

بررسی اثر آلیش نئودیمیم بر ویژگی‌های ساختاری و خواص مغناطیسی نانوذرات فریتی $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ سنتز شده به روش سل - ژل کمپلکس شونده

علی قاسمی، محمدرضا لقمان استرکی، شهاب ترکیان* و غلامرضا گردانی

دانشگاه صنعتی مالک اشتر، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، شاهین شهر، ایران، صندوق پستی ۸۳۱۴۵-۱۱۵

(دریافت مقاله: ۱۳۹۹/۴/۲ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۹/۷/۸)

چکیده- هدف این پژوهش، بررسی اثر آلیش مقادیر مختلف نئودیمیم بر ریخت، تغییرات فازی و خواص مغناطیسی نانوذرات فریتی $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0, 0.01, 0.03, 0.05, 0.07, 0.10$) سنتز شده به روش سل-ژل کمپلکس شونده است. در این روش، از تری اتانول آمین (TEA) به عنوان عامل ژل شونده و عامل کی لیت کننده استفاده شد. مشخصه یابی نمونه ها با آنالیزهای پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) و تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) انجام شد. نتایج فازیابی نمونه ها نشان داد همه نمونه های سنتز شده دارای فاز فریت اسپینلی بودند. ارزیابی مغناطیسی نمونه ها نشان داد که نمونه آلیش شده با $\text{Nd}_{0.01}$ ، ریخت شبه-کروی و اندازه ذرات در محدوده 60 نانومتر با بیشترین مغناطش اشباع 50 emu/g و نیروی وادارندگی 103 Oe دارد.

واژه های کلیدی: فریت، نئودیمیم، تری اتانول آمین، عوامل کی لیت کننده، فریت نیکل - روی.

Effect of Neodymium Dopping on Morphology, Phase and Magnetic Properties of $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ Ferrite Nanoparticles Synthesized by Complexing Sol-Gel Method

A. Ghasemi, M. R. Loghman Estarki, S. Torkian* and G. R. Gordani

Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, P.O. Box 83145/115, Shahin Shahr, Isfahan, Iran.

Abstract: The purpose of this study was to evaluate phase changes and magnetic properties of neodymium doped $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0, 0.01, 0.03, 0.05, 0.07, 0.10$) nanoparticles synthesized by complexing sol-gel method. In this method, triethanolamine (TEA) acted as both a gelling agent and a chelating agent. Samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) analysis, field emission scanning electron microscopy (FESEM), and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). XRD patterns of all synthesized samples revealed the formation of a spinel ferrite phase. Magnetic evaluation of the specimens showed that the $\text{Nd}_{0.01}$ doped sample with a quasi-spherical morphology and particle size of about 60 nm has the highest saturation magnetization of 50 emu/g and coercive force of 103 Oe .

Keywords: Ferrite, Neodymium, Triethanolamine, Chelating agents, Ni-Zn ferrite.

* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: shahab.torkian@gmail.com

از جمله مهم‌ترین مواد نرم مغناطیسی می‌توان به فریت‌های نیکل - روی اشاره کرد که توانایی کاربرد در فرکانس‌های بالاتر از یک مگاهرتز به دلیل مقاومت ویژه الکتریکی بالا، فرکانس قطع بالا و پایداری شیمیایی را دارد. مهم‌ترین مشخصات فریت‌های نیکل - روی نفوذپذیری مغناطیسی بالا، ثابت دی‌الکتریک بالا، اتلاف دی‌الکتریک پایین، مقاومت ویژه بالا، دمای کوری بالا، استحکام مکانیکی و پایداری شیمیایی در فرکانس‌های به نسبت پایین است. این گروه کاربردهای گسترده‌ای در حوزه الکترونیک همچون تراشه‌های حافظه کامپیوتر، هدهای ضبط مغناطیسی، دستگاه‌های مایکروویو، مبدل‌ها و ترانسفورماتورها دارند. علاوه بر این کاربردها، نانوفریت‌های نیکل - روی، همچنین، در فناوری سیال مغناطیسی، دارورسانی با هدایت مغناطیسی و تصویربرداری تشدید مغناطیسی بسیار مفید هستند [۴-۱].

فریت‌ها معمولاً توسط فرایند سرامیک و واکنش‌های حالت جامد با درجه حرارت بالا از واکنش بین اکسیدها و کربنات‌های سازنده تولید می‌شوند. عیوب این روش مرسوم شامل اندازه ذرات به نسبت بزرگ و غیریکنواخت و ایجاد ناخالصی‌ها است که باعث افت بیشتر عملکرد محصولات می‌شود [۷-۵]. به منظور غلبه بر این مشکلات و برآورده کردن الزامات کاربردهای جدید، برخی از فرایندهای شیمیایی مرطوب مانند سل - ژل سیترات [۸]، روش هیدروترمال و سولوترمال [۹] و [۱۰]، فرایند میکرومولسیون معکوس [۱۱] و هم‌رسوبی [۱۲] برای تولید فریت‌های نانو با خواص مغناطیسی مناسب به کار برده شده است. از بین این روش‌ها، روش سل - ژل با استفاده از عوامل کمپلکس شونده مانند سیتریک اسید، تری اتانول آمین^۱ و غیره به دلیل در دسترس بودن، قیمت کم و کنترل استوکیومتری محصول نهایی و خلوص بالا مورد توجه پژوهشگران بوده است [۱۳ و ۱۴].

سلول اصلی شبکه اسپینل از هشت زیرشبکه با ساختار مکعبی وجوه مرکز پر^۲ (FCC) تشکیل شده است. تعداد ۶۴ مکان

چهاروجهی و ۳۲ مکان هشت وجهی در هر سلول واحد وجود دارد. فریت نیکل - روی دارای شبکه اسپینل معکوس است که در آن یون‌های نیکل در مکان‌های اکتاهدرال (O) و یون‌های روی (II) در مکان تتراهدرال (T) و نیمی از یون‌های آهن (III) در مکان‌های O و نیم دیگر آن در مکان‌های T قرار دارند [۱۵].

به منظور کاربرد فریت نیکل - روی در زمینه‌های گوناگون، اثر جانشینی کاتیون‌های مختلفی در ساختار آنها بررسی شده است. به عنوان مثال مشاهده شده است که با افزودن کاتیون منیزیم به فریت نیکل - روی در سیستم $\text{Ni}_{0.5-x}\text{Zn}_{0.5}\text{Mg}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ، میزان نیروی پسماندزدا کاهش می‌یابد [۱۶]. در این فریت، کاهش نیروی پسماندزدا به افزایش اندازه دانه نسبت داده شد. همچنین مغناطش اشباع با افزایش مقدار کاتیون‌های منیزیم تا $x=0.3$ افزایش و سپس کاهش یافت که دلیل اصلی آن توزیع مجدد کاتیون‌ها در مکان‌های A و B است. پس از جانشینی یون‌های نیکل با منیزیم، مقداری از یون‌های منیزیم مکان‌های A را اشغال کرده و موجب مهاجرت یون‌های Fe^{+3} به مکان‌های B می‌شود. به دلیل افزایش یون‌های Fe^{+3} در مکان‌های B و نظر به اینکه گشتاور مغناطیسی یون‌های Fe^{+3} بیشتر از یون‌های Mg^{+2} است، مغناطش اشباع مکان B بالاتر از مکان A می‌شود. در نتیجه مغناطش اشباع افزایش می‌یابد. با افزایش بیشتر غلظت یون‌های منیزیم، گشتاور مغناطیسی مکان B بیشتر شده و این افزایش برهم‌کنش B-B را نتیجه می‌دهد که موجب جفت شدن اسپین‌های غیرهمسو شده و کاهش مغناطش اشباع را به دنبال دارد. فو و همکاران تأثیر مس بر خواص مغناطیسی فریت نیکل - روی را بررسی کردند [۱۷]. آنها گزارش کردند که مغناطش اشباع و دمای کوری با افزایش مس کاهش می‌یابد. کاهش در مغناطش اشباع به جانشینی نیکل توسط مس که گشتاور مغناطیسی پایینی دارد، نسبت داده شد. این جانشینی، روی برهم‌کنش A-B و B-B تأثیر گذاشته و موجب کاهش مغناطش و دمای کوری می‌شود [۱۷]. در تحقیق دیگری برهان و همکاران اثر جانشانی آلومینیوم را بر خواص ساختاری و مغناطیسی فریت نیکل - روی گزارش کردند [۱۸]. مطابق با

نتایج به دست آمده مشاهده شد که مقادیر مغناطش پسماند، میدان پسماندزدا و مغناطش اشباع با افزایش مقدار کاتیون Al^{+3} کاهش می یابد. کاهش مغناطش اشباع با جانشینی یون های غیرمغناطیسی توضیح داده شد. گشتاور مغناطیسی سیستم، تفاوت گشتاور مغناطیسی دو زیرشبکه A و B است. بنابراین پس از اشغال مکان های B توسط یون های غیرمغناطیسی Al^{+3} گشتاور مغناطیسی زیرشبکه B کاهش می یابد که کاهش گشتاور مغناطیسی سیستم را نتیجه می دهد [۱۸]. گزارش شده که با افزودن افزودن منگنز به فریت نیکل - روی می توان نفوذپذیری مغناطیسی اولیه و مغناطش اشباع را کنترل کرد [۱۹]. ژیاو و همکاران اذعان داشتند که در سیستم $Ni_{0.5-x}Mn_xZn_{0.5}Fe_2O_4$ ($x = 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5$) هنگام ورود یون منگنز به فریت نیکل - روی و جانشین شدن آن به جای یون نیکل، تعدادی از یون های Fe^{3+} از مکان چهاروجهی به مکان هشت وجهی مهاجرت کرده و سبب افزایش گشتاور مغناطیسی می شود. با این حال در $x > 0.3$ مغناطش اشباع کاهش می یابد. زیرا تعداد یون های آهن در مکان چهاروجهی بسیار کاهش یافته و سبب کاهش برهم کنش A-B توسط یون های آهن موجود در مکان های هشت وجهی می شود. همچنین افزایش تعداد یون های آهن در مکان هشت وجهی باعث افزایش برهم کنش B-B شده و باعث انحراف اسپین ها می شود. بنابراین مغناطش مکان هشت وجهی کاهش می یابد. اگرچه گشتاور مغناطیسی Mn^{2+} و Fe^{3+} برابر $5 \mu B$ است اما برهم کنش بین یون های آهن و منگنز کم بوده و موجب انحراف اسپین در مکان چهاروجهی می شود. در نتیجه با افزایش غلظت یون های منگنز گشتاور مغناطیسی مکان چهاروجهی کاهش می یابد. مشاهده شد که نیروی پسماندزدا با افزایش مقدار منگنز کاهش می یابد. نیروی پسماندزدا از فاکتورهایی از جمله ناهمسانگردی مغناطو کریستالی، میکرو کرنش، مورفولوژی ذرات مغناطیسی، توزیع اندازه، ناهمسانگردی شکل و اندازه حوزه های مغناطیسی تأثیر می پذیرد. کاهش در نیروی پسماندزدا فریت نیکل - روی در اثر افزودن منگنز به میزان تخلخل ها نسبت داده شد. از

