

## الکتروانباشت و مطالعه ساختاری و خواص مغناطیسی نانوساختارهای آهن-پلاتین

راضیه ترابی فارسانی، غلامرضا نبیونی\*

آزمایشگاه تحقیقاتی رشد نانوساختارها، گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه اراک، اراک، ایران

### چکیده

در این تحقیق الکتروانباشت تک حمام لایه‌های نازک فلزی Pt و آلیاژی FePt با درصدهای مختلف آهن، بر روی زیرلایه‌های مس و طلا، مطالعه گردید. الکتروانباشت در مد کرنوکولومتری (CHC) تحت پتانسیل ثابت صورت گرفت. با استفاده از ولتاویری چرخه‌ای (CV) ولتاژ شروع انباشت لایه‌های آلیاژی مشخص شد. در ادامه سس لایه‌ای‌های FePt/Pt با ضخامت‌های متفاوت لایه‌های پلاتین بر زیر لایه‌های مس و طلا رسوب داده شد و تأثیر این تغییر ضخامت بر مورفولوژی سطحی لایه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. با استفاده از روش پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ساختار و مورفولوژی لایه‌های آلیاژی FePt و سس لایه‌ای FePt/Pt مورد بررسی قرار گرفت و به کمک آنالیز تعکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) درصد وزنی و اتمی عناصر موجود در لایه‌های انباشتی تعیین گردید. همچنین خواص مغناطیسی لایه‌های آلیاژی FePt توسط دستگاه مغناطوسنج نیروی متناوب (AGFM) مورد مطالعه قرار گرفته است.

**کلیدواژگان:** الکتروانباشت، لایه‌های نازک، آهن پلاتین، ولتاویری چرخه‌ای، مورفولوژی سطحی، خواص مغناطیسی

تولید اکسیژن و هیدروژن مفید هستند [۲]. در سال‌های اخیر آلیاژهای (Pt, Pd)-(Fe, Co) به عنوان مواد مغناطیسی سخت برای وسایل ضبط مغناطیسی با چگالی فوق بالا و به عنوان محرک در سیستم‌های میکروالکترومکانیکی شناخته شده‌اند [۳]. لایه‌های نازک FePt و ادارندگی<sup>۱</sup> بالا و پایداری شیمیایی عالی و ثابت ناهمسانگردی بزرگی دارند و برای کاربردهای ضبط با چگالی فوق بالا بسیار مناسب‌اند [۴-۵]. FePt، یک فاز منظم از ساختار آهن پلاتین می‌باشد. فاز منظم FePt<sub>L1₀</sub> توجه خاصی را به دلیل مقاومت

### مقدمه

انباشت الکتروشیمیایی فلزات گران‌بها نقش مهمی در پیشرفت صنایع گروه متالوژی دارد. مهم‌ترین کاربرد فلزات گروه پلاتین، استفاده از آن‌ها به عنوان محافظت در برابر خوردگی لایه‌های زیرین است. کاربردهای دیگر شامل پوشش مقاوم برای سطوح، پوشش تزیینی و کاربردهای دیگر مانند به دست آوردن مقاومت پایین برای اتصالات الکتریکی و سطوح کاتالیزور برای الکترودها در واکنش‌های شیمیایی است [۱]. نانوذرات پلاتین به عنوان کاتالیزور برای اکسید کردن طیف گسترده‌ای از مولکول‌ها و به عنوان فوتوكاتالیزور برای الکترولیز آب روی سطح نیمه‌رسانای TiO<sub>2</sub> برای

\* نویسنده مسئول: G-Nabiyouni@araku.ac.ir

<sup>۱</sup> Coercivity

(SEM) ساختار و مورفولوژی لایه‌های آلیاژی FePt و بس‌لایه‌ای FePt/Pt مورد بررسی قرار گرفته و توسط آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) درصد وزنی و اتمی عناصر موجود در لایه‌های انباشتی تعیین گردید. همچنین خواص مغناطیسی لایه‌های آلیاژی FePt توسط دستگاه مغناطوسنج نیروی متناوب (AGFM) مورد مطالعه قرار گرفته است.

### روش انجام آزمایش

تمامی آزمایش‌های الکتروشیمیایی در یک سل سه الکترودی با استفاده از دستگاه پای‌پتانسیل (ساخت شرکت سما-ایران) انجام شد. برای انباشت تک فلز پلاتین از الکتروولیت شامل  $1\text{m M H}_2\text{(PtCl}_6\text{).}6\text{H}_2\text{O}$  استفاده شد. pH محلول (که بهینه آن را در حین آزمایش به دست آوردیم) روی عدد ۲ ثابت نگه داشته شد. برای انباشت آلیاژهای آهن-پلاتین، از سه الکتروولیت شامل  $1\text{m M H}_2\text{(PtCl}_6\text{).}6\text{H}_2\text{O}$  و غلظت‌های مختلف ۰,۰۶، ۰,۰۴ و ۰,۰۲ مولار  $\text{FeSO}_4$  استفاده کردیم. pH محلول در حین انباشت (که همانند قبل بهینه آن از طریق آزمون و خطا بدست آمد) روی عدد ۲,۸ ثابت نگه داشته شد. برای انباشت بس‌لایه‌های آهن/پلاتین از یک الکتروولیت شامل  $1\text{m M H}_2\text{(PtCl}_6\text{).}6\text{H}_2\text{O}$  و ۰,۰۴ مولار اسیدیبوریک (برای تثبیت pH و همچنین به عنوان یک ماده افزودنی مرطوب‌کننده) به تمامی محلول‌ها اضافه شد. اسید بوریک افزوده شده باعث تسريع حرکت حباب‌های هیدروژن از سطح کاتد و در نتیجه مانع از تخلخل فلز رسوب داده شده می‌شود. سلول الکتروشیمیایی حاوی الکتروولیت، الکترود کار یا کاتد همان زیر لایه‌هایی هستند که با فرآیند ماسک‌زنی آماده می‌گردند. الکترود

