

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 ولتامتری چرخه‌ای (CV) ولتاژ شروع انباشت لایه‌های آلیاژی مشخص شد. در ادامه بس 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 بس‌لایه‌ای FePt/Pt مورد بررسی قرار گرفت و به کمک 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.

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

مقدمه

تولید اکسیژن و هیدروژن مفید هستند [۲]. در سال‌های اخیر آلیاژهای (Pt, Pd)-(Fe, Co) به‌عنوان مواد مغناطیسی سخت برای وسایل ضبط مغناطیسی با چگالی فوق بالا و به‌عنوان محرک در سیستم‌های میکروالکترومکانیکی شناخته شده‌اند [۳]. لایه‌های نازک FePt وادارندگی^۱ بالا و پایداری شیمیایی عالی و ثابت ناهمسانگردی بزرگی دارند و برای کاربردهای ضبط با چگالی فوق بالا بسیار مناسب‌اند [۴و۵]. L1₀ FePt، یک فاز منظم از ساختار آهن پلاتین می‌باشد. فاز منظم L1₀ FePt، توجه خاصی را به دلیل مقاومت

انباشت الکتروشیمیایی فلزات گران‌بها نقش مهمی در پیشرفت صنایع گروه متالوژی دارد. مهم‌ترین کاربرد فلزات گروه پلاتین، استفاده از آن‌ها به‌عنوان محافظ در برابر خوردگی لایه‌های زیرین است. کاربردهای دیگر شامل پوشش مقاوم برای سطوح، پوشش تزئینی و کاربردهای دیگر مانند به‌دست آوردن مقاومت پایین برای اتصالات الکتریکی و سطوح کاتالیزور برای الکترودها در واکنش‌های شیمیایی است [۱]. نانوذرات پلاتین به‌عنوان کاتالیزور برای اکسید کردن طیف گسترده‌ای از مولکول‌ها و به‌عنوان فوتوکاتالیزور برای الکترولیز آب روی سطوح نیمه‌رسانای TiO₂ برای

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

¹ 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 الکترولیت شامل $1\text{m M H}_2(\text{PtCl}_6).6\text{H}_2\text{O}$ 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 الکترولیت شامل $1\text{m M H}_2(\text{PtCl}_6).6\text{H}_2\text{O}$ و غلظت‌های مختلف ۰٫۰۲، ۰٫۰۴ و ۰٫۰۶ مولار 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 الکترولیت شامل $1\text{m M H}_2(\text{PtCl}_6).6\text{H}_2\text{O}$ و m M FeSO_4 استفاده شد. مقدار ۰٫۲ مولار اسیدبوریک (برای تثبیت pH و همچنین به‌عنوان یک ماده افزودنی مرطوب‌کننده) به تمامی محلول‌ها اضافه شد. اسید بوریک افزوده شده باعث تسریع حرکت حباب‌های هیدروژن از سطح کاتد و در نتیجه مانع از تخلخل فلز رسوب داده شده می‌شود. سلول الکتروشیمیایی حاوی الکترولیت، الکتروود کار یا کاتد همان زیر لایه‌هایی هستند که با فرآیند ماسک‌زنی آماده می‌گردند. الکتروود

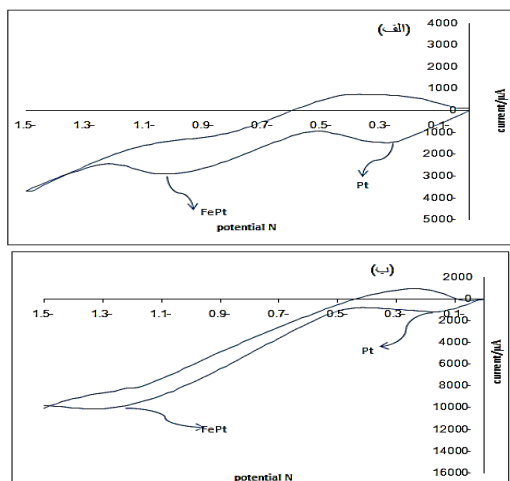
خوردگی^۱ عالی و ناهمسانگردی کریستالی مغناطیسی بالا به خود جلب کرده است. اخیراً لایه نازک و ذرات $\text{L1}_0 \text{ fct}^2\text{-FePt}$ ، به‌عنوان نسل بعدی وسایل ضبط مغناطیسی با چگالی بالا شدیداً مورد بررسی قرار گرفته است. فیلم‌های ضخیم FePt با وادارندگی و مغناطش باقی‌مانده^۲ بالا احتمالاً برای کاربردهای ماکروبو 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 L1_0 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 خلأ 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 مد کرنوکولومتری (CHC) و تحت پتانسیل ثابت در یک الکترولیت تک حمام انباشت شدند. با استفاده از ولتامتری چرخه‌ای (CV) 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

