

EFECTO DE LA COMPOSICION QUIMICA SOBRE EL PORCENTAJE DE FASE ICOSAEDRAL EN LA ALEACION TERNARIA Al-Cu-Fe

M.A. Suarez^{*}, R. Esquivel, H. J. Dorantes, J. A Alcantara J. F. Chavez

Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas-Instituto Politécnico Nacional, MEXICO

*E-mail: miguel_suro@yahoo.com
msuarez@iim.unam.mx

RESUMEN

Los cambios microestructurales de seis aleaciones Al-Cu-Fe con composiciones: A) $Al_{62}Cu_{25.5}Fe_{12.5}$, B) $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$, C) $Al_{68}Cu_{20}Fe_{12}$, D) $Al_{61}Cu_{26}Fe_{13}$, E) $Al_{65}Cu_{22.5}Fe_{12.5}$, F) $Al_{64}Cu_{25.5}Fe_{13.5}$, donde la fase icosaedral está presente fueron estudiadas experimentalmente en condición de colada y después de un tratamiento térmico a 750°C por tres horas, mediante las técnicas de difracción de rayos X, microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y por la prueba de dureza Vickers. Las microestructuras resultantes se analizaron para investigar el efecto de la composición química sobre el porcentaje de fase icosaedral y el cambio de dureza obtenido en este rango de composición.

Se encontró que cantidades bajas de las fases $\lambda-Al_{13}Fe_4$, $\beta-AlFe$ y $\theta-Al_2Cu$ que constituyen a las seis aleaciones promueven la formación de la fase icosaedral $\psi-Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$, así como el tratamiento térmico genero una mayor cantidad de esta fase hasta un 99% obtenido en la aleación A). La dureza de todas las fases después del tratamiento térmico aumentaron respecto a las aleaciones en condiciones de colada, la dureza de la fase $\psi-Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ aumento entre 20-25%, mientras que la fase $\lambda-Al_{13}Fe_4$ aumento 9%. La aleación B) tratada térmicamente fue la mas dura con un valor de 843.85 HV.

Tópico 2: Materiales Metálicos

Palabras clave: Aleación de aluminio, cuasicristales, dureza, tratamiento térmico.

1. INTRODUCCION

La existencia de una fase icosaedral cuasicristalina estable fue reportada por primera vez por Tsai y colaboradores [1-4] en el sistema de aleación Al-Cu-Fe en un rango de composición desde 20 a 26%at.,Cu y de 12 a 13%at.,Fe. En las composiciones cercanas a $Al_{62}Cu_{25.5}Fe_{12.5}$ la fase icosaedral ψ es perfecta sin ninguna modificación incluso después de algún tratamiento térmico. Estas aleaciones son muy interesantes desde el punto de vista práctico debido a que la fase icosaedral ψ estable se puede obtener directamente en muestras de colada. Este tipo de fases son diferentes a las fases cristalinas convencionales, exhiben una combinación de propiedades físicas, térmicas y mecánicas como baja conductividad eléctrica, baja energía superficial y bajos coeficientes de fricción, así como altas durezas y fragilidad a temperatura ambiente, esto hace que estas fases se puedan emplear en aplicaciones importantes[5, 6].

El propósito de este trabajo es la fabricación de aleaciones Al-Cu-Fe en el rango de composiciones donde la fase icosaedral está presente mediante la técnica de fusión y obtener la mayor cantidad de fase icosaedral en aleaciones en condición de colada y con tratamiento térmico. Además, determinar la dureza característica de estas aleaciones en función de la composición química de las fases que constituyen a sus microestructuras.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se fabricaron seis aleaciones maestras con elementos de alta pureza: Al (99.99%), Cu (99.9%) y Fe (99.9%) con composiciones químicas A) $Al_{62}Cu_{25.5}Fe_{12.5}$, B) $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$, C) $Al_{68}Cu_{20}Fe_{12}$, D) $Al_{61}Cu_{26}Fe_{13}$, E) $Al_{65}Cu_{22.5}Fe_{12.5}$ y F) $Al_{64}Cu_{25.5}Fe_{13.5}$ en un horno de arco eléctrico, las cargas de las aleaciones fueron de 5gr. Los lingotes se re-fundieron tres veces para asegurar la composición homogénea y después se solidificaron dentro del crisol de cobre en la platina del horno. A las muestras de colada se les efectuó un tratamiento térmico a 750°C durante tres horas y el enfriamiento se llevo a cabo en agua.

