

# مشخصه‌یابی ساختاری و مغناطیسی آلیاژهای $(\text{Fe}_{65}\text{-Co}_{35})_{100-x}\text{Si}_x$

## تولید شده به روش 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: ۱۳۹۲/۰۲/۱۴)

$\text{Fe}_{65}\text{-Co}_{35}$

-چکیده-

$\text{Fe}_{65}\text{-Co}_{35}$

/ / /  $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50})_{90}\text{Si}_{20}$   $(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{95}\text{Si}_{10}$   $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$

: واژگان کلیدی

## Structural and Magnetic Characterization of $(\text{Fe}_{65}\text{-Co}_{35})_{100-x}\text{Si}_x$ 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.  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$  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 مکاتبات، پست الکترونیکی: yousefim63@yahoo.com

*properties of Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> 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.

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 آتالزهای الگوی پراش اشعه ایکس<sup>۴</sup> (XRD)، میکروسکوب الکترونی روبشی<sup>۵</sup> (SEM) و مغناطیس سنج ارتعاشی<sup>۶</sup> (VSM) تعیین و اثر مدت زمان آسیابکاری و همچنین اضافه نمودن سیلیسیم در مقادیر مختلف بر روی این خواص، مورد بررسی قرار گرفته است.

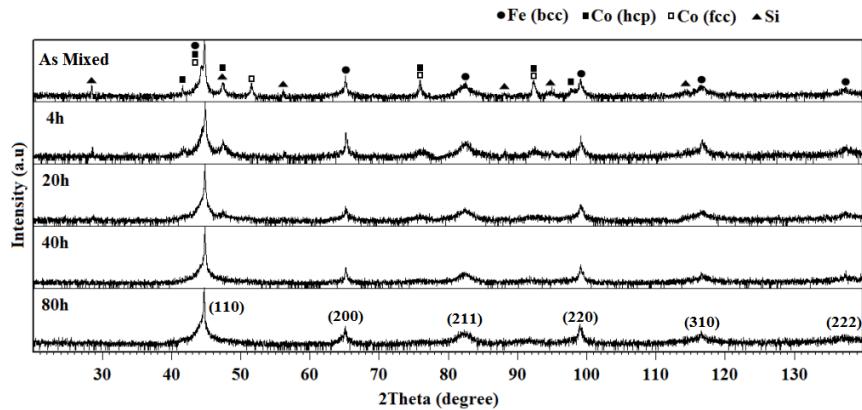
## ۲- مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از پودر آهن مرک با خلوص بالای ۹۹/۵٪ و اندازه ذرات کمتر از ۱۰ میکرون، پودر 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 D Sepahan 84) ساخت شرکت پیشتر سپاهان) تحت عملیات آسیابکاری قرار گرفت. در هر آزمایش از ۱۵ گرم مخلوط پودر 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 استارتاریک به میزان کمتر از ۰/۰ 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 می‌گرفت. عملیات آسیابکاری برای سه ترکیب Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub>)<sub>95</sub>Si<sub>10</sub> Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> و (Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>)<sub>90</sub>Si<sub>20</sub> در زمان‌های ۱، 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

## ۱- مقدمه

یکی از کاربردهای روش آلیاژسازی مکانیکی تولید آلیاژهای نانوساختار با خواص مغناطیسی نرم می‌باشد. خواص برتر آلیاژهای مغناطیسی در حالت نانوساختار ناشی از کاهش ناهمسانگردی مغناطیسی<sup>۱</sup> 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 اثربخشی گشتاورهای مغناطیسی حوزه‌های مجاور، بر روی یکدیگر فراهم می‌آید که در نهایت بهبود رفتار مغناطیسی را در پی خواهد داشت [۲و۳].

آهن خالص همواره به عنوان یک ماده فرو مغناطیس نرم مطرح بوده است، اما مقاومت الکتریکی پایین آن سبب شده تا تلفات جریان‌های گردابی بالایی را تجربه کند. اضافه کردن سیلیسیم به آهن می‌تواند سبب کاهش در ناهمسانگردی مغناطیسی و در نتیجه کاهش نیتروی پسماندزدا شود. حضور سیلیسیم همچنین مقاومت الکتریکی را افزایش داده، در نتیجه تلفات جریان‌های گردابی<sup>۲</sup> کاهش می‌یابد که این امر به نوبه‌ی خود سبب بهبود بازده سیستم می‌شود. حضور سیلیسیم در کنار فواید آن دارای معایبی نیز هست. به عنوان نمونه سیلیسیم می‌تواند سبب تردی آلیاژ شده یا به علت دیامغناطیس بودن آن، باعث کاهش مغناطیس اشباع<sup>۳</sup> گردد [۳]، لذا ایجاد راهکارهایی برای جلوگیری از این امر می‌تواند مفید باشد. کبالت در اثر آلیاژ شدن با آهن باعث افزایش ممان مغناطیسی و مغناطیس اشباع می‌شود که این را می‌توان خاصیت منحصر بفرد کبالت دانست [۴و۵]. در بین تمام آلیاژها و ترکیبات شناخته شده، آلیاژهای آهن-کبالت دارای بالاترین مقدار مغناطیس اشباع‌اند [۵]. بنابراین انتظار می‌رود که با اضافه کردن سیلیسیم به آلیاژ آهن-کبالت بتوان آلیاژ جدیدی با خواص مغناطیسی مناسب تولید کرد.



