ساخت و بررسی خواص مغناطیسی فریت کبالت بهروش شیشه سرامیک در سیستم Na₂O-Fe₂O₃-CoO-B₂O₃-SiO₂

حميداميري، سيد محمد ميركاظمي * و على بيت اللهي

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

(دریافت مقاله: ۸۰/۰۸/۱۳۹۲– دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۰۸/۰۳)

چکیده- در این پژوهش رفتار غیربلورینه شدن ترکیب و تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار و خواص مغناطیسی شیشـهسـرامیک سیسـتم 2-SiO_SiO_SiO_SiO_SiO_SiO برای دستیابی به فریت کبالت از روش شیشه-سرامیک مورد بررسی قرار گرفت. شیشه اولیه توسط عبور مذاب از غلطکهای فولادی در حال چرخش با سرعت ۲۴۰ دور بر دقیقه،بهدست آمد. نتایج XRD شیشه حاصله دستیابی به یک ماده غیربلورینه را تایید کرد. در ادامه، تحلیل گرمایی در اتمسفر نیتروژن تا حداکثر دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد روی پولکهای شیشهای با دو دانه بندی ریز (کوچکتر از (کوجکتر از ۵۵مه، تحلیل گرمایی در اتمسفر نیتروژن تا حداکثر دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد روی پولکهای شیشهای با دو دانه بندی ریز (کوچکتر از شیشهای و درشت (۲۰/۳–۲۰۵) و با سرعت گرمادهی ۱۰ درجه بر دقیقه انجام شد و براساس نتایج بهدست آمده، عملیاتحرارتـی پولکهای شیشهای در بستری از گرافیت و در دماهای ۵۲۱، ۵۷۰ و ۶۷۰ درجه سانتیگراد بهمدت یک و دو ساعت صورت گرفت. همچنین رفتار تبلور فریت کبالت از شیشه با افزودن ۱٪ مولی ۲۵۵_ مای ۵۲۵، ۵۷۰ و ۶۷۰ درجه سانتیگراد بهمدت یک و دو ساعت صورت گرفت. همچنین رفتار تبلور فریت تبلور یافته فریت کبالت است. با توجه به بررسی خاص مانه درایت کراد بهمدت یک و دو ساعت صورت گرفت. همچنین رفتار تبلور فریت برای رسیدن به بالاترین حد اشباع مغناطیسی دمای ۲۵۰۰ درجه سانتیگراد و زمان مراتی مراتی شده نشان داد که بخشی از فازهـای برای رسیدن به بالاترین حد اشباع مغناطیسی دواص مغناطومتر نمونه مرتعش (۷۵۲) بهترین دما و زمان عملیات حرارتـی برای رسیدن به بالاترین حد اشباع مغناطیسی دمای ۶۷۰ درجه سانتیگراد و زمان دو ساعت انتخاب شد که می زان آهنربایش آن ۲۰/۱۰

واژگان کلیدی : فریت کبالت، شیشه-سرامیک، تبلور از فاز شیشه، عملیات حرارتی، نانو ساختار

Synthesizing CoFe₂O₄ by Glass-Ceramic Method and Characterizing its Magnetic Properties in Na₂O-Fe₂O₃-CoO-B₂O₃-SiO₂ System

H. Amiri, S. M. Mirkazemi^{*} and A. Beitollahi

Department of Material Science and Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

Abstract: In this investigation, the effect of heat treatment on magnetic properties of glass and nano-structured cobalt-ferrite glass-ceramic was studied. The glass was synthesized in the system of Na₂O-Fe₂O₃-CoO-B₂O₃-SiO₂. Based on DTA results, heat treatment was done at different times and temperatures. X-ray diffraction pattern of glass-ceramic showed the crystallization

* مسئول مكاتبات، پست الكترونيكي: mirkazemi@iust.ac.ir

of $CoFe_2O_4$ and some nonmagnetic phases. The highest magnetization of 11.8 emu/g was obtained for the sample heat-treated for 2 hr at $670^{\circ}C$ in graphite bed. Average crystallite size of $CoFe_2O_4$ in this sample was 50 nm. Scanning Electron Microscopy (SEM) confirmed the formation of cobalt ferrite nanoparticles in the glass matrix.

