

اثر افزودن عامل کنترل کننده بر ریزساختار و خواص مغناطیسی آلیاژ آمورف / نانوبلور

$Fe_{75}Ta_5Si_{10}C_{10}$ تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی

احسان بهادری یکتا^۱، امیر حسین تقوایی*^۲، شهریار شرفی^۳

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۰۲/۱۵، ش.ص: ۶۰-۴۵، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۹/۲۴)

چکیده

در سا های اخیر، آلیاژهای آمورف پایه آهن به دلیل خواص مغناطیسی عالی در کنار هزینه نسبتاً پایین گسترش زیادی یافته‌اند. در این تحقیق، تاثیر افزودن عامل کنترل کننده (PCA) بر ریزساختار و خواص مغناطیسی آلیاژ آمورف $Fe_{75}Ta_5Si_{10}C_{10}$ تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی بررسی شد. نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس نشان داد که تنها با افزودن ۲٪ وزنی عامل کنترل کننده به آلیاژ فوق فاز آمورف تشکیل می‌شود، درحالی‌که بدون افزودن عامل کنترل کننده هیچ هاله آمورفی مشاهده نشد. همچنین با افزایش زمان آسیاکاری تا مراحل پایانی (۱۲۰ ساعت)، درصد وزنی فاز آمورف افزایش یافت و در نهایت به مقدار ۹۴٪ رسید. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری گرفته شده از نمونه ۱۲۰ ساعت آسیاکاری شده تشکیل فاز آمورف را تأیید کرد. نتایج نشان داد، اندازه بلورکها و کرنش شبکه پس از ۵۰ ساعت آسیاکاری به ترتیب به ۱۰ نانومتر و ۱/۴۴٪ برای نمونه با PCA و ۱۵ نانومتر و ۱/۳۷٪ برای نمونه بدون PCA می‌رسد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تشکیل ذرات با مورفولوژی کروی پس از افزودن PCA را تأیید کرد. با افزودن PCA به دلیل وجود عناصر غیرمغناطیسی بیش تر، مقدار مغناطش اشباع کمتری نسبت به حالت بدون PCA به دست آمد. به علاوه، به دلیل وجود ناهمسانگردی بلوری کم و تشکیل فاز آمورف در اثر افزودن PCA، میدان پسماندزدای مغناطیسی کمتری حاصل و در نتیجه خواص مغناطیسی نرم بهبود یافت. نتایج کلی این پژوهش، بهبود قابلیت شیشه‌ای شدن و خواص مغناطیسی نرم در اثر افزودن PCA را تأیید می‌کند.

واژه‌های کلیدی: آلیاژهای آمورف پایه آهن، آلیاژسازی مکانیکی، خواص مغناطیسی.

^۱ دانشجوی دکترای رشته مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران

^۲ استادیار، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شیراز، شیراز، ایران

^۳ استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران

*نویسنده مسئول مقاله: Taghvaei@sutech.ac.ir

پیشگفتار

امروزه مواد مغناطیسی نرم همچون آلیاژهای نانوبلور و آمورف به دلیل خواص منحصر به فرد فیزیکی، مکانیکی و مغناطیسی بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱،۲].

خواص برجسته آلیاژهای آمورف پایه آهن شامل مغناطش اشباع بالا (M_s)، میدان پسماندزادی مغناطیسی پایین (H_c) و نفوذپذیری مغناطیسی بالا (μ) می‌باشند [۳،۴]. در سال‌های اخیر، آلیاژهای آمورف پایه آهن به دلیل خواص مغناطیسی عالی در کنار هزینه نسبتاً پایین، به‌طور گسترده‌ای در تجهیزات الکترونیکی و نیروگاهی مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۵،۶].

عدم وجود نظم بلند دامنه اتمی و همچنین ناهمسانگردی بلوری کم در اثر نبود نظم اتمی بلند دامنه، باعث شده که این مواد برای کاربردهای پیشرفته نظیر سنسورها و ترانسفورمرهای الکتریکی بسیار مفید و مطلوب باشند [۷].

دو روش اصلی برای تولید مواد آمورف/نانوبلور وجود دارد: آلیاژسازی مکانیکی وانجماد سریع [۷]. در روش انجماد سریع، مذاب آلیاژ باید سریع سرد شود و این روش شامل چندین تکنیک مانند ذوب‌ریسی، ریخته‌گری تحت فشار، متمیزه کردن آبی و یا گازی می‌باشد [۶،۸،۹]. آلیاژسازی مکانیکی، یک فرآیند حالت جامد است و روشی موثر برای تولید ساختارهای غیرتعادلی مانند مواد نانوبلور و ساختارهای آمورف می‌باشد [۱۰]. سیستم‌های مختلفی از آلیاژهای آمورف/نانوبلور پایه آهن مانند Finemet [۱۱]، Nanoperm [12] و Hitperm [۱۳] مورد بررسی قرار گرفته است؛ اما در تمام این سیستم‌ها از عنصر گران قیمت بور استفاده شده است. گزارش شده است که با وجود تاثیر قابل توجه بور در ایجاد فاز آمورف، این عنصر به دلیل سختی زیاد تا زمان‌های طولانی آسیاکاری (۲۰۰ ساعت) به صورت حل نشده باقی مانده که سبب تاثیر منفی بر روی خواص مغناطیسی آلیاژ و نیز پایداری حرارتی آن می‌گردد [۱۴]. بنابراین انتخاب سیستم آلیاژی شامل شبه‌فلزات

غیر بور با مواد اولیه ارزان قیمت و در دسترس می‌تواند از اهمیت زیادی برخوردار باشد. با وجود اینکه این آلیاژها دارای مواد اولیه کم‌هزینه می‌باشند، هنوز نیاز به رفع برخی مشکلات در مورد این آلیاژها ضروری به نظر می‌رسد. از یک طرف، میزان بالای آهن در ترکیب به منظور دستیابی به مغناطش اشباع بالا امری مهم است. از طرف دیگر، آلیاژهای آمورف با میزان بالای آهن توانایی شیشه‌ای شدن (GFA) پایینی دارند [۱۵]. معمولاً، میدان پسماندزادی مغناطیسی پایین در اثر درجه بالای آمورف شدن حاصل می‌گردد [۱]. در نتیجه، تولید آلیاژ با توانایی شیشه‌ای شدن بالا یکی از شرایط لازم برای دستیابی به خواص مغناطیسی نرم مطلوب می‌باشد. بنابراین، به منظور دستیابی به تعادل بین توانایی شیشه‌ای شدن و خواص مغناطیسی نرم، میکروآلیاژسازی یا افزودن درصد مشخصی از یک عنصر جدید می‌تواند نقش مهمی در افزایش توانایی شیشه‌ای شدن و بهبود پایداری حرارتی و خواص مغناطیسی نرم آلیاژهای آمورف پایه آهن ایفا کند [۱۶،۱۷]. گزارش شده است که در آلیاژ Fe₈₀Si₁₀C₁₀، پس از ۳۰۰ ساعت آسیاکاری، فاز آمورف به دست آمده است [۱۸]؛ اما امروزه تولید این مواد مغناطیسی بایستی به لحاظ اقتصادی نیز مقرون به صرفه باشد. محققین نشان دادند که افزودن همزمان عناصر شبه‌فلز و عنصر انتقالی، توانایی آمورف شدن را تسریع می‌بخشد [۱۹]. همچنین تحقیقات نشان داد با افزودن عنصر انتقالی تانتالوم به ترکیب Fe₇₅Si₁₀C₁₅ زمان تشکیل فاز آمورف از ۲۰۰ ساعت به ۹۰ ساعت کاهش می‌یابد [۲۰]. عنصر تانتالوم آنتالپی اختلاط منفی بالایی با کربن ($\Delta H(Ta-C) = -101 \text{ kJ/mol}$) [۲۱] دارد و سبب اختلاط اتمی بهتر و بهبود آمورف شدن می‌گردد [۲۲]. عامل کنترل کننده فرآیند^۱ (PCA) یک ترکیب آلی با عناصر بین نشینی مانند کربن می‌باشد که از جوش سرد بین ذرات جلوگیری می‌کند و سبب کاهش اندازه ذرات، توزیع بهتر و یکنواختی ذرات می‌گردد [۱۰].

