

ASPETTI MORFOLOGICI DELLA FRATTURA DI NASTRI AMORFI $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$

SOTTOPOSTI A TRATTAMENTO DI POLVERIZZAZIONE

E. Angelini(*), C. Antonione("), M. Baricco(^)

- (*) Dipartimento di Scienza dei Materiali ed Ingegneria Chimica, Politecnico di Torino
(") Dipartimento di Chimica Inorganica, Chimica Fisica e Chimica dei Materiali, Università di Torino
(^) Istituto Elettrotecnico Nazionale Galileo Ferraris, Torino

In questo lavoro vengono esaminati alcuni aspetti della frattura di nastri amorfi sottoposti a trattamenti di infragilimento e polverizzazione.

I nastri, $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$, sono ottenuti per solidificazione rapida della lega fusa (1). Essi sono stati sottoposti a trattamento di polverizzazione in mulino a palle nel tentativo di aumentarne l'area superficiale in vista di un impiego come catalizzatori.

Come è noto le leghe metalliche amorfe sono relativamente duttili; si è quindi proceduto ad un preventivo infragilimento al fine di facilitarne il trattamento di polverizzazione.

L'infragilimento è stato perseguito con due diverse tecniche: per via elettrochimica, caricando catodicamente con idrogeno il nastro (2,3,4) e per via termica, riscaldando in atmosfera inerte il nastro fino ad ottenerne la completa cristallizzazione (5,6).

È noto infatti che le leghe amorfe di composizione simile a quella studiata nel precedente lavoro sono costituite da una soluzione solida non cristallina monofasica, che per cristallizzazione completa da origine ad un sistema bifasico, costituito da una fase metallica Fe-Ni cubica a facce centrate, e da una fase boruro, $(\text{Fe},\text{Ni})_2\text{B}$, ortorombica (1); quest'ultima fase aumenta sensibilmente la fragilità del sistema.

Il presente lavoro prende in esame l'influenza dei diversi pretrattamenti sui modi con i quali il materiale si frattura nel corso del processo di polverizzazione.

Parte Sperimentale

I nastri amorfi $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$ sono stati ottenuti con la tecnica nota come planar flow casting su una ruota Cu-Be che gira con una velocità tangenziale di 35 m s^{-1} . I nastri sono larghi 10 mm e spessi 40 μm .

Il processo di polverizzazione è stato effettuato in un mulino a palle ad alta energia dotato di una giara di acciaio inossidabile, per durate di 20 e 40 minuti.

Una parte dei trattamenti di polverizzazione è stata effettuata dopo preventivo raffreddamento della giara in azoto liquido.

L'infragilimento con idrogeno è stato effettuato caricando catodicamente i campioni in acido solforico 1 N per 4 ore con una densità di corrente di 50 mA cm^{-2} .

La cristallizzazione è stata ottenuta con trattamento termico di 1 ora a 500°C in atmosfera di azoto.

Una parte dei campioni è stata polverizzata senza preventivo trattamento di infragilimento (as-quenched).

Il grado di amorficità dei campioni è stato valutato con misure in diffrazione di raggi X e con misure microcalorimetriche in salita di temperatura (DSC).

I campioni dopo frattura sono stati esaminati al microscopio elettronico a scansione (Hitachi). Per confronto sono state esaminate le superfici di frattura di campioni, non sottoposti al trattamento di polverizzazione, e spezzati per semplice piegatura ad di sotto del raggio critico.

Risultati e discussione

La tabella riportata nella pagina seguente riassume i diversi tipi di pretrattamento cui sono stati sottoposti i campioni, ed i diversi tipi di trattamento meccanico per mezzo dei quali i nastri sono stati fratturati.

Nelle figure 1-5 sono riportate alcune micrografie SEM, nelle quali è possibile esaminare le superfici di frattura prodotte nel mulino a palle e per piegatura dei nastri. La figura 1, in particolare, mostra l'aspetto generale di una particella dopo polverizzazione.