³ Remanent Magnetization

¹ Corrosion resistance

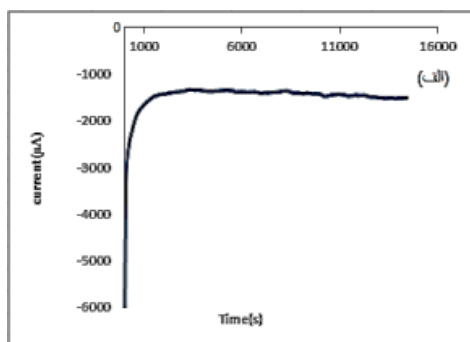
² face center tetragonal



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

نتایج و بحث

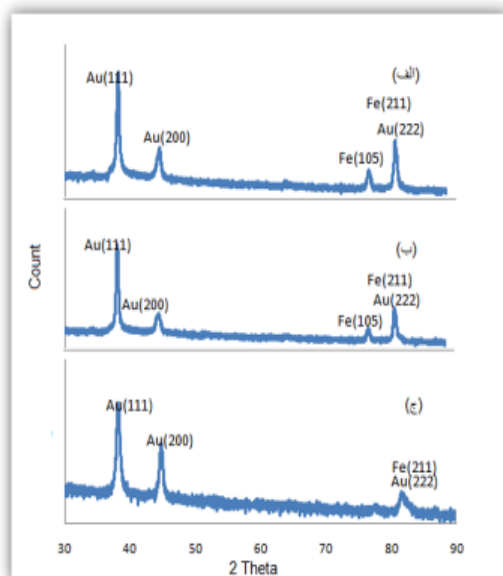
با توجه به این‌که در این کار، جهت رشد لایه‌های Pt، لایه‌های آلیاژی FePt و برای دستیابی به ساختار لایه‌ای متناوب از مد دستگاه پای‌پتانسیل استفاده شده است، پارامترهای انباشت شامل بار، دوره و ولتاژ از طریق نرم‌افزار نصب شده به یک رایانه وارد شده و به پای‌پتانسیل اعمال می‌گردد. توسط همین نرم‌افزار منحنی 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 الکترولیت بعد از مدتی به تعادل نسبی رسیده است.



شکل ۲. منحنی‌های الف. جریان-زمان مربوط به انباشت آلیاژ آهن-پلاتین در ولتاژ ۱/۴-.

ثانویه از جنس پلاتین و الکتروود مرجع از نوع کالومل می‌باشد. کنترل پتانسیل روی سطح زیرلایه توسط این الکتروود انجام می‌پذیرد. در این کار از مد کروئوکولومتری (CHC) دستگاه پای‌پتانسیل استفاده کردیم. پارامترهای انباشت شامل بار، دوره و ولتاژهای بهینه لایه‌نشانی به دستگاه پای‌پتانسیل 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 ۱×۱cm و ضخامت نیم‌میلی‌متر و زیرلایه‌های طلا، قطعات ۱×۱cm از Au/Cr/glass بود (۵nm فلز کروم به منظور چسبندگی طلا به شیشه که به دلیل ضخامت کم در نتیجه آزمایش‌ها خللی ایجاد نمی‌کند و ۲۵nm 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 آلیاژ 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 الکترولیت‌های مربوط به آلیاژ برای هر دو زیرلایه مقداری تقریباً یکسان، به ترتیب برای طلا و مس، ۰/۲- و ۰/۳- برای پلاتین و ۱/۲- و ۱/۱- برای آلیاژ آهن-پلاتین نشان می‌دهد. ولتاژهای شروع انباشت تقریباً یکسان آلیاژ برای دو زیرلایه طلا و مس ناشی از یکسان بودن ساختار طلا و مس می‌باشد که هر دو ساختار غالب fcc دارند.

