

تأثیر دمای بازیخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی الکتریکی نانوذرات



سیدابراهیم موسوی قهفرخی*، فروزان بازدار و ایرج کاظمی نژاد

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهیدچمران اهواز، اهواز

(دریافت مقاله: ۱۳۹۴/۱۱/۰۳ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۵/۰۷/۱۰)

چکیده - در این پژوهش، هگزافریت سرب آلائیده با نیکل ($\text{PbFe}_{12-x}\text{Ni}_x\text{O}_{19}$) تحت شرایط $x = 0/20$ به روش سل-ژل تهیه شد و سپس تأثیر دمای بازیخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی الکتریکی آن گزارش شده است. رفتار و سازوکار گرمایی ژل پیش ماده توسط آزمون توزین حرارتی و حرارتی تفاضلی ارزیابی گردید. ویژگی های ساختاری، مغناطیسی و دی الکتریکی نمونه ها به وسیله طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه، پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی، مغناطوسنج نمونه ارتعاشی و خود القاء، ظرفیت و مقاومت الکتریکی (LCR) متر بررسی شدند. نتایج الگوی پراش پرتو ایکس نشان می دهند که با افزایش دمای بازیخت تا 800°C درجه سانتی گراد درصد فاز $\text{PbFe}_{11/8}\text{Ni}_{0/2}\text{O}_{19}$ در نمونه ها افزایش می یابد. همچنین با افزایش دما، به دلیل حذف فاز ثانویه و تشکیل هگزافریت سرب خالص و تک فاز، مغناطش افزایش می یابد. با افزایش فرکانس رسانندگی الکتریکی جریان الکتریکی متناوب (ac) نمونه ها ابتدا کاهش و سپس افزایش می یابد که این تغییرات براساس مدل لایه ای ماکسول - ویگنر قابل توجیه است. اندازه گیری ها نشان می دهد که بهترین نمونه $\text{PbFe}_{11/8}\text{Ni}_{0/2}\text{O}_{19}$ با دمای بازیخت 800°C درجه سانتی گراد و زمان یخت ۳ ساعت می باشد.

واژه های کلیدی: هگزافریت سرب، آلائش Ni، خواص ساختاری، خواص مغناطیسی، خواص دی الکتریکی، سل-ژل.

The Effect of Annealing Temperature on the Structural, Magnetic and Dielectric Properties of $\text{PbFe}_{11.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{19}$ Nanoparticles

S. E. Mousavi Ghahfarokhi*, F. Bazdar and I. Kazeminezhad

Department of Physics, Faculty of Science, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran

Abstract: In this paper, Ni-doped lead hexaferrites ($\text{PbFe}_{12-x}\text{Ni}_x\text{O}_{19}$) nanoparticles with $x = 0.2$ were prepared by sol-gel method. Then, the effect of annealing temperature on its structural, magnetic and dielectric properties was studied. First, the dried gel was evaluated by Thermogravimetry-Differential Thermal Analysis (TG/DTA) and then, the structural morphology, magnetic and dielectric properties of samples have been characterized by Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy, X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and LCR meter. The results of x-ray diffraction patterns show that by increasing annealing temperature up to 800°C , $\text{PbFe}_{11.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{19}$ phase percentage in the samples increases. Also, by increasing annealing temperature, the magnetization increases because the unwanted phases disappear and pure and single-phase lead hexaferrite are formed. By increasing frequency, first the AC electrical conductivity of the samples decreases and then increases. These variations have been explained by Maxwell-Wagner model. The result measurements show that the best sample is $\text{PbFe}_{11.8}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_{19}$ with annealing temperature of 800°C for 3 h.

Keywords: Lead Hexaferrites, Nickel Doping, Structural Properties, Magnetic Properties, Dielectric Propertie, Sol-Gel.

* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: musavi_ebrahim@yahoo.co.uk

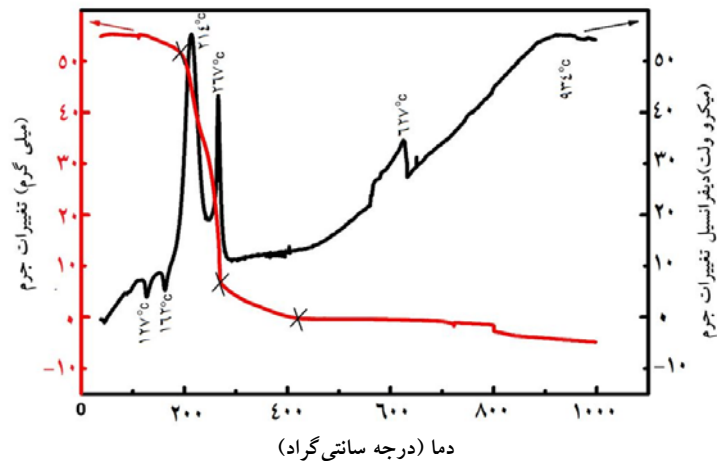
فهرست علائم

V_{cell}	حجم سلول واحد	ϵ'	ثابت دی الکتریکی نسبی
C°	درجه سانتی گراد	ϵ''	اتلاف دی الکتریکی
f	فرکانس	σ_{ac}	رسانندگی الکتریکی ac
δ	فاکتور اتلاف	μ'	نفوذ پذیری مغناطیسی
F	فاراد	μ''	اتلاف نفوذ پذیری مغناطیسی
D	اندازه متوسط ریزبلورک	L	القای مغناطیسی
A	مساحت قرص	M_s	مغناطش اشباع
λ	طول موج	M_r	مغناطش پسماند
θ	زاویه براگ	H_c	وادارندگی مغناطیسی
β	پهنای نصف قله	H_a	میدان ناهمسانگردی
Ω	اهم	H_d	میدان مغناطیس زدا
Z	عدد اتمی	K	ثابت ناهمسانگردی
M	جرم ملکولی	R	مقاومت الکتریکی
N_A	عدد آووگادرو	C	ظرفیت

۱- مقدمه

سرب) مورد توجه زیادی قرار گرفته، چرا که نسبت به دو نمونه مشابه خود دارای دمای بلوری شدن پایین تری می باشد [۴]. برای بررسی و بهبود خواص مختلف فریت هگزاگونال جانشین سازی فلزات مختلف، به جای Fe^{3+} در این ترکیب انجام می گیرد [۵]. خواص ساختاری و مغناطیسی فریت های هگزاگونال به عوامل مختلفی از قبیل: ترکیب شیمیایی، روش ساخت، اندازه ذرات و دمای پخت بستگی دارد. تاکنون برای تهیه فریت های هگزاگونال از روش های متعددی از قبیل: هم رسوبی شیمیایی [۶]، سرامیکی [۷]، سل- ژل خود احتراقی [۸]، واکنش حالت جامد [۹] و پیش ماده سیترات [۱۰] استفاده شده است. به دلیل کاربردهای متنوع صنعتی فریت های هگزاگونال نوع M، تلاش های زیادی برای بهبود خواص مغناطیسی این نوع فریت ها با استفاده از کاتیون های فلزی و فلزات واسطه از قبیل نیکل، کبالت، استرانسیوم و سرب شده است. در این مقاله، با آرایش نیکل در هگزا فریت سرب $PbFe_{1-x}Ni_xO_9$ با $x = 0,20$ به روش سل- ژل ساخته شد

امروزه تولید نانو پودرهای مغناطیسی بیشترین سهم را در فناوری مغناطیسی به خود اختصاص داده است. از جمله دستاوردهای فناوری نانو در صنعت مغناطیس، می توان به امکان تولید قطعات مغناطیسی با کیفیت تر و بسیار کوچک تر اشاره نمود. فریت ها دسته ای از مواد مغناطیسی هستند که با رشد روزافزون فناوری های ارتباطی، بسیار مورد توجه قرار گرفته اند [۱]. فریت های سخت به دلیل خواص منحصر به فردشان از قبیل مقاومت الکتریکی بالا، مغناطش اشباع بالا، ناهمسانگردی مغناطیسی تک محوری بالا، وادارندگی مغناطیسی بالا و همچنین کاربرد در آهن ربا های دائمی، محیط های ضبط مغناطیسی با چگالی بالا، جاذب های مایکروویو، امواج رادار و تجهیزات مایکروویو توجه زیادی را به خود جلب نموده اند [۲]. از بین سه فریت هگزاگونال نوع M، هگزا فریت سرب خیلی کمتر از دو نوع دیگر (هگزا فریت استرانسیوم و هگزا فریت باریوم) مورد بررسی قرار گرفته است [۳]. اخیراً این نوع فریت (هگزا فریت



شکل ۱- نمودار تجزیه و تحلیل حرارتی تغییرات دمایی جرم^۱ پودر اولیه با آلیش $x=0.2$ با دمای بازپخت 800°C درجه سانتی گراد و سه ساعت

مختلف با زمان سه ساعت پخت شده تا نانوذرات مورد نظر تولید گردد [۱۲]. پس از پخت نمونه‌ها در دماهای مختلف خواص ساختاری، مغناطیسی و دی‌الکتریکی نمونه‌ها با ترکیب $\text{PbFe}_{1.8-x}\text{Ni}_{0.2}\text{O}_9$ توسط دستگاه‌های پراش پرتو ایکس^۳ (XRD)، میکروسکوپی الکترونی روبشی^۴ (SEM)، طیف مادون سنجی قرمز با تبدیل فوریه^۵ (FT-IR)، مغناطوسنج نمونه ارتعاشی^۶ (VSM) و خود القاء، ظرفیت و مقاومت الکتریکی^۷ (LCR) متر مشخصه‌یابی شدند.

