



MX0500352

Tratamiento térmico de la aleación $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ en su fase amorfa estudiado por medio de la espectroscopía Mössbauer

A. Cabral-Prieto², A. López¹, F. García Santibañez¹

¹Facultad de Ciencias (UAEM), El Cerrillo Piedras Blancas, Estado de México, México.

²Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), Km. 36.5 Carretera México-Toluca, C.P. 52045, Ocoyoacac, Estado de México, México

Resumen

Las cambios magnéticos y de microdureza, dependientes de la temperatura, que ocurren en la aleación $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ en su estado amorfo fueron estudiadas por medio de la espectroscopía Mössbauer y microdureza Vickers. De acuerdo a los parámetros Mössbauer y en particular el del campo magnético hiperfino, éste cambia según los cambios de la microdureza; *i. e.*, si la microdureza aumenta, el campo magnético hiperfino aumenta. El incremento de dureza registrado en el estado amorfo de esta aleación se debe considerar como anómalo, según la predicción de la ecuación de Hall-Petch, la que relaciona pendientes negativas con tamaños de grano cada vez mas pequeños.

Introducción

La aleación magnética suave y amorfa $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ tiene una temperatura de transición de fase entre 7633 y 815K lo que depende de la razón de calentamiento [1]. En su estado cristalino la aleación pierde sus propiedades de ductilidad y dureza lo cual impide su aplicación en diversos dispositivos como en transformadores eléctricos, etc. En el estado nanocrystalino se presenta sin embargo un incremento anómalo de dureza que hasta ahora no ha sido plenamente explicado. Por ejemplo, Li *et al.* [2] y otros [3] discuten la relación inversa Hall-Petch de dureza sobre la base de una posible acumulación de dislocaciones entre las fronteras de grano, a sugerencia de Nieh y Wadsworth [4]. Li *et al.* [2] concluyen, de sus resultados que no hay signos de acumulación de dislocaciones en esa región intergranular. En su lugar, analizan el cambio anómalo de dureza, en esta aleación, utilizando los resultados de Mössbauer y de Raman. De ahí postulan que dicha variación anómala de dureza se podría explicar en términos de una expansión de volumen y de otros cambios microestructurales, inferidos a partir de la información que dan estas espectroscopias. Es importante hacer notar que a dicho cambio anómalo de dureza esta asociado la aparición de fases nanocrystalinas a base de Fe_2B y Fe_3B . Su influencia como tal no han sido bien tratada por Li *et al.* [2], dado que ellos argumentan el cambio de dureza

al considerar solamente efectos locales; *i. e.* sin diferenciar claramente el efecto de la fase(s) nanocrystalinas distintas de la de $\alpha\text{-Fe(Si)}$.

En este contexto, el presente trabajo reporta los cambios de microdureza que sufre la aleación $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$, al tratarla térmicamente, pero sin llegar a formar precipitados nanocrystalinos; *i. e.*, un estudio en la fase amorfa exclusivamente.

Desarrollo experimental

La aleación amorfa $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ consiste de una lámina [4] con un espesor de 20 μm y 5x10 mm de ancho y largo. Se utilizó un espectrómetro Mössbauer convencional de aceleración constante con una fuente de $^{57}\text{Co/Rh}$. Los espectros Mössbauer fueron analizados utilizando los programas Normos [5] y Mosfit. La microdureza se midió en un microdurómetro Vickers Shimadzu utilizando una carga de 0.245 N por 10 s. Cinco indentaciones por cada lado de la lámina fueron realizadas.

La muestra se sometió a temperaturas que van de 293 a 763 K a intervalos de 50 y 25 K. Las razones de calentamiento para alcanzar cada temperatura, la cual se mantuvo 20 minutos, variaron de 1.0 a 4.5 K/minuto.

Resultados y discusión

La figura 1 muestra las razones de calentamiento utilizadas en donde se pueden distinguir dos regiones de calentamiento: razones de calentamiento bajas (entre 323 y 523 K) y altas (546 y 763K).