Keywords: Heat treatment, Cobalt-Ferrite, Glass-Ceramic, Nano-structured

امکان جایگزینی یونهای متفاوت بهجای یونهای آهن درون فریت و تنظیم خواص مغناطیسی اشاره کرد [۵]. درایـن روش یس از تهیه قطعه شیشهای بهصورت دلخواه، در مرحله بعدىاين قطعه تحت عمليات حرارتي مناسبي قرار مي گيرد تـا بهصورت جزئی یا کامل تبلور یافته، به شیشـهسـرامیک تبـدیل شود. این قطعات معمولاً در حالت پایانی دارای فازهای بلوری بهمقدار ۵۰ تا ۱۰۰ درصد هستند [۶]. البته در مورد ساخت فريت کبالت از سیستمهای شیشهسرامیک کارهای پژوهشی محدودی صورت گرفته است. از دلایل آن شاید بتوان به مصرف انرژی تقريباً بالا بهعلت استفاده از فرايند ذوب، امكان تبخير و برهمخوردن استوكيومتري تركيب در هنگام فراينـد ذوب، امكان جایگزینی های یونی نامطلوب در فرایند تبلـور و تـاثیر منفـی بـر خــواص مغناطیســی و الکتریکــی و امکــان تبلــور فازهــای غیرمغناطیسی و نامطلوب که از معایب روش شیشهسرامیک است، اشاره داشت [۷]. از جمله پژوهش های صورت گرفته می توان به ساخت فريت كبالت از شيشه با تركيب CoO-Fe₂O₃-B₂O₃ و یا از شیشه با ترکیب 33.5CaO-33.5B₂O₃-16.5Fe₂O₃-16.5CoO اشاره کرد [۹]. گزارش ها حاکی از آن است که ساخت فریت کبالت با موفقیت در شیشههایی با سیستمهای سیلیکاتی و فسفاتی نیز انجام شده است، اما با توجه به نتایج، مشخص شده است که حداکثر میدان آهن ربازدای مغناطیسی در پژوهش انجام شده بر روی شیشه بوراتی بهدست آمده است [۸]. هدف ازاین پژوهش دستیابی به آهنربایش بالا از طریق ساخت فریت کبالت بهروش شیشـهسـرامیک در سیسـتم Na₂O-Fe₂O₃-CoO-B₂O₃-SiO₂ است.در گامهای مختلف بر روی نمونه های ساخته شده، بررسی های لازم توسط تحلیل گرمای افتراقی (DTA)، تحلیل پراش اشعهایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، اندازه گیری خواص

در بین مواد مغناطیسی، سرامیکهای مغناطیسی تحت عنوان فریتها بعد از جنگ جهانی دوم بهدلیل دارا بودن خصوصیات ویژهای از قبیل رسانایی الکتریکی پایین، کارایی در فرکانس بالا و پایداری شیمیایی خوب مورد توجه قرار گرفتند و در رادارها استفاده شدند. پژوهشهای علمی فریتها از میانه قرن نوزدهم میلادی آغاز و پس از آن بـ المور جـدی توسط دانشـمندان برای پیشرفت صنعت پیگیری شد. در سال ۱۹۸۴ تئوری فریمغناطیسها ارائه شد و پژوهشهای پیراموناین مواد تـا بـه امروز ادامه دارد. فریت کبالت (CoFe₂O₄) یک ماده مغناطیسی سخت با ساختار مکعبی اسپینلی است که به علت ویژگی های مغناطیسی منحصربهفردش نسبت به فریت های دیگر مانند مغناطش اشباع (Ms) قابل قبول، نيروى وادارنده بالا(Hc)، سختی مکانیکی و پایداری شیمیایی بالا بیش تر مورد توجه قرار گرفته است [۱، ۲]. این ترکیب بهعنوان یکی از ترکیبهای مهم در محیطهای ضبط مغناطیسی بهکار برده می شود زیرا که بالا بودن نيروي وادارندگي مغناطيسي براي بالا بردن ذخيره سازي مغناطیسی اطلاعات عامل اصلی است [۳، ۴]. یکی از روش های ساخت فریتها، استفاده از سیستم شیشه سرامیک است. از مزیتهای روش شیشه سرامیک میتوان به اختلاط اجزا در مقیاس اتمی با استفاده از فرایند ذوب و امکان کنترل اندازه ذرات، امکان کنترل تبلور فازهای مغناطیسی و انجام عملیات حرارتی دقیق برای دست یابی به ریزساختار مناسب، حذف تنشهای پسماند ناشی از رشد فازها بهدلیل حضور فاز شیشهای پـسمانـد و امکـان انجـام فراینـد آنیـل، امکـان تهیـه فراوردهها در اشکال پیچیده و خاص در فرایند ذوب، امکان تهیـه ذرات فریـت کامـل و بـینقـص (عـاری از تـنش.هـا و کرنش های ناشی از آسیاب ذرات) پس از اسیدشویی شیشه و

