دانشگاه حکیم سبزواری

دانشکده علوم پایه، گروه تخصصی فیزیک

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد "M.Sc."

گرایش حالت جامد

عنوان

ساخت و سنتز آلیاژ نانوساختار FeNi، به روش آلیاژسازی و بررسی خواص الکترومغناطیسی و اپتیکی آن

استاد راهنما:

دکتر جواد باعدی

استاد مشاور:

دکتر ایمان فرح بخش

نگارش:

لیلی حسین زاده

زمستان ۱۳۹۱

معاونت آموزشی و تحصیلات تکمیلی
مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم ۱۱۴ - ت

شماره :

تاریخ :

بسمه تعالی

صورتجلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد

با تلاوت آیاتی چند ازکلام ا... مجید جلسه دفاع از پایان نامه خانم لیلی حسین‌زاده دانشجوی رشته فیزیک (حالت جامد) با عنوان **ساخت و سنتز آلیاژ نانو ساختار Fe-Ni به روش آلیاژسازی و بررسی خواص الکترومغناطیسی و اپتیکی آن** در ساعت ۱۰ روز دوشنبه مورخ ۹۱/۱۱/۰۹ در محل دانشکده علوم پایه تشکیل گردید .

پس از استماع گزارش ارائه شده توسط دانشجو و استاد راهنما هیات داوران و حاضران سئوالاتی را مطرح و خانم لیلی حسین زاده به دفاع از موضوع پرداخت وبه سئوالات آنها پاسخ گفت .

سپس پایان نامه توسط هیات داوران مورد ارزشیابی قرار گرفت و نمره ۱۹/۷۵ برابر درجه عالی برای آن تعیین گردید .

به این ترتیب ضمن تصویب پایان نامه مزبور از این تاریخ خانم لیلی حسین زاده به عنوان کارشناس ارشد در رشته فیزیک (حالت جامد) شناخته می شود .

ردیف	نام و نام خانوادگی	سمت	امضا
۱	دکتر جواد باعدی دکتر ایمان فرح بخش دکتر علی داودی دکتر براتعلی فیض‌آبادی	استاد راهنما استاد مشاور استاد داور نماینده تحصیلات تکمیلی	

نام و نام خانوادگی وامضای مدیر گروه فیزیک
دکتر بهنام آزادگان

رونوشت

۱- معاونت آموزشی و تحصیلات تکمیلی دانشگاه جهت اطلاع

۲- معاونت پژوهشی دانشگاه جهت اطلاع

۳- آموزش دانشکده جهت درج در پرونده دانشجو

۴- دانشجو

تقدیم به:

پدر عزیزم که یادش همواره روشنی‌بخش تمام لحظات زندگیم بوده؛

مادر مهربانم، دریای بی کران فداکاری و محبت؛

و تقدیم به برادران و خواهرانم، کسانی که بودنشان گرمی بخش و قوت قلب بوده و کمکشان پشتوانه راهم ...

سپاسگزاری

ای هستی بخش وجود، مرا به نعمات بیکرانت توان شکر نیست. ذره ذره‌ی وجودم برای تو ونزدیک تر شدن به تو می تپد. به من زیستنی عطا کن تا در لحظه مرگ، بر بی ثمری لحظه ای که برای زیستن گذشته است، حسرت نخورم و مردنی عطا کن که بر بیهودگی اش سوگوار نباشم...

الهی مرا مدد کن تا دانش اندکم تکیه گاهی باشد برای تجلیل از تو و متعالی ساختن خود و دیگران.

اکنون که به فضل خداوند متعال فرصتی برای سپاسگزاری اینجانب فراهم شده، بر خود لازم می‌دانم از تمام کسانی که پیمودن این مسیر بدون عنایت‌شان میسر نبود نهایت تشکر را داشته باشم. نخست از خانواده عزیزم به خصوص مادر مهربانم که با صبر و شکیبایی همواره یار و یاورم بوده‌اند و دعای خیرشان همواره همراهم بوده سپاسگزارم.

ازدقت نظراستادراهنمای بزرگوارم جناب آقای دکتر باعدی که با دلسوزی و بردباری فراوان و ارائه نکات دقیق علمی، مرا در نگارش این پایان نامه یاری نمودند، تشکر و قدردانی می‌نمایم و برایشان آرزوی سلامتی و سربلندی را دارم.

ازاستاد ارجمند جناب آقای دکتر فرحبخش که مشاوره این پایان‌نامه را بر عهده داشتند و در هر زمان با نقطه نظرات بسیار ارزنده‌شان و نیز با در اختیار نهادن کلیه‌ی امکانات آزمایشگاهی، در هرچه بهتر شدن این تحقیق یاریم نمودند، صمیمانه قدردانی می‌نمایم و آرزومند سعادتمندی و توفیق روزافزون برای ایشان می‌باشم.

همچنین از تمامی عزیزانی که مرا در پیشبرد این پایان نامه یاری رساندند، کمال تشکر و قدردانی رادارم.

