

## سنتز نانو ذرات مغناطیسی FeCo در نسبت های آلیاژی مختلف به روش شیمیایی میکروامولسیون و بررسی خواص مغناطیسی

ابوالحسن نجفی\*، غلامرضا خلج، کورش نعمتی پور<sup>۳</sup>  
(تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۱۰/۰۸، ش ص: ۶۲-۴۵، تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۲/۱۵)

### چکیده

نانو ذرات مغناطیسی به دلیل خواص منحصر به فرد و کاربردهای بالفعل و بالقوه ای که دارند، طی سالیان اخیر مورد موضوع تحقیقات زیادی بوده‌اند. از جمله مهمترین کاربردهای این نانو ذرات می‌توان به کاربردهای پزشکی از جمله کاربردهای هایپرترمیا و دارو رسانی هدفمند و نیز کاربردهای مخابراتی و دفاعی مانند جاذب‌های امواج الکترومغناطیس، اشاره نمود. در این مطالعه، روش میکروامولسیون به عنوان یک روش سنتز آسان و امیدوار کننده برای تهیه نانوذرات FeCo مغناطیسی با نسبت‌های مختلف Fe / Co استفاده شد. برای این منظور، یک سیستم میسلر اعمال شد و واکنش احیای نمک Fe و Co در فضاهای محدود در فاز مایع انجام شد. آزمایش جذب امواج الکترومغناطیسی برای تعیین نمونه جذب کننده بهینه انجام شد. نتایج نشان داد که نمونه‌ای که در نسبت وزن آهن به کبالت برابر ۷۰ به ۳۰ تهیه شده است دارای مورفولوژی کروی یکنواخت با اندازه ذرات متوسط کمتر از ۱۰ نانومتر است. ارزیابی ویژگی مغناطیسی نمونه‌های سنتز شده نشان داد که نانوذرات Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> بیشترین اشباع مغناطیسی ۱۱۵ emu g<sup>-1</sup> را به خود اختصاص داده‌اند. علاوه بر این، جذب الکترومغناطیسی این نمونه به ۸/۱- در ۱۶ گیگاهرتز اندازه گیری شد که در پایین ترین سطح در مقایسه با سایر نمونه‌ها بود که اثر قابل توجه نسبت وزنی Fe / Co را بر خواص مغناطیسی نهایی سیستم آلیاژ، آشکار می‌کند.

واژه های کلیدی: سنتز، نانو ذرات مغناطیسی، میکروامولسیون، جذب امواج الکترومغناطیسی.

۱ - استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، ساوه، ایران

۲ - دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، ساوه، ایران

۳ - کارشناس ارشد، گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، ساوه، ایران

\*- نویسنده مسئول مقاله: najafi@iau-saveh.ac.ir

## پیشگفتار

نانوذرات مغناطیسی به علت کاربردهای بالقوه و عملی آنها مانند پزشکی (هایپوترمیا و تحویل هدفمند دارو)، استفاده در صنایع دفاعی و انتقال اطلاعات (جذب امواج الکترومغناطیسی) موضوع تحقیقات بسیاری در سال های اخیر بوده است. کاربرد نانوذرات با ویژگی های کلیدی از جمله اندازه ذرات مناسب، توزیع اندازه ذرات باریک، مورفولوژی و ترکیب شیمیایی همراه است. مواد نانو ساختار خواص مرجحی را نسبت به مواد معمولی به علت ویژگی برتر آنها از جمله خواص الکتریکی، شیمیایی، نوری و مغناطیسی نشان می دهد [۱-۵]. نانوذرات مغناطیسی با اندازه ذرات ۲۰-۲ نانومتر، کاربردهای صنعتی مختلفی از قبیل سیالات مغناطیسی، سیستم های تبرید مغناطیسی، عوامل تقویت کنتراست در تصویربرداری تشدید مغناطیسی (MRI) و تحویل دارو هدفمند را نشان می دهند [۶-۱۰].

بعضی از روش های سنتز توانایی ساخت و کنترل خواص مانند کنترل اندازه ذرات، بلورینگی و ساختار بلوری، و ساخت مواد مغناطیسی نرم با جهت گیری اشباع بالا را برآورده می کنند. آلیاژ FeCo مغناطیسی متعلق به مواد مغناطیسی نرم با اشباع بالا (تا ۲/۴۵ T) تغییر ابعاد مغناطیسی<sup>۱</sup> کم، مقاومت بالا، نیروهای مغناطیس زدایی<sup>۳</sup> کوچکی، دمای کوری<sup>۴</sup> بالا و انرژی های ناهمسانگرد مغناطیسی بالا است. این آلیاژها برای کاربردی فنی و مهندسی بسیار جذاب هستند، مثلا در هد خواندن و نوشتن دستگاه های ذخیره سازی مغناطیسی، بلبرینگ الکترونیکی، بیوتکنولوژی، سیستم های پودر فضایی با درجه حرارت بالا و میکرو آداپتورها [۱۱-۱۵].

بنابراین، بسیاری از تکنیک هایی مانند آلیاژسازی مکانیکی، رسوب الکتریکی، رسوب بخار شیمیایی و تجزیه شیمیایی در اثر حرارت<sup>۵</sup> کبالت و کربنیل آهن در حضور

سورفکتانت ها در سال های اخیر توسعه یافته اند [۱۶-۱۸]. با این حال، این روش ها از چندین عیب مانند کنترل نادرست واکنش دهنده ها و محصولات، مقیاس پذیری ضعیف، و همچنین هزینه های عملیاتی بالا رنج می برند. به علاوه، نانوذرات سنتز شده با استفاده از این روش صرفا مورفولوژی کروی و اندازه ذرات منودیسپرسی را نشان می دهد که نشان دهنده تقاضای روش های جدید سنتز است [۱۹-۲۱]. در تحقیق حاضر از طریق روش میکرومولسیون، با حفظ خواص مغناطیسی و نسبت استوکیومتری مواد اولیه، محصول نهایی در ابعاد نانومتری سنتز و کنترل شد. این روش در مقایسه با روش های قبلی که اشاره شد، دارای پارامترهای ویژه ای است که می توان محصولی را سنتز نمود که دارای خواص مهندسی مطلوب باشد. به طور کلی روش میکرومولسیون یک روش آماده سازی فوری است که کنترل برخی خصوصیات مانند اندازه ذرات، مورفولوژی، سطح و توزیع اندازه ذرات را کنترل می کند. روش میکرومولسیون برای تولید سولفات فلزات کلوئیدی و نانو ذرات اکسیدی مانند  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ،  $\text{TiO}_2$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$  به طور گسترده ای مورد استفاده قرار گرفته است [۲۲-۲۵]. در این کار، سنتز نانوذرات FeCo با روش میکرومولسیون مطالعه شد. هدف اصلی کار حاضر، استفاده از سیستم میسلر برای تشویق تشکیل فاز مورد نظر در فضای محدود است که منجر به تهیه نانوذرات آلی بسیار یکنواخت می شود. علاوه بر این، اثر ترکیب آلیاژ بر خواص مغناطیسی نانوذرات بررسی شده است. برای مقایسه بهتر خواص مغناطیسی از میکرو ذرات کبالت و میکرو ذرات آهن استفاده شد. که مهم ترین اثر این تحقیق سنتز هم زمان ترکیبات آهن-کبالت با نسبت های مولی مناسب جهت بهینه کردن خواص مغناطیسی از طریق روش شیمیایی بود که برای اولین بار در حوزه سنتز مواد مغناطیس مطرح گردیده است. دستاورد مهم و نوآوری این تحقیق کنترل این ذرات در ابعاد زیر ۱۰ نانومتر با حفظ خواص مغناطیسی آنها است که برای اولین بار این موضوع در حوزه سنتز نانو ذرات مغناطیسی در محیط شیمیایی مورد بررسی قرار گرفت.

- 1 Ferrofluids
- 2 magnetostriction
- 3 coercive force
- 4 Curie
- 5 thermolysis

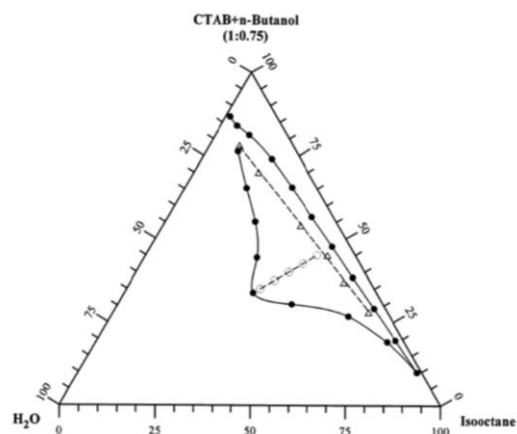
## مواد و روش ها

## سنتز شیمیایی نانو ذرات مغناطیسی Fe و FeCo

برای سنتز شیمیایی FeCo، Fe و Co از روش میکرومولسیون استفاده شده است. روش میکرومولسیون یکی از روش‌های تولید نانو ذرات در داخل سیستم آب، روغن و عامل سطحی است. اگر حلال روغن باشد میسل معکوس نام دارد که به صورت کره‌های میکرومتری یا نانومتری آب در داخل فاز روغنی است. مولکول‌های عامل سطحی معمولاً AOT<sup>۱</sup>، CTAB<sup>۲</sup> یا SDS<sup>۳</sup> و حلال روغنی معمولاً یک حلال آلی غیر قطبی است [۲۶].

مواد اولیه مورد نیاز این تحقیق شامل کلرید آهن (III)، استات کبالت، آب یون زدایی شده، CTAB، بوتانول، ایزواکتان و سدیم بوروهیدرید که از شرکت مرک و ام پی

بیومدیالز تهیه شده و بدون هیچ‌گونه خالص‌سازی به همان صورت دریافت شده مصرف گردیدند. برای تولید نانو ذرات آهن-کبالت دو سیستم میسل معکوس تهیه شد که یکی شامل نمک‌های فلزی و دیگری شامل عامل احیایی (سدیم بوروهیدرید) بود. محدوده تشکیل میکرومولسیون پایدار که به صورت محلول شفاف مشخص می‌شود قبلاً برای سیستم آب/CTAB- بوتانول/ ایزواکتان توسط Chen و همکارانش تعیین شده است [۲۷]. این محدوده در دیاگرام سه تایی شکل ۱ مشخص شده است. محدوده تشکیل میسل پایدار به صورت خطوطی درون دیاگرام رسم شده است.



