

PROCESSAMENTO DA LIGA $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$, POR FLUXO E PLASMA, PARA PRODUÇÃO DE INTERSTICIAIS $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$

Carlos A Queiroz¹, Abio V A Pinto² e Ted R Taylor²
(1=LabMat-UFSC/ CEFET/PR-Medianeira; 2=Depto Física UFSC/Brasil)

Palavras-chave: Nitretação, composto $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$, materiais magnéticos duros

RESUMO

As propriedades magnéticas do pó da liga $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ nitretado por dois métodos: fluxo (NF) e na pós-descarga de plasma (NP) (excitado por microondas) são estudadas. O processamento foi investigado como função das seguintes condições e parâmetros: amostras de 40.10^{-6} kg; pressão no reator 0,25 kPa; ($t = 4,8.10^3$ s, $T = 500^\circ\text{C}$, com fluxo variável); ($t = 4,8.10^3$ s, $F = 200$ sccm, com temperatura variável); e ($T = 500^\circ\text{C}$, $F = 400$ sccm, com tempo variável). A distribuição dos tamanhos de partículas no pó recém moído também foi investigada. A influência das variáveis de controle do processamento, sobre as propriedades magnéticas da liga, foram investigadas com medidas realizada no VSM (Magnetômetro de Amostra Vibrante). Resultados do processamento de nitretação por plasma indicaram que as figuras de mérito magnéticas produzidas na liga $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ são: independentes do fluxo de N_2 , entre 100 e 400 sccm; estabilizadas para tempos de ensaio maiores que $6,0.10^3$ s; otimizadas na temperatura de ensaio em torno de 500°C no método de NP.

ABSTRACT

The magnetic properties of $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ powders nitrided by flux and after glow (microwave excited) nitrogen plasma processing were investigated as function of the following parameters and conditions: sample mass 40.10^{-6} kg, pressure 0,25 kPa; ($t = 4,8.10^3$ s, $T = 500^\circ\text{C}$ and variable Flux); ($t = 4,8.10^3$ s, $F = 200$ sccm and variable temperature) and ($T = 500^\circ\text{C}$, $F = 400$ sccm and variable time). Also the particle distribution size was investigated. The influence of variation of the above parameters on the magnetic properties was investigated using Vibrating Sample Magnetometer (VSM) measurements. Results of the nitriding process by plasma indicate that values of the magnetic properties induced in the alloy $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ are: independent of the flow of N_2 , between 100 and 400 sccm; stabilized for processing times larger than $6,0.10^3$ s; optimized in NP method at a processing temperature around 500°C .

1. INTRODUÇÃO

Há quase uma década estabeleceu-se que a introdução de átomos intersticiais de nitrogênio, na liga $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$, pode promover apreciável alteração em figuras de mérito de propriedades magnéticas da liga original [1]. Estruturalmente observa-se que: a rede expande-se ao redor de 6 % em volume; a temperatura de Curie cresce de 116°C para 476°C ; o campo elétrico criado pelo átomo de nitrogênio muda a anisotropia magnetocristalina de planar para fortemente axial [2]. O conjunto de alterações geradas pela adsorção do nitrogênio, formando o nitreto intersticial $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ ($x \approx 3$), promove este material a promissor candidato para produção de ímãs em aplicações tecnológicas.

Embora as modificações intersticiais não estejam restritas ao nitrogênio, pois carbono [3], hidrogênio [4], flúor e cloro [5] também podem formar intersticiais, as figuras de mérito magnético são menos satisfatórias nestes casos. Convencionalmente o processo de nitretação consiste de um tratamento térmico ($T \approx 450^\circ\text{C}$) onde, num reator de volume constante, a liga base é mantida na presença do gás à pressão ao redor de 81,0 kPa, por algumas horas, dependendo do tamanho das partículas [2].

Nitretações onde o nitrogênio é mantido sob fluxo são menos frequentes na literatura [6]. Algumas dificuldades operacionais (entre elas perda do pó finamente granulado), muito provavelmente determinam os fatores limitantes de utilização do processamento por fluxo. Nitretações por plasma, afora este trabalho [7], são ainda menos frequentes [8]. Todavia o processamento em desenvolvimento, em descargas sustentadas por microondas [9], tem se revelado uma técnica bastante promissora, conforme será discutido a seguir.

2. EXPERIMENTAL

Pó, armazenado sob proteção de tolueno, foi obtido partindo-se do lingote da liga $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ com posterior pulverização usando-se o método HD (Hydrogen Decrepitation), moagem mecânica e peneiramento. A figura 1 apresenta uma distribuição típica do tamanho de partícula do pó utilizado.

