




Synthesis and Characterization of Cobalt Ferrite Via Co-Precipitation Method

Research Article

Zahra Yousefi¹, Seyed Abdolkarim Sajjadi², Samaneh Sahebian³ 

DOI: [10.22067/jmme.2022.75570.1042](https://doi.org/10.22067/jmme.2022.75570.1042)

1 - Introduction:

In the last decade, investigation on magnetic nanomaterials especially magnetite and magnetic ceramics with metal-Fe₂O₄ composition and spinel structure have attracted lots of attention due to their applications.

Cobalt ferrite (CoFe₂O₄) with spinel structure and has the face center cubic structure. In this structure, Cations (Fe⁺³ and Co⁺²) are located in octahedral and tetrahedral spaces of lattice, and oxygen anion (O⁻²) is distributed in a single cell. CoFe₂O₄ has particular optical properties, medium supersaturation and high anisotropy energy has been used to produce optical fibers, highly sensitive sensors, magnetic resonance imaging, and solar cells. There are several methods for the synthesis of CoFe₂O₄ nanoparticles, such as hydrothermal, solvothermal, mechanical alloying, combustion, and sol-gel methods. In this study, CoFe₂O₄ was synthesized by Co-precipitation method. Co-precipitation is a simple, fast, and low-cost method. The Precursors used in this method consist of chlorides, sulfites, nitrates and usually, alkaline hydroxide such as NaOH, KOH, LiOH, and ammonium are used as a reduction. The physical properties of CoFe₂O₄ are related to particle size, shape, average crystalline size, chemical compound, and all of them are affected by Co-precipitation parameters such as PH, Precursors concentration and temperature. To achieve high supersaturation, high reaction temperature was selected. Synthesis was done at 80, 90, 100 and 110 °C.

3- Method

10 ml NaOH (1M) was added to the salt solution containing 100 ml FeCl₃ (1M) and 100 ml CoCl₂ drop by drop at the certain reaction temperature. Synthesis was done at 80, 90, 100 and 110 °C. Products washed with distilled water and ethanol, then centrifuged 15 min with 3000 rpm and finely dried at 100 °C about 18 h.

4- Results

According to the obtained XRD pattern, spinel CoFe₂O₄ was successfully synthesized at all temperature reactions.

By increasing the reaction temperature, XRD peak intensities and crystallinity degrees increased. Also, Deby Sherer calculations show average crystallite size enhanced from 37 to 90 nm by increasing the synthesis temperature reaction. According to the FTIR, it is observed peaks at 603 cm⁻¹ and 402 cm⁻¹ related to the (Co⁺², Fe⁺²)- O⁻² in tetragonal and octahedral sites respectively. The intensity of peaks increased by increasing reaction temperature. The peaks were observed at 1639, 1500, and 1334 cm⁻¹, which are related to H-O-H bands decreased by increasing the reaction temperature. A peak at 3440 cm⁻¹ was observed that indicated stretching O-H and decreased by increasing reaction temperature. Decreasing the O-H and H-O-H bands was shown at the higher reaction temperature, ion exchange reaction was better carried out and purity of particles increased. SEM pics show the morphology of particle is angular, irregular. Also, agglomeration was absorbed that its duo to the magnetic supersaturation. The results of VSM show that by increasing the temperature reaction, supersaturation increases from 32 to 71.5 emu/g.

5- Conclusion:

According to the obtained XRD results, spinel CoFe₂O₄ made at all different temperature reactions. Average crystallite size enhanced from 37 to 90 nm by increasing the temperature reaction. The results of VSM show by increasing temperature, supersaturation increased from 32 to 71.5 emu/g.

*Manuscript received: February 28, 2022, Revised, May 10, 2022, Accepted, November 30, 2022.

¹ M.sc student Department of Material Science and Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.

² Professor, Department of Material Science and Engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran.

³ Corresponding Author. Assistant professor, department of material science and engineering, Ferdowsi university of Mashhad, Mashhad, Iran. **Email:** S.Sahebians@um.ac.ir

