

اثر فرآیند پرس گرم بر ریزساختار و خواص مغناطیسی آلیاژ نانو بلورین فاینمت

حمید رضا صدلاله^۱، ابوالقاسم نورمحمدی^{۲*}

^۱ گروه مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران

^۲ دانشگاه اصفهان، دانشکده علوم و فناوری های نوین، گروه مهندسی نانوفناوری، اصفهان، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۳/۸/۱۷، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۲/۲۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۴/۳/۶

چکیده در پژوهش حاضر، هسته های نرم مغناطیسی نانوبلورین فاینمت با استفاده از فرآیند پرس گرم شکل دهی شد و امکان افزایش ضخامت هسته ها با استفاده از این روش بررسی گردید. همچنین تاثیر فرآیند پرس گرم بر ریزساختار و خواص مغناطیسی پیش ماده آمورف بررسی و با روش متداول عملیات حرارتی مورد مقایسه قرار گرفت. به این منظور، ابتدا آلیاژ فاینمت با استفاده از روش ریسنجی مذاب به صورت نوارهای آمورف تولید و رفتار حرارتی آلیاژ آمورف فاینمت و تبلور فاز نانو بلور به کمک آنالیز گرماسنجی تفاضلی روشی مطالعه گردید. به این ترتیب، دمای مناسب تبلور فاز آمورف حدود 550°C تعیین و خواص نرم مغناطیسی نمونه ها توسط دستگاه مغناطش سنج گرادیان نیروی متناوب بررسی گردید. به منظور تبلور فاز نانوبلورین از بستر آمورف، عملیات حرارتی (متداول) نوارها در دمای 550°C به مدت ۳۰ دقیقه تحت اتمسفر کنترلی آرگون-هیدروژن (H_2 ۳۰٪ و Ar ۷۰٪) و فرآیند پرس گرم نیز تحت همان اتمسفر و دما، به مدت ۶۰ دقیقه با اعمال فشار ۱۰۰ MPa انجام شد. فازهای تشکیل شده توسط آنالیز پراش سنجی پرتو ایکس شناسایی و ریزساختار آلیاژ به وسیله میکروسکوپ الکترون - روشی مورد بررسی قرار گرفت. به این طریق مشاهده می شود عملیات حرارتی باعث تشکیل بلورک های نانومتری $\alpha\text{-FeSi}$ محصور در زمینه آمورف می گردد. اندازه متوسط نانوبلورک های $\alpha\text{-FeSi}$ بعد از فرآیندهای عملیات حرارتی (متداول) و پرس گرم به کمک نرم افزار MAUD، به ترتیب ۱۷nm و ۱۲nm محاسبه شد. نتایج حاصل نشان داد فرآیند پرس گرم سبب کاهش موثر سایز بلورکها (نسبت به روش متداول عملیات حرارتی) می شود. گرچه روش مذکور باعث افت خواص نرم مغناطیسی نوارهای نازک شده؛ اما خواص حاصل در محدوده نرم مغناطیس بسیار خوب می باشد. ($\text{Hc} \sim 8 \text{Oe}$ ، $\sigma \sim 130 \text{emu/g}$)

کلمات کلیدی: آلیاژ فاینمت، آلیاژ مغناطیسی نرم، ریسنجی مذاب، پرس گرم.

Effect of Hot Pressing on the Microstructure and Magnetic Properties of the Nanocrystalline Finemet alloy

Hamid Reza Sadlaleh¹, Abolghasem Nour Mohammadi^{2*}

¹Department of Materials, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najaf Abad, Iran

²University of Isfahan, Faculty of Advanced Science and Technologies, Department of Nanotechnology, Isfahan, Iran

Abstract In the current study, nanocrystalline Finemet soft magnetic cores were processed and their thickness was improved by the hot pressing technique. Besides, the effect of hot pressing on the microstructure and soft magnetic properties of the amorphous precursor was compared with the conventional annealing method. First, amorphous Finemet ribbons were produced through the melt-spinning method. Thermal behavior of the amorphous Finemet ribbons and crystallization of the anocrystalline phase was studied by Differential Scanning Calorimetry. Thus, the proper crystallization temperature of the amorphous phase was specified about 550°C . To crystallize the nanocrystalline phase from the amorphous matrix, the produced ribbons were either annealed conventionally at 550°C for 30 min or hot pressed at the same temperature for 60 min, under a controlled H_2/Ar atmosphere, a 30% H_2 , 70% Ar mixture. The formed phases were specified by X-ray diffraction, and microstructure of the formed alloy was evaluated by scanning electron microscopy. It was shown that, both methods result in the formation of $\alpha\text{-FeSi}$ nanocrystals embedded in an amorphous matrix. The average size of the formed $\alpha\text{-FeSi}$ nanocrystals was calculated by using the MAUD software, came out to be 17 and 12 nm, for annealed and hot pressed samples, respectively. Hence, hot pressing results in crystal size reduction, compared with the conventional annealing method. Moreover, this processing method can decrease the soft magnetic properties of the amorphous precursor. However, the produced cores exhibit good soft magnetic properties ($\text{Hc} \sim 8 \text{Oe}$, $\sigma \sim 130 \text{emu/g}$).

