

ساخت آلیاژ حافظه پذیر فرومغناطیس $Ni_{50}Mn_{34}In_{16}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی و مطالعه اثر بازپخت بر ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن

وحیدرضا زاهدی^۱، پرویز کاملی^۱، محسن حکیمی^۲ و هادی سلامتی^۱

۱. دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان

۲. آزمایشگاه تحقیقاتی فناوری مغناطیسی، دانشکده فیزیک دانشگاه یزد، یزد

پست الکترونیکی: kameli@cc.iut.ac.ir

(دریافت مقاله: ۱۳۹۲/۱۰/۱۴؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۴/۹/۴)

چکیده

در این تحقیق آلیاژ حافظه پذیر فرومغناطیس $Ni_{50}Mn_{34}In_{16}$ با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته شد. بررسی الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌ها نشان داد که ساختار ترکیب در پایان ساعت دهم آسیاب کاری به طور کامل شکل گرفته و ادامه آسیاب کاری موجب ریزتر شدن اندازه دانه‌ها می‌شود. همچنین نقش بازپخت در بهبود ویژگی‌های آلیاژ مطالعه شد و مشخص شد که با بازپخت نمونه در دمای $900^{\circ}C$ و سردسازی سریع آن می‌توان به ترکیبی با ساختار بلوری منظم L_{21} دست یافت. اندازه‌گیری پذیرفتاری متناوب مغناطیسی نشان داد که برای وقوع گذار مغناطیسی، بازپخت و سردسازی سریع نمونه آسیاب شده ضروری است.

واژه‌های کلیدی: حافظه‌پذیری فرومغناطیس، آلیاژسازی مکانیکی، بازپخت، سردسازی سریع

۱. مقدمه

XYZ (برای نیم‌هوسلرها) می‌باشد. X و Y از عناصر واسطه انتخاب می‌شوند و Z عنصری از گروه ۳، ۴ یا ۵ جدول تناوبی است. از لحاظ بلوری، این مواد از چهار شبکه FCC تشکیل شده‌اند که هر کدام از آن‌ها در راستای قطر مکعب به اندازه یک چهارم قطر نسبت به دیگری جابه‌جا شده است [۲]. آلیاژهای هوسلر بر پایه نیکل- منگنز که با $Ni-Mn-X$ مشخص می‌شوند، خاصیت جالبی از خود بروز می‌دهند که به

آلیاژهای هوسلر برای اولین بار در سال ۱۹۰۳ میلادی با کشف ترکیب Cu_2MnAl توسط «فریتز هوسلر» معرفی شد [۱]. این آلیاژها از لحاظ ساختاری از سه فلز تشکیل شده‌اند و فرمول شیمیایی آن‌ها به دو صورت X_2YZ (برای تمام هوسلرها) و

نتیجه‌گیری خواهد شد.

۲. آزمایش

مواد اولیه شامل پودرهای نیکل، منگنز و ایندیوم با درجه خلوص بالا با نسبت معین با هم مخلوط شده و با استفاده از آسیاب سیاره‌ای Fritsch pulverisette P۶ با محفظه‌هایی از جنس فولاد با نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰:۱ و با سرعت ۲۵۰ rpm به مدت ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری انجام شد. در حین آسیاب‌کاری و پس از پایان ساعات دوم، پنجم و دهم، مقادیر اندکی از پودر برای اندازه‌گیری برداشته شد. برای جلوگیری از اکسید شدن مواد اولیه، فرآیند آسیاب‌کاری در فضای آرگون انجام شد. مقداری از نمونه پودری ۲۰ ساعت آسیاب شده در کوره‌ای با محفظه آرگون به مدت ۲ ساعت در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد بازپخت شد و پس از آن بر اثر تبادل گرمایی با محیط به آرامی سرد شد. بخش دیگری از این پودر، درون لوله‌ای از جنس کوارتز قرار گرفت و پس از خلأ کامل هوای داخل، سر آن بسته شد و در کوره قرار گرفت و در دمای ۹۰۰ درجه به مدت ۲ ساعت بازپخت شده و سرانجام در مخلوط آب و یخ به سرعت سرد شد. آنالیز ساختاری نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پراش پرتوی ایکس Philips مدل XPERT MPD $\text{Cu Ka: } \lambda = 0.154 \text{ nm}$ با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی Seron مدل AIS۲۳۰۰C، تصاویر SEM و نقشه‌های رنگی پرتوی ایکس از نمونه‌ها گرفته شد. پذیرفتاری مغناطیسی AC نمونه‌ها با استفاده از دستگاه پذیرفتاری سنج AC ، Lake shore مدل ۷۰۰۰ اندازه‌گیری شد.

