

1
22j



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

**ESTUDIO DE LA MICROESTRUCTURA DE
ALEACIONES DE Al-Ti-SiC MEDIANTE
MICROSCOPIA ELECTRONICA**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
F I S I C O**

**P R E S E N T A :
MIGUEL ANGEL AGUILAR FRUTIS**

MEXICO, D. F.

1991

**ELIS CON
FALLA DE ORIGEN**



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

ESTUDIO DE LA MICROESTRUCTURA DE ALEACIONES DE Al-Ti-SiC
MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRONICA

C o n t e n i d o

	Página
Introducción	1
CAPITULO I EL SISTEMA Al-Ti-SiC	
I.1 Introducción	3
I.2 Preparación de materiales	5
I.2.1 Proceso de atomización	9
I.2.2 Proceso de deposición	15
I.2.3 Proceso de inyectado de fases de reforzamiento	18
I.2.4 Algunas variables y datos experimentales	18
CAPITULO II DESARROLLO EXPERIMENTAL	
II.1 Introducción	19
II.2 Herramientas de trabajo	21
II.3 Diagrama de fases del sistema Al-Ti	24
II.4 Microscopía electrónica de barrido	26
II.4.1 Distribución de gotas atomizadas	26
II.4.2 Distribución de partículas de SiC	29
II.5 Análisis de la composición química	32
II.5.1 Análisis químico por EDS	32
II.5.1.1 Análisis químico por EDS(Barrido)	32
II.5.1.2 Análisis químico por EDS(Transmisión)	33
II.5.2 Análisis químico por parámetro de red	35
II.6 Difracción de rayos-X	37
II.7 Preparación de muestras para M.E.T.	39

II.8 Microscopia electrónica de transmisión	41
II.8.1 Observaciones microscópicas	41
II.8.1.1 Observación de fases y defectos	41
II.9 Difracción electrónica	44
II.9.1 La fase aluminio	44
II.9.2 La fase Al ₃ Ti	46
II.9.3 La fase SiC	48
II.10 Alta resolución	50

CAPITULO III DISCUSION Y ANALISIS DE RESULTADOS

III.1 Introducción	55
III.2 Diagrama de fases	55
III.3 Distribución de gotas atomizadas	56
III.4 Distribución de partículas de SiC	57
III.5 Composición química	57
III.6 Difracción de rayos-X	58
III.7 Preparación de muestras	58
III.8 Observación de fases y defectos	59
III.9 Difracción electrónica	60
III.9.1 La fase aluminio	60
III.9.2 La fase Al ₃ Ti	60
III.9.3 La fase SiC	60
III.10 Alta resolución	61

CAPITULO IV CONCLUSIONES

Conclusiones generales	62
Apéndice I. Difracción electrónica	65
Apéndice II. Tablas de difracción de rayos-X	67
Apéndice III. Factores de corrección en el análisis químico en el M.E.T.	70

Apéndice IV Aplicaciones de materiales compuestos 72

BIBLIOGRAFIA 75

I N T R O D U C C I O N

En los últimos años se ha investigado en cuanto a la innovación de materiales cuyas características sean las apropiadas para operar en condiciones extremas de trabajo. Industrias que requieren de estos materiales son la de la fuerza aérea y la automotriz, entre otras. Los materiales compuestos son buenos candidatos para tales fines. Un material compuesto se logra mediante el reforzamiento de fases que incrementan básicamente las propiedades mecánicas del material matriz empleado. Para esto es necesario asegurar un enlace fuerte entre las fases de reforzamiento y la matriz que lo contiene.

Resultados en cuanto a la naturaleza física-química de las interfases existen muy pocos aún, debido a un gran número de variables que pueden contribuir a crear un enlace fuerte o débil.

Las aleaciones de Al-Ti-SiC, constituyen un tipo de material compuesto, teniendo como matriz una aleación de Al-Ti, en donde las fases de reforzamiento las constituyen las partículas de SiC. Una característica importante es que estas aleaciones fueron elaboradas a través de un proceso de atomización de la aleación en pequeñas gotas del material fundido. Una técnica reciente en la producción de materiales con matriz metálica.

En el presente estudio se muestran resultados en cuanto a la caracterización microscópica de tales aleaciones. De entre otros se reportan resultados en cuanto a la interfase que existe entre las partículas de dispersión y la matriz metálica. Se cuantifica y discute la composición química del material y mediante difracción electrónica y de rayos-X se identifican las fases presentes.

Se observa además la morfología superficial que presentan en microscopia de barrido y también la microestructura asociada con defectos en el material en microscopia de transmisión entre otras cosas.

CAPITULO I

EL SISTEMA Al-Ti-SiC

I.1 Introducción:

Al hablar de Ciencia de los Materiales, en particular de aleaciones binarias, mucho interés se ha puesto en la búsqueda de materiales metálicos cuyas características sean siempre las mejores para ciertas aplicaciones específicas.

Los materiales metálicos poseen defectos que influyen sobre sus propiedades macroscópicas. De entre los más comunes se encuentran las Dislocaciones. Nix et al. (Ref.1) establece que existe una relación directa entre la deformación plástica en un material y las dislocaciones en el mismo.

Por tal razón el impedimento en la movilidad de dislocaciones daría como resultado una disminución en la deformación plástica del material, consiguiendo así una mayor resistencia.

Para poder conseguir este propósito se emplean algunas técnicas externas al material como lo es Una dispersión de partículas de 2a fase en la aleación matriz.

Nix et al (Ref.1) nombra a estos materiales como compuestos .Es decir aquellos materiales en los que las fases individuales están enlazadas de tal manera que las propiedades en promedio del material están determinadas por las propiedades individuales de cada fase.

Mucho se ha investigado en cuanto a materiales compuestos con matriz de Aluminio.(Ref.2-6).En la mayoría de esos trabajos se hace incapie en la interfase entre la aleación matriz y la partícula de dispersión.

Conocimiento experimental acerca de la naturaleza física de la interfase es aun desconocida. Gupta et al(Ref.5) definen la interfase como la región que separa el reforzamiento,partícula de la 2a fase.de la matriz.Tal puede ser tan delgada como una capa atómica,o bien tener cientos de micras que incluyan capas de reacción y que contengan una o más fases nuevas.

Sin embargo basta decir que hasta nuestros días no existe una teoría aceptable (Refs. 12-14) que pueda explicar el enlace de una partícula cerámica,como lo son las partículas de SiC,con la matriz.

Todo esto no debe ser sorprendente, ya que pocas de las muchas variables que puedan afectar la formación del enlace apenas han comenzado a investigarse.

A continuación se habla de la preparación de materiales compuestos con matriz de aluminio-titanio y una dispersión de partículas de carburo de silicio .

Estos materiales se elaboraron en la Universidad de California-Irvine, en los Estados Unidos de América.

I.2 Preparación de materiales:

La composición de la aleación Al-Ti se obtuvo a partir de una aleación maestra de Al-8% wt-Ti, de la cual se obtuvo una aleación con una composición de Al-1 a 2% wt Ti con aluminio de pureza comercial (99.99%).

Para promover la disolución de la fase intermetálica primaria Al₃Ti la aleación fue lentamente calentada en un crisol de zirconia a 1300 °C bajo una atmósfera de nitrógeno.

La aleación fue después enfriada un poco antes de someterlo a su proceso de elaboración.

En los procesos comunes de elaboración de aleaciones se tienen algunos inconvenientes como son: la contaminación por óxido y el número de pasos empleados en el proceso.

Las aleaciones de Al-Ti-SiC pretenden esquivar los inconvenientes en la elaboración de aleaciones comunes y más aún pretenden mejorar las propiedades finales de las mismas.

La técnica empleada es a través de la fragmentación del material fundido en pequeñas gotas y colectarlo de una manera debida.

Este es el llamado proceso de atomización. La cual es en cierta medida diferente a los procesos tradicionales.

El proceso de elaboración de estos materiales que incluye los procesos de reforzamiento, atomización y deposición. Gupta et al. (Ref.5), denomina a la técnica como: **co-deposición variable de materiales multifase.**

El Proceso de inyectado de fases de reforzamiento ,esto de las partículas de SiC,es simultáneo al de atomización.

En algunos casos en los que la reactividad entre la aleación matriz y las fases de reforzamiento es nula, estas pueden ser introducidas en la aleación líquida previo a la atomización.

Sin embargo todo esto se encuentra relacionado con la naturaleza física-química de la interfase aleación metálica-cerámica.

El hecho de introducir las partículas cerámicas a la aleación puede dar lugar a reacciones deseables o indeseables que habrán de ser muy importantes en las propiedades del material.

En lo que sigue se explica en detalle cada uno de estos procesos,el cual constituye en buena medida un problema matemático.(Ref.7.15-17).

Un par de dibujos dados en las Figuras 1 y 2,ilustran estos procesos.(Tomados de la Ref.15).

Figura 1
Proceso de atomización

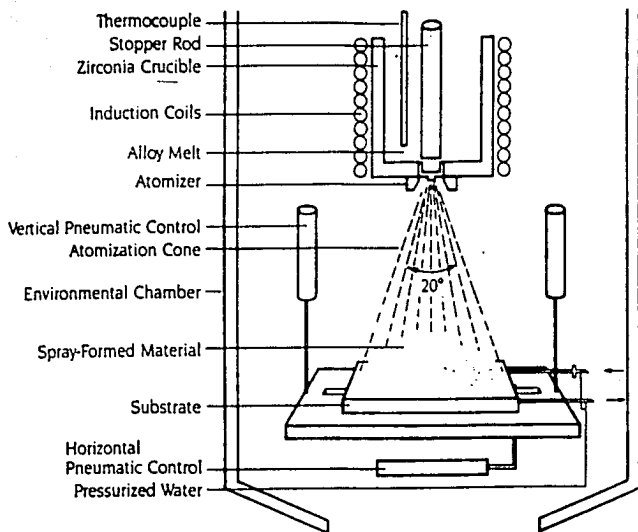
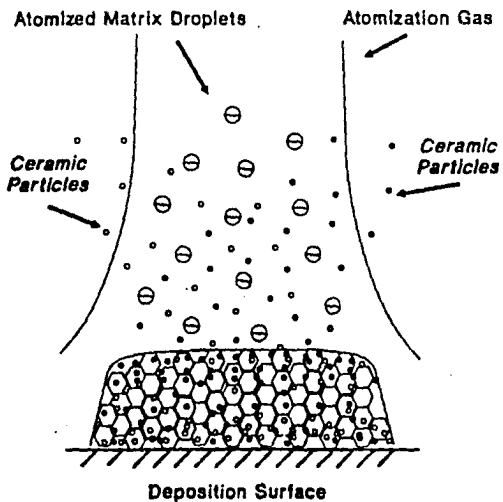


Figura 2
Proceso de deposición



1.2.1. Proceso de atomización:

El proceso de atomización implica la fragmentación en gotas del material fundido a través de altas velocidades de gases y la física relacionada durante la trayectoria de las gotas hasta el momento en que llegan al sustrato que las recibe.

