

FACULTAD DE QUIMICA

CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE UNA Aleacion de Ai - Ti/Sic (Solidificada rapidamente)

E QUE PARA OBTENER EL TITULO DE ONIMICO METALURGICO INGENIERO Ε S E Ν т A P R MA. SOLEDAD GALICIA **JIMENEZ**

MEXICO, D. F.

TESIS CON FALLA DE ORIGEN





UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

INDICE CAPITULO 1. pàgina 3 1.1 INTRODUCCION. CAPITULO 2. REVISION DE LA LITERATURA. 5 2.1 MATERIALES COMPUESTOS. 5 2.2 DESCRIPCION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS CON MATRIZ METALICA (MMCS). 6 6 2.2 TECNICAS DE FABRICACION. 2.3 PROCESO CVMM. CAPITULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL. 11 3.1 INTRODUCCION. 3.2 MATERIALES PARA LA FABRICACION DE LA ALEACION. 12 3.3 DESCRIPCION DEL EQUIPO. 13 3.3.1 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO (MEB). 13 3.3.2 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION (MET). 14 16 3.3.3 DIFRACTOMETRO. 3.4 TECNICAS EXPERIMENTALES. 18 3.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA PARA MET. ELECTROPULIDO. 18 3.4.2 METODO DE POLVOS PARA DIFRACCION DE RAYOS X. 20 3.5 DESARROLLO EXPERIMENTAL. 20 CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL. 3.5.1 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO. 20

1/

3.5.2 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION.

21

23

25

26

31

31

32

32

33

34

41

44

47

48 50

54

- 3.5.3 DIFRACCION DE RAYOS X.
- 3.5.4 FRACTOGRAFIA.

FIGURAS DEL CAPITULO 3.

CAPITULO 4.

RESULTADOS Y DISCUSION.

- 4.1 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.
- 4.2 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION.
- 4.3 DIFRACCION DE RAYOS X.
- 4.4 FRACTOGRAFIA.

FIGURAS DEL CAPITULO 4.

TABLAS DEL CAPITULO 4.

4.5 DISCUSION DE RESULTADOS.

DIAGRAMA DE FASES DE A1-TI.

CAPITULO 5.

CONCLUSIONES.

APENDICE

BIBLIOGRAFIA.

CAPITULO 1 INTRODUCCION.

El hombre en el desarrollo industrial a obtenido nuevos materiales metàlicos para un mejor funcionamiento de los equipos, aparatos y herramientas metàlicas requeridas por las nuevas tecnologias con mejores propiedades mecànicas y térmicas. El tipo de materiales que pueden dar estas ventajas en la industria son las aleaciones compuestas en las que sus componentes son de características diferentes, siendo unos constituyentes totalmente metàlicos y otros con características no metàlicas, pero conjuntando a estos materiales con propiedades diferentes en condiciones apropiadas se obtiene materiales con propiedades superiores a las de sus componentes individuales. Una de las mejorias que proporcionan estos materiales es la reducción en peso del material, otra ventaja que tienen estas

Es por esto que las nuevas aleaciones compuestas son ahora la materia prima para fabricar piezas metálicas que deban ser usadas en condiciones de temperaturas elevadas.

aleaciones es su gran resistencia a altas temperaturas.

Esto se origina por las grandes nececidades de la Industria naval, espacial, aérea, automotriz, elèctrica y otras. El desarrollo de nuevos sistemas metàlicos rigidos, resistentes, ligeros, esta iniciandose, donde materiales ceràmicos como SiCp mezclados a una matriz metàlica por ejemplo aleaciones de Al-Ti, se utilizan como fase reforzante para procesar este tipo de materiales compuestos incremetando las propiedades mecànicas de

з

la aleación; la elaboración de estos materiales compuestos se ha realizado por el proceso de atomización, siendo esta una nueva técnica para procesar materiales con matriz metálica.

En este trabajo se estudia la microestructura de la aleación compuesta: Al-2%Ti-4%vol.SiC por medio de microscopia electrónica de barrido, en la que se identifica la morfologia superficial del material; se utiliza microscopio electrónico de transmisión para estudiar la microestructura e identificar las fases que existen en el material con ayuda de los patrones de difracción; también se identifican las fases y los párametros de red por difracción de rayos X.

La morfologia superficial que presenta la aleación Al-2%Ti-4%vol.SiC es de tipo equiaxial, las fases que se observan en el material son: Al fcc, intermetálico Al3Ti tetragonal con morfologia rectangular, SiCp fcc que presenta una morfologia irregular, se presentan dislocaciones en los contornos de SiCp. Se obtiene para Al fcc el párametro de red a = 4.047 ± 0.0023 Å; para el Al3Ti tetragonal a = 3.830 ± 0.0327 Å; para el SiC fcc el valor de a = 4.370 ± 0.0169 Å.

Se analiza el tipo de fractura que presenta el material siendo esta de tipo dúctil.

CAPITULO 2 REVISION DE LA LITERATRURA.

2.1 MATERIALES COMPUESTOS.

Para los requisitos actuales y futuros de la industria en general, los materiales usados a altas temperaturas deberán desarrollarse materiales con ciertas características adecuadas a los retos industriales. El desarrollo e implementación de aleaciones de Al a altas temperaturas reduce el peso del equipo, reemplazando a aleaciones convencionales como son Ti y acero usados en sistemas primarios y sistemas auxiliares de propulsión: las aleaciones de Ti funcionan bien a estas condiciones pero son 67% más densas que el Al y son muy costosas, aproximadamente la mitad de la composición en las máguinas de propulsión es de Ti (42% en peso), el reemplazo de la mitad de Ti con Al podria significar una reducción de peso en el equipo de un 21%. Sin embargo las aleaciones de Al deben mantener su resistencia a temperaturas mayores de 375ºC, a la corrosión. tener un alto módulo de elasticidad y tener una resistencia mayor a la fractura. Estas aleaciones deberán resistir deformaciones y tener microestructuras térmicamente estables. Las aleaciones de Al-Ti han demostrado su aplicación en sistemas aéreos a temperaturas de 200ºC a 300ºC, estas aleaciones deben su

exelente ductilidad, esfuerzo, y resistencia a la deformación a su estructura de grano y fina dispersión de particulas AlgTi. Para reducir el tamaño de las particulas de AlgTi, la solidificación rápida puede emplearse para aumentar la

solubilidad del Ti en Al en el estado solido.

2.2 DESCRIPCION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS CON MATRIZ Metalica. (MMCs)

Las investigaciones en estos sistemas metálicos son nuevas; se ha enfocado mucho la atención a este tipo de materiales compuestos con matriz metálica (MMCs), ya que tienen singular ventaja en sus propiedades mecánicas y térmicas sobre materiales totalmente metálicos, como aleaciones.

Los MMCs tienen un gran mòdulo elàstico, alta resistencia a la tensión, resistencia al desgaste y a la fatiga, tienen buenas propiedades a altas temperaturas, pueden trabajarse a temperaturas de 300°C, sin sufrir deformaciones.

Sus propiedades son proporcionales a la morfologia, cantidad de fase reforzante mezclada a la aleación, y proceso de fabricación. En las aleaciones de Aluminio, el carburo de silicio (SiC), es de los principales materiales que se mezclan y se procesan para la fabricación de los materiales compuestos con matriz metálica; estos compuestos de Al/SiC son relativamente económicos.

2.3 TECNICAS DE FABRICACION.

Las propiedades de estos materiales a altas temperaturas se pueden incrementar introduciendo una dispersión secundaria de carburos en la matriz de Al-Ti.

Hay varias técnicas que se han desarrollado para la fabricación de materiales compuestos (MMCs); estas se pueden clasificar en: a) Proceso de fase sólida.

b) Proceso de fase liquida.

c) Proceso de dos fases, dependiendo de la temperatura.

Los procesos de fase sólida involucran la oxidación de una mezcla metal fundido\fase reforzante, y procesos de polvos metalòrgicos (PM).