با احترام وسپاس فراوان

لیلی حسین زاده

فرم چکیده‌ی پایان‌نامه‌ی دوره‌ی تحصیلات تکمیلی

مدیریت تحصیلات تکمیلی

دانشگاه حکیم سبزواری

نام خانوادگی دانشجو: حسین زاده	**نام:** لیلی	**ش دانشجویی: ۸۹۱۳۷۳۲۰۴۶**
استاد راهنما: دکتر جواد باعدی	**استاد مشاور:** دکتر ایمان فرح بخش	
دانشکده: علوم پایه	**رشته:** فیزیک	**گرایش:** حالت جامد
مقطع: کارشناسی ارشد	**تاریخ دفاع:** ۹۱/۱۱/۹	**تعداد صفحات:** ۹۲

عنوان پایان‌نامه: ساخت و سنتز آلیاژ نانوساختار FeNi به روش آلیاژسازی و بررسی خواص الکترومغناطیسی و اپتیکی آن

کلیدواژه‌ها: نانوساختار، FeNi، سوپرپارامغناطیس، آلیاژسازی مکانیکی، خواص مغناطیسی و اپتیکی

چکیده

در این تحقیق پودرهای آلیاژ نانوبلوری $Fe_{50}Ni_{50}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی، با استفاده از یک آسیای گلوله‌ای ماهواره‌ای پرانرژی تحت اتمسفر گاز آرگون تولید شدند. شرایط آسیاکاری در این تحقیق عبارتند از: زمان‌های آسیاکاری ۲، ۵، ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۷۰ ساعت و نسبت‌های وزنی گلوله به پودر (BPR) برابر ۱۰:۱، ۲۰:۱ و ۳۰:۱. آلیاژ نانوبلور تشکیل شد و خواص متفاوت فیزیکی بر اساس تابعی از زمان آسیاکاری و نسبت وزنی گلوله به پودر، با استفاده از روش پراش اشعه X (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)، طیف‌نگاری پخش انرژی (EDS)، مغناطش‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) و طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT-IR) بررسی شدند. داده‌های طیف FT-IR با استفاده از روش کرامرز–کرونیگ (K-K) به دست آمدند. بررسی‌ها نشان دادند که با افزایش زمان آسیاکاری و نیز با افزایش نسبت وزنی گلوله به پودر، فاصله بین صفحات شبکه (d) و ثابت شبکه (a) افزایش پیدا کرد در حالی که اندازه بلورک‌ها (D) کاهش یافت. اندازه بلورک پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری و با نسبت وزنی گلوله به پودر ۳۰:۱، حدود ۱۳ نانومتر به دست آمد. علاوه بر این، کاهش اندازه بلورک‌ها منجر به افزایش مغناطیس‌شدگی تا مقدار ۱۲۰ emu/gr در فاز سوپرپارامغناطیس شد که این مقدار در مقایسه با کار دیگران مقدار قابل ملاحظه‌ای است. از طرفی کاهش اندازه دانه‌ها منجر به پسماندزدایی نیز شد. همچنین بررسی‌های اپتیکی نشان داد که اندازه دانه مغناطیسی محاسبه شده از روی منحنی هیسترزیس در مدت زمان ۷۰ ساعت آسیاکاری از مرتبه طول موج تابشی می‌باشد.