Lo primero que interesa es conocer la condición de las gotas del material fundido en el momento del impacto con el sustrato. Para esto es necesario conocer el tamaño de ellas.

El tamaño de las gotas depende de la rapidez de flujo del gas empleado, así como de la velocidad de flujo del fundido.

Se proponen una ecuación empírica, (Ref.7) para determinar el tamaño. Tal está dada por la siguiente relación:

$$d \propto (1 + J_{\text{gas}}/J_{\text{fund}})^{1/2}$$

Algunas consideraciones que se toman en cuenta son que en el vuelo el tamaño de las gotas permanece invariante.

Además de tomar una forma esférica debido a la tensión superficial de la aleación fundida.

La velocidad de las gotas se puede calcular a partir de un simple balance de fuerzas que actúan en la gota de volumen V_d . Tal está dada por la siguiente relación. (Ref.7).

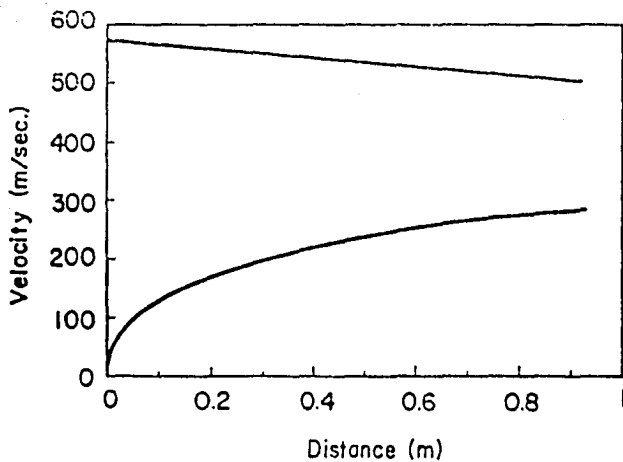
$$\rho_d V_d \frac{dw}{dt} = V_d (\rho_d - \rho_g) g + \frac{A_d}{8} C_{drag} \rho_g (v_g - w) |v_g - w|.$$

Los términos del lado derecho representan la fuerza gravitacional que actúa sobre la gota y la fuerza sobre la gota debida al gas en movimiento.

Se hace la suposición de que las gotas viajan en línea recta.

La Figura 3 ilustra gráficamente el espacio fase de la gota así como la del gas atomizante. (Tomada de la Ref.7).

Figura 3
Espacio fase de una gota atomizada



La gráfica muestra que al principio la gota es altamente acelerada por el gas. Y que una vez que la velocidad máxima es alcanzada la gota se mueve aproximadamente a velocidad constante.

La microestructura del depósito final está caracterizado por el estado de las gotas que llegan a la preforma o sustrato.

Para poder conocer el estado de llegada se debe de hacer un balance térmico de las gotas en el vuelo.

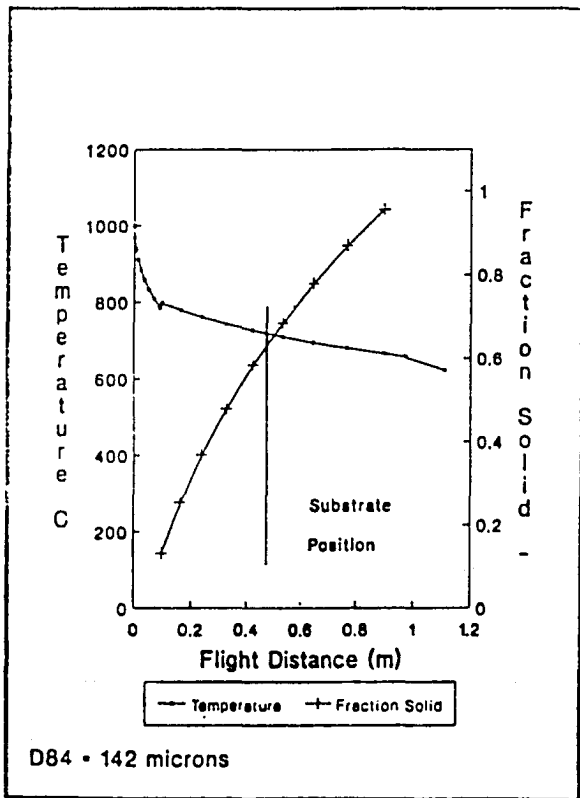
Las gotas atomizadas pierden calor por convección al gas circundante.

Para cualquier gota existen posibles estados en los que se le puede encontrar y son los siguientes:

1. La gota es sólida completamente.
2. La gota es completamente líquida.
3. La gota se haya parcialmente solidificada.

La siguiente gráfica de la Figura 4. (Ref.15) reporta la temperatura, así como la fracción sólida para una gota de 142 μm de diámetro.

Figura 4
Temperatura y fracción sólida en función de la distancia
para una gota de un diámetro de 142 μm



Para calcular la temperatura de una gota de volúmen V_0 como función de la distancia a partir del momento de la atomización se hace a través de un balance de calor.

Se iguala la razón de cambio de los calores sensibles y latentes en la gota a la rapidez de extracción de calor en la superficie por el gas, escribiéndose como:

$$\rho_m V_0 C_p \frac{dT}{dt} = -h(T - T_0)Ad$$

Así las gotas son enfriadas durante el vuelo por el gas en movimiento a una rapidez especificada por el coeficiente de transferencia de calor por convección h .

En la Figura 4 que ilustra la temperatura como función de la distancia hay 3 regiones a considerar.

En la primera región la temperatura cae muy rápidamente debido al intenso enfriamiento que produce el gas en las gotas completamente fundidas.

En la segunda región la temperatura se levanta un poco debido a la recalcancia² que se da lugar.

Por último en la tercera región la temperatura disminuye, debido a la liberación del calor latente contenido en la gota.

¹Habiendo que agregar consideraciones en cuanto al valor del calor específico. Ref. 8

²Levantamiento en la temperatura debido a la liberación del calor latente de solidificación y a la incapacidad del gas para liberar la energía. (Ref. 7).

1.2.2. Proceso de deposición:

Este proceso implica la física relacionada durante la colección de gotas atomizadas por el sustrato o colector. Involucrando fenómenos de transferencia de calor así como de solidificación.

Algunos resultados que se desprenden de este análisis son los siguientes.

Resultados experimentales, (Ref.5) revelan que en la microestructura de estos materiales se presenta muy poca segregación.

Existe además una estructura de grano fino y equiaxial.

Debido al tamaño de las gotas ésta técnica brinda perspectivas sobre procesos de solidificación rápida.

1.2.3. Inyectado de fases de reforzamiento:

El proceso de inyectado de fases de reforzamiento, se llevó a cabo en forma simultánea al proceso atomización.

Para ésto se empleó una llamada cama de fluidización con gas para el inyectado de fases.

Una descripción de ésta cama es como sigue:

Conforme el flujo de gas, a través de la cama estática de partículas de SiC, se incrementa, la cama comienza a expandirse hasta alcanzar una condición conocida como de mínima fluidización.

Es en este momento cuando ya las partículas son suspendidas por el flujo y tienen libertad para moverse una con respecto a cualquier otra, (Ref.17).

La expansión de la cama continua hasta que se alcanza una velocidad que balancea la acción del propio peso de la partícula.

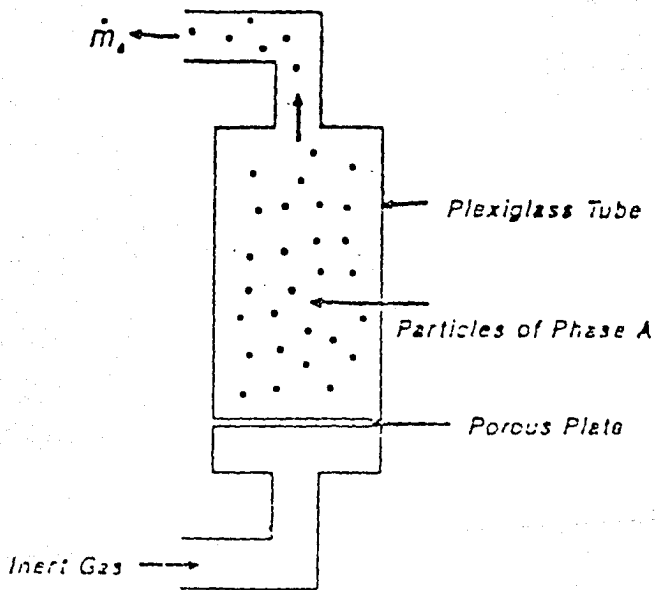
Tal velocidad se conoce como velocidad terminal v_t .

A velocidades superiores a la velocidad terminal las partículas salen del reactor que las contiene y es cuando van a dar a la cámara que lleva a cabo el proceso de atomización.

La Figura 5 siguiente ilustra la cama de fluidización (Tomada de la Ref.5).

Figura 5
La cama de fluidización

Fluidized Bed



1.2.4. Algunas variables y datos experimentales:

Variables y datos experimentales en cuanto a la elaboración de las aleaciones de Al-Ti-SiC son los siguientes. (Ref.15,18).

Variable (datos)	Valor(es)
Tiempo de Atomización	60 y 90 seg.
Temperatura de Atomización	1010,1001 y 1100 °C
Presión de Atomización	1.38 Mpa.
Distancia de vuelo	0.40 y 0.46 m
Gas empleado	Nitrógeno y Argón
Velocidad terminal	0.245 m/seg
Rapidez de flujo de partículas	3.00 g/cm
Angulo de inyección de partículas	30 y 90°
Presión de fluidización	0.69 Mpa
Tiempo de inyección de partículas	86 seg.
Conductividad Térmica de Al-Ti	209.0 W/m °K
Densidad de Al-Ti	2.7g/cm ³
Tensión Superficial Al-Ti	0.840 Kg/s ²
Resistencia a Tensión SiC	3950 Mpa
Módulo de Young SiC	400GPa
Densidad de SiC	3.045g/cm ³
Coefficiente de expansión SiC	1.5 x 10 ⁻⁶ /°K
Punto de Fusión SiC	2400 °C

CAPITULO II

DESARROLLO EXPERIMENTAL

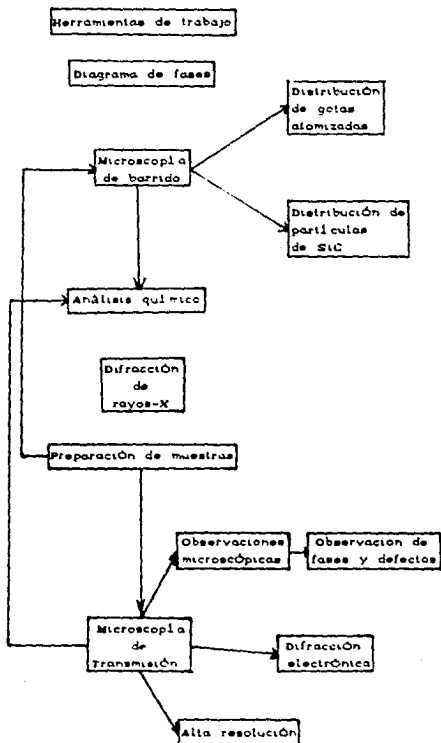
II.1 Introducción:

El diagrama de flujo en bloques que se muestra a continuación constituye todo el trabajo llevado a cabo en forma experimental.