Las muestras en condición de colada y con tratamiento térmico se prepararon metalográficamente y se analizaron mediante las técnicas de difracción de rayos X, Microscopia Óptica, Microscopia Electrónica de Barrido, Microscopia Electrónica de Transmisión y por una prueba de dureza (HV).

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Aleaciones en condición de colada

La figura 1 muestra las diferentes fases de las seis aleaciones en condición de colada en una serie de difractogramas de rayos X. La aleación A) $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.5}$ está constituida principalmente por los picos más importantes de la fase icosaédrica $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, y por la fase cúbica $\beta\text{-AlFe}$, además de estos picos dominantes se muestran los picos relacionados con la fase monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ y la fase tetragonal $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ los cuales también fueron detectados.

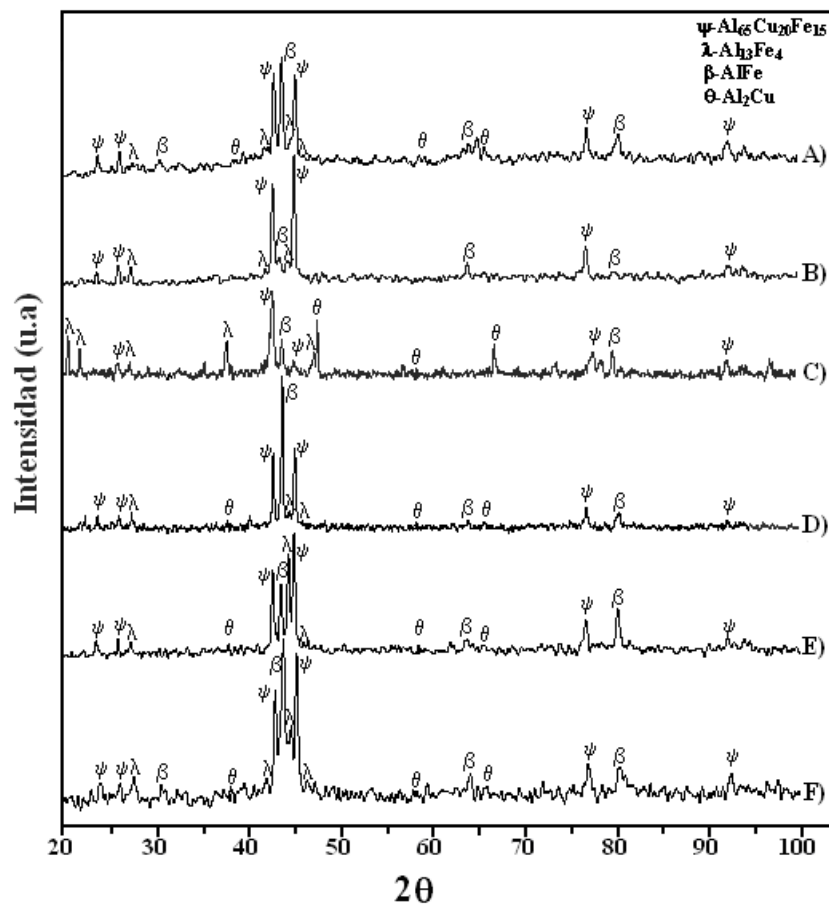


Figura 1. Patrones de difracción de RDX de las aleaciones: A) $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.5}$, B) $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, C) $\text{Al}_{68}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{12}$, D) $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{26}\text{Fe}_{13}$, E) $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22.5}\text{Fe}_{12.5}$, F) $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{22.5}\text{Fe}_{13.5}$ en condición de colada.

El difractograma de RX de la aleación B) $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ esta constituido por tres fases que corresponden a la fase icosaédrica $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, a la fase cúbica $\beta\text{-AlFe}$ y la fase monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, mientras que el difractograma de RX de la aleación C) $\text{Al}_{68}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{12}$ esta compuesto de los picos que corresponden a cuatro fases que son las fases monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, icosaédrica $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, tetragonal $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ y cúbica $\beta\text{-AlFe}$. En la aleación D) $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{26}\text{Fe}_{13}$, se observo que esta compuesta por las fases icosaédrica $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, cúbica $\beta\text{-AlFe}$, y tetragonal $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$. Así mismo estas mismas fases están presentes en los difractogramas de RX de las aleaciones E) $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22.5}\text{Fe}_{12.5}$, y F) $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{22.5}\text{Fe}_{13.5}$.