Keywords: Finemet alloy, Soft magnetic alloy, Melt spin, Hot press.

۱- مقدمه

از زمانی که آلیاژ فاینمت با ساختار نانوبلورین در زمینه آمورف توسط یوشیزاوا^۱ ابداع شد، مواد نانوکریستالی پایه آهن با خواص مغناطیسی نرم مورد توجه بسیار قرار گرفت [۲۱].

آلیاژ FeSiB با مقادیر کمی از عناصر Cu و Nb با نام تجاری فاینمت^۲ شناخته می‌شود. آلیاژ فاینمت با فرمول شیمیایی $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ از جمله مواد مغناطیسی نرم با پایه آهن است. خواص مغناطیسی نرم این آلیاژها ترکیبی از تلفات کم، نفوذپذیری بالا ($\mu \approx 10^5$)، میدان وادارنه کوچک ($H_c = 1 \text{ A/m}$) و القا مغناطیسی ($B_s = 1/3 \text{ T}$) می‌باشد [۳].

مطالعات یوشیزاوا و همکارانش نشان داد هنگامی که فرآیند تبلور در این آلیاژها رخ می‌دهد، اندازه متوسط دانه‌ها به ابعاد نانومتری کاهش یافته و خواص مغناطیسی نرم خوبی حاصل می‌شود. کوچک شدن اندازه متوسط دانه‌ها در مواد نانو کریستالی در محدوده نانومتری باعث کاهش اثر دیواره حوزه‌های مغناطیسی و چرخش آسان حوزه‌های مغناطیسی می‌گردد که نتیجه آن کاهش میدان وادارنده و بهبود خواص مغناطیسی در آلیاژ است [۴].

در ابتدا آلیاژ فاینمت با روش انجماد سریع به شکل نوارهای نازک و صفحه تولید می‌گردید که نمی‌توانست پاسخگوی تقاضای کاربردهای صنعتی با اشکال پیچیده باشد، ولی بهبود ترکیب و وجود فرآیندهای ساده و کم هزینه امکان سنتز آلیاژهای پایه آهن بالک را با اشکال پیچیده و خواص مغناطیسی نرم بهتر فراهم می‌کند [۱].

فرآیند پرس گرم تاثیر فراوانی روی ریز ساختار و خواص مغناطیسی نرم نوارهای آمورف دارد. در فرآیند پرس گرم فشار و دما به طور هم‌زمان اعمال می‌گردد که: افزایش فشار سبب کاهش تخلخل و شکاف هوایی بین ذرات پودر و یا نوارهای مغناطیسی می‌شود. همچنین اعمال فشار منجر به کاهش اندازه متوسط بلورک‌های $\alpha\text{-FeSi}$ می‌شود [۲۱].

گزارش‌ها نشان می‌دهد که ریزساختار و به‌ویژه اندازه متوسط بلورک‌های این آلیاژ از سیستم مرسوم Fe-Si-B با

الحاق مس و نیوبیوم نشأت گرفته که مس به‌عنوان عامل جوانه‌زا عمل می‌کند و نیوبیوم از رشد فاز FeSi جلوگیری می‌کند [۵] و [۶].

کاهش شدید پارامترهای اتلاف مغناطیسی از جمله ضریب مغناطوتنگش (در حد صفر) و میدان وادارنده بسیار کوچک و جریان گردابی ناچیز (ناشی از مقاومت الکتریکی بالا) سبب شد در سال‌های اخیر تلاش فراوانی برای بهبود خواص مغناطیسی آلیاژ صورت بگیرد. همچنین اتلاف بسیار کم انرژی سبب می‌شود سنسورهای مغناطیسی تولید شده از این آلیاژها به حساسیت بالایی دست یابند. سنسورهای مغناطیسی از ابزارهای مهم کشف در ماهواره‌ها و فضاپیماها برای ردیابی تغییرات محیطی میدان مغناطیسی زمین و سیارات بوده و در سیستم‌های پرنده نظیر هواپیماهای بدون سرنشین می‌تواند مورد استفاده قرار بگیرند [۷ و ۸]. موارد ذکر شده اهمیت ترکیب آلیاژ فاینمت را برای کشور ما نشان می‌دهد.