شکل ۱- سیستم CTAB+n-Butanol-H<sub>2</sub>O-Isooctane در دمای ۲۵ °C [۱۶]

علت انتخاب نقطه مذکور حضور آن درون محدوده تشکیل میسل پایدار است. نحوه انجام آزمایش بدین صورت است که ابتدا مقدار درصد وزنی ایزواکتان/CTAB، بوتانول/ آب را با توجه به نقطه  $W=4$  در درون دیاگرام حساب شد که نقطه‌ای با درصدهای وزنی زیر بدست می‌آید:

H<sub>2</sub>O: 4.8% wt  
Isooctane: 70.8% wt  
CTAB, Butanol: 24.4% wt

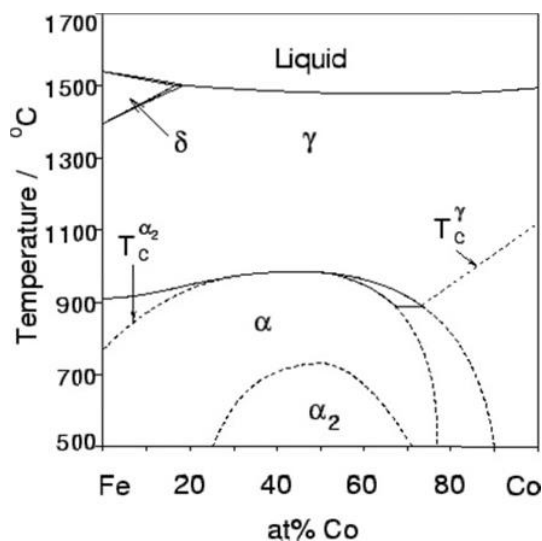
که مقدار CTAB و Butanol برابر در نظر گرفته شد و با توجه به مقدار غلظت ۱ مولاری و با فرض مقدار ۱۰ ml

از مهمترین عواملی که روی تعیین پایداری میسل و اندازه ذرات نهایی تاثیر گذار است عبارتند از نسبت مولی آب به عامل سطحی (W) و غلظت پیش‌سازهای فلزی (M) [۱۸ و ۱۹]. از این رو برای سنتز نانو ذرات مغناطیسی FeCo، Fe و Co با توجه به این دو مورد و نیز دیاگرام شکل ۱ از نسبت آب به عامل سطحی ۴ ( $W=4$ ) و غلظت ۱ مولار ( $M=1$ ) استفاده شده است.

1 Dioctyl Sodium Sulfosuccinate or Docusate Sodium, often Referred to as DSS, Aerosol OT or AOT  
2 Cetyltrimethylammonium Bromide  
3 Sodium Dodecyl Sulfate

با توجه به دیاگرام تعادلی آهن-کبالت که در شکل ۲ مشخص است در ترکیب سنتزی آلیاژ FeCo تا نسبت ۲:۸ دارای ساختار شبکه بلوری فریتی  $\alpha_2$  یا  $\alpha$  و یا همان bcc است و با افزایش میزان کبالت به ۹۰ درصد اتمی دارای ساختار hcp خواهد بود. این ساختار فریتی در ترکیب بیان شده تا دمای حدود  $500^\circ\text{C}$  نیز پایدار است.

آب درون هر میسل و درصدهای وزنی بدست آمده، مقادیر مولی پیش‌سازهای نمکی برای سنتز Fe, FeCo و Co و نیز عامل احیائی سدیم بروهیدرید ( $\text{NaBH}_4$ ) که دو برابر مجموع مولی نمک‌های فلزی در نظر گرفته شده است، نیز بدست می‌آید.



شکل ۲- دیاگرام فازی تعادلی Fe-Co [۲۰]

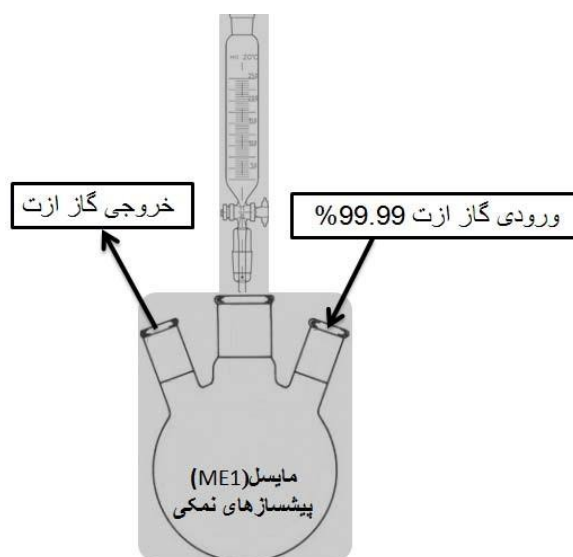
احیایی را با نسبت مولی ۲ برابر نمک‌های فلزی در آب یون زدایی شده (که از نظر مقدار مساوی با میکرومولسیون I است) حل کرده (۰/۷۵ گرم از سدیم بروهیدرات) و سپس به سیستم ایزواکتان/CTAB-بوتانول که از نظر ترکیب مشابه میکرومولسیون I است اضافه شد که میکرومولسیون II نامگذاری شد. سپس تحت دمش گاز خنثی (در این مورد ازت با خلوص ۹۹/۹۸٪) در سیستمی مشابه شکل ۳، میکرومولسیون II توسط یک Dropping Funnel به صورت قطره قطره تحت اتمسفر کنترل شده به سیستم اضافه شد. به محض اضافه شدن میکرومولسیون II رنگ محلول تغییر کرده و به رنگ مشکی درآمد که نشان دهنده احیای نمک‌های آهن و کبالت و رسوب نانو ذرات آلیاژی آهن-کبالت است. سپس ذرات تولید شده با اضافه نمودن استون به محلول و استفاده از یک آهنربای قوی از محلول جدا شدند. استون

برای سنتز نانو ذرات FeCo با نسبت‌های مولی متفاوت و در ادامه بررسی اثر ترکیب بر خواص مغناطیسی، نسبت‌های مولی Fe به Co یا Fe:Co را به- ترتیب ۳:۷، ۶:۴، ۱:۱، ۴:۶ و ۲:۸ در نظر گرفته شد. برای مثال در مورد نسبت مولی ۳:۷ به‌منظور تعیین مقادیر هر یک از مواد به‌صورت زیر عمل شد.

مقدار ۵۰/۴۵ گرم از CTAB و همین مقدار از Butanol را به همراه ۱۴۷/۵ گرم Isooctane درون ظرفی ریخته و با استفاده از همزن مغناطیسی مخلوط شد. در ظرفی دیگر ۱/۸۹ گرم از کلرید آهن (III) و نیز ۰/۷۵ گرم از استات کبالت را به همراه ۱۰ ml از آب دی یونیزه شده ریخته و بعد از انحلال نمک‌های فلزی درون آب آن را به ظرف اول اضافه شد. بلافاصله بعد از اضافه شدن مخلوط، فرآیند ایجاد میسل معکوس شروع شده و این مخلوط را به نام میکرومولسیون I نام گذاری می‌شود. همچنین عامل

درمورد سنتز نانو ذرات آهن و نیز نانو ذرات کبالت به همین صورت عمل شد با این تفاوت که در میکرومولسیون I تنها از نمک یا پیش‌ساز فلزی آهن و در مورد دیگر تنها از پیش‌ساز کبالت که در این مورد به ترتیب کلرید آهن (III) و استات کبالت هستند استفاده شد. نحوه سنتز و جداسازی و شستشو و نگهداری نانو ذرات آهن و کبالت سنتز شده نیز مشابه مورد آهن-کبالت است.

عاملی است که با بر هم زدن قطبیت کلی محلول باعث شکستن و از بین رفتن حالت امولسیونی محلول شده و به رسوب نانو ذرات کمک شایانی می‌کند. ذرات تولید شده چندین بار توسط استون و متانول شسته شدند و در نهایت برای کاهش درصد اکسیداسیون در متانول نگهداری شدند.



شکل ۳- شماتیک سیستم به کار رفته در روش شیمیایی میکرومولسیون

کامپوزیت شده و برای این کار حدود ۱/۵ پارافین را درون بشر روی هات پلیت قرار داده می‌شود. برای رسیدن به دمای فوق‌گداز پارافین، دمای هات پلیت را روی  $^{\circ}\text{C}$  ۴۰۰ تنظیم و بعد از ذوب پارافین در حدود ۱g از پودر را به آن اضافه می‌شود. سپس به منظور توزیع یکنواخت نانو ذرات درون پارافین مذاب، آن را به مدت ۱ دقیقه در دستگاه حمام مافوق صوت پراب‌دار قرار داده و در نهایت آن را درون قالب برنجی ریخته و بعد از سرد شدن از قالب خارج می‌شود. این عملیات برای هر یک از پودرها بطور جداگانه انجام گرفت. نمونه‌ها درون دستگاه آنالیز شبکه‌ای برداری گذاشته و تست جذب از آنها گرفته شد. تست جذب تمامی کامپوزیتها در ضخامت یکسان ۴ mm انجام شد.

برای بررسی ساختاری پودرهای تولید شده از دستگاه XRD مدل Pan Analytical استفاده شد. همچنین به منظور بررسی مورفولوژی، اندازه و توزیع اندازه ذرات از میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل Zeiss EM10C استفاده گردید. برای بررسی خواص مغناطیسی نانو ذرات تولیدی از دستگاه VSM مدل MDK و VNA<sup>۲</sup> مدل HP 8510C و برای مطالعه نسبت‌های مختلف نانو ذرات آلیاژی FeCo از آنالیز EDX<sup>۳</sup> با میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل TESCAN MIRA3 LMU استفاده شد.