۱- مقدمه

DOR: 20.1001.1.2251600.1394.34.2.5.0]

تحليل طيف اشعهايكس بهكمك دستگاه يراش Panalytical مـدل Xpert و بـا لامـب كبالـت انجـام شـد. نمونـههـاي عملیات حرارتی شدہ نیز تحت تحلیل اشعہ پراش ایکس قرار گرفتند. برای بررسی رفتار گرمایی نمونه ها و انتخاب برنامه عملیات حرارتی مناسب، تحلیل گرمایی به کمک دستگاه Netzsch مدل STA 409 PC انجام شد. برای آمادهسازی نمونهها، از پولکهای شیشهای پودرهایی در دو دانه بندی ریز (کوچکتر از ۵۳µm) و درشت (۰/۵–۰/۵) تهیه شد. نمونهها با سرعت گرمادهمی ۱۰ درجه بر دقیقه در اتمسفر نیتروژن تا حداکثر دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد گرم شدند. یس از تحلیلDTA نمونه ها مورد عملیات حرارتی قرار گرفتند. برای انجام فرایند بالا از کوره مخصوص عملیاتحرارتی استفاده و سرعت افزایش دما مشابه تحلیل گرمایی، ۱۰ درجه بر دقیقه انتخاب شد. پس از به پایان رسیدن چرخه گرمایش در عملیاتحرارتی، نمونهها درون کوره تـا دمـای محـیط سـرد و سپس از کوره خارج شدند. برای تعیین فازهای تبلور یافته حین عملیات حرارتی، نمونه ها در هاون چینی خرد و به صورت پودری از الک مش ۲۷۰ عبور داده شدند و تحت تابش اشعهایکس با لامپ کبالت قرار گرفتند. برای بررسی ریزساختاری، نمونه ها پس از پوشش دهی طلا به کمک ميكروسكوپ الكتروني روبشي (SEM) مورد مطالعه ریزساختاری قرار گرفتند. برای تعیین میزان آهنربایش اشباع نمونهها (M_{max}) و میدان پس ماندزدای مغناطیسی (H_c) از دستگاه VSM مدل Mdk6 ساخت شرکت "مغناطیس دقیق کویر" در محدوده میدان اعمالی ۱/۵KOe و در دمای محیط استفاده شد. منحنى هيسترزيس نمونهها توسطاين دستگاه رسم شد.

۳- نتایج و بحث
۳-۱- تحلیل گرمایی نمونه های شیشه ای
دراین پژوهش و بر اساس مطالعات پیشین [۱۰] و اندکی
تغییر در ترکیب برای دستیابی به هدف مقاله، ترکیب
۲۰SiO2

جدول ۱– مواد اولیه به کار رفته در شیشه اولیه و فرمول

شیمیایی آن	
نام ماده	فرمول شيميايي
اسيد بوريک	$B_2O_3.3H_2O$
نيترات كبالت	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O
اكسيدآهن	Fe ₂ O ₃
سىيلىس	SiO ₂
كربنات سديم	Na ₂ CO ₃

مغناطیسی توسط دستگاه VSM انجام شد.

۲–مواد و روش پژوهش

برای تهیه ترکیب اولیه مذاب از اکسیدهای مختلفی استفاده شد. افزون بر اکسیدآهن (Fe₂O₃) باکد ۱/۰۳۹۲۴ دو اکسید B₂O₃ و SiO₂ بهترتیب از اسید بوریک H₃BO₃ با کد ۱/۰۰۱۶۲ و از سیلیس ۹۹/۵ درصد تأمین شد. برای تهیه اکسید سدیم (Na₂O) از کربنات سدیم (Na₂CO₃) باکد ۱/۰۶۳۹۸ استفاده شد. اکسید کبالت (CoO) از نیترات کبالت ۶ آبه (O₂6H₂O) استفاده شد. اکسید کرانات (CoO) از نیترات کبالت ۶ آبه (CoO)₂,6H₂O) باکد جوانهزا استفاده شد. اکسید زیرکونیم (ZrO₂) بهعنوان عامل جوانهزا استفاده شد. همه مواد اولیه بهجز SiO₂ از مواد اولیه ساخت شرکت مرک تهیه شد. فهرست مواد اولیه در جدول ۱ آورده شده است.

