



Ferdowsi University
of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron&Steel
Society of Iran

Effect of Annealing Temperature and Time on the Magnetic Behavior of Nd-Fe-B Alloy Ribbons Produced by Melt Spinning Method

Research Article

Ghader Ahmadpour¹, Farzad Nasirpour²

10.22067/jmme.2026.97524.1242

Abstract: This study investigates the effect of annealing temperature and time on the structural and magnetic properties of melt-spun Nd-Fe-B alloy ribbons. Annealing was carried out at 550 °C for 30 min, while heat treatments at 650 °C and 700 °C were performed for 30, 60, and 90 min. Phase evolution, microstructure, and magnetic behavior were characterized using XRD, FE-SEM, EDS, DSC, and VSM analyses. The as-spun ribbons exhibited an amorphous structure with weak magnetic properties. Annealing at 650 °C led to the formation of the hard magnetic Nd₂Fe₁₄B phase and promoted the development of a uniform nanocrystalline structure. The best magnetic performance was obtained at 650 °C for 90 minutes, where the coercivity reached 8710 Oe, and the squareness ratio was 0.781. In contrast, annealing at 700 °C resulted in the formation of soft magnetic phases and significant grain coarsening, which reduced the magnetic performance. These results indicate that annealing at 650 °C for 90 minutes provides the most suitable condition for obtaining a stable nanocrystalline structure and improved magnetic properties in Nd-Fe-B alloy ribbons.

Keywords: Annealing treatment, Magnetic properties, Melt-spun ribbons, Microstructure, Nd₂Fe₁₄B phase, Nd-Fe-B alloy

1- Introduction

Nd-Fe-B permanent magnets owe their strong performance to the tetragonal Nd₂Fe₁₄B phase, whose magnetic behavior is highly sensitive to microstructure [1], [2], [3]. Melt spinning is an effective technique for producing amorphous ribbons that can transform into fine nanocrystalline structures through controlled annealing. When grain sizes remain in the nanoscale range, coercivity and remanence improve due to restricted domain wall motion and strong grain boundary pinning [4].

Heat treatment, therefore, plays a central role in optimizing these magnets. Proper annealing stabilizes the Nd rich boundary phase and promotes full formation of Nd₂Fe₁₄B [6], while excessive temperatures can cause

grain coarsening and create soft magnetic phases such as α Fe, which degrade performance [5], [6], [7]. Despite previous research, a clear understanding of how both annealing temperature and time jointly affect crystallization and magnetic behavior is still incomplete.

In this study, melt spun Nd₁₅Fe₇₇B₈ ribbons were annealed at 550, 650, and 700 °C for 30, 60, and 90 min. Using DSC, XRD, FE SEM, EDS, mapping, and VSM analyses, we identify how microstructure evolves at each condition and determine the heat treatment window that preserves the nanocrystalline structure and maximizes magnetic performance.

2- Method

An Nd-Fe-B alloy with the nominal composition Nd₁₅Fe₇₇B₈ (99.5% purity) was prepared and melt spun to produce amorphous ribbons. The alloy was melted in an induction furnace under high purity argon and rapidly quenched onto a 25 cm copper wheel rotating at 25 m/s. The melt spinning chamber operated at 5–10 mbar, and the ejection pressure was 450 mbar. This rapid solidification ($\sim 10^6$ K/s) produced uniform amorphous ribbons.

To avoid oxidation, all heat treatments were carried out in a quartz tube furnace under 99.999% pure argon. The ribbons were annealed at 550, 650, and 700 °C for 30, 60, and 90 minutes, using a heating rate of 10 °C/min, followed by furnace cooling.

3- Results and Discussion

The phase evolution of melt-spun Nd-Fe-B ribbons was investigated by X-ray diffraction after annealing at 650 °C and 700 °C for different durations, as shown in Fig. 1 and Fig. 2.

* Manuscript received February 15, 2026, Revised March 08, 2026, Accepted May 09, 2026.

¹ Corresponding Author: Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Birjand University of Technology, Birjand, Iran.
Email: ghader.ahmadpour@birjandut.ac.ir

² Professor, Department of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

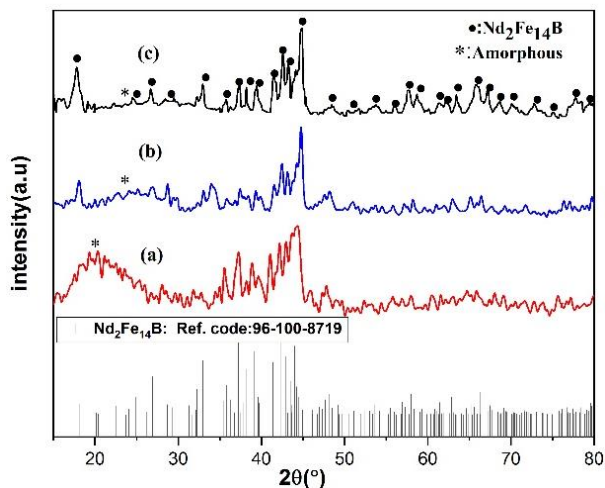


Fig 1. X-ray diffraction (XRD) patterns of the Nd–Fe–B melt-spun ribbons annealed at 650 °C for (a) 30 min, (b) 60 min, and (c) 90 min

At 650 °C, the XRD patterns in Fig. 1(a–c) clearly demonstrate the progressive crystallization of the hard magnetic Nd₂Fe₁₄B phase from the initially amorphous structure [6], [8], [9]. After 30 minutes of annealing (Fig. 1a), weak diffraction peaks corresponding to tetragonal Nd₂Fe₁₄B (P4₂/mm) appear,

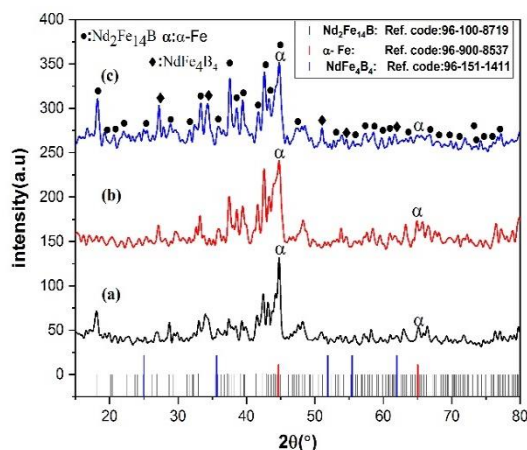


Fig 2. X-ray diffraction (XRD) patterns of the Nd–Fe–B melt-spun ribbons annealed at 700 °C for (a) 30 min, (b) 60 min, and (c) 90 min

indicating the onset of crystallization within a partially amorphous matrix [2]. Increasing the annealing time to 60 and 90 minutes (Fig. 1b, c) leads to a significant increase in peak intensity and a reduction in peak broadening, confirming improved crystallinity and grain growth [5], [4]. Importantly, no secondary phases such as α-Fe are detected even after 90 minutes, indicating that annealing at 650 °C results in the formation of a nearly single-phase nanocrystalline Nd₂Fe₁₄B structure. These observations are consistent with the DSC results, where exothermic peaks at ~535 °C and ~640 °C correspond to Nd₂Fe₂₃B₃ formation and its transformation to Nd₂Fe₁₄B, respectively [8], [9].

In contrast, annealing at 700 °C induces significant structural changes. Even after 30 min, diffraction peaks of soft magnetic α-Fe (Im3m) appear alongside Nd₂Fe₁₄B [6], [7]. With longer times, α-Fe intensities increase, peaks sharpen, and secondary NdFe₄B₄ appears after 90 min, indicating phase decomposition at elevated temperatures [8].

Thus, 650 °C is identified as the optimal temperature for producing single-phase nanocrystalline Nd₂Fe₁₄B without phase degradation.

The microstructural evolution of the Nd–Fe–B ribbons after annealing at different temperatures was examined using FE-SEM, as shown in Figures 3 and 4. At 650 °C (Figure 3), the fractured cross-section images reveal the gradual development of a uniform nanocrystalline structure. After 30 minutes (Figures 3(a,b)), the microstructure still contains a partially amorphous matrix with the initial formation of nanosized Nd₂Fe₁₄B grains, having an average size of about 90 nm. With increasing annealing time to 60 minutes (Figure 3c), grain growth becomes more evident and the grain boundaries appear clearer, while the average grain size increases to approximately 104 nm [2], [4].

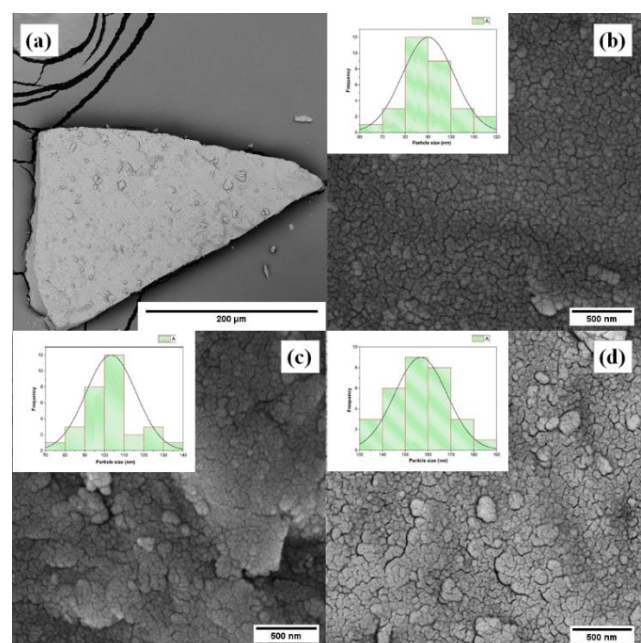


Fig 3. FE- SEM fracture- surface micrographs of the Nd–Fe–B melt- spun ribbons annealed at 650 °C for (a and b) 30 min, (c) 60 min, and (d) 90 min

After 90 minutes (Figure 3(d)), a relatively homogeneous nanocrystalline structure is formed with an average grain size of about 156 nm. No abnormal grain growth or phase segregation is observed, indicating a stable nanostructure consistent with the single-phase Nd₂Fe₁₄B formation confirmed by XRD.

In contrast, the FE-SEM images of samples annealed at 700 °C (Figure 4) show significant grain coarsening and microstructural instability. After 30 minutes (Figure 4(b)), the average grain size increases to about 175 nm, and the presence of brighter regions suggests the

onset of phase segregation and possible formation of α -Fe, which is consistent with the XRD results (Figure 2(a)). With further annealing for 60 minutes (Figure 4c), abnormal grain growth becomes more pronounced, with some grains exceeding 250 nm. After 90 minutes (Figure 4(d)), several grains grew beyond 300 nm, resulting in a heterogeneous microstructure with coarse grains and bright regions associated with phase separation [8]. These features are consistent with the formation of α -Fe and NdFe_4B_4 phases detected in the corresponding XRD patterns (Figure 2c). The magnetic behavior of the melt-spun Nd-Fe-B ribbons after annealing at different temperatures and durations was analyzed using VSM measurements, as shown in Figures 5 and 6. At 650 °C (Figure 5), the hysteresis loops exhibit a steady improvement in magnetic hardness with increasing annealing time from 30 to 90 minutes.

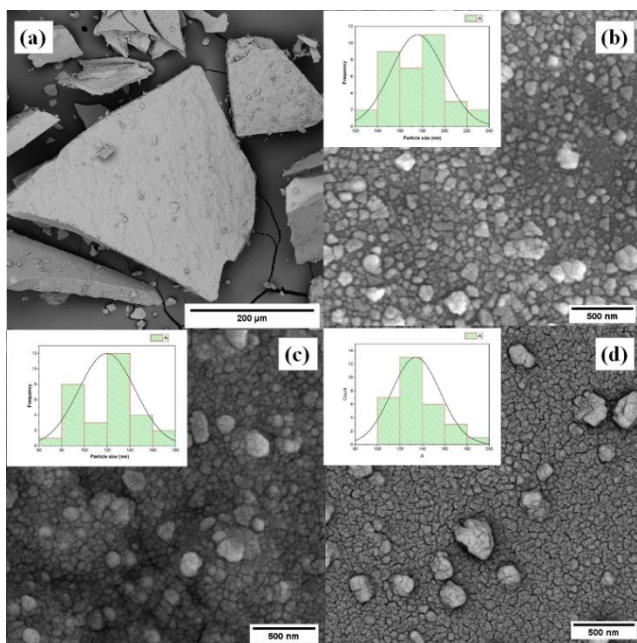


Fig 4. FE- SEM fracture- surface micrographs of the Nd-Fe-B melt- spun ribbons annealed at 700 °C for (a and b) 30 min, (c) 60 min, and (d) 90 min

After 30 minutes (Figure 5(a)), the sample showed a coercivity (H_c) of about 8150 Oe, saturation magnetization (M_s) $\approx$ 108.8 emu/g, and squareness ratio (M_r/M_s) $\approx$ 0.76, indicating the emergence of nanosized hard-magnetic $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ grains. With longer annealing times (Figures 5(b,c)), the values of H_c and M_r/M_s continued to increase, reaching 8710 Oe and 0.78, respectively, after 90 minutes. The corresponding increase in anisotropy energy ($K \approx 3.67 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ for 90 min) reflects enhanced crystal orientation and magnetic alignment within the nanocrystalline $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase [2], [10]. The steady rise in coercivity and squareness ratio confirmed that prolonged annealing at 650 °C promotes optimum grain coupling, single-domain behavior, and magnetic stability [4].

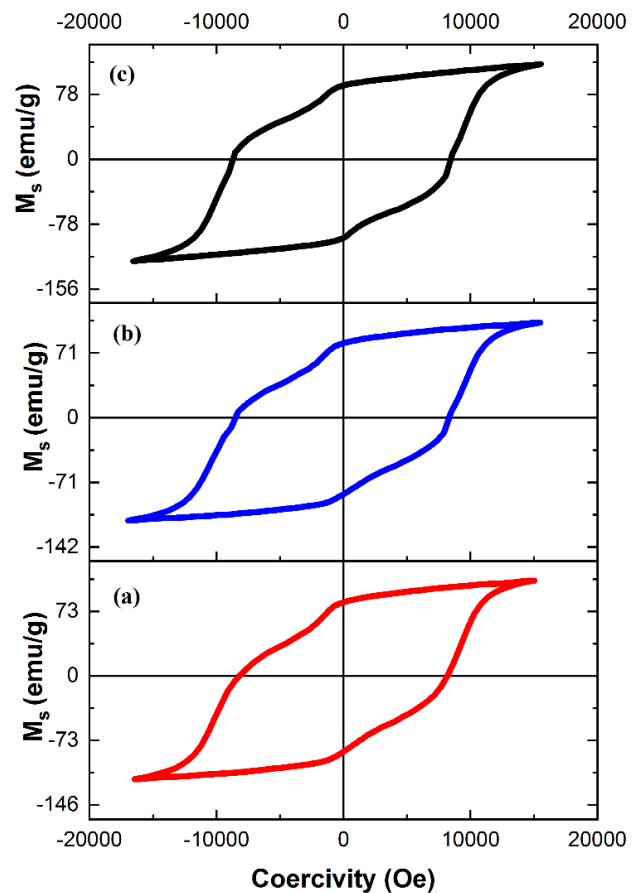


Fig 5. Magnetic hysteresis loops of the Nd-Fe-B melt- spun ribbon annealed at 650 °C for (a) 30 min, (b) 60 min, and (c) 90 min

By contrast, samples annealed at 700 °C (Figure 6) exhibit significant variations in magnetic performance due to phase decomposition and grain growth. After 30 minutes (Figure 6(a)), the sample demonstrated high M_s ($\approx$ 126 emu/g) but reduced M_r/M_s ($\approx$ 0.60) and H_c ($\approx$ 6307 Oe), attributed to the presence of soft magnetic α -Fe, as confirmed by XRD (Figure 2(a)). After 60 minutes, coercivity rose moderately ($\approx$ 6529 Oe) and squareness improves ($M_r/M_s \approx$ 0.71), suggesting partial reorganization toward the hard $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase [6], [7]. However, after 90 minutes (Figure 6c), excessive grain growth and the appearance of secondary NdFe_4B_4 phase (see Figure 2c) lead to a sharp decrease in H_c ($\approx$ 4213 Oe) and M_r/M_s ($\approx$ 0.56). These changes indicated structural heterogeneity and weakened exchange coupling between magnetic grains, consistent with the FE-SEM observations [11].