جهت انجام تست جذب هر یک از نانو و میکرو پودرهای Co+Fe و FeCo به نسبت ۷۰:۳۰ با پارافین

<sup>۱</sup> Vibrating Sample Magnetometer

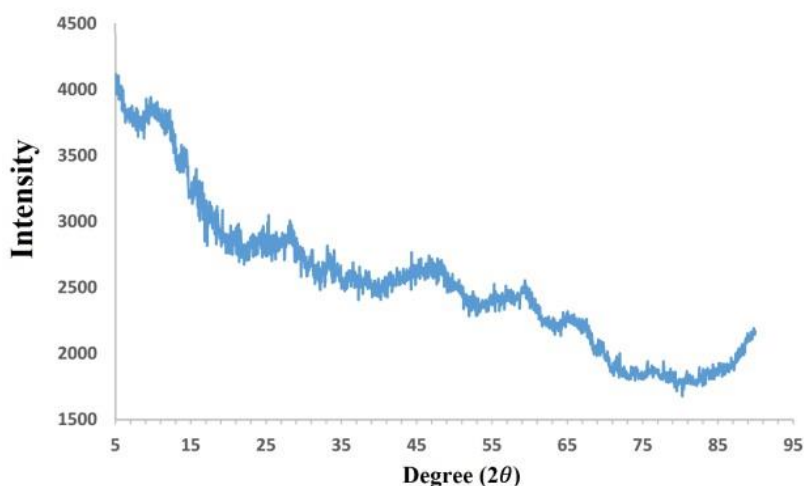
<sup>۲</sup> Vector Network Analyzer

<sup>۳</sup> Energy Dispersive Spectroscopy

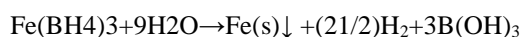
## نتایج و بحث

شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس پودر سنتز شده را نشان می دهد.

سنتز و مشخصه یابی نانو ذرات مغناطیسی FeCo و Co و Fe در روش میکرومولسیون

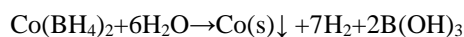
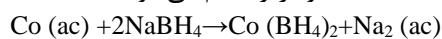


شکل ۴- نتایج آنالیز XRD برای نمونه سنتزی Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub>



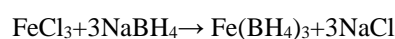
واکنش رسوب گذاری کبات نیز به صورت مشابه با

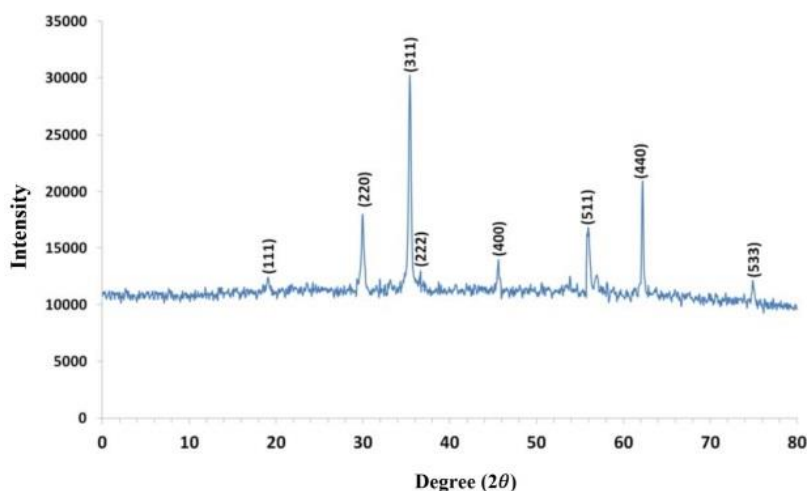
تجزیه استات کبات به نحوه زیر انجام می شود:



به منظور نمایان شدن پیک های مشخصه مربوط به آهن- کبات پودرهای سنتزی را در دمای C ۷۰۰° به مدت ۱ ساعت در اتمسفر محیط بازپخت کرده و سپس XRD گرفته شد. همان طور که در شکل ۵ نشان داده شده است، پیک های مشخصه نمایان گر شبکه اسپینلی فریت کبات یا CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> است که علت آن اکسیداسیون کامل نانو ذرات آلیاژی آهن-کبات حین بازپخت کردن است. مواد با شبکه اسپینل فریت با فرمول AB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> نشان داده می- شوند. در اغلب این دست ساختارها آنیون های اکسیژن در موقعیت های fcc و کاتیون ها در موقعیت های تتراهدرال و اکتاهدرال درون شبکه قرار می گیرند. [۲۲] در شکل ۵ صفحات بلوری متناظر با هر پیک که مربوط به شبکه اسپینل فریت کبات است، نشان داده شده است.

همانطور که دیده می شود پیک مشخصی مربوط به ساختار شبکه بلوری آهن-کبات مشاهده نمی گردد. این امر نشان دهنده وجود پیک های بسیار پهن به دلیل اثرات ناشی از عدم تشکیل فازهای مربوطه است. در این شکل یک پیک بسیار پهن با شدت کم در زاویه ۴۵ درجه دیده می شود که نشانگر پراش از صفحات (۱۱۰) سیستم آلیاژی آهن کبات است. همچنین پیک ضعیف و بسیار پهن دیگری در محدوده ۶۰ درجه مشاهده می شود. دلیل دیگر الگوی پراش نمونه تولید شده، به سینتیک واکنش بر می گردد. از آنجایی که نانو ذرات فلزی توسط واکنش احیای نمک های فلزی توسط بوروهیدرید حاصل می شوند و سینتیک واکنش فوق، بسیار سریع است لذا اتم های فلزی تولید شده فرصت نفوذ و آرایش یافتن در صفحات منظم بلوری را پیدا نمی کنند. به این ترتیب، نانو ذرات سنتز شده در این شرایط دارای بلورینگی پایین هستند. واکنش رسوب گذاری آهن توسط عامل احیایی بوروهیدرید به صورت زیر است: [۲۱]

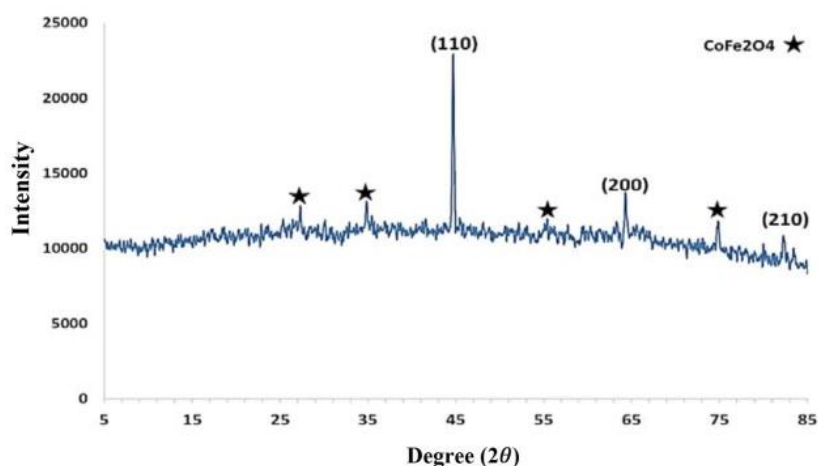




شکل ۵- آنالیز XRD نمونه بازپخت شده در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  و مدت زمان ۱ ساعت

است. همان طور که از شکل مشخص است ساختار  $\alpha$ -bcc که محلول جامد کبالت در آهن است تشکیل شده است. البته بازهم پیک‌های اکسیدی مشاهده می‌شوند که بیانگر این مطلب است که در حین جابجایی و شستشو همچنان درصدی از اکسایش رخ داده است. این میزان از اکسیداسیون تقریباً اجتناب ناپذیر است.

بنابراین در مرحله بعد، فرآیند بازپخت در اتمسفر کنترل شده  $90\%$  ازت و  $10\%$  هیدروژن صورت گرفت تا ضمن رشد و احیاء نانو ذرات از اکسایش آنها جلوگیری شود. در شکل ۶ که مربوط به نمونه بازپخت شده در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۰ دقیقه است، به دلیل افزایش اندازه نانو ذرات و بلوری شدن نمونه در دمای مذکور پیک‌های تیز مربوط به ساختار آهن-کبالت به وضوح قابل مشاهده

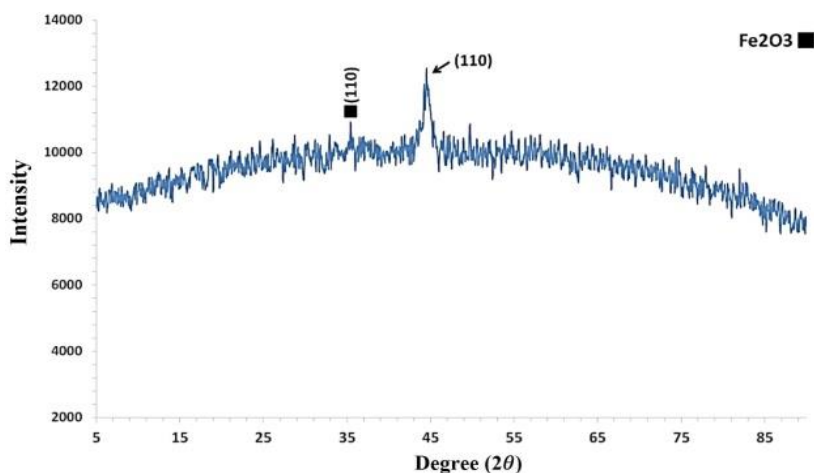


شکل ۶- نتایج آنالیز XRD برای نمونه سنتزی  $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$  بازپخت شده در دمای  $550^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۰ دقیقه.