۳- نتایج و بحث (تأثیر دمای بازپخت)

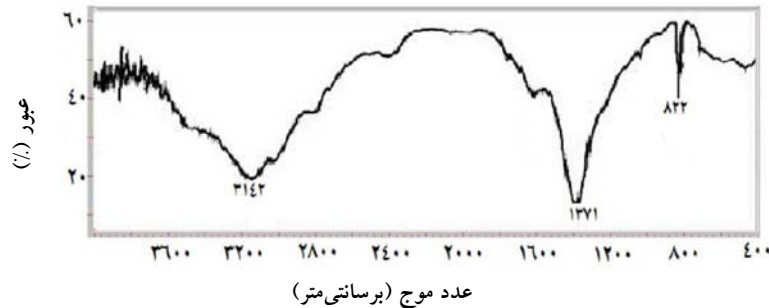
۳-۱- تحلیل حرارتی

تجزیه و تحلیل حرارتی آزمون توزین حرارتی (TGA) روشی است که اطلاعاتی از تغییرات جرمی یک نمونه را نشان می‌دهد. از این رو، برای پذیرش شرایط بازپخت مناسب و تعیین دمای ذوب‌شدگی پودرهای اولیه، منحنی‌های تجزیه و تحلیل حرارتی تغییرات دمایی جرم با گرما دادن مواد اولیه در فشار جو در شکل (۱) نشان داده شده است. آزمون توزین حرارتی (TGA) و آزمون حرارتی تفاضلی (DTA) در اتمسفر هوا با آهنگ گرمایش 10°C درجه سانتی گراد بر دقیقه در محدوده دمایی بین دمای اتاق و 1000°C درجه سانتی گراد توسط دستگاه STA مدل

و سپس تأثیر دمای بازپخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی‌الکتریکی آن گزارش شده است [۱۱].

۲- مواد و روش تحقیق

برای ساخت نانوذرات $\text{PbFe}_{1.8-x}\text{Ni}_x\text{O}_9$ با $x=0.2$ به روش سل-ژل، استوکیومتری از نسبت‌های مولی مواد اولیه، استفاده گردید. مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق، ساخت شرکت مرک آلمان و دارای درجه خلوص ۹۹.۹۹ درصد می‌باشند. ابتدا آهن نیترات نه آبه، سرب نیترات و نیکل نیترات شش آبه را در 150 میلی‌لیتر آب یون‌زدایی^۲ شده حل شد. سپس به‌منظور تشکیل ژل مورد نظر، محلول به‌دست آمده را در حمام آب قرار داده شد. برای همگن ساختن، محلول را روی همزن مغناطیسی در دمای 80°C درجه سانتی گراد قرار می‌دهیم. پس از آنکه مواد اولیه به‌طور کامل حل شدند، سیتریک اسید ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) با نسبت مولی سیتریک اسید به Pb^{2+} برابر با یک، به محلول اضافه گردید. با اضافه کردن تدریجی آمونیاک، مقدار pH محلول بر روی عدد ۷ تنظیم گردید. فرایند هم‌زدن در دمای 80°C درجه سانتی گراد تا تبدیل محلول به ژل ادامه یافت. ژل حاصل در دمای 90°C درجه سانتی گراد و زمان ۲۴ ساعت درون آون الکتریکی خشک گردید. سپس ژل خشک شده را در دماهای



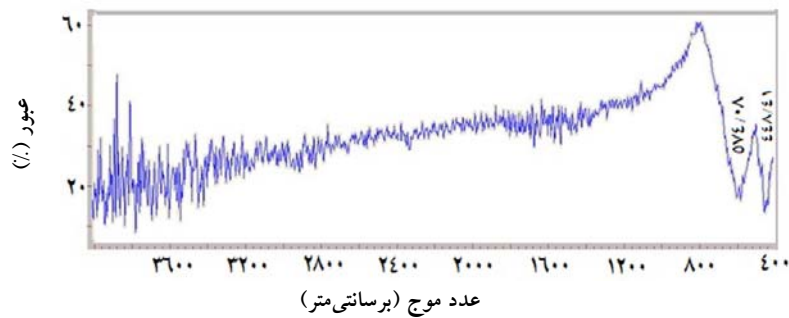
شکل ۲- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه ژل خشک نمونه $PbFe_{12}O_{19}$

اسیدسیتریک می‌باشد و قله گرمای موجود در حوالی ۲۶۷ درجه سانتی‌گراد احتمالاً مربوط به شروع تشکیل فاز هماتیت است و قله موجود در دمای ۶۲۷ درجه سانتی‌گراد مربوط به شروع تشکیل فاز هگزا فیریت سرب می‌باشد [۱۴ و ۱۵]. علاوه بر موارد ذکر شده، به ترتیب قله گرمای ۹۳۴ درجه سانتی‌گراد مشاهده می‌شود. به نظر می‌رسد این قله به دلیل حضور نیکل ظاهر می‌شوند و احتمالاً مربوط به تشکیل فازهای نیکل دار و یا فاز هگزا فیریت سرب آرایش یافته با نیکل می‌باشد.

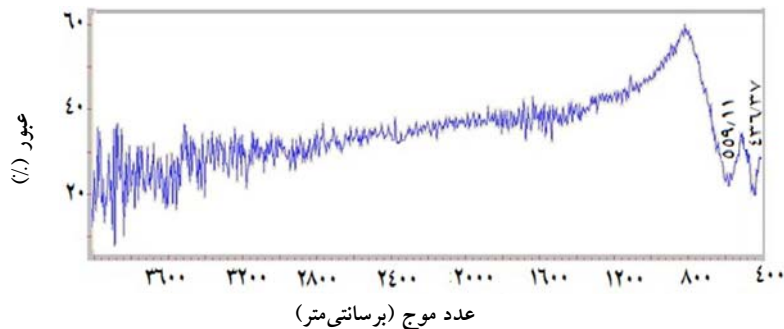
۲-۳- طیف سنجی

شکل (۲)، نمودار طیف سنجی مادون قرمز با تبدیل فوریه ژل خشک نانوذرات $PbFe_{12}O_{19}$ در گستره ۴۰۰-۴۰۰۰ بر سانتی‌متر را نشان می‌دهد. در این شکل پیوندهای جذبی نانوذرات در حوالی ۳۱۴۲ بر سانتی‌متر مربوط به مولکول‌های آب جذب شده می‌باشند. همچنین جذب‌ها در حوالی ۸۲۶ و ۱۳۷۱ بر سانتی‌متر مربوط به پیوند ارتعاشات کششی NO_3^- مبنی بر حضور نیترات‌ها قبل از پخت می‌باشد [۱۶]. شکل‌های (۳) و (۴) به ترتیب طیف‌های مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوذرات $PbFe_{12}O_{19}$ و $PbFe_{11/8}Ni_{1/8}O_{19}$ در گستره ۴۰۰-۴۰۰۰ بر سانتی‌متر پخت شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد با زمان ۳ ساعت را نشان می‌دهد. به‌طور معمول مدهای واقع در فواصل ۴۰۰-۱۰۰۰ بر سانتی‌متر به پیوندهای اکسیژن-فلز (M-O) مربوط می‌شوند. در این میان مدهای موجود در فواصل ۴۰۰-۵۰۰ بر سانتی‌متر نشان‌دهنده پیوند در

