

محمد الماسی کاشی<sup>۱\*</sup>، عبدالعلی رضانی<sup>۲</sup>،  
الهام گل افشان<sup>۱</sup>، مونا عارف پور<sup>۱</sup>

۱- پژوهشکده علوم و فناوری نانو، دانشگاه کاشان،  
کاشان  
۲- دانشکده فیزیک، دانشگاه کاشان، کاشان

## مطالعه اثر تابکاری بر مشخصه‌های مغناطیسی و مکانیسم بازگشت مغناطش آرایه نانوسیم‌های آلیاژی FeCo

### چکیده

آرایه نانو سیم‌های دو آلیاژی خودمونتاژ FeCo با قطر ۳۰ nm با استفاده از روش الکتروانباشت پالسی متناوب (PED) در قالب اکسید آندی آلومینیوم (AAO) رشد داده شدند. اثر تابکاری بر خواص مغناطیسی و میزان برهم کنش‌های مغناطیسی آرایه نانوسیم‌های FeCo مورد مطالعه قرار گرفت. مغناطش نمونه‌ها با جهت‌گیری‌های مختلف میدان مغناطیسی نسبت به محور نانو سیم‌ها در دمای اتاق اندازه‌گیری شد. اندازه‌گیری میدان وادارندگی بر اساس تغییر زاویه بین میدان اعمالی و محور نانو سیم‌ها، کاهش میدان وادارندگی با افزایش زاویه را نشان داد. با مقایسه نتایج شبیه‌سازی شده و نتایج آزمایشگاهی بازگشت مغناطش برای نانو سیم‌های آلیاژی FeCo بصورت هم‌دوس پیش‌بینی می‌شود.

واژه‌های کلیدی: نانوسیم‌های دوآلیاژی، الکتروانباشت پالسی، اثر تابکاری در خواص مغناطیسی

### ۱- مقدمه

پیشرفت‌های اخیر در حوزه مغناطیس و مواد مغناطیسی سبب شده است تا نانو ساختارهای مغناطیسی، طبقه جدیدی از مواد در بخش علوم و کاربردهای عملی را به خود اختصاص دهند. در مقایسه با مواد کپه‌ای و فیلم‌های نازک، نانوسیم‌ها با نسبت مشخصه بالا علاوه بر مزیت نسبت سطح به حجم بالا، برای مطالعه دینامیک اسپین الکترونی یک بعدی و دینامیک دیواره حوزه‌های مغناطیسی مناسب هستند [۱].

در سال‌های اخیر سنتز و ساخت نانوساختارهای یک بعدی اعم از نانوسیم‌ها و نانولوله‌ها به‌ویژه نانوسیم‌های مغناطیسی به‌واسطه داشتن خواص مغناطیسی و مغناطش جالب و منحصر به فرد توجه فزاینده‌ای را به خود معطوف کرده و چشم اندازه‌های فراوانی را فراروی علم مغناطیس گشوده‌اند [۲-۵]. در این میان آرایه نانوسیم‌های مغناطیسی FeCo به دلیل خواص منحصر به فرد آلیاژی FeCo نظیر قابلیت ضد اکسیدشدگی قوی، ناهمسانگردی مغناطوبلوری ضعیف، دمای کوری بالا ( $T_c=900^\circ\text{C}$ ) و دارا بودن بیشترین مغناطش اشباع در میان فلزات انتقالی و آلیاژهای آنها توجه بسیاری را به خود جلب کرده‌اند. این ویژگی‌ها، نانوسیم‌های آلیاژی FeCo را برای استفاده در هدهای ضبط مغناطیسی، حسگرهای مغناطومقاومتی، لایه‌های موتور و ژنراتور جت، الکترومگنت‌ها، میدلهای نیروی برق، نانو ادوات مغناطیسی و ... مناسب نموده است [۶-۱۰].

