

## Research Paper

# Manufacturing of Amorphous Phase in the $Al_{80}Fe_{20}$ System through Mechanical Alloying and Investigation on the Thermal Stability of Its

\*Hamid Sazegaran<sup>1</sup>, Jalil Vahdati Khaki<sup>2</sup>, Seyed Iman Vahab Zadeh<sup>3</sup>

1- Assistant Professor, Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering, Quchan University of Technology, Quchan, Iran.

2- Professor, Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

3- Expert of Industrial, Mine, and Trade Department of KhorasanRazavi and MSc Materials Engineering, Mashhad, Iran.

**Citation:** Sazegaran H, Vahdati Khaki J, Vahab Zadeh S.I. Manufacturing of Amorphous Phase in the  $Al_{80}Fe_{20}$  System through Mechanical Alloying and Investigation on the Thermal Stability of Its. Metallurgical Engineering 2018; 21(1): 16-23 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.57729.1121>

**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.57729.1121>

## ABSTRACT

In this present study, the mechanical alloying technique was used to the amorphization of  $Al_{80}Fe_{20}$  system. The particle size, the thermal behavior, and the magnetic properties were investigated on the milled specimens in the different milling times. The performed tests on the milled specimens included the X-ray diffraction (XRD), determine the magnetic properties, and the Differential scanning calorimetry (DSC). The results were shown that the milling time for the amorphization was 70 h, in this system. The peaks of DSC were demonstrated that the mechanical alloying caused to formation of the amorphous phase. It is noteworthy that increasing the milling time after 70 h caused to formation of the crystalline Al and  $Al_3Fe$  phases. In addition, the amorphization of used alloy at 70 h caused to decreasing the residual magnetism to 0.11 T and improving the soft magnetic behavior.

**Keywords:**  $Al_{80}Fe_{20}$  system, Amorphous phase, Mechanical alloying, Milling time, Magnetic properties.

■ ..... ■

\* **Corresponding Author:**

**Hamid Sazegaran, PhD**

**Address:** Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering, Quchan University of Technology, Quchan, Iran.

**Tel:** +98 (9352693344)

**E-mail:** h.sazegaran@qiet.ac.ir

## تولید فاز آمورف در سیستم $Al_{80}Fe_{20}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی و بررسی پایداری حرارتی آن

\*حمید سازگاران<sup>۱</sup>، جلیل وحدتی خاکی<sup>۲</sup>، سید ایمان وهابزاده<sup>۲</sup>

۱- استادیار گروه مهندسی صنایع، دانشکده مهندسی، دانشگاه صنعتی قوچان، قوچان، ایران.

۲- استاد گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران.

۳- کارشناس اداره صنعت، معدن و تجارت استان خراسان رضوی و کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی، مشهد، ایران.

### چکیده

در این پژوهش، از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی به منظور تولید فاز آمورف در سیستم  $Al_{80}Fe_{20}$  استفاده شد. تغییرات اندازه دانه، رفتار حرارتی و پسماند مغناطیسی نمونه‌های تولید شده در زمان‌های مختلف آسیاکاری مورد مطالعه قرار گرفت. آزمون‌های انجام شده بر روی نمونه‌های آسیاکاری شده شامل پراش اشعه ایکس (XRD)، تعیین پسماند مغناطیسی و گرماسنجی پویایی تفاضلی (DSC) می‌باشد. نتایج حاکی از آن است که در این سیستم، مدت زمان لازم برای رسیدن به فاز آمورف ۷۰ ساعت می‌باشد. پیک‌های مربوط به آزمون گرماسنجی پویایی تفاضلی بیانگر تبلور فاز آمورف در حین حرارت‌دهی هستند که تشکیل فاز آمورف در طی فرآیند آلیاژسازی مکانیکی را تایید می‌کند. به علاوه، ادامه آسیاکاری پس از رسیدن به فاز آمورف موجب شکل‌گیری مجدد فازهای بلورین  $Al$  و  $Al_3Fe$  در آلیاژ مورد مطالعه می‌شود. همچنین، آمورف شدن آلیاژ تا ۷۰ ساعت آسیاکاری منجر به کاهش پسماند مغناطیسی تا ۰/۱۱ T و در نتیجه، بهبود رفتار مغناطیسی نرم می‌شود.

واژه‌های کلیدی: سیستم  $Al_{80}Fe_{20}$ ، فاز آمورف، آلیاژسازی مکانیکی، زمان آسیاکاری، پسماند مغناطیسی.

### ۱. مقدمه

آلیاژهای آمورف و نانو-بلورین، مواد جدیدی هستند که همراه با محدوده شکل‌گیری وسیع دارای ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی قابل توجهی می‌باشند. بدیهی است که این ویژگی‌ها موجب به‌کارگیری آن‌ها در کاربردهای مختلف و پُر اهمیتی شده است [۱ و ۲]. در سال‌های اخیر، فرآیندهای متنوعی به منظور ساخت و تولید آلیاژهای آمورف ابداع شده و این فرآیندها در حال توسعه و گسترش هستند. با این وجود، روش‌های پُر کاربرد به منظور ساخت و تولید آلیاژهای آمورف به طور کلی به دو دسته اصلی تولید بر اساس کونچ سریع از حالت مذاب و تولید از حالت جامد تقسیم‌بندی می‌شوند. روش‌های حالت جامد خود دارای انواع گوناگونی هستند که آلیاژسازی مکانیکی یکی از مهم‌ترین آن‌ها محسوب می‌گردد [۲ و ۴].

