

# ساخت نانو ساختارهای اکسید مغناطیسی ترکیب اکسید جدید Ni-Fe-Pb-Co به روش سل- ژل تحت گاز

## آرگون و بررسی ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن

سید ابراهیم موسوی قهفرخی\*، معصومه غریب‌پور، خدیجه حلفی

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

**چکیده:** این پژوهش بر ساخت و بررسی ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی اکسید مغناطیسی با ترکیب اکسید جدید Ni-Fe-Pb-Co سنتز شده به روش سل-ژل تحت گاز آرگون متمرکز است. در این روش از نیترات نیکل، نیترات آهن، نیترات سرب و نیترات کبالت به عنوان پیش ماده و اسید سیتریک به عنوان یک عامل کیلیت، استفاده شده است. پایداری حرارتی ترکیب اکسید جدید Ni-Fe-Pb-Co از طریق آنالیز وزنی حرارتی (TGA) ارزیابی شد. ویژگی‌های ساختاری با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مورد بررسی قرار گرفت. از طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FT-IR) برای بررسی پیوند شیمیایی ماده استفاده شده است. ویژگی‌های مغناطیسی با استفاده از یک مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) مشخص شد. نتایج نشان داد که با افزودن مقدار کبالت تا ۰/۵ به سیستم Ni-Fe-Pb (Ni-Fe<sub>0.5</sub>-Co<sub>0.5</sub>-Pb) به مغناطش اشباع بالا (emu/g) ۸۲ می‌رسد. تجزیه و تحلیل XRD نمونه‌ها، تشکیل یک اکسید چند جزئی را نشان می‌دهد. تصاویر FESEM توزیع یکنواخت ذرات با تمایل به تجمع در دمای ۹۰۰°C را نشان می‌دهد. دمای کوری اکسید مغناطیسی ترکیب Ni-Fe<sub>0.5</sub>-Co<sub>0.5</sub>-Pb ساخته شده در دمای ۹۰۰°C با استفاده از ترازوی فاراده اندازه‌گیری و برابر با ۷۷۱ K بدست آمد که مقداری مطلوب است.

**کلید واژه‌ها:** اکسید مغناطیسی ترکیب Ni-Fe-Pb-Co، روش سل-ژل، ویژگی‌های ساختاری، ویژگی‌های مغناطیسی

### مقدمه

اکسیدهای مغناطیسی، به ویژه آن‌هایی که شامل فلزهای واسط هستند، توجه قابل ملاحظه‌ای را در علم مواد به خود جلب کرده است. این موضوع از کاربردهای گسترده‌ای که شامل حوزه‌هایی چون اسپینترونیک، ذخیره‌سازی داده با چگالی بالا، کاتالیز و فناوری‌های زیستی و پزشکی می‌شود، نشأت می‌گیرد. تعامل فلزهای واسط در یک ماتریس اکسیدی منحصر به فرد، می‌تواند ویژگی‌های فیزیکی و مغناطیسی ویژه‌ای را در اکسیدهای فلزی مخلوط منجر شود. در این زمینه، نیکل (Ni) و آهن (Fe) به دلیل

ویژگی‌های مغناطیسی ذاتی مورد توجه ویژه‌ای قرار گرفته‌اند. هر دو عنصر به دلیل ویژگی‌های فرومغناطیسی خود که در تشکیل آلیاژها و ترکیبات مغناطیسی نقش اساسی دارند، مشهور هستند. هنگامی که نیکل و آهن در یک چارچوب اکسید جاسازی می‌شوند، می‌توانند قدرت مغناطیسی قابل توجهی را ایجاد کنند که مشخصه آن افزایش وادارندگی و اشباع مغناطیسی است. این ویژگی‌ها باعث می‌شود که این مواد برای کاربردهای حسگر مغناطیسی و فناوری‌های ذخیره‌سازی مغناطیسی با چگالی بالا بسیار مناسب باشند. ویژگی‌های مغناطیسی اکسیدهای Ni-Fe به دلیل ویژگی مغناطیسی آن‌ها به طور گسترده مورد مطالعه قرار گرفته است [۱].

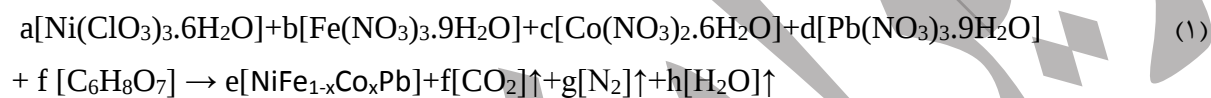
۲. بر نقش نیکل و آهن در افزایش قدرت مغناطیسی تاکید می‌کنند و این اکسیدها را برای کاربرد در حسگرها و محرک‌های مغناطیسی ایده‌آل می‌سازند. کار آن‌ها همچنین در روش‌های سنتز، از جمله سل-ژل، که امکان کنترل دقیق ریزساختار اکسید و در نتیجه ویژگی‌های مغناطیسی آن را فراهم می‌کند، می‌پردازد [۳، ۴]. وجود سرب (Pb) در این ترکیب، اگرچه مستقیماً ویژگی‌های مغناطیسی را بهبود نمی‌دهد، اما تأثیر آن بر ساختار الکترونیکی اکسید می‌تواند عمیق باشد و به طور بالقوه هدایت الکتریکی و رفتار کاتالیزوری آن را تعدیل می‌کند. علاوه بر این به دلیل نقطه ذوب پایین سرب نسبت به سایر مواد تشکیل دهنده این ترکیب، باعث کاهش دمای تشکیل فاز خواهد شد. ادغام یک عنصر غیر مغناطیسی در یک ماتریس مغناطیسی زمینه وسیعی برای اصلاح ویژگی‌های کلی مواد ارائه می‌دهد. پژوهش‌های بابیکر و همکاران (۲۰۱۸) نشان می‌دهد که چگونه ادغام سرب می‌تواند بر ویژگی‌های مغناطیسی آلیاژهای مغناطیسی تأثیر به‌گذارند و کاربردهای بالقوه‌ای را در فن‌آوری‌های کاتالیز و باتری پیشنهاد می‌کند. این یافته‌ها نشان می‌دهد که اجزای غیر مغناطیسی در آلیاژهای مغناطیسی می‌توانند به طور قابل توجهی به عملکرد کلی مواد کمک کنند [۵-۷].

۷. یکی دیگر از راه‌های افزودن پیچیدگی و پتانسیل بیشتر به این سیستم، افزودن کبالت (Co) است. کبالت که به دلیل ماهیت فرومغناطیسی قوی خود شناخته شده است، می‌تواند به طور هم‌افزایی ویژگی‌های مغناطیسی اکسید Ni-Fe-Pb را افزایش دهد. توانایی آن در اتخاذ حالت‌های مختلف اسپین و تعامل با سایر عناصر می‌تواند منجر به بهبود قابل توجهی در عملکرد کلی مغناطیسی شود. مطالعات نشان داده است که ادغام Co می‌تواند به طور چشمگیری پاسخ مغناطیسی این مواد را بهبود بخشد. مطالعه اکسیدهای مغناطیسی همچنین نشان می‌دهد که Co می‌تواند حالت‌های اسپین مختلفی ایجاد کند، که نقش مهمی در تنظیم رفتار مغناطیسی اکسیدها دارند [۸، ۹]. برای تولید اکسید مغناطیسی سه جزیی Ni-Co-Fe روش‌های متعددی همانند، روش‌های مکانیکی [۱۰]، روش هم‌رسوبی [۱۱] و روش سل-ژل [۱۲] وجود دارد که در این مقاله برای تهیه اکسید نانو ساختارهای اکسید مغناطیسی از روش سل-ژل Ni-Co-Fe تحت گاز آرگون استفاده شده است. سنتز این سیستم اکسیدی چند وجهی به طرز چشمگیری با روش سل-ژل تسهیل می‌شود. این روش که به دلیل پردازش در دمای پایین آن شناخته شده است، امکان اختلاط در سطح مولکولی پیش سازها را فراهم می‌کند و توزیع یکنواخت یون‌های فلزی مختلف را تضمین می‌کند. پتانسیل روش سل-ژل برای تنظیم دقیق