¹ Process control agent

مواد و روش‌ها

پودرهای اولیه آهن، سیلیسیوم، کربن (گرافیت) و تانتالوم با ترکیب $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{C}_{10}\text{Ta}_5$ (at%) و نیز با مشخصاتی که در جدول (۱) آورده شده در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفت. همچنین از اسید استتاریک به مقدار ۲ درصد وزنی به عنوان PCA استفاده شد. آلیاژسازی مکانیکی در دمای محیط با آسیاب سیاره‌ای پرنرژی تحت اتمسفر گاز آرگون برای جلوگیری از اکسیداسیون احتمالی سطح پودرها انجام شد. نسبت گلوله به پودر، وزن کل پودر و قطر گلوله‌های مورد استفاده در این تحقیق به ترتیب ۲۰ به ۱، ۱۰ گرم و ۱۰ میلی‌متر (با متوسط وزن تقریباً ۴ گرم) بود. جنس گلوله‌ها و محفظه آسیاکاری، از فولاد با پوشش کروم سخت انتخاب گردید. پودرهای آسیاکاری شده توسط آنالیزهای پراش اشعه ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مجهز به سیستم آنالیز EDS و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مورد آنالیز قرار گرفتند. اندازه‌گیری‌های XRD در یک تفرق سنج دارای لامپ مسی با طول موج 0.1504 نانومتر در محدوده زاویه (2θ) ۲۰-۹۰ درجه انجام شد. آنالیز ریتولد بر روی الگوهای تفرق پراش اشعه ایکس با استفاده از نرم-افزار MAUD صورت گرفت. مقدار فاز آمورف، پارامترهای اندازه دانه و میکروکرنش در زمان‌های مختلف آسیاکاری با استفاده از آنالیز ریتولد محاسبه گردید.

کاهش اندازه ذرات پودرهای شیشه‌ای از چند نظر می‌تواند مفید باشد: ۱- در اثر ریزشیدن اندازه ذرات و به عبارتی افزایش سطح تماس ذرات، دمای سینترینگ پایین می‌آید در نتیجه سبب فشردگی بهتر پودر در حالت گرم می‌شود. ۲- با ریزشیدن اندازه ذرات مواد در اثر افزودن PCA، پودرهای حاصل می‌توانند جهت ساخت کامپوزیت‌های مغناطیس نرم استفاده شوند که در این حالت ریزتر بودن اندازه ذرات کاهش چشم‌گیر تلفات جریان‌های گردابی را به دنبال خواهد داشت.

از آنجایی که تحقیقات کمی بر روی اثر PCA بر افزایش قابلیت شیشه‌ای شدن صورت گرفته است، انجام این تحقیق می‌تواند مفید و با اهمیت باشد. گزارش شده است که عدم وجود شبه‌فلز کافی یکی از دلایل عدم تشکیل فاز آمورف برای آلیاژهای با مقادیر بالای آهن (بالاتر از ۷۰٪ اتمی) می‌باشد [۲۳]. بنابراین به نظر می‌رسد، افزودن PCA که دربرگیرنده عناصر بین‌نشینی تاثیرگذار در تشکیل فاز آمورف مانند کربن بوده می‌تواند در بهبود قابلیت شیشه‌ای شدن موثر باشد.

اخیراً، اثر آلیاژسازی مکانیکی بر قابلیت تولید فاز شیشه‌ای در سیستم آلیاژی Fe-Ta-Si-C که به دلیل عدم حضور شبه فلز بسیار گران قیمت بور از هزینه نسبتاً پایینی در مقایسه با سیستم‌های آلیاژی مشابه برخوردار بوده، به صورت سیستماتیک مورد بررسی قرار گرفته است [۲۴، ۲۵]. در این تحقیق، برای نخستین بار اثر افزودن PCA بر ریزساختار و خواص مغناطیسی آلیاژ $\text{Fe}_{75}\text{Ta}_5\text{Si}_{10}\text{C}_{10}$ مورد بررسی قرار می‌گیرد.

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده

مواد اولیه	خلوص (%)	اندازه ذرات (میکرون)	شرکت سازنده
آهن	۹۹/۸	۴۰	مرک آلمان
گرافیت	۹۹/۸	$50 <$	مرک آلمان
تانتالوم	۹۹/۸	۴۸	مرک آلمان

همچنین در این مرحله، پهن‌شدگی و کاهش بیش‌تر شدت پیک‌ها مشاهده می‌گردد که به دلیل کاهش در اندازه بلورک‌ها، افزایش کرنش شبکه طی فرآیند آلیاژسازی مکانیکی می‌باشد [۱۷]. نکته قابل توجه این است که حل شدن سیلیسیوم سریع‌تر از تانتالوم در شبکه آهن می‌باشد. دلیل این امر این است که ناهم‌خوانی شبکه بین آهن- تانتالوم (۲۹٪) بیش‌تر از آهن- سیلیسیوم (۱۵٪) است. در واقع به این معنی است که انرژی الاستیک بیشتری برای حل شدن تانتالوم در شبکه آهن نسبت به سیلیسیوم نیاز است [۲۷].

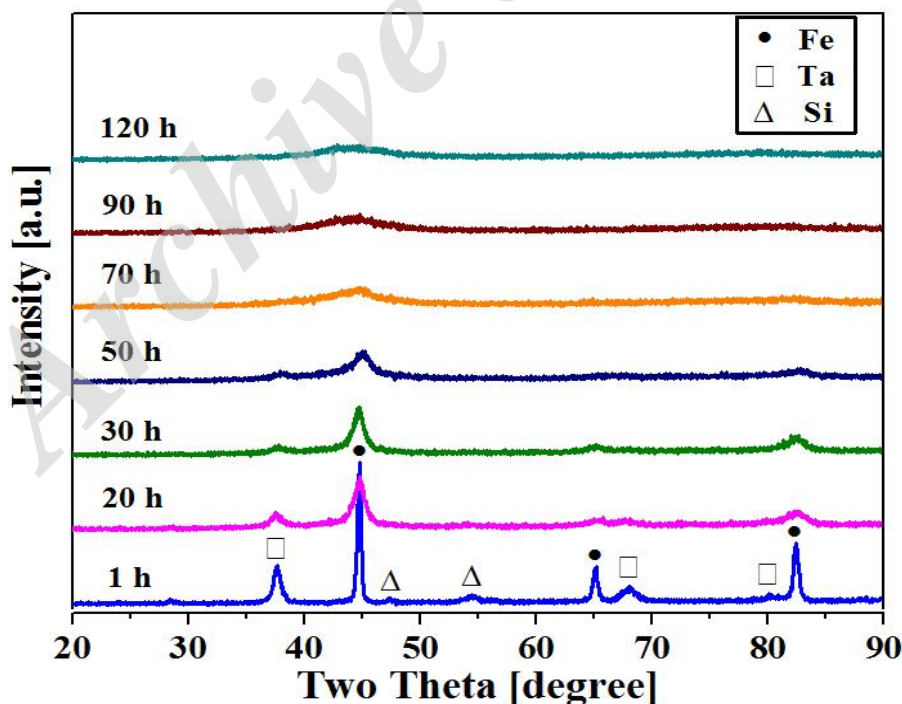
بنابراین حل شدن تانتالوم در زمان‌های بالاتری نسبت به سیلیسیوم اتفاق می‌افتد. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۵۰ ساعت، محلول جامد پایه آهن شامل عناصر حل شونده سیلیسیوم، گرافیت و تانتالوم تشکیل می‌گردد. با ادامه آسیاکاری تا ساعت‌های بالا (۲۰۰ ساعت)، هاله آمورف قابل توجهی در آلیاژ، بدون افزودن PCA مشاهده نشد [۲۴].

از میکروسکوپ الکترونی روبشی باحداکثر ولتاژ ۲۰kV، جهت بررسی مورفولوژی و اندازه ذرات پودر آسیاکاری شده استفاده شد. خواص مغناطیسی پودرهای آلیاژی توسط دستگاه مغناطیس‌سنج لرزشی (VSM) در دمای محیط و در بیشینه میدان ۰/۹۵ تسلا اندازه‌گیری شد.

