

تأثیر دمای پخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی الکتریکی نانوذرات $PbFe_{11}Co_1O_{19}$

سید ابراهیم موسوی قهفرخی^{*}، راحله کیان علیخانی، ایرج کاظمی نژاد

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

(دریافت مقاله: ۹۵/۸/۲۶، نسخه نهایی: ۹۵/۱۱/۲۳)

چکیده: در این پژوهش، نانوذرات $PbFe_{11}Co_1O_{19}$ با دماهای پخت ۶۰۰، ۷۰۰، ۷۵۰، ۸۰۰، ۸۵۰ و ۹۰۰ °C در زمان پخت ۳ ساعت به روش سل-ژل تهیه شدند. خواص ساختاری، ریزساختاری و ریختشناسی نمونه‌ها به روش پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) و بیناب سنج فروسرخ تبدیل فوریه (FT-IR) مورد بررسی قرار گرفت. همچنین خواص مغناطیسی و دی الکتریکی نمونه‌ها به روش مغناطیس سنج نمونه نوسانی (VSM) و LCR متر مورد شاخص‌یابی قرار گرفته است. نتایج حاصل از اندازه‌گیری ساختاری نشان می‌دهند که درصد فاز هگزافریت سرب با افزایش دمای پخت تا ۸۰۰ °C افزایش یافته و در دماهای پخت بیش از ۸۰۰ °C درصد این فاز کاهش می‌یابد. نتایج حاصل از اندازه‌گیری مغناطیسی نمونه‌ها نشان می‌دهند که چون با افزایش دما تا ۸۰۰ °C درصد تشکیل فاز هگزافریت سرب آلائیده با کبالت افزایش یافته بنابراین، مغناطش اشباع افزایش می‌یابد. همچنین نتایج خواص دی الکتریکی نشان می‌دهند که با افزایش بسامد، ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک کاهش می‌یابند، که بیانگر این است که نمونه‌های یاد شده برای کاربرد در تجهیزات ریزموجی می‌توانند مناسب باشند.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات $PbFe_{11}Co_1O_{19}$ ؛ دمای پخت؛ سل-ژل؛ خواص ساختاری؛ خواص مغناطیسی؛ خواص دی الکتریکی.

مقدمه

امروزه تولید نانوپودرهای مغناطیسی بیش‌ترین سهم را در فناوری مغناطیسی به‌خود اختصاص داده است. از جمله دستاوردهای فناوری نانو در صنعت مغناطیس، می‌توان به امکان تولید قطعات مغناطیسی با کیفیت‌تر و بسیار کوچک‌تر اشاره کرد. فریت‌ها دسته‌ای از مواد مغناطیسی هستند که با رشد روزافزون فناوری‌های ارتباطی، بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱]. فریت‌های سخت به‌دلیل خواص منحصر به-فردشان از قبیل مقاومت الکتریکی بالا، مغناطش اشباع بالا، ناهمسانگردی مغناطیسی تک‌محوری بالا، وادارندگی مغناطیسی بالا و نیز کاربرد در آهن‌رباهای دائمی، محیط‌های ضبط مغناطیسی با چگالی بالا، جاذب‌های مایکروویو، امواج رادار و تجهیزات مایکروویو توجه زیادی را به‌خود جلب کرده‌اند [۲، ۳]. بین سه فریت ششگوشی نوع M، هگزافریت سرب

خیلی کم‌تر از دو نوع دیگر (هگزافریت استرانسیوم و هگزافریت باریوم) مورد بررسی قرار گرفته است [۴]. اخیراً این نوع فریت (هگزافریت سرب) مورد توجه زیادی قرار گرفته، چرا که نسبت به دو نمونه‌ی مشابه خود دارای دمای بلوری شدن پایین‌تری می‌باشد [۵، ۶]. برای بررسی و بهبود خواص مختلف فریت شش‌گوشی جانشین‌سازی فلزات مختلف، به‌جای Fe^{3+} در این ترکیب انجام شده است [۷-۹]. خواص ساختاری و مغناطیسی فریت‌های ششگوش به عوامل مختلفی از قبیل: ترکیب شیمیایی، روش ساخت، اندازه‌ی ذرات و دمای پخت بستگی دارد [۱۰، ۱۱].

تاکنون برای تهیه‌ی فریت‌های ششگوشی از روش‌های متعددی از قبیل: هم‌رسوبی شیمیایی [۱۲]، سرامیکی [۱۳]، سل-ژل خود احتراقی [۱۴] و پیش‌ماده‌ی سیترات [۱۵] استفاده شدند. به دلیل کاربردهای متنوع صنعتی فریت‌های

^{*}نویسنده مسئول، تلفن: ۰۹۱۶۶۱۷۵۵۷۰، نمابر: ۰۶۱-۳۳۳۳۱۰۴۰، پست الکترونیکی: Musavi_ebrahim@yahoo.co.uk

برای تشکیل نانوذرات هگزافریت سرب آلاینده با کبالت به دست آمد.

بحث و برداشت

برای تعیین ساختار بلوری نمونه‌ها و بررسی فازها از پراش سنج پرتو ایکس، مدل Philips در گستره‌ی زاویه‌ای ۷۰-۱۰ درجه با تابش $\text{CuK}\alpha$ و طول موج $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ استفاده شد. چنانکه از الگوی پراش پرتو مورد نظر نمونه‌ها در شکل ۱ مشاهده می‌شود، الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های پخت‌شده در دمای ۶۰۰، ۷۰۰ و 750°C بلورینگی و شدت‌های پایینی دارند. وجود قابل توجهی فاز هماتیت در این دما به دلیل فرآیند پخت موضعی بوده و دمای پخت برای تشکیل فاز هگزافریت کافی نیست [۱۶]. هنگامی که دمای پخت به 800°C می‌رسد درصد فاز هماتیت که اثر نامطلوبی بر خواص مغناطیسی دارد، کمتر شده و در دمای‌های 850°C و 900°C تعداد قله‌های مرتبط به مونوفریت (CoFe_2O_4) کبالت افزایش یافته است. با افزایش دما به 900°C ، درصد فاز هماتیت دوباره افزایش می‌یابد و شدت قله‌های فاز هگزافریت سرب نیز در مقادیر بالایی قرار می‌گیرد. اضافه شدن فاز هماتیت را می‌توان به پایین بودن نقطه‌ی ذوب سرب وابسته دانست، لذا با بالا رفتن دما، سرب و اکسیژن موجود از سیستم خارج شده و با فقدان سرب مواجه می‌شود [۵].