استوکیومتری و ریزساختار به ویژه برای ایجاد اکسیدهای چند جزئی پیچیده مفید است، به گونه‌ای که قرارگیری دقیق هر عنصر می‌تواند به شدت بر ویژگی‌های کلی ماده تأثیر بگذارد. فرآیند سل-ژل، که به دلیل سنتز در دمای پایین و توانایی دستیابی به اختلاط همگن پیش سازها مشهور است، در زمینه سنتز اکسید چند فلزی مورد بررسی قرار گرفته است [۱۳]. تأثیر دمای بازپخت بر اندازه بلور و ویژگی‌های مغناطیسی بر وابستگی حرارتی این اکسیدها تأکید می‌کند. این مشاهدات برای کاربردهایی که نیاز به کنترل دقیق بر رفتار مغناطیسی دارند، ضروری است و نیاز به مدیریت حرارتی دقیق در سنتز مواد را برجسته می‌کند. تراکم مشاهده شده در دماهای بالاتر می‌تواند بر ویژگی‌های مغناطیسی آن تأثیر بگذارد. این امر بر اهمیت بهینه سازی پارامترهای سنتز برای دستیابی به ریخت‌شناسی مورد نظر تأکید می‌کند. یافته‌های این مطالعه به ویژه برای طراحی مواد با ویژگی‌های مغناطیسی مناسب، پیامدهای نظری و عملی قابل توجهی دارد. ویژگی‌های مغناطیسی پیشرفته سیستم اکسید مغناطیسی Ni-Fe-Pb-Co راه‌هایی را برای کاربرد آن در زمینه‌های مختلف، از ذخیره‌سازی داده‌های با چگالی بالا تا کاربردهای زیستی و پزشکی باز می‌کند. در حالی که نتایج این مطالعه نسبتاً امیدوارکننده هستند، محدودیت‌های مطالعه شامل نیاز به تحقیقات بیشتر در مورد پایداری بلند مدت و پایداری زیست محیطی این مواد است. تحقیقات آینده باید مقیاس پذیری فرآیند سنتز و اثرات بالقوه زیست محیطی تولید در مقیاس بزرگ را بررسی کند. به طور کلی، تجزیه و تحلیل دقیق سیستم اکسید مغناطیسی ترکیب Ni-Fe-Pb-Co بینش قابل توجهی در مورد فعل و انفعالات هم افزایی در اکسیدهای مغناطیسی چند جزئی ارائه می‌دهد. این یافته‌ها نه تنها به پیشرفت علم مواد کمک می‌کنند، بلکه پتانسیلی برای طیف گسترده‌ای از کاربردهای فناوری دارند و اهمیت پژوهش‌های چند رشته‌ای در زمینه مواد پیشرفته را نشان می‌دهند. بر اساس مطالب بیان شده اکسید مغناطیسی ترکیب Ni-Fe-Pb-Co به روش سل-ژل ساخته و ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن مورد بررسی قرار گرفت [۱۵ و ۱۴]. بررسی‌های ما نشان می‌دهد که ساخت اکسید ترکیب Ni-Fe-Pb-Co تحت گاز آرگون تاکنون انجام نشده است. به دلیل کنترل اکسیژن در فرآیند پخت توسط گاز آرگون فازهایی از قبیل اکسیدهای فلزی، آلیاژها و فریت‌های مغناطیسی تشکیل گردیده است. از آنجایی که آلیاژها و فریت‌های مغناطیسی از مغناطش بالای اشباع (emu/g) ۸۲ و دمای کوری مطلوب (K) ۷۷۱ در مقایسه با اکسیدها برخوردار هستند لذا ترکیبات ساخته شده در این تحقیق با فازهای مغناطیسی در این فرآیند می‌توانند در اکثر صنایع اعم از الکترونیکی، مخابراتی و پزشکی کاربرد داشته باشد.

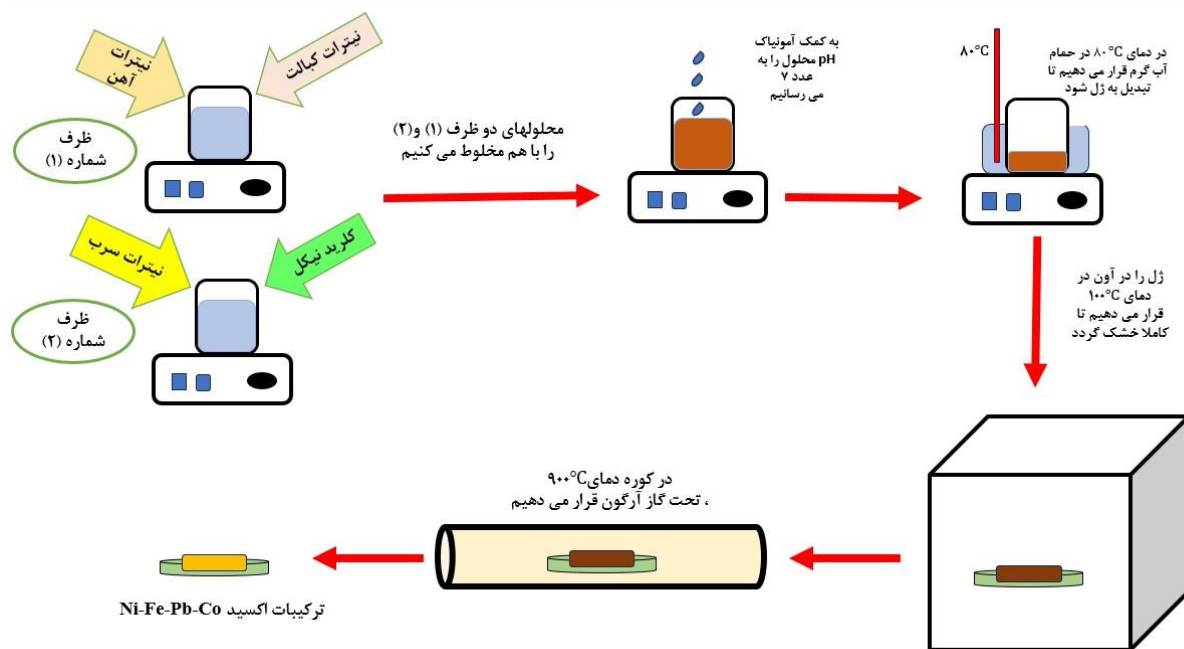
## مواد و روش‌ها

برای سنتز نانوساختارهای اکسید مغناطیسی ترکیب جدید با مقادیر مختلف کبالت (۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷، ۰/۹) به روش سل-ژل، از کلرید نیکل ۶ آبه ( $(\text{Ni}(\text{ClO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ )، نیتрат آهن ۹ آبه ( $(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ )، نیترات کبالت ۶ آبه ( $(\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ ) و نیترات سرب ( $(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ ) به عنوان مواد اولیه استفاده شده است. برای دستیابی به مقادیر مناسب مواد اولیه، ابتدا واکنش شیمیایی اصلی مورد نظر (رابطه ۱) موازنه شده و بر اساس این موازنه، مقادیر مواد اولیه لازم برای تولید یک گرم از محصول نهایی محاسبه می‌شوند (رابطه ۲). محاسبات نشان می‌دهند که با افزایش درصد کبالت در ترکیب، مقدار نیترات آهن به تدریج کاهش و مقدار نیترات کبالت افزایش می‌یابد، درحالی‌که مقادیر نیترات نیکل، نیترات سرب و اسید سیتریک در تمام نمونه‌ها ثابت باقی می‌مانند. این مقادیر در جدول ۱ ارائه شده است و برای دستیابی به ترکیبات مورد نظر به کار می‌روند.



$$(2) \quad \text{ضریب در واکنش شیمیایی X جرم مولی ماده اولیه} = \frac{\text{مقدار ماده اولیه بر حسب گرم (برای تهیه یک گرم محصول)}}{\text{ضریب در واکنش شیمیایی X جرم مولی ماده محصول}}$$

در این فرآیند، اسیدسیتریک به عنوان عامل کمپلکس کننده مورد استفاده قرار می‌گیرد و نمونه‌های مورد نظر با مقدار ۰/۸۸۸ گرم اسیدسیتریک و pH=۷ در دمای ۹۰°C تحت گاز آرگون ساخته شدند. برای به دست آوردن ژل خیس از محلول حاصل، از یک حمام آب گرم در دمای ۸۰°C استفاده گردید. برای تنظیم pH محلول نیز با افزودن آمونیاک pH=۷ برای تمام نمونه‌ها در نظر گرفته شد. سپس ژل به دست آمده در آون با دمای ۸۰°C قرار داده شد تا ژل مورد نظر خشک شود. سپس برای پخت نمونه‌های ساخته شده از کوره استوانه‌ای تحت گاز آرگون استفاده شد و طرح‌واره‌ای از تهیه نمونه‌ها در شکل ۱ نشان داده شده است. پس از پخت نمونه‌ها در دمای ۹۰°C، ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن‌ها مورد بررسی قرار گرفت (شکل ۲). آنالیز توزین حرارتی با استفاده از دستگاه TGA مدل Thermoanalyt STA 503/Bahr انجام شده است. ویژگی‌های ساختاری آن‌ها توسط پراش اشعه ایکس (XRD) با دستگاه مدل Philips، XRD برای تعیین ترکیب فاز و ساختار بلوری اکسیدهای سنتز شده انجام شد. طیف‌سنجی تبدیل فوری - فروسرخ (FT-IR) با دستگاه مدل BOMEN/MB102 برای تعیین ترکیب با استفاده از نوع پیوندها، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) با دستگاه مدل MIRA3 برای مشاهده ریخت‌شناسی و توزیع اندازه ذرات استفاده شد. ویژگی‌های مغناطیسی، از جمله مغناطش اشباع ( $M_s$ )، دارنده‌گی مغناطیسی ( $H_c$ )، مغناطش مانده ( $M_r$ ) و ثابت ناهمسانگردی ( $k$ ) با استفاده از مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) در دمای اتاق اندازه‌گیری گردید. همچنین برای اندازه‌گیری دمای کوری از ترازوی فارادی استفاده شده است.

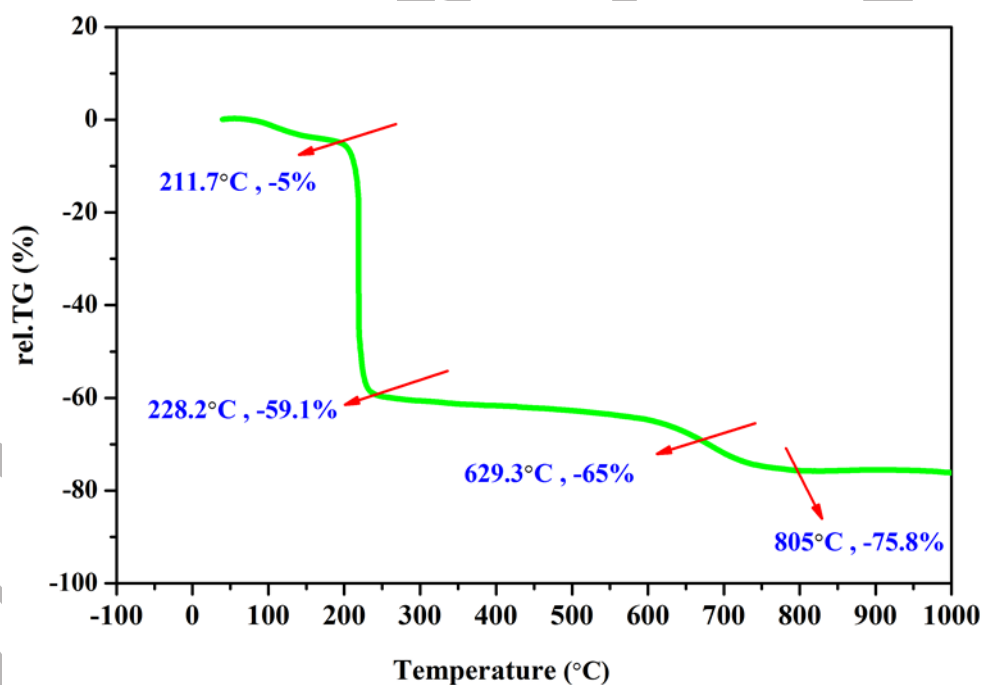


شکل ۱: طرح‌واره‌ای از مراحل ساخت ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co