نتایج و بحث

آنالیز ساختاری

شکل (۱) الگوی XRD آلیاژ $Fe_{75}Ta_5Si_{10}C_{10}$ شامل ۲ درصد وزنی PCA در زمان‌های مختلف آسیاکاری را نشان می‌دهد. الگوی XRD آلیاژ بدون افزودن PCA در مرجع ۲۴ گزارش شده است. تمامی پیک‌ها به جز پیک گرافیت به علت فاکتور پراکندگی پایین این عنصر در نمونه یک ساعت آسیاشده قابل مشاهده می‌باشند [۲۶]. مطابق شکل ۱ با آسیاکاری تا ۳۰ ساعت، پیک‌های تفرق سیلیسیوم محو شده و



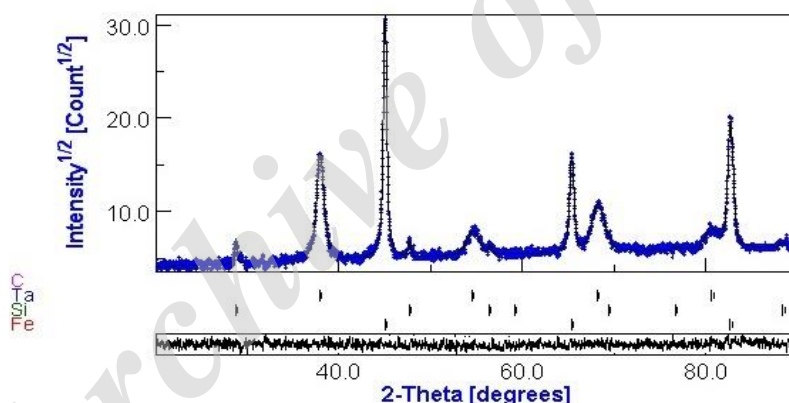
شکل ۱- الگوی XRD آلیاژ $Fe_{75}Ta_5Si_{10}C_{10}$ در زمان‌های مختلف آسیاکاری پس از افزودن PCA

می‌تواند به‌طور قابل توجهی اندازه بلورک‌ها را کاهش دهد [۲۸،۲۹]. شایان ذکر است که تعیین اندازه بلورک‌ها در زمان‌های بالاتر آسیاکاری در حضور PCA به دلیل افزایش چشمگیر درصد فاز آمورف امکان‌پذیر نمی‌باشد. گزارش شده است افزودن PCA سبب ریزتر شدن اندازه بلورک‌ها می‌شود [۱۰]. در این تحقیق نیز در اثر افزودن PCA اندازه بلورک‌ها کاهش بیشتری داشته است. همچنین مطابق جدول (۲)، روند کرنش شبکه با زمان در هر دو حالت افزایشی است؛ زیرا در عملیات آسیاکاری انرژی بسیار زیادی به پودرها وارد می‌شود و ذرات به‌طور مداوم متحمل تغییر شکل پلاستیک شدید می‌شوند. همچنین افزایش دانسیته نابعایی‌ها در اثر اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید و ناهم‌خوانی زیاد اندازه اتمی بین اجزا (ناهم‌خوانی اندازه اتمی بین آهن-کربن ۴۴٪ و آهن-تانتالوم ۲۹٪) توجیه دیگری برای افزایش کرنش شبکه در دو حالت است [۳۰]. کاهش پارامتر شبکه در زمان‌های ابتدایی ناشی از حل شدن عنصر جانشین کوچک سیلیسیم است که شعاع کوچکتری ($r_{Si} = 111 \text{ nm}$) در مقایسه با آهن ($r_{Fe} = 124 \text{ nm}$) دارد [۳۱]. افزایش پارامتر شبکه نیز بر اساس اختلاف شعاع اتمی بین عناصر قابل توجه است. با حل شدن کربن در شبکه آهن که به‌صورت بین‌نشین در شبکه قرار می‌گیرد، پارامتر شبکه افزایش می‌یابد. همچنین حل شدن تانتالوم با شعاع اتمی بزرگ‌تر از آهن (149 nm) سبب افزایش پارامتر شبکه می‌گردد. درصد فاز آمورف بر اساس نسبت مساحت بین قسمت آمورف یا گوسی (Gaussian) و کل مساحت پیک اصلی تفرق محاسبه گردید [۳۲]. شکل (۳) تغییرات درصد فاز آمورف برای هر دو نمونه در زمان‌های مختلف آسیاکاری را نشان می‌دهد.

در حالی که مطابق شکل ۱، با افزودن ۲٪ PCA به ترکیب فوق، هاله فاز آمورف بعد از ۷۰ ساعت آسیاکاری مشاهده شد. الگوهای تفرق اشعه ایکس در این حالت مشابه حالت قبل می‌باشد با این تفاوت که در این حالت شدت پیک‌های عناصر آهن و تانتالوم تا ۵۰ ساعت آسیاکاری بالاتر است و هنوز کمی تانتالوم واکنش نداده در پیک‌ها قابل مشاهده است. دلیل این امر وجود عامل کنترل‌کننده است که مانع از جوش سرد شده و ذرات دیرتر با یکدیگر ترکیب شده و تشکیل محلول جامد و سپس فاز آمورف را می‌دهند. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۷۰ ساعت، تنها یک پیک با پهنای زیاد در زاویه حدود $2\theta = 44^\circ$ مشاهده می‌شود. البته الگوی پراش نمونه ۷۰ ساعت کمی عدم تقارن به سمت راست دارد که نشان‌دهنده وجود کسر اندکی نانوبلور در زمینه فاز آمورف می‌باشد [۷]. نمونه ۹۰ ساعت آسیاکاری شده، دارای الگوی پراش متقارن است که درصد بالای فاز آمورف را نشان می‌دهد. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۲۰ ساعت، تغییر چندانی در الگوی پراش نسبت به نمونه ۹۰ ساعت مشاهده نمی‌شود که بیانگر عدم تغییر چندان در درصد فاز آمورف محاسبه شده می‌باشد. جدول (۲) مقادیر اندازه بلورک‌ها، میکروکرنش و پارامتر شبکه برای سیستم آلیاژی $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{C}_{10}\text{Ta}_5$ در دو حالت را در زمان‌های مختلف آسیاکاری، بر اساس آنالیز ریتولد نشان می‌دهد. طبق جدول (۲)، اندازه بلورک‌ها در هر دو حالت با افزایش زمان آسیاکاری کاهش می‌یابد. کاهش شدید اندازه بلورک‌ها در مراحل اولیه آسیاکاری به‌علت تغییر شکل پلاستیک شدید و حل شدن عناصر تشکیل‌دهنده مخصوصاً کربن است [۲۰]. بایستی توجه داشت که حضور عناصر بین‌نشین مانند کربن، نیتروژن و بور

جدول ۲- تغییرات پارامتر شبکه، میکرو کرنش و اندازه دانه بدست آمده از آنالیز ریتولد

میکرو کرنش		اندازه کریستالیت (نانومتر)		پارامتر شبکه (آنگستروم)		زمان آسیاکاری (ساعت)
بدون PCA [۲۴]	با افزودن PCA	بدون PCA [۲۴]	با افزودن PCA	بدون PCA	با افزودن PCA	
۰/۰۰۰۸	۰/۰۰۰۸	۱۰۰	۱۰۰	۲/۸۶۶۵	۲/۸۶۶۵	نمونه استاندارد
۰/۲۴	۰/۲۷	۶۰	۵۷	۲/۸۶۹۲	۲/۸۶۹۹	۱
۰/۷۴	۰/۸۱	۲۷	۱۷	۲/۸۶۵۴	۲/۸۶۷۴	۲۰
۱/۱۷	۱/۲۵	۱۸	۱۲	۲/۸۷۱۹	۲/۸۷۳۸	۳۰
۱/۳۷	۱/۴۴	۱۵	۱۰	۲/۸۷۴۲	۲/۸۸۰۱	۵۰



شکل ۲- الگوی XRD نمونه ۱ ساعت آسیاکاری و برازش شده توسط نرم افزار MAUD با مقادیر $R_{wp}=10/52$ و $R_{exp}=9/93$ که به ترتیب فاکتور باقیمانده وزن شده و مورد انتظار می‌باشند. اختلاف بین الگوی آزمایشگاهی و آنالیز شده زیر رسم شده است

