



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

**“PRODUCCIÓN DE ESPUMAS METÁLICAS BASE Al-Fe-Cu POR TRATAMIENTO TÉRMICO”**

**T E S I S**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**PRESENTA:**

JOSÉ MANUEL HERNÁNDEZ SOTO

**TUTOR PRINCIPAL**

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM

**COMITÉ TUTOR**

DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM

DR. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES  
FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

MÉXICO, CDMX, 2018



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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 esta 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.

## AGRADECIMIENTOS

Al instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) por haberme proporcionado un sitio de conocimientos y estudios. Además, por haberme facilitado el acceso a los laboratorios y al uso de instrumentos que ayudaron a mi desarrollo profesional en el área de materiales metálicos.

Agradezco el apoyo económico otorgado durante mis estudios de maestría ofrecido por el programa CONACYT con número 432518. Al igual se agradece al apoyo económico otorgado por la UNAM-DGPA-PAPIIT, No. IN101016 que financió este proyecto.

A la coordinación de estudios de posgrado (CEP) por el apoyo de movilidad internacional por el financiamiento para asistir al congreso internacional POLYMAT.

Al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por su apoyo incondicional durante la elaboración del presente trabajo, además de haberme dado la oportunidad de trabajar y de formar parte de su equipo de investigación.

Al Dr. Bernardo Hernández Morales y al Dr. José Gonzálo González Reyes por ser parte del comité tutor, sus comentarios y enseñanzas me ayudaron a continuar el presente trabajo.

A todo el jurado asignado: Dr. Miguel Ángel Hernández Gallegos, M. en C. Adriana Tejeda Cruz, Dr. Miguel Ángel Suárez Rosales y al Dr. Antonio Enrique Salas Reyes por todas sus aportaciones, correcciones y sugerencias durante la revisión de este trabajo.

Se agradece la ayuda y el apoyo técnico de: A. Tejeda, C. Flores Morales, G.A Lara, A. Reyes, C. González, J.M García, F. García, A. López Vivas, C. Ramos, F. Silvar y O. Novelo,

## DEDICATORIAS

Con amor, cariño y dedicación a mis padres Luz María Soto Guerrero y Raúl Hernández Villanueva.

En memoria de mis abuelitos: Ana María Guerrero de Soto, José Soto López y Manuel Hernández.

Con todo mi amor a toda mi familia, en especial a José Luis Soto, Florina Soto, Ma. Teresa Soto y Ana Soto. A mis primos Luis Fidel y Gaby Soto.

A mi tío José Luis Soto Guerrero por ser un modelo a seguir, por todo su apoyo incondicional, sus enseñanzas y su amistad que me ha brindado durante toda mi vida.

A mis compañeros de laboratorio: Mauricio Cristobal, Victor Aranda, Javier Cadena, Jonathan Zamora, Mauro Castro y Eliezer Hernández.

A mis amigos: Javier Martínez, Amet Rivas, Edgar Leyva, Eduardo Garrido, Mary Carmen, Pamela Ramírez, Pablo Becerra, Raúl Nieves, Rodrigo Maya, Lili Caiceros y César Fernández.

## Resumen

Este trabajo se basa en la producción de espumas metálicas base Al-Fe-Cu, mediante el uso de un tratamiento térmico, que tiene como objetivo producir el mayor porcentaje de porosidad posible. En este trabajo que parte del estudio de los cuasicristales, se hace un análisis exclusivo de las fases obtenidas por dicho tratamiento y al mecanismo que favorece las condiciones de porosidad.

En particular, se estudiaron 3 aleaciones cuyas composiciones fueron: (1)  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ , (2)  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  y (3)  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ ; obteniendo los mejores resultados para aquellas que fueron tratadas térmicamente y cuya microestructura está conformada principalmente por la fase cuasicristalina "i"; su composición estequiométrica es  $Al_6FeCu_2$ . Este trabajo se dividió en dos etapas: la primera etapa consistió en el estudio de las aleaciones antes del tratamiento térmico y en la segunda etapa se hicieron los estudios después del tratamiento térmico.

Durante la primera etapa, se fabricaron las aleaciones de Al-Fe-Cu y de ésta se cortaron secciones rectangulares. Posteriormente, se obtuvieron los patrones de difracción de Rayos X. Con los patrones de difracción de Rayos X, se identificaron las fases ( $\iota - Al_6Cu_2Fe$ ,  $\lambda - Al_3Fe_4$ ,  $\theta - Al_2Cu$ ,  $\beta - AlFe$ ,  $\omega - Al_7Cu_2Fe$ , y  $\phi - Al_{10}Cu_{10}Fe$ ) y éstas fueron corroboradas con los diagramas de fases reportados en la literatura, obteniendo una gran similitud entre las fases obtenidas y las reportadas en la literatura.

Como parte complementaria, empleando microscopía electrónica de barrido se obtuvieron las micrografías y se realizó el análisis elemental para la identificación de fases. Esto último se obtuvo mediante un cálculo estequiométrico. Finalmente se compararon los valores teóricos y experimentales para asignar el subíndice correspondiente a la fase de estudio.

Para la obtención de los parámetros térmicos (temperatura de tratamiento térmico) y el tiempo de permanencia, se realizó el análisis térmico diferencial. Obteniendo

que los parámetros térmicos óptimos para las aleaciones fueron: (1)  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  622 °C, (2)  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  660 °C y (3)  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  de: 850 °C.

La primera etapa finalizó con el estudio de la porosidad, donde las secciones rectangulares fueron sometidas a análisis de imagen con la ayuda del software *image j*.

Para la segunda etapa se emplearon las probetas tratadas térmicamente y se realizó el mismo procedimiento, sin incluir el análisis térmico diferencial.

También se observó y se comprobó a partir de la identificación de fases (estudios de MEB y DRX) la importancia de la fase icosaedrales. Ya que las aleaciones (1)  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  y (2)  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  no presentaron fase icosaedrales, al igual que no mostraron porosidad en gran magnitud. Los valores de porosidad para estas dos aleaciones fueron 10.16% y 12.40, respectivamente.

Se demostró, que se favorece la formación de porosidad debido a la presencia de la fase icosaedrales, y se comprobó que el mecanismo que ayuda a tal efecto es la reacción peritética. Tal efecto sucedió para la aleación (3)  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ , durante el tratamiento térmico a una temperatura de 850 °C a un tiempo de 6 h,

Posteriormente se realizó el análisis de imagen, obteniendo la mayor porosidad (60%) para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico a una temperatura de 850 °C durante 6 h.

## Contenido

Resumen .....	I
Introducción .....	1
Espumas metálicas.....	1
Justificación .....	2
Hipótesis.....	3
Objetivos.....	3
Metas.....	3
Capítulo 1. Antecedentes .....	4
1.1 Diagramas de fases .....	4
1.1.1 Triángulo de Gibbs .....	5
1.2 Espumas metálicas .....	6
1.2.1 Métodos de producción de espumas metálicas .....	6
1.2.2 Aplicaciones de los materiales celulares metálicos.....	8
1.3 Concepto de Tratamiento térmico .....	8
1.4 Cuasicristales.....	9
1.4.1 Formación de la fase icosaedraI .....	11
1.4.2 Estructura de los cuasicristales en el sistema Al-Cu-Fe.....	14
1.4.3 Propiedades generales de los cuasicristales .....	15
1.5 Técnicas de análisis.....	17
1.5.1 Fluorescencia de Rayos X .....	17
1.5.2 Análisis térmico diferencial .....	18
1.5.3 Difracción de Rayos X .....	19
1.5.4 Microscopia electrónica de barrido. ....	20
Capítulo 2. Procedimiento experimental.....	21
2.1 Fabricación de la aleación maestra .....	21
2.2 Análisis de composición.....	24
2.3 Difracción de Rayos X (DRX).....	25
2.4 Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	26
2.5 Análisis térmico diferencial ATD.....	27
2.5.1 Tratamiento térmico.....	28

2.6	Análisis de imagen .....	29
Capítulo 3. Resultados y discusión .....		30
3.1	Comprobación de la composición de las aleaciones .....	30
3.2	Caracterización para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ .....	31
3.2.1	Identificación de fases mediante Difracción de rayos X antes del tratamiento térmico .....	31
3.2.2	Análisis Microestructural para la Aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ antes del tratamiento térmico .....	32
3.2.3	Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico .....	33
3.2.4	Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ después del tratamiento térmico .....	36
3.2.5	Análisis Microestructural para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ después del tratamiento térmico .....	40
3.3	Caracterización para la aleación $Al_{79}Fe_{15}Cu_6$ .....	46
3.3.1	Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X antes del tratamiento térmico .....	46
3.3.2	Análisis Microestructural para la Aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ antes del tratamiento térmico .....	47
3.3.3	Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico .....	48
3.3.4	Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ después del tratamiento térmico .....	51
3.3.5	Análisis Microestructural para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ después del tratamiento térmico .....	55
3.4	Caracterización para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ .....	61
3.4.1	Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X.....	61
3.4.2	Análisis Microestructural para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ .....	62
3.4.3	Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico .....	63
3.4.4	Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ después del tratamiento térmico .....	66
3.4.5	Análisis Microestructural para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ después del tratamiento térmico .....	68

3.5 Porcentaje de porosidad .....	71
Conclusiones .....	75
Recomendaciones y trabajo a futuro .....	76
Referencias bibliográficas .....	77
Anexo (A.1) (Ejemplo de cálculo para realizar la conversión de %atómico a %masa).....	80
Anexo (A.2) (Ejemplo de cálculo para la obtención de las fases) .....	81
Anexo (A.3) (Micrografías obtenidas por MEB y repetitibilidad) .....	83
Anexo (A.4). (Espectros obtenidos por MEB) .....	85
Anexo (A.5). (Fichas cristalográficas) .....	86

### Índice de figuras

Figura 1.1 Porción del diagrama del sistema Al-Cu-Fe a temperatura de 700 °C [9] .....	5
Figura 2.1 Porción del diagrama del sistema Al-Cu-Fe a temperatura ambiente. La x en rojo muestran las cuatro aleaciones seleccionadas [41] .....	22
Figura 2.2 Fotografía del horno de inducción .....	23
Figura 2.3 Crisol de grafito, sin recubrimiento .....	23
Figura 2.4 Sección de la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ .....	24
Figura 2.5 Fotografía del equipo de fluorescencia de Rayos X .....	25
Figura 2.6 Fotografía del equipo de difracción de Rayos X .....	26
Figura 2.7 Fotografía del microscopio electrónico de barrido (MEB) .....	27
Figura 2.8 Fotografía del equipo calorímetro diferencial.....	28
Figura 2.9 Fotografía de la mufla cilíndrica para tratamiento térmico .....	29
Figura 3.1 Patrones de difracción para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ antes del tratamiento térmico .....	31
Figura 3.2 Micrografía para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ sin tratamiento térmico .....	32
Figura 3.3 Termograma para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ .....	34
Figura 3.4 Diagrama de fases para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ .....	35
Figura 3.5 Patrón de difracción para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622 °C durante 1 h .....	36

Figura 3.6 Patrón de difracción para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622 °C durante 3 h .....	37
Figura 3.7 Patrón de difracción para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622 °C durante 6 h .....	38
Figura 3.8 Patrón de difracción para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622 °C durante 9 h .....	39
Figura 3.9 Micrografía para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622°C durante 1 h, los números muestran las zonas donde fue realizado el análisis puntual .....	40
Figura 3.10 Micrografía para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622°C durante 3 h, los números muestran las zonas donde fue realizado el análisis puntual .....	42
Figura 3.11 Micrografía para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622°C durante 6 h .....	43
Figura 3.12 Micrografía para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a 622°C durante 9 h .....	45
Figura 3.13 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ sin tratamiento térmico .....	46
Figura 3.14 Micrografías para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a 650°C durante 6 h .....	47
Figura 3.15 Termograma para la aleación $Al_{79}Cu_{16}Fe_5$ .....	49
Figura 3.16 Diagrama de fases para la aleación $Al_{79}Cu_{16}Fe_5$ .....	50
Figura 3.17 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento a 660 °C durante 1 h .....	51
Figura 3.18 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento a 660 °C durante 3 h .....	52
Figura 3.19 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento a 660 °C durante 6 h .....	53
Figura 3.20 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento a 660 °C durante 9 h .....	54

Figura 3.21 Micrografías para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 1 h .....	55
Figura 3.22 Micrografías para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 3 h .....	57
Figura 3.23 Micrografías para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}C$ durante 6 h .....	58
Figura 3.24 Micrografías para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 9 h .....	60
Figura 3.25 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ sin tratamiento térmico .....	61
Figura 3.26 Micrografía para la aleación para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ sin tratamiento térmico .....	62
Figura 3.27 Termograma para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ .....	64
Figura 3.28 Diagrama de fases para la aleación $Al_{62}Fe_{10}Cu_{28}$ .....	65
Figura 3.29 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ con tratamiento a $850^{\circ}C$ durante 3 h .....	66
Figura 3.30 Patrón de Difracción para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ con tratamiento a $850^{\circ}C$ durante 6 h .....	67
Figura 3.31 Micrografía para la aleación para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}C$ durante 3 h .....	68
Figura 3.32 Micrografía para la aleación para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}C$ durante 6 h .....	70
Figura 3.33 Imagen tratada con el software Photoshop para la obtención de la porosidad .....	71
Figura 3.34 Resultados obtenidos con el software image j.....	72
Figura 3.35 Micrografías tomadas con SEM a) Aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ fabricada mediante el método In Situ, b) Aleación $Al_{90}Mg_{10}$ fabricada por la vía de infiltración .....	73
Figura A.1 Micrografía para la aleación para la aleación $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}C$ durante 6 h .....	83
Figura A.2 Espectros obtenidos con MEB.....	85

## Índice de Tablas

Tabla 1.1 Sistemas de importancia y sus fases [10].....	6
Tabla 1.2 Algunas rutas de producción de espumas metálicas [13] .....	7
Tabla 1.3 Rutas de producción de cuasicristales [29].....	13
Tabla 2.1 Masas teóricas calculadas .....	22
Tabla 3.1 Resultados obtenidos mediante el uso del equipo de fluorescencia ...	30
Tabla 3.2 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ sin tratamiento térmico .....	33
Tabla 3.3 Reacciones que ocurren para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ durante el proceso de fusión .....	35
Tabla 3.4 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a $622^{\circ}C$ durante 1 h .....	41
Tabla 3.5 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a $622^{\circ}C$ durante 3 h .....	42
Tabla 3.6 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a $622^{\circ}C$ durante 6 h .....	44
Tabla 3.7 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ con tratamiento térmico a $622^{\circ}C$ durante 9 h .....	45
Tabla 3.8 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $650^{\circ}C$ durante 6 h .....	48
Tabla 3.9 Reacciones que ocurren para la aleación $Al_{79}Cu_{16}Fe_5$ durante el proceso de fusión.....	50
Tabla 3.10 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 1 h .....	56
Tabla 3.11 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 3 h .....	57
Tabla 3.12 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 6 h .....	59
Tabla 3.13 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$ con tratamiento térmico a $660^{\circ}C$ durante 9 h .....	60

Tabla 3.14 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ sin tratamiento térmico .....	63
Tabla 3.15 Reacciones que ocurren para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ durante el proceso de fusión.....	64
Tabla 3.16 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}\text{C}$ durante 3 h .....	69
Tabla 3.17 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ con tratamiento térmico a $850^{\circ}\text{C}$ durante 6 h .....	70
Tabla 3.18 Porcentajes de porosidad obtenidos para cada muestra .....	74
Tabla A.1 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura a) .....	84
Tabla A.2 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura b) .....	84
Tabla A.3 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura c).....	84
Tabla A.4 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura d) .....	84
Tabla A.5 Ficha cristalográfica para la fase $\lambda$ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ .....	87
Tabla A.6 Ficha cristalográfica para la fase Al.....	88
Tabla A.7 Ficha cristalográfica para la fase $\iota$ - icosaedro .....	89
Tabla A.8 Ficha cristalográfica para la fase $\alpha$ - $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ .....	90
Tabla A.9 Ficha cristalográfica para la fase $\beta$ - $\text{AlFe}$ .....	91
Tabla A.10 Ficha cristalográfica para la fase $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ .....	92
Tabla A.11 Ficha cristalográfica para la fase $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .....	93

## Listado de símbolos

Símbolo	Cantidad	Unidades
MEB	Microscopia Electrónica de Barrido	-----
DRX	Difracción de Rayos X	-----
FRX	Fluorescencia de Rayos X	-----
$t$	Tiempo	$h, s$
$V$	Volumen	$m^3$
$q$	Flujo de calor	$W m^{-2}$
$T$	Temperatura	$^{\circ}C$
$l$	Longitud	$cm$
$h$	altura	$cm$
$e$	espesor	$cm$
%atómico	Porcentaje atómico	-----
%masa	Porcentaje masa	-----
$n$	Cantidad de sustancia	$mol$
$m$	Masa	$g$
PM	Peso molecular	$g mol^{-1}$
$\theta$	$Al_2Cu$	-----
$\eta$	$AlCu$	-----
$\varepsilon$	$Al_2Cu_3$	-----
$\lambda$	$Al_3Fe_4$	-----
$\mu$	$Al_5Fe_2$	-----
$\beta$	$AlFe$	-----
$\omega$	$Al_7Cu_2Fe$	-----
$\iota$	$Al_6Cu_2Fe$	-----
$\chi$	$Al_{18}Cu_{10}Fe$	-----
$\phi$	$Al_{10}Cu_{10}Fe$	-----

## **Introducción**

En este apartado se describen los usos y procesos de obtención de las espumas metálicas; también se establecen el objetivo, la hipótesis y la justificación del presente trabajo de investigación.

## **Espumas metálicas**

Las espumas metálicas son un nuevo tipo de materiales con un amplio rango de aplicaciones debido a que son ligeras, absorben de manera eficaz los impactos, son permeables al agua, al aire y poseen baja conductividad térmica y eléctrica [1]. Una espuma metálica se define como un material poroso cuyo porcentaje de porosidad se encuentra entre los intervalos del 40 al 98% [2, 3]. Debido a la demanda de ciertas propiedades se han propuesto nuevos métodos de fabricación para controlar el tamaño y distribución de poro. Algunos de estos métodos incluyen la metalurgia de polvos, el uso de preformas o bien insuflar un gas a un baño metálico.

Sin embargo, actualmente se ha descubierto una nueva forma de producción de espumas metálicas, la cual están formadas por fases amorfas o cuasicristales [4, 5]. Los cuasicristales son de amplio interés, debido a que sus propiedades difieren de los cristales convencionales; estas propiedades son: baja conductividad eléctrica y térmica y poseen una alta dureza a temperatura ambiente [6].

La fase icosaedra presente en el sistema Al-Fe-Cu se forma a partir de una reacción peritética, en el cual, la fase líquida interactúa con ciertas fases cristalinas. Para su formación se requiere que el proceso de solidificación sea lo

suficientemente lento, sin embargo, ciertas fases que no son estables se forman durante el proceso de solidificación [7]. Posteriormente para incrementar el porcentaje de porosidad y la cantidad de fase icosaedrales se realiza un tratamiento térmico. Actualmente este fenómeno se asocia a una reacción peritética, que durante la solidificación sufre una gran contracción dando como resultado la formación de porosidad.

## **Justificación**

Los materiales cuasicristalinos ofrecen un nuevo reto a los científicos de materiales y a los ingenieros de producción. El procesamiento de estos materiales como películas finas, revestimientos gruesos, sinterizados, etc. con características reproducibles, vida útil fiable se ha convertido en un tema de interés. El estudio será a lo largo de algunas preguntas que surgen, tal como la obtención de espumas metálicas con el mayor porcentaje de porosidad, el estudio del mecanismo de porosidad involucrado y la obtención de las condiciones térmicas y temporales del tratamiento térmico.

Actualmente se ha desarrollado una nueva técnica, denominada como técnica In Situ. Esta técnica se basa en la producción de espumas metálicas sin la necesidad del uso de agentes espaciantes, espumantes o bien el uso de preformas. Finalmente, esto dará origen a un nuevo método de producción de espumas metálicas y esto a su vez amplió el rango de aplicaciones para las aleaciones que posean fases cuasicristalinas.

Por lo anteriormente estipulado se estudiará el sistema ternario Al-Fe-Cu en zonas cercanas a la fase icosaedrales. Se cree o se atribuye que la formación de esta fase propiciará al incremento de porosidad. Este mecanismo será estudiado con técnicas tales como: microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de Rayos X (DRX) y análisis térmico diferencial (ATD).

## Hipótesis

Se considera que la porosidad presente y la formación de la fase icosaedra en el sistema ternario Al-Fe-Cu podría ser originado debido a la presencia de la fase líquida y su interacción con las fases sólidas (reacción peritética).

## Objetivos

- I. Obtener espumas metálicas base Al-Fe-Cu mediante la técnica IN-SITU.
- II. Encontrar las condiciones térmicas y temporales, para la generación de alta porosidad en espumas metálicas base Al-Fe-Cu por ruta IN-SITU.
- III. Encontrar el mecanismo de formación de porosidad en el sistema Al-Fe-Cu.

## Metas

- i. Obtener los patrones de difracción para las probetas antes y después del tratamiento térmico.
- ii. Caracterizar la microestructura obtenida mediante MEB, así como realizar el análisis elemental.
- iii. Obtener las temperaturas de tratamiento térmico y los tiempos.
- iv. Calcular los subíndices asociados a cada fase a partir de los porcentajes obtenidos del análisis elemental, empleando los coeficientes estequiométricos para asignar una fórmula química y a su vez identificar la fase.
- v. Determinar el porcentaje de porosidad mediante el uso del software *imagej*.

## **Capítulo 1. Antecedentes**

En el presente capítulo se describen conceptos generales de los tratamientos térmicos, técnicas de caracterización (MEB, DRX, ATD, análisis de imagen) así como una breve descripción de los cuasicristales (su significado y su formación).

### **1.1 Diagramas de fases**

La determinación de los diagramas de fase de equilibrio es sumamente importante en la preparación de cualquier tipo de material, especialmente para la producción industrial, porque estos diagramas son una especie de mapas que, a través del campo temperatura-composición, permiten mantener una dirección hacia la microestructura esperada. En lo que respecta a los cuasicristales, sólo se dispone de unos pocos diagramas de fases en la literatura, ya que para obtenerlos se requiere de la investigación del manejo de sistemas ternarios y, por lo tanto, del análisis de un gran número de muestras.

El primer estudio extensivo del sistema ternario Al-Fe-Cu fue publicado por Bradley y Goldschmidt en 1939 [8]; estos investigadores descubrieron varias fases ternarias, incluyendo la fase icosaedral.

Para representar completamente el equilibrio de fases a una presión constante en un sistema ternario, se emplean comúnmente modelos 3D: la representación de la composición requiere de dos dimensiones, y para la temperatura se usa una tercera dimensión. El modelo empleado es un prisma triangular, en el cual la temperatura se grafica en el eje vertical, y la composición es representada como la base del prisma.

### 1.1.1 Triángulo de Gibbs

Es un triángulo equilátero, a una sola temperatura, en donde los componentes puros se encuentran localizados en los vértices. Las composiciones binarias se representan a lo largo de los ejes. Y las composiciones ternarias se encuentran dentro de área del mismo triángulo, tal como se aprecia en la figura 1.1. Este diagrama ternario a temperatura ambiente fue obtenido por Faudot et al. [9] y muestra que la fase icosaedrica puede ser obtenida dentro de los intervalos de composición  $\text{Al}_{61.75} - 64\text{Cu}_{24} - 25.5\text{Fe}_{12} - 12.75$ .

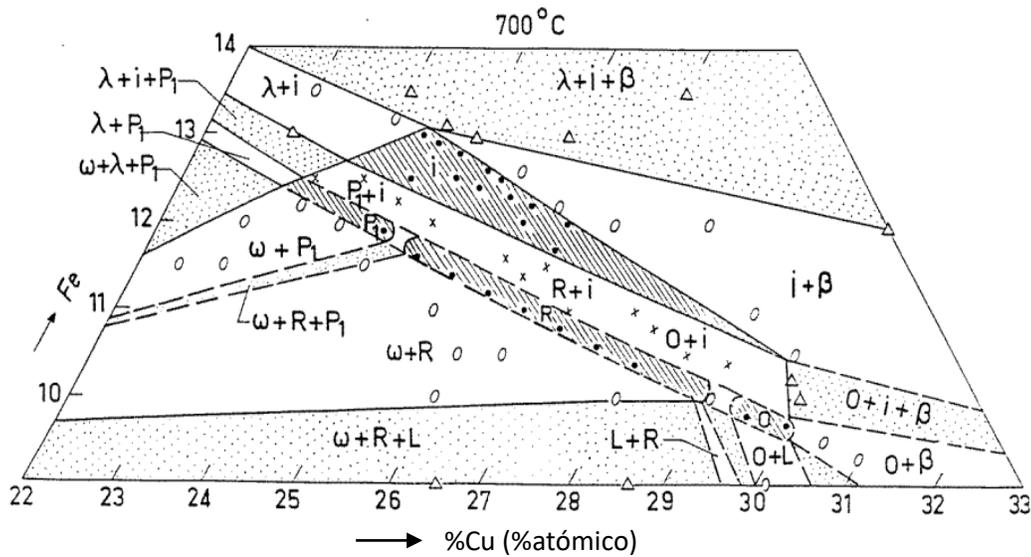


Figura 1.1 Porción del diagrama del sistema Al-Cu-Fe a temperatura de 700 °C [9]

En la Tabla 1.1 se muestran los sistemas de importancia, y se detallan las fases presentes junto con sus estequiometrías aproximadas.

Tabla 1.1 Sistemas de importancia y sus fases [10]

Sistema	Estequiometría aproximada	Símbolo de Pearson
Al-Cu		
θ	$Al_2Cu$	I4/mcm
η	$AlCu$	C2/m
ε	$Al_2Cu_3$	P63/mmc
Al-Fe		
λ	$Al_3Fe_4$	C2/m
μ	$Al_5Fe_2$	Cmcm
β	$AlFe$	$Pm\bar{3}m$
Al-Fe-Cu		
ω	$Al_7Cu_2Fe$	$P4/mmc$
ι	$Al_6Cu_2Fe$	$m\bar{3}5$
χ	$Al_{18}Cu_{10}Fe$	-----
φ	$Al_{10}Cu_{10}Fe$	$P\bar{3}m1$

## 1.2 Espumas metálicas

Los materiales porosos juegan un papel muy importante en los aspectos de la vida diaria; pueden ser encontrados en mantenimiento energético, supresión vibracional, aislantes térmicos, absorción de sonido y filtración de fluidos [10]. Los sólidos altamente porosos poseen estructura rígida y baja densidad, por lo que los sólidos porosos sirven a menudo como cuerpos estructurales en la naturaleza como huesos y madera [12].

