مشخصهیابی ساختاری و مغناطیسی آلیاژهای Fe₆₅-Co₃₅)_{100-x}Si_x مشخصه یابی ساختاری و مغناطیسی آلیاژسازی مکانیکی

مریم یوسفی^{*} و شهریار شرفی بخش مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۰۷/۳۰ – دریافت نسخه نهایی: ۲/۱۴ (۱۳۹۲)



واژگان کلیدی :

Structural and Magnetic Characterization of (Fe₆₅-Co₃₅)_{100-x}Si_x Alloy Obtained by Mechanical Alloying

M. Yousefi*and S. Sharafi

Department of Materials Science and Metallurgy, Shahid Bahonar University of Kerman,

Abstract: Fe-Co alloys have unique magnetic applications. $Fe_{50}Co_{50}$ alloy has the highest saturation magnetization value among Fe-Co alloys. Moreover, the introduction of Si into Fe can result in a decrease of magnetic anisotropy. In this study, in order to utilize combined advantages of Si and Co, the effect of adding 10 and 20 at.% Si on the microstructural and magnetic

* : مسئول مكاتبات، پست الكترونيكي: yousefim63@yahoo.com

Archive of SID

properties of $Fe_{65}Co_{35}$ alloy was investigated. For this purpose, initial powder mixtures with specific compositions were milled by means of planetary ball mill for different milling times. Microstructural properties and morphology of the obtained powders were analyzed by X-ray diffraction analysis (XRD) and scanning electron microscope (SEM). Also, magnetic properties of the samples were determined by means of vibration sample magnetometer (VSM). The results showed that the crystallite size was finer and more uniform and lattice strain was decreased slightly for longer milling times. Observations indicated that the addition of Si to the alloys leads to finer particles. The results also showed that increasing the Si content increases the reduction rate of lattice parameter and coercivity.

Keywords: mechanical alloying, Fe-Co-Si alloys, nanostructured materials, magnetic properties.

۱– مقدمه

یکی از کاربردهای روش آلیاژسازی مکانیکی تولید آلیاژهای نانوساختار با خواص مغناطیسی نرم می باشد. خواص برتر آلیاژهای مغناطیسی در حالت نانوساختار ناشی از کاهش ناهمسان گردی مغناطیسی در این مواد است. در واقع این کاهش به علت غالب شدن اثر همسو شدن یا جفت شدن گشتاورهای مغناطیسی، در ساختارهایی با اندازه دانه کوچکتر از ۴۰ تا ۵۰ نانومتر است [۱]. تنها در حالت نانوساختار است که ابعاد حوزهها کاهش یافته و امکان اثرگذاری گشتاورهای مغناطیسی حوزههای مجاور، بر روی یکدیگر فراهم می آید که در نهایت بهبود رفتار مغناطیسی را در پی خواهد داشت [۱و۲].

آهن خالص همواره به عنوان یک ماده فرو مغناطیس نرم مطرح بوده است، اما مقاومت الكتريكي پايين أن سبب شده تا تلفات جریان های گردابی بالایی را تجربه کند. اضافه کردن سیلیسیم به آهن می تواند سبب کاهش در ناهمسانگردی مغناطیسی و در نتیجه كاهش نيروى پسماندزدا شود. حضور سيليسيم همچنين مقاومت الکتریکی را افزایش داده، در نتیجـه تلفـات جریـانهـای گردابـی کاهش می یابد که این امر به نوبه ی خود سبب بهبود بازده سیستم می شود. حضور سیلیسیم در کنار فواید آن دارای معایبی نیز هست. به عنوان نمونه سیلیسیم می تواند سبب تردی آلیاژ شده یا به علت دیامغناطیس بودن آن، باعث کاهش مغناطش اشباع گردد [۳]، لـذا ایجاد راهکارهایی برای جلوگیری از این امر می تواند مفید باشد. كبالت در اثر آلياژ شدن با آهن باعث افـزايش ممـان مغناطيـسي و مغناطش اشباع میشود که این را می توان خاصیت منحصر بفرد كبالت دانست [۴و۵]. در بين تمام آلياژها و تركيبات شناخته شـده، آلياژهاي آهن-كبالت داراي بالاترين مقدار مغناطش اشباعانـد [۵]. بنابراین انتظار می رود که با اضافه کردن سیلیـسیم بـه آلیـاژ آهـن-کبالت بتوان آلیاژ جدیدی با خواص مغناطیسی مناسب تولید کرد.

در تحقیق حاضر پودرهای نانو بلور آهن-کبالت و آهن-کبالت- سیلیسیم با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی تولید شده است. سپس خواص میکروساختاری و مغناطیسی آنها با استفاده از آنالیزهای الگوی پراش اشعه ایک ^{*} (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی^۵ (SEM) و مغناطیس سنج ارتعاشی⁷ (VSM) تعیین و اثر مدت زمان آسیابکاری و همچنین اضافه نمودن سیلیسیم در مقادیر مختلف بر روی این خواص، مورد بررسی قرار گرفته است.

