

Estudio estructural y microestructural de la aleación $\text{Al}_{(x)}\text{Fe}_{(1-x)}$ ($x=0.25, 0.5$ y 0.75) obtenida por horno de arco

R. Rocha Cabrera ^{*1}

¹ Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú

Recibido 27 Ago 2021 – Aceptado 10 Dic 2021 – Publicado 12 Dic 2021

Resumen

Las aleaciones Fe – Al en las composiciones $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ y $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ fueron sintetizadas por la técnica de horno de arco y luego tratadas térmicamente a 600°C . El difractograma de rayos X (DRX) y la espectroscopia Mössbauer (EM) muestran la formación del intermetálico FeAl y $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ para las composiciones $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ y $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ y la solución sólida Fe(Al) rica y pobre en hierro para todas las composiciones.

Palabras clave: Espectroscopia Mössbauer, Difracción de rayos X, horno de arco.

Structural and microstructural study of the alloy $\text{Al}_{(x)}\text{Fe}_{(1-x)}$ ($x= 0.25, 0.5$ and 0.75) obtained by arc furnace

Abstract

The Fe – Al alloys in the compositions $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ and $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ were synthesized by the technique from arc furnace and the heat treated at 600°C . The X-ray diffractogram (XRD) and Mössbauer spectroscopy (MS) shown the formation of the intermetallic FeAl and $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ for the compositions $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ and $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ and the solid solution Fe(Al) rich and poor in iron for all the compositions.

Keywords: Mössbauer spectroscopy, X-ray diffraction, arc furnace.

Introducción

Las aleaciones Fe – Al representan una clase de materiales sometidos a diferentes investigaciones debido a su excelente resistencia a la corrosión, oxidación, buena combinación de propiedades mecánicas, como una alta relación de (resistencia específica)/peso, y además a su bajo costo de materia prima [1, 2]. Asimismo, son objeto de estudio desde el punto de vista de las propiedades magnéticas, defectos y su formación en diversas estructuras. Sin embargo, el desarrollo comercial de estos materiales no ha sido muy bueno por su baja ductilidad a temperatura de ambiente y baja resistencia mecánica por encima de 600°C . Para altas concentraciones de aluminio se forma diferentes tipos de aleaciones intermetálicas tales como FeAl₂, FeAl₃, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, los cuales tienen un comportamiento paramagnético [3].

Para altas concentraciones de hierro forma el intermetálico Fe₃Al, el cual se caracteriza por tener un com-

portamiento ferromagnético [4]. Las propiedades mecánicas y magnéticas presentes en las aleaciones dependen en gran medida de la composición y la técnica de síntesis [5]. En la composición $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ para diferentes tratamientos térmicos se observa la formación de la solución sólida rica en hierro Fe(Al) con estructura cúbica bcc y grupo espacial Im – 3m con un comportamiento magnético del tipo ferromagnético. En la composición $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ se observa el intermetálico FeAl con estructura cúbica bcc y grupo espacial Pm – 3m que tiene un comportamiento magnético del tipo paramagnético [6].

Para la composición $\text{Fe}_{25}\text{Al}_{75}$ se observa el intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ para todas las temperaturas con estructura del tipo monoclinica y grupo espacial C12/m presentando un comportamiento magnético del tipo paramagnético [7]. En el presente trabajo se plantea preparar las muestras por la técnica de horno de arco para las composiciones $\text{Fe}_{75}\text{Al}_{25}$, $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$ y $\text{Fe}_{25}\text{Al}_{75}$ para luego ana-

* rrochac@unmsm.edu.pe

© Los autores. Este es un artículo de acceso abierto, distribuido bajo los términos de la licencia Creative Commons Atribución 4.0 Internacional (CC BY 4.0) que permite el uso, distribución y reproducción en cualquier medio, siempre que la obra original sea debidamente citada de su fuente original.



lizarlos sin tratamiento térmico (ST) y con tratamiento térmico a la temperatura de 600°C y observar las aleaciones que se forman.

