

CRISTALIZAÇÃO DO VIDRO METÁLICO METGLAS 2605CO: ESTUDO COMPARATIVO ENTRE MEDIDAS DE RESSONÂNCIA FERROMAGNÉTICA E RESISTIVIDADE ELÉTRICA

*R. S. de Biasi**

*A. A. R. Fernandes***

*L. Balinski****

*M. L. N. Grillo*****

RESUMO

Medidas de resistividade elétrica e ressonância ferromagnética têm sido usadas para estudar a cristalização de vidros metálicos; entretanto, como os dois métodos são indiretos, os resultados não são necessariamente comparáveis. Assim, é importante verificar se as diferenças observadas se devem ao método usado para preparar as amostras ou a diferenças intrínsecas entre os dois métodos. Neste trabalho, medidas de resistividade elétrica e ressonância ferromagnética foram executadas em amostras como recebidas e parcialmente cristalizadas de um vidro metálico comercial, Metglas 2605CO. Como as medidas foram executadas nas mesmas amostras, a influência do método de preparação pode ser descartada e qualquer diferença nos resultados deve ser atribuída a diferenças intrínsecas entre os dois métodos. Os resultados da presente investigação sugerem que as duas técnicas levam essencialmente aos mesmos resultados.

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

**Físico (UFRJ), Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais (IME) e Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais (IME). É Professor Adjunto da UFES.

***Engenheiro Metalúrgico (IME).

****Bacharel em Física (UERJ), Mestre em Ciências em Física (PUC) e Doutora em Física (UFRJ). É Professora Adjunta da UERJ.

INTRODUÇÃO

A estabilidade térmica de vidros metálicos é assunto de considerável interesse, já que a propriedade desses materiais de emprego em engenharia pode ser consideravelmente modificada pela cristalização. A determinação dos parâmetros cinéticos da reação, como a energia de ativação e o expoente de Avrami, pode ser realizada com base em medidas em função do tempo, t , e da temperatura, T , de um parâmetro físico, ρ , do material que está sendo investigado. A fração transformada, f , pode ser definida [1] através da equação

$$f = \frac{\rho - \rho_o}{\rho_1 - \rho_o} \quad (1)$$

onde ρ_o e ρ_1 se referem ao início e ao final da transformação, respectivamente. No caso de transformações isotérmicas, a fração transformada f é frequentemente descrita pela equação de Johnson-Mehl-Avrami [2]

$$f = 1 - \exp(-kt^n) \quad (2)$$

onde k é um fator que depende da temperatura e n é uma constante conhecida como expoente de Avrami.

A ressonância ferromagnética [3-10] e a resistividade elétrica [11-16] parecem ser parâmetros convenientes para estudar a cristalização de vidros metálicos, já que se trata de métodos rápidos, sensíveis e não-destrutivos; entretanto, como os dois métodos são indiretos, os resultados não são necessariamente comparáveis. Assim, é importante determinar se as possíveis diferenças se devem ao método de preparação das amostras ou a diferenças intrínsecas entre os dois métodos. Neste trabalho, medidas de resistividade elétrica e ressonância ferromagnética foram realizadas em amostras como recebidas e parcialmente cristalizadas de um vidro metálico comercial, Metglas 2605CO. Como as medidas foram realizadas nas mesmas amostras, a influência do método de preparação das amostras pode ser descartada e qualquer diferença atribuída a diferenças intrínsecas entre os dois métodos.

MÉTODO EXPERIMENTAL

A liga, de composição nominal $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$, foi fornecida na forma de fitas com 25 mm de largura e 30 μm de espessura. Os tratamentos térmicos foram executados em atmosfera ambiente, em pequenos pedaços de fita (dimensões típicas: 4 mm x 3 mm), em um forno tubular

com uma precisão de temperatura de ± 1 K. Todos os tratamentos foram executados a 645 K. De acordo com resultados anteriores [17], obtidos em uma liga de composição semelhante, não se esperava que a oxidação das amostras fosse significativa.

Os espectros de ressonância ferromagnética foram obtidos com o auxílio de um espectrômetro Varian E-12. Todas as medidas foram feitas com o campo estático paralelo à superfície das amostras e ao longo do eixo maior das fitas.

