

## UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

## CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE UNA ALEACION DE AI-TI/SIC (SOLIDIFICADA RAPIDAMENTE)

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE INGENIERO QUIMICO METALURGICO PRESENTA A MA. SOLEDAD GALICIA JIMENEZ

MEXICO, D. F.

TEBIS 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					
나는 사람들이 많은 아이들이 하는 사람들이 되었다. 그리고 그렇게 되는 것들은 사람들은					
빨리 하라고 한 경기를 하는 것이 모든 그는 그 그 그 그를 하는 것이 있습니다. 그를 되어 있다고 있을	pàgina				
1.1 INTRODUCCION.	3				
CAPITULO 2.					
REVISION DE LA LITERATURA.	5				
2.1 MATERIALES COMPUESTOS.	5				
2.2 DESCRIPCION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS					
CON MATRIZ METALICA (MMCS).	6				
2.2 TECNICAS DE FABRICACION.	6				
2.3 PROCESO CVMM.	7				
CAPITULO 3.					
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.	11				
3.1 INTRODUCCION.					
3.2 MATERIALES PARA LA FABRICACION DE					
LA ALEACION.	12				
3.3 DESCRIPCION DEL EQUIPO.					
3.3.1 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO (MEB). 13					
3.3.2 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION (MET).					
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					

3	. 5.	2 MICROSCOPIA ELECTRONIC	A DE TRANSMISION. 21
3	.5.	3 DIFRACCION DE RAYOS X.	23
3	.5.	4 FRACTOGRAFIA.	25
		FIGURAS DEL CAPITULO 3	. 26
c	API	TULO 4.	
		RESULTADOS Y DISCUSION.	31
4	. 1	MICROSCOPIA ELECTRONICA	DE BARRIDO. 31
4	. 2	MICROSCOPIA ELECTRONICA	DE TRANSMISION. 32
4	.3	DIFRACCION DE RAYOS X.	32
. 4	. 4	FRACTOGRAFIA.	33
		FIGURAS DEL CAPITULO 4.	34
		TABLAS DEL CAPITULO 4.	- 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1
4	. 5	DISCUSION DE RESULTADOS	44
		DIAGRAMA DE FASES DE AL	-ri. <b>47</b>
	CAP	ITULO 5.	
		CONCLUSIONES.	48
		APENDICE	50
		BIBLIOGRAFIA.	- 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1

# CAPITULO 1

El hombre en el desarrollo industrial a obtenido nuevos materiales metálicos para un mejor funcionamiento de los equipos, aparatos y herramientas metálicas requeridas por las nuevas tecnologías con mejores propiedades mecánicas 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 metálicos y otros con características no metálicas, 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 aleaciones es su gran resistencia a altas temperaturas.

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.

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

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 parametros de red por difracción de rayos X.

La morfologia superficial que presenta la aleación  $\lambda 1-2$ Ti-4 $\frac{1}{2}$ Vol.SiC es de tipo equiaxial, las fases que se observan en el material son:  $\lambda 1$  fcc, intermetàlico  $\lambda 1_3$ Ti tetragonal con morfologia rectangular, SiCp fcc que presenta una morfologia irregular, se presentan dislocaciones en los contornos de SiCp. Se obtiene para  $\lambda 1$  fcc el parametro de red a =  $4.047 \pm 0.0023$  Å; para el  $\lambda 1_3$ Ti tetragonal a =  $3.830 \pm 0.0327$  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 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 máquinas 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 rapida puede emplearse para aumentar la

solubilidad del Ti en Al en el estado sólido.

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 termicas sobre materiales totalmente metálicos, como aleaciones.

Los MMCs tienen un gran módulo elástico, 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 morfología, 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 metalárgicos (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), simultaneamente uno o más jets de particulas SiCp son inyectadas al atomizado (matriz metálica parcialmente solidificada).

El control interfacial es realizado por inyección de las particulas reforzantes en areas determinadas donde la màtriz 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 debiles 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 ésta 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 parametro 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.