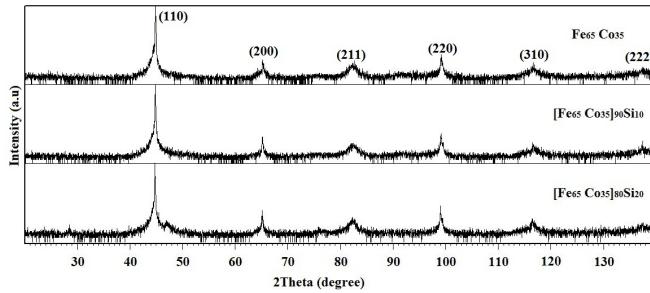
شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه  $(Fe_{65}Co_{35})_90Si_{10}$  در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری

### ۳- نتایج و بحث

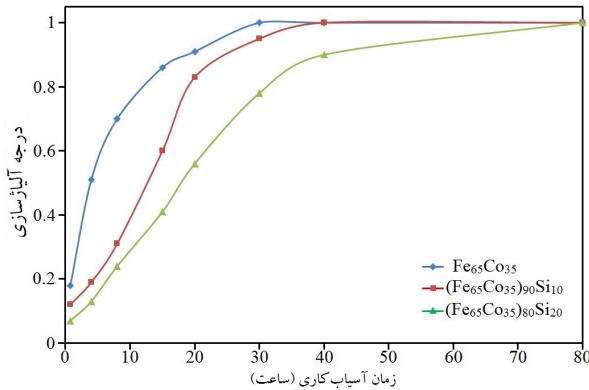
#### ۱-۳- بررسی خواص ساختاری

در شکل (۱) الگوی پراش اشعه ایکس نمونه  $(Fe_{65}Co_{35})_90Si_{10}$  در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری نشان داده است. برای نمونه‌ی قبل از آسیاب‌کاری پیک‌های مربوط به آهن با ساختار  $bcc$ ، کبالت با دو ساختار  $fcc$  و  $hcp$  و سیلیسیم با ساختار  $dc$  قابل مشاهده است. با انجام عملیات آسیاب‌کاری تا ۴۰ ساعت، پیک‌های کبالت و سیلیسیم حذف شده و فقط پیک‌های مشخصه آهن با ساختار  $bcc$  باقی می‌مانند. با افزایش زمان آسیاب‌کاری پیک‌ها پهن شده و از شدت آن‌ها کاسته می‌شود. با افزایش زمان آسیاب‌کاری به دلیل ریزتر شدن دانه‌ها با توجه به رابطه ویلیامسون-هال افزایش پهنای پیک قابل انتظار است. در واقع این پهن شدگی ناشی از تنش داخلی مرتبه دوم است که در سطح مکروسكوبی روی کریستالیت‌ها اثر گذاشته، باعث پهن شدگی 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  $hcp$  پایدار می‌باشد، اما کبالت با ساختار  $fcc$  در این دما با وجود نیمه پایدار بودن، به وفور مشاهده می‌شود. می‌توان با اعمال اندکی انرژی گرمایی یا مکانیکی کبالت  $fcc$  را به کبالت  $hcp$  تبدیل کرد. در حقیقت افزایش عیوب کریستالی و انرژی ذخیره شده در ماده شرایط لازم برای تحول آلوتروپیک را فراهم می‌سازد [۱۰].

شده. تحلیل یاد شده با استفاده از دستگاه Philips Xpert MPD دانشگاه شهید باهنر کرمان انجام پذیرفت. برای هر الگوی پراش اشعه ایکس درجه‌ی آلیاژسازی که مقدار آن بین ۰ تا ۱ است، با استفاده از مساحت پیک‌ها محاسبه شد. الگوی پراش، شامل پیک‌های آلیاژ و عناصر خالص است. درجه‌ی آلیاژسازی از تقسیم مساحت پیک‌های آلیاژی به مساحت کل پیک‌های موجود، به دست می‌آید [۶]. مورفولوژی، شکل و اندازه ذرات پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (Cam Scan mv2300) مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. با استفاده از نرم‌افزار Image Analyzer (Clemex) اندازه 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، اندازه‌ی کریستالیت و کرنش شبکه با استفاده از معادله ویلیامسون-هال و پارامتر شبکه با استفاده از روش ترسیمی تعیین شد. هم‌چنین با استفاده از مقادیر اندازه‌ی دانه، کرنش و پارامتر شبکه به دست آمده، دانسیته‌ی نابه جایی محاسبه شد [۷]. برای تعیین نیروی پسماند زدا، از دستگاه مغناطیس سنج ارتعاشی (شرکت مغناطیس دقیق کویر کاشان) استفاده شد. خروجی این دستگاه به صورت حلقه‌پسماند است و با بررسی این حلقه‌ها مقدار مغناطیش اشباع و نیروی پسماند زدا تعیین می‌شود.



