

## بررسی عوامل مؤثر بر سنتز آلیاژ نانو ساختار $(\text{Fe-35\%Co})_{100-x}\text{Cr}_x=10$ تهیه شده به روش آلیاژسازی مکانیکی (Mechanical Alloying)

سعید فارابی خانقاهی\* و شهریار شرفی

دانشگاه شهید باهنر کرمان، گروه مهندسی مواد، کرمان، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۰/۱۱/۰۸، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۱/۰۱/۱۹، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۱/۰۲/۲۸

### چکیده

در این تحقیق، آلیاژ  $(\text{Fe-35\%Co})_{100-x}\text{Cr}_x=10$  به روش آلیاژسازی مکانیکی تولید شده است. هدف استفاده از این درصد آلیاژی (آلیاژ  $\text{Fe-35\%Co}$ ) به خاطر بالاترین مغناطش اشباعی است که این آلیاژ در بین تمام آلیاژها دارد. میزان کروم اضافه شده ۱۰٪ اتمی می‌باشد. بدین منظور مخلوط پودرهای آهن، کبالت و کروم در یک آسیاب گلوله سیاره‌ای با سرعت‌های ۳۰۰ و ۴۰۰ دور بر دقیقه و در زمان‌های ۰/۷۵، ۱/۷۵، ۳، ۱۰ و ۲۰ ساعت برای سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه و ۱، ۱۵، ۳۲، ۶۰ و ۹۰ ساعت برای سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه آسیاب شدند و از عامل کنترل فرآیند (Process Control Agent) متفاوت برای هر یک از سرعت‌ها استفاده شد و تاثیر سرعت و PCA بر جوش خوردن پودرها به محفظه مورد بررسی قرار گرفته است. پودرهای حاصل در زمان‌های مختلف آلیاژسازی توسط روش پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد ارزیابی قرار گرفت. ساختار کریستالی با افزایش زمان آسیابکاری ریزتر شده و به حد نانومتری می‌رسد.

**واژه‌های کلیدی:** آلیاژسازی مکانیکی، نانو ساختار، سرعت آسیابکاری، عامل کنترل فرآیند.

### ۱- مقدمه

فرآیند تولید آلیاژهای نانوکریستالی اختصاص داده شده است [۳،۴]. روش‌های مختلفی مانند الکتروپوزیشن، رسوب بخار، فرآیند سل-ژل، انجماد سریع و آلیاژسازی مکانیکی برای تولید مواد پیشرفته و نانو ساختار استفاده شده است [۱،۵،۶]. از میان این روش‌ها آلیاژسازی مکانیکی به خاطر سنتز مقدار زیاد پودرهای نانو ساختار در زمان کوتاه و ایجاد مزایایی که به راحتی قابل دستیابی می‌باشد مورد توجه است. در واقع سهولت، انعطاف پذیری و اقتصادی بودن این روش باعث گسترش آن شده است. بنابراین این روش به طور وسیع برای سنتز مواد غیرتعادلی

آلیاژهای نانوکریستال پایه آهنی از دهه ۱۹۸۰ علاقه شدیدی را ایجاد کردند. این آلیاژها دارای مجموعه‌ای از خواص مغناطیسی فوق العاده می‌باشند و در کاربردهایی مانند ذخیره اطلاعات، اندازه‌گیری‌های الکتریکی/مغناطیسی و تبرید مغناطیسی استفاده می‌شوند [۱]. در مقایسه با مواد پلی کریستال، مواد نانوکریستال خواص منحصر بفردی را به خاطر آرایش تک حوزه‌ها از خود نشان می‌دهد [۲]. مطالعات وسیعی به بررسی خواص و

\* عهده‌دار مکاتبات: سعید فارابی خانقاهی

نشانی: کرمان، دانشگاه شهید باهنر کرمان، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۳۴۱-۲۱۱۴۰۴۱، دورنگار: ۰۳۴۱-۲۱۱۱۸۶۵، پست الکترونیکی: bahman\_saeid\_1363@yahoo.com

