



Estudio de las Propiedades del Sistema Nanoestructurado $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{30}$ a Diferentes Temperaturas

R. R. Rodríguez¹, G. A. Pérez Alcázar¹, H. Sánchez¹ and J. M. Greneche²

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

²Universite du Maine, Laboratoire de Physique de l'Etat Condense, 72085- Le Mans, France

Recibido 22 de Oct. 2007; Aceptado 3 de Mar. 2008; Publicado en línea 2 de Abr. 2008

Resumen

Las propiedades magnéticas y estructurales del sistema $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{30}$ preparadas por aleamiento mecánico en un molino planetario, con una relación masa bola: masa polvo de 10 a 1 y una velocidad de rotación de 280 rev/min durante 100 horas de molienda. La muestra fue estudiada por espectroscopia Mössbauer variando la temperatura entre 4 K y 673 K y por difracción de rayos x a temperatura ambiente. De los ajustes de los espectros de difracción de rayos x se encontraron las fases bcc-Fe y FeSi. Al final del proceso de medición a diferentes temperaturas, se encontraron las fases bcc-Fe y Fe_3Si . Al comparar el espectro Mössbauer a temperatura ambiente antes y después del proceso de medición, se evidencia que hubo un reordenamiento de la estructura mostrando que el proceso de medida se convierte en un tratamiento térmico

Palabras claves: Aleamiento mecánico, Hierro, Silicio, Espectrometría Mössbauer.

Abstract

The magnetic and structural properties of the $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{30}$ alloy produced by mechanical alloying during 100 hours in a planetary milling ball, with a mass ball to mass powders relation of 10:1 to 280 rev/min. The sample was analyzed by using Mössbauer spectroscopy with varying temperatures since 4 K until 673 K and x ray diffraction to room temperature. The x ray diffraction patterns showed a coexistence of bcc-Fe and FeSi structural phases. When the process of Mössbauer spectroscopy with temperature has finish, the x- ray diffraction of sample show bcc-Fe and Fe_3Si patterns. When comparing the Mössbauer spectra to room temperature before and after of the measurement process, evidence that was a reordering of the structure showing that the measurement process becomes a treatment heat.

Key Words: Mechanical Alloys, Mossbauer Spectrometry, FeSi.

© 2008 Revista Colombiana de Física. Todos los derechos reservados.

1. Introducción

Se ha dedicado mucha atención a la producción de materiales mediante aleamiento mecánico (AM) debido a sus diversas aplicaciones técnicas y a su riqueza en aspectos fundamentales de la ciencia básica. Mediante molindas de alta energía se ha podido formar, entre otros, fases de no equilibrio, amorfos, nanocristales y cuasi-cristales [1]. La espectroscopia mössbauer se ha utilizado como una técnica para la caracterización de los materiales que han sido obtenidos mediante aleamiento mecánico. De acuerdo con el grado de

desorden que muestra el espectro mössbauer, los materiales se han clasificado como amorfos o como cristalinos, según sea el caso[2]. Al producir aleaciones de FeSi por aleamiento mecánico, obtuvimos un espectro que presentaba el aspecto de un material amorfo, para la concentración de $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{30}$, sin embargo su difractograma de rayos x, mostraba una fase cristalina, por esta razón decidimos hacer un estudio más detallado de este material, mediante espectroscopia Mössbauer a diferentes temperaturas, estudio que presentamos a continuación.

2. Procedimiento Experimental

La muestra $Fe_{70}Si_{30}$ aleada mecánicamente, fue preparada con polvos elementales (Fe 99,9 % y Si 99,9 % de pureza) en un molino planetario pulverisett 5, con una velocidad de 280 rev/min y una secuencia de molienda de 1 hora y descanso de 1 hora, durante 100 horas de molienda. La relación masa bolas masa polvos fue de 10 a 1. Los espectros Mössbauer fueron obtenidos a 4 K, 77 K, 300 K, 373 K, 473 K 573 K, 673 K de temperatura en una geometría de transmisión, con una fuente de radiación de ^{57}Co difundida en una matriz de Rhodio. El analisis de los espectros fueron hechos usando el programa mossfit, los valores del desvío isomérico se encuentran referidos al α -Fe. Los difractogramas de rayos x tomados antes y después de la medición por espectrometría Mössbauer, se obtuvieron usando radiación $CuK\alpha$ y los patrones fueron descritos utilizando el programa Maud [3], con el cual se obtuvo parámetro de red, tamaño de grano promedio y fracciones relativas de las diferentes fases.

