## مطالعه اثر مدت زمان بازپخت بر ویژگیهای ساختاری، مغناطیسی و الکتریکی آلیاژ حافظهپذیر فرومغناطیسNi<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub>

علی قطبی ورزنه'، پرویز کاملی'<sup>\*</sup>، فتحاله کریم زاده<sup>۲</sup> و هادی سلامتی' ۱– دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی اصفهان ۲– دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۲/۰۸ /۱۳۹۳ – دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۳/۰۸/۲۴)

چکیده – در این پژوهش آلیاژ یذیر فرومغناطیس Ni<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> به روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته شد. بدین منظور مخلوط پودرهای اولیه در آسیای سیارهای در اتمسفر آرگون بهمدت ساعت تحت آسیابکاری قرار گرفتند. الگوی پراش پرتو ایکس تشکیل ساختار بلوری آلیاژ هویسلر را تایید کرد. دلیل تنشهای وارده در مرحله آسیابکاری نمونه ساختار کاملاً منظم نداشت و در منحنی پذیرفتاری آن گذار مار تنزیتی مشاهده نشد. همین دلیل برای دست \_ \_ ای با نظم بلوری بهتر و دارای گذار مار تنزیتی \_ ی ساعت آسیاب شده در لولههایی از جنس کوار تز و تخلیهشده از هوا قرار داده شد و در زمانهای مختلف در دمای درجه سانتیگراد باز پخت شد. سپس اثر زمان باز پخت بر ویژگیهای ساختاری، مغناطیسی و الکتریکی نمونهها بررسی . نتایج حاصل از مقاومت الکتریکی نمونههای دارای گذار مار تنزیتی \_ و این گذار مار تنزیتی او زمان باز پخت بر مناهده نشد. همین دلیل برای دست \_ \_ ای با نظم بلوری بهتر و دارای گذار مار تنزیتی \_ ی ساعت آسیاب شده در لولههایی از جنس کوار تز و تخلیهشده از هوا قرار داده شد و در زمانهای مختلف در دمای درجه سانتیگراد باز پخت شد. سپس اثر زمان باز پخت بر ویژگیهای ساختاری، مغناطیسی و الکتریکی نمونهها بررسی . نتایج حاصل از مقاومت الکتریکی نمونههای دارای گذار مار تنزیتی رفتار فلـز-رون در مای باز مار تنزیتی نشان داد. نتایج نشان داد زمان ساعت مدت زمان بهینه برای ساخت این آلیاژ است. این نمونه با دارا بودن دمای گذار بالاتر نسبت به نمونه ساخته شده روش ذوب قوسی ای مناسب برای کاربرد در یخچالهای مغناطیسی است.

واژگان كليدى: آلياژ حافظه پذير فرومغناطيس آسيابكارى، اثر باز پخت

# Effect of Isothermal Ageing on Structural and Magnetic Properties of Ni<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> Ferromagnetic Shape Memory Alloy

A. Ghotbi varzaneh<sup>1</sup>, P. Kameli<sup>1\*</sup>, F. Karimzadeh<sup>2</sup> and H. Salamati<sup>1</sup>

Department of Physics, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran
 Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

<sup>\*</sup> مسئول مكاتبات، پست الكترونيكي: kameli@cc.iut.ac.ir

**Abstract:** In this investigation,  $Ni_{47}Mn_{40}Sn_{13}$  ferromagnetic shape memory alloy was prepared by mechanical alloying. The metal powders were ball milled in argon atmosphere for 20 hours. X-ray diffraction pattern confirmed formation of crystalline structure of Heusler alloy. As-milled powder samples were sealed in quartz tubes under high vacuum and subjected to heat treatments at 950°C for different time durations. Then, the effect of isothermal ageing on structural, magnetic and electrical properties of samples was investigated. Results of electrical resistance displayed a metal-like behavior around martensitic transformation. The results showed that 16 hours of annealing was the optimal time for producing this alloy which could be an appropriate candidate for magnetic refrigerant.