### 1.2.1 Métodos de producción de espumas metálicas

Hay muchas maneras de fabricar espumas metálicas. Algunos métodos son similares a las técnicas utilizadas para espumar líquidos acuosos o poliméricos, mientras que otros están especialmente diseñados aprovechando las propiedades características de los metales; tales como su actividad de

sinterización o el hecho de que puedan ser depositados de forma electroquímica [13]. Los diversos métodos se pueden clasificar según el estado en que se procesa el metal. En la Tabla 1.2 se muestran algunas rutas de producción de espumas metálicas.

*Tabla 1.2 Algunas rutas de producción de espumas metálicas [13]*

<b>Estado</b>	<b>Ruta</b>
Vapor metálico	Depositación de vapor ✓ Espumación directa con gas ✓ Con agentes espumantes  ✓ Gasar
Metal líquido	✓ Fusión de polvos compactos ✓ Fundición
Polvos metálicos	✓ Sinterización de esferas huecas ✓ Atrapamiento de gases ✓ Sinterizado de polvos o fibras ✓ Extrusión de mezcla de polímeros/metales ✓ Reacción de sinterizado
Iones metálicos	✓ Electrodeposición química

### **1.2.2 Aplicaciones de los materiales celulares metálicos**

La aplicación de un material poroso depende de las siguientes condiciones:

- ✓ Morfológica: tipo de porosidad requerida (cerrada contra abierta), cantidad de porosidad requerida, tamaño de la porosidad deseada, superficie total interna del material requerida:
- ✓ Metalúrgica: metal, la aleación o el estado microestructural deseado;
- ✓ De procesamiento: la posibilidad del conformado de la espuma o el sólido celular ya sea para manufacturarse en forma de placas o perfiles
- ✓ Económica: alto volumen de producción

Las partes estructurales que soportan cargas deben de ser ligeras de otro modo estarían fabricadas de metales o aleaciones convencionales. Por tanto, para tal aplicación se usan espumas de aluminio, magnesio o titanio. En aplicaciones médicas, por ejemplo, se emplea titanio debido a su compatibilidad con el cuerpo humano. Acero inoxidable o titanio son ideales en medios agresivos o aplicaciones a altas temperaturas [14].

### **1.3 Concepto de Tratamiento térmico**

Los tratamientos térmicos desempeñan un papel importante en la fabricación de componentes de ciertas aleaciones, ya que con estos procesos se pueden obtener características específicas en un material; tal es el caso de la microestructura final obtenida, que da como resultado aleaciones con propiedades mecánicas que mejoran el desempeño durante su uso.

Un tratamiento térmico consiste del calentamiento o mantenimiento de las piezas hasta cierta temperatura a un determinado tiempo para la obtención de propiedades y estructuras deseadas. Una manera más formal de definir qué es un tratamiento térmico, de acuerdo a la *American Society for Metals*, es la siguiente: “Una combinación de operaciones controladas de calentamiento y enfriamiento que se aplican a un metal o aleación en estado sólido, de tal manera que se producen las propiedades deseadas” [15].

#### **1.4 Cuasicristales**

Tsai fue el primero en reportar la existencia de la fase estable icosaedrales dentro del sistema ternario Al-Cu-Fe [16]. La fase icosaedrales fue preparada por solidificación rápida con un rango de composición de 16%-24% atómico Cu y 11-17% atómico Fe. Los cuasicristales son materiales que tienen un nuevo tipo de orden de largo alcance, de modo que sus patrones de difracción muestran reflexiones de Bragg, pero poseen simetrías que son incompatibles con la periodicidad [17]. Además de sus estructuras peculiares, los cuasicristales también exhiben propiedades interesantes; su característica más intrigante es una resistividad eléctrica y térmica muy alta. Su valor, casi igual al de un aislante [18], es inesperado para un material que contiene aproximadamente 70% atómico de aluminio.

En los sólidos no cristalinos o amorfos no hay disposición sistemática o periódica de los átomos sobre grandes distancias atómicas [19, 20]. Sin embargo, algunos signos de regularidad en los arreglos de átomos pueden ser identificados a una escala de distancia atómica. Los cuasicristales son formas estructurales que son tanto ordenadas como no periódicas, éstos forman patrones que llenan todo el espacio, pero carecen de simetría traslacional. Por otra parte, en los materiales cristalinos los átomos se encuentran en un conjunto repetitivo, bien organizado y periódico en toda la estructura [21].

Esta periodicidad abarca un conjunto de reglas específicas, incluyendo, por ejemplo, las simetrías de rotación permitidas. Sólo las simetrías de orden uno, dos, tres, cuatro y seis pueden describir el apilamiento de átomos en los materiales cristalinos. En la práctica, estas reglas de simetría significan que las características del espacio atómico permanecen iguales después de la rotación de  $2\pi/n$ . Basándose en esta definición sobre los materiales cristalinos, se excluyen la simetría quíntuple y la simetría  $n$ , donde  $n$  es mayor a 6 [22].

En los materiales cuasicristalinos, existe una periodicidad de repetición en la disposición de átomos con simetrías rotatorias prohibidas, las cuales son simetrías de cinco (estructura icosaédrica), diez (estructura decagonal) e incluso doce (estructura dodecagonal). Los átomos dentro de las unidades de alta simetría se apilan de una manera organizada, produciendo, por ejemplo, picos de Bragg similares a los materiales cristalinos [23]. Sin embargo, los enlaces entre unidades se orientan más libremente (pero no de manera aleatoria) con respecto a otro para formar una estructura cuasicristalina [23].

Desde el descubrimiento original de Shechtman [24], se han reportado cientos de cuasicristales. Existen universalmente, en muchas aleaciones metálicas y algunos polímeros; los cuasicristales se encuentran con mayor frecuencia en aleaciones de aluminio  $AlLiCu$ ,  $AlMnSi$ ,  $AlNiCo$ ,  $AlPdMn$ ,  $AlCuFe$ ,  $AlCuV$ , etc., pero también se encuentran en otras composiciones y elementos como:  $CdYb$ ,  $TiZrNi$ ,  $ZnMgHo$ ,  $ZnMgSc$ ,  $InAgYb$ ,  $PdUSi$ , etc [24].

Los cuasicristales pueden ser clasificados, de acuerdo a su estructura, en los siguientes grupos:

1. Cuasiperiódicas en dos dimensiones (cuasicristales poligonales o dihedrales) sólo hay una dirección periódica perpendicular a las capas de cuasiperiodicidad. Estos se dividen en:

- ✓ Octogonal cuasicristales con una geometría de 8 ejes (primitiva y centrada el cuerpo)
  - ✓ Decagonal cuasicristales con una geometría de 10 ejes (celda primitiva)
  - ✓ Dodecagonal cuasicristales con una geometría de 12 ejes (celda primitiva)
2. Cuasiperiódica en tres dimensiones no poseen direcciones periódicas Cd5.7Yb. De acuerdo a su estabilidad térmica, se dividen en tres tipos de cuasicristales:
- ✓ Cuasicristales estables: crecen a velocidades lentas de enfriamiento seguido con un tratamiento térmico de recocido
  - ✓ Cuasicristales metaestables: son aquellos que son preparados por melt – spinning
  - ✓ Cristales metaestables: que se forman durante la cristalización de fases amorfas

#### **1.4.1 Formación de la fase icosaedral**

Los cuasicristales se pueden obtener fácilmente a nivel laboratorio. Algunas de estas aleaciones forman cuasicristales metaestables, que irreversiblemente forman cristales regulares durante el calentamiento. Sin embargo, cierto número de ellos son estables [25]. La formación de estos cuasicristales estables puede ser predichos por diagramas de fase de equilibrio, como el de la figura 1.2; por lo tanto, pueden ser preparados por procesos de equilibrio convencionales utilizando procedimientos de fusión y solidificación [26].

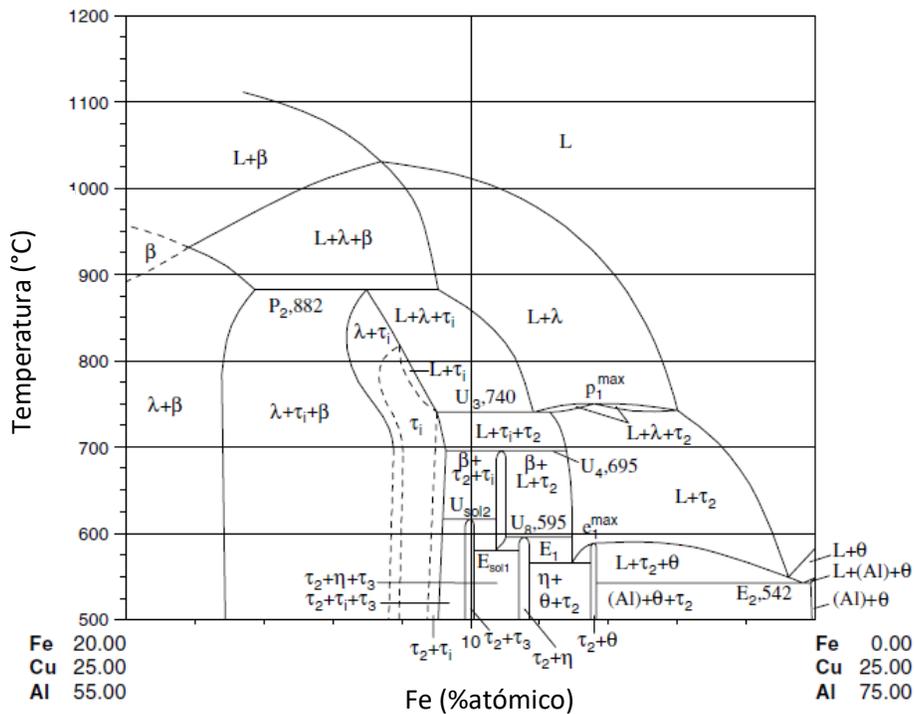


Figura 1.2 Diagrama de fase binario Al-Cu con 10% atómico de Fe [26]

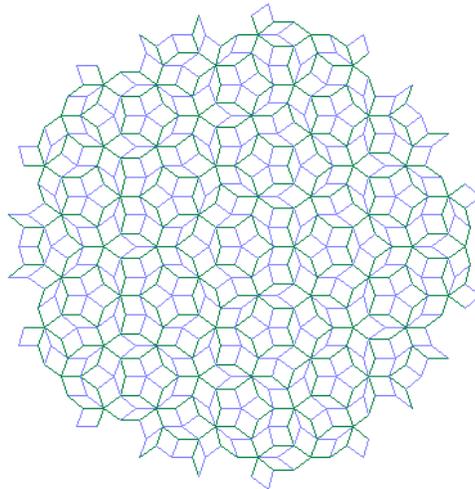
El método más común para preparar cuasicristales estables en el laboratorio, es fundir los constituyentes puros y depositar la masa fundida en moldes. Generalmente, el proceso de colada se lleva en ambientes al vacío o atmósferas inertes (argón), ya que muchas aleaciones, incluidas las aleaciones Al-Fe-Cu, son susceptibles a oxidarse [27, 28]. Para la mayoría de las aleaciones y composiciones conocidas, las fases cuasicristalinas se forman mediante la reacción peritética de fases cristalinas de altas temperaturas que reaccionan con el líquido residual. Este proceso es necesariamente lento y, por lo general, se conserva algún componente cristalino en la muestra a temperatura ambiente junto con el cuasicristal. En la Tabla 1.3 se muestran diversas rutas de producción de cuasicristales, así como algunas de sus características.

Tabla 1.3 Rutas de producción de cuasicristales [29]

	<b>Fusión y solidificación</b>	<b>Melt spinning</b>	<b>Atomización por gas</b>	<b>Aleado mecánico</b>
Estabilidad termodinámica	Estable	Metaestable	Metaestable	Metaestable
Estructura fase de los productos cuasicristalinos	Una sola fase, la estructura generalmente se obtiene con un subsecuente tratamiento térmico	Una sola fase, la estructura generalmente se obtiene con un subsecuente tratamiento térmico	Una sola fase, la estructura generalmente se obtiene con un subsecuente tratamiento térmico	Una sola fase, la estructura generalmente se obtiene con un subsecuente tratamiento térmico
Forma de los cuasicristales	Deseada	Listones delgados	Polvos con un tamaño de grano menor a 150 $\mu\text{m}$	Polvos muy finos
Calidad de los productos	Alta, posee picos intensos de difracción de Rayos X, presenta porosidad si hay coexistencia de fases	Podría presentar picos de difracción	Generalmente alta, los picos de difracción son intensos	Podría presentar picos de difracción
Contaminación de las muestras	Aire	Aire	Aire	Aire, medio de pulverizado
Posteriores tratamientos	Tratamiento térmico	Compactación, (las fases cuasicristalinas se descomponen durante el recocido)	Pulverización térmica, compactación, sinterizado, aleado mecánico (tratables térmicamente)	Compactación, pulverizado térmico (tratables térmicamente)

### 1.4.2 Estructura de los cuasicristales en el sistema Al-Cu-Fe

Los cuasicristales del sistema Al-Fe-Cu muestran una geometría de 5 ejes y estos forman una estructura icosaedra. Un icosaedro es un poliedro que posee 20 triángulos equiláteros. Usualmente, se presentan dos modelos para describir la estructura icosaedra y otras estructuras cuasicristalinas; el modelo de Penrose y la teoría de la celda de la cuasi-unidad [30]. El modelo de Penrose sugiere que los cuasicristales están compuestos de dos o más celdas unidad, que encajan de acuerdo con ciertas reglas. Los mosaicos del modelo Penrose poseen simetría orientacional pentagonal. Este modelo fue el primero en explicar las estructuras cuasiperiódicas. En la figura 1.3, se observa el modelo de Penrose, la cual es una “teselación”, que es un conjunto de figuras sin espacios no periódicos generada por un conjunto aperiódico de baldosas.



*Figura 1.3 Ejemplificación del modelo de Penrose [30]*

Una teselación de Penrose tiene varias propiedades remarcables:

- No periódica, lo cual significa que carece de simetría traslacional alguna. Dicho de manera informal, una copia desplazada nunca concordará con el original de forma exacta.

- Es un cuasicristal: como una estructura física, una teselación de Penrose producirá una difracción de Bragg.

Sin embargo, dificulta explicar el proceso de crecimiento involucrado en la formación de la estructura cuasicristalina a escala atómica. Por el contrario, los descubrimientos relativos a la formación de la estructura cuasicristalina se explican bien por la teoría de la celda-unidad cuasicristalina, que es el enfoque más reciente [30].

En esta teoría los cuasicristales se describen como “clusters” repetitivos de baja energía. El grupo de repetición es equivalente a la celda unitaria en cristales periódicos. La única diferencia clave con el modelo de Penrose, es que la disposición atómica en el caso de los cuasicristales está restringida para permitir la distribución de átomos. Este reparto atómico funciona sólo para arreglos especiales de átomos y hace que los “clusters” se orienten de acuerdo con ciertas reglas con respecto a otro. Esta orientación aleatoria viola el modelo de Penrose, ya que la conservación de la simetría no se cumple. Además de la distribución de átomos, los clusters individuales pueden superponerse para ajustarse a las geometrías requeridas. También se propone que estas uniones intercluster son más débiles que los que sostienen los clusters individuales juntos. Las ventajas de la teoría celda-unidad cuasicristalina incluyen su capacidad para separar los enlaces inter e intra-cluster, los cuales están en el papel clave para la formación de la estructura cuasicristalina [30].

### **1.4.3 Propiedades generales de los cuasicristales**

Entre las propiedades de los cuasicristales se distinguen las siguientes: un bajo coeficiente de fricción, alta dureza, elevada resistencia a la corrosión, exhibe transición dúctil/frágil y posee superplasticidad por encima de 700 °C. La alta dureza uno de los puntos fuertes de los cuasicristales, se han medido valores de

hasta 10 GPa [31], comparando favorablemente con los niveles de dureza del acero tratado con tratamiento térmico (los llamados aceros de alta velocidad y aceros utilizado para rodamientos de bolas). Desafortunadamente, los cuasicristales son muy frágiles a temperatura ambiente.

El comportamiento de mojado de las superficies de los cuasicristales se enfoca en dos propiedades importantes, la anti-adhesión y los coeficientes de fricción bajos para aplicaciones tribológicas [33]. Su resistencia a la corrosión es comparada con los aceros inoxidable: su desempeño se cataloga entre los aceros austeníticos y ferríticos [34, 35]. Los análisis de superficie han demostrado que el oxígeno adsorbido en la superficie de un sólo cuasicristal destruye la cuasiperiodicidad con una capa de menos de 20 Å de espesor la cual pasiva el material. Un aspecto especial de la resistencia a la corrosión de los cuasicristales es la biocompatibilidad [36].

Los recubrimientos cuasicristalinos, generalmente con espesores de 1 a 10 mm, son fabricados mediante pulverización con plasma producido por la atomización de la masa fundida [37]. Un material con bajo coeficiente de fricción y con alta dureza y resistencia a la corrosión es muy eficaz para reducir tanto el daño superficial como la disipación de energía en el contacto móvil entre dos sólidos.

Los revestimientos de cilindros cuasicristalinos y los recubrimientos de pistones en los motores de los automóviles producirían una reducción de la contaminación atmosférica y una mayor vida útil del motor. El mismo conjunto de propiedades asociadas (dureza, baja fricción, resistencia a la corrosión) combinada con biocompatibilidad es también muy prometedora para la introducción del control de calidad en aplicaciones quirúrgicas como revestimiento de partes metálicas utilizadas para la reparación ósea y prótesis.

Finalmente, la baja conductividad térmica y la resistencia a la corrosión resultan especialmente útiles a altas temperaturas cuando los revestimientos cuasicristalinos son superplásticos. Constituyen pantallas térmicas que pueden acomodar fácilmente las restricciones térmicas y la expansión térmica del material en “bulto”, características que no pueden realizarse con los mejores aislantes de hoy, como el circón. Los motores de cohetes y la turbina de aeromotores se beneficiarían de esta tecnología.

## **1.5 Técnicas de análisis**

En este apartado se mencionan algunos breves detalles y características de las técnicas de caracterización empleados, durante el estudio de las aleaciones presentes.

### **1.5.1 Fluorescencia de Rayos X**

La Fluorescencia de Rayos X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X generada al excitar una muestra con una fuente de radiación X. La radiación X incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones (radiación secundaria) con una longitud de onda característica que depende del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra [38].

### 1.5.2 Análisis térmico diferencial

La mayor parte de los tratamientos térmicos se realizaron a partir del estudio de los termogramas obtenidos mediante la técnica ATD (análisis térmico diferencial). Para determinar estos diagramas se emplea un calorímetro diferencial de barrido (DSC) en la cual se mide la cantidad de energía en forma de calor absorbido o liberado por una muestra durante el proceso de fusión. Además, este tipo de equipos puede ser empleado para evaluar los intervalos de temperatura y cinética de descomposición.

Como ejemplo se muestra la figura 1.4; estos gráficos involucran las transformaciones de fases en la cual se localiza la temperatura de inicio y fin de fusión. Estas temperaturas de inicio y fin de transformación de fase se miden a diferentes velocidades de calentamiento, donde se obtienen gráficos típicos de flujo de calor ( $W\ m^{-2}$ ) vs temperatura ( $^{\circ}C$ )

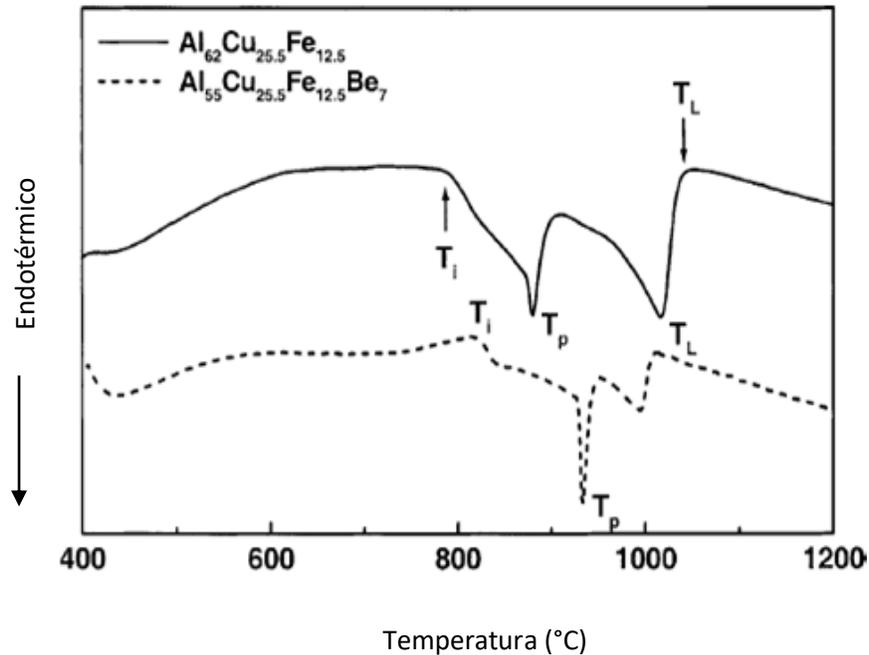


Figura 1.4 Termograma ejemplo para dos aleaciones con tratamiento de recocido [39]

### 1.5.3 Difracción de Rayos X

El principio de funcionamiento de esta técnica es el siguiente: se emplea un haz monocromático de Rayos X, la cual incide sobre un material. Este haz interactúa con los átomos del material, dando como resultado que éstos mismos sean difractados. Finalmente, el haz difractado se mide como función del ángulo  $2\theta$ .

Esta técnica es usada con frecuencia para identificar las fases de interés de una muestra, obtener su composición, conocer los parámetros de red y su simetría, obtener los esfuerzos residuales, identificar su estructura cristalina, conocer su textura u orientación y, finalmente para determinar el tamaño del cristalito [40].

La ley de Bragg calcula el ángulo en la cual las interferencias constructivas de los Rayos X dispersados por el plano de átomos paralelos producirán un pico de difracción. Según la ley de Bragg, para obtener dicha interferencia constructiva, la diferencia de trayectorias,  $2d \sin \theta$ , tiene que ser un múltiplo "n" de la longitud de onda  $\lambda$ . la ley de Bragg de la relación entra la distancia interplanar "d" y el ángulo de difracción " $\theta$ ". a continuación se muestra la ecuación de Bragg, así como la figura 1.5 la cual muestra una conformación tipo Bragg-Brentano [40]

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (1.1)$$

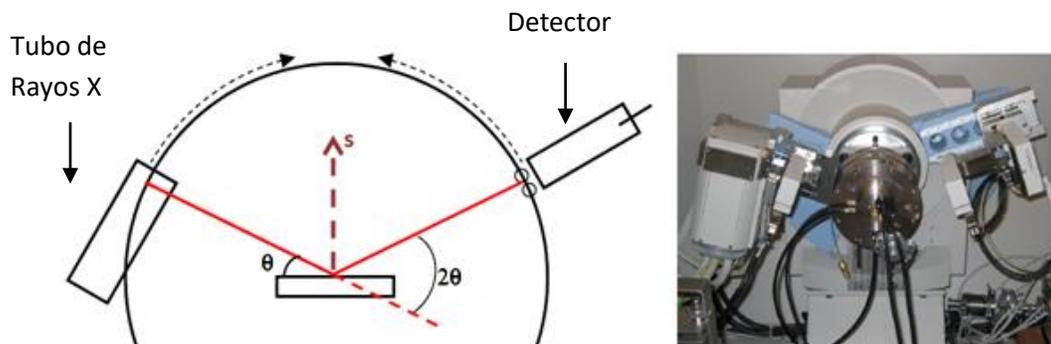


Figura 1.5 Configuración Bragg-Brentano [40]

#### 1.5.4 Microscopia electrónica de barrido.

El microscopio electrónico de barrido (MEB) permite generar imágenes de una superficie, con una resolución alta y una apariencia tridimensional dentro de un intervalo amplio de aumentos lo cual facilita el estudio microestructural o bien topográfico de una muestra.

El microscopio dispone de varios sistemas de detección, es posible diferenciar entre energías electrónicas, principalmente entre la señal producida por los electrones secundarios y la generada por los electrones retrodispersados [41, 42]. A continuación, se menciona la información obtenida por las señales:

- **Electrones secundarios:** se producen cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, proporcionando la suficiente energía a uno o varios de los electrones interiores para *saltar* fuera de la muestra. Estos electrones son de muy baja energía (por debajo de 5eV), por lo que deben encontrarse muy cerca de la superficie para poder escapar. Precisamente por eso proporcionan una valiosa información topográfica de la muestra, y son los utilizados principalmente en microscopía de barrido [42].
- **Electrones retrodispersados:** se producen cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra, siendo repelido en sentido contrario fuera de la muestra. La intensidad de dicho efecto varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra. Por esta razón se utilizan para obtener un mapa con información sobre la composición superficial de la muestra, también utilizado en microscopía de barrido [42].

## Capítulo 2. Procedimiento experimental

En esta sección se describen los pasos y parámetros empleados para la fabricación de las aleaciones y técnicas de caracterización. Las técnicas de caracterización son las siguientes: difracción de Rayos X (indexar las fases), microscopia electrónica de barrido (análisis elemental e identificación de fases), análisis térmico diferencial (parámetros térmicos) y análisis de imagen (cálculo del porcentaje de porosidad).

### 2.1 Fabricación de la aleación maestra

Como primer paso se elaboró la aleación de Al-Fe-Cu, cuya composición se encuentra cercana a la fase icosaedral. Para esto, se localizaron las 3 aleaciones, (ver figura 2.1); y se obtuvieron sus composiciones en porcentaje atómico (%at), posteriormente se realizó la conversión pertinente a porcentaje masa (%masa). Dicha conversión se realizó con la siguiente ecuación:

$$\%masa = \frac{\%atómico_a \times PM_a}{\sum_{i=1}^n \%atómico_n \times PM_n} \times 100 \dots \dots \dots (2.1)$$

Un ejemplo de este cálculo se muestra en el anexo A.1.

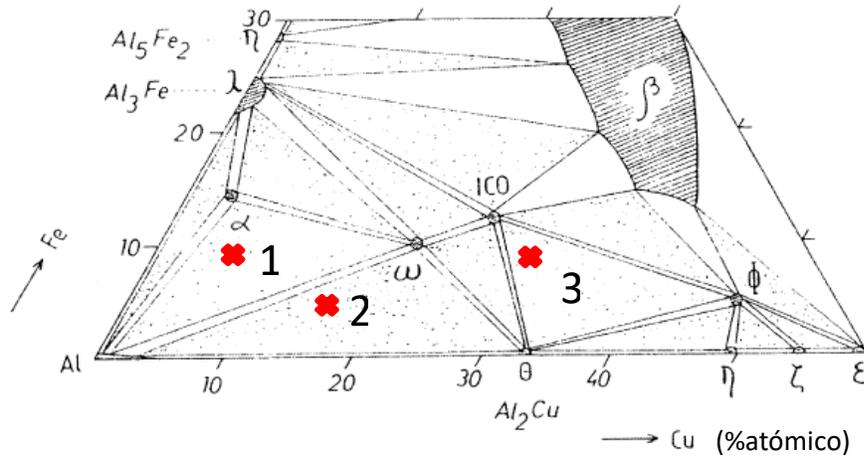


Figura 2.1 Porción del diagrama del sistema Al-Cu-Fe a temperatura ambiente.  
La x en rojo muestra las tres aleaciones seleccionadas [41]

Se emplearon elementos con pureza mayor a 99.95%. En la Tabla 2.1 se muestran las composiciones de las fundiciones realizadas, así como las masas a fundir. Para la fabricación de la aleación maestra, se pesó una masa total de 100 g.