Metodología experimental

Las aleaciones Fe – Al en la composición nominal Al₂₅Fe₇₅, Al₅₀Fe₅₀ y Al₇₅Fe₂₅ fueron empastilladas a partir de polvos elementales al (99.7 %, 44 μm) y Fe 99.5 %, 10 μm) en una prensa hidráulica manual a una precisión de 10 kPa durante 5 minutos. Las pastillas se sintetizaron mediante la técnica de horno de arco bajo una atmosfera de argón para tratarse luego térmicamente a temperatura de 600°C durante 48 horas respectivamente. Después las muestras fueron pulverizadas para una posterior caracterización. El estudio estructural de las muestras obtenidas antes y después del tratamiento térmico se realizó con la técnica de difracción de rayos X (DRX) en un equipo Bruker D8 a 40 KV y 40 mA con la radiación K_α de Cobre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) en el rango de 20° a 90° con un paso de 0.04° y un tiempo de 8 segundos por paso, a temperatura de ambiente. El estudio del entorno del Fe

se realizó por medio de la espectroscopia Mössbauer de transmisión convencional, que funciona con 1024 canales con una señal sinusoidal. Las medidas se tomaron a temperatura de ambiente (RT) y los datos obtenidos se ajustaron con la ayuda del programa NORMOS [8]. La fuente empleada fue ⁵⁷Co en una matriz de rodio de 25 mCi, el corrimiento isomérico y la escala de velocidad fueron calibrados con respecto a $\alpha - \text{Fe}$ a temperatura de ambiente.

Difracción de rayos X y espectroscopia Mössbauer a temperatura ambiente y a 600°C

En la Figura 1 se observa los patrones de difracción de rayos X de las composiciones Fe₇₅Al₂₅, Fe₅₀Al₅₀ y Fe₂₅Al₇₅ tanto a temperatura de ambiente como para 600°C, para la composición Fe₇₅Al₂₅ la anchura de los picos de difracción muestra celdas cúbicas con diferentes tipos de empaquetamiento atómicos, lo que corresponde a una solución sólida rica en hierro, los cuales se corro-

Composición	Intermetálico o solución sólida	Parámetros Hiperfinos	ST	600°C
Fe ₇₅ Al ₂₅	Fe(Al) (distribución)	$\langle\delta\rangle$ (mm/s)	0.09(1)	0.10(5)
		$\langle B_{\text{hf}}\rangle$ (T)	25.4(1)	32.8(2)
		$\langle\Gamma\rangle$ (mm/s)	0.32(1)	0.32(1)
	Fe(Al) (sitio 1)	$\langle\text{Area}\rangle$ (%)	100	100
		δ (mm/s)	0.27(1)	0.28(1)
		Γ (mm/s)	0.34(6)	0.47(1)
		Area (%)	14	46
Fe ₅₀ Al ₅₀	Fe(Al) (sitio 2)	ΔE_{Q} (mm/s)	0.2(2)	0.5(3)
		δ (mm/s)	0.34(6)	0.47(1)
		Γ (mm/s)	0.4(1)	0.4(1)
	Fe	Area (%)	81	54
		B_{hf} (T)	33(1)	
		δ (mm/s)	0.00(1)	
		Γ (mm/s)	0.28(1)	
		Area (%)	5	
		ΔE_{Q} (mm/s)	0.2(2)	0.5(3)
		δ (mm/s)	0.20(2)	
Fe(Al) (sitio 1)	Γ (mm/s)	0.33(1)		
	Area (%)	84		
	ΔE_{Q} (mm/s)	0.32(1)		
Fe ₇₅ Al ₂₅	Al ₁₃ Fe ₄	δ (mm/s)	0.20(1)	
		Γ (mm/s)	0.32(1)	
		Area (%)	16	
		$\langle\Delta E_{\text{Q}}\rangle$ (mm/s)		0.34(1)
	Fe(Al)(distribución)	$\langle\delta\rangle$ (mm/s)		0.22(1)
		$\langle\Gamma\rangle$ (mm/s)		0.3(1)
		$\langle\text{Area}\rangle$ (%)		100

