

ESTUDO POR RESSONÂNCIA FERROMAGNÉTICA DA CRISTALIZAÇÃO DA LIGA METÁLICA AMORFA METGLAS 2605SM*

R. S. de Biasi**
D. S. dos Santos***

RESUMO

A técnica da ressonância ferromagnética foi usada para estudar a cristalização do vidro metálico $\text{Fe}_{74}\text{Ni}_4\text{Mo}_3\text{B}_{17}\text{Si}_2$ (Metglas 2605SM). A meia largura na metade da altura do lado de altos campos da primeira derivada da curva de absorção, ΔH , foi medida à temperatura ambiente e 9,50GHz para vários tempos de tratamento isotérmico na faixa de temperaturas 723-743K. Os resultados sugerem que existe uma relação linear entre ΔH e a fração volumétrica da fase transformada. A fração transformada, calculada a partir dos dados de largura de linha, satisfaz à equação de Johnson-Mehl-Avrami com o expoente n igual a 1,17. A energia de ativação para cristalização, E_c , foi estimada a partir dos tempos para $\Delta H = 40$ a 80mT; o valor obtido foi $E_c = 361$ kJ/mol. Os resultados são compatíveis com um processo controlado por difusão com uma taxa de nucleação próxima de zero.

INTRODUÇÃO

A capacidade de prever e controlar a cristalização de vidros metálicos é muitas vezes fundamental para a preparação de microestruturas desejáveis. A análise quantitativa de

* Tradução do artigo de R. S. de Biasi e D. S. dos Santos, *FMR Study of Crystallization in the Metglas 2605SM Amorphous Alloy*, J. Metastable Nanocryst. Mater. 1, 107 (1999).

** Engenheiro Eletrônico (PUC/RJ), Mestre em Ciências em Engenharia Eletrônica (PUC/RJ) e PhD em Engenharia Eletrônica (Universidade de Washington, Seattle, EUA). Professor Titular do IME.

*** DSc em Engenharia Metalúrgica (COPPE/UFRJ). Pesquisador da COPPE/UFRJ.

dados de cristalização também pode fornecer informações valiosas a respeito da importância relativa dos processos de nucleação e crescimento. A ressonância ferromagnética (RFM) parece ser^[1-10] um método conveniente para estudar a cristalização de vidros metálicos, já que se trata de uma técnica rápida, sensível e não-destrutiva.

Neste trabalho, a técnica de RFM foi usada para investigar a cristalização de uma liga metálica de baixas perdas à base de ferro, Metglas 2605SM, fabricada pela AlliedSignal Inc.

TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

A liga, de composição nominal $Fe_{14}Ni_4Mo_3B_{17}Si_2$, fabricada pelo processo *melt spinning*, foi fornecida na forma de fitas com 25mm de largura e 25 μ m de espessura. Os tratamentos isotérmicos foram executados no ar, em pequenos pedaços da fita (dimensões típicas: 4mm x 3mm), em um forno tubular com uma precisão de ± 1 K. Os espectros de RFM foram obtidos à temperatura ambiente em um espectrômetro Varian E-12 trabalhando na Banda X (9,5GHz). Todas as medidas foram feitas com o campo magnético estático paralelo à superfície da amostra e na direção do eixo maior da fita.

No caso de amostras tratadas termicamente, a fração volumétrica cristalizada, f_v , é dada pela equação de Johnson-Mehl-Avrami

$$f_v = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (1)$$

onde K e n são parâmetros independentes do tempo.

No caso de tratamentos isotérmicos, os valores de K e n podem ser determinados

ajustando-se aos dados experimentais, f_v , a equação

$$\ln[-\ln(1-f_v)] = \ln K + n \ln t \quad (2)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os espectros de RFM de duas amostras, uma tratada por 1h a 723K e a outra por 2h a 743K, aparecem na figura 1. Embora a largura de linha seja claramente maior no caso da amostra tratada por um tempo maior a uma temperatura maior, ela não pode ser medida em termos da largura de linha pico a pico, como em outros vidros metálicos,^[1-3, 6-9] por causa da ausência do lado de baixos campos da curva de absorção (figura 1). Como estamos interessados apenas na variação da largura de linha causada pela cristalização, podemos medir, em vez disso, a largura a meia altura do lado de altos campos da primeira derivada da curva de absorção, ΔH , como mostra a figura 1. Este parâmetro de largura de linha aparece na figura 2 em função do tempo de tratamento térmico, para três temperaturas de tratamento. A variação segue de perto equações da forma

$$\Delta H = A + B[1 - \exp(-Kt^n)] \quad (3)$$

com $A = 13$ mT, $B = 92$ mT. Isto mostra que, como em outros vidros metálicos,^[1-3, 6-10] a largura de linha aumenta linearmente com a fração transformada da amostra. A figura 3 foi plotada usando os dados da figura 2 para determinar o valor do expoente de Avrami, n . A fração transformada, f_v , foi calculada a partir da largura de linha, supondo que a relação linear $f_v = (\Delta H - 13)/92$ seja válida para todas as temperaturas investigadas. O valor médio de n é 1,17.

