

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN Y DIFRACCIÓN DE RAYOS X APLICADAS AL ESTUDIO DE MATERIALES FABRICADOS POR ALEADO MECÁNICO

Paula Rojas (1), Carola Martínez (1), Francisco Briones (2), Claudio Aguilar (2).
Eugenia Zelaya (3), Danny Guzmán (4).

(1) Universidad Adolfo Ibáñez, Santiago, Chile. (2) Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile. (3) CAB-
CNEA, Bariloche, Argentina. CONICET (4) Universidad de Atacama, Copiapó, Chile.

Email: francisco.briones.cgl@gmail.com

En este trabajo se compara la información obtenida mediante las técnicas de difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de transmisión (TEM), en un estudio sobre los cambios microestructurales de los componentes que conllevan a la obtención de vidrios metálicos en el sistema Cu-Ni-Zr empleando el proceso de aleado mecánico. Para obtener esta información, se sometieron a las mismas condiciones de molienda (molino: Spex 8000, razón bolas-polvo, agente de control, atmósfera y tiempo de molienda). Se efectuaron diversos análisis en: Cu, Ni y Cu-Zr para constatar los cambios producidos durante la molienda. Asimismo, se evaluó el efecto de amorfización por molienda en Cu-Zr. En los casos donde fue posible realizar cálculos a partir de los patrones de difracción de rayos X, se determinó que la molienda promueve el refinamiento microestructural de los componentes. Dicho tamaño fue calculado empleando diversos métodos de análisis de los difractogramas convencionales y modificados [1-3], los cuales, fueron comparados con los resultados de MET. Como puede notarse en las Fig. 1 y 2 a medida que aumenta el tiempo de molienda, los anillos de los patrones de difracción (SAD) son más continuos y densos. Este comportamiento es consistente con el refinamiento de grano. En el caso de cobre y aleaciones con alto contenido de cobre, el método que mejor se adecuó a las observaciones de TEM fue el de Warren-Averbach modificado. Para las aleaciones cobre-circonio estudiadas, no se pudieron aplicar los métodos matemáticos debido al alto grado de amorfización mostrado a sólo 3 horas de molienda, en los difractogramas de DRX, donde se apreció un pico ancho y de baja intensidad en la zona de 2θ entre 30 y 50 grados. Por otro lado, también, se observaron diferencias entre Cu y Ni en términos de comportamiento frente a iguales condiciones de molienda, las que condujeron a un gran endurecimiento del níquel, el cual a su vez, generó abrasión en los medios de molienda y grandes cantidades de hierro en los productos del proceso. En este sentido, mediante DRX se detectó el desplazamiento de los picos de difracción del Ni en función del tiempo de molienda, a diferencia de los de Cu que sólo experimentaron pérdida de intensidad y ensanchamiento consistente con el refinamiento de tamaño de grano observado en TEM (Fig. 1 y 2). La contaminación por hierro y la presencia de partículas ricas en este elemento puede observarse tanto en los patrones de difracción (SAD Fig. 2 b) y c)) tanto como en los espectros de dispersión de energía (EDS), no mostrados aquí. En el caso de las aleaciones Cu-Zr los difractogramas de rayos X mostraron una pérdida de cristalinidad entre 3 y 5 horas de molienda dependiendo del contenido de Zr, sin embargo, mediante TEM, fue posible demostrar que había una conjunción de varios estados de molienda. Si bien se detectan partículas con un SAD que evidencia la presencia de amorfo (Fig. 3 e)), también existen otros tres tipos de partículas. Algunas evidencian un gran contenido de Zr y un tamaño de grano del orden de los 25 nm (Fig. 3 b)), mientras que otras con tamaños de grano superiores muestran segregación de Zr (Fig. 3 c) y f)). Estas partículas tienen una gran densidad de defectos (flecha blanca Fig. 3 c)). Finalmente, también existen partículas con tamaño de grano del orden de 160 nm en donde no se detecta Zr mediante EDS pero si se evidencia su presencia en los SAD (Fig. 3 a) y d)).

REFERENCIAS

- [1] G. Williamson, W. Hall, X-ray line broadening from filed aluminum and wolfram, Acta Metallurgica (1953) 22–31.
- [2] B.D.Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", second edition. Addison-Wesley Publishing, 1977.
- [3] Ali Nazari, Mohammad Zakeri, Modeling the mean grain size of synthesized nanopowders produced by mechanical alloying, Ceramics International 39(2013)1587–1596

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Laboratorio de Microscopía del CAB y a FONDECYT por el financiamiento de los proyectos FONDECYT Regular 1130475 y FONDECYT Post doctorado n°3140207.

