

The Effect of Microstructure in Magnetic Properties of Barium Ferrite

Zaker, A. M

Iran University of Science and Technology, Department of Physics, Tehran, Iran

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

Abstract : To study the effect of microstructures, long-time grinding and nonmagnetic phase on magnetic properties of barium ferrite, isotropic samples of barium ferrite magnets, $\text{Ba}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_3$, were prepared by ceramics and co-precipitation methods. Magnetic measurements indicate a higher demagnetization of the samples prepared by chemical method due to lack of remanent stress and crystallographic imperfections in this case. Also, the intermediate nonmagnetic phase is less in samples prepared by chemical method. The optimum sintering temperature for maximum store of magnetic energy is 925-950°C for chemical and 950-1000°C for ceramic methods.

پژوهشی

بررسی نقش ریزساختار در رفتار مغناطیسی آهن رباهای دائمی فریت باریم

عبدالمهدی ذاکر
دانشکده فیزیک - دانشگاه علم و صنعت ایران

چکیده: به منظور بررسی نقش ریز ساختار، تنش های ناشی از آسیاب کردنهای طولانی و تشکیل فازهای نامغناطیسی در خواص مغناطیسی فریت باریم همسانگرد، نمونه هایی از آن به دو روش همرسوبی شیمیایی و سرامیکی تهیه شده و خواص مغناطیسی آنها با هم مقایسه شدند.

نتایج این پژوهش نشان می دهند که نیروی وامغناطیسی نمونه های تهیه شده به روش شیمیایی نسبت به نمونه های سرامیکی، به دلیل نبودن تنشهای باقیمانده، و نقایص بلوری پس از عملیات طولانی آسیاب کردن بزرگتر است. همچنین فازهای میانی نامغناطیسی در نمونه های شیمیایی در مقایسه با نمونه های سرامیکی بسیار کمتر است. بهترین گستره دما برای کلوخه شدن نمونه های شیمیایی $925-950^{\circ}\text{C}$ و نمونه های سرامیکی $950-1000^{\circ}\text{C}$ است.

واژه های کلیدی: ریز ساختار، فاز مغناطیسی، نقایص بلوری، همرسوبی شیمیایی

مقدمه

کاربرد گسترده قطعات مغناطیسی در صنایع الکترونیک، وسایل پزشکی، و غیره موجب شده است تا پژوهش های بسیاری در مورد خواص فیزیکی، ترمودینامیکی، ساختاری، و خواص مغناطیسی مواد انجام شود [۱]. فریت ها که از جمله ترکیبهای جامد اکسیدی

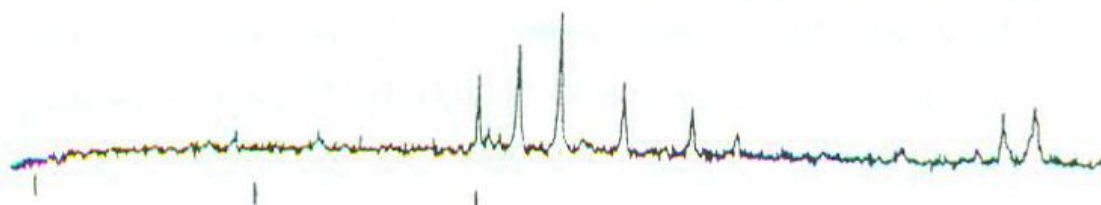
به شمار می آیند، دسته مهمی از مواد مغناطیسی را تشکیل می دهند. این مواد مقدار زیادی آهن سه ظرفیتی (Fe^{+3}) دارند، و از لحاظ ساختاری به سه دسته بزرگ اسپینلی، نارسنگی (گارنت)، و شش گوشه (هگزاگونال) تقسیم می شوند. یکی از فریت های مهم که به فراوانی در ساخت مغناطیسهای دائمی به کار می رود، فریت باریم شش گوشه $BaFe_{12}O_{19}$ است. ارزانی مواد اولیه، مقاومت ویژه الکتریکی بالا، و خواص مغناطیسی خوب این فریت که ناشی از انرژی ناهمسانگردی زیاد است، سبب شده اند تا پژوهشهای گسترده ای روی فریت باریم انجام گیرد [۲-۴].