به منظور بهینه کردن رفتار آلیاژ فاینمت، می‌بایست تأثیر تکنیک‌های گوناگون فرآوری مورد مطالعه قرار گیرد تا بتوان خواص مغناطیسی این آلیاژها را برای کاربردهای خاص، سازمان دهی کرد. در این راستا دو معضل مهم فناورانه وجود دارد. معضل اول آمورف سازی آلیاژ بوده که استفاده از روش‌های انجماد سریع نظیر ریسندگی مذاب را لازم دارد. یک مسئله بسیار مهم دیگر ساخت هسته‌های مغناطیسی شامل شکل‌دهی و افزایش ضخامت آن می‌باشد، که این مهم با استفاده از فرآیند ریسندگی مذاب بسیار دشوار است. با توجه به این مسئله مهم هدف پژوهش حاضر بررسی اثر فرآیند پرس گرم به منظور شکل‌دهی و تولید هسته‌های مغناطیسی بالک و چگال با ساختار نانوکریستالی جهت استفاده در حسگرهای مغناطیسی بوده و در نظر دارد اثر پرس گرم و عملیات حرارتی آنیل بر ریزساختار و خواص مغناطیسی نوارهای نازک را باهم مقایسه و مورد مطالعه قرار دهد.

¹ . Yoshizawa

² . Finemet

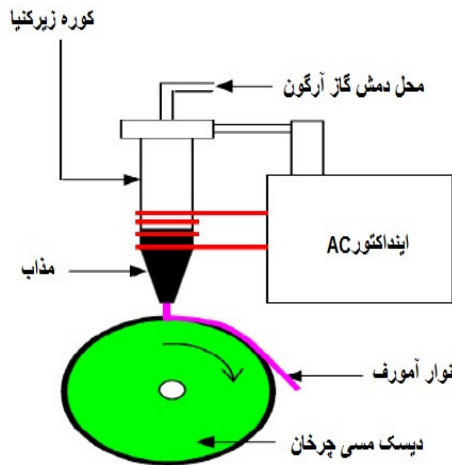
۲- روش تحقیق

برای تولید آلیاژ فاینمت از پنج عنصر با مشخصات

جدول (۱) استفاده شد.

جدول ۱. مشخصات عناصر نمونه.

عنصر	درصد خلوص	درصد مولی	اندازه متوسط ذرات (μm)	شرکت سازنده
Fe	>۹۹/۶	۷۳/۵	۴۵	مرک ^۱
Si	>۹۹/۹۵	۱۳/۵	۲	آلدریج ^۲
Nb	>۹۹/۸	۳	۴۴	مرک
Cu	>۹۹/۹	۱	۴۵	مرک
B	>۹۹/۹	۹	۲	مرک



شکل ۱. شمایی از دستگاه ذوب ریسی برای تولید نوارهای فلزی آمورف.

جهت بررسی مورفولوژی، از میکروسکوپ

الکترون - روبشی (SEM) مدل LEO-VP435 با ولتاژ ۱۸KV استفاده شد. خواص مغناطیسی نمونه‌ها با دستگاه مغناطش‌سنج گرادیان نیروی متناوب (AGFM) مدل PAR,EG&Gu500 در دمای محیط و با حداکثر میدان اعمالی حدود ۶۰۰۰ اورستد مورد ارزیابی قرار گرفت. برای تشخیص دمای مناسب عملیات حرارتی نمونه‌ها از دستگاه آنالیز گرماسنج روبشی تفاضلی DSC^۵ ساخت کشور ژاپن مدل Shimadu- DSC60 مورد استفاده قرار گرفت. حرارت‌دهی نمونه در داخل دستگاه تحت اتمسفر کنترلی آرگون در محدوده ۸۰۰-۱۵ C و با سرعت ۲۰ K/min انجام شد.

به منظور تشکیل دانه‌های نانوکریستالی احاطه شده در زمینه آمورف در آلیاژ فاینمت، از یک دستگاه پرس ایزواستاتیک گرم ۱۰۰ تنی استفاده گردید. عملیات حرارتی نمونه درون محفظه‌هایی از جنس فولاد گرم‌کار^۶ (کلاس H12، استاندارد AISI) و با اعمال فشار ۱۰۰ MPa در دمای ۵۵۰ C تحت اتمسفر H_۲ ۳۰٪ و Ar ۷۰٪ انجام شد. شکل (۲) سیکل عملیات آنیل با استفاده از فرآیند پرس گرم را نشان می‌دهد. در سیکل اول اعمال فشار و افزایش دما هم زمان شروع شده تا نمونه به دمای ۵۵۰ C برسد سپس در دمای ثابت فشار ۱۰۰ Mpa به مدت ۳۰ دقیقه بر نمونه اعمال و بعد از پایان سیکل دوم اعمال فشار متوقف و نمونه در داخل کوره پرس گرم سرد می‌گردد.

