



## تأثیر آلیاژسازی مکانیکی بر خواص ریزساختاری و مغناطیسی سیستم آهن-کبالت-نیکل

حسن احمدیان باغبادرانی\* و شهریار شرفی

دانشگاه شهید باهنر کرمان، گروه مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۰/۱۲/۱۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۱/۰۲/۱۷، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۱/۰۳/۲۲

### چکیده

در این تحقیق، آلیاژ نانوساختار آهن-کبالت-نیکل به روش آلیاژسازی مکانیکی در زمان‌های مختلف آسیاکاری تولید شد. مورفولوژی ذرات پودر و خواص میکروساختاری نمونه‌ها به ترتیب توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و پراش پرتو ایکس بررسی شد. خواص مغناطیسی نمونه‌ها نیز توسط مغناطیسی‌ستج ارتعاشی تعیین شد. آلیاژ  $Fe_{45}Co_{45}Ni_{10}$  با اندازه متوسط دانه ۱۵ نانومتر، بعد از ۱۰ ساعت آسیاکاری بدست آمد و با افزایش زمان آسیاکاری اندازه دانه کاهش یافت. کمترین مقدار پارامتر شبکه ( $0.28512\text{ nm}$ ) بعد از ۲۰ ساعت آسیاکاری، به علت تشکیل عیوب نامنظم سه‌تایی بدست آمد. افزایش پارامتر شبکه (۲۰ تا ۳۵ ساعت) به کاهش اندازه دانه مربوط شد. نیروی مغناطیس زدا ( $H_c$ ) بعد از ۲ ساعت آسیاکاری از ۶۷ تا ۳۲ Oe، به دلیل اثر دانه‌های ریز (مدل ناهمسانگردی تصادفی) کاهش یافت، سپس با ورود نیکل و کبالت به ساختار آهن تا زمان ۳۵ ساعت آسیاکاری به تدریج افزایش یافت. مغناطش اشباع نیز به علت تکمیل فرآیند آلیاژسازی از ۸۵ تا  $185\text{ Am}^2/\text{kg}$  افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی: آلیاژسازی مکانیکی، مواد نانوساختار، ریزساختار، خواص مغناطیسی.

می‌سازد. بنابراین بسیاری از مواد و ترکیبات که با استفاده از روش‌های دیگر قابل تولید نیستند، با این روش به سادگی تهیه می‌شوند [۱]. در هنگام آسیاکاری پر انرژی، ذرات مرتبا تحت شکست و جوش سرد قرار می‌گیرند. تغییر شکل پلاستیک ذرات پودر در نتیجه ضربات، منجر به کارسختی و در نتیجه شکست آنها می‌شود. سطوح جدید عامل جوش خوردن ذرات به یکدیگر و ایجاد ذرات بزرگتر می‌باشند. با ادامه تغییر شکل، ذرات کارسخت شده و بوسیله مکانیزم‌هایی چون شکست خستگی و یا ریز

### ۱- مقدمه

امروزه از آلیاژسازی مکانیکی به عنوان یک روش مناسب برای تولید مواد نانوساختار استفاده می‌شود. تجهیزات ساده، عدم نیاز به دماهای بالا، سادگی فرآیند و تولید مقدار زیادی از مواد نانوساختار در زمان کوتاه از مزایای عمده این روش هستند. آلیاژسازی مکانیکی با تسريع سینتیک بسیاری از واکنش‌های شیمیایی و استحاله‌های متالورژیکی، وقوع آنها را در دماهای پایین امکان‌پذیر

\* عهده‌دار مکاتبات: حسن احمدیان باغبادرانی

نشانی: کرمان، بلوار دانشگاه، دانشگاه شهید باهنر کرمان، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۳۴۲-۶۲۲۶۶۱۱، دورنگار: ۰۳۴۲-۶۲۲۶۶۱۱، پست الکترونیکی: ahmadianah1984@gmail.com

