Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, Vol.6, No.2, Autumn 1998

Investigation of the role of microstracture on magnetic properties of Ni-Zn ferrites, prepared from modified Mobarakeh steel Complex Iron Oxide

Behdadfar, B., Mozaffari, M. and Amighian, J.

Physics Department, Isfahan University, Isfahan, Iran.

Key words : *soft ferrites, sintering, microstrature, premeability*

Abstract : In this work, permeability variation of Ni and Ni-Zn ferrites due to microstracture is studid. The conventional wet ceramic techniqe was used for the preparation of the samples. The samples were shaped in the form of toroids and disks and were sintered in differant tempraturees. using a LCR-meter, inductance of toroids was maesured and then permaebility was calculated. To see the relation between grain sise and permaebility, a series of SEM photographs were obtained. The results of these photographs shows that with increasing the sintering temperature the mean size of grans will increase. In the other hand, the magnetic measurement on toroid samples show that with increasing the mean size of grain the magnetic premeability increases, but this procedure will not continue and then it falls. The reason of this behavior is describe based on displacing of grain boundaries so that the porosities fall in the grains.

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]

مجلهٔ بلورشناسی و کانی شناسی ایران، سال ششم، شمارهٔ دو ، پائیز ۱۳۷۷ از صفحه ۱۳۹ تا ۱۴۶

پژوهشی

بررسی نقش ریزساختار بر ویژگیهای مغناطیسی فریتهای نرم Ni-Zn تهیه شده از اکسید آهن اصلاح شدهٔ مجتمع فولاد مبارکه

بهشید بهدادفر، مرتضی مظفری، جمشید عمیقیان

گروه فیزیک - دانشگاه اصفهان

چکیده : در این پژوهش تغییرات تراوایی مغناطیسی فریتهای نرم نیکل و نیکل-روی با فرمولهای استکیومتری NiFeO و NiZnFeO، برحسب میانگین اندازهٔ دانه‌ها، مورد بررسی قرار گرفتند. نمونه‌ها به‌روش سرامیکی تر تهیه شدند. این نمونه‌ها به شکلهای چنبره و قرص ساخته و در دماهای مختلف تف‌جوشی شدند. با اندازه‌گیری L، نمونه‌های چنبره‌ای به‌وسیلهٔ یک LCR سنج تراوایی مغناطیسی آنها را محاسبه کردیم. مغناطش اشباعی نمونه‌ها با یک دستگاه VSM با بیشینه میدان ۳۰kOe اندازه‌گیری شد. برای تعیین میانگین اندازهٔ دانه‌ها، از رخ شکافتهٔ نمونه‌های قرص با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) عکسبرداری شد. نتایج به‌دست آمده از این اندازه‌گیریها نشان می‌دهد که با افزایش دمای تف‌جوشی، میانگین اندازهٔ دانه‌ها زیاد می‌شود. از سوی دیگر اندازه‌گیریهای مغناطیسی روی نمونه‌های چنبره‌ای نشان می‌دهد که با افزایش اندازهٔ دانه‌ها تراوایی مغناطیسی نمونه‌ها نخست افزایش می‌یابد ولی این روند ادامه نمی‌یابد بلکه پس از رسیدن به یک مقدار بیشینه شروع به کاهش می‌کند. علت آن با استفاده از سازوکار جابه‌جایی تخلخلها از روی مرزدانه‌ها به درون دانه‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

واژه‌های کلیدی : فریت نرم ، تف‌جوشی ، ریزساختار ، تراوایی چنبره

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]

