

ESTUDIO DE ALEACIONES Fe-Ni PRODUCIDAS POR ALEAMIENTO MECÁNICO

J. F. VALDERRUTEN¹, G. A. PÉREZ ALCÁZAR¹ and J. M. GRENECHE²

¹*Departamento de Física, Universidad del Valle, A. A. 25360, Cali Colombia*

²*Laboratoire de Physique de L'Etat Condensé. UMR CNRS 6087, Université du Maine, 72085, Le Mans, Cedex 9 France*

(Recibido 29 de Sep.2005; Aceptado 26 de Enr.2006; Publicado 28 de Abr. 2006)

RESUMEN

Aleaciones Fe_{1-x}Ni_x con $0.225 \leq x \leq 0.400$ fueron preparadas por aleamiento mecánico (AM) de polvos elementales en un molino planetario de alta energía y estudiadas por difracción de rayos x (DRX) y espectroscopia Mössbauer de transmisión (EMT). Los estudios por DRX muestran que en este grupo de aleaciones se presenta una coexistencia de las fases cúbica centrada en la cara (FCC) y cúbica centrada en el cuerpo (BCC) en todo el rango de composición analizado. La variación del parámetro de red, a , de las dos fases como función del contenido de Ni, obtenido del ajuste de los patrones de DRX, mantiene un valor constante para todo el rango de composición. Del ajuste Mössbauer se encontró que en las distribuciones de campo, además de los campos asociados a las fases BCC y FCC microcristalinas (330 - 300 G), se presentan picos adicionales en campos menores (entre 100 y 270 G). Estos campos pequeños se asocian a la contribución de los sitios magnéticos del Fe que se sitúan en la superficie de los granos y en las interfases.

Palabras Clave: AM, Difracción de Rayos X, Nanomateriales, Espectroscopia Mössbauer.

ABSTRACT

Fe_{1-x}Ni_x samples with $0.225 \leq x \leq 0.400$ were prepared by mechanical alloying. XRD studies showed that this group of samples presents the BCC and FCC phases in all the composition range. The variation of the lattice parameter, a , of the two phases as a function of the Ni content, obtained from the fit of the patterns, maintains a constant value for all the composition range. In this case, all Mössbauer spectra were fitted using a field distribution. From the Mossbauer fitting we can notice in the field distributions, besides the fields associated to the BCC and FCC microcrystalline phases, additional peaks presented at smaller fields (between 100 and 270 G). These small fields can be associated to the contribution of the magnetic sites of the Fe localized in the surface of the grains and in the interfaces among grains. This contribution is postulated as a consequence of the nanometer size of the BCC and FCC grains obtained by x ray diffraction.

Keywords: Mechanical alloying, X Ray Diffraction, Nanomaterials, Mössbauer Spectroscopy.

1. INTRODUCCIÓN

El sistema de aleaciones Fe-Ni ha sido ampliamente estudiado debido a sus propiedades magnéticas y mecánicas especiales. Con la generación de nuevos métodos de preparación de muestras y diferentes tratamientos, se ha abierto la posibilidad de preparar materiales cuyas composiciones ya han sido estudiadas pero que exhiben propiedades físicas totalmente novedosas. Se conoce por experiencias anteriores que la preparación de compuestos por Aleamiento Mecánico (AM) genera materiales con desorden estructural e inestables y/o de tamaños nano-

métricos [1]. Estos factores también implican propiedades físicas nuevas, las cuales difieren ampliamente con las de los materiales en bloque y/o átomos aislados. Motivados por esto se llevó a cabo un estudio comparativo con trabajos previos [2-8] de las propiedades magnéticas y estructurales de un conjunto de aleaciones Fe-Ni preparadas usando la técnica de AM.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

Polvos de Fe (99.9%) y Ni (99.9%) fueron usados como materiales de partida. Muestras de $Fe_{1-x}Ni_x$, con $0.225 \leq x \leq 0.400$, fueron preparadas por aleamiento mecánico en un molino planetario Fritsch “Pulverisette 7”. La relación masa bolas a masa polvo (MB/MP) fue 10:1, con un tiempo de molienda de 10 horas. Los productos finales fueron caracterizados por DRX y EMT. Los espectros Mössbauer fueron tomados usando una fuente de ^{57}Co (Rh) y una muestra de calibración α -Fe. Los espectros se ajustaron con el programa Mosfit.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra la variación del porcentaje volumétrico de fase, obtenido por DRX, contra el contenido de Ni. Se observa coexistencia de las fases BCC y FCC en todo el rango de composición estudiado. El parámetro de red obtenido para la fase BCC es en torno de $\sim 2.86 \text{ \AA}$, mientras que el de la fase FCC es de $\sim 3.59 \text{ \AA}$. La independencia con la concentración de estos parámetros, se explica en términos de la similitud en los tamaños atómicos del Fe y Ni, de tal manera que la sustitución de átomos de Fe en la red FCC del Ni o de átomos de Ni en la red BCC del Fe no altera el tamaño de la celda cristalina respectiva. Del refinamiento Rietveld de los patrones de DRX se obtuvo que el tamaño de grano de la fase FCC varía entre 140 \AA (14 nm) y 220 \AA (22 nm), el cual es mayor que el de la fase BCC que varía entre 60 \AA y 150 \AA . Esta diferencia es consecuencia de los caracteres frágil y dúctil de las fases BCC y FCC, respectivamente. Esta técnica evidencia el carácter nanoestructurado de la aleación obtenida por AM.

