

Cu ƏVƏZLƏMƏLİ Ni-Zn FERRİTLƏRİNİN STRUKTUR XÜSUSİYYƏTLƏRİ

İ.F. YUSİBOVA

Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Fizika İnstitutu,
AZ 1143 Bakı, Azərbaycan

Bu məqalə keramika üsulu ilə kiçik konsentrasiyalı Cu əvəzləməli $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ferrit materiallarının sintezinə həsr olunub. Cu əvəzləməsinin $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ -ferritin mikrostrukturuna təsiri müxtəlif eksperimentlərlə tədqiq edilmişdir. Sintez olunmuş $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$) - ferrit nümunələrinin rentgen faza analizi səthə mərkəzləşmiş bir fazalı kubik strukturun formalaşmasını təsdiq edir. Müşahidə olunan bütün maksimumlar $Fd\bar{3}m-O_h^7$ fəza simmetriya quruluşuna malik şpinel strukturlu ferritlərin rentgen spektrlərinə xarakterikdir. $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ferritlərinin qəfəs parametrləri hesablanmış və müəyyən olunmuşdur ki, Cu^{2+} ionunun konsentrasiyasının artması qəfəs parametrlərinin 8.3963 Å-dən 8.3425 Å qədər azalmasına səbəb olur.

$Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$) ferritlərinin 4000-400 sm^{-1} spektral diapazonda diffuz əks olunmasının infraqırmızı spektrləri tədqiq edilmiş və şpinel ferritlərə xas olan hər iki udulma zolağı: 604-542 sm^{-1} və 463-416 sm^{-1} müşahidə edilir.

Açar sözlər: ferrit, termik metod, rentgenfaza, İQ spektroskopiya, altqəfəs.

PACS: 41.20Gz;42.72Ai

1. GİRİŞ.

Geniş praktik əhəmiyyətə malik olan şpinel quruluşlu ferrit materialların öyrənilməsinə maraq keçən əsrdən başlamışdır və hazırda da müasir texnologiyada tətbiqinin günbəgün artması hesabına aktual olaraq qalmaqdadır. Ferritlər həm tətbiqi, həm də nəzəri cəhətdən vacib materiallardır. Bu materialların yüksək xüsusi müqavimətə malik olması, bu materialların yüksək tezliklərdə tətbiqinə imkan verir [1]. Eyni zamanda, ferritlərin yüksək istiliyə və korroziyaya davamlılığı materialların əhəmiyyətli olmasını təmin edir [6]. Texnologiyanın inkişaf etdiyi bir dövrdə bu tip maqnit materiallarına tələbat artmaqdadır.

Yumşaq maqnit materiallarından xüsusi maqnit xassələrinə və geniş tezlik diapazonunda yüksək elektrik müqavimətinə malik polikristal ferritlər xüsusi yer tutur. Yüksək maqnit nüfuzluğuna və kiçik maqnit itkisinə malik şpinel tipli ferritlər bir çox elektrik və maqnit qurğularında tətbiq olunurlar. Demək olar ki, hal-hazırda istehsal olunan elektrik cihazlarının hər bir elementində ferrit materiallardan istifadə olunur.

Ferritlərin xüsusiyyətləri bir neçə faktordan asılıdır: tərkibindən, hazırlanma qaydasından, temperaturdan, müxtəlif kationlarla aşqarlamadan, dənəciyin ölçüsündən və yerləşməsindən və s.

Ferromaqnetiklərin əsas qrupunu təşkil edən ferritlər MFe_2O_4 ümumi formuluna malikdirlər burada M - Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} və Cd^{2+} kimi iki valentli metal ionudur. Şpinel tipli qəfəs düyünlərində oksigen anion (O^{2-}) yerləşmiş səthə mərkəzləşmiş kubik qəfəsdədir. Düyünlər arasında iki növ alt qəfəs yaranır: Tetraedrik A- alt qəfəsdə Me^{2+} ionu, oktaedrik B- alt qəfəsində Fe^{3+} kationu yerləşir. Bir şpinel qəfəsi 32 oksigen ionu və 24 metal ionundan ibarətdir. Quruluşuna görə şpinelləri 3 qrupa bölürlər: normal, çevrilmiş və qarışıq.

