Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (2): 525-529

PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y HABILIDAD PARA LA FORMACIÓN VÍTREA DE LA ALEACIÓN AMORFA $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$.

Sandro Báez P., Israel Betancourt

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (2): 525-529

PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y HABILIDAD PARA LA FORMACIÓN VÍTREA DE LA ALEACIÓN AMORFA $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$.

Sandro Báez P., Israel Betancourt

Departamento de Materiales Metálicos y Cerámicos, Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, México D. F., 04510.

E-mail: sbp@iim.unam.mx, israelb@correo.unam.mx

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

En este trabajo se presentan la habilidad para la formación vítrea, caracterizada por la región de líquido superenfriado ΔT_x ($\Delta T_x = T_x - T_g$ con T_x=temperatura de cristalización y T_g=temperatura de transición vítrea), y las propiedades magnéticas de la aleación amorfa $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$, la cual se obtuvo por la técnica de solidificación ultrarrápida. Se observó una *GFA* de ΔT_x=118ºC, que resultó superior al reportado para cintas amorfas de composición similar como $Fe_{80}P_{12}B_4Si_4$, $Fe_{74}Al_4Ga_2P_{12}B_4Si_4$ y $Fe_{63-x}Co_xNi_7Zr_{10}B_{20}$ (x=3, 7, 14, 17%) con ΔT_x=46K, ΔT_x=49K y ΔT_x=68K respectivamente [1]. Además, la magnetización de saturación promedio, M_s, fue de 1.55 ± 0.18T, la cual es también superior comparada con la de cintas amorfas similares como $Fe_{76}Al_4P_{12}B_4Si_4$ con M_s=0.96T [1] y $Fe_{74}Al_4Ga_2P_{12}B_4Si_4$ con M_s=0.91T [1]. En función de la frecuencia, la permeabilidad inicial relativa fue de μ_i=1270, con una frecuencia de relajación de f_x=10 kHz. Por otra parte, se observó también en la aleación de interés, el efecto de magnetoimpedancia, (*MI*), con un cociente $\Delta Z/Z$ de 9.2% a f = 1 MHz. Los resultados se interpretan en base al efecto del Y en la formación vítrea de la aleación original Fe-B-Si.

Palabras claves: *Aleación amorfa, Habilidad para la formación vítrea, Magnetoimpedancia, Espectroscopia de Inductancias.*

Abstract

This paper present the glass forming ability (*GFA*), characterized by the supercooled liquid region ΔT_x ($\Delta T_x = T_x - T_g$ with T_x=crystallization temperature and T_g=glass transition temperature) and the magnetic properties for the amorphous alloy $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$, which was obtained by chill block melt spinning technique. The *GFA* was of ΔT_x=118ºC, which was higher than the reported for similar amorphous ribbons of composition $Fe_{80}P_{12}B_4Si_4$, $Fe_{74}Al_4Ga_2P_{12}B_4Si_4$ and $Fe_{63-x}Co_xNi_7Zr_{10}B_{20}$ (x=3, 7, 14, 17%) with ΔT_x=46K, ΔT_x=49K and ΔT_x=68K respectively [1]. Moreover the saturation magnetization average, M_s, was 1.55 ± 0.18T. This M_s is also higher than the reported for amorphous ribbons of composition $Fe_{76}Al_4P_{12}B_4Si_4$ with M_s=0.96T [1] and $Fe_{74}Al_4Ga_2P_{12}B_4Si_4$ with M_s=0.91T [1]. The relative permeability as a function of frequency was μ_i=1270 with a relaxation frequency of f_x=10kHz. In addition, the magnetoimpedance MI effect was also observed for the amorphous alloy studied, with a maximum MI ratio of $\Delta Z/Z$=9.2% at f = 1 MHz. The results are interpreted on the basis of the effect of Y on the glass forming ability of the original alloy Fe-B-Si.