به منظور سنتز نوارهای مغناطیسی آمورف از دستگاه

ریسندگی مذاب^۳ با طراحی چند منظوره (ذوب و آلیاژسازی به روش القایی و تولید نوارهای نازک انجماد سریع‌یافته) استفاده شد. در این روش آلیاژسازی به روش القایی و تحت اتمسفر کنترلی آرگون انجام گردید. مذاب بر روی سطح خارجی یک دیسک مسی در حال چرخش (با سرعت m/s ۲۵) ریخته شده و نوارهای آمورف با ابعاد مشخص سرد می‌شود. از آنجا که این چرخ با سرعت زیادی در حال چرخش است در نتیجه فلز مذاب با سرعتی حدود ۱۰^(۶-۸) K/s سریعاً به صورت آمورف منجمد می‌شود [۹ و ۱۰].

شکل (۱) شمایی از دستگاه ذوب ریسی را نشان می‌دهد.

ساختار فازی آلیاژ به وسیله آنالیز پراش سنجی پرتو

ایکس (XRD) با دستگاه بروکر^۴ آلمان مدل ADVANCED8 مشخص گردید. همچنین کلیه پیک‌های حاصل از آنالیز پراش سنجی پرتو ایکس در این تحقیق با فاز $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ براساس شماره کارت ۱۳۹۷-۳۸ و طبق استاندارد JCPDS مورد بررسی قرار گرفت.

1. Merck

2. Aldrich

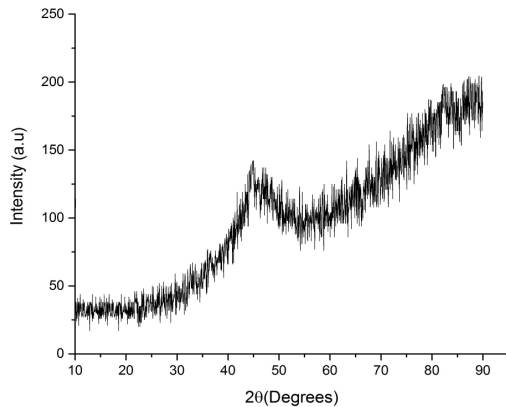
3. Melt spinning

4. Bruker

5. Differential scanning calorimetry

6. Hot Work Tool Steels

فرآیند ریسندگی مذاب است. فرآیند ریسندگی مذاب به علت گرادیان حرارتی بسیار بالا میان مذاب و سطح دیسک مسی، در نتیجه تحت تبرید زیاد باعث به وجود آمدن نوارهای نازک با ساختار آمورف می‌گردد [۸ و ۹].

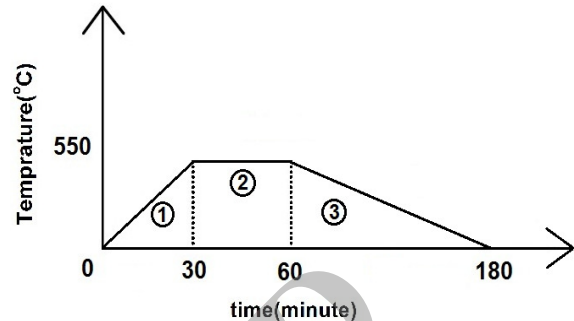


شکل ۳. الگوی پراش سنجی پرتو ایکس نوارهای آمورف ریخته‌ریسی شده.

شکل (۴) نتایج حاصل از آنالیز EDX نوارهای نازک و عناصر مورد استفاده در آلیاژ فاینمت را نشان می‌دهد. به منظور کنترل نتایج حاصل، آزمون EDX از سه نقطه متفاوت در سطح نوارها انجام شد و میانگین درصد عناصر این سه نقطه در پایین تصویر مشاهده می‌شود.

براساس شکل (۴) با توجه به خلوص بالای مواد مورد استفاده و انجام عملیات تحت کنترل با گاز محافظ، تشخیص عنصر بور با خطای بالایی همراه بوده و علت آن کوچک بودن اندازه اتمی عنصر بور می‌باشد که با خطای بالای ۵۰٪ در آنالیز مشخص شده است. به دلیل داشتن خطا نمی‌توان مقدار دقیق عناصر را از این روش اعلام نمود. اما وجود عناصر اصلی آلیاژ فاینمت در نوارهای نازک قابل استناد است.

علت انتخاب زمان ۳۰ دقیقه در ابتدا و ۱۲۰ دقیقه در انتهای عملیات حرارتی، براساس مطالعات قبلی و انجام شده برای تعیین زمان عملیات حرارتی بهینه می‌باشد [۸ و ۹].



شکل ۲. سیکل عملیات آنیل با استفاده از فرآیند پرس گرم.

عملیات حرارتی آنیل مرسوم نمونه‌ها، مانند فرآیند پرس گرم تحت مخلوطی از گازهای محافظ H_2 و Ar با درصد اختلاط و زمان و دمای مشابه به وسیله یک کوره لوله‌ای مدل Exciton ساخت کشور ایران انجام شد.