$ZnFe_2O_4$ -ferritini normal şpinelə nümunə göstərmək olar. Çevrilmiş şpinellərdə Me^{2+} -ionu B alt qəfəsində Fe^{3+} -ionu isə A və B alt qəfəslərində yerləşir və $Fe^{3+}[Me^{2+}Fe^{3+}]O_4^{2-}$ formuluna malik olur. Çevrilmiş şpinellərə nümunə olaraq $NiFe_2O_4$, $CoFe_2O_4$ göstərmək olar. Qarışıq tipli şpinellərdə isə Me^{2+} və Fe^{3+}

ionlar hər iki alt qəfəsdə yerləşir. Bu halda şpinelin ümumi formulu $Me_xFe_{1-x}[Me_{1-x}Fe_{1+x}]O_4$ şəklində olur. Burada x- çevrilmənin ölçüsüdür.

2. NÜMUNƏLƏRİN HAZIRLANMASI.

Ferrit materiallarının xüsusiyyətləri onun kimyəvi tərkibindən və sintez üsulundan asılıdır. Hər bir ferrit üçün, tələb olunan xüsusiyyətləri nəzərə alaraq, uyğun texnoloji üsul işlənməlidir.

Ferritlərin sintez texnologiyası haqqında məlumat [1] işində dərc edilmişdir. Oksid əsaslı ferrit materiallarının sintezi üçün əksər hallarda 3 üsuldan istifadə olunur: oksidlərin qarışdırılması (xammal kimi müvafiq metal oksidlərindən istifadə olunur), duz məhlullarının termiki parçalanması (xammal kimi müvafiq duzlardan istifadə olunur), hidroksil və ya karbonat duzlarının birgə çökdürülməsi üsulu (xammal kimi müvafiq hidroksid və ya duzlardan istifadə olunur). Həmçinin, bu üsulların kombinasiyasından da istifadə olunur.

Məlumdur ki, yüksək temperaturda bərk faza halında, metal oksidi qarışıqlarında, diffuziya reaksiyası nəticəsində kubik strukturlu ferritlər yaranır. Bərk fazada olan metal oksid qarışıqları arasında diffuziya reaksiyasının tam baş verməsi üçün komponentlərin kimyəvi aktivliyi, hissəciklərin ölçüləri və homogenliyi təmin olunmalıdır. Ferritlərin xassələrinə sintez prosesində istifadə olunan xammalın təmizliyi, həmçinin qarışıqın hazırlanma prosesində çirklənməsi də təsir edir [1].

Bildiyimiz kimi, ferrit materiallarının hazırlanma temperaturu nümunənin kimyəvi tərkibindən, elektromaqnit xüsusiyyətləri isə nümunənin mikrostrukturundan və sıxlığından asılıdır. Tərkib komponentlərinin əlavəsi və ya əvəzlənməsi alınacaq nümunənin elektromaqnit xassələrinin artmasına yönəlidir.

Ferritlərə Cu ionunun əlavəsi daha aşağı temperaturlarda kompozit almağa imkan verir, ancaq Cu ionu nümunələrin xüsusi müqavimətini aşağı salır ki, bu da onların yüksək tezliklərdə istifadəsi üçün əlverişsizdir. Ona görə də, biz lazım olan xüsusiyyətlərə malik material hazırlamaq üçün, Ni, Zn və Cu-un miqdarı nisbətini, onların məxsusi xüsusiyyətlərini nəzərə almaq lazımdır. Təmiz və keyfiyyətli ferrit materialı almağın ən

geniş yayılmış sintez üsulu yüksək temperaturlu “keramika” üsuludur. Bu üsulun mənfəi cəhəti prosesin yüksək temperaturda (1200°C-dən yuxarı) gətməsidir ki, bu da ferrit zərrəciklərinin ölçüsünün böyüməsinə və məqnit xassələrinin zəifləməsinə səbəb olur. Ni-Zn ferritlərinin sintez temperaturunu aşağı salmaq üçün müxtəlif üsullardan istifadə olunur [1,6]. Buna sinezdə istifadə olunan materialın əzilməsi, öncədən tablaşdırılması və müxtəlif əlavələrin edilməsi misal göstərmək olar. [6, 7] işində göstərilmişdir ki, Ni-Zn ferritlərinə Cu əlavə etməklə aşağı temperaturda şpinel quruluşlu materiallar ala bilərik.

$Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) nanotozları yüksək temperaturlu sintez metodu ilə əldə edilmişdir. Müvafiq metal oksidlərin ZnO, NiO, CuO, Fe_2O_3 (bütün hallarda 99% təmiz) tərkibə uyğun stexiometrik miqdarları xammal kimi istifadə olunmuşdur. Proses bir neçə mərhələdə aparılmışdır. İlk olaraq müvafiq metal oksidləri aqat dəyirmanında əzilərək qarışdırılmış, süzəgəcdən keçirilmiş 900°C-də 3 saat müddətində bişirilmiş, daha sonra qarışıq yenidən dəyirman vasitəsi ilə əzilmiş, süzəgəcdən keçirilərək həb şəklində preslənilib, 950°C-də altı saat müddətində tablandırılmışdır. Sonra yenidən üyüdülərək toz halına salınmışdır.

Sintez olunmuş ferrit tozlarının keyfiyyəti XRDD8 ADVANCE (Bruker, Germany) rentgen difraktometri ilə qiymətləndirilmişdir. Difraksiya mənzərəsi $CuK\alpha$ ($\lambda=1.54060\text{Å}$) şüalanmalı monoxromatorla skan rejimində qeyd olunmuşdu. Kristalın ölçüləri tozların rentgen difraksiya piklərinin eninə uyğun olaraq Şerrer formuluna əsasən hesablanmışdır ($d=\kappa\lambda/\beta\cos\theta$). [2,5]

$Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferrit tozlarının infraqırmızı spektrləri vakuum kamerasında standart spektral ayırdetməsi 0.5sm^{-1}

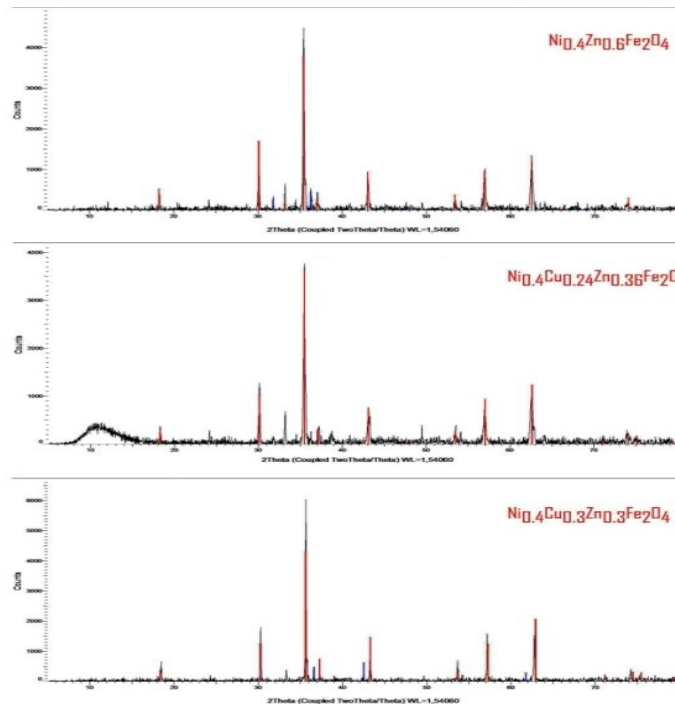
olan $4000-400\text{ sm}^{-1}$ spektral diapazonunda, Easi DiffTMM diffuz əksətmə əlavəli (PIKET Technologies, USA) infraqırmızı Furey Vertex70 spektrometrində (Bruker, Germany) tədqiq olunmuşdur [11, 12].