دهد. از این رو افزایش دمای کوره تا  $550^{\circ}\text{C}$  برای بازپخت شدن بایستی تدریجی باشد، بدین صورت که ابتدا تا دمای  $200^{\circ}\text{C}$  دما را بالا برده و ۱۰ دقیقه زمان می‌دهیم تا رشد صورت گیرد. سپس هر ۱۰ دقیقه ۱۰۰ درجه دمای کوره را افزایش یابد. بنابراین فرصت کافی

نکته مهمی که باید در حین بازپخت کردن نانو ذرات بدان توجه نمود، تغییر در نقطه ذوب مواد در اندازه‌های بسیار کوچک است. در این حالت به دلیل انرژی سطحی بسیار بالاتر و در واقع سطح فعال تر نسبت به حالت توده و دمای لازم برای ذوب مواد کاهش چشمگیری از خود نشان می‌-

ذرات Fe هستند. این پیکها نشان می دهد که همچنان درصدی از نانو ذرات آهن بعد از فرآیند بازپخت آمورف هستند اما پیک اصلی صفحه (۱۱۰) مربوط به شبکه بلوری آهن در زاویه ۴۴ درجه به وضوح مشخص است. همچنین پیک (۱۱۰) مربوط به اکسید آهن هماتیت یا همان  $Fe_2O_3$  است.



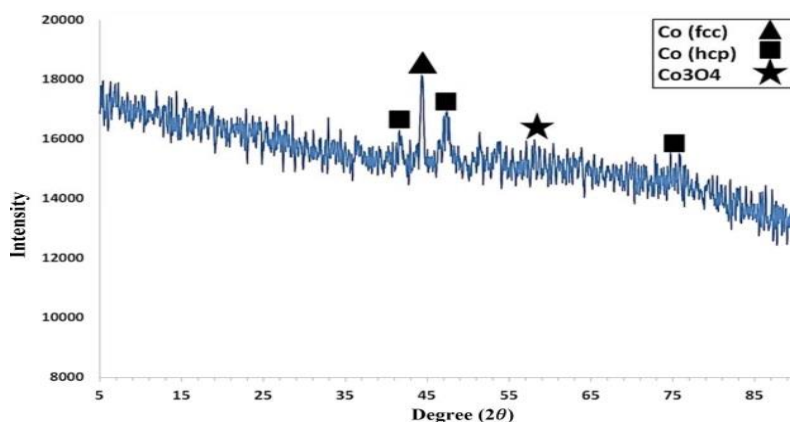
شکل ۷- آنالیز XRD نمونه نانو ذرات آهن سنتز شده با روش میکرو مولسیون و سپس آنیل شده در دمای  $500^{\circ}C$  به مدت ۲۰ دقیقه

صورت گرفته روی نمونه کبالت است. عنصر کبالت در این شرایط به دلیل آنکه از دمای  $500^{\circ}C$  به بالا شبکه بلوری fcc دارد، بعد از سرد شدن مقداری از این شبکه بلوری را در دمای محیط نیز حفظ می کند و در واقع در دمای محیط کبالت مخلوطی از شبکه بلوری fcc و hcp است که در شکل ۸ پیکهای آن مشاهده می شوند.

برای رشد نانو ذرات بدون ذوب آنها داده می شود و این رشد این امکان را می دهد تا مشابه آنچه در شکل ۶ دیده می شود پیکهای مشخصه XRD نانو ذرات مشخص گردد.

با در نظر گرفتن تمامی شرایط و نکات ایمنی در مورد نمونه  $Fe_{70}Co_{30}$ ، نمونه های دیگر شامل ترکیب های آلیاژی FeCo، نانو ذرات آهن و نانو ذرات کبالت نیز سنتز شدند. شکل ۷ نمایانگر پیکهای نمونه بازپخت شده نانو

به همین روش نانو ذرات کبالت سنتز شدند که پس از بازپخت شدن در اتمسفر کنترل شده پیکهای اصلی شبکه بلوری کبالت در آزمون XRD مشاهده می شود. شبکه بلوری کبالت در دمای محیط hcp است اما در این الگو علاوه بر پیکهای hcp، پیکهایی مربوط به شبکه بلوری fcc نیز مشاهده می گردند (به عنوان مثال پیک زاویه  $2\theta=44/36$ ). دلیل این مطلب عملیات حرارتی

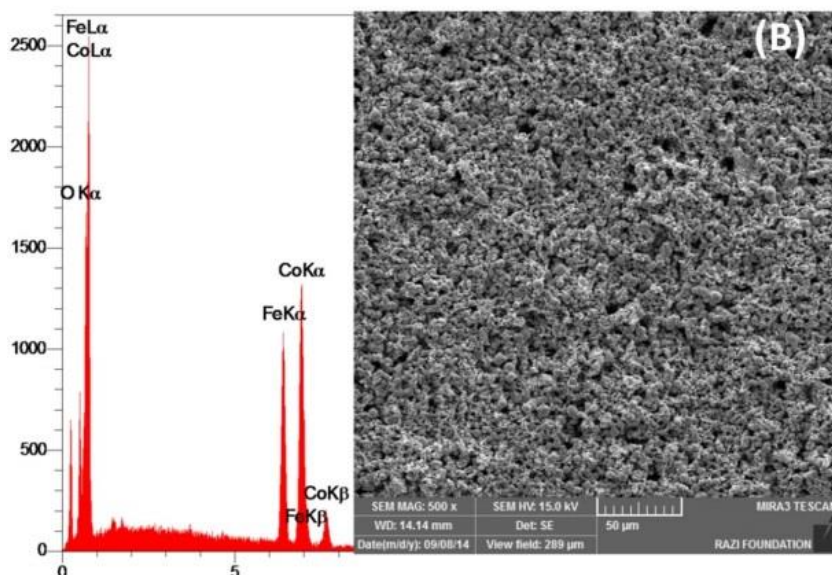
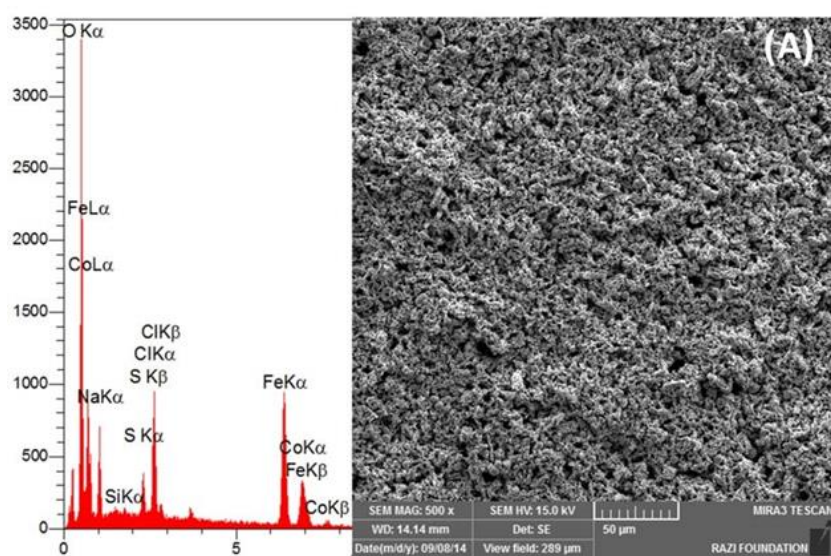


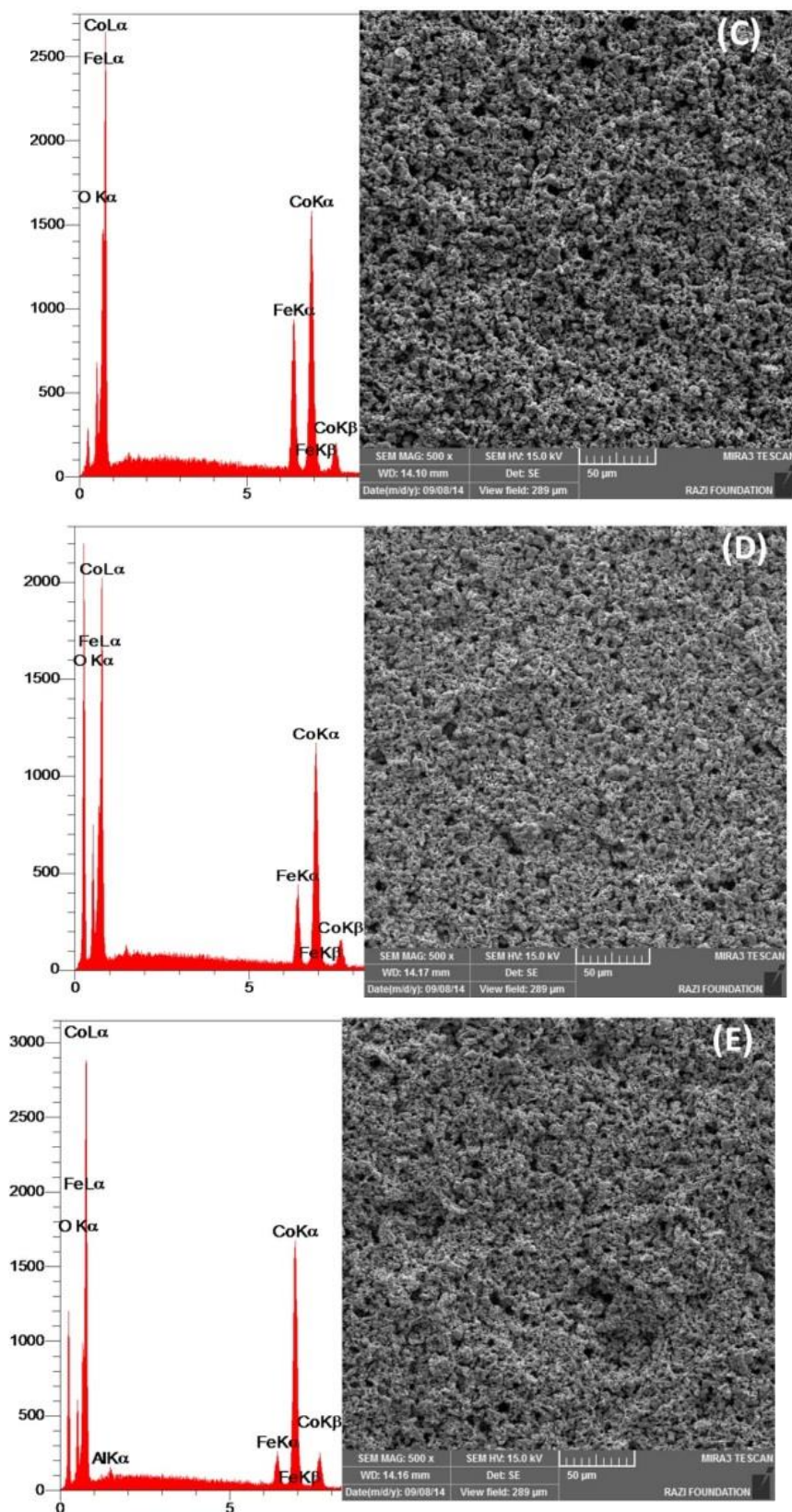
شکل ۸- آنالیز XRD نمونه نانو ذرات کبالت سنتز شده با روش میکرو مولسیون و سپس بازپخت شده در دمای  $500^{\circ}C$  به مدت ۲۰ دقیقه



بسیار بالایی می‌توان به نسبت مولی هر یک از این عناصر در ترکیب آلیاژی مذکور پی برد. در ادامه در تصاویر شکل ۹ منحنی‌های EDX آلیاژهای FeCo با نسبت‌های مولی ۷:۳، ۶:۴، ۵:۵، ۴:۶ و ۲:۸ در حین سنتز نشان داده شده‌اند.

