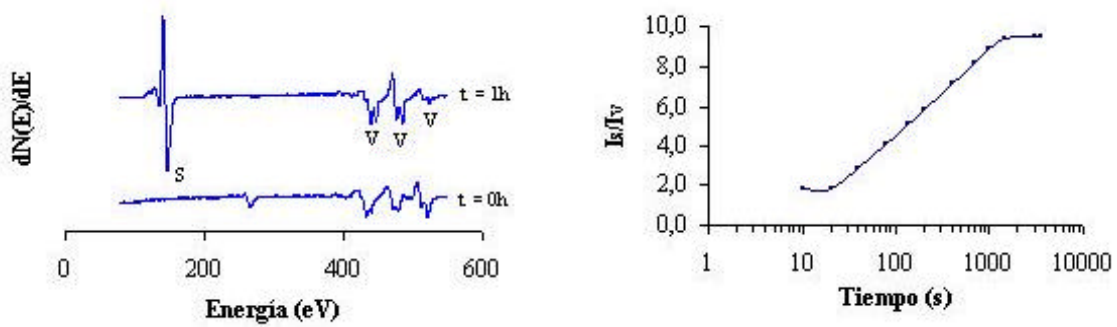


**ESTUDIO SAM DE LA SEGREGACIÓN SUPERFICIAL DE IMPUREZAS DE AZUFRE EN VANADIO.** Aleida Gil(1), Carlos Rojas(1). (1)Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Mitsuo Ogura”, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela, A.P. 47140, Caracas 1041-A, Venezuela. Email: agil@electra.ciens.ucv.ve

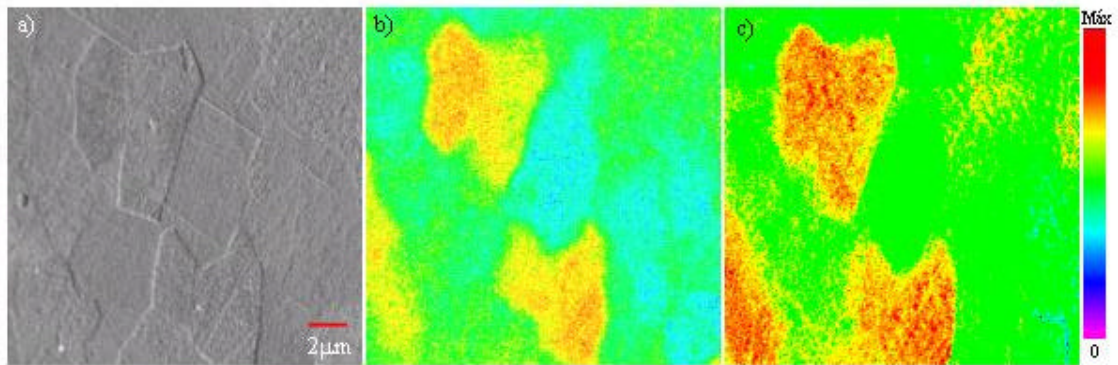
En la actualidad la segregación superficial de impurezas se reconoce como un factor determinante en las propiedades y en el comportamiento de los materiales cuando son sometidos a condiciones normales de servicio. Como caso particular de segregación superficial, en este trabajo se lleva a cabo un estudio experimental de la segregación de impurezas de Azufre hacia superficies externas y fronteras de grano en una muestra de Vanadio policristalino, mediante el uso de la Espectroscopía de Electrones Auger (AES). Tomando en cuenta las consideraciones hechas por otros autores [1,2], se plantea también un modelo para cuantificar el número de monocapas de una especie adsorbida sobre la superficie externa de un sistema binario después de un proceso de segregación superficial. El método de cuantificación del enriquecimiento superficial de Azufre está basado en el análisis AES realizado en muestras de Vanadio tratadas térmicamente en vacío ultra alto a 500 °C y 700 °C y analizadas con una Microsonda Auger de Barrido (SAM) marca JEOL, modelo JAMP 7810. Se plantea un modelo en el cual un sustrato metálico de Vanadio de concentración uniforme  $N_V$  está cubierto por  $n$  monocapas de Azufre [3,4]. El número de monocapas se calcula a partir de los espectros Auger obtenidos de la superficie de Vanadio enriquecida en Azufre (Figura 1a) y de los obtenidos en una muestra patrón de  $V_2S_3$ . A partir de dichos espectros se obtiene la curva de segregación temporal del Azufre hacia la superficie externa del Vanadio (Figura 1b). Mediante mapas Auger de distribución de Azufre, adquiridos después de 16h y 44h de calentamiento a 500 °C (Figura 2), se evidencia que el enriquecimiento no es uniforme en toda la superficie sino que hay una mayor concentración de Azufre en algunas zonas particulares. Además, se fracturaron *in situ* 3 muestras de Vanadio; una muestra patrón sin tratamiento térmico, una muestra tratada durante 16h a 500°C y otra tratada durante 44h a 500°C, analizándose luego todas las superficies de fractura sin que se evidenciara en ellas la presencia de Azufre. Los resultados obtenidos muestran que hay un fuerte enriquecimiento de Azufre en las superficies externas del Vanadio mientras que no parece haberlo hacia las fronteras de grano. A  $T = 500$  °C se alcanza el enriquecimiento superficial en tiempos del orden  $10^5$  segundos mientras que a  $T = 700$  °C se alcanza en tiempos del orden de  $10^3$  segundos. Mediante la comparación de los mapas Auger con la imagen correspondiente de electrones secundarios se puede apreciar que la cantidad relativa del enriquecimiento en las superficies externas parece depender de la orientación cristalográfica de la superficie de los granos expuestos. Para un tratamiento térmico de 500°C durante 19 horas, nuestro modelo arroja un enriquecimiento en Azufre de 2,4 monocapas en las zonas menos enriquecidas y de 3,0 monocapas en las zonas más enriquecidas, el cual aumenta a 4,6 y 4,9 monocapas respectivamente después de 50 horas de calentamiento. Comparando las entalpías de enlace V-S y V-V, así como los tamaños atómicos de V y S se concluye que la fuerza impulsora para la segregación superficial de S en V es la liberación de la energía de tensión elástica existente cuando S ocupa sitios en el volumen de V. Esta liberación de energía elástica no ocurre de manera notable cuando los átomos de Azufre ocupan sitios en las fronteras de grano del Vanadio. La preferencia del Azufre por la superficie externa de ciertos granos particulares puede deberse a que dichos granos exponen caras cristalinarias cuya distribución de átomos de Vanadio favorece el enlace con los átomos de Azufre.