Tabla 2.1 Masas teóricas calculadas

Muestra	Aleación (% atómico)	Teórico (% masa)		
		Al	Fe	Cu
1	Al <sub>84</sub> Fe <sub>10</sub> Cu <sub>6</sub>	70.00	17.00	13.00
2	Al <sub>79</sub> Cu <sub>15</sub> Fe <sub>6</sub>	62.00	10.00	28.00
3	Al <sub>62</sub> Cu <sub>28</sub> Fe <sub>10</sub>	51.18	25.73	23.09

La fusión de los elementos se realizó dentro de un horno de inducción (marca Leybold – Heraeus, figura 2.2), bajo atmosfera de argón. El material se cargó dentro de un crisol de grafito (figura 2.3) previamente recubierto con nitruro de boro (eso se realiza para evitar el desgaste excesivo del crisol, evitar la oxidación del material por la presencia de CO<sub>2</sub>, así como para facilitar el desprendimiento de la aleación). Las aleaciones solidificaron lentamente durante 12 horas dentro del crisol, hasta la temperatura ambiente.

Posteriormente, con la ayuda de un disco de diamante, se cortaron prismas rectangulares de: 7.6 x 2.6 x 4.5 cm (figura 2.4).



*Figura 2.2 Fotografía del horno de inducción*



*Figura 2.3 Crisol de grafito, sin recubrimiento*



*Figura 2.4 Sección de la aleación Al<sub>62</sub>Cu<sub>28</sub>Fe<sub>10</sub>*

## **2.2 Análisis de composición**

Para comprobar que la composición fuera la deseada, las muestras se analizaron con la ayuda del equipo de fluorescencia de Rayos X, marca Bruker modelo Titan S1. Para este caso se realizó un perfil de composiciones a lo largo de la sección del prisma rectangular y, finalmente se reportó el promedio obtenido.

A continuación, se observa la figura 2.5, la cual muestra una fotografía del equipo empleado para el análisis de la composición elemental.



*Figura 2.5 Fotografía del equipo de fluorescencia de Rayos X*

### **2.3 Difracción de Rayos X (DRX)**

Para la identificación de las fases se realizó el análisis de difracción de Rayos X, con el equipo D5000, con lámpara de cobalto. En la figura 2.6 se observa el interior el equipo de difracción de Rayos X. Para dicho análisis se cortaron secciones cuadradas cuyas medidas son: 14.25 x 15.55 x 2.97 mm. Éstos, se colocaron en un portamuestras dentro del equipo. Se realizó un estudio de 2 h por muestra con un ángulo rango angular  $2\theta$  de  $20^\circ$  a  $90^\circ$ . Esto último se realizó de acuerdo a que dentro de estos ángulos aparecen las fases de interés [5]. Finalmente, con la ayuda del software “pdxl2”, se identificaron las fases asociadas a cada pico. En la sección del Anexo (A) se muestran las fichas correspondientes a las fases.



*Figura 2.6 Fotografía del equipo de difracción de Rayos X*

## **2.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB)**

Se obtuvieron imágenes mediante el uso de microscopía electrónica de barrido (MEB), equipo FEG Jeol modelo 7600 F operado a 15 kV. En la figura 2.7 se puede apreciar una fotografía del equipo. Para el análisis de “MEB”, se realizó la preparación metalográfica y, finalmente, se atacaron las muestras por inmersión usando el reactivo keller y kroll, durante 10 s [20]. Las medidas de las piezas colocadas fueron: 14.25 x 15.55 x 2.97 mm.

Se obtuvieron los espectros que son el resultado de la obtención del porcentaje de fases, esto último se localiza en el Anexo A.4

Para la obtención de las microestructuras, se hizo un cálculo similar al que se realiza para obtener la fórmula mínima. Esto puede realizarse ya que gran parte de las fases presentes son estequiométricas. Para este estudio, una vez que se obtienen las composiciones puntuales, se establece una base de cálculo y posteriormente se obtiene la cantidad de sustancia (n). En el apartado de análisis

de resultados se muestra un ejemplo de cálculo realizado para su obtención. Una vez realizada la preparación las piezas fueron sometidas al análisis de microscopía electrónica de barrido, dónde se realizó un análisis puntual de al menos 5 zonas por 4 micrografía para obtener la fase correspondiente a la composición (en el Anexo A.3 se muestran 4 fotografías y sus composiciones obtenidas). La ecuación mencionada anteriormente se presenta a continuación:

$$n = \frac{m}{PM} = \left[ \frac{g}{\frac{g}{mol}} \right] = mol \quad (2.2)$$



*Figura 2.7 Fotografía del microscopio electrónico de barrido (MEB)*

## **2.5 Análisis térmico diferencial ATD**

Para determinar las temperaturas de transición, así como las temperaturas de tratamiento se realizó el análisis térmico diferencial, mediante el equipo SDT Q-600, (ATD, por sus siglas en inglés).

En la figura 2.8, se muestra una fotografía del equipo. Se colocó una masa de la aleación de 0.028 g en un crisol de alúmina. El análisis se realizó dentro del intervalo de temperatura (200 a 1200 °C) a una rapidez de calentamiento de 10

°C/min (parámetros óptimos donde se encuentran las transiciones sólido-líquido de las fases presentes).

Una vez localizadas las temperaturas se realizó el tratamiento térmico por 3 y 6 h (tiempo que se observa mayor porosidad y se conserva de manera adecuada la integridad del material). En la Tabla 3.3 se observan los parámetros térmicos y de tiempo de tratamiento.



*Figura 2.8 Fotografía del equipo calorímetro diferencial*

### **2.5.1 Tratamiento térmico**

El equipo empleado para el tratamiento térmico fue una mufla cilíndrica marca CARBOLITE modelo STF 15 acoplado a un flujo de gas (argón) para evitar la oxidación de las piezas, este dispositivo se muestra en la figura 2.9. Para esto se introdujo una muestra dentro de la mufla cilíndrica. Las dimensiones de la pieza fueron de: 14.25 x 15.55 x 2.97 mm. Posteriormente se dejó enfriar lentamente dentro del horno cilíndrico hasta temperatura ambiente.



*Figura 2.9 Fotografía de la mufla cilíndrica para tratamiento térmico*

## **2.6 Análisis de imagen**

Para el análisis de imagen se tomaron micrografías con ayuda del microscopio estereográfico a un aumento de 1x. Posteriormente las micrografías fueron tratadas con un software de imágenes comercial *Photoshop*, para distinguir entre las zonas que corresponden a la porosidad y las que forman parte de la pieza. El motivo del tratamiento es que el software distingue entre píxeles; en este caso se trabajaron con dos colores (negro y blanco): la sección blanca corresponde a la pieza y la sección oscura a la porosidad. Posteriormente el análisis se realizó con la ayuda del software *image j*. Finalmente el software cuantificó las zonas correspondientes a la porosidad y el área total, y mediante una secuencia de cálculos que realiza el software se obtiene la porosidad promedio

## Capítulo 3. Resultados y discusión

### 3.1 Comprobación de la composición de las aleaciones

En la Tabla 3.1 se muestran los resultados de la composición teórica y la composición obtenida mediante el equipo de fluorescencia de Rayos X. Como puede observarse, los valores teóricos y experimentales son muy cercanos, por lo cual se asevera que el método de preparación de las aleaciones fue el correcto.

Tabla 3.1 Resultados obtenidos mediante el uso del equipo de fluorescencia

<b>Muestra</b>	<b>Aleación (%Atómico)</b>	<b>Elemento</b>	<b>Teórico (%masa)</b>	<b>Experimental (%masa)</b>
1	$Al_{84}Fe_{10}Cu_6$	Al	70.00	73.45
		Fe	17.00	15.88
		Cu	13.00	10.67
2	$Al_{79}Cu_{15}Fe_6$	Al	62.00	62.32
		Fe	10.00	9.57
		Cu	28.00	28.11
3	$Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$	Al	51.18	51.52
		Fe	25.73	25.50
		Cu	23.09	22.98

## 3.2 Caracterización para la aleación $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$

### 3.2.1 Identificación de fases mediante Difracción de rayos X antes del tratamiento térmico

En la figura 3.1 se muestran los patrones de difracción para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$ . Para la figura 3.1 que pertenece a la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  sin tratamiento térmico se puede observar la presencia de tres fases que son: (1)  $\theta$  –  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , (2)  $\omega$  –  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , (3)  $\lambda$  –  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ . Para este tratamiento térmico la fase (2) fue la de menor contribución. Los porcentajes de estas fases son (1)  $\theta$  –  $\text{Al}_2\text{Cu}$  15%, (2)  $\omega$  –  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  66%, (3)  $\lambda$  –  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  18%.

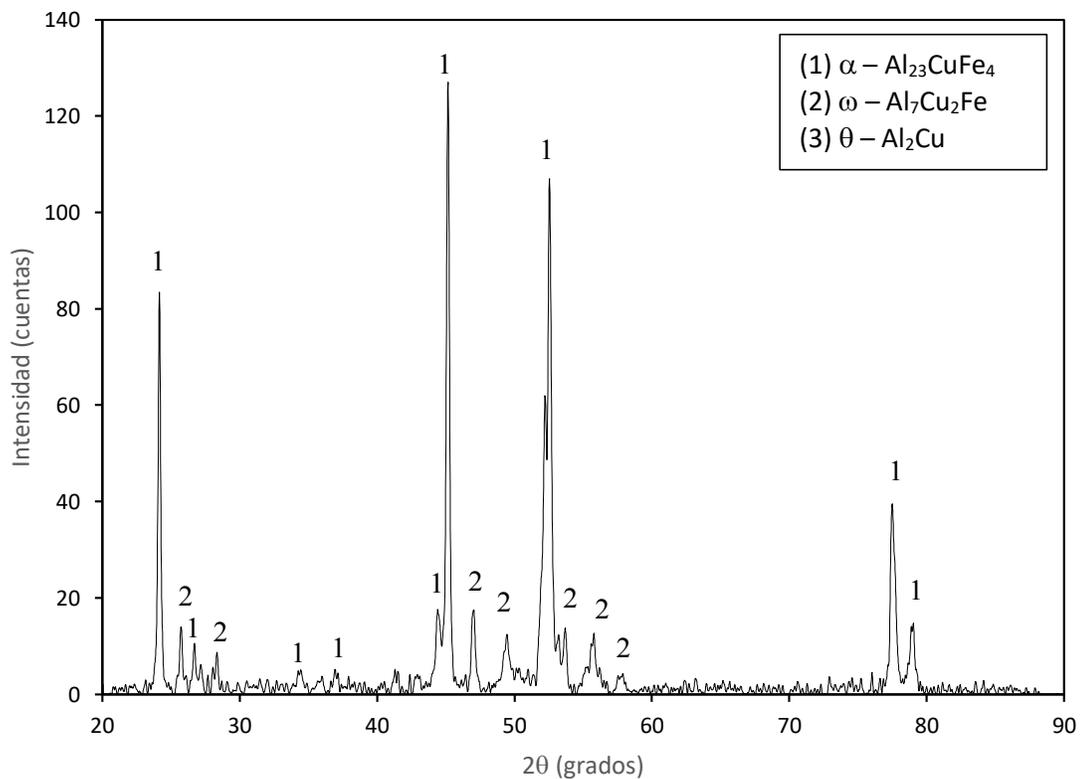


Figura 3.1 Patrones de difracción para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  antes del tratamiento térmico

### 3.2.2 Análisis Microestructural para la Aleación $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$ antes del tratamiento térmico

En la figura 3.2 se aprecia la micrografía obtenida para aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  sin tratamiento térmico y en la Tabla 3.2 se muestra el análisis puntual realizado.

Para esta aleación, sólo se encuentra presente las fases  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{FeCu}_2$ ,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  y  $\alpha$ - $\text{Al}_{23}\text{Fe}_4\text{Cu}$ . Estas fases obtenidas después del proceso de fundición, son las mismas que se encontraron en el estudio de Difracción de Rayos X (ver figura 3.1) y éstas a su vez se corroboraron y se encontró que son las mismas que se localizan en el diagrama de fases, figura 3.4, que se presenta en la siguiente sección. Como se puede observar, la estructura  $\theta$  es de tipo dendrítica, la fase  $\omega$  se presenta en forma de láminas (cercasas a las zonas dendríticas de la fase  $\theta$ ), y finalmente la fase  $\alpha$ - $\text{Al}_{23}\text{Fe}_4\text{Cu}$  posee la forma de precipitados grandes que terminan en forma de aguja. La fase oscura es solución sólida de aluminio.

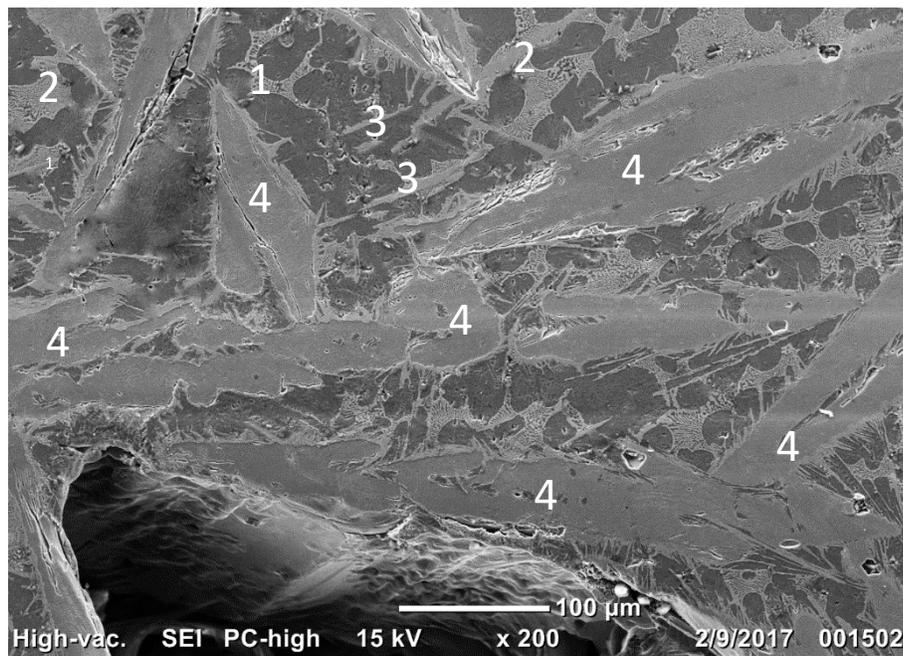


Figura 3.2 Micrografía para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  sin tratamiento térmico

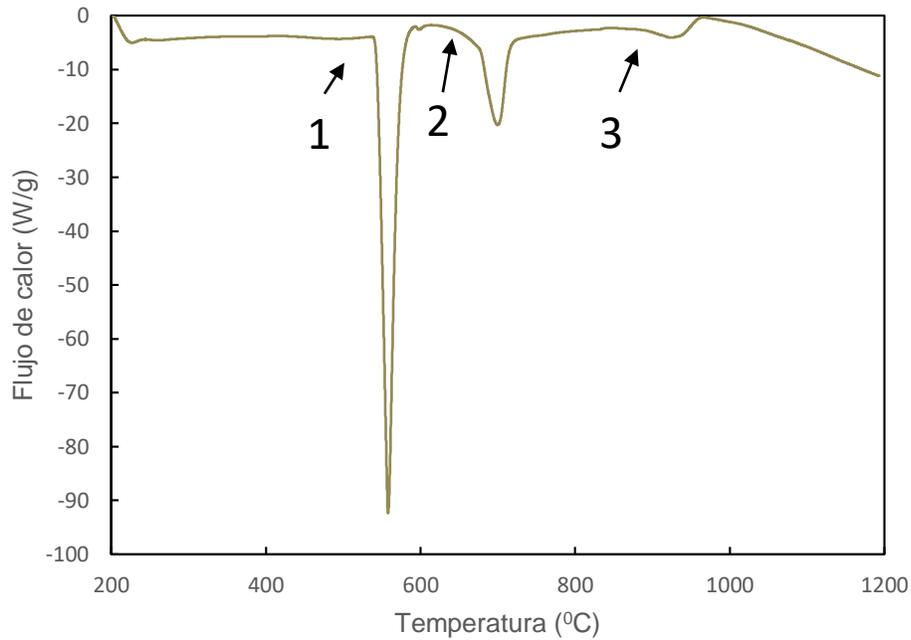
*Tabla 3.2 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación Al<sub>84</sub>Fe<sub>10</sub>Cu<sub>6</sub> sin tratamiento térmico*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	72.19	26.64	4.17	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
2	74.58	20.57	4.85	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
3	72.86	10.22	16.92	$\omega$ -Al <sub>7</sub> FeCu <sub>2</sub>
4	82.41	14.35	3.59	$\alpha$ -Al <sub>23</sub> Fe <sub>4</sub> Cu

### **3.2.3 Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico**

Los termogramas obtenidos son gráficos típicos de flujo de calor contra temperatura. Todos los gráficos mostrados en esta sección son endotérmicos, esto es debido a que para realizar el cambio de fase es necesario suministrar energía. Cada pico representa la transformación de fase, donde el inicio del pico significa el inicio de cambio de fase.

En la figura 3.3 se muestra la gráfica para la aleación (1), también se observan tres transformaciones de fase, que pueden ser corroborados en el diagrama de fases de la figura 3.4.



*Figura 3.3* Termograma para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$

En la Tabla 3.3 se muestran las transformaciones de fase que ocurren durante el calentamiento. Las transformaciones que ocurren durante la solidificación de esta aleación se corroboran con las transformaciones del diagrama de fases binario obtenido de la literatura (ver figura 3.4), obteniendo así las mismas transformaciones. Para este caso, se seleccionó la temperatura de 620 °C durante 1, 3, 6 y 9 horas; ya que, de acuerdo con la literatura, esto favorecerá la formación de la fase icosaedral, y se comprobará la formación de esta fase y su relación con la porosidad. Cabe recordar que la reacción peritética y la formación de la fase icosaedral se favorece cuando sucede la interacción entre la fase líquida y la fase  $\lambda - Al_3Fe_4$ .



### 3.2.4 Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$ después del tratamiento térmico

En la figura 3.5 se aprecia el patrón de difracción con tratamiento térmico a 622 °C durante 1 h. Para este gráfico se observan tres fases: (1)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ , (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y (3)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$ . A continuación, se muestran los porcentajes de fase de cada una de las fases obtenidas después de este tratamiento térmico. (1)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  27% (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  16% y (3)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$  57%.

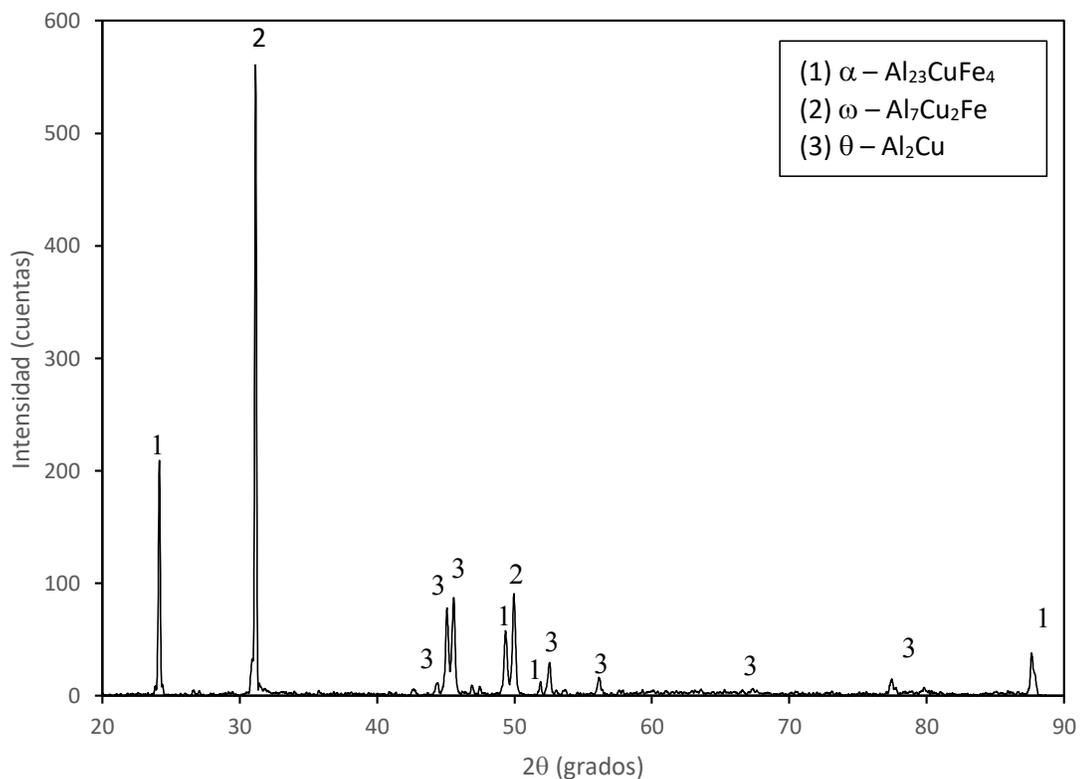
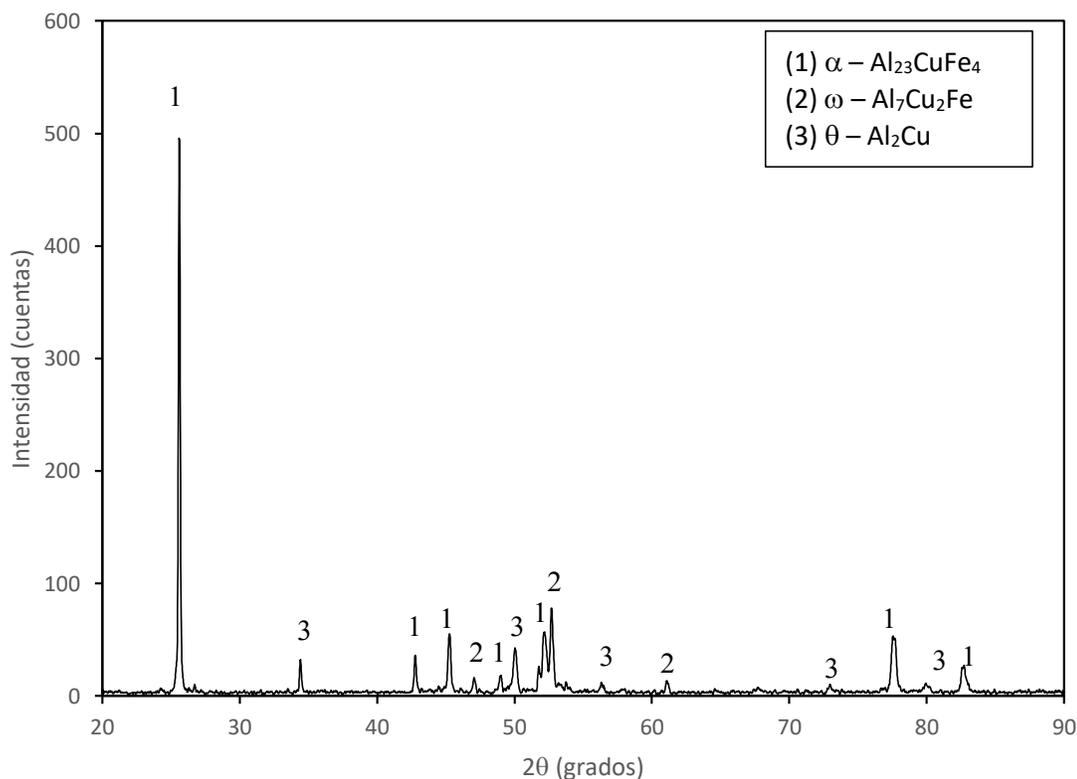


Figura 3.5 Patrón de difracción para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 1 h

Para la figura 3.6 corresponde a la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 3 h. en esta figura se puede observar que la fase (2) es menos

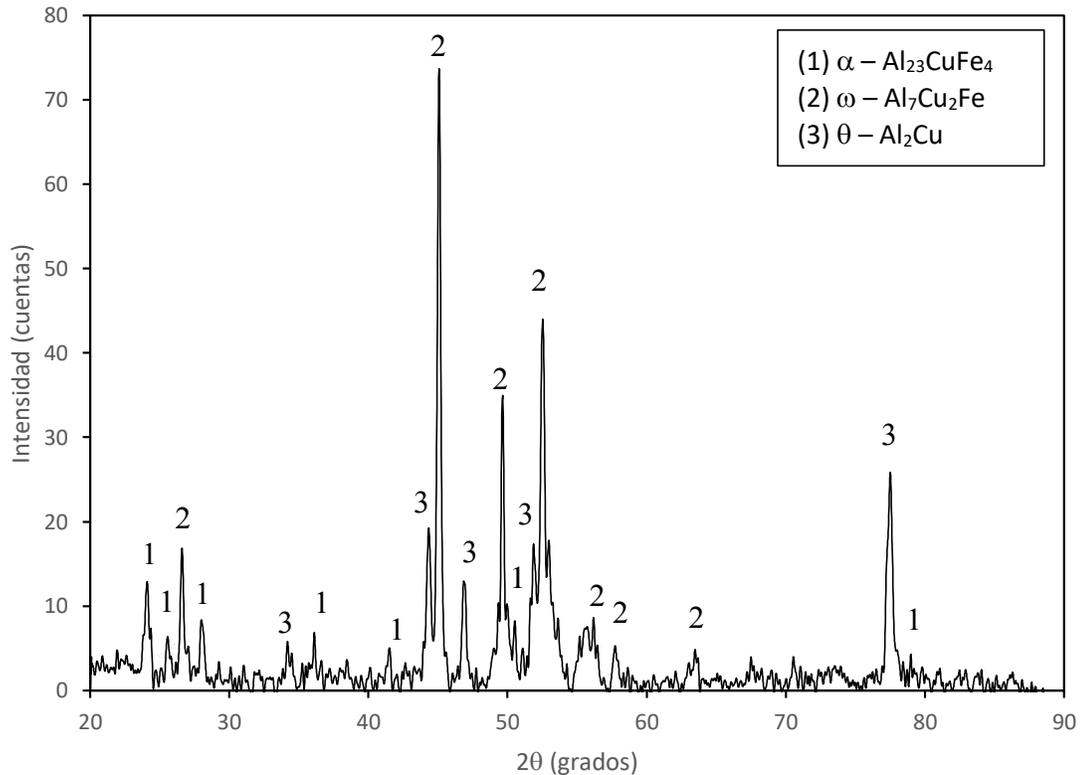
representativa, mientras que la fase (3) comienza a distinguirse mejor. Los porcentajes de fase obtenidos, de acuerdo con el software *pdx/2*, son los siguientes: (1)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  79%, (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  15% y (3)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$  6%.