Los procesos de fase liquida involucran una mezcla colada de matriz liquida y sólido cerámico reforzador.

En las tecnicas de PM existe una limitación para asociar el contenido de fase reforzante con superficies grandes, particularmente cuando se usan aleaciónes oxidables como Mg, Al, Li, Si, Ti, etc..

Recientemente los procesos de 2 fases se han utilizado con exito para procesar materiales compuestos con mátriz metálica (MMCs). Esto incluye una atomización y un proceso de deposición. Este grupo de procesos involucra la adición de particulas reforzantes a la matriz parcialmente solidificada (sólido-liquido). Gupta y colaboradores (Ref. 6), usaron una técnica conocida como codepositación variable de materiales multifasicos (CVMM), para incorporar más de 20% en volumen do particulas de SiC de 3 micrómetros, dentro de una matriz de Al-Ti.

El proceso CVMM fue desarrollado en vista de los buenos resultados reportados sobre las estructuras y propiedades de los MMCs por el proceso de atomización y deposición.

2.4 EL PROCESO DE CODEPOSITACION VARIABLE DE MATERIALES MULTIFASICOS (CVMM).

Durante el proceso de CVMM la aleación Al-Ti es desintegrada por medio de una dispersión fina de gotas usando gas inerte a alta

velocidad (figura 2.1), simultanesmente uno o más jets de particulas SiCp son inyectadas al atomizado (matriz metàlica parcialmente solidificada).

El control interfacial es realizado por inyección de las particulas reforzantes en areas determinadas donde la mátriz atomizada posee una cantidad limitada de fracción volumen del liquido, por lo tanto el tiempo de contacto y la exposición térmica de las particulas de SiCp con la matriz parcialmente solidificada son minimos y las reacciones interfaciales puede ser controladas, asi mismo el control del medio ambiente durante el proceso asegura una oxidación minima.

El comportamiento de los MMCs depende de las propiedades individuales de los componentes, el carburo de silicio puede tener diferentes morfologias, como fibras, hilos cortos o largos, particulas redondas, o una combinación de estas; una interfase matriz-SiCp de enlaces débiles resulta de las reacciones interfaciales durante el proceso.

La interfase matriz-SiCp tiene el papel más importante en el comportamiento de los materiales compuestos con matriz matálica, la interfase puede poseer un espesor de elgunos cientos de micrómetros, y puede presentar una capa de reacción y contener una o más fases nuevas; la interfase se define como la zona que separa a la matriz de SiCp.

Desafortunadamente la tecnologia para la fabricación de los materiales compuestos con matriz metàlica permanece en un estado relativamente inmaduro, el progreso en el procesamiento de los materiales compuestos con matriz metàlica ha sido impedido por la

alta reactividad quimica y la pobre capacidad de adherencia comunmente encontrada entre la matriz y SiCp.

El factor más importante que determina la estabilidad de los materiales compuestos con matriz metálica es la naturaleza química y física de la interfase; las reacciones químicas en la interfase se deben a la inestabilidad termodinámica de la diferencia de potenciales químicos de la matriz y SiCp.

El objetivo de éste estudio es presentar resultados preliminares sobre la caracterización de la microestructura, así como identificar las fases de la aleación Al-2%Ti/SiC procesada por atomización y deposición (CVMM).

Se utiliza el microscopio electrónico de barrido como primer herramienta para observar la morfologia superficial del material depositado, conocer la distribución de las particulas de SiCp, analizar e identificar las posibles fases presentes de acuerdo a las diferentes morfologias que hay dentro del material, determinar el tamaño de cada fase.

El microscopio electrónico de transmisión se emplea para identificar las fases y orientaciones que presentan estas en el material depositado utilizando patrones de difracción, así como el sistema cristalino al que pertenece cada fase.

La difracción de rayos-X y la ley de Bragg conjuntamente se utilizan para identificar las fases, la estructura cristalina que poseen, los planos que difractan, el paràmetro de red que presenta cada fase en la aleación depositada Al-Ti/SiC.

En el capitulo 3 se describen las tecnicas empleadas para desarrollar este trabajo.



FIGURA 2.1 DIAGRAMA ESQUEMATICO DEL EQUIPO EXPERIMENTAL.

DESCRIPCION:

1 Termopar.	8 Cono de Atomización.
2 Tapòn.	9 Càmara.
3 Crisol de Zirconio.	10 Material depositado.
4 Bobina de inducción.	11 Sustrato.
5 Aleación fundida.	12 Control Neumático horizontal.
6 Atomizador.	13 Agua presurizada.
7 Control Neumático vertic	al.

CAPITULO 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

3.1 INTRODUCCION.

Diagrama de bloques que describe el procedimiento experimental a seguir en este trabajo.



3.2. MATERIALES PARA LA FABRICACION DE LA ALEACION Al-2wt%ti-4%volsiC.

La composición de la aleación de Al-Ti usada en el experimento fue obtenida mezclando una aleación maestra de Al-6%Ti con Al de pureza comercial (99.99%), obteniendo 2 tipos de aleaciones con la siguiente composición: Al-1%Ti y Al-2%Ti (% en peso).

La aleación fue lentamente calentada en un crisol de Zirconio a 1300ºC bajo una atmósfera de nitrógeno para promover la disolución de la fase intermetálica Al₃Ti.

Las particulas de SiCp se llevarón al vacio a 800°C por 30 minutos antes del proceso de atomización y deposición.

La aleación fundida que se encuentra en el crisol de Zirconio con un orificio en su base se fragmenta en pequeñas gotas al pasar a tràves de un atomizador usando gas inerte a altas velocidades; El tamaño de las gotas depende de la rapidez de flujo del gas inerte y de la velocidad de flujo del fundido.

El proceso de inyección de las particulas SiCp es simultaneo a la atomización, empleandose una cama de fluidización con gas inerte, conectada de forma adecuada a la câmara de atomización y deposición (figura 3a), finalmente el material se deposita en el sustrato (figura 2.1); esta aleación se fabricó en la universidad de Irvine, California.

3.3. DESCRIPCION DEL EQUIPO UTILIZADO PARA LA CARACTERIZACION DE LA ALEACION DEPOSITADA.

3.3.1 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO. (MEB).

El microscopio electrónico de Barrido consta de cuatro partes principales que son: Columna electrónica, Cámara de la muestra, Sistema de vacio, Control electrónico y sistema de imagen. COLUMNA ELECTRONICA.

Esta columna produce un haz divergente estrecho de electrones exactamente en el céntro de la columna, la fuente de electrones es un filamento de tungsteno con diàmetro de 0.25 micrómetros, el cual es calentado aproximadamente a 2500°C, existiendo por lo tanto una emisión termoiónica y los electrones son atraidos por el ánodo que tiene un voltaje positivo relativo al del filamento en un rango de 5-30 KV, este voltaje lo puede controlar el operador, en general se mantiene a 20 kV.

Los lentes magnéticos se encuentran dentro de la columna electrónica siendo dos condensadores y un objetivo los cuales tienen como función reducir el diámetro del haz electrónico; también es función del tercer lente enfocar el haz sobre la muestra y en este punto el haz tiene un tamaño aproximado a 10 nanómetros.

SISTEMA DE VACIO.

La columna y la càmara de la muestra deben ser operadas en condicones de vacio pues el haz de electrones puede ser dispersado por àtomos de gas, siendo esto adverso al buen funcionamiento del microscopio; al incertar la muestra al

microscopio se hace vacio.

CONTROL ELECTRONICO Y SISTEMA DE IMAGEN.

Permite controlar el cañón de electrones, la observación en la pantalla, el enfoque de la imagen, el tamaño de la imagen, el cambio de imagen, el voltaje de aceleración, el contraste y brillantez de la imagen, la resolución del microscopio. En la figura 3.1. se presenta un esquema de las partes que constituyen el microscopio electrónico de barrido.