مواد اولیه مورد نیاز برای تهیه مذاب شیشهها، با دقت ۸۰/۰ گرم توزین و در هاونچینی مخلوط شدند. پس از دستیابی به مخلوط نسبتاً همگن و یکنواخت، مخلوط تهیه شده در بوته آلومینایی ریخته شد و در کوره الکتریکی در اتمسفر هوا قرار گرفت. نمونه در دمای ۱۳۰۰–۱۲۰۰ درجه سانتی گراد ذوب شد. مذاب با ریختن بین غلتکهای فولادی در حال چرخش با سرعت ۲۴۰ دور بر دقیقه، سرد و شیشه بهدستآمده به صورت پولکهای نازک تهیه شد. برای انجام تحلیل پراش اشعه ایکس، پولکهای تهیه شده از مرحله ذوب، در هاونچینی خرد و با عبور از الک مش ۲۷۰ استاندارد ASTM

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۲، تابستان ۱۳۹۴

دستگاه VSM^۱ نشان داد که مقدار آهنربایش اشباع این نمون. معادل با ۱/۳emu/g است (شکل ۲). علت ایجاد این آهنربایش جزیی ممکن است به علت حضور مقادیر ناچیز ذرات مغناطیسی اعم از فریت کبالت یا مگنتیت باشد که به دلیل مقدار ناچیز این مواد تبلور یافته، حضور آن ها توسط دستگاه XRD تشخیص داده نشده است. اندک هیسترزیس مشاهده شده در شکل ۲ نیز می تواند یا ناشی از شوک گرمایی باقی مانده مربوط به سرمایش سریع و ایجاد تنش باقی مانده در شیشه بوده باشد که در مراجع به عنوان عاملی برای ایجاد ماد بیان شده است [۱۱]. تحلیل گرمایی DTA در دو دانه بندی ریز و درشت بر شیشه انجام شد (شکل ۳).

ترکیب شیشه فاقد جوانهزا بوده و تفاوت نسبتاً زیاد بین موقعیت قلههای گرمازا (۴۹ سانتی گراد) می تواند حاکی از تبلور سطحی در شیشه فوق باشد. برای بررسی اثر افزودن جوانهزا بر تشکیل فاز مغناطیسی فریت کبالت از سیستم شیشه حاضر، مقدار ۱٪ مولی ازماده ZrO2 به ترکیب شیشه پایه اضافه شد [۱۲] و مذاب این ترکیب نیز مانند قبل با عبور از غلتک سرد شد. نتایج مربوط به تحلیل گرمایی (شکل ۴) نشان داد که شیشه حاوی ۱٪ جوانهزا با توجه به اختلاف دمای ۶۳ درجه سانتی گرادی بین حالت درشت و ریز دانه، نسبت به شیشه پایه تمایل بیش تری به جوانه زنی سطحی دارد. بنابراین حضور این جوانهزا نتوانست اختلاف دمایی بین حالت درشت دانه و ریز

در شکل ۳ دو قله در دماهای ۵۲۱ و ۵۷۰ درجه سانتی گراد مشاهده شد. قله مربوط به دمای ۵۲۱ چندان تیز نبود، اما قله مربوط به دمای ۵۷۰ کاملا به صورت برجسته و شاخص مشاهده شد. نمونه ها در هر دو دما و به صورت دو مرحله ای تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند. با توجه به نمودار DTA دمای جوانه زنی ۳۹۶ درجه سانتی گراد محاسبه شد. نمونه به مدت یک ساعت در دمای جوانه زنی و به مدت یک ساعت در هر یک از دماهای فوق نگهداری شد. سرعت افزایش دما مطابق با تحلیل گرمایی ۱۰ درجه بر دقیقه تنظیم شد.



