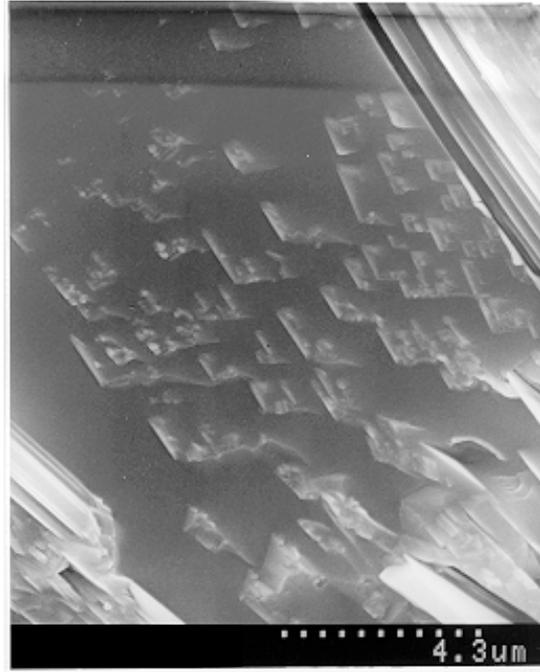
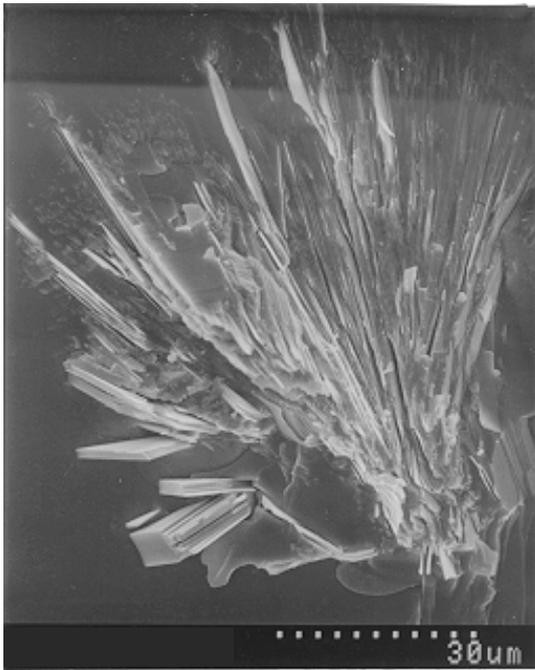


**Fig.7.23:** Estructuras lamelares en forma en forma de "cruz".



**Fig 7.24:** Estructuras piramidales creciendo para dar lugar a la existencia de fibras.



**Fig 7.25:** Estructuras lamelares y fibrosas agregándose para formar una estructura esferulítica.



**Fig 7.26:** Estructuras esferulíticas formadas por las lamelas y las fibras agregándose alrededor formando un "cruz".

## ii. Proceso de Solidificación:

El estudio de la evolución térmica de la solidificación en régimen de enfriamiento continuo de la muestra ha sido realizado desde la temperatura 500°C hasta 200°C usando una velocidad de enfriamiento de 5K/min. (la velocidad de calentamiento que se usó hasta la fusión de la muestra fue 5K/min).

La curva siguiente presenta el resultado térmico de la solidificación del líquido fundido dentro del DSC. Se trata de un pico exotérmico de una cristalización de la muestra por enfriamiento lento.

La serie de fotografías de la figura 7.28 ha sido realizada en zona a de la curva señalada en la figura 7.27.