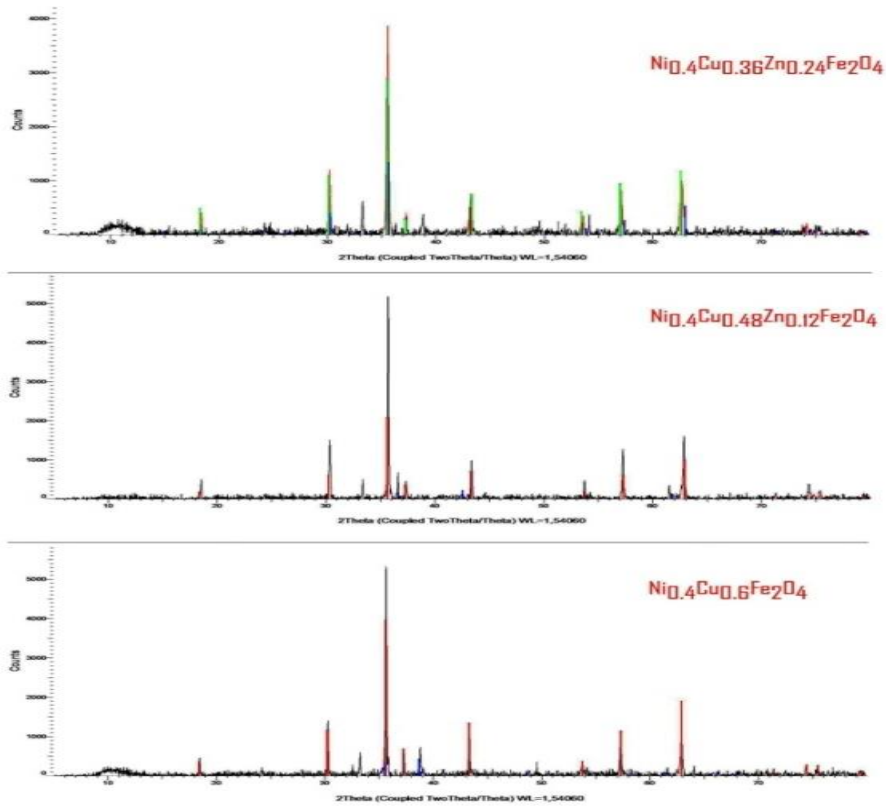
3. ALINMIŞ NƏTİCƏLƏRİN MÜZAKİRƏSİ.

$Ni_{0.4}Cu_xZn_{0.6-x}Fe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferrit tozlarının rentgen difraksiya spektri şəkil 1-də göstərilmişdir. Kubik şpinel quruluşu xas olan (111), (220), (311), (222), (400), (422), (511) və (440) maksimumları tədqiq olunan ferrit nümunələrinin hər birində müşahidə olunmuşdur. Bu isə $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferritlərinin $Fd\bar{3}m-O_h^7$ fəza simmetriya quruluşlu şpinel ferritlər olmasını göstərdi. Ən güclü əksəlmə maksimumu (311) müstəvisində qeydə alınmışdır [4, 5, 7].

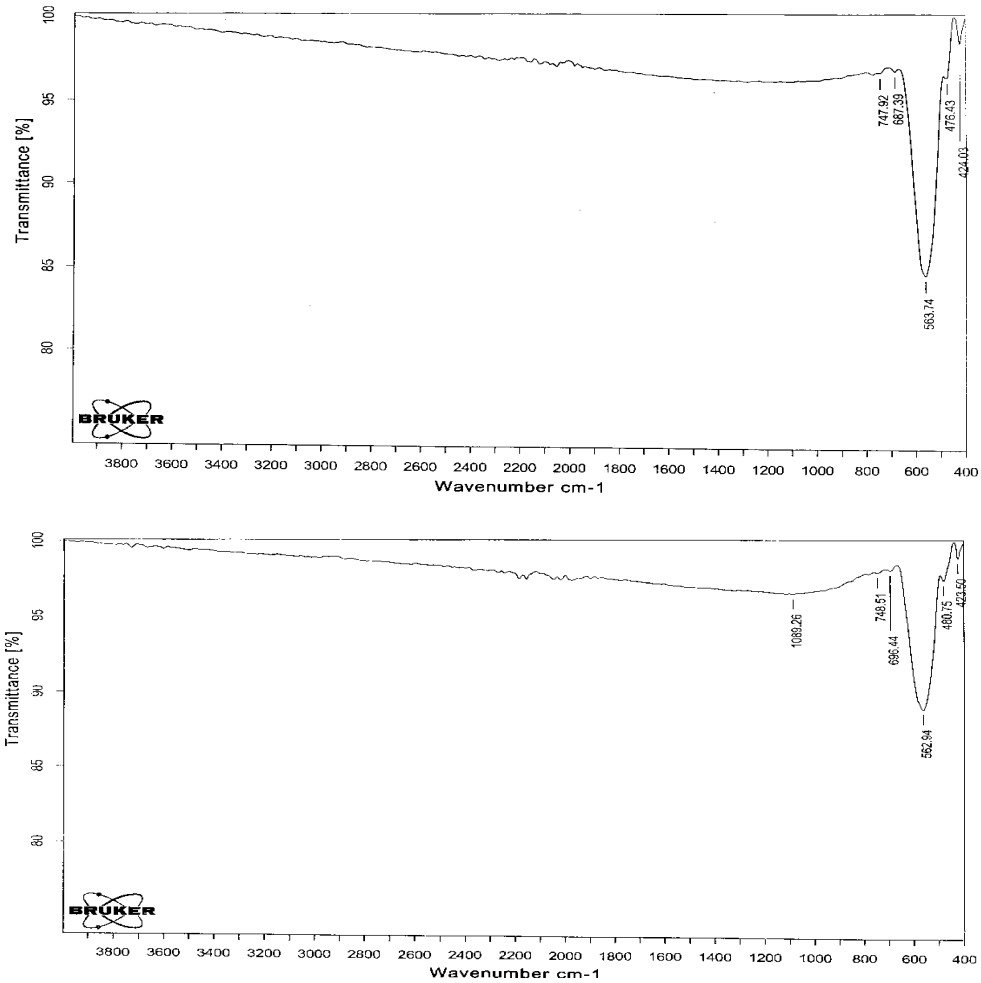
Məlumdur ki, ferritlərin keramika üsulu ilə sintezi əsasən yüksək temperaturlarda mümkün olur. Bizim işdə $Ni_{0.4}Cu_xZn_{0.6-x}Fe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferrit nümunələri 950°C temperaturunda həyata keçirilmişdir. Qeyd edək ki, Ni-Zn ferritlərinə CuO əlavə etdikdə Cu ionların diffuziyasının artmasına və bişirilmə prosesində bərk faza reaksiyasını sürətləndirərək dənəciklərin böyüməsinə səbəb olur [4,6].