ثابت شده است فاز حاصل از آلیاژسازی مکانیکی آهن و کروم رفتار شبه پایداری را به دلیل شکل‌گیری محلول جامد نامنظم bcc یا فازهای آمورف پارامغناطیس در دمای ۳۰۰ درجه کلین به خاطر ترکیبات کروم و روش تولید از خود نشان می‌دهد [۱۸]. کویونا (Koyona) و همکارانش [۱۹] در پودرهای  $Fe_{80}Cr_{20}$  و ترکیبات هم اتمی، شکل‌گیری فاز آلفا (bcc) فرومغناطیس را گزارش کردند. گونزالس (Gonzalez) و همکارانش [۱۶] سیستم‌های  $Fe_{50}Co_{50}$ ،  $Fe_{40}Co_{50}Cr_{10}$  و  $Fe_{50}Co_{40}Cr_{10}$  را بررسی کردند. برای آلیاژ  $Fe_{50}Co_{50}$  بعد از ۱۰ ساعت آسیاکاری، مخلوطی از محلول جامد  $FeCo$  و  $Fe$  (آلفا) مشاهده شد. برای سیستم‌های کروم‌دار در زمان‌های آسیاکاری بیشتر جایگزینی کروم در ساختار  $Fe$  و  $FeCo$  را مشاهده کردند و مخلوطی از فازهای مختلف  $FeCr$ ،  $FeCo$  و  $FeCoCr$  را گزارش دادند. به طور کلی با افزایش سرعت چرخش آسیاب انرژی منتقل شده به پودر افزایش می‌یابد. استفاده از سرعت بالا دارای محدودیت‌هایی از قبیل، انتخاب حداکثر سرعت و افزایش دمای محفظه است [۲۰، ۲۱]. گزارش شده است که در روند تشکیل نانوکریستال، بکارگیری آسیاکاری با سرعت بالا منجر به افزایش اندازه بلوری پودر نهایی شده و مقدار کرنش داخلی بلورها به علت پدیده تبلور مجدد دینامیکی کاهش می‌یابد [۲۱]. همچنین با بررسی فرآیند آلیاژسازی مکانیکی در آسیاب سیاره‌ای مشخص شده که آسیاکاری شامل ۲ مکانیزم غلتیدن نسبی همراه با اصطکاک بین گلوله‌ها و جداره ظرف و یا برخورد بین گلوله‌ها و بین گلوله و جداره محفظه است بطوریکه در سرعت‌های پایین مکانیزم غلتیدن و اصطکاک غالب بوده و در سرعت‌های بالا برخورد مکانیزم غالب است [۲۰]. شرایط اصلی برای فرآیند آلیاژسازی مکانیکی در صورت دستیابی تعادل بین جوش سرد و شکست بدست می‌آید. در اغلب موارد شرایط تعادل به تنهایی با فرآیند آسیاکاری قابل دستیابی نیست. در این موارد جوش سرد بین خود ذرات (رشد ذرات برای آگلومره شدن) و بین ذرات پودر و اجزای آسیاب (محفظه و گلوله) یک مشکل جدی محسوب می‌شود. عامل کنترل فرآیند برای کاهش جوش سرد در طول آسیاکاری به مخلوط پودری اضافه می‌شود. این مواد می‌تواند به صورت جامد،

مانند محلول جامد فوق اشباع، کریستال‌های شبه پایدار و مواد آمورف و نانو ساختار استفاده می‌شود [۸، ۷، ۱]. آلیاژسازی مکانیکی توجه پژوهشگران زیادی را به خود جلب کرده است و تحقیقات فراوانی در ارتباط با این فرآیند به دلیل نتایج ارزشمندشان انجام شده که این نتایج کاربردی می‌باشند. از این روش برای تولید مخلوط‌های آلیاژ پودری در مقیاس اتمی تا شکل‌گیری پودرهای آمورف و یا مواد نانوکریستالی با اندازه دانه ۵ تا ۲۰ نانومتر استفاده می‌شود [۹]. آلیاژسازی مکانیکی یک روش غیرتعادلی است [۱۰]. بزرگترین امتیاز آلیاژسازی مکانیکی، تولید آلیاژهای نو، مواد مهندسی پیشرفته و آلیاژسازی عناصر نامحلول درهم می‌باشد که این عناصر توسط روش‌های معمول قابل حل نمی‌باشند. آلیاژسازی مکانیکی، روشی حالت جامد شامل جوش سرد، شکست و جوش سرد مجدد در یک آسیاب پرانرژی است و محدودیت‌های دیاگرام فازی در این فرآیند وجود ندارد [۱۱، ۱۲]. در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر فرآیند به منظور تهیه ساختار مورد نظر از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است که در این کار به این امر پرداخته شده است.

در دهه‌های گذشته انواع متفاوتی از مواد مغناطیسی شامل آهن و آلیاژهای آن مورد استفاده بوده است. آهن خالص یک ماده فرومغناطیس مناسب است. اما مقاومت الکتریکی آن خیلی پایین است. بنابراین تلفات جریان‌های گردابی در آن بالا است. در اثر آلیاژسازی آهن با کبالت می‌توان خواص مغناطیسی آن را بهبود بخشید [۱۴، ۱۳، ۷]. در سیستم آلیاژی آهن کبالت، بالاترین مغناطش اشباع در ترکیب  $Fe-35\%Co$  حاصل می‌گردد [۱۴، ۱۳]. آلیاژهای سه‌تایی  $Fe-Co-Cr$  اساساً جزء آلیاژهای مغناطیسی و دما بالا هستند [۱۵]. پس در این کار بر روی آلیاژ آهن-کبالت-کروم بررسی‌ها انجام شده است. پیش از این تولید آلیاژهای نانوکریستالی مختلفی از  $Fe-Co$ ،  $Fe-Cr$  و  $Fe-Co-Cr$  گزارش شده بود [۱۶، ۱۱، ۱۰]. در سیستم آلیاژی  $FeCr$ ، شکل‌گیری فاز bcc مشاهده شده بود. طبق دیاگرام فازی سیستم آهن-کروم، گرمای اختلاط کوچکی دارد و در دمای اتاق امتزاج ناپذیری بزرگی را از خود نشان می‌دهد. آهن و کروم در این دما نامحلول هستند [۱۷].

