

MANQAN FERRİT NANOHISSƏCİKLƏRİNİN STRUKTUR VƏ TERMOFİZİKİ XÜSUSİYYƏTLƏRİ

A.F. QOÇUYEVA^{1,2}, F.F. YƏHYAYEV¹

¹Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası, Fizika İnstitutu, AZ 1143, Bakı, H.Cavid prosf., 131

²Azərbaycan Milli Aviasiya Akademiyası, AZ 1045, Bakı, Mərdəkan pr., 30

aynuragochuyeva@gmail.com

Təqdim olunan tədqiqat işində yüksək təmizlik dərəcəsinə malik (nanopowder with true density 4.96 g/cm³, particle size 60 nm and a purity of 98.5 %, SkySpring Nanomaterials, USA) nümunənin quruluş strukturu və geniş temperatur intervalında termofiziki xassələri tədqiq olunmuşdur. XRD difraksiyası nəticələrindən MnFe₂O₄ ferrit nano hissəciklərinin kristal fazasının tam alındığını və qəfəs parametrlərinin qiymətləri təyin olunmuşdur. DSC analiz nəticələrindən görüldüyü kimi 300°C temperatur intervalına qədər baş verən effektlər ferrit nümunələrində baş verən faza keçidlərinin təbii və enerji miqdarını aydın əks etdirməkdədir.

Açar sözlər: Manqan ferrit, nano hissəciklər, X-ray difraksiya spektri, DSC analizi

PACS: 61.05.cp, 75.50.Gg, 75.75.Fk

GİRİŞ

Son zamanlar maqnit əsaslı ferrit nanohissəciklər üzərində yerinə yetirilən çoxlu sayda elmi tədqiqatlardan alınan nəticələrə əsaslanaraq, həmin materiallarda orta dərəcədə maqnitləşmə, tək domen effekti, superparamaqnetizm, spin filtrləmə kimi unikal maqnit xüsusiyyətləri göstərilmişdir [1-3]. Spinel quruluşlu MnFe₂O₄ nanostrukturulu oksidlərdə mövcud maqnit keçidləri sənaye və tibbi biologiyada geniş tətbiqini tapmışdır. MnFe₂O₄-də Mn²⁺ ionlarının təqribən 80% tetrahedral sahədə, 20% səkkiz oktahedral sahədə olduğu üçün qismən tərs spineldir [4]. MnFe₂O₄ nanohissəcikləri və nazik təbəqələri yüksək anizotropiya sabitinə, ölçüdən asılı olaraq ifrat maqnitləşməyə, yüksək spin şüşə halı, ifratparamaqnetizm və yüksək Kuri temperaturu kimi müxtəlif xüsusiyyətlərə malikdir. Maqnit sahəsi sensorları biotibbi aşkarlama, aviasiya sənayesi, kosmos, geofiziki tədqiqatlar və bir çox elmi və sənaye tətbiqlərində geniş istifadə edilmişdir [5, 6]. Ənənəvi üsullar çox vaxt maqnit sahələrini hiss etmək üçün Hall effektindən, maqnit-tranzistordan, maqnitodioddan, maqnit-rezistorlardan (amorf və nəhəng maqnit-rezistorlar) və ya digər yarımkeçirici effektlərdən istifadə edir [7, 8]. Buna baxmayaraq, bu cihazlar onların miniaturlaşdırılması, enerji istehlakı, dəyəri, dayanıqlığının olmaması, azaldılmış multipleksləşdirmə qabiliyyəti və uzaqdan izləmə ilə bağlı bəzi çatışmazlıqları təqdim edir. Digər müvafiq çatışmayan tərəflər isə ölçmələrin səs-küyünə səbəb olan bir neçə ətraf mühitin maqnit sahəsi mənbələrinə xas olan həssaslığıdır. Bundan əlavə, metal xəməllər və siqnal ötürücü kabellər də elektromaqnit müdaxiləsinə həssasdır [9-10]. Sensor texnologiyalarını optik fiber sensorlar ilə müqayisə edərkən, sonuncular son illərdə xüsusi diqqət çəkmişdir, çünki onlar öz elektron analoqları ilə müqayisədə bir sıra üstün cəhətlərə malikdirlər. Digər xüsusiyyətlər arasında onu da qeyd etmək olar ki, elektromaqnit müdaxiləsinə qarşı toxunulmazlıq, kiçik ölçülü, uzaqdan zondlama imkanları və təhlükəli mühitlərdə müqavimət bu texnologiyayı qaz boru kəmərləri və ya elektrikə həssas mühitlər kimi ağır şəraitdə istifadə etmək üçün

