



ESTUDIO DE LA SÍNTESIS DE ALEACIONES DE ALTA ENTROPÍA FENICOCU(MO,NB) MEDIANTE ALEADO MECÁNICO

Pablo I. Martín^{(1)*}, **Claudio E. Aguilar**⁽¹⁾, **Edgar I. Pio**⁽¹⁾ y **Henry A. Colorado**⁽²⁾

(1) Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, Universidad Técnica Federico Santa María, Av. España 1680, Valparaíso, Chile.

(2) Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Antioquía, Medellín, Colombia.

** Correo Electrónico (autor de contacto): pablo.martin.12@sansano.usm.cl*

La formación de fases y la evolución microestructural de las aleaciones de alta entropía equimolares FeNiCoCuMo y FeNiCoCuNb sintetizadas por aleado mecánico se reportan en el presente estudio, mediante DRX y MEB para caracterizar los polvos obtenidos a distintos tiempos de molienda. El primer sistema forma dos soluciones sólidas entre 15 y 30 [h] de molienda, mientras que el segundo sistema, presenta la transformación de una estructura tipo Nb-BCC a una tipo Nb-FCC entre las 10 y 15 [h]. Tras 100 [h] de molienda, ambas aleaciones poseen partículas completamente esféricas con tamaños de 20 y 150 [µm] de diámetro respectivamente.

El desarrollo de las aleaciones de alta entropía en la década pasada vino acompañada del abandono del paradigma convencional de diseño de aleaciones, que se caracteriza por el uso de uno o dos elementos como principales. Los cánones tradicionales sugerían que una aleación equimolar de cinco o más componentes, sería frágil y sin aplicación, dada la enorme cantidad de compuestos intermetálicos y fases intermedias que se formarían, típicamente de carácter duro y frágil. Los trabajos pioneros de Yeh [1], Cantor [2] y sus respectivos colaboradores, en el año 2004, son los causantes de la efervescencia científica de investigar este nuevo campo de aleaciones, que destacan preliminarmente por sus buenas propiedades mecánicas, incluso a altas temperaturas, así como alta resistencia al desgaste, la oxidación y la corrosión[3].

En el presente trabajo, se muestran los resultados de la síntesis mediante aleado mecánico de dos aleaciones de alta entropía no reportadas FeNiCoCuMo y FeNiCoCuNb, estudiando el efecto del tiempo de molienda sobre la microestructura de los polvos obtenidos. Estos se caracterizaron mediante difracción de rayos X así como microscopía electrónica de barrido, con tal de determinar las fases presentes, la distribución de los elementos en estas, y la morfología de las partículas.

Las aleaciones de alta entropía FeNiCoCuMo y FeNiCoCuNb fueron obtenidas mediante aleado mecánico, utilizando polvos comerciales de Fe (99,5%), Ni (99,5%), Co (99,8%), Cu (99%), Mo (99,9%) y Nb (99,85%), con tamaños de partícula <150 [µm], en composición equiatómica. Estos se alearon en un molino planetario de alta energía Retsch PM400, utilizando tanto viales como medios de molienda de acero endurecido. Se utilizó una razón bola-polvo de 10:1, con 300 [g] de bolas, además de ácido esteárico como agente controlador al 2%wt. Los polvos fueron estudiados mediante difracción de rayos X, utilizando un difractor STOESTADI MP, usando radiación Cu-Ka₁ (λ=0.15406 [nm]). La microscopía electrónica de barrido se llevó a cabo en un equipo JEOL JSM-6010LA.

Al observar la Figura 1, es posible distinguir los planos de difracción de cinco estructuras, cada una correspondiente a los elementos puros: dos estructuras BCC (tipo Fe y tipo Mo), dos estructuras FCC (tipo Ni y tipo Cu) y una estructura HCP tipo Co. Tras las primeras 15 [h], los picos del Co apenas son observables, mientras el resto de los reflejos se ensanchan producto del aumento de la microdeformación y disminución del

tamaño de cristalita. Cumplidas 30 [h], la estructura FCC del cobre se amorfiza, mientras que los reflejos de las estructuras de Fe y Ni dejan de observarse. Finalmente, a las 100 [h], el sistema se compone de un 99% en peso de una estructura amorfa.