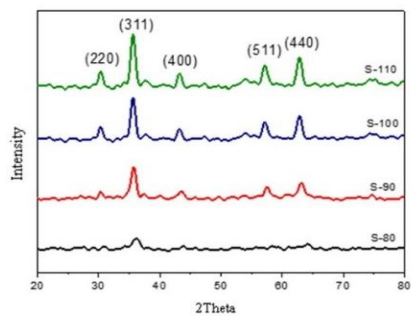


Figure 1: XRD patterns of sample at different temperature

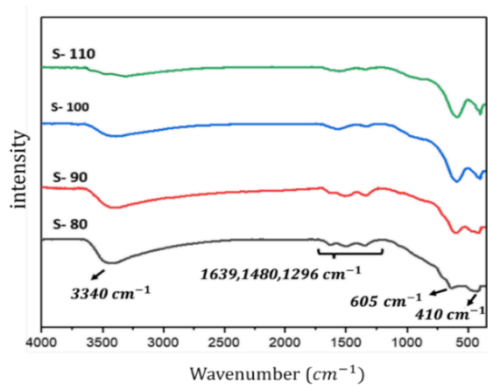


Figure 2: FTIR graphs of samples at different temperature

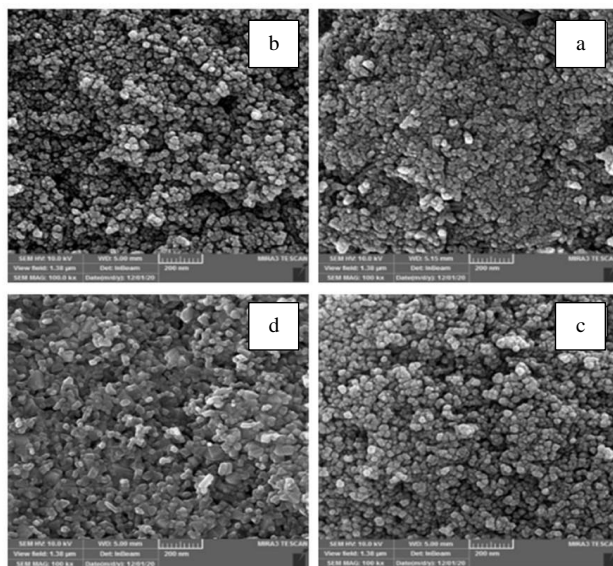


Figure 3: SEM pictures of samples: a) s-80, b) s-90, c) s-100 & d) s-110

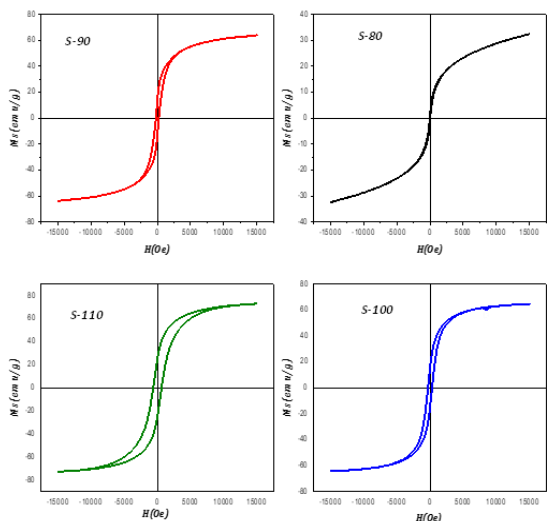


Figure 4: VSM loops of samples at different temperature.



سنتز و مشخصه یابی نانوذرات مغناطیسی فریت کبالت به روش هم رسوبی شیمیایی*

زهرا یوسفی^(۱) سید عبدالکریم سجادی^(۲) سمانه صاحبیان^(۳)

مقاله پژوهشی

DOI: 10.22067/jmme.2022.75570.1042

چکیده فریت کبالت ماده‌ای مغناطیسی با ساختار اسپینلی است که به دلیل مغناطش اشباع متوسط، ناهمسان‌گردی مغناطیسی، خواص نوری ویژه دارای کاربردهای گسترده است. در این پژوهش، اثر پارامتر دما بر ساختار و خواص مغناطیسی بلورهای فریت کبالت سنتز شده به روش هم‌رسوبی شیمیایی بررسی شده است. به این منظور، نمونه‌ها در دمای ۸۰، ۹۰، ۱۰۰ و ۱۱۰ °C سنتز شدند. برای سنتز فریت کبالت از هیدروکسید پتاسیم با غلظت M کلرید آهن و کلرید کبالت به نسبت ۱:۲ استفاده شد. به منظور بررسی ویژگی‌های ساختاری بلورها، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، پراش پرتو ایکس (XRD)، طیف‌سنجی مادون قرمز (FTIR) و پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) استفاده شد. خواص مغناطیسی نیز با آنالیز مغناطیس سنج نمونه‌ی نوسانی (VSM) بررسی شد. یافته‌ها نشان می‌دهد، افزایش دمای واکنش منجر به افزایش متوسط اندازه‌ی بلورها از ۳۷ به ۹۰ nm و مغناطش اشباع از ۳۲ تا ۷۱/۵ emu/g و شده است. نتایج نشان داد که خلوص فریت کبالت با افزایش دمای فرایند افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی فریت کبالت، فرایند هم رسوبی شیمیایی، خواص مغناطیسی.

Synthesis and characterization of cobalt ferrite via co-precipitation method

Zahra Yousefi

Sayeed Abdolkarim Sajjadi

Samaneh Sahebian

Abstract: Cobalt ferrite is a magnetic material with a spinel structure, and because of medium saturation, magnetic anisotropy, and interesting optical properties, have a wide range of applications. This study investigated the effect of reaction temperature on co-precipitated cobalt ferrite's structure and magnetic properties. For this purpose, samples were synthesized at 80, 90, 100, and 110 °C. KOH 1 M, Cobalt chloride, and iron chloride at the ratio of 1:2 were used to synthesize cobalt ferrite. For the investigation structure of crystals, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction, Fourier transformed infrared spectrometer (FTIR), and Energy Dispersive Spectroscopy was done. A vibration sample magnetometer was used to study magnetic properties. By increasing reaction temperature, average crystalline increased from 37 to 90 nm, and supersaturation increased from 32 to 71.5 emu/g. Results showed the purity of cobalt ferrite improved with increasing reaction temperature.

Key Words: Cobalt ferrite, Co-precipitation, Magnetic properties.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۰/۱۲/۹ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۱/۹/۹ می‌باشد.

(۱) کارشناس ارشد مهندسی مواد، گرایش شناسایی و انتخاب مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

(۲) استاد، گروه مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

(۳) نویسنده مسئول: استادیار، گروه مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

مقدمه

در دهه‌های اخیر، مواد مغناطیسی به ویژه مگنتیت و سرامیک‌های مغناطیسی با ترکیب فلز- Fe_2O_4 و ساختار اسپینلی به دلیل کاربردهای گسترده و متنوع، توجه زیادی را به خود جلب کرده است. عنصر فلزی در این ترکیب می‌تواند یکی از عناصر روی، مس، نیکل و کبالت باشد [1]. سرامیک‌های مذکور، دارای خواص مغناطیسی مناسب، مقاومت الکتریکی بالا، پایداری شیمیایی و خواص نوری ویژه هستند [2,3]. این ذرات مغناطیسی در ساخت و طراحی حسگرها، ذخیره‌سازهای انرژی، انواع جاذب‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد و کاربرد بیولوژیکی نیز دارند [4].

فریت کبالت دارای ساختار مکعبی مرکزدار است. در این ساختار، کاتیون‌ها (Fe^{3+} و Co^{2+}) در فضاها هشت وجهی و چهار وجهی شبکه قرار دارند و آنیون اکسیژن (O^{2-}) در یک سلول واحد توزیع شده است [5,6]. همچنین این سرامیک مغناطیسی دارای اشباع متوسط، وادارندگی بالا، ناهمسانگردی مغناطیسی و خواص نوری جالب است [2,7] و به منظور تولید حسگرهای بسیار حساس، سلول‌های خورشیدی، دستگاه‌های مغناطیسی نوری، فیبرهای نوری و تصویربرداری تشدید مغناطیسی استفاده می‌شود [8,9].