شکل ۳. آنالیز XRD از پلاتین به ضخامت ۷۰۰nm 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 ۱μm روی زیرلایه Au/Cr/glass.

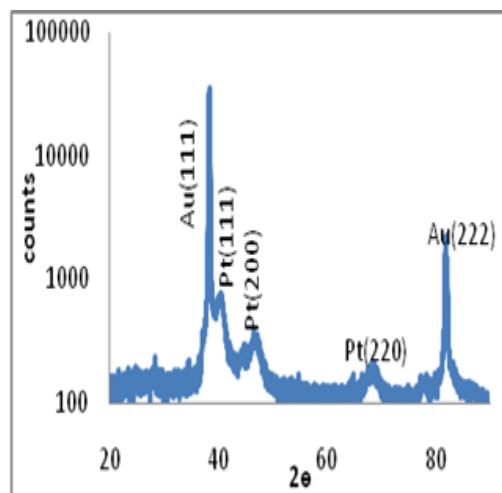
در شکل ۴ مقایسه آنالیز XRD مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt با غلظت‌های مختلفی از آهن روی زیرلایه طلا آورده شده است. به دلیل بلند بودن پیک زیر لایه طلا محور مربوط به شدت به صورت لگاریتمی در نظر گرفته شده است تا پیک‌هایی که شدت کمتری دارند نمایان شوند. با این حال به دلیل کم بودن درصد پلاتین در لایه، پیک پلاتین و پیک آلیاژی آهن-پلاتین قابل تفکیک نیستند. همان‌طور که در شکل ۴ دیده می‌شود با افزایش غلظت آهن در الکترولیت پیک‌های مربوط به آهن کوتاه‌تر شدند و ساختار لایه به سمت بی‌نظمی رفته است. احتمالاً با ادامه این روند به فاز بی‌نظم آلیاژ آهن-پلاتین می‌رسیم. بدین معنی که با افزایش غلظت آهن پیک‌های آهن کم‌کم 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 شرر می‌توان اندازه ریز بلورک‌های کوچک‌تر از ۱ μm را تعیین کرد.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad ۱$$

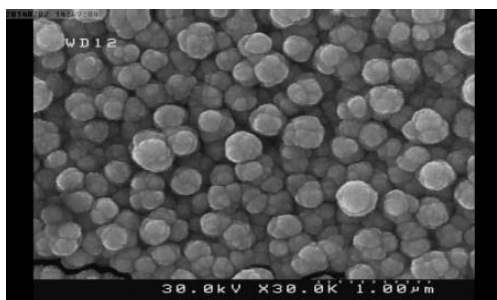
در این رابطه پارامتر D اندازه ریزبلورک، K فاکتور شکل که به ساختار بلور بستگی دارد، λ طول موج پرتوهای ایکس و βθ پهنای کامل برحسب رادیان در نیمه ماکزیمم پیک مشاهده شده است.

نمونه‌های مورد نظر توسط تابش CuK_α با طول موج λ = ۱٫۵۴Å از دستگاه XRD آنالیز شدند. شکل ۳ مربوط به لایه پلاتین به ضخامت ۷۰۰nm روی زیرلایه Au/Cr/glass می‌باشد. به علت پیک تیز طلا و نمایان نشدن واضح پیک پلاتین محور مربوط به شدت لگاریتمی در نظر گرفته شد. مکان پیک ارجح پلاتین در جهت (۱۱۱) در زاویه ۲θ = ۳۸٫۲۸° است. طیف XRD ساختار مرکز سطحی (fcc) با جهت‌گیری غالب (۱۱۱) را نشان می‌دهد و حاکی از آن است که ساختار لایه نازک ایجاد شده با زیرلایه مطابقت دارد. با استفاده از رابطه ۱ میانگین اندازه نانو بلورک‌های پلاتین ۱۷٫۵۷nm محاسبه شد.



