

بررسی مکانیزم تبلور و تأثیر عملیات حرارتی بر ساختار و خواص مغناطیسی نوارهای آمورف $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$

دانشجوی دکتری مواد، پژوهشکده توسعه تکنولوژی، جهاد دانشگاهی شریف
بهزاد بینش

دانشیار، پژوهشکده توسعه تکنولوژی، جهاد دانشگاهی شریف
علی جزایری قره باغ

کارشناس ارشد مهندسی مواد، پژوهشکده توسعه تکنولوژی، جهاد دانشگاهی شریف
حمید اروني

چکیده

در تحقیق حاضر نوارهای آمورف $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ توسط فرایند ریخته‌رسی نوارهای عریض^۱ تولید شدند و به کمک آزمایش‌های پراش اشعه ایکس (XRD)، آنالیز حرارتی تفاضلی (DTA) و اندازه‌گیری خواص مغناطیسی مشخصه‌یابی شدند. انرژی فعال‌سازی تبلور نوارهای آمورف به روش DTA تحت نرخ‌های گرمایش مختلف و به کمک مدل‌های سینتیکی کیسینجر^۲ و اوگیس-بنت^۳ برابر با 673.5 kJ/mol تعیین شد. بررسی نتایج خواص مغناطیسی نوارهای آمورف عملیات حرارتی شده تحت اتمسفر گاز محافظ و در محدوده دمایی $300\text{--}560^\circ\text{C}$ به مدت زمان $15\text{--}60$ دقیقه نشان داد که آنیل نوارهای ریخته‌رسی شده تا دمای 400°C باعث افزایش مقدار القاء اشباع می‌شود، در حالی که با افزایش بیشتر دما، به دلیل تشکیل فازهای بلوری محلول جامد کبات، Co_{13}B_7 و Fe_{23}B_6 خواص نرم مغناطیسی شدیداً افت می‌کند.

کلمات کلیدی: آمورف، ریخته‌رسی نوارهای عریض، $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ ، عملیات حرارتی، آنیل، خواص مغناطیسی نرم، تبلور

A Study on Crystallization Mechanism and Effects of Heat Treatment on the Structure and Magnetic Properties of $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ Amorphous Ribbons

B. Binesh	Ph.D Student of Materials Engineering, Technology Development Institute, ACECR
A. Jazayeri Gharehbagh	Assistant Prof. Technology Development Institute, ACECR
H. Arooni	Ms.C of Materials Engineering, Technology Development Institute, ACECR

Abstract

Amorphous $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ ribbons were prepared by planar flow casting process and characterized by x-ray diffractometry (XRD), differential thermal analysis (DTA) and magnetic measurements. Activation energy of amorphous to crystallization transition was estimated at various heating rates by two well-known Kissinger and Augis & Bennet (A&B) methods using DTA results, and was found to be around 673.5 kJ/mol . The magnetic properties of amorphous ribbons heat treated under protective gas atmosphere at temperatures in the range of $300\text{--}560^\circ\text{C}$ for 15 to 60 minutes revealed that the annealing of as-spun ribbons up to 400°C leads to an increase in the magnetic saturation induction, while severe deterioration of soft magnetic properties were observed with further increasing the temperature, due to formation of some crystalline phases, such as cobalt solid solution, Fe_{23}B_6 and Co_{13}B_7 phases.

Keywords: Amorphous, Planar flow casting, $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$, Heat treatment, Annealing, Soft Magnetic properties, Crystallization

¹ Planar Flow Casting

² Kissinger

³ Augis & Bennet

شد و در نهایت سیکل مناسب جهت دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب تعیین گردید.

۲- روش انجام آزمایشات

برای تهیه شمش آلیاژ Unitika با ترکیب شیمیایی $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ از مواد اولیه با خلوص بالا شامل کبالت (۹۹.۵٪)، آهن (۹۹.۶٪)، سیلیسیم (۹۸.۵٪) و بور (۹۹.۵٪) استفاده شد. عملیات ذوب و آلیاژسازی به روش ذوب القایی تحت اتمسفر گاز آرگن انجام گردید و نوارهای آمورف با ضخامت و پهنای به ترتیب $20\text{ }\mu\text{m}$ و 2 mm به روش ریخته-ریسی نوارهای عریض تهیه شدند. سرعت خطی دیسک و فشار تزریق مذاب در فرایند ریخته-ریسی به ترتیب برابر 30 m/s و 300 mbar تنظیم شد. سینتیک بلوری شدن آلیاژ با استفاده از دستگاه آنالیز حرارتی تفاضلی (DTA) مدل NETZSCH STA 409 PC/PG تحت نرخهای گرمایش $5\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ درجه سانتیگراد بر دقيقه در شرایط غیر همدما موردن بررسی قرار گرفت. عملیات حرارتی نوارهای ریخته-ریسی شده با استفاده از یک کوره تیوبی تحت اتمسفر آرگن و مطابق شرایط ذکر شده در جدول ۱ انجام شد. جهت مطالعه تحولات ساختاری ایجاد شده در اثر عملیات حرارتی، روش پراش اشعه ایکس (XRD) با اشعه Cu K_α دارای طول موج 1.54186 \AA به کار برده شد و به منظور اندازه-گیری خواص مغناطیسی نوارهای ریخته-ریسی شده و عملیات حرارتی شده، نمونه‌های حلقوی شکل با قطر داخلی 15 mm و قطر خارجی 20 mm MATS-2010S تهیه شده و از دستگاه پسماند نگار^۲ مدل در حالت استاتیک استفاده گردید. نمونه‌های حلقوی با پیچیدن نوارها بر روی هم به دور میله‌ای به قطر 15 mm به اندازه‌ای که قطر خارجی آن 20 mm گردد، تهیه شدند.