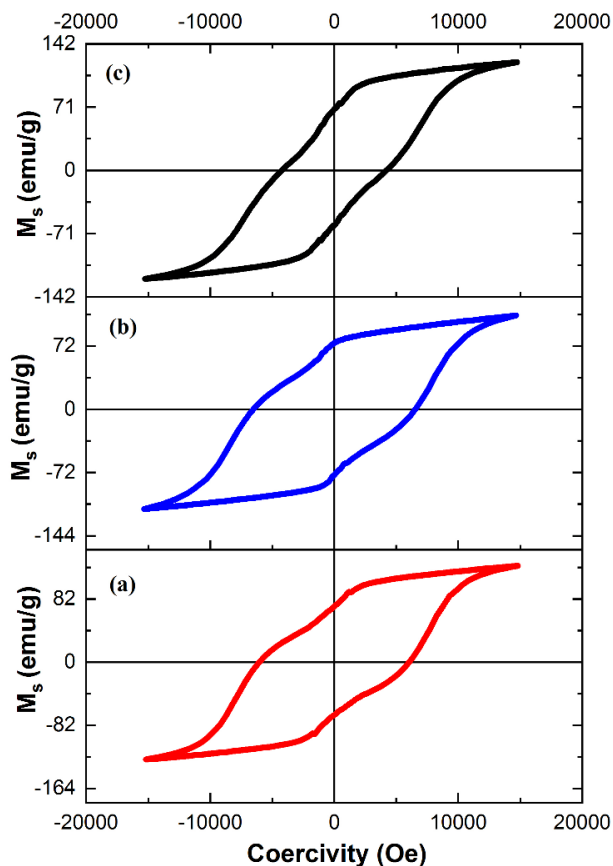


Fig 6. Magnetic hysteresis loops of the Nd-Fe-B melt-spun ribbon annealed at 700 °C for (a) 30 min, (b) 60 min, and (c) 90 min

4- Conclusions

The results of this study demonstrate that the annealing process plays a decisive role in developing the hard-magnetic properties of melt-spun Nd-Fe-B ribbons. Annealing at 650 °C enabled the controlled formation of a uniform nanocrystalline $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase, resulting in progressive improvement of coercivity and magnetic squareness with increasing time. The highest performance was achieved after 90 minutes, where optimized grain size and strong exchange coupling produced stable and enhanced magnetic behavior. In contrast, annealing at 700 °C led to excessive grain growth and the emergence of soft magnetic phases such as $\alpha\text{-Fe}$ and NdFe_4B_4 , which substantially reduced coercivity and magnetic stability. Overall, the findings confirm that 650 °C represents the optimal annealing temperature for preserving nanocrystallinity, maximizing coercivity, and ensuring desirable hard-magnetic performance in Nd-Fe-B melt-spun ribbons.

Reference

[1] R. W. McCallum, L. Lewis, R. Skomski, M. J. Kramer, and I. E. Anderson, "Practical aspects of modern and future permanent magnets," *Annual Review of Materials Research*, vol. 44, pp. 451–477, 2014. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113457>

[2] L. Liu, Y. Li, J. Wang, L. Liu, M. Bian, H. Zhang, and M. Yue, "Short-time annealing enhancing the magnetic properties and microstructure uniformity of melt-spun (Nd,Pr)-Fe-B ribbons," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 61, pp. 1–4, 2024. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2024.3401002>

[3] A. Shchetinin, P. Aggrey, I. Bordyuzhin, A. Savchenko, M. Gorshenkov, M. Zhelezniy, V. Menushenkov, and P. Mogil'nikov, "Phase formation and magnetic properties of melt spun and annealed Nd-Fe-B based alloys with Ga additions," *Metals*, vol. 9, no. 5, p. 497, 2019. <https://doi.org/10.3390/met9050497>

[4] M. Lostun, M. Grigoraş, L. C. Budeanu, T. Roman, G. Buema, G. Ababei, G. Stoian, and N. Lupu, "Effect of nonmagnetic Hf addition on magnetic properties of melt-spun Misch Metal-Fe-B ribbons," *Crystals*, vol. 14, p. 517, 2024. <https://doi.org/10.3390/cryst14060517>

[5] I. Ahmad, H. A. Davies, and M. Kanwal, "Magnetic properties of (Nd,Pr)-Fe-B nanocomposite over quenched and annealed ribbons," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 324, pp. 3971–3974, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2012.04.022>

[6] Z. H. Cheng, M. X. Mao, C. L. Yang, Y. D. Zhang, F. S. Li, B. G. Shen, J. X. Zhang, and J. J. Sun, "Effect of heat treatment on the phases of melt-spun NdFeB alloys," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, pp. 2981–2985, 1994. <https://doi.org/10.1063/1.357540>

[7] W. F. Li, T. Ohkubo, and K. Hono, "Effect of post-sinter annealing on coercivity and microstructure of Nd-Fe-B permanent magnets," *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 1337–1346, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.11.019>

[8] H. Mayot, O. Isnard, and J.-L. Soubeyroux, "Magnetic properties and synthesis conditions of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ melt-spun alloy," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 316, pp. e477–e480, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.02.189>

[9] J. Yang, J. Han, H. Tian, L. Zha, X. Zhang, C. S. Kim, D. Liang, W. Yang, S. Liu, and C. Wang, "Structural and magnetic properties of nanocomposite Nd-Fe-B prepared by rapid thermal processing," *Engineering*, vol. 6, pp. 132–140, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2019.12.008>

[10] S.V. Andreev, M.I. Bartashevich, V.I. Pushkarsky, V.N. Maltsev, L.A. Pamyatnykh, E.N. Tarasov, N.V. Kudrevatykh and T. Goto, "Law of approach to saturation in highly anisotropic ferromagnets Application to Nd-Fe-B melt-spun ribbons," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 260, no. 1-2, pp. 196–200, 1997. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(97\)00127-8](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(97)00127-8)

[11] S. Singh, A.B. Diraviam, R. Sarkar, A. Haldar and M.R. Muthuvel, "Effect of quenching rate on the structural and hard magnetic properties of Nd-Fe-B melt-spun ribbons," *AIP Advances*, vol. 13, no. 2, p. 025301, 2023. <https://doi.org/10.1063/9.0000524>



اثر دما و زمان عملیات آنیل بر رفتار مغناطیسی نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B تولید شده به روش ذوب‌ریسی*

مقاله پژوهشی

فرزاد نصیرپوری^(۲)

قادر احمدپور^(۱)

doi 10.22067/jmme.2026.97524.1242

چکیده در این پژوهش، تأثیر دما و زمان آنیل بر خواص مغناطیسی، ریزساختار و ترکیب فازی نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B تولید شده به روش ذوب‌ریسی بررسی شد. نمونه‌ها در دماهای ۵۵۰، ۶۵۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه آنیل شدند. از آزمون‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM)، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDS)، نقشه‌برداری عنصری و مغناطومتر نمونه ارتعاشی (VSM) استفاده شد. آنیل در ۶۵۰ درجه با افزایش زمان به ۹۰ دقیقه، منجر به تبلور کامل فاز سخت $Nd_2Fe_{14}B$ با ساختار نانوبلوری گردید. در ۷۰۰ درجه، علاوه بر فاز $Nd_2Fe_{14}B$ فازهای نرم α -Fe و ثانویه $NdFe_4B_4$ نیز ظاهر شدند. تصاویر FE-SEM رشد تدریجی دانه‌ها را با افزایش دما و زمان تأیید کرد. نقشه‌برداری عنصری و EDS توزیع یکنواخت عناصر را در نمونه‌های آنیل شده نشان داد. بیشترین نیروی وادارندگی (۸۷۱۰ Oe) و نسبت مربعی (۰/۷۸۱) در نمونه آنیل شده در ۶۵۰ درجه به مدت ۹۰ دقیقه حاصل شد که ناشی از ساختار نانوبلوری پایدار و قفل‌شدگی مؤثر دیواره‌های حوزه است. در مقابل، آنیل در ۷۰۰ درجه به دلیل رشد بیش از حد دانه‌ها و تشکیل فازهای نرم، موجب کاهش وادارندگی و نسبت مربعی شد. دمای ۶۵۰ درجه و زمان ۹۰ دقیقه به عنوان شرایط بهینه آنیل برای دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب و حفظ ساختار نانوبلوری تعیین شد.

واژه‌های کلیدی آلیاژ Nd-Fe-B، نوارهای ذوب‌ریسی شده، عملیات آنیل، فاز $Nd_2Fe_{14}B$ ، ریزساختار، خواص مغناطیسی.

Effect of Annealing Temperature and Time on The Magnetic Behavior of Nd-Fe-B Alloy Ribbons Produced by Melt Spinning Method

Ghader Ahmadpour

Farzad Nasirpour

Abstract In this study, the effects of annealing temperature and time on the magnetic properties, microstructure, and phase composition of Nd-Fe-B alloy ribbons produced by melt-spinning were investigated. The samples were annealed at temperatures of 550, 650, and 700 °C for durations of 30, 60, and 90 minutes. Characterization was carried out using X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), elemental mapping, and vibrating sample magnetometry (VSM). Annealing at 650 °C for 90 minutes led to the complete crystallization of the hard magnetic $Nd_2Fe_{14}B$ phase with a nanocrystalline structure. At 700 °C, in addition to the $Nd_2Fe_{14}B$ phase, soft α -Fe and secondary $NdFe_4B_4$ phases also appeared. FE-SEM images confirmed the gradual grain growth with increasing temperature and time. Elemental mapping and EDS analysis showed a uniform distribution of elements in the annealed samples. The maximum coercivity (8710 Oe) and squareness ratio (0.781) were achieved for the sample annealed at 650 °C for 90 minutes, which is attributed to the stable nanocrystalline structure and effective pinning of domain walls. In contrast, annealing at 700 °C led to a reduction in coercivity and squareness ratio due to excessive grain growth and the formation of soft phases. The annealing condition of 650 °C for 90 minutes was determined as the optimal condition for achieving desirable magnetic properties while preserving the nanocrystalline structure.

Keywords: Nd-Fe-B alloy, Melt-spun ribbons, Annealing treatment, $Nd_2Fe_{14}B$ phase, Microstructure, Magnetic properties

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۴/۱۱/۲۶ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۵/۲/۱۹ می‌باشد.

Email: ghader.ahmadpor@birjandut.ac.ir

(۱) نویسنده مسئول و استادیار گروه مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه صنعتی بیرجند

(۲) استاد گروه مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه صنعتی سهند تبریز

مقدمه

آهنربای دائمی Nd-Fe-B، به عنوان نسل سوم آهنرباهای مبتنی بر عناصر خاکی کمیاب، از زمان کشف آن در دهه ۱۹۸۰ به طور گسترده در جامعه مدرن مورد استفاده قرار گرفته است [1]. این ماده به دلیل وادارندگی بالا (Hc)، مغناطش باقی مانده زیاد (Mr)، مغناطش اشباع (Ms) مطلوب و همچنین بالاترین مقدار حاصل ضرب بیشینه انرژی مغناطیسی ((BH)max) در میان تمام آهنرباهای دائمی، به گزینه‌ای ایدئال برای کاربردهای متنوع از جمله وسایل نقلیه الکتریکی، توربین‌های بادی، تجهیزات پزشکی، حسگرها و دستگاه‌های الکترونیکی پیشرفته تبدیل شده است [2,3]. عملکرد برتر این آهنرباها عمدتاً به حضور فاز بلوری تراگونال $B_{2Fe_{14}}$ نسبت داده می‌شود که دارای خواص مغناطیسی ذاتی منحصربه‌فردی همچون مغناطش اشباع بالا، دمای کوری مناسب و میدان ناهمسانگردی مغناطیسی قوی است. هربرست در یک مطالعه مروری تأکید کرده است که خواص مغناطیسی این فاز به شدت به ریزساختار وابسته است. از این رو، روش‌های تولید مانند ذوب‌ریسی و به دنبال آن عملیات حرارتی دقیق، با هدف ایجاد ساختار نانوبلوری، می‌توانند نقش مؤثری در بهبود نیروی وادارندگی و عملکرد نهایی آهنربا ایفا کنند [4,5].

در تولید آهنرباهای Nd-Fe-B، روش‌های مختلفی برای تهیه پیش‌ماده‌های مغناطیسی وجود دارد که مستقیماً بر ریزساختار و عملکرد نهایی این مواد تأثیر می‌گذارند [5,6]. دو روش اصلی شامل ذوب‌ریسی و آسیاکاری مکانیکی هستند. در روش آسیاکاری مکانیکی، شمش‌های Nd-Fe-B از طریق ریخته‌گری تهیه و سپس تحت فرایند خردایش مکانیکی به پودرهای میکرومتری تبدیل می‌شوند که معمولاً برای تولید آهنرباهای تفجوشی شده به کار می‌روند [5]. با وجود بازدهی بالای این روش در تولید آهنرباهای ناهمسانگرد، چالش‌هایی نظیر اکسیداسیون پودرها و دشواری در کنترل یکنواختی اندازه دانه‌ها از محدودیت‌های آن محسوب می‌شود. اندازه دانه‌های فاز مغناطیسی در این روش معمولاً در محدوده چند میکرون قرار دارد که به دلیل کاهش تراکم مرزهای دانه و در نتیجه تضعیف پدیده قفل‌شدگی دیواره‌های حوزه، موجب افت نیروی وادارندگی می‌گردد [5-7].

در مقابل، ذوب‌ریسی (Melt-Spinning) به عنوان یک روش

پیشرفته برای تولید پیش‌ماده‌های نانوبلوری شناخته می‌شود که با ایجاد نرخ سردسازی بسیار بالا (در حدود 10^6 K/s)، امکان تشکیل ساختار بی‌شکل یا نانوبلوری را فراهم می‌آورد [5-7]. نوارهای تولیدی این روش، در صورت بهینه‌سازی شرایط آنیل، دارای اندازه دانه‌های فاز مغناطیسی در محدوده ۳۰ تا ۱۰۰ نانومتر هستند. این ریزساختار نانومتری با افزایش چگالی مرزهای دانه، موجب محدود شدن حرکت دیواره‌های حوزه و در نتیجه تقویت پدیده قفل‌شدگی مرزدانه‌ای می‌شود که به افزایش چشمگیر نیروی وادارندگی می‌انجامد [7,8]. افزون بر این، کاهش اندازه دانه‌ها و افزایش نسبت سطح به حجم، برهم‌کنش تبادلی میان دانه‌های مجاور را تقویت می‌کند و بهبود مغناطش باقی مانده را در پی دارد [9]. به دلیل این مزایا، ذوب‌ریسی روشی ایدئال برای تولید آهنرباهای چسبی (Bonded Magnets) و همچنین پیش‌ماده‌های مناسب برای تغییر شکل گرم محسوب می‌شود و به عنوان جایگزینی کارآمد برای آسیاکاری مکانیکی در تولید آهنرباهای نانوبلوری Nd-Fe-B مطرح است [7,8].

برای دستیابی به خواص مغناطیسی بهینه، کنترل دقیق ریزساختار نوارهای Nd-Fe-B ذوب‌ریسی شده ضروری است. تحقیقات پیشین نشان داده‌اند که عملیات آنیل کوتاه‌مدت پس از ذوب‌ریسی می‌تواند با بهبود یکنواختی اندازه دانه‌ها و افزایش پایداری مغناطیسی، نقش کلیدی ایفا کند [8,9]. این فرایند ضمن اصلاح توزیع فازهای مغناطیسی و بهینه‌سازی ضخامت فاز مرزدانه‌ای غنی از Nd، از رشد بی‌رویه برخی دانه‌ها جلوگیری می‌کند. در نتیجه، اعمال یک چرخه حرارتی کنترل شده می‌تواند نیروی وادارندگی و مغناطش باقی مانده را بهبود بخشد و عملکرد نهایی آهنرباهای حاصل از نوارهای ذوب‌ریسی شده را ارتقا دهد [8,10].

مطالعات متعدد نشان داده‌اند که خواص مغناطیسی نوارهای ذوب‌ریسی شده Nd-Fe-B به شدت تحت تأثیر ترکیب شیمیایی و شرایط عملیات حرارتی قرار دارد [11]. به ویژه، حضور مقدار کافی عنصر Nd در ترکیب اولیه و انجام آنیل در شرایط بهینه، منجر به تبلور کامل فاز مغناطیسی سخت $B_{2Fe_{14}}$ با اندازه دانه کوچک‌تر از قطر بحرانی تک‌دامنه می‌شود که این امر افزایش مغناطش باقی مانده و نیروی وادارندگی را به همراه دارد. در مقابل، کاهش Nd یا افزایش دمای آنیل تا محدوده‌ای که موجب رشد بیش از حد دانه‌ها یا تشکیل فازهای نرمی همچون α -Fe و

شرکت Shenyang Xinchuang Resin Magnetic Materials Co., Ltd. (چین) تهیه شد. ناخالصی‌های موجود در پودر شامل کربن، نیتروژن، اکسیژن و سیلیسیم با مجموع زیر ۰/۳٪ است. ساختار بلوری پودرهای تهیه شده شامل فاز تتراگونال $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ است. این پودرها همسانگرد است و برای تولید آهنرباهای چسبیده شده استفاده می‌شوند و نیازی به اعمال میدان مغناطیسی برای جهت‌دهی ذرات ندارند و بنابراین فرایند تولید ساده‌تر و ارزان‌تر است.