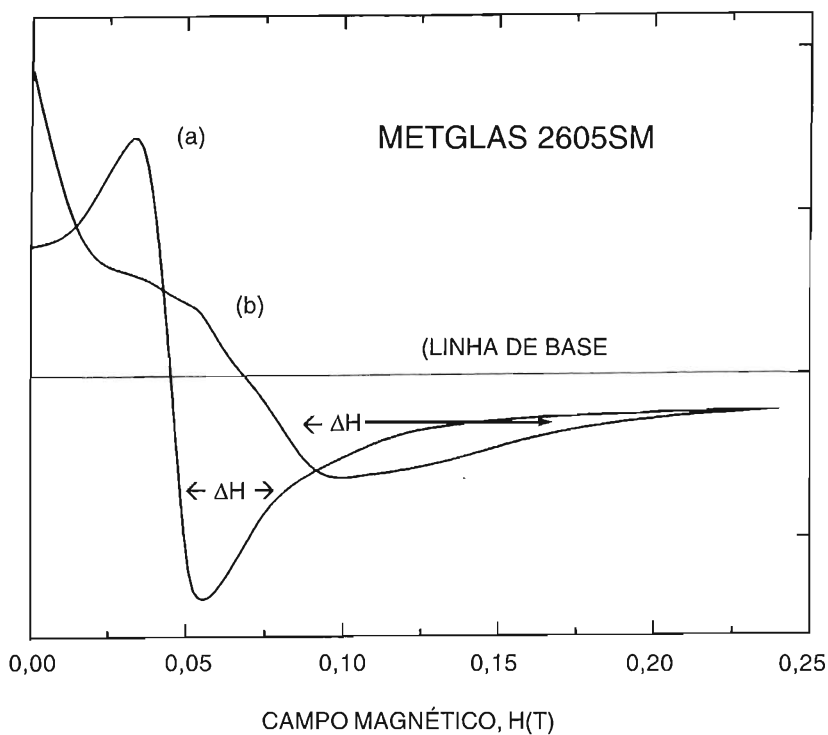


Figura 1: Espectros de RFM de amostras de Metglas 2605S.

(a) Tratada por 1h a 723K;
 (b) tratada por 2h a 743K

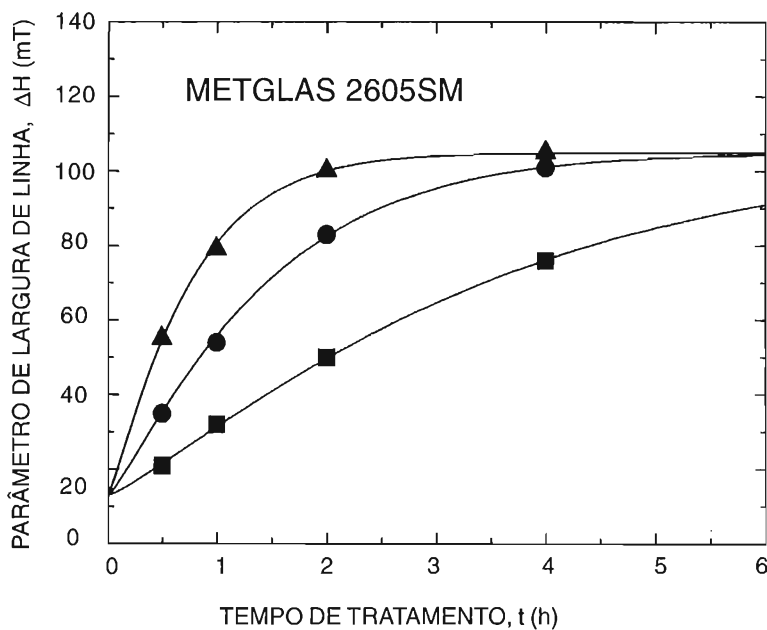


Figura 2: Parâmetro de largura de linha em função do tempo de tratamento, para três diferentes temperaturas de tratamento: (■) 723K; (●) 733K; (▲) 743K