آلیاژسازی مکانیکی، فرآیند تولید توسط بال آسیاکاری<sup>۱</sup> با انرژی بالا است. این فرآیند شامل جوش سرد مکرر ذرات، شکست و جوش خوردن مجدد آن‌ها به صورت مکانیکی و

درون محفظه آسیاکاری می‌باشد [۱ و ۲]. علاوه بر این، فرآیند آلیاژسازی مکانیکی قابلیت تولید ترکیبات بین فلزی [۵] و فازهای نیمه پایدار همانند فازهای آمورف و شیشه‌ای را دارد [۶]. قابل ذکر است که آلیاژسازی مکانیکی می‌تواند محدودیت‌های مرتبط با اثر نفوذ در واکنش‌های حالت جامد به ویژه در دماهای پایین را برطرف سازد. در نتیجه، در اثر ریز شدن ذرات و دانه‌ها در طی فرآیند آسیاکاری، سطوح واکنشی که همان سطوح تماس میان ذرات مواد اولیه هستند، افزایش خواهد یافت. این امر موجب تسریع فرآیند نفوذ عناصر در دمای پایین می‌گردد و در نتیجه، آلیاژسازی صورت خواهد گرفت [۳-۱]. یکی از مهم‌ترین مزایای استفاده از فرآیند آلیاژسازی مکانیکی این است که امکان آلیاژسازی و آمورف‌سازی<sup>۲</sup> عناصر با نقاط ذوب متفاوت و یا عناصری که در حالت جامد غیرقابل انحلال‌اند، وجود دارد [۲ و ۷].

بر این اساس، فرآیند آلیاژسازی مکانیکی می‌تواند به منظور تولید فاز آمورف از آلیاژهای مختلفی به کار رود [۴]. در این میان، آلیاژهای پایه زیرکونیوم به خاطر قابلیت بالای آمورف

#### 1. Ball-Milling Process

#### 2. Amorphization

\* نویسنده مسئول:

دکتر حمید سازگاران

نشانی: قوچان دانشگاه صنعتی قوچان، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی صنایع.

تلفن: (۹۳۵۲۶۹۳۳۴۴) ۹۸+

پست الکترونیکی: h.sazegaran@qiet.ac.ir

### فرآیند آسیاکاری

در این پژوهش، آسیای سیاره‌ای با انرژی بالا با سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه، ظرف استوانه‌ای از جنس فولاد زنگ‌نزن و گلوله‌هایی از جنس فولاد زنگ‌نزن با قطر ۸، ۱۲ و ۱۶ میلی‌متر استفاده شد. در این فرآیند، نسبت وزنی گلوله به پودر ۴۰ انتخاب شد. این نسبت وزنی هم به جهت برآورد شدن انرژی مورد نیاز آسیاکاری و هم به منظور پُر نشدن بیش از نیمی از حجم ظرف آسیاکاری، انتخاب شد. زمان‌های آسیاکاری انتخاب شده شامل ۰، ۳، ۵، ۲۰، ۳۰، ۶۰، ۷۰، ۸۰ و ۱۰۰ ساعت می‌باشد. در هر آزمایش، ۱۰ گرم از مخلوط پودری مورد استفاده قرار گرفت. قابل ذکر است که در طی انجام فرآیند آسیاکاری، پس از ۵ ساعت چرخش نمونه‌ها درون دستگاه، یک ساعت به دستگاه استراحت داده شد، تا علاوه بر جلوگیری از مشکلات سخت‌افزاری در دستگاه، از افزایش بیش از حد دما و جوش‌های سرد شدید ذرات آلومینیوم به سطح گلوله‌ها و بدنه ظرف جلوگیری شود.

علاوه بر این، در فرآیند آسیاکاری از اتانول به عنوان عامل کنترل‌کننده فرآیند استفاده شد. این افزودنی می‌تواند به نوعی از افزایش بی‌رویه دما در محیط ظرف آسیاکاری جلوگیری به عمل آورد. استفاده از این عامل به این سبب است که با وجود قرار گرفتن درون ظرف حامل پودر، طی فرآیند آسیاکاری از مخلوط پودری خارج شده و اثرات مخرب باقی ماندن در مخلوط پودری را از خود نشان نمی‌دهد. باید در نظر داشت که در اثر سایش دیواره‌های ظرف و گلوله‌ها، مقداری اندکی آهن به سیستم افزوده می‌شود (با توزین گلوله‌ها پس از ۵۰ ساعت آسیاکاری مشاهده شد که میزان کاهش وزن برابر ۰/۰۲ درصد است). قابل ذکر است که اتانول افزوده شده تا حدودی از سایش دیواره‌های ظرف و گلوله‌ها نیز می‌کاهد و علاوه بر این، مقدار آهن افزوده شده در اثر سایش در مقایسه با آهن آلیاژی افزوده شده (۲۰ درصد اتمی) بسیار ناچیز است و تاثیر چندانی بر نتایج پژوهش نخواهد داشت.