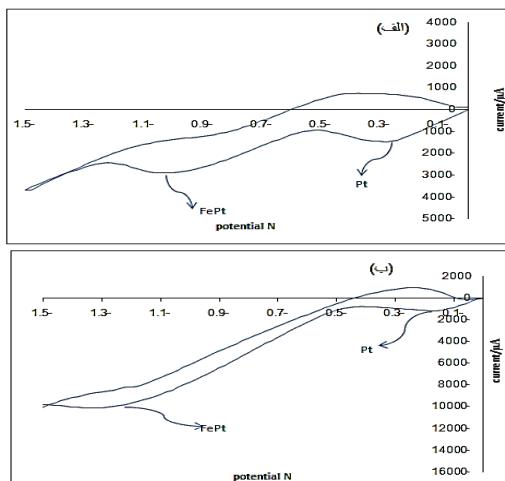
خوردگی<sup>۱</sup> عالی و ناهمسانگردی کریستالی مغناطیسی بالا به خود جلب کرده است. اخیراً لایه نازک و ذرات  $\text{L1}_{10}\text{-FePt}$  مغناطیسی با چگالی بالا شدیداً مورد بررسی قرار گرفته است. فیلم‌های ضخیم FePt با وادارندگی و مغناطیسی باقی‌مانده<sup>۲</sup> بالا احتمالاً برای کاربردهای ماکرویو و سیستم‌های میکروالکترومکانیکی (MEMS) به کار می‌روند [۶,۷]. برای کاهش نویزها در وسایل ضبط با چگالی بالا، اندازه دانه‌های فاز مغناطیسی سخت باید کوچک باشد [۸]. فاز  $\text{L10}$  آلیاژ FePt یک ناهمسانگردی کریستالی مغناطیسی بالایی را نشان می‌دهد که پایداری حرارتی مغناطیسی نانوذرات و دانه‌های مغناطیسی در لایه نازک را بالا می‌برد و ذخیره‌سازی اطلاعات را در وسایل ضبط مغناطیسی با چگالی فوق بالا ممکن می‌سازد [۹].

الکتروانباشت یکی از ساده‌ترین، انعطاف‌پذیرترین و ارزان‌ترین روش‌های لایه‌نشانی است که نسبت به روش‌های مبتنی بر خلا دارای مزیت‌هایی از جمله سرعت لایه‌نشانی بالا، قیمت ارزان، دمای انباشت پایین و امکان ایجاد ساختار ترکیبی است [۱۰,۱۱]. در این تحقیق لایه‌های نازک Pt و آلیاژی FePt بر روی زیرلایه‌های فلزی مس و طلا به روش الکتروانباشت با درصدهای مختلف آهن در مدد کرنوکولومتری (CHC) و تحت پتانسیل ثابت در یک الکتروولیت تک حمام انباشت شدند. با استفاده از ولتا متري چرخه‌ای (CV) و ولتاژ شروع انباشت لایه‌های آلیاژی مشخص شد. در ادامه بس‌لایه‌ای‌های FePt/Pt با ضخامت‌های متفاوت لایه‌های پلاتین بر زیرلایه‌های مس و طلا رسوب داده شد و تأثیر تغییر ضخامت بر مورفولوژی سطحی لایه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. با استفاده از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی

<sup>۳</sup> Remanent Magnetization

<sup>۱</sup> Corrosion resistance

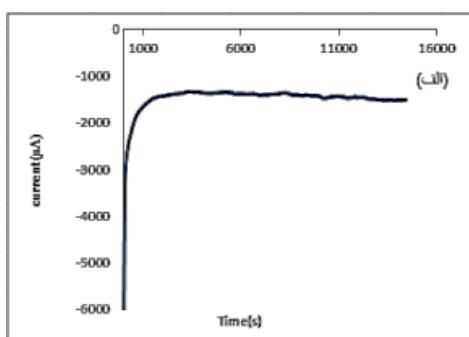
<sup>۲</sup> face center tetragonal



شکل ۱. نمودارهای جریان-ولتاژ (ولتامتری چرخه‌ای) آلیاز آهن-پلاتین روی دو زیرلایه (الف) مس و (ب) طلا.

## نتایج و بحث

با توجه به این که در این کار، جهت رشد لایه‌های Pt لایه‌های آلیازی FePt و برای دستیابی به ساختار لایه‌ای متداول از مد CHC دستگاه پایی‌پتانسیل استفاده شده است، پارامترهای انباشت شامل بار، دوره و ولتاژ از طریق نرم‌افزار نصب شده به یک رایانه وارد شده و به پایی‌پتانسیل اعمال می‌گردد. توسط همین نرم‌افزار منحنی جریان-زمان داده می‌شود. همان‌طور که در شکل ۲ مشاهده می‌شود، انتظار می‌رود که جریان در طی انباشت بعد از گذشت مدت زمانی تقریباً ثابت شود. می‌توان نتیجه گرفت که جریان در الکتروولیت بعد از مدتی به تعادل نسبی رسیده است.

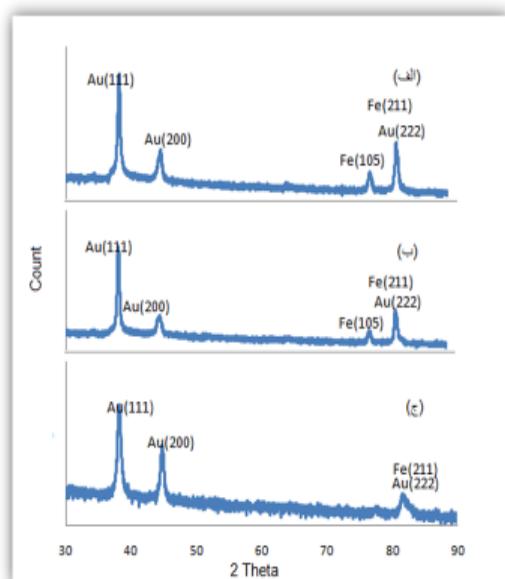


شکل ۲. منحنی‌های الف. جریان-زمان مربوط به انباشت آلیاز آهن-پلاتین در ولتاژ  $-1/4$ .