امضای استاد راهنما

فهرست مطالب

عنوان **صفحه**

مقدمه ۱

فصل اول : مروری بر منابع مطالعاتی

۱-۱- مقدمه ۵

۱-۲- نانو مواد ۵

۱-۳- تاریخچه نانوذرات ۶

۱-۴- خواص نانوذرات ۸

۱-۴-۱- تغییر در خواص فیزیکی ۱۰

۱-۴-۲- تغییر در خواص مکانیکی ۱۱

۱-۴-۳- تغییر در خواص الکترونیکی و شیمیایی ۱۱

۱-۴-۴- تغییر در خواص مغناطیسی ۱۱

۱-۵- انواع روشهای سنتز نانوذرات ۱۲

۱-۵-۱- روش شیمیایی ۱۳

۱-۵-۲- روشهای فیزیکی ۱۳

۱-۵-۳- روش مکانیکی ۱۳

۱-۶- کاربردهای نانوذرات ۱۴

۱-۷- معرفی آلیاژسازی مکانیکی ۱۵

۱-۷-۱- انواع آسیا ۱۷

۱-۷-۱-۱- آسیای گلوله‌ای-ارتعاشی ۱۷

۱-۷-۱-۲- آسیای ساینده ۱۷

۱-۷-۱-۳- آسیای افقی غلطان گلوله‌ای ۱۷

۱-۷-۱-۴- آسیای افقی غلطان میله‌ای ۱۸

۱-۷-۱-۵- آسیای سیاره‌ای ۱۸

۱-۷-۲- عوامل مؤثر بر آلیاژسازی مکانیکی ۲۱

۱-۷-۲-۱- نوع آسیا ۲۲

۱-۷-۲-۲- محفظه آسیاکاری ۲۳

۱-۷-۲-۳- سرعت آسیاکاری ۲۳

۱-۷-۲-۴- جنس، ابعاد و نحوه توزیع گلوله‌ها ۲۴
۱-۷-۲-۵- میزان پر شدن محفظه ۲۵
۱-۷-۲-۶- اتمسفر آسیاکاری ۲۵
۱-۷-۲-۷- دمای آسیاکاری ۲۵
۱-۷-۲-۸- شدت آسیاکاری ۲۶
۱-۷-۲-۹- عوامل کنترل کننده فرآیند ۲۶
۱-۷-۲-۱۰- زمان آسیاکاری ۲۷
۱-۷-۲-۱۱- نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۸
۱-۷-۳- کاربردهای آسیاکاری و آلیاژسازی مکانیکی ۲۹
۱-۷-۳-۱- تولید آلیاژهای حقیقی ۲۹
۱-۷-۳-۲- تولید ترکیبات بین فلزی و مواد دیرگداز ۲۹
۱-۷-۳-۳- تولید آلیاژهای پراکنده سخت شده ۲۹
۱-۷-۳-۴- تولید نانوکامپوزیت ها ۳۰
۱-۷-۳-۵- تولید محلول های جامد فوق اشباع ۳۰
۱-۷-۳-۶- تولید مواد نانوبلوری ۳۱
۱-۷-۳-۷- تولید مواد آمورف ۳۱
۱-۷-۳-۸- انجام واکنش های شیمیایی (روش‌های مکانوشیمیایی) ۳۱
۱-۸- خواص پایه مغناطیسی ۳۲
۱-۸-۱- ممان اتمی ۳۲
۱-۸-۲- ناهمسانگردی تبلور مغناطیسی ۳۴
۱-۸-۳- تغییر شکل بر اثر مغناطیس (الاستیسیته مغناطیسی) ۳۵
۱-۹- آلیاژهای مغناطیسی نرم ۳۶
۱-۹-۱- مواد مغناطیسی نرم زینتری یا کامپوزیت بر پایهFe ۳۶
۱-۹-۲- آلیاژهای بر پایه نیکل-آهن ۳۷
۱-۹-۳- آلیاژهای مغناطیسی نرم نانوبلوری ۳۸
۱-۱۰- کاربردهای آلیاژهایFeNi ۴۳
۱-۱۱- روشهای سنتز نانوذراتFeNi ۴۶
۱-۱۱-۱- روش واکنش حالت جامد ۴۷

۱-۱۱-۲- روش رسوب گذاری الکتریکی ۴۷
۱-۱۱-۳- روش رسوب گذاری شیمیایی فاز بخار..... ۴۸
۱-۱۱-۴- روش قوس پلاسما..... ۴۸
۱-۱۱-۵- روش سل-ژل..... ۴۹

فصل دوم : روش تحقیق

۲-۱- مقدمه ۵۲
۲-۲- مواد اولیه ی مورد استفاده ۵۳
۲-۳- تجهیزات مورد استفاده ۵۳
۲-۳-۱- تجهیزات سنتز ۵۳
۲-۳-۲- تجهیزات آنالیز..... ۵۳
۲-۴- آماده سازی نمونه ها ۵۳
۲-۴-۱- محاسبه نسبت استوکیومتری پودرهای اولیه و توزین آنها..... ۵۴
۲-۴-۲- بارگذاری مواد اولیه درون محفظه آسیا و آماده سازی آنها جهت قرارگیری درون دستگاه.۵۵
۲-۴-۳- تنظیم دستگاه بالمیل برای هر یک از زمان های آسیاکاری در هر آزمایش..... ۵۵
۲-۴-۴- تخلیه نانوذرات سنتز شدهFeNi ۵۶
۲-۵- مشخصه‌یابی نانوپودرهایFeNi ۵۹
۲-۵-۱- مطالعه مواد نانوساختار به کمک پراش پرتوی ایکس(XRD) ۵۹
۲-۵-۲- میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی(FESEM)..... ۶۱
۲-۵-۳- میکروسکوپ الکترونی عبوری(TEM) ۶۲
۲-۵-۴- میکروسکوپ نیروی اتمی(AFM) ۶۳
۲-۵-۵- طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز(FT-IR) ۶۴
۲-۵-۶- مغناطوسنجی نمونه ارتعاشی(VSM) ۶۵

فصل سوم : نتایج اندازه‌گیری و مشخصه‌یابی نانوذرات FeNi

۳-۱- مقدمه..... ۶۸
۳-۲- مشخصه‌یابی و مطالعهی خواص ساختاری ۶۸
۳-۲-۱- مشخصه‌یابی طیف پراش اشعهX ۶۸
۳-۲-۲- مشخصه‌یابی و مطالعه‌ی خواص میکروسکوپی نانو پودرهایFeNi ۷۴
۳-۲-۲-۱- نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی ۷۴