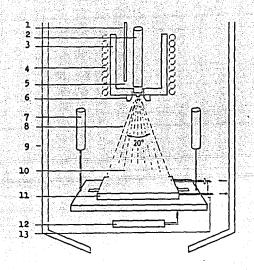


FIGURA 2.1 DIAGRAMA ESQUEMATICO DEL EQUIPO EXPERIMENTAL.

1.- Termopar. 8.- Cono de Atomización.

2.- Tapón. 9.- Cámara.

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.

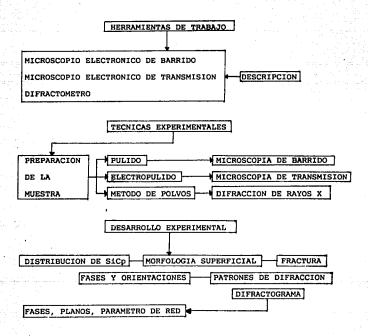
7.- Control Neumâtico vertical.

#### 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 A1-2wt%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 1300°C bajo una atmósfera de nitrógeno para promover la disolución de la fase intermetálica Al<sub>3</sub>Ti.

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 tráves 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, Câmara 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 camara de la muestra deben ser operadas en condicones de vacio pues el haz de electrones puede ser dispersado por atomos 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).

#### CARON 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 traves de la columna de electrones, estos golpean a la pelicula 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; y la trayectoría del haz electrónico a traves 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 electromagnéticas de longitud de onda corta, en el espectro electromagnético se encuentran en el rango de 0.5-2.5 Angstroms  $(\hat{\lambda})$ , entre los rayos gamma y las rayos ultravioletas.

Los rayos X se generan solamente medianta 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 átomos 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 átomos pueden actuar como espejos al reflejar un haz de rayos X, dicha reflección se produce a un ángulo O dado por la ley de Bragg: n\(\hat{n}\) = 2dsen\(\hat{O}\); donde n = orden de la reflexión (1,2,3,etc.), \(\hat{n}\) 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 rapidamente 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 à o \( \text{O} \) en la ecuación de la ley de Bragg y en el empleo de muestras monocristalinas o policristalinas. Hay 3 técnicas principales de análisis por rayos X: a) Método de Laue, b) Método de polvos, y c) Difractómetro.

#### DIFRACTOMETRO.

El difractometro 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 difractómetro consta de (figura 3.3), una câmara 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 dectrones (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 2º 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 ángulos de incidencia sobre la muestra y difracción desde la muestra sean siempre igual el uno

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

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 ángulo 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 pelicula 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 anodo y el cátodo llevandose a cabo una reacción electroquimica 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 rapidamente 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 nitrógeno liquido 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 electrônico 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 varias 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 cristal 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 cristalográfica de granos individuales, precipitados etc..

Una de las grandes ventajas del MEB. con respecto al microscopio optico, es su mayor profundidad de foco, esta característica 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 cristalográfica de regiones pequeñas de la muestra.

La pelicula 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  $R_1$  y  $R_2$  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; este 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 cristelina 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/d2 = (h2 + k2 + 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 R<sub>1</sub> 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), 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  $2\theta$  es el valor del àngulo al que se presenta la difracción del haz incidente.

Una vez determinado el valor de 2 $\theta$  para cada pico del difractògrama; se utiliza la ecuación de Bragg de difracción ( $nh = 2dsen\theta$ ), para calcular el valor de "d" (espaciamiento

interplanar), de cada pico. Los valores conocidos son: longitud de onda =  $1.5418 \, \text{Å}$ , sen $\Theta$ .

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 parametro 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.