۲– مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از یودر آهن مرک با خلوص بالای ۹۹/۵٪ و اندازه ذرات کمتر از ۱۰ میکرون، یودر کبالت مرک با خلوص بالای ۹۹٪ و اندازه ذرات کمتر از ۲۰ میکرون و پودر سیلیسیم مرک با خلوص بالای ۹۹/۷٪ و اندازه ذرات کمتر از ۶۳ میکرون استفاده شده است. مخلوط گلولهها و پودرها با نسبت ۱۵ به ۱ و سرعت ۳۵۰ دور بر دقیقه (با استفاده از آسیاب سیارهای پر انرژی Sepahan 84 D ساخت شرکت پیشتاز سپاهان) تحت عملیات آسیابکاری قرار گرفت. در هر آزمایش از ۱۵ گرم مخلوط یودر اولیه استفاده شد. جهت جلوگیری از اکسیداسیون و حداقل کردن آلودگی پودرها از اتمسفر آرگون و همچنین برای افزایش بازده آسیابکاری از مخلوط گلولههای ۱۰ و ۲۰ میلیمتر استفاده شد. اسید استئاریک به میزان کمتر از ۲/۰ درصد وزنی به عنوان عامل کنترل کننده فرایند به مخلوطهای پودری افزوده شد. برای جلوگیری از افزایش بیش از حد دما، بعد از هر یک ساعت آسیابکاری، دستگاه به مدت ۱۵ دقیقه در حالت استراحت قرار می گرفت. عملیات آسیابکاری برای سمه تركيب Fe₆₅Co₃₅)₉₅Si₁₀ ، Fe₆₅Co₃₅) و (Fe₆₅Co₃₅) در زمان های ۱، ۴، ۱۵، ۲۰ ، ۳۰، ۴۰ و ۸۰ ساعت انجام گرفت. برای تعیین نوع فازهای تشکیل شده و نیز تعیین درجهی

آلیاژسازی در حین آسیابکاری از تحلیل تفرق اشعه ایکس استفاده



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه Si₁₀)90⁽Si₁₀) در زمان های مختلف آسیاب کاری

شـــد. تحليـــل يــاد شــده بــا اســـتفاده از دســـتگاه Philips Xpert MPD دانشگاه شهید باهنر کرمان انجام پذیرفت. برای هر الگوی پراش اشعه ایکس درجهی آلیاژسازی که مقدار آن بین • تا ۱ است، با استفاده از مساحت پیکها محاسبه شـد. الگـوي پراش، شامل پیکهای آلیاژ و عناصر خالص است. درجهی آلیاژسازی از تقسیم مساحت پیکھای آلیاژی به مساحت کل پیکهای موجود، به دست میآید [۶]. مورفولوژی، شکل و اندازه ى ذرات پودر با استفاده از ميكروسكوپ الكتروني روبشي (Cam Scan mv2300) مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. با استفاده از نرمافزار (Image Analyzer (Clemex اندازهی ذرات پودر به دست آمده، سپس نمودارهای بافت نگار نمونهها رسم شد. همچنین بر روی نمونهها تحلیل نگاشت عنصری انجام شد. بر اساس الگوهای پراش، اندازه ی کریـستالیت و کرنش شبکه با استفاده از معادله ویلیامـسون–هـال و پـارامتر شبکه با استفاده از روش ترسیمی تعیین شد. همچنین با استفاده از مقادیر اندازه ی دانـه، کـرنش و پـارامتر شـبکه بـه دست آمده، دانسیته ی نابه جایی محاسبه شد [۷]. برای تعیین نیـروی پــسماند زدا، از دسـتگاه مغنـاطیس سـنج ارتعاشـی (شرکت مغناطیس دقیق کویر کاشان) استفاده شد. خروجی این دستگاه به صورت حلقه پسماند است و با بررسی این حلقهها مقدار مغناطش اشباع و نيروى پسماندزدا تعيين مى شود.

۳- نتایج و بحث ۳-۱- بررسی خواص ساختاری

در شکل (۱) الگوی پراش اشعه ایکس نمونه در شکل (۱) الگوی پراش اشعه ایکس نمونه (Fe₆₅-Co₃₅)₉₀Si₁₀ شده است. برای نمونه یقبل از آسیاب کاری پیکهای مربوط به آهن با ساختار bcc کبالت با دو ساختار fcc و mph و سیلیسیم با ساختار bc قابل مشاهده است. با انجام عملیات آسیاب کاری تا ۴۰ ساخت، پیکهای کبالت و سیلیسیم حذف شده و فقط پیکهای مشخصه آهن با ساختار bcc باقی میمانند. با افزایش زمان آسیاب کاری پیکها پهن شده و از شدت آنها کاسته می شود.

