

**ANALISIS ESTRUCTURAL DE LA SERIE  $\text{Fe}_{60}\text{Mn}_{10}\text{Al}_{30-x}\text{B}_x$   
( $2 \leq x \leq 10$ ) PREPARADA POR ALEAMIENTO MECANICO**

M.M.Rico<sup>1</sup>, J.Sort<sup>2</sup>, D.Baró<sup>2</sup>, S.Suriñach<sup>2</sup>, J.M.Greneche<sup>3</sup> y G.A.Pérez Alcázar<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Física, Universidad del Valle, Cali, Colombia, A.A. 25360

<sup>2</sup>Departament de Física, Universitat Autònoma de Barcelona, 08193 Bellaterra, España

<sup>3</sup>UPRES CNRS 6087, Université du Maine, 72085 Le Mans, France

**RESUMEN**

A partir de DRX (Difracción de rayos x) se obtuvieron los valores de parámetro de red y tamaño de grano para la serie de aleaciones  $\text{Fe}_{60}\text{Mn}_{10}\text{Al}_{30-x}\text{B}_x$  con  $x = 2, 4, 6, 8$  y  $10$  preparadas por aleamiento mecánico durante 12, 16, 20 y 24 horas. De los espectros se evidencia la presencia de una fase bcc asociada a una aleación FeMnAl y otra tetragonal correspondiente a  $\text{B}(\text{FeMn})_2$ . Se observa que la intensidad de esta última aumenta con el contenido de Boro al mismo tiempo que el parámetro de red de la bcc y su tamaño de grano disminuyen. Con el tiempo de molienda no se muestran cambios apreciables en el parámetro de red y el tamaño de grano.

**INTRODUCCION**

El sistema FeMnAl preparado por fundición ha sido ampliamente estudiado desde el punto de vista estructural y magnético[1-3]. Posteriormente este mismo sistema fue preparado por aleamiento mecánico llevándose a cabo el mismo tipo de investigaciones. Restrepo et al[4], estudiando la serie  $\text{Fe}_{0.9-x}\text{Mn}_{0.1}\text{Al}_x$  ( $0.1 \leq x \leq 0.5$ ), con tiempos de molienda de 24, 72 y 144 horas y una relación masa del polvo-masa de las bolas 1:12, encontró que todas presentaban estructura bcc en el rango de concentración de Al considerado. Como la concentración de Al se incrementa, el parámetro de red aumenta, en acuerdo con el gran tamaño atómico de los átomos de Al. Análogamente la red sufre una pequeña expansión cuando el tiempo de molienda se incrementa. En un trabajo posterior[5], los mismos autores presentan la serie  $\text{Fe}_{0.8-x}\text{Mn}_x\text{Al}_{0.2}$  ( $0 \leq x \leq 0.3$ ) con tiempos de molienda de 24, 72, 144 y 308 horas y relación 1:12. Aquí se evidencia la presencia de dos tipos diferentes de estructuras cristalinas (bcc y fcc). Las muestras aleadas durante 24 h presentan únicamente estructura bcc. La segunda fase aparece a partir de 72 h, donde se presenta coexistencia de fases para 25% at. Mn y solo fcc a partir de 30% at. Mn. Para 144 y 308 h la coexistencia de fases se da para 20% at. Mn y para valores mayores solo se presenta la fase fcc. M.M. Rico et al[6] trabajando sobre la serie  $\text{Fe}_x\text{Mn}_{0.70-x}\text{Al}_{0.30}$  con tiempos de molienda de 24, 48, 72 y 84 h y una relación 1:15, mostró que para  $x=0.45$  la muestra presenta una estructura bcc en todos los tiempos de molienda mientras que con  $x=0.40$  la aleación presenta una fase bcc para 24 y 48h y bcc+fcc para 72 y 84 h. En el caso de  $x=0.45$  el tamaño de grano obtenido se incrementa entre 24 y 48 h y después decrece. Este comportamiento es típico de aleaciones frágiles. Para  $x=0.40$ , en el caso de las muestras con estructura bcc, el tamaño de grano presentan el mismo comportamiento que las de  $x=0.45$ . El tamaño de grano para la fase fcc, en cambio se incrementa entre 72 y 84 h. Para tiempos mayores, y recordando el carácter austenítico de los átomos de Mn, la presencia de la estructura fcc en estas muestras puede ser atribuido al alto contenido de Mn. En la literatura sólo existen reportes del efecto del boro sobre el Fe, donde se muestra el grado de amorficidad y la respuesta magnéticamente blanda[7,8] que brinda este elemento, pero no hay nada aún acerca de lo que puede suceder cuando éste es agregado en pequeños

