

## بررسی ساختار و رفتار مغناطیسی پودر فریت نیکل تولید شده به روش تخلیه قوس پلاسما

ابوالفضل صفری<sup>۱</sup>، خلیل الله قیصری\*<sup>۲</sup> و منصور فرید<sup>۳</sup>

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۰۴/۱۸، ش.ص ۲۶-۱۷، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۵/۰۲/۱۴)

### چکیده

در این پژوهش، پودر فریت نیکل با ترکیب  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  به روش تخلیه قوس پلاسما تهیه شد. به این منظور، مخلوطی از پودرهای آهن و نیکل با نسبت مولی مشخص تهیه و با استفاده از فرآیند متالورژی پودر، به شکل الکترودهای استوانه‌ای شکل با اندازه‌های مناسب ساخته شد. با قرارگیری الکترودها در محفظه رآکتور قوس الکتریکی و تنظیم پارامترهای مختلف، قوس الکتریکی بین آن‌ها برقرار شد. فرآیند تولید تحت اتمسفر هوا، فشار ۱ اتمسفر و شدت جریان اعمالی ۴۰۰ آمپر صورت گرفت. پس از ایجاد قوس، پودر تولید شده جمع‌آوری و ساختار، ریزساختار و خواص مغناطیسی آن به ترتیب به کمک روش پراش سنجی پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدان (FESEM) و مغناطش‌سنج نمونه مرتعش (VSM) بررسی شد. همچنین، اندازه بلورک با استفاده از رابطه شرر، پارامتر شبکه و چگالی تئوری آن محاسبه گردید. نتایج پراش سنجی، حاکی از تشکیل موفقیت‌آمیز فریت نیکل با ساختار اسپینل است. ارزیابی‌های ریزساختاری نشان داد که اندازه میانگین ذرات فریت نیکل تولیدی در حدود ۱۲۰ nm است. با استفاده از منحنی پسماند مغناطیسی، مغناطش اشباع و میدان پسماندزاد مغناطیسی به ترتیب به میزان ۴۳/۸۲ emu/g و ۹۹ Oe اندازه‌گیری شد. مشخص شد که میزان مغناطش اشباع تجربی نسبت به مغناطش اشباع نظری کاهش یافته است.

**واژه‌های کلیدی:** ساختار اسپینل، فریت نیکل، مغناطش اشباع، روش تخلیه قوس پلاسما.

- ۱- دانشجوی کارشناسی ارشد رشته شناسایی و انتخاب مواد، گروه مهندسی مواد دانشکده مهندسی دانشگاه شهید چمران اهواز،
- ۲- استادیار مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد دانشکده مهندسی دانشگاه شهید چمران اهواز
- ۳- دانشیار فیزیک، گروه فیزیک دانشکده علوم دانشگاه شهید چمران اهواز

\*-نویسنده مسئول مقاله: [khgheisari@scu.ac.ir](mailto:khgheisari@scu.ac.ir)

## پیشگفتار

در سال‌های اخیر، نانو ذره‌های اکسیدی با ساختار کریستالی اسپینل به دلیل خواص الکتریکی و مغناطیسی ویژه خود مورد توجه گسترده محققین قرار گرفته است. ساختار اسپینل، به ترکیبات اکسیدی با فرمول کلی  $AB_2O_4$  مربوط می‌شود که در آن A کاتیون دو ظرفیتی و B کاتیون سه ظرفیتی در شبکه‌ای از یون‌های اکسیژن با آرایش FCC است [۱].

فریت نیکل با ترکیب  $NiFe_2O_4$ ، از جمله سرامیک‌های مغناطیسی با ساختار اسپینل است که به دلیل مقاومت الکتریکی بسیار بالا و تلفات مغناطیسی اندک، کاربرد فراوانی را در صنعت الکترونیک و پزشکی به خود اختصاص داده است. از جمله کاربردهای آن می‌توان به استفاده در ارتباطات ماکروویو، ذخیره‌سازی و بازیابی سریع اطلاعات، حسگرها، دارورسانی به بافت‌ها، سیال‌های مغناطیسی و هسته القاگرها اشاره نمود. همچنین، فریت نیکل به دلیل دارا بودن پایداری الکتروشیمیایی و مقاومت به خوردگی بالا، به عنوان الکتروود آند برای الکترولیز آلومینیوم مورد استفاده قرار می‌گیرد [۲ و ۳].

فریت نیکل، دارای ساختار اسپینل معکوس است که در آن یون  $Fe^{3+}$  به طور مساوی در مکان‌های اکتاهدرال و تتراهدرال تقسیم شده و یون  $Ni^{2+}$  در مکان اکتاهدرال قرار می‌گیرد. گشتاور مغناطیسی یون‌های  $Fe^{3+}$  واقع در مکان‌های اکتاهدرال و تتراهدرال، همدیگر را خنثی می‌کنند. از آنجایی که میزان مغناطش برابر با اختلاف میزان مغناطش مکان‌های اکتاهدرال و تتراهدرال است، میزان مغناطش کل در این فریت به ازای واحد ترکیب شیمیایی آن برابر است با گشتاور یون  $Ni^{2+}$ ؛ یعنی:  $2\mu_B$  [۴].

تاکنون، روش‌های مختلفی برای ساخت فریت‌های مغناطیسی مورد استفاده قرار گرفته است که از این میان می‌توان به روش‌های سنتز احتراقی [۵]، هیدروترمال [۶]، هم‌رسوبی [۷] و آلیاژسازی مکانیکی [۸] اشاره کرد.

