بررسی ویژگیهای مغناطیسی نانوبلورهای آلیاژ Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4}، تهیهشده به روش آلیاژسازی مکانیکی

عموهادی، مریم^{۱*}؛ مظفری، مرتضی^۲؛ قرائتی، عبدالرسول^۱؛ رضازاده، محمد^۳ ^۱گروه فیزیک، دانشگاه پیام نور، ایران ۲ دانشکاه ماده دانشگاه صنعتی، اصفهان، اصفهان دانشکاه مواد، دانشگاه صنعتی، اصفهان، اصفهان

چکیدہ

در این پژوهش نانوبلورهای آلیاژ Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه شد. مواد اولیه با درصدهای مناسب در زمانهای ۵، ۷۵ و ۱۰ ساعت آلیاژسازی شدند. فازیابی پودرهای آسیاب شده با روش پراش سنجی پرتوایکس و نرمافزار MAUD لا MAUD انجام شد. به دلیل تشکیل فاز موردنظر تنها در نمونه-های آسیابکاری شده بازمان ۷۵ و۱۰ ساعت بررسیهای بیشتر بر روی این نمونهها انجام شد. وجود قلههای دوتایی در الگوهای پراش پرتوایکس بر پایهی وجود فازهای بانظم و بینظم این آلیاژها تفسیر شد. وجود دو کاهش در منحنی مغناطش – دمای هر نمونه نشاندهنده وجود دو فاز مغناطیسی است که به دو فاز بانظم و بینظم آشکارشده در الگوهای پراش پرتوایکس نسبت داده شد. مغناطش سنجی نمونهها نشان میدهد که با افزایش زمان آسیابکاری مغناطیس است که به دو فاز بانظم و بینظم آشکارشده در الگوهای پراش پرتوایکس نسبت داده شد. مغناطش سنجی نمونهها نشان میدهد که با افزایش زمان آسیابکاری مغناطش اشباعی افزایش می-

An investigation on magnetic properties of $Fe_{85}Si_{9.6}Al_{5.4}$ alloy nanocrystals, prepared by mechanical alloying

Amoohadi, Maryam*¹; Mozaffari, Morteza²; Gharaati, Abdolrasool¹; Rezazadeh, Mohammad³

¹ Department of Physics, payamenoor University, Iran ² Department of Physics, University of Isfahan, Isfahan ³Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan

Abstract

In this work, $Fe_{85}Si_{9.6}Al_{5.4}$ alloy nanocrystals was prepared by mechanical alloying. Raw materials were alloying for 5, 7.5 and 10 hours. Phase identification of the milled powders was carried out by X-ray diffractometry and X'Pert and MAUD software. Due to formation of the desired phase just in the samples milled for 7.5 and 10h, further investigation were carried out on these samples. Existence of twin peaks on the XRD patterns was explained based on existence of ordered and disordered phases of the alloys. Existence of two different decreases on the magnetization- temperature curves of each sample indicates that there are two different magnetic phases which are attributed to ordered and disordered and disordered phases revealed on XRD patterns. Magnetometry of the samples shows that by increasing of milling time saturation magnetizations increase too. *PACS No.75*

توجه زیادی را به خود جلب کرده است. این آلیاژ یکی از مهمترین مواد مغناطیسی نرم به کاررفته در ترانسفورماتورها، القاگرها، تقویت کننده های مغناطیسی و ... است [۱]. این ترکیب میان فلزی که برآمده از آلومینادهای آهن است می تواند ساختارهای بلورین بی نظم مکعبی مرکز حجمی (A2) ساختار

از سال ۱۹۲۳ آلیاژ مغناطیسی نرم Fe-Si-Al به دلیل تراوایی مغناطیسی بالا، مقاومت الکتریکی بالا نسبت به آهن خالص، ناهمسانگردی مغناطوبلوری پایین و مغناطوتنگش نزدیک به صفر،

مقدمه

بانظم پارهای (B2) و ساختار کاملاً بانظم (DO3) داشته باشد، شکل (۱)،۲٫۳٫۱].



