

Study of structural and magnetic properties of Nanostructured Fe-Co-Ni-Cu alloy processed by mechanical alloying

Vahid Mohammad-Hosseini, Hossein Raanaei*

Department of Physics, Faculty of Nano and Bio Science and Technology, Persian Gulf University, Bushehr, Iran

Received: 13.12.2020 Final revised: 08.05.2021 Accepted: 03.08.2021

Doi link: [10.22055/JRMBS.2021.17030](https://doi.org/10.22055/JRMBS.2021.17030)

Abstract

In this study, microstructural and magnetic evolution of nanostructured $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20})_{90}\text{Cu}_{10}$ alloy prepared by mechanical alloying are investigated. The structural and magnetic properties have been evaluated by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and vibrating sample magnetometer (VSM). The powder morphology shows that for the powders at the final part of milling time, the particle size distribution falls into a narrower range compared to the powders at the initial time. X-ray diffraction results indicate that, with increasing milling time, the peak broadening of the elements become wider. During mechanical alloying process, after 32 h, two low values of crystallite size are happened. The most dissolved of cobalt, nickel and copper elements are occurred after 16 h of milling time. However, at the last part of the milling time, the crystallize size and lattice strain reaches to about 29.12 nm and 0.221 % respectively. The variation of crystallite size enhances magnetization saturation to about 127.26 emu/g and increases coercivity to approximately 82.86 Oe for milling time of 2 and 48 h, respectively. This alloy exhibits much softer magnetic behavior compared to the $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ alloy reported in the recent work [15].

Keywords: Mechanical alloying; X-ray diffraction; Magnetic measurements

Corresponding Author: hraanaei@pgu.ac.ir *



مطالعه ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آلیاژ نانو ساختار آهن-کبالت -

نیکل-مس تهیه شده به وسیله آلیاژسازی مکانیکی

وحید محمد حسینی، حسین رعنائی*

گروه فیزیک، دانشکده علوم و فناوری های نانو و زیستی، دانشگاه خلیج فارس، بوشهر، ایران

پذیرش: 1400/05/13

ویرایش نهایی: 1400/02/18

دریافت: 1399/09/23

Doi link: [10.22055/JRMBS.2021.17030](https://doi.org/10.22055/JRMBS.2021.17030)

چکیده

این مطالعه، تحول میکروساختاری و مغناطیسی آلیاژ نانو ساختار $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20})_{90}\text{Cu}_{10}$ ، تهیه شده به وسیله آلیاژسازی مکانیکی را بررسی می‌کند. خواص ساختاری و مغناطیسی، توسط پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی، طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس و مغناطیس‌سنجی ارتعاشی ارزیابی می‌شوند. مورفولوژی پودرها نشان می‌دهد، در زمان‌های پایانی آسیاب‌کاری، توزیع اندازه ذرات در محدوده کمتری نسبت به زمان‌های ابتدایی آسیاب‌کاری قرار دارد. نتایج پراش پرتو ایکس نشان می‌دهد، با افزایش زمان آسیاب‌کاری، قله‌های عناصر تشکیل دهنده دارای پهن شدگی می‌شوند. در طول فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، کمینه مقادیر اندازه بلورک‌ها پس از 32 ساعت رخ می‌دهد. عناصر کبالت، نیکل و مس، پس از 16 ساعت بیشترین انحلال خود را نشان می‌دهند. در پایان زمان آسیاب‌کاری، متوسط اندازه بلورک‌ها و کرنش به ترتیب حدود 29/12 نانومتر و 0/221% رسیده است. تغییرات اندازه بلورک‌ها، باعث افزایش مغناطش اشباع تا حدود 127/26 emu/g و میدان پسماندزدای مغناطیسی نزدیک به 82/86 به ترتیب برای زمان‌های آسیاب‌کاری 2 و 48 ساعت شده است. این آلیاژ، خواص مغناطیسی بسیار نرم تری را نسبت به آلیاژ تهیه شده، گزارش شده در پژوهش پیشین $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ [15]، نشان می‌دهد.

کلیدواژه‌گان: آلیاژسازی مکانیکی، پراش پرتو ایکس، اندازه‌گیری مغناطیسی

مقدمه

باشد. آهن خالص یک فرومغناطیس خوب محسوب می‌شود که دارای مقاومت اندکی می‌باشد، اما وجود جریان گردابی در آن موجب اتلاف انرژی می‌شود [3]. با آلیاژسازی می‌توان تراوایی مغناطیسی را افزایش داد تا سبب کاهش اتلاف شود [4]. ورود کبالت در آهن سبب افزایش همزمان اشباع مغناطیسی و دمای کوری می‌شود [5,6]. همچنین ترکیب نیکل با آهن نیز به افزایش مغناطش اشباع و کاهش میدان پسماندزدای مغناطیسی می‌انجامد [7]. افزودن نیکل به ترکیب آهن -

آلیاژسازی مکانیکی یکی از تکنیک‌هایی است که برای تهیه نانو مواد مورد استفاده قرار می‌گیرد [1]. در این روش پدیده‌هایی چون تغییر شکل، جداسازی و جوش مجدد باعث می‌شود تا محلول جامد مورد نظر تهیه گردد [2]. بسته به شرایط فرآیند آلیاژسازی مکانیکی و سامانه فازی عناصر انتخابی، فاز نهایی در این فرآیند می‌تواند یکی از فازهای محلول جامد پایدار یا ناپایدار نانوبلوری، آمورف و یا ترکیب بین‌فلزی

* نویسنده مسئول: hraanaei@pgu.ac.ir

نسبت به آلیاژ $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ با شرایط اولیه نسبتاً یکسان رخ می‌دهد [15]؛ با توجه به پژوهش‌های ذکر شده در مورد نقش مس و نیکل در ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آلیاژهای پایه آهن کبالت، در این تحقیق، با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی، ترکیب اسمی $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20})_{90}\text{Cu}_{10}$ را تولید کرده، علاوه بر انجام مشخصه‌یابی‌های ساختاری و مغناطیسی با استفاده از تکنیک‌های پراش‌سنجی پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی، ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن را نسبت به ترکیب $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ مورد مقایسه قرار می‌دهیم.

مواد و روش تحقیق

مشخصات خلوص و اندازه ذره‌های پودرهای اولیه؛ آهن (99/5٪، کوچکتر از 10 میکرومتر)، نیکل (99٪، کوچکتر از 10 میکرومتر)، کبالت (99٪، کوچکتر از 3 میکرومتر) و مس (99/5٪، کوچکتر از 425 میکرومتر) می‌باشند. آلیاژ سازی در محیط گاز آرگون با سرعت چرخش 350 دور بر دقیقه انجام گرفته است. نسبت وزنی گلوله به پودر 1/20 و حجم مؤثر ظرف استیل سر بسته 80 میلی‌لیتر بود. گلوله‌های بارگزاری شده در ظرف در دو اندازه مختلف (10 و 20 میلی‌متری با جرم‌های 4/11 و 32/9 گرمی) بودند. پودرهای اولیه برای زمان‌های 2، 4، 8، 16، 32 و 48 ساعت، آسیا شدند. اندازه‌گیری پراش پرتو ایکس در پراش‌سنج فیلیپس با استفاده از پرتو $\text{Cu K}\alpha$ (با طول موج 1/54 انگستروم) در بازه زاویه‌ای 2θ 20° - 120° در دمای اتاق انجام شد. اندازه بلورک‌ها¹ و کرنش شبکه با براش پراش پرتو ایکس، با استفاده از روش اصلاح ریتولد² در نرم افزار مُود³، تخمین زده شده است [16].