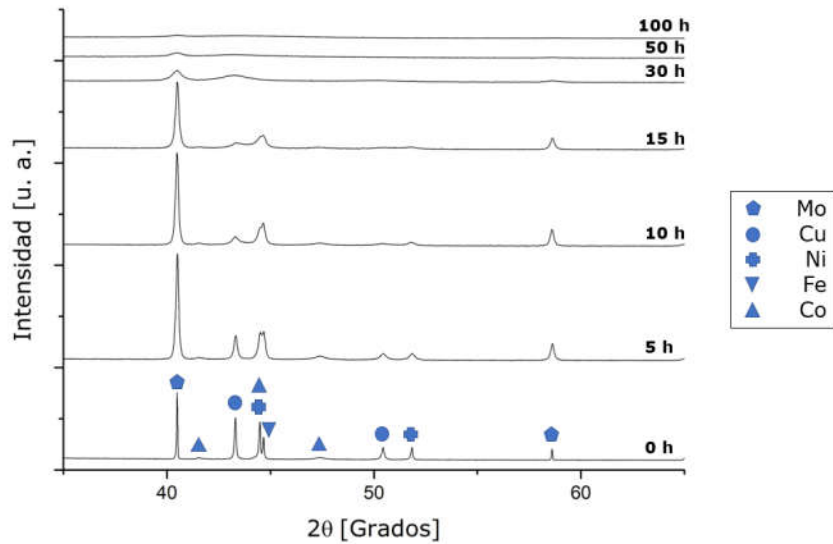


Figura 1: Patrón de difracción de rayos X del sistema FeNiCoCuMo a distintos tiempos de molienda.

La Figura 2, que representa la evolución en el tiempo de los perfiles de difracción del sistema FeNiCoCuNb, muestra como inicialmente se tenían cinco estructuras: dos FCC (tipo Cu y tipo Ni), dos BCC (tipo Nb y tipo Fe) y la estructura HCP del Co. A las 10 [h], se observa un nuevo reflejo, el que corresponde a una estructura FCC tipo Nb [4]. Al mismo tiempo, se ve como el resto de los reflejos se ensanchan producto de la molienda. A las 15 [h], el reflejo de Nb-BCC deja de observarse, conservándose la estructura FCC de este elemento, que posee un bajo grado de cristalinidad. Desde las 30 [h] en adelante, solo se observan dos estructuras amorfas provenientes del Cu y del Nb-FCC.

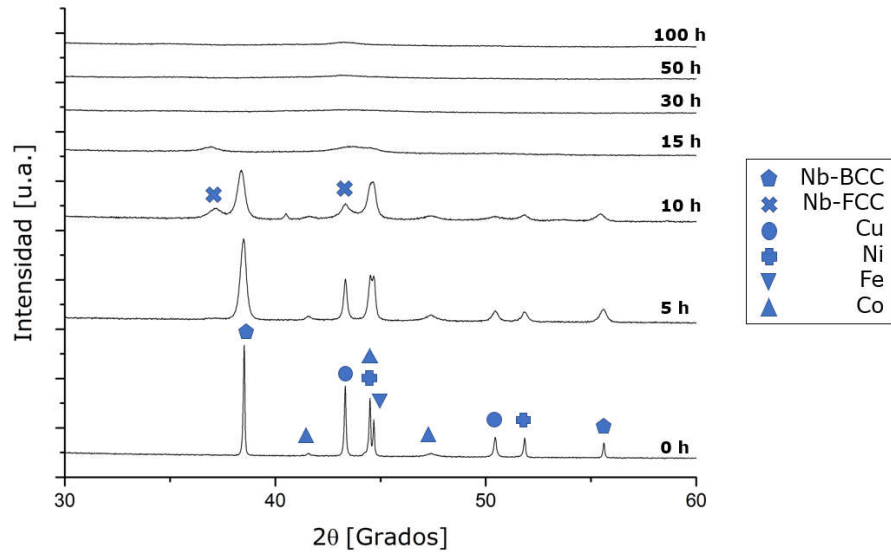


Figura 2: Patrón de difracción de rayos X del sistema FeNiCoCuNb a distintos tiempos de molienda.

