
MECANO-SÍNTESIS DE LA ALEACIÓN Fe-Cu

[Justiniano Quispe M.](#)

SUMILLA: El objetivo principal del presente trabajo es la producción de la aleación Fe-Cu dentro de un rango de composición donde el diagrama de fase de equilibrio reporta a este sistema como insoluble. Con tal finalidad se hace uso de una técnica conocida como mecano-síntesis, la cual nos permite extender la solubilidad del sistema a través de soluciones sólidas cristalinas desordenadas o amorfas.

Brevemente, se puede decir que la mecano-síntesis es una técnica basada en reacciones isotérmicas en el estado sólido, las cuales se caracterizan fundamentalmente por desarrollarse fuera de los elevados puntos de fusión de los elementos metálicos reactantes. Por lo general, estas reacciones sólidas son inducidas en las interfaces y contornos de granos que se generan al interior de las partículas de una mezcla inicial de polvos metálicos como consecuencia de un tratamiento mecánico, donde se transfiere energía de un sistema mecánico de bolas de alta energía hacia este material. En nuestro caso la mezcla inicial estuvo compuesta de 50 % at. de Cu (FCC) y 50 % at. de Fe (BCC).

Asimismo, es bien conocido que el sistema Fe-Cu exhibe una entalpía de formación positiva en la aleación respecto de la simple mezcla. Por otra parte, el sistema Fe-Cu posee una solubilidad limitada. Es, en este sentido, que la formación de la aleación será discutida en relación a las condiciones termodinámicas locales sobre las diferentes interfaces y contornos de granos dentro de las partículas.

La evolución de la micro-estructura interna de los granos durante el proceso de mecano-síntesis fue estudiada a través de la espectroscopia Mössbauer del ^{57}Fe (MS) y análisis por difracción de rayos X (XRD).

Los resultados muestran que el tamaño de los cristallitos es reducido hasta el orden nanométrico después de cierto tiempo de aplicación del tratamiento mecánico sobre la mezcla inicial. En efecto, para nuestro sistema bajo estudio, Fe_{0.50}Cu_{0.50}, se observó una expansión de la red del orden de 0.87 % cuando el tamaño del cristallito se reduce a dimensiones de alrededor de 12 nm. Así mismo, se observa que después de 16 horas de aplicación del tratamiento mecánico, las muestras presentan otra bien definida estructura cristalina FCC diferente de aquellas que corresponden a los metales puros iniciales. También se observó que la estructura local alrededor de los sitios de Fe en la aleación es diferente de la estructura local del Fe metálico inicial.

La reducción en el tamaño del cristallito y la expansión de la red podrían estar asociados a la fuerza motora (en inglés "driving force") responsable por la formación de la aleación. Finalmente, la estabilidad termodinámica del polvo es analizada.

ABSTRACT: The main purpose of this work is the production of Fe-Cu alloys in the composition range where the equilibrium phase diagram reports this system as insoluble. Therefore, we use a technique known as mechano-synthesis^{1, 2, 3} which permits us to extend the system's solubility through the amorphous and disordered solid crystalline solutions.

Briefly, we can say that mechano-synthesis is a technique based on isothermal reactions in the solid state, which are characterized mainly for taking place out of the high melting point of the reacting metallic elements. In general, these solid reactions are induced in the interfaces and grain boundaries which are produced within the particles from an initial mixture of metallic powders as a consequence of a mechanic treatment where energy is transferred from a mechanic system of high energy balls to this material. In our case the initial mixture was composed of 50% at. Cu(FCC) and 50% at. Fe(BCC).

It is well known that the Fe-Cu system exhibits a positive enthalpy for the alloy formation with respect to simple mixing. Moreover, the Fe-Cu system has a limited solubility. In this sense the alloy formation will be discussed in relation with the local thermodynamic conditions over the different interfaces and grain boundaries inside the particles.

The evolution of the inner micro-structure grain during the mechano-synthesis process was studied by Mössbauer spectroscopy of the ^{57}Fe (MS) and x-ray diffraction analysis (XRD).

The results show that the crystallite size is reduced to nanometric order after certain time of mechanical treatment on the initial mixture. Indeed, for our studied system Fe_{0.50}Cu_{0.50}, an expansion in the lattice of about 0.87% was observed when the crystallite size is reduced to about 12nm. Moreover, it was observed that after 16 hours at mechanical treatment, the samples exhibited a well defined crystalline FCC structure, different from those corresponding to the pure metallic powders. It was also observed that the local structure around the Fe sites is different from the local structure of the initial Fe metal.