این آلیاژ ابتدا در کوره القایی تحت اتمسفر گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد ذوب شد و سپس با استفاده از دستگاه ذوب‌ریسی تحت گاز محافظ (Protective Gas Melt Spinner) مستقر در سازمان جهاد دانشگاهی صنعتی شریف، به نوارهای آلیاژی تبدیل گردید. در این فرایند، مذاب با فشار ۴۵۰ میلی بار از نازل کوارتزی (با زاویه قابل تنظیم بین ۰ تا ۲۰ درجه) بر روی دیسک مسی به قطر ۲۵ سانتی‌متر در حال چرخش با سرعت ۲۵ متر بر ثانیه ریخته شد. دستگاه مذکور مجهز به سیستم خلأ با فشار نهایی ۵ تا ۱۰ میلی‌بار، کویل القایی با قطرهای ۴ و ۷ سانتی‌متر، و منبع تغذیه RF با توان ۱۵ کیلووات و فرکانس ۴۵۰ کیلوهرتز می‌باشد. این شرایط منجر به سرد شدن سریع مذاب و تشکیل نوارهای آلیاژی با ساختار بی‌شکل گردید.

به دلیل واکنش‌پذیری بالای آلیاژ Nd-Fe-B با اکسیژن و تأثیر نامطلوب فازهای اکسیدی بر خواص مغناطیسی، تمامی عملیات‌های حرارتی در کوره تیوبی با محفظه کوارتزی تحت اتمسفر گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد انجام شد. نمونه‌ها در سه دمای ۵۵۰، ۶۵۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد و سه زمان نگهداری ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه تحت عملیات آنیل قرار گرفتند. دقت دمایی کوره تیوبی ± 1 بود. برای دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد تنها زمان ۳۰ دقیقه بررسی شد. نرخ گرمایش برای تمام نمونه‌ها ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه بود و نمونه‌ها پس از پایان زمان نگهداری، همراه با کوره تا دمای اتاق سرد شدند (سردسازی در کوره). شکل (۱) دیاگرام دما - زمان مربوط به فرایند عملیات حرارتی نمونه‌ها را برای دماهای ۵۵۰، ۶۵۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد.

برای تعیین محدوده دمایی آغاز و پایان بلوری شدن فازهای مغناطیسی، آنالیز گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) با استفاده از دستگاه DSC 3 STAR System ساخت شرکت Mettler

Fe_3B شود، افت چشمگیر نسبت مربعی (Mr/Ms) و پایداری مغناطیسی را در پی خواهد داشت [11-13]. سپهری‌امین و همکاران در یک مطالعه مروری جامع تأکید کرده‌اند که شرایط عملیات حرارتی از طریق کنترل اندازه دانه، ترکیب شیمیایی مرزدهانه‌ها و نوع فازهای تشکیل شده، نقش تعیین‌کننده‌ای در برقراری تعادل میان نیروی وادارندگی و مغناطش باقی مانده ایفا می‌کند [7]. به طور خاص، حضور فاز مرزدهانه‌ای غیر فرومغناطیس غنی از Nd با ایجاد جداسازی مغناطیسی میان دانه‌های سخت، سبب افزایش وادارندگی می‌شود؛ در حالی که تماس مستقیم دانه‌ها و برقراری جفت‌شدگی تبادل در مرزها، بهبود مغناطش باقی مانده را به دنبال دارد [7].

با وجود مطالعات گسترده در زمینه تأثیر عملیات حرارتی بر خواص مغناطیسی نوارهای ذوب‌ریسی شده Nd-Fe-B، بررسی همزمان و نظام‌مند اثر دما و زمان آنیل بر ریزساختار، توالی تبلور فازها و ارتباط آن با خواص مغناطیسی در یک بازه زمانی و دمایی مشخص، کمتر مورد توجه قرار گرفته است. به ویژه، مطالعه تطبیقی رفتار تبلور در دماهای میانی (۶۵۰ درجه سانتی‌گراد) و دماهای بالاتر (۷۰۰ درجه سانتی‌گراد) و نیز شناسایی آستانه تشکیل فازهای نرم مغناطیسی در آلیاژ با ترکیب تجاری $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ ، از جمله مواردی است که در پژوهش‌های پیشین به طور جامع به آن پرداخته نشده است.

در این پژوهش، تأثیر دما (۵۵۰، ۶۵۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد) و زمان (۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه) عملیات آنیل بر ریزساختار، تحولات فازی و خواص مغناطیسی نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B تولید شده به روش ذوب‌ریسی مورد بررسی نظاممند قرار گرفته است. برای این منظور از آنالیزهای DSC، XRD، FE-SEM، EDS، نقشه‌برداری عنصری و VSM استفاده شد. هدف اصلی این مطالعه، تعیین شرایط بهینه عملیات حرارتی به منظور دستیابی به بیشینه نیروی وادارندگی و نسبت مربعی، همراه با حفظ ساختار نانوبلوری پایدار و جلوگیری از تشکیل فازهای نرم مغناطیسی است. نتایج این پژوهش می‌تواند در بهینه‌سازی فرایندهای صنعتی تولید آهنرباهای چسبی و پیش‌ماده‌های نانوبلوری Nd-Fe-B مورد استفاده قرار گیرد.

مواد و روش

در این پژوهش، آلیاژ مغناطیسی Nd-Fe-B با ترکیب شیمیایی اسمی $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ با خلوص بالای ۹۹/۵٪ از

دمای اتاق با استفاده از مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) ساخت شرکت کویر صنعت کاشان (مستقر در آزمایشگاه نیمه‌رسانا پژوهشگاه مواد و انرژی کرج) اندازه‌گیری شد. حداکثر میدان مغناطیسی اعمالی ۱۵ کیلو ارستد بود. پارامترهای مغناطش (M_s)، مغناطش باقی‌مانده (M_r)، نیروی وادارندگی (H_c) و نسبت مربعی (M_r/M_s) از حلقه‌های هیستریزاس استخراج شدند.

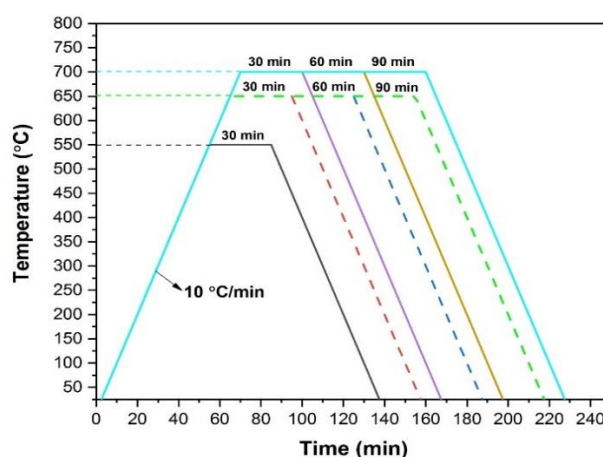
نتایج و بحث

برای تعیین دماهای مناسب عملیات آنیل و بررسی رفتار تبلور نمونه‌های بی‌شکل Nd-Fe-B، آنالیز گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) انجام شد. شکل (۲) نمودار DSC نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B تولید شده به روش ذوب‌ریسی را با نرخ گرمایش ۵ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه نشان می‌دهد. این آنالیز دو پیک گرمازا را در دماهای حدود ۵۳۵ و ۶۴۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. پیک اول به تبلور فاز واسط $Nd_2 Fe_2 B_3$ از زمینه بی‌شکل نسبت داده می‌شود و پیک دوم مربوط به تبدیل این فاز به فاز مغناطیسی سخت $Nd_2 Fe_{14} B$ است [14-16]. بر این اساس، دمای ۵۳۵ درجه سانتی‌گراد برای بررسی مراحل اولیه تبلور و دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد (نزدیک به پیک دوم) برای دستیابی به تبلور کامل فاز سخت انتخاب شد.

در شکل (۳ - الف) الگوی XRD نمونه بدون عملیات حرارتی (As-spun) نشان داده شده است. عدم حضور پیک‌های پراش مشخص و وجود یک برآمدگی پهن در بازه زاویه‌ای ۲۰ تا ۴۵ درجه، تأیید کننده ساختار کاملاً بی‌شکل نوارهای تولیدی است. این ساختار بی‌شکل ناشی از نرخ سرمایش بسیار بالای فرایند ذوب‌ریسی (حدود 10^6 کلوین بر ثانیه)، است که از تشکیل نظم بلوری جلوگیری می‌کند. این نتیجه با آنالیز DSC (شکل ۲) که فاقد هرگونه پیک تبلور در دمای اتاق است، همخوانی کامل دارد.

الگوی XRD نمونه آنیل شده در دمای ۵۳۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه در شکل (۳ - ب) ارائه شده است. یک پیک تیز در زاویه ۴۵ درجه ظاهر شده است که با صفحه (۱۴۵) فاز $Nd_2 Fe_2 B_3$ مطابقت دارد (کارت مرجع ۹۶-۰۹۱۱-۱۵۱) [14]. با این حال، زمینه همچنان ساختاری عمدتاً بی‌شکل دارد و سایر پیک‌های بلوری مشاهده نمی‌شود. این امر نشان می‌دهد که در این دما، تنها تبلور موضعی و ناقص رخ داده و فاز $Nd_2 Fe_{14} B$ هنوز تشکیل نشده است. این رفتار با

Toledo در پژوهشگاه مواد و انرژی کرج انجام شد. آزمون تحت اتمسفر گاز آرگون با دبی ۵۰ میلی‌لیتر بر دقیقه و نرخ گرمایش ۵ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه روی نمونه‌ای به جرم ۱۵/۶ میلی‌گرم صورت گرفت. نتایج این آنالیز، مبنای انتخاب دماهای عملیات آنیل قرار گرفت. دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد برای دستیابی به تبلور کامل فاز $Nd_2 Fe_{14} B$ و دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد برای بررسی تأثیر دمای بالاتر بر تشکیل فازهای ثانویه و رشد دانه‌ها انتخاب شدند. آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) برای بررسی ترکیب فازی و ساختار بلوری نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پراش سنج D8 ADVANCE powder diffractometer انجام شد. پرتو مورد استفاده از نوع $Cu K\alpha$ با طول موج ۱/۵۴۲ آنگستروم بود. الگوهای پراش در بازه زاویه‌ای $2\theta = 20$ تا 80 با سرعت پیمایش ۱ درجه بر دقیقه و گام ۰/۰۵ درجه ثبت شدند.

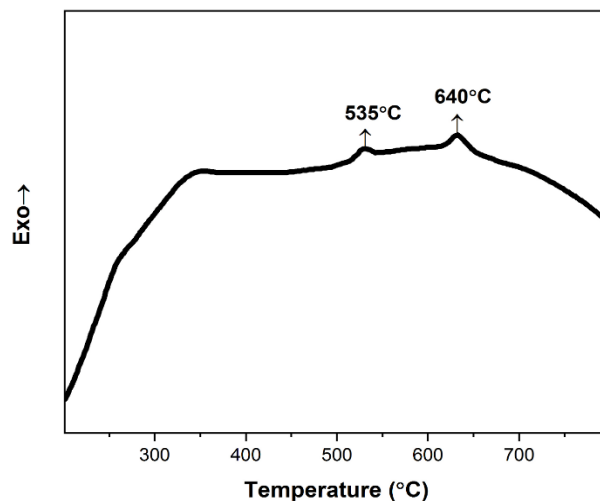


شکل ۱ دیاگرام دما - زمان عملیات آنیل نمونه‌های آلیاژی بی‌شکل Nd-Fe-B

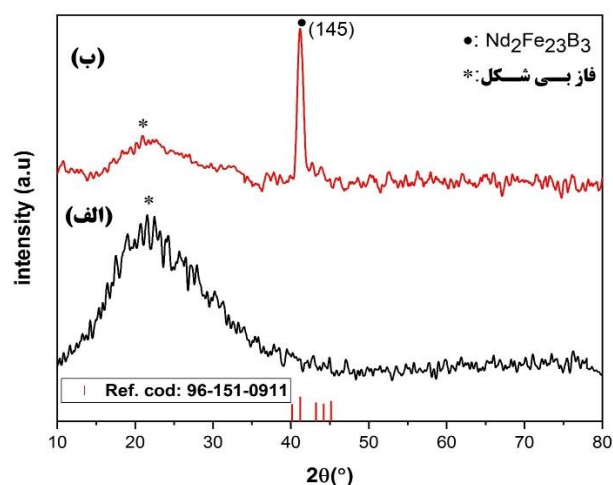
ریزساختار و ترکیب شیمیایی نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) مدل MIRA3 FEG-SEM ساخت جمهوری چک در ولتاژ شتاب دهنده ۱۵ کیلوولت مورد بررسی قرار گرفت. این دستگاه به طیف‌سنج پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) مجهز بود و برای آنالیز نقطه‌ای، خطی و نقشه‌برداری عنصری (Elemental Mapping) عناصر آهن، نئودیمیم و بور به کار گرفته شد. نمونه‌ها با استفاده از نوار چسب کربنی رسانا بر روی پایه آلومینیومی نصب و تصویربرداری شد. برای تعیین اندازه ذرات از نرم‌افزار ImageJ استفاده شد. خواص مغناطیسی نوارها در

مشخص فاز مغناطیسی سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (مطابق کارت مرجع: ۸۷۱۹-۱۰۰-۹۶) با ساختار بلوری تتراگونال و گروه فضایی $P4_2/mnm$ به صورت ضعیف و محدود ظاهر شده‌اند، که نشان دهنده آغاز تبلور از زمینه بی‌شکل است. زمینه همچنان فاز نیمه‌بی‌شکل با پیک‌های پهن و دامنه نسبتاً کم، حاکی از تشکیل اولیه نانوکریستال‌ها در بستر فاز بی‌شکل است [15]. با افزایش زمان آنیل به ۶۰ دقیقه (شکل ۴ - ب)، شدت پیک‌های $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ افزایش چشم‌گیری یافته و پهنای آن‌ها کاهش می‌یابد. این امر نشان می‌دهد که رشد بلورها ادامه یافته و اندازه دانه‌ها افزایش یافته‌اند، در حالی که هنوز اثری از فازهای ثانویه نظیر $\alpha\text{-Fe}$ مشاهده نمی‌شود. این ساختار را می‌توان به یک فاز نانوبلوری نسبت داد که از لحاظ مغناطیسی بسیار مطلوب است. در نمونه آنیل شده به مدت ۹۰ دقیقه (شکل ۴ - ج)، شدت پیک‌های بلوری بیشتر شده ولی تنها پیک‌های $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ قابل مشاهده‌اند و فازهای ثانویه در نمودار حضور ندارند. این موضوع بیانگر آن است که آنیل در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد حتی در زمان طولانی (تا ۹۰ دقیقه) منجر به تبلور کامل $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ نمی‌شود، بدون آنکه فاز نرم مغناطیسی $\alpha\text{-Fe}$ تشکیل شود. چنین رفتاری نشان دهنده پایداری دامنه نانوبلوری در این دما است و با بالاترین مقدار نیروی وادارندگی و مربعی بودن مغناطیسی همراه است. این مشاهدات کاملاً با نتایج آنالیز DSC هماهنگ هستند که در آن، پیک اول مربوط به آغاز تبلور در حدود ۵۳۵ - ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و پیک دوم در نزدیکی ۶۴۰ درجه سانتی‌گراد به عنوان پایان تبلور و شروع تشکیل احتمالی فازهای ثانویه ظاهر شده است. با توجه به اینکه در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد پیک دوم آنالیز DSC در حال تکمیل است، انتظار می‌رود که تبلور کامل فاز $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ بدون تشکیل فاز نرم $\alpha\text{-Fe}$ صورت گیرد؛ موضوعی که به وضوح در داده‌های XRD نیز تأیید می‌شود [16].

گزارش‌های پیشین از جمله مطالعه شچتینین و همکاران [9] مطابقت دارد که تشکیل تدریجی فازهای بلوری را در نوارهای ذوب‌ریسی شده Nd-Fe-B گزارش کرده‌اند.