برای بررسی مقایسه‌ای خواص مغناطیسی، نانو ذرات FeCo در ترکیب‌های متنوعی سنتز شدند و به منظور اثبات ترکیب ادعایی هر یک از نانو ذرات از روش EDX استفاده شد. از آنجایی که عدد اتمی عناصر Fe و Co بسیار شبیه به هم هستند از روی شدت پیک‌های EDX با دقت



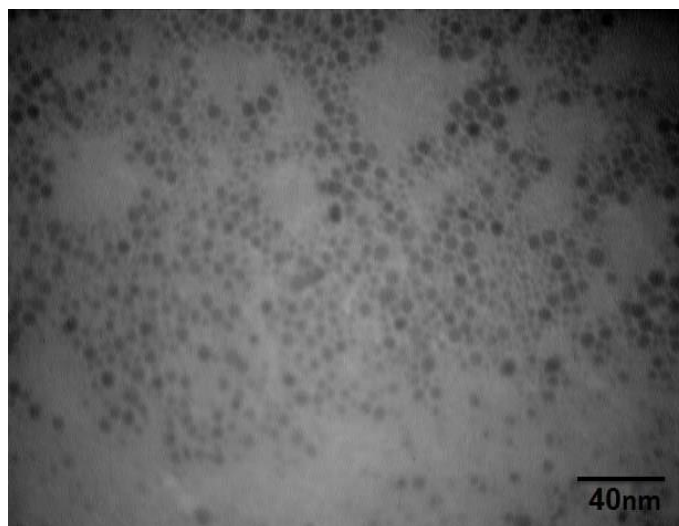


شکل ۹- پیکهای EDX به همراه تصویر از سطح مقطعی که آزمون EDX از آن سطح مقطع گرفته شده است. نسبت مولی اسمی آهن به کبالت پودرهای به ترتیب، (A) ۷:۳، (B) ۶:۴، (C) ۵:۵، (D) ۴:۶ و (E) ۲:۸ هستند.

ذرات است. برای مقایسه خواص نانو ذرات مغناطیسی در شرایط یکسان بهتر است که این مقایسه در شرایطی انجام شود که تمامی این متغیرها ثابت باشند. بدین ترتیب اثر ترکیب بر خواص مغناطیسی به خوبی قابل مطالعه خواهد بود. به همین دلیل است که از روش میکرومولسیون استفاده گردید چرا که در این روش تنها با استفاده از غلظت میسلها (M) و نسبت مولی آب به عامل سطحی، می توان اندازه و شکل نانو ذرات را کنترل نمود. [۲۶]

شکل ۱۰ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) از نمونه حاوی نانو ذرات سنتز شده کبالت با روش میکرومولسیون و شکل ۱۱ نمودار توزیع این ذرات را نشان می دهد .

همانطور که در تصاویر شکل ۹ مشخص است شدت پیک های عناصر آهن و کبالت با تغییر نسبت مولی ترکیبات حاوی آهن و کبالت تغییر نموده است. دلیل اصلی کمتر شدن شدت پیک آهن از نسبت مولی اسمی اولیه در حین سنتز، کمتر بودن پتانسیل احیائی آهن در مقایسه با کبالت است. در زمان معین شانس احیاء درصد بیشتری از کبالت در مقایسه با آهن در فرآیند هم رسوبی میکرومولسیون وجود دارد. اکثر نتایج EDX حاکی از آن است که در مقایسه با نسبت مولی اسمی پودرها مقدار درصد مولی آهن کمتر است. این موضوع را به ویژه در نمونه های تصاویر ۹ B و C به وضوح می توان دید از دیگر مواردی که روی خواص مغناطیسی نانو ذرات موثر هستند اندازه و نحوه توزیع اندازه و نیز شکل نانو



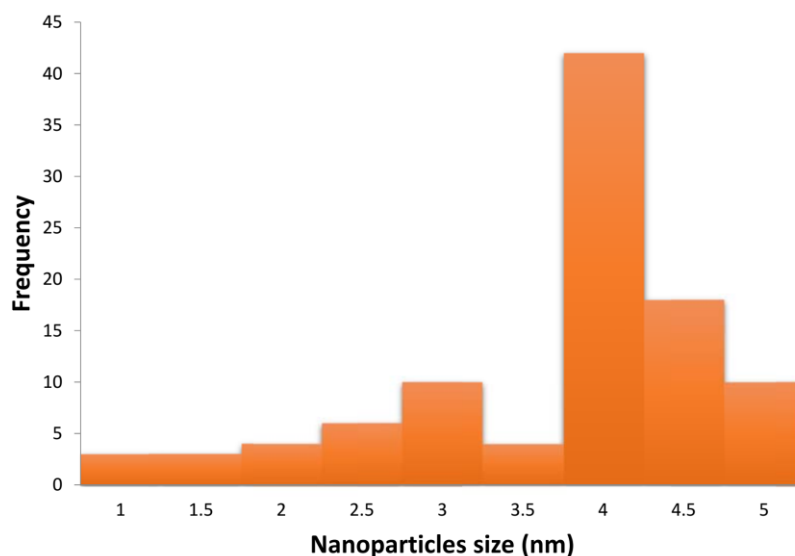
شکل ۱۰- تصویر TEM از نانو ذرات کبالت سنتز شده با روش میکرومولسیون  $M=1$  و نسبت مولی آب به عامل

#### سطحی ۴

هستند، با در کنار هم قرار گرفتن، میسل های معکوس کروی را تشکیل داده اند. این کره های ریز میکرومتری مانند قفس واکنش عمل کرده و از رشد نانو ذرات از یک اندازه خاص بعد از احیاء نمک های فلزی محلول جلوگیری می کنند [۲۶]. همچنین به دلیل کروی بودن، میسل های معکوس در شکل نانو ذرات هم اثر شایان توجهی را خواهند داشت. از این جهت که اکثر نانو ذرات دارای شکل کروی و اندازه تقریباً یکسانی هستند. همین یکنواختی

همان طور که از شکل های ۱۰ و ۱۱ برمی آید تمامی نانو ذرات، کروی و تقریباً در یک دامنه اندازه ای مشخص هستند. از نمودار ستونی در شکل ۱۱ معلوم است که اکثر نانو ذرات مشاهده شده ۴nm بوده و اندازه ۸۹٪ از نانو ذرات، در محدوده کوچکی از تغییرات (بین ۵-۳ nm) است که نشان دهنده یکنواخت بودن اندازه نانو ذرات سنتزی است. دلیل این امر به ماهیت شکل گیری نانو ذرات در درون میسل های معکوس برمی گردد. یونیمرها که مولکول های عامل سطحی (که در اینجا CTAB است)

شکل و اندازه نانو ذرات سنتزی از جمله محاسن این روش نسبت به دیگر روش های سنتزی است.



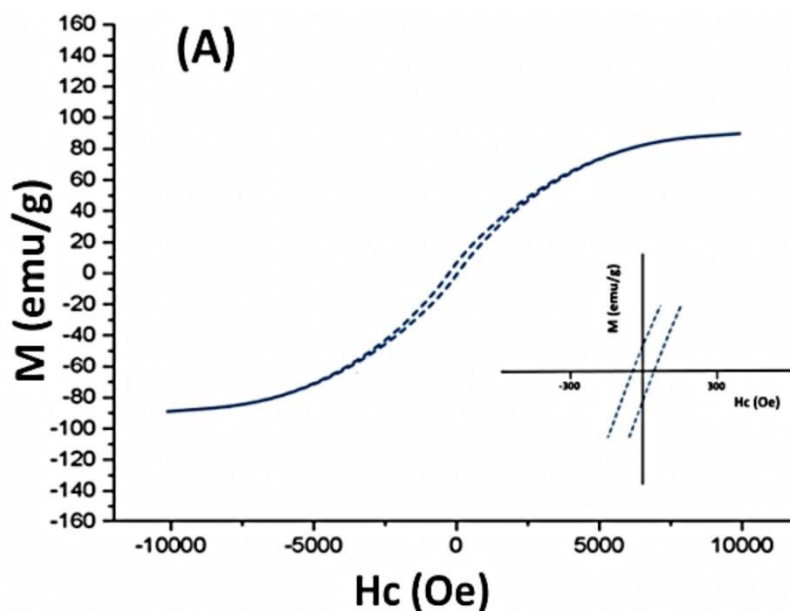
شکل ۱۱- نمودار ستونی نحوه توزیع اندازه نانو ذرات مشاهده شده در تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری

شکل ۱۲ (A-E) به ترتیب نمایانگر حلقه های پسماند نانو ذرات  $Fe_20Co_{80}$ ،  $Fe_{40}Co_{60}$ ،  $Fe_6Co$ ،  $Fe_{70}Co_{30}$  را که با روش شیمیایی میکرومولسیون سنتز شده اند را نشان می-دهد.