طرفی مقدار یون های نیکل با افزایش مقدار منگنز کاهش می یابد. بدین معنا که ثابت ناهمسانگردی با افزایش مقدار منگنز تا $x=0.3$ کاسته می شود. نیروی پسماندزدا با افزایش مقدار منگنز بیش از 0.3 زیاد می شود. این افزایش به اندازه حرکت زاویه ای اوربیتالی منگنز و مقدار ناهمسانگردی نسبت داده شد [۱۹].

تأثیر جایگزینی آهن توسط یون های نادر خاکی RE (بر خصوصیات ساختاری، مغناطیسی و الکتریکی فریت های نیکل - روی مورد توجه پژوهشگران بوده است. وجود خواص غیرمعمول فریت نیکل - روی آلائیده شده در نتیجه ورود اتم های نادر خاکی به ساختار اسپینل است، که منجر به تغییر در جفت شدگی اسپین می شود. رفتار مغناطیسی چنین ترکیباتی تنها با برهم کنش یون های آهن - آهن (الکترون های $3d$) کنترل نمی شود، بلکه به شدت تحت تأثیر برهم کنش $RE-Fe$ ناشی از جفت شدگی اسپینی اوربیتال های $4f - 3d$ است. این برهم کنش، تغییر در خواص مغناطیسی را به دنبال دارد [۴]. در این پژوهش، برای اولین بار، اثر جایگزینی یون نئودیمیم بر ریخت، تغییرات فازی و ویژگی های مغناطیسی نانو ذرات فریتی $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ سنتز شده به روش سل - ژل کمپلکس شونده بررسی شده است. مطابق جستجوهای انجام یافته، تاکنون گزارشی مبنی بر استفاده از عامل کمپلکس شونده^۴ تری اتانول آمین برای سنتز نانو ذرات فریت نیکل - روی آلائیده شده با نئودیمیم گزارش نشده است.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد شیمیایی

نیتрат آهن نه آبه $(Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O)$ ، نیترات روی شش آبه $(Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$ ، نیترات نیکل شش آبه $(Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$ ، نیترات نئودیمیم شش آبه $(Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O)$ و تری اتانول آمین $(C_6H_{15}NO_3)$ به عنوان مواد اولیه در این تحقیق استفاده شدند. تمامی این مواد از شرکت مرک آلمان تهیه شد که با توجه به خلوص بالای آنها (۹۹.۹۹ درصد) هیچ خالص سازی مجددی بر مواد اولیه مورد استفاده انجام نگرفت.

جدول ۱- نامگذاری فریت‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{RE}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ تولید شده

X	۰	۰/۰۱	۰/۰۲	۰/۰۵	۰/۰۷	۰/۱۰
$\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$	Nd0	Nd.01	Nd.02	Nd.05	Nd.07	Nd.10

مطابق جدول (۱) نامگذاری شد.

۲-۳- روش مشخصه‌یابی

به‌منظور شناسایی فازهای ایجاد شده در نانوذرات از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس^۵ (XRD)، مدل AW/XDM 300 ساخت شرکت Asenware کشور چین و دارای آند مسی با طول موج $(\text{Cu K}\alpha)$ ۱/۵۴ درجه آنگستروم استفاده شد. آزمون با ولتاژ ۴۰ کیلوولت، جریان ۳۰ میلی‌آمپر، اندازه گام ۰/۰۵ درجه و زمان گام یک ثانیه در محدوده ۲θ از ۱۰ تا ۸۰ درجه انجام شد. تعیین فازهای الگوی پراش پرتو ایکس، توسط نرم‌افزار XpertHighscore version 2.2 با دیتابیس PDF2 سال ۲۰۱۱ انجام شد.

برای بررسی ریخت نانوذرات فرآوری شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی^۶ مدل FEI Quanta 200 ESEM ساخت شرکت ترموفیشر ساینترفیک کشور آمریکا (واقع در شرکت پرتو رایان رستاک تهران) با قدرت تفکیک سه نانومتر در ولتاژ ۳۰ کیلوولت، بزرگنمایی ۱۰۰۰۰۰-۲۰ برابر و تفنگ الکترونی از جنس تنگستن استفاده شد. قبل از تصویرگیری نمونه‌ها به‌کمک دستگاه فراصوت ساخت شرکت توسعه فناوری مافوق صوت مدل Ultrasonic Homogenizer- UP400A در اتانول پخش شد. برای گرفتن تصاویر از الکترون‌های ثانویه در شرایط خلأ با حداکثر ولتاژ ۳۰ کیلوولت استفاده شد. همچنین میانگین اندازه ذرات در تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با استفاده از نرم‌افزار دیجی‌مایزر محاسبه شد.

برای مشخص کردن ترکیب عنصری نانوذرات فرآوری شده از آزمون طیف‌سنج تفکیک انرژی^۷ (EDS) استفاده شد. آزمون طیف‌سنج تفکیک انرژی نانوذرات در آزمایشگاه شرکت پرتو

۲-۲- روش تهیه نانوذرات فریتی $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$

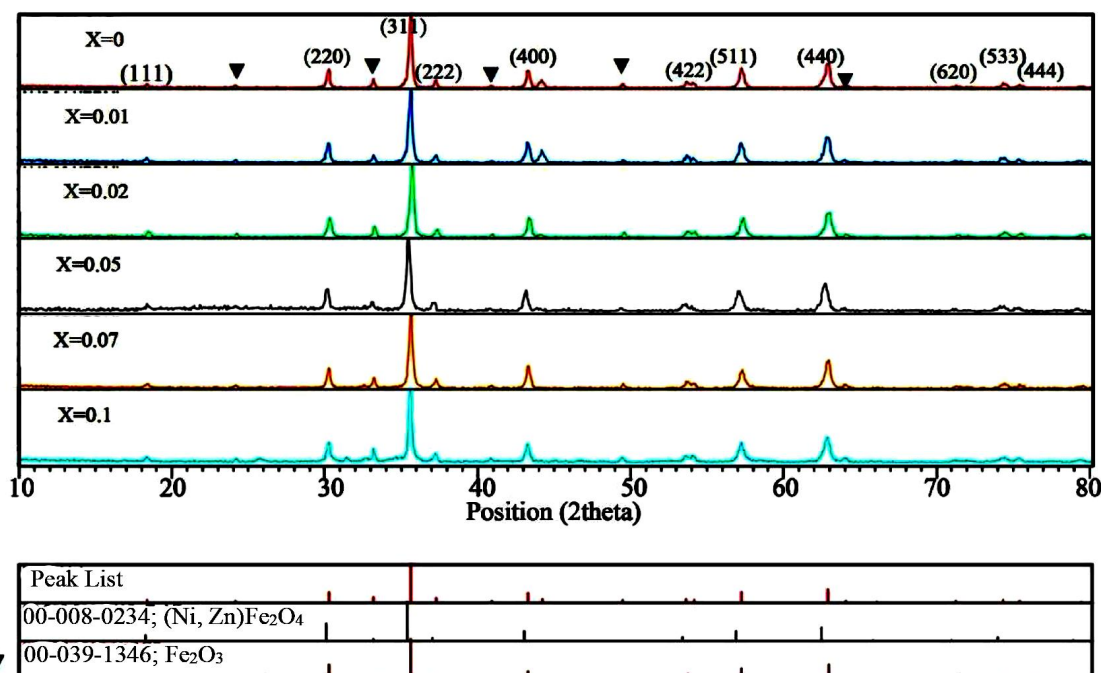
تهیه نانوذرات $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ شامل سه مرحله تشکیل سل، تشکیل ژل و کلسینه شدن بود.

- **تشکیل سل:** در اولین مرحله، برای تهیه (۰/۱، ۰/۰۷، ۰/۰۵)، $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ (x= ۰/۰۱، ۰/۰۲) مقادیر استوکیومتری از نمک‌های نترات آهن، روی، نیکل، نئودیمیم، و تری‌اتانول آمین به‌ترتیب به‌عنوان منابع Fe^{3+} ، Zn^{2+} ، Ni^{2+} ، Nd^{3+} و عامل کلسیت‌کننده در آب حل شد. pH محلول در حدود بین ۷-۸ تنظیم شد. در این پژوهش تری‌اتانول آمین، به میزان چهار برابر مولی یون‌های موجود در محلول اضافه شد. درحالی که محلول توسط همزن مغناطیسی به‌هم می‌خورد، به‌مدت یک‌ساعت در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد، تا محلول به‌طور کامل همگن شود. پس از آن محلولی قهوه‌ای‌رنگ به‌دست می‌آید که نشان‌دهنده تشکیل کمپلکس TEA- فلز است.