۳. نتایج و بحث

الگوی پراش پرتوی ایکس مربوط به مخلوط مواد اولیه و نیز پودرهایی که به ترتیب ۲، ۵، ۱۰ و ۲۰ ساعت آسیاب شده‌اند، در شکل ۱ آمده است. قبل از آسیاب‌کاری، الگوی پراش پرتوی ایکس مخلوط مواد اولیه که شامل قله‌های عناصر نیکل، منگنز و ایندیوم است با علامت‌های جداگانه مشخص شده‌اند. در

آن حافظه‌پذیری می‌گویند [۳]. اساس این پدیده، یک گذار ساختاری بدون نفوذ^۱ در حالت جامد است که این اجازه را به ماده می‌دهد که بتواند پس از تغییر شکل، دوباره به حالت اولیه خود بازگردد [۴]. این آلیاژها در دمای بالا در فاز آستنیت (که ساختار ذکر شده در بالا را دارند) با گروه تقارنی L۲۱ مشخص می‌شوند. البته این نوع ساختار در سایر ترکیبات خانواده هویسلرها نیز به عنوان یک ساختار متقارن و مطلوب به حساب می‌آید [۵]. با سرد شدن و عبور از دمایی معین (دمای گذار مارتزیتی) به آرایشی با تقارن بلوری پایین‌تر مانند تتراگونال، اورتورومبیک و... تبدیل می‌شوند که فاز مارتزیت نامیده می‌شود. این گذار ساختاری می‌تواند بر اثر عواملی نظیر تغییر دما یا اعمال میدان مغناطیسی صورت گیرد [۶].

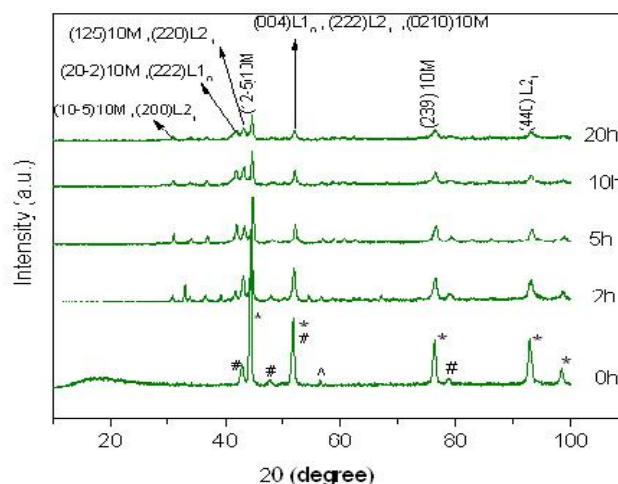
با توجه به گزارشاتی که از ترکیبات Ni-Mn-In ارائه شده است، چنین برمی‌آید که ترکیب با استوکیومتری $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{33}\text{In}_{17}$ بخاطر بروز ویژگی‌هایی نظیر حافظه‌پذیری، مغناطومقاومت زیاد و مغناطوگرمایی مناسب، یک مورد خاص و جالب توجه برای محققان بوده است [۷-۹]. نسبت‌های اتمی در این ترکیب به گونه‌ای است که تعداد الکترون‌های لایه ظرفیت واحد اتم (e/a) محاسبه شده برای آن، همان مقدار بحرانی برای بروز اثر حافظه‌پذیری است [۶]. از طرف دیگر، روش متداول تولید این آلیاژ، روش ذوب قوسی می‌باشد [۱۰-۱۱]. در این تحقیق سعی بر آن است که این آلیاژ با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته شود. آلیاژسازی مکانیکی یک روش حالت جامدی است که طی آسیاب‌کاری، مواد اولیه به محصول نهایی تبدیل می‌شود. این شیوه در مقایسه با روش ذوب قوسی بسیار کم‌هزینه بوده و محصولات نهایی از همگنی بیشتری برخوردارند. به علاوه، این یک روش قابل دسترس برای تولید آلیاژهاست [۱۲].

