

ESTUDIO DE LOS PROCESOS DE RECRISTALIZACIÓN EN EL SISTEMA Fe-Si-B-Sn

V. Cremaschi, B. Arcondo y H. Sirkin.

Laboratorio de Sólidos Amorfos, Departamento de Física. Facultad de Ingeniería (UBA) - Paseo Colón 850, Capital Federal.

e-Mail: vidrios@aleph.fi.uba.ar

Se prepararon aleaciones de distintas composiciones en el sistema Fe-Si-B-Sn. A partir de los lingotes as-cast, se obtuvieron cintas con la técnica de Melt Spinning. Se comprobó la estructura amorfa de las mismas mediante difracción de rayos X y espectroscopía Mössbauer. Se realizaron recocidos isotérmicos de una hora de las cintas amorfas a diferentes temperaturas con el fin de estudiar los procesos de recristalización y analizar la posibilidad de lograr la obtención de estructuras nanométricas estables dentro de la matriz amorfa. Las muestras fueron sometidas luego de cada tratamiento térmico a análisis de difracción de rayos X y espectroscopía Mössbauer. Paralelamente se llevaron a cabo mediciones de la variación relativa del Módulo de Young con la técnica de la Lámina Vibrante, para las distintas temperaturas de recocido, con la finalidad de analizar el comportamiento magnetoelástico mediante la observación del Efecto ΔE .

I. INTRODUCCIÓN

El Fe-Si-B es una aleación con capacidad de amorfización bien conocida, siendo las excelentes propiedades que presenta como magnetos blandos⁽¹⁾ uno de sus rasgos destacados. En 1988 Yoshizawa et al.⁽²⁾ descubrieron que la adición de pequeñas cantidades de Nb y Cu a ese sistema permite obtener, mediante la recristalización controlada del material en fase amorfa, una fina estructura de Fe(Si) con granos de dimensiones nanométricas (10-50 nm) orientados al azar y embebidos en una matriz amorfa. Esta nueva clase de material nanocristalino presenta muy buenas propiedades magnéticas blandas, superiores a las de su precursor, el Fe-Si-B, mostrando valores de magnetización de saturación ($\mu_0 M_S$) cercanos a los 1.3 T, fuerzas coercitivas menores que 1 A/m y magnetostricción casi nula ($\lambda \approx 1 \times 10^{-6}$). En este sistema, la nanocristalización es atribuida a clusters de Cu⁽³⁾ mientras que el Nb parece estabilizar la matriz amorfa remanente.

La adición de otros elementos con bajos coeficientes de difusión e inmiscibles en α -Fe puede también inducir nanocristalización aun en ausencia de Cu (4). En particular, el Sn cumple con la primera de estas condiciones por lo que en este trabajo se analiza su papel en el proceso de cristalización del sistema Fe-Si-B.

II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se obtuvieron cintas amorfas del sistema $Fe_{79-x}Si_{11}B_{10}Sn_x$ ($x=1$ y 2.6; muestras A1 y A2.6 respectivamente) con secciones típicas de $1mm \times 20\mu m$, mediante la técnica de Melt Spinning. Posteriormente se realizaron recocidos en vacío (10^{-5} mbar) de una hora en el intervalo de temperaturas comprendido entre 350 y 600°C con el objeto de inducir la relajación del estado

amorfo y, posteriormente, la cristalización del material. La evolución de la estructura fue analizada mediante difracción de rayos X (DRX), espectroscopía Mössbauer (EM), y mediciones de la variación relativa de las frecuencias de resonancia (Efecto ΔE).

La Fig. 1 muestra los diagramas DRX de las muestras obtenidos a diferentes temperaturas de recocido (Tr). Los espectros Mössbauer fueron realizados con fuente de ^{57}Co , a temperatura ambiente y en geometría de transmisión. Para su ajuste se empleó el programa Normos que trabaja con distribuciones de histogramas de campos magnéticos hiperfinos (BHF). La Fig. 2 muestra estos espectros obtenidos en las distintas etapas de la relajación.

