

00582



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

FACULTAD DE QUÍMICA

**MEJORAMIENTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA  
DE LOS COMPUESTOS INTERMETÁLICOS FeAl.**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
**DOCTOR EN CIENCIAS QUÍMICAS**  
**(INGENIERÍA QUÍMICA)**

P R E S E N T A:  
**OSVALDO FLORES CEDILLO**

MÉXICO, D. F.

2001



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## JURADO ASIGNADO SEGÚN EL TEMA

PRESIDENTE	Dr. Joan Genesca Llongueras
1 <sup>er</sup> VOCAL	Dr. Ramiro Pérez Campos
2 <sup>o</sup> VOCAL	Dr. Carlos González Rivera
3 <sup>er</sup> VOCAL	Dr. Víctor Castaño Meneses
SECRETARIO	Dr. José Luis Albarrán Gómez
1 <sup>er</sup> SUPLENTE	Dr. José Gonzalo González Rodríguez
2 <sup>o</sup> SUPLENTE	Dr. José Gerardo Cabañas Moreno

Sitio donde se desarrolló el tema:

Centro de Ciencias Físicas, UNAM.  
Cuernavaca, Morelos.  
Antes  
Laboratorio Cuernavaca  
Del Instituto de Física, UNAM.

**DIRECTOR DE TESIS**



Dr. Lorenzo Martínez Gómez

**SUSTENTANTE**



Osvaldo Flores Cedillo

*A*

*Elizabeth,*

*Valeria*

*y*

*Tania Abigail*

*A*

*Mis Padres*

*Feliciano y Andrea*

*Para quienes esto es un tributo a su esfuerzo por darme  
educación.*

*A*

*Mis Hermanos:*

*Socorro, Elena, Rosario*

*Daniel, Maximiliano y Cristobal*

*Que contribuyeron a formarme como persona.*

## **AGRADECIMIENTOS**

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a mi asesor y director de Tesis, el Dr. Lorenzo Martínez por la confianza y el apoyo brindados.

También agradezco de manera especial a José Luis Albarrán, Bernardo Campillo, Anselmo González y Ramiro Pérez. Miembros del grupo de Materiales del Centro de Ciencias Físicas, UNAM. Por las enseñanzas y el apoyo recibido.

A los miembros del jurado por sus valiosos comentarios a este trabajo.

Debo reconocer el apoyo de Juan Manuel Zagal Sánchez, Lauro Alvarez Desaida e Ignacio Nava, a quienes tuve la oportunidad de dirigir sus tesis de licenciatura durante la elaboración de este trabajo.

También debo reconocer el apoyo económico de Conacyt y al PADEP en la realización de este trabajo de investigación.

# ÍNDICE

Resumen en español	1
Abstract (Resumen en inglés)	2
Introducción	3
Capítulo 1. Revisión de la literatura.	5
1.1 Los compuestos intermetálicos.	7
1.2 El sistema Fe-Al.	11
1.3 Comportamiento mecánico de los aluminuros de Fe.	17
1.3.1 Endurecimiento por solución sólida	20
1.3.2 Endurecimiento por exceso de vacancias	20
1.3.3 Endurecimiento secundario	22
1.3.4 Efecto de elementos ternarios	23
1.3.5 Endurecimiento por deformación	24
1.3.6 Dependencia positiva con la temperatura de la tensión de fluencia	24
1.4 Materiales compuestos de matriz intermetálica	28
1.5 Fronteras de grano en los metales	29
1.6 El presente estudio	36
1.6.1 Objetivos	37
1.7 Referencias	37
Capítulo 2. Procedimiento experimental	45
2.1 Aleaciones Fabricadas	46
2.2 Forja del compuesto intermetálico FeAl	46
2.3 Caracterización microestructural	48
2.4 Propiedades mecánicas	49
2.5 Referencias	49
Capítulo 3. Fronteras de grano en el FeAl.	51
3.1 Experimental	52
3.2 Comportamiento de fractura	54
3.3 Desorientación	55
3.4 Conclusiones	60
3.4 Referencias	61
Capítulo 4. Efecto del medio ambiente	63
4.1 Experimental	65
4.2 Resultados y discusión	68
4.2.1 Aleación FeAlBZ	68
4.2.2 Aleación FeAlZ	74
4.3 Conclusiones	80

4.4 Referencias	81
Capítulo 5. Atomización-depositación	83
5.1 Experimental	84
5.2 Resultados y discusión	85
5.3 Penetración de las partículas de $Al_2O_3$	101
5.3.1 Modelo térmico	103
5.3.2 Modelo termodinámico	105
5.3.3 Modelo cinético	106
5.4 Conclusiones	109
4.5 Referencias	110
Capítulo 6. Microscopia electrónica de transmisión	113
6.1 Experimental	114
6.2 Resultados y discusión	115
6.2.1 Aleación FeAl40	115
6.2.2 Aleación FeAl40+B	117
6.2.3 Aleación FeAl40+B/ $Al_2O_3$	118
6.2.4 Frontera de grano en el FeAl40	120
6.4 Conclusiones	122
6.5 Referencias	122
Capítulo 7. Conclusiones generales	125
67.1 Sugerencias para trabajos posteriores	127
Apéndice A. Cartas técnicas de las muestras atomizadas y depositadas.	129
Apéndice B. Variables empleadas en los modelos de penetración de partículas de $Al_2O_3$ en el atomizado.	132
Artículos publicados en revistas con arbitraje y Trabajos presentados en congresos internacionales	133

## Resumen

El presente trabajo de investigación está dirigido al estudio de los compuestos intermetálicos del sistema Fe-Al. Estos compuestos poseen propiedades potencialmente útiles para usos estructurales a temperaturas elevadas. La aleación de Fe con 40% atómico (designada en adelante como FeAl40) posee una estructura ordenada de tipo B2, es atractivo para usos estructurales por su baja densidad y su buena resistencia mecánica a alta temperatura. Además, es un material prometedor como matriz en materiales compuestos. Sin embargo, su pobre ductilidad a temperatura ambiente restringe su uso como material estructural. Para mejorar la ductilidad del FeAl40 se emplearon varias técnicas, entre las que se incluyen: micro aleación, control microestructural por modificación del proceso de fabricación y refuerzo con partículas de segunda fase.

Los resultados de esta investigación nos indican que las técnicas mencionadas, modifican los factores responsables de la baja ductilidad en los compuestos intermetálicos. Algunos factores son de carácter intrínseco y están presentes en la mayoría de las estructuras cristalinas ordenadas y son al mismo tiempo origen de su resistencia mecánica. Hay factores de carácter extrínseco, principalmente la fragilidad inducida por el medio ambiente, asociada directamente con la presencia de humedad.

Hemos verificado que la adición de boro mejora la ductilidad del FeAl40 a temperatura ambiente y modifica el modo de fractura de intergranular a transgranular. En este caso, es posible que el boro actúe como un "adhesivo" intergranular, que previene la segregación de impurezas a las fronteras de grano evitando la falla intergranular.

La fabricación del FeAl40 por atomización y depositación, logra una estructura de grano fino. Además de mejorar el porcentaje de deformación en pruebas de forja. La presencia de partículas de  $Al_2O_3$  mejora el comportamiento durante las pruebas de forja, obteniendo deformaciones de 44% en forja y de hasta 12% en compresión a temperatura ambiente.

## Abstract

This work is dedicated to the study of the FeAl intermetallic compounds. These have useful potential properties for structural applications at high temperatures. The FeAl alloys with 40 at. % in aluminum (hereafter designated as FeAl40) have a B2 structure. This is attractive due to its low density and good mechanical resistance at high temperature. Therefore, is a promise material as matrix in composites. However, it has little use in structural components mainly due to its lack of ductility at room temperature. In order to increase its ductility several techniques have been employed including: microalloying, microstructural control and reinforcement with particulate.

The results of this investigation show that the mentioned techniques modify the factors that induce the brittle behavior. Some factors have intrinsic character and are present in the majority of the ordered crystalline structures and they are the origin of its mechanical properties. There are extrinsic factors, as the environmental brittle behavior, associated with the presence of moisture in the environment.

It has been verified that B addition increases the FeAl40 ductility at room temperature and shifts the fracture mode from intergranular to one mainly transgranular. In this case, the B plays the role of intergranular "glue" that prevents the grain boundary segregation reducing the intergranular fracture.

Atomization and deposition processing of the FeAl40 intermetallic compound produce a fine grained structure and improve the mechanical behavior, showing yields of 44% under forge condition and 13% in compression at room temperature.

## Introducción

Los compuestos intermetálicos ordenados base Al, han estado recibiendo considerable interés como materiales estructurales con potencial en aplicaciones estructurales en condiciones de temperaturas moderadas a altas. Estos materiales ofrecen ventajas sobre las aleaciones empleadas comúnmente en estas aplicaciones. Estas ventajas incluyen, ausencia de materiales estratégicos como el cobalto y el cromo y un costo relativamente bajo de los materiales requeridos para su fabricación. Además, por su gran contenido de aluminio, los aluminuros ordenados poseen densidades ventajosas y prometen una excelente resistencia a la oxidación.

Desgraciadamente, la mayoría de los aluminuros intermetálicos están limitados por su pobre ductilidad y baja tenacidad. Mientras que en algunos materiales recientemente se han realizado algunos progresos en superar estos problemas, la mayoría de los aluminuros aún están limitados por estos problemas. Debido a esto, es necesario continuar con el trabajo de investigación para comprender el comportamiento mecánico de estas aleaciones. Los aluminuros B2 (FeAl, NiAl y CoAl) son típicos de estas aleaciones ordenadas, mostrando muchos de ellos las mismas ventajas. Sin embargo, por a su alto contenido de Al (50 % en aleaciones estequiométricas), las ventajas de resistencia a la oxidación y densidad son máximas en las aleaciones B2.

En esta investigación un grupo de aleaciones de FeAl del tipo B2 fueron estudiadas con el objetivo de alcanzar un mejor entendimiento del comportamiento mecánico y de la relación de la microestructura y el procesamiento de estas aleaciones ordenadas. Como una introducción a esta investigación, se revisa la literatura crítica relacionada con las aleaciones FeAl. Para empezar, se discute el diagrama de fases

Fe-Al. A continuación, se presentará la literatura disponible relacionada con el comportamiento mecánico de estas aleaciones. Esto cubrirá los aspectos micro y macro estructurales.

En un esfuerzo por mejorar la ductilidad del compuesto intermetálico FeAl, se trabaja con aleaciones no estequiométricas, enriquecidas en Fe. Además de emplear la microaleación con boro. El papel del boro y de la adición de partículas de refuerzo será discutido en este y otros materiales. Finalmente, los objetivos de este trabajo serán presentados basados en la revisión de la literatura.

## Capítulo 1. Revisión de la literatura.

La demanda de materiales ingenieriles para servicio en condiciones de temperaturas moderadas y temperaturas elevadas, en términos de resistencia mecánica y resistencia a la oxidación es cada vez mayor. El desarrollo tecnológico de motores y sistemas de generación de energía más eficientes, requiere de incrementar la temperatura de operación de estos sistemas, con la consecuente necesidad de nuevos materiales para soportar estas condiciones de trabajo. En la figura 1.1, se puede observar el incremento de la temperatura de operación de los motores y de otros componentes industriales en el siglo XX.

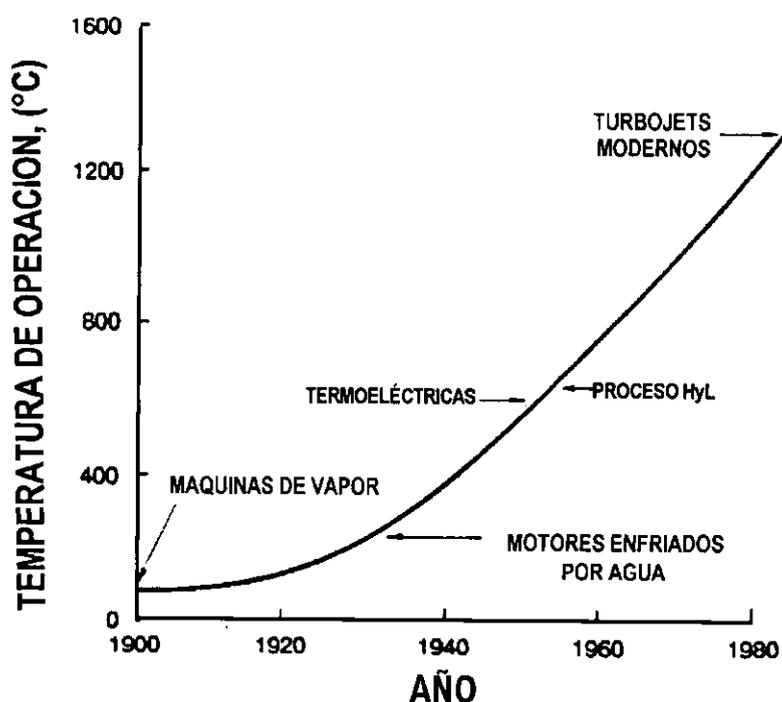


Figura 1.1 Incremento de la temperatura de operación de los motores en el siglo XX [1].

Por muchos años el desarrollo de las aleaciones para estas aplicaciones se ha basado en el Fe, Ni, Co y Ti. Pero a pesar de los avances realizados con monocristales, recubrimientos térmicos, superaleaciones más complejas, sistemas

de enfriamiento más elaborados y un control microestructural más estricto; no ha sido posible un incremento apreciable de la temperatura efectiva de operación. Los requerimientos en la combinación de las propiedades en los materiales, para las presentes y nuevas aplicaciones son aparentemente superiores a las mejoras obtenidas en las aleaciones metálicas convencionales.

Esta necesidad está impulsando la investigación y desarrollo de materiales alternativos con mayor resistencia combinada con una menor densidad; además de una temperatura de operación potencialmente mayor comparada con las presentes aleaciones. En este contexto, las actividades de investigación y desarrollo están en progreso en un amplio rango de materiales, los cuales eventualmente encontrarán aplicación.

Las principales limitaciones en esta dirección son: la temperatura de fusión y la resistencia mecánica, aunque estas no son insuperables. Los elementos refractarios (W, Mo, Nb, etc.) a pesar de poseer las temperaturas de fusión más altas, no son resistentes a la oxidación y por otra parte los cerámicos son demasiado frágiles para ser considerados a pesar de su elevada resistencia mecánica.

Para poder enfrentar la necesidad de nuevos materiales para estas y nuevas aplicaciones, la atención se ha enfocado en materiales como: los cerámicos, los polímeros, los materiales compuestos y en los compuestos intermetálicos.

## 1.1 Los compuestos intermetálicos

Los compuestos intermetálicos tienen el potencial de incrementar las temperaturas máximas de operación por encima de los materiales comúnmente empleados en aplicaciones estructurales a temperaturas moderadas y altas; como se puede ver en la figura 1.2. Este potencial se debe a que son intrínsecamente más fuertes que las aleaciones metálicas y a la capacidad de mantener alta resistencia mecánica a temperaturas elevadas. Por este potencial, además de una baja densidad, una elevada resistencia a la oxidación, carburización y sulfidación es que han sido motivo de extensos estudios durante los últimos 30 años [2-13], especialmente aquellos sistemas basados en Al y Si [14,15].

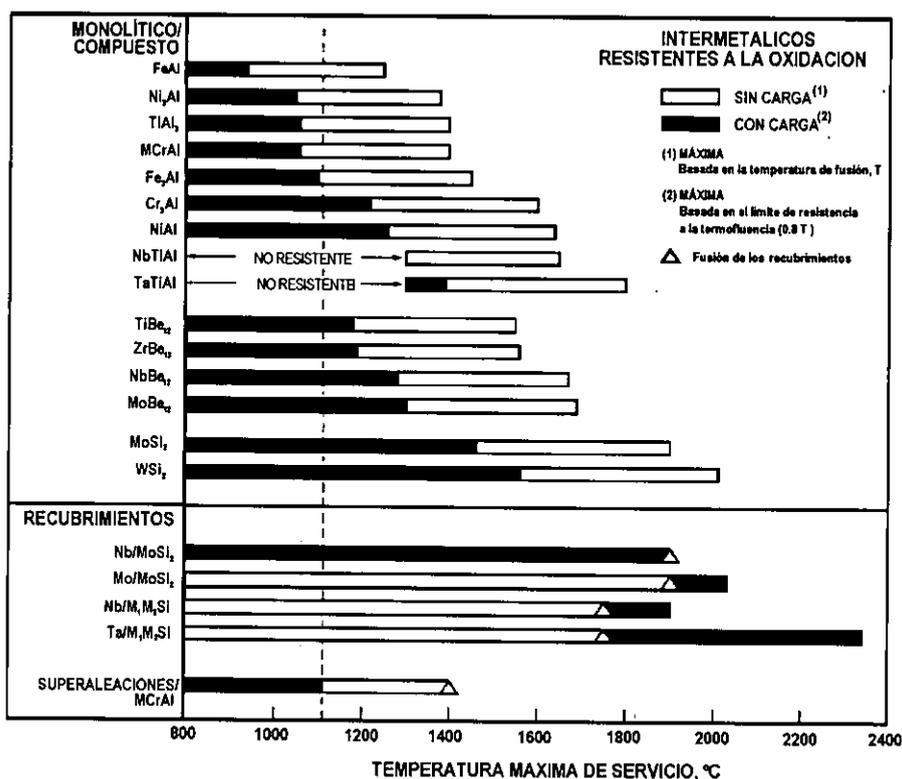


Figura 1.2 Temperaturas de operación de varias aleaciones basadas en sus temperaturas de fusión [16].

Los compuestos intermetálicos ocupan una posición intermedia entre las aleaciones metálicas basadas en solución sólida o endurecidas con partículas de segunda fase y los materiales cerámicos [17]. Los compuestos intermetálicos tienen al menos dos elementos como base, estos existen en rangos estrechos de composición química, alrededor de una composición estequiométrica simple. También, poseen una estructura cristalina ordenada, en donde cada especie atómica ocupa un espacio bien definido en la red cristalina, formando una solución sólida ordenada, como se aprecia en la figura 1.3.

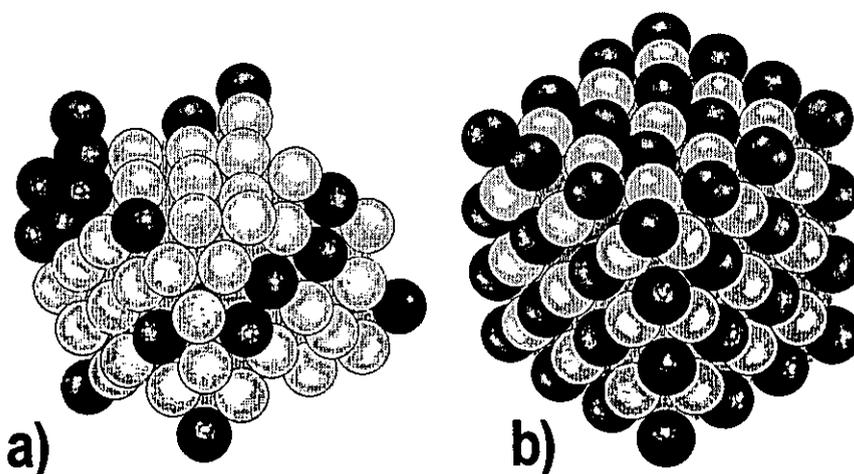


Figura 1.3 Arreglo atómico de: a) aleación convencional y b) compuesto intermetálico ordenado [18].

La estructura cristalina y la simetría tienen algunas consecuencias en las propiedades de estos compuestos. Dentro de estas propiedades se pueden mencionar:

- Capacidad de formar películas de óxidos protectores que proporcionan excelente resistencia a la oxidación y corrosión [19,20]. Generalmente el contenido de Al en estos compuestos es suficiente para formar una película protectora de alúmina sobre la superficie, cuando es expuesta a atmósferas con aire u oxígeno [21]. Esta película de óxido que se forma en los aluminuros de Fe, es la principal responsable de la mejor resistencia a la oxidación,

carburización y sulfidización, aún a temperaturas de 1100 °C.

- Poseen una resistencia mecánica atractiva a temperaturas elevadas. En esta característica influye la estructura ordenada, pues esta inhibe la movilidad de las dislocaciones.
- Poseen una baja densidad combinada con elevados puntos de fusión [14]. Esta menor densidad se debe al alto contenido de Al y Si (10-63% y 7-54% en peso respectivamente) empleados en la fabricación de los compuestos intermetálicos.
- Poseen una alta estabilidad estructural.

Sin embargo, los compuestos intermetálicos generalmente tienen baja ductilidad y un modo de fractura frágil debido a una baja tenacidad, motivo principal de su bajo empleo como materiales ingenieriles. Muchos de los compuestos intermetálicos son tan frágiles que simplemente no pueden fabricarse componentes estructurales útiles. Aún cuando si pudieran fabricarse, su pobre tenacidad a la fractura, limitaría en muchos casos su aplicación como elemento estructural.

Las posibles causas de la fragilidad en los compuestos intermetálicos incluyen:

- Insuficiente número de modos de deformación. Se requieren cinco sistemas de deslizamiento para una deformación homogénea [22].
- Alta resistencia o dureza, resultando en una difícil generación y desplazamiento de las dislocaciones.
- Pobre resistencia al clivaje o baja energía de superficie.
- Deslizamiento planar y deformación localizada.
- Alta sensibilidad a la razón de deformación en función de la temperatura (la cual produce propagación de fractura frágil en las puntas de las grietas.).

- Límites de grano débiles.
- Fragilidad inducida por el medio ambiente. Se considera que esta fragilización involucra la formación de alúmina a partir del metal y el vapor de agua en el ambiente. El hidrógeno generado durante esta reacción difunde al interior de las puntas de las grietas causando la fragilidad [23-33].

El número limitado de sistemas de deslizamiento es una de las causas del comportamiento frágil a temperatura ambiente porque son insuficientes para una deformación plástica global a temperatura ambiente. A alta temperatura, pueden ser activados sistemas de deslizamiento adicionales, pero la movilidad de las dislocaciones es impedida por la necesidad de mantener la estructura ordenada, haciendo el proceso de deformación más difícil [3,48]. Otra consecuencia de la estructura cristalina ordenada de rango amplio, es la menor difusión comparada con los metales, que inhibe el proceso de termofluencia y también aumenta los tiempos de los tratamientos térmicos de homogenización en el estado sólido.

La fragilidad de los compuestos intermetálicos puede ser asociada con factores intrínsecos o en algunos casos a factores extrínsecos. De los factores extrínsecos se sabe que la segregación de impurezas indeseables a los límites de grano causa fragilidad de los mismos [25,34,35]. Estudios recientes, han revelado que la fragilización inducida por el medio ambiente es también una de las causas principales de la baja ductilidad de los compuestos intermetálicos [23-33,36].

El desarrollo exitoso de nuevos materiales basados en los compuestos intermetálicos depende fuertemente del mejoramiento de estas propiedades. Los esfuerzos de mejoramiento de la ductilidad y tenacidad de los compuestos intermetálicos actualmente se intenta por varias rutas: Incrementando el número de sistemas de deslizamiento mediante adiciones de elementos en solución sólida, modificación de la estructura cristalina, reforzamiento de los límites de grano por

microaleación, refinamiento del tamaño de grano y la aproximación a un monocristal [37-42].

Durante los años recientes se ha demostrado que es posible superar los problemas de fragilización de algunos de los compuestos intermetálicos. Los resultados de estas investigaciones han dado como resultado compuestos intermetálicos con ductilidad y resistencia útiles. Algunos ejemplos de esto son los compuestos intermetálicos  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ,  $\text{NiAl}$  y  $\text{TiAl}$  [42-47].

Debido ha esto, se requiere seguir estudiando estos materiales para comprender el comportamiento mecánico de estas aleaciones. Los aluminuros con estructura B2 ( $\text{AuZn}$ ,  $\text{AuCd}$ ,  $\text{MgTi}$ ,  $\text{LiTi}$ ,  $\text{NiAl}$ ,  $\text{CoAl}$  y  $\text{FeAl}$ ) [52], estructura conocida como tipo CsCl, muestran muchas de las ventajas mencionadas anteriormente. Principalmente al alto contenido de Al, 50% atómico en la composición estequiométrica. Las ventajas de una menor densidad y resistencia a la oxidación se ven maximizadas en estas aleaciones de estructura B2. El  $\text{FeAl}$  posee esta estructura y es la aleación motivo del presente estudio.

## **1.2 El sistema Fe-Al**

El diagrama de fases del sistema Fe-Al aún no se encuentra bien definido y se pueden encontrar varias versiones en la literatura [63,75-78]. A pesar de que el diagrama de fases del sistema Fe-Al presenta varios compuestos intermetálicos, sólo el  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y el  $\text{FeAl}$  son los compuestos de interés tecnológico. El diagrama de fases del Fe-Al se muestra en la figura 1.4 [78].

Los límites de fases del  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y el  $\text{FeAl}$  no se conocen con precisión, ya que estos compuestos tienen una estructura cristalina similar, presentan las estructuras

cristalinas ordenadas DO<sub>3</sub> y B2 respectivamente (ambas derivadas de la estructura cristalina bcc). Se presentan dentro del rango de composición de 12.8-37% en peso de aluminio [83].

Cuando la composición no es estequiométrica y es rica en Fe, los átomos de Fe sustituyen a los átomos de Al en la red ordenada, generando defectos de antiestructura [79].

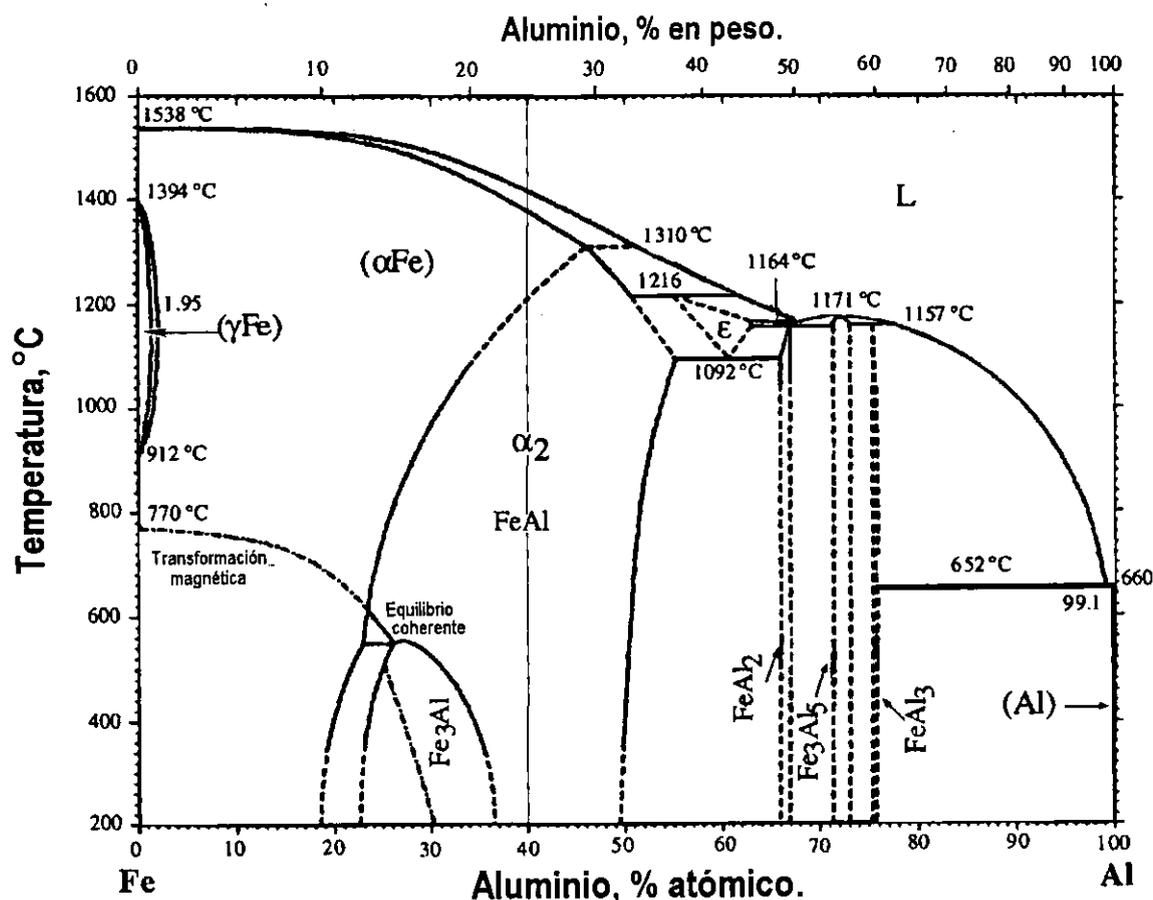


Figura 1.4 Diagrama de fases del sistema Fe-Al [78].