کمیت‌های شبکه‌ی هگزاگونال (a, c)، نسبت $\frac{c}{a}$ ، حجم سلول واحد (V_{cell})، چگالی نمونه بر مبنای داده‌های پرتو ایکس (d_x)، متوسط اندازه‌ی نانوبلورک‌ها (D) و درصد فازهای موجود بنابر رابطه‌ی ۱ برای هریک از نمونه‌ها با دماهای مختلف محاسبه شده و در جدول ۱ آورده شده‌اند [۱۶، ۱۹]. بنابر جدول ۱ مقادیر $\frac{c}{a}$ برای همه نمونه‌ها کمتر از $\frac{3}{98}$ به دست آمدند، بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که ساختار همه‌ی نمونه‌ها، هگزاگونال از نوع M است [۲۰]. همچنین با افزایش دما، ثابت شبکه c کاهش می‌یابد زیرا با افزایش دما تخلخل نمونه‌ها کمتر شده و کاهش تخلخل سبب نزدیکی ذرات به هم و در نتیجه باعث کوچک شدن شبکه c می‌شود [۲۱].

$$\text{CoFe}_2\text{O}_4 (\%) = \frac{\sum I(\text{CoFe}_2\text{O}_4)}{A} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{PbFe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19} (\%) = \frac{\sum I(\text{PbFe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19})}{A} \times 100$$

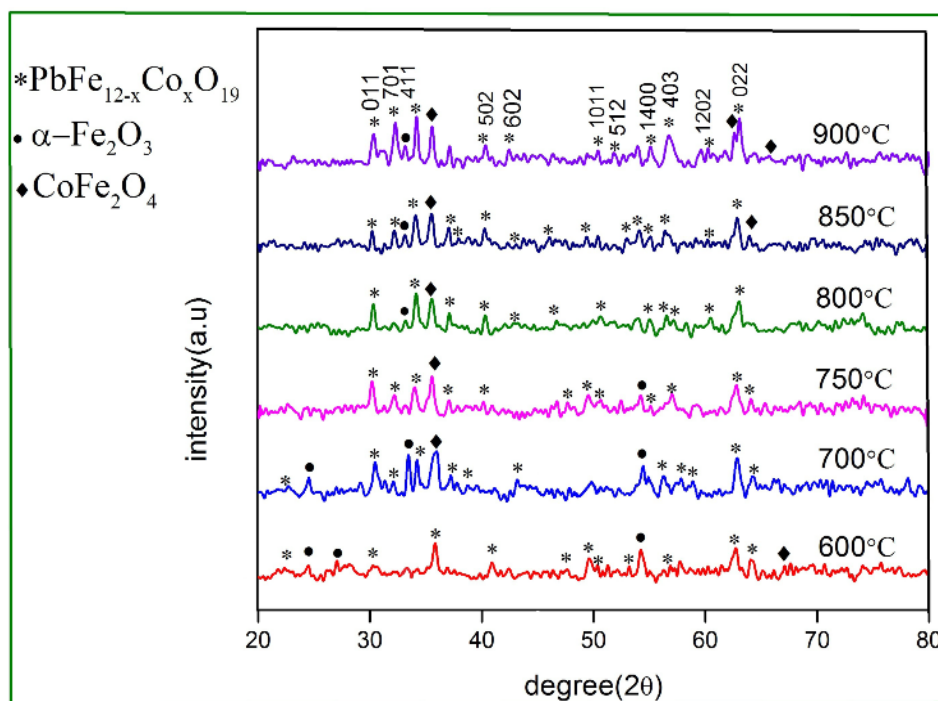
$$A = \sum I[\text{PbFe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}] + \sum I[\text{CoFe}_2\text{O}_4] + \sum I[\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3]$$

$$\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3 (\%) = \frac{\sum I(\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3)}{A} \times 100$$

ششگوش نوع M، تلاش‌های زیادی برای بهبود خواص مغناطیسی این نوع فریت‌ها با استفاده از کاتیون‌های فلزی و فلزات واسطه گرفته شده است [۱۶، ۱۷]. در این مقاله، با آلاینش کبالت در هگزافریت سرب $\text{PbFe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}$ با $x = 1$ به روش سل-ژل ساخته شدند و سپس تأثیر دمای پخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی‌الکتریکی آن‌ها گزارش شده‌اند. نتایج ساختاری و مغناطیسی این پژوهش در مقایسه با دیگران نشان می‌دهد که بیشترین درصد فاز و مغناطش در دمای پخت کمتری بدست آمده‌اند [۱۸].

شرح آزمایش و اندازه‌گیری‌ها

برای ساخت نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ به روش سل-ژل، عنصرسنجی مواد اولیه با معلوم بودن مقادیر جرم مولی و نسبت‌های مولی اولیه، تعیین شدند. مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش، ساخت شرکت مرک آلمان و دارای درجه خلوص بیش از ۹۹٪ هستند. در این مرحله جانشین‌سازی یون‌های Co^{2+} با شعاع یونی $0.74 \text{ \AA}$ ، به جای Fe^{3+} ، با شعاع یونی $0.64 \text{ \AA}$ ، مورد بررسی قرار گرفته‌اند. نخست نیترا ت آهن ۹ آبه $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ ، نیترا ت سرب $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ و نیترا ت کبالت ۶ آبه $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2]$ با جرم‌های معین در 150 میلی‌لیتر آب یونیده شده حل کرده و سپس محلول به دست آمده برای گرمادهی غیرمستقیم برای تشکیل ژل در حمام آب، قرار داده شد. برای همگن ساختن، محلول را در حمام آب 80°C در یک هم‌زن مغناطیسی قرار داده و سپس به محلول یاد شده اسید سیتریک ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) با نسبت مولی اسید سیتریک به Pb^{2+} برابر با یک، به محلول اضافه شد. برای این که محلول اسیدی در محیطی خنثی به ژل تبدیل شود، از آمونیاک که برای خنثی‌سازی و تنظیم pH محلول به مقدار ۷ استفاده شد. فرآیند چرخشی محلول در دمای 80°C با استفاده از هم‌زن مغناطیسی، تا زمانی که سل به ژلی یک‌دست با چسبندگی بالا تبدیل شود ادامه داده شد. ژل تهیه شده در دمای 90°C درون آون الکتریکی کاملاً خشک شده و در نهایت ژلی خشک و قهوه‌ای به دست آمد. براساس نتایج به دست آمده از این بررسی، نمونه‌ای با مقدار ژل خشک $x=1$ در دماهای ۶۰۰، ۷۰۰، ۷۵۰، ۸۰۰، ۸۵۰ و 900°C مدت ۳ ساعت، پخت شد. پس از پخت و با بررسی نتایج حاصل از طیف پراش پرتو ایکس (XRD)، طیف فروسرخ تبدیل فوریه (FT-IR)، میکروسکوپ الکترونی روبشی و با گسیل میدانی (FESEM)، مغناطیس-سنج نمونه ارتعاشی (VSM) و LCR متر دمای پخت بهینه



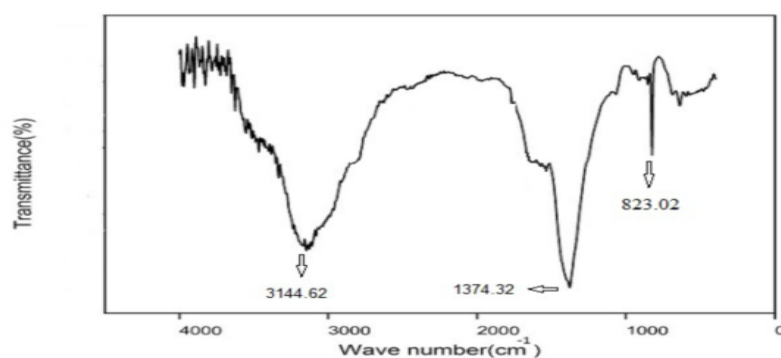
شکل ۱ الگوی XRD نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ در دماهای مختلف با زمان ۳ ساعت.

جدول ۱ پارامترهای شبکه هگزاگونال (a, c)، حجم سلول واحد (V_{Cell})، اندازه‌ی متوسط نانوبلورک‌ها (D) و چگالی نمونه بر مبنای اشعه ایکس (d_x) نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ در دماهای مختلف با زمان ۳ ساعت.