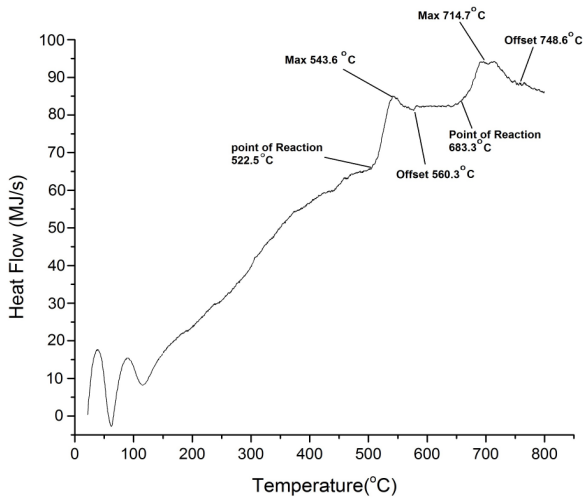
در پژوهش حاضر برای اندازه‌گیری دانه‌های فرعی (اندازه متوسط بلورک) و مقدار کرنش اعمالی، الگوهای پراش حاصل از آزمون XRD، توسط نرم‌افزار MAUD^۱ بر نمودار محاسبه شده توسط نرم‌افزار منطبق گردید به گونه‌ای که همواره فاکتور GOF^۲ کمتر از دو به دست آمد. این فاکتور میزان انطباق الگوی پراش آزمایشگاهی را با نمودار محاسباتی نشان می‌دهد.

۳- نتایج و بحث

شکل (۳) الگوی تفرق اشعه ایکس نوارهای نازک حاصل از مذاب آلیاژ فاینمت را بعد از فرآیند ریسندگی مذاب نشان می‌دهد. در الگوی پراش مربوطه یک پیک در زاویه $2\theta = 45^\circ$ نیز مشاهده می‌شود. ظهور این پیک پهن در الگوی پراش پرتو ایکس (که مربوط به فاز Fe(Si) است) تشکیل ساختار آمورف در آلیاژ را نشان می‌دهد که این حالت به دلیل نرخ سرد شدن سریع نوارهای نازک به وجود می‌آید. انجماد سریع با نرخ تبرید زیاد نتیجه ذاتی

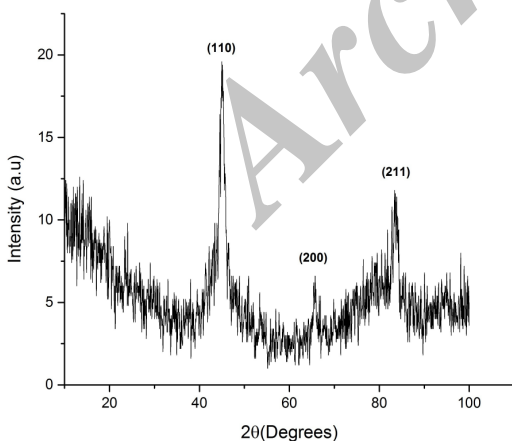
^۱ Materials Analysis Using Diffraction

^۲ Good of Fit

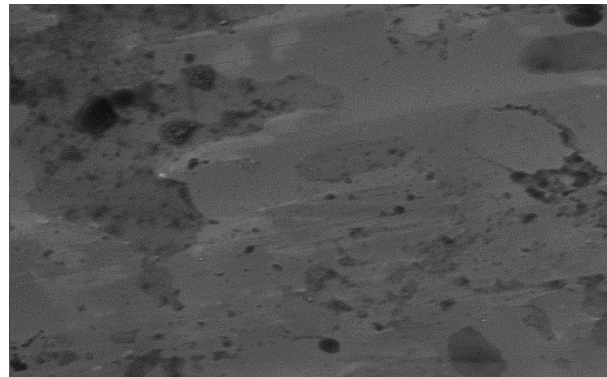


شکل ۵. منحنی SDC نوارهای نازک آلیاژ آمورف فاینمت.

شکل (۶) الگوی پراش پرتو ایکس نوارهای مغناطیسی را بعد از فرآیند پرس گرم نشان می‌دهد. همان طور که می‌دانید عملیات حرارتی باعث افزایش ارتفاع پیک‌ها و کاهش پهنای پیک اصلی شده که دلیل آن کریستاله شدن فاز آمورف و بزرگتر شدن بلورک‌ها می‌باشد. در فرآیند پرس گرم اعمال فشار سبب کوچکتر شدن اندازه متوسط بلورک‌ها در مقایسه با عملیات حرارتی آنیل مرسوم می‌شود که در الگوی پراش این مورد با پهن‌تر شدن و کاهش شدت پیک‌ها مشخص شده است [۲۱].



شکل ۶. الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه آنیل شده به وسیله پرس گرم.



ELT	B	Si	Fe	Nb	Cu	
%W	16	6	74	3	1	100

SEM MAG: 3.00 kx WD: 16.42 mm
SEM HV: 15.00 kV Det: SE Detector
Date(m/d/y): 09/03/12 Vac: HiVac

VEGA\\ TESCAN
RAZI

شکل ۴. تصویر SEM سطح و میانگین نتایج حاصل از آنالیز EDX نوارهای آمورف.

