



ساخت نانوسیم‌های آلیاژی آهن- منگنز و بررسی اثر محتوای منگنز، تابکاری و فرکانس الکتروانباشت بر خواص مغناطیسی آنها

مژگان نجفی^{1*}، زهرا عالمی پور²، فاطمه رجبی³

1- استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی همدان، همدان

2- استادیار، فیزیک، دانشگاه کردستان، سنندج

3- کارشناس ارشد، فیزیک، دانشگاه کردستان، سنندج

* همدان، صندوق پستی 65155-179 najafi@hut.ac.ir

چکیده	اطلاعات مقاله
<p>آرایه‌های نانوسیمی $Fe_{100-x}Mn_x$ ($0 \leq x \leq 87$) با استفاده از الکتروانباشت همزمان Fe و Mn در حفرات قالب اکسید آلومینیوم آندی (AAO) ساخته شده در آزمایشگاه سنتز شدند. تاثیر ترکیب درصد فلزات انباشت شده، دمای تابکاری و فرکانس الکتروانباشت بر ساختار بلوری و خواص مغناطیسی نانوسیم‌های سنتز شده مورد بررسی قرار گرفت. تغییرات مغناطش اشباع، وادارندگی (H_c) و نسبت مربعی (M_r/M_s) و تغییر ساختار بلوری با تغییر پارامترهای فوق مطالعه شد. نتایج تصاویر SEM و طیف XRD ساختار bcc نانوسیم‌ها را مشخص نموده و نشان می‌دهد که فاز بلوری با تغییر دمای تابکاری تغییر می‌نماید. نانوسیم‌های تشکیل شده دارای ناهمسانگردی مغناطیسی تک محوره با جهت مغناطیسی آسان در امتداد محور نانوسیم می‌باشند که ناشی از ناهمسانگردی شکلی بزرگ است. همچنین، وادارندگی نانوسیم‌های $Fe_{100-x}Mn_x$ با افزایش دمای تابکاری برای همه ترکیبات افزایش می‌یابد. از سوی دیگر، نانوسیم‌های الکتروانباشت شده در فرکانس‌های مختلف رفتار مغناطیسی متفاوتی را نشان می‌دهند زیرا با افزایش فرکانس الکتروانباشت سرعت احیا یونهای فلزی در قالب کاهش می‌یابد.</p>	<p>دریافت: ۹۵/۵/۲۴ پذیرش: ۹۵/۷/۴ کلیدواژگان: نانوسیم الکتروانباشت وادارندگی آلیاژ آهن- منگنز</p>

Preparation of Fe-Mn nanowire alloys and the study of the effect of manganese content, annealing and electrodeposition frequency on their magnetic properties

Mojgan Najafi^{1*}, Zahra Alemipour², Fatemeh Rajabi²

1- Department of Materials Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran

2- Department of Physics, Faculty of Science, Kurdistan University, Sanandaj, Iran

*P.O.B. 65155-179, Hamedan, Iran, najafi@hut.ac.ir

Keywords

Nanowire
 Electrodeposition
 Coercivity
 Fe-Mn alloy

Abstract

Ordered $Fe_{100-x}Mn_x$ ($0 \leq x \leq 87$) nanowire arrays have been prepared by co-electrodeposition of Fe and Mn into pores of homemade anodized aluminum oxide (AAO). The influence of composition, annealing temperature, and frequency on structure and magnetic properties of Fe/Mn nanowires was studied. The changes in the saturation magnetization, coercivity (H_c), remanent squareness (M_r/M_s), and crystal structure of nanowires with changing of the above parameters were also investigated. The results of XRD and SEM suggest that the nanowires have a bcc structure and that their phases change with the annealing temperature. The nanowires have uniaxial magnetic anisotropy with easy magnetization direction along the nanowire axis due to the large shape anisotropy. Also, the coercivity of the $Fe_{100-x}Mn_x$ nanowires was increased with increasing annealing temperature for all the compositions. On the other hand, the nanowire arrays electrodeposited at different electrodeposition frequencies show remarkably different magnetic behaviors, due to increasing of the electrodeposition frequency, the rate of ions for reduction was decreased.

۱- مقدمه

نقطه‌نظر علمی و تجاری مورد توجه بوده که ناشی از توانایی بالقوه این نانوسیم‌ها در تهیه سیستم‌های ضبط مغناطیسی است [1,2]. روش‌های گوناگونی برای ساخت این نانوسیم‌ها به کار گرفته می‌شود که در بین آنها روش سنتز الکتروشیمیایی نانوسیم در قالب از جدیدترین و مفیدترین روش‌ها

در سال‌های اخیر مواد نانوساختار مغناطیسی یک‌بعدی به دلیل کاربردهای بالقوه‌ای که دارند، توجه محققان را به خود جلب کرده اند. به‌عنوان مثال، ساخت آرایه‌های نانوسیم مغناطیسی منظم یکی از مواردی است که از

Please cite this article using:

Najafi, M. Alemipour, Z. and Rajabi, F., "Preparation of Fe-Mn nanowire alloys and the study of the effect of manganese content, annealing and electrodeposition frequency on their magnetic properties", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 4, No. 3, pp. 255-262, 2017.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

۲-۲- روش‌ها

۲-۲-۱- تهیه قالب اکسید آلومینیوم متخلخل (AAO)

قالب اکسید آلومینیوم متخلخل با استفاده از ورقه‌های آلومینیوم با خلوص بالا با روش آندی کردن دو مرحله ای تهیه شدند. برای این منظور ورقه‌های آلومینیوم با ضخامت 0.3 میلی‌متر ابتدا به مدت 6 دقیقه با استون چربی زدایی شده و سپس به مدت 20 دقیقه در کوره و در دمای 450 مورد تابکاری قرار گرفتند. به منظور حذف لایه اکسیدی موجود بر روی سطح آلومینیوم، این ورقه‌ها به مدت 3 دقیقه در محلول 3 M از NaOH غوطه‌ور می‌کنیم. قبل از انجام مرحله آندی‌کردن، به منظور حذف ناهمواری میکروسکوپی سطح آلومینیوم، ورقه‌ها را در محلولی از اسید پرکلریک و اتانول با نسبت حجمی (3:1) به عنوان الکترولیت و تحت پتانسیل 20 V و به مدت 7 دقیقه در دمای محیط جلادهی الکتریکی نموده تا سطحی شبیه آئینه به دست آید.

