Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, Vol.3, No.2, Autumn 1995

The Effect of Microstracture 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 microstractures,long-time grinding and nonmagnetic phase on magnetic properties of barium ferrite, isotropic samples of barium ferrite magnets, $Ba_{O.6}Fe_2O_3$, were prepared by ceramics and co - precipitation methods. Magnetic measurments indicates a higher demagnetization of the samples prepared by chemical method due to lack of remenant stress and crystallographic imperfections in this case. Also, the intermediate nonmagnetic phases 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.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

مجلهٔ بلورشناسی و کانی شناسی ایران، سال سوم ، شمارهٔ دوم ، پائیز ۱۳۷۴ از صفحهٔ ۱۱۳ تا ۱۲۲

پژوهشی

بررسی نقش ریزساختار در رفتار مغناطیسی آهن رباهای دائمی فریت باریم

عبدالمهدی ذاکر
دانشکده فیزیک - دانشگاه علم وصنعت ایران

چکیده: به منظور بررسی نقش ریز ساختار، تنش های ناشی از آسیاب کردنهای طولانی وتشکلیل فازهای نامعناطیسی 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 می‌دهند 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 گسترهٔ دما برای کلوخه شدن نمونه‌های شیمیایی ۹۵۰-۹۲۵°C و نمونه های سرامیکی ۱۰۰۰-۹۵۰°C است.

واژه های کلیدی: *ریز ساختار* ، *فازمغناطیسی* ، *نقایص بلوری* ، *همرسوبی شیمیایی*

مقدمه

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

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

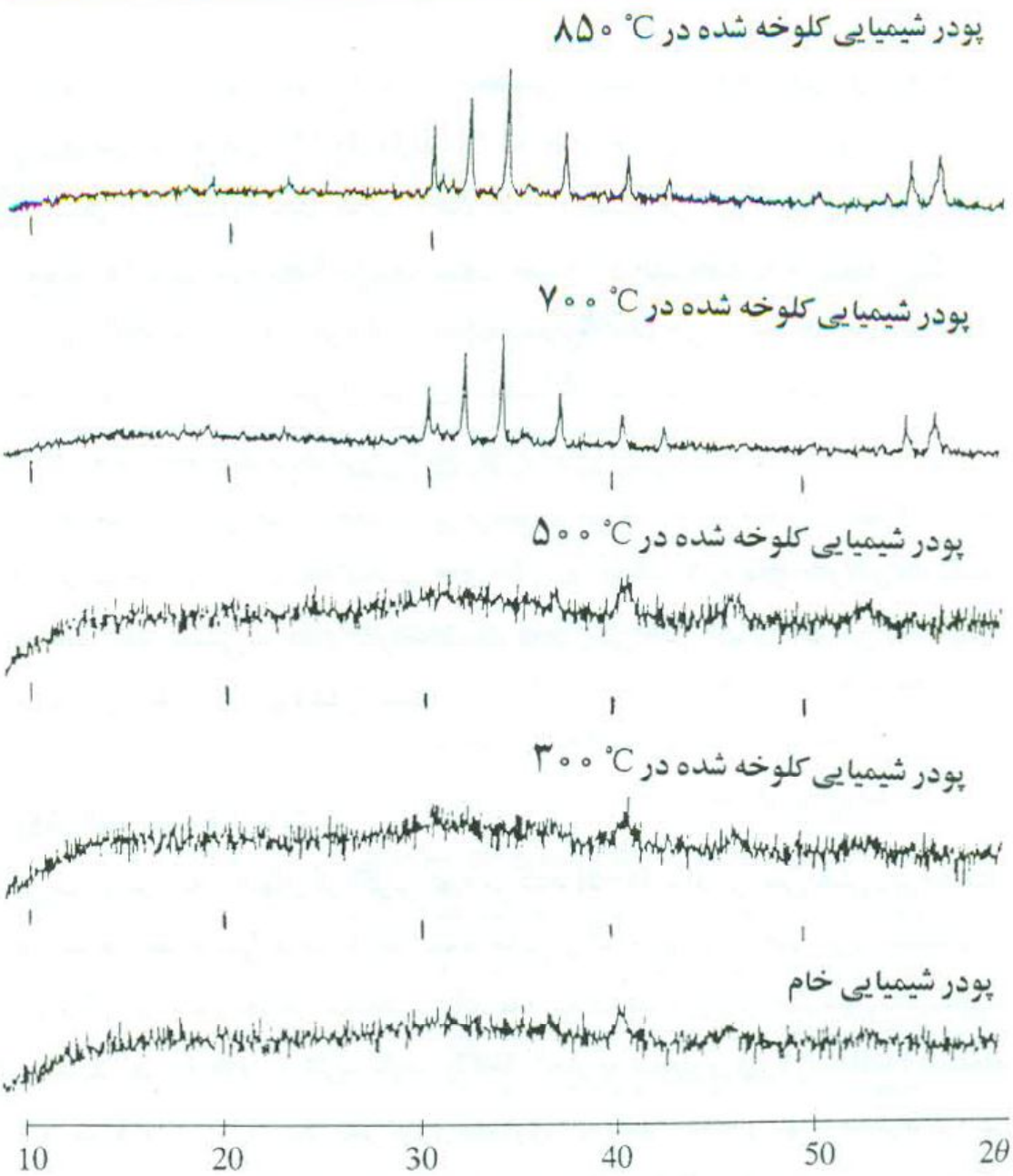
به شمار می‌آیند، دسته مهمی از مواد مغناطیسی را تشکیل می‌دهند. این مواد مقدار زیادی آهن سه ظرفیتی (Fe^{+3}) دارند، و از لحاظ ساختاری به سه دسته بزرگ اسپینلی، نارسنگی (گارنت)، و شش گوشی (هگزاگونال) تقسیم می شوند. یکی از فریت های مهم که به فراوانی در ساخت مغناطیسهای دائمی به کار می‌رود، فریت باریم شش گوشی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

