

CARACTERIZACIÓN DE ETAPAS PREVIAS A LA MOLIENDA REACTIVA DE Cu-30%atAl EN UN MOLINO DE BAJA ENERGIA MEDIANTE TEM Y RAYOS-X

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: zelaya@cab.cnea.gov.ar

El sistema Cu-Al presenta para el 30%atAl un sistema mixto de estabilidad de fases entre α y γ_2 , ambas fases pertenecen al sistema cristalino cúbico pero con grandes diferencias. La fase α es desordenada mientras que la fase γ_2 presenta una estructura con 52 átomos y 2 vacancias y un parámetro de red 3 veces superior al de α . Trabajos anteriores mostraron que la formación de la fase γ_2 en molienda está condicionada a la formación previa de la fase α y/o α_2 [1]. En este trabajo, se exploran las condiciones óptimas para producir la reacción entre Cu y Al para formar una fase de equilibrio. Para ello, se llevaron a cabo tres tipos de molienda en un molino Fritsch Micro Mill Pulverisette 0 bajo atmósfera de Ar. La primer molienda se realizó durante 50 horas con una relación bola/masa $R = 16850$ (muestra MB1-50h). En tanto, la segunda y la tercer molienda se llevaron a cabo con $R = 1490$, durante 50 y 100 horas (muestras MB2-50h y MB3-100h, respectivamente). Las tres muestras resultantes fueron caracterizadas mediante difracción de rayos X (RX), utilizando un equipo PANalytical Empyrean, con monocromador de grafito. Asimismo, se caracterizaron las muestras empleando un microscopio electrónico de transmisión (TEM): FEI TECNAI F20 G2 con cañón de emisión de campo, operado a 200 kV. Como puede observarse en espectro de dispersión en energía (EDS), aún para tiempos más cortos de molienda la muestra MB1-50h tiene un contenido de Fe y Cr siete veces superior al de la muestra MB3-100h (Figura 1). Si bien la mayor relación masa/bola es favorable para producir una reacción más rápida entre los aleantes, en este caso, el segundo valor de R es el óptimo a fin de evitar la contaminación de las muestras con elementos de las bolas. La Figura 2.a muestra un difractograma de RX donde puede apreciarse que no se ha formado ninguna aleación. Sin embargo el patrón de difracción de anillos, en la Figura 2.b., muestra una indexación consistente con la presencia de la fase α_2 . Si bien, existen zonas donde todavía se observan difracciones de área selecta consistentes con la presencia de Cu y Al disgregado, el patrón de la Figura 2.b indica la formación de una aleación en zonas nanométricas. Este mismo comportamiento, donde RX no detecta la formación de intermetálicos pero con TEM la evidencia de la formación de aleaciones ha sido previamente observado en este y otros sistemas [1,2]. La detección de zonas minoritarias donde se comienza a formar una aleación se logra inicialmente mediante TEM. Luego a mayores tiempos de molienda se comienza a detectar de manera estadística mediante RX la presencia de dichos intermetálicos. Más aún, esta discrepancia está asociada al poder de resolución de cada técnica. Finalmente, cabe destacar la diferencia microestructural entre las muestras MB1-50h y MB3-100h observado en las imágenes de campo oscuro de la Figura 3. Mientras que en la primera muestra se distinguen aun granos semiesféricos o lenticulares en la segunda muestra solo se observan imágenes típicas de alta deformación. Los bordes entre granos parecen desaparecer primando la alta deformación inducida por la molienda. Este tipo de comportamiento también ha sido observado en otras aleaciones base Cu [3].

REFERENCIAS

- [1] 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 Technol.* 26:470-477.
 [2] Zelaya E., Esquivel M.R., Schryvers D., (2013) "Evolution of the phase stability of Ni-Al under low energy ball milling", *Adv. Powder Technol.* 24:1063-1069.
 [3] Rojas P., Martínez C., Viancos F., Aguilar C., Guzmán D., Ordoñez S., Zelaya E., "Fabricación de vidrios metálicos base cobre: evolución de las fases durante el proceso de aleación mecánica" Anales SAM-CONAMET 2014.

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 TEM.