کبالت نفوذپذیری مغناطیسی و مقاومت الکتریکی آلیاژ افزایش و خواص مکانیکی آن ببهود می‌یابد. در نتیجه آلیاژهای سه‌تایی آهن-کبالت-نیکل دارای خواص مغناطیسی مطلوبی جهت بکارگیری در هارد دیسکها هستند [۷،۸]. مقادیر نیروی مغناطیس زدای بدهست آمده در آلیاژهای آهن-کبالت-نیکل با مقادیر بدهست آمده از سایر آلیاژهای پایه آهنی مانند FeCuNbSiB و FeCoZr قابل مقایسه‌اند و این مقادیر در سمت چپ منحنی معروف هرزر (که وابستگی نیروی مغناطیس زدا را به اندازه دانه نشان می‌دهد) قرار می‌گیرند [۸]. هدف اصلی از این تحقیق بررسی ریزساختاری و مغناطیسی آلیاژ آهن-کبالت-نیکل در زمان‌های مختلف آلیاژسازی است. در مقایسه با تحقیقات دیگران در این زمینه تفاوت‌هایی از قبیل ترکیب شیمیایی آلیاژ، زمان کامل شدن آسیاکاری و اثر افزایش دما در محفظه آسیاکاری قابل مشاهده است.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق، از پودرهای آهن (۹۹٪/۵٪) با دانه‌بندی کمتر از ۱۰ میکرومتر، کبالت (۹۹٪) و نیکل (۹۹٪) با دانه‌بندی کمتر از ۳ میکرومتر استفاده شد. مخلوط پودر ۲۳ گرمی با درصد اتمی Fe<sub>45</sub>Co<sub>45</sub>Ni<sub>10</sub> در آسیاب Fritsch P-6 (Fritsch P-6) تحت عملیات آلیاژسازی قرار گرفت. آلیاژسازی با سرعت ۴۰۰ rpm و در اتمسفر آرگون و نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱، طی زمان‌های ۲۰، ۱۰ و ۳۵ ساعت انجام گرفت. جهت کاهش ورود ناخالصی به پودرهای در حین آسیاکاری جنس گلوله‌ها و محفظه از فولاد ضد سایش انتخاب شد. همچنین قبل از هر دوره آسیاکاری مقداری پودر آهن به مدت ۳۰ دقیقه تحت آسیاکاری قرار می‌گرفت تا لایه‌ای از آهن بر روی گلوله‌ها و جداره محفظه بنشیند و از آلدگی پودرهای جلوگیری شود. با توجه به حساسیت خواص مغناطیسی به میزان ناخالصی و همچنین تردی نسبی عنصر کبالت که قسمت عمده‌ای از ترکیب شیمیایی را تشکیل می‌داد، از PCA استفاده نشد.

پس از انجام آسیاکاری، نوع فازهای تشکیل شده توسط دستگاه تفرق اشعه ایکس مدل Philips X'pert MPD با

شدن پوسته‌های شکننده، خرد می‌شوند. در این مرحله، تمایل به شکست بر جوش سرد غلبه می‌کند. بعد از آسیاکاری به مدت زمان مشخص و رسیدن به یک تعادل، بین سرعت جوش سرد و سرعت شکست، حالت پایداری به وجود می‌آید [۲]. این حالت را می‌توان بر اساس ماکریم سختی پودرها و همچنین توزیع اندازه ذرات تخمین زد. در مرحله تعادل نرخ ریز شدن ذرات درشت به دلیل شکست با نرخ جوش سرد ذرات یکسان شده و توزیع اندازه ذرات در محدوده باریکی قرار می‌گیرد [۳]. بیش از چهار دهه است که از آلیاژسازی مکانیکی به عنوان روشی استاندارد به منظور کاهش ابعاد ذرات در زمینه‌های کانه‌آلی و متالورژی پودر استفاده شده است، تا آنچا که امروزه از آن برای اهداف مهم‌تری یعنی تهیه مواد با خواص فیزیکی، مکانیکی و مغناطیسی مناسب‌تر و در واقع مواد جدید مهندسی استفاده می‌شود. بر همین اساس فرآیند آلیاژسازی مکانیکی روز به روز در متالورژی و علم مواد رایج‌تر شده است [۱]. آهن خالص همواره به عنوان یک ماده فرومغناطیس خوب مطرح بوده است، اما مقاومت الکتریکی پایین آن سبب شده تا تلفات جریان‌های گردابی بالایی را تجربه کند. آلیاژ کردن آهن با عناصر دیگر سبب افزایش نفوذپذیری مغناطیسی و کاهش تلفات مغناطیسی می‌گردد [۴]. آلیاژ آهن-کبالت یک آلیاژ جانشینی است، که در محدوده ۰-۸۰ درصد اتمی کبالت، دارای ساختار کریستالی bcc می‌باشد و در صورتی که درصد اتمی کبالت بیشتر شود، دارای ساختار fcc خواهد بود. این آلیاژ دارای خواص مغناطیسی منحصر‌بفردی از جمله مقدار مغناطش اشباع و دمای کوری بالا می‌باشد [۵]. همچنین این آلیاژ دارای بالاترین مقدار مغناطش اشباع نسبت به Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> دیگر ترکیبات معمول می‌باشد. هر چند آلیاژ Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> بیشترین مقدار مغناطش اشباع را از خود نشان می‌دهد اما دارای Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> بالاترین مقدار نفوذپذیری مغناطیسی و مغناطش اشباع مشابه است [۶]. اما علیرغم خواص مغناطیسی مطلوب، این آلیاژ تافنس و استحکام تسلیم کمی دارد و در اثر استحاله منظم شدن که در زیر دمای ۷۳۰ درجه سانتیگراد اتفاق می‌افتد، ترد و شکننده می‌شود. این امر سبب کاهش کاربرد صنعتی این آلیاژ شده است. در اثر افزودن نیکل به آلیاژ هم اتمی آهن

جهت تعیین پارامتر شبکه با درصد خطای کمتر از سه پیک زاویه بالا ( $220^\circ$ ،  $310^\circ$  و  $222^\circ$ ) استفاده شد. مورفولوژی، شکل و اندازه ذرات پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Camscan mv2300 مورد بررسی قرار گرفت. خواص مغناطیسی توسط دستگاه مغناطیس سنج لرزشی (VSM) در دمای اتاق و در میدان  $0.95\text{ T}$  اندازه گیری شد.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۱-۱- مورفولوژی

شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای آسیا شده در زمان‌های گوناگون را نشان می‌دهد. پودرهای اولیه دارای اندازه کوچک، توزیع یکنواخت و شکل کروی می‌باشند (شکل ۱a). در اثر آسیا کردن پودرها به مدت  $0.75\text{ ساعت}$  ذرات شکل کروی خود را کاملاً از دست می‌دهند و شکل پهن و پولکی دارند (شکل ۱b). این امر به دلیل خاصیت فشاری پروسه آلیاژسازی مکانیکی و انعطاف‌پذیری پودرهای آهن و کبالت می‌باشد. همچنین مشاهده می‌شود که پودرها درشت‌تر و توزیع اندازه آنها گستردگی‌تر شده است. این پدیده به علت غالب بودن مکانیزم جوش سرد نسبت به شکست است. بعد از  $2\text{ ساعت}$  آسیاکاری به علت غلبه مکانیزم شکست پودرها ریزتر شده‌اند (شکل ۱c). در زمان‌های بالاتر آسیاکاری  $10$  و  $20\text{ ساعت}$  توزیع اندازه ذرات یکنواخت‌تر شده است که این نشان از برقراری تعادل بین دو مکانیزم است (شکل‌های ۱d و ۱e). ساختار لایه‌ای که ناشی از جوش سرد ذرات مختلف است، بعد از  $10\text{ ساعت}$  آسیاکاری قابل مشاهده است (شکل ۲a). نفوذ داخلی عناصر اولیه در یکدیگر حین تشکیل ساختار لایه‌ای صورت می‌گیرد. این امر از مراحل پذیرفته شده [ $a$ ] و تاثیرگذار در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی می‌باشد. بعد از  $35\text{ ساعت}$  آسیاکاری آگلومراسیون در ذرات مشاهده می‌شود (شکل ۲b).

#### ۲-۱- ریزساختار

الگوی تفرق اشعه ایکس در زمان‌های مختلف در شکل ۳ به صورت سه بعدی نشان داده شده است.

تیوب مس ( $\lambda=1/5405\text{ \AA}$ ) در محدوده  $30-140^\circ\text{ C}$  مشخص شد. پیک اشعه ایکس در اثر خطای دستگاه پراش، ریزدانگی و کرنش‌های داخلی پهن می‌شود، از این معیار برای محاسبه اندازه متوسط کریستال و کرنش داخلی استفاده شد. این دو فاکتور، در انعکاس‌های زاویه کم ( $110^\circ$ ،  $200^\circ$  و  $211^\circ$ ) و بزرگ ( $220^\circ$ ) ویلیامسون- هال بدست آمد [۹]:

$$B_s \cos \theta = 2\varepsilon \sin \theta + K\lambda / D \quad (1)$$

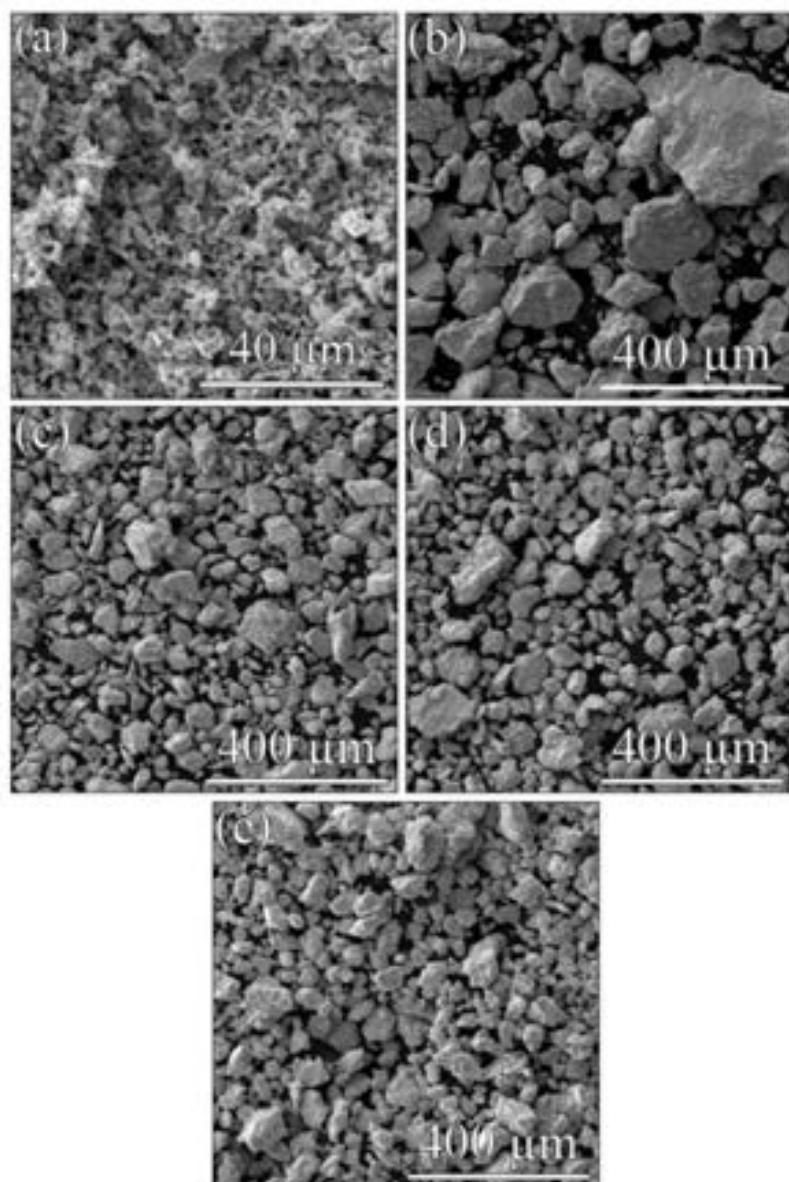
در این رابطه  $B_s$  عرض در نیمه ارتفاع پیک پراش،  $\theta$  زاویه براگ،  $\varepsilon$  میکروکرنش،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس،  $K$  عدد ثابت و  $D$  اندازه کریستال است. رابطه  $B_s$  به صورت زیر است:

$$B_s^2 = B_m^2 - B_c^2 \quad (2)$$

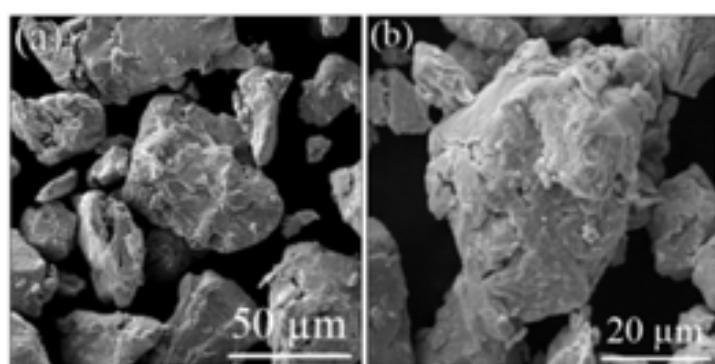
که در این رابطه  $B_c$  پهن شدگی ناشی از دستگاه پراش در شرایط مشابه پراش (اندازه گام:  $0.01^\circ$  درجه و زمان گام:  $1\text{ ثانیه}$ ) با سایر نمونه‌ها که توسط نمونه سیلیسیم بدست آمد.  $B_m$  عرض در نیمه ارتفاع بدست آمده از پیک نمونه است. برای تعیین عرض در نیمه ارتفاع از نرم‌افزار Sigma Plot که یک نرم‌افزار پیشرفته در رسم و برآورده منحنی است، استفاده شد. بر این اساس منحنی پیک الگوی XRD با تابع گوسی چهار متغیره برآورش گردید و معادله منحنی برآورش شده، ثوابت منحنی  $y_0$  و  $a, b, x_0, y_0$  و ضریب برآورش (R<sup>2</sup>) توسط نرم‌افزار محاسبه شد. معادله تابع گوسی چهار متغیره مطابق رابطه ۳ می‌باشد.

$$y = y_0 + a \exp(-0.5(\frac{x-x_0}{b})^2) \quad (3)$$

مقدار ضریب برآورش در تمام پیک‌ها بیش از  $0.95$  و در اکثر موارد بیش از  $0.98$  بود که نشان دهنده برآورش عالی با تابع گوسی چهار متغیره می‌باشد. طبق رابطه ۱ نمودار ویلیامسون- هال با رسم  $B_s \cos \theta$  بر حسب  $\sin \theta$  حاصل شد و خطی بر اساس حداقل مجموع مربعات از نقاط رسم گردید. بدین ترتیب اندازه متوسط کریستال از عرض از مبدأ نمودار و کرنش داخلی از شیب خط تعیین شد.

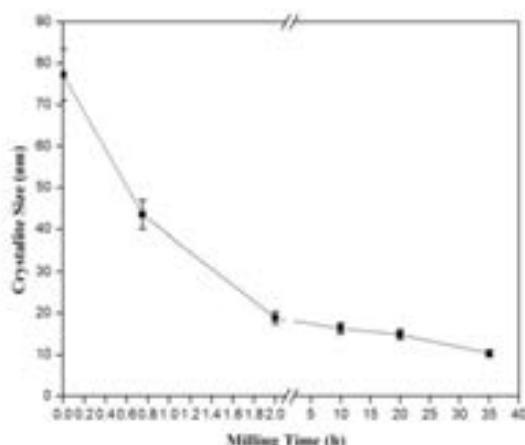


شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای، (a) مواد اولیه، (b) ساعت آسیاکاری شده، (c) ۲ ساعت آسیاکاری شده، (d) ۱۰ ساعت آسیاکاری شده و (e) ۲۰ ساعت آسیاکاری شده.



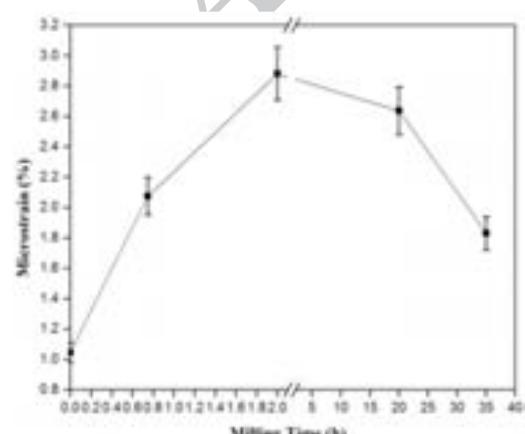
شکل ۲: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای، (a) ۱۰ ساعت آسیاکاری شده و (b) ۳۵ ساعت آسیاکاری شده.