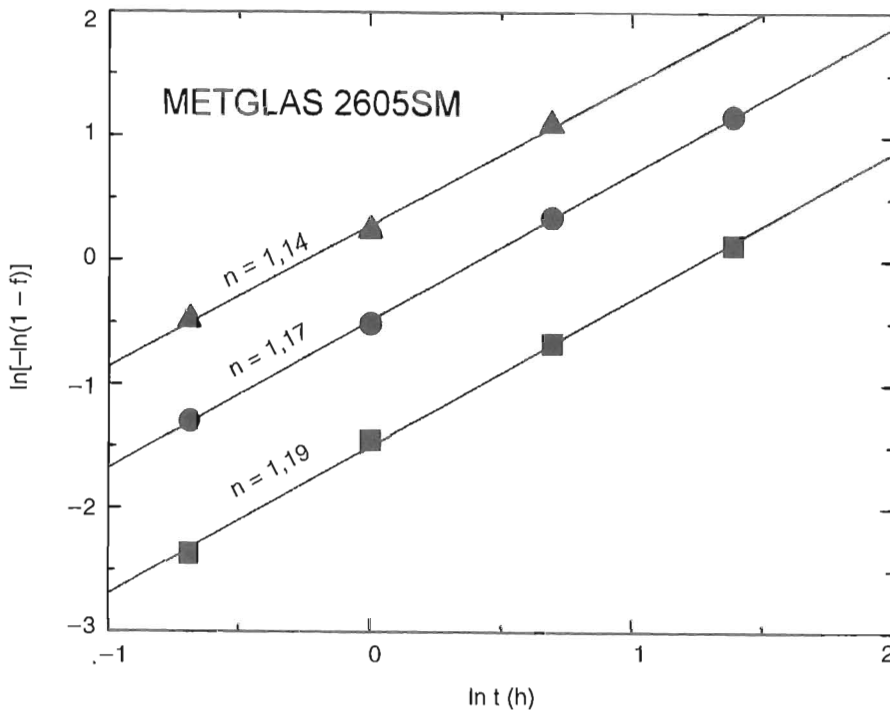


Figura 3: Gráficos de Avrami para três diferentes temperaturas: (■) 723K; (●) 733K; (▲) 743K

A energia aparente de cristalização E_c foi calculada a partir da variação com a temperatura do tempo para um certo valor de largura de linha, $t_{\Delta H}$, de acordo com a equação

$$t_{\Delta H} = C \exp (E_c/kT) \quad (4)$$

Gráficos de $\ln t_{\Delta H}$ em função de $1/T$ aparecem na figura 4 para três valores de largura de linha. Os valores correspondentes de E_c , obtidos a partir das inclinações de retas ajustadas por mínimos quadrados aos pontos experimentais, também estão indicados na figura. O uso de retas é justificado pelo fato de que a cristalização de vidros metálicos é um processo termicamente ativado.^[12] O valor

médio de E_c é 361kJ/mol. Os valores do expoente de Avrami, n , são compatíveis com um processo de crescimento controlado por difusão com uma taxa de nucleação próxima de zero.^[11,12]

Os valores de n e E_c para várias ligas amorfas à base de ferro aparecem na tabela 1. O fato de que as duas ligas que contêm molibdênio apresentam um expoente de Avrami próximo de 1, um valor muito menor do que nas outras ligas, sugere que este elemento é um supressor muito eficiente da nucleação. Esta é uma observação importante no que diz respeito à estabilidade térmica dos vidros metálicos.