La manera de exposición será en ese orden y en algunos casos se hará referencia a algunos apéndices que complementan la comprensión teórica de lo llevado a cabo.

El capítulo III se reserva para la crítica y discusión de los resultados del presente capítulo, mientras que el capítulo IV expone esencialmente las conclusiones generales.

DIAGRAMA DE FLUJO



II.2. Herramientas de trabajo:

Una breve descripción de las herramientas de trabajo empleadas es la siguiente:

II.2.1 El microscopio electrónico:

El microscopio electrónico del IFUNAM es un JEM-100CX, con voltajes de aceleración de 20,40,60,80 y 100 KV y un intervalo de amplificaciones entre 330X y 250000X en 23 etapas. La resolución aproximada entre líneas es de 6Å, el diámetro mínimo del haz es de 0.7µm, la capacidad de movimiento de la muestra es de ± 1mm en el plano X-Y y 0.5 mm en el eje Z y posibilidad de inclinación del haz mediante lentes deflectoras electromagnéticas de hasta 6 grados en cualquier dirección. Cuenta además con un goniómetro de entrada lateral que permite inclinar la muestra ± 60 grados para el cual se cuenta con portamuestras ordinario, de elongación, de calentamiento y de rotación.

Así mismo cuenta con un sistema de barrido ASID-4D, con el cual se pueden hacer imágenes de electrones secundarios e imágenes de transmisión por barrido. Al frenar el barrido, el diámetro del haz es de $\approx 200\text{Å}$ lo que permite obtener patrones de micro-micro difracción de tales áreas. (Ref.19).

Este microscopio electrónico tiene a la vez acoplado un sistema de análisis químico. Consiste de un espectrómetro de rayos X por dispersión de energía, Kevex. Mediante el uso de un detector de estado sólido.

Mostrando en pantalla espacios que corresponden a 10,20 y 40 KeV de energía. Teniendo así la capacidad para resolver el espectro de cualquier elemento en sus respectivas líneas.

El IFUNAM cuenta además con un microscopio JEM-4000EX de alta resolución con voltajes de aceleración de 75 a 400 KV. Logrando ampliaciones entre 60X a 2M. Con una resolución aproximada entre puntos de 1.7Å, y un diámetro de haz mínimo de 500Å.

II.2.2 La unidad automática de adelgazamiento:

Consiste de una electropulidora como unidad automática de adelgazamiento, para la preparación de muestras metálicas en microscopía de transmisión, con la que también se cuenta en el IFUNAM.

Su funcionamiento consiste del empleo de un doble jet de la solución electrolítica arrojada a ambos lados de la muestra metálica de 3 mm de diámetro.

La unidad posee una fotocelda, la cual actúa automáticamente deteniendo el bombeo de solución una vez que se produce una mínima perforación en la muestra.

El motor de la unidad opera a 1600 rpm. y bombea la solución a una rapidez variable, normalmente a 600 ml/min. (Ref.20).

II.2.3. La solución electrolítica:

La solución electrolítica empleada para el adelgazamiento de las muestras consistió de una mezcla de 5% de ácido perclórico en etanol.

Ambas soluciones en las concentraciones comerciales.

II.2.4 Espectrómetro de rayos X:

Consiste de un espectrómetro de rayos X convencional, el cual emplea cobre como fuente de emisión de rayos X.

La técnica empleada fue a través de polvos, con una rotación de 30 a 110 grados.

II.4.5 Fuente de voltaje:

Se empleó además una fuente de voltaje con las siguientes características:

Es una fuente de voltaje, Gelman Instrument Company.

Con escalas variables para la corriente de 0 a 30 mA y de 0 a 150mA.

Con voltajes de 0-500 V D.C., y un par de entradas positivo y negativo.

II.4.6 Placa de acero inoxidable:

Una placa de acero inoxidable, de forma cilíndrica fue además empleada en algunos ataques químicos. Esta placa poseía las siguientes dimensiones: de 10cm de ancho por 12cm de largo.

II.3 Diagrama de fases del sistema Al-Ti:

El diagrama de fases del sistema Al-Ti. (Ref.8 y 9) se ilustra en la página 25.

El diagrama muestra un gran número de fases a alta y baja temperatura y a diferentes rangos de composición, así como estructuras de super-red.

Trazando en el diagrama una línea vertical correspondiente a la composición teórica en peso y seleccionando distintos puntos en tal línea, se deduce lo siguiente:

En el punto r se tiene sólo fase líquida.

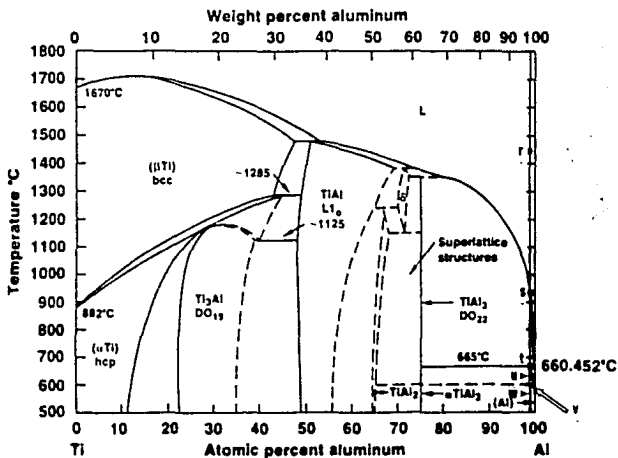
En el punto s precipita la fase Al_3Ti .

En el punto t se ve aparentemente una reacción peritética, dada como sigue, (Ref.9).



En u, v, w y a más bajas temperaturas se sigue observando la precipitación de la fase Al_3Ti , la cual aparecería en los límites de grano de la matriz de aluminio.

Diagrama de fases del sistema Al-Ti (Ref.10)



II.4 Microscopia electrónica de barrido:

Como primer paso al estudio de la microestructura de aleaciones de Al-Ti-SiC, estas se observan en microscopia de barrido, constituyendo una observación a "gran escala".

II.4.1 Distribución de gotas atomizadas:

Lo primero que se hizo fue tomar una pequeña región de muestra, con la siguiente condición:

c.1). Haber tenido una limpieza por ultrasonido, sumergida en acetona.

c.2). Habiéndose colocado en un placa de carbón para su observación en el microscopio electrónico.

La morfología superficial reveló una superficie numerosa de gotas perfectamente definidas y al parecer de una gran variedad de tamaños.

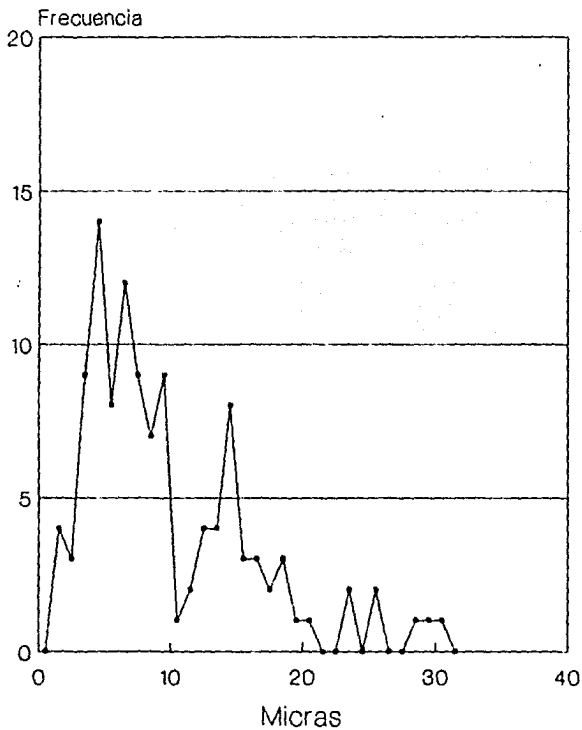
La Fotografía 1 mostrada en la siguiente página muestra el tipo de gotas observadas.

Se hace también un recuento de estas y se clasifican en tamaños dando como resultado el polígono de frecuencias, mostrado en la página 28.

Fotografía 1
Gotas atomizadas de Al-Ti



DISTRIBUCION DE GOTAS ATOMIZADAS



II.4.2 Distribucion de particulas de SiC:

Con el fin de conseguir una superficie plana para observación, una porción de muestra fue preparada en el orden y manera siguiente:

c1).- Previamente fue pulida mecánicamente con alumina de 0.1 y 0.03 μm . respectivamente.

c2).- Se empleó la técnica de la ventana con la placa de acero inoxidable como cátodo, para hacer un ataque químico en la muestra.

c3).- El ataque se llevó a cabo en un rango de 20 a 25 volts. con la solución electrolítica, descrita anteriormente. (pág.23), durante un tiempo de 15 a 20 seg.

c4).- Se le dió un enjuague con etanol, una vez terminado el ataque.

c5).- Para su observación fue llevada al microscopio electrónico.

La morfología resultante observada fue como se muestra en la Fotografía 2 de la página siguiente. tal revela una serie de granitos dispersos.

Realizando sobre varios de ellos un análisis químico por EDS se reveló la existencia de silicio, el cual puede verse en la tabla 1 de la página 32.

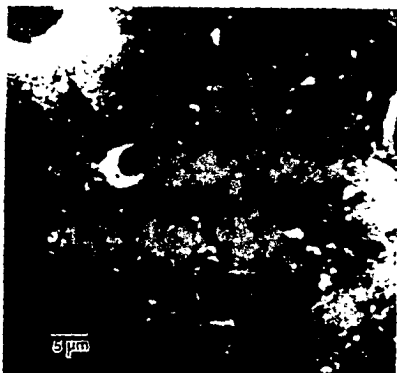
Debido a las características del detector del analizador la contribución correspondiente al Carbono no puede ser detectado, ya que constituye un elemento ligero.

De esto se concluye que los granitos dispersos observados en microscopía de barrido constituyen las partículas de carburo de silicio, que son las fases reforzantes del material.

