

## ANÁLISIS CON TEM Y RX DE LA ESTABILIDAD DE FASES EN UNA ALEACIÓN DE Cu-30%at.Al OBTENIDA MEDIANTE MOLIENTA REACTIVA

Natasha N. Sánchez Pascal (1), Ma. Florencia Giordana (2,3), Marcelo R. Esquivel (2,4), Eugenia Zelaya (2)

(1) Fac. Ingeniería-UNCo, 8300 Neuquén, Argentina. (2) Centro Atómico Bariloche, CNEA-CONICET, 8400 Bariloche, Argentina. (3) IFIR-CONICET, 2000 Rosario, Argentina. (4) CRUB-UNCo, Quintral 1250, 8400 Bariloche, Argentina.  
Email: giordana@ifir-conicet.gov.ar

El objetivo de este trabajo es evaluar la estabilidad de las fases presentes en una muestra de Cu-30%at.Al obtenida mediante molienda reactiva (MR). La MR es un método capaz de producir intermetálicos a temperaturas cercanas a la ambiente [1]. Los intermetálicos así producidos pueden o no coincidir con las fases de equilibrio del sistema. Para este estudio, polvos de Cu y Al fueron molidos en dos molinos diferentes. La molienda de baja energía (B30) fue efectuada en un molino horizontal Uniball Mill II-Australian Instruments durante 100 h. La molienda de media energía (M30) fue efectuada en un molino Fritsch pulverisette 6 durante 50 h. Posteriormente los polvos molidos fueron sometidos a un tratamiento térmico (TT) que constó de un recocido a 850 °C por 48 h y posterior templado en agua. La nomenclatura utilizada para las muestras de los molinos de baja y media energía con TT es RB30 y RM30, respectivamente. Una vez obtenidas las muestras, fueron caracterizadas mediante difracción de rayos x (RX) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). El difractómetro de RX utilizado fue un PANalytical Empyrean, con monocromador de grafito. Las observaciones en TEM se realizaron en dos microscopios de transmisión, operados a 200 kV: FEI CM200 y FEI TECNAI F20 G2 con cañón de emisión de campo. En la Fig. a se muestra el diagrama de fases de Cu-Al [2], donde puede notarse que las fases de equilibrio en 30%at.Al a temperatura ambiente son la  $\alpha_2$  y la  $\gamma_2$ . Antes del recocido, la muestra B30 presentaba solo la fase  $\gamma_2$  mientras que la muestra M30 presentaba las fases  $\alpha$  y  $\gamma_2$ , de acuerdo al análisis de RX [3]. Sin embargo, luego del TT las fases detectadas mediante RX en ambas muestras RB30 (Fig. b) y RM30 fueron:  $\gamma_2$ ,  $\alpha_2$  y  $\beta'_1$ . Es decir, si bien las fases de equilibrio alcanzadas durante la molienda no coinciden entre si debido a la diferencia de efectividad de molienda [1,3], el TT posterior parece nivelar esta diferencia en cuanto al equilibrio de fases alcanzado. Por otro lado, si bien los resultados estadísticos de RX indican que el polvo RB30 está formado principalmente por  $\gamma_2$ ,  $\alpha_2$  y  $\beta'_1$ , utilizando una técnica con un límite de detección menor (~0.11 nm), se detectó la existencia de fases minoritarias. Ya que, además de la presencia de las fases  $\gamma_2$  (Fig. c),  $\alpha_2$  (Fig. d) y  $\beta'_1$  (Fig. f), se obtuvieron patrones de difracción de anillos que se pudieron indexar consistentemente con las fases  $\gamma'$  (Fig. e) y  $\beta$  (Fig. f). Mediante TEM se encontró, además, en partículas nanométricas (Fig. g) apilamientos consistente con la fase  $\gamma'$  (Fig. h). Es decir, la no detección de la fase  $\gamma'$  y  $\beta$  en RB30 mediante RX puede atribuirse a que estas fases minoritarias se encuentran en partículas tres órdenes de magnitud más pequeñas al promedio de partícula por muestra. En el caso de la muestra RM30 sucedió algo similar, ya que mediante el TEM se detectó la presencia de las fases  $\gamma_2$ ,  $\alpha_2$ ,  $\beta'_1$  y  $\gamma'$ . El poder de resolución de TEM hace posible la detección de fases minoritarias estableciendo diferencias en cuanto al total de fases detectadas entre RB30 y RM30.