La estructura DO<sub>3</sub> esta construida por ocho celdas unitarias bcc y puede considerarse como 4 celdas interpenetradas fcc. Esta celda fcc tiene 3 átomos de Fe y un átomo de Al en cada sitio de la red, donde los átomos de Fe se localizan en (0,0,0), (½,0,0), (0,½,0) y el átomo de Al en (¼,¼,¼). Esta fase es estable hasta los

540°C y por encima de esta se transforma en la fase B2, Fortum y Mikkola [80] encontraron que adiciones de Mo, Si y Ti incrementan la temperatura de estabilidad en 250°C por arriba de la temperatura de transformación binaria.

La fase B2, motivo de este estudio, esta construida por dos cubos simples interpenetrados, uno de ellos construido por los átomos de Fe y el otro por átomos de Al. A diferencia de la estructura DO<sub>3</sub>, esta fase no sufre transformación durante el calentamiento y permanece ordenada hasta la temperatura de fusión.

El sistema Fe-Al involucra un arreglo complicado de súper-redes. Estas súper-redes fueron estudiadas ampliamente por Bradley y Jay [62]. Cuyo trabajo representa uno de los primeros en iniciar el estudio a fondo de la estructura cristalina de estos compuestos intermetálicos. El compuesto intermetálico FeAl forma una estructura completamente ordenada hasta el punto de fusión del tipo B2 con un cristal de alta simetría, mostrada en la figura 1.5. El FeAl como el acero tiene un sistema de deslizamiento {111} de las dislocaciones a temperatura ambiente pero cambia a {100} a temperaturas elevadas (~450 °C) [64,66]. Estos factores indican que el FeAl debe ser dúctil, sin embargo cuando la aleación es probada a temperatura ambiente en aire la ductilidad es muy baja y la falla ocurre de un modo de fractura mezclado intergranular/clivaje [64].

A pesar de que la estructura B2 existe en un rango de composiciones, debe recordarse que la estructura perfecta B2 sólo existe en la composición estequiométrica (50% atómico) y que las desviaciones de esta composición requieren de un rompimiento en la perfección de la estructura B2.

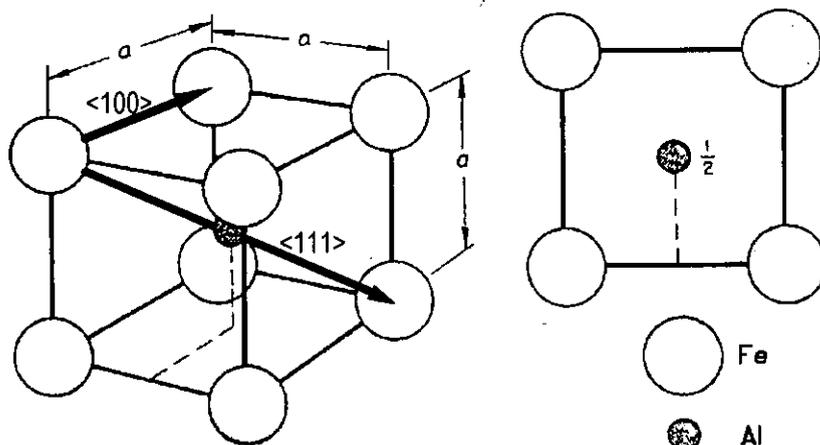


Figura 1.5 Estructura B2 del compuesto FeAl mostrando los vectores de deslizamiento a baja temperatura,  $\langle 111 \rangle$  y para alta temperatura,  $\langle 100 \rangle$  [67].

La aleación FeAl40 es un compuesto rico en hierro que posee características que lo hacen un buen candidato para usos estructurales a alta temperatura. Mantiene una tensión de fluencia de 350-500 MPa a 500 °C disminuyendo a alrededor de 60 MPa a los 827°C [24,64]. En la figura 1.6 se muestra el comportamiento de la tensión de fluencia para el FeAl como función de la temperatura comparada con otros materiales. El FeAl posee un punto de fusión relativamente bajo (1340 °C) y un elevado coeficiente de expansión térmica ( $21 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ). Sus principales ventajas sobre otros compuestos intermetálicos son: Su buena ductilidad (1-5% de deformación a temperatura ambiente), excelente resistencia a la oxidación, bajo costo al contener sólo Fe y Al, baja densidad ( $\sim 6.1 \text{ g/cm}^3$ ) y conservación de materiales estratégicos [17]. También se ha encontrado una notoria sensibilidad al contenido de Al. En particular se ha demostrado que un menor contenido de Al mejora la ductilidad a temperatura ambiente (2% para el FeAl40) [68,69].

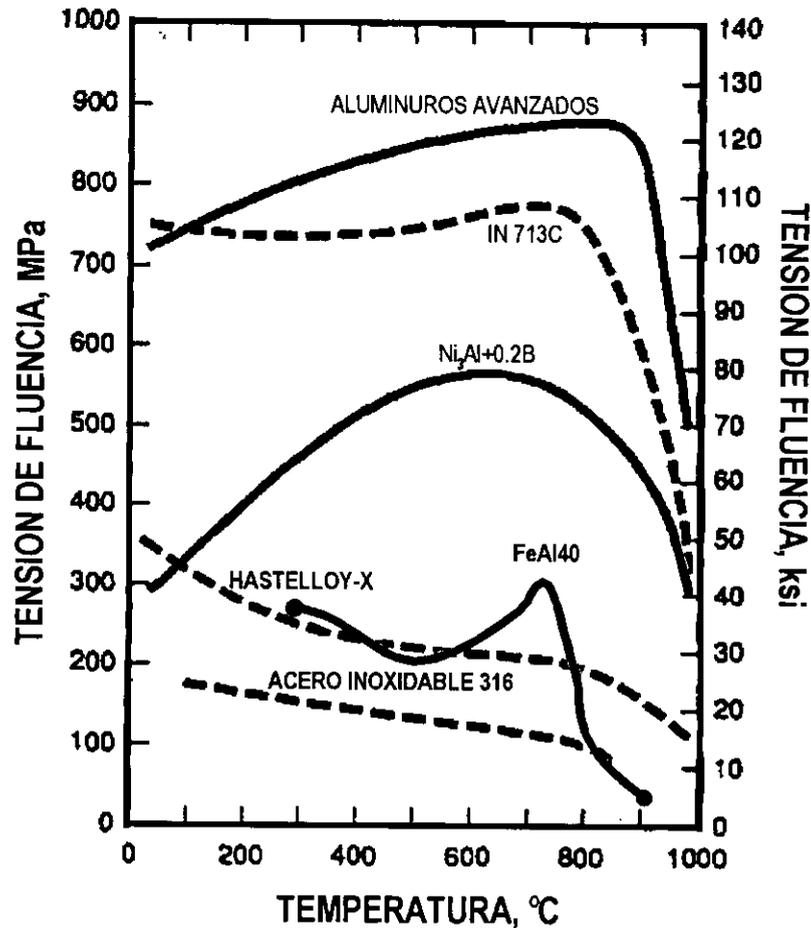


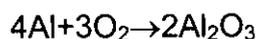
Figura 1.6 Tensión de fluencia del FeAl40 como función de la temperatura, comparada con la de otros materiales [70,71].

Estudios recientes han demostrado el efecto negativo del medio ambiente en la ductilidad. La fractura asistida por el medio ambiente, es tan importante como la fractura en seco. En ciertos ambientes, aún los materiales más tenaces y dúctiles (acero inoxidable y aleaciones de cobre) pueden fallar en servicio sin deformarse significativamente.

Se ha confirmado que la humedad en el ambiente es una de las causas principales de la fragilización de estos compuestos. La fragilización por la humedad ambiental se espera que involucre la reacción [72]:



El hidrógeno liberado produce la fragilización justo en la punta de la grieta provocando la propagación de la misma. Mientras que el mecanismo propuesto para la fragilización ambiental a temperaturas elevadas se asocia con el O<sub>2</sub> presente en el ambiente [73]. El mecanismo involucra la reacción del oxígeno en la superficie, de acuerdo con la reacción:



Recientemente, se han hecho grandes esfuerzos por comprender y mejorar las propiedades mecánicas a través del control de la microestructura, adición de elementos ternarios y mediante el control de los procesos de fabricación. Se ha demostrado que la fragilidad de estos compuestos no se debe a propiedades inherentes al sistema, por lo que se hace necesario profundizar en los mecanismos de deformación y fragilización que se presentan en este tipo de materiales. La ductilidad de los compuestos intermetálicos no sólo está relacionada a la fragilización inducida por el medio ambiente, sino que también a su fragilidad intrínseca. Los mecanismos responsables del efecto benéfico de los elementos de aleación pueden ser atribuidos a la modificación de estos dos factores. La principal esperanza en la ductilización de los compuestos intermetálicos es introducir elementos que fortalezcan la cohesión de las fronteras de grano. Para que sean efectivos estos fortalecedores de la frontera de grano, deben concentrarse en los límites de grano. Hasta ahora sólo el B ha mostrado efectos prometedores, junto con la desviación de la estequiometría de los compuestos intermetálicos.

La posible ductilización de este compuesto intermetálico permitiría su aplicación en usos estructurales con los beneficios económicos inherentes a la sustitución de materiales por uno más barato y de menor densidad, manteniendo las propiedades mecánicas y la resistencia a la oxidación. Dentro de las posibles aplicaciones de este material se encuentran [74]: material estructural sometido a temperaturas de

500-800 °C, sistemas de sales fundidas, sistemas de escape automotrices, calentadores de inmersión, intercambiadores de calor, cámaras de conversión catalítica, sistemas de conversión química y sistemas similares.

### **1.3 Comportamiento Mecánico de los Aluminuros de Hierro.**

La ductilidad, la maleabilidad y otras propiedades mecánicas de los materiales están relacionadas con la capacidad de fluir plásticamente bajo un esfuerzo. Los compuestos intermetálicos generalmente presentan alta dureza y pobre ductilidad a temperatura ambiente, pero muestran una mayor ductilidad a temperaturas suficientemente altas.

Existe un grupo de variables metalúrgicas que tienen efecto sobre la fenomenología de la deformación plástica, dentro de estas se pueden mencionar:

*Temperatura.-* Influye en la tensión de fluencia, respuesta al flujo plástico, densidad de dislocaciones, transición orden / desorden, transición de planos de deslizamiento y modo de deformación. Los modos de deformación en los compuestos intermetálicos muestran deslizamiento como en los metales puros e interacción de las dislocaciones con los átomos de soluto y procesos de difusión.

*Velocidad de deformación.-* Los compuestos intermetálicos son sensibles a la velocidad de deformación, en algunos casos se muestra un incremento de la ductilidad a velocidades de deformación del orden de  $1 \text{ s}^{-1}$  [48-50]. El incremento en la ductilidad en los compuestos intermetálicos frecuentemente se ve acompañado por un cambio en la morfología de la fractura. El cambio es atribuido a la inhibición de la fragilización ambiental en este rango de velocidades de deformación. Una mayor velocidad de deformación ofrece una trayectoria útil para el formado de algunos sistemas intermetálicos. Esto es relevante porque los métodos de formado a



En el desarrollo de las aleaciones FeAl como materiales estructurales, es necesario un profundo conocimiento del deslizamiento y de las propiedades de deformación. Especialmente, es necesario controlar las características de fortalecimiento. Las propiedades mecánicas de los aluminuros de hierro se ven afectadas por el endurecimiento por exceso de vacancias, así como por la dependencia positiva de la tensión de fluencia con la temperatura.

Los aluminuros de hierro muestran una dependencia positiva de la tensión de fluencia con la temperatura [81,82] sobre un rango amplio de la concentración de aluminio, sin tomar en cuenta el estado de ordenamiento.

Para la estructura B2 el comportamiento es similar que para los metales puros con estructura bcc [84-86]. Dependiendo de la temperatura, la dirección de deslizamiento es  $\langle 111 \rangle$  y los planos activos de deslizamiento pueden ser (110), (221), (321) [52]. La dirección reportada para los compuestos intermetálicos con estructura B2; AuZn, AuCd, MgTi y LiTi es  $\langle 100 \rangle$  [52].

Una superdislocación con el vector de Burgers  $\langle 111 \rangle$  se disocia en cuatro dislocaciones de súper-red en el  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y en dos dislocaciones de súper-red en el FeAl para reducir la energía intrínseca de la dislocación, donde  $a$  es el parámetro de red. Las dislocaciones parciales disociadas tienen  $b=a/4\langle 111 \rangle$  en el  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y  $b=a/2\langle 111 \rangle$  y están rodeadas por fronteras de antifase (FAFs) [84-92]. A mayor temperatura, ocurre una transición de deslizamiento de  $\langle 111 \rangle$  a  $\langle 100 \rangle$  [93-96]. En algunos aluminuros con estructura B2, como el NiAl y el CoAl [97-99], son activadas las dislocaciones en  $\langle 100 \rangle$  en lugar de  $\langle 111 \rangle$  debido a que su energía de activación es alta y por lo tanto, la disociación no es favorable energéticamente.

Sin embargo, es indeseable que la energía de las FAF aumente con el incremento de temperatura en el FeAl. En realidad, se ha encontrado que la energía de las FAF disminuye a temperaturas elevadas [100]. La transición en el modo de deslizamiento

está gobernado por el incremento en la resistencia al deslizamiento de las dislocaciones en  $\langle 111 \rangle$ . Por lo tanto, es necesario un conocimiento detallado del deslizamiento  $\langle 111 \rangle$  para comprender las propiedades de resistencia de los aluminuros de hierro.

La capacidad de deformación plástica de los materiales se ve afectada por el endurecimiento del mismo, por lo que es importante conocer los mecanismos de endurecimiento de los compuestos intermetálicos. Los mecanismos de endurecimiento de los compuestos intermetálicos incluyen:

### **1.3.1 ENDURECIMIENTO POR SOLUCIÓN SÓLIDA**

Los factores espaciales, cristalográficos y electrónicos de la estructura ordenada de los compuestos intermetálicos son afectados de una manera similar a la que ocurre en metales puros por la adición de elementos en solución sólida. Algunos casos estudiados [70-72], son los elementos sustitucionales, deformación de la red, microaleación e impurezas intersticiales.

### **1.3.2 ENDURECIMIENTO POR EXCESO DE VACANCIAS.**

Los aluminuros de hierro contienen una alta concentración de vacancias térmicas a temperaturas altas. Esta concentración aumenta con el incremento de aluminio [101-105]. La entalpía de formación de las vacancias es de 0.9-1.2 eV, que es muy similar a la de los metales puros. En contraste, la entropía de formación de vacancias es extremadamente alta ( $S=6k_B$ , donde  $k_B$  es la constante de Boltzman) [106,107]. Esta es la razón de la alta concentración de vacancias a temperaturas elevadas. Adicionalmente, los aluminuros de hierro tienen entalpías de migración de vacancias más grandes, 1.5-1.8 eV [106,107]. Entonces, la mayoría de las vacancias térmicas son retenidas fácilmente durante un enfriamiento rápido. Contrastando con los metales puros, cuya entalpía de formación es más grande o igual a la entalpía de migración. Consecuentemente, la concentración en exceso de vacancias muestra la

misma dependencia con la concentración de aluminio que la mostrada por las vacancias térmicas [101,108]. Ha sido reportado que las vacancias formadas en el FeAl B2 se forman predominantemente en la subred del hierro, junto con una alta concentración uniforme de átomos en antisitios sobre cualquiera de las dos subredes [105,109-112].

El endurecimiento por exceso de vacancias es importante a temperaturas bajas en las aleaciones de Fe-Al, particularmente en las de estructura B2. A partir de que Nagpal y Baker reportaron la dependencia de la dureza con la composición y la velocidad de enfriamiento se ha dado gran interés en este fenómeno [113]. Este fenómeno fue reportado primero por Rieu y Goux [114]. Ellos revelaron que un FeAl B2 enfriado rápidamente desde temperaturas elevadas, retiene una alta concentración de vacancias térmicas y que estas aumentan la dureza del FeAl B2. Debido a que la concentración en exceso de vacancias aumenta con el incremento del contenido de aluminio, las propiedades de resistencia del aluminuro de hierro poseen una fuerte dependencia de la composición, aún si las muestras tienen la misma historia térmica [101,113-115]. Además, hay una relación lineal entre la dureza y la raíz cuadrada de la concentración de vacancias en exceso [101]. El aumento en la dureza induce un incremento de la tensión de fluencia y la tensión de corte crítica [116-119].

En monocristales homogeneizados de Fe-33 y 44 %Al, deformados a temperatura ambiente en condiciones de tensión [120], muestran deslizamiento de Lüders. El deslizamiento es heterogéneo por el endurecimiento generado por el exceso de vacancias.

El efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la dureza no es tan marcado a concentraciones de aluminio menores de 35% [113]. Los resultados de las propiedades de tensión de monocristales muestran un efecto marcado de la

velocidad de enfriamiento aún para el Fe-33Al. Por otra parte, los monocristales con una reducción de vacancias térmicas son relativamente dúctiles. Elongaciones de más de 30% fueron observadas a temperatura ambiente en monocristales de FeAl, [121] pero elongaciones tan altas no han sido obtenidas en policristales.

### 1.3.3 ENDURECIMIENTO SECUNDARIO.

Mientras que la concentración de vacancias en exceso es disminuida por un recocido intermedio [113,114,122], la reducción de estas vacancias resulta en varios defectos. Hay aproximadamente cuatro clases de defectos: Falla plana compleja (FPC) en el plano (100), FAF en el plano {111}, superdislocaciones en  $\langle 111 \rangle$  y dislocaciones en  $\langle 100 \rangle$ . Las FPCs son una falla plana que tienen FAF y fallas de apilamiento (FA) y sólo han sido observadas en aleaciones FeAl<sub>35</sub> con adiciones de boro [123]. Lamentablemente, la estructura atómica y los mecanismos de formación de las FPCs no son aún bien comprendidos. Las FAF en (111) han sido observadas en aleaciones con contenidos de 35-42%Al [105,123-125].

La formación de las FAF durante tratamientos térmicos a temperaturas intermedias, es interpretada como el resultado de la contracción de la red por la reducción de vacancias en los planos (111) [103]. Esta formación de FAF implica que la energía es más baja en el plano (111) que en cualquier otro plano, esta implicación esta en buen acuerdo con los resultados de Flinn [87]. El tamaño, distribución y planaridad de las FAFs son afectadas por los elementos aleantes [103].

En las aleaciones FeAl<sub>40</sub> [124] y FeAl<sub>42</sub> [a115,126] se han observado superdislocaciones, pero no así FPCs. Se han encontrado cavidades, formadas probablemente por aglomeración de cavidades, así como dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  o  $\langle 100 \rangle$  en FeAl<sub>43</sub> [126] y en FeAl<sub>45</sub>Ni<sub>0.1</sub> [127]. A composiciones cercanas a la estequiométrica son predominantes las dislocaciones  $\langle 100 \rangle$ . Estas observaciones indican que el tipo de defectos formados por la disminución de vacancias depende

de la concentración de aluminio así como de la historia térmica. El aumento en la concentración de defectos secundarios induce un incremento en las tensiones residuales. Por lo tanto, la tensión de fluencia también es incrementada por estos factores, pero es más sensible al endurecimiento por exceso de vacancias que por endurecimiento secundario [128].

### **1.3.4 EFECTO DE ELEMENTOS TERNARIOS.**

El modo de fractura de las aleaciones policristalinas FeAl depende de la concentración de aluminio. En general, el Fe<sub>3</sub>Al y el FeAl rico en hierro (con menos del 40% de aluminio) presentan fractura de modo transgranular. El Fe<sub>3</sub>Al tiene buena ductilidad y muestra deformaciones de ~12% a temperatura ambiente bajo condiciones de vacío, pero es fragilizada por el medio ambiente [129,130]. En las aleaciones de FeAl la resistencia al clivaje es disminuida por la presencia de hidrógeno, promoviendo el modo de fractura transgranular. McKamey y otros investigadores encontraron que la fragilización ambiental puede ser aliviada en algún grado mediante adiciones de cromo [131,132].

Las aleaciones de FeAl con contenidos mayores a 40% de aluminio tienen el modo de fractura transgranular y son menos dúctiles que el Fe<sub>3</sub>Al. El FeAl policristalino es también menos sensible al efecto ambiental como resultado de su poca resistencia intrínseca de cohesión [133]. Sin embargo el FeAl muestra una relativa buena ductilidad a altas velocidades de deformación (10 a 100 s<sup>-1</sup>) a pesar de fracturar intergranularmente [134], sugiriendo que el FeAl policristalino también es afectado por el medio ambiente. La fragilización ambiental del FeAl ha sido comprobada usando monocristales [135]. El endurecimiento por exceso de vacancias también induce una fragilización drástica del material [116,119]. Para inhibir la fragilización por exceso de vacancias, se ha estudiado el efecto de elementos aleantes (Cu, Ni, Co, Mn, Cr, y Ti) sobre el endurecimiento. [136,137] Aunque la adición de un tercer

elemento alivia el endurecimiento por exceso de vacancias este se ve acompañado por endurecimiento por solución sólida, lo cual reduce la elongación aún cuando el modo de fractura cambia de intergranular a transgranular [138].

### **1.3.5 ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN**

Los aluminuros de hierro tienen altas razones de endurecimiento por deformación (1-10 GPa) [118,139-142]. Generalmente, las aleaciones ordenadas tienen razones de endurecimiento por deformación más altas que las aleaciones desordenadas, debido a la interacción de las FAF con las dislocaciones [87,143]. Leamy y Kayser [88] describieron esquemáticamente el proceso de interacción FAF - dislocación en una super-red  $DO_3$  y discutieron la contribución de los dominios de antifase (DAFs) a la tensión de fluencia del  $Fe_3Al$ . Posteriormente, el endurecimiento por deformación del  $Fe_3Al$  fue interpretado en términos de energías de FAFs [89]. Basados en observaciones recientes de Yoshimi et. al. en el microscopio electrónico de transmisión, el bloqueo de FAF [142] y la formación de tubos de FAF se considera que aumentan el endurecimiento por deformación en el  $FeAl$ . En contraste, el exceso de vacancias reduce la razón de endurecimiento por deformación.

### **1.3.6 DEPENDENCIA POSITIVA CON LA TEMPERATURA DE LA TENSIÓN DE FLUENCIA.**

Desde los 50's se ha observado una dependencia creciente de la tensión de fluencia con la temperatura en varios compuestos intermetálicos. En el caso de los aluminuros de hierro, es bien sabido que el  $Fe_3Al$   $DO_3$  presenta un comportamiento anómalo en la tensión de fluencia relacionado con la transformación cristalina  $DO_3 \rightarrow B2$  [145,170-172]. El comportamiento anómalo del  $FeAl$   $B2$  no fue revelado hasta hace poco tiempo, debido a que el endurecimiento por exceso de vacancias enmascaraba su presencia [146].

El primer indicio del comportamiento anómalo de la tensión de fluencia en FeAl B2 fue encontrado en la aleación Fe-Al37-2Ni en 1987 [147]. Posteriormente, también se encontró un comportamiento anómalo en la aleación policristalina Fe-Al40+B [148] y en la aleación Fe-40Al policristalina con granos grandes y alargados solidificada direccionalmente [149].

Desde los trabajos realizados por J. Guo et al. [148-151], este comportamiento inusual de la tensión de fluencia ha llegado a ser uno de los tópicos más discutidos de las aleaciones FeAl B2. Como se ha visto, la dependencia positiva de la tensión de fluencia con la temperatura en el FeAl no se presenta a temperaturas bajas y se presenta a temperaturas intermedias. En los trabajos realizados por Kyosuke y Hanada [121,151], para aleaciones con ~40%Al la temperatura de inicio del incremento de la tensión de fluencia ( $T_1$ ) con el incremento en la temperatura se encuentra entre  $0.37T_c$  ( $0.35 T_m$ ) y  $0.44T_c$  ( $0.41 T_m$ ), y la temperatura pico se encuentra entre  $0.51T_c$  ( $0.47 T_m$ ) y  $0.59T_c$  ( $0.55T_m$ ), donde  $T_c$  es la temperatura absoluta de transformación B2→A2 y  $T_m$  la temperatura de fusión en el diagrama de fases [152].

La tensión de fluencia de la aleación FeAl25.8 también muestra un pico simple. Sin embargo, la temperatura pico situada justo por encima de  $T_c$  y debería estar por debajo de  $T_c$ . Esto sugiere que la anomalía en la tensión de fluencia no solo es inducida por la transformación de fases sino que hay otras causas. Las temperaturas pico han sido reportadas por varios autores [96,100,121,145-151,153-163]. La anomalía en el comportamiento de la tensión de fluencia puede observarse en todo el rango de concentraciones de aluminio. Para las aleaciones con contenidos menores a 30% de aluminio los datos para  $T_p$  se localizan alrededor de los 800 K con una dispersión pequeña. Las transformaciones de primer orden y segundo orden ( $DO_3/B2$ ) son reconocidas como una de las posibles causas de la buena reproducibilidad de las temperaturas pico a bajas concentraciones de aluminio. Sin

embargo, a concentraciones mayores a 30% Al, pocos datos para aleaciones binarias se sitúan por encima de la temperatura de transformación [100,150,161]. Las temperaturas pico observadas no están asociadas con la transformación de fase. En estudios realizados con monocristales [151], se encontró que la  $T_p$  está asociada con la temperatura de transición de sistemas de deslizamiento. Más aún, el sistema de deslizamiento  $\langle 111 \rangle$  es activado predominantemente en las primeras etapas de la deformación plástica hasta la  $T_p$  y la dirección de deslizamiento cambia a  $\langle 100 \rangle$  durante la deformación a  $T_p$  [164].

Todos estos resultados indican que la anomalía en la tensión de fluencia es inducida por el incremento en la resistencia al deslizamiento de las dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  conforme aumenta la temperatura. Por lo tanto, se espera que opere un mecanismo común de endurecimiento diferente a la transformación de fase sobre las superdislocaciones en todo el rango de composiciones, independiente del estado de ordenamiento. Mientras que la tensión de fluencia es gobernada por la tensión de corte crítica por encima de  $T_p$  en el deslizamiento  $\langle 111 \rangle$ ,  $T_p$  está determinada por la intersección de las curvas de tensión de fluencia versus la temperatura para el deslizamiento en  $\langle 111 \rangle$  y  $\langle 100 \rangle$ . Por encima de  $T_p$ , la tensión de fluencia disminuye rápidamente, indicando un debilitamiento drástico de la tensión de deslizamiento de  $\langle 100 \rangle$ . De acuerdo con esto, aumentando la resistencia al deslizamiento en  $\langle 100 \rangle$  debería mejorar la resistencia a temperaturas elevadas. Para la fase ordenada  $DO_3$  deber ser posible incrementar la temperatura de transformación  $DO_3 \rightarrow B2$ . Las adiciones de Ti y Mo son efectivas en modificar el desempeño del  $Fe_3Al$  a temperaturas elevadas [165].

Para explicar la anomalía de la tensión de fluencia en el  $FeAl$  se presentaron varios modelos: anclamiento de deslizamiento cruzado (ADC) [100], bloque de escalamiento local (BEL) [166,167] y endurecimiento por vacancias [168]. En los dos primeros modelos se apunta a preferencias energéticas debido a la anisotropía de la

energía de la FAF. La recuperación se activa gradualmente conforme se aumenta la temperatura por encima de  $T_1$ , haciendo evidente la aceleración de la difusión atómica en este rango de temperaturas [164]. En cualquier caso, el cambio en la estructura interna de las superdislocaciones  $\langle 111 \rangle$ , incluyendo la interacción de estas con las vacancias, genera una fuerza de anclamiento en contra del movimiento de las dislocaciones. Un mecanismo concluyente de la anomalía en la tensión de fluencia aún no ha sido establecido.

La cohesividad de las fronteras de grano tiene un papel importante en el comportamiento plástico de los compuestos intermetálicos policristalinos. El endurecimiento de la frontera de grano en las aleaciones ricas en el elemento más reactivo [52], está relacionado con la concentración de oxígeno y/o nitrógeno en la frontera de grano.

El endurecimiento por exceso de vacancias es una propiedad intrínseca de los aluminuros de hierro y reduce su ductilidad, especialmente en el FeAl B2. No ha sido propuesto ningún método que alivie la fragilización por exceso de vacancias. Tampoco hay una interpretación convincente del endurecimiento por exceso de vacancias en los aluminuros de hierro. En el  $\text{Fe}_3\text{Al}$  el endurecimiento por exceso de vacancias es menos severo que en el FeAl, aunque la menor densidad del FeAl es más atractiva para aplicaciones estructurales. Los aluminuros de hierro presentan una dependencia positiva con la temperatura de la tensión de fluencia en todo el rango de concentraciones de aluminio independiente del estado de ordenamiento. La resistencia al deslizamiento en  $\langle 111 \rangle$  se incrementa con la temperatura y aún no se presenta un mecanismo físico concluyente de este fenómeno. Entonces, el incremento en la resistencia al deslizamiento en  $\langle 100 \rangle$  debe ser considerado como una ruta de mejorar la resistencia a temperaturas altas en los aluminuros de hierro.

