



ساخت و مشخصه‌یابی ترکیب بین فلزی Nb_3Sn با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی و آمایش گرمایی

مریم طغیانی مورنانی*، احمد نوزاد گلی کند، محسن اسدی اسدآباد

پژوهشکده‌ی مواد، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، سازمان انرژی اتمی ایران، صندوق پستی: ۱۵۸۹-۸۱۴۶۵، اصفهان - ایران

چکیده: ترکیب ابررسانای Nb_3Sn به صورت گسترده در تولید میدان‌های مغناطیسی بالای ۱۰ تسلا مورد استفاده قرار می‌گیرد، اما این ترکیب بین فلزی از طریق واکنش گرمایی در دماهای بالای $2000^\circ C$ به دست می‌آید. بنابراین در سال‌های اخیر پژوهش‌گران به بررسی فرایندهایی پرداخته‌اند که منجر به شکل‌گیری فازهای ابررسانای Nb_3Sn در دماهای پایین‌تر از $1000^\circ C$ می‌شود. هدف این پژوهش تهیه‌ی ترکیب نانوبلوری بین فلزی Nb_3Sn از طریق آلیاژسازی مکانیکی و آمایش گرمایی متعاقب در دماهای پایین بود. بررسی تغییرهای فازی پودر آسیاب شده، قبل و بعد از آمایش گرمایی به وسیله‌ی پراش سنجی پرتو ایکس (XRD) انجام شد. تجزیه‌های ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) و میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) به انجام رسید. اندازه‌ی دانه و کرنش شبکه با استفاده از روش ویلیامسون-هال محاسبه شد. در طول فرایند، آسیاب کاری پودرهای نبریم-قلع به شکل‌گیری یک محلول جامد منجر شد، در حالی که آمایش گرمایی باعث شکل‌گیری فاز Nb_3Sn شد. نتایج نشان داد که قله‌های پراش پرتو ایکس مربوط به ترکیب Nb_3Sn پس از آمایش گرمایی پودر آسیاب شده، به مدت ۱۰ ساعت در دمای $600^\circ C$ ظاهر شد.

کلیدواژه‌ها: ترکیب بین فلزی Nb_3Sn ، آلیاژسازی مکانیکی، آمایش گرمایی، مواد نانوساختاری

Synthesis and characterization of Nb_3Sn intermetallic compound by mechanical alloying and heat treatment

M. Toghiani Mournani*, A. Nozad Golikand, M. Asadi Asadabad

Material Research School, Nuclear Science and Technology Research Institute, AEOL, P.O.Box: 81465-1589, Esfahan - Iran

Abstract: Nb_3Sn superconductor compound is the most widely used material for generating magnetic fields above 10T. But, this intermetallic compound is obtained by thermal reactions at high temperatures ($>2000^\circ C$). Therefore, in recent years the researchers have investigated the processes that permit the formation of the Nb_3Sn superconducting phases at lower temperatures ($<1000^\circ C$). The aim of this study was preparation of nanocrystalline Nb_3Sn intermetallic compound using mechanical alloying and heat treatment at low temperature. The phase transitions of milled powder before and after the heat treatment were characterized using X-ray diffractometry (XRD). The microstructural analyses were performed using scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The grain size and lattice strain were calculated using the Williamson-hall method. During the milling, mechanical alloying of Nb-Sn elemental powders resulted in the formation of a solid solution, while the heat-treatment led to the formation of Nb_3Sn phase. The results showed that Nb_3Sn XRD peaks appeared after the heat treatment at $600^\circ C$ for the powder milled for 10h.

Keywords: Nb_3Sn intermetallic compound, Mechanical alloying, Heat treatment, Nanostructural materials

*email: m.toghiani@yahoo.com

تاریخ دریافت مقاله: ۹۳/۲/۴ تاریخ پذیرش مقاله: ۹۳/۱۱/۲۸

Archive of SID



۱. مقدمه

سیم‌های ابررسانای Nb₃Sn به دلیل تولید چگالی جریان و میدان مغناطیسی بالا از توانایی بالایی برای تولید آهن‌رباهای میدان مغناطیسی برخوردارند [۱]. چنین سیم‌های ابررسانا معمولاً در سامانه‌های آزمایش‌های هم‌جوشی هسته‌ای همانند رآکتور آزمایشگاهی بین‌المللی هم‌جوشی^(۱) (ITER) [۲] که نیازمند میدان‌های مغناطیسی بالا در حدود ۱۱ تا ۱۳ تسلا است و نیز در آزمایش‌های تشدید مغناطیس هسته‌ای^(۲) (NMR) با بسامد ۱ گیگاهرتز و میدان‌هایی تا ۲۳ تسلا مورد استفاده قرار می‌گیرند [۳، ۴]. از دیگر کاربردهای مهم این آهن‌رباهای ابررسانا می‌توان به کاربرد آن‌ها در دستگاه‌های تصویربرداری مغناطیسی قلب^(۳) (MCG)، تصویربرداری مغناطیسی مغز^(۴) (MEG)، تصویربرداری الکتریکی قلب^(۵) (ECG)، تصویربرداری الکتریکی مغز^(۶) (EEG)، در صنعت حمل و نقل و در صنایع نظامی (موتورها، کشتی‌ها، پرتاب‌کننده‌ها، حس‌گرها، موتورهای ابررسانا و زیردریایی‌ها)، در مخابرات (موج‌برهای ریزموج)، آهن‌رباهای الکتریکی ابررسانای پر قدرت در مولدها، قطارهای تندروی برقی و هدایت ذرات شتاب‌دهنده‌ها و در آزمایش‌های فیزیک انرژی بالا اشاره کرد. این ترکیب‌های بین‌فلزی اساساً به واسطه‌ی واکنش‌های حرارتی در دماهای نسبتاً بالا (>۲۰۰۰°C) تولید می‌شوند. از آنجایی که تهیه‌ی آن‌ها با این روش‌ها مستلزم صرف هزینه‌های بالا است، فرایندهایی که منجر به تولید فازهای ابررسانا در دماهای پایین (<۱۰۰۰°C) می‌شود، مورد توجه هستند [۵، ۶، ۷، ۸]. به منظور تهیه‌ی سیم‌های ابررسانای Nb₃Sn، روش‌های زیادی مانند روش برنز^(۷) و PIT^(۸) مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۹]، در حالی که برای تولید قطعه از ترکیب بین‌فلزی Nb₃Sn روش آلیاژسازی مکانیکی [۱۰] و کاهش الکتروشیمیایی^(۹) [۱۱، ۱۲] پیشنهاد شده است. در روش اول طی یک عملیات آسیاب‌کاری و به دنبال آن آزمایش گرمایی پودر آسیاب شده، مواد اولیه اعم از پودر عناصر نیوبیم و قلع و یا ترکیب‌هایی از آن‌ها (مانند Nb₆Sn₅) به ساختار مورد نظر تبدیل می‌شود. روش آلیاژسازی مکانیکی یک شیوه‌ی آسیاب‌کاری با انرژی بالا به منظور تولید پودرهایی با ریزساختارهای کنترل شده از طریق تکرار شکست^(۱۰) ذرات پودر و سپس جوش سرد آن‌ها است [۱۳]. هدف این پژوهش تهیه‌ی ترکیب بین‌فلزی Nb₃Sn در دماهای پایین و مشخصه‌یابی آن بود.