*Figura 3.6 Patrón de difracción para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 3 h*

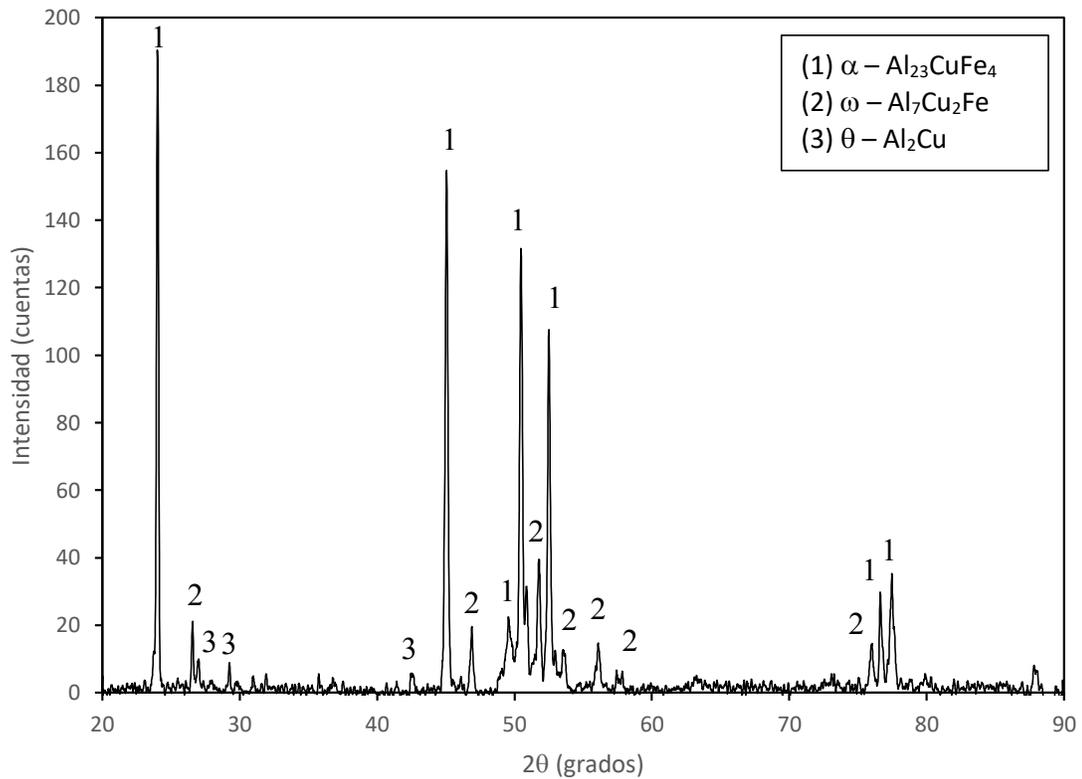
En la figura 3.7 se puede observar el patrón de difracción para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 6 h, en este caso se puede observar que la intensidad de los picos es mayor en comparación que la figura 3.5. La microestructura de la aleación consiste de las siguientes fases (1)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ , (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y (3)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$ , con los siguientes porcentajes: (1)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  97%, (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  1.4% y (3)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$  1.48%. También se calculó

que la fase (1) sigue siendo la que se encuentra en mayor proporción, seguida de la fase (3) y finalmente la fase (2).



*Figura 3.7 Patrón de difracción para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 6 h*

La figura 3.8 muestra el patrón de difracción para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a 622 °C durante 9 h. Esta aleación muestra la presencia de 4 fases: (1)  $\alpha - Al_{23}CuFe_4$ , (2)  $\omega - Al_7Cu_2Fe$ , (3)  $\theta - Al_2Cu$  y (4)  $\lambda - Al_{13}Fe_4$ , cuyo porcentaje es el siguiente: (1)  $\alpha - Al_{23}CuFe_4$  12%, (2)  $\omega - Al_7Cu_2Fe$  18%, (3)  $\theta - Al_2Cu$  39% y (4)  $\lambda - Al_{13}Fe_4$  32%. Por tanto, como puede observarse la fase (3) posee una mayor contribución, seguido de la fase (4), (2) y (1), respectivamente.

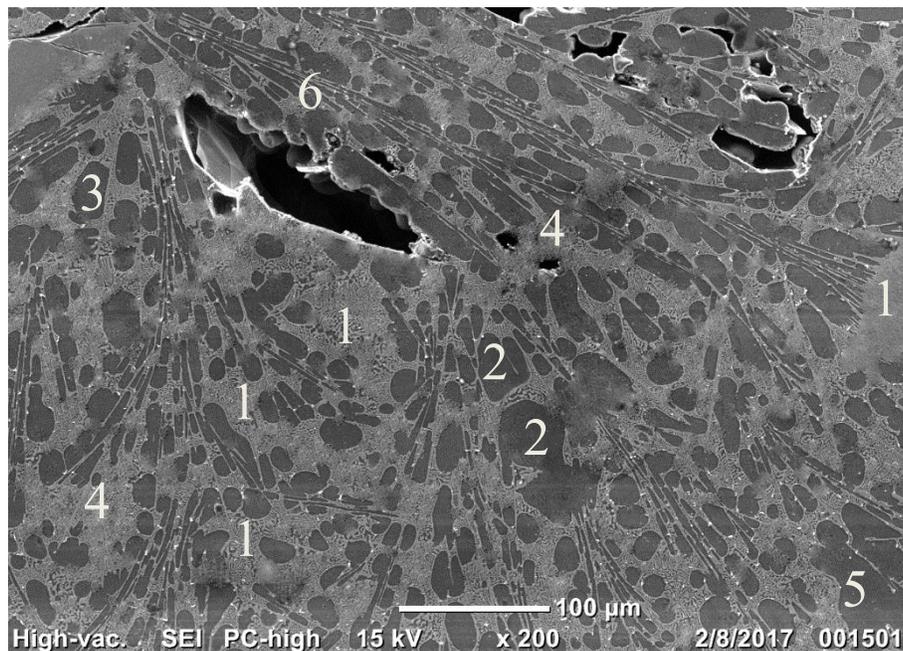


*Figura 3.8 Patrón de difracción para la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$  con tratamiento térmico a  $622^\circ\text{C}$  durante 9 h*

Por tanto, como resumen se puede decir que el tratamiento térmico tiende a modificar la proporción de fase en el sistema de la aleación; el porcentaje de fases está en relación con la intensidad de los picos; este porcentaje se calculó con la ayuda del software *pdxl2*.

### 3.2.5 Análisis Microestructural para la aleación $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$ después del tratamiento térmico

En la figura 3.9 y la Tabla 3.4 se observa la micrografía y las composiciones puntuales de la aleación. El sistema es multifásico y está compuesto principalmente por las fases Al,  $\theta-Al_2Cu$  y  $\omega-Al_7FeCu_2$ . Esta aleación fue tratada térmicamente a una temperatura de 660°C durante 1, 3, 6 y 9 h. En la figura 3.9, se puede observar que se trata de una estructura dendrítica, la porosidad presente de la aleación se relaciona con el fenómeno de contracción durante la solidificación, este caso es muy similar a lo que ocurre con las aleaciones de aluminio; ya que la porosidad, durante la solidificación se forma de manera interdendrítica. Las fases obtenidas en este sistema son similares a las que se presentan en el diagrama ternario. Aunque estén presentes las mismas fases, sólo se observa un cambio morfológico



*Figura 3.9 Micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a 622°C durante 1 h, los números muestran las zonas donde fue realizado el análisis puntual*

*Tabla 3.4 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 1 h*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	73.40	22.08	4.52	$\theta-Al_2Cu$
2	91.18	0.00	8.82	Al
3	95.36	0.51	4.13	Al
4	74.30	21.98	3.72	$\theta-Al_2Cu$
5	92.80	0.66	6.54	Al
6	70.48	9.85	19.67	$\omega-Al_7Cu_2Fe$

En la figura 3.10 se observa la micrografía de la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 3 h y en la Tabla 3.5 se muestran las composiciones, así como las fases presentes en el sistema. En la micrografía, se aprecian las zonas, donde se realizó el análisis químico puntual para la obtención de la fórmula química de la fase. En este caso, la estructura de la fase  $\theta-Al_2Cu$  que se observa en la micrografía, es dendrítica con presencia de láminas intermetálicas cuya fase correspondiente es  $\omega-Al_7FeCu_2$ . Las zonas oscuras corresponden a la solución sólida de Al. También hay presencia de porosidad, debido al fenómeno de contracción que sufre la aleación durante la solidificación. Las fases calculadas son similares a las reportadas en el diagrama de fases ternario. Al igual que el caso anterior no hay presencia de la fase  $\alpha - Al_{23}CuFe_4$ .

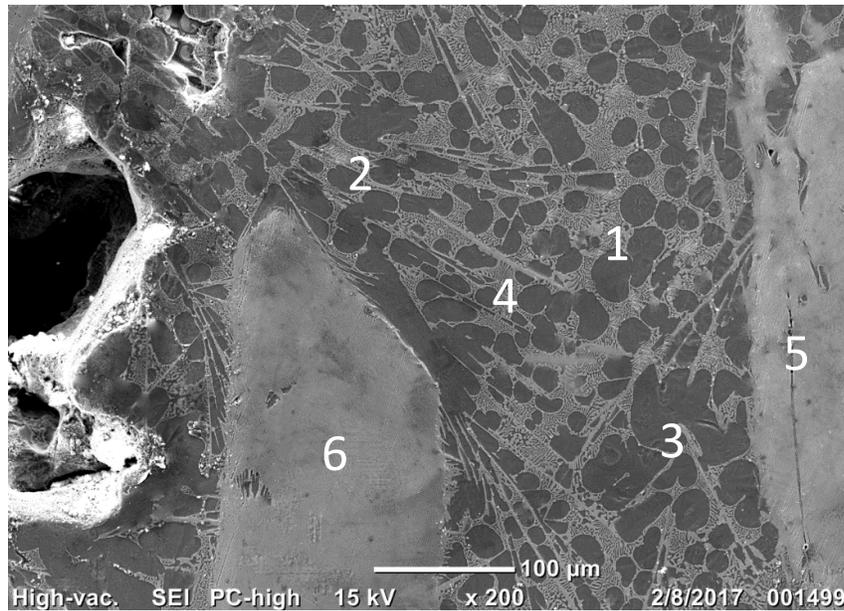
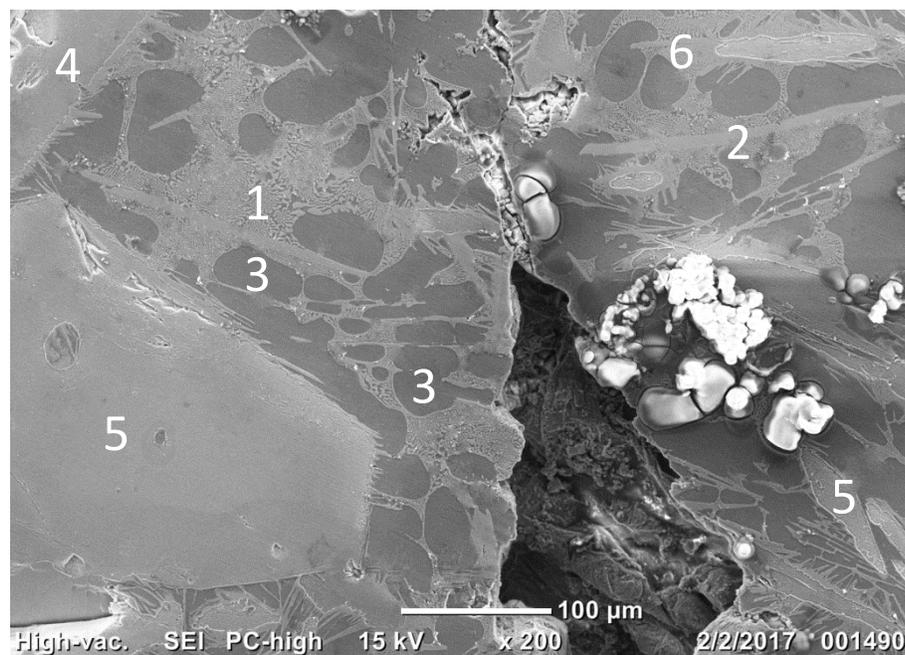


Figura 3.10 Micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 3 h, los números muestran las zonas donde fue realizado el análisis puntual

Tabla 3.5 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 3 h

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	75.99	18.88	4.82	$\theta$ - $Al_2Cu$
2	74.90	21.34	3.76	$\theta$ - $Al_2Cu$
3	94.86	0.57	4.57	Al
4	76.93	18.49	4.58	$\theta$ - $Al_2Cu$
5	70.45	11.07	18.48	$\omega$ - $Al_7Cu_2Fe$
6	72.51	10.35	17.14	$\omega$ - $Al_7Cu_2Fe$

Posteriormente se presenta la micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622\text{ }^{\circ}C$  durante 6 h, figura 3.11, y se anexa la Tabla 3.6 donde se localizan las zonas, composiciones y fases de la aleación. En esta micrografía puede observarse una lámina grande de fase  $\omega-Al_7FeCu_2$ , y se puede apreciar una estructura de tipo dendrítica. También hay presencia de fase  $\omega-Al_7FeCu_2$  en forma de láminas de menor tamaño (punto 6); estas láminas están entre las zonas interdendríticas de la fase  $\theta-Al_2Cu$ . Al igual que en las micrografías anteriores se muestra la presencia de porosidad en las zonas interdendríticas. En la imagen, también se puede observar la presencia de material en forma de burbuja, probablemente esto se deba a la temperatura de tratamiento, la cual es muy alta y la aleación comienza a fundirse.



*Figura 3.11 Micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622\text{ }^{\circ}C$  durante 6 h*

*Tabla 3.6 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 6 h*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	71.01	4.88	24.11	$\theta-Al_2Cu$
2	71.56	11.01	17.43	$\omega-Al_7Cu_2Fe$
3	94.69	1.72	3.59	Al
4	95.05	0.67	4.28	Al
5	71.21	11.84	16.95	$\omega-Al_7Fe_2Cu$
6	75.01	4.78	20.21	$\theta-Al_2Cu$

En la figura 3.12 se muestra la micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 9 h. En la Tabla 3.7 se aprecian las zonas, composiciones y fases de la aleación. Como puede observarse, la estructura está compuesta por una lámina grande de la fase  $\omega-Al_7FeCu_2$ , dendritas asociadas a la fase  $\theta-Al_2Cu$  y zonas oscuras (fase Al).

Finalmente se demuestra que no hay presencia de la fase icosaedra, ya que dicha fase no se identificó durante la caracterización de fases. Por tanto, es esencial que durante la fabricación de la aleación, su composición se localice dentro de la región de la fase icosaedra y no basta con el hecho de tener presentes las fases L y  $\lambda$  (reacción peritética). Más adelante se demuestra que esta aleación no tuvo en gran medida porosidad.

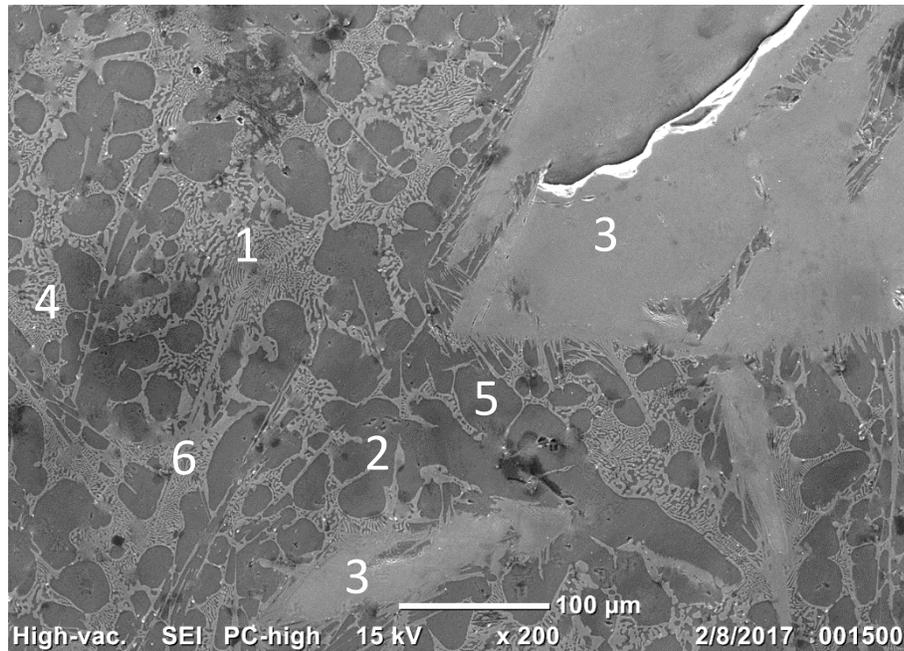


Figura 3.12 Micrografía para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 9 h

Tabla 3.7 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{84}Fe_{10}Cu_6$  con tratamiento térmico a  $622^{\circ}C$  durante 9 h

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	75.95	4.98	19.07	$\theta-Al_2Cu$
2	91.29	1.17	7.54	Al
3	70.09	11.36	18.55	$\omega-Al_7Cu_2Fe$
4	75.01	4.78	20.21	$\theta-Al_2Cu$
5	91.29	1.17	7.54	Al
6	70.95	10.50	18.55	$\omega-Al_7Cu_2Fe$

### 3.3 Caracterización para la aleación $Al_{79}Fe_{15}Cu_6$

#### 3.3.1 Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X antes del tratamiento térmico

La figura 3.13 muestra el patrón de difracción sin tratamiento térmico; en este gráfico se puede observar dos fases: (1)  $\alpha - Al_{23}CuFe_4$ , (2)  $\omega - Al_7Cu_2Fe$ . De acuerdo con el análisis de porcentaje de fase se obtuvieron los siguientes resultados: (1)  $\alpha - Al_{23}CuFe_4$  7.9%, (2)  $\omega - Al_7Cu_2Fe$  92%. Las fases obtenidas se pueden corroborar con las que muestra el diagrama de fases binario, ver figura 3.16.

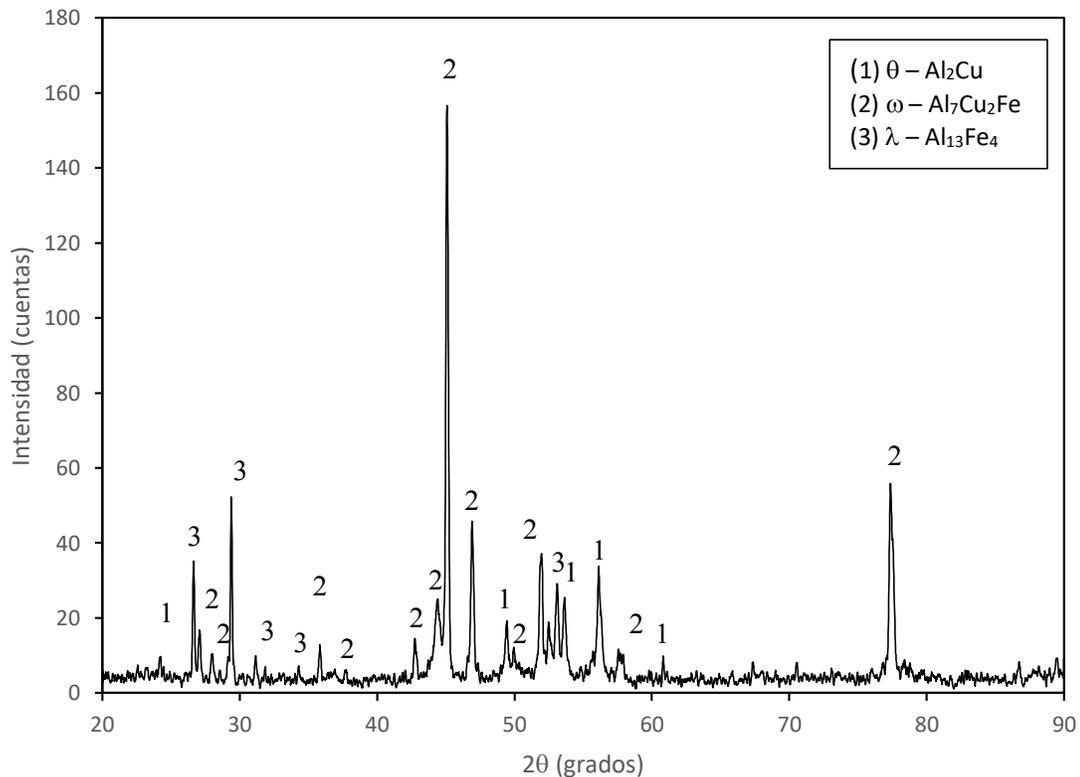


Figura 3.13 Patrón de Difracción para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  sin tratamiento térmico

### 3.3.2 Análisis Microestructural para la Aleación $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$ antes del tratamiento térmico

En esta sección se presentan las micrografías obtenidas para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  sin tratamiento térmico. En la figura 3.14 se muestra la micrografía de esta aleación y la Tabla 3.8 contiene las fases de cada zona. La microestructura obtenida para esta aleación consiste principalmente de láminas de fase  $\omega\text{-Al}_7\text{FeCu}_2$  y zonas dendríticas  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ . Esta aleación contiene las mismas fases que el diagrama ternario presentado con anterioridad, por tanto se estaría aseverando que análisis puntual realizado en la aleación es el correcto.

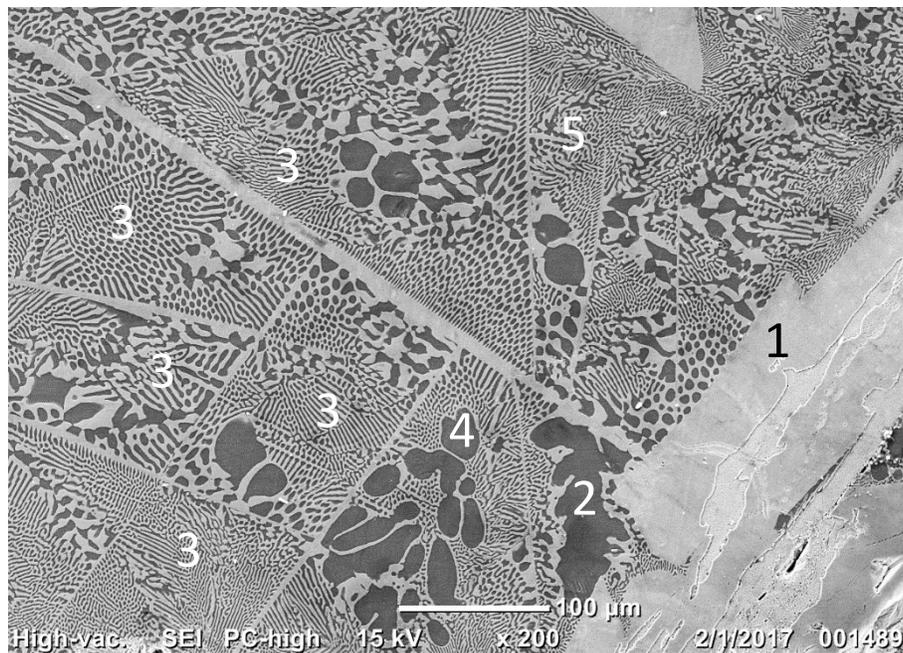


Figura 3.14 Micrografías para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento térmico a 650°C durante 6 h

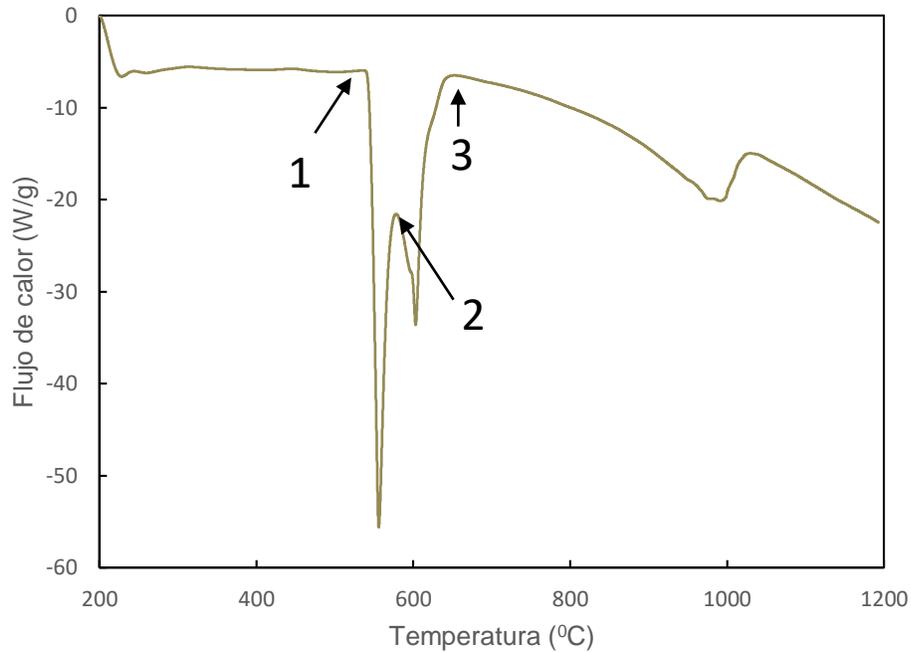
*Tabla 3.8 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub> Fe<sub>6</sub> con tratamiento térmico a 650°C durante 6 h*

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	71.75	16.99	11.26	$\omega$ -Al <sub>7</sub> FeCu <sub>2</sub>
2	93.32	0.00	6.68	Al
3	76.01	18.37	5.62	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
4	97.46	1.38	1.16	Al
5	76.54	17.88	5.58	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu

### 3.3.3 Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico

El siguiente termograma, figura 3.15, corresponde a la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>16</sub>Fe<sub>5</sub>. Para esta figura puede observarse 3 transformaciones de fase.

La primera transformación ocurre a la temperatura de 541 °C, que de acuerdo con el diagrama de fases corresponde a la transformación de la fase  $\theta$  a L, posteriormente se observa otra transformación a una temperatura de 583°C asociada a la fusión de la fase Al y finalmente la última transformación ocurre a una temperatura de 660°C con la fusión de la fase  $\lambda$  a L. Cabe destacar que dos transformaciones no están presentes, eso puede deberse a que probablemente la velocidad de calentamiento fue lo suficientemente rápida para suprimir la transformación de fase.