کبالت نیز باعث افزایش تراوایی مغناطیسی می‌شود [8]. این خواص که به شدت به اندازه بلورک‌ها، تنش داخلی و ساختار بلوری بستگی دارد، از موارد مهم در آلیاژهای فرومغناطیسی نانو ساختار هستند [8]. اضافه شدن مقدار کمی مس به آلیاژهای مغناطیسی باعث کاهش اندازه بلورک‌ها می‌شود [9-11]. شریفاتی و دیگران در ترکیب $(\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30})_{100-x}\text{Cu}_x$ ، نشان دادند، در زمان‌های یکسان آسیاب‌کاری، اندازه بلورک‌های ترکیب افزوده شده با مس، کوچک‌تر از بلورک‌های فاقد مس یعنی ترکیب $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ می‌باشد؛ به علاوه افزودن مس سبب افزایش مغناطش اشباع نسبت به ترکیب بدون مس در زمان‌های بالای 32 ساعت آسیاب‌کاری می‌شود [12]. نتایج مشابهی نیز توسط بوی و دیگران به دست آمده است [9]. از طرفی، با اضافه شدن نیکل به آلیاژ پایه آهن کبالت، یعنی ترکیب $\text{Fe}_{45}\text{Co}_{45}\text{Ni}_{10}$ ، زمان آسیاب‌کاری برای رسیدن به حداقل اندازه بلورک‌ها در مقایسه با ترکیب بدون نیکل، $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ ، با تقریباً همان اندازه بلورک، کوتاه‌تر می‌شود، این به دلیل شکل پذیری عنصر نیکل می‌باشد که تولید نابه‌جایی‌ها را افزایش می‌دهد، مغناطش اشباع نیز روند صعودی نسبت به زمان آسیاب‌کاری دارد اما به‌طور کلی مقدار آن کمتر از مقدار به دست آمده برای آلیاژ $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری است [13 و 14]. در پژوهش قبلی، نشان داده‌ایم که در ترکیب آلیاژی $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ ، پس از ساعات اولیه آسیاب‌کاری، مغناطش اشباع، به دلیل سهم بالای کبالت و نیکل در ترکیب آلیاژی، به شدت کاهش می‌یابد و همچنین میدان پسماند زدای مغناطیسی افزایش چشمگیری با افزایش زمان آسیاب‌کاری دارد، همچنین روند کاهش اندازه بلورک‌ها با تأخیر زمانی معناداری

³ Maud

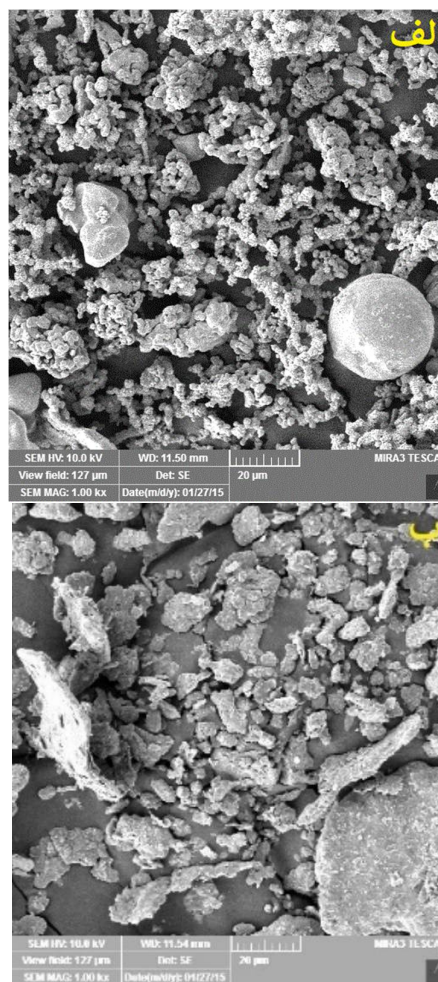
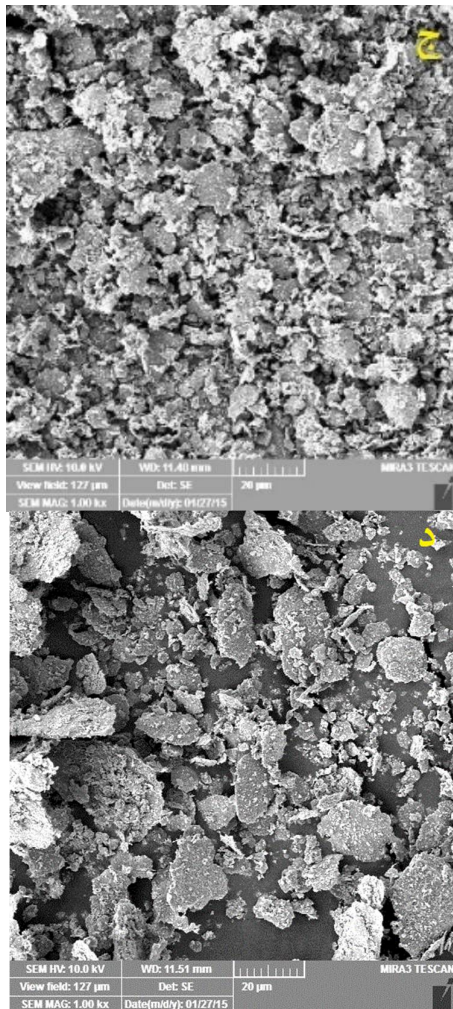
¹ Crystallites size

² Rietveld refinement

مورفولوژی پودرها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. همچنین رفتار مغناطیسی پودرها با استفاده از مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی ارزیابی شدند.

نتایج و بحث

تحول مورفولوژی پودرها برای زمان‌های آسیاب کاری صفر، 2، 16 و 48 ساعت در شکل 1 نشان داده شده است.

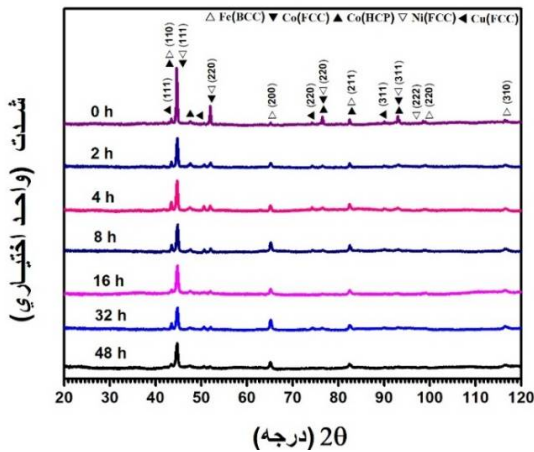


شکل 1 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی برای زمان‌های آسیاب کاری الف: صفر ساعت، ب: 2 ساعت، ج: 16 ساعت، د: 48 ساعت.

