



جمهورية العراق

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

رئاسة جامعة بغداد

عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم

تحسين الخصائص المغناطيسية والكهربائية للمركب الفرايتي  
 $NiCuZnFe_2O_4$  باستبدال الجزئي لعنصر اللانثيوم محل بعض  
ذرات الحديد

رسالة قدمتها

رسل علاء نجم عبد الله

الى مجلس كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم / جامعة بغداد وهي جزء  
من متطلبات نيل شهادة ماجستير علوم في الفيزياء

بإشراف

أ.م.د. احمد رفيق عبد المجيد

2018 ميلادية

1438 هجرية

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

{نَزَفُ دَرَجَاتٍ مِّنْ نَّشَاءٍ  
وَفَوْقَ كُلِّ ذِي عِلْمٍ عَلِيمٌ}

PDF Reducer Demo

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

سورة يوسف (76)

## إقرار المشرف

أقر بأن اعداد هذه الرسالة الموسومة (تحسين الخصائص المغناطيسية والكهربائية للمركب الفرايتي  $NiCuZnFe_2O_4$  باستبدال الجزئي لعنصر اللانثيوم محل بعض ذرات الحديد (Fe) قد جرى باشرافي في قسم الفيزياء/ كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم - جامعة بغداد ، وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير في علوم الفيزياء.

المشرف

التوقيع 

الاسم: د. احمد رفيق عبد المجيد

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

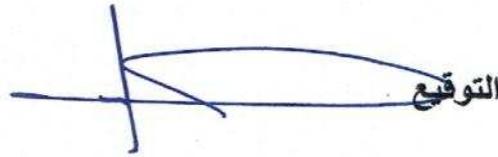
العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد

التاريخ: 2018/1/23

PDF Reducer Demo

توصية رئيس القسم

بناء على التوصيات المتوافرة، أرشح هذه الرسالة للمناقشة

التوقيع 

الاسم: د. كريم علي جاسم

المرتبة العلمية: أستاذ

العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد

التاريخ: 2018/ / م

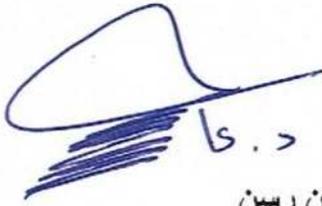
## اقرار لجنة المناقشة

نحن أعضاء لجنة المناقشة الموقعين في أدناه نشهد أننا قد اطلعنا على رسالة الماجستير الموسومة " (تحسين الخصائص المغناطيسية والكهربائية للمركب الفرايتي  $NiCuZnFe_2O_4$  باستبدال الجزئي لعنصر اللانثيوم محل بعض ذرات الحديد Fe) التي قدمتها الطالبة (رسل علاء نجم). وقد ناقشنا الطالبة في محتوياتها وكل ما له علاقة بها فوجدناها جديرة بالقبول لنيل شهادة الماجستير علوم في الفيزياء بتقدير (امتياز) ولاجله وقعنا.

### رئيس اللجنة

التوقيع:

الاسم: د. كريم علي جاسم  
الدرجة العلمية: استاذ  
العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد  
التاريخ: / / 2018 م



### عضو اللجنة

التوقيع:

الاسم: د. علي حسن رسن  
الدرجة العلمية: استاذ مساعد  
العنوان: الجامعة المستنصرية/كلية التربية  
التاريخ: / / 2018 م

### عضو اللجنة

التوقيع:

الاسم: د. شهاب أحمد زيدان  
الدرجة العلمية: استاذ مساعد  
العنوان: الجامعة التكنولوجية /كلية العلوم التطبيقية  
التاريخ: / / 2018 م

### عضو اللجنة (المشرف)

التوقيع:

الاسم: د. احمد رفيق عبد المجيد  
الدرجة العلمية: استاذ مساعد  
العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد  
التاريخ: 2018/ 1 / 23 م

## مصادقة عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد

التوقيع:

الاسم: د. خالد فهد علي  
الدرجة العلمية: أستاذ  
العنوان: عميد كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم ، جامعة بغداد  
التاريخ: / / 2018 م

# الإهداء

إلى من سعى وشقى لأنعم بالراحة والهناء الذي لم يبخل بشيء من أجل دفعي  
في طريق النجاح الذي علمني أن أرتقي سلم الحياة بحكمة وصبر

..... أبي العزيز .....

إلى الحنان الذي لا ينقطع عني دوماً والتي فعلت كل شيء من أجلي

..... أمي العزيزة .....

## PDF Reducer Demo

إلى من حبهم يجري في عروقي ويلهج بذكراهم فؤادي

..... إخواني وأخواتي .....

إلى من سررنا معاً ونحن نشق الطريق معاً نحو النجاح والإبداع إلى من تكاتفنا

يذا بيد ونحن نقطف ثمار تعلمنا

..... زملائي .....

رسل

## شكر وتقدير

أشكر الله عز وجل شكراً كثيراً على نعمه الكثيرة التي لا تحصى، وأحمده حمداً كثيراً يوافي نعمه ويكافئ مزيده، فالحمد والشكر لله أولاً وآخراً والصلاة والسلام على سيدنا محمد وعلى آله وأصحابه الطيبين الطاهرين ومن تبعهم بإحسان إلى يوم الدين.

يسعدني وأنا أضع اللمسات الأخيرة لرسالتي هذه أن أقدم الشكر الوافر والامتنان الغامر إلى من يعجز اللسان والقلب عن التعبير عن مدى الامتنان لعطائه الكبير وجهده المثير الذي ليس له مثيل في اختيار بحثي مشرفي العزيز وأستاذي الفاضل (د.أحمد رفيق عبد المجيد) داعية الله (عز وجل) له بدوام الصحة والموفقية.

كما أتقدم بالشكر الجزيل الى الدكتور (فاروق إبراهيم) لما كان له دور في تذليل الكثير من الصعوبات التي واجهتني في اثناء مدة البحث، فجزاه الله عني خير جزاء المحسنين في الدنيا والآخرة .

كما أتقدم بالشكر الجزيل الى عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة - ابن الهيثم على اتاحتها لي اكمال دراستي وكذلك **Dr. Osama Mohamed El-Fayez** ، والى جميع اساتذتي الكرام في قسم الفيزياء لما بذلوه من خبرة وعطاء مستمرين زودوني بهما طوال دراستي، فلهم مني كل الحب والامتنان داعية الله أن يمددهم بدوام الصحة والموفقية.

كما أتقدم بالشكر الجزيل وكل كلمات الامتنان إلى الزميل (بلال احمد) وجميع أصدقائي أخص منهم (رضوان شوبان وبسام ثعبان و ابراهيم خليل وعلي سعد وعبد الناصر ومحمد عبد الله وسراب سعدي ورحاب نصر) على دعمهم المعنوي ومساعدتهم لي في اكمال دراستي ، إذ كانوا لي خير عون فجزاهم الله عني خيراً.

وفي الختام أتقدم بالشكر والتقدير إلى كل من فانتني ذكرهم وأسهم بجهد أو كلمة طيبة لدعم هذا العمل داعية المولى (عز وجل) أن يوفقهم لما فيه الخير للجميع.

تم في هذا البحث تحضير عينات الفرايت النانوي ( $\text{Ni}_{0.25}\text{Cu}_{0.2}\text{Zn}_{0.55}\text{La}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ) مجموعة (A) ، وعينات المركب النانوي ( $\text{Ni}_{0.3}\text{Cu}_{0.2}\text{Zn}_{0.5}\text{La}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ) مجموعة (B) ، وعينات المركب النانوي ( $\text{Ni}_{0.35}\text{Cu}_{0.2}\text{Zn}_{0.45}\text{La}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ) مجموعة (C) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) المحضرة باستعمال طريقة السول-جل ذات الاحتراق التلقائي ، وتم تليد العينات بدرجة حرارة ( $1250^\circ\text{C}$ ) لمدة (2h) ، ودرست الخواص التركيبية للعينات المحضرة باستعمال فحص حيود الاشعة السينية (XRD) والمجهر الالكتروني الماسح (SEM) ، ومن نتائج حيود الاشعة السينية ضمن المدى الزاوي ( $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ ) اتضح ان جميع عينات الفرايت المحضرة تمتلك طوراً مغزلي الشكل ، إذ تم حساب الحجم الحبيبي لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) بطريقة ديبيي - شيرر بطريقة وليامسون - هول ، كما تم حساب ثوابت الشبكة والكثافة النظرية والظاهرية والمسامية والمساحة السطحية النوعية لجميع عينات المجموعة (A) و(B) و(C) ، وقد اظهرت صور (SEM) ان اشكال الحبيبات النانوية للعينتين ( $B_0$ ) و ( $B_3$ ) من عينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $\text{Ni}_{0.3}\text{Cu}_{0.2}\text{Zn}_{0.5}\text{La}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ) لقيم ( $x=0$ ) و ( $x=0.075$ ) وجود كتل متجمعة للحبيبات ويعزى التكتل الحاصل الى محدودية قدرة التكبير لجهاز (SEM) ، واستخدام فحص (EDX) للتأكد من وجود العناصر المكونة للمركب، وبعدها قسمت المساحيق الفرايتية الى مجموعتين

• المجموعة الاولى الخاصة بالفحوصات الكهربائية التي تم كبسها على شكل اقراص، وقد اجريت الفحوصات الكهربائية لجميع عينات المجموعة (A) و(B) و(C) التي تضمنت كلاً من قياسات ثابت العزل ومعامل فقد العزلي والتوصيلية المتناوبة والمستمرة ومتانة العازل ، وقد اظهرت النتائج نقصاناً في قيمة ثابت العزل ومعامل فقد العزلي مع زيادة التردد عند درجة حرارة الغرفة ، وان قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة تزداد بزيادة التردد المجال الكهربائي ، أما قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة فهي تزداد مع زيادة تركيز أيون ( $\text{La}^{+3}$ ) في جميع عينات المجموعة (A) و(B) و(C) .

• المجموعة الثانية الخاصة بالقياسات المغناطيسية التي تم كبسها على شكل حلقات وتمت دراسة الخواص المغناطيسية التي تضمنت شكل حلقة الهستيرة ، ومن نتائج الفحوصات التي تم الحصول عليها لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) ، يتضح بأن النسبة ( $X= 0.075$ ) تمتلك اقل مساحة لحلقة الهستيرة المغناطيسية ، وبذلك تحقق شروط استخدامها كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية لكونها تمتلك اقل خسارة مغناطيسية.

## ((المحتويات))

رقم الصفحة	العنوان	الفقرة
	المقدمة والدراسات السابقة	الفصل الاول
1	مقدمة	1-1
2	الدراسات السابقة	2-1
9	الهدف من البحث	3-1
	الجزء النظري	الفصل الثاني
10	المقدمة	1-2
10	انواع المواد المغناطيسية	2-2
10	المواد الدايمغناطيسية	1-2-2
11	المواد البارامغناطيسية	2-2-2
11	المواد الفيرومغناطيسية	3-2-2
12	المواد ضد الفيرومغناطيسية	4-2-2
13	المواد الفيرومغناطيسية	5-2-2
14	تصنيف الفرايتات على وفق خواصها المغناطيسية	3-2
14	الفرايتات اللينة	1-3-2
14	الفرايتات الصلدة	2-3-2
15	تصنيف الفرايتات اعتماداً على التركيب البلوري	4-2
15	فرايتات المغزلية	1-4-2
18	الفرايتات المغزلية الاعتيادية	1-1-4-2
18	الفرايتات المغزلية المعكوسة	2-1-4-2
19	الفرايتات المغزلية المتوسطة	3-1-4-2
20	الفرايتات السداسية	2-4-2
20	فرايتات العقيق	3-4-2
20	التخلف المغناطيسي	5-2
22	تقانة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي	6-2
24	الخواص التركيبية	7-2
24	حيود الاشعة السينية	1-7-2
25	فهرسة طيف حيود الاشعة السينية بالطريقة الرياضية	2-7-2

رقم الصفحة	العنوان	الفقرة
28	المعلومات التركيبية	3-7-2
28	ثابت الشبكة (a)	1-3-7-2
28	معدل الحجم الحبيبي (D)	2-3-7-2
30	الكثافة النظرية	3-3-7-2
31	المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية	4-3-7-2
31	الخواص الكهربائية	8-2
31	الخواص العزلية الكهربائية	(1-8 -2 )
31	ثابت العزل	(1-1-8 -2 )
33	فقدان العزل	(2-1-8 -2 )
36	انهيار العزل الكهربائي	(2-8-2 )
37	الاستقطاب الكهربائي	(3-8-2 )
38	التوصيلية الكهربائية المستمرة والمتناوبة	(4-8-2 )
	<b>الجزء العملي</b>	<b>الفصل الثالث</b>
40	المقدمة	(1-3)
40	المواد الأولية المستعملة	(2-3 )
41	تحضير العينات	(3-3)
41	حساب الكتل	(1-3-3 )
42	حساب نسب المركبات	(2-3-3 )
43	حساب المولارية	(3-3-3 )
43	تحضير المساحيق	(4-3)
45	خطوات طريقه التحضير	(5-3)
48	تحضير عينات الفحص	(6- 3)
49	قياس الخصائص الكهربائية	(7-3)
49	الفحوصات التركيبية	(8-3)
49	قياسات حيود الأشعة السينية	(1-8-3)
50	المجهر الإلكتروني الماسح	(2-8-3)
51	طيف الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX)	(3-8-3)

رقم الصفحة	العنوان	الفقرة
52	قياس الكثافة والمسامية للعينات	(9-3)
52	قياس متانة العازل	(10-3)
53	تحديد الدائرة التخلفية باستعمال مرسمة التذبذبات	(11-3)
	<b>النتائج والمناقشات</b>	<b>الفصل الرابع</b>
55	المقدمة	(1-4)
55	قياسات الخصائص التركيبية	(2-4)
55	حيود الأشعة السينية	(1-2-4)
58	فهرسة أنماط طيف حيود الأشعة السينية لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)	(2-2-4)
60	حساب معلمات الشبكة وحجم خلية الوحدة لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)	(3-2-4)
62	حساب الحجم الحبيبي لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)	(4-2-4)
62	حساب الحجم الحبيبي بحسب معادلة ديبيي – شيرر	(1-4-2-4)
63	حساب الحجم الحبيبي بحسب معادلة وليامسون – هول (W-H)	(2-4-2-4)
67	حساب الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)	(5-2-4)
68	حساب المساحة السطحية النوعية	(6-2-4)
70	فحوصات المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق به لعينات سلسلة (B)	(7-2-4)
73	القياسات الكهربائية	(3-4)
73	ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ )	(1-3-4)
78	معامل فقد العزلي ( $\epsilon_r''$ )	(2-3-4)
82	التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ )	(3-3-4)
87	التوصيلية الكهربائية المستمرة ( $\sigma_{D.C}$ )	(4-3-4)
	<b>العنوان</b>	<b>الفقرة</b>
رقم الصفحة		
88	متانة العازل	(5-3-4)
90	القياسات المغناطيسية	(4-4)

90	قياسات حلقة الهسترة	(1-4-4)
94	الاستنتاجات	(5-4)
95	التوصيات والاعمال المستقبلية	(6-4)

### قائمة الرموز

اسم المصطلح	الرمز
شدة المجال المغناطيسي	H
اعظم شدة للمجال المغناطيسي	H <sub>max</sub>
الحفاظية المغناطيسية	H <sub>c</sub>
كثافة الفيض المغناطيسي	B
اعظم كثافة فيض مغناطيسي	B <sub>max</sub>
المغناطيسية المتبقية	B <sub>r</sub>
عدد اللفات	N
دالة الحامض	pH
زاوية سقوط الاشعة السينية	$\theta$
المسافة البينية للمستويات (hkl)	d <sub>hkl</sub>
ثابت الشبكة	a
الطول الموجي للأشعة السينية	$\lambda$
معاملات ميلر	(hkl)
الكثافة المحسوبة من طيف حيود الاشعة السينية	$\rho_{x-ray}$
المولارية	M
الوزن الجزيئي	M <sub>wt</sub>
حجم خلية الوحدة	V
الانفعال (strain)	$\epsilon$
ثابت مقداره نحو 0.9	K
اقصى عرض عند منتصف الشدة	$\beta$
الحجم الحبيبي	D
المساحة السطحية	S.A

عدد افكادرو ( $6.022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ )	Na
الاستقطاب الكهربائي	P
سعة المتسعة في الفراغ	$C_0$
سعة المتسعة بوجود العازل	C
سماحية الفراغ ( $8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ )	$\epsilon^{\circ}$
السماحية النسبية	$\epsilon_r$
ثابت العزل	$\epsilon_r'$
عامل الفقد في العازل	$\epsilon_r''$
زاوية ظل الفقد	$\tan \delta$
المتسعة مربوطة على التوازي بالدائرة	$C_p$
المتسعة مربوطة على التوالي بالدائرة	$C_s$
المقاومة مربوطة على التوازي بالدائرة	$R_p$
المقاومة مربوطة على التوالي بالدائرة	$R_s$
التردد الزاوي	$\omega$
التردد	$f$
الكهربائية المقاومة	$\rho$
التوصيلية المتناوبة	$\sigma_{a.c}$
التوصيلية المستمرة	$\sigma_{D.c}$
الممانعة	Z

# الفصل الاول

PDF Reducer Demo

## المقدمة والدراسات

### السابقة

اصبحت تقانة النانو (Nanotechnology) في طليعة المجالات الأكثر أهمية، إذ حظيت في الوقت الحاضر بالاهتمام الكبير نظراً لما أبدته من تطبيقات واعدة كثيرة شملت المجالات الطبية والعسكرية والالكترونية والحاسوبية والبيتروكيميائية والزراعية ومجالات حيوية أخرى، ان اختيار طرائق التحضير أمر أساسي لتحسين الخصائص النهائية للجسيمات النانوية المصممة لتطبيق معين، وهذا الاختيار يجب أن تسترشد بسلسلة من العوامل مثل المعلمات الكيميائية والفيزيائية للمركب، القطر النانوي والهيكل المورفولوجيا، أو الاعتبارات البيئية، فهي تمثل طريقة إعداد مناسبة لا يمكن فصلها عن حل الوسط الحقيقي المختار من القيود المختلفة التي يجب التغلب عليها لتصميم المواد النانوية والسيطرة عليها بنحو جيد [1-2]. هناك العديد من الطرائق والتقانات المستخدمة لإعداد عينات الفرايتات، وتشمل طريقة إعادة الترسيب والطريقة السيراميكية التقليدية وطريقة تفاعل الحالة الصلبة والعمليات الحرارية المائية وطريقة السول - جل وغيرها من الطرائق والتقانات [3]. في هذا البحث تم استخدام طريقة المحلول - الهلام أو المحلول الغروي (sol-gel) ذات الاحتراق التلقائي (auto - Combustion) في تحضير المواد النانوية التي تعد من الطرائق المميزة، وذلك بسبب سهولة التحضير، وقصر الوقت، وعدم حاجتها الى درجات حرارة عالية [4]. تعد الفرايتات من ضمن المواد السيراميكية المغناطيسية التي اخذت طريقها في التطور نتيجة دخولها في بناء الدوائر الكهربائية التي تعمل ضمن الترددات الواطئة والعالية، و تتركب من خلط انواع مختلفة من الاكاسيد مع اوكسيد الحديد، وهي مواد هشة وصلبة [5]. ويتم تحضير الفرايت بصورة مسحوق (powder) وبعدها تكبس وتلبد (sintering) للحصول على الشكل المطلوب [6] ومن انواع المواد الفرايتية هي الفرايت المغزلي (spinal ferrites)، وتستخدم في الاجهزة المغناطيسية والالكترونية بسبب خسارة مغناطيسية قليلة ونفاذيتها المغناطيسية العالية، وغير قابلة للتآكل وامتلاكها استقراراً حرارياً عالياً فهي تتحمل درجات حرارة عالية [7]. وتمتلك الفرايتات تراكيب بلورية مختلفة وهي على هيئة فرايتات ضعيفة (Soft) او قوية (Hard) وتعد الفرايتات اللينة هي اساس المواد المغناطيسية للأجهزة الكهربائية، وان التركيب البلوري للفرايت يأخذ شكلاً مغزلياً والصيغة العامة (MFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) M تمثل احد العناصر ثنائية التكافؤ مثل (Cd<sup>+2</sup>, Mg<sup>+2</sup>, Ni<sup>+2</sup>, Co<sup>+2</sup>, Zn<sup>+2</sup>, Fe<sup>+2</sup>, Cu<sup>+2</sup>) او خليط بينها، وتمتاز بمقاومة كهربائية (Resistivity) عالية وامتلاكها نفاذية مغناطيسية عالية [8]. ونتيجة المواصفات التي تمتلكها استخدمت في صناعة قلوب المحولات والمغانط وكمرشحات وقضبان الهوائيات وفي اجهزة الاتصالات والكاميرات الرقمية وذاكرة الحاسوب وغيرها من التطبيقات الالكترونية [9].

## Previous studies

## (2-1) الدراسات السابقة

❖ عام (1999) قام الباحث (Ovidin) وآخرون بتحضير الفرايت النانوي للمركب  $(NiZn_{1-z}Co_xFe_2O_4)$  لقيم  $(X=0.02,0.04,0.06)$  بالطريقة السيراميكية التقليدية، إذ لاحظوا نقصان عامل الخسارة المغناطيسية عند التردد  $(1MHz)$  لقيم  $(x=0.06)$ ، وبسبب نمو الحبيبات والاستبدال بالكوبلت تحسنت الخواص المغناطيسية [10].

❖ عام (2000) قام الباحث (Wang) وآخرون بخلط مركب الفرايت النانوي مع المركب  $(Bi_2O_3)$  بالطريقة السيراميكية التقليدية مع استخدام تقانة الطلاء الكيميائي الرطب، وتم الخلط بنسب وزنية مختلفة، إذ وجدوا أن أفضل نسبة خلط  $(Bi_2O_3)$  وهي 15%، وتم تلييد بدرجة حرارة  $(900^\circ C)$  لكونها تمتلك أفضل نفاذية مغناطيسية عند درجة حرارة الغرفة [11].

❖ عام (2002) قام الباحث (M.Feder) وآخرون بتحضير الفرايت النانوي للمركبين  $(Ni_{0.35}Zn_{0.65}Fe_2O_4)$  و  $(Ni_{0.6}Cu_{0.2}Zn_{0.2}Fe_2O_4)$  بالطريقة السيراميكية التقليدية، وتم التلييد بدرجات حرارة مختلفة، إذ أن الفرايت الناتج يعتمد على درجة حرارة التلييد والتركيبي الكيميائي، وان إضافة  $(Cu)$  يقلل من درجة حرارة التلييد ويحسن الخواص المغناطيسية [12].

❖ عام (2003) قام الباحث (Jae. Gai koh) بتحضير  $(NiZnCuFe_2O_4)$  المحضرة بطريقة إعادة الترسيب، وتمت كلسنة المسحوق بدرجة حرارة  $(400^\circ C)$  لفترات زمنية مختلفة  $(12,9,6,3)$  ساعة وتلييدها بدرجة حرارة  $(700^\circ C - 1000^\circ C)$ ، تبين من فحص  $(XRD)$  أن النفاذية الأولية  $(\mu_i)$  والتخلف المغناطيسي  $(B_r)$  والحث الأقصى للحث المغناطيسي  $(B_m)$  ازداد بزيادة درجة حرارة التلييد ولكنها انخفضت عند أقصى درجة الحرارة تلييد  $(1000^\circ C)$  [13].

❖ عام (2005) قام الباحثان (Yan Mi . Hu Jun) بتحضير الفرايت النانوي للمركب  $(NiZnCuFe_2O_4)$  بطريقة السيراميكية الاعتيادية، إذ درسوا خصائص إضافة أكسيد النحاس  $(CuO)$  على درجة حرارة التلييد، ولاحظوا أن إضافة أكسيد النحاس  $(CuO)$  يؤدي إلى خفض حرارة التلييد من  $(930^\circ C - 1200^\circ C)$  وأن الخصائص المغناطيسية متفوقة عند هذه الدرجة، وادى ذلك إلى زيادة التركيب البلوري عند درجة حرارة  $(930^\circ C)$  [14].

❖ عام (2007) قام الباحث (Liu Hai) واخرون بتحضير الفرايت النانوي ( $Ni_{0.6}Zn_{0.4}Cr_{0.5}Fe_{1.5}O_4$ ) و ( $Ni_{0.6}Zn_{0.4}Cr_{0.5}La_{0.02}Fe_{1.48}O_4$ ) المحضرة بطريقة السول - جل ، باستخدام تقانات (XRD, SEM, VSM) التي كشفت بأن درجة حرارة التلييد وتطعيم La لها تأثير على الحجم البلوري الذي يتراوح من (14.6 - 23.1 nm) والخواص المغناطيسية للعينات في درجة حرارة تلييد تتراوح من (400 °C-800 °C) والحجم البلوري بعد التطعيم La يتراوح من (19.1 - 13.2nm) في الشروط أنفسها، وتزداد مغنطة التشبع بزيادة درجة حرارة التلييد [15].

❖ عام (2008) قام الباحثان (D.k Roy - Jbera) بتحضير الفرايت النانوي للمركب ( $Ni_{0.8-x}Cu_{0.2}Zn_xFe_2O_4$ ) لقيم (X=0.6,0.55,0.5) باستخدام طريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي ، تبين من فحص (XRD) تشكيل الطور المغزلي مع حجم حبيبي يتراوح (19 - 22nm) ودرسا الخصائص الكهربائية إذ تم استنتاج انخفاض المقاومة (ac) عند استبدال الزنك بالنيكل [16] .

❖ عام (2009) قام الباحثان (P.k Roy - Jera) بتحضير الفرايت النانوي للمركب ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}Sm_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم (X=0.00, 0.025, 0.05, 0.075) باستخدام طريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي ودرسا تأثير البديل (Sm) لكل من طور المركب والتركيب المجهرى والكثافة النسبية ، وإذ تم قياس النفاذية المغناطيسية والمقاومة النوعية للتيار المتناوب (ac) والفقء المغناطيسي ضمن الترددات (1-10 kHz) ولاحظوا زياده النفاذية المغناطيسية والمقاومة النوعية مع نقصان الفقء المغناطيسي عند النسبة (X=0.05) واستنتجوا وجود ايون (Sm) [17] .

❖ عام (2010) قام الباحث (M.A.Gabal etal) واخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.5}Cu_{0.25}Zn_{0.25}Ga_xFe_{2-x}O_4$ ) باستخدام طريقة احتراق اليوريا ، وإذ تم قياس الخصائص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية ، ولاحظوا تغييراً في ثابت الشبكة مع ازدياد الكثافة المحسوبة بواسطة (XRD) عند زيادة تركيز ايون  $Ga^{+3}$  مع نقصان التوصيلية الكهربائية ، وتم تفسير ذلك الى نقصان ناقلات الشحنة الكهربائية [18] .

❖ عام (2011) درس الباحث (Gao) واخرون مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.4}Cu_{0.2}Zn_{0.4}Fe_2O_4$ ) لقيم X تساوي (2, 2.1, 1.9) وتم تحضيرها بطريقة السول- جل واستخدم حامض الخليك كوقود للتفاعل مع تثبيت PH الى (3.2) ، إذ تمت الكلسنة في درجات حرارة (700°C-1000 °C) ، واستنتجوا ان الفرايت يمتلك تركيباً بلورياً مغزلياً، كما تم الحصول على افضل الصفات المغناطيسية عندما (X=1.9) ، كذلك قاموا بتحضير مركب بصورة غشاء رقيق ، وتمت دراسة خواصه المغناطيسية بعد معالجتها حرارياً (600 °C) لمدة (6h) ، إذ تبين من مقارنة الخواص ان المعالجة الحرارية لمدة زمنية قصيرة تؤدي افضل خواص مغناطيسية بخلاف المعالجة لمدد زمنية طويلة [19] .

- ❖ عام (2011) قام الباحث (S.Khorrami) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $ZnFe_2O_4$ ) بطريقة السول- جل ذي الاحتراق التلقائي باستخدام اليوريا كوقود للتفاعل وتثبيت (PH) الى (9.5)، ومن استعمال (XRD) و (SEM) تمت دراسة الخصائص التركيبية، حيث استنتجوا ان المعدل الحبيبي (17nm)، وتمت الكلسنة بدرجة حرارة ( $750\text{ }^\circ\text{C} - 1000\text{ }^\circ\text{C}$ )، ولاحظوا ان الطور الناتج هو مكعب مغزلي [20].
- ❖ عام (2011) قام الباحث (k.Bhattacharjee) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ) لقيم  $X$  تساوي ( $0 \leq X \leq 1$ ) باستخدام طريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي مع استعمال حامض الستريك كمثبت للأواصر الاثنيين دايمين ودراسة الخواص باستعمال (XRD) تم الحصول على حجم حبيبي (15-20nm) مع الطور المغزلي ، واستنتجوا انخفاض المقاومة الكهربائية وثابت العزل للمركب ( $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ ) مع نقصان الحجم الحبيبي [21].
- ❖ عام (2011) قام الباحث (A sultka) وآخرون بتحضير الفرايت النانوي للمركب ( $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Fe_2O_4$ ) باستعمال طريقتين مختلفتين طريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي وطريقة احتراق فلاش ، إذ تم التلييد في درجات حرارة مختلفة ( $900\text{ }^\circ\text{C}$  ،  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  ،  $1300\text{ }^\circ\text{C}$ )، وناقشوا الخصائص التركيبية والمجهرية، وكذلك الخواص الكهربائية والعزلية من عينات مختلفة ، واستنتجوا ان طريقة التحضير لها تأثير ملحوظ في الترتيب البلوري وحجم الحبوب وتوزيعها والمقاومة الكهربائية وخصائص عازلة [22].
- ❖ عام (2012) قام الباحث (S.k Gore) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.7-x}Cu_xZn_{0.3}Fe_{2-x}O_4$ ) لقيم  $X$  تساوي ( $0 \leq X \leq 1$ ) باستخدام الطريقة السيراميكية الاعتيادية، إذ درسوا الخصائص التركيبية والمغناطيسية بواسطة (XRD) ولاحظوا نقصان قيم ثابت الشبكة (a) بزيادة تركيز النحاس (Cu)، وان تيار التمغنط ودرجة حرارة كوري يتناقصان خطياً مع ازدياد تركيز النحاس [23].
- ❖ عام (2012) قام الباحث (Sagar E.Shirsath) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.4}Cu_{0.4}Zn_{0.2}Dy_xFe_{2-x}O_4$ ) باستخدام طريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي، إذ كان الحجم الحبيبي للمركب (12-21nm)، واطهر حيود الاشعة السينية (XRD) ان المركب المطعم بـ  $Dy^{+3}$  يمتلك افضل تركيب حبيبي من الفرايت النقي ، وتبين أيضاً ان تيار تمغنط الاشباع يزداد مع زيادة تركيز ايون Dy وكذلك تزداد النفاذية المغناطيسية [24].

- ❖ عام (2013) قام الباحث (تحسين مبارك) واخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي  $(Co_xZn_{1-x}Fe_2O_4)$  بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي إذ تؤخذ قيم  $X$  تساوي  $(0 \leq X \leq 0.5)$  ، وتمت دراسة خصائص العينات المحضرة باستعمال (XRD)، إذ تم استنتاج ان حجم الدقائق والكثافة تقل بزيادة تركيز ايون  $(Zn^{+2})$  ، ويزداد ثابت الشبكة بزيادة تركيز ايون  $(Zn^{+2})$  [25].
- ❖ عام (2013) قام الباحث (محمد كمال) واخرون بتحضير الفرايت النانوي للمركب  $(Co_{1-x}Zn_xFe_2O_4)$  بطريقة اعادة الترسيب، وتمت دراسة الخصائص التركيبية للفرايت بواسطة (XRD)، إذ تم قياس حجم الحبيبات والتي تتراوح (22- 53nm) باستخدام معادلة شرر، ولاحظوا تكوين طور مغزلي عند النسبة  $(X=0.5)$ ، وتم استنتاج اعتماد طريقة اعادة الترسيب على تركيز ونوع الايونات المستبدلة [26].
- ❖ عام (2013) درس الباحث (A.B Shinde) واخرون تحضير مركب الفرايت النانوي  $(CoIn_xFe_{2-x}O_4)$  حيث  $(X = 0.5, 0.3, 0.0)$  بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي ، ودرسوا تأثير استبدال ايون الانديوم  $(In^{+3})$  بدل ايون الحديدك  $(Fe^{+3})$  في الخواص التركيبية والمغناطيسية عند تحضير  $(CoFe_2O_4)$ ، ولاحظوا من (XRD) زيادة كل من ثابت الشبكة والحجم الحبيبي عند زيادة تركيز ايون  $(In^{+3})$ ، واطهر (SEM) حجوماً حبيبية بمقياس النانو ، واستنتجوا ان زيادة تركيز الانديوم تؤدي الى نقصان مغنطة التشبع  $(\mu_s)$  والعزم المغناطيسي [27].
- ❖ عام (2013) حضر الباحث (بهاء حسين ربيع) ثلاثة أنواع من الفرايت النانوي، هي  $(Cu-Ferrite)$  و  $(Zn-Ferrite)$  و  $(Ni-Ferrite)$  ، إذ استخدام الطريقة السيراميكية التقليدية ، واعتمدت تقانة حيود الأشعة السينية (XRD) للتأكد من تكوين الفرايت المغزلي ، وخلطت على وفق النسب  $(X=0.2, 0.4, 0.6)$ ،  $(y=0.2)$  لتحضير مركب الفرايت النانوي  $[Zn_xNi_{1-x-y}Cu_yFe_2O_4]$  بشكل أقراص مكبوسة بثلاث درجات حرارة تليد على التوالي  $(1200^\circ C, 1250^\circ C, 1300^\circ C)$ ، وأجريت عليها فحص الكثافة الظاهرية وكانت اعلى قيمة لها في  $(x=0.6)$  وفي درجة حرارة تليد  $(1300^\circ C)$  ، وتمت دراسة الخصائص الكهربائية لتلك النماذج إذ وجدت بنحو عام أن ثابت العزل الحقيقي يتناسب عكسياً مع تردد التيار، في حين تناسبت التوصيلة الكهربائية تناسباً طردياً مع تردد التيار المتناوب [28].
- ❖ عام (2014) قام الباحث (B.Suryanarayana et al) واخرون بتحضير سلسلة من الفرايتات النانوية  $(Ni_{0.8}Cu_xZn_{0.8-x}Fe_2O_4)$  لقيم  $(0.1 \leq X \leq 0.7)$  بطريقة اعادة الترسيب، وتمت دراسة الخواص التركيبية باستخدام (XRD) وتم الحصول على حجم حبيبي يتراوح (24-90nm)، ولاحظوا زيادة ايون  $(Cu^{+2})$  مع نقصان ثابت الشبكة (a) وعند درجة حرارة الغرفة تزداد المقاومة (Dc) بزيادة نسبة  $(Zn^{+2})$ ، إذ تم استنتاج ان هذه الزيادة تستخدم في الترددات العالية واجهزة الخزن [29].

- ❖ عام (2014) قام الباحث (حميد بهاري) واخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $MgCuFe_2O_4$ ) بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي، وتم تلييد العينات بدرجة حرارة تتراوح ( $950\text{ }^\circ\text{C}$  -  $850\text{ }^\circ\text{C}$ ) لمدة (4h) إذ درسوا الخواص التركيبية والمغناطيسية كدالة لدرجة حرارة التلييد، وتم استنتاج زيادة كل من الحجم الحبيبي والكثافة والنفاذية الاولية ( $\mu_i$ ) والتشبع المغناطيسي ( $\mu_s$ ) بزيادة درجة حرارة التلييد [30].
- ❖ عام (2014) قام الباحث (Vikas J. Pissurlekar) بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.55-x}Cu_xZn_{0.45}Fe_2O_4$ ) لقيم ( $X=0.0,0.05,0.1,0.15$ ) باستخدام طريقة السلائف (Precursor method)، إذ عن طريق تقانتي (XRD,SEM) لاحظ تأثير تطعيم Cu في تشكيل الطور والتركيب البلوري للعينة، ودرس مغنطة التشبع، إذ اظهرت قياسات حلقة الهسترة انخفاضاً في منطقة التشبع (Ms) وزيادة (Hc) مع زيادة ايونات  $Cu^{+2}$  مقارنة مع ايونات  $Ni^{+2}$  [31].
- ❖ عام (2014) قام الباحث (Shwetambaram at el) بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Zn_{1-x}Cu_xFe_2O_4$ ) لقيم ( $X=0.00,0.25,0.50,0.75$ ) باستخدام الطريقة الحرمائية ودالة الحامض (PH=10)، وعن طريق تقانات (XRD, SEM,VSM) تبين ان المركب يحتوي على طور واحد مغزلي وحجم حبيبي (12 nm - 7.74)، وتم تحديد الخواص الكهربائية والمغناطيسية عن طريق سعة الحث ومقاومة LCR meter [32].
- ❖ عام (2014) درس الباحث (K.Vijaya Kumar) واخرون سلسلة الفرايات ذات التركيب ( $Ni_{1-x}Cu_xFe_2O_4$ ) لقيم (1, 0.8, 0.6, 0.5, 0.4, 0.2, 0.0) المحضرة بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي، وباستخدام تقانة (XRD) التي كشفت عن تشكيل الطور المغزلي للعينات مع حجم حبيبي (36 - 58nm)، لاحظوا زيادة المسامية والكثافة الظاهرية ونقصان الكثافة الحقيقية والمقاومية (DC) عند زيادة تركيز ايون  $Cu^{+2}$  ودرجة الحرارة، واستنتجوا بأن درجة حرارة كوري هي التي تحدد الخواص الكهربائية (DC) للفرايت [33].
- ❖ عام (2015) قام الباحث (O.M.Hemeda at el) بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.1}Cu_{0.2}Mg_xZn_{0.7-x}Fe_2O_4$ ) باستخدام الطريقة السيراميكية الاعتيادية لقيم ( $X=0.00,0.15,0.25,0.35,0.45,0.55,0.70$ ) لمدة (2h)، وباستخدام (XRD,IR) تم التحقق من التركيب البلوري، إذ درسوا المقاومة الكهربائية DC، إذ تصل الحد الأدنى عند ( $X=0.35$ ) والطاقة الحرارية وتركيز ناقلات الشحنة وحركة الناقل في درجات حرارة مختلفة، ولاحظوا انخفاض مغنطة التشبع (Ms) مع زيادة تركيز Mg [34].

❖ عام (2015) قام الباحث (v.v. Awati) بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_xCu_{0.1}Zn_{0.9-x}Fe_2O_4$ ) لقيم ( $X=0.2$ ) باستخدام طريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي، إذ عن طريق ( $SEM, XRD$ ) تبين ان معدل الحجم الحبيبي يزداد بزيادة درجة حرارة التليد من ( $400^\circ C - 700^\circ C$ ) وكذلك تجانس وتبلور الحبوب، وأشارت الخواص المغناطيسية الى ان هذه الانواع من الفرايت يمكن استخدامها كجهاز تليف مثل لفائف رقائق متعددة الطبقات ولتطبيقات عالية التردد [35].

❖ عام (2015) قام الباحث (D.R.S.Gangaswamy at el) بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.65-x}Mg_xZn_{0.35}Fe_2O_4$ ) باستخدام تقانات السول – جل والحالة الصلبة لقيم ( $X=0.00,0.04,0.08,0.10,0.12,0.16$ )، إذ تم تليد الفرايتات المحضرة بطريقة السول – جل في ( $1000^\circ C / 2h$ ) في حين تم تليد الفرايتات المحضرة بطريقة الحالة الصلبة في ( $1250^\circ C / 2h$ ) وتمت دراسة الخصائص التركيبية للفرايت الناتج عن طريق فحص ( $XDR$ ) و ( $SEM$ )، واطهرت النتائج ان الفرايت يمتلك طوراً مغزلياً وتشير القياسات المغناطيسية الى زيادة مغنطة التشبع ( $M_s$ ) لتصل الى ( $X < 0.10$ )، ويتناقص بزيادة تركيز ايونات المغنيسيوم، وتناقص درجة حرارة كوري مع تركيز ايونات  $Mg^{+2}$  [36].