با افزایش زمان آسیابکاری به دلیل ریزتر شدن دانه ها با توجه به رابطه ویلیامسون-هال افزایش پهنای پیک قابل انتظار است. در واقع این پهنشدگی ناشی از تنش داخلی مرتبه دوم است که در سطح ماکروسکوپی روی کریستالیت ها اثر گذاشته، باعث پهنشدگی پیک میشود [۸ و ۹]. این گونه به نظر میرسد که پس از ۴ ساعت آسیابکاری، پیکهای کبالت fcc حذف شده، ولی پیکهای کبالت hcp هنوز وجود دارند. در دمای محیط کبالت با ساختار pd پایدار میباشد، اما کبالت با ساختار sof در این دما با وجود نیمه پایدار بودن، به وفور مشاهده میشود. میتوان با اعمال اندکی انرژی گرمایی یا مکانیکی کبالت co را به کبالت pd تبدیل کرد. در حقیقت افزایش عیوب کریستالی و انرژی ذخیره شده در ماده شرایط لازم برای تحول آلوتروپیک را فراهم میسازد [۱۰].



شکل ۲– الگوی پراش اشعه ایکس سه نمونه حاوی ۰ ، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمان ۴۰ ساعت



شکل ۳- منحنی درجه آلیاژسازی برای سه ترکیب حاوی • و ۱۰ و۲۰٪ سیلیسیم

در نمونهی Fe₆₅-Co₃₅ پس از ۳۰ ساعت آسیاب کاری، تمام پیکهای کبالت و در نمونه می (Fe₆₅-Co₃₅) و (Fe₆₅-Co₃₅) پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری تمام پیکهای کبالت و سیلیسیم حذف شدهاند، که دلیل بر انجام عملیات آلیاژسازی این نمونه هاست. اما برای نمونه (Sigo-Co₃₅) در زمان ۴۰ ساعت، پیکهای کبالت به طور کامل حذف نشدهاند، که این مطلب در شکل (۲) به وضوح دیده می شود. بنابراین مشاهده می شود که حضور سیلیسیم باعث افزایش زمان آلیاژسازی شده است. با توجه به پایین تر بودن دمای توجه به کوچکتر بودن شعاع اتمی سیلیسیم (۱۹۵۸) و همچنین با کبالت (۱۹۵۸) در شرایط دمایی یکسان، ضریب نفوذ اتمهای سیلیسیم بیش تر از کبالت بوده، در نتیجه نفوذ اتمهای سیلیسیم درون حلال راحت تر صورت می پذیرد. همین امر می تواند سبب تاخیر در انحلال اتمهای کبالت در ساختار آهن شود.

در شکل (۳) روند تکمیل فرایند آلیاژسازی برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم نشان داده شده است. مشاهده می شود که با افزایش زمان آسیابکاری درجهی آلیاژی شدن نمونهها هم چنان افزایش یافته، در نهایت با تشکیل آلیاژ به مقدار ثابت می رسد. برای ترکیب آهن – کبالت تشکیل آلیاژ احتمالاً در کم تر از ۳۰ ساعت آسیابکاری رخ می -دهد و این در حالی است که آلیاژهای حاوی ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم به ترتیب در کمتر از ۴۰ و ۸۰ ساعت آسیابکاری تشکیل می شوند. بنابراین مشاهده می شود که تشکیل آلیاژ در نمونهی دارای ۲۰٪ سیلیسیم مدت زمان بیش تری را به خود اختصاص داده است.

در شکل (۴) تصاویر SEM نمونیه های در شکل (۴) تصاویر SEM نمونیه های Fe₆₅-Co₃₅ و Fe₆₅-Co₃₅) پیمس از ۴۰ سیاعت آسیابکاری همراه با نمودارهای بافتنگار مربوطه، برای مقایسه آورده شده است. به وضوح دیده می شود که ذرات پودر در ترکیب (Fe₆₅-Co₃₅)₈₀Si₂₀ که شامل مقدار سیلیسیم بیش تری است، ریز توراند.

Archive of SID



شکل ۴- تصاویر SEM و نمودار توزیع اندازه ذرات نمونههای (الف) Fe₆₅-Co₃₅ (ب) (ب) (Fe₆₅-Co₃₅)و (ج) (Fe₆₅-Co₃₅) پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری (Fe₆₅-Co₃₅)

با افزایش زمان آسیابکاری پیکهای آهن به سمت زوایای ۲۵ بیشتر حرکت میکنند. در شکل (۵) انتقال پیکهای مربوط به صفحه (۱۱۰) نمونهی Si₁₀و(Fe₆₅-Co₃₅)ودر زمانهای مختلف آسیابکاری نشان داده شده است. انتقال پیک به سمت زاویه بالاتر مربوط به تنش داخلی مرتبه اول است که در اثر آسیابکاری تولید میشود. اعداد روی پیکها نشان دهندهی حجم سلول واحد است که این امر ناشی از این حقیقت است که از آنجایی که سیلیسیم نسبت به آهن و کبالت تردتر است، وجود سیلیسیم سختی و تردی پودرها را افزایش داده، سبب افزایش هر چه بیشتر کار سختی در حین تغییر شکل پلاستیک ذرات شده، با ایجاد کرنش موضعی سبب ریزتر شدن بیشتر ذرات پودری می گردد که با حضور بیشتر این جزء، ذرات ریزتر می شوند.