Keywords: Ferromagnetic shape memory alloy, Mechanical alloying, Annealing effect

#### ۱- مقدمه

ساختار بلوری این ترکیبات میشود. از جمله ویژگی های آلیاژهای هویسلر که با اعمال میدان مغناطیسی صورت میگیـرد اثر مغناطوگرمایی است. این اثـر در هـر مـادهی مغناطیسـی رخ میدهد و ناشی از وابستگی گرما و ویژگیهای مغناطیسی است. در اثر اعمال میدان، گشتاورهای مغناطیسی همراستا می شوند و با توجه به وابستگی ویژگیهای گرمایی و مغناطیسی، منجـر بـه تغییر دمای ماده میشوند. از این ویژگی در یخچالهای مغناطيسي استفاده مي شود. اين يخچال ها نسبت به يخچال هاي معمولی دارای بازدهی بیش تری هستند و مشکلات تولید گاز-های گلخانهای را ندارد و همچنین از لحاظ اقتصادی مقرون به-صرفهترند [۳، ۴]. موادی که برای کاربردهای عملی اثر مغناطو-گرمایی بهکار میروند باید مقرون بهصرفه باشند و در میدانهای مغناطیسی پایین نیز (کمتر از ۲ تسلا) بتوانند این خاصیت را از خود نشان دهند. از این رو پژوهش هایی بهمنظور یافتن موادی که اثـر مغنـاطوگرمـایی مناسـبی را در دماهـا و میـدانهـای در دسترس از خود نشان دهند ادامه دارد [۵]. یکی دیگر از ویژگیهایی که آلیاژهای هویسلر از خود نشان میدهند اثر حافظه پذیری مغناطیسی است. مواد حافظه پذیر موادی هستند که قادرند بعد از یک تغییر شکل بزرگ، شکل خود را بازیابی کنند. این مواد به دو دسته حافظ ویذیر گرمایی و مغناطیسی طبقهبندی میشوند. یکی از مشکلات مواد حافظه پذیر گرمایی پاسخ کند آنها به اثرات گرمایی است. در اثر حافظه پذیری مغناطیسی علاوه بر دما و فشار، میدان مغناطیسی نیز وجود دارد که می تواند موجب بروز اثرات مورد نظر شود. امکان کنترل حافظهیذیری با میدان، با فرکانس بالاتری امکانیذیر است و این

آلیاژهای هویسلر دستهای از موادند که در دهه اخیر مورد توجه زیادی قرار گرفتهاند. هنوز هم با وجود گذشت بیش از یک قرن از کشف این ترکیبات، یـ ژوهش هـ ای گسـتردهای بـر روی آنها در حال انجام است. این حجم مطالعات به ویژگیهای متنوعی که این مواد از خود نشان میدهند ارتباط دارد. در مطالعات انجام شدہ بر روی این آلیاژہا تـاکنون ویژگـی،ایی نظير ابررسانايي، نيمـهرسـانايي، ترموالكتريـك، حافظـهپـذيري مغناطیسی، مغناطوگرمایی و مغناطومقاومت مورد بررسے قـرار گرفته است [۱، ۲]. در این بین برخی از این ویژگیها، همچون حافظه پذیری مغناطیسی، مغناطوگرمایی و مغناطومقاومت متاثر از اعمال میدان مغناطیسی بر نمونه است. بـهمنظـور درک بهتـر ویژگیهای فیزیکی ایـن آلیـاژهـا، مطالعـاتی بـر روی سـاختار الكتروني أنها انجام شده است. نتايج بهدست أمده نشان داده است که ویژگیهای این آلیاژها تحت تاثیر تعداد الکترونهای ظرفیت آنها است بهصورتی که برخی ویژگیهای این آلیاژها با توجه به تعداد الكترونهاي ظرفيت قابل پيش بيني است [۱]. برای مثال آلیاژهای هویسلر غیر مغناطیسی با ۲۷ الکترون ظرفیت ابررسانا هستند. همچنین ترکیبات تمام هویسلر با ۲۴ الکترون ظرفیت و نیمهویسلر با ۱۸ الکترون ظرفیت ویژگیهای نیمهرساناگونه از خود نشان میدهند. گاف نواری این ترکیبات با تغییر نسبت ترکیبات شیمیایی می توانند از • تا ۴ ev تغییر کنند. بنابراین دارای پتانسیل بالایی برای استفاده در سلول های خورشیدی و کاربردهای ترموالکتریکی هستند و تغییر در تعداد الکترون،ای ظرفیت منجر به تغییر ویژگے،ای مغناطیسے و