مقدمه

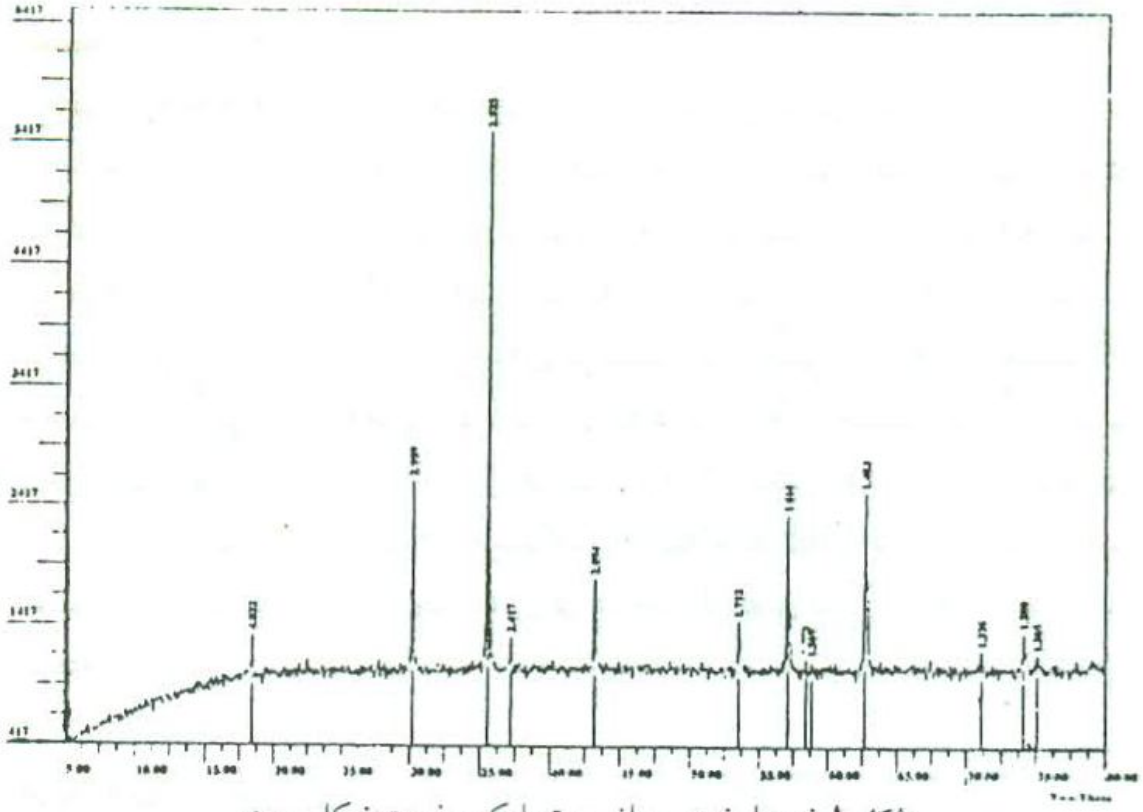
فریتهای نرم به‌خاطر مقاومت الکتریکی بالا از اتلاف جریان گردابی کمی به‌ویژه در بسامدهای بالا برخوردارند[۱]. در این بسامدها استفاده از مواد فرومغناطیس فلزی ممکن نیست. یکی از پر کاربردترین فریتهای نرم، فریت نیکل-روی است که هم در بسامدهای پایین (زیر۲MHz) و هم در بسامدهای بالا کاربرد دارد[۲]. یکی از مسائل عمده در تولید این فریتها مواد اولیه به‌ویژه اکسید آهن است. این اکسید معمولاً از محصولات جانبی کارخانه‌های فولاد تهیه می‌شود. با توجه به اهمیت بسیار ناخالصیها در ویژگیهای مغناطیسی فریتها، به‌ویژه فریتهای نرم [۳]،اکسید آهن جانبی کارخانه‌های فولاد برای استفاده در ساخت این فریتها نیاز به اصلاح دارد. در این کار اکسید آهن مجتمع فولاد مبارکه پس از خالص سازی در ساخت فریتهای نیکل و نیکل-روی به‌کار گرفته شد.

فرایندهای آزمایش

فریت نیکل-روی از نوع فریتهای نرم مغناطیسی و با فرمول استوکیومتری NiZnFeO است. مواد اولیه برای تهیهٔ فریت نیکل-روی، اکسید آهن سه‌ظرفیتی، اکسید نیکل و اکسید روی است. اکسید آهن به‌کار رفته در ساخت نمونه‌ها یک محصول جانبی مجتمع فولاد مبارکه است که پس از خالص‌سازی درجهٔ خلوص آن به ۹۹/۴ درصد رسید. اکسیدهای نیکل و روی به‌کار رفته در ساخت نمونه‌ها از نوع آزمایشگاهی و از شرکت مرک آلمان بود. در ساخت تمامی نمونه‌هااز روش سرامیکی تر استفاده شد. در این روش نخست مواد خام با نسبتهای مناسب توزین و سپس به‌روش تر مخلوط شدند. آنگاه نمونه‌های مخلوط شده در یک کورهٔ الکتریکی با آهنگ گرمایش ۵ درجه سانتیگراد بر دقیقه تا دمای ۱۱۰۰ برده شد آن‌گاه به‌مدت یک ساعت در این دما برشته شد. در این مرحله فاز فریت مورد نظر، با توجه به نمودارهای XRD، به‌دست آمد (شکل ۱). این نمودار با استفاده از دستگاه پراش‌سنج مدل JEOL Gdx8030 تهیه شد.