Sa sigue el mismo mecanismo anterior para identificar los valores correspondientes de "d", (hkl), y "a" para el Al<sub>3</sub>Ti considerando la estructura del Al<sub>3</sub>Ti como Tetragonal se utiliza la fórmula:

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

: efigob

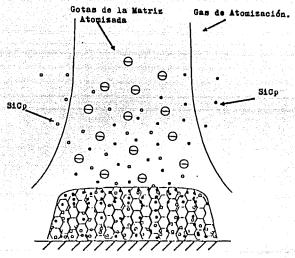
c = 8.61 es una constante.

De esta forma se calculan los valores correspondientes al parametro 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 àreas.



Superficie de Deposición.

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

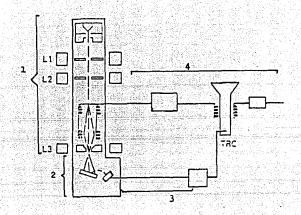


FIGURA 3.1 COMPONENTES BASICOS DE UN MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO. (Ref. 18)

- 1.- COLUMNA ELECTRONICA.
- 2. CAMARA DE LA MUESTRA.
- 3.- SISTEMA DE VACIO.
- 4.- CONTROL ELECTRONICO Y SISTEMA DE IMAGEN.

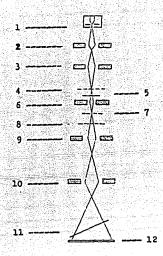


FIGURA 3.2 SISTEMA DE ILUMINACION EN EL MET. (Ref. 8)

- 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.

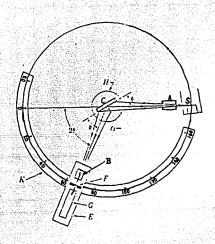


FIGURA 3.3 GEOMETRIA DEL DIFRACTOMETRO. (Ref. 12)

- (H) SOPORTE DE LA MUESTRA.
- . 1 21

(S) FUENTE DE RAYOS X.

(F) REJILLA DE RECEPCION.

(C) MUESTRA.

(E) SOPORTE DEL DETECTOR.

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

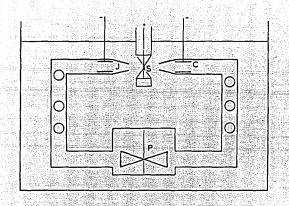


FIGURA 3.4 ESQUEMA DEL EQUIPO DE ELECTROPULIDO. (Ref. 13

- (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 partículas esféricas son decorados con partículas irregulares, las cuales son de SiCp (señaladas por una flecha), el tamaño promedio de estas partículas es de 3 micrómetros; por una obsevación cuidadosa de estas partículas esfericas, una microestructura equiaxial interna es visible.

Dentro de los limites de grano una segunda fase en forma de flores fue obsevada, siendo esta fase intermetálica Al<sub>3</sub>Ti (señaladas por una flecha), su tamaño es de 1.5-1.9 micrómetros; en la figura 4.5 se presenta la fotomicrografia del intermetálico Al<sub>3</sub>Ti, observandose su morfología, 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 amperes y 25 volts, se observarón al MET.

Se describen a continuación las micrografías 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 Al<sub>3</sub>Ti 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, AlaTi

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 Al<sub>3</sub>Ti 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 fotografías 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.

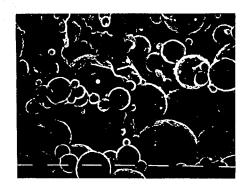


Figura 4.1 Aleación Al-Ti-SiCp atomizada.



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

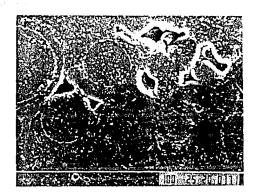


Figura 4.3 Distribución de particulas de SiCp en la matriz.



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

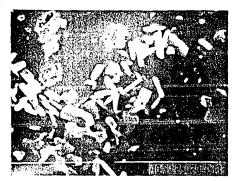


Figura 4.5 Intermetàlico Al<sub>3</sub>Ti, con morfologia rectangular.

