

Effects of Thermo-magnetic Heat Treatment on Microstructure and Magnetic Properties of Alnico 5DG Alloy

K. Nekoei, S. Heshmati Manesh, A. Ataie

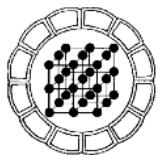
Department of Metallurgy & Materials, University of Tehran, Tehran, Iran.

E-mail: sheshmat@ut.ac.ir

(received: 24/8/2003, received in revised form: 14/3/2004)

Abstract: In this research, Alnico 5DG alloy was melt and cast in the optimum conditions and its samples were homogenised and heat treated in a magnetic field in order to obtain the required magnetic properties. Microstructure, phase composition and magnetic properties of samples were examined in every processing step. The results indicated that the properties of samples were highly influenced by processing parameters. A proper microstructure composed of α_1 magnetic phase in a texture of α_2 with acceptable magnetic properties was obtained by meticulous control of the processing conditions. The results also revealed that the magnetic coercivity (and remanence) of the cast samples should be increased by an appropriate heat treatment from 12 kA/m (and 0.55 T) to 41.6 kA/m (and 1.3 T), respectively.

Keywords: *Magnetic materials, Directional solidification, Alnico 5DG, Phase composition.*



بررسی آثار فرآیند گرمایشی گرما مغناطیسی بر ریزساختار و سرشتهای مغناطیسی آلیاژ Alnico 5DG

خانعلی نکوئی، سعید حشمتی منش، ابوالقاسم عطایی

گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده فنی دانشگاه تهران، خیابان کارگر شمالی، تهران

(دریافت مقاله ۱۳۸۲/۶/۲ ، دریافت نسخه نهایی ۱۳۸۲/۱۲/۲۳)

چکیده: در این بررسی آلیاژ آلنیکو 5DG در شرایط بهینه، ذوب و ریخته‌گری شده و سپس نمونه‌هایی از آن برای اصلاح ساختار و دریافت سرشتهای مغناطیسی مطلوب تحت اثر فرآیند گرمایی همگن‌سازی و گرما مغناطیسی قرار گرفتند. در هر مرحله ساختار میکروسکوپی، ترکیب فازی و خواص مغناطیسی نمونه‌ها مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج حاکی از آنست که خواص ذکرشده تا حد زیادی تابع شرایط فرایند ساخت بوده و تنها با کنترل دقیق آنها می‌توان به ریزساختار مطلوب متشکل از فاز مغناطیسی α_1 در زمینه α_2 با خواص مغناطیسی قابل قبول دست یافت. نتایج نشان می‌دهند که پس از فرآیند گرایی بهینه بر نمونه ریخته‌گری شده، نیروی وادارندگی مغناطیسی از ۱۲ KA/m به ۴۱/۶ KA/m و پسماند مغناطیسی از ۰/۵۵ T به ۱/۳۲ T افزایش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی: مواد مغناطیسی، انجماد جهت‌دار، آلنیکو 5DG، ترکیب فازی.

مقدمه

آلنیکوها گروهی از آلیاژهای مغناطیسی هستند که بیشتر شامل سه عنصر فرومغناطیسی آهن، کبالت، نیکل و مقادیر اندکی از عناصر غیر مغناطیسی آلومینیوم، مس و گاهی عناصر دیگر هستند. این آلیاژها جزء مواد مغناطیسی دائمی (سخت) بوده و موارد استفاده وسیعی در صنعت دارند. خصوصیات، نحوه تهیه، و روند توسعه آلیاژهای آلنیکو توسط McCurrie به طور کامل مرور شده است [۱]. با ترکیب ۵۸٪ آهن، ۳۰٪ نیکل و ۱۲٪ آلومینیوم، آلیاژ Alni اولین آلیاژ از این گروه بود که توسط Mishima ساخته شد، که با توجه به اهمیت تجاری این آلیاژها، به مرور زمان ترکیب و خواص آنها را پژوهشگران دیگر توسعه دادند [۲ و ۳].