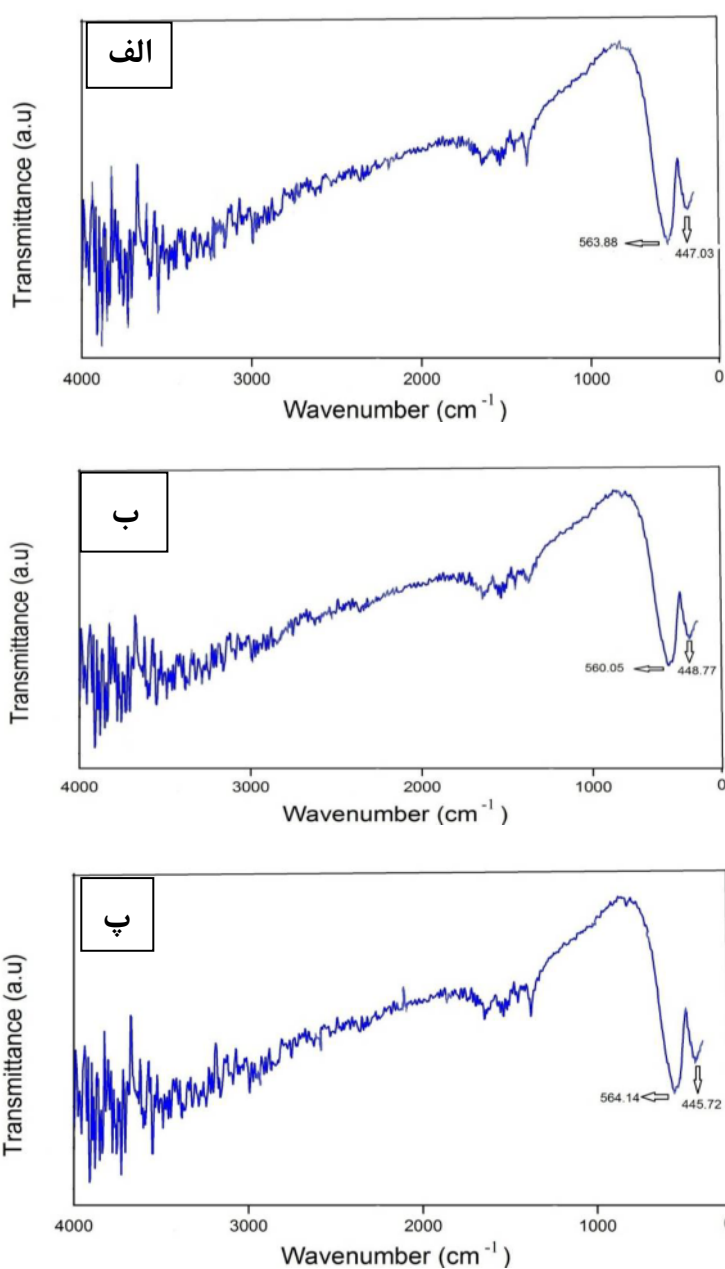
درصد تشکیل فاز مونوفزیت کبالت	درصد تشکیل فاز هماتیت	درصد تشکیل فاز هگزا فزیت سرب	$d_x (\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	$D (\text{nm})$	$V_{\text{Cell}} (\text{\AA}^3)$	$c (\text{\AA})$	$a (\text{\AA})$	دما ($^{\circ}\text{C}$)
۱۵	۱۵	۷۰	۵٫۷۱۱	۲۲	۶۸۸٫۷۳	۲۳٫۰۳۳	۵٫۸۷۶	۶۰۰
۴	۱۳	۸۳	۵٫۷۰۹	۳۰	۶۸۸٫۹۷	۲۳٫۰۱۳	۵٫۸۷۹	۷۰۰
۶	۸	۸۶	۵٫۷۰۰	۲۴	۶۹۰٫۰۷	۲۳٫۰۲۸	۵٫۸۸۲	۷۵۰
۵	۳	۹۲	۵٫۷۰۳	۱۹	۶۸۹٫۶۴	۲۳٫۰۲۲	۵٫۸۸۱	۸۰۰
۸	۰	۹۲	۵٫۷۳۴	۱۷	۶۸۶٫۰۲	۲۲٫۸۹۷	۵٫۸۸۱	۸۵۰
۲۲	۵	۷۳	۵٫۷۱۲	۲۳	۶۸۸٫۶۵	۲۲٫۹۵۲	۵٫۸۸۵	۹۰۰

این بین مدهای ۴۴۷٫۰۳، ۴۴۶٫۷۷ و ۴۴۵٫۷۲ موجود در فواصل $400-500 \text{ cm}^{-1}$ نشان‌دهنده‌ی پیوند در مکان‌های هشت‌وجهی هستند و پیوندهای ۵۶۳٫۸۸، ۵۶۰٫۰۵ و ۵۶۴٫۱۴ موجود در فواصل $500-600 \text{ cm}^{-1}$ مکان‌های چهاروجهی را نشان می‌دهند. با توجه به طیف FT-IR نمونه‌های تهیه شده در دماهای پخت متفاوت، مشاهده می‌شود که با افزایش دمای پخت تغییر چشمگیری در پیوندهای وابسته به هگزا فزیت سرب آلائیده با کبالت مشاهده نمی‌شود [۲۳].

شکل‌های ۲ و ۳ به ترتیب طیف FT-IR نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ ژل خشک و در دماهای ۷۰۰، ۷۵۰ و 800°C با زمان ۳ ساعت در گستره‌ی $400-4000 \text{ cm}^{-1}$ نشان می‌دهد. در شکل ۲ پیوندهای جذبی در حوالی $3144/62 \text{ cm}^{-1}$ مولکول‌های آب جذب شده هستند. همچنین جذب‌ها در حوالی $823/02 \text{ cm}^{-1}$ و $1374/32 \text{ cm}^{-1}$ وابسته به پیوندهای ارتعاشات کششی NO_3^- مبنی بر حضور نیترا تها قبل از پخت است [۲۲]. در شکل ۳ مدهای واقع در فواصل $1000-400 \text{ cm}^{-1}$ به پیوندهای اکسیژن-فلز (O-M) مربوط می‌شوند. در