ثانویه از جنس پلاتین و الکتروود مرجع از نوع کالومل می‌باشد. کنترل پتانسیل روی سطح زیرلایه توسط این الکترود انجام می‌پذیرد. در این کار از مد کرونوكولومتری (CHC) دستگاه پایی‌پتانسیل استفاده کردیم. پارامترهای انباشت شامل بار، دوره و ولتاژهای بهینه لایه‌نشانی به دستگاه پایی‌پتانسیل که توسط رایانه کنترل می‌شود، اعمال گردید و منحنی‌های بار-زمان، جریان-زمان و ولتاژ-جریان (ولتامتری چرخه‌ای) برای لایه‌های انباشت شده به دست آمد. با تنظیم pH (افزودن اسید‌سولفوریک برای کاهش و سود به منظور افزایش آن) ولتاژ و همچنین کار در دمای محیط، شرایط بهینه برای رشد لایه‌های نازک فراهم شد. زیرلایه‌های استفاده شده برای این کار طلا و مس بود. زیرلایه‌های مس، به ابعاد  $1 \times 1\text{ cm}$  و ضخامت نیم میلی‌متر و زیرلایه‌های طلا، قطعات  $1 \times 1\text{ cm}$  از Au/Cr/glass بود ( $5\text{ nm}$  فلز کروم به منظور چسبندگی طلا به شیشه که به دلیل ضخامت کم در نتیجه آزمایش‌ها خللی ایجاد نمی‌کند و  $25\text{ nm}$  طلا به روش کندوپاش روی شیشه لایه‌نشانی شده بود). برای شروع انباشت ابتدا با استفاده از ولتامتری چرخه‌ای (CV) ولتاژ شروع انباشت لایه‌های نازک به دست آمد. شکل ۱ نمودارهای جریان-پتانسیل (ولتامتری چرخه‌ای) مربوط به انباشت آلیاز آهن-پلاتین روی زیرلایه طلا و مس می‌باشد. پیک‌های برگشتی این نمودار ولتاژ شروع انباشت را می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود ولتاژ شروع انباشت برای الکتروولیت‌های مربوط به آلیاز برای هر دو زیرلایه مقداری تقریباً یکسان، به ترتیب برای طلا و مس،  $-0.2$  و  $-0.3$  برای پلاتین و  $-1/2$  و  $-1/1$  برای آلیاز آهن-پلاتین نشان می‌دهد. ولتاژهای شروع انباشت تقریباً یکسان آلیاز برای دو زیرلایه طلا و مس ناشی از یکسان بودن ساختار طلا و مس می‌باشد که هر دو ساختار غالب fcc دارند.

## الکتروانباشت و مطالعه ساختاری و خواص...

شکل ۳. آنالیز XRD از پلاتین به ضخامت ۷۰۰ nm روی زیرلایه Au/Cr/glass



شکل ۴. مقایسه طیف XRD لایه‌های انباشت شده آلیاژی آهن-پلاتین برای غلظت‌های الف. ۰,۰۲، ب. ۰,۰۴، ج. ۰,۰۶ مولار آهن و ۰,۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱ μm روی زیرلایه Au/Cr/glass

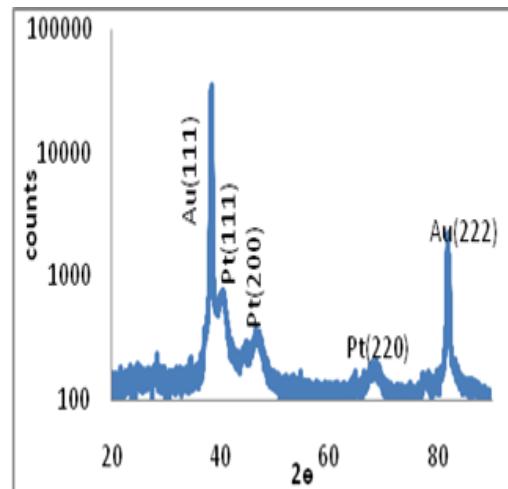
در شکل ۴ مقایسه آنالیز XRD مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt با غلظت‌های مختلفی از آهن روی زیرلایه طلا آورده شده است. بدلیل بلند بودن پیک زیر لایه طلا محور مربوط به شدت به صورت لگاریتمی در نظر گرفته شده است تا پیک‌هایی که شدت کمتری دارند نمایان شوند. با این حال به دلیل کم بودن درصد پلاتین در لایه، پیک پلاتین و پیک آلیاژی آهن-پلاتین قابل تفکیک نیستند. همان‌طور که در شکل ۴ دیده می‌شود با افزایش غلظت آهن در الکتروولیت پیک‌های مربوط به آهن کوتاه‌تر شدند و ساختار لایه به سمت بی‌نظمی رفت. احتمالاً با ادامه این روند به فاز بی‌نظم آلیاژ آهن-پلاتین می‌رسیم. بدین معنی که با افزایش غلظت آهن پیک‌های آهن کم کم از بین می‌روند تا بالاخره در یک غلظت خاص پیک‌های آلیاژ نمایان شوند.