روش قوس پلاسما، روش تولید دیگری است که در سال‌های اخیر برای تهیه نانو ذرات مغناطیسی مورد استفاده گرفته است [۹ و ۱۰]. برخلاف روش‌های بالا، به کمک این روش هم می‌توان فازهای فلزی و هم سرامیکی را تولید نمود [۱۱ و ۱۰]. در این روش، پس از برقراری قوس

بین دو الکتروود، گاز موجود در محفظه یونیزه شده و محیط پلاسما شکل می‌گیرد. در اثر تشکیل پلاسما، به علت دمای بالا، آند و کاتد تبخیر می‌شود. در این شرایط مه غلیظی از اتم‌ها یا یون‌های تبخیر شده ایجاد می‌شود که پس از واکنش با اتمسفر محیط، ذرات فاز محصول را ایجاد می‌نماید. ذرات فاز سرامیکی یا فلزی مورد نظر با کنترل پارامترهایی نظیر ترکیب شیمیایی الکتروود، شدت جریان اعمالی، نوع و فشار اتمسفر به دست می‌آید [۱۲]. نوع اتمسفر بستگی به نوع گاز ورودی به محفظه راکتور قوس الکتریکی دارد و با توجه به ترکیب پودر خروجی مورد نظر می‌تواند گاز اکسیژن، آرگون، هلیوم و ... یا مخلوطی از آن‌ها و یا حتی هوا باشد.

از امتیازات این روش می‌توان به موارد زیر اشاره کرد [۱۶-۹]:

الف- به کمک این روش می‌توان ذراتی در مقیاس نانو، خلوص بالا و با توزیع ذرات نسبتاً یکنواخت به دست آورد.

ب- به کمک متغیرات تولید می‌توان ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی پودرهای حاصل را کنترل و فازهای محصول را تغییر یا نسبت آن‌ها را دگرگون کرد [۱۴ و ۱۳].

ج- طیف وسیعی از مواد از نانولوله‌های کربنی گرفته شده تا فازهای فلزی و ترکیب‌های اکسید به کمک این روش قابل تولید است. از جمله پژوهش‌های انجام گرفته با این روش می‌توان به تولید نانوذرات سرامیکی NiO توسط وی و همکاران در سال ۲۰۰۹ [۱۴]، تولید نانوذرات فلزی Mn-AL توسط لی و همکاران در سال ۲۰۱۰ [۱۵]، تولید نانو ذرات مس-روی توسط ونگ و همکاران در سال ۲۰۱۰ [۱۶]، تولید نانو ذرات اکسید آهن  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  توسط فرید و همکاران در سال ۲۰۱۲ [۹] و تولید نانو ذرات کرومیت-فریت نیکل-منگنز توسط محمدیان و همکاران در سال ۲۰۱۴ [۱۰] اشاره کرد.

لازم به ذکر است که روش تخلیه قوس پلاسما که در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفته، تا حدودی متفاوت با روش پلاسما حرارتی استفاده شده در تهیه نانوذرات فریت نیکل توسط ناول و همکاران [۱۷] در سال ۲۰۱۱ است. در روش پلاسما حرارتی، ابتدا به کمک یونیزه شدن گاز آرگون، محفظه راکتور پلاسما شده و سپس با برخورد گاز یونیزه شده آرگون به ماده هدف (کاتد)، ذرات

فولاد زنگ‌نزن به عنوان محفظه اصلی دستگاهی استفاده شد. همچنین، برای اعمال جریان مورد نظر از یک دستگاه یکسوکنده جریان استفاده گردید. شکل ۱ طرحواره‌ای از فرآیند قوس الکتریکی مورد استفاده در این تحقیق با قابلیت کنترل اتمسفر را نشان داده است.

آنالیز فازی توسط دستگاه پراش‌سنج پرتو ایکس (Philips Analytical) مدل pw1840 تحت ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۳۰ mA صورت گرفت. همچنین از تابش پرتو مشخصه  $Cu_{K\alpha}$  با طول موج ۱/۵۴۰۴ آنگستروم استفاده شد. اندازه گام ۰/۰۲ درجه و زمان توقف در هر گام ۰/۸ ثانیه انتخاب شد. زاویه پراش سنجی نیز ۱۰ تا ۸۰ درجه انتخاب گردید. شناسایی فازی به کمک نرم افزار آنالیز فازی X'pert صورت گرفت. اندازه بلورک ( $D_{XRD}$ ) به کمک رابطه شرر<sup>۴</sup> محاسبه گردید [۱۸]:

$$D_{XRD} = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

$\lambda$  طول موج پرتو ایکس تابش شده،  $k$  ثابتی برابر با ۰/۸۹،  $\beta$  پهنای خط پراش در نیمه ارتفاع بیشینه (FWHM) بر حسب رادیان و  $\theta$  زاویه پراش است. در این آزمون، اندازه بلورک نمونه مورد نظر، بر اساس متوسط اندازه بلورک سه خط پراش بین ۳۰ تا ۵۰ درجه (صفحات ۲۲۰، ۳۱۱ و ۴۰۰) تخمین زده شد. پارامتر شبکه فریت تولید شده (a) با توجه به ساختار کریستالی مکعبی آن از رابطه زیر به دست آمد [۱۸]:

$$a = \frac{\lambda}{2} \frac{[h^2 + k^2 + l^2]^{\frac{1}{2}}}{\sin\theta} \quad (2)$$