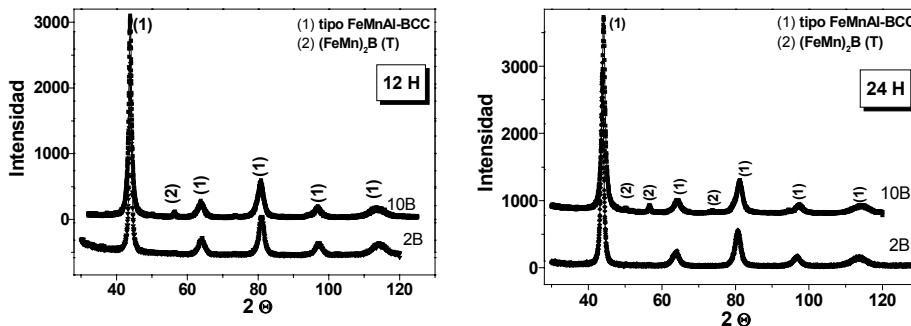
porcentajes a la aleación Fe-Mn-Al. El propósito de este trabajo es realizar un primer estudio de la influencia del B sobre las propiedades estructurales de dicha aleación preparada por aleamiento mecánico.

**EXPERIMENTAL**

Los polvos de Fe, Mn, Al y B con 99.9% de pureza, fueron mecánicamente aleados durante 12, 16, 20 y 24 horas en un molino planetario Pulverisette 5 con jarros y bolas de acero endurecido por tratamiento térmico. Se utilizó una relación de masa de bolas a masa del polvo de 15:1 y el vacío aplicado fue de  $10^{-2}$  mbar. Se llevaron a cabo medidas de difracción de rayos x (Radiación Cu-K $\alpha$ ) para analizar el carácter estructural de las muestras. Los espectros obtenidos fueron ajustados usando el método Rietveld, calculando para cada fase el parámetro de celda y el tamaño de grano.

**RESULTADOS Y DISCUSION**

La figura 1 muestra dos difractogramas típicos para contenidos de 2 y 10% at. de B para muestras aleadas durante 12 y 24 horas. Para 10% at. de B se evidencia la coexistencia de 2 fases, una primera con picos en 43,86 - 63,80 - 80,69 - 96,78 y 113,48 asociada a una fase tipo FeMnAlB-bcc y la otra con picos en 42,64 - 44,83 - 49,79 - 50,19 - 56,26 - 56,62 - 73,43 - 73,75 - 94,33 - 114,90 y 115,92 que corresponden a una estructura tetragonal, asociada a la fase B(FeMn) $_2$ . Para 2% at. B sólo se detecta la fase bcc. Para contenidos de boro entre 4 y 8% at. aparecen las dos fases y se observa un aumento en la intensidad de ésta última con el contenido de boro. Por ejemplo, para 4% de boro aleada durante 24 h el porcentaje de fase tetragonal es 1%, mientras que para 10% de boro con el mismo tiempo de molienda 7%. Esto es debido a que el boro estabiliza esta fase. Los espectros a 12 y 24 horas no presentan cambios apreciables lo que permite concluir que no hay cambios con el tiempo de molienda.



**Figura 1** Espectros de DRX para la serie de aleaciones Fe $_{60}$ Mn $_{10}$ Al $_{30-x}$ B $_x$  aleada durante 12 y 24 horas

En la figura 2 se presenta el comportamiento del parámetro de red de la fase bcc con el contenido de boro y con el tiempo de molienda. Para 12 y 24 horas no hay una uniformidad en el comportamiento del parámetro de red. Este aumenta entre 2 y 4% de B, decreciendo para otros contenidos de B en la de 12 horas, y aumenta hasta 8% de B en la de 24 horas para luego disminuir. Para explicar esto recordemos que el B tiene un radio atómico menor indicando que con 2% de B él esta totalmente en la fase bcc (no existe fase tetragonal). Para 4% de B el parámetro de red crece pero ya existe fase

tetragonal, luego parte del B va a formar parte de dicha fase, decreciendo el contenido de B en la bcc. Para 12 horas y mayores contenidos de B el parámetro decrece, entonces penetra nuevamente en la bcc, mientras que para 24 horas continua creciendo hasta 8% de B, luego para este tiempo de molienda el B tiende a formar la fase tetragonal y no diluirse en la bcc. Para 20 horas el comportamiento del parámetro de red es más regular y observamos un leve decrecimiento con el aumento en el contenido de B, es decir, el B está entrando siempre en la misma proporción dentro de esta fase. El anterior comportamiento también se refleja en la curva del parámetro de red en función del tiempo de molienda.