نهشت بر پایه قالب برای ساخت نانوساختارهایی مانند نانوسیم‌ها و نانولوله‌های فلزی، آلیاژی و نیمه‌رسانا به طور گسترده‌ای گزارش شده‌است. این روش اولین بار توسط پوسین، چهل سال پیش برای پر کردن روزنه‌های فیلم میکا با فلزات استفاده شد. با کشف این روش، علاقه به ساخت نانوسیم‌ها به دلیل خواص بدیع این ساختارهای یک بعدی رو به فزونی گرفت [۱۱، ۱۲]. از آنجایی که خواص مغناطیسی این نانو سیم‌ها به شدت تحت تاثیر سه پارامتر (۱) راستای محور آسان مغناطیسی (۲) فرایند مغناطش معکوس و (۳) برهم کنش‌های مغناطیسی داخلی نانوسیم‌ها می‌باشد. لذا محققان بسیاری اثر فرایند بازگشت مغناطش و تابکاری را بر خواص مغناطیسی این نانو سیم‌ها مورد مطالعه و ارزیابی قرار داده‌اند [۱۳-۱۷]. برای مطالعه برهم کنش‌های مغناطیسی در این سیستم‌ها روش‌های مختلفی به کار گرفته شده است. بررسی توزیع برهم کنش‌ها و میدان‌های وادارندگی توسط حلقه‌های پسماند (MHL) امکان‌پذیر نمی‌باشد [۱۸-۲۰]. دیگرام‌های FORC به عنوان روشی مفید برای مشخصه‌یابی و تفسیر سیستم‌های مغناطیسی مطرح شده‌اند تا به بینشی نسبی از ارتباط بین مؤلفه‌های برگشت‌پذیر و برگشت‌ناپذیر مغناطش دست یابیم. در این راستا با توجه به اینکه برهم کنش‌های مغناطیسی از جمله فاکتورهای اساسی برای تعیین کارایی مغناطیسی نانو سیم‌ها می‌باشند لذا در این تحقیق اثر تابکاری بر خواص مغناطیسی آرایه خود مونتاژ نانوسیم‌های فرو مغناطیسی FeCo از جمله مکانیسم فرایند مغناطش معکوس و برهم کنش‌های مغناطیسی مورد بررسی و ارزیابی قرار داده‌ایم.

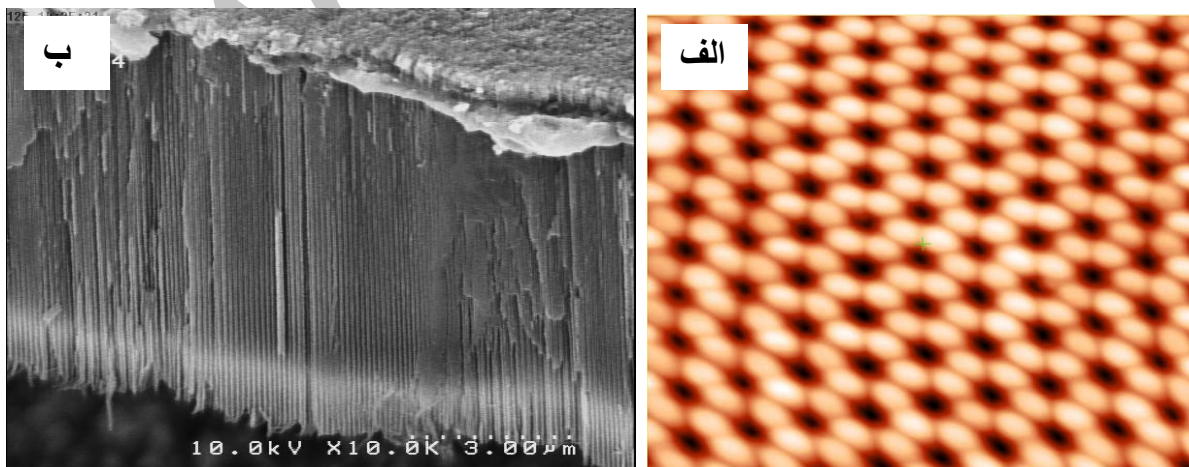
## ۲. روش ساخت

ساخت نانوسیم‌های CoFe شامل دو بخش می‌باشد:

(۱) ساخت قالب آلومینای حفره‌دار به روش آندیزاسیون نرم دو مرحله‌ای و  
(۲) رسوب دادن محلولی حاوی سولفات‌های Fe و Co درون قالب به روش الکتروانباشت جریان متناوب و پالسی.  
در مرحله اول بستر اکسید آندی آلومینا به عنوان قالب برای سنتز آرایه نانوسیم‌های آلیاژی FeCo استفاده شد که توسط فرایند آندایز دو مرحله‌ای بهینه شده، همان گونه که در مقالات دیگر گزارش شده، آماده شدند [۱۰]. ورقه‌های آلومینیوم با خلوص بسیار بالا (۹۹/۹۹٪) و ضخامت ۳ میلی‌متر در مخلوط اسید پرکلریک و اتانول به نسبت ۴:۱ تحت عمل صیقل کاری الکتریکی قرار گرفتند. سپس تحت فرایند آندایز مرحله اول در ولتاژ DC ثابت ۴۰ ولت در دمای ۲۹۰ درجه کلون در محلول آبی ۰/۳ مولار اسید اکسالیک  $H_2C_2O_4$  به مدت ۱۰ ساعت قرار گرفتند. پس از آن حفرات حاصل شده توسط مخلوط ۰/۵ مولار اسید فسفریک و ۰/۳ مولار اسید کرومیک در دمای ۳۳۳ درجه کلون در مدت زمان متناسب با آندایز مرحله اول حل شدند.  
نهایتاً با انجام آندایز مرحله دوم حفرات منظم در شرایط مشابه با آندایز مرحله اول در مدت زمان ۲ ساعت شکل گرفتند. آرایه نانوسیم‌های FeCo خود مونتاژ با آرایش هگزاگونالی با قطر ۳۰ نانومتر با زمان خاموشی ۱۵۰ میلی ثانیه و بکارگیری تک حمام با دو الکتروود استاندارد (قالب AAO به عنوان الکتروود کاند و گرافیت به عنوان الکتروود آند) ساخته شدند. حمام آبی شامل ۵۲/g/1۹۷۱ سولفات کبالت آبدار، ۳۲/۵۵۱ g/l فرس سولفات آبدار و ۴۰ g/l اسید بوریک و ۱ g/l اسید اسکوربیک آماده شد. نمونه‌ها در دمای ۵۸۰ درجه تحت اتمسفر گاز آرگون-هیدروژن به مدت ۳۰ دقیقه، تابکاری شده و سپس به آرامی تا دمای اتاق سرد شدند.  
برای مشخصه‌یابی و مطالعه مورفولوژی نانو حفرات و آرایه نانوسیم‌ها، از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (SEM) و میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) استفاده شد. برای بررسی خواص مغناطیسی نمونه‌ها منحنی‌های پسماند مغناطیسی و دیاگرام‌های FORC با استفاده از مغناطیس‌سنج نمونه مرتعش (VSM) مورد ارزیابی قرار گرفتند. برای اندازه‌گیری دیاگرام‌های FORC ابتدا از یک مغناطش اشباع شروع کرده و سپس میدان اعمالی را اندکی کاهش داده و مجدداً تا اشباع ابتدایی جلو رفتیم و این روند را آنقدر ادامه دادیم تا سرانجام دسته‌ای از FORC‌های نامتقارن بدست آمد که تمام فضای داخلی یک حلقه پسماند را کاملاً می‌پوشاند.

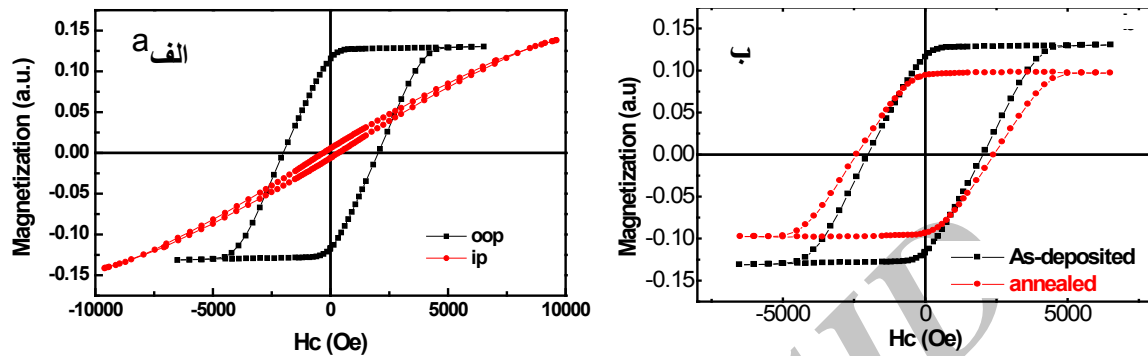
## ۳. بحث و نتیجه‌گیری

شکل ۱(الف) تصویر AFM فیلم آلومینا با پیکربندی هگزاگونالی با نظم بسیار بالا و توزیع یکنواخت حفره‌ها را نشان می‌دهد. شکل ۱(ب) تصویر FE-SEM از نانوسیم‌های داخل قالب AAO با قطر تقریبی ۳۰ نانومتر، فاصله بین حفره‌ای ۱۰۰ نانومتر و طول چند میکرومتر را نشان می‌دهد. از این تصویر به خوبی می‌توان دریافت که قطر نانوسیم‌ها در توافق کامل با قطر نانو حفرات فیلم AAO می‌باشد و همچنین نانو سیم‌ها به طور یکنواخت و با نظم بسیار بالا داخل حفرات نهشت داده شده‌اند.