از آنالیز XRD به منظور بررسی ساختار شبکه‌ای و تعیین میانگین بلورک‌های لایه‌های نازک استفاده گردید. با استفاده از رابطه دبای شرمنی توان اندازه ریزبلورک‌های کوچک‌تر از ۱ μm را تعیین کرد.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta_\theta \cos \theta} \quad 1$$

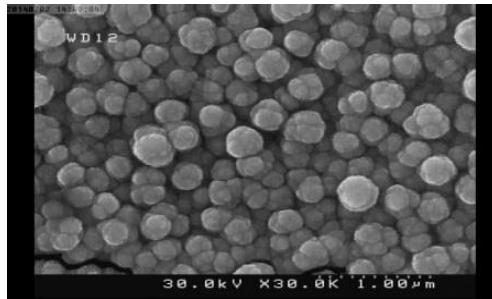
در این رابطه پارامتر D اندازه ریزبلورک، K فاکتور شکل که به ساختار بلور بستگی دارد، λ طول موج پرتوهای ایکس و  $\beta_\theta$  پهنه‌ای کامل بر حسب رادیان در نیمه ماکزیمم پیک مشاهده شده است.

نمونه‌های مورد نظر توسط تابش CuK $\alpha$  با طول موج  $\lambda = 1,54 \text{ Å}$  از دستگاه XRD آنالیز شدند. شکل ۳ مربوط به لایه پلاتین به ضخامت ۷۰۰ nm روی زیرلایه Au/Cr/glass می‌باشد. به علت پیک تیز طلا و نمایان شدن واضح پیک پلاتین محور مربوط به شدت لگاریتمی در نظر گرفته شد. مکان پیک ارجح پلاتین XRD در جهت (111) در زاویه  $2\theta = 40,28^\circ$  است. طیف ساختار مرکز سطحی (fcc) با جهت‌گیری غالب (111) را نشان می‌دهد و حاکم از آن است که ساختار لایه نازک ایجاد شده با زیرلایه مطابقت دارد. با استفاده از رابطه ۱ میانگین اندازه نانو بلورک‌های پلاتین ۱۷,۵۷ nm محاسبه شد.



روی زیرلایه طلا، آلیاژی و بس‌لایه‌ای آهن پلاتین  
روی زیرلایه طلا و مس را نشان می‌دهد.

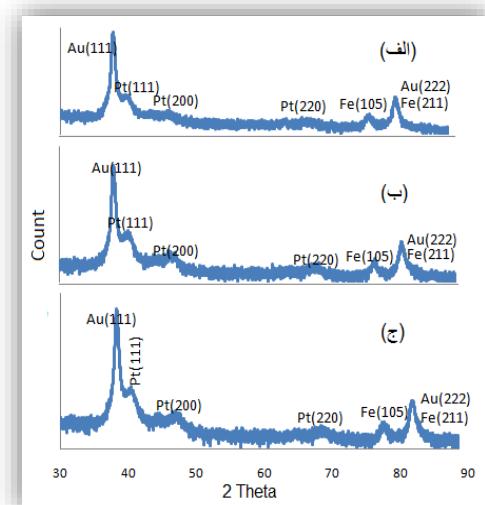
شکل ۶ تصویر SEM مربوط به لایه نازک پلاتین روی  
زیرلایه طلا به ضخامت ۷۰۰ nm در مقیاس ۱ μm را  
نشان می‌دهد. در این تصویر بلورک‌های پلاتین  
به‌وضوح قابل مشاهده است.



شکل ۶. تصویر SEM مربوط به لایه نازک پلاتین روی زیرلایه  
طلا به ضخامت ۷۰۰ nm.

شکل‌های ۷ تا ۱۰ تصاویر SEM مربوط به آلیاژ FePt با غلظت‌ها و ضخامت‌های متفاوت بر روی زیرلایه طلا و مس آورده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش ضخامت لایه اندازه دانه‌ها روی سطح افزایش یافته است، درواقع با افزایش ضخامت، تعداد یون‌های بیشتری روی سطح زیرلایه می‌نشینند؛ بنابراین یون‌های بیشتری به هم چسبیده و اندازه دانه‌ها بزرگ‌تر می‌شود؛ اما با افزایش غلظت عکس این قضیه رخ داده و اندازه دانه‌ها کاهش یافته است، درواقع با افزایش غلظت الکترولیت، نظم لایه کاهش یافته و به سمت بی‌شکلی رفته است؛ که این نتایج روی زیرلایه طلا بیشتر مشهود است.

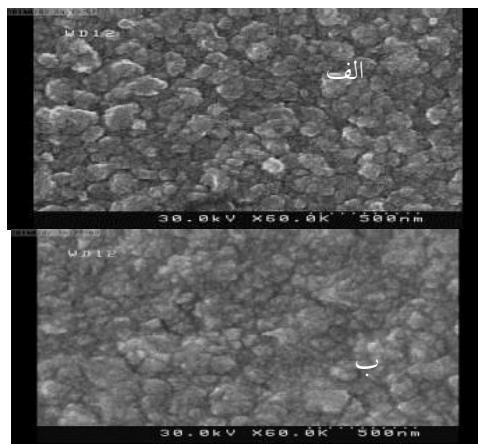
پیک مربوط به ساختار مکعبی آهن ((Fe)۲۱۱) و پیک طلا بر هم منطبق‌اند. پیک مربوط به ساختار شش‌وجهی آهن (۱۰۵) (Fe)۱۰۵ بقیه پیک‌های آهن با افزایش غلظت آهن کاهش یافته است.



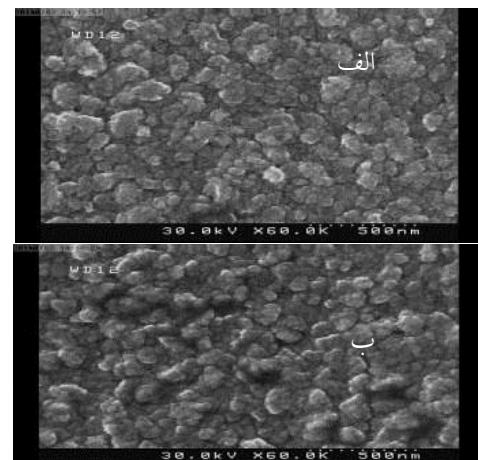
شکل ۵. مقایسه طیف XRD لایه‌های نازک بس‌لایه‌ای (الف).  
ب. FePt(3nm)/Pt(2nm)  
ج. Au/Cr/glass روی زیرلایه FePt(3nm)/Pt (3nm)

شکل ۵ مقایسه طیف XRD لایه‌های نازک بس‌لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت‌های متفاوت از لایه غیرمغناطیسی پلاتین روی زیرلایه طلا آورده شده است. همان‌طور که انتظار می‌رفت با افزایش ضخامت لایه پلاتین، پیک پلاتین قوی‌تر شد.