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

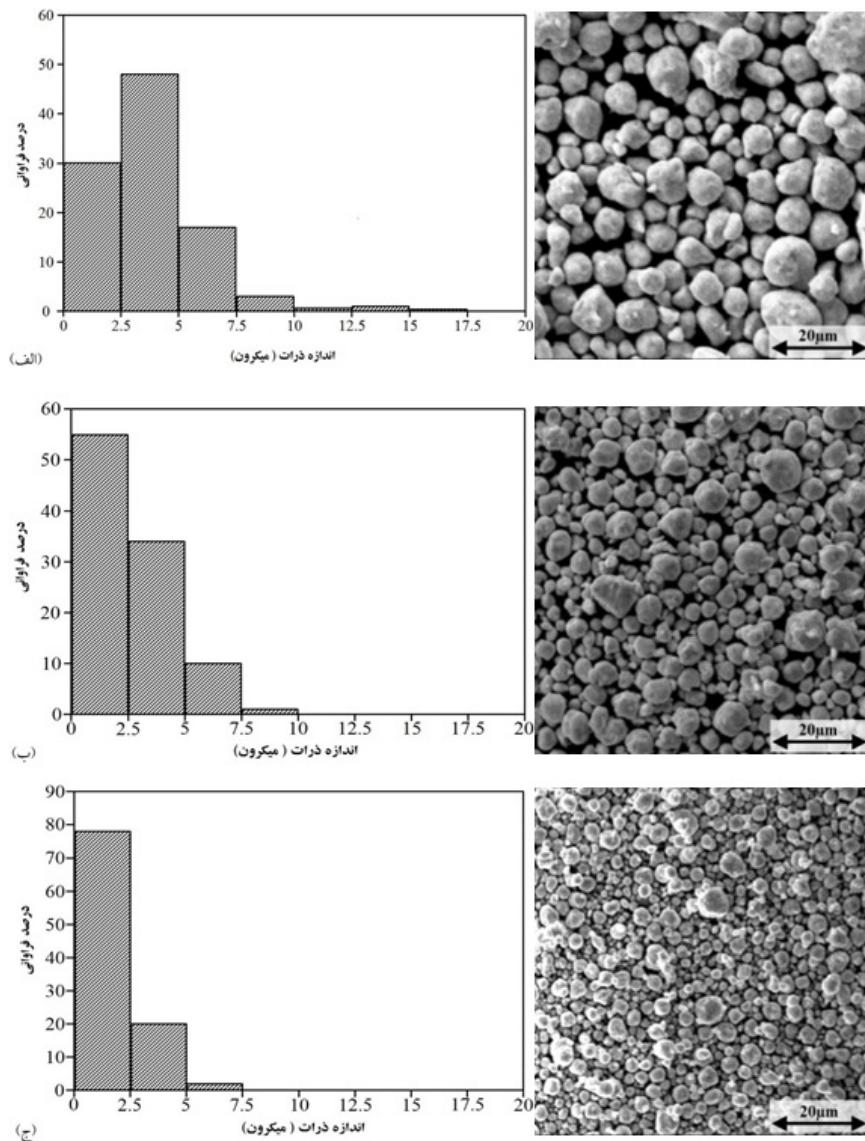


شکل ۳- منحنی درجه آliazه‌زایی برای سه ترکیب حاوی ۰ و ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم

در شکل (۳) روند تکمیل فرایند آliazه‌زایی برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که با افزایش زمان آسیاب کاری درجه آliazه‌زایی شدن نمونه‌ها همچنان افزایش یافته، در نهایت با تشکیل آliaz به مقدار ثابت می‌رسد. برای ترکیب آهن-کبالت تشکیل آliaz احتمالاً در کمتر از ۳۰ ساعت آسیاب کاری رخ می‌دهد و این در حالی است که آliazهای حاوی ۰ و ۲۰٪ سیلیسیم به ترتیب در کمتر از ۴۰ و ۸۰ ساعت آسیاب کاری تشکیل می‌شوند. بنابراین مشاهده می‌شود که تشکیل آliaz در نمونه‌ی دارای ۲۰٪ سیلیسیم مدت زمان بیشتری را به خود اختصاص داده است.

در شکل (۴) تصاویر SEM نمونه‌های Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub> و Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>-Si<sub>20</sub> (Co<sub>35</sub>)<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری همراه با نمودارهای بافت‌نگار مربوطه، برای مقایسه آورده شده است. به وضوح دیده می‌شود که ذرات پودر در ترکیب (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>80</sub>Si<sub>20</sub> که شامل مقدار سیلیسیم بیشتری است، ریزتراند.

در نمونه‌ی Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub> پس از ۳۰ ساعت آسیاب کاری، تمام پیک‌های کبالت و در نمونه‌ی (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری تمام پیک‌های کبالت و سیلیسیم حذف شده‌اند، که دلیل بر انجام عملیات آliazه‌زایی این نمونه‌هاست. اما برای نمونه (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>80</sub>Si<sub>20</sub> در زمان ۴۰ ساعت، پیک‌های کبالت به طور کامل حذف نشده‌اند، که این مطلب در شکل (۲) به وضوح دیده می‌شود. بنابراین مشاهده می‌شود که حضور سیلیسیم باعث افزایش زمان آliazه‌زایی شده است. با توجه به پایین‌تر بودن دمای ذوب سیلیسیم (۱۴۹۵°C) نسبت به کبالت (۱۴۱۰°C) و همچنین با توجه به کوچکتر بودن شعاع اتمی سیلیسیم (۱.۱۷Å) نسبت به کبالت (1.۲۵۳Å) در شرایط دمایی یکسان، ضریب نفوذ اتم‌های سیلیسیم بیشتر از کبالت بوده، در نتیجه نفوذ اتم‌های سیلیسیم درون حلal راحت‌تر صورت می‌پذیرد. همین امر می‌تواند سبب تاخیر در انحلال اتم‌های کبالت در ساختار آهن شود.

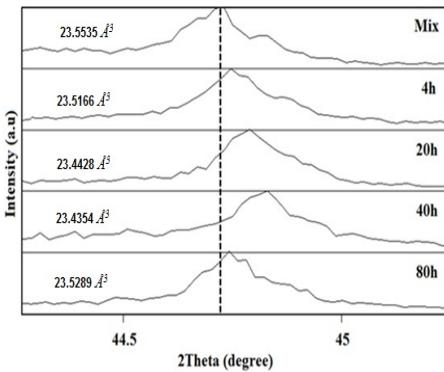


شکل ۴- تصاویر SEM و نمودار توزیع اندازه ذرات نمونه‌های (الف) Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>