- **تشکیل ژل در محلول:** در این مرحله، محلول به‌مدت یک‌ساعت در دمای ۱۵۰-۱۲۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده می‌شود تا آب محلول به‌آرامی تبخیر شود. با ادامه حرارت‌دهی محلول، باقیمانده حلال تبخیر شده، محلول گرانبه می‌شود (به‌دلیل انجام متوالی واکنش‌های هیدرولیز و تراکم و تشکیل ژل تشکیل می‌شود). در انتها، ژل تبدیل به زیروژل می‌شود. برای تکمیل خشک شدن، زیروژل در درجه حرارت ۳۰۰-۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به‌مدت یک‌ساعت حرارت داده شد که در این حالت پودری قهوه‌ای‌رنگ مایل به سیاه به‌عنوان پیش‌ماده (ژل سوخته شده) به‌دست می‌آید.

- **کلسینه کردن:** پیش‌ماده به‌دست آمده از قسمت قبل، به‌مدت سه ساعت در کوره و در درجه حرارت ۹۰۰-۷۵۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد. پودر سیاه‌رنگ به‌دست آمده توسط آب و اتانول شستشو شد. با توجه به مقدار ایکس، نمونه‌های

Counts (a.u)



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0, 0.01, 0.02, 0.05, 0.07, 0.1$ تهیه شده با چهار برابر مولی TEA و کلسینه شده در دمای 750°C درجه سانتی‌گراد

۳- نتایج و بحث

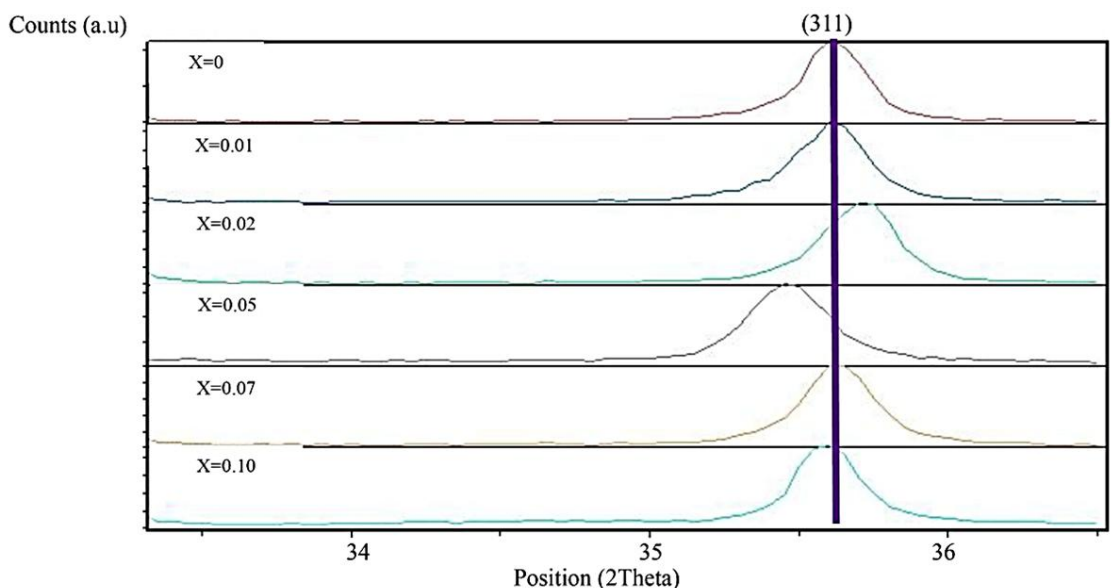
۳-۱- بررسی فاز نانوذرات فریتی $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$

شکل (۱) نتایج الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0, 0.01, 0.02, 0.05, 0.07, 0.1$ را نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۱) پیک‌های شاخص فاز فریتی NiZnNd در زوایای 2θ برابر $30.1^\circ, 35.4^\circ, 43.7^\circ, 53.4^\circ, 56.9^\circ$ و 62.5° درجه به‌ترتیب مربوط به صفحات بلوری $(220), (311), (400), (422), (511)$ و (440) است. در فریت $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ، انعکاس صفحه (311) مهم‌ترین انعکاس به‌حساب می‌آید که در محاسبه پارامتر شبکه و اندازه بلورک به‌کار می‌رود. اندازه بلورک‌ها (D_c) از روی پهنای پیک (311) به‌کمک رابطه شرر (رابطه ۱) محاسبه شد. در این رابطه K ضریب ثابت که برای ریخت کروی نانوذرات 0.9 است، λ طول موج پرتو ایکس (1.54 درجه آنگستروم)، β پهنای پیک در نصف ارتفاع ماکزیمم و θ زاویه پراش است [۲۲].

رایان رستاک تهران با دستگاه FEI Quanta 200 ESEM به EDS، با ولتاژ 20 کیلوولت و زاویه 35° درجه انجام شد.

به‌منظور شناسایی کیفی و کمی ترکیبات آلی نمونه‌ها، تعیین نوع گروه عاملی و بررسی پیوندهای ماده از آزمون طیف‌سنجی مادون قرمز با تبدیل فوریه^۸ (FTIR) استفاده شد. این آزمون در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه صنعتی اصفهان توسط دستگاه FTIR، مدل Tensor27 ساخت کمپانی بروکر کشور آلمان انجام شد. با مراجعه به مراجعی که موقعیت ارتعاش پیوندهای مختلف و یا طیف IR نمونه‌های مورد بررسی را ذکر کرده بودند، پیوندهای موجود در نمونه‌ها شناسایی شد.

ویژگی‌های مغناطیسی با دستگاه مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی^۹ (VSM) مدل کویرمگنت ساخت ایران با حداکثر میدان اعمالی 10 kOe و گام 100 Oe در دمای اتاق مورد ارزیابی قرار گرفت.



شکل ۲- تغییر موقعیت انعکاس صفحه (۳۱۱) در الگوی پراش پرتو ایکس پودر فریت $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به ازای $x = 0, 0.01, 0.02, 0.05, 0.07, 0.10$ تهیه شده با چهار برابر مولی TEA و کلسینه شده در دمای 750°C درجه سانتی گراد

چهاروجهی (0.58° نانومتر) و هشتوجهی (0.78° نانومتر) کوچکتر از اندازه شعاع یونی Ni، Nd و Zn است. وقتی این یونها در این مکانها قرار می گیرند باعث انبساط شبکه کریستالی اسپینل و افزایش پارامتر شبکه می شود [۲۳]. این جابه جایی پیکها نسبت به مرجع گفته شده به خوبی در شکل (۲) مشاهده می شود. همچنین، پهن بودن خطوط الگوی پراش پودرهای فریتی نشان دهنده ریزدانه بودن پودرها است. به هر حال با توجه به پایین بودن دمای آنیل هنوز مقدار کمی فاز آلفا- Fe_2O_3 (هماتیت، مشخص شده با علامت مثلث) در تمامی نمونه ها باقی مانده است.

پارامتر شبکه برای پراش صفحه (۳۱۱) با استفاده از رابطه $(a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2})$ محاسبه شد و برای نمونه های مختلف در جدول (۲) ارائه شده است.

تمامی نمونه ها دارای پارامتر شبکه در محدوده 0.8338 تا 0.8359 نانومتر هستند. مشاهده می شود که با افزایش میزان Nd در تمامی نمونه ها افزایش پارامتر شبکه فریت NiZn رخ داده است. این موضوع با بیشتر بودن شعاع یونی نئودیمیم نسبت به آهن تطابق دارد.

$$D_c = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

ثابت شبکه بلوری مکعبی (a) از رابطه (۲) به دست آمد.

$$a = \left(\frac{\lambda}{2 \sin \theta} \right) \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (2)$$

پراش های به دست آمده برای تمامی نمونه ها مشابه بوده و از طرفی با اطلاعات استاندارد انجمن آزمون و مواد آمریکا و مشخصات اعلام شده توسط سایر پژوهشگران (JCPDS file. 8-0234) به خوبی مطابقت دارد [۲۰ و ۲۱]. در گروه های Nd0.1 تا Nd0.1 مقدار کمی فاز ثانویه آلفا- Fe_2O_3 نیز مشاهده می شود.

در شکل (۲) تغییر موقعیت پیکها در الگوی پراش پرتو ایکس پودرهای فریت به ازای مقادیر $x = 0, 0.01, 0.02, 0.05, 0.07, 0.10$ نشان داده شده است. اختلاف شعاع یونی یون های Nd^{3+} (0.11° نانومتر) و Fe^{3+} (0.07° نانومتر) [۲۰ و ۲۱] به کار رفته در تولید نانو پودر فریت $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ از جمله علل اصلی این تغییر موقعیت است که منجر به تغییر در اندازه پارامتر شبکه فریت $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ می شود [۲۲]. علت دیگر تغییر مکان موقعیت پراش ها مربوط به اندازه شعاع مکان های چهاروجهی و هشتوجهی است. شعاع مکان های

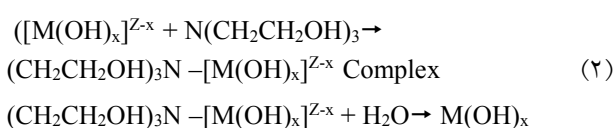
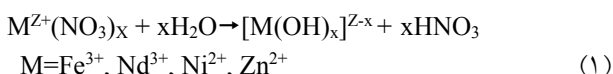
جدول ۲- اثر مقدار x بر پارامتر شبکه و اندازه بلورک در نمونه‌های $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$

مقدار مولی x	Broadening (β)	اندازه کریستالیت (نانومتر)	2 θ	پارامتر شبکه (آنکستروم)
۰/۰	۰/۲۴۶۰	۳۴	۳۵/۶۳۱۶	۸/۳۵۶۶۶
۰/۰۱	۰/۲۴۶۰	۳۴	۳۵/۶۲۱۰	۸/۳۵۹۰۷
۰/۰۲	۰/۲۴۶۰	۳۴	۳۵/۷۱۱۷	۸/۳۳۸۵۳
۰/۰۵	۰/۲۹۵۲	۲۸	۳۵/۴۶۴۱	۸/۳۹۴۸۵۳
۰/۰۷	۰/۲۴۶۰	۳۴	۳۵/۶۲۹۷	۸/۳۵۷۰۹۲
۰/۱۰	۰/۱۹۶۸	۴۲	۳۵/۵۸۷۰	۸/۳۶۶۷۹۴