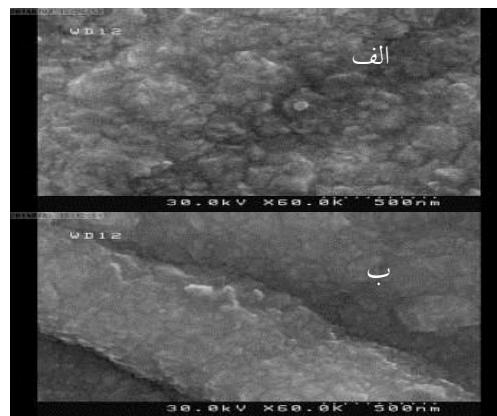
به‌منظور بررسی اثر تغییر ضخامت و غلظت، بر مورفولوژی سطحی نمونه‌های تولید شده لایه‌های نازک آلیاژی آهن-پلاتین و هم‌چنین اثر تغییر ضخامت لایه غیرمغناطیسی پلاتین بر مورفولوژی سطحی در لایه‌های نازک بس‌لایه‌ای آهن/پلاتین و نیز مورفولوژی سطحی لایه نازک تک فلز پلاتین، توسط دستگاه SEM ساخت شرکت هیتاچی موجود در دانشکده برق دانشگاه تهران مدل S-4160 تصویربرداری SEM انجام شد. تصاویر ۶ تا ۱۲ لایه‌های انباست شده پلاتین



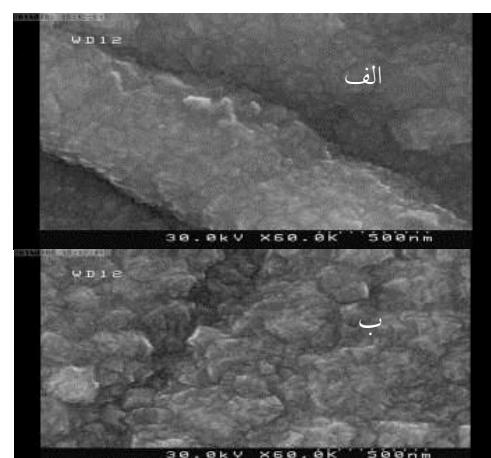
شکل ۹. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه طلا تهیه شده به ضخامت ۵۰۰nm با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار پلاتین و (الف) ۰,۰۶ مولار آهن (ب) ۰,۰۶ مولار آهن در بزرگنمایی یکسان.



شکل ۷. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه طلا تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار آهن و ۰,۰۶ مولار پلاتین به ضخامت (الف) ۵۰۰nm (ب) ۱ μm در بزرگنمایی یکسان.



شکل ۱۰. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه مس تهیه شده به ضخامت ۵۰۰nm با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار پلاتین و (الف) ۰,۰۶ مولار آهن (ب) ۰,۰۶ مولار آهن در بزرگنمایی یکسان.



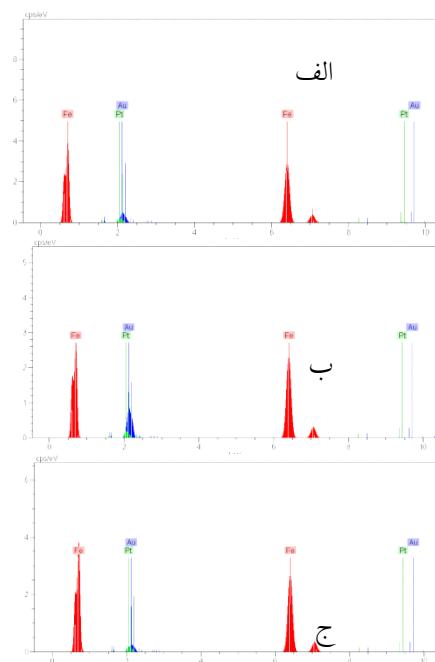
شکل ۸. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه مس تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار آهن و ۰,۰۶ مولار پلاتین به ضخامت (الف) ۵۰۰nm (ب) ۱ μm در بزرگنمایی یکسان.

همان‌طور که در شکل‌های SEM آلیاژی FePt روی زیرلایه‌های طلا و مس دیده می‌شود با افزایش غلظت آهن، اندازه دانه‌ها کاهش با افزایش ضخامت، اندازه دانه‌ها افزایش یافته است. در شکل‌های ۱۱ و ۱۲ لایه‌های بس‌لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین، تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۶ مولار آهن و ۰,۰۱ مولار پلاتین بر روی زیرلایه طلا و مس نمایش داده شده است.

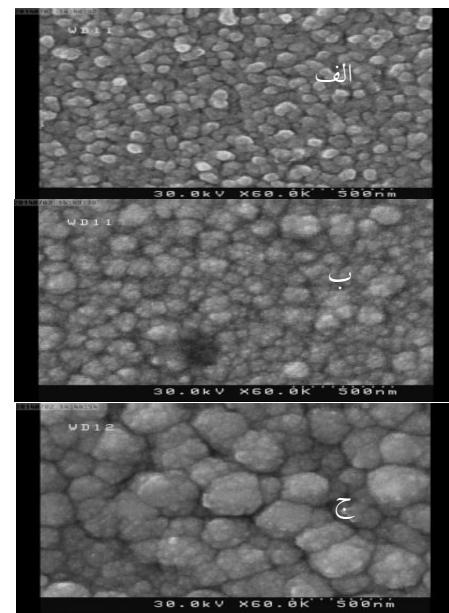
در شکل‌های ۹ و ۱۰ تصاویر SEM مربوط به غلظت‌های متفاوت از آهن در الکتروولیت‌ها روی زیرلایه مس و طلا آورده شده است.