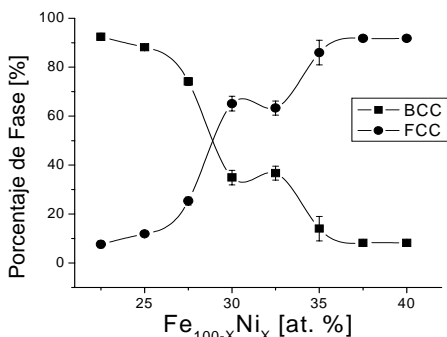


Figura No.1. Variación del Porcentaje Volumétrico de Fase Vs. Contenido de Ni.

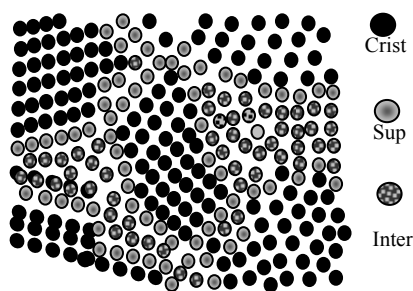


Figura No.2 Sección esquemática transversal de un material nanocristalino

Los espectros Mössbauer y sus correspondientes distribuciones de campo hiperfino a temperatura ambiente se muestran en la Figura 3. Todos los espectros fueron ajustados usando una distribución de campo. Las muestras entre 22.5 y 32.5 at. % Ni presentan un sitio tipo singlete. Para la muestra con 25 at. % Ni se usó un sextete para obtener un buen ajuste.

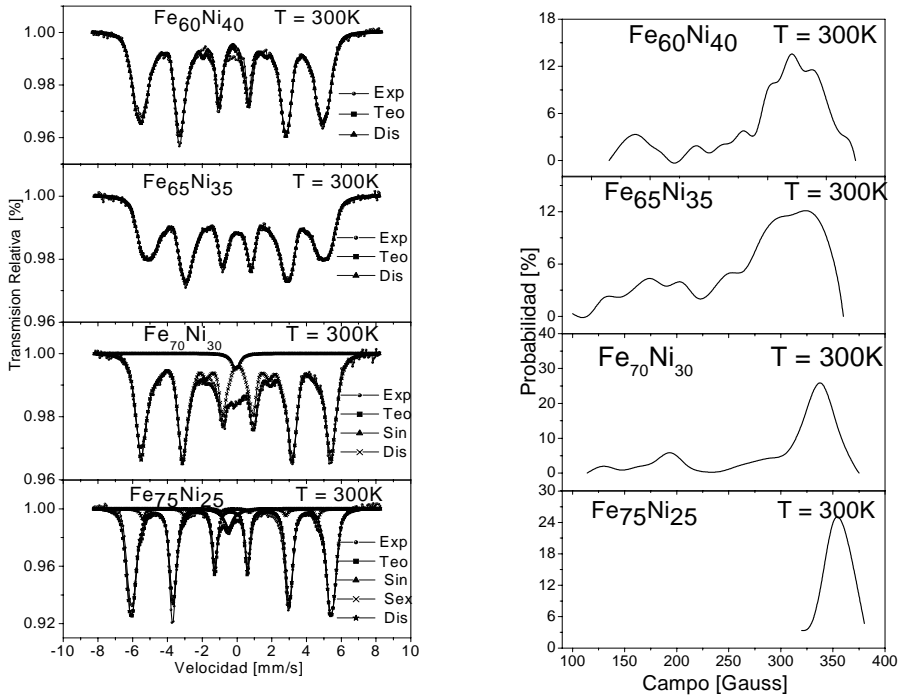


Figura 3. Espectros Mössbauer a temperatura ambiente, y sus respectivas distribuciones de campo, para las muestras Fe-Ni preparadas por AM.

