

## ESTUDIO DEL EFECTO DE TAMAÑO PARTÍCULA EN LAS PROPIEDADES DE LA ALEACIÓN Fe90si10

R. R. Rodríguez<sup>1\*</sup>, J. F. Piamba<sup>1</sup>, G. A. Pérez Alcázar<sup>1</sup> and J. M. Greneche<sup>2</sup>

- ✓ Este artículo forma parte del “Volumen Suplemento” **S1** de la *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM)*. Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso “X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)” celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del X IBEROMET, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La RLMM no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las “Instrucciones para Autores” establecidas por la RLMM para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del X IBEROMET.



## ESTUDIO DEL EFECTO DE TAMAÑO PARTÍCULA EN LAS PROPIEDADES DE LA ALEACIÓN Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub>

R. R. Rodríguez<sup>1\*</sup>, J. F. Piamba<sup>1</sup>, G. A. Pérez Alcázar<sup>1</sup> and J. M. Greneche<sup>2</sup>

1: Dpto. de Física, GMTF, Universidad del Valle. Cali, Colombia

2: Laboratoire de Physique de l'Etat Condensé, Université du Maine. Le Mans, France

E-mail: rrodrig@calima.univalle.edu.co

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET  
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008  
Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009

Disponible en: [www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html](http://www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html)

---

### Resumen

En el presente trabajo se realizó el aleamiento mecánico del sistema Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub>, a 1, 5, 10 15, 75 y 100 horas de molienda. Mediante difracción de rayos x se encontró que a partir de las 10 horas de molienda la aleación se ha consolidado y predomina el proceso de soldadura sobre la fractura de las partículas. A 75 horas de molienda se ha alcanzado la estabilidad en el proceso de soldadura y fractura, ésta muestra fue tamizada, cada muestra retenida en los tamices fue medida mediante espectrometría Mössbauer y difracción de rayos x, con lo cual se analizó el carácter magnético y el efecto del tamaño de partícula en los parámetros hiperfinos del material. A partir de los resultados se propone que existen dos contribuciones al campo hiperfino medio, el primero debido al vecindario de los átomos de Fe y una segunda contribución debida a la interacción entre los momentos dipolares magnéticos de las partículas la cual disminuye al incrementar el tamaño de partícula.

**Palabras Claves:** Aleamiento mecánico, Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub>

### Abstract

In the present work it was realized the mechanical alloying of the Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> system, during 1, 5, 10 15, 75 and 100 hours of milling. By means of X-rays diffraction it was found that from 10 hours of grinding the alloy has been consolidated where the welding process of the particles predominates over the fracture one. At 75 hours of grinding the stability between the welding and fracture processes has been reached. This sample was sieved at different mesh, and after this process each obtained sample was measured by means of Mössbauer spectrometry and X-rays diffraction in order to analyze the magnetic character and the effect of the particle size in the hyperfine parameters of the material. From the results it is proposed that two principal contributions to the average hyperfine field exist: the first one due to the neighborhood of the atoms or exchange interaction and the second one due to the interaction between the dipolar magnetic moments of the particles which diminishes with the increase the of particle size.

**Keywords:** Mechanical Alloying, Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub>

---

### 1. INTRODUCCION

En los últimos años se han desarrollado diferentes técnicas para la producción de diversos materiales [1], una de ellas es el aleamiento mecánico (AM), la cual permite obtener materiales con estructuras de tamaño nanométrico que presentan características físicas muy interesantes y su producción es de bajo costo. Durante la aleación mecánica los procesos mas importantes son el de soldadura y fractura, estos alcanzan el equilibrio cuando la velocidad con la cual se fragmentan grandes partículas, se iguala a la velocidad de

soldadura de partículas pequeñas y el tamaño medio de las partículas permanece relativamente estable.

Debido a las características presentadas por el aleamiento mecánico, esta técnica fue utilizada en la preparación del sistema Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> ya que permite obtener una mezcla homogénea [2] de polvos nanoestructurados con diversos tamaños, y así estudiar su efecto en los parámetros hiperfinos obtenidos mediante el estudio Mössbauer [3,4].

## 2. METODO EXPERIMENTAL

El sistema de aleaciones  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$ , aleado mecánicamente, durante 1, 5, 10, 15, 75 y 100 horas, fue preparado con polvos elementales (Fe y Si con 99,9% de pureza) en un molino planetario pulverisette 5, con una velocidad de 280 rev/min y una secuencia de molienda de 1 hora y pausa de 1 hora. La relación masa bolas masa polvos fue de 10 a 1.