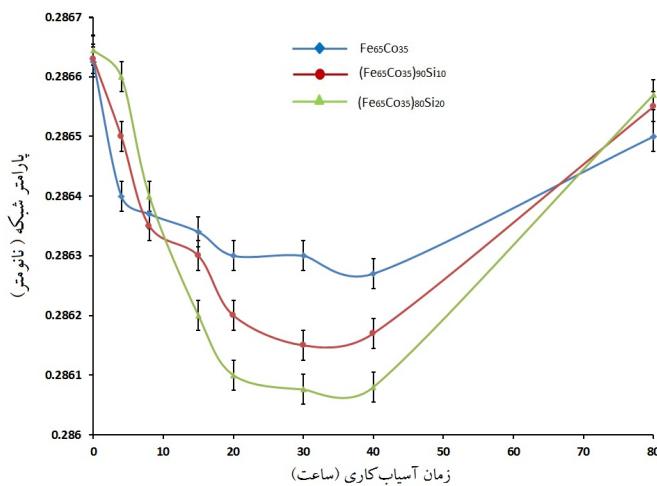
(ب) (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>80</sub>Si<sub>20</sub> و (ج) (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری

با افزایش زمان آسیاب کاری پیکهای آهن به سمت زوایای ۲۰ بیشتر حرکت می‌کند. در شکل (۵) انتقال پیکهای مربوط به صفحه (۱۱۰) نمونه‌ی (Fe<sub>65</sub>-Co<sub>35</sub>)<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> در زمان‌های مختلف آسیاب کاری نشان داده شده است. انتقال پیک به سمت زاویه بالاتر مربوط به تنش داخلی مرتبه اول است که در اثر آسیاب کاری تولید می‌شود. اعداد روى پیکها نشان دهنده‌ی حجم سلول واحد است که

این امر ناشی از این حقیقت است که از آنجایی که سیلیسیم نسبت به آهن و کبات ترددتر 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 می‌گردد که با حضور بیشتر این جزء، ذرات ریزتر می‌شوند.



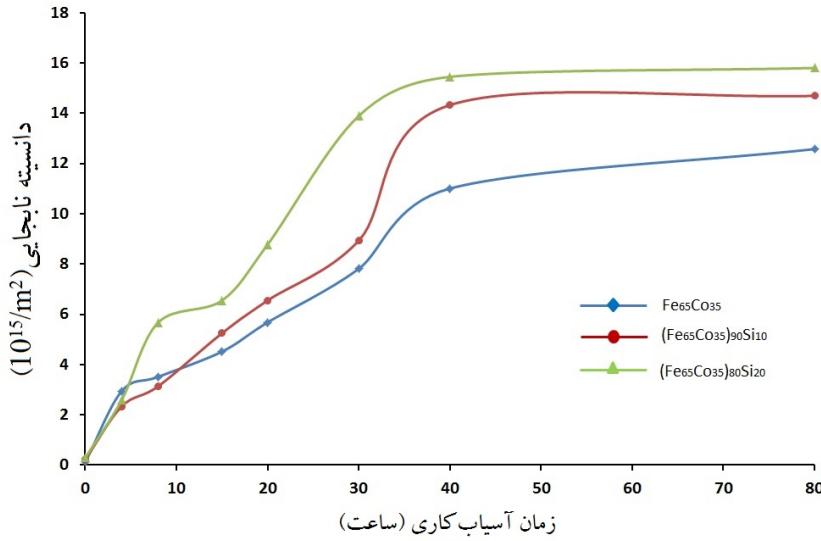
شکل ۵- پیک‌های مربوط به نمونه  $(Fe_{65}\text{-Co}_{35})_{90}\text{Si}_{10}$  در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری



شکل ۶- منحنی تغییرات پارامتر شبکه برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری

در شکل (۶) تغییرات پارامتر شبکه با زمان آسیاب‌کاری نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاب‌کاری تا ۴۰ ساعت پارامتر شبکه برای هر سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم، کاهش می‌یابد، اما نزدیک کاهش در نمونه‌های حاوی سیلیسیم بیشتر است. پس از رسیدن به یک مقدار کمینه، پارامتر شبکه افزایش می‌یابد که در نمونه‌های حاوی سیلیسیم نزدیک افزایش بیشتر است. تغییر در پارامتر شبکه آلیاژها، انحلال عناصر آلیاژی را در شبکه آهن تایید می‌کند. در واقع حد حلایت جامد به طور کلی از تغییرات در پارامتر شبکه که طبق موقعیت پیک در الگوی تفرق اشعه ایکس به دست می‌آید، تعیین می‌شود. آهن و کبالت دارای شعاع اتمی نزدیک به هم (شعاع اتمی آهن و کبالت به ترتیب

با گذشت زمان کاهش می‌یابد 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 [۱۱]، مطابقت دارد. در زمان‌های بالاتر (۸۰ ساعت) با توجه به این‌که در اثر کاهش در اندازه کریستالی، فواصل نفوذ کاهش یافته است، اتم‌های حل شونده می‌توانند 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 حل و حل شونده بود، از بین رفته و حجم سلول واحد افزایش می‌یابد.

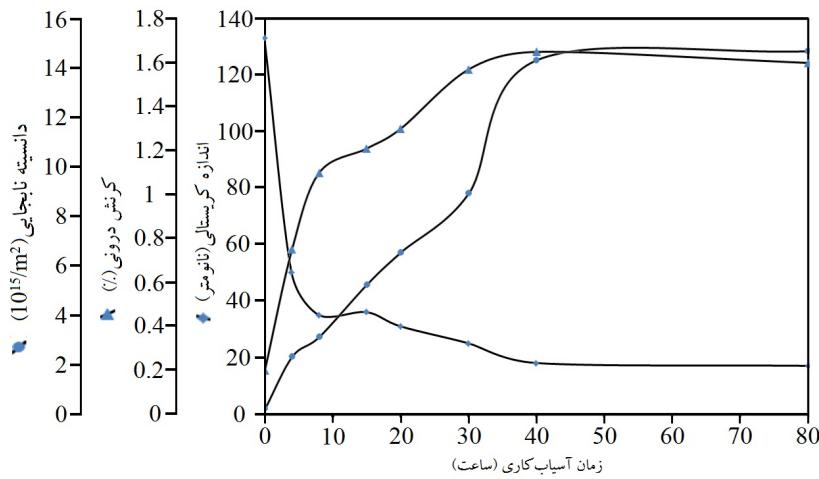


شکل ۷- منحنی تغییرات دانسیته‌ی نابه‌جایی برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمان‌های مختلف آسیاب کاری

