

MEDICIÓN DEL DESAJUSTE DE RED PRECIPITADO/MATRIZ POR HR-TEM Y DRX EN LA ALEACIÓN Fe₇₆Al₁₂V₁₂

Pedro A. Ferreirós (1,2), Paula R. Alonso (1), Patricia B. Bozzano (1), Horacio E. Troiani (3,4), Alberto Baruj (3,4), Daniel R. Vega (1), Gerardo H. Rubiolo (1,4)

(1) Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA)-CAC e Instituto Sabato (UNSAM-CNEA), Av. Gral. Paz 1499, San Martín, Bs.As., Argentina. (2) Universidad Tecnológica Nacional (UTN-FRH), París 532, Haedo, Bs.As., Arg. (3) Centro Atómico Bariloche (CNEA) e Instituto Balseiro (UNCuyo-CNEA), Av. E. Bustillo 9500, S. C. de Bariloche, Río Negro, Arg. (4) Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Av. Rivadavia 1917, CABA, Arg.

Email: ferreiros@cnea.gov.ar

INTRODUCCIÓN: Las superaleaciones de Fe-Al-V tienen un elevado potencial para aplicaciones estructurales en altas temperaturas [1]. Para mantener una elevada resistencia a la termofluencia, investigamos en trabajos previos las zonas del diagrama de equilibrio de fases ternario en las cuales la microestructura consiste en una matriz ferrítica (A2) endurecida por precipitación coherente Fe₂AlV (L₂₁) [2]. La precipitación es lograda mediante un tratamiento térmico de envejecimiento, en el cual se tiene una primera etapa hasta alcanzar el porcentaje de equilibrio de ambas fases y luego continúa la evolución de los precipitados reduciéndose en cantidad y creciendo en tamaño. Este último proceso es impulsado por la reducción de energía del sistema al minimizar la cantidad de área entre fases [3], siendo la velocidad de crecimiento dependiente de la energía interfacial. El desajuste de red entre el precipitado y la fase matriz interviene en dicho valor, en consecuencia sería posible la adición de cuartos aleantes para modificar este desajuste y acelerar los procesos de envejecimiento o de forma contraria reducir la velocidad para estabilizar el tamaño de precipitados.

PROCEDIMIENTO: Una aleación de 30 g fue fabricada a partir de Fe 99,97 %, Al 99,99 % y V 99,7 %. La fusión fue realizada en un horno eléctrico de arco bajo atmósfera de Ar. Se aplicó un primer tratamiento térmico de homogeneización a 1100 °C por 4,9x10⁵ s en Ar. Se midió composición por microsonda electrónica, Cameca SXFive. Parte de la aleación destinada a microscopía fue envejecida a 700 °C por 2,7x10⁴ s en Ar. La destinada a difracción fue limada manualmente para producir polvo y luego envejecida a 700 °C por 1,32x10³ s en vacío. Se obtuvieron láminas delgadas para análisis por microscopía electrónica de Transmisión (TEM) por cortes de electroerosión a 500 μm, luego círculos de 3 mm de diámetro, adelgazamiento con papeles esmeriles hasta 100 μm y finalmente electrolíticamente con un equipo Tenupol-5 Struers (electrolito: 67% metanol, 33% ácido nítrico a -30°C). La observación se hizo en un equipo Philips CM 200 (Ultra Twin) y filamento de LaB₆ a 200 kV. El método gráfico para promediar los espaciados planares del precipitado y matriz en la micrografía de TEM, se realizó trazando líneas paralelas de 13 nm, separadas 1,5 nm y perpendiculares a los planos cristalinos. Se contabilizaron los cruces entre líneas y planos cristalinos para promediar la separación cristalina. La cantidad de cruces promediados fue de 1000 y 1300 en las fases A2 y L₂₁ respectivamente. Se realizaron mediciones de Difracción de Rayos X (DRX) con un equipo PANalytical, Empyrean con detector PIXcel^{3D}, Bragg-Brentano.