En la figura 2 se muestran las micrografías ópticas de las seis aleaciones, donde se puede ver que todas las aleaciones excepto B) están constituidas por cuatro fases: icosaédrica $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ (fase gris oscura), monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ (fase oscura), cúbica $\beta\text{-AlFe}$ (fase gris claro) y la tetragonal $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ (fase blanca), mientras que la aleación B) esta constituida por tres fases: $\psi\text{-Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, monoclinica $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ y cúbica $\beta\text{-AlFe}$. La fase icosaédrica que constituye la estructura de la matriz vincula a las fases cúbica $\beta\text{-AlFe}$ y

monoclónica λ -Al₁₃Fe₄ en forma de plaquetas y también a la fase tetragonal θ -Al₂Cu que casi siempre acompaña a la fase cúbica β -AlFe.

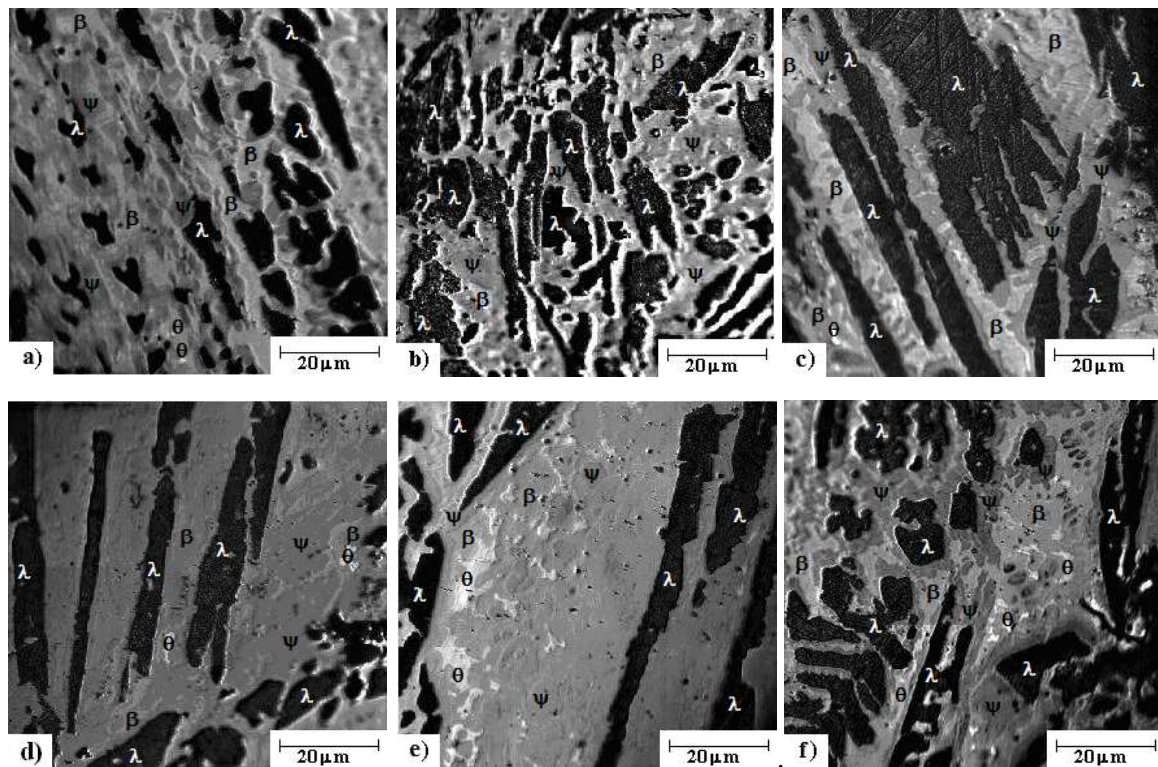


Figura 2. Micrográficas ópticas de las aleaciones Al-Cu-Fe: a) Al₆₂Cu_{25.5}Fe_{12.5}, b) Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅, c) Al₆₈Cu₂₀Fe₁₂, d) Al₆₁Cu₂₆Fe₁₃, e) Al₆₅Cu_{22.5}Fe_{12.5}, y f) Al₆₄Cu_{22.5}Fe_{13.5} en condición de colada.