(DO3) Si or Al ● Fe II ○ Fe I ● (مالله) (B2)Si or Al or Fe C ● Fe ● (م (A2) Si or Al or Fe ⊂ ● (ح

شکل ۱: نمای کلی از ساختار الف) بانظم ب) بانظم پارهای ج) بینظم [۲] نمودارهای فازی گوناگونی برای این آلیاژ موجود است که نشان میدهد ساختار بلوری آن میتواند با تغییر درصد عنصرهای تشکیلدهنده و/یا دما، از (A2) به (B2) و (DO3) و وارونه آن تغییر یابد، شکل (۲)، [۴]. پژوهش ها بر روی آلیاژهای گوناگون مانند Fe-A1 و Ti-Al ی پژوهش ها بر روی آلیاژهای گوناگون بانظم به بینظم با آسیابکاری نیز در یک دما و درصد معین از تصرها رخ میدهد[۵]. در این پژوهش نانوبلورهای آلیاژ -Fe-Si بانظم به ترتیب برای آهن، اA با درصدهای وزنی ۸۵ ، ۹/۶ و ۴/۵ به ترتیب برای آهن، سیلیسیوم و آلومینیوم به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه و تغییر ساختار و ویژگیهای مغناطیسی آنها به هنگام آسیابکاری مکانیکی بررسی شده است.



مواد و روشها

مواد اولیه شامل پودر آهن (با کمینه خلوص ۹۹% و اندازهی ذرات کوچکتر از ۴۵ میکرون) از شرکت آلمانی "متال پاودر"، پودر سیلیسیوم (با کمینه خلوص ۹۹% و اندازهی ذرات کوچکتر از ۴۴ میکرون) از شرکت" *آلدریچ*" و پودر آلومینیوم (با کمینه خلوص ۹۹% و اندازهی ذرات ۲۰۰۰-۲۰۰ میکرون) از شرکت" فلوکا' بودند که با درصدهای وزنی به ترتیب ۸۵ و ۹/۶ و ۹/۴ باهم مخلوط شدند.

۳۰ گرم از مخلوط پودرهای آهن – سیلیسیوم و آلومینیوم همراه با شماری گلولهی فولادی به قطرهای ۷ و ۱۲ میلیمتر در یک محفظه فولادی سختکاری شده ریخته شد، بهگونهای که نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰ به ۱ شود.

آلیاژسازی مکانیکی با یک دستگاه آسیاب سیارهای (FRITSCH) Pulverisette6) در زمانهای ۵ و ۷/۵ و ۱۰ ساعت و با سرعت 350rpm در اتمسفر آرگون انجام شد.

همه فرایند پر کردن و آسیابکاری پودر در یک کیسه دستکش دار و در فضای آرگون انجام شد. برای فازیابی نمونه ها پراش سنجی پرتوایکس (با لامپ مس و طولموج 1.5406Å) انجام شد. فازیابی، تعیین پارامتر شبکه و ریزتنش از الگوهای پراش پرتوایکس و با نرمافزارهای YPert و MAUD [۶] بر پایه محاسبات ریتولد به دست آمد. میانگین اندازه ی بلورک ها از الگوهای پراش پرتوایکس و با فرمول شرر $\frac{6}{\beta \cos \theta} = \overline{b}$ محاسبه شد، که در آن Λ طولموج پراش سنجی، θ زاویه ی براگ و β پهنای کامل در نیم شدت مربوط به پرشدت ترین قله ی پراش (110) فاز (A2) است.

آلیاژهای بهدست آمده در لولههایی از جنس کوارتز کپسوله و مغناطش برحسب دمای آنها با یک دستگاه ترازوی فاراده اندازه گیری شد. چرخه پسماند در دمای اتاق با پرمیامتر بر روی نمونههای استوانهای شکل به قطر ۱۰/۴۰ و بلندی حدود ۱۰ میلی متر که در فشار 600MPa فشرده شده بودند، رسم شد.