Una prima osservazione riguarda il fatto che, mentre il nastro amorfo prima della macinatura presenta pareti lisce, Figg. 2,3, con minori (sebbene individuabili) differenze tra le due facce formatesi l'una a contatto con la ruota l'altra a

TABELLA

Sigla	Pretrattamento	Modo di frattura
A1	as-quenched	piegatura
A2	as-quenched	mulino
A3	as-quenched	mulino raffreddato
B1	infragilito idrogeno	piegatura
B2	infragilito idrogeno	mulino
B3	infragilito idrogeno	mulino raffreddato
C1	crystallizzato	piegatura
C2	crystallizzato	mulino
C3	crystallizzato	mulino raffreddato

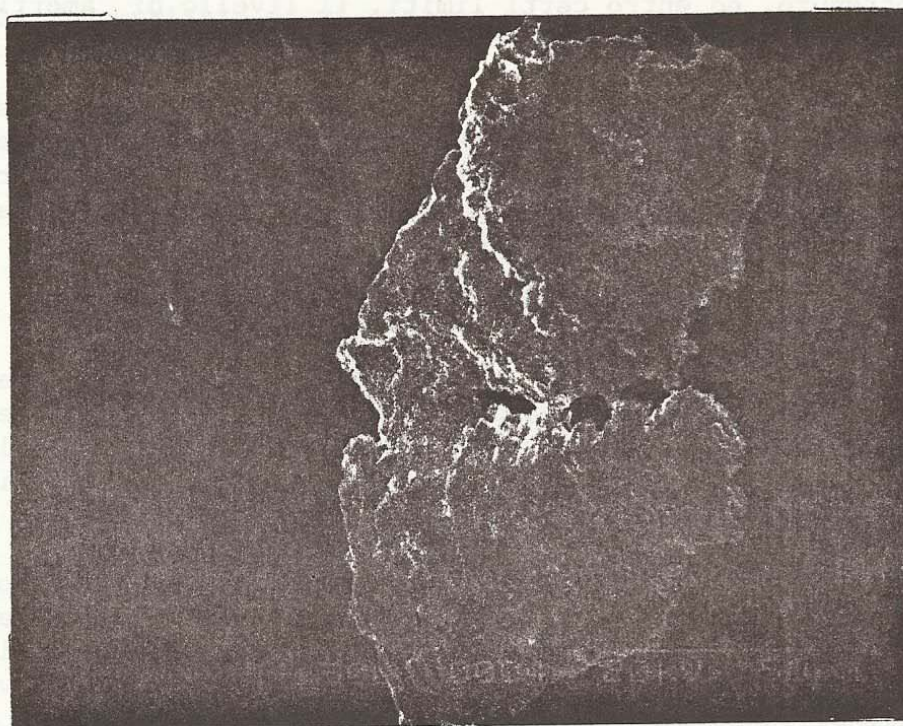


Fig.1 - Particella di campione B 3 : infragilito con idrogeno, polverizzato in mulino a palle previamente raffreddato con azoto liquido

contatto con l'aria, nelle particelle formate nel trattamento di polverizzazione, Fig.1, le superfici sono profondamente modificate: esse si presentano rozze, ricche di dislivelli, disordinate, e la differenza tra le due facce e' totalmente cancellata.

Un aspetto generalmente osservato nelle micrografie SEM dei campioni sottoposti a "ball milling" e' la presenza molto frequente di "scalini", particolarmente in prossimita' degli orli, Figg. 4 e 5. Questi aspetti sono assenti nei campioni spezzati per piegatura, Figg. 2 e 3.

E' da notare che nel corso della "macinazione" lo spessore delle particelle diminuisce progressivamente: dai 35-40 μm del nastro "as-quenched" si passa ai circa 20 μm per le particelle con diametri di 0,5-1 mm, fino a spessori di meno di 10 μm per le particelle piu' frammentate (diametri di 30 - 50 μm).

In linea di massima, l'osservazione SEM mostra per la frattura differenze molto piu' sensibili a seconda del metodo usato per conseguire la frattura stessa (piegamento o trattamento in mulino a palle) che non in funzione del diverso pretrattamento dei nastri (ad esempio: campioni infragiliti per idrogenazione o non infragiliti); anche se differenze piu' sottili sembrano presenti ad una osservazione piu' accurata. Vale la pena di osservare che invece i diversi pretattamenti conducono a notevolissime differenze per quanto concerne il grado di suddivisione ottenuto, ed entro certi limiti, il livello di amorficità' mantenuto durante il "ball milling" (1).