آلنیکو ۵ با ترکیب ۸٪ آلومینیوم، ۱۴٪ نیکل، ۲۴٪ کبالت، ۳٪ مس و بقیه آهن با انرژی بیشینه مغناطیسی معادل $44 - 40 \text{ KJ/m}^3$ در اواسط قرن بیستم ساخته شد. سپس به منظور بهبود خواص آن، تحقیقات وسیعی پیرامون انجماد جهت دار و عملیات مغناطوگرمایی آن انجام گرفت [۱]. همچنین، تأثیر سایر عناصر آلیاژی، از جمله Hf, B, Nb، بر خواص مغناطیسی آلیاژ آلنیکو ۵ بررسی شده است [۴ تا ۷]. تک بلورهای آلنیکو ۵، خواص مغناطیسی بهینه‌ای را نشان داده‌اند [۸].

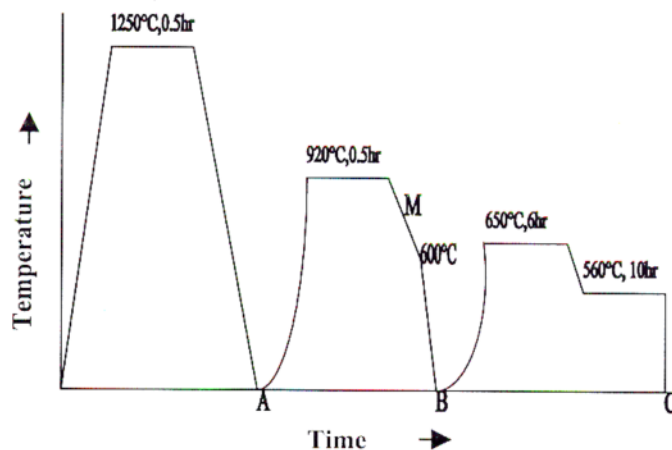
باتوجه به اینکه سالانه مقادیر زیادی آلیاژ آلنیکو ۵ جهت مصرف در صنایع الکتریکی و خودروسازی وارد ایران می‌شود، لذا در این پژوهش آلیاژ آلنیکو ۵SDG در شرایط بهینه‌ای که در مقاله قبلی به آن اشاره شد [۹] تهیه گردید و سپس در حضور یک میدان مغناطیسی گرمادهی شد. در ادامه، تأثیر هر مرحله از گرمایش بر ریزساختار، ترکیب فازی و خواص مغناطیسی نمونه‌ها ارزیابی شده است.

روش آزمایش

نظر به اینکه خواص مغناطیسی آلیاژ آلنیکو ۵ به شدت تحت تأثیر ناخالصیها قرار می‌گیرد، لذا در تهیه این آلیاژ از مواد اولیه خالص استفاده شد. برای افزودن نایوبیم، از فرونایوبیم محصول شرکت Elchem نروژ با عیار ۶۳٪ استفاده شد. آلیاژسازی در کوره تامن انجام گرفت و برای محافظت آبگون آن از اکسایش، از دمش گاز آرگون استفاده شد. پس از ذوب، آلیاژ در یک قالب استوانه‌ای شکل ماسه‌ای که بر روی یک صفحه سرد کننده مسی قرار داشت، ریخته‌گری شد. جزئیات روش ذوب و ریخته‌گری قبلاً توضیح داده شده است [۹]. نمونه ریخته‌گری شده تحت فرآیند گرمایشی قرار گرفت که نمودار طرحواره‌ای آن در شکل ۱ نشان داده شده است. در فرآیند گرمایشی از کوره لوله‌ای مجهز به دمش گاز آرگون استفاده شد.

مطالعه ریز ساختار نمونه‌ها با میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی - روبشی (SEM) مدل Cambridge 360 صورت گرفت. آنالیز شیمیایی نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی - روبشی (SEM-EDX) انجام و نمونه‌ها با محلول ماربل حکاکی شدند.

ترکیب فازی نمونه‌ها با یک پراش سنج پرتو X (XRD) شرکت فیلیپس تعیین و خواص مغناطیسی آنها با استفاده از دستگاه Yew BC Hysteresies Loop Tracer-3257 پژوهشگاه مواد و انرژی اندازه‌گیری شد.



شکل ۱ نمودار طرحواره‌ای سیکل فرآیند گرمایشی. M: فرآیند گرمایشی در حضور میدان مغناطیسی.