همچنین، مقایسه اندازه بلورک‌ها (محاسبه شده به کمک رابطه شرر از روی پیک (۳۱۱) در نمونه‌های مختلف نشان می‌دهد که با تغییر نسبت مولی Nd از صفر به ۰/۰۵ اندازه بلورک‌ها تغییر نکرده و ۳۴ نانومتر است. همچنین، اندازه بلورک‌ها از Nd0.05 تا Nd0.10 روند افزایشی نشان می‌دهد. از آنجا که شعاع یونی اتم Nd^{3+} (۱۱۲ پیکومتر) بیشتر از شعاع یونی آهن سه ظرفیتی (۷۸-۶۹ پیکومتر) است، انتظار می‌رود که پارامتر شبکه با افزایش یون Nd زیاد شود. این روند مطابق جدول (۲) تا مقدار مول Nd ۰/۰۲ صادق است. ولی برای مقدار (Nd0.05) کاهش مقدار پارامتر شبکه مشاهده می‌شود. بازرو و همکاران نیز چنین کاهش پارامتر شبکه‌ای برای مقادیر زیاد Nd (Nd0.1) نانوذرات $Ni_{0.75}Zn_{0.25}Nd_xFe_{2-x}O_4$ تهیه شده به روش احتراقی را مشاهده کردند [۲۴].

تشکیل ذرات اکسیدی به واسطه رسوب از محلولی از یون‌های فلزی فرایند پیچیده‌ای بوده و شامل یک سری واکنش‌های شیمیایی است که به خوبی شناخته شده نیستند. از آنجایی که در فریت‌های مغناطیسی به طور همزمان چندین کاتیون مختلف وجود دارد از این رو تشکیل فریت‌های کاتیونی مخلوط پیچیدگی بیشتری نیز به همراه دارد. در اصل، واکنش پایه شامل یک نوع واکنش تراکم است که در آن کاتیون‌ها در محلول آبی از طریق پل‌های اکسیژن دار همچون گروه‌های هیدروکسیل ($-OH$) و یون اکسیژن (O^{2-}) به همدیگر متصل می‌شوند. این واکنش‌ها توسط گونه‌های مونومری همچون M-OH و یا M-O آغاز می‌شود و غلظت آنها به سرعت با

افزودن یک عامل قلیایی به سیستم افزایش می‌یابد. این مونومرها با دیگر مونومرها ترکیب شده تا پلی‌کاتیون‌هایی با پل‌های هیدروکسیدی (اولاسیون) یا اکسیدی (اکسولاسیون) تشکیل شود و این واکنش‌ها تا زمان اتصال تمام یون‌های فلزی و تشکیل پلی‌کاتیون‌ها ادامه می‌یابد. مکانیزم پیشنهادی تشکیل نانوذرات فریت نیکل - روی - نئودیمیم در حضور تری‌اتانول آمین به عنوان عامل کی‌لیت شونده^{۱۰} یا کمپلکس شونده به صورت زیر است: مطابق واکنش (۱)، ابتدا نمک‌های نیترات آهن، روی، نیکل و نئودیمیم در آب حل شده و به دلیل قلیایی بودن محیط در حضور TEA، گونه‌های $[M(OH)_x]^{Z-x}$ در محلول ایجاد می‌شود. این گونه‌ها، مطابق واکنش (۲) با مولکول‌های TEA کمپلکس $(CH_2CH_2OH)_3N - [M(OH)_x]^{Z-x}$ تشکیل می‌دهند. این کمپلکس در حضور مولکول‌های آب به ذرات کلئیدی $M(OH)_x$ هیدرولیز می‌شود (تشکیل سل). سپس، از تراکم ذرات کلئیدی پل‌های اولاسیون (M-OH-M) و اکسولاسیون (M-O-M) (واکنش ۴ و ۵) شکل می‌گیرد. گسترش این پیوندها در سه بعد، باعث تشکیل ژل می‌شود. در نهایت از کلسینه کردن شبکه ژل، نانوذرات $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ تشکیل می‌شود [۲۷-۲۵].



۳-۳- بررسی تجزیه عنصری و ریزساختاری نانوذرات

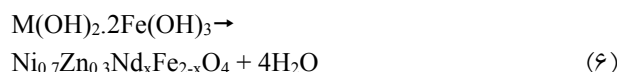
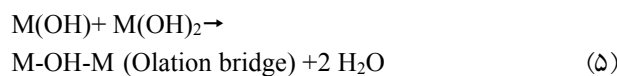
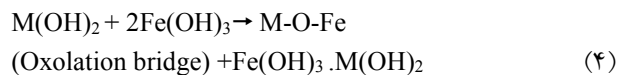


طیف‌سنجی تفکیک انرژی نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x=0.01-0.10$ در شکل‌های (۵) و (۶) ارائه شده است. با توجه به این آنالیز عناصر O, Zn, Ni, Nd و Fe متناسب با استوکیومتری مربوطه در نانوذرات فریتی حضور دارد. از آنجا که این آنالیز با خطاهایی مانند خطای فلورسانس، جذب و ... مواجه است، مقادیر هر یک از عناصر با مقادیری که در فرمول $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ انتظار می‌رفت، متفاوت است. همچنین، حضور کربن در تمامی نمونه‌ها مربوط به حضور TEA است که برای تثبیت نانوذرات و جلوگیری از آگلومره شدن لازم است.

۳-۴- نتایج طیف‌سنجی مادون قرمز نانوذرات



برای بررسی تغییر نسبت مولی Nd بر نانوذرات نیکل-روی طیف‌سنجی مادون قرمز با تبدیل فوریه از نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ (شکل‌های ۷ و ۸) انجام شد. مطابق نتایج طیف‌سنجی، باندهای موجود در طیف ژل متناظر با ارتعاشات کششی هیدروکسیل OH - (۳۴۰۸ بر سانتی‌متر) و آلفاتیک CH_2 - (۲۹۲۴ و ۲۸۵۸ بر سانتی‌متر)، و ارتعاشات خمشی گروه‌های عاملی NH - در ترکیب با یون‌های فلزی (۱۶۱۷ بر سانتی‌متر) است. مطابق شکل (۷) بعد از کلسینه کردن نمونه‌ها در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد شدت نوارهای مربوط به اسکلت کربنی و گروه‌های NH - روی ژل کم شده اما حذف نشده است. مطابق این شکل پیک‌های مشاهده شده در ۳۴۳۳ بر سانتی‌متر OH - و NH - کششی)، ۲۹۲۴ و ۲۸۵۱ بر سانتی‌متر CH_2 - (asym and Sym)، ۱۶۳۶ بر سانتی‌متر NH - یا OH - خمشی)، ۱۴۲۸ بر سانتی‌متر OH - خمشی یا CH_2 - خمشی از نوع قیچی مانند) و ۱۰۲۷ بر سانتی‌متر C-O - کششی) تأیید کننده حضور تری‌اتانول آمین در ژل است [۲۸]. انتقال قابل ملاحظه در موقعیت پیک‌های مربوط به گروه NH - در فرکانس ۱۶۱۷ بر سانتی‌متر به فرکانس ۱۶۴۰ بر سانتی‌متر به برهم‌کنش بین نانوذرات فریت و مولکول‌های TEA نسبت داده شده است [۲۹]. در واقع مقادیر بسیار کمی از