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

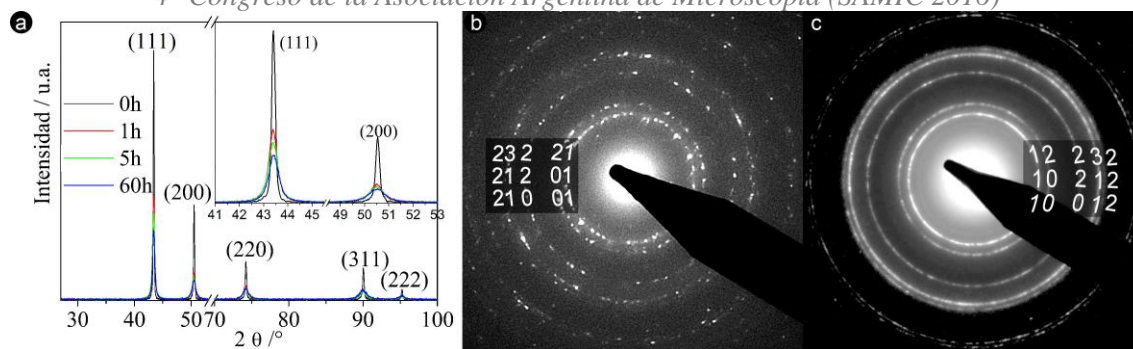


Figura 1. a) Difractogramas de Cu puro molido en función del tiempo de molienda, b) SAD de cobre puro molido 5 horas c) SAD de cobre puro molido 60 horas. Indexaciones b) y c) consistentes con Cu FCC.

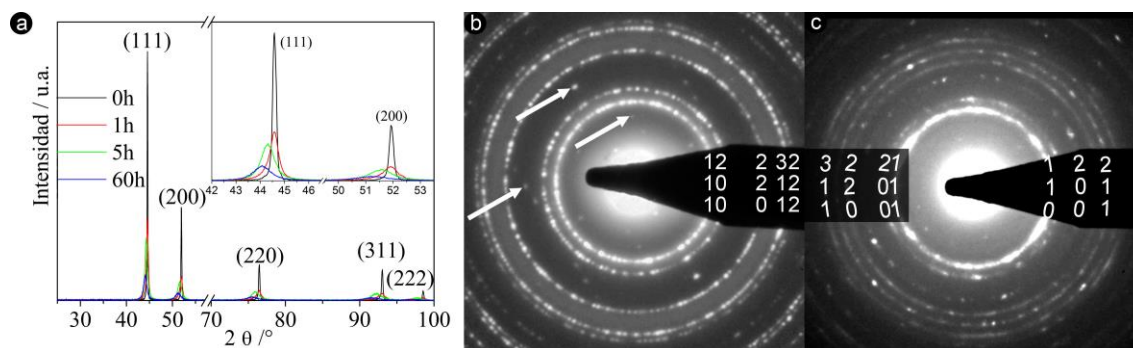


Figura 2. a) Difractogramas de Ni puro molido en función del tiempo de molienda, b) SAD de níquel puro molido 5 horas. Indexaciones consistentes con Ni FCC, reflexiones extras consistentes con presencia de Fe. c) SAD de níquel puro molido 60 horas, indexaciones a la izquierda consistentes con Ni FCC y a la derecha consistentes con Fe BCC.

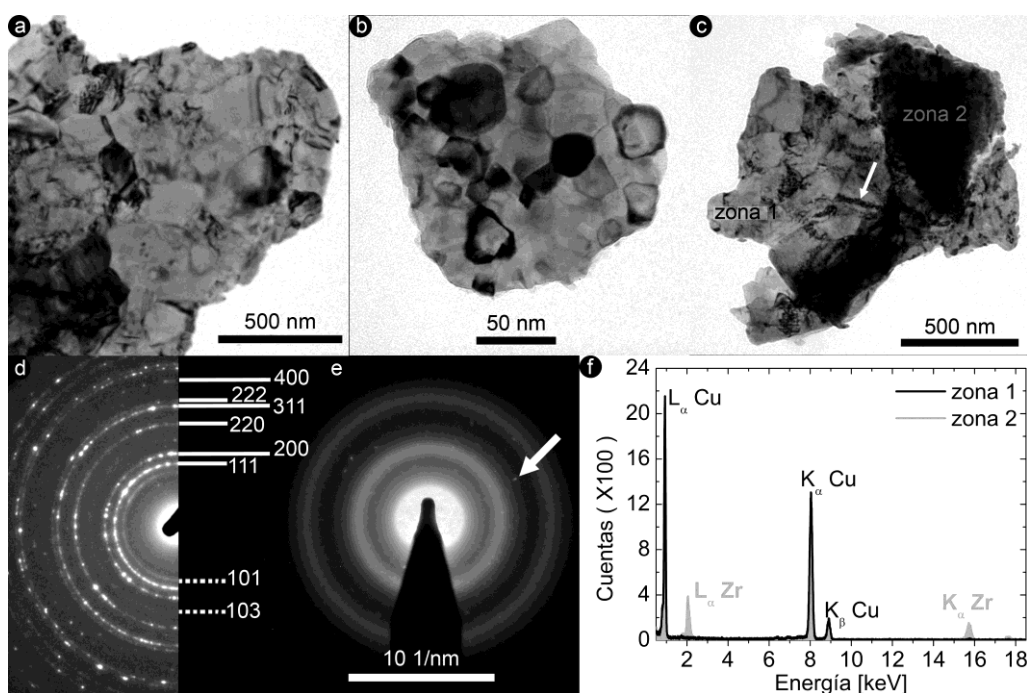


Figura 3. Partículas de Cu-40at.Zr a) Imagen de campo claro de partícula con bajo contenido Zr. b) y c) Imágenes de campo claro de partícula con más de 30at.Zr. d) SAD de a) Indexación consistente con presencia de Cu (arriba) y Zr (abajo) e) SAD de una partícula con más de 50at.Zr. e) EDS de c).