3.3.2 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION. (MET)

El micróscopio electrónico de transmisión está costituido por una columna de electrones, que puede ser dividida en dos sistemas: el cañón de electrones y los lentes electromagnéticos. (figura 3.2).

CANON DE ELECTRONES.

El cañón de electrones es la fuente de electrones de alta energia, este se compone de un filamento de tungsteno con un diámetro aproximado a 50 micrómetros, el filamento se calienta a 2700K por una resistencia eléctrica y los electrones son emitidos por emisión termoiónica a tráves de la columna de electrones, estos golpean a la película delgada de la muestra sufriendo algunas interacciones; una de estas interacciones es la difracción por la serie periódica de planos atómicos en la muestra, finalmente se produce el contraste que permite observar los detalles de la estructura de la muestra; los electrones que no son difractados por la muestra son los electrones transmitidos.

LENTES ELECTROMAGNETICOS.

Su función es controlar el haz de electrones generando una imagen;yla trayectoria del haz electrónico a tráves del MET. El sistema de lentes incluye los lentes condensadores y el medio superior de los lentes objetivos; el sistema de imagen incluye lentes intermedios, el medio inferior de los objetivos, lentes de aumento y el lente de proyección; estos lentes actúan en serie para obtener una imagen aumentada, que se observa en la pantalla fluorescente; la resolución teórica en una imagen de MET. se aproxima a la longitud de onda del haz incidente, aunque en realidad esta resolución no se alcanza totalmente, debido a los defectos de los lentes; los limites de resolición entre linea y linea en un MET. son arpoximadamente de 0.15 nm.

El microscopio electrónico de transmisión opera con voltajes superiores a 60kV, 100kV, 120kV ó 200kV; y es capaz de presentar una simple imagen y la generación de patrones de difracción en àreas seleccionadas de la muestra.

Las imagenes formadas usando solamente los electrones transmitidos son conocidas como imagenes de campo claro; las imagenes formadas usando haces difractados son llamadas imagenes de campo oscuro.

Los patrones de difracción asociados a las imagenes, pueden observarse en la pantalla fluorescente y/o en una pelicula fotográfica. Los patrones de difracción son usados para identificar la estructura de las fases que hay en la muestra, determina la identidad y orientación de estas fases, tambien determina la relación de orientación entre dos fases

coexistentes.

3.3.3 DIFRACTOMETRO Y RAYOS X.

Los rayos X son radiaciones electromagnàticas de longitud de onda corta, en el espectro electromagnàtico se encuentran en el rango de 0.5-2.5 Angstroms ($\dot{\mathbf{k}}$), entre los rayos gamma y las rayos ultravioletas.

Los rayos X se generan solamente mediante transiciones en las que intervienen los electrones más cercanos al núcleo. Si un haz de rayos X incide sobre un metal se producen interacciones que provocan que los electrones de los àtomos del metal emitan radiación electromagnética de la misma longitud de onda, que el haz incidente, lo que produce un efecto de difracción; si se considera que planos enteros de àtomos pueden actuar como espejos al reflejar un haz de rayos X, dicha reflección se produce a un àngulo Θ dado por la ley de Bragg: n Λ = 2dsen Θ ; donde n = orden de la reflexión (1,2,3,etc.), Λ es la longitud de onda de los rayos X y d el espaciamiento de los planos paralelos (hkl).

Los rayos X son producidos cuando una particula cargada con suficiente energia cinética es rápidamente desacelerada. Estas particulas cargadas son generalmente los electrones; los rayos X se presentan en el momento en que las particulas golpean al material en estudio, entonces hay radiaciones en todas direcciones. Para producir los rayos X se necesita un tubo de rayos X en el que hay una fuente de electrones con un alto voltaje de acelaración; el tubo contiene dos electrodos el cátodo que es un filamento de Cu con un alto potencial entre 30 a 50

kV, y el anodo que es el material en estudio.

Existen diversas técnicas de difracción de rayos X que difieren en que se haga variar $\lambda \circ \Theta$ en la ecuación de la ley de Bragg y en el empleo de muestras monocristalinas o policristalinas. Hay 3 técnicas principales de anàlisis por rayos X: a) Método de Laue, b) Método de polvos, y c) Difractómetro.

DIFRACTOMETRO.

El difractòmetro es un instrumento que se utiliza para estudiar a los materiales cristalinos y no cristalinos. Haciendo mediciones de la forma en que estos materiales difractan los rayos X de longitud de onda conocida, la intensidad de un haz difractado es medido directamente en este aparato.

El difractòmetro consta de (figura 3.3), una càmara con una fuente de rayos X (S), una placa plana (H), donde se coloca la muestra en polvo (C); la placa H puede hacerse girar de 0° a 180°; los rayos divergen desde la fuente de electrones (S), y son difractados por la muestra para formar un haz difractado convergente enfocado por la rejilla (F) para pasar al detector o medidor (G). (A) es la rejilla que dirige el haz incidente; (B) es la rejilla que colima el haz difractado. El detector está colocado en el soporte (E), el cual puede ser girado de manera que su posición angular 20 se lea sobre la escala graduada (K). Los soportes (E) y (H) están mecánicamente acoplados para que un giro del contador de un número de grados 2x, automáticamente se acompañe del giro de la muestra de un número de grados x. Este acoplamiento asegura que los àngulos de incidencia sobre la muestra y difracción desde la muestra sean siempre igual el uno

al otro, e igual a 1/2 del àngulo total de difracción 20; arreglo necesario para conservar las condiciones de enfoque. El detector se gira a una velocidad constante alrededor del eje del difractómetro.

La señal de los rayos X difractados, captados por el detector (G), es enviada a un registrador (no mostrado en la figura3.3), en el cual se grafica la intensidad de los haces difractados contra el àngulo 20 en papel escalado que se desliza a velocidad constante.

3.4 TECNICAS EXPERIMENTALES

3.4.1 PREPARACION DE LA MUESTRA PARA MET.

Hay tres tipos de muestras que se utilizan para ser observadas en el MET., que son :

a) Muestra de cuerpo.

b) Muestra en particulas finas.

c) Muestra en película delgada.

En este trabajo se utiliza la muestra en película delgada, que se prepara por el método de electropulido; este método es el más utilizado para producir regiones electrotransparentes, muchos de los electrólitos usados son ácidos y son muy agresivos y muy oxidantes, capaces de provocar severas quemaduras, otros electrólitos son explosivos y deben ser tratados con precaución. La técnica es completamente segura en manos experimentadas pero puede no serlo para novatos.

La muestra se sujeta a un soporte que es fabricado con un

material de Fluorocarbono, en el sistema (figura 3.4) hay un cátodo construido comunmente de platino, la muestra actúa como el ánodo; una bomba hace pasar al alectrólito a través de dos orificios, situados a los lados de la muestra en la misma dirección, golpeando a la muestra por cada lado; de esta forma la muestra es pulida.

Durante el pulido una corriente eléctrica fluye entre el ánodo y el cátodo llevandose a cabo una reacción electroquímica que remueve metal de la superficie de la muestra; el pulido_es permitido hasta que la muestra se perfora, después de la perforación, la muestra es rápidamente removida del pulidor y se enjuaga muy bien con etanol; algunas condiciones del electropulido pueden ser controladas tales como el voltaje, la velocidad de flujo del electrolito y la temperatura del electrolito; este debe permanecer a una temperatura aproximada a 0°C, agregando hielo seco o nitrogeno líquido se puede controlar esta condición, si no se tiene precaución en el control de la temperatura del electrólito, entonces la reacción es violenta y la perforación de la muestra puede ocurrir más rápido de lo requerido obteniendose una area de perforación muy grande e inadecuada para ser observada al microscopio electrónico de transmisión; la preparación de la muestra se llevo a cabo a 30v. 30 segundos y 12 mA.

