

ANALIZA ROENTGEN-STRUCTURALĂ A ALIAJELOR METALICE

Gheorghe GHILEȚCII,
Facultatea de Fizică și Inginerie

CZU: 539.26:669.018

ghiletchii.gheorghe@usm.md

Analiză de fază calitativă și cantitativă a aliajelor metalice este utilizată și pentru explicarea proprietăților mecanice ale suprafețelor probelor preparate prin diferite tehnologii. Aliajele metalice analizate au fost formate pe suprafața suportului de fier (Fe) prin tehnologia alierii cu scânteii electrice (ASE) (Fig.1 a) cu anodul din aliajul T15K6 (WC-89%; TiC-15%; Co-6%) și cu energia impulsului electric ($E_{imp.}$) de 0,036J și 1,58J, tehnologia fiind descrisă în lucrările [1, 2].

Pentru studiul suprafețelor s-a utilizat difractometrul de raze X Empyrean (PANalytical) în configurația θ - 2θ (Fig.1 b). În această configurație tubul de raze X (anod de Cu (45 kV, 40 mA) $\lambda_{K\alpha1}$ 1,54060Å, $\lambda_{K\alpha2}$ 1,54439Å) împreună cu „optica incidentă” și „optica difractată” anexată la detector se mișcă pe un arc de cerc cu viteza de $2\theta/s$. Reieșind din analiza poziției maximelor din tablourile de difracție obținute și baza de date ICDD PDF4+ s-a determinat că probele au componența de fază prezentată în Tab.1.

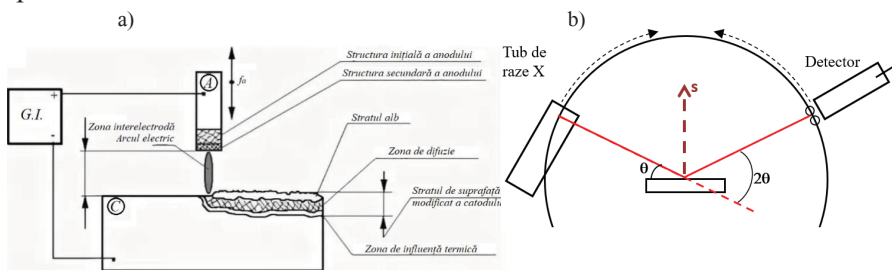


Fig.1. Reprezentarea schematică a procesului ASE a) și reprezentarea schematică a modului de măsurare θ - 2θ în geometria de focurare Bragg-Brentano b)

Pentru realizarea analizei cantitative și precizare parametrilor rețelei cristaline s-a utilizat metoda Rietveld refinement [3], care constă în mi-

nimizarea diferenței dintre intensitatea observată (y_{obsi}) și cea calculată (y_{ci}) în fiecare punct i al tabloului de difracție prin metoda celor mai mici pătrate. Acest model ține cont de următorii factori reprezentați în relația (1) pentru (y_{ci}) produs de un eșantion compus din n faze.

$$y_{ci} = \sum_{j=1}^n \left[s \sum_{hkl} LP(2\theta_{hkl}) p_{hkl} |F_{hkl}|^2 F_{prof}(2\theta_i - 2\theta_{hkl}) T_{hkl} A \right] + y_{bi}, \quad (1)$$

unde: s - factorul de scară, $LP(2\theta_{hkl})$ factorul de polarizare Lorentz, p_{hkl} factorul de multiplicitate, F_{hkl} factorul de structură, $F_{prof}(2\theta_i - 2\theta_{hkl})$ - funcția de profil a maximumului provenit de la reflexia de la planul cu hkl dat, AA - factorul de absorbție, y_{bi} - intensitatea fonului în punctul i , T_{hkl} - factorul de texturare. Factorul de scară se utilizează pentru realizarea analizei cantitative fără etalon [4], fracția masică a fazei p într-un amestec de n faze se determină rezolvând sistemul (4).

$$w_p = \frac{s_p (Z M V)_p}{\sum_{j=1}^n s_j (Z M V)_j}, \quad (3) \quad \left\{ \begin{array}{l} w_p = \frac{s_p (Z M V)_p}{\sum_{j=1}^n s_j (Z M V)_j}, \\ \sum w_p = 1 \end{array} \right. \quad (4)$$

unde: s_p - factorul de scară a fazei p ; Z - numărul de unități de formulă în celula elementară; M - masa unei unități moleculare; V - volumul celulei elementare. Determinarea dimensiunii cristalitelor a fost efectuată prin utilizarea metodei Williamson-Hall modificată pentru funcția de profil pseudo-voight (PV) (5) [5].

$$\left(\frac{B}{tg\theta} \right)^2 = \frac{BK\lambda}{(D * tg\theta \sin\theta)} + 16\varepsilon^2, \quad (5)$$

unde B - lățimea integrală a maximumului cauzată de structura fazei, $\varepsilon\varepsilon$ - strain, D - dimensiunea cristalitului, K - constanta Scherrer (0,62-2,08). Dependența (5) poate fi reprezentată sub forma: $y = ax + b$ Unde: $y = (B/tg\theta)^2$; $x = B/((tg\theta \sin\theta))$, reieșind din aceasta din valorile B și θ pentru fiecare maxim al fazei date se află dimensiunea medie ale cristalitelor D precum și $\varepsilon\varepsilon$.