۳-۲-۲-۳- نتایج حاصل از میکروسکوپ نیروی اتمی ۷۸
۳-۲-۲-۴- نتایج حاصل از مشخصه یابی ترکیبی نانوپودرها ۷۹
۳-۳- مشخصه‌یابی و مطالعه‌ی خواص نوری نانو پودرهای FeNi ۷۹
۳-۳-۱- طیف تراگسیلی FTIR ۷۹
۳-۳-۲- طیف بازتاب FTIR ۸۰
۳-۳-۳- محاسبه پارامترهای اپتیکی به روش کرامرز-کرونینگ ۸۱
۳-۴- مطالعه خواص مغناطیسی نانوپودرهای FeNi ۸۴
۳-۴-۱- محاسبه رابطه پذیرفتاری مغناطیسی نانوذرات FeNi ۸۶
۳-۴-۲- محاسبه اندازه دانه مغناطیسی ۸۶
۳-۴-۲- تخمین اندازه دانه‌های مغناطیسی از روی طیف FTIR ۸۷
فصل چهارم : نتیجه‌گیری، نوآوری، پیشنهادات
۴-۱- نتیجه گیری ۸۹
۴-۲- نوآوری ۹۰
۴-۳- پیشنهادات ۹۰
منابع و مآخذ ۹۲

فهرست جدول‌ها

عنوان **صفحه**

جدول ۱-۱- خلاصه‌ای از خواص مواد مورد استفاده در تهیه محفظه و گلوله در آسیای سیاره‌ای .. ۲۰
جدول ۱-۲- تعداد گلوله‌های پیشنهادی به ازای حجم محفظه آسیا..... ۲۱
جدول ۱-۳- مقادیر بهینه پر کردن محفظه..... ۲۱
جدول ۱-۴- برخی عوامل متداول کنترل کننده فرآیند و خواص عمومی آنها..... ۲۸
جدول ۱-۵- دماهای کوری و خواص مغناطیسی ذاتی در دمای محیط ۳۳
جدول ۱-۶- خواص مغناطیسی Fe-Ni زینتر شده نسبت به چگالی ۳۷
جدول ۱-۷- خواص مغناطیسی و فیزیکی برخی از آالیاژهای نانوبلوری..... ۴۳
جدول ۲-۱- مشخصات فیزیکی مواد اولیه مورد استفاده ۵۲
جدول ۲-۲- شرایط هر آزمایش و وزن گلوله‌ها، وزن کل پودر و وزن محفظه آسیا قبل و بعد از هر آزمایش ۵۸

فهرست شکل‌ها

عنوان **صفحه**

شکل ۱-۱- نمای واقعی صدف آبالن ۷

شکل ۱-۲- نمای واقعی جام مشهور لیکورگوس..... ۷

شکل ۱-۳- درصد اتم‌های موجود در سطح خوشه‌ی پالادیم (Pd)، با تغییرات قطر خوشه..... ۹

شکل ۱-۴- طرح ساده ای از نحوه درگیری ذرات پودر در حین برخورد گلوله‌ها..... ۱۶

شکل ۱-۵- یک نمونه از آسیای سیاره‌ای استفاده شده در این پژوهش..... ۱۹

شکل ۱-۶- الف و ب: رابطه بث-اسلاتر-پاولینگ نشان دهنده وابستگی میانگین ممان مغناطیسی هر اتم یعنی pat به میانگین تعداد n الکترون‌های 3d و 4s به ازای هر اتم در آلیاژ دوتایی با الف) ساختار fccو ب) ساختار bcc می‌باشد ۳۳

شکل ۱-۷- رابطه مغناطش خودبخودی Is(T)/Is در T=0 نسبت به دما T/Tc برایFe ۳۳

شکل ۱-۸- الف و ب، منحنی‌های مغناطش برای یک تک بلور Fe که نشان دهنده مشخصه‌های اصلی شامل الف) ناهمسانگردی تبلور مغناطیسی و ب) وابستگی ضرایب ناهمسانگردی تبلور مغناطیسی Ki به دما در Fe می‌باشد. ۳۴

شکل ۱-۹- وابستگی افزایش طول بر اثر الاستیسیته مغناطیسی به شدت مغناطیسی کردن در سه جهت مختلف بلورنگاری در تک بلورهای Fe مأخوذه از دو منبع مختلف. ۳۶

شکل ۱-۱۰- وابستگی پارامترهای مغناطیسی ذاتیIs ، Tc، K1و λ در آلیاژهای Ni-Fe به غلظتNi ..۳۸

شکل ۱-۱۱- میانگین اندازه دانه، کوئرسیویته و نفوذپذیری اولیه در یک آلیاژ مغناطیسی نرم نانوبلوری بر حسب دمای تابکاری..... ۳۹