فرعی تشکیل می‌شود و در ادامه به دلیل کار مکانیکی فرآینده، دانه‌های فرعی تغییر جهت داده و به دانه‌های اصلی تبدیل می‌شوند که این امر باعث ریزدانگی و تشکیل ساختار نانوکریستالی در حین فرآیند آلیاژسازی مکانیکی می‌شود [۱].



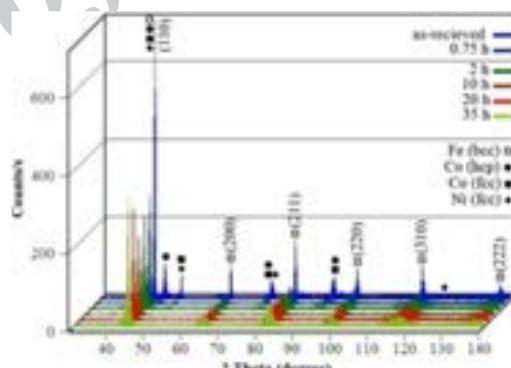
شکل ۴: نمودار اندازه کریستالیت‌ها برحسب زمان آسیا.

در شکل ۵ نمودار کرنش شبکه برحسب زمان آسیاکاری نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۲ ساعت، همزمان با کاهش اندازه دانه کرنش شبکه به مقدار قابل توجهی افزایش می‌یابد. این افزایش به دلیل ورود انرژی مکانیکی به درون ماده می‌باشد. در زمان‌های بیشتر از ۲ ساعت، کرنش شبکه کاهش می‌یابد. این پدیده می‌تواند ناشی از افزایش دمای محافظه و یا تبدیل مرزهای فرعی به اصلی باشد [۱۱].



شکل ۵: نمودار کرنش شبکه برحسب زمان آسیاکاری.

در الگوی پراش نمونه قبل از آلیاژسازی (as-received) خطوط مربوط به آهن با ساختار کریستالی bcc و کبالت با دو ساختار کریستالوگرافی fcc و hcp به وضوح دیده می‌شوند. از طرف دیگر پیک‌ها نازک، تیز و دارای ارتفاع زیاد هستند. با افزایش زمان آسیا تا ۱۰ ساعت پیک‌های XRD پهن‌تر شده و ارتفاع آنها کاهش می‌یابد. این موارد بیانگر تشکیل ساختار نانوبولوری حاوی مقادیر بالای کرنش شبکه می‌باشد. در ادامه بعد از ۱۰ ساعت آسیاکاری پیک‌های نیکل و کبالت حذف شده‌اند، که این نشان از نفوذ عناصر کبالت و نیکل به شبکه آهن و در نتیجه تشکیل آلیاژ آهن-کبالت-نیکل با ساختار کریستالی مشابه آهن یعنی bcc است. با ادامه یافتن عملیات آسیاکاری، از ۱۰ تا ۳۵ ساعت به دلیل افزایش دمای محافظه شدت پیک‌های XRD افزایش و پهنای آنها کاهش می‌یابد. در حقیقت در اثر افزایش درجه حرارت، پودرهای مقداری آنیل می‌شوند.



شکل ۶: الگوی تفرق اشعه ایکس سه بعدی پودرهای در زمان‌های مختلف آسیاکاری.

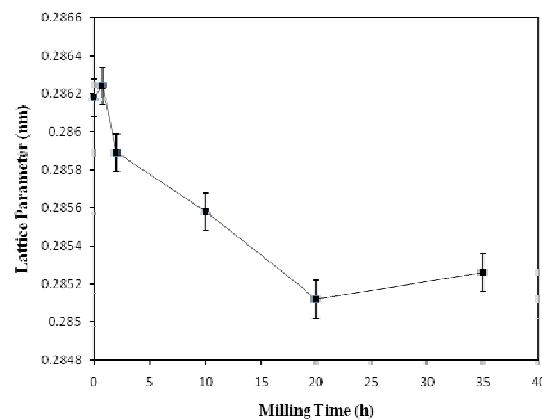
در شکل ۴ نمودار اندازه کریستالیت‌ها برحسب زمان آسیا نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۲ ساعت اندازه کریستالیت‌ها با شیب زیادی از حدود ۸۰ نانومتر به زیر ۲۰ نانومتر کاهش می‌یابد. در ادامه آسیاکاری از ۲ تا ۳۵ ساعت ریز شدن کریستالیت‌ها با نرخ کمی انجام می‌شود و به کمترین اندازه دانه که ۱۰ نانومتر است، می‌رسد. با افزایش زمان آسیاکاری بدیل تغییر فرم پلاستیک شدید، دانسیته عیوب و نابجایی‌ها افزایش می‌یابد و از هم‌راستا شدن نابجایی‌ها، مرزهای