۱۶۰۰ PT ساخت شرکت LINSEIS واقع در دانشگاه شهید چمران اهواز انجام شده است. در طی عملیات حرارتی نمونه، چندین فرایند از قبیل آب‌زدایی، تجزیه، سوختن و متراکم شدن ذرات رخ می‌دهد. با توجه به شکل (۱)، در نمودار آزمون توزین حرارتی، سه مرحله کاهش جرم مشاهده می‌شود. اولین مرحله کاهش جرم در محدوده دمایی ۵۰-۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به علت تبخیر رطوبت، آب باقی‌مانده و ترکیبات آلی فرار در نمونه است. دومین مرحله کاهش جرم، در محدوده دمایی ۱۸۰-۲۵۰ درجه سانتی‌گراد رخ می‌دهد که به‌طور عمده ناشی از سوختن سیتریک اسید و تجزیه کامل نیترات‌ها است. در حین این فرایند گازهایی مانند NO ، NO_2 ، CO ، CO_2 و H_2 آزاد می‌شود که از جمله عوامل کاهش جرم به حساب می‌آید [۱۳]. سومین مرحله کاهش جرم، در بازه دمایی ۲۵۰-۴۵۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد که احتمالاً به علت تشکیل فاز هماتیت ($\alpha-Fe_2O_3$) و شروع تشکیل فاز هگزا فیریت سرب می‌باشد. در محدوده دمایی ۴۵۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، جرم تقریباً ثابت مانده و کاهش جرمی مشاهده نمی‌شود که بیانگر تشکیل فاز هگزا فیریت سرب می‌باشد. منحنی DTA دارای سه قله گرماگیر در دماهای ۱۲۷، ۱۶۲ و ۹۳۴ درجه سانتی‌گراد می‌باشد که مربوط به تبخیر آب باقی‌مانده و ترکیبات آلی موجود در نمونه است. سه قله گرمای در حوالی دماهای ۲۶۷، ۲۱۴ و ۶۲۷ درجه سانتی‌گراد مشاهده می‌شود. قله گرمای موجود در دمای ۲۱۵ درجه سانتی‌گراد ناشی از سوختن اسیدسیتریک و واکنش بین نیترات‌های فلزی و



شکل ۳- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوذرات $PbFe_{12}O_{19}$ با دمای بازپخت 800° درجه سانتی گراد و سه ساعت



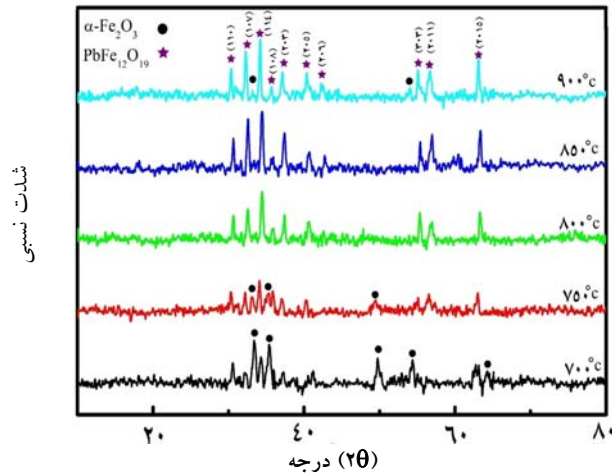
شکل ۴- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوذرات $PbFe_{11.8}Ni_{0.2}O_{19}$ با دمای بازپخت 800° درجه سانتی گراد و سه ساعت

مشخصه‌های جذب مادون قرمز با تبدیل فوریه نمونه‌ها بیانگر تشکیل فازهای $PbFe_{12}O_{19}$ و $PbFe_{11.8}Ni_{0.2}O_{19}$ می‌باشند. به منظور بررسی تأثیر دمای بازپخت بر خواص ماده اثر دما مورد بررسی قرار می‌گیرد. از آنجایی که ساختار نمونه، توزیع و اندازه ذرات، میزان بلورینگی، خواص مغناطیسی و دی‌الکتریکی تابعی از عملیات حرارتی می‌باشد [۱۹]، لذا در ادامه به بررسی چگونگی تغییر این ویژگی‌ها با دمای بازپخت پرداخته خواهد شد. این بررسی را روی بهترین نمونه آرایش یافته $PbFe_{11.8}Ni_{0.2}O_{19}$ انجام شد.

۳-۳- تحلیل فازی

همان‌گونه که از الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در شکل (۵) مشاهده می‌شود، الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های پخت شده در دمای 700° و 750° درجه سانتی گراد بلورینگی و شدت‌های پایینی دارند، که به دلیل وجود قابل ملاحظه‌ای فاز هماتیت می‌باشد، که احتمالاً در این دما فرایند پخت موضعی بوده و

مکان هشت‌وجهی هستند و پیوندهای موجود در محدوده 600° - 500° بر سانتی‌متر مکان چهاروجهی را نشان می‌دهند که پیوندهای اساسی در فریت‌ها به شمار می‌روند. این تفاوت مربوط به مد ارتعاشی خوشه‌های چهاروجهی و هشت‌وجهی می‌باشد که به دلیل طول پیوند کوتاه‌تر در خوشه‌های چهاروجهی نسبت به طول پیوند بزرگ‌تر در خوشه‌های هشت‌وجهی می‌باشد [۱۷]. نتایج نشان می‌دهد که اگرچه در این طیف مدهای ارتعاشی مشخصه فریت هگزاگونال مشاهده می‌شود اما جانشینی نیکل تغییراتی را در موقعیت مدهای ارتعاشی نسبت به حالت بدون آرایش ایجاد کرده است و پیوندها به سمت عدد موج‌های کمتر جابه‌جا شده‌اند. این تغییرات ممکن است به دلیل اختلاف شعاع یونی آهن و نیکل باشد. همچنین جابه‌جایی موقعیت مدهای ارتعاشی به سمت عدد موج‌های کمتر را می‌توان به تغییرات الکترون‌گاتیوی نسبت داد. جانشینی نیکل در ساختار، توزیع یون‌های Fe^{3+} درون ساختار را تغییر می‌دهد و این عامل می‌تواند بر جابه‌جایی مدهای ارتعاشی اثر بگذارد [۱۸]. در حالت کلی،



شکل ۵- الگوهای پراش پرتو ایکس نانوذرات $PbFe_{11.8}Ni_{0.2}O_{19}$ در دماهای پخت مختلف و زمان پخت سه ساعت

در روابط بالا، Z عدد اتمی بر واحد سلول ($Z=2$)، M جرم مولکولی، N_A عدد آووگادرو، β ، λ و θ به ترتیب طول موج، پهنای نصف قله و زاویه براگ می‌باشند. نتایج حاصل از این اندازه‌گیری‌ها برای تمامی نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف در جدول ۱ آورده شده است. براساس نتایج به دست آمده از جدول ۱ مشاهده می‌شود که: مقادیر $\frac{c}{a}$ برای همه نمونه‌ها کمتر از ۳/۹۸ به دست آمده است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که ساختار همه نمونه‌ها، هگزاگونال از نوع M می‌باشد. حجم سلول واحد نمونه‌ها با افزایش دمای بازپخت افزایش و مقدار چگالی بر مبنای اشعه ایکس کاهش می‌یابد. با افزایش دمای بازپخت و در نتیجه افزایش بلورینگی، اندازه ریزبلورک‌ها افزایش می‌یابد. مشاهده می‌شود که با کاهش چگالی، تخلخل نمونه‌ها نیز کمتر می‌شود. کاهش یافتن تخلخل سبب نزدیکی ذرات به هم و در نتیجه باعث افزایش اندازه ذرات و ریزبلورک‌ها می‌شود [۲۲].

۳-۴- ریخت شناسی

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه $PbFe_{11.8}Ni_{0.2}O_{19}$ در دماهای پخت ۷۵۰، ۸۰۰، ۸۵۰ و ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد در شکل (۶) نشان داده شده است.