شکل ۱-۱۲- نمای شماتیک از تشکیل ساختار نانوبلوری در آلیاژهایFe-Cu-Nb-Si-B ، بر اساس نتایج تحلیل کاوشگر اتمی و ذره‌بینی انتقال الکترونی بوسیله هانو و همکاران ۴۰

شکل ۱-۱۳- اثر جایگزینی جزئی Nb با عناصر نسوز مانندV ، Mo، Wو Ta بر روی دانه‌بندی α-FeSi در طول تابکاری آلیاژFe73.5Si15.5B7Cu1Nb3 ..... ۴۰

شکل ۱-۱۴- اثر مقدار Si بر الاستیسیته مغناطیسی λ_s در حین تابکاری آلیاژهای نانوبلوری Fe(75-73.5)Si(7-16.5)B(14-6)Cu1Nb3 ..... ۴۱

شکل ۱-۱۵- نمایی از مدل ناهمسانگردی بی‌نظم برای دانه‌های قرار گرفته در یک ماتریس فرومغناطیس نرم ایده‌آل..... ۴۲

شکل ۱-۱۶- کوئرسیویته، H_c بر حسب اندازه دانه برای آلیاژهای مغناطیسی نرم مختلف: Fe-Nb-Si-

B (مثلث‌های توپر سربالا)، Fe-Cu-Nb-Si-B (دایره‌های توپر)، Fe-Cu-V-Si-B (مثلث‌های توپر و توخالی سرپایین)، Fe-Zr-B (مربع‌های توخالی)، Fe-Co-Zr (لوزی‌های توخالی)، آلیاژهای NiFe (مربع‌های دارای + و مثلث‌های توخالی سربالا) و Fe-Si(6.5 wt%) (دایره‌های توخالی). ۴۲
شکل ۱-۱۷- آلیاژ از گروه ۵۴ تا ۶۸ درصد Ni در Fe با حلقه‌های Z و F ۴۴
شکل ۱-۱۸- نفوذپذیری نسبت به شدت میدان برای آلیاژهای Ni-Fe با نفوذپذیری بالا و مقدار زیاد Ni ۴۴
شکل ۱-۱۹- نسبت القاء به دما در آلیاژهای Fe-Ni با حدود ۳۰ درصد وزنی نیکل بعنوان تابعی از دمای کوری ۴۵
شکل ۲-۱ نانوذراتFeNi ۵۶
شکل۲-۲ پوشش تشکیل شده بر روی گلوله ها و محفظه آسیا بعد از آسیاکاری ۵۷
شکل ۲-۳ مراحل کلی سنتز نانوذرات FeNi به روش آسیاکاری مکانیکی ۵۹
شکل ۲-۴- طرح وارهای از سیستمVSM (۱- نمونه، ۲- ارتعاشگر، ۳- سیم پیچ، ۴- پروب هال). ۶۶
شکل ۳-۱- الگوهای پراش اشعه X الف) از پودرهای اولیه، ب) از پودرهای آلیاژ نانوبلور Fe50Ni50سنتز شده در آسیای پرانرژی با BPR:10:1 ج BPR:20:1 د BPR:30:1 (برحسب زمان های آسیاکاری مختلف) ۶۹
شکل ۳-۲- تغییرات اندازه بلورک پودرهای FeNi برحسب زمان آسیاکاری ۷۰
شکل ۳-۳- تغییرات فاصله بین صفحات شبکه پودرهای FeNi تولید شده در آسیای پرانرژی بر حسب زمان آسیاکاری ۷۱
شکل ۳-۴- تغییرات ثابت شبکه پودرهای FeNi تولید شده در آسیای پرانرژی بر حسب زمان آسیاکاری ۷۱
شکل ۳-۵ - طرح پراش پرتوی X از پودرهای سنتز شده FeNi به روش آسیاکاری بر حسب BPR برای زمانهای آسیاکاری: الف) ۳۰، ب) ۵۰، ج) ۷۰ ساعت ۷۲
شکل ۳-۶ تغییرات اندازه بلورک بر اساس زمان آسیاکاری، برای نسبت های وزنی گلوله به پودر متفاوت ۷۳
شکل ۳-۷- تغییرات ثابت شبکه بر اساس زمان آسیاکاری، برای نسبت های وزنی گلوله به پودر متفاوت ۷۳
شکل ۳-۸- تغییرات فاصله بین صفحات شبکه بر اساس زمان آسیاکاری، برای نسبت های وزنی گلوله به پودر متفاوت ۷۴