❖ عام (2016) قام الباحث عمار عيسى عباس الربيعي بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{0.1}Cu_{0.2}Zn_{0.7}Fe_2O_4$ ) ذي التركيب المغزلي بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي باستعمال حامض الستريك ( $C_6H_8O_7$ ) كوقود للتفاعل، وعن طريق فحص ( $XDR$ ) و ( $SEM$ ) درست الخصائص التركيبية للفرايت الناتج، واطهرت النتائج ان الفرايت يمتلك طوراً مكعباً مغزلي الشكل وان زيادة تركيز الوقود المستعمل ادى الى نقصان الحجم الحبيبي وقيمة الكثافة النظرية وزيادة قيمة كثافة الانخلاعات والمساحة السطحية [37].

❖ عام (2016) قام الباحث (B.H. Devmunde) واخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي ( $Ni_{1-x}Cd_xFe_2O_4$ ) لقيم ( $X=0.2,0.4,0.6,0.8$ ) باستخدام طريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي، وتمت دراسة العينات باستخدام تقانتي ( $SEM, XRD$ ) التي كشفت عن تكوين طور مغزلي واحد وحجم حبيبي يتراوح ( $46.89 - 58.4 nm$ )، ولاحظوا أن زيادة التردد تؤدي الى فقدان العزل ( $\tan \delta$ ) بسبب ان الاستقطاب بيني، وتمت دراسة الخواص المغناطيسية لجميع العينات إذ كشفت النتائج انخفاض مغنطة التشبع ( $M_s$ ) والقسري ( $H_c$ ) مع استبدال عينات  $Cd^{+2}$  [38].

- ❖ عام (2016) قام الباحث ( *M K Anupama* ) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي (  $Ni_{0.4}Zn_{0.6}Cr_{0.5}Gd_xFe_{1.2-x}O_4$  ) بطريقة محلول الاحتراق لقيم (  $X=0.00,0.02,0.04,0.06$  )، إذ تم تلييد المسحوق في (  $1000^\circ C$  ) لمدة (  $2h$  )، وتمت دراسة العينات باستخدام تقانتي ( *VSM* ، *XRD* ) اللتين كشفتنا عن تكوين طور مكعب مغزلي وحجم حبيبي يتراوح (  $19 - 34 nm$  )، وينخفض مع زيادة تركيز ايونات  $Gd^{+2}$ ، وكذلك تم دراسة التغير في درجة حرارة الغرفة الحقيقية (  $\epsilon'$  ) والخيالية (  $\epsilon''$  ) وسماحية العازل كدالة للتردد، ولاحظوا انخفاض سماحية العازل الحقيقي والخيالي مع زيادة التردد فضلاً عن تركيز  $Gd^{+2}$  [39].
- ❖ عام (2016) قام الباحث (خلف ابراهيم خليل الجبوري) بتحضير مركب الفرايت النانوي (  $Ni_{1-x}Cd_xFe_2O_4$  )، إذ ان (  $0 \leq X \leq 0.5$  ) وذلك باستخدام طريقة تكنولوجيا المساحيق، وتم حساب الحجم الحبيبي لجميع مركبات الفرايت المحضرة من حيود الأشعة السينية بعد التأكد من تشكيل الطور الاحادي ذي التركيب البلوري مغزلي الشكل، وتم حساب ثابت الشبكة والكثافة الظاهرية المحسوبة من حيود الأشعة السينية (  $\rho_{x-ray}$  )، إذ وجد انها تزداد مع زيادة تركيز نسبة الكاديوم مع نقصان المسامية، اما الفحوصات المغناطيسية فقد اظهرت نقصان قيم القوة القاهرة والنفوذية المغناطيسية والمغناطيسية المتبقية مع زيادة تركيز الكاديوم، في حين ادى ذلك الى زيادة التأثيرية المغناطيسية [40].
- ❖ عام (2017) قام الباحث ( *Y.K.Dasan* ) وآخرون بتحضير مركب الفرايت النانوي (  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}La_xFe_{1-x}O_4$  ) لقيم (  $0 \leq X \leq 1$  ) المحضرة بطريقة السول – جل، وتمت دراسة العينات باستخدام تقانات ( *VSM* ، *SEM* ، *XRD* ) التي كشفت عن تكوين الطور المغزلي المكعب وحجم حبيبي يتراوح (  $21-25nm$  )، ودراسة الخواص المغناطيسية لجميع العينات، إذ كشفت النتائج عن انخفاض مغنطة التشبع ( *Ms* ) والقسري ( *Hc* ) مع استبدال عينات  $La^{+3}$ ، ومن هنا تؤكد النتائج ان استبدال ايون  $La^{+3}$  أثرت بنحو كبير في الخواص التركيبية والمغناطيسية [41].

## (3-1) الهدف من البحث

1. تحضير عينات الفرايت النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) مجموعة (A) ، وعينات المركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) مجموعة (B)، وعينات المركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) مجموعة (C) لقيم ( $X=0.00, 0.025, 0.05, 0.075$ ) بطريقة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي (sol-gel - auto - combustion).
2. دراسة الخواص التركيبية للعينات المحضرة باستعمال فحص حيود الاشعة السينية (XRD) والمجهر الالكتروني الماسح (SEM) للتأكد من تشكيل الطور المغزلي ، ومن ثم تشكيل العينات الخاصة بالبحث وحساب ثوابت الشبكة والحجم الحبيبي والكثافة النظرية والظاهرية والمسامية والمساحة السطحية النوعية لجميع عينات المجموعة (A) و (B) و (C).
3. دراسة الخواص الكهربائية التي تضمنت كلاً من قياسات ثابت العزل ومعامل الفقد العزلي والتوصيلية المتناوبة والمستمرة ومتانة العازل.
4. دراسة الخواص المغناطيسية التي تضمنت شكل حلقة الهستيرة.
5. مشاهدة مدى التحسن في الخواص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية وتحديد افضل النسب للمركبات لاستعمالها في المحولات والمحركات الكهربائية .

PDF Reducer Demo  
الفصل الثاني

الجانب النظري

## (1-2) المقدمة

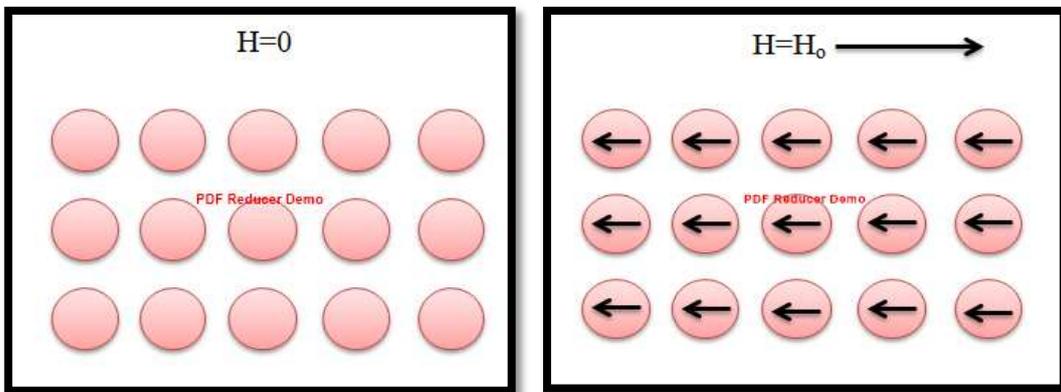
يتضمن هذا الفصل وصفاً عاماً للجانب النظري لموضوع هذه الدراسة ، من حيث الأفكار والمفاهيم الفيزيائية النظرية والإيضاحات العلمية والعلاقات والقوانين الرياضية التي عن طريقها يمكن تفسير النتائج التي يتم الحصول عليها عملياً.

(2-2) أنواع المواد المغناطيسية *Types of magnetic substances*

تصنف المواد بنحوٍ عام وفقاً لخواصها المغناطيسية الى :

(1-2-2) المواد الدايمغناطيسية *Diamagnetism*

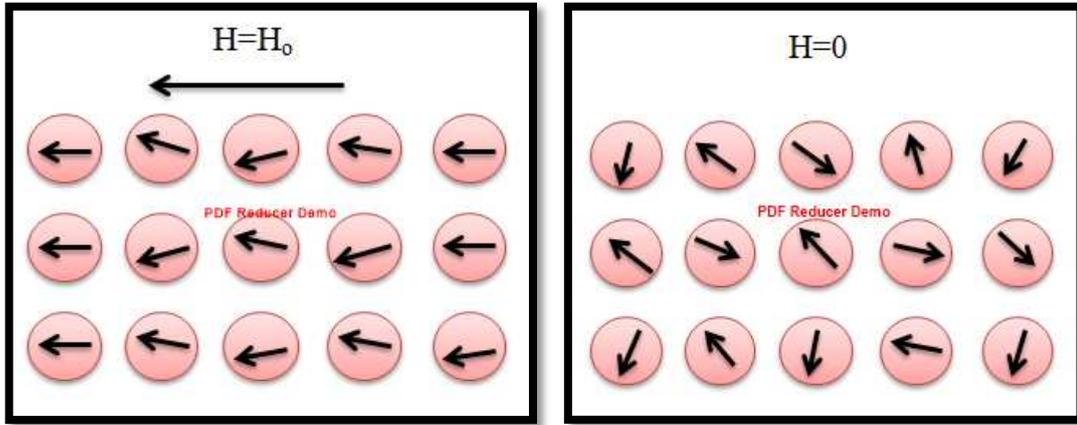
هي المواد التي تكون إلكتروناتها المدارية قليلة مشبعة ، وان محصلة العزوم المغناطيسية لجميع الإلكتروناتها في كل ذرة تساوي صفراً ، عند تسليط مجال مغناطيسي سيضطرب توزيع الشحنات الالكترونية وتولد مجالاً مغناطيسياً محتثاً يعاكس المجال المغناطيسي الخارجي ، وان قيمة التأثيرية المغناطيسية سالبة وقيمتها قليلة جداً بحدود ( $10^{-5}$ ) اما قيم النفاذية النسبية ( $\mu_r$ ) فهي اقل من واحد بقليل، وهي لا تعتمد على درجة الحرارة واتجاه العزوم في المادة، ومن أهم العناصر التي توصف على أنها دايمغناطيسية النحاس والزنك والفضة [42] والشكل (1-2) يوضح كيفية تأثير المادة الدايمغناطيسية بالمجال المغناطيسي.



الشكل (1-2) تأثير المادة الدايمغناطيسية بالمجال المغناطيسي [43]

**Paramagnetism****(2-2-2) المواد البارامغناطيسية**

هي تلك المواد التي اذا وضعت في مجال مغناطيسي فإنها تسير المجال المغناطيسي ،اي المغناطيسية المسيرة ، وتتولد هذه الظاهرة نتيجة تراصف العزوم المفردة للذرات أو الجزيئات أو الايونات باتجاه المجال المغناطيسي كما يوضحه الشكل (2-2)، وعند وضع هذه المواد تحت تأثير مجال مغناطيسي خارجي سيتولد عزم مغناطيسي ناتج عن الجمع الاتجاهي للعزوم البرمية للالكترونات وان في حالة غياب المجال المغناطيسي سوف تكون هذه العزوم باتجاهات عشوائية وبمحصلة تساوي صفراً ، وان قيمة النفاذية المغناطيسية لهذه المواد اكبر من واحد ( $\mu > 1$ )، وان التأثيرية المغناطيسية موجبة واقل من واحد ( $\chi < < 1$ ) ، ومن أمثلة هذه المواد المنغيز ، النحاس ، الزنك ، الكلوريد ، الكبريتات [42].

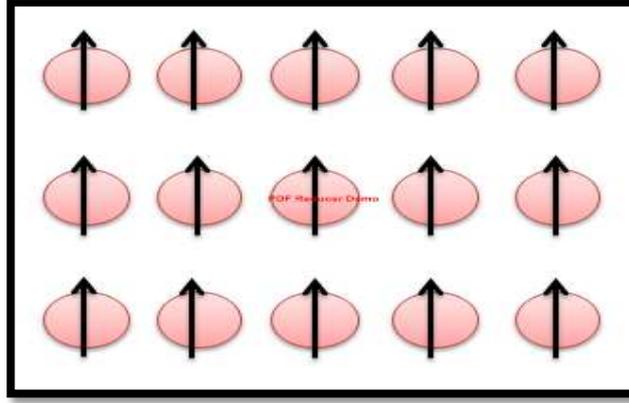


الشكل (2-2) تأثير المادة البارامغناطيسية بالمجال المغناطيسي [43].

**Ferromagnetism****(3-2-2) المواد الفيرومغناطيسية**

تعرف هذه المواد بنفاذية مغناطيسية وتأثرية عاليتين ، إذ تأخذ العزوم المغناطيسية مع بعضها ترتيباً موازياً مع المجال المغناطيسي مما يجعلها تحتفظ بخواص مغناطيسية دائمة حتى بعد إزالة المجال المغناطيسي الخارجي المؤثر كما هو موضح في الشكل (3-2) وهذه المواد تدخل في كثير من التطبيقات الهندسية وانها لا تتغير بنحو مفاجئ بين منطقة واخرى [32].

تتحول المواد الفيرومغناطيسية الى مواد بارامغناطيسية عند زيادة درجة الحرارة عن حد معين يسمى بدرجة حرارة كوري ( $T_c$ ) (Curie Temperature) ، وان سبب ذلك يعود الى تغيير في ترتيب العزوم المغناطيسية عند زيادة درجة الحرارة جعلتها تكتسب طاقة حرارية أدت إلى نقصان مغناطيسية المواد، ومن أبرز العناصر التي تتصف بهذا النوع: الحديد ، والكوبلت ، والنيكل [42].

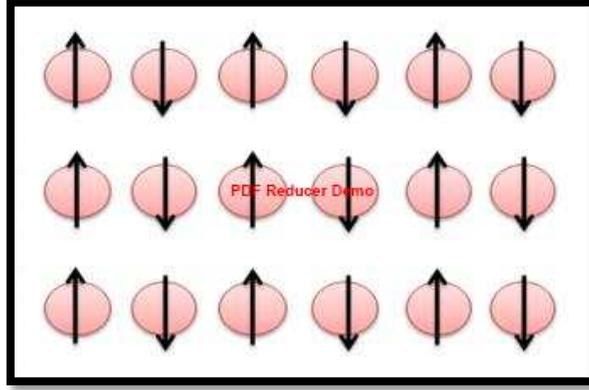


الشكل (3-2) المادة الفيرومغناطيسية [43].

والمواد الفيرومغناطيسية غير ممغنطة ، إذ تكون شدة المجال المغناطيسي  $H=0$  عندما تكون  $M=0$  ، وعند زيادة المجال المغناطيسي الخارجي تصطف الثنائيات باتجاه المجال الخارجي مما يؤدي الى زيادة الممغنطة الرئيسية ، وعندما تصطف جميع ثنائيات القطب باتجاه المجال المغناطيسي المسلط نحصل على حالة الاشباع [42].

### ( 4-2-2 ) المواد ضد الفيرومغناطيسية *Anti-Ferromagnetism*

هي المواد التي تكون فيها العزوم البرمية متوازية ومتعاكسة بين الذرات المتجاورة في الشبكة الأساسية كما في الشكل (4-2)، وعند تسليط مجال مغناطيسي خارجي مؤثر فإن الذرات ثنائية القطب فيها تصطف وتوحد اتجاهها في الاتجاه المضاد للمغناطيسية فتلغى المغناطيسية الناتجة عن المجال المغناطيسي الخارجي المؤثر، وهذا ما يجعل محصلة العزوم المغناطيسية للشبكة الثانوية الواحدة متوازية الاتجاه ومعاكسة لاتجاه العزوم المغناطيسية للشبكة الثانوية المتجاورة ليصبح محصلة العزوم للشبكة الاساسية مساوية للصفر. كما ان هذا المواد تزداد مغناطيسيتها بزيادة درجة الحرارة إلى حد معين، ويعرف بدرجة حرارة نيل ( $T_n$ ) عند تجاوز هذه الدرجة المادة ضد الفيرومغناطيسية تتصرف كمواد بارامغناطيسية، ومن ابرز هذه العناصر المضادة للفيرومغناطيسية أكسيد النيكل ، وأكسيد المنغنيز الكروم [42].



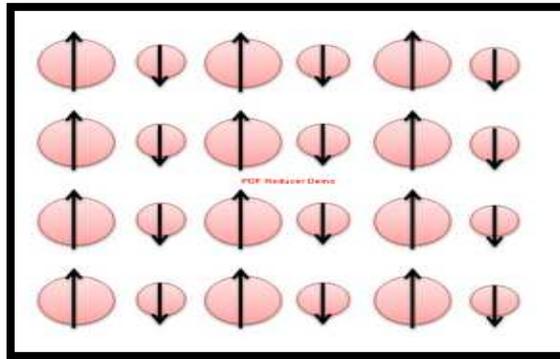
الشكل (2-4) المادة ضد الفيرومغناطيسية [43]

### Ferrimagnetism

### ( 2-2-5 ) المواد الفيرومغناطيسية

هي خاصية تتميز بها بعض المواد السيراميكية ، إذ تكون هنالك عزوم ثنائية القطب فيها مصطفة بصورة مختلفة ، إذ تمتلك عزماً مغناطيسياً تلقائياً (*spontaneous magnetic moment*) ، ويرمز لها  $M_s$  وتصطف العزوم المغناطيسية بصورة متعكسة في الاتجاه ، ولكنها غير متساوية في توزيعها ، كما في الشكل (2-5) ، لذا تعد هذه المواد حالة خاصة من المواد ضد الفيرومغناطيسية ، وهذا يوضح امتلاك هذه المواد مغناطيسية ذاتية حتى في غياب المجال المغناطيسي الخارجي [42].

وتظهر مواد هذا النوع تأثيرية مغناطيسية ( $\chi$ ) ونفاذية مغناطيسية نسبية ( $\mu_r$ ) عاليتين ، وان أكثر المواد الفيرومغناطيسية انتشاراً هي أكاسيد الحديد أو الفرايتات ، فضلاً عن امتلاك الفرايتات مقاومة كهربائية عالية تمتلك نفاذية مغناطيسية وحث اشباع عاليين ، كما ان المقاومة النوعية للمواد الفيرومغناطيسية عالية جداً قياساً بالمواد الفيرومغناطيسية التي تعد من المواد جيدة التوصيل الكهربائي والحراري [42].



الشكل (2-5) المادة الفيرومغناطيسية [43].

## (3-2) تصنيف الفريتات على وفق خواصها المغناطيسية

تصنف الى نوعين من الفريتات

1. الفريتات اللينة (soft - ferrite)

2. الفريتات الصلدة (Hard - ferrite)

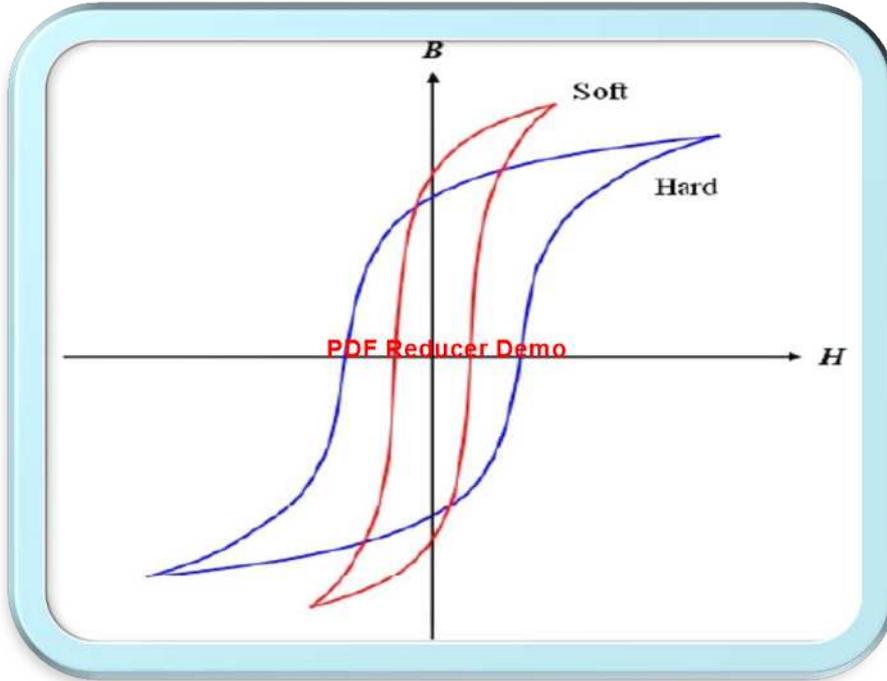
## (1-3-2) الفريتات اللينة (soft - ferrite)

هي نوع من انواع السيراميكات التي يمكن أن تكون ممغنطة بسهولة . وهذا يدل على أن المواد المغناطيسية لها مجال قسري منخفض والمغنطة العالية مطلوبة في العديد من التطبيقات ، وتكون حلقة الهسترة طويلة وضيقة وبالتالي فإن فقدان الطاقة منخفضة جداً في هذه المواد المغناطيسية . ومن الأمثلة على ذلك النيكل ، والحديد ، والكوبالت ، والمنغنيز وما إلى ذلك ، وهي تستخدم في قلوب المحولات ، ورؤوس أجهزة التسجيل وأجهزة الميكروويف ، والملفات الحثية [44] .

للفريتات اللينة مزايا معينة على المواد الكهرومغناطيسية الأخرى بما في ذلك المقاومة الكهربائية العالية وانخفاض خسائر التيارات الدوامية لمدى واسع من التردد ، ولديها نفاذية عالية ومستقرة على نطاق واسع من درجة الحرارة . هذه المزايا تجعل الفريتات افضل المواد المغناطيسية الأخرى [ 45 ] .

## (2-3-2) الفريتات الصلدة (Hard - ferrite)

هي نوع من انواع السيراميكات، وتستخدم كمغناطيس دائم . وهذا النوع من المغناطيس يمتلك حلقة هسترة واسعة وكثافة فيض مغناطيسي عالٍ بخلاف الفريتات اللينة كما موضح بالشكل (5-6) ، ومن انواعه فريت الباريوم ( $Ba_{0.6}Fe_2O_3$ )، وفريت السترونشيوم ( $Sr_{0.6}Fe_2O_3$ ) وتستخدم في الكثير من التطبيقات مثل مكبرات الصوت ، وصناعة السيارات، وفي العلاج الطبي، والصناعات النفطية وفي المجال الكهربائي [ 46, 47 ] .



الشكل(2-6) حلقات الهسترة للمواد المغناطيسية الصلبة واللينة [48].

#### (4-2) تصنيف الفرايئات اعتماداً على التركيب البلوري

يمكن تصنيف الفرايئات من حيث تركيبها على النحو الآتي: [49]

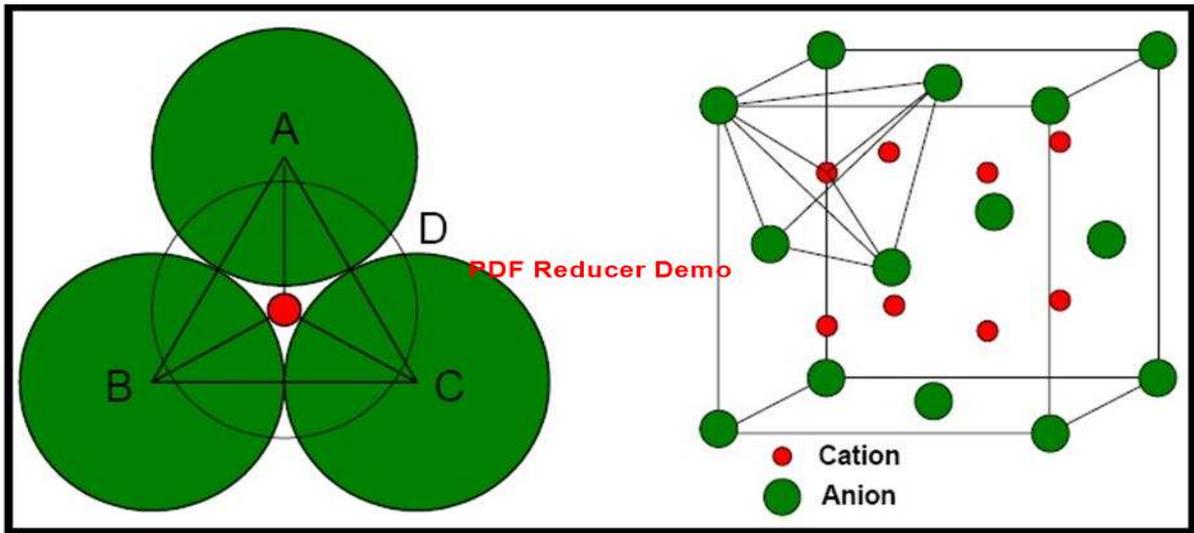
##### (1-4-2) الفرايئات المغزلية *Spinal Ferrite*

تسمى أيضاً الفرايئات المكعبة (*Cubic ferrite*)، وهي شائعة الاستعمال في الاجهزة المغناطيسية والالكترونية بسبب خسارة مغناطيسية قليلة ونفاذيتها المغناطيسية العالية ، وهي غير قابلة للتآكل وتمتلك استقراراً حرارياً عالياً فهي تتحمل درجات حرارة عالية، وتمتلك الفرايئات الصيغة العامة  $(MFe_2O_4)$  ، إذ تمثل M احدى العناصر ثنائية التكافؤ مثل  $(Mg^{+2}, Cd^{+2}, Ni^{+2}, Co^{+2}, Zn^{+2}, Fe^{+2}, Cu^{+2})$  او خليط بينهما ، وتمتاز بمقاومة كهربائية (*Resistivity*) عالية بحدود  $(10^9 M\Omega)$  وثابت عزل يتراوح (10-15)، وتمتلك نفاذية مغناطيسية عالية ، وتتكون وحدة خلية الفرايئات المغزلية من ثماني وحدات لكل خلية وحدة. يمكن كتابة الصيغة  $(M_8Fe_{16}O_{32})$  الأيونات هي أعظم وتمثل تشكل شبكية FCC داخل هذه الشبكات يوجد نوعان من المواضع الخالية وتحلها الكاتيونات المعدنية. وهناك 96 موقعاً الخالي في الخلية وحدة، 64 رباعي السطوح (A) و 32 ثماني السطوح (B). كما في الشكل (7-2 و 8-2).

## Tetrahedral Sites

## (I) الموقع رباعي السطوح

في الموقع رباعي السطوح (A) ، يكون الموقع الخلالي (interstitial) في وسط السطح الرباعي المكون من أربع ذرات شبكية ، يوجد داخل السطح الرباعي ثلاثة أيونات سالبة (anion) تلامس بعضها البعض ، اما الايون السالب الرابع فانه يبقى في موقع مناظر عند مركز قمة الايونات الثلاث ، اما الايونات الموجبة (cation) فانها تقع في وسط الفراغ المتكون من الايونات الاربعة في التركيب الرباعي، تحتل الايونات الأربعة الزوايا الأربع للمكعب ، اما الكاتيونات فانها تشغل مركز المكعب ، إذ تتمركز الايونات A, B, C داخل السطح والانيون D يكون فوق مركز المثلث المتكون بواسطة تلك الايونات الثلاث ، اما الايون الموجب فانه يحتل الفراغ المتكون في مركز المكعب ، في النظام متعادل الشحنة هناك فقط (8) مواقع رباعي السطوح (A) تحتلها الكاتيونات ، ( 64 ) موقعا لكل خلية وحدة في التركيب البلوري ממركز الوجه FCC. الشكل (7-2) يظهر موقع رباعي السطوح في الشبيكة ممركرة الوجه.

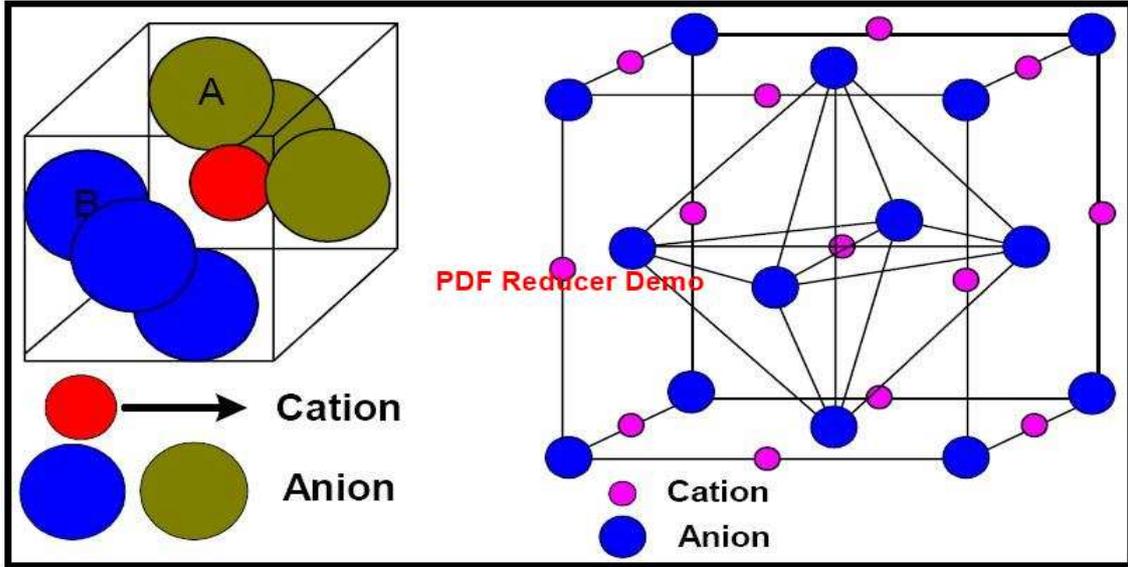


الشكل (7-2) مواقع رباعية السطوح في شبكية Fcc [50].

## Octahedral Sites

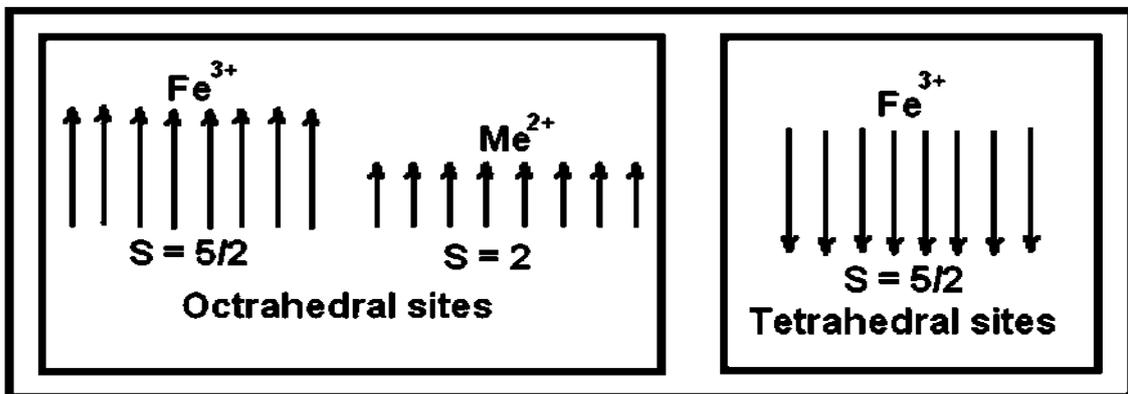
## (II) الموقع ثماني السطوح

في الموقع ثماني السطوح B يكون الموقع الخلالي في وسط المجسم الثماني المتكون من 6 أيونات سالبة (anion) ، أربعة الأيونات لمس بعضها البعض في المستوي، واثنين من المواقع الأيونات الأخرى في مواقع متناظرة فوق وتحت وسط المستوي التي شكلتها أربعة أيونات سالبة (anion) .



الشكل (8-2) مواقع ثمانية السطوح في شبكة Fcc [50].

الايونات الموجبة (cations) تحتل الفراغ الذي أنشأته الأيونات السالبة (anion) الستة مكونة تركيب ثماني السطوح، يظهر التكوين أن الأيونات السالبة الستة تحتل مراكز FCC والايونات الموجبة تحتل مركز BCC، (16) مواقع ثماني السطوح (B) تحتلها الكاتيونات من (32) موقعا في التركيب المغزلي (spinel) ، في التركيب ممرکز الوجه FCC هناك (4) مواقع ثماني السطوح لكل خلية وحدة. الشكل (2- 9) يظهر موقع ثماني السطوح في شبكة FCC [50].

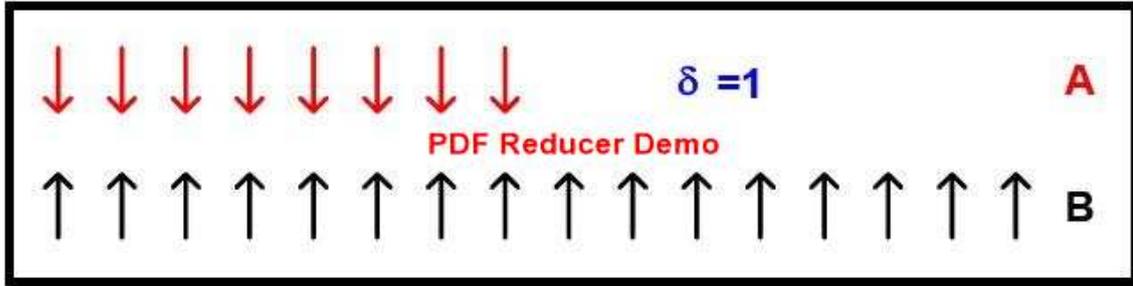


الشكل (9-2) المواقع رباعية السطوح وثمانية سطوح في شبكة [50].

تصنف الفريتات المغزلية إلى ثلاث فئات حسب توزيع الايونات الموجبة (الكاتيونات) على المواقع الرباعية (A) والمواقع الثمانية (B):

### (1-1-4-2) الفريتات المغزلية الاعتيادية *Normal spinel ferrites*

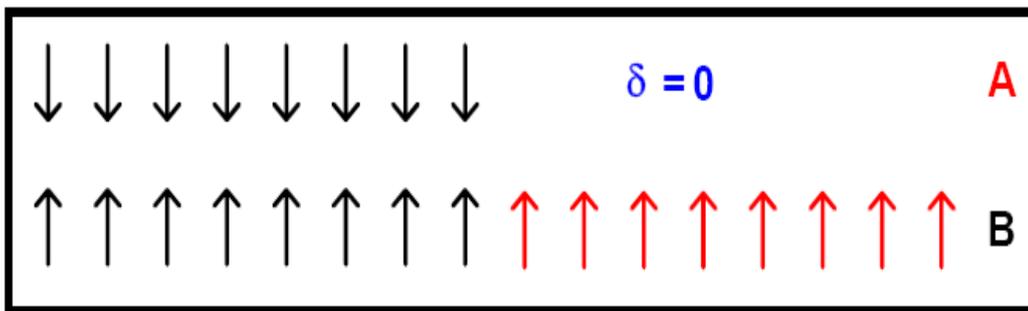
إذا كان هناك نوع واحد فقط من الايونات الموجبة في المواقع ثماني السطوح (B)، فإن هذا التركيب المغزلي يسمى اعتيادي (normal) في هذا النوع من الفريتات، فإن الكاتيونات ثنائية التكافؤ تحتل مواقع رباعي السطوح (A) في حين أن الكاتيونات ثلاثية التكافؤ تشغل مواقع ثماني السطوح (B)، وتستخدم الأقواس المربعة للإشارة إلى التوزيع الأيوني للمواقع الثماني السطوح (B)، يتم تمثيل التركيب المغزلي الاعتيادي بالصيغة  $[M^{2+}]_A [Me^{3+}]_B O_4$ ، حيث M يمثل الأيونات ثنائية التكافؤ و Me للأيونات ثلاثية التكافؤ. مثال نموذجي على الفريت الاعتيادي وهو فريتات الخارصين  $ZnFe_2O_4$  كما هو مبين في الشكل (10-2).



الشكل (10-2) الفريتات العادي [50].

### (2-1-4-2) الفريتات المغزلية المعكوسة *Inverse spinel ferrites*

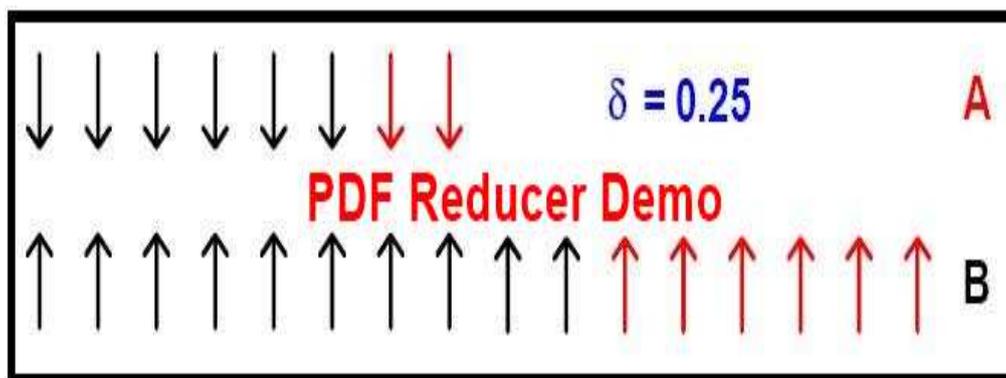
في هذا التركيب نصف الأيونات ثلاثية التكافؤ تحتل مواقع رباعي السطوح (A) ونصف مواقع ثماني السطوح (B)، الكاتيونات المتبقية يتم توزيعها بشكل عشوائي بين مواقع ثماني السطوح (B)، يتم تمثيل هذه الفريتات بالصيغة  $(Me^{3+})_A [M^{2+}Me^{3+}]_B O_4$ ، مثال نموذجي على الفريت المغزلي المعكوس هو  $Fe_3O_4$ ، والذي فيه تشغل كاتيونات الحديد ثنائية التكافؤ من مواقع ثماني السطوح (B) [51] كما هو موضح في الشكل (11-2).



الشكل (11-2) الفرايتات المعكوسة [50].

### الفرايتات المغزلية المتوسطة (3-1-4-2) Intermediate spinel ferrites

التركيب المغزلي ذو توزيع الأيوني وسطي بين التركيب المغزلي الاعتيادي والعكسي يعرف ب التركيب المغزلي المختلط ، ذو الصيغة  $(M_{\delta}^{+2}Me_{1-\delta}^{+3})_A[M_{1-\delta}^{+2}Me_{1+\delta}^{+3}]_B O_4$  ، حيث  $\delta$  يدعى بعامل الانقلاب (inversion parameter)، كمية  $\delta$  تعتمد على طريقة التحضير وطبيعة مكونات الفرايت، بالنسبة للفرايت الاعتيادي فان ( $\delta = 1$ )، بالنسبة للفرايت المغزلي المعكوس الكامل فان ( $\delta = 0$ )، اما بالنسبة للفرايت المغزلي المختلط فان قيمتها تتراوح بين هاتين القيمتين، اما للفرايتات المغزلية المختلطة تماما فان ( $\delta = 1 / 3$ )، اذا كان هناك عدد غير متساو من كل نوع من الكاتيونات على مواقع ثماني السطوح، عنده يدعى هذا الفرايت بالمغزلي المختلط ، من الأمثلة النموذجية عن الفرايت المغزلي المختلط هي  $MgFe_2O_4$  و  $MnFe_2O_4$  [52].



الشكل (12-2) الفرايتات المتوسطة [50].

## (2-4-2) الفرايتات السداسية

**Hexagonal Ferrite**

تتميز هذه الفرايتات بتراكيب معقدة جداً، وتستخدم على نطاق واسع كمغناطيس دائم ، ولها قسرية عالية في الترددات العالية جداً، ويمكن تمثيلها بالصيغة  $M Fe_{12} O_{19}$  ، إذ إن M هو عنصر مثل الباريوم أو الرصاص أو السترونتيوم ، في هذه الفرايتات نجد أن أيونات الأكسجين مترابطة مغلقة التركيب البلوري السداسي وشبكته مشابهة لتركيب المغزلي مع أيونات الأوكسجين المترابطة بنحو وثيق ، تمتلك الفرايتات السداسية أيونات أكبر من فرايتات العقيق ، وتتكون من استبدال أيونات الأوكسجين [53] .