Keywords: *Amorphous alloys, Glass forming ability, Magnetoimpedance, Inductance spectroscopy.*

1. INTRODUCCIÓN

En la ultima década se han reportado un gran numero de vidrios metálicos en bulto (BMG por sus siglas en inglés), incluyendo sistemas base Zr, Mg, Fe, La, Ti y Cu [2, 3] con una gran habilidad para la formación vítrea (GFA por sus siglas en inglés) y notorias propiedades fisicoquímicas. Entre estos materiales, las aleaciones base hierro son las mas importantes comercialmente debido no solo a que el hierro es uno de los recursos naturales mas abundantes de la corteza terrestre, sino también por su bajo costo y sus excelentes propiedades magnéticas, alta resistencia mecánica y gran resistencia a la corrosión [4-6]. Desde el anuncio en 1995 del primer BMG base hierro [7] hecho por Inoue y sus colaboradores, se han dedicado muchos esfuerzos para mejorar su GFA y sus propiedades físicas, químicas y mecánicas. Aunque las

aplicaciones de los BMG base hierro son aún limitadas como materiales estructurales, sus notables propiedades magnéticas suaves les dan grandes expectativas en el campo de los materiales funcionales tal como microcomponentes electrónicos y núcleos magnéticos. En este trabajo presentamos el efecto de la adición de itrio en la GFA y en las propiedades magnéticas de aleaciones morfas Fe-B-Si obtenidas mediante solidificación ultrarrápida.

1. PARTE EXPERIMENTAL

Inicialmente, las aleaciones fueron preparadas en un horno de arco eléctrico usando elementos de alta pureza (99.99%) en atmósfera antioxidante de argón. Posteriormente se obtuvieron cintas metálicas amorfas (con dimensiones de 20μm de espesor y 20cm de longitud) mediante la técnica de solidificación ultrarrápida en una atmósfera protectora de Helio. La estructura amorfa de las aleaciones se verificó mediante difracción de rayos X (Equipo Bruker-axs modelo D8-advance, radiación CuK_α) y mediante microscopía electrónica de barrido (Equipo Leyca modelo Stereoscan 440, a 20KeV y 700pA). Asimismo, la estabilidad térmica del material (temperatura de transición vítrea T_g y temperatura de cristalización T_x) se estudio mediante análisis térmico diferencial (DTA por sus siglas en inglés, en un equipo marca TA instruments, modelo 1600 DTA) en el intervalo de temperaturas de 25ºC a 1100ºC, a una velocidad de calentamiento de 10ºC/min. Adicionalmente, la medición de las temperaturas de fusión T_m y de liquidus T_l se realizaron en un horno horizontal marca CARBOLITE hasta una temperatura máxima de 1250ºC. Por su parte, las propiedades magnéticas del material se midieron en un magnetómetro de muestra vibrante marca LDJ modelo 9500, usando campos aplicados de hasta 10.000 Oe. Además, la temperatura de Curie de la aleación se determinó mediante análisis termogravimétrico con un equipo marca TA instruments, modelo TGA 2950 en el intervalo de temperaturas de 25ºC a 1000ºC, a una velocidad de calentamiento de 10ºC/min. También se caracterizó la respuesta magnética del material en función de la frecuencia, para lo cual se obtuvieron curvas espectroscópicas μ_{re}, μ_{im} en un analizador de impedancias marca HP modelo 4192A LF en un intervalo de frecuencias de entre 10Hz y 13MHz y un voltaje máximo de 0.8V.

2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Microestructura y estabilidad térmica

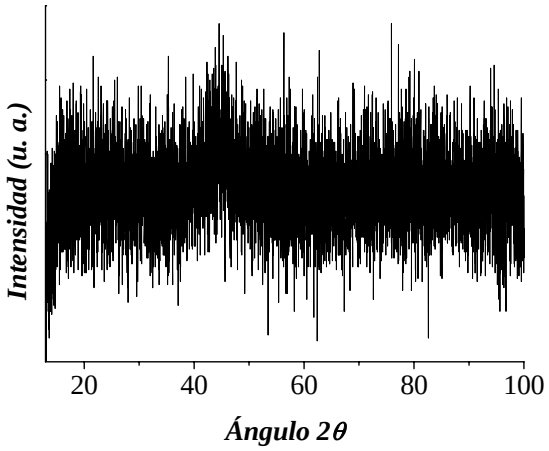


Figura 1. Patrón de difracción de Rayos X de la aleación amorfa $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_{4.}$

En la Figura 1 se muestra el patrón de difracción obtenido para la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$, en el que no se observa máximo de difracción alguno, lo cual es característico de una estructura amorfa.

