

بررسی تأثیر دمای پخت بر ویژگی‌های مغناطیسی و ساختاری نانوذرات فریت اسپینلی سرب (PbFe_2O_4)

زینب شریفی*، سید ابراهیم موسوی قهفرخی، مرتضی زرگر شوشتری

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران، اهواز، ایران

چکیده

در این کار نانوذرات فریت اسپینلی سرب (PbFe_2O_4) به روش سل_ژل تهیه گردید. نخست ژلی از نیترات‌های فلزی با نسبت‌های مولی معین تهیه و سپس تأثیر دمای پخت بر ویژگی‌های مغناطیسی و ساختاری فریت اسپینلی سرب مورد بررسی قرار گرفت. بازه دمای پخت نانوذرات ساخته‌شده با آنالیز گرمایی (TG/DTA) مشخص گردید. ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی نمونه‌ها با پراش سنجی پرتوی ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، اسپکتروفوتومتری تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) و مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) مشخصه‌یابی شد. الگوهای پراش پرتوی ایکس نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دمای پخت درصد فاز اسپینلی فریت سرب افزایش و درصد ناخالصی‌ها همانند اکسید سرب و هماتیت کاهش یافته است. نتایج بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی نشان داد که ذرات، نانو بوده اما به هم چسبیده‌اند. همچنین مرز میان نانوذرات با افزایش دما مشخص‌تر و اندازه آن‌ها افزایش می‌یابد. منحنی پسماند نمونه‌ها نشان داد که با افزایش دما میدان وادارندگی افزایش می‌یابد. اسپکتروفوتومتری تبدیل فوریه فروسرخ گرفته شده از نمونه‌های پخته‌شده در دماهای ۶۵۰ و ۷۰۰°C ساختار اسپینلی در نمونه‌ها را تأیید می‌کند.

کلیدواژگان: فریت اسپینلی سرب، سل_ژل، ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی.

مقدمه

است [۱-۲]. این مواد ساختاری شبیه به کانی اسپینل با فرمول شیمیایی $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ دارند [۳]. ترکیب شیمیایی فریت‌های اسپینلی به صورت MFe_2O_4 می‌باشد که در آن M می‌تواند یک فلز دو ظرفیتی از قبیل (Ni, Cu, Zn, Pb) باشد [۱]. یاخته قراردادی ساختار اسپینلی از هشت واحد فرمولی MFe_2O_4 تشکیل شده است و دارای فرمول $\text{M}_8\text{Fe}_{16}\text{O}_{32}$ است. در این ساختار یون‌های اکسیژن یک ساختار fcc به‌وجود آورده و کاتیون‌های M و Fe به‌صورت میان‌نشینی در دو زیر شبکه چهاروجهی و هشت وجهی قرار می‌گیرند [۴،۵]. در جایگاه‌های چهار وجهی، یون‌های فلزی توسط چهار یون اکسیژن دوره می‌شود

فریت‌ها نمونه بارزی از مواد فری‌مغناطیس هستند. فریت‌های اسپینلی بیش از ۶۰ سال است که هم از دیدگاه فن‌آوری و هم از دیدگاه علمی مورد مطالعه قرار گرفته‌اند [۱]. این فریت‌ها به آسانی مغناطیده و نامغناطیده می‌شوند. داشتن ویژگی‌های بارزی هم‌چون مقاومت الکتریکی بسیار بالا، تلفات رسانشی ناچیز و تراوایی مغناطیسی بالا، این مواد را نامزدهای بسیار مناسبی جهت استفاده در کاربردهایی مانند الکترونیک، پزشکی، ارتباطات ماکروویو، ذخیره و بازیابی سریع اطلاعات، حسگرها، تحویل هدفمند دارو و... قرار داده

نام ماده	فرمول شیمیایی	جرم مولی (g/mol)
نیتрат آهن	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	۴۰۳٫۹۹
نیترات سرب	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	۳۳۱٫۲
اسید سیتریک	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	۱۹۲٫۱۲
آمونیاک	NH_3	۱۷٫۰۱

جدول ۱. مواد شیمیایی مورد نیاز برای ساخت نانوذرات فریت اسپینلی سرب.