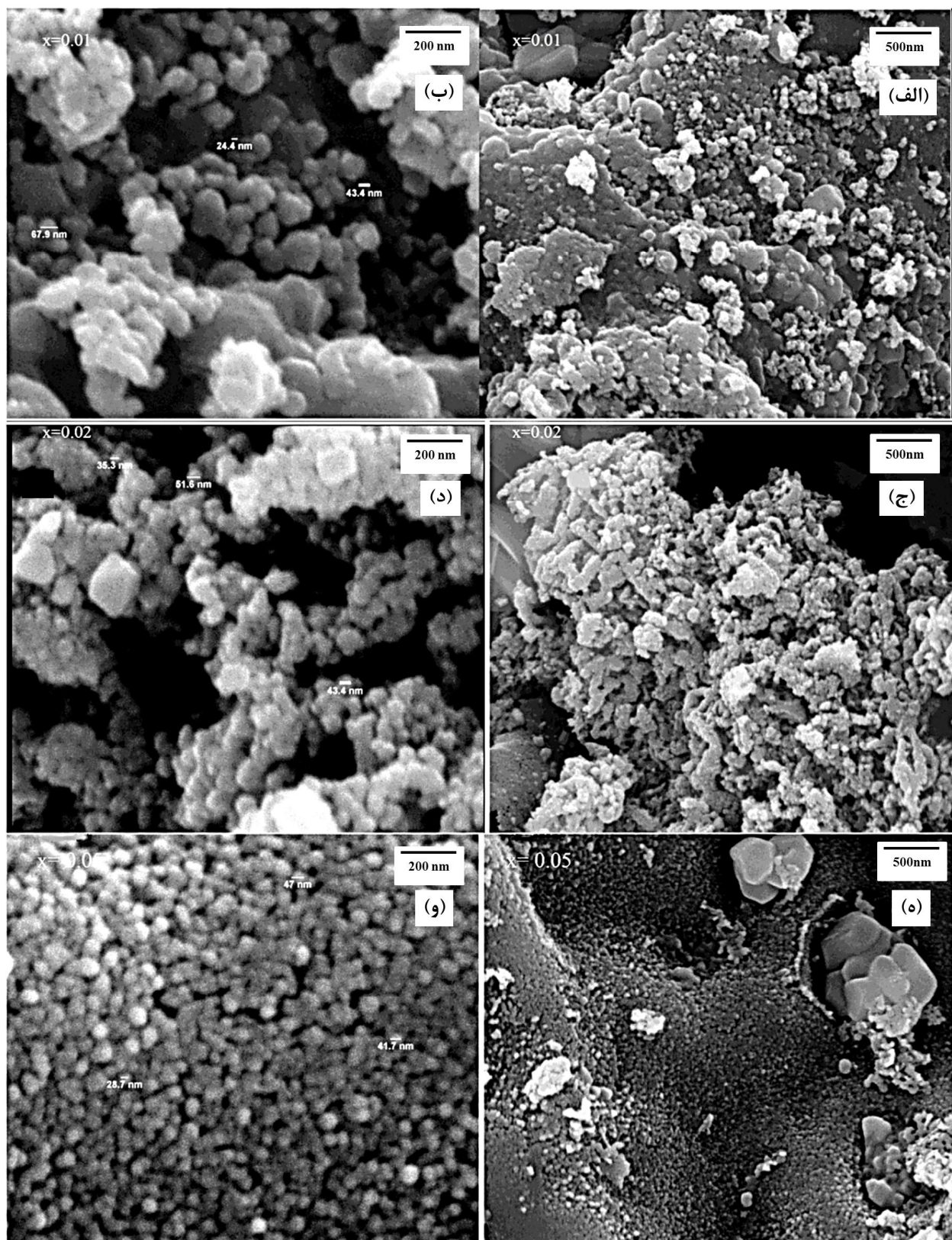


۳-۲- اثر تغییر نسبت Nd بر ریخت نانوذرات فریتی



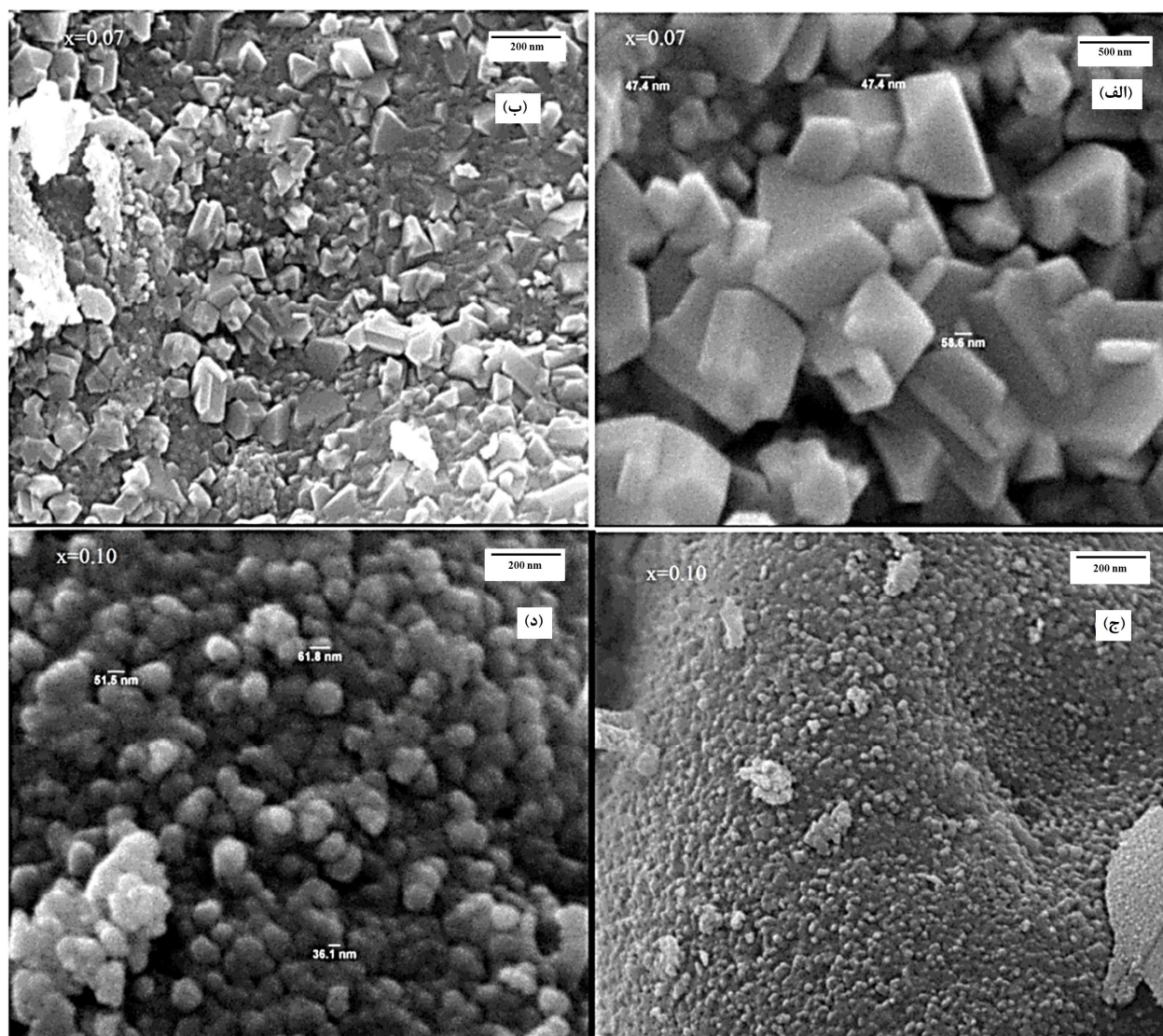
اثر تغییر نسبت مولی Nd بر ریخت نانوذرات فریتی نیکل-روی در شکل (۳) نشان داد. شکل‌های (۳-الف و ۳-ب) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_{0.01}\text{Fe}_{1.99}\text{O}_4$ را در دو بزرگنمایی متفاوت نشان می‌دهد. مطابق این شکل نانوذرات فریتی نیکل-روی در حالت آلائیده $\text{Nd}_{0.01}$ دارای ریخت شبه کروی با متوسط اندازه ذرات ۶۰ نانومتر است. با آلائیدن ۰/۰۲ مول Nd در نانوذرات فریتی (شکل‌های ۳-ج و ۳-د) مشاهده می‌شود ذرات به‌صورت شبه‌کروی با متوسط اندازه ذرات ۵۰ نانومتر تشکیل می‌شوند. با آلائیدن ۰/۰۵ مول Nd در نانوذرات فریتی (شکل ۳-ه و ۳-و) مشاهده می‌شود نانوذرات کروی شکل با توزیع اندازه ذرات باریک و متوسط اندازه ذرات ۴۰ نانومتر تشکیل شده است. با آلائیدن ۰/۰۷ مول نئودیمیم (شکل‌های ۴-الف و ۴-ب) در نانوذرات فریتی مخلوطی از ذرات چندوجهی، هرمی‌شکل و نانوصفحه ایجاد شده است. درنهایت با افزایش مقدار x به ۰/۱ ذرات شبه کروی با متوسط اندازه ذرات ۵۵ نانومتر تشکیل شده است (شکل‌های ۴-ج و ۴-د).

با توجه به اینکه، تری‌اتانول آمین مورد استفاده در این روش به تمام وجوه بلوری کئوردینه می‌شود بنابراین، از لحاظ ترمودینامیکی هیچ رشد ترجیحی در غالب نانوذرات $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ مشاهده نمی‌شود. با تغییر مقدار یون Nd به ۰/۰۷ مول در شبکه فریتی ریخت صفحه‌ای در نمونه‌ها ظاهر شد که نشان‌دهنده آن است که با آلائیدن یون Nd در شبکه فریتی، وجوه تحت $\{۱۰۰\}$ حفظ شده و ریخت ذرات به سمت صفحه‌ای شکل تمایل پیدا می‌کند [۱۸].



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی از نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای مقادیر مختلف x :

الف و ب) $x=0.01$ ، ج و د) $x=0.02$ ، ه و و) $x=0.05$



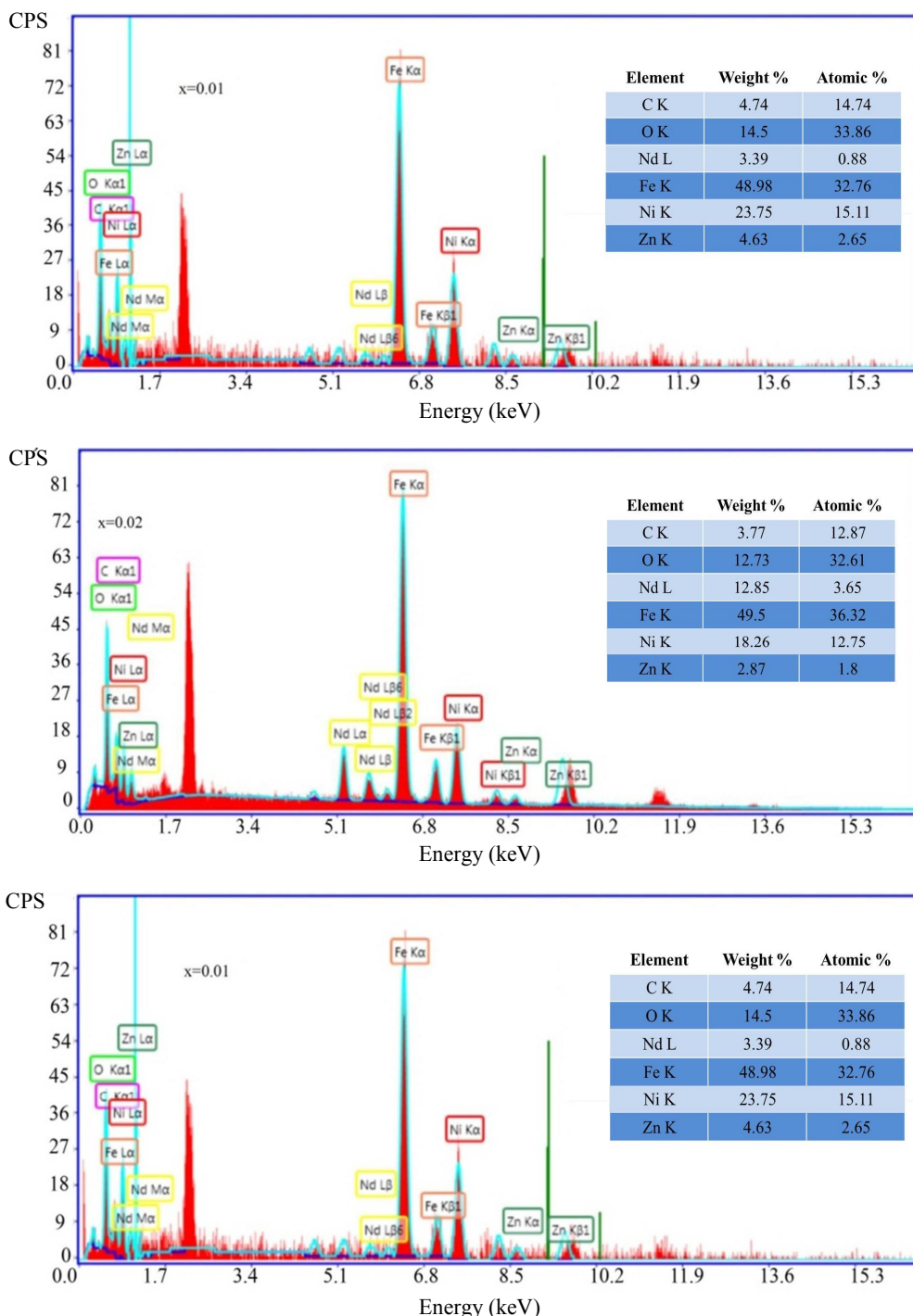
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به ازای مقادیر مختلف x :