در طول آسیاب کاری، ذرات پودر به طور مداوم تحت فرآیندهای پهن شدن، جوش سرد و شکست قرار می‌گیرند. پودرهای اولیه عناصر آهن و کبالت دارای مورفولوژی کروی و عنصر مس دارای مورفولوژی میله‌ای است [12]؛ بدین معنی که پودرهای اولیه دارای اندازه‌های کاتوره‌ای می‌باشند (شکل 1-الف). بعد از 2 ساعت از زمان آسیاب کاری، به دلیل نرم بودن ذرات، تمایل آنها به جوش خوردن بیشتر بوده و ذرات درشت‌تر تشکیل می‌شوند. در این مرحله محدوده

به دلیل باز شدن ظرف استیل حاوی پودرها، در مراحل مختلف زمانی آسیاب کاری است.

الگوی پراش پرتو ایکس پودرها در زمان‌های آسیاب کاری مختلف در شکل 3 نشان داده شده است.



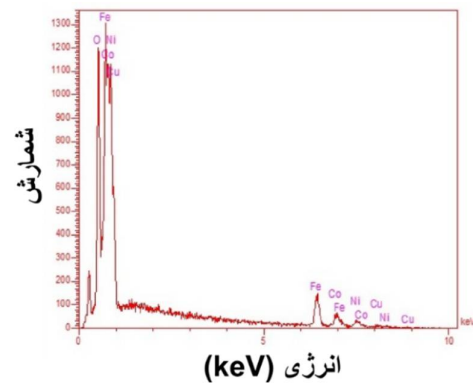
شکل 3 تحول الگوی پراش پرتو ایکس با زمان آسیاب کاری.

اندازه‌گیری پراش پرتو ایکس از پودرهای مخلوط شده اولیه، قله‌های عناصر

Fe(bcc) (شناسه مرجع: 00-004-0850)،
 Co(hcp) (شناسه مرجع: 00-001-1278)،
 Co(fcc) (شناسه مرجع: 00-015-0806)،
 Ni(fcc) (شناسه مرجع: 00-004-0850) و
 Cu(fcc) (شناسه مرجع: 00-004-0836) را نشان

می‌دهد. در طی زمان آسیاب کاری، شدت قله‌ها به دلیل کرنش‌های ناهمگن کاهش می‌یابد [14]. کاهش شدت قله‌ها به یک اندازه اتفاق نمی‌افتد. با افزایش زمان آسیاب کاری تا 16 ساعت، شدت قله‌های عناصر نیکل، مس و کبالت به‌ویژه در فاز fcc شروع به کم شدن می‌کنند. چنین ویژگی‌هایی در کبالت بیشتر به تحول از فاز fcc به hcp نسبت داده شده است [17 و 18]. در حقیقت، کبالت fcc در دمای اتاق شبه‌پایدار می‌باشد.

وسیع‌تری از توزیع اندازه ذرات ایجاد می‌گردد. ساختار ذرات در این حالت به دلیل نیروی فشاری گلوله-پودر-گلوله و گلوله-پودر-محفظه به صورت مسطح و شامل اجزای مختلف مواد اولیه است (شکل 1-ب). با ادامه تغییر شکل تا 16 ساعت، ذرات سخت شده و مورفولوژی پودرها به شکل ورقه‌ای، مسطح و کشیده در می‌آید. (شکل 1-ج). پس از 48 ساعت، تقریباً بین نرخ جوش و شکست ذرات تعادل برقرار می‌شود. بنابراین تمایل کلی ذرات این است که از شکل مسطح و کشیده خارج شوند. (شکل 1-د). به طور کلی کلوخه‌ای شدن ذرات به دلیل همبستگی بین ذرات اتفاق می‌افتد که در آلیاژ Fe-Co نسبت به آلیاژهای Fe-Co-Cu و Fe-Co-Ni بیشتر مشاهده شده است [12 و 15]. متوسط اندازه ذرات با استفاده از نرم افزار ایمپج جی¹ برای نمونه‌های 2، 16 و 48 ساعت به ترتیب در حدود 0.6، 0.4 و 0.3 میکرومتر تخمین می‌شود.



شکل 2. طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس برای نمونه با 48 ساعت آسیاب کاری.

عناصر موجود در نمونه نهایی، 48 ساعت، توسط طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس مورد ارزیابی قرار گرفت (شکل 2). تمامی عناصر اولیه در شکل به اضافه عنصر اکسیژن در شکل دیده می‌شود؛ آلودگی با اکسیژن

¹ ImageJ

زیر ارائه می‌شود:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right) \quad 1$$

که در آن D ضریب نفوذ، D_0 ضریب ثابت نفوذ مربوط به ماده، Q انرژی فعال‌سازی، k_B ثابت بولتزمن و T دما است. در مورد فلزات خالص، ضریب نفوذ با افزایش نقطه ذوب ماده کاهش می‌یابد. ضریب نفوذ تابعی خطی از غلظت جاهای خالی است. رابطه تجربی بین انرژی فعال‌سازی و نقطه ذوب وجود دارد [20]:

$$Q = K T_m \quad 2$$

که K یک ثابت و برابر با $33/7$ است. بنابراین با افزایش نقطه ذوب، انرژی فعال‌سازی زیاد می‌شود و این خود باعث کاهش نرخ نفوذ می‌شود. در نتیجه، بین مقدار نقطه ذوب و نرخ نفوذ ماده یا انحلال آن رابطه معکوسی وجود دارد. با توجه به جدول 1 و بر اساس مقادیر نقطه ذوب عناصر مورد مطالعه در این پژوهش، پیش‌بینی می‌شود، توالی انحلال عناصر موجود به صورت $\text{Cu} \rightarrow \text{Ni} \rightarrow \text{Co} \rightarrow \text{Fe}$ باشد؛ به این معنی که حلالیت مس بیشتر از حلالیت دیگر عناصر است. اگر شکل اتم‌ها را کروی در نظر بگیریم و با توجه به مقادیر ضریب فشردگی آمده در جدول 2، می‌توان دریافت، فضای خالی در ساختار bcc بیشتر از ساختارهای hcp و fcc است. در نتیجه فضاهای خالی بین اتمی در ساختار بلوری آهن، بیشتر از مس، نیکل و کبالت می‌باشد و این باعث می‌شود، ورود عناصر مس، نیکل و کبالت به عنوان ناخالصی به درون ساختار آهن سهل‌تر باشد. همچنین اگر شعاع اتمی عناصر کوچکتر باشد، ورود و انحلال آنها به ساختار شبکه اتم میزبان به سهولت انجام می‌پذیرد،

انرژی گرمایی و مکانیکی خارجی می‌تواند به‌عنوان عامل بی‌ثبات‌کننده فاز آن به‌شمار آیند [17]. با ادامه آسیاب‌کاری تا 48 ساعت، هنوز قله‌هایی از عناصر کبالت، نیکل و مس مشاهده می‌شود. این نشان می‌دهد، این عناصر به‌طور کامل در ساختار آهن حل نشده‌اند. قله‌های Fe(bcc) در زوایای 2θ برابر با $44/84^\circ$ ، $65/11^\circ$ و $82/55^\circ$ پهن تر شده و در زاویه $98/52^\circ$ پس از 48 ساعت آسیاب‌کاری تقریباً از بین رفته است؛ این حاکی از کوچک شدن بلورک‌های آلیاژ پایه آهن و وجود کرنش داخلی است [19].