3. Resultados y Discusión

La evolución de los espectros Mössbauer a diferentes temperaturas (a 4K, 77K, 300K, 373K, 473K 573K y 673 K), se presentan en la figura No 1. El ajuste de estos espectros se realizó mediante una distribución de campo hiperfino, en la cual el desvío isomérico tiene una correlación lineal con el campo y el desvío cuadrupolar es variable pero común en todos los subespectros. La amplia distribución de campo hiperfino resultante, que va desde 0 T hasta 33 T, muestra la diversidad de entornos que tiene los diferentes átomos de Fe en la aleación, en ellas se pueden distinguir cuatro picos diferentes, los tres picos a campos mayores fueron ajustados mediante curvas gaussianas para conocer el valor de campo más probable, En el caso del espectro medido a 77 K estos fueron 27, 20 y 13 T, valores que van disminuyendo al aumentar la temperatura. Podemos pensar que estos campos, corresponde a regiones en las cuales átomos de Fe tiene como primeros vecinos 7 o 6 átomos de Fe y 1 o 2 átomos de Si, en el segundo rango 5 o 4 átomos de Fe y 3 o 4 átomos de Si y 3 y 2 átomos de Fe y 5 o 6 átomos de Fe. El pico correspondiente a campos bajos se considera como regiones en las cuales el átomo de Fe tiene al rededor de 7 vecinos Si, y su comportamiento tiende a ser paramagnético.

En la figura No.1 se puede apreciar que con el aumento de la temperatura la amplitud de los espectros disminuye y las distribuciones de campo se desplazan hacia campos menores (región paramagnética), comportamiento esperado para un material desordenado o amorfo los cuales tiene diferentes entornos magnéticos, sin embargo en la distribución de campo a 673 K, se puede apreciar una componente importante a campos altos (19 T), mostrando que debido a la medición a diferentes temperaturas se ha producido un reordenamiento en la estructura y que la concentración de

Fe y Si en los diferentes granos han variado, haciendo tender la aleación a una estructura más ordenada.

Al graficar el campo hiperfino medio, con la temperatura (ver figura No 2), podemos apreciar que la transición de un comportamiento ferromagnético hacia uno paramagnético se hace de forma gradual a diferencia de los materiales cristalinos cuya transición es relativamente abrupta [4], sin embargo en nuestro caso no se alcanzó un comportamiento totalmente paramagnético. Esto nos lleva a pensar que este material puede tener diferentes temperaturas de Curie en los diferentes granos, así, es posible que algunos granos se mantienen ferromagnéticos mientras que otros ya han alcanzado la transición a la fase paramagnética, siendo esto una constancia de que existen diferentes concentraciones de Fe y Si en los diferentes granos, es más, es posible que en los granos existan gradientes de concentración de los elementos, es decir existen granos de Fe en los cuales el Si se ha difundido, haciendo que en la parte externa del grano haya una mayor concentración de átomos de Si que en la parte interna, y a su vez granos de Si en los cuales el Fe se ha difundido, teniendo en este caso un gradiente de concentración de átomos de Fe en la matriz de Si y como resultado de esto se tendrá diferentes comportamientos magnéticos en los diferentes granos.

Si comparamos el espectro Mössbauer a 77 K (ver figura) antes y después de la medición a diferentes temperaturas, vemos que ya no es una distribución amplia de campos hiperfinos, ahora se tienen líneas relativamente bien definidas aunque un poco ensanchadas. Este espectro fue ajustado por una pequeña distribución de campo, dos sextetes y un doblete, la necesidad de esta pequeña distribución en el ajuste nos muestra que a pesar de que hubo un reordenamiento en la estructura, aun persisten diferentes entornos del átomo de Fe, y probablemente, diferentes concentraciones de Si en los granos, lo que nos muestra que se dio un ordenamiento, pero que aun persiste el desorden a menor escala, convirtiendo esta medición en un tratamiento térmico con aumentos y sostenimiento escalonados de temperatura, que se mantuvo alrededor de 10 días. Durante este tiempo, la muestra sufrió un reordenamiento de su estructura dentro de cada grano, el calor suministrado aportó energía suficiente para la difusión de los átomos de Si dentro de los granos y entre ellos y sus fronteras, produciendo así una estructura más ordenada y un aumento en el tamaño de grano.

Estos resultados se confirman con los difractogramas de rayos x, antes y después del proceso de medición, donde los patrones, presentaron picos característicos de la fase bcc-Fe y FeSi, con un porcentaje de fase de 95 % y 5 % respectivamente y al finalizar las fases Fe_3Si y bcc-Fe con 43 % y 57 % respectivamente, la fase FeSi no se detectó en este espectro. Si comparamos estos resultados con los obtenidos antes del tratamiento constatamos el ordenamiento que se había previsto por espectroscopia Mössbauer, la fase BCC ha disminuido su porcentaje, y en cambio ahora encontra-

mos la fase Fe_3Si cuya estructura es mas ordenada. La fase $FeSi$ no se distingue en este difractograma.

