

بهینه سازی عوامل موثر در تولید فریت منگنز روی به روش مرسوم

سید علی سید ابراهیمی

دانشیار گروه مهندسی متالورژی و مواد - دانشکده فنی - دانشگاه تهران

زهرا پیشگاهی فرد

فارغ التحصیل کارشناسی ارشد گروه متالورژی و مواد - دانشکده فنی - دانشگاه تهران

(تاریخ دریافت ۸۲/۷/۱۲، تاریخ دریافت روایت اصلاح شده ۸۲/۱۲/۱۰، تاریخ تصویب ۸۳/۱/۲۹)

چکیده

فریت های منگنز - روی با فرمول شیمیایی $(\text{Mn-Zn})\text{Fe}_2\text{O}_4$ کاربرد زیادی در صنایع برق و الکترونیک دارند. این فریت ها عموماً با روش مرسوم^۱ ساخت سرامیکها تولید می شوند. این روش که شامل فرایند کلسیناسیون مواد اولیه می باشد، به پارامترهای زیادی نظیر درصد مواد اولیه، خلوص مواد اولیه، دما، زمان و اتمسفر کوره حساس می باشد. از آنجا که این پارامترها می توانند سبب ایجاد ناخالصی و یا تولید اکسیدهای ناخواسته در فریت شوند که این خود سبب کاهش خواص الکتریکی و مغناطیسی فریت می گردد، بهینه کردن شرایط تولید فریت خصوصاً در مرحله کلسیناسیون از اهمیت بالایی برخوردار است. در این تحقیق ابتدا درصد بهینه مواد اولیه لازم جهت تولید فریت با خلوص بالا برای فریت های منگنز روی تعیین شده است و سپس اثر دما و نیز اتمسفر کوره در فرایند کلسیناسیون بر روی ترکیب فریت حاصله مورد تحقیق قرار گرفته و خواص مغناطیسی پودر بهینه حاصله اندازه گیری شده است. نهایتاً، مناسب بودن این پارامترها در فریت های منگنز روی با نسبت منگنز و روی مختلف نیز مورد مطالعه قرار گرفته است.

واژه های کلیدی: فریت نرم، فریت منگنز روی، روش مرسوم، پارامترهای کلسیناسیون، خواص مغناطیسی

مقدمه

دو نوع مکان بین نشین یافت می شود که یکی مکان تتراهدرال (یا مکان A) و دیگری مکان اکتاهدرال (یا مکان B) نامیده می شود. این مکانها توسط یونهای فلزی نظیر منگنز و روی اشغال می شوند که نحوه قرارگیری یونها در این محلها خواص اصلی فریت ها را تعیین می کند. در فریت منگنز روی، یونهای روی در محلهای تتراهدرال قرار می گیرند و جایگزین یونهای Fe^{+3} می شوند و یونهای Fe^{+3} به همراه یونهای منگنز محلهای اکتاهدرال را پر می کنند [۲،۳].

روشهای تولید فریت ها به دو دسته کلی روش مرسوم و روشهای غیرمرسوم مانند روش هم رسوبی و سل ژل تقسیم می شوند. از بین این روشها، روش مرسوم به علت هزینه پایین آن، متداول ترین روش تولید فریت می باشد [۴،۳].

در روش مرسوم مواد خام، که معمولاً اکسیدها یا کربنات های فلزات اجزای فریت می باشند با هم مخلوط می شوند و سپس پودر ماده مخلوط درون کوره قرار داده می شود تا مرحله کلسیناسیون را طی کند. در فرایند کلسیناسیون، دمای پودر به بیش از 1000°C افزایش

سرامیک های اکسیدی که رفتار فری مغناطیس از خود نشان می دهند معمولاً به عنوان فریت ها شناخته می شوند. فریت های نرم، یکی از مهم ترین انواع فریت ها هستند که دارای ساختار اسپینل می باشند. فرمول عمومی این فریت ها MeFe_2O_4 می باشد که Me یک یون دو ظرفیتی یا مخلوطی از چند یون دو ظرفیتی است [۱]. فریت های منگنز روی یکی از مهم ترین انواع فریت های نرم می باشند که به علت مغناطش اشباع بالا و نفوذ پذیری اولیه بالا نسبت به سایر فریت ها، از اهمیت بالایی برخوردارند. کاربرد اصلی فریت های منگنز روی در ترانسفورمرهای پالسی، القاگرها، ترانسفورمرهای قدرت و هدهای ضبط مغناطیسی می باشد. جهت استفاده در این کاربردها، فریت باید دارای نفوذ پذیری مغناطیسی اولیه بالا، اتلاف کم و مغناطش اشباع بالا باشد.

ساختار اسپینل در فریت های نرم شامل یک شبکه اصلی یونهای اکسیژن می شود که به صورت fcc قرار گرفته اند. در بین آرایه های انباشته شده یون های اکسیژن بزرگ،

در ادامه آزمایشات نسبت بهینه مواد خام و شرایط کلسیناسیون مناسب برای تولید فریت منگنز روی که در مراحل قبل برای فریت با نسبت منگنز به روی مشخص به دست آمد، برای سایر نسبت های منگنز به روی امتحان گردیده است.

روش تحقیق

برای به دست آوردن فریت منگنز روی، از مواد اولیه کربنات منگنز با خلوص ۹۹٪ که حاوی پنج درصد وزنی آب می باشد، اکسید آهن (هماتیت) با خلوص ۹۸/۵٪ و اکسید روی با خلوص ۹۹/۹۴٪ استفاده گردید. جهت کلسیناسیون نمونه ها از کوره تیویی با اتمسفر آرگون استفاده گردید.

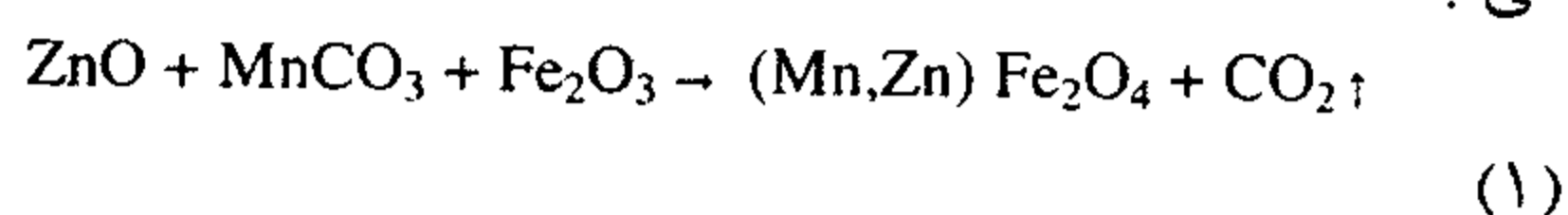
نمونه ها پس از کلسیناسیون توسط هاون دستی خرد شدند و پودر حاصل جهت آزمایش تفرق اشعه ایکس (XRD) آماده گردید. الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه ها با استفاده از دستگاه XRD مدل Philips PW-1730 مجهز به تولید کننده اشعه Cu-K α با ولتاژ شتاب دهنده 40 KV به دست آمد. آزمایشات آنالیز حرارتی DTA/TG جهت تعیین دمای بهینه کلسیناسیون با استفاده از دستگاه LINSEIS مدل L70/2171، در فاصله دمایی ۱۲۵۰ °C - ۵۰ °C با نرخ گرمایش ۱۰ °C/min در هوا انجام گرفت. هم چنین جهت بررسی خواص مغناطیسی، دستگاه DC magnetic hysteresis loop tracer مورد استفاده قرار گرفت.

نتایج و بحث

بهینه سازی نسبت مواد اولیه جهت تولید فریت منگنز - روی خالص

جهت دستیابی به فریت با فرمول $(\text{Mn}_{0.65}\text{Zn}_{0.35})\text{O} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ، با رعایت دقیق نسبت استوکیومتری ترکیبی مشابه ترکیب شماره ۱ در جدول (۱) به دست می آید. الگوی پراش اشعه ایکس این ترکیب پس از کلسیناسیون به مدت یک ساعت در دمای ۱۲۰۰ °C در شکل (۱-الف) دیده می شود. چنان که در شکل مشخص است، فاز اسپینل فریت منگنز روی تشکیل شده است اما مقدار زیادی هماتیت نیز در نمونه

می یابد و برای مدت زمان معینی در آن دما می ماند تا واکنش تشکیل فریت کامل شود. سپس پودر حاصل سرد شده و آسیاب می شود. واکنش انجام گرفته در مرحله کلسیناسیون فریت های منگنز - روی طبق رابطه زیر می باشد:



جهت تولید قطعه فریتی، پس از آسیاب کردن فریت به ذرات ریز، پودر فریت حاصل در قالب ریخته شده و پرس می شود و سپس مرحله زینترینگ نهایی را طی می کند [۳].

در روش مرسوم، اولین عامل تأثیرگذار بر روی خواص پودر فریت، نسبت های مناسب مواد اولیه مورد استفاده می باشد. انتخاب مناسب مواد خام و انتخاب نسبت ترکیبی مناسب جهت تولید فریت، از مهم ترین پارامترهای موثر در تشکیل فریت مطلوب می باشند. جهت دستیابی به فریت با فرمول شیمیایی مورد نظر، انتخاب نسبت مواد خام منطبق با نسبت استوکیومتری، اغلب مناسب نمی باشد [۳،۴].

علاوه بر نسبت مواد اولیه استفاده شده، انتخاب درست پارامترهای مرحله کلسیناسیون نیز از اهمیت ویژه ای برخوردار است. علت این اهمیت آن است که در واقع در روش مرسوم، تشکیل فریت در مرحله کلسیناسیون اتفاق می افتد و در نتیجه شرایط حاکم بر این مرحله می توانند بر روی خواص فریت نهایی تأثیر گذار باشند. از جمله پارامترهای مهم در مرحله کلسیناسیون دما و اتمسفر می باشند. با وجود تحقیقات فراوانی که بر روی خواص و تولید فریت های منگنز روی انجام شده است هنوز نسبت مشخصی برای اکسیدهای مواد اولیه جهت حصول پودر فریت خالص تعیین نشده است. هم چنین در تحقیقات مختلف دماها و زمان های کلسیناسیون متفاوتی برای تهیه این فریت ها گزارش شده است [۵-۱۲]. در این تحقیق ابتدا نسبت های مختلف مواد خام جهت تولید فریت منگنز روی با فرمول مشخصی مورد بررسی قرار گرفته است و پس از حاصل شدن نسبت مناسب مواد خام، دما و اتمسفر فرایند کلسیناسیون و تأثیر آن بر روی فاز فریت مطالعه شده است. با استفاده از نتایج به دست آمده، فریت منگنز روی با خلوص بالا تهیه گردیده و خواص مغناطیسی آن مورد بررسی قرار گرفته است.

روی را در دمای کلسیناسیون 1200°C و زمان یک ساعت و در حضور گاز آرگون نتیجه می دهد.

بهینه سازی پارامترهای کلسیناسیون در فریت منگنز - روی

جهت تعیین محدوده دمایی تشکیل فریت، آزمایش DTA/TG بر روی نمونه با ترکیب بهینه نتیجه شده از آزمایشات قبلی (ترکیب شماره چهار)، انجام گرفت که منحنی های آن در شکل (۲) دیده می شود. همان طور که در شکل مشخص است در فاصله دمایی $500-600^{\circ}\text{C}$ یک تغییر شیب در منحنی DTA رخ می دهد به طوری که در این فاصله دمایی، منحنی تقریباً افقی می شود. با توجه به شکل می توان دید که منحنی TG نیز در این محدوده دمایی کاهش وزن شدیدی را نشان می دهد. لذا می توان نتیجه گرفت واکنش اتفاق افتاده در این محدوده سبب کاهش شدید وزن نمونه گردیده است. این واکنش می تواند خروج گاز دی اکسید کربن از کربنات منگنز باشد که باعث شده است وزن نمونه به شدت کاهش یابد. واکنش دیگری که در سیستم رخ می دهد و باعث پیک گرمای موجود در منحنی DTA شده است، از دمای حدود 700°C شروع شده و تا دمای 1000°C ادامه می یابد. در دیاگرام TG هم دیده می شود که منحنی تغییرات وزن نمونه که از دمای 500°C به صورت خط مستقیم درآمده بود، از دمای حدود 800°C شروع به کم شدن می کند. واکنشی که در این محدوده دمایی اتفاق می افتد، همان واکنش تشکیل فریت می باشد که در معادله ۱ آمده است.

موجود می باشد. وجود هماتیت در فریت منگنز روی خواص آنرا تنزل می بخشد و باعث کاهش مغناطش اشباع و افزایش تلفات می گردد [۱۳].

برای دستیابی به فریت منگنز روی با خلوص بالا، باید نسبت اکسیدهای منگنز و روی به اکسید آهن را افزایش داد. در آزمایش دوم، این نسبت مولی $1/2$ در نظر گرفته شد $\left(\frac{(Mn,Zn)O}{Fe_2O_3} = 1/2\right)$. الگوی پراش اشعه ایکس این

نمونه (ترکیب شماره ۲) پس از کلسیناسیون در شرایط مشابه آزمایش اول، در شکل (۱-ب) دیده می شود. در شکل دیده می شود که فاز غالب فریت منگنز - روی می باشد و مقدار هماتیت به شدت کاهش یافته است اما هنوز در ترکیب وجود دارد و دو پیک اصلی آن در الگوی پراش اشعه ایکس پدیدار شده است. الگوی پراش اشعه ایکس ترکیب شماره ۳ با نسبت مولی $1/4$ $\left(\frac{(Mn,Zn)O}{Fe_2O_3} = 1/4\right)$ درست همانند الگوی تفرق اشعه

ایکس حاصل از ترکیب شماره ۲، شامل فاز غالب فریت منگنز - روی و مقداری هماتیت می باشد که به جهت اختصار در شکل (۱) نیامده است. بنابراین مقدار هماتیت در مخلوط اولیه باید کمتر از این مقدار باشد و لذا نسبت $1/6$ $\left(\frac{(Mn,Zn)O}{Fe_2O_3} = 1/6\right)$ (ترکیب شماره ۴) مورد

آزمایش قرار گرفت که الگوی تفرق اشعه ایکس آن پس از کلسیناسیون در شکل (۱-ج) دیده می شود. همان طور که در شکل مشخص است تنها فاز موجود فریت منگنز - روی با ساختار اسپینل می باشد و تمام هماتیت باقیمانده از بین رفته است. بنابراین می توان نتیجه گرفت که ترکیب شماره ۴ با نسبت اکسیدی

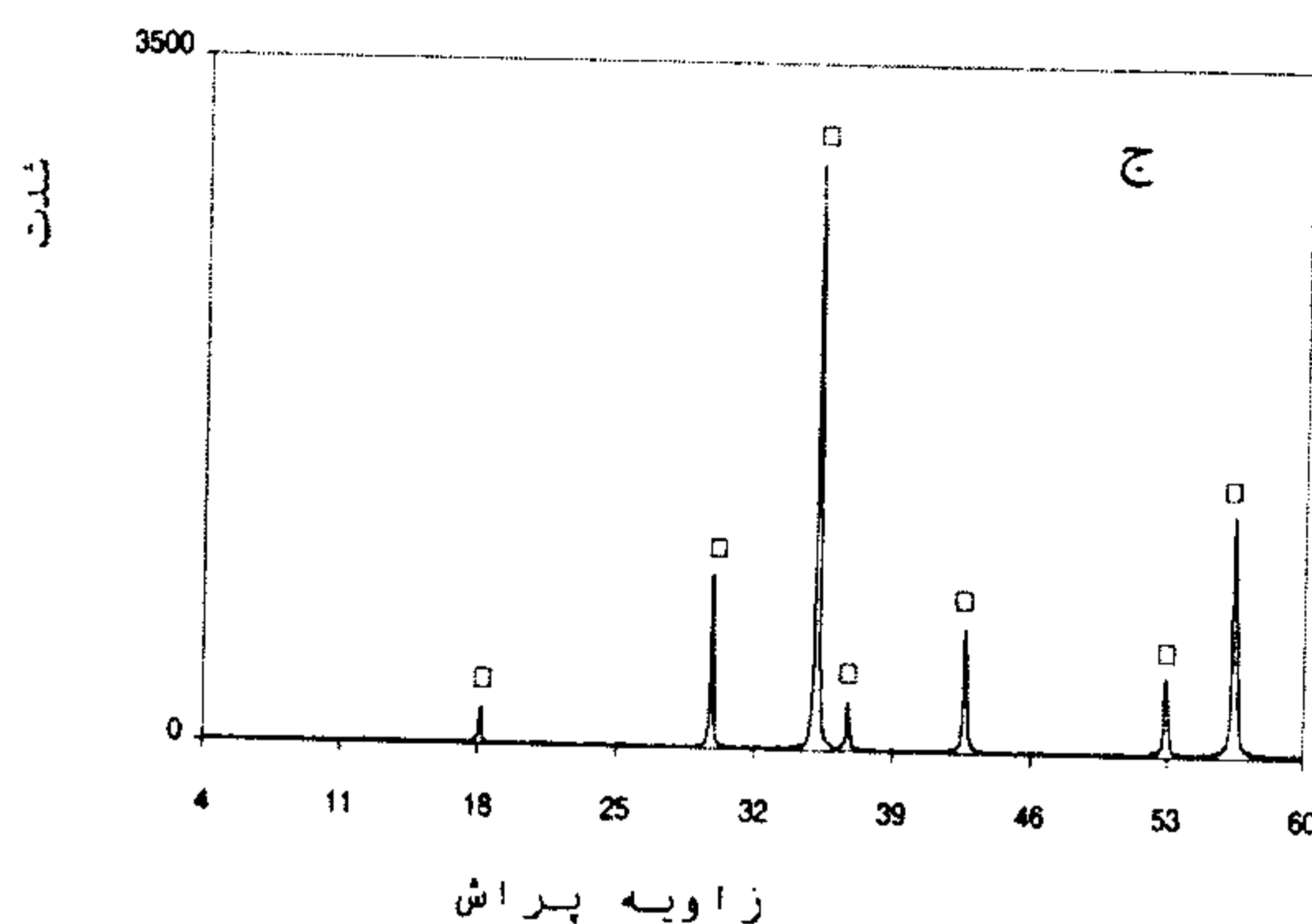
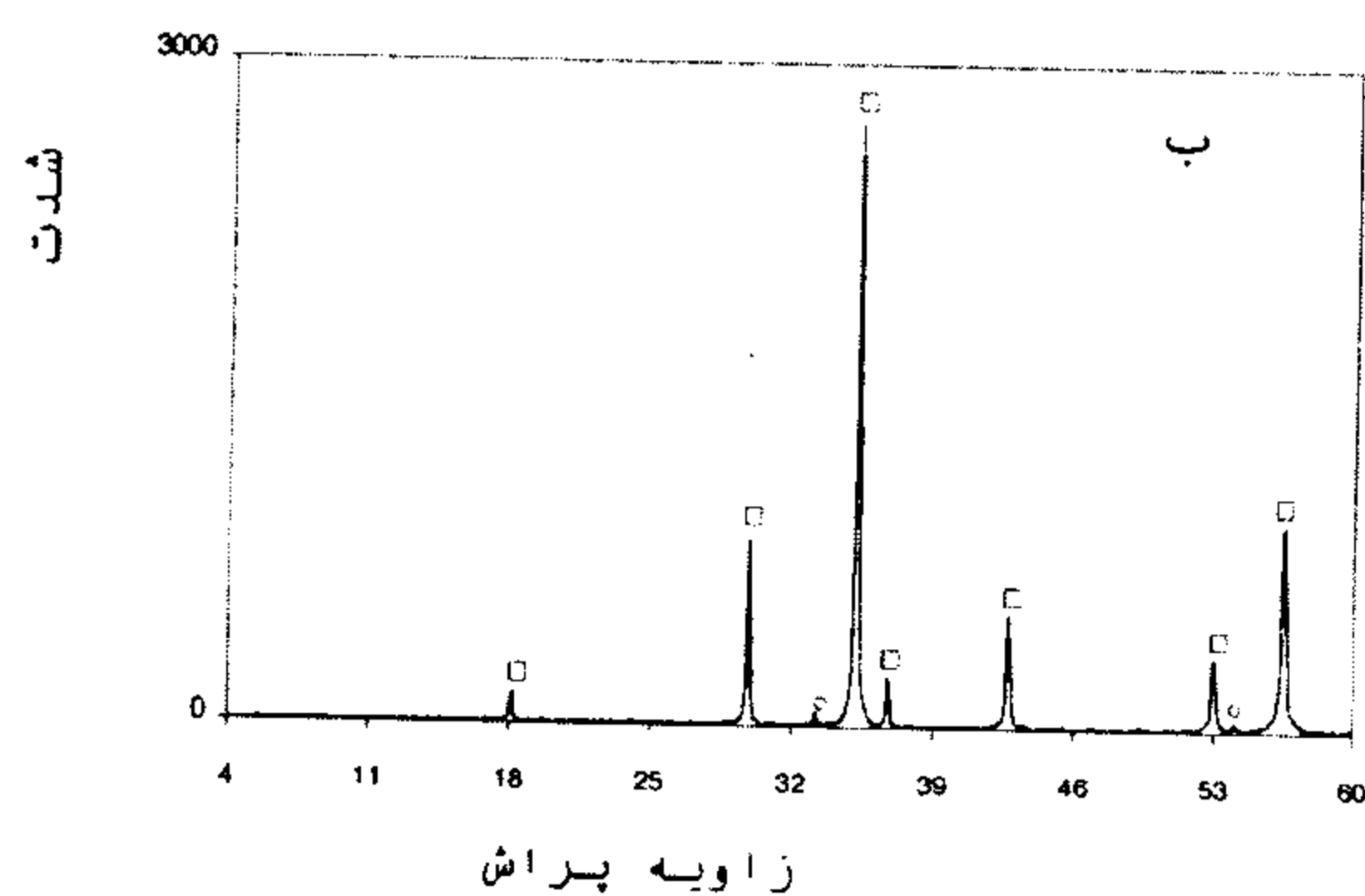
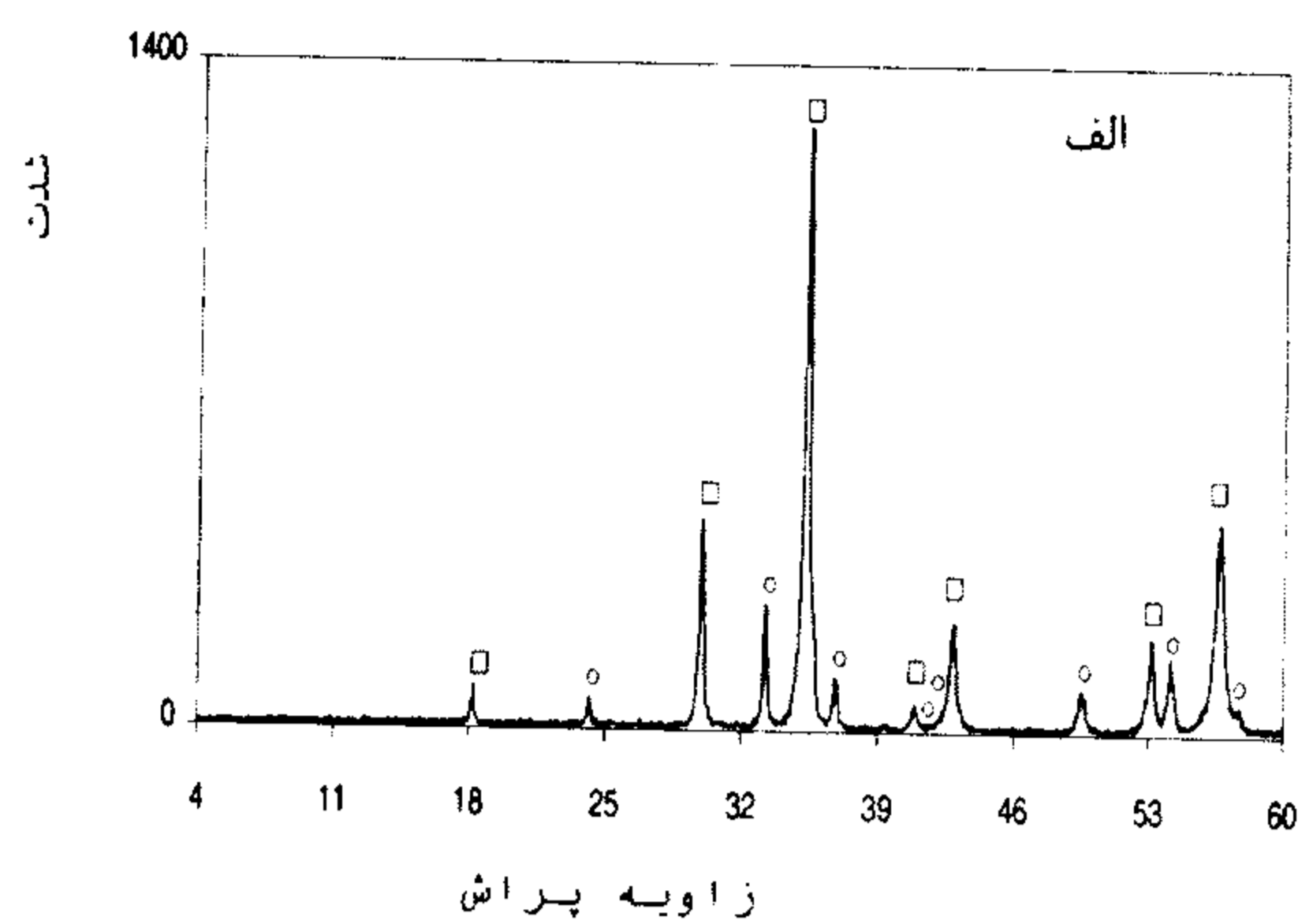
$1/6$ $\left(\frac{(Mn,Zn)O}{Fe_2O_3} = 1/6\right)$ ، ترکیب بهینه فریت منگنز -

جدول ۱: درصد های وزنی نمونه های استفاده شده برای فریت منگنز روی با فرمول $Mn_{0.65}Zn_{0.35}Fe_2O_4$ با نسبت های مختلف مولی.

درصد وزنی ZnO	درصد وزنی $MnCO_3$	درصد وزنی Fe_2O_3	نسبت مولی اکسیدهای مواد اولیه $\left(\frac{(Mn,Zn)O}{Fe_2O_3}\right)$	ترکیب شماره
۱۰/۵۷	۲۹/۳۷	۶۰/۰۶	۱	۱
۱۱/۷۵	۳۲/۶۳	۵۵/۶۲	۱/۲	۲
۱۲/۷۶	۳۵/۴۵	۵۱/۷۹	۱/۴	۳
۱۳/۶۴	۳۷/۹۰	۴۸/۴۶	۱/۶	۴

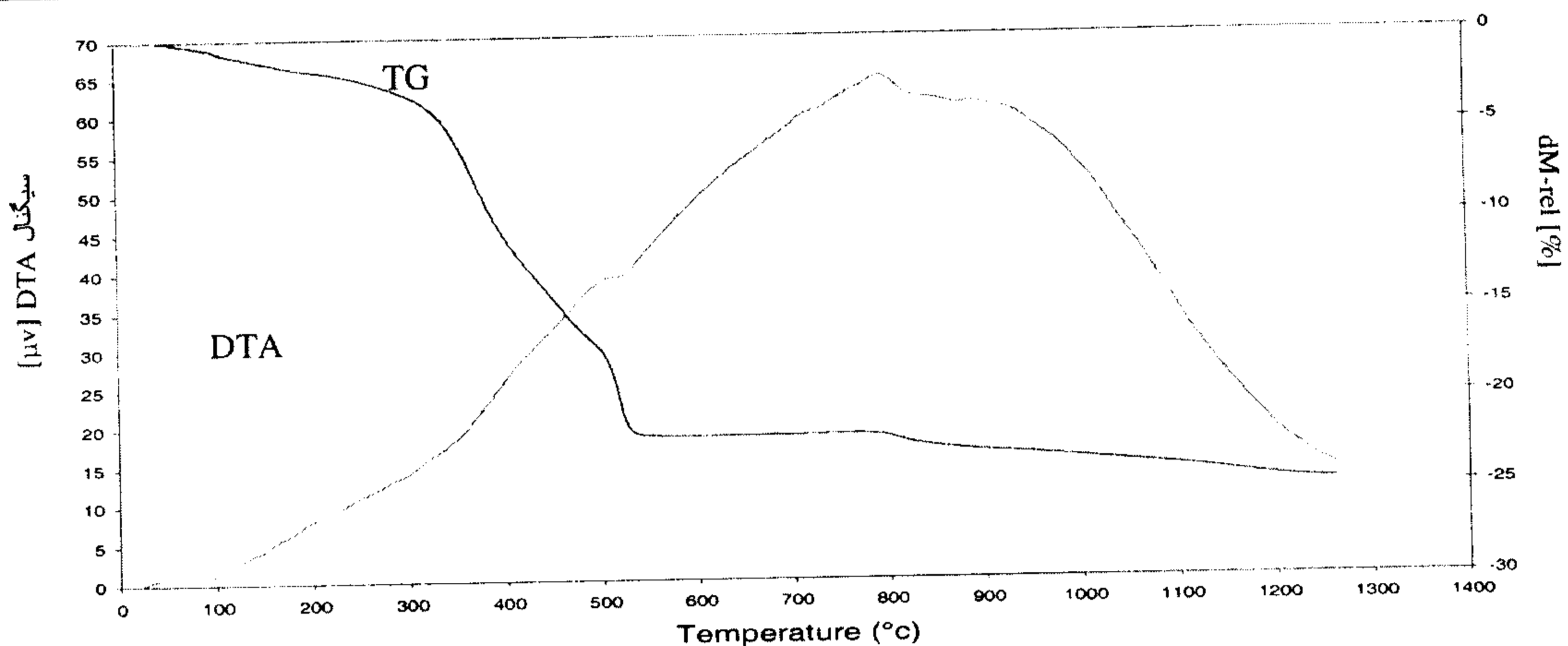
الگوی پراش اشعه ایکس این نمونه در شکل (۳) دیده می شود. در شکل می توان دید که فاز غالب همچنان فریت منگنز روی است ولی مقداری هماتیت هنوز در الگو دیده می شود. بنابراین، با وجود این که در منحنی DTA، محدوده 700°C - 1000°C تعیین شده بود اما در این محدوده واکنش تشکیل فریت کامل نمی شود و هنوز مقداری هماتیت به طور واکنش نداده باقی می ماند. غلت این اختلاف بین نتیجه منحنی DTA و نتیجه به دست آمده از شکل (۳) را می توان به مقدار بسیار کم نمونه در آزمایش DTA نسبت داد. مقایسه این شکل با شکل (۱-ج) که در آن کلسیناسیون در دمای 1200°C انجام گرفته است بیانگر این است که در دمای 1050°C نیز اگر چه واکنش تشکیل فریت تا حد زیادی پیشرفت کرده اما هنوز کامل نشده است ولی در دمای 1200°C ، واکنش تشکیل فریت به طور کامل انجام گردیده است و نمونه فاقد هماتیت واکنش نداده است. بنابراین، می توان نتیجه گرفت که دمای 1200°C دمای مناسبی برای تشکیل فریت منگنز روی به طور کامل می باشد.

پس از حاصل شدن ترکیب و دمای بهینه کلسیناسیون، اثر اتمسفر در مرحله کلسیناسیون مورد بررسی قرار گرفت. برای این کار، نمونه ای با ترکیب مشابه ترکیب شماره ۴ در دمای 1200°C و به مدت یک ساعت در هوا کلسینه گردید. شکل (۴) الگوی تفرق اشعه ایکس این نمونه را پس از کلسیناسیون نشان می دهد. همان گونه که در شکل دیده می شود، فریت منگنز - روی حاصل شده است اما مقداری نیز هماتیت در فریت وجود دارد که پیک های مشخصه آن در الگو دیده می شود. با مقایسه این الگو با الگوی پراش شکل (۱-ج) می توان فهمید که ترکیب، دما و زمان این نمونه برای کلسیناسیون مناسب بوده است و باید تمام هماتیت واکنش داده باشد. بنابراین نمی توان گفت که هماتیت باقی مانده هماتیستی است که در واکنشها شرکت نکرده است. آنچه به نظر می رسد این است که اتمسفر اکسیدی مرحله کلسیناسیون باعث اکسایش یونهای آهنی شده است که در واکنشها شرکت کرده اند و این سبب وجود هماتیت در نمونه شده است که البته مقدار آن بسیار کم است. بنابراین کلسیناسیون در اتمسفر هوا همانند کلسیناسیون در اتمسفر آرگون



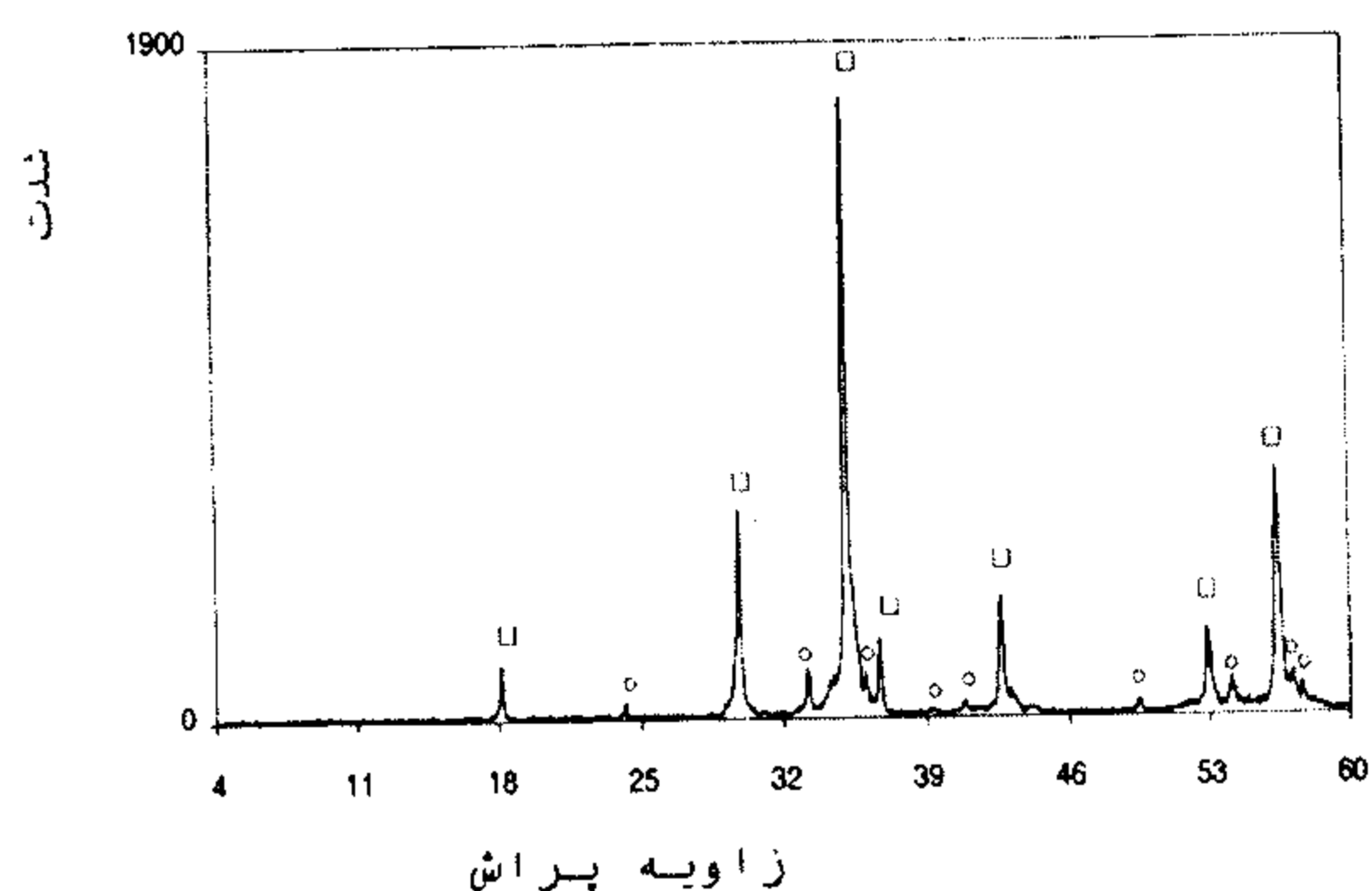
شکل ۱: الگوهای پراش اشعه ایکس سه ترکیب مختلف کلسینه شده در دمای 1200°C و زمان یک ساعت در اتمسفر آرگون: الف) ترکیب شماره ۱ ب) ترکیب شماره ۲ ج) ترکیب شماره ۴ (□: فریت منگنز روی، ○: هماتیت)

این نتیجه توسط گزارشات قبلی نیز تأیید می شود [۵-۱۱]. با توجه به شکل (۲)، دمای پایان تشکیل فریت را بر روی منحنی DTA می توان حدود 1000°C تخمین زد. بنابراین جهت بهینه سازی دمای کلسیناسیون، دمای 1050°C برای کلسیناسیون انتخاب گردید. این آزمایش نیز در اتمسفر آرگون و به مدت یک ساعت انجام گرفت.

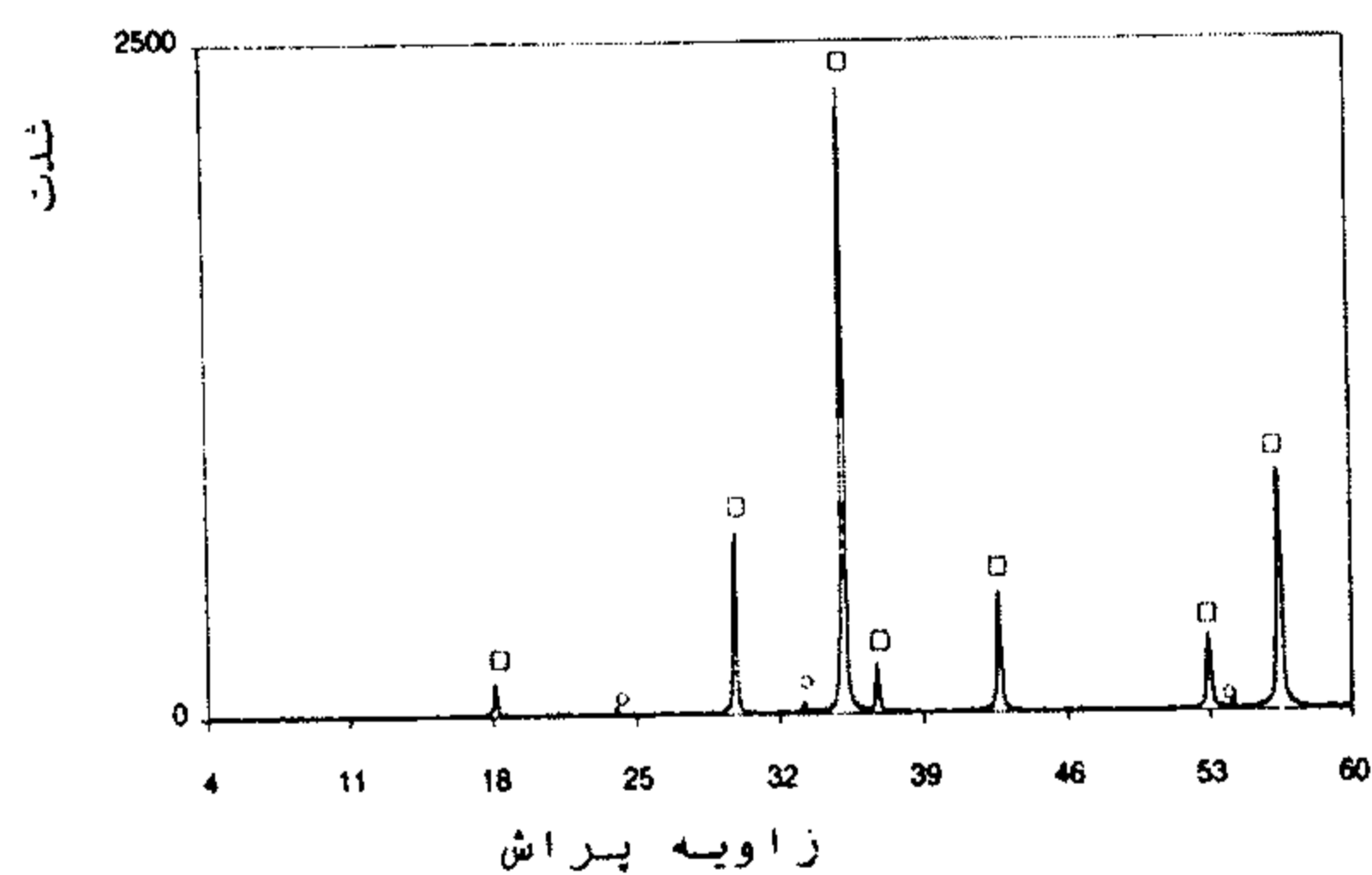


شکل ۲: منحنی های DTA و TG برای ترکیب شماره ۲.

آزمایشات قبلی به دست آمد، از نظر خواص مغناطیسی نیز پودر مطلوبی می باشد.



شکل ۳: الگوی پراش اشعه ایکس ترکیب شماره ۴ با دمای کلسیناسیون 1050°C و زمان کلسیناسیون یک ساعت. (□ فریت منگنز روی، ○ هماتیت)



شکل ۴: الگوی پراش اشعه ایکس ترکیب شماره ۴ با دمای کلسیناسیون 1200°C و زمان یک ساعت در هوا. (□ فریت منگنز روی، ○ هماتیت)

می تواند فریت منگنز روی ایجاد کند اما مقداری ناخالصی هماتیت نیز در نمونه باقی می ماند. به همین دلیل جهت تهیه پودرهای با خلوص بالا بهتر است از اتمسفر هوا استفاده نشود تا فریت فاقد هماتیت باقیمانده باشد. اما در کاربردهایی که نیاز به خلوص بالای فریت منگنز روی نیست، می توان از اتمسفر هوا برای کلسیناسیون استفاده کرد که از نظر اقتصادی مقرون به صرفه می باشد.

بررسی خواص مغناطیسی فریت منگنز روی

در آزمایشهای قبل ترکیب و پارامترهای کلسیناسیون برای فریت های منگنز روی $\text{Mn}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Fe}_2\text{O}_4$ بررسی گردید و نمونه با نسبت اکسیدهای مواد اولیه برابر با $1/6$ پس از کلسیناسیون در دمای 1200°C و زمان یک ساعت در اتمسفر آرگون، مناسبترین پودر فریت منگنز روی را ایجاد نمود که فاقد هرگونه ناخالصی می باشد. به منظور ارزیابی خواص مغناطیسی، منحنی هیستریزس این پودر مورد مطالعه قرار گرفته است. این منحنی برای حداکثر میدان اعمالی برابر با 2000 Oe در شکل (۵) دیده می شود. با توجه به شکل می توان دید که القای مغناطیسی کاملاً به مقدار اشباع خود رسیده است. مقدار القای اشباع استخراج شده از این منحنی برابر با 650 G می باشد. هم چنین منحنی، نیروی پسماندزدا^۲ حدوداً 10 Oe را نیز نشان می دهد. این مقادیر به دست آمده برای نمونه تولید شده با مقادیر اشباع و کورسیویته نمونه های مشابه در مراجع برابری می کند [۱۴]. بنابراین می توان نتیجه گیری کرد که پودر فریت تولید شده با شرایط بهینه ای که از

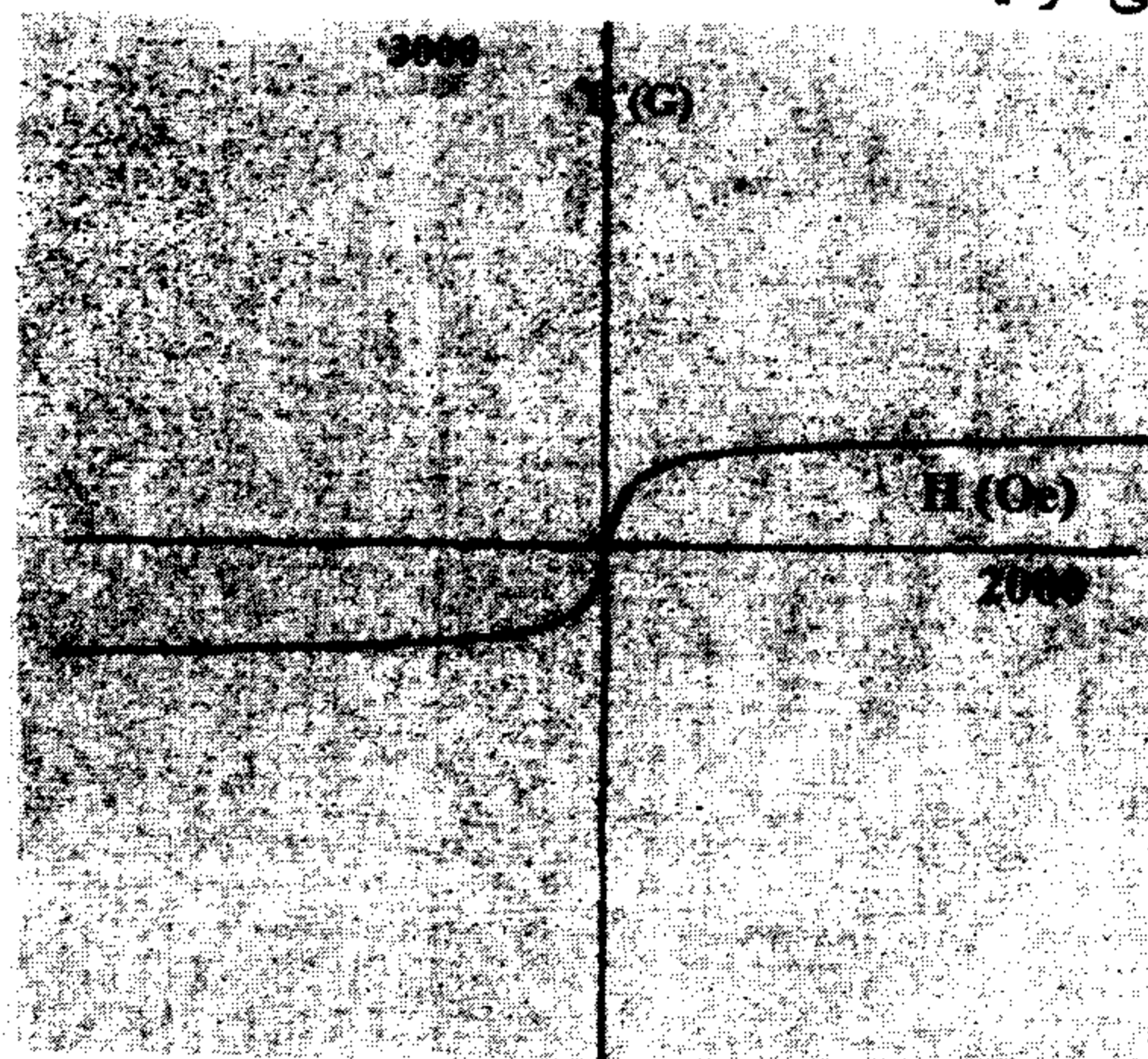
فرایند کلسیناسیون در دمای ۱۲۰۰ و اتمسفر آرگون به مدت یک ساعت (دما، اتمسفر و زمان کلسیناسیون مناسب با توجه به آزمایشهای قبلی) قرار گرفتند و سپس پودر حاصل از کلسیناسیون این ترکیبات مورد آزمایش XRD قرار گرفت.

الگوی پراش نمونه فریت منگنز روی با نسبت اکسید روی به اکسید منگنز برابر با ۰/۲ (ترکیب شماره ۵) در شکل (۶-الف) دیده می شود. همانطور که در شکل مشخص است، تمام پیک های موجود در الگو مربوط به فریت منگنز روی می باشند. الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه ای که نسبت اکسید روی به اکسید منگنز در آن برابر با ۰/۵ باشد (ترکیب شماره ۶) در شکل (۶-ب) دیده می شود. در شکل دیده می شود که به جز پیک های فریت منگنز روی، پیک دیگری در الگو وجود ندارد و از اکسید روی، اکسید منگنز و هماتیت در نمونه اثری نیست. الگوی پراش اشعه ایکس نمونه با نسبت اکسید روی به اکسید منگنز برابر با ۰/۶۵ (ترکیب شماره ۷) در شکل (۶-ج) دیده می شود. در شکل پیک های مشخصه فریت منگنز روی مشخص است که شامل تمام پیک های موجود در الگو می باشند. بنابراین می توان نتیجه گرفت که شرایط کلسیناسیون دمای ۱۲۰۰ °C، زمان یک ساعت و اتمسفر آرگون برای این ترکیبات فریت نیز مناسب بوده است.

شکل (۶-د)، الگوی پراش اشعه ایکس فریت منگنز روی با نسبت روی به منگنز برابر با ۰/۸ (ترکیب شماره ۸) را نشان می دهد که در شرایط مشابه نمونه های قبلی کلسینه شده است. در شکل، همانند موارد قبلی، پیک های فریت منگنز روی دیده می شوند که اکثر پیک های الگو را می پوشانند، اما پیکهایی با شدت کم

بررسی پارامترهای بهینه برای نسبت های منگنز به روی مختلف

در مراحل قبلی آزمایش، نسبت اکسیدهای مواد اولیه بهینه برای تولید فریت منگنز روی با نسبت مولی اکسید روی به اکسید منگنز ($\frac{MnO}{ZnO}$) برابر با ۰/۳۵ به دست آمد، در ادامه آزمایشها صحت این پارامترها در تهیه پودرهای فریتی با مقادیر نسبت روی به منگنز متفاوت بررسی گردید.



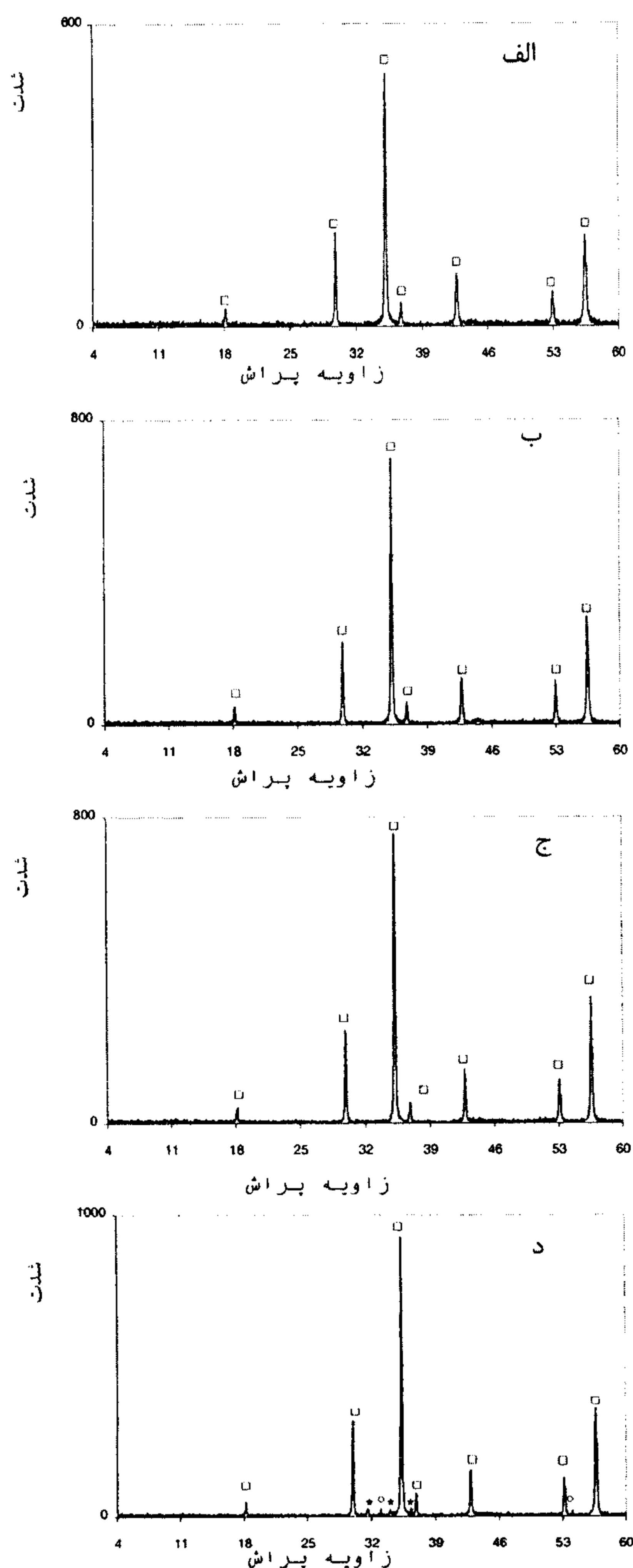
شکل ۵: منحنی هیستریزس پودر فریت منگنز روی تولید شده با فرمول $Mn_{0.65}Zn_{0.35}Fe_2O_4$.

به این ترتیب نمونه های پودرهای فریتی با مقادیر مختلف ۰/۲، ۰/۵، ۰/۶۵ و ۰/۸ برای نسبت $\frac{MnO}{ZnO}$ و نسبت اکسیدهای مواد اولیه ($\frac{(Mn, Zn)O}{Fe_2O_3}$) برابر ۱/۶ (نسبت بهینه به دست آمده از آزمایشات قبلی) تهیه شدند (ترکیب های ۵ تا ۸ در جدول (۲)). این نمونه ها تحت

جدول ۲: درصدهای وزنی نمونه های استفاده شده برای فریت منگنز روی با فرمول $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$

با نسبتهای $\frac{(Mn, Zn)O}{Fe_2O_3}$ برابر با ۱/۶.

درصد وزنی ZnO	درصد وزنی MnCO3	درصد وزنی Fe2O3	مقدار x	ترکیب شماره
۷/۵۷	۴۵/۳۳	۴۷/۰۹	۰/۲	۵
۲۰/۰۷	۲۰/۰۲	۴۹/۹۰	۰/۵	۶
۲۶/۸۹	۲۱/۶۷	۵۱/۴۴	۰/۶۵	۷
۳۳/۱۶	۱۲/۷۷	۵۲/۰۷	۰/۸	۸



شکل ۶: الگوهای پراش نمونه ها با ترکیبات مختلف کلسینه شده در دمای 1200°C به مدت یک ساعت در اتمسفر آرگون (الف) ترکیب شماره ۵ (ب) ترکیب شماره ۶ (ج) ترکیب شماره ۷ (د) ترکیب شماره ۸
(□: فریت منگنز روی، * : اکسید روی)

نتیجه گیری

برای دستیابی به فریت منگنز روی، استفاده از نسبت

کم نیز در الگو می توان دید که برخی مربوط به هماتیت و بعضی دیگر مربوط به اکسید روی می باشند. با توجه به نتایج قبلی می توان باقی ماندن هماتیت و اکسید روی را به عدم انتخاب درست نسبت مواد اولیه مربوط دانست. همان طور که اشاره شد در فریت های منگنز روی که دارای ساختار اسپینل می باشند، یونهای روی در محل تتراهدرال قرار می گیرند و یونهای آهن را از این مکانها خارج می کنند. زمانی که نسبت مولی روی به منگنز در ترکیب بالا باشد، نظیر آنچه که در این جا اتفاق افتاده است، یونهای روی زیادی در محیط موجود می باشند. در اثر واکنش تشکیل فریت، تمام این یونها به محل های تتراهدرال می روند و تمام محل های تتراهدرال توسط یونهای روی اشغال می شود. از آنجایی که یونهای روی فقط می توانند در محل های تتراهدرال بنشینند اگر مقدار اکسید روی بیش از تعداد محل های تتراهدرال ساختار اسپینل باشد تعدادی یون روی باقی می ماند که در ساختار جای نگرفته اند و به صورت اکسید روی در نمونه باقی می ماند. وجود هماتیت باقیمانده را نیز می توان بر همین مبنا توجیه کرد. یونهای روی زمانی که در محل های تتراهدرال قرار می گیرند، جانشین تعداد مشابهی یون آهن در محل تتراهدرال می شوند. زمانی که مقدار روی در نمونه زیاد باشد، تمام محل های تتراهدرال توسط یونهای روی اشغال می شوند و تمام یونهای آهن را از این مکان ها می رانند. یونهای آهن رانده شده به محل های اکتاهدرال می روند و آنها را پر می کنند، اما تعداد مکان های اکتاهدرال هم محدودیتی دارد، ضمن این که یونهای منگنز نیز در این مکانها قرار می گیرند. بنابراین زمانی که محل های اکتاهدرال هم پر شد، یونهای اضافی آهن به شکل اکسید آهن یا هماتیت در نمونه باقی می ماند.

به طور کلی می توان گفت که پارامترهای بهینه کلسیناسیون یعنی نسبت اکسید منگنز و روی به اکسید آهن $1/6$ و شرایط کلسیناسیون بهینه نه تنها برای تولید $\text{Mn}_{0.65}\text{Zn}_{0.35}\text{Fe}_2\text{O}_4$ خالص بلکه برای تولید فریت های خالص با فرمول $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ با مقدار $0.165 \leq x$ نیز می تواند مورد قبول باشد.