۲. بخش تجربی

برای ساخت ترکیب Nb₃Sn از پودر نیوبیم (تهیه شده از شرکت آلدریج) با اندازه‌ی دانه‌ی ۵ میکرومتر و خلوص ۹۸٫۵٪ و پودر قلع (تهیه شده از شرکت مرک) با اندازه‌ی دانه‌ی کم‌تر از ۷۱ میکرومتر و با خلوص ۹۹٫۹۹٪ استفاده شد.

آلیاژسازی با یک دستگاه آسیاب اسپکس در دمای اتاق با تندی ۶۳۰ دور بر دقیقه و در محیط آرگون انجام شد. ظرف و گلوله‌ها از فولاد ضدزنگ و قطر گلوله‌ها در حدود ۱۰ میلی‌متر و نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ بود. پودرهای آسیاب شده با استفاده از یک ماشین پرس کاری آبی تک محوری با فشار ۳۵۰ مگاپاسکال به صورت قرصی با قطر ۱۰ میلی‌متر فشرده شده و در داخل لوله‌های کوارتز قرار گرفته و سپس در کوره‌ای با خلأ بالا (10⁻⁵ Torr) قرار داده شده و به مدت ۵ ساعت و در دمای ۶۰۰°C تحت آزمایش گرمایی قرار گرفتند.

شناسایی فازی پودر ساخته شده قبل و بعد از آزمایش گرمایی با استفاده از یک دستگاه پراش سنج پرتو ایکس مدل فیلیپس ۱۸۰۰ PW به انجام رسید. تغییرهای ریخت‌شناختی و ساختاری پودر در حین آسیاب‌کاری، با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) مدل فیلیپس XL۳۰ و میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) مدل EM۲۰۸ مورد بررسی قرار گرفت. محاسبه‌ی پارامتر شبکه با استفاده از روش نلسون-ریلی به شکل زیر انجام شد [۱۴]

$$\alpha = \alpha_0 + \alpha_0 K \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right) \quad (1)$$

که در آن a پارامتر شبکه‌ی محاسبه شده با استفاده از معادله‌ی براگ، a مقدار واقعی پارامتر شبکه، θ زاویه‌ی پراش و k مقداری ثابت است. با رسم نمودار a بر حسب $\left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$ خطی به دست آمد، که عرض از مبدأ آن مقدار واقعی پارامتر شبکه، a_0 ، را به دست داد.

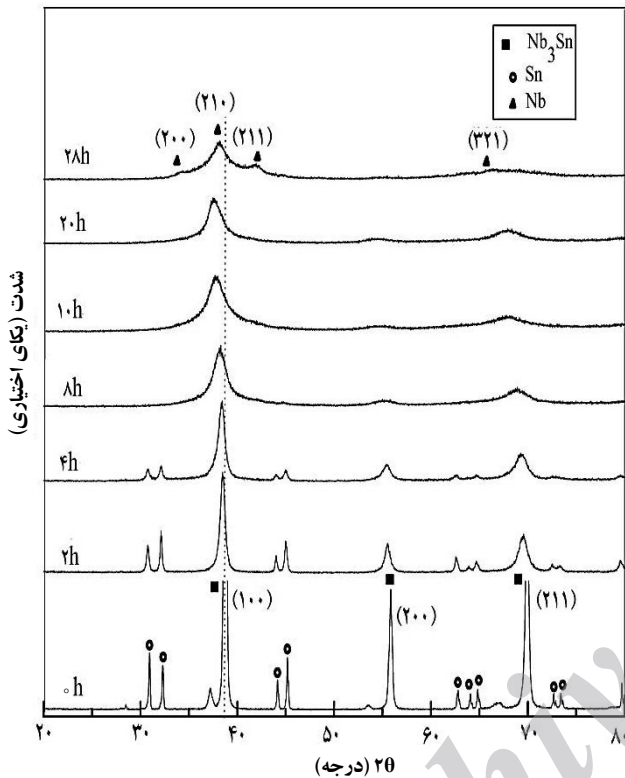
اندازه‌ی بلورینه‌ها^(۱۱) و کرنش شبکه با استفاده از روش ویلیامسون-هال چنین محاسبه شد [۱۵]

$$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{D} + \epsilon \eta \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (2)$$