در طول فرآیند آلیاژسازی مکانیکی، تغییرشکل قابل ملاحظه‌ای، از طریق انواع نقص‌های بلوری مانند نابجایی‌ها، جای خالی و افزایش کسر حجمی مرزدانه‌ها¹، به ذرات وارد می‌شود. وجود نواقص ساختاری باعث افزایش نفوذ عناصر محلول در مخلوط می‌شوند. علاوه بر این، تغییرات میکروساختار باعث کاهش فاصله‌های نفوذ می‌شوند. نفوذ به‌معنای انتقال جرم توسط اتم‌ها تلقی می‌شود؛ به‌طور کلی امکان آن از طریق دو پدیده، نفوذ به‌جاهای خالی و نفوذ بین‌نشینی انجام پذیر است.

انرژی فعال‌سازی، Q ، به‌عنوان سدی برای نفوذ شار اتمی در جامدات محسوب می‌شود، افزایش دما انرژی لازم برای غلبه بر این سد را مهیا می‌کند، از طرفی، کم بودن مقدار انرژی فعال‌سازی باعث افزایش احتمال نفوذ اتم‌ها می‌شود.

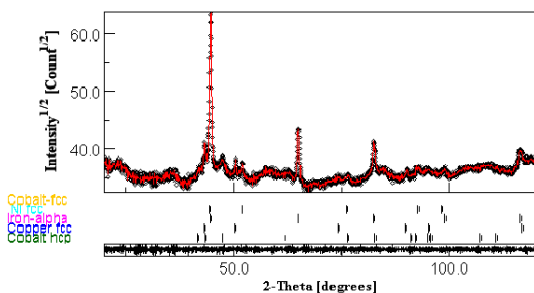
با توجه به این که در فرآیند آلیاژسازی، در اثر برخوردی با انرژی بالا، مقدار زیادی از عیوب بلوری ایجاد می‌شود، انرژی فعال‌سازی مورد نیاز برای نفوذ کاسته می‌شود، زیرا در این حالت بخشی از انرژی فعال‌سازی لازم برای تشکیل جاهای خالی حین آسیاب‌کاری تأمین شده است. معادله کلی نفوذ به‌شکل

¹ Grain boundaries

جدول 3. انرژی‌های پیوند جفت اتم‌های غیرمشابه برحسب (KJ/mol) از سیستم Fe، Co، Ni و Cu [24].

عنصر	Fe	Co	Ni	Cu
Fe	-	-1	-2	13
Co	-1	-	0	6
Ni	-2	0	-	4
Cu	13	6	4	-

الگوهای پراش پرتو ایکس با استفاده از روش ریتولد و نرم افزار مُود برازش شده است. به‌طور نمونه، شکل 4 برازش الگوی پراش نمونه آسیا شده در 48 ساعت را نشان می‌دهد. در این برازش، R_{wp} ، فاکتور باقیمانده وزن شده و R_{exp} ، فاکتور باقیمانده مورد انتظار، به ترتیب برابر با 3/19 و 2/7 می‌باشند. نسبت R_{wp}/R_{exp} برابر با 1/18 است که در محدوده مناسبی قرار دارد¹.



شکل 4. الگوی پراش پرتو ایکس نمونه 48 ساعت آسیاب کاری شده و برازش آن توسط نرم افزار مُود، اختلاف بین الگوی آزمایشگاهی و برازش شده در زیر شکل آمده است.

شکل 5 مقادیر اندازه بلورک و کرنش شبکه به دست آمده از برازش پراش پرتو ایکس را برحسب افزایش زمان آسیاب کاری نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، تغییرات کرنش شبکه، روندی عکس تغییرات

که در این صورت باید مس انحلال بیشتری نسبت به نیکل و کبالت در نفوذ به ساختار آهن داشته باشد. اما از منظر دیگری نیز می‌توان به موضوع نگاه کرد؛ یک واکنش از نظر انرژی، زمانی انجام پذیر تلقی می‌شود که بر اثر انجام آن انرژی سیستم کمتر (تغییرات آنتالپی منفی) شود. با توجه به مقادیر انرژی‌های پیوند جفت اتم‌های غیرمشابه ذکر شده در جدول 3، انجام واکنش بین عناصر نیکل، کبالت و آهن نسبت به انجام واکنش این عناصر با عنصر مس، از دیدگاه انرژی پیوند، امکان‌پذیرتر می‌باشد.

جدول 1. نقطه ذوب و شعاع اتمی عناصر مورد مطالعه در این پژوهش [21،22].

عنصر	Ni	Co	Fe	Cu	Ni
نقطه ذوب (سانتی‌گراد)	1453	1495	1538	1085	1453
شعاع اتمی (پیکومتر)	149	152	156	145	149

جدول 2. ضریب فشردگی ساختارهای بلوری [23].

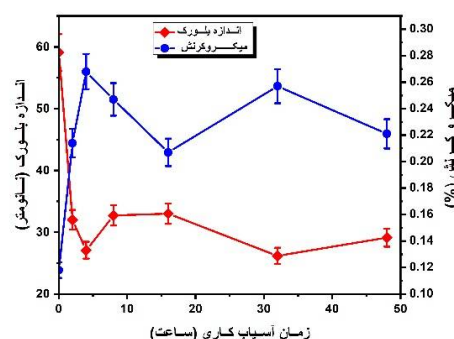
ضریب فشردگی	شبکه بلوری
0,74	fcc
0,74	hcp
0,68	bcc

انجام واکنش بین مس با عناصر نیکل، کبالت و به‌خصوص آهن به شدت گرماگیر می‌باشد و نیاز به انتقال انرژی و گرمای خارجی به سیستم می‌باشد تا واکنش انجام گیرد (انرژی پیوند مس با دیگر عناصر مثبت است؛ جدول 3 را ببینید). این عامل باعث می‌شود، این عنصر به سهولت در ساختار آهن حل نشود.

¹ - در یک برازش خوب، نسبت فاکتور باقی مانده وزن شده به فاکتور باقیمانده مورد انتظار باید کوچکتر از 2 باشد.