جدول ۱- شرایط عملیات حرارتی نوارهای آمورف آلیاژ

Unitika

اتمسفر	شرایط عملیات حرارتی		شماره نمونه
	دماي آنيل (min)	زمان آنيل (°C)	
آرگن	۳۰	۳۰۰	U-300
آرگن	۱۵	۴۰۰	U-400-15
آرگن	۳۰	۴۰۰	U-400-30
آرگن	۶۰	۴۰۰	U-400-60
آرگن	۳۰	۵۰۰	U-500
هوا	۳۰	۵۰۰	U-500-Air
آرگن	۳۰	۵۶۰	U-560

۱- مقدمه

آلیاژهای مغناطیسی آمورف پایه کبالت حاوی عنصر شبه فلزی B و Si به لحاظ داشتن خواص مغناطیسی نرم برجسته نظری نیروی پسماندزدای (H_C) خیلی پایین و تراوایی^۱ مغناطیسی (μ) بسیار بالا، کاربردهای گسترده‌ای را در زمینه‌های مختلف نظری تجهیزات الکترونیکی، هدهای ضبط مغناطیسی، حسگرهای مغناطیسی و هسته ترانسفورماتورها پیدا کرده‌اند [۲۰].

یکی از روش‌های تولید آلیاژهای آمورف، فناوری انجماد سریع می‌باشد. در این فرآیند بدليل سرد شدن سریع مذاب، اتمها فرصت لازم جهت تشکیل شبکه بلوری پایدار را ندارند و ساختار اتمی با نظم کم دامنه‌ای (آمورف) را تشکیل می‌دهند که از لحاظ ترمودینامیکی حالت پایدار ماده محسوب نمی‌شود. تعادل ترمودینامیکی این مواد می‌تواند با انجام عملیات حرارتی آبلینگ و تبلور حاصل شود [۳-۵]. نتایج تحقیقات انجام شده بر روی آلیاژهای آمورف نشان داده‌اند که خواص مغناطیسی آلیاژهای آمورف ریخته‌گری شده توسط روش مذاب‌بریسی، می‌تواند با انجام عملیات حرارتی آنیل در محدوده دمایی نزدیک به دمای تبلور آلیاژ به طور قابل توجهی بهبود پیدا کند [۵-۱۰]. بهبود در خواص مغناطیسی، در نتیجه تحولات فیزیکی مختلفی از جمله: (۱) حذف تنش‌های باقی‌مانده ناشی از فرایند انجماد سریع، (۲) تشکیل فاز نانو بلوری با اندازه دانه بسیار کوچکتر از طول تبادل فرومغناطیسی و (۳) کاهش ثابت تغییر بعد مغناطیسی اتفاق می‌افتد [۱۱-۱۲]. در آلیاژهای آمورف پایه کبالت با تغییر بعد مغناطیسی اشباع نزدیک به صفر، هدف عمدتاً ایجاد آرامش ساختاری و آزاد سازی تنش‌های باقی‌مانده ناشی از فرایند تولید ماده و در نتیجه کاهش انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی است [۱۳]. کاهش ناهمسانگردی همراه با آزاد شدن تنش‌های باقی‌مانده داخلی تا حدود زیادی منجر به بهبود خواص مغناطیسی نرم (افزایش تراوایی مغناطیسی و کاهش نیروی پسماندزا) در این آلیاژها می‌شود.

هدف از پژوهش حاضر، بررسی سینتیک بلوری شدن تحت شرایط غیر همدما و دستیابی به شرایط بهینه انجام عملیات حرارتی آنیل بر روی نوارهای آمورف ریخته-ریسی شده آلیاژ $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ با نام تجاری Unitika و همچنین مطالعه تحولات ساختاری بوجود آمده در اثر این عملیات حرارتی بوده است. به این منظور سیکلهای مختلف عملیات حرارتی با در نظر گرفتن دمای تبلور آلیاژ بر روی نوارهای آمورف اعمال