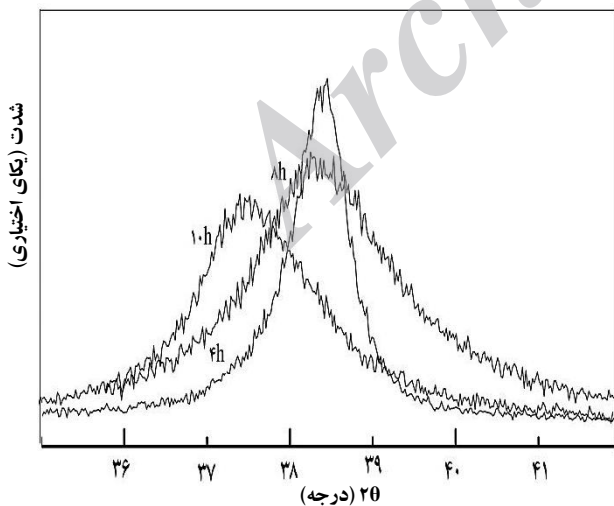


شبه‌ی نظری ساختار Nb₃Sn (۰٫۵۲۹ nm) است [۱۶]. افزایش پارامتر شبکه به مقدار ۰٫۰۰۶ nm را می‌توان به حضور ناخالصی‌هایی چون اکسیژن به صورت بین‌نشین در شبکه‌ی نیوبیم نسبت داد، که احتمالاً همراه با مواد اولیه یا اتمسفر آسیاب‌کاری وارد فرایند شده است.

(الف)



(ب)



شکل ۱. الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به Nb-۲۵ at./Sn (الف) در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری (ب) حرکت قله‌ی ۱۱۰ نیوبیم به سمت زاویه‌های کوچک‌تر و پهن‌شدگی آن.

که در آن، β پهنای نیم-ارتفاع قله (FWHM)، θ زاویه‌ی پراش، λ طول موج پرتو ایکس مورد استفاده، D اندازه‌ی بلورینه‌ها و η کرنش شبکه است. با رسم نمودار $\frac{\beta \cos \theta}{\lambda}$ برحسب $4\eta \frac{\sin \theta}{\lambda}$ برای ترکیب Nb-۲۵ at./Sn و تعیین عرض از مبدأ و شیب آن، به ترتیب، اندازه‌ی بلورینه‌ها و کرنش شبکه‌ای در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری محاسبه شد.

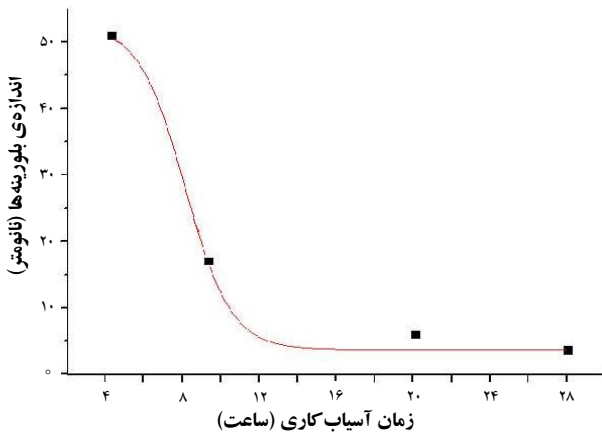
۳. نتایج و بحث

۱.۳ نتایج پراش‌سنجی پرتو ایکس

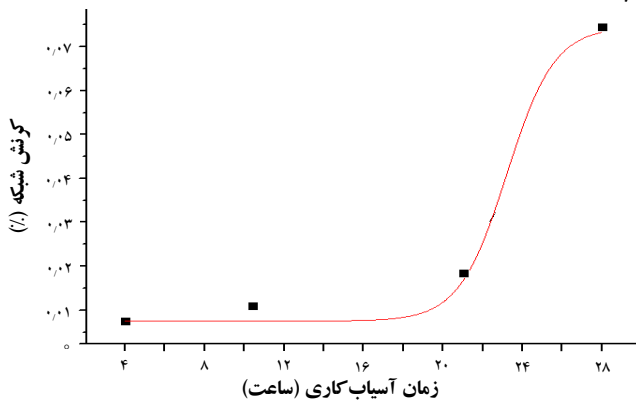
۱.۱.۳ قبل از آمایش گرمایی

شکل ۱ الف الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودری Nb-۲۵ at./Sn تحت گاز آرگون را برای زمان‌های بین ۲ تا ۲۸ ساعت نشان می‌دهد. الگوی پراش پرتو ایکس مخلوط پودر اولیه نیز برای مقایسه نشان داده شده است. پس از آلیاژسازی به مدت ۴ ساعت، همه‌ی خطوط پراش مربوط به نیوبیم با ساختار مکعبی مرکز پُر و قلع با ساختار چهار گوشه‌ای هنوز وجود دارند، با این حال از شدت قله‌ها کاسته شده و عرض آن‌ها افزایش یافته است. پس از آلیاژسازی به مدت ۸ ساعت، تمامی قله‌های مربوط به قلع از بین رفته، و قله‌های نیوبیم نیز به سمت زوایای کوچک‌تر جابه‌جا شده‌اند (شکل ۱ ب)، که بیان‌گر حل شدن قلع در شبکه‌ی نیوبیم و تشکیل محلول جامد است. به هر حال در این مرحله از آلیاژسازی، ترکیب بین فلزی تشکیل نمی‌شود. همان‌طور که در شکل ۱ الف مشاهده می‌شود افزایش زمان آسیاب تا ۲۸ ساعت باعث انحلال تقریباً کامل قلع در شبکه‌ی فاز زمینه‌ی نیوبیم و تشکیل ترکیب بین فلزی می‌شود به گونه‌ای که در این مرحله خطوط پراش (۲۰۰)، (۲۱۰)، (۲۱۱) و (۳۲۱) مربوط به ساختار A1۵ ترکیب Nb₃Sn مشاهده می‌شود. ممکن است خط (۲۱۰) مربوط به ساختار A1۵ دربرگیرنده‌ی شدت باقی‌مانده از خط (۱۱۰) مربوط به نیوبیم باشد. اما با توجه به حذف دیگر قله‌های مربوط به نیوبیم احتمال حضور نیوبیم بسیار کم است. پارامتر شبکه‌ی ساختار A1۵ از مکان قوی‌ترین قله‌های (۲۰۰)، (۲۱۰)، (۲۱۱) و (۳۲۱) اندازه‌گیری می‌شود. پارامتر شبکه‌ی (a) ترکیب به دست آمده تحت گاز آرگون و با گلوله‌های فولادی ضدزنگ برای نمونه‌ی ۲۸ ساعت آسیاب شده، برابر ۰٫۵۳۵ nm است. این مقدار اندکی بیش‌تر از پارامتر