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

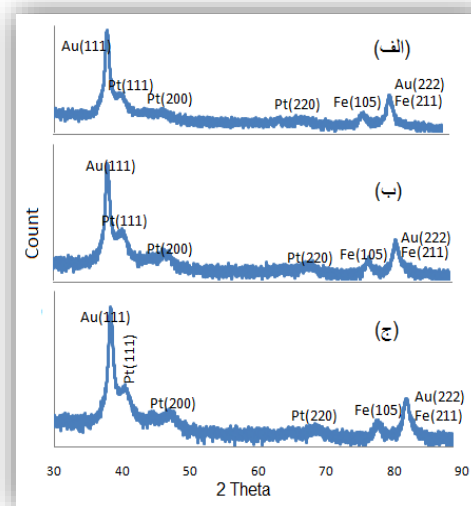
شکل ۶ تصویر SEM مربوط به لایه نازک پلاتین روی زیرلایه طلا به ضخامت ۷۰۰nm در مقیاس ۱μm را نشان می‌دهد. در این تصویر بلورک‌های پلاتین به وضوح قابل مشاهده است.



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

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، در واقع 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، در واقع با افزایش غلظت الکترولیت، نظم لایه کاهش یافته و به سمت بی‌شکلی رفته است؛ که این نتایج روی زیرلایه طلا بیشتر مشهود است.

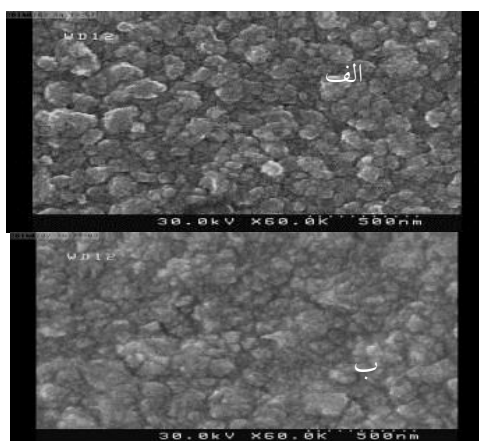
پیک مربوط به ساختار مکعبی آهن (Fe(۲۱۱)) و پیک طلا بر هم منطبق‌اند. پیک مربوط به ساختار شش‌وجهی آهن (Fe(۱۰۵)) نیز مانند بقیه پیک‌های آهن با افزایش غلظت آهن کاهش یافته است.



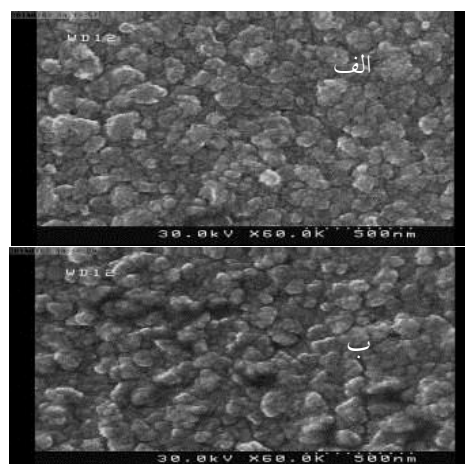
شکل ۵. مقایسه طیف XRD لایه‌های نازک بس‌لایه‌ای الف. FePt(3nm)/Pt(2nm). ب. FePt(3nm)/Pt(1nm). ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه Au/Cr/glass.

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.