## (3-4-2) فرايتات العقيق

**Garnet Ferrite**

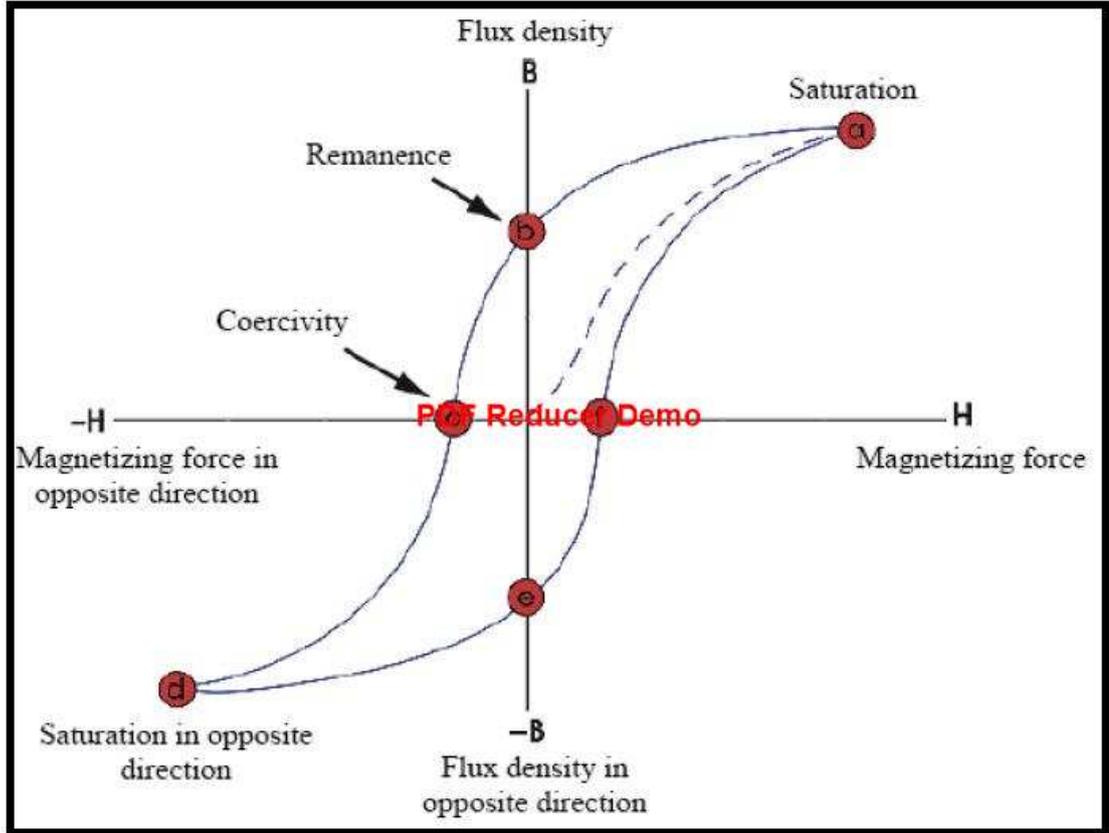
الصيغة العامة لوحدة خلية العقيق الحديد النقي لديها ثماني وحدات صيغة  $M_3Fe_5O_{12}$  ، إذ إن M هو ثلاثي أيونات الاتربة النادرة (Y, Gd, Dy) ، وشكل الخلية الخاصة بهم هو مكعب وطول حافته نحو  $(12.5 \text{ \AA})$  (  $12.5 \text{ \AA}$  ) تمتلك تراكيب بلورية معقدة، وتكون كل الايونات الموجبة ثلاثية التكافؤ ( trivalent ) لأنه ليس هنالك مواقع لأيونات الحديد ثنائية التكافؤ في الشبكة ، ومن اهم اشكال هذا التركيب هو (  $Y_3Fe_5O_{12}$  ) وكذلك (  $Gd_3Fe_5O_{12}$  ) فهي مهمة نظراً لتطبيقاتها في بنية الذاكرة [54].

## (5-2) التخلف المغناطيسي

**Hysteresis loop**

يعرف التخلف المغناطيسي (حلقة الهستيرة) بأنه التخلف الواقع في تغيرات التمتع عند تغيرات المجال الخارجي ويعتبر مقياس للطاقة المفقودة لوحدة الحجم داخل المادة خلال دورة واحدة إن شكل حلقة الهستيرة أمر ضروري في دراسة الخواص المغناطيسية للمواد وتحديد نوعية المغناط المصنعة سواء كانت لينة ( *soft* ) أم صلدة ( *Hard* ) ، عند وضع المادة الفيرومغناطيسية في مجال مغناطيسي فإن الحقول المغناطيسية ( ثنائيات القطب ) تحاول التراصف باتجاه المجال المغناطيسي المسلط ، لذا فإنه سيزداد تمغنت المادة الفيرومغناطيسية لان مجالاتها المغناطيسية ستضاف للمجال الخارجي منتجة مجالاً كلياً أقوى ، أي تصل المادة إلى حالة الإشباع، وعند ازالة المجال المغناطيسي الخارجي H ، يلاحظ ان كثافة الفيض المغناطيسي لا تساوي صفراً وإنما تأخذ قيمة يطلق عليها اسم كثافة الفيض المغناطيسي المتبقية ( *residual flux density* ) وهي التي تجعل المادة تمتلك صفة المغناطيسية الدائمة، وللتخلص من ثنائيات القطب المغناطيسية المتبقية فإنه لا بد من تخفيض قيمة المجال المغناطيسي H في الاتجاه المعاكس حتى تصل الى قيمة سالبة يطلق عليها اسم المجال المغناطيسي القهري ( *coercive* ) وفي هذه الحالة فان كثافة الفيض المغناطيسي B تساوي صفراً وثنائيات القطب قد تخلفت كلياً في المادة وفقدت خواصها المغناطيسية المكتسبة ، وعند استمرار عملية تخفيض المجال المغناطيسي H باتجاه السالب حتى وصول اعظم المجال المغناطيسي  $H_{max}$  فان ثنائيات القطب

ستصطف كلها بالاتجاه المعاكس للمجال المغناطيسي الخارجي  $H$ ، وعند زيادة المجال المغناطيسي من القيمة السالبة الى الصفر نحصل على منحنى مغلق يسمى حلقة الهستيرة المغناطيسية او منحنى التخلف المغناطيسي كما في الشكل (13-2) الذي يمثل العلاقة بين شدة المجال المغناطيسي  $H$  وكثافة الفيض المغناطيسي  $B$ ، وانه على الرغم أن هذه الظاهرة تعد سلبية عند تصميم المحولات نجد أنها مفيدة جداً في مجال إخفاء وتوهين موجة [55].



الشكل (13-2) يمثل حلقة الهستيرة الكاملة [56].

### *Sol - Gel Auto Combustion Technology*

تتصف هذه الطريقة بالأسلوب الطارد للحرارة (*exothermic*) والاستدامة الذاتية الحرارية الناتجة من تفاعل الأكسدة الأيونية في الهلام (*gel*) ، ويمكن الحصول عليها من املاح معدنية مذابة في محلول مائي (مؤكسد) والاحماض العضوية (اختزال) ، التي تمثل التفاعلات الكيميائية والتي تتضمن فقدان الاوكسجين واكتسابه ، وتمثل الانتقالات الالكترونية تفاعلات التأكسد (*Oxidation*) وهي التي يحصل فيها فقدان في الالكترونات من الذرة او من عدة ذرات وتؤدي الى زيادة في اعداد التأكسد ، اما الاختزال (*Reduction*) وهو يحدث فيه تغيير كيميائي ويصاحبه اكتساب الالكترونات لذرة او عدة ذرات والتي تؤدي الى نقصان في عدد التأكسد للعنصر ، وتعد العمليتان مكملتين إحداهما للأخرى ، اي انه لا يمكن الحصول على عملية التأكسد من دون ان ترافقها عملية اختزال ، بحيث يكون العدد الكلي للإلكترونات المكتسبة في عملية الاختزال مساوياً للعدد الكلي للإلكترونات المفقودة نتيجة التأكسد، وإن ذوبان املاح النترات في الماء ( $NO_3$ ) هو مصدر اكسدة التحضير، في حين مصدر الاختزال فهو الاحماض العضوية ، ولا يحتاج تفاعل مكونات الاكاسيد الى طاقة من مصدر خارجي ، لان توفير الطاقة اللازمة للتفاعل يكون عن طريق الاحتراق التلقائي، وتتطاير كميات كبيرة من الغازات نحو الاعلى عند الاحتراق ، وهذا ما يمنع تكثف الجسيمات النانوية ويؤدي الى تشكيل المسحوق، وان احد انواع المركبات العضوية (الوقود) المستعمل في تحضير المواد السيراميكية هو حامض الستريك وذلك بسبب رخص ثمنه وفعاليتها في انتاج المواد السيراميكية ذات الحجم الحبيبي الصغير، ويجب اختيار النوعية الجيدة للوقود المستخدم بعملية الاحتراق ، لان الوقود له تأثيرات في ايونات المعادن من حيث اختلافها في الاحجام الايونية التي تساعد في الحفاظ على تشكيل الطور وعدم ترسيب المكونات وتجانس التركيب واختزال ذرات الاوكسجين من ايونات النترات [57] .

- فوائد تقانة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي .

## Advantages of Sol – Gel Auto Combustion Technology

إن تقانة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي لها فوائد كثيرة ، أهمها : [ 61 , 60 , 59 , 58 ]

- 1 – يمكن السيطرة على العناصر المتفاعلة.
- 2- عدم حاجة هذه الطريقة الى درجات حرارية عالية مقارنة بالطرائق الاخرى ، وتعد من الطرائق رخيصة الثمن .
- 3- يمكن الحصول على المسحوق أحادي الطور وحجم حبيبي نانوي.
- 4 - يمكن الحصول على مواد نقية مختلفة والمسحوق الناتج بشكل فوري تقريباً وذلك لأنه تفاعل طارد للحرارة.

- مساوئ تقانة السول – جل ذات الاحتراق التلقائي

## Disadvantages of Sol – Gel Auto Combustion Technology

يمكن ادراج اهم المساوئ بالآتي : : [ 61 , 60 , 59 , 58 ]

- 1 - وجود شوائب نتيجة عملية الاحتراق كبقايا كربونية في المنتج النهائي.
- 2 - يجب معرفة سلوك التفاعل مسبقاً للحصول على المنتج ذي الخصائص المطلوبة.
- 3 - ضعف السيطرة وتكثف الجسيمات على الاحجام النانوية واتخاذ الحذر عند التحضير لاحتمال حدوث تفاعل عنيف مصحوباً بلهب قوي.

## Structural Properties

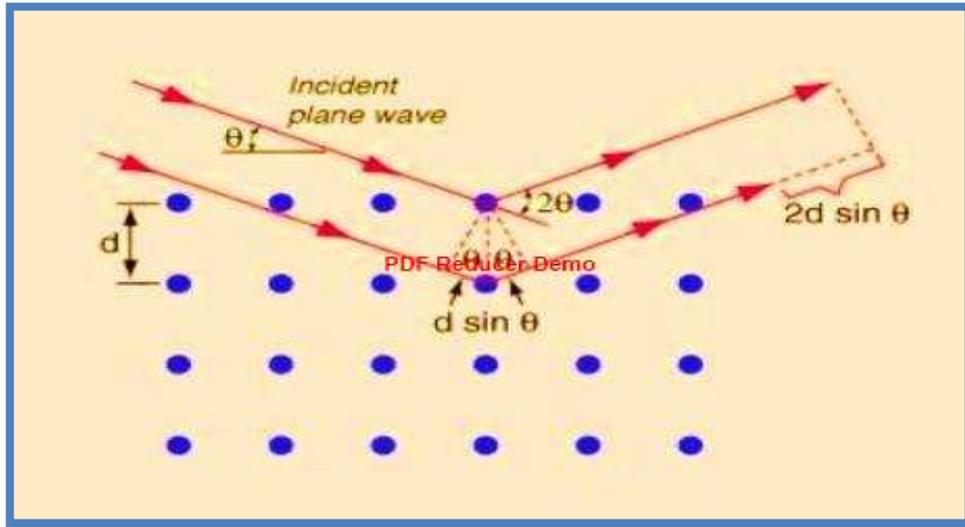
## (7-2) الخواص التركيبية

يستعمل جهاز الأشعة السينية كمصدر أساسي للمعلومات لدراسة الخواص التركيبية للمواد.

## (1-7-2) حيود الأشعة السينية X-ray Diffraction

تُعد حيود الأشعة السينية مصدراً أساسياً للمعلومات الدقيقة عن البنية البلورية لتركيب المواد ، فعند سقوط الأشعة على سلسلة من الذرات التي تكون متباعدة بمسافات منتظمة في الغالب فان فوتونات هذه الأشعة ستعاني انحرافاً عن اتجاهها الاصلي ، فاذا فقدت فوتونات الأشعة السينية جزءاً من طاقتها الحركية فإنها سوف تنتشتت تشتتاً غير مرن ، اما عند انعدام حدوث تغير في طاقتها الحركية فإنها سوف تنتشتت تشتتاً مرناً كما في

الشكل (14-2)



الشكل (14-2) حيود الأشعة السينية [62]

تمكن العالم براك من استنتاج قانونه الذي يعتمد على فرق مسار الأشعة الساقطة والمنعكسة والذي يكون مساوياً للطول الموجي او مضاعفات صحيحة للطول الموجي (  $n\lambda$  ) [62].

ان فرق المسار بين حزم الأشعة المنعكسة من السطح الاعلى والسطح المجاور هو  $(2d \sin\theta)$  اذا كانت المسافة بين المستويات المتوازية  $(d)$  ، وانه عندما يكون فرق المسار البصري هو أعداداً صحيحة من الطول الموجي فانه سوف يحدث تداخل بناء للحزمة المنعكسة ، وبذلك يتحقق شرط الحيود، ويوصف قانون براك بالعلاقة الاتية : [62,63]

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad \dots \dots (1 - 2)$$

$n$  : رتبة الحيود ( $n = 1, 2, 3, \dots$ )

كلما زادت رتبة الحيود قلت الشدة ولذلك فإن قيمة رتبة الحيود دائماً تؤخذ (n=1) .

$d_{hkl}$  : المسافة البينية العمودية بين مستويين متتاليين.

$\theta$  : زاوية السقوط او زاوية براك (تساوي نصف زاوية الحيود).

$\lambda$  : طول موجة الاشعة السينية الساقطة (nm).

ولكي يتحقق انعكاس براك لا بد من تحقيق الشرط التالي المسمى بشرط براك:

$$\lambda \leq 2 d_{hkl} \quad \dots \dots (2 - 2)$$

### (2-7-2) فهرسة طيف حيود الاشعة السينية بالطريقة الرياضية

#### *Indexing (XRD) of Mathematical Method*

الفهرسة هي العملية التي عن طريقها تُحدد معالم وحدة خلية من مواقع القمم ( $2\theta$ ) في نمط الحيود ، وتعد الخطوة الاولى في التحليل ، إذ تتضمن تعيين معاملات ميلر لكل انعكاس من انعكاسات براك ، وهناك نوعان من التصنيفية لنمط حيود ، إذ يمكن إجراؤها يدوياً أو باستعمال أحد البرامج المعدة لهذا الغرض، وتوجد للفهرسة اليدوية طريقتان :

• التحليلية (*Analytical method*)

• الرياضية (*Mathematical method*)

تعتمد كلتا الطريقتين على مواقع القمم ( $2\theta$ ) ، حيث تؤخذ قيم ( $2\theta$ ) مباشرة من نمط حيود الاشعة السينية للمسحوق لإجراء الحسابات اليدوية عليها لحين الوصول الى أعداد صحيحة ، كل عدد يمثل مجموع مربعات معاملات ميلر ( $h^2+k^2+L^2$ ) ، ومنها يمكن استخلاص معاملات ميلر (hkl) الخاصة بكل انعكاس او كل قمة في نمط حيود الأشعة السينية للمسحوق ، ومن ثم يمكن إيجاد معالم الشبكة وحجمها ولاسيما في الأنظمة البلورية عالية التناظر، إنَّ طريقة الفهرسة البرمجية هي احدى الطرائق التي يمكن استعمالها لتحديد معالم الشبكة أو وحدة الخلية واستخلاص المعلومات والبيانات من مواقع القمم في نمط حيود المسحوق ، وهي تساعد على تفسير أنموذج طيف حيود الأشعة السينية وذلك عن طريق استعمال برمجيات، ومنها التصنيفية المعتمدة على تحليلات ريتفيلد (*Rietveld Analysis*) التي تعمل على تصنيفية المعالم التركيبية للنظام البلوري، لكنها لا تستطيع أن تضيف معلومات جديدة غير مجهزة لها أصلاً، وبعد المعاينة البصرية للملاءمة بين طيف الحيود الملاحظ والمحسوب تساعد على معرفة مدى نجاح عملية التصنيفية ، كما أنها تساعد على تخصيص معالم جديدة للتصنيفية تقود إلى ملاءمة جيدة تعمل على تطوير الانموذج

المفترض ، عن طريق علاقة رياضية لحساب الشدة ولطور أحادي وتقريبها بتعبير تحليلي يتضمن المعلمات التركيبية وتأثيرات أجهزة القياس كما في العلاقة الآتية :

$$Y_{ci} = S \sum k L_k / F / ^2 \phi (2\theta_i - 2\theta_k) O_k A + Y_{bi} \quad \dots \dots (3 - 2)$$

إذ ان  $(Y_{ci})$  الشدة المحسوبة عند النقطة (i) .

(k) يمثل معاملات ميلر (hkl) .

$(L_k)$  تضم عوامل لورنتز والاستقطاب وحد التعددية .

$(\phi)$  دالة الانعكاس الجانبي.

$(O_k)$  التوجيه التفضيلي.

(A) عامل الامتصاص الذي يعتمد على سمك العينة وعلى هندسة الحيود .

$(Y_{bi})$  قيمة الشدة الخلفية لعدد (i) من نقاط البيانات .

إذ تعد عوامل الموثوقية  $(R)$  **(Reliability factors)** المعيار الذي يساعد في الحكم على جودة عملية التصفية، عن طريق إعطائه مؤشرات واضحة لمتابعة عملية التصفية، وتعطى عوامل الموثوقية على النحو الآتي:

أ- عامل موثوقية الشكل الجانبي **(profile reliability factor)**

ويعطى بالعلاقة الآتية:

$$R_p = \frac{\sum_i l Y_{oi} - Y_{ci} l}{\sum_i Y_{ai}} \quad \dots \dots (4-2)$$

إذ ان  $(Y_{oi})$  و  $(y_{ci})$  هما شدة الملاحظة والمحسوبة على التوالي .

ب- عامل موثوقية الشكل الجانبي الموزون **(Weighted profile reliability)**

ويعطى بالعلاقة الآتية :

$$R_{wp} = \frac{\sum_i (Y_{ci} - Y_{oi})^2 W_i}{\sum_i (Y_{ai})^2} W_i \quad \dots \dots (5-2)$$

إذ ان  $(W_i)$  عامل التوزين **(Weighting factor)** للنقطة (i)

ويتم حسابه عند تلك النقطة بالعلاقة الآتية:

$$W_i = \frac{1}{Y_{oi}} \quad \dots \dots (6-2)$$

ت- عامل الموثوقية المتوقع (*Expected reliability factor*)

إذا كانت الشدة الخلفية عالية فإن قيمة ( $R_{wp}$ ) ستكون كبيرة تلقائياً ولكي يتم الحصول على قيمة مثالية فإن ( $R_{wp}$ ) يجب ان تقترب من عامل الموثوقية المتوقع ( $R_{exp}$ ) الذي يعطى بالعلاقة الآتية :

$$R_{exp} = \left[ (n - p) / \sum_i^n W_i Y_{oi}^2 \right]^{1/2} \dots \dots \dots (7 - 2)$$

إذ إن

( $n$ ) عدد نقاط طيف حيود الملاحظ

( $p$ ) عدد المعلمات التي تُجرى تصفيته

إنَّ قيمة ( $R_{wp}$ ) تعكس نوعية البيانات المستخدمة، لذلك فإن النسبة بين ( $R_{wp}$ ) و ( $R_{exp}$ ) تمثل جودة عملية الملاءمة (*Goofness of dit*) (GOF) التي يعبر عنها بالمعادلة الآتية:

$$\chi^2 = R_{wp} / R_{exp} \dots \dots \dots (8-2)$$

فإذا كانت البيانات ذات جودة عالية فإن قيمة ( $R_{exp}$ ) ستكون صغيرة ، وقيمة ( $\chi^2$ ) عند اكتمال عملية التصفية اكبر من الرقم (1) ، إذ في اثناء عملية التصفية تبدأ قيمة ( $\chi^2$ ) كبيرة وتتناقص عند افضل اتفاق للانموذج مع البيانات ، ولكن يجب الا تقل قيمة ( $\chi^2$ ) عن الرقم (1) أو تكون مساوية له، فإذا كانت قيمة ( $\chi^2 > 1$ ) عند نهاية عملية التصفية، فهذا معناه أن هناك جودة عالية في البيانات المستخلصة في عملية التصفية . [64،65،66 ،67]

## Structure Parameters (3-7-2) المعلمات التركيبية

### Lattice Constant

### (1-3-7-2) ثابت الشبكة (a)

يمكن حساب ثابت الشبكة للتركيب المكعب بموجب العلاقة الآتية : [68]

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \dots \dots (9 - 2)$$

إذ حيث ان: (hkl) معاملات ميلر

ومن معادلة (1-2) نحصل على

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \quad \dots \dots (10 - 2)$$

وبتعويض معادلة (10-2) بالمعادلة (9-2) نحصل على:

$$a = \left( \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \right) \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \dots \dots (11 - 2)$$

وبالحصول على معاملات ميلر (hkl) من عملية الفهرسة يمكن حساب (a) بسهولة.

كما يمكن حساب حجم خلية الوحدة للنظام المكعب باستخدام المعادلة الآتية [69]

$$V = a^3 \quad \dots \dots (12-2)$$

### Average Grain Size

### (2-3-7-2) معدل الحجم الحبيبي (D)

يمكن حساب معدل الحجم الحبيبي بطريقتين :

### Formula Debye- Scherer's Crystallite Size

### إحدهما: باستعمال معادلة (ديباي- شرر)

يمكن حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديباي - شرر كما يأتي [70] .

$$D = \left( \frac{K\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta} \right) \quad \dots \dots (13-2)$$

إذ إن :

D: معدل حجم الحبيبات (nm).

$\lambda$ : الطول الموجي للأشعة السينية (1.5406Å) لهدف النحاس .

$\beta_{hkl}$ : أقصى عرض عند منتصف الشدة (FWHM) (Full Width at Half Maximum) (Rad) .

K : عامل الهيئة او الشكل ( Shape Factor ) وقيمته نحو (0.9 - 0.94) .

$\theta$  : تمثل زاوية سقوط الاشعة السينية .

والأخرى: باستعمال معادلة وليامسون – هول ( $D_{W-H}$ ) **Williamson - Hall**

تأخذ هذه المعادلة بالحسبان كلاً الاعتبار كل من الانفعال الداخلي ( Strain ) والحجم الحبيبي ، وتكتب

بنحو مختصر ( W - H ) وكما هي موضحة بالمعادلة الآتية [70]:

$$\beta_{hkl} \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + [4\varepsilon \sin \theta] \dots \dots (14 - 2)$$

$\theta$  : زاوية سقوط الاشعة السينية ( deg ) .

$\beta_{hkl}$  : أقصى عرض عند منتصف الشدة ( rad ) .

$\lambda$  : طول موجة الاشعة السينية ( nm ) .

$\varepsilon$  : تمثل الانفعال الداخلي ( Strain ) .

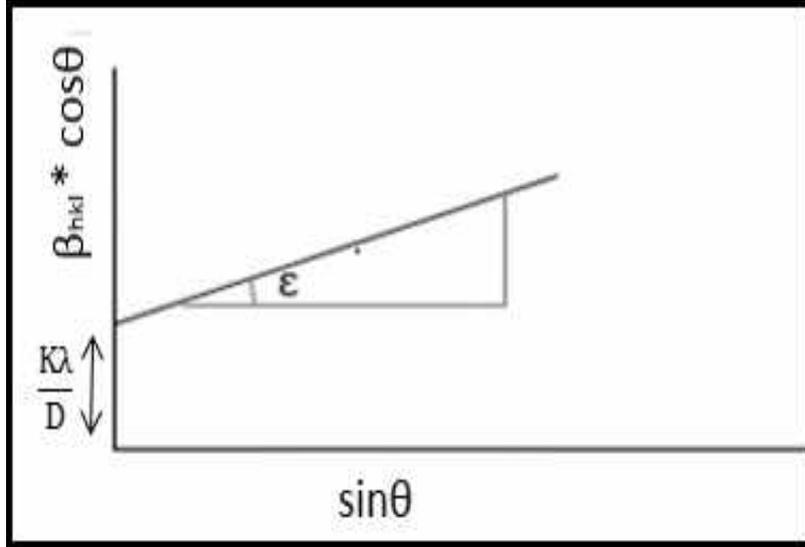
D : تمثل الحجم الحبيبي ( nm ) .

K : عامل الهيئة او الشكل ( Shape Factor ) وقيمته نحو (0.9 - 0.94) .

اما كيفية حساب الحجم الحبيبي فيتم برسم مخطط بياني بين (  $\beta_{hkl} \cos \theta$  ) على محور الصادات

و(  $\sin \theta$  ) على محور السينات ، ومن ثم ملاحظة قيمة القطع الذي يساوي (  $k\lambda/D$  ) ، ومنه يتم حساب معدل

الحجم الحبيبي، اما الانفعال المجهرى فيمكن حسابه من الميل ، كما هو موضح في الشكل (2-15).



الشكل (15-2) رسم تخطيطي لكيفية حساب الحجم الحبيبي بطريقة (W-H) [71]

### Theoretical density

### (3-3-7-2) الكثافة النظرية

تستخدم في تحديد الخصائص الميكانيكية والكيميائية وخواص العزل الكهربائي في المواد ، ويمكن حساب القيمة النظرية لكثافة العينات باستعمال حيود الاشعة السينية (XRD) وذلك من خلال المعادلة الآتية : [ 72 ]

$$\rho_{x-ray} = \frac{ZM_{wt}}{N_a V} \dots \dots \dots (15 - 2)$$

حيث ان :

$\rho_{x-ray}$  : الكثافة المحسوبة من  $X - ray$  (  $g / cm^3$  ) .

$Z$  : عدد الذرات لوحدة الخلية .

$M_{wt}$  : الوزن الجزيئي للمركب (g) .

$N_A$  : عدد افكادرو (  $6.022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$  ) .  $V$  : حجم خلية الوحدة (  $cm^3$  ) .

### (2-3-7-5) المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية

المساحة السطحية النوعية هي مساحة وحدة الكتلة، إذ لها أهمية كبيرة في معرفة الخصائص ونوع المادة والتفاعلات على السطح مثل تجانس السطح ، وهي تتناسب تناسباً عكسياً مع حجم الحبيبات ، إذ ان المساحة السطحية كلما تزداد صغر حجم الجسيمات النانوية ويمكن حساب المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية عن طريق المعادلة الآتية [73,74]

$$S.A = \frac{6}{D \rho_{X-ray}} \dots (16 - 2)$$

S.A : المساحة السطحية (m<sup>2</sup>/g) .

D : حجم الحبيبة (nm).

$\rho_{X-ray}$  : الكثافة النظرية (g / cm<sup>3</sup>).

### (2-8) الخواص الكهربائية *Electric properties*

تساعدنا الخواص الكهربائية للمواد العازلة على فهم حاملات الشحنة أو سلوك الشحنات الموجودة في المادة العازلة عند تعرضها لتأثير المجال الكهربائي وعلى معرفة آليات الاستقطاب الكهربائي للعازل وتأثيرها في خواص العزل الكهربائي.

### (2-8-1) الخواص العزلية الكهربائية *Dielectric Properties*

من الخصائص البارزة للسيراميكيات الفرايتمية خاصية العزل الكهربائي العالي ، فضلاً عن خواص العزل الكهربائي الأخرى ، ومنها الخواص الآتية: [75,76]

### (2-8-1-1) ثابت العزل *Dielectric Constant*

السماحية الكهربائية النسبية ( $\epsilon_r$ ) هو عبارة عن مقياس لقابلية خزن الشحنة أو السعة ، وهي أيضاً النسبة بين سعة المتسعة التي تحتوي على عازل بين لوحها الموصلين الى سعة المتسعة نفسها التي يكون بين لوحها هواء او فراغ ، إذ إن السعة للوسط العازل تعتمد على أبعاده الهندسية وشكله وعلى نوع وشكل الأقطاب ونوع مادة العازل وتركيبها ، فإذا اخذنا صفيحتين معدنيتين وكانت المساحة السطحية لكل منهما A والبعد بينهما d والهواء فاصل بينهما ، ويمكن تمثيل هاتين الصفيحتين بمتسعة سعتها ( $C_0$ ) وعند ربطها بالدائرة الكهربائية تعطى بالمعادلة الآتية :

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{A}{d} \dots (17 - 2)$$

$A$  مساحة المقطع العرضي للعازل ، تقاس بوحدة (m<sup>2</sup>) .

$d$  المسافة بين لوحي المتسعة ، تقاس بوحدة (m) .

$\epsilon_0$  تمثل سماحية الفراغ وهي كمية ثابتة مقدارها (  $8.85 \times 10^{-12}$  F/m ) .

وعند إدخال العازل بين لوحي المتسعة بدلاً من الفراغ عندها سوف تكون سعة المتسعة بوجود العازل  $C$  بحسب العلاقة الآتية:

$$C = \epsilon \frac{A}{d} \quad \dots\dots\dots(18-2)$$

وبتعويض المعادلة (17-2) بالمعادلة رقم (18-2) نجد ان السماحية النسبية ( $\epsilon_r$ ) او ثابت العزل الكهربائي يعطى بالمعادلة الآتية:

$$\frac{C}{C_0} = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = \epsilon_r \quad \dots\dots\dots(19-2)$$

إذ ان :

$\epsilon_r$  السماحية النسبية

$C_0$  سعة المتسعة التي يفصل الهواء بين صفحاتها (F)

$C$  سعة المتسعة بوجود العازل بين صفحاتها (F)

$\epsilon$  تمثل سماحية الوسط العازل.

وبتعويض المعادلة (19-2) بالمعادلة رقم (18-2) نحصل على المعادلة الآتية:

$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 A}{d} \quad \dots\dots(20 - 2)$$

او

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad \dots\dots\dots(21-2)$$

$$C = \epsilon_r C_0 \quad \dots\dots(22 - 2)$$

## (2-1-8-2) فقدان العزل

## Dielectric Loss

عند تسليط مجال كهربائي على اي مادة فإن التبديد في الطاقة يكون على شكل حرارة وهذا ما يعرف بفقدان العزل (Dielectric Loss) ، فالعوازل والموصلات تشترك في هذا النوع من التبديد والفقدان العزلي عند الترددات العالية يؤدي فقدان العزل الى تسخين العازل الكهربائي مما يؤدي الى حدوث فشل ميكانيكي وكهربائي وان معدل تبديد الطاقة الكهربائية في المادة خلال مدة زمنية على وفق قانون جول (Joul Low) يعطى بالعلاقة الآتية : [77]

$$P_w = \frac{V^2}{R} \quad \dots (23 - 2)$$

إذ ان :

$P_w$  : القدرة الكهربائية (W).

$V$  : فرق الجهد فولط (V) .

$R$  : مقاومة الموصل ( $\Omega$ ).

وعند تسليط جهد متناوب على متسعة ذات الصفيحتين المتوازيتين عندما يكون الوسط العازل الهواء بين صفيحتيها فان التيار المتناوب المار في المتسعة يحسب تبعاً لقانون اوم ( Ohm Law ) حسب المعادلة :

$$I = \frac{V}{X_C} \quad \dots (24 - 2)$$

$X_C$ : الرادة السعوية للمتسعة وتقاس بوحدات الاوم ( $\Omega$ ) وتعطى بالعلاقة الآتية :

$$X_C = \frac{1}{i\omega C} \quad \dots (25 - 2)$$

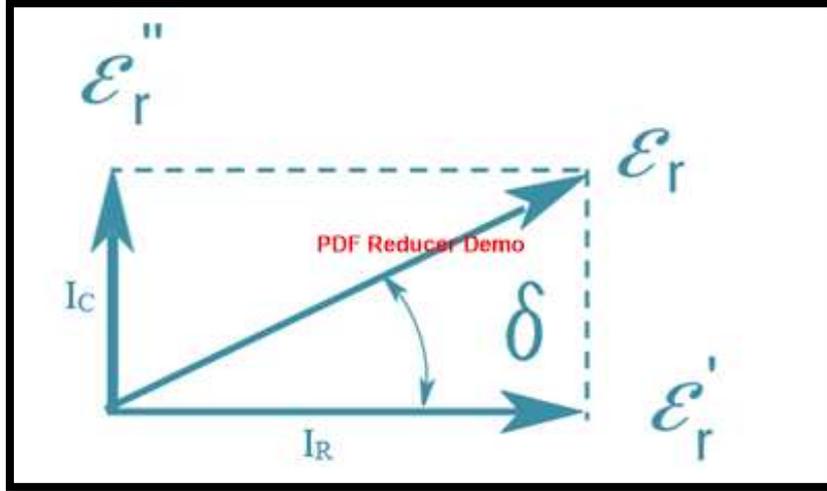
إذ ان  $\sqrt{-1} = i$  و  $2\pi f = \omega$  وهو التردد الزاوي (rad) .

$C$  : سعة المتسعة تقاس بالفاراد ( F )  $f$  : التردد ( Hz )

وعند تعويض المعادلة (22-2) في المعادلة (25-2) وتعويض الاخيرة في المعادلة (24-2) نحصل على المعادلة الآتية :

$$I = i\omega\epsilon_r C_0 V \dots (26 - 2)$$

يوجد فرق في الطور بين الفولتية  $V$  المسلطة على المتسعة والتيار  $I$  المار فيها بزاوية مقدارها  $(90^\circ)$  اما في حال احتواء المتسعة على مادة عازلة فان زاوية فرق الطور  $(\delta)$  اقل بقليل من  $(90^\circ)$  والتيار الكلي  $I$  المار بالمتسعة يتحلل الى مركبتين قطبيتين الاول تيار المقاومة  $(I_R)$  ويمتلك الطور نفسه مع الفولتية المسلطة والثاني هو التيار السعوي  $(I_C)$  الذي يكون فرق طور مقداره  $\delta$  عن التيار كما هي موضحة بالشكل (16-2).



الشكل (16-2) زاوية فرق الطور بين والتيار السعوي والتيار المقاومة في المواد العازلة [76]

وعند ربط دائرة كهربائية مكافئة تحتوي على مقاومة ومتسعة يمكن تمثيلها بالمادة العازلة، ويمكن التعبير عن هذا التمثيل عن طريق القيمة المعقدة وثابت العزل النسبي كما هو موضح في المعادلة الآتية:

$$\epsilon_r = \epsilon_r' - i\epsilon_r'' \dots (26 - 2)$$

$\epsilon_r'$  : مركبة ثابت العزل الحقيقي الخاص بالمتسعة.

$\epsilon_r''$  : ثابت العزل الخيالي الذي يعبر عن مقدار الفقدان في التيار.

وبما ان المتسعة تبدد قدرة مقدارها  $(VI_R)$  وان القدرة المتبددة تقل كلما اقتربت المتسعة من الحالة المثالية

اذ تقترب  $\epsilon_r''$  من الصفر، وكذلك الزاوية  $\delta$  وبالتعويض عن  $\epsilon_r$  في المعادلة (26-2) نحصل على :

$$I = i\omega(\epsilon_r' - i\epsilon_r'')C_0 V \dots (27 - 2)$$

$$I = \omega C_0 V \epsilon_r'' + i\omega C_0 V \epsilon_r' \dots (28 - 2)$$

وعند كتابة التيار الكلي بدلالة مركبتيه

$$I = I_R + I_C \quad \dots (29 - 2)$$

وبمقارنة معادلة (29-2) ومع معادلة (28-2) نحصل على المعادلة الآتية :

$$I_R = \omega C_0 V \epsilon_r'' \quad \dots (30 - 2)$$

$$I_C = \omega C_0 V \epsilon_r' \quad \dots (31 - 2)$$

ومن الشكل (16-2) فان ظل زاوية الفقد  $\delta$  يمكن كتابته :

$$\tan \delta = \frac{I_R}{I_C} \quad \dots (32 - 2)$$

وبتعويض المعادلة (30-2) و(31-2) في المعادلة (32-2) نحصل على المعادلة الآتية :

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \quad \dots (33 - 2)$$

وعليه نستنتج أن معامل فقدان العزل الكهربائي يمكن حسابه بدلالة ظل زاوية الفقد  $(\tan \delta)$

$$\epsilon_r'' = \tan \delta \epsilon_r' \quad \dots (34-2)$$

ومن ذلك يتضح ان  $\epsilon_r$  هي عقدية (complex) وليست حقيقية و تمتلك جزأين

1 - الجزء الحقيقي يمثل  $\epsilon_r'$  وهو مقياس السعة والاستقطاب.

2 - الجزء الخيالي يمثل  $\epsilon_r''$  وهو مقياس الفقد في العازل.

ومن العوامل التي تؤثر في ثابت العزل الكهربائي والفقدان العزلي

**1- التردد:** زيادة تردد المجال الكهربائي تؤدي الى نقصان ثابت العزل، إذ ان هذه الزيادة تؤدي الى نقص في إسهام الاستقطاب وذلك بسبب عدم قدرة الثنائيات القطبية الكهربائية المحتثة او الدائمة على مواكبة تغير المجال الكهربائي المسلط، وقد وجد الباحثين انه عندما ينقص التردد فيكون دون ( 20000 Hz ) فإنه يؤدي الى زيادة ثابت العزل وذلك بسبب زيادة استقطاب الشحنة الاستقطابية البينية او الفراغية والذي يؤدي الى زيادة فقدان العزلي [78].

**2- درجة الحرارة:** ان زيادة درجة الحرارة يؤدي الى زيادة حركة الشوائب البلورية (Crystal imperfection mobility) وحركة الايونات (Ionic mobility) مما يتسبب بزيادة قيمة ثابت العزل الكهربائي، أي ان المقاومة الكهربائية للعازل تقل عند زيادة درجة الحرارة ومن ثم يزداد الفقدان العزلي (  $\epsilon_r''$  ،  $\tan\delta$  ) [78].

**3- الرطوبة (Humidity):** ان الخواص العزلية الكهربائية تؤثر بنحو رئيسي في الرطوبة فضلاً عن عوامل خارجية أخرى تؤثر ايضاً في قوة العزل، منها حجم الأقطاب وشكلها تلك المستعملة في تطبيق المجال الكهربائي [78].

### ( 2- 8-2 ) انهيار العزل الكهربائي Breakdown of dielectric

من اهم الصفات التي يجب ان تؤخذ بالحسبان عند الاختيار العازل هو مدى تحمل العازل للإجهاد الكهربائي من دون ان ينهار، وان إحدى الصفات المهمة جداً في العازل هي فولتية الانهيار (Breakdown Voltage) وتتمثل في أعظم فرق جهد كهربائي يمكن تطبيقه بين طرفي المادة العازلة قبل أن ينهار العازل ويتحول إلى موصل . وقد يسمى اقصى مجال كهربائي مطبق على العازل من دون حصول الانهيار بمتانة العزل (Dielectric strength). تقاس متانة العازل بدلالة المجال الكهربائي (E<sub>br</sub>) وهو يمثل المجال عنده العازل وتعطى [79].

$$E_{br} = \frac{V_{br}}{d} \dots\dots\dots(35-2)$$

(E<sub>br</sub>): متانة العازل بدلالة المجال الكهربائي، وتقاس بوحدات (Volt/ mm) أو (k volt/ m)

(V<sub>br</sub>): فرق الجهد في الانهيار الكهربائي للعازل بوحدات (V) أو (kV)

(d): سمك المادة العازلة بوحدات (m) أو (mm)

وتعد متانة العازل ( $E_{br}$ ) واحدة من اهم خواص المواد العازلة التي يعول عليها في اختيار العازل في التطبيقات المختلفة ، وتعتمد متانة العازل على العديد من العوامل، منها ما يتعلق بتركيب العازل مثل التركيب البلوري والشوائب والعيوب الموجودة فيها وعوامل خارجية مثل شكل الاقطاب التي تستخدم في تسليط المجال الكهربائي ، وطبيعة الشكل الخارجي وظروف القياس من رطوبة ودرجة حرارة وتردد المصدر والمدة الزمنية عند تأثير الفولتية في العازل [80, 81].