Se considera adecuada, la preparación de la muestra cuando resulta una delgadez uniforme alrededor de la área da perforación, para obtener muestras bien preparadas se necesitan realizar varías pruebas para determinar bien las condicones del

equipo que sean apropiadas para un buen electrópulido de la muestra.

3.4.2 METODO DE POLVOS PARA DIFRACCION DE RAYOS X.

La técnica utilizada de difracción de rayos X en este trabajo es el método de polvos, en el cual la variable es el ángulo manteniendose constante la longitud de onda según la ley de Bragg. El material a examinar es reducido a particulas pequeñas hasta obtener polvos muy finos. Cada particula de los polvos es un pequeñisimo cristel o un grupo de cristales orientados al azar con respecto a el haz incidente.

El método de difracción de rayos X es práctico y sencillo para poder identificar las diferentes fases y la cristalografia que presentan estas en los materiales cristalinos; auxiliandose con tarjetas en las que se reportan datos sobre el espaciamiento interplanar "d", los indices de Miller (hkl) y utilizando la Ley de Bragg de difracción: $nh = 2dsen\theta$.

Los difractógramas se pueden analizar e indexar para identificar las fases que estan presentes en el material cristalino.

3.5 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Caracterización de la aleación de Al-2wt%Ti-4%VolSiC

3.5.1 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO. (MEB)

El microscopio electrónico de barrido permite estudiar los detalles más finos de la microestructura de materiales que en el microscopio optico; el poder de resolución del MEB se determina

por medio del tamaño del haz de electrones que incide sobre la muestra, un tamaño menor de haz alcanza un mayor poder de resolución en el microscopio alcanzando aumentos de 10x a 40,000x. Es capaz de resolver distancias de 3 a 10 nm, y evalua la orientación cristalogràfica de granos individuales, precipitados etc.

Una de las grandes ventajas del MEB. con respecto al microscopio òptico, es su mayor profundidad de foco, esta caracteristica permite analizar superficies con gran relieve, como superficies de fractura. El tamaño de muestra que se utiliza es limitado por el microscopio electrónico disponible.

La preparación de la muestra es pulido y ataque metalógrafico. Con el microscopio electrónico de barrido se identifican los tipos de fases que se presentan en el material, la morfologia y el tamaño de grano.

3.5.2 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION. (MET)

Las muestras preparadas para el MET son laminas del material bastante delgadas que permiten la penetración del haz electrónico. La técnica de película delgada es una gran ayuda para estudiar las características más pequeñas de la microestructura; también proporciona información sobre los defectos presentes en el material, y la orientación cristalogràfica de regiones pequeñas de la muestra. La película delgada de la muestra, permite al haz de electrones

difractarse al incidir en esta y como en la difracción de rayos X, el haz se difracta si existe alguna familia de planos hkl que

satisfagan la ecuación de Bragg. Los rayos difractados por la muestra son bloqueados fuera de la imagen transmitida por la abertura del objetivo a un cierto ángulo y son enfocados al plano focal trasero del lente objetivo, este plano presenta un arreglo de puntos de difracción (patrón de difracción), donde cada punto producido es una familia de planos hkl que satisface la ecuación de Bragg; a partir de los patrones de difracción se determinan direcciones cristalograficas y planos.

La técnica de indexación en los patrones de defracción obtenidos en este trabajo es:

Se considera el punto más brillante en el patrón como referencia pues este es el punto de incidencia del haz electrónico sobre la muestra los otros puntos que son más pequeños y menos brillantes representan la difracción del haz en diferentes direcciones, se consider al patrón como un plano y su respectivo sistema de coordenadas donde el punto de incidencia es el origen de este sistema. Se hacen mediciones de las distancias que hay entre cada punto en el plano con respecto al origen (radios), tomando dos puntos cualesquiera en el plano con distancia al origen de R₁ y R₂ respectivamente, se obtiene la razón entre estos dos valores de R₁ y R₂ al cuadrado, $(R_1)^2/(R_2)^2$ resultando un número < 1; antes de continuar este procedimiento se debe saber que estructura cristalina tienen las fases que presenta el patrón de difracción, en este caso se tiene Aluminio fcc (Cúbico centrado en la cara), AlaTi Tetragonal y SiC que tiene una estructura igual a la del Aluminio fcc. El valor obtenido de $(R_1)^2/(R_2)^2$ se multiplica por los valores enteros 1,2,3,4, etc,

de acuerdo al estructura cristalina hasta que se obtenga un número entero; éste valor por el cual se multiplica la fracción es la relación que da la suma de los indices de Miller al cuadrado $(-h^2 + k^2 + 1^2)$ y corresponde a un plano $(hkl)_1$ determinado según sea la estructura cristalina de la que se trate; se consulta la terjeta de la fase analizada para conocer el valor del espaciamiento interplanar "d" que corresponde al plano (hkl)1, utilizando este valor de "d" en la fórmula de espaciamiento enterplanar de la estructura cristalina adecuada; para la estructura cúbica la formula es: $1/d^2 = (h^2 + k^2 +$ 12)/a2, para obtener el valor del parametro de red "a1". Despues de obtener el plano al que corresponde éste punto que tiene una distancia de R₁ se consultan los patrones de difracción que están reportados en la literatura, estudiando bien el patrón de difracción experimental se compara con el patrón teórico y asi obtener el valor del plano (hkl)o que corresponde al segundo punto con una distancia de R2; y se calcula el valor de "a2". Así es como se obtiene la indexación de los patrones de difracción.

3.5.3 DIFRACCION DE RAYOS X.

El difractògrama es una gràfica de I/Io contra 20, donde I/Io es la intensidad relativa y 20 es el valor del àngulo al que se presenta la difracción del haz incidente. Una vez determinado el valor de 20 para cada pico del difractògrama; se utiliza la ecuación de Bragg de difracción $(n h = 2 d sen \theta)$, para calcular el valor de "d" (espaciamiento

interplanar), de cada pico. Los valores conocidos son: longitud de onde = 1.5418Å, sen Θ .

Los valores obtenidos de "d" se tabulan y comparan con los reportados en la literatura (International JCPDS vol. 1 y 2). Correspondiendo a cada valor de "d" un valor de (hkl).

Ya que el Aluminio tiene una estructura fcc (cubico centrado en la cara), para calcular el valor del parámetro de red "a" se utiliza la siguiente formula:

 $1/d^2 = (h^2 + k^2 + 1^2)/a^2$

donde:

d = espaciamiento interplanar.

hkl - indice de Miller.

a = parâmetro de red.

se tabulan los valores de "a", para cada valor de "d" obtenido y se calcula el valor promedio del parámetro de red.

Para obtener el valor de I/Io se hace una escala en el difractógrama sobre las ordenadas tomando como punto de referencia el pico más grande que se presenta, y se considera como el 100% de intensidad, y respecto a este se determina la intensidad relativa I/Io de los picos restantes.

Se sigue el mismo mecanismo anterior para identificar los valores correspondientes de "d", (hkl), y "a" para el Al₃Ti considerando la estructura del Al₃Ti como Tetragonal se utiliza la fórmula:

$$1/d^2 = (h^2 + k^2)/a^2 + 1^2/c^2$$

donde: c = 8.61 es una constante. De esta forma se calculan los valores correspondientes al parámetro de red "a" y su valor promedio.

3.5.4 FRACTOGRAFIA.

Analisis de Fractura.

Para analizar el tipo de fractura que presenta el material se utiliza el microscopio electrónico de barrido; Una muestra de 3X3x30mm fue tomada del material, se observo al microscopio, se tomaron fotografías de la fractura en diferentes áreas.



Superficie de Deposición.

FIGURA 3a. CAMARA DE ATOMIZACION Y DEPOSICION. (Ref. 1)



FIGURA 3.1 COMPONENTES BASICOS DE UN MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO. (Ref. 18)

DESCRIPCION:

1.- COLUMNA ELECTRONICA.

2.- CAMARA DE LA MUESTRA.

3.- SISTEMA DE VACIO.