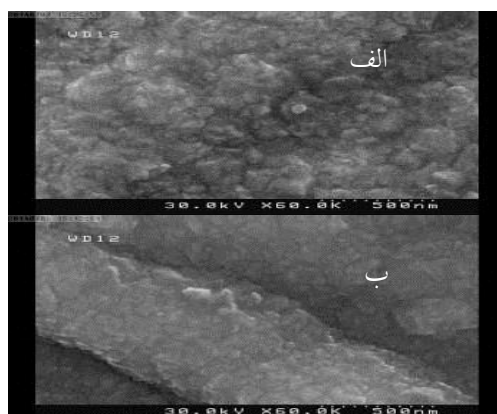
به منظور بررسی اثر تغییر ضخامت و غلظت، بر مورفولوژی سطحی نمونه‌های تولید شده لایه‌های نازک آلیاژی آهن-پلاتین و هم‌چنین اثر تغییر ضخامت لایه غیرمغناطیسی پلاتین بر مورفولوژی سطحی در لایه‌های نازک بس‌لایه‌ای آهن/پلاتین و نیز مورفولوژی سطحی لایه نازک تک فلز پلاتین، توسط دستگاه SEM ساخت شرکت هیتاچی موجود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



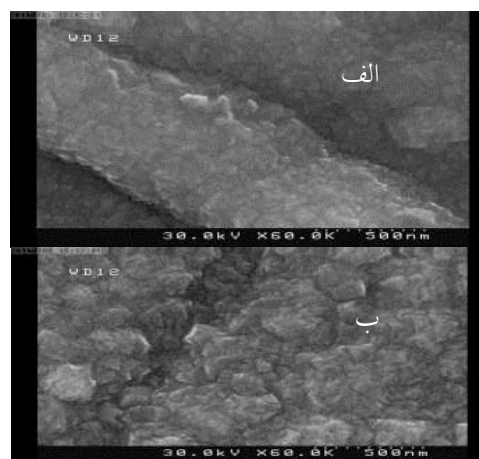
شکل ۹. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه طلا تهیه شده به ضخامت ۵۰۰nm با کترولیت شامل ۰/۰۰۱ مولار پلاتین و الف) ۰/۰۲ مولار آهن ب) ۰/۰۶ مولار آهن در بزرگنمایی یکسان.



شکل ۷. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه طلا تهیه شده با کترولیت شامل ۰/۰۲ مولار آهن و ۰/۰۰۱ 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 کترولیت شامل ۰/۰۰۱ مولار پلاتین و الف) ۰/۰۲ مولار آهن ب) ۰/۰۶ مولار آهن در بزرگنمایی یکسان.



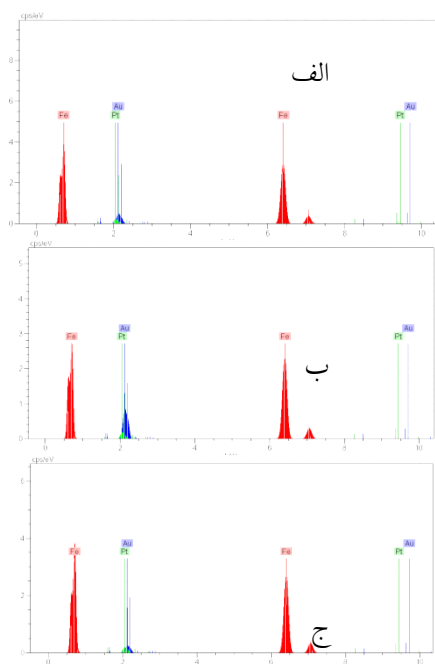
شکل ۸. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک آلیاژی FePt روی زیرلایه مس تهیه شده با کترولیت شامل ۰/۰۲ مولار آهن و ۰/۰۰۱ مولار پلاتین به ضخامت الف) ۵۰۰nm ب) ۱ μm در بزرگنمایی یکسان.

همان‌طور که در شکل‌های مربوط به SEM آلیاژهای 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 کترولیت شامل ۰/۰۰۴ مولار آهن و ۰/۰۰۱ مولار پلاتین بر روی زیرلایه طلا و مس نمایش داده شده است.