uyğun edir. Hal-hazırda, Faradey effekti [11] və maqnitostriktiv materiallar [12, 13] daxil olmaqla, müxtəlif hissetmə üsullarına əsaslanan maqnit sahəsinin monitorinqi üçün bir neçə optik lifli sensorlar haqqında məlumat verilmişdir. Buna baxmayaraq, müəyyən hallarda bu tip materialın optik fiberlə inteqrasiya prosesi asan deyil. Alternativ olaraq, maqnit sahəsinin aşkarlanması üçün həssas element kimi geniş şəkildə tətbiq olunan maqnit mayesi (MF) var. Çoxyönlü maqnit-optik xüsusiyyətlərinə görə bu cəlbədi material modulyatorlar [14], optik dəyişdiricilər [15], interfeyslər [16], sahə sensorları [17, 18] kimi fərqli MF əsaslı optik cihazlarda və həmçinin maqnit kimi istifadə edilmişdir. Təqdim olunan işdə ferrit nanohissəcikli birləşmənin quruluş analizi və termofiziki xassələri analitik metodlarla tədqiq edilmişdir.

EKSPERİMENTAL HİSSƏ

Tədqiqat işində “nanopowder with true density 4.96 g/cm³, particle size 60 nm and a purity of 98.5 %” (SkySpring Nanomaterials, USA) nümunəsindən istifadə olunmuşdur. İstilik selinin fiziki xarakteristikaları DSC 204 F1 Phoenix (Differential Scanning Calorimeter, Almaniya) vasitəsilə ölçülmüşdür. Manqan ferrit nümunəsinin DSC spektri -100÷550°C temperatur intervalında çəkilmişdir.

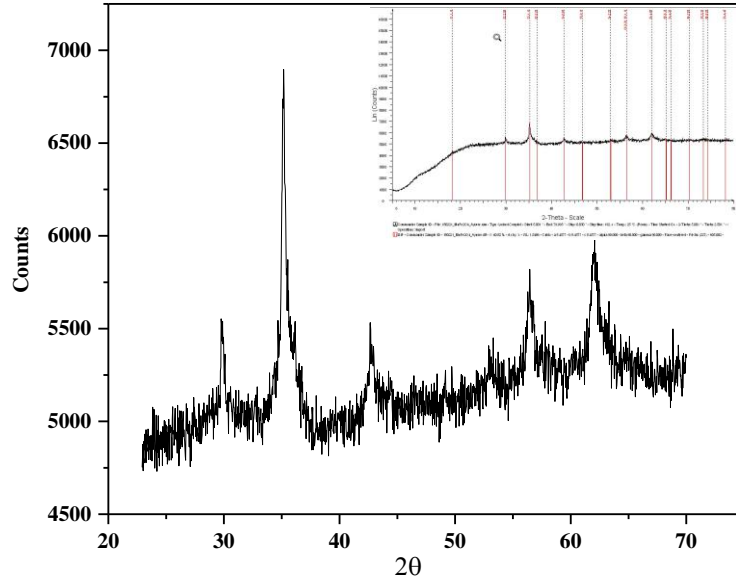
EKSPERİMENTAL HİSSƏNİN MÜZAKİRƏSİ

Şəkil 1-də MnFe₂O₄ nümunəsinin X-ray difraksiya spektri verilmişdir. Difraksiya spektrindən ferrit fazasının olduğu aydın şəkildə müşahidə olunmaqdadır. Təyin olunmuş “d” qiymətlərindən aydın görünür ki, difraksiya piklərində MnFe₂O₄ -ün tək kristallı “cubic” fazası, Fd-3m space qrupa malikdir. İntensiv piklər ferrit fazasının təsdiqi və nanohissəcikli nümunələrin tədqiq olunduğunu göstərir. Qəfəs parametrlərinin qiyməti üçün 0,84577 nm olduğu müəyyən olunmuşdur. Həmçinin “d” qiyməti və qəfəs parametri üçün alınmış qiymətlər ədəbiyyat nəticələri ilə uyğunluq təşkil etməkdədir. Kristallik ölçüsünün təyin olunması

üçün Şarrer formulundan istifadə olunmuş, bunun üçün (311) pikinə uyğun gələn intensiv pikin yarım enindən, dalğa uzunluğundan istifadə olunmuşdur.

$$D = 0,89 \lambda / \beta \cos \theta$$

D – kristalın ölçüsü, λ – X-ray dalğasının dalğa uzunluğu, β – pikin yarım enini və θ – Biagg bucağını göstərir. (311) pikinin parametrlərindən istifadə edərək kristal ölçüsünün 13.3 nm olduğu müəyyən olunmuşdur.