بحث و نتايج

شکلهای (۳-الف و ب) الگوهای پراش پرتوایکس مخلوط مواد اولیه و نمونههای آسیابکاری شده را پس از ۵، ۷/۵ و ۱۰ ساعت نشان می دهد.

همان گونه که دیده می شود در الگوی پراش نمونه ی ۵ ساعت آسیاب کاری شده، هم چنان قلههای مربوط به مواد اولیه ی سیلیسیوم و آلومینیوم دیده می شود که نشان می دهد محلول جامد به طور کامل تشکیل نشده است. با افزایش زمان آسیاب کاری به ۷/۵ ساعت، دیگر هیچ قلهای مربوط به مواد اولیه دیده نمی شود. قلههای شاخص گذاری شده باکارت استاندارد شماره (-035-00-045) مربوط به فاز بی نظم (Fe3Si یا A2) و (-045-

1206) همخوانی دارد. این قلهها با پرشدتترین قلههای مربوط به فاز بانظم (Fe3Si.7Al.3 یا DO3) نیز همخوانی دارد[۷]. با دقت بیشتر در الگوی پراش، شکل (۴)، دیده می شود که قلهها بهصورت دوتایی هستند. این رفتار در آلیاژهای Fe-Al نیز دیده شده [۸] که این دوتایی شدن به حضور فازهای بانظم و بی-نظم نسبت داده شده است.



شکل ۳-الف: الگوهای پراش پرتوایکس مخلوط مواد اولیه



شکل ۳-ب: الگوهای پراش پرتوایکس پودرهای آسیاب شده، ۵۵،۵ (۷/۵ و ۱۰(c) ساعت، همانگونه که بر روی شکل برچسب زدهشده است. قلههای شاخص گذاری شده باکارت استاندارد شماره (0519-0510) مربوط به فاز بینظم(Fe3Si یا A2) و (1206-045-00) همخوانی دارد. این قلهها با پر شدت ترین قلههای مربوط به فاز بانظم (Fe3Si.7A1.3 یا DO3) نیز همخوانی دارد.



شکل ۴: الگوهای پراش پرتوایکس نمونههای آسیابکاری شده در زمانهای ^{گرراگ} . رگستره ۴۲ تا ۴۸ درجه

میانگین اندازه بلورکها برای زمانهای آسیابکاری ۷/۵ و ۱۰ ساعت، به ترتیب ۱۱/۶ و ۹/۱ نانومتر به دست آمد. با تحلیل الگوهای پراش پرتوایکس با نرمافزار MAUD و مقایسه با داده-های مرجع مربوط به فاز بینظم (A2: Fe₃Si)، (COD (COD مای الکاری (A2: Fe₃Si)، (COD) (COD) (COD [۹] و فاز بانظم (A2) و (DO3:Fe₃Si)، (COD) شان داده (دار الکاری (A2) و (A2) و (DO3) نشان داده پس از زمانهای آسیابکاری (A) و ۱۰ ساعت محاسبه و در جدول (۱) آورده شد. باید گفت که بررسیها وجود فاز B2 را نشان نمی دهد.

جدول ۱: پارامتر شبکه (a)، میانگین اندازه بلورک (d) و ریزتنش (٤) مربوط به هر فاز پس از زمانهای آسیابکاری ۷/۵ و ۱۰ ساعت

	DO3		A2	
نمونه	3	a(Å)	3	a(Å)
۷/۵ ساعت آسیابکاری	•/•1•۴	6/891	•/••۵٨	۲/۸۵۹
۱۰ ساعت آسیابکاری	•/•18•	۵/۷۰۵	•/•••٨٣	7/201

با توجه به تحلیلهای بالا میتوان گفت:

۱- فازهای (A2) و (DO3) در آلیاژ وجود دارد.