۳١

استوکیومتری مشخص( Ni=47, Mn=40 و Sn=13 درون آسیای سیارهای با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰به ۱ بهمدت ٢٠ ساعت آسياب شدند. دليل انتخاب اين نسبت استوكيومتري، دماهای گذار سـاختاری و مغناطیسـی آن اسـت کـه بـه کمـک دياگرام فاز تخمين زده شده است. اين نسبت طوري انتخـاب شده است که دماهای گذار ساختاری و مغناطیسی آن در محدوده اندازه گیری دستگاههای مورد استفاده در این پـژوهش باشد. انتخاب نسبت گلوله به پودر با توجه به اندازهی کاپهای مورد استفاده و اینکه بـرای آسـیاب کـاری بهتـر بایـد نیمـی از فضای کاپ خالی باشد، انتخاب شده است. برای جلوگیری از اکسیداسیون از اتمسفر آرگون در حین آسیاب کاری استفاده شد و سرعت آسیاب کاری ۲۵۰ دور بر دقیقه انتخاب شد. در ادامه نمونه ها تحت عمليات حرارتي قرار گرفتند. براي انجام عملیات حرارتی در زمان های مختلف مقداری از نمونه پودری آسیابشده درون قالب ریخته و توسط پرس هیدرولیک تحت فشار قرار داده شد تا نمونیه حجمی مکعب مستطیل با ابعاد تقریبی ۱×۳×۱۰ میلیمترمکعب حاصل شود .سپس نمونهها داخل لولههایی از جنس کوارتز قرار گرفت و هوای داخل آن تخلیه شد. پس از ایجاد خلاء مناسب دهانه لولهها با دمای بالا بسته شد. ایـن کـار بـهمنظـور جلـوگیری از اکسید شدن نمونه در حین بازپخت انجام شد. بعد از بازپخت، نمونه تحت سردسازی سریع در مخلوط آب و یخ قرار گرفت. استفاده از لولههای کوارتز باعث تسهیل فرایند سردسازی میشود. شکل ۱ نمونه بازپخت شده را هنگام سردسازی سریع در مخلوط آب و یخ نشان میدهد. الگوی پراش ایکس نمونهها توسط دستگاه پراش پرتو ایکس Philips مدل XPERT MPD (Cu K : =0.154nm) انجام شد. از میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل CM120 ساخت شرکت Philips برای تعیین اندازه ذرات استفاده شد. پذیرفتاری مغناطیسیAC نمونهها توسط دستگاه پذیرفتاری سنج مدل ۷۰۰۰ ساخت شرکت Lake shore اندازه گیری شد. مقاومت الکتریکی نمونه ها با استفاده از دستگاه

مكانيكي ساخته شد. بدين منظور يودر اوليه با خلـوص بـالا بـا

باب جدیدی در تولید حسگرها و محرکهای مکانیکی فراهم کرده است. مشخصه اساسی آلیاژهای حافظه پذیر گذار فاز ساختاری است. با سرد کردن این نوع مواد گذار از فاز با تقارن بالا (آستنیت) به فاز با تقارن کمتر (مارتنزیت) رخ میدهد. ایس گذار در یک بازه دمایی معین رخ میدهد و سـاختار اتـمهـا بـه گونهای تغییر میکند که انرژی ترموالاستیک کمینه شود [۶]. در این آلیاژها دمای گذار ساختاری از نقطـه نظـر کـاربردی دارای اهمیت بالایی است، زیرا اثرات حافظه پذیری و همچنین مغناطوگرمایی در نزدیکی دمای گذار ساختاری (مارتنزیتی) رخ میدهد. آلیاژهای هویسلر بر پایه Ni-Mn بهعنوان طبقهای از این آلیاژها بهدلیل جفت شدگی قوی بین مغناطیس و ساختار، رفتار پیچیدهای از خود نشان میدهند و دمای گذار ساختاری و مغناطیسی این آلیاژها بهشدت به میـزان ترکیبات آن.ها، روش ساخت، عمليات حرارتي و غيره حساس است [٧]. اين آلياژهـ ا به آلیاژهای حافظه پـذیر فرومغنـاطیس معـروفانـد. مطالعـه و بررسی دمای گذار نقش بهسـزایی در بحـث پدیـده شـناختی و کاربردی این آلیاژها دارند. برای ساخت آلیاژهای حافظه یـذیر فرومغناطیس روشهای مختلفی وجود دارد. روش مرسوم برای توليد اين آلياژها ذوب قوسي است. اخيراً گزارشهايي مبني بـر ساخت این آلیاژها با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی منتشر شده است [۹۸]. با توجه به فرایند آسیابکاری بهمدت چندین ساعت مشکلات مربوط به ناهمگنی در این روش نسبت به روش ذوب قوسی کمتر است. این روش بـهصـورت محـدود برای ساخت این گونه آلیاژها استفاده شده است، از این رو به-نظر میرسد پتانسیل بالایی برای کار در این زمینه وجود داشته باشد. در این مقاله به ساخت آلیاژ حافظه پذیر فرومغناطیس Ni<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> بەروش آلیاژسازی مکانیکی و بررسی اثر مـدت زمان بازیخت بر ویژگی های ساختاری و مغناطیسی آن پرداخته شده است.