### Electrical Polarization

### ( 2- 8- 3 ) الاستقطاب الكهربائي

تسمى العوازل التي لا تمتلك شحنات طليقة العوازل المثالية ( Identical dielectric ) ، ويقترن حدوث الاستقطاب الكهربائي بوجود ايونات او ذرات او جزيئات مختلفة الشحنات ، تتأثر بالمجال الكهربائي لأنه يسلب قوة مما يؤدي الى ازاحة كل الشحنات الموجبة والسالبة عن موضع الاتزان، وتتكون مسافة بين الشحنات ( $d$ ) مما يتسبب في نشوء عزم ثنائي الأقطاب ( $m$ ) بين الشحنات الكهربائية ( $q$ ) ويقال عن العازل انه مستقطب ، ويمكن التعبير عن ثنائي القطب الكهربائي بالمعادلة الاتية :

$$P = m I \quad \dots\dots (36-2)$$

إذ  $P$  الاستقطابية ( الدايبول ) ، و  $I$  عدد ثنائيات القطب لوحدة الحجم .

$M$  عزم ثنائي القطب الذي يعطى بالمعادلة الاتية :

$$m = q d \quad \dots\dots (37-2)$$

إذ  $d$  : البعد بين الشحنتين ، ويقاس بوحدات المتر ( $m$ )

$q$  : الشحنة الكهربائية ويقاس بوحدات الكولوم ( $C$ )

ان الاستقطاب يتغير مع تغير المجال الكهربائي المسلط في الترددات الاقل من  $10^6$  Hz ، عند تسليط مجال كهربائي متناوب على المادة العازلة سوف تتوجه ثنائيات الاقطاب مع المجال الكهربائي المتناوب ، لذا ينعكس الاستقطاب مع انعكاس المجال الكهربائي المسلط، وان ثنائيات الاقطاب تكون دائمية ولن تدور باتجاه المجال الكهربائي المسلط مما يؤدي الى تخلف ثنائيات الاقطاب تاركة ذلك المجال عند زيادة التردد اكبر من ( $10^6$  Hz ) لا تظهر المادة سلوك الاستقطابية وتكون غير قادرة على متابعة التغيرات في المجال الكهربائي الخارجي ، وهذا يحدث في مدى ترددات ( $10^6 - 10^{11}$  Hz) وانه عند استمرار زيادة الترددات ( $10^{11} - 10^{14}$  Hz) فان استقطاب الايونات والذرات سيتوقف ويبقى استقطاب الالكترونات فقط [82, 83].

( 2--8-4) التوصيلية الكهربائية المستمرة والمتناوبة

**AC and DC conductivity**

عند تسليط فرق جهد معين بين طرفي مادة عازلة فإن التيار (IL) سيمر خلال تلك المادة العازلة ويسمى تيار التسرب (Current Leakage) وهو على نوعين مختلفين بالاعتماد على نوع المقاومة في المادة العازلة وهما

- 1- المقاومة الحجمية -: هي مقاومة المادة العازلة لتيارات التسرب التي تسري عبر حجم المادة العازلة .
- 2- المقاومة السطحية -: هي مقاومة المادة العازلة لتيارات التسرب التي تسري على سطح المادة العازلة والتي تختلف قيمتها عن التيارات التي تسري داخل الحجم وتأتي هذه التيارات بسبب الرطوبة والشوائب على السطح ويعطى تيار التسرب في المادة العازلة بالمعادلة الآتية:

$$I_L = R_v R_s / V \quad \dots\dots\dots (37-2)$$

إذ إن

V : فرق الجهد الكهربائي بين طرفي العازل ويقاس بوحدة (volt) .

R<sub>s</sub> : المقاومة السطحية للعازل.

R<sub>v</sub> : المقاومة الحجمية للعازل .

ترتبط المقاومة الحجمية (R<sub>v</sub>) للعازل بأبعاد المادة العازلة أو شكله الهندسي وفقاً للمعادلة الآتية:

$$R_v = \rho \frac{d}{A} \quad \dots\dots\dots (38-2)$$

إذ إن

(ρ) المقاومة الكهربائية للعازل وتقاس بوحدة (Ω.m) .

(A) المساحة السطحية للعازل وتقاس بوحدة (m<sup>2</sup>).

(d) سمك المادة العازلة ويقاس بوحدة (m) .

يمكن حساب المقاومة المستمرة عن طريق المعادلة الآتية :

$$\rho = \frac{RA}{d} \quad \dots\dots\dots (39 - 2)$$

وبما ان التوصيلية هي مقلوب المقاومة فإننا نحصل على :

$$\sigma_{DC} = \frac{d}{RA} \dots \dots \dots (40 - 2)$$

أما في حالة المجال الكهربائي المتناوب (AC field) بين طرفي المادة العازلة، فإن تردد المجال الكهربائي يؤدي دوراً فعالاً في التوصيلية، تكون التوصيلية الناتجة عن انتقال الشحنات عند الترددات الواطئة ذات قيمة صغيرة، تتكون من جزأين كما في المعادلة الآتية:

$$\sigma = \sigma_{DC} + \sigma_{AC} \dots \dots \dots (41 - 2)$$

$\sigma_{DC}$  توصيلية التيار المستمر للعازل وتعتمد على التغير بدرجة الحرارة.

$\sigma_{AC}$  توصيلية التيار المتناوب

إذ إن التوصيلية الكهربائية المستمرة ( $\sigma_{DC}$ ) صغيرة جداً في المواد العازلة تحت تأثير المجال الكهربائي المتناوب، كما أنها لا تتغير مع تغير تردد المجال الكهربائي.

أما التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{AC}$ ) في المواد العازلة، فهي تمثل أحد معالم العزل أو فقدان القدرة في العوازل، لذا نجد أن التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) للمادة العازلة تعتمد على تردد المجال المطبق فهي تتغير مع تغير تردد المجال الكهربائي ( $\omega$ ) وهي أيضاً تمثل أحد العوامل التي تساهم في فقدان العزل الكهربائي، عليه يمكن التعبير عن التوصيلية الكهربائية المتناوبة للعازل بالمعادلة الآتية :

$$\sigma_{a.c} = \omega \epsilon_0 \epsilon_r'' \dots \dots \dots (42-2)$$

إذ إن ( $\omega$ ) التردد الزاوي للمجال الكهربائي المتناوب ( $\omega = 2\pi f$ )، ( $f$ ) يمثل تردد المجال الكهربائي بوحدة (Hz).

وعند تعويض المعادلة (34-2) في المعادلة (42-2) تعطى التوصيلية الكهربائية المتناوبة بالمعادلة الآتية :

$$\sigma_{a.c} = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon_r' \tan \delta \dots \dots \dots (43-2)$$

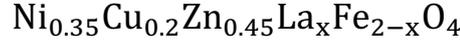
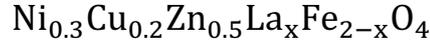
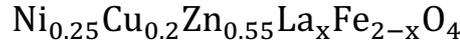
إن التوصيلية الكهربائية هي سمة مميزة في المجال الكهربائي المتناوب، ويعزى ذلك إلى الحركة الانتقالية للشحنات، إذ أن الشحنات الحرة تتحرك في المادة العازلة، وهذه الحركة ليست بمعنى القفز أو الانتقال المستمر بين المستويات المحلية للمادة [84, 85].

# الفصل الثالث

PDF Reducer Demo

## الجانب العملي

يتضمن هذا الفصل استعراضاً للمواد المستعملة في تحضير ثلاث مجموعات لعينات المركبات النانوية الاتية :



لقيم ( X=0.00, 0.025 , 0.05 , 0.075 ) والأجهزة المستخدمة وكيفية حساب الاوزان وطريقة التحضير واعداد العينات عن طريق الكبس والكلسنة والتلييد وقياس المسامية والكثافة الحقيقية والخصائص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية .

### (2-3) المواد الأولية المستعملة Used raw Materials

استعملت طريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي في تحضير العينات الخاصة بهذا البحث بعد

اختيار المواد الأولية الداخلية في تفاعل طريقة التحضير ، وأدرجت في الجدول (1-3) .

الجدول (1-3) المواد المستعملة لتحضير عينات البحث ونقاوتها ومنشؤها .

Materials	Chemical Formula	Molar g/mol mass	Purity	Country product	The Company
Nickel Nitrate	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$	290.6939	99 %	Germany	E.mercls
Citric Acid	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$	210	99 %	Switzerland	Fluka
Ammonia	$\text{NH}_3 \text{ OH}$	34.03	99 %	India	Loba Chemie
Ferric Nitrate	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9(\text{H}_2\text{O})$	403.845	99 %	Germany	Merck
Zinc Nitrate	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$	297.409	98.5%	Spain	Scharlan
Cupric Nitrate	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$	241.60	99%	Germany	Riedel
Lanthanum Nitrate	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$	432.9055	99%	Germany	Merck

## Preparation of Samples

## (3-3) تحضير العينات

لتحضير هذا المركب أتُبعت الخطوات الآتية:-

**Mass Calculation حساب الكتل (1-3-3)**

تم حساب الكتل عن طريق الصيغة الجزيئية للعناصر المكونة للمركب لمول واحد بدلالة الاوزان، التي تحسب بالطريقة الآتية :-

**1. نترات الحديد المائية  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9(\text{H}_2\text{O})$** 

$$55.845 + 3(14 + 3 \times 16) + 9(2 \times 1 + 16) = 403.845 \text{ g/mol}$$

**2. نترات الزنك المائية  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$** 

$$65.409 + 2(14 + 3 \times 16) + 6(2 \times 1 + 16) = 297.409 \text{ g/mol}$$

**3. نترات النيكل المائية  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$** 

$$58.693 + 2(14 + 3 \times 16) + 6(2 \times 1 + 16) = 290.6939 \text{ g/mol}$$

**4. نترات النحاس المائية  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$** 

$$63.546 + 2(14 + 3 \times 16) + 3(2 \times 1 + 16) = 241.546 \text{ g/mol}$$

**5. حامض الستريك  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$** 

$$(6 \times 12) + (8 \times 1) + (7 \times 16) + (2 \times 1 + 16) = 210 \text{ g/mol}$$

**6. نترات اللانثانوم  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$** 

$$138.9055 + 3(14 + 16 \times 3) + 6(2 \times 1 + 16) = 432.9055 \text{ g/mol}$$

## (2-3-3) حساب نسب المركبات

لتحضير (100 g) من المركب ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) تم حساب وزن المركب على وفق العلاقات التالية:

1. النسبة الوزنية  $La(NO_3)_3 \cdot 6(H_2O)$

$$\left[ \frac{\text{الوزن الجزيئي } x * La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O}{\text{مجموع الوزن الجزيئي لجميع املاح المركب}} \right] = \text{الكمية المراد تحضيرها}$$

2. النسبة الوزنية  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6(H_2O)$

$$\left[ \frac{\text{الوزن الجزيئي } 0.55 * Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{\text{مجموع م الوزن الجزيئي لجميع املاح المركب}} \right] = \text{الكمية المراد تحضيرها}$$

3. النسبة الوزنية  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6(H_2O)$

$$\left[ \frac{\text{الوزن الجزيئي } 0.25 * Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{\text{مجموع الوزن الجزيئي لجميع املاح المركب}} \right] = \text{الكمية المراد تحضيرها}$$

4. النسبة الوزنية  $Cu(NO_3)_2 \cdot 3(H_2O)$

$$\left[ \frac{\text{الوزن الجزيئي } 0.2 * Cu(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{\text{مجموع الوزن الجزيئي لجميع املاح المركب}} \right] = \text{الكمية المراد تحضيرها}$$

5. النسبة الوزنية  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9(H_2O)$

$$\left[ \frac{\text{الوزن الجزيئي } (2 - x) * Fe(NO_3)_3 \cdot 9(H_2O)}{\text{مجموع الوزن الجزيئي لجميع املاح المركب}} \right] = \text{الكمية المراد تحضيرها}$$

**Molar Calculation (3-3-3) حساب المولارية :**

المولارية هي عدد من المولات المذابة في لتر من المحلول، وتقاس بوحدة mol/Litter . وتعطى على وفق العلاقة الآتية : -

$$M = \frac{N}{V} \quad \frac{mol}{litter} \quad \dots\dots (1-3)$$

إذ ان :

M المولارية

V: الحجم، ويقاس بوحدة litter.

N: عدد المولات هي النسبة بين الوزن الى الوزن الجزئي للمذيب، وتقاس بوحدة mol .

$$N = \frac{m}{M_{wt}} \quad \dots\dots (2-3)$$

m الوزن

M<sub>wt</sub> الوزن الجزئي للمذيب

عدد المولات = 1

∴ الوزن = الوزن الجزئي

بالتعويض معادلة رقم (2-3) في معادلة رقم (1-3) نحصل على:

$$M = \frac{m}{M_{wt} * V} \quad \dots\dots(3-3)$$

**Powders preparation**

**(4-3) تحضير المساحيق**

حضرت المساحيق النانوية بطريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي كالاتي:

(1-4-3) تحضير الفرايت النانوي للمركب (Ni<sub>0.25</sub>Cu<sub>0.2</sub>Zn<sub>0.55</sub>La<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub>) لقيم X

تساوي (0.00 , 0.025 , 0.05 , 0.075)

تم استعمال المعادلات الخاصة بحساب الكتل لمجموع (100g) من نترات المعادن باستعمال ميزان ، ويوضح الجدول (2-3) يوضح الكميات المحتسبة لتحضير العينات الخاصة بالمجموعة (A).

جدول (2-3) كميات المواد المستعملة لتحضير عينات مجموعة (A)

sample	X	Mass of Ni nitrate g	Mass of Cu nitrate g	Mass of Zn nitrate g	Mass of Fe nitrate g	Mass of La nitrate g	Total mass nitrate g	Mass of Citric Acid g	Volume of distilled water mL	Molar Ratio M
A <sub>0</sub>	0	6.6898	4.4470	15.0575	74.3505	0	100	17.674	100	1:1
A <sub>1</sub>	0.025	6.6621	4.4310	15.0033	73.1549	0.745	100	17.610	100	1:1
A <sub>2</sub>	0.050	6.6776	4.4389	15.0302	72.3603	1.4927	100	17.64	100	1:1
A <sub>3</sub>	0.075	6.6898	4.4470	15.0575	71.5623	2.2431	100	17.67	100	1:1

(2-4-3) تحضير الفرايت النانوي للمركب (  $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$  ) لقيم X

تساوي (0.00 , 0.025 , 0.05 , 0.075)

تم استعمال المعادلات الخاصة بحساب الكتل لمجموع (100g) من نترات المعادن، ويوضح الجدول (3-3) الكميات المحتسبة لتحضير العينات الخاصة بالمجموعة (B).

جدول (3-3) كميات المواد المستعملة لتحضير عينات المجموعة (B)

sample	X	Mass of Ni nitrate g	Mass of Cu nitrate g	Mass of Zn nitrate g	Mass of Fe nitrate g	Mass of La nitrate g	Total mass nitrate g	Mass of Citric Acid g	Volume of distilled water mL	Molar Ratio M
B <sub>0</sub>	0	7.9831	4.4223	13.6126	73.9373	0	100	17.576	100	1:1
B <sub>1</sub>	0.025	7.9815	4.4214	13.6099	72.9965	0.09905	100	17.5724	100	1:1
B <sub>2</sub>	0.050	8.0179	4.4164	13.5945	71.9931	1.9788	100	17.5526	100	1:1
B <sub>3</sub>	0.075	7.9708	4.4154	13.5915	71.0545	2.9675	100	17.5488	100	1:1

(3-4-3) تحضير الفرايت النانوي للمركب (  $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$  ) لقيم X

تساوي (0.00 , 0.025 , 0.05 , 0.075)

تم استعمال المعادلات الخاصة بحساب الكتل لمجموع (100g) من نترات المعادن، ويوضح الجدول (4-3) الكميات المحتسبة لتحضير العينات الخاصة بالمجموعة (C).

جدول رقم (3-4) كميات المواد المستعملة لتحضير عينات مجموعة (C)

sample	X	Mass of Ni nitrate g	Mass of Cu nitrate g	Mass of Zn nitrate g	Mass of Fe nitrate g	Mass of La nitrate g	Total mass nitrate g	Mass of Citric Acid g	Volume of distilled water mL	Molar Ratio M
C <sub>0</sub>	0	9.3195	4.4256	12.2607	73.9939	0	100	17.589	100	1:1
C <sub>1</sub>	0.025	9.3133	4.4227	12.2526	73.0186	0.9908	100	17.57	100	1:1
C <sub>2</sub>	0.050	9.3071	4.4198	12.2444	72.0482	1.9803	100	17.566	100	1:1
C <sub>3</sub>	0.075	9.3009	4.4168	12.2363	71.0772	2.9685	100	17.55	100	1:1

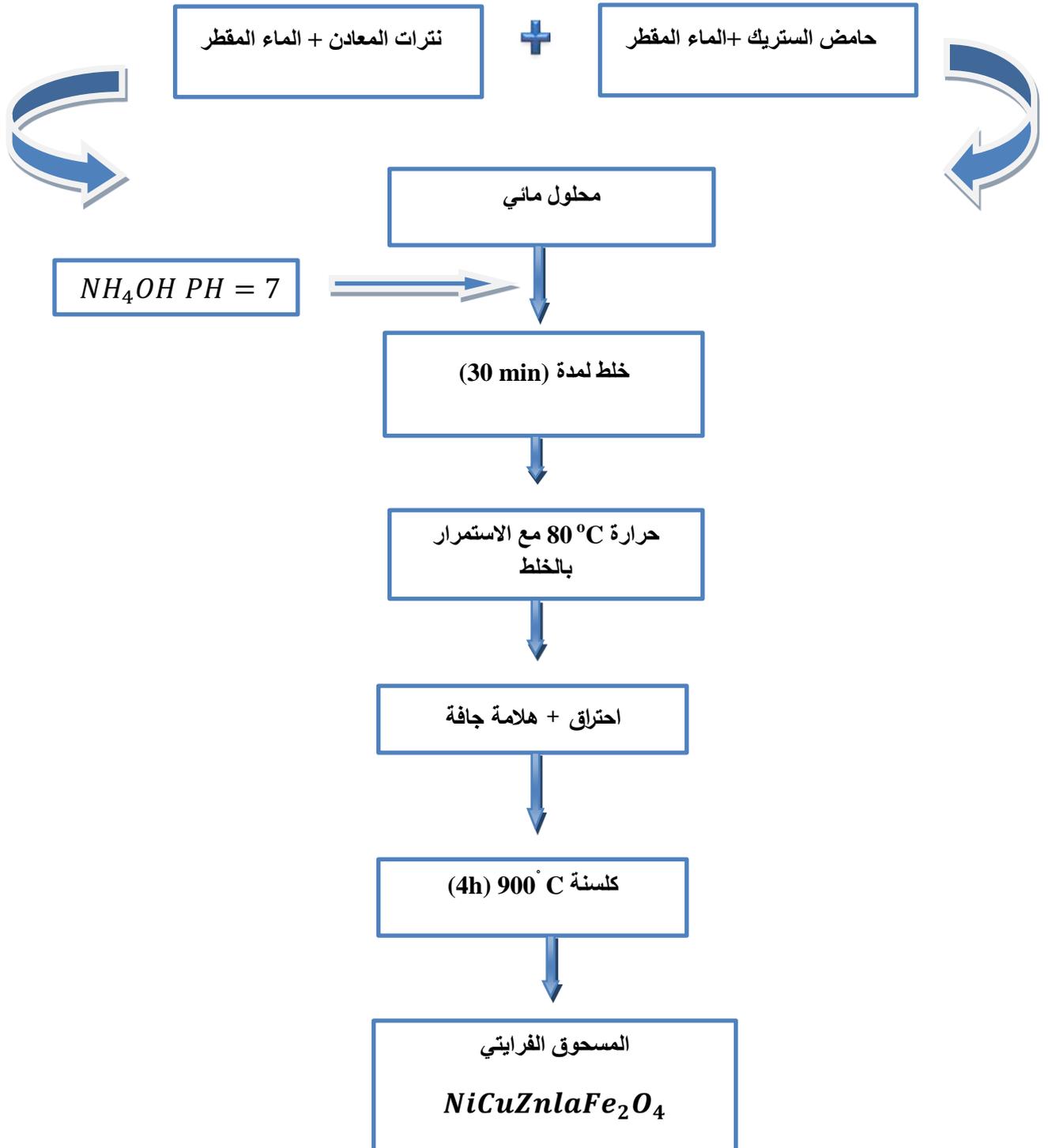
### (3-5) خطوات طريقة التحضير

1. تذاب نترات المعادن وحامض الستريك في الماء المقطر الخالي من الايونات (Distilled water) المحسوب لهما والبالغ حجمه 100 ml بحسب النسب المولارية المحسوبة.
2. يخلط محلول النترات مع محلول الحامض في دورق مناسب مقاوم للحرارة (Pyrex) ، ويتم خلط المكونات باستعمال المحرك المغناطيسي (Magnetic Stirrer).
3. تعديل دالة الحامض (pH) للوصول الى (7) وذلك بإضافة الامونيا السائلة إلى المحلول على شكل قطرات أثناء الخلط.
4. تخلط المكونات لمدة (30 min) لضمان تجانس المحلول.
5. ترفع درجة الحرارة ، وتثبت عند (80° C) لجميع النسب وبعد مدة تبدأ الغازات بالتصاعد لحين الوصول الى الشكل الهلامي (gel).
6. بعد مدة قصيرة يبدأ الهلام بالاشتعال لتكون هلامة جافة يتم طحنها باستعمال هاون من العقيق والقليل من الاسيتون للحصول على اكبر تجانس.
7. يوضع المسحوق الفرايتي للعينات في الفرن لغرض كلستنتة (calcinations) عند درجة حرارة (900°C) بمعدل تصاعدي (10 deg /min) لمدة (4) وذلك من اجل التخلص من بقايا التفاعل مثل بقايا اوكسيد الكربون والماء الناشئة من الاحتراق والحصول على الطور المغزلي المطلوب.



الشكل رقم (3 - 1) مراحل اعداد الفرايت بطريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي

ويمكن تلخيص طريقة العمل بالمخطط الآتي :-



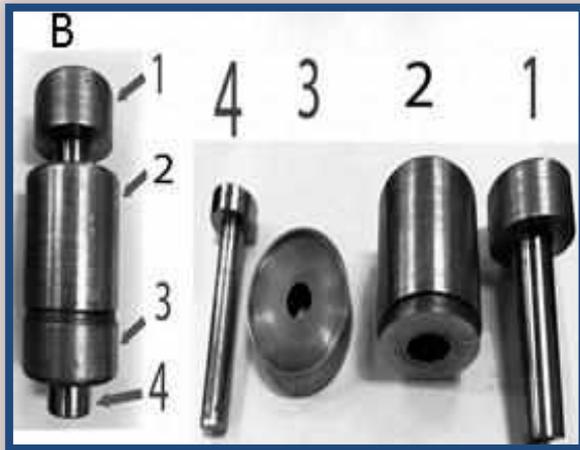
مخطط رقم ( 1-3 ) يوضح طريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي

### ( 6-3 ) تحضير عينات الفحص Preparation of Examination Samples

في هذه المرحلة تم تحضير مجموعة من العينات بصورة مساحيق ، ثم بدأت عملية القولية بواسطة مكبس هيدروليكي تصل قوة كبسه الى ( 15 ton ) بطريقة الكبس الجاف ( Dry pressing ) ، وقد قسمت العينات على مجموعتين :

**المجموعة الاولى :** الخاصة بالقياسات الكهربائية، إذ جهزت لكل عينة كمية بمقدار ( 3g )، وقد تم كبسها بمكبس هيدروليكي بصورة قرص قطره ( 1.5 cm )، وسلط على المسحوق قوة مقدارها ( 7ton ) مع بقاءه تحت الضغط لمدة ( 1min ) وذلك باستخدام قوالب محلية الصنع من مادة الفولاذ المقاوم للصدأ (stainless steel). ويوضح (2A-3) مكونات القالب المستخدم لتشكيل العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية.

**المجموعة الثانية :** الخاصة بالقياسات المغناطيسية ، إذ جهزت لكل عينة كمية بمقدار ( 8.7 g ) تم كبسها بمكبس هيدروليكي بشكل حلقة قطرها الداخلي ( 1.5 cm ) والقطر الخارجي ( 2.5cm ) وسلط على المسحوق قوة مقدارها ( 7ton ) مع بقاءه تحت الضغط لمدة ( 1min ) وذلك باستخدام قوالب محلية الصنع من مادة الفولاذ المقاوم للصدأ ويوضح (2B-3) مكونات القالب المستخدم لتشكيل العينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية.



B- قالب العينة بصورة حلقة



A - قالب العينة بصورة قرص

الشكل (2-3) A و B القوالب المستخدمة لتشكيل العينات

تم إجراء عملية تحضير العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية بصورة اقراص لكل عينة من العينات الملبدة بدرجة المحضرة بطريقة الاحتراق التلقائي، اذ تم استعمال ورق كاربيد السليكون (SiC3000) في تنظيف وصقل سطحي كل قرص من اقراص العينات وذلك لجعلها مستوية وجهازه لعملية الطلاء وبعدها تمت عملية طلاء السطحين المصقولين لكل قرص ، واستعملت لهذا الغرض مادة معجون الفضة (*silver paste*) ، ثم تركت العينات المطلية لمدة (24h) لتجف تماماً بدرجة حرارة الغرفة وذلك من اجل وصلها بأقطاب الجهاز (LCR Meter) المربوط مع جهاز الحاسوب وهو من النوع ((Gwinstek,LRC-8105G(20 Hz-5 MHz GPIB,RS-232, Taiwan) ، وبواسطة هذا الجهاز السعة  $C_p$  ،  $C_s$  وظل زاوية الفقد  $(\tan \delta)$  والمقاومة  $(R)$  كدالة للتردد ضمن مدى (50 Hz-1MHz)، وكذلك قياس المقاومة المستمرة كدالة لفرق الجهد ، وباستعماله تم الحصول على ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ ) و معامل الفقد العزلي ( $\epsilon_r''$ ) والتوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) والتوصيلية الكهربائية المستمرة ( $\sigma_{d.c}$ ).

### Structural Tests

### (8-3) الفحوصات التركيبية

تم اجراء بعض الفحوصات التركيبية لجميع عينات المساحيق المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي باستعمال الاجهزة الآتية :-

### (1-8-3) قياسات حيود الاشعة السينية X-ray Diffraction Measurement

وهي تقانة تستخدم في فحص جميع عينات المساحيق المحضرة ، إذ تعطي معلومات حول البنية البلورية والخواص التركيبية للمواد ، والجهاز من نوع ( Shimadzu XRD - 6000 ) الموجود في المختبر الخدمي المركزي في كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) بالمواصفات الآتية :

نوع الهدف  $(Cu - K_{\alpha})$

الطول الموجي 0.15405 nm

خطوة المسح  $5^{\circ} / \text{min}$

التيار 30 mA

فرق الجهد 40 kV

فقد شخص الجهاز نمط حيود الاشعة السينية ضمن المدى الزاوي ( $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ ) وذلك لبيان طبيعة التراكيب البلورية للمساحيق المحضرة ، وبيان المسافة بين المستويات البلورية، واقصى عرض لمنتصف القمة ( $FWHM$ ) مع بيان الشدات النسبية لكل ذروة ، ومن هذه المعلومات المهمة أمكن إجراء الكثير من الحسابات التركيبية في هذه الدراسة ، وبالمقارنة مع بطاقات ( $JCPDS$ ) امكن التأكد من دقة الفرايت الناتج ويوضح الشكل (3-3) الجهاز المستعمل في هذا البحث .



الشكل (3-3) جهاز (XRD)

### (2-8-3) المجهر الإلكتروني الماسح

#### **Scanning Electron Microscope (SEM)**

المجهر الإلكتروني الماسح هو تقانة تزودنا بصور مجسمة ثلاثية الابعاد لسطح العينة، ويصل تكبير المجهر الإلكتروني الى 100000 مرة ، لذا يمكن مشاهدة العالم غير المرئي ولاسيما التركيب، وعند تسخين فتيل المجهر تنبعث الإلكترونات ذات الطاقة العالية باتجاه بقعة صغيرة لسطح العينة، وذلك عن طريق تفاعل الإلكترونات مع الذرات، اذ تمتص الذرات هذه الطاقة وتبعث اشعة سينية لها خصائص مختلفة لكل ذرة ، ويمكن ان تعطي معلومات كاملة عن سطح العينة وبشكل صورة باللونين الاسود والابيض، لأنها لا تعتمد على الموجات الضوئية [86] .

وتم تحليل الصورة الناتجة بواسطة برنامج (Image - J)، وهو من البرامج التي تستعمل لتحليل الصور (Image analysis) ثنائية وثلاثية الابعاد، كما أنه يزودنا بملخص يتضمن معدل المساحة

المحسوبة (F) (رقم الاصدار 1.49b تاريخ الاصدار 2014/9/5)، الذي بواسطته يمكن حساب معدل الحجم الحبيبي (D) للعينات عن طريق المعادلة الاتية: [87]

$$D = 2\sqrt{F/\pi} \quad \dots \dots (4 - 3)$$



الشكل (4-3) المجهر الالكتروني الماسح (SEM)

### (3-8-3) طيف الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX)

#### (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)

يعد مطياف تشتت الطاقة احد الاجهزة الملحقة بجهاز (SEM) الذي يستعمل من اجل معرفة نوع العناصر الكيميائية الموجودة في العينة حتى وان كانت نسبتها قليلة جداً ، ويعتمد مبدأ العمل على التأثير المتبادل بين حزمة الالكترونات المنبعثة من فتيل الجهاز وبين مادة العينة ، وبما ان لكل مادة تركيباً ذرياً مميزاً لها فانها كذلك لها مجموعة قمع مميزة في الاشعة السينية (X-ray)، عندما تسقط الكترونات معجلة على ذرات مادة الهدف فان هذه الالكترونات تنتزع أحد الكترونات الذرة من المدارات الداخلية للهدف فتحصل حالة تأين ، او قد يرتفع الكترون الى مدار اعلى طاقة فتحصل حالة تهيج في كلتا الحالتين وتحاول الذرة الوصول الى حالة الاستقرار، وعندما ينتقل الكترون من مدار طاقة اعلى الى مدار طاقة اوطأ يبعث الالكترون المنتقل فوتون طاقته مساوية لفرق الطاقة بين المدارات الذرية، وان فرق الطاقة هو مميز لكل عنصر كيميائي [88] .

### Measuring of density and porosity of samples

قيست كثافة العينات للمجموعة (EM) بموجب قاعدة ارخميدس وذلك بقياس وزن العينات وهي جافة ( $W_d$ ) باستعمال الميزان الكهربائي الحساس ، ثم غمرت عينات كل مجموعة بالماء المقطر في إناء وتركت لمدة (24h) للتأكد من ملء الماء للمسام المفتوحة تماماً ، وبعدها قيس وزن العينات المشبعة بالماء ( $W_s$ ) لكل سلسلة من العينات، ثم قيس وزنها وهي معلقة في الماء ( $W_a$ )، وتم حساب الكثافة الحقيقية لكل عينة باستعمال المعادلة الآتية: [89]

$$\rho_{\text{bulk}} = \frac{W_d}{W_s - W_a} \quad \dots \dots \dots (5 - 3)$$

ومن الأوزان آنفة الذكر ( $W_s$ )، ( $W_d$ )، ( $W_a$ ) تم حساب المسامية ( $p$ ) لكل عينة من عينات المجموعة (A) و(B) و (C) باستعمال المعادلة الآتية: [90]

$$\text{porosity } (p) = \frac{W_s - W_d}{W_s - W_a} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots (6 - 3)$$

### (10-3) قياس متانة العازل

#### Measuring of Dielectric Strength ( $E_{br}$ )

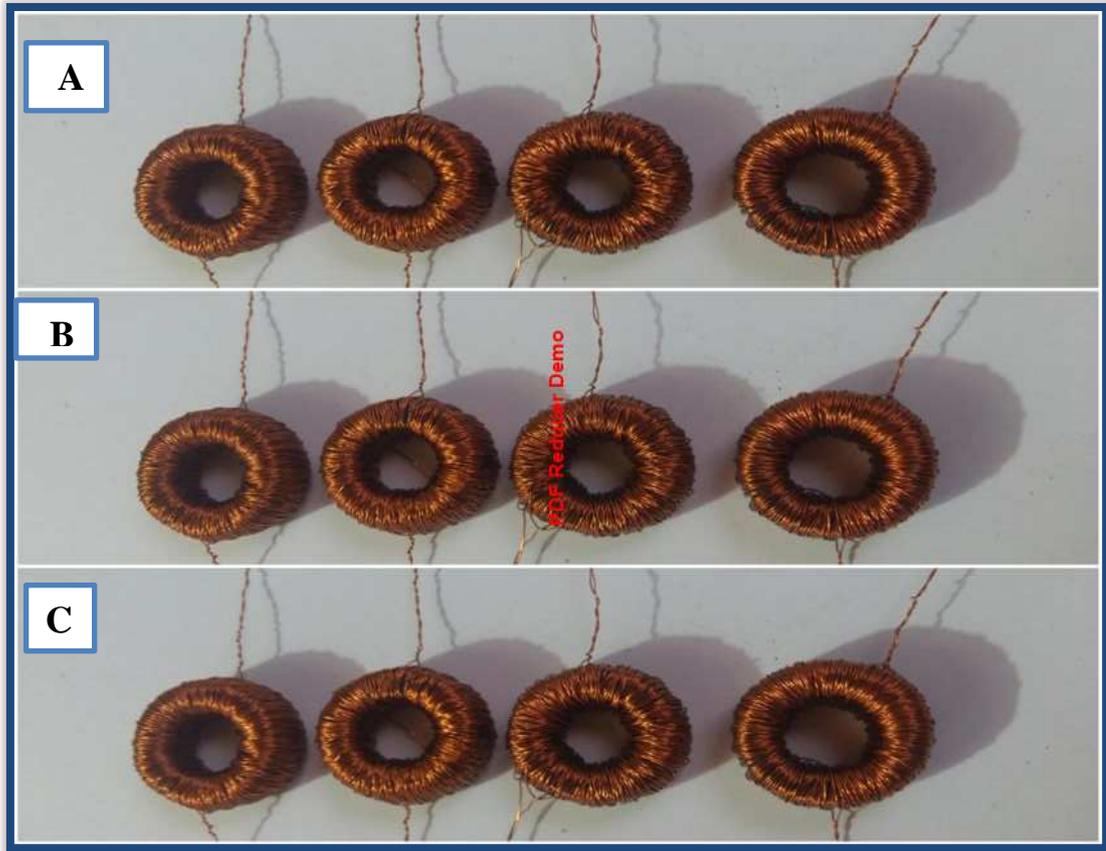
تم قياس متانة العزل الكهربائي باستخدام جهاز تردده ( 50 Hz ) وفولتية تصل ( 300 kv ) ولنفس للنماذج المستخدمة في قياس ثابت العزل الكهربائي والقدان العزلي، إذ تم القياس بوضع النماذج في زيت نقي خاص وهو المستخدم في المحولات الكهربائية ، وهو زيت عازل وله درجة توهج عالية ، ويستخدم للسيطرة على عملية انتقال الشرارة العرضي ، واستخدمت أقطاب من الألمنيوم بعدها تم تطبيق الفولتية خلال العينة ، والحصول على فولتية الانهيار لكل عينة من العينات المحضرة ، وباستعمال العلاقة (2-35) تم حساب متانة العازل ( $E_{br}$ ) للعينات جميعاً اعتماداً على سمك العينة (d) وفولتية الانهيار ( $V_{br}$ ) (Breakdown Voltage) [ 91 ].

## (11-3) تعيين الدائرة التخلفية باستعمال مرسمة التذبذبات (Oscilloscope)

يعد هذا الفحص من أهم الفحوصات المغناطيسية التي تثبت إمكانية استخدام المواد السيراميكية في تطبيق معين اعتماداً على مساحة الحلقة، كما إن تلك الحلقة تساعد على إيجاد العديد من المعاملات المغناطيسية الضرورية ، وبواسطة الدائرة الكهربائية كما مبينة في الشكل (3-5) يمكن رسم حلقة الهسترة لكل أنموذج عن طريق تسليط فولتيتين على الاقطاب الرأسية والافقية لمرسمة التذبذبات إحداهما : تتناسب مع شدة المجال المغناطيسي H، والأخرى : تتناسب مع كثافة الفيض المغناطيسي B، ويكون الأنموذج بصورة حلقة يلف عليها ملفان  $N_1$  عدد لفاته (300) لفة و  $N_2$  عدد لفاته (50) لفة باستعمال اسلاك نحاسية معزولة ويوضح الشكل (3-6) النماذج التي تم اعدادها لهذا الغرض .



الشكل (3-5) الدائرة الكهربائية الخاصة بفحص حلقة الهسترة



الشكل (6-3) العينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية.

# الفصل الرابع

PDF Reducer Demo

## النسائج والمناقسة

## (1-4) المقدمة

## Introduction

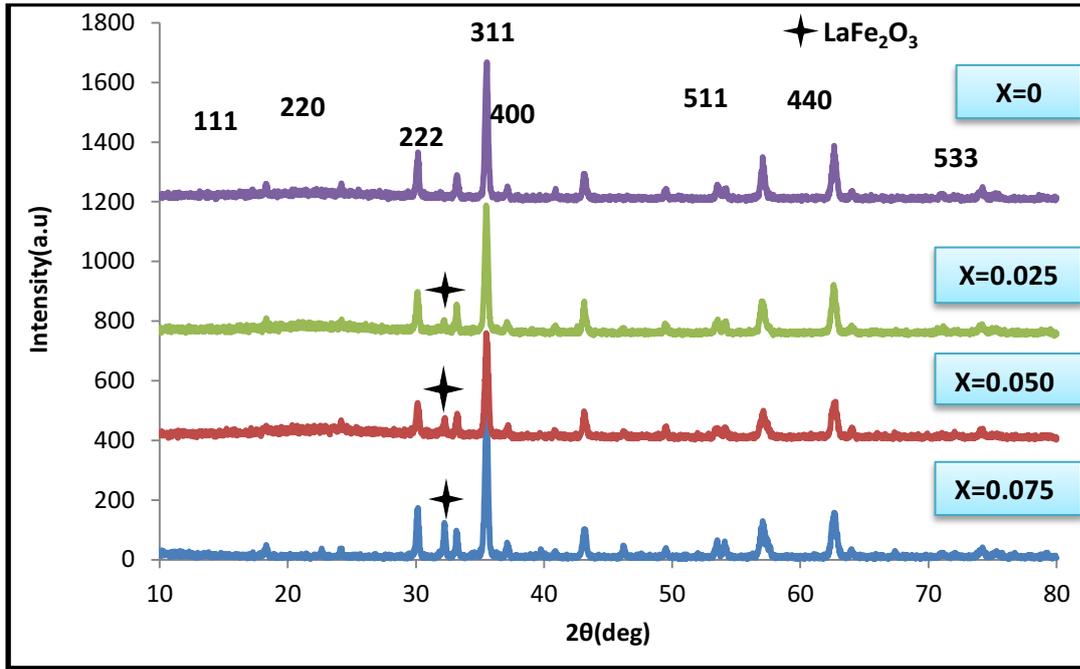
يستعرض هذا الفصل نتائج الفحوصات التركيبية والكهربائية والمغناطيسية ومناقشتها لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075)، وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075)، وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) المحضرة باستعمال طريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي .

## (2-4) قياسات الخصائص التركيبية (Structural Properties Measurements)

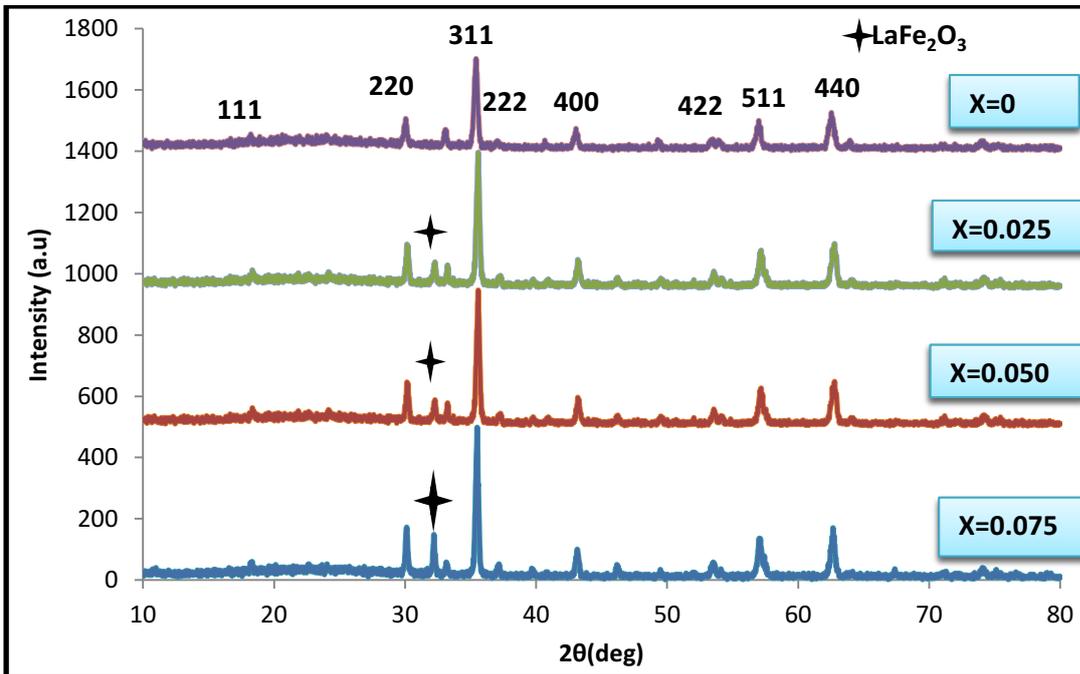
تم تحضير عينات المركب النانوي مجموعة (A) و(B) و(C) باستعمال طريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي، وتم تلييد العينات بدرجة حرارة ( $1250^{\circ}C$ ) لمدة (2h) عند الضغط الجوي الاعتيادي، وأجري عليها نوعان من الفحوصات التركيبية التي تضمنت فحص طيف حيود الاشعة السينية (XRD) وفحص المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وفحص طيف الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX).

## (1-2-4) حيود الاشعة السينية (X-Ray Diffraction)

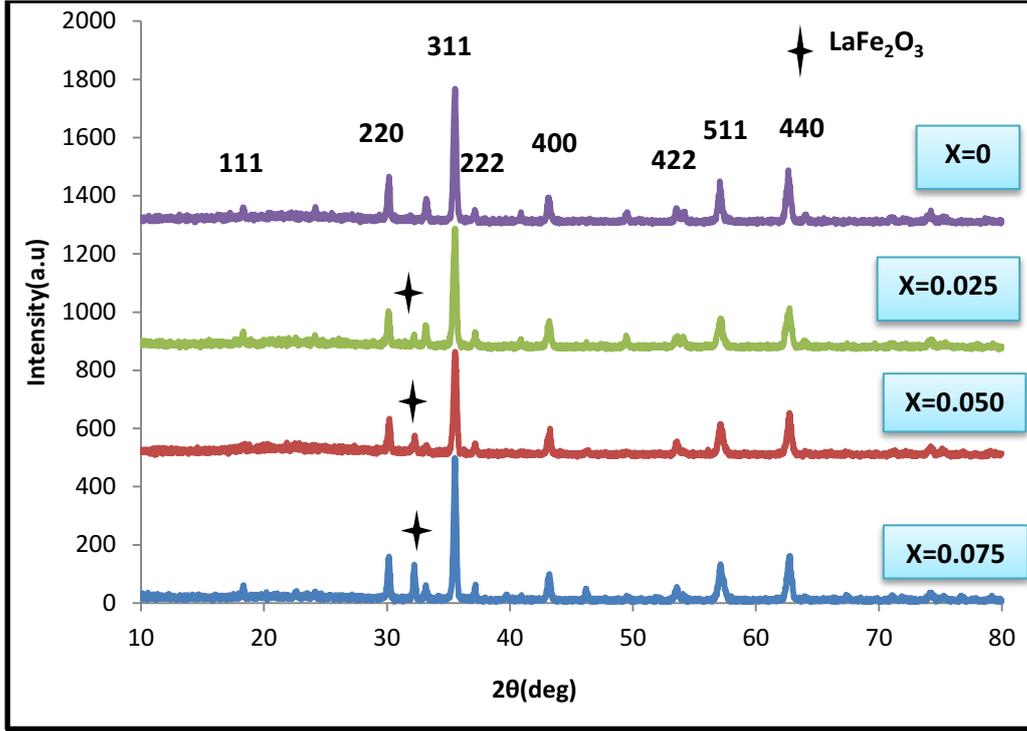
استعملت تقانة فحص طيف حيود الاشعة السينية (XRD) لجميع عينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) المحضرة بطريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي للتأكد من تشكيل الطور والمساحيق النانوية بعد اجراء عملية الكلسنة عند درجة حرارة ( $900^{\circ}C$ ) لمدة (4h) والاشكال (1-4) و (2-4) و(3-4) تبين اطياف حيود الاشعة السينية لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) .



الشكل (1-4) طيف حيود الاشعة السينية لعينات المجموعة (A).



الشكل (2-4) طيف حيود الاشعة السينية للعينة (B).



الشكل (3-4) طيف حيود الاشعة السينية للعينة (C).

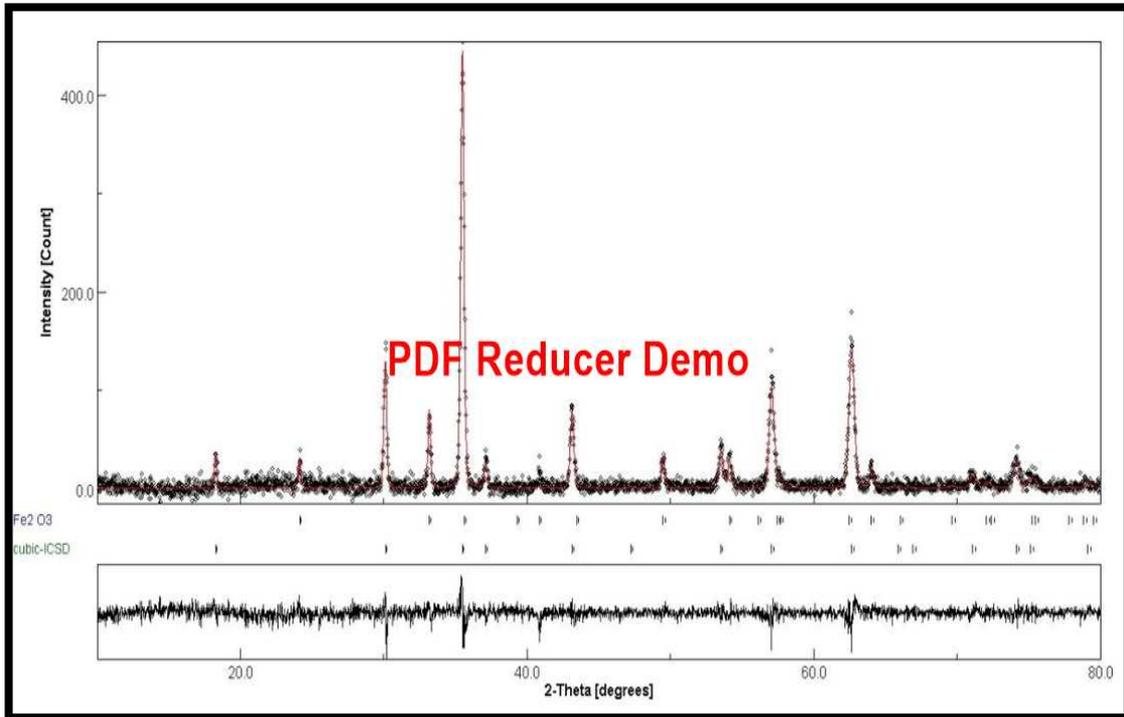
بعد مقارنة حيود الاشعة السينية (XRD) لجميع عينات المجموعة (A) و (B) و (C) مع البطاقات القياسية، وجد بانها مطابقة للبطاقات القياسية ذات الرقم (ICDD-052-0277) وهذا ما اتفق مع كثير من الباحثين [92] ، ومن نمط حيود الاشعة السينية ضمن المدى الزاوي ( $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ ) تبين وجود ثماني قمم واضحة تعود للسطوح (111), (220), (311), (222), (400), (511), (440), (533) التي تشير الى تشكيل الطور المغزلي لجميع العينات وعدم ظهور اطوار اخرى، وهو ذو تركيب مكعب متركز الواجهة (Fcc) على الرغم من اختلاف تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) مع وجود تغير في شدة القمة التي تمتلك اعلى شدة (311) ، كما لوحظ وجود اتساع في عرض منتصف القمة (FWHM) عند زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) ، وهذا يدل على ان التركيب البلوري للفرأيت تأثر بعملية استبدال ايون ( $Fe^{+3}$ ) بأيون ( $La^{+3}$ ) مع الحفاظ على التركيب البلوري مكعب متركز الواجهة (Fcc) و كذلك لوحظ ظهور طور ثانوي عند القمة ( $2\theta=32.5^\circ$ ) وتزداد شدة القمة  $LaFe_2O_3$  مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) ، وهذا ما يتفق مع كثير من الباحثين [92, 93] .

## (2-2-4) فهرسة أنماط طيف حيود الأشعة السينية لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)

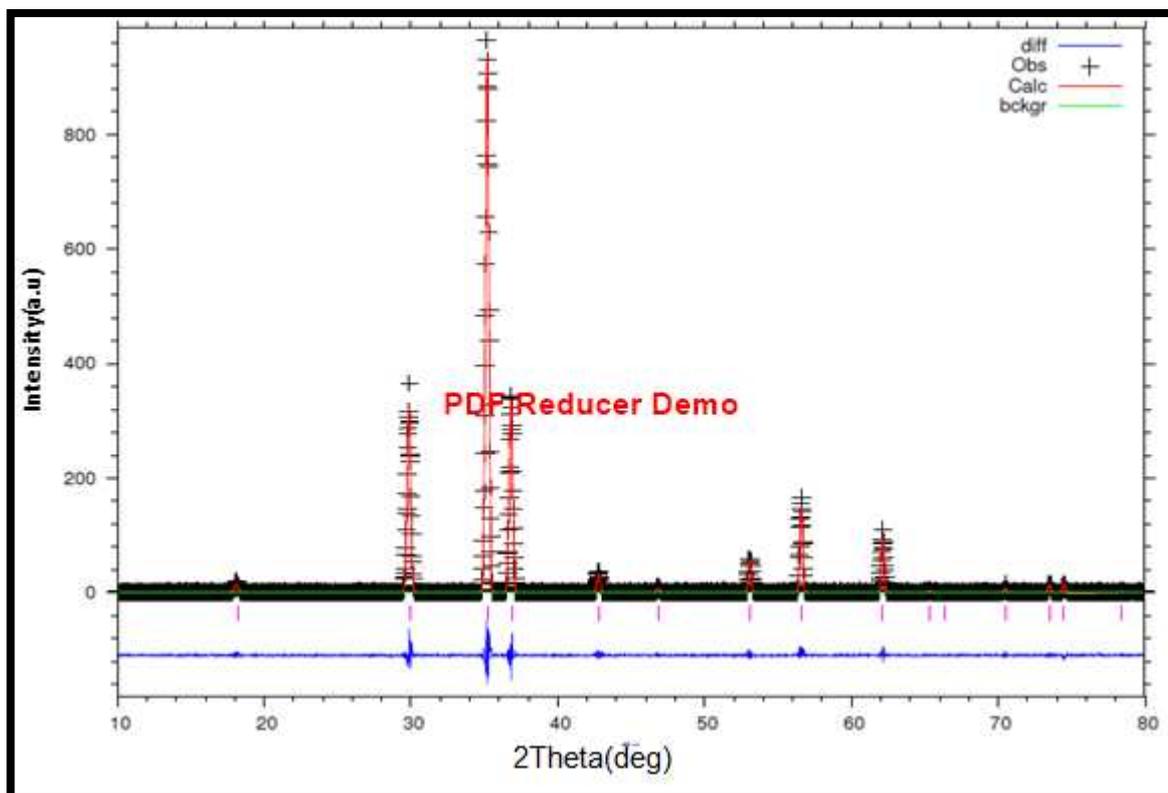
تمت فهرسة اطياف حيود الاشعة السينية للعينة (A<sub>0</sub>) من عينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) والعينة (B<sub>0</sub>) من عينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) والعينة (C<sub>0</sub>) من عينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي وذلك من اجل تحديد الطور والمجموعة الفضائية للعينات للتأكد من صحة الطور الذي تم التوصل اليه من نتائج فحوصات طيف حيود الاشعة السينية، وتمت عملية الفهرسة البرمجية باستعمال برنامج (GSAS) بحيث تكون مدخلات البرنامج هي البيانات المستحصلة من جهاز حيود الاشعة السينية لكامل المدى الزاوي المفحوص ( $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ ) لكل عينة ثم تم ادخال مخرجات وبيانات عملية الفهرسة في برنامج (Full prof) الذي يعتمد على تحليلات ريتفليد لتصفية البنية البلورية وعن طريق الموازنة بين كامل الطيف الملاحظ والطيف المحسوب لكل عينة، وادرجت النتائج في الجدول (1-4) لكل من عوامل الموثوقية ( $R_p$ ) و ( $R_{wp}$ ) و ( $R_{exp}$ ) التي يحسبها البرنامج عن طريق المعادلات (2-4) و (2-5) و (2-7) على التوالي مع قيم جودة عملية التصفية ( $X^2$ ) او (GOF) المحسوبة بواسطة البرنامج من خلال المعادلة (2-8) مع المجموعة الفضائية (Space group) والطور (phase) لكل عينة من العينات.

الجدول (1-4) عوامل الموثوقية لتصفية ريتفليد والمجموعة الفضائية والطور للعينات (A) و (B) و (C)

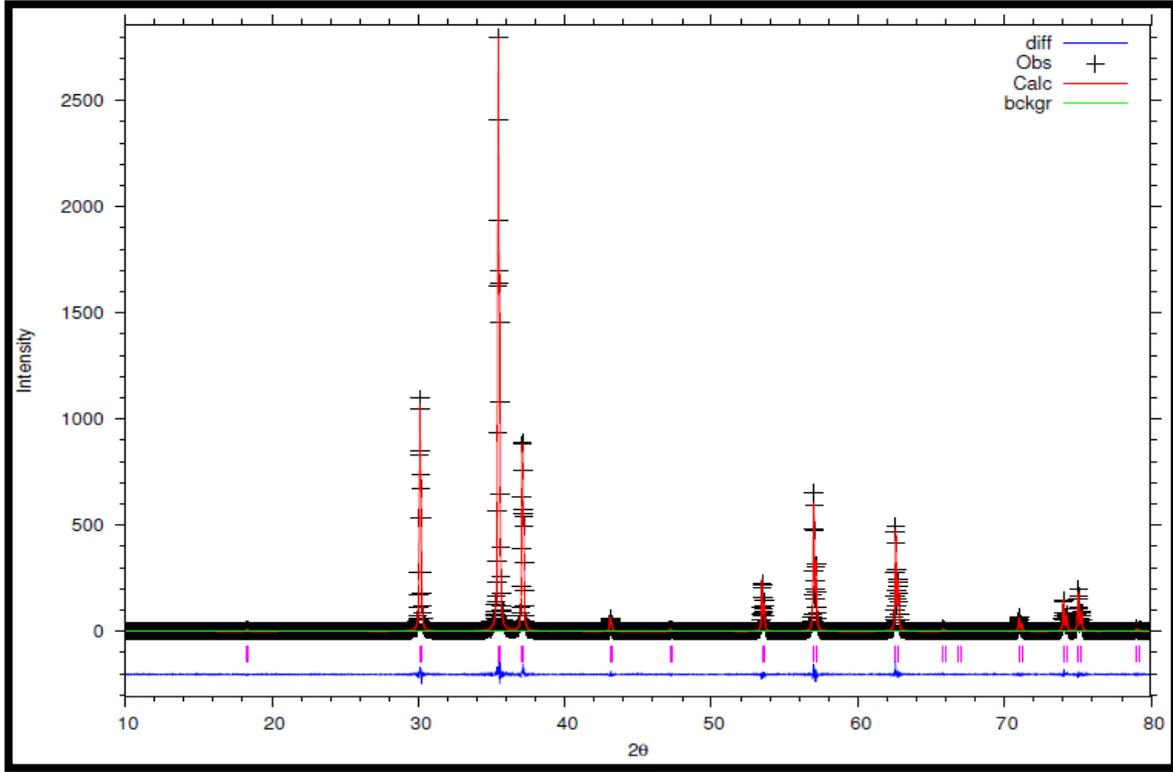
Sample	(x)	$R_p$	$R_{wp}$	$R_{exp}$	$X^2$	GOF	Space group	Phase
A <sub>0</sub>	0	1.2	1.3	1.8	0.52	1.02	FD-3m	Cubic
B <sub>0</sub>	0	1.2	1.3	1.8	0.52	1.02	FD-3m	Cubic
C <sub>0</sub>	0	1.2	1.3	1.8	0.52	1.02	FD-3m	Cubic



الشكل ( 4-4 ) تصفية البنية البلورية للعينة (A0)



الشكل ( 5-4 ) تصفية البنية البلورية للعينة (B0).



الشكل ( 4-6 ) تصفية البنية البلورية للعينة (C0).

### ( 4-2-3 ) حساب معاملات الشبكة وحجم خلية الوحدة لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)

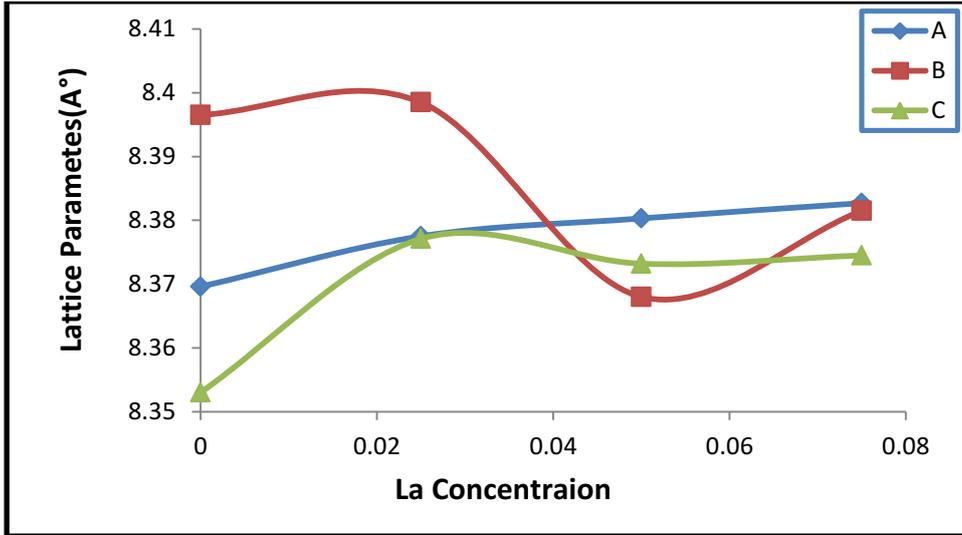
تم حساب معاملات الشبكة (a) باستعمال المعادلة ( 2 - 11 ) كما حسب حجم خلية الوحدة

(V) باستعمال المعادلة (2-12) لجميع عينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي  $(Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4)$  لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) ، وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي  $(Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4)$  لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) ، وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي  $(Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4)$  لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي والمكلسنة بدرجة (900°C) لمدة (4h) ، ودرجت النتائج في الجدول (4-2).

الجدول (2-4) ثوابت الشبكة وحجم خلية الوحدة لعينات المجموعة (A) و (B) و (C)

sample	X concentration	Lattice Constant (a)	V(Å <sup>3</sup> )
A <sub>0</sub>	0	8.3696	586.2922
A <sub>1</sub>	0.025	8.3775	587.9539
A <sub>2</sub>	0.050	8.3803	588.5437
A <sub>3</sub>	0.075	8.3827	589.0495
B <sub>0</sub>	0	8.3965	591.9704
B <sub>1</sub>	0.025	8.3985	592.41503
B <sub>2</sub>	0.050	8.3680	585.956
B <sub>3</sub>	0.075	8.3815	588.7965
C <sub>0</sub>	0	8.353	582.8106
C <sub>1</sub>	0.025	8.3771	587.8697
C <sub>2</sub>	0.050	8.3732	587.0491
C <sub>3</sub>	0.075	8.3745	587.3225

من النتائج المدرجة في الجدول (2-4) يتضح ان قيم معاملات الشبكة (a) لعينات المجموعة (A) و (B) و (C) تزداد تدريجياً مع زيادة تركيز ايون (La<sup>+3</sup>) وبالتالي ايضاً سببت زيادة تركيز أيون (La<sup>+3</sup>) وعملية استبدال أيون (Fe<sup>+3</sup>) بالأيون (La<sup>+3</sup>) زيادة في قيم حجم خلية الوحدة (V) ، ويمكن تفسير ذلك على اساس انصاف الاقطار الايونية، إذ ان نصف القطر الايوني لأيون اللانثانوم (1.6061Å) وهو اكبر من نصف القطر الايوني لأيون الحديد (0.645Å) فأن استبدال جزيء الحديد (Fe<sup>+3</sup>) بواسطة اللانثانوم (La<sup>+3</sup>) يؤدي الى التوسع في الشبكة وبالتالي يزداد ثابت الشبكة [94,95].



الشكل (7-4) معلمات الشبكة مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

#### (4-2-4) حساب الحجم الحبيبي لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

تم حساب الحجم الحبيبي بطريقتين :

##### (1-4-2-4) حساب الحجم الحبيبي بحسب معادلة ديبياي – شيرر

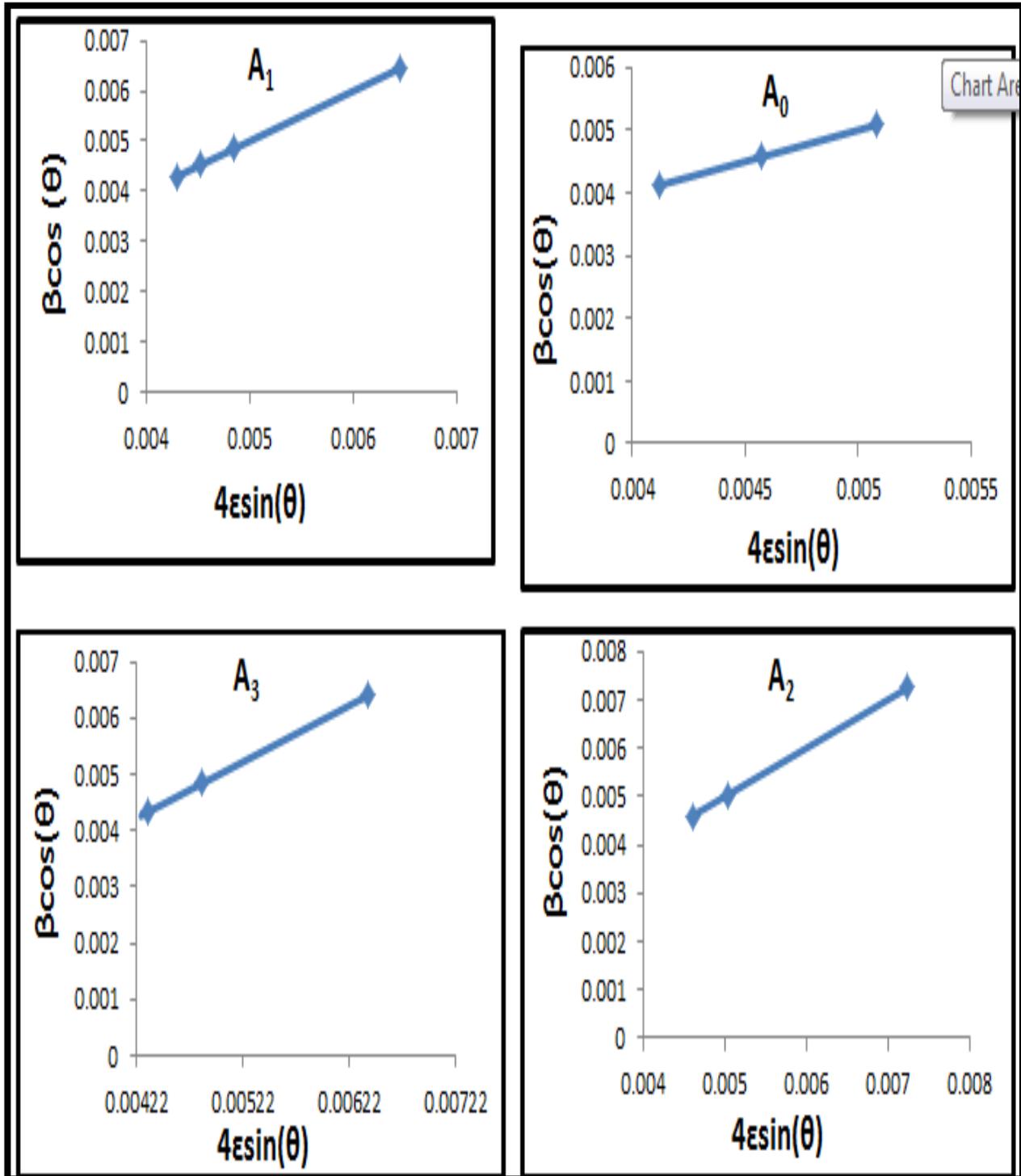
تم حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديبياي شرر رقم (2-13) لعينات المجموعة (A) و (B) و (C) المحضرة بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي ، من خلال عرض القمة عند منتصف الشدة (FWHM) للقمة والموقع الزاوي ( $2\theta$ ) للقمة ذات الشدة الأكبر، وقد وجد ان المسحوق الناتج يمتلك حجم حبيبي بالمدى النانوي ، نلاحظ من خلال الجدول (3-4) تناقص وتزايد حجم الحبيبات النانوية عند زيادة تركيز  $(La^{+3})$  على الرغم ان جميع العينات مكلسنة بدرجة حرارة ( $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) لمدة (4) ويمكن أن يعزى ذلك الى عاملين منها درجة حرارة اللهب اي ان كمية الوقود غير مناسبة لعملية الاحتراق التلقائي او ان كمية الامونيا المضافة لتعديل الدالة الحامضية غير مناسبة وان هذين العاملين يؤثران بشكل كبير على حجم الحبيبات النانوية وهيكلية البلورة ومورفولوجيا المسحوق الناتج [96] . وقد ادرجت النتائج في الجدول رقم (3-4) .

(2-4-2-4) حساب الحجم الحبيبي بحسب معادلة وليامسون – هول (W-H)

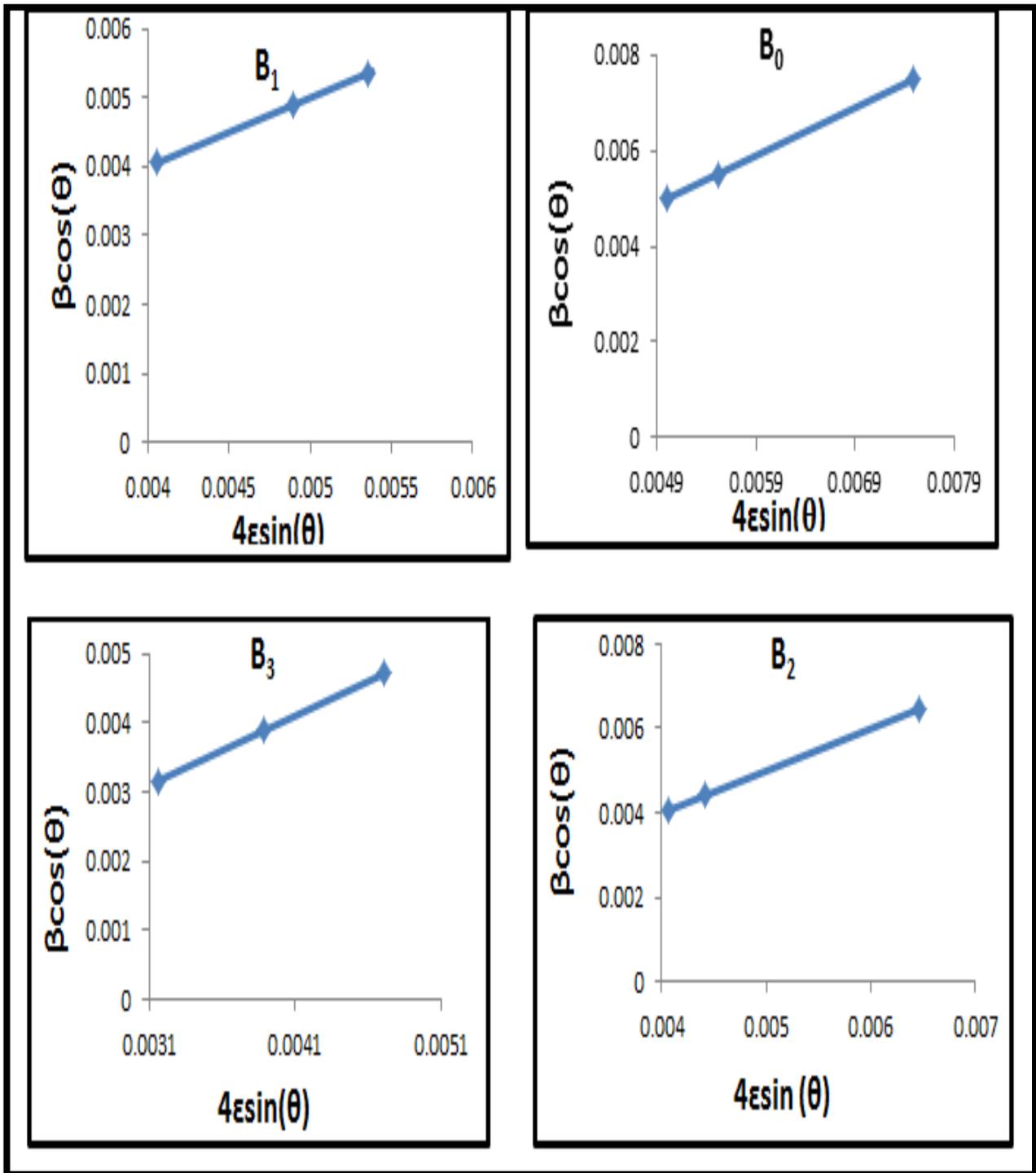
تم حساب معدل الحجم الحبيبي باستعمال معادلة وليامسون – هول (Williamson-Hall) (W-H) لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) المحضرة باستعمال معادلة (2-14)، ويبين الجدول (4-3) ان الحجم الحبيبية المحسوبة باستعمال معادلة وليامسون- هول (Williamson-Hall) اكبر من الحجم الحبيبية المحسوبة باستعمال معادلة ديبياي شرر (Debye-Scherer) وذلك لان وليامسون- هول (Williamson-Hall) اخذ بالحسبان الانفعال الداخلي للشبيكة الذي يعد كميّاس لتشوه التركيب البلوري نتيجة الاجهاد الناشئ في البلورة مما يتسبب في تشوه الشبيكة، إذ يعزى السبب في القمم الى حجم الحبيبات والانفعال الداخلي في أن واحد يكون صغيراً عند استخدام المساحيق [97]، وعن طريق رسم مخطط بياني بين  $(\beta \cos \theta)$  على محور الصادات و  $(4\epsilon \sin \theta)$  على محور السينات ويمكن حساب معدل الحجم الحبيبي كما هو موضح في الاشكال (4a-8) و(4b-8) و (4c-8) .

الجدول (4-3) الحجم الحبيبي بحسب معادلتى (ديبياي – شيرر) و (وليامسون – هول) والانفعال المجهرى لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

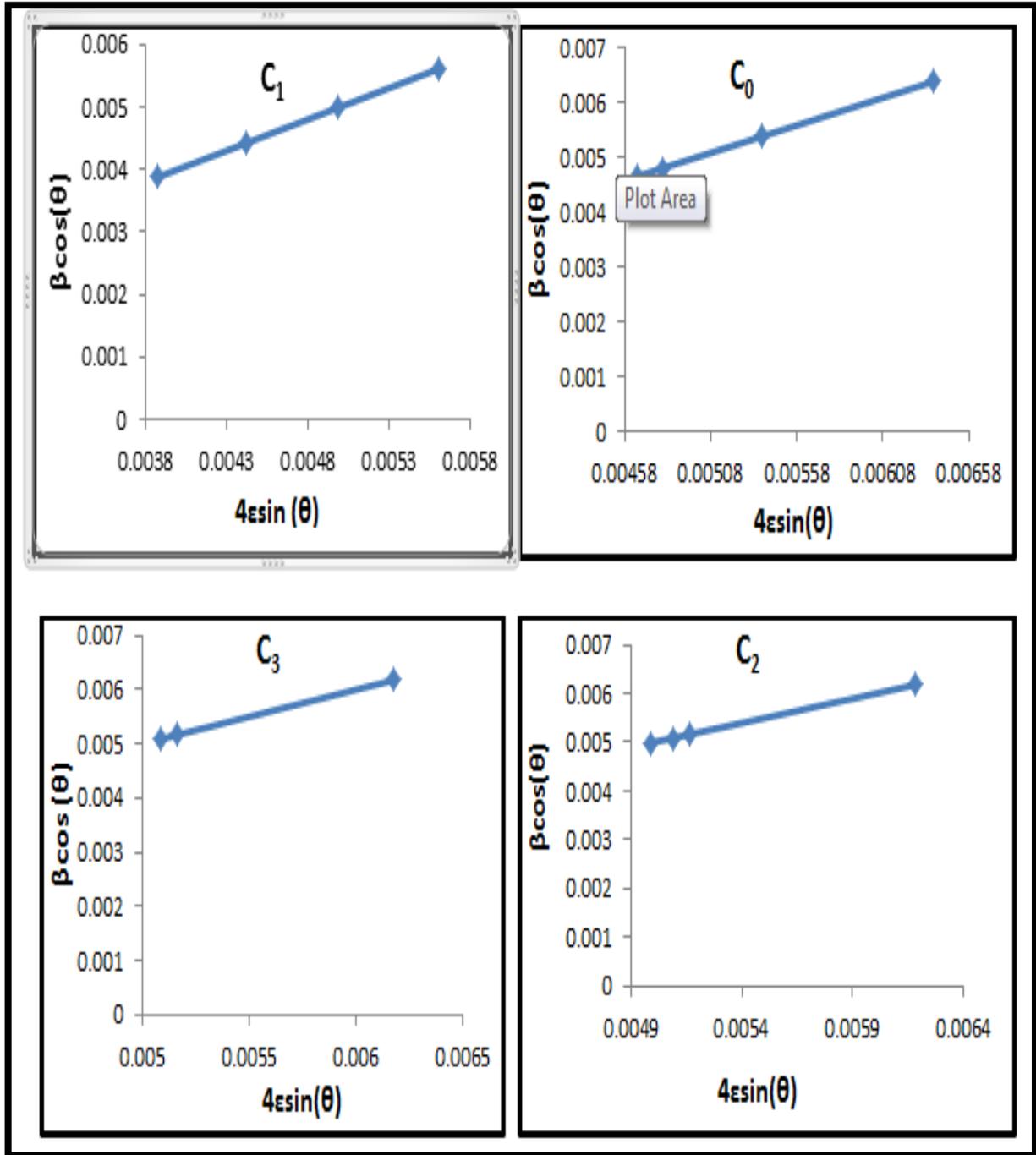
sample	X concentration	$D_{Sh} (nm)$	$D_{W-H}(nm)$	Micro Strain( $\epsilon$ ) * $10^{-3}$
A <sub>0</sub>	0	29.7079	33.01286	3.3853
A <sub>1</sub>	0.025	26.38676	31.51227	6.064
A <sub>2</sub>	0.050	22.28346	27.48913	4.011
A <sub>3</sub>	0.075	27.46354	28.73864	3.736
B <sub>0</sub>	0	23.7673	25.80612	3.543
B <sub>1</sub>	0.025	29.4582	31.69173	3.505
B <sub>2</sub>	0.050	29.02496	34.6635	3.538
B <sub>3</sub>	0.075	36.35816	39.51563	2.83
C <sub>0</sub>	0	28.35291	29.50085	4.716
C <sub>1</sub>	0.025	26.11137	28.29673	4.277
C <sub>2</sub>	0.050	27.0074	27.7308	4.425
C <sub>3</sub>	0.075	32.20702	33.81805	3.296



الشكل (8a-4) حساب الحجم الحبيبي والانفعال الداخلي من معادلة وليامسون - هول للعينات المجموعة (A)



الشكل (4b-8) حساب الحجم الحبيبي والانفعال الداخلي من معادلة وليامسون - هول لعينات المجموعة (B)



الشكل (4C-8) حساب الحجم الحبيبي والانفعال الداخلي من معادلة وليامسون - هول لعينات المجموعة (C)

## (5-2-4) حساب الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

تم حساب الكثافة النظرية ( $\rho_{x\text{-ray}}$ ) باستعمال معادلة رقم (2-15) لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) وحساب الكثافة الظاهرية ( $\rho$ ) باستعمال قاعدة ارخميدس بحسب المعادلة (3-5) لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) ، ومن المعادلة (3-6) يمكن حساب المسامية لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) ، ويبين الجدول (4-4) نتائج حسابات الكثافة النظرية والكثافة الظاهرية والمسامية.

الجدول (4-4) قياسات الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

sample	X concentration	$\rho_{x\text{-ray}}$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\rho$ ( $\text{g/cm}^3$ )	Porosity %
A <sub>0</sub>	0	5.399655	3.504852	35.09119
A <sub>1</sub>	0.025	5.437279	3.821117	29.72373
A <sub>2</sub>	0.050	5.496739	4.055148	26.22629
A <sub>3</sub>	0.075	5.528736	4.099679	25.84781
B <sub>0</sub>	0	5.343933	3.470443	35.05826
B <sub>1</sub>	0.025	5.353933	3.77568	29.47839
B <sub>2</sub>	0.050	5.505971	3.775855	31.42254
B <sub>3</sub>	0.075	5.539952	3.878478	29.99077
C <sub>0</sub>	0	5.433328	3.5644	34.39748
C <sub>1</sub>	0.025	5.436369	3.6798	32.31144
C <sub>2</sub>	0.050	5.478679	3.7233	32.04019
C <sub>3</sub>	0.075	5.519548	3.8069	31.02877

لوحظ من الجدول (4-4) ان الكثافة النظرية ( $\rho_{x\text{-ray}}$ ) والظاهرية تزداد مع زيادة تركيز ايون ( $\text{La}^{+3}$ ) وذلك لأنها تعتمد على الوزن الجزيئي للمركب، وعند زيادة تركيز ايونات ( $\text{La}^{+3}$ ) يزداد الوزن الجزيئي للمركب [98,99]. كما يلاحظ ان الكثافة النظرية المحسوبة من حيود الاشعة السينية لكل عينة اكبر من الكثافة الظاهرية بعد اجراء عملية التلييد ، وهذا قد يكون راجعاً لوجود المسامات في العينات ، كما لوحظ انخفاض في قيمة المسامية مع زيادة تركيز ( $\text{La}^{+3}$ )، ويرجع ذلك تكوين الايونات الموجبة المضافة وتكوين اقل من شواغر الاوكسجين [100].

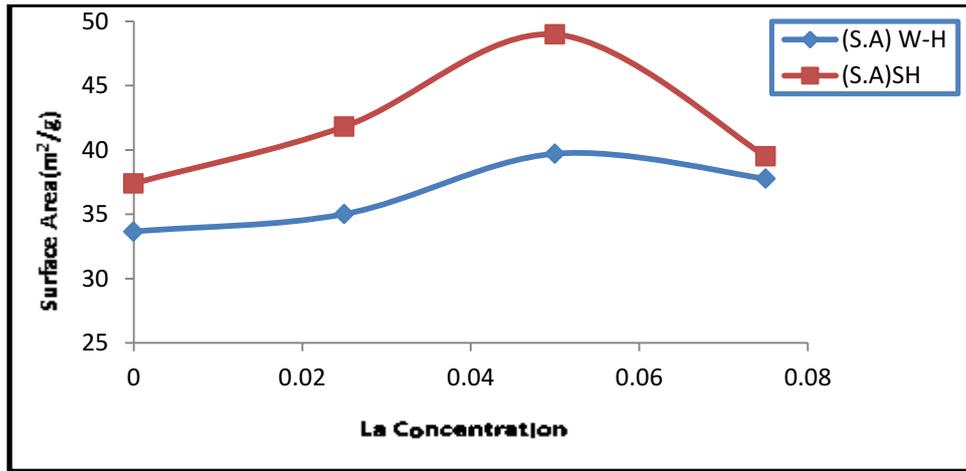
## (6-2-4) حساب المساحة السطحية النوعية

تم حساب المساحة السطحية عن طريق المعادلة (16-2) بالاعتماد على قيمة الحجم الحبيبي المحسوبة بطريقتي (Scherrer) و (Williamson-Hall) لجميع عينات المجموعة (A) و (B) و (C)، وقد تم ادراج نتائج قياسات المساحة السطحية (S.A) في الجدول (5-4).