در این تحقیق آلیاژ $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{33}\text{In}_{17}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته می‌شود و پس از آسیاب‌کاری، ترکیب حاصل در دو حالت متفاوت بازپخت شده و تأثیر شرایط بازپخت بر ویژگی‌های مختلف ماده مورد بررسی قرار گرفته و با نمونه‌های ساخته شده به روش ذوب قوسی مقایسه و

۱. diffusionless

جدول ۱. مقایسه مشخصات ساختاری پودر در ساعات مختلف آسیاب‌کاری.

زمان آسیاب‌کاری (ساعت)	شکل ظاهری و اندازه ذرات	فازهای موجود
۰	پودر با ذرات بسیار ریز	مواد اولیه
۲	توده‌های بزرگ از ذرات	فازهای ترکیبی و بینابینی
۵	ذراتی از مرتبه ۲۰ میکرومتر	مواد اولیه- فازهای جدید
۲۰	ذراتی از مرتبه ۲۰ میکرومتر	L_{21} , $10M$, L_1 .



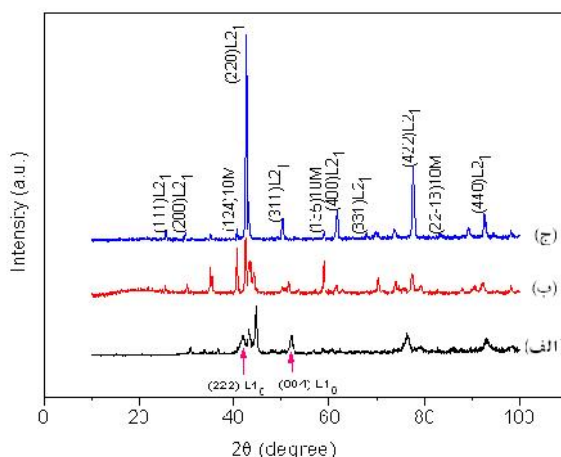
شکل ۱. الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه در ساعات مختلف آسیاب‌کاری. علامت‌های #، ^ و * به ترتیب نشان دهنده عناصر نیکل، منگنز و ایندیوم هستند. قله‌های اصلی نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده، شاخص گذاری شده‌اند.

مشاهده شده است [۱۳]. برای تک‌فاز کردن نمونه و افزایش همگنی ترکیب، معمولاً آن را بازپخت می‌کنند [۱۴]. بازپخت نمونه باعث می‌شود که نقص‌های موجود در شبکه کاهش یافته و ساختار منظم‌تری در بلور تشکیل شود. البته بازپخت این ترکیب باید در یک محیط کنترل شده و دور از اکسیژن هوا صورت گیرد. به همین دلیل این فرآیند در محفظه آرگون انجام شد و نمونه پس از بازپخت بر اثر تبادل گرمایی با محیط، به آرامی سرد شد.

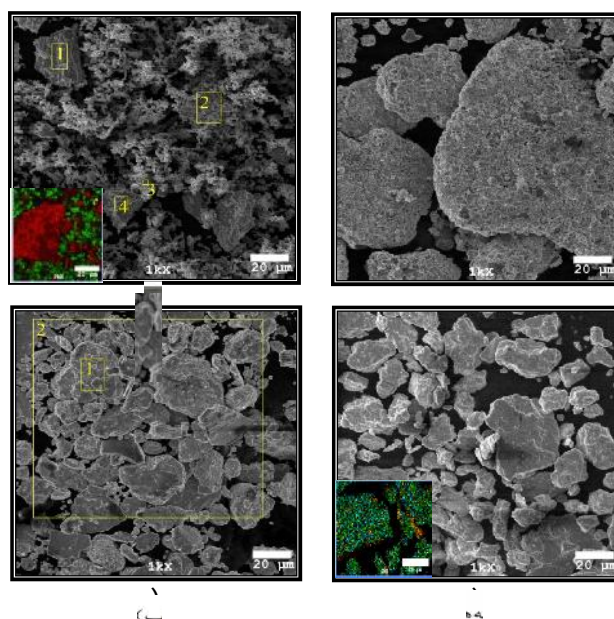
الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه بازپخت شده در شکل ۲ (ب) آمده است، که با نمونه قبل از بازپخت مقایسه شده است. طبق این شکل، پس از بازپخت قله‌های L_{10} حذف شده‌اند، که البته به دلیل آن که فازهای دیگر نیز در این زوایا دارای قله هستند، شدت آنها به صفر نرسیده است. از طرف دیگر، قله اصلی L_{21} ($42/5 = 2$) به وضوح رشد کرده است که این نشان دهنده تقویت فاز L_{21} و حرکت به سمت تک‌فازی شدن می‌باشد. با این حال هنوز قله‌های $10M$ حضور چشم‌گیری دارند و نمونه تک‌فاز نیست. برای حذف حداکثری مؤلفه‌های مارتنزیتی، بخشی از نمونه آسیاب شده، در شرایط خلأ و در همان دما بازپخت شد اما این بار پس از فرآیند بازپخت، نمونه به سرعت در مخلوط آب و یخ سرد شد. الگوی پراش پرتوی ایکس این نمونه در شکل ۳ (ج) آمده است. این شکل نشان می‌دهد که سردسازی سریع پس از بازپخت باعث تقویت