Por su parte, como lo muestra la figura 2, la microscopía electrónica de barrido reveló con claridad la ausencia de contraste superficial, lo cual indica nuevamente la presencia de una fase amorfa sin la precipitación de fase cristalina alguna. Este resultado coincide con lo observado en difracción de rayos X, DTA y TGA.

Los resultados de DTA para esta aleación se muestra en la Figura 3, en la cual se indican las temperaturas de inicio de la cristalización y transición vítrea, cuyos valores son T_x=878ºC y T_g=760ºC respectivamente.

Por su parte, la Figura 4 muestra las temperaturas de fusión y de liquidus de la muestra, cuyos valores fueron de T_m=1102°C y T_l=1147°C respectivamente. A partir de estos datos se evaluó la *GFA* mediante la región de líquido superenfriado ΔT_x y mediante el parámetro γ lo que resultó en ΔT_x=118ºC y γ=0.460. La densidad de la aleación fue establecida en ρ=6.3±0.6g/cm^3.

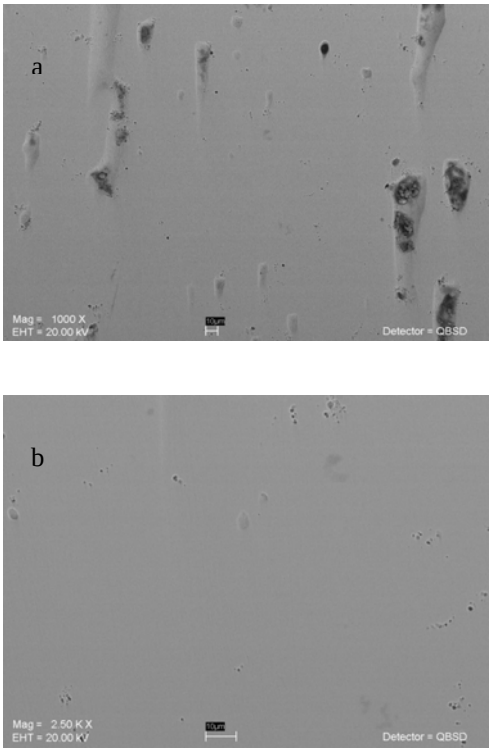


Figura 2. Microscopia electrónica de barrido de la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_{4.}$ a) 1000x b) 2.5Kx

Propiedades magnéticas

La figura 5 muestra un ciclo de histéresis promedio para la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$, el indica un valor de magnetización de saturación M_s=1.55±0.18T y un campo coercitivo H_c=8.0±0.1KA/m.

En la curva TGA magnético de la Figura 6 se observa claramente la temperatura de Curie de la fase amorfa a T_c=424ºC.

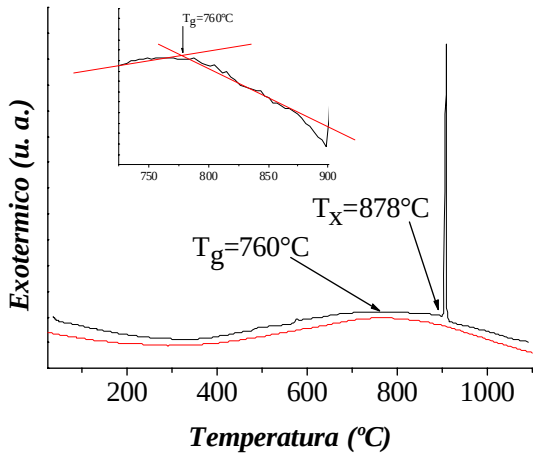


Figura 3. Curva DTA de la aleación Fe72B19.2Si4.8Y4.

