



A XI-a Conferință Națională multidisciplinară – cu participare internațională,
"Profesorul Dorin PAVEL – fondatorul hidroenergeticii românești",
SEBEȘ, 2011

APLICABILITATEA LEGII VEGARD ÎN DETERMINAREA PARAMETRULUI CRISTALOGRAFIC LA PULBERILE ALIATE MECANIC

Dan Anastasiu POP, George ARGHIR, Ioan PETEAN

VEGARD LAW APLICABILITY IN CRYSTAL PARAMETER DETERMINATION FOR MECHANICALLY ALLOYED POWDERS

The performed investigations prove that applying the Vegard Law for Cr-Fe binary alloys result values of crystal parameter in good concordance with experimental results. This makes Vegard Law a useful theoretical tool for estimation of crystal properties of further alloys. The viability of this law could not be proved for ternary systems. We mention that Al and Co were introduced as ternary component after 16 hours of previous milling of Fe-Cr powder composition. The adding of ternary element such Al or Co at the beginning of milling experiment is an open path for further investigation of the applicability of Vegard Law to the ternary systems.

Keywords: Fe-Cr alloys, lattice parameter, solid solutions

Cuvinte cheie: aliaje Fe-Cr, parametru rețelei cristaline, soluții solide

1. Introducere

Formarea unei soluții solide substituționale dezordonate de A și B poate fi însoțită atât de creșterea cât și de scăderea volumului celulei: dacă raza atomului A este mai mare sau mai mică decât raza atomului B. În soluțiile solide parametrul rețelei este direct proporțional conținutului procentual atomic al solvatului (legea Vegard), care nu este valabil totdeauna soluțiilor metalice solide [1 - 3]. În soluțiile solide

intermediare și terminale, parametrul rețelei poate sau nu varia linear cu procentul atomic al solvatului și, când variația este lineară, parametrul apărut la extrapolarea a 100 % solvat nu corespunde, obișnuit, dimensiunii atomice deduse din pur solvat, chiar ținând cont de numărul de coordonare. Densitatea soluției solide substanționale dezordonate este dată de ecuația [1, 4]:

$$(1) \quad \Sigma A = n_{\text{solvent}} A_{\text{solvent}} + n_{\text{solvat}} A_{\text{solvat}},$$

unde $(n_{\text{solvent}} + n_{\text{solvat}})$ este un număr întreg, egal cu numărul total de atomi pe celulă elementară.

2. Experimentul

Aliajele au fost obținute prin măcinarea pulberilor elementale de Fe, Cr și elemente de aliere, în moara planetară cu bile. În cazul de față am selectat următoarele compoziții: $(\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{90})\text{Co}_5$ măcinată timp de 16 ore cu pulberea de $\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{90}$ măcinată inițial; $(\text{Cr}_{70}\text{Fe}_{30})\text{Al}_5$ măcinată timp de 16 ore cu pulberea de $\text{Cr}_{70}\text{Fe}_{30}$ măcinată inițial; și $(\text{Cr}_{80}\text{Fe}_{20})\text{Al}_5$ măcinată timp de 16 ore cu pulberea de $\text{Cr}_{80}\text{Fe}_{20}$ măcinată inițial [5].

Pentru analiza difractometrică au fost luate probe din cele patru containere, la intervale de timp de 1, 2, 4, 8, 16 ore. A fost folosit un difractometru DRON 3. Difractometrul a avut următorii parametri:

- pentru sursă: anticatod: Cu, $U_A = 25$ kV, $I_A = 20$ mA, fanta Soller $1,5^{\circ}$, fanta orizontală: 4 mm, fanta verticală: 8 mm;
- pentru contor: filtru de Ni (grosime 20 μm), fanta Soller $1,5^{\circ}$, fanta orizontală: 0,25 mm, fanta verticală: 8 mm;
- pentru aparat: constanta de timp: 5 s, diapazon impulsuri: 10^3 imp/sec, viteza de rotație a contorului ($2\theta^{\circ}$): $2^{\circ}/\text{min}$, măsurările începând la $2\theta^{\circ}: 40^{\circ}$ și terminându-se la $2\theta^{\circ}: 140^{\circ}$.

Pentru calculul dimensiunii cristalițelor se pleacă de la relația [5 - 7]:

$$\beta \cos\theta = k\lambda/d + \eta \sin\theta, \quad (2)$$

unde: β este lățimea la semiînălțime, $k = 0,9$, λ - lungimea de undă utilizată, η - panta dreptei din care rezultă deformarea relativă a rețelei cristaline proporțională cu densitatea de dislocații.

3. Rezultate și discuții

În tabelul 1 sunt expuse valorile parametrilor cristalografici calculate cu legea Vegard pentru compozițiile Cr-Fe, Cr-Fe-Co și Cr-

Fe-Al cu valorile procentuale masice specificate. Menționăm că după 16 ore de măcinare ale compozițiilor Cr-Fe s-a introdus o cantitate de 5 % procente masice de Co sau Al conform datelor din tabelul 1. În același tabel, sunt expuse valorile parametrilor cristalografici determinate prin analiză prin difracție cu raze X și erorile procentuale ale valorilor calculate cu legea Vegard față de cele determinate experimental în cazul includerii în calcule a ponderii cantității de Co sau Al precum și în cazul neincluserii în calcule a acestor cantități¹.

