

Análisis de muestras metálicas

Ramírez T. J. Jesús, López M. José, Sandoval J. Alberto R., Villaseñor S. Pedro, Aspiazu F. Juan A.
Acelerador Tandem



MX0200066

Resumen

Se realizó el análisis elemental, metalográfico y de fases con objeto de determinar los estados de oxidación del Fe contenido en tres piezas metálicas: bloque, placa y cilindro, de material desconocido. Se presentan resultados.

Introducción

La aplicación combinada de técnicas nucleares con técnicas metalográficas permite la caracterización integral de metales industriales, entendiendo por caracterización integral el conocimiento, tanto de las concentraciones de los elementos contenidos, como de la estructura cristalográfica.

Conociendo las concentraciones de los elementos constituyentes y los diagramas de fase de los sistemas que podrían formarse, es posible hacer hipótesis sobre el posible tipo de aleación fabricada: solución sólida, mezcla mecánica o compuesto químico.

El análisis de fases por difracción de rayos X permite conocer el tipo de aleación o aleaciones formadas.

Experimento

El análisis elemental se realizó en el Acelerador Tandem del ININ, por emisión de rayos X inducida por protones (PIXE). Se efectuó en dos partes. La primera, cualitativa, usando una geometría con el haz de protones al aire. La segunda parte se realizó usando una cámara al vacío. En este caso la energía de los protones fué de 3.0 MeV. En la figura 1 se presentan los espectros de emisión de rayos X de las muestras.

El análisis por difracción de rayos X se hizo en el difractómetro Siemens D5000 del ININ. Los difractogramas se obtuvieron usando la radiación K alfa del Cu en un intervalo angular de 100 a 1400, en pasos de 0.050. El uso de esta radiación puede introducir un error de hasta el 20% en las concentraciones de las fases calculadas, debido a

la absorción en la muestra. En este análisis se considera del 10% porque en los cálculos se incluyó una corrección por dispersión anómala.

El paso angular usado introduce un error máximo menor al 7% en el parámetro de red medido, mismo que se propaga en los cálculos de las concentraciones.

Por lo anterior, el error cuadrático en las concentraciones se estima en 12%.

Resultados

La tabla 1 muestra las concentraciones elementales en % peso.

	Cu	Fe	Cr	Sn
PIXE				
Bloque	40.2	47.9	9.4	2.4
Cilindro	0.25	82.8	16.4	0.5
Placa	0.21	82.9	16.3	0.51
Dif. R-X				
Bloque	48.2	41.4	4.8	5.6
Cilindro		94.9	5.1	
Placa		91.8	8.2	

Tabla 1. Concentraciones elementales.

Las concentraciones elementales se determinaron usando los códigos Gupix y Pixco. Los parámetros gene-

rales del análisis se obtuvieron ajustando los espectros de patrones certificados.

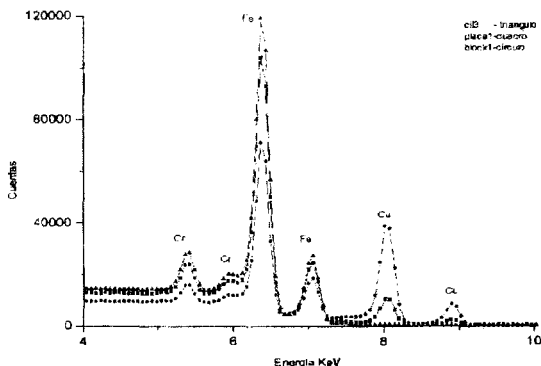


Figura 1.

La tabla 2 muestra los resultados del análisis de fases. Las concentraciones son en % peso.

	CuFe-Cr	Cu-Sn
Bloque	50.3	49.7
Cilindro	100	0
Placa	100	0

Tabla 2. Concentraciones de fases.

Los parámetros de red son los siguientes:

Bloque.- 2.87 Å para Fe-Cr y 3.67 para Cu-Sn.

Cilindro.- 2.87 Å para Fe-Cr.

Placa - 2.87 Å para Fe-Cr.

La primera identificación de las fases contenidas se hizo automáticamente usando la base de datos del difractor D500. Se reconocieron dos fases principales: Fe-Cr y Cu-Sn.

El análisis cuantitativo se realizó con el código PCW. Por lo complejo del problema se hicieron las siguientes simplificaciones:

a. La fase Fe-Cr se representa por una celda de Fe alfa (BCC, Ge-229), con el parámetro de red modificado.

b. La fase Cu-Sn se representa por una celda de Cu con parámetro de red modificado (FCC, Ge-225).

Las simplificaciones se basan en que para cualquier concentración el Fe y el Cr forman una solución sólida, como puede verse en el diagrama de fases [1,2]. Además, entre 1 % y 9 % el Cu y el Sn forman una solución sólida, dominando la fase alfa del Cu.

En el modelado también se consideró la posibilidad de tener una celda tetragonal correspondiente al Sn, pero no se encontró ninguna evidencia.

Conclusiones

1. El bloque está formado por la mezcla de las fases Fe-Cr y Cu-Sn en una concentración aproximada de 50-50 %. Ambas son soluciones sólidas.

2. La placa y el cilindro están básicamente compuestos por la fase Fe-Cr. Tienen un alto contenido de C (determinado por análisis elemental con microscopio electrónico de barrido).

3. No se encontraron óxidos de Fe y Cu. De estar presentes, su concentración sería muy baja.

4. No fue posible medir la concentración de Fe₃C.

5. El Fe se encuentra principalmente en solución sólida con el Cr. En este tipo de aleaciones los constituyentes no presentan estados de oxidación.

6. La fase Fe-Cr puede corresponder a un acero inoxidable.

Un estudio más completo se presenta en el Informe Técnico CB-017/01.

Agradecimientos

Los autores dan las gracias al Dr. Francisco Cruz Gardarilla (ESFM-IPN) por sus valiosos consejos para realizar el análisis de fases, Al Fís. Marco Fernández B. por el uso del código MAC 10 para el análisis de espectros, y a todo el personal del Acelerador Tandem por su apoyo.

Referencias

1. Hansen M. and Anderko K., *Constitution of Binary Alloys*, McGraw-Hill, 1958.
2. Pearson W. B., *Lattice Spacings and Structures of Metal and Alloys*, 1967.