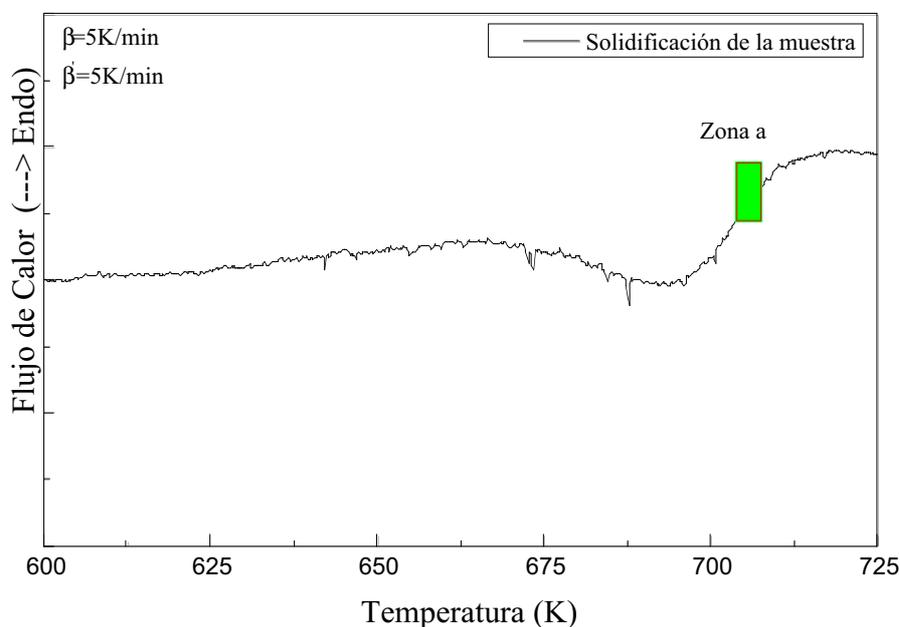


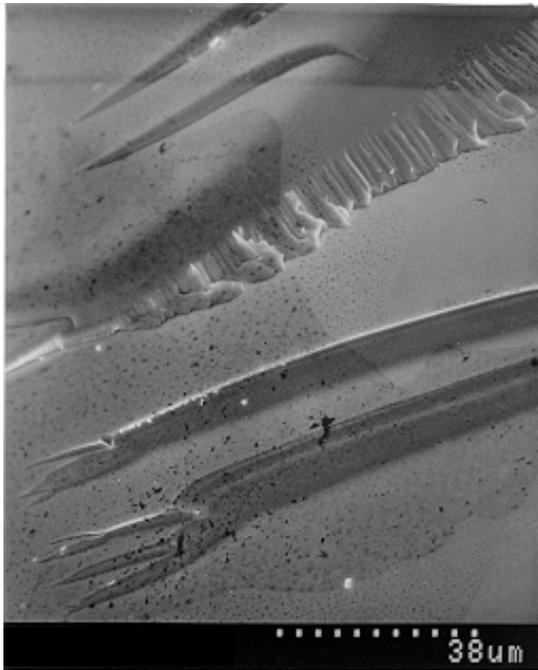
Fig.7.27: Representación de la curva de la solidificación de la muestra indicando la zona a donde se efectuó el estudio morfológico por SEM.

La fotografía “a” de la figura 7.28 muestra la aparición de unos gérmenes cristalinos de dos tipos distintos. Unos que tienen unas formas lamelares y otros de tipo fibroso.

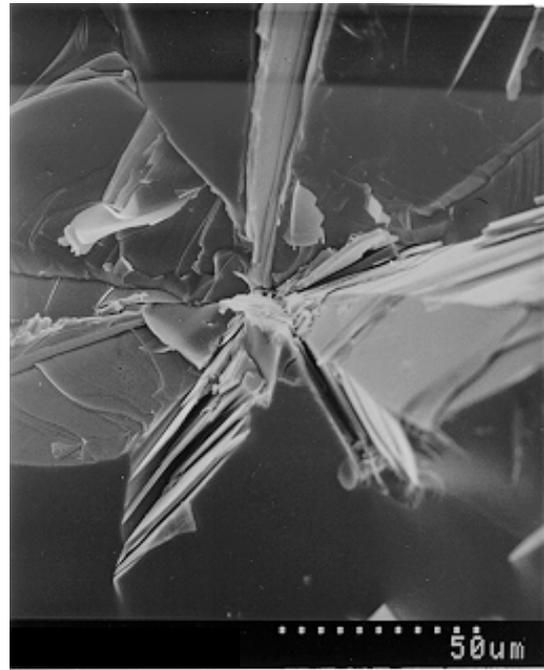
La fotografía “b”, muestra el desarrollo de las estructuras lamelares agregándose para formar una estructura en forma de "cruz" en el volumen amorfo de la muestra.