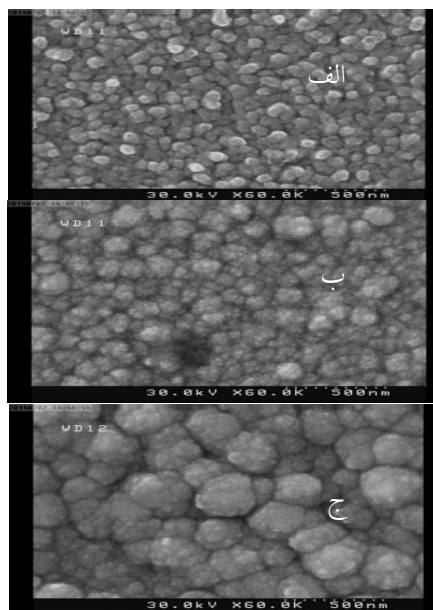
در شکل‌های ۹ و ۱۰ تصاویر SEM مربوط به غلظت‌های متفاوت از آهن در کترولیت‌ها روی زیرلایه مس و طلا آورده شده است.

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

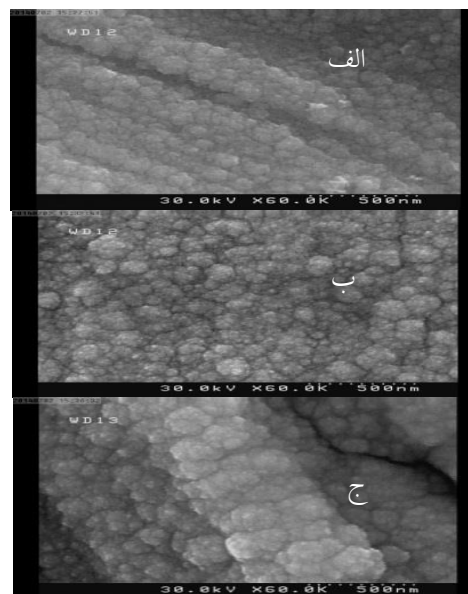
برای بررسی آنالیز کمی از میزان آهن و پلاتین در لایه‌های انباشتی از آنالیز تفکیک انرژی پرتو ایکس (EDX) مدل RONTEC ساخت کشور آمریکا در مرکز پژوهش متالورژی رازی استفاده شده است. شکل ۱۳ و جدول ۱ نتایج حاصل از آنالیز EDX گرفته شده از لایه‌های نازک آلیاژی آهن-پلاتین روی زیرلایه طلا توسط دستگاه EDX متصل به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



شکل ۱۳. آنالیز EDX لایه‌های انباشت شده آلیاژی آهن-پلاتین برای غلظت‌های الف. ۰٫۰۲، ب. ۰٫۰۴، ج. ۰٫۰۶ مولار آهن و ۰٫۰۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱ μm روی زیرلایه طلا.

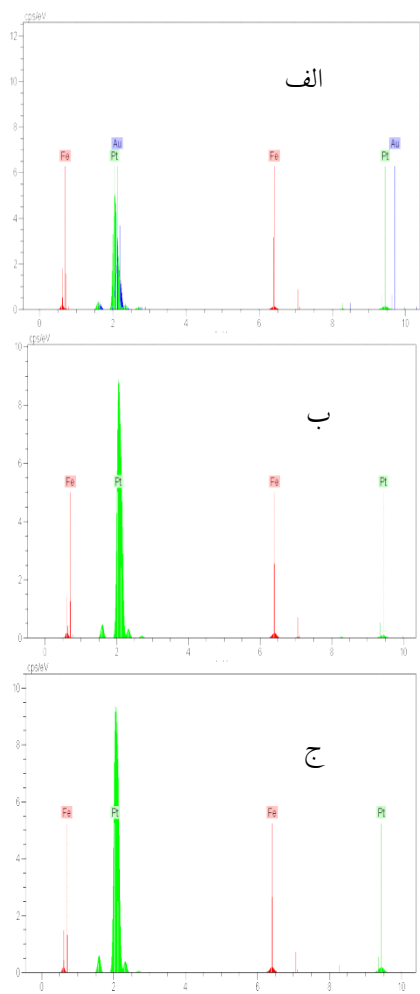


شکل ۱۱. تصاویر SEM مربوط به لایه نازک بس‌لایه‌ای FePt/Pt با ضخامت کل ۱۰۰۰nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(1nm). ب. FePt(3nm)/Pt(2nm). ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه طلا.