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

در شکل (۷) تغییرات دانسیته‌ی نابه‌جایی در زمان‌های مختلف آسیاب کاری نشان داده شده است. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۴۰ ساعت دانسیته‌ی نابه‌جایی برای هر سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم، افزایش می‌یابد. در هر سه نمونه روند تغییرات دانسیته‌ی نابه‌جایی با زمان آسیاب کاری به گونه‌ای است که در ابتدا شاهد یک افزایش سریع در آن هستیم، پس از آن افزایش دانسیته‌ی نابه‌جایی با شیب ملایم‌تری ادامه یافته، در نهایت به یک مقدار ثابت می‌رسد. با حضور سیلیسیم و افزایش درصد آن رسیدن به این مقدار ثابت سریع‌تر صورت می‌پذیرد. همچنین این مقدار با افزایش درصد سیلیسیم بیش‌تر می‌شود. این تغییرات نشان می‌دهد که مقدار عنصر حل‌شونده بر خواص مکانیکی اثر می‌گذارد و با افزایش مقدار آن دانسیته‌ی نابه‌جایی نهایی بیش‌تر می‌شود. در مراحل اولیه تغییرشکل لغزش نابه‌جایی ها بر صفحات لغزش اولیه انجام شده، با افزایش زمان آسیاب کاری به

۱۲۶ و ۱۲۵ پیکومتر) هستند و سیلیسیم شعاع اتمی کوچک‌تری (۱۱۷ پیکومتر) دارد. اتم‌های کبات تمایل دارند در شبکه کریستالی خود باقی بمانند. بنابراین هر اتم کبات 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 می‌یابد. در نمونه‌های حاوی سیلیسیم نیز روند مشابهی دیده می‌شود. در ابتدا با افزایش زمان آسیاب کاری پارامتر شبکه برای هر سه ترکیب حاوی ۰ و ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم، کاهش می‌یابد، اما نرخ کاهش در نمونه‌های حاوی سیلیسیم بیش‌تر است. همچنین افزایش در پارامتر شبکه در ترکیب حاوی ۲۰٪ سیلیسیم در زمان‌های کمتر و با نرخ بیش‌تر اتفاق می‌افتد. انحلال اتم‌های کوچک سیلیسیم و جایگزینی شدن آن‌ها به جای اتم‌های بزرگ‌تر آهن سبب کاهش شدید در پارامتر می‌شود. این فرایند هم‌زمان با کاهش اندازه کریستالی به 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 حل‌شونده می‌توانند به راحتی از

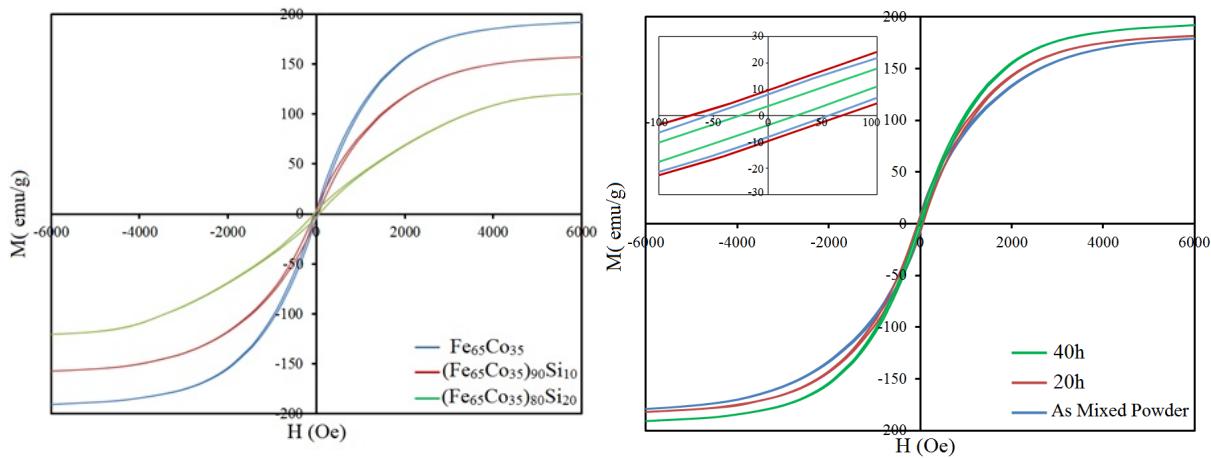


شکل ۸- تغییرات دانسیته‌ی نابه‌جایی، اندازه‌ی دانه و میکرو‌کرنش شبکه در زمان‌های مختلف آسیاب کاری  
ترکیب  $(Fe_{35}Co_{65})_{90}Si_{10}$