عوامل چندی بر خواص مغناطیسی فریتها اثر می گذارند که مهمترین آنها عبارت اند از ریز ساختار (اندازه دانه ها)، تنش های ناشی از آسیاب کردنهای طولانی، تشکیل فازهای نامغناطیسی، و دمای کلوخه شدن، که بررسی نقش آنها در خواص مغناطیسی فریت باریم هدف این پژوهش است.

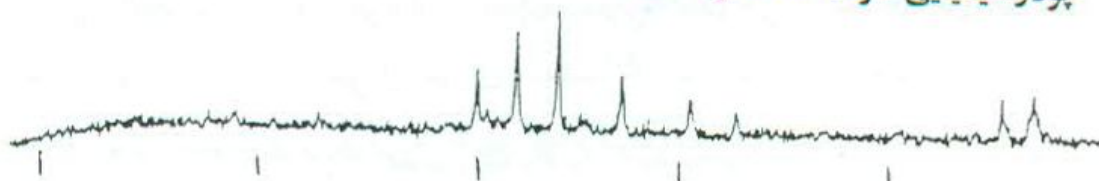
روش تهیه نمونه و آزمایش

فریت باریم را به روشهای گوناگونی تهیه می کنند [۵-۸]. برای بررسی نقش ریز ساختار در خواص مغناطیسی فریت باریم، نمونه هایی از آن به دو روش هم رسوبی شیمیایی و سرامیکی ساخته و خواص مغناطیسی آنها مقایسه شدند. در روش هم رسوبی شیمیایی، از کلرید آهن $FeCl_3$ و کلرید باریم $BaCl_2$ آبدار به نسبت وزنی $Fe/Ba = ۱۲$ استفاده شد. مواد اولیه را درون یک بشر حاوی مقداری آب مقطر ریخته و آنها را مخلوط کردیم. سپس با ریختن این مخلوط در یک محلول قلیایی ($PH > ۱۳$) بلافاصله ژلی آجری رنگ به دست آمد. برای بیرون راندن یونهای OH ، که موجب تخریب ساختار فریت باریم می شوند، ژل به دست آمده را با آب مقطر شستشو دادیم. پس از خشک کردن محصول، ماده بی شکل (Amorphous) به دست آمد، که با گرم کردن آن تا دمای حدود $۷۳۵^{\circ}C$ فاز بلوری شکل گرفت. بررسیهای پراش سنجی پرتو X (XRD) و آنالیز گرمایی (DTA) نمونه ها، تشکیل فاز بلوری را در آن ناحیه دمای تأیید می کنند (شکل ۱). پودر تهیه