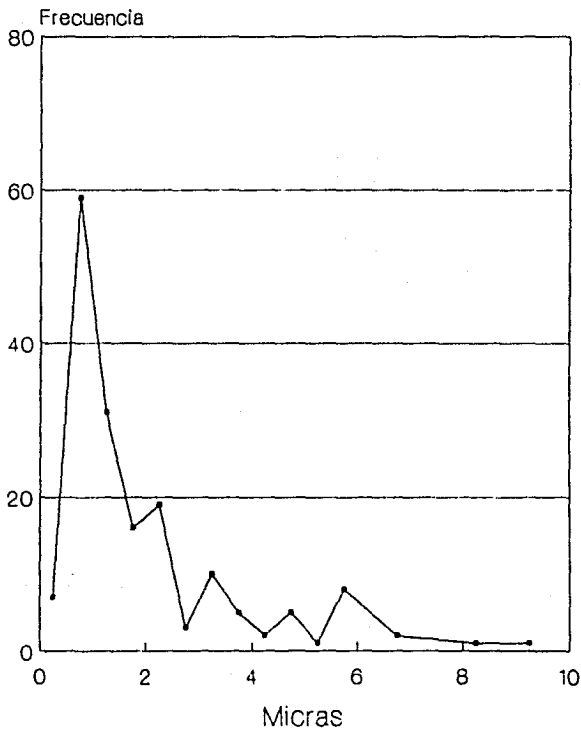
Un recuento de ellas, y midiendo la porción de mayor tamaño permite hacer una distribución de estas, como se muestra en la página 31.

Fotografía 2

Presencia de partículas de SiC en la morfología del material



DISTRIBUCION DE PARTICULAS DE SiC



II.5 Analisis de la composición química:

A través de la necesidad de cuantificar la composición química se procedió de dos maneras. Una de ellas es a través del espectrómetro EDS acoplado al microscopio y la otra es vía la estimación del parámetro de red del aluminio en la aleación matriz.

Un breve resumen de los hechos importantes que deben de tomarse en cuenta en el análisis químico en M.E.T., se muestran en el apéndice III.

II.5.1 Analisis químico por EDS:

Este análisis fue llevado a cabo en ambos tipos de microscopía. Se reportan a continuación los valores dados por los espectros obtenidos.

II.5.1.1 Analisis químico por EDS (Barrido):

La Tabla 1 reporta la composición en peso de cada elemento y las condiciones en que tales medidas fueron obtenidos.

Tabla 1

Línea	%wt Al	%wt Ti	%wt Si	%wt Ar	Voltaje	Característica
K α	96.56	2.19	---	0.96	100KV	Puntual-Matriz
K α	81.88	2.89	13.88	1.35	100KV	Puntual-Part.
K α	94.54	2.75	2.29	---	100KV	Puntual-Part.

II.5.1.2 Analisis químico por EDS(Transmisión):

La siguiente Tabla 2 reporta la composición en peso de cada elemento y las condiciones en que fueron obtenidos.

Tabla 2

Línea	%wt Al	%wt Ti	%wt Si	%wt Ar	Voltaje	Característica
K α	97.91	2.09	---	---	100KV	Puntual-Matriz
K α	97.77	2.23	---	---	100KV	Puntual-Matriz
K α	66.59	33.41	---	---	100KV	Fase-Dispersa
K α	75.22	24.78	---	---	100KV	Fase-Dispersa
K α	79.87	20.13	---	---	100KV	Fase-Dispersa
K α	77.48	22.52	---	---	100KV	Fase-Dispersa

Hace falta agregar las condiciones experimentales de obtención de todos los espectros y son las siguientes:

Spot size (tamaño de haz) = 2

Modo puntual.

Angulo de incidencia del haz en la muestra = 45°

Angulo de salida de rayos-X = 90°

Tiempo de obtención del espectro = 200 seg.

Los factores de corrección, para los elementos y líneas respectivas fueron:

Elemento y línea	Factor K
Al K α	1.0000
Si K α	0.8612
Ar K α	0.9353
Ti K α	0.9574

Un espectro se muestra en la página siguiente.

7-Sep-1990 16:33:16

Execution time = 3 seconds

transmission=9

Vert= 2000 counts

Disp= 1

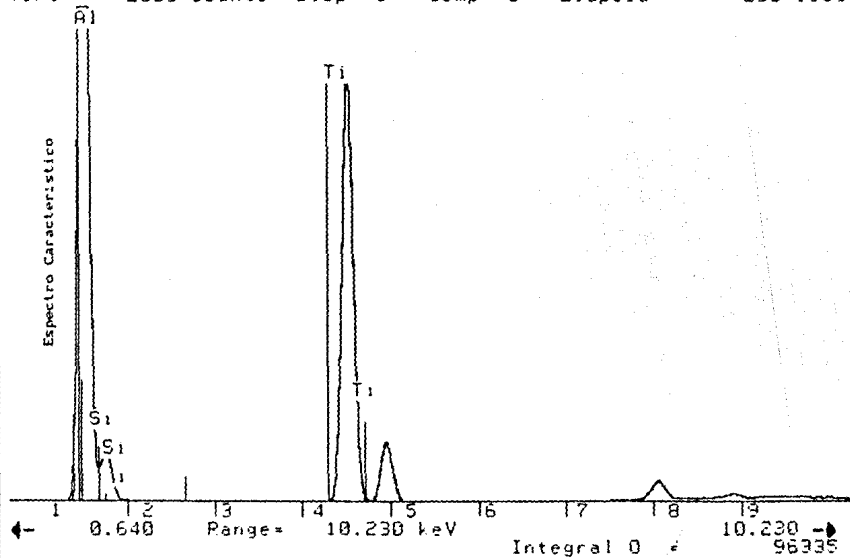
Comp= 3

Preset=

200 secs

Elapsed=

200 secs



II.5.2 Análisis químico por parámetro de red:

A través de la estimación del parámetro de red del aluminio en la aleación Al-Ti es posible conocer, (Ref.22), cual es la composición en peso en solución sólida del titanio en la aleación.

A manera de comprobación se lleva a cabo éste cálculo y para estimar el valor del parámetro se emplea el patrón de difracción de rayos x mostrado en la página 38, así como los resultados de alta resolución (págs. 50 a 55).

Llevando a cabo el cálculo del parámetro de red, se estima en la siguiente medida:

$$a = 4.04387 \pm 0.00489 \text{ \AA}$$

Con la serie de puntos, que se muestran en la gráfica reportada por Tonejc y Bonefacic de la página siguiente, (Ref. 22). Se procede a determinar, por mínimos cuadrados, la línea que tenga el menor error. De éste análisis se obtiene la siguiente línea recta:

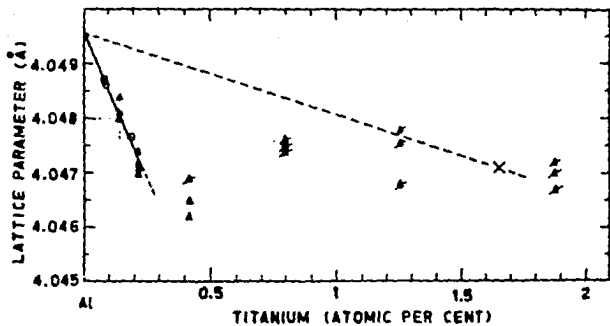
$$Y(\text{\AA}) = 4.05110 - 0.01605 X_T(\% \text{ at.})$$

Introduciendo el valor del parámetro de red obtenido se obtiene el siguiente rango de composición para Ti en solución sólida con Al

$$0.2585 \% \quad a \quad 1.333\% \text{ wt Ti.}$$

Figura 6

Parámetros de red Al fcc en s.s. con la cantidad de Ti (Ref.22)



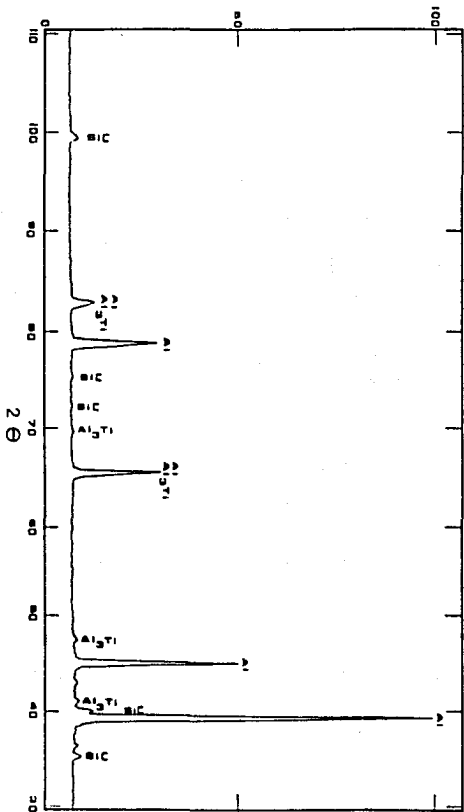
- FALKENHAGEN
- × GLETSKY
- ▲ PRESENT WORK
- ▲ AL-TI SOLUTIONS
- * AL₃TI PHASE PRESENT

II.6 Difracción de rayos X:

Con el fin de poder conocer la cantidad de fases presentes en la aleación, se presenta a continuación el espectro de difracción de rayos X³, llevado a cabo con Cu.

³Cortesía Dr. Julio Juárez Islas (IFUNAM-Cuernavaca).

Espectro de difracción de rayos-X



II.7 Preparación de muestras para microscopia de transmisión:

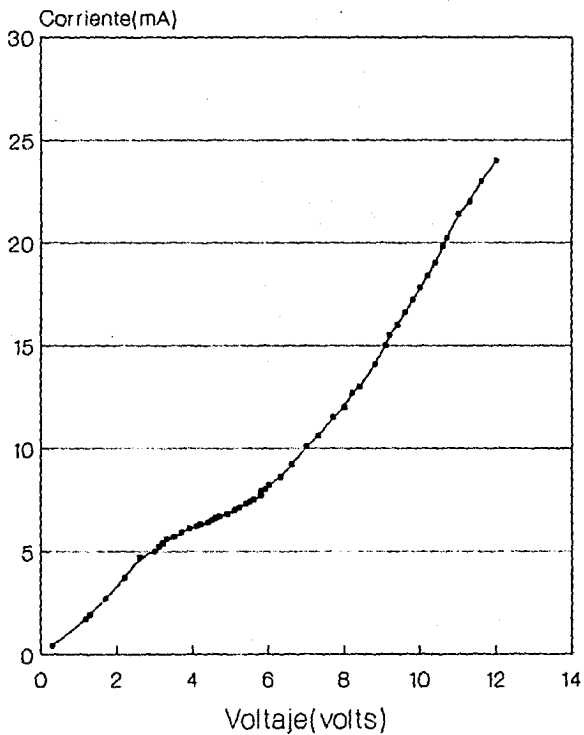
Las

aleaciones de Al-Ti para observarse en microscopia de transmisión se prepararon con las siguientes consideraciones.

- c1). Se empleó la unidad automática de adelgazamiento.
- c2). Se utilizó la solución electrolítica estandard.
- c3). Se cuidó una condición de temperatura de 0 a 4 grados.
- c4). Se empleó etanol, como enjuague.

La curva corriente voltaje obtenida bajo estas condiciones se muestra en la siguiente página. Tal curva muestra las condiciones óptimas de electropulido.

CURVA CORRIENTE-VOLTAJE (MUESTRAS Al-Ti)



II.8 Microscopía de transmisión:

Con el fin de conocer la microestructura de las aleaciones de Al-Ti, se recurre a una escala, aún más pequeña que la presentada anteriormente en microscopía de barrido.