نانومتر بوده است. تعیین اندازه کریستال و کرنش شبکه پودرهای آسیاکاری شده توسط روش ویلیامسون- هال صورت پذیرفت [۲۲]:

$$B \cos \theta = \frac{0.9\lambda}{D} + 2\eta \sin \theta \quad (1)$$

در این رابطه، B پهنای پیک در نصف ارتفاع ماکزیمم،  $\theta$  زاویه براگ،  $\varepsilon$  کرنش داخلی شبکه،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس و d اندازه کریستالیت‌ها است. در نتیجه پس از رسم خط مربوط به تغییرات  $B \cos \theta$  بر حسب  $2 \sin \theta$ ، با استفاده از شیب و عرض از مبدا خط به ترتیب مقدار کرنش و اندازه متوسط کریستالیت‌ها محاسبه می‌شود. برای تعیین دقیق پارامتر نصف شدت پیک جهت استفاده در معادله ویلیامسون- هال از نرم افزار Sigma Plot کمک گرفته شد. مورفولوژی، شکل و اندازه ذرات پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (مدل Cam Scan MV) مورد مطالعه قرار گرفت.

### ۳- نتایج و بحث

شکل ۱ الف و ب به ترتیب نمونه‌های ماکروسکوپی کلوخه شده و پودر ترکیب مورد نظر را پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری در سرعت ۴۰۰ rpm نشان می‌دهد. در این سرعت با پارامترهای ذکر شده تا زمان ۶ ساعت چسبیدن پودرها به بدنه محفظه مشاهده نشد. اما در ۱۰ ساعت و ۲۰ ساعت، در پایان آسیاکاری مقداری از پودرها به محفظه چسبیده و به صورت کلوخه از محفظه جدا شدند و مقداری هم به صورت پودری باقی ماند. با افزایش اتانول از ۱۱ قطره به ۲۰ قطره، این مشکل در ۱۰ ساعت رفع شد. ولی در ۲۰ ساعت حتی با افزایش اتانول مشکل فوق پابرجا بود. حتی تغییر دادن نوع عامل کنترل فرآیند از اتانول به اسید استتاریک و همچنین تغییر زمان آسیاب از ۱ ساعت آسیاب به همراه ۱۵ دقیقه استراحت به ۵ ساعت آسیاب با ۳۰ دقیقه استراحت مؤثر نبود. در نتیجه تغییرات فوق در زمان ۱۰ ساعت مؤثر ولی در زمان بالاتر بی‌حاصل بوده است. پس نتیجه گرفته می‌شود که دلیل اصلی این امر به خاطر عامل کنترل فرآیند نمی‌باشد، بلکه انرژی زیاد حاصل از سرعت و تعداد گلوله‌ها مسبب این

مایع و گاز باشند و بیشتر ترکیبات آلی می‌باشند [۲۰، ۲۱].

در کار حاضر، پودرهای آلیاژی نانو کریستال  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$  در دو سرعت ۳۰۰ و ۴۰۰ rpm با عامل‌های کنترل فرآیند، میزان شارژ و زمان‌های متفاوت در یک آسیاب گلوله سیاره‌ای آماده شد. زمان آلیاژسازی، خواص ساختاری، اثر سرعت و جوش سرد پودرها به محفظه مورد بررسی قرار گرفته است.

### ۲- فعالیت‌های تجربی

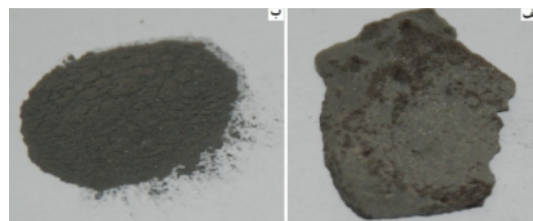
آلیاژ  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$  توسط روش آلیاژسازی مکانیکی در یک آسیاب گلوله سیاره‌ای آماده شد. مواد اولیه شامل پودرهای آهن (با خلوص ۹۹/۹٪ و اندازه ذرات کمتر از ۱۰ میکرون)، کبالت (با خلوص ۹۹/۹۹٪ و اندازه ذرات کمتر از ۱ میکرون) و کروم (با خلوص ۹۹-۴٪ و اندازه ذرات کمتر از ۳۰۰ میکرون) در یک محفظه فولادی به همراه گلوله‌های فولادی (گلوله کوچک با وزن ۴ گرم و گلوله بزرگ با وزن ۳۱/۸ گرم) تحت اتمسفر آرگون با خلوص ۹۹/۹۹٪ بارگیری شدند. از ۲ سرعت ۳۰۰ و ۴۰۰ دور بر دقیقه با پارامترهای متفاوت برای هر یک از سرعت‌ها استفاده شد.

در سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه وزن شارژ ۱۰ گرم، نسبت گلوله به پودر (Ball-to-Powder Ratio: BPR) ۲۰:۱ و عامل کنترل فرآیند پودر اسید استتاریک (۱ درصد وزنی شارژ) می‌باشد و در زمان‌های ۱، ۱۵، ۳۲، ۶۰ و ۹۰ ساعت آسیاکاری انجام شده است. ولی در سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه وزن شارژ ۱۵ گرم، نسبت گلوله به پودر همان ۲۰:۱ و عامل کنترل فرآیند اتانول (۱۱ قطره) بود و در زمان‌های ۰/۷۵، ۱/۷۵، ۳، ۱۰ و ۲۰ ساعت آسیاکاری انجام شد. در حین آسیاکاری برای سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه، به ازای هر ۵ ساعت آسیاب ۳۰ دقیقه استراحت و برای سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه به ازای هر ۱ ساعت آسیاب، ۱۵ دقیقه استراحت لحاظ گردید.

برای بررسی ساختار، اندازه کریستال، میکروکرنش شبکه و آنالیز فازی ذرات پودر از آنالیز اشعه ایکس استفاده گردید. آنالیز مذکور با دستگاه Philips X'pert High Score انجام پذیرفت. آند مورد استفاده فلز مس با طول موج ۰/۱۵۴۰۵

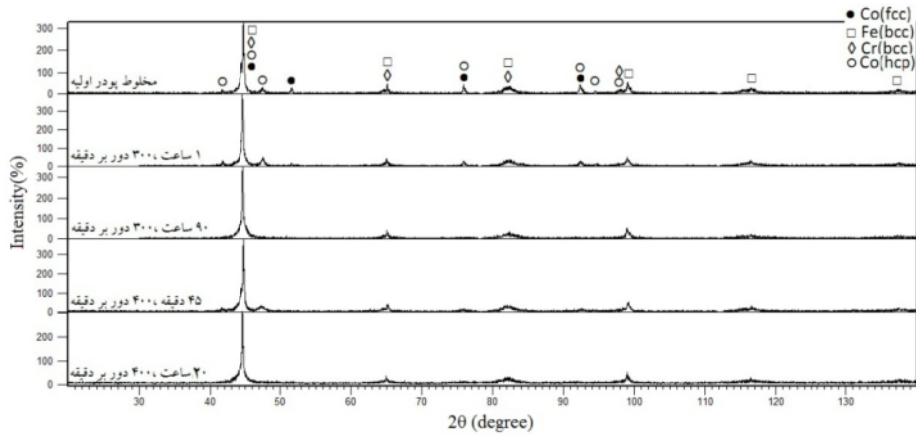
در ۱۵ ساعت اتفاق افتاده که این امر خود گواهی دیگر بر اختلاف انرژی بالای بین این دو سرعت آسیاکاری است. احتمال تشکیل فازهای جدید در اثر افزایش انرژی ورودی بالا (سرعت بالا) و افزایش دما وجود دارد [۱۱]. ولی با توجه به شکل ۲ هیچگونه فاز جدیدی در شکل برای سرعت بالا مشاهده نمی‌شود. در واقع هیچگونه پیک جدید که گواهی تشکیل فاز جدید باشد دیده نشده است. شکل ۳ الگوی پراش مربوط به نمونه‌های کلوخه‌ای و پودری ترکیب مورد نظر را بعد از ۲۰ ساعت آسیاکاری نشان می‌دهد. در این شکل در نمونه کلوخه‌ای هیچگونه فاز جدیدی دیده نمی‌شود که این امر با تصاویر میکروسکوپی تایید شده است (شکل ۴ الف). دلیل شکل نگرفتن فاز جدید (پیش‌بینی بر این بود که در نمونه کلوخه‌ای فازهای جدید مشاهده شود) به این خاطر می‌باشد که انرژی ورودی و در پی آن افزایش دما، نیروی محرکه لازم برای تسریع فرآیند تغییر فاز و در نتیجه تجزیه فازهای شبه پایدار و ترکیب را فراهم نکرده است [۲۰]. در ضمن با توجه به پیک‌ها در هر دو نمونه دیده شده است که بعد از این زمان آسیاکاری، پیک‌های کبالت و کروم حذف شده و در هر دو نمونه آلیاژسازی انجام شده است و محلول جامد (آلیاژ مورد نظر) حاصل شده است. شکل ۴ ب تصویر میکروسکوپی را برای پودرهای ۲۰ ساعت آسیاب شده در سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه نشان می‌دهد. در واقع در این زمان در درون محفظه مقداری پودر به کلوخه تبدیل می‌شود و مقداری حالت پودری دارد. آگلومره شدن به وضوح در نمونه کلوخه‌ای نسبت به نمونه پودری مشاهده می‌شود که امری مسلم است. شکل ۵ مربوط به توزیع عنصری آهن، کبالت و کروم پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری نمونه کلوخه‌ای است. در این شکل توزیع یکنواختی از عنصرهای فوق مشاهده می‌شود که گواهی بر انجام آلیاژسازی و تشکیل آلیاژ FeCoCr و عدم تجمع عنصری خاص در نمونه کلوخه‌ای است. در واقع هنگامی که شدت (انرژی) آسیاکاری با افزایش وزن، چگالی گلوله‌ها و سرعت چرخش بیشتر شود، به دنبال برخوردهای صورت گرفته انرژی بالاتری به پودر منتقل می‌گردد. بنابراین اتلاف انرژی به صورت حرارت به عنوان عاملی مؤثر بر تشکیل فاز غیر بلوری افزایش می‌یابد.