بحث و بررسی

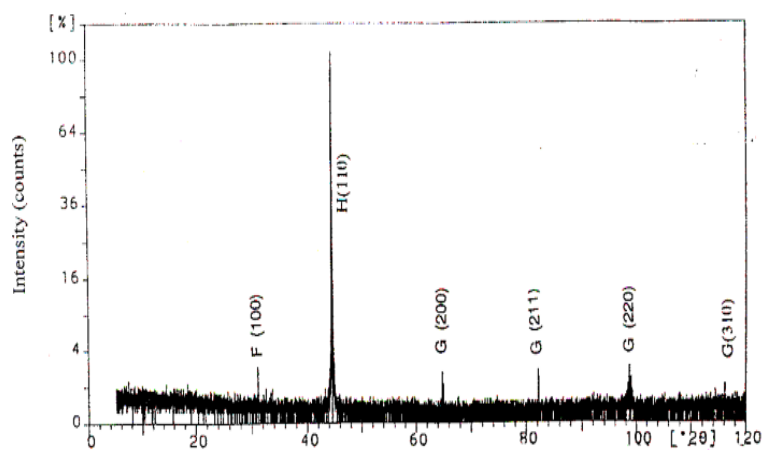
شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نوری نمونه ریخته‌گری شده را نشان می‌دهد. بررسی مقطع برش طولی قطعه ریخته‌گری شده حاکی از انجماد جهت‌دار آلیاژ است که این جهت‌داری تا عمق ۲۵ میلیمتری ادامه داشته است. مطالعه مقطع متالوگرافی نمونه نیز نشان‌دهنده حضور دانه‌های ستونی نسبتاً پهن فاز α (فریت با ساختار بلوری مکعب مرکزدار، bcc) است و اثری از حضور فاز نامغناطیسی و مزاحم γ (استنیت با ساختار بلوری مکعب با سطوح مرکزدار، fcc) در تصاویر میکروسکوپ نوری مشاهده نمی‌شود.



شکل ۲ ساختار میکروسکوپ نوری نمونه ریخته‌گری شده (در مقطع موازی با محور قالب).

بررسی الگوی پراش پرتو X نمونه بالا که در شکل ۳ نشان داده شده است، حاکی از عدم حضور قله‌های فاز نامغناطیسی γ است که نتایج بررسی‌های میکروسکوپی را تأیید می‌کند. البته در این الگو، اثری از حضور فاز اصلی و مغناطیسی $(\text{FeCo})\alpha_1$ نیز مشاهده نمی‌شود. نتایج آنالیز شیمیایی نمونه تهیه شده که با SEM-EDX انجام گرفت به همراه نتایج آنالیز شیمیایی نمونه آلنیکو ۵ وارداتی و گستره ترکیب شیمیایی استاندارد این آلیاژ در جدول ۱ آورده شده‌اند. چنانکه ملاحظه می‌شود ترکیب شیمیایی آلیاژ ریخته‌گری شده تقریباً در محدوده ترکیب مجاز قرار دارد. بررسیهای Szymura و همکاران نشان داد که حضور نایوبیم در ترکیب آلیاژ می‌تواند جهت‌دار شدن مناسب دانه‌ها را در طول انجماد تشدید کند [۵].

حلقه پسماند نمونه ریخته‌گری شده در شکل ۴ نشان داده شده است. چنانکه ملاحظه می‌شود، حلقه پسماند نمونه بسیار باریک و نیروی وادارندگی مغناطیسی، پسماند مغناطیسی و بیشینه انرژی مغناطیسی آن به ترتیب 12 kA/m ، 0.55 T و 7.6 kJ/m^3 است. خواص مغناطیسی ضعیف نمونه می‌تواند حاکی از عدم حضور یا حضور مقدار اندکی از فاز مغناطیسی α_1 باشد که با XRD آشکار نشده است.



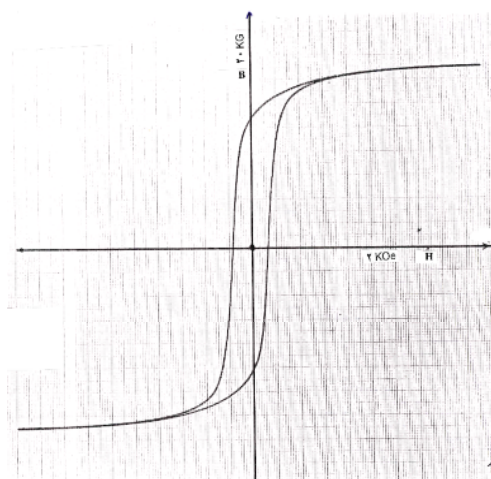
شکل ۳ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه ریخته‌گری شده.