جدول ۱: مقادیر مواد اولیه برای سنتز ۲ گرم از ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co با مقادیر مختلف کبالت.

| $C_6H_8O_7$<br>(گرم) | $Pb(NO_3)_2 \cdot 9H_2O$<br>(گرم) | $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$<br>(گرم) | $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$<br>(گرم) | $Ni(ClO_3)_3 \cdot 6H_2O$<br>(گرم) | (مقدار Co) |
|----------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------|
| ۰٫۸                  | ۰٫۶۲۳                             | ۰٫۰۵۶                             | ۰٫۹۸۷                             | ۰٫۲۳۴                              | ۰٫۱        |
| ۰٫۸                  | ۰٫۶۲۳                             | ۰٫۱۶۸                             | ۰٫۷۶۸                             | ۰٫۲۳۴                              | ۰٫۳        |
| ۰٫۸                  | ۰٫۶۲۳                             | ۰٫۲۸۰                             | ۰٫۵۴۹                             | ۰٫۲۳۴                              | ۰٫۵        |
| ۰٫۸                  | ۰٫۶۲۳                             | ۰٫۳۹۲                             | ۰٫۳۳۰                             | ۰٫۲۳۴                              | ۰٫۷        |
| ۰٫۸                  | ۰٫۶۲۳                             | ۰٫۵۰۴                             | ۰٫۱۱۰                             | ۰٫۲۳۴                              | ۰٫۹        |

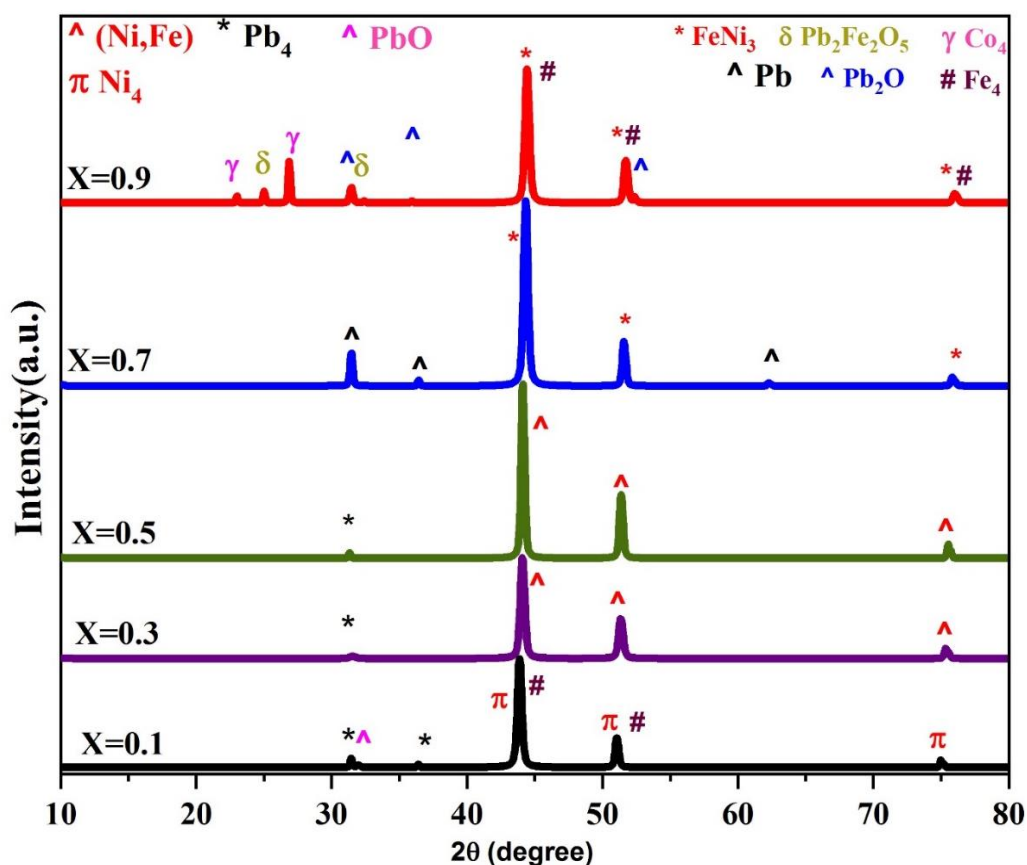
شکل (۲) تصویر حاصل از آنالیز TGA ژل خشک اکسیدمغناطیسی ترکیب Ni-Fe-Pb-Co را نشان داده است. منحنی آزمون توزین حرارتی تغییرات جرم برحسب دما بوده و می‌توان با مشاهده میزان تغییرات جرم نسبت به دمای اعمال شده، به محدوده دمایی مناسب جهت دمای پخت نمونه دست یافت و این رفتارهای حرارتی برای درک پایداری مواد حیاتی هستند. با توجه به شکل (۲) اولین مرحله کاهش جرم در در نزدیکی ۱۰۰ درجه به خاطر از دست دادن آب است. دومین مرحله کاهش جرم در بازه دمایی ۱۷۰ °C تا ۲۰۰ °C ناشی از سوختن اسید سیتریک و ترکیبات آلی موجود در نمونه است. سومین مرحله کاهش در بازه دمایی ۲۰۰ °C تا ۲۲۸ °C ناشی از تجزیه کامل نیترات‌ها است. چهارمین مرحله کاهش از ۲۲۸ °C تا ۶۲۹ °C با شیب ملایم، شروع تشکیل بعضی از اکسیدها و فریت‌ها است و پنجمین مرحله کاهش از ۶۲۹ °C تا ۸۰۵ °C برخی از عناصر از بین رفته و آلیاژهای مغناطیسی در حال تشکیل می‌باشد. از ۸۰۵ °C به بعد تغییرات محسوس در تغییرات جرم ایجاد نشده و روند ثابتی را در پیش گرفته است این ثابت بودن نشان دهنده تشکیل فازهای اصلی از نانوذرات اکسیدمغناطیسی ترکیب Ni-Fe-Pb-Co می‌باشد [۱۶].



شکل ۲. منحنی TGA ژل خشک ترکیب Ni-Fe<sub>0.5</sub>-Co<sub>0.5</sub>-Pb

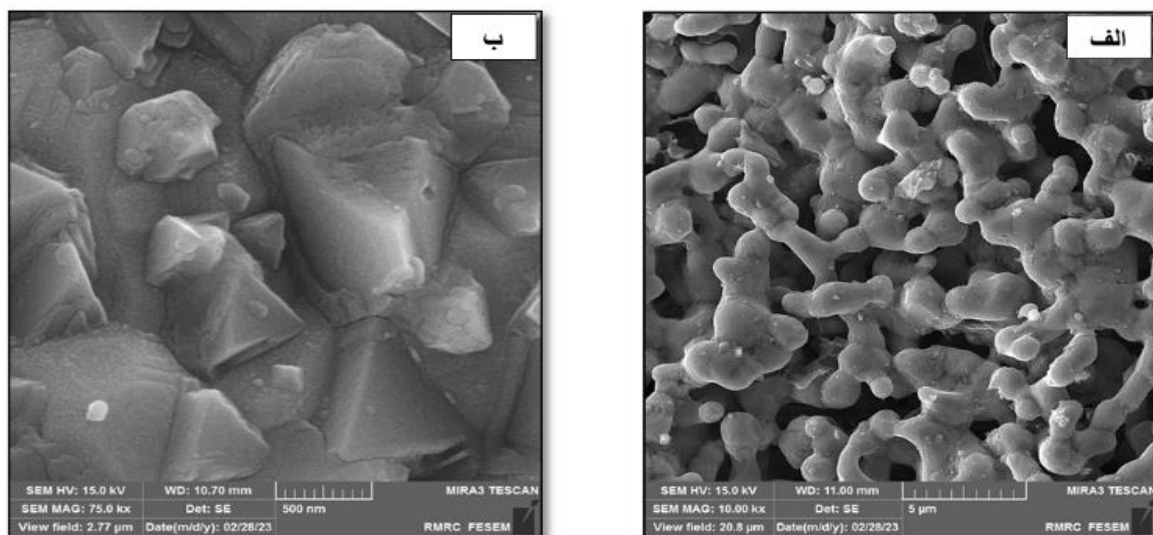
الگوهای XRD شکل ۳ قله‌های مشخصه فازهایی را نشان می‌دهند که تشکیل یک اکسید چند جزئی را تأیید می‌کند. وضوح و شدت این قله‌ها نشان‌دهنده درجه بالایی از بلورینگی است که با یافته‌های مطالعات مشابه مطابقت دارد [۱۷ و ۳]. همچنین بلورینگی در دمای بازپخت بالا نشان دهنده تأثیر حرارتی بر رشد بلوری است که با رفتار مشابه گزارش شده در اکسیدهای مغناطیسی شامل

سرب [۵]، مطابقت دارد. به منظور بررسی اثر افزودن کبالت به جای آهن با مقادیر ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹ الگوهای XRD نمونه‌ها تهیه گردید و این الگوها در شکل ۳ نشان داده شده است. همه نمونه‌ها در شکل ۲ با کارتهای JCPDS با شماره‌های کارت استاندارد ۰۵۶۱-۰۰۵-۰۰ مربوط به PbO، ۰۵۶۱-۰۰۵-۰۰ مربوط به Fe<sub>4</sub>، ۹۶-۴۳۲-۰۴۸۷ مربوط به Ni<sub>4</sub>، ۲۵۳۱-۱۵۱-۹۶ مربوط به Pb<sub>4</sub>، ۰۰-۰۰۹-۰۰۴۸ مربوط به Pb<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>، ۰۱۵-۰۰-۰۸۰۶ مربوط به Co<sub>4</sub>، ۰۰-۰۰۲۲-۰۷۹۰ مربوط به Pb<sub>2</sub>O، ۰۰-۰۳۸-۰۴۱۹ مربوط به FeNi<sub>3</sub>، ۰۱-۰۸۷-۰۶۶۳ مربوط به Pb و ۰۰-۰۱۲-۰۷۳۶ مربوط به Ni، Fe مطابقت داده شده است.