### آزمون پراش اشعه ایکس

به منظور ارزیابی فازهای به وجود آمده در نمونه‌های آسیاکاری شده از آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) استفاده شد. دستگاه مورد استفاده مجهز به نرم افزار X'PertHighScore است که قابلیت شناسایی فازهای گوناگون را دارد. باید در نظر داشت که در آزمون‌های پراش اشعه ایکس، نمونه‌ها با سرعت ۰/۰۲ مورد مطالعه قرار گرفتند. اشعه ایکس مورد استفاده ناشی از کای آلفای مس با طول موج  $1/5406 \text{ \AA}$  آنگستروم است. قابل ذکر است که آزمون‌ها در محدوده زاویه دو تتای ۱۵ تا ۷۵ درجه انجام شد.

### ارزیابی رفتار مغناطیسی

به منظور تعیین رفتار مغناطیسی از دستگاه تسلاسنج به

شدن مشهور هستند [۸]. علاوه بر این، انجام مطالعه و بررسی بر روی آلیاژ  $Al-Fe-Zr$  دارای قدمت زیادی است [۹-۱۲]. قابل ذکر است که در مطالعات انجام شده بر روی آلیاژ  $Al_{89}Fe_{10}Zr_1$  تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی، یک محلول جامد فوق اشباع نانوبلور از آلومینیوم با اندازه‌ذرات در حدود ۱۵ nm تولید شده است. باید در نظر داشت که خواص ابررسانایی این آلیاژ حائز اهمیت است. اما، دمای انتقال در حالت ابررسانایی آن‌ها پایین می‌باشد [۱۳].

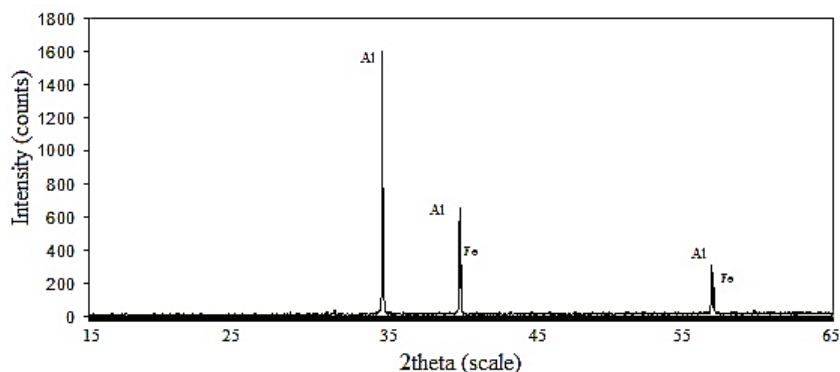
علاوه بر این، فرآیند آلیاژسازی مکانیکی روشی مناسب برای تولید فاز آمورف از آلیاژهای گوناگون می‌باشد. آسیاکاری آلیاژهای  $Zr-Ni-Ti-Cu$  و  $Zr-Cu-Al$  منجر به تشکیل ساختار آمورف پس از حدود ۸۰ ساعت آسیاکاری شده است [۱۴]. اخیراً مطالعات و پژوهش‌های گسترده‌ای در مورد آلیاژ  $Al_{50}Fe_{50}$  صورت گرفته است [۱۵-۱۸]. قابل ذکر است که در این آلیاژ، ترکیبات بین‌فلزی در طی فرآیند آسیاکاری و یا پس از انجام فرآیند آنیل تشکیل می‌شوند. باید در نظر داشت که تشکیل فاز آمورف در محدوده ۵۰ تا ۸۵ درصد وزنی آلومینیوم برای سیستم  $Al-Fe$  نیز مورد مطالعه قرار گرفته است [۱۹ و ۲۰].

قابل ذکر است که آلیاژهای آهن و آلومینیوم دارای ویژگی‌های جالب توجهی می‌باشند. با توجه به گرمای اختلاط بزرگ و منفی دو عنصر آلومینیوم و آهن در یکدیگر [۲۱ و ۲۲]، امکان تشکیل فاز آمورف برای این مخلوط با سرعت زیادی در طی فرآیند آلیاژسازی مکانیکی امکان‌پذیر خواهد بود. باید مدنظر داشت که آمورف این سیستم ویژگی‌های قابل توجهی را نشان می‌دهد و ترکیبات بین فلزی حاصل از سیستم  $Al-Fe$  نیز دارای ویژگی‌های مکانیکی خوبی به همراه مقاومت به اکسیداسیون مناسب در دماهای بالا هستند [۲۳]. در این پژوهش، سیستم  $Al-Fe$  به منظور تولید فاز آمورف به روش آلیاژسازی مکانیکی انتخاب شد. بر اساس اطلاعات ترمودینامیکی [۲۴]، درصد عناصر آلیاژی به گونه‌ای انتخاب شد که مقدار آهن برای تشکیل فاز آمورف در کمترین مقدار ممکن باشد و این مسئله به عنوان نوآوری این پژوهش محسوب می‌گردد. آلیاژ مورد مطالعه دارای ۲۰ درصد اتمی آهن و ۸۰ درصد اتمی آلومینیوم است و اثر آسیاکاری در زمان‌های مختلف به منظور تولید فاز آمورف در پژوهش حاضر مورد ارزیابی قرار گرفت.