می‌باید اندازه دانه‌ها نیز افزایش یافته است. در واقع با افزایش ضخامت، تعداد یون‌های بیشتری روی سطح زیرلایه می‌نشیند؛ بنابراین یون‌های بیشتری بهم چسبیده و اندازه دانه‌ها بزرگ‌تر می‌شود.

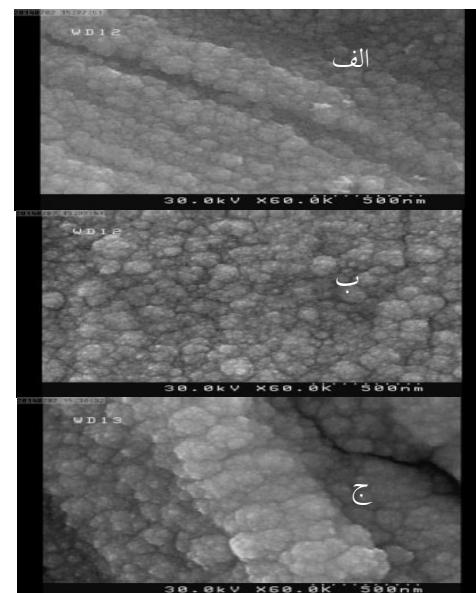
برای بررسی آنالیز کمی از میزان آهن و پلاتین در لایه‌های انباشتی از آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) مدل RONTEC ساخت کشور آمریکا در مرکز پژوهش متالوژی رازی استفاده شده است. شکل ۱۳ و جدول ۱ نتایج حاصل از آنالیز EDX گرفته شده از لایه‌های نازک آلیاژی آهن-پلاتین روی زیرلایه طلا توسط دستگاه EDX متصل به میکروسکوپ الکترونی (SEM) را نشان می‌دهد.



شکل ۱۳. آنالیز EDX لایه‌های انباشت شده آلیاژی آهن-پلاتین برای غلظت‌های الف. ۰/۰۲، ب. ۰/۰۶، ج. ۰/۰۴ مولار آهن و ۰/۰۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱  $\mu\text{m}$  روی زیرلایه طلا.



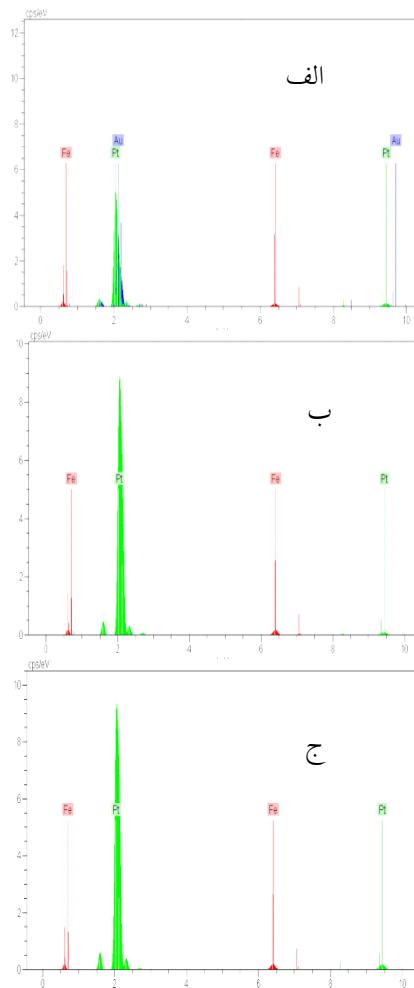
شکل ۱۱. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک بس‌لایه‌ای Pt با ضخامت کل ۱۰۰۰ nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(2nm) ب. FePt(3nm)/Pt(1nm) ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه طلا.



شکل ۱۲. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک بس‌لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت کل ۱۰۰۰ nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(2nm) ب. FePt(3nm)/Pt(1nm) ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه مس.

در تصاویر مربوط به بس‌لایه‌ای‌های FePt/Pt ملاحظه می‌شود که هرچه ضخامت لایه میانی پلاتین افزایش

## الکترونباشت و مطالعه ساختاری و خواص...



شکل ۱۴. آنالیز EDX مربوط به لایه نازک بس لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت کل  $1000\text{ nm}$  و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین (الف. FePt(3nm)/Pt(2nm). ب. FePt(3nm)/Pt(1nm). ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه طلا.

جدول ۱. داده‌های حاصل از آنالیز EDX لایه‌های انباشت شده آلیاژی آهن-پلاتین برای غلظت‌های الف.  $0.02\text{ mol/l}$ , ب.  $0.04\text{ mol/l}$ , ج.  $0.06\text{ mol/l}$  آهن و  $0.001\text{ mol/l}$  پلاتین با ضخامت  $1\mu\text{m}$  روی زیرلایه طلا.