DSC یک تکنیک تحلیل دمایی است که در آن تفاوت در میزان حرارت مورد نیاز برای افزایش دمای نمونه و مرجع، به عنوان یک تابع دما، اندازه گیری می‌شود. برای تشخیص دمای مناسب عملیات حرارتی نمونه‌ها از تکنیک DSC استفاده گردید. نمونه آمورف این آلیاژ دو پیک حرارتی را نشان می‌دهد که از مقایسه آن‌ها با مراجع معتبر [۴] مشخص شد پیک اول مربوط به تشکیل بلورهای فاز α -Fe(Si) و پیک بعدی مربوط به تبلور فازهای بوراید است. آنیل در دماهای بالاتر از 550°C باعث رسوب ترکیبات بور Fe_2B و Fe_3B با اندازه متوسط بلورک حدود 50 تا 100 نانومتر شده و در ادامه باعث رشد دانه می‌گردد که نتیجه آن کاهش شدید خواص مغناطیسی نرم می‌باشد [۴]. این نتایج در شکل (۵) کاملاً مشخص است و به خوبی با نتایج قبلی مربوط به رفتار حرارتی آلیاژ آمورف فاینمت هم‌خوانی دارد.

بنابراین اندازه متوسط بلورک‌های ارائه شده می‌تواند مطابقت خوبی با اندازه واقعی بلورک‌ها در آلیاژ فاینمت داشته باشد. اندازه متوسط دانه‌های فرعی و کرنش شبکه برای نوارهای نازک ریخته ریزی شده با استفاده از نرم افزار MAUD در جدول (۲) بدست آمده است.

جدول ۲. بررسی اندازه متوسط بلورک آلیاژ فاینمت بعد از عملیات حرارتی.

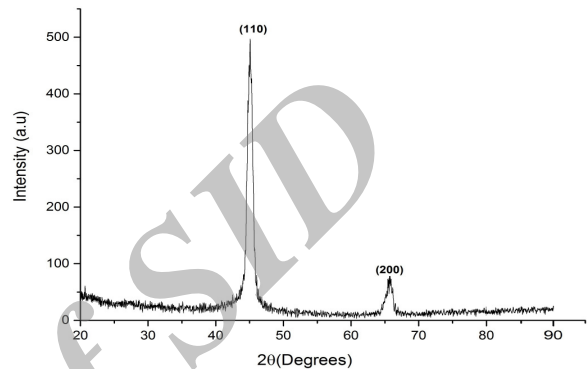
روشن آئیل	اندازه بلورک (nm)	کرنش شبکه ($\times 10^{-3}$)
آئیل مرسوم	۱۷	۳/۳
پرس گرم	۱۲	۱۶/۸

با توجه به جدول (۲) در هر دو نمونه متوسط اندازه بلورک‌ها در مقیاس نانو می‌باشد و نمونه تحت پرس گرم نسبت به نمونه آئیل مرسوم دارای کرنش شبکه بیشتر است. بهترین خواص مغناطیسی نرم مربوط به آلیاژ فاینمت در متوسط اندازه دانه حدود ۱۰ تا ۲۰ نانومتر به دست می‌آید که علت اصلی آن سد کمتر در مرز دانه‌ها در ابعاد نانو و چرخش آسان حوزه‌های مغناطیسی می‌باشد. با توجه به این که میدان وادارنده به طور معکوس با متوسط اندازه دانه در آلیاژها با خواص مغناطیسی نرم ارتباط دارد، می‌توان نتیجه گرفت که کاهش اندازه دانه باعث کاهش میدان وادارنده و بهبود خواص مغناطیسی نرم می‌گردد [۴]. با توجه به اهمیت این موضوع در تولید و ستنز آلیاژها با خواص مغناطیسی نرم لازم است که متوسط اندازه بلورک‌ها در هر روش تولید بررسی شده و تاثیر آن در خواص مغناطیسی نمونه‌ها مشخص گردد.

شکل (۸) ساختار نمونه در اثر پرس گرم را نشان می‌دهد که احتمالاً، فازهای مشاهده شده به رنگ روشن در زمینه تصویر شامل نانودانه‌های α -FeSi است که درون فاز آمورف بین‌دانه‌ای FeSiB احاطه شده است.