دمای پخت برای تشکیل فاز هگزافریت کافی نمی‌باشد [۲۰]. هنگامی که دمای پخت به ۸۰۰ و ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد فاز هماتیت که اثر نامطلوبی بر خواص مغناطیسی دارد حذف شده و شدت قله‌ها در این دو نمونه افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده افزایش بلورینگی است. با افزایش دما به ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، فاز ناخالصی هماتیت مجدداً شروع به ظاهر شدن می‌نماید که در زاویه‌های $33/12$ و $54/0$ قله‌ها آن مشاهده می‌شود. ظاهر شدن فاز هماتیت را می‌توان به پایین بودن نقطه ذوب سرب مربوط دانست، لذا با بالا رفتن دما، سرب موجود در نمونه تبخیر و سیستم با فقدان سرب مواجه می‌شود [۲۱]. پارامترهای شبکه (a و c رابطه ۱)، حجم سلول واحد (V_{cell} ، رابطه ۲)، نسبت $\frac{c}{a}$ ، چگالی نمونه بر مبنای اشعه ایکس (d_x ، رابطه ۳) و متوسط اندازه ریزبلورک‌ها (D ، رابطه ۴) با استفاده از رابطه شرر محاسبه گردید:

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \left(\frac{\lambda^2}{3c^2} \right) l^2 \quad (1)$$

$$V_{cell} = a^2 c \sin 120^\circ = 0.8666 a^2 c \quad (2)$$

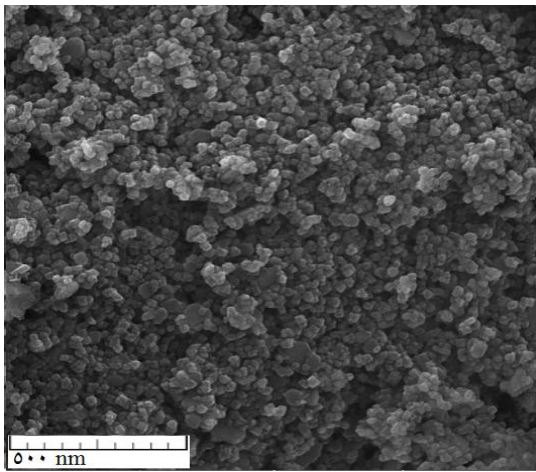
$$d_x = \frac{ZM}{N_A V_{cell}} \quad (3)$$

$$D = \frac{0.89\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

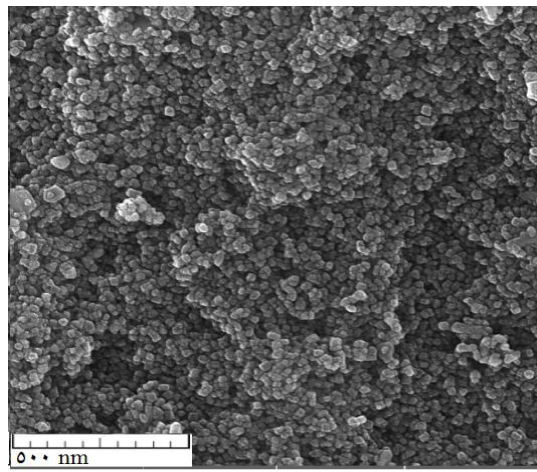
جدول ۱- پارامترهای شبکه (a, c)، نسبت $\frac{c}{a}$ ، حجم سلول واحد (V_{cell})، چگالی نمونه بر مبنای پراش پرتو ایکس و

متوسط اندازه بلورکهای نمونه $PbFe_{11/8}Ni_{1/2}O_{19}$ در دماهای پخت متفاوت با زمان پخت ۳ ساعت

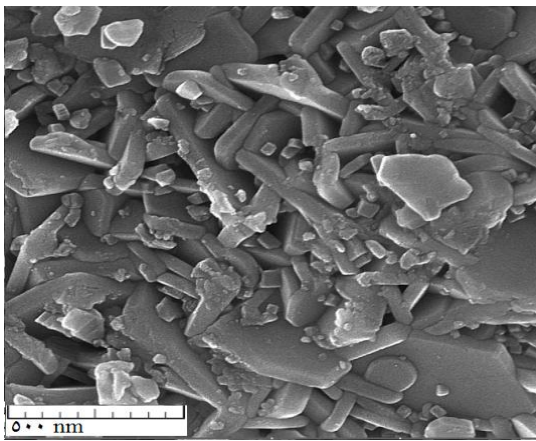
d_x ($g \cdot cm^{-3}$)	D (nm)	V_{cell} (\AA^3)	$\frac{c}{a}$	c (\AA)	a (\AA)	دما (درجه سانتی گراد)
۵,۷۱۵	۲۱	۶۸۶,۸۴	۳,۹۱۹	۲۳,۰۱۰	۵,۸۷۱	۷۰۰
۵,۷۱۱	۲۳	۶۸۷,۰۱	۳,۹۱۸	۲۳,۰۰۸	۵,۸۷۲	۷۵۰
۵,۷۳۹	۲۸	۶۸۳,۸۳	۳,۹۰۴	۲۲,۹۱۷	۵,۸۷۰	۸۰۰
۵,۷۱۰	۲۹	۶۸۷,۳۱	۳,۹۱۸	۲۳,۰۱۰	۵,۸۷۳	۸۵۰
۵,۷۰۲	۳۳	۶۸۸,۰۹	۳,۹۱۸	۲۳,۰۲۱	۵,۸۷۵	۹۰۰



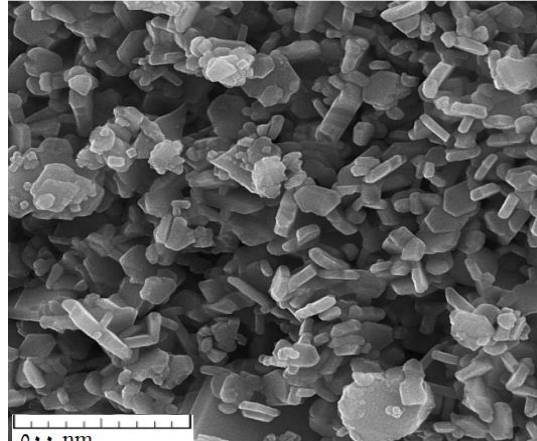
(ب)



(الف)



(د)



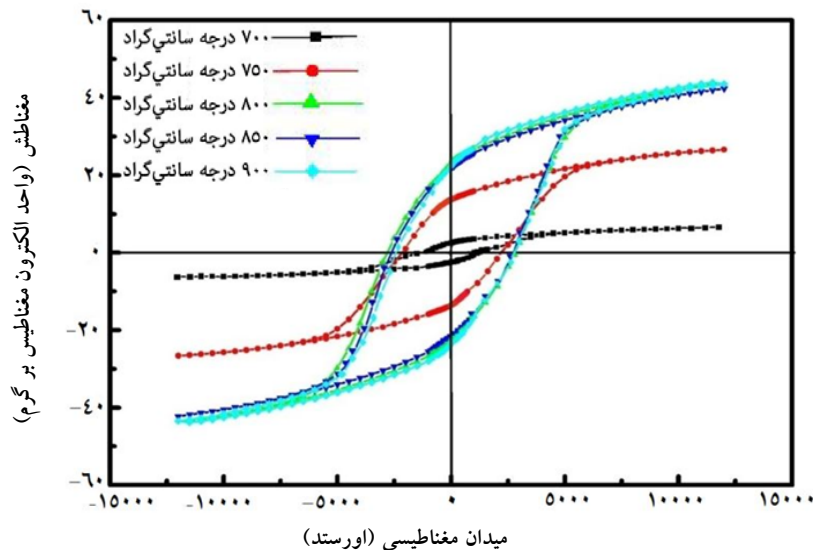
(ج)

شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{1/2}O_{19}$ با زمان سه ساعت در دماهای: الف) ۷۵۰ درجه سانتی گراد،

ب) ۸۰۰ درجه سانتی گراد، ج) ۸۵۰ درجه سانتی گراد و د) ۹۰۰ درجه سانتی گراد

جدول ۲- خواص مغناطیسی نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{5/2}O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت ۳ ساعت

K $\left(\frac{emu}{g} KO_e\right)$	H_d (Oe)	H_a (Oe)	H_c (Oe)	$\left(\frac{M_r}{M_s}\right)$	M_r $\left(\frac{emu}{g}\right)$	M_s $\left(\frac{emu}{g}\right)$	دما (درجه سانتی گراد)
۵۸/۳۶۲	۶۹۶۴	۹۷۶۶	۲۳/۱۳۴۵	۲۳۷/۰	۴۳۰/۲	۴۲۵/۷	۷۰۰
۶۳/۱۴۲	۵۹۳۵	۱۰۷۰۲	۳۷/۲۲۸۸	۵۸۳/۰	۵۳۰/۱۵	۶۵۴/۲۶	۷۵۰
۲۳/۲۵۵	۵۹۳۳	۱۱۷۶۱	۴۹/۲۷۹۷	۵۳۵/۰	۲۳۵/۲۳	۴۰۱/۴۳	۸۰۰
۵۸/۲۴۸	۵۹۱۸	۱۱۷۴۷	۲۶/۲۷۴۹	۵۴۱/۰	۹۰۵/۲۲	۳۲۵/۴۲	۸۵۰
۰۲/۲۵۶	۵۹۴۴	۱۱۷۷۲	۶۴/۲۷۹۷	۵۳۸/۰	۴۰۴/۲۳	۴۹۰/۴۳	۹۰۰



شکل ۷- منحنی پسماند نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{5/2}O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت

۳-۵- خواص مغناطیسی

خواص مغناطیسی مختلف از قبیل وادارندگی مغناطیسی (H_c)، مغناطش اشباع (M_s)، مغناطش پسماند (M_r)، میدان ناهمسانگردی بلوری (H_a)، نسبت چهارگوشی منحنی پسماند $\left(\frac{M_r}{M_s}\right)$ ، ثابت ناهمسانگردی مغناطیسی بلوری (K)، میدان مغناطیسی زدا (H_d) با استفاده از حلقه پسماند نمونه‌های تهیه شده در دماهای مختلف محاسبه شده است، که نتایج حاصل از این اندازه‌گیری‌ها در جدول ۲ آورده شده است. شکل (۷) منحنی‌های پسماند مغناطیسی نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{5/2}O_{19}$ را در دماهای مختلف با زمان پخت سه ساعت نشان می‌دهد. همان‌گونه که از منحنی پسماند مغناطیسی نمونه‌ها در شکل

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌ها نشان می‌دهد که با افزایش دما اندازه ذرات بزرگ‌تر می‌شود و ریخت‌شناسی آنها تغییر می‌نماید. آن‌گونه که از تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی مشاهده می‌شود، در دماهای ۸۵۰ و ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد نانوذرات عموماً شکل ورقه‌ای به خود گرفته و دارای قاعده شش‌گوشی هستند. این تغییر شکل نشان‌دهنده افزایش کرنش با افزایش دماست. برای اندازه‌گیری اندازه متوسط نانوذرات از نرم‌افزار نانو مژمنت^۸ استفاده شد و به کمک آن میانگین اندازه نانوذرات برای نمونه با دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان پخت سه ساعت حدود ۴۴ نانومتر برآورد گردید.

نسبت چهارگوشی منحنی پسماند $\left(\frac{M_T}{M_S}\right)$ برای مقادیر بزرگ‌تر از ۰/۵ نشان می‌دهد که ذرات تک‌حوزه مغناطیسی‌اند [۲۴]. در تحقیق حاضر برای نمونه با دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد این نسبت برابر ۰/۲۳۷ است که احتمالاً این نمونه شامل تک‌حوزه مغناطیسی نیست، ولی برای سایر نمونه‌ها این نسبت در محدوده ۰/۵۳۵ تا ۰/۵۸۳ می‌باشد که نشان‌دهنده تک‌حوزه مغناطیسی بودن آنها می‌باشد [۲۵].

۳-۶- خواص دی‌الکتریکی

خواص دی‌الکتریکی مختلف از قبیل ثابت دی‌الکتریک نسبی (ϵ' ، رابطه ۸)، اتلاف دی‌الکتریک (ϵ'' ، رابطه ۹) و رسانندگی الکتریکی ac (σ_{ac} ، رابطه ۱۰) و برخی از خواص مغناطیسی نمونه‌ها از جمله نفوذپذیری مغناطیسی (μ' ، رابطه ۱۱) اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی (μ'' ، رابطه ۱۲) و القای مغناطیسی سیم‌پیچ (L)، با استفاده از دستگاه LCR متر، در دمای اتاق در گستره فرکانسی یک کیلوهرتز تا یک مگاهرتز اندازه‌گیری شدند:

$$\epsilon' = \frac{C d}{\epsilon_r A} \quad (8)$$

$$\epsilon'' = \epsilon' \tan \delta \quad (9)$$

$$\sigma_{ac} = \epsilon_r \epsilon' \omega \tan \delta \quad (10)$$

$$\mu' = \mu_0 \frac{L_s}{L_e} \quad (11)$$

$$\mu'' = \mu' \tan \delta \quad (12)$$

$\tan \delta$ در رابطه (۱۰) به صورت $\tan \delta = 1/\pi f R_p C_p$ در حالی که در رابطه (۱۲) با رابطه $\tan \delta = R_s / \omega L_s$ نشان داده می‌شود. در روابط بالا d ضخامت قرص، A مساحت قرص، δ ، فاکتور اتلاف، می‌باشند. با توجه به حجم زیاد داده‌های دی‌الکتریکی، نتایج به‌دست آمده برای برخی از فرکانس‌ها در جدول ۳ آورده شده است. ویژگی‌های دی‌الکتریک به عوامل متفاوتی از جمله: روش ساخت، شرایط ساخت، دما و زمان واکنش، ترکیب شیمیایی و اندازه ذرات

(۷) و نتایج به‌دست آمده در جدول ۲ مشاهده می‌شود، با افزایش دما و به‌دلیل حذف فاز ثانویه و تشکیل هگزاferیت سرب خالص و تک‌فاز، مغناطش افزایش می‌یابد. از جدول ۲ مشاهده می‌شود که در نمونه با دمای پخت ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد مقدار مغناطش اشباع و مغناطش پسماند از بقیه نمونه‌ها کوچک‌تر است و این به‌دلیل حضور فاز ثانویه غیرمغناطیسی هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) در نمونه و کوچک بودن اندازه ذرات می‌باشد. می‌توان با استفاده از مدل هسته-پوسته این موضوع را توجیه کرد. براساس این مدل هر ذره مغناطیسی دارای یک هسته و یک پوسته می‌باشد که هسته آن از یک نظم مغناطیسی برخوردار و پوسته آن بدون نظم مغناطیسی است و به لایه مرده^۹ معروف است. در این مدل هرچه اندازه ذرات کوچک‌تر باشد اثرات سطح نسبت به حجم بیشتر می‌شود در نتیجه مغناطش کاهش می‌یابد. از سوی دیگر با افزایش دما به ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به‌دلیل حذف فاز ثانویه و تشکیل فاز اصلی هگزاferیت سرب و افزایش اندازه ذرات هر دو مغناطش اشباع و پسماند افزایش چشم‌گیری می‌یابند. در نمونه‌های حاضر مشاهده می‌شود که با افزایش دما میدان ناهمسانگردی بلوری (H_a) که یک اثر ذاتی می‌باشد و همچنین ثابت ناهمسانگردی مغناطیسی (K) افزایش می‌یابند. با تغییر H_a و K مطابق روابط (۵) و (۶) میدان وادارندگی نیز با تغییر دما افزایش می‌یابد. با افزایش دمای بازپخت میدان وادارندگی نیز افزایش می‌یابد زیرا با افزایش دمای بازپخت اندازه نانوبلورک‌ها افزایش می‌یابد و این افزایش سبب افزایش میدان وادارندگی می‌شود [۲۳]. از سوی دیگر مشاهده می‌شود که میدان مغناطیس‌زدای (H_d) که خود یک عامل خارجی می‌باشد و با تغییر دما تغییر می‌کند [۱۵].

$$M = M_s \left(1 - \frac{H_a^2}{15 H_T^2} \right) \quad (5)$$

$$H_a = \frac{2K}{M_s} \quad (6)$$

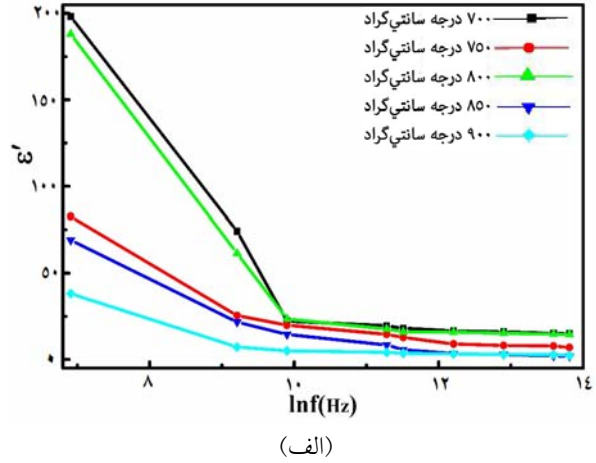
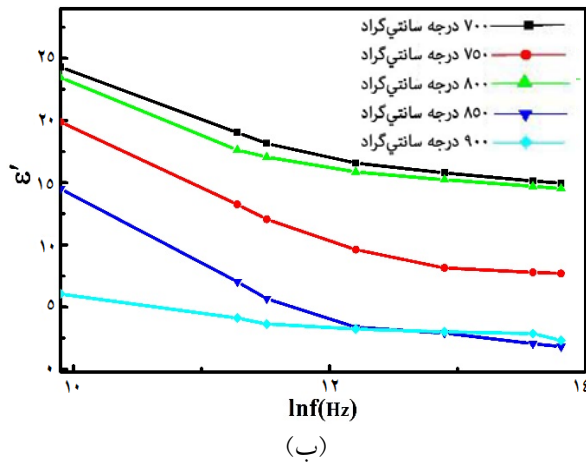
$$H_c = 0.48 (H_a - H_d) \quad (7)$$