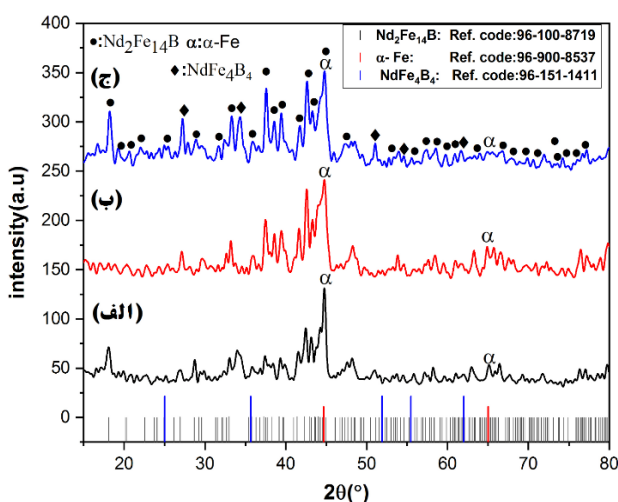


شکل ۲ نمودار DSC نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B تولید شده به روش ذوب‌ریسی



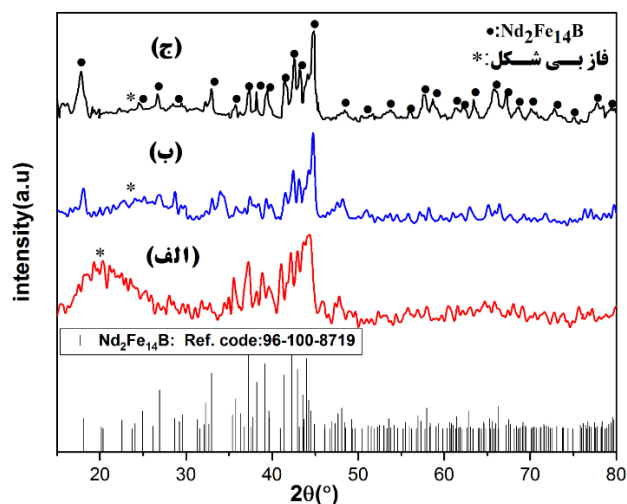
شکل ۳ الگوی پراش اشعه ایکس نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B : (الف) بی‌شکل، (ب) آنیل شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه در شکل (۴) سه الگوی پراش مربوط به نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب به مدت ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه نمایش داده شده‌اند. با مقایسه این الگوها با نتایج مربوط به دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد (که در آن تنها یک پیک بلوری ضعیف در زمینه‌ای عمدتاً فاز بی‌شکل مشاهده شد)، می‌توان روند تدریجی تبلور و رشد ساختار بلوری را در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به وضوح مشاهده کرد. در الگوی XRD شکل (۴ - الف) (آنیل ۳۰ دقیقه)، پیک‌های

مقایسه الگوهای XRD در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد با نتایج دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد (شکل ۴) نشان می دهد که افزایش دما به ۷۰۰ درجه سانتی گراد موجب تخریب ساختار نانوبلوری، رشد چشم گیر دانه ها و تشکیل فازهای نرم و ثانویه می شود. این تغییرات ریزساختاری افت شدید نیروی وادارندگی و نسبت مربعی را در پی خواهد داشت [18].



شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه آلیاژی بی شکل Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد به مدت: (الف) ۳۰ دقیقه، (ب) ۶۰ دقیقه و (ج) ۹۰ دقیقه

بر اساس نتایج آزمون DSC و تحلیل های XRD، مسیر تبلور نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B شامل یک روند چندمرحله ای است که از فاز آمورف و فاز واسط $Nd_2Fe_{14}B$ آغاز شده و به تشکیل فاز مغناطیسی سخت $Nd_2Fe_{14}B$ منتهی می شود. در آنالیز DSC، دو پیک گرمازا به ترتیب در دماهای ۵۳۵ و ۶۴۰ درجه سانتی گراد مشاهده شد. پیک اول مربوط به تبلور فاز واسط $Nd_2Fe_{14}B$ از زمینه بی شکل و پیک دوم مربوط به تبدیل این فاز به $Nd_2Fe_{14}B$ است [12,19]. آنیل در دمای ۵۳۵ درجه منجر به تشکیل اولیه فاز $Nd_2Fe_{14}B$ شد، در حالی که آنیل در دمای ۶۵۰ درجه سبب تجزیه کامل این فاز و تشکیل $Nd_2Fe_{14}B$ گردید. با افزایش دما به ۷۰۰ درجه، علاوه بر فاز سخت، فاز نرم α -Fe نیز ظاهر شد که تأثیر منفی بر خواص مغناطیسی دارد. این روند با گزارش های چنگ و همکاران [12] و مایو و همکاران [19] مطابقت دارد. بر این اساس، مسیر تبلور وابسته به دما به صورت زیر قابل بیان است:



شکل ۴ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه آلیاژی بی شکل Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد به مدت: (الف) ۳۰ دقیقه، (ب) ۶۰ دقیقه و (ج) ۹۰ دقیقه

شکل (۵) الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه های آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد را به مدت ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه نشان می دهد. در نمونه آنیل شده به مدت ۳۰ دقیقه (شکل ۵ - الف)، علاوه بر پیک های فاز $Nd_2Fe_{14}B$ ، پیک های نسبتاً قوی از فاز نرم α -Fe (کارت مرجع ۹۶-۹۰۰-۸۵۳۷، ساختار مکعبی مرکزپر، گروه فضایی Im-3m) در زوایای حدود ۴۵ و ۶۵ درجه ظاهر شده اند. حضور α -Fe در این زمان کوتاه نشان می دهد که دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد حتی در مراحل اولیه آنیل نیز موجب آزاد شدن آهن و تشکیل فاز نرم مغناطیسی می شود. کاهش پهنای پیک های $Nd_2Fe_{14}B$ نیز بیانگر رشد قابل توجه دانه ها و فاصله گرفتن از ساختار نانوبلوری مطلوب است.

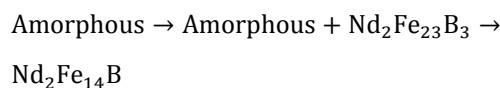
با افزایش زمان به ۶۰ دقیقه (شکل ۵ - ب)، شدت پیک های α -Fe افزایش یافته و پیک های $Nd_2Fe_{14}B$ نیز باریک تر و بلندتر می شوند. این روند نشان دهنده تبلور بیشتر و ادامه رشد دانه هاست. هر چند فاز سخت همچنان حضور غالب دارد، اما حضور چشم گیر α -Fe اثر مخربی بر نیروی وادارندگی خواهد داشت [17].

در نمونه آنیل شده به مدت ۹۰ دقیقه (شکل ۵ - ج)، پیک های α -Fe و $Nd_2Fe_{14}B$ با شدت و باریکی بیشتر ظاهر شده اند. همچنین پیک های ضعیفی از فاز ثانویه $NdFe_4B_4$ (کارت مرجع ۹۶-۱۵۱-۱۴۱۱) در زوایای مشخصی قابل مشاهده است که حاصل واکنش های بین فازی در دما و زمان بالا است.

درجه سانتی گراد (شکل ۷) و نمونه آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد (شکل ۸) به ترتیب برای زمان‌های نگهداری ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه ارائه شده‌اند. در هر تصویر، نمای کلی سطح شکست نوارها در مقیاس میکرومتری (تصویر الف) و نمای بزرگ‌نمایی شده از سطح نمونه در مقیاس نانومتری (تصاویر ب تا ج) ارائه شده است. همچنین برای بررسی توزیع اندازه ذرات و تعیین میانگین اندازه ذرات، هیستوگرام نمونه‌های آنیل شده در دماهای ۶۵۰ و ۷۰۰ درجه سانتی گراد داخل تصاویر FE-SEM وارد شده است.

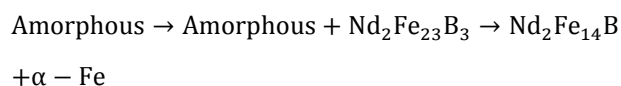
شکل (۶) تصاویر FE-SEM از سطح مقطع شکست نوار آلیاژی Nd-Fe-B در حالت بدون آنیل را نشان می‌دهد. تصویر (الف) نمای کلی از سطح مقطع شکست را در مقیاس میکرومتری ارائه می‌دهد. سطح شکست صاف و فاقد ترک‌های میانه‌ای است و هیچ نشانه‌ای از دانه‌بندی بلوری مشاهده نمی‌شود. تصویر (ب) با بزرگ‌نمایی بالاتر، عدم وجود مرز دانه‌های مشخص و ساختاری کاملاً همگن را نشان می‌دهد که تأیید کننده ماهیت آمورف نوارهای تولیدی است. با این حال نمودار هیستوگرام وارد شده در تصویر با بزرگ‌نمایی بالاتر نشان می‌دهد که میانگین اندازه زیردانه‌ها تقریباً در محدوده ۷۳ نانومتر قرار دارد. این مشاهده با الگوی XRD نمونه بدون آنیل (شکل ۳- الف) که تنها یک برآمدگی پهن در بازه ۲۰ تا ۴۵ درجه نشان می‌دهد، کاملاً همخوانی دارد. ساختار بی‌شکل اولیه ناشی از نرخ سردسازی بسیار بالا (در حدود ۱۰^۶ K/s) در فرایند ذوب‌ریسی است که از تبلور فازهای مغناطیسی جلوگیری می‌کند [7].

دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد:



(۱)

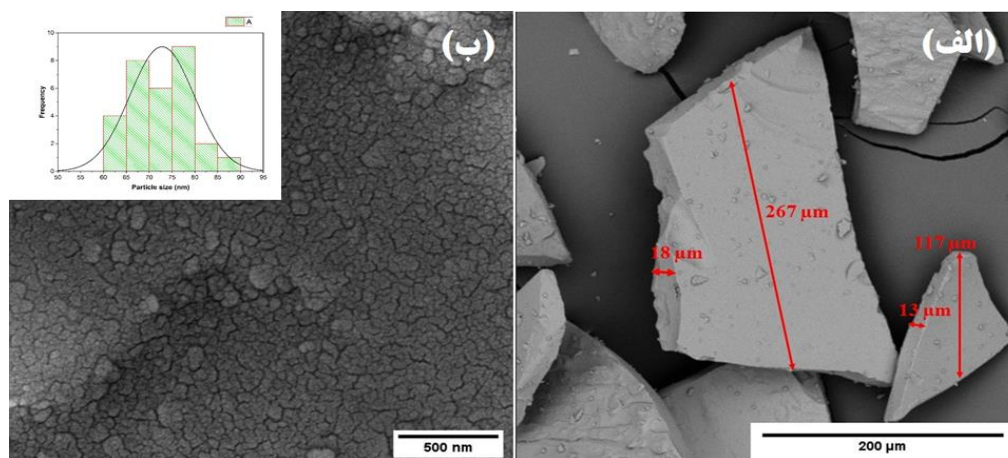
دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد:



(۲)

در این فرآیند، کنترل دقیق دمای آنیل و زمان نگهداری برای جلوگیری از رشد بیش از حد دانه‌ها و تشکیل فاز نرم α -Fe اهمیت زیادی دارد. رشد کنترل نشده دانه‌ها و حضور فازهای نرم مغناطیسی موجب کاهش نیروی وادارندگی و افت نسبت مربعی می‌شود. مطالعات پیشین نیز نشان داده‌اند که در نوارهای ذوب‌ریسی شده Nd-Fe-B، عملیات حرارتی در دماهای بالاتر از دمای انتقال شیشه‌ای، اتم‌ها انرژی حرارتی کافی برای جابه‌جایی و بازآرایی ساختاری پیدا می‌کنند. این جابه‌جایی‌ها منجر به جوانه‌زنی و رشد بلورهای Nd₂Fe₁₄B می‌شود [7]، اما انتخاب دمای بهینه برای دستیابی به ساختار نانوبلوری تک‌فاز ضروری است.

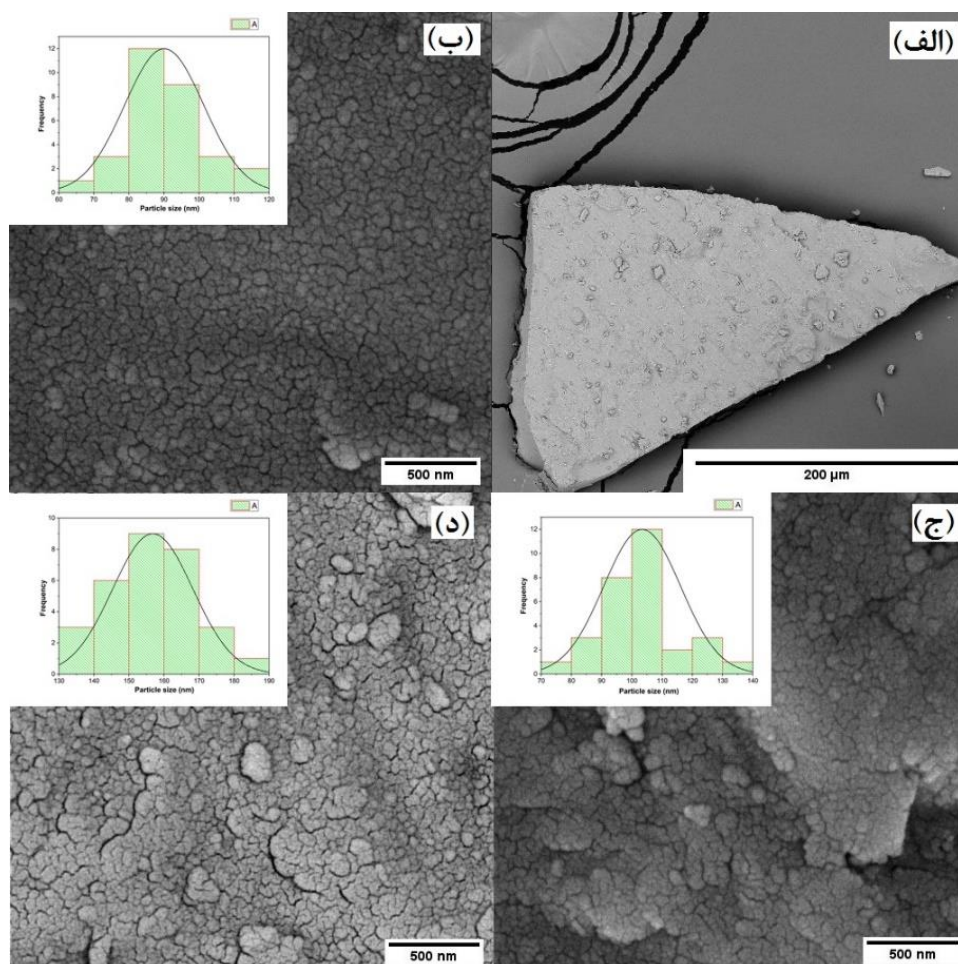
در شکل‌های (۶) تا (۸) تصاویر FE-SEM از سطح نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B در سه حالت مختلف شامل نمونه بدون آنیل (شکل ۶)، نمونه آنیل شده در دمای ۶۵۰