$h$ ،  $k$  و  $l$  اندیس‌های میلر است. همچنین، چگالی نظری پودر تولید شده با استفاده از پارامتر شبکه محاسبه شده و با استفاده از رابطه زیر به دست آمد [۱۸].

$$\rho_{XRD} = \frac{8[M_{Ni} + 2M_{Fe} + 4Mo]}{6.022 \times 10^{23} \times a^3} \quad (3)$$

در رابطه فوق،  $M$  عدد جرمی و  $a$  پارامتر شبکه می‌باشد. ضریب ۸ نشانگر آن است که هر سلول واحد اسپینل ۸ برابر واحد فرمول شیمیایی خود حاوی کاتیون‌ها و اکسیژن است.

ماده هدف به صورت یون تبخیر و با اکسیژن تزریق شده واکنش داده و در نهایت ترکیب نهایی جوانه‌زنی و سپس به صورت ذرات نهایی رشد می‌کند. البته مکانیزم جوانه‌زنی و رشد آن تقریباً مشابه روش مورد استفاده در پژوهش حاضر است؛ اما مکانیزم تبخیر ذرات قدری متفاوت می‌باشد.

در این پژوهش، فریت نیکل با ساختار کریستالی اسپینل به روش تخلیه قوس پلاسما تولید و از منظر ساختار، ریزساختار و خواص مغناطیسی مورد بررسی قرار گرفته است. با توجه به منابع موجود، تاکنون گزارشی از تهیه فریت نیکل با ساختار اسپینل به روش تخلیه قوس پلاسما ارائه نشده است.

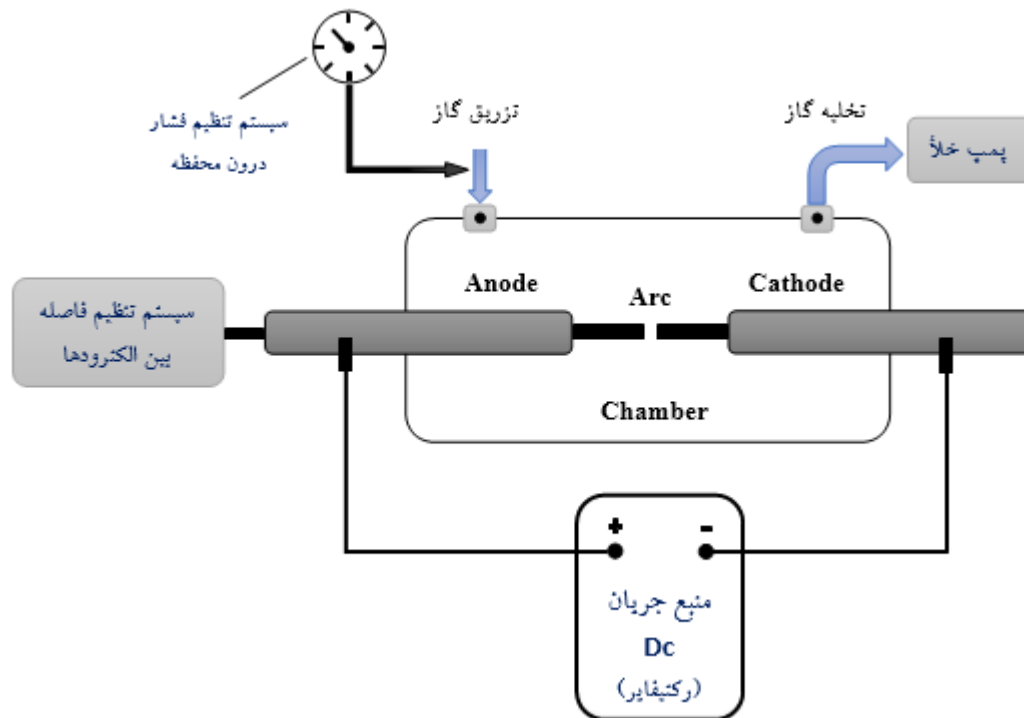
### مواد و روش‌ها

برای ساخت فریت  $NiFe_2O_4$  در ابتدا پودرهای آهن و نیکل با نسبت مولی مشخص (Fe : Ni ; 2 : 1) و به وسیله دستگاه آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای آزمایشگاهی با سرعت چرخش ۳۵۰ rpm، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ و به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط گردید. مشخصات پودرهای اولیه در جدول ۱ آورده شده است. سپس با استفاده از فرآیند متالورژی پودر، از پودرهای مخلوط شده دو الکتروود به قطر ۱۰ mm و ارتفاع ۲۵ mm تهیه شد. این دو الکتروود یکی به عنوان کاتد و دیگری به عنوان آند، در یک فاصله معین مقابل یکدیگر، توسط یک نگهدارنده در محفظه دستگاه قوس الکتریکی قرار داده شد. پس از بهینه‌سازی متغیرهای روش تولید (ترکیب الکتروود اولیه، فشار و اتمسفر)، اتمسفر هوا با فشار ۱ اتمسفر و شدت جریان اعمالی ۴۰۰ A انتخاب گردید. در این آزمون، کاتد به قطب منفی و آند به قطب مثبت یک منبع جریان DC متصل شده و بدین ترتیب مدار تولید قوس الکتریکی بسته شد. کاتد ثابت و آند با استفاده از یک موتور DC و با سرعت مشخص به سمت کاتد حرکت داده شد و پس از رسیدن به یک فاصله مشخص در حدود ۱ میلی‌متر، قوس الکتریکی بین دو الکتروود برقرار گردید که به یونیزه شدن گاز موجود در محفظه و شکل‌گیری پلاسما انجامید. اتم‌ها یا یون‌های تبخیر شده پس از واکنش با اکسیژن، بر روی دیواره داخلی محفظه نشست و پس از پایان آزمایش با استفاده از یک تیغه فلزی، از روی دیواره، جمع‌آوری گردید. در این پژوهش از یک راکتور دست‌ساز از جنس