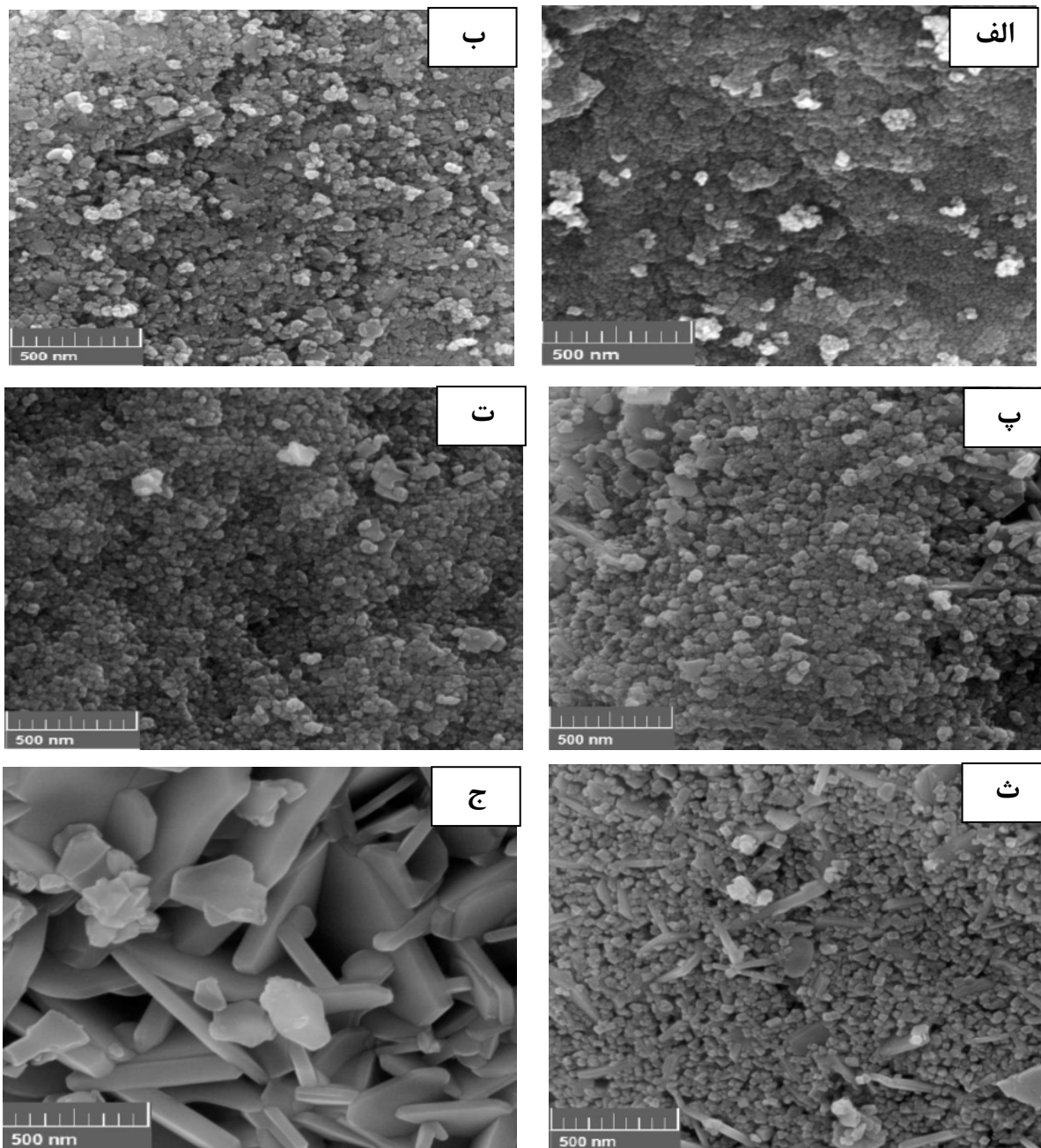
شکل ۲ طیف FT-IR ژل خشک $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$.



شکل ۳ طیف FT-IR نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ در دمای الف) 700°C ، ب) 750°C و پ) 800°C با زمان ۳ ساعت.

ای، و در دمای 900°C نانوذرات بسیار بزرگ و عموماً شکل ورقه‌ای به‌خود گرفته‌اند و دارای قاعده شش‌گوشی هستند. این تغییر آشکار در اندازه نانوذرات نشان دهنده‌ی افزایش کرنش با افزایش دماست به‌طوری‌که میانگین اندازه‌ی نانوذرات در نمونه با دمای 800°C در حدود 40 nm است.

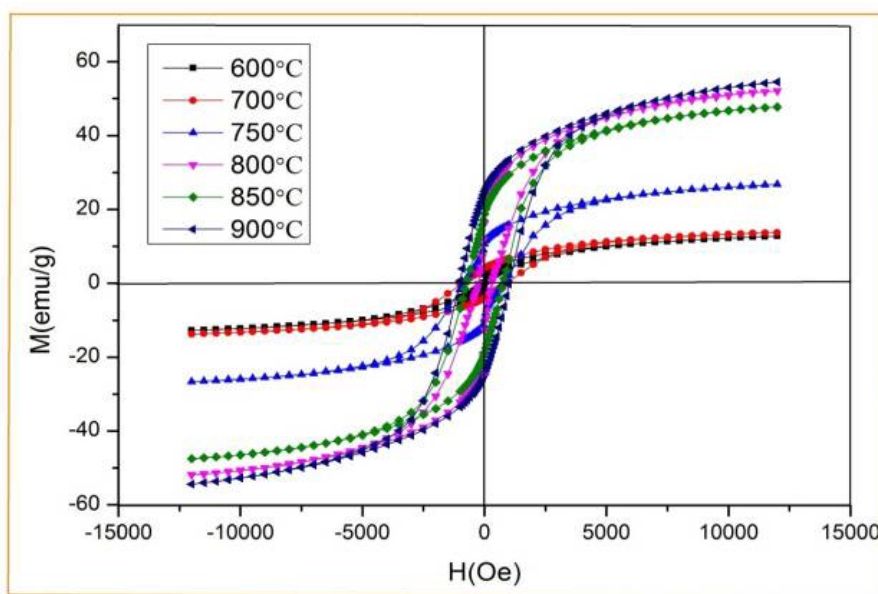
تصاویر FESEM نمونه‌ی $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ در دماهای پخت 600°C ، 700°C ، 800°C ، 750°C و 900°C در شکل ۴ نشان داده شده‌اند. تصاویر نشان می‌دهند که با افزایش دما اندازه‌ی ذرات بزرگ‌تر می‌شود و ریخت‌شناسی آن‌ها تغییر می‌کند. آن‌گونه که در تصاویر FESEM مشاهده می‌شود که در دمای 850°C تعداد محدودی از نانوذرات به‌صورت صفحه‌ای و میله‌-



شکل ۴ تصویر FESEM نانوساختار $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ در دماهای (الف) 600°C (ب) 700°C (پ) 750°C (ت) 800°C (ث) 850°C و (ج) 900°C با زمان ۳ ساعت.

شکل ۵ منحنی پسماند مغناطیسی نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ را در دماهای مختلف نشان می‌دهد. خواص مغناطیسی مختلف از قبیل وادارندگی مغناطیسی (H_c)، مغناطش اشباع (M_s)، مغناطش پسماند (M_r)، میدان ناهمسانگرد مغناطوبلوری (H_a)، نسبت چهارگوشی منحنی پسماند $\frac{M_r}{M_s}$ ، ثابت ناهمسانگرد مغناطوبلوری (K) و میدان مغناطیس‌زدا (H_d) با استفاده از حلقه‌ی پسماند نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف محاسبه شده است، که نتایج حاصل از این اندازه‌گیری‌ها در جدول ۲ آورده شده‌اند. چگونگی توزیع و نقش کبالت در خواص مغناطیسی نمونه‌های تهیه شده در مرجع [۲۴] مورد بررسی قرار گرفته است. بنابر شکل ۵ و جدول ۲، با افزایش دما و به دلیل کاهش فاز ثانویه و تشکیل فاز هگزافریت سرب آلاپیده با کبالت، مغناطش اشباع افزایش یافته است. همچنین مشاهده می‌شود که در نمونه‌ی با دمای پخت 600°C مقدار مغناطش اشباع و پسماند از بقیه‌ی نمونه‌ها کوچک‌تر است و این به دلیل حضور بیشتر فاز ثانویه‌ی نامغناطیسی هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) در این نمونه و کوچک بودن اندازه‌ی ذرات است. بنابر مدل هسته و پوسته، هر ذره‌ی مغناطیسی دارای یک هسته و یک پوسته است که هسته آن از