تهیه نانوذرات فریت اسپینلی سرب

ابتدا نیترات آهن ۹ آبه $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ و نیترات سرب $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ با درجه خلوص ۹۹٫۹ درصد شرکت مرک آلمان با نسبت مولی ۲ به ۱ در ۱۵۰ میلی‌لیتر آب یونیزه شده حل گردید و سپس اسیدسیتریک با نسبت مولی ۱:۱ نسبت به یون Pb^{+2} به محلول واقع بر روی هم‌زن مغناطیسی که در حمام آب در دمای 80°C قرار دارد، اضافه گردید. با اضافه کردن تدریجی آمونیاک pH محلول به ۷ رسانیده شد. فرآیند هم‌زدن در دمای 80°C تا تبدیل محلول به ژل قهوه‌ای رنگ با چسبندگی بالا ادامه یافت. ژل به دست آمده به مدت ۷۲ ساعت در آون الکتریکی قرار داده شد تا خشک شود. این ژل پس از آسیاب شدن به صورت پودر یکنواخت در آمد که این پودر در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۵۵۰، ۶۰۰، ۶۵۰ و 700°C به مدت ۳ ساعت پخته شد. برای شناسایی فاز نمونه‌ها از دستگاه XRD مدل pw-۱۸۴۰ ساخت شرکت فیلیپس، با آند CuK α و طول موج ($\lambda=1,06750 \text{ \AA}$) واقع در گروه فیزیک دانشگاه شهید چمران استفاده گردید. بررسی ریزساختار، مورفولوژی و اندازه متوسط نانوذرات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی

و خطوط واصل میان مراکز یون فلز و اکسیژن‌ها، یک چهاروجهی را تشکیل می‌دهد. در جایگاه‌های هشت وجهی، یون فلزی توسط شش یون اکسیژن دوره شده است و خطوط اتصال میان مراکز یون‌های فلزی و اکسیژن‌ها یک هشت وجهی را تشکیل می‌دهد.

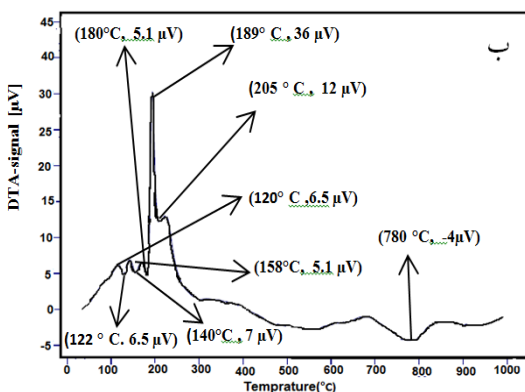
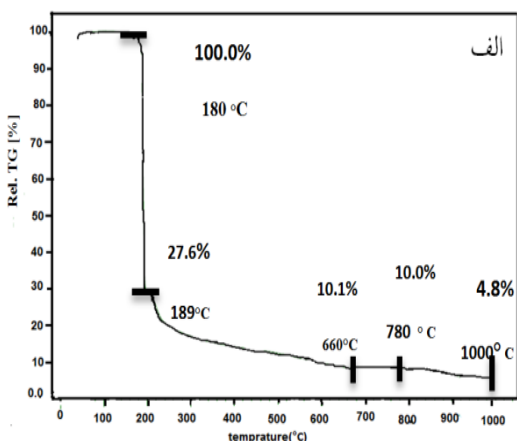
در سال‌های اخیر با پیشرفت فن‌آوری نانو و توانایی این فن‌آوری در ابداع ابزار و دستگاه‌های نوین، محققان دریافته‌اند که ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی مواد درحالت توده‌ای متفاوت از ویژگی‌های آن‌ها در مقیاس کوچک است [۶]. در اینجا به ساخت برخی از نمونه‌های توده‌ای آنها اشاره می‌شود: فریت کبالت به‌روش‌های تر و سرامیکی [۷] فریت روی به‌روش حالت جامد [۸] فریت مس به‌روش‌های حالت جامد و شیمیایی تر [۹]. پس از ابداع فن‌آوری نانو، نمونه نانوذره این‌گونه فریت‌ها به‌روش‌های متعددی ساخته شد که از جمله آنها می‌توان به مواردی چون: نانوذرات فریت اسپینلی نیکل به‌روش هم‌رسوبی [۱۰]، مکانوشیمیایی [۱۱]، خود احتراقی [۱۲]، سل-ژل [۱۳]، سل-ژل خود احتراقی [۱۴] و همچنین فریت اسپینلی مس به‌روش گرمایی [۱۵]، هم‌رسوبی [۱۶] و فریت اسپینلی روی به‌روش احتراقی [۱۷] و گرمایی [۱۸] اشاره کرد. نانوذره فریت اسپینلی سرب در خارج از ایران به‌روش خوداحتراقی [۱۹] ساخته شده است. از میان روش‌های ساخت نانوذرات روش سل-ژل به‌دلیل داشتن دلیل خلوص نسبتاً بالا، همگنی مناسب و کنترل اندازه ذرات در این تحقیق مورد توجه قرار گرفته است [۱۳].