<sup>4</sup> - Scherrer

جدول ۱- مشخصه‌های پودرهای اولیه مورد استفاده

نوع پودر	خلوص	اندازه متوسط ذرات ( $\mu\text{m}$ )
آهن (Fe)	بیش از ۹۹٪	< ۱۰۰
نیکل (Ni)	بیش از ۹۹٪	< ۱۰



شکل ۱- طرح واره‌ای از فرآیند تخلیه قوس پلاسما

نشان می‌دهد که ساختار تک فاز اسپینل بدون وجود هیچ گونه ناخالصی دیگر تشکیل شده است. تمامی خطوط پراش نمونه مورد نظر، با خطوط پراش الگوی مرجع با شماره کارت ۱۴۸۵-۰۴۴-۰۰ مطابقت دارد. اندیس‌گذاری خطوط پراش پرتو ایکس به کمک نرم افزار X'pert انجام شد. صفحات کریستالی (۱۱۱)، (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۲۲۲)، (۴۰۰)، (۴۲۲)، (۵۱۱)، (۴۴۰)، (۶۲۰)، (۵۳۳)، (۶۲۲)، (۴۴۴)، (۵۳۳)، (۶۲۲)، (۴۴۴)، در شکل مشخص گردیده است. این صفحات موید تشکیل ساختار کریستالی اسپینل فریت مورد نظر است که در پژوهش‌های دیگر نیز مشاهده شده است [۶، ۷، ۱۹]. به منظور تخمین اندازه بلورک،

ریخت‌شناسی و ریزساختار پودرهای فریت تولیدی به وسیله میکروسکوپ الکترونی نشر میدان ( FESEM; Hitachi S-4160) انجام شد. به منظور بررسی خواص مغناطیسی نیز از مغناطش سنج نمونه مرتعش (VSM, Meghnatis Daghig Kavir, Iran) استفاده گردید.

## نتایج و بحث

### ارزیابی‌های فازی

در شکل ۲، طیف پراش پرتوی ایکس نمونه فریت نیکل تولید شده آمده است. الگوی پراش به‌دست آمده

انرژی خود را کاهش دهد و لذا در هنگام تشکیل، شکل کروی به خود می‌گیرد. همچنین ذرات تشکیل شده عمدتاً تشکیل توده‌های (کلوخه) داده است.

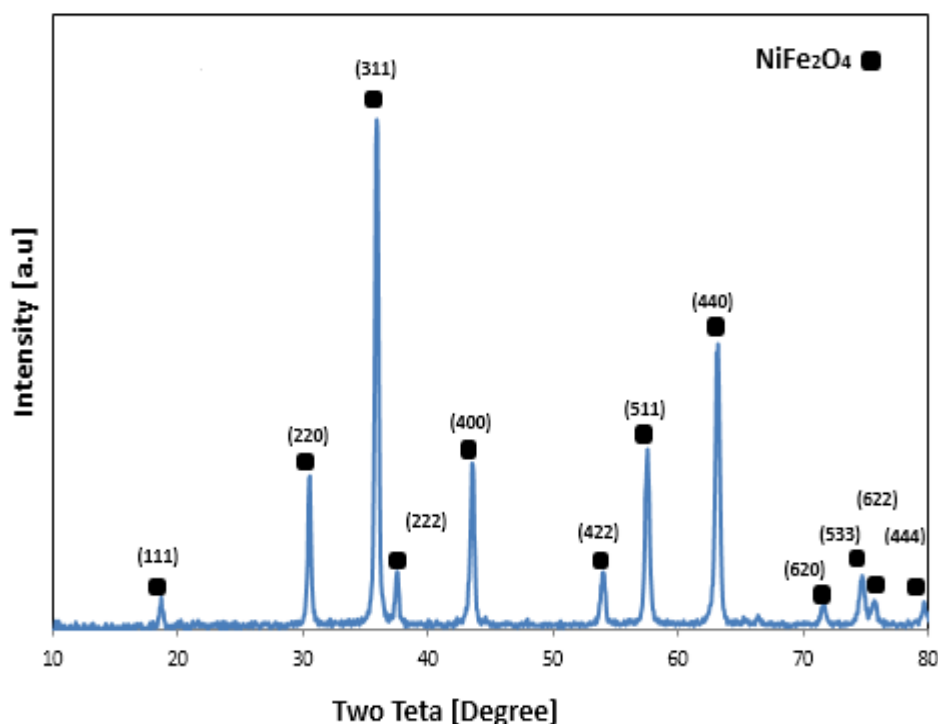
پارامتر شبکه و چگالی تئوری به ترتیب از روابط ۲،۱ و ۳ استفاده شد. نتایج مربوط به شاخصه‌های ساختاری در جدول ۲ گزارش شده است. مطابق با نتایج ارائه شده در جدول ۲، اندازه بلورک برابر با ۲۸ نانومتر می‌باشد.