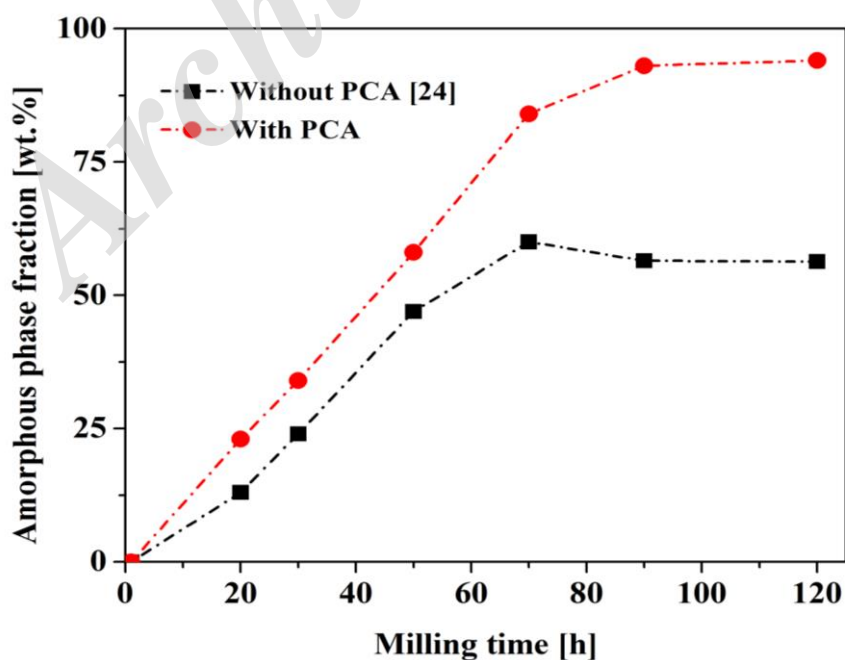
مکانیکی درصد فاز آمورف تا ۵۱٪ تقلیل پیدا می‌کند [۳۳]. به طور کلی، دلیل تشکیل فاز آمورف در سیستم آلیاژی فوق با افزودن PCA، مربوط به مکانیزم‌های متفاوتی چون تغییر شکل پلاستیک شدید، ریز شدن کریستالیت‌ها، افزایش انرژی کرنشی ناشی از تفاوت قابل توجه اندازه بین اجزا و گرمای اختلاط بسیار منفی

همان‌گونه که در شکل (۳) مشاهده می‌شود، افزودن PCA، با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۲۰ ساعت، درصد فاز آمورف افزایش می‌یابد و به حدود ۹۴٪ می‌رسد. درحالی‌که در نمونه بدون PCA، درصد فاز آمورف تا ۹۰ ساعت آسیاکاری، افزایش و به مقدار ۵۶٪ می‌رسد؛ ولی با افزایش زمان آسیاکاری به دلیل تبلور جزئی

و توزیع اندازه باریکتر مشاهده می‌شود (شکل ۴-ج) و (د)). با افزایش زمان آسیاکاری تا ۵۰ ساعت، جوش سرد مجدد بین ذرات به‌خصوص برای نمونه بدون PCA، فرآیند غالب بوده و اندازه ذرات تا حدودی افزایش یافته است (شکل ۴-ه) و (خ)). با آسیاکاری تا زمان‌های بالاتر در اثر فرآیند شکست، یکنواختی بین ذرات افزایش یافته و توزیع نسبتاً محدودی از اندازه‌های ذرات در حدود ۲-۴ میکرومتر حاصل می‌گردد، تا آنجا که تعادل بین فرآیندهای شکست و جوش سرد حاصل می‌گردد که حالت پایدار فرآیند آلیاژسازی نامیده می‌شود (شکل ۲-ز) و (ل)) و دیگر تغییر قابل ملاحظه‌ای در اندازه ذرات مشاهده نمی‌شود. نکته قابل توجه، افزایش یکنواختی و کروی شدن ذرات در نمونه با افزودن PCA می‌باشد. گزارش شده است که ایجاد ذرات کروی بیانگر تشکیل فاز آمورف با درصد بالا حین آلیاژسازی مکانیکی می‌باشند [۲۰]. همان‌طور که در نمونه ۱۲۰ ساعت آسیاکاری شده (شکل ۴-ل))، کروی شدن ذرات افزایش یافته که بیانگر درصد بالای فاز آمورف در این نمونه می‌باشد و در تطابق با نتایج حاصل از XRD و درصد فاز آمورف محاسبه شده می‌باشد (شکل ۱ و ۴).

عناصر تشکیل دهنده می‌باشد. چنین پارامترهایی می‌تواند انرژی آزاد بلورک‌ها را بالاتر از فاز آمورف قرار دهد و متعاقباً سد انرژی برای تبدیل بلور به آمورف را کاهش دهد [۲۸]. گزارش شده است که عناصر بین نشین مانند کربن می‌توانند به‌طور قابل توجهی، سبب کاهش اندازه بلورک به زیر مقدار بحرانی (کم‌تر از ۵ نانومتر) شده که این پدیده منجر به ناپایداری آن‌ها و در نتیجه تشکیل فاز آمورف می‌شود [۲۸]. در واقع با افزودن PCA عناصر بین نشین بیشتری به سیستم وارد شده و ضمن کاهش اندازه بلورک، کرنش بالاتری به سیستم وارد می‌کنند که در نهایت سبب بهبود قابلیت شیشه‌ای شدن می‌گردد.

شکل (۴) تغییرات مورفولوژی و اندازه ذرات طی آسیاکاری در زمان‌های مختلف را براساس نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود در ابتدای فرآیند آسیاکاری (۱ ساعت)، به علت اعمال تنش‌های فشاری به ذرات که به وسیله برخوردهای پرانرژی گلوله-پودر ایجاد شده‌اند، ذرات به شکل تخت درآمده‌اند [۱۰] (شکل ۴-الف) و (ب)). در زمان‌های طولانی‌تر آسیاکاری (۲۰ ساعت)، کارسختی ذرات باعث تردی آن‌ها شده و بنابراین فرآیند شکست غالب گردیده و تمایل به کاهش اندازه در ذرات



شکل ۳- تغییرات درصد فاز آمورف با زمان آسیاکاری در دو نمونه با افزودن و بدون افزودن PCA

می‌دهد. کاهش گشتاور مغناطیسی ناشی از فرآیند هیبریداسیون p-d یا پرشدن جزئی باندهای 3d آهن می‌باشد که در این حالت تعداد پلاریزاسیون d کاهش و در نتیجه برهمکنش تبدالی بین اتم‌های مغناطیسی کاهش و نهایتاً مغناطش اشباع کاهش می‌یابد [۳۴]. علاوه بر جنبه‌های ذکر شده، کاهش اندازه بلورک‌ها و افزایش کسر فاز آمورف طی آسیاکاری ممکن است نقش مهمی در کاهش مغناطش اشباع ایفا کند [۱۴،۳۵]. انتظار می‌رود، تعداد قابل توجهی از اتم‌های آهن در مرزخانه‌ها و در فاز آمورف ساکن شوند که در واقع، می‌تواند منجر به افزایش فواصل درون اتمی بین اتم‌های آهن شود. افزایش فواصل درون اتمی می‌تواند برهمکنش تبدالی بین اتم‌های مغناطیسی را کاهش دهد که ممکن است سبب کاهش مغناطش اشباع پودرها شود [۳۶،۳۷]. همانطور که در شکل ۸ مشخص است آسیاکاری شده با وجود PCA وجود عنصر اکسیژن در نمونه را تایید می‌کند که یکی از دلایل کاهش بیشتر مغناطش در این نمونه نیز همین موضوع می‌باشد [۳۷]. علاوه بر موارد ذکر شده، وجود کمی بی‌نظمی مغناطیسی در سطح به ویژه برای ذرات ریزتر، مغناطش اشباع را کاهش می‌دهد [۱۴]. افزایش مغناطش اشباع برای هر دو نمونه در ۱۲۰ ساعت آسیاکاری، می‌تواند به علت تبلور جزئی مکانیکی (مطابق با نتایج کاهش درصد فاز آمورف) و افزایش مقدار نانوبلورک‌های محصور شده در زمینه این فاز باشد [۳۵].

همان‌گونه که اشاره شد مغناطش اشباع در نمونه‌های با افزودن PCA در مقایسه با نمونه‌های بدون PCA کم‌تر است. علاوه بر اکسیداسیون، دلیل دیگر این امر، وجود عناصر غیر مغناطیسی موجود در عامل کنترل کننده مانند اکسیژن، هیدروژن و کربن است که سبب می‌گردد میزان عناصر غیرمغناطیسی بیشتری به سیستم اعمال گردد و کاهش بیش‌تر مغناطش اشباع قابل انتظار می‌باشد.