En la tabla 1, se muestra el porcentaje (en área) de las diferentes fases en función de la composición química, las medidas fueron realizadas sobre las micrográficas ópticas mediante un analizador de imágenes. El mayor porcentaje en área de la fase icosaedra ψ -Al₅Cu₂₀Fe₁₅ fue obtenida en las aleaciones B), D) y A), en ese orden, en contraste la fase cúbica β -AlFe tuvo el menor porcentaje de área para estas mismas aleaciones. El mayor porcentaje de la fase cúbica β -AlFe fue obtenida en las aleaciones C), E) y F), mientras que la fase monoclinica λ -Al₁₃Fe₄ que esta presente en todas las aleaciones creció en mayor cantidad en la aleación C).

Tabla 1. % de área de las fases en aleaciones en condición de colada.

Aleación	% de área de las fases			
	ψ -Al ₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	β -AlFe	λ -Al ₁₃ Fe ₄	θ -Al ₂ Cu
A) Al ₆₂ Cu _{25.5} Fe _{12.5}	40	25	30	5
B) Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	50	10	40	--
C) Al ₆₈ Cu ₂₀ Fe ₁₂	15	30	50	5
D) Al ₆₁ Cu ₂₆ Fe ₁₃	45	25	25	5
E) Al ₆₅ Cu _{22.5} Fe _{12.5}	30	27	32	8
F) Al ₆₄ Cu _{22.5} Fe _{13.5}	28	27	38	7

Los altos contenidos de Al y Cu y el bajo contenido de Fe, favorecen la formación de la fase cúbica β -AlFe y θ -Al₂Cu como en las aleaciones C), E) y F). Con el fin de identificar y determinar la composición química de las diferentes fases en las microestructuras se realizó un análisis SEM / EDS de manera global tomando en cuenta todas las fases y además de manera puntual para cada una de las fases.

En la tabla 2 se muestran los rangos de composición química de las seis aleaciones. El análisis de composición mostró una pequeña variación en la composición química de la fase λ -Al₁₃Fe₄ manteniendo casi constante el porcentaje de los elementos Al, Cu y Fe, mientras tanto para la fase β -AlFe y θ -Al₂Cu se mostró una mayor variación en el porcentaje de los elementos. La fase tetragonal θ -Al₂Cu a su vez se obtuvo en el rango de composición de 40 a 61 % at Al, desde 38.5 a 56.7 % at Cu y desde 3 a 3.3 % at Fe. La

composición de la fase icosaedra ψ -Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ es dependiente de la composición de la aleación Al-Cu-Fe y de la composición de las fases coexistentes.

Tabla 2. Rango de composición química de las diferentes fases en las seis aleaciones que se estudian.

Elemento	Distribución de los elementos (% at)			
	ψ -Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	λ -Al ₁₃ Fe ₄	β -AlFe	θ -Al ₂ Cu
Al	59.8-66.3	71.15-74.9	55.1-59.2	40-61
Cu	22.7-30.9	6.1-9.7	33.2-39.7	38-56
Fe	9.3-11.1	18.4-19.2	4.4-7.6	3-3.3

3.2 Aleaciones con tratamiento térmico

En la figura 3 se muestran los patrones de RX., de las seis aleaciones después del tratamiento termico a 750°C durante tres horas, como se puede observar, los difractogramas de todas las aleaciones excepto A), están constituidas principalmente por los picos de la fases icosaedra ψ -Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ y monoclinica λ -Al₁₃Fe₄, los picos de las fases cristalinas β -AlFe y θ -Al₂Cu presentes en las condiciones de colada fueron eliminadas, mientras que la aleación A) esta constituida únicamente por la fase icosaedra.

El análisis microestructural por microscopia óptica mostró que las microestructuras de las aleaciones B), C), D) y F) obtenidas después del tratamiento térmico están compuestas principalmente por dendritas de fase icosaedra y en menor extensión por la fase monoclinica, mientras que en la aleación A) esta constituida por dendritas totalmente de fase icosaedra (ver fig. 4). Las fases β -AlFe y θ -Al₂Cu presentes en la microestructura de las aleaciones de colada desaparecieron después del tratamiento térmico.