شکل ۵- پیکهای مربوط به نمونه Si₁₀هو(Fe₆₅-CO₃₅) در زمانهای مختلف آسیابکاری



شکل ۶– منحنی تغییرات پارامتر شبکه برای سه ترکیب حاوی ۱۰،۰ و۲۰٪ سیلیسیم در زمانهای مختلف آسیابکاری

در شکل (۹) تغییرات پارامتر شبکه با زمان آسیابکاری نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیابکاری تا ۴۰ ساعت پارامتر شبکه برای هر سه ترکیب حاوی ۵، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم، کاهش مییابد، اما نرخ کاهش در نمونه های حاوی سیلیسیم بیشتر است. پس از رسیدن به یک مقدار کمینه، پارامتر شبکه افزایش مییابد که در نمونه های حاوی سیلیسیم نرخ این افزایش بیشتر است. تغییر در پارامتر شبکه آلیاژها، انحلال عناصر آلیاژی را در شبکه آهـن تایید میکند. در واقع حد حلالیت جامد به طور کلی از تغییرات در پارامتر شبکه که طبق موقعیت پیک در الگوی تفرق اشعه ایکس به دست میآید، تعیین می شود. آهـن و کبالـت دارای شـعاع اتمی نزدیک بـه هـم (شـعاع اتمـی آهـن و کبالـت به تریب

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۳، شمارهٔ ۱، بهار ۱۳۹۳

با گذشت زمان کاهش می بابد و روند آنها با انتقال پیکها به سمت زوایای بزرگتر که به دلیل کاهش پارامتر شبکه در اثر نفوذ عناصر آلیاژی کوچکتر به داخل ساختار آهن است [11]، مطابقت دارد. در زمانهای بالاتر (۸۰ ساعت) با توجه به این که در اثر کاهش در اندازه کریستالی، فواصل نفوذ کاهش یافته است، اتمهای کاهش در اندازه می توانند به راحتی از ساختار خارج شده، به مناطق پرانرژی مهاجرت کرده سبب کاهش انرژی سیستم شوند. با خارج شدن اتمهای حل شونده انقباض شبکه که ناشی از اختلاف اندازه اتمی حلال و حل شونده بود، از بین رفته و حجم سلول واحد افزایش می یابد.

۱۱۰



شکل ۷– منحنی تغییرات دانسیتهی نابهجایی برای سه ترکیب حاوی ۰ ، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمانهای مختلف آسیابکاری

ساختار خارج شده، به مناطق پر انرژی مهاجرت کرده و سبب کاهش انرژی سیستم شوند. با خارج شدن اتمهای حل شونده انقباض در پارامتر شبکه که ناشی از اختلاف اندازهی اتمی حلال و حل شونده بود، از بین رفته و پارامتر شبکه افزایش مییابد.