شکل ۳- تحلیل DTA شیشه در دو دانهبندی ریز و درشت

ترکیب پایه برای شیشه اولیه انتخاب شد. الگوی پراش اشعهایکس، غیربلورینگی ترکیب اخیر را در حد دقت دستگاه XRD تایید کرد (شکل ۱) .

بررسی خـواص مغناطیسـی شیشـه بـهدسـت آمـده توسـط

یک ساعت، شدت قله های مربوط به فاز فریت کبالت (CoFe₂O₄) در مقایسه با دیگر فازهای تشکیل شده پایین تر بود (شکل ۵). پراش اشعهایکس مربوط به نمونه عملیاتحرارتی شده در دمای ۵۷۰ درجه سانتی گراد و بهمدت یک ساعت نشان داد که در مقایسه با دمای ۵۲۱ درجـه سانتی گـراد شـدت قلـه مربوط به فاز فریت کبالت (A) به شدت افزایش یافته است (شکل ۶). پس می توان نتیجه گرفت کهاین دما (۵۷۰ درجه سانتی گراد) دمای مناسب تری برای تشکیل فاز فریت کبالت است. در ضمن دراین دما احتمالا میـزان برخـی فازهـا از قبیـل FeCoBO₄ و Na₂Si₂O₅ به علت ناپدید شدن و کاهش شدت برخی از قلهها نسبت به دمای ۵۲۱ درجه سانتی گراد کاهش پیدا کرده است. همین عامل ثابت کرد که عناصر آهـن و کبالـت کـه در دمای ۵۲۱ درجه سانتی گراد خرج تشکیل فازهای FeCoBO₄ شده بودند، دراین دما خرج تشکیل فاز فریت کبالت شدند و افزایش فریت کبالت در ادامه منجر به کاهش میزان فاز FeCoBO4 شد. البته با توجه به اینکه قلههای مربوط به فریت کبالت و مگنتیت بسیار نزدیک بههم هستند احتمال وجود مگنتیت دراین نمونه افزون بر فریت کبالت بسیار زیاد است. از طرفی با توجه بهنزدیکی قلههای مگنتیت به هماتیت و ماگمیت احتمال اكسيداسيون مگنتيت تشكيل شده به ماگميت يا هماتيت در اتمسفر هوا وجود دارد که البته هیچ یک ازایـن احتمـالات (احتمال وجود مگنتیت در کنار فریت کبالت و احتمال اکسیداسیون مگنتیت به ماگمیت و هماتیت) در حد دقت XRD قابل تشخيص نيست و نياز به بررسي دقيـقتـر توسط تحليـل مازباور دارد. دراین نمونه و بر اساس رابطه شرر اندازه کریستالیت ها معادل ۲۳ نانومتر بهدست آمد. برای بررسی اثر افزایش دما بر تشکیل فاز مغناطیسی و رسیدن به حداکثر مقدار فاز مغناطیسی، نمونهای در دمای ۶۷۰ درجه سانتی گراد تحت عملیاتحرارتی قرار گرفت. همچنین برای بررسی اثر زمان بر میزان فاز مغناطیسی،ایـن مرحلـه در دو زمـان متفـاوت ۱ و ۲ ساعت انجام شد. افزایش دمای عملیات حرارتی از ۵۷۰ به ۶۷۰ درجه سانتی گراد به طور کلی باعث افزایش شدت



۳-۲- بررسی تحولات فازی
در نتایج مربوط به پراش اشعه ایکس هر یک از نمونه ها فازهای
متنوعی افزون بر فاز فریت کبالت مشاهده شد. در نمونه
عملیات حرارتی شده در دمای ۵۲۱ درجه سانتی گراد و به مدت

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۲، تابستان ۱۳۹۴



قلههای مربوط به فاز مغناطیسی فریت کبالت شد (شکل ۷).این افزایش شدت، حاکی از تبلور بیش تر فاز مغناطیسی فریت کبالت از شیشه پایه است. بنابراین به طور کلی افزایش دما بر تشکیل بیش تر فاز مغناطیسی فریت کبالت اثر مثبت داشت. هم چنین شدت برخی از فازهای غیرمغناطیسی دراین دما نسبت به دمای ۵۷۰ درجه سانتی گراد کم تر شد. با توجه به حضور فازهای غیرمغناطیسی و اینکه فازهای غیربلورینه آهنربایش بسیار کمی دارند، می توان تغییرات خواص مغناطیسی نمونههای یافته وابسته دانست. بنابراین هرچه مقدار فاز مغناطیسی متبلور شده بیش تر باشد آهنربایش اشباع بیش تر و خواص مغناطیسی بهتری حاصل خواهد شد. نتایج مربوط به پراش اشعهایکس مربوط به نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۵۷۰ درجه