^۲ Hysteresisgraph

^۱ Permeability

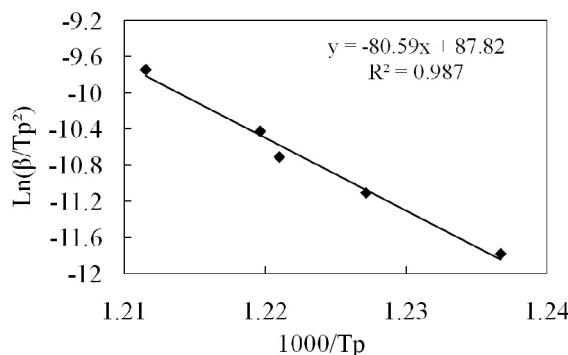
۳- نتایج و بحث

۱-۳- سینتیک تبلور

تحقیق از دو مدل کیسینجر و اوگیس-بنت برای محاسبه انرژی فعال‌سازی استفاده شده است. روش کیسینجر [۲۱-۲۴] که متداول‌ترین روش جهت محاسبه E_c می‌باشد، با توجه به واستگی دمای پیک تبلور نسبت به نرخ گرمایش توسعه پیدا کرده و مطابق رابطه زیر می‌باشد:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = -\frac{E_c}{RT_p} + \text{cons} \tan t \quad (1)$$

در این رابطه R ثابت جهانی گازها، T_p دمای تبلور (دمای پیک) و β نرخ گرمایش می‌باشد. مقدار E_c در رابطه بالا که با استفاده از شیب نمودار $\ln(\beta/T_p^2)$ بر حسب $1000/T_p$ (شکل ۲) محاسبه می‌شود، برای نوار آلیاز Unitika برابر 670 kJ/mol بدست آمد.



شکل ۲- نمودار $\ln(\beta/T_p^2)$ بر حسب $1000/T_p$ برای نوار آمورف آلیاز Unitika بر اساس رابطه کیسینجر

اوگیس و بنت [۱۵ و ۱۶] مدل تقریبی دیگری را به منظور تعیین انرژی فعال‌سازی تبلور مطابق رابطه زیر پیشنهاد نمودند:

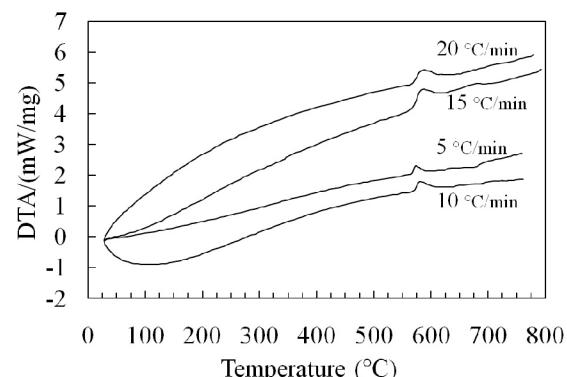
$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p - T_0}\right) = -\frac{E_c}{RT_p} + \ln K_0 \quad (2)$$

در رابطه فوق، T_0 دمای اولیه می‌باشد. با توجه به اینکه در عمل $T_p \gg T_0$ می‌باشد [۱۶]، لذا رابطه بالا را می‌توان به صورت رابطه ساده‌تر زیر بیان کرد:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p}\right) = -\frac{E_c}{RT_p} + \ln K_0 \quad (3)$$

در اینجا K_0 ، فاکتور فرکانس می‌باشد. انرژی فعال‌سازی تبلور را می‌توان با استفاده از شیب نمودار $\ln(\beta/T_p)$ بر حسب $1000/T_p$ محاسبه نمود. نمودار فوق برای نوار آلیاز Unitika در شکل ۳ نشان داده شده است. مقدار انرژی فعال‌سازی بدست آمده با استفاده از این مدل برابر مقدار حدودی 677 kJ/mol می‌باشد.

شکل ۱ منحنی‌های DTA غیر همدما نوار آلیاز Unitika را تحت نرخ‌های گرمایش مختلف نشان می‌دهد. نتایج استخراج شده از این منحنی‌ها (دماهای شروع، پیک و پایان تبلور و مقدار انرژی آزاد شده در اثر تبلور) در جدول ۲ آورده شده است. با توجه به منحنی‌های DTA، مشخص می‌گردد که آلیاز Unitika تنها دارای یک مرحله تبلور بوده که این نتیجه توسط مورتی [۱۴] نیز گزارش شده است. مطابق نتایج جدول ۲، با افزایش نرخ گرمایش دمای پیک تبلور و انرژی آزاد شده در اثر تبلور افزایش پیدا کرده است. افزایش هر سه دمای شروع، پیک و پایان تبلور با افزایش نرخ گرمایش بیانگر زمان بر بودن مکانیزم جوانهزنی و رشد فاز بلوری در زمینه آمورف می‌باشد.