Tabla 1: Parámetros hiperfinos de las aleaciones Fe₇₅Al₂₅, Fe₅₀Al₅₀ y Fe₂₅Al₇₅ sin tratamiento térmico (ST) y con tratamiento térmico a la temperatura de 600°C

boran por el espectro Mössbauer mostrado en la Figura 2, el cual se ajustó con una distribución hiperfina magnética, teniendo un comportamiento magnético del tipo ferromagnético. El cambio del campo hiperfino magnético de 33 T para el hierro puro a 25.4 T y 32.8 T ,(como

se puede observar en el cuadro 1), para la muestra sin tratamiento térmico y a con tratamiento a la temperatura de 600°C es debido al reemplazo de las posiciones de los primeros y segundos vecinos de átomos de hierro por los átomos de aluminio [9, 10].

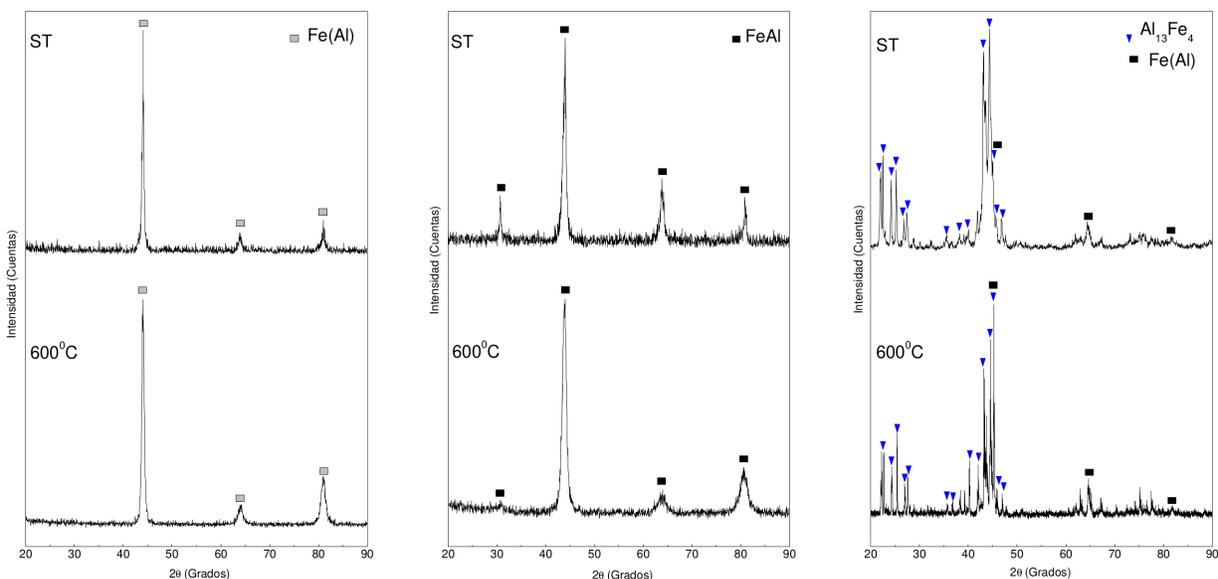


Figura 1: Patrones de difracción de rayos X de las composiciones $Fe_{75}Al_{25}$, $Fe_{50}Al_{50}$ y $Fe_{25}Al_{75}$ sin tratamiento térmico (ST) y tratada a 600°C

La solución sólida $Fe(Al)$ también fue obtenida por Kezrane y colaboradores [11] al sintetizar polvos elementales durante 8 horas mediante aleación mecánica. En la Figura 1 se muestra los patrones de difracción de rayos X de la composición $Al_{50}Fe_{50}$ apreciándose la formación del intermetálico $FeAl$ el cual tiene una estructura cúbica conocida como B2 y con grupo espacial $Pm - 3m$. El espectro Mössbauer correspondiente mostrada en la Figura 2, consiste de un singlete paramagnético correspondiente al intermetálico $FeAl$; también de una solución sólida $Fe(Al)$ paramagnética rica en aluminio, de un doblete cuadrupolar el cual es a la existencia de un átomo de hierro con un solo primer vecino de átomo de hierro; además, de un remanente de hierro puro ferromagnético. El intermetálico también ha sido encontrado por J.S. Trujillo y colaboradores [12] al sintetizar la composición $Fe_{56.25}Al_{43.75}$ durante 12 horas mediante aleación mecánica, el cual coexiste con el intermetálico Fe_3Al y un remanente de Fe .