A medida que la temperatura decrece, una activación importante de la aparición de las estructuras fibrosas empieza a tener lugar.

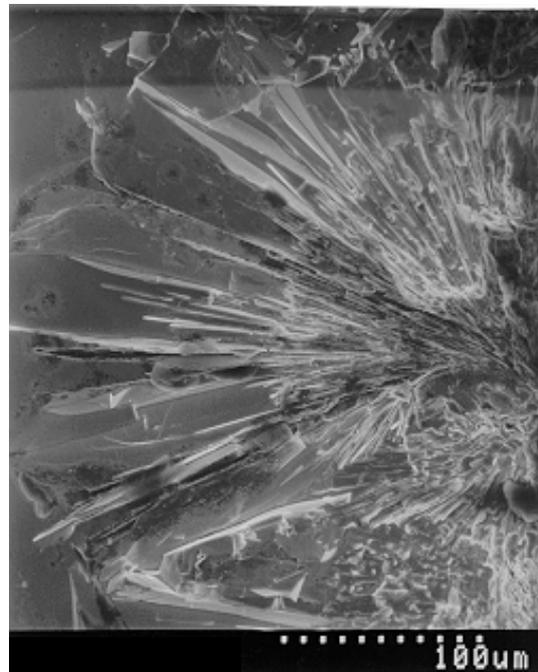
En la fotografía "c", se muestra una ramificación de unas estructuras fibrosas alrededor de la estructura en "cruz" formando unas esferulitas distribuidas en distintas zonas del volumen amorfo de la aleación.



**Fotografía "a":** Formación de estructuras lamelares y fibrosas



**Fotografía "b":** Estructuras lamelares formando una "cruz"



**Fotografía "c":** Agregación de las fibras alrededor de las lamelas formando una estructura esferulítica

**Fig 7.28:** Fotografías (a), (b) y (c) de una muestra solidificada dentro el DSC observadas por SEM

### 7.3. Estudio morfológico de la recristalización de las muestras

#### $(\text{Sb}_2\text{Se}_3)_{0.81}(\text{GeSe}_2)_{0.19}$ ; $\text{Sb}_2\text{Se}_3$

Los resultados de rayos X muestran que las aleaciones  $(\text{Sb}_2\text{Se}_3)_{81.2}(\text{GeSe}_2)_{18.8}$  y  $\text{Sb}_2\text{Se}_3$  obtenidas por enfriamiento lento o bien por temple en agua forman una fase cristalina.

El estudio morfológico de las muestras por microscopio electrónico de barrido (*SEM*) permite de revelar la existencia de unas estructuras lamelares; en ambos casos tanto para la muestra obtenida por enfriamiento lento como por aquella obtenida por temple en agua.

#### 7.3.1. Estudio morfológico de la muestra recristalizada

##### $(\text{Sb}_2\text{Se}_3)_{0.81}(\text{GeSe}_2)_{0.19}$

En las fotografías “a” y “b” de la figura 7.29 se presentan dos micrografías de muestras de la aleación  $(\text{Sb}_2\text{Se}_3)_{81.2}(\text{GeSe}_2)_{18.8}$ . Una fue obtenida por enfriamiento lento y la otra por temple en agua. Se constata que ambas muestras de esta aleación tienen una morfología lamelar.