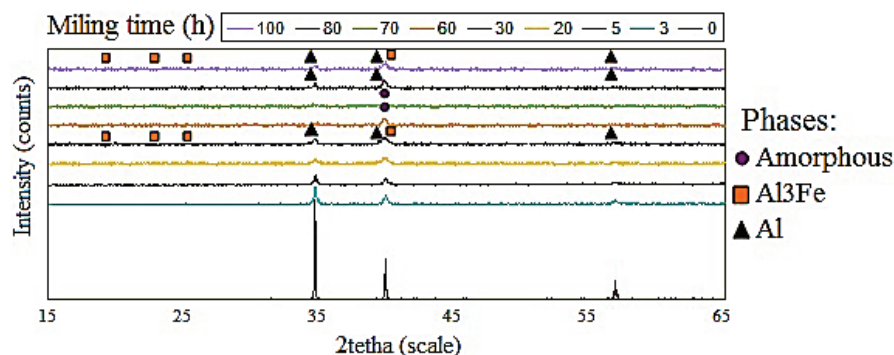
## ۲. مواد و روش تحقیق

### مواد مورد استفاده

در مخلوط پودر اولیه مورد استفاده برای فرآیند آسیاکاری از پودر آلومینیوم (۸۰ درصد اتمی) و آهن (۲۰ درصد اتمی) استفاده شد. هر دو پودر دارای خلوص ۹۹/۹ درصد بوده و از شرکت مرک آلمان تهیه شدند. اندازه ذرات پودرهای آلومینیوم و آهن مورد استفاده کوچک‌تر از ۱۰۰ میکرون می‌باشد.



شکل ۱. نتایج آزمون پراش اشعه ایکس در مورد آلیاژ مورد مطالعه قبل از انجام آسیاکاری.



شکل ۲. نمودارهای پراش اشعه ایکس آلیاژ مورد مطالعه در زمان‌های مختلف آسیاکاری.

به منظور شناسایی ترکیبات و فازهای تشکیل شده در طی فرآیند آسیاکاری و همچنین تشخیص مدت زمان لازم برای آسیاکاری به منظور رسیدن به بیشترین درصد فاز آمورف از آزمون‌های پراش اشعه ایکس استفاده شد. الگوی پراش مربوط به سیستم مورد مطالعه برای نمونه بدون انجام آسیاکاری در شکل ۱ آورده شده است. در این الگو، پیک‌های مربوط به دو عنصر آلومینیوم و آهن نشان داده شده است که مواد اولیه مورد استفاده در مخلوط پودری می‌باشند.

نتایج حاصل از آزمون پراش اشعه ایکس در مورد نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف در شکل ۲ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، تغییر در زمان آسیاکاری موجب تغییر در نمودارهای پراش اشعه ایکس می‌گردد. با افزایش زمان آسیاکاری، پیک‌های موجود در نمودارها عریض‌تر و کوتاه‌تر می‌شوند و تا رسیدن به فاز آمورف اندکی به سمت چپ انتقال پیدا می‌کنند. قابل ذکر است که این تغییرات تا زمان ۷۰ ساعت که به نظر می‌رسد زمان لازم برای رسیدن به فاز آمورف در این سیستم است، ادامه می‌یابد و پس از آن، تغییرات در جهت عکس رخ می‌دهد. در نمودار پراش اشعه ایکس مربوط به زمان ۷۰ ساعت، یک پیک با ارتفاع بسیار کوچک مشاهده می‌شود. بر اساس مطالعات مرجع [۲۵] می‌توان گفت که فاز آمورف ایجاد شده

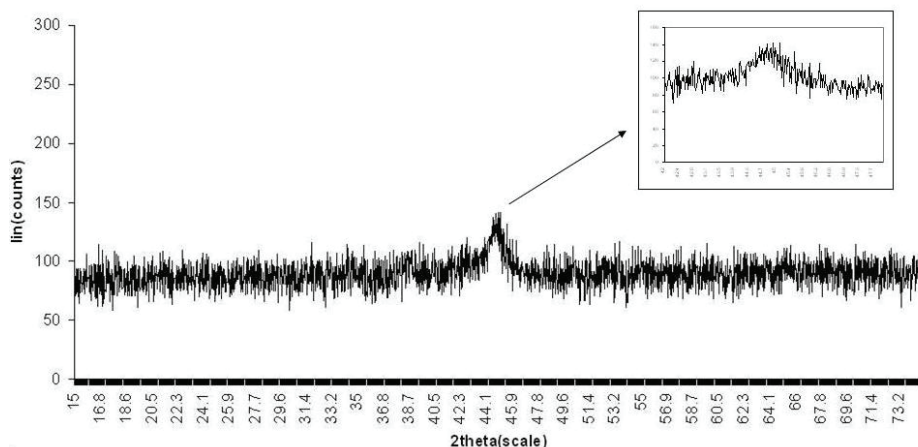
همراه یک آهن‌روبا (مگنت) استفاده شد. مینی‌تسلانسج مورد استفاده ساخت شرکت کنتک ژاپن با مدل TM601 و مگنت مورد استفاده نیز ساخت شرکت کنتک با مدل KMV-125C است. قابل ذکر است که دستگاه مگنت مورد استفاده قابلیت ایجاد میدان مغناطیسی با شدت ۱۰/۵۰ تا ۱۰/۷۰ تسلا را در نمونه‌های مورد آزمایش دارد.