Qəfəs parametri (a_0) "d"-nin qiymətinə və buna uyğun (hkl) indekslərinin köməyi ilə hesablanır. Hesablamalar nəticəsində aşkar olunur ki, Cu^{2+} -in konsentrasiyası artdıqca $Ni_{0.4}Cu_xZn_{0.6-x}Fe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferrit tozlarının qəfəs parametri azalır. Bunun izahını Zn^{2+} ($0,82\text{Å}$) əvəz edən Cu^{2+} ($0,72\text{Å}$) ion radiuslarının müqayisəsindən görmək olar [3,5]. Bu da, öz növbəsində, ədəbiyyatdakı digər nəticələrə uyğundur [6].

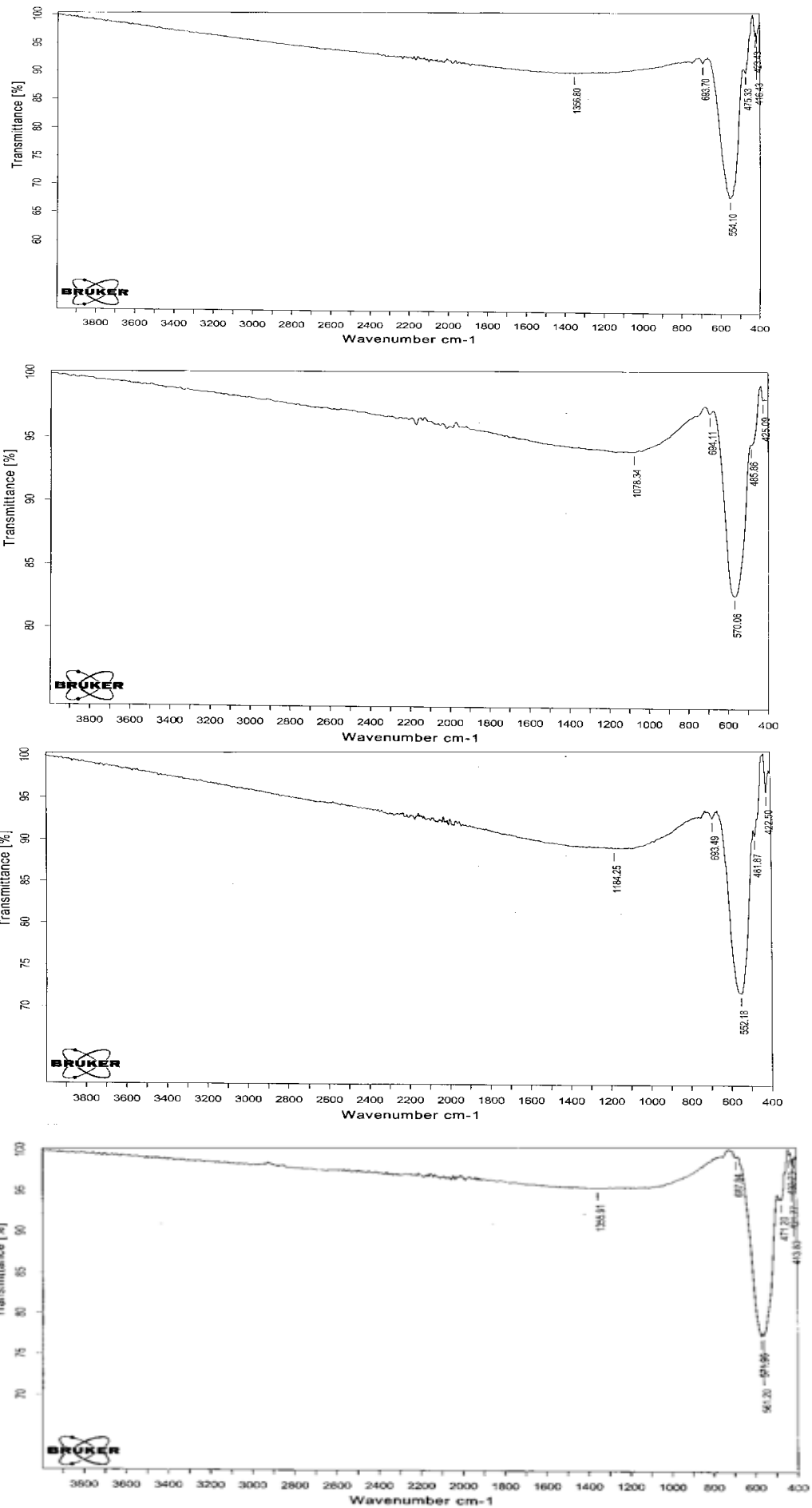


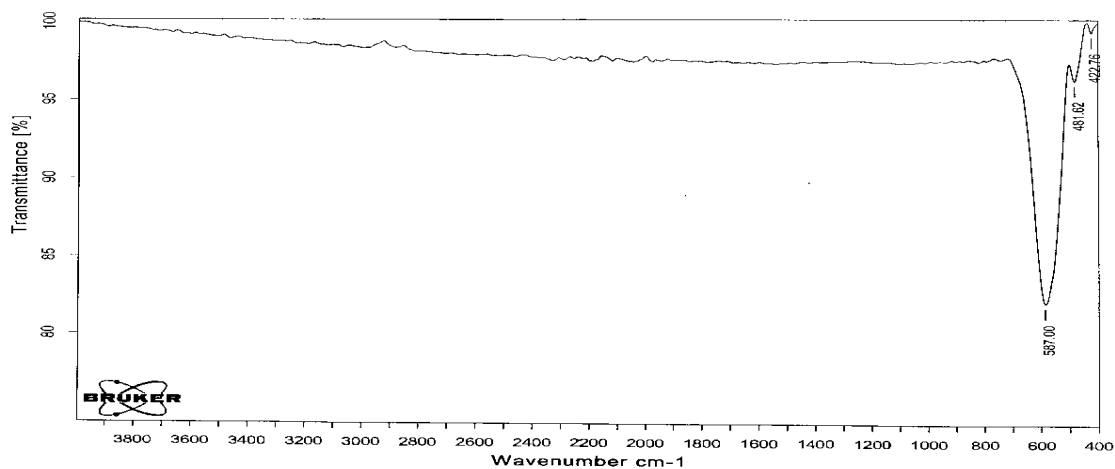
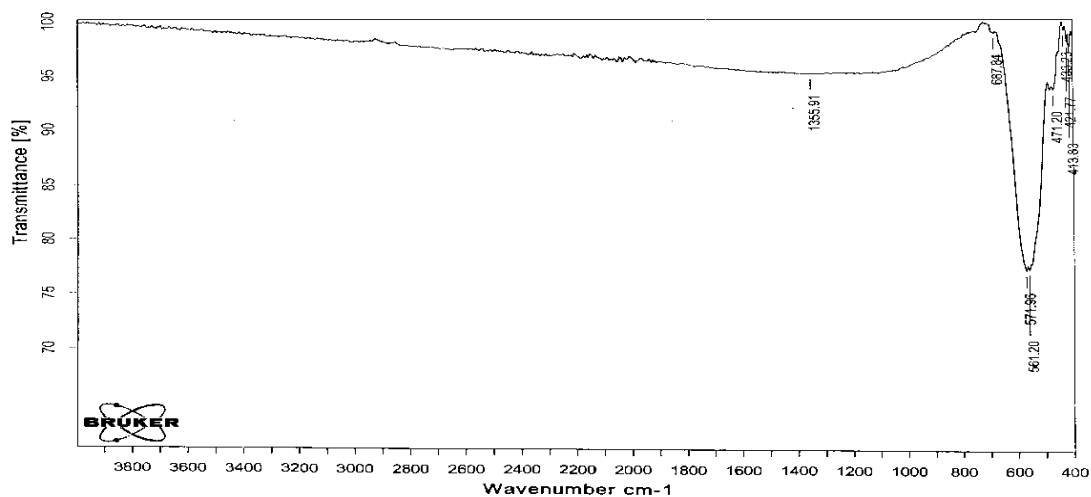