حین فرآیند آسیاب‌کاری، تغییراتی در الگوی پراش به وجود می‌آید، به طوری که پس از پایان ساعات دوم و پنجم، جابه‌جایی‌هایی در مکان قله‌ها مشاهده می‌شوند و قله‌های جدیدی نیز ظاهر می‌شوند که نشان‌دهنده تغییر در ساختار مواد و ترکیب شدن آنها با یکدیگر است. با مشاهده الگوی پراش در ساعات بعدی، می‌توان دریافت که با افزایش زمان آسیاب‌کاری، الگوی پراش به سمت یک الگوی ثابت و پایدار سوق پیدا می‌کند و جابه‌جایی قله‌ها در آن اتفاق نمی‌افتد، به نحوی که می‌توان گفت در پایان ساعت دهم آسیاب‌کاری، ترکیب مورد نظر تشکیل شده و از آن به بعد آسیاب‌کاری موجب ریزتر شدن دانه‌ها و افزایش کرنش می‌شود که این حقیقت را می‌توان از پهن شدن قله‌ها و کاهش شدت آنها دریافت. خواص ساختاری نمونه‌ها در ساعات مختلف آسیاب‌کاری در جدول ۱ آورده شده است.

در شکل ۱ نمودار مربوط به نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده، مشخصه‌یابی شده است و مشاهده می‌شود که این نمونه، ترکیبی از فازهای مختلف مارتنزیتی ($10M, L_{10}$) و آستنیتی (L_{21}) را در ساختار خود دارد، هرچند که تعدادی از قله‌های آن نیز قابل شناسایی نیست. بنابراین نمونه حاصل، یک نمونه چندفازی است. این ساختار چندفازی در نمونه‌هایی که به روش ذوب قوسی ساخته شده و سپس آسیاب‌کاری روی آن انجام شده نیز



شکل ۲. (رنگی در نسخه الکترونیکی) الگوی پراش پرتوی ایکس: (الف) قبل از بازپخت، (ب) بازپخت و سردسازی آرام، (ج) بازپخت و سردسازی سریع.

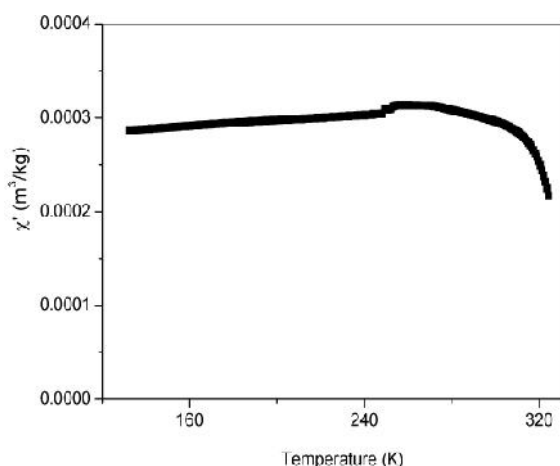


شکل ۳. (رنگی در نسخه الکترونیکی) تصاویر SEM از نمونه‌ها در ساعات مختلف آسیاب کاری: (الف) قبل از آسیاب کاری، (ب) ۲ ساعت، (ج) ۵ ساعت، (د) ۲۰ ساعت. نقشه‌های رنگی از مخلوط اولیه و نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده به ترتیب در گوشه تصاویر (الف) و (د) آمده است: عناصر نیکل، منگنز و ایندیوم به ترتیب در شکل (الف) با رنگ‌های سبز، قرمز، زرد و در شکل (د) با رنگ‌های سبز، زرد و آبی مشخص شده‌اند.

