

## The Effect of Sintering Temperature on Magnetic Properties of Barium Ferrite Produced by Coprecipitation

Zaker, A. M.

*Iran university of science and Tecnology Department of physics Tehran Iran*

**Key Words:** *Sintering temperature, Barium Ferrite, Microstructure*

**Abstract:** Isotropic samples of Barium Ferrite are prepared by coprecipitation method. To study the effect of sintering temperature on magnetic properties of Barium ferrite we have sintered the samples in different temperature from 900 up to 1100°C. Mean partical size and porosity of the samples are determind by scanning electron microscop (SEM), magnetic phase and magnetic parameters are measured by X-ray diffractometry (XRD) and DC Magnetic Hysteresis Loop. Experimental results show that the best magnetic parameters, coercive force  $H_c$ , remanence magnetization  $B_r$ , and maximum stored magenetic energy  $(BH)_{max}$  is found in samples with sintering temperature about 900 to 950°C.

پژوهشی

## بررسی اثر دمای تفجوشی بر ویژگیهای مغناطیسی فریت باریم تهیه شده به روش همرسوبی شیمیایی

عبدالمهدی ذاکر

دانشکده فیزیک - دانشگاه علم و صنعت ایران

چکیده: به منظور بررسی اثر تفجوشی بر ویژگیهای مغناطیسی فریت باریم همسانگرد، نمونه‌هایی از آن به روش همرسوبی شیمیایی و در دماهای تفجوشی مختلف ( $900-1100^{\circ}\text{C}$ ) تهیه و پارامترهای مغناطیسی آنها اندازه‌گیری شدند. ریز ساختار و تخلخل نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) و مشخصات مغناطیسی آنها با استفاده از حلقه پسماندشان مورد بررسی و مقایسه با یکدیگر قرار گرفت. بنابر نتایج این پژوهش، مناسبترین پارامترهای مغناطیسی، نیروی وادارنده مغناطیسی  $H_c$ ، پسماند مغناطیسی  $B_r$  و انرژی ذخیره شده  $(BH)_{\max}$ ، از نمونه‌هایی به دست آمدند که دمای تفجوشی آنها بین  $900^{\circ}\text{C}$  تا  $950^{\circ}\text{C}$  بوده است.

واژه‌های کلیدی: دمای تفجوشی، فریت باریم، ریز ساختار

### مقدمه

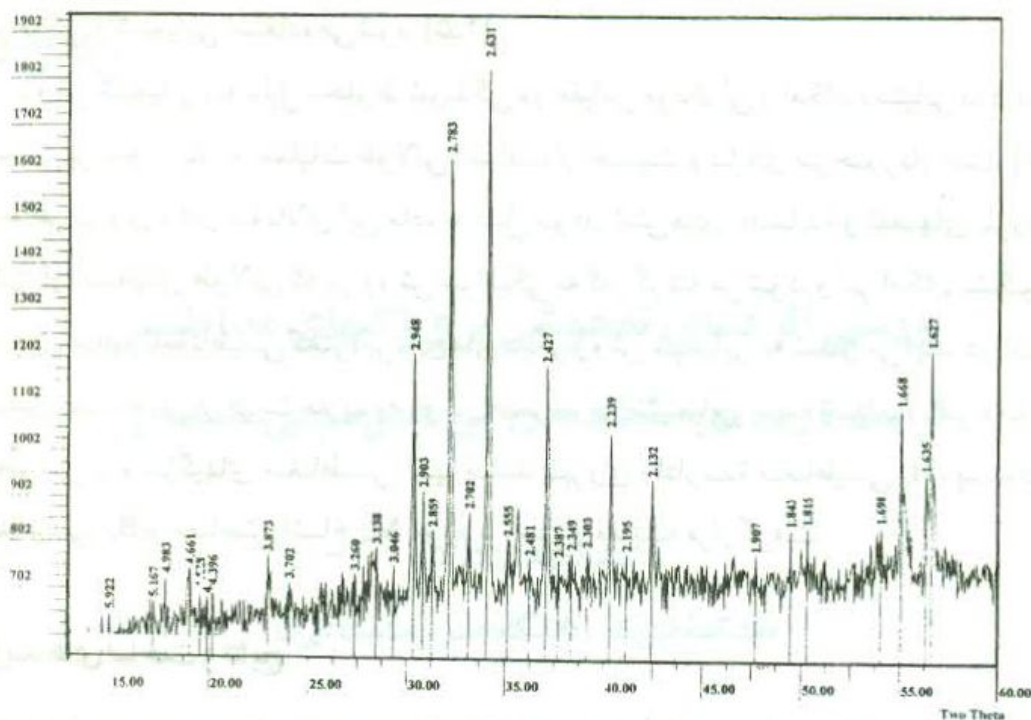
فریت باریم شش گوشه که از مغناطیسیهای سخت بشمار می‌آید و برای ساخت مغناطیسیهای دایمی مورد استفاده قرار می‌گیرد، می‌تواند جانشین مناسبی برای مغناطیسیهای آلیاژی باشد. با توجه به خواص مغناطیسی ویژه این فریت و ارزانی مواد اولیه آن هنوز