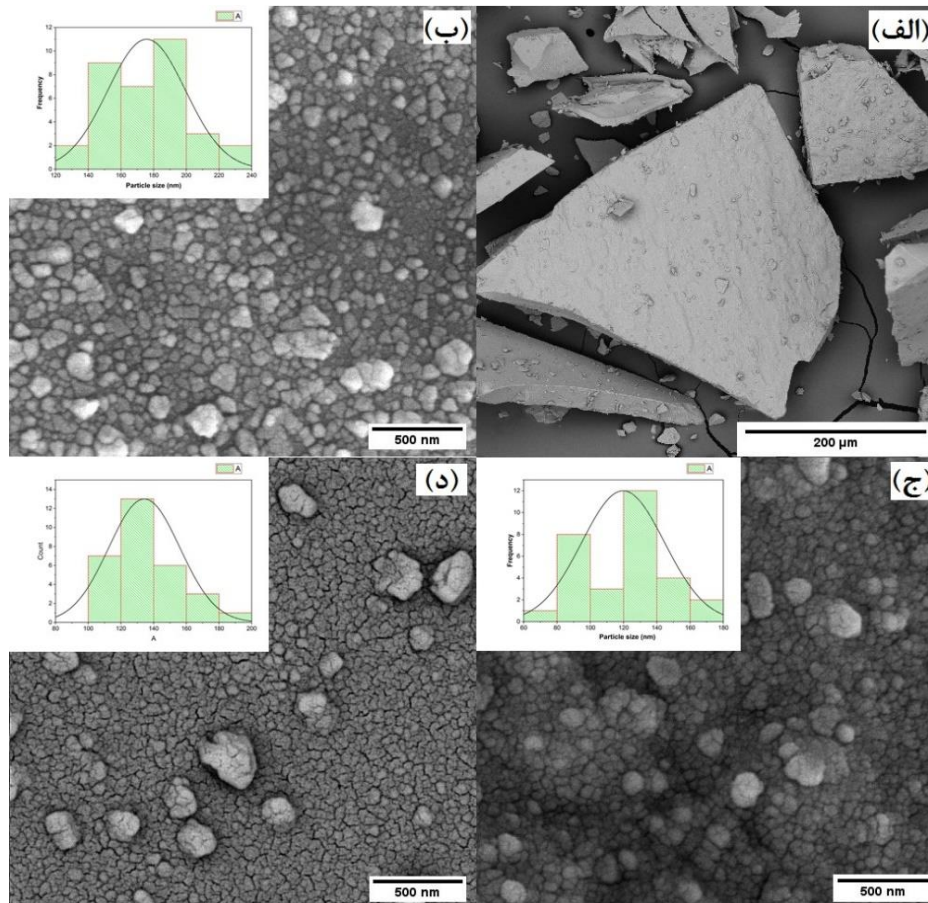
شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) از سطح نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B در حالت بدون آنیل: (الف) نمای کلی از سطح نمونه در مقیاس میکرومتری و (ب) نمای بزرگ‌نمایی شده از سطح نمونه در مقیاس نانومتری

واضح تر شده اند. میانگین اندازه دانه ها در محدوده ۱۰۴ نانومتر قرار دارد. در این مرحله، بخش عمده ای از فاز سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ بلوری شده و الگوی XRD (شکل ۴ - ب) افزایش شدت و کاهش پهنای پیک های این فاز را تأیید می کند. هیچ نشانه ای از تشکیل فاز نرم $\alpha\text{-Fe}$ در این نمونه مشاهده نمی شود. شکل (۷ - د) تصاویر مربوط به نمونه آنیل شده به مدت ۹۰ دقیقه را نشان می دهد. میانگین اندازه دانه ها تقریباً در محدوده ۱۵۶ نانومتر قرار دارد و ساختار نانوبلوری یکنواختی شکل گرفته است. عدم مشاهده دانه های درشت یا نواحی جدایش یافته، بیانگر پایداری ساختار نانوبلوری در این شرایط است. این وضعیت مطلوب ترین ریزساختار برای دستیابی به خواص مغناطیسی بهینه محسوب می شود.

شکل (۷ - الف و ب) تصاویر FE-SEM از سطح مقطع شکست نمونه آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه را نشان می دهد. تصویر (الف) نمای کلی قطعات نوار را با سطحی نسبتاً صاف و ترک های میان دانه ای محدود نشان می دهد. در تصویر بزرگ نمایی شده (ب)، آغاز تشکیل دانه های نانومتری فاز $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ از زمینه بی شکل مشاهده می شود. میانگین اندازه دانه ها و ریزدانه ها به دست آمده از هیستوگرام تقریباً محدوده ۹۰ نانومتر را نشان می دهد و بخش قابل توجهی از زمینه همچنان بی شکل باقی مانده است. الگوی XRD این نمونه (شکل ۴ - الف) نیز پیک های ضعیف فاز $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ را نشان می دهد که مؤید شروع تبلور است. با افزایش زمان آنیل به ۶۰ دقیقه (شکل ۷ - ج)، رشد دانه ها ادامه یافته و مرز دانه ها



شکل ۷ تصاویر FE-SEM از سطح مقطع شکست نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد: (الف و ب) ۳۰ دقیقه، (ج) ۶۰ دقیقه و (د) ۹۰ دقیقه

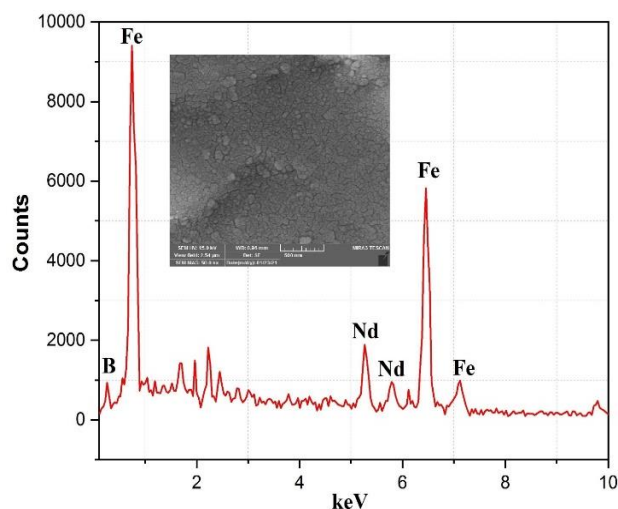


شکل ۸ تصاویر FE-SEM از سطح مقطع شکست نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد: (الف) نمای کلی، (ب) ۳۰ دقیقه، (ج) ۶۰ دقیقه و (د) ۹۰ دقیقه

است. این مشاهده با نتایج XRD (شکل ۵ - الف) تطابق دارد، چرا که در آن، پیک‌های اولیه‌ای از فاز α -Fe ظاهر شده‌اند که احتمال تشکیل جزئی این فاز در مراحل ابتدایی آنیل در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد را تقویت می‌کند. بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که گرچه در این مرحله هنوز رشد غیر عادی برخی دانه‌ها به مقیاس بالا نرسیده است، اما تغییرات اولیه در ساختار و ترکیب فازی آغاز شده است [15]. در نمونه آنیل شده به مدت ۶۰ دقیقه (شکل ۸ - ج)، اندازه برخی دانه‌ها بیش از ۲۵۰ نانومتر افزایش یافته است که نشان دهنده رشد غیر عادی دانه‌ها هست و مرز دانه‌ها نسبت به نمونه‌های ۶۵۰ درجه واضح‌تر هستند. اما میانگین اندازه دانه‌های به دست آمده از هیستوگرام تقریباً در محدوده ۱۲۰ نانومتر قرار دارد. افزایش اندازه و کثرت ذرات در تصویر SEM بیانگر رشد دانه‌های $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ و شروع تفکیک فاز به نواحی غنی از آهن است. این شرایط، احتمال حضور فاز نرم α -Fe را افزایش می‌دهد که می‌تواند باعث افت

تصاویر FE-SEM نمونه‌های آنیل شده در ۷۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه (شکل ۸)، شروع رشد سریع دانه‌ها را نسبت به دمای پایین‌تر (۶۵۰ درجه سانتی گراد) نشان می‌دهند. در تصویر کلی سطح نمونه (الف)، تکه‌های شکسته با لبه‌های خشن‌تر و ترک‌های میان‌دانه‌ای بیشتر نسبت به دمای ۶۵۰ درجه ظاهر شده‌اند. در تصویر بزرگ‌نمایی شده (ب)، ساختار سطحی شامل دانه‌هایی با اندازه متوسط تقریباً ۱۷۵ نانومتر مشاهده می‌شود. اندازه‌گیری به دست آمده از نمودار هیستوگرام نشان می‌دهد میانگین اندازه دانه‌ها نسبت به نمونه‌های آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی گراد بزرگ‌تر است، همچنین ویژگی‌های کیفی تصویر از جمله ظاهر نسبتاً درشت‌تر دانه‌ها و کثرت روشن‌تر برخی نواحی می‌تواند نشان‌دهنده آغاز فرایند رشد دانه‌ها و احتمالاً شروع تفکیک فاز یا جوانه‌زنی فاز نرم α -Fe در مراحل اولیه باشد. این پدیده به ویژه در نواحی روشن‌تر تصویر که مرز دانه‌ها کم‌رنگ‌تر و مشخصه‌های سطح کمتر واضحند، مشهود

در روش EDS، انتظار می‌رود شدت آن پایین‌تر باشد.



شکل ۹ طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDS) از نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B در حالت بدون آنیل. تصویر SEM درج شده نشان دهنده ناحیه مورد بررسی در آنالیز EDS است

طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDS) برای بررسی ترکیب عنصری نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه انجام شد و نتایج آن در شکل (۱۰) نمایش داده شده است. همچنین آنالیز کیفی از ناحیه مشخص شده با حرف A در شکل (۱۰) وارد شده است. این تحلیل نشان داد که عناصر اصلی شامل آهن (Fe)، نئودیمیوم (Nd) و بور (B) به صورت یکنواخت در نمونه توزیع شده‌اند. طیف EDS از ناحیه مشخص شده ترکیب شیمیایی این منطقه را نشان می‌دهد. حضور پیک‌های قوی Fe در انرژی‌های ۰/۷ keV، ۶/۴ keV و ۷/۱ keV تأیید کننده غلظت بالای این عنصر و تشکیل فاز اصلی $B_2 Fe_{14} Nd$ است. همچنین، پیک‌های مربوط به Nd در انرژی‌های ۵/۲ keV و ۵/۷ keV نشان دهنده تشکیل موفقیت‌آمیز فاز سخت مغناطیسی $B_2 Fe_{14} Nd$ است. شدت کمتر پیک B (۰/۱۸ keV) به دلیل سطح مقطع پراکندگی کم این عنصر در EDS است، اما حضور آن در ساختار، حفظ ترکیب شیمیایی مورد نظر را تأیید می‌کند. علاوه بر این، عدم مشاهده عناصر ناخالصی یا اکسیژن در طیف‌های آنالیز عنصری نشان می‌دهد که در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد، اکسیداسیون ناچیزی رخ داده و شرایط آنیل به خوبی کنترل شده است [19]. همچنین آنالیز کمی EDS نشان می‌دهد که ترکیب شیمیایی نمونه به

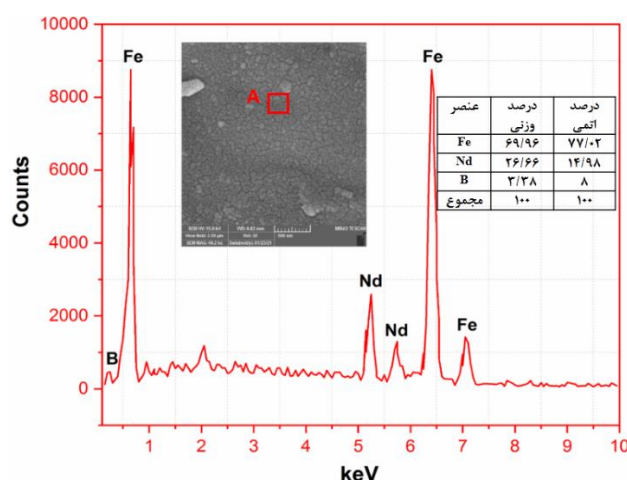
نیروی وادارندگی شود. در تصویر مربوط به آنیل ۹۰ دقیقه در ۷۰۰ درجه (شکل ۳ - د)، برخی دانه‌ها رشد چشم‌گیری یافته‌اند (بیش از ۳۰۰ نانومتر) که علت آن افزایش زمان و دمای آنیل است که برخی دانه و ریزدانه‌ها برای کاهش انرژی سطحی خود به ذرات درشت‌تر متصل شده و باعث رشد غیر عادی برخی دانه‌ها شده است. این امر باعث غیر یکنواختی ریزساختار می‌شود و به شدت باعث افت خواص مغناطیسی می‌شود. در برخی نواحی، دانه‌هایی با ظاهر برجسته‌تر و کتراست روشن‌تر به چشم می‌خورند. این ویژگی‌ها می‌تواند نشان‌دهنده تفکیک ساختاری و تشکیل فازهای ثانویه در اثر رشد بیش از حد دانه‌ها و ناپایداری حرارتی باشد. به طور خاص، نواحی کروی شکل و روشن‌تر در تصویر که مرزدانه‌ها در آن‌ها کمتر قابل تشخیص هستند، احتمال حضور فاز نرم α -Fe را مطرح می‌کنند. علاوه بر این، بر اساس الگوی XRD مربوط به همین نمونه (شکل ۵ - ج)، پیک‌های مشخصی از فاز ثانویه $NdFe_4 B_4$ نیز مشاهده شده‌اند. حضور این فاز، که معمولاً در شرایط دما و زمان بالا و در اثر برهم‌کنش بین نواحی غنی از Nd و آهن آزاد تشکیل می‌شود، بیانگر آغاز تفکیک فازی پیشرفته در ساختار نانوبلوری اولیه است. این تغییرات فازی و رشد دانه‌ها با کاهش اثرات قفل‌شدگی مرزدانه‌ای همراه خواهد بود و می‌تواند منجر به افت خواص مغناطیسی مانند نیروی وادارندگی شود. بنابراین، تصویر SEM این نمونه نه تنها نشانه‌هایی از رشد غیرعادی اندازه دانه‌ها را نشان می‌دهد، بلکه می‌تواند به عنوان مؤید تشکیل فازهای α -Fe و $NdFe_4 B_4$ که در الگوی XRD نیز ثبت شده‌اند، در نظر گرفته شود. در این مرحله، ساختار نمونه از حالت نانوبلوری یکنواخت فاصله گرفته و به سمت ساختار چندفازی و ناهمگن با دانه‌های درشت و فازهای نرم پیش رفته است.

شکل (۹) طیف EDS مربوط به نمونه نوار آلیاژی Nd-Fe-B در حالت بدون آنیل همراه با تصویر SEM ناحیه تحلیل شده را نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌شود، پیک‌های مشخص عناصر Fe، Nd و B در طیف ظاهر شده‌اند. پیک Fe با شدت بالا در انرژی‌های حدود ۰/۷ keV، ۶/۴ keV و ۷/۱ keV قابل مشاهده است، در حالی که پیک‌های عنصر Nd در انرژی‌های حدود ۵/۲ keV و ۵/۷ keV ظاهر شده‌اند. حضور عنصر B نیز با پیک ضعیف در حدود ۰/۱۸ keV قابل شناسایی است که به دلیل سطح مقطع پایین پراکندگی این عنصر

با نقشه‌برداری عنصری دارد. علاوه بر این، این توزیع یکنواخت با تصاویر FE-SEM نیز مطابقت دارد، زیرا هیچ تجمع موضعی عناصر که ممکن است منجر به رشد بیش از حد دانه‌ها شود، مشاهده نشد. در مجموع، نتایج نقشه‌برداری عنصری تأیید می‌کند که در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد، ترکیب عنصری یکنواخت حفظ شده، از تشکیل فازهای نامطلوب جلوگیری شده و ساختار بهینه‌ای برای دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب ایجاد شده است [15].

شکل (۱۲) طیف EDS مربوط به نمونه آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه را همراه با تصویر SEM ناحیه برداشت طیف نشان می‌دهد. همچنین آنالیز کیفی از ناحیه مشخص شده با حرف A در شکل (۱۰) وارد شده است. در این تصویر، ناحیه‌ای با دانه‌های نسبتاً درشت و کتراست روشن‌تر برای آنالیز انتخاب شده است. در طیف به دست آمده، پیک‌های اصلی عناصر Fe، Nd و B قابل مشاهده هستند. نسبت شدت پیک $K\alpha$ عنصر Fe (در انرژی حدود ۶/۴ keV) به پیک $L\alpha$ عنصر Nd (در انرژی حدود ۵/۲ keV) رسیده است، در حالی که این نسبت در نمونه‌های آمورف و آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب حدود ۳ و ۳/۳ بود. این امر افزایش بیش از ۴۳ درصد نسبت به نمونه آمورف و بیش از ۳۰ درصد نسبت به نمونه آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. این تغییر، همراه با نتایج الگوی XRD نمونه آنیل شده در ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد که در آن پیک‌های مشخصی از فاز نرم α -Fe ظاهر شده‌اند، می‌تواند نشان دهنده آغاز جدایش فازی و تشکیل موضعی فاز آهن آلفا باشد. این نتایج تأیید می‌کند که در این دمای بالاتر، ساختار در حال گذار به حالت چندفازی است [۱۵]. همچنین نتایج به دست آمده از آنالیز کمی نشان می‌دهد که درصد وزنی و اتمی عنصر آهن بیش از مقدار ترکیب آلیاژ $Nd_{1.5}Fe_{7.7}B_8$ است که مؤید حضور آهن آزاد به صورت فاز نرم α -Fe در نمونه مورد نظر است. در الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به نمونه آنیل شده در ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۵) پیک‌های مربوط به فاز آهن آلفا به علت همپوشانی با پیک‌های فاز $Nd_2Fe_{14}B$ به خوبی مشخص نیست؛ برای تأیید وجود فاز آهن آلفا تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک بالا (HRTEM) برای نمونه آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه در شکل (۱۳) نمایش داده شده است. تصویر

ترکیب $Nd_{1.5}Fe_{7.7}B_8$ که دارای فاز $Nd_2Fe_{14}B$ است نزدیک است.