الف و ب) $x = 0.07$ و ج و د) $x = 0.10$

۵۲۷ بر سانتی‌متر مربوط به فرکانس‌های ارتعاشی اتصال اکسیژن به فلز M-O-M در موقعیت‌های اکتاهدرال و تتراهدرال است [۲۱]. با توجه به اینکه عدد موجی با عدد جرمی رابطه معکوس دارد، بنابراین، با جایگزینی یون Fe^{3+} (عدد جرمی ۵۶) با Nd^{3+} (عدد جرمی ۱۴۴/۲۴) در موقعیت تتراهدرال عدد موجی نانوذرات اسپینلی سنتز شده از ۵۸۰ به ۵۲۷ بر سانتی‌متر کاهش یافته است. دلیل دیگر برای این جابه‌جایی را می‌توان به شعاع یونی بزرگ‌تر نئودیمیم در مقایسه با آهن نسبت داد که منجر به افزایش فاصله پیوندی

مولکول‌های TEA بر سطح نانوذرات فریت باقی می‌ماند که این امر به واسطه حضور پیوندهای $\text{NH}-$ (۱۶۴۰ بر سانتی‌متر) و باندهای ارتعاشی کششی CH_2- (۲۸۴۷ و ۲۹۲۴ بر سانتی‌متر) تأیید می‌شود. این عوامل کمپلکس (مولکول‌های TEA) باعث پایداری نانوذرات می‌شود و مقادیر بسیار کمی از این مولکول‌ها از آگلومره شدن نانوذرات جلوگیری می‌کند. همچنین در دماهای بالا حضور عامل TEA از اکسیداسیون فاز آهن جلوگیری می‌کند.

گفتنی است که نوارهای واقع در ناحیه ۳۹۴-۳۸۷ و ۵۸۸-

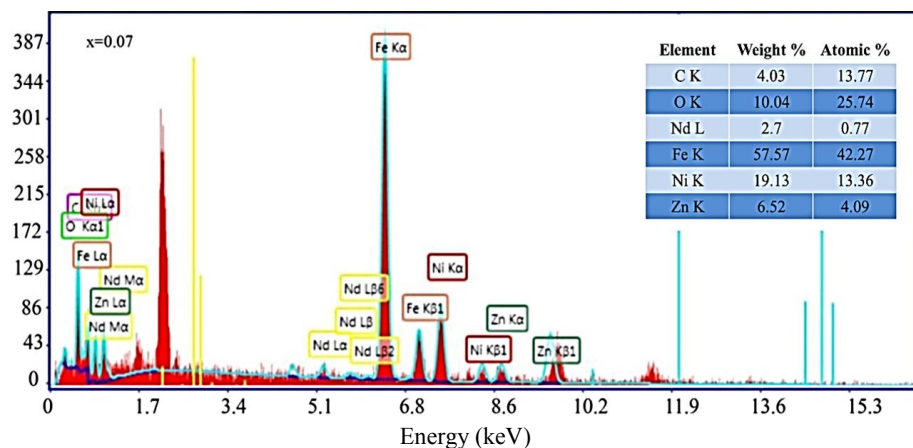


شکل ۵- الگوهای پراش انرژی پرتو ایکس نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0.01$ - 0.05 (رنگی در نسخه الکترونیکی)

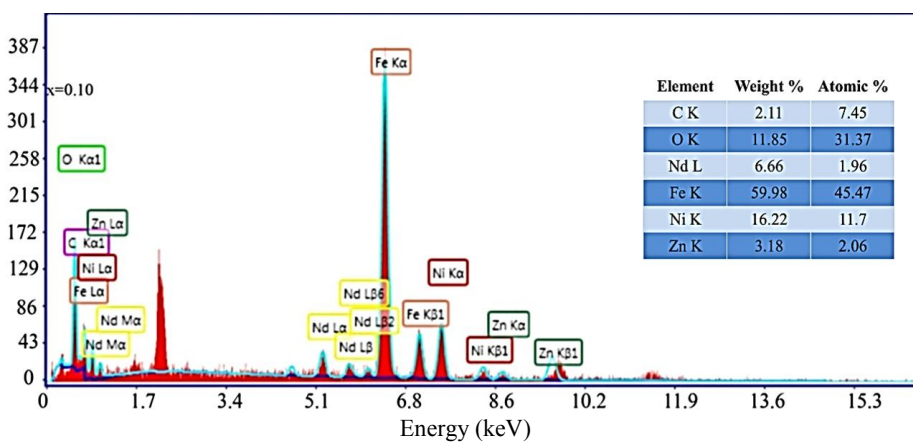
۳-۵- اثر تغییر نسبت مولی Nd بر ویژگی‌های مغناطیسی نانوذرات فریتی NiZn
منحنی‌های مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی نانوذرات مغناطیسی فریتی $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای مقادیر x گوناگون در شکل (۹)

$\text{Fe}^{3+}\text{-O}^{2-}$ می‌شود. گفتنی است که مطابق شکل (۸) وضعیت ارتعاشات کششی M-OM در مکان‌های اکتاهدرال از عدد موجی 390 بر سانتی‌متر در $x = 0$ به موقعیت 387 بر سانتی‌متر در $x = 0.01$ جابه‌جا شده است.