*Figura 3.15 Termograma para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>16</sub>Fe<sub>5</sub>*

En la Tabla 3.9 se muestran las reacciones de transformación de fase que ocurren durante el calentamiento. Estas son un resumen de lo anteriormente mencionado. Las temperaturas de tratamiento térmico seleccionadas fueron de 660°C a tiempos de 1, 3, 6 y 9 h. Esta aleación, fue seleccionada debido a que se quería observar los efectos de la ausencia de la fase icosaedral dentro del sistema y observar si era posible obtenerla con las temperaturas y los tiempos anteriormente seleccionados.



### 3.3.4 Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$ después del tratamiento térmico

Posteriormente se presenta la figura 3.17 la cual se presenta el gráfico de difracción para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento térmico de  $660\text{ }^\circ\text{C}$  a 1 h. Se puede observar la presencia de las mismas fases con la diferencia de las intensidades de los picos. En este caso la mayor contribución corresponde para la fase (2), seguido de la fase (3) y finalmente la fase (1). De acuerdo con la relación de intensidades el pico con mayor proporción de fase es el para la fase (2). Los porcentajes de fase obtenido con la ayuda del software son las siguientes: (1)  $\theta - \text{Al}_2\text{Cu}$  10%, (2)  $\omega - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  70%, (3)  $\lambda - \text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  20%.

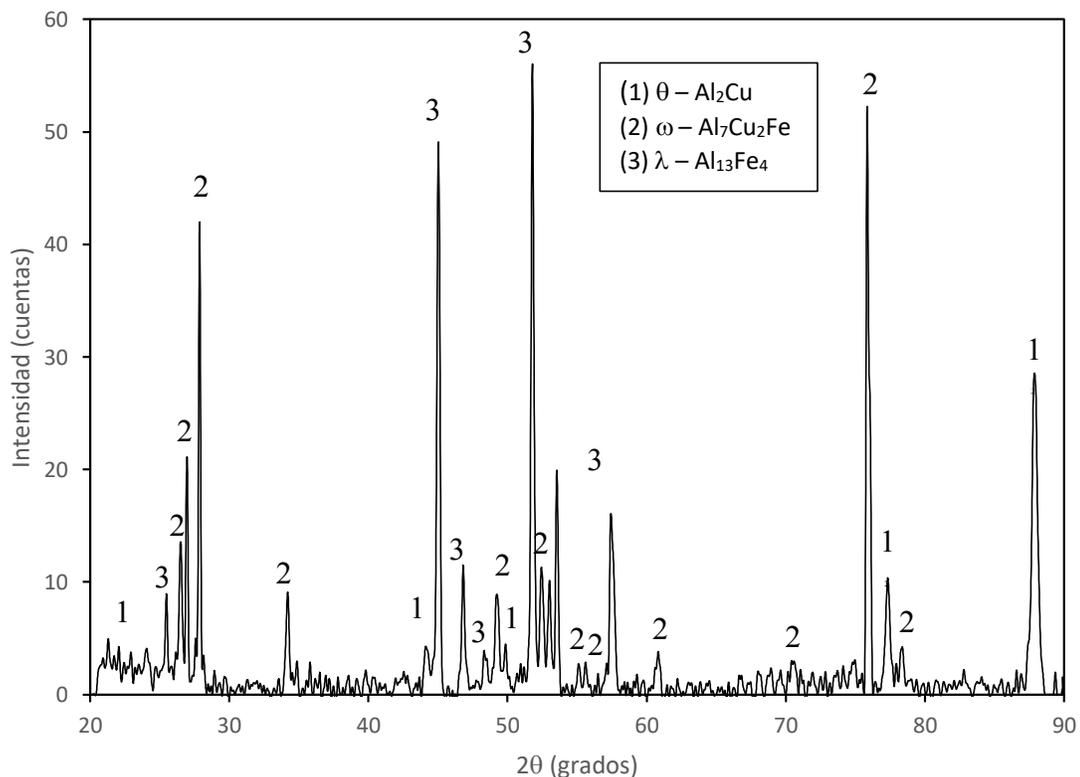
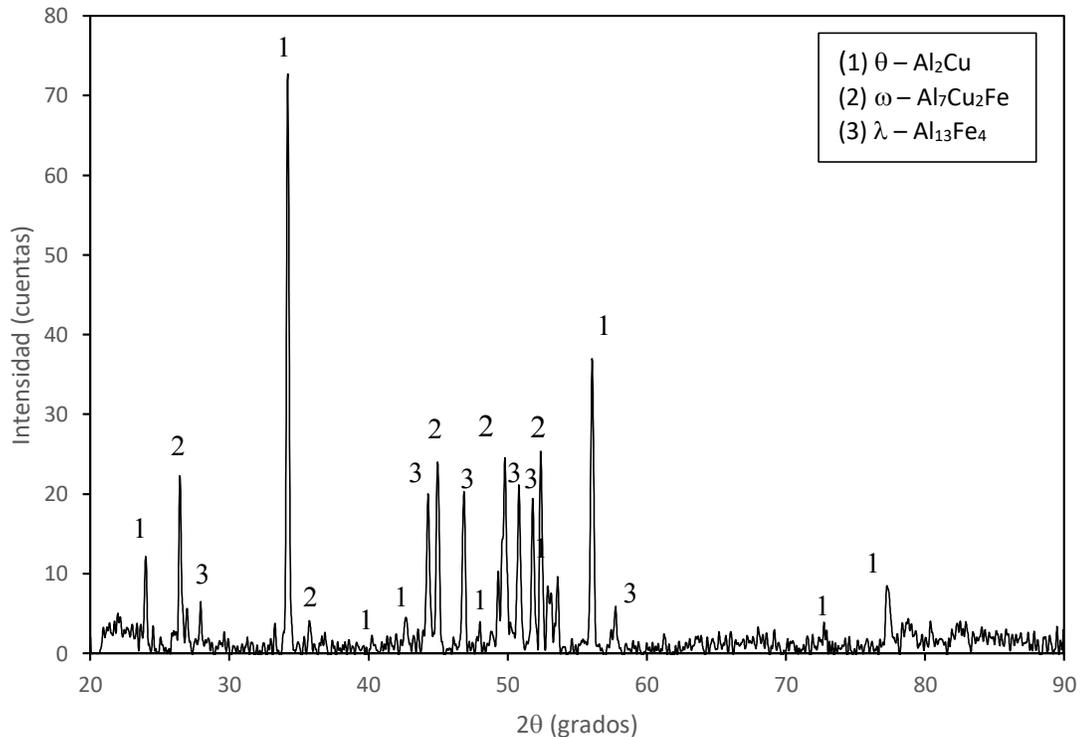


Figura 3.17 Patrón de Difracción para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento a  $660\text{ }^\circ\text{C}$  durante 1 h

En la figura 3.18 se aprecia el patrón de difracción para un tratamiento térmico de 660 °C durante 3 horas. En este gráfico se observa una menor contribución de en la intensidad de la fase (3), y un aumento de intensidad en la fase (1). Los porcentajes de fase son los siguientes: (1)  $\theta$  – Al<sub>2</sub>Cu 42%, (2)  $\omega$  – Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe 14%, (3)  $\lambda$  – Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> 44%



*Figura 3.18 Patrón de Difracción para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub>Fe<sub>6</sub> con tratamiento a 660 °C durante 3 h*

La figura 3.19 presenta el patrón de difracción para un tratamiento térmico de 660 °C durante 6 h. El porcentaje de fases es el siguiente: (1) Al<sub>2</sub>Cu 15%, (2)  $\omega$  – Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe 83%, (3)  $\lambda$  – Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> 2.7%.

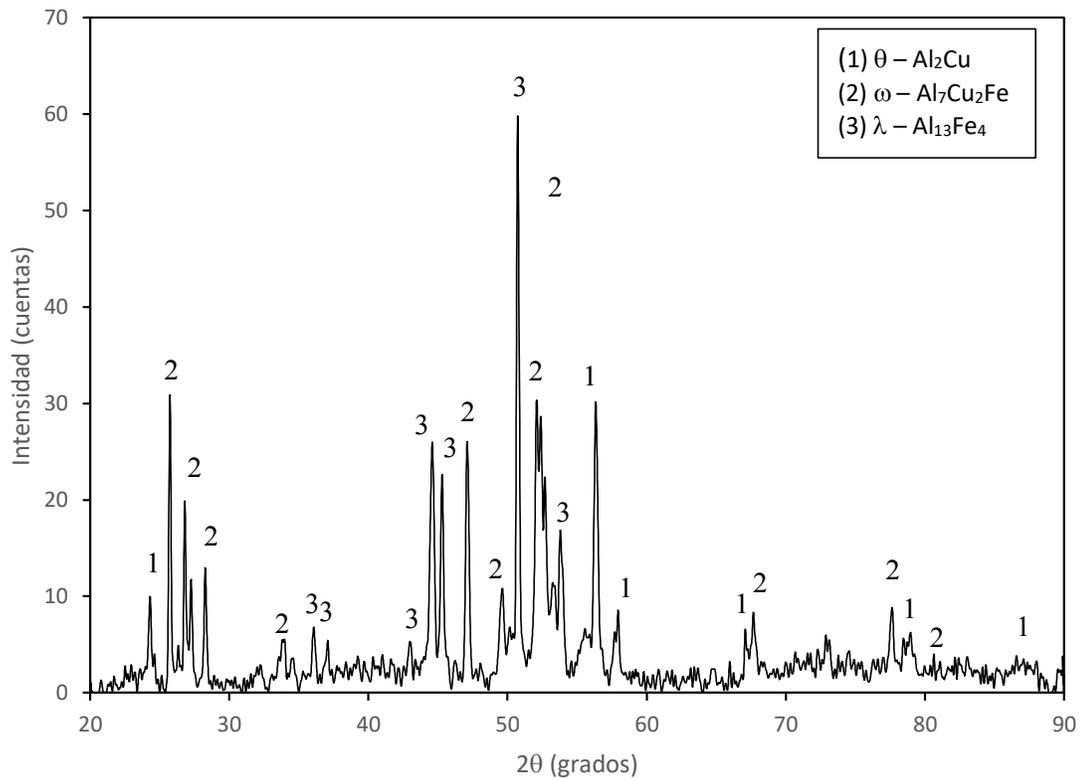
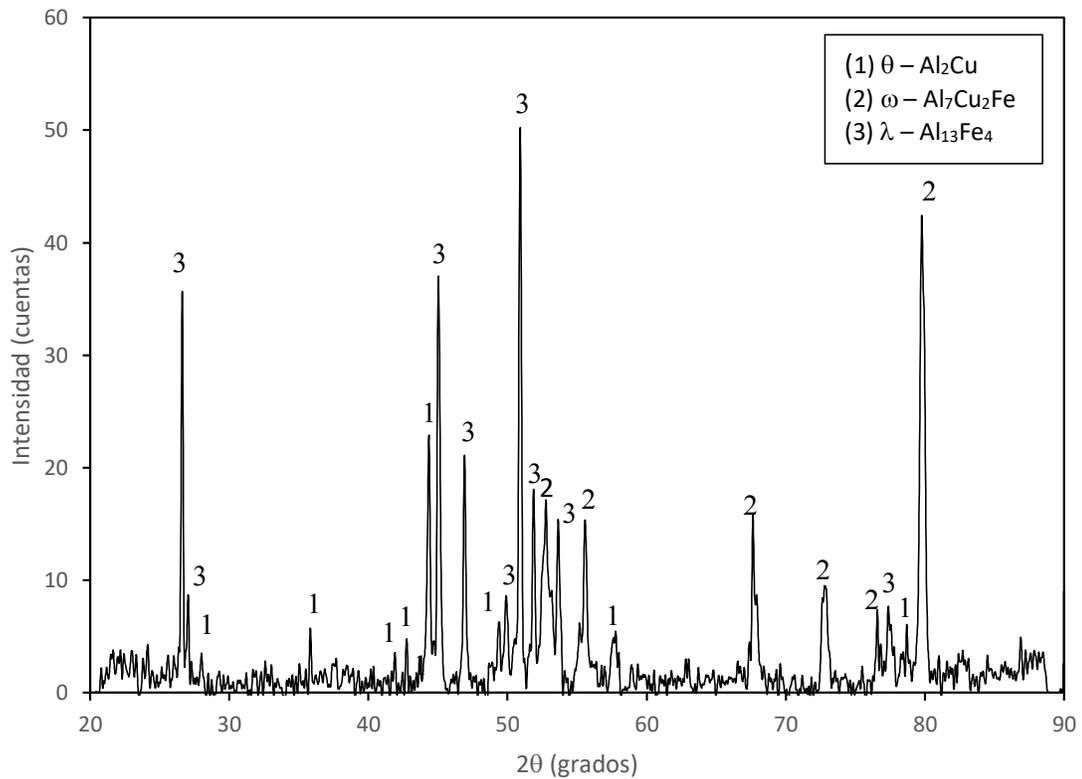


Figura 3.19 Patrón de Difracción para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento a  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 6 h

La figura 3.20 muestra el patrón de difracción para la aleación con tratamiento térmico de  $660\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 9 h. El porcentaje de fase calculado es el siguiente: (1) Al<sub>2</sub>Cu 12%, (2) ω - Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe 77%, (3) λ - Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> 11%



*Figura 3.20 Patrón de Difracción para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento a  $660^\circ\text{C}$  durante 9 h*

Como resumen, el tratamiento térmico tuvo un efecto muy similar al de la aleación  $\text{Al}_{84}\text{Fe}_{10}\text{Cu}_6$ , ya que sólo afectó a el porcentaje de fases obtenidos. Las tres fases detectadas antes del tratamiento térmico y después del tratamiento térmico son las mismas, pero con diferentes porcentajes de fases. De acuerdo con el diagrama de fase anteriormente mostrado –(figura 3.18), se demuestra que las fases obtenidas son las mismas. Por tanto, se estaría comprobando que la identificación de las fases es correcta.

### 3.3.5 Análisis Microestructural para la aleación $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$ después del tratamiento térmico

La figura 3.21 muestra la micrografía para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento térmico a  $660^\circ\text{C}$  durante 1 h. En ésta se exhiben las zonas de análisis puntual obteniendo la fase dendrítica  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ . En la micrografía también se observa la presencia de porosidad, originada por el mecanismo de contracción durante la solidificación. La Tabla 3.10 muestra las zonas donde se realizó el análisis puntual, las composiciones y las fases calculadas. Al igual que el caso anterior no hay una evolución o cambio microestructural (antes del tratamiento térmico), sólo hay un cambio morfológico en la estructura de las fases presentes en el sistema. Probablemente esto se deba a que no hay una evolución microestructural asociado a la temperatura y tiempo ya que las condiciones cinéticas no son suficientes para producir un cambio de fase.

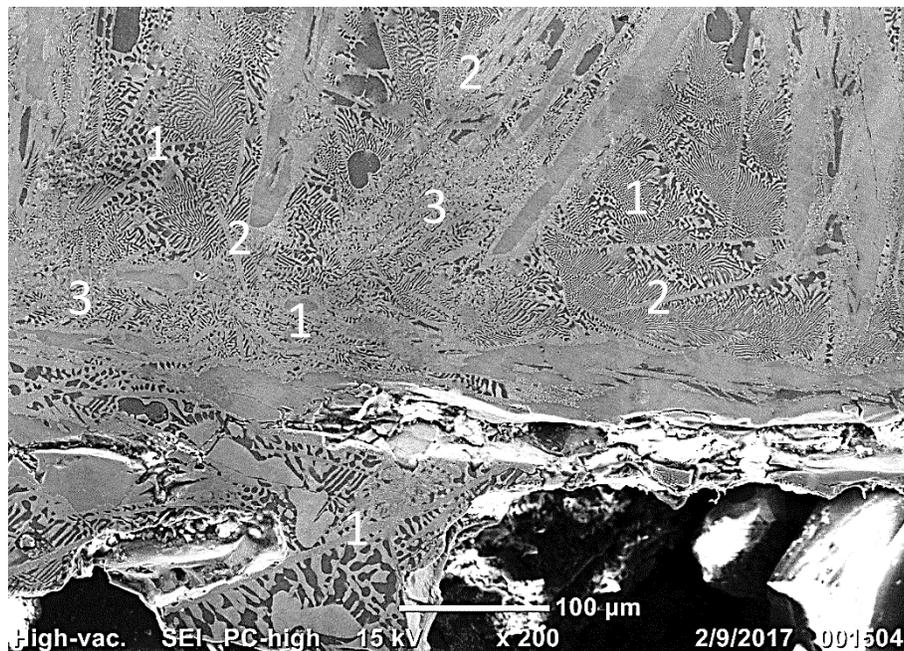


Figura 3.21 Micrografías para la aleación  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{15}\text{Fe}_6$  con tratamiento térmico a  $660^\circ\text{C}$  durante 1 h

*Tabla 3.10 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub>Fe<sub>6</sub> con tratamiento térmico a 660°C durante 1 h*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	76.39	18.65	4.96	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
2	75.86	18.47	5.67	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
3	77.56	18.40	4.05	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu

La figura 3.22 se observa la micrografía obtenida para la aleación con tratamiento térmico a 660°C durante 3 h. La estructura y las fases presentes en la aleación son muy similares a las presentadas anteriormente. La estructura está compuesta principalmente por dendritas fase  $\theta$  Al<sub>2</sub>Cu y láminas de la fase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>FeCu<sub>2</sub>. La Tabla 3.11 muestra las zonas donde se realizó el análisis elemental, así como la composición química de cada elemento y posteriormente la fase presente en el sistema.

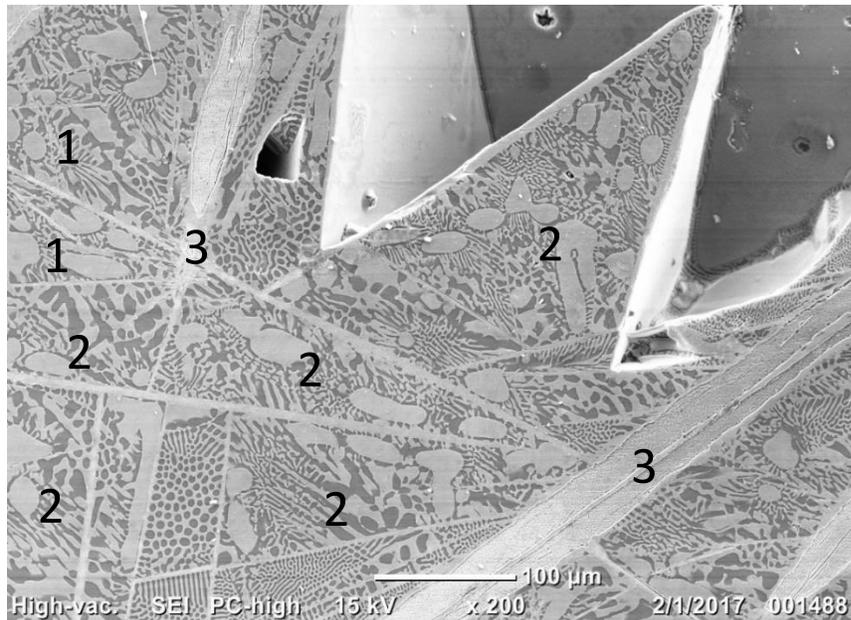


Figura 3.22 Micrografías para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento térmico a  $660^{\circ}C$  durante 3 h

Tabla 3.11 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento térmico a  $660^{\circ}C$  durante 3 h

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	75.60	18.53	5.87	$\theta - Al_2Cu$
2	76.14	18.33	5.53	$\theta - Al_2Cu$
3	71.75	16.99	11.26	$\omega - Al_7FeCu_2$

En la figura 3.23 se presenta la micrografía obtenida para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento térmico a  $660^{\circ}C$  durante 6 h. En esta micrografía puede observarse la presencia de la fase  $\omega - Al_7Fe_2Cu$  y  $\theta - Al_2Cu$ . En comparación con

las demás microestructuras, para la misma aleación, las fases presentes siguen siendo las mismas. Estas fases concuerdan con las fases que se presentan en el diagrama ternario. También puede observarse que no hay una evolución microestructural, sólo hay un cambio morfológico en las fases. Esto se podría relacionar a que las condiciones de temperatura y tiempo no causan un impacto en la evolución microestructural. Sería interesante elaborar gráficos de enfriamiento continuo y observar los cambios de fase. Para identificar las fases sin necesidad de realizar varios tratamientos térmicos. Sin embargo, las fases encontradas concuerdan con los diagramas binarios (con una tercera composición constante) y a los diagramas ternarios.



*Figura 3.23 Micrografías para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub>Fe<sub>6</sub> con tratamiento térmico a 850°C durante 6 h*

*Tabla 3.12 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub>Fe<sub>6</sub> con tratamiento térmico a 660°C durante 6 h*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	71.50	17.29	11.21	$\omega$ - Al <sub>7</sub> Fe <sub>2</sub> Cu
2	75.35	18.66	5.99	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
3	76.09	18.63	5.28	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
4	76.57	18.09	5.34	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu

En la figura 3.24 se aprecia la micrografía para la aleación Al<sub>79</sub>Cu<sub>15</sub>Fe<sub>6</sub> con tratamiento térmico a 660°C durante 9 h. La porosidad que se observa no es representativa de toda el área de la muestra, ya que se trata de una región de la parte superior donde presentaba mayor porosidad. Debido a esto, se realizó el estudio en esta zona para identificar las fases presentes que se encuentran en sólo esa área. En este caso sólo hay presencia de fase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu.

Esta aleación, describe el mismo comportamiento que la aleación Al<sub>84</sub>Fe<sub>10</sub>Cu<sub>6</sub>, ya que no se observó la presencia de la fase icosaedral a partir del análisis microestructural. La temperatura, a la cual ocurre la reacción peritética no ayudó a la formación de la fase icosaedral. Por tanto, esto ayuda a reiterar que es necesaria la presencia de la fase icosaedral durante la fabricación de la aleación.

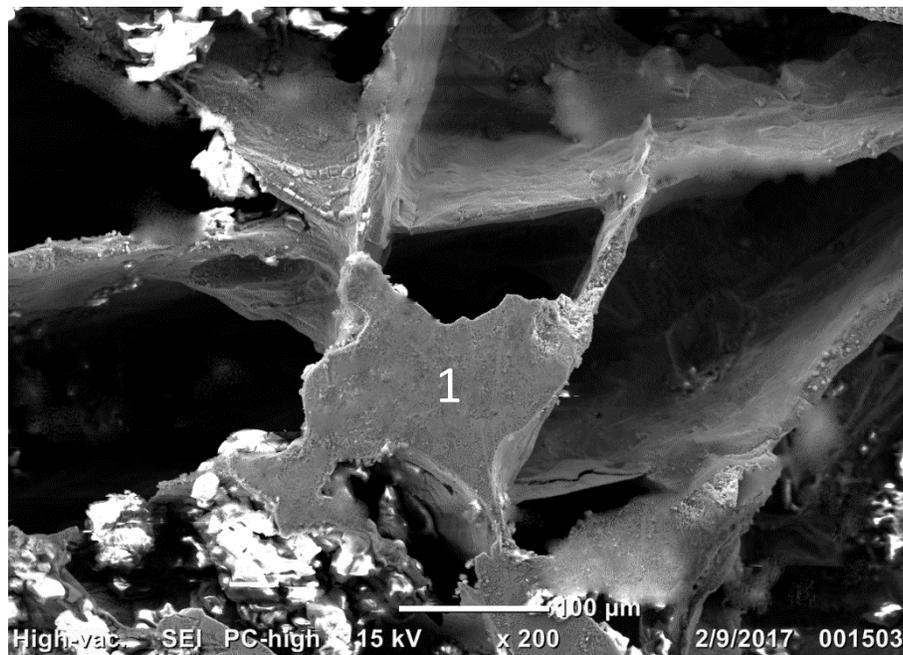


Figura 3.24 Micrografías para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento térmico a  $660^{\circ}C$  durante 9 h

Tabla 3.13 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{79}Cu_{15}Fe_6$  con tratamiento térmico a  $660^{\circ}C$  durante 9 h

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	77.05	17.89	4.87	$\theta-Al_2Cu$

### 3.4 Caracterización para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$

#### 3.4.1 Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X

En la figura 3.25 se muestran los gráficos de difracción de Rayos X para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ . Las fases fueron encontradas con la ayuda del software *pdxl2*. En el gráfico de la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  sin tratamiento térmico se localizaron 3 fases, ver figura 3.29. El número (1) está asociado a la fase  $\iota$  - icosaedral mientras que el número (2) es la fase  $\beta$  - AlFe, y también hay presencia de la fase  $\alpha$  -  $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  (3). La fase con mayor contribución es la fase icosaedral (1), seguido de la fase  $\beta$  - AlFe (2) y finalmente se localiza la fase  $\alpha$  -  $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  (3). En este caso no fue posible calcular los porcentajes debido a que para la fase icosaedral no se encuentra el factor  $I/I_c$  (intensidad contra la intensidad del corundum), necesario para que el software realice el cálculo.