### آنالیز حرارتی

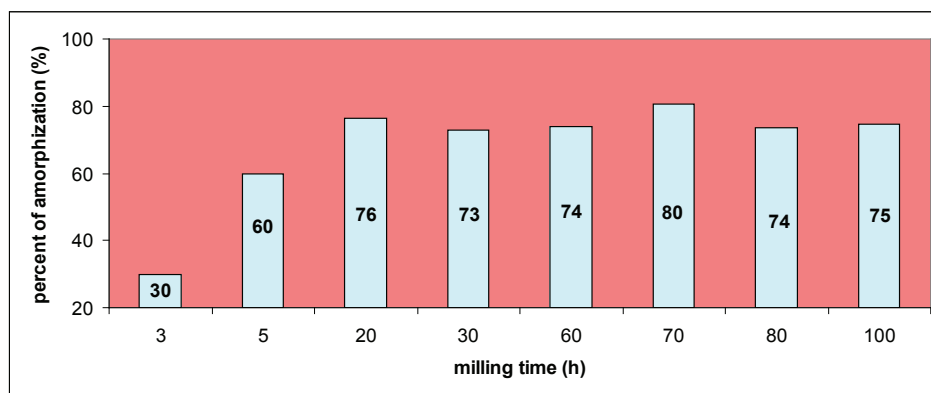
آزمون‌های آنالیز حرارتی به روش گرماسنجی پویایی تفاضلی توسط دستگاه DSC60-Ch1 صورت گرفت و نوع دتکتور دستگاه مورد استفاده DSC60 می‌باشد. ماده محفظه یا سلول مورد استفاده از جنس آلومینیوم است و آزمون حرارتی انجام شده تحت اتمسفر هوا صورت گرفت. قابل ذکر است که نرخ گرمایش ۱۰°C/min و محدوده دمایی بین ۰ تا ۶۰۰ درجه سانتیگراد انتخاب شد. باید در نظر داشت که وزن نمونه‌ها در حدود ۵ میلی‌گرم است و با انجام آزمون‌ها، تغییرات حاصل از اعمال جریان گرمایی مورد ارزیابی قرار گرفت.

### ۳. نتایج و بحث

پس از انجام فرآیند آسیاکاری بر روی مخلوط‌های پودری،



شکل ۳. نمودار پراش اشعه ایکس آلیاژ مورد مطالعه پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری.



شکل ۴. درصد آمورف شدن در زمان‌های مختلف آسیاکاری بر اساس روش استریکلر-اهلبرگ.

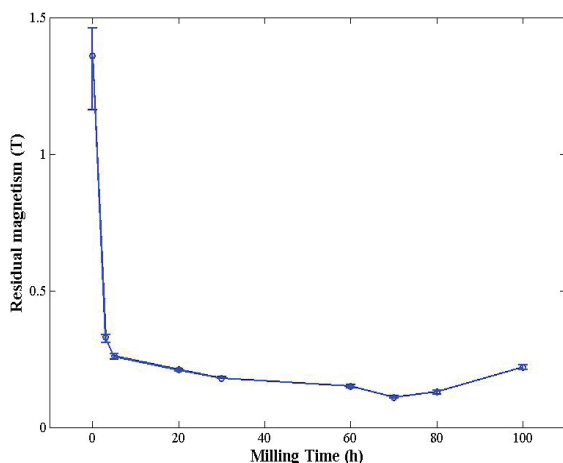
بسیار کمی که این الگو با الگوی هالو دارد به حضور مقدار بسیار کمی از یک فاز بلورین در محصول تولیدی ارتباط دارد [۲۳]. با توجه به این شکل، می‌توان این گونه نتیجه گرفت که بر اساس انجام آلیاژسازی مکانیکی در این سیستم و با توجه به انرژی مورد استفاده در طی این فرآیند، پس از انجام ۷۰ ساعت آسیاکاری، بیشترین مقدار فاز آمورف درون آلیاژ تشکیل می‌گردد.

تغییرات در نظم ساختاری می‌تواند توسط روش استریکلر-اهلبرگ که مبتنی بر نتایج آزمون پراش اشعه ایکس است، ارزیابی شود [۲۶]. این روش بیان می‌کند که رسیدن به اندازه دانه‌های پایین امکان تولید مقدار زیادی از فاز آمورف را برای سیستم مورد مطالعه فراهم می‌سازد. مطابق با روش مذکور، درصد آمورف شدن بر اساس نتایج آزمون پراش اشعه ایکس تعیین شد و در شکل ۴، نتایج به دست آمده ارائه شده است. این شکل نشان می‌دهد که بیشترین درصد آمورف می‌تواند در ۷۰ ساعت آسیاکاری تشکیل شود. بنابراین، روش استریکلر-اهلبرگ صحت نتایج آزمایشگاهی به دست آمده را تایید می‌کند. میزان اندازه دانه و کرنش شبکه مخلوط پودر آسیاکاری

است. بنابراین، زمان لازم برای تشکیل فاز آمورف در آلیاژ آلومینیوم حاوی ۲۰ درصد اتمی آهن برابر ۷۰ ساعت است. با توجه به شکل ۲، افزایش زمان آسیاکاری پس از رسیدن به فاز آمورف (۷۰ ساعت) منجر به بلورین شدن می‌گردد. علاوه بر این، به نظر می‌رسد که افزایش زمان آسیاکاری منجر به ایجاد فازهای بلورین  $Al_3Fe$  و  $Al$  می‌شود. قابل ذکر است که ابتدا فاز بلورین آلومینیوم در زمان آسیاکاری برابر ۸۰ ساعت تشکیل می‌شود و سپس، اضافه شدن فاز  $Al_3Fe$  در زمان آسیاکاری برابر ۱۰۰ ساعت مشاهده می‌گردد. بر اساس تغییر شکل ظاهری پیک‌ها می‌توان گفت که مقدار فازهای بلورین تشکیل شده با افزایش زمان آسیاکاری بعد از ۷۰ ساعت افزایش می‌یابد.