جدول ۳- خواص دی الکتریکی نانوذرات $\text{PbFe}_{11/8}\text{Ni}_{7/2}\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت با زمان پخت سه ساعت

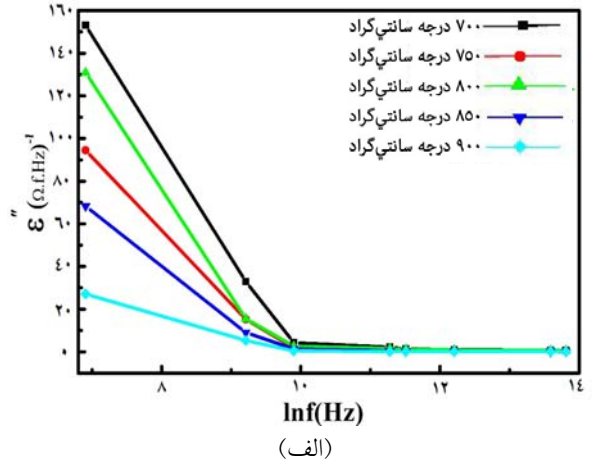
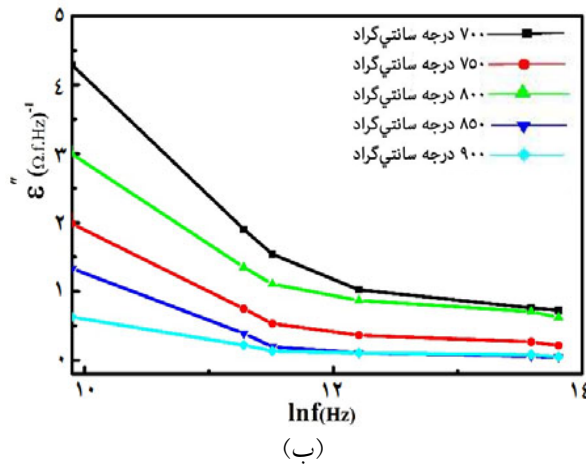
پارامتر	فرکانس (KHz)	بدون هسته	۷۰۰(C°)	۷۵۰(C°)	۸۰۰(C°)	۸۵۰(C°)	۹۰۰(C°)
L (H)	۱	۹۱۵,۰۰	۹۲۱,۹۶	۹۲۴,۲۰	۹۲۶,۰۱	۹۲۷,۱۰	۹۳۸,۷۳
ϵ'	۱	----	۱۹۸,۱۵	۸۲,۵۶	۱۸۸,۰۰	۶۹,۱۱	۲۸,۱۴
$\epsilon''(\Omega \cdot \text{Hz} \cdot \text{F})^{-1}$	۱	----	۱۴۸,۰۶	۹۴,۵۱	۱۳۰,۰۳	۶۸,۳۳	۲۷,۱۳
$\sigma_{ac} \times 10^{-7} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$	۱	----	۸,۲۳	۵,۲۵	۷,۲۴	۳,۷۹	۱,۵۱
$\mu' \times 10^{-3} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$	۱	----	۱۲,۶۵	۱۲,۶۸	۱۲,۷۱	۱۲,۷۲	۱۲,۹۵
$\mu'' \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{mHz})^{-1}$	۱	----	۱۲,۴۴	۱۱,۷۴	۱۱,۲۴	۱۰,۷۱	۱۰,۴۸
L (H)	۲۰	۹۱۱,۰۱	۹۱۵,۳۶	۹۱۷,۵۳	۹۲۰,۰۰	۹۲۱,۱۶	۹۲۶,۹۷
ϵ'	۲۰	----	۲۲,۲۹	۱۹,۸۷	۲۳,۴۴	۱۴,۵۱	۵,۰۵
$\epsilon''(\Omega \cdot \text{Hz} \cdot \text{F})^{-1}$	۲۰	----	۴,۲۹	۱,۸۱	۲,۶۴	۱,۳۳	۰,۴۲
$\sigma_{ac} \times 10^{-7} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$	۲۰	----	۴,۷۷	۲,۰۱	۲,۹۴	۱,۴۸	۰,۴۷
$\mu' \times 10^{-3} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$	۲۰	----	۱۲,۶۲	۱۲,۶۵	۱۲,۶۸	۱۲,۷۰	۱۲,۷۸
$\mu'' \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{mHz})^{-1}$	۲۰	----	۲,۴۴	۱,۱۵	۱,۴۳	۱,۱۶	۱,۰۷
L (H)	۱۰۰	۹۲۱,۷۰	۹۲۳,۷۵	۹۲۴,۶۳	۹۲۶,۴۶	۹۳۰,۶۵	۹۳۴,۹۰
ϵ'	۱۰۰	----	۱۸,۱۶	۱۲,۷۷	۱۶,۰۶	۵,۶۷	۳,۶۴
$\epsilon''(\Omega \cdot \text{Hz} \cdot \text{F})^{-1}$	۱۰۰	----	۱,۳۱	۰,۵۳	۱,۴۸	۰,۱۹	۰,۱۳
$\sigma_{ac} \times 10^{-7} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$	۱۰۰	----	۸,۲۸	۲,۹۵	۸,۲۵	۱,۰۶	۰,۴۵
$\mu' \times 10^{-3} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$	۱۰۰	----	۱۲,۵۸	۱۲,۶۰	۱۲,۶۲	۱۲,۶۸	۱۲,۷۴
$\mu'' \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{mHz})^{-1}$	۱۰۰	----	۰,۹۰	۰,۵۷	۰,۸۹	۰,۴۳	۰,۴۶
L (H)	۴۰۰	۷۱۵,۲۰	۷۱۵,۲۰	۷۱۶,۳۴	۷۱۶,۹۰	۷۱۷,۴۷	۷۲۰,۸۹
ϵ'	۴۰۰	----	۱۶,۰۳	۸,۱۵	۱۵,۲۴	۲,۹۱	۳,۰۱
$\epsilon''(\Omega \cdot \text{Hz} \cdot \text{F})^{-1}$	۴۰۰	----	۰,۷۵	۰,۲۶	۰,۷۹	۰,۱۰	۰,۰۸
$\sigma_{ac} \times 10^{-7} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$	۴۰۰	----	۱۹,۶۷	۵,۷۸	۱۷,۶۲	۲,۲۲	۱,۷۸
$\mu' \times 10^{-3} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$	۴۰۰	----	۱۲,۵۶	۱۲,۵۸	۱۲,۵۹	۱۲,۶۰	۱۲,۶۶
$\mu'' \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{mHz})^{-1}$	۴۰۰	----	۰,۶۵	۰,۴۸	۰,۶۳	۰,۳۶	۰,۳۶
L (H)	۱۰۰۰	۲۹۳,۴۰	۲۹۲,۴۶	۲۹۳,۶۳	۲۹۲,۹۳	۲۹۳,۱۶	۲۹۴,۳۳
ϵ'	۱۰۰۰	----	۱۴,۹۷	۷,۰۱	۱۴,۵۴	۱,۸۲	۲,۳۲
$\epsilon''(\Omega \cdot \text{Hz} \cdot \text{F})^{-1}$	۱۰۰۰	----	۰,۷۲	۰,۲۱	۰,۶۲	۰,۰۷	۰,۰۵
$\sigma_{ac} \times 10^{-7} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$	۱۰۰۰	----	۴۰,۰۲	۱۱,۶۷	۳۴,۶۷	۳,۸۹	۲,۷۸
$\mu' \times 10^{-3} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$	۱۰۰۰	----	۱۲,۵۲	۱۲,۵۷	۱۲,۵۴	۱۲,۵۵	۱۲,۶۰
$\mu'' \times 10^{-3} (\Omega \cdot \text{mHz})^{-1}$	۱۰۰۰	----	۰,۶۰	۰,۳۸	۰,۵۳	۰,۳۰	۰,۲۷

می دهند. بنابه نظریه ماکسول- ویگنر، به علت نقش دانه ها و مرز دانه ها در فرکانس های مختلف، ثابت دی الکتریک و اتلاف

وابسته است [۲۶]. شکل های (۸) و (۹)، تغییر ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک را بر حسب فرکانس نشان



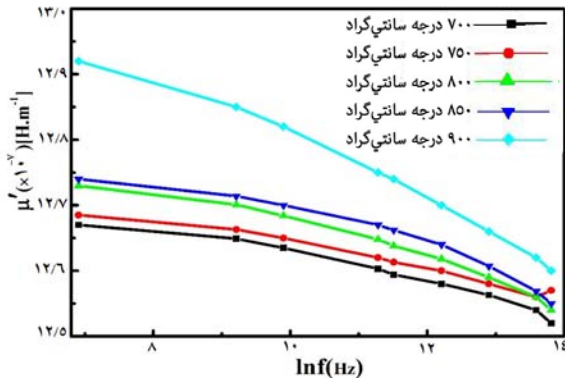
شکل ۸- نمودار ثابت دی الکتریک نسبی برحسب فرکانس برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11/8}\text{Ni}_{7/8}\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت
الف) برای همه فرکانسها و ب) برای همه فرکانسهای بالا



