

FABRICACIÓN DE MATERIAL DE REFERENCIA 72a (ALEACION Cu-Al) UTILIZANDO LA TÉCNICA DE ALEACION MECÁNICA

Herrera R¹, Salas J. A², Martínez F²

¹ Instituto Politécnico Nacional-ESIQIE. Edif.7. UPALM
Departamento de Ingeniería Metalúrgica. C.P 07300 México, D.F.
A.P. 75-874

² Centro Nacional de Metrología – División Cerámicos
A.P. 1-100 Querétaro, México
fmartine@cenam.mx

Resumen: Los materiales de referencia empleados para la técnica de discriminación de energía de rayos X (EDE) requieren que su homogeneidad satisfaga los análisis químicos en regiones de aproximadamente 1 a 3 μm de diámetro, condición que la técnica de preparación de aleación mecánica (AM) cumple satisfactoriamente. El material de referencia 72a consiste de una aleación binaria de composición química nominal de Cu – 10 % kg/kg Al. Se preparó el material mezclando la cantidad respectiva de polvos puros de cada elemento y posteriormente se alearon en un molino de alta energía por un tiempo de 10 horas. Se tomaron muestras a diferentes tiempos con el fin de evaluar el avance de la aleación. Los resultados de medición utilizando técnicas de microsonda y gravimétricos nos indican que la composición del material es Cu 89.91 ± 0.29 % kg/kg y Al 9.81 ± 0.49 % kg/kg.

INTRODUCCION

El proceso de AM se considera como una técnica de molienda que se basa en la deformación interna y unión continua de polvos puros cristalinos o prealeados. Los factores que afectan la formación de las fases en el material son: tipo de molino, atmósfera de la molienda, relación peso de bolas/peso de muestra, tiempo y temperatura de molienda, naturaleza y cantidad adicionada del agente de control. Los materiales obtenidos por esta técnica presentan una mejor homogeneidad en composición y un tamaño de grano mucho más fino, en comparación a los obtenidos por fusión y vaciado convencionales [1].

Esta técnica ha permitido la preparación de la aleación W- 20 % kg/kg Mo, sólo factible a elevadas temperaturas por los métodos convencionales. La homogeneidad de esta aleación a niveles micrométricos ha sido comprobada [2, 3].

Entre los materiales de referencia que han sido preparados por fusión y vaciado y que se estudiaron a escala micrométrica tenemos las aleaciones binarias Ag- Au y Au- Cu [4].

Con el fin de tener un material de referencia que nos permitiera calibrar el espectrómetro de energía acoplado al microscopio electrónico (EDE-MBE) se preparó la aleación de composición nominal Cu-10 % kg/kg Al utilizando la técnica de AM.

DESARROLLO

Preparación de la aleación

Partiendo de polvos puros de Cu (99 % en peso) y Al (99.99 % en peso) se prepararon 15 g de aleación. La molienda se realizó en un molino SPEX 8000 utilizando un recipiente y bolas de acero inoxidable, durante un periodo de 10 horas bajo atmósfera de argón. La relación peso de bolas/ peso de muestra fue de 2:1. Se tomaron muestras a diferentes intervalos de tiempo con el fin de evaluar el avance de la molienda mediante difracción de rayos x.

Con la aleación obtenida, se prepararon 11 probetas individuales, de 4 mm de diámetro por 2 mm de espesor, insertadas en cilindros de acero inoxidable (AISI 304). La compactación unidireccional se realizó en frío empleando una carga de 6 toneladas durante 3 minutos.

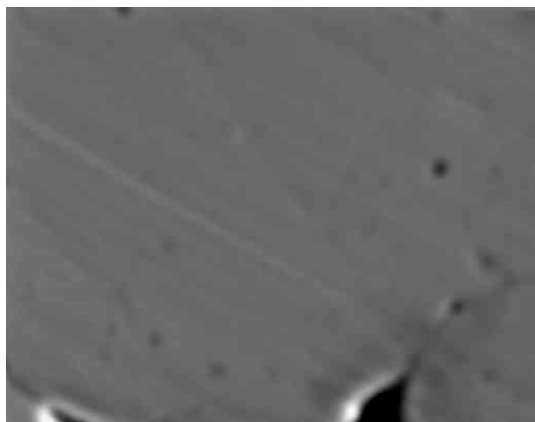
Las probetas se prepararon superficialmente mediante las técnicas convencionales de pulido, posteriormente se sometieron a un proceso de limpieza por ultrasonido con alcohol etílico y finalmente se colocaron a una presión de vacío de 1×10^{-3} mbar durante 5 horas.