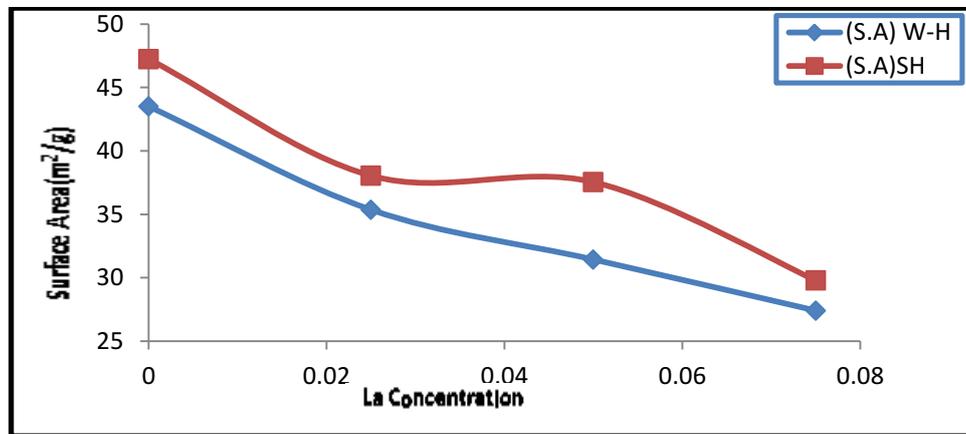
الجدول (5-4) المساحة السطحية النوعية المحسوبة بالنسبة للحجوم الحبيبية لديباي-شرر ووليامسون-هول

Samples	X concentration	(S.A) <sub>SH</sub> (m <sup>2</sup> /g)	(S.A) <sub>W-H</sub> (m <sup>2</sup> /g)
A0	0	37.403	33.659
A1	0.025	41.819	35.017
A2	0.050	48.985	39.708
A3	0.075	39.515	37.762
B0	0	47.240	43.507
B1	0.025	38.042	35.361
B2	0.050	37.544	31.437
B3	0.075	29.788	27.407
C0	0	38.948	37.432
C1	0.025	42.268	39.003
C2	0.050	40.550	39.492
C3	0.075	33.751	32.143

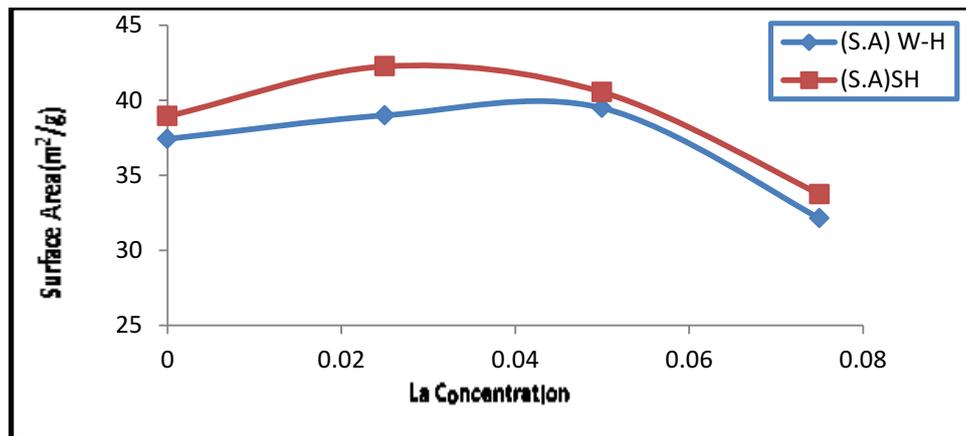
نلاحظ من النتائج المبينة في الجدول (5-4) انه كلما قل الحجم الحبيبي ازدادت المساحة السطحية للجسيمات النانوية ، وبهذا تكتسب الخصائص الفريدة التي تميزها من المواد بأحجامها المايكروية ، وهذا يتفق تماماً مع ما توصلت اليه الكثير من البحوث [101].



الشكل (9a-4) المساحة السطحية مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (A).



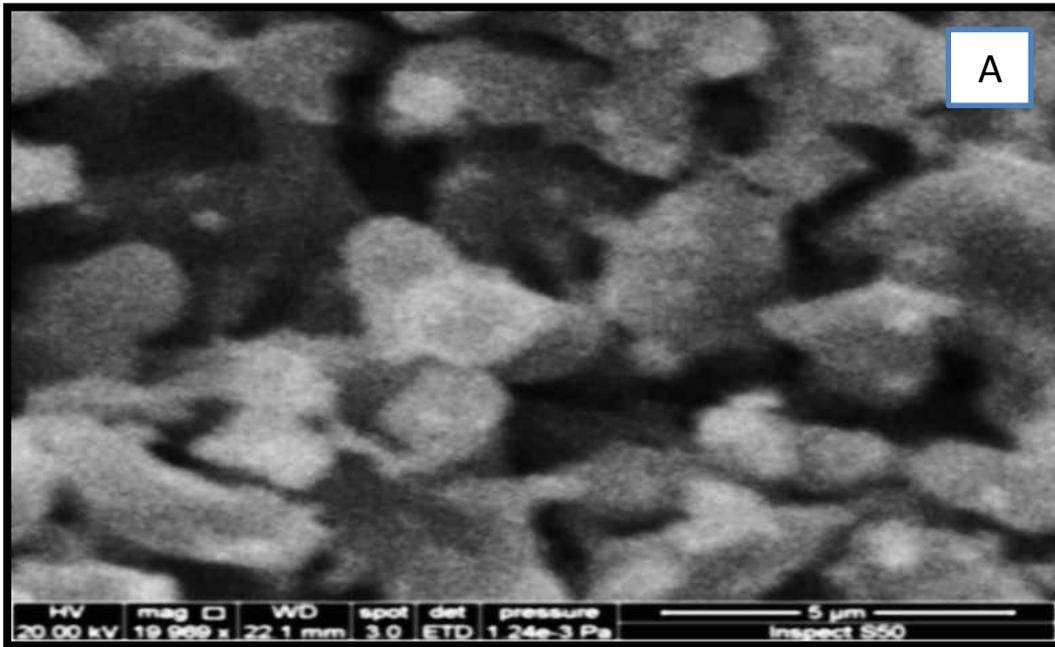
الشكل (9b-4) المساحة السطحية مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (B).

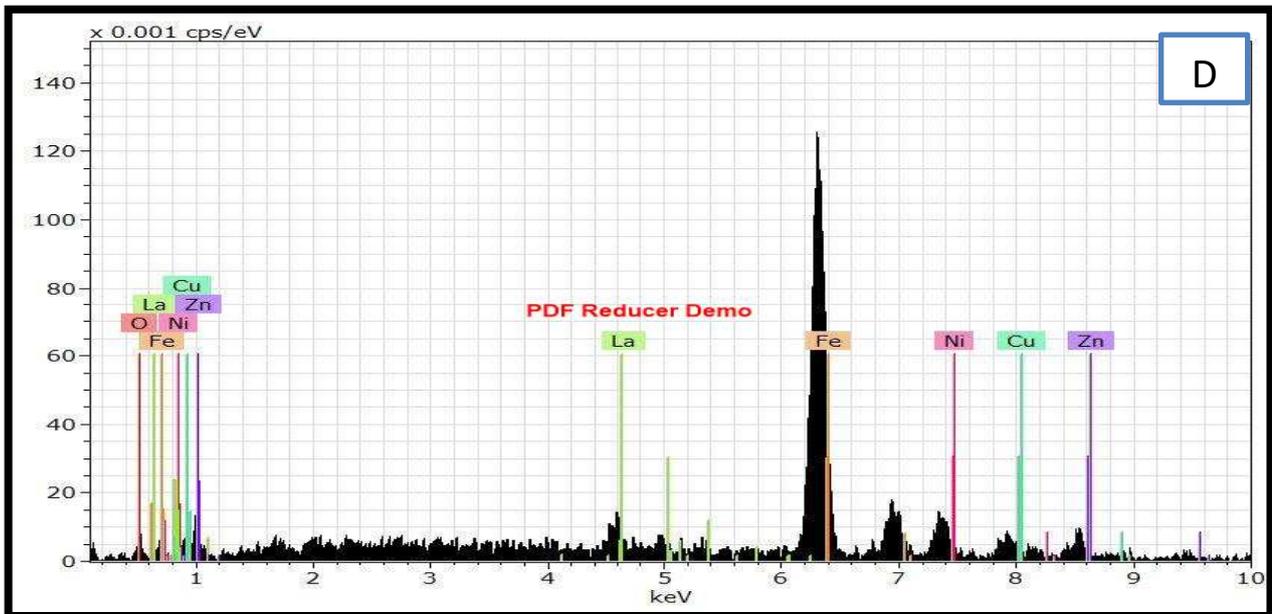
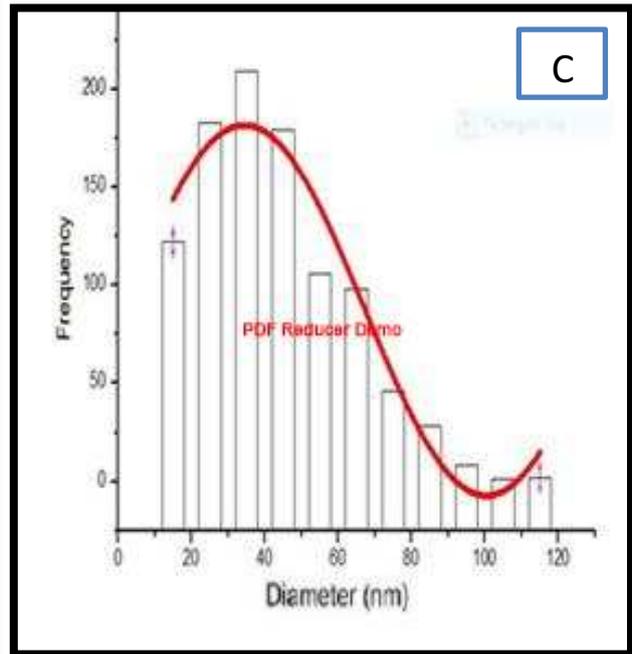
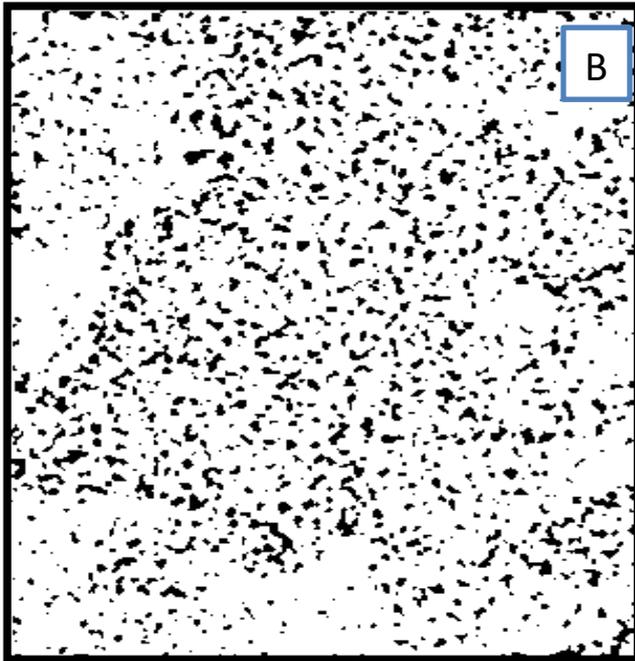


الشكل (9c-4) المساحة السطحية مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (C).

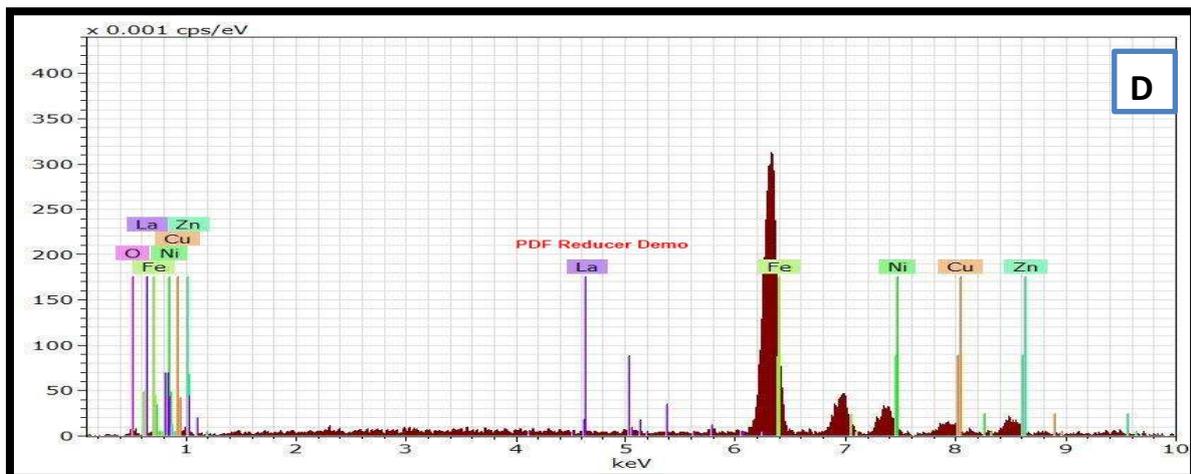
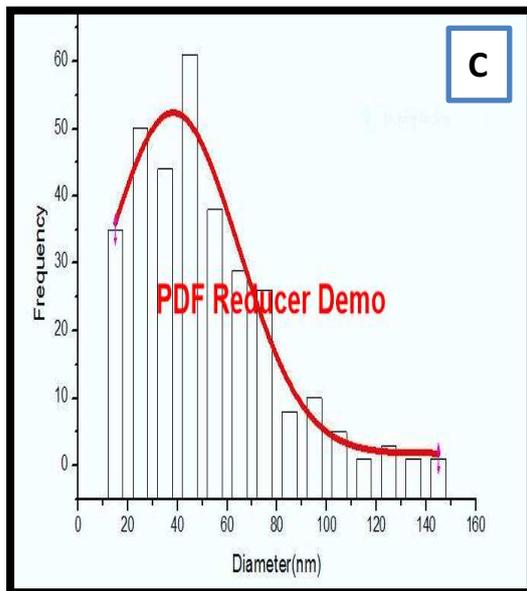
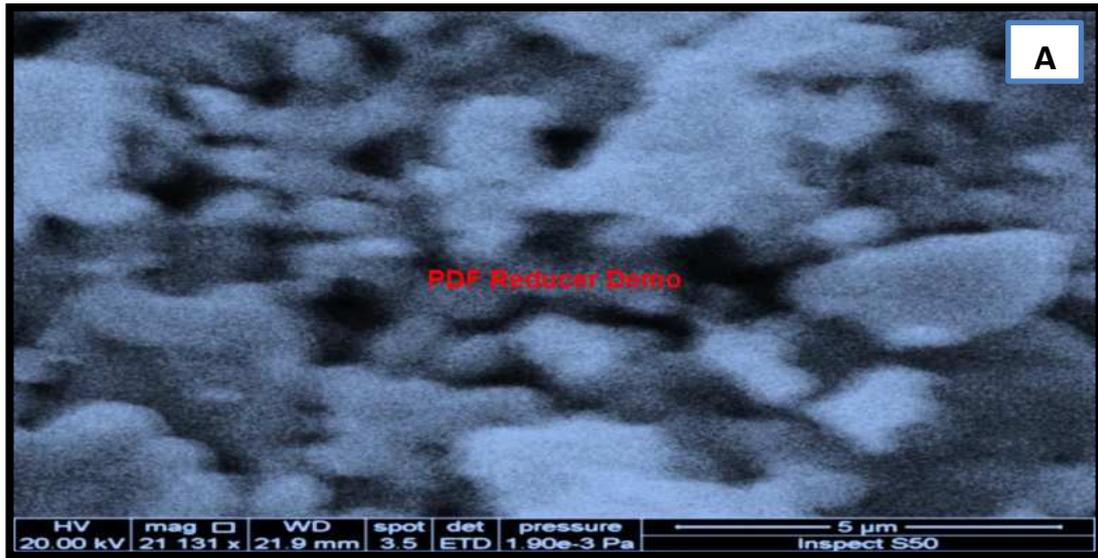
#### (7-2-4) فحوصات المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق به لعينات سلسلة (B)

باستعمال تقانة المجهر الالكتروني الماسح (SEM) فحصت العينتان (B<sub>0</sub>) و (B<sub>3</sub>) من عينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم (x=0) و (x=0.075) المحضرتان بطريقة السول- جل ذات الاحتراق التلقائي، ويمثل الشكل (10A-4) و(11A-4) المورفولوجية لمسحوق العينات (B<sub>0</sub>) و (B<sub>3</sub>)، اذ تظهر وجود كتل متجمعة (تكتل قوي) (Strong Aggregation) للحبيبات، ويعزى التكتل الحاصل الى محدودية قدرة التكبير لجهاز (SEM) المستخدم، فان رؤية شكل الجسيمات النانوية لبعض العينات بنحو واضح يتطلب قوة تكبير عالية، وهذا غير متوافر حالياً [102] وكذلك ظروف عملية التحضير (سرعة الخلط)، وتمت معالجة صور (SEM) ببرنامج (Image- J) للحصول على الصور في الشكلين (10B-4) و(11B-4) ومنه تم حساب الحجم الحبيبي باستعمال المعادلة (4-3) للعينتين (B<sub>0</sub>) و (B<sub>3</sub>)، اذ بلغ الحجم الحبيبي للينة (B<sub>0</sub>) ما يقارب (41.1291 nm) كما بلغ الحجم الحبيبي للينة (B<sub>3</sub>) ما يقارب (47.8 nm). اما الشكلين (10C-4) و (11C-4) فيوضحان اقطار الحبيبات النانوية ونسب وجودها للعينتين (B<sub>0</sub>) و (B<sub>3</sub>) المأخوذة من تحليل الصور ببرنامج (Image-J). ويمثل الشكلان (10D-4) و(11D-4) نتائج فحص العينتين (B<sub>0</sub>) و(B<sub>3</sub>) باستعمال جهاز (EDX) للتأكد من وجود العناصر المكونة للمركب.





الشكل (10-4) فحص (EDX) و (SEM) للعينة B0



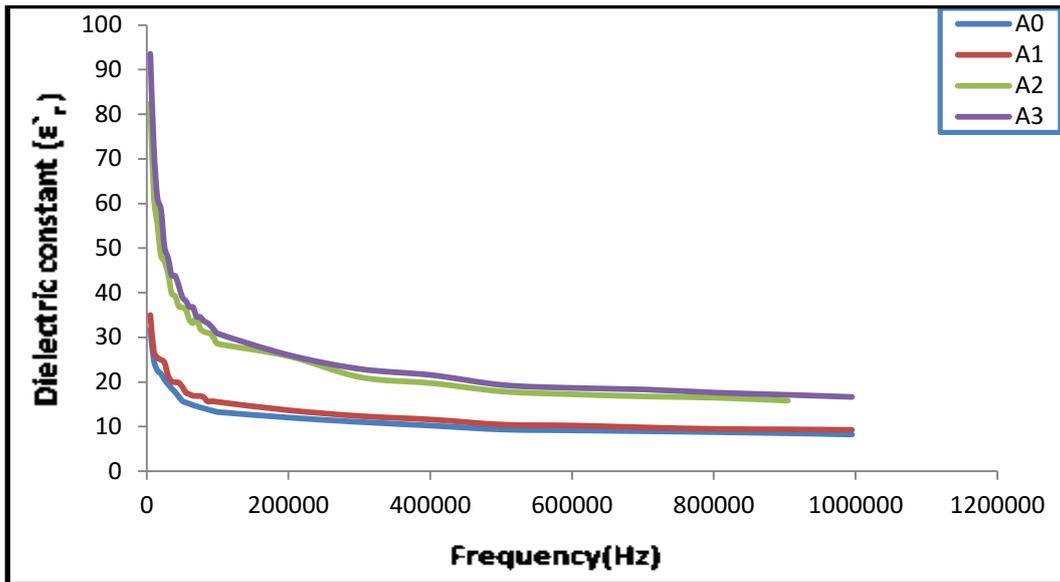
الشكل ( 11-4 ) فحص (EDX) و (SEM) للعينة B3.

## (3-4) القياسات الكهربائية

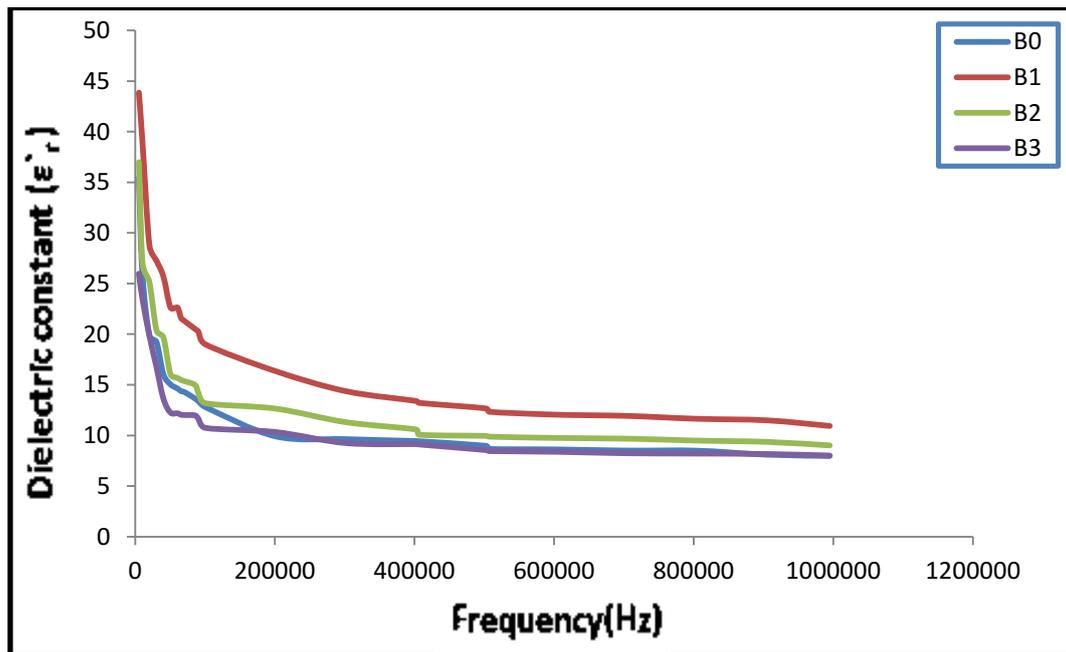
تضمنت قياسات الخواص العزلية الكهربائية كثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ ) (Dielectric constant) ومعامل فقد العزلي (Dielectric loss factor) ( $\epsilon_r''$ ) والتوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) conductivity) عند الترددات (50 Hz- 1MHz) ، باستعمال جهاز (LCR meter) ، وتم اجراء جميع هذه الحسابات للعينات الخاصة بالقياسات الكهربائية ومناقشة وتحليل النتائج.

(1-3-4) ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ )

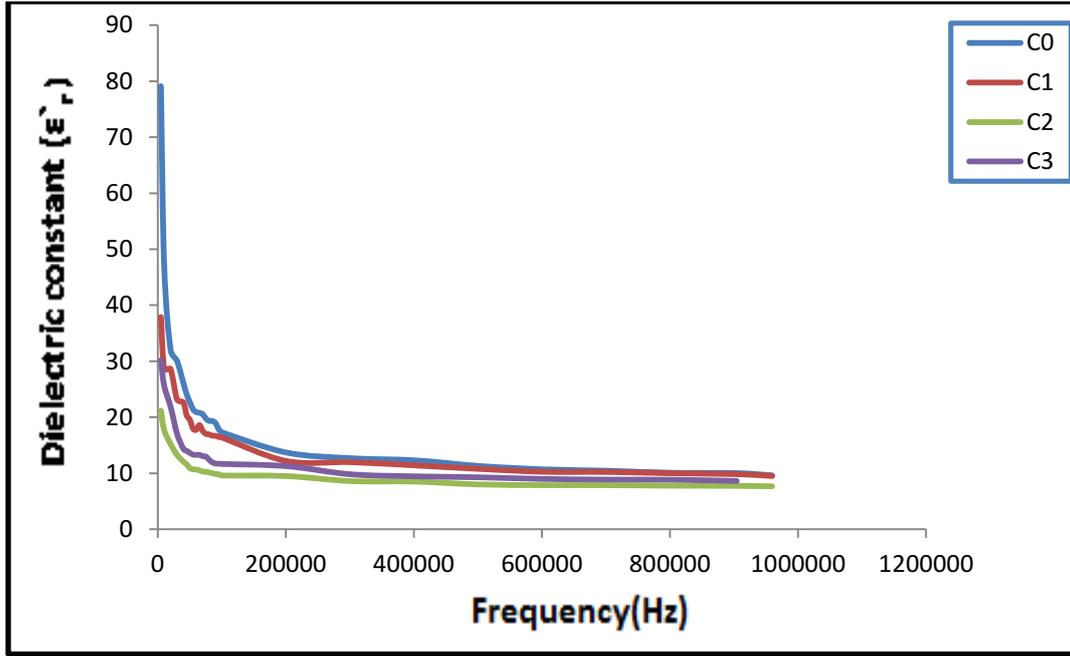
تم حساب ثابت العزل الكهربائي باستعمال معادلة (2-21) للعينات الخاصة بالقياسات الكهربائية ضمن الترددات (50Hz-1MHz) لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) و عينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) و عينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) ، إذ نلاحظ من الاشكال (12a-4) و(12b-4) و(12c-4) أن قيمة ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ ) تقل مع زيادة التردد (frequency (Hz)) وهذا السلوك طبيعي لجميع انواع الفرايت، وتمت ملاحظته من قبل العديد من الباحثين [102]، والسبب في نقصان ثابت العزل الكهربائي مع زيادة التردد هو تلاشي استقطاب الشحنات الفراغية.



الشكل (12a-4) تغير ثابت العزل الكهربائي مع التردد لعينات المجموعة (A)



الشكل (12b-4) تغير ثابت العزل الكهربائي مع التردد لعينات المجموعة (B)



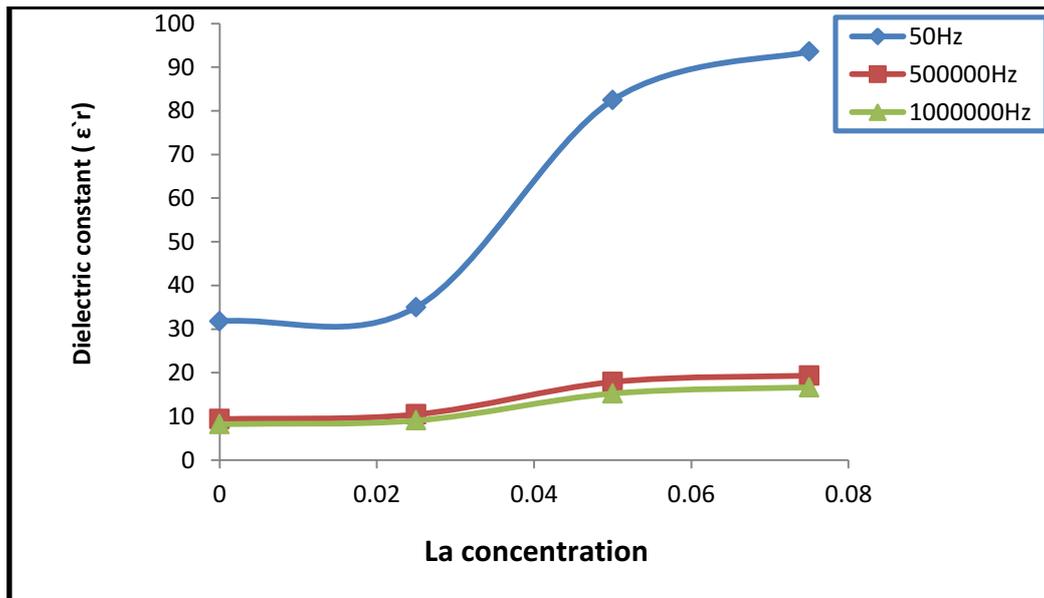
الشكل (12c-4) تغير ثابت العزل الكهربائي مع التردد لعينات المجموعة (C)

ويبين الجدول (6-4) النتائج التي تم الحصول عليها الخاصة بقياسات ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ ) لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) عند الترددات الثلاثة (50 Hz، 500KHz، 1MHz) بدرجة حرارة الغرفة، ففي عينات المجموعة (A) نلاحظ زيادة قيمة ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) كما موضح في الشكل (13-4) ويرجع سبب الزيادة الى تأثير المسامية والحجم الحبيبي، في حين لوحظ في عينات المجموعة (B) زيادة قيمة ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) وانخفاضه عند النسب (X=0.05,0.075)، ويمكن تفسير ذلك بأنه نتيجة ازاحة مواقع الايونات في الشبكة البلورية، بسبب ان نصف القطر الايوني له دور كبير، إذ ان نصف القطر الايوني لأيون اللانثانوم ( $1.6061\text{\AA}$ )، وهو اكبر من نصف القطر الايوني لأيون الحديد ( $0.645\text{\AA}$ ) [103] كما موضح في الشكل (14-4)، في حين لوحظ في عينات المجموعة (C) نقصان قيم ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) حتى تصل اقل قيمة لها في العينة (C2) عند قيمة (x=0.05)، ثم تبدأ بالزيادة ويرجع سبب الزيادة الى تأثير المسامية والحجم الحبيبي كما موضح في الشكل (15-4).

الجدول (6-4) نتائج قياس ثابت العزل الكهربائي ( $\epsilon_r'$ ) لعينات السلسلة (A) و(B) و(C)

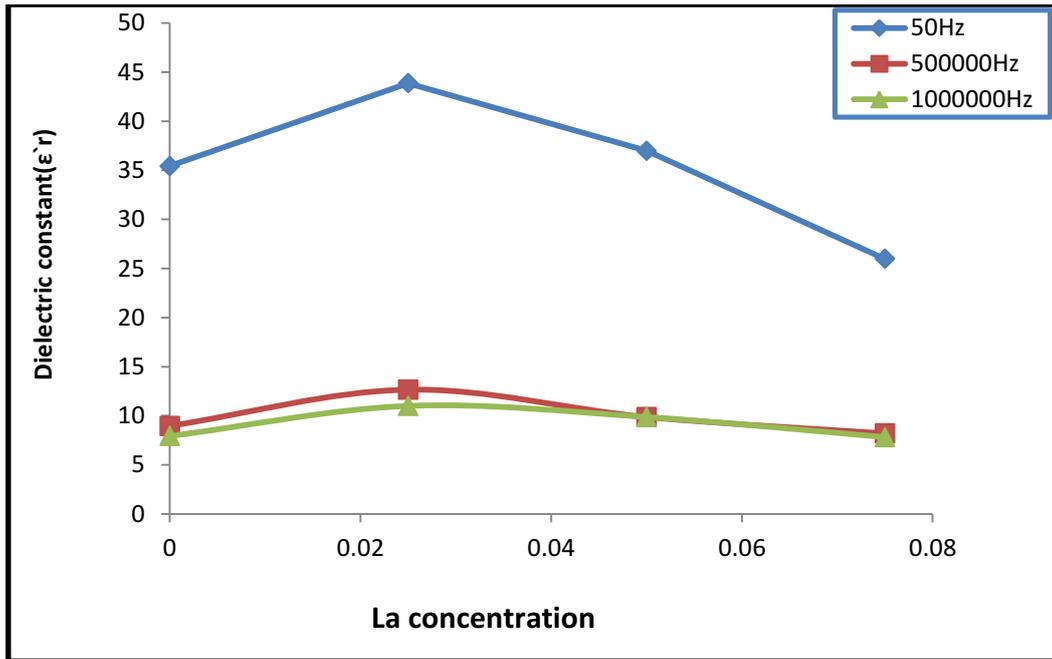
عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)

Sample	Concentration (X)	Dielectric constant ( $\epsilon_r'$ ) at 50Hz	Dielectric Constant ( $\epsilon_r'$ ) at 50KHz	Dielectric Constant ( $\epsilon_r'$ ) at 1MHz
A <sub>0</sub>	0.00	31.78581	9.35558	8.2139
A <sub>1</sub>	0.025	35.00781	10.44941	9.0549
A <sub>2</sub>	0.050	82.44797	17.87819	15.2337
A <sub>3</sub>	0.075	93.55765	19.32260	16.6482
B <sub>0</sub>	0.00	35.42842	8.971912	7.9372
B <sub>1</sub>	0.025	43.86471	12.66135	11.0046
B <sub>2</sub>	0.050	36.99042	9.876228	9.8762
B <sub>3</sub>	0.075	25.97862	8.207622	7.8260
C <sub>0</sub>	0.00	79.11242	11.28879	9.4201
C <sub>1</sub>	0.025	37.88837	10.76717	9.4714
C <sub>2</sub>	0.050	21.15708	7.774011	7.5869
C <sub>3</sub>	0.075	30.19359	9.271467	8.45932

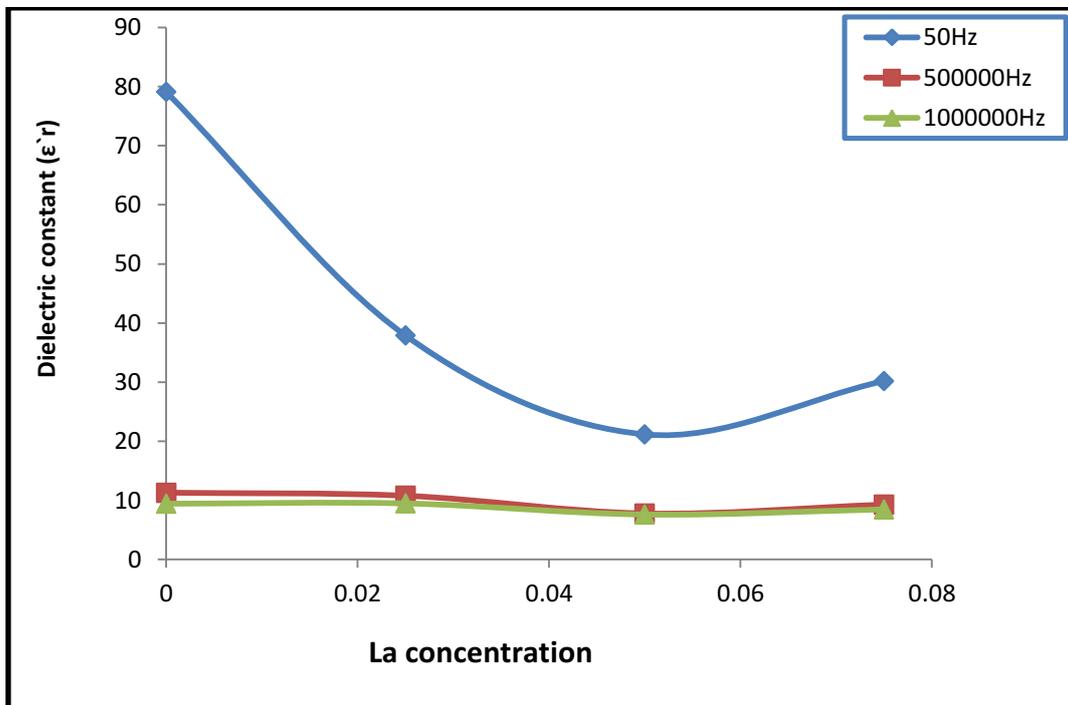


الشكل (4-13) تغير ثابت العزل الكهربائي مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (A)

عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz)



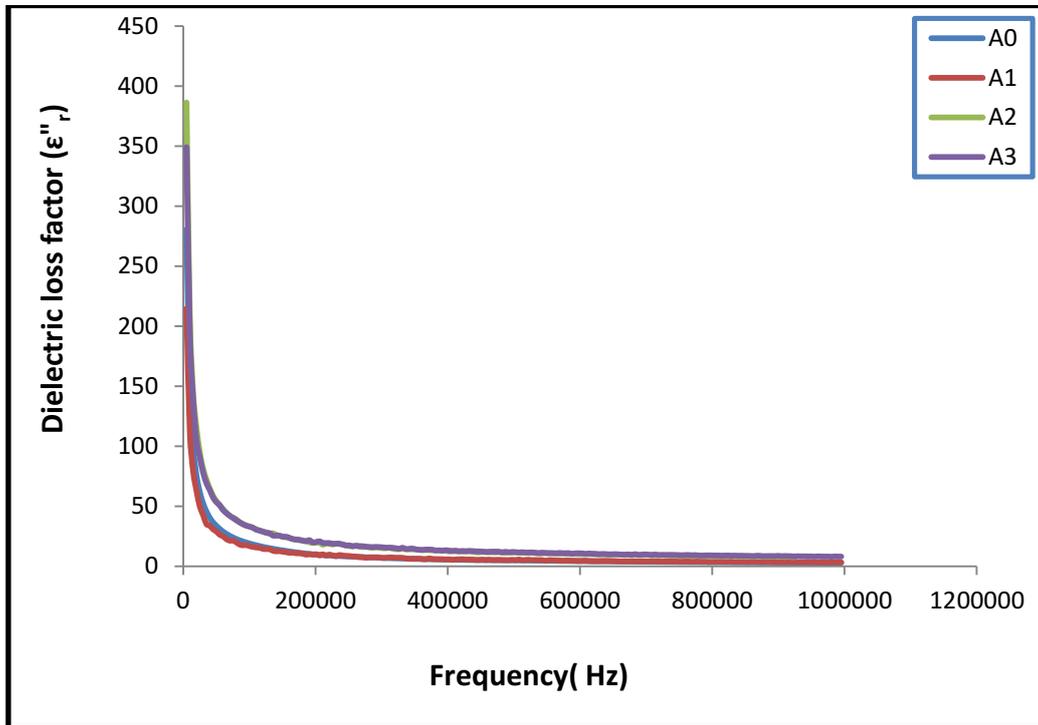
الشكل (14-4) تغير ثابت العزل الكهربائي مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (B) عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz)



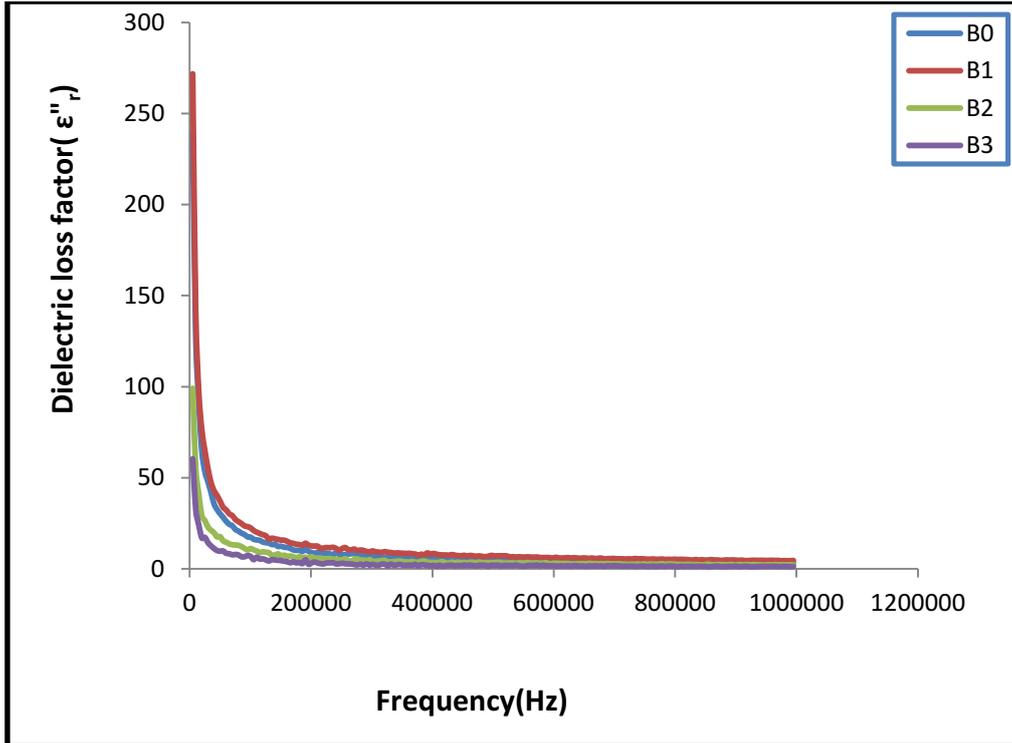
الشكل (15-4) تغير ثابت العزل الكهربائي مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (C) عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz).