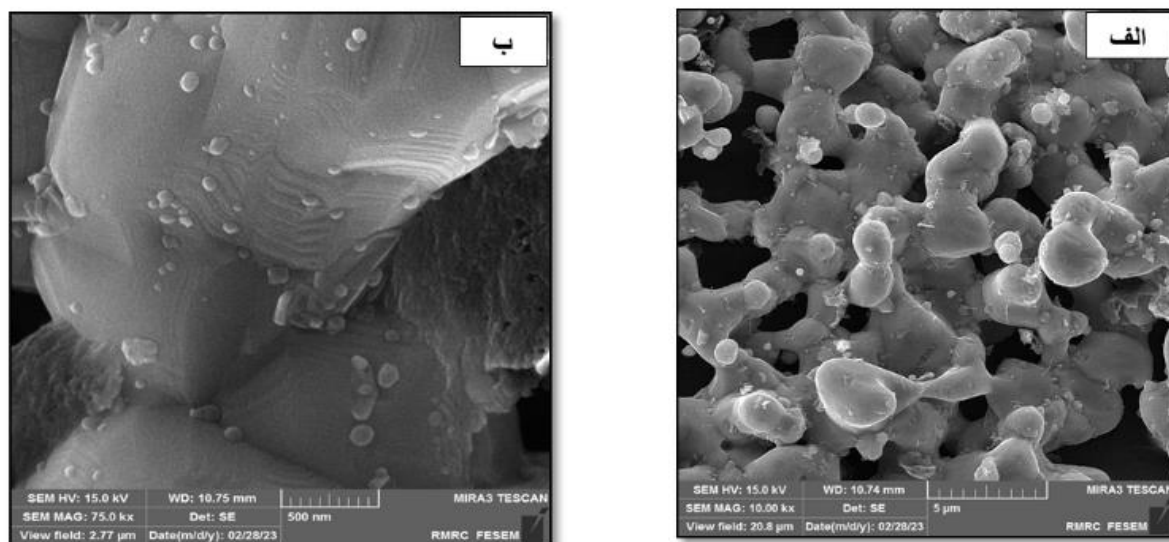


شکل ۳. الگوی پراش ترکیب اکسید Ni-Fe-Pb-Co آرایش داده شده با مقادیر کبالت، ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹.

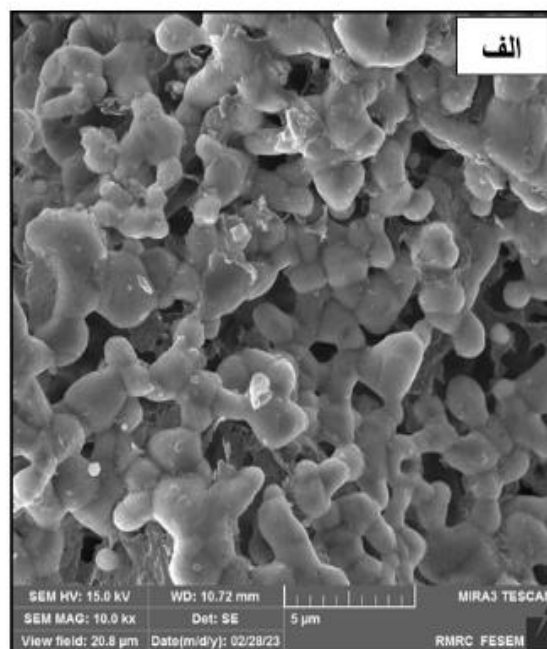
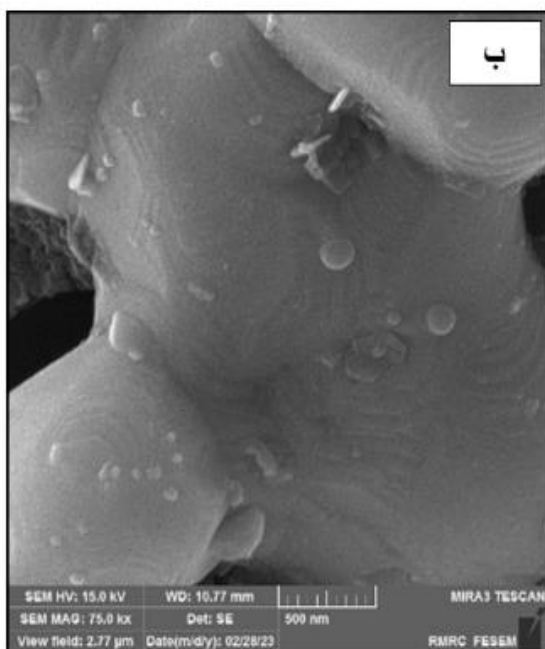
به منظور ریخت‌شناسی ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co با مقادیر کبالت ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹ در دمای پخت °C ۹۰۰ و میزان اسید سیتریک ۰/۸۸۸ گرم، از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی استفاده شد و تصاویر با ابعاد در محدوده نانومتر و میکرومتری در شکل‌های ۴ تا ۸ نشان داده شده است.



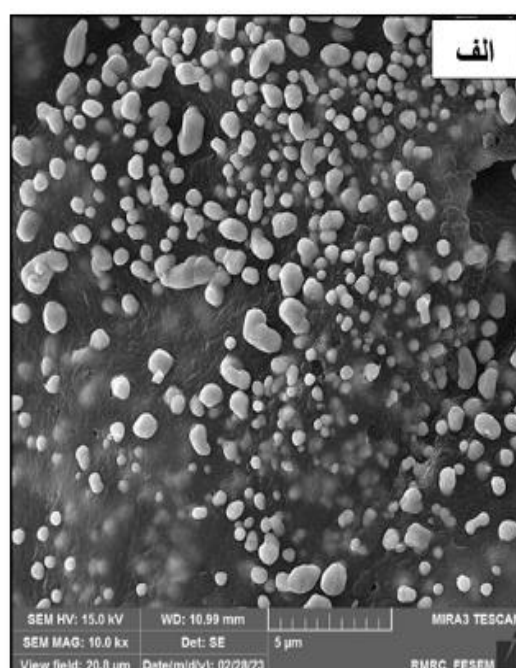
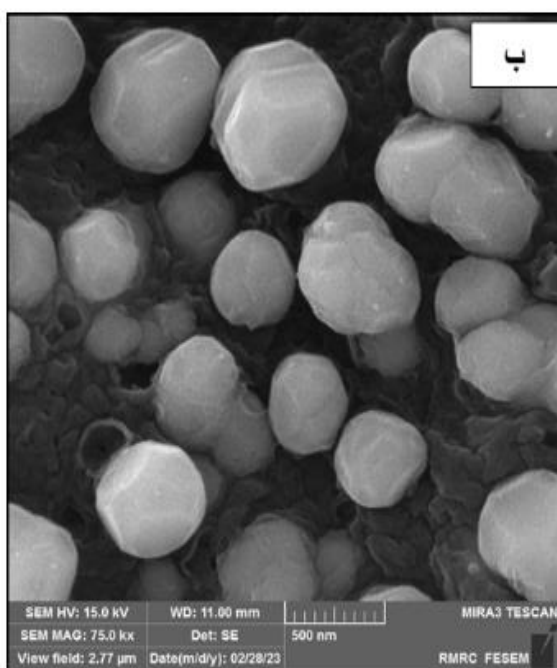
شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه آرایش داده شده با ۰/۱ کبالت (الف) محدوده میکرومتر (ب) محدوده نانومتر.



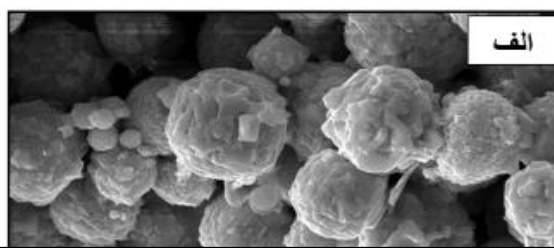
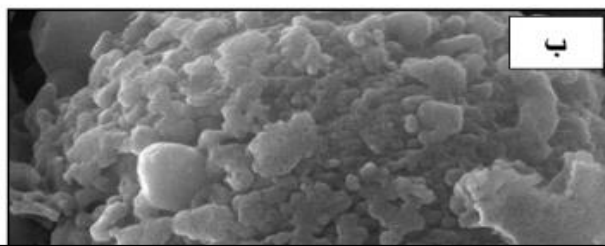
شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه آرایش داده شده با ۰/۳ کبالت (الف) محدوده میکرومتر (ب) محدوده نانومتر.



شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه آلاش داده شده با ۰/۵ کبالت الف) محدوده میکرومتر ب) محدوده نانومتر.