هیسترزیس مواد مغناطیسی نرم مطابقت دارد. در مواد مغناطیسی نرم سطح زیر حلقه کم بوده و حلقه پسماند باریک است. به طور کلی با افزایش زمان آسیاکاری منحنی هیسترزیس باریک‌تر شده است. تغییر شکل این منحنی با افزایش زمان آسیا نشان دهنده وابستگی خواص مغناطیسی به ریزساختار ماده است. با استفاده از منحنی هیسترزیس مقادیر مغناطش اشباع و پسماندزدایی در هر نمونه بدست آمد (شکل ۸). با افزایش زمان آسیا، میزان مغناطیس اشباع افزایش می‌یابد (شکل ۸a). افزایش شدید مغناطش اشباع بعد از ۱۰ ساعت عملیات آسیاکاری بدلیل تکمیل پروسه آلیاژسازی می‌باشد. همانطوریکه در قسمت قبل دیدیم آزمایشات تفرق اشعه ایکس نیز زمان تکمیل آلیاژسازی را ۱۰ ساعت نشان داد. علت دیگر برای افزایش مغناطش اشباع اثر کریستالی ساختار نانو می‌باشد. در حقیقت در یک ساختار کریستالی نانوبولوری در مقایسه با یک ماده میکروساختار، تعداد حوزه‌های مغناطیسی در هر دانه کاهش یافته، در نتیجه برهمکنش ممکن‌های مغناطیسی بین اتم‌ها و تاثیرپذیری مغناطیسی افزایش یافته و بر همکنش مبادله‌ای بین حوزه‌های مغناطیسی کاهش می‌یابد و ماده با انرژی کمی مغناطیس می‌شود [۱۵]. میزان نیروی مغناطیس زدا بعد از ۲ ساعت آسیاکاری کاهش می‌یابد (شکل‌های ۷b و ۸b). به طور کلی فاکتورهای متفاوتی بر نیروی مغناطیس زدا در حین آسیاکاری مؤثrend اعم از، میکروکرنش داخلی، ناخالصی‌ها، حفرات و عیوب که به صورت اجتناب‌ناپذیری در حین فرآیند آلیاژسازی مکانیکی حاصل می‌شوند و می‌توانند نیروی مغناطیس زدا که از خواص مغناطیسی حساس به میکروساختار است را به شدت افزایش دهند [۱۶]، اما در این مرحله اثر دانه‌های ریز که بوسیله مدل ناهمسانگردی تصادفی توجیه‌پذیراست مکانیزم غالب است. طبق مدل هرزر هنگامی که اندازه دانه‌ها از طول مبادله مغناطیسی ( $L_{ex}$ ) کوچک‌تر باشد، پسماندزدایی با اندازه دانه رابطه مستقیم از درجه ۶ دارد (رابطه ۳) و لذا با کاهش اندازه دانه پسماندزدایی نیز کاهش می‌یابد که از مزایای مواد نانوکریستالین و آمورف است. در واقع کریستال‌هایی که به صورت تصادفی جهت‌گیری کرده‌اند، در برابر حرکت دیواره‌های بلاج مقاومت نمی‌کنند و پسماندزدایی به مقدار

در شکل ۶ اندازه پارامتر شبکه بر حسب زمان آلیاژسازی مکانیکی نشان داده شده است. با افزایش زمان آلیاژسازی تا ۲۰ ساعت پارامتر شبکه کاهش می‌یابد. مومنی [۱۳] و همکارانش علت کاهش پارامتر شبکه در حین افزایش زمان آسیا را بدلیل داخل شدن اتم‌های کربالت در ساختار کریستالی آهن، استحاله آلوتروپیک کربالت (fcc-hcp) (در مراحل اولیه آلیاژسازی) و یا تشکیل عیوب نامنظم سه‌تایی گزارش کرده‌اند [۱۱]. افزایش غیرقابل پیش‌بینی در اندازه پارامتر شبکه از ۲۰ تا ۳۵ ساعت ممکن است به دلیل کاهش اندازه دانه در ذرات پودر باشد که بر اثر عیوب سه‌تایی غلبه می‌کند و ثابت شبکه را افزایش می‌دهد. افزایش پارامتر شبکه را در این مرحله می‌توان به دو دلیل نسبت داد:

(الف) با کاهش اندازه دانه و افزایش مرز دانه در زمان‌های بالای آلیاژسازی، مقادیری از عناصر حل شونده شامل نیکل و کربالت در مرز دانه‌ها که شامل مقادیر بالایی از جاهای خالی و ناجایی‌ها می‌باشند، تجمع می‌کنند. حذف این عناصر باعث از بین رفتن تاثیر آنها بر پارامتر شبکه و در نتیجه افزایش آن می‌گردد [۴، ۱۴].