### Referencias

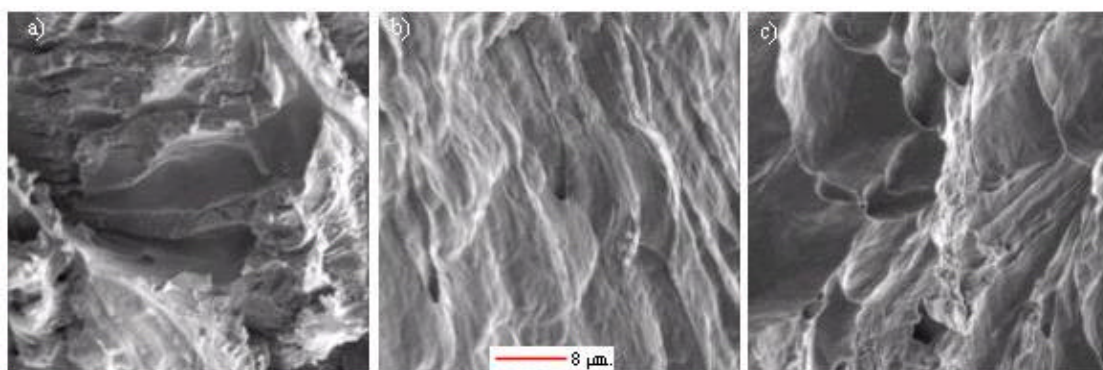
- [1] D. Briggs and M. P. Seah. *Practical Surface Analysis. 2<sup>nd</sup> ed. Vol. 1 Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy*. John Wiley & Sons. 1990. Chichester, England.
- [2] C. P. Hunt and M. P. Seah. *Materials Science and Technology*. Vol. 8. (1992) 1023.
- [3] A. Umantsev. *Physical Review B*. Vol. 64, (2001) 075419.
- [4] C. Rojas. *Segregación Superficial en Aleaciones de Ag-Pd*. Fac. Ciencias, UCV, (1984).



**Figura 1.** a) Espectros Auger de la superficie externa de V antes del recocido ( $t = 0h$ ) y después del recocido a  $T = 700^\circ C$  durante 1h. b) Curva de segregación de S en V policristalino a  $700^\circ C$ .



**Figura 2.** a) Región de análisis en la muestra de V. b) Imagen Auger de S (16 h de recocido) a  $500^\circ C$ . c) Imagen Auger de S (44 h de recocido) a  $500^\circ C$ . Resolución de  $256 \times 256$ .



**Figura 3.** Superficies de fractura de: a) la muestra Patrón (sin tratamiento térmico), b) la muestra 2\_01 ( $t = 2h, T = 700^\circ C$ ) y c) la muestra 2\_02 ( $t = 176h$  y  $T = 700^\circ C$ ). Aumento 1500x, inclinación =  $55^\circ$ .