A partir de los resultados de difracción de rayos x, espectrometría Mössbauer y microscopia electrónica de barrido, se eligió la muestra de 75 horas de molienda, considerando que para este tiempo la aleación es homogénea y el proceso de soldadura y fractura ha llegado a su estado de equilibrio, con lo cual se tiene diversidad en el tamaño de las partículas.

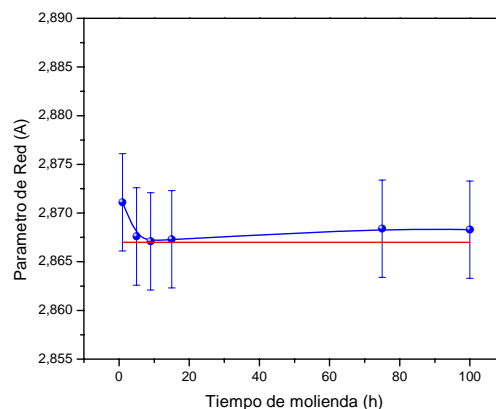
La aleación a 75 horas de molienda fue tamizada utilizando mallas de 100, 140, 200, 270, 325 y 400 mesh y el retenido en la tapa (o fondo) a la cual se le asignó un tamaño de 600 mesh. Muestras del retenido de cada malla fueron medidas mediante espectrometría Mössbauer y difracción de rayos x, con lo cual se pretende estudiar los parámetros hiperfinos del material y su estructura cristalina y tamaño de grano.

Los espectros Mössbauer fueron obtenidos a temperatura ambiente con geometría de transmisión, usando una fuente de  $^{57}\text{Co}$  difundida en una matriz de Rhodio. Los análisis de los espectros fueron hechos usando el programa Mossfit y los valores del desvío isomérico se encuentran referidos al  $\alpha\text{-Fe}$ . Los difractogramas de rayos x se obtuvieron usando radiación  $\text{CuK}\alpha$  y los patrones fueron descritos utilizando el programa Maud, que tiene como base el método Rietvelt combinado con análisis de Fourier, para describir el ensanchamiento de las líneas. Con esto se obtuvieron los valores promedio del parámetro de red, del tamaño de grano y de las fases estructurales[5].

## 3. RESULTADOS

A partir de patrones de difracción de rayos x, del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$  aleado mecánicamente a 1, 5, 20, 15, 75 y 100 horas, se encontró que las muestras molidas durante 1 y 5 horas aún presentan picos característico de Fe-BCC y Si [6], mostrando que aún la aleación no está consolidada. Para tiempos mayores a 5 horas, se encuentra sólo la fase BCC. Al graficar el parámetro de red con el

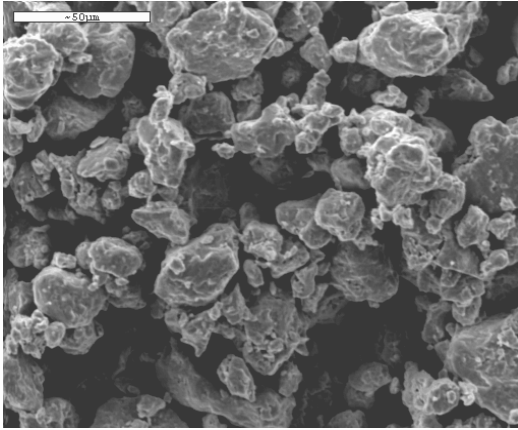
tiempo de molienda (ver figura 1) se puede apreciar que este tiende a decrecer al aumentar el tiempo de molienda y luego se mantiene constante después de 10 horas, tiempo en el cual se considera que la fase FeSi-BCC se ha consolidado. Sin embargo por microscopia electrónica de barrido (SEM), se aprecian partículas planas y alargadas, lo que muestra que para este tiempo de molienda aún predomina el proceso de soldadura sobre el de fractura de las partículas.