## **1.4 Materiales compuestos de matriz intermetálica.**

El uso de partículas dispersas para mejorar las propiedades mecánicas de los metales a temperaturas elevadas fue reportada para el tungsteno con adiciones de torio en 1910 por Coolidge [53]. Una aleación sinterizada de polvos de aluminio fue desarrollada en 1952 por un grupo de investigadores suizos, esta fue la primera aleación endurecida con partículas dispersas de óxido [54]. El principal logro de este trabajo, fue la incorporación de partículas dispersas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en la matriz de polvos de aluminio. Una de las características importantes de estos materiales endurecidos por adición de partículas dispersas, fue el incremento de las propiedades mecánicas con el incremento del contenido de las partículas hasta 12-15% en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

En 1970, Benjamin [55] reportó el empleo de la técnica de aleación mecánica en la fabricación de una superaleación endurecida por dispersión de partículas de óxido. Desde entonces se han sintetizado una gran variedad de materiales endurecidos con diferentes tipos de partículas dispersas, conocidos como materiales compuestos de matriz metálica ó matriz intermetálica.

La resistencia mecánica a alta temperatura y la estabilidad térmica asociada con estos materiales, generalmente se derivan de la presencia de partículas de óxidos refractarios ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_2\text{O}$ , etc.) con tamaños menores a  $0.1 \mu\text{m}$ , las cuales deben ser distribuidas uniformemente en la matriz del producto consolidado. En el caso estudiado por Feng y Michel [56] no encuentran diferencias microestructurales entre los materiales tratados por HIP o forja de  $\text{MoSi}_2+\text{SiC}_p$  y también observaron la emisión de dislocaciones desde la intercara  $\text{MoSi}_2/\text{SiC}_p$ . Así como una distribución heterogénea de las dislocaciones. La morfología de la estructura de las dislocaciones las dividen en tres grupos: a) individuales, b) arreglos y c) redes.

Los resultados de los estudios de N. Hansen et. al. [57] sugieren que la presencia de las partículas de refuerzo afecta significativamente la recuperación y recristalización, especialmente en los materiales compuestos de base Al. En esta dirección se han desarrollado los materiales compuestos de matriz intermetálica, como una alternativa de materiales estructurales del futuro [58]. Se espera que los refuerzos mejoren las propiedades mecánicas de la matriz intermetálica, tanto a baja temperatura como a alta temperatura [59]. Esta mejora es probable que sea producida mediante varios mecanismos:

Una segunda fase más frágil genera intercaras, a lo largo de las cuales, las grietas pueden ser desviadas. Resultando en un incremento en la energía de propagación de las mismas. Las partículas proveen un medio de inhibir el movimiento de las dislocaciones y/o la migración de los límites de grano.

El FeAl40 es susceptible de reforzarse con partículas de alúmina, aumentando su resistencia a alta temperatura [60]. El  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presenta una buena compatibilidad con el FeAl40 debido principalmente a la estabilidad química de la interfase, aunque presenta problemas de incompatibilidad en el coeficiente de expansión térmica [61].

### ***1.5 Fronteras de grano en los metales.***

Desde el descubrimiento del efecto benéfico del B en el incremento de la ductilidad del intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [173,174], se ha despertado un gran interés en estudiar los fenómenos en las fronteras de grano [175,176]. Es necesaria entonces una revisión de la teoría generada alrededor de las fronteras de grano.

El estudio de los micromecanismos de la fractura de las fronteras de grano en los metales y aleaciones tiene una fuerte influencia metalúrgica. Los principales objetivos de estos estudios son asistir en:

- Eliminar material que fallaría prematuramente.
- Desarrollar materiales más fuertes y menos susceptibles a fallas en servicio.
- Proporcionar una guía de fabricación y operación de estructuras altamente tensionadas.
- Desarrollar modelos físicos en ingeniería de modos de fractura para ser usados en ingeniería de diseño y análisis de seguridad.

Casi todos los modos de fractura en los metales (elástico, coalescencia de poros, ambiental, fatiga y termofluencia) pueden seguir las trayectorias marcadas por las fronteras de grano. Las fronteras de grano son una fuente de debilidad en condiciones de termofluencia. En los metales, las formas de fractura dependen de manera crítica del delicado balance entre la separación atómica en el campo de tensiones en la punta de la grieta y la disipación de la tensión por deformación plástica.

Algunas fronteras de grano inherentemente tienen una baja resistencia de cohesión, como las de metales-sólidos iónicos y metales-sólidos divalentes.

Algunas fronteras de grano de compuestos intermetálicos son inherentemente débiles. Por lo que se han desarrollado esfuerzos considerables en tratar de superar el problema que ha retrasado la introducción de toda esta nueva gama de aleaciones refractarias resistentes a la oxidación [191].

Cualquier frontera puede ser descrita por un plano particular del cristal 1 que es colocado sobre otro plano particular del cristal 2 en el plano de la frontera y esta es formada por la unión de dos granos monocristalinos en un agregado policristalino. En 1940, Burgers [192] presentó su modelo de la frontera de grano conocido como

el modelo de dislocación, este se ilustra esquemáticamente en la figura 1.8. En el se mostraba por primera vez que los campos de deformación elástica asociados con dislocaciones podrían acomodar la desorientación entre dos granos.

La frontera mostrada en la figura 1.8 es simétrica y de bajo ángulo, presenta una red cúbica simple con parámetro de red  $b$  y consiste de dislocaciones de borde espaciadas homogéneamente a una distancia  $d$ . El vector de Burgers de cada dislocación es de magnitud  $b$ . Para valores pequeños de  $\theta$ , la desorientación entre los dos granos esta dada por:

$$\theta = b/d$$

Para valores de  $\theta > 15^\circ$  el modelo pierde su significado físico, porque en estas condiciones, las dislocaciones están tan cerca que los campos de desplazamiento elástico pierden sus características.

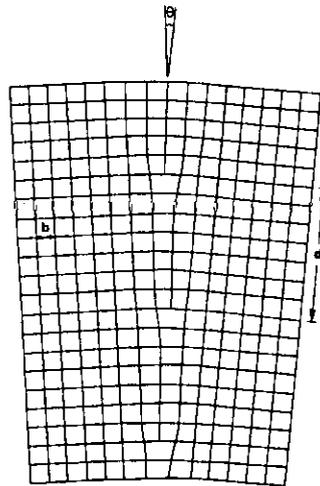


Figura 1.8 Esquema del modelo de dislocación de Burgers [192] de una frontera simétrica de bajo ángulo en una red cúbica simple con parámetro de red  $b$ . La proyección es en la dirección  $\langle 100 \rangle$  y es paralela al eje de rotación de la desorientación.

La frontera esta caracterizada por los grados de libertad macroscópicos y mesoscópicos [177]. En su forma ideal, la frontera es planar y esta definida por la

desorientación de los granos en ambos lados de la frontera (dos grados de libertad para el eje de desorientación y uno para el ángulo de desorientación) y el plano de la interfase (dos grados de libertad). El movimiento del cuerpo rígido de manera paralela perpendicular al plano de la frontera comprende tres grados de libertad [177]. Las fronteras, en general no son planas y pueden mostrar una curvatura congruente con la energía del sistema. Es práctica común describir las fronteras de grano por la desorientación de un grano con respecto a otro. Es conveniente el uso de la notación eje-ángulo para determinar el eje de rotación,  $u$  y el ángulo de rotación,  $\theta$ , necesarios para transformar uno en otro. Se consideran dos redes cristalinas desorientadas una respecto de la otra y se permite la interpenetración. En la figura 1.8,  $u$  es normal a la superficie del papel.

A ciertos pares de eje-ángulo las redes forman patrones especiales caracterizados por la notación del modelo de redes de sitios de coincidencia (RSC, o bien CSL en inglés). En una desorientación hay coincidencia entre una fracción de los átomos de ambas redes. El recíproco de la fracción de átomos en coincidencia en la red es conocido como el valor  $n$  y la desorientación se indica como  $\Sigma n$ . En la figura 1.9 se muestra una frontera de grano con  $\Sigma 3$ .

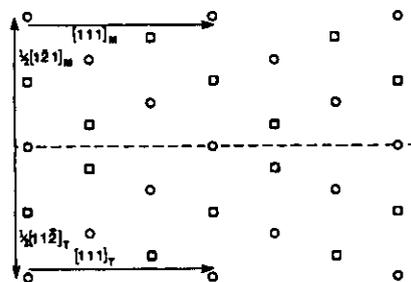


Figura 1.9 Frontera de grano con  $\Sigma 3$ .

El valor de  $n$  siempre es impar y para fronteras de grano inclinadas simétricamente (fronteras donde el plano contiene el eje de rotación y bisecta el ángulo de rotación).

El valor de  $n$  puede ser calculado conociendo el plano de la frontera ( $hkl$ ).

$$n = h^2 + k^2 + l^2 \quad \text{Para } h^2 + k^2 + l^2 = \text{impar y}$$

$$n = \frac{1}{2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad \text{Para } h^2 + k^2 + l^2 = \text{par}$$

para inclinación asimétrica de la frontera de grano,  $n$  puede ser calculada de:

$$n = (h^2 + k^2 + l^2)_1 / (h^2 + k^2 + l^2)_2$$

Donde los subíndices 1 y 2 indican los planos de los granos que generan la frontera de grano. Debe enfatizarse que la notación de RSC es geométrica solamente y desprecia el plano de la frontera de grano y los grados de libertad mesoscópicos. Consecuentemente, no debe esperarse que las propiedades macroscópicas deben correlacionar necesariamente con el valor de  $\Sigma n$ . Sin embargo, hay evidencia de que esta correlación existe para algunas propiedades.

Las fronteras de granos se agrupan en categorías como: Bajo y alto ángulo, giradas e inclinadas y especiales y aleatorias. La primer categorías esta basada en la estructura y en criterios de energía mientras que las últimas dos categorías se basan estrictamente en criterios de naturaleza geométricos. Por convención [178], para cristales cúbicos se consideran fronteras de ángulo bajo cuando  $\theta < 15^\circ$  y de ángulo alto cuando  $\theta > 15^\circ$ , este es el ángulo al cual no es posible discernir bien la separación de las dislocaciones que forman la frontera [179].

Estrictamente hablando, las fronteras especiales son fronteras que tienen valores bajos de  $\Sigma n$  y exhiben propiedades especiales, estas se presentan en ángulos bien definidos [180]. Pero ha sido mostrado que fronteras con valores cercanos y exactos a la desorientación  $\Sigma n$  pueden mostrar propiedades similares. El rango del ángulo  $\Delta\theta_c$  en que se acepta que la frontera muestra un comportamiento similar a  $\Sigma n$ , normalmente se calcula como:

$$\Delta\theta_c = \Delta\theta_o \Sigma^{-m}$$

Dónde  $\Delta\theta_0$  es un ángulo constante, fijada por Brandon [178] y  $m$  es un coeficiente de ajuste.

En la tabla 1.1 se da una lista de los criterios que han sido propuestos en la literatura [178, 181-183]. De entre estos, el más ampliamente empleado es el criterio de Brandon [178].

Tabla 1.1 Criterios para la aceptación de ángulos.

$\Delta\theta_0$	$m$	Referencia
15	-1/2	Brandon
-	-2/3	Pumphrey
-	-1	Yshida y McLean
-	-5/6	Palumbo y Aust

No todas las fronteras que reúnen estos requisitos muestran las propiedades especiales. En general, las fronteras especiales son aquellas fronteras con  $\Sigma \leq 29$  [184]. Otras fronteras, incluyendo  $\Sigma > 29$  son consideradas aleatorias. Esta separación de fronteras especiales y aleatorias a  $\Sigma = 29$  ha sido deducida sobre la base de experiencia de correlacionar fracciones especiales con propiedades especiales ( $1 \leq \Sigma \leq 29$ /número total de fronteras) [184]. La distribución de fronteras como función de  $\Sigma$  es llamado el carácter de distribución de las fronteras de grano. La correlación de las propiedades con  $\Sigma$  es problemática en primera instancia, por ejemplo, a  $\Sigma = 3$  las maclas coherentes siempre tienen propiedades especiales, mientras que las maclas incoherentes no las presentan a este mismo valor de  $\Sigma$ . La diferencia entre estos dos casos es por supuesto el plano de la frontera de grano. Randle [185] en una revisión reciente de la literatura con relación al papel de la frontera de grano en policristales cúbicos encontró una correlación del plano de la frontera de grano con la segregación, precipitación, energía, y fractura. Ese trabajo

indica que la caracterización de la desorientación es necesaria pero no es suficiente para realizar una correlación detallada con las propiedades.

La asignación de los valores de  $\Sigma$  a fronteras específicas se realiza en acuerdo con el método desarrollado por Kokawa et. al. [186] y Lim y Raj [187]. Este método requiere la evaluación del valor de  $\Delta\theta$ , que corresponde al ángulo de desviación más cercano a la orientación de coincidencia exacta de una frontera en particular, donde  $\Delta\theta$  se define a continuación. Cuando los ángulos de desviación de los ejes de rotación y el ángulo de rotación de una orientación de coincidencia exacta son  $\Delta\theta_1$  y  $\Delta\theta_2$  respectivamente,  $\Delta\theta$  está dado aproximadamente por:

$$\Delta\theta = 2 \tan^{-1} (\tan^2(\Delta\theta_1/2) + \tan^2(\Delta\theta_2/2))^{0.5}$$

De acuerdo con el criterio de Brandon [188] el ángulo de desviación máxima que puede ser acomodado por una frontera está dado por:

$$\Delta\theta_c = 15(\Sigma)^{-0.5} \text{ (en grados)}$$

El criterio de Brandon no es solo una fórmula empírica [189] esta puede ser derivada basándose en la correlación entre el vector de Burgers de las dislocaciones de frontera de grano y el valor de  $\Sigma$  de las fronteras cercanas de coincidencia.

Por lo tanto, el parámetro  $\Delta\theta/\Delta\theta_c$ , [190] puede ser usado como criterio para determinar la ocurrencia de coincidencia con  $\Delta\theta/\Delta\theta_c$  menor o igual a 1, indicando que la asignación de un  $\Sigma$  es válida. Inversamente, si  $\Delta\theta/\Delta\theta_c > 1$  la frontera se considera como una frontera aleatoria.

Un estudio reciente de la distribución del carácter de las fronteras de grano en FeAl [193] muestra una correlación entre esta y la fractura intergranular.

## **1.6 Nuestro caso de investigación**

Los compuestos intermetálicos FeAl se reconocen como materiales con un alto potencial para aplicaciones a alta temperatura. Estos pueden sustituir ventajosamente a algunos de los materiales empleados hasta ahora, con las ventajas económicas inherentes a la sustitución de materiales por uno de menor densidad y costo. Pero, su pobre ductilidad a temperatura ambiente ha restringido su uso en las aplicaciones donde potencialmente son mejores que los materiales convencionales. Las mejoras obtenidas en algunos sistemas ofrecen un panorama alentador para este material.

La adición de B y Zr en el sistema Fe-Al ha mostrado un mejoramiento en las propiedades mecánicas modificando el modo de fractura de casi completamente intergranular a un modo de fractura mezclado intergranular-transgranular. El efecto de los elementos microaleantes ha sido interpretado en términos de modificación de los mecanismos de deslizamiento y de las propiedades de las fronteras de grano. Estas adiciones combinadas con procesos alternos de fabricación (atomización-depositación sumado con el proceso de forja), deben tomar ventaja del refinamiento de grano, de la extensión de la solubilidad, de la posibilidad de producir un material compuesto de matriz intermetálica y de la mayor velocidad de deformación durante la forja.

El futuro de los compuestos intermetálicos depende de la comprensión y entendimiento del origen de las propiedades y desempeño obtenidas por un mejor control de la composición química y un mejor control de los procesos de fabricación.

### 1.6.1 Objetivos

Los objetivos del presente trabajo son:

- a) Investigar el potencial de la solidificación rápida por atomización/depositación como ruta deseable en la fabricación del compuesto intermetálico FeAl para mejorar su ductilidad a temperatura ambiente y sus propiedades mecánicas a alta temperatura, así como el efecto de la adición de B y de partículas de alúmina durante este proceso.
  
- b) Investigar las propiedades microestructurales de aleaciones intermetálicas del sistema Fe-Al haciendo énfasis en la caracterización de defectos como segregación, precipitación, porosidad y microagrietamiento. Esta investigación abarca comparaciones de muestras atomizadas y depositadas con muestras de colada, tratadas térmicamente y deformadas plásticamente a alta temperatura.

### 1.7 Referencias

1. National Research Council. Materials science and engineering for the 1990's. Nat. Acad. Press Washington, (1989) 294 p.
2. Mechanical properties of intermetallic compounds. Edited by J. H. Westbrook. Wiley, New York (1960), 435 pp.
3. Intermetallic compounds. Edited by J. H. Westbrook. Wiley, N. York (1967), 663 pp.
4. Ordered alloys: Structural applications and physical metallurgy. Edited by H. Kear, C. T. Sims, N. S. Stoloff and J. H. Westbrook. Claitor, Baton Rouge, LA (1970), 580 pp.
5. High temperature ordered intermetallic alloys I. Edited by C. C. Koch, C. T. Liu and N. S. Stoloff. MRS Symp. Proc. Vol. 39, Pittsburgh, PA (1985).
6. High temperature ordered intermetallic alloys II. Edited by N. S. Stoloff, C. C. Koch, C. T. Liu and O. Izumi. MRS Symp. Proc. Vol. 81, Pittsburgh, PA (1987).
7. High temperature ordered intermetallic alloys III. Edited by C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff and C. C. Koch. MRS Symp. Proc. Vol. 133, Pittsburgh, PA (1989).
8. High temperature ordered intermetallic alloys IV. Edited by L. A. Johnson, D. P. Pope and J. O. Stiegler. MRS Symp. Proc. Vol. 213, Pittsburgh, PA (1991).
9. High temperature ordered intermetallic alloys V. Edited by Y. Baker, R. Darolia, J. D. Whittenberger and M. H. Yoo. MRS Symp. proc. Col. 288, Pittsburgh, PA (1993). Los simposia siguientes han sido publicados como sigue: VI (1994), VI (1997).
10. High temperature aluminides and intermetallics. ed. S. H. Whang, C. T. Liu, D. P. Pope and J. O. Stiegler. The Minerals, Metals and Materials Society/AIME, Warrendale, PA (1990), 593p.

11. Structural intermetallics. Edited by R. Darolia, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle and M. V. Nathal. TMS (1993).
12. Processing, properties and applications of iron aluminides. Edited by J. Schneibel and M. A. Crimp. TMS, San Francisco, CA (1994), 345 pp.
13. Heat resistant materials II. Edited by K. Natesan, P. Ganesan and G. Lai. 2<sup>nd</sup> International Conference on Heat-Resistant Materials. Gatlinburg, Tennessee
14. V. K. Sikka and S. C. Deevi. Intermetallics for structural applications. Ref. 13, pp. 567-578.
15. C. Deevi and V. Sikka. Processing for structural Applications. Ref. 13, p. 601-612.
16. G. H. Meier, N. Birks, F. S. Pettit, R. A. Perkins and H. J. Grabke. Environmental Behavior of intermetallic materials. Ref. 11, p. 861-877.
17. D. P. Pope. High temperature ordered intermetallic alloys. Ref. 6, p. 3-11.
18. C. T. Liu and J. O. Stiegler. Ordered Intermetallics. Metals Handbook 9<sup>th</sup> Edition, vol. 3, 913-941, 1986.
19. J. Smialek, J. Doychak and D. J. Gaydos. Oxidation Behaviour of FeAl+Hf, Zr, B. 83-115 de la ref. 5.
20. H. DeVan. Oxidation Behaviour of Fe<sub>3</sub>Al and Derivative Alloys. Ref. 5. pp. 107-115.
21. C. Deevi and V. K. Sikka. "Reaction Synthesis of Heat-Resistant Materials". Ref. 3, pp. 275-286
22. Von Mises. Z. Ang. Math. Mech., vol. 8, p. 161 (1928).
23. R. H. Jones, C. H. Henager, P. P. Trzaskoma, N. S. Stoloff, T. P. Moffat and B. D. Lichter. Environmental Effects on Advanced Materials. Journal of Metals, December 1988, pp. 18-30.
24. C. T. Liu, E. H. Lee and C. G. McKamey. An Environmental Effects as the Major Cause for Room-Temperature Embrittlement in FeAl. Scripta Metallurgica, vol. 23, pp. 875-880, 1989.
25. C. T. Liu and C. G. McKamey. Environmental Embrittlement-A Major Cause for Low Ductility of Ordered Intermetallics. Ref. 10, p. 133-151.
26. C. T. Liu, C. G. McKamey and E. H. Lee. "Environmental Effects on Room-Temperature Ductility and Fracture in Fe<sub>3</sub>Al. Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 24, pp. 385-390, 1990.
27. C. Nishimura and C. T. Liu. Effects of Test Environment and Grain Size on the Tensile properties of L1<sub>2</sub>-Ordered (Co,Fe)<sub>3</sub>V Alloys. Materials Science and Engineering, A152 (1992), pp. 146-152.
28. A. Castagna and N. S. Stoloff. "The Influence of Environment on Fatigue Crack Growth of an Fe<sub>3</sub>Al,Cr Alloy". Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 26, pp. 673- 678, 1992.
29. M. Takeyama and C. T. Liu. "Elevated-Temperature Environmental Embrittlement and Alloy Design of L1<sub>2</sub> Ordered Intermetallics". Materials Science and engineering, A153 (1992), pp. 538-547.
30. N. S. Stoloff and O. J. Duquette. "Moisture and Hydrogen-Induced Embrittlement of Iron Aluminides". JOM, December 1993, pp. 30-35.
31. J. Lin, W. Chu and C. Hsiao. "Hydrogen Induced Cracking in Fe<sub>3</sub>Al+Cr". Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 30, pp. 583-586, 1994.
32. R. J. Lynch, M. Harburn, I. Maucione and L. A. Heldt. "Susceptibility of B2-Ordered Iron Aluminides to Moisture-Induced Embrittlement in Oxygen and Argon Environments". Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 30, No. 9, pp. 1157-1160, 1994.
33. D. B. Kasul and L. A. Heldt. "Embrittlement of B2 Iron Aluminide by Water Vapor and by Hydrogen". Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 25A, June 1994, pp. 1285-1290.
34. C. L. White and D. F. Stein. Metallurgical Transaction A, 9A, 13 (1978).
35. W. R. Kerr. Metallurgical Transaction A, 17A, 2298 (1986).
36. K. H. Hahn and K. Vedula. Scripta Metallurgica, 23, 7-12 (1989).

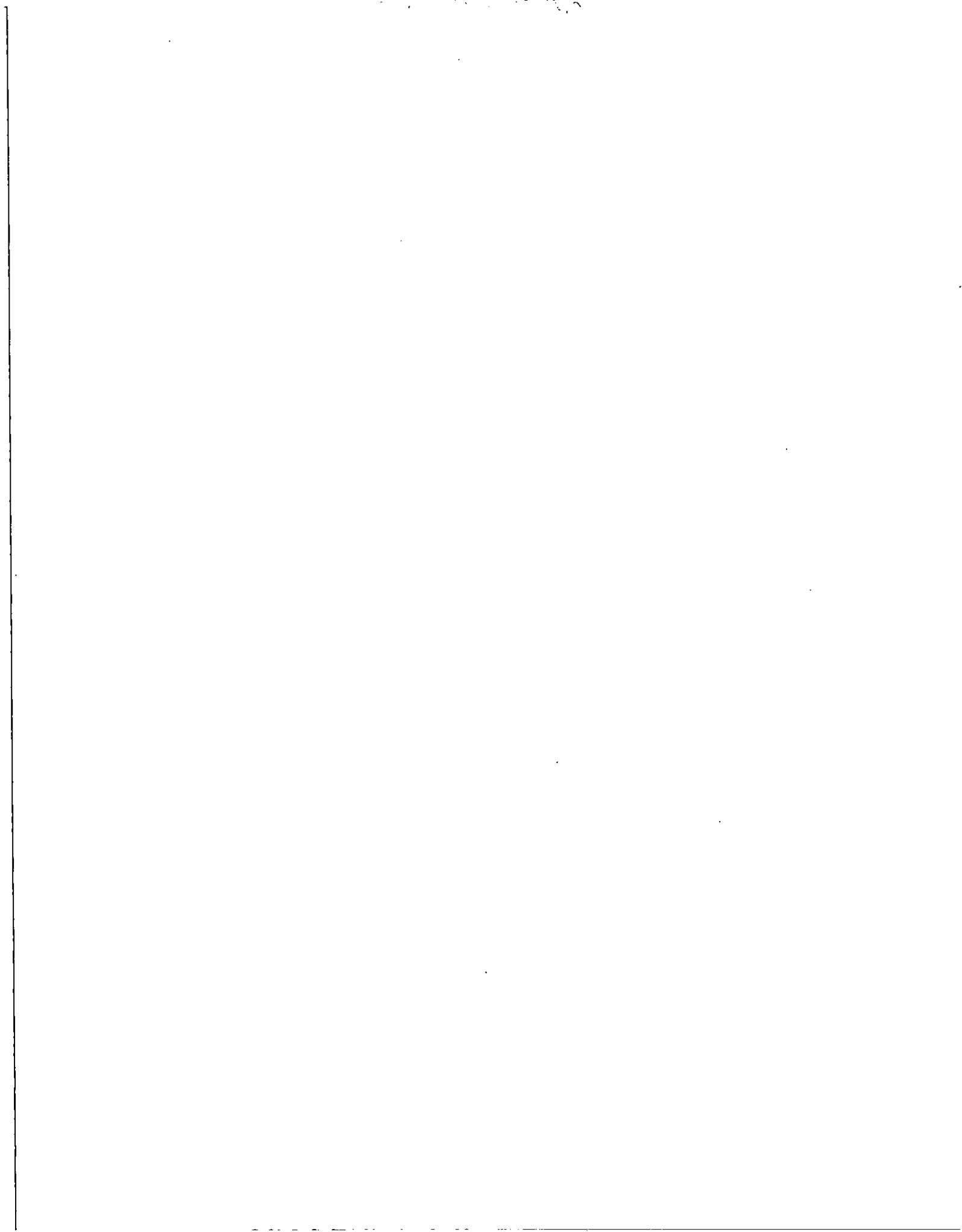
37. N. S. Stoloff. "Toughening Mechanisms in Intermetallics". Metallurgical Transactions A, vol. 24, March 1993, pp. 561-567.
38. M. H. Yoo, S. L. Saas, C. L. Fu, M. J. Mills, D. M. Dimiduk and E. P. George. "Deformation and Fracture of Intermetallics". Acta Metallurgica, vol. 41, No. 4, pp. 987-1002, 1993.
39. D. M. Dimiduk, M. G. Mendiratta and P. R. Subramanian. "Development Approaches for Advanced Intermetallic Materials - Historical Perspective and Selected Success". Ref. 11, pp. 619-630.
40. H. R. Pak and O. T. Inal. "Ductile/Brittle Grain Boundary Fracture Behaviour of L1<sub>2</sub> Type Intermetallic compounds". Journal of Materials Science, 22, (1987), pp. 1945-1948.
41. D. G. Pettifor. "Theoretical predictions of Structure and Related Properties of Intermetallics". Materials Science and Technology, April 1992, vol. 8, pp. 345-349.
42. S. Naka, M. Thomas and T. Khan. "Potential and Prospects of Some Intermetallic Compounds for Structural Applications". Materials Science and Technology, April 1992, vol. 8, pp. 291-298.
43. P. P. Rao and K. Tangri. "Deformation Behaviour of Titanium Aluminides at Room Temperature". Materials science and Technology, December 1992. Vol. 8, pp. 1117-1124.
44. F. H. Froes, C. Suryanaraya and E. Eliezer. "Review: Synthesis, properties and applications of Titanium Aluminides". Journal of Materials Science, 27 (1992), pp. 5113-5140.
45. M. Yamaguchi. "Overview: High Temperature Intermetallic - With Particular Emphasis on TiAl". Materials Science and Technology, April 1992, vol. 8, pp. 299- 307.
46. K. O. Yu, A. Oti and W. S. Walston. "Investment Casting of NiAl Single-Crystal Alloys". Journal of Metals, May 1993. pp. 49-51.
47. K. M. Dimiduk, D. B. Miracle and C. W. Ward. "Development of Intermetallic Materials for Aerospace Systems". Materials Science and Technology, April 1992, vol. 8, pp. 367-375.
48. J. H. Schneibel and M. G. Jenkins. "Slow Crack Growth at Room Temperature in FeAl". Scripta Metallurgica, vol. 28, 1993, pp. 389-393.
49. D. Li, D. Lin, A. Shan and Y. Liu. "Effects of Strain Rate and Manganese Addition on Room Temperature ductility of FeAl". Scripta Metallurgica, vol. 30, 1994, pp. 655-659.
50. I. Baker, O. Klein, C. Nelson and E. P. George. "Effects of Boron and Grain Size on the Strain Rate Sensitivity of Fe-Al45". Scripta Metallurgica, vol. 30, 1994, pp. 863- 868.
51. D. P. Pope. "NMAB Report on Ductile Ordered Alloys". Journal of Metals, November 1985, pp. 39-40.
52. J. H. Westbrook. Intermetallic Compounds. John Wiley & Sons Inc., 1964.
53. W. D. Coolidge. Proc. Am. Inst. Elec. Eng., 1910, p. 961.
54. R. Irmann. Metallurgica, 1952, vol. 49. p. 125.
55. J. S. Benjamin. Metallurgical Transactions, 1970, vol. 1, pp. 2943-2951.
56. C. R. Feng and D. J. Michel. "Microstructures of XD MoSi<sub>2</sub> = SiC<sub>p</sub> composites". High Temperature Ordered Intermetallic Alloy V. Boston Massachusetts, USA. 30 Nov.-3 Dec. 1992.
57. N. Hansen, D. J. Jensen and Y. L. Liu. "Deformation and Recrystallization of Metal Matrix Composites". Recrystallization '92. San Sebastian, Spain, 31 Aug.-4 Sept. 1992.
58. N. S. Stoloff and D. G. Alman. MRS Symposium Proceedings. Vol. 194, p. 31.
59. K. Vedula. "B2 NiAl and FeAl Alloys and Composites for High Temperature Structural Applications". Heat-Resistant Materials, Proceedings of the First International Conference, Fontana, Wisconsin, USA/23-26 September 1991, pp. 159-167.
60. D. Xu, D. Wang and T. L. Lin. "Interface phenomena of Fe-Al40 with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>". Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 28, pp. 599-603, 1993.

