

ESTUDIO DE LAS FASES EN Fe-Al-Ge MEDIANTE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS Y NEUTRONES

Víctor Galván(1), Silvina Limandri(1), Damián Gargicevich(2),
Federico Guillermo Bonifacich(2), Osvaldo Agustín Lambri(2), Cecilia Blanco(3), Griselda I. Zelada(2),
José A. Cano(2), Liliana E. Pairetti(2), Pablo J. Chiappero(2), Gabriel J. Cuello(4)

(1) Fac. de Matemática, Astronomía y Física de la UNC-CONICET, Córdoba, Argentina. (2) Laboratorio de Extensión e Investigación en Materiales, Escuela de Ingeniería Eléctrica, Centro de Tecnología e Investigación Eléctrica, FCEIA-UNR-CONICET Rosario, Argentina. (3) Fac. de Ciencias Químicas de la UNC-CONICET, Córdoba, Argentina.

(4) Institute Laue-Langevin, Grenoble, Francia.

Email: gargi@fceia.unr.edu.ar

Aleaciones del tipo Fe-Al-Ge son candidatos potenciales para ser utilizadas en núcleos de transformadores de alta frecuencia, blindaje electromagnético, sensores magnéticos inteligentes, etc. [1]. Sin embargo, no existe mucha información sobre los diagramas de fases de este sistema ternario. Por este motivo hemos realizado estudios de termodifracción de neutrones (ND) en el rango de temperaturas entre los 300 K y 1300 K [2]. A partir de los termodifractogramas de neutrones, figura 1, podemos determinar que la estructura predominante es tipo BCC. Además, los espectros de difracción a temperatura ambiente presentan picos a altos ángulos de difracción que no han podido ser indexados aún para la aleación Fe-4at.% Al-8at.% Ge, los cuales desaparecen luego de un recocido a 1150K. Dado el límite de resolución por fracción de volumen y tamaño en los estudios de ND, en este trabajo hemos correlacionado estos estudios con difracción de electrones retrodispersados (EBSD) realizados en muestras de Fe-4at.% Al-8at.% Ge, con la intención de resolver las fases minoritarias que pudieran estar presentes. En efecto, se adquirieron mapas de EBSD para estudiar las fases minoritarias, tamaño y orientación de granos. Las adquisiciones de los mapas de EBSD fueron llevados a cabo en la FaMAF-UNC en un microscopio electrónico de barrido Carl Zeiss Sigma, utilizando una energía 20 keV, ángulo de inclinación de 70° y distancia de trabajo de 8,5mm. Las medidas de ND se realizaron en el difractor de polvos de alto flujo, D20, en el Institute Laue Langevin, Grenoble, Francia. La longitud de onda empleada fue de 1.3 Å y la rampa de calentamiento fue de 4 K/min utilizando un portamuestra cilíndrico de vanadio con horno de este mismo material. Las muestras fueron cortadas mediante una sierra diamantada de baja velocidad refrigerada con kerosene, y luego pulidas utilizando una pulidora vibratoria con sílica coloidal de 0,05µm. Previo al corte, las muestras fueron homogeneizadas a 1323K durante una hora en alto vacío y templadas en agua a temperatura ambiente. Mediante la técnica de EBSD se determinó la presencia de una fase minoritaria, la cual no fue observada mediante ND. Sobre esta fase no se obtuvieron patrones de Kikuchi, a pesar del especial cuidado en el pulido de las mismas, por lo tanto esta fase podría ser poco cristalina. Además, la misma no posee bordes de granos bien definidos, estando embebida dentro de granos de la fase mayoritaria. Como puede verse en la figura 2, los diámetros de grano promedio son de alrededor de 0,5 µm. La figura 3 muestra un mapa de distribución de Ge de la misma zona de la figura 2 (izquierda) realizado mediante EDS, donde se puede observar que las zonas oscuras de la figura 2 se corresponden a la fase minoritaria rica en Ge. La distribución del aluminio en la muestra resulta homogénea, observándose además pequeños carburos precipitados en la muestra en escalas de 25 µm. En la figura 4 se muestra el mapeo de fases mediante EBSD. A partir de las indexaciones de los patrones de Kikuchi se corroboró el hecho de que a temperatura ambiente predomina la estructura BCC, junto con una fase minoritaria rica en Ge. Sin embargo resta aun poder dilucidar con que fase están asociadas las reflexiones a altos ángulos en los patrones de ND.

REFERENCIAS

- [1] Brandes E. A., Brook G. B. (Eds.), (1999) "Smithells Metals Reference Book", Oxford, Butterworth/Heinemann.
[2] Gargicevich D., Galván Josa V. M., Blanco C., Lambri O. A., Cuello G. J., (2015) "Structure determination of Fe-Al-Ge alloys" *J. Phys.Conf. Series* 663 012004
[3] Biswas K., Phanikumar G., Herlach D. M. Chattopadhyay K. (2007), "Non-equilibrium solidification of concentrated Fe-Ge alloys" *Mat Sci Eng A* 449-451,12-17.

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

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Institut Laue Langevin (ILL) por el tiempo de haz (Exp. 1-1-94), y al equipo de trabajo de D20 por la ayuda brindada para llevar a cabo los experimentos. Este trabajo fue parcialmente financiado por el CONICET, PIP 0179, y el PID-UNR; ING 450 y 453. Los autores también agradecen al Prof. I. S. Golovin por proveer las muestras.