سانتی گراد و بهمدت دو ساعت نشان داد که شدت قله مربوط به فریت کبالت نسبت به نمونه یک ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفته افزایش داشته است (شکل ۸). به نظر می رسد شدت پیکهای مربوط به فاز FeCoBO4 مقداری کاهش یافته که میتواند یکی از دلایل افزایش شدت قله مربوط به فاز فریت کبالت باشد. دراین نمونه و به کمک رابطه شرر اندازه فریت کبالت باشد. دراین نمونه و به کمک رابطه شرر اندازه ممچنین همان طور که در شکل های ۵ تا ۸ مشاهده می شود، فاز آنجایی که در مواد اولیه مورد استفاده در ترکیب شیشه، از آنجایی که در مواد اولیه مورد استفاده در ترکیب شیشه، از بوته می تواند توجیه کننده این مسئله باشد.

۳-۳- تحلیل ریز ساختاری

شکل ۹ تصویر ریزساختار نمونه عملیات حرارتی شده دردمای ۶۷۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت را نمایش می دهد. با توجه به نتایج پراش پرتوایکساین نمونه، فازهای با شکل چهارگوش، همان فاز فریت کبالت شناسایی شده در نتایج پراش پرتوایکس نمونه هستند. در شکل ۱۰ تصویر واضح تری از فازهای چهارگوش شکل فریت کبالت ارائه شده است. بررسی ها نشان داد که برخی از فازهای چهارگوش ریزتر و برخی درشت ترند. با توجه به شکل ۱۰ اندازهای حدود ۲۰۰ نانومتر را برای ذرات فریت کبالت ساخته شده تخمین زده شد. با توجه به میزان بالای آهن و کبالت در تحلیل EDS (شکل ۱۱)، تایید شد که ذرات چهار گوش ذرات فریت کبالت هستند.

۳-۴- خواص مغناطیسی

درتحلیل ها، با توجه به حضور فازهای غیر مغناطیسی و این که فازهای غیربلورینه آهنربایش بسیار کمی دارند، میزان آهنربایش بهدست آمده در نمونه های مختلف، به فاز مغناطیسی فریت کبالت تشکیل شده حاصل از عملیات حرارتی نسبت داده شده است. در حالتی که هیچ میان کنش مغناطیسی بین فاز توزیع شده در زمینه

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۲، تابستان ۱۳۹۴



شکل ۹– تصویر ریزساختار نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجهسانتیگراد به مدت دو ساعت



شکل ۱۰– تصویر ریزساختار نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجهسانتیگراد به مدت دو ساعت ۶۷۰–G



شکل ۱۱–آنالیز EDAX ذرات چهار گوش شکل

و خود زمینه وجود نداشته باشد میزان آهنربایش می تواند از رابطه ۱ محاسبه شود.

$$\mathbf{M}_{\max} = \mathbf{y}\mathbf{M}_{\max/d} + (1-\mathbf{y})\mathbf{M}_{\max/m} \tag{1}$$