در شکل (۷) تغییرات دانسیته ی نابه جایی در زمان های مختلف آسیاب کاری نیشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۴۰ ساعت دانسیته ی نابه جایی برای هر سه ترکیب حاوی ۵، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم، افزایش می یابد. در هر سه نمونه روند تغیرات دانسیته ی نابه جایی با زمان آسیاب کاری به گونه ای است که در ابتدا شاهد یک افزایش سریع در آن هستیم. پس از آن افزایش دانسیته ی نابه جایی با شیب ملایم تری ادامه یافته، در نهایت به یک مقدار ثابت می رسد. با حضور سیلیسیم و افزایش درصد آن رسیدن به این مقدار ثابت سریع تر صورت می پذیرد، هم چنین این مقدار با افزایش درصد سیلیسیم بیش تر می شود. این تغییرات نشان می دهد که مقدار عصر حل شونده بر خواص مکانیکی اثر می گذارد و با افزایش مقدار آن دانسیته ی نابه جایی نهایی بیش تر می شود. در مراحل اولیه تغییر شکل لغزش نابه جایی ها بر صوحات لغزش اولیه انجام شده، با افزایش زمان آسیاب کاری به ۱۲۶و ۱۲۵پیکومتر) هستند و سیلیـسیم شـعاع اتمـی کوچـکتـری (۱۱۷ پیکومتر) دارد. اتمهای کبالت تمایل دارند در شبکه کریستالی خود باقی بمانند. بنابراین هر اتم کبالت با دو جای خالی تشکیل یک عیب نامنظم سهتایی داده [۱۲]، جاهای خالی به میزان قابل توجهی ثابت شبکه را کاهش میدهند. پس از حدود ۴۰ ساعت آسیاب کاری مقدار پارامتر شبکه دوباره افزایش می یابد. در نمونههای حاوی سیلیسیم نیز روند مشابهی دیده می شود. در ابتدا با افزایش زمان آسیابکاری پارامتر شبکه برای هر سه ترکیب حاوی • و ۱۰ و ۲۰٪ سیلیـسیم، کـاهش مـییابـد، امـا نـرخ کـاهش در نمونههای حاوی سیلیسیم بیشتر است. همچنین افزایش در پارامتر شبکه در ترکیب حاوی ۲۰٪ سیلیسیم در زمان های کمتر و با نرخ بیش تر اتفاق می افتد. انحلال اتمهای کوچک سیلیسیم و جایگزین شدن آنها به جای اتمهای بزرگتر آهن سبب کاهش شدید در پارامتر میشود. این فرایند همزمان با کاهش اندازه کریـستالی بـه کمترین مقدار خود و در نتیجه ایجاد مقادیر بالای مرزدانه و افزایش دانسیتهی نابهجایی و کوچک شدن فواصل نفوذ است که همه این عوامل سبب بالا رفتن انرژی شده، سیستم را ترغیب میکند که در جهت کاهش انرژی خود پیش رود. بنابراین با توجه به کاهش فواصل نفوذ، اتمهای حل شونده می توانند به راحتی از



شکل ۸– تغییرات دانسیتهی نابهجایی، اندازهی دانه و میکرو کرنش شبکه در زمانهای مختلف آسیابکاری ترکیب Fe₃₅-Co₆₅₎₉₀Si₁₀

دلیل تغییر فرم شدید پلاستیک، دانسیتهی عیوب و نابهجاییها افزایش می یابد. با افزایش شدید دانسیتهی نابهجایی، انرژی آزاد بلور در اثر ورود نابهجایی به شدت افزایش می یابد. از آنجایی که سیستم تمایل دارد به حداقل انرژی آزاد ممکن برسد، بلور شامل نابهجایی از نظر ترمودینامیکی ناپایدار بوده و سعی می کند با کاهش نابهجاییها انرژی خود را کاهش دهد. به نظر می رسد که در زمانهای بالای آسیابکاری بین دو فرایند تولید و حذف نابهجاییها تعادل به وجود می آید.

در شکل (۸) تغییرات دانسیتهی نابهجایی، اندازهی دانه و میکروکرنش شبکه در زمانهای مختلف آسیابکاری ترکیب Si₁₀و(Fe₃₅-Co₆₅)وoSi نیشان داده شده است. تاثیر تغییرات دانسیته بر روی اندازه کریستالی و کرنش تولید شده در ذرات پودری به نحوی است که در زمان رسیدن دانسیتهی نابهجایی به بیشترین مقدار خود اندازه کریستالی به کمترین میزان خود می رسد و کرنش ایجاد شده بیشترین مقدار خود را خواهد داشت. با افزایش زمان آسیابکاری به دلیل تغییر فرم پلاستیک شدید، دانسیته عیوب و نابهجاییها افزایش یافته، از هم راستا شدن نابهجاییها، مرزهای فرعی تشکیل می شود. با ادامه کار مکانیکی دانههای فرعی تغییر جهت داده، به دانههای اصلی تبدیل می شوند. این امر باعث ریزدانه شدن و تشکیل ساختار نانوبلورین در حین فرایند

آلیاژسازی مکانیکی می شود. بنابراین با افزایش زمان آسیابکاری اندازه کریستالیت کاهش می یابد.

با افزایش زمان آسیابکاری تا ۴۰ ساعت، کرنش شبکه به دلیل تغییر فرم شدید و افزایش مرزدانه ها و عیوب کریستالی (به خصوص نابهجاییها)، افزایش مییابد. پودرهای اولیه عاری از کرنش اند، اما با شروع آسیابکاری به سرعت بر تعداد نابهجایی ها و عيوب ديگر كريستالي افزوده ميشود. به تدريج با تشكيل نابهجایی ها و رسیدن اندازه دانه به چند نانومتر، تعداد نابهجایی ها به حد اشباع رسیده و در شرایط جدید با آسیابکاری بیشتر نابهجایی جدیدی تولید نمی شود [۱۴و۱۴]. از طرف دیگر اتم های کبالت و سیلیسیم نیز در این بازه زمانی وارد شبکه آهن شدهاند. این دو پدیده کرنشهایی را به شبکه اتمهای آهن تحمیل میکند که نتیجه آن افزایش کرنش از ۲/۰ تـا حـدود ۱/۶ درصـد پـس از گذشت حدود ۴۰ ساعت آسیاب کاری است. پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری مقدار کرنش به طور جزیی کاهش می یابد. دلیل این مسئله به این صورت است که پس از رسیدن تعداد نابهجاییها به حد اشباع و همچنین بالا رفتن مقدار تنش اعمال شده به شبکهی اتمهای آهن، نابهجاییها به منظور کاهش انرژی ذخیره شده، شروع به بازآرایی کرده، حتی تعدادی از آنها یکدیگر را خنثی میکنند. افزایش دما در ایس مرحله به بازآرایی هر چه بیش تر نابهجایی ها کمک میکند [۱۵]. از طرف دیگر