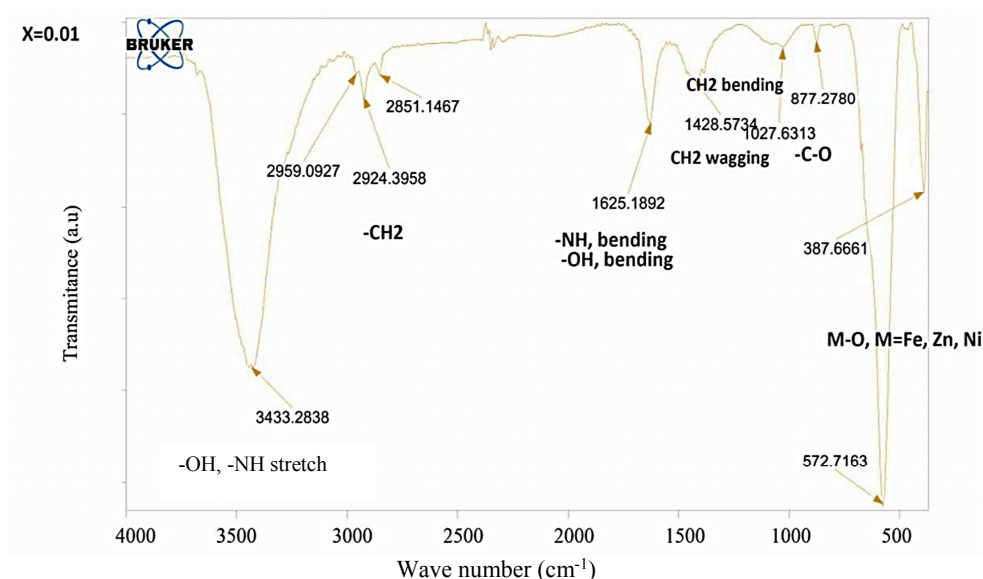
CPS



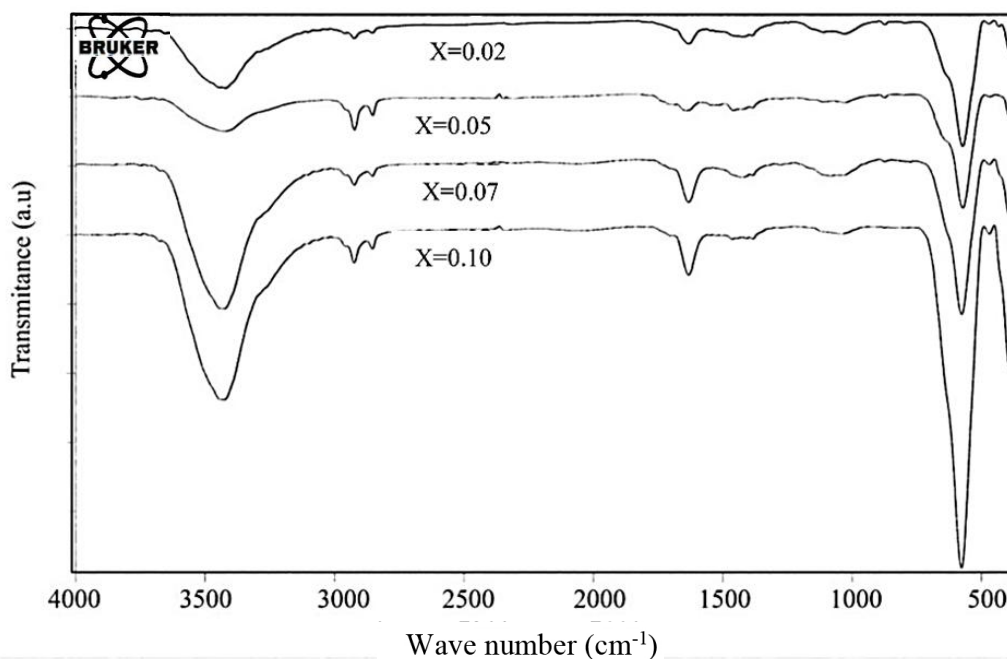
CPS



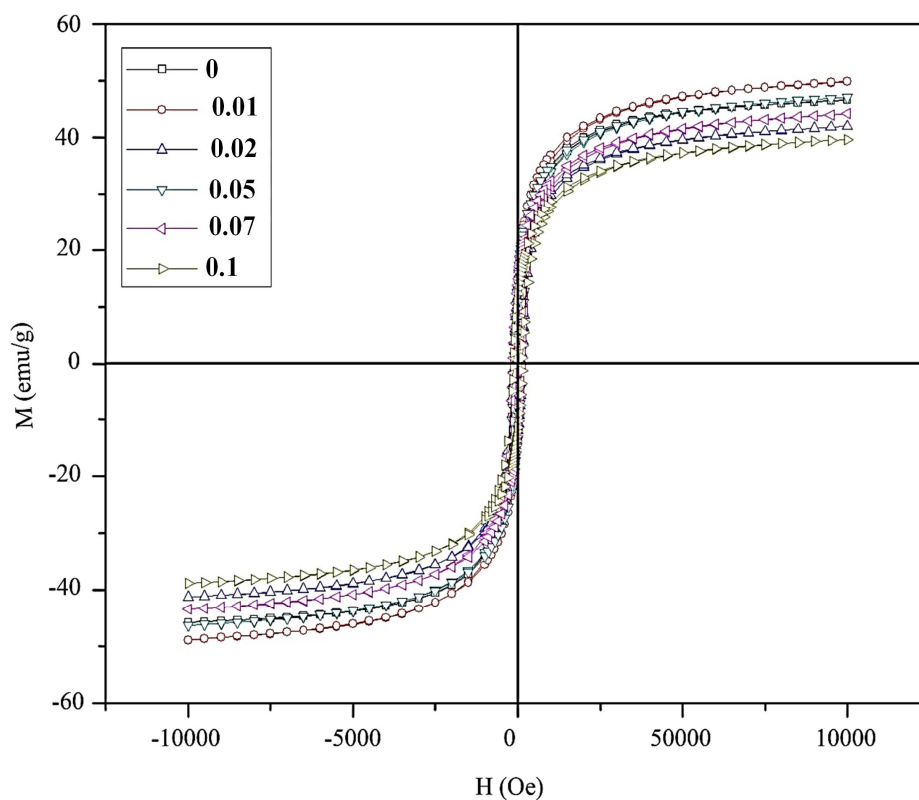
شکل ۶- الگوهای پراش انرژی پرتو ایکس نمونه‌های $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0.07$ و 0.10 (رنگی در نسخه الکترونیکی)



شکل ۷- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوذرات $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0.07$ بعد از کلسینه کردن در دمای 750°C درجه سانتی‌گراد



شکل ۸- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوذرات $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای $x = 0.02, 0.05, 0.07, 0.10$ بعد از کلسینه کردن در دمای 750°C درجه سانتی‌گراد



شکل ۹- آزمون مغناطوسنج نمونه نوسانی نانوذرات $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ به‌ازای مقادیر مختلف x کلسینه شده در دمای 750°C درجه سانتی‌گراد

جدول ۳- مقادیر M_s نانوذرات $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ به ازای مقادیر x متفاوت

نام نمونه	ریخت/ اندازه ذره (نانومتر)	مقادیر x (مقدار مولی Nd)	مغناطش اشباع (emu/g) (مغناطش در بیشینه میدان اعمالی)	H_c (Oe)
Nd0	شبه کروی / ۴۵	۰/۰	۴۶/۵	۱۰۰/۰
Nd0.01	شبه کروی / ۶۰	۰/۰۱	۵۰/۰	۱۰۳/۳
Nd0.02	شبه کروی / ۵۰	۰/۰۲	۴۱/۸	۱۲۰/۰
Nd0.05	کروی / ۴۰	۰/۰۵	۴۷/۰	۱۰۰/۶
Nd0.07	اغلب صفحه‌ای / ضخامت صفحه ۵۰	۰/۰۷	۴۴/۲	۱۱۸/۱
Nd0.10	کروی / ۵۵	۰/۱۰	۳۹/۲	۱۲۵/۳

و همچنین، مقادیر مغناطش اشباع نانوذرات فریتی $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ در جدول (۳) به صورت خلاصه آورده شده است. با توجه به جدول (۳) نمونه Nd.01 با فرمول $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_{0.01}Fe_{1.99}O_4$ دارای بیشترین مقدار M_s ($50/0 \text{ emu/g}$) است.

تغییر M_s با تغییر مقدار Nd می‌تواند ناشی از برهم‌کنش ابر تبادلی بین یون‌های موجود در مکان‌های چهار وجهی (A) و هشت‌وجهی (B) باشد. یون‌های Zn^{2+} تمایل به اشغال مکان‌های A و یون‌های Ni^{2+} تمایل شدیدی به قرارگیری در مکان‌های B دارند. یون‌های Fe و عناصر نادر خاکی با بار مثبت سه می‌توانند در هر دو مکان قرار بگیرند. مغناطش نهایی از قدرمطلق تفاوت بین مغناطش‌های M_B و M_A ناشی می‌شود. زیر شبکه B عموماً دارای مغناطش بالاتری نسبت به زیر شبکه A است [۲۴، ۲۸ و ۳۰].

(۳) $M_{total} = [M_B - M_A]$
با افزودن Nd اندازه ذرات درشت شده و بنابراین، نیروی وادرنندگی کاهش می‌یابد. این اثرات را می‌توان به‌ازای مقادیر $x = 0$ و $0/01$ مشاهده کرد.

مطابق جدول (۳) دلیل افزایش M_s در Nd0.01 مربوط به این موضوع باشد که با ورود یون‌های Nd در شبکه فریتی تعدادی از یون‌های آهن از مکان‌های A به مکان‌های B مهاجرت کرده و مطابق رابطه (۸) مغناطش کل افزایش می‌یابد. در اینجا، برهم‌کنش تبادلی بین ترازهای ۴f نئودیمیم و ۳d یون آهن (III) باعث افزایش مغناطش اشباع به 50 emu/g شده

است. دلیل کاهش M_s در Nd0.02 می‌تواند مربوط به برگشت تعدادی از یون‌های آهن از مکان‌های B به مکان‌های A باشد که مطابق رابطه (۸) مغناطش کل کاهش می‌یابد. دلیل مشابهی را می‌توان برای روند کاهشی M_s تا Nd0.1 ارائه کرد.

در شکل (۹) نمای بزرگ‌تر حلقه پسماند برای مشاهده بهتر تغییرات H_c نشان داده شده است. مطابق شکل (۹)، مقدار نیروی وادرنندگی نانوذرات $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ با افزایش x از صفر تا $0/01$ تغییر چندانی نکرده ولی در مقدار آلایش $0/02$ از 100 اورستد به 120 اورستد افزایش و سپس با افزایش x از $0/02$ به $0/05$ ، مقدار H_c به حدود 100 اورستد دوباره کاهش یافته است. علت افزایش مقدار H_c از 100 به 120 اورستد می‌تواند مربوط به ایجاد نقص و تنش در شبکه فریتی NiZn بعد از جانشانی یون Nd به‌جای آهن دانست. با افزایش x از $0/05$ به $0/07$ افزایش مجدد H_c مشاهده می‌شود که می‌تواند مربوط به افزایش ثابت ناهمسانگردی شکل باشد (در اینجا تغییر ریخت نانوذرات از شبه کروی با قطر 40 نانومتر به ریخت صفحه‌ای‌مانند با ضخامت حدود 50 نانومتر مشاهده شد). افزایش مجدد H_c با افزایش مقدار x از $0/07$ تا $0/10$ می‌تواند مربوط به ایجاد عیوبی شبیه جای خالی اکسیژن، مرزخانه‌ها و نقص در چیده‌شدن آنها با حل شدن بیشتر مقادیر Nd در شبکه فریتی NiZn باشد. همچنین، جاهای خالی با دیواره حوزه‌ها برهم‌کنش کرده و باعث قفل شدن آنها می‌شود و با اعمال میدان خارجی سبب کاهش مغناطش

مولکول TEA باقی مانده وجود دارد که باعث تثبیت و جلوگیری از آگلومره شدن نانوذرات فریتی می شود.

۳- با جانشینی نئودیمیم به جای یون آهن III، پارامتر شبکه غالب نانوذرات فریت نیکل- روی به دلیل بزرگ تر بودن شعاع Nd^{3+} نسبت به یون آهن افزایش نشان داد.

۴- با جانشینی نئودیمیم در مقدار مولی ۰/۰۷ ریخت نانوذرات فریتی به سمت صفحه ای شکل تمایل پیدا کرده است. در این نسبت مولی، افزایش نیروی وادرنده گی نسبت به سایر نمونه ها نیز مشاهده شد که می تواند مربوط به افزایش ثابت ناهمسانگردی شکل باشد.