سپس فرآیندهای آندی کردن آلومینیوم طی دو مرحله به انجام رسید: مرحله نخست در یک سل دو الکترودی شامل ورقه آلومینیوم جلا داده شده به عنوان الکترود آند و الکترود پلاتین به عنوان کاتد و محلولی از اسید اگزالیک 0.3 تحت ولتاژ 40 به مدت 15 ساعت در دمای 14 به انجام رسید. در این مرحله تشکیل اکسید آلومینیوم حفره‌دار شروع شده و اندازه حفره‌ها هنوز اندک و با تغییرات ولتاژ تنظیم می‌شوند. قبل از انجام مرحله دوم آندی‌شدن، بایستی لایه اکسید آلومینیوم تشکیل شده در مرحله اول حذف شود. برای این منظور، همه ورقه‌های آلومینیوم آندی شده در مرحله اول را در اسید کرومیک 0.2 و اسید فسفریک 0.5 به مدت 10 ساعت در دمای 60 غوطه‌ور می‌کنیم. پس از شستشو، مرحله دوم آندی‌شدن را مشابه مرحله اول با این تفاوت که مدت زمان این مرحله 1 ساعت است به انجام می‌رسانیم.

در طی فرآیند آندی‌شدن، یک لایه نارسنا از آلومینا بین انتهای آلومینیوم که رسنا است و حفرات تشکیل شده قرار می‌گیرد. در هنگام استفاده از قالب به عنوان الکترود و انجام فرآیند الکترودنایش فلزات داخل حفرات قالب، این لایه نارسنا مانع از انتقال الکترون می‌شود. لذا جهت تسهیل در فرآیند انتقال الکترون این لایه سدی باید تا حد امکان نازک شده یا برداشته شود. فرآیند نازک سازی این لایه سدی طی دو مرحله کاهش ولتاژ آندی‌شدن از 40 به 20 با کاهش پلکانی 0.06 و سپس کاهش ولتاژ از 20 به 8 و با نرخ 0.02 انجام می‌شود. در پایان برای رسیدن به یک لایه سدی مناسب و باقاعده، فرآیند به مدت 3 دقیقه در ولتاژ 8 ادامه می‌یابد [23].

۲-۲-۲- الکترودنایش Fe و Mn در قالب

پس از آماده شدن قالب اکسید آلومینیوم آندی (AAO) با ابعاد مناسب، فرآیند الکترودنایش فلزات مورد نظر قابل اجراست. به این منظور، از یک حمام حاوی سیستم دو الکترودی، که الکترود پلاتین به عنوان آند و الکترود AAO به عنوان کاتد عمل کرده استفاده شد. الکترودنایش با موج سینوسی بسامد 2200 هرتز و ولتاژ قله به قله 30 ولت انجام شد. در تحقیق حاضر محلول الکترولیت حاوی درصدی مولی مختلف از دو نمک سولفات آهن و سولفات منگنز، مقادیر ثابتی از اسید بوریک، برای ثابت نگه داشتن pH، و اسید اسکوربیک برای جلوگیری از تبدیل Fe^{2+} به Fe^{3+} است.

۲-۲-۳- مشخصه یابی

مورفولوژی نانوسیم‌های تهیه شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد مطالعه قرار گرفت. دستگاه SEM ساخت شرکت TESCAN مدل MIRA 3 TESCAN ساخت کشور جمهوری چک می‌باشد. خواص

از نقطه نظر کنترل پارامترهای مربوطه است. پیشگام این روش سنتز مارتین است که توانست یک رویکرد مناسب جهت تهیه نانوسیم‌ها و نانولوله‌ها معرفی نماید [3,4]. براساس این رویکرد نانوسیم فلزی یا نیمه‌هادی در منافذ متخلخل یک غشاء یا قالب بروش‌های مختلف رسوب داده می‌شود.

از رایج‌ترین غشاءهای مورد استفاده در این روش می‌توان به غشاء متخلخل پلی‌کربنات و غشاء متخلخل منظم اکسید آلومینیوم آندی (AAO) اشاره نمود [5-8]. استفاده از غشاء متخلخل AAO به دلیل قابلیت کنترل اندازه (طول و قطر)، شکل و تراکم حفره‌ها و همچنین قرار گرفتن حفره‌ها بموازات یکدیگر، یکی از کاربردی‌ترین روش‌ها به منظور تهیه نانوسیم‌های فلزی است [9-12].

در میان روش‌های سنتز فلزات در قالب نیز می‌توان روش الکترودنایش را به عنوان یکی از کاربردی‌ترین روش‌ها معرفی نمود زیرا در روش‌های سنتزی رسوبدهی مواد در قالب (روش‌های شیمیایی ترسیب) با محدودیت راندمان پرشدن قالب نظیر عدم یکنواختی پرشدن، زمان لازم برای سنتز، نامنظم بودن طول نانوسیم‌های تشکیل شده و ... روبرو هستیم.

مقالات متعددی در نشریات و مجلات علمی درباره تهیه آرایه‌های نانوسیمی مغناطیسی در قالب‌های AAO به چاپ رسیده که می‌توان به نانوسیم‌های خالص [14,13] Fe، [15] Co، [16] Ni و آلیاژی [17] FeCo، [18] FeNi، [19] CoNi، [20] CoCu و ... اشاره کرد. منگنز فلزی با خواص ضد مغناطیسی بوده و به این دلیل مورد توجه می‌باشد و مقادیر کم آن در نانوسیم‌های مغناطیسی می‌تواند تاثیر متفاوتی بر خواص مغناطیسی نانوسیم ایجاد نماید. از این رو افزایش مقادیر کمی از این فلز به فلزات مغناطیسی نظیر Fe می‌تواند تغییرات زیادی در خواص مغناطیسی نانوسیم‌ها ایجاد کند.