عوامل چندی بر خواص مغناطیسی فریتها اثر می گذارند که مهمترین آنها عبارت‌اند از ریز ساختار (اندازهٔ دانه‌ها)، 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 می‌کنند [۵-۸]. برای بررسی نقش ریز ساختار در خواص مغناطیسی فریت باریم، نمونه هایی از آن به دو روش همرسوبی شیمیایی و سرامیکی ساخته و خواص مغناطیسی آنها مقایسه شدند. در روش همرسوبی شیمیایی، از کلرید آهن $FeCl_3$ و کلرید باریم $BaCl_3$ آبدار به نسبت وزنی $Fe/Ba=۱۲$ استفاده شد. موا د 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، مادهٔ بی شکل (Amorphous) به دست آمد، که با گرم کردن آن تا دمای حدود $۷۳۵^{o}C$ فاز بلوری شکل گرفت. بررسیهای پراش سنجی پرتو X (XRD) و آنالیز گرمایی (DTA) نمونه‌ها، تشکیل فازبلوری را در آن ناحیهٔ دمایی تأیید می‌کنند (شکل ۱). پودر تهیه

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]



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

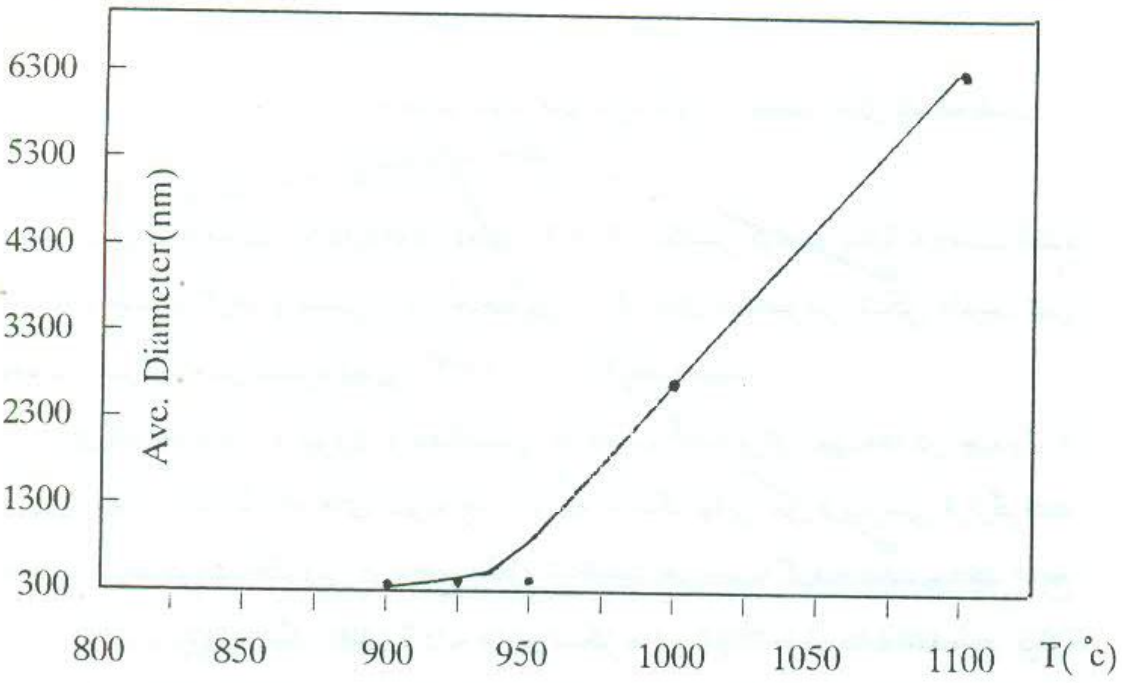
شده، در کوره الکتریکی و در حضور اکسیژن به مدت یک ساعت در دمای ۹۵۰°C تکلیس شد، و سپس با آسیاب دوبارهٔ آن، شکل دهی نمونه‌ها در قالبهای مخصوص انجام گرفت. و سرانجام در چند دمای مختلف (۹۰۰-۱۰۰۰°C) آنها را به صورت کلوخه در آوردیم.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

جدول ۱ دمای کلوخه شدن و نیروی وامغناطیسی نمونه‌ها

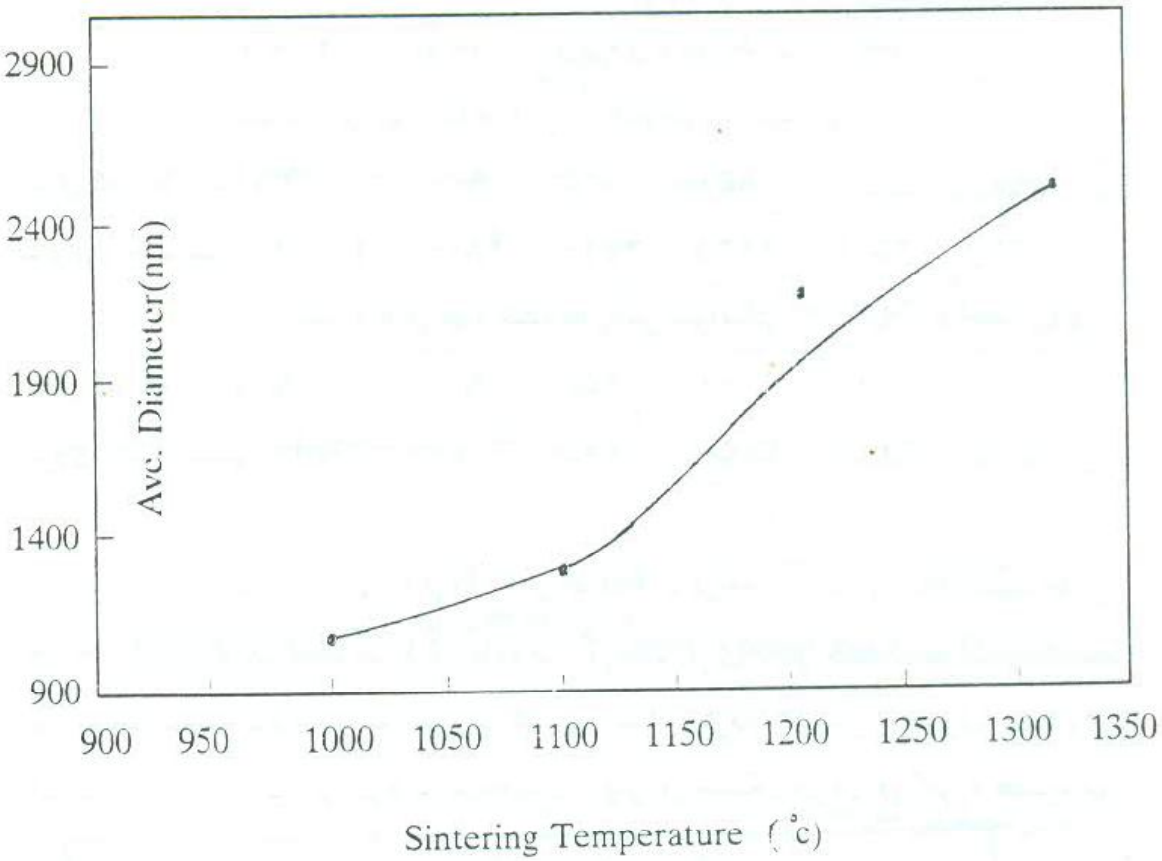
نمونه های تهیه شده به روش همرسوبی شیمیایی					
دمای کلوخه شدن (°C)	۹۰۰	۹۲۵	۹۵۰	۱۰۰۰	۱۱۰۰
نیروی وامغناطیسی Hc(Oe)	۴۸۰۰	۴۷۱۰	۴۶۲۵	۲۵۰۰	۱۲۱۰
نمونه های تهیه شده به روش سرامیکی					
دمای کلوخه شدن (°C)	۹۰۰	۹۵۰	۱۰۰۰	۱۱۰۰	
نیروی وامغناطیسی Hc(Oe)	۳۰۵۰	۳۰۸۵	۳۱۵۰	۲۶۵۰	