پس از آسیاب‌کاری و فشردگی نوارهای نازک به وسیله فرآیند پرس گرم، مواد تحت تنش قرار گرفته و به شدت تغییر شکل پلاستیکی می‌دهند. عیوب شبکه، نابه‌جایی‌ها و نقص در چیده شدن اتم‌ها باعث تغییر میدان‌های داخلی تنش در مواد می‌شود که نتیجه آن تغییر تعادل انرژی در کل ساختار دانه

الگوی پراش پرتو ایکس حاصل از عملیات حرارتی آئیل مرسوم در شکل (۷) آمده است. مساحت زیر هر قله مستقیماً به درصد فاز استحاله یافته بستگی دارد. از مقایسه دو الگوی پراش مربوط به فرآیند پرس گرم و عملیات حرارتی آئیل مرسوم می‌توان نتیجه گرفت که اندازه متوسط بلورک‌ها بعد از اعمال فشار در فرآیند پرس گرم کوچکتر از عملیات حرارتی آئیل مرسوم می‌باشد.



شکل ۷. الگوی پراش اشعه ایکس نوارهای مغناطیسی ریخته‌ریزی شده بعد از عملیات حرارتی آئیل مرسوم.

محاسبه اندازه متوسط دانه با استفاده از نرم افزار MAUD

اندازه‌گیری سایز دانه و کرنش شبکه نمونه‌های سنتز شده به دلایل گوناگون مورد توجه قرار دارد؛ زیرا ترکیب فازی، رفتار استحاله‌ای و ... نمونه‌ها به شدت به اندازه متوسط دانه و کرنش ذرات وابسته است. در نمونه‌های تهیه شده به صورت لایه نازک و ... به دلیل وجود تنش و در نتیجه کرنش تغییر محسوسی در پهنای خطوط پراش اشعه ایکس ایجاد می‌شود. وجود تنش موجب تغییر فاصله صفحات بلورین، جابه‌جایی محل پیک‌ها و پهن‌تر دیده شدن پیک‌ها بیش از حد معمول خواهد شد. برای آنالیز الگوی پراش پرتو ایکس می‌توان از روش‌های ویلیامسون-هال^۱ و شرر^۲ استفاده کرد ولی به دلیل وجود محدودیت‌هایی همچون نادیده گرفتن اثر ناهمسانگردی کرنش دقت لازم جهت اندازه‌گیری را ندارند. به همین منظور در پژوهش حاضر از روش ریت-ویلد^۳ که به مراتب دقیق‌تر از روش‌های دیگر است استفاده شد [۱۱ و ۱۲].

¹. Williamson- Hall

². Scherrer

³. Riet- veld

جدول ۳. خواص مغناطیسی نرم نوارهای مغناطیسی در شرایط متفاوت.

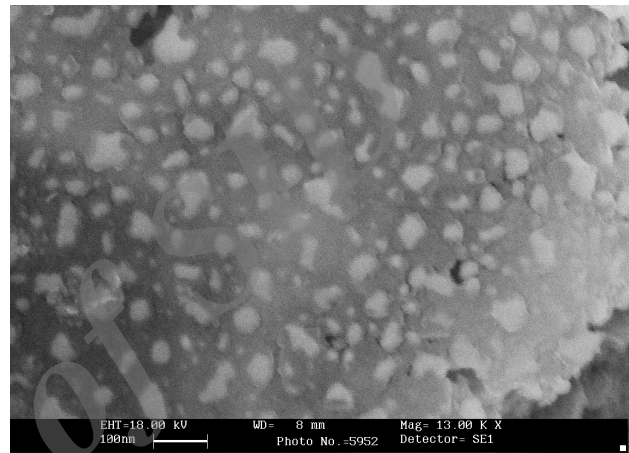
شرایط نمونه	میدان وادارنده (Oe)	مغناطش اشباع (emu/g)
نوار آمورف	۱	۱۵۱
آنیل مرسوم	۰/۷	۲۱۱
پرس گرم	۸	۱۲۹

همان‌طور که در جدول (۳) مشاهده می‌شود خواص مغناطیسی نوارهای آمورف بعد از فرآیند پرس گرم به شدت کاهش یافته است. با توجه به شکل (۹) و نتایج حاصل از نرم افزار MAUD دلایل کاهش خواص مغناطیسی نمونه بعد از فرآیند پرس گرم ناشی از افزایش تنش داخلی و تشکیل ترک‌های ریز در ساختار به دلیل اعمال فشار در زمان عملیات حرارتی می‌باشد، در صورتی که عملیات حرارتی آنیل مرسوم باعث بهبود خواص مغناطیسی نرم (کاهش میدان وادارنده و افزایش مغناطش اشباع) در مقایسه با آنیل توسط فرآیند پرس گرم می‌شود.