Una discussione del comportamento osservato puo' essere avviata tenendo presente l'estrema complessità' del trattamento in mulino a palle ad alta energia: esso deve essere considerato un trattamento di violente deformazioni ripetute, sotto grandi forze compressive e di taglio, che producono fenomeni di deformazione plastica, di incrudimento, di laminazione, di assottigliamento e di frattura.

E' anche da tener presente che i processi di deformazione su un metallo amorfo implicano meccanismi di scorrimento sostanzialmente differenti da quelli che agiscono in un solido metallico cristallino; essi sono forse piu' vicini a quelli di un materiale polimerico amorfo (7).

Una lega cristallina immagazzina energia meccanica sotto forma di disordine chimico, e soprattutto con aumento molto netto della concentrazione dei difetti reticolari e della complessità' delle loro interazioni. Una lega vetrosa non ha invece disomogeneità' strutturali quali dislocazioni e bordi di grano, e persino la presenza di vere e proprie vacanze viene posta in discussione. La distribuzione del "volume libero" di eccesso deve essere ritenuta una distribuzione molto diffusa e continua. Il comportamento di un vetro metallico sotto tensione meccanica va riferito a quello di un fluido omogeneo ad elevatissima viscosità' ($\gg 10^{14}$ Poise), privo dei difetti reticolari che

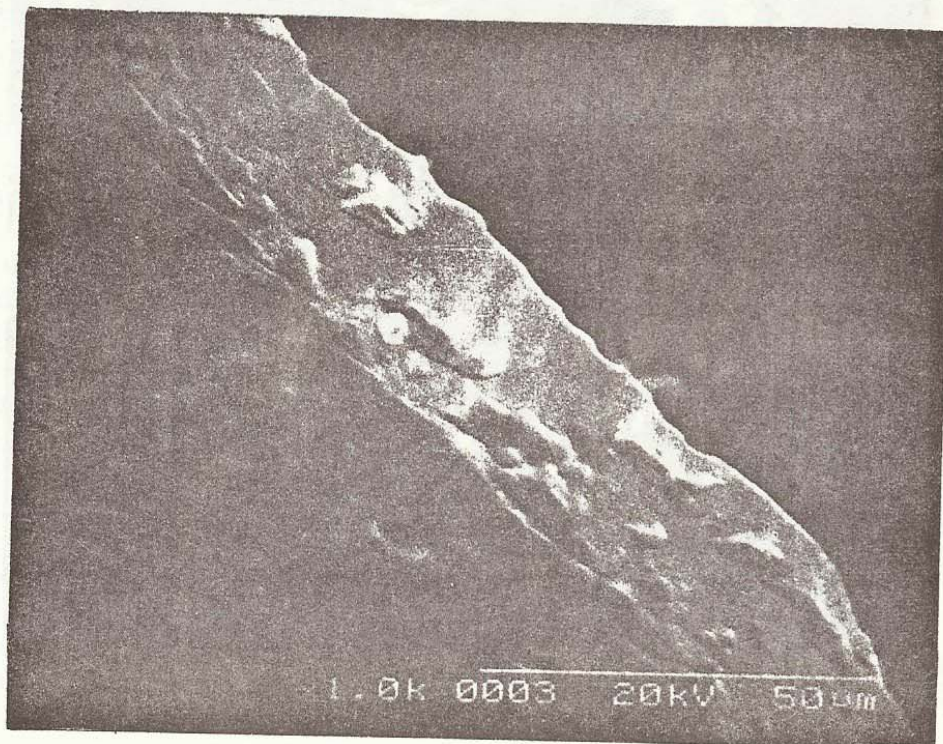


Fig. 2 - Superficie di frattura in nastro A 1 : as quenched, spezzato per piegatura.



Fig. 3 - Superficie di frattura in nastro B 1 : infragilito con idrogeno, spezzato per piegatura.