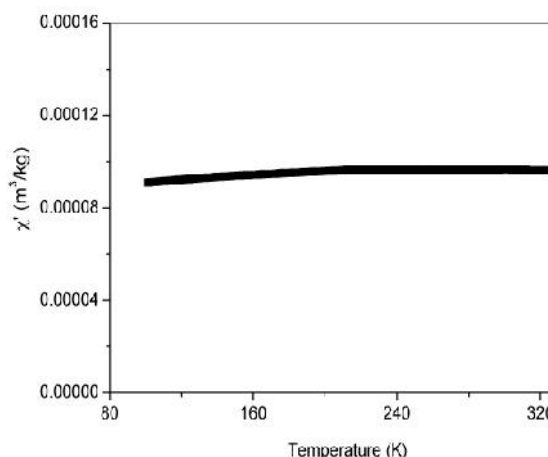
شد که در شکل ۳ مشاهده می‌شود. در جدول ۱ این نمونه‌ها با هم مقایسه شده‌اند. تصویر ۳ (الف)، مخلوطی از ذرات ریز مواد اولیه را نشان می‌دهد. در داخل این تصویر، بعضی از نواحی جهت تهیه نقشه رنگی پرتوی ایکس انتخاب شده‌اند، که یکی از آنها در گوشه تصویر آورده شده است. این نقشه نحوه توزیع عناصر را در مخلوط اولیه مشخص می‌کند که نشان دهنده توزیع غیریکنواخت آن قبل از فرایند آسیاب کاری است. با افزایش زمان آسیاب کاری، و به تبع آن افزایش سطح تماس

قله‌های L_{21} می‌شود و سایر قله‌ها را به نحو چشم‌گیری تضعیف می‌کند، به طوری که می‌توان گفت نمونه حاصل تقریباً تک‌فاز است و فاز غالب آن L_{21} است. بنابراین از لحاظ ساختاری نظم قابل قبولی حاصل شده است که با نمونه‌های تهیه شده به روش ذوب قوسی قابل مقایسه است [۱۵].

برای بررسی وضعیت فیزیکی پودر در ساعات مختلف آسیاب کاری و مشاهده تغییر در اندازه ذرات آن، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی تصاویری از این نمونه‌ها گرفته



شکل ۵. پذیرفتاری مغناطیسی نمونه پس از بازپخت و سردسازی آرام.



شکل ۴. پذیرفتاری مغناطیسی نمونه پس از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری.

در حالی است که با کاهش بیشتر دما و ورود به فاز مارتنزیت، پذیرفتاری آن کاهش یافته و به حالت پارامغناطیس در فاز مارتنزیت می‌رسد و نهایتاً با کاهش بیشتر دما، ترکیب در فاز مارتنزیت، فرومغناطیس می‌شود که با افزایش مغناطش آن همراه است. البته این رفتار، یک رفتار عمومی برای آلیاژهای Ni-Mn-In است که بسته به درصد اتمی عناصر، قدری متفاوت خواهد بود [۱۶]. برای بررسی خواص مغناطیسی آلیاژ، پذیرفتاری مغناطیسی وابسته به دمای آن در حالت قبل و بعد از بازپخت مطالعه شده و نتایج اندازه‌گیری‌ها در شکل‌های ۴ تا ۶ آمده است. شکل ۴، رفتار پذیرفتاری نمونه را پس از آسیاب‌کاری نشان می‌دهد. طبق این شکل، پذیرفتاری نمونه از لحاظ مقداری بسیار پایین بوده و تغییرات دما تأثیر چندانی بر میزان آن ندارد و بدین ترتیب در محدوده دمایی اندازه‌گیری شده، تغییر رفتار یا به عبارت دیگر گذاری را از خود نشان نمی‌دهد. البته علت این مطلب را می‌توان در فرآیند آسیاب‌کاری جستجو کرد. گزارشات ارائه شده از نمونه‌های ساخته شده به روش ذوب قوسی نیز حاکی از آن است که پس از آسیاب‌کاری مقدار پذیرفتاری به شدت افت می‌کند و هیچ گذاری در آن اتفاق نمی‌افتد [۱۷]. وقوع این رفتار به خاطر تنش‌هایی است که حین آسیاب‌کاری به پودر تحمیل شده و باعث تغییر ساختار بلوری و نحوه چینش اتم‌ها می‌شود. همچنین ریز شدن دانه‌ها و تقویت اثرات مرز دانه‌ای بر کاهش کیفیت مغناطیسی مواد مؤثر است. بنابراین نمونه آسیاب شده از لحاظ مغناطیسی ضعیف است و به نظر می‌رسد همان طور که بازپخت در بهبود