مقالات اندکی در خصوص تهیه نانوسیم از این عنصر در مجلات گزارش شده و مقاله‌ای راجع به آلیاژ این عنصر با سایر عناصر فلزی مغناطیسی و غیرمغناطیسی گزارش نشده است [21,22]. از آنجا که خواص مغناطیسی موادی همچون Fe، Co، Ni با افزایش مقادیری از سایر عناصر تغییر می‌یابد در این تحقیق تغییر خواص مغناطیسی نانوسیم‌های Fe با افزوده شدن مقادیری از عنصر Mn به صورت آلیاژسازی در جریان سنتز الکترودنایشی نانوسیم‌ها در قالب‌های AAO مورد بررسی و مطالعه قرار گرفت.

در این تحقیق تاثیر مقدار غلظت نمک منگنز در محلول بر روی میزان الکترودنایش آن در طی فرآیند الکترودنایش آلیاژ Fe/Mn و همچنین خواص مغناطیسی نانوسیم‌های تهیه شده شامل وادارندگی مغناطیسی¹، H_c و نسبت مربعی²، M_p/M_s ، بررسی شد.

۲- بخش تجربی

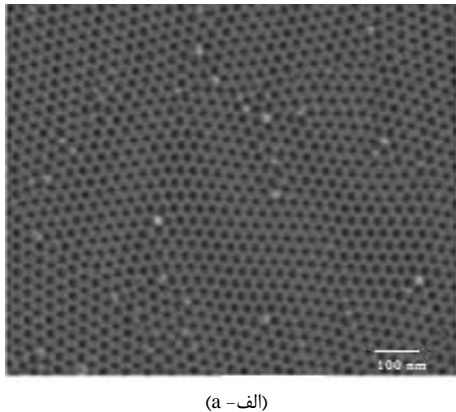
۲-۱- مواد

ورقه آلومینیوم با ضخامت 0.3 میلی‌متر و خلوص 99.99% از شرکت مرک آلمان خریداری شد. تمام مواد شیمیایی مورد نیاز شامل نمک سولفات آهن(II) هفت آبه، سولفات منگنز(II) چهار آبه، اسید پرکلریک، سود سوزآور، اسید اگزالیک، اسید فسفریک، اسید اسکوربیک، اسید بوریک، اسید کرومیک، استون، اتانول با درجه خلوص بالا از شرکت مرک خریداری و بدون خلوص سازی بیشتر مورد استفاده قرار گرفتند. برای تهیه محلول‌ها از آب دوبار تقطیر استفاده شد.

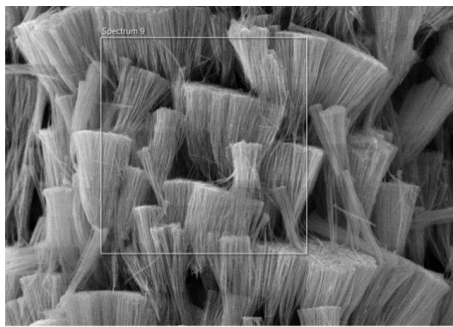
¹ Coercivity

² Squareness

مغناطیسی نانوسیمهای سنتز شده در قالب AAO توسط دستگاه مغناطیس سنج گرادیان نیروی متناوب (AGFM) اندازه گیری شد. دستگاه مورد استفاده ساخت شرکت کویر مگنتیس کاشان می باشد. ساختار بلوری و ترکیب نانوسیمهای تهیه شده به ترتیب توسط پراش اشعه ایکس (XRD) توسط دستگاه ساخت شرکت ITAL structures مدل APD2000 و طیفسنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) مشخص شد.



(الف - ا)



(ب - ب)

Fig. 2 A typical (a) top view SEM micrograph of AAO template after the second anodization, (b) SEM image of the NWs released from the AAO template

شکل ۲ تصاویر SEM (الف) تصویر از بالای قالب آلومینای آندی شده پس از مرحله دوم، (ب) نانوسیمهای تهیه شده پس از خارج شدن از قالب

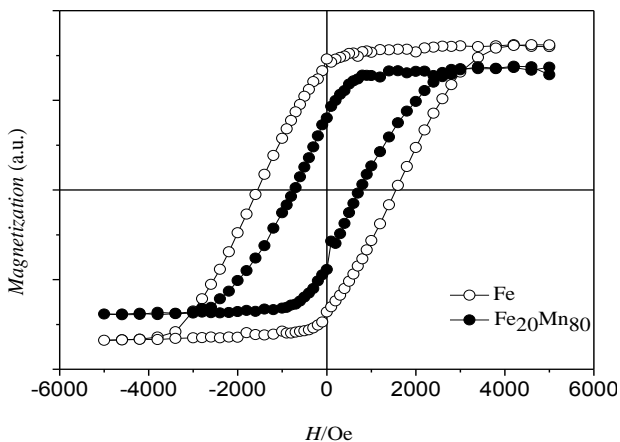


Fig. 3 A typical normalized hysteresis loops of NW samples for pure Fe and $Fe_{20}Mn_{80}$ in case of external magnetic field parallel (\parallel) to the NW axis

شکل ۳ یک نمونه از حلقه‌های پسماند نانوسیمهای Fe خالص و $Fe_{20}Mn_{80}$ در حالی که میدان خارجی به موازات محور نانوسیمها باشد

ناهمسان گردی شکل در نانوسیمها در جهت محور سیم و نسبت زیاد طول به قطر نانوسیمها علت این موضوع است که اثر ناهمسانگردیهای دیگر مانند ناهمسانگردی بلوری را تحت شعاع قرار می دهد. از روی این منحنیها

شکل 1 نمونه‌ای از جریان آندی شدن و ولتاژ در طی مرحله دوم فرآیند آندی شدن و مرحله نازک سازی لایه سدی قالبی AAO را نشان می دهد. نازک شدن لایه سدی در مرحله پایانی فرآیند آندی شدن با کاهش ولتاژ آندی شدن آنگونه که در شکل نشان داده شده، انجام می شود. همان طور که دیده می شود، در طی فرآیند نازک شدن جریان آندی با کاهش ولتاژ هر مرحله به طور ناگهانی کاهش یافته و سپس به مقدار ثابتی می رسد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ولتاژ و جریان آندی شدن