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۲، تابستان ۱۳۹۴

کے در آن M_{max/m} ،M_{max/d} ،y بے ترتیب کسے حجمے فاز مغناطیسی توزیعشده در زمینه، آهنربایش فاز مغناطیسی توزیع شده در زمینه و آهنربایش زمینـه اسـت [۱۳]. شـکل ۱۲ نتـایج مربوط بهتحلیل VSM نمونه های عملیات حرارتی شده در دماهای ۵۲۱، ۵۷۰، ۶۷۰ درجه سانتی گراد و بهمدت یک ساعت و همچنین نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجه سانتی گراد و بهمدت دو ساعت را نمایش می دهد. با توجـه بـه رشد میزان آهنربایش نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۵۷۰ درجهسانتی گراد (۴ emu/g) نسبت به نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۵۲۱ درجهسانتی گراد (۲/۳ emu/g)، تایید شد که میـزان فـاز مغناطیسـی تشـکیل شـده از شیشـه پایـه در دمـای ۵۷۰ درجهسانتی گراد، افزایش پیدا کرده است. افزایش در میزان آهنربایش اشباع مغناطیسی بـا افـزایش دمـا مشـاهده شـد و در نمونه عملیاتحرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجـهسانتی گـراد و بهمدت ۲ ساعت به ۱۱/۸ emu/g رسید. میدان آهنربازدا نیز از نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۵۲۱ درجه سانتی گراد تا نمونه عملیاتحرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجـهسانتی گـراد و بهمدت یک ساعت روند صعودی را طبی کرد و از ۸۴ O_e به ۶۰۴ Oe رسید. اما سپس در نمونیه عملیات حرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجهسانتی گراد و بهمدت دو ساعت به ۴۷۴ Oe كاهش یافت. بهطور كلي با توجه به رشد ذرات فاز مغناطیسي فریت کبالت و همچنین افزایش مقدار فریت کبالت بهدست آمده از شیشه اولیه، با افزایش دمای عملیات حرارتی و زمان آن که افزایش شدت قله های مربوطه در تحلیل پراش اشعهایکس نیز آنرا تایید کرد، افزایش میزان آهنربایش تا ۱۱/۸ emu/g قابل پیش بینی و توجیه پذیر است. همچنین عوامل بسیاری روی پارامترهای مغناطیسی میدان آهنربازدای مغناطیسی و آهنربایش پــسمانــد تــاثیرمیگذارنــد و ایــن مشخصــههـای مغناطیسـی بهطورشدید تحت تاثیر ریزساختار ماده هستند. بهطور کلی در نمونههای تک فاز، انیزوتروپی مغناطیسی، شکل و ابعاد کریستال ها، تنشرهای باقی مانده و عیوب کریستالی به مقدار زيادي براين پارامترها اثر گذارند. مشخصا تنش هاي باقي مانده و

با افزایش اندازه ذرات کاهش می یابد. بنابراین با توجه به کاهش میدان آهنربازدای مغناطیسی می توان پیش بینی کرد در نمونه عملیات حرارتی شده به مدت دو ساعت، افزایش اندازه ذرات و کلو خه شدن (اگلو مراسیون) آن ها اتفاق افتاده است. هم چنین در بر خی از گزارش ها افزایش در مقدار آهنربایش و میدان آهن ربازدای مغناطیسی به افزایش بلو رینگی ذرات فریت کبالت نسبت داده شده است [۱۴].

۴- نتیجه گیری

ساخت موفق فریت کبالت در زمینه شیشه با ترکیب ۳۶Na₂0-۱۲Fe₂O₃-۱۲CoO-۲۰B₂O₃-۲۰SiO₂

انجام شد. با انجام عملیات حرارتی شیشه سریع سرد شده در دماهای ۵۲۱، ۵۷۰ و ۶۷۰ درجه سانتی گراد تشکیل فاز فریت کبالت در کنار فازهایی مانند ۸۵یزان فریت کبالت معالیت در کنار فازهایی مانند میزان فریت کبالت امدن بیشترین آهنربایش (گرفت. نتایج حاکی از به دست آمدن بیشترین آهنربایش (۱۱/۸ emu/g) و در نتیجه بیشترین ساعت در دمای ۵۷۰ درجه سانتی گراد بود. بررسی سراحت در دمای ۵۷۰ درجه سانتی گراد بود. بررسی ریزساختاری نمونه عملیات حرارتی شده به مدت دو ریزساختاری نمونه عملیات حرارتی شده به دردمای میاعت در دمای ۵۷۰ درجه سانتی گراد بود. بررسی ریزساختاری نمونه عملیات حرارتی شده دردمای مریزساختاری نمونه عملیات دو ساعت حضور فازهای با شکل جهار گوش را تایید نمود. با توجه به میزان بالای آهن و کبالت در تحلیل EDS تایید شد که این ذرات همان ذرات فریت کبالت هستند. اندازهای حدود ۲۰۰ نانومتر برای ذرات فریت