کارهای آزمایشگاهی

مواد شیمیایی مورد نیاز برای ساخت نانوذرات فریت اسپینلی سرب در جدول ۱ نشان داده شده است.

تشکیل فاز هماتیت و اکسید سرب و همچنین شروع تشکیل $PbFe_2O_4$ می‌شود و قله واقع در $780^\circ C$ مربوط به خروج عناصری همانند سرب و اکسیژن از سیستم، به‌هم خوردن ضرایب استوکیومتری و کاهش درصد فاز فریت اسپینلی است. چهار قله گرمای 120 ، 140 ، 162 و $189^\circ C$ مربوط به تجزیه اسید و سوختن نیترات‌ها است. قله گرمای $212^\circ C$ مربوط به تشکیل فاز هماتیت، اکسید سرب و $PbFe_2O_4$ است [۲۰].

شکل ۲ الگوهای پراش پرتوی ایکس نمونه‌های ساخته‌شده در دماهای گوناگون را نشان می‌دهد. برای فازبندی نمونه‌ها آنالیز پرتوی ایکس و نرم افزار «X'Pert HighScore» به‌کار گرفته شد و نتایج نشان می‌دهد که نمونه‌ها با کارت استاندارد 00-004-0705 JCPDS هم‌خوانی دارد. نتایج به‌دست آمده از آنالیز پرتوی ایکس هم‌چنین نشان می‌دهد که با افزایش دما درصد فازهای هماتیت و اکسید سرب کمتر و درصد فاز اسپینلی سرب بیشتر می‌شود. جدول ۲ درصد تشکیل فاز را در نمونه‌های پخته شده نشان می‌دهد



(FESEM) انجام گرفت. منحنی پسماند نمونه‌ها با استفاده از مغناطوسنج ارتعاشی (VSM) تهیه و خواص مغناطیسی از قبیل مغناطش اشباع (Ms)، پسماند مغناطیسی (M_r) و وادارندگی مغناطیسی (H_c) با استفاده از منحنی پسماند محاسبه گردید.

نتایج و بحث

شکل الف منحنی TGA ژل خشک را نشان می‌دهد. در این شکل دیده می‌شود که از دمای $30^\circ C$ تا حدود $180^\circ C$ تغییر جرم خاصی پیش نمی‌آید. اولین مرحله کاهش وزن در گستره دمایی $180^\circ C$ تا $200^\circ C$ رخ می‌دهد که بیشتر برآمده از سوختن اسید سیتریک و تجزیه کامل نیترات‌ها و ترکیب‌های آلی موجود در نمونه است. دومین مرحله کاهش وزن در گستره دمایی $200^\circ C$ تا $660^\circ C$ به‌علت تشکیل فاز هماتیت، اکسید سرب و فریت اسپینلی سرب است. در بازه دمایی $660^\circ C$ تا $750^\circ C$ وزن تقریباً ثابت مانده و کاهش وزنی مشاهده نمی‌شود. به‌نظر می‌رسد که در این بازه بیشترین فاز فریت اسپینلی سرب در حال تشکیل است که با نتایج حاصل از (XRD) که در مبحث بعدی به آن پرداخته می‌شود مطابقت دارد. از دمای $780^\circ C$ تا $1000^\circ C$ کاهش تدریجی وزن بسیار کمی مشاهده می‌شود. به‌نظر می‌رسد که علت این کاهش تدریجی وزن، خروج عناصری همانند سرب و اکسیژن از سیستم و به‌هم خوردن ضرایب استوکیومتری باشد [۲۰]. در شکل ۱ ب منحنی DTA دارای ۵ قله گرماگیر پیرامون 122 ، 140 ، 158 ، 180 ، 189 و $780^\circ C$ و پنج قله گرمای در پیرامون 120 ، 140 ، 162 ، 189 ، 212 و $212^\circ C$ است. دو قله گرماگیر اول در پیرامون $122^\circ C$ و $140^\circ C$ به‌علت تبخیر آب باقی‌مانده است. قله گرماگیر سوم در پیرامون $180^\circ C$ به تجزیه گرمایی اسید سیتریک و نیترات‌ها و ترکیب‌های آلی مربوط می‌شود. قله گرماگیر چهارم در $205^\circ C$ مربوط به واکنش گرمایی است که باعث