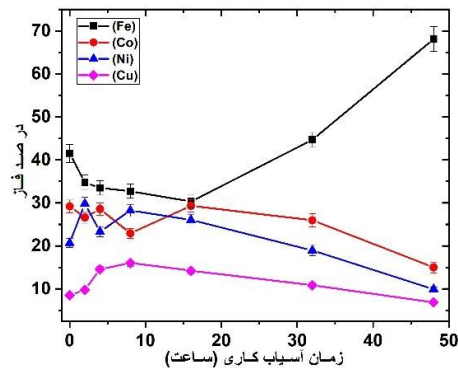
بین نرخ جوش خوردن و نرخ شکست ذرات تعادل برقرار شده است. بدین معنی که ذرات کوچکتر قابلیت تغییر شکل بدون شکست را داشته در حالی که ذرات بزرگتر تمایل به جوش خوردن دارند. بنابراین تمایل کلی ذرات بسیار ریز و بسیار درشت آن است که به سمت ذراتی با اندازه میانی پیش روند. علاوه بر این، توزیع اندازه ذرات در این مرحله از آسیاب کاری در محدوده نسبتاً باریکی قرار دارد (شکل 1 را ببینید)؛ این می‌تواند به این دلیل باشد که نرخ کاهش اندازه ذرات بزرگتر از مقدار متوسط، برابر با نرخ رشد ذرات ریزتر از مقدار متوسط (به وسیله آگلومره¹ شدن ذرات ریز) است [26]. مشاهده شده است که نمونه‌های آلیاژی آهن-کبالت که حاوی عنصر مس می‌باشد، دارای اندازه بلورک نهایی کمتری هستند. بر اساس گزارش آزمایش‌های انجام شده، اندازه بلورک‌ها برای نمونه $Fe_{70}Co_{30}$ پس از 45 ساعت آسیاب کاری، به 18 نانومتر، در حالی که اگر این ترکیب با 5 و 9 درصد مس آلائیده شود، اندازه بلورک‌ها به ترتیب به 15 و 12 نانومتر می‌رسد [12]. این می‌تواند به دلیل اثرات کار سختی محلول باشد که تردی ذرات را افزایش داده و باعث غالب شدن پدیده شکست می‌شود؛ مس، کار سختی مواد را افزایش می‌دهد [27]. در نمونه مورد مطالعه در این پژوهش، که حاوی 10 درصد مس است، اندازه متوسط بلورک به 26/18 نانومتر رسیده است. در حالی که کمترین اندازه بلورک‌ها در نمونه بدون مس، پژوهش پیشین ما، $Fe_{50}Co_{30}Ni_{20}$ ، مقدار 21/60 نانومتر به دست آمده است [15]. در حقیقت افزایش اندازه بلورک‌های سیستم‌های آلیاژی با غلظتی از عنصر حل شونده مشاهده شده است که در آن تشکیل محلول جامد باعث نرم شدن ترکیب گردیده است. در سیستم‌های $Ni(Cu)$ و $Fe(Cu)$ نیز تشکیل محلول

اندازه بلورک‌ها در طول آسیاب کاری دارد. به طور کلی، افزایش زمان آسیاب کاری، باعث ایجاد تغییر شکل‌های مکانیکی در پودرها می‌شود، اندازه بلورک‌ها روندی نسبتاً کاهشی دارد. همان‌طور که در شکل 5 دیده می‌شود، اندازه بلورک نمونه آسیا نشده حدود 59/10 نانومتر گزارش شده است. یک کاهش شدید در اندازه بلورک‌ها پس از 4 ساعت آسیاب کاری مشاهده می‌شود، که این می‌تواند به دلیل تشکیل محلول جامد و یا افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها به علت انرژی زیاد وارد شده از طرف اجزای آسیا باشد. بین مراحل 4 تا 8 ساعت آسیاب کاری، اندازه بلورک‌ها به‌طور جزئی افزایش یافته و پس از 16 ساعت از زمان آسیاب کاری تقریباً ثابت می‌ماند. در 32 ساعت آسیاب کاری، اندازه بلورک‌های محلول جامد به کمترین مقدار خود در حدود 26/18 نانومتر کاهش می‌یابد. در مرحله نهایی آسیاب کاری، اندازه بلورک‌ها به مقدار 29/12 نانومتر افزایش یافته است، که می‌تواند به دلیل تولید و حرکت چگالی نابه‌جایی‌ها باشد [25].



شکل 5. تغییرات اندازه بلورک‌ها و کرنش شبکه با زمان آسیاب کاری. به‌طور کلی بین زمان آسیاب کاری 2 تا 48 ساعت، اندازه بلورک در یک بازه کوچکی در حال تغییر می‌باشد، از آنجایی که اندازه بلورک‌ها تابع اندازه و مورفولوژی ذرات است؛ می‌توان گفت در این وضعیت

¹ Agglomeration



شکل 6. تغییرات درصد فاز عناصر آلیاژ نسبت به زمان آسیاب‌کاری. مجموع ارقام درصد فاز در هر مرحله به عدد 100 بهنجار شده است.

همان‌طور که دیده می‌شود در زمان‌های انتهایی آسیاب‌کاری، نسبت درصد فازهای کبالت، نیکل و مس نسبت به آهن روندی کاهشی دارد که دلالت بر حل شدن مقداری از این ساختارها در ساختار آهن می‌باشد؛ در صد بالای فاز آهن در مقایسه با دیگر عناصر در مرحله نهایی بازگوکننده تشکیل آلیاژ پایه آهن است. همچنین مقایسه درصد فازهای مرحله نهایی و ابتدایی نشان می‌دهد، انحلال فازهای نیکل و کبالت بیشتر از مس می‌باشد.

منحنی پسماند نمونه‌ها و مقادیر مغناطش اشباع، M_s ، و میدان پسماند زدای مغناطیسی، H_C ، استخراج شده از آنها برحسب زمان آسیاب‌کاری در شکل‌های 7 و 8 نشان داده شده است.

مقدارهای مغناطش اشباع و میدان پسماندزدای مغناطیسی در صفر ساعت متأثر از کرنش پودرهای اولیه می‌باشد. مقدار مغناطش اشباع، در ساعات اولیه آسیاب‌کاری (تا 2 ساعت) به بیشترین مقدار خود یعنی $127/26 \text{emu/g}$ در طی فرایند آسیاب‌کاری رسیده است.

مقدار مغناطش قویاً متأثر از ترکیب شیمیایی محیط موضعی اطراف اتم است. افزایش مغناطش اشباع در

جامد باعث نرم شدن می‌شود و افزایش اندازه بلورک‌ها در ماده نانوبلوری دیده شده است [28]. در واقع در ترکیب آلیاژی پژوهش حاضر، اضافه شدن مس به ترکیب آهن-کبالت-نیکل، و حل ناکامل آن، کمکی به کوچکتر شدن اندازه بلورک‌ها در مقایسه با ترکیب بدون مس آن نمی‌کند.

افزایش کرنش شبکه‌ای مشاهده شده در شکل 5، به دلیل اثرات آسیاب‌کاری است که باعث افزایش مرزدانه‌ها، تغییر شکل مکانیکی و افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها می‌شود، می‌باشد [29].