و۲۰٪ سیلیسیم پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری

مقایسه با یک ماده میکروساختار، تعداد حوزههای مغناطیسی در هر

پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری خروج اتمهای حل شده از شبکه آهن صورت می گیرد. این دو پدیده موجب کاهش کرنش شبکه آهن مي شوند.

مختلف

۲-۲- بررسی خواص مغناطیسی

شکل (۹) حلقه های پسماند ترکیب Fe65-CO35 در سه زمان مختلف و شکل (۱۰) حلقه های یسماند Fe₆₅-Co₃₅ ، Fe65-CO35)80Si20 و Fe65-CO35)80Si20 را پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری نشان میدهند. از داده ای حلقه های پسماند می توان مغناطش اشباع و نیز نیروی پسماندزدا را به دست آورد. مشاهده می شود که با افزایش زمان آسیاب کاری، مغناطش اشباع افزایش می یابد که بسیار حساس به ترکیب شیمیایی است.

شکل (۱۱) روند تغییرات مغناطش اشباع را در شرایط مختلف نشان میدهـد. هـر دو عنـصر آهـن و كبالـت جـزء مـواد فرومغناطیس و دارای گشتاور مغناطیسی اتمی خیلے قویاند که تمایل به هم جهت شدن با یکدیگر را دارند. در آلیاژ Fe₆₅-Co₃₅ با افزایش زمان آسیابکاری مغناطش افزایش یافته، پس از رسیدن به یک مقدار بیشینه تقریبا ثابت میماند. علت این امر را می توان به ساختار نانو نسبت داد. در حقیقت در یک ساختار نانوبلورین در

دانه کاهش یافته است، در نتیجه برهمکنش گشتاورهای مغناطیسی بین اتمها افزایش و برهمکنش تبادلی بین حوزههای مغناطیسی کاهش می یابد و ماده با انرژی کم مغناطیسی می شود. با افزایش بیشتر زمان آسیابکاری، ذرات پودر به صورت هم محور در آمده که در این مرحله اندازه و شکل ذرات تقریبا یکسان است. در نتیجه ناهمسانگردی شکل^۷ کاهش و مغناطش اشباع افزایش می یابد. در واقع این افزایش حاکی از انجام فرایند آلیاژسازی است، اما پس از آن به دلیل ثابت ماندن ترکیب شیمیایی و نیز رسیدن به مقدار کمینه اندازه کریستالی، مغناطش نیز بدون تغییر باقی میماند. در آلیاژهای حاوى سيليسيم تغييرات مغناطش با زمان متفاوت است. سيليسيم یک عنصر دیامغناطیس و کبالت یک عنصر فرومغناطیس اند و حل شدن این دو عنصر در آهن اثرات متفاوتی به همراه دارد. به نظر مىرسد كه در مراحل اوليه آسيابكاري اثر كبالت نسبت به سيليسيم غلبه کرده، مغناطش افزایش می یابد، در حالی که در مراحل میانی اثـر سیلیـسیم غالب شده، مغناطش کاهش می یابد. افزایش جزیی در مرحله نهایی می-

در شکل (۱۲) تغییرات نیروی پسماندزدا برای سه ترکیب داده (Fe₆₅-Co₃₅)₈₀Si₂₀ و (Fe₆₅-Co₃₅)₉₀Si₁₀ ،Fe₆₅-Co₃₅ شده است. در هر ترکیب با افزایش زمان آسیابکاری تا حدود ۲۰

تواند به دلیل تکمیل فرایند آلیاژسازی و ریز دانه شدن باشد [۱۶].