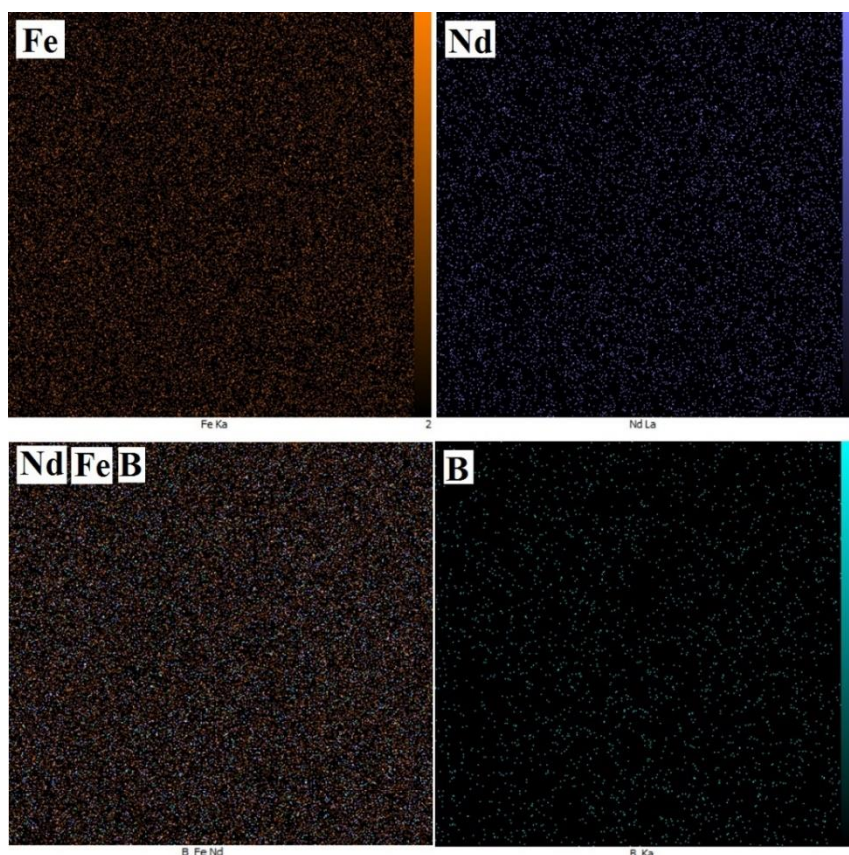


شکل ۱۰ طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDS) از نوارهای آلیاژ Nd-Fe-B آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد. تصویر SEM درج شده نشان دهنده ناحیه مورد بررسی در آنالیز EDS است. ناحیه A نشان دهنده مقادیر کمی عناصر

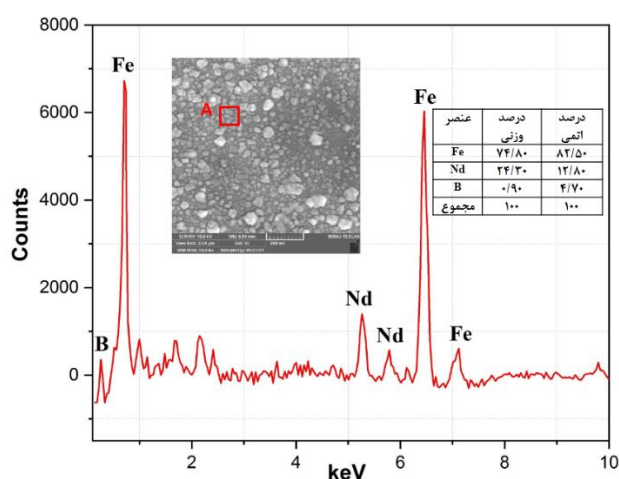
نقشه‌برداری عنصری (Elemental Mapping) نمونه آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد، نمایش داده شده در شکل (۱۱)، برای بررسی توزیع عناصر آهن (Fe)، نئودیمیوم (Nd) و بور (B) انجام شد. نتایج نشان داد که این عناصر به طور یکنواخت در سراسر نمونه توزیع شده‌اند، که نشان دهنده همگنی ترکیب و عدم وقوع جدایش فازی قابل توجه در این دما است. توزیع Fe گسترده و یکنواخت است که تأیید کننده تشکیل موفقیت‌آمیز فاز مغناطیسی سخت $Nd_2Fe_{14}B$ است، در حالی که عدم مشاهده نواحی غنی از Fe نشان می‌دهد که فاز نرم α -Fe به میزان قابل توجهی تشکیل نشده است. نقشه‌برداری Nd نیز نشان داد که این عنصر به خوبی در ساختار پراکنده شده و هیچ نشانه‌ای از جدایش موضعی در آن مشاهده نمی‌شود. در نقشه‌برداری B، با وجود شدت سیگنال کمتر نسبت به Fe و Nd، توزیع یکنواخت این عنصر نشان دهنده حفظ ترکیب شیمیایی فاز مغناطیسی سخت $Nd_2Fe_{14}B$ بدون کمبود عنصر بور است. نقشه ترکیبی عناصر Fe، Nd و B نیز تأیید کرد که نمونه فاقد تفکیک فازی است و ساختار مطلوبی دارد. مقایسه این نتایج با XRD نشان داد که در این دما، شدت پیک‌های فاز $Nd_2Fe_{14}B$ افزایش یافته و پیک‌های مرتبط با فاز نرم α -Fe ناچیز هستند، که همخوانی خوبی

آهن آلفا است. همچنین صفحات بلوری (۱۰۵) و (۲۰۴) مربوط به فاز مغناطیسی سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ است.

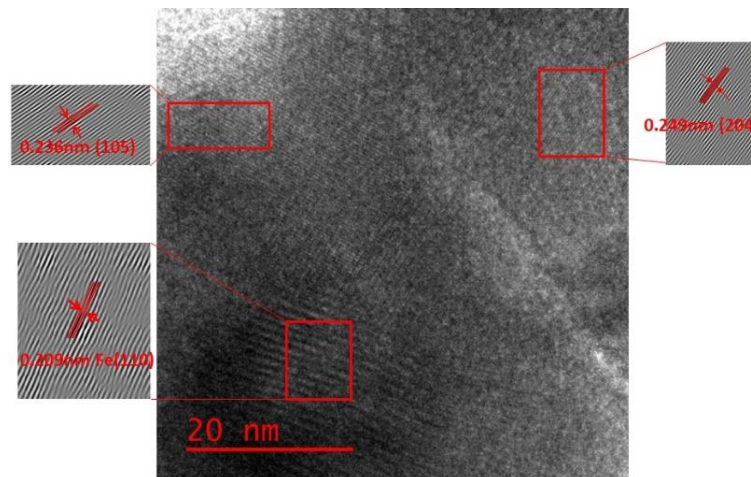
HRTEM به وضوح صفحات بلوری فازهای تشکیل دهنده را نشان می‌دهند. در شکل (۱۳) صفحه بلوری (۱۱۰) مربوط فاز



شکل ۱۱ نقشه‌برداری عنصری (Elemental Mapping) از نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد برای عناصر آهن (Fe)، نئودیمیم (Nd) و بور (B) به صورت جداگانه و نقشه ترکیبی آن‌ها در تصویر پایین سمت چپ.



شکل ۱۲ طیف‌سنجی پراکندگی انرژی (EDS) از نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد. تصویر SEM درج‌شده نشان دهنده ناحیه مورد بررسی در آنالیز EDS است. ناحیه A نشان دهنده مقادیر کمی عناصر است



شکل ۱۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (HRTEM) نمونه آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه

ندارد، اما با ایفای نقش واسطه در تسهیل تبلور و افزایش نظم موضعی ساختار، می‌تواند زمینه را برای تشکیل فازهای سخت‌تر $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ و بهبود خواص مغناطیسی فراهم آورد [21,23]. از منظر میکروساختاری، ساختار بی‌شکل فاقد نواحی مغناطیسی به مشخص و منظم است و در آن، دیواره‌های حوزه مغناطیسی به راحتی جابه‌جا می‌شوند، که این ویژگی منجر به H_c پایین و مغناطش باقی مانده اندک می‌گردد. اما پس از ایجاد نانوبلورها در اثر آنیل، دیواره‌ها در مرز دانه‌ها قفل شده و مقاومت بیشتری در برابر حرکت از خود نشان می‌دهند. در این شرایط، رفتار نمونه به مواد مغناطیسی سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ نزدیک‌تر می‌شود و افزایش H_c قابل توجهی مشاهده می‌گردد [23].

برای تحلیل کیفی ناهمسانگردی مغناطیسی، از نسبت مربعی M_r/M_s استفاده شد. افزایش این نسبت از ۰/۴۷ به ۰/۵۴۵ در اثر آنیل، حاکی از جهت‌گیری بهتر ممان‌های مغناطیسی و افزایش نظم بلوری است. برای تحلیل کمی این بهبود، پارامتر انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی مؤثر (K_{eff}) معرفی می‌شود. این کمیت، که معیاری از مقاومت ماده در برابر وارونگی مغناطش است، از رابطه تجربی زیر تخمین زده می‌شود.

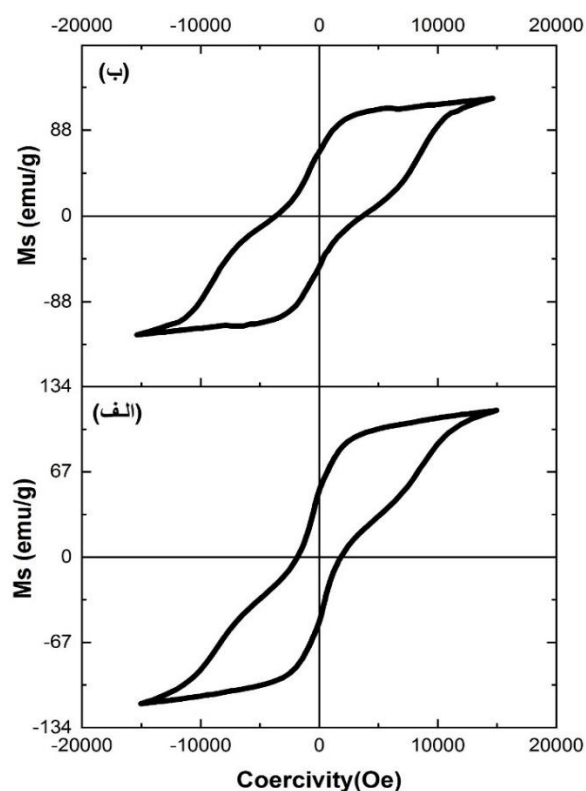
$$K_{\text{eff}} \approx \frac{1}{2} \mu_0 M_s H_c \quad (3)$$

که در آن، $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{H/m}$ تراوایی مغناطیسی خلأ، H_c نیروی وادارندگی بر حسب A/m و M_s مغناطش اشباع بر حسب A/m است. این پارامتر علی‌رغم عدم دقت تئوری برای محاسبه ثابت ذاتی ناهمسانگردی بلور (K_1)، به عنوان یک معیار تجربی معتبر برای مقایسه نسبی سختی مغناطیسی مواد، به ویژه در نوارهای ذوب‌ریسی شده Nd-Fe-B ، به طور گسترده در پژوهش‌های معتبر مورد استفاده قرار گرفته است [24-26]. اعتبار

در شکل (۱۴) و جدول (۱) خواص مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B در دو حالت بدون عملیات حرارتی (بی‌شکل) و پس از آنیل در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه مورد بررسی قرار گرفته است. در نمونه بی‌شکل (شکل ۱۴ - الف)، رفتار مغناطیسی بسیار ضعیف و منحنی هیستریزس باریکی مشاهده می‌شود. مقدار مغناطش اشباع (M_s) و مغناطش باقی مانده (M_r) به ترتیب برابر با $115/14 \text{ emu/g}$ و $54/26 \text{ emu/g}$ و نیروی وادارندگی (H_c) برابر با 1877 Oe است. این مقادیر بیانگر غالب بودن ساختار بی‌شکل و فقدان فازهای مغناطیسی سخت مانند $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ هستند. نسبت مربعی M_r/M_s نیز در حدود ۰/۴۷ اندازه‌گیری شده که دلالت بر رفتار نرم مغناطیسی و آزاد بودن حرکت دیواره‌های حوزه‌های مغناطیسی دارد. در مقابل، پس از آنیل در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۱۴ - ب)، مقادیر M_s ، M_r و H_c به ترتیب به $120/69 \text{ emu/g}$ ، 3679 Oe و $65/83 \text{ emu/g}$ افزایش یافته‌اند. همچنین نسبت M_r/M_s از ۰/۴۷ به ۰/۵۴۵ افزایش یافته است که نشان دهنده بهبود جهت‌گیری مغناطیسی و افزایش ماندگاری مغناطش در ماده است. این بهبود خواص مغناطیسی ناشی از آغاز تبلور فازهای مغناطیسی سخت در بستر فاز آمورف است. شواهد حاصل از آنالیز DSC این نتیجه را تقویت می‌کند؛ به طوری که یک پیک گرم‌زای ضعیف در حدود دمای ۵۳۵ درجه سانتی‌گراد مشاهده شد که نشانه‌ای از شروع تبلور فازهای مغناطیسی است. در الگوی XRD (شکل ۳)، نمونه آمورف دارای پیک پراش پهن است که مؤید ساختار بی‌شکل است. در مقابل، پس از عملیات آنیل، پیک‌هایی با شدت متوسط مربوط به فاز $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ نمایان شده‌اند. اگر چه این فاز خاصیت مغناطیسی سخت بالایی

جهت‌دار است، تأیید کمی بر آغاز شکل‌گیری ساختار نانوبلوری و افزایش مقاومت ماده در برابر چرخش مغناطش است. در شکل (۱۵) و جدول (۲) خواص مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B پس از عملیات آنیل در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت‌های ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه مورد بررسی قرار گرفته است. مقایسه نتایج این نمونه‌ها با نمونه آمورف و نمونه آنیل شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد نشان دهنده افزایش پیوسته و معنادار در عملکرد مغناطیسی و ناهمسانگردی مغناطیسی مواد است.