وجود میکروکرنش در بلورک‌ها می‌تواند ناشی از جای خالی و انبساط و تراکم حرارتی باشد. کرنش‌های باقیمانده در یک ماده هر دو نیروی کششی و فشاری را تولید می‌کنند که موجب گسترش قله‌های پیرامون موقعیت اصلی قله‌ها در الگوهای XRD می‌شوند. علاوه بر این، کرنش شبکه می‌تواند از افزایش توزیع مرزدانه‌ها ایجاد شود [12]. شکل 6 در صد فاز هر کدام از عناصر آلیاژ را در هر مرحله زمانی آسیاب‌کاری را نشان می‌دهد؛ این ارقام با برازش الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در نرم افزار μOD به دست آمده است. باید به این نکته توجه داشت که مجموع ارقام درصد فاز عناصر در هر نمونه (بلورینگی¹ کل نمونه) به عدد 100 بهنجار شده است.

¹ Crystallinity

2. کرنش شبکه: کرنش داخلی شبکه، در طول آسیاب‌کاری باعث ایجاد نواقص و نابه‌جایی‌های بلوری می‌شود. این افزایش کرنش باعث جلوگیری از حرکت حوزه‌های مغناطیسی و در نتیجه کاهش مغناطش اشباع می‌شود.

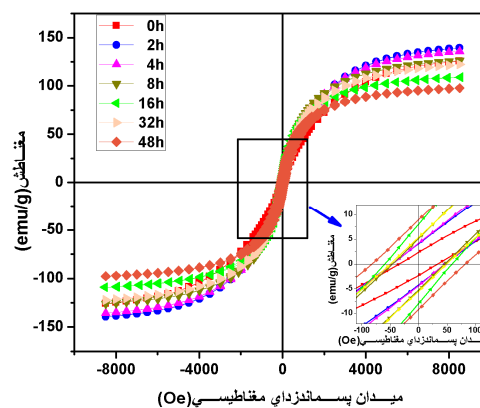
3. اکسیداسیون: در بعضی موارد اکسید شدن نمونه‌ها که ممکن است بعد از فرآیندهای آسیاب‌کاری در هر مرحله به وجود آیند، غیر قابل اجتناب است. این اکسیدها می‌توانند در نواحی مرز دانه‌ها قرار گیرند و باعث کاهش میدان مغناطیسی آبر ریز¹ شوند [33]. نتایج طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نشان دهنده وجود اکسیژن در محصول نهایی پودرهای آلیاژی می‌باشد.

میدان پسماندزدای مغناطیسی برحسب تابعی از زمان آسیاب‌کاری نیز در شکل 7 آورده شده است. تا 2 ساعت اولیه زمان آسیاب‌کاری، میدان پسماندزدای مغناطیسی روند افزایشی داشت. این افزایش به دلیل وجود تنش باقیمانده، ($\Delta\sigma$) و چگالی بسیار زیادی از عیوب مانند نابه‌جایی‌ها است که با دیواره حوزه‌های مغناطیسی برهم‌کنش می‌کنند [29]. با توجه به اینکه ارتباط میدان پسماندزدای مغناطیسی با اندازه بلورک به شکل زیر است [8]:

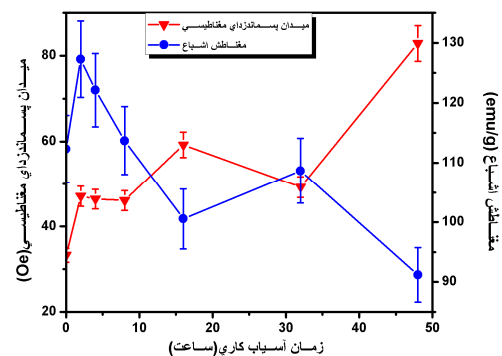
$$H_c \propto 1/D \quad 3$$

کاهش اندازه بلورک‌ها در این مرحله نیز می‌تواند علت دیگر افزایش میدان پسماندزدای مغناطیسی باشد. این رفتار که با ریز شدن اندازه بلورک‌ها (تا قبل از رسیدن اندازه بلورک‌ها به اندازه حوزه‌های مغناطیسی)، میدان پسماندزدای مغناطیسی افزایش می‌یابد، در نمودار معروف هرزر² نیز دیده می‌شود [34].

زمان‌های ابتدایی آسیاب‌کاری در تحقیقات انجام شده قبلی [30 و 15] نیز مشاهده شده است. این افزایش را می‌توان به تشکیل محلول جامد bcc-Fe (Co, Ni, Cu) و همچنین انتقال بار بین اتم‌های فرومغناطیس نسبت داد [31].



شکل 7. حلقه‌های پسماند نمونه‌های آلیاژی در زمان‌های مختلف آسیاب‌کاری.



شکل 8. تغییرات مغناطش اشباع و میدان پسماندزدای مغناطیسی با افزایش زمان آسیاب‌کاری.

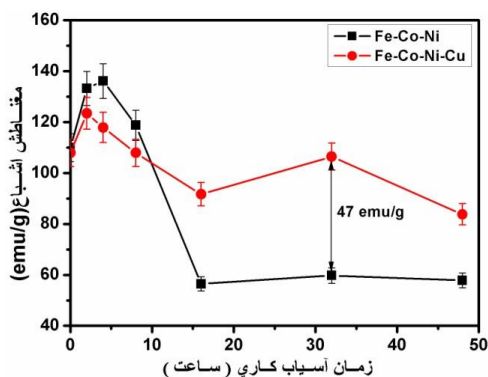
پس از 4 ساعت آسیاب‌کاری کاهش مغناطش اشباع اتفاق می‌افتد که می‌تواند به این دلایل رخ دهد:

1. اثر مرز دانه: وجود مقادیر بسیار زیادی از اتم‌های Co و Ni که به صورت نامنظم درون مرز دانه‌های محلول جامد Fe(bcc) قرار گرفته‌اند، سبب کاهش مغناطش اشباع می‌شود [15, 32].

² Herzer

¹ Hyperfine field

همان‌طور که دیده می‌شود مغناطش اشباع در ترکیب دارای مس، افزایشی را در زمان‌های پس از 12 ساعت، به‌ویژه در 32 ساعت آسیاب‌کاری (زمانی که کمترین اندازه بلورک‌ها در آنجاست) نشان می‌دهد و این اختلاف به بیشینه مقدار خود یعنی (47 emu/g) می‌رسد.



شکل 9. مقایسه تغییرات مغناطش اشباع برحسب زمان آسیاب‌کاری برای دو ترکیب $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20})_{90}\text{Cu}_{10}$ (پژوهش حاضر) و $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ (پژوهش انجام شده در مرجع [15]).

رویدادی مشابه نیز برای میدان پسماند زدای مغناطیسی برای دو ترکیب دارای مس و بدون مس اتفاق می‌افتد. در زمان‌های اولیه آسیاب‌کاری، میدان پسماند زدای مغناطیسی برای ترکیب دارای مس دارای تغییرات قابل ملاحظه‌ای در مقایسه با ترکیب بدون مس نمی‌باشد. همان‌گونه که در شکل 10 دیده می‌شود، از 16 ساعت آسیاب‌کاری به بعد، میدان پسماند زدای مغناطیسی ترکیب دارای مس (پژوهش حاضر) دارای مقادیر به مراتب کمتری، به‌ویژه در 32 ساعت نسبت ترکیب بدون مس می‌باشد؛ این اختلاف در 32 ساعت به (238/6) Oe می‌رسد.