### ارزیابی‌های ریزساختاری

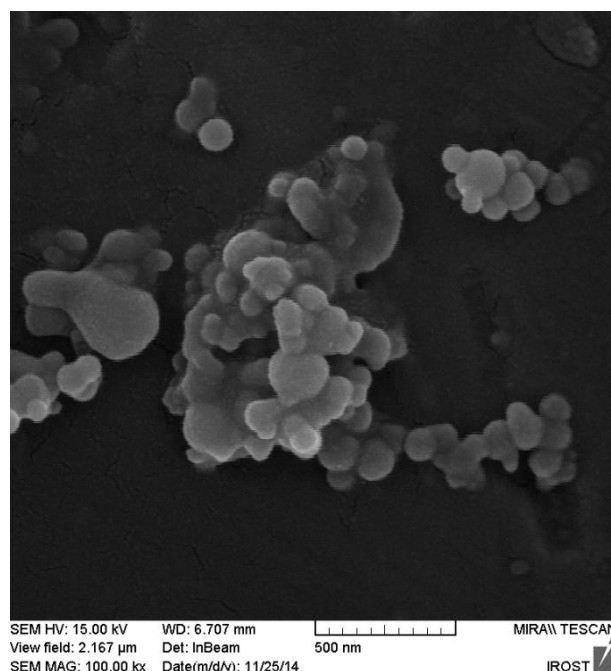
تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه فریت نیکل تولید شده در شکل ۳ آمده است. با توجه به تصویر، ذرات پودر محصول، شبه کروی است. این بدان علت می‌باشد که ذرات از لحاظ ترمودینامیکی تمایل دارد که

جدول ۲- شاخصه‌های ساختاری مربوط به پودر فریت نیکل تولید شده به روش تخلیه قوس پلاسما

NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	نوع فاز
۵/۴۱	چگالی تئوری (g/cm <sup>3</sup> )
۸,۳۲	پارامتر شبکه (Å)
۲۸	اندازه بلورک (nm)



شکل ۲- الگوی XRD مربوط به فریت نیکل تولید شده



شکل ۳- تصویر میکروسکوپ FESEM با بزرگنمایی ۱۰۰۰۰۰ برای نمونه فریت نیکل

اندازه متوسط ذرات به مراتب بزرگتر از اندازه متوسط بلورک است؛ در نتیجه می‌توان گفت که از به هم پیوستن بلورک‌ها (ذرات اولیه)، ذرات ثانویه تشکیل شده است و لذا این ذرات تک کریستال نمی‌باشد [۲۱]. به طور کلی شکل‌گیری ذرات نانو ساختار را در طی فرآیند تخلیه قوس پلاسما می‌توان به سه مرحله جوانه‌زنی، رشد و تکامل ریزساختاری<sup>۵</sup> نسبت داد [۱۴]. در طی فرآیند تبخیر، بخاری از اتم‌ها یا یون‌های عناصر اولیه شکل می‌گیرد. این بخار غلیظ در اثر واکنش با یکدیگر همچنین اتمسفر (در اینجا یون‌های اکسیژن) واحد فرمول ترکیب یا فاز نهایی را شکل می‌دهد و در آرایش کریستالی خاص (در اینجا ساختار اسپینل) قرار می‌گیرد. در این مرحله، نطفه‌های<sup>۶</sup> اولیه تشکیل می‌گردد (مرحله اول). با رشد نطفه‌ها و دستیابی آن‌ها به یک اندازه حدی، بلورک‌ها شکل

در توجیه این حالت برای ذرات می‌توان گفت که افزایش نسبت سطح به حجم در نانو ذرات، واکنش‌پذیری آن‌ها را به شدت افزایش می‌دهد، به گونه‌ای که این ذرات به شدت تمایل به هم‌چسبیدگی داشته و تشکیل کلوخه می‌دهد. ریشه به هم چسبیدگی ذرات به هم و آگومره شدن آن‌ها، در پتانسیل زتا نهفته است. این پتانسیل به عنوان یک پتانسیل الکتریکی در پیرامون ذرات وجود دارد. کاهش پتانسیل زتا، به کاهش اختلاف پتانسیل بین فاز پخش شده و محیط اطراف آن (که عامل اصلی دافعه بین نانوذرات است) می‌انجامد. در چنین شرایطی نیروی واندروالسی قدرت عمل پیدا کرده و قادر به چسبیدن نانوذرات به یکدیگر می‌شود [۲۰].

تصویر میکروسکوپ الکترونی نشان می‌دهد که توزیع اندازه ذرات تا حدودی غیریکنواخت بوده و در محدوده ۴۵۰-۷۰ nm قرار دارد. میانگین اندازه ذرات در حدود ۱۲۰ nm است. با توجه به آن که اندازه متوسط بلورک در حدود ۲۸ nm تخمین زده شد، می‌توان نتیجه گرفت که