Enzo y colaboradores [13] después de sintetizar la composición $Fe_{50}Al_{50}$ durante 8 horas por aleación mecánica obtiene el intermetálico $FeAl$ que coexiste con el intermetálico Al_5Fe_2 , que se caracteriza por una estruc-

tura ortorrómbica y grupo espacial $Cmcm$. Brajpuriya y colaboradores [14] obtuvieron al intermetálico $FeAl$ mediante síntesis de la composición $Fe_{1-x}Al_x$ ($x=0.2, 0.3, 0.4, 0.5$ y 0.6) por horno de arco y realizarle tratamiento térmico a 600°C durante 120 horas. Cardelline y colaboradores [15] para sintetizar la composición $Fe_{50}Al_{50}$ por aleación mecánica durante 30 horas y luego darle un tratamiento térmico de 700°C durante 10 horas para obtener el intermetálico $FeAl$ δ (mm/s) = 0.27 mm/s , cercano al valor obtenido, en este trabajo, de 0.27 mm/s , como se puede observar en el cuadro. En la Figura 1 el patrón de difracción de rayos X correspondiente a la composición $Al_{75}Fe_{25}$ a temperatura ambiente muestra el intermetálico $Al_{13}Fe_4$ con estructura monoclinica y grupo espacial $C12/m1$ con cinco átomos de hierro con entornos similares, el ajuste se realizó con un solo doblete, debido al desorden atómico, paramagnético tal como se puede observar en la Figura 2 [16]. Además, de una solución sólida $Fe(Al)$ rica en aluminio con estructura cúbica bcc y grupo espacial $Im - 3m$ cuyo espectro Mössbauer corresponde a un singlete paramagnético.

A la temperatura de 600°C el patrón de difracción de rayos X muestra la coexistencia de la solución sólida

da Fe(Al) y el intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, el correspondiente espectro Mössbauer consiste de una distribución cuadrupolar correspondiente a distintas posiciones atómicas de hierro en el intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ y la solución sólida Fe(Al), cuyo valor de distribución cuadrupolar $\langle\Delta E_Q\rangle(\text{mm/s}) = 0.397\text{mm/s}$ es muy distinto a lo ob-

tenido por Mohamed y colaboradores [17], ajustando su espectro Mössbauer con tres dobletes cuadrupolares $\Delta E_Q(\text{mm/s}) = 0.342, 0.377, 0.049\text{mm/s}$. Además, es diferente al valor obtenido por Ajay y colaboradores [18] el cual ajusta el espectro Mössbauer con dos dobletes cuadrupolares $\Delta E_Q(\text{mm/s}) = 0.122, 0.431\text{mm/s}$.