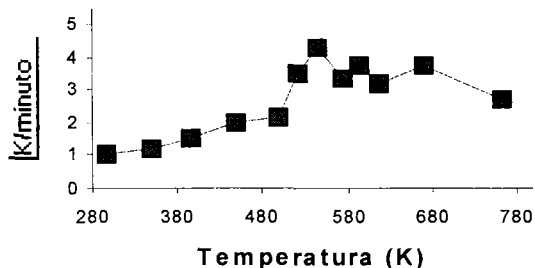


Figura 1. Razones de calentamiento utilizadas en el tratamiento térmico de la aleación amorfa $Fe_{78}Si_9B_{13}$.

Los cambios de microdureza Vickers asociados con estos tratamientos térmicos se muestran en la fig. 2.

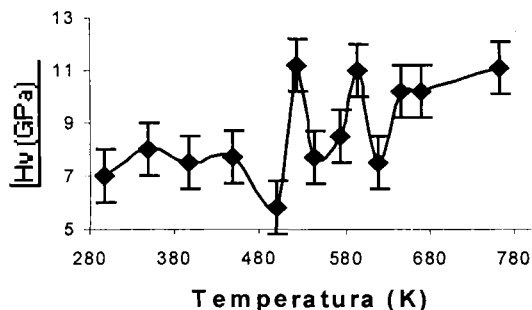


Figura 2. Microdureza Vickers en función de la temperatura máxima de calentamiento.

Los valores de microdureza parecen mostrar cierta correlación con la razón de calentamiento, *i. e.*, a bajas razones de calentamiento corresponden bajos valores de microdureza, y para razones de calentamiento altas se obtienen valores altos de microdureza.

Por otra parte, mientras que la fig. 3 (a) muestra un espectro Mössbauer típico de la aleación amorfa $Fe_{78}Si_9B_{13}$ cuyo campo magnético hiperfino es de aproximadamente 25 T, la fig. 3 (b) muestra el espectro Mössbauer de la aleación en su estado nanocrystalino distinguiéndose de este último espectro tres fases: una debido a la aleación

Fe_2B cuyo campo magnético hiperfino (CMH) es de aproximadamente 24 T, otra debido a Fe_3B con CMH = 28 T y la otra fase debido a $-Fe(Si)$ cuyo CMH = 32 T.

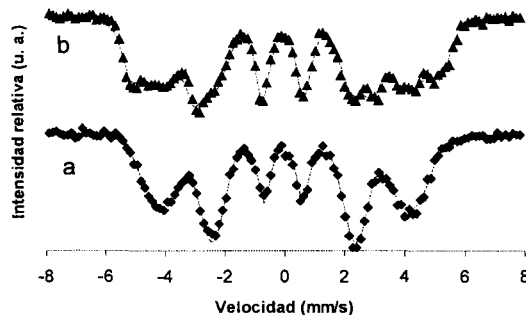


Figura 3. (a) $Fe_{78}Si_9B_{13}$ sin tratar, (b) $Fe_{78}Si_9B_{13}$ tratada a 763 K/20 minutos.

La variación del campo magnético hiperfino de la aleación amorfa tratada térmicamente entre 293 a 663K se muestra en la fig. 4.

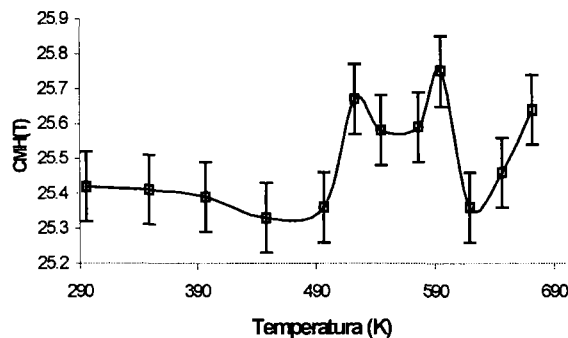


Figura 4. Variación del campo magnético hiperfino de la aleación amorfa $Fe_{78}Si_9B_{13}$ tratada a distintas temperaturas.