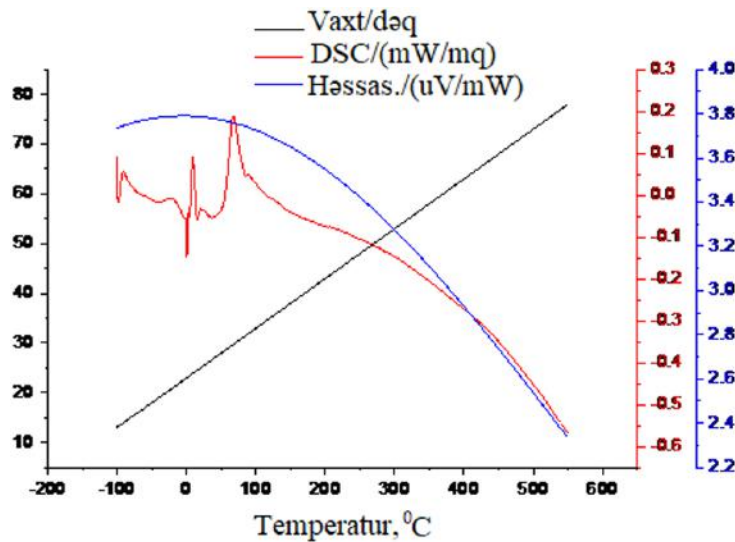


Şəkil 1. MnFe₂O₄ nümunəsinin otaq temperaturunda X-ray difraksiya spektri

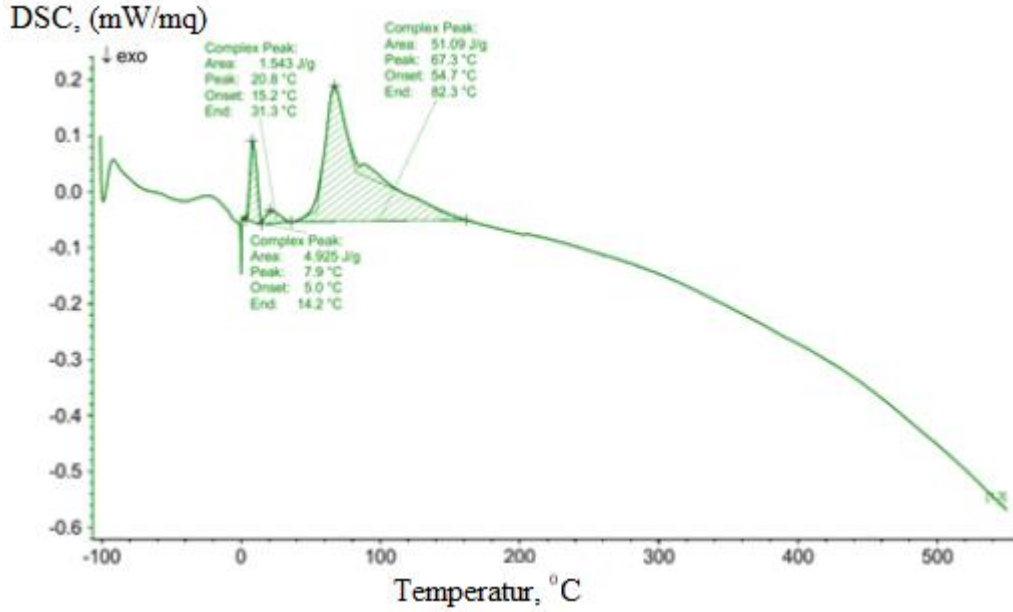
Məlumdur ki, istilik selinin fiziki xarakteristikası birləşmədə struktur keçidlərini, degradasiya mexanizmini, kimyəvi reaksiyaların növlərini və oksidləşmə kimi mühüm prosesləri özündə ehtiva edir. Digər tərəfdən, istilik seli funksiyasından termik keçiricilik, termo diffuziya, istilik tutumu və termodinamik parametrlərə keçid mümkündür [19,20]. İstilik sel funksiyasından istilik tutumuna keçid və istilik tutumunun temperaturdan asılı olaraq təyin olunmuş qiymətləri termodinamik funksiyaların dəyişmə mexanizmini izah etməyə imkan yaradır [21, 22].