تحقیقات وسیعی روی آن انجام می‌گیرد [۳-۱]. برای ساخت این فریت از روشهای مختلف سرامیکی و شیمیایی استفاده می‌شود [۵-۴]. روش شیمیایی، به دلیل مخلوط شوندگی در مقیاس مولکولی و امکان دستیابی به ذرات بسیار ریز بدون نیاز به عملیات طولانی آسیاب، از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است [۶]. به خاطر نیروی وادارنده بالای این ماده به دلیل نبودن تنش‌های باقیمانده و نقصهای بلوری ناشی از آسیابهای طولانی که در روش سرامیکی به کار گرفته می‌شود، و نیز امکان تشکیل فازهای میانی نامغناطیسی کمتر، برتری‌های دیگر روش شیمیایی به شمار می‌آیند. در این تحقیق نمونه‌هایی از فریت باریم به روش هم‌رسوبی شیمیایی تهیه شدند و اثر دمای تفجوشی بر ویژگیهای مغناطیسی آنها مانند نیروی وادارنده مغناطیسی  $H_c$ ، پسماند مغناطیسی  $B_r$  و مغناطش اشباع  $M_s$  مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت.

### فرایندهای ساخت و نتایج

برای تهیه نمونه‌ها به روش هم‌رسوبی شیمیایی از مواد اولیه، کلرید آهن و کلرید باریم آبدار  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  و  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  به نسبت وزنی  $Fe/Ba = 12$  استفاده شد. نخست مواد اولیه درون بشری محتوی آب مقطر ریخته و کاملاً مخلوط شدند، سپس این مخلوط به آرامی به یک محلول قلیایی ( $PH > 13$ ) اضافه شد که پس از واکنش شیمیایی ژلی به رنگ آجر تشکیل گردید. برای بیرون راندن یونهای  $OH$  از محصول که موجب تخریب ساختار فریت باریم می‌شوند، ژل به دست آمده چندین بار با آب مقطر شستشو و از صافی عبور داده شد. پس از خشک کردن محصول ماده‌ای آریخت به دست آمد. برای تعیین دمای تشکیل فاز بلوری، ماده آریخت در آسیاب دستی به صورت پودر درآورده و سپس در کوره الکتریکی در چند دمای مختلف ( $950^\circ C - 700^\circ C$ ) گرم‌آباده شد. نقش پراش به دست آمده از نمونه‌ها تشکیل فاز بلوری فریت باریم را در دمای  $850^\circ C$  به بالا تأیید می‌کند. شکل ۱ نقش پراش پرتو ایکس از نمونه‌ای است که به آن تا دمای  $900^\circ C$  گرم‌آباده شد.

برای کامل شدن شکل‌گیری فاز مغناطیسی مطلوب یعنی باریم شش‌گوشی در ساخت نمونه‌ها، پودر تهیه شده در کوره الکتریکی همراه با دمیدن اکسیژن با فشار کم به مدت ۹۰ دقیقه در دمای  $950^\circ C$  تکلیس شد. به منظور دسترسی به پودر مناسب برای شکل‌دهی، ماده کلوخه شده در یک هاون دستی آسیاب شد و پودر یکنواختی به دست آمد. آنگاه این پودر در



شکل ۱ نقش پراش پرتو X از نمونه تکلیس شده در دمای  $900^{\circ}\text{C}$ .