در روش سرامیکی، مواد α -Fe_2O_3 و $BaCa_3$ با درجهٔ خلوص بالا، به نسبت مولی $BaCO3/\alpha$-Fe_2O_3=۱/۶، 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 کورهٔ همراه با



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

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]



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

دمیدن‌اکسیژن به مدت ۹۰ دقیقه، در دمای $1200^{o}C$ تکلیس کردیم. مادهٔ به دست آمده را دوباره آسیاب کرده و سپس پودر حاصل را در قالبهای مخصوص شکل دادیم. این محصول سرانجام در کسترهٔ دمایی $1100^{o}C-900$ پخته شد.

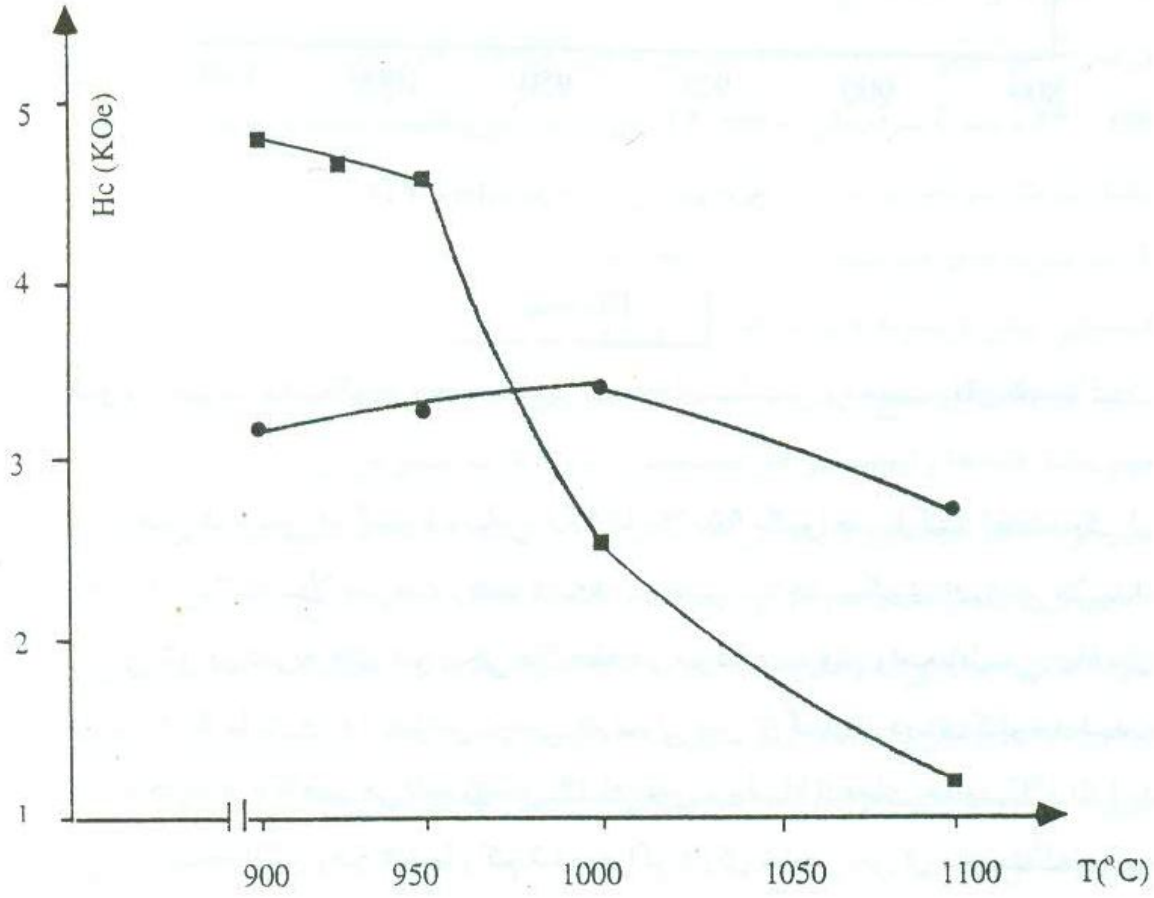
دمای کلوخه شدن و نیروی وامغناطیسی به دست آمده برای نمونه‌ها در جدول ۱ آورده شده‌اند. اندازهٔ دانه های نمونه ها با توجه به عکسهایی مورد بررسی قرارگرفتند که با میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع شکست هر نمونه گرفته شده بودند. نتایج به دست آمده برای میانگین اندازهٔ دانه ها در شکل‌های ۲ و ۳ نشان داده شده‌اند. برای اندازه گیریهای مغناطیسی نمونه ها ازدستگاه حلقهٔ پسمانده مغناطیسی (DC Magnetic Hystersic Loop) موجود در پژوهشگاه مواد و انرژی استفاده شد.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