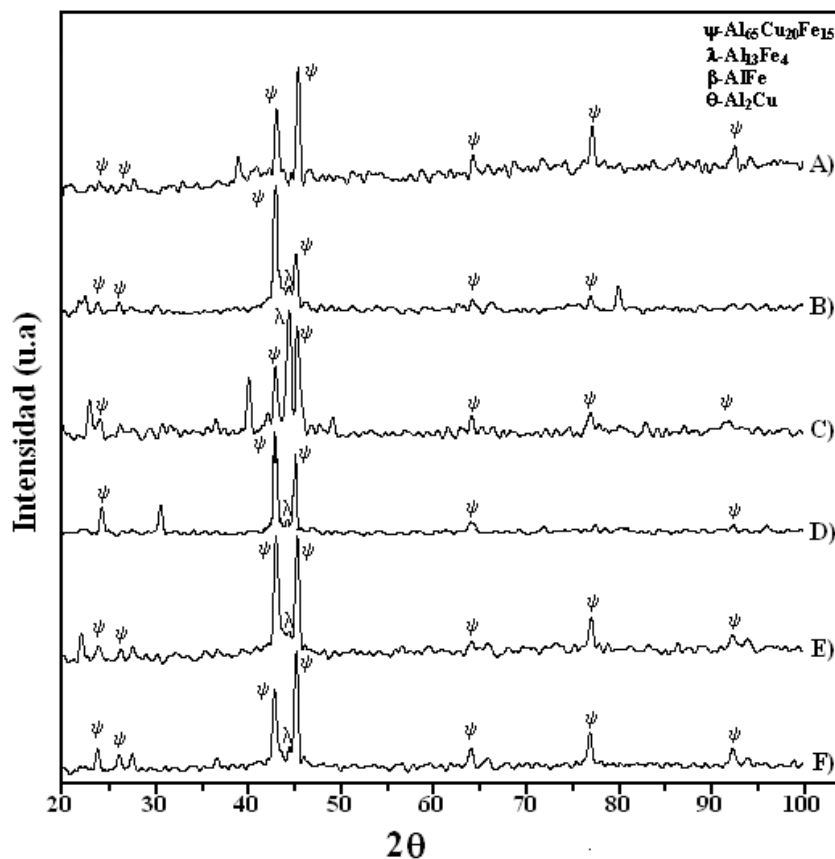


Figura 3. Patrones de difracción de RX de las aleaciones: A) Al₆₂Cu_{25.5}Fe_{12.5}, B) Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅, C) Al₆₈Cu₂₀Fe₁₂, D) Al₆₁Cu₂₆Fe₁₃, E) Al₆₅Cu_{22.5}Fe_{12.5}, F) Al₆₄Cu_{22.5}Fe_{13.5} tratadas térmicamente a 750°C durante 3 horas.

En el rango de la composición analizado, las aleaciones con mayor cantidad de fase icosaedra después del tratamiento térmico fueron las aleaciones A), D) y B) con 99, 87 y 80% de área respectivamente seguidas por las aleaciones F) y E) con 75 y 73% de área respectivamente. La menor cantidad de fase icosaedra fue obtenida en la aleación C) con 55 % de área.

En la cuantificación de las fases no se considero la porosidad. El porcentaje de porosidad medido en las muestras tratadas térmicamente fue del orden de 20-30%, en donde las aleaciones C) y B) presentaron la mayor cantidad de porosidad. El aumento en la porosidad fue principalmente debido a la transformación de las fases coexistentes a la fase icosaedral.