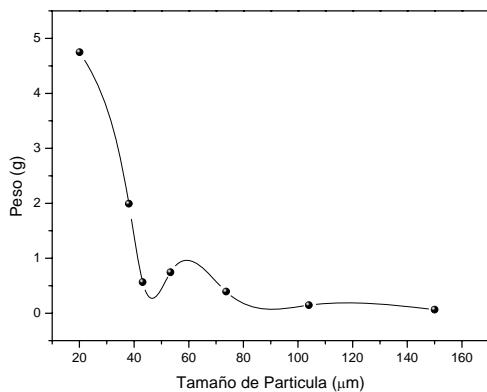
**Figura 1.** Parámetro de red vs tiempo de molienda de las aleaciones  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$

De las imágenes SEM también se observó que las partículas de la muestra molida durante 75 horas (ver figura 2) tienen morfología, equiaxial. En ellas se pudo apreciar partículas grandes, formadas por la aglomeración de partículas menores, producto de la soldadura en frío, como también partículas muy finas resultantes de las fracturas [7]. Sin embargo la mayoría de las partículas tienen un tamaño cercano al valor promedio, mostrándonos que los procesos de fundición y fractura se encuentran en estado estacionario, además debido a que para este tiempo de molienda la estructura BCC del sistema  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$  se encuentra consolidada, esta muestra fue seleccionada para ser tamizada con diferentes mallas, y así estudiar el efecto que presenta el tamaño de partícula en el comportamiento magnético.

Al graficar la masa de las partículas retenidas por cada tamiz vs tamaño de partícula (figura 3), se pueden apreciar tres regiones: la primera corresponde a un gran número de partículas pequeñas, la segunda a tamaños intermedios y la última con menor proporción que corresponde a partículas grandes, evidenciando así el estado de equilibrio del sistema.



**Figura 2.** Imagen SEM de la aleación de  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$  obtenida por aleamiento mecánico durante 75 horas.

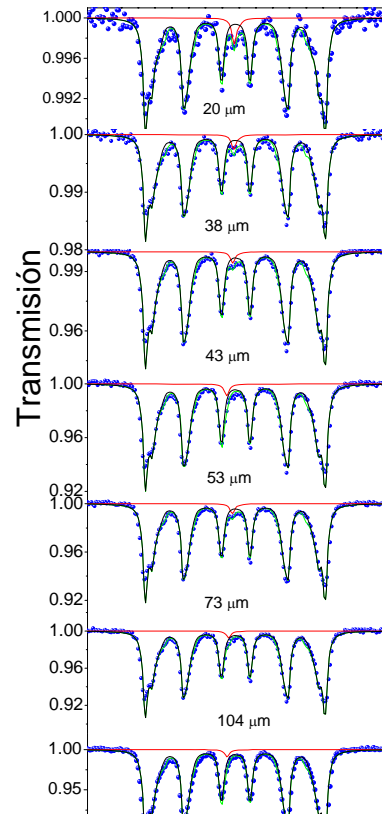


**Figura 3.** Masa de las partículas retenidas vs tamaño de partícula de la aleación  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$  molida durante 75 horas.

Mediante difracción de rayos x y espectrometría Mössbauer se evaluó el efecto del tamaño de partícula sobre las características magnéticas y estructurales de la aleación  $\text{Fe}_{90}\text{Si}_{10}$ . A partir de difracción de rayos x, se encontró que se mantiene la estructura bcc para todos los tamaños de partícula, con un parámetro de red promedio de 2,861 Å. El tamaño de grano promedio fue del orden de 16 nm, mostrando que el sistema es nanoestructurado, y las microtensiones son del orden de 0,012 u.a, independientes del tamaño de partícula. Estos resultados muestran que la nanoestructura de las partículas es la misma independiente de su tamaño.

En la figura 4 se presentan los espectros Mössbauer experimentales y sus respectivos ajustes. Estos fueron realizados mediante una distribución de campo compuesta por siete sextetes, con desvío isomérico y desplazamiento cuadrupolar variables, pero común para todos los subspectros (la cual da cuenta del carácter ferromagnético desordenado del

sistema), y un singlete con desvío isomérico variable, que muestra una pequeña contribución paramagnética atribuida a átomos de Fe rodeados mayoritariamente por átomos de Si.



**Figura 4.** Espectros Mössbauer para diferentes tamaños de partícula.

A partir de los parámetros hiperfinos obtenidos mediante el ajuste se obtuvo un gráfico del campo hiperfino medio vs tamaño de partícula, el cual se presenta en la figura 5. En ella se puede apreciar que el campo hiperfino medio disminuye a medida que aumenta el tamaño de la partícula, teniendo un mínimo local para partículas con tamaños promedios de 54 µm.