DISCUSIÓN Y RESULTADOS: La composición (%at.) promedio de 50 puntos y su desvío estándar fue: 75,78±0,36 %Fe, 11,94±0,36 %Al, 12,28±0,12 %V. La fase precipitada L₂₁ de la aleación es una superestructura de la A2 de celda unidad equiparable a ocho celdas A2, por lo que posee aproximadamente el doble del parámetro de red de la matriz (A2). En un difractograma los picos más intensos de la fase L₂₁ se superponen con todos los de la A2. De los picos no superpuestos de la L₂₁ (picos exclusivos del ordenamiento) se midió por DRX el (200) y luego el difractograma completo (Fig. 1). Fijando el porcentaje de fases de equilibrio ($f_w^{700^\circ\text{C}}(L_{21})=0,209$) [1] se refina por el método de Rietveld el difractograma completo (Fig. 1) y el parámetro de red de la L₂₁ se ajusta refinando el pico (200). El desajuste de red del refinamiento es $\delta_{\text{DRX}}=(2a_{A2}/a_{L21})=1,00011$. Para verificar este resultado se utilizó como técnica complementaria Microscopía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (HR-TEM). En la Fig. 2a, se muestra una imagen de campo oscuro con los precipitados L₂₁ y la Difracción de Área Selecta (SAD) (103). Una micrografía de campo claro fue procesada con el método de la Transformada Rápida de Fourier (FFT) (Fig. 2b). Las líneas corresponden a los planos (010) y los símbolos “⊥” indican dislocaciones. Las dislocaciones se hallaron únicamente sobre la matriz A2, el detalle ampliado se muestra en la Fig. 2b. Para calcular el desajuste de red entre precipitado/matriz sobre la imagen de FFT se utilizó

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

un método gráfico estadístico. El método es aplicado en una escala arbitraria sobre la imagen de FFT y se mide la relación entre parámetros de red de las 2 fases, anulándose los errores introducidos en la escala adoptada. La distancia interplanar observada del precipitado corresponde a planos (002) y para la matriz (001). El desajuste de red precipitado/matriz obtenido es $\delta_{\text{TEM}}=(2a_{A2}/a_{L21})=1,00067$. Frente a estos resultados se debe considerar que el método por microscopía a diferencia del de difracción corresponde a un resultado puntual en una única zona de la aleación y su valor numérico puede diferir del global (promedio) de la muestra. **CONCLUSION:** Se midió por DRX un desajuste de red precipitado/matriz de $\delta_{\text{DRX}}=1,00011$, el valor resultante concuerda con el orden de magnitud observado por la Técnica de HR-TEM.

REFERENCIAS

- [1] Ferreirós P.A., Alonso P.R., Gargano P.H., Bozzano P.B., Troiani H.E., Baruj A., Rubiolo G.H., (2014) "Characterization of microstructures and age hardening of Fe_{1-2x}Al_xV_x alloys" *Intermetallics* 50:65-78.
 [2] Ferreirós P.A., Alonso P.R., Rubiolo G.H., (2015) "Hardening and coherent precipitates size evolution with aging Fe-12Al-12V alloy" *Proc. Mat. Sci.* 9:213-220.
 [3] Greengood G.W., (1956) "The growth of dispersed precipitates in solutions" *Acta metall.* 4:243-248.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Laboratorio de Difracción de Rayos X, departamento Física de la Materia Condensada, Gcia. Investigación y Aplicaciones, GAIyANN-CAC-CNEA por la amable colaboración y disponibilidad de sus equipos.