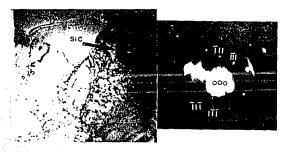


Figura 4.6 Micrografia de Transmisión electrónica de Al-Ti-SiC, presentando en la parte superior derecha una particula de SiCp ligada a dislocaciones, la cual fue identificada por su patrón de difracción como SiC fcc.



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

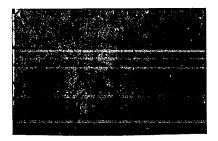


Figura 4.8 Presencia de dislocaciones en la aleación Al-Ti/Sic.



Figura 4.9 Particula del intermetàlico AlgTi. (MET)

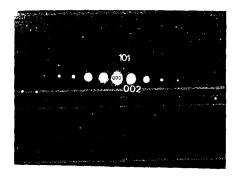


Figura 4.10 Patrón de difracción del intermetalico AlaTi.

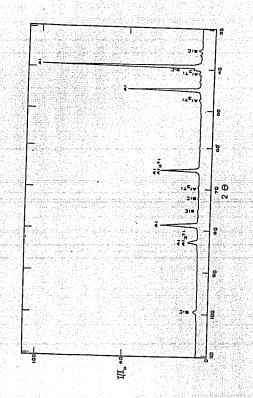


Figura 4.11 Difractograma que presenta las fases presentes en el material y los planos correspondientes.

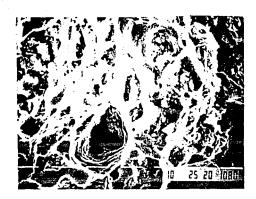


Figura 4.12 microestructura característica de la fractura dúctil, que presenta la aleación.



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

4	100 47 475, 477 1584	And the second second second second	- 1500 00 MINERSON PROPERTY	e agentas, partieile, popular e 🕒 🦰	SAME AND ADDRESS OF THE PARTY.	- 1- P1 - 2 - 2 - 2 - 3	٠
	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	$(R_1)^2/(R_2)^2$	== (hkl)1	(hkl)2		
	0.7cm.	0.7cm.	. 1	1,21,1	i-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 parâmetro de red del SiCp.
- El angulo antre los planos (1,-1,1) y (-1,1,1) es = 1090.
- El ángulo entre los planos (1,-1,1) y (1,-1,-1) es =  $70^\circ$ .

Diagrama de indexación del patrón de difracción de la figura 4.7

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	$(R_1)^2/(R_2)^2$	(hkl) <sub>1</sub>	(hkl)2	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>
1.3	1.3	1	-1,3,-1	-1,3,1	4.3647	4.3647
1.6	1.8	0.79	0,0,2	1,3,3	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<sub>1</sub> es 4.363 y a<sub>2</sub> es 4.359 que corresponden al parâmetro de red del Sicp.
- El angulo entre los planos (-1,3,-1) y (-1,3,1) es = 350.
- El àngulo entre los planos (0,0,2) y (-1,3,3) es =  $46.5^{\circ}$ .
- El àngulo entre los planos (0.0.2) y (-1.3.1) es =  $72.45^{\circ}$ .

TABLA 4.1

	100 mg (100 mg)	w he did	the first state of the	na de nederiga,			and the second second	egitara merana a
	~		31 - 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		1.0	공원하다 어린다.		
1.0	20	- 0	1000 F 330 F	A	T/T	0/ <b>2</b> \	hkl	Station in the party of the par
maria.			100000	****	• • •	J( 0 )	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
			ori villa se si gali	THE PROPERTY.			\$4.45 年1月 第二月	
			275 3			120 di 120 V		
ು ೨೮	. 55	19.	475 3	.335	100		111	4.045
	24.7%	<ul> <li>F1 (1) 1 (3)</li> </ul>		4.8 (2.35%)	1 Way 1	7	C. 150.18 (14.4.12.4.)	144.14
	- 1.5				ى 177مىۋۇدانى			15/45/
44	. 8	22.4	2	.023	52	3.37	200	4.046
17.75		200 7 700	Tarabay Gall	100000000000000000000000000000000000000			Calleton, T. P. C. C. C.	
	1		PART, No. 1781	-37		Water Country	erzektiji dan e	
65	2	32.6		.43	24	Color British	220	4.045
0.5		32.0		. 43	~ ~	• •	440	4.045
	art a Sil		arterior and the	<ul> <li>************************************</li></ul>				
-	.28	39.1					68 8 2	
· 78	. 28	39.1	14 1	.221	25	. 0	311	4.0496
1.0			20 1 20 1	4.8 × 00096	10.000000	aran delin	\$P\$\$P\$三年 5 mm - 1 mm - 1	1.0
		75		Section 4 days				
82	. 5	41.2	25 1	.169	3	4	222	4.0495
	. •				100	1.0000000000000000000000000000000000000		