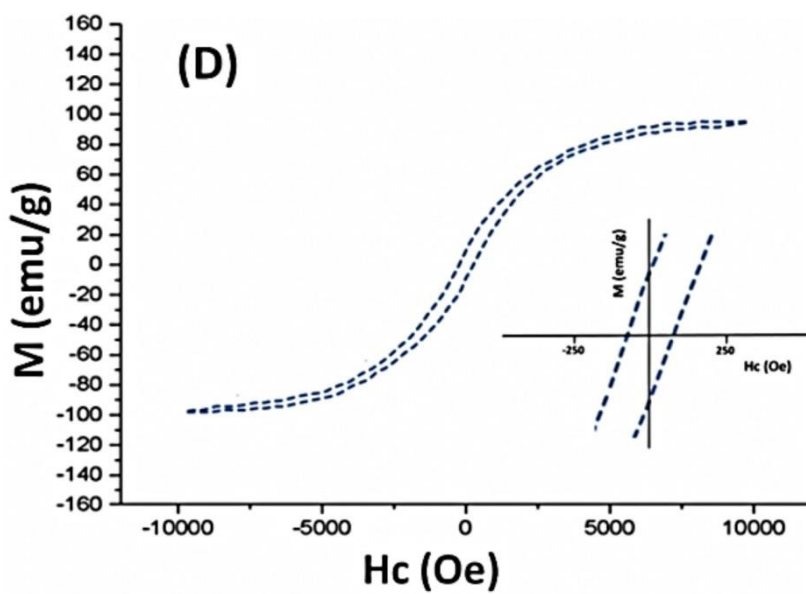
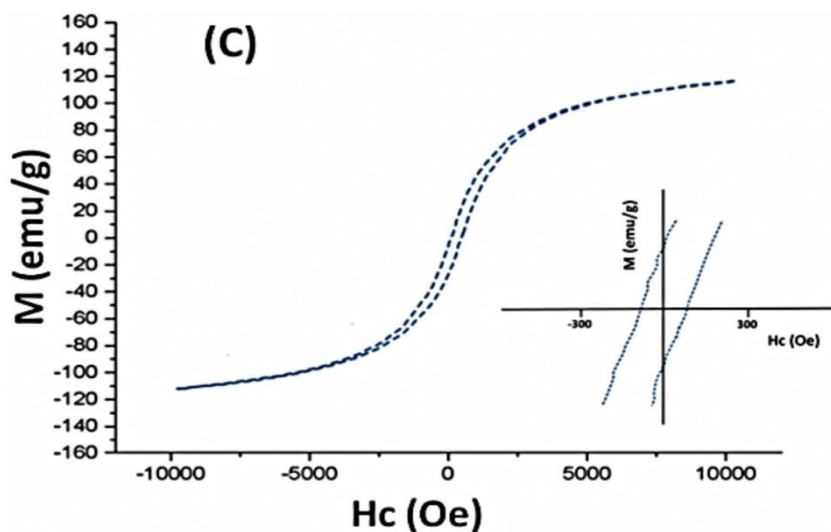
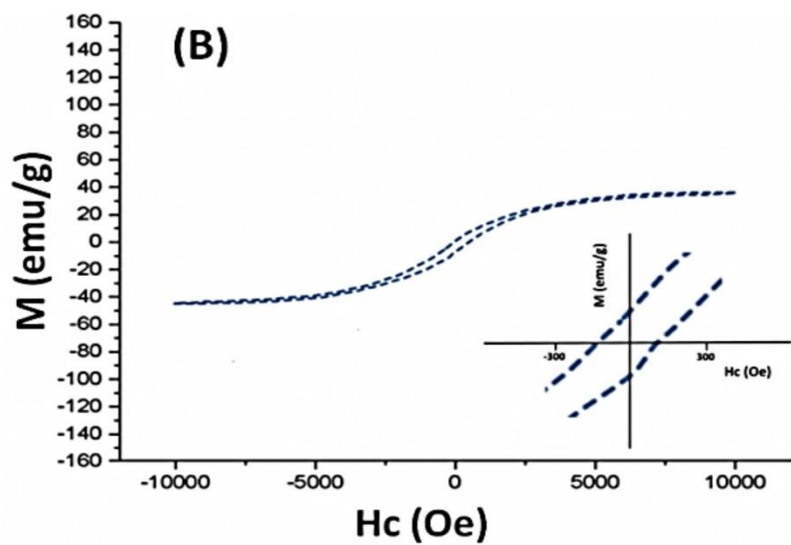
### خواص مغناطیسی نانو ذرات مغناطیسی در روش

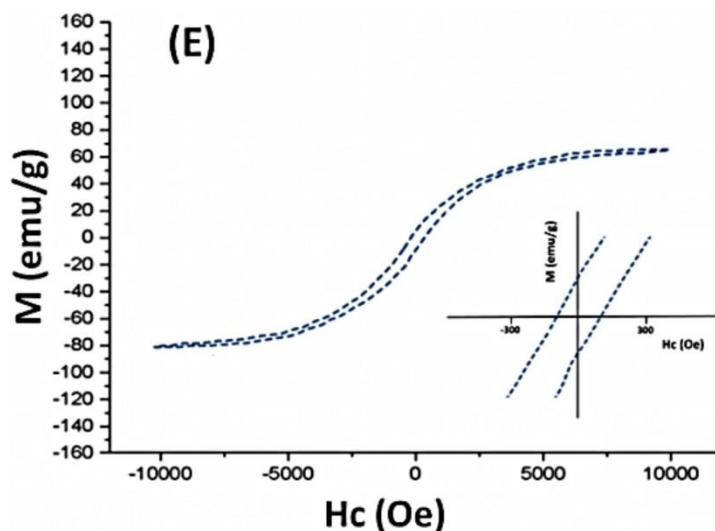
#### شیمیایی میکرومولسیون

خواص مغناطیسی زیر اندازه بحرانی



<sup>1</sup> Hysteresis Loops





شکل ۱۲- نتایج آزمون VSM

Fe(A) ; Co(B) ، Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub>(C) ، Fe<sub>40</sub>Co<sub>60</sub>(D) و Fe<sub>20</sub>Co<sub>80</sub>(E)

و اندازه تمامی نمونه‌ها صرف نظر از ترکیب، یکسان بدست می‌آید. در نتیجه تنها عامل موثر بر ناهمسانگردی مغناطیسی در نمونه‌ها ترکیب است.

در این بین نمونه C که مربوط به نانو ذرات Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> است دارای بیشترین مساحت داخلی حلقه پسماند است و بعد از آن نمونه‌های A، B، E، D و A دارای بیشترین مساحت داخلی حلقه پسماند هستند. در ادامه، نقش این مساحت در جذب امواج الکترومغناطیس تحت عنوان اتلاف هیستریزس بیان خواهد شد. چرا که هرچه میزان اتلاف انرژی هیستریزس در یک سیکل کامل بیشتر باشد انتظار می‌رود که میزان جذب آن ماده برای امواج الکترومغناطیس بیشتر باشد [۲۶]. این مطلب به صورت جامع‌تر مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

در واقع همان‌طور که از جدول ۱ مشخص است، Co به دلیل ساختار بلوری hcp و کشیده‌تر، انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی بیشتری نسبت به Fe با ساختار شبکه‌ای یکنواخت bcc دارد. بنابراین زمانی که Co وارد ساختار شبکه بلوری Fe می‌شود بدلیل ناهمسانگردی ذاتی بالاتر

در مقایسه بین حلقه‌های پسماند نمونه‌های مختلف، اولین مطلبی که به وضوح معلوم می‌شود این است که با ورود و افزایش درصد عنصر کبالت مقاومت مغناطیسی به شکل چشمگیری افزایش نشان می‌دهد. دلیل این موضوع را باید در تغییراتی که در ناهمسانگردی مغناطیسی، در اثر ورود عنصر کبالت روی می‌دهد جستجو کرد. ناهمسانگردی مغناطیسی پدیده‌ای است که منتج به ایجاد جهات ترجیحی (جهت‌ها آسان یا گاهی جهات سخت) می‌شود و هرچه میزان ناهمسانگردی بیشتر باشد اختلاف انرژی لازم برای اینکه میدان خارجی بتواند جهت ممان مغناطیسی یک حوزه مغناطیسی را تغییر دهد بیشتر می‌گردد. از میان عوامل متعددی که می‌توانند روی ناهمسانگردی مغناطیسی موثر باشند، مهمترین عوامل موثر شکل، اندازه و ترکیب هستند [۲۶].

از آنجایی که نوع روش سنتز نانو ذرات میکرومولسیون است و با ثابت نگه داشتن پارامترهای مولار یا غلظت محلول میسل‌ها و نسبت مولی آب به عامل سطحی، شکل

<sup>1</sup> Easy Axes

<sup>2</sup> Hard Axes

منتج به کاهش شدید مساحت درونی منحنی پسماند می‌شود.

در واقع با استفاده از مبانی نظری جذب امواج الکترومغناطیسی انتظار می‌رود که نانو ذرات  $Fe_{70}Co_{30}$  جاذب بهتری نسبت به Fe باشند. همچنین مطالب ذکر شده در مورد نانو ذرات کبالت نیز صدق می‌کند که مساحت درونی منحنی پسماند آن از آهن بیشتر است. هرچند این اختلاف در مورد نانو ذرات آهن و کبالت ناچیز است. میکروذرات آهن و کبالت نیز مطابق آنچه در منابع آمده است [۲۷]، از مساحت درونی منحنی پسماند بسیار کمتری از موارد متناظر خود در اندازه نانو برخوردارند و در واقع منحنی‌های این میکروذرات کشیده‌تر و بسیار نازک‌تر از نمونه‌های نانو سایز است. اما پیش از بیان نحوه جذب نانو ذرات و نیز میکرو ذرات مغناطیسی و همچنین تست‌های مربوط به جذب امواج الکترومغناطیس باید دید که با توجه به مبانی جذب امواج الکترومغناطیسی چه سازوکاری برای جذب این امواج وجود دارد.