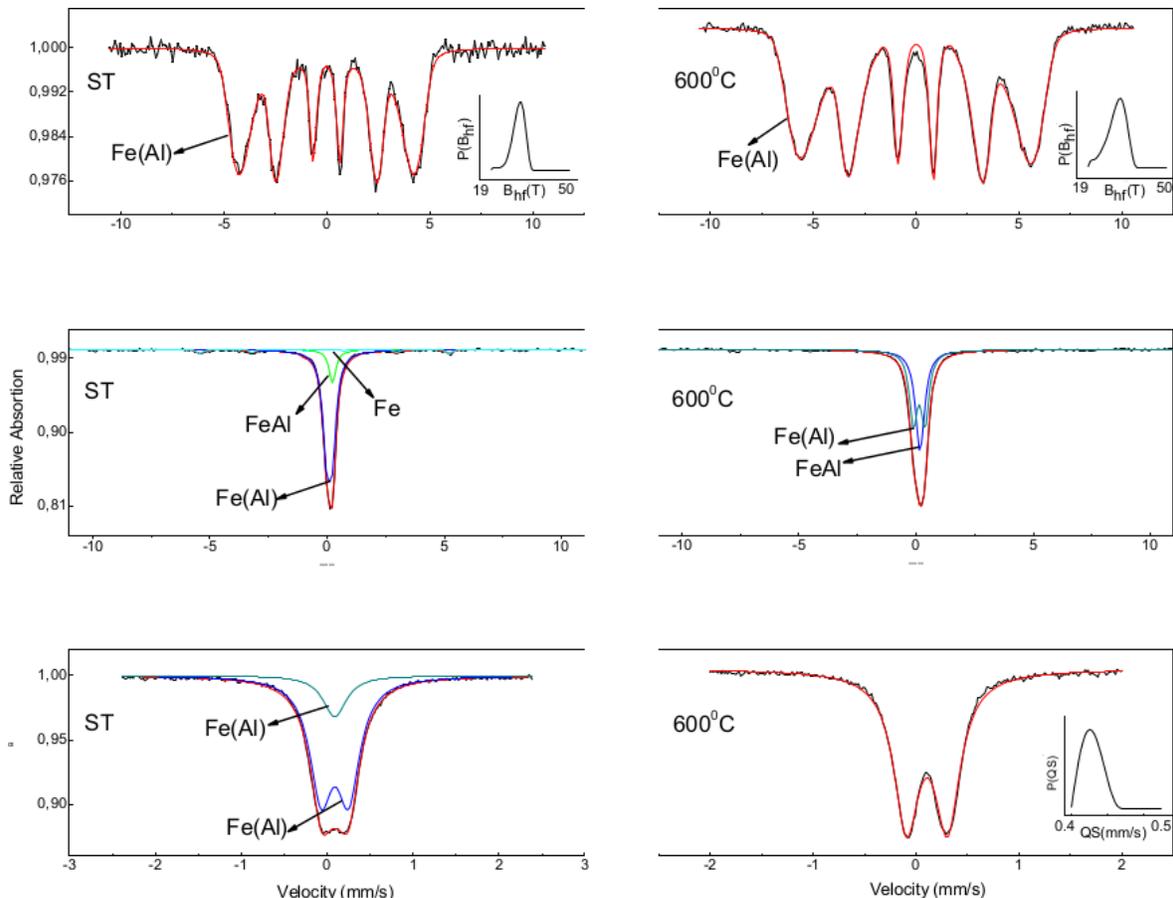


Figura 2: Espectros Mössbauer de las composiciones $\text{Fe}_{75}\text{Al}_{25}$, $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}\text{Fe}_{25}\text{Al}_{75}$ a sin tratamiento térmico (ST) y tratada a 600°C .

Conclusiones

Como resultado del presente estudio se ha comprobado que es posible obtener a los intermetálicos $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ y FeAl tanto a temperatura de ambiente como a la temperatura de 600°C para las composiciones $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$ y $\text{Fe}_{25}\text{Al}_{75}$ cuyos parámetros hiperfinos se pueden observar en el cuadro 1. Además, es posible observar soluciones só-

lidas Fe(Al) ricas y pobres en hierro presentando todas estructuras cúbicas del tipo bcc.

Agradecimientos

El autor agradece al Vicerrectorado de Investigación y Posgrado de la UNMSM por el apoyo financiero a través del proyecto CON-CON 2014.