یک نظم مغناطیسی برخوردار و پوسته آن بدون نظم مغناطیسی است و به لایه‌ی مرده معروف است. بنابر این مدل هرچه اندازه‌ی ذرات کوچک‌تر باشد اثرهای سطح نسبت به حجم بیشتر می‌شود در نتیجه مغناطش کاهش می‌یابد. از سوی دیگر با افزایش دما به 800°C ، به دلیل کاهش فاز ثانویه هماتیت و تشکیل بیشترین فاز اصلی هگزافریت سرب، مغناطش اشباع و پسماند افزایش چشم‌گیری می‌یابند. در نمونه‌های حاضر مشاهده می‌شود که با افزایش میدان ناهمسانگردی بلوری (H_a) که یک اثر ذاتی است و نیز ثابت ناهمسانگردی مغناطیسی (K) افزایش می‌یابند. زیرا با افزایش دما اندازه ذرات بیشتر شده و برای ذرات بزرگ‌تر، یک ناهمسانگردی ناشی از شکل نیز اضافه می‌شود. با تغییر H_a و K بنابر رابطه‌های $\vec{H}_a = \frac{2\vec{K}}{M_s}$ و $\vec{H}_c = 0.48(\vec{H}_a - \vec{H}_d)$ میدان وادارندگی نیز با تغییر دما افزایش می‌یابد. از سوی دیگر مشاهده می‌شود که میدان مغناطیس‌زدا (H_d) که خود یک عامل خارجی است، با تغییر دما افزایش می‌یابد. تفاوت در مقادیر H_d را به تغییر در ریخت‌شناسی نمونه‌ها نیز می‌توان نسبت داد.



شکل ۵ منحنی پسماند مغناطیسی نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ با دماهای پخت مختلف در زمان ۳ ساعت.

جدول ۲ خواص مغناطیسی نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ با دماهای پخت مختلف در زمان ۳ ساعت.

دما ($^{\circ}\text{C}$)	$M_s(\text{emu.g}^{-1})$	$M_r(\text{emu.g}^{-1})$	$H_c(\text{Oe})$	$H_d(\text{Oe})$	$H_a(\text{Oe})$	$K(\text{emu.g}^{-1}.\text{kOe})$
۶۰۰	۱۲٫۷۴	۲٫۳۶	۵۰	۱۷۶۹۶	۱۷۵۹۲	۱۱۳
۷۰۰	۱۳٫۷۵	۴٫۱۱	۹۰۰	۱۲۰۳۸	۱۰۱۶۳	۸۳
۷۵۰	۲۶٫۸۲	۱۰٫۶۱	۸۰۰	۲۲۷۲۳	۲۱۰۵۶	۳۰۵
۸۰۰	۵۲٫۰۳	۱۶٫۲۴	۳۰۰	۲۸۷۰۵	۲۸۰۸۰	۷۴۷
۸۵۰	۴۷٫۷۶	۱۸٫۸۰	۸۰۰	۲۷۹۰۱	۲۶۲۳۴	۶۶۶
۹۰۰	۵۴٫۵۱	۲۴٫۸۵	۱۵۰۰	۳۳۱۲۹	۳۰۰۰۴	۹۰۳

خواص دی‌الکتریکی مختلفی از قبیل ثابت دی‌الکتریک نسبی (ϵ')، اتلاف دی‌الکتریک (ϵ'')، رسانندگی الکتریکی σ_{ac} و برخی خواص مغناطیسی نمونه‌ها از جمله نفوذپذیری مغناطیسی (μ')، اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی (μ'') و القای مغناطیسی سیم‌پیچ (L)، با استفاده از LCR متر، در دمای

اتاق در گستره‌ی بسامدی ۱kHz تا ۱MHz برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ پخت‌شده در دماهای مختلف با زمان ۳ ساعت اندازه‌گیری شدند. با توجه به حجم زیاد داده‌ها، نتایج به‌دست آمده برای برخی از بسامدها به‌ترتیب در جدول ۳ آورده شده است.

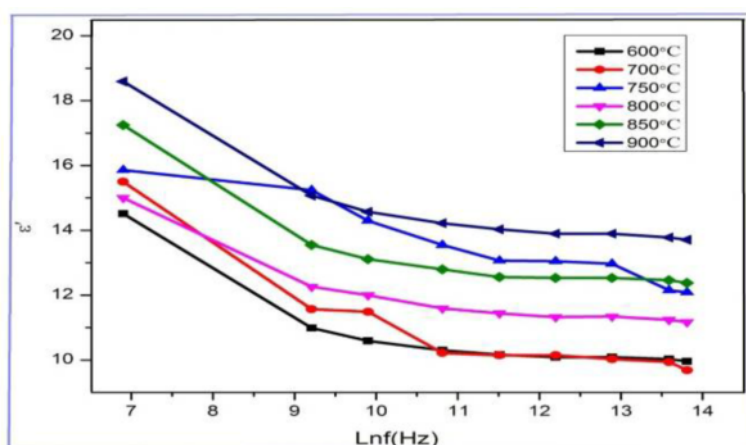
جدول ۳ خواص دی‌الکتریکی نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ $\{\mu''(\Omega.\text{m}^{-1})\}$ $\mu'(\text{H.m}^{-1})$ $\sigma_{ac}(\Omega.\text{m})^{-1}$ ، ϵ' ، $\epsilon''(\text{H.H}_z.\text{F})^{-1}$ و $L(\text{H}).(\text{H}_z)^{-1}$ با دماهای پخت متفاوت در زمان ۳ ساعت.