<sup>5</sup>- Microstructural adjustment

<sup>6</sup>- Embryo

از دیگر پارامترهای مهم در بررسی خواص مغناطیسی، میدان پسماندزاد مغناطیسی می‌باشد که مقدار آن در فریت تولید شده به این روش برابر با ۹۹ Oe اندازه‌گیری گردید. میزان میدان پسماندزاد اندازه‌گیری شده در این پژوهش از مقدار به دست آمده برای فریت نیکل تولیدی در پژوهش زانگ و همکاران (Oe)  $(143/2 - 116/6)$  [۳] کم‌تر، اما از مقدار گزارش شده برای فریت نیکل تولیدی در پژوهش نجاتی و همکاران (Oe)  $(15/7 - 0/6)$  [۲] بیش‌تر است. بدیهی است هر چه مقدار این پارامتر کم‌تر باشد، رفتار مغناطیسی مطلوب‌تر ارزیابی می‌گردد. میزان این پارامتر در پژوهش تان و همکاران [۱۹] برای فریت نیکل تولیدی تحت شرایط مختلف، صفر گزارش شده است که این میزان بیانگر رفتار ابرپارامغناطیس ماده تولیدی می‌باشد. علت وجود تفاوت در شاخصه‌های مغناطیسی می‌تواند ناشی از عوامل مختلفی نظیر نوع فرآیند تولید، شرایط اعمالی حین تولید، اندازه ذرات و بلورک‌ها و غیره باشد [۲، ۳، ۱۹].

مغناطش اشباع تئوری را می‌توان با توجه به مدل توزیع کاتیونی ارائه شده در قسمت مقدمه و رابطه زیر به دست آورد [۲۱]:

$$M_s = \frac{8n_B\mu_B}{10^3 a^3 \rho} \quad (4)$$

در رابطه بالا،  $n_B$  تعداد گشتاور مغناطیسی،  $\mu_B$  یکای گشتاور مغناطیسی ( $10^{-24} \text{ A.m}^2 \times 9/274$ )،  $a$  پارامتر بر حسب  $m^3$  و  $\rho$  چگالی بر حسب  $g/cm^3$  می‌باشد.

با توجه به رابطه، میزان مغناطش اشباع برای فریت نیکل  $51/1 \text{ emu/g}$  به دست آمد که در مقایسه با مغناطش اشباع تجربی بالاتر است. این اختلاف می‌تواند ناشی از چندین عامل مختلف باشد که مهم‌ترین آن‌ها به شرح زیر است [۲۱]:

الف- توزیع کاتیونی در مکان‌های اکتاهدرال و تتراهدرال ممکن است به دلایل مختلف مطابق با آنچه که انتظار می‌رود نباشد.

می‌گیرد (مرحله دوم). بلورک‌ها سرد شده و در حین سرد شدن با یکدیگر ترکیب شده و در اثر یک مکانیزم رشد توده‌ای<sup>۷</sup>، ذرات پودر (ذرات ثانویه) را شکل می‌دهد (مرحله سوم). اندازه ذرات متفاوت مشاهده شده را می‌توان به تفاوت نسبی در نحوه تکامل ریزساختاری در طی فرآیند رشد نسبت داد.

### ارزیابی‌های مغناطیسی

شکل ۴-الف حلقه پسماند<sup>۸</sup> مربوط به فریت نیکل را نشان می‌دهد. بخش مرکزی منحنی پسماند که محل برخورد نمودار با محور افقی و محور عمودی است، در شکل ۴-ب نمایش با محور افقی نشان دهنده میزان میدان پسماندزدا و محل برخورد آن با محور عمودی نشانگر مغناطش پسماند است. اطلاعات مغناطیسی استنتاج شده از منحنی مغناطش شامل مغناطش اشباع  $(M_s)$ ، پسماند مغناطیسی  $(M_p)$ ، میدان پسماندزدا<sup>۹</sup>  $(H_c)$  و پذیرفتاری<sup>۱۰</sup> (حساسیت‌پذیری) مغناطیسی  $(X)$  در جدول ۳ گزارش شده است.