بحث و برداشت

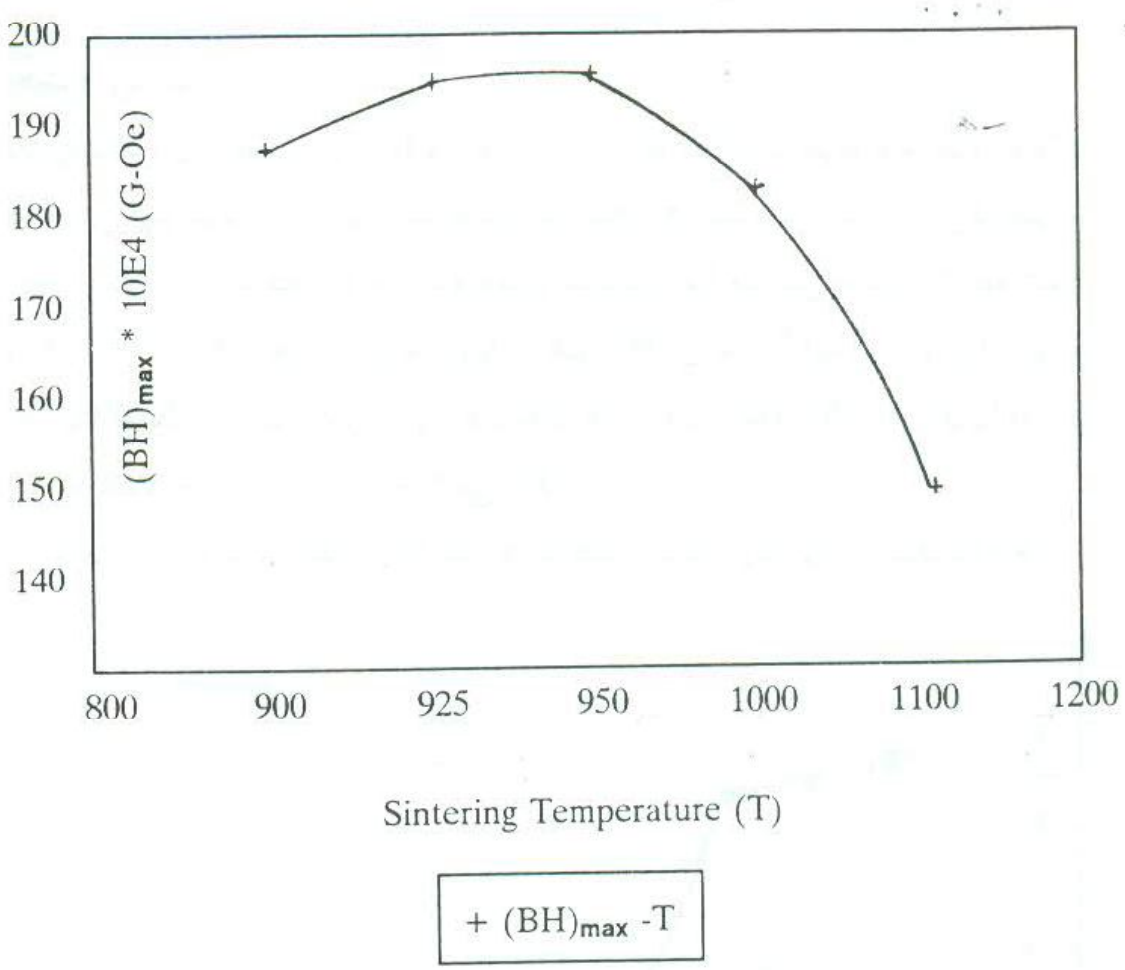
تغییرات نیروی وامغناطیسی، H_c ، برحسب دمای کلوخه شدن نمونه های تهیه شده، به دو روش همرسوبی شیمیایی و سرامیکی در شکل ۴ رسم شده‌اند. از این منحنی‌ها چنین بر می‌آید که H_c در نمونه‌های شیمیایی با افزایش دمای کلوخه شدن (۹۰۰-۱۱۰۰°C) کاهش می‌یابد. روند کاهش H_c در آغاز آرام است، ولی از دمای ۹۵۰°C به بالا، شدت بیشتری می‌یابد، به گونه‌ای که در دمای ۱۱۰۰°C تقریباً به یک چهارم مقدار خود در دمای ۹۰۰°C می‌رسد.

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

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]



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

نمونه‌های شیمیایی در گسترهٔ دمایی ۹۰۰ تا ۹۵۰°C یکنواخت و کند است، ولی از دمای ۹۵۰°C به بالا سرعت رشد دانه‌ها به صورت چشمگیری افزایش می‌یابد (شکل ۲). در نمونه های سرامیکی ملاحظه می‌شود که نیروی وامغناطیسی، H_c، از دمای ۹۰۰ تا ۱۰۰۰°C افزاش آرامی دارد ولی پس از گذر از دمای کلوخه شدن ۱۰۰۰°C دوباره کاهش می‌یابد (شکل ۴). افزایش اولیهٔ H_c تا دمای حدود ۱۰۰۰°C را می‌توان نتیجه ازبین رفتن تنشها و کم شدن مراکز دارای نقایص بلوری دانست که در اثر آسیاب کردن پودر نمونه ها به وجود می‌آید [۹]. کاهش بعدی H_c در بالاتر از دمای ۱۰۰۰°C به رشد دانه مربوط می‌شود.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

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

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 می‌آید. رشد اندازهٔ ذرات در نمونه های شیمیایی وابستگی شدیدی به دمای کلوخه شدن دارد در حالی که این وابستگی در نمونه‌های سرامیکی ضعیف‌تر است. علاوه بر این نتایج نشان می‌دهند 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 می‌شود که دمای کلوخه شدن آنها در گسترهٔ دمایی ۹۲۵-۹۵۰°C است (شکل۵).

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]

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 می شود.

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 - Gowrnet, 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.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-07-04]