همچنین فریت کبالت به دلیل پایداری شیمیایی و خواص فیزیکی مطلوب، انتخاب مناسبی برای کاربردهای پزشکی مانند دارورسانی هدفمند و استخراج دی-ان-ای است [3,7]. روش‌های مختلفی را می‌توان برای سنتز فریت کبالت به کار برد مانند سل-ژل، هیدروترمال، سلوترمال [10-12]، آسیاب مکانیکی، میکروامولوسیون و هم رسوبی شیمیایی [2,5].

در این تحقیق از روش هم رسوبی شیمیایی برای سنتز ذرات فریت کبالت استفاده شده است. هم رسوبی شیمیایی روشی ساده، سریع و کم هزینه برای تولید نانوذرات است [12]. در این روش نانوذرات از محلول فوق اشباع حاوی پیش ماده‌ها تحت دمای مشخص طی تغییر آنی PH محلول رسوب می‌کند. ترکیبات کلریدی، سولفیدی و نیترات‌ها به عنوان پیش ماده در این روش به کار برده می‌شوند [13]. هیدروکسیدهای قلیایی مانند هیدروکسید سدیم، هیدروکسید پتاسیم و آمونیوم به عنوان احیاگر در سنتز هم رسوبی مورد استفاده قرار می‌گیرند [15,16]. خواص فیزیکی ذرات فریت کبالت به اندازه‌ی ذرات، شکل، اندازه‌ی متوسط بلورها و ترکیب شیمیایی وابسته است، که تحت تأثیر

پارامترهای هم رسوبی قرار دارند [16].

تغییرات دما، pH، غلظت پیش ماده از جمله پارامترهای مؤثر در سنتز هم رسوبی شیمیایی است [15,18]. پژوهش‌ها نشان می‌دهد، افزایش دمای واکنش منجر به بهبود خواص مغناطیسی و افزایش درصد بلورینگی می‌شود. در پژوهش‌های مختلفی به بررسی تأثیر دمای پایین واکنش برای سنتز فریت کبالت پرداخته شده است. در پژوهش‌های انجام شده، با افزایش دمای واکنش هم رسوبی از ۲۰ تا ۸۰ °C، مغناطش اشباع از ۲/۴ به حدود ۲۰ emu/g افزایش یافت [19,20].

در این پژوهش، به بررسی دمای بالای واکنش به منظور دست یابی به مغناطش اشباع بالا پرداخته شده است. نتایج محققان قبلی نشان می‌دهد مغناطش اشباع در دماهای زیر ۸۰ °C درجه ناچیز است، بنابراین محدوده‌ی دمایی ۸۰-۱۱۰ °C انتخاب شده است.

مواد و روش آزمایش

کلرید کبالت شش آبه با جرم مولی ۲۳۷/۹۰ g/mol و جرم مولی کلرید آهن شش آبه ۲۷۰/۳۳ g/mol (شرکت مرک، آلمان)، پتاسیم هیدروکسید و آب دیونیزه به عنوان مواد اولیه جهت سنتز فریت کبالت مورد استفاده قرار گرفت.

۱۰۰ ml محلول ۱ M هیدروکسید پتاسیم به عنوان عامل رسوب دهنده در دمای ۸۰ °C، به صورت قطراتی به محلول نمکی حاوی ۱۰۰ ml کلرید آهن با غلظت ۱ M و ۱۰۰ ml محلول کلرید کبالت با غلظت ۲ M اضافه شد. پس از افزودن پتاسیم هیدروکسید، رسوبات تشکیل شد و رنگ محلول از قهوه‌ای روشن به قهوه‌ای تیره تغییر یافت. pH محلول به کمک کاغذ PH با دوره‌ی زمانی ۵ دقیقه طی فرایند کنترل و در بازه ۱۲-۱۳ نگه داشته شد. دمای واکنش به ترتیب ۸۰ °C، ۹۰ °C و ۱۰۰ °C در ۱۱۰ در نظر گرفته شد. از داماسنج قلمی دیجیتال برای کنترل دما طی فرایند استفاده شد. محصولات دو مرتبه آب و الکل شست و شو داده شده و به مدت ۱۵ دقیقه با سرعت ۳۰۰۰ rpm سانتریفیوژ شد. پس از شست‌وشو نمونه‌ها در دمای ۱۰۰ °C به مدت ۱۸ ساعت خشک شدند.

به منظور بررسی و مشخصه‌یابی ساختار بلورین ذرات فریت کبالت از آزمون پراش اشعه ایکس با لامپ Cu، طول موج A° ۱/۵۴، در محدوده‌ی زاویه‌ی ۲۰ تا ۸۰ درجه با دستگاه XRD

نتایج نشان می‌دهد، با افزایش دمای واکنش، اندازه‌ی متوسط بلورها از ۳۷ nm به ۹۰ nm افزایش می‌یابد. با افزایش دمای واکنش، سرعت رشد جوانه‌ها و در نتیجه اندازه‌ی متوسط بلورها افزایش می‌یابد.

ثابت شبکه (a)، حجم سلول واحد (V_{cell}) و چگالی نظری (P_x) با استفاده از روابط زیر محاسبه شد. M_w و N_{av} در رابطه‌ی ۳ به ترتیب جرم مولی و عدد آووگادرو است. فاصله‌ی مکان‌های یونی (L_A و L_B) با کمک روابط (۴) و (۵) محاسبه شد [20]. با توجه به شکل (۲) L_B فاصله مکان‌های هشت وجهی و L_A فاصله مکان‌های چهار وجهی است [20].