شکل 1 نمونه‌ای از جریان آندی شدن و ولتاژ در طی مرحله دوم فرآیند آندی شدن و مرحله نازک سازی لایه سدی قالبی AAO را نشان می دهد. نازک شدن لایه سدی در مرحله پایانی فرآیند آندی شدن با کاهش ولتاژ آندی شدن آنگونه که در شکل نشان داده شده، انجام می شود. همان طور که دیده می شود، در طی فرآیند نازک شدن جریان آندی با کاهش ولتاژ هر مرحله به طور ناگهانی کاهش یافته و سپس به مقدار ثابتی می رسد.

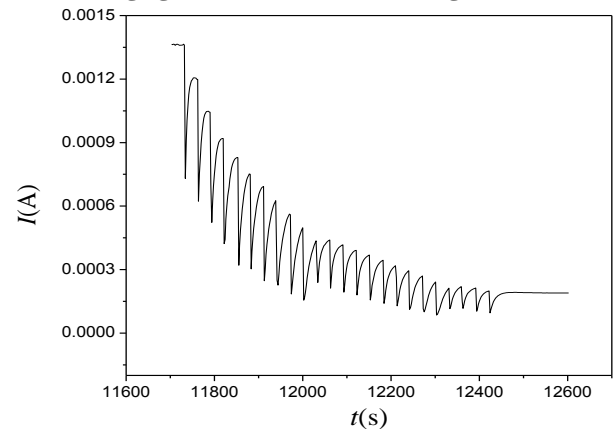


Fig. 1 A typical anodization current during the second anodization and barrier layer thinning process

شکل ۱ نمونه‌ای از تغییرات جریان در مقابل زمان در طی مرحله دوم آندی شدن و فرآیند کاهش ضخامت لایه سدی

۳-۲- ساختارشناسی

شکل 2- الف تصویر SEM از بالا مربوط به قالبهای تهیه شده قبل از پرشدن با فلزات را نشان می دهد. همان گونه که از این تصویر مشخص است قالب تهیه شده حاوی منافذ یک شکل، با توزیع یکنواخت از فواصل و اندازهها با الگوی شش ضلعی تهیه شده است. قطر متوسط حفرات و فاصله بین حفره‌های به ترتیب در حدود 37 نانومتر و 50 نانومتر می باشند. شکل 2- ب تصویر SEM از نانوسیمهای سنتز شده را پس از انحلال قالب آلومینا در محلولی از اسید کرومیک و اسید فسفریک نشان می دهد. نانوسیمهای آزاد شده از قالب چندین بار با آب مقطر و متانول شسته شده اند. قطر نانوسیمها تقریباً برابر قطر حفره‌های قالب آلومینا است. طول نانوسیمهای تهیه شده بین 1 تا 5 میکرومتر می باشد.

۳-۳- اثر افزودن Mn بر خواص مغناطیسی نانوسیمها

شکل 3 نمونه‌ای از رفتار مغناطیسی نانوسیم آلیاژی $Fe_{20}Mn_{80}$ در مقایسه با نانوسیم Fe خالص تهیه شده در قالب AAO را در شرایطی که میدان اعمالی به نانوسیمها در جهت سیمها و عمود بر سطح قالب است، نشان می دهد. حلقه‌های پسماند هر دو نمونه مربعی و دارای مقدار قابل توجه نسبت مربعی

به منظور بررسی مقدار فلزات احیا شده در نانوسیم در مقابل درصدهای مولی مختلف نمک فلزات در محلول الکتروانباشت از نانوسیمها آنالیز EDX گرفته شد. نتایج این آنالیزها در شکل 6 ترسیم و در جدول 1 گردآوری شده است. همان گونه که مشاهده می شود درصد منگنز احیاشده در نانوسیم نسبت به درصد مولی منگنز در محلول بسیار کم است. این موضوع با توجه به پایین تر بودن پتانسیل احیای منگنز (-1.14V) در مقابل پتانسیل احیای آهن (-0.04V) منطقی است.

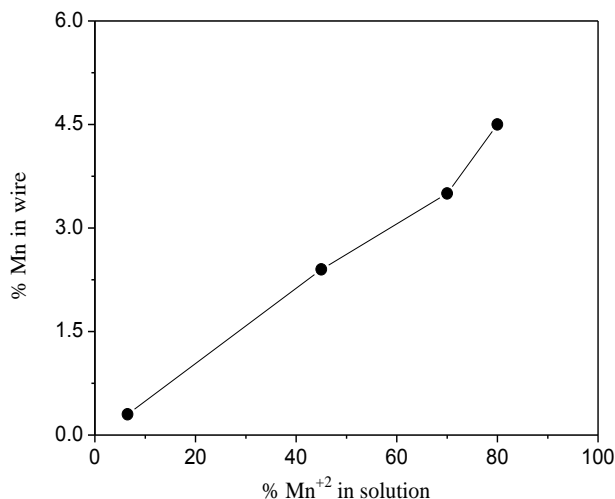


Fig. 6 The Mn content of as-deposited FeMn nanowires as a function of Mn ions in the electrolyte

شکل 6 مقادیر محتوای Mn در نانوسیمهای FeMn به صورت تابعی از درصد یونهای Mn در محلول الکتروانباشت

جدول 1 مقادیر Mn الکتروانباشت شده در نانوسیم برحسب درصد آن در محلول الکتروانباشت

Table 1 Mn content in electrodeposit nanowire as a function of Mn in the electrolyte solution

Mn in Solution(% w/w)	Mn in Nanowire (% w/w)
6	0.36
45	2.4
75	3.5
80	4.5

کم شدن وادارندگی و نسبت مربعی با افزودن منگنز به آهن به علت ایجاد تنشها و بی نظمی در ساختار نانوسیم به علت حضور دو نوع اتم با شعاع اتمی و پتانسیل احیای متفاوت در طول فرآیند کاهش است. همانطور که دیده می شود این بی نظمی در درصدهای مولی کمتر از 40% منگنز که مقادیر بسیار کمی منگنز در نانوسیم احیا شده است وادارندگی و نسبت مربعی با آهن خالص تفاوت کمی دارد و در درصدهای بالای منگنز در محلول باعث کم شدن وادارندگی و نسبت مربعی شده است.