Comparând poziția maximelor din tablourile de difracție obținute cu baza de date ICDD s-a stabilit că probele au următoarea componență de fază (Tab.1) Fe (PDF 4+ 04-006-4192); Fe_{0,94}C_{0,06} (PDF 4+ 01-

074-5520); TiC (PDF 4+ 04-002-0155); WC (PDF 4+ 04-022-5716); C (PDF 4+ 00-041-1487). Pentru precizarea fracției masice a fiecărei faze, a parametrilor rețelei cristaline și a parametrilor funcției de profil cu ajutorul cărora se calculează lățimea integrală a maximului, s-a folosit metoda Rietveld refinement (Fig.3) ce a permis reconstruirea celulelor elementare (pentru $E_{imp.}=0,036$ J (Fig.2)). Rezultatele analizei cantitative și dimensiunea cristalitelor sunt prezentate în (Tab.1).

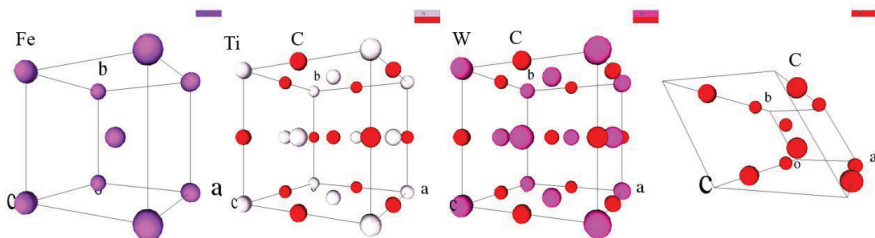


Fig.2 Celulele elementare a fazelor: Fe(s.g. Im-3m) $a=b=c=2,86705$ Å; $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$;
 TiC(s.g. Fm-3m) $a=b=c=4,28035$ Å; $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$;
 WC(s.g. Fm-3m) $a=b=c=4,25431$ Å; $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$;
 C(s.g. P 63/mmc) $a=b=2,48129$ Å; $c=6,70241$ Å; $\alpha=\beta=90^\circ$; $\gamma=120^\circ$.

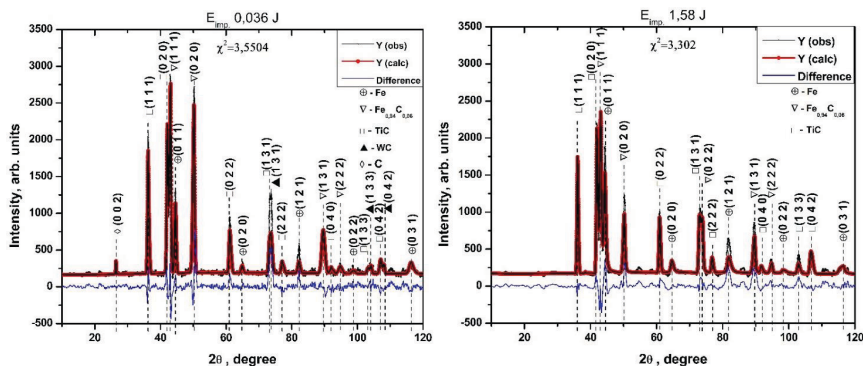


Fig.3. Rezultatul Rietveld refinement-ului pentru probele obținute la energia impulsului electric de 0,036 J și 1,58 J.

Tab. 1. Rezultatele analizei cantitative și dimensiunea cristalitelor

Faza	$E_{imp.}$ 0,036 J		$E_{imp.}$ 1,58 J	
	w_p , %	Dimensiunea cristalitelor, Å	w_p , %	Dimensiunea cristalitelor, Å
Fe	10,4	152±6	28	132±4
$Fe_{0,94}C_{0,06}$	51,8	230±12	38	136,2±0,2
TiC	30,8	222±6	34	179,3±0,4
WC	4,1	140,2±0,5	-	-
C	2,9	-	-	-

Concluzii: Din analiza roentgen-structurală a probelor obținute în tehnologia ASE cu energia impulsului electric de 0,036 J și 1,58 J s-a determinat că la $E_{imp.}$ 0,036 J se formează pe suprafața suportului de Fe un aliaj compus din Fe, $Fe_{0,94}C_{0,06}$, TiC, WC, și C, iar la $E_{imp.}$ 1,58 J nu se observă faza cristalină a WC și a C. Odată cu creșterea $E_{imp.}$ se micșorează dimensiunea cristalitelor și concentrația $Fe_{0,94}C_{0,06}$ pe când concentrația lui TiC se mărește. Valoarea $3,3 < \chi^2 < 3,5$ este cauzată de rugozitatea suprafețelor studiate.

Bibliografie:

1. DIKUSAR, A.I. Obtaining nanowires under conditions of electrodischarge treatment. In: *Nanowires: Implementations and Application*. Hashim, A.A. (Ed.) London, IntechOpen, 2011, p.357-374
2. YURCHENKO, V.I., YURCHENKO, E.V., DIKUSAR, A.I. Thick-layer nanostructure electrospark coatings of Aluminum and its alloys. In: *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*, 2020, vol. 56, nr.6, pp.656-661.
3. PECHARSKY V., ZAVALIJ P. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, 2nd Ed. Springer, 2009, 741p, ISBN 978-0-387-09578-3

4. HILL R.J., HOWARD, C.J. Quantitative Phase Analysis from Powder Diffraction Data using the Rietveld Method. In: *J. Appl. Cryst.*, 1987, 20, 467-474.
5. LANGFORD J.L. Accuracy in Powder Diffraction II. In: *NIST Spec. Publ.* E. Prince, J.K. Stalick (Eds.), 1992, vol. 846, pp.110-126.

Lucrare susținută de proiectul din cadrul programului de stat:
20.80009.5007.12

Recomandat:
Sergiu VATAVU doctor, conferențiar universitar