۵- برهم کنش تبدیلی بین ترازهای ۴f نیودیمیم و ۳d یون آهن (III) باعث افزایش مغناطش اشباع نانوذرات فریت نیکل- روی به مقدار ۵۰ emu/g بدون تغییر قابل توجه نیروی وادرنده گی (۱۰۳ Oe) شد.

می شود [۲۴، ۲۸ و ۳۰]. مقادیر H_c به دست آمده در این تحقیق بالاتر از کار مشابهی بود که توسط وو و همکاران در سال ۲۰۱۸ برای ترکیب $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Nd_xFe_{2-x}O_4$ آماده سازی شده به روش کلسیناسیون اگزالاتی گزارش شد [۳۱].

۴- نتیجه گیری

۱- نتایج میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی نشان داد که نمونه $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Nd_xFe_{2-x}O_4$ آلائیده شده با ۰/۰۱ نئودیمیم سنتز شده با چهار مول TEA و کلیسینه شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد دارای اندازه ذرات (۶۰ نانومتر) با ریخت شبه- کروی است.

۲- طبق آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس مشاهده شد در تمامی نمونه ها عناصر آهن، نیکل، روی، نئودیمیم و اکسیژن وجود دارد. همچنین مشاهده شد در نمونه ها مقداری کربن ناشی از

واژه نامه

1. Triethanol amine (TEA)
2. face centered cubic (FCC)
3. rare earth elements (RE)
4. complexing agent
5. X-ray diffraction (XRD)
6. field emission electron scanning microscop (FESEM)
7. X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS)
8. Fourier-transform infrared (FTIR)
9. Vibrating sample magnetometer (VSM)
10. Chelating agent

مراجع

1. Buschow, K. H. J., and de Boer, F. R., *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*, Kluwer Academic, New York, 2003.
2. Goldman, A., *Modern Ferrite Technology*, 2nd ed., Springer, 1987.
3. Cullity, B. D., and Graham, C. D., *Introduction to Magnetic Materials*, 2nd ed., John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2009.
4. Mathew, D. S., and Juang, R. Sh., "An Overview of the Structure and Magnetism of Spinel Ferrite Nanoparticles and Their Synthesis in Microemulsions", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 129, pp. 51-65, 2007.
5. Zhang, C. F., Zhong, X. C., Yu, H. Y., Liu, Z. W., and Zeng, D. C., "Effects of Cobalt Doping on the Microstructure and Magnetic Properties of Mn-Zn Ferrites Prepared by the Co-Precipitation Method", *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 404, pp. 2327-2331, 2009.
6. Meng, Y. Y., Liu, Z. W., Dai, H. C., Yu, H. Y., Zeng, D. C., Shukla, S., and Ramanujan, R. V., "Structure and Magnetic Properties of Mn (Zn) $Fe_{2-x}RE_xO_4$ Ferrite Nano-Powders Synthesized by Co-Precipitation and Refluxing Method", *Powder Technology*, Vol. 229, pp. 270-275, 2012.
7. Deraz, N. M., "Size and Crystallinity-Dependent Magnetic Properties of Copper Ferrite Nano-Particles", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 501, pp. 317-325, 2010.
8. Viswanath, I. K., Murthy, Y. L. N., Tata, K. R., and Singh, R., "Synthesis and Characterization of Nano Ferrites by Citrate Gel Method", *International Journal of Chemical Sciences*, Vol. 11, pp. 64-72, 2013.
9. Meskin, P. E., Ivanov, V. K., Barantchikov, A. E., Churagulov, B. R., and Tretyakov, Y. D., "Ultrasonically Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanocrystalline ZrO_2 , TiO_2 , $NiFe_2O_4$ and

- Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄ Powders”, *Ultrasonics Sonochemistry*, Vol. 13, pp. 47-53, 2013.
10. Yan, W., Jiang, W., Zhang, Q., Li, Y., and Wang, H., “Structure and Magnetic Properties of Nickel-Zinc Ferrite Microspheres Synthesized by Solvothermal Method”, *Materials Science and Engineering: B*, Vol. 171, pp. 144-148, 2010.
 11. Thakur, S. C., and Singh, M., “Structural and Magnetic Properties of Nano Nickel-Zinc Ferrite Synthesized by Reverse Micelle Technique”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 321, pp. 1-7, 2009.
 12. Velmurugan, K., Venkatachalapathy, V. S. K., and Sendhilnathan, S., “Synthesis of Nickel Zinc Iron Nanoparticles by Coprecipitation Technique”, *Materials Research*, Vol. 13, pp. 299-303, 2010.
 13. Liu, X. M., and Gao, W. L., “Preparation and Magnetic Properties of NiFe₂O₄ Nanoparticles by Modified Pechini Method”, *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 27, pp. 905-909, 2012.
 14. Sakka, S., and Kozuka, H., *Handbook of Sol-Gel Science and Technology Processing*, Characterization and Applications, 2nd ed., Kluwer Academic Publishers, 2008.
 15. Tebble, R. S., and Craik, D. J., *Magnetic Materials*, Wiley-Interscience, New York, 1969.
 16. Gabal, M. A., and Bayoumy, W. A., “Effect of Composition on Structural and Magnetic Properties of Nanocrystalline Ni_{0.8-x}Zn_{0.2}Mg_xFe₂O₄ Ferrite”, *Polyhedron*, Vol. 29, pp. 2569-2573, 2010.
 17. Fu, Y. P., Lin, C. H., and Liu, Ch. W., “Preparation and Magnetic Properties of Ni_{0.25}Cu_{0.25}Zn_{0.5} Ferrite from Microwave-Induced Combustion”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 283, pp. 59-64, 2004.
 18. Borhan, A. I., Hulea, V., Iordan, A. R., and Palamaru, M. N., “Cr³⁺ and Al³⁺ Co-Substituted Zinc Ferrite: Structural Analysis, Magnetic and Electrical Properties”, *Polyhedron*, Vol. 70, pp. 110-118, 2014.
 19. Hua, S., Huai-wu, Z., Xiao-li, T., and Yu-lan, J., “Microstructure and Magnetic Properties of Ni-Zn Ferrites Doped with MnO₂”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 21, pp. 109-113, 2011.
 20. Zibao, J., Yao, Zh., Zhou, J., Qian, K., Lei, Y., Wei, B., and Chen, W., “Enhanced Microwave Absorption Properties of Nd-doped NiZn Ferrite/Polyaniline Nanocomposites”, *Ceramics International*, Vol. 46, No. 16, pp. 25405-25414, 2020.
 21. Loghman-Estarki, M. R., Torkian, S., Rastabi, R. A., and Ghasemi, A., “Effect of Annealing Temperature and Copper Mole Ratio on the Morphology, Structure and Magnetic Properties of Mg_{0.5-x}Cu_xZn_{0.5}Fe₂O₄ Nanoparticles Prepared by the Modified Pechini Method”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 442, pp. 163-175, 2017.
 22. Cullity, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction*, 3rd Ed., Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
 23. Shokrollahi, H., “Magnetic Properties and Densification of Manganese-Zinc Soft Ferrites (Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄) Doped with Low Melting Point Oxides”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, pp. 463-474, 2008.
 24. Bazuev, G. V., Gyrdasova, O. I., Novikov, S. I., and Kuznetsov, A. Y., “Synthesis, Structure, and Magnetic Properties of Rare-Earth-Doped Ni_{0.75}Zn_{0.25}Fe₂O₄ Nickel Zinc Ferrite”, *Inorganic Materials*, Vol. 52, pp. 932-938, 2016.
 25. Sutka, A., Santa, L., Gundars, M., Arturs, P., Inta, V., and Limons, T., *A Comparative Study of Ni_{0.7}Zn_{0.3}Fe₂O₄ Obtained by Sol-Gel Autocombustion and Flash Combustion Methods*. In: *IOP Conference Series*, Publication Edition Name 25, 2011.
 26. Chengliang, H., Zhu, D., Wu, H., Li, Y., Cheng, L., and Hu, K., “TEA Controllable Preparation of Magnetite Nanoparticles (Fe₃O₄ NPs) with Excellent Magnetic Properties”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 408, pp. 213-216, 2016.
 27. Tian, X., Wang, J., Wu, Ch., Meng, F., Shi, Zh., Lian, J., Feng, J., and Meng, J., “Novel Complex-Coprecipitation Route to form High Quality Triethanolamine-Coated Fe₃O₄ Nanocrystals: Their High Saturation Magnetizations and Excellent Water Treatment Properties”, *CrystEngComm*, Vol. 14, No. 18, pp. 5741-5744, 2012.
 28. Şabikoğlu, İ., Paralı, L., Malina, O., Novak, P., Kaslik, J., Tucek, J., and Schneeweiss, O., “The effect of Neodymium Substitution on the Structural and Magnetic Properties of Nickel Ferrite”, *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 2, pp. 215-221, 2015.
 29. Mousavi, S. F., Davar, F., and Loghman-Estarki, M. R., “Controllable Synthesis of ZnO Nanoflowers by the Modified Sol-Gel Method”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 27, No. 12, pp. 12985-12995, 2016.
 30. Meng, Y. Y., Liu, Z. W., Dai, H. C., Yu, H. Y., Zeng, D. C., Shukla, S., and Ramanujan, R. V., “Structure and Magnetic Properties of Mn(Zn)Fe_{2-x}RE_xO₄ Ferrite Nano-Powders Synthesized by Co-Precipitation and Refluxing Method”, *Powder Technology*, Vol. 229, pp. 270-275, 2012.
 31. Wu, X., Wen, Ch., Wenwei W., Juan, W., and Qing, W., “Improvement of the Magnetic Moment of NiZn Ferrites Induced by Substitution of Nd³⁺ Ions for Fe³⁺ Ions”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 453, pp. 246-253, 2018.