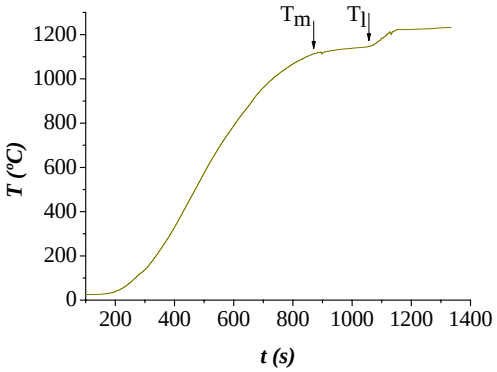


Figura 4. Temperatura de fusión y liquidus de la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_{4.}$

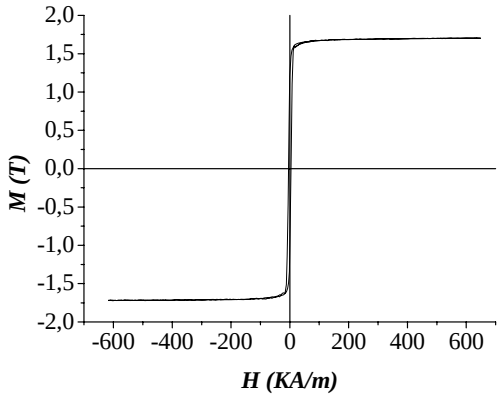


Figura 5. Curva de histéresis de la aleación amorfa $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_{4.}$

Asimismo, en la figura 7 se muestran las curvas espectroscópicas $\mu_{re}(f)$ y $\mu_{im}(f)$ en las que se puede observar una disminución gradual para $f>10^4$en el primer caso, mientras que la segunda curva pasa por un máximo. En la aleación en estudio, se observó también el efecto de magnetoimpedancia *MI*, el cual se refiere a la variación de la impedancia del material cuando se somete al efecto de un campo magnético externo DC. Esta *MI* se cuantificó a bajas y altas frecuencias (f≤1MHz y f>1MHz, respectivamente) en términos de la variación relativa de la impedancia Z con el campo H_{dc} aplicado, a través del cociente:

$$\frac{\Delta Z}{Z}(\%) = \frac{Z_{H_{dc}=0} - Z_{H_{dc}=sat.}}{Z_{H_{dc}=sat.}} * 100$$

En las Figuras 8 y 9 se muestra las curvas ΔZ/Z(%) para la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$ las cuales indican valores máximos de ΔZ/Z=9.2% a f=1MHz y de ΔZ/Z=3.4% a f=13MHz.

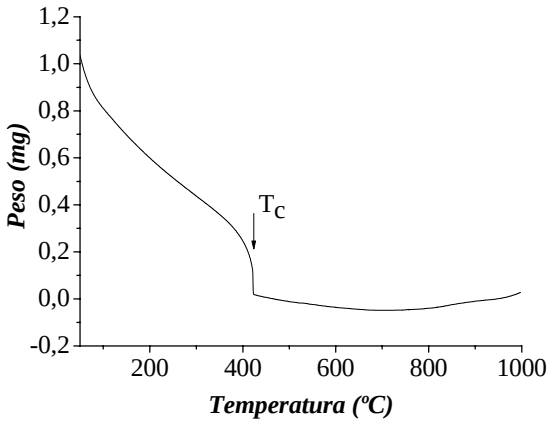


Figura 6. Curva TGA magnético de la aleación Fe72B19.2Si4.8Y.