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

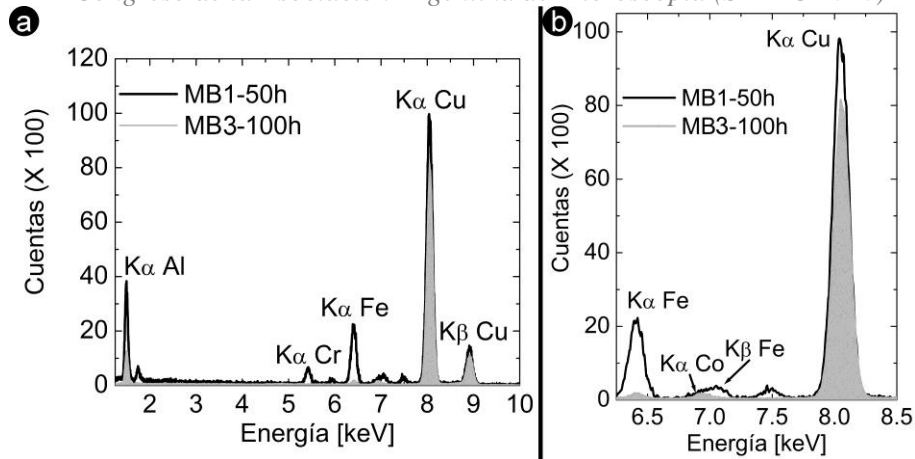


Figura 1. a. EDS de las muestras MB1-50h y MB3-100h. b. Detalle del EDS.

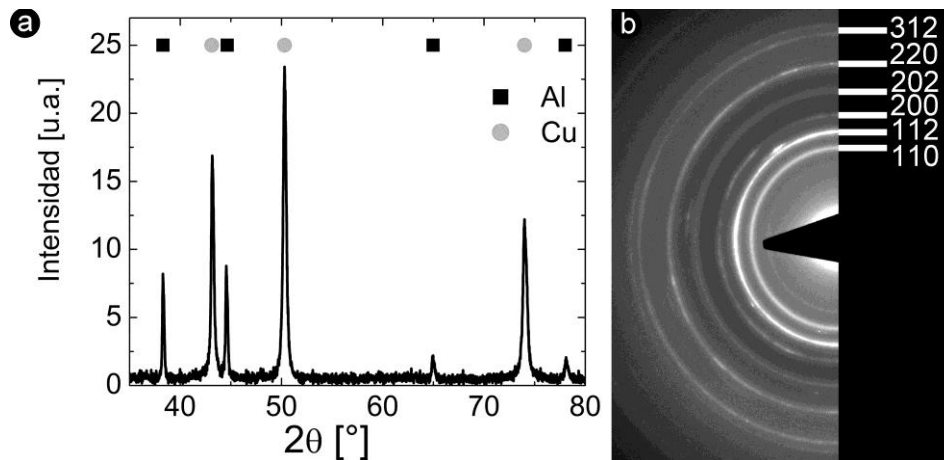


Figura 2.a. Difractograma de la muestra MB3-100h. b. Mitad izquierda de SAD de la misma muestra, la indexación es consistente con la presencia de la fase α_2 .

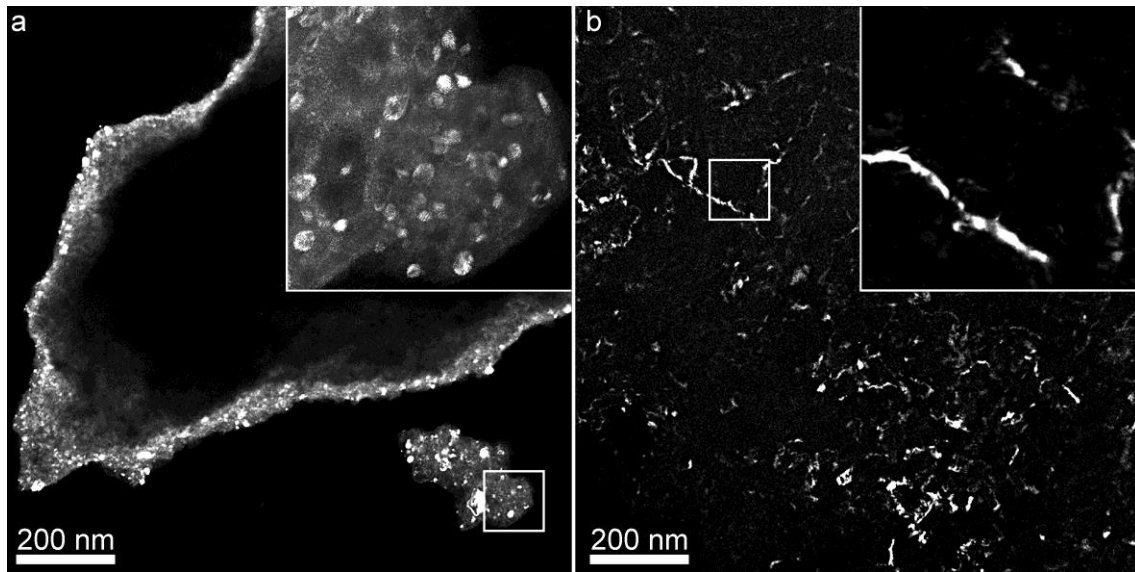


Figura 3. a. Imagen de campo oscuro de la muestra MB1-50h. El inserto es un zoom de la zona recuadrada en blanco. b. Imagen de campo oscuro de la muestra MB3-100h. El inserto es un zoom de la zona recuadrada en blanco.