A-x}Cu_xZn_{0/7}Fe₇O₄ با میزان آلایش های مختلف بیان شده است. همان طور که مشاهده می کنید مقدار مغناطیش اشباع با افزایش آلایش کاهش می یابد که با گزارش مرجع [۱۹] مطابقت دارد.





شکل ۷. نمایش طرحواره از یک جایگاه A و دو جایگاه B: a) برهمکش B-O-B، b) برهمکنش B-O-A و c) ساختار یافت کیتل.

جدول ۵. مغناطش اشباع، ممان مغناطیسی تئوری و تجربی و مقدار زوایهٔ کج شدگی برای نانوذرات Ni.,_{//}-xCuxZn.,_/FerO_f با میزان آلایـش.هـای ۸٫۵، ع٫۵، ۴٫۰، ۲٫۵، ۰٫۲٫۵.

میزان آلایش x	۰٫۲	۰٫۴	• /9	• / \
مغناطش اشباع	۵۲٬۸۴	۴۲٫۸۰	۳۸٫۲۴	30,79
$n_{B}^{t}(\mu_{B})$	٣,٧٢	٣,۶	٣,۴٨	٣/٣٣۶
$n_B^{exp}(\mu_B)$	۲,۲۳۸	۲, • ۷ ۶	1,88	1,01
°αγκ	346,75	377,91	31,49	79,DV

براساس نظریهٔ فری مغناطیس نیل^۲ در ساختار اسپینلی کاتیون ها در زیر شبکه های مختلف، جایگاه چهاروجهی و هشت وجهی دارای گشتاورهای پادموازی می باشند. با توجه به این که گشتاورهای مغناطیسی یون های ۲^{+۲}، ۲^{+۲}، ۲^{+۲}، ۲^{+۳} به ترتیب ۲٫۳، ۰، ۱٫۷ و ۵ مگنتون بوهر می باشد، رفتار مغناطیسی نمونه ها را می توان توجیه کرد. با افزایش آلایش مس مقدار گشتاور مغناطیسی جایگاه B کاهش می یابد زیرا یون های ۲^{+۲} دارای گشتاور مغناطیسی کمتری هستند. برای محاسبهٔ ممان مغناطیسی از رابطهٔ (۴) استفاده می کنیم.

$$n_B^{\ t} = M_B\left(x\right) - M_A\left(x\right),\tag{(f)}$$

که در این رابطه M_A و M_B ممان مغناطیسی زیرشبکههای A و B بر حسب مگنتون بوهر می باشد.

همچنین ممان مغناطیسی تجربی با استفاده از رابطهٔ (۵) بـه دست می آید:

 $n_B^{\exp} = \frac{M_w * M_s}{_{aaAa}},$ (۵) در این رابطه، M_w جرم مولکولی و M_s مغناطش اشـباع و

فاکتور مغناطیسی می باشد.

در جدول ۵ مقادیر ممان مغناطیسی تئوری و تجربی برای نانوذرات Ni_{۰/۰}xCu_xZn_{۰/۲}Fe_۲O_۴ آورده شده است. همان طور که دیده می شود با افزایش میزان آلایش هر دو ممان مغناطیسی تئوری و تجربی کاهش می یابند و این به دلیل جایگزینی یون های نیکل با گشتاور مغناطیسی ۱٫۷ به جای یون های نیکل با گشتاور مغناطیسی ۲٫۳، در جایگاه کاتیونی B می باشد. به این ترتیب با افزایش آلایش، هر دو برهم کنش B-O-A و B-O-B ضعیف تر می شوند ولی همچنان به دلیل وجود هر دو برهم کنش نیک کج شدگی اسپینی اتفاق می افتد که مقدار این کج شدگی یک کم شدگی اسپینی اتفاق می افتد که مقدار این کم شدگی

$$n_B^{\exp} = M_B \cos \alpha_{YK} - M_A \tag{9}$$

که در این رابطه n_Bexp ممان مغناطیسی تجربی، MB و M

	_		Ms	
میزان آلایش x	۰٫۲	•_/¥	• /9	• /٨
$\frac{Mr}{Ms}$	۴٫٩	۴٫٣	۴, •	r_{λ}
H _c (Oe)	۶۸	٧٢	VA	477
K _{eff}	٩٨٩ <i>۴</i> ,٣٨	Wo FW /DT	3010 / °	8888 /¥¥

جدول ۶. مقدار <u>Mr</u> و He ، «۱۶ و Keff و He ، «۱۶ مقدار Ni.,/۸-xCuxZn.,/۲FerO با میزان آلایش های ۸.»، ۶.»، ۴.»، ۲.».