II.8.1 Observaciones microscópicas:

Una vez teniendo listas las muestras de Al-Ti se procede a observarlas y caracterizarlas a través del microscopio electrónico de transmisión.

II.8.1.1 Observación de fases y defectos:

Una serie de fotografías muestran a continuación la presencia de las fases en las aleaciones de Al-Ti.

Dado lo que ya se conoce del material las Fotografías 3.1 y 3.2 muestran la presencia de partículas de carburo en la aleación matriz.

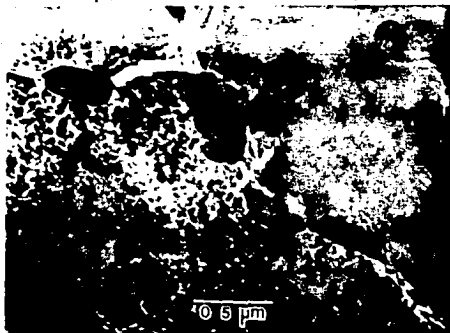
La Fotografía 3.2 muestra además la presencia de defectos, como lo son las dislocaciones aglomerándose en los contornos de las partículas.

La Fotografía 3.3 muestra a mayor escala la presencia de defectos y al parecer también se presentan partículas de carburo dispersas.

La Fotografía 3.4 muestra una fase poco característica, corresponde a una región en forma de pétalos de rosa, de la cual el análisis químico reporta un gran contenido de titanio.

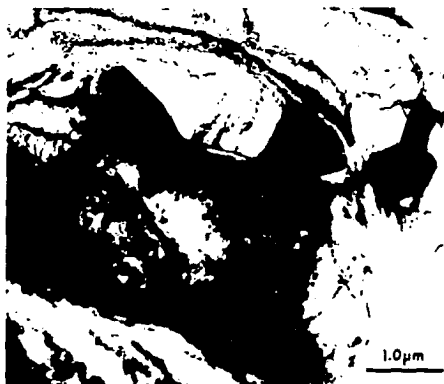
Fotografía 3.1

Presencia de partículas de SiC en los límites de grano



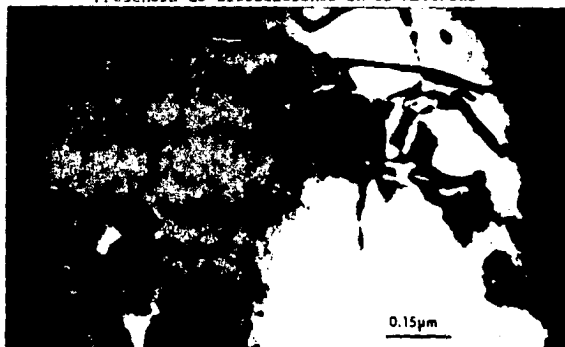
Fotografía 3.2

Presencia de dislocaciones en los contornos de partículas



Fotografía 3.3

Presencia de dislocaciones en el material



Fotografía 3.4

Morfología característica de la fase Al₂Ti



II.9 Difracción electrónica:

Corresponde ahora el propósito de asegurar la existencia de las fases observadas en las aleaciones de Al-Ti-SiC.

Por tal motivo se recurre a la difracción de electrones en redes cristalinas como lo son los elementos metálicos.

Los criterios para la caracterización de las fases por difracción electrónica son los enunciados en las referencias 23 a 25.

Un breve resumen de lo que es la difracción electrónica y la manera de indexar patrones de difracción se muestra en el apéndice I.

Mientras que el apéndice II enuncia, las tablas de rayos X, tomadas de los manuales JCPDS, de las fases presentes en la aleación y establece además las relaciones de distancias entre planos atómicos para tales estructuras.

II.9.1. La fase aluminio:

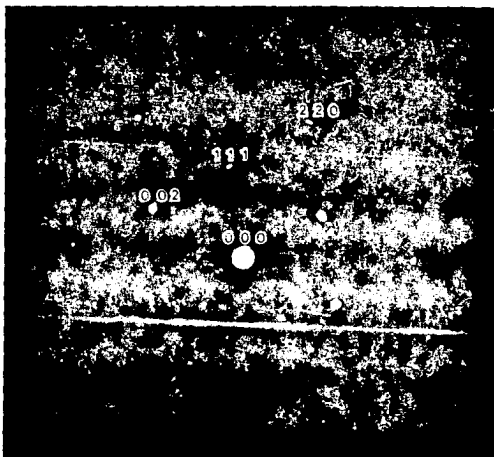
La fase aluminio, fcc, se encuentra en las aleaciones de Al-Ti-SiC de una manera predominante. Sobre todo de regiones claras.

La obtención del patrón de difracción, de esta fase, se llevó a cabo mediante las siguientes condiciones experimentales:

- c1) Voltaje de aceleración del microscopio = 100KV.
- c2) Longitud de cámara = 76 cm.

El patrón de difracción correspondiente ya indexado se muestra en la página siguiente.

Patrón de difracción de la fase aluminio fcc



II.9.2 La fase Al₃Ti:

El patrón de difracción, correspondiente a esta fase fue obtenido de regiones con un alto contenido de titanio. Correspondiente a las fases que presentan al forma de pétalos de rosa.

Las condiciones experimentales en la obtención de este patrón son las siguientes:

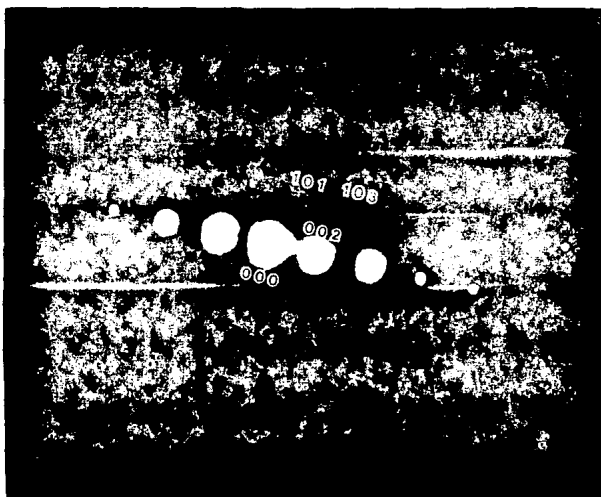
c1). Voltaje de aceleración del microscopio = 200KV.

c2). Longitud de cámara del microscopio = 60 cm.

El patrón correspondiente, ya indexado, se muestra en la siguiente página⁴.

⁴ Cortesía Dr. Julio Juárez Islas.

Patrón de difracción de la fase Al₃Ti Tetragonal
Corresponde a una estructura de super-red



II.9.3 La fase SiC (Carburo de silicio):

El patrón de difracción correspondiente a ésta fase, se llevó a cabo de una, del gran número de partículas dispersas, que se encuentran en la aleación.

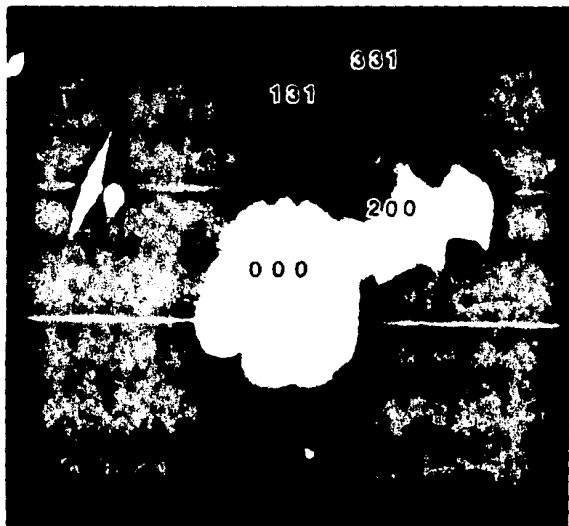
Las condiciones experimentales tomadas en cuenta fueron que:

- c1) Voltaje de aceleración del microscopio de: 200KV.
- c2) Longitud de cámara 60 cm.

El patrón correspondiente⁵ se muestra, ya indexado, en la página siguiente, el cual correspondió ser a un carburo de silicio tipo cúbico.

⁵Cortesía del Dr. Julio Juárez Islas (IFUNAM-Cuernavaca).

Patrón de difracción de la fase SIC-Cúbico



II.10 Alta resolución:

Con el fin de poder establecer los primeros resultados en cuanto a las interfases entre una partícula cerámica y una matriz metálica, una de las muestras preparadas para transmisión se observó en el microscopio electrónico de alta-resolución.

La Fotografía 4.1 mostrada en la siguiente página, muestra una resolución de red fina que predomina básicamente en toda la fotografía.

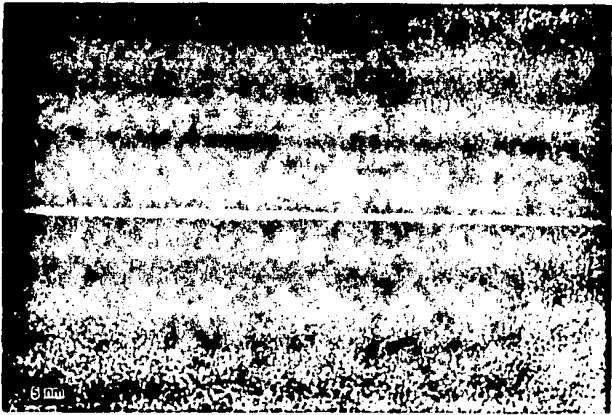
Midiendo el espaciamiento entre los planos atómicos de tal red, se encuentra la siguiente medida:

$$d = 2.314 \pm 0.060 \text{ \AA}$$

La red se puede observar bien en la fotografía.

Fotografía 4.1

Red fina de Al mostrando los planos $\{111\}$ en alta resolución



La Fotografía 4.2 muestra una región de mayor interés. Se muestra una región policristalina de una partícula de SiC enclavada en la matriz de Al-Ti. La misma situación se presenta en la fotografía 4.3.

Las medidas llevadas a cabo, reportan los siguientes valores para las distancias interplanares:

a) La red fina reporta un valor de: $d = 2.020 \pm 0.122 \text{ \AA}$

Esta red se encuentra en algunas regiones inferiores y superiores de la partícula de carburo de silicio.

b) La red gruesa reporta un valor promedio de:

$$d = 2.561 \pm 0.051 \text{ \AA}$$

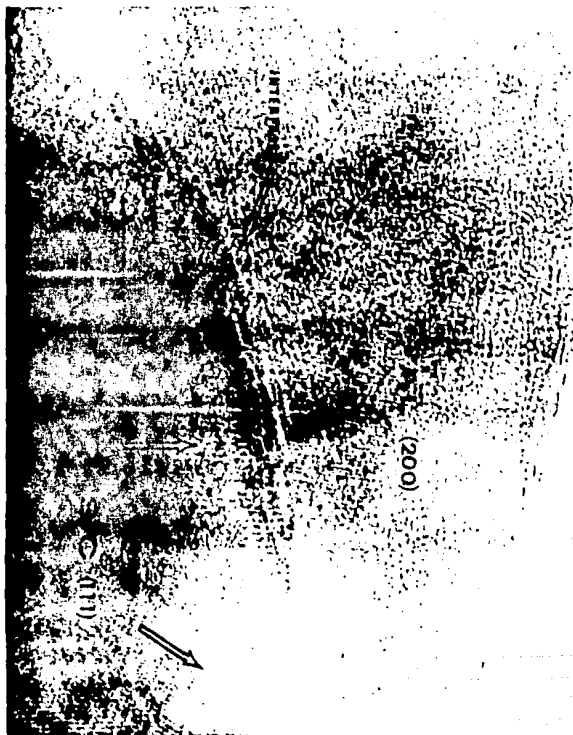
c) Dentro de la misma red gruesa se encuentra una región de ella misma en forma un poco ensanchada, quizá distorsionada y que se acerca a la interfase con la red fina por debajo de ella.