Referencias

- [1] Y. Jirásková, A. Hendrych, O. Životský, J. Buršík, T. Žák, I. Procházka, D. Janičkovič. Surface magneto-optical and Mössbauer observations of Fe – Al. *Applied Surface Science*, **276**, 68-75, (2013).
- [2] S. Rajan, R. Shuka, A. Kumar, A. Vyas, S. Khan, and R. Brajpuriya. Mössbauer and magnetization studies of mechanically milled nanocrystalline $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$. *Can. J. Phys.* **93**, 1-7, (2015).
- [3] N. Okamoto, Jumpsie Okumura, Masaya Higashi, Haruyuki Inui. Crystal structure of η' - Fe_3Al_8 ; low-temperature phase of η - Fe_2Al_5 accompanied by an ordered arrangement of Al atoms of full occupancy in the C-axis chain sites. *Acta Materialia* **129**, 290-299, (2017).
- [4] H. Bustos Rodríguez, D. Oyola Lozano, Y. A. Rojas Martínez, J. S. Trujillo Hernández, G.A. Perez Alcazar. Evidence of Dipolar Magnetic Interaction Melted $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$ Samples. *J. Supercond Nov. Magn.* **29**, 1357-1362, (2016).
- [5] L. E. Zamora, G.A. Pérez Alcázar, G. Y. Vélez, J. D. Betancur, J. F. Marco, J.J. Romero, A. Martínez, F.J. Palomares, and J.M. González. Disorder effect on the magnetic behavior of mechanically alloyed $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ ($0.2 < x < 0.4$). *Phys. Rev. B* **79**, 094418, (2009).
- [6] S. Rajan, Rajani Shukla, Anil Kumar, Anupam Vyas, R. Kumar Brajpuriya. The Synthesis and Characterization of Arc Melted $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$. *J. of Applied Mathematics and Physics*. **12**, (2013).
- [7] M. Krasnowski, T. Kulik. Nanocrystalline Fe – Al intermetallics-light weight with high hardness. *Intermetallics*. **18**(1), 47-50, (2010).
- [8] V.A. Peña Rodríguez, J. Quispe Marcatoma, Ch. Rojas Ayala, E.M. Baggio-Saitovitch, E.C. Pasamani. Local environments of Fe and Co in $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{75}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ mechanically alloyed. *Journal of Alloys and Compounds*. **475**, 29-34, (2009).
- [9] M. Beth Stearns. Model for the Origin of Ferromagnetism in Fe: Average-Moment Internal-Field Variations in FeSi and FeAl Alloys. *Physical Review B*. **63326**, (1972).
- [10] G.A. Perez Alcazar and E. Galvao da Silva. Mössbauer effect study of magnetic properties of $\text{Fe}_{1-q}\text{Al}_q$, $0 < q < 0.5$, alloys in the disordered phase. *J. Phys. F: Met. Phys.* **17**, 2323-2335 (1972).
- [11] M. Kezrane, A. Guittoum, N. Boukherroub, S. Lamrani, T. Sahraoui. Mössbauer and X-ray diffraction studies of nanostructured $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ powders elaborated by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*. **536**, S304-S307, (2012).
- [12] J.S. Trujillo Hernandez, Jesus A. Tabares, German A. Pérez Alcázar. Effect of heat treatment on the structural and magnetic properties of the system $\text{Fe}_{56.25}\text{Al}_{43.75}$ prepared by mechanical alloying. *Rev. LatinAm. Metal. Mat* **351**, 49-54, (2015).
- [13] S. Enzo, R. Frattini, R. Gupta, P.P. Macri, G. Principi, L. Schiffini, G. Scipione. X-ray Powder diffraction and Mössbauer study of nanocrystalline Fe – Al prepared by mechanical alloying. *Acta mater.* **448**, 3105-3113, (1996).
- [14] R. Brajpuriya, P. Sharma S. Jani, S. Kaimal, T. Shripathi, N. Lakshmi, K. Venugopalan, R. Brajpuriya. Correlation between microstructure, magnetic and electronic properties of $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ ($0.2 < x < 0.6$) alloys produced by arc melting. *Applied Surface Science*. **2571**, 10-16, (2010).
- [15] F. Cardillini, V. Contini, R. Gupta, G. Mazzone, A. Perin, G. Principi. Microstructural evolution of Al – Fe powder mixtures during high-energy ball milling. *Journal of materials science*. **33**, 2519-2527, (1998).
- [16] J. Grin, U. Burkhardt, M. Ellner. Refinement of the $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ structure and its relationship to the quasihomological homeotypical structures. *Zeitschrift für Kristallographie* **209**, 479-487, (1994).
- [17] M. A. Albedah, Farshad Nejadstari, Zbigniew M. Stadnik, Janusz Przewoźnik. ^{57}Fe Mössbauer spectroscopy and magnetic study of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. *J. of Alloys and Compounds* **619**, 839-845, (2015).
- [18] A. Gupta and M.E. Jayaraj. Mössbauer study of the Al – Fe decagonal phase. *Physical Review B*. **39**(12), (1989).