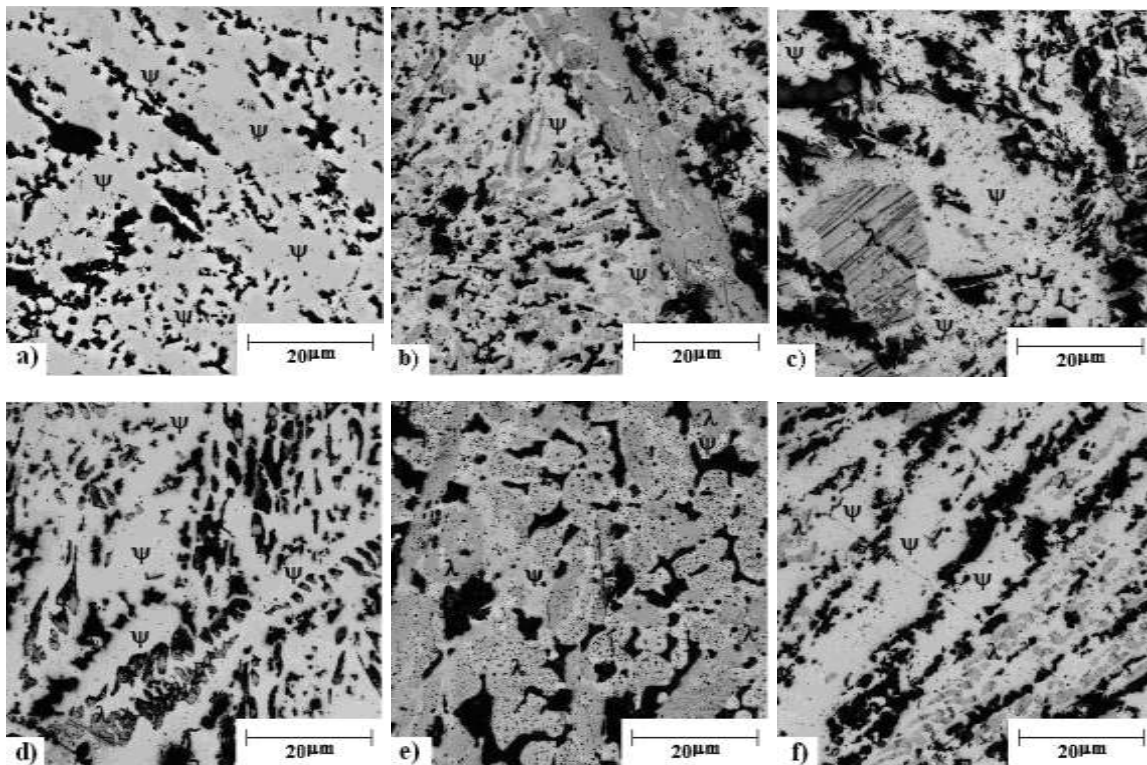


Figura 4. Micrografías ópticas de las aleaciones: a) $Al_{62}Cu_{25.5}Fe_{12.5}$, b) $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$, c) $Al_{68}Cu_{20}Fe_{12}$, d) $Al_{61}Cu_{26}Fe_{13}$, e) $Al_{65}Cu_{22.5}Fe_{12.5}$, y f) $Al_{64}Cu_{22.5}Fe_{13.5}$ tratadas térmicamente a $750^{\circ}C$ durante 3 horas.

Durante el tratamiento térmico de las aleaciones, las fases originales al transformarse sufrieron cambios en densidad y tamaño, por lo tanto en las microestructuras resultantes se formaron poros debido a la contracción de las fases. En las grandes cavidades de los poros de la aleación A) tratada térmicamente se observaron grandes cantidades de cristales poligonales de fase icosaedral como los que se muestran en la figura 5.

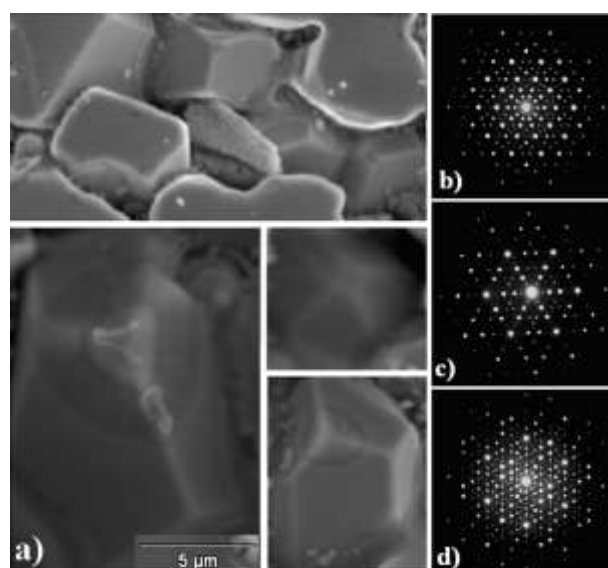


Figura 5. a) SEM-imagen de cristales poligonales ubicados en los espaciamentos interdendríticos, TEM-Patrones electrónicos de difracción de la fase icosaedral tomados perpendiculares a: b) 5-fold axis, c) 3-fold axis y d) 2-fold axis.