گشتاورهای مغناطیسی در جایگاههای A و B میباشند. در جدول ۵ مقدار زاویهٔ کج شدگی برای نانوذرات Ni_{۰/۸-x}Cu_xZn_{۰/۲}Fe_۲O_۴ آورده شده است. مشاهده میشود که با افزایش آلایش مس میزان کج شدگی اسپینی افزایش مییابد.

۴. ۵. ۳. مغناطش باقیمانده و نیروی ناهمسانگردی

مقدار مغناطش باقیمانده نیز به طور مستقیم از روی منحنی پسیماند (شکل ۶) محاسبه میشود. بنابر نظریه استانر – وهلفارث نوع ناهمسانگردی تک محوری ویا مکعبی از نسبت $\frac{Mr}{Ms}$ به دست میآید. چنانچه این نسبت کمتر از ۵/۰ باشد نوع ناهمسانگردی تک محوری خواهد بود. در نانوذرات سنتز شده کلیهٔ نمونه ها دارای $1 > \frac{Mr}{Ms}$ میباشند و دارای ناهمسانگردی مکعبی هستند. در جدول ۶ مقادیر این نسبت آورده شده است.

از روی منحنی پسماند نیز می توان نیروی ناهمسانگردی را به طور مستقیم به دست آورد. مشاهده شده است که با افزایش آلایش مس مقدار H_c افزایش مییابد. جدول ۶ مقادیر نیروی وادارندگی برای نانوذرات Ni_{0/A-x}Cu_xZn_{0/7}Fe₇O₄ با میزان آلایشهای مختلف را نشان میدهد. مشاهده می شود که با افزایش غلظت ناخالصی مقادیر نیروی وادارندگی نیز افزایش مییابد که در تطابق خوبی با مقالات دیگراست [۷ و ۱۷ و ۱۹]. بر طبق نظریهٔ استانر – وهلفارت مقدار ثابت ناهمسانگردی

نیز برای ذراتی که دارای ناهمسانکردی تک محوری میباشند از رابطهٔ (۷) به دست میآید.

$$P_{I} \wedge A = H_{c} \frac{K_{eff}}{M_{s}}, \qquad (\forall)$$

میدان پسماندزدایی Hc در واقع شدت میدان مغناطیسی است که برای غلبه بر سد پتانسیل ناهمسانگردی لازم است. طبق مدل استانر – وهلفارث انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی برای ذرات تک حوزه ای بدون برهمکنش از رابطهٔ (۸) به دست میآید: (۸) $F_A = K_{eff} VSin^7 \theta$, (۸) کاه رو ای بین جهت مغناطش و محور آسان یک نانوذره است. با کاهش ثابت ناهمسانگردی مغناطیسی، انرژی ناهمسانگردی نیز کاهش پیدا میکند. بنابراین میدان پسماندزدایی برای غلبه بر سد پتانسیل ناهمسانگردی کوچکتر میشود.

۵. نتايج

در مقالهٔ حاضر ۵ نمونه از نانو ذرات ۲۹٬۵٬۰٬۳۶۰٬۰٬۳۷۰ با میزان آلایشهای ۸٬۵٬ ۵٬۵٬ ۴٬۵٬ ۲٬۵٬ ۵۰ مسنتز شد. نمونهها به روش احتراق با استفاده از سوخت گلایسین سنتز شدند. دادههای حاصل از XRD دلیلی بر ایجاد ساختار اسپینلی مکعبی با گروه فضایی Kd-3m دلیلی بر ایجاد ساختار اسپینلی مکعبی آلایش، اندازهٔ بلورکها و حجم سلول واحد و ثابت شبکه بدون برهم خوردن تقارن شبکه افزایش مییابد. و نیز با افزایش الایش تا ۲٬۰۰۴، چگالی پرتو ایکس افزایش یافته ولی از آن به بعد چگالی پرتو ایکس کاهش مییابد. تصاویر میکروسکوپ شبه کروی می باشند ودارای توزیع نسبتاً یکنواختی هستند. طیف TIR و جود باند فلز اکسیژن O-M در جایگاههای از سنتیم هشت گانه و چهارگانه را نشان میدهد. دادههای حاصل از سمت برهم *ک*نش ابرتبادلی A-O-B میرود و نیـز مغنـاطش باقی مانده و ثابت ناهمسانگردی با افزایش آلایش کاهش می یابد؛ و این به دلیل جایگزینی یون های مس با گشتاور مغناطیسی کمتر به جای یونهای نیکل می باشد.