4.- CONTROL ELECTRONICO Y SISTEMA DE IMAGEN.



FIGURA 3.2 SISTEMA DE ILUMINACION EN EL MET. (Ref. 8)

DESCRIPCION:

1.- FUENTE DE ELECTRONES. 3.- 2do. LENTE CONDENSADOR. 4.- LENTE OBJETIVO MEDIO SUPERIOR. 5.- MUESTRA. 7.- PLANO FOCAL TRASERO. 9.- 1er. LENTE PROYECTOR. 11.- PANTALLA FLUORESCENTE.

2.- ler. LENTE CONDESADOR. 6.- LENTE OBJETIVO MEDIO INFERIOR. 8.- APERTURA DEL LENTE OBJETIVO. 10.- 2do. LENTE PROYECTOR. 12.- SISTEMA FOTOGRAFICO.



FIGURA 3.3 GEOMETRIA DEL DIFRACTOMETRO. (Ref. 12)

DESCRIPCION:

(H) SOPORTE DE LA MUESTRA.

(C) MUESTRA.

(S) FUENTE DE RAYOS X.

(F) REJILLA DE RECEPCION.

(E) SOPORTE DEL DETECTOR.

- (G) DETECTOR.
- (A) REJILLA QUE DIRIGE EL HAZ INCIDENTE.
- (B) REJILLA QUE COLIMA EL HAZ DIFRACTADO.
- (K) ESCALA GRADUADA.



FIGURA 3.4 ESQUEMA DEL EQUIPO DE ELECTROPULIDO. (Ref. 13)

DESCRIPCION:

- (S) MUESTRA.
- (J) JETS.
- (C) CATODO.
- (P) BOMBA DE ELECTROLITO.

CAPITULO 4 RESULTADOS Y DISCUSION.

4.1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.

Caracterización de la aleación de Al-2wt%Ti-4%vol.SiC depositada por atomización.

Microscopio electrónico de barrido. JEOL JSM T-200.

La superficie de la muestra fue observada, la morfologia de la aleación Al-Ti-SiC depositada, se presenta en las figuras:

4.1 y 4.2 la morfrologia del material depositado por atomización de particulas esféricas, cada particula esférica presenta un modo de solidificación celular.

Una sección transversal de la muestra fue pulida, como se presenta en la figura 4.3 y 4.4, los limites de las particulas esféricas son decorados con particulas irregulares, las cuales son de SiCp (señaladas por una flecha), el tamaño promedio de estas particulas es de 3 micrómetros; por una obsevación cuidadosa de estas particulas esfericas, una microastructura equiaxial interna es visible.

Dentro de los limites de grano una segunda fase en forma de flores fue obsevada, siendo esta fase intermetàlica Al3Ti (señaladas por una flecha), su tamaño es de 1.5-1.9 micrómetros; en la figura 4.5 se presenta la fotomicrografia del intermetàlico Al3Ti, observandose su morfologia, la cual consiste de placas rectangulares largas que cuando llegan a unirse dan la apariencia de una flor.

4.2 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION.

Microscopio electrónico de transmisión. JEOL STEM CX-100. Las hojas delgadas obtenidas del material depositado por atomización, usando el método de electropulido, con una solución de ácido perclórico al 5% en etanol a 0°C, 0.12 ampere y 25 volts, se observarón al MET.

Se describen a continuación las micrografias obtenidas.

La figura 4.6 presenta una fotomicrografia en la que se puede observar en la parte superior a la derecha de la fotografia una particula de SiCp, la cual fue identificada utilizando su patrón de difracción.

En la matriz se observan particulas esféricas de una segunda fase, estas particulas son acopladas por dislocaciones formando subgranos, como se muestra en la figura 4.7; por medio de su patrón de difracción se identificó a esta fase como SiC. La figura 4.8 presenta con más detalle estas observaciones. La figura 4.9 presenta particulas en forma de placas que corresponden a otra fase, la cual es identificada como intermetálico AlgTi Tetragonal utilizando su patrón de difracción presentado en la figura 4.10.

4.3. DIFRACCION DE RAYOS X.

Difractometro Siemmens D-500.

De la muestra una pequena cantidad de material (1g) fue pulverizado para llevar a cabo el trabajo de rayos X. El difractograma obtenido se presenta en la figura 4.11. Los principales picos corresponden a la matriz de Al, Al3Ti

tetragonal; los picos de SiC no fueron facilmente identificados debido a la falta de datos de "d", (hkl) y I/Io; otro problema con la identificación del SiC en el difractógrama es la naturaleza de esta fase.

La tabla 4.1 (página 42) presenta los resultados obtenidos del difractógrama que identifican al Aluminio fcc (Cúbico centrado en la cara); los valores obtenidos de "d" y los valores de intensidades a las que se presenta cada pico se comparan con los reportados en la literatura que presenta la tabla 4.2. (pág. 42). Los datos obtenidos para la fase de Al₃Ti se nuestran en la tabla 4.3 (pág. 42), en la tabla 4.4 (pág. 43) se comparan los valores teóricos con los experimentales.

La identificación de la fase de SiC en el difractógrama es complicada pues realmente no hay ningun pico representativo de esta fase en el difractograma, solo se pudo analizar dos picos como se presenta en la tabla 4.5 y 4.6. (pág. 43).

4.4 FRACTOGRAFIA.

El tipo de fractura que presenta el material se observa en las figuras 4.12 y 4.13; en estas fotografias se puede observar que la fractura del material es dúctil; en el fondo de los hoyos aparecen grandes concentraciones de particulas de SiC que son las zonas blancas.



Figura 4.1 Aleación Al-Ti-SiCp atomizada.



Figura 4.2 Particula (esfera) de Al-Ti-SiCp la cual presenta una morfologia equiaxiada en su superficie.



Figura 4.3 Distribución de particulas de SiCp en la matriz.



Figura 4.4 Particulas de SiC con morfologia irregular en los bordes de grano, zonas brillantes; intermetàlico Al₃Ti en forma de rosetas dentro de la matriz.



Figura 4.5 Intermetálico Al₃Ti, con morfologia rectangular.



Figura 4.6 Micrografia de Transmisión electrónica de Al-Ti-SiC, presentando en la parte superior derecha una particula de SiCp ligada a dislocaciones, la cual fue identificada por su patrón de difracción como SiC fcc.



Figura 4.7 Particulas SiCp ligadas a dislocaciones formando subgranos. (MET)

A March March 1 and 1
- (1997) - MAN (1997)
a filip a signal and a signal and a signal and a signal signal and a signal signal a signal a signal a signal a
an an an ann an an an an an an an an an
and a star of the start of the
4 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
en se de la companya
 เล่าสาราร์การสารณ์ และสารกลังการนี้สารสาราร์สสีสรรรร และสะบาทสารารสาราร์การสาราสุรรรมสาราสุรรรมสาร

Figura 4.8 Presencia de dislocaciones en la aleación Al-Ti/SiC.











Figura 4.11 Difractògrama que presenta las fases presentes en el material y los planos correspondientes.



Figura 4.12 microestructura característica de la fractura dúctil, que presenta la aleación.



Figura 4.13 Particulas de SiCp que aparecen en el fondo de los hoyuelos.

Diagrama de indexación del patrón de difracción de la figura 4.6

R1	R2	$(R_1)^2/(R_2)^2$	(hkl)1	(hkl)2	8
0.7cm.	0.7cm.		1,-1,1	-1,1,1	4.3646
0.7cm.	0.7cm.	1	1,-1,-1	-1,1,-1	4.3590

El valor promedio de a es - 4.362 à que corresponde al parametro de red del SiCp.

El àngulo antre los planos (1, -1, 1) y (-1, 1, 1) es = 109°. El àngulo entre los planos (1, -1, 1) y (1, -1, -1) es = 70°.