۴- نتیجه گیری

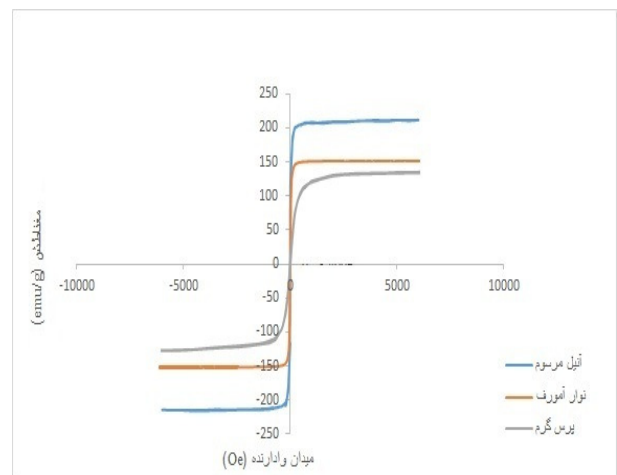
- ۱- استفاده از فرآیند پرس گرم برای تولید هسته‌های مغناطیسی کاملاً بالک و چگال با ترکیب آلیاژ فاینمت و با اعمال فشار ۱۰۰ MPa در دمای ۵۵۰ °C وجود ندارد.
- ۲- طبق نتایج حاصل از روش ریت- ویلد و نرم افزار MAUD، در آلیاژ فاینمت متوسط اندازه بلورک‌های حاصل از فرآیند پرس گرم (۱۲nm) نسبت به آنیل مرسوم (۱۷nm) کوچکتر است.
- ۳- فرآیند پرس گرم در مقایسه با عملیات حرارتی آنیل مرسوم باعث افزایش میدان وادارنده و کاهش مغناطش اشباع نمونه‌های تهیه شده از آلیاژ فاینمت می‌شود.
- ۴- بررسی تصویر به‌دست آمده از نوارهای آمورف بعد از فرآیند پرس گرم با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) احتمال تشکیل نانوکریستال‌های α -FeSi محصور در زمینه آمورف FeNbB را نشان می‌دهد.

است [۱۴]. گرچه حضور این عیوب در ساختار باعث کاهش شدید خواص مغناطیسی نرم، از جمله کاهش مغناطش اشباع و افزایش میدان وادارنده شده است؛ اما خواص حاصل در محدوده نرم مغناطیس بسیار خوب می‌باشد. همچنین بررسی‌های $(H_c \sim 8 \text{ Oe}, \sigma \sim 130 \text{ emu/g})$ ظاهری از نمونه پرس گرم شده نشان داد تولید هسته‌های مغناطیسی کاملاً بالک و چگال با ترکیب آلیاژ فاینمت و با اعمال فشار ۱۰۰ MPa در دمای ۵۵۰ °C وجود ندارد.



شکل ۸. محصور شدن نانوکریستال‌های α -FeSi در زمینه آمورف FeNbB.

شکل (۹) منحنی مغناطش نوارهای مغناطیسی را در حالت خام و بعد از فرآیند پرس گرم و آنیل مرسوم نشان می‌دهد. خواص مغناطیسی نرم نمونه‌ها نیز باهم مقایسه گردید و نتایج آن حاصل در جدول (۳) مشاهده می‌شود.



شکل ۹. منحنی مغناطش نمونه‌ها در شرایط متفاوت.

مراجع

7. Willard A., Daniil, *Journal of Nanoscale Magnetic Materials and Applications*, 2009, 48, 373-400.
۸. محمدی فشارکی ح، نورمحمدی، یوسفی، اولین همایش مواد پیشرفته در صنایع هوایی و انرژی، پژوهشگاه مواد و انرژی کرج، اردیبهشت ۱۳۹۱.
9. H. Liebermann, *Rapidly solidified alloys (processes, structures, properties, applications)*, New York, 1993.
۱۰. جزایری قره‌باغ ع، فناوری انجماد سریع و کاربرد آن در تولید مواد آمورف و نانویولوری، انتشارات جهاد دانشگاهی واحد صنعتی شریف، ۱۳۹۰.
۱۱. نوحی ز، طرقي نژاد، گلزار، سمپوزیوم نانو ۹۳، دانشگاه آزاد واحد نجف‌آباد، ۱۳۹۳.
12. R.A. Young, *The Rietveld Method*, New York, 1993.
13. Viswanathan V., Laha and Balani and Agarwal and Seal, *Journal of Materials Science and Engineering*, 2007, 54, 121- 285.
1. Jiancheng T., Dangping and Zhongzhi and Baiyun Huang and Wensheng, *Journal of Alloys Compounds*, 2010, 493, 134-136.
2. Mchenry M. E., Willard and David and Laughlin, *Amorphous and nanocrystalline materials for applications as softmagnets*, Pennsylvania, 1999.
3. Yoshizawa Y., Yamauchi, *Journal of Materials Science and Engineering*, 1991, 133, 176-179.
4. G. Herzer, *Nanocrystalline soft magnetic alloys*, Germany, 1997.
5. Gavrilovic A., Minica and Rafailovic and Angerer and Wosik and Maricic and Minic, *Journal of Alloys Compounds*, 2010, 504, 462-467.
6. Akhter J.I., Iqbal and Siddique and Ahmad 1 and Haq and Shaikh and Hu, *Journal of Materials Science and Technol*, 2009, 25, 48-52.

Archive of SID