The decrease in the crystallite size and the expansion of the lattice could be associated with the driving force responsible for the alloy formation. Finally, thermal stability is analyzed.

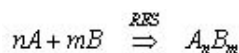
1. INTRODUCCION

Como fue citado anteriormente, los procesos de mecano-síntesis, también conocidos en la terminología científica como mechanical alloying, mechanical milling, mechanical attrition, mechanical grinding, se basan en reacciones de estado sólido isotérmicas. La mecano-síntesis es una técnica que usa la energía mecánica de un conjunto de bolas de acero endurecido que impactan repetidamente sobre una mezcla inicial de material hasta inducir las reacciones sólidas, si esto fuera posible. Las reacciones sólidas no vienen a ser sino procesos de difusión atómica anómalos, ultra rápidos, favorecidos por condiciones

específicas de presión y temperaturas locales en los contornos de granos o de las diferentes interfaces que se generan como consecuencia del fraccionamiento y soldadura en frío repetido de los polvos metálicos iniciales.

La mecano-síntesis es un proceso que ha venido siendo objeto de estudios muy intensos, durante los últimos 15 años debido a que se trata de una técnica bastante simple y económica para producir materiales en fases fuera de equilibrio termodinámico, sin necesidad de pasar por los puntos de fusión. De esta forma es posible producir soluciones sólidas cristalinas desordenadas, soluciones sólidas amorfas, cuasicristales, nanocristales, nanovidrios o en general soluciones sólidas en fases metastables. Debido a que la producción de nanoestructuras es una tendencia característica de esta técnica, últimamente el interés por los nanomateriales magnéticos producidos por mecano-síntesis ha crecido considerablemente. En este sentido, la mecano-síntesis permite el control del campo coercitivo en ciertos sistemas, con lo cual es posible la búsqueda de nuevos materiales más blandos magnéticamente.

La figura 1 muestra una ilustración donde se observa una partícula compuesta resultante después de cierto tiempo de aplicación de la mecano-síntesis sobre una mezcla de polvos metálicos puros A y B. Por lo general, esto ocurre en una fase de deformación plástica, donde se definen las interfaces de los metales A-B. De manera que, continuando con el proceso y si las condiciones de temperatura y de presión en las interfaces son adecuadas, se podría activar una reacción de estado sólido (RES) en dichas interfaces, de manera que:



$$\text{donde: } n + m = 1$$

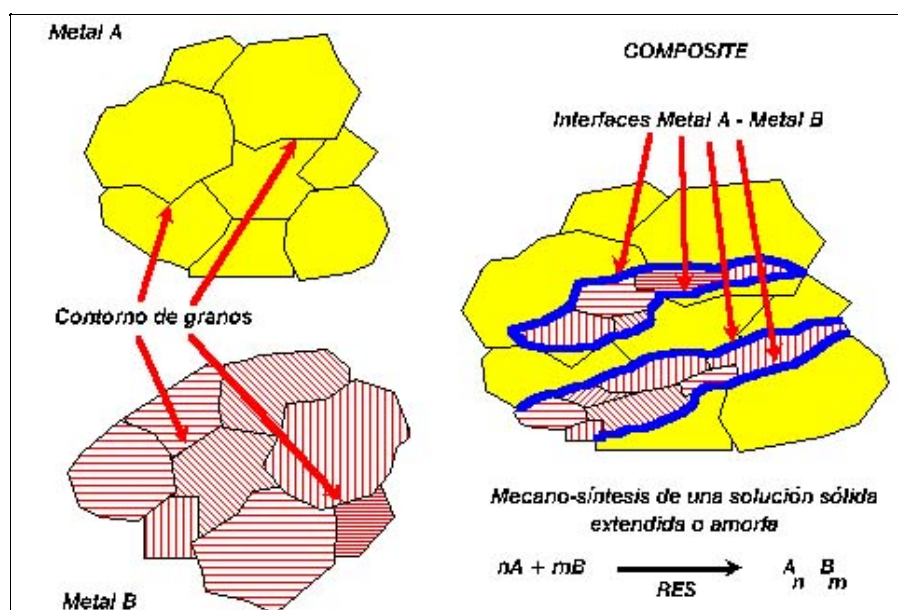


Figura 1. Representación esquemática de la formación de las partículas compuestas cuando se parte de una mezcla inicial de polvos elementales A y B.