پودر شیمیایی کلوخه شده در 850°C



پودر شیمیایی کلوخه شده در 700°C



پودر شیمیایی کلوخه شده در 500°C



پودر شیمیایی کلوخه شده در 300°C



پودر شیمیایی خام



10 20 30 40 50 2θ

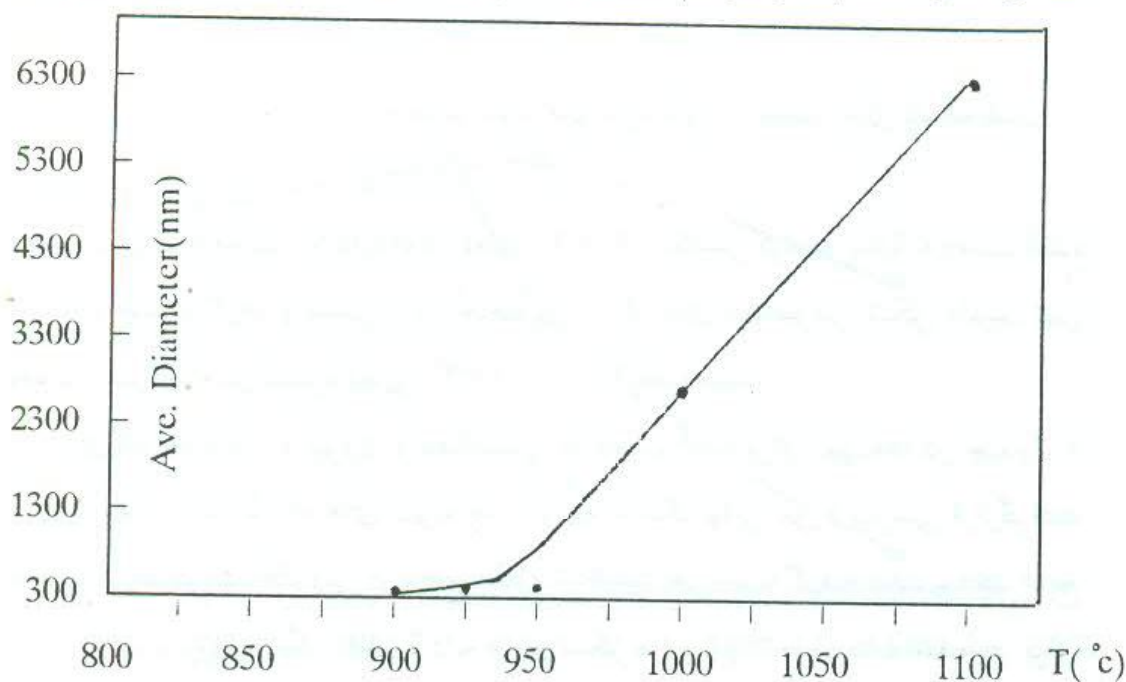
شکل ۱ شکل گیری ساختار بلوری فریت باریم تهیه شده به روش هم‌رسوبی شیمیایی.

شده، در کوره الکتریکی و در حضور اکسیژن به مدت یک ساعت در دمای 950°C تکلیس شد، و سپس با آسیاب دوباره آن، شکل دهی نمونه‌ها در قالبهای مخصوص انجام گرفت. و سرانجام در چند دمای مختلف ($900-1000^{\circ}\text{C}$) آنها را به صورت کلوخه در آوردیم.

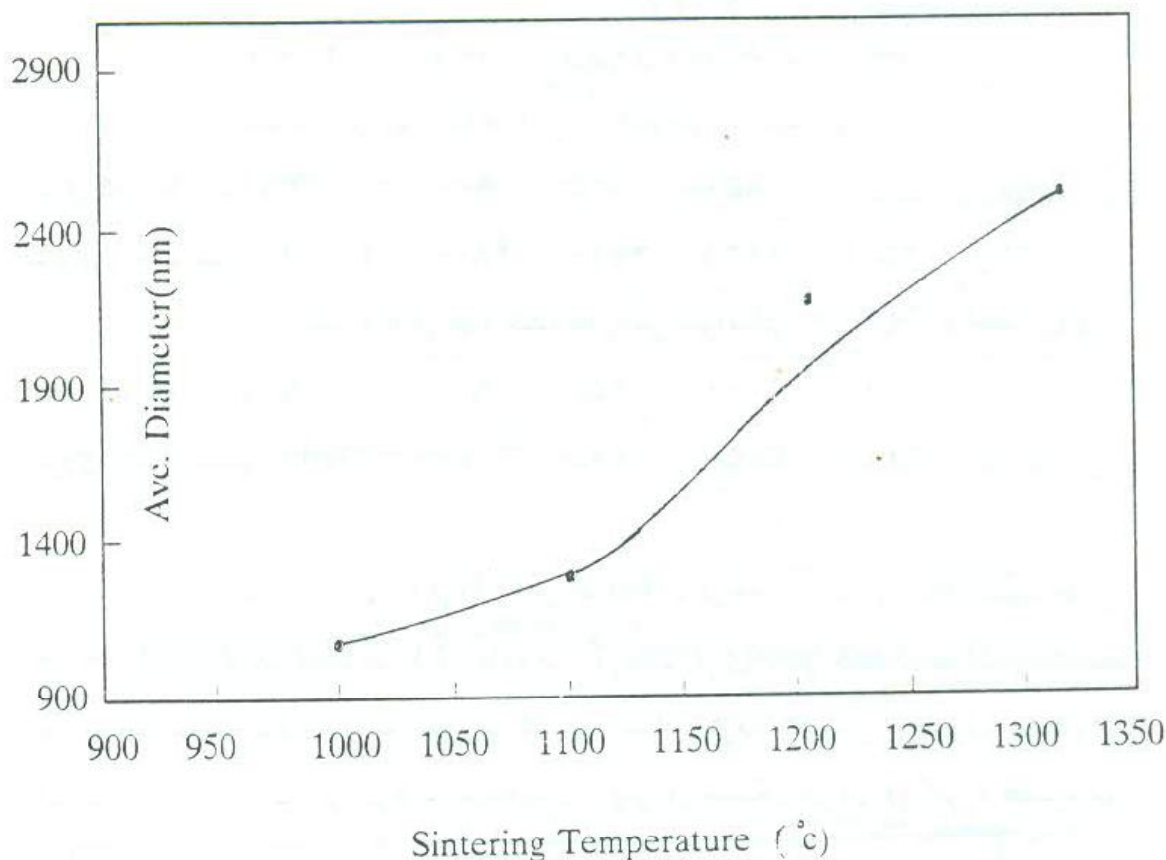
جدول ۱ دمای کلوخه شدن و نیروی و امغانطیسی نمونه‌ها