پارامتر	فرکانس (kHz)	بدون هسته	600°C	700°C	750°C	800°C	850°C	900°C
L	۱	۳۴۰٫۲۱	۳۷۱٫۴۵	۳۶۷٫۰۷	۳۶۴٫۲۶	۳۴۱٫۵۴	۳۴۱٫۷۱	۳۴۱٫۵۳
ϵ'	۱	---	۱۴٫۵۱	۱۶٫۰۳	۱۵٫۸۶	۱۵	۱۷٫۲۶	۱۸٫۹۵
ϵ''	۱	---	۵٫۶۵	۵٫۴۵	۴٫۷	۴٫۸	۶٫۲۱	۵٫۴۹
$\sigma_{ac} \times 10^{-9}$	۱	---	۳۱۴٫۰۱	۳۰۲٫۹۰	۲۶۱٫۲۱	۲۶۶٫۷۷	۳۴۵٫۱۳	۳۰۵٫۱۲
$\mu' \times 10^{-7}$	۱	---	۱۴٫۶۴	۱۳٫۴۸	۱۳٫۳۸	۱۲٫۵۴	۱۲٫۵۵	۱۲٫۵۴
$\mu'' \times 10^{-7}$	۱	---	۲۳٫۳۲	۲۷٫۷۶	۲۲٫۸۷	۱۹٫۴۳	۲۴٫۲۷	۱۹٫۸۱
L	۲۰	۳۴۰٫۰۶	۳۷۲٫۴۵	۳۶۸٫۲۲	۳۶۰٫۲۰	۳۴۱٫۵۲	۳۴۱٫۶۰	۳۴۱٫۹۷
ϵ'	۲۰	---	۱۰٫۵۹	۱۱٫۴۹	۱۴٫۳۰	۱۲	۱۳٫۱۱	۱۴٫۵۷
ϵ''	۲۰	---	۰٫۹۵	۰٫۹۱	۰٫۷۱	۰٫۸۴	۱٫۰۴	۱٫۰۱
$\sigma_{ac} \times 10^{-9}$	۲۰	---	۱۰۵۵٫۹۸	۱۰۱۱٫۵۱	۷۸۹٫۲۰	۹۳۳٫۷۱	۱۱۵۶٫۰۲	۱۱۲۲٫۶۷
$\mu' \times 10^{-7}$	۲۰	---	۱۳٫۶۹	۱۳٫۵۳	۱۳٫۴۰	۱۲٫۵۵	۱۲٫۵۵	۱۲٫۵۷
$\mu'' \times 10^{-7}$	۲۰	---	۱٫۲۳	۱٫۶۲	۱٫۴۷	۱	۲٫۷۵	۱
L	۱۰۰	۳۵۰٫۲۰	۳۸۰٫۳۲	۳۷۲٫۲۰	۳۶۷٫۴۳	۳۵۱٫۷۵	۳۵۲٫۰۲	۳۵۲٫۲۳
ϵ'	۱۰۰	---	۱۰٫۱۷	۱۰٫۱۵	۱۳٫۰۷	۱۱٫۴۴	۱۲٫۵۶	۱۴٫۰۳
ϵ''	۱۰۰	---	۰٫۳۰	۰٫۳۰	۰٫۲۶	۰٫۳۴	۰٫۳۷	۰٫۴۲
$\sigma_{ac} \times 10^{-9}$	۱۰۰	---	۱۶۶۷٫۳۴	۱۶۶۷٫۳۴	۱۶۶۷٫۳۴	۱۴۴۵٫۰۲	۱۸۸۹٫۶۵	۲۳۳۲٫۷
$\mu' \times 10^{-7}$	۱۰۰	---	۱۳٫۵۷	۱۳٫۲۸	۱۳٫۱۱	۱۲٫۵۵	۱۲٫۵۶	۱۲٫۵۷
$\mu'' \times 10^{-7}$	۱۰۰	---	۰٫۰۵	۰٫۵۳	۰٫۵۲	۱٫۲۵	۰٫۸۷	۱٫۲۵
L	۴۰۰	۷۹۳٫۱۶	۸۲۵٫۱۴	۸۲۰٫۶۰	۸۱۴٫۰۳	۸۱۲٫۰۹	۸۰۹٫۲۵	۸۱۵٫۶۳
ϵ'	۴۰۰	---	۱۰٫۰۹	۱۰٫۰۳	۱۲٫۹۷	۱۱٫۳۴	۱۲٫۵۳	۱۳٫۹۰
ϵ''	۴۰۰	---	۰٫۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۲	۰٫۱۱	۰٫۱۲	۰٫۱۳
$\sigma_{ac} \times 10^{-9}$	۴۰۰	---	۲۲۲۳٫۱۲	۲۲۲۳٫۱۲	۲۶۶۷٫۷۴	۲۴۴۵٫۴۳	۲۶۶۷٫۷۴	۲۸۹۰٫۰۵
$\mu' \times 10^{-7}$	۴۰۰	---	۱۳	۱۲٫۹۳	۱۲٫۸۲	۱۲٫۷۹	۱۲٫۷۴	۱۲٫۸۵
$\mu'' \times 10^{-7}$	۴۰۰	---	۰٫۲۶	۰٫۳۲	۰٫۳۰	۰٫۸۹	۰٫۴۱	۰٫۳۹
L	۱۰۰۰	۹۹٫۳۰	۹۸٫۳۲	۹۹٫۱۱	۹۷٫۷۰	۹۸٫۲۱	۹۸٫۷۴	۹۸٫۱۰
ϵ'	۱۰۰۰	---	۹٫۹۶	۹٫۶۹	۱۲٫۰۹	۱۱٫۱۷	۱۲٫۳۸	۱۳٫۷۱
ϵ''	۱۰۰۰	---	۰٫۰۷	۰٫۰۸	۰٫۰۹	۰٫۱۰	۰٫۰۹	۰٫۱۰
$\sigma_{ac} \times 10^{-9}$	۱۰۰۰	---	۳۸۹٫۴۶	۴۴۴۶٫۳۴	۵۰۰۲٫۰۵	۵۵۵۷٫۸	۵۰۰۲٫۰۲	۵۵۵۷٫۸
$\mu' \times 10^{-7}$	۱۰۰۰	---	۱۲٫۳۷	۱۲٫۴۷	۱۲٫۲۹	۱۲٫۳۶	۱۲٫۴۲	۱۲٫۳۴
$\mu'' \times 10^{-7}$	۱۰۰۰	---	۰٫۳۷	۰٫۴۹	۰٫۴۹	۰٫۴۹	۰٫۶۲	۰٫۴۹

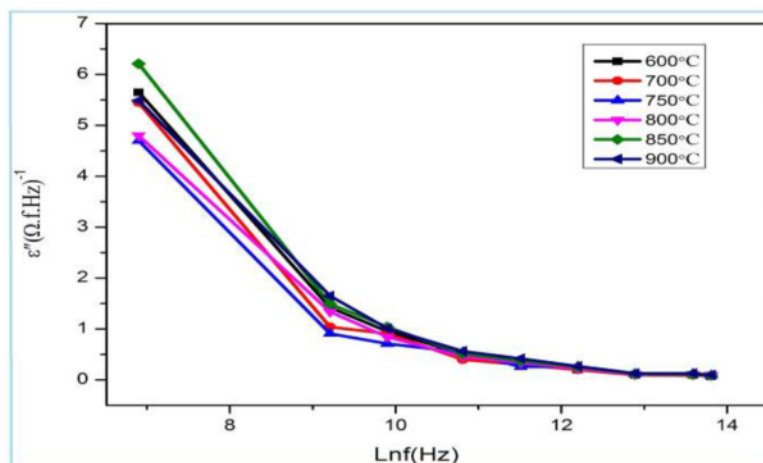
Fe^{2+} و Fe^{3+} در جایگاه‌های هشت‌وجهی و چهاروجهی مسئول رسانندگی در فریت‌ها هستند. با توجه به شکل ۸، با افزایش بسامد رسانندگی الکتریکی ac نمونه‌ها افزایش می‌یابند.

این تغییرات براساس مدل لایه‌ای ماکسول-وگنر قابل توجیه است. با افزایش بسامد دانه‌های رسانا با استفاده از پراش الکترون‌ها بین Fe^{2+} و Fe^{3+} بسیار فعال می‌شوند و در نتیجه با افزایش بسامد رسانندگی ac افزایش می‌یابد [۲۷، ۲۸]. بنابر شکل ۹ با افزایش بسامد، نفوذپذیری مغناطیسی کاهش می‌یابد، که این کاهش ناشی از افزایش جریان‌های گردابی در بسامدهای بالاست. با توجه به شکل ۱۰ با افزایش بسامد، اتلاف نفوذپذیری کاهش می‌یابد. کاهش اتلاف در بسامدهای بالا از برتری فریت‌هاست [۲۹].