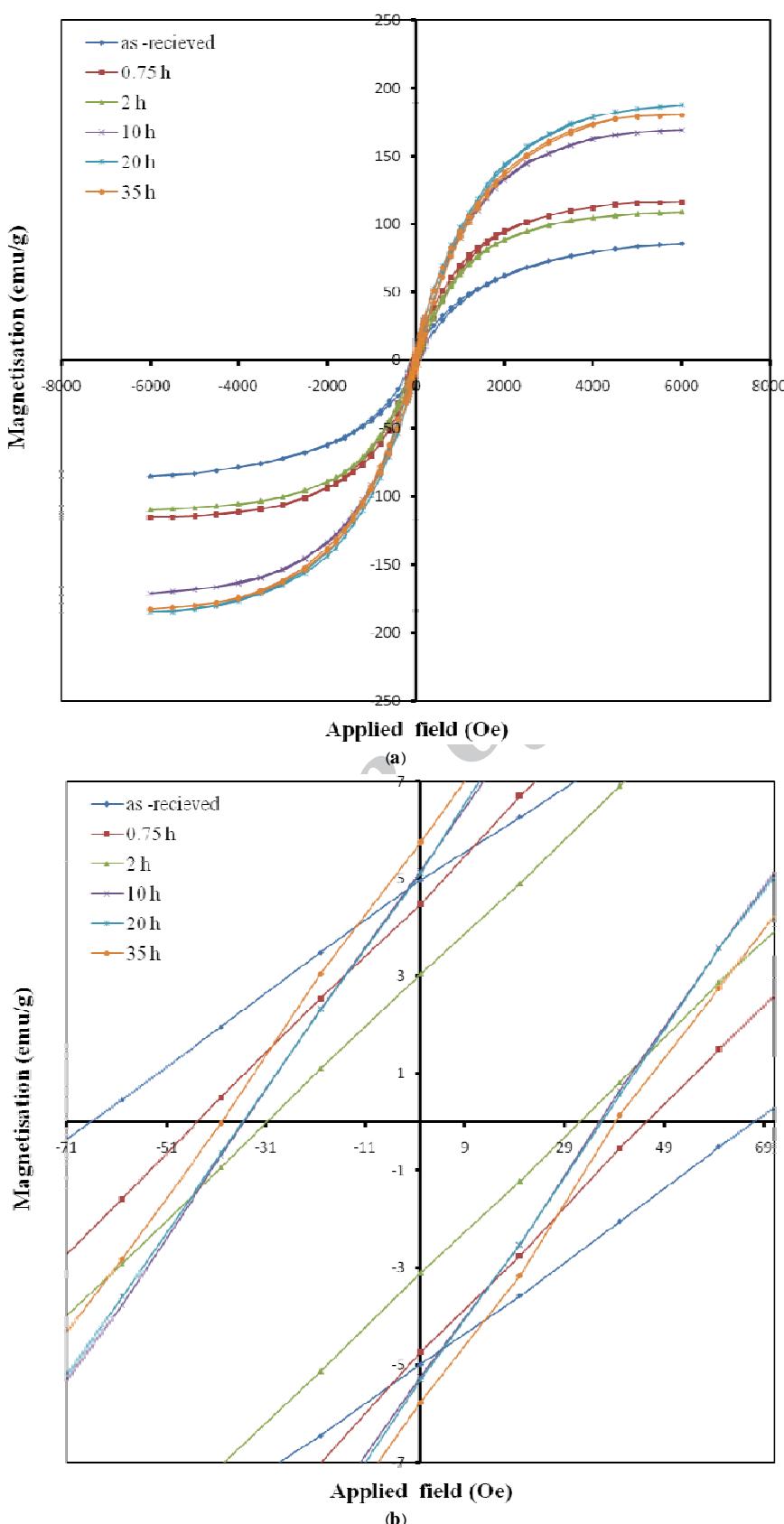
(ب) ساختار بازتر مرز می‌تواند باعث ایجاد یک فشار منفی بر روی فصل مشترک گردد، که این پدیده باعث افزایش پارامتر شبکه می‌گردد [۴، ۱۴].



شکل ۶. اندازه پارامتر شبکه بر حسب زمان آلیاژسازی مکانیکی.

### ۳-۳- خواص مغناطیسی

شکل ۷ منحنی هیسترزیس را در زمان‌های صفر تا ۳۵ ساعت آسیاکاری و در میدان اعمالی  $\pm 6000$  اورستد نشان می‌دهد. نوع منحنی هیسترزیس با منحنی



شکل ۷: (a) منحنی هیسترزیس نمونه‌های Fe45Co45Ni10 در زمان‌های مختلف آسیاکاری و (b) مبدأ مختصات با بزرگنمایی بیشتر.

#### ۴- نتیجه‌گیری

به مقدار کمتری می‌رسد [۱۷].

در این تحقیق، آلیاژ مغناطیسی نرم نانوکریستال Fe<sub>45</sub>Co<sub>45</sub>Ni<sub>10</sub> به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه شد و اثر زمان آلیاژسازی بر خواص میکروساختاری و مغناطیسی نمونه‌ها بررسی و نتایج زیر حاصل شد:

- در طول فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، مورفولوژی و ابعاد ذرات پودرها در نمونه‌های مختلف دچار دگرگونی شد و در نهایت در اثر رسیدن سیستم به حالت پایدار، میکروساختاری یکنواخت حاصل شد که در آن اندازه ذرات توزیع محدودی داشت.

- نتایج آنالیزهای تفرق اشعه ایکس نشان داد که با افزایش زمان آسیاکاری پیک‌های کبالت و نیکل به تدریج محو شدند و بعد از ۱۰ ساعت آسیاکاری محلول جامد آهن (کبالت-نیکل) تشکیل شد.

- با افزایش زمان آسیاکاری، اندازه کاهاش یافت تا اینکه بعد از ۳۵ ساعت آسیاکاری، ریزترین اندازه کریستالیت (۱۰ نانومتر) بدست آمد.