پرتوی ایکس (d_{Xray}) در دماهای گوناگون را نشان می‌دهد. میانگین اندازه تقریبی بلورک‌ها با رابطه شرر و از روی پهنای قله پراش در نیم بیشینه شدت، به صورت زیر برآورد شد:

$$L = K\lambda / \beta \cos\Theta \quad ۱$$

که در آن L میانگین اندازه بلورک‌ها، β پهنای قله در نیم بیشینه ارتفاع، λ طول موج پرتوی X و K عدد ثابتی (۰٫۸۹) است. با توجه به اینکه ساختار این فریت مکعبی است، می‌توان ثابت شبکه را با رابطه ۲ و قله پراش صفحات به دست آورد:

$$a = d_{hkl} (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad ۲$$

d فاصله میان صفحات و (hkl) قله پراش صفحات است، چگالی نمونه‌ها با داده‌های پرتوی X (d_{Xray}) از رابطه ۳ به دست می‌آید:

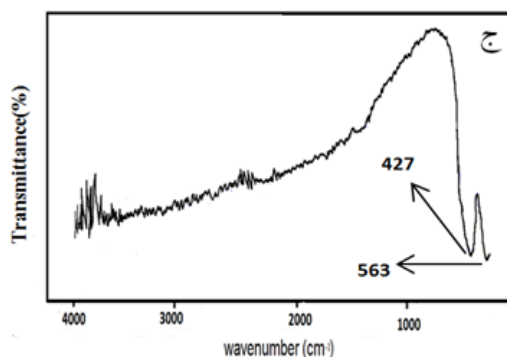
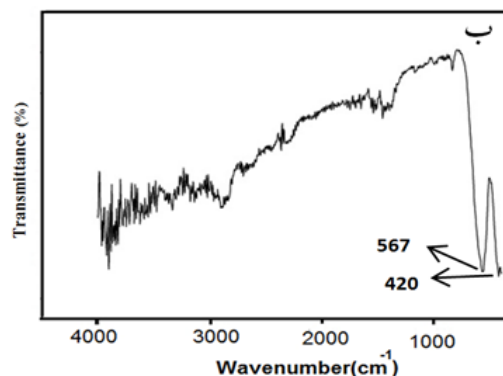
$$d_{Xray} = \frac{ZM}{N_A V_{cell}} \quad ۳$$

که در آن M جرم مولکولی ماده ($۳۶۷٫۲ \text{ g/mol}$)، N_A عدد آووگادرو ($۶٫۰۲۲ \times ۱۰^{۲۳}$) و حجم یاخته قراردادی برابر با a^3 می‌باشد. بنابراین رابطه بالا به صورت زیر در می‌آید:

$$d_{Xray} = \frac{8M}{N_A a^3} \quad ۴$$

جدول ۳. ویژگی‌های ساختاری نمونه‌ها.

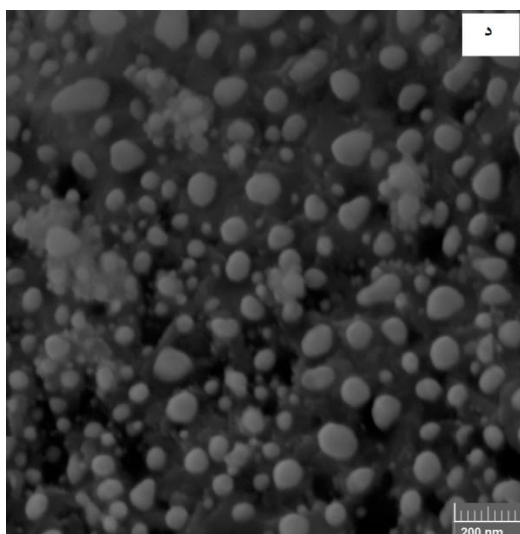
d_{xray} (g/cm ³)	L (nm)	a (Å)	اندازه ذرات (nm)	دمای پخت (°C)
۱٫۰۲۴	۱۸	۷٫۸۱	-	۳۰۰
۱٫۰۱۲	۱۱	۷٫۸۴	-	۴۰۰
۱٫۰۲۰	۲۵	۷٫۸۲	-	۵۰۰
۱٫۰۲۸	۱۴	۷٫۸۰	۳۰	۵۵۰
۱٫۰۳۲	۱۷	۷٫۷۹	۳۷	۶۰۰
۱٫۰۲۸	۱۸	۷٫۸۰	۴۳	۶۵۰
۱٫۰۲۸	۲۱	۷٫۸۰	۴۷	۷۰۰