۲- مواد و روش پژوهش
در این پژوهش آلیاژ Ni<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> به روش آلیاژسازی

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۳، پاییز ۱۳۹۴



قـرص در آمـد و در ۳ لولـه كـوارتز بـهطـور مجـزا در دمـای ۹۵۰ درجه سانتی گراد و در مدت زمانهای ۲، ۱۶ و ۴۰ ساعت

بازپخت شد و تحت سردسازی سریع قرار گرفت. شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه را قبل و بعد از عملیات

حرارتی نشان میدهد. کاهش اندازه بلورکها و افزایش کرنش شبکه طی آسیاب کاری عامل پهن بودن قلهها در الگوی پـراش

ایکس نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده است. به دلیـل تـنش هـای

وارده در این مرحله قلههای ابرشبکه که ناشی از نظم بلنـد بـرد

شکل ۱- نحوه سرد سازی نمونه های بازپخت شـده در مخلوط آب و يـخ



مقاومت ۴ میلهای اندازه گیری شد. همچنین برای اندازهگیری مغناطش نمونهها از دستگاه مغناطشسنج نمونه ارتعاشی model 10 ADE انستیتو ساختار مواد ایتالیا استفاده شد.

#### ٣- نتايج و بحث

عملیات آسیاب کاری بهمدت ۲۰ ساعت روی پودر اولیه انجام شد. سپس نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده (S20)، بـهصورت

DOR: 20.1001.1.2251600.1394.34.3.3.0 ]



برای مطالعـه اثـر بازپخـت بـر ویژگـی.هـای مغناطیسـی نمونه، پذیرفتاری مغناطیسی اندازه گیری شد. شکل ۴ پذیرفتاری مغناطیسی نمونیه ۲۰ ساعت آسیاب شده را قبل و بعد از عمليات حرارتي نشان ميدهد. نمونه ٢٠ ساعت أسياب شده در محدوده دمای اتاق، گذاری مغناطیسی ازفاز فرومغناطیس به پارامغناطیس را از خود نشان میدهد که در تصویر



بهسمت شبکهای با نظم کمتر شده است.

برای اطمینان از تشکیل فاز، تحلیل ریتولد بـر روی الگـوی پراش پرتو ایکس انجام شد. شکل ۳ تحلیل ریتولد را بـر روی الگوی پراش پرتو ایکس هر سه نمونه نشان میدهـد. در اینجـا

مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۳، پاییز ۱۳۹۴

		• 0	
آماده سازی	ساختار	χ,	پارامتر شبکه (آنگستروم)
آسیابکاری + بازپخت شده در دمای ۹۵۰ سانتیگراد بهمدت ۲ ساعت	Fm3m	١/٨٩	۵/۹۸۲
آسیابکاری + بازپخت شده در دمای ۹۵۰ سانتیگراد بهمدت ۱۶ ساعت	Fm3m	•/٩۵	۵/۹۸۸
آسیابکاری + بازپخت شده در دمای ۹۵۰ سانتیگراد بهمدت ۴۰ ساعت	Im3m	١/۵٣	7/997

جدول ۱– نتایج حاصل از الگوی پراش ایکس و تحلیل ریتولد نمونههای بازپخت شده در زمانهای مختلف



به صورت مجزا نشان داده شده است. پهن بودن گذار مغناطیسی در این نمونه ناشی از نانومتری بودن اندازه ذرات آنها است. دمای کوری نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده به کمک نمودار عکس پذیرفتاری، ۱۹ درجه سانتی گراد (۲۹۲ درجه کلوین) تخمین زده شد. با وجود مشاهده گذار مغناطیسی فاز آستنیت، هیچ اثری از گذار ساختاری (گذار فاز مارتنزیت) در دمای پایین در این نمونه مشاهده نمی شود. به نظر می رسد عدم مشاهده گذار ساختاری به تشکیل نشدن فاز هویسلر با نظم بلند برد و ریز بودن اندازه ذرات برمی گردد [۱۱]. هم چنین در نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده پسماند گرمایی مشاهده نمی شود است [۱۲]. تیان و همکاران [۱۳]در آلیاژ Gn-MI بعد از ساخت نمونه به روش ذوب قوسی، نمونه را به مدت ۲ ساعت