### (2-3-4) معامل الفقد العزلي ( $\epsilon_r''$ ) Dielectric loss factor

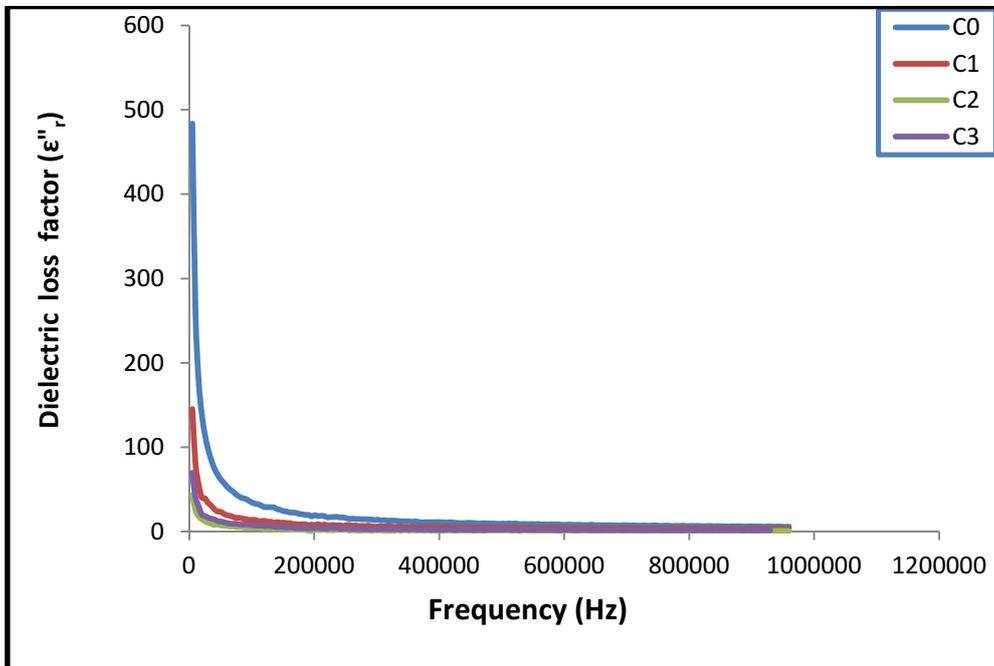
تم حساب معامل الفقدان العزلي الكهربائي ضمن الترددات (50Hz - 1MHz) باستعمال معادلة (34-2) لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) ، وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) ، وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) ، ومن الاشكال (16-4) و(17-4) و(18-4) يتبين أن قيمة معامل الفقد العزلي تقل مع زيادة تردد المجال الكهربائي، وبحسب المعادلة (2-47) فإن معامل فقد العزل الكهربائي ( $\epsilon_r''$ )، يتناسب طردياً مع التوصيلية الكهربائية المتناوبة وعكسياً مع التردد (frequency)، ويعتمد على مقدار التوصيلية الكهربائية المتناوبة لذلك يقل معامل فقدان العزل الكهربائي بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط ، ولاحظ هذا السلوك عدد من الباحثين [104].



الشكل (16-4) تغير معامل الفقد العزلي مع التردد لعينات المجموعة (A)



الشكل (17-4) تغير معامل الفقد العزلي مع التردد لعينات المجموعة (B)



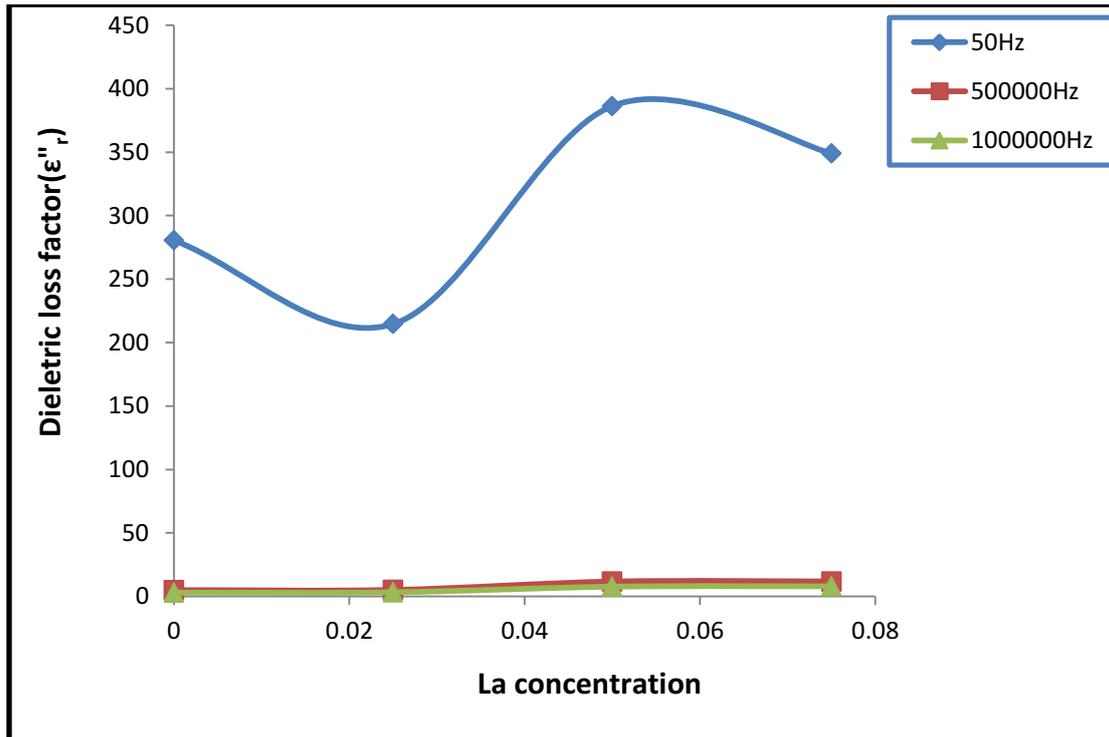
الشكل (18-4) تغير معامل الفقد العزلي مع التردد لعينات المجموعة (C).

ويبين الجدول (7-4) النتائج التي تم الحصول عليها الخاصة بقياسات معامل فقد العزلي ( $\epsilon_r''$ ) لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00، 0.025، 0.05، 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، عند الترددات الثلاثة (50 Hz, 500KHz, 1MHz) بدرجة حرارة الغرفة، ففي عينات المجموعة (A) نلاحظ ان قيمة معامل فقد العزلي تزداد مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) كما يتضح في الشكل (4-19)، في حين لوحظ في عينات المجموعة (B) زيادة قيمة ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) وانخفاضه عند النسب ( $X=0.05$ ) حتى تصل قيمة معامل فقد العزلي الى اقل قيمة لها في العينة (B3) عند قيمة ( $x=0.075$ ) كما يتضح في الشكل (4-20)، في حين لوحظ في عينات المجموعة (C) نقصان قيم ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) حتى تصل اقل قيمة لها في العينة (C2) عند قيمة ( $x=0.05$ )، ثم تبدأ بالزيادة كما يتضح في الشكل (4-21).

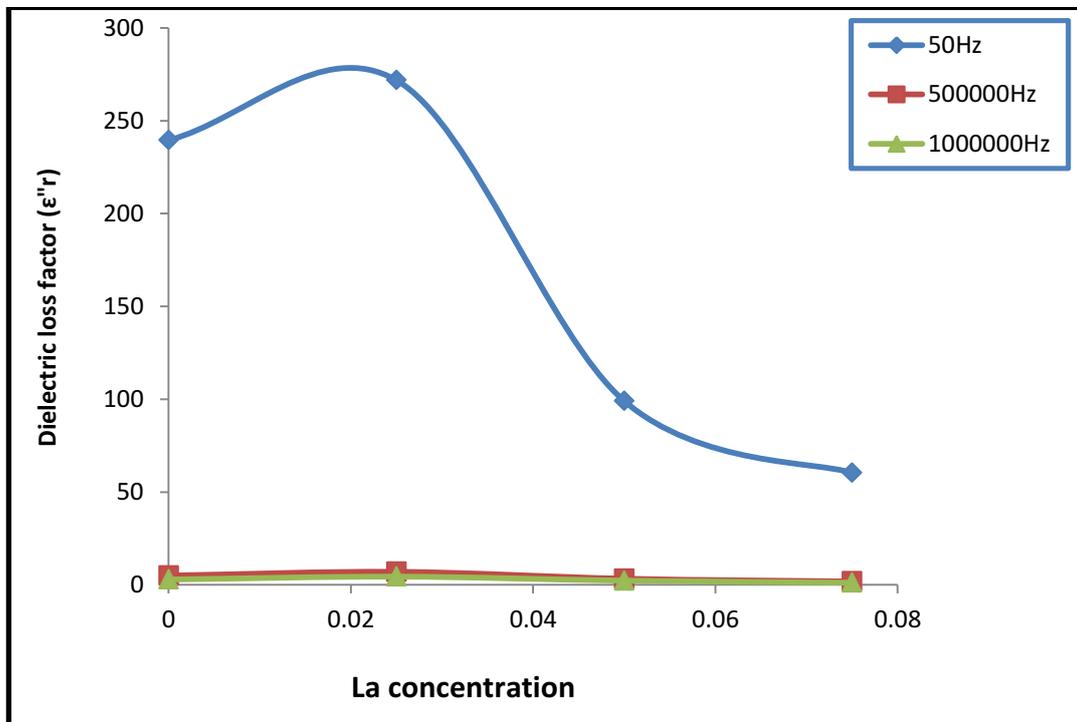
الجدول (7-4) نتائج قياس معامل فقد العزلي ( $\epsilon_r''$ ) لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)

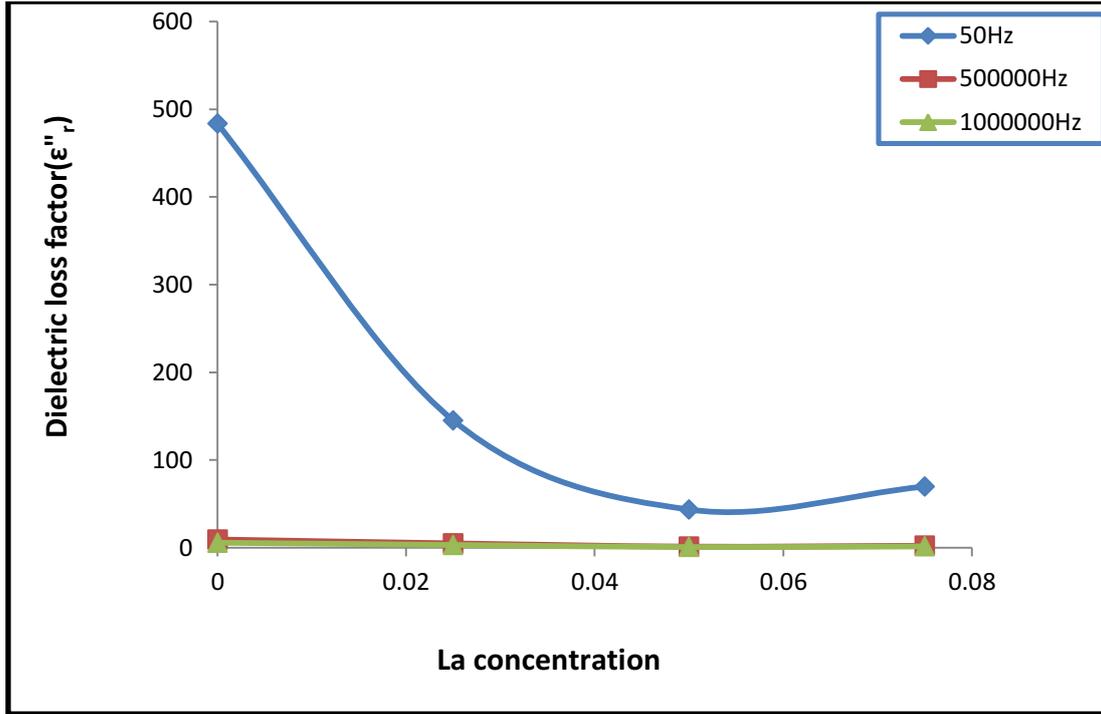
Sample	Concentration (X)	Dielectric loss factor ( $\epsilon_r''$ ) at 50Hz	Dielectric loss factor ( $\epsilon_r''$ ) at 50KHz	Dielectric loss factor ( $\epsilon_r''$ ) at 1MHz
A0	0.00	280.5797	4.967536	2.979777
A1	0.025	214.6469	5.123868	3.268729
A2	0.050	386.3759	11.72291	7.689073
A3	0.075	349.1572	11.77848	7.950190
B0	0.00	239.489	5.025617	2.899710
B1	0.025	271.8296	7.041862	4.451611
B2	0.050	99.10473	3.328881	2.285918
B3	0.075	60.38731	1.840149	1.184396
C0	0.00	483.543	9.471635	5.8058
C1	0.025	145.2792	4.996828	3.215553
C2	0.050	43.63014	1.343505	0.850497
C3	0.075	69.82267	2.312675	1.572082



الشكل (19-4) تغير معامل الفقد العزلي مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (A) عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz)



الشكل (20-4) تغير معامل الفقد العزلي مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (B) عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz)

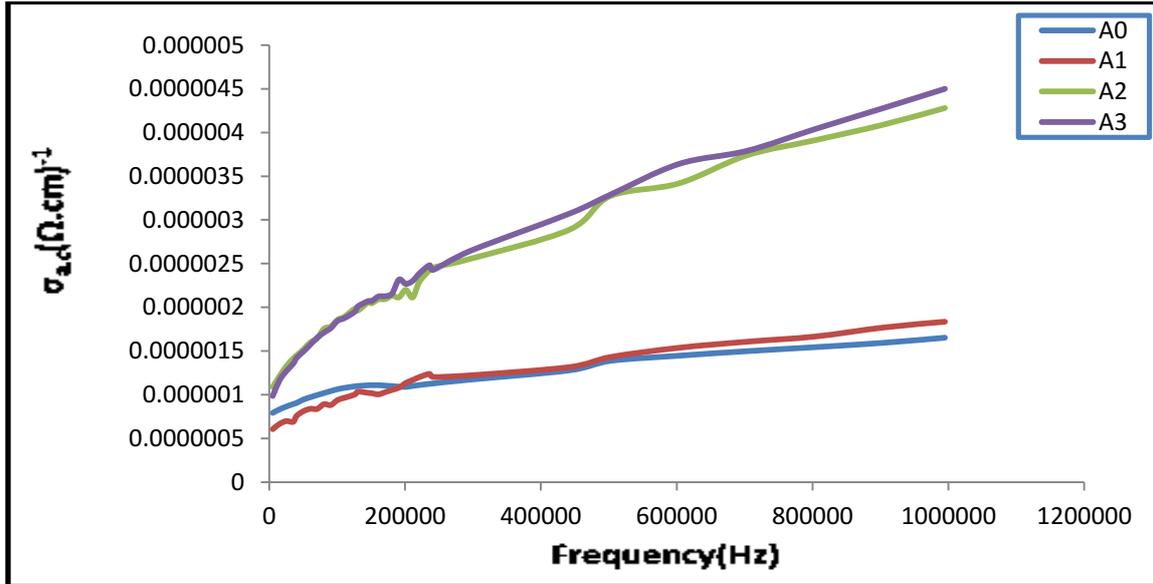


الشكل (21-4) تغير معامل الفقد العزلي مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (C) عند الترددات (50 Hz, 500KHz, 1 MHz)

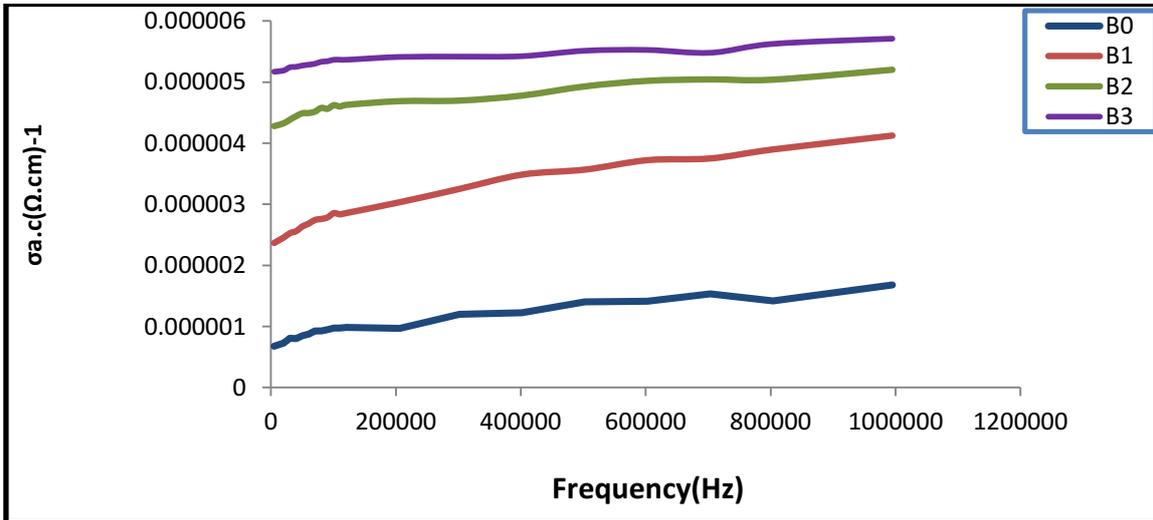
#### (3-3-4) التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) Alternating electrical conductivity

تم قياس التوصيلية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) ضمن التردد (50Hz-1MHz) باستعمال المعادلة (2-42)، ويوضح الشكل (22-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) المقاسة عند درجة حرارة الغرفة الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h) للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم ( $X= 0.00, 0.025, 0.05, 0.075$ ) لعينات المجموعة (A)، إذ نلاحظ من الشكل ان قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة تزداد بزيادة التردد المجال الكهربائي المسلط في جميع عينات المجموعة (A)، كذلك يظهر الشكل (23-4) تغير قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة المقاسة عند درجة حرارة الغرفة وضمن التردد (50Hz-1MHz) للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم (0.025, 0.05, ) لعينات المجموعة (B) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، إذ نلاحظ من الشكل ان قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة تزداد بزيادة التردد المجال الكهربائي المسلط في جميع عينات المجموعة (B)، كذلك يظهر الشكل (24-4) تغير قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة المقاسة عند درجة حرارة الغرفة وضمن التردد (50Hz-1MHz) للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم ( $X = 0.00, 0.025, 0.05, 0.075$ ) لعينات المجموعة

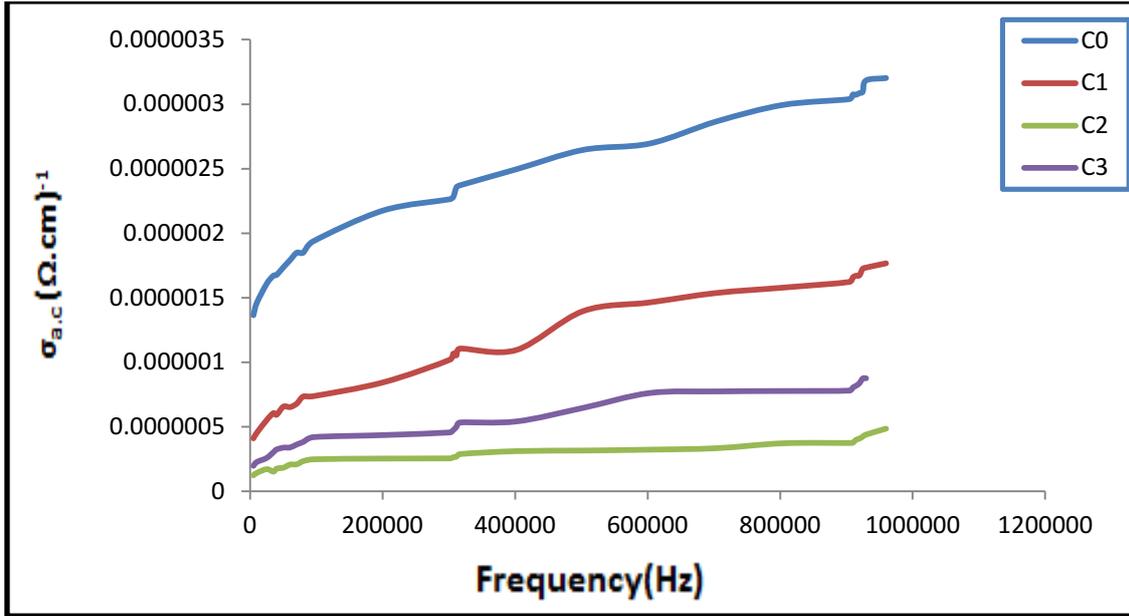
(B) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، إذ نلاحظ من الشكل ان قيمة التوصيلية الكهربائية المتناوبة تزداد بزيادة التردد المجال الكهربائي المسلط في جميع عينات المجموعة (C)، ويعود سبب اختلاف قيمة التوصيلية في عينات المجموعة (A) و (B) و (C) الى توزيع الايونات داخل الشبكة البلورية او ربما يعزى الى استقطاب ثنائيات الاقطاب، وبمعنى اخر ان دوران ثنائيات الاقطاب يكون بين موقعين متساويين ومتزنين اي ان اصطفاف ثنائيات القطب تلقائياً في مواقع الاتزان [43].



الشكل (22-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع التردد بدرجة حرارة الغرفة لعينات المجموعة (A)



الشكل (23-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع التردد بدرجة حرارة الغرفة لعينات المجموعة (B)

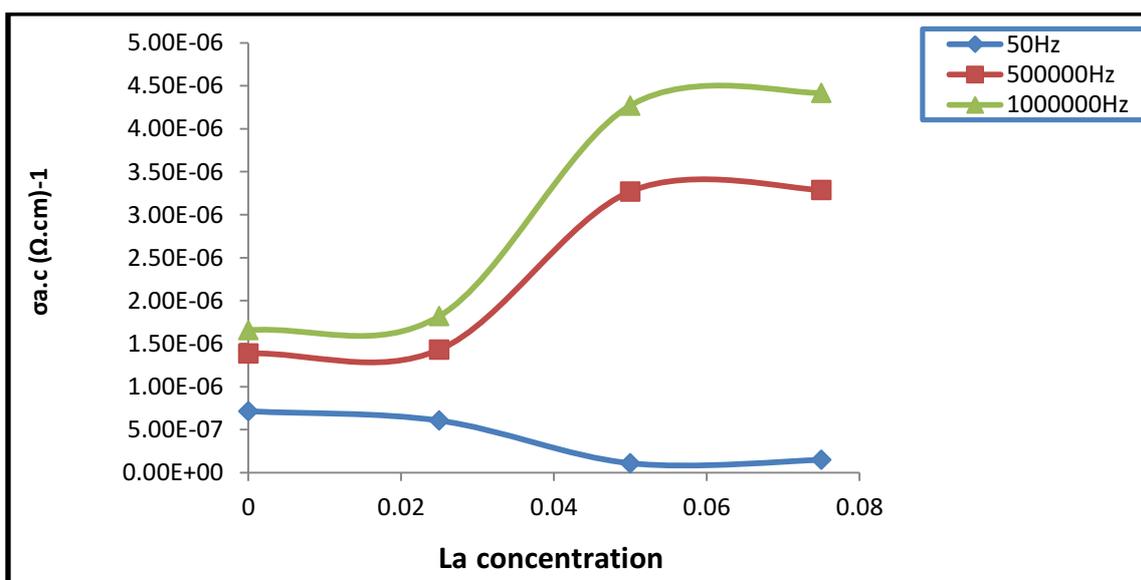


الشكل (24-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع التردد بدرجة حرارة الغرفة لعينات المجموعة (C)

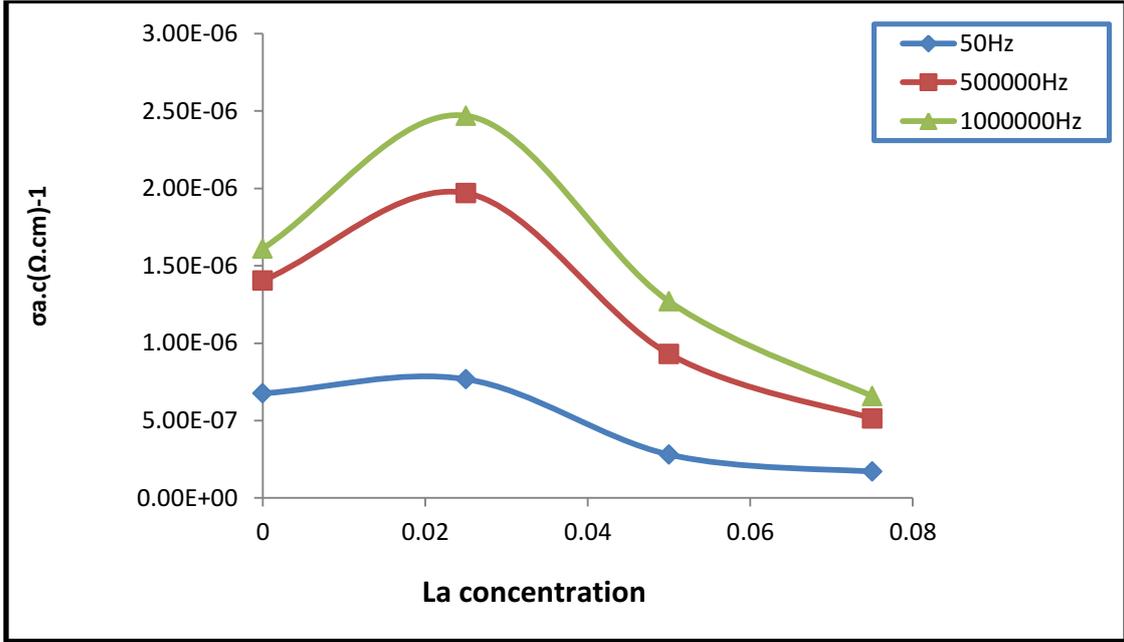
من النتائج المدرجة في الجدول (8-4) الخاصة بقياسات التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) لعينات المجموعة (A) و (B) و (C) عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz) بدرجة حرارة الغرفة نلاحظ ان قيم التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) لكل عينة من عينات المجموعة (A) غير ثابتة السلوك مع تغير الترددات وزيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) كما يظهر في الشكل (25-4)، اما تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) في عينات المجموعة (B) فنلاحظ من الشكل (26-4) ان اعلى قيمة للتوصيلية عند التركيز ( $x=0.025$ ) في جميع الترددات لأن التوصيلية المتناوبة في العازل تمثل مقياساً للحرارة المفقودة التي قد تتولد نتيجة دوران الدايبولات في مواضعها او اهتزاز الشحنات بتغير اتجاه المجال المتناوب، ولهذا نجد ان التوصيلية تعتمد على التردد، اي تزداد بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط، وقد لوحظ هذا السلوك على نطاق واسع لكثير من المواد، ويعود الى آلية نقل حاملات الشحنة داخل الشبكة البلورية [105]، اما تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة ( $\sigma_{a.c}$ ) في عينات المجموعة (C) فنلاحظ من الشكل (27-4) ان اقل قيمة للتوصيلية عند التركيز ( $x=0.05$ ) في جميع الترددات.

الجدول (8-4) نتائج قياس التوصيلية الكهربائية المتناوبة لعينات المجموعة (A) و (B) و (C) عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)

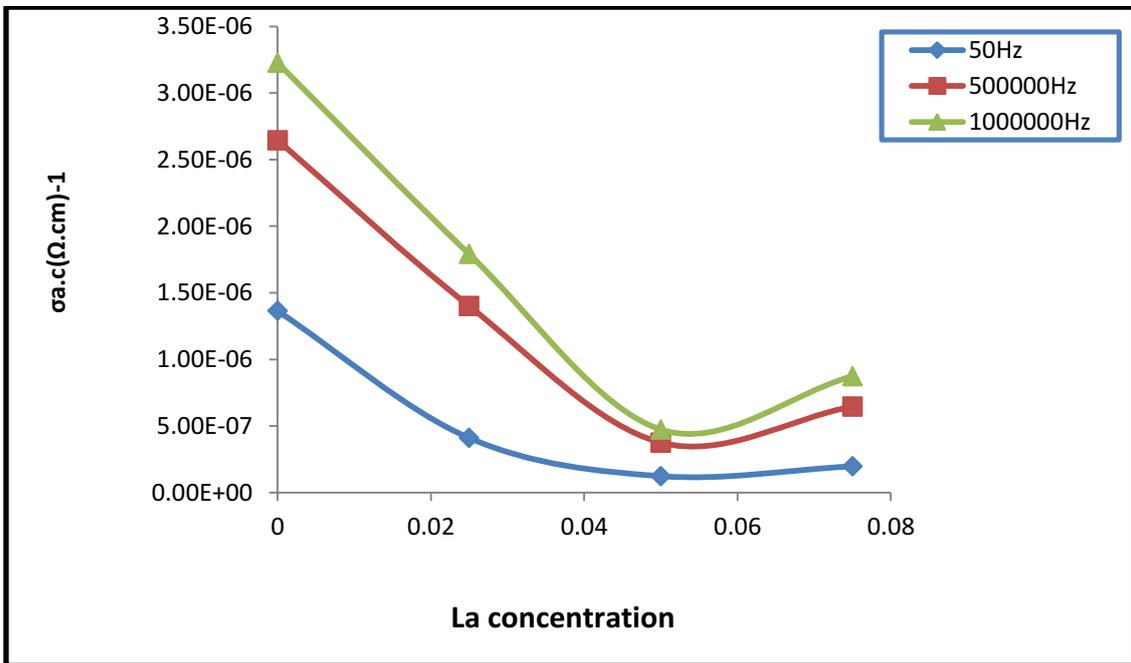
Samples	Concentration (X)	$\sigma_{a.c} (\Omega.cm)^{-1}$		
		50Hz	500KHz	1MHz
Ao	0.00	7.91E-07	1.38743E-06	1.6561E-06
A1	0.025	6.05E-07	1.43E-06	1.82E-06
A2	0.050	1.09E-06	3.27E-06	4.27E-06
A3	0.075	1.4810E-07	3.28973E-06	4.41856E-06
B0	0.00	6.7542E-07	1.40366E-06	1.6116E-06
B1	0.025	7.67E-07	1.97E-06	2.47E-06
B2	0.050	2.80E-07	9.30E-07	1.27E-06
B3	0.075	1.70E-07	5.14E-07	6.58E-07
C0	0.00	1.3634E-06	2.6454E-06	3.226E-06
C1	0.025	4.10E-07	1.40E-06	1.79E-06
C2	0.050	1.23E-07	3.75E-07	4.73E-07
C3	0.075	1.97E-07	6.46E-07	8.74E-07



الشكل (25-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (A) عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)



الشكل (26-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (B) عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)



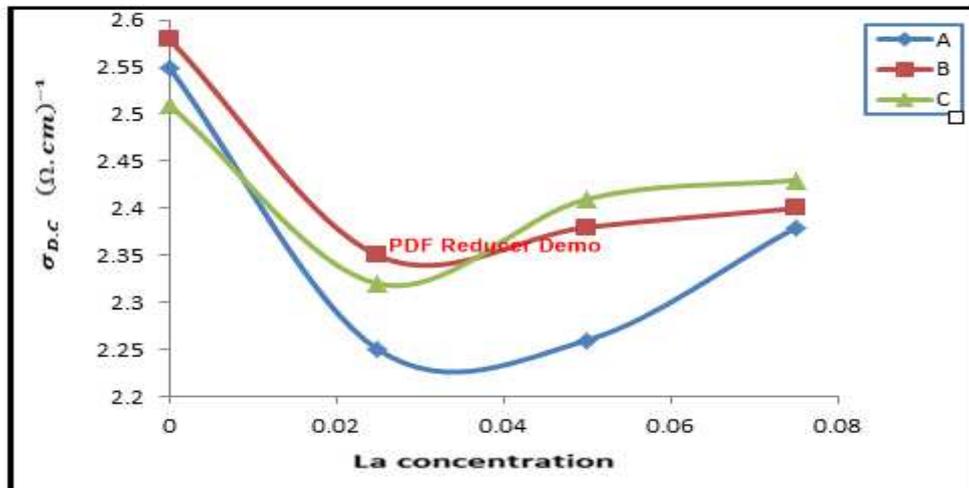
الشكل (27-4) تغير التوصيلية الكهربائية المتناوبة مع تركيز أيون  $(La^{+3})$  لعينات المجموعة (C) عند الترددات (50Hz, 500KHz, 1MHz)

### (4-3-4) التوصيلية الكهربائية المستمرة ( $\sigma_{D.C}$ ) Dialectical conductivity

تم قياس التوصيلية الكهربائية المستمرة باستعمال المعادلة (2-40) ، إذ نلاحظ من النتائج في الجدول (4-9) نقصان قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) في جميع عينات المجموعة (A) و(B) و(C) حتى تصل الى اقل قيمة عند ( $x=0.025$ ) ، و ثم تبدأ قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة بالزيادة مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) كما يظهر في الشكل (4-28) وان قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة ( $\sigma_{D.C}$ ) في المواد العازلة صغيرة جدا لذا نلاحظ ان التغير يكون قليل جدا مع التردد .

الجدول (4-9) نتائج قياس التوصيلية الكهربائية المستمرة لعينات المجموعة (A) و(B) و(C)

Samples	Concentration (X)	$\sigma_{D.C} * 10^{-19}$ ( $\Omega.cm$ )
Ao	0.00	2.55
A1	0.025	2.24
A2	0.050	2.25
A3	0.075	2.37
B0	0.00	2.58
B1	0.025	2.34
B2	0.050	2.39
B3	0.075	2.40
C0	0.00	2.51
C1	0.025	2.32
C2	0.050	2.41
C3	0.075	2.43



الشكل (4-28) تغير التوصيلية الكهربائية المستمرة مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (A) و (B) و (C) عند درجة حرارة الغرفة.

**Dielectric strength****(5-3-4) متانة العازل**

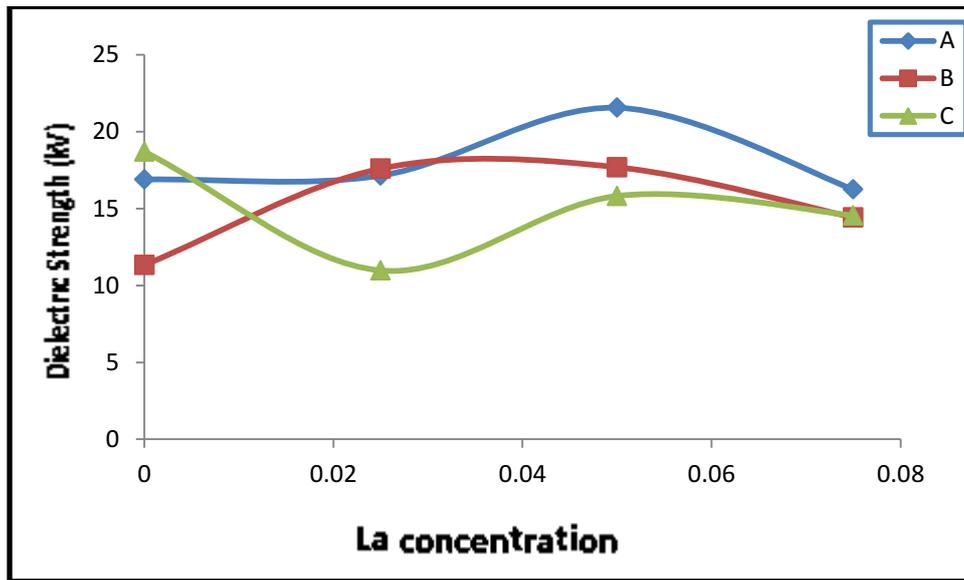
استخدمت المعادلة (2-35) في قياس متانة العازل لعينات المجموعة (A) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، وعينات المجموعة (B) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، وعينات المجموعة (C) التابعة للمركب النانوي ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) لقيم X تساوي (0.00, 0.025, 0.05, 0.075) الملبدة بدرجة (1250°C) لمدة (2h)، ودرجت النتائج في الجدول (4-10).

الجدول (4-10) نتائج قياس متانة العازل لعينات المجموعة (A) و(B) و(C) عند درجة حرارة الغرفة

Sample	Concentration (X)	Thickness (t) (mm)	Breakdown Voltage (Kv)	Dielectric strength $E_{br}$ (kv/mm)
Ao	0.00	0.45	7.6	16.888
A1	0.025	0.42	7.2	17.142
A2	0.050	0.399	8.6	21.553
A3	0.075	0.4	6.5	16.25
B0	0.00	0.45	5.1	11.333
B1	0.025	0.415	7.3	17.590
B2	0.050	0.424	7.5	17.688
B3	0.075	0.423	6.1	14.4208
C0	0.00	0.444	8.3	18.693
C1	0.025	0.41	4.5	10.975
C2	0.050	0.43	6.8	15.8139
C3	0.075	0.426	6.2	14.553

نلاحظ من النتائج المدرجة في الجدول (4-10) تغير قيمة متانة العازل ( $E_{br}$ ) مع تغير تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) في عينات المجموعات (A) و(B) و(C)، ففي عينات المجموعة (A) نلاحظ ان قيمة متانة العازل ( $E_{br}$ ) تتغير مع زيادة تركيز ( $La^{+3}$ ) وتصل الى اكبر قيمة لها في العينة (A2) عند ( $x=0.05$ )، ثم تبدأ بالتناقص مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ )، كما في الشكل (4-29)، ويفسر هذا السلوك على اساس نقصان قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة مع زيادة تركيز ايون في الفقرة (4-3-4) السابقة اما بالنسبة الى عينات المجموعة (B)، ايضاً من خلال الجدول (4-10) نلاحظ تغير قيمة متانة العازل مع تغير زيادة

التركيز وتصل الى اكر قيمة لها في العينة (B2) عند ( $x=0.05$ )، ثم تبدأ بالتناقص مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) كما في الشكل (4-29)، ويفسر هذا السلوك على اساس نقصان قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ )، وكذلك بالنسبة لعينات المجموعة (C)، ايضاً نلاحظ من الجدول (4-10) تغير قيمة متانة العازل مع تغير زيادة تركيز وان اكر قيمة لها في العينة (C0) عند ( $x=0.00$ )، ثم تبدأ بالتناقص مع زيادة تركيز ايون ( $La^{+3}$ ) كما في الشكل (4-29)، ويفسر هذا السلوك على اساس نقصان قيمة التوصيلية الكهربائية المستمرة مع زيادة تركيز أيون ( $La^{+3}$ ).



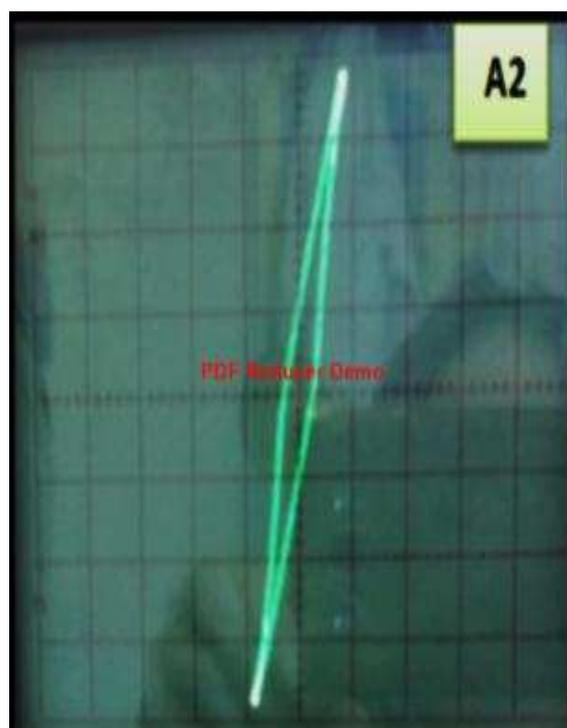
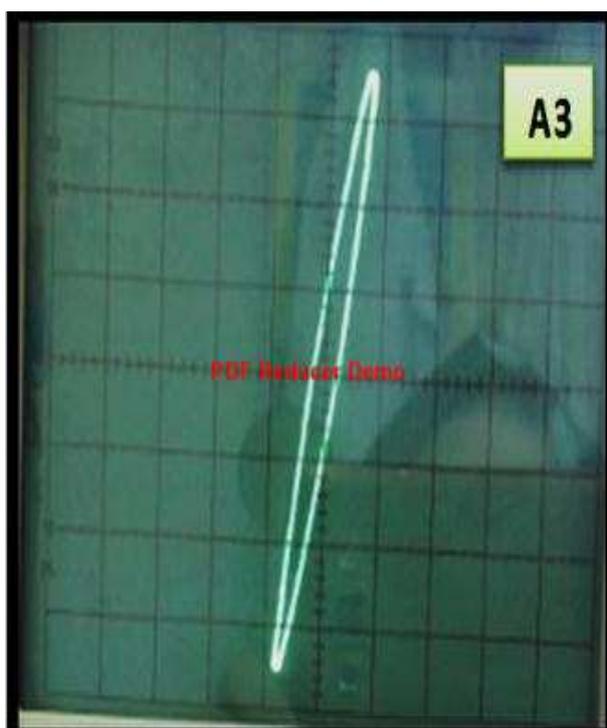
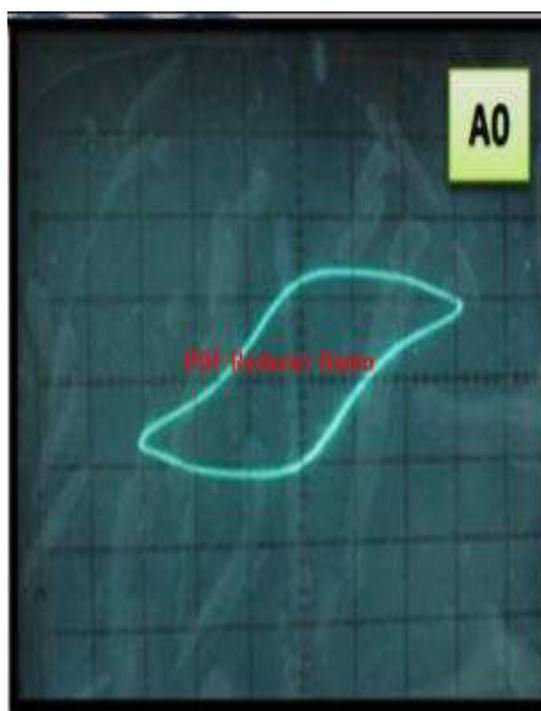
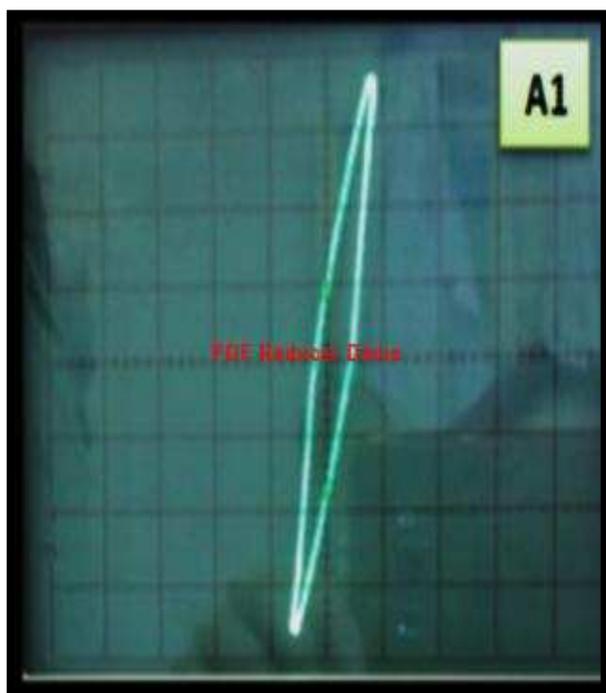
الشكل (4-29) تغير متانة العازل مع تركيز أيون ( $La^{+3}$ ) لعينات المجموعة (A) و (A) و (C) عند درجة حرارة الغرفة

## (4-4) القياسات المغناطيسية

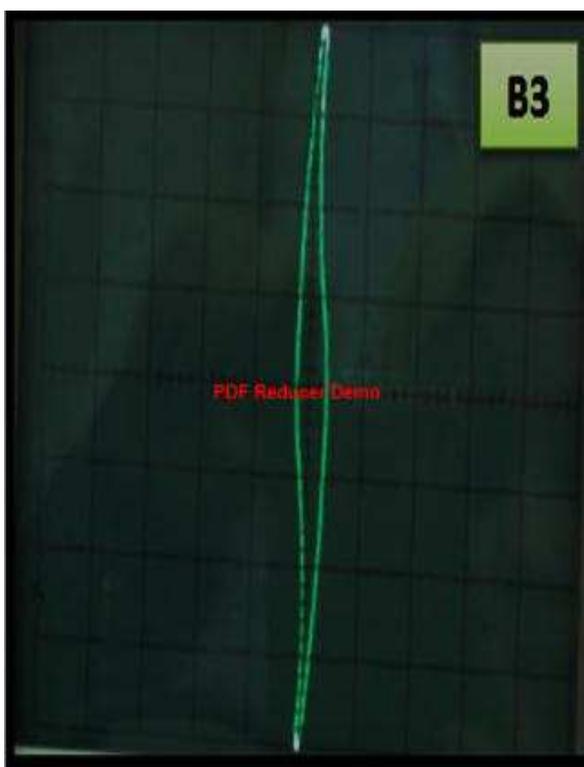
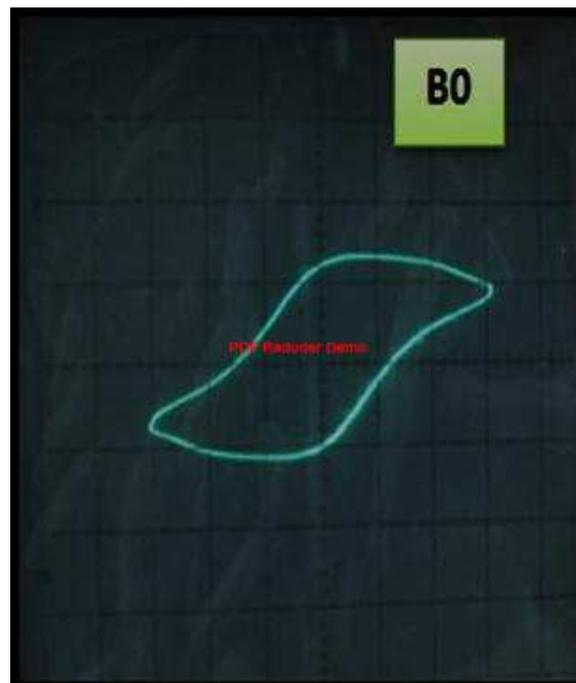
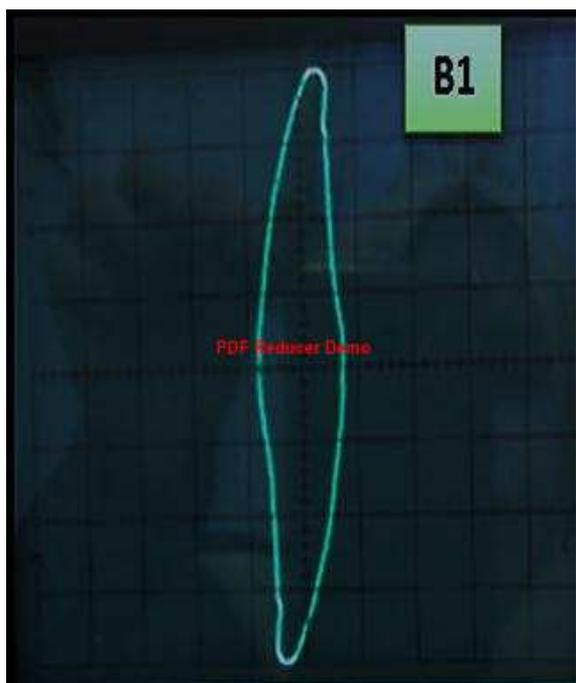
تشمل قياسات حلقة الهسترة المغناطيسية ، ومن ثم مناقشة وتحليل النتائج.

## (1-4-4) قياسات حلقة الهسترة

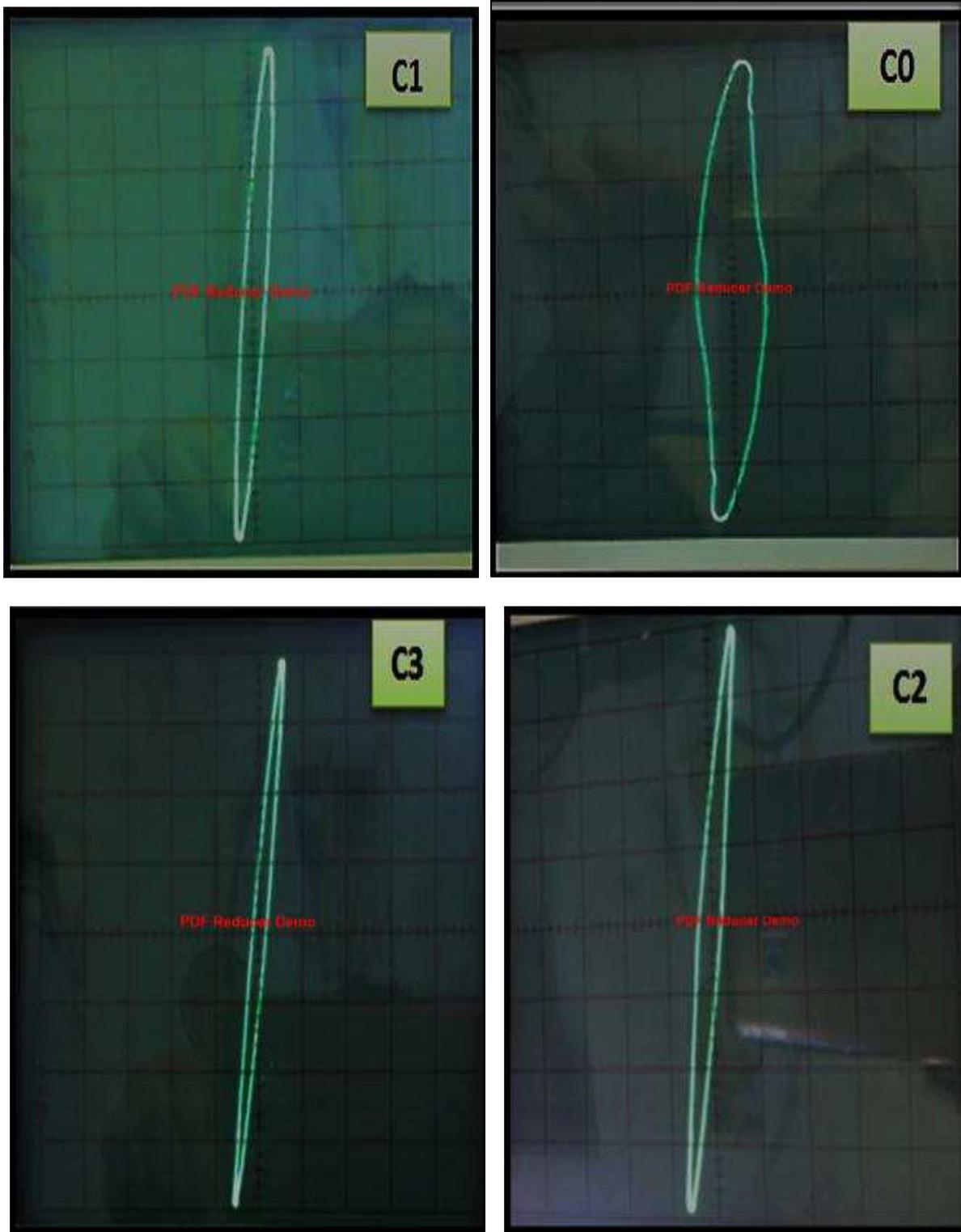
ان احدى اهم الخصائص المهمة لأي مادة مغناطيسية هي العلاقة بين الفيض المغناطيسي (B) وشدة المجال المغناطيسي المسلط (H) المتمثلة بحلقة الهسترة (B-H Loop) التي تعد مقياساً للطاقة المفقودة لوحدة الحجم خلال دورة تمغنط واحدة. اذ يتبين ان شكل وعرض حلقات الهسترة يعتمد على عوامل منها التركيب الكيميائي للمادة والمسامية والتركيب البلوري ، وعن طريق استعمال مرسمة التذبذبات الموضحة بالشكل (3-18). وانه من الصور التي تم الحصول عليها لعينات المجموعة (A) الموضحة بالشكل (4-30)، يتضح بأن النسبة ( $X=0.075$ ) تمتلك اقل مساحة لحلقة الهسترة المغناطيسية، وكذلك بالنسبة إلى عينات المجموعة (B) الموضحة بالشكل (4-31)، يتضح بأن النسبة ( $X=0.075$ ) تمتلك اقل مساحة لحلقة الهسترة المغناطيسية ، وكذلك بالنسبة لعينات المجموعة (C) الموضحة بالشكل (4-32)، يتضح بأن النسبة ( $X=0.075$ ) تمتلك اقل مساحة لحلقة الهسترة المغناطيسية ، وبذلك تستخدم كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية لكونها تمتلك اقل خسارة مغناطيسية ، كما يلاحظ أن حلقة الهسترة لبقية العينات واسعة ، اي انها تمتلك خسارة مغناطيسية كبيرة ، وبذلك تحقق شروط استعمالها في صناعة ملفات الحث واجهزة الهاتف ذات التردد المنخفض وكذلك اجهزة شبكة الهاتف متعددة القنوات [43,106].



الشكل(4-30) حلقة الهسترة لعينات المجموعة (A)



الشكل(4-31) حلقة الهسترة لعينات المجموعة (B)



الشكل(4-32) حلقة الهسترة لعينات المجموعة (C)

## (5-4) الاستنتاجات Conclusion

يمكن الخروج بعدد من الاستنتاجات من هذا العمل تلخص بالآتي :

1. أظهرت نتائج فحص حيود الأشعة السينية (XRD) لمساحيق عينات المركبات النانوية  $(Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4)$  و  $(Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4)$  و  $(Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4)$  المحضرة بطريقة السول - جل ذات الاحتراق التلقائي ان التركيب البلوري لجميع العينات المحضرة هو مكعب متمركز الأوجه، وتشكل الطور المغزلي لجميع العينات على الرغم من استبدال أيون  $(Fe^{+3})$  بأيون  $(La^{+3})$ .
2. أظهرت نتائج فحص جهاز (SEM) وفحص (EDX) الملحق معه لبعض عينات المركبات النانوي انها تمتلك حبيبات ذات الشكل شبه الكروي مع وجود تكتل للحبيبات، كما كشف فحص (EDX) عن وجود جميع عناصر المركب النانوي  $(Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.35}La_xFe_{2-x}O_4)$  في العينات المفحوصة.
3. ان زيادة تركيز أيون  $(La^{+3})$  تؤدي الى نقصان الحجم الحبيبي وزيادة قيمة الكثافة النظرية والكثافة الظاهرية وثابت الشبيكة مع نقصان المسامية مسبباً اكثر تجانساً في البنية البلورية.
4. ان قيمة ثابت العزل الكهربائي  $(\epsilon_r')$  ومعامل الفقد العزلي  $(\epsilon_r'')$  تقل مع زيادة التردد لجميع العينات المحضرة ، وتزداد مع زيادة تركيز أيون  $(La^{+3})$ ، في حين تزداد التوصيلية المتناوبة  $(\sigma_{a.c})$  والتوصيلية المستمرة  $(\sigma_{D.C})$  مع زيادة تركيز أيون  $(La^{+3})$ .
5. ان زيادة تركيز أيون  $(La^{+3})$  تؤدي الى تغير شكل حلقة هسترة لجميع عينات مركبات الفرايتات النانوية  $(Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4)$  و  $(Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4)$  و  $(Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4)$  لقيم Xتساوي (0.075، 0.05، 0.025، 0.00) ، وان افضل شكل حلقة هسترة كانت عند النسبة  $(X=0.075)$  وبذلك تستخدم كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية لكونها تمتلك اقل خسارة مغناطيسية.

## (6-2) التوصيات والاعمال المستقبلية *Recommendation and future work*

1. دراسة تأثير درجة الحرارة على الخواص الكهربائية والمغناطيسية لجميع العينات الفرايتية المحضرة.
2. دراسة الخواص البصرية لجميع العينات الفرايتية المحضرة.
3. دراسة تأثير زيادة درجة التليد وزمنه لجميع العينات الفرايتية المحضرة.
4. دراسة الخواص الكهربائية والمغناطيسية للعينات المحضرة بطريقة فلاش للاحتراق التلقائي.
5. دراسة خواص كهربائية ومغناطيسية اضافية للعينات المحضرة مثل ظاهرة هول ، واعظم كثافة فيض مغناطيسي  $B_{max}$  ، واعظم شدة مجال مغناطيسي  $H_{max}$  ، ومغناطيسية المتبقية  $B_r$  ، والنفاذية المغناطيسية النسبية  $\mu_r$  ، وذلك عن طريق تطوير الجهاز المصنع في هذا البحث.

PDF Reducer Demo

المحاور

- [1]. C. Jagadish ,S. Pearton “ Zinc Oxide Bulk, Thin Films and Nanostructures” Elsevier Limited ,(2006).
- [2]. J. Allouche "Synthesis of Organic and Bioorganic Nanoparticles", Springer-Verlag London, PP.27-74, (2013).
- [3]. Dunlap, Alghamdi, J.W. O'Brien a, S.J. Penney, Journal of Alloys and Compounds 365 (2004) 84–88
- [4]. J. Allouche "Synthesis of Organic and Bioorganic Nanoparticles", Springer-Verlag London, PP.27-74, (2013).
- [5]. Indulkar C.S., Thiruvengadam : Introduction to Electrical Engineering Materials, S.Chand and Company LTD, Ram Nagar, New Delhi-110055, (1990).
- [6]. أمين دواي ثامر ، دراسة الخواص المغناطيسية لمكبوسات ( $Fe_{1-x}Co_x$ ) ، مجلة الهندسة والتكنولوجيا ، 26 (1) ، 1-18 ، (2008).
- [7]. اسماعيل خليل ، " تأثير المعاملة الحرارية على الخواص المغناطيسية لسلسلة سباتك (Fe -Ni) المحظرة بطريقة تكنولوجيا المساحيق ، مجلة تكريت للعلوم الصرفة ، 18(5) ، 244-6249 ، (2013).
- [8]. Saija " Synthesis and Characterization of tetravalent cation substituted Mn-Zn Ferrite suitable for high Ferynency Applications ph: D Saurashtra university 2-9 (2012)
- [9]. N.H.Alwash," The effect of sintering time on the magnetic properties  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  For the syntheses " , The Iraqi Journal for Mechanical And Material Engineering , ( C) 499-511,(2009).
- [10]. Caltun, O. V. I. D. I. U., M. A. R. C. E. L. Feder, and A. N. C. A. Sava. "Ni-Zn ferrites for high frequency." Analele Stiintifice Ale Universitatii" al. I. Cuza" Din Iasi Tomul XLV-XLVI, S. Fizica Strii Condensate (1999): 51-55.
- [11]. Wang, Sea-Fue, Yuh-Ruey Wang, Thomas CK Yang, Che-Fu Chen, Chun-An Lu, and Chi-Yuen Huang. "Densification and magnetic properties of low-fire NiCuZn ferrites." Journal of Magnetism and Magnetic Materials 220, no. 2 (2000): 129-138.
- [12]. Feder, M., O. Caltuns, and V. Valceanu. "Microstructure and magnetic properties of ni-zn-cu ferrites sintered at different temperatures." Fizica Starii Condensate (2001): 98-103.

- [13]. Koh, Jae Gui. "Studies of the magnetic properties of Ni-Zn-Cu ferrite and its synthesis by using metal nitrate salts." *Journal of the Korean Physical Society* 44, no. 6 (2004): 1504-1508.
- [14]. H. Jun , " Preparation of high-permeability NiCuZn ferrite" , *Journal of Zhejiang University Science* , 6(6) , 580-583 , (2005) .
- [15]. Feng, Xu, Zhou Xiangchun, Li Liangchao, Liu Hui, and Jiang Jing. "Synthesis, magnetic properties and microstructure of Ni-Zn-Cr ferrites doped with lanthanum." *Journal of Rare Earths* 25 (2007): 232-235.
- [16]. Roy, P. K., and J. Bera. "Characterization of nanocrystalline NiCuZn ferrite powders synthesized by sol-gel auto-combustion method." *Journal of materials processing technology* 197, no. 1 (2008): 279-283.
- [17]. Roy, P. K., and J. Bera. "Electromagnetic properties of samarium-substituted NiCuZn ferrite prepared by auto-combustion method." *Journal of magnetism and magnetic materials* 321, no. 4 (2009): 247-251.
- [18]. Gabal, M. A., et al. "Structural, magnetic and electrical properties of Ga-substituted NiCuZn nanocrystalline ferrite." *Ceramics International* 36.4 (2010): 1339-1346.
- [19]. Liang-Qiu, Gao, et al. "Study of NiCuZn ferrite powders and films prepared by sol-gel method." *Chinese Physics B* 20.2 (2011): 027503.
- [20]. Khorrami, S., et al. "Synthesis and characterization of nanocrystalline spinel Zinc ferrite prepared by sol-gel auto-combustion technique." *International Journal of Nano Dimension* 1.3 (2011): 221-224.
- [21]. Bhattacharjee, K., et al. "Novel synthesis of  $Ni_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $0 \leq x \leq 1$ ) nanoparticles and their dielectric properties." *Journal of Nanoparticle Research* 13.2 (2011): 739-750.
- [22]. Sutka, A., et al. "A comparative study of  $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Fe_2O_4$  obtained by sol-gel auto-combustion and flash combustion methods." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 25. No. 1. IOP Publishing, (2011).
- [23]. Hossain, Md Abul, et al. "The Effect of La on the Physical and Magnetic Properties of NiCuZn Ferrites." *Journal of Materials Science and Engineering*. B 1.7B (2011): 891.

- [24]. Sagar E. Shirsath, " Enhanced magnetic properties of Dy<sup>3</sup> substituted Ni-Cu-Zn Ferrite nanoparticles". Applied Physics Letters 100.4 (2012): 042407.
- [25]. T.H. Mubarak, " Effect of Zn Substitution on the structural Properties of Cobalt Ferrite Nano Particles Prepared Via Sol-Gel Route", Diyala Journal for pure Sciences ,1(9), 56-62, (2013).
- [26]. M. Akmal , " Synthesis of spiral and reverse spiral Co-ferrite by coprecipitation method and XRD Characterization", International Journal of Chemical and Biochemical Sciences, (4), 66-71, (2013).
- [27]. Shinde, A. B., V. N. Dhage, and K. M. Jadhav. "Structural and magnetic properties of indium substituted cobalt ferrite nanoparticles synthesized by Sol-Gel Auto-combustion technique." Int J Eng Adv Tech 3 (2013): 177.
- [28]. بهاء حسين ربيع "دراسة تأثير ثابت العزل الحقيقي والتوصيلة الكهربائية المتناوبة على تردد التيار المستخدم للنظام  $Zn_xNi_{1-x-y}Cu_yFe_2O_4$ " قسم الفيزياء/كلية التربية/جامعة بابل (2013).
- [29]. B . Suryanarayana," Synthesis and Magnetic studies of Ni-Cu-Zn ferrite Nanocrystals", Journal of Research in Pharmacy and Biotechnology 2320- 3471, (2014)
- [30]. H. Bahiraei, " The effect of sintering temperature on the electromagnetic properties of Nano crystalline MgCuZn ferrite prepared by sol–gel auto .(combustion method", Materials Letters,(122), 129-130,(2014).
- [31]. Vikas J, "Magnetic and Structural Properties of NiZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrite Nano powders Doped with Cu<sup>2+</sup>"International Journal of Science and Research (IJSR) 2319-7064 ,(2014).
- [32]. Shwetambaram, AnujJain, and Z. Vakil. "Synthesis of Zinc-Copper Nano-Ferrite and Characterization of their Structural, Electrical and Magnetic Behaviors." International Journal of Chem. Tech. Research 6.3 (2014): 2207-2209.
- [33]. K. Vijaya, et al. "Structural properties and electrical conductivity of copper substituted nickel nano ferrites." International Journal of Applied Physics and Mathematics 4.2 (2014): 113.

- [34]. O.M. Hameda , " Magnetic properties of Ni-Cu-Zn system doped with the 'magnesium oxide" Journal of Magnetism and Magnetic Materials .( 2015).04.067
- [35]. V. V. AWATI, " Synthesis and Characterization of Ni-Cu-Zn Ferrite Materials by Auto Combustion Technique" ,International Journal of Chemical and Physical Sciences, ISSN:2319-6602(2015).
- [36]. Gangaswamy, D. R. S., et al. "Comparison Study of Structural and Magnetic Properties of Magnesium-Substituted Nickel–Zinc Ferrites Synthesized by Solid-State and Sol–Gel Routes." Journal of Superconductivity and Novel Magnetism 28.12 (2015): 3599-3606.
- [37]. عمار عيسى عباس ، "دراسة تأثير اضافة حامض الستريك كوقود في تحضير الفرايت النانوي (Ni<sub>0.1</sub>Cu<sub>0.2</sub>Zn<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) المحضر بطريقة المحلول الهلام ذات الاحتراق التلقائي في خصائصه التركيبية" قسم الفيزياء / كلية التربية للعلوم الصرفة ابن الهيثم / جامعة بغداد (2015).
- [38]. B.H.Devmunde, "Structural,Electrical,Dielectric,and Magnetic properties of Cd<sup>+2</sup> Substituted Nickel Ferrite Nanoparticles" , Journal of Nanoparticles ,pages 8, (2016).
- [39].M kAnupama," Effect of Gd<sup>+3</sup> –Cr<sup>+3</sup> ion Substitution on the Structural ,electrical and magnetic properties of Ni – Zn ferrite nano particles " Journal of Materials Science and Engineering. Volume 149 ,(2016).
- [40]. خلف ابراهيم خليل الجبوري ، "دراسة تأثير الايونات الاستبدالية للكادميوم على الخواص التركيبية والمغناطيسية للمركب نيكول-فرايت " ، مجلة تكريت للعلوم الصرفة -21(2)2016: 1662-1813 .
- [41]. YK Dasan," Influence of La<sup>3+</sup>Substitution on Structure, Morphology and Magnetic Properties of Nanocrystalline Ni-Zn Ferrite " . PLoS ONE 12(1): (2017).
- [42].كاظم احمد محمد ، " الحرارة وخواص المادة "، جامعة الموصل ،(1999).
- [43]. وكاع فرحان الجبوري، فهر غالب حياتي "الخواص الكهربائية والمغناطيسية للمواد "، جامعة الموصل، (1985).
- [44].Vijaya, Rangarajan, Materials Science, McGraw-Hill Publishing Company Limited, New Delhi, (1999-2000) 447.
- [ 45]. Alwash , " The effect of sintering time on the magnetic properties (Ni<sub>1</sub>-coFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) for the syntheses" The Iraqi Journal For Mechanical And Material Engineering Special Issue 0 499-511 (2009).

- [46]. S.H. Sulaiman, " Structural and Dielectric Investigations of Al-doped Nano Nickel Ferrite", MSc, University Of Technology Department of Applied Sciences, 16-20, (2013) .
- [47]. T. Corporation, "Basics of noise countermeasures ferrites core", Magnetics Business Group Shinichiro Ito, 22-30, (2012).
- [48] . Nicolaides, Electrical and Electronic Principles II, 2nd Ed., PASS Publications , London, (1996).
- [49] Reitz, Milford, Chrisly, Foundations of Electromagnetic Theory, 3<sup>rd</sup> Ed. Addison-Wesley Publishing Company, London (1979).
- [50] Muhammad Ajmal Ph. D. Thesis, physics Department, Quaid-i-Azam University, Islamabad, Pakistan. (2008).
- [51]. F.S. Li, L. Wang, J.B. Wang, Q.G. Zhou, X.Z. Zhou, H.P. Kunkel, G. Williams, J. Magn. Magn. Mater. Vol.268 (2004) 332.
- [52]. G. Mumcu, K. Sertel, J. L. Volakis, A. Figotin, I. Vitebsky, IEEE Antenna Propagant. Soc. Symp., 2 (2004) 1395.
- [53] Standley, "Oxide Magnetic Materials" 2nd ed., Oxford University Press, (1972).
- [54] Smit, Wijn, Ferrites, Jhon Wiley and Sons, New York, (1959).
- [55]. Ferroxcube , " Soft Ferrites and Accessories", Printed in Taiwan, 2-10, (2013).
- [56]. Calister, Jr., Materials Science and Engineering, 3rd Ed., New York: Wiley, (1985).
- [57]. A. Sutka , "Sol-gel Auto-Combustion Synthesis of Spinel-Type Ferrite Nanomaterials", Journal Front. Mater. Sci, Vol,6, No. 2 ,pp. 128-141, (2012).
- [58]. E. Sentürk, " RC Circuit and Conductivity Properties of  $Mn_{0.6}Co_{0.4}Fe_2O_4$  Nanocomposite Synthesized by Hydrothermal Method", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 578 ,pp.90-95, (2013) .

- [59]. R. Sridhar, "Synthesis and Characterization of Copper Substituted Nickel Nano-Ferrites by Citrate-Gel Technique", Journal Advances in Materials Physics and Chemistry, Vol. 2, pp.192-199 , (2012).
- [60]. M.A. Aegerter, and M. Mennig , "Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users", (2004).
- [61]. S.A. Khorrami," The Effect of Molar Ratio on Structural and Magnetic Properties of BaFe<sub>12</sub> O<sub>19</sub> Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Auto-Combustion Method", Journal of Nano Dimension, Vol.3,No. 3, pp.191-197, (2013) .
- [62]. S. O. Kasap, "principles of electronic materials and devices", 2nd edition Mc Graw- Hill, Higher Education,(2002).
- [63]. K. Alexander,"X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous material",John and Sons, (1974).
- [64]. L. B. McCusker, " Rietveld refinement guidelines ", J. Applied Crystallography,Vol.32,pp36-50,(1999).
- [65]. T..A.AL-Dhahir, " Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxide From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method ", J. Diyala for pure sciences,Vol.9,No.2,pp108-119,(2013).
- [66]. T. A. Al-Dhahir, " Characterization of CdO film AFM and XRD Diffraction Using Rietveld Refinement ",J. Ibn Al-Haitham for Pure & Appl. Sci., Vol.27,No.1,pp83-92,(2014).
- [67]. N. A. Hameed Al-Safar , " Study of Nanocrystalline Structure and Micro Properties of Some Metallic Oxide Powders by using Rietveld Method", MSc , University of Diyala , College of Science , Department of physics,(2014).
- [68]. F. Sher," Crystal Structure Determination I", Pakistan Institute of Engineering and Applied Sciences , (2010) .

- [69] مؤيد جبرائيل، "فيزياء الحالة الصلبة – جزء الثاني"، الطبعة الثانية، الصفحة 84، (1987).
- [70]. B.D. Cullity, S.R. Stock, "Elements of X-Ray Diffraction" 3rd ed., Prentice Hall, New York,( 2001).
- [71]. Y.T. Prabhu, " X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation" ,Journal of Nano Science and Engineering, Vol.4,pp. 21-28, (2014).
- [72].متى ناصر مقادسي " علم المواد "، جامعة بغداد ، (1990).
- [73]. M. E. Nielsen and M. R. Fisk," Specific Surface Area and Physical Properties of Subsurface Basalt Samples", from the east flank of Juan de Fuca Ridge, Proceedings of the Integrated Ocean Drilling Program, Vol.301,pp1-8, (2008).
- [74]. Pabst & Gregorova, "Characterization of particles and particle systems", ICT Prague, (2007).
- [75]. K.C. Kao," Dielectric phenomena in solid", Elsevier Academic press, 530-540,(2004).
- [76]. A. Technologies," Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials", Printed in USA,3-15, (2006).
- [77]. فارس محمد علي الجعفري،" تحضير عازل حراري سيراميكي من مخلفات محطات توليد الطاقة الكهربائية ودراسة بعض خصائصه الفيزيائية والكيميائية"، رسالة ماجستير ، جامعة بابل ، كلية العلوم ،قسم علوم الفيزياء،(2005).
- [78]. Al-Obaidi. Inaam Mohammed," Preparation and Investigation of Conductivity and Dielectric Behavior of Some Ferri-Ferro Composites" , 136 Ph.D, University of Technology, The Applied Scienc Department,30-41,(2005).
- [79].K.C. Kao," Dielectric Phenomena in Solid", Elsevier Academic press ,(2004).

- [80]. Van Valck, L. H., "Materials for Engineering : Concepts and Applications", Addison- Wesley. Pub, Com. Inc., (U.S.A.), P.410-418, (1982).
- [81]. Tareev, B., " Physics of Dielectric Materials ", Mir Publishers, Moscow, P.106-189,(1979).
- [82]. Al-Fouadi. Anwar Hussain Ali , "Dielectric Properties of Local Clay-Based Cordierite Ceramics", Ph.D, Al-Mustansiriyah University, College of Science, Physics Department,32-46,(2007).
- [83]. M. Baris, "Microstructure Development in Nickle Zinc ferrites" , Ph.D,Middle East Technical University , 49-52, (2005) .
- [84]. P.J.Harrop,"Dielectrical", Batter Worths,London,(1972).
- [85].Clifford P.Ballard,"Powder injection moulding", ceramic Technology For Based manufacturing NTS T,ATP,No.93,(2001).
- [86]. D.S.Su , "Scan Electron Microscopy (SEM)",Max. planck. cesellschaft ,(2010) .
- [87]. T. Ferreira , "Image J user Guide" , (2012) .
- [88]. M. Santiago , "Introduction to x-ray Diffraction meter", University of Puerto Rico,(2006) .
- [89]. D. D. Mohanty," Effct of Holding Time on Binder Burnout, Density and Strength of Green and Sinterd Alumina Samples", BSc., at the National Institute of Technology, Rourkela ,(2011).
- [90]. د. فاضل عطية أجياد، "دراسة خواص الفيزيائية لمادة متراكب من نضام (الالمنيوم -كاربيد البورون B<sub>4</sub>C "مجلة الهندسة والتكنولوجيا،المجلد 28 ، العدد 10 ،(2010).
- [91]. Coelho, R. " Physics of Dielectrics : For The Engineer ", Vol. 1,Elsevier,NewYork, P.2-161,(1979).

- [92]. Bugad R, Mane T, Navale B, Thombare J, Babar A, Karche B. Structural, morphological and compositional properties of La<sup>3+</sup> substituted Mg±Zn ferrite interlocked nanoparticles by co-precipitation method. Journal of Materials Science: Materials in Electronics.1±7(2017).
- [93]. K. M. Bato, " Low temperature-fired Ni-Cu-Zn ferrite nanoparticles through auto-combustion method for multilayer chip inductor applications", J Springer , 7(112), 1-14, (2012).
- [94]. A. Sutka , " Characterization of sol–gel auto-combustion derived spinel ferrite Nano-materials", energetika, 56(3-4),254-259, (2010).
- [95] .Wang Y, Wu X, Zhang W, Chen W. Synthesis and electromagnetic properties of La-doped Ni±Zn ferrites .Journal of Magnetism and Magnetic Materials; 398:90±5.( 2016).
- [96]. Anupama MK, Rudraswamy B. Effect of Gd<sup>3+</sup>+D Cr<sup>3+</sup> ion substitution on the structural, electrical and magnetic properties of Ni±Zn ferrite nanoparticles. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering; 149(1):012194, (2016).
- [97]. G. Mahmoudzadeh, S. A. Khorrami, S. S. Madani and M. Frounchi , " The Influence of Different Fuel Additives at Different Molar Ratios on the Crystallite Phase Formation Process, Structural Characteristics and Morphology of Dispersed Zinc Ferrite Powders by Sol-Gel Auto Combustion", Journal of Ceramic Processing Research, Vol. 13, No. 4, pp. 368-372 (2012).
- [98]. Theivasanthi T. and Alagar M.. Nano sized copper particles by electrolytic synthesis and characterizations. International Journal of the Physical Sciences. 6(15). pp:3662-3671.(2011).
- [99]. D.B. Fahad , " Structural, Electrical and Optical Properties of Cu<sub>1-y</sub>La<sub>y</sub>Fe<sub>2</sub> Ferrite System", MSc, College of Science University of Baghdad,1-4,(2014).
- [100]. Thompson," Soft Ferrite Division Members", Magnetic Materials Producers Association,10-24,(1998)
- [101]. M. Ajmal , "Fabrication and Physical Characterization of Ni<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and Cu<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrites", Ph.D , University Islamabad, Pakistan, 2-7, (2008) .

[102]. M.N. Ashiq," Effect on Physical, Electrical and Magnetic Properties of Strontium Hex ferrite Nanomaterial Doped with Binary Mixtures of Various Metal Ions", Ph.D, University Islamabad ,4-14,(2009).

[103]. Al-Obaidi. Inaam Mohammed," Preparation and Investigation of Conductivity and Dielectric Behavior of Some Ferri-Ferro Composites"Ph.D, University of Technology, The Applied Sciences Department,30-41,(2005).

[104]. K. Kaviyarasu and Prem Anand Devarajan,"Synthesis and Characterization Studies of Cadmium Doped MgO Nanocrystals for Optoelectronics Application", Journal of Advances in Applied Science Research,Vol.2,No.6,pp.131-138, (2011) .

[105]. I. K. Battisha," Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Fe-CoCo-Doped Ba<sub>0.9</sub>Sr<sub>0.1</sub>TiO<sub>3</sub> Prepared by Sol-Gel Technique", New Journal of Glass and Ceramics, Vol. 4,pp.19-28,(2014).

[106] . تحسين حسين مبارك، " تحضير مادة قلب المحولة الكهربائية ودراسة خصائصها التركيبية والفيزيائية "، اطروحة دكتوراه ، الجامعة التكنولوجية ، قسم العلوم التطبيقية ، (2003) .

## ABSTRACT

In this research, the preparation Nano ferrite samples ( $Ni_{0.25}Cu_{0.2}Zn_{0.55}La_xFe_{2-x}O_4$ ) group (A) and samples of the nano ferrite samples ( $Ni_{0.3}Cu_{0.2}Zn_{0.5}La_xFe_{2-x}O_4$ ) group (B) and samples of the nano ferrite samples ( $Ni_{0.35}Cu_{0.2}Zn_{0.45}La_xFe_{2-x}O_4$ ) group (C) for ( X ) values is equal to (0.00 , 0.025, 0.05, 0.075 ) using the sol-gel auto-combustion method and samples annealing at (1250 ° C) for(2h).The structural properties of samples prepared using XRD and SEM were studied and within the angular range ( $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ ) showed that the obtained ferrite possesses spinel cubic phase, the crystallite size of the A, B, and C samples is calculated by Debye - Sherrer and Williamson - Hall methods. Their results showed that Grain size decreases with increasing ( $La^{+3}$ ) concentration, also there has been many parameter likes; lattice constants, specific surface Area, theoretical density, porosity of all samples of group A, B and C, SEM for the sample (B<sub>0</sub> and B<sub>3</sub>) and the use of the EDX test to confirm the presence of the components of the compound, after which the powders were divided into two groups.

- The first group of electrical tests exhibited decrease in dielectric constant and dielectric loss factor with increasing frequency at room temperature for all samples of group A, B and C, The value of the alternating electrical conductivity is increased by increasing the frequency of the electric field. Their value also changes with ion concentration( $La^{+3}$ ), while the value of continuous conductivity is increased with increasing concentration of  $La^{+3}$  in all samples of group A, B and C.
- The second group of The magnetic measurements, which included of hysteresis loop were studied, The results of the tests obtained for the samples of group A, B and C exhibited that the ratio(X=0.075) has best hysteresis loop so that it realized conditions for using it as a cores in transducers and electrical motors.

***Republic of Iraq***

***Ministry of Higher Education***

***and Scientific Research***

***University of Baghdad***

***College of Education for Pure science (Ibn Al-Haitham)***



***Enhancement the electrical and magnetic  
properties of the ferrite Compound NiCuZn  
Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> by partial substitution of the lanthanum  
element replacing of some iron atoms***

***A Thesis***

***Submitted to physics Department / College of Education  
for Pure science (Ibn Al-Haitham) / Baghdad University  
in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree  
of master of Sciences in Physics***

**BY**

***Rusul Alaa Najem***

**supervisor by**

**Assistant Professor**

**Dr . Ahmed Rafeeq Abdul - Majeed**

**2018 A.D.**

**1438 A.H.**