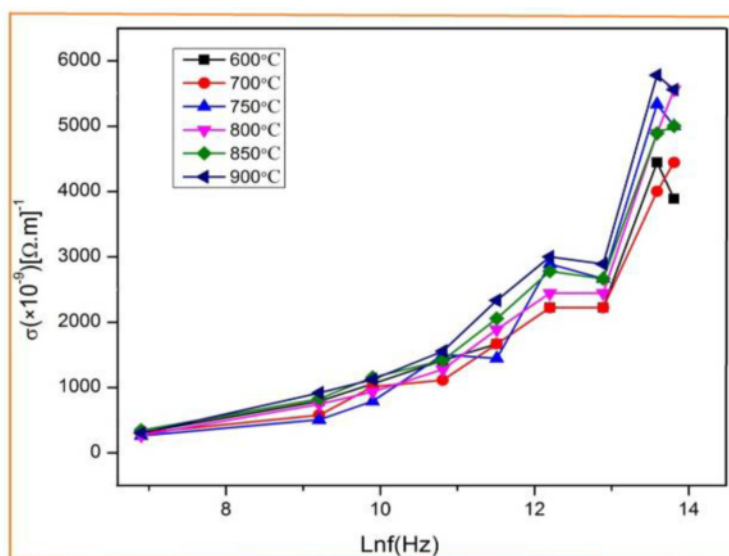
ویژگی‌های دی‌الکتریک به عواملی متفاوت از جمله: روش ساخت، شرایط ساخت، دما و زمان واکنش، ترکیب شیمیایی و اندازه ذرات وابسته است [۲۵]. شکل‌های ۶ و ۷، تغییر ثابت دی‌الکتریک و اتلاف دی‌الکتریک را بر حسب بسامد نشان می‌دهند. بنا به نظریه‌ی ماکسول-وگنر، به علت نقش مرز دانه‌ها در بسامدهای مختلف، ثابت دی‌الکتریک و اتلاف دی‌الکتریک با افزایش بسامد، کاهش می‌یابند. بنابر مدل کوپ در دماهای پایین نقش مرز دانه‌ها آشکارتر است. واضح است که نمونه‌هایی که اندازه‌ی دانه (ذرات) بزرگ‌تری دارند، اندازه‌ی مرزدانه‌های آن‌ها کاهش خواهد یافت. با مقایسه‌ی مقاومت و رسانندگی در دانه‌ها و مرز دانه‌ها با افزایش دما و بزرگ‌تر شدن اندازه‌ی ذرات، نقش دانه‌ها افزایش یافته و به تدریج ثابت دی‌الکتریک کاهش خواهد یافت [۲۶، ۲۷]. جهش الکترون‌ها بین یون‌های



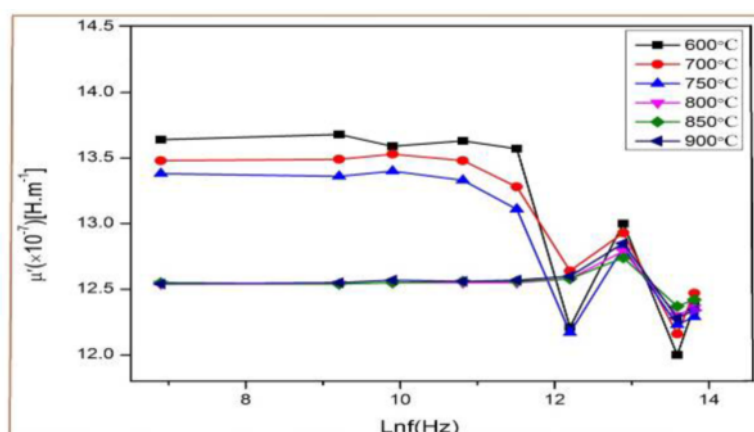
شکل ۶ نمودار ثابت دی‌الکتریک نسبی بر حسب بسامد برای نانوذرات $PbFe_{11}Co_1O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت در زمان ۳ ساعت.



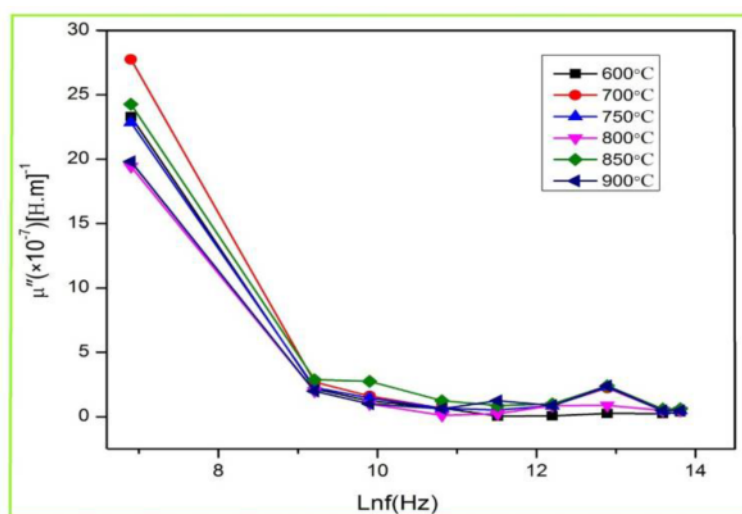
شکل ۷ نمودار اتلاف دی‌الکتریک نسبی بر حسب فرکانس برای نانوذرات $PbFe_{11}Co_1O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت در زمان ۳ ساعت.



شکل ۸ نمودار رسانندگی σ بر حسب بسامد برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت در زمان ۳ ساعت.



شکل ۹ نمودار نفوذپذیری مغناطیسی بر حسب بسامد برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت در ۳ ساعت.



شکل ۱۰ نمودار اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی بر حسب بسامد برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت در ۳ ساعت.

برداشت

نقش دمای پخت بر هگزافریت سرب آلائیده به کبالت $(\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19})$ بررسی شد. نمونه‌های آرایش شده با استفاده از روش سل-ژل تهیه و تأثیر دمای پخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی‌الکتریکی هگزافریت $\text{PbFe}_{11}\text{Co}_1\text{O}_{19}$ مورد بررسی قرار گرفت. الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های پخت‌شده در دمای ۶۰۰، ۷۰۰ و ۷۵۰ °C بلورینگی و شدت‌های پایینی دارند که به دلیل وجود قابل ملاحظه‌ای، فاز هماتیت است، که احتمالاً در این دما، فرآیند پخت موضعی بوده و دمای پخت برای تشکیل فاز هگزافریت کافی نیست. هنگامی که دمای پخت به ۸۰۰ °C افزایش می‌یابد فاز هماتیت که اثر نامطلوبی بر خواص مغناطیسی دارد کاهش در نتیجه مغناطش اشباع در این دما افزایش یافته است. با افزایش دما به ۹۰۰ °C، فاز ناخالصی هماتیت و مونوفریت کبالت دوباره افزایش می‌یابند. با توجه به تصاویر FESEM با افزایش دمای پخت، اندازه‌ی نانوذرات بزرگ‌تر شده و شکل صفحه‌ای آن‌ها به خوبی مشخص است. ثابت دی‌الکتریک و اتلاف دی‌الکتریک با افزایش بسامد، کاهش می‌یابند. همچنین با افزایش بسامد رسانندگی الکتریکی ac نمونه‌ها افزایش می‌یابند. با افزایش بسامد، به دلیل افزایش جریان‌های گردابی در فرکانس‌های بالا، نفوذپذیری مغناطیسی کاهش می‌یابد. تلفات نفوذپذیری مغناطیسی نیز با افزایش فرکانس کاهش پیدا یابد که کاهش اتلاف در بسامدهای بالا از برتری فریت‌ها به‌شمار می‌رود. بنابراین نتایج نشان می‌دهد بهترین نمونه با دمای پخت ۸۰۰ °C و ۳ ساعت بدست آمد.