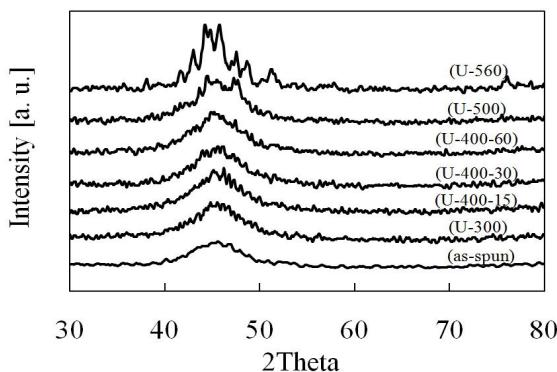
شکل ۱- منحنی‌های DTA غیر همدما نوار آمورف آلیاز Unitika تحت نرخ‌های گرمایش مختلف

جدول ۲- انرژی آزاد شده و دماهای شروع، پیک و پایان تبلور نوار آمورف آلیاز Unitika تحت نرخ‌های گرمایش مختلف

ΔH (J/g)	دما پایان تبلور (°C)	دما پیک تبلور (°C)	دما شروع تبلور (°C)	نرخ گرمایش (°C/min)
۲۹.۵۶	۵۵۰.۰	۵۳۵.۶	۵۲۸.۶	۵
۲۹.۹۶	۵۶۱.۸	۵۴۱.۹	۵۳۱.۹	۱۰
۳۰.۴۶	۵۷۲.۴	۵۴۶.۰	۵۳۲.۰	۱۵
۳۱.۸	۵۷۴.۴	۵۴۶.۹	۵۳۲.۱	۲۰

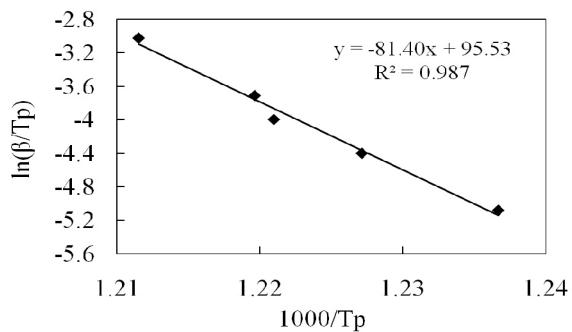
سینتیک تبلور تحت شرایط غیر همدما عموماً بر حسب انرژی فعال‌سازی (E_c) مورد مطالعه قرار می‌گیرد. برای محاسبه پارامتر مذکور، مدل‌های تحلیلی مختلفی مورد استفاده قرار گرفته‌اند که در مراجع مختلف [۱۵-۲۰] به آنها اشاره شده است. در این

بلوری جایگزین آن شده است. در دماهای آنیل 500°C و 560°C پیک‌های تیز ناشی از استحاله ساختار آمورف به فازهای بلوری مشاهده می‌شوند.



شکل ۴- الگوهای پراش اشعه X نمونه‌های ریخته‌ریسی شده و عملیات حرارتی شده

در الگوهای پراش اشعه X نمونه‌های U-500-Air، U-500 و U-560 (شکل ۵) فازهای بلوری شناسایی شده به همراه پیک‌های پراش آنها نشان داده شده است. عملیات حرارتی نمونه در دمای 500°C به مدت ۳۰ دقیقه منجر به تشکیل بلورهای محلول جامد Co در زمینه آمورف شده است در حالی که با افزایش دمای عملیات حرارتی به 560°C در همان مدت زمان ۳۰ دقیقه فازهای بلوری دیگری شامل Co_{13}B_7 و Fe_{23}B_6 تشکیل شده است که به ترتیب دارای ساختار بلوری مکعبی FCC و ساختار تتراگونال هستند که به دلیل مغناطیسی سخت بودن باعث افت خواص مغناطیسی نرم ماده می‌شوند [۲۶ و ۲۷]. عملیات حرارتی در دمای 500°C به مدت ۳۰ دقیقه تحت اتمسفر هوا به منظور ایجاد لایه اکسیدی بر روی نوار آمورف انجام گرفت. تشکیل اکسید سطحی، لایه نازکی از آلیاژ آمورف زیر لایه سطحی را از عناصر پایدار کننده آمورف (Si و B) تهی کرده و منجر به کاهش دمای تبلور آلیاژ آمورف در نزدیکی سطح نوار می‌گردد. بنابراین پس از زمان کافی یک لایه فلزی بلوری مغناطیسی زیر لایه اکسید سطحی تشکیل شده و باعث بهبود خواص مغناطیسی نرم آلیاژ می‌شود [۲۸]. مطابق الگوی پراش اشعه X نوار آنیل شده در دمای 500°C به مدت ۳۰ دقیقه تحت اتمسفر هوا (شکل ۵)، دو فاز بلوری محلول جامد کبالت و Co_2Si تشکیل شده است. ولی پیک یا پیک‌های ناشی از حضور ترکیب‌های اکسیدی در ساختار شناسایی نشد که ممکن است به دلیل پایین بودن میزان اکسیداسیون سطحی نوار باشد. تایید این موضوع نیاز به بررسی‌های سطحی تکمیلی با میکروسکوپ الکترونی دارد.