(الف)



(ب)



شکل ۲. (الف) تغییر اندازه‌ی بلورینه‌ها و (ب) تغییر کرنش شبکه با زمان آسیاب کاری.

ساعت نسبت به سایر دماها و زمان‌ها از شرایط بهتری برخوردار است. شکل ۳ الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها را بعد از آمایش گرمایی مذکور نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، در نمونه‌ی ۲ ساعتی، ترکیب Nb_3Sn به صورت همگن تشکیل نشده و هنوز قله‌های عنصری مربوط به قلع و نیوبیم حضور دارند. در نمونه‌ی ۱۰ ساعتی که در ابتدا به صورت محلول جامد بود و تمامی قلع در شبکه‌ی نیوبیم حل شده بود، بعد از آمایش گرمایی ترکیب Nb_3Sn همگن تشکیل می‌شود. در حالی که در نمونه‌ی ۲۸ ساعتی که پس از آسیاب کاری، الگوهای پراش پرتو ایکس آن تشکیل ترکیب Nb_3Sn را تأیید می‌کنند (شکل ۱ الف)، بعد از آمایش گرمایی، ترکیب $Nb_6Sn_5 + Nb_3Sn$ به وجود می‌آید. در واقع تنها آمایش گرمایی نمونه‌ی ۱۰ ساعتی منجر به تشکیل فاز یکنواخت و همگن Nb_3Sn شده است. این مسأله نشان داد که ۲ ساعت آسیاب کاری نمونه نمی‌تواند در مرحله‌ی آمایش گرمایی، نیروی محرکه‌ی کافی برای شکل‌گیری ترکیب بین‌فلزی Nb_3Sn را فراهم آورد.

پدیده دیگری که با افزایش آلیازسازی مشاهده شد، پهن‌شدگی قله‌های الگوی پراش پرتو ایکس است. این پدیده‌ی پهن‌شدگی می‌تواند به دلیل ریز شدن اندازه‌ی بلورینه‌ها و نیز افزایش کرنش شبکه‌ی بلوری باشد. برای تفکیک دو اثر فیزیکی فوق یعنی پهن‌شدگی ناشی از ریز شدن اندازه‌ی بلورینه‌ها و افزایش کرنش شبکه، از روش ویلیامسون-هال استفاده شد. شکل ۲ الف و ب تغییرهای اندازه‌ی بلورینه‌ها و کرنش شبکه بلوری با زمان آسیاب کاری را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در ابتدای فرایند آسیاب کاری، اندازه‌ی حوزه‌های بلوری سریعاً کاهش می‌یابد (شکل ۲ الف)، به گونه‌ای که در مدت زمان ۱۲ ساعت حدود ۷۵٪ کاهش اندازه‌ی بلورینه‌ها را می‌توان مشاهده کرد. ولی این روند تنها در زمان‌های ابتدایی فرایند آسیاب کاری برقرار است و با ادامه‌ی فرایند، آهنگ روند فوق کاهش می‌یابد به گونه‌ای که در زمان‌های طولانی آسیاب کاری، تقریباً هیچ‌گونه تغییری در اندازه‌ی بلورینه‌ها به وجود نمی‌آید. این امر ناشی از تعادلی است که میان ساختارهای ناهمگنی تشکیل شده در اثر فرایند تغییر شکل پودرها از یک طرف و فرایند بازیابی ناهمگنی‌ها در اثر فعال‌سازی گرمایی از طرف دیگر حاصل می‌شود. لذا روند فوق در پودرهای آلیاژی که دارای ساختار ابتدایی نرم با قابلیت کارپذیری هستند قابل مشاهده است [۱۳، ۱۷، ۱۸]. همان‌گونه که در شکل ۲ الف مشاهده می‌شود ساختار نانومتری در ترکیب $Nb-25 at\%Sn$ تشکیل شده است. کرنش در شبکه نیز در حال افزایش است؛ تا زمان ۱۸ ساعت افزایش کرنش در شبکه‌ی بلوری به کندی انجام می‌شود در حالی که از آن به بعد آهنگ این افزایش سریع‌تر می‌شود. افزایش کرنش در شبکه، ناشی از تغییر شکل‌های شدید پلاستیکی در اثر آسیاب کاری مکانیکی است (شکل ۲ ب).