نمونه های تهیه شده به روش همرسوبی شیمیایی					
دمای کلوخه شدن (°C)	۹۰۰	۹۲۵	۹۵۰	۱۰۰۰	۱۱۰۰
نیروی و امغانطیسی (Oe)Hc	۴۸۰۰	۴۷۱۰	۴۶۲۵	۲۵۰۰	۱۲۱۰
نمونه های تهیه شده به روش سرامیکی					
دمای کلوخه شدن (°C)	۹۰۰	۹۵۰	۱۰۰۰	۱۱۰۰	
نیروی و امغانطیسی (Oe)Hc	۳۰۵۰	۳۰۸۵	۳۱۵۰	۲۶۵۰	

در روش سرامیکی، مواد $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ و BaCa_3 با درجه خلوص بالا، به نسبت مولی $\text{BaCO}_3/\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 = 1/6$ مورد استفاده قرار گرفتند. برای یکنواخت کردن اندازه ذرات پودر، نخست مواد اولیه را به صورت خشک آسیاب کرده و سپس با افزودن مقداری متانول آنرا آسیاب تر کردیم. محصول را پس از خشک کردن در کوره همراه با



شکل ۲ تغییرات اندازه میانگین دانه ها در نمونه های تهیه شده به روش شیمیایی بر حسب دمای کلوخه شدن.



شکل ۳ تغییرات اندازه میانگین دانه ها در نمونه های سرامیکی بر حسب دمای کلوخه شدن.