شکل ۳-۹- تصاویر FESEM از پودرهای آهن و نیکل اولیه الف) آهن خالص ب) نیکل خالص ...۷۴
شکل ۳-۱۰- تصاویر FESEM از پودرهای FeNi، الف) ۲ ساعت ب) ۵ ساعت ج) ۱۰ ساعت د) ۳۰ ساعت و) ۷۰ ساعت ۷۵
شکل ۳-۱۱- تصاویر FESEM پودرهای Fe Ni سنتز شده به روش آلیاژسازی مکانیکی با BPR 10:1 برای زمان‌های آسیاکاری: الف) ۳۰ ساعت، ب) ۵۰ ساعت، ج) ۷۰ ساعت ۷۶
شکل ۳-۱۲- تصاویر FESEM پودرهای FeNi سنتز شده به روش آلیاژسازی مکانیکی در BPR 20:1 برای زمان‌های آسیاکاری: الف) ۳۰ ساعت، ب) ۵۰ ساعت، ج) ۷۰ ساعت ۷۶
شکل ۳-۱۳- تصاویر FESEM پودرهای FeNi سنتز شده به روش آلیاژسازی مکانیکی در BPR 30:1 برای زمان‌های آسیاکاری: الف) ۳۰ ساعت، ب) ۵۰ ساعت، ج) ۷۰ ساعت ۷۷
شکل ۳-۱۴ - تصویر TEM از نانوپودرهای FeNi پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری.....۷۸
شکل ۳-۱۵-تصویر AFM از نانوپودرهای FeNi پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری.....۷۸
شکل ۳-۱۶- طیف EDX از نانوپودرهایFeNi ۷۹
شکل ۳-۱۷ - طیف FTIR عبوری پودرهای FeNi بر حسب عدد موج برای زمان های آسیاکاری متفاوت ۸۰
شکل ۳-۱۸- طیف بازتاب پودرهای FeNi بر حسب عدد موج برای زمان های آسیاکاری متفاوت۸۱
شکل ۳-۱۹- نمودار قسمت موهومی ضریب شکست پودرهای FeNi بر حسب عدد موج، در زمان های آسیاکاری مختلف.....۸۲
شکل ۳-۲۰- نمودار قسمت حقیقی تابع دی الکتریک پودرهای FeNi بر حسب عدد موج، در زمان های آسیاکاری مختلف.....۸۳
شکل ۳-۲۱- قسمت موهومی تابع دی الکتریک پودرهای FeNi برحسب عدد موج برای زمان های آسیاکاری متفاوت.....۸۳
شکل ۳-۲۲- مغناطش بر حسب میدان اعمالی برای نانوذرات FeNi سنتز شده پس از ۷۰ ساعت آسیاکاری باBPR:30:1 ..... ۸۴
شکل ۳-۲۳- شمای ماده مغناطیسی با خواص سوپرپارامغناطیس ۸۵

مقدمه

نانوتکنولوژی، علم مطالعه‌ی کنترل رفتار مواد در مقیاس اتمی و مولکولی است. عموماً، نانوتکنولوژی با ساختارهایی رو به روست که حداقل در یک بعد، دارای ابعادی کمتر از ۱۰۰nm باشد و همچنین بهینه کردن پارامترهای مواد و قطعات در این اندازه در دستور کار این علم نوپاست. ایده‌ی ابتدایی تفاوت رفتاری مقیاس‌های نانو، اولین بار در دهه‌ی ۶۰ میلادی توسط فاینمن[1] مطرح گردید. ولی لغت نانوتکنولوژی در ژاپن و توسّط پروفسور نوریو تانیگوچی[2] (در مقاله‌ای که در سال ۱۹۷۴ ارائه گردید) پیشنهاد شد. در دهه‌ی ۸۰ میلادی، دکتر اریک درکسلر[3] ایده‌های ابتدایی آن را به عرصه‌ی ساخت قطعه‌ها وارد کرد. در حقیقت نانوتکنولوژی با دیدگاهی که ارائه می‌کند، تحلیل بهتر پدیده‌ها و دست‌یافت به روش‌های بهتری برای تولید مواد را امکان‌پذیر می‌سازد. شکل‌گرفتن علم مهندسی نانو، منجر به درک بی‌سابقه‌ی اجزای اولیه پایه‌ی تمام اجسام فیزیکی و کنترل آن‌ها شده است و این پدیده بزودی روشی را که اغلب اجسام توسط آن‌ها طراحی و ساخته می‌شده‌اند، دگرگون می‌سازد. همیشه با استفاده از رفتارهای مشاهده شده در اندازه‌های بزرگ، نمی‌توان رفتارهای جدید در مقیاس نانو را پیش‌بینی کرد و تغییرات مهم رفتاری صرفاً به خاطر کاهش درجه‌ی بزرگی اتفاق نمی‌افتد، بلکه به دلیل پدیده‌های ذاتی و جدید آن‌ها و تسلط‌یافتن در مقیاس نانو بر محدودیت‌هایی نظیر اندازه، پدیده‌های واسطه‌ای و مکانیک کوانتومی هستند.