(H = G, FeNi, G = F, Kamacite (FeNi), Fe, F = $Al_{0.42}Ni_{0.58}$)

جدول ۱ ترکیب شیمیایی نمونه ریخته‌گری شده در مقایسه

با ترکیب شیمیایی نمونه وارداتی و استاندارد.

نمونه / عنصر	Fe	Co	Ni	Al	Cu	Nb	Si	S
استاندارد	بقیه	۲۴-۲۵	۱۳-۱۵	۷/۸-۸/۵	۲-۴	۰-۱	<۱	<۱
وارداتی	۵۰/۸۷	۲۲/۶	۱۳/۷۲	۹/۳۷	۲/۷۲	صفر	۰/۷۴۴	۰/۰۰۳
ریخته‌گری شده	۵۱/۴۶	۲۳/۳۱	۱۲/۹۳	۷/۹۹	۲/۹۹	۱/۰۷۱	۰/۱۲	۰/۰۱



شکل ۴ منحنی حلقه پسماند نمونه ریخته‌گری شده.

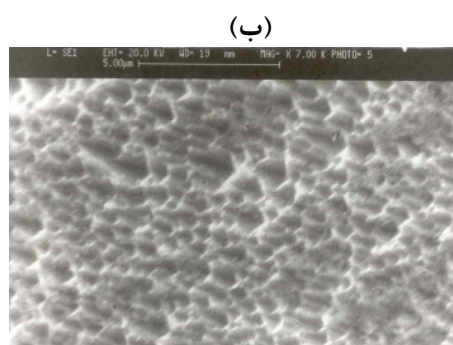
چهار نمونه از قطعه‌های ریخته‌گری شده با اندازه یکسان تهیه و در فرآیند همگن‌سازی در دمای 1250°C به مدت ۰/۵، ۱، ۱/۵ و ۲ ساعت قرار گرفتند و متعاقب آن فرآیند گرمایی در میدان مغناطیسی و برگشت (Tempering) مطابق شکل ۱ روی آنها انجام پذیرفت. مطالعه

ریزساختار و بازگشت نشان می‌دهد که تغییر زمان فرآیند همگن‌سازی تأثیر زیادی بر آنها نداشته است، ولی در مقایسه با تصویر SEM نمونه ریخته‌گری شده (شکل ۵-الف)، کشیدگی فازها در راستای میدان مغناطیسی خارجی مشاهده می‌شود. شکل‌های ۵-ب تا ۵-ت تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه‌های ریخته‌گری شده و اثر فرآیند گرمایشی در شرایط مختلف را نشان می‌دهد. چنانکه ملاحظه می‌شود، فرآیند گرمایشی بازگشت موجب رشد رسوبهایی می‌شود که قبلاً در طول فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی به‌وجود آمده است.

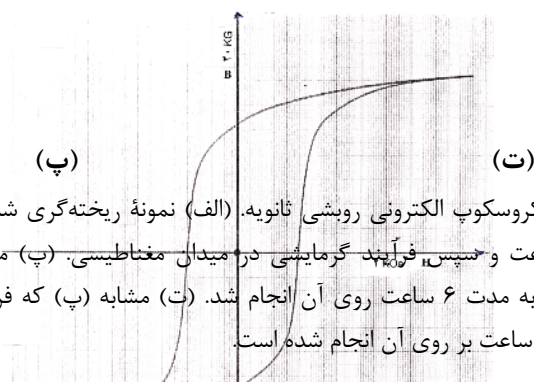
آنالیز الگوی پراش پرتو X نمونه همگن‌سازی شده به مدت ۲ ساعت و سپس اثر فرآیند مغناطیو-گرمایی (شکل ۶)، حاکی از تغییر ترکیب فازی در مقایسه با نمونه ریخته‌گری شده است. تشکیل فاز α_2 ($Al_{1/1}Ni_{1/9}$) و حضور فاز نامغناطیسی γ از عمده‌ترین تغییراتند. در برآزش با تصویر میکروسکوپ الکترونی، اثری از فاز مغناطیسی α_1 مشاهده نمی‌شود. گرچه حضور فاز مغناطیسی α_1 در بررسی‌های انجام شده با SEM و XRD مشاهده نشد، ولی اندازه‌گیری خواص مغناطیسی حاکی از افزایش چشمگیر این فاز است، بطوری که نیروی وادارندگی مغناطیسی، پسماند مغناطیسی و بیشینه انرژی مغناطیسی به ترتیب از ۱۲ kA/m، ۰/۵۵ T و $7/6 \text{ kJ/m}^3$ در نمونه ریخته‌گری شده به ۳۶ kA/m، ۱/۷ T و $20/4 \text{ kJ/m}^3$ در نمونه گرما دیده رسید (شکل ۷). پسماند مغناطیسی و نیروی وادارندگی مغناطیسی نمونه بالا به ترتیب ۸۱٪ و ۷۲٪ مقادیر متناظر با نمونه وارداتی بود.