قالبی مخصوص به صورت استوانه شکل داده شد. سرانجام نمونه‌های به دست آمده به مدت ۶۰ دقیقه در چند دمای مختلف ( $900^{\circ}\text{C}$ – $1100^{\circ}\text{C}$ ) در تفجوشی قرار گرفتند. دمای تفجوشی، پارامترهای مغناطیسی، میانگین اندازه دانه‌ها، و درصد تخلخل به دست آمده برای نمونه‌ها در جدول ۱ آورده شده‌اند. با استفاده از عکسهای تهیه شده با میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع شکست هر نمونه اندازه دانه‌ها و میزان تخلخل در نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفتند. برای اندازه‌گیری پارامترهای مغناطیسی نمونه‌ها از دستگاه حلقه پسماند نگاشت مغناطیسی DC (DC Magnetic Hysteresis Loop) در پژوهشگاه مواد و انرژی استفاده شد.

### بحث و برداشت

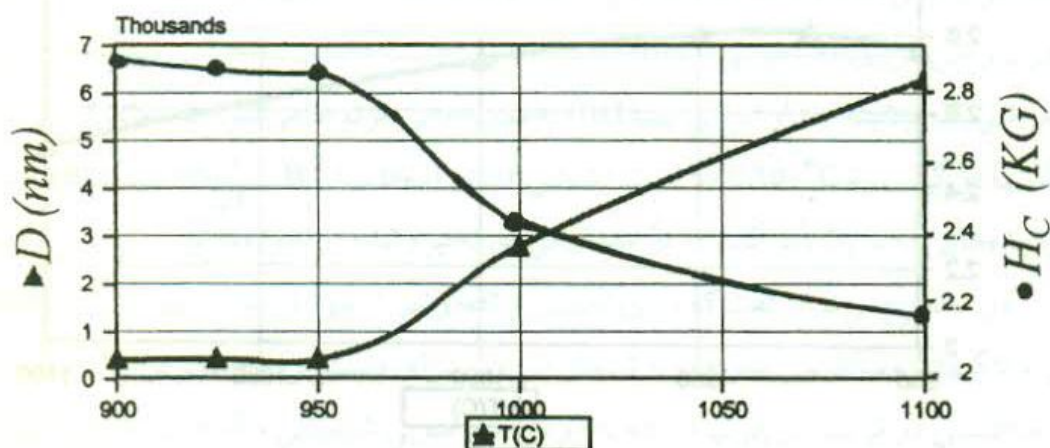
نقش پراش پرتو ایکس نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف تفجوشی نشان می‌دهند که در همه آنها فاز مغناطیسی مطلوب  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  به علاوه مقدار کمی از فازهای میانی نامغناطیسی مانند  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ،  $\text{BaFe}_2\text{O}_4$ ،  $\text{Ba}_2\text{FeO}_3$  و ... تشکیل شده است. بدیهی است که

جدول ۱ دمای تفجوشی و پارمترهای اندازه‌گیری شده.

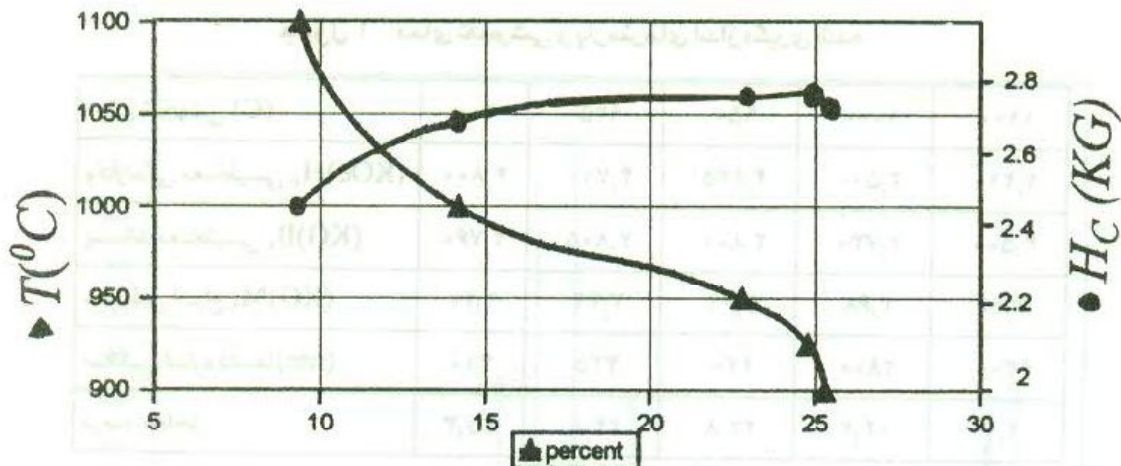
۱۱۰۰	۱۰۰۰	۹۵۰	۹۲۵	۹۰۰	دمای تفجوشی (C)
۱,۲۱۰	۲,۵۰۰	۴,۶۲۵	۴,۷۱۰	۴,۸۰۰	وادرندگی مغناطیسی $(KOe)H_c$
۲,۵۰۰	۲,۷۲۰	۲,۸۰۰	۲,۸۰۵	۲,۷۶۰	پسماند مغناطیسی $(KG)B_r$
۳,۹۶	۳,۶۸	۳,۶۱	۳,۴۱	۳,۴۰	مغناطش اشباع $(KG)M_s$
۶۳۰۰	۲۸۰۰	۴۲۰	۴۲۵	۴۱۰	میانگین اندازه دانه‌ها (nm)
۹,۴	۱۴,۲	۲۲,۸	۲۴,۸	۲۵,۳	درصد تخلخل