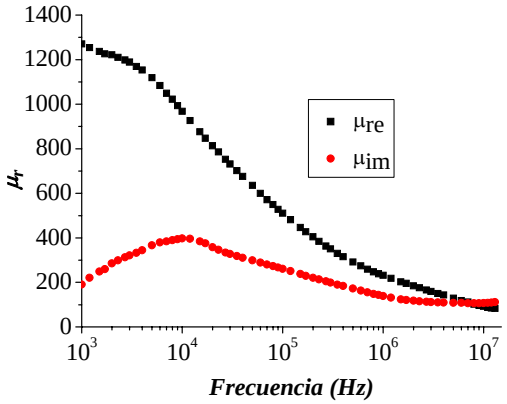


Figura 7. Curvas Espectroscópicas de la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$ a 0.8V.

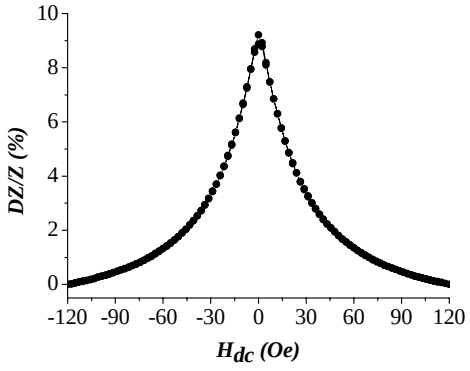


Figura 8. Curva de *MI* de la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$ a *f*=1MHz.

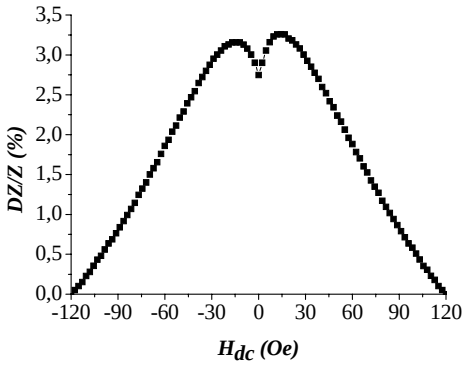


Figura 9. Curva de MI de la aleación Fe72B19.2Si4.8Y4 a f=13MHz.

Discusión

La fase amorfa confirmada mediante XRD, SEM y DTA cristaliza en una sola reacción como lo indica la presencia de un solo pico en el DTA de la figura 3. Además, se observó que la estabilidad térmica de la aleación es muy alta (ya que T_x>800°C), comparada con aleaciones similares en forma de cinta, como por ejemplo $Fe_{74}A_{l4}Ga_2P_{12}B_4Si_4$ con T_x=782ºC y $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ con T_x=832ºC [8]. Por su parte, los valores de ΔT_x nos indican una alta *GFA*. El valor observado de ΔT_x es incluso mayor al reportado para aleaciones amorfas en cinta de composición similar como $Fe_{80}P_{12}B_4Si_4$, $Fe_{74}A_{l4}Ga_2P_{12}B_4Si_4$ y $Fe_{63\text{-}x}Co_xNi_7Zr_{10}B_{20}$ (x=3, 7, 14, 17%) cuyos ΔT_x reportados fueron de ΔT_x=46K, ΔT_x=49K y ΔT_x=68K respectivamente [9].

En cuanto a las propiedades magnéticas, cabe resaltar el valor observado para M_s, el cual resultó muy favorable en comparación con las M_s de sistemas similares como $Fe_{76}Al_4P_{12}B_4Si_4$ con M_s=0.96T [10], $Fe_{74}A_{l4}Ga_2P_{12}B_4Si_4$ con M_s=0.91T [10] y $Fe_{67\text{-}x}Co_7Zr_6Nd_xB_{20}$ (x=0–5%) de máximo M_s=1.38T [11]. Adicionalmente, la aleación en estudio presenta una excelente $T_{c,}$ la cual resultó cerca de 100ºC por encima de algunos sistemas similares, como por ejemplo las aleaciones $Fe_{72}Al_4Ga_2P_{11}C_6B_4Si_1$ y $Fe_{72}Al_5Ga_2P_{11}C_6B_4$, con T_c=329ºC y T_c=313ºC, respectivamente.