Tal presenta la siguiente distancia interplanar:

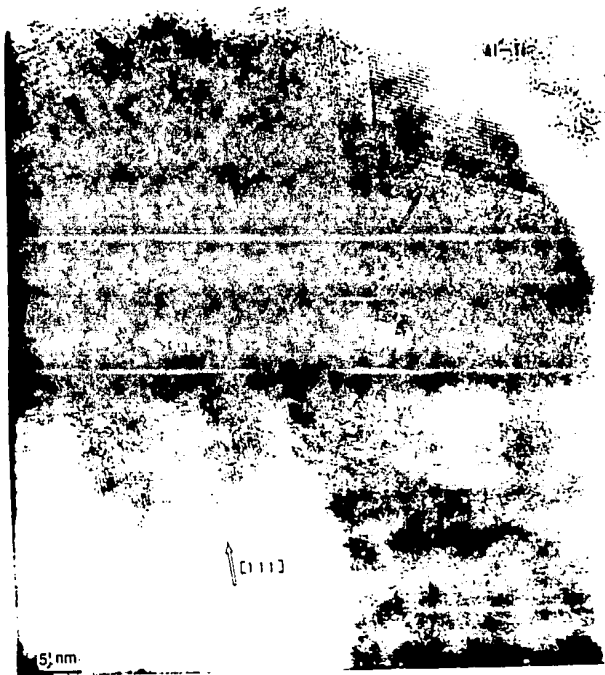
$$d = 3.333 \pm 0.143 \text{ \AA}$$

Pueden observarse en la Fotografía muy bien estas redes.

Fotografía 4.2
Interfases entre una partícula de SiC y la aleación matriz
Observada en alta resolución



Fotografía 4.3
Partícula policristalina de SiC en alta resolución



CAPITULO III

DISCUSION Y ANALISIS DE RESULTADOS

III.1 Introducción:

Se hace a continuación la discusión y análisis de los resultados obtenidos en el análisis experimental del capítulo II.

Se expone la discusión de cada uno de los temas que se muestran en el diagrama de flujo de la página 20, respetando además el orden en que ellos fueron tratados experimentalmente.

III.2 Diagrama de fases:

En el diagrama de fases mostrado anteriormente, pág. 25, se hace el análisis considerando que la aleación enfría lentamente, desde una alta a una baja temperatura.

Esto se hizo así para poder dar lugar a la formación de la fase intermedia Al_3Ti . Apareciendo en los límites de grano cristalino de la matriz de aluminio.

Rigurosamente esto no es cierto en el caso de la elaboración de las aleaciones de Al-Ti. Ya que como se sabe estas son elaboradas a través del proceso de atomización.

La razón es que en el momento de ser ellas arrojadas por el gas atomizante sufren un sobreenfriamiento, constituyendo más bien a partir de este momento un fenómeno de solidificación rápida. (Ref. 7.15.26).

III.3. Distribución de gotas atomizadas:

El polígono de frecuencias mostrado en la página 28, que establece el tamaño de las gotas atomizadas, muestra un gran rango de tamaños.

Sin embargo se puede apreciar que existe una deficiencia de ellas en el rango de 10 a 11 micras. Esto se puede atribuir a la posición que ocupó la región que se analizó con respecto a la deposición total del material cuando fue elaborado.

Por otro lado, a pesar de que la Figura 4, de la página 13, muestra el estado de llegada para una gota de 142 μm , las fotografías de las gotas atomizadas nos permiten inferir que nos encontramos en el mismo caso, aproximadamente.

Es decir, las gotas solidifican antes de impactarse también. Como consecuencia de este hecho, se presentan un gran número de espacios y poros, dando cavidad posiblemente al impregnamiento de átomos del gas atomizante en esas regiones, del cual se muestran trazas en el análisis químico.

De entre otras características, presentan una gran simetría esférica, atribuida a la tensión superficial de la aleación fundida.

Las gotas poseen una superficie rugosa, conteniendo al parecer granos celulares diminutos.

Algunas gotas se encuentran unidas. Esta unión puede llevarse a cabo cuando las gotas se encuentran en estado líquido parcial durante el vuelo o bien durante la deposición.

III.4. Distribución de partículas de SiC:

La Fotografía referente a la distribución de partículas de SiC, de la página 30, lo mismo que el polígono de frecuencias mostrado en la página 31 permite afirmar una gama amplia en el tamaño de éstas.

Las fotografías muestran además la acumulación predominante en los límites de las gotas atomizadas al realizar un corte en ellas. Así como en las fronteras de los granos celulares.

Esto podría atribuirse a decir que las partículas de carburo, no penetran en las gotas atomizadas durante el vuelo o en la región de deposición, como consecuencia de que las gotas se encuentren parcialmente solidificadas. O bien las que lo hacen, es decir las que sí penetran, que al parecer son muy pequeñas, constituyen una fuente para la formación de los granos celulares, como consecuencia de un fenómeno de solidificación.

III.5 Composición química :

El análisis químico hecho por EDS en transmisión como en barrido, presentan los siguientes resultados.

- a). Se presenta un valor de 2.27 %wt Ti en solución sólida con la matriz de aluminio.
- b). Se muestran trazas de Silicio en las partículas dispersas arrojando un valor de 8.085 % wt.
- c). Las regiones de la fase intermetálica Al₃Ti, presenta 25.21% wt Ti

Sin embargo teóricamente se debería de obtener 70.05% wt Si y un valor de 37.17% wt Ti en la fase intermetálica. Lo cual no se ve. Las medidas al parecer no son muy confiables por esta técnica, quizá a errores experimentales cometidos.

En cuanto a la cantidad de Ti en solución sólida con la matriz de aluminio, el cálculo hecho por parámetro de red, reporta un valor comprendido entre: 0.258 y 1.333 % wt Ti. Lo cual parece un poco más razonable del valor obtenido por EDS.

Sin embargo una medida precisa no se reporta, y al parecer un mejor análisis debería de llevarse a cabo⁶.

III.6 Difracción de rayos X:

El espectro de rayos X que se muestra en la página 38 permite afirmar que las fases presentes en la aleación Al-Ti-SiC, son las siguientes: Aluminio (Al), el compuesto intermetálico (Al₃Ti) y Carburo de Silicio (SiC), al parecer de distintos tipos como son estructuras hexagonales y cúbicas.

Esto se desprende de considerar las intensidades observadas y reportadas en las tablas JCPDS, así como de los ángulos entre las reflexiones de las fases presentes.

III.7 Preparación de muestras:

La curva corriente-voltaje, obtenida durante la preparación de muestras, establece cuales deben de ser las condiciones de corriente y voltaje, mostrada en la página 40.

Al parecer las condiciones óptimas, (Ref.21), se encuentran en el rango de 5 a 8 mA y de 3 a 6 Volts. Es esta zona en donde se desarrolla el máximo pulimiento, dejando una superficie muy pulida y muy brillante.

Las muestras se preparaban, buscando lo más posible, satisfacer las condiciones dadas por la curva.

⁶ Podría constituir un tema de mayor investigación.

III.8 Observación de fases y defectos:

Las Fotografías 3.1 a 3.4 mostradas en las páginas 42 y 43 muestran algunas características que deben de mencionarse:

La Fotografía 3.1 muestra la presencia de partículas de carburo de silicio en forma predominante en los límites de grano. Lo cual al parecer son estas las responsables de la formación de los granos en el material. Sin embargo el hecho de que se acumulen en esas regiones repercute de una manera no satisfactoria en cuanto a propiedades mecánicas de la aleación. (Ref.1).

La Fotografía 3.2 muestra además la presencia de un gran número de dislocaciones que se acumulan en los contornos de las partículas. Es posible pensar que debido a la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre la partícula dispersa y la aleación matriz, del orden de cinco, sean estas las que generen la presencia de estas dislocaciones en los contornos de ellas mismas. Esto es debido a los posibles esfuerzos que existan en la interfase durante el enfriamiento. Pero esto es sólo una suposición. (Refs.4.5).

La Figura 3.3 muestra un mayor número de dislocaciones y además al parecer presenta partículas de carburo entre las mismas dislocaciones.

Por último, la Figura 3.4 representa una forma un tanto extraña de la fase Al_3Ti , la cual precipita en estos materiales, en forma de pétalos de rosa, así como en formas alargadas.

III.9 Difracción electrónica:

Se discute a continuación la manera en que se llevó a cabo la indexación de los patrones de difracción obtenidos.

III.9.1 La fase aluminio:

Debido a que el patrón presenta una geometría regular, se tomaron dos puntos de él y se midieron las distancias al centro correspondientes. Esto, junto con las condiciones de obtención del patrón, da lugar a distancias interplanares para las reflexiones de ciertos planos atómicos. Los cuales se buscan en las tablas de rayos-X, ver apéndice II.

De esta manera se seleccionaron aquellas más cercanas a los valores obtenidos. A manera de comprobación se procedió a medir el ángulo entre los puntos en forma experimental y se comprobó en forma teórica para los planos seleccionados, mediante las fórmulas para los cosenos de los ángulos mostrados también en el apéndice II.

III.9.2 La fase Al₃Ti:

Dadas las condiciones del patrón de difracción, el cual se presenta de una manera muy regular, se pudo determinar la presencia de la fase intermetálica, correspondiente a estructura de super-red.

La indexación se llevó a cabo de una manera similar a la de la fase aluminio, en base a las distancias así como a los ángulos.

III.9.3 La fase SiC:

Dadas las condiciones de obtención del patrón de difracción se procede a medir las distancias interplanares. Además en base a los ángulos se pudo determinar que la estructura corresponde a un carburo de silicio tipo cúbico.

III.10 Alta resolución:

Los resultados presentados en cuanto a alta resolución, permiten afirmar que se encontró una partícula policristalina de SiC, mostrando los planos (111) en varias direcciones, si se tratara de un carburo de silicio cúbico. Sin embargo no se descarta la posibilidad de que se trate de un carburo de silicio de estructura hexagonal en otros planos atómicos.

Además se encontraron dos redes finas que bien pueden corresponder a la estructura de aluminio en los planos (111) y (200).