Entre los criterios generalmente aceptados para la producción de la reacción sólida se puede mencionar:

- 1.- la entalpía de formación de la aleación respecto de la mezcla como negativa, y
- 2.- la difusión interfacial asimétrica.

Para aquellos sistemas donde se cumplen estos dos criterios, entonces, la formación de fases puede ser explicada por argumentos cinéticos, que involucran procesos de difusión atómica extremadamente rápidos, donde las fuerzas motoras de la reacción sólida provienen justamente de la entalpía de formación negativa.

Sin embargo, para sistemas con entalpía de formación positiva, el mecanismo de formación de la aleación todavía no está muy claro, sobre todo por la necesidad de introducir primero un alto grado de desorden atómico en el sistema y por los órdenes de magnitud de las fuerzas motoras requeridas para producir la síntesis.

En la figura 2a se presenta cálculos realizados según el modelo celular de Miedema de la entalpía de formación de una solución sólida cristalina altamente desordenada y de una solución sólida amorfa. Se aprecia, por ejemplo, que para una concentración de 50% de Fe y 50% de Cu la entalpía de formación de una solución sólida amorfa Cu-Fe es del orden de 19 kJ/mol, mientras que para una solución sólida cristalina desordenada Cu-Fe es de 13 kJ/mol.

La Figura 2b muestra el diagrama de fase de equilibrio del sistema Cu-Fe donde se observa que el máximo de solubilidad del Fe en Cu es 3,5(5) % at. de Fe a la temperatura peritética de 1096(5) °C. Así mismo, el máximo de solubilidad del Cu en Fe-a es 1,9(5) % at. de Cu a la temperatura eutécticoide de 850(5) °C.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Las figuras 3 (a) y (b) muestran el arreglo experimental de un sistema de mecano-síntesis, tipo marco vibrante usado para el presente trabajo en el Laboratorio de Mecano-Síntesis de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (FCF-UNMSM). El equipo corresponde al tipo SPEX 8000 MIXER/MILL.

Este sistema consiste básicamente de:

- un cilindro contenedor (container) que contiene un juego de bolas de acero.
- un sistema de marco vibrante (vibrating frame) y
- una cámara de trabajo con atmósfera inerte.

Las paredes internas del contenedor (figura 4) son de acero inoxidable y endurecido al carbono. El material inicial a procesar es colocado en el interior del contenedor, en una atmósfera de Ar para evitar la oxidación, conjuntamente con las herramientas para moler, que usualmente también son bolas de acero endurecido. El marco vibrante es el sistema mecánico que imprime el movimiento de agitación al contenedor; de manera que como resultado de ello, las bolas adquieren un gran energía que va a producir el fraccionamiento y la soldadura en frío repetido del material en su interior. La temperatura externa del contenedor durante la agitación no llega a superar los 60 °C; sin embargo, se estima que la temperatura en las interfaces de la microestructura puede llegar a 400 °C.

Como ya fue indicado, se preparó una mezcla de Fe_{0,50}Cu_{0,50}. Los polvos metálicos de Fe y Cu usados en la mezcla inicial fueron de una pureza de 99,58 y 99,999% respectivamente. El peso total de esta mezcla fue 6 g. La proporción del peso de la masa del material al peso de las bolas fue de 1 : 4. Con el objeto de reducir los efectos de oxidación, el material y las bolas dentro del contenedor quedaron inmersos en una atmósfera de Ar.

Durante el proceso de mecano - síntesis

fueron retiradas cantidades pequeñas de muestra (100 mg aproximadamente) cada cierto tiempo para los análisis posteriores correspondientes (t = 0, 4, 6, 8 y 16 h). En esta etapa se tomó cuidado nuevamente de trabajar dentro de una cámara de Ar. La tabla 1 muestra una relación de las muestras seleccionadas y analizadas en el presente trabajo. La muestra considerada como prototipo final (16FECU), obtenida luego de 16 h de mecano-síntesis fue prensada a 5 T en la forma de pastillas de 8 mm de diámetro.

TABLA 1: Relación de muestras Fe_{0,50}Cu_{0,50} obtenidas por mecano-síntesis y posteriormente tratadas térmicamente en un flujo de Ar.