Diagrama de indexación del patrón de difracción de la figura 4.7

R1	R2	$(R_1)^2/(R_2)^2$	(hk1)1	(hk1)2	a ₁	a2
1.3	1.3	1	-1,31	-1,3,1	4.3647	4.3647
1.6	1.8	0.79	0,0,2		4.3647	4.3545
1.4	1.6	0.76	0,0,2	-1,3,1	4.36	4.358

El valor promedio de a_1 es = 4.363Å y a_2 es = 4.359Å que corresponden al paràmetro de red del SiCp. El àngulo entre los planos (-1,3,-1) y (-1,3,1) es = 35°.

El àngulo entre los planos (0,0,2) y (-1,3,3) es = 46.5°.

El àngulo entre los planos (0,0,2) y (-1,3,1) es = 72.45°.

TABLA 4.1

المكان القاوير أباد والأطار

			æ		θ		đ		1/1	0(*))	hk	:1	8		
		38.	.55 A	1	9.275 2 A	i 3 2	.335		100		5. 	11 20	1	4. 4	045	
		65.	2	3:	2.6	1	. 43		24	.8		22	.0	 4.	045	
		78.	28	39	9.14	1	.221		25	.6		31	1	4.	0496	
		82.	5	4	L.25	1	.169		3	.4		22	2	4.	0495	
El	val	or	pro	medic	del	Dar	Amet	ro d	A TA	d ee		- 4	047	+ 0.	0023	Å

TABLA 4.2

						5 H (34			
<u>.</u> .	EXPER	TMEN	TAL					EORT	1
÷.				944 E		1.1.1.1		104460	
	đ		TO(\$	1				- Τ	/To(+
	7						1992	alerten er	1958) - A
2.	335	10	0	e gen		2.	338	10	00
23		- 77	7923	065g	17752	r i est			27 (d. 11
2.	023	5	2	1.2.6.9	24. FS	2.	024	-	17
	i o regiña	. Series	-1.VpC-	1000			Section.	See .	-
1.	43	2	4.8		86 F.	1	431		22
28	77.69	1. 1999		20.5		Sec.	estado)	042	6.2
1.	221	2	5.6	n dh		្រា	221	$= \frac{1}{2} \cdot \frac{\nabla T}{\nabla T} \cdot d = 0$	4
750		346 E	Č.			T DENER			
1.	169		3.4	10.00	- 201	1	169		7
1		1-36.2.5	5. See	-540	112.6 Hot	(Barners)	1.2.12		

TABLA 4.3

El valor promedio del parametro de red en el Al₃Ti que resulta es: a = 3.630 \pm 0.0327 Å.

10.0	2005	SR 81	1000	1. 1. 1. 1.	a ser	1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1	1.1.1	1.	N. 2338			
100	-	-			26,713	÷				ODTO	1.16	2012
	: E.P	LLEI	(TUDE	NIA	4 S. S. S.	1.00	Sec. 1	4.000.000		OKIC	. 	7024
- 7	êt. s	1.1	化合成合金	2.12.20	3.120	5400.P	2.64	1. 1 Cal	Sand Sala	6.466	1.0000	1694
120	199	10947	10.470	1. The sector	1997 - T. S.	1.1	1.00	1047767	2755	6 - P - S -		1999
	а.		- 10 T	710	(🗣 V)	5.00		1.17.1	18 1 1 1 1		/10/	£ \≌
92.0	್ಷ	S. Oak	1.1.2	/10	 //		1201050	enne e	12.2402	50 G I I I I	./	* / / /
1.00	1.1		1.19	6 Main	12.11	3.365	3576.	1000	法关系管理	1.1.1		
an <u>2</u> 6.,	100	a contact of	4,811,2491			la marine	1224	all de la company		1		100
2.	:30	1250	1.1.1.1.1.	11:1	59 🔅			2.	303	1 States	20	1.4 1.
		30.00		1.0.00		1.17 54	1.11.1	1. 34 (4.5	eru taména di	1.000	-778-03	
- C			100 200		10000	1.1		1.172-01-5	11111	and the second second		1.5
		14 S.	1.10		Bi	200	1.1.1.1.4	Sec. 6.		66536	00	
5 L 3	.94		83. S. S. S.	1.	97 🖓	1.1	1.	· • •	93		8U	1. A. A. A.
1.11	1.20	-22.257		1.455	රොරිඩ්		Same	1.1.1		1.1.1.1.1.1.1.1		- 1.43
	22.5	10.397	1.1	1.1.1.1.1.		1.19		2/ 24	177.1	ALC: NOTE:	88 - 1 K -	19 X V
10	ं ४ न	1355	1.54	20	71.8	17.7*	A	- 19 A - 19 A	126		60	
		7112	10000	23.	- 1- V.	4.415.244.	-6-13	2 - •		1010		ud Na
		1.1	18-336	1.1	1.00	1	1.2.2	1.00	122			1.1
5,545		3933	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2.2. 17. 192	1. 1.2	7.0 5	(Sue???	37757.54	110.00		1 17 Marsha	1997 27
1	- 1 -	1323	1.1.1	7.1	51 ÷š	1451	12.00	208 1 -	362		55	192.4
1		12.25	. R. arri	and the second		1.0	- U.	all a store		1. Sec. 1.		31° 69
1	1.5	-44.03	2 6 2 4 4	1. 1. 1. 1. 1.	8. 12.5		1.10	1.01	10.11	1.1.25	13.35	
	÷	1.10-	1.1.1.1		1.1.1.1	36.0	Sec. 2.					40.075
1 I I	. 1 .		1.11	13.0	14 🕬		23.2	1.	172	11.	05	1.1
يونيه و و	4.74	in Plante		S. Carteria	1.1.1.1.1.1	1.06 2.20		Sec. 2014	1. 1. 1. 1.			