Şəkil 2-də nano manqan ferrit birləşməsinin -100°C ≤ T ≤ 550°C temperatur intervalında DSC ayrılırları

verilmişdir. İstilik seli $\Delta\Phi$ (heat flow rate) qiyməti sabit termik işlənmə sürətində 10 K/dəq tədqiq edilmişdir. Temperaturdan asılı olaraq istilik sel funksiyasının ayrısı üç əsas ayrılık piki ilə müşahidə olunmuşdur. Kristallik quruluşa verilən istilik miqdarı hesabına baş verən termik keçidlər (heat of transformation) aşkar olunmuş və xarakterizə olunan effektləri uyğun olaraq mərkəzi pikləri $T_1=7.9^\circ\text{C}$, $T_2=20.8^\circ\text{C}$, və $T_3=67.3^\circ\text{C}$ temperaturalara uyğundur. Şəkil 3-də -100°C ≤ T ≤ 550°C temperatur intervalında formalaşan piklərə uyğun olan sahələrin enerji kinetikasi verilmişdir. DSC spektrində istilik sel funksiyasının qiyməti -0.6mW/mg qədər azalır.



Şəkil 2. -100 ≤ T ≤ 550°C temperatur intervalında nano manqan ferrit birləşməsinin DSC spektri



Şəkil 3. $-100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 550^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında formalaşan piklərə uyğun olan sahələrin enerji kinetikası

$5^{\circ}\text{C} \leq T \leq 14,2^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında formalaşan piki $7,9^{\circ}\text{C}$ olan effekt üçün sahənin enerjisi $47,23\text{mJ}$, entolpiyanın qiymətinin $4,925\text{ J/g}$ uyğun olması hesablanmışdır və istilik sel funksiyasının qiyməti dəyişməmişdir.

$15,2^{\circ}\text{C} \leq T \leq 31,3^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında formalaşan piki $20,8^{\circ}\text{C}$ olan effekt üçün sahənin enerjisi $9,56\text{mJ}$, entolpiyanın qiyməti $1,543\text{ J/g}$, istilik sel funksiyasının qiyməti $-0,12\text{ mWt/mg}$ -dan $-0,15\text{mWt/mg}$ -a qədər azalmışdır.

$54,7^{\circ}\text{C} \leq T \leq 82,3^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında formalaşan piki $67,3^{\circ}\text{C}$ olan effekt üçün sahənin enerjisi $408,14\text{ mJ}$, entolpiyanın qiyməti $51,09\text{ J/g}$, istilik sel funksiyasının qiyməti sabit olaraq qalmışdır. Göstərilən temperatur intervalında nano manqan ferrit birləşməsinin istilik selinin xətti azalması və mərkəzi pikləri kiçik dəyişmə ilə qeyd olunan effektlərin kristal quruluşda atomların istiliyin təsiri nəticəsində qəfəsdə rəqsi hərəkətin rezonans həddə çatması və nisbətən zəif rabitəli atomların qırılması ilə xarakterizə olunur.

kətin rezonans həddə çatması və nisbətən zəif rabitəli atomların qırılması ilə xarakterizə olunur.

NƏTİCƏ

Tədqiq olunan ferrit nanohissəcikli paylanmış hissəciklərin ölçüləri $13,3\text{ nm}$, qəfəs parametrlərinin qiyməti üçün $0,84577\text{ nm}$ olduğu müəyyən olunmuşdur. Termik analiz ilə $-100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 550^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında faza keçidinin baş verdiyi müəyyən olunub. DSC spektrində $-100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 550^{\circ}\text{C}$ temperatur intervalında nümunədə formalaşan piklərə uyğun effektlərin sahə enerjiləri $9,56\text{--}408,14\text{ mJ}$ intervalında, entolpiya $4,925\text{--}51,09\text{ J/g}$ olduğu müəyyən edilmişdir. Həmçinin istilik sel funksiyasının qiyməti $0,1\text{ mW/mg}$ -dən $-0,6\text{ mW/mg}$ qədər azaldığı eksperimental göstərilmişdir.