El valor promedio del parametro de red es: a = 4.047 + 0.0023 A.

TABLA 4.2

		301939		gardi in sili salah sa	20400
EXPERIM	ENTAL			TEORI	CA
		- 10 300			
đ	I/Io(%)		d i	I	/Io(%)
	1125,000		- 1 de 1 d		5 75 FW - 14
2.335	100		2.33	8 1	00
		700 Mer.			
2.023	52	1000/LE	2.02	4	47
		A. C. S. M. C.	المنافية أوالمانيين	trees with her	la de la Santada de la Santada
1.43	24.8				
1.43	24.0		1.43	<b>.</b>	22
			100	Thursday.	
1.221	25.6		1.22		24
			SW. March		
1.169	3.4		1.16		

#### TABLA 4.3

39.15     19.58     2.30     11.59     112     3.845       47.05     23.525     1.93     7.97     200     3.863       65.60     32.80     1.42     29.71     204     3.780       69.69     34.85     1.35     7.61     220     3.817
47.05 23.525 1.93 7.97 200 3.865
그리스 내는 그 집에 대한 사람들은 가게 하면 가게 가는 사람들이 가는 것이다.

El valor promedio del parametro de red en el  $\lambda l_3$ Ti que resulta es: a = 3.830  $\pm$  0.0327 Å.

TABLA 4.4

	2000	103	Section.	- / - 1			1.0	23.44		11.5	
	E	XPER	IMEN	TAL			40.00	TEC	DRIC	A Comme	
	71.	2000	Spinor.	7.00	2,4141	9570			40000	104 116	
			C.C. COL	Garage Contract	100		32.5	347			
	d		1/	Io(	1	120450	, d	i delem		/10(	6 J S
3				200							
	2.3	n	70.7	1.59	(A. P.		2.:	303		20	
		11000	200	10000				Min Co	Jest .		
							10000	1911			
	1.9	3	54-54	7.97		11/2	1.9	13 🔆		80	44.
				Water:	CELLS.	4.4	100	1100		10.15	
	1.4	•	24.50	9.71	44.5	ALC: NO	1.	126		60	
		- 7.4			100	1000	S. 2000	10.00			- 54
				100	1000			10.00			20
14	1.3	5		7.61	100	CART	-1.:	362	100	55	100
		100	4 24 25			41710			7.35		- 4
	1.1	30			100		1.			65	100
2	1.1	1	34.9k.±	3.04			. <b></b> .	7.4		00	
	100	SEC. 1	1.0	1	5 150	125	4499	100	SERVE TO	100	
	3.7				9.0	540000	42.4				

#### TABLA 4.5

		J.	20				13.			37		ki?	ğ.:								М.	7.5			7		a		
		15.	4		4.3	17		70	733	. 2	: 5	53		67		8	. 6	59				4.24	1	11	13	 4.	. 31	82	
	4.5		7		-0		287	160	77			9.0	70	ŊΑ	76	77	120	22.0	104	i d		725		8		900	55		
÷		'n		2		= 1		٦E	ŧ.,	7	٠,	'n	30		112	- 0		70	M.	ult.		15.5	•	21	1.	A	•	60	'n
	1	, v		30%		J.		"	-910		٠,	v	200	4.	1.74	ି ପ		, ,		1	2			31	200		. 3	JO	

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

TARLA 4 .