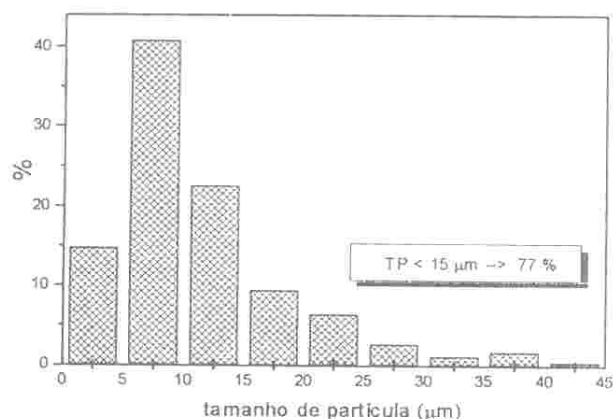


Figura 1 - Distribuição de tamanho de partículas (TP)

As amostras foram nitretadas em plasma utilizando-se uma fonte de microondas de potência 700 W e frequência de 2,45 GHz [8]. Após a nitretação, esferas obtidas pela mistura do pó nitretado e resina. A cura da mistura foi executada sob um campo de 2,3 T. A caracterização das propriedades magnéticas das amostras foi efetuada por VSM (magnetômetro de amostra vibrante) donde, a partir das medidas de polarização na direção fácil (J_f) e na direção dura (J_d) em função do campo magnético aplicado, a curva de histerese é obtida e algumas figuras de méritos são calculadas: Remanância (B_r), Coercividade (jH_c), Produto de energia $(BH)_{max}$ além de uma estimativa associada ao campo anisotrópico obtida por $DJ = J_f - J_d$. As propriedades magnéticas da liga nitretada foram investigadas em função do tipo de tratamento, Fluxo ou plasma, e das variáveis: taxas de fluxo de gás, tempo de tratamento e temperatura.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente foram realizados ensaios com o propósito de comparar, via exame das propriedades magnéticas, a influência da nitretação com plasma (NP), com aquelas provocadas pela nitretação em fluxo (NF), como mostra na Figura 2.

A possibilidade de pré-existência de nitrogênio atômico no ambiente da pós-descarga do plasma e pré-aquecimento do gás em fluxo, na descarga, são fatores que possivelmente contribuem para o melhor desempenho da NP. O ambiente de plasma é capaz de propiciar uma atmosfera controlada, espécies ativas necessárias e calor, indicando ser uma técnica mais promissora que a NF.

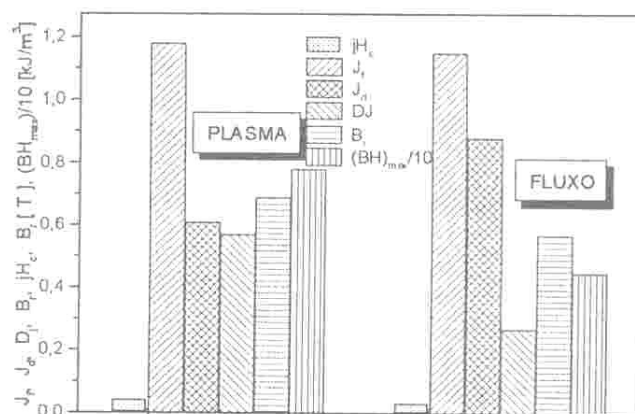


Figura 2 - Propriedades magnéticas do Sm_2Fe_{17} , nitretado em fluxo (NF) e em plasma (NP), fixando-se: $I^2 = 400$ sccm, $T = 500$ °C, $p = 0,25$ kPa e $t = 4,8 \cdot 10^3$ s.

Buscando otimizar as propriedades magnéticas da liga nitretada, foi investigada suas alterações em função do tempo de processamento, como mostrado na Figura 3. Inferiu-se que o tempo de NP, nas condições estabelecidas, em torno de $6,0 \cdot 10^3$ s, é suficiente para estabilização das propriedades magnéticas de interesse, contrastando com maiores intervalos de tempo, em torno de $3,6 \cdot 10^4$ s, quando as amostras são nitretadas convencionalmente [2,6].

Maiores valores de fluxo implicam, a princípio, em maiores concentrações de nitrogênio atômico na pós-descarga. No entanto, nestas condições ocorre maior possibilidade de perda de massa do particulado devido ação de arraste do fluxo de gás. A figura 4 mostra que as propriedades magnéticas praticamente independem do valor de fluxo, dentro do erro experimental. Parece-nos recomendável, por uma questão de economia, o estabelecimento de baixos fluxos de gás na NP em nosso sistema.

A eficiência da nitretação do Sm_2Fe_{17} é intimamente dependente da difusão dos átomos na rede cristalina, a qual é comandada pela temperatura. Cabe ressaltar que a temperatura, embora determinante no processo de difusão, ao alcançar ao redor de 600 °C passa a contribuir para a degradação da liga mãe produzindo Fe- α e SmN [10]. A figura 5 indica que o aumento do valor de temperatura de processamento de 500 °C para 600 °C é suficiente para desestabilização do parâmetro DJ, relacionado com a anisotropia magnetocristalina, e indicativo forte de que o processo de degradação da liga teve início.