این فازهای میانی تأثیر قابل توجهی بر ویژگیهای مغناطیسی نمونه‌ها می‌گذارند. گرچه شدت تأثیر گذاری آنها به دمای تفجوشی بستگی دارد ولی این تأثیر گذاری در گستره دمایی  $900-950^{\circ}C$  با توجه به جدول ۱ کمترین مقدار را دارد.

پدید آمدن فازهای نامغناطیسی می‌تواند موجب افزایش نیروی وادارنده مغناطیسی  $H_c$  شود، چون این فازها از چرخیدن حوزها و هم‌خط شدن آنها با میدان خارجی جلوگیری می‌کنند. ولی از نتایج بدست آمده چنین برداشت می‌شود که  $H_c$  بیش از آنکه به پیدایش فازهای نامغناطیسی حساسیت نشان دهد، بیشتر به اندازه دانه‌ها بستگی دارد (شکل ۲) [۷۸]. وابستگی  $H_c$  به میزان تخلخل در نمونه‌ها مؤید همین امر است. در دمای تفجوشی پایین دانه‌ها ریزتر، تخلخل بیشتر، و در نتیجه  $H_c$  بزرگ است. افزایش دمای تفجوشی موجب رشد بیشتر دانه‌ها شده و تخلخل کمتر می‌شود و نهایتاً  $H_c$  نیز به مقدار قابل توجهی



شکل ۲ وابستگی اندازه دانه‌بندی،  $D$  و میدان وادارنده مغناطیسی،  $H_c$  به دمای تفجوشی نمونه‌ها.

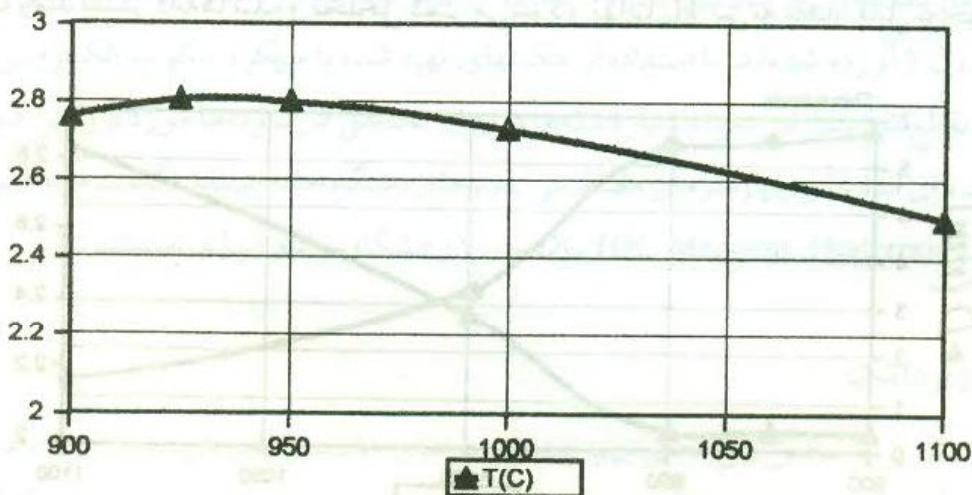


شکل ۳ وابستگی میدان وادارنده مغناطیسی،  $H_c$  و میزان تخلخل به دمای تفجوشی نمونه‌ها.