61. K. Vedula. "B2 NiAl and FeAl Alloys and Composites for High Temperature Structural Applications". Heat-Resistant Materials, Proceedings of the First International Conference, Fontana, Wisconsin, USA/23-26 September 1991, pp. 59-167.
62. A. J. Bradley and A. H. Jay. J. Iron Steel Institute, 125, 339 (1932). Proc. Roy. Soc. (London) A136, 210 (1932).
63. T. B. Massalski, et. al. Binary Alloy Phase Diagrams, Metals Park, Ohio; ASM, 1980, 112.
64. I. Baker and D. J. Gaydos. Materials Science and Engineering, vol. 96, 147-158 (1987).
65. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, Philosophical Magazine, A44, 711-715 (1981).
66. M. G. Mendiratta, H. M. Min and H. A. Lipsitt. Metallurgical Transactions A, 15A, 395 (1984).
67. I. Baker. Flow and Fracture of FeAl. Processing, Properties and Applications of Iron Aluminides. Ed. by J. H. Schneibel and M. A. Crimp. TMS, 1994.
68. M. A. Crimp and K. Vedula. Room-Temperature Deformation of Single-crystal B2 Fe-Al Alloys: the Effect of Stoichiometry and Cooling Rate. Philosophical Magazine A, 1991, vol. 63, No. 3, 559-570.
69. U. Prakash, R. A. Buckley, H. Jones and G. W. Greenwood. Effect of Composition and Heat Treatment on the Fracture of Melt-Spun Fe-Al-Cr intermetallic alloys. Philosophical Magazine A, 1992, vol. 65, No. 6, 1407-1418.
70. C. T. Liu. Ni<sub>3</sub>Al Aluminide Alloys. Ref. 11, pp. 365-377.
71. H. Xiao and I. Baker. Scripta Metallurgica et Materialia, 28 (1993), 1411.
72. C. T. Liu, C. G. McKamey and E. H. Lee. Environmental effects on room-temperature ductility and fracture in Fe<sub>3</sub>Al. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 24, pp. 385-390, 1990.
73. N. S. Stoloff, G. E. Fuchs, A. K. Kuruvilla and S. J. Choe. High Temperature Ordered Intermetallic Alloys II. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. p. 247 (1987).
74. P. J. Maziasz, C. T. Liu and G. M. Goodwin. "Overview of the Development of FeAl Intermetallic Alloys". Ref. 13, pp. 556-566.
75. American Society for Metals, Metals Handbook, 8th ed. Vol. 8, Metals Park, Ohio, 1973.
76. K. Vedula and J. R. Stephens. B2 Aluminides for high temperature applications. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 81. 1987, p. 381-391. Materials Research Society.
77. S. M. Allen and J. W. Cahn. Acta Metallurgica, 23 (1975) 1017.
78. G. Çam and Koçak. Progress in joining of advanced materials. International Materials Reviews 1988, Vol. 43, No. 1, 1-44.
79. A. J. Bradley and A. H. Jay. Proc. Roy. Soc. (London) A136, 210 (1932).
80. Fortum y Mikkola. Mat. Sci. Eng. 1987.
81. J. T. Guo, O. Jin, W. M. And T. M. Wang. Discovery and study of anomalous yield strength peak in FeAl alloy. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 29, p. 783-785, 1993
82. H. Xiao and I. Baker. The temperature dependence of the flow and fracture of Fe-40Al. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 28, p. 1411-1416, 1993.
83. T. B. Massalski et. al. ed., Binary Alloy Phase Diagrams (Metals Park, OH: ASM. 1986) p. 112.
84. M. J. Marcinkowski and N. Brown. Acta Metall., 9 (1961), p. 764.
85. H. J. Leamy, F.X Kayser, and M. J. Marcinkowski. Phil. Mag. 20 (1969) p. 779.
86. T. Yamagata and H. Yoshida. Mater. Sci. Eng. 12 (1973), p. 95.
87. P. A. Flinn, Trans. Metall. Soc. AIME, 218 (1960), p. 145.
88. H. J. Leamy and F. X. Kayser. Phys. Stat Sol., 34 (1969), p 765.
89. H. J. Leamy, F. X. Kayser and M. J. Marcinkowski. Phil. Mag. 20 (1969), p. 763.
90. I. L. F. Ray, R. C. Crawford, and D. J. H. Cockayne, Phil. Mag, 21 (1970), p. 1027.
91. R. C. Crawford, I. L. F. Ray, and D. J. H. Cockayne, Phil. Mag, 27 (1973), p. 1.

92. R. C. Crawford and I. L. F. Ray, *Phil. Mag.* 35 (1977), p. 549
93. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Phil. Mag. A*, 41(1980), p. 573.
94. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Phil. Mag. A*, 44 (1981), p 711.
95. M. C. Mendiratta, H. M. Kim and H. A. Lipsitt, *Metall. Trans. A*, 15 (1984), p. 395.
96. D. G. Morris, D. Peguiron, and M. Nazmy, *Phil. Mag. A*, 71 (1995), p. 441.
97. A. Ball and R. E. Smallman, *Acta Metall.* 14 (1966), p. 1349.
98. A. Ball and R. E. Smallman, *Acta Metall.* 14 (1966), p. 1517.
99. M. A. Crimp and Y. Zhang. *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI*, vol. 364 (Pittsburgh, PA: MRS, 1995), p. 53.
100. F. Král, P Schwander and G. Kostorz, *Acta Mater.*, 45 (1997), p. 675.
101. Y. A. Chang. et al., *Intermetallics* 1 (1993), p. 107.
102. K. Ho and R. A. Dodd, *Scripta Metall.*, 12 (1978), p. 1055.
103. J. P. Neumann, Y. A Chang and C. M. Lee, *Acta Metall.*, 24 (1976), p. 593.
104. J. P. Riviere. *Mater, Res. Bull.*, 12 (1977), p. 995.
105. R. Krachler et al, *Intermetallics*, 3 (1995), p. 83.
106. R Würschum, C. Grupp and H. E. Schaefer. *Phys. Rev. Lett.* 75 (1995), p. 97.
107. H. E. Schaefer et al., *Phys Rev. B*, 41 (1990), p. 11869.
108. D. Paris and P. Lesbats. *J. Nucl. Mater.* 69&70 (1978), p. 628.
109. C. L. Fu et al., *Phys. Rev. B*, 48 (1993), p. 6712.
110. D. Paris, P. Lesbats and J. Levy. *Scripta Metall*, 9 (1975), p. 1373.
111. K. Badura and H. E. Schaefer. *Z. Metallk.*, 84 (1993), p. 405.
112. Y. A. Chang and J. P. Neumann. *Prog. Solid State Chem.*, 14 (1982). p 221.
113. P. Nagpal and I. Baker. *Met. Trans. A*, 21 (1990), p. 2281.
114. J. Rieu and C. Goux, *Mém. Sci. Rev. Metall.*, 65 (1969), p 869.
115. D. Weber et al., *J. Phys C7*, 38 (1977), p. 332.
116. M. A. Crimp and K. Vedula, *Phil Mag. A*, 63 (1991), p. 559.
117. M. A. Crimp, K. M. Vedula and D. J. Gaydos. *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys II*, vol. 81 (Pittsburgh, PA: MRS, 1987), p. 499.
118. B. Schmidt, P. Nagpal and I. Baker. *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys III*, vol. 133 (Pittsburgh, PA: MRS, 1989), p. 755.
119. M. A. Crimp and K. M. Vedula, *Mater, Sci. Eng. A*, 165 (1993), p. 29.
120. K. Yoshimi, Y. Saeki and S. Hanada. to be submitted.
121. K. Yoshimi, S. Hanada and M. H. Yoo, *Intermetallics*, 4 (1996), p. 159.
122. J. P. Riviere, H. Zonon and J. Grilhé. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 16 (1973), p. 545.
123. K. Yoshimi et al., *Phil. Mag. A*, 73 (1996), p. 443.
124. N. Junqua, J. C. Desoyer and P. Moine. *Phys. Stat Sol. (a)*, 18 (1973), p. 387.
125. A. Fourdeux and P. Lesbats, *Phil. Mag. A*, 45 (1982), p 81.
126. D. G. Morris, J. C. Loye and M. Leboeuf. *Phil. Mag. A*, 69 (1994), p. 961.
127. P. R. Munroe, *Intermetallics*, 4 (1996), p. 5.
128. K. Yoshimi and S. Hanada, unpublished work.
129. C. T. Liu, C.G. McKamey, and E. H. Lee. *Scripta Metall. Mater.*, 24 (1990), p. 385.
130. N. S. Stoloff and C.T. Liu, *Intermetallics*, 2 (1994), p. 75.
131. C. G. McKamey, J. A. Horton and C.T. Liu. *Scripta Metall.*, 22 (1988), p. 1679.
132. C. G. McKamey, J. A. Horton and C.T. Liu, *J. Mater. Res.*, 4 (1989), p. 1156.
133. C. T. Liu and E. P. Liu. *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV*, vol. 213 (Pittsburgh, PA: MRS, 1991), p. 527.
134. P. Nagpal and I. Baker, *Scripta Metall. Mater.*, 25 (1991), p 2577.

135. M. V. Nathal and C.T. Liu. *Intermetallics*, 3 (1995), p. 77.
136. C. H. Kong and P. R. Munroe. *Processing, Properties, and Applications of Iron Aluminides*, ed. J. H. Schneibel and M. A. Crimp (Warrendale, PA:TMS, 1994), p. 231.
137. C. H Kong and P. R. Munroe. *Scripta Metall. Mater.*, 30 (1994), p. 1079.
138. J. H. Schneibel et al., *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI*, vol. 364 (Pittsburgh, PA: MRS, 1995), p. 73.
139. D. G. Morris, M. M. Dadras and M. A. Morris, *Acta Metall. Mater.*, 41 (1993), p. 97.
140. M. G. Mendiratta et al., *Metall. Trans, A*, 18 (1987), p. 283.
141. D. J. Gaydosh et al., *Mater. Sci. Eng. A*, 150 (1992), p. 7.
142. K. Yoshimi, H. Terashima and S. Hanada. *Mater. Sci Eng. A*, 194 (1995), p. 53.
143. N. S. Stoloff and R. G. Davies. *Prog. Mater. Sci.*, 13 (1966), p. 1.
144. I. Baker and P. Nagpal. *Structural Intermetallics*, ed. R. Darolia et al. (Warrendale. PA: TMS, 1993), p. 463.
145. N. S. Stoloff and R. G. Davies. *Acta Metall.*, 12 (1964), p. 473.
146. K. Yoshimi. S. Hanada and H. Tokuno. *Mater. Trans., JIM*, 35 (1994), p. 51.
147. I. Baker and D. J. Gaydosh. *Mater. Sci. Eng.*, 96 (1987), p. 147.
148. J. Guo et al., *Acta Metall. Sinica*, 3 (1990), p. 249.
149. K. M. Chang, *Met. Trans, A*, 21(1990), p. 3027.
150. S. Hanada et al. *Scripta Metall.*, 15 (1981), p. 1345.
151. K. Yoshimi, S. Hanada and M. H. Yoo. *Acta Metall. Mater.*, 43 (1995), 4141.
152. G. Inden and W. Pepperhoff. *Z. Metallk.*, 81 (1990), p. 770.
153. H. Xiao and I. Baker. *Scripta Metall. Mater.*, 28 (1993), p. 1411.
154. J. T. Guo et al., *Scripta Metall. Mater.*, 29 (1993), p. 783.
155. O. Klein and I. Baker. *Scripta Metall. Mater.*, 30 (1994), p. 1413.
156. T. Onuma, M. S. thesis, Tohoku University (1995).
157. N. Matsumoto, M. S. thesis. Tohoku University (1994).
158. R. Carleton, E. P. George and R. H. Zee. *Intermetallics* 3 (1995), p. 433.
159. P. Morgand, P. Mouturat and G. Sainfort. *Acta Metall.*, 16 (1968), p. 867.
160. W. Schröer, H. Mecking and Ch. Hartig. *Intermetallic Compounds*, ed O. Izumi (Sendai, Japan: JIM, 1991), p. 567.
161. J. W. Park, I. G. Moo and J. Yu. *J. Mater. Sci.*, 26 (1991), p. 3062.
162. H. Rosner et al., *Mater. Sci. Eng. A*, 192/193 (1995), p. 793.
163. C. G. McKamey and J. A. Horton. *Met. Trans. A*, 20 (1989), p. 751.
164. K. Yoshimi, S. Hanada and M. H. Yoo. *High-Temperature Ordered Intermetallic alloys VII* (Pittsburgh, PA: MRS, 1997).
165. R. S. Diehm and D. E. Mikkola, *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys II*, vol. 81 (Pittsburgh. PA: MRS. 1987). p. 329.
166. D. G. Morris. *Phil. Mag. A*, 71 (1995). P. 1281.
167. K. Yoshimi. Ph. D. thesis, Tohoku University (1997).
168. E. P. George and I. Baker. submitted to *Phil. Mag. A*.
169. W. Köster and T Gödecke. *Z. Metallk.*, 71 (1980), p. 765.
170. R. L. Fleicher. *Issues in understanding solid solution hardening of intermetallic compounds*. Ref. 11, p. 691-698.
171. U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones. *Effect of molybdenum substitution on crystal structure of ordered Fe-Al alloy*. *Materials Science and Technology*. January 1993, Vol. 9, 16-21.

172. C. H. Kong and P. R. Munroe. Microstructural characterization of FeAl-based alloys with small Vanadium additions. *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 3, No. 3, p. 469-474, 1995.
173. K. Aoki and O. Izumi. *Journal of Japanese Institute of Metals*. 1979, Vol. 43, p 1190-1195.
174. C. T. Liu, C. L. White and J. A. Horton. *Acta Metallurgica* 1985, Vol. 33, p. 213-229.
175. A. J. S. Schwartz and W. E. King. The potential engineering of grain boundaries through thermomechanical processing. *Journal of Metals*, February 1998, p.50-55.
176. H. J. Frost. *Acta Metallurgica*. Vol. 35, No. 2, p. 519-527 (1987)
177. K. L. Merkle and D. Wolf. *MRS Bulletin* 15 (9) (1990) p. 42-50.
178. D. G. Brandon *Acta Metallurgica*, 14 1966, p.1479.
179. W. T. Redd and Shockley. *Physical Review* 78 (1950) p. 275-289.
180. B. L. Adams, J. Zhao and H. Grimmer. *Acta Crystallographica A*, 46, (1990) p, 629-622.
181. G. Palumbo and K. T. Aust. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38 (1990), p. 2343.
182. P. H. Pumphrey. *Grain Boundary Structure and Properties*, ed. G. A. Chadwick and D. A. Smith. N. Y. Academic Press, 1976. p.139
183. Y. Ishida and M. McLean, *Philosophical Magazine*, 127, (1973), p. 1125.
184. G. Palumbo and K. T. Aust. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 34 (3) (1995), p. 165-173.
185. A. J. Schwartz and W. E. King. *Journal of Metals*, February 1998, 50-55.
186. H. Kokawa, T. Watanabe and S. Karasima. *Philosophical Magazine* (1981) 44, (6) p. 1239.
187. L. C. Lim and R. Raj. *Acta Metallurgica* (1984) 32, 1177.
188. D. G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan and M. S. Wald *Acta Metallurgica* 1964, 12, 813.
189. Huin Lin and D. P. Pope. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol 41, No 2, p. 553-562, 1993.
190. D. Farkas, M. O. Lewus and V. Rangarajan. *Scripta Metallurgica* vol. 22, p. 1195-1200, 1988.
191. T. Takasugi et. al. *Acta Metallurgica*, 1987, Vol. 35 (2) 381.
192. J. M. Burgers. *Proceedings of the Physics Society*, Vol. 52, 23-33 (1940).
193. L. C. R. Lopes, C. B. Thomson and V. Randle. *Scripta Materialia*, vol. 37, No. 12, pp. 1863-1868, 1997.



## Capítulo 2. Procedimiento Experimental

En este capítulo se tratará de manera general el procedimiento experimental, en cada capítulo siguiente se tratará de manera más específica.

La composición de los compuestos intermetálicos juega un papel muy importante en las propiedades mecánicas de los compuestos intermetálicos del sistema Fe-Al. La composición de las aleaciones fabricadas fue seleccionada sobre la base del efecto benéfico de un mayor contenido de Fe, además de realizar las modificaciones en la composición química con adiciones de B y Zr como microaleantes. También se fabricaron por atomización-depositación y algunas muestras se fabricaron con adición de partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . En la fabricación de las diferentes aleaciones se recibió apoyo técnico de varias instituciones, a las que se les reconoce su contribución.

En la fabricación de las aleaciones se empleó Fe y Al con una pureza de 99.99%. Las muestras fabricadas incluyen:

- Solidificación por atomización-depositación en sustrato metálico enfriado por agua, con y sin adiciones de B y partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con tamaño promedio de  $3\ \mu\text{m}$ .
- Compactación de las muestras atomizadas y depositadas por compresión isoestática en caliente (HIP).
- Colada por gravedad.

La adición del B y el Zr se realizó durante el proceso de fusión. Las técnicas de solidificación empleadas en la fabricación de las aleaciones se indican a continuación:

- Fusión por inducción (IFUNAM) y arco eléctrico (ORNL), seguido por solidificación por:
- Colada en lingote metálico con recubrimiento refractario (IFUNAM).
- Colada en molde de grafito a 300 °C (ORNL).
- Solidificación por atomización y depositación (UC-I).

## 2.1 Aleaciones fabricadas

En la tabla 2.1 se presenta una relación de las aleaciones fabricadas.

Tabla 2.1 Aleaciones fabricadas.

Aleación	Proceso	Instalaciones
FeAl	Colada por gravedad	ORNL
FeAl 40%at.	Colada por gravedad	IFUNAM-ORNL
FeAl 40%at.-Zr 0.02%at.	Colada por gravedad	IFUNAM
FeAl 40%at.-Zr 0.1%at.-B 0.005%at.	Colada por gravedad	ORNL
FeAl 40%at.-Zr 0.025%at.-B 0.005%at.	Colada por gravedad	ORNL
FeAl 40%at.	Atomizada-Depositada	UC-I
FeAl 40%at.-B 0.1%at.	Atomizada-Depositada	UC-I
FeAl 40%at.-B 0.1%at.	Atomizada-Depositada/HIP	UC-I
FeAl 40%at.-B 0.1%at.+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Atomizada-Depositada	UC-I
FeAl 40%at.-B 0.1%at.+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Atomizada-Depositada/HIP	UC-I

Donde:

ORNL	Oak Ridge National Laboratories.
IFUNAM	Instituto de Física, UNAM. Laboratorio Cuernavaca.
UC-I	Universidad de California, Irvine.

## 2.2 Forja del compuesto intermetálico FeAl.

El corte de las muestras se realizó por electro-erosión, en cubos de 1 cm de arista. Las muestras cortadas se deformaron con un martillo de forja de caída libre en diferentes atmósferas con temperaturas previas a la forja en el rango de la transición del modo de deslizamiento (400-1100°C). Se controlará la energía de impacto, y la atmósfera en que se realizan las pruebas. En la figura 2.1 se muestra el esquema del martillo de caída libre. La energía de impacto se controla con la altura de la muestra al martillo. El proceso de forja en martillo de caída libre se realiza con el monitoreo de la curva de enfriamiento a partir de la salida del horno.

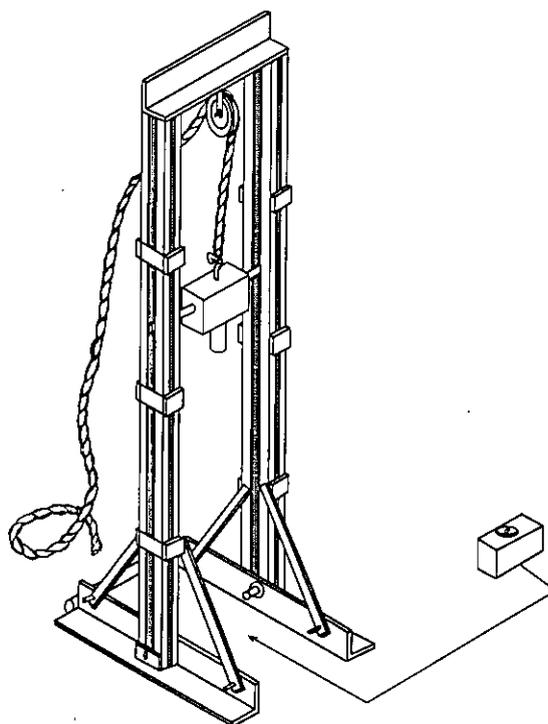


Figura 2.1 Diagrama esquemático del martillo de caída libre empleado para realizar la forja del compuesto intermetálico FeAl.

En las pruebas de forja con atmósfera controlada, se encapsulan las muestras con el dispositivo mostrado en la figura 2.2, en el que se establecen condiciones de vacío y puede realizarse una purga con el gas Ar antes de ser selladas.

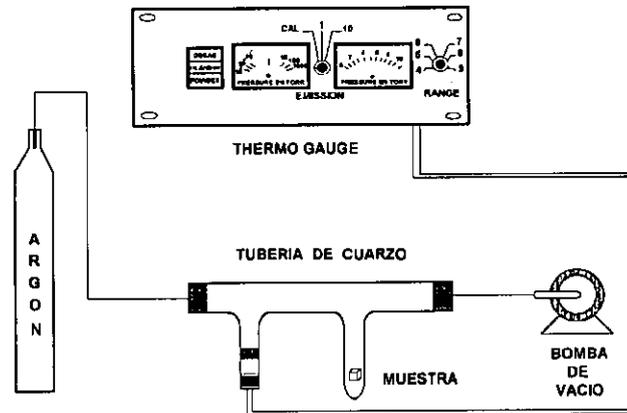


Figura 2.2 Diagrama esquemático del sistema empleado para encapsular las muestras en una atmósfera controlada.

Debe hacerse notar que el proceso de forja posee una razón de deformación mayor a la razón de deformación lograda en pruebas de tensión y compresión. La deformación durante la forja puede ser considerada como deformación por impacto. El mecanismo de la deformación por impacto debe ser diferente de los mecanismos prevalecientes durante pruebas de tensión o compresión.

### **2.3 Caracterización microestructural.**

El corte de las muestras se realizó por electro-erosión, corte abrasivo y disco de diamante.

La preparación metalográfica se realizó con lijas de los números 80, 120, 240, 320, 400, 500 y 600. El pulido grueso se realizó con paño de lona y alúmina con un tamaño de grano de 1  $\mu\text{m}$ , el pulido fino se realizó con paño de microcloth y alúmina

con tamaños de partícula de 1  $\mu\text{m}$ , 0.3  $\mu\text{m}$  y de ser necesario 0.05  $\mu\text{m}$ . Los reactivos utilizados para revelar la microestructura fueron:

Gliceregía.- Glicerina,  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$  en proporción 3:2:1

Keller.-  $\text{HF}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  y  $\text{H}_2\text{O}$  1, 1.5, 2.5 y 95 ml respectivamente

Las facilidades utilizadas durante la caracterización de las muestras fabricadas y deformadas son: microscopio óptico Olympus PMG3, microscopios electrónicos de barrido (MEB) JEOL JSM-T200 y JSM-6400. Este último equipado con sistemas de análisis de energía dispersiva de rayos X (EDS) y de longitud de onda de rayos X (WDS) y microscopio electrónico de transmisión (TEM) JEOL 2010 equipado con EDS. También se cuenta con todo el equipo necesario para la preparación de muestras para el TEM, como son: cortador de muestras de 3 mm de diámetro, adelgazador mecánico para generar la superficie cóncava requerida, equipo de electropulido de doble chorro y molino de iones.

El reactivo empleado en la preparación de las muestras para su observación en el TEM es una solución al 10% en volumen de  $\text{HClO}_4$  en alcohol etílico absoluto o en ácido acético glacial.

Con estas técnicas se realizó la caracterización de la microestructura, la formación de grietas, ruta de fractura y con la ayuda del sistema de microanálisis EDS se analizaron la segregación, segundas fases, precipitados, etc. En el TEM se caracterizó la red cristalina de los compuestos intermetálicos.

Mediante difracción de rayos X (Siemens D5000) se completó la caracterización de la red cristalina de las aleaciones producidas.

## **2.4 Propiedades Mecánicas.**

La caracterización mecánica de las aleaciones producidas se realizó con mediciones de dureza y microdureza. Cuando fue posible obtener muestras adecuadas, se realizaron pruebas de compresión a temperatura ambiente de acuerdo al método de prueba estándar ASTM E-9 [1]. La evaluación de los cambios en las propiedades mecánicas como consecuencia del proceso termomecánico realizado es importante medir el efecto de las variables introducidas en la fabricación del FeAl40.

Adicionalmente, se realizaron estudios en las muestras fabricadas y procesadas por forja en el microscopio de fuerza atómica (AFM). En donde se estudiaron las zonas deformadas en las diferentes muestras con esta nueva técnica.

## **2.5 Referencias.**

1. Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperatures. Designation: E 9-89a. Annual Book of the American Society for Testing and Materials Standards, Vol. 03.01 (1996).

### Capítulo 3. Fronteras de grano en el FeAl.

Las aleaciones ordenadas del sistema Fe-Al han recibido una atención considerable durante los últimos años, debido a su posible empleo estructural a temperaturas elevadas. El aluminuro de hierro con estructura B2, es también atractivo desde el punto de vista de su baja densidad y también son considerados prometedores como matriz en sistemas compuestos reforzados con fibras o partículas [1]. Sin embargo, su pobre ductilidad impide la aplicación potencial de este material. Los aluminuros de hierro muestran preferentemente un modo de fractura intergranular a temperatura ambiente [2], lo cuál indica la importancia de las propiedades de la frontera de grano en el comportamiento mecánico de estos policristales.

Es bien sabido que el tipo de frontera de grano afecta fuertemente la energía de cohesión, lo cual guía a una propagación preferente de las grietas a lo largo de las fronteras de grano de alta energía. Mientras que las fronteras de grano de baja energía son resistentes a la fractura [3]. El efecto de los parámetros de las fronteras de grano sobre el comportamiento de fractura es un impulsor del estudio de las características de las fronteras de grano en las aleaciones ordenadas. Se asocia un mejoramiento en la plasticidad con una mayor porción de fronteras de grano de ángulos pequeños y bajo valor de  $\Sigma$  en fronteras de grano de policristales [4,5]. Obviamente, estos datos hacen evidente la posibilidad del diseño de las fronteras de grano [3], lo cual puede ser aplicado a la aleación, además de agregar otros elementos para mejorar la plasticidad de estos materiales.