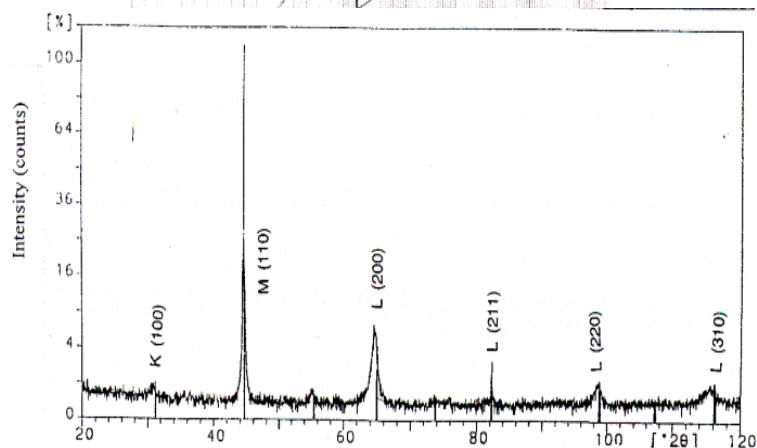
(الف)



(ب)



شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ثانویه. (الف) نمونه ریخته‌گری شده. (ب) نمونه همگن شده به مدت ۲ ساعت و سپس فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی. (پ) مشابه (ب) که فرآیند برگشت در 650°C به مدت ۶ ساعت روی آن انجام شد. (ت) مشابه (پ) که فرآیند برگشت دوم در 560°C به مدت ۱۰ ساعت بر روی آن انجام شده است.

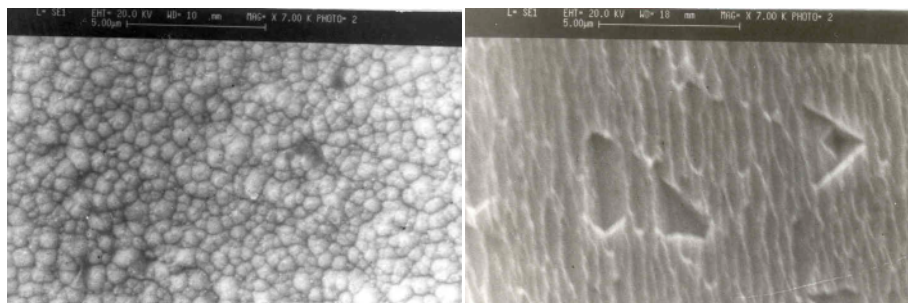


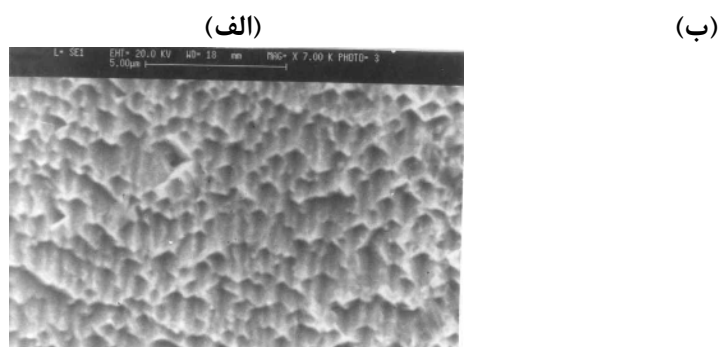
شکل ۶ الگوی پراش پرتو X نمونه همگن شده به مدت ۲ ساعت و سپس فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی. M: L, FeNi; L: K, Kamacite (FeNi), Fe; K: $\text{Al}_{1.1}\text{Ni}_{0.9}$, CoFe, $\text{Al}_{0.42}\text{Ni}_{0.58}$.