۲- پارامتر شبکه نسبت به فاز Fe₃Si و آنچه در مرجعهای [۹] و
[۱۰] که پارامتر شبکه را برای فازهای (A2) و (DO3) به ترتیب،
[۱۰] که پارامتر شبکه را برای فازهای (A2) و (DO3) به ترتیب،
۲/۸۴۲۹ و ۵/۶۵۲ گزارش کردهاند، افزایش پیداکرده است که بیانگر تشکیل محلول جامدی شامل آهن، سیلیسیوم و آلومینیم است و
حل شدگی آلومینیوم که دارای شعاع اتمی بزرگتری(0.142nm)
حل شدگی آلومینیوم که دارای شعاع اتمی بزرگتری(0.142nm)
پارامتر شبکه شده است[۷].
۳- با افزایش زمان آسیابکاری به دلیل افزایش تنشهای واردشده ریز تنش افزایش زمان آسیابکاری میانگین اندازه بلورکها
کوچکشده است.

گرمایش برای دو نمونه با زمان آسیابکاری ۷/۵ و ۱۰ ساعت نشان میدهد، در این منحنیها دو افت در مغناطش در دو دمای

گوناگون دیده می شود که نشانگر وجود دو فاز مغناطیسی در نمونه ۱. - ۱۲۲۱



شکل ۵: منحنی تغییرات مغناطش برحسب دما برای دو نمونه a)۷/۵ و b) ۱۰ ساعت آسیابکاری شده، همانگونه که در شکل برچسب زدهشده است. دو افت در مغناطش نمونهها در دو دمای گوناگون دیده می شود.

شکل (۶) تغییرات مغناطش برحسب شدت میدان مغناطیسی را با زمان برای دو نمونه آسیابکاری ۷/۵ و ۱۰ ساعت نشان میدهد. افزایش مغناطش اشباعی با افزایش زمان آسیابکاری میتواند به دلیل افزایش درصد فاز (A2) باشد که در آن میانگین گشتاور مغناطیسی هراتم آهن (A2) بیش از میانگین آن در فاز (DO3)، (DO3) است [۳۳].



شکل ۶: منحنی مغناطش برحسب شدت میدان مغناطیسی a) ۷/۵ (b ساعت آسیابکاری، همانگونه که در شکل برچسب زدهشده است. مغناطش اشباعی با افزایش زمان آسیابکاری افزایشیافته است.



[1] K.H.J. Buschow, Handbook of magnetic materials, Elsevier2003.

[2] J.B. Friauf, Journal of the American Chemical Society, 49 (1927) 3107-3114.

[3] G. Sauthoff, Intermetallics, Weinheim, New York. Base1 - Cambridge - Tokyo, 1995.

[4] G. Bertotti, A. Ferchmin, E. Fiorillo, K. Fukamichi, K. Kobe, S. Roth, Soft Magnetic

Alloys, Invar and Elinvar Alloys Landolt Börnstein New Series, 3 (1994) 33-143.

[5] C. Suryanarayana, Progress in materials science, 46 (2001) 221.

[6] L. Lutterotti, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 268 (2010) 334-340.

[7] B. Zuo, N. Saraswati, T. Sritharan, H. Hng, Materials Science and Engineering: A, 371 (2004) 210-216.

[8] A.R. Yavari, D. Negri, E. Navarro, A. Deriu, A. Hernando, W.J. Botta, Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials, Trans Tech Publ1999, pp. 229-236.

[9] M. Schütte, R. Wartchow, M. Binnewies, Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie, 629 (2003) 1846-1850.

[10] J. Zhang, F. Guyot, Physics and chemistry of minerals, 26 (1999) 206-211.

[11] M.S. El-Eskandarany, Mechanical alloying: For fabrication of advanced engineering materials, William Andrew2001.

[12] Z.A. Motlagh, M. Mozaffari, J. Amighian, Journal of Magnetism and Magnetic materials, 321 (2009) 1980-1984.

[13] R.-H. Fan, L. Qi, K.-N. Sun, G.-H. Min, H.-Y. Gong, physics letters A, 360 (2006) 371-375.