

VARIACION DEL MODULO DE YOUNG EN FUNCION DE LA TEMPERATURA Y TIEMPOS DE RECOCIDOS EN VIDRIOS METALICOS DE FeNiB

J. Moya*, F. Audebert, H. Sirkin**.

Laboratorio de Sólidos Amorfos, Departamento de Física, Facultad de Ingeniería,
Universidad de Buenos Aires, Paseo Colón 850, 1063 Buenos Aires.

Los vidrios metálicos se caracterizan por poseer altos valores de dureza y resistencia mecánica, con un módulo de Young entre un 20 % a un 50 % menor que el del correspondiente material cristalino. Tratamientos térmicos de recocidos en estos vidrios, conducen a reordenamientos atómicos en la estructura amorfa, llamados de relajación estructural, y a procesos de cristalización. Estos reordenamientos y transformaciones de fase producen en algunos casos fuertes cambios en las propiedades mecánicas.

Sobre cintas de un vidrio metálico de $Fe_{44.1}Ni_{38.6}B_{17.3}$ obtenidas con un equipo de Melt-Spinning, se realizaron tratamientos térmicos de recocido continuo e isotérmico y se efectuaron determinaciones del módulo de Young mediante la técnica de resonancia en flexión según modo libre-libre. Se observan las variaciones del módulo como consecuencia de la evolución estructural, en función de la temperatura y tiempos de recocidos

INTRODUCCION

El congelamiento estructural obtenido por enfriamiento rápido desde el líquido, produce un número de imperfecciones en la estructura del vidrio, es decir, no sólo este estado es metaestable con respecto al cristalino sino que también es metaestable respecto a un hipotético vidrio ideal.

Por lo tanto, los vidrios metálicos obtenidos por un enfriamiento rápido, previamente a su cristalización, relajarán hacia un estado de menor energía manteniendo una estructura desordenada.

Esta relajación estructural involucra reordenamientos de orden químico y topológico, produciendo variaciones en sus propiedades, por ejemplo, aumento de la densidad y del módulo de Young.

El mecanismo de la relajación estructural hasta la actualidad no está bien establecido.

Kursumovic et al.^{1,2} han estudiado la relajación estructural en calentamientos continuos e isotérmicos por dilatometría. Con dicha técnica, la variación de densidad entre el estado amorfo inicial (Asquenching) y el cristalino es del 1%. En cambio, el módulo de Young, según la composición química, varía de un 20 % a un 50% entre ambos estados. Habiendo desarrollado previamente un equipo para la determinación del módulo de Young en cintas de vidrios metálicos mediante la técnica de resonancia en flexión con sustentación libre-libre³, se realizaron recocidos continuos e

isotérmicos sobre un vidrio de $Fe_{44.1}Ni_{38.6}B_{17.3}$ determinándose, con alta sensibilidad, la variación del módulo de elasticidad (E) en función de la temperatura y tiempo del tratamiento térmico realizado.

PARTE EXPERIMENTAL

Se utilizaron muestras amorfas de $Fe_{44.1}Ni_{38.6}B_{17.3}$ en formas de cinta con espesores de 17 μm (muestra A) y 25 μm (muestra B) y anchos menores de 1 mm, obtenidas por enfriamiento rápido desde el líquido mediante la técnica de Melt-Spinning. Estas muestras, en su estado amorfo inicial, fueron levemente pulidas para homogeneizar el espesor y cortadas a una longitud de 15 mm.

Para efectuar los recocidos, las muestras fueron encapsuladas en vacío en tubos de vidrio.

Los tratamientos térmicos realizados fueron:

MUESTRA	RECOCIDO
A	Continuo: $V_c = 5^\circ C/min.$
B	Continuo: $V_c = 5^\circ C/min.$
C	Isotérmico: $T = 300^\circ C$

Las muestras se dejaron enfriar al aire y las mediciones se efectuaron a temperatura ambiente.

La determinación del módulo de Young (E) se

* Becario CONICET

** Investigador CONICET

efectuó midiendo la frecuencia en resonancia a flexión con suspensión libre-libre, utilizando un equipo diseñado especialmente para pequeñas muestras³.

El cálculo del módulo de Young se efectúa mediante la ecuación de Pickett:

$$E = 0.94642 \cdot 10^{-6} \delta L^4 f^2/c^2 \text{ [Gpa]}$$

dónde δ [g/cm³] es la densidad, L (mm) la longitud, f (Hz) la frecuencia fundamental y e (mm) es el espesor.

El valor del módulo del material amorfo dio⁴: $E_a = 143$ GPa.

Como la variación de la densidad entre el estado amorfo y cristalino es sólo del orden del 1%, puede asumirse, sin mucho error, que la variación de frecuencia de resonancia entre ambos estados es proporcional a la variación de la constante elástica⁵, es decir $\Delta f/f \sim \Delta E/E$. De esta forma, conociendo el valor del módulo para el estado estructural inicial, pueden efectuarse determinaciones del módulo de Young sin tener que medir la longitud, el espesor y la densidad de cada muestra antes y después de cada tratamiento térmico.

RESULTADOS Y DISCUSION

Tanto las curvas de los recocidos continuos como la del tratamiento isotérmico revelan un mismo tipo de curva con dos fuertes picos previos a la cristalización.

Esto estaría indicando dos estados de relajación estructural, como fueron observados por Kursumovic et al. para una aleación de Fe₄₀Ni₄₀B₂₀ pero con mayor sensibilidad debido a que las variaciones en el módulo de Young son de un orden de magnitud mayor que las de la longitud, medidas por dichos autores.