and plant of the second se TABLA

ulativ vitikiu

TABLA 4.5

					· · ·	- e-	- 6 - 6		- No. 199		11 T M		era - 19					- A. A. A. A.		- A C - C - C - C - C - C - C - C - C -				e	1.000												
			2542		1		1.5.6.	12.000		1 A		1200		1.16.1	a 64		- 1 S. C	4,94	a baya	1.00	- C 10	×	$r_{i} \sim r_{i}$			1.00	1.4	1.00	2322	- 5.	253 AA		1.00		1.1.1.1		
		12.1					104.0		- 12 C I	1.00	1 e			6 m a 16	1.8.2	1.00		all to							- No. 10												
	1,000					- 1 A	ree.		 AB 		1.00				5. E.S		2.0342	6 A 1 1 1		14121		-	* Y -	S	1.25	6 C - S - S - S							1.11.11.1			· · · ·	
		·	~			- 1670		- C. A.	- 1 C C	201515	1.2.5	/w.p.		0 - 0				878 X -				_	1 Y G		a 197			91222	Star 11								
	1.11.11		_			1.000	20.57			(2.021		C (2017)	-	1440				A			- T		•			· · · · ·				1.0.1.0			A 1277	-		
		-	-	242.04		1.11	A 65 T			24.95	100.00	te 20.	200	а.	- N. F	Corps.		- C. C. C.	0.254	11121				-		1000		10 C 19 Mar	: П	к.	1 1 2 2 4	1.11	20 D	6 (P. 1	AL 1.		
	22.43	_	-	a			- e - e -					10.00	6. M I.	•									•.	•		$a_{T} < c$		1.1.1.1.1.1	_		- × · ·		67 M C - 1	C		1 10.	
						· · · • ·	- 20 A		1.045	1.1.2		100 A	A 34				10 C - 10		32 M W	Sec. 1.		A			· · · · ·	104.2	C) (2 - 1		/	- -	- 10 C (10		0.000	A			
				174 C.	/a 24.	1.025	10.00		1000	- C	8. C. A.		6. M. C. C.		1202			00213		122-1			61 Maria				(r. 19. s	110-11					· · · · ·	26 M -	- C. 199	10 M.	
		e		Sec. 9. 6			100 E.		140.0			C	V. 6.	S. 196	1994 A						1.11	AC 64	1952			515 Z.S.		Section 2.	- N. P.			1.16.15	S	12 A A A A A A A A A A A A A A A A A A A			
					C - 3	1.4.1	1.10		100		1.010	11 M A	йн н	1100		Sec. 14.	-01 ig 1 in	100.01			100.00				0 A 96		115.00		Sec. 1.				1. 4.4		A 15 1	Sec. 1	
						1.1	C. 10. 10		1000	24.2.1		122.00		$< \infty >$			1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1	242.81	100		11. A		3100		252.4	0 - M - M	10000		- C -	1000			22.010				
			1.144.6	12.00							· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	20.00							w 12		SE					1. 2.7		2.662			1.11	104.0				1.00	
**	19 A 🖛					2.67		-	~ * * *		0 m. e	- C.A.		_		10.00	1.267.043								-14 -CH		8.04 L A.	12.62	S 🖷 🛛		• • • • • • •		1.00		~ ~	_	
				- C.							- 1 A & A &			•		1.00		1.1.1.1.1		C 11 A R	. H			1.4.1	C14.5	41 C.A	1.10.1	State 1	× .					•			
	10.00			- C. A. A.						u											. u					5.5.7			· · ·				1.1.1.1	-			
			-				_			_				-										_				_				1.00			_		
		74.7	14100					- N 17 B	~~ • C	200	19.77 B	# 1 T.C.			100		er - 2 Vi	1000			-	1.00	7.70	A			the seaso		2.00			2000	10.04 14.7	1,000,000		147.7	
	7 A 4 4 4 5							1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1		A			- en		- A. I.					1212.00		x = 1	100.000		1769				1.1		12.5 (1) (1)	1000				- C. M.	
			1.275	6 E.			- Carl 2		1.000	- N.C.S.		- 1								- S S - S	22.2	10.1		97 H.	i land					167.1		1.164			1.00	A	
	10. AN						1.11.20			100 M		Q	C	Ort				 ••••••••••••••••••••••••••••••••••••		. m.				A. A. A.	- 145		C.M. 1.			10.00			S 10.0	1.0		Sec. 2.2	
						- A.			12.53	· · · · ·	 12,53 						· · · · · ·			6. A T	20 C				2.5.6	100.000		1000						17 Mar			
	10 C -						_			100 C 10											~ ~									-							
	-						· E (n :		- E - C				<i>n</i>	•						- 0		70				· · ·		7. C .		1.000		and a second second	л.			
				1.000	C. A. A.	10.0										CA	A	C.A. 4		1000	. –			1.000	e	10.00					1. Market 1.	- M. 1997	2.00	-			
			•			2,225		••	/ •	•		1.0		•••	•			100		1.000		•••			Sec. 194	64		1.20				- 19 A.			~ ~		
	1 Sec.		an des			1.1.1.1					177 million	in the second					1000	- 1 < 2		12. 23	Sec. 1.			12.2 12.3	1.1.6.5			100,000				3.1.1.2				See . 6	
								12.12											- 1 2				20 C T				2171		189 ° 1								

El valor promedio del paràmatro de red del <u>SiC</u>es: a = 4.370 ± 0.0169Å.

TABLA 4.6

EXPE	RIMENTAL			TEC	RIC	A	
đ	I/Io(8)	đ		1	/I0((8)
2.53	8.69		2.5	2		100)
1.00	8.70		0.9	9		-10)

4.5 DISCUSION DE RESULTADOS.

La morfologia de grano que presenta el material de la aleación Al-2%Ti-4%volSiC es equiaxi, de acuerdo a los resultados obtenidos, esta formación de grano durante la deposición del material se debe principalmente a las velocidades de enfriamiento (10³K/s). La precencia del intermetàlico Al₃Ti se debe a la cantidad de Ti que no alcanza a solubilizar en Al (ver el diagrama de fases de Al-Ti, figura 4.14); observandose en forma de rosetas como se presenta en la figura 4.5. Esta fase pudo haberse formado por solidificación primaria y transformación peritectica a 938°K y menor a 1.3%wtTi donde se realiza la transformación: L + J(AlaTi)→≪Al. El % en peso preciso de Ti contenido en el primer sólido a formar, esta reportado entre 1.15%-1.3%, intervalo en el cual se presenta la reacción peritectica (ref. 1); la fase 2(AlaTi) formada durante el vuelo o después del impacto con el sustrato, reaccionara con la matriz liquida circundante hasta que la temperatura llegue a ser tan baja para que la reacción proceda. La distribución de las particulas de SiCp en la aleación se determina por la posición de invección de estas particulas al atomizado y al estado de la gotas, si son gotas presolidificadas se presenta una mayor aglomeración y unión de SiC. En la figura 4.4 se observa que las particulas de SiC fueron distribuidas aleatoriamente a través de la matriz; aunque la mayor proporción de estas se encuentra en los bordes de granos de la matriz.

También se observa gran cantidad de dislocaciones que están ligadas a las particulas de SiC, probablemente algunas de estas

particulas originan que se formen dislocaciones en el momento que se incrustan a la matriz metàlica, el otro mecanismo es inherente a la solidificación ràpida.

Las orientaciones que presentan las particulas de SiC con respecto a la matriz son principalmente (111), (131) determinadas por los patrones de difracción, la orientación que presenta la fase de Al₃Ti es (200) y (101), principalmente.

Los patrones de difracción obtenidos del SiC (fcc) se comparan con los teóricos (ver apéndice, pág. 50), determinando los ángulos que hay entre los planos, asi se pudo comprobar que planos son los que se presentan en los patrones de difracción experimentales. El patrón de difracción de la fase intermetálica AlqTi se indexó de la siguiente forma:

Una vez conocidos los planos (hkl) (aunque no se siguio el mecanismo descrito en el capitulo 3, ya que los patrones de difracción para la red tatragonal teóricos no estan determinados totalmente), que puede difractar la red del Al₃Ti (101), (002), (103), etc, y asumiendo que el haz de electrones incide sobre la muestra en la dirección [000] se debe cumplir la condición de [000](hkl) = 0, lo cual se cumple con los valores de indices más pequeños (101) y (002), se calcula el tamaño de los vectores (indices) y se mide el Angulo entre estos dos vectores; calculando con esta información el paràmetro de red del Al₃Ti. El valor asi obtenido (a = 3.8528) se comparó con el reportado en la literatura (a = 3.8537) identificando asi este intermetàlico. Por difracción de rayos X se determina los planos que difractan el haz incidente, para el Al son los planos (111), (200), (220),

(311), (222); ya que el Al está en mayor proporción en el material se determinaron estos resultados con mucha presición, coincidinedo bien con los valores teóricos, como se muestra en la tabla 4.2. Para el AlaTi los planos que difractan son: (112), (200), (204), (220), y (312), los valores experimentales del espaciamiento interplanar "d" coinciden bien con los valores teóricos aunque los valores de intensidad relativa no, ya que estos datos se calcularon con respecto a los valores de intensidad relativa del pico más grande que presenta el difractograma correspondiente al Al; esto se muestra en la tabla 4.4; para el SiC no se pudieron determinar bien los planos que difractan, solo se pudieron analizar en el difractograma los valores de los planos (111) y (331), esto podria ser por la proporción pequeña de esta fase en la muestra metálica que se analizó; la comparación de estos valores experimentales con los teóricos se muestra en la tabla 4.6.

El tipo de fractura que presenta el material es dúctil (figura 4.12 y 4.13), en el fondo de hoyuelos se observan particulas de SiC.



W1.%'TI

Figura 4.14 Diagrama de fases del sistema Al-Ti.

CAPITULO 5. CONCLUSIONES.

For los resultados obtenidos en este trabajo se presentan las siguientes conclusiones:

 La morfologia superficial que presenta la aleación Al-Ti-SiC es equiaxial, de acuerdo al estudio de microscopia electrónica de barrido.