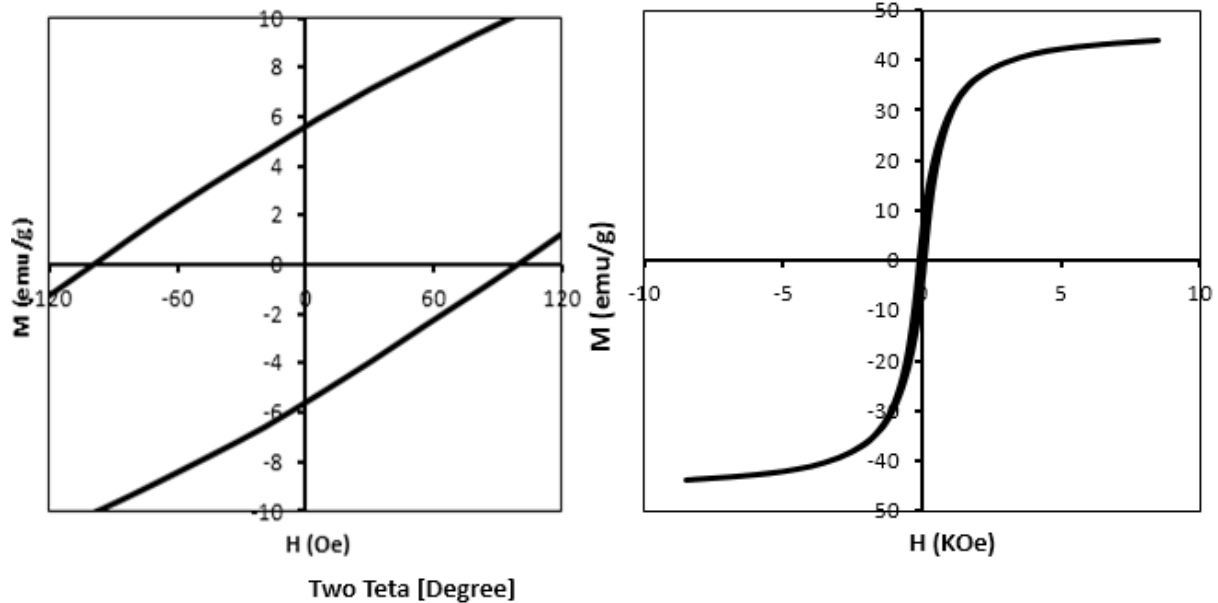
مغناطش اشباع فریت نیکل تولید شده در این آزمایش برابر با  $43/8 \text{ emu/g}$  می‌باشد. مقدار مغناطش اشباع فریت نیکل به دست آمده در پژوهش انجام گرفته توسط نجاتی و همکاران [۲] بین  $35/1 \text{ emu/g}$  تا  $39/6 \text{ emu/g}$  گزارش شده است. همچنین مقدار مغناطش اشباع برای فریت نیکل به دست آمده به روش هیدروترومال در پژوهش زانگ و همکاران [۳] بین  $33/4$  تا  $42/7 \text{ emu/g}$  گزارش شده است؛ بنابراین مقدار مغناطش اشباع به دست آمده در این پژوهش نسبت به دو پژوهش مذکور بهبود یافته است. البته مغناطش اشباع به دست آمده برای ترکیب مشابه تولید شده به روش پلاسمای حرارتی در پژوهش ناول و همکاران [۱۷] بین  $34$  تا  $48 \text{ emu/g}$  گزارش شده است که در شرایطی از تولید نسبت به مقدار به دست آمده در این تحقیق بالاتر می‌باشد.

7- Aggregation growth mechanism

8- Hysteresis loop

9- Coercivity

10- Susceptibility



شکل ۴- منحنی پسماند فریت نیکل. الف) کل منحنی، ب) بخش مرکزی منحنی

جدول ۳- اطلاعات استخراج شده از پودر فریت نیکل تولید شده به روش تخلیه قوس پلاسما

ترکیب	$M_r$ (emu/g)	$H_c$ (Oe)	$M_s$ (emu/g)	$X$ (emu/Oe.g)
$NiFe_2O_4$	۵,۶۰	۹۹,۲۷	۴۳,۸۲	۰,۰۵۶۴

بدیهی است که تشدید فرآیند کج شدن اسپینی، کاهش مغناطش برآیند و طی آن مغناطش اشباع را به دنبال دارد.

### نتیجه گیری

در این پژوهش، فریت نیکل به روش تخلیه قوس پلاسما با اعمال شرایط اتمسفر هوا و شدت جریان ۴۰۰ آمپر تولید شد. تحلیل الگوی پراش، تشکیل موفقیت آمیز فاز فری مغناطیس فریت نیکل با ساختار اسپینل را تایید می کند. اندازه بلورک نمونه با استفاده از رابطه شرر ۲۸ nm، پارامتر شبکه  $8/32 \text{ \AA}$  و چگالی آن برابر با  $5/41 \text{ g/cm}^3$  تخمین زده شد. اندازه متوسط ذرات تولیدی نیز در حد ۱۲۰ نانومتر به دست آمد. میزان مغناطش اشباع تجربی با استفاده از منحنی پسماند  $43/8 \text{ emu/g}$  اندازه گیری شد و مشخص شد که میزان آن در مقایسه با مغناطش اشباع نظری کم تر است. عدم پیروی از مدل سنتی توزیع کاتیونی و همچنین پیروی مغناطش شبکه ساختار اسپینل از مدل یافت-کیتل، از دلایل احتمالی این کاهش محسوب می گردد.

ب- بر مبنای مدل نیل، گشتاور اسپینی دو زیر شبکه اکتاهدرال و تتدراهدرال به موازت، اما خلاف جهت یکدیگر است؛ اما معمولاً در اثر پدیده کج شدن اسپینی<sup>۱۱</sup>، اسپینی<sup>۱۱</sup>، این دو گشتاور کاملاً به موازات یکدیگر قرار نمی گیرد. در این شرایط از مدل یافت-کیتل<sup>۱۲</sup> برای توجیه مقدار مغناطش برآیند استفاده می شود. بر مبنای تئوری یافت-کیتل، گشتاور مغناطیسی مکان B از دو جزء گشتاور مغناطیسی  $B_1$  و  $B_2$  تشکیل شده که هر دو مقدار یکسان داشته و زاویه  $\alpha_{Y-K}$  را با راستای مغناطش برآیند می سازد. زاویه یافت-کیتل به معنای تضعیف برهمکنش A-B است. در این شرایط مغناطش برآیند به ازای یک واحد ترکیب شیمیایی فریت از رابطه زیر به دست می آید [۵]:

$$n_B = M_B(x) \cos \alpha_{Y-K} - M_A(x) \quad (5)$$

<sup>11</sup>-Spin canting

<sup>12</sup>-Yafet-Kittel model



**References:**

- 1- S. Son, M. Taheri, E. Carpenter, V. G. Harris, and M. E. McHenry, "Synthesis of ferrite and nickel ferrite nanoparticles using radio-frequency thermal plasma torch". *Journal of Applied Physics*, vol. 91, pp. 7589-7591, 2002.
- 2- K. Nejati, and R. Zabihi, "Preparation and magnetic properties of nanosize nickel ferrite particles using hydrothermal method", *Chemistry Central Journal*, vol. 6, pp. 1-6, 2012.
- 3- Z. Zhang, G. Yao, X. Zhang, J. Ma, and H. Lin, "Synthesis and characterization of nickel ferrite nanoparticles via planetary ball milling assisted solid-state reaction", *Ceramics International*, vol. 41, pp. 4523-4530, 2015.
- 4- D. Cullity, and C. D. Graham, "Introduction to Magnetic Materials", Second Edition, John Wiley & Sons, New Jersey, 2009.
- ۵- ن. برهان، خ. قیصری، و ح. محسنی، توزیع کاتیونی، شاخصه‌های ساختاری و گشتاور مغناطیسی در ساختار کریستالی اسپینل فریت لیتیم-روی تولید شده به روش احتراقی گلیسین-نیترات، مجله مواد نوین، جلد ۴، شماره ۳، ص ۹۱-۱۰۲، بهار ۱۳۹۳.
- 6- M. S. Al-Hoshan<sup>1</sup>, J. P. Singh, A. M. Al-Mayouf, A. A. Al-Suhybani, and M. N. Shaddad, " Synthesis, Physicochemical and Electrochemical Properties of Nickel Ferrite Spinels Obtained by Hydrothermal Method for the Oxygen Evolution Reaction (OER)", *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 7, pp. 4959– 4973, 2012.
- 7- K. Maaz, S. Karim, A. Mumtaz, SK. Hasanain, J. Liu, and J. L. Duan, "Synthesis and magnetic characterization of nickel ferrite nanoparticles prepared by coprecipitation route", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, pp. 1838-1842, 2009.
- 8- Y. Shi, J. Ding, X. Liu, and J. Wang, "NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ultrafine particles prepared by coprecipitation/mechanical alloying", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 205, pp. 249-254, 1999.
- 9- M. Farbod, A. Movahed, and I. Kazeminezhad, "An investigation of structural phase transformation of monosize  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles fabricated by arc discharge method," *Materials Letters*, vol. 89, pp. 140-142, 2012.
- 10- A.R. Mohammadian, S. Hajarpour, Kh. Gheisari, and M. Farbod, "Synthesis of Ni–Mn ferrite–chromite nano particles through plasma arc discharge," *Materials Letters*, vol. 133, pp. 91-93, 2014.
- 11- Z. Wei, T. Xia, L. Bai, J. Wang, Z. Wu, and P. Yan, "Efficient preparation for Ni nanopowders by anodic arc plasma," *Materials Letters.*, vol. 60, pp. 766-770, 2006.
- 12- M. Farbod, and A. Mohammadian, "Single phase synthesis of g-brass (Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub>) nanoparticles by electric arc discharge method and investigation of their order-disorder transition temperature," *Intermetallics*, vol. 45, pp. 1-4, 2014.
- 13- A. J. Song, M. Z. Ma, W. G. Zhang, H. T. Zong, S. X. Liang, Q. H. Hao, R. Z. Zhou, Q. Jing, and R. P. Liu, "Preparation and growth of Ni–Cu alloy nanoparticles prepared by arc plasma evaporation," *Materials Letters*, vol. 64, pp. 1229–1231, 2010.
- 14- Z. Wei, H. Qiaoc, H. Yanga, C. Zhanga, and X. Yana, "Characterization of NiO nanoparticles by anodic arc plasma method," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 479, pp. 855–858, 2009.

- 15- J. G. Lee, P. Li, C. J. Choi, and X. L. Dong, "Synthesis of Mn–Al alloy nanoparticles by plasma arc discharge," *Thin Solid Films*, vol. 519, pp. 81-85, 2010.
- 16- Q. Wang, H. Yang, J. Shi, and G. Zou, "Preparation and characterization of nanocrystalline powders of Cu–Zn alloy by wire electrical explosion method," *Materials Letters*, vol. 64, pp 1229–1231, 2010.
- 17- A. B. Nawale, N. S. Kanhe, K.R. Patil, S.V. Bhoraskar, V.L. Mathe, and A.K. Das, "Magnetic properties of thermal plasma synthesized nanocrystalline nickel ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 509, pp. 4404–4413, 2011.
- 18- S. Hajarpour, Kh. Gheisari, and A. HonarbakhshRaouf, "Characterization of nanocrystalline Mg<sub>0.6</sub>Zn<sub>0.4</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> soft ferrites synthesized by glycine-nitrate combustion process", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 329, pp. 165–169, 2013.
- 19- J. Tan, W. Zhang, and A.L. Xia, "Facile Synthesis of Inverse Spinel NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanocrystals and their Superparamagnetic Properties", *Materials Research*, vol. 16, pp. 237-241, 2013.
- ۲۰- د. قرایلو، و م. معین درباری، بررسی عوامل موثر در پخش شدن مناسب نمونه‌ها برای تصویربرداری با TEM، فصلنامه تخصصی دانش آزمایشگاهی ایران، شماره ۱، ص ۳۰-۳۶، بهار ۱۳۹۲.
- 21- S. Hajarpour, A. Honarbakhsh Raouf, and Kh. Gheisari, "Structural evolution and magnetic properties of nanocrystalline magnesium–zinc soft ferrites synthesized by glycine–nitrate combustion process", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 363, pp. 21-25, 2014.