

Caracterización microestructural del compuesto intermetálico  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$ <sup>(\*)</sup>R. Herrera<sup>\*,\*\*</sup>, O. Soriano<sup>\*</sup>, H.J. Dorantes<sup>\*</sup> y V. M. López<sup>\*</sup>**Resumen**

Se llevó a cabo un estudio de caracterización microestructural del compuesto intermetálico  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$ , que se fabricó por fusión y moldeo y un posterior recocido de homogeneización a 750 °C, durante 480 h. La evolución estructural durante el recocido de homogeneización se siguió por difracción de rayos X. La microestructura se caracterizó por microscopía electrónica de barrido y transmisión. Asimismo, se estudió la microhomogeneidad química del compuesto intermetálico, utilizando las técnicas de microanálisis de dispersión de energía y de longitud de onda de rayos X. Los resultados verificaron que es posible obtener el compuesto intermetálico  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$  con la estructura cristalina y en la composición reflejada en la literatura. Además, su buena microhomogeneidad química sugiere su posible aplicación como un material de referencia para la técnica de microanálisis o el ensayo de dureza.

**Palabras clave** Compuesto intermetálico.  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$ . Caracterización microestructural.

**Microstructural characterization of the intermetallic compound  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$** **Abstract**

A study of the microstructural characterization of the intermetallic compound  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$  was carried out. The intermetallic compound was fabricated using the melting and casting process followed by a homogenization treatment at 750 °C for 240 h. The structural evolution during homogenizing was analyzed by X-ray diffraction. The microstructure of intermetallic compound was also characterized by scanning electron and transmission electron microscopies. Additionally, the microhomogeneity of this compound was studied by the Energy Dispersive and Wavelength Dispersive Spectroscopy. The results of this work showed that it was possible to obtain the intermetallic compound with the crystalline structure and at the composition reported in the literature. Besides, this compound showed a good chemical microhomogeneity, which makes it a possible candidate as a material reference for either microanalysis or hardness testing.

**Keywords**

Intermetallic compounds.  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$ . Microstructural characterization.

**1. INTRODUCCIÓN**

Los compuestos intermetálicos son fases o compuestos con una fórmula química bien definida y estable en un intervalo muy estrecho de composición química. Poseen una estructura cristalina con un orden de largo alcance que, en algunos compuestos, puede mantenerse hasta la temperatura de fusión y, en otros, puede desordenarse a una temperatura definida más baja<sup>[1]</sup>.

La estructura ordenada hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que en una aleación desordenada, proporcionándoles una mayor estabilidad estructural a altas temperaturas y buena

resistencia a la termofluencia<sup>[2]</sup>. Combinan, además, propiedades como baja densidad, elevada resistencia mecánica a altas temperaturas y buena resistencia a la oxidación<sup>[2]</sup>. Los principales inconvenientes son las escasas ductilidad y tenacidad a temperatura ambiente. Diferentes trabajos<sup>[3-5]</sup> han producido compuestos intermetálicos para el sistema de aleación Al-Cu-Ni.

Los materiales de referencia certificados son materiales, producidos con una alta calidad y completamente caracterizados, que se utilizan para calibrar un sistema de medición y/o para realizar el análisis químico de una sustancia desconocida, permitiendo asegurar la reproducibilidad de las

(\*) Trabajo recibido el día 15 de junio de 2003 y aceptado en su forma final el día 20 de febrero de 2004.

(\*) Instituto Politécnico Nacional. Apdo. Postal 118-556. Admón. GAM. México. D.F. 07051.

(\*\*) Centro Nacional de Meteorología. Apdo. Postal 1-100 Centro. C.P. 7600.

mediciones. De acuerdo a la Norma ISO 34, los requisitos generales de un material de referencia son la homogeneidad química a un nivel de micrómetros, el fácil manejo y el bajo costo<sup>[6]</sup>. La alta estabilidad y el rango estrecho de composición de los compuestos intermetálicos sugieren que podrían utilizarse como referencia para análisis químico superficial y microanálisis químico para equipos de microscopía electrónica, en especial, para aleaciones base aluminio. Los materiales de referencia existentes para el microanálisis químico de equipos basados en la dispersión de energía y de longitud de onda de rayos X (EDS y WDS por sus siglas en inglés) son, básicamente, metales puros. Sin embargo, el uso de compuestos intermetálicos facilitaría su aplicación en el microanálisis de aleaciones.

El propósito del presente estudio consiste en fabricar y caracterizar química y microestructuralmente al compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$ , además de analizar la factibilidad de utilizar este compuesto como material de referencia para el microanálisis químico realizado con técnicas de dispersión de energía y de longitud de onda de rayos X (EDS y WDS, respectivamente).

## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la fabricación del compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$  se emplearon elementos metálicos químicamente puros. La composición de 10 % atómico, níquel, 32 % atómico, cobre y 58 % atómico, aluminio, se seleccionó en base al diagrama de equilibrio Al-Cu-Ni<sup>[7]</sup>. Para fundir la aleación se utilizó un mini-horno de arco eléctrico, con una temperatura máxima de 3.500 °C, bajo una atmósfera de gas argón. Se llevaron a cabo tratamientos térmicos de homogeneizado a temperaturas de 500 y 750 °C, por tiempos de hasta 480 h, en un horno tubular de resistencia eléctrica bajo una atmósfera de gas argón. Las fases formadas durante el proceso de homogeneización se analizaron por difracción de rayos X, en un difractómetro Siemens D-5000, con radiación monocromada,  $K\alpha_1$ , de cobre (0,154056 nm). La microestructura se observó en un microscopio electrónico de barrido, JEOL JSM 6300, utilizando electrones retrodispersados a 20 keV. Una vez obtenido el compuesto intermetálico, se llevó a cabo el microanálisis, utilizando espectrómetros Noran de dispersión de energía y de longitud de onda de rayos X, (EDS y WDS por sus siglas en inglés). Asimismo, se preparó una muestra para observación en el microscopio electrónico de transmisión, JEOL JEM 200 FX-II a 200 keV. La

preparación se realizó por la técnica de electropulido de doble chorro, con un electrolito formado por 4 partes de alcohol etílico, 1 parte de ácido perclórico y dos partes de ácido nítrico, a -50 °C y 10 V. Finalmente, se determinó la dureza Vickers de la muestra, empleando un microdurómetro Leitz con 500 g.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Microestructura del compuesto intermetálico $Al_7Cu_4Ni$

La microestructura de la aleación Al-Cu-Ni, después de colada, presentó dendritas ricas en Cu-Ni y regiones interdendríticas ricas en aluminio. Por otra parte, la microestructura de la aleación, después de su recocido de homogeneización a 750 °C durante 480 h, indicó la presencia de una microestructura monofásica.

### 3.2. Estructura cristalina del compuesto $Al_7Cu_4Ni$

La figura 1 muestra una secuencia de patrones de difracción de rayos X correspondiente a la evolución estructural de la aleación Al-Cu-Ni para diferentes condiciones del tratamiento térmico de homogeneización. Se observa que la estructura de

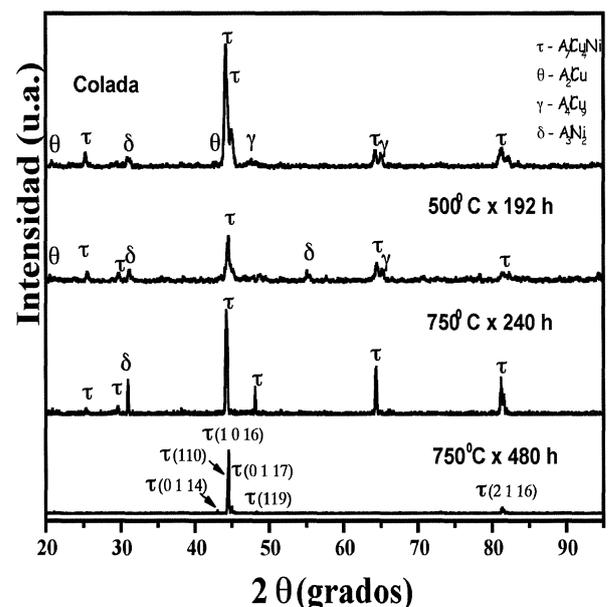


Figura 1. Difractogramas de rayos X de la aleación Al-Cu-Ni después de homogeneizada a diferentes condiciones.