Este trabajo estudia principalmente las características de la frontera de grano (parámetros de desorientación y distribución espacial de los diferentes tipos de fronteras de granos) en el compuesto intermetálico FeAl para elucidar los aspectos microestructurales del comportamiento de fractura del FeAl con estructura B2 [3].

### **3.1 Experimental.**

Se fabricó una aleación estequiométrica FeAl por medio de colada por gravedad en molde cilíndrico de 10 mm de diámetro, esta composición corresponde al compuesto intermetálico de estructura B2 [6].

Las muestras se prepararon de la barra redonda colada por gravedad, se cortaron de 1 cm de largo. A las probetas se les realizó una perforación en la parte central por electroerosión para colocar un termopar y poder realizar el seguimiento de la curva de enfriamiento posterior a la forja. Para estudiar el efecto del tratamiento térmico sobre la microestructura y el comportamiento de fractura, las muestras cilíndricas fueron recocidas por 0.5 horas. Las muestras fueron forjadas inmediatamente después del recocido. La forja se realizó a 850°C y 1100°C con una energía de impacto de ~560 J.

En la figura 3.1 se muestran las curvas de enfriamiento de las muestras forjadas a 1100 °C y a 850 °C. En las curvas se observa un pico en la curva de enfriamiento, este corresponde con el momento del impacto del martillo con la muestra. Las muestras forjadas fueron cortadas perpendicular y paralelamente al eje del cilindro. Las muestras seccionadas fueron pulidas y atacadas químicamente con una solución de glicerol, HCl y HNO<sub>3</sub> en proporción 3:2:1. Las observaciones fueron realizadas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) JSM-6400. Con el MEB se obtuvieron imágenes de las superficies de fractura y de las secciones transversales del cilindro.

Empleando la técnica de rayos X desarrollada por Rybin y Titovets [7], se caracterizaron las orientaciones de granos individuales y las desorientaciones de las fronteras de grano en las muestras de colada. La aplicación de un colimador de diámetro  $d=0.3$  mm, un dispositivo especial para desplazamiento preciso de la muestra y también un tratamiento por computación de los datos, permiten determinar los parámetros de orientación y desorientación de granos con diámetros pequeños con una exactitud de ~0.1°. El diámetro pequeño del haz y un tratamiento especial

de los patrones de difracción permiten medir las orientaciones y rotaciones de los granos.

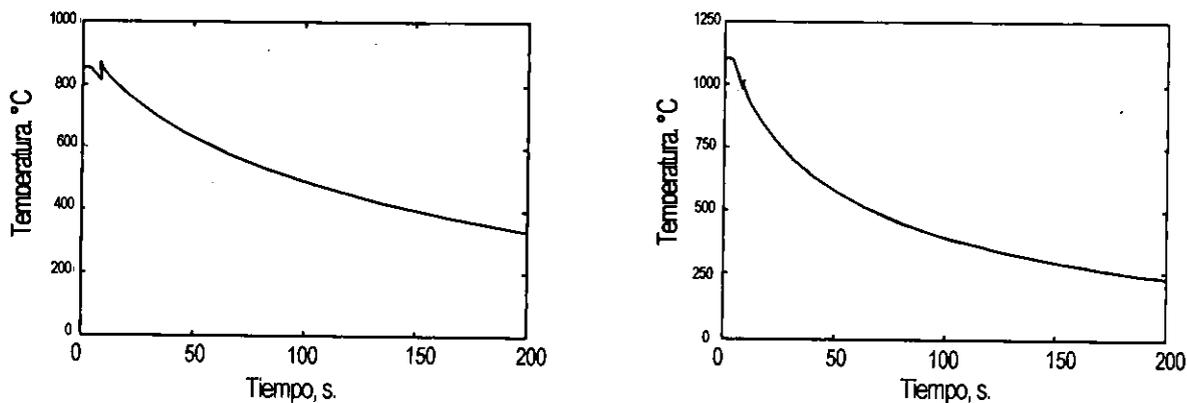


Figura 3.1 Curvas de enfriamiento de las muestras forjadas a 850 °C y a 1100°C. El pico en las curvas corresponde con el momento de impacto del martillo con la muestra.

En la figura 3.2 se muestra el aspecto de las muestras después de la forja. A 850°C la muestra presenta agrietamiento y una deformación de alrededor de 10%. La muestra forjada a 1100°C muestra desmoronamiento de los bordes de la muestra y una compresión del 34%.

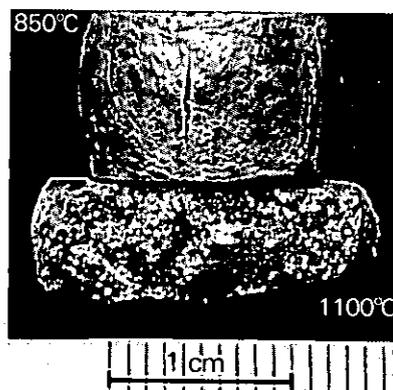


Figura 3.2 Aspecto de las muestras forjadas.

### 3.2 Comportamiento de fractura.

El comportamiento de fractura se analizó en las imágenes obtenidas en el MEB de las superficies de fractura en las muestras forjadas a las dos temperaturas. En los dos casos muestran de manera prevaeciente un modo de fractura frágil de tipo intergranular. Mientras que la proporción de fractura transgranular es más alta después de recocer a 1100 °C comparada con la temperatura de 850 °C. Las proporciones son de 15% y 10% respectivamente, esto se muestra en la figura 3.3. La reducción en la proporción de fractura intergranular con el aumento de la temperatura puede ser atribuida a un incremento en la fracción de fronteras de grano fuertes y resistentes a la fractura. Recientemente, se mostró en muestras bicristalinas que las fronteras de grano con ángulos pequeños y bajos valores de  $\Sigma$  son resistentes a la nucleación y propagación de grietas [10,11]. Estos resultados se encontraron en metales y aleaciones y recientemente en compuestos intermetálicos Ni<sub>3</sub>Al [4]. Por lo tanto, el efecto observado debe ser asociado a una mayor proporción de fronteras de grano fuertes, fronteras con ángulos pequeños en las muestras recocidas a temperaturas elevadas que debe ser el resultado natural de un incremento en el número de cúmulos observados en la estructura después del recocido a 1100 °C.

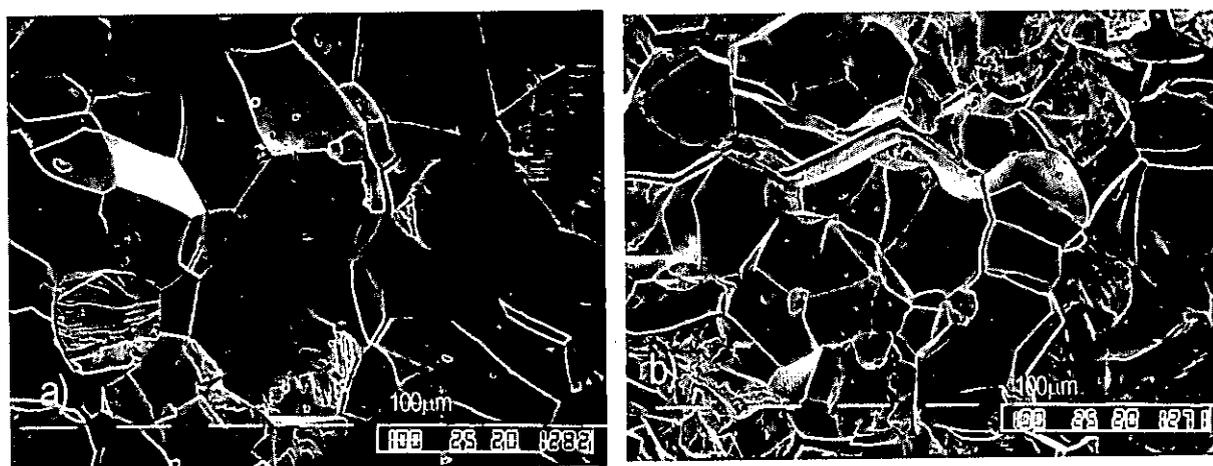


Figura 3.3 Superficie de fractura después de forja: (a) 850 °C y (b) 1100 °C.

En general, la forja de este material resulta en fractura intergranular, evidenciando la poca resistencia de las fronteras de grano del FeAl. La forja del FeAl muestra un modo de fractura transgranular de 15% a 1100 °C y de 10% a 850 °C. Esta disminución en el modo de fractura intergranular se asocia con el incremento de fronteras de grano resistentes a la fractura (fronteras de bajo ángulo). La clasificación de las fronteras de grano débiles y fuertes induce la formación de cúmulos que son asociados con un "tamaño de grano efectivo". Este parámetro debe considerarse en la caracterización del modo de fractura.

### **3.3 Desorientación**

Las imágenes obtenidas en el MEB de las secciones transversales muestran que el tamaño de grano promedio ( $\bar{d}$ ), varía ligeramente con el tratamiento térmico:

100-150  $\mu\text{m}$  en el material de colada.

150-180  $\mu\text{m}$  después del recocido a 850 °C.

180-200  $\mu\text{m}$  después del recocido a 1100 °C.

Los intervalos de tamaños son resultado de la medición en diferentes muestras. Las variaciones insignificantes de tamaño de grano después del recocido comprueban la estabilidad térmica de las fronteras de grano en el material de colada, lo cuál es importante para el uso potencial en aplicaciones a temperaturas elevadas.

Las microestructuras de las muestras de colada y de las muestras recocidas contienen grupos de granos con orientación aproximada, compartiendo una normal común relacionada con el radio del cilindro. En las muestras recocidas, se encontraron cúmulos de granos en forma de cadena, deformados en la dirección radial del cilindro, Figura 3.4a, mientras que los cúmulos de formas más complejas fueron encontrados en las muestras de colada, como se aprecian en la figura 3.4b. Los cúmulos encontrados en las muestras de colada están formados de alrededor de 5-15 granos.

Se determinó la orientación de los granos individuales y su desorientación por el método de rayos X desarrollado por Rybin y Titovets [7]. Lo cual permitió obtener la información de regiones locales con diámetros cercanos al tamaño de grano. Se determinó la orientación de los granos individuales que forman los cúmulos y de los granos en la periferia en un sistema de coordenadas establecidas en el laboratorio, donde el eje X corresponde con el radio del cilindro y el eje Z coincide con la superficie normal. La desorientación entre dos granos es representada por una matriz de rotación  $R = A_1 A_2^{-1}$  donde  $A_1$  y  $A_2$  son las matrices de orientación para los dos granos. El ángulo de rotación y el eje de rotación X de la desorientación puede ser calculado a partir del valor de R [17]. La multiplicidad de R asociada con los sistemas cúbicos puede ser resuelta seleccionando la matriz con el menor ángulo de rotación  $\theta$  de las 24 matrices posibles.

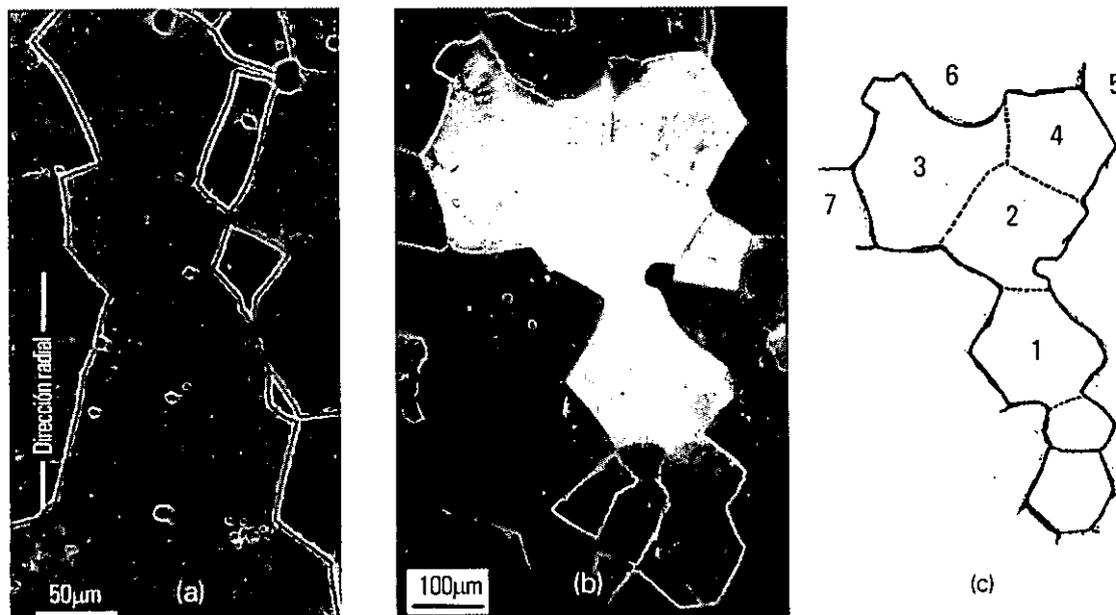


Figura 3.4 (a) Cúmulos de granos compartiendo una orientación común  $\langle 100 \rangle$  a lo largo del radio del cilindro en muestras recocidas a  $1100^\circ$  y (b) en una muestra de colada. (c) Esquema de la distribución espacial de las fronteras de grano en el cúmulo en la muestra de colada.

Un ejemplo de la matriz de orientación  $R_j$  para un grano dentro del cúmulo en una muestra recocida a 850 °C se presenta a continuación:

X	-0.1436	0.9817	-0.1253
Y	0.9639	-0.1100	-0.2425
Z	0.2243	-0.1556	0.9620

De esta matriz, la cuál es típica para los granos dentro de los cúmulos en las muestras recocidas, se determinó que estos granos comparten una dirección común cercana a  $\langle 100 \rangle$  a lo largo del radio del cilindro y en direcciones perpendiculares. Por lo tanto, las regiones con textura local  $\langle 100 \rangle$  están relacionadas con la dirección de enfriamiento. Esta dirección de enfriamiento es el radio del cilindro. Debe notarse que los granos que integran las "cadenas" a lo largo del radio del cilindro comparten una normal común en las direcciones X y Z, pero su desviación de la dirección exacta  $\langle 010 \rangle$  ó  $\langle 001 \rangle$  es mayor que en la dirección radial. En una muestra de colada, se obtuvieron matrices de orientación de los granos dentro del cúmulo con orientación similar, mientras que las desviaciones del eje X en la dirección  $\langle 100 \rangle$  son más grandes que en las muestras recocidas.

Las desorientaciones de los granos fueron calculadas de las matrices de orientación mediante la formula:

$$R_{ij} = R_i R_j^T$$

Donde  $R_i$  y  $R_j$  son las matrices de orientación de los granos adyacentes y  $R_j^T$  es la matriz transpuesta. La tabla I muestra un ejemplo de las características típicas de las fronteras de grano dentro del cúmulo (fronteras de grano internas) y en la periferia (fronteras de grano externas) para el esquema mostrado en la figura 3.4c. Se puede encontrar mayor información de la teoría de fronteras de grano en los trabajos de Forwood y Clarebrough [18] y el de Fionova [13]

Tabla 3.1 Parámetros cristalográficos de las fronteras de grano en el cúmulo mostrado en el esquema de la figura 3.4c, las fronteras de grano internas se indican con líneas punteadas y las fronteras de grano externas se indican con líneas continuas.

FG	Eje	Angulo	Tipo de FG	FG	Eje	Angulo	Tipo de FG
1-2	001	$<\Delta\theta$	Angulo bajo	4-5	211	38.6°	Aleatoria
2-3	001	$<\Delta\theta$	Angulo bajo	4-6	311	40.4°	Aleatoria
3-4	001	5.7°	Angulo bajo	3-7	100	36.9°	Especial - $\Sigma 5$

En las muestras recocidas se determino por rayos X los parámetros de la frontera de grano de los granos internos, estos están unidos por fronteras de grano de ángulos bajos. El ángulo de desorientación fue superior a 5° con un eje de desorientación cercano a  $\langle 100 \rangle$ . En las muestras de colada el ángulo de desorientación está dentro del error experimental.

Las fronteras de grano en la periferia de los cúmulos son clasificadas como fronteras de grano de ángulos altos. Mientras en la muestra de colada, uno de ellos se asocia con la frontera de grano  $\Sigma 5$  con una desviación de 3.47°, el cual esta dentro del intervalo de Brandon [8].

Resultados similares fueron encontrados por L. Fionova et. al. [9], donde la formación de regiones con textura localizada en metales con las estructuras fcc y aleaciones con estructura bcc están acompañadas con una unión de ángulos bajos y fronteras especiales dentro de los cúmulos. En tanto que las fronteras al azar se presentan en la periferia.

Se encontró que la existencia de cúmulos afecta el comportamiento de fractura del FeAl durante la forja, la fractura intergranular se propaga preferentemente a lo largo de las fronteras de grano de los cúmulos. Mientras que las fronteras de grano internas son más resistentes a la fractura, como se muestra en la figura 3.5. Esta diferencia en el comportamiento mecánico de varias de las fronteras de grano puede ser clarificada sobre la base de la relación entre la estructura de la frontera de grano

y las propiedades mecánicas. De la Tabla I es claro que las fronteras de grano externas en el cúmulo son principalmente fronteras de grano al azar, estas son conocidas como fronteras de grano “débiles”, mientras que las fronteras de grano de bajo ángulo (fronteras de grano “fuertes”) son las que unen los granos dentro del cúmulo. Una frontera de grano especial en la periferia debe ser también considerada como “débil” debido a un ligero mínimo de energía que corresponde a una frontera de grano con  $\Sigma 5$ , aún en materiales de alta simetría con estructuras cúbicas y por lo tanto, fue clasificada como una frontera de grano especial de alta energía [12].



Figura 3.5 Propagación de la grieta a lo largo de las fronteras de grano externas en una muestra forjada.

El fenómeno de formación de cúmulos con fronteras de grano “fuertes” que realmente son excluidas del proceso de fractura intergranular induce la apariencia de un “tamaño de grano efectivo”, el cual debe ser empleado para considerar los aspectos de comportamiento de fractura. Debe hacerse notar que el concepto de “tamaño de grano efectivo” fue sugerido sobre la base de observaciones experimentales de la estructura de policristales por Fionova et. al. [9]. En el estudio de Fionova et. al. [13], fue utilizado el tamaño del cúmulo en lugar del tamaño de

grano para explicar las propiedades eléctricas inusuales mostradas por películas de aluminio. Este concepto es similar a una "escala alternativa de longitud" introducida en el análisis computacional de la topología de policristales [14]. Obviamente, el "tamaño de grano efectivo" se relaciona con el tamaño de los cúmulos más que con el tamaño de grano real. Este debe ser aceptado como un parámetro de caracterización en el comportamiento de fractura del material bajo investigación. Debe notarse que, aún una distribución homogénea de fronteras de grano "fuertes" en policristales produce un incremento del "tamaño de grano efectivo" superior al doble del tamaño de grano y la unión de estas fronteras de grano afectan significativamente este "tamaño efectivo".

### **3.4 Conclusiones**

En general, la forja de este material resulta en fractura intergranular debido a la poca resistencia de las fronteras de grano de la aleación FeAl. La forja del FeAl presentó un incremento en el modo de fractura transgranular a 1100 °C comparado con el mostrado a 850 °C. Esta disminución en el modo de fractura intergranular se asocia con el incremento de fronteras de grano resistentes a la fractura (bajo ángulo). La clasificación de las fronteras de grano débiles y fuertes induce la formación de cúmulos que son asociados con un "tamaño de grano efectivo". Este parámetro debe considerarse en la caracterización del modo de fractura.

Lamentablemente, no podemos estimar si la formación de cúmulos observada es el resultado de una unión estadística de granos orientados cercanamente (fronteras de grano de bajo ángulo) o si deben tomarse en consideración para este proceso razones físicas especiales. Debido a que no hay cálculos de la distribución espacial en policristales como la realizada para la distribución de desorientación de fronteras de grano [15]. El cálculo de los posibles tamaños de los cúmulos fue realizado solo para el caso especial de un policristal de dos dimensiones con textura fibrosa [14].

En materiales con textura localizada se presenta una distribución heterogénea de diferentes tipos de fronteras de grano. Las posiciones espaciales de los diferentes tipos de fronteras de grano afectan la trayectoria de la grieta y por lo tanto la distribución espacial de las fronteras de grano junto con el carácter de la distribución de las fronteras de grano (por este parámetro queremos decir las diferentes porciones de diferentes tipos de fronteras en granos de materiales policristalinos [3]) deben ser tomadas en cuenta cuando sean analizados los aspectos estructurales de las propiedades mecánicas de los aluminuros FeAl con estructura B2.

### 3.5 REFERENCIAS

1. K. Vedula, R. Stephens. "B2 Aluminides for High Temperature Applications", in High Temperature Ordered Intermetallic Alloy II, MRS, Pittsburgh, PA, USA, 1987, p. 381-391.
2. C. T. Liu, E. H. Lee, C. G. McKamey, Scripta Metall., 23, 875 (1989).
3. L. Fionova, J. A. Juarez-Islas, R. Perez, J. L. Albarran, O. Flores, L. Martinez and Yu. Titovets. "The effect of local texture on crack propagation in Fe-Al ordered alloy". Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 31-12, December 15, 1994.
4. T. Watanabe, Res. Mechanica, 11, 47 (1984).
5. Hui Lin and D. P. Pope, Acta Metall. Mater., 41, 553 (1993).
6. D. Farkas, M. O. Lewus and V. Rangarajan, Scripta Metall., 22, 1195 (1988).
7. T. B. Massalski, ed. Binary Alloy Phase Diagrams (ASM 1986).
8. V. V. Rybin and Yu. F. Titovets, Industry Laboratory, N1,46 (1992).
9. D. G. Brandon, Acta Metall., 14, 1479 (1966).
10. L. Fionova, O. Kononenko, V. Matveev, L. Priester and S. Lartigue, Interface Sci. En prensa.
11. T. Watanabe, Material Sci. Forum. 46,49 (1989).
12. S. Hanada, S. Watanabe and O. Izumi, Acta Metall., 34, 13 (1986).
13. L. Fionova and A. Artemeyev, Grain Boundaries in Metals and Semiconductors, Ed. Physique, Paris, 1993.
14. L. Fionova, O. Kononenko and V. Matveev, Thin Solid Films, 227, 54 (1993).
15. C. S. Nichols, R. F. Cook, D. R. Clarke and D. A. Smith, Acta Metall., 39, 1657 and 1667 (1991).
16. D. H. Warrington and M. Boom, Acta Metall., 23 (1975) 599.
17. F. F. Lange. Acta Metallurgica Vol. 2, 311 (1967).
18. C. T. Forwood and L. M. Clarebrough. Electron microscopy of interfaces in metals and alloys. Electron microscopy in materials science series. Adam Hilger, Bristol, Philadelphia and New York 1991.



## Capítulo 4. Efecto del medio ambiente

En años recientes se ha desarrollado una gran actividad relacionada con la investigación sobre los aluminuros de hierro de tipo  $\text{DO}_3$  y B2. Principalmente, en el mejoramiento de la ductilidad, tenacidad a la fractura y alta sensibilidad al muescado; para desarrollar una combinación atractiva de propiedades para aplicaciones de temperaturas de moderadas a altas [1]. Sin embargo, estos tipos de compuestos intermetálicos son frágiles a temperatura ambiente. Esta fragilidad se manifiesta en muchos casos por una pobre ductilidad en tensión, baja tenacidad a la fractura y una alta sensibilidad al muescado [2,3]. Se ha reportado [1,4-7] que el hidrógeno tiene efectos fragilizantes en el FeAl y en el  $\text{Fe}_3\text{Al}$  a temperatura ambiente. Estos efectos son críticos porque su alta ductilidad intrínseca puede ser reducida a alrededor de 2 a 4% de deformación al ser expuestos en atmósferas húmedas durante las pruebas de tensión [8].

Los estudios realizados en los sistemas  $\text{Fe}_3\text{Al}$  y FeAl bajo diversas condiciones ambientales de vacío y oxígeno seco muestran que ambos sistemas intermetálicos pueden ser relativamente más dúctiles a temperatura ambiente [4-7]. Además, se ha reportado [9] que la susceptibilidad a la fragilización por el medio ambiente de los compuestos intermetálicos en la presencia de vapor de agua, puede ser reducida mediante la modificación de la composición química de la aleación, específicamente con adiciones de cromo.

Por otra parte, para tener un completo entendimiento de los parámetros de procesamiento y fabricación, la fusión y el comportamiento de solidificación de los aluminuros de hierro han sido estudiados [10,11]. Por ejemplo, es esencial considerar la susceptibilidad de los aluminuros de hierro a formar porosidad a nivel

macro y microscópico, como resultado de la evolución de gases disueltos durante el proceso de solidificación. En particular, se ha reportado [10] que los aluminuros de hierro son susceptibles a atrapar hidrógeno cuando son fundidos en aire. La solubilización del hidrógeno en el metal fundido y su rechazo durante la solidificación son los principales contribuyentes a la alta porosidad de los aluminuros fabricados por colada por gravedad. Para reducir el número y tamaño de los defectos de colada en estos compuestos intermetálicos, se sugiere producirlos por fusión por arco no consumible [11].

Se ha mostrado también, que la tenacidad al impacto disminuye en el FeAl 40% atómico conforme se incrementa la temperatura de 500 °C a 700 °C, mientras que la tensión de fluencia no cambia apreciablemente [12]. La tenacidad disminuye debido al hecho de que a temperaturas elevadas se favorece el plano de deslizamiento <100> [13]. Por lo tanto sólo hay tres sistemas independientes de deslizamiento y el material policristalino es frágil bajo estas condiciones.

En esta parte se comprobó el efecto del medio ambiente en las propiedades mecánicas de las aleaciones intermetálico FeAl40-0.1Zr-0.2B y FeAl40-0.1% Zr durante pruebas de forja. Las pruebas de forja se realizaron en medio ambientes de: aire, argón y vacío de  $10^{-2}$  torr. Los resultados mostraron que el recocido en atmósfera de argón resulta en un mejor comportamiento a la deformación que el recocido en los otros dos ambientes. Para la temperatura de 700 °C la microestructura presenta recristalización después de la forja.

También se estudio el efecto de la adición de elementos microaleantes como el B y/o Zr en la respuesta mecánica durante pruebas de forja. Obteniéndose mejores resultados con la adición de elementos microaleantes y enriqueciendo en Fe la aleación. La aleación enriquecida en Fe seleccionada es el FeAl 40%at.

De los resultados se sabe que el recocido en una atmósfera de argón previo a la forja, resulta en un mejor comportamiento de deformación que en los otros dos ambientes.

En esta parte del trabajo reportamos nuestra experiencia obtenida en el procesamiento termomecánico del compuesto intermetálico FeAl<sub>40</sub> con adiciones de B y/o Zr, empleando la técnica de forja con martillo de caída.

#### **4.1 Experimental.**

Se fabricaron las aleaciones con la composición indicada en la tabla 4.1. El proceso de fabricación fue por fusión por inducción y colada por gravedad. Los elementos de aleación se adicionan durante el proceso de fusión. El B se agrega en forma de Fe<sub>2</sub>B y el Zr como una aleación de maestra de Zr. La composición fue seleccionada para obtener la estructura ordenada B2 enriquecida en Fe. Se cortaron los lingotes con una cortadora con borde diamantado para obtener muestras con tamaños de 10x10x10 mm.

Tabla 4.1 Composición química de las aleaciones en % atómico, el balance es Fe.

<b>Aleación</b>	<b>Al</b>	<b>Zr</b>	<b>B</b>
FeAlBZ	40	0.1	0.2
FeAlZ	40	0.1	--

Para comprobar que la estructura obtenida es del tipo B2, se tomaron muestras de los dos lingotes para realizar análisis por difracción de rayos X. Los espectros se muestran en la figura 4.1, en donde se indican los picos correspondientes a la estructura B2 [15].

En la figura 4.2 se muestran las curvas esfuerzo deformación de las aleaciones FeAIBZ y FeAIZ, las deformaciones obtenidas son 7 y 4% respectivamente. La tensión de fluencia evaluada son respectivamente 553 y 518 MPa. Mostrando una mayor resistencia al combinar el B y Zr.