Las observaciones hechas a la interfase entre la partícula y la matriz revelan las siguientes características:

c1). En algunas regiones de la interfase existe continuidad, en cuanto a la dirección de los planos presentados. Sin embargo no existe en ningún lado coherencia alguna.

c2). En la región en que existe continuidad, al parecer la red del carburo, se halla un poco más ensanchada que en otras direcciones.

c3). En todos los casos la red fina de aluminio, emerge de regiones por debajo de la partícula.

c4). En algunas regiones la interfase se muestra delgada, mientras que en otras se muestra un poco gruesa, al parecer no es completamente uniforme. Existe deformación entre la red del carburo y la región de la red fina de aluminio. Pero esta se encuentra más gruesa entre la red del carburo y la solución sólida de la matriz de Al-Ti.

c5). Al parecer, muestra en algunas regiones un buen enlace, cuando se encuentran ambas redes, la de aluminio y la del carburo, ya que la interfase se muestra delgada, pero existen otras zonas donde se muestra lo contrario.

CAPITULO IV

CONCLUSIONES

Conclusiones generales

Se muestra a continuación la serie de conclusiones que se desprenden de todo lo anteriormente desarrollado.

1. El modelo de atomización constituye un proceso que brinda buenas perspectivas para la preparación de nuevos materiales metálicos.

2. La morfología superficial de las aleaciones Al-Ti-SiC muestra una serie de gotas perfectamente definidas y de una variedad de tamaños.

3. Existe una acumulación predominante de partículas de carburo de silicio en las fronteras de gotas atomizadas, así como en las fronteras de grano cristalino. Debido a un fenómeno de solidificación.

4. Se cuantifica la composición de Titanio en solución sólida en la matriz de aluminio, encontrándose un valor de 2.27% wt.

El cálculo se llevó a cabo además a través del parámetro de red de la matriz de aluminio, obteniéndose un valor comprendido entre 0.258 y 1.333 %wt de Ti. Estos resultados sugieren un mayor trabajo en cuanto a la cuantificación química del material.

Se muestra además la presencia de la fase intermetálica, así como de las partículas dispersas de carburo.

5. A través de difracción de rayos-X se encuentran las siguientes fases: Aluminio, El intermetálico Al₃Ti y las partículas de dispersión de SiC, de tipo cúbico y hexagonal.

6. Las observaciones microscópicas revelan una mayor acumulación de dislocaciones en los contornos de las partículas de carburo de silicio. Lo cual hace pensar que son estas las generadoras de ellas.

7. Mediante difracción electrónica se encuentran las siguientes fases en estos materiales:

Aluminio, con estructura fcc.

Al₃Ti, con estructura de super-red de tipo tetragonal.

SiC, con estructura cúbica.

8. Se analiza la interfase que existe entre la partícula cerámica y la aleación matriz. Las observaciones permiten decir lo siguiente:

Se trata de un SiC policristalino, presentando los planos (111), si se trata de un carburo cúbico u otra serie de planos si se tratara de un carburo hexagonal.

Se muestra una red fina que corresponde a la red de aluminio en los planos (111) y (200).

En algunas regiones existe continuidad entre la red de SiC y la red de Al, presentando en ciertos lugares un ensanchamiento de la red de SiC.

La interfase presenta zonas delgadas, cuando existe y se ve con claridad tanto la red de Al como la red de SiC. No es así, sin embargo, en otras regiones.

Al parecer se podría atribuir un "buen enlace" en las regiones de interfase delgada, y lo contrario en las regiones de interfase deformada así como de secciones gruesas. esto se infiere únicamente en cuanto a la geometría.

Por otro lado, debido a la característica poco regular de la partícula de dispersión, esto influiría en un efecto negativo, aminorando así una sospecha de un buen enlace.

Como conclusión, estudio de las interfases sigue siendo aún un tema por estudiar, sobre todo en los materiales compuestos en los que la partícula de dispersión es un material cerámico.

APENDICE I

Difracción electrónica

Para poder determinar la estructura atómica de los sólidos se emplean los métodos de difracción. Dentro de los cuales se encuentran:

- a). El Roentgenográfico.
- b). El Electronográfico.
- c). El neutronográfico.

Todos estos métodos se basan en en los principios generales de la difracción de las ondas o partículas al pasar a través de una sustancia cristalina. (Ref.27).

En la difracción electrónica, se explota el hecho, de que tanto la luz como los electrones, obedecen ecuaciones de onda similares. (Ref.25).

La propagación de la luz en el vacío se halla dada por la ecuación:

$$\nabla^2 \psi = 1/c^2 \partial^2 \psi / \partial t^2 \quad (1)$$

En donde ψ representa el campo eléctrico o magnético de la onda. Si suponemos que podemos escribir ψ de la siguiente manera:

$$\psi = \phi(x,y,z) \exp(2\pi i \omega t) \quad (2)$$

$\phi(x,y,z)$ deberá satisfacer la ecuación de onda estacionaria siguiente:

$$\nabla^2 \phi + 4\pi k^2 \phi = 0 \quad (3)$$

La solución a la ecuación (3) se halla dada por una superposición de términos como se muestra a continuación:

$$\phi = \int \Lambda(u,v) \exp(-2\pi i(ux+vy+wz)) du dv \quad (4)$$

En el plano $z = 0$ (4) tiene una forma similar a la Transformada de Fourier, de modo que :

$$\phi(x,y,0) = F^{-1}(\Lambda(u,v))(x,y,0). \quad (5)$$

Para calcular $\phi(x,y,0)$, empleamos la aproximación de Kirchhoff, la cual en $z=0$ suponemos que hay un objeto. La amplitud en $\phi(x,y,0)$ es igual a:

$$\phi(x,y,0) = T(x,y)\phi_0(x,y,0) \quad (6)$$

En donde ϕ_0 es la amplitud que habría en $z = 0$ si el objeto no existiera y $T(x,y)$ es una función compleja que depende del objeto.

No es difícil demostrar que si un objeto de transmisión $T(x,y)$ es iluminada por una onda plana, la amplitud a una distancia R está dada por:

$$\phi(x,y,R) = T(x,y) * \exp(-\pi i/R(x^2 + y^2)) \quad (7)^7$$

La amplitud calculada por (7), recibe el nombre de Patrón de Difracción de Fresnel.

Tampoco es difícil mostrar que si tenemos un arreglo periódico de puntos, que simulan ser las posiciones atómicas de un arreglo cristalino, como lo es un metal, el patrón de difracción consistirá de un arreglo de puntos. Esta es la conclusión importante de que se parte para poder identificar fases cristalinas.

⁷ El símbolo * se refiere a la integral de convolución.

APENDICE II

Tablas de difracción de rayos-X

Se muestran a continuación las tablas JCPDS. para las estructuras cristalinas de Al-fcc, Al₃Ti-tetragonal y SiC-cúbico. Se muestran además los espaciamientos interplanares así como los ángulos entre los planos atómicos para las redes cristalinas más conocidas. (Ref. 25).

4-0787 MINOR CORRECTION

d	2.34	2.02	1.72	1.54	Al
hkl	100	01	11	100	Aluminum
Ref. Cade	1.5403	Cell	Form B		
Ref. C. C. DIFFRACTOMETER			6 mm. dia.		
Ref. STANBON AND TATGE, J.C. FEL.			REP. 111, NBS		
			1950		
Bye Cubic			E.C. C ₂ - Face		
a = 4.0494	b	c	A	A	C
Ref. Irid.			Y	Z	4
Ex	no #	fy	Sign		
IV	D ₂ 1.017 ap	Color			
Ref. Irid.					
SAMPLE PREPARED AT NBS. 99.9+ % AL					
AT 22°C					
TO REPLACE 1-1176, 1-1179, 1-1180, 3-1179, 3-2932					
d Å	1/L	MM	θ Å	1/L	MM
2.339	100	111			
2.294	67	100			
1.671	22	120			
1.281	24	111			
1.1990	7	222			
1.0124	2	400			
0.9289	8	331			
.9055	8	420			
.8264	8	422			

37-1449



Al ₂ Ti	d Å	Int	hkl	d Å	Int	hkl
Aluminum Titanium	4.29	15	002			
	3.515	30	101			
	2.725	15	110			
	2.301	100	112-103			
	2.146	50	(04)			
	1.9269	95	210			
	1.6892	15	211			
	1.4763	5	213			
	1.4341	70	204			
	1.3629	55	220			
	1.2666	40	116			
	1.1717	65	303,312			
Ref. CoKa ₁ λ 1.540596 Filter Mono. θ - ω Gummert Cut off Int. Debye-Scherrer θ max.						
Ref. Norby, P., Department of Inorganic Chemistry, Aarhus University, Denmark. <i>Private Communication</i> , (1986)						
Sys. Tetragonal S.G. I4mm (139) a = 3.837(3) b c = 3.5839(13) A C 2.2274 α β γ Z 2 mp						
Ref. Norby, P., Nordlund Christensen, A., <i>Acta Chem. Scand., Ser. A</i> , 48 157 (1966)						
D ₂ 3.357 D ₂₀ SSFOM F ₁₂ = 33 Å (0161,22)						
Germanium used as internal standard. PSC: 118. To replace 26-39.						

29-1129

SiC	d Å	Int	hkl	d Å	Int	hkl	
Silicon Carbide	2.52	100	111				
	2.18	30	200				
	1.5411	35	220				
	1.3140	25	311				
	1.2583	5	222				
	1.0893	5	400				
	0.9999	10	331				
	0.9748	5	420				
	0.8885	5	422				
	0.8387	5	511				
	Ref. CoKa ₁ λ 1.54178 Filter Mono. θ - ω Cut off Int. Debye-Scherrer θ max.						
	Ref. Bond, J., Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA., <i>ICPEDI Green-in-Aid Report</i> , (1977)						
Sys. Cubic S.G. Fm $\bar{3}m$ (216) a = 4.3580 b c A C α β γ Z 4 mp							
Ref. Bond, J.							
D ₂ 3.216 D ₂₀ 80-9000 F ₁₃ = 37.6(0.027,10)							
Cedar Yellow-dyes Reactions from PPG Industries, Inc., Submicron SiC - lot no. 372-652. Zinc sulfide structure type. SiC polytype. Silicon used as internal standard. PSC: 098. To replace 1-1119.							