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

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



شکل ۱۴. آنالیز EDX مربوط به لایه نازک بس لایه ای FePt/Pt با ضخامت کل ۱۰۰۰nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(1nm) ب. FePt(3nm)/Pt(2nm) ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه طلا.

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 ۱۰۰ نرسیده است این موضوع می‌تواند ناشی از اثر زیرلایه باشد به عبارت دیگر می‌توان گفت زیرلایه در آنالیز دیده شده است.

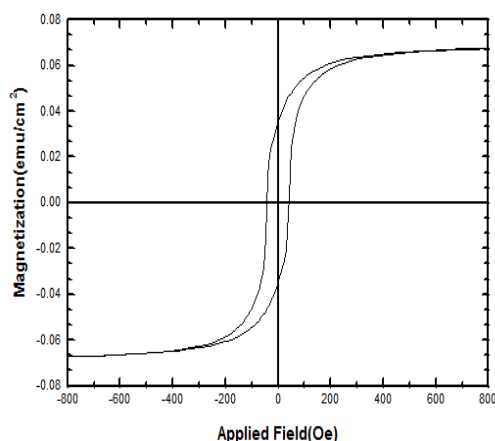
جدول ۱. داده‌های حاصل از آنالیز EDX لایه‌های انباشت شده آلیاژی آهن-پلاتین برای غلظت‌های الف. ۰٫۰۲، ب. ۰٫۰۴، ج. ۰٫۰۶ مولار آهن و ۰٫۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱μm روی زیرلایه طلا.

مولار پلاتین (mol/lit)	مولار آهن (mol/lit)	درصد وزنی آهن	درصد اتمی آهن	درصد وزنی پلاتین	درصد اتمی پلاتین
۰٫۰۰۱	۰٫۰۲	۸۶٫۸۳	۹۵٫۸۷	۱٫۹۸	۰٫۶۳
۰٫۰۰۱	۰٫۰۴	۹۳٫۲۴	۹۷٫۹۸	۱٫۷۴	۰٫۵۲
۰٫۰۰۱	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 به هم 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.

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

مغناطش پسماند	مغناطش اشباع	وادارندگی
$M_r(\text{emu/cm}^2)$	$M_s(\text{emu/cm}^2)$	$H_c(\text{Oe})$
۰/۰۳	۰/۰۵۹	۴۱



شکل ۱۶. آنالیز AGFM لایه آلیاژی FePt با ضخامت ۱۰۰۰nm تهیه شده با الکترولیت شامل ۰/۰۶ مولار Fe و ۰/۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

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

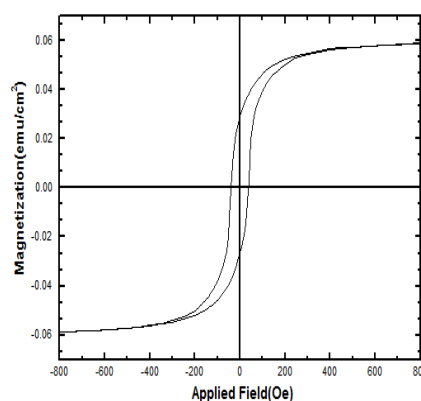
مغناطش پسماند	مغناطش اشباع	وادارندگی
$M_r(\text{emu/cm}^2)$	$M_s(\text{emu/cm}^2)$	$H_c(\text{Oe})$
۰/۰۳۵	۰/۰۶۵	۴۳/۵

با توجه به شکل‌های ۱۵ و ۱۶ و جدول‌های ۳ و ۴ همان‌طور که انتظار می‌رفت، با افزایش میزان آهن در الکترولیت مقدار مغناطش پسماند، مغناطش اشباع و وادارندگی لایه‌های انباشتی افزایش یافت. با توجه به جدول‌های ۳ و ۴ وادارندگی این منحنی‌ها ۴۱Oe و ۴۳/۵Oe 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 ۱۰۰۰nm و ضخامت‌های متفاوت لایه میانی پلاتین الف. FePt(3nm)/Pt(1nm) ب. FePt(3nm)/Pt(2nm) ج. FePt(3nm)/Pt(3nm) روی زیرلایه طلا.