شکل ۱۱- تغییرات مغناطش اشباع برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمانهای مختلف



شکل ۱۲– تغییرات نیروی پس ماندزدا برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمانهای مختلف آسیابکاری

خواص مغناطیسی حساس به میکروساختار است، افزایش دهند. دلیل دیگر این است که در حین آسیابکاری در اثر کاهش اندازهی کریستالیتها، تعداد مرزدانهها که از مهمترین موانع حرکت مرز حوزههای مغناطیسیاند، افزایش یافته، منجر به افزایش نیروی پسماندزدا می شود. به خوبی ثابت شده است که تنشهای پسماند منجر به ناهمسان گردی در الاستیسیته مغناطیسی و در نتیجه افزایش ساعت، نیروی پسماندزدا افزایش مییابد. اما پس از رسیدن به یک مقدار بیشینه به سرعت کاهش و در زمانهای طولانی نوخ ایـن کاهش کم میشود. افزایش اولیه نیروی پسماندزدا میتوانـد بـه دو دلیل باشد. دلیل اول افزایش عیوب ساختاری است، زیرا تنشها و ناخالـصیها (کـه بـهصورت اجتنـاب ناپـذیری در حـین فراینـد آسیابکاری به وجود میآیند) میتوانند نیروی پسماندزدا را کـه از

نیروی پس ماندزدا می شود [۱۷]. دلیل افزایش نیـروی مغنـاطیسزدا با ورود ناخالصي به اين دليل است كه ناخالصي ها باعث قفل شدن دیوارهی حوزههای مغناطیسی می شود. با توجه به معادله (۱) (1)

$$H_c = 2.4 \frac{\delta_w k_1}{\mu_0 M_s d} \beta^{2/3}$$

که در آن β تعداد ناخالصی یا خلل و فرج بر واحد حجم، d قطـر ناخالصی و یا خلل و فرج و k₁ ثابت ناهمسانگردی مگنتوکریستالی است [١٧]، با افزایش تعداد ناخالصی ها قطر ناخالصی نیروی مغناطیسزدا افزایش مییابد. هنگامی که اندازه کریستالی بزرگتر از طول تبادلی مغناطیسی (Lex) باشد، نیروی مغناطیس زدا به اندازه دانه بستگی دارد و رابطه بین نیروی مغناطیسزدا، مغناطش اشباع و اندازه دانه بهصورت زیر است [۱۸]:

$$H_{c} = 3\sqrt{\frac{kT_{c}k_{1}}{aM_{s}}}\frac{1}{D}$$

در این معادله D اندازه دانه، k ثابت بولتزمن، T_c دمای کوری و a پارامتر شبکه است. همانطور که مشخص T_c است با کاهش اندازهی دانه، نیروی مغناطیسزدا افزایش می یابد. مقدار Lex را می توان از فرمول زیر محاسبه کرد [۱۸و ۱۹]:

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{k_1}} \tag{(7)}$$

که A ثابت سفتی تبادلی است. با ادامه عملیات آسیابکاری تا ۴۰ ساعت نیروی پسماندزدا به میزان قابل توجهی کاهش می یابد. در این مرحله نیز کرنش شبکه افزایش یافته، اندازهی کریستالیتها کاهش مییابد. بنابراین انتظار میرود که نیروی پسماندزدا همچنان افزایش یابد، اما این کاهش به دلیل مکانیزم جدیدی است که در اندازهی کریستالیت کمتر از یک مقدار بحرانی فعال میشود. بر اساس مدل ناهمسانگردی تصادفی [۲۰]، هنگامی که اندازهی دانه کمتر از L_{ex} شود، با کاهش اندازهی دانه، نیروی مغناطیسزدا کاهش می یابد. این مقدار برای سیستم Fe-Si حدود ۳۰ نانومتر [19] و برای آهن حدود ۱۷ نانومتر گزارش شده است [۱۶]. در حقیقت هنگامی که اندازهی کریـستالی بـه کـمتـر از طـول تبـادلی

مغناطیسی میرسد، اثر دیواره مغناطیسی کاهش یافته، هـر دانـه بـه عنوان یک تک حوزه عمل میکند. بنابراین مرز حوزه و مرز دانه به صورت جداگانه وجود ندارند، بلکه فقط یک مرز وجود دارد. در نتيجه ديواره حوزه مغناطيسي راحت در حركت كرده، نيروى پسماندزدا کاهش مییابد. در اندازهی کریستالیتهای بسیار ریز، نيروي يس ماندزدا با شيب بسيار شديدي (D⁶ ∝ H_c) كاهش مى يابد [٣]. اما اين شيب در نتايج تحقيقات حاضر از مقادير فوق کمتر است که این می تواند به دلیل وجود تنش و میکروکرنش هـای زیادی باشد که به صورت اجتناب ناپذیری در حین فرایند آلیاژسازی مکانیکی وارد سیستم شده، در نتیجه مقادیر نیروی پسماندزدا با نرخ کمتری کاهش مییابد. حضور سیلیسیم فرایند کاهش اندازه دانه به مقدار بحرانی را تسریع کرده، در نتیجه با افزایش مقدار سیلیسیم، نرخ کاهش نیـروی پـسمانـدزدا افـزایش مییابد. در زمانهای طولانی، نیروی پس ماندزدا با شیب کم تری کاهش می یابد که می تواند به دلیل باز آرایی نابه جایی ها ناشی از دانسیتهی بالای آنها در ذرات باشد.