در شکل ۳، الگوی پراش اشعه ایکس برای سیستم مورد مطالعه پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری به صورت مجزا نشان داده شده است. این نمودار، یک الگوی شبه هالو<sup>۳</sup> را برای این نمونه ارائه می‌کند که بیانگر آمورف شدن این سیستم پس از گذشت این مدت آسیاکاری است. قابل ذکر است که اختلاف

3. Hallow

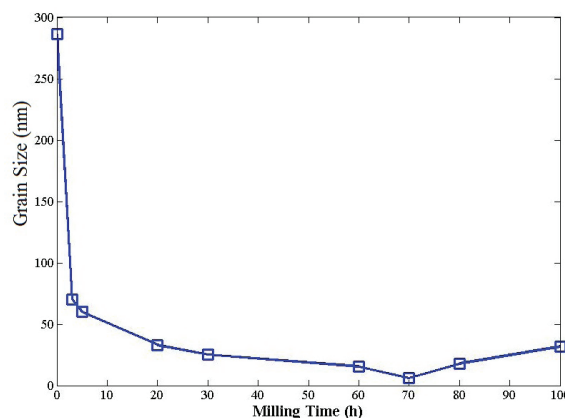


شکل ۷. نتایج به دست آمده از آزمون‌های پسماند مغناطیس برای سیستم مورد مطالعه.

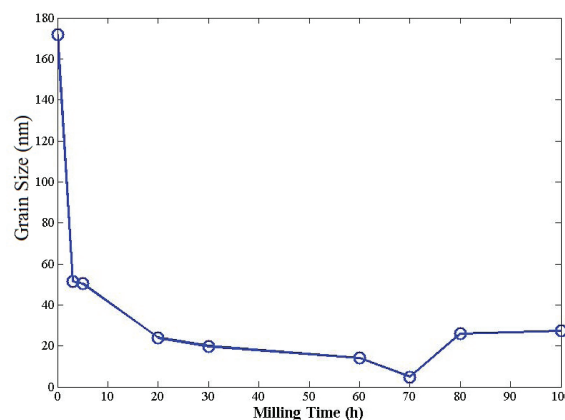
به منظور ارزیابی رفتار مغناطیسی آلیاژ مورد مطالعه، آزمون پسماند مغناطیسی در نمونه‌های حاصل از زمان‌های متفاوت آسیاکاری صورت گرفت. شکل ۷ نتایج به دست آمده از آزمون‌های پسماند مغناطیسی در آلیاژ مورد مطالعه را نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌شود، ریزتر شدن اندازه دانه‌ها و افزایش درصد فاز آمورف که فاز بلورین باقیمانده در زمینه فاز آمورف را کمتر و پراکنده‌تر می‌سازد (پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری)، منجر به بهبود رفتار مغناطیس نرم می‌گردد. علاوه بر این، با افزایش درصد فاز آمورف و کاهش میزان فاز بلورین باقیمانده، پسماند مغناطیسی کاهش می‌یابد. در نتیجه، خواص مغناطیسی نرم بهبود پیدا می‌کند. قابل ذکر است که نتایج به دست آمده با نتایج مک هنری و همکاران [۳۰ و ۳۱] و هم‌چنین یافته‌های هاسیاک و همکارانش [۳۲] که ویژگی‌های مغناطیسی را در آلیاژهای آمورف پایه آهن با ذرات نانوبلور  $\alpha$ -Fe(Si) مورد بررسی قرار داده‌اند، هم‌خوانی دارد.

برای بررسی پایداری فاز آمورف در اثر تغییرات دمایی، آزمون گرماسنجی پویشی تفاضلی یا DSC بر روی نمونه پودری در آلیاژ مورد مطالعه صورت پذیرفت. این آزمایش که تغییرات آنتالپی مواد مورد آنالیز را در اثر تغییرات دمایی گزارش می‌نماید، نشان می‌دهد که پایداری سیستم مورد آزمایش تا چه حدی از تغییرات دمایی است. شکل ۸ منحنی به دست آمده از گرماسنجی پویشی تفاضلی آلیاژ مورد مطالعه پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری را نشان می‌دهد. پیک گرمای اصلی در این شکل که مربوط به تبلور فاز آمورف است [۱۴]، نشان می‌دهد که دمای تبلور در حدود  $564^{\circ}\text{C}$  است. البته، تغییرات ایجاد شده حاکی از آن است که فرآیند تبلور به صورت کاملاً تدریجی از دمای  $400^{\circ}\text{C}$  شروع شده است. به بیان دیگر، پیک گرمای ناشی از فرآیند بلورین شدن نشان می‌دهد که فاز آمورف در طی فرآیند آسیاکاری به