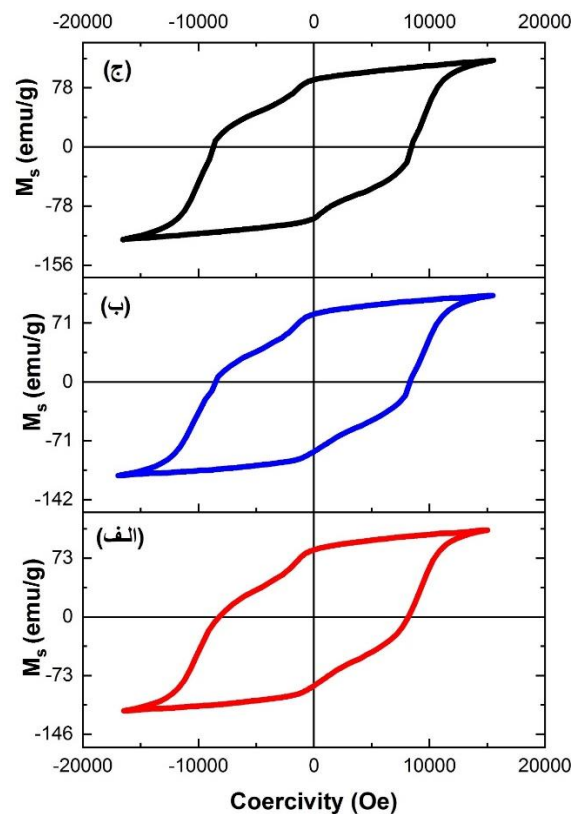
این تخمین مشروط به تک‌دامنه‌ای بودن دانه‌ها است. در مواد مغناطیسی سخت مانند $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ، این شرط معمولاً برای دانه‌هایی با اندازه کمتر از ۲۰۰ تا ۳۰۰ نانومتر برقرار است. با توجه به تصاویر SEM و اندازه دانه‌های مشاهده شده در این پژوهش، فرض تک‌دامنه‌ای بودن در این نمونه قابل پذیرش است و استفاده از این رابطه برای تخمین انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی مؤثر از مبنای علمی برخوردار است. بر این اساس، مقدار K_{eff} برای نمونه آنیل شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد برابر $1.05 \times 10^5 \text{ J/m}$ محاسبه شد (جدول ۲). این افزایش چشم‌گیر نسبت به نمونه آمورف که عملاً فاقد ناهمسانگردی



شکل ۱۴ منحنی‌های هیستریزس مغناطیسی نمونه نوار آلیاژی Nd-Fe-B در دو حالت: (الف) بدون عملیات حرارتی (بی‌شکل) و (ب) آنیل‌شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه

جدول ۱ پارامترهای مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B در حالت بی‌شکل و پس از آنیل در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه

دمای آنیل نمونه‌ها	خواص مغناطیسی نمونه‌های آلیاژی Nd-Fe-B ذوب ریسی شده				
	M_s (emu/gr)	M_r (emu/gr)	H_c (Oe)	M_r / M_s	$K (10^5 \text{ J/m}^3)$
بدون آنیل	۱۱۵/۱۴	۵۴/۷۶	۱۸۷۷	۰/۴۷۵	—
۵۵۰ درجه سانتی‌گراد	۱۲۰/۶۹	۶۵/۸۳	۳۶۷۹	۰/۵۴۵	۱/۶۹



شکل ۱۵ منحنی‌های هیستریزس مغناطیسی نمونه نوار آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد مدت زمان (الف) ۳۰ دقیقه (ب) ۶۰ دقیقه (ج) ۹۰ دقیقه

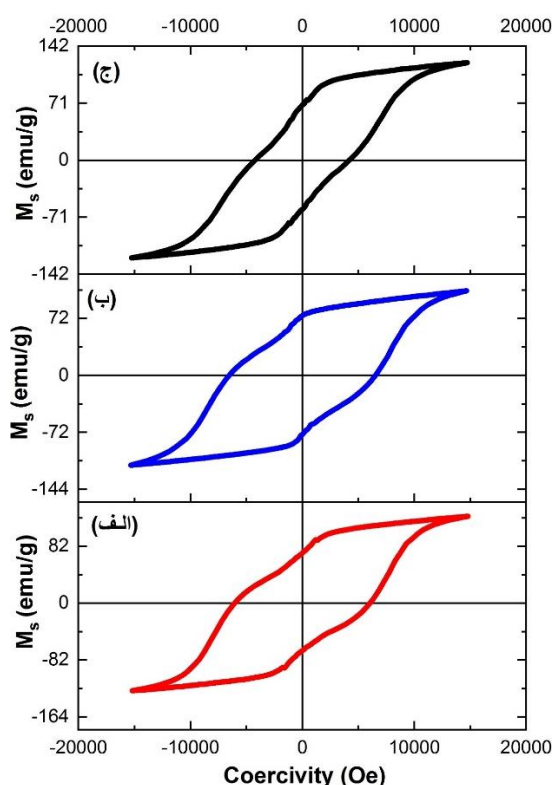
جدول ۲ مقادیر پارامترهای مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه

مدت زمان آنیل نمونه‌ها در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد (دقیقه)	خواص مغناطیسی نمونه‌های آلیاژی Nd-Fe-B ذوب ریسی شده				
	M_s (emu/gr)	M_r (emu/gr)	H_c (Oe)	M_r / M_s	$K (10^5 \text{ J/m}^3)$
۳۰	۱۰۸/۸۲	۸۳/۳	۸۱۵۰	۰/۷۶۵	۳/۳۳
۶۰	۱۰۵/۸۲	۸۱/۷۸	۸۵۲۷/۲۵	۰/۷۷۱	۳/۳۸
۹۰	۱۱۳/۴	۸۸/۶۱	۸۷۱۰/۳۸	۰/۷۸۱	۳/۶۷

و - ج)، روند بهبود پارامترهای مغناطیسی ادامه می‌یابد. در زمان ۶۰ دقیقه، مقدار H_c به ۸۵۲۷ Oe و نسبت M_r/M_s به ۰/۷۷۱ رسیده و در زمان ۹۰ دقیقه، H_c به ۸۷۱۰ Oe و نسبت M_r/M_s به ۰/۷۸۱ افزایش یافته است. این روند صعودی نشان می‌دهد که با افزایش زمان آنیل، نه تنها اندازه و حجم نانوبلورها افزایش یافته، بلکه جهت‌گیری بلوری و نظم مغناطیسی در ماده نیز بهبود یافته است. بنابراین، نسبت مربعی بالا در این نمونه‌ها، به ویژه نمونه ۹۰ دقیقه‌ای، بیانگر شکل‌گیری ساختار نانوبلوری پایدار و قفل‌شدگی قوی‌تر دیواره‌های حوزه مغناطیسی است [23]. از منظر میکروساختاری، این تغییرات را می‌توان به گذار ساختار از

در نمونه آنیل شده به مدت ۳۰ دقیقه (شکل ۱۵ - الف)، مقدار مغناطش اشباع (M_s) برابر با ۱۰۸/۸۲ emu/g، مغناطش باقی مانده (M_r) برابر با ۸۳/۳ emu/g و نیروی وادارندگی (H_c) برابر با ۸۱۵۰ Oe به دست آمد. نسبت مربعی M_r/M_s در این نمونه برابر با ۰/۷۶۵ است که نسبت به مقدار ۰/۵۴۵ نمونه آنیل شده در ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و ۰/۴۷۵ در نمونه آمورف، افزایش چشم‌گیری دارد. این مقدار حاکی از تقویت جهت‌گیری ممان‌های مغناطیسی و کاهش قابلیت چرخش مغناطش در اثر افزایش نظم ساختاری است [27]. با افزایش زمان آنیل به ۶۰ و ۹۰ دقیقه (شکل‌های ۱۵ - ب

باشد. تصاویر XRD (شکل ۵ - الف) و تصویر HRTEM (شکل ۱۳) نیز حضور α -Fe را تأیید می‌کنند [24-28]. با افزایش زمان آنیل به ۶۰ دقیقه (شکل ۱۶ - ب)، مقادیر M_s و H_c نسبت به زمان آنیل ۳۰ دقیقه، به ترتیب کاهش M_s (emu/g) ۱۰۵/۲۷ و افزایش (۶۵۹۴Oe) یافته است. کاهش M_s ممکن است ناشی از افزایش نسبی فازهای نرم مغناطیسی (α -Fe) باشد. از سوی دیگر، افزایش H_c و نسبت مربعی M_r/M_s (به ۰/۶۰۱) بیانگر جهت‌گیری بهتر مغناطیسی و افزایش پایداری مغناطش است. به نظر می‌رسد ساختار در حال حرکت به سمت فازهای مغناطیسی سخت‌تر نظیر $B_2 Fe_4 Nd_2$ باشد [29]. در زمان آنیل ۹۰ دقیقه (شکل ۱۶ - ج)، مجدداً M_s افزایش یافته و به ۱۲۳/۲۳ emu/g رسیده است، در حالی که H_c به ۴۲۱۳/۳۳Oe کاهش یافته است. این رفتار نشان دهنده افزایش سهم فازهای نرم مغناطیسی و رشد غیرعادی برخی دانه‌ها و کاهش یکنواختی ریزساختار است که در تصاویر SEM نیز به وضوح قابل مشاهده است.



شکل ۱۶ منحنی‌های هیستریزس مغناطیسی نمونه نوار آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد مدت زمان (الف) ۳۰ دقیقه (ب) ۶۰ دقیقه و (ج) ۹۰ دقیقه

نانوبلوری پراکنده به نانوبلوری پیوسته‌تر نسبت داد. در تصاویر SEM مشاهده می‌شود که اندازه دانه‌ها عمدتاً در محدوده تک‌دامنه‌ای (زیر ۳۰۰ نانومتر) قرار دارند. حضور این دانه‌های ریز و منظم موجب افزایش مقاومت در برابر جابه‌جایی دیواره‌های مغناطیسی شده و خاصیت مغناطیسی سخت‌تر در ماده تقویت می‌شود.

برای تحلیل کمی انرژی ناهمسانگردی مغناطیسی مؤثر (K_{eff})، از رابطه (۳) استفاده شد. مقادیر انرژی ناهمسانگردی برای نمونه‌های آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد در مدت زمان‌های ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه در جدول (۲) بیان شده است که نشان دهنده روند افزایشی انرژی ناهمسانگردی دارد. این روند افزایشی در انرژی ناهمسانگردی نمونه‌های آنیل شده در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد با افزایش زمان آنیل را می‌توان به رشد تدریجی نانوبلورها، افزایش حجم فازهای مغناطیسی سخت، و بهبود پیوستگی و نظم بلوری نسبت داد. در واقع، با افزایش زمان آنیل، توزیع جهت‌دار و همراستا در دانه‌ها به وجود آمده و این امر باعث افزایش مقاومت ماده در برابر چرخش مغناطش می‌شود. به طور خلاصه، عملیات آنیل در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت‌های طولانی‌تر تنها موجب افزایش مغناطش اشباع، نیروی وادارندگی و نسبت مربعی شده است، بلکه از طریق بهبود ریزساختار نانوبلوری و ناهمسانگردی مغناطیسی، باعث شکل‌گیری خواص مغناطیسی سخت‌تر و پایداری در نمونه‌ها گردیده است. این بهبود پیوسته، اهمیت انتخاب زمان مناسب آنیل را در دستیابی به خواص مغناطیسی مطلوب در نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B به خوبی نشان می‌دهد [24-28].

در شکل (۱۶) و جدول (۳)، خواص مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B که تحت عملیات حرارتی در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه قرار گرفته‌اند، مورد بررسی قرار گرفته است. همان‌طور که از منحنی‌های هیستریزس (شکل ۱۶) مشاهده می‌شود، خواص مغناطیسی این نمونه‌ها تحت تأثیر زمان آنیل دست‌خوش تغییرات قابل‌توجهی شده است. در نمونه آنیل شده به مدت ۳۰ دقیقه (شکل ۱۶ - الف)، مقدار مغناطش اشباع (M_s) برابر با ۱۲۶/۰۲ emu/g و نیروی وادارندگی (H_c) برابر با ۶۳۰۷ Oe اندازه‌گیری شد. نسبت مربعی M_r/M_s در این نمونه ۰/۶۰۱ است که نسبت به نمونه آنیل شده در ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش قابل‌ملاحظه‌ای دارد. این کاهش می‌تواند نشان دهنده افزایش ناهمسانگردی تصادفی یا شکل‌گیری فازهای نرم مغناطیسی نظیر α -Fe در کنار فاز سخت

جدول ۳ مقادیر پارامترهای مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه

مدت زمان آنیل نمونه‌ها در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد (دقیقه)	خواص مغناطیسی نمونه‌های آلیاژی Nd-Fe-B ذوب ریسی شده				
	M_s (emu/gr)	M_r (emu/gr)	H_c (Oe)	M_r / M_s	$K (10^5 \text{ J/m}^3)$
۳۰	۱۲۶/۰۲	۷۵/۸۱	۶۳۰۷	۰/۶۰۱	۳/۰۱
۶۰	۱۰۵/۷۷	۷۵/۵۳	۶۵۲۹/۴۱	۰/۷۱۴	۲/۶
۹۰	۱۲۱/۳۲	۶۹/۰۹	۴۲۱۳/۳۳	۰/۵۶۹	۲/۸۷

۹۰ دقیقه، نسبت مربعی به ۵۵۹/۰ کاهش می‌یابد، با وجود اینکه مقدار مغناطش اشباع همچنان بالا است. کاهش نسبت M_r/M_s به احتمال زیاد ناشی از افزایش بی‌نظمی ساختاری و ناهمسانگردی مغناطیسی ناهمسو است که در اثر تشکیل فازهای ثانویه مانند NdFe_4B_4 یا رشد زیاد فاز نرم $\alpha\text{-Fe}$ ایجاد می‌شود. این تغییرات باعث می‌شوند ممان‌های مغناطیسی در جهت‌های متفاوتی قرار بگیرند و بخشی از مغناطش با حذف میدان خارجی از بین برود. بنابراین، کاهش نسبت M_r/M_s در مرحله پایانی آنیل، علی‌رغم افزایش M_s ، نشان‌دهنده کاهش پایداری مغناطش باقی مانده (M_r) و اختلال در همراستایی ممان‌های مغناطیسی کلی نمونه است که یکی از نشانه‌های نامطلوب در عملکرد مغناطیسی محسوب می‌شود [33]. در مقایسه با نمونه‌های آمورف و آنیل شده در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد، خواص مغناطیسی نمونه آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به طور چشم‌گیری بالا است. افزایش خواص مغناطیسی در این دما می‌تواند به تشکیل مقدار قابل توجه فاز مغناطیسی سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ، بهبود نظم و جهت‌گیری بلوری ذرات مغناطیسی و همچنین افزایش انرژی ناهمسانگردی مربوط باشد.

تغییرات خواص مغناطیسی در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که افزایش بیش از حد زمان آنیل منجر به رقابت بین تشکیل فاز سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ و رشد فاز نرم $\alpha\text{-Fe}$ شده و خواص مغناطیسی نهایی به ترکیب این دو فاز و ریزساختار بستگی دارد. زمان آنیل ۶۰ دقیقه، به نظر می‌رسد تعادلی نسبی میان جهت‌گیری مغناطیسی و اندازه دانه ایجاد کرده است که در آن بیشترین نسبت M_r/M_s مشاهده شده است [34].

نتایج بررسی خواص مغناطیسی نمونه‌های نوار آلیاژی Nd-Fe-B نشان داد که عملیات حرارتی نقش تعیین‌کننده‌ای در بهبود ویژگی‌های مغناطیسی دارد. نمونه آمورف به دلیل ساختار بی‌شکل، رفتار مغناطیسی ضعیفی از خود نشان داد، اما با آنیل در

همچنین در الگوی XRD مربوط به این نمونه آنیل شده به مدت ۹۰ دقیقه (شکل ۵ - ج)، حضور پیک‌های فاز NdFe_4B_4 نقش مهمی در کاهش شدید نیروی وادارندگی ایفا کرده است. این فاز از نظر مغناطیسی رفتاری نسبتاً نرم دارد و در صورتی که در مرزهای دانه‌ای یا به صورت ناحیه‌های جداگانه رشد یابد، می‌تواند موجب تسهیل حرکت دیواره‌های حوزه مغناطیسی شود. بنابراین، کاهش H_c در این نمونه نه تنها ناشی از رشد غیرعادی دانه‌ها و غیر یکنواختی ریزساختار (مطابق تصاویر SEM) است، بلکه تا حدی به دلیل وجود فاز NdFe_4B_4 نیز می‌باشد [30,31]. مقدار انرژی ناهمسانگردی مؤثر برای نمونه‌های آنیل شده در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد در جدول (۳) برای زمان‌های ۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه گزارش شده است. بیشترین مقدار K_{eff} در زمان ۳۰ دقیقه مشاهده می‌شود، که احتمالاً به دلیل شکل‌گیری اولیه نانوبلورهای ریز از فاز $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ در زمینه آمورف و حفظ رفتار تک‌دانه‌ای در اغلب دانه‌هاست. با افزایش زمان به ۶۰ دقیقه، رشد دانه‌ها و افزایش احتمال ورود برخی از آن‌ها به ناحیه چنددانه‌ای، موجب کاهش K_{eff} می‌شود. اما در زمان ۹۰ دقیقه، اگر چه اندازه برخی دانه‌ها افزایش یافته است، اما احتمالاً به دلیل افزایش قابل توجه فاز سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ و کاهش نسبی فاز نرم $\alpha\text{-Fe}$ ، مجدداً مقدار K_{eff} افزایش می‌یابد [32].

از طرفی، نسبت مربعی M_r/M_s که معیاری برای سنجش میزان پایداری و جهت‌گیری مغناطشی در ماده است، در نمونه‌های آنیل شده در ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد روند یکنواختی ندارد. در زمان آنیل ۳۰ دقیقه، این نسبت برابر با ۰/۶۰۱ است که بیانگر جهت‌گیری نسبتاً تصادفی ممان‌های مغناطیسی است. با افزایش زمان آنیل به ۶۰ دقیقه، این نسبت به ۰/۷۱۴ افزایش می‌یابد که نشان دهنده افزایش نظم و همراستایی ممان‌های مغناطیسی است و می‌تواند ناشی از رشد مطلوب فاز سخت $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ و توزیع یکنواخت‌تر آن در زمینه باشد. اما در زمان

نتیجه گیری

۱. ساختار نمونه بدون آنیل به صورت کاملاً بی‌شکل بود و خواص مغناطیسی بسیار ضعیفی از خود نشان داد، به طوری که نیروی وادارندگی پایین و نسبت مربعی حدود ۰/۴۷ به دست آمد.