Tiempo de mecano-síntesis (hs)	Nomenclatura de las muestras	Tratamientos térmicos		
		500 °C	600 °C	800 °C
0	0FECU			
4	4FECU			
6	6FECU			
8	8FECU			
16	16FECU (Prototipo final)	16FC500	16FC600	16FC800

Con el objeto de estudiar la estabilidad térmica del prototipo final, éste fue sometido a diversos tratamientos térmicos (T= 500, 600 y 800 °C) en un horno tubular. Las muestras en forma de pastillas fueron envueltas en hojas de Ta e introducidas en el horno en un flujo de Ar. Se usaron termocuplas de NiCr-Ni como sensores térmicos.

La evolución de la estructura fue seguida a través de la técnica de difracción de rayos X. Los difractogramas fueron tomados con un tubo de Cu (1,54178 Å) y un monocromador de grafito. Los análisis de estos difractogramas se realizaron a través del Programa de Refinamiento de Rietveld.

La evolución de la estructura local alrededor de los sitios de Fe fue acompañada mediante la espectroscopía Mössbauer del ⁵⁷Fe. Los espectros fueron tomados en una geometría de transmisión usando una fuente de ⁵⁷Co en una matriz de Rh con una actividad

de 5 mCi. En algunas muestras fue necesario realizar medidas a temperaturas de N líquido, para lo cual se usó un criostato tipo "dedo frío". La temperatura fue controlada a través del sistema "330 Auto Tuning Temperature Controller" (de LAKESHORE) que usa un diodo de silicio como sensor de temperatura. Las medidas y análisis fueron realizados en el Laboratorio de Espectroscopía Mössbauer de la FCF - UNMSM. Los ajustes de los espectros Mössbauer se realizaron a través de las versiones para sitios cristalinos y para distribución de campos del Programa Normos de Brand .

3. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

La figura 5 presenta la dependencia con el tiempo de mecano-síntesis de los espectros Mössbauer en el sistema Fe_{0,50}Cu_{0,50}. En el primer espectro de la parte superior, correspondiente a la mezcla inicial 0FECU, se puede observar claramente la presencia de un sexteto magnético característico de los sitios de Fe en la fase Fe-a, cuyos parámetros hiperfinos son: B_{hf} = 33,0 T, IS = -0,114 mm/s (donde B_{hf} es el campo hiperfino magnético e IS es el corrimiento isomérico). Posteriormente, a partir de las 4 hs de mecano-síntesis, podemos observar la presencia de una distribución de sitios de Fe con momento magnético. El campo hiperfino medio de estos nuevos sitios de Fe magnético es estimado en 10,67(42) T.

Esta componente podría estar asociada a la presencia de nuevos sitios de Fe magnético, posiblemente provenientes de una naciente interface de Fe-Cu, donde se espera una reducción del B_{hf}.

Finalmente a las 16 h de mecano-síntesis, el espectro Mössbauer muestra una definida distribución de campos magnéticos hiperfinos con <B_{hf}> = 19 T . Así mismo, se observa en la región central la presencia de un pequeño doblete, el cual podría atribuirse a la presencia de partículas pequeñas en un posible estado superparamagnético. La tabla 2 muestra una síntesis de los parámetros Mössbauer de las muestras 4FECU y 16FECU, así como las áreas de absorción nuclear resonante relativas porcentuales de cada sitio de Fe.

TABLA 2: Parámetros hiperfinos obtenidos desde los espectros Mössbauer, tomadas a la temperatura ambiente, de las muestras Fe_{0,50}Cu_{0,50} obtenidas por mecano-síntesis

Tiempo de mecano-síntesis (hs)	Muestra	Sitios de Fe	BHF (T)	IS (mm/s)	QS (mm/s)	AREA (%)
0	0FECU	1 (sexteto)	33,0	-0,114(2)	-----	100
4	4FECU	1 (sexteto)	32,66(1)	-0,107(1)	-----	66,1
		2 (distribución)	10,67(42)	0,081(5)	-----	26,5
		3 (dobleto)	-----	-0,013(8)	0,399(18)	7,5
16	16FECU	1 (distribución)	19,34(19)	-0,022(60)	-----	90,3
		2 (dobleto)	-----	0,107(7)	0,607(16)	9,7

La figura 6 muestra una comparación de los espectros Mössbauer tomados a las temperaturas de ambiente (300 K) y de 90 K de la muestra prototipo final 16FECU. En este caso se observa el efecto del aumento del ordenamiento magnético de los átomos de Fe a través de un aumento del campo hiperfino medio hasta 29 T, así como un aumento del IS hacia valores más positivos, explicable por el efecto Doppler de segundo orden. También se aprecia el ordenamiento magnético del remanente paramagnético manifestado como un doblete en el espectro Mössbauer tomado a la temperatura de ambiente.