شکل ۳- نمودار $\ln \beta / T_p$ بر حسب $1000 / T_p$ برای نوار آمورف آلیاژ Unitika بر اساس رابطه اوگیس - بنت

همانطور که مشاهده می‌شود، مقادیر محاسبه شده برای انرژی فعال‌سازی تبلور نوار آمورف آلیاژ Unitika بر اساس دو مدل کیسینجر و اوگیس - بنت بسیار نزدیک به هم می‌باشند. با در نظر گرفتن متوسط مقادیر انرژی فعال‌سازی تعیین شده برای آلیاژ Unitika با استفاده از دو مدل مذکور (که برابر با $673/5 \text{ kJ/mol}$ می‌باشد) و مقایسه با مقادیر انرژی فعال‌سازی گزارش شده در مورد دو ترکیب آلیاژی مشابه یعنی $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{5}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ [۲۵] و $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{5}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ [۱۷] به ترتیب $324 \pm 3 \text{ kJ/mol}$ و $542/5 \pm 11 \text{ kJ/mol}$ مشخص می‌شود که مقدار انرژی فعال‌سازی تبلور آلیاژ Unitika در مقایسه با این دو ترکیب آلیاژی به مراتب بیشتر است.

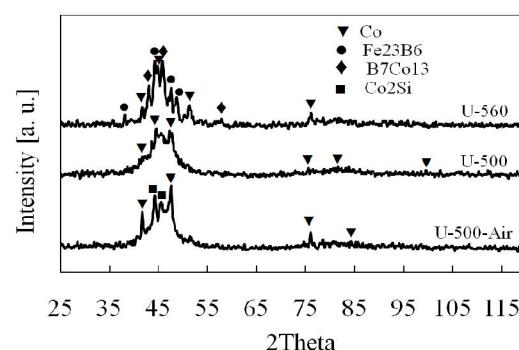
۳-۲- تحولات ساختاری

شکل ۴ الگوهای پراش اشعه X نمونه‌های عملیات حرارتی شده تحت شرایط ذکر شده در جدول ۱ را به همراه الگوی پراش نوار ریخته‌ریسی شده نشان می‌دهد. با بررسی طیف‌های پراش اشعه X مشخص می‌شود که الگوی نوار ریخته‌ریسی شده فقط دارای یک پیک پنهان در $2\theta \approx 45^{\circ}$ می‌باشد که دلالت بر ریزساختار کاملاً آمورف آن دارد. در طیف‌های XRD نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای پایین 300 و 400°C هیچ گونه پیک تیزی که نشانه تبلور قابل ملاحظه نوار آمورف باشد دیده نمی‌شود. اما با این وجود در الگوی XRD نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 400°C به مدت ۶۰ دقیقه آثار ضعیفی از نظم اتمی و شروع تبلور در ریزساختار مشاهده می‌شود که با توجه به مطالعات انجام شده توسط سایر محققین بر روی ترکیب آلیاژی CoFeSiB [۱۷]، می‌تواند در اثر جوانهزنی و تشکیل نانو بلورها در این محدوده دمایی باشد. عملیات در زیر دمای تبلور نزدیکتر می‌کند. همچنین با آنیل در دمای 560°C به مدت نیم ساعت ساختار آمورف اولیه کاملاً از بین رفته و ساختار

ثابت بودن نیروی پسماندزدا در دو نمونه آمورف و آنیل شده در دمای 400°C حاکی از تقابل دو پدیده افزایش نظم اتمی و شروع تبلور (و لذا افزایش ناهمسانگردی مغناطیسی- بلوری [۲۹]) و آرامش ساختاری ناشی از آزاد شدن تنشن‌های باقیمانده داخلی است. افزایش تراویب اولیه نمونه‌های آنیل شده در دمای 400°C می‌تواند دلیلی بر غالب بودن اثر پدیده آرامش ساختاری به نظم اتمی در این دما باشد.

همچنین مطابق نتایج خواص مغناطیسی بدست آمده (جدول ۳) مشخص گردید که مقادیر نیروی پسماندزدا (H_c)، نفوذپذیری اولیه و نفوذپذیری ماکریزم نمونه‌های U-500 و U-500-Air در مقایسه با سایر نمونه‌های عملیات حرارتی شده و همچنین نمونه اولیه ریخته ریسی شده اختلاف قابل ملاحظه‌ای را نشان می‌دهد که حاکی از افت شدید خواص مغناطیسی نرم نمونه‌های U-500 و U-500-Air به دلیل تشکیل فازهای بلوری درشت می‌باشد.

در شکل ۶، مقادیر القاء اشباع نمونه‌های عملیات حرارتی شده با یکدیگر مقایسه شده است. مطابق این شکل مقدار القاء اشباع نمونه‌های عملیات حرارتی شده به غیر از نمونه‌های U-500 و U-500-Air، در اثر عملیات حرارتی افزایش پیدا کرده است. مقدار القاء اشباع پایین‌تر دو نمونه مذکور احتمالاً به دلیل تشکیل فازهای بلوری در زمینه آمورف یا اکسیداسیون سطحی آنها بوده است. بیشترین مقدار القاء اشباع مربوط به نمونه U-400-60 می‌باشد که منحنی پسماند آن در شکل ۷ نشان داده شده است کاهش القاء پسماند نمونه در طی آنیل در دمای 400°C به مدت ۶۰ دقیقه شاید بدین علت باشد که در اثر شروع تبلور و تشکیل ریز بلورهای اولیه، ناهمسانگردی مغناطیسی- بلوری موضعی افزایش پیدا کرده و منجر به منظر شدن بخشی از جهات آسان مغناطش از جهت طولی نوار شده است.