تحت آسیابکاری قرار دادند و حـذف گـذارهای مغناطیسـی و ساختاری را در اثر آسیاب کاری مشاهده کردند. در این یژوهش واييچش شبكه و ريزتر شدن اندازه ذرات طي برخورد گلوله با پودر دلیل حذف گذارهای ساختاری و مغناطیسی عنوان شده است [۱۳]. پذیرفتاری مغناطیسی نمونههایی که تحت عملیات حرارتی قرار گرفتهاند افزایش یافته است. بازیخت نمونه رشد بلورکها و در نتیجه کاهش اثرات مرزدانهای را بههمراه دارد که منجر به افزایش قابل ملاحظه پذیرفتاری شده است. در نمونه های بازیخت شده در محدوده دمایی ۷۳- درجه سانتی گراد (۲۰۰ درجه کلوین) گذار فاز ساختاری همراه با پسماند دیده می شود. در ایـن نمونـه هـا بـا کـاهش دمـا، گـذار ساختاری رخ میدهد و تغییراتی در فاصله منگنزها رخ میدهد. با توجه به اینکه برهمکنش تبادلی یـونهـای منگنـز بـا تغییـر فاصله آنها تغيير ميكند، با وقوع گذار مارتنزيتي بهدليـل تغييـر در فواصل اتمهای منگنز، برهمکنش آن ها از فرومغناطیس به یادفرومغناطیس تغییر مییابد و منجر به کاهش پذیرفتاری مغناطیسی نمونے با ورود به فاز مارتنزیت میشود [۱۴]. همانطور که مشاهده می شود نمونه بازیخت شده بهمدت ۱۶ ساعت دمای گذار (دمای کوری) بالاتری نسبت به بقیه دارد که دلیل آن کیفیت ساختاری منظم و تکفاز نمونه با تقارن L2<sub>1</sub> است. دمای گذار ایـن نمونـه تقریباً ۲۳۳- درجـه سـانتی گـراد (۴۰ درجه کلوین) بالاتر از نمونه مشابه ساخته شده بهروش ذوب قوسمی است، از این رو نمونه ایده آل تری برای اثر مغناطو گرمایی است [۷]. شکل ۵ نمودار عکس پذیرفتاری



شکل ۵- نمودار معکوس پذیرفتاری: محاسبه دمای کوری نمونههای بازیخت شده در مدت زمانهای ۲، ۱۶ و ۴۰ ساعت



شکل ۶– تصویر میکروسکوپ الکترونی عبـوری نمونه۲۰ ساعت آسیاب شده



مواد پیشرفته در مهندسی، سال ۳۴، شمارهٔ ۳، پاییز ۱۳۹۴

نسبت به دما را نشان می دهد که در آن نمونه با نظم بلوری بهتر دارای دمای کوری بالاتری است. نمونه ۴۰ ساعت به دلیل نظم کمتر، دمای کوری کمتری نیز دارد. نظم بلوری بهتر، فاز آستنیت را پایدارتر می کند و دمای گذار مغناطیسی افزایش پیدا می کند [۱۵]. در آلیاژهای San – Mn – In و In – Mn – M می کند [۱۵]. در آلیاژهای San – Mn – In و In – Mn – In بالارفتن نظم اتمی منجر به جابه جایی دمای گذار به سمت دماهای بالاتر شده است [۱۶، ۱۷]. سانچز و همکاران [۱۸] در آلیاژ San – Mn – In ساخته به روش ذوب قوسی، عدم وابستگی دمای گذار ساخته شده به روش می این و تغییر دماهای گذار با عملیات حرارتی مشاهده می شود از این و تنظیم دماهای گذار با تغییر عملیات حرارتی ممکن خواهد بود.

تصوير گرفته شده توسط ميكروسكوپ الكتروني عبوري در شکل ۶ نشان داده شده است همان طور که مشاهده می شود ذرات دارای اندازه تقریبی ۵ نانومترند. با استفاده از دستگاه مغناطش سنج ارتعاشي حلقه پسماند نمونه ۲۰ ساعت آسياب و نمونههای تحت عملیات حرارتی قرار گرفته اندازه گیری شد. همانگونه که در شکل ۷ مشاهده می شود نمونه آسیاب شده در میدانهای بالا نیز کاملاً به اشباع نرسیده است. نانوساختار بودن و وجود كرنش در شبكه باعث شده كه مغناطش به حالت اشباع نرسد. با توجه به این که مغناطش اشباع نیکل خالص در حدود ۵۵emu/g است مقدار کم مغناطش در این نمونـه خـود بیـانگر تشکیل فازی جدید با مغناطش اشباع کم تر است. با توجه به پسماند مغناطیسی ناچیز، نمونه از نوع فرومغناطیس نرم محسوب می شود. مغناطش اشباع نمونه بازیخت شده ده برابرنسبت به مغناطش اشباع قبل از بازپخت بیش تر است. با بازپخت نمونه، تنشهایی که در مرحله آسیابکاری به نمونه وارد شــدهانــد آزاد مــىشـوند و مقـدار كـرنش شــبكه از ٥/٥٧ به ٢٤/٥ تقلیل پیدا میکند، بنابراین حرکت حوزهای مغناطیسی و چرخش اسپین ها راحت تر و مغناطش اشباع نمونه افزایش یافته است [۱۹]. تغییر مغناطش اشباع همچنین به حذف