EXPE	RIMENTAL			TEC	RIC	λ	
đ	1/10(%	)	đ		. 1	/10(	*)
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 AlaTi 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 + T(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 inyacción 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 metálica, el otro mecanismo es inherente a la solidificación rápida.

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 Al<sub>3</sub>Ti es (200) y (101), principalmente.

Los patrones de difracción obtenidos del SiC (fcc) se comparan con los teóricos (ver apendice, pag. 50), determinando los ángulos que hay entre los planos, así se pudo comprobar que planos son los que se presentan en los patrones de difracción experimentales. El patrón de difracción de la fase intermetálica AlaTi 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 tetragonal teóricos no estan determinados totalmente), que puede difractar la red del Al<sub>3</sub>Ti (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 ángulo entre estos dos vectores; calculando con esta información el parámetro de red del Al<sub>3</sub>Ti. El valor asi obtenido (a = 3.8528) se comparó con el reportado en la literatura (a = 3.8537) identificando así este intermetálico. 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 podría 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.

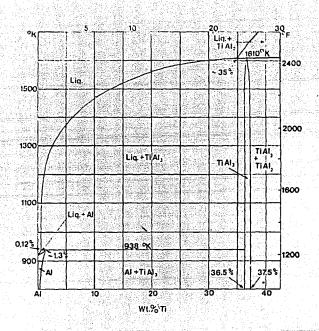


Figura 4.14 Diagrama de fases del sistema Al-Ti.

# CAPITULO 5.

# CONCLUSIONES.

Por 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, Al<sub>3</sub>Ti, y SiC; La matriz metàlica la componen Al-Ti, el intermetàlico Al<sub>3</sub>Ti 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), Al<sub>3</sub>Ti (tetragonal); la orientación de las particulas de SiCp es: {111}, (-1,3,1), (-1,3,3) y {0,0,2}. Para el intermetálico Al<sub>3</sub>Ti 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 parametro de red

# ESTA TESIS HO DEBE SALIR DE LA BIBLIOTECA

a = 4.047.

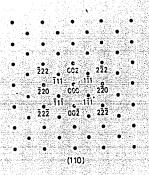
Para el Al<sub>3</sub>Ti (tetragonal) son: (112), (200), (204), (220), (312), el parametro de red a = 3.83.

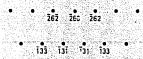
Para el SiC (fcc) son: (111) y (331); el parámetro de red a = 4.37.

6) El tipo de fractura que presenta la aleación Al-Ti-SiC es ductil, 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).





004 002 C22 002 004

133 137 131 133 (3:C) 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)

-	8.34	3.04	1.27	2.75	۱.						4
V.	100	**	24	100	٠.	11924					
	C. Diri	LISACE One of Page Torice, to Torice,	2 rm.	200 10 200 10 20 - 10 4	11725	1,134 1,151 1,151 1,150 1,011 1,011	¥8*##*	48 828 82	-1	IV.	
le l	D. 2.		č.	240	_	.201		188			
1, 2)	+		, 19,10 5 179, 1-11	2 AL 10, 2-117 3-01							

37-1449						
ALT.	-A	1	100	4.0		W
Avenue Terms	111	15 10	(6) JA (1) (1)			
Red. Callet 3   Selfrid Piller Mone. d-up Contact Cut off Sat. Designations St., Sad. Houte, P. Department of Interprising Christopy, Aurisia Univer- nity Designated, Princes Communications (1988)		20 E	=			
Sp. Economia   S.G. (former   1970   1.837(1)   1.837(1)   2.837(1)   3.2 mg   2.2214   3.2 mg   3.237(1)   3.2 mg   3.237(1)   3	134 134 134 136 136 137	*****	20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 2			
Generating and a mirror payment, PSC CE. To implay 36-39.				}		
	1			٠		
				1	1	