شکل ۵- الگوی پراش اشعه X نمونه‌های عملیات حرارتی شده U-560، U-500 و U-500-Air

۳-۳- خواص مغناطیسی

برای بررسی خواص مغناطیسی، نوارهای ریخته‌ریسی شده و عملیات حرارتی شده با استفاده از دستگاه پسماند نگار تحت آزمایش قرار گرفتند و منحنی‌های پسماند آنها بدست آمد. خواص مغناطیسی استخراج شده از این منحنی‌ها در جدول ۳ آورده شده است. لازم به ذکر است که برای نمونه U-560، به علت تشکیل فازهای بلوری Co_{13}B_7 و Fe_{23}B_6 (شکل ۵) که منجر به ترد و شکننده شدن نوارها می‌گردد، امکان اندازه‌گیری خواص مغناطیسی حاصل نشد.

بررسی نتایج خواص مغناطیسی نمونه‌های عملیات حرارتی شده (جدول ۳) نشان می‌دهد که آنیل نوارهای آمورف ریخته‌ریسی شده در دمای 400°C باعث بهبود خواص مغناطیسی نرم؛ افزایش تراویب اولیه مغناطیسی با نیروی پسماندزدای تقریباً یکسان شده است. آنیل نوار آمورف در دمای 300°C باعث افزایش نیروی پسماندزدا شده است که دلیل آن احتمالاً ناشی از منظم شدن نسبی اتمها و لذا افزایش ناهمسانگردی موضعی می‌باشد و به همین دلیل است که تراویب اولیه مغناطیسی این نمونه کاهش یافته است.

جدول ۳- خواص مغناطیسی نوارهای ریخته‌ریسی شده و عملیات حرارتی شده آلیاز Unitika

نمونه	خواص مغناطیسی	H_c پسماندزدا (Am^{-1})	القاء اشباع (G) B_s	القای پسماند (G) B_r	نسبت مرتعی B_r/B_s	تراویب اولیه	تراویب اولیه μ_{max}
As-spun	۰.۶۷	۶۲۲۲	۳۷۲۵	۰.۵۹	۹۰.۵۶	۲۲۵۱۲۵	۹۰.۵۶
U-300	۳۳۰.۹	۶۲۵۸	۳۵۰.۵	۰.۵۶	۶۷۹۶	۸۱۲۴۹	۶۷۹۶
U-400-15	۰.۷۸۳	۶۶۵۶	۳۵۷۴	۰.۵۴	۲۴۳۶۷	۲۲۳۶۱۳	۲۴۳۶۷
U-400-30	۰.۷۴۴	۶۷۲۱	۳۷۲۸	۰.۵۶	۱۹۶۸۷	۱۹۴۷۲۶	۱۹۶۸۷
U-400-60	۰.۸۳۷	۶۸۶۰	۳۱۷۶	۰.۴۶	۲۳۳۰.۸	۱۲۸۹۹۵	۲۳۳۰.۸
U-500	۲۶.۵۷	۶۲۳۱	۳۱۸۹	۰.۵۱	۴۴۲۲	۵۶۱۰	۴۴۲۲
U-500-Air	۱۲.۳۳	۵۹۵۸	۱۹۵۵	۰.۳۳	۵۶۲۶	۷۶۰۰	۵۶۲۶

۴- نتیجه‌گیری

(۱) دماهای شروع، پیک و پایان تبلور نوار آمورف آلیاز Unitika با افزایش نرخ گرمایش در طی آزمایش DTA افزایش می‌یابد. میانگین انرژی فعال سازی تبلور محاسبه شده به کمک مدل‌های سینتیکی ۶۷۳/۵ kJ/mol تعیین گردید که به مراتب بیشتر از مقادیر گزارش شده توسط لاتوزکیویتز و همکارانش [۲۵] و مینیک و همکارانش [۱۷] برای ترکیبات آلیازی مشابه با آلیاز Unitika است.

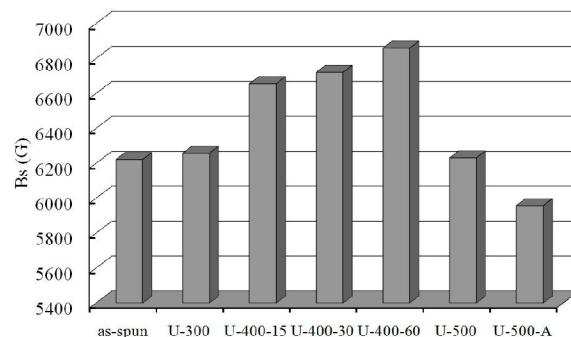
(۲) نتایج بررسی‌های پراش اشعه X مشخص کرد که انجام عملیات حرارتی بر روی نوارهای آمورف ریخته-ریسی شده تا دمای 400°C تحت اتمسفر محافظه آرگن، منجر به تشکیل فاز بلوری قابل ملاحظه در ساختار نمی‌شود، ولی با افزایش دمای آنیل به 500°C ، فاز بلوری محلول جامد کیالت و در دمای 560°C Fe_{23}B_6 و Co_{13}B_7 تشکیل می‌گرددند که همین امر نیز عامل افت شدید خواص مغناطیسی ترم نمونه‌های مذکور است.