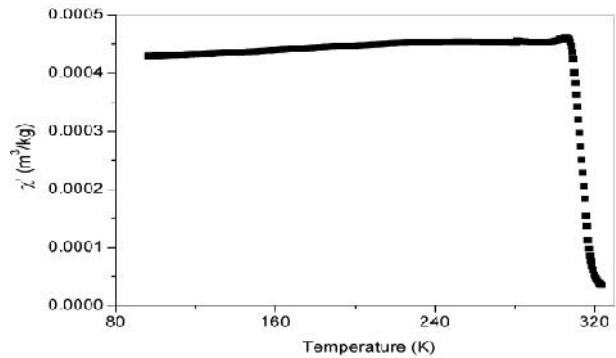
ذرات، این امکان بوجود می‌آید که تعداد زیادی از ذرات ریز بهم پیوندند و توده‌های بزرگی را تشکیل دهند که این وضعیت در شکل ۳ (ب) مشاهده می‌شود. با ادامه فرآیند و پس از پنج ساعت آسیاب‌کاری، طبق شکل ۳ (ج)، اندازه ذرات کوچک‌تر شده و تغییراتی در سطح مواد مشاهده می‌شود و به نظر می‌رسد که مواد، چسبندگی حالت قبل را از دست داده‌اند و تغییرات شیمیایی در آنها رخ داده و مستعد تولید ترکیب شده‌اند. در واقع، در طی آسیاب‌کاری فرآیندهای جوش سرد و شکست مرتب اتفاق می‌افتد تا این که فاز نهایی تشکیل شود. شکل ۳ (د) تصویر پودر را پس از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری نشان می‌دهد که تفاوت ظاهری چندانی با نمونه ۵ ساعت آسیاب‌کاری شده ندارد. با توجه به توضیحات مربوط به نمودارهای XRD، انتظار می‌رود که افزایش زمان آسیاب‌کاری فقط اندازه بلورک‌ها را کاهش دهد و تغییر چندانی را در ظاهر دانه‌های پودر ایجاد نکند؛ چرا که پس از تشکیل فاز نیز فرآیند جوش سرد و شکست مرتب در حال تکرار است. از طرف دیگر، نقشه رنگی مربوط به این نمونه در گوشه تصویر ۳ (د) آمده است که توزیع عناصر را در ترکیب نهایی نشان می‌دهد. طبق این نقشه، پس از ۲۰ ساعت آسیاب‌کاری، ترکیب همگنی حاصل شده است که به ما اطمینان می‌دهد که پخش عناصر در ترکیب نهایی به صورت یکنواخت می‌باشد. در آلیاژهای حافظه‌پذیر، در دمای بالا، ماده در فاز آستنیت و حالت پارامغناطیسی قرار دارد. با کاهش دما در همین فاز، فرومغناطیس شده و پذیرفتاری مغناطیسی آن افزایش می‌یابد. این

جدول ۲. بررسی خواص ساختاری و مغناطیسی نمونه ۲۰ ساعت آسیاب شده بر اساس نوع فرایند بازپخت.

شرایط بازپخت	فازهای موجود	گذار مغناطیسی
قبل از بازپخت	$L_{21}, 10M,$ L_1	وجود ندارد
بازپخت در 900°C و سردسازی آرام	$L_{21}, 10M$	گذار ضعیف
بازپخت در 900°C و سردسازی سریع	L_{21}	گذار مشهود است

۴. جمع بندی

ترکیب $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{33}\text{In}_{16}$ به روش آلیاژسازی مکانیکی ساخته شد. بررسی الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه‌ها نشان داد که ترکیب مورد نظر در پایان ساعت دهم آسیاب کاری به طور کامل تشکیل شده و افزایش زمان آسیاب کاری فقط موجب ریزتر شدن دانه‌ها و افزایش کرنش شده است. همچنین مشخص شد که نمونه ساختاری چندفازی شامل فازهای آستنیت و مارتنزیت دارد. در مرحله بعد، بازپخت نمونه تغییرات ساختاری زیادی را در آن ایجاد کرد. به طوری که با سردسازی سریع پس از بازپخت، ساختار نمونه تقریباً تک‌فاز شد و با رشد شدید قله‌های L_{21} این فاز ساختاری به عنوان فاز غالب شناخته شد. فرآیند بازپخت ویژگی‌های مغناطیسی ترکیب را نیز تقویت کرد، به طوری که مقدار پذیرفتاری افزایش یافت و گذار مغناطیسی نیز در نمونه پدیدار شد که این رفتار با گزارشات دیگران تطابق خوبی دارد. بنابراین برای ساخت آلیاژ مذکور به روش آلیاژسازی مکانیکی، بازپخت و سردسازی سریع نمونه ضروری بوده و نقش مهمی در تشکیل فاز مورد نظر و بهبود ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی آن دارد.