As medidas de resistividade elétrica foram executadas à temperatura ambiente em um Sistema de Medida do Efeito Hall Bio-Rad HL5500PC, usando o método de van der Pauw.

Todos os pontos experimentais representam a média das medidas executadas em pelo menos três amostras.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os espectros de ressonância ferromagnética de uma amostra de 2506CO como recebida e de uma amostra tratada por 4 h a 645 K aparecem na Figura 1. Embora a largura de linha seja visivelmente maior na amostra tratada, não pode ser medida em termos de largura de linha pico-a-pico, como foi feito para outros vidros metálicos [3-9], porque o lado de baixos campos da curva está parcialmente ausente. Como estamos interessados apenas na variação relativa da largura de linha devido à cristalização, podemos medir, em vez disso, a largura a meia altura da parte de altos campos da primeira derivada, ΔH . Este parâmetro aparece na Figura 2 em função do tempo de tratamento. Os círculos são pontos experimentais; a curva é um ajuste dos pontos experimentais à equação

$$\Delta H = \Delta H_0 + (\Delta H_1 - \Delta H_0)[1 - \exp(-kt^n)] \quad (3)$$

que pode ser obtida a partir das Equações (1) e (2) fazendo $p = \Delta H$, $p_0 = \Delta H_0$, $p_1 = \Delta H_1$. Os parâmetros que permitiram o melhor ajuste foram $\Delta H_0 = 53$ mT, $\Delta H_1 = 106$ mT, $k = 1,25$ h⁻¹ e $n = 1,00$.

O erro experimental, calculado usando a expressão

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N [f(X_i) - Y_i]^2}{N-1} \quad (4)$$

onde Y_i são os dados experimentais, $f(X_i)$ são os valores calculados usando a função de ajuste e N é o número de pontos experimentais, é $\chi^2 = 2,72$.

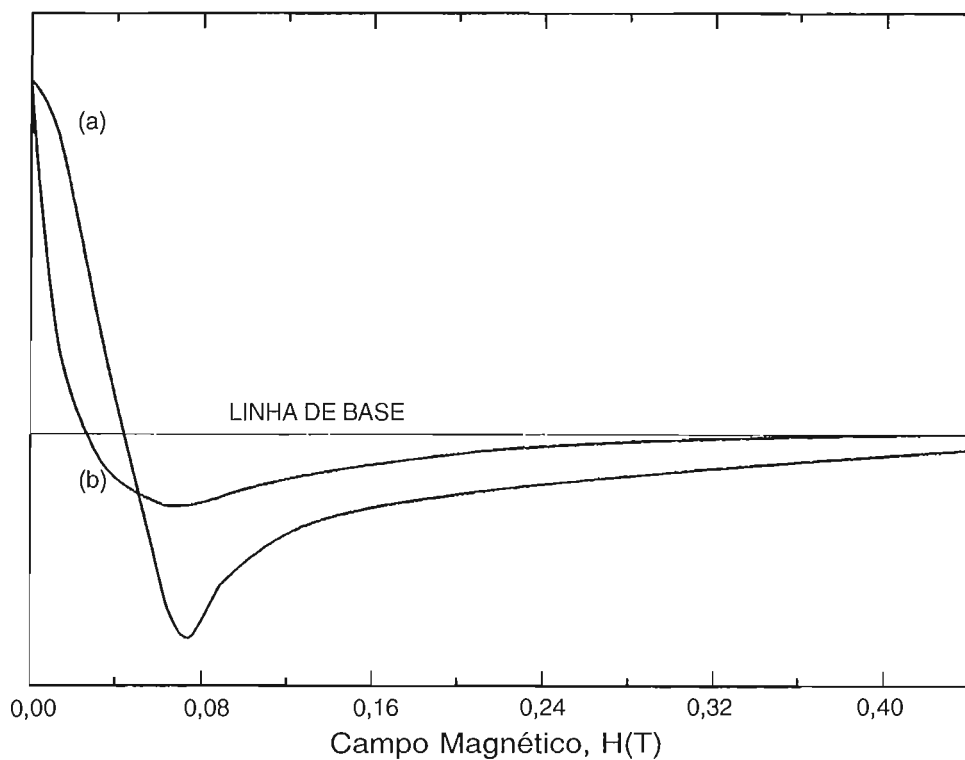


Figura 1: Espectros de ressonância ferromagnética de amostras de Metglas 2605CO. (a) Como recebida; (b) tratada por 4h a 645k