La figura 7 muestra los patrones de difracción de rayos X de la mezcla inicial, prototipo final y muestra recristalizada a 600 °C . Como resultado de la comparación se observa, luego de un primero y rápido análisis, la desaparición de los picos correspondientes al Fe-a en el difrac-tograma de la muestra prototipo final 16FECU. También se observa que estos picos vuelven a aparecer, conjuntamente a los picos del Cu, en la muestra recristalizada más una pequeña fracción de magnetita.

La curva envolvente fue obtenida a través del Programa de Refinamiento de Rietveld usando líneas del tipo pseudo-Voigt. Para ello se usó el modelo de una solución sólida cristalina desordenada FCC Fe-Cu; la tabla 3 muestra los parámetros estructurales refinados a partir de los datos provenientes de los patrones de difracción. En la tabla 4 se lista las posiciones e identificaciones, a través de los índices de Miller, de los picos principales, así como los anchos de línea, de la muestra prototipo final 16FECU.

De estos análisis se obtiene como resultado un parámetro de red de 3,6444(2) Å, el cual es 0,87 % mayor que el correspondiente al Cu FCC. Por otra parte, a partir del ancho del pico principal se desprende que el tamaño medio de los cristalitas es 12(8) nm, valor que se encuentra obviamente dentro del rango nanométrico. Asimismo, se encontró un factor de tensión interna en los microcristales $\langle e^2 \rangle^{1/2}$ igual a 0,27 (3), también mayor que el correspondiente al Cu FCC. Esto podría atribuirse al incremento de los defectos inducidos en las interfaces generadas de Fe-Cu durante la etapa de deformación plástica. La reducción del tamaño del cristallito hasta órdenes nanométricos, así como el aumento del parámetro de red pueden ser tomados como indicativos de la formación de una nueva fase metaestable al desestabilizarse las fases de los productos iniciales. Estos criterios fueron propuestos por Gente y colaboradores⁶ para el caso del sistema Cu-Co. En este sentido la entalpía de formación negativa del nuevo sistema requiere una acumulación previa de energía en el interior de la microestructura hasta desestabilizarla. En el caso del sistema Cu-Co se considera como importante la contribución de las interfaces Cu-Co y la reducción del espesor de la microestructura de la partícula compuesta hasta órdenes nanométricos. En el presente caso este argumento podría ser también válido.

TABLA 3: Parámetros estructurales refinados a partir de los datos de difracción de rayos X de la muestra prototipo final 16FECU.

Atomo		Simbolo de Wyckoff	x/a	y/b	z/c	B	N
Cu(1)	Cu ⁺²	4 a	0,00	0,00	0,00	0,36	0,05
Fe(1)	Fe ⁺³	4 a	0,50	0,00	0,50	1,81	0,02
Fe(2)	Fe ⁺³	4 a	0,50	0,50	0,00	1,81	0,02
Cu(2)	Cu ⁺²	4 a	0,00	0,50	0,50	0,41	0,05

Cúbico de cara centrada (FCC) Fm3m : a=3,6444(2), (Å)
 Parámetros de calidad del ajuste¹⁰: R-P = 12,21%, R-WP=15,82%, S = 1,38

TABLA 4: Índices de Miller, posiciones y anchos de línea de los picos de difracción de rayos X de la muestra prototipo final 16FECU.

No.	h	k	L	Pos. (2θ)	Δ2θ
1	1	1	1	43,168	0,654
2	0	0	2	50,151	0,758
3	0	2	2	73,778	1,076
4	1	1	3	89,243	1,284
5	2	2	2	94,542	1,361
6	0	0	4	115,643	1,712
7	1	3	3	135,140	2,182

En la figura 8 se muestra una visión ampliada de los picos principales en la figura 7. Se observa un claro corrimiento de 0,192 ° del pico principal del difractograma de la muestra 16FECU hacia ángulos menores respecto del pico principal del Cu en el difractograma de la mezcla inicial.

