



بررسی خواص ساختاری، ریخت‌شناسی، نوری و مغناطیسی الیاف اکسید کبالت الکترورسی

شده

حسین محمودی چناری^{*}، فاطمه متقیان

گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه گیلان، رشت، گیلان، ایران

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۳/۰۷

دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۳/۲۶

پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۱۰/۰۶

کلیدواژه‌ها:

اکسید کبالت،

پراش پرتو ایکس،

میکروسکوپ الکترونی روبشی،

طیف‌سنجی بازتابشی پخشی،

مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی

چکیده هدف از این پژوهش، مشخصه‌یابی الیاف اکسید کبالت تهیه شده به روش الکترورسی است. بررسی ویژگی‌های ساختاری، ریخت‌شناسی، نوری و مغناطیسی الیاف، به‌ترتیب، با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف‌سنجی بازتابشی پخشی (DRS) و آنالیز مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM)، در دو دمای تکلیس متفاوت، صورت گرفت. الگوی پراش پرتو ایکس، فاز مکعبی را برای الیاف اکسید کبالت تکلیس‌شده نشان می‌دهد. متغیرهای ریزساختاری، از قبیل اندازه و تابع توزیع بلورک‌ها، با استفاده از آنالیز الگوی پراش پرتو ایکس و روش برازش کل نقش پراش (WPPM) تعیین شد. نتایج بدست آمده از تحلیل الگوی پراش پرتو ایکس و توزیع اندازه بلورک‌ها، افزایش اندازه بلورک‌ها را با افزایش دمای تکلیس، نشان می‌دهد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، تولید الیافی با قطر متوسط ۲۰۰-۲۵۰ نانومتر و با جهت‌گیری تصادفی را نشان می‌دهد. نتایج بدست آمده از طیف‌سنجی بازتابشی پخشی، کاهش انرژی گاف نواری الیاف را با افزایش دمای تکلیس، نشان می‌دهد. آنالیز مغناطیسی انجام گرفته با استفاده از VSM، فاز پارامغناطیسی الیاف را با افزایش دمای تکلیس، تأیید می‌کند.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232114.1090>URL: http://www.jamt.ir/article_121011.html

JAMT: Vol. 9, No. 3, (Autumn 2020), 19-25

An Investigation of the Structural, Morphological, Optical, and Magnetic Properties of Electrospun Co₃O₄ FibresHossein Mahmoudi Chenari^{*}, Fatemeh Mottaghian

Department of Physics, Faculty of Sciences, University of Guilan, Rasht, Guilan, Iran

Paper History:

Received: 2020-05-27

Revised in revised form: 2020-06-15

Accepted: 2020-12-26

Keywords:

Cobalt (II,III) Oxide (Co₃O₄),
X-Ray Diffraction (XRD),
Scanning Electron Microscopy (SEM),
Diffuse Reflectance Spectra (DRS),
Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Abstract The aim of this work is the characterization of the Co₃O₄ fibres, prepared by the electrospinning method. The investigation of the structural, morphological, optical, and magnetic properties of electrospun fibres at two different calcination temperatures was conducted by X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Diffuse Reflectance Spectra (DRS), and Vibrating Sample Magnetometer (VSM). XRD indicates the cubic phase of the calcined Co₃O₄ fibres. The microstructural parameters such as crystallite size and its distribution are determined from the X-ray diffraction pattern analysis using the whole powder pattern modeling (WPPM) approach. The results obtained from the X-ray diffraction pattern analysis and crystallite size distribution shows an increase in the crystallite size with calcination temperature. The SEM images show the formation of randomly oriented fibres with diameters in the range of 200-250 nm after calcination. The DRS results show a decrease in the band gap energy with increasing calcination temperature. The magnetic analysis performed by VSM, confirms a paramagnetic phase of fibres at elevated calcination temperature.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232114.1090>URL: http://www.jamt.ir/article_121011.html

*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، گیلان، رشت، دانشگاه گیلان، دانشکده علوم پایه، گروه فیزیک، تلفن: -، دورنگار: -

پیام نگار: mahmoudi_hossein@guilan.ac.ir

Please cite this article as: Mahmoudi Chenari, H., Mottaghian, F., "An Investigation of the Structural, Morphological, Optical, and Magnetic Properties of Electrospun Co₃O₄ Fibres", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 9, No. 3, (2020), 19-25. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.232114.1090>).



۱- مقدمه

اکسید کبالت، ترکیب معدنی با فرمول شیمیایی Co_3O_4 ، دارای ویژگی نیمه‌رسانای نوع p، ساختار مکعبی و جرم مولی $240/80$ گرم بر مول است. ساختار این ترکیب، به صورت اسپینل نرمال با فرمول AB_2O_4 است که کاتیون A، مربوط به Co^{2+} و کاتیون B، مربوط به Co^{3+} است و مکان‌های چهار وجهی A، توسط یون‌های $(S = \frac{3}{2})$ Co^{2+} و مکان‌های هشت وجهی B، توسط یون‌های $(S=0)$ Co^{3+} اشغال شده‌اند. گاف نواری نوری مستقیم گزارش شده برای اکسید کبالت، در حالت کپه‌ای، در بازه $1/48 - 2/19$ eV است [۱]. نانو اکسیدهای فلزی مثل اکسید کبالت، دارای کاربردهای بسیاری در پیل‌های سوختی، حسگرها، کاتالیست‌ها، لیزرها و... هستند [۲-۴]. همواره تولید و مشخصه‌یابی ساختارهای یک بعدی در مقیاس نانو و اشکال متنوع، از قبیل نانومیل، نانوسیم، نانوتیوب و... توجه بسیار زیادی را به خود جلب کرده است. در این میان، روش الکتروروسی، به دلیل سادگی و هزینه کم، فرایندی کارآمد و به صرفه، برای تولید الیاف است. در این روش، از یک میدان الکتریکی با ولتاژ بالا، برای کشیدن الیاف از یک محلول پلیمری، استفاده می‌شود [۵ و ۶]. در این پژوهش، به تولید الیاف اکسید کبالت، با استفاده از روش الکتروروسی پرداخته شده است. از کاربردهای مختلف الیاف اکسید کبالت، می‌توان به حسگرهای گازی حالت جامد، کاتالیست‌های ناهمگن، ذخیره‌سازی انرژی، دستگاه‌های الکتروکرومیک، ابرخازن‌ها و باتری‌های لیتیوم یونی [۷] اشاره کرد. برخلاف محدود گزارش‌های قبلی در مورد سنتز الیاف اکسید کبالت [۸ و ۹]، پژوهش حاضر، متمرکز بر مشخصه‌یابی دقیق ساختاری و ریزساختاری الیاف اکسید کبالت با استفاده از نرم‌افزار پیشرفته آنالیز الگوی پراش پرتو ایکس است. در ادامه، به مقایسه ویژگی‌های ریخت‌شناسی، نوری، شیمیایی و مغناطیسی در دو دمای تکلیس، پرداخته شده است.

۲- روش تحقیق

به منظور تهیه الیاف اکسید کبالت، ابتدا محلول پلیمری آن، به شرح زیر، آماده می‌شود:

در یک بشر، مقدار $0/475$ g پلی وینیل الکل

(PVA^۱, $MW^2 = 72000$) به $4/53$ ml آب مقطر، اضافه شده و روی همزن مغناطیسی با دمای 50°C به مدت یک ساعت، قرار می‌گیرد تا همزده شود. در بشر دیگری، مقدار $0/333$ g استات کبالت (II) ۴ آبه با فرمول شیمیایی $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ، به $4/67$ ml آب مقطر اضافه شده و ده دقیقه همزده می‌شود؛ سپس، دو محلول تهیه شده را با هم ترکیب کرده تا به صورت محلولی شفاف با ویسکوزیته مطلوب درآید و محلول به دستگاه الکتروروسی، انتقال داده می‌شود. تنظیمات انجام گرفته در دستگاه، به این شرح است: سرعت دورانی، 500 rpm، نرخ تغذیه، $0/5$ ml/h، فاصله نوک سوزن تا صفحه‌ی جمع‌کننده، 150 mm و ولتاژ اعمال شده، 18 kV. پس از اتمام کار الکتروروسی، دستگاه را خاموش کرده و صفحه جمع‌کننده از دستگاه، جدا و ورقه‌ی آلومینیومی، باز می‌شود و الیاف تشکیل شده روی آن، به ظرف مناسبی، انتقال داده می‌شود. سپس، الیاف جدا شده، به مدت 30 دقیقه در دمای 50°C درون آون به منظور خشک شدن، قرار داده می‌شود. پس از آن، به منظور تشکیل الیاف اکسید کبالت و مطالعه تأثیر دما بر ویژگی‌های فیزیکی آن‌ها، عمل تکلیس، روی الیاف پلیمری اکسید کبالت، در دماهای 550°C و 700°C ، با نرخ دمایی 2 درجه سلسیوس بر دقیقه، انجام می‌شود [۷]. پس از انجام این مرحله، الیاف برای انجام آنالیزهای مختلف، آماده می‌شوند.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس

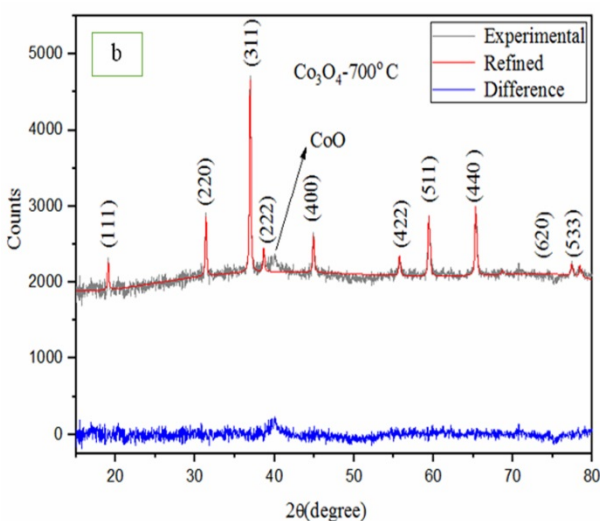
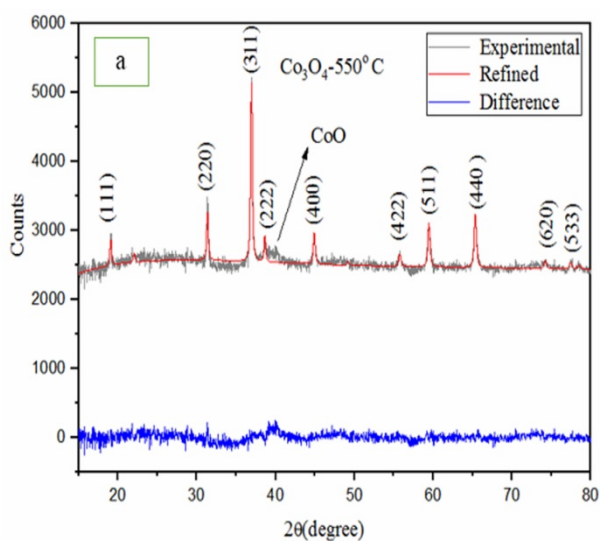
مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس (XRD^3) الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دو دمای 550°C و 700°C ، در شکل ۱ نشان داده شده است که توسط طیف‌سنج XPERT-PRO با تابش $\text{CuK}\alpha$ با طول موج $1/5406$ Å، به روش روبش گام به گام، تهیه شده است. با مشاهده قله‌های پراش نمونه‌ها و مقایسه آن‌ها با کارت استاندارد ($1802 - 076 - 01$ JCPDS)، تشکیل ساختار مکعبی مرکز سطحی اکسید کبالت، نتیجه‌گیری می‌شود. با افزایش دما، قله‌های پراش، تیزتر و شدت آن‌ها،

¹ Polyvinyl Alcohol

² Molecular Weight

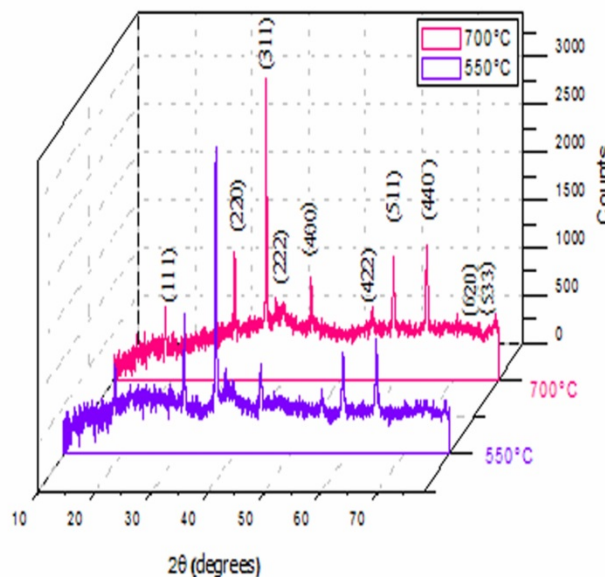
³ X-Ray Diffraction Pattern (XRD)

با استفاده از برنامه PM2K، اطلاعات بدست آمده از تابع توزیع لوگ نرمال و متوسط اندازه D_s و D_v ، در جدول ۱، آورده شده است. نتایج بدست آمده از شکل ۳، مربوط به تابع توزیع اندازه بلورکها است و تحلیل الگوی پراش پرتو ایکس، افزایش اندازه بلورکهای سطحی و حجمی را با افزایش دمای تکلیس، نشان می‌دهد که می‌تواند ناشی از حذف مرز دانه‌ها و به دنبال آن، ادغام و رشد بلورکها، با افزایش دما باشد. نتایج بدست آمده از شکل (۳) مربوط به تابع توزیع اندازه بلورکها می‌باشد و تحلیل الگوی پراش اشعه ایکس، افزایش اندازه بلورکهای سطحی و حجمی را با افزایش دمای کلسینه نشان می‌دهد.



شکل ۲. الگوی تصحیح شده پراش پرتو ایکس الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای ۵۵۰ °C و ۷۰۰ °C

افزایش یافته است و نتایج، حاکی از آن است که دانه‌های مرتبط با فاز Co_3O_4 ، رشد پیدا کرده و کیفیت بلوری، بهتر شده است. همچنین، فاز مربوط به اکسید کبالت (CoO) نیز، در هر دو دمای تکلیس، در $2\theta = 42.28^\circ$ ، ظاهر شده است.



شکل ۱. طیف پراش پرتو ایکس الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای ۵۵۰ °C و ۷۰۰ °C

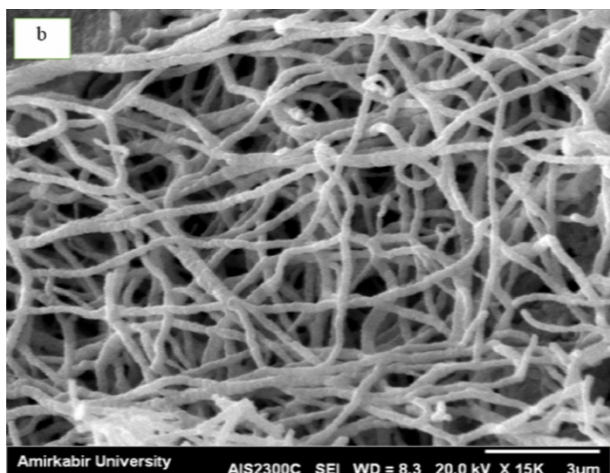
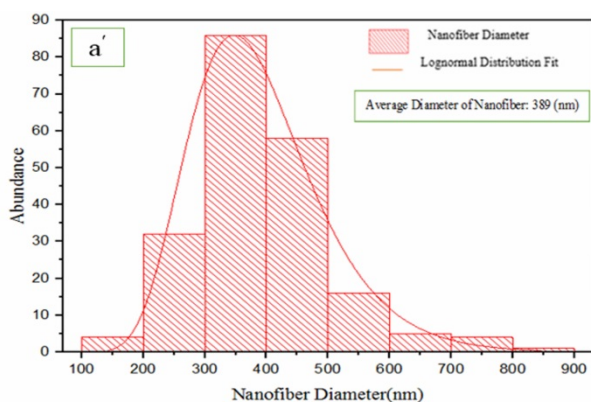
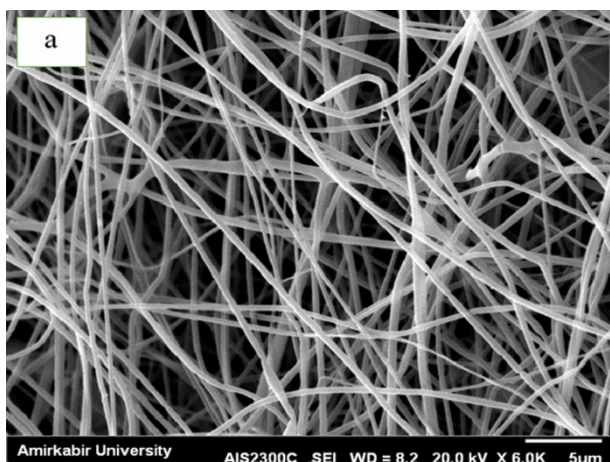
در شکل ۲، الگوهای تصحیح شده پراش پرتو ایکس الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای ۵۵۰ °C و ۷۰۰ °C نشان داده شده که با بهره‌گیری از روش برازش کل نقش پراش ($WPPM^1$) پرتوهای X، انجام گرفته است. محاسبه اندازه بلورکهای سطحی و حجمی، با فرض کروی بودن بلورکها و تابع توزیع اندازه‌دانه‌ها، با تبعیت از تابع توزیع لوگ نرمال و با استفاده از برنامه‌ی PM2K انجام شده است. ضرایب فوریه μ و σ ، به ترتیب، میانگین و واریانس تابع توزیع لوگ نرمال است. اندازه بلورک حجمی، D_v و سطحی، D_s را می‌توان به وسیله μ و σ ، مطابق با معادلات زیر، تعیین کرد [۱۰ و ۱۱].

$$D_s = \frac{2}{3} \exp(\mu + 2.5 \sigma^2) \quad (1)$$

$$D_v = \frac{3}{4} \exp(\mu + 3.5 \sigma^2) \quad (2)$$

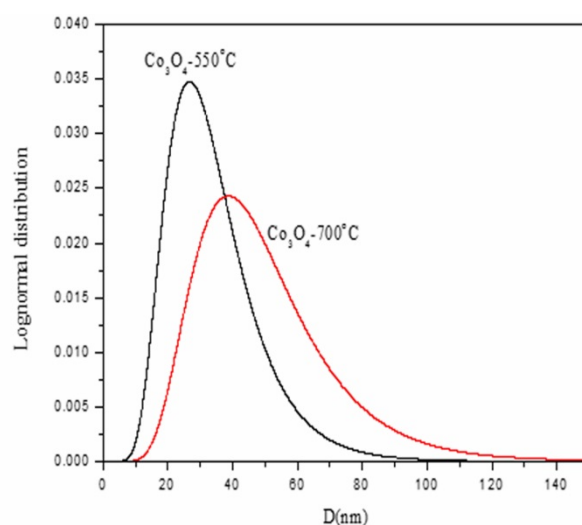
¹ Whole Powder Pattern Fitting

الیاف پلیمری اکسید کبالت را در حدود ۳۸۹ نانومتر نشان می‌دهد. در شکل ۴، تصاویر b و c، به ترتیب، ریخت‌شناسی الیاف اکسید کبالت تکلیس‌شده در دماهای ۵۵۰ °C و ۷۰۰ °C را نشان می‌دهد و توزیع فراوانی قطر الیاف، به ترتیب، با b' و c'، نمایش داده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، افزایش دمای تکلیس تا ۷۰۰ °C، منجر به ادغام الیاف نازک، در نتیجه، تشکیل الیافی با قطر بزرگ‌تر می‌گردد. همچنین، با افزایش دما، شکستگی و تخریب در الیاف نیز، افزایش یافته است.



جدول ۱. اطلاعات مربوط به ثابت شبکه (a)، میانگین (μ)، واریانس (σ) تابع توزیع نرمال، متوسط اندازه بلورک حجمی (D_v)، متوسط اندازه بلورک سطحی (D_s) و ضریب اطمینان (GOF) در نمونه‌های اکسید کبالت تکلیس‌شده

نمونه	اکسید کبالت تکلیس شده در دما ۵۵۰ °C	اکسید کبالت تکلیس شده در دما ۷۰۰ °C
ثابت شبکه (آنگستروم)	۸/۰۸۶۳۰۸	۸/۰۸۶۲۶۸
میانگین	۳/۴۴۶۱۹۵	۳/۸۲۱۱۸۶
واریانس	۰/۴۰۱۶۸۹۸	۰/۴۰۷۱۸۸۰
اندازه بلورک سطحی (نانومتر)	۳۱/۳۲	۴۶/۰۷
اندازه بلورک حجمی (نانومتر)	۴۱/۴۰	۶۱/۱۸
ضریب اطمینان	۱/۱۸۰۴۱	۱/۱۳۶۹



شکل ۳. مقایسه تابع توزیع اندازه بلورک‌ها برای الیاف اکسید کبالت تکلیس‌شده

۳-۲- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

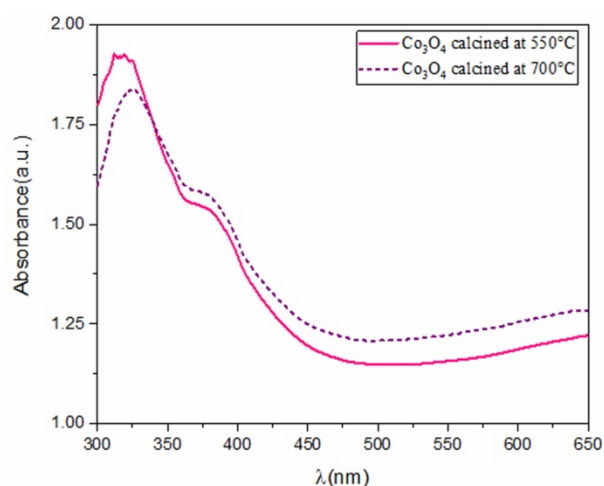
برای مطالعه و مقایسه دقیق شکل ظاهری الیاف، از تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی روبشی، استفاده شد. این تصاویر، با دستگاه SEM^۱ شرکت Seron Technology کره جنوبی (مدل دستگاه AIS2100)، تهیه شد. شکل ۴a، تصویر SEM الیاف پلیمری اکسید کبالت را نشان می‌دهد. نمودار فراوانی اندازه قطر الیاف در قسمت a'، میانگین اندازه قطر

^۱ Scanning Electron Microscope

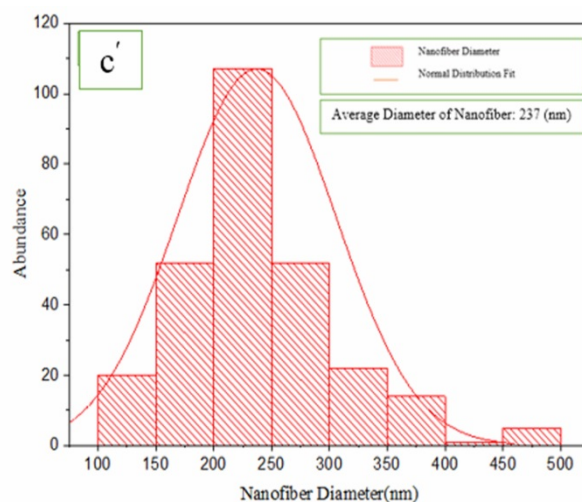
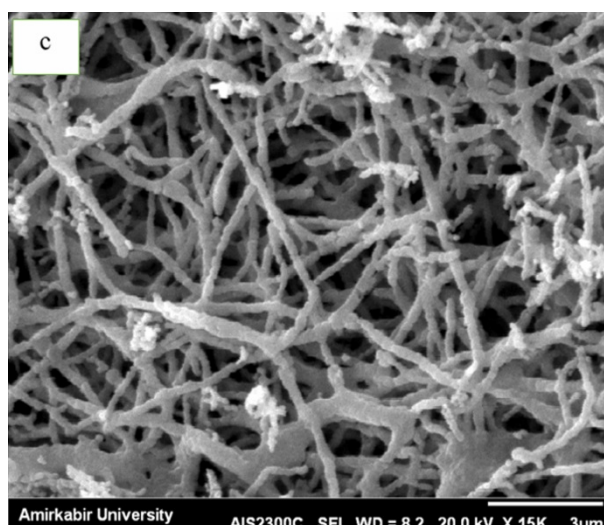
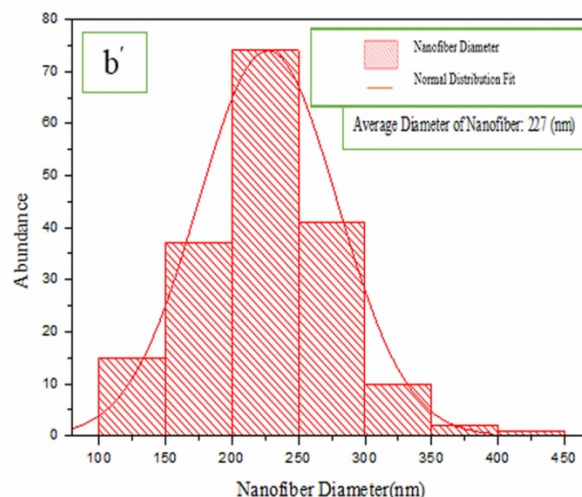
۳-۳- طیف سنج بازتابشی انتشاری (DRS^۱)

مطالعات نوری نانوالیاف سرامیکی اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای 550°C و 700°C ، به کمک آزمون DRS انجام شد. این آزمون، به وسیله دستگاه UV-DRS شرکت SCINCO کره جنوبی (مدل S-4100) انجام شده است. نانوالیاف اکسید کبالت، نوارهای جذبی قوی، در زیر 450 nm و در ناحیه UV، از خود نشان می دهند (شکل ۵). محدوده انرژی گاف بدست آمده برای الیاف تکلیس شده در دماهای 550°C و 700°C ، با استفاده از مشتق گیری از طیف جذبی، به ترتیب، $3.67\text{ eV} - 3.1\text{ eV}$ و $3.63\text{ eV} - 3.1\text{ eV}$ است.

دو گاف نواری اکسید کبالت، در محدوده $3.63\text{ eV} - 3.1\text{ eV}$ و $3.67\text{ eV} - 3.1\text{ eV}$ ، مربوط به انتقال بار $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{Co}^{2+}$ است که همان گذار نوار ظرفیت به رسانش است، ولی گاف (3.1 eV) مربوط به فرآیند انتقال بار $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{Co}^{3+}$ ، در زیر نوار رسانش است [۱۲]. نتایج بدست آمده از مطالعات نوری، کاهش گاف انرژی برای الیاف را با افزایش دمای تکلیس، نشان می دهد. گاف نوری، به طور شدید، متأثر از اندازه بلورک-های داخل الیاف است. اثر اندازه ذرات بر گاف نواری، ناشی از اثر اندازه کوانتومی (Quantum size effect) و تأثیرهای سطحی است [۱۳]. به دلیل افزایش اندازه بلورک های موجود در الیاف بر اثر افزایش دما (جدول ۱)، کاهش گاف نواری دیده می شود. علاوه بر اثر قابل ملاحظه اندازه ذرات بر رفتار گاف انرژی، تأثیرهای سطحی و کرنش وارد بر شبکه، اثر به سزایی بر رفتار نوری نانو مواد دارند.



شکل ۵. مقایسه طیف جذبی الیاف اکسید کبالت

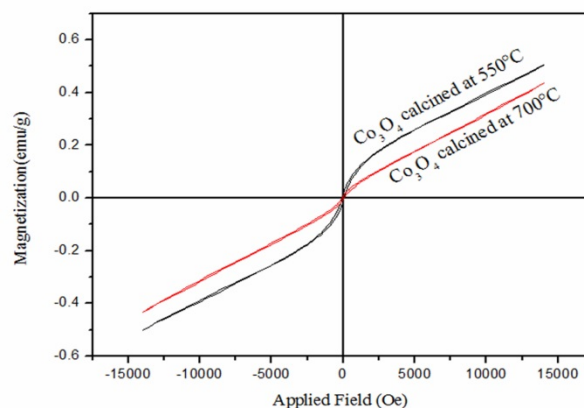


شکل ۴. (a) تصویر SEM الیاف اکسید کبالت پلیمری و (a') نمودار فراوانی اندازه قطر الیاف آن، (b) تصویر SEM الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دمای 550°C و (b') نمودار فراوانی اندازه قطر الیاف آن، (c) تصویر SEM الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دمای 700°C و (c') نمودار فراوانی اندازه قطر الیاف آن

¹ Diffuse Reflectance Spectroscopy

۳-۴- مطالعه ی رفتار مغناطیسی الیاف اکسید کبالت

مطالعات مغناطیسی الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای 550°C و 700°C ، به کمک آزمون VSM^1 انجام شد. این آزمون، به وسیله ی دستگاه مغناطومتر نمونه مرتعش، ساخت شرکت مغناطیس دانش پژوه کاشان (مدل دستگاه MDKF)، انجام شده است. در شکل ۶، منحنی مغناطش بر حسب میدان مغناطیسی الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دماهای 550°C و 700°C ، نشان داده شده است. نمونه ها با افزایش دمای تکلیس، بر اساس نتایج مغناطیسی، رفتاری شبیه به گذار از فرومغناطیس ضعیف به پارامغناطیس، از خود نشان می دهند. رفتار فرومغناطیس ضعیف، می تواند ناشی از اسپین های جبران نشده سطحی، تأثیرهای ناهمگن ساختاری، نقص ها و تأثیرهای اندازه و غیره باشد. اخیراً، رفتار مغناطیسی نانوساختارهای اکسید کبالت، در اشکال نانوسیم ها و نانوذره [۱۴]، به صورت ترکیبی از رفتار ابرپارامغناطیس و فرومغناطیس گزارش شده است که به عواملی، از قبیل نسبت سطح به حجم بالا، شکست پیوندهای اتم های سطحی و اسپین های جبران نشده در سطح، نسبت داده شده است. در شکل ۶، در نمونه الیاف اکسید کبالت تکلیس شده در دمای 550°C ، به دلیل اندازه کوچک بلورک های داخل الیاف و در نتیجه، افزایش نسبت سطح به حجم در مقایسه با الیاف تکلیس شده در دمای 700°C ، اسپین های مغناطیسی، راحت تر در جهت میدان خارجی اعمال شده قرار می گیرند و مغناطش موجود، افزایش می یابد. لازم به ذکر است که ویژگی های مغناطیسی الیاف، به طور شدید، متأثر از شکل و اندازه ذرات، بلورینگی، جهت مغناطش و غیره است.



شکل ۶. منحنی مغناطش الیاف اکسید کبالت

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، مشخصه یابی الیاف اکسید کبالت تهیه شده با استفاده از روش الکتروریسی، مورد بررسی قرار گرفت. مطالعه ساختاری الیاف، به وسیله آنالیز پراش پرتوهای X، انجام شد که نتایج، حضور تک فاز مکعبی الیاف اکسید کبالت را بدون حضور قله ای مرتبط به فاز ناخالصی در دو دمای تکلیس تأیید کرد. محاسبات مربوط به متغیرهای ریزساختاری، با بهره گیری از روش برازش کل نقش پراش و آنالیز نقش پراش پرتوهای X، انجام گرفت. مطالعات رفتار نوری با استفاده از آنالیز طیفسنجی بازتابشی پخش، کاهش گاف انرژی الیاف را با افزایش دمای تکلیس، نشان داد. نتایج مغناطیسی، گذار از فرومغناطیس ضعیف به پارامغناطیس را برای الیاف اکسید کبالت با افزایش دمای تکلیس، نشان داد.

۵- سپاسگزاری

نویسندگان مقاله از دانشگاه گیلان به دلیل حمایت در فراهم کردن روش ساخت و تهیه نمونه های آزمایشگاهی قدردانی مینمایند.

مراجع

1. Makhlof, S. A., Bak, Z. H., Aly, K. I., Moustafa, M. S., "Structural, electrical and optical properties of Co_3O_4 nanoparticles", *Superlattices and Microstructures*, Vol. 64, (2013), 107-117. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2013.09.023>
2. Chou, S. -L., Wang, J. -Z., Liu, H. -K., Dou, S. -X., "Electrochemical deposition of porous Co_3O_4 nanostructured thin film for lithium-ion battery", *Journal of Power Source*, Vol. 182, No. 1, (2008), 359-364. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2008.03.083>
3. Li, Y., Tan, B., Wu, Y., "Mesoporous Co_3O_4 nanowire arrays for lithium ion batteries with high capacity and rate capacity", *Nano Letters*, Vol. 8, No. 1, (2008), 265-270. <https://doi.org/10.1021/nl0725906>
4. Gunnewiek, R. F. K., Mendes, C. F. M., Kiminami, R. H. G. A., "Synthesis of spinel cobalt oxide nanoparticles using a modified polymeric precursor method", *Advanced Powder Technology*, Vol. 27, No. 4, (2016), 1056-1061. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2016.03.013>
5. Mahmoudi Chenari, H., Kangarlou, H., "Electrospun tungsten oxide NPs/PVA nanofibers: A study on the morphology and Kramers-Kronig analysis of infrared reflectance spectra", *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 499, (2016), 38-43. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2016.07.004>
6. Rezaee, O., Mahmoudi Chenari, H., Ghodsi, F. E., Ziyadi, H., "Preparation of PVA nanofibers containing tungsten oxide nanoparticle by electrospinning and consideration of their structural properties and photocatalytic activity", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 690, (2017), 864-872. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.212>
7. Choi, S. W., Park, J. Y., Kim, S. S., "Growth kinetics of nanograins in Co_3O_4 fibers", *Ceramics International*, Vol. 37,

¹ Vibrating Sample Magnetometer

- pattern fitting", *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 33, (2000), 964-974. <https://doi.org/10.1107/S002188980000460X>
12. Barakat, N. A. M., Khil, M. S., Sheikh, F. A., Kim, H. Y., "Synthesis and optical properties of two cobalt oxides (CoO and Co₃O₄) nanofibers produced by electrospinning process", *Journal of Physical Chemistry*, Vol. 112, No. 32, (2008), 12225-12233. <https://doi.org/10.1021/jp8027353>
13. Ghiasi, M., Malekzadeh, A., Mardani, H., "Synthesis and optical properties of cubic Co₃O₄ nanoparticles via thermal treatment of a trinuclear cobalt complex", *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol. 42, No. 3, (2016), 311-318. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2015.10.019>
14. Ichiyanagi, Y., Yamada, S., "The size-dependent magnetic properties of Co₃O₄ nanoparticles", *Polyhedron*, Vol. 24, No. 16-17, (2005), 2813-2816. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2005.03.158>
- No. 1, (2011), 427-430. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.09.002>
8. Kumar, M., Subramania, A., Balakrishnan, A., "Preparation of electrospun Co₃O₄ nanofibers as electrode material for high performance asymmetric supercapacitors", *Electrochimica Acta*, Vol. 149, (2014), 152-158. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2014.10.02>
9. Gu, Y., Jian, F., Wang, X., "Synthesis and characterization of nanostructured Co₃O₄ fibers used as anode materials for lithium ion batteries", *Thin Solid Films*, Vol. 517, (2008), 652-655. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2008.07.026>
10. Krill, C. E., Birringer, R., "Estimating grain-size distributions in nanocrystalline materials from X-ray diffraction profile analysis", *Journal Philosophical Magazine A*, Vol. 77, No. 3, (1998), 621-640. <https://doi.org/10.1080/01418619808224072>
11. Langford, J. I., Louer, D., Scardi, P., "Effect of a crystallite size distribution on X-ray diffraction line profiles and whole-powder-