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

$$V_{cell} = a^3 \quad (2)$$

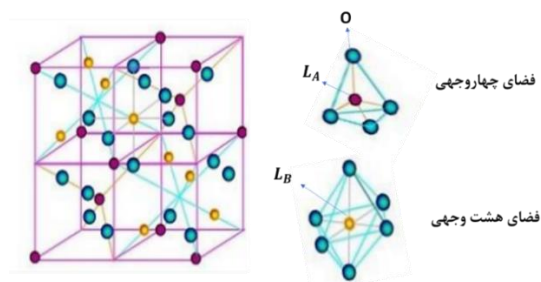
$$P_x = \frac{8M_w}{N_{av}a^3} \quad (3)$$

$$L_A = 0.25a\sqrt{3} \quad (4)$$

$$L_B = 0.25a\sqrt{2} \quad (5)$$

جدول ۱ مشخصات بلورهای فریت کبالت سنتز شده در دماهای مختلف

| D | a | P_x | $V_{cell} (nm^3)$ | L_A | L_B | کد نمونه |
|----|------|-------|-------------------|-------|-------|----------|
| ۳۷ | ۸/۲۰ | ۵/۶۵ | ۰/۵۵۲ | ۳/۵۵۳ | ۲/۸۹۶ | S-80 |
| ۶۷ | ۸/۳ | ۵/۴۳ | ۰/۵۷۴ | ۳/۶۰۰ | ۲/۹۳۵ | S-90 |
| ۷۸ | ۸/۴۰ | ۵/۳۸ | ۰/۵۸۰ | ۳/۶۱۲ | ۲/۹۴۵ | S-100 |
| ۹۰ | ۸/۴۵ | ۵/۳۶ | ۰/۵۸۲ | ۳/۶۱۷ | ۲/۹۴۹ | S-110 |



شکل ۲ ساختار بلورهای فریت کبالت و مکان‌های هشت و چهار وجهی [21]

با توجه به محاسبات انجام شده، با افزایش دمای واکنش، پارامتر شبکه به صورت جزئی از $8/2 \text{ \AA}$ به $8/45 \text{ \AA}$ افزایش می‌یابد. افزایش جزئی پارامتر شبکه به دلیل کاهش کشش

Exproer-GNR Italy استفاده شد.

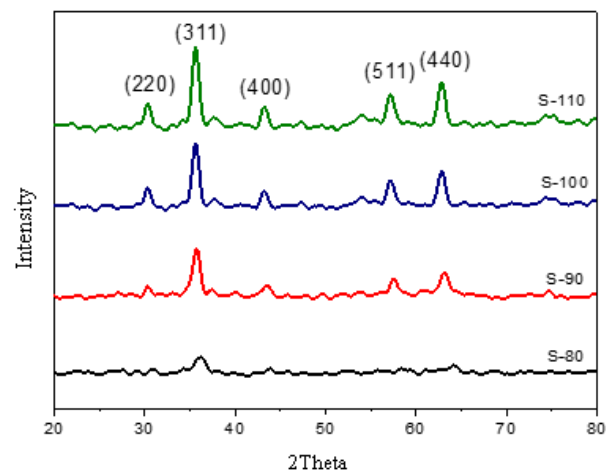
بررسی ساختار و پیوندهای فریت کبالت با استفاده از طیف‌سنج مادون قرمز با دستگاه FTIR - Thermo Nicolet, AVATAR 370، در محدوده طول موج $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ انجام شد. بررسی خواص مغناطیسی نانوذرات با آزمون مغناطیس‌سنج نمونه‌ی ارتعاشی ساخت شرکت دانش پژوه مغناطیس کاشان- مدل VSMF، با دقت 0.001 emu/g انجام شد.

به منظور بررسی شکل و مورفولوژی نانوذرات سنتز شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی مدل LMU-TSCAN BERNO-Mira3 با ولتاژ 10 kV استفاده شد.

بحث و نتایج

شکل (۱) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های سنتز شده در دمای 110°C (S-110)، 90°C (S-90)، 80°C (S-80) و 110°C (S-100) را نشان می‌دهد. بر اساس این الگو، نمونه‌های سنتز شده دارای ساختار اسپینلی است. با توجه به الگوی پراش پرتو ایکس، چهار قله در زوایای $30/20$ ، $35/61$ ، $43/62$ و $62/74$ درجه وجود دارد که به ترتیب صفحات بلورین (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۴۰۰) و (۴۴۰) را نشان می‌دهند.

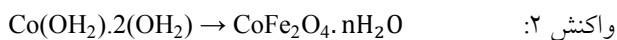
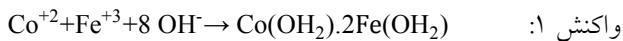
علاوه بر این، قله جدیدی در $57/74$ درجه مربوط به صفحه بلورین (۵۱۱) در S-90 مشاهده شد. شدت قله‌ها با افزایش دمای واکنش افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده پیشرفت واکنش‌ها و افزایش میزان بلورینگی فریت کبالت است.



شکل ۱ نمودار پراش پرتو ایکس بلورهای فریت کبالت سنتز شده در دماهای مختلف

متوسط اندازه‌ی بلورها (D) با رابطه‌ی شرر محاسبه شد.

کاهش و قله های مربوط به $(Co^{+2}, Fe^{+3}-O^{-2})$ افزایش می یابد [24].



شکل (۳ الف-د)، تصویر میکروسکوپ الکترونی و آنالیز طیفسنجی پراش انرژی پرتوی ایکس نمونه های سنتز شده در چهار دمای متفاوت با بزرگنمایی ۲۰۰ nm را نشان می دهد. با توجه به شکل مورفولوژی نمونه ها نامنظم و گوشه دار است و توده ای شدن نیز مشاهده می شود که ناشی از برهم کنش های مغناطیسی بین ذرات است. افزایش اندازه ی ذرات با افزایش دمای واکنش با مقایسه ی شکل (۴-الف) و شکل (۴-د) به خوبی قابل تشخیص است.

نتایج EDS (شکل ۵) نشان می دهد که بلورهای فریت کبالت حاوی عناصر Co, Fe و O فاقد ناخالصی های نمکی شامل Cl و K هستند. با توجه به فرمول شیمیایی فریت کبالت، انتظار می رود شدت قله های مربوط به عنصر Fe از Co بیشتر باشد که در شکل (۵ الف-د) قله ی مربوط به Fe نسبت به Co شدت بیشتری دارد. همچنین A% و W% گزارش شده این نتیجه را تأیید می کند.