شکل ۶. پذیرفتاری مغناطیسی نمونه پس از بازپخت و سردسازی سریع.

جایگاه اتم‌ها و نظم ساختاری آلیاژ تأثیر مثبتی داشت، در بهبود ویژگی‌های مغناطیسی نیز بتواند نقش مهمی ایفا کند. وقتی که نمونه پودری در دمای 900°C بازپخت و به آرامی سرد می‌شود (شکل ۵) مقدار پذیرفتاری آن در دماهای پایین افزایش می‌یابد و علاوه بر این، در دمای بالا افتی در پذیرفتاری مشاهده می‌شود که نشان دهنده وقوع گذار مغناطیسی و رفتن از حالت فرومغناطیس به پارامغناطیس می‌باشد. این اثر با سردسازی سریع پس از بازپخت، تقویت می‌شود، به نحوی که در نمودار شکل ۶، مقدار پذیرفتاری از هر دو نمونه قبلی بیشتر شده و افت ناگهانی پذیرفتاری در حدود دمای ۳۱۴ K، گذار مغناطیسی این نمونه را تأیید می‌کند. هرچند که در نمونه حاضر گذار مغناطیسی فقط در فاز آستنیت مشاهده شده است، با این حال رفتار آن با نتایج «کرنک» و همکاران در مورد ترکیب $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{33}\text{In}_{16}$ شباهت زیادی دارد [۱۸]. بنابراین با بازپخت و سردسازی سریع نمونه پس از فرآیند آسیاب کاری، ترکیب مورد نظر از لحاظ مغناطیسی تقویت شده و گذار مغناطیسی مشهودی در آن اتفاق می‌افتد. تأثیر بازپخت بر خواص ساختاری و مغناطیسی آلیاژ، در جدول ۲ بررسی شده است.

مراجع

1. T Graf, S S P Parkin, and C Felser, *Advances in Magnetism* **47**, 2 (2011) 367.
2. T Graf, C Felser, and S S P Parkin, *Progress in Solid State Chemistry* **39**, 1 (2011) 1.
3. I Dubenko et al., *J. Magn. Magn. Mater.* **321** (2009) 754.
4. O Otsuka and C M Wayman, "Shape Memory Materials", Cambridge University Press (1999).
5. M Hakimi and M Khajeh Aminian, **14**, 1 (2014) 31.
6. A Planes, L Manosa, and M Acet, *J. Phys. Condens. Matter* **21**, 23 (2009) 233201.
7. X Zhang et al., *Journal of Alloys and Compounds* **656** (2016) 154.
8. T Paramanik and I Das, *Journal of Alloys and Compounds* **654** (2016) 399.
9. A Ghotbi Varzaneha et al., *Journal of Alloys and*

14. A Planes *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater* **310** (2007) 2767.
15. J L Sánchez Llamazares, B Hernando, C García, J González, L Escoda, and J J Suñol, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **42** (2009) 045002.
16. A K Pathak *et al.*, *Journal of Applied Physics* **103** (2008) 07F315.
17. B Tian *et al.*, *Intermetallics* **16** (2008) 1279.
18. T Krenke *et al.*, *Phys. Rev. B* **73** (2006) 174413.
19. Wu, Y, Wang, J Jiang, C, and Xu, H, *Materials Science and Engineering A* **646** (2015) 288.
10. Wu, Y, Wang, J Jiang, C, and Xu, H, *Materials Science and Engineering A* **646** (2015) 288.
11. L Zhou, A Mehta, A Giri, K Cho, and Y Sohn *Materials Science and Engineering A* **646** (2015) 57.
12. C Suryanarayana, E Ivanov, and V V Boldyrev, *Materials Science and Engineering A* **304-306** (2001) 151.
13. K V Peruman, R Chockkalingam, and M Mahendran, *Phase Transition* **83**, 7 (2010) 509.