Sistema cristalino

Espaciamento interplanar

Angulo entre $(h_1 k_1 l_1)$ y $(h_2 k_2 l_2)$

Cúbico

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2}$$

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}$$

Tetragonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\cos \phi = \frac{\left(\frac{h_1 h_2 + k_1 k_2}{a^2}\right) + \left(\frac{l_1 l_2}{c^2}\right)}{\sqrt{\left[\left(\frac{h_1^2 + k_1^2}{a^2}\right) + \frac{l_1^2}{c^2}\right] \left[\left(\frac{h_2^2 + k_2^2}{a^2}\right) + \frac{l_2^2}{c^2}\right]}}$$

Ortorrómico

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\cos \phi = \frac{\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\sqrt{\left[\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right)\left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)\right]}}$$

Hexagonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{3} \left(\frac{h^2 + k^2 + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + \left(\frac{h_1 k_1 + k_1 h_1}{2}\right) + \frac{3a^2}{4c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left[(h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3a^2}{4c^2} l_1^2)\right] \left[(h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3a^2}{4c^2} l_2^2)\right]}}$$

Rombohedral

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} \left\{ \frac{[1 + \cos 2\alpha](h^2 + k^2 + l^2) - (1 - \sin^2 \alpha) 2(hk + k l + l h)}{(1 + \cos 2\alpha - 2 \cos^2 \alpha)} \right\}$$

Monoclinico

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} \left(\frac{h^2}{\sin^2 \beta} \right) + \frac{k^2}{b^2} + \frac{1}{c^2} \left(\frac{l^2}{\sin^2 \beta} \right) - \frac{2h l \cos \beta}{a c \sin^2 \beta}$$

APENDICE III

Factores de corrección en el análisis químico en el M. E. T.

El procedimiento normal en microanálisis, es el de comparar la rapidez de conteo para un elemento dado, primero del área sobre la muestra bajo análisis, después de un estándar del elemento puro o de una aleación, cuya composición es conocida en forma exacta. (Ref.28).

La razón de las intensidades del material desconocido al estándar, se denota por k , y es la medida experimental básica.

Para obtener una mejor exactitud en la precisión de la medida debe de tenerse mucho cuidado, para excluir las fuentes de error. Para ello es necesario entender el proceso involucrado en la emisión de rayos-X de sólidos, cuando ellos son bombardeados con electrones.

Las diferencias en la emisión de rayos-X de un elemento cuando se halla rodeado por elementos similares, a cuando se halla rodeado por cualquier combinación de elementos puede ser expresado como un factor de corrección aplicado a los valores experimentales de k .

Las siguientes correcciones, debido a procesos físicos son generalmente aplicables.

1). Corrección de los electrones retrodispersados: Una cierta fracción de los electrones incidentes son retrodispersados de la superficie, de modo que ellos quedan ausentes de producir rayos-X en la muestra. La fracción se incrementa con el número atómico de Z y es por tanto una función de la composición química.

2).Corrección del poder de frenado: Esto se encuentra relacionado a la eficiencia en la producción de rayos-X y de nuevo, del número atómico de la muestra. Esta corrección, junto con la 1), se tratan ambas como la corrección del número atómico.

3).La corrección de absorción: Los rayos-X son generados a varias profundidades a través del volumen de interacción. La intensidad que escapa de la muestra es sin embargo dependiente de la cantidad de absorción que ellos experimentan durante su paso a la superficie. Esto dependerá del tamaño del volumen de interacción y de la absorción del material y de la longitud de onda de los rayos-X que están siendo examinados.

4).Corrección de la fluorescencia características: Los rayos-X son producidos por otros rayos-X, así como por electrones. La emisión de una línea característica será causada por el haz primario y por cualquiera de las líneas características de otros elementos en la muestra que tengan suficiente energía. De nuevo la magnitud de este efecto depende de la composición de la muestra.

En conclusión existen varias correcciones que deben de tomarse en cuenta en el análisis químico a través de la emisión de rayos-X de un sólido. De alguna manera esto limita mucho la certeza de una medida, cuando las condiciones experimentales no son las adecuadas.

APENDICE IV

Aplicaciones de materiales compuestos

Algunas de las aplicaciones se encuentran en la industria de la fuerza aérea, así como en la industria automotriz, entre otros. En éstas se tienen dos problemas a resolver que demandan soluciones en el campo de la ciencia de los materiales. (Ref.10).

El primero de tales es la necesidad de operar ciertas partes de una máquina o motor a altas temperaturas de gases.

El segundo es el de tener elementos ligeros en peso, para así poder reducir los esfuerzos de operación en partes como son: Ejes, Anillos y Estructuras de Soporte.

Materiales candidatos a la solución a tales problemas deben de poseer entre otras características la de una resistencia a la oxidación a altas temperaturas así como de tener baja densidad.

Los compuestos intermetálicos de los Aluminidos de Titanio son particularmente convenientes a estas necesidades debido a que poseen una estructura cristalina ordenada.

De entre las propiedades que poseen se encuentran:

1. La retención de un Módulo de Young alto con la temperatura. Esto es debido al fuerte enlace entre los dos tipos de átomos.
2. Resistencia Estática, Resistencia a la Fatiga y Resistencia al Creep. Debido a la alta energía de activación que poseen las aleaciones ordenadas.
3. Resistencia a la Oxidación.

La tabla siguiente compara las propiedades de algunos aluminidos con las aleaciones en base de Titanio y con las superaleaciones en base de Niquel.

TABLA DE DATOS

Propiedades de Aleaciones a altas Temperaturas

	Base Ti	Ti ₂ Al	TiAl	Superaleaciones
Densidad (g/cm ³)	4.5	4.15-4.7	3.76	8.3
Módulo de Young (GN/m ²)	110-96	145-110	176	206
Max.Temp.Creep (°C)	538	815	1038	1093
Max.Temp.Oxidación (°C)	593	649	1038	1093
Ductilidad -Operación (%)	alto	5-8	7-12	10-20

La resistencia a la oxidación de Al₂Ti es mucho mejor que la resistencia de TiAl (Ref.11). Además de que puede ser empleado como material de recubrimiento contra la oxidación en aleaciones en base de Titanio y TiAl.

A la fecha se han elaborado materiales como anillos de soporte, hojas de turbinas con intermetálicos de TiAl y Al₂Ti. De estos materiales algunos de ellos se encuentran todavía a prueba mientras que otros ya se están empleando. Lo que se espera es que estos materiales se empleen completamente en un futuro cercano.

Mediante otros procedimientos de elaboración de Materiales Compuestos, en las cuales emplean whiskers o fibers de SiC es posible controlar la orientación de estas partículas.

Al someter al material a una carga en la dirección de los reforzamientos es posible conseguir una resistencia a la tensión de hasta 1462MPa. (Ref.18)

Se consigue con esto una deformación de 0.89 y un valor de Poisson de 0.268.

Cuando la carga se encuentra en la dirección perpendicular a los reforzamientos los valores caen muy drásticamente a valores tan bajos como: 86.2 Mpa de tensión máxima, 0.08 de deformación y una razón de Poisson de 0.124.

De aquí se deduce que la orientación de los reforzamientos es algo muy decisivo que debe de tomarse en cuenta. Si se pretenden conseguir buenas propiedades.

Los materiales compuestos de Titanio con Carburos de Silicio, alcanzan resistencias a la tensión por arriba de los 1380 Mpa, aún en trabajo térmico extendido.

Existen además materiales compuestos, de Magnesio con SiC y de Cobre con SiC, pero estos comienzan a estudiarse.

BIBLIOGRAFIA

1. An Introduction to Engineering Materials
Nix, Barret, Tetelman. McGraw-Hill.
2. Effects of SiC Whiskers and Particles on Precipitation in
Aluminium Matrix Composites.
John M. Papazian. Met. Trans. A Dec. 1988.
3. Deformation of SiC/Al Composites.
Y. Floom and R. Arsenault. Journal of Metals. July 1986.
4. Interfacial Bond Strength in an Alloy 6061-SiC Composite.
Y. Floom and R. Arsenault. Mat. Science & Engineering. 1985.
5. Processing of Al-Li-SiCp using Variable Co-Deposition of
Multi-Phased Materials.
M. Gupta, F. Mohamad and E. Lavernia.
In Conference Proceedings of International Symposium on Advances
in Processing and Characterization of Ceramic and Metal Matrix
Composites. Halifax, Canada, Aug. 1989.
6. Non-Equilibrium Phase Distribution in an Al-SiC Composite.
S. Nutt and W. Carpenter. Mat. Science & Engineering. 1985.
7. A Mathematical Model of the Spray Deposition Process.
E. Gutierrez, E. Lavernia, G. Trapaga, J. Szekely and N. Grant.
Met. Trans-A. Jan, 1989.
8. Calculation of the Titanium-Aluminium Phase Diagram.
J. Murray. Met. Trans-A. Feb. 1988.
9. Constitution of Binary Alloys.
Hansen. McGraw-Hill.
10. Titanium Aluminides-An Overview.
H. Lipsitt. M. R. S. Symposia Proceedings Vol. 39. April, 1985.

11. Oxidation Resistance of Intermetallic Compounds, Al₃Ti and TiAl.
Y. Umakoshi, M. Yamaguchi, T. Sakagami, T. Yamene.
Journal of Materials Science. Vol 24, 1989.
12. Refractory Materials.
A Series of Monographs.
John L. Margrave, Editor. Academic Press, 1988.
Vol. 3 Ceramic Fibers and Fibrous Composite Materials.
H. W. Rauch, W. H. Sutton.
13. Modern Composites Materials
Broutman, W. Lawrence and Richard H. Krock.
Reading Mass., Addison-Wesley 1967.
14. Discontinuous Ceramic Fibers, MMC's.
Milton W. Toat.
15. A Fundamental Study of the Microstructure of Al-Ti-SiCp
Materials Using Variable Co-Deposition of Multi-Phased
Materials.
T. Chanda, W. E. Frazier, F. A. Mohamed and E. J. Lavornia.
Materials Section, Department of Mechanical Engineering,
University of California, Irvine.
16. Heat Transfer.
Holman. McGraw-Hill.
17. Transfer Phenomena in Metallurgy
Geiger and Poirier. 1973. Addison Wesley Publishing Co.
18. Composites
A. S. M.
19. Hernández Reyes Roberto, " Microscopía de Reflexión en un
Microscopio Electrónico de Transmisión Convencional y
Algunas Posibles Aplicaciones al Estudio de Superficies de
Materiales".
Facultad de Ciencias, México, 1988.

20. Automatic Unit for Thinning Transmission Electron Microscope Specimens of Metals.
R. Schoone, A. Fischlone.
The Review of Scientific Instruments, Vol. 37.
21. Specimen Preparation in Materials Science.
P. J. Goodhew.
Practical Methods in Electron Microscopy.
22. Al-Rich Metastable Al-Ti Solid-Solutions.
A. Tonejc and A. Bonefačić.
Scripta Metall. Vol. 3 1969.
23. Formación de Imágenes en el Microscopio Electrónico.
Rafael Angel Barrio Paredes.
Cuadernos del I. I. M., U. N. A. M.
24. Notas sobre la forma de Indexar un Patrón de Difracción de Electrones.
Curso de Microscopía Electrónica, Septiembre de 1988.
Victor M. Castaño.
Instituto de Física U. N. A. M.
25. Notas de Microscopía Electrónica.
M. J. Yacamán, A. Gómez, D. Romou, R. Rioja.
Instituto de Física. U. N. A. M., 1981.
26. Numerical Treatment of Rapid Solidification.
T. W. Clyne. Met. Trans-B. June, 1984.
27. Física del Estado Sólido.
P. V. Pavlov, A. F. Joflov.
MIR, Moscú.
28. Microscopy of Materials.
D. Bowen and C. Hall.
The Macmillan Press LTD, 1975.