2) Hay tres fases diferentes que componen la microestructura del material que son Al, Al₃Ti, y SiC; La matriz metàlica la componen Al-Ti, el intermetàlico Al₃Ti que presenta morfologia de una flor (roseta), y SiCp que tiene una morfologia irregular, observandose gran cantidad de estas particulas en los bordes de grano de la matriz.

3) La red cristalina que presentan las diferentes fases son:
Aluminio (fcc), SiCp (fcc), Al₃Ti (tetragonal); la orientación de las particulas de SiCp es: {111}, (-1,3,1), (-1,3,3) y (0,0,2).
Para el intermetálico Al₃Ti las orientaciones obtenidas son:
(1,0,1) y (0,0,2); determinados por los patrones de difracción; de acuerdo al estudio de microscopia electrónica de transmisión.
4) Se observan dislocaciones en los contornos de las particulas de SiCp formando subgranos; se supone que las particulas de SiC son las que originan las dislocaciones, aunque se sabe que los materiales que se obtienen por solidificación rápida presentan dislocaciones debido a este proceso.

5) Los planos que difractan los rayos X para el Aluminio (fcc) son: (111), (200), (220), (311), (222); y el parámetro de red

ESTA TESIS NO DEBE Salir de la biblioteca

a = 4.047.

Para el Al3Ti (tetragonal) son: (112), (200), (204), (220), (312), el parámetro de red a = 3.83.

Para el SiC (fcc) son: (111) y (331); el paràmetro de red a = 4.37.

6) El tipo de fractura que presenta la aleación Al-Ti-SiC es dúctil, hay zonas de la fractura en las que se observan cavidades y en el fondo de estas se observan algunas particulas de SiCp.

APENDICE:

Patrones de difracción teóricos de la red cristalina fcc que corresponden al SiCp. (ref. 9).





133 131 ¹31 133

004 002 000 002 004

• 133 131 131 133 •

• • • • • • (3:0)

Tablas JCPDS para las estructuras cristalinas de Al fcc, AlgTi tetragonal y SiCp fcc, utilizadas para interpretar Difracción de Rayos X y los patrones de difracción. (Ref. 15)

1-0	87 10		ALCHO	<u>د</u>							
-	I. M	3.04	1.27	1.14	4						*
14	100		м	138							
	£4.	1.1.3428		-		44 1	1/1.	M	41	14.	-
		* Tire,	2 re. *	at - fan	1 ₁₂	3.34 1.411 1.221 1.1490 1.0124 0.985	****	8238 858			
) : 57 Bel	D, 2.1	***		24			•	•11			
3 - 23 3 - 23 7 - 44		8 47 485. 176, 1-11	19.1. 9 71. 1-11	14. 10. 2-11.7 3-29	iı					.	



27-1127	1.1	TH I	-		-	-
SiC Manasa Carlandar		a a l			Γ	1
Rad, Cuto 1 (1417) Plane Mean Sup Cut of Bas, Dalla stransmer Mas, Bad, Bash Jr. Bran Sene University University Poly, Pennetyleane, ULA, KF085 Constant-Autor Report (1977)	110					ai ing
THE CAME ALL POIN (214) 4 1700 b 4 A C but but 5 T I 4 mp		1	87	. 1		1 ¹¹¹
D. 1214 Day MPTING Fast - 11 AVE MT. 105						• •
77452, Zine Addat structure (yps. 3C polytype, 5dinos und st marcual rimshad, PSC, sFE 3e regime 1-1129	ł	{				
			1.2		1	

Tabla de los indices de Miller en forma cuadrática para la red ----- fcc. (ref: 1) cristalina fcc. (ref. 12).

a ped lapar s	Cubic				Hexegonal i	
and the group of	All sense and the sense of the				1	
1 ² + 1 ² - 1 ²	Simple	Foce-	Body- centered	Diamond	h ¹ + h1 + L1	6L
	100 110 111 200	 111 200	110 200	111	12	10 11 20
5	210 211		211		, <u>,</u>	21
;	220 300, 221	220	220	220		30
10 11 12 13	310 311 2222 330	311 222	310 222	311	10 11 12 13	22 31
14 15 16 17	321 400 410, 322	400	321 400	400	14 15 16 17	40
18 19 20	411, 330 331 420	331 420	411, 330	331	19 17	32
22 23 24 25	422 500, 470	422	332 422	422	22	
24 +27 28 29	510, 431 511, 333 520, 432	si1, 233	510, 431	511, 333	24 27 28 29	2 C
30 31 32	52) 440		521 440	440	-30 31 32	- 51
34 33 36 37	530, 433 531 600, 442 610	531 600, 442	530, 433 600, 442	5 31	14 14 14 14	60 43
38 39 40	611, 532 620	620	611, 532 620	620	79 39 40	52
42 43 44 45	541 533 622 630, 542	533 622	541 622	533	222:	2015) 2. ≜1 .5 2.55
46 47 48 49	414 700, 412		ଣା 444	Ŧ	46 47 48	44

Ecuaciones de la Geometria de redes cristalinas. utilizadas para determinar los valores de espaciamineto interplanar, parametro de red y los ángulos entre los planos. (ref. 17)



BIBLIOGRAFIA.

1.- T. Chanda, W. E. Frazier, F. A. Mohamed, and E. J. Lavernia. A Fundamental Study of the Microstructure of Al-Ti/SiC Materials using Variable Co-Deposition of Multi-Phase Materials. Materials Section, departament of Mechanical Engineering,

University of California, Irvine, CA 92717. (1989).

2.- S.G. Fishman. Journal of Metals, 38, No. 3, (1986),26-28.

3.- Ashok K. Dhingra. Metals Replacement by Composites, Journal of Metals, Vol. 38, No. 3, (1986).

4.- Robert C. Forney. Advanced Composites: The Structural Revolution; Journal of Metals, Vol. 38, No. 3, (1986).

5.- Y.Flom, and R.J. Arsenault. Journal of Metals, 38, No. 7 (1986), 31-34.

6.- M. Gupta, F.A. Mohamed, and E.J. Lavernia, in Proc. Intl. Symp. on Advances in Processing and Characterization of ceramic and Metal Matrix Composites, CIM/ICM, vol. 17, H. mostaghaci, ed., Pergamon press, (1989), 236-253.

7.- A. Mortensen, J.A. Cornie, and M.C. Flemings. Journal of Metals, 40, No. 2, (1988) 12-19.

 8.- Metals Handbook Vol. 8, Metallography, Structures and Phase Diagrams. ASM, 8th Edition.

9.- Metals Handbook Vol. 10, Materials Characterization; ASM, 9th Edition.

 P. B. Hirsch. Electron Microscopy of Thin Crystals; London BUTTERWORTHS, (1965).

11.- Byron Pipes. Composites Science and Engineering; Journal of Metals, Vol. 30, No. 3, (1986).

12.- C. L. Buhrmaster. D. E. Clark and H. B. Smartt, Spray Casting Aluminum and Al/SiC Composites; Journal of Metals, Vol.
40, No. 11, (1988).

 B. D. Cullity. Elements of X-Ray Difraction, 2da. edición, ADISON-WESLEY. (1978).

14.- P. J. Goodhew. Specimen Preparation in Materials Science, vol. 1, NORTH-HOLLAND Publishing Company-Amsterdam, (1973).

15.- L. F. Mondolfo. Aluminium Alloys Structure and Properties, BUTTER-WORTHS London-Boston.

16.- International JCPDS vol. 1 y 2 (1977).

17.- Victor M. Castaño. Notas sobre la forma de indexar un patrón de difracción de electrones. Curso de Microscopia Electrónica, Septiembre 1988.

18.- M.J. Yacamán, A. Gómez, D. Romeu, R. Rioja. Notas de Microscopia Electrónica. Instituto de Fisica. UNAM.

19.- John D. Verhoeven. Fundamantos de Metalurgia Fisica. Editorial LIMUSA, (1987).