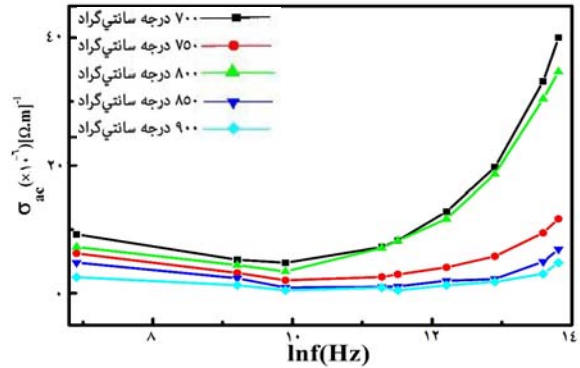
شکل ۹- نمودار اتلاف دی الکتریک برحسب فرکانس برای نانوذرات $\text{PbFe}_{11/8}\text{Ni}_{7/8}\text{O}_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت
الف) برای همه فرکانسها و ب) برای همه فرکانسهای بالا

هشت وجهی و چهاروجهی مسئول رسانندگی در فریت‌ها می‌باشند. با توجه به شکل (۱۰)، با افزایش فرکانس رسانندگی الکتریکی ac نمونه‌ها ابتدا کاهش و سپس افزایش می‌یابد. این تغییرات براساس مدل لایه‌ای ماکسول-ویگنر قابل توجیه است. کاهش رسانندگی در فرکانس‌های پایین به دلیل نقش مرزدهانه‌های مقاومتی که رسانندگی کمی دارند، می‌باشد. در فرکانس‌های بالا، دانه‌های رسانا با استفاده از پرش الکترون‌ها بین Fe^{2+} و Fe^{3+} بسیار فعال می‌شوند و در نتیجه با افزایش

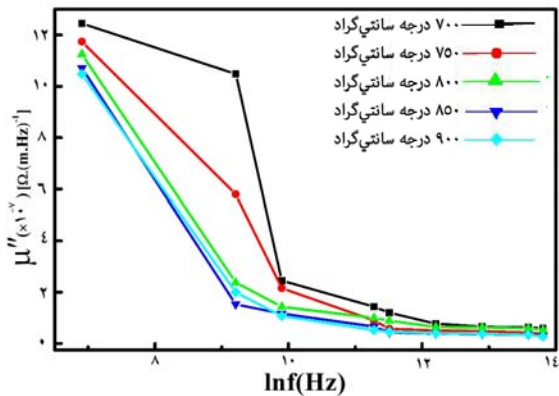
دی الکتریک با افزایش فرکانس، به سرعت کاهش می‌یابند. طبق مدل کوپ در دماهای پایین نقش مرزدهانه‌ها بارزتر است. واضح است که نمونه‌هایی که اندازه دانه (ذرات) بزرگ‌تری دارند، اندازه مرزدهانه‌های آنها کاهش خواهد یافت. با مقایسه مقاومت و رسانندگی در دانه‌ها و مرزدهانه‌ها با افزایش دما و بزرگ‌تر شدن اندازه ذرات نقش دانه‌ها افزایش یافته و به تدریج ثابت دی الکتریک و اتلاف دی الکتریک کاهش خواهد یافت [۲۷] و [۲۸]. جهش الکترون‌ها بین یون‌های Fe^{2+} و Fe^{3+} در جایگاه‌های



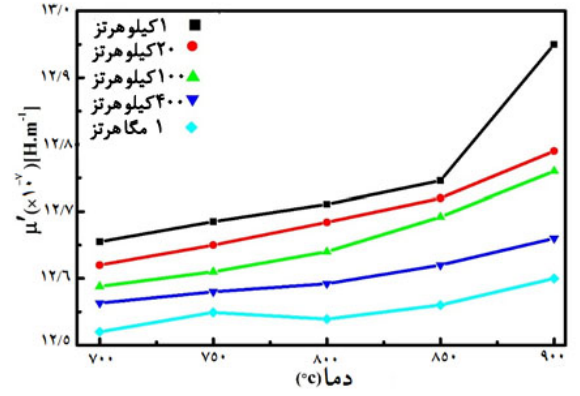
شکل ۱۱- نمودار نفوذپذیری مغناطیسی برحسب فرکانس برای نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{0.2}O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت



شکل ۱۰- نمودار رسانندگی الکتریکی ac برحسب فرکانس برای نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{0.2}O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت



شکل ۱۳- نمودار اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی برحسب فرکانس برای نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{0.2}O_{19}$ با دماهای پخت متفاوت و زمان پخت سه ساعت



شکل ۱۲- نمودار نفوذپذیری مغناطیسی برحسب دماهای پخت برای نانوذرات $PbFe_{11/8}Ni_{0.2}O_{19}$ در فرکانس‌های مختلف و زمان پخت سه ساعت

مؤثر بر گشتاورها افزایش می‌یابد، این امر به نوبه خود باعث افزایش نفوذپذیری مغناطیسی می‌گردد. شکل (۱۲) تغییرات نفوذپذیری مغناطیسی برحسب دما در فرکانس‌های مختلف را نشان می‌دهد. از سوی دیگر با افزایش دما، میزان نفوذپذیری مغناطیسی افزایش می‌یابد، زیرا با بزرگ‌تر شدن اندازه دانه‌ها، خلل و فرج که به صورت یک مانع می‌باشند کاهش می‌یابند، لذا نفوذپذیری مغناطیسی بیشتر می‌شود. با توجه به شکل (۱۳) با افزایش فرکانس، اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی کاهش می‌یابد. کاهش اتلاف نفوذپذیری مغناطیسی در فرکانس‌های

فرکانس رسانندگی ac افزایش می‌یابد [۲۹]. مطابق شکل (۱۱) با افزایش فرکانس، نفوذپذیری مغناطیسی کاهش می‌یابد، که این کاهش ناشی از افزایش جریان‌های گردابی در فرکانس‌های بالا است. نفوذپذیری مغناطیسی با افزایش دما افزایش می‌یابد. علت این افزایش رشد دانه‌ها و کاهش تخلخل نمونه‌ها می‌باشد، زیرا با رشد دانه‌ها، حرکت دیواره حوزة‌های مغناطیسی آسان‌تر شده و به تدریج مرز دانه‌ها کاهش یافته و این تغییرات منجر به افزایش نفوذپذیری می‌شوند. از سوی دیگر با کاهش تخلخل میدان‌های وامغناطیده کاهش یافته و میدان

بالا از مزیت فریت‌ها می‌باشد [۱۳].

سانتی‌گراد به دلیل پایین بودن نقطه ذوب سرب، سرب موجود از نمونه خارج شده و سیستم با فقدان سرب مواجه می‌شود به همین دلیل فاز هماتیت مجدداً ظاهر می‌شود. با توجه به تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی، با افزایش دمای بازپخت، اندازه نانوذرات بزرگ‌تر شده و شکل صفحه‌ای آنها به وضوح مشخص می‌باشد. با افزایش دمای بازپخت به تدریج مغناطش اشباع، مغناطش پسماند و وادارندگی مغناطیسی افزایش می‌یابند. با افزایش فرکانس، به دلیل افزایش جریان‌های گردابی در فرکانس‌های بالا، نفوذپذیری مغناطیسی کاهش می‌یابد. تلفات نفوذپذیری مغناطیسی نیز با افزایش فرکانس کاهش پیدا می‌کند که کاهش اتلاف در فرکانس‌های بالا از مزیت فریت‌ها به شمار می‌رود. بنابراین نتایج نشان می‌دهد بهترین نمونه با دمای بازپخت ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و سه ساعت به دست آمده است.