آسیاکاری مکانیکی یک روش تولید مواد نانوساختار در حالت جامد است که در اثر تکرار سه پدیدهٔ جوش سرد، نفوذ مکانیکی و شکست ذرات پودر در حین فرآیند آسیاکاری میسر می‌شود. روش آسیاکاری مکانیکی با تسریع بسیاری از واکنش‌های شیمیایی و تغییر حالت‌های متالورژی، وقوع پدیدهٔ نفوذ را در دماهای نزدیک به دمای محیط امکان پذیر می‌سازد. در نتیجه با استفاده از این روش بسیاری از مواد و آلیاژها در حالت جامد قابل تولید می‌باشند. محصول نهایی در روش آسیاکاری مکانیکی ساختاری ریز (در مقیاس نانومتری) با یکنواختی بسیار بالا دارد که عموماً بهبود خواص مکانیکی و فیزیکی را به دنبال خواهد داشت. از جمله مواد نانو پودری که از درجهٔ بالای اهمیت

1 Feynman
2 Norio Taniguchi
3 Eric Drexler

برخوردارند می‌توان به نانوذرات اکسیدهای فلزی همچون اکسید تیتانیوم (TiO_2)، اکسید روی (ZnO)، اکسید آهن (Fe_2O_3) و نانوذرات فلزی همچون FeNi اشاره کرد. نانوذرات FeNi دسته‌ای از مواد مغناطیسی هستند که دارای خواص بارزی چون: مغناطش اشباع بالا، نیروی پسماند زدایی پایین و نفوذ پذیری بالا می‌باشند.

این محصول کاربردهای زیادی در صنایع الکترونیکی و مغناطیسی از جمله در سوئیچ‌های قطع جریان خطا در مدارات، ترانسفورماتورهای LF و HF، چوک‌ها، حفاظ‌های مغناطیسی، هسته‌های سوئیچینگ و ذخیره‌سازی، استفاده در پوشش دهی خازن‌ها، رله‌های حساسیت بالاو جبران حرارت در سیستم‌هایی با آهنربای دائمی دارد.

هدف از این پژوهش، تولید آلیاژ نانوبلور $Fe_{50}Ni_{50}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی تحت شرایط آسیاکاری متفاوت، در یک آسیای پرانرژی و بررسی خواص مغناطیسی و اپتیکی آن می‌باشد. شرایط آسیاکاری در این تحقیق عبارتند از: زمان های آسیاکاری ۲، ۵، ۱۰، ۳۰، ۵۰، ۷۰ ساعت و نسبت‌های وزنی گلوله به پودر (BPR) : ۱۰:۱، ۲۰:۱ و ۳۰:۱. همچنین به منظور بررسی ساختار، مورفولوژی، اندازه و توزیع ذرات و نیز بررسی خواص متفاوت فیزیکی از پراش اشعه X (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)، میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)، طیف نگاری پخش انرژی (EDS)، مغناطش‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) و طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT-IR) استفاده گردید.

مطالب مورد بحث این پژوهش در قالب فصل های زیر تنظیم شده است:

فصل اول؛ در این فصل تاریخچهٔ مختصری از نانوفناوری ارائه می‌شود. سپس با معرفی جایگاه و اهمیت نانوذرات و مشخص کردن خصوصیات آن به کاربرد این ذرات در صنایع مختلف اشاره و روش‌های مختلف سنتز آنها در یک طبقه‌بندی کلی ارائه می‌گردد و به طور مشخص بر روی روش سنتز مختص این پژوهش یعنی آسیاکاری مکانیکی بحث می‌گردد. در انتها مروری اجمالی بر مطالعات انجام یافته در زمینهٔ سنتز نانوذرات FeNi ارائه خواهد شد.

فصل دوم؛ این فصل به مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده در این روش و مراحل انجام سنتز به روش آسیاکاری مکانیکی می‌پردازد. در ادامه به بیان خلاصه‌ای از روش‌های اصلی اندازه‌گیری و تعیین مشخصات نانوذرات که در این پژوهش مورد استفاده واقع شده است، پرداخته شده است.

فصل سوم؛ این فصل شامل بررسی‌ها و آنالیزهای صورت گرفته بر نانوپودرهای FeNi تولید شده می‌باشند.

فصل چهارم؛ در این فصل به طور مختصر نتایج و نوآوری‌های این پژوهش ارائه و پیشنهاداتی در مورد تحقیقات آینده که در این زمینه می‌تواند انجام شود، آورده شده است.

فصل اول

مروری بر منابع مطالعاتی

۱–۱– مقدمه

نانوذرات از ده‌ها یا صدها اتم یا مولکول و با اندازه‌ها و مورفولوژی‌های مختلف (آمورف، بلوری، کروی شکل، سوزنی شکل و ...) ساخته شده است. اغلب نانوذرات که به طور تجاری مورد استفاده قرار می‌گیرند، به شکل پودر خشک و یا به صورت بخش مایع می‌باشند. به طور کلی نانوپودرها را نیز مانند دیگر مواد نانومتری می‌توان به دو روش پایین به بالا یا بالا به پایین تولید کرد. در روش بالا به پایین، قطعه را از اندازه‌های بزرگ انتخاب و آن را آن قدر خرد می‌کنند تا به اندازه‌های نانومتری برسد. در روش پایین به بالا، اتم‌ها را یک به یک در کنار هم می‌چینند تا یک ساختار نانومتری به وجود آید. این ذرات در شکل‌ها و مورفولوژی‌های گوناگونی یافت می‌شوند، ساختارهایی از کروی گرفته تا ورقه‌ای، شاخه‌ای، لوله‌ای و میله‌ای.