ضخامت	درصد وزنی آهن	درصد اتمی آهن	درصد وزنی پلاتین	درصد اتمی پلاتین
FePt(3nm)/Pt(1nm)	۵۹۰	۱۷/۹۰	۶۴/۴۳	۵۷/۳۸
FePt(3nm)/Pt(2nm)	۵۸۳	۱۷/۷۹	۹۴/۱۷	۸۲/۲۱
FePt(3nm)/Pt(3nm)	۵۶۳	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 الکترولیت شامل ۰/۰۲ مولار آهن و ۰/۰۱ مولار پلاتین و الکترولیت شامل ۰/۰۶ مولار آهن و ۰/۰۱ مولار پلاتین با ضخامت ۱۰۰۰nm بر روی زیر لایه طلا آورده شده است.



شکل ۱۵. آنالیز AGFM لایه آلیاژی FePt با ضخامت ۱۰۰۰nm تهیه شده با الکترولیت شامل ۰/۰۲ مولار Fe و ۰/۰۱ مولار Pt بر روی زیرلایه طلا.

نتیجه‌گیری

در ولتاژتری چرخه‌ای حاصل از الکترولیت 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 شرر میانگین اندازه نانو بلورک‌ها روی زیرلایه طلا ۱۷/۵۷ 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 الکترولیت با غلظت‌های متفاوت ۰/۰۲ و ۰/۰۴ و ۰/۰۶، دیدیم که هرچه غلظت آهن بیشتر شد لایه به سمت بی‌نظمی رفت. با مقایسه طیف XRD بس‌لایه‌ای‌های آهن/پلاتین با ضخامت لایه آهن ۳ نانومتر و ضخامت متفاوت لایه پلاتین ۱ و ۲ و ۳ 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 آلیاژ 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

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

با توجه به حلقه پسماند لایه آلیاژی آهن-پلاتین وادارندگی دارای مقدار ۴۱Oe و ۴۳/۵Oe است، بنابراین لایه‌های آلیاژی ما یک 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, Direct Splitting 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. F'ahler, H. Schl'orb, L. Schultz, Potential dependence of composition and structure of electrodeposited Fe-Pt films, *Electrochimica Acta* 52 (2006) 194–199.

[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. Nabyouni, 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. نوازش، غ. نبیونی، ن. حمزه‌لو صفایی، رشد و بررسی خواص ساختاری و الکتریکی لایه‌های نازک Pb الکتروانباشت شده بر روی زیرلایه‌های Cu و Au، *مجله پژوهش سیستم‌های بس‌ذره‌ای دانشگاه شهید چمران اهواز*، ۱، (۱۳۹۰)، ۵۷–۴۶.

Structural and Magnetic Investigation of Electrodeposited FePt Nanostructures

Raziye Torabi Farsani, Gholamreza Nabiyouni*

Department of Physics, Faculty of Science, Arak University, Arak 38156-8-8394, Iran

Abstract

In this research, thin films of FePt alloy with different percentages of iron were electrodeposited on Cu and Au substrate in the CHC mode under constant potential in single electrolytic bath. Cyclic voltametry identified the using starting voltage of deposition of alloy layers. Then, FePt/Pt multilayers with different thicknesses of platinum layers were deposited on the Cu and Au substrates. The effect of thickness on the surface morphology of the layers was studied. In this work, crystalline structure and morphology of FePt alloy and FePt/Pt multilayers were studied using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). Energy dispersive X-ray analysis (EDX) determined weight and atomic percentages of the elements in the deposited layers. Magnetic properties of the alloy deposited on Au substrate were studied using the alternating gradient force magnetometer (AGFM).

Keywords: Electrodeposition, Thin film, FePt

* Corresponding Author: g-nabiyouni@araku.ac.ir