Los estudios de micro y macrohomogeneidad de la aleación binaria de composición nominal Cu- 10 % kg/kg Al, se realizaron en colaboración con el Instituto Metrológico de E.E.U.U, NIST [4].

RESULTADOS

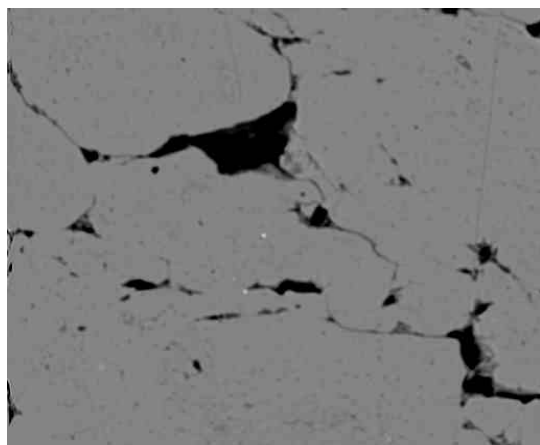
Los resultados de difracción de rayos x nos muestran la evolución que sufrió la aleación de polvos puros cristalinos de Cu y Al a una solución sobresaturada de Al en Cu [5].

Las imágenes con electrones secundarios (ES) del material compactado, fotomicrografía 1, muestran una superficie limpia y homogénea, aunque se observó porosidad.



Fotomicrografía 1. Imagen de ES de la superficie de la probeta compactada No.10. En la parte inferior se observa la porosidad presente en la muestra. 500X

En las imágenes obtenidas por electrones retrodispersados (contraste por peso atómico de los elementos presentes) se observó la presencia de elementos contaminantes como Fe y W en la superficie y algunas partículas libres de Al puro.



Fotomicrografía 2. Imagen con electrones retrodispersados de la probeta No. 3. 350X

El microanálisis en modo puntual (diámetro del haz de aprox. 0.2 a 1 μm) con el espectrómetro de discriminación de energía (EDE) muestran la presencia principalmente de Cu y Al con algunas cantidades traza de W y Fe. Estos elementos se considera que provienen del desgaste del molino y las bolas de acero

Los resultados de microanálisis con el espectrómetro de longitud de onda (ELO) presentan una heterogeneidad de Al en las muestras. La tabla 1 presenta estos resultados.

Tabla 1. Resultados obtenidos con ELO

	Conteos de rayos x/ 20 s			
	Cobre		Aluminio	
	Espectrómetro 1	Espectrómetro 2	Espectrómetro 3	Espectrómetro 4
Promedio	68 381	73 057	36 054	37 688
Desv.Est	500	482	1093	1227
Coef.Var	0.73 %	0.66 %	3.03 %	3.26 %

CONCLUSIONES

La AM nos permitió disolver totalmente 10 % kg/kg de Al en Cu, teniendo como producto final una solución sobresaturada y monofásica.

El material preparado por CENAM presentó una variabilidad en Al de 9.81 ± 0.49 % kg/kg y Cu de 89.91 ± 0.29 % kg/kg