بنابراین، ترکیب Fe-Co-Ni-Cu دارای خواص مغناطیسی بسیار نرم تری نسبت به ترکیب آلیاژی Fe-

میدان پسماندزدای مغناطیسی بین زمان‌های آسیاب‌کاری 2 و 8 ساعت به‌طور جزئی کاهش یافته و سپس در پایان مرحله 16 ساعت افزایش یافته است. این مقدار افزایش، با افزایش در اندازه بلورک‌ها نیز همراه است. زمانی که اندازه بلورک‌ها به‌کوچکتر از طول مؤثر تبادل مغناطیسی، L_{ex} ، می‌رسد تأثیر دیواره حوزه‌ها کاهش می‌یابد و بعد بلورک‌ها نزدیک به مقیاس حوزه‌های مغناطیسی می‌شود [12]؛ در واقع با کوچک شدن بلورک‌ها، خواص مغناطیسی نرم‌تری بروز می‌کند [35] در این حالت میدان پسماندزدای مغناطیسی به‌صورت زیر با اندازه بلورک ارتباط دارد [36].

$$H_c = \frac{P_c K_1^4 D^6}{\mu_0 M_s A^3} \quad 4$$

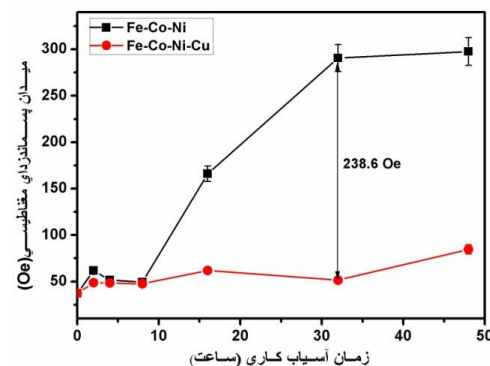
در این رابطه، P_c ثابتی در محدوده 0,13-0,64، K_1 ثابت مغناطوبلوری، D ، اندازه متوسط بلورک، M_s ، مغناطش اشباع و A ثابت سختی تبدلی می‌باشد. L_{ex} ، به‌صورت زیر بیان می‌شود [36].

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K_1}} \quad 5$$

با افزایش آسیاب‌کاری تا 32 ساعت، مقدار میدان پسماندزدا به‌دلیل کاهش اندازه بلورک‌ها، کاهش یافته است. اما در زمان‌های طولانی آسیاب‌کاری به‌دلیل زیاد شدن سطوح برخورد، حرکت دیواره حوزه‌های مغناطیسی به‌سختی صورت می‌گیرد و باعث یک افزایش در میدان پسماند زدا می‌شود.

به‌منظور مقایسه رفتار مغناطیسی ترکیب حاضر در این پژوهش و ترکیب آلیاژی Fe-Co-Ni (پژوهش پیشین [15])، تغییرات مغناطش اشباع و میدان پسماند زدای مغناطیسی آنها برحسب زمان آسیاب‌کاری به‌ترتیب در شکل‌های (9 و 10) آورده شده است.

Co-Ni می‌باشد؛ از این رو از دیدگاه کاربردی، دارای اتلاف انرژی کمتری نیز می‌باشد.



شکل 10. مقایسه تغییرات میدان پسماندزدای مغناطیسی برحسب زمان آسیاب‌کاری برای دو ترکیب $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20})_{90}\text{Cu}_{10}$ (پژوهش حاضر) و $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{30}\text{Ni}_{20}$ [15].

با اینکه انتظار می‌رود با اضافه شدن مس به عنوان یک عنصر غیر فرومغناطیس به ترکیب آلیاژی، مراکز گیرافتادگی¹، افزایش یابد و ترکیب نهایی به سمت رفتار مغناطیسی سخت میل کند؛ اما عنصر مس به جای قرار گیری در مکان‌های جانشینی، می‌تواند در مکان‌های بین نشینی و یا در مرز دانه‌ها قرار گیرد؛ این می‌تواند از رشد بلورک‌ها در فرایند آسیاب‌کاری جلوگیری کرده و اندازه آنها را کنترل کند تا از کاهش مغناطش اشباع و افزایش میدان پسماندزدای مغناطیسی جلوگیری کند [12].

نتیجه گیری

در این تحقیق، فرایند آلیاژسازی پودرهای آهن، کبالت، نیکل و مس در چندین مرحله زمانی بررسی شد. کمترین اندازه بلورک‌ها در زمان آسیاب‌کاری 32 ساعت به دست آمد. این در حالی است که بیشترین مغناطش اشباع در 2 ساعت و کمترین مقدار میدان پسماندزدای مغناطیسی در 8 ساعت آسیاب‌کاری

حاصل شد. در زمان‌های اولیه آسیاب‌کاری میدان پسماندزدای مغناطیسی متأثر از کرنش شبکه و اندازه بلورک‌ها بوده، در حالی که با ادامه فرایند آسیاب‌کاری، با افزایش سطوح برخورد، میدان پسماندزدای مغناطیسی افزایش می‌یابد. پس از 32 ساعت آسیاب‌کاری، میدان پسماندزدای مغناطیسی کاهش و مغناطش اشباع افزایش می‌یابد. مقایسه رفتار مغناطیسی، ترکیب آلیاژی در این پژوهش با ترکیب آهن-نیکل-کبالت، نشان داد، در ترکیب حاضر، میدان پسماندزدای مغناطیسی به شدت کاهش و مغناطش اشباع افزایش می‌یابد، طوری که این ترکیب، رفتار مغناطیسی بسیار نرم تری را از خود نشان می‌دهد.

سپاس‌گزاری

نویسندگان، از حمایت‌های معاونت پژوهشی دانشگاه خلیج فارس، قدردانی می‌کنند.

مرجع‌ها

[1] C. Koch, Top-down synthesis of nanostructured materials: mechanical and thermal processing methods, *Journal of Reviews on Advanced Materials Science* **5** (2003) 91-99. http://www.proxy.ipme.ru/e-journals/RAMS/no_2503/koch/koch.pdf

[2] C. Capdevila, U. Miller, H. Jelenak, H. Bhadeshia, Strain heterogeneity and the production of coarse grains in mechanically alloyed iron-based PM2000 alloy, *Materials Science and Engineering A* **316** (2001) 161-165. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01234-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01234-5)

[3] H. Shokrollahi, K. Janghorban, Soft magnetic composite materials (SMCS), *Materials Process Technology* **189**