شکل (۴ الف-د)، نتایج آنالیز مغناطیس سنج نمونه ی نوسانی را نشان می دهد. مقدار مغناطش اشباع (M_s), مغناطش پسماند (M_r), نیروی وادارندگی (H_c), گشتاور (μ) و ناهمسانگردی مغناطیسی (K_{eff}) طبق روابط زیر محاسبه و در جدول (۲) گزارش شده است [20].

$$\mu = M_W \frac{M_s}{5585} \quad (6)$$

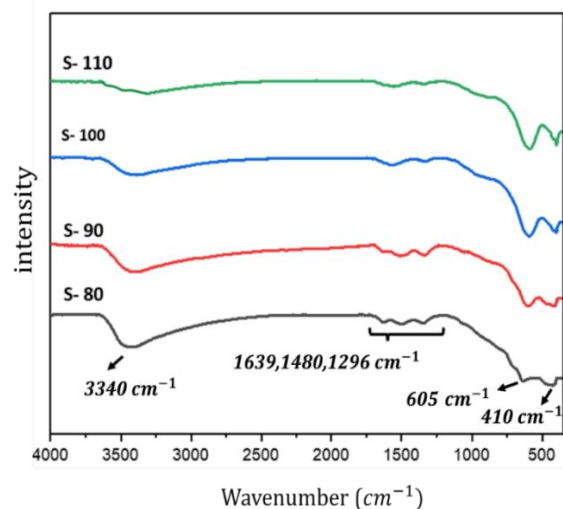
$$K_{eff} = \frac{H_c \times M_s}{0.96} \quad (7)$$

نتایج آنالیز مغناطیسی نشان می دهد نمونه های سنتز شده در دمای بالاتر که متوسط اندازه ی بلور آن ها بیشتر است، مغناطش اشباع (M_s) و گشتاور مغناطیسی (μ) بیشتری دارند؛ بررسی سایر محققان نیز این نتیجه را تأیید می کند [24-26]. بر اساس رابطه ی شرر، افزایش دمای واکنش منجر به افزایش اندازه ی متوسط بلورها می شود. این امر منجر به افزایش اندازه ی حوزه های مغناطیسی و به تبع آن افزایش تعداد ممان های مغناطیسی و مغناطش اشباع کل می گردد [27].

سطحی بلورها به دلیل افزایش اندازه ی آن ها است [19]. حجم سلول واحد از 0.552 nm^3 به 0.582 nm^3 افزایش و متعاقباً چگالی نظری $5/65 \text{ g/cm}^3$ به $5/36 \text{ g/cm}^3$ کاهش یافته است.

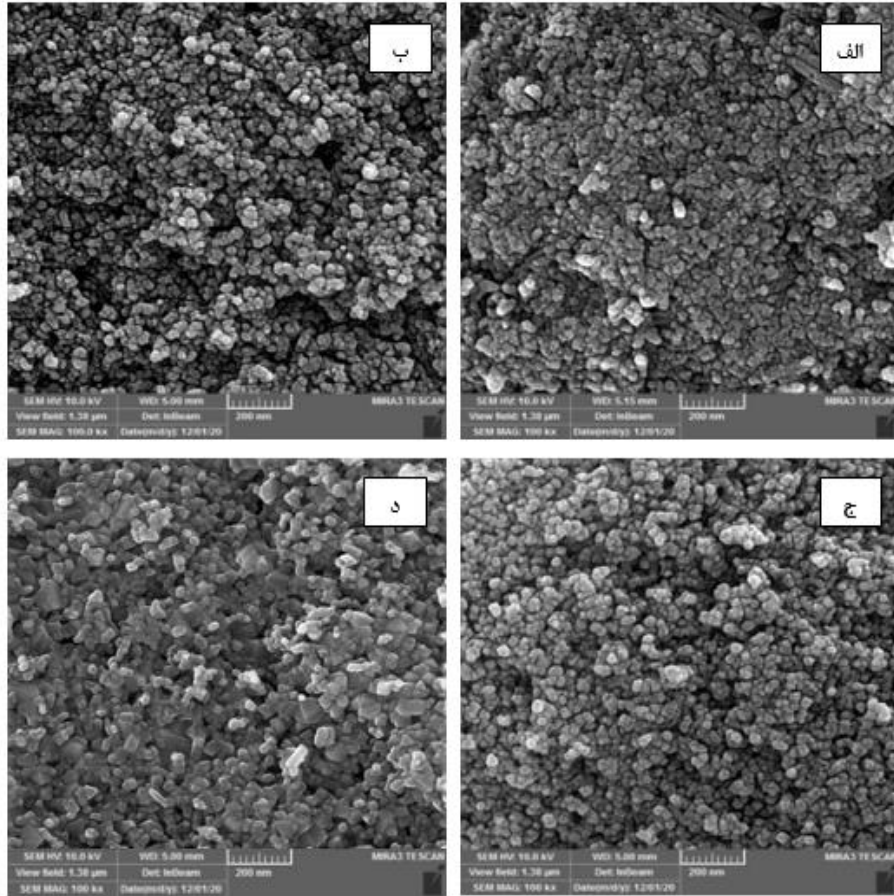
محاسبات نشان می دهد، فاصله ی مکان های هشت وجهی کوچک تر از مکان ها چهار وجهی است و هر دو مقدار با افزایش ثابت شبکه تا حدی افزایش می یابند. جدول (۱) مقادیر پارامتر ذکر شده هر نمونه را نشان می دهد.

شکل (۲) طیف مادون قرمز نمونه های سنتز شده در دماهای مختلف را نشان می دهد. با توجه به شکل (۲)، قله های مشاهده شده در طول موج های 605 cm^{-1} و 410 cm^{-1} مربوط به پیوند کاتیون های آهن و کبالت با اکسیژن در فضاهای چهار و هشت وجهی شبکه مکعبی مرکزدار است [2]. قله های مشاهده در طول موج های 1639 cm^{-1} مربوط به باندهای H-O-H و قله ی مشاهده شده در 3340 cm^{-1} نشان دهنده پیوند O-H است [4]. همچنین ریزپیک هایی در طول موج های 1296 cm^{-1} ، 1480 cm^{-1} و 1480 cm^{-1} مربوط به حضور جزئی گروه هیدروکسیل است [22,23].