شکل ۱(الف). تصویر AFM از نمای بالای قالب آلومینا و (ب) تصویر FE-SEM از سطح مقطع نانوسیم‌های FeCo قرار گرفته در قالب آلومینا در این دسته از نانوسیم‌ها رفتار مغناطیسی توسط سه پارامتر (۱) ناهمسانگردی (شکلی ۲) ناهمسانگردی مغناطوبلوری (۳) برهم کنش مغناطواستاتیکی میان سیم‌ها کنترل می‌شود [۲۱]. مشکل عمده تشخیص تاثیر هر یک از این سه عامل بر مغناطش نانوسیم‌ها می‌باشد. با توجه به اینکه مطابق با گزارش‌های صورت گرفته نانوسیم‌های آلیاژی FeCo دارای ساختار کریستالی bcc با جهت‌گیری

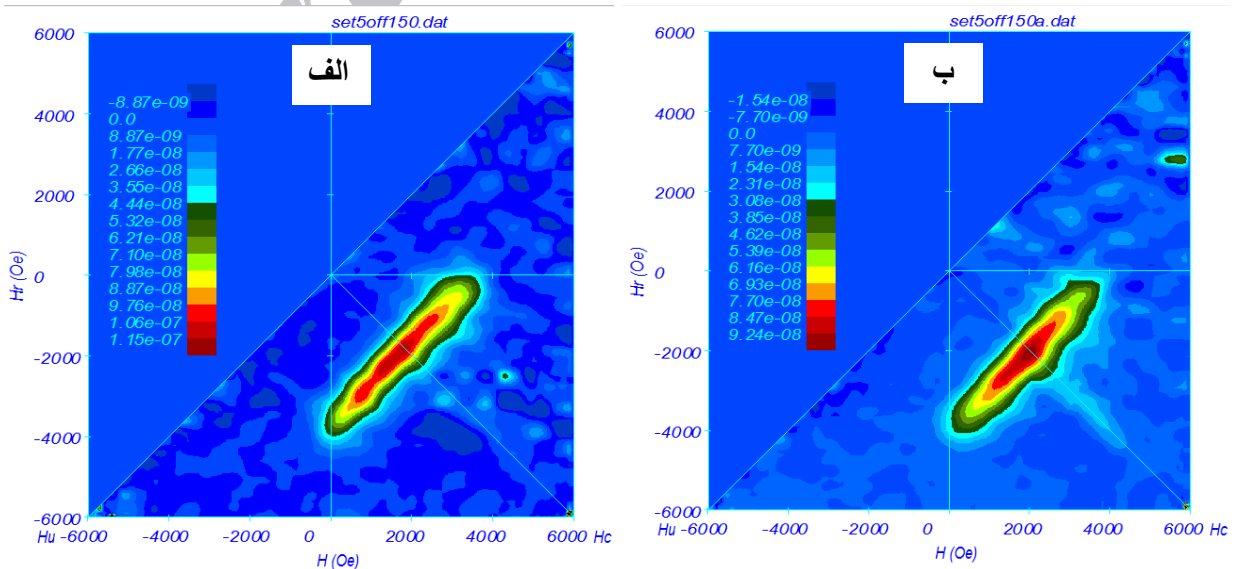
ترجیحی (۱۱۰) در راستای محور نانو سیم می‌باشند و این جهت‌گیری انرژی ناهمسانگردی مغناطو بلوری ضعیفی را به همراه دارد [۱۴]. بنابراین رقابت بین ناهمسانگردی شکلی و بر هم کنش‌های مغناطیسی نقش مهمی را در تعیین رفتار مغناطیسی نانو سیم‌های FeCo ایفا می‌کنند.