3.3 Prueba de dureza

Para evaluar el efecto de la composición química de las aleaciones en condiciones de colada y tratadas térmicamente sobre la dureza característica de estas aleaciones se llevo a cabo el ensayo de dureza en las aleaciones B)Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅, E)Al₆₅Cu_{22.5}Fe_{12.5}, A) Al₆₂Cu_{25.5}Fe_{12.5} ordenadas en forma descendente del contenido de hierro y ascendente al contenido de cobre.

La tabla 3 muestra los valores de dureza de las fases de forma individual de las tres aleaciones en condición de colada. Como se puede ver, el aumento en el contenido de hierro así como la disminución en el contenido de cobre causaron un aumento en la dureza de todas las fases. Experimentalmente, la mayor dureza se registro en la fase λ -Al₁₃Fe₄ con un valor de 758.9HV en la aleación B), mientras que la menor dureza se registro en la fase icosaedra ψ -Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅, con un valor de 586.15 HV en la aleación A).

La dureza de las fases persistentes en las aleaciones tratadas térmicamente aumentó respecto a las aleaciones en condición de colada. La dureza de la fase icosaedra aumento entre 20-25%, mientras que la dureza de la fase λ -Al₁₃Fe₄ aumento solo 9%. El aumento en el porcentaje de la fase icosaedra y el ordenamiento de la estructura atómica en general causaron un aumento en la dureza de las fases. La aleación B) tratada térmicamente fue la mas dura con un valor de 843.85 HV.

Tabla 3. Valores de dureza de las fases que constituyen a las microestructuras de la aleación Al-Cu-Fe.

Aleación	Dureza (HV)				
	Condición de colada			Tratadas térmicamente	
	ψ Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	λ Al ₁₃ Fe ₄	β AlFe	ψ Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	λ Al ₁₃ Fe ₄
B)Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	634.5	758.9	664.9	843.85	--
E)Al ₆₅ Cu _{22.5} Fe _{12.5}	611.3	753.5	651	803.8	810
A)Al ₆₂ Cu _{25.5} Fe _{12.5}	586.15	732	647	722.45	804

4. CONCLUSIONES

El crecimiento de las fases en el sistema de aleación Al-Cu-Fe depende del contenido de elementos; altos contenidos de Al y Cu y el bajo contenido de Fe, favorecen la formación de la fase cúbica β -AlFe y θ -Al₂Cu como en las aleaciones C), E) y F), mientras altos contenidos de Al y Fe y bajos contenidos de Cu promovieron la formación de la fase λ -Al₁₃Fe₄ como en las aleaciones C) y B). Bajas cantidades de λ -Al₁₃Fe₄, β -AlFe y θ -Al₂Cu promovieron la formación de la fase icosaedra ψ -Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ la cual es dependiente de las fases coexistentes.

Las fases cristalinas tales como, β -AlFe y θ -Al₂Cu presentes inicialmente en las muestras de colada fueron eliminadas después del tratamiento térmico a 750°C por tres horas, obteniendo microestructuras constituidas principalmente por la fase icosaedra y en menor cantidad de la fase λ -Al₁₃Fe₄. En el rango de la composición analizado, las aleaciones con mayor cantidad de fase icosaedra fueron las aleaciones A), D) y B) con 99, 87 y 80% de área respectivamente.

El aumento en el contenido de hierro así como la disminución en el contenido de cobre causaron un aumento en la dureza de todas las fases. La dureza de las fases persistentes en las aleaciones tratadas térmicamente aumentó respecto a las aleaciones en condición de colada. La dureza de la fase icosaedra aumento entre 20-25%, mientras que la dureza de la fase λ -Al₁₃Fe₄ aumento solo 9%. La aleación B) tratada térmicamente fue la mas dura con un valor de 843.85 HV.

REFERENCIAS

- [1] A.P. Tsai, A. Inoue, T. Masumoto, Jpn. J. Appl. Phys. 26 (1987) L1505.
- [2] A. I. Goldman and R.F. Kelton, Reviews of Modern Physics, 65 (1) (1993) 213-229.
- [3] W. Ohashi, F. Spaepen, Nature 330 (1987) 555.
- [4] T. Ishmasa, Y. Fufano, M. Tsuchimori, Philos. Mag. Lett. 583 (1988) 157.
- [5] A.P. Tsai, A. Inoue, T. Masumoto, J. Mat. Sci. Lett. 6 (1987) 1403-1405
- [6] E. Huttunen-Sarivirta, J. of Alloys and Compounds 363 (2004)150

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Secretaría de Investigación y Posgrado (SIP) del IPN, al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico.