



ساخت نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ و بررسی اثر بسامد انباشت بر روی ویژگی مغناطیسی آن‌ها

زهرا عالمی پور*، بندر آستین چپ و طیبه کاکاوندی

گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه کردستان، سنندج، کردستان

چکیده: نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ در قالب اکسید آندی آلومینیم با روش الکتروانباشت تحت جریان متناوب در بسامدهای متفاوت (۱۰۰۰-۵۰ هرتز) ساخته شدند. قالب های اکسید آندی آلومینیم با روش آندایز دو مرحله‌ای تهیه شدند. اثر بسامد انباشت و تابکاری حرارتی بر روی ویژگی مغناطیسی و ساختار بلوری نانوسیم‌های بررسی شد. نانوسیم‌های ساخته شده با دستگاه‌های مغناطوسنج نیروی گرادیان اتمی (AGFM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس (XRD) و طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDX) آنالیز شدند. تصویر SEM نشان داد که قطر نانوسیم‌ها ۳۰-۵۰ نانومتر است و از XRD ساختار بلوری آنها مکعبی مرکز حجمی بدست آمد. ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها (میدان وادارندگی و نسبت مربعی) با دستگاه AGFM مطالعه شد. نتایج بدست آمده از بررسی اثر بسامد بر ویژگی مغناطیسی نشان داد که نانوسیم تهیه شده در بسامد انباشت ۲۰۰ هرتز دارای بیشترین میدان وادارندگی (۱۱۴۹ اورستد) است و همچنین، مشاهده شد که با افزایش بسامد نسبت مربعی افزایش می‌یابد. برای مطالعه اثر تابکاری حرارتی، نمونه‌ها در گستره دمایی ۶۰۰-۳۰۰ درجه سانتیگراد تابکاری شدند. نتایج نشان داد که تابکاری نمونه‌ها باعث افزایش بلورینگی و در نتیجه بهبود ویژگی مغناطیسی آنها می‌شود.

واژگان کلیدی: نانوسیم، میدان وادارندگی، نسبت مربعی، بسامد، الکتروانباشت

* z.alemipour@uok.ac.ir

نمونه‌های ماکروسکوپی است. با کاهش ابعاد یک نانوساختار، نسبت سطح به حجم آن افزایش یافته و سطوح مشترک نیز بیشتر می‌شود. آثار سطحی و شکل نانوساختارهای مغناطیسی از عوامل اصلی در تغییر رفتار فیزیکی آنها هستند [۵]. در پژوهش نظری و تجربی که بر نانوذرات مغناطیسی انجام شده است، نتایج تجربی نشان می‌دهد که میدان وادارندگی و مغناطش پسماند افزایش می‌یابد که خود باعث افزایش ظرفیت ذخیره‌سازی مغناطیسی اطلاعات است [۶-۷]. در میان نانوساختارهای مغناطیسی، نانوسیم‌ها به دلیل ناهمسانگردی شکلی بالا میدان وادارندگی بالا و نسبت مربعی نزدیک به یک اهمیت بیشتری در

۱- مقدمه

در سال‌های اخیر، تهیه نانوساختارهای یک بعدی از نانوسیم‌ها، نانولوله‌ها به‌ویژه نانوسیم‌های مغناطیسی به واسطه داشتن ویژگی مغناطیسی جالب و منحصر به فرد و کاربرد زیادی در دیسک‌ها و حافظه‌های مغناطیسی توجه فزاینده‌ای را به خود جلب کرده و چشم اندازه‌های فراوانی را فراروی علم مغناطیس گشوده‌اند [۴-۱]. بروز پدیده‌های جدید در نانوساختارهای مغناطیسی از اینجا ناشی می‌شود که ویژگی مغناطیسی نانوساختارها اغلب متفاوت از ویژگی

حافظه‌های مغناطیسی دارند. در پژوهش انجام شده توسط گلی پور و همکارانش، اثر ناهمسانگردی‌های بلوری و شکلی را بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها بررسی کردند. [۸].

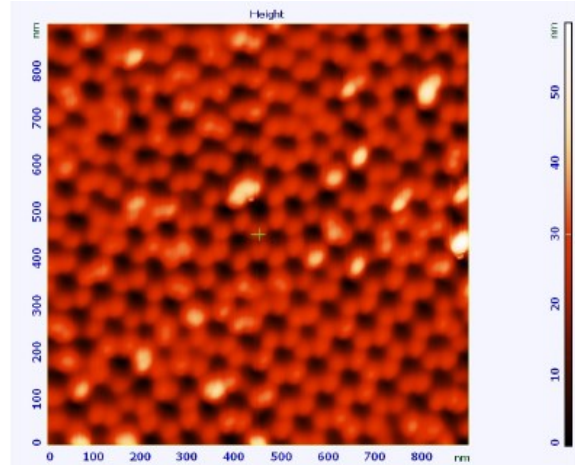
روش‌های متفاوتی برای ساخت نانوسیم‌های مغناطیسی مطرح شده است که از بین همه‌ی روش‌ها، روش قالب به دلیل توانایی بالای آن در ایجاد آرایه‌ای از نانوسیم‌ها و سهولت و کم هزینه بودن ساخت آن‌ها نسبت به دیگر روش‌ها توجه بیشتری به خود جلب کرده است. ساخت نانوسیم‌های مغناطیسی تک‌عنصری و آلیاژی در قالب آلومینا به منظور افزایش قدرت ذخیره اطلاعات مورد توجه قرار گرفته است [۹]. با استفاده از این روش نانوسیم‌های آرایه‌ای نیکل، آهن و کبالت و آلیاژهای آنها با عناصر مغناطیسی و غیر مغناطیسی دیگر ساخته و مورد مطالعه قرار گرفته‌اند [۱۰-۱۳]. در پژوهشی که توسط کوهبر و همکارانش انجام شد، نشان دادند که بسامد انباشت اثر قابل توجهی بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم کبالت-روی دارد [۱۴]. الماسی و رضانی گزارش کردند که ساختار و ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌های Fe_xNi_{1-x} به بسامد انباشت بستگی دارد [۱۵]. در پژوهشی که بر نانوسیم‌های آلیاژی $FeMg$ توسط نجفی و همکارانش انجام شد، مشاهده شد با افزایش فرکانس جریان الکتروانباشت وادارندگی نانوسیم‌ها افزایش می‌یابد [۱۶]. در پژوهش حاضر، ما به مطالعه اثر بسامد و تابکاری حرارتی بر ساختار بلوری و ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ می‌پردازیم.

۲- روش ساخت

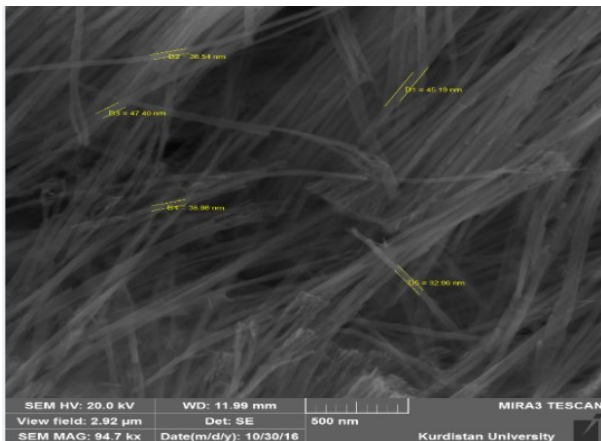
برای تهیه اکسید آلومینیم با حفره‌های منظم شش گوشه تنگ‌پکیده، ابتدا ورقه آلومینیوم با درصد خلوص ۹۹/۹۹٪ و ضخامت ۰/۳ میلی‌متر به شکل دایره با قطر ۸ میلی‌متر بریده شد. برای زدودن آلودگی‌های سطحی، نمونه‌های بریده شده در مجاورت استون خالص درون حمام فراصوتی قرار داده شد سپس با آب دو بار تقطیر شسته شدند. آنگاه نمونه برای آزادسازی تنش‌های حاصل از بریدن قطعه، درون کوره و در مجاورت گاز آرگون به مدت ۲۰ دقیقه تا دمای حدود ۴۵۰ درجه سانتیگراد تابکاری شد و سپس لایه اکسید تشکیل شده بر سطح آلومینیوم، درون محلول سود سه مولار به مدت ۵ دقیقه برطرف شد. پس از

آن نمونه با محلولی شامل اتانول و اسید پرکلریک که به نسبت حجمی چهار به یک مخلوط شده بودند، با ولتاژ ثابت ۲۰ ولت به مدت ۶ دقیقه الکتروپولیش شد. آندایز مرحله نخست در ولتاژ ۴۰ ولت مستقیم در دمای ۱۷ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ ساعت انجام شد. برای دستیابی به قالب با حفره‌های موازی و منظم اقدام به حذف لایه اکسید تشکیل شده روی سطح آلومینیوم کردیم و لایه اکسید به وسیله محلول اسید کرومیک ۰/۲ مولار و اسید فسفریک ۰/۵ مولار در دمای ۷۰ درجه به مدت ۱۵ ساعت حذف شد. آندایز مرحله دوم نمونه با همان شرایط آندایز مرحله اول و به مدت ۱ ساعت انجام شد. عایق بودن اکسید آلومینیوم مانع انباشت یون‌ها به روش الکتروانباشت متناوب می‌شود، از این رو، در پایان آندایز مرحله دوم اقدام به نازک‌سازی لایه سدی کردیم که در کارهای پیشین مراحل نازک‌سازی بیان شده است [۱۷]. در مرحله نازک‌سازی لایه سدی در انتهای حفره‌ها ساختار ریشه‌ای تشکیل می‌شود. کاهش پتانسیل موجب کاهش قطر حفره‌ها می‌شود و حفره‌های اصلی تبدیل به حفره‌های خیلی کوچک می‌شوند که با هر بار کاهش پله‌ای ولتاژ، شاخه‌هایی به نسبت باریکتر از شاخه‌های مرحله‌ی پیش ایجاد می‌شود [۱۸]. با توجه به اینکه شرایط آندایز برای نمونه‌ها یکسان است و ابعاد حفره‌های فرعی در مقایسه با حفره اصلی خیلی ناچیز است، می‌توان گفت این حفره‌های فرعی تاثیر چندانی بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها ندارند. در شکل ۱، تصویر فیلم آلومینای حفره‌دار که با میکروسکوپ نیروی اتمی گرفته شده مشاهده می‌شود. برای پر نمودن نانوحفره‌ها از روش انباشت الکتروشیمیایی تناوبی استفاده شد. برای تولید نانوسیم‌های آهن- فسفر، الکترولیت شامل سولفات آهن، سدیم فسفینات، اسید بوریک و اسید آسکوربیک بود.

درصد بهینه ماده ناخالصی، تمام نمونه‌ها در گستره دمایی ۳۰۰-۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۰ دقیقه در مجاورت گاز آرگون تابکاری شدند. سپس، ویژگی مغناطیسی آنها با دستگاه AGFM اندازه‌گیری شد. (شکل ۴). نتایج نشان می‌دهد میدان وادارندگی تمام نمونه‌ها با افزایش دما افزایش می‌یابد که می‌توان گفت که عمل تابکاری باعث کاهش تنش‌های موجود می‌شود. بیشترین تغییرات میدان وادارندگی مربوط به نانوسیم Fe₈₄P₁₆ است که از مقدار ۸۳۷ اورستد در دمای اتاق به ۱۵۲۴ اورستد در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می‌یابد.



شکل ۱ تصویر AFM از بالای قالب AAO پس از انداز دوم

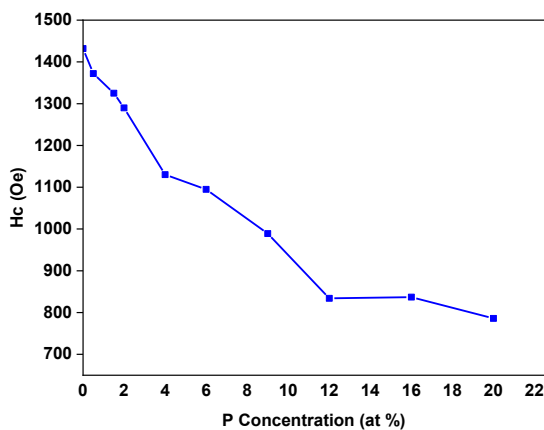


شکل ۲: تصویر SEM از نانوسیم‌های Fe₈₄P₁₆ با قطری بین ۳۰ تا ۵۰ نانومتر.

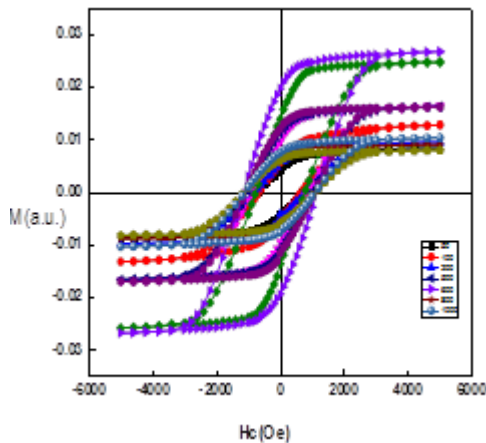
ابتدا، اثر ماده ناخالصی فسفر را بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها بررسی شد برای این هدف محلول الکتروانباشت با در صد های متفاوتی از ماده فسفر تهیه شد. سپس، اثر بسامد الکتروانباشت بر روی نانوسیم‌ها با محلول الکتروولیت انباشت در pH=۳ و ولتاژ ۳۰ ولت بررسی شد. برای این کار بسامدهای متفاوت ۵۰، ۱۰۰، ۲۰۰، ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰، ۹۰۰ و ۱۰۰۰ هرتز، در زمان انباشت ۴ دقیقه اعمال شد. برای بررسی ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها از دستگاه مغناطوسنج نیروی گرادیان متناوب استفاده شد و ساختار بلوری نانوسیم‌ها نیز با آنالیز طیف سنجی پراش پرتو ایکس مورد بررسی قرار گرفت.

۳- نتایج و بحث

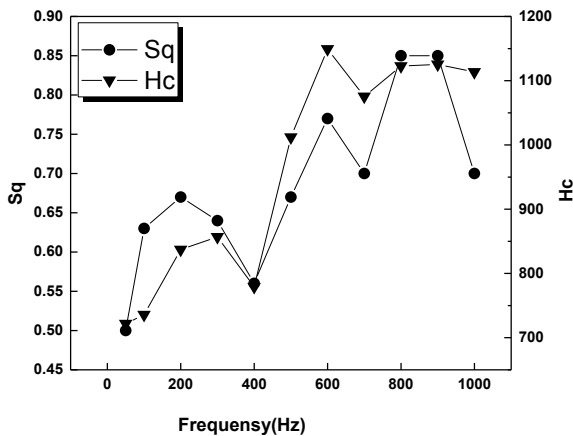
تصویر SEM گرفته شده از نانوسیم‌ها در شکل ۲ نشان می‌دهد که قطر نانوسیم‌ها بین ۳۰ تا ۵۰ نانومتر و طول آنها ۱ تا ۲ میکرومتر می‌باشد که تشکیل نانوسیم‌ها در ابعاد نانو در قالب را تایید می‌کند. شکل ۳ تغییرات میدان وادارندگی نانوسیم‌ها بر حسب در صد غلظت عنصر فسفر در محلول الکتروانباشت را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، میدان وادارندگی نمونه‌ها با افزودن ناخالصی کاهش می‌یابد که مقدار میدان وادارندگی از ۱۴۳۵ اورستد برای نانوسیم آهن خالص به ۸۳۷ اورستد برای نانوسیم Fe₈₄P₁₆ کاهش می‌یابد. این کاهش در میدان وادارندگی را می‌توان به جایگزینی اتم‌های مغناطیسی آهن با ماده غیر مغناطیسی فسفر نسبت داد. برای به دست آوردن



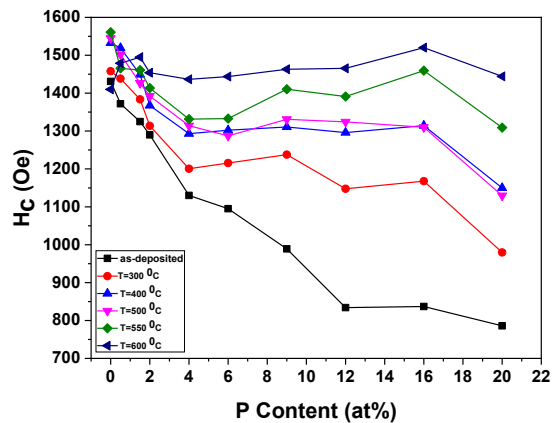
شکل ۳: تغییرات میدان وادارندگی بر حسب درصد غلظت فسفر در محلول الکتروانباشت.



شکل ۵: حلقه‌های پسماند نانوسیم‌های ساخته شده در بسامدهای متفاوت.



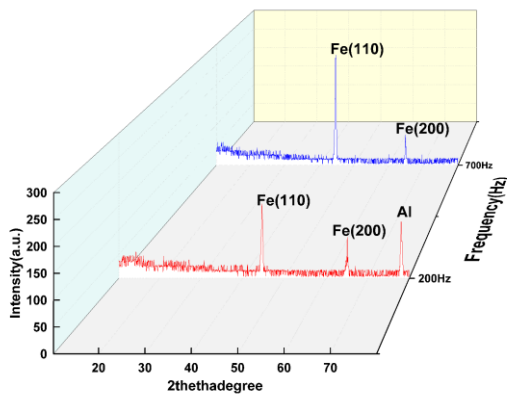
شکل ۶: تغییرات میدان وادارندگی و نسبت مربعی نانوسیم‌ها بر حسب



شکل ۴: تغییرات میدان وادارندگی بر حسب درصد غلظت فسفر در محلول الکتروانباشت در دماهای متفاوت.

در ادامه، اثر بسامد الکتروانباشت را بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم $Fe_{84}P_{16}$ بررسی می‌شود. نانوسیم‌های تهیه شده در بسامدهای متفاوت با دستگاه AGFM در دمای اتاق آنالیز شدند. منحنی پسماند آن‌ها در شکل ۵ نشان داده شده و با استفاده از منحنی‌های پسماند در شکل ۵ مقادیر میدان وادارندگی و نسبت مربعی برای نانوسیم‌های انباشت شده در در بسامدهای متفاوت بدست می‌آید. منحنی تغییرات میدان وادارندگی و نسبت مربعی بر حسب بسامد در شکل ۶ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در دمای اتاق، نسبت مربعی با افزایش بسامد افزایش می‌یابد و دامنه تغییرات نسبت مربعی از میدان وادارندگی بیش‌تر است. میدان وادارندگی تا بسامد ۴۰۰ هرتز، به آرامی افزایش پیدا می‌کند و از بسامد ۴۰۰ تا ۶۰۰ هرتز سریع افزایش می‌یابد. سپس، تغییرات میدان وادارندگی به تدریج ثابت می‌شود. پس به‌طور کلی می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش بسامد میدان وادارندگی افزایش می‌یابد. علت را می‌توان این‌گونه توضیح داد که با افزایش بسامد زمان تناوب در فرآیند الکتروانباشت کوتاه‌تر می‌شود و چون در روش الکتروانباشت متناوب، انباشت ماده در نیم‌سیکل کاتدی انجام می‌شود، مدت زمان انباشت در نیم‌سیکل کوتاه‌تر می‌شود و آهنگ انباشت کندتر و بلور با نقص و تنش کمتری و با نظم بیش‌تری انباشت می‌شود و در بسامدهای بالا رفتار مغناطیسی یون‌های آهن غالب‌تر است. اما در بسامدهای پایین آهنگ انباشت سریع‌تر می‌شود. در نتیجه بلور با نقص و تنش بیش‌تری ایجاد می‌شود. احتمال وجود زمینه‌های مغناطیسی

کوچک با مغناطش وارون در مجاورت نقص‌ها وجود دارد [۱۹]. بنابراین هر چه نقص بلوری بیشتر باشد میدان وادارندگی کمتر است. بنابراین، میدان وادارندگی با افزایش بسامد افزایش می‌یابد که باعث افزایش خاصیت مغناطیسی نانوسیم‌ها می‌گردد. میزان انباشت یون‌های آهن و فسفر در نانوسیم‌های ساخته شده به وسیله آنالیز EDX بدست آمد. نتایج مربوط به آنالیز EDX در جدول ۱ آمده است.



شکل ۷: الگوی پراش پرتو ایکس نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ با بسامد ۲۰۰ و ۷۰۰.

جدول ۱: درصد آهن و فسفر در نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ در بسامدهای متفاوت.

| بسامد(هرتز) | درصد آهن در نانوسیم | درصد فسفر در نانوسیم |
|-------------|---------------------|----------------------|
| ۲۰۰ | ۹۳/۳۹ | ۶/۷۰ |
| ۷۰۰ | ۹۳/۶۶ | ۶/۳۳ |

برای بررسی اثر بسامد بر ساختار بلوری نانوسیم‌های تهیه شده، نمونه‌ها به‌وسیله طرح پراش پرتو ایکس مورد مطالعه قرار گرفتند. طرح پراش به‌دست آمده از نانوسیم‌ها در بسامدهای ۲۰۰ و ۷۰۰ هرتز در شکل ۷ نشان داده شده است.

الگوی پراش پرتو ایکس برای بسامد ۲۰۰ هرتز منطبق بر کارت مرجع (۰۷۳۱-۰۸۷-۰۱) و ۷۰۰ هرتز منطبق بر کارت مرجع (۰۸۲۶-۰۰۶-۹۸) در شکل ۷ نشان می‌دهد که فسفر به‌صورت ناخالصی در ساختار آهن، جایگزین یون‌های آهن شده است چون تنها قله مربوط به آهن در الگوی پراش وجود دارد و قله مربوط به آلیاژ آهن - فسفر تشخیص داده نشده است. از آن‌جا که پس از انباشت، بستر آلومینیم همچنان در زیرلایه آلومینا باقی است قله پراش مربوط به آلومینیوم مشاهده می‌شود. از الگوهای پراش نانوسیم‌های آهن - فسفر آشکار است که فاز ساختاری نانوسیم‌ها مکعبی مرکز حجمی (bcc) است که دارای قله‌های پراش در زوایای $44/8$ و $64/7$ درجه به ترتیب مربوط به صفحات بلوری با جهات (۱۱۰) و (۲۰۰) در بسامد ۲۰۰ هرتز و زوایای $44/6$ و $65/2$ درجه مربوط به صفحات (۱۱۰) و (۲۰۰) در بسامد ۷۰۰ هرتز است. همان‌طور که در شکل (۷) مشاهده می‌شود، با افزایش بسامد شدت قله‌های مربوط به صفحات بلوری به‌خصوص قله مربوط به زاویه $44/6$ درجه افزایش یافته، که نشان‌دهنده‌ی افزایش مقدار بلورینگی و در نتیجه افزایش ناهمسانگردی بلور نانوسیم‌هاست.

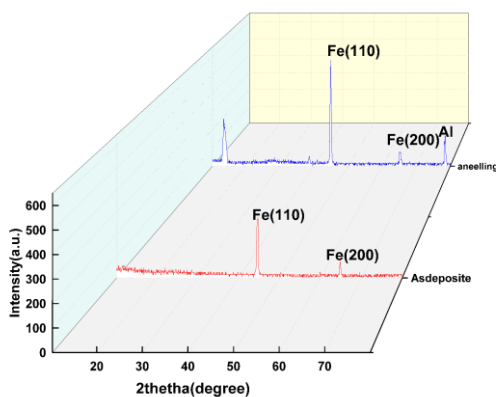
با توجه به اینکه عاملی که در شکل منحنی‌های پسماند مواد مغناطیسی و میدان وادارندگی نقش دارند ناهمسانگردی مغناطیسی است. در مطالعه ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها باید دو ناهمسانگردی بلوری و ناهمسانگردی شکلی را نظر گرفت اما با توجه به اینکه نانوسیم‌های ساخته شده در قالب آلومینا به نسبت دارای طول به قطر یکسانی هستند. پس می‌توان نقش ناهمسانگردی شکلی برای تمام نانوسیم‌ها یکسان در نظر گرفت و در نتیجه تغییر میدان وادارندگی را به ناهمسانگردی بلوری نسبت داد. فاصله‌ی بین صفحات (d) و اندازه‌ی صفحات بلوری (D) نمونه‌ها با استفاده از داده‌های پرتو ایکس و به کمک روابط شرر و براگ محاسبه و در جدول ۲ آمده است.

جدول ۲: نتایج حاصل از XRD برای نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ ساخته شده در در بسامدهای ۲۰۰ و ۷۰۰ هرتز.

| Frequency (Hz) | 2θ (degree) | d(Å) | D(Å) | (hkl) |
|----------------|-------------|------|-------|-------|
| ۲۰۰ | ۴۴/۸ | ۲ | ۱۷۴/۹ | (۱۱۰) |
| | ۶۵/۷ | ۱/۴ | ۲۴۹ | (۲۰۰) |
| ۷۰۰ | ۴۴/۶ | ۲ | ۳۱۸/۱ | (۱۱۰) |
| | ۶۵/۲ | ۱/۴ | ۱۴۵/۶ | (۲۰۰) |

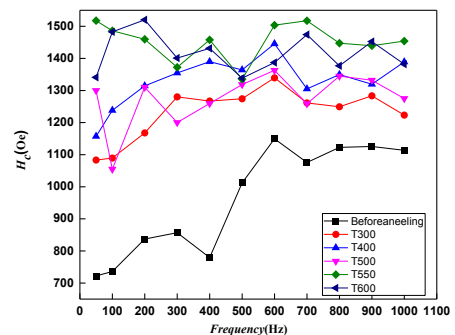
با افزایش بسامد انباشت، در زاویه‌ی $44/8$ درجه، فاصله‌ی صفحات بلوری تغییر محسوسی ندارد اما اندازه‌ی صفحات بلوری با افزایش بسامد افزایش پیدا کرده که با توجه به شکل ۷، شدت قله در این زاویه در بسامد ۷۰۰ هرتز بیش‌تر شده است. بنابراین، با افزایش بسامد، اندازه‌ی صفحات بلوری بزرگ‌تر شده، پس

نتایج بدست آمده نشان داد که عملیات تابکاری حرارتی سبب افزایش میدان وادارندگی می‌شود. بنابراین می‌توان گفت تابکاری نانوسیم‌ها ویژگی مغناطیسی آن‌ها را بهبود می‌بخشد. بیشترین تغییر مقدار میدان وادارندگی مربوط به بسامد ۲۰۰ هرتز و در دمای تابکاری ۶۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد است که از مقدار ۸۳۸ اورستد در دمای اتاق به ۱۵۳۰ اورستد در دمای ۶۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد افزایش می‌یابد. برای بررسی اثر تابکاری روی ساختار بلوری نانوسیم‌ها، نمونه‌های انباشت شده با بسامد ۲۰۰ و ۷۰۰ هرتز، پیش و پس از عملیات تابکاری با پراش پرتو ایکس مطالعه شدند. در شکل ۹ الگوی پراش پرتو ایکس روی نانوسیم ساخته شده در بسامد ۲۰۰ هرتز را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود شدت قله‌ها در زاویه‌ی ۴۴/۸ درجه افزایش یافته، می‌توان گفت عملیات تابکاری باعث شده بلورینگی در این راستا رشد بیشتری داشته باشد. با عملیات تابکاری حرارتی زاویه قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (۱۰۰) و فاصله صفحات تغییر چندانی نمی‌کند ولی اندازه‌ی صفحات افزایش پیدا می‌کند که نشان‌دهنده‌ی رشد بلور در این راستا است. افزایش شدت قله مربوط به صفحه (۱۱۰) در شکل ۹ این گفته را تأیید می‌کند. همچنین، زاویه‌ی قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (۲۰۰) از زاویه ۶۴/۷ درجه به زاویه‌ی ۶۵/۲ درجه افزایش می‌یابد. اما فاصله‌ی صفحات تغییر نمی‌کند و اندازه‌ی صفحات کاهش می‌یابد. در شکل ۷ نیز مشاهده می‌شود، شدت قله پس از عملیات تابکاری نسبت به پیش از آن تا حدودی کاهش یافته، که تأیید گفته‌های ما است.



شکل ۹: الگوی پراش پرتو ایکس نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ در بسامد ۲۰۰ هرتز پیش و پس از تابکاری.

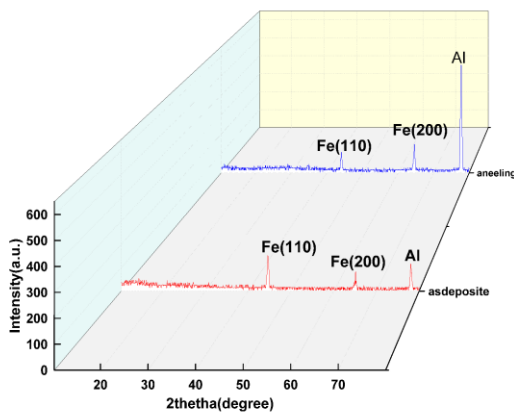
رشد بلور در این راستا بیش‌تر شده که افزایش ناهمسانگردی بلوری و در نتیجه افزایش میدان وادارندگی را سبب شده است. اما با افزایش بسامد در زاویه‌ی ۶۵/۷ درجه، فاصله‌ی صفحات بلوری تغییر نکرده و اندازه‌ی صفحات بلوری کاهش پیدا کرده است. در شکل ۷ با افزایش بسامد شدت قله بیش‌تر شده، که علت این افزایش را می‌توان برهم‌نهی قله‌ی آلومینیوم مطابق با کارت مرجع (۱۱۳۹-۰۰۵-۹۸) با آهن در این زاویه دانست. کرنش در ساختار بلوری نانوسیم $Fe_{84}P_{16}$ با استفاده از داده‌های پرتو ایکس و به کمک رابطه براگ محاسبه شد که نتایج نشان داد که در بسامدهای ۲۰۰ و ۷۰۰ هرتز کرنش به ترتیب ۱/۵٪- و ۰/۰۷٪+ است. کرنش‌های موجود بیانگر این است که کرنش برای ساختار بلوری bcc مثبت‌تر شده، یعنی از میزان فشردگی ساختار بلور کاسته شده است. انتظار داریم صفحات بلوری رشد کنند که با توجه به طرح پراش پرتو ایکس در شکل ۷ شدت قله‌های صفحه (۱۱۰) افزایش می‌یابد. پس از ساخته شدن نمونه‌ها به روش الکتروانباشت متناوب در بسامدهای متفاوت، عملیات تابکاری حرارتی در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۵۵۰ و ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد و در مجاورت گاز آرگون به مدت ۲۰ دقیقه انجام شد. در هر مرحله به منظور جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها، در مجاورت گاز آرگون فرایند سرد شدن نمونه‌ها صورت گرفت. حلقه‌های پسماند نمونه‌ها در دماهای متفاوت توسط دستگاه AGFM رسم شد. میدان وادارندگی نمونه‌ها با استفاده از این حلقه‌ها محاسبه شد. شکل (۸) تغییرات میدان وادارندگی بر حسب بسامد در دماهای متفاوت تابکاری را نشان می‌دهد.



شکل ۸: تغییرات میدان وادارندگی نانوسیم‌ها بر حسب بسامد در دماهای متفاوت.

فاصله بین صفحات (d) و اندازه صفحات (D) را با استفاده از

از تابکاری، زاویه‌ی از $65/2$ به زاویه‌ی $65/5$ درجه افزایش می‌یابد اما فاصله‌ی بین صفحات تغییر نمی‌کند. اندازه‌ی صفحه از $145/6$ به $580/2$ آنگسترم افزایش می‌یابد که نشان‌دهنده‌ی رشد بلور در این راستا است که در شکل ۱۰ نیز مشاهده می‌شود که شدت قله در این زاویه پس از عملیات تابکاری حرارتی نسبت به پیش از عملیات تابکاری حرارتی افزایش یافته است. با توجه به طرح الگوی پراش نانوسیم $Fe_{84}P_{16}$ ساخته شده در بسامد الکتروناباشت 700 هرتز، که در شکل ۱۰ آمده است، کرنش موجود در شبکه محاسبه و برای نانوسیم ساخته شده در دمای اتاق کرنش برابر با 0.2% بدست آمد و پس از عملیات تابکاری و در دمای 600 درجه سانتیگراد کرنش ساختار بلوری 0.6% - به دست آمد. بنابراین، نانوسیم تهیه شده در بسامد 700 هرتز، کرنش موجود در شبکه منفی‌تر شده، بنابراین، اندازه‌ی صفحات در این راستا افزایش می‌یابد، که باعث ایجاد تنش فشاری در شبکه می‌شود.



شکل ۱۰: الگوی پراش پرتو ایکس نانوسیم‌های $Fe_{84}P_{16}$ در بسامد 700 هرتز پیش و پس از تابکاری.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش، ابتدا قالب حفره‌دار آلومینا با استفاده از آندایز دو مرحله‌ای تهیه شدند و سپس، نانوسیم‌های آهن- فسفر با روش الکتروناباشت جریان متناوب در داخل این حفره‌ها ساخته شدند. بررسی اثر بسامد بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم‌ها نشان داد که با افزایش بسامد از 50Hz تا 600Hz میدان وادارندگی به‌ترتیب از مقدار $721/7$ اورستد به مقدار $1113/5$ اورستد افزایش می‌یابد. همچنین، افزایش بسامد باعث رشد صفحات کریستالی و به

الگوی پراش پرتو ایکس می‌توان محاسبه کرد. جدول ۳ این محاسبات را برای نانوسیم‌های ساخته شده با بسامد 200 هرتز پیش و پس از عملیات تابکاری حرارتی را نشان می‌دهد.

جدول ۳ محاسبات برای نانوسیم‌های ساخته شده با بسامد 200 هرتز پیش و پس از عملیات تابکاری حرارتی

| Temperature (°C) | 2θ (degree) | d (Å) | D (Å) | (hkl) |
|------------------|-------------|-------|-------|-------|
| ۷۵ | ۴۴/۸ | ۲ | ۱۷۶/۹ | (۱۱۰) |
| | ۶۴/۷ | ۱/۴ | ۲۴۹ | (۲۰۰) |
| ۶۰۰ | ۴۴/۸ | ۲ | ۲۲۷/۵ | (۱۱۰) |
| | ۶۵/۲ | ۱/۴ | ۱۹۹/۲ | (۲۰۰) |

با توجه به این که زاویه مربوط به قله‌ها در الگوی پراش پس از عملیات تابکاری دچار تغییر شده و این تغییرات به دلیل کرنش موجود در شبکه بلوری است بنابراین کرنش موجود در شبکه‌ی بلور پیش و پس از عملیات تابکاری حرارتی در بسامد 200 هرتز، به کمک الگوی پراش شکل ۹ محاسبه شد. کرنش در ساختار بلوری در دمای اتاق 0.2% - به دست آمد و با انجام عملیات تابکاری حرارتی در بسامد 200 هرتز، کرنش موجود در شبکه منفی‌تر شده (0.4% -)، یعنی شبکه بلور فشرده‌تر شده، علت را می‌توان این‌گونه بیان کرد که عملیات تابکاری باعث رشد صفحات کریستالی شده، اما تنشی که قالب آلومینیوم به شبکه‌ی بلور وارد کرده سبب شده که کرنش منفی و در نتیجه بلور فشرده‌تر شود. الگوی پراش شکل ۱۰ مربوط به نانوسیم ساخته شده در بسامد 700 هرتز پیش و پس از عملیات تابکاری حرارتی است، همانطور که مشاهده می‌شود، در هر دو مرحله قله‌های مربوط به عنصر آهن در دو زاویه 44 و 65 درجه با اندیس میلر به ترتیب (110) و (200) دیده می‌شوند. پس از عملیات تابکاری شدت قله مربوط به زاویه‌ی 65 درجه افزایش یافته که نشان از رشد بلور در این راستا و منظم شدن بیش‌تر بلور در این راستا است. با استفاده از الگوی پراش شکل ۱۰ و با کمک رابطه‌ی براگ و رابطه‌ی شرر، به‌ترتیب فاصله‌ی بین صفحات (d) و اندازه‌ی صفحات (D) محاسبه شدند. محاسبات نشان می‌دهند که با انجام عملیات تابکاری حرارتی روی نمونه‌ی تهیه شده در بسامد 700 هرتز، زاویه‌ی مربوط به صفحه‌ی (110) از $44/6$ به 44 درجه کاهش پیدا می‌کند، فاصله صفحات تغییری نمی‌کند و اندازه‌ی صفحه از $318/1$ به $198/4$ آنگسترم کاهش می‌یابد. پس

electroposition" *Advanced Materials*, 12, 8, 582-586, 2000.

[10] X.Zhang, H. Zhang, T. Wu, Z. Zhang, H. Sun, H. "Comparative study in fabrication and magnetic properties of FeNi alloy nanowire and nanotubes" *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 331, 162- 167, 2013.

[11] D.HQin, M. Lu, H.L. Li, "Magnetic force microscopy of magnetic domain structure in highly ordered Co nanowire arrays" *Chemical Physics Letters*, 350, 1, 51-56, 2001.

[12] A. Saedi, M. Ghorbani, "Electrodeposition of Ni-Fe-Co alloy nanowire in modified AAO template" *Materials Chemistry and Physics*, 91, 2, 423-56, 2005.

[13] M.Najafi, Z. Alemipour, I. Hasanzadeh, A. Aftabi, S. Soltanian, "Influence of annealing temperature, electrolyte concentration and electroposition conditions on magnetic properties of electrodeposited Co-Cr alloy nanowires" *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 28, 1, 95-101, 2015.

[14] M. Koohbor, S. Soltanian, M. Najafi, P. Servati, "Fabrication of CoZn alloy nanowire arrays: Significant improvement in magnetic properties by annealing process" *Materials chemistry and physics*, 131, 3, 728-734, 2012.

[15] A. Ramazani, M.A. kasha, V.B. Isfahani, "The influence of cryslallinity enhancement on the magnetic properties of ac electrodeposited Fe nanowires" *Applied Physics A*, 98, 3, 691-697, 2010.

[16] م. نجفی، ز. عالمی پور، ف. رجبی، "ساخت نانوسیم‌های آلیاژی آهن - منگنز و بررسی اثر محتوای منگنز، تابکاری و فرکانس الکتروانباشت بر ویژگی مغناطیسی آن‌ها" *نشریه علمی و پژوهشی علوم و فناوری کامپوزیت*، ۴، ۳، ۲۶۲-۲۵۵، ۱۳۹۶.

[17] M.Najafi, P. Amjadi, Z. Alemipour, "Fabrication and magnetic properties of ordered Co_{100-x}Pb_x nanowire arrays electrodeposited in AAO templates: Effects of annealing temperature and frequency" *Journal of materials research*, 32, 1177-1183, 2017.

[18] J.P. O'Sullivan, G.C. Wood, "The morphology and mechanism of formation of porous anodic films on aluminum. formation of porous anodic films on aluminum" *Proc. R. Soc. Lond. A* 317, 511 (1970).

وجود آمدن ناهمسانگردی بلوری می‌شود. از الگوهای پراش نانوسیم‌های آهن - فسفر مشخص شد که فاز ساختاری نانوسیم‌ها مکعبی مرکز حجمی (bcc) است. مشاهده شد که تابکاری حرارتی نمونه‌ها در دماهای متفاوت سبب بهبود ویژگی مغناطیسی آن‌ها می‌شود.

مراجع

[1] Z. Liu, P.C.C. Chang, C.C. Chang, E. Galaktionov, G. Bergmann, J.G. Lu, "Shape anisotropy and magnetization modulation in hexagonal cobalt nanowires" *Advanced functional materials*, 18, 10, 1573-1578, 2008.

[2] K.R.Pirota, F. Beron, D. Zanchet, T.C.R. Rocha, J. Navas, M. Torrejon, M. Knoble, "Magnetic and structural properties of fcc/hcp bicrystalline multilayer Co nanowire arrays prepared by controlled electroplating" *Journal of Applied Physic*, 109, 8, 083919, 2011.

[3] P.Wang, L. Gao, Z. Qui, X. Song, L. Wang, S. Yang, R. Murakami, "A multistep ac electroposition method to prepare Co nanowires with high coercivity" *Journal of Applied Physic*, 104, 064304, 2008.

[4] K.Niensch, H. Wehrspohn, J. Barthel, J. Kirschner, U. Gosele, S.F. Fischer H. Kronmuller, "Hexagonally ordered 100 nm period nickel nanowire arrays" *Applied Physics Letters*, 79, 9, 1360, 2001.

[5] A. P. Guimaraes "Principles of Nanomagnetism" Springer.1-19, 2009.

[6] ع. سبط، ف. آذرخرمی، م. امیرحسینی، س. ذوالریاستین، م. اخوان، "ویژگی مغناطیسی نانوذرات FeCo برای ذخیره سازی اطلاعات" *مجله پژوهش فیزیک*، ۶، ۲، ۸۶-۷۷، ۱۳۸۵.

[7] ع. سبط، م. اخوان. " مشخصه‌های آماری ذرات ضبط مغناطیسی " *مجله پژوهش فیزیک*، ۳، ۳، ۲۱۱-۱۹۹، ۱۳۸۱.

[8] ر.گلی پور، ع.خیاطیان، ع.رمضانی، م.الماسی کاشی، "تقش ناهمسانگردی‌های بلوری و شکلی بر ویژگی مغناطیسی نانوسیم های کبالت و نیکل " *مجله پژوهش فیزیک*، ۷، ۲، ۸۰-۷۳، ۱۳۸۶.

[9] K. Niensch, F. Muller, A. Li, "Uniform nickel deposition into ordered alumina pores by pulsed

[19] B.D.Cullity, C.D.Graham, “Introduction to magnetic materials” chapter 11.



Fabrication of Fe₈₄P₁₆ nanowires and study the effect of the deposition frequency on their magnetic properties

Z.Alemipour*, B. Astinchap, T. Kakavandi

Department of Physics, University of Kurdistan, Sanandaj, Iran

Abstract: Fe₈₄P₁₆ nanowires were fabricated by AC electrodeposition method at various frequencies (50-1000Hz) into 1000Hz) into anodic oxide (AAO) templates. The AAO templates are prepared by a two-step anodizing process. The synthesized nanowires were analyzed using alternating gradient force magnetometer (AGFM), scanning electronic microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The effect of deposition frequency and thermal annealing on magnetic properties and structural of nanowires were investigated. The STM image indicated that the diameter of nanowires is between 30-50 nm. The XRD pattern shows that the crystalline structure of nanowires is bcc. The magnetic properties (coercivity field and squareness) of samples were measured by alternative gradient force magnetic (AGFM). The effect of frequency on magnetic properties of nanowires exhibits that the highest coercivity (1149Oe) obtained for nanowires prepared at 200 Hz and also the squareness of nanowires increased by increasing of electrodeposition frequency. For studying the effect of annealing on the magnetic properties of nanowires, all nanowires were annealed at temperature range (300- 600 °C). The results show that the crystallinity of nanowires increases after annealing and consequently the magnetic properties are improved.

Keywords: Nanowire, Coercivity field, Squareness, Frequency, electrodeposition