۴- نتيجه گيرې

- با افزایش مقدار سیلیسیم، انحلال کبالت به تاخیر میافتد و فرايند آلياژسازي طولاني تر مي شود.
- ۲. حضور سیلیسیم به دلیل افزودن سختی آلیاژ، باعث ریزتر شدن اندازه ذرات می شود.
- ۳. با افزایش زمان آسیابکاری اندازهی کریستالی به شدت کاهش یافتـه و كـرنش شـبكه بـه علـت افـزایش عیـوب كریـستالي و اعوجاجهای ناشی از نفوذ عناصر آلیاژی به درون ساختار زمینه افزایش می یابد.
- ۴. در اثر حضور سیلیسیم پارامتر شبکه با افزایش زمان آلیاژسازی، با نرخ بیش تری نسبت به آلیاژ Fe₆₅-Co₃₅ کاهش می یابد.
- ۹. با اضافه شدن سیلیسیم نیروی پـــمانـدزدا بـا نـرخ بـیش تـری كاهش مي يابد.

واژەنامە

(٢)

7. shape anisotropy

- 1. magnetic anisotropy
- 4. X-ray diffraction
- 5. scanning electron microscope
- 6. vibrating sample magnetometer

- 2. eddy current loss
- 3. saturation magnetization

- Seigel, R.W., "Materials Science and Technology, Processing of Metals and Alloys," Vol. 15, VCH, Weinheim, Germany, 1991.
- Enjamin, J. S., "Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical Alloying", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 1, No. 10, pp. 2943-2951, 1970.
- Shokrollahi, H., "The Magnetic and Structural Properties of the Most Important Alloys of Iron Produced by Mechanical Alloying", *Materials and Design*, Vol. 30, pp. 3374–3387, 2009.
- 4. White, M. A., "Properties of Materials", Oxford University Press, 1999.
- Sourmail, T., "Near Equiatomic FeCo Alloys: Constitution, Mechanical and Magnetic Properties", *Progress in Materials Science*, Vol. 50, pp. 816-880, 2005.
- Pixius, K., Wunderlich, W. and Schilz, J., "A Microscopic Model For The Mechanical Alloying Of Silicon And Germanium", *Scripta metallurgica et materiala*, Vol. 33, No. 3, pp. 407-413, 1995.
- Pourghahramani, P. and Forssberg, E., "Comparative Study of Microstructural Characteristics and Stored Energy of Mechanically Activated Hematite in Different Grinding Environments", *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 79, pp. 120-139, 2006.
- Lebrun, J.I. and inal, K., "Second Order Stresses in Single Phase and Multiphase Materals Examples of Experimental and Modeling Approaches", *Ensam* 151, 1997.
- Akkouche, K., Guittoum, A., Boukherroub, N. and Souami, N., "Evolution of Structure, Microstructure and Hyperfine Properties of Nanocrystalline Fe50Co50 Powders Prepared by Mechanical alloying", *Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 323, pp. 2542–2548, 2011.
- 10. Lee, B. H., Ahn, B. S., Kim, D. G., Oh, S. T., Jeon, H., Ahn, J. and Kim, Y. D., "Microstructural and

Magnetic Properties of Nanosized Fe-Co Alloy Powders Synthesized by Mechanochemical and Mechanical Alloying Process", Materials Letter, Vol. 57, pp. 1103-1107, 2003.

- 11. Suryanarayana, C. and Grant Norton, M., "X-Ray Diffraction A Practical Approach", pp. 1-273, Plenum Press, New York and London, 1998.
- Delshad Chermahini, M., Sharafi, S., Shokrollahi, H., Zandrahimi, M., "Microstructural and Magnetic Properties of Nanostructured Fe and Fe50Co50 Powders Prepared by Mechanical Alloying", *Alloys* and Compounds, Vol. 474, pp.18–22, 2009.

- Cantor, B., Novel Nanocrystalline Alloys and Magnetic Nanomaterials, pp.1-320, Oxford, UK, 2005.
- Cullity, B. D., Introduction to Magnatism and Magnetic Materials, 2nd ed., pp. 1-568, Wiley Publishing Compony, 1972.
- Zeng Q., Baker I., McCreary V., Yan Z., "Soft Ferromagnetism in Nanostructured Mechanical Alloying FeCo-based Powders", *Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 318, pp. 28–38, 2007.
- Askeland D.R., "The Science and Engineering of Materials", Third ed., PSW Pub-lishing Company, Boston, 1994.
- Li, M., Birringert, R., Johnson, W. L., "Nanocrystalline Fe-Si Phase by Mechanical Attrition and its Soft Magnetic Properties", *Nanostructured Materials*, Vol. 3, pp. 407-412, 1993.
- Herzer G., "Grain Size Dependence of Coercivity and Permeability in Nanocrystalline Ferromagnets", *IEEE Transactions*, Vol. 26, pp.1397–1402, 1990.