شکل ۳. بیناب‌های FT-IR (الف) ژل خشک و نمونه‌های

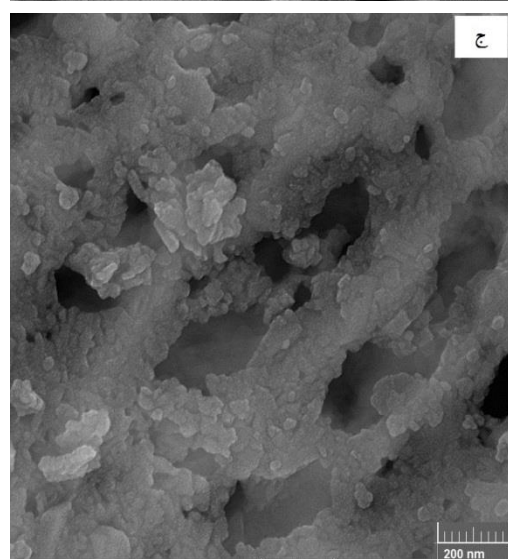
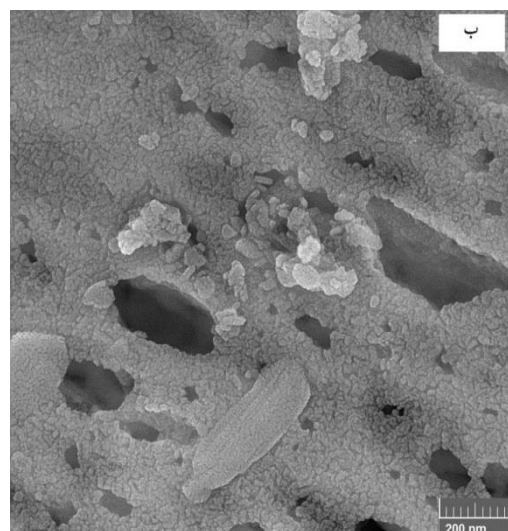
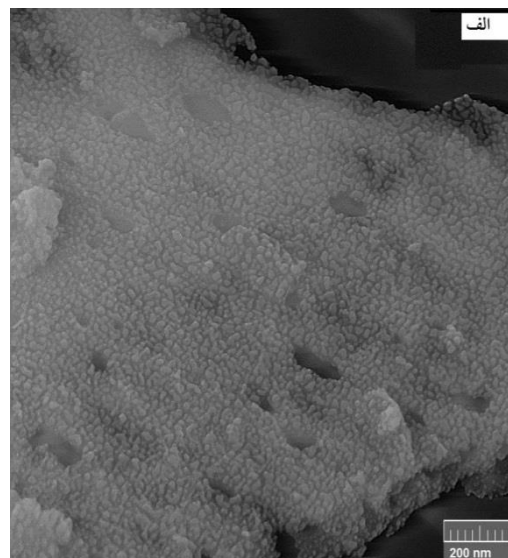
پخته‌شده در دمای (ب) ۶۵۰°C (ج) ۷۰۰°C.

شکل ۴ عکس‌های FESEM مربوط به نمونه‌های پخته‌شده در دماهای ۵۵۰، ۶۰۰، ۶۵۰ و ۷۰۰°C را با مقیاس ۲۰۰ نانومتر در زمان پخت ۳ ساعت نشان می‌دهد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان FESEM نمونه‌ها بیانگر این است که با افزایش دمای پخت مرز میان نانوذرات مشخص‌تر شده، به گونه‌ای که مرز میان دانه‌ها در دمای ۷۰۰°C از بقیه نمونه‌ها مشخص‌تر است. اندازه نانوذرات در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰ و ۵۰۰°C به علت چسبندگی زیاد قابل اندازه‌گیری نبودند اما با توجه به تصاویر FESEM در دماهای ۵۵۰، ۶۰۰، ۶۵۰ و ۷۰۰°C اندازه نانوذرات با نرم‌افزار Measurement تقریباً به ترتیب ۳۰، ۳۷، ۴۳ و ۴۷ نانومتر برآورد گردید. جدول ۲ اندازه ذرات، میانگین اندازه بلورک‌ها (L) و چگالی نمونه با داده‌های



شکل ۴. عکس‌های FESEM نمونه‌های پخته‌شده در دماهای الف) (۵۵۰ ب) ۶۰۰ ج) ۶۵۰ د) ۷۰۰ °C با زمان ۳ ساعت.