Las mediciones del Módulo de Young fueron realizadas en muestras de 2 cm de longitud, antes y después de cada tratamiento térmico (E_0 y E respectivamente), usando la técnica de lámina vibrante⁽⁶⁾. La variación relativa de este parámetro, $\Delta E/E_0$, fue obtenida para las diferentes temperaturas de relajación. En el caso de sistemas ferromagnéticos con altas constantes de magnetostricción (λ), el valor del Módulo de Young puede disminuir como resultado de una tensión magnetostrictiva adicional causada por el movimiento de los dominios que induce la tensión aplicada (Efecto ΔE). Este efecto es importante en el caso de aleaciones ferromagnéticas amorfas y puede observarse incluso durante recocidos que incrementan la movilidad de los dominios magnéticos⁽⁷⁾. La relación entre esos parámetros está dada por⁽⁸⁾.

$$\frac{\Delta E}{E_0} = -\frac{2\lambda}{5\sigma_i} E_S \quad (1)$$

donde E_S es el Módulo de Young en un estado de saturación magnética, E_0 es dicho módulo en estado

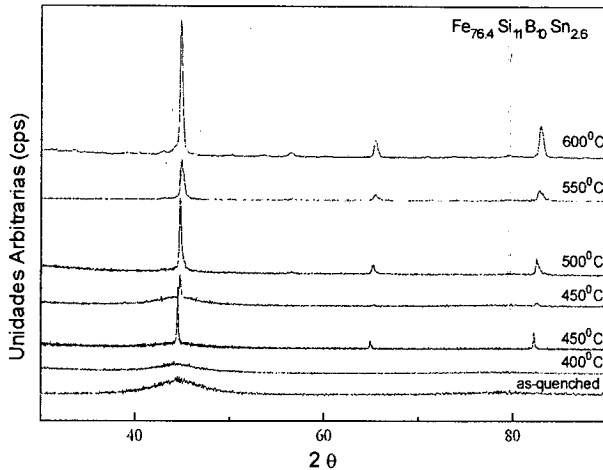
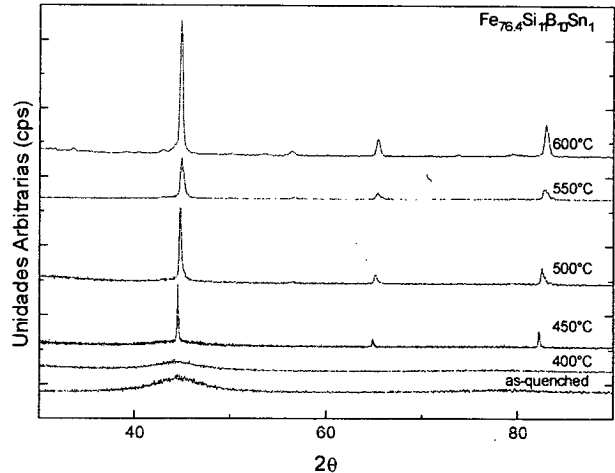


Fig. 1: XRD de las muestras A1 y A2.6



desmagnetizado, λ es la constante de magnetostricción y σ_i es la tensión interna.

Los cambios en la frecuencia de resonancia de las cintas son proporcionales a los cambios en el módulo de Young de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{\Delta E}{2.E} \quad (2)$$

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Difracción de Rayos X

La Fig. 1 muestra diagramas de DRX típicos de las muestras recocidas. Puede observarse que la cristalización comienza a los 450 °C con la fase α -Fe. A 500 °C, el pico correspondiente a la fase α -Fe se corre hacia mayores valores de 2θ , lo que puede ser atribuido al aumento de Si en la solución sólida α -(FeSiSn), donde el Si y el Sn están ubicados en sitios de la celda del α -Fe. La fase Fe_3B también comienza a precipitar a esa temperatura y la fase metaestable Fe_3Si no estequiométrica con BHF de 31.7, 28.3, 24.1 y 19.4T. En conclusión, la muestra con 2,6% de Sn alcanza mayor cristalización de la fase Fe_3Si no estequiométrica que la que contiene 1% de Sn.