۲.۱.۳ بعد از آمایش گرمایی

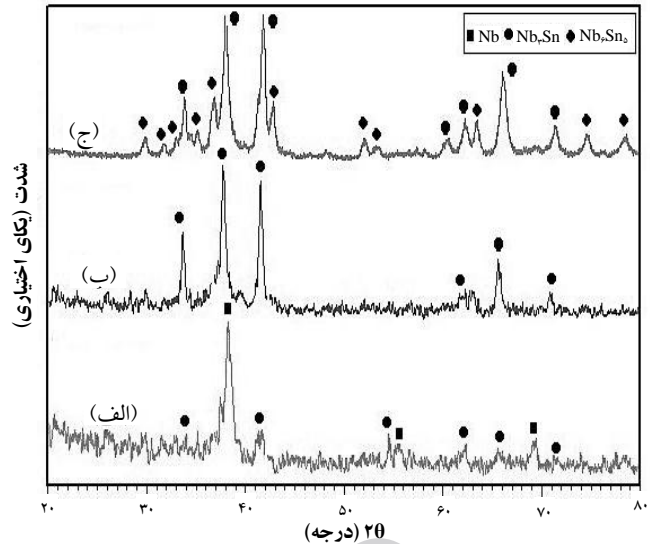
به منظور ارزیابی پایداری فاز و بررسی امکان تولید ساختاری با نظم بیش‌تر سه نمونه از ناحیه‌های متفاوت (نمونه‌ی ۲ ساعتی که در آن هنوز قله‌های قلع و نیوبیم وجود دارند و نمونه در فاز مخلوط بین فلزی است؛ نمونه‌ی ۱۰ ساعتی که در آن قلع به طور کامل در شبکه‌ی نیوبیم حل شده و نمونه در فاز محلول جامد است و نمونه‌ی ۲۸ ساعتی که در آن ترکیب Nb_3Sn به صورت نامنظم تشکیل شده است) انتخاب و در دماها و زمان‌های مختلف تحت آمایش گرمایی قرار گرفتند. الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها نشان داد که دمای $600^\circ C$ و زمان ۵



سهم مواد بی‌شکل نسبت به زمان‌های قبلی بیش‌تر بوده و نیروی ترمودینامیکی بزرگی برای تبدیل این مواد به حالت تعادلی در قیاس با محلول جامد Nb-Sn مورد نیاز است. بنابراین مخلوط فاز تعادلی Nb_۳Sn+Nb_۶Sn_۵ از لحاظ انرژی ارجح خواهد بود.

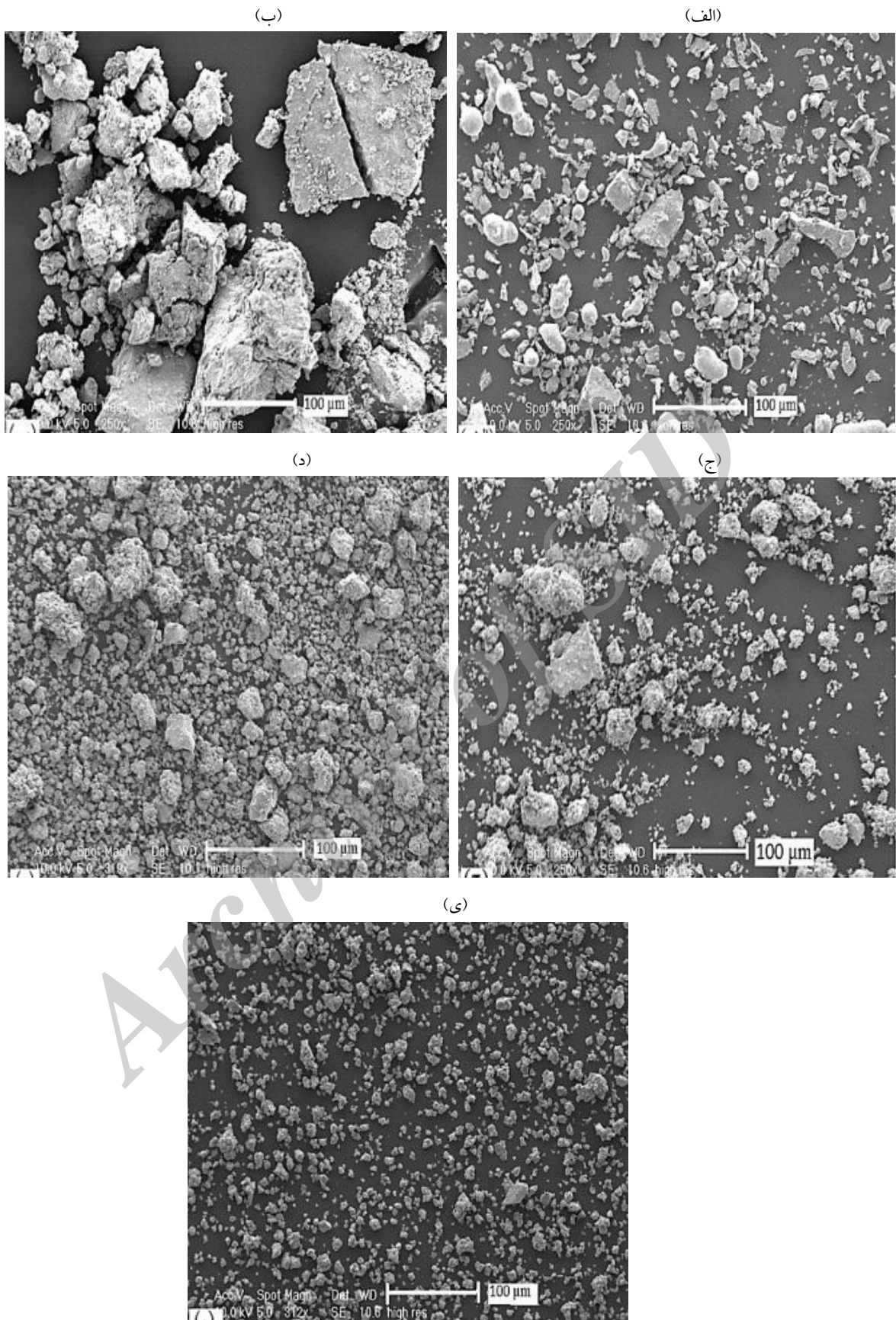
۲.۳ بررسی تصویرهای میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) نمونه‌ها در حین آسیاب کاری