شکل ۵ منحنی‌های پسماند (الف) و منحنی‌های مغناطش (ب) نمونه‌های ساخته در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۵۵۰، ۶۰۰، ۶۵۰ و ۷۰۰ °C را نشان می‌دهد. خواص مغناطیسی نمونه‌ها با استفاده از منحنی پسماند محاسبه گردید. مغناطش اشباع (M_s)، پسماند مغناطیسی (M_r) و وادارندگی مغناطیسی (H_c) در جدول ۴ آورده شده است. وادارندگی نمونه‌ها با افزایش دمای پخت افزایش می‌یابد. همان‌گونه که نتایج FESEM نشان داد اندازه ذرات هم با افزایش دمای پخت روند افزایشی دارد. با توجه به اینکه افزایش میدان وادارندگی با افزایش اندازه ذرات همراه است به نظر می‌رسد که ذرات در بازه تک حوزه قرار دارند [۲۱]. مغناطش پسماند برای تمامی نمونه‌ها مقداری کوچک است که می‌تواند دال بر نرم بودن فریت ساخته شده باشد. مغناطش اشباع با عواملی مانند ریزساختار، چگالی توده فریت‌ها و اشغال ترجیحی مکان‌های شبکه مکعبی تحت تأثیر قرار می‌گیرد [۲۲]. همچنین با توجه به جدول ۲ مشاهده می‌شود با افزایش دما تا ۶۰۰ °C درصد تشکیل اکسید سرب که ماده‌ای غیر مغناطیسی است در نمونه‌ها نسبت به دماهای بالاتر، بیشتر است در نتیجه مغناطش اشباع کاهش می‌یابد. از دمای بالاتر



ناخالصی‌ها (اکسید سرب و هماتیت) کمتر شده است. عکس‌های FESEM گرفته شده نشان می‌دهد که مرز میان ذرات با بالا رفتن دما مشخص تر و اندازه نانوذرات افزایش می‌یابد. نتایج VSM نشان می‌دهد با افزایش دمای پخت میدان وادارندگی افزایش می‌یابد. رابطه مستقیم میدان وادارندگی با اندازه نانوذرات می‌تواند دلیل بر تک حوزه بودن نانوذرات باشند. بیناب‌سنجی FT-IR گرفته شده از ژل خشک و نمونه‌های پخته شده در دماهای ۶۵۰ °C و ۷۰۰ °C ساختار اسپینلی را تأیید می‌کند.

جدول ۴. ویژگی‌های مغناطیسی نمونه‌ها.

H _c (Oe)	M _s (emu/g)	M _r (emu/g)	دمای پخت (°C)
۴	۶۱۲	۰٫۰۳۸۵	۳۰۰
۷	۵۷۸	۰٫۰۲۵۰	۴۰۰
۴۷	۵۳۹	۰٫۰۳۳۰	۵۰۰
۵۸	۲٫۴۱	۰٫۰۷۱۸	۵۵۰
۲۰۰	۰٫۷۲	۰٫۰۴۲۸	۶۰۰
۲۱۰	۱٫۳۱	۰٫۰۵۴۷	۶۵۰
۹۰۰	۱٫۹۲	۰٫۳۷	۷۰۰