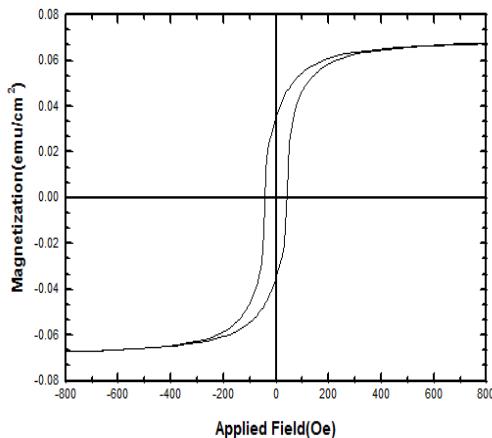
درصد اتمی پلاتین	مولا ر پلاتین (mol/lit)	مولا ر آهن (mol/lit)	درصد وزنی آهن	درصد اتمی آهن	درصد وزنی پلاتین	درصد اتمی پلاتین
۰.۵۲	۰.۰۱	۰.۰۲	۸۶.۸۳	۹۵.۸۷	۱.۹۸	۰.۶۳
۰.۵۲	۰.۰۱	۰.۰۴	۹۳.۲۴	۹۷.۹۸	۱.۷۴	۰.۵۲
۰.۵۶	۰.۰۱	۰.۰۶	۹۵.۷۴	۹۸.۷۵	۱.۸۸	۰.۵۶

همان‌طور که دیده می‌شود با افزایش غلظت آهن درصد اتمی و وزنی آهن در لایه افزایش یافته اما درصد وزنی و اتمی پلاتین از نظم خاصی پیروی نمی‌کند که می‌توان گفت رشد پلاتین در لایه نابهنجار است که البته برای بررسی این مورد نیاز به آنالیز دقیق‌تر و آزمایش‌های بیشتری می‌باشد؛ زیرا آنالیز EDX یک آنالیز کمی است و درصد وزنی و اتمی پلاتین خیلی کم و نزدیک بهم هستند. در ادامه در شکل ۱۴ و جدول ۲ نتایج حاصل از آنالیز EDX گرفته شده از لایه‌های بس لایه‌ای آهن/پلاتین روی زیرلایه طلا آورده شده است.

با توجه به جدول ۲ و شکل ۱۴، دیده می‌شود که با افزایش ضخامت لایه غیر مغناطیسی پلاتین، همان‌طور که انتظار می‌رفت درصد پلاتین افزایش و درصد آهن کاهش یافت. در جدول ۱ و ۲ دیده می‌شود که مجموع درصد اتمی و وزنی عنصر به عدد  $100$  نرسیده است این موضوع می‌تواند ناشی از اثر زیرلایه باشد به عبارت دیگر می‌توان گفت زیرلایه در آنالیز دیده شده است.

جدول ۳. داده‌های حاصل از آنالیز AGFM لایه آلیاژی با FePt ضخامت ۱۰۰۰ nm تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار و ۰,۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

مغناطیش پسماند M <sub>r</sub> (emu/cm <sup>2</sup> )	مغناطیش اشباع M <sub>s</sub> (emu/cm <sup>2</sup> )	وادراندگی H <sub>c</sub> (Oe)
۰,۰۳	۰,۰۵۹	۴۱



شکل ۱۶. آنالیز AGFM لایه آلیاژی FePt با ضخامت ۱۰۰۰ nm تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار Fe و ۰,۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

جدول ۴. داده‌های حاصل از آنالیز AGFM لایه آلیاژی FePt ضخامت ۱۰۰۰ nm تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۶ مولار و ۰,۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

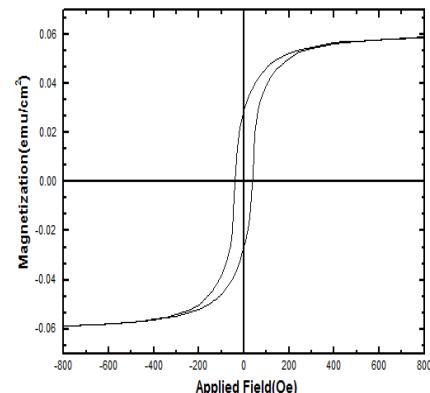
مغناطیش پسماند M <sub>r</sub> (emu/cm <sup>2</sup> )	مغناطیش اشباع M <sub>s</sub> (emu/cm <sup>2</sup> )	وادراندگی H <sub>c</sub> (Oe)
۰,۰۳۵	۰,۰۶۵	۴۳,۵

با توجه به شکل‌های ۱۵ و ۱۶ و جدول‌های ۳ و ۴ همان‌طور که انتظار می‌رفت، با افزایش میزان آهن در الکتروولیت مقدار مغناطیش پسماند، مغناطیش اشباع و وادراندگی لایه‌های انباستی افزایش یافت. با توجه به جدول‌های ۳ و ۴ وادراندگی این منحنی‌ها و ۴۱ Oe و ۴۳,۵ Oe است، بنابراین لایه آلیاژی ما یک ماده فرو مغناطیس نیمه‌سخت می‌باشد.

جدول ۲. داده‌های حاصل از آنالیز EDX مربوط به لایه نازک بس‌لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت کل ۱۰۰۰ nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(1nm) ب. FePt(3nm)/Pt(3nm) ج. FePt(3nm)/Pt(2nm) طلا.

ضخامت	درصد وزنی آهن	درصد اتمی آهن	درصد وزنی پلاتین	درصد اتمی پلاتین
FePt(3nm)/Pt(1nm)	۵,۹۰	۱۷,۹۰	۶۴,۴۳	۵۷,۳۸
FePt(3nm)/Pt(2nm)	۵,۸۳	۱۷,۷۹	۹۴,۱۷	۸۲,۲۱
FePt(3nm)/Pt(3nm)	۵,۶۳	۱۷,۲۴	۹۴,۳۷	۸۲,۷۶

به‌منظور بررسی خواص مغناطیسی و به‌دست آوردن حلقه پسماند لایه‌های آلیاژی FePt از آنالیز AGFM در حالت میدان موازی با سطح نمونه‌ها استفاده گردید. در شکل ۱۵ و ۱۶ حلقه‌های پسماند مربوط به نمونه‌های آلیاژی تهیه شده به ترتیب با الکتروولیت شامل ۰,۰۲ مولار آهن و ۰,۰۱ مولار پلاتین و الکتروولیت شامل ۰,۰۶ مولار آهن و ۰,۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱۰۰۰ nm بر روی لایه طلا آورده شده است.



شکل ۱۵. آنالیز AGFM لایه آلیاژی FePt با ضخامت ۱۰۰۰ nm تهیه شده با الکتروولیت شامل ۰,۰۶ مولار Fe و ۰,۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

افزایش ضخامت لایه پلاتین میزان پلاتین در لایه افزایش و میزان آهن کاهش یافته است.