- [1] M.Y. Rafique, P. Li-Qing, Q. Javed, M.Z.Iqbal, Q. Hong-Mei, M.H. Farooq, G. Zhen-Gang and M. Tanveer. Chin. Phys. B, 22 (10), 2013, p. 107101-107107.
- [2] N.M. Deraz, A. Alarifi. Int. J. Electrochem. Sci., 7, 2012, p. 5534-5543.
- [3] D. Carta, M. F. Casula, P. Floris, A. Falqui, G. Mountjoy, A. Boni, C. Sangratoria and A. Corrias, Phys. Chem. Chem. Phys., 12, 2010, p. 5074-5083.
- [4] T. Zak, V. Cosovic, A. Cosovic, B. David, N.Talijan, D. Zivkovic, Sci. Sinter. 44, 2012, p. 103-112.
- [5] D. Shi, E. Sadat, A. Dunn, D. Mast. Nanoscale 7, 2015, p. 8209-8232.
- [6] D. Toghraie, S. Alempour, M. Afrand. J. Magn. Mater. 417, 2016, p. 243-248.
- [7] M. Snoeij, V. Schaffer, S. Udayashankar, M.Ivanov. IEEE J. Solid State Circuits vol. 51, 2016, p. 1684-1694.
- [8] J. Lenz, A. Edelstein. IEEE Sens. J. 2006, p. 631-649.
- [9] P. Ripka, M. Janošek. IEEE Sens. J. 2010, p. 1108-1116.
- [10] Y. Wang, J. Li, D. Viehland. Magnetoelectrics for magnetic sensor applications: Status, challenges and perspectives. Mater. Today 2014, p. 269-275.
- [11] L. Cheng, J. Han, L. Jin, Z. Guo, B. Guan. Opt. Express 2013, p. 30156-30162.
- [12] M. Yang, J. Dai, C. Zhou, J. Desheng. Opt. Express 17 (23), 2009, p. 20777-20782.
- [13] H. Liu, S. Or, H. Tam. Sens. Actuators A Phys. 173(1), 2012, p. 122-126.

- [14] *J. Chieh, S. Yang, H. Horng, C.-Y. Hong, H. Yang.* Appl. Phys. Lett. Volume 90, Issue number 13, 2007, p. 133505.
- [15] *H. Horng, C. Chen, K. Fang, S. Yang, J. Chieh, C.Y. Hong, H. Yan.* Appl. Phys. Lett. 85, 2004, p. 5592.
- [16] *E. Tagoudi, K. Milenko, S. Pissadakis, J. Lightw.* Technol. 2016, p. 5561–5565.
- [17] *A. Candiani, W. Margulis, C. Sterner, M. Konstantaki, S. Pissadakis.* Opt. Lett. 2011, p. 2548–2550.
- [18] *L. Chen, X. Huang, J. Zhu, G. Li, S. Lan.* Opt. Lett. 2011, p. 2761–2763.
- [19] *A.F. Gochuyeva.* Modern Physics Letters B, vol. 36, No. 2, 2022, p. 2150542.
- [20] *Matlab N. Mirzayev.* Modern Physics Letters B, 2020, p. 2050395.
- [21] *Matlab N Mirzayev, E. Popov, E. Demir, B.A.Abdurakhimov, D.M. Mirzayeva, V.A.Sukratov, A.K. Mutali, V.N. Tlep, S.Biira, M.Yu. Tashmetov, K. Olejniczak, O.Kristavchuk.* Journal of Alloys and Compounds, Volume 834, 5, September 2020, p. 155119.
- [22] *E.P. Popov, A.N. Chernikov, A.I. Beskrovnyi, J. Waliszewski, M.N. Mirzayev.* Journal of Physics: Conference Series 2020, p. 012054

A.F. Gochuyeva, F.F. Yahyayev

STRUCTURE AND THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF MANGANESE FERRITE NANOPARTICLES

The study examined the structure and thermophysical properties of a sample with a high degree of purity (nanopowder with true density 4.96 g/cm^3 , particle size 60 nm and a purity of 98.5%, SkySpring Nanomaterials, USA) over a wide temperature range. From the results of XRD diffraction, it was determined that the crystal phase of MnFe_2O_4 ferrite nanoparticles was completely obtained and the values of the lattice parameters were determined. As can be seen from the results of DSC analysis, the effects occurring up to a temperature range of 300°C clearly reflect the nature and amount of energy of the phase transitions that occur in the ferrite samples.

А.Ф. Гочуева, Ф.Ф. Яхьяев

СТРУКТУРА И ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОЧАСТИЦ ФЕРРИТА МАРГАНЦА

В исследовании изучали структуру и теплофизические свойства образца высокой степени чистоты (нанопорошок с истинной плотностью $4,96 \text{ г/см}^3$, размером частиц 60 нм и чистотой 98,5%, SkySpring Nanomaterials, США) в широком диапазоне температур. По результатам спектра рентгеновской дифракции (XRD) установлено, что кристаллическая фаза наночастиц феррита MnFe_2O_4 полностью получена, и определены значения параметров решетки. Как видно из результатов ДСК-анализа, эффекты, возникающие до интервала температур 300°C , четко отражают характер и величину энергии фазовых переходов, происходящих в образцах ферритов.