Tabelul 1

| Nr.crt. | Cr | Fe | Co | Al | a_1 (cu Co sau Al) | a_2 (fără Co sau Al) | a_e (determ. exp.) | ϵ_1 Co/Al (%) | ϵ_2 Co/Al (%) | ϵ_1/ϵ_2 |
|---------|----|----|----|----|----------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|------------------------------|-------------------------|
| 1 | 10 | 90 | 5 | | 285,025 | 286,832 | 286,8 | 0,623 | -0,011 | -0,018 |
| 2 | 20 | 80 | - | 5 | 292,911 | 287,014 | 286,9 | -2,052 | -0,040 | 0,019 |
| 3 | 50 | 50 | - | 5 | 293,430 | 287,56 | 288,2 | -1,783 | 0,223 | -0,125 |
| 4 | 60 | 40 | - | 5 | 293,603 | 287,742 | 288,2 | -1,840 | 0,159 | -0,086 |
| 5 | 70 | 30 | - | 5 | 293,776 | 287,924 | 287,7 | -2,068 | -0,078 | 0,038 |
| 6 | 80 | 20 | - | 5 | 293,949 | 288,106 | 288,1 | -1,990 | -0,002 | 0,001 |

Au fost făcute următoarele notații:

a_1 - parametrul cristalografic al pulberilor aliate calculat pe baza legii Vegard ținând cont de adaosul de Co, respectiv Al;

a_2 - parametrul cristalografic al pulberilor aliate calculat pe baza legii Vegard neținând cont de adaosul de Co, respectiv Al;

a_e - parametrul cristalografic al pulberilor aliate determinat experimental;

$\epsilon_1 = (a_e - a_1)/a_e$, reprezintă eroarea relativă exprimată în procente între parametrul cristalografic determinat experimental și parametrul cristalografic calculat pe baza legii Vegard ținând cont de adaosul de Co, respectiv Al;

$\epsilon_2 = (a_e - a_2)/a_e$, reprezintă eroarea relativă exprimată în procente între parametrul cristalografic determinat experimental și parametrul cristalografic calculat pe baza legii Vegard neținând cont de adaosul de Co, respectiv Al;

Se observă faptul că dacă în legea Vegard nu se ține cont de cantitățile de Co și Al adăugate după 16 ore de măcinare ale

¹ Motivul neincluserii în calcule poate fi faptul că Al sau Co introdus nu va solubiliza în structura aliajelor Cr-Fe ci se va depune la limita cristalitelor după cum menționează unele surse bibliografice.

compozițiilor de Cr-Fe se obțin rezultate mai apropiate de cele determinate experimental ($|\varepsilon_2| < |\varepsilon_2|$).

3. Concluzii

■ În urma investigațiilor efectuate rezultă faptul că aplicând legea Vegard pentru compozițiile binare Cr-Fe se obțin valori ale parametrului cristalografic al aliajelor rezultante în bună concordanță cu valorile determinate experimental, ceea ce face ca în aceste cazuri legea Vegard să poate fi utilizată ca instrument teoretic de estimare anterioară producerii aliajului.

■ Aplicabilitatea acestei legi în cazul unor compoziții ternare nu a putut fi dovedită în cazul compozițiilor studiate, însă se menționează că Al și Co au fost introduse în compozițiile de Cr-Fe după 16 ore de măcinare. Introducerea chiar de la început a Al și Co poate schimba valorile parametrilor cristalografici ai aliajelor obținute în așa fel încât să concorde cu estimările date de legea Vegard, lucru care rămâne de demonstrat prin cercetări ulterioare.

BIBLIOGRAFIE

- [1] Arghir, G., *Caracterizarea metalelor și a aliajelor prin difracție cu raze X*, Litografia Universității Tehnice din Cluj Napoca, 1993.
- [2] Gupta, J.A., Woicik, J.C., Watkins, S.P., Miyano, K.E., Pellegrino, J.G., Crozier, E.D., *An X-ray standing wave study of ultrathin InAs films in GaAs(0 0 1) grown by atomic layer epitaxy*, Journal of Crystal Growth, 195, 1998, pag. 34–40.
- [3] Hu, S.Y., Chen, L.Q., *Solute segregation and coherent nucleation and growth near a dislocation a phase-field model integrating defect and phase microstructures*, Acta Materialia, 49, 2001, pag. 463–472.
- [4] Suryanarayana, S., *Mechanical alloying and milling*, Progress in Materials Science, 46, Elsevier, 2001, pag. 1-184.
- [5] Pop, D. A., *Superaliaje cu baza Cr obținute prin aliere mecanică*, Teza de doctorat, Universitatea Tehnică din Cluj Napoca, 2009.
- [6] Petean, I., *Alierea mecanică a fierului cu cobaltul*, Teza de doctorat, Universitatea Tehnică din Cluj Napoca, 2009.
- [7] Arghir, G., Ghergari, L., *Cristalografie Mineralogie lucrări de laborator*, Litografia Institutului Politehnic Cluj Napoca, 1986.

Dr. fiz. Dan Anastasiu POP,
Prof. Dr. fiz. George ARGHIR, Dr. Ing. Ioan PETEAN,
Facultatea de Știința și Ingineria Materialelor, Universitatea Tehnică din Cluj
Napoca, membri AGIR