شکل ۷ منحنی حلقه پسماند نمونه همگن شده به مدت ۲ ساعت و سپس فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی.

برای بهبود ساختار میکروسکوپی، ترکیب فازی و لذا خواص مغناطیسی، تأثیر پارامترهای دیگر مورد بررسی قرار گرفتند که از میان آنها نقش سرعت سرمایش پس از فرآیند همگن سازی ملموس تر بوده است. نتایج نشان می دهد که با کاهش سرعت سرد کردن پس از مرحله همگن سازی رسوبها، فاز $(FeCo)\alpha_1$ به شکل کروی تشکیل می شوند (شکل ۸-الف). با انجام فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی (طبق شکل ۱)، رسوبهای کروی α_1 در جهت ترجیحی $<100>$ به دلیل پایین بودن انرژی فصل مشترک کشیده شده اند (شکل ۸-ب). تصویر SEM نمونه وارداتی جهت مقایسه در شکل ۸-پ آورده شده است که شباهت زیادی به ریزساختار نمونه تهیه شده در این تحقیق دارد.

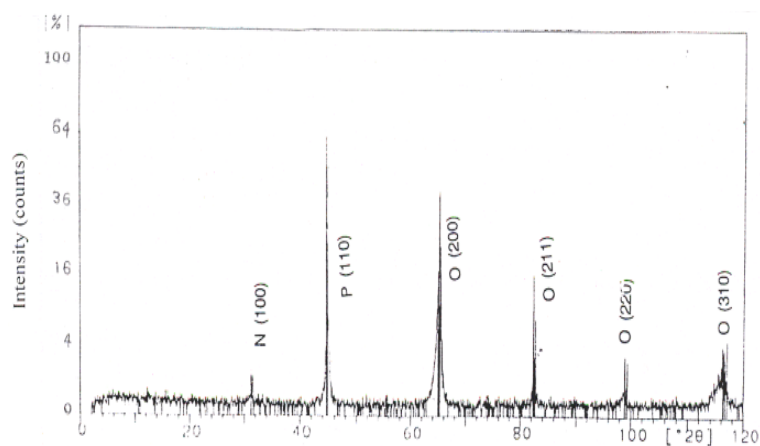
الگوی پراش پرتو X نمونه بالا که تشکیل فاز مغناطیس $(FeCo)\alpha_1$ را به همراه فاز α_2 تأیید می نماید در شکل ۹ نشان داده شده است. خواص مغناطیسی نمونه بالا در مقایسه با خواص مغناطیسی نمونه وارداتی در جدول ۲ آورده شدند. چنانکه ملاحظه می شود کلیه خواص مغناطیسی نسبت به نمونه های قبلی افزایش چشمگیری یافته اند ولی در مقایسه با نمونه وارداتی از نیروی وادارندگی مغناطیسی کمتری برخوردارند که علت آن می تواند حضور مقدار کمی فاز γ باشد که در پراش پرتو ایکس هم شناسائی شده است. حلقه پسماند نمونه تهیه شده در شرایط بهینه در شکل ۱۰ آورده شده است.





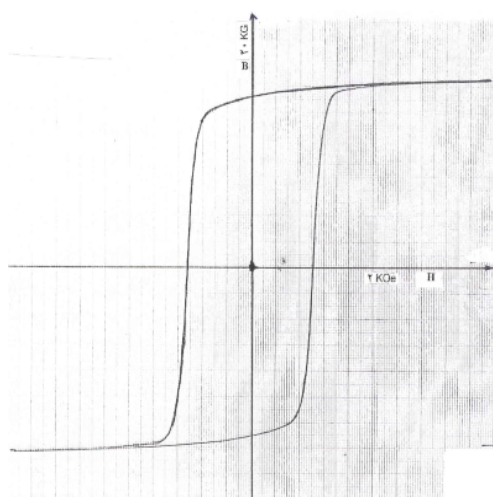
(پ)

شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ثانویه. (الف) نمونه همگن‌سازی شده در 1250°C به مدت ۲ ساعت پس از سرمایش آرام. (ب) مشابه نمونه (الف) و فرآیند گرمایی در میدان مغناطیسی. (پ) نمونه وارداتی.