En la figura 9, se muestra una comparación interesante entre los patrones de difracción del sistema Fe_{0,50}Cu_{0,50} preparados por dos técnicas diferentes: mecano-síntesis y condensación rápida de vapores metálicos. En el caso de la muestra obtenida por la primera técnica se trata de nuestro prototipo 16FECU. La segunda muestra corresponde a una película delgada de 4300 Å preparada en el Laboratorio de Películas Delgadas y Alto Vacío de la FCF - UNMSM . Ambos difractogramas muestran claramente el mismo pico principal (2q = 43,168°). La mayor cantidad de picos de difracción en la muestra 16FECU nos muestra que se trata de una estructura cristalina más ordenada que la estructura del película delgada. Así mismo, la magnitud del ancho de línea de la única línea del patrón de difracción (D 2q = 2,43(25) °) de la película delgada nos lleva a pensar que se trata de una mezcla de partículas pequeñas y una solución cristalina altamente desordenada. Esto no es de extrañar por cuanto la técnicas de condensación rápida tienen estas características debido a la relativa alta tasa de enfriamiento 105 K/s. Finalmente, con el propósito de estudiar la estabilidad térmica del prototipo final 16FECU se realizó una serie de tratamientos térmicos a 500, 600 y 800 °C, durante dos y seis horas, en un horno tubular bajo un flujo de Ar. La figura 10 muestra los espectros Mössbauer, tomados a la temperatura ambiente, de algunas muestras tratadas térmicamente. En esta figura se aprecia claramente la presencia de un sexteto magnético de Bhf = 33,0 T, IS = -0,114 mm/s en las muestras 16FC500 y 16FC800. Este sexteto está asociado a la precipitación de Fe-a como consecuencia de la inestabilidad térmica de la solución sólida. Así mismo, se observa un singlete, con IS = -0,177(11) mm/s, en la parte central del espectro, posiblemente asociado a la formación de la fase FCC Fe-g . La tabla 5 muestra un resumen de los parámetros hiperfinos de las muestras tratadas térmicamente.

TABLA 5: Parámetros hiperfinos obtenidos de los espectros Mössbauer, tomados a la temperatura ambiente, de las muestras tratadas térmicamente.

Muestra	Tiempo de tratamiento térmico (h)	Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Sitio de Fe	$B_{1/2}$ (T)	IS (mm/s) (a)
16FC500	2	500	1 (sexteto)	33.01(1)	-0.114(2)
			2 (singleto)		-0.177(11)
16FC800	6	800	1 (sexteto)	33.32(1)	-0.114(1)
			2 (singleto)		-0.214(15)

Las figuras 11 (a) y (b) muestran dos fotografías ampliadas (X400) de la muestra prototipo final 16FECU y la muestra 16FC800 tratada térmicamente a 800 °C. Para dicho efecto se usó un microscopio metalográfico EUROMEC del Laboratorio de Cristales Reales de la FCF-UNMSM. Comparando ambas fotografías se puede apreciar la homogeneidad de la fase en la pastilla del prototipo final, lo cual contrasta con la imagen de la pastilla tratada térmicamente donde es posible apreciar una serie de subproductos en una diversidad de tonalidades de color azul, posiblemente se trata de óxidos. También es evidente la identificación de los precipitados de Cu. El tamaño medio de las partículas es 10 micrones.

4. CONCLUSIONES

Los resultados muestran que después de 16 h de mecano-síntesis, en las condiciones señaladas en la sección 2, una mezcla de polvos de metales de Fe y Cu en la composición 50-50 se convierte en una solución sólida cristalina desordenada FCC de Fe-Cu con un parámetro de red 3,6444(2) Å.

La disminución del tamaño de los cristallitos, hasta el orden nanométrico, y el aumento del parámetro de red en 0,87 % durante el proceso de mecano-síntesis son elementos indicativos en el sistema Fe_{0,50} Cu_{0,50} que contribuyen a la inestabilidad de la red haciendo posible la transición cristalino estable - cristalino metaestable.

La inestabilidad térmica del prototipo final se manifiesta, por lo menos, a partir de los 500 °C. Existe evidencia que muy posiblemente coincida con la formación de la fase Fe-g.

5. AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi agradecimiento al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONCYTEC) por el apoyo brindado en el financiamiento del presente proyecto a través del Proyecto de Investigación en Nuevos Materiales Magnéticos.

Deseo manifestar mi agradecimiento a la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos por el apoyo brindado en el uso del Laboratorio de Espectroscopía Mössbauer, del Laboratorio de Películas Delgadas y Alto Vacío, del laboratorio de Cristales Reales y del Laboratorio de Mecano-Síntesis.