کاهش می باشد. داده ای حاصل از VSM نشان داد که با 🦳 یافت- کیتل با افزایش آلایش کاهش می یابد و بر هم کنش به افزایش آلایش مقدار مغناطش اشباع کاهش می یابد که بـه دلیـل جایگزینی یون های مس با گشتاور مغناطیسی کمتر به جای يونهاي نيكل مي باشد. با افزايش آلايش، ممان مغناطيسي تئوري و تجربي كاهش مي يابد زيرا يونهاي مس داراي گشتاور مغناطیسی کمتری نسبت به یونهای نیکل میباشند. مقدار زاویهٔ

J. Phys. 3 (2007) 57.

- 13. A Bhaskar, B R Kanth, and S R Murthy, J. Magn. Magn. Mater. 283 (2004) 109.
- 14. Z Yue, J Zhou, L Li, and Z Gui, J. Magn. Magn. Mater. 233 (2001) 224.
- 15. Q Xing, Z Peng, C Wang, Z Fu, and X Fu, Physica B 407 (2012) 388.
- 16. M F Huq, D K Saha, R Ahmed, and Z H Mahmood, J. Sci. Res. 5 (2013) 215.
- 17. J J Shrotri, S D Kulkarni, C E Deshpande, A Mitra, S R Sainkar, P S AnilKumar, and S K Date, Mat. Chem. Phys. 59 (1999) 1.
- 18. Ra 1 Valenzuela, "Hand book of The Temperature Behavior of Resonant and Non-resonant Microwave Absorption in Ni-Zn Ferrites", Instituto de Investigaciones en Materiales, México (2011).
- 19. Vikas J. Pissurlekar, International Journal of Science and Research 5 (2016) 2319.
- 20. N M Deraz and A Alarifi, Journal of Analytical and Applied Pyrolysis 94 (2002) 42.
- 21. D Cullity, "Hand book of Elements of X-ray diffraction", Addison Wesley, England (1967).
- 22. N M Deraz and A Alarifi, Polyhedron 28 (2009) 4122.

مراجع

- 1. L G van Uitert, J. Chem. Phys. 24 306 (1956) 723.
- 2. A Goldman, "Handbook of Modern Ferromagnetic Materials", Springer Science+Business Media, New York (1999).
- 3. T Boobalan, S Pavithradevi, N Suriyanarayanan, M Manivel Raja, and E Ranjith Kumar, Journal of Magnetism and Magnetic Materials (2017) 382.
- 4. J L Snoek, "New Development in Ferromagnetic Materials", Elsevier Pub. Co., New York 15 (1949) 244.
- 5. L Neel, Annales de Physique (Paris) 3 (1948) 137.
- 6. W C Hsu, S C Chena, P C Kuo, C T Lie, and W S Tsai, Mat. Sci. Engg. B 111 (2004) 142.
- 7. I Z Rahman, and T T Ahmed, J. Mag. Magn. 290 (2005) 1576.
- 8. S Modak, M Ammar, F Mazaleyrat, S Das, and P K Chakrabarti, J. All. Compd. 473 (2009) 15.
- 9. S Zahi, M Hashim, and A R Daud, J. Magn. Magn. Mater. 308 (2007) 177.
- 10. L B Kong, Z W Li, G Q Lin, and Y B Gan, J. Am. Ceram. Soc. 90 (2007) 2104.
- 11. S K Sharma, R Kumar, S Kumar, M Knobel, C T Meneses, V V Siva Kumar, V R Reddy, M Singh, and C G Lee, J. Phys. Condens Matter 20 (2008) 235214.
- 12. M A Hakim, D K Saha, and A K M F Kibria, Bang.