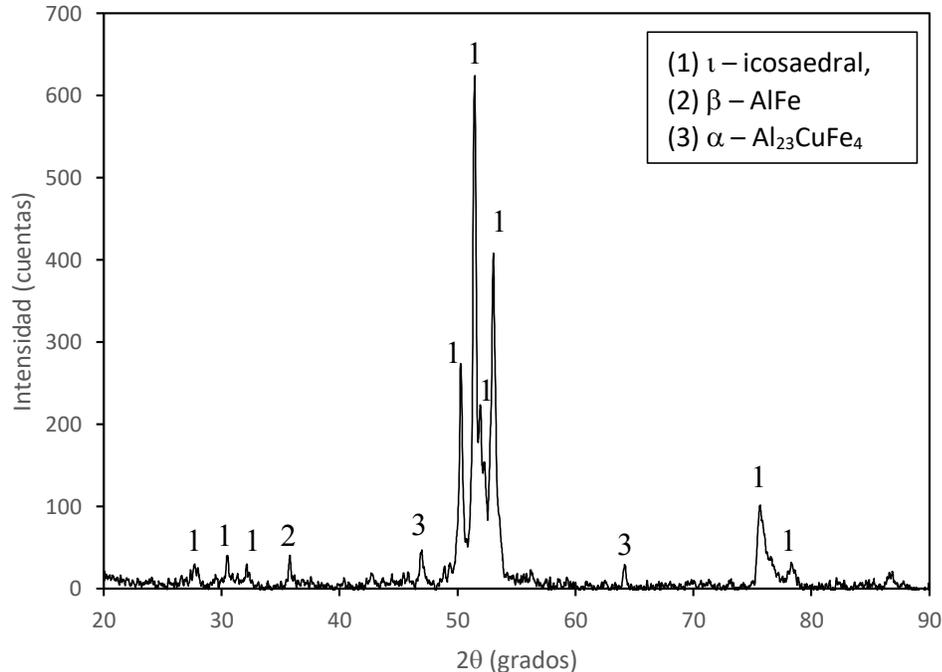
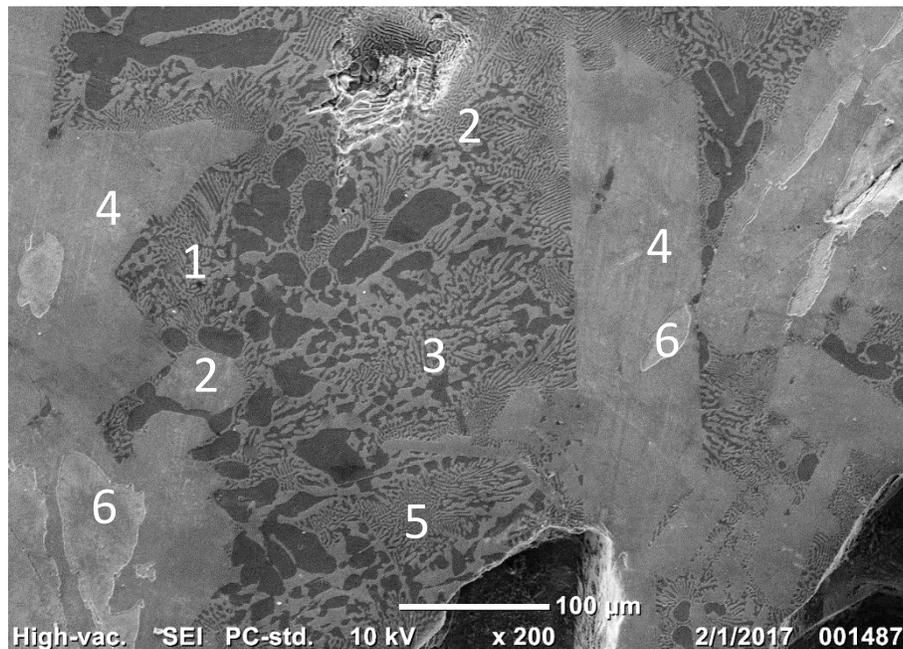


Figura 3.25 Patrón de Difracción para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  sin tratamiento térmico

### 3.4.2 Análisis Microestructural para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$

A continuación, se presentan las micrográficas para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  sin tratamiento térmico. Como puede observarse en la figura 3,26, de acuerdo con la Tabla 3.14 hay presencia de la fase icosaedral, fase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  y fase  $\phi\text{-Al}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$ . Estas aleaciones presentaron mayor porosidad que las que no tienen presencia de fase  $\iota$ , probablemente este tipo de aleaciones sufran una contracción más fuerte asociada a la formación de la fase icosaedral durante la solidificación.



*Figura 3.26 Micrografía para la aleación para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  sin tratamiento térmico*

*Tabla 3.14 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  sin tratamiento térmico*

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	77.19	18.77	4.04	$\theta-Al_2Cu$
2	76.58	18.36	4.06	$\theta -Al_2Cu$
3	93.37	1.44	5.19	Al
4	63.79	12.85	23.26	$\iota -Al_6FeCu_2$
5	74.98	23.76	1.26	$\theta-Al_2Cu$
6	43.91	4.94	51.15	$\phi - Al_{10}Cu_{10}Fe$

### 3.4.3 Termogramas y obtención de las temperaturas de tratamiento térmico

En la figura 3.27 se observa el termograma para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ ; para este caso pueden observarse 5 picos. El primero de ellos está asociado a la transformación de fase  $\phi + \alpha$  a  $\omega + \beta$ , a una temperatura de 604 °C. Posteriormente se presenta un segundo pico a una temperatura de 689 °C, en este pico ocurre la fusión de la fase  $\omega$ . El tercer pico se da a una temperatura de 850 °C; esta es la temperatura a la cual se produce la fusión de la fase  $\iota$  y es la temperatura a la cual se realizó el tratamiento térmico. El cuarto pico ocurre a una temperatura de 885 °C. Como se mencionaba en el análisis de la aleación anterior, esta temperatura fue elegida, debido a que esta es la zona donde existe la interacción la fase L con la fase  $\lambda$ , en esta temperatura se propicia la formación de la fase  $\iota$ . En la Tabla 3.15 se muestra un resumen de lo anteriormente mencionado

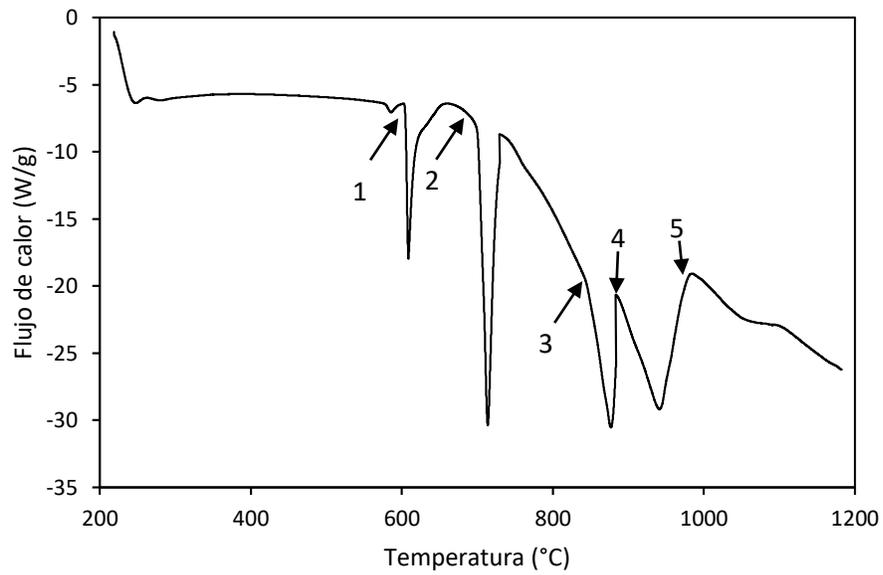


Figura 3.27 Termograma para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$

Tabla 3.15 Reacciones que ocurren para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  durante el proceso de fusión

Reacciones	$Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$	Temperatura (°C)	
1	$\iota + \phi + \alpha$	$\iota + \omega + \beta$	604
2	$\iota + \omega + \beta$	$L + \iota + \beta$	689
3	$L + \iota$	$L + \lambda + \iota$	850
4	$L + \lambda + \beta$	$L + \lambda$	885
5	$L + \lambda$	$L$	987

Finalmente se presenta el diagrama de fases binario a una composición constante de Fe. Como puede observarse, la zona localizada entre las

temperaturas de 725 a 695°C, no se encuentra dentro del termograma, figura 3.28; lo anterior, probablemente se atribuya a que la zona de transformación de fase es muy pequeña. Probablemente el flujo de calor asociado durante la fusión se traslapó con la reacción 2 o 3. Posteriormente la zona localizada entre las reacciones 3 y 4 (zona localizada dentro del intervalo temperaturas de 850 a 975 °C), no está presente, ya que probablemente fue suprimida por el efecto de la rapidez de calentamiento.

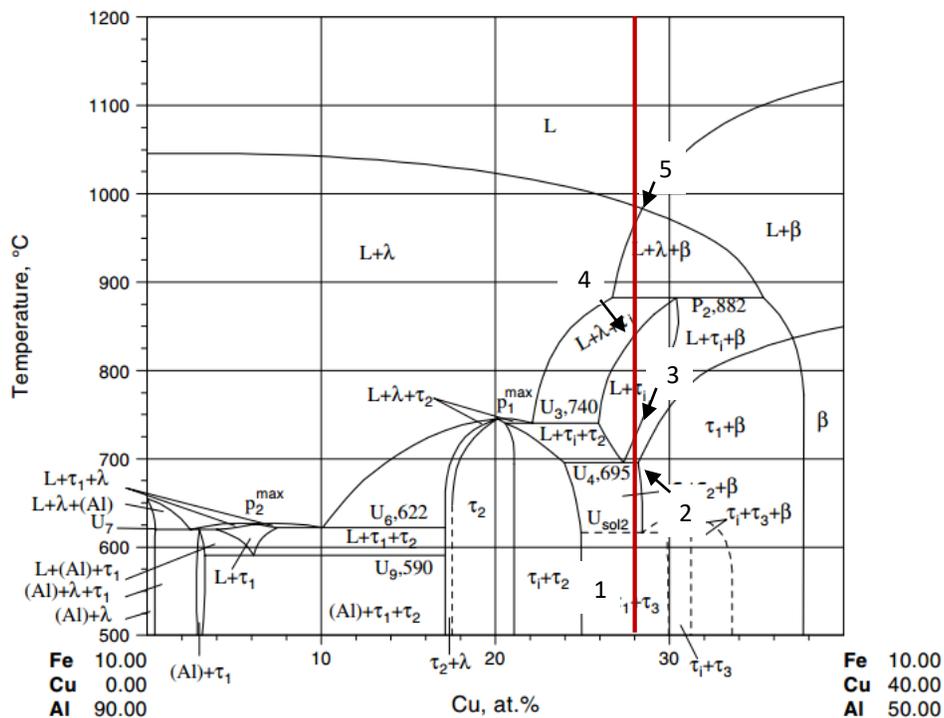


Figura 3.28 Diagrama de fases para la aleación  $Al_{62}Fe_{10}Cu_{28}$

En el siguiente apartado no se anexa esta aleación contratamiento térmico de 1 y 9 horas. Debido a que, para el tratamiento de 1 h no se produjo un cambio significativo en la microestructura ni en la porosidad de la misma. Para el caso del tratamiento térmico a 9 h, la aleación se fragilizó y fracturó lo cual como la literatura lo indica la fase icosaedral tiende a fragilizarse con mucha facilidad [43].

### 3.4.4 Identificación de fases mediante Difracción de Rayos X para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ después del tratamiento térmico

Para la figura 3.29 se observa el gráfico de DRX para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico a  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 3 h. Para este gráfico las fases localizadas son las mismas que el gráfico 3.25 (antes del tratamiento térmico), sin embargo, la diferencia radica en que hay una mayor contribución de fase (3)  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ .

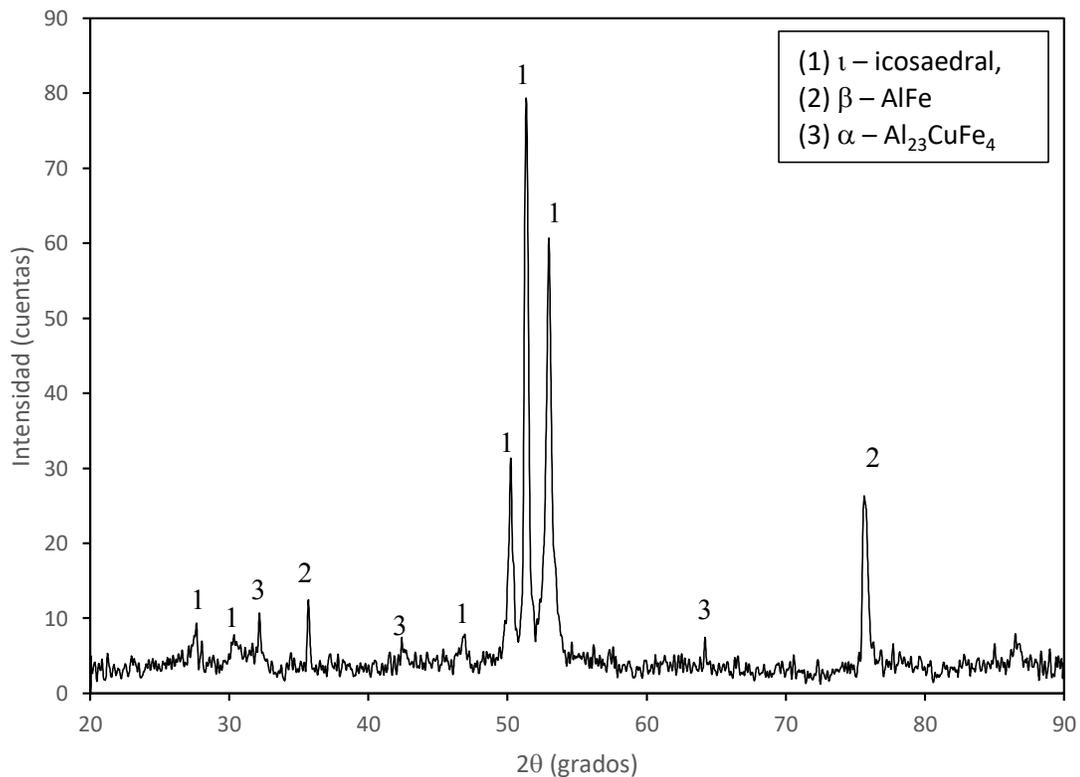


Figura 3.29 Patrón de Difracción para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento a  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 3 h

La figura 3.30 presenta los gráficos obtenidos para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico de 6 horas. El gráfico 3.30 es muy similar al gráfico 3.25, es decir los picos se presentan a los mismos ángulos. En este gráfico se observa la presencia de la fase icosaedral seguida de la fase  $\alpha - \text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ , sin embargo, no se detectó a la fase  $\beta - \text{AlFe}$ . Esta aleación presentó la mayor porosidad de todas las aleaciones, por tanto, probablemente el mecanismo de porosidad se deba gracias a la formación de la fase icosaedral. Se cree que durante la solidificación la contracción es más severa que en comparación a las aleaciones que no presentan dicha fase.

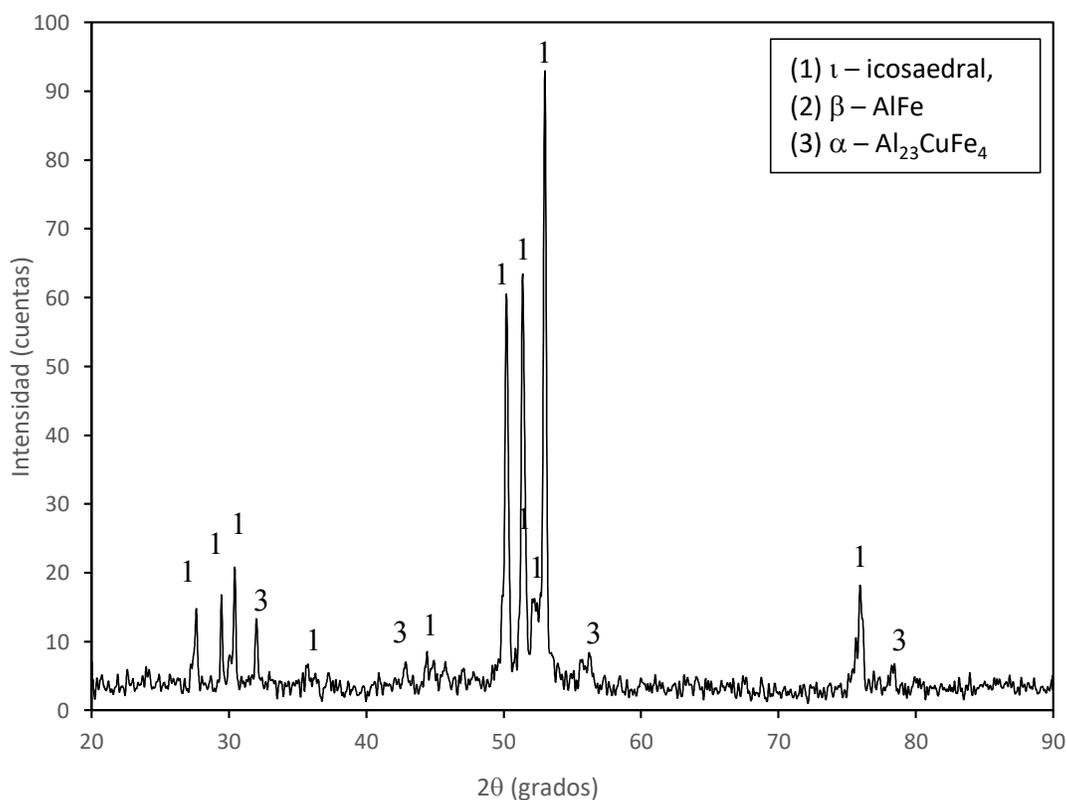


Figura 3.30 Patrón de Difracción para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento a  $850\text{ }^\circ\text{C}$  durante 6 h

### 3.4.5 Análisis Microestructural para la aleación $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$ después del tratamiento térmico

En la figura 3.31 se presenta la micrografía para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}\text{C}$  durante 3 h. En este caso se observa microporosidad dentro de las zonas de las fases. También se puede apreciar que no hay presencia de zonas dendríticas. Esta micrografía está compuesta por las fases  $\phi$  -  $\text{Al}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$  y  $\tau$  -  $\text{Al}_6\text{FeCu}_2$ . La Tabla 3.16 muestra las zonas donde se realizó el análisis químico, así como también las composiciones y las fases presentes dentro de la aleación. En este caso también se observa presencia de porosidad, asociada a la formación de la fase icosaedral.

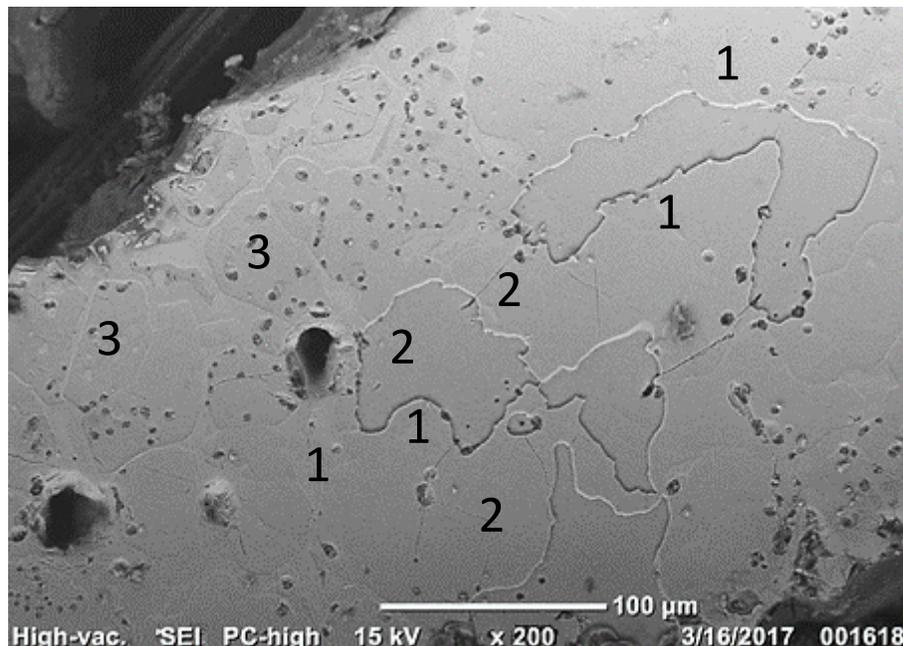


Figura 3.31 Micrografía para la aleación para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}\text{C}$  durante 3 h

*Tabla 3.16 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 3 h*

<b>Zona</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Fase</b>
1	42.75	4.94	52.31	$\phi$ - $Al_{10}Cu_{10}Fe$
2	63.79	12.85	23.26	$\iota$ - $Al_6FeCu_2$
3	63.82	12.72	23.46	$\iota$ - $Al_6FeCu_2$

En la figura 3.32 se observa la micrografía aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 6 h. En la figura se muestran los números que representan las zonas donde fue realizado el análisis puntual. Las fases presentes en esta aleación son  $\phi$  -  $Al_{10}Cu_{10}Fe$  y  $\iota$  -  $Al_6FeCu$ . Cabe destacar que se puede observar la presencia de cuasicristales dentro de las zonas de poro. Un ejemplo de esto se localiza dentro de la figura 3.36, en la zona 1. La Tabla 3.17 muestra las zonas, composición y fases de la aleación. Esta aleación presentó un mayor porcentaje de porosidad. Con este resultado, se podría aseverar que el mecanismo propuesto entre la interacción del líquido con la fase  $\lambda$  produce una mayor cantidad de fase icosaedrales.

Para esta aleación se puede observar que la reacción peritética si tuvo efecto durante la formación de la fase icosaedrales. Se comprobó su presencia con el análisis microestructural anteriormente realizado. Esta aleación presentó mucho mayor porosidad que sus contrapartes anteriores.

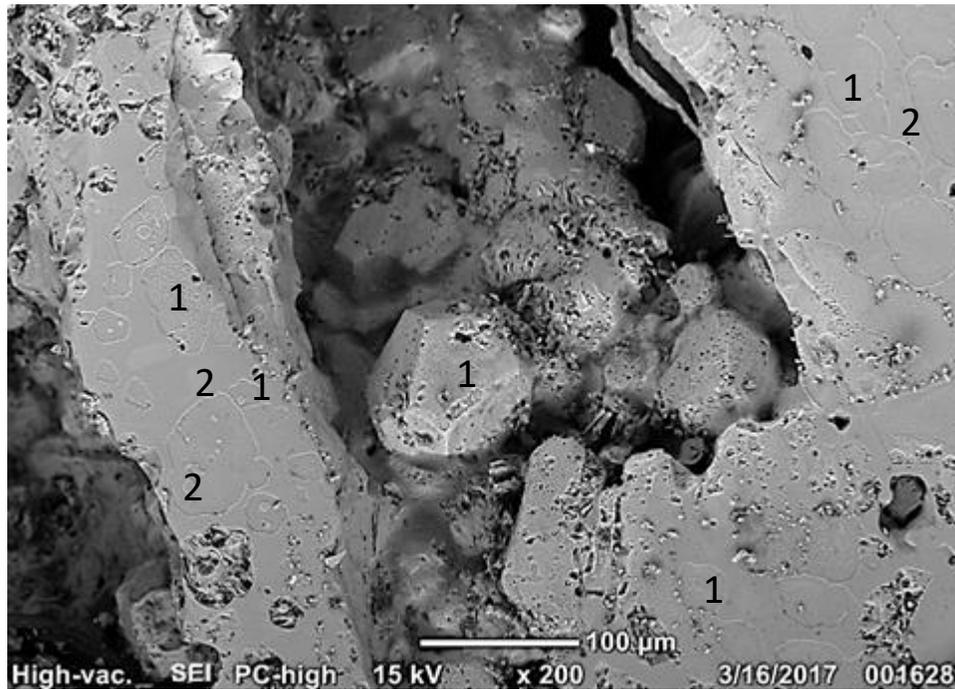


Figura 3.32 Micrografía para la aleación para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 6 h

Tabla 3.17 Composiciones atómicas de cada elemento y su fase correspondiente para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 6 h

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	40.61	3.94	55.45	$\phi$ - $Al_{10}Cu_{10}Fe$
2	63.79	12.85	23.26	$\iota$ - $Al_6FeCu_2$

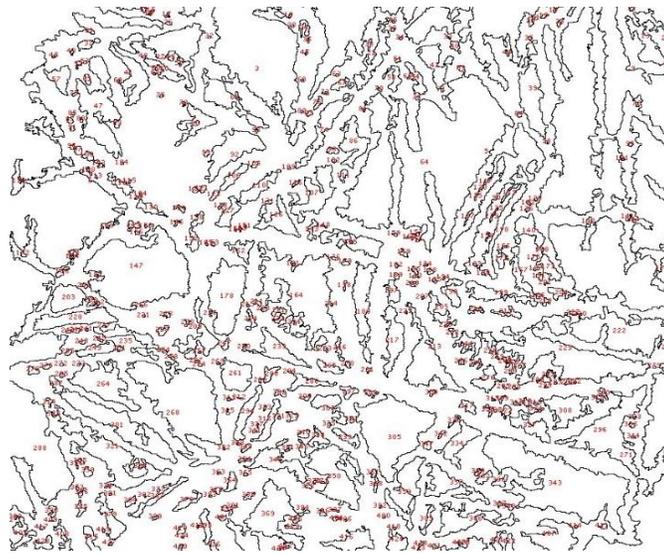
### 3.5 Porcentaje de porosidad

En esta sección se anexan dos figuras que son ejemplo del cálculo de la porosidad de la muestra. Las imágenes fueron tomadas a una escala de 1x. En la imagen 3.33 se muestra una fotografía para la aleación 3, cuya composición es  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico a  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 6 horas.



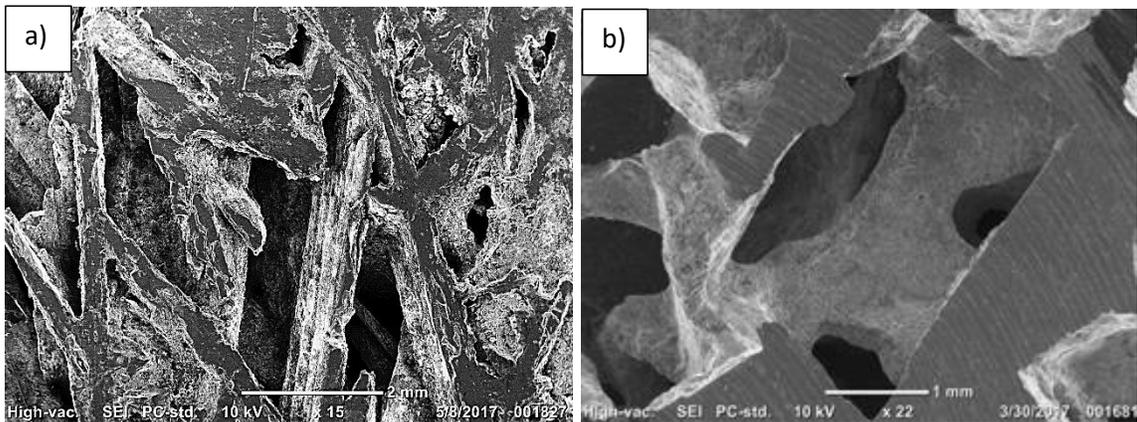
*Figura 3.33 Imagen tratada con el software Photoshop para la obtención de la porosidad*

En la figura 3.34 se muestra el procesamiento de la imagen mediante el software *image j*. En esta figura se a cuantificación de las zonas que contienen porosidad posteriormente el software realiza la estadística pertinente para la obtención de la porosidad promedio.



*Figura 3.34 Resultados obtenidos con el software image j*

En la figura 3.35 se muestra una comparación de la geometría de los poros mediante dos vías de fabricación de espumas metálicas. La figura 3.35 a) muestra una micrografía para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  fabricada mediante el método In Situ tratada térmicamente a una temperatura de 850 °C durante 6 h, ésta posee una morfología que está en función de las fases presentes en el sistema. Generalmente, la porosidad (en forma de fibras), se presenta dentro de las zonas de las fases intermetálicas y dentro de las zonas donde hay presencia de porosidad fueron observados cuasicristales, (ver figura 3.32); mientras que, para la aleación que fue fabricada mediante la ruta de infiltración, figura 3.35 b), la geometría y tamaño de poro estarán en función del medio espaciante empleado (Cloruro de sodio).



*Figura 3.35 Micrografías tomadas con SEM a) Aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  fabricada mediante el método *In Situ*, b) Aleación  $Al_{90}Mg_{10}$  fabricada por la vía de infiltración*

La Tabla 3.18 muestra los resultados de porosidad promedio. Como se puede observar la muestra 3 posee el mayor porcentaje de porosidad cuyo valor es de 60%.