La disminución posterior a cada estado de relajación podría explicarse, según propone Filipecki et al.⁶, como una transición orden desorden previa a la formación de una nueva fase amorfa o cristalina según el caso.

Las temperaturas de transición a cada estado de relajación y las de cristalización pueden observarse en la Tabla 1.

MUES-TRA	T ₁	T ₁ '	T ₂	T ₂ '	T _c	T _c '
A	170	194	215	275	305	420
B	165	196	210	260	300	407

Tabla 1: Temperaturas de relajación y de cristalización.

T₁' = Temp. de comienzo de la transición al estado de relajación.
 T₂' = Temp. correspondiente al pico del estado de relajación.
 T_c' = Temp. de comienzo de la cristalización.
 T_c = Temperatura correspondiente al pico de cristalización.

En la Tabla 2 se indican las variaciones de la frecuencia de resonancia obtenidas para cada estado estructural según el tratamiento térmico realizado, respecto del estado amorfo inicial.

MUES-TRA	Tratamiento térmico	$\Delta F_1/F$ [%]	$\Delta F_2/F$ [%]	$\Delta F_c/F$ [%]
A	5°C/min	5.4	5.9	17.2
B	5°C/min	6.1	8.3	14.3
C	300°C	4.9	4.7	13.6

Tabla 2: Variación de la frecuencia de cada estado respecto del estado amorfo inicial.

Los valores medios del Módulo de Young para cada estado de relajación y el cristalino obtenidos con cada tratamiento térmico se comparan con el del amorfo en la Tabla 3.

$E_a = 143$ GPa.	E1	E2	E _c
Recocido continuo C/min)	159	163	188
Recocido isotérmico (300°C)	157	156	182

Tabla 3: Valores medios de módulo de Young para cada estado estructural (Amorfo, relajado y cristalizado).

CONCLUSIONES

El módulo de Young y la técnica utilizada para su determinación, midiendo la frecuencia de resonancia en flexión con modo de sustentación libre-libre, resultan de alta sensibilidad para estudios de relajación estructural. Asimismo, se revelan como una alternativa de aceptable precisión para determinar la temperatura de cristalización (Fig. 1A y 1B).

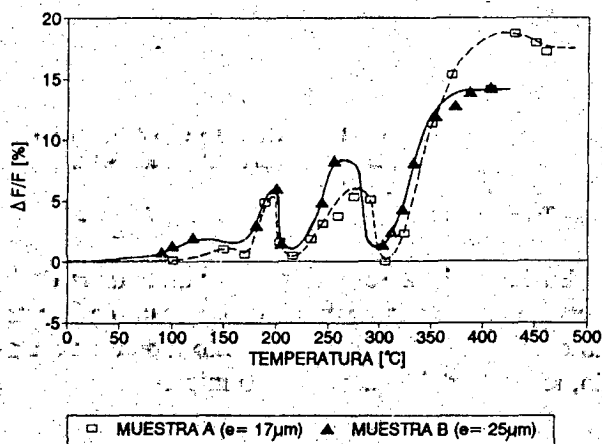


Figura 1: Recocido continuo (5° C/min)

Fig. 2: RECOCIDO ISOTERMICO (300°C)

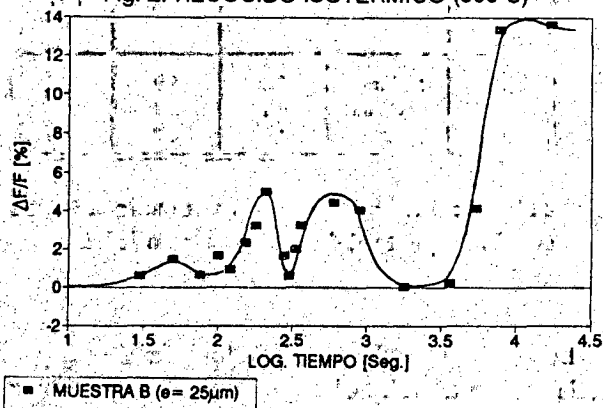


Figura 2: Recocido isotérmico (300°C/min)

En el amorfo de $Fe_{44.1}Ni_{38.6}B_{17.3}$ obtenido por enfriamiento rápido desde el líquido, se observan, claramente, dos estados de relajación estructural, con temperaturas de transición de alrededor de 195°C y 270 °C respectivamente. La temperatura de comienzo de cristalización se halla en los 300° C.

Para esta aleación la relación entre los módulos de Young del material cristalizado y del amorfo inicial es: $E_c/E_a = 1.29$

REFERENCIAS

1. A. Kursumovic, E. Girt, E. Babic, B. Leontic and N. Njuhovic; *J. Non-Cryst. Sol.* 44,57 (1981)
2. A. Kursumovic, R.W. Cahn and M.G. Scott; *Scripta Met.* 14, 1245 (1980).
3. F. Audebert, J. Moya, H. Sirkin and J. Marengo; *Proc. III Congreso de Ensayos No Destructivos para America Latina y el Caribe*; Trabajos Nro 12, (1990).
4. J. Moya, F. Audebert, J. Marengo y H. Sirkin; *Anales de la Asociación Física Argentina* (1990).
5. K. Bothe, H. neuhauser; *J. Non-Cryst. Sol.* 56, 279, (1983).
6. J. Filipecki, A. VAN DEN Beukel; *Scripta Met.* 21, 1111 (1987).