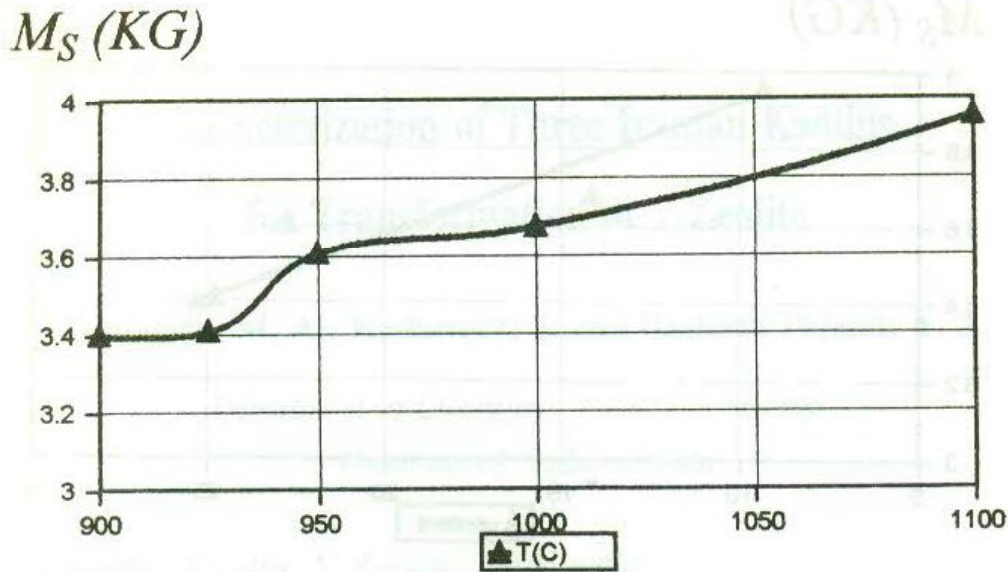
کاهش می‌یابد (شکل ۳).

تغییرات پسماند مغناطیسی  $B_r$  بر حسب دمای تفجوشی (شکل ۴) می‌تواند ناشی از عوامل مختلفی باشد. افزایش اولیه باز می‌گردد به تشکیل فاز مغناطیسی مطلوب و ریز بودن اندازه دانه‌ها. از روند رشد دانه‌ها می‌توان پذیرفت که در دمای تفجوشی پایین‌تر از  $900^\circ\text{C}$  میانگین اندازه دانه‌ها به مقدار بحرانی در حدود  $150\text{nm}$ ، در محدوده فاز ابرپارامغناطیس نزدیک می‌شود [۴]. افزایش دمای تفجوشی تا  $950^\circ\text{C}$  موجب حذف دانه‌های ریز شده و

$B_r$  (KG)



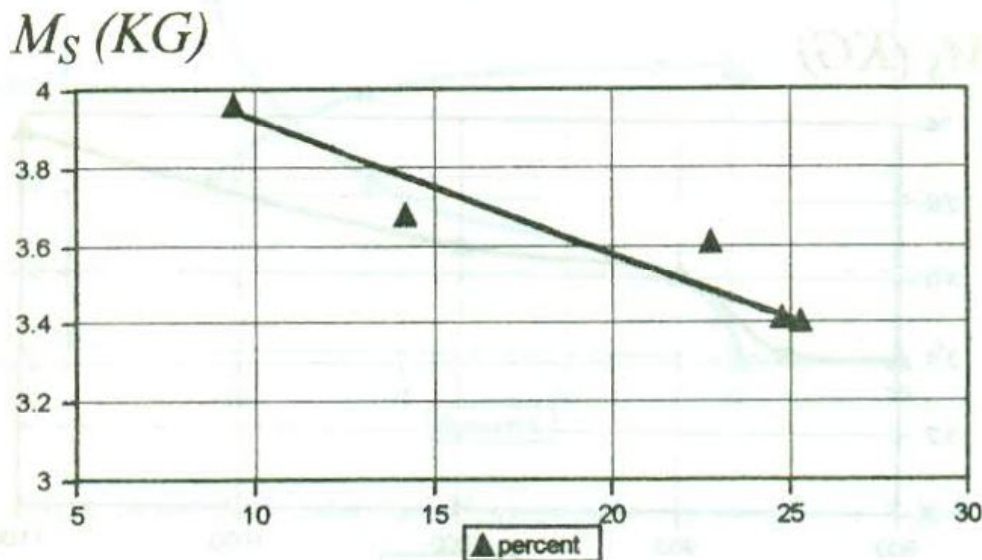
شکل ۴ وابستگی پسماند مغناطیسی،  $B_r$  به دمای تفجوشی نمونه‌ها.