شکل ۴ تصویرهای میکروسکوپ الکترون روبشی ذرات Nb-Sn را پس از ۴، ۱۰، ۲۰ و ۲۸ ساعت آسیاب کاری نشان می‌دهد. همان‌گونه که در شکل ۴ الف مشاهده می‌شود، ذرات قلع تقریباً به شکل کروی و ذرات نیوبیم بی‌شکل هستند. نیوبیم ساختار مکعبی مرکز پُر دارد و بسیار تردتر از قلع است، از این رو با شروع آلیاژسازی، آسان‌تر از قلع تکه‌تکه شده، و بر روی سطح نرم قلع قرار می‌گیرد. در زمان‌های آغازین آلیاژسازی، ذرات به شکل گرد و تخت می‌شوند و قطر ذرات بین ۱۰ تا ۲۰۰ میکرومتر است (شکل ۴ ب). با ادامه‌ی آسیاب کاری شکل ذرات تغییر می‌کند، ذرات پیوسته به هم جوش خورده و دوباره شکسته می‌شوند تا این که در ۲۸ ساعت یک شکل یکنواخت و همگن ایجاد می‌شود. بعد از ۴ ساعت، افزایش اندازه‌ی ذرات نسبت به اندازه‌ی ذرات در مخلوط اولیه به دلیل برتری جوش نسبت به شکست ذرات است که در آلیاژسازی ذرات نسبتاً نرم اتفاق می‌افتد. بین ۴ تا ۴ ساعت آسیاب کاری هر دو حالت جوش و شکست ذرات اتفاق می‌افتد. اما حضور ذرات بزرگ‌تر نشان می‌دهد که معمولاً جوش بیش‌تر از شکست اتفاق می‌افتد. به نظر می‌رسد بزرگ‌ترین اندازه‌ی ذرات، پس از ۴ ساعت آسیاب کاری باشد. اما علاوه بر آن ذرات کوچک‌تر هم تولید می‌شوند. در واقع یک توزیع مشخصی از اندازه‌ی ذرات وجود دارد. همان‌گونه که در شکل ۴ ج مشاهده می‌شود، با ۱۰ ساعت آسیاب کاری، ذراتی در گستره‌ی ۱ تا ۱۰ میکرومتر برای ذرات ریزتر و ۳۰ تا ۵۰ میکرومتر برای ذرات بزرگ‌تر به وجود می‌آید. پس از ۱۰ و ۲۰ ساعت، ریخت ذرات مشابه است. توزیع وسیعی در اندازه‌ی ذرات، به خوبی مشاهده می‌شود. با این وجود ذرات تخت وجود ندارد، که نشان می‌دهد جوش ذرات رخ نداده است. پس از ۲۰ ساعت، ذرات خیلی ریزتر می‌شوند که نشان‌دهنده‌ی برتری شکست است، اما سطح نایکنواخت ذرات نشان می‌دهد جوش هنوز عمل می‌کند. ۲۸ ساعت آسیاب کاری، پودر یکنواختی با شکل و سطح نسبتاً یکنواخت تولید می‌کند، در این مرحله میانگین اندازه‌ی ذرات در حدود ۱ میکرومتر است (شکل ۴ د).



شکل ۳. الگوهای پراش پرتو ایکس Nb-۲۵ at% Sn تحت آمایش گرمایی قرار گرفته در دمای ۶۰۰ °C و به مدت ۵ ساعت در زمان‌های مختلف آسیاب کاری. (الف) ۲ ساعت؛ (ب) ۱۰ ساعت؛ (ج) ۲۸ ساعت.

سازوکار شکل‌گیری تمامی ترکیب‌های A۱۵ و واکنش‌های لایه‌ی نازک به صورت گسترده مطالعه شده است [۱۹، ۲۰، ۲۱]. به سبب تغییر شکل‌های شدیدی که در فرایند آلیاژسازی مکانیکی به وجود می‌آید، ذرات پودر، لایه‌هایی با فاصله‌ی بین لایه‌ای کوچک تشکیل می‌دهند [۲۲]. بنابراین فرایند آلیاژسازی مکانیکی به واکنش پخش داخلی حالت جامد وابسته است. مطالعه‌های چند لایه‌های Nb/Sn نشان می‌دهد که قلع در نیوبیم نفوذ کرده و Nb_۳Sn به صورت مستقیم از محلول جامد Nb-Sn شبه پایدار به وجود می‌آید [۱۹]. به طور کلی، تنها اگر ضخامت لایه‌ی نیوبیم کم‌تر از ۳۰ nm باشد، لایه‌ها قادر خواهند بود که از طریق آمایش گرمایی واکنش را به صورت کامل به سمت شکل‌گیری Nb_۳Sn پیش ببرند. در غیر این صورت ترکیب‌های Nb_۳Sn و Nb_۶Sn_۵ به وجود می‌آیند. در حالت کلی یک درجه‌ی بحرانی از آسیاب کاری وجود دارد؛ به عنوان مثال، فاصله‌ی بین لایه‌ها در اثر آسیاب کاری باید به اندازه‌ای باشد، که Nb_۳Sn همگن در اثر آمایش گرمایی به وجود آید. به نظر می‌رسد در پژوهش حاضر، ۲ ساعت آسیاب کاری باعث به وجود آمدن لایه‌هایی با ضخامت و مقدار بالایی از نیوبیم شده، که باعث جلوگیری از واکنش کامل در راستای تولید Nb_۳Sn شده است. همان‌گونه که در شکل ۱ الف مشاهده می‌شود، فرایند پخش کامل Sn در Nb به منظور شکل‌گیری محلول جامد Sn-Nb بعد از حل شدن Sn در شبکه‌ی نیوبیم اتفاق می‌افتد. پس از ۲۸ ساعت آسیاب کاری نیز



شکل ۴. تصویرهای میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) پودر آسیاب شده به مدت (الف) ۰ ساعت؛ (ب) ۴ ساعت؛ (ج) ۱۰ ساعت؛ (د) ۲۰ ساعت؛ (ه) ۲۸ ساعت.