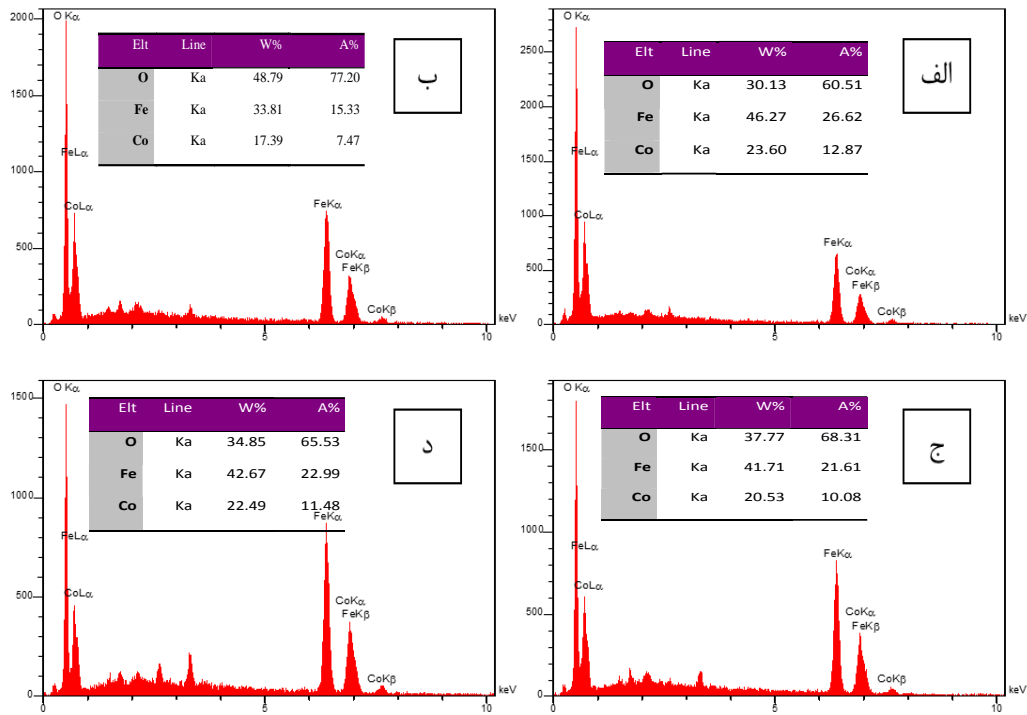


شکل ۲ طیف مادون قرمز بلورهای فریت کبالت سنتز شده در دماهای مختلف

برای تشکیل بلور فریت کبالت دو واکنش زیر طی فرایند سنتز انجام می شود. واکنش ۱ مربوط به رسوب گذاری جوانه های اولیه و واکنش ۲ مربوط به تشکیل ساختار فریت است. افزایش دمای سنتز، منجر به پیشرفت واکنش ها می شود در نتیجه، شدت قله های مربوط به پیوندهای H-O-H و O-H



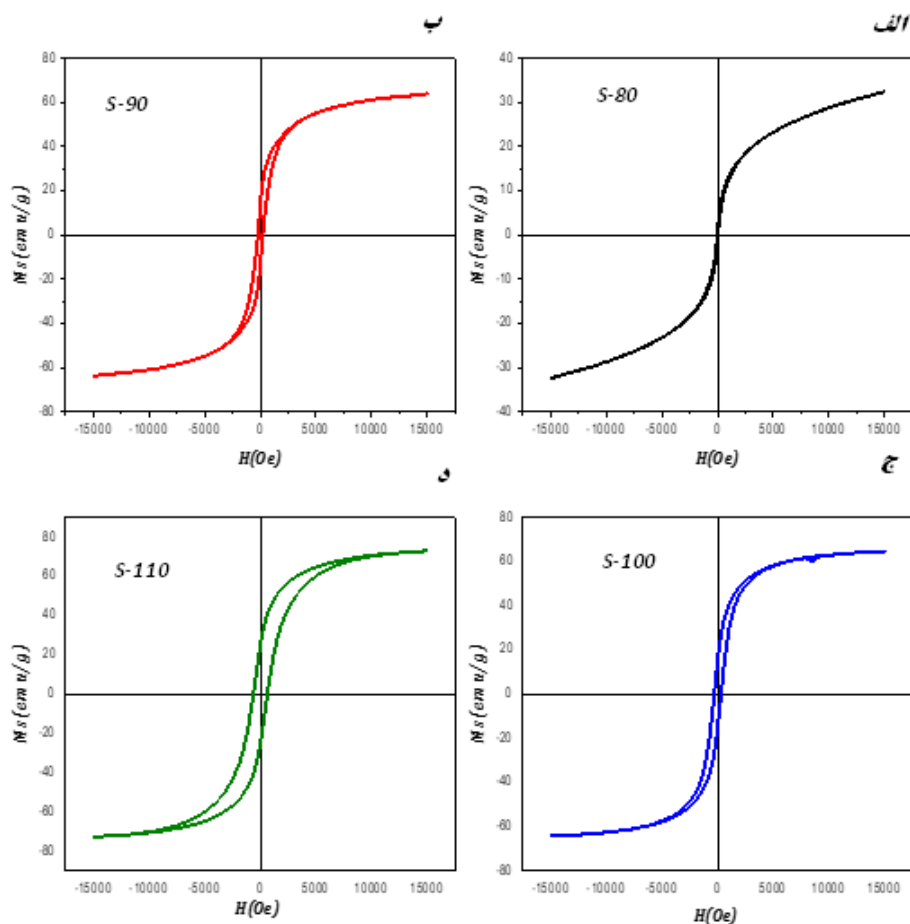
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی: (الف) S80، (ب) S90، (ج) S100 و (د) S110