شکل ۹ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه تهیه شده.

N: $\text{Al}_{1.1}\text{Ni}_{0.9}$, CoFe, $\text{Al}_{0.96}\text{Co}_{1.06}$; O: N, Kamacite (FeNi), Fe; P: O, FeNi.



شکل ۱۰ حلقه پسماند نمونه تهیه شده تحت شرایط بهینه.

برداشت

ایجاد فازهای فرومغناطیس $(\text{CoFe})\alpha_1$ در زمینه $(\text{Al}_{1/1}\text{Ni}_{1/9})\alpha_2$ همراه با حداقل مقدار فاز نامغناطیسی و مضر γ برای رسیدن به خواص مغناطیسی مطلوب در آلیاژ آلنیکو ۵ جهت‌دار با کم کردن آهنگ سرمایش از دمای همگن‌سازی (1250°C) و به دنبال آن فرآیند گرمایشی در میدان مغناطیسی میسر است.

جدول ۲ خواص مغناطیسی نمونه تهیه شده در شرایط بهینه و نمونه وارداتی.

$(\text{BH})_{\text{Max}} (\text{kJ/m}^3)$	$\text{B}_r (\text{T})$	$\text{H}_c (\text{kA/m})$	خواص مغناطیسی نمونه
۵۵	۱٫۳۲	۴۹٫۶	وارداتی
۳۸٫۲	۱٫۳۲	۴۱٫۶	نمونه بهینه شده

تشکر و قدردانی

بدینوسیله از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه تهران بخاطر تامین مالی این طرح طبق قرارداد پژوهشی شماره ۶۱۵/۱/۳۷۲ و گروه مهندسی متالورژی و مواد بخاطر در اختیار گذاشتن تجهیزات آزمایشگاهی تشکر و قدردانی می‌شود.

مراجع

- [1] Mc Curri R.A., "Ferromagnetic Materials: A Handbook on the properties of magnetically ordered substances", Vol. 3, ed. Ep. Wohlfarth, North – Holland, Amsterdam (1982) pp. 111-184.
- [2] Devos K.J., "Alnico Permanent Magnet Alloys, in Magnetism and Metallurgy", Vol. 1, Academic Press, New York, London (1969) PP. 473-512.
- [3] Graham Jr C.D., "Textured Magnetic Materials, in Magnetism and Metallurgy", Vol. 2, Academic Press, New York, London (1969) pp. 723-748.

- [4] Pramanik S., Rao V., Monantj O.N., "Effect of niobium on the directional solidification and properties of Alnico alloys", J. Mater. Sci. (1993) Vol. **28**, pp. 1237-1244.
- [5] Szymura S., Golba S., "The influence of niobium on the magnetic properties of the columnar Alnico5 permanent magnets", J. Magn. Magn. Mater. No. 24 (1981) pp. 285-287.
- [6] Szymura S., "The effect of boron on the magnetic properties of Alnico5 permanent magnet Alloys", Mat. Chem. Phys. No. 13 (1985) pp. 489-495.
- [7] Kuznetsov V.M., "Alloying of Fe-Co-Ni-Al-Cu system (English Translation of Metallovedente in Termicheskey Obrabot ka Metallov), Vol. **29**, No. 3-4 (1987) pp. 308-311.
- [8] Steinorth E., "Monocrystalline permanent magnets and method of making them", U. S. Patent, No. 3085036, April (1963).
- [۹] خانعلی نکویی، سعید حشمتی منش، ابوالقاسم عطائی، "تأثیر شرایط ریخته‌گری بر ریز ساختار آلیاژ مغناطیسی آلنیکو ۵ با دانه‌های جهت‌دار"، مجموعه مقالات دومین کنگره متالورژی غیرآهنی ایران، دانشگاه شهید باهنر (۱۳۷۹).