آلیاژسازی مکانیکی می‌شود. بنابراین با افزایش زمان آسیاب کاری اندازه کریستالیت کاهش می‌یابد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا ۴۰ ساعت، کرنش شبکه به دلیل تغییر فرم شدید و افزایش مرزدانه‌ها و عیوب کریستالی (به خصوص نابه‌جایی‌ها)، افزایش می‌یابد. پودرهای اولیه عاری از کرنش‌اند، اما با شروع آسیاب کاری به سرعت بر تعداد نابه‌جایی‌ها و عیوب دیگر کریستالی افزوده می‌شود. به تدریج با تشکیل نابه‌جایی‌ها و رسیدن اندازه دانه به چند نانومتر، تعداد نابه‌جایی‌ها به حد اشیاع رسیده و در شرایط جدید با آسیاب کاری بیشتر نابه‌جایی جدیدی تولید نمی‌شود [۱۳]. از طرف دیگر اتم‌های کبات 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  $1/2$  تا حدود  $1/6$  درصد پس از گذشت حدود ۴۰ ساعت آسیاب کاری است. پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری مقدار کرنش به طور جزئی کاهش می‌یابد. دلیل این مسئله به این صورت است که پس از رسیدن تعداد نابه‌جایی‌ها به حد اشیاع و همچنین بالارفتن مقدار تنش اعمال شده به شبکه‌ی اتم‌های آهن، نابه‌جایی‌ها به منظور کاهش انرژی ذخیره شده، شروع به بازارآمدی کرد، حتی تعدادی از آن‌ها یکدیگر را خشی می‌کنند. افزایش دما در این مرحله به بازارآمدی هر چه بیشتر نابه‌جایی‌ها کمک می‌کند [۱۵]. از طرف دیگر

دلیل تغییر فرم شدید پلاستیک، دانسیته‌ی عیوب و نابه‌جایی‌ها افزایش می‌یابد. با افزایش شدید دانسیته‌ی نابه‌جایی، انرژی آزاد بلور در اثر ورود نابه‌جایی به شدت افزایش می‌یابد. از آنجایی که سیستم تمایل دارد به حداقل انرژی آزاد ممکن برسد، بلور شامل نابه‌جایی از نظر ترمودینامیکی نایدار بوده و سعی می‌کند با کاهش نابه‌جایی‌ها انرژی خود را کاهش دهد. به نظر می‌رسد که در زمان‌های بالای آسیاب کاری بین دو فرایند تولید و حذف نابه‌جایی‌ها تعادل به وجود می‌آید.

در شکل (۸) تغییرات دانسیته‌ی نابه‌جایی، اندازه‌ی دانه و میکرو‌کرنش شبکه در زمان‌های مختلف آسیاب کاری ترکیب  $(Fe_{35}Co_{65})_{90}Si_{10}$  نشان 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 می‌رسد و کرنش ایجاد شده بیشترین مقدار خود را خواهد داشت. با افزایش زمان آسیاب کاری به دلیل تغییر فرم پلاستیک شدید، دانسیته عیوب و نابه‌جایی‌ها افزایش یافته، از همراه است شدن نابه‌جایی‌ها، مرزهای فرعی تشکیل می‌شود. با ادامه کار مکانیکی دانه‌های فرعی تغییر جهت داده، به دانه‌های اصلی تبدیل می‌شوند. این امر باعث ریزدانه شدن و تشکیل ساختار نانوبلورین در حین فرایند



شکل ۱۰- منحنی های حلقه پس ماند سه ترکیب حاوی ۱۰٪ سیلیسیم پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری

شکل ۹- منحنی های حلقه پس ماند ترکیب  $Fe_{65}Co_{35}$  در زمان های مختلف

مقایسه با یک ماده میکروساختر، تعداد حوزه های مغناطیسی در هر دانه کاهش یافته است، در نتیجه برهم کنش گشتاورهای مغناطیسی بین اتم ها افزایش و برهم کش تبادلی بین حوزه های مغناطیسی کاهش می یابد و ماده با انرژی کم مغناطیسی می شود. با افزایش پس از زمان آسیاب کاری، ذرات پودر به صورت هم محور در آمده که در این مرحله اندازه و شکل ذرات تقریباً یکسان است. در نتیجه ناهمسان گردی شکل<sup>۷</sup> کاهش و مغناطش اشباع افزایش می یابد. در این افزایش حاکی از انجام فرایند آلیاژ سازی است، اما پس از آن به دلیل ثابت ماندن ترکیب شیمیایی و نیز رسیدن به مقدار کمیه اندازه کریستالی، مغناطش نیز بدون تغییر باقی می ماند. در آلیاژ های حاوی سیلیسیم تغییرات مغناطش با زمان متفاوت است. سیلیسیم یک عنصر دیامغناطیس و کبالت یک عنصر فرومغناطیس اند و حل شدن این دو عنصر در آهن اثرات متفاوتی به همراه دارد. به نظر می رسد که در مراحل اولیه آسیاب کاری اثر کبالت نسبت به سیلیسیم غلبه کرده، مغناطش افزایش می یابد، در حالی که در مراحل میانی اثر سیلیسیم غالب شده، مغناطش کاهش می یابد. افزایش جزئی در مرحله نهایی می تواند به دلیل تکمیل فرایند آلیاژ سازی و ریز دانه شدن باشد [۱۶].

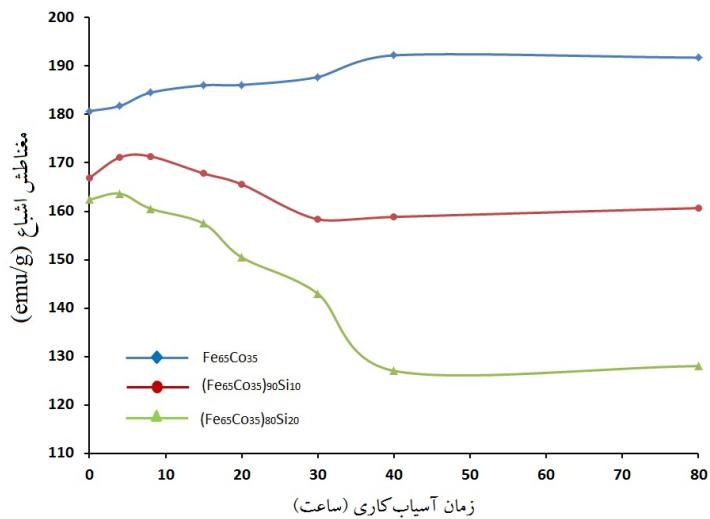
در شکل (۱۲) تغییرات نیروی پسماند زدا برای سه ترکیب  $Fe_{65}Co_{35}Fe_{65}Co_{35}90Si_{10}$  و  $(Fe_{65}Co_{35})_{80}Si_{20}$  نشان داده شده است. در هر ترکیب با افزایش زمان آسیاب کاری تا حدود ۲۰٪

پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری خروج اتم های حل شده از شبکه آهن صورت می گیرد. این دو پدیده موجب کاهش کرنش شبکه آهن می شوند.