FIGURAS

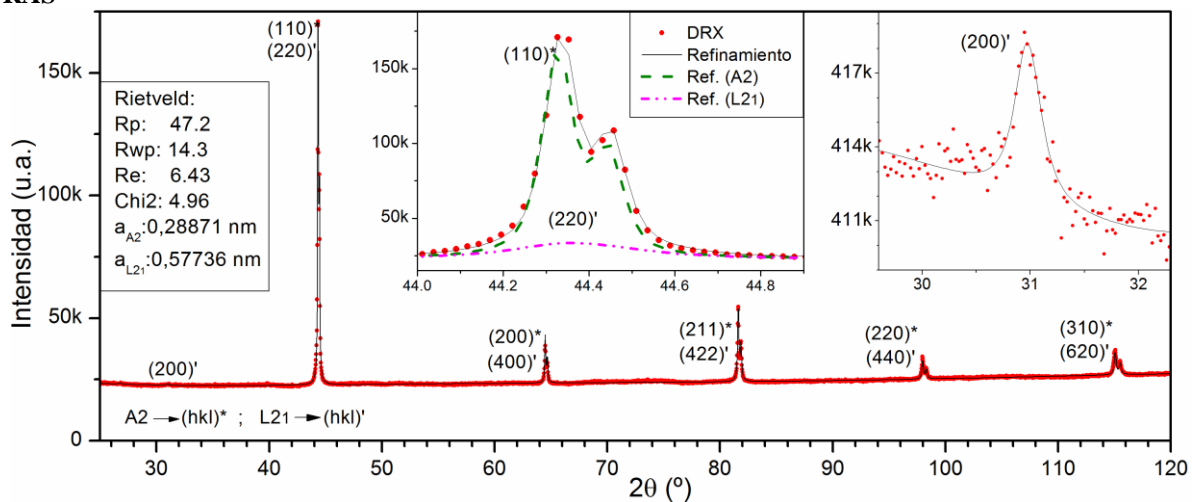


Figura 1. Difractograma refinado por Rietveld. Se detallan los aportes de ambas fases en el refinamiento del pico más intenso y a su vez se agrega la medición del pico L21 (200) medido con un espejo para diferenciarlo de la señal de fondo.

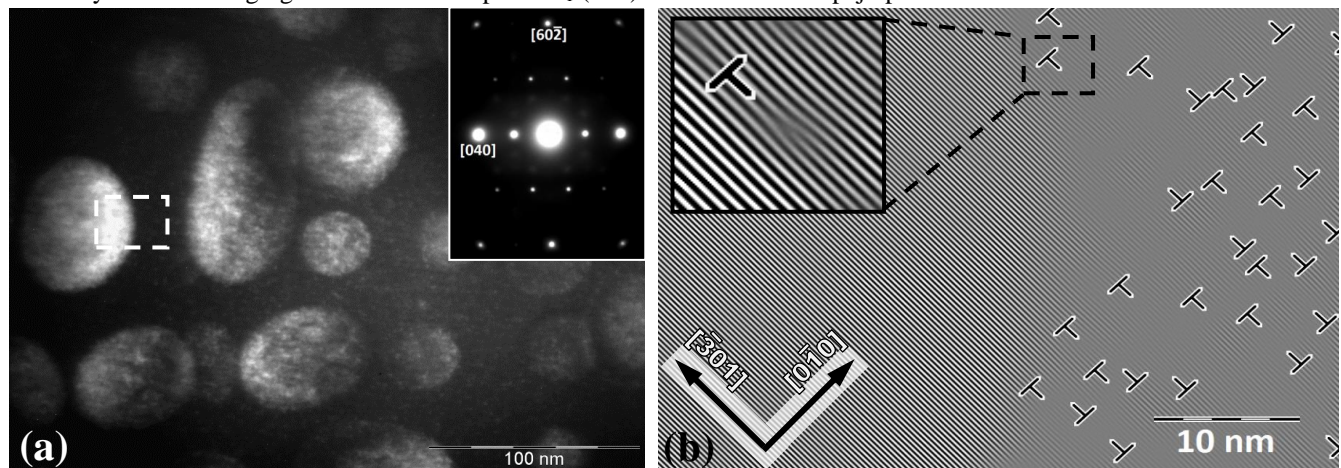


Figura 2. a) Campo oscuro [020] y SAD (103). En línea punteada se indica la zona observada en la figura b. b) Imagen de HR-TEM procesada por FFT y detalle ampliado de un plano extra más su símbolo indicativo.