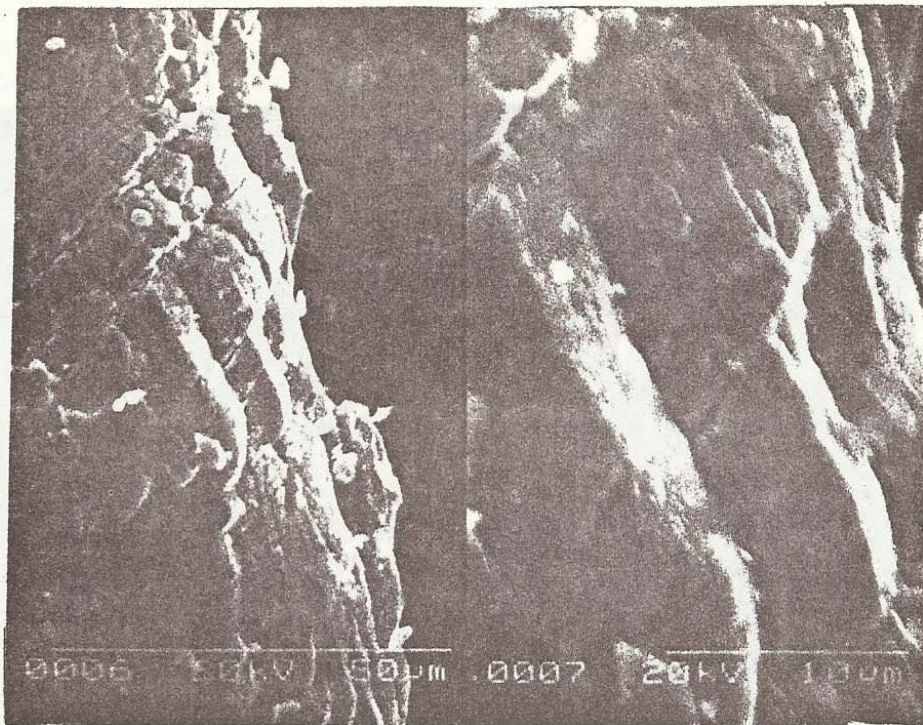


Fig. 4 - Superfici di frattura in particella di campione A 2 : as quenched, polverizzato in mulino a palle.

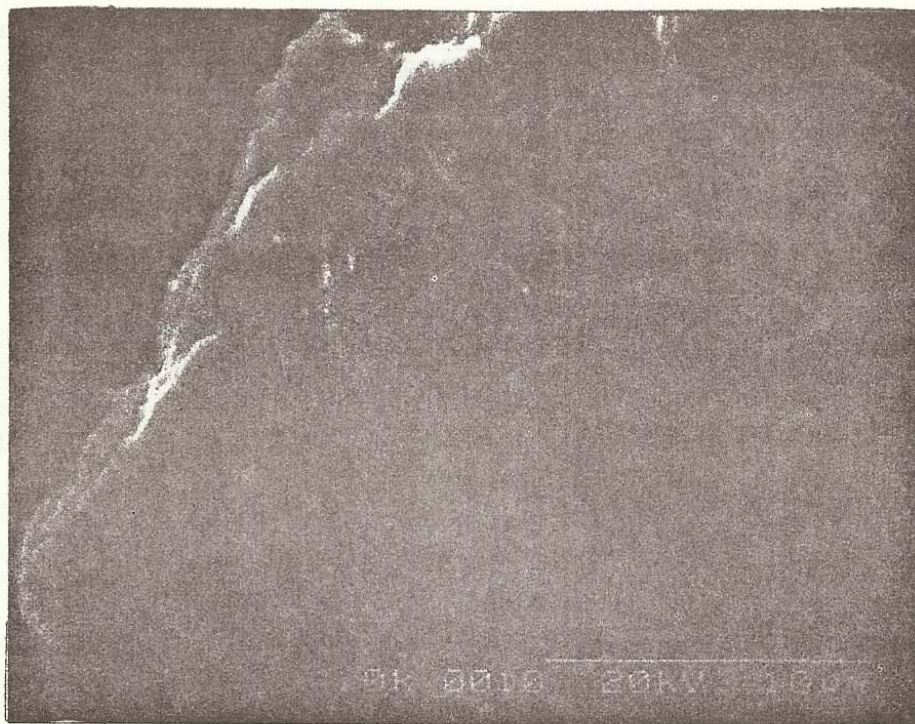


Fig. 5 - Superfici di frattura in particella di campione C 2 : cristallizzato, polverizzato in mulino a palle.

caratterizzano lo stato solido metallico reale.