[ DOR: 20.1001.1.2251600.1394.34.3.3.0 ]

الكتريكي افزايش مي يابد. اين تغيير رفتار مقاومت الكتريكي همزمان با گذار مغناطوساختاری از فاز فرومغناطیس آستنیت به فاز مارتنزیت با مغناطش ضعیف است کے در کارہای دیگران نيز گزارش شده است [۲۴]. مقاومت الكتريكي فاز ماتنزيت تقريباً دو برابر مقاومت فاز آستنيت است كه اين بهواسطه وقـوع گذار مارتنزیتی است. این رفتار نشان دهنده تغییر چگالی حالت الکترونی در محدوده تراز فرمی با وقوع گذار است [۲۵]. گفتنی است کے ساختار فاز مارتنزیت با فازآستنیت تفاوت دارد. بنابراین تغییر چگالی حالتها در محدوده تراز فرمی ناشی از تغییر تقارن بلوری است که افزایش مقاومت در فاز مارتنزیت را بههمراه دارد. از آن جایی که گذار مارتنزیتی در هر سه نمونه وجود دارد، تغییر رفتار هر سه نمونه دردماهای پایین مشابه یکدیگر است. با افزایش مدت زمان بازیخت مقدار مقاومت الكتريكي نمونهها كاهش يافته است كه مي تواند ناشی از کاهش عیوب شبکه و تهی جاها، اثرات مرزدانهای و همچنین کرنش شبکه باشد. همچنین بالاتر بودن دمای گذار نمونه ۱۶ ساعت در تغییر رفتار مقاومت الکتریکی آن نیز مشهود است.

### ۴- نتیجه گیری

ترکیب Ni<sub>47</sub> Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> به روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته شد. الگوی پراش پرتو ایکس نمونههای بازپخت شده بهمدت ۲ و ۱۶ ساعت یک ساختار منظم شامل فاز غالب L2 را نشان داد. بازپخت نمونه بهمدت ۴۰ ساعت منجر به حذف قلههای ابرشبکه شد. همچنین گذارهای مغناطیسی و ساختاری در نمودار پذیرفتاری نمونههای بازپخت شده مشاهده شد. این امر به دلیل آن است که در دمای بالا، اتمها می توانند مکان تعادلی نظم بلوری و کاهش اثرات مرز دانهای، نمونه بازپخت شده از نظر نظم مغناطیسی قوی تر است. نتایج نشان داد بازپخت در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد بهمدت ۲، ۱۶ و ۴۰ ساعت منجر به بروز ویژگیهای ساختاری و مغناطیسی متفاوت می شود،



عیوب شبکه، بـالا رفـتن نظـم آن و کـاهش اثـرات مرزدانـهای مربوط است. مغناطش اشباع به دست آمده برای نمونههای بازیخت شده در میدان ۲ تسلا (۲۰kOe) تقریباً ۴۲ emu/g است. این مقدار ۴ emu/g از نمونه مشابه ساخته شده به روش ذوب قوسی بیش تر است [۲۰]. همچنین عامل مهم در این تغيير، كاهش كرنش شبكه طي فرايند بازپخت است [٢١]. افزایش ناچیز مغناطش بین میدان ۰/۲۵ تا ۲ تسلا ناشی از وجود چندین ناحیه با انرژی ناهمسان گردی مغناطوبلوری متفاوت در نمونه است [۲۲]. پسماند مغناطیس موجـود در هـر سه نمونه ناچیز است. همچنین با تغییر زمان بازپخت تغییر چندانی در مغناطش اشباع نمونه ها اتفاق نیفتاده است. البته مغناطش اشباع نمونه بازيخت شده بهمدت ۴۰ ساعت سلم المعنى الموت الموت المراجع المعنى الموت المعنى معنى المعنى المعنى المعنى معنى معنى المعنى المع ۱۶ ساعت ۴۲/۴۷emu/g مگنتون بوهر) است که بهدلیل نظم بلوری بهتر در نمونه ۱۶ ساعت و حساس بودن مغناطش اشباع به درجه نظم مورد انتظار است [٢٣].