شکل ۲. منحنی‌های پسماند مغناطیسی نانو سیم‌های FeCo (الف) در دو حالت میدان عمودی و موازی قبل از تابکاری و (ب) در حالت میدان موازی قبل و بعد از تابکاری

تفاوت چشمگیر میان شکل حلقه‌های پسماند در دو حالتی که میدان مغناطیسی اعمالی موازی (oop) و عمود (ip) بر محور نانوسیم‌ها و مقدار منفی اختلاف میدان اشباع مغناطیسی در دو حالت موازی و عمودی ( $\Delta H_S = H_{S\parallel} - H_{S\perp}$ ) بیانگر حضور ناهمسانگردی عمودی قوی با جهت‌گیری محور آسان در راستای محور نانوسیم‌ها می‌باشد. به منظور بهبود خواص مغناطیسی، نمونه‌ها تابکاری شدند. با بررسی نتایج حاصله از آنالیز مغناطیسی نمونه‌ها قبل و بعد از تابکاری، همان‌گونه که در شکل ۲ (ب) نشان داده شده است، پس از تابکاری میزان میدان وادارندگی از ۱۹۵۰ به ۲۲۵۰ اروستد و نسبت مربعی از ۰/۸۸ به ۰/۹۸ افزایش یافته است. نکته حائز اهمیت در اندازه‌گیری خواص مغناطیسی کاهش مغناطش اشباع در این دسته از نمونه‌های تابکاری شده می‌باشد.

بدلیل اندازه کوچک بلورک‌های FeCo در نمونه‌های قبل از تابکاری و شکل‌گیری نواقص و تنش‌های بلوری در اثر نهشت سریع یون‌های فلزی در فرآیند پالس متناوب، خواص مغناطیسی نانوسیم‌ها تضعیف می‌گردند. بنابراین عملیات حرارتی با بهبود ساختار بلوری و کاهش تنش‌های موجود و افزایش اندازه کریستال در راستای محور نانو سیم‌ها منجر به افزایش میدان وادارندگی می‌شود [۲۲، ۲۳].