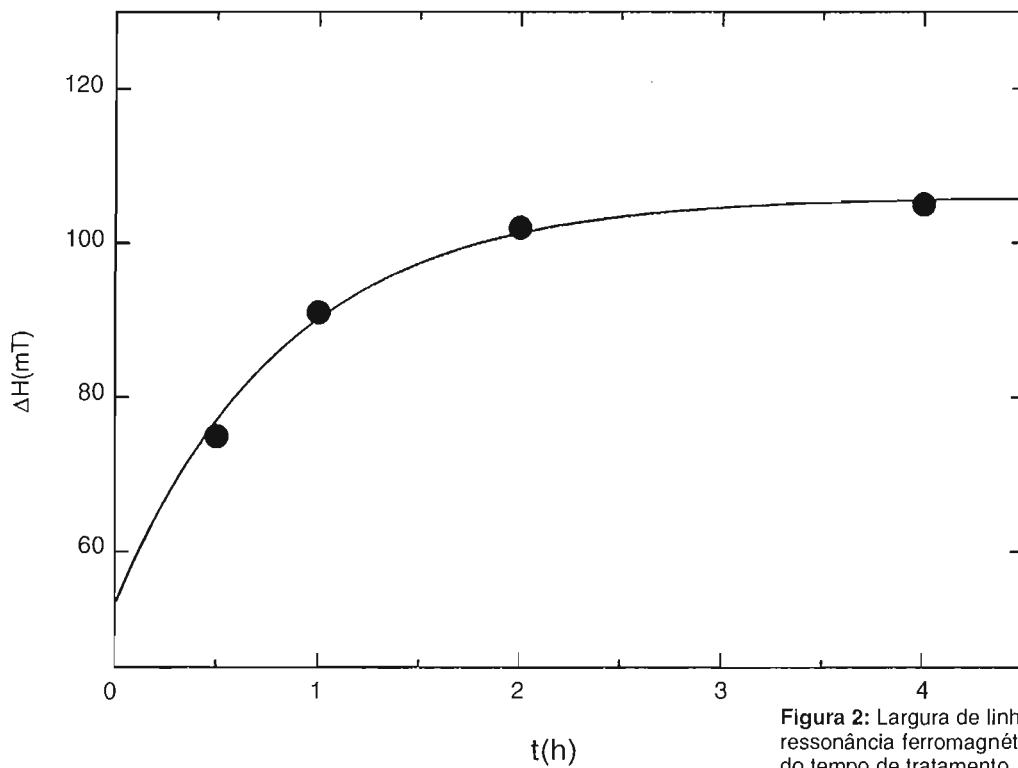


Figura 2: Largura de linha de ressonância ferromagnética em função do tempo de tratamento