Deseo así mismo agradecer al Dr. V.A. Peña Rodríguez por la dirección y asesoramiento en el presente trabajo.

6. REFERENCIAS

1. J.S. Benjamin. Materials Science Forum. Vols. 88-90: 1-18 (1992)
2. L. Schultz. J. Less-Common Met., 145: 233-249 (1988)
3. V.A. Peña Rodríguez. Síntesis de soluciones sólidas metálicas por procesamiento mecánico e por congelamento de vapor. Tesis doctoral. entro Brasileiro de Pesquisas Físicas. Rio de Janeiro. (1995).
4. P.H. Shingu. Proceedings of the International Symposium on Mechanical Alloying. Kyoto, Japan. Materials Science Forum. Vols. 88-90 (1992).
5. R. Schultz. Proceedings of the International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Materials. Materials Science Forum Vols. 225-227 (1996).
6. A.W. Weeber. Amorphization by milling. Tesis doctoral. Universiteit van Amsterdam. (1988).
7. J. Eckert, J.C. Holzer, C.E. Krill III and W.L. Johnson. J. Appl. Phys., 73/6: 2794-28082 (1993)
8. F.R. de Boer, R. Boom, W.C.M. Mattens, A.R. Miedema and A.K. Niessen, 'Cohesion in Metals, Transition Metal Alloys'. North-Holland Press, Amsterdam. (1988).
9. C.E. Gente, M. Oehring and R. Bormann. Phys. Rev. B. Vol. 48, 18, 13244-13252 (1993)
10. R.A. Young. The Rietveld Method. Oxford Science Publications. (1996).
11. R.A. Brand. Normos Programs, Angewandte Physik, Univ. Duisburg. Ecole des Mines, Nancy. (1995).
12. B.D. Cullity. Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley (1977).
13. C. Chung Chang, J. Quispe M., J. Flores R, V.A. Peña Rodríguez. Estudio CEMS en películas delgadas de Fe-Cu. Será publicado.
14. Hemando, P. Crespo, A.R. Yaravi, A. Garcia-Escorial, J.M. Barandiaran. IEEE Trans. on magnetism. 29/6: 2634-2636 (1993).

6. REFERENCIAS

1. J.S. Benjamin. Materials Science Forum. Vols. 88-90, 1-18 (1992)
2. L. Schultz. J. Less-Common Met., 145, 233-249 (1988)
3. V.A. Peña Rodríguez. Síntesis de soluções sólidas metálicas por processamento mecânico e por congelamento de vapor. Tesis doctoral. Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas. Rio de Janeiro. (1995).
4. P.H. Shingu. Proceedings of the International Symposium on Mechanical Alloying. Kyoto, Japan. Materials Science Forum. Vols. 88-90 (1992).
5. R. Schultz. Proceedings of the International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Materials. Materials Science Forum Vols. 225-227 (1996).
6. A.W. Weeber. Amorphization by milling. Tesis doctoral. Universiteit van Amsterdam. (1988).
7. J. Eckert, J.C. Holzer, C.E. Krill III and W.L. Johnson. J. Appl. Phys., 73(6), 2794-28082 (1993)
8. F.R. de Boer, R. Boom, W.C.M. Mattens, A.R. Miedema and A.K. Niessen, 'Cohesion in Metals, Transition Metal Alloys'. North-Holland Press, Amsterdam. (1988).
9. C.E. Gente, M. Oehring and R. Bormann. Phys. Rev. B. Vol. 48, 18, 13244-13252 (1993)
10. R.A. Young. The Rieveld Method. Oxford Science Publications. (1996).
11. R.A. Brand. Normos Programs, Angewandte Physik, Univ. Duisburg. Ecole des Mines, Nancy. (1995).
12. B.D. Cullity. Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley (1977).
13. C. Chung Chang, J. Quispe M., J. Flores R, V.A. Peña Rodríguez. Estudio CEMS en películas delgadas de Fe-Cu. Será publicado.
14. Hemando, P. Crespo, A.R. Yaravi, A. Garcia-Escorial, J.M. Barandiaran. IEEE Trans. on magnetism. Vol. 29. No. 6, 2634-2636 (1993).

Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Ciencias Físicas
Laboratorio de Espectroscopia Mössbauer
Apartado Postal 14-0149. Lima 14, Perú
E-mail: [1]d220092@unmsm.edu.pe, [2]d220008@unmsm.edu.pe

[Ver imágenes](#)

[Regresar al índice](#)