موضوع است. با افزایش سرعت چرخش و تعداد گلوله‌ها انرژی منتقل شده به پودر افزایش می‌یابد. در سرعت‌های پایین مکانیزم غلتیدن و اصطکاک غالب بوده و در این حالت پهن شدن ذرات اتفاق می‌افتد. در حالیکه در سرعت‌های بالا و تعداد گلوله‌های بیشتر برخورد مکانیزم غالب است. در این حالت ذرات به راحتی به هم جوش سرد خورده و فرآیند آلیاژسازی به سرعت انجام می‌شود. البته در حین آلیاژسازی، امکان چسبیدن پودرها به گلوله‌ها و محفظه وجود دارد که استفاده از سرعت‌های دوگانه باعث کاهش جوش سرد می‌شود [۲۰]. اما در پودرها با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه به دلیل کاهش میزان انرژی حاصل از پارامترهای بیان شده، چسبیدن پودرها به محفظه دیده نشده است.

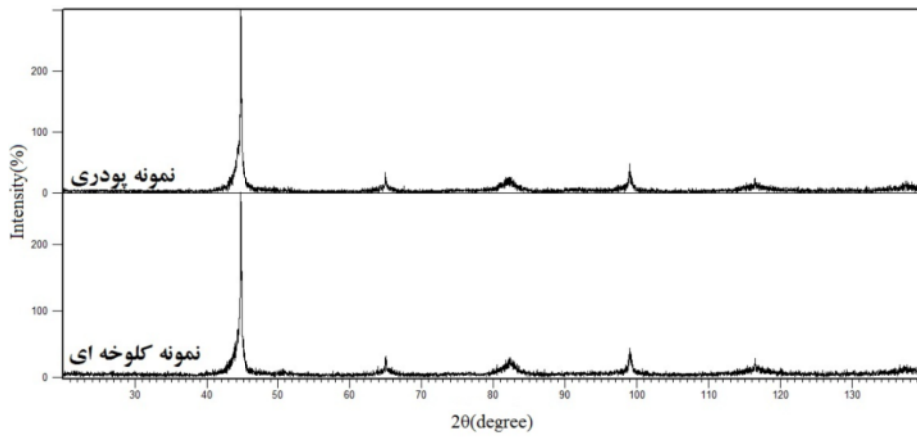


شکل ۱: نمونه‌های ماکروسکوپی، الف) کلوخه و ب) پودر.

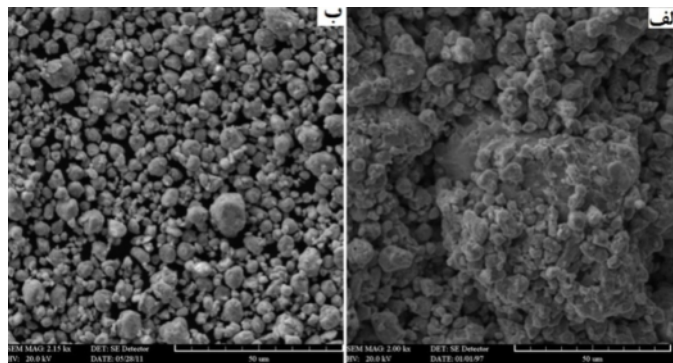
شکل ۲ الگوی پراش آلیاژ  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$  را در زمان‌های اولیه و انتهایی آلیاژسازی، برای سرعت‌های ۳۰۰ و ۴۰۰ دور بر دقیقه به همراه مخلوط پودر اولیه نشان می‌دهد. با توجه به شکل در سرعت ۴۰۰ rpm آلیاژسازی سریع‌تر و در زمان ۲۰ ساعت انجام شده، در حالیکه برای سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه در ۹۰ ساعت این امر محقق شده است. سینتیک فرآیند وابستگی زیادی به انرژی آسیاکاری داشته و زمان لازم برای دستیابی به ساختاری مشابه در آسیاکاری کم انرژی طولانی‌تر خواهد بود [۲۰]. زیرا در اثر افزایش سرعت و غالب شدن مکانیزم برخورد، تعداد برخوردها در واحد زمان افزایش یافته و در نتیجه انرژی بالاتر به پودرها منتقل شده است. افزایش دما و بنابراین تسریع در کل فرآیند نفوذ اتفاق می‌افتد که این امر باعث افزایش سرعت فرآیند آلیاژسازی می‌شود [۲۱]. با توجه به شکل ۲، فاز کبالت fcc در سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه بعد از ۴۵ دقیقه محو شده و به کبالت hcp استحاله یافته است. ولی این استحاله در سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه



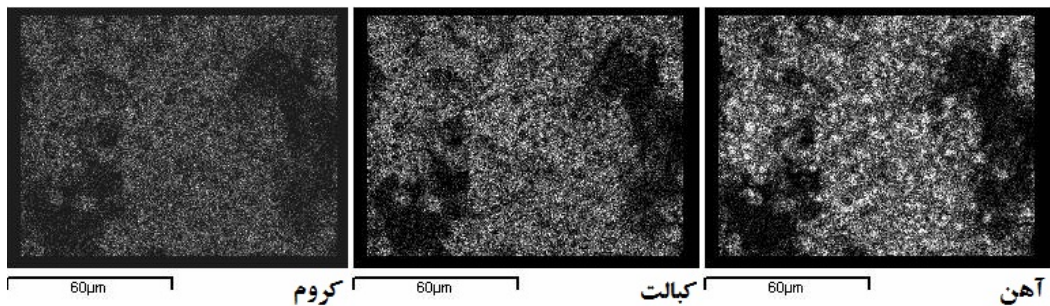
شکل ۲: الگوهای پراش اشعه ایکس برای شرایط مختلف آسیاکاری.



شکل ۳: الگوهای پراش اشعه ایکس در سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه و ۲۰ ساعت آسیاکاری.

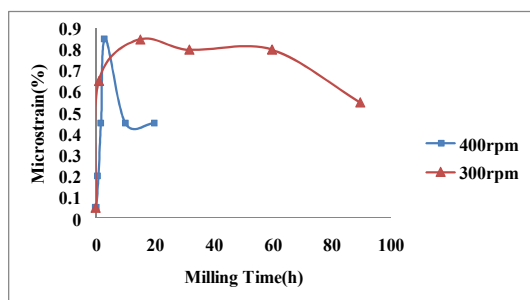


شکل ۴: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی بعد از ۲۰ ساعت آسیاکاری، (الف) نمونه کلوخه ای و (ب) نمونه پودری.



شکل ۵: تصاویر توزیع عنصری مربوط به نمونه کلوخه ای بعد از ۲۰ ساعت آلیاژسازی.

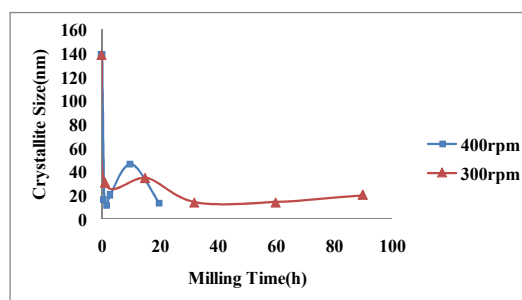
زمان ۶۰ ساعت به بعد به دلیل افزایش دما مقداری از انرژی مکانیکی ذخیره شده در پودرها آزاد می‌شود که این امر دلیل این افزایش است. این اتفاق برای نمودار ۴۰۰ دور بر دقیقه در زمان بسیار کمتری و شدت بالاتر دیده می‌شود. زیرا در این سرعت، شدت و انرژی آسیاکاری بالاتر است و به زمان تشکیل کلوخه نزدیک می‌شود. اما از ۱۰ ساعت به بعد کاهش اندازه دانه با شیب زیاد بسیار عجیب می‌باشد در حالیکه پیش‌بینی می‌شود روند افزایشی همچنان ادامه داشته باشد. به احتمال زیاد، چون در این بازه زمانی مقداری از ذرات به صورت کلوخه به محفظه می‌چسبند، پودر باقیمانده با یک نسبت وزنی گلوله به پودر بالاتری آسیاب می‌شود که در نتیجه آن انرژی خیلی بالاتری نسبت به زمان قبل از تشکیل کلوخه به پودر وارد می‌شود. پس این امر بر افزایش دما غلبه کرده و اندازه دانه‌ها کاهش می‌یابد.