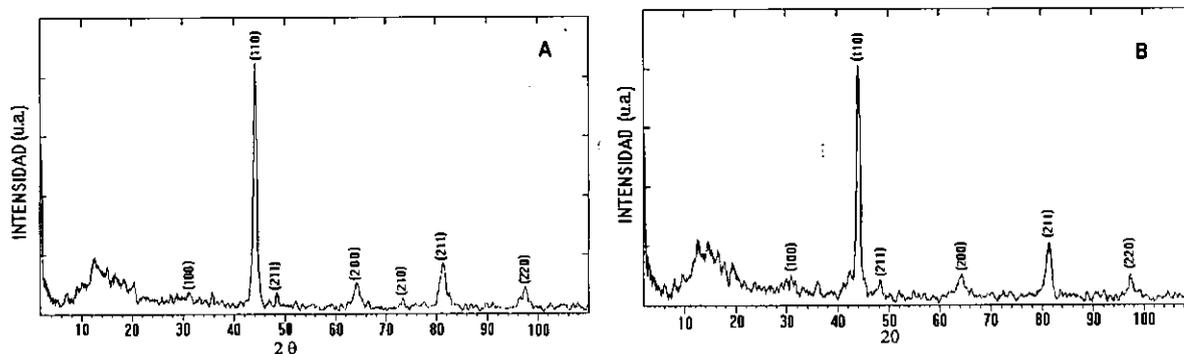


Figura 4.1 Espectros de difracción de rayos X de las dos aleaciones FeAIBZ (A) y FeAIZ (B) mencionadas en la tabla 4.1. En los espectros se indican los picos que corresponden con la estructura B2.

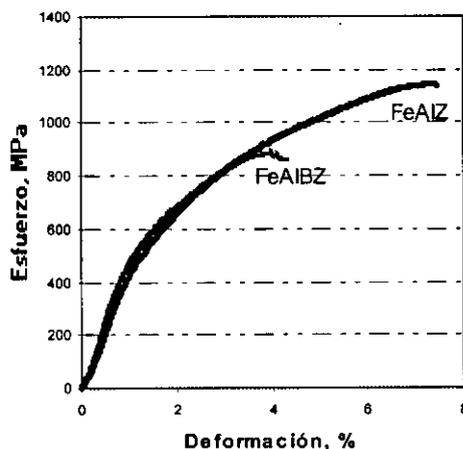


Figura 4.2 Curvas esfuerzo-deformación en compresión a temperatura ambiente.

Las muestras fueron recocidas a 400, 500 y 700 °C durante 60 min. Estas fueron encapsuladas previamente en condiciones ambientales de argón y vacío con 1 y  $10^{-2}$  torr respectivamente, esta condición se pierde durante la prueba de forja. El dispositivo utilizado para encapsular las muestras se mostró en la figura 2.1 del capítulo 2. Las muestras recocidas en los diferentes medios fueron forjadas con un

martillo de caída libre. En la tabla 4.2 se muestran las condiciones de ambientales y de temperatura de las pruebas en los dos materiales.

Tabla 4.2 Condiciones de prueba de las aleaciones A y B.

Aleación	Temperatura, °C	Medio Ambiente		
		Vacío	Aire	Argón
FeAlBZ	500	X	X	X
	700	X	X	X
FeAlZ	400	X	X	X
	700	X	X	X

Las muestras se forjaron en el martillo de caída con una energía de impacto de ~637J. A continuación, las muestras fueron enfriadas en aire tranquilo. Las muestras se prepararon para su observación metalográfica, siguiendo la secuencia de desbaste y pulido con lijas del No. 180 a 600 y pulido con pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ . Para mejorar el acabado superficial, después del pulido mecánico las muestras fueron electropulidas en una solución de 5% ácido perclórico en etanol. La temperatura de la solución se mantuvo a  $-10^{\circ}\text{C}$  con un voltaje de 25 V y un tiempo de 15 s. El ataque final se realizó con el reactivo Keller por 20 s. Las foto micrografías representativas se tomaron con un microscopio Olympus PMG3. Las mediciones de la microdureza de las muestras de colada y forjadas fueron realizadas en secciones transversales preparadas metalográficamente. Las pruebas de microdureza se realizaron con un microdureómetro Matsuzawa con una carga de 100 g. Los valores de microdureza reportados son el valor promedio de al menos 10 mediciones.

El microanálisis de los compuestos intermetálicos se realizó en un MEB JSM-6400 equipado con un sistema de análisis por energía dispersa de rayos X.

## 4.2 Resultados y Discusión

En esta primera parte se presentan los resultados obtenidos en la aleación FeAlBZ y posteriormente se presentan los resultados obtenidos en la aleación FeAlZ.

### 4.2.1 Aleación FeAlBZ

En la figura 4.2, se muestra la estructura de colada de la aleación FeAlBZ, esta muestra principalmente una microestructura de tipo columnar/dendrítica. En el interior de los granos columnares se aprecia una microestructura dendrítica. En las regiones interdendríticas se observa segregación indicada por las flechas. De acuerdo con los microanálisis realizados en el MEB, en las regiones de segregación, la cantidad de circonio es de entre 14.6 a 22.5 % en peso (en este equipo no es posible detectar el boro). El espectro de EDS se muestra en el recuadro de la figura 4.3. La morfología de estos segregados es en forma de fibras, ver Figura 4.4.

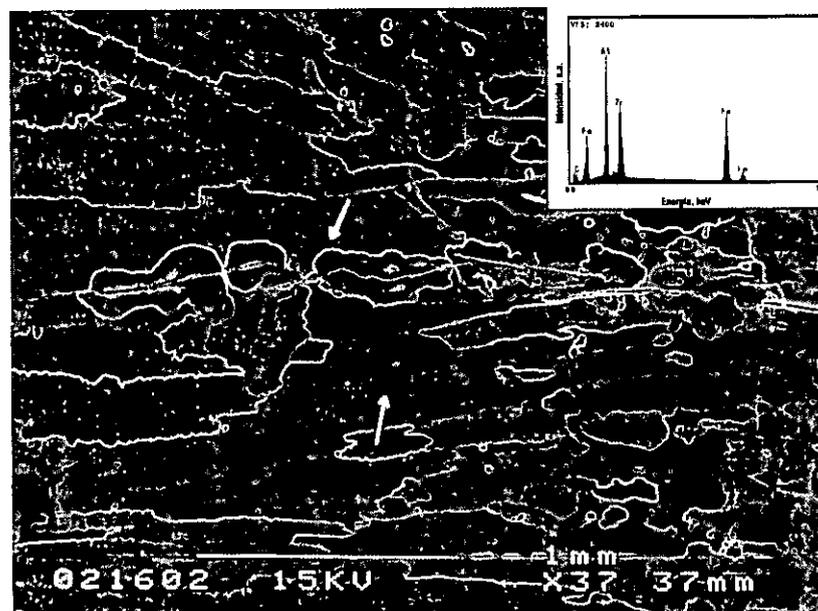


Figura 4.3 Foto micrografía de una muestra de colada de FeAlBZ. Se observan granos columnares y dendríticos. Las segregaciones se indican por flechas. El recuadro un espectro de EDS obtenido en una región de segregación.



Figura 4.4 Precipitado rico en circonio con forma de fibra en la aleación FeAlBZ.

Frecuentemente, se observan fracturas dentro de los granos columnares mostrados en la figura 4.3 y dentro de los brazos dendríticos, ver Figura 4.5. Esto fue indicado previamente por Rishel y Brody [11]. Estas grietas intracolumnares pueden ser generadas durante la contracción térmica por el proceso de solidificación. Además, las fracturas transgranulares mostradas en la figura 4.5 que aparecen en los brazos primarios pueden ser generadas por la difusión del hidrógeno a las regiones interdendríticas [10].

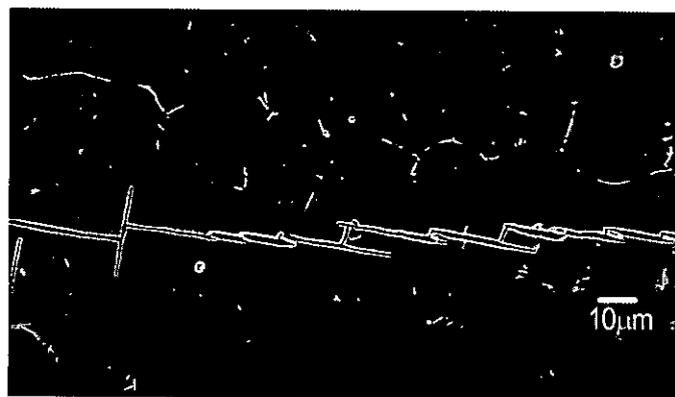


Figura 4.5 Fracturas intracolumnares que corren en regiones centrales de los brazos primarios de las dendritas en la aleación FeAlBZ.

Los experimentos de forja realizados a 500 °C muestran las siguientes características: (i) Las muestras forjadas en aire se fracturan en dos mitades a pesar de ser deformadas sólo 5%. La microestructura columnar/dendrítica se mantiene estable después del proceso de forja. Se observa una alta deformación localizada, evidente por la presencia de líneas de deformación en el interior de algunos granos columnares, ver Figura 4.6. En esta figura, la segregación se indica con una S. (ii) Las muestras forjadas en vacío de  $10^{-2}$  torr, también se fracturan a la mitad de manera similar a las forjadas en aire. (iii) Las muestras forjadas en una atmósfera de argón no se parten en dos y la deformación que se alcanza es de 10%. A pesar de que la deformación medida microscópicamente en la muestra es de 10%, la microestructura muestra regiones con líneas de deformación, lo cual indica una deformación severa localizada, que es más alta que la deformación global observada, ver Figura 4.7.

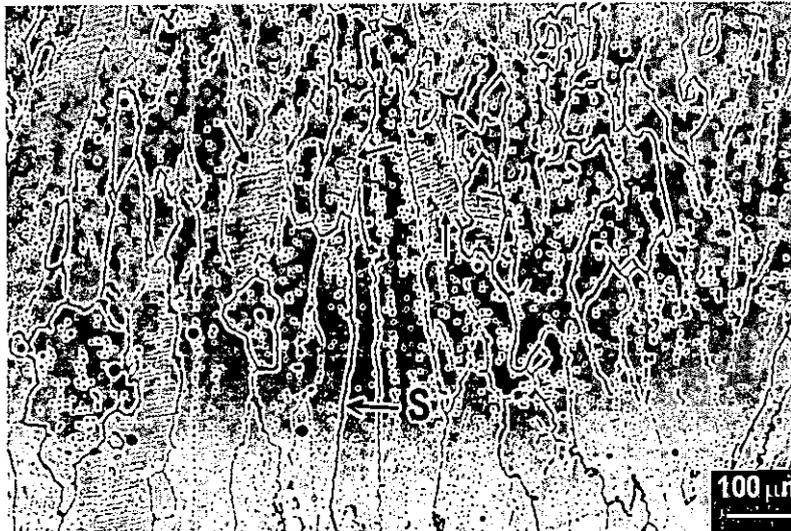


Figura 4.6 Después del proceso de forja aún se encuentra presente la estructura columnar/dendrítica. También se observan líneas de deslizamiento, indicadas por una flecha. La dirección de la forja es paralela a la dirección de la estructura columnar.



Figura 4.7 Líneas de deformación encontradas en la microestructura de una muestra forjada en atmósfera de argón.

Las muestras forjadas a 700 °C muestran un comportamiento similar con relación a su comportamiento de deformación al presentado por las muestras forjadas a 500 °C. Las muestras forjadas a 700 °C no se fracturan, pero la microestructura que presentan es diferente. Los granos columnar/dendríticos no se observan del todo, en cambio los granos columnares se ven fragmentados con una tendencia a formar granos recristalizados como se muestra en la figura 4.8. Las fronteras de grano muestran trazas de segregados ricos en circonio (~14% en peso de Zr).

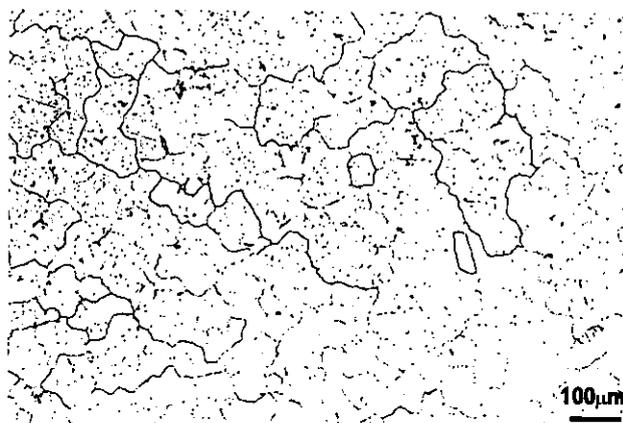


Figura 4.8 Foto micrografía representativa de las muestras forjadas en atmósfera de argón a 700°C. Se observan granos parcialmente recristalizados.

El examen de las superficies de fractura de las muestras forjadas en aire y vacío, indica que el modo de fractura es frágil. La figura 4.9 muestra fracturas en las muestras forjadas en aire que se propagan a lo largo de las regiones de mayor

segregación, siguiendo la trayectoria dendrítica (A). En general, la trayectoria de las fracturas es paralela a la dirección de forja. También hay regiones donde las grietas crecen por clivaje, región (B).

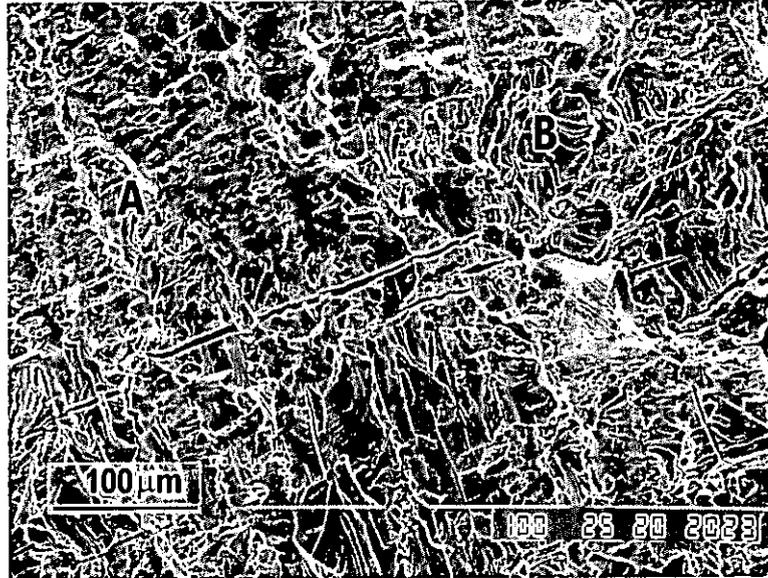


Figura 4.9 Foto micrografía por MEB de una superficie de fractura de la muestra forjada en aire. Se observan dos regiones: (A) trayectoria dendrítica y (B) fractura por clivaje.

En la figura 4.9 se muestran grietas que corren de forma normal al plano de fractura, estas deben originarse por esfuerzos térmicos durante el enfriamiento del lingote o por difusión de hidrógeno a las regiones inter dendríticas [10]. La figura 4.10 muestra la superficie de fractura de una muestra forjada en vacío, el modo de fractura que presenta es principalmente por clivaje. La trayectoria de la fractura es más tortuosa que el clivaje mostrado en la figura 4.8. Los experimentos de forja no muestran ninguna mejora apreciable en la forjabilidad de las muestras cuando la temperatura se incrementa de 500 °C a 700 °C, consistente con las observaciones de Chang [12] y Umakoshi y Yamaguchi [13].

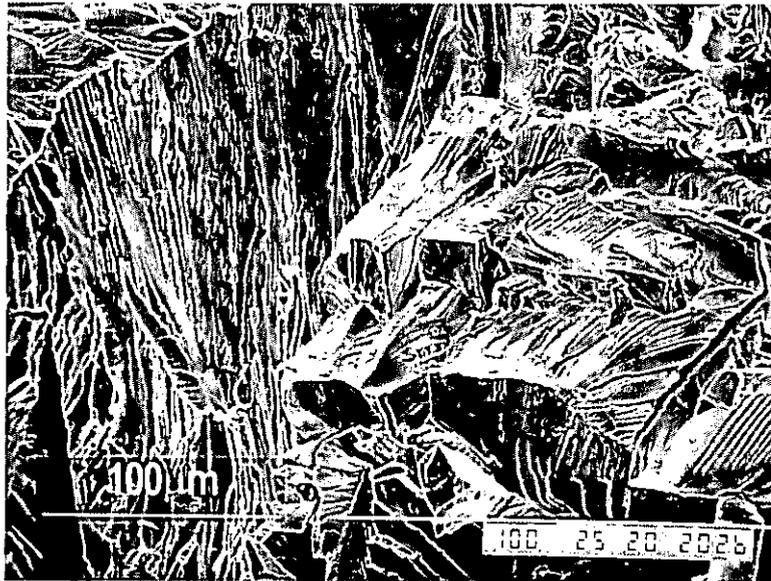


Figura 4.10 Fractografía representativa de la muestra forjada en vacío, donde se observa que la fractura crece por clivaje.

Las medidas de la microdureza se realizaron dentro y fuera de las regiones donde se observan las líneas de deformación, encontrándose que la diferencia es mínima. En las muestras de colada la microdureza es de 298 HV0.1, este valor es el valor promedio de diez huellas y fue obtenido de regiones libres de segregación. Los valores de microdureza en las muestras forjadas a 500 °C son 373 HV para las muestras forjadas en aire, 363 HV para las muestras forjadas en condiciones de vacío. En las muestras forjadas a 700 °C los valores de microdureza son 297 y 416, para las muestras forjadas en atmósferas de vacío y argón respectivamente. El valor promedio de la microdureza de las muestras forjadas a 500 °C es ligeramente mayor al valor obtenido para la muestra de colada. Por el contrario, el valor promedio de la microdureza de las muestras forjadas a 700 °C es menor para la muestra forjada en vacío y es mayor para la muestra forjada en argón.

Se observó durante los experimentos de forja, que el empleo de argón como atmósfera protectora resulta en un mejor comportamiento de deformación que el de

las muestras de FeAlBZ forjadas en vacío y aire, evitando la fractura total como se observó en las otras muestras forjadas en aire y vacío de la aleación FeAlBZ.

Mientras que la dirección de los granos columnares fue seguida durante los experimentos de forja, la posición de las muestras con respecto al lingote no se realizó. En tanto los presentes experimentos sugieren que el recocido en argón es benéfico para la subsecuente respuesta durante la prueba de forja, la posibilidad de que muestras tomadas de regiones diferentes muestren características de forja distintas debe ser seguido en trabajos futuros. La forja en atmósfera de argón es apropiada para permitir que la aleación FeAlBZ muestre una mejor ductilidad.

#### 4.2.2 Aleación FeAlZ

Las muestras forjadas a 400 °C mostraron las siguientes características: i) Las muestras permanecen casi íntegras después de la forja con una deformación de 1.9%. ii) Las muestras forjadas en vacío fallaron durante la prueba impidiendo determinar el porcentaje de deformación. iii) Las muestras forjadas en atmósfera de argón presentaron un comportamiento similar a las muestras forjadas en vacío.

Las muestras forjadas a 700 °C mostraron las siguientes características: i) Las forjadas en aire presentan agrietamiento en toda la muestra pero es posible medir un 2.85% de deformación. ii) Las muestras forjadas en vacío y argón fallaron por lo que no se pudo medir el porcentaje de deformación.

La microestructura de colada de la aleación FeAlZ es dendrítica. Esta se muestra en la figura 4.11, en la región superior se observan los brazos primarios y secundarios de las dendritas. En los espacios interdendríticos se observa segregación con alto contenido de Zr. A mayor amplificación se observan regiones de segregación ricas en Zr en los espacios interdendríticos, esto se muestra en la figura 4.12, esto es

producido por la baja solubilidad del Zr en el FeAl como fue reportado por Webb [16]. También se observan grietas entre las zonas de segregación.

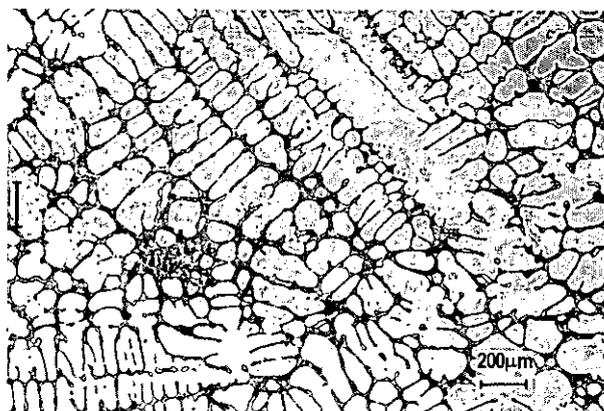


Figura 4.11 Material de llegada, parte longitudinal de la barra de metal, se observan los brazos dendríticos y la zona de segregación ricas en Zr entre los espacios interdendríticos.

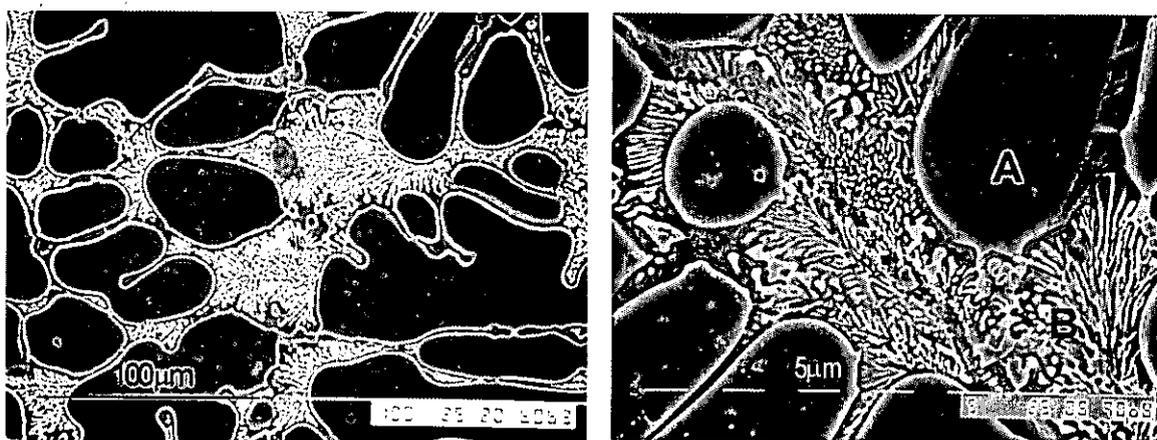
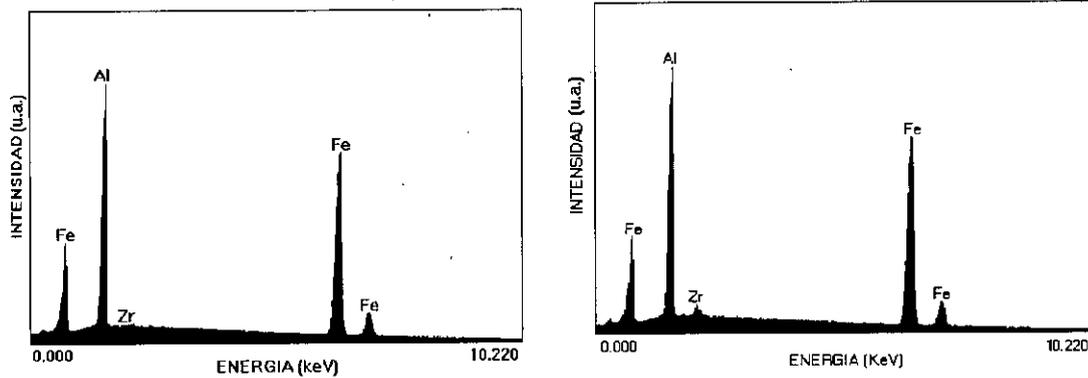


Figura 4.12 Detalles de la microestructura del FeAlZr. Se observan grietas en la zona interdendrítica generadas durante el enfriamiento.

En la figura 4.13 se muestran los microanálisis de las regiones A y B marcadas en la figura. Estas corresponden a las zonas dendrítica (a) e interdendrítica (b), debe notarse que el Zr está segregado a la región interdendrítica.



A

B

Figura 4.13 Espectros de EDS de las regiones dendrítica e interdendrítica. Los análisis corresponden a las regiones indicadas en la figura 4.11. El Zr se encuentra en la zona interdendrítica.

En la figura 4.14 se muestran: a) imagen de electrones secundarios de una región con segregación de Zr. b) la misma región anterior pero la imagen se generó con electrones retrodispersados, donde se aprecian mejor las zonas ricas en Zr. Los microanálisis 1-3 corresponden con las regiones marcadas en la imagen (b).

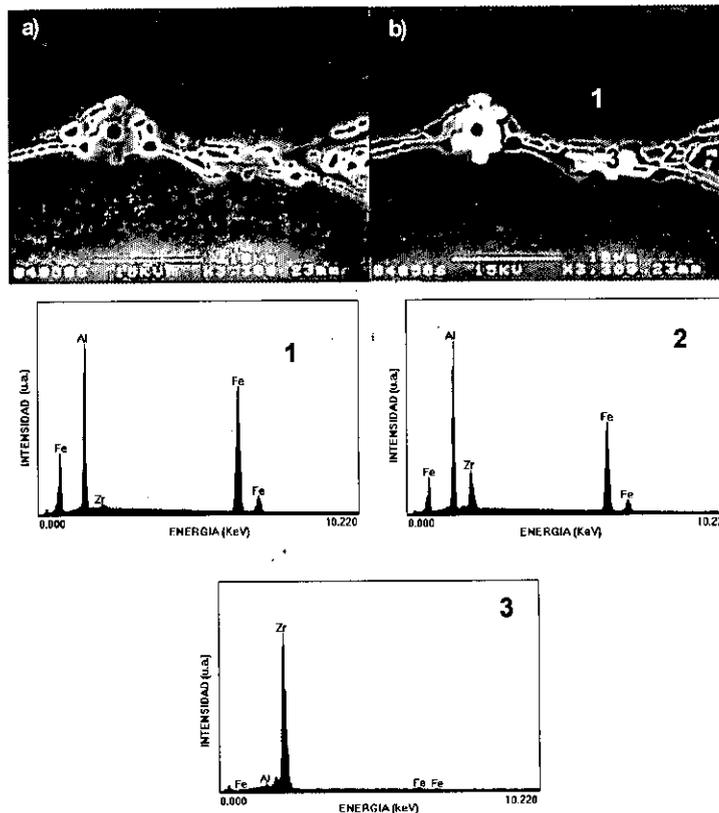


Figura 4.14 Detalle de las zonas donde se encuentra segregado el Zr.

En la muestra forjada en aire a 700°C (ver figura 4.15), la microestructura permanece estable y presenta agrietamiento a lo largo de los espacios interdendríticos. También se encuentra agrietamiento en la región interdendrítica que no cruza las fronteras de grano pues es arrestada en la interfase, este comportamiento en microestructuras semejantes ya fue reportada con anterioridad [17-19]. Este comportamiento se presenta con menor frecuencia en la muestra forjada en aire a 400 °C.

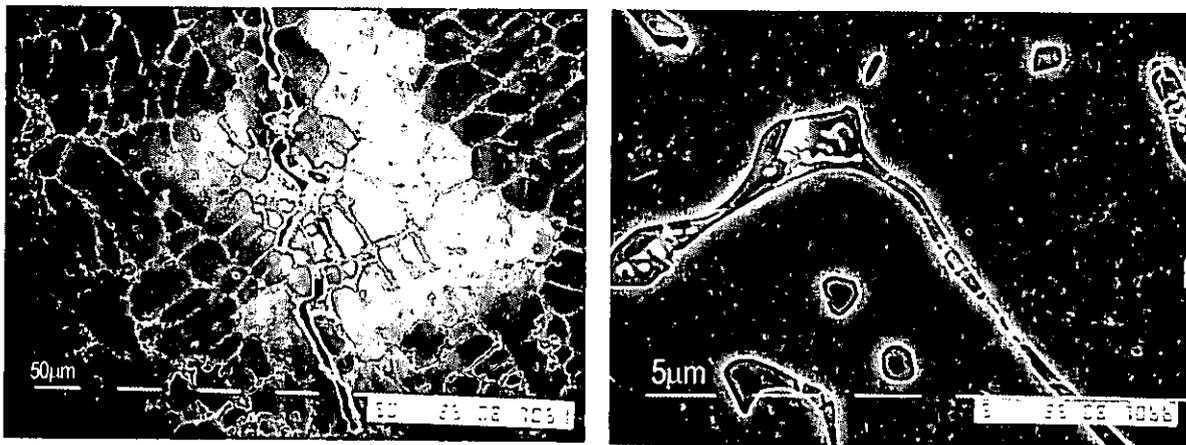


Figura 4.15 Grietas generadas en la muestra forjada en aire a 700 °C, la grieta corre a lo largo de la zona de segregación. También muestra agrietamiento en las zonas interdendríticas que se arrestan en la interfase.

En las muestras forjadas en atmósfera de argón a 700°C (Figura 4.16), la microestructura dendrítica sigue estable, también muestra las grietas a través de las regiones interdendríticas. El comportamiento en la muestra forjada en argón a 400°C (figura 4.17) es similar al de 700°C. También se encontró el mismo tipo de agrietamiento en la región interdendrítica mostrado por la muestra forjada en aire a 700°C.