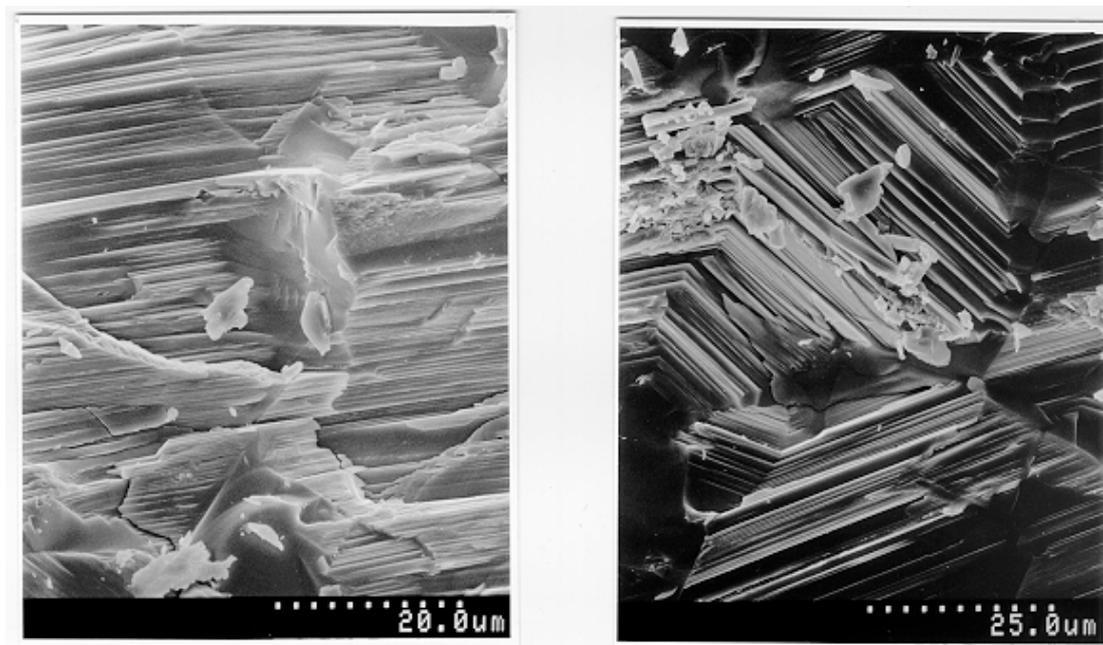
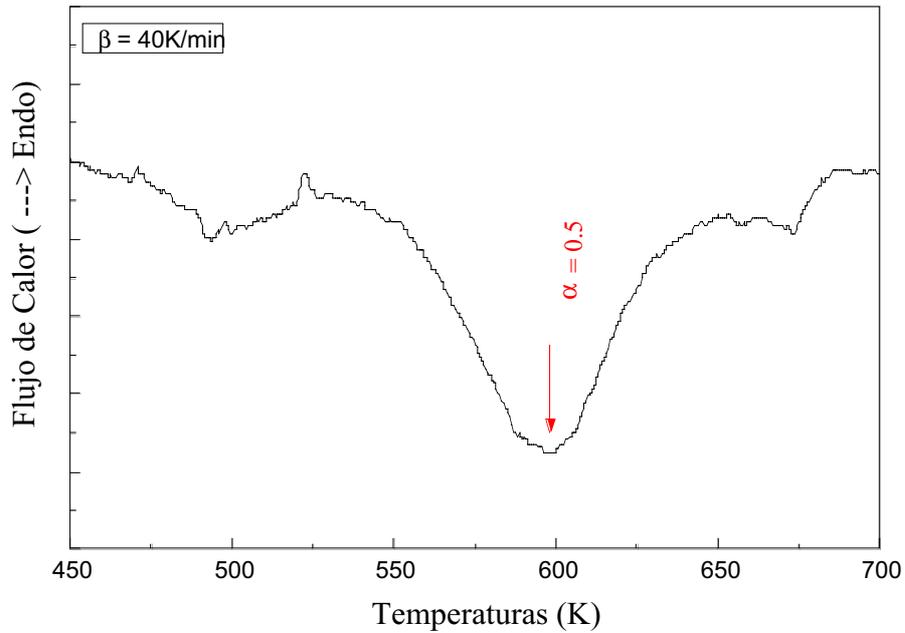


Fig.7.29:

**Fotografía “a”:** Muestra obtenida por enfriamiento lento

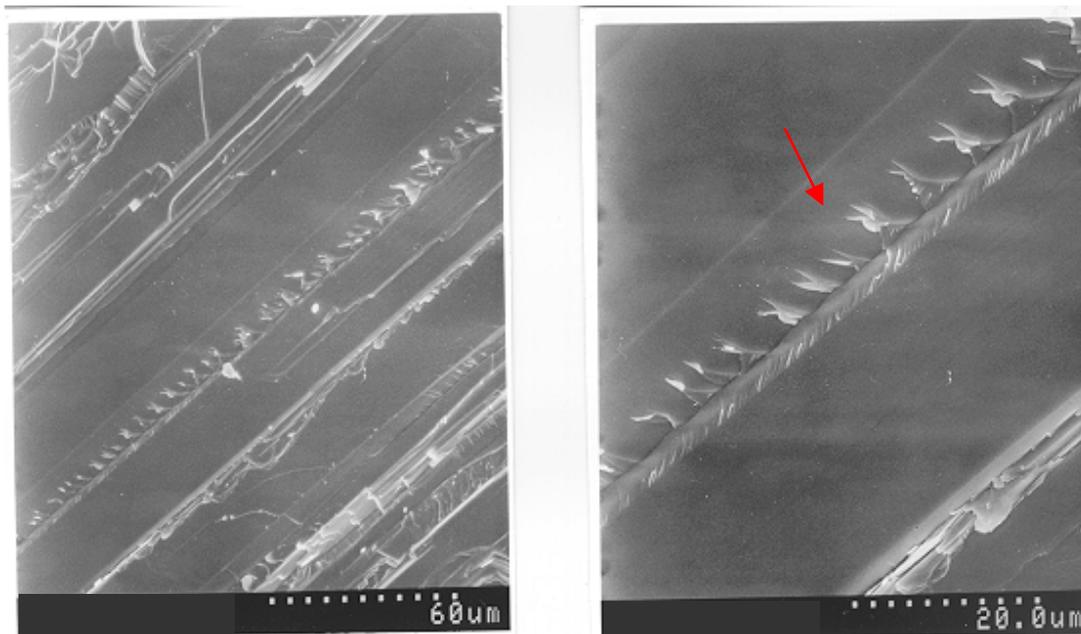
**Fotografía “b”:** Muestra obtenida por temple en agua

Calorimétricamente, la muestra obtenida por enfriamiento lento no da ningún pico exotérmico, justificando que no hay ningún proceso de recristalización, mientras que la muestra obtenida por temple en agua recristaliza y da como resultado un pico exotérmico cuya área es pequeña, tal como se muestra en la Fig.7.30.



**Fig.7.30:** Caracterización térmica de la muestra por el DSC7

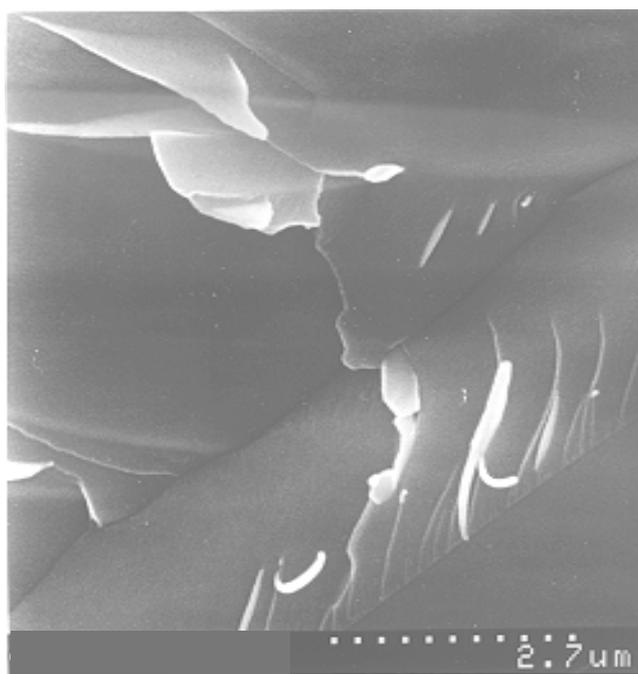
Haciendo un calentamiento continuo por *DSC7* de la muestra templada en agua hasta una fracción transformada de 0.5 se revela la existencia de unas estructuras distribuidas en forma bien ordenada en el seno del volumen cristalino de la muestra. Se trata de una morfología de capas finas con inclusiones en forma de “V” tal como se ven en las fotografías “a” y “b” de la figura 7.31.