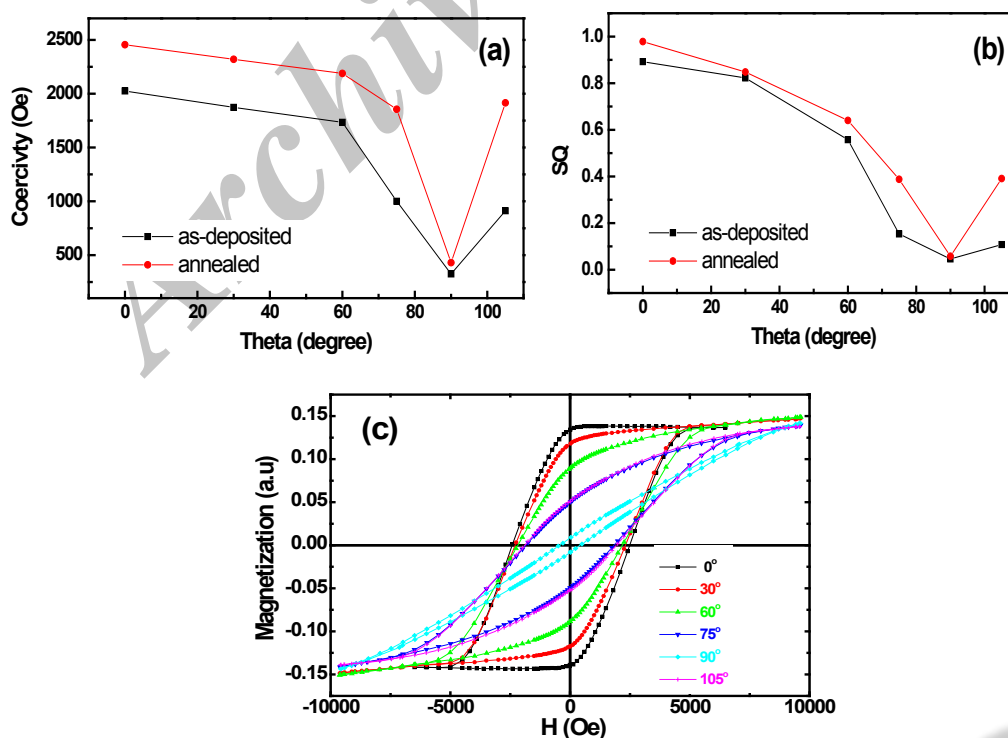


شکل ۳. دیاگرام FORC مربوط به نانو سیم‌های FeCo (الف) قبل و (ب) بعد از تابکاری

باتوجه به گزارشات صورت گرفته مبتنی بر متناسب بودن میدان وادارندگی و مغناطش اشباع انتظار می‌رفت با افزایش میدان وادارندگی، مغناطش اشباع نیز افزایش یابد اما با کاهش تعداد اتم‌های مغناطیسی Fe و Co در اثر فرایند اکسیدسیون و تبخیر آن‌ها در اثر تابکاری سریع، بدلیل پایین بودن نقطه ذوب نانوسیم‌ها نسبت به حالت کپه‌ای آنها، با افزایش میدان وادارندگی مغناطش اشباع کاهش یافت [۲۴]. با توجه به اینکه مغناطش معکوس توجیه کننده رفتار حلقه‌های پسماند مغناطیسی است لذا تحلیل بیشتر در این نمونه‌ها پس از تابکاری با آنالیز FORC انجام گرفت. شکل (۳) دیاگرام FORC دوبعدی آرایه نانوسیم‌های سنتز شده را قبل و بعد از تابکاری نشان می‌دهد. با مقایسه شکل ۳(الف) و (ب) دیده می‌شود که با انجام تابکاری میزان گستردگی دیاگرام در راستای Hu کاهش یافته که این مساله کاهش میزان برهم‌کنش مغناطواستاتیکی را به دنبال دارد و از طرف دیگر در حوزه‌های CoFe در طی فرایند تابکاری در دمای بالا، اتم‌ها ضمن درک اثر یکدیگر در فواصل دورتر، با حرکت در ابعاد اتمی خود را از فشار ناشی از ساختار رها کرده، و به صورت دسته جمعی به نقاطی از شبکه که پایداری بیشتری را برای سیستم به همراه دارند مهاجرت می‌کنند. در نتیجه این حرکت، حوزه‌های مغناطیسی کوچک FeCo به هم پیوسته و حوزه‌های مغناطیسی بزرگتری را تشکیل می‌دهند، که منجر به بهبود میدان وادارندگی و گستردگی دیاگرام FORC در راستای محور Hc می‌شود.

با توجه به اینکه وابستگی زاویه‌ای میدان وادارندگی و نسبت مربعی (SQ) اطلاعات مفیدی در مورد خواص مغناطیسی و مکانسیم بازگشت مغناطش نانو سیم‌ها فراهم می‌کند [۲۵] لذا به بررسی حلقه‌های پسماند مغناطیسی با اعمال میدان در زاوایای مختلف نسبت به محور نانوسیم‌ها پرداختیم. شکل ۴(الف) و (ب) وابستگی میدان وادارندگی و نسبت مربعی نمونه‌ها قبل و بعد از تابکاری را به عنوان تابعی از زاویه اعمالی نسبت به محور نانو سیم‌ها نشان می‌دهد.

تاکنون چندین مدل برای بازگشت مغناطش همچون چرخش همدوس و غیر همدوس ارائه شده است. باتوجه به قطر کم نانو سیم‌ها و گزارش‌هایی که قبلا صورت گرفته [۲۶-۲۸] چرخش همدوس برای این دسته از نانو سیم‌ها پیش بینی می‌شود. همان‌گونه که در شکل ۴ (الف) و (ب) دیده می‌شود با افزایش زاویه میدان اعمالی با محور نانوسیم‌ها از ۰ به ۹۰ درجه میدان وادارندگی و نسبت مربعی کاهش می‌یابند. قابل به ذکر است که شکل زنگوله مانند منحنی حاکی از بازگشت مغناطش بصورت همدوس است. نکته قابل توجه در شکل ۴ (الف) این است که افت شدید در میدان وادارندگی قبل از تابکاری در  $\theta=60^\circ$  و در نمونه‌های تابکاری شده در زاویه  $\theta=75^\circ$  اتفاق می‌افتد که نشان دهنده این است که بازگشت مغناطش در نمونه‌های تابکاری شده مشکل‌تر است و میدان وادارندگی افزایش می‌یابد.



شکل ۴. (الف) تغییرات میدان وادارندگی به عنوان تابعی از جهت‌گیری میدان مغناطیسی نسبت به محور نانو سیم‌های FeCo قبل و بعد از تابکاری و (ب) تغییرات نسبت مربعی به عنوان تابعی از جهت‌گیری میدان مغناطیسی نسبت به محور نانو سیم‌های FeCo قبل و بعد از تابکاری و (ج) منحنی‌های پسماند به عنوان تابعی از جهت‌گیری میدان مغناطیسی نسبت به محور نانو سیم‌های FeCo تابکاری شده.