برای تهیه فریت نیکل-روی با خواص مغناطیسی مطلوب، پودر برشته شده در زمانهای گوناگون آسیاب شد تا اندازهٔ ذرات به حدود یک میکرون برسد. پارامتر مهم در این مورد آسیاب کردن است که می‌توان با تغییر آن قطر ذرات را تغییر داد. اندازهٔ ذرات را با عکسبرداری به‌وسیلهٔ SEM تعیین کردیم.

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]



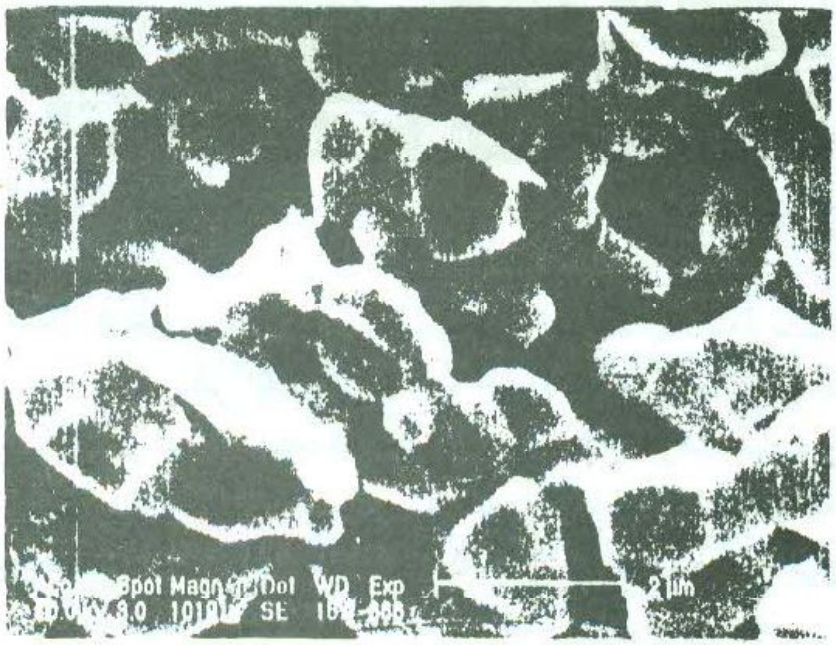
شکل ۱ نمودار نوعی پراش پرتو ایکس فریت نیکل-روی

پودرهای آسیاب شده در قالبهای فولادی به شکلهای چنبره و قرص در فشار یک نیوتن بر سانتیمتر مربع فشرده شد و سپس مورد تف‌جوشی قرار گرفت. نمونه‌های با فرمول استوکیومتری NiFeO از دمای ۱۲۵۰ °C تا ۱۵۵۰ °C و نمونه‌های با فرمول استوکیومتری NiZnFeO از دمای ۱۲۵۰ °C تا ۱۵۰۰ °C در بازه‌های یکسان ۵۰°C تف‌جوشی شدند. پس از تف‌جوشی این نمونه‌ها با سیم مسی روپوش‌دار به قطر ۰/۴ mm به‌طور کامل و با دقت فراوان سیم‌پیچی شدند و القائیدگی، L، آنها با یک دستگاه LCR سنج رقمی، مدل Leader LCR-745 اندازه‌گیری شد. با اندازه‌گیری L، توانستیم تراوایی نمونه‌ها را محاسبه کنیم [۴]. نمونه‌هایی به شکل قرص نیز درست در همان شرایطی که چنبره‌ها تهیه شده بودند، تهیه شدند و برای عکسبرداری از میکروسکوپ الکترونی روبشی، (SEM مدل PHILIPS XL30)استفاده شد. برای اندازه‌گیری مغناطش اشباعی نمونه‌ها از یک دستگاه VSM مدل OXFORD INSTRUMENTS CO. با بیشینهٔ میدان ۳۰KOe استفاده کردیم. مغناطش اشباعی نوعی فریتهای نیکل ۵۰emu/g و برای فریتهای نیکل-روی ۷۵emu/g بود.