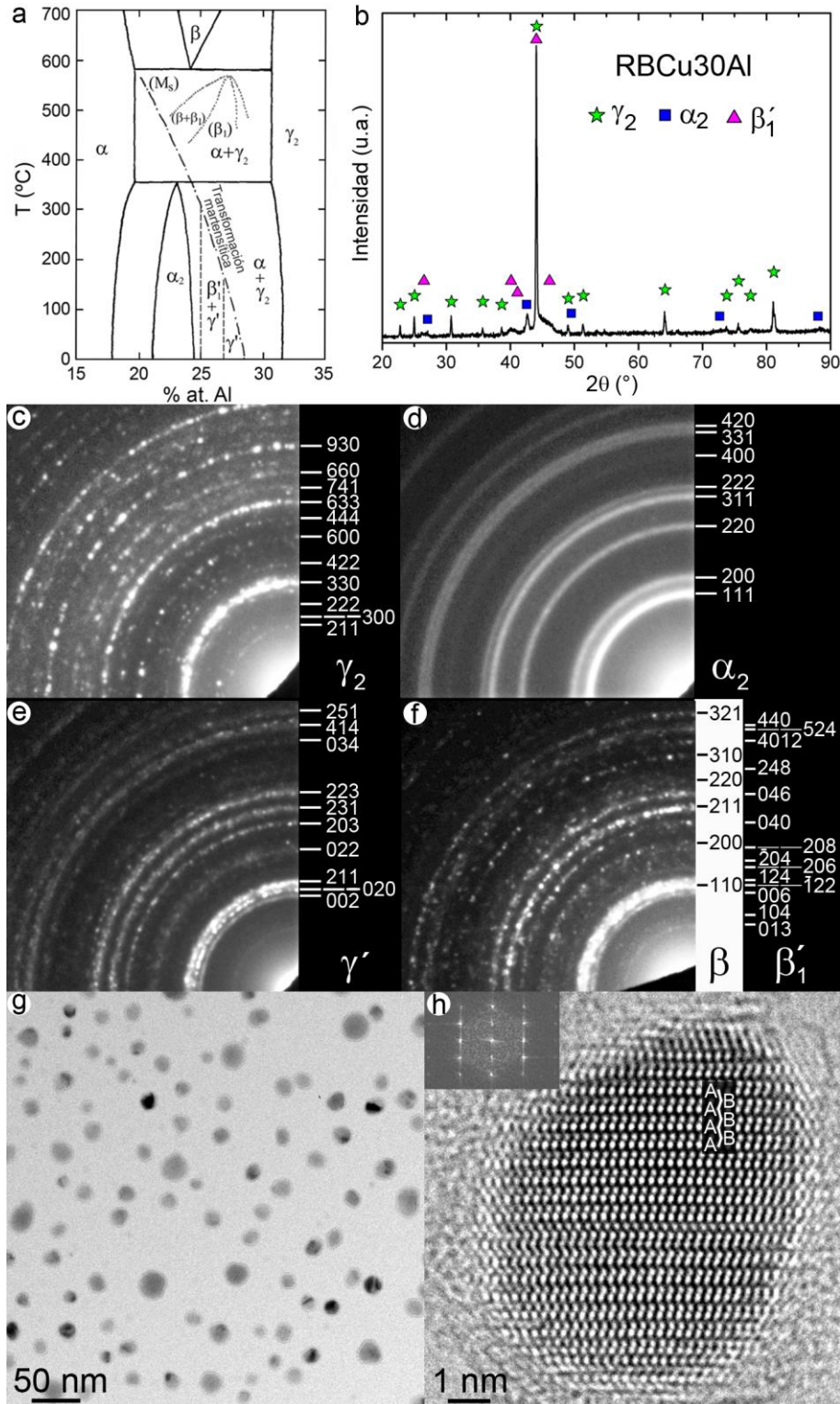
### REFERENCIAS

- [1] Suryanarayana C., (2001) "Mechanical alloying and milling" *Progress Mater. Sci.* 46:1-184.  
[2] Dvorack M.A., Kuwano N., Polat S., Chen H., Wayman C.M., (1983) "Decomposition of a  $\beta_1$ -phase Cu-Al-Ni alloy at elevated temperature" *Scripta Metall.* 17(11):1333-1336.  
[3] Giordana M.F., Esquivel M.R., Zelaya E., (2015) "A detailed study of phase evolution in Cu-16 at. %Al and Cu-30 at. %Al alloys under different types of mechanical alloying processes" *Adv. Powder Techno.* 26:470-477.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a ANPCyT (PICT-2011-0643 y PICT-2011-0092), a CNEA, a CONICET y al Instituto Balseiro por la financiación del trabajo, y a Adriano Geraci por la asistencia en el uso del microscopio electrónico de transmisión

4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)



**Figura. RB30** **a.** Diagrama de fases Cu-Al [2]; **b.** Difractograma de R-X; **c-f.** Cuadrante superior izquierdo de los patrones de difracción indexados con las diferentes fases encontradas mediante TEM; **g.** Imagen de campo claro de las partículas pequeñas; **h.** Imagen de alta resolución de una partícula de la fase  $\gamma'$ , y su correspondiente FFT en el inserto.