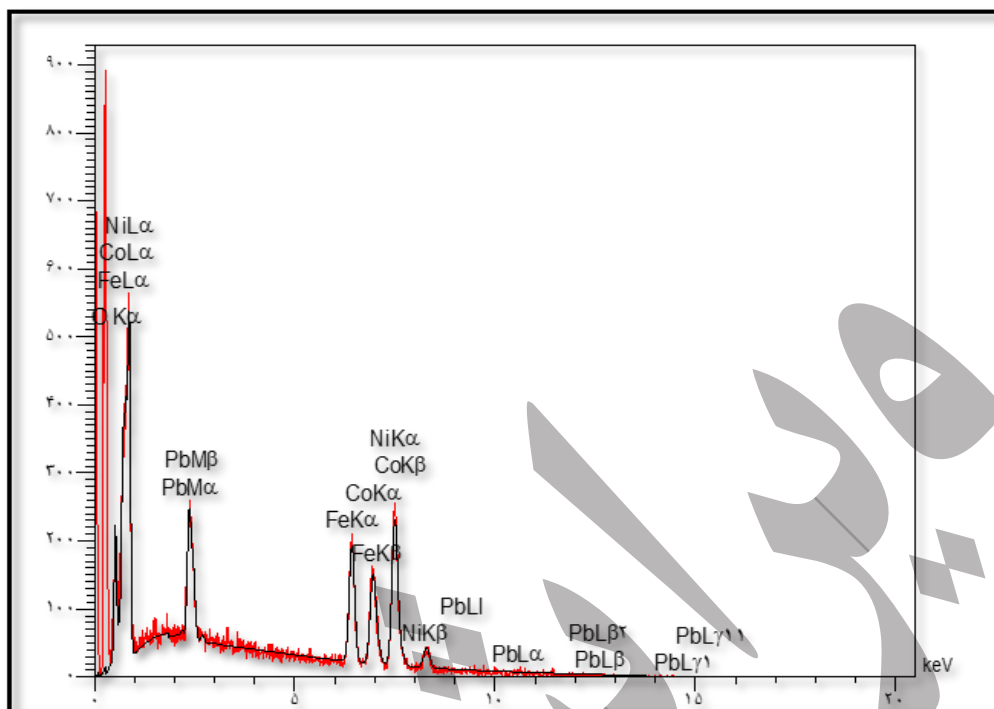


شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه آلاش داده شده با ۰/۲ کبالت الف) محدوده میکرومتر ب) محدوده نانومتر.



شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه آلیش داده شده با ۰/۹ کبالت الف) محدوده میکرومتر ب) محدوده نانومتر.

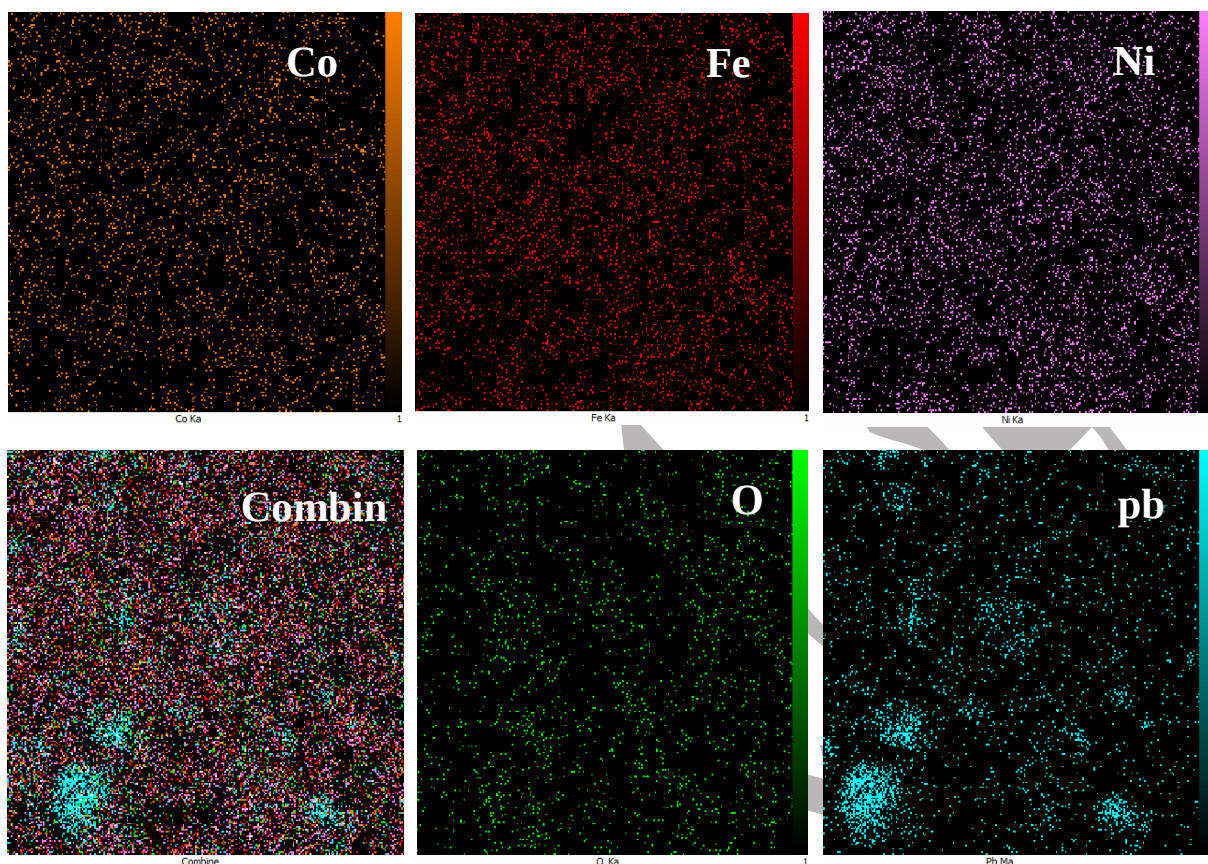
از تصاویر مشاهده می‌شود تمام نمونه‌ها در این دما دارای ذوب‌شدگی جزئی شده‌اند و تصاویر FESEM علاوه بر ذوب‌شدگی جزئی تجمع ذرات مشاهده شده است. در تصاویر با مقیاس نانومتر، مشاهده می‌شود که دانه‌ها دارای ساختاری چندوجهی هستند. این ساختار چندوجهی می‌تواند به دلیل وجود نقص‌های ساختاری در دانه‌ها باشد. آلیش کبالت می‌تواند بر ریخت‌شناسی دانه‌ها تأثیرگذار باشد و یکی از تأثیرات این تغییر ریخت‌شناسی می‌تواند منجر به افزایش اندازه دانه‌ها شود [۱۸]. با توجه به تصاویر شکل‌های ۴ تا ۸ مشاهده می‌شود که اندازه ذرات بزرگ با ریخت‌شناسی متفاوت است که بعضی از آن‌ها در محدوده نانو و بعضی دیگر در حد میکرون هستند. اندازه ذرات در نمونه با مقدار کبالت ۰/۵ بیشترین مقدار خود را دارد و حدوداً برابر با ۲ میکرون است. طیف‌سنجی جرمی دستگاهی است که مشخص می‌کند که آیا ناخالصی در ترکیب وارد شده یا نه. برای ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$ ، تصاویر Map تهیه گردید. درصد اتمی و وزنی عناصر موجود، طیف EDS و تصاویر Map در ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$  با دمای پخت  $900^{\circ}\text{C}$  و اسیدسیتریک به مقدار ۰/۸۸۸ گرم به ترتیب در شکل‌های ۹ و ۱۰ و جدول ۲ ارائه شده‌اند [۱۹].



شکل ۹. طیف EDS، ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$ .

جدول ۲. درصد اتمی و وزنی عناصر موجود در ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$ .

| عناصر  | درصد اتمی | درصد وزنی |
|--------|-----------|-----------|
| نیکل   | ۳۳٫۹      | ۳۹٫۸۹     |
| آهن    | ۱۶٫۰۸     | ۱۷٫۹۹     |
| کبالت  | ۱۵٫۷۶     | ۱۸٫۶۲     |
| سرب    | ۳٫۲۷      | ۱۳٫۵۷     |
| اکسیژن | ۳۰٫۹۹     | ۹٫۹۳      |

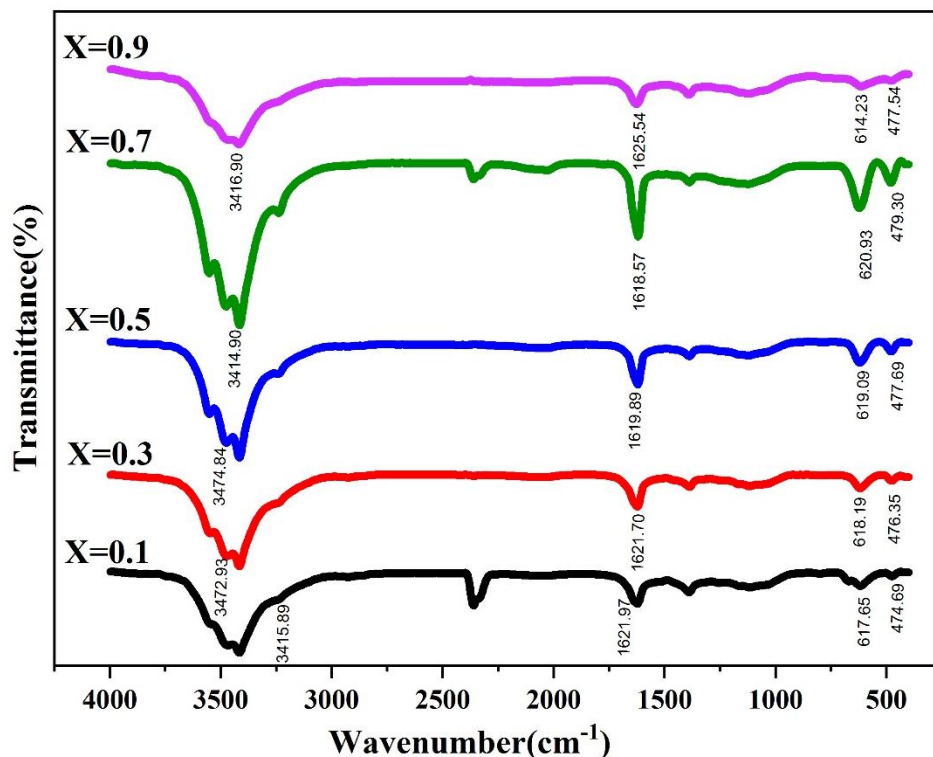


شکل ۱۰. تصاویر Map ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$ .