Per temperature non troppo basse (superiori a circa metà di T_g , temperatura assoluta di transizione vetrosa) un vetro metallico sottoposto a tensione meccanica presenta scorrimenti viscosi ove la deformazione plastica stessa e' distribuita in modo continuo tra i diversi elementi di volume del materiale: la deformazione e' cioe' omogenea (8).

A temperature piu' basse, si formano invece piccole bande nelle quali si concentra la deformazione plastica; si osserva cioe' una deformazione disomogenea, localizzata (8), che presenta venature e "ridges". Entro queste bande avviene la deformazione non elastica, e si puo' considerare che al loro interno il materiale si comporti come un fluido a minore viscosita'; entro queste bande sopravviene la frattura (9).

Si deve comunque notare che, nonostante il carattere molto localizzato della loro deformazione a freddo, le leghe metalliche amorfe sono ben lontane dal livello di fragilita' dei vetri di silicato (10).

Partendo da queste considerazioni sembra possibile spiegare qualche aspetto particolare del comportamento dei vetri metallici sotto sforzo meccanico e fino alla frattura.

Mentre un metallo cristallino nelle condizioni di "ball milling" continua ad incrudirsi, e' stato osservato (4) che i nastri amorfi infragiliti per idrogeno presentano un recupero parziale di malleabilita' durante un trattamento meccanico di polverizzazione; questo comportamento puo' essere spiegato con l'evoluzione del "volume libero" durante il trattamento di macinazione.

In effetti, anche l'esame ancora sommario da noi compiuto mostrerebbe segni molto piu' evidenti di deformazione plastica nelle particelle prodotte per frammentazione in mulino a palle ad alta energia, Figg. 1,4,5, rispetto a quanto puo' essere notato nelle superfici di frattura ottenute per piegatura, Figg. 2 e 3, dove la deformazione plastica e' quasi assente. Questa sensibile differenza potrebbe essere dovuta sia al recupero di malleabilita' durante il trattamento di macinazione, sia al fatto che il processo di "ball milling" porta certamente a temperature locali prossime o superiori a quella segnalata sopra come critica per il cambiamento di meccanismo nei microprocessi di scorrimento.

Si ringrazia la Dr. Laura Montanaro del Dipartimento di Scienza dei Materiali ed Ingegneria Chimica del Politecnico di Torino per l'osservazione dei campioni al microscopio elettronico a scansione.

Bibliografia

1. E. Angelini, C. Antonione, M. Baricco, Phil. Mag., in corso di pubblicazione
2. A. Kawashima, K. Hashimoto, T. Masumoto, Corrosione NACE, 36, 577 (1980)
3. M. D. Archer, R. J. McKim, Corrosion NACE, 39, 91 (1983)
4. C. J. Small, M. A. Davies, in Rapidly Quenched Metals, 6; R. W. Cochrane, J. O. Ström - Olsen edit. Elsevier, London New York, 1988, p. 457
5. H. H. Liebermann, F. E. Luborsky, Acta Met., 29, 1413 (1981)
6. N. Jost, H. G. Hillebrand, E. Hornbogen, in Rapidly Quenched Metals 5; S. Steel, H. Warlimont edit., North Holland, Amsterdam, 1985, p. 1417
7. P. E. Donovan, Mater. Sci. Engin., 98, 487 (1988)
8. P. E. Donovan, Acta Met., 37, 445 (1989)
9. T. P. Slavin., N. S. Stoloff, Mater. Sci. Engin., 68, 55 (1984)
10. S. Kobayashi, S. M. Ohr, in Rapidly Quenched Metals 4; T. Masumoto, K. Suzuki edit., Japan Institute of Metals, Sendai 1982, p. 1353.