Espectroscopía Mössbauer

Los espectros Mössbauer (Fig. 2) de la muestra A 2.6 as-quenched y recocida por debajo de 450°C muestran un campo magnético hiperfino distribuido. El espectro fue ajustado empleando una distribución de histogramas con un valor de pico de 25.2T y una desviación standard de 4T. El valor del Corrimiento Isomérico es de 0.03 mm/s. Esta muestra, recocida hasta 500°C muestra fase amorfa (14%) y cinco interacciones correspondientes a Fe_3Si no estequiométrica con valores de BHF de 31.7, 30.5, 28.3,

24.1 y 19.1T. El espectro de la muestra A1 recocida hasta 500°C muestra fase amorfa (28%) más cuatro interacciones correspondientes a Fe_3Si no estequiométrica con BHF de 31.7, 28.3, 24.1 y 19.4T. En conclusión, la muestra con 2,6% de Sn alcanza mayor cristalización de la fase Fe_3Si no estequiométrica que la que contiene 1% de Sn.

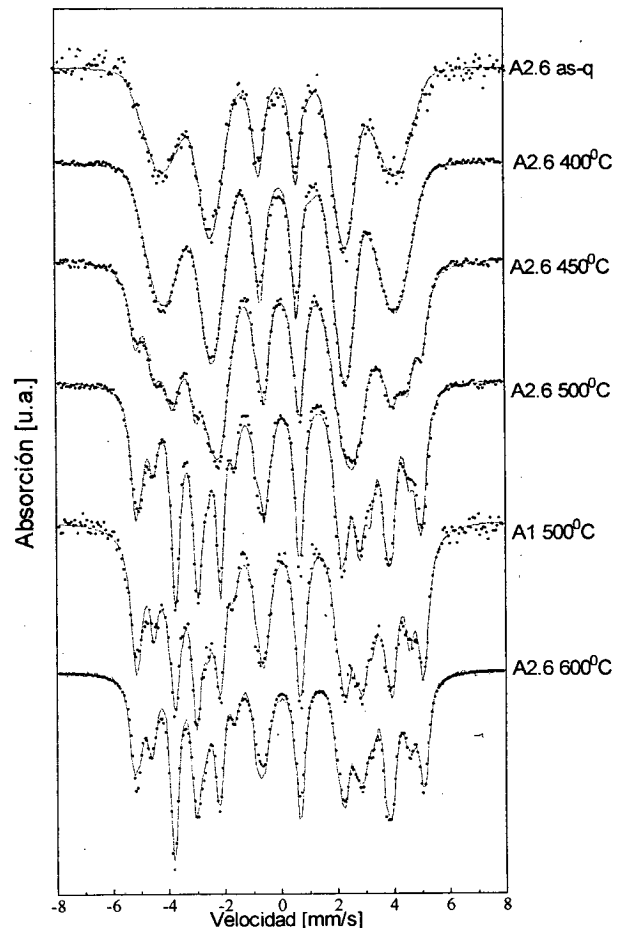


Fig. 2: Espectros Mössbauer, muestras A1 y A2.6

Los espectros Mössbauer de muestras A2.6 recocidas hasta $T_r=450^\circ\text{C}$ muestran una fase amorfa y cuatro interacciones magnéticas correspondientes a diferentes sitios en la red cristalina. Los parámetros Mössbauer están en concordancia con los correspondientes a Fe_3Si no estequiométrico en el sistema Fe-Si-B-Nb-Cu⁽¹¹⁾, pero los campos son menores que aquellos correspondientes a granos grandes de Fe_3Si . Teniendo en cuenta que la distribución de campos hiperfinos no depende de la cantidad de Si en solución, esta reducción puede ser atribuida a un tamaño de grano pequeño^(11,12). Cuando el recocido alcanza los 600°C se observa cristalización completa y los valores de BHF se incrementan estando en concordancia con los del Fe_3Si cristalino.

Módulo de Young.