¹ Pinning centers

- <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.155>
- [10] D. Ping, K. Hono, H. Kanekiyo, S. Hirosawa. Microalloying effect of Cu and Nb on the microstructure and magnetic properties of Fe₃B/Nd₂Fe₁₄B nanocomposite permanent magnets, *IEEE Transaction on Magnetism* **35** (1999) 3262–3264. [10.1109/20.800492](https://doi.org/10.1109/20.800492)
- [11] Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi, New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure, *Journal of Applied Physics* **64** (1988) 6044–6046. <https://doi.org/10.1063/1.342149>
- [12] A. Sharifati, S. Sharafi, Structural and magnetic properties of nanostructured (Fe₇₀Co₃₀)_{100-x}Cu_x alloy prepared by high energy ball milling, *Materials and Design* **41** (2012) 8-15. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.04.047>
- [13] H.A. Baghbaderani, S. Sharafi, M. Delshad Chermahini, Investigation of nanostructure formation mechanism and magnetic properties in Fe₄₅Co₄₅Ni₁₀ system synthesized by mechanical alloying, *Powder Technology* **230** (2012) 241-246. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.07.039>
- [14] M. Delshad Chermahini, S. Sharafi, H. Shokrollahi, M. Zandrahimi, Microstructural and magnetic properties of nanostructured Fe and Fe₅₀Co₅₀ powders prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* **474** (2009) 18-22. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.144>
- [15] H. Raanaei, H. Eskandari, V. Mohammad-Hosseini, Structural and (2007) 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.02.034>
- [4] R. Koohkan, S. Sharafi, H. Shokrollahi, K. Janghorban, Preparation of nanocrystalline Fe–Ni powders by mechanical alloying used in soft magnetic composites, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **320** (2008) 1089–1094. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.10.033>
- [5] T. Sourmail, Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, *Journal of Materials Science* **50** (2005) 816–880. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2005.04.001>
- [6] M. McHenry, M. Willard, D. Laughlin, Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets, *Journal of Materials Science* **44** (1999) 291–433. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00002-X](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00002-X)
- [7] D. Jiles, *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman & Hall, London (1991).
- [8] H. Moumeni, S. Alleg, J.M. Greneche, Structural properties of Fe₅₀Co₅₀ nanostructured powder prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, **386** (2005) 12–19. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.05.017>
- [9] B. Bhoi, V. Srinivas, V. Singh, Evolution of microstructure and magnetic properties of nanocrystalline Fe_{70-x}Cu_xCo₃₀ alloy prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* **496** (2010) 423–428.

- 2nd ed. Chapman & Hall, London, (1992).
- [22] J.C. Slater, Atomic Radii in Crystals, *Materials Chemistry and Physics* **41** (1964) 3199-3204. <https://doi.org/10.1063/1.1725697>
- [23] C. Kittel, *Introduction to solid state physics*, 8th ed, John Wiley, New York, (2005).
- [24] A. Takeuchi, A. Inoue, Calculations of mixing enthalpy and mismatch entropy for ternary amorphous alloys, *Materials Transactions* **41** (2000) 1372–1378. <https://doi.org/10.2320/matertrans1989.41.1.372>
- [25] F.A. Mohamed, A dislocation model for the minimum grain size obtainable by milling, *Acta Materialia*, **51** (2003) 4107-4119. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00230-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00230-1)
- [26] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science* **46** (2001) 1-184. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9)
- [27] J. Eckert, J.C. Holzer, C.E. Krill, W.L. Johnson, Structural and thermodynamics properties of nanocrystalline fcc metals prepared by mechanical alloying, *Journal of Materials Research* **7** (1992) 1751–1761. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1751>
- [28] A. Barbosa, G. Bobrovnichii, A. Skury, R. Guimaraes, M. Filgueira, Structure, microstructure and mechanical properties of PM Fe–Cu–Co magnetic properties of nanocrystalline Fe–Co–Ni alloy processed by mechanical alloying, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **398** (2016) 190–195. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.09.031>
- [16] L. Lutterotti, MAUD version 2.55, Materials Analysis Using Diffraction. A Rietveld extended program to perform the combined analysis. It can be used to fit diffraction, fluorescence and reflectivity data using X-ray, neutron, TOF or electrons, (2015). <http://maud.radiographema.eu/>
- [17] J. Huang, Y. Wu, H. Ye, K. Lu, Allotropic transformation of cobalt induced by ball milling, *Nanostructured Materials* **6** (1995) 723–726. [https://doi.org/10.1016/0965-9773\(95\)00160-3](https://doi.org/10.1016/0965-9773(95)00160-3)
- [18] F. Cardellini, G. Mazzone, Thermal and structural study of the hcp-to-fcc transformation in cobalt, *Philosophical Magazine A* **67** (1993) 1289–300. <https://doi.org/10.1080/01418619308225355>
- [19] B.H. Lee, B.S. Ahn, D.G. Kim, S.T. Oh, H. Jeon, J. Ahn, Y.D. Kim, Microstructure and magnetic properties of nanosized Fe–Co alloy powders synthesized by mechanochemical and mechanical alloying process, *Materials Letters* **57** (2003) 1103-1107. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)00938-2](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)00938-2)
- [20] G.P. Tiwari, R.S. Mehrotra, Diffusion and Melting, *Defect and Diffusion Forum* **279** (2008) 23-37. [10.4028/www.scientific.net/DDF.279.23](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.279.23)
- [21] D.A. Porter, K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*,

- (2011) 209–216.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.060>
- [33] T. Pikula, D. Oleszak, M. Pękała, E. Jartych, Structure and some magnetic properties of mechanically synthesized and thermally treated Co–Fe–Ni alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **320** (2008) 413–420.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.06.020>
- [34] G. Herzer, Nanocrystalline soft magnetic alloys, *Handbook of magnetic materials* **10** (1997) 416–462.
[https://doi.org/10.1016/S1567-2719\(97\)10007-5](https://doi.org/10.1016/S1567-2719(97)10007-5)
- [35] B. Avar, T. Simsek, S. Ozcan, A.K. Chattopadhyay, B. Kalkan, Structural stability of mechanically alloyed amorphous FeCoNi₇₀Ti₁₀B₂₀ under high temperature and high-pressure, *Journal of Alloys and Compounds* **860** (2021) 158–164.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158528>
- [36] Herzer, Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets, *Journal of IEEE Transactions on Magnetics* **26** (1999) 1397–1402.
[10.1109/20.104389](https://doi.org/10.1109/20.104389)
- alloys, *Materials and Design* **31** (2010) 522–526.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.07.027>
- [29] Y. Shen, H.H. Hng, J. Tien, Synthesis and characterization of high-energy ball milled Ni-15%Fe-5%Mo, *Journal of Alloys and Compounds* **379** (2004) 266–271.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.02.032>
- [30] H. Raanaei, V. Mohammad-Hosseini. Morphology and magnetic behavior of cobalt rich amorphous/nanocrystalline (Co–Ni)₇₀Ti₁₀B₂₀ alloyed powders, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **414** (2016) 90–96.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.04.040>
- [31] L. Karimi, H. Shokrollahi, Structural, microstructural and magnetic properties of amorphous/nanocrystalline Ni₆₃Fe₁₃Mo₄Nb₂₀ powders prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* **509** (2011) 6571–6577.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.060>
- [32] E. Jartych. On the magnetic properties of mechanosynthesized Co–Fe–Ni ternary alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **323**