شکل ۸ مقاومت الکتریکی نمونه های بازپخت شده در زمان های متفاوت را طی سرد شدن و گرم شدن نشان می دهد. در محدوده دمای اتاق، نمونه ها در فاز آستنیت هستند و رفتار فلزگونه دارند و سهم پراکندگی الکترون فونون در این ناحیه غالب است. اما با کاهش دما و رخداد گذار مارتنزیتی، مقاومت

#### تشكر وقدرداني

از زحمات دکتر واروارو از انستیتو ساختار مواد ایتالیا، در اندازهگیری مغناطش نمونهها و دکتر اصلی بیگی تشکر و قدردانی میشود.

- Graf, T., Felser, C. and Parkin, S. S., "Simple Rules for the Understanding of Heusler Compounds", *Progress in Solid State Chemistry*, Vol. 39, pp. 1-50, 2011.
- Planes, A., Manosa, L. and Acet, M., "Magnetocaloric Effect and its Relation to Shape-Memory Properties in Ferromagnetic Heusler Alloys", *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 21, pp. 233201-233230, 2009.
- 3. Pathak, A.K., "Exploration of New Multifunctional Magnetic Materials Based on a Variety of Heusler Alloys and Rare-Earth Compounds," Ph.D. Thesis, Southern Illinois University, Carbondale, 2011.
- Ghotbi Varzaneh, A., Kameli, P., Karimzadeh, F., Aslibeiki, B., Varvaro, G. and Salamati, H., "Magnetocaloric Effect in Ni<sub>47</sub>Mn<sub>40</sub>Sn<sub>13</sub> Alloy Prepared by Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 598, pp. 6-10, 2014.
- Dincer, I., Yüzüak, E. and Elerman, Y., "Influence of Irreversibility on Inverse Magnetocaloric and Magnetoresistance Properties of the (Ni, Cu)<sub>50</sub>Mn<sub>36</sub>Sn<sub>14</sub> Alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 506, pp. 508-512, 2010.

۶. زاهدی، و.، *"بررسی خواص ساختاری و مغناطیسی آلیاژ* 

حافظه پذير فرو مغناطيس Ni50Mn50-xInx"، پايان نامه

کارشناسی ارشد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ۱۳۹۱.

- Muthu, S.E., Rao, N.R., Raja, M.M., Kumar, D.R., Radheep, D.M. and Arumugam, S., "Influence of Ni/Mn Concentration on the Structural, Magnetic and Magnetocaloric Properties in Ni<sub>50-x</sub>Mn<sub>37+x</sub>Sn<sub>13</sub> Heusler Alloys", *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 43, p. 425002-425007, 2010.
- Hakimi, M., Kameli, P. and Salamati, H., "Structural and Magnetic Properties of Co<sub>2</sub>CrAl Heusler Alloys Prepared by Mechanical Alloying", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322, pp. 3443-3446, 2010.
- Ren, Z., Li, S. and Luo, H., "Structure and Magnetic Properties of Fe<sub>2</sub>CoGe Synthesized by Ball-Milling", *Physica B :Condensed Matter*, Vol. 405, pp. 2840-2843, 2010.

بهطوریکه زمان ۱۶ ساعت مدت زمان بهینه برای ساخت این آلیاژ است. نمونه ساخته شده در این پژوهش با دارا بودن دمای گذار بالاتر نسبت به نمونه ساخته شده بهروش ذوب قوسی نمونهای مناسبتر برای کاربرد در یخچالهای مغناطیسی است.