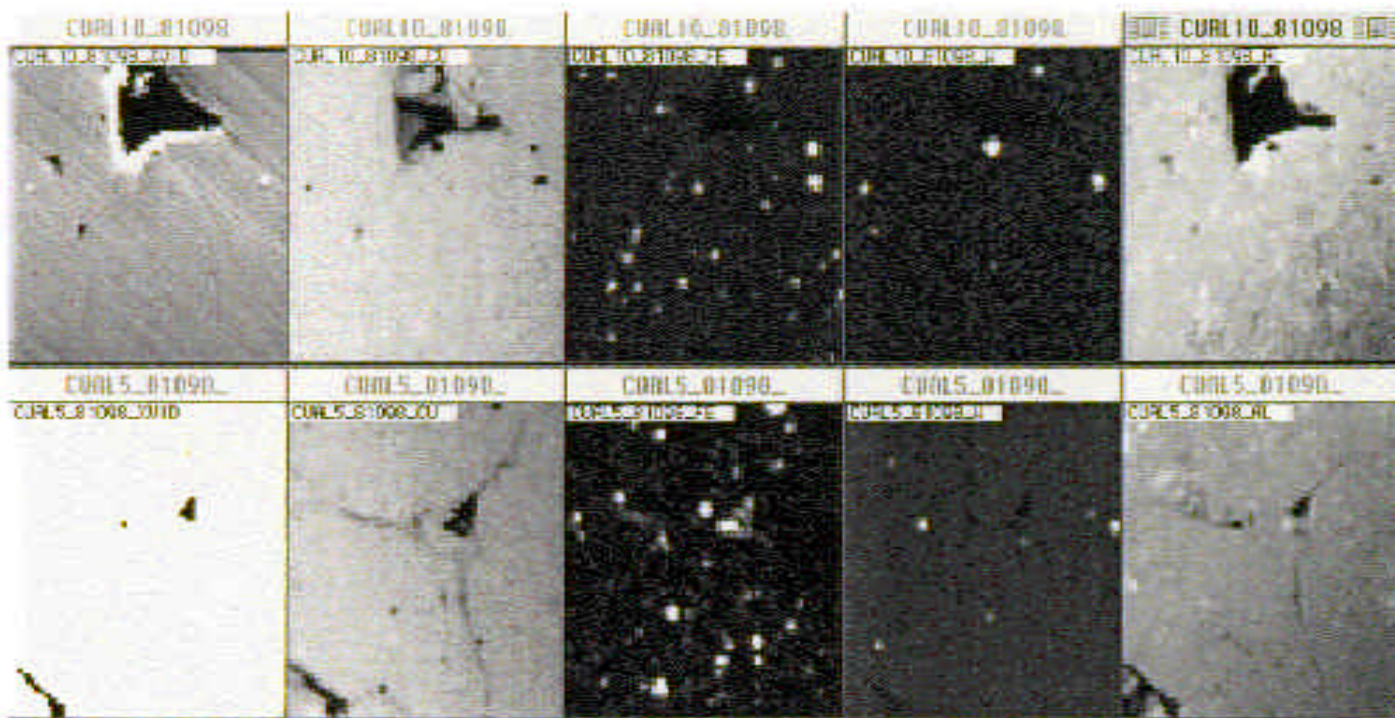
Se detectaron residuos de Fe y en menor porcentaje de W, además de porosidad, por lo que es necesario utilizar procesos de limpieza más estrictos y de compactación más efectivos.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al personal del grupo de microanálisis del NIST y en especial a Dra. R.N. Marinenko, Dr. D. Newbury, Dr. E. Steel y Dr. J. Armstrong.

REFERENCIAS

- [1] Martínez F., Caracterización de Aleaciones Mecánicas Cu-Ni-Fe, Tesis para obtener el grado de Maestría, IPN-ESIQIE, 1995. Reference Materials, NBS Research Materials and Other Related Samples, NBS Spec. Publ. (September 1979).
- [2] Yakowitz, H y colaboradores, Homogeneity Characterization of NBS Spectrometric Standards IV: Preparation and Microprobe Characterization of W-20% Mo Alloy Fabricated by Powder Metallurgical Methods, NBS Spec. Publ. 260-16 (January 1969).
- [3] Marinenko R.B y colaboradores, Micro-Homogeneity Studies of NBS Estándar
- [4] Heinrich, K. y colaboradores, Standar Reference Materials: Preparation and Evaluation of SRM's 481 and 482 Gold-Silver and Gold-Copper Alloys for Microanalysis, NBS Spec. Publ. 260-28 (August 1971).
- [5] Massalski Thaddeus B, Binary Alloy Phase Diagrams, Second Edition, Vol. 1, ASM International, 1992.



Fotomicrografía 3. Mapeo composicional con ELO. Imagen de las muestra 5 y 10 y se observa mayor evidencia de la presencia de Fe y W. Las dos muestras se evaluaron a 500X.