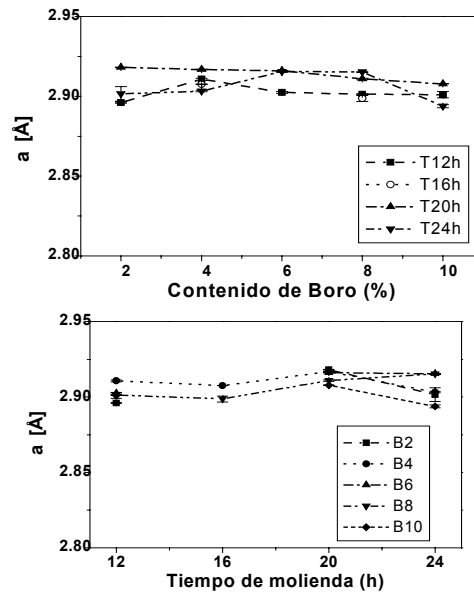


Figura 2. Comportamiento del parámetro de red en función del contenido de boro y del tiempo de molienda. ( Para 16 horas solo aparecen los valores con 4 y 8% de B)

La figura 3 corresponde al tamaño de grano en función del contenido de boro y el tiempo de molienda. Se observa que para todos los tiempos de molienda, excepto para 12 horas, el tamaño de grano decrece continuamente a medida que el contenido de B aumenta, confirmando el carácter frágil que induce el B en la aleación. Mientras que con el tiempo de molienda se observa aumento, disminución y aumento del tamaño de grano corroborando el proceso ya conocido del aleamiento mecánico en aleaciones frágiles[9] (soldadura, fractura, soldadura, etc.).

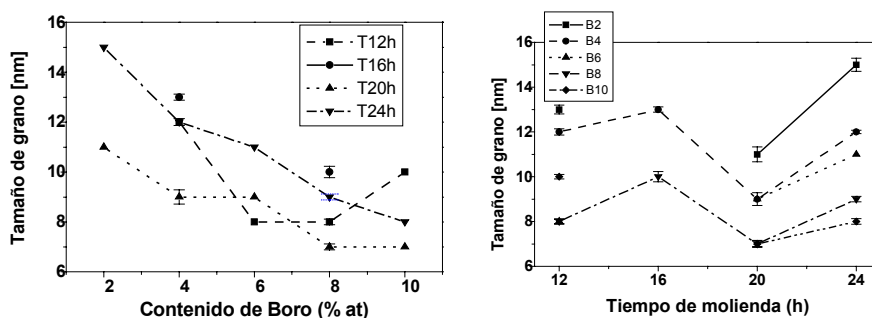


Figura 3. Comportamiento del tamaño de grano de la fase bcc en función del contenido de boro y del tiempo de molienda.

### CONCLUSIONES

Se llevó a cabo la caracterización estructural del sistema de aleaciones  $Fe_{60}Mn_{10}Al_{30-x}B_x$ . Después del procesamiento de los polvos se observó por difracción de rayos x la presencia de una estructura  $FeMnAlB$ -bcc para la muestra con 2% B y para concentraciones superiores la presencia adicional de una fase tetragonal correspondiente a  $(Fe-Mn)_2B$ . Además se evidenció una ligera disminución del parámetro de red con el contenido de B para la muestra con 20 horas de molienda, debido al pequeño radio atómico de los átomos de B, los cuales entran en la estructura bcc en sustitución de los átomos de Fe, Mn o Al. Este comportamiento regular obedece a la homogénea distribución del B en esta fase. Por último se detectó una disminución del tamaño de grano con la concentración de B debido al carácter frágil de los átomos de B localizados en la solución sólida bcc.

### REFERENCIAS

- [1] G.A. Pérez Alcázar, J.A. Plascak and E. Galvao da Silva, *Phys. Rev. B* **38** (1988) 2816.
- [2] H. Bremers, Ch. Jarms, J. Hesse, S. Chadjivasiliou, K.G. Efthimiadis and I. Tsoukalas, *J. Mag. Mag. Matter.* **63** (1995) 140.
- [3] M.A. Kobeissi, *J. Phys. Condens. Matter.* **3**, (1991) 4983.
- [4] J. Restrepo, G.A. Pérez Alcázar and J.M. González, *Hyp. Inter.* **122**, (1999) 189.
- [5] J. Restrepo, G.A. Pérez Alcázar and J.M. González, *Phys. Stat. Sol.* **220**, (2000) 429.
- [6] M.M. Rico, G. Medina, G.A. Pérez Alcázar, J.S. Muñoz, S. Suriñach and M.D. Baró, .ha ser publicado en *Phys. Stat. Sol.*
- [7] J.M. González, L. Giri, Anit K. Giri, *J. Magn. Magn. Mater.* **140**, 249 (1995).
- [8] L. Giri, Anit K. Giri and J.M. González, *Ser. Metall.* **33**, (1995) 1725.
- [9] *Metals Handbook, Vol 7 Powder Metallurgy*, American Society for Metals (1984) 57.