با توجه به حلقه پسماند لایه آلیاژی آهن-پلاتین و ادارنده‌گی دارای مقدار  $41\text{Oe}$  و  $43.5\text{Oe}$  است، بنابراین لایه‌های آلیاژی مایک ماده فرو مغناطیس نیمه سخت می‌باشد. لایه‌های بس‌لایه‌ای FePt/Pt به دلیل وجود درصد بالای ماده غیر مغناطیسی Pt خاصیت مغناطیسی از خود نشان ندادند و حلقه پسماند نداشتند.

### مرجع‌ها

- [1] R.K. Chempuri, Rao, D.C. Terivedi, Chemical and electrochemical depositions of platinum group metals and their applications, *Coordination Chemistry Reviews*, (2004).
- [2] Z. Zou, J. Ye, K. Sayama, H. Arakawa, DirectSplitting of Wafer Under Visible Light Irradiation With an Oxide Semiconductor Photocatalyst, *Nature* 414 (2001) 325.
- [3] E.B. Svedberg, J.J. Mallett, S. Sayan, A.J. Shapiro, W.F. Egelhoff, Jr, T. Moffat, Recrystallization texture, epitaxy, and magnetic properties of electrodeposited FePt on Cu(001), *Applied Physics letters* 8 (2004) 1353-1355.
- [4] S. Jeong, Y. Hsu, D.E. Laughlin, M.E. McHenry, Magnetic Properties of Nanostructured CoPt and FePt Thin Films, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS* 5 (2000) 2336-2338.
- [5] Z. Hong-ru, Y. Yun-dan, W. Guo-ying, G. Hong-liang, FePt Thin Films Electrodeposited from Non-Aqueous Liquids, *International Journal of Electrochemical Science* 7 (2012) 5544 – 5556.
- [6] S. Thongmee, B.H. Liu, J. Ding, J.B. Yi, Diffusion induced columnar structure, high perpendicular anisotropy and low transformation temperature in thick FePt films, *Thin Solid Films* 518 (2010) 7053–7058.
- [7] K. Leistner, S. Oswald, J. Thomas, S. Fähler, H. Schlörb, L. Schultz, Potential dependence of composition and structure of electrodeposited Fe-Pt films, *Electrochimica Acta* 52 (2006) 194–199.

### نتیجه‌گیری

در ولتاوتمتری چرخه‌ای حاصل از الکتروولیت حاوی هگزاکلروپلاتین اسید و سولفات آهن بر روی زیرلایه طلا و مس دیده شد که مکان پیک‌های شروع انباشت آلیاژ آهن-پلاتین برای دو زیرلایه تقریباً یکسان بود و این موضوع از آنجا ناشی می‌شود که ساختار شبکه طلا و مس هر دو مکعبی مرکز سطحی می‌باشد.

طیف XRD لایه نازک تک فلز پلاتین روی زیرلایه طلا ساختار مکعبی مرکز سطحی را نشان داد و با استفاده از رابطه شرمنگین اندازه نانو بلورک‌ها روی زیرلایه طلا  $17/57$  شد. طیف XRD مربوط به آلیاژهای آهن-پلاتین ساختار شش‌وجهی آهن را نشان داد. با مقایسه طیف XRD آلیاژهای آهن-پلاتین تهیه شده از سه الکتروولیت با غلظت‌های متفاوت  $0.02$  و  $0.04$  و  $0.06$ ، دیدیم که هرچه غلظت آهن بیشتر شد لایه به سمت بی‌نظمی رفت. با مقایسه طیف XRD بس‌لایه‌ای‌های آهن/پلاتین با ضخامت لایه آهن  $3$  نانومتر و ضخامت متفاوت لایه پلاتین  $1$  و  $2$  و  $3$  نانومتر مشاهده کردیم که هرچه ضخامت لایه پلاتین بیشتر شد شدت پیک پلاتین افزایش یافت.

در تصاویر SEM مربوط به آلیاژهای FePt روی زیرلایه طلا و مس، اندازه دانه‌ها با افزایش ضخامت، بیشتر و با افزایش غلظت، کاهش یافته است. تصاویر SEM بس‌لایه‌ای‌های آهن/پلاتین نشان داد که هرچه ضخامت لایه میانی پلاتین افزایش می‌یابد اندازه دانه‌ها افزایش می‌یابد.

داده‌های حاصل از آنالیز EDX مربوط به لایه نازک آلیاژی آهن-پلاتین نشان می‌دهد که با افزایش غلظت آهن میزان آهن در لایه بیشتر شده است. داده‌های مربوط به آنالیز EDX بس‌لایه‌ای‌ها نشان می‌دهد با

[8] N. Zotov, R. Hiergeist, A. Savan, A. Ludwig, Effects of annealing time on the structural and magnetic properties of L10 FePt thin films, *Thin Solid Films* 518 (2010) 4977–4985.

[9] D. Liang, G. Zangari, Fe–Pt magnetic multilayers by electrochemical deposition, *Electrochimica Acta* 56 (2011) 10567–10574.

[10] W. Schwarzacher, M. Alper, R. Hart, G. Nabiyouni, I. Bakonyi, E. Toth-Kadar, *MRS Proceedings* (1996) 451, 347.

[11] M. Paunovic, M. Schlesinger, fundamentals of electrochemical deposition, second Ed, A. John Wiley & sons, INC, (2006).

[۱۲] ن. نوازن، غ. نبیونی، ن. حمزه‌لو صفائیی، رشد و بررسی خواص ساختاری و الکتریکی لایه‌های نازک Pb الکتروانباست شده بر روی زیرلایه‌های Cu و Au، مجله پژوهش سیستم‌های بس‌ذره‌ای دانشگاه شهریار چمران اهواز، ۱۳۹۰، ۱، ۵۷–۴۶.