Compárese los resultados de esta fig. 4 con los correspondiente de microdureza, fig. 2, y de las razones de calentamiento, fig. 1. Se podría inferir de esta comparación que el incremento de la microdureza observada ocurre siempre y cuando las razones de calentamiento son por arriba de los 3 K/minuto. Esta diferenciación es importante para poder esclarecer el incremento anómalo de microdureza en estas aleaciones.

Desde el punto de vista Mössbauer un incremento en el campo magnético hiperfino el cual es detectado por el núcleo de ^{57}Fe en el proceso de resonancia nuclear, significaría que hay un reordenamiento a nivel atómico que permite un mayor flujo electrónico alrededor o cerca de

los núcleos de ^{57}Fe . De acuerdo a los resultados de Li *et al.* [2], esto podría ocurrir siempre y cuando la distancia entre átomos vecinos de Fe sea menor a la distancia interatómica de la muestra sin tratar, o a un reordenamiento topológico a nivel atómico que favorezca un mayor flujo de carga electrónica cerca de los átomos de Fe. Dado que todo esto ocurre en el estado amorfo de la aleación, los efectos aquí observados son de corto alcance, *i. e.*, la interacción del ^{57}Fe con sus átomos más cercanos.

Dado que aquí entonces se analiza el aspecto puramente local del ^{57}Fe y el medio más próximo que lo rodea, y no un aspecto más global a través de alguna otra propiedad como el tamaño de grano o frontera de grano que son utilizados para interpretar cambios de dureza mediante la relación de Hall-Petch, la inferencia de la contracción del volumen que sugiere Mössbauer sería un solo elemento para ayudar a entender el comportamiento anómalo de microdureza aquí reportado. Otros elementos que deben estar contribuyendo a esta anomalía de dureza pueden ser tales como una dispersión homogénea o heterogénea de los elementos B y Si en la fase de Fe o la presencia de dislocaciones, etc. Aspectos que a este nivel del estudio no pueden ser analizados.

Conclusiones

En este trabajo se ha reportado el incremento anómalo de microdureza en la aleación amorfa $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ al tratarla térmicamente bajo distintas razones de calentamiento. De dichos tratamientos se infiere que tal anomalía solo se podría presentar al calentar la muestra con razones de

calentamiento por arriba de los 3K/minuto. Esto es útil, pues el aumento de dureza en estas aleaciones magnéticas suaves, hasta el grado de su fragilización es uno de los impedimentos para sus futuras aplicaciones.

Desde el punto de vista de Mössbauer el incremento anómalo de microdureza que presenta la aleación amorfa $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ se podría asociar a una contracción de volumen alrededor del ^{57}Fe .

Agradecimientos

Agradecemos al laboratorio de Mecanografía de la Gerencia de Materiales del ININ y especialmente a la Técnica María Juana Medina Rodríguez quien realizó las mediciones de microdureza Vickers.

Referencias

- [1] Xiangcheng Sun, A. Cabral-Prieto, M. José Yacaman, *Investigations on in situ Nanocrystallization Behavior and Magnetic Properties of Amorphous $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ Ribbons*; *Mat. Res. Symp. Proc.* Vol. 562 (1999) 301-306.
- [2] Jian-Min Li, Ming-Xiu Quan and Zhuang-Qi Hu, *Spectra Investigation on Hall-Petch Relationship in Nanocrystalline $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ Alloy*; *Appl. Phys. Lett.* 69 (11) (1996) 1559-1561.
- [3] J. R. Weertman, *Some Unresolved Issues Concerning Mechanical Behavior of Nanocrystalline Metals*; *Mat. Sci. Forum* 386-388 (2002) 519-520.
- [4] T. G. Nieh and J. Wadsworth, *Scr. Metall. Mater* 25 (1991) 955-