۳-۴- اثر اعمال تابکاری بر خواص مغناطیسی نانوسیمها

به منظور بررسی اثر تابکاری بر خواص مغناطیسی نانوسیمهای آهن- منگنز ساخته شده، نمونهها در دماهای 300, 400, 450, 500, 550 و 550 درجه سلسیوس در کوره و در اتمسفر گاز آرگون به مدت 20 دقیقه تابکاری شدند. در هر مرحله تابکاری پس از سرد شدن نمونهها در اتمسفر آرگون وادارندگی آنها اندازه گیری شد (شکل 7). همان گونه که دیده می شود پس از تابکاری

مقادیر H_c یا وادارندگی این فلزات قابل اندازه گیری است که برای Fe خالص 1575 Oe و برای نمونه $Fe_{20}Mn_{80}$ به 775 Oe می رسد. افزودن Mn به فلز مغناطیسی Fe باعث کاهش مغناطش ماده و کوچکتر شدن مساحت حلقه پسماند می شود. علت این موضوع به کم شدن ماده مغناطیسی در نانوسیمها با افزودن منگنز به آهن ارتباط دارد.

وادارندگی نانوسیمهای با در صد مختلف منگنز در شکل 4 نشان می دهد که تغییرات فاحش وادارندگی برای درصدهای بالاتر از 50 درصد منگنز رخ می دهد این تغییرات با کاهش وادارندگی همراه بود که در مقادیر بالاتر از 80 درصد منگنز این تغییرات ثابت بود. کاهش وادارندگی با توجه به جایگزین شدن فلز غیر مغناطیسی به جای آهن در نانوسیمها منطقی بنظر می رسد و در کارهای دیگران هم مشاهده شده است [24-26].

شکل 5 نمودار تغییرات نسبت مربعی (M_r/M_s) نانوسیمهای تهیه شده در مقابل ترکیب درصد Mn در محلول الکتروانباشت را نشان می دهد. همان گونه که دیده می شود، مقدار نسبت مربعی از 0.8 برای نانوسیم آهن خالص به 0.6 برای $Fe_{20}Mn_{80}$ می رسد.

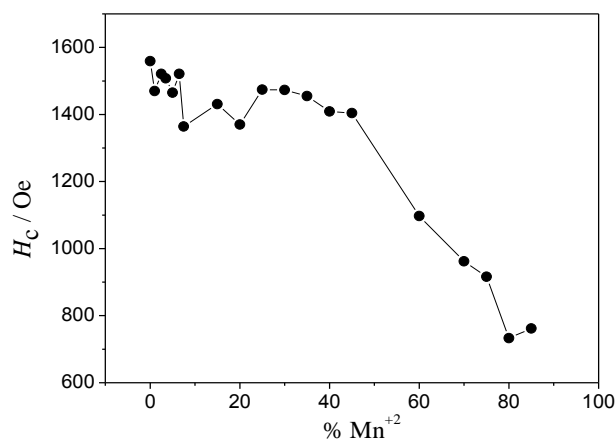


Fig. 4 The variation of H_c of the $Fe_{100-x}Mn_x$ of NW arrays versus Mn content

شکل 4 تغییرات H_c برای آرایه های نانوسیم $Fe_{100-x}Mn_x$ در مقابل محتوای Mn

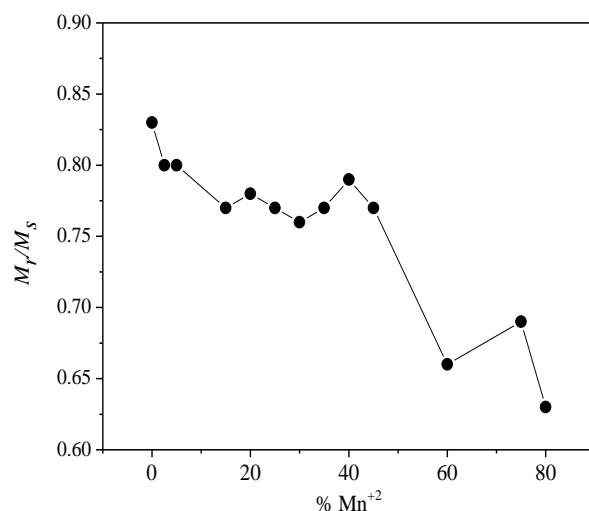


Fig. 5 The variation of M_r/M_s of the $Fe_{100-x}Mn_x$ of NW arrays versus Mn content

شکل 5 نمودار مقادیر نسبت مربعی (M_r/M_s) نانوسیمهای $Fe_{100-x}Mn_x$ در مقابل محتوای Mn

در هر دو نمودار قبل و بعد از تابکاری دو پیک در 27.9 و 44.3 درجه مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده ساختار bcc آهن می‌باشد. هیچ قله ای از ساختار منگنز دیده نمی‌شود چون مقدار منگنز بنابر آنالیز EDX کم است و مقادیر کم منگنز در ساختار آهن قرار گرفته‌اند. پیک آهن پس از تابکاری کمی کاهش یافته است. با توجه به تمایل شدید آهن به اکسید شدن در دماهای بالا و وجود اکسیژن در ساختار قالب در فرایند تابکاری، اکسید شدن آهن باعث کاهش شدت پیک در طیف XRD می‌شود.