در شکل ۱۰، از تصاویر Map ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$  مشاهده می‌شود که Fe، Ni، Pb و Co به صورت یکنواخت در کل نمونه توزیع شده است. این نشان می‌دهد که Fe، Ni و Pb به طور مساوی در بین ذرات اکسید ترکیب Ni-Fe-Pb-Co توزیع شده است. در Map، مشاهده می‌شود که Co به صورت یکنواخت در ترکیب Ni-Fe-Pb-Co توزیع شده است. توزیع همگن Co در بین ذرات اکسید می‌تواند مربوط به این باشد که کبالت و آهن دارای ویژگی‌های شیمیایی و فیزیکی مشابهی هستند.

طیف‌سنجی FT-IR گروه‌های عاملی و نوع پیوند در مولکول را مشخص می‌کند. شکل ۱۱ طیف مربوط به ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co به ازای مقادیر کبالت ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹ را در گستره عدد موج  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  نشان می‌دهد. در فاصله  $600 - 400 \text{ cm}^{-1}$  دو قله پهن اصلی پیوند اکسیژن-فلز در نمونه‌های تهیه شده دیده می‌شود طیف FT-IR تشکیل پیوند فلز-اکسیژن را نشان داد که برای اعتبارسنجی ساختار شیمیایی اکسید بسیار مهم است. قله بزرگتر در ناحیه  $600 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات کششی چهار وجهی پیوند اکسیژن-فلز و قله کوچکتر در اعداد موج ۴۷۹، ۴۷۷ و  $474 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات در

جایگاه‌های هشت وجهی اکسیژن- فلز است. همچنین در این شکل ارتعاشات کششی مربوط به O-H در ناحیه  $3400\text{ cm}^{-1}$  نشان داده شده است و قله ظاهر شده در ناحیه  $1600\text{ cm}^{-1}$  مربوط به مد خمشی گروه‌های کربوکسیل است.. [۲۰، ۲۱]

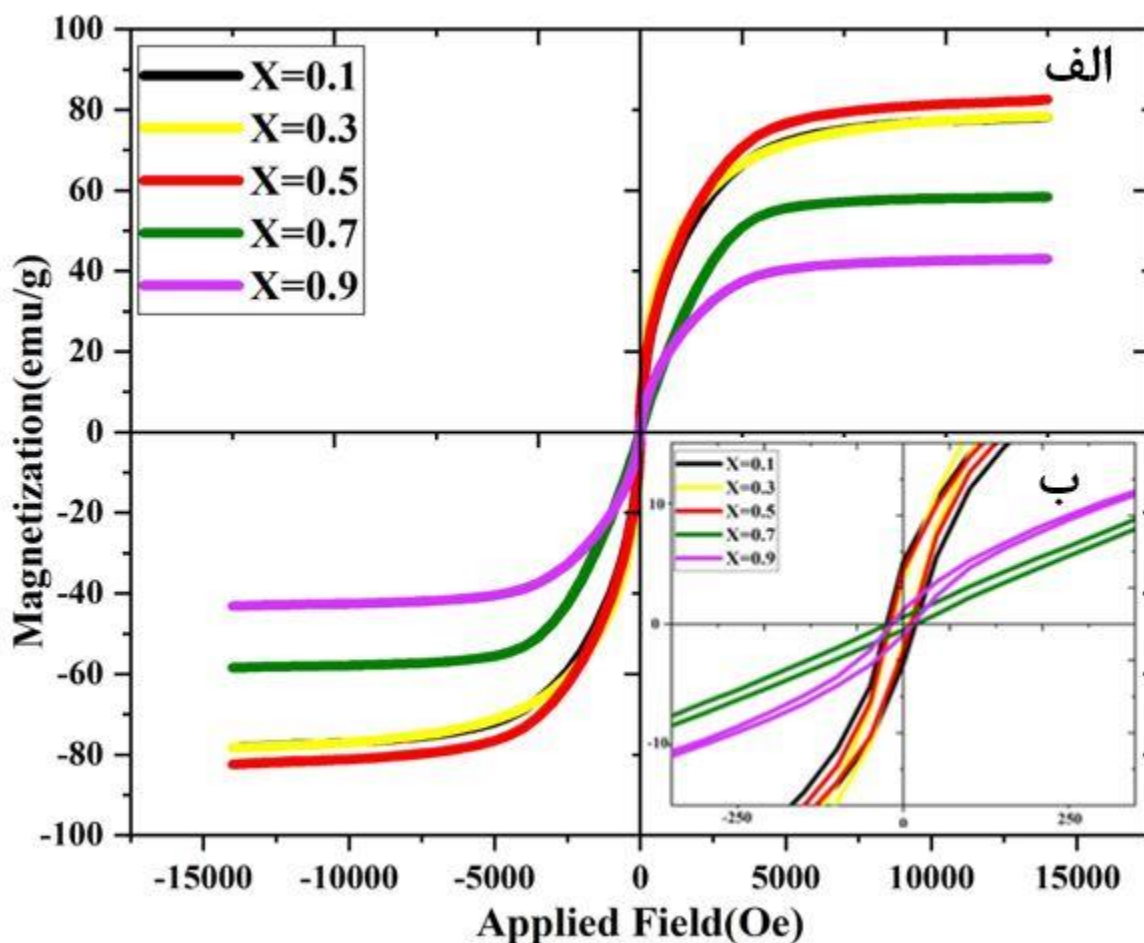


شکل ۱۱. طیف FT-IR ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co با مقادیر مختلف کبالت.

ویژگی‌های مغناطیسی نانوساختارهای اکسید مغناطیسی ترکیب جدید Ni-Fe-Pb-Co به طور گسترده با استفاده از یک مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) در دمای اتاق، با میدان مغناطیسی اعمال شده تا  $15000\text{ Oe}$  مورد مطالعه قرار گرفت. رفتار فرومغناطیسی همه نمونه‌ها از طریق این اندازه‌گیری‌ها تایید شد. شکل ۱۲ حلقه‌های پسماند نمونه‌ها در دماهای پخت  $900^\circ\text{C}$  با غلظت اسید سیتریک  $0.888\text{ g}$  گرم را نشان می‌دهد. نتایج VSM نشان دهنده بهبود اشباع با افزودن Co می‌باشد. مقادیر مغناطش اشباع ( $M_s$ )، مغناطش مانده ( $M_r$ )، وادارندگی مغناطیسی ( $H_c$ ) از حلقه پسماند و مقدار ثابت ناهمسانگردی مغناطو بلورین ( $K$ ) به ازای مقادیر مختلف کبالت برای نانوساختارهای ترکیب Ni-Fe-Pb-Co تهیه شده با میزان  $0.888\text{ g}$  گرم اسیدسیتریک و دمای پخت  $900^\circ\text{C}$  از رابطه ۳ محاسبه و نتایج پارامترهای مغناطیسی این ترکیبات در جدول ۳ آورده شده است.

$$K = M_s \frac{\bar{H}_C}{0.96} \quad (3)$$

در رابطه ۳،  $H_C$  و آدارندگی مغناطیسی و  $M_s$  مغناطش اشباع است. همچنین با توجه با مقادیر بالای مغناطش اشباع و مقادیر کم مغناطش مانده برای تمام نمونه‌های آرایش داده شده با کبالت در این پژوهش می‌توان نتیجه گرفت که این نمونه‌ها جزء مواد مغناطیسی نرم محسوب می‌شوند که این مواد کاربردهای وسیعی در فیزیک، علوم مهندسی، صنعت و تکنولوژی و همچنین علوم پزشکی و داروسازی دارند [۲۲، ۲۳]. از این شکل مشاهده می‌شود که با افزایش مقدار کبالت تا مقدار ۰/۵ مغناطش نمونه‌های آرایش داده شده افزایش یافته است ولی برای مقادیر بالاتر از ۰/۵ (نمونه ۰/۹) مغناطش نمونه‌ها دوباره کاهش یافته است. علت آن است که با افزایش مقدار کبالت (نمونه با مقدار کبالت ۰/۵) درصد فازهای با مغناطش بالا از قبیل آلیاژهای مغناطیسی (Ni, Fe) و  $(FeNi_3)$  و برای مقادیر بالاتر از ۰/۵ (نمونه ۰/۹) درصد فازهایی که از مغناطش کمتری از قبیل Pb،  $PbO_2$  و  $Pb_2Fe_2O_5$  برخوردارند تشکیل شده است.

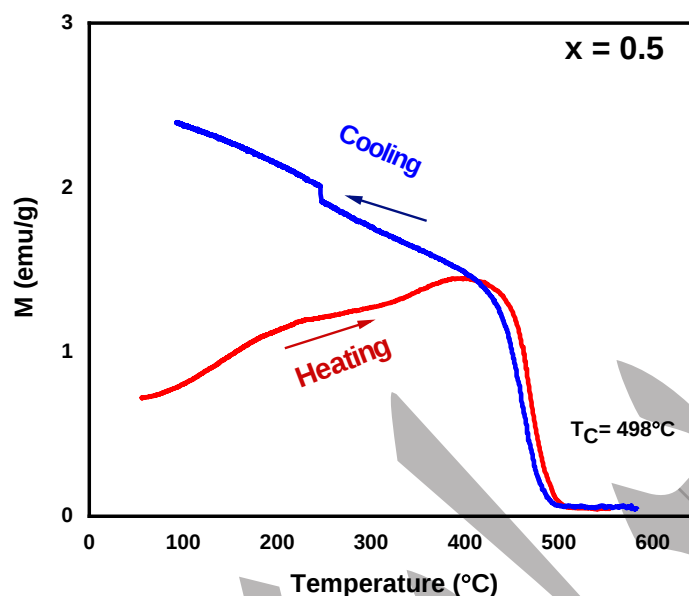


شکل ۱۲. الف) حلقه‌های پسماند ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co به ازای مقادیر کبالت ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹. ب) بازترسیم حلقه‌های پسماند با مقیاس متفاوت به منظور تعیین مغناطش مانده و میدان واگردان.