(۳) عملیات حرارتی نمونه آمورف در دمای 500°C تحت اتمسفر هوا منجر به تشکیل فازهای بلوری محلول جامد کیالت و Co_2Si می‌گردد و هیچ نوع ترکیب اکسیدی قابل تشخیص توسط XRD در ساختار مشاهده نگردید.

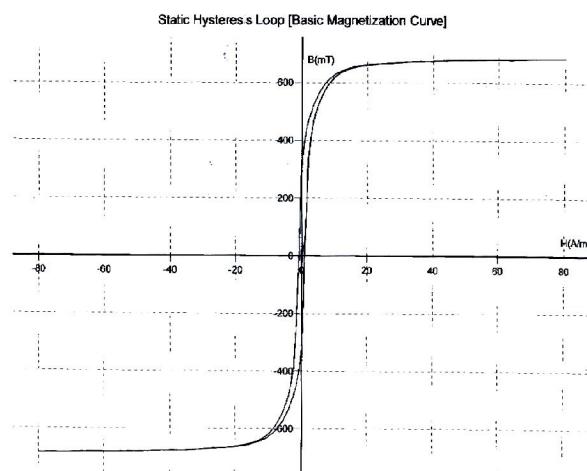
(۴) با بررسی نتایج خواص مغناطیسی نمونه آمورف و نمونه‌های عملیات حرارتی شده مشخص شد که القاء اشباع در اثر عملیات حرارتی تا دمای 400°C افزایش می‌یابد ولی آنیل در دماهای بالاتر از 400°C منجر به کاهش شدید مقدار القاء اشباع می‌شود. همچنین با افزایش زمان آنیل در دمای 400°C ، نفوذپذیری ماکریم نمونه‌های افزایش کاهش پیدا کرده است که این امر می‌تواند در نتیجه منظم شدن موضعی اتم‌ها و تنش‌های ناشی از جوانه‌های فازهای بلوری و لذا ناهمسانگردی مغناطیسی-بلوری ناشی از آن‌ها باشد.

مراجع

- [1] Lei, H., Xungang, D., Baoxia, G., Luyu, Z. and Tianmin, W. "Study on preparing and crystallization kinetics of melt-spun Co-based soft magnetic amorphous alloys", Rare Metal Materials and Engineering, Vol. 37, pp. 1628-1632, 2008.
- [2] Meguro, T. , U.S. Pat., 4,525,222 Jan ,1985.

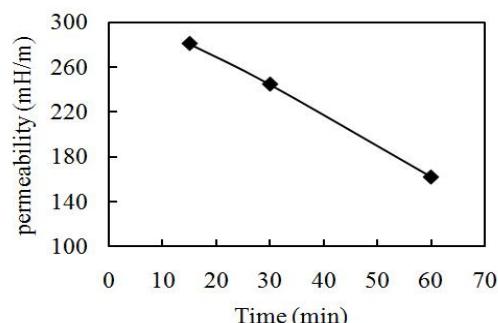


شکل ۶- مقایسه مقادیر القاء اشباع (Bs) نمونه‌های آنیل شده در دمای 300°C الی 500°C



شکل ۷- حلقه پسماند مغناطیسی نمونه ۶۰-400-U

شکل ۸، نمودار نفوذپذیری مغناطیسی ماکریم نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای 400°C را بر حسب زمان نشان می‌دهد. همانگونه که مشاهده می‌گردد با افزایش زمان عملیات حرارتی، نفوذپذیری بیشینه کاهش پیدا کرده است که دلیل آن می‌تواند تشکیل مناطق منظم انمی و جوانه‌های فازهای بلوری باشد.