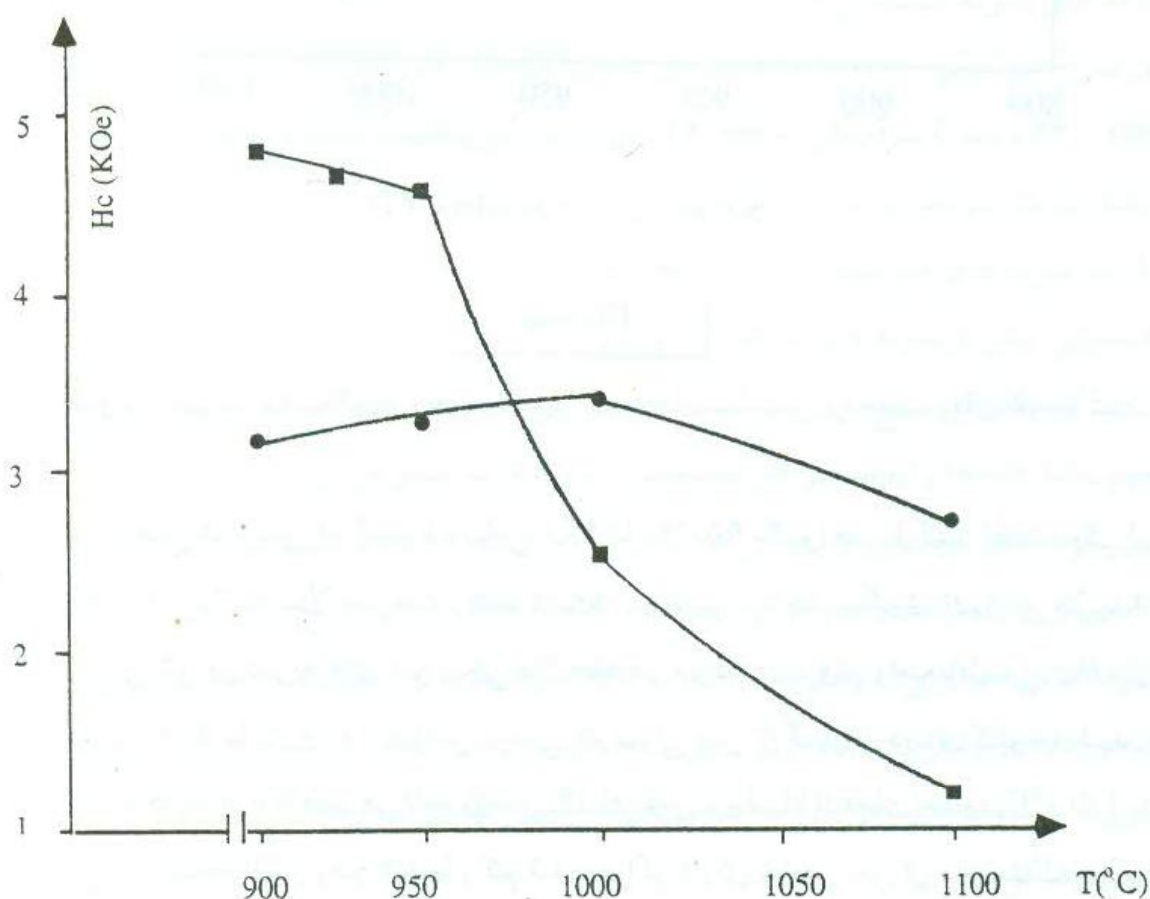
دمیدن اکسیژن به مدت ۹۰ دقیقه، در دمای 1200°C تکلیس کردیم. ماده به دست آمده را دوباره آسیاب کرده و سپس پودر حاصل را در قالبهای مخصوص شکل دادیم. این محصول سرانجام در کستره دمایی $900-1100^{\circ}\text{C}$ پخته شد.

دمای کلوخه شدن و نیروی و امغانطیسی به دست آمده برای نمونه ها در جدول ۱ آورده شده اند. اندازه دانه های نمونه ها با توجه به عکسهایی مورد بررسی قرار گرفتند که با میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع شکست هر نمونه گرفته شده بودند. نتایج به دست آمده برای میانگین اندازه دانه ها در شکل های ۲ و ۳ نشان داده شده اند. برای اندازه گیریهای مغناطیسی نمونه ها از دستگاه حلقه پسمانده مغناطیسی (DC Magnetic Hysteresis Loop) موجود در پژوهشگاه مواد و انرژی استفاده شد.