En la muestra forjada en vacío a 400 y 700°C presenta el mismo comportamiento, esto se muestra en la figura 4.18, en este caso también muestran las grietas en las regiones interdendríticas que se arrestan en la interfase.



Figura 4.16 Microestructura de la aleación FeAlZ forjada en argón a 700°C. Se presentan grietas a lo largo de las regiones interdendríticas y no se aprecia un cambio apreciable de la microestructura, revelando su estabilidad durante el proceso de forja.

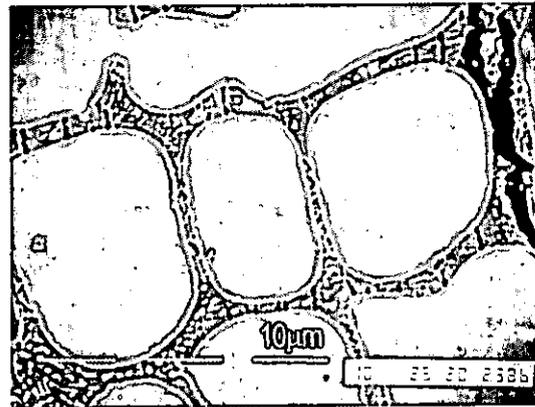
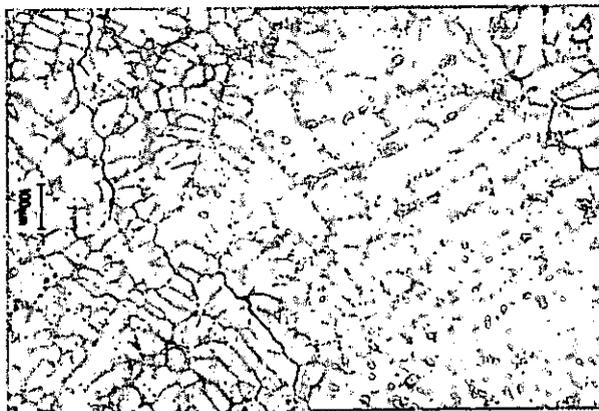


Figura 4.17 Microestructura de la aleación FeAlZ forjada en argón a 400 °C. Se observan las grietas en la región interdendrítica que se arrestan en la interfase.

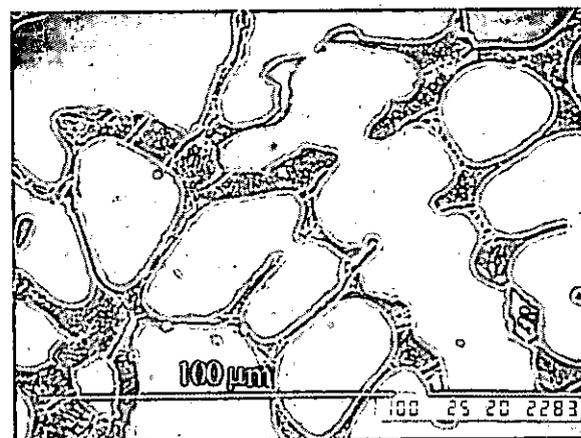
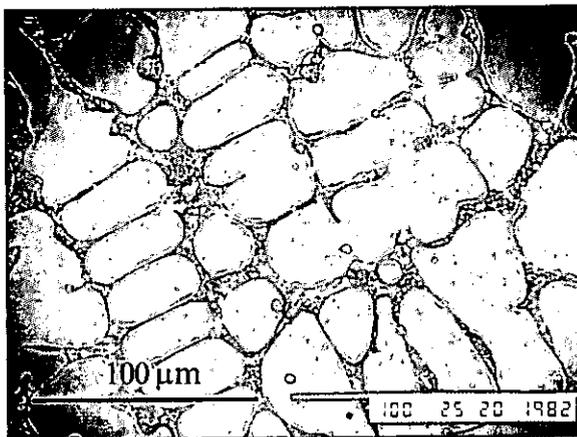
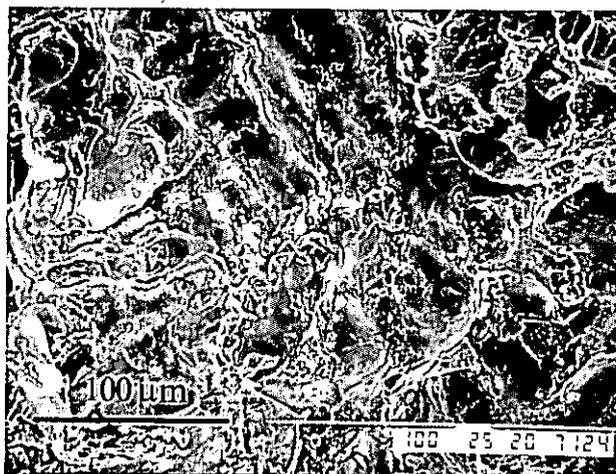


Figura 4.18 Microestructura de la aleación FeAlZ forjada en condiciones de vacío, mostrando el agrietamiento de la región interdendrítica.

En la figura 4.19 se muestran aspectos generales de la fractura de la aleación FeAlZ. En la figura (a), se muestra la superficie de fractura donde hay evidencia de la estructura dendrítica. En la figura 4.18b y 4.18c se muestra las superficies de fractura de tipo transgranular de la aleación después de la forja. A pesar de esta característica, la aleación en general, falla catastróficamente durante la forja debido a la generación de grietas en la región interdendrítica.



a)



b)



c)

Figura 4.19 Superficies de fractura después de la forja. a) Evidencia de la estructura dendrítica. b) y c) fractura de tipo transgranular, este tipo de fractura es el que predomina en todas las muestras de la aleación FeAlZ.

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

La experiencia obtenida en esta parte del trabajo parece contradecir algunos de los hechos encontrados anteriormente. Los materiales fallan completamente en vacío y argón. Los únicos que permanecen íntegros son los sometidos a forja en aire, esto puede explicarse por la gran cantidad de grietas que se forman a través de los espacios interdendríticos que inducen una falla catastrófica.

Los resultados de las pruebas de forja en las aleaciones FeAlBZ y FeAlZ y las mediciones de microdureza se muestran en la tabla 4.3.

Tabla 4.3 Resultados de las pruebas de forja.

Aleación	Colada HV0.1	Temperatura °C	Aire		Vacío		Argón	
			% Def.	HV0.1	Aire	HV0.1	%Def.	HV0.1
FeAlBZ	298	500	5	373	5	363	5	240
		700	10	--	10	297	10	416
FeAlZ	334	400	1.9	367	--	308	--	362
		700	3.8	295	--	342	--	316

### 4.3 Conclusiones.

La forja posterior a un recocido en presencia de aire y vacío de  $10^{-2}$  torr da como resultado una fractura completa de las muestras. El recocido en una atmósfera de argón de la aleación FeAlBZ previene la fractura y se alcanza una deformación de 10%. A pesar de esto, presenta microgrietamiento de las muestras. La alta deformación plástica localizada en el interior de algunos granos es un signo prometededor del comportamiento mecánico de este material.

La presencia de B mejora apreciablemente el comportamiento de la aleación FeAlBZ comparada con la aleación FeAlZ. El Zr presenta una baja solubilidad en la aleación FeAl40, segregando a los espacios interdendríticos en la aleación fabricada por colada por gravedad.

A pesar de que la aleación FeAlZ muestra un mejor comportamiento a temperatura ambiente, los resultados de forja muestran un comportamiento contrario. Esto es causado por la alta segregación de Zr en la aleación FeAlZ.

La experiencia obtenida durante este estudio nos indica que debe realizarse una mayor investigación para mejorar las prácticas de fusión para la fabricación de los compuestos intermetálicos de FeAl, con la meta de obtener microestructuras más uniformes. Posteriormente, la investigación debe continuar hacia la comprensión del papel que juegan el oxígeno e hidrógeno disueltos en el metal fundido, para evitar la fractura intracolumnar e intercolumnar así como la interdendrítica. La investigación debe seguirse en esta dirección como ya fue indicada por Castagna y Stoloff [2].

#### 4.4 Referencias

1. C. D. Kamey, I. A. Horton and C. T. Liu, *J. Mater. Res.*, 4(1989), 1156.
2. A. Castagna and N. S. Stoloff. *Scripta Metall. et Mater.*, 26 (1992), 673.
3. N. S. Stoloff. *Metall. Trans. A*. 24A, March (1993), 561-567.
4. C. T. Liu and E. P. George. *Scripta Metall. et Mater.*, 24 (1990) 1583.
5. C. T. Liu, E. H. Lee and C. G. McKamey, *Scripta Metall. et Mater.*, 23 (1989), 875.
6. C. T. Liu, C. G. McKamey and E. H. Lee. *Scripta Metall. et Mater.* 24 (1990), 385.
7. C. D. McKamey, J. A. Horton and C. T. Liu. *Scripta Metall. et Mater.* 22 (1988), 1679.
8. M. H. Yoo, S. I. Sass, C. L. Fu, M. J. Mills, D. M. Dimiuk and E. P. George, *Acta Metall. et Mater.*, 41 (1993), 987.
9. C. T. Liu and C. G. McKamey. Conference: "High Temperature Aluminides and Intermetallics". Indianapolis, Indiana, USA Publ. TMS (1990) 133-151.
10. V. K. Sikka, in *Heat Resistant Materials*". Proceedings of the First International Conference, Fontana, Wisconsin. USA/23-26 September, 1991, 141-147.
11. L. L. Rishel and R. D. Brody; in *Heat Resistant Materials*". Proceedings of the First International Conference, Fontana, Wisconsin. USA/23-26 September, 1991, 149-157.
12. K. M. Chang. *Metall. Trans. A*. 21A (1990), 3027-3028.
13. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi. *Philos. Mag. A*, 41, No. 4 (1980), 573-588.
14. O. Flores, J. Juarez, B. Campillo, L. Martinez and J. H. Schneibel. "FORGING OF FeAl INTERMETALLIC COMPOUNDS". Processing, properties and Applications of Iron Aluminides. Edited by J. H. Schneibel and M. A. Crimp. Proceedings of Annual Meeting of TMS. February 27-March 3, (1994) 31-38.
15. JCPDS-ICDD (1996) tarjetas: 33-20 y 45-982.

16. G. Webb, P. Juliet and A. Lefort. Optimization of the Boron Content in FeAl(40at.%) Alloys. *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol. 28, pp. 769-772, 1993.
17. G. Sauthoff. The high temperature of intermetallic alloys. *Structural intermetallics*. Edited by R. Darolia, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle and M. V. Nahal. TMS, 1993, 845-860.
18. G. Sauthoff. Intermetallic Alloys- Overview on materials developments for structural applications in West Germany. *Z. Metallkde*, 81 (1990), 855-861.
19. W. Wunderlich, L. Machon and G. Sauthoff. Dislocation analysis at crack tips at phase boundaries in an intermetallic NiAl-NbNiAl. *Z. Metallkde*, 83 (1992), 679-684.

## Capítulo 5. Atomización y depositación.

Los compuestos intermetálicos ordenados son materiales atractivos para aplicaciones estructurales donde se requiere una buena combinación de resistencia mecánica bajo condiciones de temperaturas elevadas y de buena resistencia a la corrosión. Los compuestos intermetálicos de FeAl deben competir con algunos aceros inoxidable en cuanto a resistencia a la corrosión en condiciones de alta temperatura y medios oxidantes y sulfidantes. Además de presentar buena resistencia al desgaste, baja densidad, una buena resistencia a la cavitación-erosión y un bajo costo de fabricación [1]. Sin embargo, los compuestos intermetálicos de FeAl son difíciles de fabricar por técnicas de colada. Los lingotes de FeAl fabricados por técnicas de colada convencionales presentan agrietamiento, cavidades y segregación. La alta porosidad en las coladas de FeAl se ha asociado con la gran cantidad de hidrógeno disuelto en el metal líquido [1]. Los métodos de fabricación de los compuestos intermetálicos FeAl reportados en la literatura incluyen: fusión, colada y metalurgia de polvos.

En este trabajo se exploran las ventajas de procesos de fabricación novedosos aplicados a la fabricación de aleaciones FeAl. Dentro de las técnicas utilizadas se encuentra la atomización-depositación, compresión isostática en caliente (HIP por sus siglas en inglés) y forja en martillo de caída libre. El proceso de atomización y depositación ha atraído considerablemente la atención como un método alternativo de fabricar materiales con forma cercana a la final (*near net shape* en inglés) [2,48-49]. La atomización-depositación se refiere a la síntesis de materiales mediante la desintegración en gotas del metal líquido con tamaños cercanos al micrómetro con un fluido a alta presión. Este proceso de desintegración puede continuarse con la depositación inmediata de la mezcla de gotas parcialmente solidificadas y líquidas

sobre una superficie con el fin de formar una forma coherente y de baja porosidad [3].

### **5.1 Experimental**

El proceso de atomización-depositación requiere de una velocidad de solidificación media a rápida, la cual minimiza las reacciones entre el material de la matriz y las fases de refuerzo, esto hace posible su aplicación en la síntesis de compuestos intermetálicos de alta temperatura de fusión, tales como los de FeAl [4]. Adicionalmente, es posible incorporar homogéneamente partículas de refuerzo durante el proceso de atomización-depositación, lo cual hace posible obtener microestructuras refinadas en el tamaño de grano libres de segregación [5,6].

Se fabricaron aleaciones de FeAl40 con adiciones de B y codepositadas con partículas de alúmina. Se cortaron muestras que se procesaron con HIP y forja.

Se describen los estudios realizados por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. La atomización y depositación mejoran la microestructura comparada con la obtenida en técnicas estándares de colada, las cuales son susceptibles de generar una alta porosidad, segregación y fractura. El B en el FeAl40 atomizado incrementa la cohesión de las fronteras de grano induciendo el cambio en el modo de fractura, de un modo principalmente intergranular a un modo mezclado intergranular/transgranular. Las partículas de alúmina durante el proceso de atomización-depositación inducen un refinamiento significativo del tamaño de grano y además mejoran las propiedades mecánicas del FeAl40.

La forjabilidad del  $\text{FeAl40+B+Al}_2\text{O}_3$  se mejoró considerablemente comparada con la mostrada por el  $\text{FeAl}$ . El proceso de HIP reduce la porosidad y mejora la ductilidad en forja. Además, las partículas de alúmina en la matriz de  $\text{FeAl40}$  contribuyen a cambiar el modo de fractura principalmente intergranular a principalmente transgranular.

## **5.2 Resultados y discusión**

La aleación de  $\text{FeAl40}$  fue fabricada empleando Fe y Al con una pureza de 99.99%. La aleación fue fundida y colada por gravedad en un molde de grafito cilíndrico de 4 cm de diámetro interno. En la figura 5.1a se muestra una sección de este material usado como aleación maestra durante los experimentos de atomización-depositación. La microestructura de este material se muestra en la figura 5.1c. El material muestra una alta porosidad y un tamaño de grano bastante grueso, que es de alrededor de 1 mm. La alta porosidad se asocia a la evolución de gases disueltos en el metal líquido durante la solidificación, los gases que pueden ser disueltos son hidrógeno y oxígeno [51]. También se aprecian el desprendimiento de algunos granos, haciendo evidente la poca adhesión entre los granos.

La pieza colada fue cortada en piezas que permitieran su alimentación al sistema de atomización y depositación. El elemento microaleante B fue agregado en la forma de  $\text{Fe}_2\text{B}$ . El contenido de boro final fue de 0.1% atómico. La adición de boro a la aleación se cree ayuda a mejorar la ductilidad a temperatura ambiente [7,8].

La fase de refuerzo empleada en estos experimentos es alúmina comercial con una pureza de 99.99%. La fenomenología de la interfase  $\text{FeAl-Al}_2\text{O}_3$  ha sido estudiada previamente y se mostró que no existe reacción en la interfase [50]. La alúmina en forma de plaquetas marca MicroGrit Inc. (Westfield , MA) presenta una distribución

de tamaños de partícula de tipo gaussiano y muestran un tamaño de partícula promedio de  $3 \mu\text{m}$  ( $d_{50}$ ). Además el 90% de las partículas muestran un tamaño menor a  $12 \mu\text{m}$  ( $d_{90}$ ) y un 10% con tamaños menores a  $1 \mu\text{m}$  ( $d_{10}$ ).

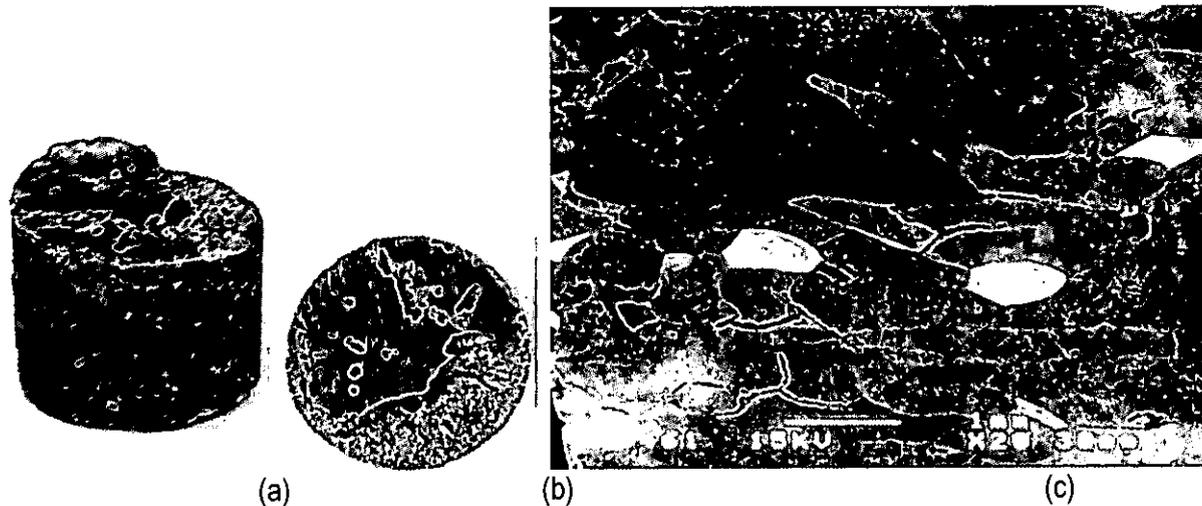


Figura 5.1 a) Barra de FeAl40 de colada, b) Corte transversal de la barra colada y c) Microestructura de la barra de colada.

A continuación se describe el procedimiento para fabricar las aleaciones de FeAl40 por atomización-depositación. Se funde la aleación en un horno de inducción y se calienta a las temperaturas indicadas en la tabla 5.1, se mantiene la temperatura de colada durante 30 minutos para asegurar la homogeneización del metal fundido. El metal sobrecalentado se inyecta a través de una boquilla de BN colocada en el centro del dispositivo de atomización de 18 perforaciones, en esta parte es donde el metal líquido es desintegrado para formar el rocío del atomizado en gotas con una distribución de tamaños de gota del orden de micras. El fluido para realizar el atomizado es nitrógeno a una presión dinámica de 2.41 MPa y una distancia de depositación de 25 cm. La velocidad de flujo de nitrógeno para atomizar y del metal líquido son 0.077 kg/seg y 0.020 kg/seg respectivamente. Una lista completa de las variables experimentales utilizadas se muestra en la tabla 5.1 y en el apéndice A se encuentran las cartas de los experimentos de atomización. Para evitar la oxidación

del FeAl durante el proceso de atomización depositación, los experimentos se realizaron en el interior de una cámara ambiental, la cual se evacua de aire a una presión de 200 Pa y se establece una presión de nitrógeno de 101 kPa durante todo el proceso de atomización-depositación. Uno de los experimentos se realizó en una presión de vacío de 200 Pa sin la presión de N<sub>2</sub>.

Tabla 5.1 Variables principales de los experimentos de atomización.

Variable	FeAl40	FeAl40+B	FeAl40+B/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Gas de coinyección	---	---	N <sub>2</sub>
Distancia de coinyección	---	---	15 cm
Temperatura de colada	1693 K	1758 K	1773
Tempo de atomización	54 sec	64 sec	55 sec
diámetro de boquilla	0.3048 cm	0.3048 cm	0.3048 cm
Temperatura de HIP	---	1373 K	1373 K
Presión de HIP	---	200 MPa	200 Mpa
Tiempo de HIP	---	60 min.	60 min.

En los experimentos de coinyección, conforme viajan las gotas solidificadas parcialmente desde la boquilla al sustrato refrigerado bajo las fuerzas combinadas de la fuerza de gravedad y el arrastre del flujo de nitrógeno, se inyectan las partículas de alúmina por dos tubos posicionados a 180° uno del otro y a 90° en relación con el eje del cono generado por las gotas del atomizado. Las partículas son inyectadas con nitrógeno a una presión de 241 kPa dentro del rocío del atomizado. Basados en los resultados discutidos en detalle en los trabajos [5,9,10] se seleccionó una distancia de coinyección de 15 cm, desde el punto de atomización al punto de coinyección. El criterio para seleccionar la presión y la distancia óptimas de coinyección de las partículas de alúmina se basó en que las partículas deberían ser capaces de alcanzar la línea central del cono de atomización y superar el campo de fuerzas generado por el nitrógeno y el de las gotas atomizadas. Debe notarse que la alúmina fue calentada en flujo de argón durante tres horas para remover cualquier humedad y desaglomerar las partículas facilitando el flujo de las partículas a través de los inyectores durante el experimento. Posteriormente, las gotas del

material compuesto con matriz intermetálica  $\text{FeAl}_{40}+\text{B}+\text{Al}_2\text{O}_3$  son colectadas en una forma coherente.

Los componentes principales del dispositivo para realizar la atomización y deposición son mostrados en la figura 5.2 [3,11]. Las piezas resultantes del proceso de atomización-deposición muestran la forma de un cono gaussiano, las piezas fabricadas se muestran en la figura 5.3. Comparado con el material preparado por colada en molde de grafito preparado previamente el material atomizado y depositado es menos poroso y posee una microestructura más fina.

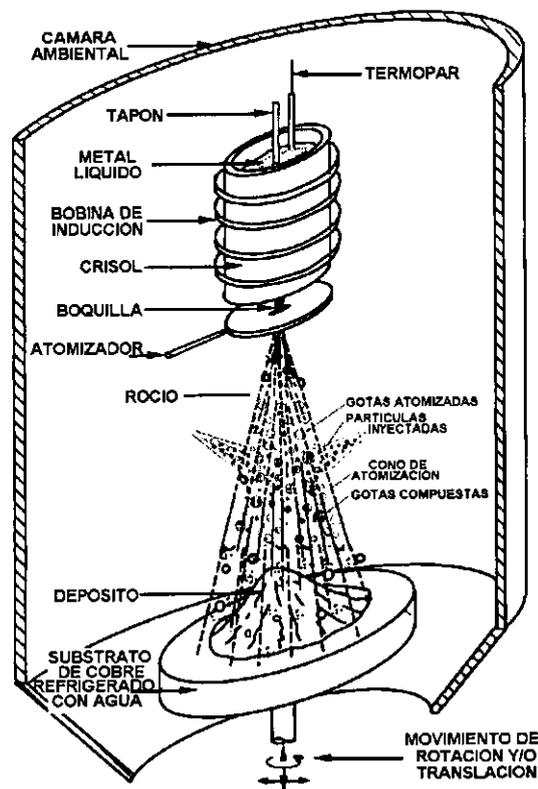


Figura 5.2 Esquema del dispositivo de atomización-deposición empleado para fabricar las aleaciones de  $\text{FeAl}_{40}$  codepositadas con  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Estas fueron seccionadas utilizando una máquina de electro-erosión Fine Sodick A320D Mark EXEDW, la cual permite realizar cortes sin perder mucho material

durante el corte. Para realizar las pruebas de forja las muestras se cortaron en cubos de 1 centímetro de arista como se muestra en la figura 5.4.

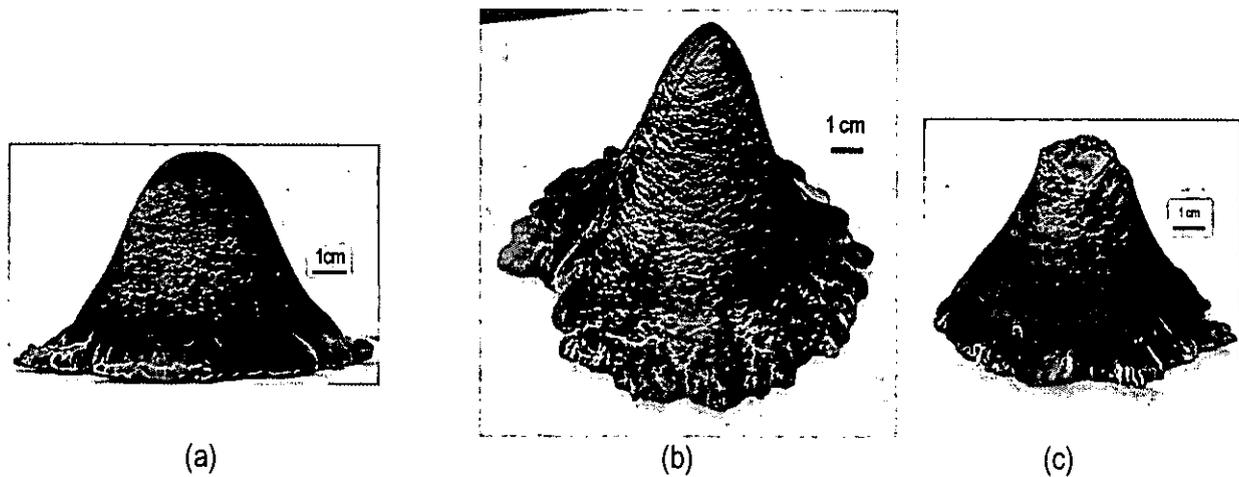


Figura 5.3 Se muestran las tres muestras fabricadas por atomización-depositación: a) FeAl40, b) FeAl40+B y c) FeAl40+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

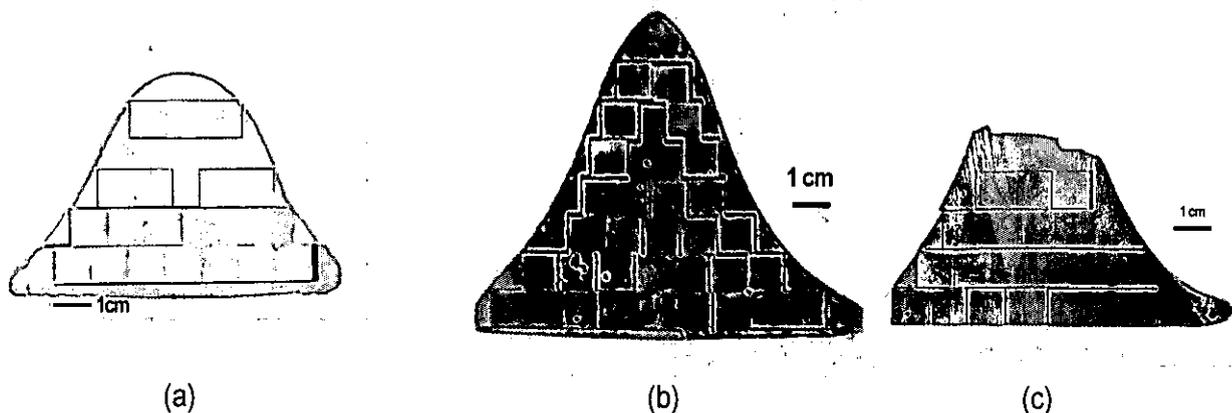


Figura 5.4 Se muestran los cortes de los cubos de 1 cm de arista de las muestras de la figura 5.3, FeAl40, b) FeAl40+B y c) FeAl40+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Se tomaron muestras para realizar análisis de difracción de rayos x. La muestra se obtuvo en polvo con una lima de carburo de tungsteno. En la figura 5.5 se muestra el difractograma obtenido, se marcan los planos que corresponden con la estructura B2 del FeAl, tarjetas 33-20 y 45-982 del JCPDS. Es importante resaltar, que a pesar de la alta velocidad de solidificación, se obtiene la estructura ordenada de equilibrio B2 y no la fase desordenada  $\alpha$ .