Fotografía "a"

Fotografía "b"

**Fig.7.31:** Microfotografías mostrando la existencia unas estructuras en forma de "V" encima de las lamelas.



**Fig 7.32:** Ampliación de una microfotografía de una estructura en "V"

La fotografía 7.32 representa una ampliación de la estructura en forma de "V" distribuida en el seno cristalino del volumen de la muestra, especialmente encima de las lamelas.

### 7.3.2. Estudio morfológico de la muestra recristalizada ( $\text{Sb}_2\text{Se}_3$ )

El estudio calorimétrico de la muestra  $\text{Sb}_2\text{Se}_3$  obtenida por temple en agua da como resultado un pico exotérmico de recristalización cuya área es pequeña.

El estudio morfológico por SEM de las muestras recién preparadas indica la misma estructura tanto para la obtenida por como enfriada lentamente. En la figura 7.34 se muestra como ejemplo la morfología de una muestra obtenida por temple en agua y calentada hasta la zona "a" de la figura 7.33. Esta microfotografía muestra estructuras lamelares de  $\text{Sb}_2\text{Se}_3$  y fracturas de dichas lamelas en forma fibrosa.

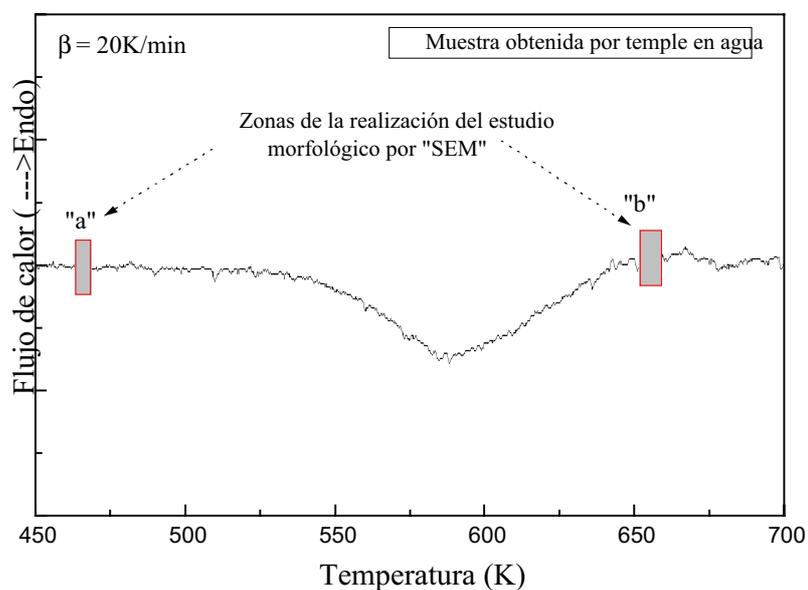


Fig.7.33: Caracterización térmica de la muestra por DSC

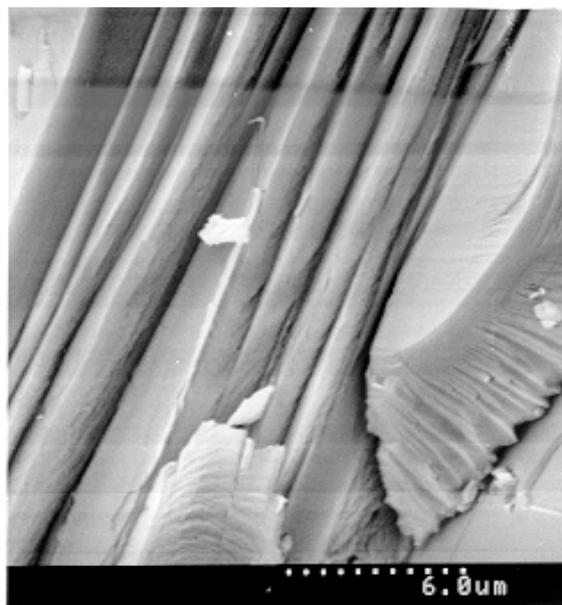


Fig.7.34: Microfotografía mostrando las estructuras lamelares.