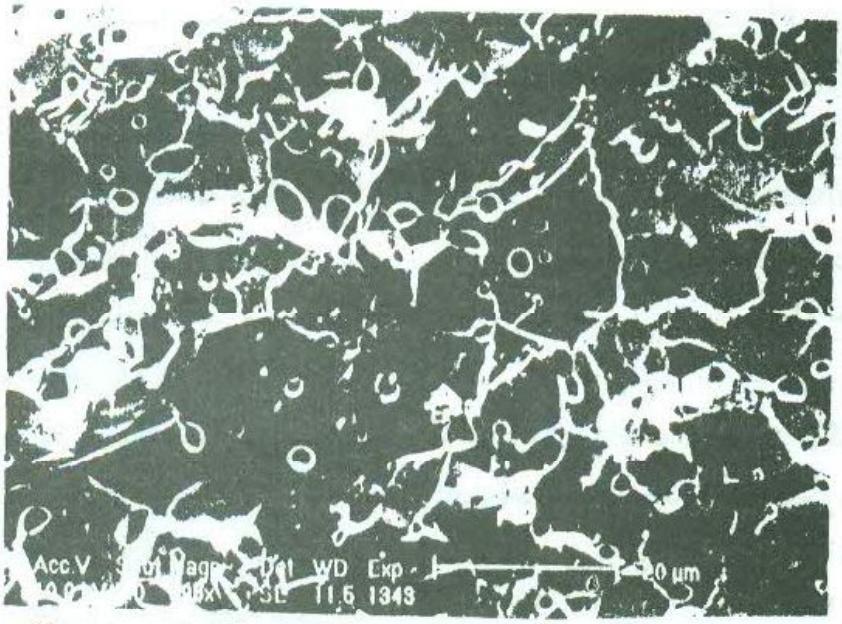
[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]

بحث و برداشت

تصویرهای میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از نمونه‌ها نشان می‌دهند که با افزایش دمای تف‌جوشی اندازهٔ دانه‌ها بزرگتر می‌شود. سه نمونه از این تصویرها که از سه نمونهٔ فریت نیکل با دماهای تف‌جوشی مختلف برداشته شدند در شکلهای ۲ تا ۴ دیده می‌شوند. به کمک این تصاویر میانگین اندازهٔ دانه‌ها به‌روش آماری محاسبه شد[۵].

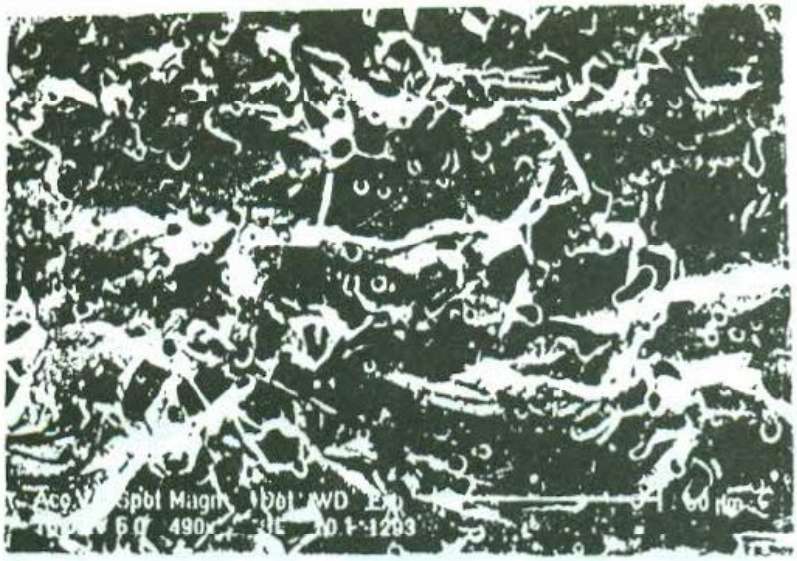


شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی فریت نیکل با دمای تف‌جوشی ۱۲۵۰°C.



شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی فریت نیکل با دمای تف‌جوشی ۱۵۰۰°C.

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]

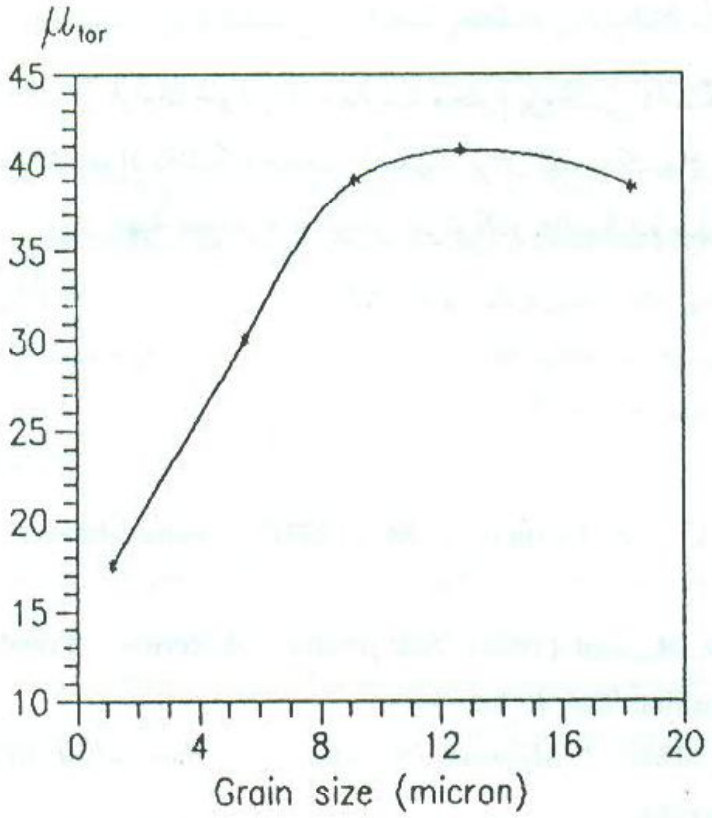


شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی فریت نیکل با دمای تف‌جوشی ۱۵۵۰°C.

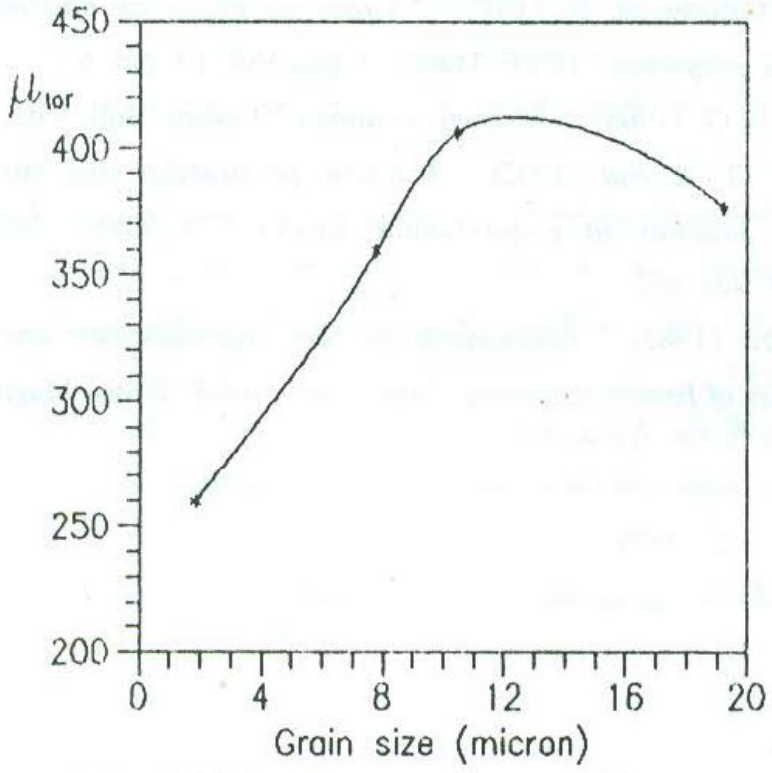
در شکل ۵ تغییرات تراوایی برحسب میانگین اندازهٔ دانه رسم شده است. چنانکه دیده می‌شود، وقتی اندازهٔ دانه‌ها به حدود ۱۳ میکرون می‌رسد، تراوایی مغناطیسی بیشینه کی‌شود. از آنجا که حضور مرزدانه‌ها از حرکت آزاد دیوارهٔ حوزه‌ها جلوگیری می‌کند [۶، ۷، ۸]، با افزایش مرزدانه‌ها مغناطش کاهش یافته و تراوایی کوچکتر می‌شود. به همین دلیل بنابر شکل ۵ با افزایش اندازهٔ دانه‌ها، تراوایی افزایش می‌یابد[۵]. اما با وجود افزایش اندازهٔ دانه‌ها، تراوایی پس از رسیدن به یک بیشینه کاهش می‌یابد که علت آن را باید به تخلخل ربط داد. تخلخل یک عامل مهم ریزساختاری است که حرکت دیوارهٔ حوزه‌ها را محدود می‌کند [۶،۷،۸]. حضور تخلخلها و سایر ناکاملیها، به‌ویژه در درون دانه‌ها باعث میخکوب شدن دیوارهٔ حوزه‌ها می‌شود [۶]. با رشد دانه‌ها بسیاری از تخلخلها به وسیلهٔ مرزدانه‌ها روبش می‌شوند و در درون دانه‌های رشد یافته قرار می‌گیرند. تخلخلها درون دانه‌ای (inter-granular) هستند[۴، ۶]. نتیجه آن که وقتی دانه‌ها بی‌اندازه بزرگ شوند آنقدر تخلخل در آنها جمع می‌شود که بر مسئلهٔ بزرگتر شدن اندازهٔ دانه‌ها چیره شده و در یک نقطهٔ خاص باعث کاهش تراوایی می‌شود.