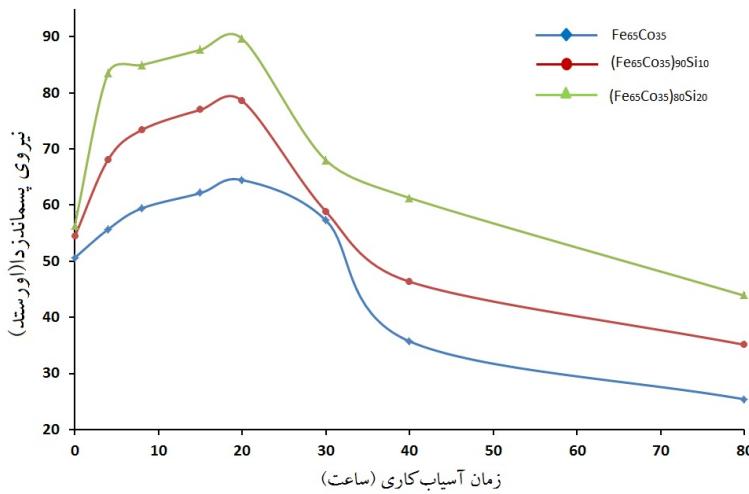
### ۳-۲- بررسی خواص مغناطیسی

شکل (۹) حلقه های پس ماند ترکیب  $Fe_{65}Co_{35}$  در سه زمان مختلف و شکل (۱۰) حلقه های پس ماند  $Fe_{65}Co_{35}(Fe_{65}Co_{35})_{90}Si_{10}$  و  $(Fe_{65}Co_{35})_{80}Si_{20}$  را پس از ۴۰ ساعت آسیاب کاری نشان می دهند. از داده های حلقه های پس ماند می توان مغناطش اشباع و نیز نیروی پسماند زدا 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 می دهد. هر دو عنصر آهن و کبالت جزء مواد فرومغناطیس و دارای گشتاور مغناطیسی اتمی خیلی قوی اند که  $Fe_{65}Co_{35}$  تمایل به هم جهت شدن با یکدیگر را دارند. در آلیاژ با افزایش زمان آسیاب کاری مغناطش افزایش یافته، پس از رسیدن به یک مقدار بیشینه تقریباً ثابت می ماند. علت این امر را می توان به ساختار نانو نسبت داد. در حقیقت در یک ساختار نانوبلورین در



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



شکل ۱۲- تغییرات نیروی پس‌ماندزدا برای سه ترکیب حاوی ۰، ۱۰ و ۲۰٪ سیلیسیم در زمان‌های مختلف آسیاب کاری

خواص مغناطیسی حساس به میکروساختار است، افزایش دهنده. دلیل دیگر این است که در حین آسیاب کاری در اثر کاهش اندازه کریستالیت‌ها، تعداد مرزدانه‌ها که از مهمترین موانع حرکت مرز حوزه‌های مغناطیسی‌اند، افزایش یافته، منجر به افزایش نیروی پس‌ماندزدا می‌شود. به خوبی ثابت شده است که تنش‌های پس‌ماند منجر به ناهمسان‌گردی 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 نرخ این کاهش کم می‌شود. افزایش اولیه نیروی پس‌ماندزدا می‌تواند به دو دلیل باشد. دلیل اول افزایش عیوب ساختاری است، زیرا تنش‌ها و ناخالصی‌ها (که به صورت اجتناب ناپذیری در حین فرایند آسیاب کاری به وجود می‌آیند) می‌توانند نیروی پس‌ماندزدا را که از

مغناطیسی می‌رسد، اثر دیواره مغناطیسی کاهش یافته، هر دانه به عنوان یک تک حوزه عمل می‌کند. بنابراین مرز حوزه و مرز دانه به صورت جداگانه وجود ندارند، بلکه فقط یک مرز وجود دارد. در نتیجه دیواره حوزه مغناطیسی راحت‌تر حرکت کرده، نیروی پس‌ماندزدا کاهش می‌یابد. در اندازه‌ی کریستالیت‌های بسیار ریز، نیروی پس‌ماندزدا با شیب بسیار شدیدی ( $D^6 \propto H_c^6$ ) کاهش می‌یابد [۳]. اما این شیب در نتایج تحقیقات حاضر از مقادیر فوق کمتر است که این می‌تواند به دلیل وجود تنش و میکروکرنش‌های زیادی باشد که به صورت اجتناب ناپذیری در حین فرایند آبیارسازی مکانیکی وارد سیستم شده، در نتیجه مقادیر نیروی پس‌ماندزدا با نرخ کمتری کاهش می‌یابد. حضور سیلیسیم فرایند کاهش اندازه دانه به مقدار بحرانی را تسريع کرده، در نتیجه با افزایش مقدار سیلیسیم، نرخ کاهش نیروی پس‌ماندزدا افزایش می‌یابد. در زمان‌های طولانی، نیروی پس‌ماندزدا با شیب کمتری کاهش می‌یابد که می‌تواند به دلیل بازآرایی تابه‌جایی‌ها ناشی از دانسیته‌ی بالای آن‌ها در ذرات باشد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