Además, se graficó en la figura 6 el porcentaje de área de la componente paramagnética (singlete) vs. el tamaño de partícula. Se muestra que este porcentaje aumenta con el tamaño de partícula. Esta componente paramagnética, también fue encontrada en el espectro correspondiente a la muestra previa al proceso de tamizado, con un porcentaje de área pequeño.

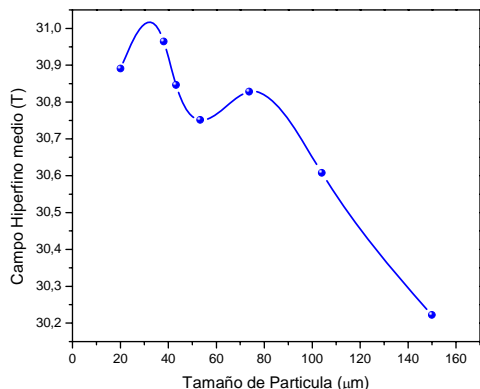


Figura 5. Campo hiperfino medio vs tamaño de partícula de la aleación Fe<sub>90</sub>Si<sub>10</sub> molida durante 75 horas.

Cabe anotar que, para asegurar que la componente paramagnética encontrada es producto de la interacción entre partículas y no del espesor de la muestra o del camino recorrido por el rayo gamma, se realizaron medidas de muestras de Fe puro con diferentes espesores. Los espectros obtenidos en esta serie de mediciones, no mostraron componente paramagnética y su ajuste se realizó con el sextete correspondiente al  $\alpha$ -Fe, cuyos parámetros hiperfinos se mantuvieron aproximadamente constantes.

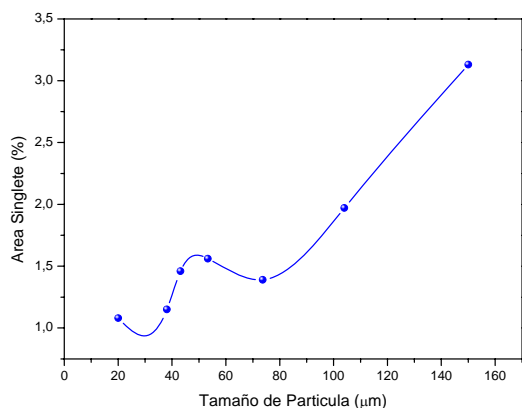


Figura 6. Porcentaje de absorción del área del singlete vs tamaño de partícula

Al comparar el porcentaje de área del singlete con respecto al tamaño de partícula, se encontró que la contribución paramagnética aumenta a medida que aumenta el tamaño de partícula. En cuanto al campo hiperfino, se encontró que los porcentajes de área de los subspectros que participan en la distribución se mantienen aproximadamente constantes con los diferentes tamaños de partículas, por el contrario, el campo hiperfino medio,

disminuye con el aumento de este. Estos resultados se pueden interpretar recordando que existen dos contribuciones al campo hiperfino medio, el primero debido al vecindario de los átomos de Fe (o interacción de intercambio) el cual se mantiene aproximadamente constante como consecuencia de la uniformidad nanoestructural reportada por DRX, y una segunda contribución relacionada con la interacción dipolar entre los momentos magnéticos netos de las partículas.

Debido a que la estructura interna de las partículas es independiente de su tamaño, el momento magnético medio de cada partícula también lo es, sin embargo la interacción dipolar magnética depende inversamente de la distancia al cubo entre los momentos interactuantes. Para partículas grandes, la distancia entre sus momentos será mayor y por lo tanto disminuye su interacción dipolar magnética, por el contrario para partículas pequeñas aumenta, esto se ve reflejado en un aporte al campo magnético hiperfino medio, disminuyendo su valor a medida que el tamaño de las partículas aumenta.

#### 4. REFERENCIAS

- [1] R. O'Handley 2000. Wiley Interscience Chapter 1, 2, 3, 10 y 11.
- [2] C Surnayarayana, 1998. Klower academic Publishers.
- [3] May L. 1971. Plenum Press. New Cork.
- [4] K. Wertheim Gunther 1964. Academic press.
- [5] M. Ferrari and L. J. Lutterotti, J. Appl. Phys. 76 (1994) 7246 ( [www.ing.unitn.it/~kytteri/maud](http://www.ing.unitn.it/~kytteri/maud))
- [6] M. B. Stearns Phys. Rev. 129 (1963) 1136.
- [7] M. H. Medina and G. A. Pérez Alcázar, phys. stat. sol. (b) 243, No. 6, 1390–1399 (2006)