شکل ۶ تغییرات تراوایی برحسب میانگین اندازهٔ دانه برای فریت نیکل– روی را نشان می‌دهد. چنان که دیده می‌شود، وقتی اندازهٔ دانه‌ها به حدود ۱۱ میکرون می‌رسد تراوایی مغناطیسی بیشینه می‌شود. تفسیر و نتیجه‌گیری از این پدیده دقیقاً مانند فریت نیکل است که پیش از این گفته شد.

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]



شکل ۵ تغییرات تراوایی مغناطیسی چنبره بر حسب میانگین اندازهٔ دانه برای فریت نیکل.



شکل ٦ تغییرات تراوایی مغناطیسی چنبره بر حسب میانگین اندازهٔ دانه برای فریت نیکل-روی.

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]

قدردانی

مؤلفین این مقاله تشکر فراوان خود را از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه اصفهان و نیز همکاریهای دانشکدهٔ مواد دانشگاه صنعتی اصفهان برای تهیه عکسهای SEM،دانشگاه علم‌وصنعت ایران برای تهیهٔ نمودارهای پراش پرتوX،و دانشکدهٔ مهندسی دانشگاه اصفهان ابراز می‌دارند.

مراجع

1. Mouslson, A. J. & Herbert, J. M. (1993) "*Electroceramics*", Champan & Hall.
2. Buessem, W. R., *etal* (1974) "*Soft ferrites - A Review*" Powder Metallurgy International, Vol. **6**, No. 3, .
3. Heck, C. (1974) " *Magnetic materials and their application* ", London Butterworths, .
4. Goldman, A. (1990) " *Modsrn ferrite technology* " Van Norstand Reinhhold.
5. Inui, T. & Ogasawara, N. (1977) " *Grain-size effects on microwave ferrite magnetic properties* " IEEE Trans. Magn., Vol. **13**, No. 6.
6. Brockman, F. G. (1968) " *Magnetic ceramics* " Ceram. Bull, Vol. **47**, No. 6.
7. Johson, M. T. & *etal* (1992) " *Magnetic premeability and intra-granular domain stracture in polycrystalline ferrites* " J. Magn. Mater., Vol. **104-107**, 421-422.
8. Rikukawa,H. (1982) " *Relationship between microstracture and magnetic properties of ferrites contaning closed pores*" IEEE Trans. Magn., Vol. **18**, No. 6,

[Downloaded from ijcm.ir on 2024-03-29]