Por tanto, el mecanismo de porosidad se asocia a la reacción peritética que sufre el sistema para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ , este mecanismo de porosidad se identificó con la ayuda del análisis térmico diferencial (por sus siglas ATD). Debido a eso, el tratamiento térmico fue realizado a una temperatura de 850 °C que es la temperatura donde se presenta la interacción de la fase L con la fase  $\lambda$ . Esta interacción dará finalmente como resultado a la formación de la fase icosaedraled. Para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$ , a partir de las técnicas de caracterización (Rayos X y microscopía electrónica de barrido), se identificó la fase icosaedraled, mostrando que la presencia de la fase icosaedraled favorece a la formación de porosidad. También es necesario notar que la reacción peritética, si no está presente la fase icosaedraled durante la fabricación de las aleaciones, ésta no se formará y por tanto no dará origen a la formación de porosidad.

Tabla 3.18 Porcentajes de porosidad obtenidos para cada muestra

Muestra	Aleación	Tratamiento térmico (°C)	Tiempo de tratamiento (h)	% Porosidad promedio
1	Al <sub>84</sub> Fe <sub>10</sub> Cu <sub>6</sub>	660	---	0.86
			1	1.71
			3	3.31
			6	3.87
			9	10.16
2	Al <sub>79</sub> Cu <sub>15</sub> Fe <sub>6</sub>	622	---	2.05
			1	3.86
			3	5.51
			6	9.56
			9	12.40
3	Al <sub>62</sub> Cu <sub>28</sub> Fe <sub>10</sub>	850	---	4.16
			1	4.16
			3	30.09
			6	60.00
			9	Se fracturó

## Conclusiones

1. Se demostró que las aleaciones sin presencia de fase icosaedrales durante la elaboración de las mismas no producirán porosidad en gran magnitud. Por tanto, ésta es la fase que genera la porosidad durante la solidificación de la aleación.
2. El mecanismo propuesto de formación de porosidad se atribuye principalmente a la interacción de la fase líquida con la fase  $\lambda$ , para producir fase icosaedrales. Esto último se corroboró con los termogramas anteriormente descritos.
3. La morfología de las aleaciones elaboradas por la ruta In Situ se presentará en forma de "fibras" siempre y cuando exista la presencia de la fase icosaedrales dentro de su microestructura. La morfología y la microestructura es una diferencia principal entre esta ruta de fabricación de espumas metálicas y la vía de infiltración.
4. Se emplearon tiempos de tratamiento térmico más largos, para permitir un mayor tiempo de interacción entre ambas fases, ya que esto permitirá la formación de la fase icosaedrales y a su vez propiciará la formación de porosidad.
5. Se encontró que las condiciones de generación de alta porosidad fueron para la aleación  $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{28}\text{Fe}_{10}$  con tratamiento térmico de 850 °C durante 6 h, cuyo porcentaje de porosidad fue del 60%. Observando que la porosidad, por lo general, se presenta dentro de las zonas donde hay presencia de intermetálicos, y dentro de los poros hay presencia de la fase icosaedrales.
6. Se caracterizaron las microestructuras de las aleaciones mediante la ayuda del equipo MEB. Se realizó un análisis elemental puntual y mediante una serie de cálculos se localizaron las fases pertinentes a cada micrografía. Estas fases fueron corroboradas con la literatura y con el análisis de identificación mediante la técnica de difracción de Rayos X.

## Recomendaciones y trabajo a futuro

Se recomienda trabajar con más aleaciones que se encuentren dentro de la zona de la fase icosaedra. Ya que en el presente trabajo se mostró que la presencia de fase icosaedra, mediante la reacción peritética (interacción de la fase líquida con  $\lambda$ ), ayudó a la formación de porosidad.

Se propone añadir algún elemento adicional a la aleación para hacer más dúctiles a las aleaciones, ya que la presencia de la fase icosaedra tiende a fragilizarlas. Además, se propone implementar un equipo de fusión y de tratamiento térmico, la cual el enfriamiento sea lo suficientemente lento para ayudar a la formación de la fase icosaedra,

Considero que es de vital importancia buscar alguna forma de no producir muchos vapores, ya que durante el inicio de mis experimentos algunas aleaciones se impregnaban de vapores (probablemente  $\text{CO}_2$ ) dentro de la cámara del horno de inducción, por lo cual se tenía que estar purgando constantemente. Se propone trabajar con mayores tiempos de permanencia para realizar el tratamiento térmico, ya que esto favorecerá la reacción peritética y su vez a la formación de la porosidad. Finalmente, sería interesante obtener las fichas cristalográficas más recientes, para calcular el porcentaje de la fase icosaedra y estudiar el efecto que presentará sobre la porosidad.

## Referencias bibliográficas

- [1] M.F. Ashby, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N. Wadley, *Metal Foams: A Design Guide*. Butterworth-Heinemann, Boston, 2000. vol 1.
- [2] G.J. Davies, S.Zhen., *Review of metallic foams: their production, properties and applications*. J. Mater, 1983. 18: p. 1899 - 1911.
- [3] J.A. Gutiérrez-Vázquez, J.Oñoro., *Espumas de aluminio Fabricación, propiedades y aplicaciones*. Rev. Metal, 2008. 44: p. 457 - 476.
- [4] J. Banhart, M., *Characterization and application of cellular metals and metal foams*,. Prog. Mater, 2001. Sci 46: p. 559–632.
- [5] M.A. Suarez, I.A.Figueroa., G. Gonzalez, G.A. Lara-Rodriguez, O. Novelo-Peralta, I. Alfonso, I.J. Calvo, *Production of Al–Cu–Fe metallic foams without foaming agents or space holders*. J. Alloys Compd., 2014 585(2014): p. 318–324.
- [6] E., Huttunen-Saarivirta, *Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review*. J. Alloys Compd., 2004. 363: p. 150 – 174.
- [7] P., Brunet, L.,M.Zhang., D.J., Sordélet, M., Besser, J.M., Dubois, *Comparative study of microstructural and tribological properties of sintered, bulk icosahedral samples*. Mater. Sci. Eng, 2000: p. 74 - 78.
- [8] A.J. Bradley, H.J. Goldschmidt, *An x-ray study of slowly cooled iron-copper-aluminium alloys--Part I. Alloys rich in iron and copper*. J Inst Met, 1939. 65: p. 389-401.
- [9] J. Yacaman, D. Romeu, V. Castano, A. Gomez. *Quasicrystals and Incommensurate Structures in Condensed Matter* ed M J (Singapore: World Scientific) 3rd Int. Mtg on Quasicrystals, 1990. p 288–99
- [10] F.W., Gayle , A.J.Shapiro, F.B., Biancaniello, J.W., Boettinger, *The Al-Cu-Fe Phase Diagram: 0 to 25 At. Pct Fe and 50 to 75 At. Pct Al Equilibria Involving the Icosahedral Phase*. Metall. Mater. Trans., 1992. 23 A: p. 2409 - 2417.
- [11] J., Banhart, *Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*. Prog. Mater. Sci., 2001. 46: p. 559–632.
- [12] K. Ishizaki, M. Nanko, *Porous Materials Process technology and applications* ed. S.S.B.M. Dordrecht. Vol. 1st edition. 1998. p. 1 - 4.
- [13] H., Nakajima, *Fabrication, properties and application of porous metals*. Prog. Mater. Sci., 2007. 52 p. 1091–1173
- [14] P.S. Liu, G.F.Chen, *Porous Materials: Processing and Applications* Vol. 1st edition 2014, UK: Butterworth - Heinemann.
- [15] ASM, *Heat Treating. En Metals Handbook*. 9ª ed, ed. O.A. International. Vol. 4,. 1981.
- [16] P. Tsai, A.Inoue., T, Masumoto, *New Decagonal Al-Ni-Fe and Al-Ni-Co alloys prepared by liquid quenching*. Metall. Mater. Trans., 1989. 30: p. 150 - 154.

- [17] [www.smcr.fisica.unam.mx/8temasutiles/articulosutiles/cuasicristales.htm](http://www.smcr.fisica.unam.mx/8temasutiles/articulosutiles/cuasicristales.htm) (revisión septiembre 27 del 2017).
- [18] S.J., Poon, *Electronic properties of quasicrystals an experimental review*. Advances in Physics 1992. 41: p. 303-363.
- [19] E.M. Lawrence, *Handbook of Materials Structures, Properties, Processing and Performance*, ed. S.I.P.S.A.C.S. Quasicrystals. 2015.
- [20] A., Ustinovl. S., Polishchuk, V., Scorodzievskii, V., Telychko. *Structure and properties of quasicrystalline and approximant EBPVD coatings of Al-based systems*. Z. Kristallogr, 2009. r. 224 p. 9-12
- [21] S., Jazbec, *The Properties and Applications of Quasicrystals*. 2009. p. 1 - 18
- [22] J., Hafner, *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 1999. 4: p. 289–294.
- [23] E., Huttunen-Saarivirta, *Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review*. J. Alloys Compd., 2003. 363: p. 150–174.
- [24] [www.jcrystal.com/steffenweber/qc.html](http://www.jcrystal.com/steffenweber/qc.html) (revisión octubre 24 del 2017).
- [25] E., Belin-Ferré, J.M., Dubois, *Aperiodic Intermetallics: The Example of Quasicrystals*. Crystallography Reviews, 2004. 10, No. 2: p. 111 – 179.
- [26] C.P., Wang, X.J., Liu, L. Zhnag, K. Ishida. *Aluminium – Copper – Iron*. Master of Science in Information Technology, 2005. IV / A2: p. 1 - 37
- [27] D.J., Sordelet, J.M. Dubois, *Quasicrystals* MRS Bulletin, 1997. 11: p. 34–37
- [28] P.Tsai, *Icosahedral clusters, icosahedral order and stability of quasicrystals a view of metallurgy*. Sci. Technol. Adv. Mater., 2007. 9: p. 1 - 20.
- [29] E., Huttunen-Saarivirta, E., Turunen, M., Kallio. *Microstructural characterisation of thermally sprayed quasicrystalline Al-Co-Fe-Cr coatings*. J. Alloys Compd., 2003. 354: p. 269-280.
- [30] J.M., Dubois, *Useful quasicrystals*. 2005: World Scientific.
- [31] S. S. Kang, J.M. Dubois, and J.V. Stebut, *Tribological Properties of Quasicrystalline Coatings*. J. Mater. Res. Technol., 1993. 8: p. 2471-2481.
- [32] J.M., Dubois, *Ann. Chim*, 1994. 19: p. 3.
- [33] S.S., Kang, J.M. Dubois, *Europhys. Lett.* 1992. 18: p. 45.
- [34] C., Janot., *Europhys. News* 27/2 1996.
- [35] C.Andersona, *Al–Cu–Fe quasicrystal/ultra-high molecular weight polyethylene composites as biomaterials for acetabular cup prosthetics*. Biomaterials, 2002. Volume 23(8): p. 1761-1768.
- [36] [www.technologyreview.com/s/425729/the-quasicrystal-laureate](http://www.technologyreview.com/s/425729/the-quasicrystal-laureate) (revisión septiembre 29 del 2017).
- [37] G.S. Song, M.H. Lee., W.T. Kim, D.H. Kim, *Solidification paths for an icosahedral quasicrystalline phase in cast Al<sub>62</sub>Cu<sub>25.5</sub>Fe<sub>12.5</sub> and Al<sub>55</sub>Cu<sub>25.5</sub>Fe<sub>12.5</sub>Be<sub>7</sub> alloys*. J. Non-Cryst. Solids., 2002: p. 254-262.
- [38] <https://sstti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-espectroscopia-de-fluorescencia-de-rayos-x.html> (revisión 24 de octubre del 2017).

- [39] [prism.mit.edu/xray/oldsite/1%20Basics%20of%20X-Ray%20Powder%20Diffraction.pdf](http://prism.mit.edu/xray/oldsite/1%20Basics%20of%20X-Ray%20Powder%20Diffraction.pdf) (revisión 24 de octubre del 2017).
- [40] H. Hernández. E. Espejo Mora, *Mecánica de fractura y análisis de falla*, ed. C. SEDE. 2002. p.228 - 244
- [41] [www.scai.uma.es/servicios/area\\_microscopia/MEB/MEB.html](http://www.scai.uma.es/servicios/area_microscopia/MEB/MEB.html) (revisión 25 de octubre del 2017).
- [42] A. Faudot, A.Q., Y. Calvayrac, D. Gratias, and M. Harmelinvol. A133, p. 383–87., *About the Al-Cu-Fe icosahedral phase formation*. Mater. Sci. Eng, 1991. vol. A133: p. 383 - 387.
- [43] Y.K., Zou, P. Kuczera, A., Sologubenko, T., Sumigawa; T., Kitamura; W., Steurer, R., Spolenak. *Superior room-temperature ductility of typically brittle quasicrystals at small sizes*. Nat. Commun., 2016. p 1 - 7

## Anexo (A.1) (Ejemplo de cálculo para realizar la conversión de %atómico a %masa)

Para la obtención del porcentaje teórico se empleó la ecuación 2.1 y en este apartado se anexa un cálculo que muestra la conversión realizada:

Ejemplo de cálculo:

$$\%masa = \frac{\%atómico_a \times PM_a}{\sum_{i=1}^n atómico_n \times PM_n} \times 100$$

$$\%masa_{Al_{84}} =$$

$$\frac{84\% \times 26.98 \frac{g}{mol}}{84 \times 26.98 \frac{g}{mol} + 10 \times 55.84 \frac{g}{mol} + 6 \times 63.54 \frac{g}{mol}} \times 100 = 70\%$$

## Anexo (A.2) (Ejemplo de cálculo para la obtención de las fases)

A continuación, se anexa un ejemplo de cálculo, empleado para localizar las fases:

De una base de cálculo de 100 g se tiene los siguiente:

$$\%masa_i = \frac{\%atómico_a \times PM_a}{\sum_{i=1}^n atómico_n \times PM_n} \times 100$$

$$\begin{aligned} \%masa_{Al} &= \frac{67.59 \times 26.98 \frac{g}{mol}}{67.59 \times 26.98 \frac{g}{mol} + 11.39 \times 55.84 \frac{g}{mol} + 21 \times 63.54 \frac{g}{mol}} \times 100 \\ &= 48.06 g \end{aligned}$$

$$n_{Al} = \frac{48.06 g}{26.98 g/mol} = 1.78 mol$$

$$\begin{aligned} \%masa_{Cu} &= \frac{21 \times 26.98 \frac{g}{mol}}{67.59 \times 26.98 \frac{g}{mol} + 11.39 \times 55.84 \frac{g}{mol} + 21 \times 63.54 \frac{g}{mol}} \times 100 \\ &= 35.17 g \end{aligned}$$

$$n_{Cu} = \frac{35.17 g}{26.98 g/mol} = 0.55 mol$$

$$\begin{aligned} \%masa_{Fe} &= \frac{11.39 \times 26.98 \frac{g}{mol}}{67.59 \times 26.98 \frac{g}{mol} + 11.39 \times 55.84 \frac{g}{mol} + 21 \times 63.54 \frac{g}{mol}} \times 100 \\ &= 16.77 g \end{aligned}$$

$$n_{Cu} = \frac{16.77 \text{ g}}{26.98 \text{ g/mol}} = 0.30 \text{ mol}$$

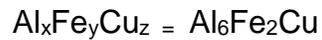
Dividiendo entre la cantidad de sustancia menor:

$$x = \frac{n_{Al}}{n_{Fe}} = \frac{1.78 \text{ mol}}{0.30 \text{ mol}} = 5.93 \approx 6$$

$$y = \frac{n_{Cu}}{n_{Fe}} = \frac{0.55 \text{ mol}}{0.30 \text{ mol}} = 1.84 \approx 2$$

$$z = \frac{n_{Fe}}{n_{Fe}} = \frac{0.30 \text{ mol}}{0.30 \text{ mol}} = 1$$

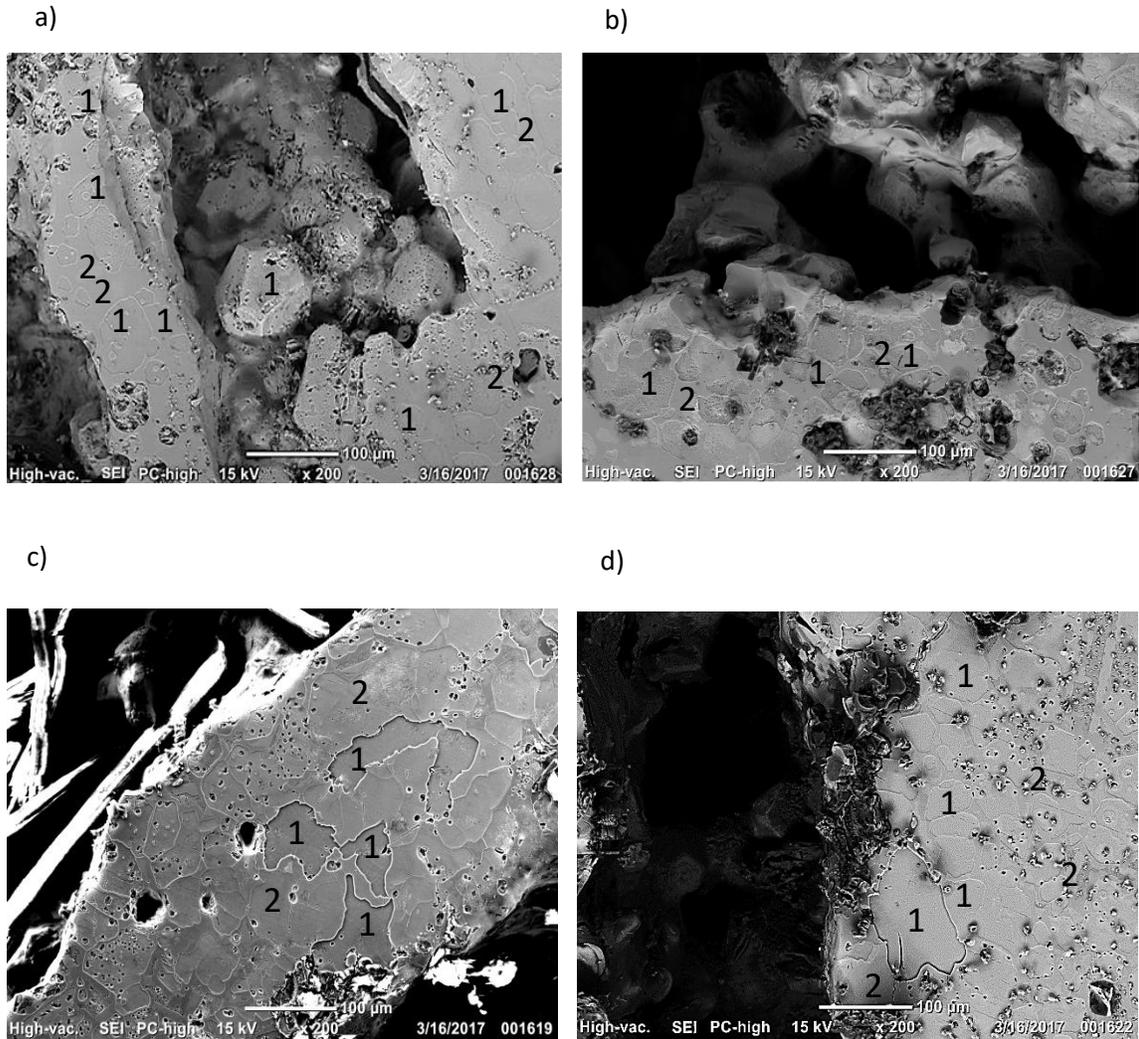
Finalmente, se asignan los números anteriores como subíndices y se obtiene la siguiente fórmula:



La fórmula química mínima obtenida anteriormente corresponde a la reportada en la literatura [16].

### Anexo (A.3) (Micrografías obtenidas por MEB y repetitibilidad)

A continuación, se muestra una familia de micrografías para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 6 h.



*Figura A.1 Micrografía para la aleación para la aleación  $Al_{62}Cu_{28}Fe_{10}$  con tratamiento térmico a  $850^{\circ}C$  durante 6 h*

Tabla A.1 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura a)

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	40.61	3.94	55.45	$\phi$ - Al <sub>10</sub> Cu <sub>10</sub> Fe
2	63.79	12.85	23.26	$\iota$ -Al <sub>6</sub> FeCu <sub>2</sub>

Tabla A.2 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura b)

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	42.11	3.65	54.24	$\phi$ - Al <sub>10</sub> Cu <sub>10</sub> Fe
2	62.15	12.64	25.21	$\iota$ -Al <sub>6</sub> FeCu <sub>2</sub>

Tabla A.3 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura c)

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	39.89	3.62	56.49	$\phi$ - Al <sub>10</sub> Cu <sub>10</sub> Fe
2	61.56	11.85	23.59	$\iota$ -Al <sub>6</sub> FeCu <sub>2</sub>

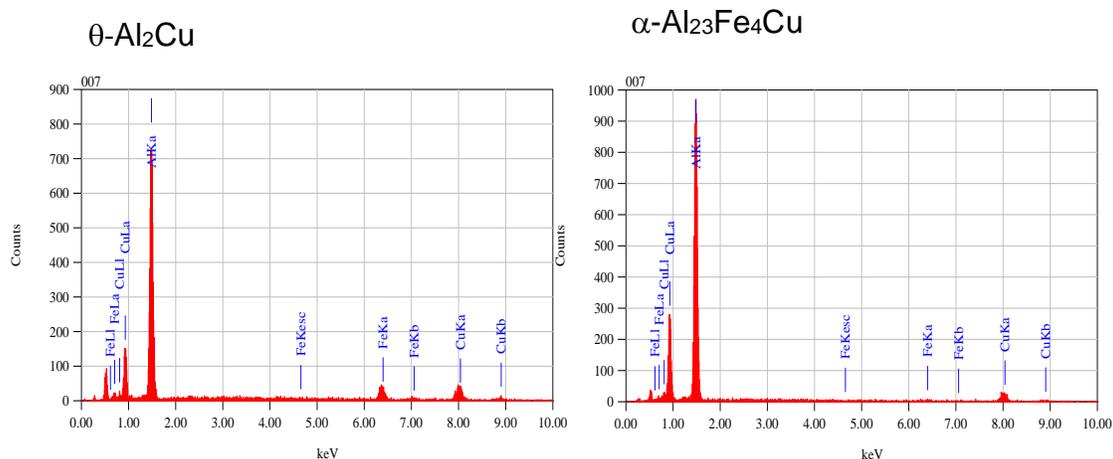
Tabla A.4 Composiciones atómicas de cada elemento para la figura d)

Zona	Al	Fe	Cu	Fase
1	39.65	3.55	56.80	$\phi$ - Al <sub>10</sub> Cu <sub>10</sub> Fe
2	61.54	11.85	26.61	$\iota$ -Al <sub>6</sub> FeCu <sub>2</sub>

Como se puede observar las fases calculadas son las mismas para los 4 casos, por lo que se estaría asegurando la repetitividad del experimento. Esto se realizó para cada micrografía para todas las aleaciones.

## Anexo (A.4). (Espectros obtenidos por MEB)

En la figura A(1) se muestran los espectros para el análisis puntual elemental. En este caso se presentan los gráficos para cada fase. Como puede observarse la cantidad de fase está en relación con la intensidad. Como ejemplo, para el primer gráfico,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, se puede observar que el elemento de Aluminio está en mayor proporción (ver pico más intenso), seguido del elemento de hierro y finalmente cobre. Por cuestiones de espacio sólo se presenta 1 de cada fase, además que los valores de composición para cada fase son iguales por tanto los valores de intensidad no cambiarían mucho, debido a eso se presenta un sólo gráfico.



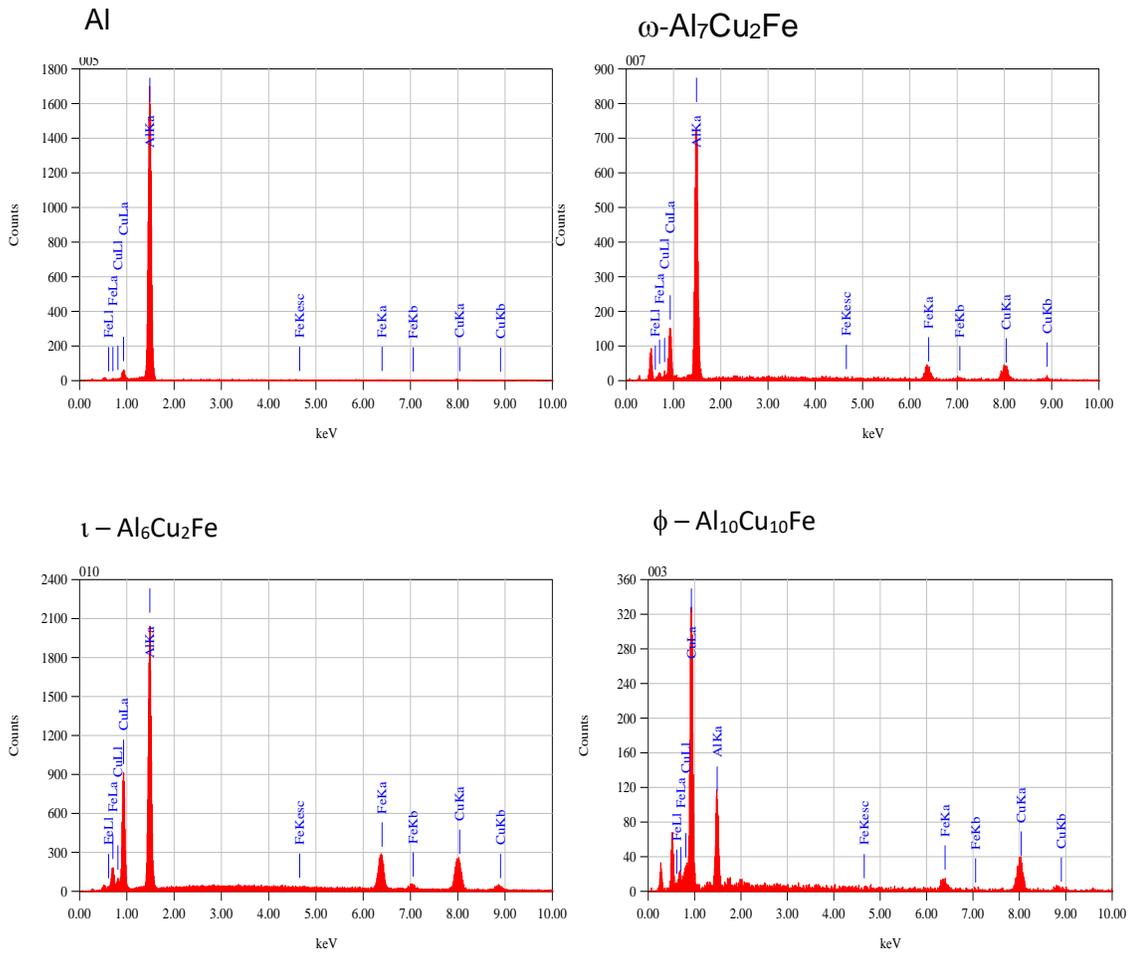


Figura A.2 Espectros obtenidos con MEB

## Anexo (A.5). (Fichas cristalográficas)

En esta sección se anexan las fichas de difracción de Rayos X, para las aleaciones de estudio. En este caso se presentan todas las fases con sus intensidades, posiciones angulares. También se puede apreciar los grupos espaciales y los valores de parámetro de red para algunas estructuras.