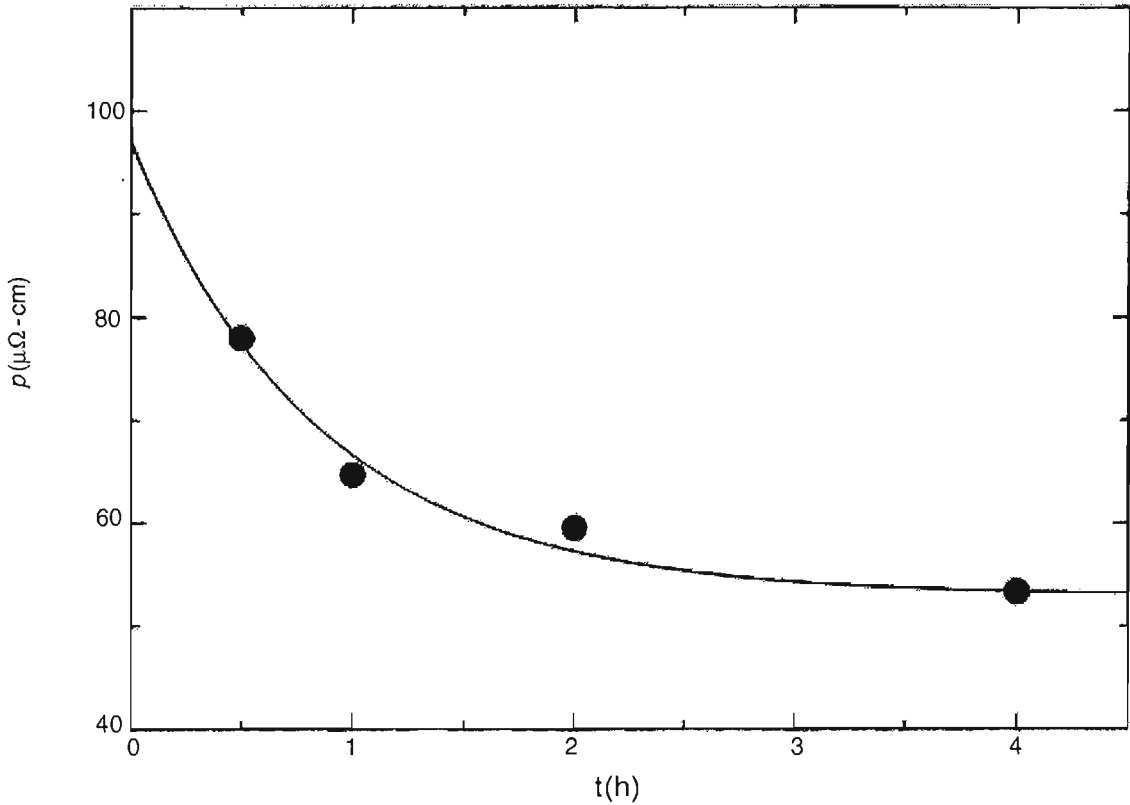


Figura 3: Resistividade elétrica em função do tempo de tratamento

A resistividade elétrica das mesmas amostras de Metglas 2605CO aparece na Figura 3 em função do tempo de tratamento. Os círculos são pontos experimentais; a curva é um ajuste dos pontos experimentais à equação

$$\rho = \rho_0 + (\rho_1 - \rho_0)[1 - \exp(-kt^n)] \quad (5)$$

que pode ser obtida a partir das Equações (1) e (2) fazendo $p = \rho$, $p_0 = \rho_0$, $p_1 = \rho_1$. Os parâmetros que permitiram o melhor ajuste foram $\rho_0 = 97 \mu\Omega\text{-cm}$, $\rho_1 = 53 \mu\Omega\text{-cm}$, $k = 1,17 \text{ h}^{-1}$ e $n = 1,00$. O erro experimental, calculado usando a Equação (4), é $\chi^2 = 3,06$. O valor do expoente de Avrami, 1,00, concorda razoavelmente bem com o resultado obtido por Criado et al. [14] a partir de medidas de resistividade elétrica em uma amostra tratada continuamente por 1 h a 645 K, $n = 1,2$.

CONCLUSÕES

Os valores de n para várias ligas amorfas à base de ferro aparecem na Tabela 1. Os resultados do presente trabalho, como os resultados para os vidros metálicos Metglas 2605S-3A e Metglas 2826MB, são compatíveis com um processo de crescimento controlado por difusão, com uma taxa de nucleação próxima de zero; os resultados para os vidros metálicos Vitrovac 0040, Metglas 2826A e Metglas 2826 são compatíveis com um processo de crescimento controlado por difusão com uma taxa de nucleação constante; o resultado para o vidro metálico 2605S-2 é compatível com um processo de crescimento controlado por difusão com uma taxa de nucleação crescente.