**۳.۳ بررسی تصویرهای میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM)****نمونه‌ها قبل از آمایش گرمایی**

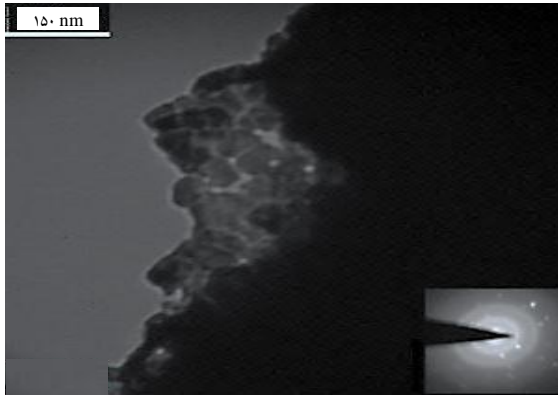
به منظور بررسی چگونگی تشکیل فاز Nb₃Sn در حین آسیاب کاری، تصویرهای میکروسکوپ الکترون عبوری نمونه ۱۰ ساعت آسیاب کاری شده به همراه الگوی پراش آن در شکل ۵ الف و ب نشان داده شده است. تشکیل حلقه‌های دبابی در این الگو نشان می‌دهد که ساختار حاصل در محدوده‌ی نانومتری قرار دارد. بررسی این حلقه‌ها و محاسبه‌های انجام شده و تطابق آن‌ها با الگوهای پراش پرتو ایکس نیز تشکیل فاز Nb₃Sn را نشان می‌دهد (شکل ۵ ب) [۲۴]. همان‌گونه که در شکل ۵ مشاهده می‌شود در زمان ۱۰ ساعت ناحیه‌های نابلورین نیز قابل شناسایی است. به نظر می‌رسد ناحیه‌های بلورین در بین ناحیه‌های نابلورین محصور شده‌اند و چند فاز مختلف در کنار هم به طور هم زمان وجود دارد. می‌توان دید که متوسط اندازه‌ی بلورینه در گستره‌ی ۱۵ تا ۲۵ nm بوده (شکل ۵ الف) و قابل مقایسه با نتایج به دست آمده از روش ویلیامسون- هال است.

تغییرهای ساختاری نسبت به زمان آسیاب کاری همگن نیست، به گونه‌ای که در یک زمان داده شده، مخلوطی از فازها موجود است. مرحله‌های تغییرهای ساختاری نسبت به زمان آسیاب کاری به صورت زیر است: پودرهای عنصری + فاز A15، پودرهای عنصری + فاز A15 + ساختار بی‌شکل، فاز A15 + ساختار بی‌شکل، و در نهایت همه‌ی مواد بی‌شکل می‌شوند [۲۳]. تصویرهای میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) ناحیه‌های مختلف بلوری و بی‌شکل در یک زمان نیز صحت این مطلب را تأیید می‌نماید (شکل ۵ الف و ب).

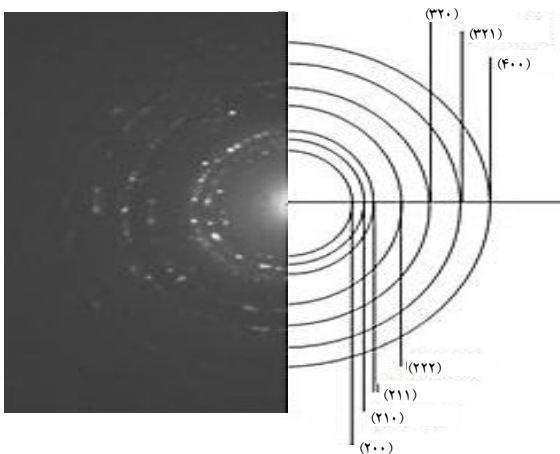
۴. نتیجه‌گیری

از طریق آلیاژسازی مکانیکی و آمایش گرمایی، ترکیب بین فلزی Nb₃Sn به طور موفقیت‌آمیز تهیه و برنامه‌ی آسیاب کاری و آمایش گرمایی مناسبی به منظور تهیه‌ی یک مخلوط همگن تدوین شد. با استفاده از نتیجه‌های این پژوهش می‌توان فازهای ابررسانای مطلوب را با انتخاب زمان آسیاب کاری و نیز چرخه‌ی آمایش گرمایی به دست آورد. ارزیابی شکل‌گیری فاز با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس نشان داد که پس از ۲۸ ساعت آسیاب کاری، ترکیب بین فلزی Nb₃Sn تشکیل می‌شود.