Tabla A.5 Ficha cristalográfica para la fase  $\lambda$  -  $Al_{13}Fe_4$

Pattern : 03-065-1257		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated					
$Al_{13}Fe_4$		2th	i	h	k	l	2th	i	h	k	l	
Aluminum Iron		7.433	12	0	0	1	43.145	999	-6	2	3	
		11.987	15	2	0	0	*43.145	999	3	3	2	
		*11.987	15	-2	0	1	43.371	308	2	0	5	
		12.476	141	1	1	0	43.520	338	-7	1	3	
		13.365	198	-1	1	1	*43.520	338	-2	0	6	
		14.897	34	0	0	2	43.888	223	6	0	2	
		15.450	50	1	1	1	44.170	869	0	2	5	
		15.940	5	2	0	1	*44.170	869	-6	0	5	
		16.041	4	-2	0	2	44.352	705	4	2	3	
		18.008	1	-1	1	2	*44.352	705	7	1	0	
		20.491	2	-3	1	1	44.511	414	-1	3	4	
		20.847	24	1	1	2	44.565	579	-4	2	5	
		21.859	218	2	0	2	*44.565	579	-5	3	1	
		21.984	263	0	2	0	44.815	615	0	4	0	
		*21.984	263	-2	0	3	*44.815	615	-4	0	6	
		22.426	326	0	0	3	44.941	432	5	1	3	
		*22.426	326	-3	1	2	*44.941	432	-5	3	2	
		22.949	57	-4	0	1	45.216	46	-3	1	6	
		23.228	27	0	2	1	45.375	30	-3	3	4	
		24.108	220	-1	1	3	45.554	174	0	4	1	
		*24.108	220	4	0	0	*45.554	174	5	3	0	
		24.199	258	-4	0	2	45.685	120	-1	1	6	
		*24.199	258	3	1	1	*45.685	120	6	2	1	
		25.104	437	2	2	0	45.773	51	0	0	6	
		*25.104	437	-2	2	1	45.931	26	-7	1	4	
		26.653	235	-3	1	3	*45.931	26	-6	2	4	
		*26.653	235	0	2	2	46.561	13	2	-4	0	
		27.265	237	2	2	1	*46.561	13	-2	4	1	
		*27.265	237	-2	2	2	46.653	22	-5	3	3	
		27.552	52	-4	0	3	46.889	136	-8	0	2	
		28.616	21	2	0	3	47.485	17	0	4	2	
		28.752	35	-2	0	4	*47.485	17	-8	0	1	
		29.021	10	3	1	2	47.564	25	3	3	3	
		30.054	25	0	0	4	*47.564	25	-8	0	3	
		30.936	1	-5	1	1	48.191	8	-5	1	6	
		31.191	3	2	2	2	48.631	3	3	1	5	
		31.280	4	2	2	3	49.159	8	2	2	5	
		31.446	20	-5	2	1	*49.159	8	6	0	6	
		32.030	6	-4	2	1	49.271	6	-2	2	6	
		*32.030	6	-3	1	4	49.375	4	8	0	0	
		32.269	10	4	0	2	49.606	11	-7	1	5	
		*32.269	10	5	1	0	*49.606	11	6	2	2	
		32.408	7	-4	0	4	49.863	14	-6	2	5	
		32.947	18	4	0	2	50.088	7	-1	3	3	
		32.916	13	-4	2	2	50.268	11	4	2	4	
		33.724	14	-5	1	3	*50.268	11	-3	3	5	
		33.790	11	1	3	0	50.456	34	-2	4	3	
		34.229	6	-1	3	1	*50.456	34	-4	2	6	
		34.365	8	1	1	4	50.672	41	0	4	3	
		34.958	22	0	0	1	50.932	12	-4	4	1	
		*34.958	22	-6	0	2	51.046	8	5	1	4	
		35.059	27	1	3	1	51.286	20	5	3	2	
		35.260	8	5	1	1	*51.286	20	0	2	6	
		35.389	32	4	2	3	51.381	17	-2	0	7	
		35.518	39	-4	0	3	*51.381	17	7	1	2	
		35.927	8	2	0	4	51.526	36	4	4	0	
		35.970	5	-2	0	5	*51.526	36	-4	4	2	
		36.371	25	-1	3	2	51.662	24	4	0	5	
		*36.371	25	2	2	3	52.356	5	-8	2	2	
		36.481	40	-2	2	4	*52.356	5	8	0	1	
		*36.481	40	6	0	0	52.711	3	-8	0	5	
		37.542	17	-5	1	4	52.873	7	3	3	4	
		*37.542	17	0	2	4	*52.873	7	-8	2	1	
		37.681	11	-3	3	1	53.101	15	-1	3	5	
		37.887	60	0	0	5	53.325	9	-4	4	1	
		*37.887	60	1	3	2	53.418	8	-4	4	3	
		38.051	40	4	0	3	53.596	8	-7	3	2	
		*38.051	40	3	3	0	*53.596	8	-5	3	5	
		38.870	65	-3	3	2	53.854	13	-7	3	1	
		39.326	4	4	2	2	53.966	13	0	0	7	
		39.580	31	5	1	2	*53.966	13	2	4	3	
		*39.580	31	6	0	1	54.119	9	-2	4	4	
		39.842	177	-6	0	4	*54.119	9	-7	1	6	
		*39.842	177	-1	3	3	54.458	8	6	2	3	
		39.941	108	3	3	1	*54.458	8	-7	3	3	
		41.503	27	-3	3	3	54.689	6	8	2	0	
		*41.503	27	3	1	4	*54.689	6	-5	1	7	
		41.779	99	1	1	5	54.766	10	0	2	6	
		42.004	22	1	3	3	54.904	15	-8	2	4	
		42.398	96	-5	1	5	*54.904	15	0	4	4	
		*42.398	96	2	2	4	55.291	22	7	3	0	
		42.551	60	-2	2	5	*55.291	22	-9	1	1	
		43.022	712	6	2	0	55.749	2	5	3	3	
<b>Lattice</b> : Base-centered monoclinic <b>S.G.</b> : C2/m (12) <b>a</b> = 15.48900 <b>b</b> = 8.08310 <b>c</b> = 12.47600 <b>a/b</b> = 1.91622 <b>c/b</b> = 1.54347 <b>beta</b> = 107.72 <b>Z</b> = 6		<b>Mol. weight</b> = 574.15 <b>Volume [CD]</b> = 1487.88 <b>Dx</b> = 3.845 <b>Dm</b> = 3.800 <b>l/lcor</b> = 0.76		<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F30= 81(0.0089,42)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings		<b>NIST M&amp;A collection code</b> : N AL0304 362 <b>Temperature factor</b> : IB=Al,Fe <b>Data collection flag</b> : Ambient.				

Tabla A.6 Ficha cristalográfica para la fase Al

Pattern : 01-089-2837		Radiation = 1.540600					Quality : Alternate				
Al		2 $\theta$	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>						
Aluminum		38.377	1	1	1						
		44.609	2	0	0						
		64.923	2	2	1						
		78.008	3	1	1						
		82.198	2	2	2						
<b>Lattice</b> : Face-centered cubic <b>S.G.</b> : Fm-3m (225) <b>a</b> = 4.05925		<b>Mol. weight</b> = 26.98 <b>Volume [CD]</b> = 66.89 <b>Dx</b> = 2.679  <b>Z</b> = 4 <b>I/Cor</b> = 4.10									
<b>ICSD collection code:</b> 043492 <b>Remarks from ICSD/CSD:</b> REM M Cell for Al-filings: 4.04920(5). <b>Remarks from ICSD/CSD:</b> REM M PDF 00-004-0787. <b>Test from ICSD:</b> No R value given. <b>Test from ICSD:</b> At least one TF missing. <b>Additional pattern:</b> See PDF 01-085-1327. <b>Cancel:</b> Data collection flag: Ambient.											
Otte, H.M., J. Appl. Phys., volume 32, page 1536 (1961) Calculated from ICSD using POWD-12++											
<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F5=1000(0.0000,5)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings									

Tabla A.7 Ficha cristalográfica para la fase  $\iota$  - icosaedral

Pattern : 00-049-1511		Radiation = 1.540600		Quality : Indexed		
Al <sub>65</sub> Cu <sub>20</sub> Fe <sub>15</sub>						
Aluminum Copper Iron						
<b>Lattice</b> : Orthorhombic <b>S.G.</b> : Pmmm (47)		<b>Mol. weight</b> = 3862.43 <b>Volume [CD]</b> = 4012.04 <b>Dx</b> = 4.316				
<b>a</b> = 14.86800 <b>b</b> = 16.84000 <b>c</b> = 16.02400 <b>a/b</b> = 0.88290 <b>c/b</b> = 0.95154	Z = 2					
<b>General comments</b> : Icosahedral phase. <b>Sample preparation</b> : Prepared by rapidly solidifying and annealing Al-Cu-Fe phase. <b>General comments</b> : Weak reflections with intensities less than 1 are not reported. <b>General comments</b> : Author proposes the linking together of icosahedral cells to form an orthorhombic cell. <b>Additional pattern</b> : To replace 00-042-1043. <b>Data collection flag</b> : Ambient.						
Anantharaman, T., Bull. Mater. Sci. (India), volume 17, page 717 (1994)						
<b>Radiation</b> :  <b>SS/FOM</b> : F26= 1(0.0440,877)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Debye-Scherrer				
		<b>2th</b> 10.612 16.073 21.394 23.772 26.268 27.507 31.937 36.650 37.768 39.312 42.824 43.917 44.370 45.306 48.376 52.880 56.783 64.179 65.703 70.785 72.675 76.809 82.352 92.094 94.381 100.762	<b>l</b> 2 3 3 13 15 12 3 7 3 2 94 2 2 100 1 3 2 13 4 1 1 36 2 20 15 1	<b>h</b> 0 2 3 1 4 2 1 4 0 5 7 0 1 6 8 1 8 9 6 4 10 8 0	<b>k</b> 2 0 2 3 2 2 2 3 3 0 2 2 6 5 3 4 0 2 10 7 0 3 11	<b>l</b> 0 2 1 3 0 4 3 4 6 7 5 0 8 7 6 3 11 7 6 0 9 13 10 7 5

Tabla A.8 Ficha cristalográfica para la fase  $\alpha$  -  $Al_2_3CuFe_4$

Pattern : 03-065-7654		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
- $Al_2_3CuFe_4$		2th	l	h	k	l	2th	l	h	k	l
Aluminum Copper Iron		18.192	533	1	1	0	82.033	16	4	4	2
		20.219	256	0	0	2	82.503	1	2	0	7
		20.835	149	1	1	1	82.911	35	5	0	3
		23.835	171	0	2	0	83.238	20	2	6	0
		27.328	264	1	1	2	84.016	26	0	4	6
		27.706	148	2	0	0	84.751	6	5	3	0
		29.549	50	2	0	1	85.637	11	5	3	1
		31.450	119	0	2	2	85.931	31	4	2	5
		34.541	203	2	0	2	*85.931	31	3	5	3
		35.770	275	1	1	3	86.470	8	4	4	3
		36.865	100	2	2	0	86.763	15	2	6	2
		38.312	67	2	2	1	86.953	9	1	2	5
		38.791	39	1	3	0	87.409	11	2	2	7
		40.179	662	1	3	1	88.289	53	5	3	2
		41.104	254	0	0	4	88.591	70	1	3	7
		41.695	365	2	2	3	89.194	36	5	1	4
		42.402	873	2	2	2	*89.194	36	0	0	8
		43.868	479	3	1	0	90.256	32	3	4	6
		44.125	999	1	3	2	90.596	28	2	4	6
		45.147	346	3	1	1	90.807	26	4	0	6
		45.289	715	1	1	4	*90.807	26	0	6	4
		48.069	94	0	2	4	91.198	38	2	6	3
		48.593	154	2	2	3	91.957	29	3	1	7
		48.736	113	3	1	2	92.058	20	1	1	8
		*48.788	113	0	4	0	92.150	24	3	5	4
		50.149	38	1	3	3	92.703	89	5	3	3
		50.293	86	2	0	4	*92.703	89	6	0	1
		53.328	35	0	4	2	94.084	1	0	2	8
		54.405	15	3	1	3	94.211	1	1	7	0
		55.606	6	1	5	5	95.097	7	1	1	7
		56.398	64	2	2	4	95.368	8	6	0	2
		56.625	35	3	3	0	95.774	6	2	0	8
		57.031	12	2	4	0	96.679	4	1	5	6
		57.223	26	4	0	0	*96.679	4	6	2	0
		57.675	12	3	3	1	97.069	17	2	1	5
		57.795	40	1	3	4	97.396	6	2	6	4
		58.077	7	2	4	1	97.620	9	6	2	1
		58.267	4	4	0	1	97.761	14	1	7	2
		59.966	34	2	0	5	98.917	1	5	3	4
		60.758	42	3	3	2	99.822	6	6	0	3
		61.147	95	2	4	2	100.146	15	3	5	2
		61.331	55	4	0	2	100.302	7	6	2	2
		61.892	29	3	4	4	100.657	12	4	4	4
		62.866	46	4	2	0	*100.657	12	2	2	8
		63.550	33	0	0	6	101.814	3	3	3	7
		63.853	105	4	2	1	*101.814	3	1	3	8
		64.005	65	1	5	0	102.161	6	2	4	7
		64.983	2	1	5	1	*102.161	6	1	7	3
		65.486	7	2	2	5	102.327	5	4	0	7
		65.703	26	0	4	4	103.075	4	4	6	0
		*65.703	26	3	3	3	103.983	1	4	6	1
		66.075	69	2	4	3	104.458	2	5	5	0
		66.252	48	4	0	3	104.825	5	6	2	3
		66.777	76	4	2	2	105.381	26	5	5	1
		*66.777	76	1	3	5	*105.381	26	3	1	8
		67.572	3	1	5	2	106.165	2	6	0	4
		68.892	46	0	2	6	106.729	2	4	6	2
		70.393	23	3	1	5	107.076	17	5	1	6
		70.685	25	2	0	6	*107.076	17	5	3	5
		71.493	38	4	2	3	107.384	21	1	1	9
		72.324	14	3	3	4	*107.384	21	4	2	7
		72.564	82	1	5	3	107.623	12	3	7	0
		72.680	32	2	4	4	108.137	13	5	5	2
		72.850	123	4	0	4	108.658	23	3	7	1
		74.808	8	5	1	0	*108.658	23	1	7	4
		75.791	83	5	1	1	108.795	14	0	6	6
		*75.791	83	2	2	6	109.092	12	0	4	8
		76.951	81	0	6	0	110.219	9	3	5	6
		77.006	59	1	3	6	110.755	5	4	6	6
		77.938	80	4	2	4	111.253	7	2	0	9
		*77.938	80	3	5	0	*111.253	7	4	6	3
		78.437	19	5	1	2	112.850	22	5	5	3
		*78.437	19	4	4	0	*112.850	22	6	4	1
		78.839	71	1	1	7	114.649	12	6	0	5
		*78.839	71	3	5	1	115.228	6	7	1	0
		78.942	93	1	5	4	*115.228	6	0	8	2
		79.350	26	4	4	1	115.902	9	3	3	8
		80.166	4	0	6	2	*115.902	9	2	6	6
		80.439	27	3	1	6	116.187	8	7	1	1
		*80.439	27	3	3	7	*116.187	8	2	4	8
		80.848	7	2	4	5	116.396	12	4	0	8
		81.012	4	4	0	5	116.600	6	2	2	9
		81.527	3	3	5	2	117.587	34	5	3	6
<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F30=1000(0.0005,31)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings									

Tabla A.9 Ficha cristalográfica para la fase  $\beta$  - AlFe

Pattern : 03-065-6132		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated		
AlFe		<b>2<math>\theta</math></b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
Aluminum Iron		30.725	198	1	0	0
		44.007	999	1	1	0
		54.628	34	1	1	1
		63.991	120	2	0	0
		72.654	30	2	1	0
		80.923	186	2	1	1
		97.064	48	2	2	0
		105.269	10	2	1	1
		113.811	64	3	1	0
		122.963	6	3	1	1
		133.193	17	3	2	2
		145.572	6	3	2	0
<b>Lattice</b> : Cubic <b>S.G.</b> : Pm-3m (221) <b>a</b> = 2.90760  <b>Z</b> = 1		<b>Mol. weight</b> = 82.83 <b>Volume [CD]</b> = 24.58 <b>Dx</b> = 5.595  <b>I/Cor</b> = 8.12				
<b>NIST M&amp;A collection code</b> : L 2911 44255 03 <b>Temperature factor</b> : TF was not given, B set to 1.000 for calc. <b>Sample preparation</b> : Not mentioned. <b>Remarks from ICSD/CSD</b> : unit cell dimension taken from figure. <b>Additional pattern</b> : See PDF 65-3201 and PDF 65-985. <b>Data collection flag</b> : Ambient.						
Sidorenko, F. A., Kotov, A. P., Zelenin, L. P., Gel'd, P. V., Phys. Met. Metall., volume 35, page 209 (1973) Calculated from NIST using POWD-12++						
<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F12=1000(0.0003,12)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings				

Tabla A.10 Ficha cristalográfica para la fase  $\theta$  -  $\text{Al}_2\text{Cu}$

Pattern : 03-065-2695		Radiation = 1.54060				Quality : Alternate					
<p><math>\text{Al}_2\text{Cu}</math></p> <p>Aluminum Copper</p>		<b>2th</b>	<b>i</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>					
		20.691	999	1	1	0	0				
		29.425	267	2	0	0	0				
		36.853	4	0	0	0	2				
		37.928	545	2	2	1	1				
		42.099	298	2	2	1	0				
		42.635	655	1	1	1	0				
		47.352	629	2	2	2	2				
		47.842	535	2	2	2	2				
		57.168	100	2	2	2	2				
		57.942	3	3	3	1	1				
		61.054	10	4	4	0	0				
		61.467	56	3	3	1	2				
		65.198	1	4	4	3	0				
		66.311	2	1	1	1	1				
		67.099	59	2	2	1	3				
		69.208	78	4	4	2	0				
		73.491	104	4	4	0	0				
		73.491	135	4	4	0	2				
		77.311	162	3	3	3	2				
		78.421	40	0	0	0	4				
		80.708	26	5	5	0	0				
		81.074	40	2	2	2	1				
		81.734	1	4	4	3	1				
		82.171	18	1	1	1	4				
		82.465	10	3	3	2	3				
		85.887	10	2	2	0	4				
		89.154	36	5	5	2	1				
		89.878	20	4	4	1	3				
		91.836	23	1	1	4	0				
		92.198	64	5	5	1	2				
		93.285	30	2	2	2	4				
		95.540	34	5	5	3	0				
		96.996	89	3	3	1	4				
		99.267	35	6	6	0	0				
		103.406	5	4	4	4	2				
		104.078	2	6	6	1	3				
		104.825	1	4	4	3	1				
		106.861	5	6	6	2	0				
		107.239	16	5	5	3	2				
		108.379	2	4	4	0	4				
		111.854	15	5	5	4	1				
		112.321	8	3	3	5	4				
		112.636	21	2	2	5	3				
		114.213	16	2	2	1	5				
		116.379	41	4	4	2	4				
		119.332	49	2	2	2	2				
		127.775	8	5	5	5	0				
		129.629	15	6	6	1	4				
		130.008	2	6	6	1	3				
		131.924	1	3	3	2	5				
		132.614	1	6	6	4	0				
		139.399	9	7	7	2	1				
		140.524	12	5	5	4	3				
		142.858	10	4	4	1	5				
		*142.858	10	0	0	1	6				
		144.329	52	7	7	1	4				
		146.234	20	4	4	4	4				
		149.642	17	1	1	1	6				
<p><b>Lattice</b> : Body-centered tetragonal</p> <p><b>S.G.</b> : I4/mcm (140)</p> <p><b>a</b> = 6.06600</p> <p><b>c</b> = 4.87400</p> <p><b>Z</b> = 4</p>		<p><b>Mol. weight</b> = 117.51</p> <p><b>Volume [CD]</b> = 179.35</p> <p><b>Dx</b> = 4.352</p> <p><b>l/lcor</b> = 2.82</p>									
<p><b>NIST M&amp;A collection code:</b> N AL2244 315</p> <p><b>Temperature factor:</b> IB=Al,Cu</p> <p><b>Additional pattern:</b> See PDF 01-089-1980.</p> <p><b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>											
<p>A.J.Bradley &amp; P.Jones, J. Inst. Met., volume 51, page 131 (1933)</p> <p>Calculated from NIST using POWD-12++</p>											
<p><b>Radiation</b> : CuKa1</p> <p><b>Lambda</b> : 1.54060</p> <p><b>SS/FOM</b> : F30=1000(0.0000,30)</p>		<p><b>Filter</b> : Not specified</p> <p><b>d-sp</b> : Calculated spacings</p>									

Tabla A.11 Ficha cristalográfica para la fase  $\omega$  -  $Al_7Cu_2Fe$

Pattern : 03-065-1685		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe		2th	i	h	k	l	2th	i	h	k	l
Aluminum Copper Iron		11.894	421	0	0	2	77.551	8	4	2	6
		15.188	111	1	0	1	77.721	28	5	0	3
		19.800	33	1	1	0	77.881	26	5	1	2
		22.760	610	1	0	3	78.300	11	2	1	11
		23.160	420	1	1	2	79.424	4	4	0	8
		23.918	167	0	0	4	*79.424	4	5	1	3
		28.145	6	2	0	0	79.915	74	4	3	4
		30.651	155	2	0	2	80.326	39	1	1	12
		31.240	15	1	1	4	*80.326	39	3	1	10
		31.549	101	2	1	0	81.143	2	4	1	7
		32.132	21	2	1	1	81.616	5	4	2	7
		33.232	3	1	0	5	*81.616	5	5	1	4
		33.826	4	2	1	2	81.794	3	5	2	0
		36.497	129	2	1	3	82.105	4	5	2	1
		37.261	76	2	0	4	82.716	143	5	0	5
		39.975	999	2	1	4	83.035	82	5	2	2
		41.611	39	1	1	6	83.747	24	2	0	12
		42.034	282	2	2	2	84.420	4	5	1	5
		43.232	5	3	0	1	84.581	8	5	2	3
		44.109	869	2	1	5	85.150	6	3	0	11
		44.972	223	1	0	7	85.448	24	2	1	12
		45.220	444	3	1	0	*85.448	24	3	2	10
		45.651	551	3	1	1	86.114	55	4	3	6
		46.485	16	2	0	6	86.256	19	4	2	8
		46.713	51	3	0	3	86.364	40	1	0	13
		46.928	37	3	1	2	*86.364	40	4	1	9
		47.340	3	2	2	4	86.848	51	3	1	11
		48.777	119	2	1	6	*86.848	51	4	4	0
		48.965	187	0	0	8	87.811	4	5	1	1
		*48.965	187	3	1	3	88.133	18	4	4	2
		51.792	4	3	1	4	89.510	2	5	2	5
		51.997	9	3	2	0	90.115	9	5	0	7
		52.386	1	3	2	1	90.535	26	2	2	12
		53.316	29	1	1	8	*90.535	26	5	3	1
		53.542	17	3	2	2	91.486	47	4	2	2
		53.899	1	2	1	2	*91.486	47	5	3	3
		55.235	7	2	2	6	91.823	26	5	1	7
		*55.235	7	3	1	5	*91.823	26	4	4	4
		55.431	31	3	2	3	92.248	7	4	1	10
		57.434	36	2	0	8	92.894	21	5	2	6
		57.607	20	1	0	9	*92.894	21	0	0	14
		58.006	5	3	2	4	93.060	8	5	3	3
		58.195	10	4	0	0	93.143	12	2	1	13
		59.422	80	2	1	8	93.681	1	6	0	0
		59.632	43	4	0	2	93.944	9	3	1	12
		60.168	7	4	1	0	*93.944	9	4	3	10
		60.521	10	4	1	1	94.733	8	3	3	8
		61.215	8	3	2	5	94.914	38	6	0	2
		61.576	35	4	1	2	95.218	21	5	3	4
		61.903	56	3	0	7	95.688	4	6	1	1
		62.102	31	3	3	0	96.435	11	1	1	14
		62.399	51	0	0	10	*96.435	11	5	1	7
		63.310	43	4	1	3	96.907	19	5	2	7
		63.485	23	3	3	2	97.349	20	4	2	10
		63.806	36	3	1	7	98.005	4	4	4	6
		*63.806	36	4	0	4	*98.005	4	5	3	5
		65.008	5	3	2	6	98.167	1	6	1	3
		65.164	20	2	1	8	98.739	1	6	0	4
		65.325	14	2	1	9	*98.739	1	4	1	11
		65.872	111	4	2	0	99.040	1	3	2	12
		66.208	93	1	1	10	99.798	3	2	0	14
		*66.208	93	4	2	1	99.965	6	3	0	13
		67.213	1	4	2	2	*99.965	6	4	3	9
		67.541	19	3	3	4	100.349	7	6	1	4
		68.844	20	3	1	8	100.512	19	6	2	0
		*68.844	20	4	2	3	100.825	19	6	2	1
		69.346	52	3	2	7	101.521	8	2	1	14
		69.815	3	2	0	10	*101.521	8	5	2	8
		70.500	14	4	0	6	101.691	9	3	1	13
		71.161	7	4	2	4	*101.691	9	6	2	2
		71.274	3	1	0	11	102.240	8	5	4	0
		71.609	8	2	1	10	102.555	4	5	4	1
		72.287	36	4	1	6	103.175	3	6	1	5
		72.589	19	3	0	9	103.341	3	6	2	3
		74.056	16	3	3	6	103.501	3	5	4	2
		*74.056	16	4	2	5	103.717	4	1	0	15
		74.355	89	3	1	9	103.923	20	4	2	11
		75.191	1	5	0	1	104.230	14	4	0	12
		76.142	12	4	3	2	104.916	6	6	0	6
		76.439	60	4	1	7	105.549	7	5	3	7
		76.620	31	5	1	0	*105.549	7	6	2	4
		76.890	23	2	2	10	105.985	4	4	1	12
		*76.890	23	5	1	1	*105.985	4	4	3	10
<b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1 <b>Lambda</b> : 1.54060 <b>SS/FOM</b> : F30=853(0.0011,33)		<b>Filter</b> : Not specified <b>d-sp</b> : Calculated spacings									