۲. آنیل در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه، موجب آغاز تبلور فاز B_3 $Nd_2 Fe_{14}$ گردید. این عملیات باعث افزایش نیروی وادارندگی به حدود ۳۶۷۹ Oe و نسبت مربعی به حدود ۰/۵۴۵ شد که نشان‌دهنده بهبود خواص مغناطیسی اولیه است.

۳. در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد، تشکیل کامل فاز مغناطیسی سخت B_3 $Nd_2 Fe_{14}$ مشاهده شد. با افزایش زمان آنیل از ۳۰ تا ۹۰ دقیقه، رشد یکنواخت دانه‌ها و تثبیت ساختار نانوبلوری اتفاق افتاد. در زمان ۹۰ دقیقه، بیشینه نیروی وادارندگی (۸۷۱۰ Oe)، مغناطش باقی مانده بالا، و نسبت مربعی (۰/۷۸۱) حاصل شد. این شرایط بهترین خواص مغناطیسی را فراهم کرد.

۴. آنیل در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد باعث تشکیل فازهای ثانویه نرم α -Fe و B_4 $NdFe_4$ شد که با افزایش زمان شدت گرفتند. این پدیده موجب کاهش نیروی وادارندگی، افت نسبت مربعی، و تخریب تدریجی ساختار نانوبلوری شد.

۵. تصاویر FE-SEM و آنالیزهای EDS و نقشه‌برداری عنصری، یکنواختی ساختار و عدم جدایش فازی را در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد تأیید کردند، در حالی که در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد نشانه‌هایی از جدایش فازی و رشد دانه‌ها مشاهده شد.

۶. نتایج مغناطیسی و ساختاری در کنار یکدیگر نشان دادند که دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان آنیل ۹۰ دقیقه، شرایط بهینه برای دستیابی به ساختار نانوبلوری پایدار و خواص مغناطیسی مطلوب در نوارهای آلیاژی Nd-Fe-B محسوب می‌شوند.

تقدیر و تشکر

دمای ۵۵۰ درجه، خواص به طور محسوسی بهبود یافت که ناشی از آغاز تبلور فازهای مغناطیسی سخت بود. در دمای ۶۵۰ درجه، افزایش زمان آنیل تا ۶۰ دقیقه موجب بیشینه شدن مغناطش باقی مانده، نیروی وادارندگی و ناهمسانگردی مغناطیسی شد و نشان داد که این شرایط برای تشکیل بهینه فاز B_3 $Nd_2 Fe_{14}$ و دستیابی به ساختار نانوبلوری مناسب است. در مقابل، با آنیل در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد، اگر چه تبلور بیشتر شد، اما تشکیل فازهای ثانویه مانند B_4 $NdFe_4$ و رشد بیش از حد دانه‌ها موجب افت نسبی در برخی پارامترهای مغناطیسی و کاهش نظم جهت‌گیری مغناطش گردید. بنابراین، دمای ۶۵۰ درجه و زمان ۶۰ دقیقه، شرایط بهینه برای به دست آوردن بهترین خواص مغناطیسی در این آلیاژ محسوب می‌شود.

در نمونه‌های تولید شده به روش ذوب‌ریسی، وجود فرورفتگی در حلقه‌های هیستریزس را می‌توان به ناهمگنی مغناطیسی و ساختاری ناشی از ماهیت چندفازی آلیاژ نسبت داد. در مراحل ابتدایی آنیل، به ویژه در نمونه‌های عمدتاً آمورف یا دارای مقدار محدودی از فازهای میانی مانند B_3 $Nd_2 Fe_{14}$ ، وارون‌سازی مغناطیسی ابتدا در نواحی نرم‌تر یا ضعیف‌تر آغاز می‌شود و موجب ایجاد یک فرورفتگی (kink) مشخص در منحنی می‌گردد. با افزایش دمای آنیل تا ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد، رشد تدریجی و یکنواخت‌تر فاز سخت B_3 $Nd_2 Fe_{14}$ باعث تقویت جفت‌شدگی تبادلی (exchange coupling) میان دانه‌ها و کاهش تدریجی شدت فرورفتگی می‌شود، اما همچنان به دلیل حضور همزمان فازهای نرم و باقی‌مانده‌های آمورف، رفتار دوفازی قابل مشاهده است. در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد، تشکیل فازهای نرم مانند α -Fe و B_4 $NdFe_4$ و رشد غیر یکنواخت دانه‌ها موجب تضعیف جفت‌شدگی تبادلی و تشدید جدایش مغناطیسی می‌شود، به طوری که گروه‌های مختلف دانه‌ها در میدان‌های مغناطیسی متفاوت وارونه می‌شوند و این ناهمزمانی وارون‌سازی به صورت فرورفتگی برجسته در حلقه‌های هیستریزس ظاهر می‌گردد. در نتیجه، حضور این فرورفتگی‌ها بازتاب مستقیم ساختار چندفازی، نواحی با نیروی وادارندگی متفاوت، و تغییرات ریزساختاری ناشی از شرایط مختلف آنیل است که با افزایش بیش از حد دما شدت بیشتری می‌یابد و تضعیف خواص مغناطیسی را به دنبال دارد.

مراجع

- [1] R.W. McCallum, L. Lewis, R. Skomski, M.J. Kramer and I.E. Anderson, "Practical aspects of modern and future permanent magnets," *Annual Review of Materials Research*, vol. 44, pp. 451–477, 2014. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113457>
- [2] J. Lucas, P. Lucas, T. Le Mercier, A. Rollat and W. Davenport, "Rare Earth-Based Permanent Magnets: Preparation and Uses," *Rare Earths*, pp. 231–249, 2015. <https://doi.org/10.1016/b978-0-444-62735-3.00019-x>
- [3] H. Nakamura, "The current and future status of rare earth permanent magnets," *Scripta Materialia*, vol. 154, pp. 273–276, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.11.010>
- [4] G. Ahmadpour, A.Yu. Samardak, V.V. Korochentsev, I.S. Osmushko, V.Yu. Samardak, A.A. Komissarov, D.S. Shtarev, A.S. Samardak, A.V. Ognev and F. Nasirpouri, "Microstructure, composition and magnetic properties of Nd-(Fe_{1-x}Cox)-B oxide magnetic particles synthesized by Pechini-type chemical method," *Advanced Powder Technology*, vol. 32, pp. 3964–3979, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2021.08.040>
- [5] R. Islam, K. Vero and J.P. Borah, "Historical overview and recent advances in permanent magnet materials," *Materials Today Communications*, vol. 41, p. 110538, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.110538>
- [6] J. Cui, M. Kramer, L. Zhou, F. Liu, A. Gabay, G. Hadjipanayis, B. Balasubramanian and D. Sellmyer, "Current progress and future challenges in rare-earth-free permanent magnets," *Acta Materialia*, vol. 158, pp. 118–137, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.049>
- [7] H. Sepehri-Amin, S. Hirosawa, and K. Hono, "Advances in Nd-Fe-B Based Permanent Magnets," in *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*, vol. 54, 1st ed. Elsevier B.V., 2018, pp. 1–67. <https://doi.org/10.1016/bs.hmm.2018.08.003>
- [8] L. Liu, Y. Li, J. Wang, L. Liu, M. Bian, H. Zhang and M. Yue, "Short-time annealing enhancing the magnetic properties and microstructure uniformity of melt-spun (Nd,Pr)-Fe-B ribbons," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 61, pp. 1–4, 2024. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2024.3401002>
- [9] Shchetinin, P. Aggrey, I. Bordyuzhin, A. Savchenko, M. Gorshenkov, M. Zhelezniy, V. Menushenkov and P. Mogil'nikov, "Phase formation and magnetic properties of melt spun and annealed Nd–Fe–B based alloys with Ga additions," *Metals*, vol. 9, no. 5, pp. 497, 2019. <https://doi.org/10.3390/met9050497>
- [10] M. Lostun, M. Grigoraş, L.C. Budeanu, T. Roman, G. Buema, G. Ababei, G. Stoian and N. Lupu, "Effect of nonmagnetic Hf addition on magnetic properties of melt-spun Misch Metal–Fe–B ribbons," *Crystals*, vol. 14, p. 517, 2024. <https://doi.org/10.3390/cryst14060517>
- [11] I. Ahmad, H.A. Davies and M. Kanwal, "Magnetic properties of (Nd,Pr)-Fe-B nanocomposite over quenched and annealed ribbons," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 324, pp. 3971–3974, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2012.04.022>
- [12] Z.H. Cheng, M.X. Mao, C.L. Yang, Y.D. Zhang, F.S. Li, B.G. Shen, J.X. Zhang and J.J. Sun, "Effect of heat treatment on the phases of melt-spun NdFeB alloys," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, pp. 2981–2985, 1994. <https://doi.org/10.1063/1.357540>

- [13] M. Zhang, W. Zhang, F. Chen, Y. Guo, F. Li and W. Liu, "Effect of Heat Treatment on Microstructure and Magnetic Properties of Ce-Doped NdFeB Ribbons," *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, vol. 31, pp. 2811–2816, 2018.
<https://doi.org/10.1007/s10948-017-4553-z>
- [14] R. Skomski, P. Manchanda, P. Kumar, B. Balamurugan, A. Kashyap and D.J. Sellmyer, "Predicting the Future of Permanent-Magnet Materials," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 49, no. 7, pp. 3215-3220, 2013.
<https://doi.org/10.1109/TMAG.2013.2248137>
- [15] J. Wu, N.T. Aboulkhair, S. Robertson, Z. Zhou, P.A.J. Bagot, M.P. Moody, M. Degano, I. Ashcroft and R.J.M. Hague, "Amorphous-crystalline nanostructured Nd–Fe–B permanent magnets using laser powder bed fusion: Metallurgy and magnetic properties," *Acta Materialia*, vol. 259, p. 119239, 2023.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119239>
- [16] G. Le Dong, F. Yang, F.H. Chen, Z.X. Li, Y.L. Sui, P. Ji and Z.M. Guo, "Influence of Cu content on crystallization kinetics and microstructure of Nd–Fe–B thick ribbons," *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, vol. 30, pp. 3231–3239, 2017. <https://doi.org/10.1007/s10948-017-4064-y>
- [17] X. Tan, S. Zhang and H. Xu, "The coercivity-remanence synergy in bulk Nd₂ Fe₁₄ B/ α -Fe nanocomposite magnet by crystallizing amorphous precursor and annealing with a magnetic field," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 36, pp. 9298-9307, 2025.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.05.177>
- [18] W.F. Li, T. Ohkubo and K. Hono, "Effect of post-sinter annealing on the coercivity and microstructure of Nd–Fe–B permanent magnets," *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 1337–1346, 2009.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.11.019>
- [19] H. Mayot, O. Isnard and J.-L. Soubeyroux, "Magnetic properties and synthesis conditions of Nd₂ Fe₂₃ B₃ melt-spun alloy," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 316, pp. e477–e480, 2007.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.02.189>
- [20] P.C. Karmaker, M.O. Rahman, N.H. Dan, S.I. Liba, P. Nordblad, D.K. Saha and S.M. Hoque, "Thermal Behavior and Magnetic Properties of Nd–Fe–B Based Exchange Spring Nanocomposites Nd_{4-x} Tb_x Fe_{83.5} Co₅ Cu_{0.5} Nb₁ B₆ (x = 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 and 1) Melt-Spun Ribbons," *Advances in Materials Physics and Chemistry*, vol. 7, pp. 223–241, 2017.
<https://doi.org/10.4236/ampc.2017.76018>
- [21] J. Yang, J. Han, H. Tian, L. Zha, X. Zhang, C. S. Kim, D. Liang, W. Yang, S. Liu, and C. Wang, "Structural and magnetic properties of nanocomposite Nd-Fe-B prepared by rapid thermal processing," *Engineering*, vol. 6, pp. 132–140, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2019.12.008>
- [22] X. Liu, B. Zhou, B. Yuan and Z. Liu, "Dependencies of Magnetic Properties on the Grain Size and Hard/Soft Magnetic Phase Volume Ratio for Ce₂ Fe₁₄ B/ α -Fe and Nd₂ Fe₁₄ B/ α -Fe Nanocomposites," *Materials*, vol. 16, no. 15, p. 5260, 2023. <https://doi.org/10.3390/ma16155260>

- [23] V. Pop, S. Gutoiu, E. Dorolti, O. Isnard and I. Chicinas, "The influence of short time heat treatment on the structural and magnetic behaviour of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha\text{-Fe}$ nanocomposite obtained by mechanical milling," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, no. 41, pp. 9964-9969, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.08.007>
- [24] H. Ding, C. Cui, W. Yang and J. Sun, "The effect of Tb doping on the magnetic properties and microstructure of a $\text{TbNdFeCoB/Fe}_7\text{Co}_3$ nanocomposite permanent magnet," *Materials Research Express*, vol. 7, no. 1, p. 016112, 2020. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab6376>
- [25] Q. Gong, M. Yi, R.F.L. Evans, B. Xu and O. Gutfleisch, "Calculating temperature-dependent properties of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ permanent magnets by atomistic spin model simulations," *Physical Review B*, vol. 99, no. 21, p. 214409, 2019. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.99.214409>
- [26] S.V. Andreev, M.I. Bartashevich, V.I. Pushkarsky, V.N. Maltsev, L.A. Pamyatnykh, E.N. Tarasov, N.V. Kudrevatykh and T. Goto, "Law of approach to saturation in highly anisotropic ferromagnets Application to Nd-Fe-B melt-spun ribbons," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 260, no. 1-2, pp. 196-200, 1997. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(97\)00127-8](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(97)00127-8)
- [27] J. Kou, P. Chen, L. Lou, W. Qin, Y. Wan, L. Yang, Y. Hua, P. Song, D. Guo, W. Li, M. Li, X. Li and X. Zhang, "Pre-deformation assisted fabrication of bulk $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha\text{-Fe}$ nanocomposites with high energy density," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 32, pp. 9298-9307, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.08.145>
- [28] Y. Wu, X. Liao, W. Zeng, K. Skokov, O. Gutfleisch, H. Wu, Y. Xiao, Y. Xu, X. Wang, K. Yan, Y. Li, H. Zhang, Q. Zhou, Y. Dong, D. Kang and C. Jiang, "Non-equilibrium nanostructured permanent magnets with excellent magnetic properties over an exceptionally wide temperature range," *Acta Materialia*, p. 121029, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2025.120932>
- [29] S. Singh, A.B. Diraviam, R. Sarkar, A. Haldar and M.R. Muthuvel, "Effect of quenching rate on the structural and hard magnetic properties of Nd-Fe-B melt-spun ribbons," *AIP Advances*, vol. 13, no. 2, p. 025301, 2023. <https://doi.org/10.1063/9.0000524>
- [30] Q. Ke, F. Dai, S. Li, M. Rong, Q. Yao, and J. Wang, "Phase Formation, Microstructure, and Magnetic Properties of $\text{Nd}_{14.5}\text{Fe}_{79.3}\text{B}_{6.2}$ Melt-Spun Ribbons with Different Ce and Y Substitutions," *Materials*, vol. 14, no. 14, p. 3992, Jul. 2021. doi: 10.3390/ma14143992
- [31] H. Li, Y. Liang, X. Tan, H. Xu, P. Hu and K. Ren, "Coercivity Mechanism of $(\text{Nd}_{0.8}\text{Ce}_{0.2})_2\text{Fe}_{12}\text{Co}_2\text{B}$ Ribbons with Ferromagnetic Grain Boundary Phase," *Materials*, vol. 10, no. 9, p. 1062, 2017. <https://doi.org/10.3390/ma10091062>
- [32] K. Men, K. Li, Y. Luo, D. Yu, K. Zhang, J. Jin and Y. Mao, "The crystallization behavior of as-quenched $\text{Nd}_9\text{Fe}_{85}\text{Nb}_{0.5}\text{B}_{0.5}$ alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 635, pp. 61-65, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.02.046>
- [33] X. Tan, X. Shi, S. Zhang and H. Xu, "The Effect of Annealing in a Magnetic Field on the Microstructures and Magnetic Properties of $(\text{Nd}_{0.8}\text{RE}_{0.2})_2\text{Fe}_{12}\text{Co}_2\text{B}$ (RE = La, Ce) Alloys," *Metals*, vol. 15, no. 1, p. 5, 2025. <https://doi.org/10.3390/met15010005>
- [34] K. Pei, M. Lin, A. Yan and X. Zhang, "Effects of annealing process on magnetic properties and structures of Nd-Pr-

Ce-Fe-B melt-spun powders," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 406, pp. 239-243, 2016.<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.01.027>