A cristalização de uma liga amorfa com uma composição ligeiramente diferente,

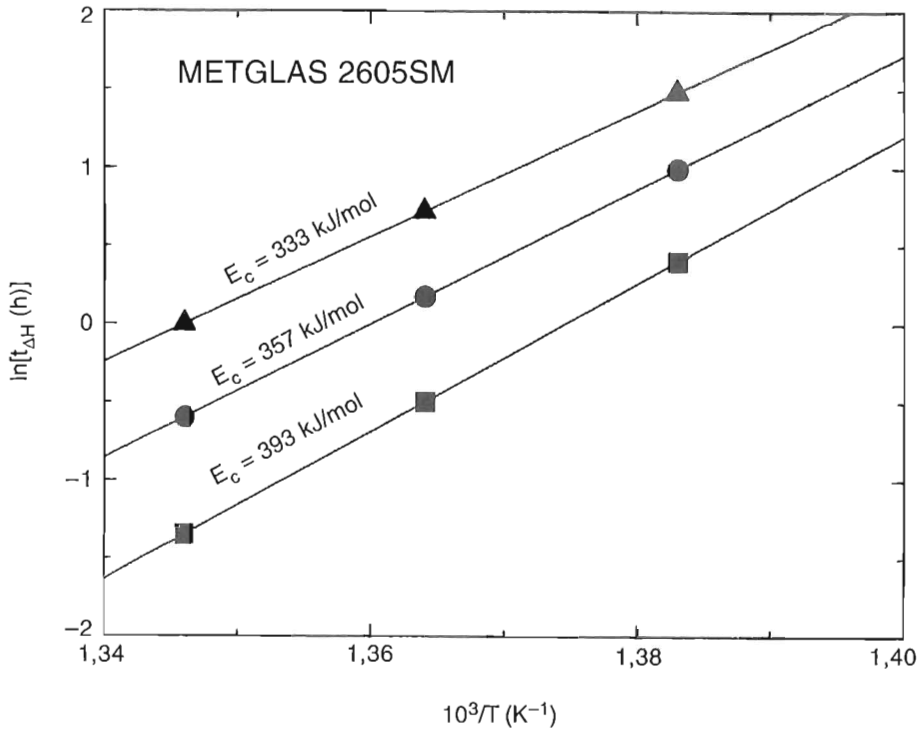


Figura 4: Gráfico de $\ln t_{\Delta H}$ em função da temperatura de tratamento. As retas são ajustes por mínimos quadrados aos dados experimentais. DH = (■) 40mT; (●) 60mT; (▲) 80mT


| Nome | Composição | E_c (kJ/mol) | n | Referência |
|-----------------|---|----------------|------|---------------|
| Metglas 2826MB | $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$ | 353 | 1,08 | 8 |
| Metglas 2605SM | $\text{Fe}_{74}\text{Ni}_4\text{Mo}_3\text{B}_{17}\text{Si}_2$ | 361 | 1,17 | Este trabalho |
| Vitrovac 0040 | $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$ | 364 | 1,58 | 4 |
| Metglas 2826A | $\text{Fe}_{32}\text{Ni}_{36}\text{Cr}_{14}\text{P}_{12}\text{B}_8$ | 306 | 1,65 | 1 |
| Metglas 2826 | $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$ | 412 | 1,67 | 2 |
| Metglas 2605S-2 | $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_{19}$ | 351 | 1,92 | 9 |

Tabela 1: Resultados experimentais para algumas ligas amorfas, obtidos usando a técnica da ressonância ferromagnética

$\text{Fe}_{75}\text{Ni}_4\text{Mo}_3\text{B}_{16}\text{Si}_2$, foi estudada por Ramanan e Fish^[13] usando o método da Calorimetria Diferencial de Varredura. Embora o valor obtido para a energia aparente de cristalização, 357kJ/mol, esteja em boa concordância com nossos resultados, o valor do expoente de Avrami, 2,0, é muito maior que

o obtido no presente trabalho. Não foi possível determinar a razão para esta discrepância.

AGRADECIMENTO

Os autores agradecem o apoio financeiro desta pesquisa por parte do CNPq, através dos auxílios 524262/96-9 e 201163/97-7. 

REFERÊNCIAS

1. BIASI, R. S. de e RODRIGUES, R. W. D. *J. Mater. Sci*, 20, 845, 1985.
2. BIASI, R. S. de e FERNANDES, A. A. R. *J. Magn. Magn. Mater.* 54-57, 253, 1986.
3. ———. *J. Mater. Sci. Lett.* 5, 1.258, 1986.
4. ———. *J. Mater. Sci.* 24, 41, 1989.
5. ———. *Phys. Rev.* B42, 527, 1990.
6. BALASUBRAMANIAM, G., TIWARI, A. N. e SRIVASTAVA, C. M. *J. Mater. Sci*, 25, 1.636, 1990.
7. BIASI, R. S. de. *J. Mater. Sci. Lett.* 12, 1.028, 1993.
8. BIASI, R. S. de e D'ALMEIDA, F. M. R. *J. Mater. Sci. Lett.* 11, 1.696, 1992.
9. BIASI, R. S. de e ARAÚJO, S. M. V. *J. Mater. Sci. Lett.* 14, 94, 1995.
10. BIASI, R. S. de e GRILLO, M. L. N. *J. Mater. Sci. Lett.* 15, 1.916, 1996.
11. RANGANATHAN, S. e VON HEIMENDAHL, M. *J. Mater. Sci.* 16, 2.401, 1981.
12. ILSCHNER, B. *Archiv f. d. Eisenhüttenwesen*, 26, 59, 1955.
13. RAMANAN, V. R. V. e FISH, G. E. *J. Appl. Phys.* 53, 2.273, 1982.

*Os telefones móveis ou celulares
são hoje menores do que um porta-moedas
e leves como uma barra de chocolate —
é o intruso mais teimoso da vida cotidiana
depois do micro.*

Revista Stern