Las curvas espectroscópicas de las componentes real e imaginaria μ_{re} y μ_{im}, de la permeabilidad en función de la frecuencia describen los mecanismos de magnetización activos a lo largo del intervalo de frecuencias [12]. En la curva de $\mu_{re}(f)$ hasta 5kHz, se puede asociar un mecanismo de magnetización de abombamiento reversible de las paredes de dominio

magnético, por lo que μ_{re} puede identificarse como la permeabilidad inicial μ_i del material hasta dicha frecuencia [13]. La caída abrupta en la curva $\mu_{re}(f)$ corresponde a un proceso de relajación para el cual, las paredes de dominio dejan de moverse en fase con el campo externo $H_{ac.}$ La frecuencia a la que la pared de dominio ya no sigue al campo H_{ac} se conoce como "frecuencia de relajación", f_x. Esta f_x puede ser determinada en el punto máximo de la curva de μ_{im} o en el punto medio en la caída de la curva de μ_{re} [12] y en este caso, f_x = 10kHz. A mayores frecuencias, los procesos de magnetización dominantes están asociados a la rotación del espin.

Por otra parte, en relación al efecto de *MI*, se sabe que en general las aleaciones base Fe favorecen la anisotropía inducida longitudinal, por lo que no se esperaría efecto de *MI* con corriente longitudinal. Sin embargo, la aleación en estudio presenta valores de $\Delta Z/Z$ de aproximadamente 9% y 3% a bajas y altas frecuencias, respectivamente. Esto se debe principalmente a que el Y influye fuertemente en la distribución de esfuerzos residuales que resultan del proceso de solidificación de manera tal que esta distribución de esfuerzos resulta ser transversal a la corriente aplicada, y como consecuencia se produce el efecto de *MI*

3. CONCLUSIONES

La aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$ presenta una excelente estabilidad térmica, caracterizada mediante una temperatura de cristalización de T_x=878ºC y una excelente *GFA*, con ΔT_x=118ºC.

Se observaron excelentes propiedades magnéticas en la aleación $Fe_{72}B_{19.2}Si_{4.8}Y_4$, incluyendo una magnetización de saturación de M_s=1.55±0.1T, una permeabilidad magnética relativa de μ_i=1270 y una T_c=424ºC.

4. AGRADECIMIENTOS

Sandro Báez agradece a la Dirección General de Estudios de Posgrado (DGEP) la beca de posgrado y al Programa de Apoyo a los Estudios de Posgrado (PAEP) el apoyo para viaje. Asimismo, agradece también a Gabriel Lara Rodríguez, M. Leticia Baños López, Omar Novelo Peralta y Esteban Fregoso Israel por su valioso apoyo técnico.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1] Inoue, A., Bulk Amorphous Alloys. Trans Tech Publications, Zurich, (1999).

[2] C. L. Qin, *et al*, Acta Materialia 54 (2006) 3713.

[3] Y. K. Xu, *et al*, Acta Materialia 53 (2005) 1957.

[4] A. Inoue, X. M. Wang, Acta Materialia 48 (2000)1383.

[5] D. S. Song, et. al., Journal of Alloys and Compounds 389 (2005) 159.

[6] T. D. Shen, R. B. schwarz, Acta Materialia 49 (2001) 837.

[7] A. Inoue, et. al., Materials Transaction, JIM 36 (1995) 1427.

[8] A. Makino, T. Kubota, M. Makabe, C.T. Chang, A. Inoue. Materials Science and Engineering B 148 (2008) 166–170.

[9] Inoue, A., Bulk Amorphous Alloys. Trans Tech Publications, Zurich, (1999).

[10] Inoue, A., Bulk Amorphous Alloys. Trans Tech Publications, Zurich, (1999).

[11] Fushan Li, et. al., Intermetallics 12 (2004) 1139–1142.

[12] Raul Valenzuela, Materials Research Symposium Vol. 699 (2002) 127.

[13] Raul Valenzuela, Magnetic Materials: Current Topics of Amorphous Wires, Hard Magnetics Alloys, Ceramics, Characterization and Modelling Edit. Israel Betancourt (2007) 2-1.