۳-۵- اثر فرکانس جریان الکتروانباشت بر خواص مغناطیسی نانوسیمها

اثر فرکانس الکتروانباشت برخواص نمونه $Fe_{20}Mn_{80}$ در فرکانسهای 50، 100، 400، 600، 800 و 1000 هرتز مورد بررسی قرار گرفت. وادارندگی نمونه‌های ساخته شده در فرکانسهای مختلف و غلظت یکسان مولی (20:80) در شکل 9 نشان داده شده است. همان‌گونه که از شکل دیده می‌شود وادارندگی با افزایش فرکانس زیاد شده است. این افزایش با توجه به این‌که در فرکانسهای بالاتر سرعت انباشت کندتر و انباشت با تنش کمتر و ساختار بلوری منظم‌تری رشد می‌کند قابل توجیه است [28,27].

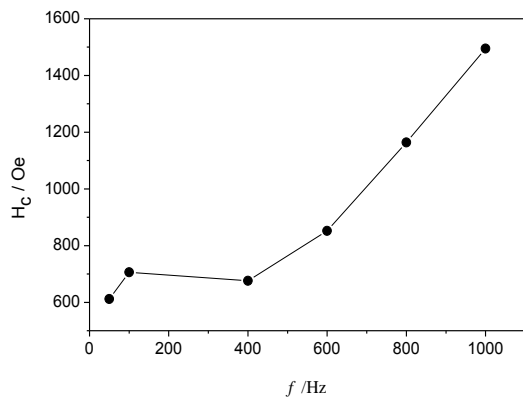


Fig. 9 The variation of the $H_c||$ of as prepared $Fe_{20}Mn_{80}$ NW sample as a function of electrodeposition frequency

شکل 9 تغییرات وادارندگی نانوسیم $Fe_{20}Mn_{80}$ تهیه شده بدون تابکاری به صورت تابعی از فرکانس الکتروانباشت

تابکاری نمونه‌های ساخته شده در فرکانسهای مختلف در شکل 10 نشان داده شده است.

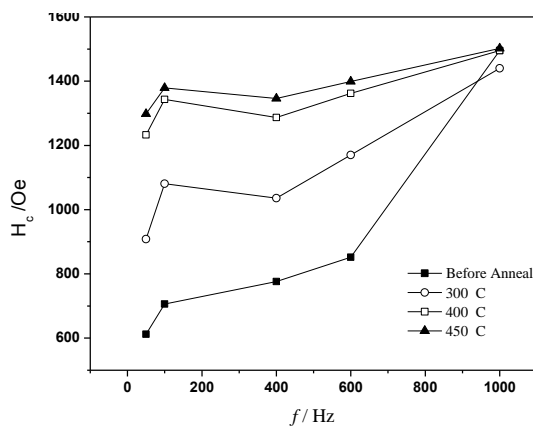


Fig. 10 The variation of the $H_c||$ of as prepared $Fe_{20}Mn_{80}$ NW sample before and after annealing as a function of electrodeposition frequency

شکل 10 تغییرات وادارندگی نانوسیم $Fe_{20}Mn_{80}$ تهیه شده قبل و بعد از تابکاری به صورت تابعی از فرکانس الکتروانباشت

وادارندگی نانوسیمهای با درصد کم منگنز تغییر عمده‌ای ندارد و در نانوسیمهای با درصد مولی زیاد منگنز وادارندگی زیاد شده و همه نمونه‌ها تقریباً به وادارندگی آهن خالص نزدیک می‌شوند [28,27].

تغییر نیافتن وادارندگی با تابکاری در نانوسیمهای خالص که در تحقیقات محققین دیگر هم گزارش شده نشان دهنده این است که یون‌ها به آرامی احیا شده‌اند ولی در نانوسیمهای آلیاژی به دلیل اختلاف سایر اتم‌ها و پتانسیل‌های احیای متفاوت آن‌ها انباشت همراه با بی‌نظمی بوده است. پیش‌بینی می‌شود که تابکاری باعث از بین رفتن تنش‌ها و بهبود ساختار بلوری و افزایش وادارندگی شده است.

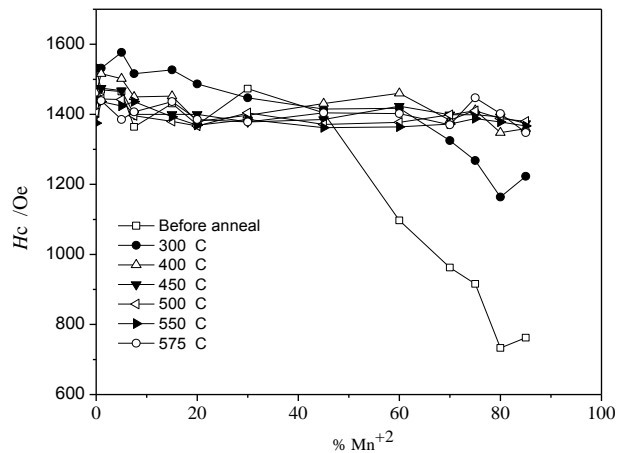


Fig. 7 The coercivity of Fe-Mn nanowire arrays embedded in AAO template versus percentage of Mn ion in electrodeposition solution at different annealing temperatures with the field applied parallel to the wire

شکل 7 وادارندگی آرایه‌های نانوسیمی Fe-Mn تشکیل شده در قالب AAO در مقابل درصد یون Mn^{2+} در محلول الکتروانباشت در دماهای تابکاری مختلف با میدان اعمالی موازی با محور نانوسیم

برای بررسی ساختار بلوری نانوسیم‌ها (پس از خارج کردن آن‌ها از قالب آلومینا) طیف XRD گرفته شد. طیف XRD نمونه $Fe_{20}Mn_{80}$ قبل و بعد از تابکاری در شکل 8 نشان داده شده است.