شده تاثیر بسزایی بر ویژگی‌ها و رفتار فلزات و آلیاژهای آمورف تولید شده به روش آلیاژسازی مکانیکی دارد [۲۱ و ۲]. باید در نظر داشت که تحولات و استحاله‌های فازی ایجاد شده در مخلوط پودر در فرآیند آسیاکاری به شدت تحت تاثیر اندازه دانه است. در این پژوهش، به منظور تعیین اندازه دانه‌ها از معادله ویلیامسون- هال استفاده گردید [۲۷-۲۹]. در اشکال ۵ و ۶ به ترتیب تغییرات اندازه دانه‌های آلومینیوم و آهن در زمان‌های مختلف آسیاکاری به دست آمده توسط معادله ویلیامسون- هال نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود، افزایش زمان آسیاکاری تا ۷۰ ساعت باعث کاهش اندازه دانه شده است و پس از آن، اندازه دانه‌ها افزایش می‌یابد. قابل ذکر است که پس از رسیدن به فاز آمورف (در ۷۰ ساعت آسیاکاری)، با ادامه روند آسیاکاری (در زمان‌های بیشتر از ۷۰ ساعت)، تشکیل فازهای بلورین در طی فرآیند آسیاکاری منجر به رشد ذرات و افزایش مجدد اندازه دانه گردیده است. این امر می‌تواند احتمالاً به افزایش برهم‌کنش‌ها و جوش خوردن مجدد دانه‌ها به منظور تشکیل فاز بلورین ارتباط پیدا کند [۱۰-۱۲].

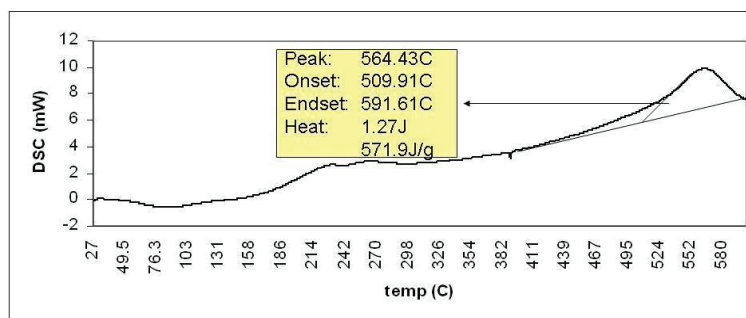


شکل ۵. اندازه دانه‌های آلومینیوم در زمان‌های مختلف آسیاکاری به دست آمده توسط معادله ویلیامسون- هال.



شکل ۶. اندازه دانه‌های آهن در زمان‌های مختلف آسیاکاری به دست آمده توسط معادله ویلیامسون- هال.





شکل ۸. منحنی DSC برای آلیاژ مورد مطالعه در زمان آسیاکاری ۷۰ ساعت.

## References

- [1] Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. *Progr Mater Sci* 2001; 46: 175-184
- [2] Lu L, Lai MO. *Mechanical Alloying*. Springer science + business media. LLC. 1998
- [3] Zhao YH. Thermodynamic Model for Solid-State Amorphization of Pure Elements by Mechanical-Milling. *J Non Cry Sol* 352; 2006: 5578-5585
- [4] Schultz L. Formation of amorphous metals by mechanical alloying. *Mater Sci Eng* 97; 1988: pp. 15-23
- [5] Froesa FH, Suryanarayana C, Russell K, Li CG. Synthesis of intermetallics by mechanical alloying. *Mater Sci Eng A* 192/193; 1995: 612-623
- [6] Patil U, Hong S J, Suryanarayana C. An unusual phase transformation during mechanical alloying of a Fe-based bulk metallic glass composition. *J Alloy Comp* 389; 2005: 121-126
- [7] Massalski TB. *Binary Alloy Phase Diagrams*. ASM Intern 1. Metals Park. OH. 1986.
- [8] Nuthalapati M, Karak SK, Basu A. Synthesis and Characterization of Nano-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dispersed Zr-based Alloys by Mechanical Alloying and Conventional Sintering. *Mater Today Proceed* 2(4-5); 2015: 1109-1117
- [9] Nuthalapati M, Karak SK, Chakravarty D, Basu A. Development of nano-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersed Zr alloys by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Mater Sci Eng A* 650(5); 2016: 145-153
- [10] Fogagnolo JB, Rodrigues CAD, Borba EC, Kiminami CS, Bolfarini C, Botta WJ. Nanostructured Al<sub>89</sub>Fe<sub>10</sub>Zr<sub>1</sub> Alloy Obtained by Mechanical Alloying. *J Meta Nanocry Mater* 20-21; 2004: 183-188
- [11] Ouyang Y, Zhong X, Shi H, Du Y, He Y. Crystallization of Al-2FeZr<sub>6</sub> Amorphous Alloy Prepared by Mechanical Alloying. *Mater Transac* 47(2); 2006: 388-391
- [12] Chen H, Ouyang Y, Guo D, Liao S, Zhong X, Duc Y, Liu Y. The formation and crystallization for amorphous AlFeZr<sub>4</sub> prepared by mechanical alloying. *Physica B* 405; 2010: 2005-2008
- [13] Ouyang Y, Chen H, Zhong X, Du Y. (FeAl<sub>3</sub>)<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub> amorphous alloys prepared by mechanical alloying. *Physica B* 391; 2007: 380-384
- [14] Dutkiewicz J, Jaworska L, Maziarz W, Czeppe T, Lejkowska M, Kubicek M, Pastrnak M. Consolidation of amorphous ball-milled Zr-Cu-Al and Zr-Ni-Ti-Cu powders. *J Alloy Comp* 434-435; 2007: 333-335

مدت ۷۰ ساعت تشکیل شده است که در آزمون گرماسنجی پویشی تفاضلی به فاز بلورین تبدیل می‌گردد. علاوه بر این، به نظر می‌رسد که پیک کوچک و پهن ایجاد شده در دمای ۲۵۰ °C مربوط به اکسیداسیون فاز بلورین آلومینیوم باقیمانده در محصول پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری باشد. قابل ذکر است که مقدار این فاز بسیار کم است و در نتیجه، پیک حاصل از آن نیز بسیار کوچک می‌باشد.