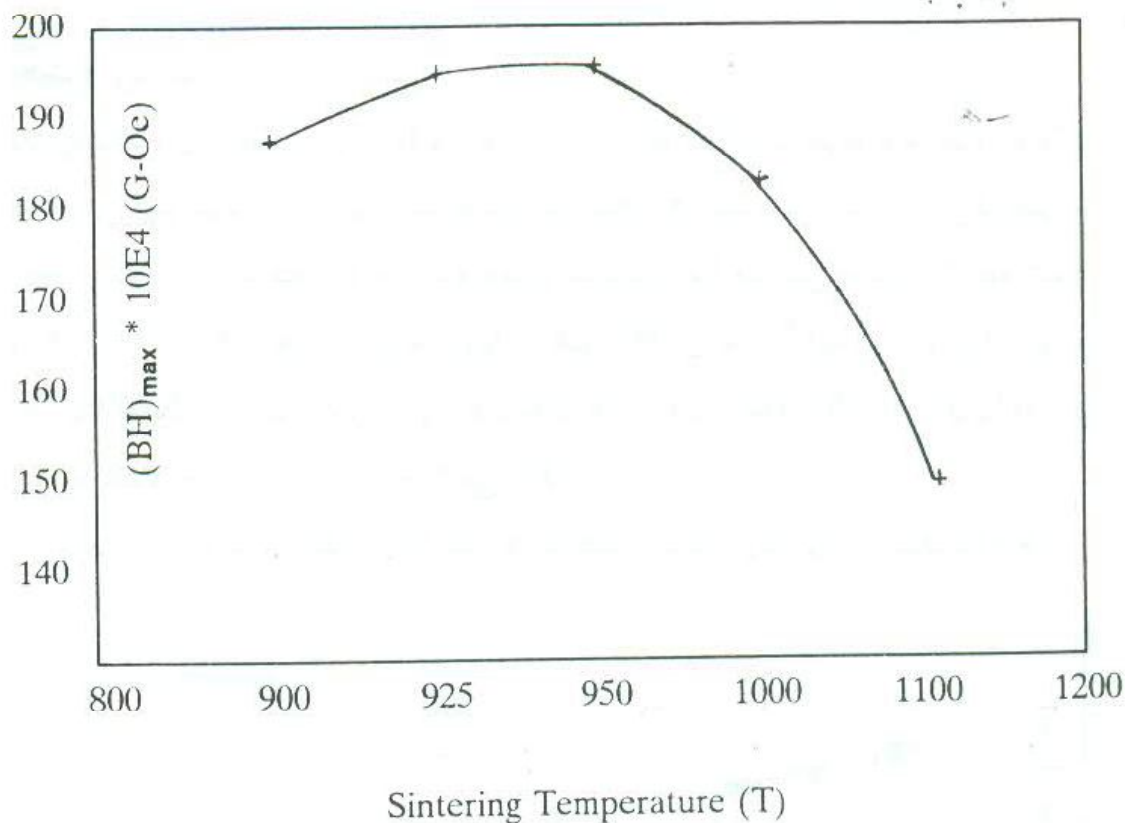
بحث و برداشت

تغییرات نیروی وامغناطیسی، H_c ، بر حسب دمای کلوخه شدن نمونه های تهیه شده، به دو روش همرسوبی شیمیایی و سرامیکی در شکل ۴ رسم شده اند. از این منحنی ها چنین بر می آید که H_c در نمونه های شیمیایی با افزایش دمای کلوخه شدن ($900-1100^{\circ}\text{C}$) کاهش می یابد. روند کاهش H_c در آغاز آرام است، ولی از دمای 950°C به بالا، شدت بیشتری می یابد، به گونه ای که در دمای 1100°C تقریباً به یک چهارم مقدار خود در دمای 900°C می رسد.

کاهش نیروی وامغناطیسی با رشد دانه ها ارتباط دارد. روند رشد دانه ها در



شکل ۴ نیروی وامغناطیسی نمونه های شیمیایی (■) و سرامیکی (●) بر حسب دمای کلوخه شدن



$$+ (BH)_{\max} - T$$

شکل ۵ تغییرات بیشینه انرژی ذخیره شده در نمونه های شیمیایی بر حسب دمای کلوخه شدن.

نمونه های شیمیایی در گستره دمایی ۹۰۰ تا ۹۵۰°C یکنواخت و کند است، ولی از دمای ۹۵۰°C به بالا سرعت رشد دانه ها به صورت چشمگیری افزایش می یابد (شکل ۲). در نمونه های سرامیکی ملاحظه می شود که نیروی و امغاناطیسی، H_c ، از دمای ۹۰۰ تا ۱۰۰۰°C افزایش آرامی دارد ولی پس از گذر از دمای کلوخه شدن ۱۰۰۰°C دوباره کاهش می یابد (شکل ۴). افزایش اولیه H_c تا دمای حدود ۱۰۰۰°C را می توان نتیجه از بین رفتن تنشها و کم شدن مراکز دارای نقایص بلوری دانست که در اثر آسیاب کردن پودر نمونه ها به وجود می آید [۹]. کاهش بعدی H_c در بالاتر از دمای ۱۰۰۰°C به رشد دانه مربوط می شود.