Las medidas del Módulo de Young de la muestra A2.6 se presentan en la Fig. 3(a) y las de la muestra A1 en la Fig. 3(b). Desde el estado as-quenched hasta los 400°C , se puede observar una disminución de $\Delta E/E_0$. Como en esta etapa de la relajación no se ha detectado ninguna nueva fase, ya sea empleando DRX o EM, esta disminución seguramente tiene un origen magnetostrictivo. (Efecto ΔE). Mediante el recocido de las muestras amorfas se liberan las tensiones internas producidas durante el enfriamiento rápido. Esto concuerda con resultados obtenidos en trabajos previos.^(5,10) A 450°C el incremento del valor de $\Delta E/E_0$ está relacionado con el inicio de la cristalización que continúa hasta los 550°C en el caso de la muestra A2.6 y hasta 600°C en el caso de la muestra A1.

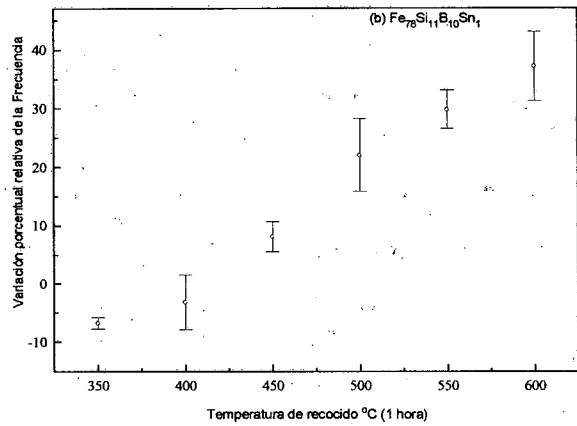
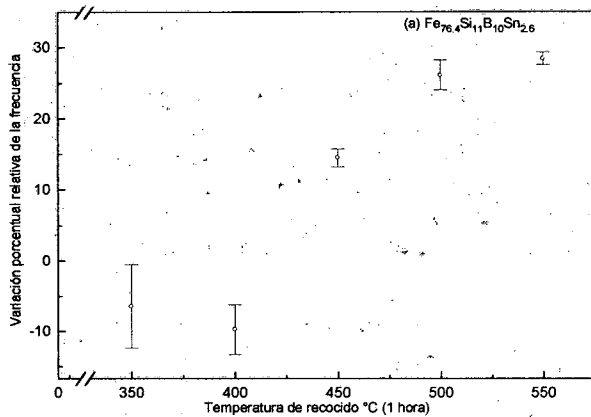


Fig. 3: Mediciones de $\Delta f/f_0$ de las muestras A2.6 (3a) y A1 (3b)

IV. REFERENCIAS

- 1 - F.E. Luborsky, in: Amorphous Metallic Alloy, ed. F.E. Luborsky. (Butterworths Publ. 1983) p. 360-380.
- 2 - Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi. J Apply. Phys. 64 (10) (1988) 6044-6046.
- 3 - K. Hono, J.L. Li, Y. Ueki, A. Inoue and T. Sakurai. Appl. Surface. Science 67, (1993) 398-406.
- 4 - R. Yavari, in: IV International Workshop on Non-Crystalline Solids, Madrid 1994, eds. M.Vázquez and H.Hernando (World Scientific 1995), p. 35-43.
- 5 - J. Moya, M. Vázquez, V. Cremaschi, B. Arcondo and H. Sirkin. To be Published.
- 6 - K. Bothe, H. Neuhäuser; J. Non-Cryst. Solids 56 (1983) 279.

- 7 - J.Perez, F.Fouquet and G.Lormand in: Les Amorphes Metalliques;(les editions de physique 1983) p. 541.
- 8 - S. Chikazumi in: Physics of Magnetism, (Krieger Publishing Company. Malabar, Florida 1978).
- 9 - N. Banerji, U.C.Johri, V. N. Kulkarni and R. M. Singru, Journal of Material Science 30 (1995) 417-425.
- 10 - J. Moya, F. Audebert, B. Arcondo and H. Sirkin. To be Published.
- 11 - G. Rixecker, P. Schaaf and U. Gonser, J. Phis.Matter 4 (1992)10295-10310.
- 12 - M. Arita, S. Nasu and F. E. Fujita, Trans. Jap. Inst. Met 26 (1985) 71-20.