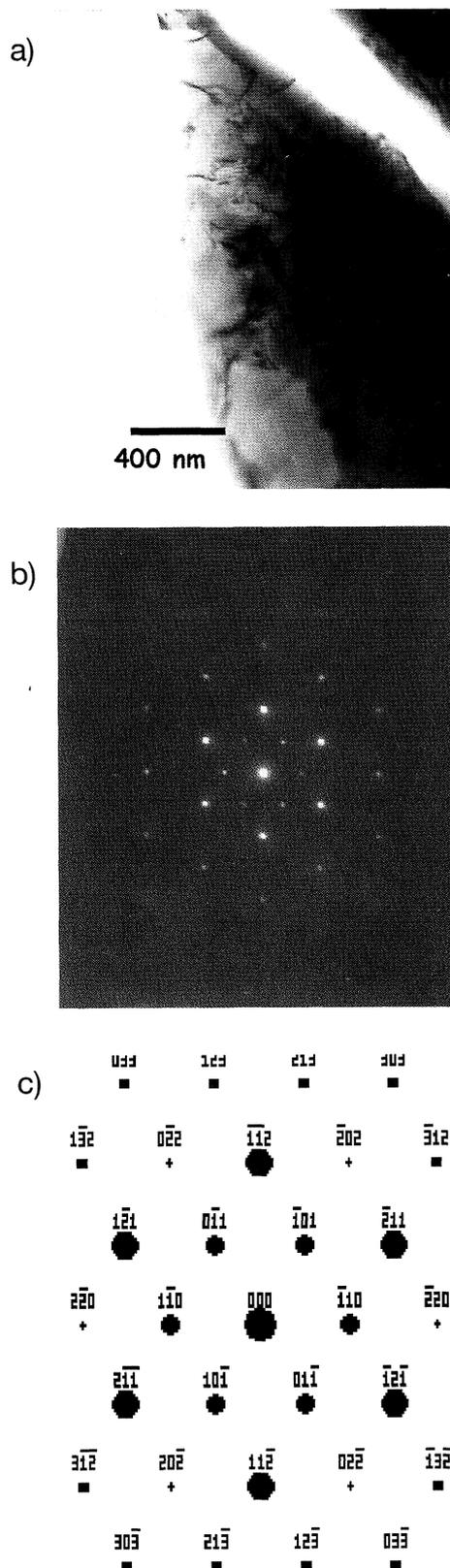
Figure 1. X-ray diffraction patterns of Al-Cu-Ni alloy after solution treatment for different conditions.

colada está compuesta por cuatro fases:  $Al_3Ni_2$ , ( $\delta$ ),  $Al_4Cu_9$ , ( $\gamma$ ),  $Al_2Cu$ , ( $\theta$ ) y  $Al_7Cu_4Ni$ , ( $\tau$ ); y, conforme progresa el recocido de homogeneización, las fases  $Al_4Cu_9$ ,  $Al_2Cu$  y  $Al_3Ni_2$  desaparecen hasta formarse completamente el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$  de acuerdo a como lo predice el diagrama de equilibrio Al-Cu-Ni [7]. Los tres picos de difracción más intensos corresponden, en orden decreciente, a un ángulo  $2\theta$  de 44.276, 44.094 y 81.216 °, PDF No. 7-28 [8].

Las figuras 2a y 2b ilustran la micrografía de campo claro del microscopio electrónico de transmisión (MET), para el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$  y su correspondiente patrón de difracción de electrones, respectivamente. También se observó la presencia de una microestructura monofásica. La comparación del patrón de difracción de electrones con el patrón simulado, (Fig. 2c), indica que éste corresponde a un eje de zona  $\langle 111 \rangle$  para una estructura cristalina romboédrica como se aporta en la literatura [9 y 10].

### 3.3. Microhomogeneidad química del compuesto intermetálico $Al_7Cu_4Ni$

Este estudio de microhomogeneidad consistió, básicamente, en realizar una serie de microanálisis globales y puntuales en los espectrómetros de dispersión de energía y longitud de onda de rayos X. Para el microanálisis por EDS y WDS se utilizó el paquete comercial del equipo Noran, basado en el método ZAF<sup>[11]</sup>, que utiliza metales químicamente puros, como materiales de referencia. El método ZAF calcula un factor de corrección del número atómico Z, absorción A y fluorescencia F. La figura 3 presenta las mediciones correspondientes a este estudio. Las líneas discontinuas reflejan la composición química de la aleación y los puntos representan el promedio de tres mediciones realizadas en cada una de las muestras. En general, la variación de la composición química del compuesto intermetálico fue menor de 3 %, y la dispersión de resultados fue menor en el microanálisis efectuado por dispersión de longitud de onda que en aquellos realizados por dispersión de energía. Este tipo de variación sugiere que el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$  podría ser utilizado como material de referencia para el microanálisis, vía dispersión de energía o longitud de onda<sup>[12]</sup>. También, es posible utilizar este compuesto intermetálico como material de referencia de espectrómetros de fluorescencia de rayos X, ya que se está asegurando una homogeneidad química a niveles de micrómetros.



**Figura 2.** (a) Micrografía de campo claro del MET, (b) patrón de difracción de electrones y (c) patrón simulado para el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$ .

*Figure 2.* (a) BF-TEM micrograph, (b) its corresponding electron diffraction pattern and (c) simulated electron pattern for the intermetallic compound  $Al_7Cu_4Ni$ .