شکل (۵)، تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) به همراه الگوی تفرق ناحیه گرفته شده (SAED) نمونه ۱۲۰ ساعت آسیاکاری شده با افزودن PCA را نشان می‌دهد. تشکیل تصویر بدون مشخصه و نیز حضور الگوی هاله‌ای با توجه به تصویر SAED، تشکیل فاز آمورف با مقدار قابل توجه در این نمونه را تایید می‌کند. در واقع این تصویر، تایید کننده نتایج حاصل از الگوی XRD (شکل ۱) نیز می‌باشد.

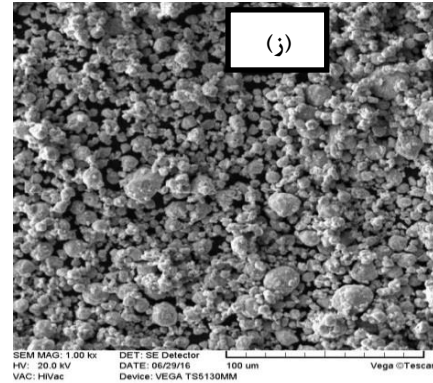
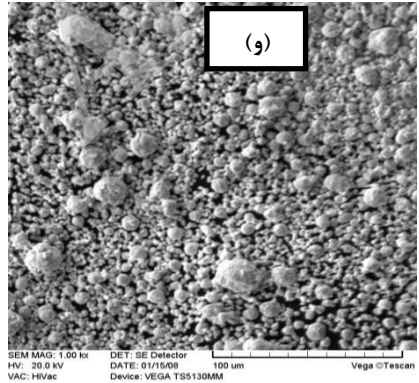
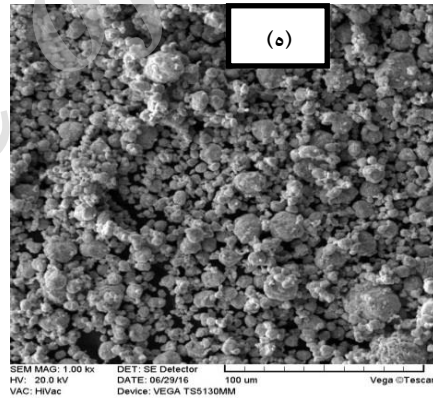
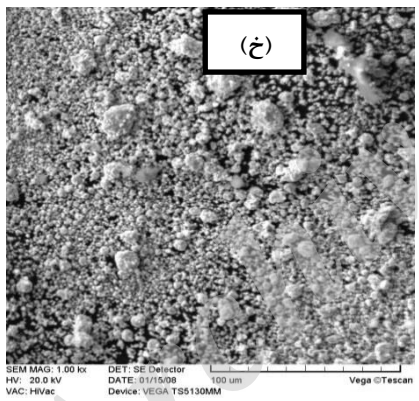
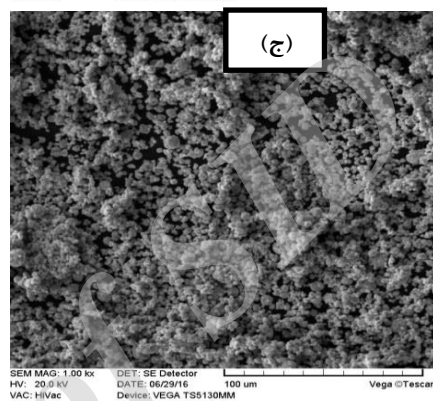
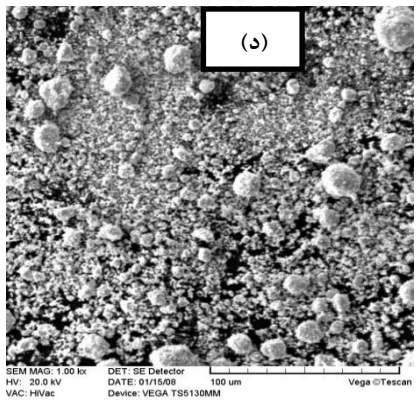
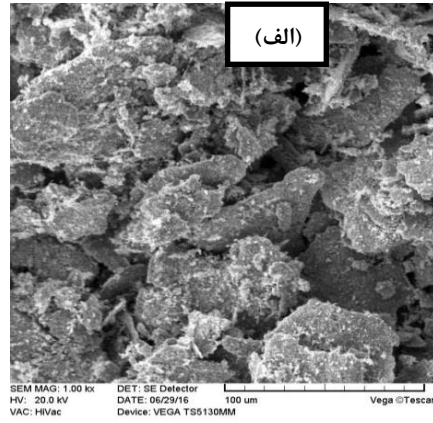
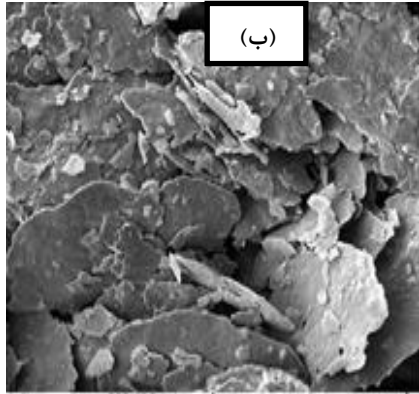
خواص مغناطیسی

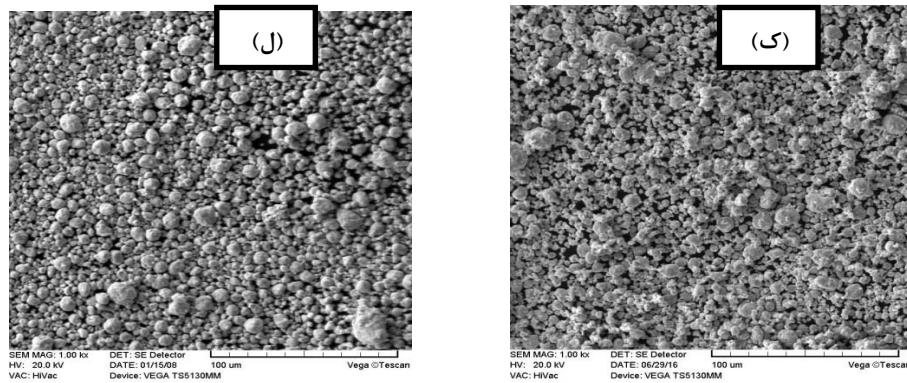
شکل (۶) حلقه هیستریزاسیون پودرهای آسیاکاری شده را در زمان‌های مختلف آسیاکاری نشان می‌دهد. این حلقه‌های هیستریزاسیون S مانند، که به دلیل وجود اعوجاج ساختار در داخل دانه‌ها می‌باشد، معمولاً در نمونه‌های نانو ساختار مشاهده می‌شود [۲۰]. به طور کلی خواص مطلوب در مواد مغناطیس نرم، تلفات هیستریزاسیون کم می‌باشد. ماهیت گرد شده حلقه‌های هیستریزاسیون می‌تواند مربوط به اثرات مغناطیس زدایی زیاد و همچنین فاصله‌ها و تخلخل‌های بین ذرات پودر باشد [۲۲].

مغناطش اشباع

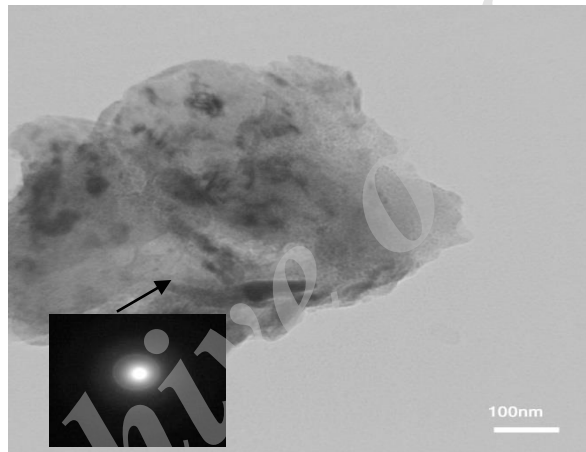
مغناطش اشباع جزو خواص ذاتی بوده که به منشا مغناطیسی اتم‌ها مربوط می‌شود و بر پایه پدیده‌های کوانتومی از قبیل تبادل، برهمکنش میدان بلوری و جفت‌شدگی اسپین-اربییتال توجیه می‌شوند. مغناطش اشباع به شدت تابع ترکیب شیمیایی، عدد همسایگی موضعی اتم‌های مغناطیسی و ساختار الکترونی مواد می‌باشد [۱۴].