۱. با افزایش مقدار سیلیسیم، انحلال کالت به تاخیر می‌افتد و فرایند آبیارسازی طولانی‌تر می‌شود.
۲. حضور سیلیسیم به دلیل افزودن سختی آلیاژ، باعث ریزتر شدن اندازه ذرات می‌شود.
۳. با افزایش زمان آسیاب‌کاری اندازه‌ی کریستالی به شدت کاهش یافته و کرنش شبکه به علت افزایش عیوب کریستالی و اعوجاج‌های ناشی از نفوذ عناصر آلیاژی به درون ساختار زمینه افزایش می‌یابد.
۴. در اثر حضور سیلیسیم پارامتر شبکه با افزایش زمان آبیارسازی، با نرخ بیش‌تری نسبت به آلیاژ  $Fe_{65}-Co_{35}$  کاهش می‌یابد.
۵. با اضافه شدن سیلیسیم نیروی پس‌ماندزدا با نرخ بیش‌تری کاهش می‌یابد.

نیروی پس‌ماندزدا می‌شود [۱۷]. دلیل افزایش نیروی مغناطیسی‌زدا با ورود ناخالصی به این دلیل است که ناخالصی‌ها باعث قفل شدن دیواره‌ی حوزه‌های مغناطیسی می‌شود. با توجه به معادله (۱)

$$(1) \quad H_c = 2.4 \frac{\delta_w k_1}{\mu_0 M_s d} \beta^{2/3}$$

که در آن  $\beta$  تعداد ناخالصی یا خلل و فرج بر واحد حجم،  $d$  قطر ناخالصی و یا خلل و فرج و  $k_1$  ثابت ناهمسانگردی مگنتوکریستالی است [۱۷]، با افزایش تعداد ناخالصی‌ها قطر ناخالصی نیروی مغناطیسی‌زدا افزایش می‌یابد. هنگامی که اندازه کریستالی بزرگ‌تر از طول تبادلی مغناطیسی ( $L_{ex}$ ) باشد، نیروی مغناطیسی‌زدا به اندازه دانه بستگی دارد و رابطه بین نیروی مغناطیسی‌زدا، مغناطش اثبات و اندازه دانه به صورت زیر است [۱۸]:

$$(2) \quad H_c = 3 \sqrt{\frac{k T_c k_1}{a M_s}} \frac{1}{D}$$

در این معادله  $D$  اندازه دانه،  $k$  ثابت بولتزمن،  $T_c$  دمای کوری و  $a$  پارامتر شبکه است. همان‌طور که مشخص است با کاهش اندازه دانه، نیروی مغناطیسی‌زدا افزایش می‌یابد.

مقدار  $L_{ex}$  را می‌توان از فرمول زیر محاسبه کرد [۱۸-۱۹]:

$$(3) \quad L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{k_1}}$$

که ثابت سفتی تبادلی است. با ادامه عملیات آسیاب‌کاری تا ۴۰ ساعت نیروی پس‌ماندزدا به میزان قابل توجهی کاهش می‌یابد. 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 مغناطیسی‌زدا کاهش می‌یابد. این مقدار برای سیستم Fe-Si حدود ۳۰ نانومتر [۱۹] و برای آهن حدود ۱۷ نانومتر گزارش شده است [۱۶]. در حقیقت هنگامی که اندازه‌ی کریستالی به کمتر از طول تبادلی

#### واژه‌نامه

- |                             |                                  |                     |
|-----------------------------|----------------------------------|---------------------|
| 1. magnetic anisotropy      | 4. X-ray diffraction             | 7. shape anisotropy |
| 2. eddy current loss        | 5. scanning electron microscope  |                     |
| 3. saturation magnetization | 6. vibrating sample magnetometer |                     |

## مراجع

1. Seigel, R.W., "Materials Science and Technology, Processing of Metals and Alloys," Vol. 15, VCH, Weinheim, Germany, 1991.
2. Enjamin, J. S., "Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical Alloying", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 1, No. 10, pp. 2943-2951, 1970.
3. 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.
5. Sourmail, T., "Near Equiatomic FeCo Alloys: Constitution, Mechanical and Magnetic Properties", *Progress in Materials Science*, Vol. 50, pp. 816-880, 2005.
6. Pixius, K., Wunderlich, W. and Schilz, J., "A Microscopic Model For The Mechanical Alloying Of Silicon And Germanium", *Scripta metallurgica et materialia*, Vol. 33, No. 3, pp. 407-413, 1995.
7. 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.
8. Lebrun, J.l. and inal, K., "Second Order Stresses in Single Phase and Multiphase Materials Examples of Experimental and Modeling Approaches", *Ensam* 151, 1997.
9. 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.
12. 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.
13. حبیب نژاد کراین، م. "دانو مواد" انتشارات تهران فر انديش، ۱۳۸۶.
14. آقا زاده، ج.، مرعشی، پ. و رضائی، م.، "خواص مکانیکی مواد دانو بلوری" انتشارات دانشگاه صنعتی امیر کبیر، ۱۳۸۸.
15. Cantor, B., *Novel Nanocrystalline Alloys and Magnetic Nanomaterials*, pp.1-320, Oxford, UK, 2005.
16. Cullity, B. D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, 2nd ed., pp. 1-568, Wiley Publishing Company, 1972.
17. 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.
18. Askeland D.R. , "The Science and Engineering of Materials", Third ed., PSW Publishing Company, Boston, 1994.
19. 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.
20. Herzer G., "Grain Size Dependence of Coercivity and Permeability in Nanocrystalline Ferromagnets", *IEEE Transactions*, Vol. 26, pp.1397-1402, 1990.