- در طول آسیاکاری (تا ۲۰ ساعت) به علت تشکیل عیوب نامنظم سه‌تایی، پارامتر شبکه کاهاش یافت، اما از ۳۵ ساعت به دلیل اثر ریز شدن اندازه دانه‌ها پارامتر شبکه روندی افزایشی داشت.

- منحنی هیسترزیس نمونه‌ها در اثر افزایش زمان آلیاژسازی باریکتر شد. این پدیده به علت کاهاش نیروی مغناطیسی‌زا (H<sub>c</sub>) بعد از ۲ ساعت آسیاکاری، به دلیل اثر دانه‌های ریز (مدل ناهمسانگردی تصادفی) و افزایش مغناطش اشباع به علت تکمیل فرآیند آلیاژسازی از ۸۵ تا ۱۸۵ Am<sup>2</sup>/kg بود.

#### مراجع

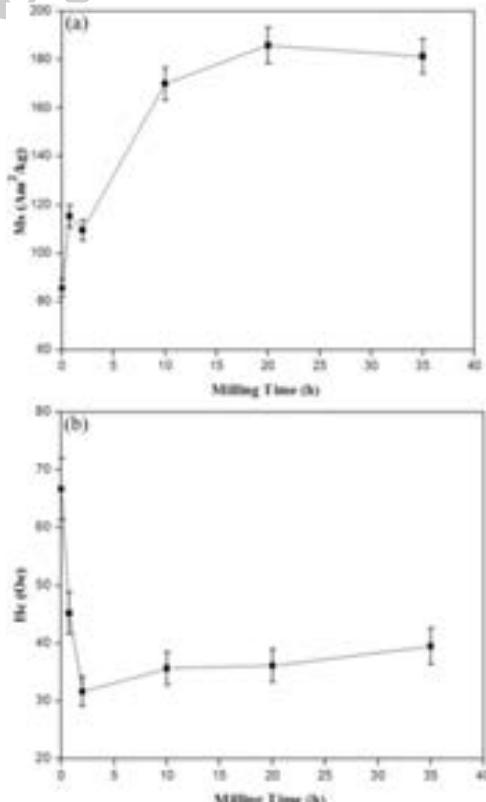
- [1] C. Suryanarayana, *Progress in Materials Science*, **46**, 2001, 1.
- [2] M. Sherif, E. Eskandarany, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials", Noyes Publications, New York, 2001.
- [3] P.R. Soni, "Mechanical Alloying", Cambridge International Science Publishing, 2000.
- [4] M. Delshad Chermahini, M. Zandrahimi, M.H. Mirbeik, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **323**, 2011, 669.
- [5] E. Michael McHenry, A. Matthew Willard, E. David Laughlin, *Progress in Materials Science*, **44**, 1999, 291.
- [6] T. Sourmail, *Progress in Materials Science*, **50**, 2005, 816.

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

که در این رابطه  $P_c$  ثابت درجه یکپارچگی،  $K_1$  ناهمسانگردی مگنتوکریستالین،  $D$  اندازه دانه،  $\mu_0$  نفوذپذیری فضای آزاد،  $M_s$  مغناطش اشباع، و  $A$  ثابت سختی تبادلی می‌باشد.  $L_{ex}$  به صورت زیر تعریف می‌شود [۵]:

$$L_{ex} = \sqrt{A/K_1} \quad (5)$$

از ۲ تا ۳۵ ساعت نیروی مغناطیسی‌زا به صورت تدریجی افزایش یافته است، این ناشی از کامل شدن فرآیند آلیاژسازی است، که در طی آن عناصر نیکل و کبالت وارد سیستم می‌شوند [۱۵]. دلیل افزایش نیروی مغناطیسی‌زا می‌تواند تعریف عیوب یا ناخالصی‌ها در حین آسیاکاری باشد.



شکل ۸: نمودار (a) مغناطش اشباع و (b) نیروی مغناطیسی‌زا برای زمان‌های مختلف آلیاژسازی.

and Engineering A, **291**, 2000, 17.  
[13] H. Moumeni, S. Alleg, J.M. Greneche, *Journal of Alloys and Compounds*, **386**, 2005, 12.  
[14] W. Donald, "Handbook of Nanoscience Engineering and Technology", CRC, 2003.  
[15] B.D. Cullity, C.D. Graham, "Introduction to Magnetism and Magnetic Materials", Wiley, 1972.  
[16] B.H. Lee, B. Su Ahn, D.G. Kim, S.T. Oh, H. Jeon, J. Ahn, Y.D. Kim, *Materials Letters*, **57**, 2003, 1103.  
[17] G. Herzer, *IEEE Transactions on Magnetics*, **26**, 1990, 1397.

- [7] D. Jiles, "Introduction to Magnetism and Magnetic Materials", Chapman and Hall, 1991.  
[8] T. Pikula, D. Oleszak, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **320**, 2008, 413.  
[9] G.K. Williamson, W.H. Hall, *Acta Metallurgica*, **1**, 1953, 22.  
[10] C. Suryanarayana, M.G. Norton, "X-ray Diffraction: a Practical Approach", Plenum, 1998.  
[11] C. Suryanarayana, "Mechanical Alloying and Milling", Marcel Dekker, 2004.  
[12] Y.D. Kim, J.Y. Chung, J. Kim, H. Jeon, *Materials Science*

Archive of SID