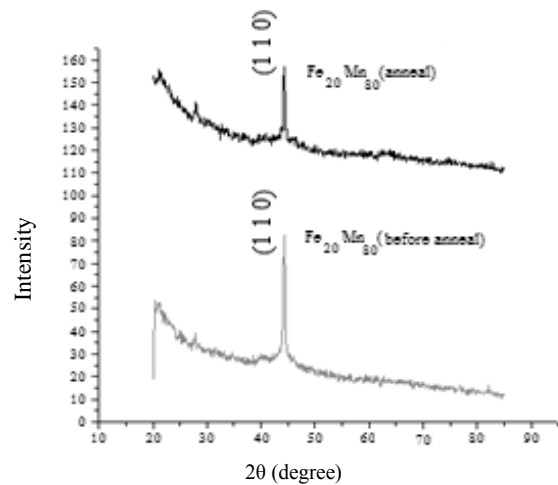


Fig. 8 XRD of the $Fe_{20}Mn_{80}$ sample nanowire arrays before and after annealing

شکل 8 طیف XRD یک نمونه نانوسیم با ترکیب $Fe_{20}Mn_{80}$ قبل و بعد از تابکاری

- Method," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 501, No. 1, pp. 173-176, 2010.
- [12] Choi, J. Kim, S.J. Lee, J. Lim, J.H. Lee, S.C. and Kim, K.J., "Controlled Self-Assembly of Nanoporous Alumina for the Self-Templating Synthesis of Polyaniline Nanowires," *Electrochemistry Communications*, Vol. 9, No. 5, pp. 971-975, 2007.
- [13] Yang, S.G. Zhu, H. Yu, D.L. Jin, Z.Q. Tang, S.L. and Du, Y.W., "Preparation and Magnetic Property of Fe Nanowire Array," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 222, No. 1-2, pp. 97-100, 2000.
- [14] Zhang, X.Y. Wen, G.H. Chan, Y.F. Zheng, R.K. Zhang, X.X. and Wang, N., "Fabrication and Magnetic Properties of Ultrathin Fe Nanowire Arrays," *Applied Physics Letters*, Vol. 83, No. 16, pp. 3341-3343, 2003.
- [15] Bao, J. Xu, Z. Hong, J. Ma, X. and Lu, Z., "Fabrication of Cobalt Nanostructures with Different Shapes in Alumina Template," *Scripta Materialia*, Vol. 50, No. 1, pp. 19-23, 2004.
- [16] Rahman, I.Z., Boboc, A. Razeeb, K.M. and Rahman, M.A., "Analysis of Magnetic Interaction in Ni Nanowire Array Grown Using Electrodeposition Process," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 290-291, pp. 246-249, 2005.
- [17] Ramazani, A. Almasi Kashi, M. Kabiri, S. and Zanguri, M., "The Influence of Asymmetric Electrodeposition Voltage on the Microstructure and Magnetic Properties of Fe_xCo_{1-x} Nanowire Arrays," *Journal of Crystal Growth*, Vol. 327, pp. 78-83, 2011.
- [18] Rouse, C. and Fricoteaux, P., "Electrodeposition of Thin Films and Nanowires Ni-Fe Alloys, Study of Their Magnetic Susceptibility," *Journal of Materials Science*, Vol. 46, pp. 6046-6053, 2011.
- [19] Zhu, H. Yang, S. Ni, G. Yu, D. and Du, Y., "Fabrication and Magnetic Properties of $Co_{67}Ni_{33}$ Alloy Nanowire Array," *Scripta Materialia*, Vol. 44, pp. 2291-2295, 2001.
- [20] Cho, J.U. Wu, J.H. Min, J.H. Lee, J.H. Liu, H.L. and Kim, Y.K., "Effect of Field Deposition and Pore Size on Co/Cu Barcode Nanowires by Electrodeposition," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 310, No. 2, pp. 2420-2422, 2007.
- [21] Maleki, K. Sanjabi, S. and Alemipour, Z., "AC Electrodeposition of Ni-Mn Alloy Nanowires in AAO Template," *International Journal of Modern Physics B*, Vol. 29, No. 31, pp. 1550224(1)-1550224(13), 2015.
- [22] Gelves, G.A. Murakami, Z.T.M. Krantz, M.J. and Haber, J.A., "Multigram Synthesis of Copper Nanowires Using Ac Electrodeposition Into Porous Aluminium Oxide Templates," *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 16, No. 30, pp. 3075-3083, 2006.
- [23] Najafi, M. Soltanian, S. Danyali, H. Hallaj, R. Salimi, A. Elahi, S.M. and Servati, P., "Preparation of Cobalt Nanowires in Porous Aluminum Oxide: Study of the Effect of Barrier Layer," *Journal of Materials Research*, Vol. 27, No. 18, pp. 2382-2390, 2012.
- [24] Wang, Y.W. Zhang, L.D. Meng, G.W. Peng, X.S. Jin, Y.X. and Zhang, J., "Fabrication of Ordered Ferromagnetic-Nonmagnetic Alloy Nanowire Arrays and Their Magnetic Property Dependence On Annealing Temperature," *The Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 106, pp. 2502-2507, 2002.
- [25] Wang, Y.W. Zhang, L.D. Meng, G.W. Peng, X.S. Jin, Y.X. and Zhang, J., "Magnetic Properties of Ordered Fe_xAg_{1-x} Nanowire Arrays Embedded In Anodic Alumina Membranes," *Chemical Physics Letter*, Vol. 339, No. 3-4, pp. 174-178, 2001.
- [26] Wang, Y.W. Wang, G.Z. Wang, S.X. Gao, T. Sang, H. and Zhang, L.D., "Fabrication and Magnetic Properties of Highly Ordered $Co_{16}Ag_{84}$ Alloy Nanowire Array," *Applied Physics A*, Vol. 74, No. 4, pp. 577-580, 2002.
- [27] Najafi, M. Assari, P. Rafati, A.A. and Hamevaisy, M., "Effect of the Electrodeposition Frequency, Wave Form, and Thermal Annealing on Magnetic Properties of $[Co_{0.975}Cr_{0.025}]_{0.99}Cu_{0.01}$ Nanowire Arrays," *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, Vol. 27, No. 12, pp. 2821-2827, 2014.
- [28] Najafi, M. Rafati, A.A. Khorshidi Fart, M. and Zare, A., "Effect of the pH and Electrodeposition Frequency on Magnetic Properties of Binary $Co_{1-x}Sn_x$ Nanowire Arrays," *Journal of Materials Research*, Vol. 29, No. 2, pp. 190-196, 2014.
- [29] Najafi, M. Alemipour, Z. Hasanzadeh, I. Aftabi, A. and Soltanian, S., "Influence of Annealing Temperature, Electrolyte Concentration and Electrodeposition Conditions on Magnetic Properties of Electrodeposited Co-Cr Alloy Nanowires," *Journal of*

از آنجایی که نمونه‌های ساخته شده در فرکانس‌های پایین‌تر با سرعت بیشتری انباشت می‌شوند تنش‌ها و در رفتگی‌های بیشتری در ساختار نانوسیم در فرکانس‌های کم مشاهده می‌شود که با تابکاری از بین رفته و وادارندگی به‌طور واضحی زیاد شده است و پس از تابکاری تقریباً در همه فرکانس‌ها وادارندگی مقابیر تقریباً یکسانی دارند [30,29].