بر اساس شکل ۷ (الف)، مغناطش اشباع ابتدا تا ۹۰ ساعت آسیاکاری به سرعت کاهش می‌یابد، سپس در مراحل پایانی آسیاکاری افزایش می‌یابد. حل شدن اتم‌های غیرفرومغناطیسی مانند کربن، سیلیسیم و تانتالوم در ریزساختار پودرها سبب کاهش چگالی برهمکنش اتم‌های مغناطیسی شده و مغناطش اشباع را کاهش

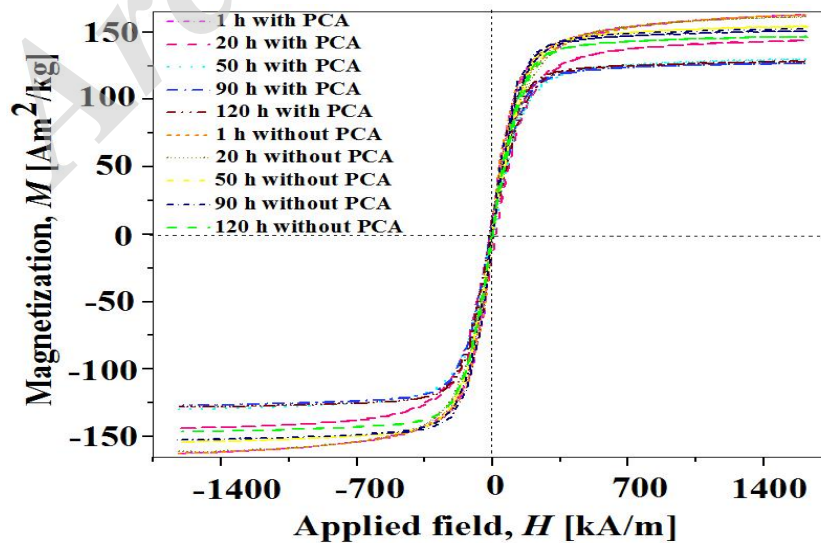




شکل ۴- تصاویر SEM پودرهای آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری در دو حالت: بدون افزودن PCA (الف) (۲۰ ساعت، ج) (۲۰ ساعت، ه) (۵۰ ساعت، ز) (۹۰ ساعت و ک) (۱۲۰ ساعت، با افزودن PCA (ب) (۱ ساعت، د) (۲۰ ساعت، خ) (۵۰ ساعت، و) (۹۰ ساعت و ل) (۱۲۰ ساعت



شکل ۵- تصویر TEM و الگوی SAED نمونه با افزودن PCA پس از ۱۲۰ ساعت آسیاکاری



شکل ۶- منحنی هیستریزس نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری در دو حالت با PCA و بدون PCA

میدان پسماندزادای مغناطیسی

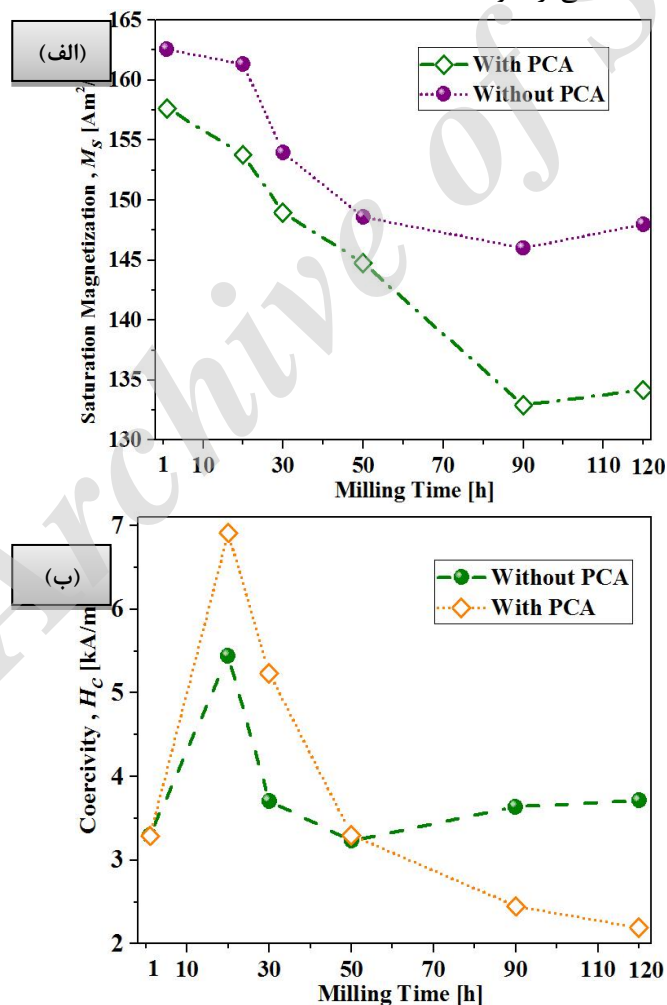
ناجایی‌ها تولید می‌شوند که این ناجایی‌ها با دیواره حوزه‌های مغناطیسی واکنش داده و میدان پسماندزادای مغناطیسی افزایش می‌یابد که این فاکتور را به صورت زیر می‌توان بیان کرد [۳۸]:

$$H_C = \frac{E_0}{\mu_0 M_s} \left[\frac{8\rho}{15L_x L_z \delta_w} \ln \left(\frac{L_y}{\xi_0} \right)^{1/2} \right] \quad (1)$$

که L_x ، L_y و L_z طول چگالی ناجایی‌ها در امتداد جهات x ، y و z ، E_0 ثابت، ξ_0 طول موج متوسط برهمکنش و ρ چگالی ناجایی بیان شده براساس تعداد خطوط ناجایی در هر cm^2 می‌باشد.

میدان پسماندزادای مغناطیسی از خواص مغناطیسی حساس به ساختار است و عواملی چون عیوب بلوری، تنش، اندازه دانه، مرز دانه و دیگر پارامترهای ساختاری روی مقدار میدان پسماندزادای مغناطیسی تاثیر گذارند [۳۷]. شکل ۷ (ب) تغییرات این پارامتر بر اساس شکل، نتایج به صورت زیر می‌باشد مغناطیسی برحسب زمان آسیاکاری را نشان می‌دهد:

افزایش میدان پسماندزادای مغناطیسی در زمان-های پایین آسیاکاری تا ۲۰ ساعت، می‌تواند به علت افزایش تنش‌های پسماند و افزایش چگالی ناجایی باشد که در نتیجه تغییر شکل پلاستیک شدید به وجود می‌آیند [۳۵]. در اثر تغییر فرم پلاستیک شدیدی که طی آسیاکاری ایجاد می‌شود، دانسیته بالای از عیوب مانند



شکل ۷- تغییرات خواص مغناطیسی ذرات با زمان آسیاکاری در دو حالت با PCA و بدون PCA
الف) مغناطش اشباع ب) میدان پسماندزادای مغناطیسی

که P_c ثابت در محدوده $0/64-0/13$ ، K_1 ثابت ناهمسانگردی کریستالی و A ثابت سختی تبدالی است. بر اساس معادله (۳) کاهش اندازه دانه می تواند میدان پسماندزدای مغناطیسی را بتوان ۶ کاهش دهد. هنگامی که اندازه بلورکها به کم تر از طول تبدالی می رسد، تاثیر دیواره های حوزه کاهش یافته، و هر دانه به عنوان یک حوزه مستقل عمل می کند و در نتیجه دیواره های مغناطیسی راحت تر حرکت کرده و میدان پسماندزدای مغناطیسی کاهش می یابد [۴۱].

تشکیل فاز آمورف با ناهمسانگردی بلوری کم و افزایش درصد فاز آن (مطابق شکل ۳) دلیل کاهش بیش تر میدان پسماندزدای مغناطیسی با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۲۰ ساعت برای نمونه دارای PCA است [۱۷]. گزارش شده است که از طریق درجه بالای آمورف شدگی، کم ترین میدان پسماندزدای مغناطیسی حاصل می گردد [۱]. افزایش میدان پسماندزدای مغناطیسی برای نمونه بدون PCA در زمان های ۱۲۰-۷۰ ساعت، می تواند ناشی از تبلور مکانیکی، افزایش سطح آلودگی ناشی از محیط آسیاکاری و نیز افزایش ناهمسانگردی سطح به دلیل ریز شدن ذرات می باشد [۱۴، ۲۰، ۴۲].