شکل ۴ EDS: (الف) S80، (ب) S90، (ج) S100 و (د) S110

جدول ۲ متغیرهای مغناطیسی نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف

| کد نمونه | $K_{\text{eff}} \times 10^3$ erg/cm ³ | μ | H_c (kOe) | M_r (emu/g) | M_s (emu/g) |
|----------|---|-------|----------------|------------------|---------------|
| S-80 | ۴/۲۵ | ۱/۰۵ | ۰/۱۲۰ | ۶/۷ | ۳۲ |
| S-90 | ۹/۳۷ | ۲/۵۵ | ۰/۱۶۰ | ۸/۶ | ۶۰/۵۰ |
| S-100 | ۲۳/۰۶ | ۲/۷۲ | ۰/۳۴۳ | ۱۸/۵ | ۶۴/۴۵ |
| S-110 | ۴۶/۵۸ | ۲/۹۱ | ۰/۴۶۶ | ۲۳/۲۲ | ۷۱/۵ |



شکل ۶ حلقه‌ی پسماند مغناطیسی: (الف) S80، (ب) S90، (ج) S100 و (د) S110

نمونه‌ها با افزایش دما از ۳۲ به ۷۱/۵ emu/g افزایش یافته است.

نیروی وادارندگی مغناطیسی، همانند مغناطش اشباع به اندازه‌ی متوسط، شکل بلورها و برهم‌کنش‌های بین ذرات بستگی دارد [2]. شکل (۶) نشان می‌دهد که نیروی وادارندگی، با افزایش دما از ۰/۱۲۰ به ۰/۴۶۶ kOe افزایش یافته است.

فریت کبالت ماده‌ی مغناطیسی ناهمسانگرد است و ممان‌های مغناطیسی تمایل دارند در راستای خاصی جهت‌گیری کنند. به

اعوجاج ساختاری ناشی از پیوندهای شکسته‌شده‌ی سطحی باعث چرخش نامنظم ممان‌های مغناطیسی روی سطح می‌شود. با افزایش اندازه‌ی بلورها و کاهش نسبت سطح به حجم آن‌ها، اعوجاج ساختاری و گردش نامنظم ممان‌ها کاهش، در نتیجه مغناطش اشباع افزایش می‌یابد [21]. بنابراین علاوه بر علاوه بر افزایش اندازه‌ی حوزه‌های مغناطیسی، کاهش اعوجاج ساختاری باعث افزایش مغناطش اشباع نمونه‌ها با افزایش دمای واکنش می‌شود. طبق نتایج حاصل از آنالیز مغناطیسی مغناطش اشباع

ملاحظه، بلورهای فریت کبالت به روش هم‌رسوبی شیمیایی در دماهای ۸۰، ۹۰، ۱۰۰ و ۱۰۰ °C سنتز شد. نتایج حاصل از الگوهای پراش پرتوی ایکس نشان داد که در تمامی دماهای سنتز، فریت کبالت تشکیل شده است. با افزایش دمای سنتز، میزان بلورینگی و اندازه‌ی متوسط بلورها از ۳۷ تا ۹۰ nm افزایش یافته است. مغناطش اشباع بلورها با افزایش دمای سنتز از ۳۲ تا ۷۱/۵ emu/g افزایش می‌یابد که با توجه به عدم تکلیس نمونه‌ها قابل توجه است. بر اساس طیف مادون قرمز، با افزایش دمای واکنش، شدت قله‌های مربوط به پیوندهای H-O-H و O-H کاهش یافته که نشان‌دهنده‌ی افزایش خلوص فریت کبالت با افزایش دمای واکنش است.

طور کلی، در یک ماده مغناطیسی ناهمسانگرد، جهت چرخش آسان ممان‌های مغناطیسی بر اساس جهات بلوری تعریف می‌شود. در یک شبکه مکعبی با وجوه مرکز دار، جهت مغناطیسی ترجیحی، جهت بلوری <۱۱۱> و جهت غیر آسان جهت <۱۰۰> است [28]. با توجه به رابطه‌ی (۷) انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی به مغناطش اشباع و نیروی وادارندگی مغناطیسی بستگی دارد و مشاهده می‌شود با افزایش دمای واکنش افزایش می‌یابد.

نتیجه‌گیری

در این پژوهش به منظور دستیابی به مغناطش اشباع قابل

مراجع

- [1] S. Sagadevan, Z. Chowdhury, R.F Rafique, "Preparation and characterization of nickel ferrite nanoparticles via co-precipitation method," *journal material research*, vol. 21, pp. 21–25, (2018).
- [2] I. Sharifi, H. Shokrollahi, M. Doroodmand, R. Safi, "Magnetic and structural studies on CoFe₂O₄ nanoparticles synthesized by co-precipitation, normal micelles and reverse micelles methods," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol.324, pp. 1854–1861, (2012).
- [3] j. Peng, M. Hojamberdiev, Y. Xu, B. Cao, J. H. WuWang, "Hydrothermal synthesis and magnetic properties of gadolinium-doped CoFe₂O₄ nanoparticles," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 323, pp. 133–137, (2011).
- [4] m. Vadivel, R. Ramesh Babu, K. Sethuraman, K. Ramamurthi, "Synthesis, structural, dielectric, magnetic and optical properties of Cr substituted CoFe₂O₄ nanoparticles by co-precipitation method," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 362, pp. 122–129, (2014).
- [5] R. Mohamed, M. M Rashad, F. A Haraz, W. Sigmund, "Structure and magnetic properties of nanocrystalline cobalt ferrite powders synthesized using organic acid precursor method," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 322, pp. 2058–2064, (2010).
- [6] D. S Mathew, R. Juang, "An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their synthesis in microemulsions," *Chemical Engineering Journal*, vol. 129, pp. 51–65, (2007).
- [7] B. J Rani, M. Ravina, B. Saravanakumar, G. Ravi, V. Ganesh, S. Ravichandran, R. Yuvakkumar, "Ferrimagnetism in cobalt ferrite (CoFe₂O₄) nanoparticles," *Nano-Structures and Nano-Objects*, vol. 14, pp. 84–91, (2018).
- [8] N. Daffé, F. Choueikani, S. Neveu, M. Arrio, A. Juhin, P. Ohresser, V. Dupuis, P. Sainctavit, "Magnetic anisotropies and cationic distribution in CoFe₂O₄ nanoparticles prepared by co-precipitation route: Influence of particle size and stoichiometry," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 460, pp. 243–252, (2018).
- [9] R. Safi, A. Ghasemi, R. Shoja-Razavi, E. Ghasemi, T. Sodaee, "Rietveld structure refinement, cations distribution and magnetic features of CoFe₂O₄ nanoparticles synthesized by co-precipitation, hydrothermal, and combustion methods,"