جدول ۳. خواص مغناطیسی ترکیبات اکسید Ni-Fe-Pb-Co به ازای مقادیر کبالت ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹.

| مقدار x | Ms (emu/g) | Mr(emu/g) | Hc(Oe) | K (emu/g) Oe |
|---------|------------|-----------|--------|--------------|
| ۰/۱     | ۷۸         | ۵/۱۸      | ۵۰     | ۴۰۶۲/۵       |
| ۰/۳     | ۷۷         | ۳/۶۴      | ۵۰     | ۴۰۱۰/۵       |
| ۰/۵     | ۸۲         | ۴/۵       | ۵۰     | ۴۲۷۰/۸       |
| ۰/۷     | ۵۸         | ۱         | ۵۰     | ۳۰۲۰/۸       |
| ۰/۹     | ۴۲         | ۱/۲       | ۵۰     | ۲۱۸۷/۵       |

با توجه به جدول ۳، مغناطش اشباع ( $M_s$ ) نمونه‌ها با افزایش میزان آلیش کبالت تا ۰/۵ افزایش و سپس کاهش می‌یابد. این افزایش می‌تواند به دلیل وجود درصد بیشتری از فازهایی که ویژگی‌های مغناطیسی بیشتری دارند تشکیل شده است (مشاهده کنید نمونه با مقدار کبالت ۰/۵ شکل ۳). عامل دیگر این است که کبالت می‌تواند منجر به افزایش اندازه دانه‌ها شود. ذرات بزرگتر دارای نسبت سطح به حجم کمتری هستند و بنابراین اثر لایه مرده کمتری دارند. لایه مرده یک لایه نازک از اتم‌های سطحی است که به دلیل ساختار نامنظم خود ویژگی‌های مغناطیسی متفاوتی نسبت به هسته ذره دارد. کاهش اثر لایه مرده منجر به افزایش  $M_s$  می‌شود با توجه به درصد فازهای الگوهای پراش نمونه‌ی آلیش داده شده با مقدار کبالت ۰/۵ و درصد فازهای (Ni, Fe) و  $FNi_3$  که از مغناطش بیشتری برخوردار است و بزرگ بودن اندازه ذرات در این نمونه باعث شده است که نمونه با مقدار کبالت ۰/۵ نسبت به سایر نمونه‌ها از مغناطش اشباع بالاتری برخوردار است [۲۴، ۲۵]. با استفاده از ترازوی فاراده دمای کوری ترکیب  $Ni-Fe_{0.5} - Co_{0.5} - Pb$  اندازه‌گیری شد و نمودار آن در شکل ۱۳ نشان داده شده است.



شکل ۱۳. نمودار تغییرات مغناطش بر حسب دما ترکیب  $\text{Ni-Fe}_{0.5} - \text{Co}_{0.5} - \text{Pb}$ .

از دیگر مشخصه‌های مهم برای اکسیدهای مغناطیسی، دمای کوری آن‌ها است. دمای کوری کمیتی است که به صورت تجربی اندازه‌گیری می‌شود. زیر این دما، مغناطش ماده غیر صفر است و با افزایش دمای ماده فرو (فرو) مغناطیسی، انرژی گرمایی موجب افت و خیز دوقطبی‌های مغناطیسی حول محور قطبش می‌شود و در نتیجه مغناطش خالص شروع به کاهش می‌کند تا در دمای موسوم به دمای کوری مغناطش خالص صفر شود. به عبارت دیگر در دماهای بالای دمای کوری، مواد فرو و فرو مغناطیس، مغناطش خودبه‌خودی نشان نمی‌دهند، اما از آنجایی که دارای گشتاور مغناطیسی دائمی هستند، در حضور میدان‌های خارجی، ویژگی‌های پارامغناطیسی بروز می‌دهند. در صورتی که دمای کوری ماده مغناطیسی از دمای اتاق پایین‌تر باشد، عملاً کاربرد چندانی در صنعت ندارد، به منظور احیای ویژگی مغناطیسی و افزایش دمای کوری، باید آن را درون میدان مغناطیسی خارجی قرار داد. از آنجایی که در شکل ۱۳ بخش‌های گرمایی و سرمایی نمودار مغناطش بر حسب دما (M-T) بر یکدیگر منطبق نیستند بنابراین اکسیدهای مغناطیسی ساخته شده در این تحقیق از نوع ناپایدار هستند؛ زیرا در اکسیدهای مغناطیسی پایدار علاوه بر این که مغناطش در اطراف دمای کوری به سرعت کاهش می‌یابد بخش‌های گرمایی و سرمایی نمودار بر هم منطبق‌اند [۲۶، ۲۷]. مواد مغناطیسی بر اساس قطر بحرانی خود به دو صورت تک حوزه و چند حوزه مغناطیسی تقسیم می‌شوند. قطر بحرانی ( $D_c$ ) از رابطه (۴) به دست می‌آید.

در این رابطه  $\sigma_w$  انرژی دیواره حوزه و  $M_s$  مغناطیس اشباع را نشان می دهد. ثابت ناهمسانگردی از رابطه (۳) و همچنین مقدار انرژی دیواره حوزه از رابطه (۵) به دست می آید.

$$D_C = \frac{96W}{2\pi M_s^2} \quad (4)$$

$$\sigma_w = \left( \frac{2 K_b T_C |K|}{a} \right)^{1/2} \quad (5)$$

در رابطه ۴،  $\sigma_w$  انرژی دیواره حوزه،  $M_s$  مغناطیس اشباع و در رابطه ۵،  $K_b$  ثابت بولتزمن،  $T_C$  دمای کوری بر حسب کلین  $K$  است. همچنین  $a$  ثابت شبکه برای نمونه با مقدار کبالت ۰/۵ برابر با ۸/۳۴۰ آنگسترم می باشد. اگر اندازه متوسط ذرات بزرگتر از قطر بحرانی باشد، ماده مغناطیسی چند حوزه ای است و اگر اندازه متوسط ذرات کمتر از قطر بحرانی باشد، ماده مغناطیسی تک حوزه است. از آنجایی که اندازه متوسط ذرات و اندازه قطر بحرانی ترکیب  $Ni-Fe_{0.5}-Co_{0.5}-Pb$  به ترتیب برابر است با ۲ میکرون و ۲۵۰ نانومتر است بنابراین ترکیب  $Ni-Fe_{0.5}-Co_{0.5}-Pb$  در این پژوهش چند حوزه مغناطیسی هستند [۲۸، ۲۹].

#### ۴. نتیجه گیری

در این تحقیق نانوساختارهای اکسید مغناطیسی ترکیب اکسید جدید  $Ni-Fe-Pb-Co$  با مقادیر کبالت ۰/۱، ۰/۳، ۰/۵، ۰/۷ و ۰/۹ به روش سل-ژل تحت گاز آرگون ساخته و ویژگی های ساختاری و مغناطیسی آن مورد بررسی قرار گرفت. ویژگی های مغناطیسی با استفاده از یک مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) مشخص شد و نتایج نشان داد که با افزودن مقدار کبالت تا ۰/۵ به سیستم  $Ni-Fe-Pb$  مغناطش اشباع افزایش می یابد. تجزیه و تحلیل الگوهای پراش نمونه ها، تشکیل یک اکسید چند جزئی را نشان می دهد. تصاویر FESEM توزیع یکنواخت ذرات با تمایل به تجمع در دمای  $900^\circ C$  را نشان می دهد. دمای کوری نانوساختارهای اکسید مغناطیسی ترکیب  $Ni-Fe_{0.5}-Co_{0.5}-Pb$  ساخته شده در دمای  $900^\circ C$  با استفاده از ترازوی فاراده حدود ۷۷۱ کلین اندازه گیری گردید. نتایج ویژگی های مغناطیسی ترکیب  $Ni-Fe_{0.5}-Co_{0.5}-Pb$  نشان می دهد که این نمونه با مغناطش (emu/g) ۸۲ چند حوزه مغناطیسی است. اکسیدهای مغناطیسی چند جزئی با این مقدار مغناطش اشباع و دمای کوری در این تحقیق برای کاربردهای پیشرفته از قبیل ذخیره سازی داده های مغناطیسی، حسگرها، کاربردهای زیستی و پزشکی و همچنین حوزه علم مواد کاربرد وسیع دارند.

[1] Hashhash A., Kaiser M., "Influence of Ce-Substitution on Structural, Magnetic and Electrical Properties of Cobalt Ferrite nanoparticles", Journal of Electronic materials, 45 (2016) 321-329.