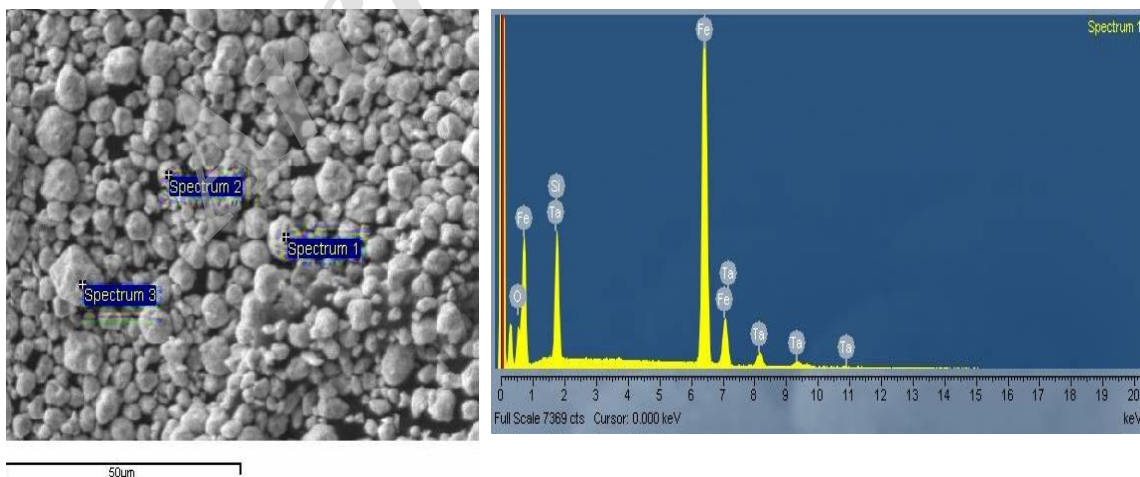
تنش های پسماند می توانند ناهمسانگردی موثر مغناطیسی از نوع تنشی ایجاد کرده و مقدار میدان پسماندزدای مغناطیسی را به مقدار قابل توجهی افزایش دهند [۳۹]. گزارش شده است که تنش های داخلی می توانند حوزه های مغناطیسی باریک و نامنظم را گسترش دهند که منجر به افزایش قابل ملاحظه میدان پسماندزدای مغناطیسی می شود [۱۴]. این فاکتور را می توان طبق معادله زیر بیان نمود [۴۰]:

$$H_c = -\frac{3}{2}\pi \frac{\lambda_s \Delta\sigma \delta_w}{\mu_0 M_s l} \quad (2)$$

که δ_w ضخامت دیواره، l طول موج تنشی، $\Delta\sigma$ تنش داخلی می باشد. افزایش کرنش شبکه مشاهده شده با افزایش زمان آسیاکاری در این مرحله (تا ۲۰ ساعت) طبق جدول (۲)، تاییدی بر افزایش میدان پسماندزدای مغناطیسی در این مرحله می باشد.

کاهش میدان پسماندزدای مغناطیسی برای مواد نانو بلوری با اندازه دانه کوچک تر از طول تبدالی مغناطیسی و همچنین برای آلیاژهای آمورف با کم ترین طول همبستگی ساختاری، مطابق مدل ناهمسانگردی تصادفی هرزر طبق رابطه زیر توضیح داده می شود [۴۱]:

$$H_c \propto \frac{P_c K_1^4 D^6}{\mu_0 A^3 M_s} \quad (3)$$



شکل ۸- آنالیز EDS و تصویر SEM مربوطه پودر آلیاژ تولید شده با PCA پس از ۱۲۰ ساعت فرایند آلیاژسازی مکانیکی

نتیجه گیری

در این تحقیق، پودرهای آمورف/نانوبلور $Fe_{75}Ta_5Si_{10}C_{10}$ بوسیله روش آلیاژسازی مکانیکی تولید شدند، و نتایج زیر بدست آمد:

- ۱- نتایج XRD نشان داد که در هر دو نمونه با PCA و بدون PCA، تشکیل محلول جامد پایه آهن بعد از ۵۰ ساعت آسیاکاری کامل شد.
- ۲- در اثر افزودن PCA، اندازه بلورکهای کمتری به دست آمد به گونه‌ای که اندازه بلورکها در نمونه با PCA و بدون PCA بعد از ۵۰ ساعت آسیاکاری به ترتیب ۱۰ و ۱۵ نانومتر گزارش شد.

۳- در اثر افزودن PCA بعد از ۷۰ ساعت آسیاکاری، تشکیل فاز آمورف توسط آنالیز XRD و TEM تأیید شد در حالیکه بدون افزودن PCA هیچ هاله آمورفی مشاهده نشد.

۴- افزودن PCA، منجر به کاهش بیش‌تر مغناطش اشباع گردید.

۵- افزودن PCA به دلیل تشکیل فاز آمورف و درصد بالای این فاز و کاهش ناهمسانگردی بلوری مخصوصاً در ساعت‌های پایانی آسیاکاری، سبب کاهش بیش‌تر میدان پسماندزدای گردید.

References:

- [1]. J. Xu, Y.Z. Yang, W. Li, Z.W. Xie, X.C. Chen, "Effect of the substitution of C for Si on microstructure, magnetic properties and bending ductility in high Fe content FeSiBCuPC alloy ribbons", *Alloys & Compound*. Vol. 727, pp. 610–615, (2017).
- [2]. Mchenry.M.E., Johnson. F, Okumura. H, Ohkubo. T, "The kinetics of nanocrystallization and microstructural observations in FINEMET, NANOPERM and HITPERM nanocomposite magnetic materials", *Scripta Materialia*, Vol.48, pp. 881–887, (2003).
- [3]. Makino. A, Men. H, Kubota. T, Yubuta. K, Inoue. A, "New Fe-metalloids based nanocrystalline alloys with high B_s of 1.9 T and excellent magnetic softness", *Applied Physics*, Vol. 105, 07A308, pp.10–13, (2009).
- [4]. Bitoh. T, Makino. A, Inoue. A, "Origin of low coercivity of Fe-(Al, Ga)-(P, C, B, Si, Ge) bulk glassy alloys", *Material Transaction*. Vol. 44, pp. 2020–2024, (2003).
- [5]. Herzer. G, "Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials", *Acta Material*, Vol. 61, pp. 718–734, (2013). 80-85, (2016).
- [5]. Herzer. G, "Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials", *Acta Material*, Vol. 61, pp. 718–734, (2013).
- [6]. Makino. A, Kubota. T, Makabe. M, Chang. C. T, Inoue. A, "FeSiBP metallic glasses with high glass-forming ability and excellent magnetic properties", *Material Science and Engineering B Solid-State Material Advance Technology*, Vol. 148, pp. 166–170, (2008).
- [7]. Neamtu. B .V, Chicinaş. H .F, Marinca. T. F, Isnard. O, Chicinaş. I, "Preparation and characterisation of Co–Fe–Ni–M–Si–B (M = Zr, Ti) amorphous powders by wet mechanical alloying",