۴- نتیجه گیری

نقش دمای بازپخت بر هگزافریت سرب آلاییده به نیکل ($PbFe_{12-x}Ni_xO_{19}$) به ازای $x = 0/2$ مطالعه شد. نمونه‌های آلایش شده با استفاده از روش سل-ژل تهیه و تأثیر دمای بازپخت بر خواص ساختاری، مغناطیسی و دی‌الکتریکی هگزافریت $PbFe_{11/8}Ni_{0/2}O_{19}$ مورد بررسی قرار گرفت. الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های پخت شده در دمای ۷۰۰ و ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که بلورینگی و شدت‌های پایینی دارند. هنگامی که دمای پخت به ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و بالاتر می‌رسد، شدت قله‌های مربوط به فاز هگزافریت افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده افزایش بلورینگی است. در دمای ۹۰۰ درجه

واژه‌نامه

1. thermogravimetry-differential thermal analysis (TG/DTA)
2. deionized water
3. x-ray diffraction pattern (XRD)
4. scanning electron microscopy (SEM)
5. fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)
6. vibrating sample magnetometer (VSM)
7. inductance, capacitance and resistance (LCR)
8. nano measurement
9. dead layer

مراجع

1. Fang, Q. Q., Bao, H. W., Fang, D. M., Wang, J. Z., and Li, X. C., "The Effect of Zn-Nb Substitution on Magnetic Properties of Strontium Hexaferrite Nanoparticles", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 278, pp. 122-126, 2004.
2. Wohlfarth, E. P., *Handbook of Magnetic Materials*, North-Holland Publishing Company, 3, 1982.
3. Lin, C. R., Siao Y. J., and Hsieh, M. H., "Magnetic Properties of Lead Ferrite Nanoparticles Prepared by the Polymerized Complex Method", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 462, pp. 315-319, 2008.
4. Yang, N., Yang, H., Jia, J., and Pang, X., "Formation and Magnetic Properties of Nanosized $PbFe_{12}O_{19}$ Particles Synthesized by Citrate Precursor Technique", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 438, pp. 263-267, 2007.
5. Iqbal, M. J., Ashiq, M. N., and Gul, I. H., "Physical, Electrical and Dielectric Properties of Ca-Substituted Strontium Hexaferrite ($SrFe_{12}O_{19}$) Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322, pp. 1720-1726, 2010.
6. Castanon, S. Diaz., Sanchez, J. L., Rams, E. E., Leccabue, F., and Watts, B. E., "Magneto-Structural Properties of $PbFe_{12}O_{19}$ Hexaferrite Powders Prepared by Decomposition of Hydroxide Carbonate and Metal Organic Precipitates", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 185, pp. 194-198, 1998.
7. Castanon, S. Diaz., Faloh-Gandarillaa, J. C., Leccabue, F., and Albanese, G., "The Optimum Synthesis of High Coercivity Pb-M Hexaferrites Powders using Modifications to the Traditional Ceramic Route", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 272, pp. 2221-2223, 2004.
8. Ansari, F., Sobhani, A., and Salavati-Niasari, M., "Sol-Gel Auto-Combustion Synthesis of $PbFe_{12}O_{19}$ using Maltose as a Novel Reductant", *The Royal Society of Chemistry*, Vol. 4, pp. 63946-63950, 2014.
9. Ram, S., Bahadur, D., and Chakravorty, D., "Magnetic Glass-Ceramics with Lead Hexagonal Ferrites", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 88, pp. 311-322, 1986.
10. Yang, N., Yang, H., Jia, J., and Pang, X., "Formation

- and Magnetic Properties of Nanosized $PbFe_{12}O_{19}$ Particles Synthesized by Citrate Precursor Technique”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 438, pp. 263-267, 2007.
11. Iqbal, M. J., and Ashiq, M. N., “Magnetic, physical and Electrical Properties of Zr-Ni Substituted Co-Precipitated Strontium Hexaferrite Nanoparticles”, *Scripta Materialia*, Vol. 57, pp. 1093-1096, 2007.
 12. Mousavi Ghahfarokhi, S. E., Rostami, Z. A., and Kazeminezhad, I., “Fabrication of $PbFe_{12}O_{19}$ Nanoparticles and Study of Their Structural, Magnetic and Dielectric Properties”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 272, pp. 2221-2223, 2016.
 ۱۳. عراقی رستمی، ز.، "ساخت و بررسی خواص مغناطیسی و ساختاری نانوذرات هگزافریت سرب"، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه شهید چمران اهواز، ۱۳۹۳.
 ۱۴. مصلح، ز.، کاملی، پ.، رنجبر، م. و سلامتی، ه.، "ساخت و بررسی ویژگی‌های ساختاری، مغناطیسی و جذب میکروویو فریت باریوم آلیش یافته با سریوم"، پژوهش فیزیک ایران سال، ۱۴، شماره ۴، ص ۳۴۹-۳۴۱.
 15. Iqbal, M. J., and Farooq, S., “Impact of Pr-Ni Substitution on the Electrical and Magnetic Properties of Chemically Derived Nanosized Strontium-Barium Hexaferrites”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 505, pp. 560-567, 2010.
 ۱۶. بازدار، ف.، "ساخت و بررسی خواص مغناطیسی و ساختاری نانوذرات هگزافریت سرب آلییده با Ni"، پایان نامه کارشناسی ارشد، دانشگاه شهید چمران اهواز، ۱۳۹۴.
 ۱۷. بنی سعید، ا. ر.، قاسمی، ع. و پایمزد، ا.، "ارزیابی خواص ساختاری نانوذرات هگزافریت استرانسیوم آلییده شده با روی و تیتانیوم"، مجموعه مقالات ششمین همایش مشترک انجمن مهندسیین متالورژی و انجمن علمی ریخته‌گری ایران ۱۳۹۱.
 18. Yue, Z., Guo, W., Zhou, J., Gui, Z., and Li, L., “Synthesis of Nanocrystalline Ferrites by Sol-Gel Combustion Process: the Influence of pH Value of Solution”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 270, pp. 216-223, 2004.
 19. Iqbal, M. J., and Farooq, S., “Enhancement of Electrical Resistivity of $Sr_{0.5}Ba_{0.5}Fe_{12}O_{19}$ Nanomaterials by Doping with Lanthanum and Nickel”, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 118, pp. 308-313, 2009.
 ۲۰. عربی، ه. و روحانی، ا.، "بررسی ساختار کریستالی و خواص مغناطیسی نانوذرات هگزافریت استرانسیوم آلییده شده با نیکل"، مجموعه مقالات یازدهمین کنفرانس فیزیک ماده چگال ایران، دانشگاه صنعتی شاهرود، ۱۳۹۱.
 21. Ashiq, M. N., Iqbal, M. J., and Gul, I. H., “Effect of Al-Cr Doping on the Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Strontium Hexaferrite Nanomaterials”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 323, pp. 259-263, 2011.
 22. Iqbal, M. J., and Ashiq, M. N., “Physical and Electrical Properties of Zr-Cu Substituted Strontium Hexaferrite Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method”, *Chemical Engineering Journal*, Vol. 136, pp. 383-389, 2008.
 23. Amighian, J., Mozaffari, M., and Yousefi, A. A., “The Effect of La Substitution on Magnetic Properties of Nanosized $Sr_{1-x}La_xTi_{0.05}Zn_{0.2}(Fe^{3+})_{11.75-8}(Fe^{2+})_8O_{19}$ Powders”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322, pp. 748-752, 2010
 24. Ashiq, M. N., Iqbal, M. J., and Ul-Haq, M. N., “Synthesis, Magnetic and Dielectric Properties of Er-Ni Doped Sr-Hexaferrite Nanoparticles for Applications in High Density Recording Media and Microwave Devices”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 424, pp. 15-19, 2012.
 25. Ramay, Sh. M., Atiq, Sh., Saleem, M., Mahmood, A., Siddiqi, S. A., Naseem, Sh. Al Zeghayer, Alzayed, N. S., and Shahabuddin, M., “Enhanced Magnetization of Sol-Gel Synthesized Pb-Doped Strontium Hexaferrites Nanocrystallites at Low Temperature”, *Journal of Nanomaterials*, Article ID 452468, 2014.
 26. Ullah, Z., Atiq, Sh., and Naseem, Sh., “Influence of Pb Doping on Structural, Electrical and Magnetic Properties of Sr-Hexaferrites”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 555, pp. 263-267, 2013.
 27. Iqbal, M. N., Ashiq, M. N., Gomez, P. H., and Munoz, J. M., “Synthesis, Physical, Magnetic and Electrical Properties of Al-Ga Substituted co-Precipitated Nanocrystalline Strontium Hexaferrite”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, pp. 881-886, 2008.
 28. Sindhu, S., Anantharaman, M. R., Thampi, B. P., Malini, K. A., and Kurian, P., “Evaluation of Ac Conductivity of Rubber Ferrite Composites from Dielectric Measurements”, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 25, pp. 599-607, 2002.
 ۲۹. مرادنیسا، م. و کیانوش، ع.، "سنتر و بررسی خواص مغناطیسی و جذب الکترومغناطیس (EM) هگزافریت باریوم نوع U آلییده شده با Mn و Zn"، مجموعه مقالات نهمین کنگره سرامیک ایران، ۱۳۹۲.