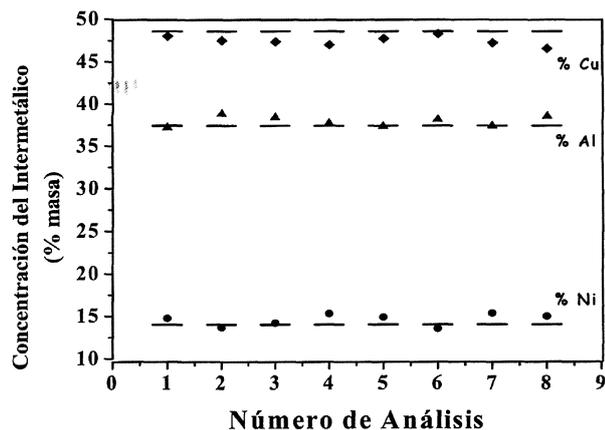


Figura 3. Gráfica del estudio de microhomogeneidad química para el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$ .

Figure 3. Chemical microhomogeneity for the intermetallic compound  $Al_7Cu_4Ni$ .

### 3.4. Dureza del compuesto intermetálico $Al_7Cu_4Ni$

La variación de dureza del compuesto  $Al_7Cu_4Ni$  se ilustra en la figura 4. La dureza Vickers promedio es de, aproximadamente, 900 y corresponde a una dureza de 65 en la escala Rockwell C. Este hecho también sugiere su posible uso como un material de referencia para dureza.

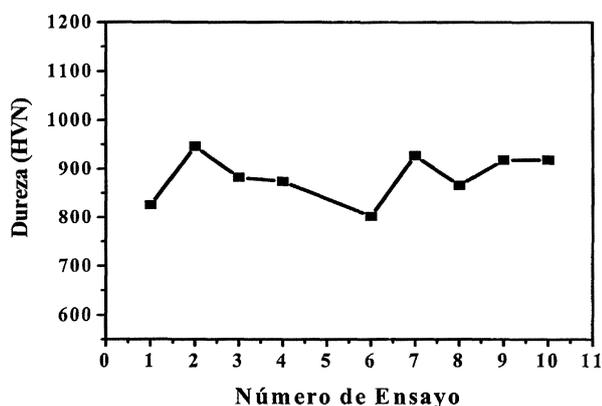


Figura 4. Variación de dureza Vickers para el compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$ .

Figure 4. Vickers Hardness variation for the intermetallic compound  $Al_7Cu_4Ni$ .

## 4. CONCLUSIONES

Se realizó un estudio de caracterización estructural, microestructural y química del compuesto intermetálico  $Al_7Cu_4Ni$  y se determinó que es posible fabricarlo vía fusión y vaciado, seguido por un recocido de homogeneización. Se confirmó su estructura cristalina y que es posible utilizarlo como un material de referencia para microanálisis en equipos EDS y WDS debido a su buena microhomogeneidad química.

## Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo recibido por CONACYT, PIFI y CGPI-IPN.

## REFERENCIAS

- [1] C. BARRET y T.B. MASSALSKY, *Structure of Metals*, Pergamon Press, Nueva York, Estados Unidos, 1993, pp. 233-268.
- [2] R.W. CAHN y P. HASSEN, *Physical Metallurgy*, North Holland, 4ª ed., Vol. 1, Holanda, 1996, p.206.
- [3] H. ZHANG, y K. H KUO, *Scri. Metall.* 23 (1989) 355-358.
- [4] W. DAHLBORG, *Mater. Sci. Eng.* 294 A (2000) 670-674.
- [5] K. MORSI, *Mater. Sci. Eng.* 299 A (2001) 1-15.
- [6] ISO Guide 34, ISO, 2000: 1-22.
- [7] G. PETZOW, *Ternary Alloys. Aluminium - Copper - Nickel*, VCH, Vol. 4, Alemania, 1991, p. 597.
- [8] JCPDS-ICDD, *Powder Diffraction File*, CD-ROM, 1999.
- [9] M.G. BROWN, *Acta Crystallogr.* 9 (1956) 70-74.
- [10] W.B. PEARSON, *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys*, Pergamon, 2ª. Ed., Irlanda del Norte, 1964, p. 327.
- [11] C.R. BRUNIDLE, C.A. EVANS JR. y S. WILSON, *Encyclopedia of Materials Characterization*, Butterworth-Heinemann, 1992, p. 183.
- [12] R. MARINENKO, *Standard for Electron Probe Microanalysis, Electron Probe Quantitation*, Plenum Publishing Corporation, p. 1991.