Nome	Composição	n	Referência
Metglas 2605CO	$Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$	1,00	Este trabalho
Metglas2605S-3A	$Fe_{76}B_{16}Si_5Cr_2C_1$	1,04	10
Metglas 2826MB	$Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$	1,08	8
Vitrovac 0040	$Fe_{40}Ni_{40}B_{20}$	1,58	6
Metglas 2826A	$Fe_{32}Ni_{36}Cr_{14}P_{12}B_8$	1,65	3
Metglas 2826	$Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$	1,67	4
Metglas 2605S-2	$Fe_{78}B_{13}Si_{19}$	1,92	9

Tabela 1: Resultados experimentais para algumas ligas amorfas à base de ferro

O fato de que os valores dos parâmetros cinéticos k e n medidos usando os métodos da ressonância magnética e da resistividade elétrica estão em boa concordância quando as mesmas amostras são usadas para os dois tipos de medidas sugere que qualquer diferença entre os resultados obtidos por diferentes pesquisadores para o mesmo material, usando as duas técnicas, se deve a diferenças no processo de preparação das amostras e não a diferenças intrínsecas entre os dois métodos.



REFERÊNCIAS

- 1 – MITTEMEIJER, E.J., van GENT, A., e van der SCHAAF, P.J. *Metall. Trans. A*, v. 17A, p. 1441-1445, 1986.
- 2 – ZANOTTO, E.D. e GALHARDI, A. *J. Non-Cryst. Solids*, v. 104, p. 73-80, 1988.
- 3 – DE BIASI, R.S. e RODRIGUES, R.W.D. *J.Mater.Sci.*, v. 20, p. 845-853, 1985.
- 4 – ———. *J.Magn.Magn.Mater.*, v. 54-57, p. 253-254, 1986.
- 5 – ———. *J.Mater.Sci.Lett.* v. 5, p. 1.258-1.260, 1986.
- 6 – ———. *J.Mater.Sci.* v. 24, p. 41-44, 1989.
- 7 – BALASUBRAMANIAN, G., TIWARI, A.N., e SRIVASTAVA, C.M. *J.Mater.Sci.* v. 25, p. 1.636-1.639, 1990.
- 8 – DE BIASI, R.S. e D'ALMEIDA, F.M.R. *J.Mater.Sci.Lett.* v.11, p. 1.696-1.697, 1992.
- 9 – DE BIASI, R.S. e ARAÚJO, S.M.V. *J.Mater.Sci.Lett.*, v. 14, p. 94-95, 1995.
- 10 – DE BIASI, R.S. e GRILLO, M.L.N. *Rev.Mil.Ci.Tec.*, v.15, p. 5-8, 1998.
- 11 – OREHOTSKY, J. *J. Appl. Phys.* v. 50, p. 7.612-7.614, 1979.
- 12 – BAIBICH, M.N., MUIR, W.B. e van WYCK, D.R. *J. Appl. Phys.* v. 52, p. 1.886-1.888, 1981.
- 13 – KUO, Y.C., ZHANG, L.S. e ZHANG, W.K., *J. Appl. Phys.* v. 52, p. 1.889-1.891, 1981.
- 14 – CRIADO, A., CUMBREIRA, F.L., CONDE, A. e MARQUEZ, R. *J. Mater. Sci.*, v. 19, p. 1.535-1.539, 1983.
- 15 – JONES, G.A., BONNETT, P., e PARKER, S.F.H. *J. Magn. Magn. Mat.*, v. 58, p. 216-226, 1986.
- 16 – NABEREZHNYKH, V.P., TKACH, V.I., LIMANOVSKIY, A.I., e KAMENEVA, V.Yu. *Phys. Met. Metall.*, v. 71, p. 153-159, 1991.
- 17 – DE BIASI, R.S. e FERNANDES, A.A.R. *J.Mater.Sci.*, v. 5, p. 1.258-1.260, 1986.
- 18 – RANGANATHAN, S. e von HEIMENDAHL, M. *J.Mater.Sci.*, v. 16, p. 2.401-2.404, 1981.
- 19 – ILSCHNER, B. *Archiv f.d. Eisenhüttenwesen*, v. 26, p. 59-61, 1955.

*A vida é passageira. Não adianta colocar
importância exagerada nos bens materiais.*

Provérbio Popular

*Perdoai, se tiverdes algum ressentimento, contra alguém,
perdoai, para que também nosso Pai, que está nos céus,
vos perdoe os vossos pecados.*

Marcos 11:25