- Alloys and Compounds, Vol. 673, pp.
- [8]. Gheiratmand. T, Hosseini. H. R. M, Davami. P, Sara. C, "Fabrication of FINEMET bulk alloy from amorphous powders by spark plasma 80-85, sintering", Powder Technology, Vol. 289, pp. 163–168, (2016).
- [9]. Seifoddini. A, Stoica. M, Nili-ahmadabadi. M , Heshmati-manesh. S, Uta. K, "New $(\text{Fe}_{0.9}\text{Ni}_{0.1})_{77}\text{Mo}_5\text{P}_9\text{C}_{7.5}\text{B}_{1.5}$ glassy alloys with enhanced glass-forming ability and large compressive strain", Materials Science & Engineering A, Vol. 560, pp. 575–582, (2013).
- [10]. Suryanarayana. C, "Mechanical alloying and milling", Progress in Material Science, pp. 1–184, (2001).
- [11]. Yoshizawa. K.Y.Y, Oguma. S, "New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure", Applied Physics, Vol. 64 (10), pp. 6044–6046, (1988).
- [12]. Suzuki. T . M.K, Makino. A, "soft magnetic properties of bcc Fe-M-B-Cu (M = Ti, Nb or Ta) alloys with nanoscale grain size", Japanese Applied Physics, Vol. 30 (10A), (1991).
- [13]. Willard. M . A, Laughlin. D . McHenry. M . E, "Structure and magnetic properties of $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{88}\text{Zr}_7\text{B}_4\text{Cu}_1$ nanocrystalline alloys", Applied Physics. Vol, 84 (12), pp. 6773–6777, (1998).
- [14]. Taghvaei. A. H, Stoica. M , Khoshkhoo . M. S, Thomas. J, Vaughan. G, Janghorban. K, Eckert. J, "Microstructure and magnetic properties of amorphous/nanocrystalline $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{22}\text{Ta}_8\text{B}_{30}$ alloy produced by mechanical alloying", Materials Chemistry and Physics, Vol. 134, pp. 1214–1224, (2012).
- [15]. Zuo. M, Meng. S, Li. Q, Li. H, Chang. C, "Effect of metalloid elements on magnetic properties of Fe-based bulk metallic glasses", Intermetallics. Vol. 83, pp. 83–86, (2017).
- [16]. Jiao. Z.B, Li. H. X, Gao. J. E, Wu. Y, Lu. Z. P, "Effects of alloying elements on glass formation , mechanical and soft-magnetic properties of Fe-based metallic glasses", Intermetallics, Vol. 19, pp. 1502–1508, (2011).
- [17]. Taghvaei.A. H, Khoshrodi. A. K, "Characterization, thermodynamic analysis and magnetic investigation of new soft magnetic amorphous/nanocrystalline $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{21}\text{Ti}_{19}\text{Ta}_5\text{B}_5$ powders produced by mechanical alloying", Alloys and Compounds, Vol. 742, pp. 887-896, (2018).
- [18]. Ogawa. H, Miura. H, "Compositional dependence of amorphization of M – C – Si (M = Fe , Co or Ni) materials by mechanical alloying", Materials Processing Technology Vol. 144, pp. 256–260, (2003).
- [19]. Mchenry. M. E, Willard. M. A, Laughlin. D. E, "Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets", Progress in Materials Science, Vol. 44, pp. 291-

433, (1999).

[20]. Yekta. E. B, Taghvaei. A. H, Sharafi. S, "Glass formation and magnetic study of new $Fe_{70}Ta_5Si_{10}C_{15}$ powders prepared by mechanical alloying with high thermal stability", Powder Technology. Vol. 322, pp. 241–249, (2017).

[21]. Takeuchi. A, Inoue. A, "Classification of Bulk Metallic Glasses by Atomic Size Difference, Heat of Mixing and Period of Constituent Elements and Its Application to Characterization of the Main Alloying Element", Materials Transaction. Vol. 46, pp. 2817–2829, (2005).

[22]. Taghvaei. A. H, Stoica. M, Vaughan. G, Ghaffari. M, Maleksaeedi. S, Janghorban. K, "Microstructural characterization and amorphous phase formation in $Co_{40}Fe_{22}Ta_8B_{30}$ powders produced by mechanical alloying", Journal of Alloys and Compounds. Vol. 512, pp. 85–93, (2012).

[23]. Neamtu. B. V, Chicinaş. H. F, Marinca. T. F, Isnard. O, Chicinaş. I, "Amorphisation of Fe-based alloy via wet mechanical alloying assisted by PCA decomposition", Materials Chemistry and Physics, Vol. 183, pp. 83–92, (2017).

[24]. E. B. Yekta, A. H. Taghvaei, S. Sharafi, "The effect of metalloid content on glass forming ability, thermal stability and magnetic properties of Fe-Ta-Si-C powders prepared by mechanical alloying", Journal of Non-

Crystalline Solids.

۲۵-۱. بهادری یکتا، ا.ح. تقوایی و ش. شرفی، "اثر زمان آسیاکاری و بررسی تحلیل ترمودینامیکی بر تشکیل فاز آمورف در آلیاژ Fe-C-Ta تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی"، نشریه مواد نوین، شماره ۳۱، ص ۱۰-۱۲۲، ۱۳۹۷.

[26]. Dekhil. L, Alleg. S, Bououdina. M, Suñol. J. J, Grenèche. J. M, "Phase transformations and magnetic properties of ball-milled Fe-6P-1.7C powders", Advance Powder Technology. Vol. 26, pp. 519–526, (2015).

[27]. Sourmail. T, "Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties", Progress in Materials Science, Vol. 50, pp. 816–880, (2005).

[28]. Amini. R, Hadianfard. M. J, Salahinejad. E, Marasi. M, Sritharan. T, "Microstructural phase evaluation of high-nitrogen Fe–Cr–Mn alloy powders synthesized by the mechanical alloying process", Material Science, Vol. 44, pp. 136–148, (2009).

[29]. Yelsukov. E. P, Dorofeev. G. A, Zagainov. A. V, Vildanova. N. F, "Initial stage of mechanical alloying in the Fe–C system", Material Science and Engineering A. Vol. 369, pp. 16–22, (2004).

[30]. Moumeni. H, Nemamch. A, Alleg. S, Grenèche. J. M, "Hyper fine interactions and structural features of $Fe_{44}Co_6Mo$ (wt.%) nanostructured

- powders", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 138, pp. 209–214, (2013).
- [31]. Yousefi. M, Sharafi. S, Mehrolosseiny. A, "Correlation between structural parameters and magnetic properties of ball milled nanocrystalline Fe–Co–Si powders", *Advance Powder Technology*. Vol. 25, pp. 752–760, (2014).
- [32]. Taghvaei. A. H, Ghajari. F, Marko. D, Prashtanth. K. G, "Influence of milling time on microstructure and magnetic properties of $\text{Fe}_{80}\text{P}_{11}\text{C}_9$ alloy produced by mechanical alloying", *Magnetism and Magnetic Material*, Vol. 395, pp. 354-360, (2015).
- [33]. Sharma. S, "Amorphous Phase Formation in Mechanically Alloyed Fe-based Systems", PhD Thesis, (2008).
- [34]. Wang. Y, Zhang. Y, Takeuchi. A, Makino. A, Liang. A, Kawazoe. Y, "Magnetic influence of alloying elements in Fe-rich amorphous alloys studied by abinitio molecular dynamics simulations", *IEEE Transaction on Magnetics*. Vol. 51, pp. 1–4, (2015).
- [35]. Marinca. T. F, Chicinas. I, Isnard. O, Popa. F, "Structural and magnetic characteristics of Co-based amorphous powders prepared by wet mechanical alloying", *Advance Powder Technology*, Vol. 26, pp. 323-328, (2014).
- [36]. Gheisari. K, Shahriari. S, Javadpour. S, "Structural evolution and magnetic properties of nanocrystalline 50 Permalloy powders prepared by mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 574, pp. 71–82, (2013).
- [37]. Nowroozi. M. A, Shokrollahi. H, "Magnetic and structural properties of amorphous/nanocrystalline $\text{Fe}_{42}\text{Ni}_{28}\text{Zr}_8\text{Ta}_2\text{B}_{10}\text{C}_{10}$ soft magnetic alloy produced by mechanical alloying", *Advance Powder Technology*, Vol. 24, pp. 1100–1108, (2013).
- [38]. Zeng. Q, Baker. I, McCreary. V, Yan. Z, "Soft ferromagnetism in nanostructured mechanical alloying FeCo-based powders", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 318, pp. 28–38, (2007).
- [39]. Chen. C. W, "Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials", North- Holland, Amsterdam, (1977).
- [40]. Comstock. R. L, "Introduction to Magnetism and Magnetic Recording", Wiley, New York, (1999).
- [41]. Herzer. G, Gmbh. V, Hanau. D, Germany. F. R, "Grain size dependence of coercivity and permeability", *IEEE Xplore*, Vol. 26, pp. 1397–1402, (1990).
- [42]. Tavakoli. M, Shokrollahi. H, Karimi. L, Janghorban. K, "Investigation of structural, microstructural and magnetic properties of mechanically alloyed nanostructured $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50})_{100-x}\text{Mo}_x(x=25,35)$ powders", *Powder Technology*. Vol. 234, pp. 13–18, (2013).