تشدید مغناطیسی در آلایژهای پایه آهن تنها در محدوده فرکانسهای ۱۰۰-۱ MHz مطرح است [۲۹]. بنابراین در محدوده ۱۸-۱۲ GHz که تست جذب نانو و میکرو ذرات  $Fe_{70}Co_{30}$  و  $FeCo$  انجام گرفت، تشدید مغناطیسی مشاهده نشد. سازوکار جذب فوکو در هرکدام از نانو ذرات که مقاومت الکتریکی بالاتر داشته باشد، بیشتر خواهد بود. از این جهت  $FeCo$  نسبت به Fe و Co سازوکار جذب فوکوی بالاتری دارد. در مورد ناهمسانگردی مغناطیسی انتظار می‌رود که نانو ذرات  $FeCo$  نسبت به Fe از جذب بالاتری برخوردار باشند. در واقع در نانو ذرات و میکرو ذراتی که در این پژوهش مورد آزمایش قرار گرفتند، هیستریزیس مهمترین عامل اتلاف بخصوص در محدوده فرکانس گیگا بود. نتایج میزان اتلاف انعکاسی در شکل ۱۳ آورده شده است.

با توجه به ماهیت پودرهایی که در این آزمایش استفاده شدند، میزان جذب امواج الکترومغناطیس این مواد تنها ناشی از تضعیف قسمت مغناطیسی موج الکترومغناطیس است و نه قسمت الکتریکی، چرا که خواص دی الکتریک

$Co$ ، آلیاژ حاصل شده حتی با وجود اینکه شبکه بلوری آن تغییری نکند، ناهمسانگردی مغناطیسی افزایش می‌یابد.

همچنین، با بررسی تصاویر شکل ۱۲ مشاهده می‌شود که نمونه آهنی هر چند کمترین مقاومت مغناطیسی را دارد اما در عین حال مغناطش اشباع آن غیر از نمونه C و D شکل ۱۲ از همه بیشتر است. در واقع با ورود کبالت به ساختار شبکه بلوری آهن در نمونه‌های D و E شکل ۱۲ همزمان با افزایش مقاومت مغناطیسی، مغناطش اشباع آنها با افزایش درصد مولی کبالت کاهش نشان داده است. اما در مورد  $Fe_{70}Co_{30}$ ، مقاومت مغناطیسی و مغناطش اشباع آن نسبت به آهن خالص افزایش یافته است و در مجموع در بین تمامی نمونه‌ها دارای بالاترین خواص مغناطیسی بوده و همچنین مساحت درونی حلقه پسماند از مابقی نمونه‌ها بیشتر است. این یعنی نانو ذرات  $Fe_{70}Co_{30}$  دارای بزرگترین حلقه پسماند است.

نتایج برگرفته از تصاویر شکل ۱۲ در مورد خواص مغناطیسی نانو ذرات سنتزی انطباق بسیار بالایی با منحنی "اسلاتر پاولینگ" دارند. منحنی اسلاتر پاولینگ خواص مغناطیسی آلایژهای مختلف فرومغناطیس را با یکدیگر مقایسه می‌کند. در این منحنی (شکل ۱۳) آلیاژی با ترکیب  $Fe_{65}Co_{35}$  به عنوان بهترین ماده فرومغناطیس معرفی شده است. این ترکیب بسیار نزدیک به ترکیب  $Fe_{70}Co_{30}$  در مطالعه حاضر است.

مطابق با منحنی تغییرات مقاومت مغناطیسی با قطر ذره، بالاتر از اندازه قطر بحرانی، با افزایش قطر ذره مقاومت مغناطیسی کاهش می‌یابد تا جایی که مطابق بعضی از منابع مقاومت مغناطیسی نمونه حاوی میکروذرات آهن با درجه خلوص ۹۹/۹۸٪ چیزی در حدود ۰/۸-۰/۵ Oe است. این میزان بسیار کمتر از مقادیر به دست آمده از منحنی مربوط به نمونه نانو ذرات آهن شکل ۱۲ (A) است. هر چند با افزایش اندازه، مغناطش اشباع نیز افزایش می‌یابد اما این افزایش در مقایسه با کاهش شدیدی که در مقاومت مغناطیسی رخ می‌دهد،

<sup>1</sup> Magnetic Saturation

<sup>2</sup> Slater Pauling

سیکل حلقه پسماند تکمیل می شود، اما در هر سیکل به دلیل مقاومت بسیار پایینی که ممان های مغناطیسی حین تغییر جهت از خود نشان می دهند، میزان انرژی اتلاف شده نیز بسیار کم خواهد بود.

بنابراین ماده مغناطیسی ایده آل برای استفاده در کاربردهای اتلاف انعکاسی باید به گونه ای طراحی شود که نه آنچنان سخت باشد که با معکوس شدن جهت میدان در میدان های متناوب مایکروویو با فرکانس بالا دچار مغناطش زدایی نشود و نه آنچنان نرم باشد که با صرف انرژی بسیار کم و اتلاف پایین بلافاصله در جهت مخالف دچار مغناطش شود. البته هرچه فرکانس میدان اعمالی بالاتر باشد لازم است ماده خواص مغناطیسی نرم بیشتری داشته باشد [۳۰ و ۳۱]. این تعریف کاملاً در مورد نانو ذرات آلیاژی  $Fe_{70}Co_{30}$  صادق بوده و در عمل نیز کامپوزیت حاوی این نانو ذرات از بالاترین قابلیت جذب امواج الکترومغناطیسی در بین نمونه های آزمایش شده برخوردار بوده است.

بیشترین میزان جذب مربوط به نمونه کامپوزیت حاوی نانو ذرات FeCo بود که در فرکانس ۱۶ GHz در حدود ۸/۱ dB- جذب را نشان داده است. بیشترین محدوده جذب نیز مربوط به نمونه FeCo است که در محدوده ۱۷-۱۳/۸ GHz میزان جذبی بالای ۵dB- را نشان می دهد.

### نتیجه گیری

در این پژوهش نانو ذرات مغناطیسی Fe و Co و ترکیب های آلیاژی متنوع FeCo به روش شیمیایی میکرومولسیون سنتز گردید و خواص مغناطیسی و الکترومغناطیسی آنها مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بررسی های میکروسکوپ الکترونی عبوری، میکروسکوپ الکترونی روبشی و پراش اشعه X نشان دهنده تولید نانو ذرات فوق با مورفولوژی کروی و محدوده اندازه کمتر از ۱۰ nm و با توزیع "باریک اندازه" است.

برای بررسی اثر اندازه بر خواص الکترومغناطیسی، ذرات  $FeCo$  و  $Fe_4Co$  در محدوده اندازه میکرو (۴۰-۱۰ میکرومتر) تهیه شد. برای بررسی مقایسه های خواص الکترومغناطیسی از هر یک از نمونه ها در محدوده اندازه نانو

پودرهای استفاده شده بسیار ناچیز بوده و به همین دلیل از گذردهی الکتریکی صرف نظر شد. با این توصیف قبل از مشاهده نتایج تست جذب الکترومغناطیسی میتوان پیش بینی نمود که در هر طول موج، کامپوزیتی بیشترین جذب را دارد که بیشترین اتلاف انرژی را در هر سیکل هیستریزاس داشته باشد.

نتایج تست آنالیز بردار شبکه ای (VNA) برای شش نمونه در شکل ۱۳ آورده شده است.

همانطور که از شکل ۱۳ مشخص است، نتایج حاصل از این تست در تطابق کامل با پیش بینی های حاصل از نتایج تست VSM است، چراکه برای هر سه نمونه میکرونی  $FeCo$  و  $Fe_4Co$  میزان جذب بسیار ناچیز و نزدیک به صفر است. به این معنا که تقریباً تمامی موج فرودی در نمونه بازتابیده شده است. اما با کاهش اندازه برای هر سه نمونه و به تبع آن افزایش شدید در میزان مقاومت مغناطیسی، میزان انرژی اتلاف شده به ازای هر سیکل افزایش چشمگیری می یابد. این امر منجر به افزایش قابل ملاحظه در میزان جذب الکترومغناطیسی برای هر سه نمونه نانومتری می شود. نکته قابل توجه این است که بیشترین میزان جذب مربوط به نانو ذرات آلیاژی  $Fe_{70}Co_{30}$  است که در میان نانو ذرات Fe و Co از بیشترین مساحت درونی حلقه هیستریزاس برخوردار است. در تحلیل نتایج VNA باید به این نکته توجه نمود که با افزایش فرکانس، میزان جذب در ماده ای با مقاومت مغناطیسی بالاتر در مقایسه با ماده دیگری که مقاومت مغناطیسی آن کمتر بوده، کاهش بیشتری نشان می دهد. چرا که با افزایش فرکانس برای مواد با مقاومت مغناطیسی بالاتر این احتمال وجود دارد که زمان لازم برای غلبه بر مقاومت مغناطیسی در طی یک سیکل کامل از حلقه پسماند وجود نداشته باشد.

این مطلب را می توان به خوبی در قیاس نمونه Fe با Co مشاهده کرد. نمونه Fe که به لحاظ مغناطیسی نرم تر است، در فرکانسهای بالاتر از ۱۵ GHz جذب بالاتری از Co نشان می دهد.