در این فصل تاریخچهٔ مختصری از نانوفناوری ارائه می‌شود. سپس با معرفی جایگاه و اهمیت نانوذرات و مشخص کردن خصوصیات آن، به کاربرد این ذرات در صنایع مختلف اشاره و روش‌های مختلف سنتز آن در یک طبقه‌بندی کلی ارائه می‌گردد. در انتها خواص پایه مغناطیسی و آلیاژهای نانوبلوری FeNi، معرفی و مروری اجمالی بر مطالعات انجام یافته در این زمینه خواهد شد.

۱–۲– نانو مواد

نانو مواد در سال‌های اخیر به علت کارآیی بالایی که در حوزه‌های وسیعی از زمینه‌های مختلف دانش، مانند الکترونیک، سرامیک، ذخیره داده‌های مغناطیسی و ... دارند، گسترش قابل توجهی یافته‌اند. در حقیقت برای تحقق نیازهای فناورانه در زمینه‌های یاد شده با استفاده از نانو مواد، اندازه مواد در ابعاد طول، عرض و یا ارتفاع تا مقیاس نانومتری کاهش می‌یابد. با کاهش اندازه مواد تا ابعاد نانومتری، خواص مکانیکی و فیزیکی مواد بهبود قابل توجهی پیدا می‌کند. به طور مثال استحکام مکانیکی و به ویژه مقاومت الکتریکی و حرارتی افزایش می‌یابد [۱].

نانو مواد را می‌توان به گروه های زیر تقسیم نمود[۲] :

۱- خوشه‌ها یا دسته‌های اتمی نظیر نقاط کوانتومی[1]

۲- ذرات و پودرهایی با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر شامل نانو پودرهای فلزی و سرامیکی

1 - Quantom Dots

۳- فیبرهایی با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر نظیر نانولوله‌ها[1]، نانومیله‌ها[2]، نانوفیبرها و سیم‌های کوانتومی[3]

۴- لایه‌هایی با ضخامت کمتر از ۱۰۰ نانومتر

۵- دانه‌های کوچکتر از ۱۰۰ نانومتر همچون مواد نانوکریستالی[4] و مواد نانوساختار

۶- نانوکامپوزیت‌ها که شامل نانوکامپوزیت‌های زمینه فلزی، سرامیکی و پلیمری هستند و مجموعه‌ای از موارد بالا را در بر می‌گیرند.

خوشه‌های اتمی به عنوان نانو مواد صفر بعدی شناخته می‌شوند در حالی که نانوبلورها و نانوکامپوزیت‌ها به نانو مواد سه بعدی معروف می‌باشند. در نانوبلورها، دانه‌ها به صورت هم محور و در ابعاد نانومتر هستند. ساختار مواد نانو کامپوزیت متشکل از دو یا چند فاز می‌باشد که در آن حداقل یکی از فازها به صورت صفر، یک، دو و یا سه بعدی در ابعاد نانومتر حضور دارد. نانوکریستال‌ها و نانوکامپوزیت‌ها معمولاً تحت عنوان مواد نانوساختار شناخته می‌شوند [۳].

۱-۳- تاریخچه نانوذرات

اگر چه نانوذرات را به عنوان یکی از دستاوردهای نانوتکنولوژی در عصر حاضر می‌دانیم، ولی در حقیقت قدمتی طولانی دارند. میلیون‌ها سال است که در پهنه‌ی گیتی ساختارهای پیچیده با ظرافت اتمی ساخته می‌شوند. به طور دقیق مشخص نیست از چه زمانی انسان‌ها برای نخستین بار از مزایای فناوری نانو بهره برده‌اند. شاید بتوان گفت اولین کسانی که از این فناوری استفاده کرده‌اند، شیشه‌گران قرون وسطی بوده‌اند. در آن زمان این شیشه‌گران، برای ساخت شیشه‌های کلیساها از نانوذرات طلا استفاده می‌کردند و با این‌کار شیشه‌های رنگی بسیار جذابی ساخته می‌شد. این موضوع از این واقعیت ناشی می‌شود که ذرات با اندازه‌های متفاوت طول موج‌های متفاوت نور را پراکنده کرده و در نتیجه گونه‌های متنوع رنگ را به شیشه‌ها منتقل می‌کنند. به عنوان نمونه‌ای دیگر می‌توان به نوعی نرم‌تن به نام آبالن[5] اشاره کرد، که دارای پوسته‌ای فوق‌العاده سخت و محکم، با سطوح داخلی رنگین‌کمانی

1 - Nano-Tube
2 - Nano-Rods
3 - Quantum wires
4 - Nanocrystalline materials
5 - Abalone