منابع

- 10. Zhao, X., Hsieh, C., Lai, J., Cheng, X., Chang, W., Cui, W., Liu, W. and Zhang, Z., "Effects of Annealing on the Magnetic Entropy Change and Exchange Bias Behavior in Melt-Spun Ni–Mn–In ribbons", *Scripta Materialia*, Vol. 6, pp. 250-253, 2010.
- 11. Wang, Y., Ren, Y., Nie, Z., Liu, D., Zuo, L., Choo, H., Li, H., Liaw, P., Yan, J. and McQueeney, R.J., "Structural Transition of Ferromagnetic Ni<sub>2</sub>MnGa Nanoparticles", *Journal of Applied Physics*, Vol. 101, pp. 063530-063536, 2007.
- 12. Han, Z., Chen, X., Zhang, Y., Chen, J., Qian, B., Jiang, X., Wang, D. and Du, Y., "Martensitic Transformation and Magnetocaloric Effect in Mn– Ni–Nb–Sn Shape Memory Alloys: The effect of 4d transition-metal doping", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 515, pp. 114-118, 2012.
- 13. Tian, B., Chen, F., Tong, Y., Li, L., Zheng, Y., Liu, Y. and Li, Q., "Phase Transition of Ni–Mn–Ga Alloy Powders Prepared by Vibration Ball Milling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, pp. 4563-4568, 2011.
- 14. Chieda, Y., Kanomata, T., Fukushima, K., Matsubayashi, K., Uwatoko, Y., Kainuma, R., Oikawa, K., Ishida, K., Obara, K. and Shishido, T., "Magnetic Properties of Mn-rich Ni<sub>2</sub>MnSn Heusler Alloys under Pressure", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 486, pp. 51-54, 2009.
- 15. Sánchez-Alarcos, V., Recarte, V., Pérez-Landazábal, J., Gómez-Polo, C. and Rodríguez-Velamazán, J., "Role of Magnetism on the Martensitic Transformation in Ni–Mn-Based Magnetic Shape Memory Alloys", *Acta Materialia*, Vol. 60, pp. 459-468, 2012.
- 16. Sánchez-Alarcos, V., Pérez-Landazábal, J., Recarte, V., Rodríguez-Velamazán, J. and Chernenko, V., "Effect of Atomic Order on the Martensitic and Magnetic Transformations in Ni–Mn–Ga Ferromagnetic Shape Memory Alloys", *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 22, p. 166001-166007, 2010.
- Recarte, V., Pérez-Landazábal, J., Sánchez-Alarcos, V. and Rodríguez-Velamazán, J., "Dependence of the Martensitic Transformation and Magnetic Transition

on the Atomic Order in Ni–Mn–In Metamagnetic Shape Memory Alloys", *Acta Materialia*, Vol. 60, pp. 1937-1945, 2012.

- 18. Sánchez-Alarcos, V., Pérez-Landazábal, J., Recarte, V., Lucia, I., Vélez, J. and Rodríguez-Velamazán, J., "Effect of High-Temperature Quenching on the Magnetostructural Transformations and the Long-Range Atomic Order of Ni–Mn–Sn and Ni–Mn–Sb Metamagnetic Shape Memory Alloys", Acta Materialia, Vol. 66, pp. 4676-4682, 2013.
- 19. Vallal Peruman, K., Mahendran, M., Seenithurai, S., Chokkalingam, R., Singh, R. and Chandrasekaran, V., "Internal Stress Dependent Structural Transition in Ferromagnetic Ni–Mn–Ga Nanoparticles Prepared by Ball Milling", *Journal of Physics and Chemistry* of Solids, Vol. 71, pp. 1540-154, 2010.
- 20. Esakki Muthu, S., Rama Rao, N., Manivel Raja, M., Arumugam, S., Matsubayasi, K. and Uwatoko, Y., "Hydrostatic Pressure Effect on the Martensitic Transition, Magnetic, and Magnetocaloric Properties in Ni<sub>50-x</sub>Mn<sub>37+x</sub>Sn<sub>13</sub> Heusler Alloys", *Journal of Applied Physics*, Vol. 110, pp. 083902-083904, 2011.

- 22. Pushpanathan, K., Chokkalingam, R., Senthurpandi, R. and Mahendran, M., "Effect of Annealing on Transformation Temperature and Magnetization in the Ni–Mn–Ga Alloy", *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 26, pp. 223-229, 2011.
- Miyamoto, T., Ito, W., Umetsu, R. Y., Kanomata, T., Ishida, K. and Kainuma, R., "Influence of Annealing Conditions on Magnetic Properties of Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50-x</sub>In<sub>x</sub> Heusler-Type Alloys", *Materials Transactions*, Vol. 52, pp. 1836-1839, 2011.
- 24. Xuan, H., Xie, K., Wang, D., Han, Z., Zhang, C., Gu, B. and Du, Y., "Effect of Annealing on the Martensitic Transformation and Magnetocaloric Effect in NiMnSn Ribbons", *Applied Physics Letters*, Vol. 92, p. 242506-242506-3, 2008.
- 25. Ye, M., Kimura, A., Miura, Y., Shirai, M., Cui, Y., Shimada, K., Namatame, H., Taniguchi, M., Ueda, S. and Kobayashi, K., "Role of Electronic Structure in the Martensitic Phase Transition of Ni<sub>2</sub>Mn<sub>1+x</sub>Sn<sub>1-x</sub> Studied by Hard-X-Ray Photoelectron Spectroscopy and Ab Initio Calculation", *Physical Review Letters*, Vol. 104, p. 176401-176501-6, 2010.