مراجع

- [2] Wohlfarth E. P., "Handbook of Magnetic Materials", North-Holland Publishing Company, 3 (1982).
- [3] Naeem Ashiq M., Iqbal M. J., Najam-ul-Haq M., Gomez P. H., Qureshi A. M., "Synthesis, magnetic and dielectric properties of Er-Ni doped Sr-hexaferrite nanomaterials for applications in High density recording media and microwave devices", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 324 (2012) 15.
- [4] Eun Hye N., Jung-Hoon L., Suk-Jin A., Kun-Pyo H., Yang Mo K., Hyun Myung J., "Local spin reversal and associated magnetic responses in Ga-substituted Pb-hexaferrites" Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 (2012) 2866.
- [5] Mousavi Ghahfarokhi S. E., Rostami Z. A., Kazeminezhad I., "Fabrication of $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$ nanoparticles and study of their structural, magnetic and dielectric properties", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 399 (2016) 130.
- [6] Ramay Sh. M., Atiq Sh., Saleem M., Mahmood A., Siddiqi S. A., Naseem Sh., Al Zeghayer Y., Alzayed N. S., Shahabuddin M., "Enhanced magnetization of Sol-Gel synthesized Pb-doped strontium hexaferrites nanocrystallites at low temperature", Journal of Nanomaterials, Article ID (2014) 452.
- [۷] موسوی قهفرخی س. ا.، حسینی ش.، زرگروشتری م.، "ساخت و بررسی خواص مغناطیسی و دی‌الکتریکی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم نوع M، سال بیست و سوم، شماره دوم، تابستان ۹۴، صفحه ۳۵۹.
- [8] Albanese G., Watts B. E., Leccabue F., Diaz Castanon S., "Mossbauer and magnetic studies of $\text{PbFe}_{12-x}\text{Cr}_x\text{O}_{19}$ hexagonal ferrites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 184 (1998) 337.
- [9] Zhai H. R., Liu J. Z., Lu M., "Influence of Ru^{3+} ions on anisotropy of $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$ single crystals", J. Appl. Phys. 52 (1981) 2323.
- [10] Javed Iqbal M., Naeem Ashiq M., "comparative studies of $\text{SrZr}_x\text{Mn}_x\text{Fe}_{12-2x}\text{O}_{19}$

- [1] Fang Q. Q., Bao H. W., Fang D. M., Wang J. Z., Li X. C., "The effect of Zn-Nb substitution on magnetic properties of strontium hexaferrite nanoparticles", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 278 (2004) 122.

nanoparticles", Journal of Advanced Materials Research 622-623 (2013) 925.

[19] Mousavi Ghahfarokhi S. E., Ranjbar F., Zargar Shoushtari M., "A study of the properties of $SrFe_{12-x}Co_xO_{19}$ nanoparticles", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 349 (2014) 80.

[20] Ullah Z., Atiq Sh., Naseem Sh., "Influence of Pb Doping on Structural, Electrical and Magnetic Properties of Sr-Hexaferrites," Journal of Alloys and Compounds 555 (2013) 263.

[21] Javed Iqbal M., Naeem Ashiq M., Hernandez-Gomez P., "Effect of annealing temperature and substitution of Zr-Cu on the magnetic properties of strontium hexaferrite nanoparticles", J. Phys: conference series 153 (2009) 012053

[۲۲] مقصودی ا.، قیصری خ.، مقصودی ا. ر.، "مقایسه تلفات و نفوذپذیری مغناطیسی هسته‌ی آهنی با فریت نیکل آلومینیوم"، پانزدهمین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران.

[23] Yue Z., Guo W., Zhou J., Gui Z., Li L., "Synthesis of nanocrystalline ferrites by sol-gel combustion process: the influence of pH value of solution", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 270 (2004) 216.

[۲۴] زرگر شوشتری م.، رنجبر ف.، موسوی قهفرخی س. ا.، "ساخت و بررسی خواص ساختاری نانوذرات هگزا فریت استرانسیوم نوع M آلانئید با کبالت"، سال بیست و یکم، شماره اول، بهار ۹۲، صفحه ۱۶۷.

[25] Iqbal M. J., Ashiq M. N., Gul I. H., "Physical, electrical and dielectric properties of Ca-substituted strontium hexaferrite $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparticles synthesized by co-precipitation method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 1720.

[26] Iqbal M. J., Ashiq M. N., Hernandez-Gomez P., Munoz J. M., "Synthesis, physical, magnetic and electrical properties of Al-Ga substituted co-precipitated nanocrystalline strontium hexaferrites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320 (2008) 881.

nanoparticles synthesized by co-precipitation and sol-gel combustion method", Scripta Materialia 56 (2007) 145.

[11] Amighian J., Mozaffari M., Yousefi A. A., "The effect of La substitution on magnetic properties of nanosized $Sr_{1-x}La_xTi_{0.05}Zn_{0.2}(Fe^{3+})_{11.75-8}(Fe^{2+})_8O_{19}$ powders", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 748.

[12] Iqbal M. J., Ashiq M. N., Gul I. H., "Physical, Electrical and Dielectric Properties of Ca-Substituted Strontium Hexaferrite ($SrFe_{12}O_{19}$) Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 1720.

[13] Diaz. Castanon S., Faloh-Gandarillaa J. C., Leccabue F., Albanese G., "The Optimum Synthesis of High Coercivity Pb-M Hexaferrites Powders using Modifications to the Traditional Ceramic Route", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 272 (2004) 2221.

[14] Ansari F., Sobhani A., Salavati-Niasari M., "Sol-Gel Auto-Combustion Synthesis of $PbFe_{12}O_{19}$ using Maltose as a Novel Reductant," The Royal Society of Chemistry 4 (2014) 63946.

[15] Yang N., Yang H., Jia J., Pang X., "Formation and Magnetic Properties of Nanosized $PbFe_{12}O_{19}$ Particles Synthesized by Citrate Precursor Technique," Journal of Alloys and Compounds 438 (2007) 263.

[16] Javed Iqbal M., Naeem Ashiq M., Hernandez-Gomez P., Munoz J. M., "Magnetic, physical and electrical properties of Zr-Ni substituted co-precipitated strontium hexaferrite nanoparticles", Scripta Materialia 57 (2007) 1093.

[17] Naeem Ashiq M., Javed Iqbal M., Gul I. H., "Structural, magnetic and dielectric properties of Zr-Cd substituted Sr-hexaferrite ($SrFe_{12}O_{19}$) nanoparticles", Journal of Alloy and Compounds 487 (2009) 341.

[18] Zargar Shoushtari M., Mousavi Ghahfarokhi S. E., Ranjbar F., "Synthesis and magnetic properties $SrFe_{12-x}Co_xO_{19}$ ($x= 0-2$) hexaferrite

precipitation method", Chemical Engineering Journal 136 (2008) 383.

[۲۹] مصلح ز، کاملی پ، رنجبر م، سلامتی ه، "ساخت و بررسی ویژگی‌های ساختاری، مغناطیسی و جذب مایکروویو فریت باریوم آلایش یافته با سریوم"، دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی اصفهان (۱۳۸۴).

[27] Iqbal M. J., Farooq S., "Impact of Pr–Ni substitution on the electrical and magnetic properties of chemically derived nanosized strontium–barium hexaferrites", Journal of Alloys and Compounds 505 (2010) 560.

[28] Iqbal M. J., Ashiq M. N., "Physical and electrical properties of Zr–Cu substituted strontium hexaferrite nanoparticles synthesized by co-