(DIO: <https://doi.org/10.1007/s11664-015-4125-6>)

[2] Hocheplid J. F., Pileni M. P., "Magnetic properties of mixed cobalt-zinc ferrite nanoparticles", J. Appl. Phys. 87 (2000) 2472-2478.(DIO: <https://doi.org/10.1063/1.372205>)

[3] Wang Y., Jiang J., and Wenbo M., "Half-Metals and Weyl Nodal Line Semimetals in Two-Dimensional Phthalocyanine-Based Metal Organic Frameworks with Ni-Fe Dual Metals", J. Phys. Chem. C, 126 (2022) 9998–10006.(DIO: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.2c02738>)

[4] Mousavi Ghahfarokhi S. E., Ahmadi M. and Kazeminezhad I., "The effect of doping of Mn on structural and magnetic properties of the strontium hexaferrite nanoparticles", Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 27, (2019) 245-254.(DIO: [10.29252/ijcm.27.1.245](https://doi.org/10.29252/ijcm.27.1.245))

[5] Babiker S. , Gao G. , and Yao KL. , "First-Principle Calculation of Electronic Structures and Magnetic Properties of Heusler Alloys  $\text{Co}_2\text{ZrPb}$  and  $\text{Zr}_2\text{MnBa}$ ", Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 31 (2018) 905–913.(DIO: <https://doi.org/10.1007/s10948-017-4239-6>)

[6] Rostami Z.A., Mousavi Ghahfarokhi S.E., Kazeminezhad I., "Effect of Fe/Pb molar ratio on the structure, magnetic and dielectric properties of  $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparticles", Chinese Journal of Physics, 56 (2018) 760–769 . (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.cjph.2018.01.005>[Get rights and content](#))

[7] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Rostami Z. A. and 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, 39 (2016) 130–142. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.09.063>)

[8] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Ahmadi M., Kazeminezhad I., "Effects of  $\text{Bi}^{3+}$  substitution on structural, morphological and magnetic properties of Cobalt ferrite nanoparticles", Journal of superconductivity and novel magnetism, 32 (2019) 3251-3263. (DIO: <https://doi.org/10.1007/s10948-019-5058-8>)

[9] Abraham A.G., Manikandan A., Manikandan E., Vadivel S., Jaganathan S. K., Baykal A., Sri Renganathan P., "Enhanced magneto-optical and photo-catalytic properties of transition metal cobalt ( $\text{Co}^{2+}$  ions) doped spinel  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$  ferrite nanocomposites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 452 (2018) 380-388. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.01.001>)

[10] Zargar Shoushtri M., Moradian E., Kazmininejad I., "Fabrication of  $\text{Fe}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}$  alloy by mechanical alloying method and investigating the effect of alloying Cobalt on its structural and morphological properties" Journal of Research on Many-body Systems, 4 (2014) 19-26.

(DIO: [10.22055/jrmbs.2017.11971.1034](https://doi.org/10.22055/jrmbs.2017.11971.1034))

[11] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Hamalzadeh Ahmadi F., "Fabrication and comparison of the structural and magnetic properties of  $\text{FeNi}_3$  nanoparticles made by hydrothermal and co-

precipitation methods”, Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 30 (2022) 543-552. (DIO: [10.52547/ijcm.30.3.543](https://doi.org/10.52547/ijcm.30.3.543))

[12] Alirezai Varnosfaderani N., Zargar Shoushtari M., Mousavi Ghahfarokhi S. E., “A study of lead ions absorption process from drinking water by  $\text{SrCo}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  nanoparticles”, Physica B, 638 (2022) 413859. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.physb.2022.413859>)

[13] Danks A.E., Hall S.R., and Schnepf Z., “The evolution of ‘sol–gel’ chemistry as a technique for materials synthesis”, Materials Horizons, 3(2016) 91-112.( DOI: [10.1039/C5MH00260E](https://doi.org/10.1039/C5MH00260E))

[14] Shirsath S.E., Kadam R.H., Gaikwad A.S., Ghasemi A., and Morisako A., “Effect of sintering temperature and the particle size on the structural and magnetic properties of nanocrystalline  $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ ”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 323 (2011) 3104-3108. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2011.06.065>)

[15] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Mohammadzadeh Shobegar E. Zargar Shoushtari M., “Effects of sintering temperature on structural, morphological and magnetic properties of strontium ferrite nanoparticles”, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 32 (2019) 1067–1076. (DIO: <https://doi.org/10.1007/s10948-018-4799-0>)

[16] Bai Y., Zhou J., Guli Z., Li L., “Phase formation process, microstructure and magnetic properties of Y- type hexagonal ferrite prepared by citrate sol- gel auto- combustion method,” materials chemistry and physics 98 ( 2006) 66-70. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2005.08.067>)

[17] Mousavi Ghahfarokhi S. E., Ahmadi M., Kazeminezhad I., “Fabrication of the  $\text{SrFe}_{11}\text{MnO}_{19}$  /  $\text{CoFe}_{1.9}\text{Bi}_{0.1}\text{O}_4$  ferrite nanocomposite and investigation the properties of its microwave absorption in X-band”, Physica B 594 (2020) 412290. (DIO: <https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412290>)

[18] Sonia M.M.L., Anand S., Maria Vinosel V., AsisiJanifer M., Pauline S., Manikandan A., “Effect of lattice strain on structure, morphology and magneto-dielectric properties of spinel  $\text{NiGd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  ferrite nano-crystallites synthesized by sol-gel route”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 466 (2018) 238-251.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.07.017>)

[19] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Toulabinezhad H., and Kazeminezhad I., “Fabrication of  $\text{CoMnFeO}_4$ /PANI nanocomposite electrode and its improved efficiency in supercapacitors”, Journal of Energy Storage, 69 (2023) 107949.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.est.2023.107949>)

[20] Helfi Kh., Mousavi Ghahfarokhi S.E., Zargar Shoushtari M., “Structural, magnetic, optical, and photocatalytic properties of  $\text{Bi}_{1-x}\text{Sm}_x\text{Fe}_{1-y}\text{Cr}_y\text{O}_3$  nanostructure synthesized by hydrothermal method”, Applied Physics A (2023) 129:40.(DIO: <https://doi.org/10.1007/s00339-022-06290-6> )

[21] Bosca M., Pop L., Borodi G., Pascuta P., Culea E., “XRD and FTIR structural investigations of erbium-doped bismuth–lead–silver glasses and glass ceramics”, Journal of Alloys and Compounds, 479 (2009) 579-582.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.01.001>)

[22] Amirabadizadeh A., Rasouli M. R., Sarhaddi R., “Structural and magnetic properties of  $\text{Co}_{0.5}\text{Ni}_{0.5-x}\text{Mn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x = 0, 0.15, 0.25, 0.35, 0.5$ ) ferrite nanoparticles prepared via sol-gel autocombustion method”, Journal of Advances in Physics, 3 (2013) 267-271.(DIO: <https://doi.org/10.24297/jap.v3i3.2060>)

- [23] Manikandan A., Durka M., Selvi M. A., Antony S. A., “Sesamoideum Plant Extracted Microwave Combustion Synthesis and Opto-Magnetic Properties of Spinel  $Mn_xCo_{1-x}Al_2O_4$  Nano-Catalysts”, Journal of nanoscience and nanotechnology 16 (2016) 448-456.(DIO: <https://doi.org/10.1166/jnn.2016.10632>)
- [24] Zaki H.M., Saleh H., Hashhash A., “Effect of  $Al^{3+}$  ion addition on the magnetic properties of cobalt ferrite at moderate and low temperatures”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 401(2016) 1027–1032.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.11.021>)
- [25] Panda R K., Muduli R., Jayarao G., Sanyal D., Behera D., “Effect of  $Cr^{3+}$  substitution on electric and magnetic properties of cobalt ferrite nanoparticles”, Journal of Alloys and Compounds, 669 (2016) 19-28.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.01.256>)
- [26] Henaish A.M.A., Ali M.M., El Refaay D.E., Weinstein I.A., Hemeda O.A., “Synthesis, Electric and Magnetic Characterization of Nickel Ferrite/PANI Nano-Composite Prepared by Flash Auto Combustion Method”, Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials 30 (2020) 44–49.(DIO: <https://doi.org/10.1007/s10904-020-01737-w>)
- [27] Mozaffari M., Hadadian Y., Aftabi A., Oveysy Moakhar M., “The effect of cobalt substitution on magnetic hardening of magnetite”, J.Magn Mater, 354 (2014), 119–124.(DIO: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.10.039>)
- [28] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Ahmadi M., Kazeminezhad I., “Effect of the PANI content on Curie temperature and microwave absorption properties of  $SrFe_{11}MnO_{19}/CoFe_{1.9}Bi_{0.1}O_4$  nanocomposite”, Applied Physics A 127 (2021) 401.(DIO: <https://doi.org/10.1007/s00339-021-04556-z>)
- [29] Goto K., Ito M., Sakurai T., “Studies on magnetic domains of small particles of barium ferrite by colloid-SEM method”, Jpn. J. Appl. Phys. 19 (1980) 1339–1346.(DIO: [10.1143/JJAP.19.1339](https://doi.org/10.1143/JJAP.19.1339))

# Fabrication of magnetic oxide nanostructures of novel Ni-Fe-Pb-Co alloy by sol-gel method in an argon atmosphere and investigation of its structural and magnetic properties

S. E. Mousavi Ghahfarokhi, <sup>1\*</sup>, M. Gharibpour <sup>2</sup>, Kh. Helfi<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Professor, Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

*E-mail address: Musavi\_brahim@yahoo.co.uk*

<sup>2</sup>Msc Student, Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran. *E-mail address: massoumeh1gharibpour@gmail.com*

<sup>3</sup>Assistant Professor, Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran. *E-mail address: khadijehhelfi@gmail.com*

## Abstract

This research focuses on the fabrication and investigation of the structural and magnetic properties of magnetic oxide nanostructures of a novel Ni-Fe-Pb-Co alloy synthesized by the sol-gel method under argon gas. In this method, nickel nitrate, iron nitrate, lead nitrate and cobalt nitrate were used as precursor materials and citric acid as a chelating agent. The structural properties were investigated using X-ray diffraction (XRD) and field emission scanning electron microscopy (FESEM). Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) was used to investigate the chemical bonding of the substance. Also, the thermal stability of the compound was evaluated through thermal gravimetric analysis (TGA). The magnetic properties were determined using a vibrating sample magnetometer (VSM). The results showed that adding cobalt up to a concentration of 0.5 to the Ni-Fe-Pb system was found to increase the saturation magnetization. XRD analysis of the samples showed the formation of a multi-component oxide. FESEM images show uniform particle distribution with a tendency for the agglomeration at a temperature 900 °C. The Curie temperature of the magnetic oxide nanostructures of Ni-Fe<sub>0.5</sub>-Co<sub>0.5</sub>-Pb composition synthesized at 900 °C was measured using a Faraday balance and its value is 771 K.

**Keywords:** cobalt-doped magnetic oxide, Ni-Fe-Pb-Co composition, sol-gel method, structural properties, magnetic properties,

\*S. E. Mousavi Ghahfarokhi

Physics Department, Shahid Chamran University of Ahvaz, Blvd. Golestan, Ahvaz, Iran. Tel: +986133331040

Fax: +986133331040, E-mail: musavi\_brahim@yahoo.co.uk