(الف)



(ب)



شکل ۵. (الف) تصویرهای میکروسکوپ الکترون عبوری و الگوی پراش نواحی انتخاب شده در پایین برای نواحی بی‌شکل (ب) الگوی پراش نواحی انتخاب شده برای نواحی بلوری نمونه‌ی Nb₃Sn آسیاب شده برای زمان ۱۰ ساعت.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در بعد از آمایش گرمایی نشان داد که با ۲ ساعت آسیاب کاری، نیروی محرکه‌ی لازم برای تولید ترکیب Nb₃Sn از طریق آمایش گرمایی فراهم نمی‌آید. این در حالی است که زمان ۱۰ ساعت آسیاب کاری برای تولید ترکیب Nb₃Sn مناسب تشخیص داده شد. در واقع می‌توان گفت: آلیاژسازی اولیه دمایی تشکیل فاز ترکیب بین فلزی را کاهش می‌دهد. بررسی‌های ریزساختاری، تغییر در ریخت و توزیع اندازه‌ی ذرات را پس از آسیاب کاری نشان داد. با افزایش زمان آسیاب کاری، اندازه‌ی متوسط دانه کاهش یافت در حالی که کرنش شبکه افزایش پیدا کرد. بررسی حلقه‌های دبابی نشان داد که ترکیب تهیه شده، Nb₃Sn بود و اندازه‌ی بلورینه‌ها، تعیین شده با استفاده از تصویرهای میکروسکوپ الکترون عبوری، در توافقی با نتایج محاسبه شده با استفاده از روش ویلیامسون- هال بود.



1. International Thermounuclear electric reactor
2. Nuclear magnetic resonance
3. Magneto cardio graphy
4. Magneto encephalo graphy
5. Electro cardio graphy
6. Electro encephalo graphy
7. Bronze method
8. Powder in tube
9. Electro chemical reduction
10. Fracture
11. Crystallite

- [1] K. Krauth, Handbook of applied superconductivity, edited by B. Seeber. IOP. Lodon. 1 (1998) 397-488.
- [2] R. Aymar, ITER R&D: executive summary: design overview, Fusion Engineering and Design, 55 (2001) 107-118.
- [3] N. Ayai, A. Mikumo, Y. Yamada, K. Takahashi, K. Sato, Improvement of critical current density and residual resistivity on jelly-roll processed Nb₃Al superconducting wires, Applied Superconductivity. 7 (1997) 1564-1567.
- [4] Y. Yamada, N. Ayai, A. Mikumo, M. Ito, K. Hayashi, Development of Nb₃Al superconductors for international thermonuclear experimental reactor (ITER), Cryogenics. 39 (1999) 115-122.
- [5] F.A. Santos, A.S. Ramos, C. Santos, D. Rodrigues Jr, Obtaining and stability verification of superconducting phases of the Nb-Al and Nb-Sn systems by mechanical alloying and low-temperature heat treatments, Journal of Alloys and Compounds. 491 (2010) 187-191.
- [6] S.N. Patankar, F.H. Froes, Formation of Nb₃Sn using mechanically alloyed Nb-Sn powder, Solid State Science. 6 (2004) 887-890.
- [7] S.N. Patankar, F.H. Froes, Transformation of mechanically alloyed Nb-Sn powder to Nb₃Sn, Metallurgical and Materials Transactions A, 35 (2004) 3009-3012.
- [8] M. Lopez, J.A. Jimenez, K. Raman, R.V. Mangalaraja, Synthesis of nano intermetallic Nb₃Sn by mechanical alloying and annealing at low temperature, Journal of Alloys and Compounds, 612 (2014) 215-220.
- [9] A.R. Kaufmann, J.J. Pickett, Multifilament Nb₃Sn superconducting wire, Journal of Applied Physics, 42 (1971) 58-67.
- [10] L.D. Cooley, Y.F. Hu, A.R. Moodenbaugh, Enhancement of the upper critical field of Nb₃Sn utilizing disorder introduced by ball milling the elements, Applied Physics Letters, 88 (2006) 142506-3.
- [11] B.A. Glowaki, D.J. Fray, X-Y. Yan, G. Chen, Superconducting Nb₃Sn intermetallics made by electrochemical reduction of Nb₂O₅-SnO₂ oxides, Physica C, 387 (2003) 242-246.
- [12] X-Y. Yan, D.J. Fray, Electrosynthesis of NbTi and Nb₃Sn superconductors from oxide precursors in CaCl₂-based melts, Advanced Functional Materials, 15 (2005) 1757-1761.
- [13] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in Materials Science, 46 (2001) 1-180.
- [14] R. Sen, G.Ch. Das, S.M. Jee, X-ray diffraction line profile analysis of nano-sized cobalt in silica matrix synthesized by sol-gel method, Journal of Alloys and Compounds, 490 (2010) 515-523.
- [15] G.K. Williamson, W.H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, Acta Metallurgica, 1 (1953) 22-31.
- [16] P. Villars, L.D. Calvert, Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases, American Society for Metals, Metals Park, (1985).
- [17] M.K. West, PhD Thesis, Processing and characterization of oxide dispersion strengthened 14 YWT ferritic alloys, University of Tennessee, Knoxville, (2006).
- [18] B. Pandey, M.A. Rao, H.C. Verma, S. Bhargava, Structural and compositional changes during mechanical milling of the Fe-Cr system, Journal of Physics Condensed Matter, 6 (2005) 7981-7993.
- [19] J.L. Jorda, H.U. Flukiger, J. Muller, A new metallurgical investigation of the niobium-aluminium system, Journal of the Less Common Metals, 75 (1980) 227-239.



[20] P.E. Johnson, Y. IM, L.T. Mcknelly, J.W.Jr. Morris, Formation of Nb₃Al in Nb-Al superconductors by powder process, *Magnetics, IEEE Transactions*, 23 (1987) 1432-1435.

[21] K. Barmak, K.R. Coffey, D.A. Rudman, S. Foner, Phase formation sequence for the reaction of multilayer thin films of Nb/Al, *Journal of Applied Physics*, 67 (1990) 7313-7322.

[22] C.C. Koch, Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying-a review, *Materials Science and Engineering*, 244 (1998) 39-48.

[23] M.S. Kim, C.C. Koch, Structural development during mechanical alloying of crystalline niobium and tin powders, *Journal of Applied Physics*, 62 (1987) 3450-3453.

[24] J.W. Edington, *Electron diffraction in the electron microscope*, London, Macmillan (1975).

Archive of SID