شکل ۵ وابستگی مغناطش اشباع،  $M_s$  به دمای تفجوشی نمونه.

تخلخل در نمونه‌ها را کاهش می‌دهد، و در نتیجه پسماند مغناطیسی  $B_r$  افزایش می‌یابد. افزایش بیشتر دمای تفجوشی از  $950^{\circ}\text{C}$  تا  $1100^{\circ}\text{C}$  فازهای نامغناطیسی بیشتری در زمینه فاز مغناطیسی مطلوب ایجاد می‌کند و در نتیجه  $B_r$  کاهش می‌یابد.

شکل ۵ نشان می‌دهد که مغناطش اشباع  $M_s$  نمونه‌ها نیز وابسته به دمای تفجوشی است. از آنجا که  $M_s$  بنابر رابطه  $mM = \rho \sum \mu_i$  با چگالی ماده نسبت مستقیم دارد (m جرم،  $\rho$  چگالی جرمی و  $\mu$  گشتاور مغناطیسی مولکولی)، بنابراین با افزایش تخلخل یعنی کاهش چگالی،  $M_s$  باید کم شود که این روند تقریباً به صورت خطی در شکل ۶ دیده می‌شود. در بررسی انرژی مغناطیسی، (BH) ذخیره شده بر حسب دمای تفجوشی نمونه‌ها، دیده می‌شود که بیشینه مقدار انرژی  $(BH)_{\max}$  به نمونه‌هایی مربوط می‌شود که دمای تفجوشی آنها در گستره  $900^{\circ}\text{C}$  -  $950^{\circ}\text{C}$  است (شکل ۶)، از آنجا که  $(BH)_{\max} \approx \frac{1}{2\mu_0} B_r^2$  است پدیده‌هایی که بر  $B_r$  تأثیر گذارند در مقدار انرژی ذخیره شده در نمونه‌ها نیز نقش مؤثر دارند. در مجموع می‌توان گفت که دمای تکلیس و تفجوشی از عوامل بسیار مهم در ریز ساختار و ویژگیهای مغناطیسی نمونه‌ها به شمار می‌آید برای دستیابی به بهترین پارامترهای مغناطیسی در فریت باریم تهیه شده به روش هم‌رسوبی شیمیایی مناسبترین دمای تکلیس  $850^{\circ}\text{C}$  تا  $950^{\circ}\text{C}$  و دمای تفجوشی  $900^{\circ}\text{C}$  تا  $950^{\circ}\text{C}$  است.



شکل ۶ وابستگی مغناطش اشباع،  $M_s$  به میزان تخلخل در نمونه‌ها.

### قدردانی

از جناب آقای دکتر فتح‌الله... مضطرزاده رییس محترم پژوهشگاه مواد و انرژی به خاطر موافقت با انجام اندازه‌گیری‌های مغناطیسی و نیز از آقای دکتر جعفر جوادی‌پور معاون پژوهشی دانشکده مهندسی مواد به خاطر مساعدت و همکاری در استفاده از دستگاه SEM قدردانی و سپاسگزاری می‌شود.

### مراجع

1. Hilo, El., et al. (1994) *J.M.M.M.*, **129**, 339-347.
2. Goernert, P., et al. (1992) *J.M.M.M.*, **114**, 193-201.
3. Pfeiffer, H., et al. (1990) *Phy Stat.Sol.(a)*, **119**, 259.
4. Haned, K., et al. (1974) *J. Amer. Ceramic Soci.*, **57(8)**, 354-357.
5. Takad T., et al. (1969) *Bull. Ins. Chem. Res. Kyoto. Univ.*, **47**, 298.
6. Sakai, H., et al. (1992) *IEEE Transactions on Magnetics*, **28** 3355-3361.
7. Zaker, A. M., (1995) *Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy* Vol. **3**, Num **2**, 113-122.
8. Cullity, B. D. (1974) *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley puls. Co..