## ۴. نتیجه گیری

در این پژوهش، فرآیند آسیاکاری در زمان‌های مختلف بر روی آلیاژ  $Al_{50}Fe_{50}$  صورت گرفت و نتایج زیر حاصل شده است.

۱. مدت زمان لازم برای رسیدن به فاز آمورف ۷۰ ساعت است.
۲. افزایش زمان آسیاکاری پس از رسیدن به فاز آمورف موجب شکل‌گیری مجدد فازهای بلورین Al و  $Al_3Fe$  می‌شود.
۳. آمورف شدن در سیستم مورد مطالعه منجر به کاهش پسماند مغناطیس و بهبود رفتار مغناطیسی نرم می‌شود.
۴. نتایج به دست آمده از آزمون گرماسنجی پویشی تفاضلی تصدیق می‌کند که فرآیند آسیاکاری به مدت ۷۰ ساعت باعث تشکیل فاز آمورف می‌شود.

- [15] Enzo S, Frattini R, Gupta R, Macri P, Principi G, Schiffini L, Scipione G. X-ray powder diffraction and Mossbauer study of nanocrystalline Fe-Al prepared by mechanical alloying. *Acta Mater* 44; 1996: 3105-3113
- [16] Cardellini F, Contini V, Gupta R, Mazzone G, Montone A, Perin A, Principi G. Microstructural Evolution of Al-Fe Powder Mixtures during High-Energy Ball Milling. *J Mater Sci* 33; 1998: 2519-2527
- [17] Eelman DA, Dahn JR, MacKay GR, Dunlap RA. An investigation of mechanically alloyed Fe-Al. *Journal of Alloy Comp* 266; 1998: 234-240
- [18] Jartych E, Zurawicz JK, Oleszak D, Pekala M. Magnetic Properties and Structure of Nanocrystalline Fe-Al and Fe-Ni Alloys. *Nanostruc Mater* 12; 1999: 927-930
- [19] Oleszak D, Shingu PH. Amorphous Fe-Al alloys obtained by mechanical alloying. *Mater Sci Forum* 235-238; 1997: 91-96
- [20] Zhou F, Luck R, Scheffer M, Lang D, Lu K. Formation and crystallization of an amorphous Al<sub>80</sub>Fe<sub>10</sub>Ti<sub>5</sub>Ni<sub>3</sub>B<sub>2</sub>. *J NonCrySol* 250-252; 1999: 704-708
- [21] Dutkiewicz J, Jaworska L, Maziarz W, Czepe T, Lejkowska M, Kubicek M, Pastrnak M. Consolidation of amorphous ball-milled Zr-Cu-Al and Zr-Ni-Ti-Cu powders. *J Alloy Comp* 434-435: 2007: 333-335
- [22] Niessen AK, de Boer FR, Boom R, de Chatel PF, Matthews W-CM, Miedema AR. Model predictions for the enthalpy of formation of transition metal alloys II. *Calphad* 7(1); 1983: 51-70
- [23] Oleszak D, Shingu PH. Amorphous Fe-Al alloys obtained by mechanical alloying. *Mater Sci Forum* 235-238; 1997: 91-96
- [24] Benjamin JS. New materials by mechanical alloying techniques. DGM confer. Calw-Hirsau (FRG). 1988
- [25] Suntharavel Muthaiah VM, Mula S. Effect of zirconium on thermal stability of nanocrystalline aluminium alloy prepared by mechanical alloying. *J AllComp* 688; 2016: 571-580
- [26] Yelsukov EP, Ulyanov AL, Protasov AV, Kolodkin DA. Solid-state reactions upon mechanical alloying of a Fe<sub>32</sub>Al<sub>68</sub> binary mixture. *Phys Met Metallogr* 113 (6); 2012: 602-611
- [27] Gilman PS, Nix WD. The structure and properties of aluminum alloys produced by mechanical alloying: Powder processing and resultant powder structures. *Metall Trans A* 12(5); 1999: 813-824
- [28] Gharsallah HI, Sekri A, Azabou M, Escoda L, Sunol JJ, Khitouni M. Structural and Thermal Study of Nanocrystalline Fe-Al-B Alloy Prepared by Mechanical Alloying. *Metallur Mater Trans A* 46(8); 2015: 3696-3704
- [29] Bachaga T, Daly R, Escoda L, Sunol JJ, Khitouni M. Amorphization of Al<sub>50</sub>(Fe<sub>2</sub>B)<sub>30</sub>Nb<sub>20</sub> Mixture by Mechanical Alloying. *Metallur Mater Trans A* 44(10); 2013: 4718-4724
- [30] Henry MEM, Willard MA, Laughlin DE. Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets. *Prog Mater Sci* 44; 1999: 291-433
- [31] Henry MEM, Willard MA, Iwanabe H, Sutton RA, Turgut Z, Hsiao A, Laughlin DE. Nanocrystalline materials for high temperature soft magnetic applications, *Bull Mater Sci* 22; 1999: 495-501
- [32] Hasiak M, Ciurzynska WH, Yamashiro Y. Microstructure and some magnetic properties of amorphous and nanocrystalline Fe-Cu-Nb-Si-B alloys. *Mater Sci Eng A* 293(1-2); 2000: 261-266