Las aleaciones con 22.5, 25 y 27,5 at. % Ni muestran espectros Mössbauer con picos delgados y distribuciones angostas cuyos campos más probables son similares o superiores a los 330 Gauss, típicos de las aleaciones Fe-Ni microcristalinas con estructura BCC. Esta afirmación se hace con base al trabajo experimental y teórico desarrollado por Restrepo et al. [9] en aleaciones Fe-Ni desordenadas. De la misma manera también encuentra para aleaciones de la fase FCC distribuciones con altas probabilidades alrededor de campos entre 300 y 320 Gauss. Las distribuciones para las aleaciones por encima de 27.5 at. % Ni, son más anchas, lo que nos indica una mayor distribución de probabilidades para sitios con campos alrededor de los 300 Gauss y más bajos en algunos casos, reflejándose en los espectros como un ensanchamiento de los picos. Adicionalmente, los picos con probabilidades más altas muestran un corrimiento hacia campos de aproximadamente 310 Gauss, campos típicos de aleaciones γ Fe(Ni), FCC, como ya se señaló, sin olvidar que aun hay campos presentes mayores a 330 Gauss. Esto resultados indican que existe una mezcla de las dos fases magnéticas (BCC + FCC).

Adicional a los campos hiperfinos característicos de las fases BCC y FCC microcristalinas, se presentan picos en campos entre 100 y 270 G, estos campos pequeños se pueden asociar a la contribución de los sitios magnéticos del Fe que están en la superficie de los granos y en las interfases. Los campos magnéticos de los sitios superficiales e intergranulares son meno-

res como consecuencia de su menor número de coordinación y de los defectos, respectivamente. La Figura 2 presenta un esquema de la posible nanoestructura presente en nuestras aleaciones. El sextete en la muestra con 25 at. % Ni y los singletes presentes entre 22.5 y 32.5 at % están asociados a la fase FCC. La formación de contribuciones no magnéticas es inusual para un sistema como el Fe-Ni, pero se explican en este caso recordando el trabajo de Kaloshin et al. [2], quienes encontraron que para estas concentraciones las temperaturas críticas de la fase FCC son menores que la temperatura ambiente.

CONCLUSIONES

Las alteraciones en los rangos de concentración de las fases BCC y FCC permiten trazar la dependencia del estado magnético de cada una de ellas con su composición. Encontramos que la fase BCC siempre muestra propiedades ferromagnéticas, mientras que la fase FCC muestra propiedades tanto ferromagnéticas como paramagnéticas. Actualmente se trata de analizar teóricamente las contribuciones magnéticas de los sitios superficiales e intergranulares cuya contribución se postula en este trabajo.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Colciencias y a la Universidad del Valle por el soporte financiero dado, al Centro de Excelencia en Nuevos Materiales (CENM) bajo el contrato No. 043-2005 y al Laboratoire de Physique de L'Etat Condensé, Université du Maine, Le Mans, France.

REFERENCIAS

- [1] C. Suryanarayana, *Prog. Mater. Sci.* **46** (2001) 1
- [2] S.D. Kaloshin, V.V. Tcherdyntsev, I.A. Tomilin, Yu. V. Baldokhin, and E.V. Shelekhov, *Physica B.* **299** (2001) 236.
- [3] V.V. Tcherdyntsev, S.D. Kaloshin, I.A. Tomilin, E.V. Shelekhov, and Yu. V. Baldokhin, *Nanostruct. Mater.* **12** (1999) 139.
- [4] C. Kuhrt and L. Schultz, *J. Appl. Phys.* **73** (1993) 1975.
- [5] C. Kuhrt and L. Schultz, *J. Appl. Phys.* **73** (1993) 6588.
- [6] R.B. Scorzelli, *Hyperfine Interactions* **110**, (1997) 143.
- [5] L. Hong and B. Fultz, *J. Appl. Phys.* **79** (1993) 3946.
- [7] Yu. V. Baldokhin, V.V. Tcherdyntsev, S.D. Kaloshin, G.A. Kochetov, and Yu. A. Pustov, *J. Magn. Mater.* **203** (1999) 313.
- [8] T.M. Lapina, V.A. Shabashov, V.V. Sagaradze, and V.L. Arbuzov, *Mater. Sci. Forum*, 294-296 (1999) 767.
- [9] J. Restrepo, G. A. Pérez Alcázar, and A. Bohorquez, *J. Appl. Phys.* **8** (1991) 4101.
- [10] Rice S.A., "Advances in Chemical Physics", Volume XCVIII, John Wiley & Sons, Inc, (1997)
- [11] M. M. Rico, J. M. Greneche and G. A. Perez, *Journal of Alloys and Compounds*, 398, 26 (2005)
- [12] Y. N