مرجع‌ها

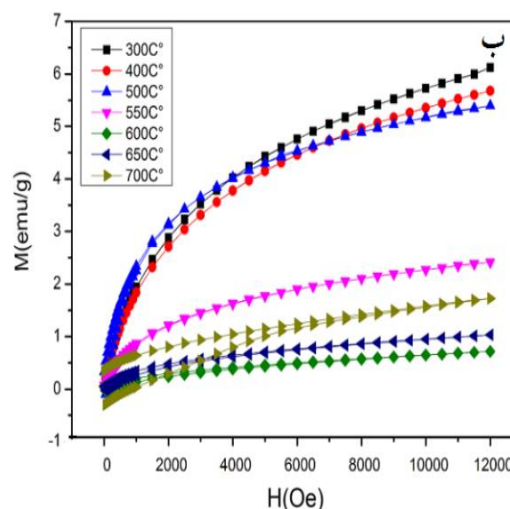
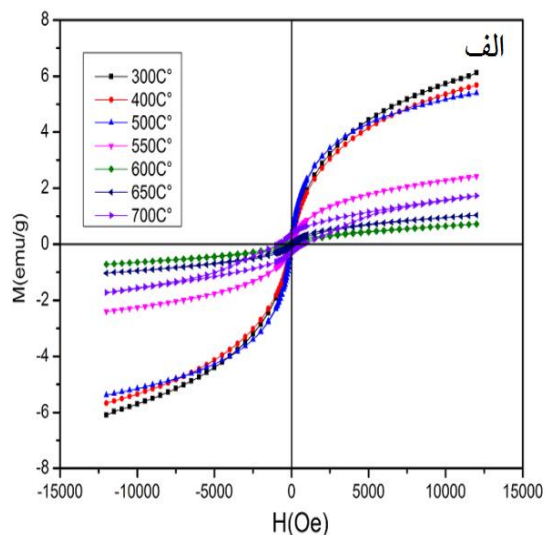
[1] B.D. CULLITY, C.D. GRAHAM, *introduction to magnetic material*, L. Hanzo, Kluwer Academic Publishers, (2009).

[2] R. Gimenes, R.M. Baldissera, da M.R.A Silva, C.A. da Silveira., D.A.W. Soares, L.A. Perazolli, M.R. da Silva, M.A. Zaghete, Structural and magnetic characterization of MnxZn1-x Fe2O4(x =0.2; 0.35; 0.65; 0.8; 1.0) ferrites obtained by the citrate precursor method *Ceramics International* 38 (2012) 741-746.

[3] A. Goldman, *MODERN FERRITE TECHNOLOGY*, Springer Science +Business Media, (2006).

[۴] س. منوچهری، ج. عمیقان، م. مظفری، تهیه نانوذرات فریت کبالت-روی و بررسی تغییرات دمای بستن با جانمایی

از ۶۰۰°C درصد تشکیل فاز اسپینلی که از مغناطش زیادتری برخوردار است افزایش می‌یابد، به طوری که در دمای ۷۰۰°C درصد فاز اسپینلی به بیشترین مقدار خود می‌رسد.



شکل ۵. الف) منحنی‌های پسماند مغناطیسی (ب) منحنی‌های مغناطش نمونه‌های پخته شده در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۵۵۰، ۶۰۰ و ۷۰۰°C.

نتیجه‌گیری

فریت اسپینلی سرب به روش سل-ژل در دماهای گوناگون و زمان پخت ۳ ساعت تهیه گردید. نتایج حاصل از XRD نشان می‌دهد که با افزایش دمای پخت درصد تشکیل فاز اسپینلی سرب بیشتر و درصد