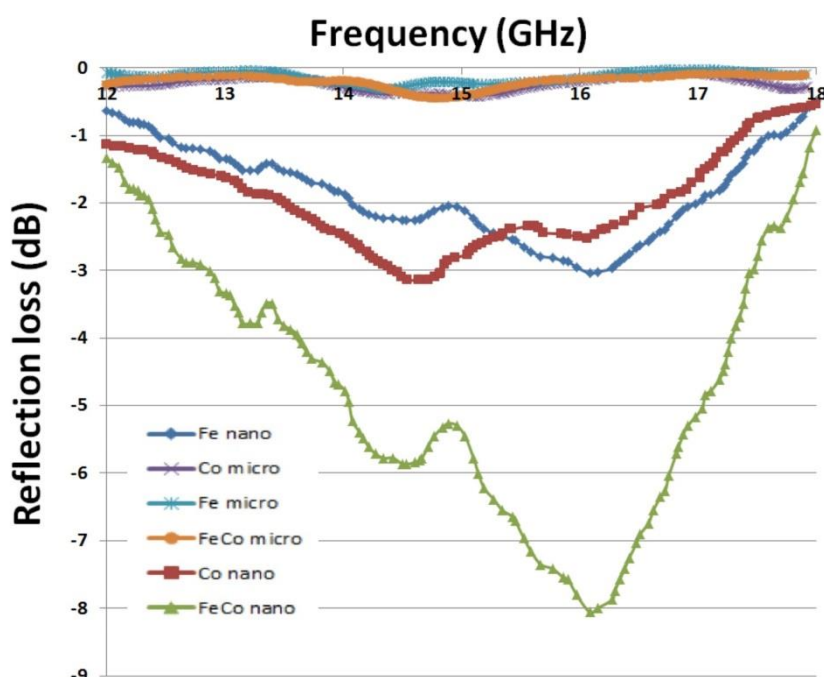
از سوی دیگر اگر میزان مقاومت مغناطیسی بیش از حد پایین باشد همانند نمونه های میکرونی، میزان جذب بسیار پایین خواهد آمد. در این حالت اگرچه تقریباً در تمامی فرکانس ها ممان مغناطیسی به راحتی گردش کرده و



نتایج آزمون VNA کاملاً منطبق با پیش‌بینی‌های حاصل از نتایج تست خواص مغناطیسی نانو ذرات می‌باشد. با توجه به نتایج تست VNA، نانو ذرات  $Fe_{70}Co_{30}$  دارای بیشترین میزان جذب و بیشترین پهنای جذب در بین دیگر نمونه‌ها بودند. ذرات میکرونی نیز تقریباً جذبی از خود بروز ندادند و تمامی موج ورودی به نمونه کامپوزیتی را بازتابش کرده‌اند، به این ترتیب از این ذرات نمی‌توان برای کاربردهای اتلاف الکترومغناطیسی استفاده نمود.

و میکرو کامپوزیت زمینه پارافینی تهیه شد و با استفاده از دستگاه آنالیز شبکه برداری خواص الکترومغناطیسی هر نمونه در ضخامت مشخص (۴ mm) سنجیده شد.

با توجه به خواص مغناطیسی نانو ذرات که از منحنی‌های هیستریزس هر نمونه استخراج شد. نمونه حاوی نانوذره با ترکیب  $Fe_{70}Co_{30}$  از بیشترین مساحت درونی حلقه پسماند نسبت به نمونه‌های دیگر برخوردار بود. در نتیجه این ترکیب خاص برای بررسی‌های الکترومغناطیسی انتخاب شد.



شکل ۱۳- میزان اتلاف انعکاسی کامپوزیت حاوی ۳۰٪ وزنی از میکرو و نانو ذرات  $FeCo$  و  $FeCo$  در محدوده فرکانس ۱۲-۱۸ GHz

nanoparticles as drug delivery system in breast cancer, Applied Surface Science (2013)

## References:

1. Veisheh, O., Gunn, J.W., Zhang, M.: Design and fabrication of magnetic nanoparticles for targeted drug delivery and imaging. *Adv. Drug Deliv. Rev.*, 284–304 (2010)
2. Zhang, J., Misra, R.D.K.: Magnetic drug-targeting carrier encapsulated with thermosensitive smart polymer: core-shell nanoparticle carrier and drug release response. *Acta Biomater.*, 838–850 (2007)
3. Marcua, A., Popb, S., Dumitrachea, F., Mocanub, M., Niculiteb, C.M., Gherghiceanub, M., Lungua, C.P., Fleacaa, C., Ianchisc, R., Barbuta, A., Grigoriua, C., Morjana, I.: Magnetic iron oxide
4. Kumara, C.S.S.R., Mohammad, F.: Magnetic nanomaterials for hyperthermia-based therapy and controlled drug delivery. *Adv. Drug Deliv. Rev.* 63, 789–808 (2011)
5. Sahinera, N., Butuna, S., Ilgin, P.: Hydrogel particles with core-shell morphology for versatile applications: environmental, biomedical and catalysis. *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.* 386, 16–24 (2011)
6. Pradeep, T.: Nano: the Essentials: Understanding Nanoscience and Nanotechnology.

Tata Mcgraw-Hill Publishing Company Limited, New Delhi (2007)

7. Francois, L., Mostafavi, M., Belloni, J., Delouis, J.-F., Delaire, J., Feneyrou, P.: Optical limitation induced by gold clusters. 1. Size effect. *J. Phys. Chem. B* 104, 6133 (2000)

8. Hines, M.A., Guyot-Sionnest, P.: Synthesis and characterization of strongly luminescing ZnS-capped CdSe nanocrystals. *J. Phys. Chem.* 100, 468 (1996)

9. Callister Jr., W.D.: Chapter 20: magnetic properties. In: *Materials science and engineering—an introduction*. Department of Metallurgical Engineering, The University of Utah

10. Spaldin, N.A.: Chapter 12: nanoparticles and thin films. In: *Magnetic materials fundamentals and applications*, second edition. University of California, Santa Barbara

11. Seyed Afghahi, S.S.: Synthesis of FeCo@C core-shell nanoparticles by chemical routes and study of their electromagnetic properties. Phd thesis, K.N. Toosi University of Technology Department of Mechanical Engineering (2013)

12. Babbar, V.K., Razdan, A., Puri, R.A., Goel, T.C.: Complex permittivity, permeability, and X-band microwave absorption of CaCoTi ferrite composites. *J. Appl. Phys.* 87, 4362–4366 (2000)

13. Verma, A., Saxena, A.K., Dube, D.C.: Microwave permittivity and permeability of ferrite-polymer thick films. *J. Magn. Magn. Mater.* 263, 228–234 (2003)

14. Cho, S.B., Kang, D.H., Oh, J.H.: Relationship between magnetic properties and microwave-absorbing characteristics of NiZnCo ferrite composites. *J. Mater. Sci.* 31, 4719–4722 (1996)

15. Yu, C.-H., Tam, K., Tsang, E.S.C.: Chapter 5: Chemical Methods for Preparation of Nanoparticles in Solution. In: *Handbook of Metal Physics*. Elsevier B.V (2009)

16. Saberi, B.: Synthesis of Fe based magnetic nanoparticles via chemical and mechanical routes and comparative study of their magnetic properties. K.N. Toosi University of Technology Department of Mechanical Engineering (2013)

17. Pinna, N.: Nanoparticle synthesis in reverse micelles. *Max Planck Institute of Colloids and Interfaces*

18. Charinpanitkul, T. et al.: Effects of cosurfactant on ZnS nanoparticle synthesis in microemulsion. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 6, 266–271 (2005)

19. Malik, M.A. et al.: Microemulsion method: a novel route to synthesize organic and inorganic nanomaterials. *Arab. J. Chem.* 5, 397–417 (2012)

20. Sourmail, T.: Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties. Department of Materials Science and Metallurgy University of Cambridge (2006)

21. Zhao, D.-L., Li, X., Shen, Z.-M.: Microwave absorbing property and complex permittivity and

permeability of epoxy composites containing Ni-coated and Ag filled carbon nanotubes. *Compos. Sci. Technol.* 68, 2902–2908 (2008)

22. Panneer Muthuselvam, I., Bhowmik, R.N.: Structural phase stability and magnetism in Co<sub>2</sub>FeO<sub>4</sub> spinel oxide. Department of Physics, Pondicherry University, R. Venkataraman Nagar, Kalapet, Pondicherry 605014, India

23. Li, H., Wang, J., Huang, Y., Yan, X., Qi, J., Liu, Y.Z.: Microwave absorption properties of carbon nanotubes and tetrapod-shaped ZnO nanostructures composites. *Mater. Sci. Eng. B* 175, 81–85 (2010)

24. Cao, J., Fu, W., Yang, H., Yu, Q., Zhang, Y., Wang, S., Zhao, H., Sui, Y., Zhou, X., Zhao, W., Leng, Y., Zhao, H., Chen, H., Qi, X.: Fabrication, characterization and application in electromagnetic wave absorption of flower-like ZnO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites. *Mater. Sci. Eng. B* 175, 56–59 (2010)

25. Phang, S.W., Tadokoro, M., Watanabe, J., Kuramoto, N.: Synthesis, characterization and microwave absorption property of doped polyaniline nanocomposites containing TiO<sub>2</sub> nanoparticles and carbon nanotubes. *Synth. Met.* 158, 251–258 (2008)

26. Farahmandjou M., Honarbakhsh S., Behrouzina S.: FeCo nanorods preparation using new chemical synthesis. *J. Supercond. Novel Magn.* 31, 4147-52 (2018)

27. Cardoso, V. F., Francesko, A., Ribeiro, C., Bañobre-López, M., Martins, P., Lanceros-Mendez, S.: Advances in magnetic nanoparticles for biomedical applications. *Adv. Healthcare Mater.* 7, 1700845 (2018).

28. Yuan, J., Li, C. F., Liu, Z. Q., Wu, D., & Cao, L.: Synthesis of variously shaped magnetic FeCo nanoparticles and the growth mechanism of FeCo nanocubes. *Cryst. Eng. Comm.* 19, 6506-6515 (2017)

29. Karimi, M., Hassanzadeh-Tabrizi, S. A., & Saffar-Teluri, A.: In situ reverse co-precipitation synthesis and magnetic properties of CuO/CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite. *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 83, 124-131 (2017)

30. Rahimi-Nasrabadi, M., Mokarian, M. H., Ganjali, M. R., Kashi, M. A., & Arani, S. A.: Synthesis, characterization, magnetic and microwave absorption properties of iron-cobalt nanoparticles and iron-cobalt@ polyaniline (FeCo@ PANI) nanocomposites. *J. Mater. Sci.-Mater. Electron.* 29(14), 12126-12134 (2018).

۳۱- خ. قیصری، چ.ک. انگ، "اثر غلظت کبالت بر رفتار

مغناطیسی لایه های نازک آلیاژ آهن-کبالت تولید شده به روش کند و پاش موری"، مجله مواد نوین، جلد ۱۱،

شماره ۴۱، ص ۱۰۲-۹۱، پاییز ۱۳۹۹.