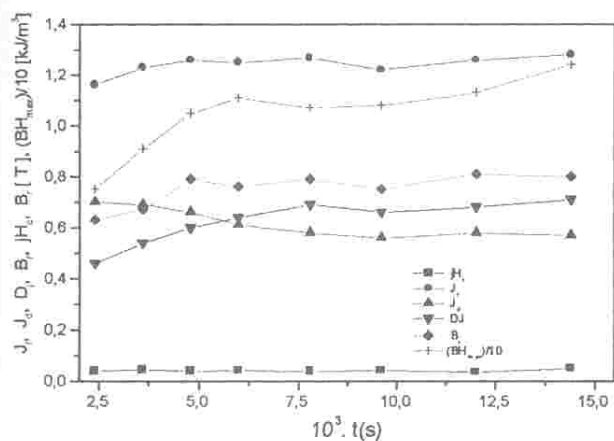


Figura 3 - Nitretação por plasma. Influência do tempo de processamento nas propriedades magnéticas, mantidos constantes: $F = 400$ sccm, $T = 500^\circ\text{C}$, $p = 0,25$ kPa.

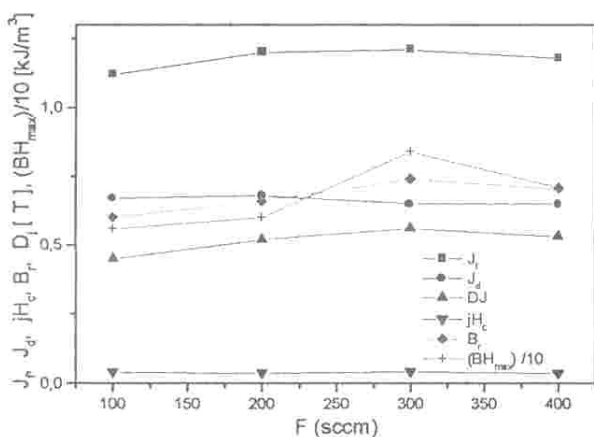


Figura 4 - Nitretação por plasma. Influência do fluxo nas propriedades magnéticas, mantidos constantes: $t = 4,8 \cdot 10^3$ s, $T = 500^\circ\text{C}$, $p = 0,25$ kPa.

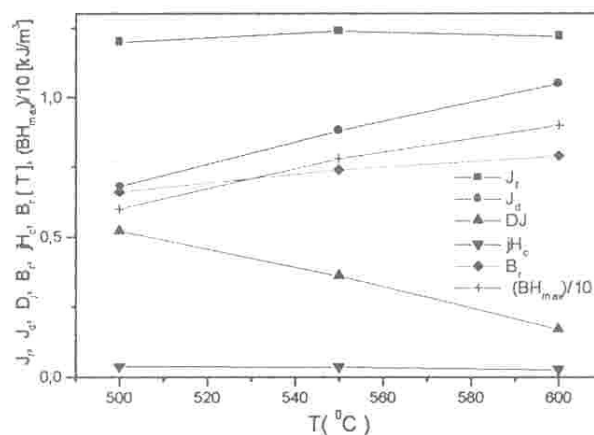


Figura 5 - Nitretação em plasma. Influência da temperatura nas propriedades magnéticas, mantidos constantes: $F = 400$ sccm; $t = 4,8 \cdot 10^3$ s, $p = 0,25$ kPa.

4. CONCLUSÕES

Os resultados do processamento de NP quer seja pela redução do tempo de processamento, quer seja pela melhoria das figuras de mérito magnéticas produzidas na liga $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$, indicam ser esta uma técnica bastante promissora na produção de intersticiais. Todavia, um quadro claro dos mecanismos envolvidos no processamento ainda não foi alcançado e continuamos nossos estudos em busca de uma compreensão mais satisfatória dos fenômenos envolvidos.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] Coccy J M D and Sun H, *J Magn Magn Mater*, **87** (1990) L251.
- [2] Skomski R, in *Rare-earth Iron Permanent Magnets* - J M D Coccy (ed), Clarendon Press, Oxford (1996).
- [3] Coccy J M D, Sun H, Otani Y and Hurley D P F, *J Magn Magn Mater*, **98** (1991) 76.
- [4] Wang X Z, Donelli K, Coccy J M D, Chevalier B, Etourneau J and Berlureau T, *J Mater Sci*, **28** (1988) 329.
- [5] Ardisson J D et al, *J. Mater. Sci Lett*, **16**, (1997) 1658.
- [6] Leite, J P, Pinto A V A and Taylor, T R, Proc IV Lat Am Work, *Magn Magn Mat*, App SP/Br (1998) no prelo.
- [7] Leite, J P, Pinto, A V A, Wendhausen, P A P, Taylor T R, VI Seminário de Pesquisa UFSC- Fpolis- Br (1998) Anais
- [8] Machida K, Eiji Y and Adachi, G, *J Alloys Comp*, **193** (1993) 271.
- [9] Pinto, A V A, Taylor T R, Revista Brasileira de Vácuo, **17** (2) (1998) 58.
- [10] Christodoulou C N, Takeshita T, *J Alloys Comp*, **202** (1993) 173.