۴- نتیجه‌گیری

به‌طور خلاصه، در این پژوهش با استفاده از یک قالب حفره‌دار آلومینا تهیه شده در آزمایشگاه به الکتروانباشت همزمان یونهای فلزی منگنز و آهن در حفرات قالب جهت دستیابی به نانوسیم‌های آلیاژی از این دو فلز اقدام نمودیم. با کنترل شرایط فرآیند ساخت قالب، اندازه، توزیع و عمق حفرات تعیین و پس از الکتروانباشت آلیاژ در حفرات خواص مغناطیسی نانوسیم‌های تولید شده در حضور قالب مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از XRD و SEM نشان می‌دهد که آلیاژهای تشکیل‌شده به‌صورت نانوسیم دارای ساختار بلوری bcc می‌باشند. بررسی رفتار مغناطیسی نانوسیم‌ها شامل وادارندگی مغناطیسی و نسبت مربعی حلقه‌های پسماند نمونه‌های سنتز شده با ترکیب درصدی مختلف از آهن و منگنز در محلول نشان داد که افزایش منگنز به نانوسیم موجب کاهش وادارندگی و نسبت مربعی می‌شود. تابکاری نمونه‌ها در دماهای مختلف نشان داد که تابکاری با از بین بردن بی‌نظمی‌های ساختار کریستالی موجب بهبود مغناطیس نانوسیم‌ها و بهبود خواص مغناطیسی آن‌ها می‌شود. از طرف دیگر بررسی اثر فرکانس جریان الکتروانباشت بر رفتار مغناطیسی نانوسیم حکایت از آن دارد که با افزایش فرکانس اعمالی وادارندگی نمونه‌های آلیاژی نانوسیم افزایش می‌یابد.

۵- مراجع

- [1] Tonucci, R.J. Justus, B.L. Campillo, A.J. and Ford, C.E., "Ngnochannel Array Glass," *Science*, Vol. 258, pp 783-785, 1992.
- [2] White, R.M. Newt, R.M.H. and Pease, R.F.W., "Patterned Media: A Viable Route to 50 Gbit/In² and Up for Magnetic Recording?," *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 33, No. 1, pp. 990-995, 1996.
- [3] Martin, C.R., "Nanomaterials: A Membrane-Based Synthetic Approach," *Science*, Vol. 266, pp. 1961-1966, 1994.
- [4] Martin, C.R., "Membrane-Based Synthesis of Nanomaterials," *Chemistry of Materials*, Vol. 8, pp. 1739-1746, 1996.
- [5] Whitney, T.M. Searson, P.C. Jiang, J.S. and Chien, C.L., "Fabrication and Magnetic Properties of Arrays of Metallic Nanowires," *Science*, Vol. 261, pp. 1316-1319, 1993.
- [6] Konish, Y. Motoyama, M. Matsushima, H. Fukunaka, Y. Ishii, R. and Ito, Y., "Electrodeposition of Cu Nanowire Arrays With a Template," *Journal of Electroanalytical Chemistry*, Vol. 559, pp. 149-153, 2003.
- [7] Sun, X.Y. Xu, F.Q. Li, Z.M. and Zhang, W.H., "Cyclic Voltammetry for the Fabrication of High Dense Silver Nanowire Arrays With the Assistance of AAO Template," *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 90, No. 1, pp. 69-72, 2005.
- [8] Rabin, O. Herz, P.R. Lin, Y.M. Akinwande, A.I. Cronin, S.B. and Dresselhaus, M.S., "Formation of Thick Porous Anodic Alumina Films And Nanowire Arrays On Silicon Wafers and Glass," *Advanced Functional Materials*, Vol. 13, No.8, pp. 631-638, 2003.
- [9] Li, Y. Huang, Y. Yan, L. Qi, S. Miao, L. Wang, Y. and Wang, Q., "Synthesis And Magnetic Properties of Ordered Barium Ferrite Nanowire Arrays in AAO Template," *Applied Surface Science*, Vol. 257, No. 21, pp. 8974-8980, 2011.
- [10] Huang, C. Wang, P. Guan, W. Yang, S. Gao, L. Wang, L. Song, X. and Murakami, R., "Improved Microstructure and Magnetic Properties of Iron-Cobalt Nanowire via an Ac Electrodeposition With A Multistep Voltage," *Materials Letters*, Vol. 64, No. 22, pp. 2465-2467, 2010.
- [11] Yang, Z.H. Li, Z.W. and Kong, L.B., "One-Step Synthesis of $Ni_{0.23}Cu_{0.11}Zn_{0.66}Fe_2O_4$ Ferrite Nanowire Arrays Using A Template

Superconductivity and Novel Magnetism, Vol. 28, No. 1, pp. 95-101, 2015.

- [30] Najafi, M., "Influence of Composition, pH, Annealing Temperature, Wave Form, and Frequency on Structure and Magnetic Properties of Binary $\text{Co}_{1-x}\text{Al}_x$ and Ternary $(\text{Co}_{0.97}\text{Al}_{0.03})_{1-x}\text{Fe}_x$ Nanowire Alloys," Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, Vol. 29, No. 9, pp. 2461-2471, 2016.