عیوب کریستالی به عنوان عوامل ممانعت کننده بر سر راه حرکت دیوار سامانها قرار می گیرند. در نتیجه مانع چرخش آسان ممانها به حالت دلخواه می شوند و میدان آهنربازدا را افزایش می دهند [۱۱]. در همین راستا کاهش میدان آهنربازدای مغناطیسی در نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۶۷۰ درجه سانتی گراد و به مدت یک ساعت، نسبت به نمونه عملیات حرارتی شده در همان دما به مدت دو ساعت را می توان به تغییر در اندازه ذرات فاز مغناطیسی و افزایش فشردگی آنها مرتبط دانست. این تجمع و افزایش فشردگی در ذرات میدان آهن ربازدای مغناطیسی با افزایش فاکتور تجمع می شود آهنربازدای مغناطیسی با افزایش فاکتور تجمع می شود آهنربازدای مغناطیسی آنیزوتروپی مناطو کریستالین است.

واژه نامه

مراجع

1. vibrating sample magnetometer

1. Pillai, V. and Shah, D.O. "Synthesis of High-Coercivity Cobalt Ferrite Particles Using Water-inOil Microemulsions", *Journal of Magnetism and Magnetic*, Vol. 163, pp 243–248, 1996.

- Charles, S.W., Davies, K.J., Wells, S., Upadhyay, R.V., Ogrady, K., El Hilo, M., Meaz, T. and Morup, S., "The Observation of Multi-Axial Anisotropy in Ultrafinecobalt Ferrite Particles Used in Magnetic Fluids", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 149, pp. 14–18, 1995.
- Bodkar, F., Morup, S. and Linderoth, S., "Surface Effects in Metallic Iron Nanoparticles", *Physical Review Letters*, Vol.72, pp. 282–285, 1994.
- Gopal Reddy, C.V., Manorama, S.V. and Rao, V.J., "Preparation and Characterization of Ferrite as Gas Sensor Materials", *Journal of Material Science Letters*, Vol. 19, pp. 775–778, 2000.

۵. بهرامی، ۱، "بررسی اثر جوانه زای Cr₂O₃ بر رفتار تبلور و خواص مغناطیسی شیشه-سرامیکهای سیستم BaO-Fe₂O₃.B₂O₃-SiO₂"، *پایاننامه کارشناسی*، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعتایران، ۱۳۸۴.

- ۹. مارقوسیان، و.ک.، "شیشه، ساختار، خواص و کاربرد"،
 ۹. دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۱.
- ۷. میرکاظمی، س. م.، "اثر تغییر ترکیب و عملیات حرارتی بر ریزساختار و خواص مغناطیسی شیشه سرامیکهای سیستم BaO-Fe₂O₃-B₂O₃-SiO₂، پایاننامه دکتر/، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، ۱۳۸۴.
- 8. Blackburn, W.J.S. and Tilley, B.P., "The Magnetic Properties of Glass Ceramics in the CoO-Fe₂O₃-B₂O₃

System", Journal of Material Science, Vol. 9, pp. 1265-1269, 1974.

 Muller, R. and Schuppel, W. "Co Spinel Powders Prepared by Glass Crystallization", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 155, pp. 110-112, 1996.

- 11 Bretcanu, O., Verne, E., Coisson, M., Tiberto, P. and Allia, P., "Temperature Effect on the Magnetic Properties of the Coprecipitation Derived Frrimagnetic Glass Ceramics", *Journal of Magnetism ang Magnetic Materials*, Vol. 300, pp. 412-417, 2006.
- Mirkazemi, M., Marghussian, V.K., Beitollahi, A., Dou, S.X., Wexler, D. and Konstantinov, K., "Effect of ZrO₂ Nucleant on Crystallisation Behaviour, Microstructure and Magnetic Properties of BaO–Fe₂O₃–B₂O₃–SiO₂ Glass Ceramics", *Journal of Ceramics International*, Vol. 33, pp. 463–469, 2007.
- Qin, X.Y., Cao, R. and Zhang, J., "Mechanical and Magnetic Properties of -Ni-xFe/Al₂O₃ Composites", *Journal of Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 1530–1540, 2007.
- 14. Chia, C.H., Zakaria, S., Yusoff, M., Goh, S.C., Haw, C.Y., Ahmadi, S., Huang, N.M., Lim, H.N., "Size and Crystallinity-Dependent Magnetic Properties of CoFe₂O₄ Nanocrystals", *Journal of Ceramics International*, Vol. 36, pp. 605–609, 2010.