Las imágenes tomadas en microscopía electrónica de barrido muestran para la aleación FeNiCoCuMo, inicialmente, una mezcla de partículas pequeñas y grandes, con morfología de hojuelas y placas respectivamente. Durante las primeras 15 [h], estas últimas se fracturan. Los trozos resultantes se aglomeran en las horas de molienda siguientes, resultando en partículas de hasta 100 [μm], acompañadas de trozos libres menores a 5 [μm]. Los polvos obtenidos a 50 y 100 [h], muestran la tendencia de homogeneizar el tamaño de partícula, hasta unos 20 [μm], y una morfología completamente esférica, como se observa en la Figura 3.a.

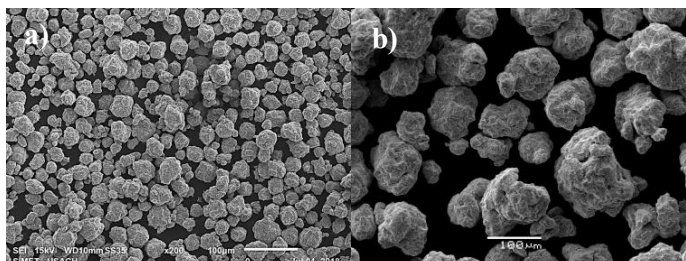


Figura 3: Imágenes MEB a 200x de polvos molidos por 100 h de a) FeNiCoCuMo y b) FeNiCoCuNb

Para la aleación FeNiNoCuNb, se observa en primera instancia la morfología y tamaño de las partículas correspondientes a los polvos comerciales. Se observan placas de hasta 40 [μm], así como hojuelas y racimos de partículas. Transcurridas 5 [h], estas se fracturan y dejan de ser observadas. A las 10 [h] de molienda, se observan hojuelas finas, con tamaños menores a 4 [μm]. A las 15 [h], los elementos se distribuyen de forma homogénea. A la vez, las hojuelas finas se aglomeran resultando en partículas de gran tamaño. Sin embargo, a las 20 [h] de molienda, las partículas poseen una morfología completamente esférica y de tamaño homogéneo de 20 [μm]. Desde ahí hasta las 100 [h], las partículas crecen en tamaño, el que se describe por un rango entre 80 y 200 [μm], como se observa en la Figura 3.b.

Para concluir, el sistema FeNiCoCuMo se encuentra formado por dos soluciones sólidas tipo Mo y tipo Cu entre las 15 y 30 [h] de molienda. Posteriormente, la estructura del Mo deja de observarse, seguida de la amorfización de la estructura FCC. Para el sistema FeNiCoCuNb, a las 10 [h] de molienda la solución de Nb-BCC se transforma en una estructura tipo Nb-FCC, la que se ve amorfizada a las 15 [h] de molienda. En ambos casos, los polvos molidos evolucionaron siguiendo el mismo proceso: fractura de partículas grandes e irregulares, aglomeración de estos trozos, formación de partículas esféricas y crecimiento de estas. De esta manera, los sistemas alcanzaron tamaños promedio de 20 y 120 [μm] de diámetro respectivamente. Se obtuvo una distribución homogénea de los elementos, a las 20 y 15 [h] de aleado mecánico respectivamente, la que se mantuvo durante el resto del proceso.

Agradecimientos: Los autores agradecen el apoyo de la Universidad Técnica Federico Santa María, a través de de la Beca de Magíster, Beca de Asistencia a Congresos y Programa de Iniciación a la Investigación Científica. Se agradece también el apoyo al Gobierno de Chile, a través del proyecto FONDECYT N°1161444.

Referencias

- [1] J. Yeh, S. Chen, S. Lin, J. Gan, T. Chin, T. Shun, C. Tsau, S. Chang, Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes, *Advanced Engineering Materials* 6 No. 5, 2004, 299-303
- [2] B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight, A.J.B. Vincent, Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys, *Materials Science and Engineering A* 375-377, 2004, 213-218
- [3] M. Gao, J. Yeh, P. Liaw, Y. Zhang, *High-Entropy Alloys: Fundamentals and Applications*, 2016, Springer.
- [4] E. Chicardi, C. Aguilar, M.J. Sayagués, C. García-Garrido, Influence of the Mn content on the TiNb_xMn alloys with a novel fcc structure, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 746, 2018, 601-610.