شکل ۷: تغییرات کرنش درونی با زمان آسیاکاری.

شکل ۷ نمودار کرنش شبکه بر حسب زمان آسیاکاری را برای آلیاژ  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$  در سرعت‌های ۳۰۰ و ۴۰۰ دور بر دقیقه نشان می‌دهد. در نمودار، نمونه با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه تا ۱۵ ساعت و در نمونه با سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه تا ۳ ساعت با زیاد شدن زمان آسیاکاری، کرنش شبکه به میزان قابل توجهی افزایش می‌یابد. این افزایش به دلیل ورود انرژی مکانیکی به درون ماده می‌باشد که این انرژی مکانیکی باعث ایجاد میکروکرنش در ماده می‌شود [۲۱، ۲۰، ۱]. در نمودار با سرعت کمتر از ۱۵ ساعت به بعد روند تقریباً ثابت تا ۶۰ ساعت مشاهده می‌شود و در نهایت از ۶۰ ساعت تا زمان آلیاژسازی کاهش در کرنش وجود دارد. دلیل این امر به خاطر ماکزیمم انرژی ورودی به ذرات پودر و افزایش دما

یعنی یک میزان بحرانی برای تشکیل فاز بلوری و همچنین فازهای خاص وجود دارد. در حالیکه با پایین بودن شدت، آلیاژسازی در زمان‌های طولانی‌تر صورت می‌گیرد [۲۰]. به طور کلی انرژی آزاد پودر در اثر ایجاد نقایص شبکه‌ای ناشی از تغییر شکل پلاستیک افزایش یافته و مقدار این افزایش به شدت آسیاکاری وابسته است. به نحوی که شدت آسیاکاری کمتر از یک مقدار بحرانی، برای ایجاد فازی خاص کافی نیست [۲۱].



شکل ۶: تغییرات اندازه دانه با زمان آسیاکاری.

پس طبق شکل‌های مشاهده شده، مقدار انرژی خاص برای ایجاد فازهای متفاوت در اثر شرایط شدت بالا مهیا نشده و در شدت پایین آلیاژسازی مکانیکی و تشکیل فازهای بلوری در زمان بسیار طولانی‌تر فراهم شده است. شکل ۶ نمودار اندازه کریستالیت‌ها بر حسب زمان آسیاکاری را برای آلیاژ  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$  در سرعت‌های ۳۰۰ و ۴۰۰ دور بر دقیقه نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، روند کلی برای هر دو سرعت کاهش اندازه دانه می‌باشد. در سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه بعد از ۱۰۵ دقیقه اندازه دانه به حدود ۱۰ نانومتر رسیده است. سپس یک روند افزایشی تا ۱۰ ساعت دیده می‌شود و از ۱۰ تا ۲۰ ساعت مجدد کاهش در اندازه دانه رویت می‌شود. به طور کلی با افزایش زمان آسیاکاری به دلیل تغییر فرم پلاستیک شدید دانسیته عیوب و نابجایی‌ها افزایش می‌یابد و از همراستا شدن نابجایی‌ها مرزهای فرعی تشکیل می‌شود و در ادامه به دلیل کار مکانیکی فزاینده، دانه‌های فرعی تغییر جهت داده و به دلیل اصلی با اندازه خیلی کوچک‌تر تبدیل می‌شوند که دلیل اصلی روند کلی کاهش در اندازه کریستالی است [۱۰]. نمودار ۳۰۰ دور بر دقیقه روند منظم‌تری دارد. از

چسبیدن پودر به محفظه و تشکیل کلوخه بر زمان آلیاژسازی تغییری ایجاد نکرده است. با افزایش زمان آسیاکاری اندازه 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 پیدا می‌کند.