sc .	Tit	-	-		-
States Cartain	111	Na m			
Pad. Culto 3   1417] Piller Mono dept for of the Deburganess Pl., a. had Sad 2: Francisco University, University Paris, Panasylvania, 114 , 2020 Common-tal Report (1977)	1 2343				
E.C. Pile (214)	8 3007 6 3007 6 4307	1	1982	. 1	
D. 1714 Da. MOTTING Pag-17 AND SET, 105					
portions being PTO Schotzine, Ser., Submicron SC - let on. 175453. Zing hubbs structure type. 3C polytype. Silvan used as married remained, PSC, 678. Se replace 1-1129					350
• *	l				

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

Hard out of	Art Espera	Cubic	100		Hexagon	al .
10 Art 11 Art	2000, 290 g		U			840
75 + F1 - F2	Simple	Foce-	Body- contered	Diemond	AI + AL + LI	W
3345	100	1.			1	10
2	110	hin	110	111	2	11
	200	200	200		1	20
5	210					
	211		211	] - 1	,	21
	220	220	220	220		24
	300, 221		1.11	Line at		30
10	310		310		10	1700
11 12	311 222	311	222	311	11 12	22
i i	320			150,00	13	ว้า
14	321	•	321	12000	14	-
15 16	400	400	400	400	15	40
17	410, 322		100		17	157.5
18 19	411,330 331	331	411, 330	331	10	32
rigal en clasific	a surelline				S 8203	
20	420	420	420	2007	20 21	147
21 22	421 332		332	200	21	41
23			1.6.86		23	
24 25	422 500, 430	422	422	422	24	50
26	510, 431	l	510, 431	100	26	3.50
*27 28	511, 333	\$11, 333		511, 333	27 28	42
29	520, 432		- 1,50-2	5年4	2	322
	agreement to				7 248 00	
30 31	521		521	100	.30	51
32	440	440	440	440	32 = 3	
33	522, 441	D Si	530, 433		33 34	15.5
35 11 1	331	531	5-75-6	<b>53</b> 1	35	
36 37	600, 442	600, 442	600, 442		5 4 34 D.M.	الله 43
3	610		611, 532	NO.	37 38	441
39				1917 X	39	52
40	620	620	<b>62</b> 0	620	40	
41	621, 540, 443		1000		3 641	SE 1
42 41	541 533	522	541	333	43	41
- 44	622	622	422	- 515	ü	7
45	630, 542	*****	12 200 20	Special in the second	45	Maria di
46	A) I		۵I.	35.3	46 47	
48	444	ш	444	##	. 4	44
49	700, 632	1 200	10.00	130 857	49	70, 53

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

Angulo ontro (hikili) y (hikili)	NA - 1- 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1	(*,)) (*****) (*).		$\frac{\left\{\left(\frac{1}{2},\frac{1}{2$		
Angulo	i	<b>i</b>	i	į		
					7 - 1 (11 + co. s)(13 + 3 + 4 1) - 11 - ma' 67)(34 + 41 + 40)	Monf
Especiantento interplanar	-21	ek.	<b>.</b> 1.2	: ••••••••••••••••••••••••••••••••••••	14143 + 43 + 413 - 41 -	1 - 7 (447) - 14 + 1 (47) - 24 - 15
Department	: 라	1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1		5. (1-free) }- f	-F	( <u>fi</u> );
Sistems cristalino			ico.		-	S
Sixtems	Cahico	Tutragonal	Ortorrónbico	Hexarona1	Rombohrdral	Monocifnico
Ja.		tribo.				

# 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.
- 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).
- 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.
- Metals Handbook Vol. 8, Metallography, Structures and Phase Diagrams. ASM, 8th Edition.
- 9.- Metals Handbook Vol. 10, Materials Characterization; ASM, 9th Edition.
- 10.- 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. Yacamân, 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).