16. J.B. Wang, Q. F. Liu, D.S. Xue, F.S. Li, CHIN. PHYS.LETT., 21 (2004) 945.
17. R.Lavin, C.Gallardo, J. L. Palma, J. Escrig, J. C. Denadin, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 (2012) 2360.
18. N. Siadou, M.Androutsopoulos, I. Panagiotopoulos, n, L. Stoleriu, A. Stancu, T. Bakas, V. Alexandrakis, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 (2011) 1671.
19. I. Panagiotopoulos, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 (2011) 2148.
20. M. Ciureanu, F. Beron, P. Ciureanu, R. W. Cochrane, D. Menard, A. Sklyuyev, A. Yelon, Journal ofnanoscience and nanotechnology 8 (2008) 5725.
21. Z. Zhang, Q. Wu, K.Zhong, S. Yang, X. Lin, Z. Huang, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 303 (2006) e304.
22. S. L. Tang, W. Chen, M. Lu, S. G. Yang, F. M. Zhang, Y. W. Du, Chemical Physics Letters, 384, (2004) 1.
23. Z.H. Hua, R. S. Chen, C.L. Li, S.G. Yang, M. Lu, B.X. Gu, Y.W. Du, Journal Alloys and Compounds, 427 (2007) 199.
24. W. Li, Y. Peng, G.A. Jones, T.H. Shen, Journal of Applied Physic, 97 (2005) 034308.
25. A. Ghaddar, F. Gloaguen, J. Gieraltowski, Journal of Physics: Conference Series 200 (2010) 072032.
26. S. Shamaila, D. P. Liu, R. Sharif, J. Y. Chen, H. R. Liu, X. F. Han, Applied Physics Letters94, (2009)203.
27. W. Chen, Sh. Tang, M. Lu, Y. Du, J. Phys, Condens. Matter 15, (2003) 4623.
28. R. Sharif, X.Q. Zhang, S. Shamaila, S. Riaz, L.X. Jiang, X.F. Han, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 310 (2007) e830.
1. Z. Liu, P.Ch. Chang, Ch.Ch Chang, E.Galaktionov, G. Bergmann, J. G. Lu, Adv. Funct. Mater.18, (2008)1573.
2. JinxiaXu, Keyu Wang, Applied Surface Science 254 (2008) 6623.
3. K.R. Pirola, F. Beron, D. Zanchet, T.C.R. Rocha, D. Navas, J. Torrejon, M. Vazques, M. Knoble, Journal of Applied Physic, 109 (2011) 083919.
4. P. Wang, L. Gao, Z. Qiu, X. Song, L. Wang, S. Yang, R. Murakami, Journal of Applied Physic, 104 (2008) 064304.
5. Xiaoyou Yuan, Chunsheng Du, Gang Sun, Ning Pan, Applied Surface Science 253 (2007) 4546.
6. H. LSu, G. B Ji, S. L. Tang, Z. Li, BXGu, Y. W. Du, Nanotechnology 16 (2005) 429.
7. M. Ciureanu, F. Beron, L. Clime, P. Ciureanu, A. Yelon, T.A. Ovari, R.W. Cochrane, F. Normandin, T. Veres, ElectrochimicaActa, 50, (2005) 4487.
8. L. Li, J. Appl. Phys. 79, (1996)4578.
9. G. D. Wilcox, D. R. Gabe, Corrosion Science, 38, (1993) 1251.
10. W. Yang, C. Cui , J. Sun, C. Cui, Jibing Sun "Baoli Wang" J Mater Sci 45 (2010):1523.
11. G. E. PossinRev. Sci. Instrum., 41, (1970)772.
12. G. E. Possin, Physica, 55, (1971)339.
13. S. Shamaila, R. Sharif, S. Riaz, M. Ma, M. Khaleequr-Rahman, X.F. Han, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320 (2008) 1803.
14. X. Lin, G. Ji, T. Gao, X. Chang, Y. Liu, H. Zhang, Y. Du, Solid State Communications (2011) 1.
15. Semanti Pal, SusmitaSaha, DebanjanPolley, Anjan Barman, Solid State Communications 151 (2011) 1994.