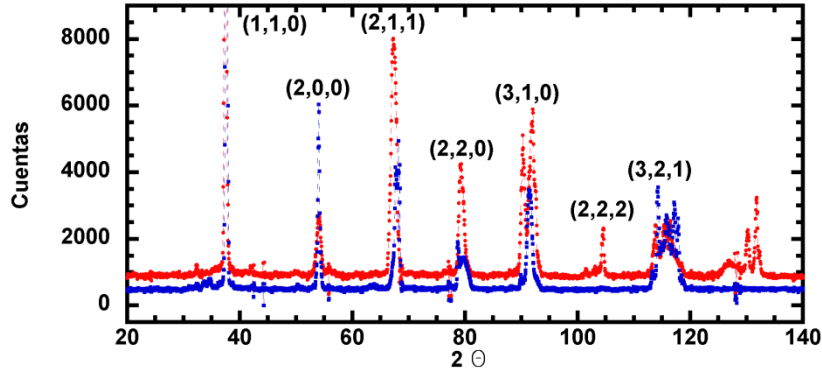


Figura 1: Patrones de difracción de neutrones. Templada (rojo) y luego de un recocido in situ en D20 a 1300 K (azul)

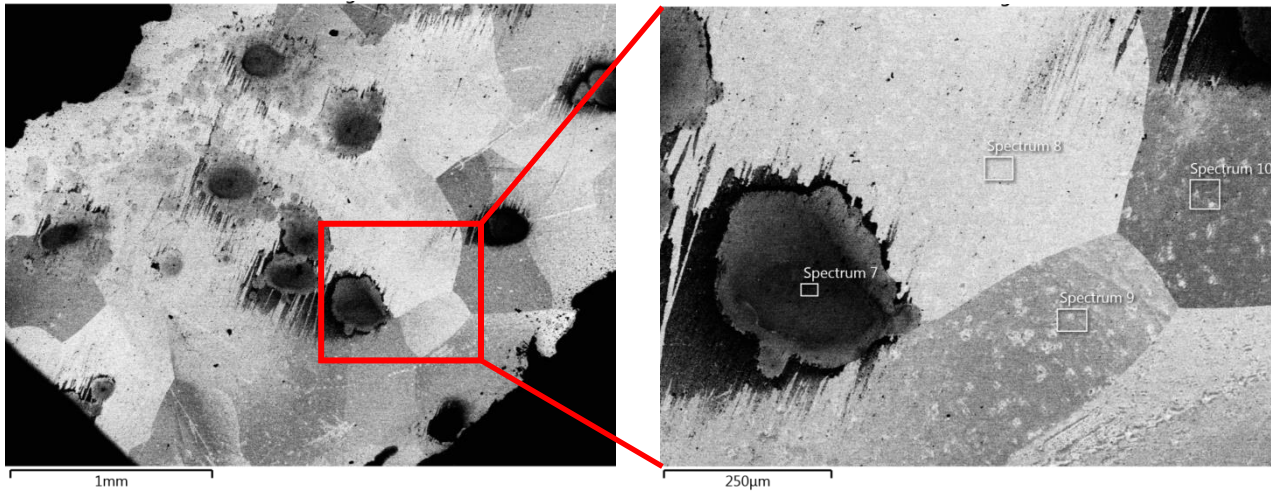


Figura 2: Imagen de contraste de orientación de granos (izquierda). Detalle de la zona donde se realizaron mapeos de EBSD (derecha).

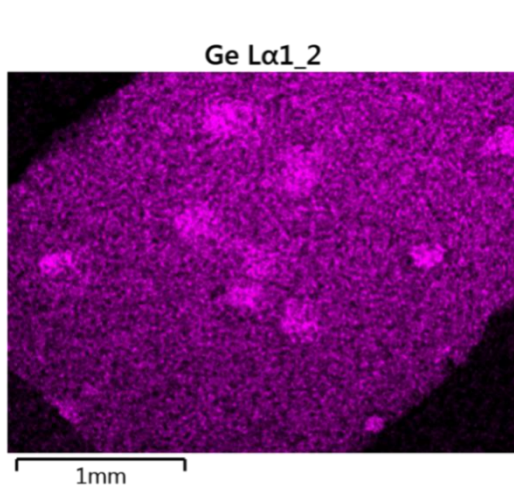


Figura 3: distribución de Ge en la muestra estudiada mediante EDS para la muestra templada.

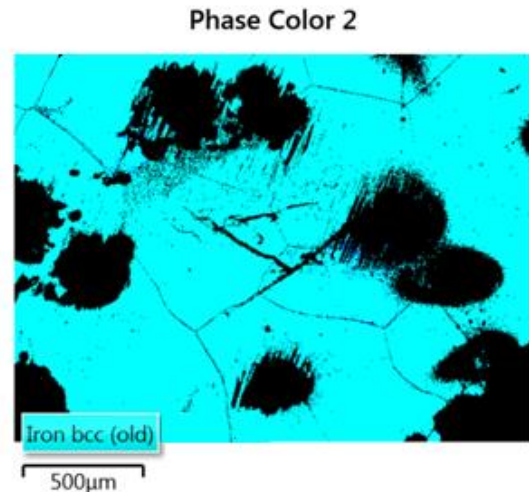


Figura 4: Mapas de fases obtenidos mediante EBSD para la muestra templada.