## مراجع

- [1] H. Shokrollahi, *Journal of Materials and Design*, **30**, 2009, 3374.
- [2] M. Khajepour, S. Sharafi, *Journal of Alloy and Compounds*, **509**, 2011, 7729.
- [3] I. Chicinas, *Journal of Optoelectron Adv. Mater.*, **8**, 2006, 439.
- [4] R.C. OHandley, "Modern Magnetic Materials (Principles and Applications)", Wiley-Interscience, 2000.
- [5] M. Delshad Chermahini, S. Sharafi, H. Shokrollahi, M. Zandrahimi, *Journal of Alloys and Compounds*, **484**, 2009, 54.
- [6] K.S. Choo, K. Gheisari, J.T. Oh, S. Javadpour, *Journal of Materials Science and Engineering B*, **157**, 2009, 53.
- [7] R. Koohkan, S. Sharafi, H. Shokrollahi, K. Janghorban, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **320**, 2008, 1089.
- [8] Z. Bensebaa, B. Bouzabata, A. Otmani, A. Djekoun, A. Kihal, J.M. Greneche, *Journal of Physics Procedia*, **2**, 2009, 649.
- [9] S. Gomari, S. Sharafi, *Journal of Alloy and Compounds*, **490**, 2010, 26.
- [10] M. Sherif, E. Eskandarany, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials", Noyes Publications, New York, 2001.
- [11] C. Suryanarayana, E. Ivanov, V.V. Boldyrev, *Journal of Materials Science and Engineering A*, **304**, 2001, 151.
- [12] K. Gheisari, S. Javadpour, J.T. Oh, M. Ghaffari, *Journal of Alloys and Compounds*, **472**, 2009, 416.
- [13] H. Shokrollahi, K. Janghorban, *Journal of Materials Processing Technology*, **189**, 2007, 1.
- [14] M. Delshad Chermahini, S. Sharafi, H. Shokrollahi, M. Zandrahimi, *Journal of Alloys and Compounds*, **474**, 2009, 18.
- [15] J. Tomiska, *Journal of Calphad*, **33**, 2009, 599.
- [16] G. Gonzalez, D. Oleszak, A. Sagarzazu, R. Villalba, L. Donofrio, *Journal of Metallurgy Materials*, **31**, 2011, 64.
- [17] T. Sourmail, *Journal of Progress in Materials Science*, **50**, 2005, 816.
- [18] G. Shen, D.M. Jiang, F. Lin, W.Z. Shi, X.M. Ma, *Journal of Physica B*, **367**, 2005, 137.
- [19] T. Koyana, T. Takizawa, T. Kukunaga, U. Mizutani, *Journal of Appl. Phys.*, **73**, 1993, 429.
- [۲۰] ابوالقاسم عطائی، سعید شیبانی، غلامرضا خیاطی، سعید اسدی کوهنجانی، "آلیاژسازی و فعال‌سازی مکانیکی (فناوری تهیه نانومواد)"، انتشارات جهاد دانشگاهی شعبه واحد تهران، ۱۳۸۵.
- [21] C. Suryanarayana, "Mechanical Alloying and Milling", Marcel Dekker, New York, 2003.
- [22] M. Delshad Chermahini, M. Zandrahimi, H. Shokrollahi, S. Sharafi, *Journal of Alloys and Compounds*, **477**, 2009, 45.

که باعث آنیل جزئی پودرها و کاهش میکروکرنش است، می‌باشد. اما در نمونه با سرعت بیشتر، کاهش شدید میکروکرنش از ۳ تا ۱۰ ساعت و سپس افزایش بسیار اندک آن از ۱۰ تا ۲۰ ساعت بسیار جالب است. زیرا همانطور که قبل از این بیان شد این کاهش شدید میکروکرنش بدلیل افزایش دما است که در این سرعت، این افزایش دما بسیار بیشتر است (از آنجایی که به زمان تشکیل کلوخه نزدیک می‌شویم). افزایش بسیار اندک در کرنش مرحله انتهایی نمونه با سرعت بیشتر به دلیل نزدیک شدن به زمان تشکیل کلوخه و افزایش BPR است. ولی این افزایش بر خلاف کاهش شدید اندازه دانه در این بازه زمانی بسیار کم است. شاید به این دلیل باشد که به زمان آلیاژسازی نزدیک شده و میکروکرنش ۰/۴ درصد وزنی برای تشکیل مجدد دانه‌ها با اندازه دانه زیر ۲۰ نانومتر کافی باشد. با توجه به شکل‌های ۶ و ۷ مشاهده می‌شود که برای سرعت بیشتر، میانگین اندازه کریستال‌ها افزایش و کرنش‌های درونی کاهش می‌یابد (به خصوص در زمان نزدیک به ۵ تا ۱۵ ساعت). زیرا با آسیاکاری شدیدتر و در پی آن افزایش دمای شدیدتر، نفوذ (جنبش اتمی بالاتر) بیشتر شده و در نتیجه بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی افزایش می‌یابد [۲۱].

## ۴- نتیجه‌گیری

در سیستم  $(Fe-35\%Co)_{100-x}Cr_x=10$ ، بعد از زمان لازم بر اساس پارامترهای موجود در روش آلیاژسازی مکانیکی، اتم‌های کروم و کبالت در ساختار آهن قرار گرفته و مخلوطی از محلول‌های جامد  $FeCr$  و  $FeCo$ ،  $Fe(CoCr)$  را ایجاد می‌کنند. افزایش سرعت آسیاکاری از ۳۰۰ به ۴۰۰ دور بر دقیقه سبب کاهش زمان آلیاژسازی از ۹۰ ساعت به ۲۰ ساعت می‌شود. در ضمن افزایش سرعت آسیاکاری (افزایش انرژی وارد شده به ذرات پودری)، افزایش دما و غالب شدن مکانیزم برخورد را به همراه دارد و باعث جوش خوردن ذرات به هم و محفظه می‌شود.