- Ceramics International*, vol. 42, pp. 6375–6382, (2016).
- [10] J. Venturini, A. Mallmann, T. Bender, R. Young, S. Zampiva, S. Arcaro, A. Da, C. Viegas, C. Pérez, “Excess of cations in the sol-gel synthesis of cobalt ferrite (CoFe₂O₄): A pathway to switching the inversion degree of spinels,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 482, pp. 1–8, (2019).
- [11] A. Kalam, A.G Al-sehemi, M. Assiri, G. Du, T. Ahmad, I. Ahmad, M. Pannipara, “Results in Physics Modified solvothermal synthesis of cobalt ferrite (CoFe₂O₄) magnetic nanoparticles photocatalysts for degradation of methylene blue with H₂O₂ / visible light,” *Journal of result in Physics*, vol. 8, pp. 1046–1053, (2018).
- [12] J. C Apesteguy, G.V Kurlyandskaya, J. P De Celis, A. P Safronov, N.N Schegoleva, “Magnetite nanoparticles prepared by co-precipitation method in different conditions,” *Materials Chemistry and Physics*, vol.161, pp. 243–249, (2015).
- [13] F. Yazdani, M. Seddigh, “Magnetite nanoparticles synthesized by co-precipitation method: The effects of various iron anions on specifications,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 184, pp. 318–323, (2016).
- [14] L.A Kolahalam, I.V.K Viswanath, B.S Diwakar, B. Govindh, V. Reddy, Y.L.I Murthy, “Proceedings Review on nanomaterials : Synthesis and applications,” *Materials Today proceeding*, vol. 18, pp. 2182-2190, (2019).
- [15] A. Katiyar, N. Kumar, A. Srivastava, “Optical properties of ZnO nanoparticles synthesized by co-precipitation method using LiOH,” *Materials Today proceeding*, vol. 5, pp. 9144–9147, (2018).
- [16] D. Kilinc, C.L Dennis, G.U Lee, “Bio-Nano-Magnetic Materials for Localized Mechanochemical Stimulation of Cell Growth and Death,” *Advanced Material*, vol. 28, pp. 5672–5680, (2016).
- [17] M.S.A Darwish, H. Kim, H. Lee, C. Ryu, J.Y Lee, J. Yoon, “Synthesis of magnetic ferrite nanoparticles with high hyperthermia performance via a controlled co-precipitation method,” *Nanomaterial*, vol. 9, (2019).
- [18] O. Karaagac, B. Bilir, H. Kockar, “Superparamagnetic Cobalt Ferrite Nanoparticles: Effect of Temperature and Base Concentration,” *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, vol. 28, pp.1021–1027, (2015).
- [19] Prabhakaran, T., Mangalaraja, R. V., Denardin, J.C., J.A Jiménez, “The effect of reaction temperature on the structural and magnetic properties of nano CoFe₂O₄,” *Ceramics. International*, vol. 43, pp. 5599–5606, (2017).
- [20] T. Prabhakaran, T., R.V Mangalaraja, J.C Denardin, J.A Jiménez, “The effect of calcination temperature on the structural and magnetic properties of co-precipitated CoFe₂O₄ nanoparticles,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 716, pp.171–183, (2017).
- [21] M. Zakaria, “Synthesis and Characterization of Functional Monodispersed Cobalt Ferrite Nanoparticles,” Phd these, university mohamad V b rabat, (2019).
- [22] V.P Senthil, J. Gajendiran, S.G Raj, T. Shanmugavel, G. Ramesh Kumar, C. Parthasaradhi Reddy, “Study of structural and magnetic properties of cobalt ferrite (CoFe₂O₄) nanostructures,” *Chemical Physics Letters*, vol. 695, pp. 19–23, (2018).
- [23] S. Yavari, N. Mahmodi, P. Teymouri, B. Shahmoradi, A. Maleki, “Cobalt ferrite nanoparticles: Preparation, characterization and anionic dye removal capability,” *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 59, pp. 320–329, (2016).
- [24] D.S Mathew, R.S Juang, “An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their

- synthesis in microemulsions,” *Chemical engineering journal*, vol. 129, pp. 51–65, (2007).
- [25] N. Wu, X. Liu, C. Zhao, C. Cui, A. Xia, “Effects of particle size on the magnetic and microwave absorption properties of carbon-coated nickel nanocapsules,” *journal of alloys and compound*, vol. 656, pp. 628-634, (2016).
- [26] Y. Zhang, J. Xu, Q. Li, D. Cao, S. Li, “The effect of the particle size and magnetic moment of the Fe_3O_4 superparamagnetic beads on the sensitivity of biodetection,” *API advances*, vol. 9, pp. 1-6 (2019).
- [27] L. Kumar, M. Kar, “Effect of annealing temperature and preparation condition on magnetic anisotropy in nanocrystalline cobalt ferrite,” *IEEE Transport Magnetic*, vol. 47, pp. 3645–3648, (2011).
- [28] M. Goodarz Naseri, E.B Saion, H.Abbastabar Ahangar, A.H Shaari, M. Hashim, “Simple synthesis and characterization of cobalt ferrite nanoparticles by a thermal treatment method,” *Journal of Nanomaterial*, vol. 2010, pp. 1-8, (2010).