- [13] D.Y. Li, Y.K. Sun, P.Z. Gao, X.L. Zhang & H.L. Ge, Structural and magnetic properties of nickel ferrite nanoparticles synthesized via a template-assisted sol-gel method, *Ceramics International* 40 (2014) 16529–16534.
- [14] P. Sivakumar, R. Ramesh, A. Ramanand, S. Ponnusamy, C. Muthamizhelvan, Preparation and properties of nickel ferrite (NiFe_2O_4) nanoparticles via sol-gel auto-combustion method *Materials Research Bulletin* 46 (2011) 2204–2207.
- [15] T.F. Marinca, L. Chicinas, O. Isnard, Structural and magnetic properties of the copper ferrite obtained by reactive milling and heat treatment, *Ceramics International* 39 (2013) 4179–4186.
- [16] E. Manova, T. Tsoncheva, D. Paneva, M. Popova, N. Velinov, B. Kunev, K. Tenchev, I. Mitov, Nanosized copper ferrite materials: Mechanochemical synthesis and characterization *Journal of Solid State Chemistry* 184 (2011) 1153–1158.
- [17] A. Bardhan, C.K. Ghosh, M.K. Mitra, G.C. Das, S. Mukherjee, K.K. Chattopadhyay, Low temperature synthesis of zinc ferrite nanoparticles, *Solid State Sciences* 12 (2010) 839–844.
- [18] M.G. Naseri, E.B. Saion, M. Hashim, A.H. Shaari, H.A. Ahangar, Synthesis and characterization of zinc ferrite nanoparticles by a thermal treatment method, *Solid State Communications* 151 (2011) 1031–1035.
- [19] P. Smitha, P.K. Pandey, S. Kurian, N.S. Gajbhiye, Mössbauer studies and magnetic properties of spinel lead ferrite, *Springer Science + Business Media*, B.V (2008).
- [20] E. Musavi Ghahfarokhi, Z. rostami, I. Kazeminezhad, Fabrication of $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$ nanoparticles and study of their structural, magnetic and dielectric properties, *Journal Of Magnetism and Magnetic Materials* 399 (2016) 130-142.
- [21] N. Poudyal, Fabrication of superparamagnetic and ferromagnetic nanoparticles, the university of texas at arlington, N. Poudyal, (2008).
- روی به جای کبالت در میدان مغناطیسی متناوب با بسامدهای گوناگون، مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران، سال بیستم شماره ۱، (۱۳۹۱) ص ۱۷۹–۱۸۶.
- [۵] م. نیایی فر، ف. مراحمی، ا. حسن پور، ج. عمیقیان، ساخت و بررسی ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی نانوذرات فریت منگنز جانشانی شده با کبالت، مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران، سال بیست و یکم شماره ۱، (۱۳۹۳) ص ۱۴۹–۱۵۴.
- [6] D.S. Mathew, R.S. Juang, “An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticle and their synthesis in microemulsions” *Chemical Engineering Journal* 129 (2007) 51–65.
- [7] N. Burriesci, F. Garbassi, S. Pizzini, “A comparison between the structural, magnetic and surface Properties of cobalt ferrites prepared by wet and ceramic methods, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 7 (1978) 52-57.
- [8] C.B.R. Jesus, E.C. Mendonça, L.S. Silva, W.S.D. Folly, C.T. Meneses, J.G.S. Duque, Weak ferromagnetic component on the bulk ZnFe_2O_4 compound, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 350 (2014) 47–49.
- [9] J.E. Tasca, C.E. Quincoces, A. Lavat, A.M. Alvarez, M.G. Gonzalez, “Preparation and characterization of CuFe_2O_4 bulk catalysts” *Ceramics International* 37 (2011) 803–812.
- [10] M.S. Niasari, F. Davar, T. Mahmoudi, A simple route to synthesize nanocrystalline nickel ferrite (NiFe_2O_4) in the presence of octanoic acid as a surfactant, *Polyhedron* 28 (2009) 1455–1458.
- [11] A. Hajaliloua, M. Hashim, R.E. Kahrizangi, H. Mohamedkamari, N. Sarami, Synthesis and structural characterization of nano-sized nickel ferrite Obtained by mechanochemical process *Ceramics International* 40 (2014) 5881–5887.
- [12] T. Shanmugavel, S. Gokul Raj, G. Rajarajan, G. Ramesh Kumar, Tailoring the structural and magnetic properties and of nickel ferrite by auto combustion method, *Procedia Materials Science* 6 (2014) 1725–1730.

combustion method, *Journal Of Magnetism and Magnetic Materials* 349 (2014) 249-258

[22] A. Manikandan, L. John Kennedy, M. Bououdina, j. judith Vijaya, synthesis optical and magnetic propereties of pure and CO-doped $ZnFe_2O_4$ nanoparticles by microwave

Investigation the effect of annealing temperature on the structural and magnetic properties of lead spinel ferrite nanoparticles (PbFe_2O_4)

Zeinab Sharifi, Seyed Ebrahim Musavi Ghahfarokhi, Morteza Zargar Shushtari

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

Abstract

In this study, lead spinel ferrite nanoparticles (PbFe_2O_4) was synthesized by sol-gel method. A gel of metal nitrates with proper molar ratios was firstly prepared and the effect of annealing temperature on their structural and magnetic properties was investigated. The annealing temperature of samples was determined by thermal analysis (TG/DTA). The structural and magnetic properties of samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FESEM), Fourier transform infrared spectrophotometer (FT-IR), and vibrating sample magnetometer (VSM). The results of x-ray diffraction patterns showed that by increasing annealing temperature, lead spinel phase percentage of samples increases and impurity phases such as lead oxide and hematite were decreased. Also, the results of field emission scanning electron microscope showed that the particles size is nano, but particles are bounded together. Also, nanoparticles size increases with annealing temperature and their well-defined shape. The Hysteresis loops of samples show that by increasing annealing temperature the coercivity was increased. The results of Fourier transform infrared spectrometry annealed samples show that the structure of samples at temperatures of 650 and 700°C is spinel.

Keywords: lead spinel ferrite, sol-gel, structural and magnetic properties.