مقایسه نتایج اندازه گیریهای مغناطیسی نمونه ها نشان می دهد که در گستره دمایی ۹۰۰ تا ۹۵۰°C مقدار نیروی وامغناطیسی نمونه های شیمیایی بیش از نمونه های سرامیکی است. علت این است که در آن گستره دمایی، ذرات نمونه های شیمیایی بسیار ریزتر از ذرات نمونه سرامیکی هستند (شکلهای ۲ و ۳). مقدار کاهش H_c در نمونه های شیمیایی در گستره دمایی ۹۵۰ تا ۱۱۰۰°C بیش از میزان کاهش نمونه سرامیکی در گستره دمایی ۱۰۰۰ تا ۱۱۰۰°C است. این امر را می توان با مقایسه میانگین اندازه ذرات در دماهای متناظر توجیه کرد. با توجه به شکلهای ۲ و ۳ دیده می شود که میانگین اندازه دانه های نمونه شیمیایی در دمای ۱۰۰۰°C برابر است با ۲۸۰۰ nm، در حالی که در نمونه سرامیکی، ۱۰۲۰ nm است. در دمای ۱۱۰۰°C اندازه ذرات نمونه شیمیایی به ۶۳۰۰ nm و نمونه سرامیکی به ۱۲۴۰ nm می رسد. این واقعیت نشان می دهد که سرعت رشد ذرات نمونه های شیمیایی، به دلیل بسیار ریزتر بودنشان، چند برابر سرعت رشد ذرات نمونه های سرامیکی است، و در نتیجه کاهش نیروی وامغناطیسی نمونه های شیمیایی بیش از نمونه های سرامیکی می شود.

با توجه به کل نتایج به دست آمده مشخص می شود که دمای کلوخه شدن از عوامل مهم رشد دانه ها و ایجاد خواص مغناطیسی نمونه ها به شمار می آید. رشد اندازه ذرات در نمونه های شیمیایی وابستگی شدیدی به دمای کلوخه شدن دارد در حالی که این وابستگی در نمونه های سرامیکی ضعیف تر است. علاوه بر این نتایج نشان می دهند که نمونه های شیمیایی، در مقایسه با نمونه های سرامیکی، از کیفیت مغناطیسی بهتری برخوردارند. بیشترین مقدار برای انرژی مغناطیسی ذخیره شده در نمونه های شیمیایی مربوط به نمونه هایی می شود که دمای کلوخه شدن آنها در گستره دمایی ۹۵۰-۹۲۵°C است (شکل ۵).

تشکر و قدردانی

بدینوسیله از جناب آقای دکتر مضطرزاده ریاست محترم پژوهشگاه مواد و انرژی به خاطر موافقت با انجام اندازه‌گیریهای مغناطیسی در پژوهشگاه، و نیز از آقای دکتر بهره‌ور به خاطر همکاریهایشان در این زمینه و ارائه پیشنهادهای ارزنده در مسائل تجربی قدردانی و سپاسگزاری می‌شود.

مراجع

- 1 - Bushchow, Kh. (1988) *Ferromagnetic Materials*, Vol. 4 Elsevier Science Publ. Bv.
- 2 - Hilo, El., Roeslre, M. (1994) *J. M. M. M.*, 129 , 339-347.
- 3 - Gownet, P. *et. al.* (1992) *J. M. M. M.*, 114 ,193-201.
- 4 - Pfeiffer, H. and Suhueppel, M. (1990) *Phy. Stat. Sol.(a)*, 119 , 259.
- 5 - Haneda, K. (1987) *IEEE Trans. Mag.* MAG-23, 3134-3136.
- 6 - Takada, T. *et. al.* (1969) *Bull. Ins. chem. Res*, Kyoto Univ., 47, 298.
- 7 - Sakai, H. *et. al.* (1992) *IEEE Trans. Mag.* 28(6), 3355-3361.
- 8 - Tanigawa, H. *et. al.* (1964) *Osaka Kogyo Gijutsu Shi-kensho Koho*, 15, 285.
- 9 - Haneda, K. *et. al.* (1974) *J. Amer. ceram. soc.* 57(2), 68-71.