شکل ۸- نمودار تغییرات نفوذپذیری ماکریم بر حسب زمان آنیل در دمای 400°C

- Materials Chemistry and Physics, Vol. 108, pp. 109-114, 2008.
- [17] Minic, D. M., Maricic, A. M., Dimitrijevic, R. Z. and Ristic, M. M. "Structural changes of $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ amorphous alloy induced during heating", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 430, pp. 241-245, 2007.
- [18] Gomez, M., Rivera, A. R., Pineda-Gomez, P., muraca, D. and Sirkin, H. "Thermal, structural and magnetic characterization of Co-based alloys", Microelectronics Journal, Vol. 39, pp. 1242-1244, 2008.
- [19] Kalay, Y. E., Chumbley, L. S. and Anderson, I. E. "Crystallization behavior in a highly driven marginal glass forming alloy", Journal of Non-crystalline solids, Vol. 354, pp. 3040-3048, 2008.
- [20] Khan, S. A., Al-Hazmi, F. S., Faidah, A. S. and Al-Ghamdi, A. A. "Calorimetric studies of the crystallization process in a- $\text{Se}_{75}\text{S}_{25-x}\text{Ag}_x$ chalcogenide glasses", Current Applied Physics, Vol. 9, pp. 567-572, 2009.
- [21] Hoque, S. M., Khan, F. A. and Hakim, M. A. "Structural and magnetic characterization of $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Ni}_2\text{Si}_{15}\text{B}_{12}$ ", Physica B, Vol. 390, pp. 245-249, 2007.
- [22] Yuan, Z., Wang, B., Tong, Y. and Chen, X. "Effect of annealing on the kinetics of glass transition and crystallization in Co-Fe-Ta-B amorphous alloy", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 429, pp. 104-110, 2007.
- [23] Jiang, X., Zhang, H., Wen, Q., Zhong, Z., Zheng, Y. and Tang, X. "Crystallization kinetics of CoNbZr amorphous alloys thin films", Materials Chemistry and Physics, Vol. 88, pp. 197-201, 2004.
- [24] Jiang, X., Zhang, H., Wen, Q., Zhong, Z., Zheng, Y. and Tang, X. "Crystallization kinetics of magnetron-sputtered amorphous CoNbZr thin films", Vacuum, Vol. 77, pp. 209-215, 2005.
- [25] Latuszkiewicz, J., Kulik, T. and Matyja, H. "Thermal stability of amorphous Co-Fe-B, Co-Si-B and Co-Fe-Si-B alloys", Journal of Materials Science, Vol. 15, p. 2396, 1980.
- [26] Zhang, Z.R. and Ramanujan, R.V. , "The effect of niobium alloying additions on the crystallization of a Fe-Si-B-Nb alloy", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 43, pp. 197-205, 2005.
- [27] Herzer, G., "Nanocrystalline soft magnetic alloys", Handbook of Magnetic Materials 10, Chapter 3, 1997.
- [28] Byeon, S. C., Kim, C. K., Hong, K. S. and O'Handley, R. C. "The relationship between microstructure and field-induced anisotropy in cobalt-rich amorphous alloys after magnetic field annealing", Materials Science and Engineering B, Vol. 56, p.58, 1999.
- [29] Cahn, R.W., Haasen, P. and Kramer, E.J., "Materials Science and Technology", Vol. 3B, VCH Publication, USA, 1991.
- [3] O'Handley, R. C. "Modern Magnetic Materials", John Wiley & Sons, USA, 2000.
- [4] Cahn, R.W., Haasen, P. and Kramer, E.J., "Materials Science and Technology", Vol. 3B, VCH Publication, USA, (1991).
- [5] Kwaplinski, P., Rasek, J., Stoklosa, Z. and Haneczok, G. "Optimization of soft magnetic properties in Fe-Cu-X-Si₁₃B₉ (X=Cr, Mo, Zr) amorphous alloys", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 234, pp. 218-226, 2001.
- [6] Graham, C. D. and Egami, T. "Magnetic properties of amorphous alloys", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 15-18, pp. 1325-1330, 1980.
- [7] Degro, J., Vojtanik, P., Filipensky, J. and Duhaj, P. "Influence of thermal treatment on the magnetic properties of Co- and Fe- based amorphous alloys", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 117, pp. 251-258, 1992.
- [8] M. Hoque, S., Khan, F. A. and Hakim, M. A. "Enhanced initial permeability and magneto-impedance ratio of $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Mo}_2\text{Si}_{15}\text{B}_{12}$ ", Materials Letters, Vol. 61, pp. 1227-1230, 2007.
- [9] Yang, J. H., Kim, Y. B., Ryu, K. S., Kim, M. J., Chung, Y. C. and Kim, T. K. "Enhancement of permeability of Co-based amorphous alloy by two-step cooling method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 222, pp. 65-69, 2000.
- [10] Buttino, G., Cecchetti, A. and Poppi, M. "Magnetic softening and nanocrystallization in amorphous Co-rich alloys", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 172, pp. 147-152, 1997.
- [11] Kwaplinski, P., Rasek, J., Stoklosa, S., haneczok, G. and Gigla, M. "Structural relaxation and crystallization processes in $\text{FeCu}_1\text{XS}_{13}\text{B}_9$ (X=Mo, Cr, Zr) amorphous alloys", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 215-216, pp. 334-336, 2000.
- [12] Herzer, G. "Nanocrystallization soft magnetic materials", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 157-158, pp. 133-136, 1996.
- [13] Kulik, T., Latuszkiewicz, J., Matyja, H. "Effect of ribbon dimensions on the magnetic properties of metallic glasses" Materials Science and Engineering A, Vol. 133, 236, pp. 236-240, 1991.
- [14] Murthy, V. S. "Magnetoimpedance studies on Fe and Co rich alloys", PhD Thesis, Department of physics Indian institute of technology madras Chennai, 2007.
- [15] Mehta, N., Kumar, D. and Kumar, A. "Calorimetric studies of the crystallization growth process in glassy $\text{Se}_{70}\text{Te}_{30-x}\text{Ag}_x$ alloys", Turk Journal of Physics, Vol. 28, pp. 397-406, 2004.
- [16] Lafi, O. A., Imran, M. and Abdullah, M. K. "Chemical bond approach to glass transition temperature and crystallization activation energy in $\text{Se}_{90}\text{In}_{10-x}\text{Sn}_x$ ($2 \leq x \leq 8$) semiconducting glasses",