Şəkil 1. $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferrit tozlarının rentgen difraksiya spekterləri.



Cu ƏVƏZLƏMƏLİ Ni-Zn FERRİTLƏRİNİN STRUKTUR XÜSUSİYYƏTLƏRİ





Şəkil 2. 4000-400 sm^{-1} diapazonunda $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.6-x}\text{Cu}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferritlərinin diffuz əksölünmə spektirləri.

Cədvəl 1.

Infraqırmızı spektrdə 50 sm^{-1} - 700 sm^{-1} aralığında $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.6-x}\text{Cu}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ fononların tezlikləri								
	[8]	Təcrübə						
X	0	0	0.12	0.24	0.3	0.36	0.48	0.6
F_{1u}^1	584	563	562.94	554	570	552.18	571.96	587
	-						561.20	
	522							
	512							
	508							
	497	476	480	475.33	485.86	481.87	471.20	481.62
	437						433.23	
	-							
F_{1u}^2	426	424.03	423	423.43	425.09	422.50	421.77	422.76
	401			416.43			413.83	
	389							
	363							
	346							
	304							
	270							
F_{1u}^3	-	-	-	-	-	-	-	-
	204							
	171							
	95							
	89							
	84							
	71							

Məlumdur ki, $Fd\bar{3}m$ fəza simmetriya quruluşlu şpinel ferritlərin İQ-spektrlərində tetraedrik və oktaedrik alt qəfəslərinin metal ionlarının M-O əlaqəsinə uyğun iki əsas udulma zolağı müşahidə olunmalıdır. Şəkil 2-də $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) tozlarının İQ spektrləri verilmişdir. Şəkildən də göründüyü kimi, bu nümunələrin İQ spektrlərdə şpinel ferritlərə xas olan hər iki udulma zolağı: $604-542\text{cm}^{-1}$ və $463-416\text{cm}^{-1}$ müşahidə edilir. [9, 11, 12] İQ spektrlərdən əldə olunmuş maksimumların qiymətləri (vəziyyətləri) [8] işinin nəticələri ilə müqayisə olunmuş və cədvəl 1-də göstərilmişdir. Gələcək işlərimizdə bu spektrlərin geniş şəkildə interpretasiyası veriləcəkdir.

4. NƏTİCƏ

Ferritlərinin rentgen fəza analizində müşahidə olunan bütün maksimumlar $Fd\bar{3}m-O_h^7$ fəza simmetriya quruluşuna malik şpinel strukturlu ferritlərin rentgen spektrlərinə xarakterikdir. $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0, 0.12, 0.24, 0.3, 0.36, 0.42, 0.6$) ferritlərində Cu^{2+} ionunun konsentrasiyasının artması qəfəs parametrinin 8.3963 Å -dən 8.3425 Å qədər azalmasına gətirib çıxarır. Həmçinin, nümunələrin $4000-400\text{ cm}^{-1}$ spektral diapazonunda diffuz əksolunmasının infraqırmızı spektrləri tədqiq edilmişdir.

Bu iş Qrant №EİF-BGM-3-BRFTF-2⁺/2017-15/04/1-M-02 Azərbaycan Respublikası Prezidenti yanında Elmin İnkişafı Fondunun maliyyə dəstəyi ilə həyata keçirilmişdir.