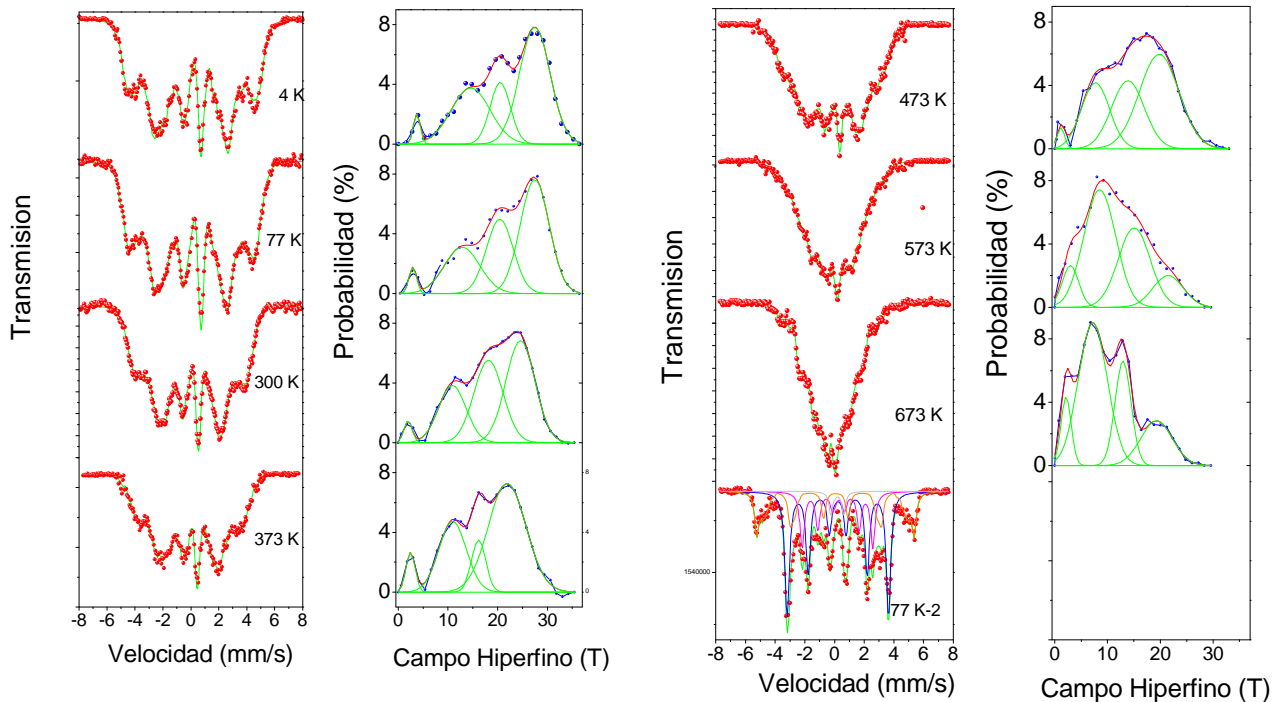


Fig. 1 Espectros Mössbauer y sus correspondientes distribuciones de campo hiperfino a diferentes temperaturas para la aleación de $Fe_{70}Si_{30}$.

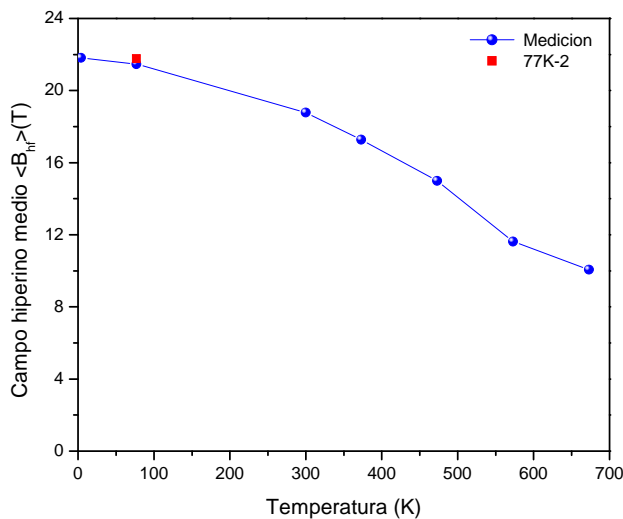


Fig.2 Campo hiperfino medio vs temperatura de la aleación $Fe_{70}Si_{30}$.

3. Conclusión

El aspecto de los espectros Mössbauer inicialmente reflejaban un material amorfo, sin embargo la difracción de rayos x y la medicion a diferentes temeperaturas revelo que el

sistema es cristalino pero desordenado y que a pesar del numero de horas de moliendo no se ha alcanzado una homogeneidad en el material de tal forma que existen granos con diferentes concentraciones de Fe y Si y posiblemente gradientes de concentración de Fe y Si en cada grano.

3. Agradecimientos

Este trabajo fue apoyado por Universidad del Valle, COLCIENCIAS, y la Université du Maine. Este trabajo ha sido apoyado parcialmente por el centro de Excelencia de nuevos materiales bajo Contrato No. 043-2005 suscrito con Colciencias.

REFERENCIAS

- [1] C. Suryanarayana, Progress in Materials Science 46 1-184, (2001)
- [2] J. M. Greneche, Journal of Non-Crystalline Solid, 287, 37-44, 2001
- [3] M. Ferrari and L. J. Lutterotti, J. Appl. Phys. 76 (1994) 7246
- [4] S. Chikazumi, Physics of Magnetism, John Wiley and Sons, 1964