- | | |
|--|--|
| <p>[1] <i>H.H. Шольц, К.А. Пускарев.</i> Ферриты для радиочастот, Москва 1966, 131с.</p> <p>[2] <i>M. Usakova, J. Lukac, R. Dosoudil, V. Jancarik, A. Gruskova, E. Usak, J. Slama, J. Subrt.</i> J. Mater Sci:Mater Electron. 2007,18: p.1183-1189.</p> <p>[3] <i>A.S. Padampalle, A.D. Suryawanshi, D.D. Suryawanshi, S.S. Patil and S.K. Gurav.</i> 2018: Special Issue A2:168-171.</p> <p>[4] <i>E.B. Гортер.</i> УФН, т.LVII, вып. 2, 1955, с.279-346</p> <p>[5] <i>Ş.N. Əliyeva.</i> Azerbaijan Journal of Physics, vol. XVII, N 1, Section: Az, March, 2011</p> <p>[6] <i>M.F. Huq, D.K. Saha, R. Ahmed and Z.H. Mahmood.</i> Ni-Cu-Zn Ferrite Research:A Brief Review. J. Sci. Res., 2013, 5(2), 215-233.</p> | <p>[7] <i>S. Akhter, D.R. Paul, Md.A. Hakim, D. Kumar Saha, Al-Mamun Md., A. Parveen.</i> Materials Sciences and Applications, 2011, 2, 1675-1681.</p> <p>[8] <i>S.N. Aliyeva, A.M. Kerimova, R.B. Abdullayev, T.R. Mehdiyev.</i> Physics of the Solid States 2017, v. 59, İSSUE 3, p. 543-549.</p> <p>[9] <i>Ш.Н. Алиев, А.М. Керимова, Р.Б. Абдуллаев, Т.Р. Мехмиев.</i> ФТТ, т.59 вып. 3, с. 528-533.</p> <p>[10] <i>M. Molaahmadi1, S. Baghshahi1, A. Ghasemi.</i> J Mater Sci: Mater Electron 27, 2016, p.11447-11456.</p> <p>[11] <i>R.D. Waldron.</i> Phys. Rev., 1955, 99, 1727.</p> <p>[12] <i>Abdelmajid Lassoued, Mohamed Ben hassine, Fabienne Karolak, Brahim Dkhil, Salah Ammar, Abdellatif Gadri.</i> Journal of Materials Science Materials in Electronics. September 2017</p> |
|--|--|

I.F.Yusibova

THE STRUCTURAL PROPERTIES OF Ni-Zn FERRITES DOPED BY Cu

The article is dedicated to the synthesis of $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ferrite materials with low-concentration substitution of Cu using ceramic technology. The influence of Cu substitution on $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ferrite microstructure is investigated by diferent experiments. The roentgen-phase analysis of $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$) synthesized ferrite samples confirms the formation of face-centered single-phase cubic structure. All observable maxima are character for roentgen spectra of spinel ferrites of the structure with phase symmetry $Fd\bar{3}m-O_h^7$. The lattice parameters of $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ferrites are calculated and it is defined that increase of Cu^{2+} ion concentration leads to decrease of lattice parameter from 8.3963 Å up to 8.3425 Å .

The IR spectra of $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$) ferrite diffuse reflection in spectral range $4000-400\text{ cm}^{-1}$ are investigated and two absorption bands character for spinel ferrites $604-542\text{cm}^{-1}$ and $463-416\text{cm}^{-1}$ are observed.

И.Ф. Юсибова

СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА ЛЕГИРОВАННЫХ Cu ФЕРРИТОВ Ni-Zn

Статья посвящена синтезу $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ферритных материалов с малым концентрационным замещением Cu посредством керамической технологии. Влияние замещения Cu на микроструктуру $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ферритов было исследовано с различными экспериментами. Рентгенофазовый анализ синтезированных $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$)-ферритовых образцов подтверждает формирование гранецентрированной однофазной кубической структуры. Все наблюдаемые максимумы характерны для рентгеновских спектров шпинельных ферритов структуры с фазовой симметрией $Fd\bar{3}m-O_h^7$. Рассчитаны параметры решетки $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ -ферритов и определено, что увеличение концентрации иона Cu^{2+} приводит к уменьшению параметра решетки с 8.3963 Å до 8.3425 Å .

Исследованы ИК-спектры диффузного отражения ферритов $Ni_{0.4}Zn_{0.6-x}Cu_xFe_2O_4$ ($x=0-0.6$) в диапазоне $4000-400\text{ см}^{-1}$ и наблюдаются две полосы поглощения характерные для шпинельных ферритов : $604-542\text{cm}^{-1}$ и $463-416\text{cm}^{-1}$.

Qəbul olunma tarixi: 23.09.2020