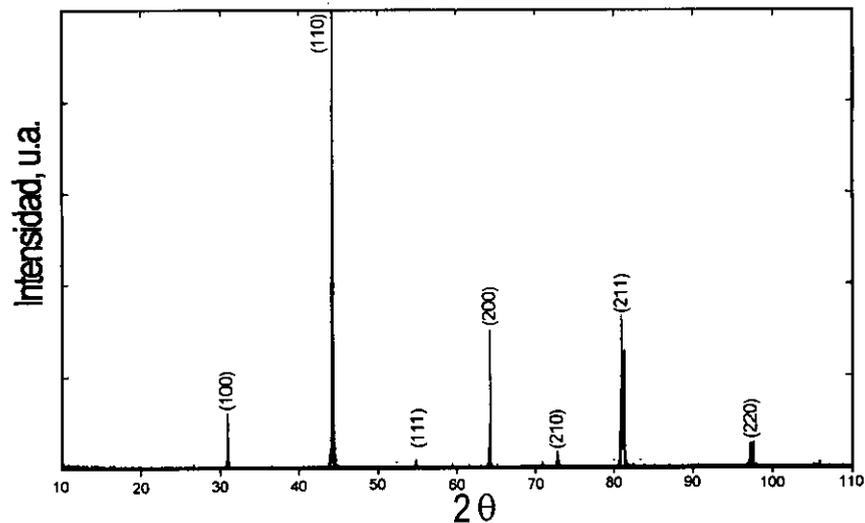


Figura 5.5 Difractograma indicando los planos que corresponden a la estructura B2 del compuesto intermetálico FeAl. La estructura B2 de equilibrio está presente a pesar de la alta velocidad de solidificación.

Los cubos de las tres muestras fueron forjados empleando el martillo de caída libre con una energía de impacto de  $\sim 640$  J. La temperatura de las muestras previa a las pruebas de forja fue de 1373 K y el tiempo de permanencia de 30 min. La temperatura fue monitoreada durante la forja con un termopar tipo K, colocado en una perforación en el centro de la muestra. La curva típica de la evolución de la temperatura antes y después de la forja se muestra en la figura 5.6.

Para los estudios de tamaño de grano y caracterización microestructural se emplearon el microscopio óptico y el MEB equipado con un sistema de energía dispersiva de rayos X. También se realizaron pruebas de dureza y microdureza para monitorear el comportamiento mecánico de los materiales. Después de las pruebas de forja, las muestras fueron cortadas por la mitad y se prepararon metalográficamente. Para revelar la microestructura se empleó un reactivo preparado con Glicerol,  $\text{HNO}_3$  y HCl en proporciones 3:2:1 respectivamente.

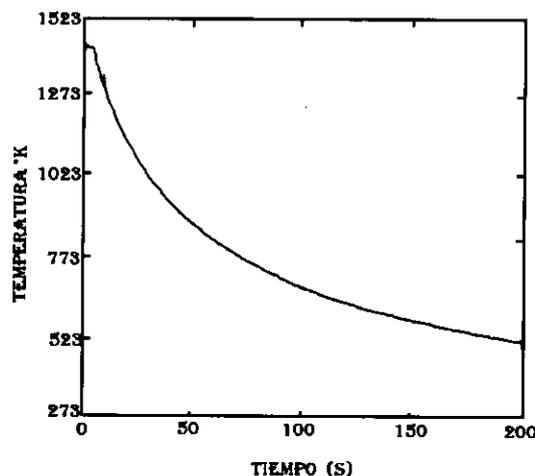


Figura 5.6 Evolución típica de la temperatura durante la forja. El pico en la curva corresponde con el momento de impacto.

La distribución de tamaños de grano en las piezas atomizadas en las muestras de FeAl y FeAl+B son heterogéneas debido al perfil de temperaturas impuesto por las condiciones del proceso de atomización-depositación [12]. La figura 5.7 muestra la microestructura de la sección transversal de los tres materiales depositados. En los primeros dos, la microestructura es más gruesa y tienen una distribución más heterogénea que el material codepositado con  $Al_2O_3$ . En la tabla 5.2 se muestran las mediciones del tamaño de grano en los puntos marcados en la figura 5.7.

Tabla 5.2. Tamaños de grano en  $\mu m$  de las regiones indicadas en la figura 5.7

Zona	FeAl40	FeAl40+B	FeAl40+B+ $Al_2O_3$
1	31	95	29
2	128	159	28
3	120	147	28
4	114	189	24
5	20	22	22
6	114	278	21
7	154	189	18

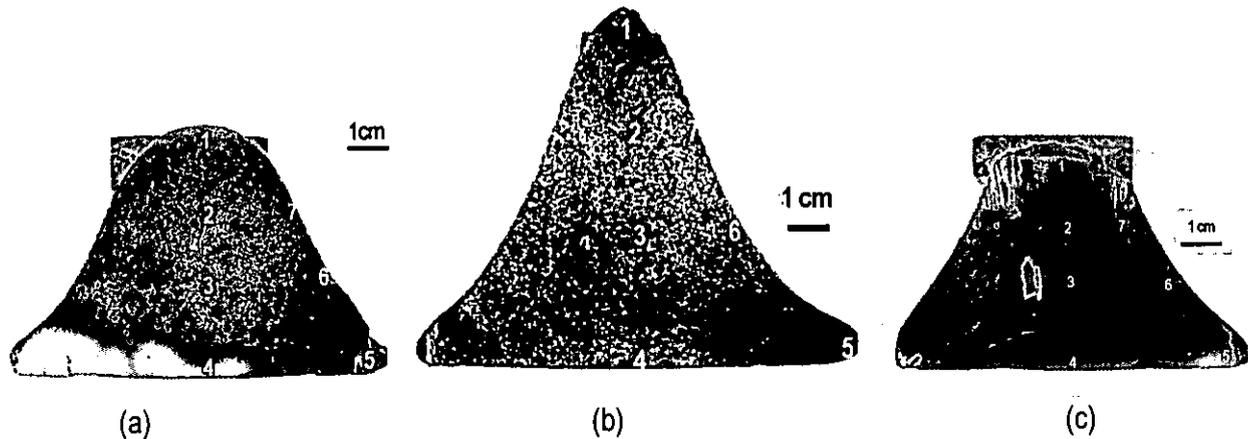


Figura 5.7. Sección transversal de a) FeAl, b) FeAl+B y c) FeAl+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

La microestructura de los tres materiales atomizados mostradas en la figura 5.8a-5.8c muestran importantes diferencias. La microestructura del FeAl40 y del FeAl40+B (Figuras 5.8b y 5.8c respectivamente) son de grano grueso y con una distribución heterogénea de los tamaños de grano, a diferencia de la microestructura del FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Figura 5.8a), la cual es de grano fino y homogénea, las fases oscuras corresponden a las partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esta distribución heterogénea de las aleaciones FeAl40 y del FeAl40+B puede ser producida por varios factores del proceso de atomización, dentro de los que se encuentran: la temperatura del metal líquido mayor a la ideal y una distancia menor del sustrato a la boquilla [52].

La inspección de las microestructuras de los materiales atomizados FeAl40 y FeAl40+B con el microscopio óptico, muestran una notable menor porosidad del FeAl40+B atomizado en condiciones de vacío comparado con el FeAl40 atomizado en atmósfera de N<sub>2</sub> (ver figuras 5.8b y 5.8c). Esta bien documentado, que la formación de porosidad durante el proceso de atomización esta influenciado por muchos de los parámetros utilizados durante el proceso, así como las propiedades termodinámicas de los materiales y de los gases empleados, y por consideraciones de diseño del equipo mismo [10,13,14]. Los resultados encontrados son consistentes con los reportados por Cai et. al. [15], los cuales muestran que la porosidad se

reduce apreciablemente en las muestras atomizadas y depositadas cuando la atomización se realiza en condiciones de baja presión o de vacío.

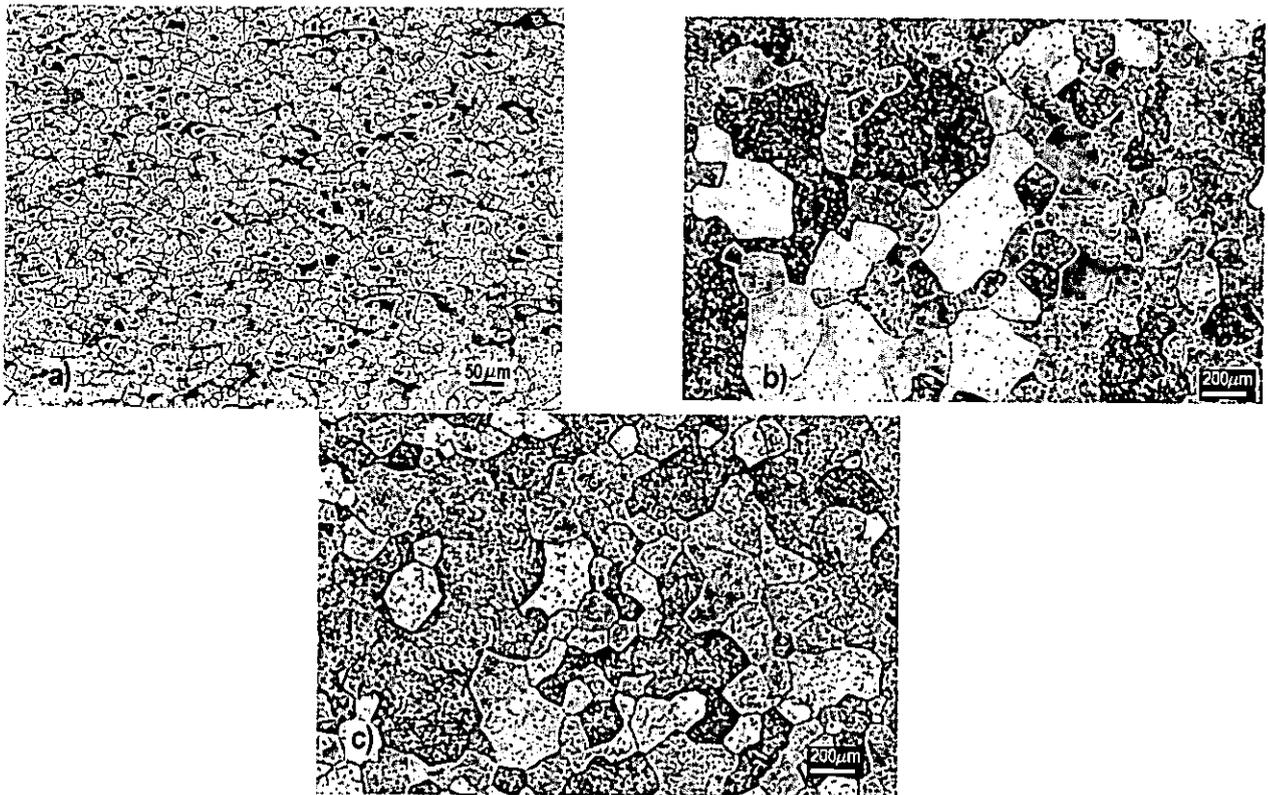


Figura 5.8 Microestructura de las aleaciones atomizadas. a) FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con grano fino y estructura de grano geoméricamente homogéneo. Las microestructuras del FeAl40 (b) y del FeAl40+B (c) muestran un tamaño de grano más grueso y una distribución de tamaños de grano heterogénea.

El proceso de compresión isostática en caliente mejora la microestructura de los materiales en el sentido de que los poros son prácticamente eliminados. Este proceso induce un ligero crecimiento del tamaño de grano en el material dopado con B, mientras que en el caso del FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> la estructura permanece estable durante el proceso de HIP, ver Tabla 5.3. En la figura 5.9 se muestra la microestructura de las muestras sometidas a HIP.

El FeAl40 se desmorona en los bordes durante la prueba de forja, esto se ilustra en la figura 5.10a. El FeAl40+B también se desmorona durante la forja, aunque la integridad del material se mejora en la muestra sometida a HIP, ver figuras 5.10b y

5.10c. El resultado de la forja en el  $\text{FeAl40+B/Al}_2\text{O}_3$  es la fractura de la muestra en el caso sin HIP, pero la muestra sometida al proceso de HIP muestra la mejor ductilidad, 44% de deformación en condiciones de compresión, ver figuras 5.10d y 5.10e. En la tabla 5.3 se muestran los resultados de deformación por forja de caída libre.

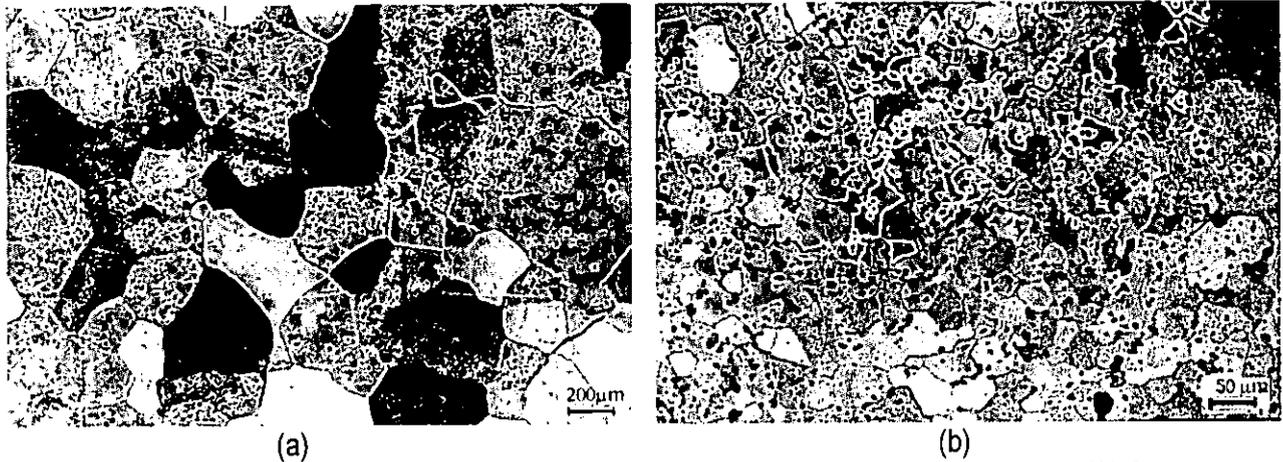


Figura 5.9 Microestructura de las muestras sometidas a HIP. a)  $\text{FeAl40+B}$  y b)  $\text{FeAl+B/Al}_2\text{O}_3$ .

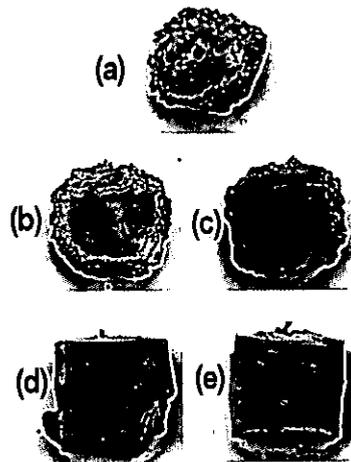


Figura 5.10. Muestras cúbicas después del proceso de forja. El proceso de forja desmorona casi totalmente al  $\text{FeAl40}$  (5.10a). Las aleaciones  $\text{FeAl40+B}$  (5.10b) y  $\text{FeAl40+B+HIP}$  (5.10c) también se desmoronan. Por otro lado, el  $\text{FeAl40+B/Al}_2\text{O}_3$  (5.10d) se fractura después de la forja y el  $\text{FeAl40+B/Al}_2\text{O}_3+\text{HIP}$  (5.10e) muestra la mejor ductilidad en compresión que es de 44%.

Los resultados de las mediciones de dureza y microdureza se muestran en la tabla 5.3. La adición de B al atomizado de FeAl40 no afecta la dureza y microdureza del FeAl40 atomizado. El proceso de HIP reduce la dureza en el caso del FeAl40+B, pero en el caso del FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> la disminución es pequeña. Sin embargo, la presencia de las partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> incrementa la dureza. Después de la forja se aprecia un endurecimiento de las muestras.

Tabla 5.3 Microdureza y Dureza de los materiales atomizados y depositados, antes (A) y después de la forja (F):

MATERIAL	Tamaño de Grano, $\mu\text{m}$	Microdureza, HV0.2		Dureza, HRC		Deformación (%)
		A	F	A	F	
FeAl40	140	434	532	46	49	47*
FeAl40+B	230	462	544	43	52	63*
FeAl40+B+HIP	250	374	536	42	47	50*
FeAl40+B+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	28	481	544	40	52	44
FeAl40+B+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +HIP	28	466	566	44	52	44

\* Las muestras se desmoronan en la forja.

Las superficies de fractura se muestran en la figura 5.11. El FeAl40 atomizado muestra un modo de fractura predominantemente intergranular (5.11a). El FeAl40+B muestra una fracción de fractura transgranular (5.11b) y este es el modo predominante en la muestra procesada con HIP (5.11c). También es observado un modo de fractura transgranular en el FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5.11d) y nuevamente es el modo de fractura transgranular es el que predomina en la muestra procesada con HIP (5.11e).

En la figura 5.12 se muestran las microestructuras de las muestras deformadas, en las muestras libres de partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se observa una microestructura de granos alargados por la deformación y con evidencia de recristalización y crecimiento de grano, figuras 5.12a, 5.12b y 5.12c. En las muestras con presencia de partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> la microestructura no cambia apreciablemente debido a que los fenómenos de

recristalización y crecimiento de grano son inhibidos. Sin embargo, se observa un crecimiento de cavidades rodeando a las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

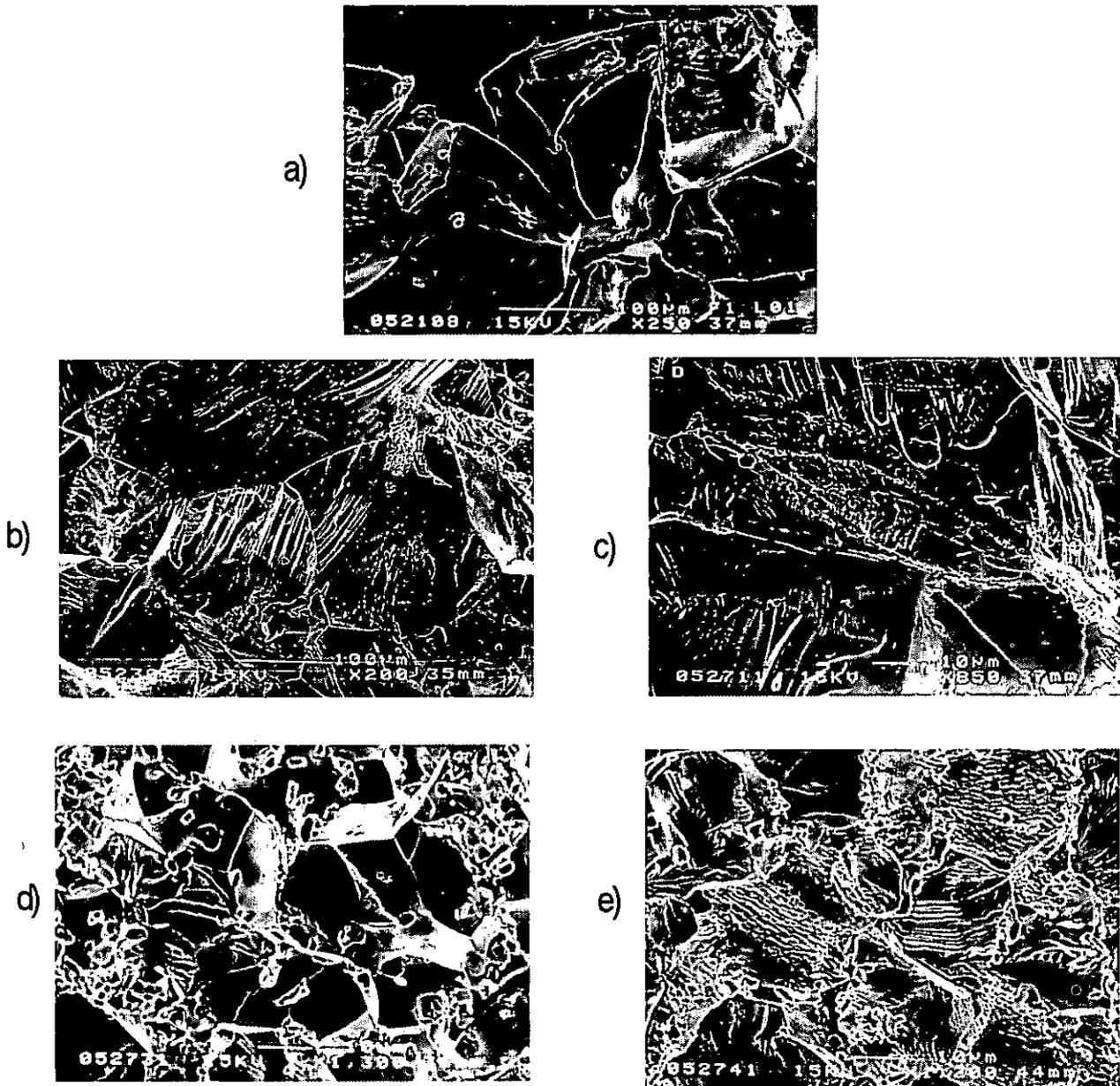


Figura 5.11. Aspectos de las superficies de fractura de las muestras después de la forja. La superficie de fractura del FeAl40 es predominantemente intergranular y se muestra en la figura 5.11a. En la figura 5.11b se muestra la superficie de fractura del FeAl40+B y también es de tipo intergranular con una pequeña fracción de tipo transgranular. La aleación FeAl40+B sometida a HIP muestra en la figura 5.11c un modo de fractura predominantemente transgranular. El FeAl40+B/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ , también muestra un modo predominante de fractura transgranular, ver figura 5.11d. El FeAl40+B/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  procesado con HIP también muestra un modo de fractura predominante transgranular, ver figura 5.11e.

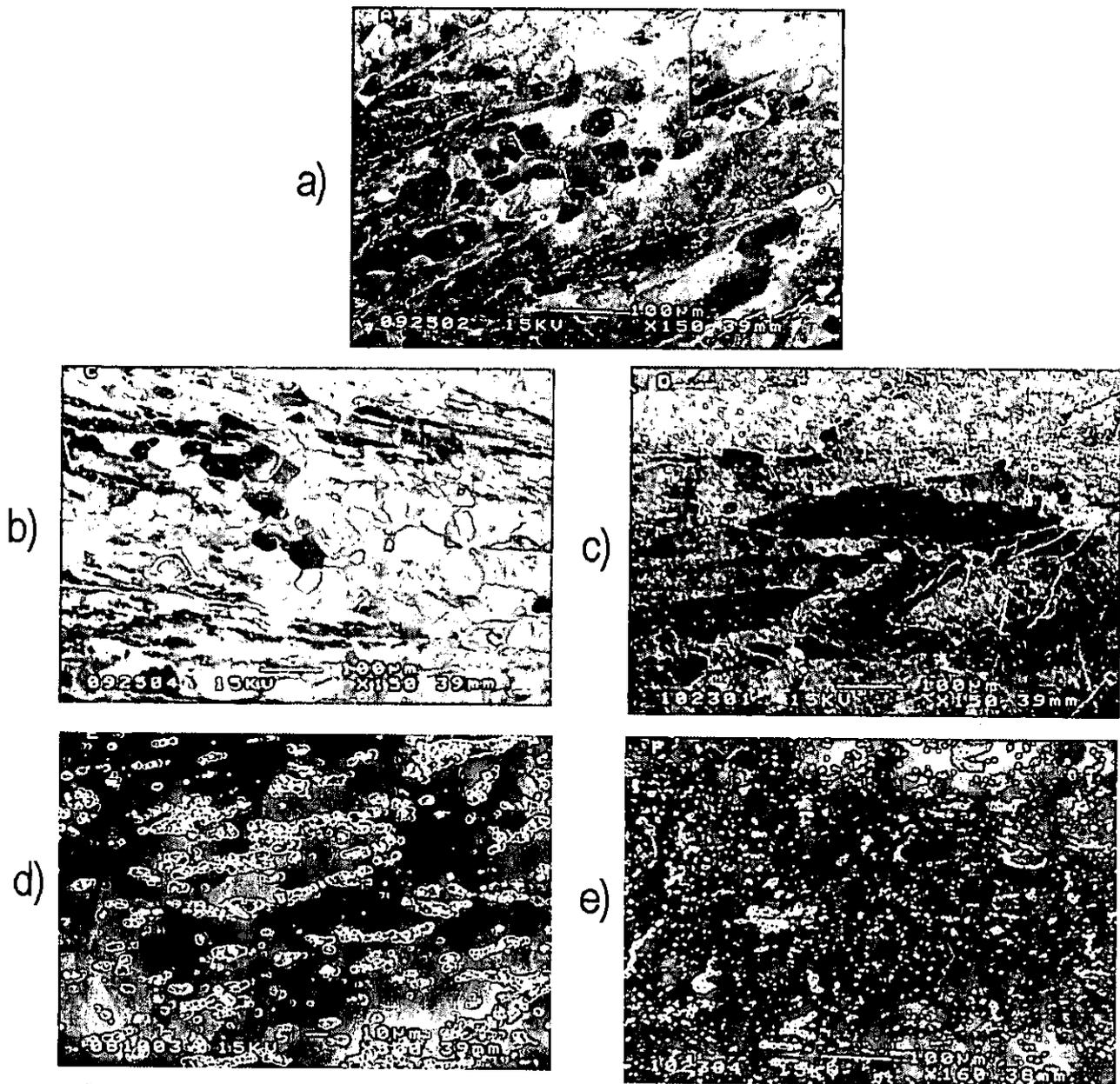


Figura 5.12 Microestructura de las muestras forjadas. a) FeAl40, b) FeAl40+B, c) FeAl+B+HIP, d) FeAl+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y e) FeAl+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+HIP. La microestructura de las muestras libres de partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se observa deformada y evidencia de recrystalización y crecimiento de grano, mientras que si contienen partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> la microestructura se aprecia casi sin deformación.

El boro en la aleación FeAl40 incrementa la adhesión intergranular e influye claramente en la transición de modo de fractura intergranular a transgranular. Otro efecto del boro asociado al aumento de la cohesión entre granos es el aparente incremento en la dureza. En la literatura se acepta que el contenido de B incrementa

la resistencia a la fractura intergranular y que lo hace al segregarse a las fronteras de grano, la concentración en el  $\text{FeAl}_{40}+\text{B}/\text{Al}_2\text{O}_3$  debe ser menor que en las otras dos aleaciones al tener un tamaño de grano más fino. La transición del modo de fractura intergranular a transgranular para el material compuesto no sólo debe considerar el efecto del B, sino que también debe considerarse el efecto del tamaño de grano más fino como resultado de la presencia de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

La dispersión de la alúmina en la matriz intermetálica durante el proceso de atomización-depositación incrementa la dureza, estabiliza el tamaño de grano, y ayuda a generar un gran número de sitios de nucleación que induce el refinamiento de grano. Ha sido reportado el papel de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en aleaciones de aluminio y otros materiales de matriz compuesta por otros investigadores [16-21]. Saigal y Leisk [22] reportaron los efectos benéficos de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , incluyendo el incremento en el módulo elástico, en la tensión de fluencia y en la resistencia máxima a la tensión, mientras que al mismo tiempo se reduce la densidad de los materiales.

En la Figura 5.13 se muestran las curvas esfuerzo-deformación en compresión a temperatura ambiente de las tres aleaciones atomizadas. Se observa el efecto de la adición de B en el mejoramiento del comportamiento mecánico, así como también el beneficio obtenido con las adiciones de las partículas de alúmina. Pero contrariamente a lo reportado por Saigal y Leisk [22], el módulo de elasticidad disminuye con la presencia de partículas de alúmina, debe resaltarse que estos resultados no son en matrices intermetálicas. Los incrementos en el valor de la tensión de fluencia y en la resistencia máxima a la tensión esta de acuerdo con lo reportado en la literatura.

En la figura 5.14 se muestran las superficies de fractura después de la compresión a temperatura ambiente. El  $\text{FeAl}_{40}$  presenta un modo de fractura predominante de tipo

intergranular. El FeAl40 presenta un modo de fractura intergranular, con un aumento en el modo de fractura transgranular. El FeAl40+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> muestra una mayor proporción de fractura de tipo transgranular y además se encontraron trazas de deslizamiento en el interior de los granos.

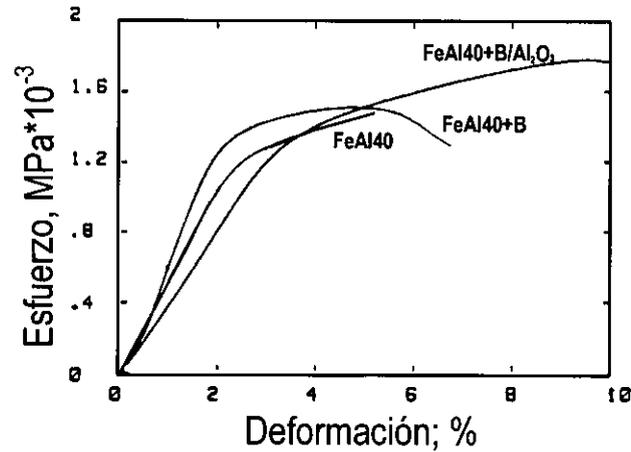


Figura 5.13 Curvas esfuerzo deformación de las tres aleaciones atomizadas.

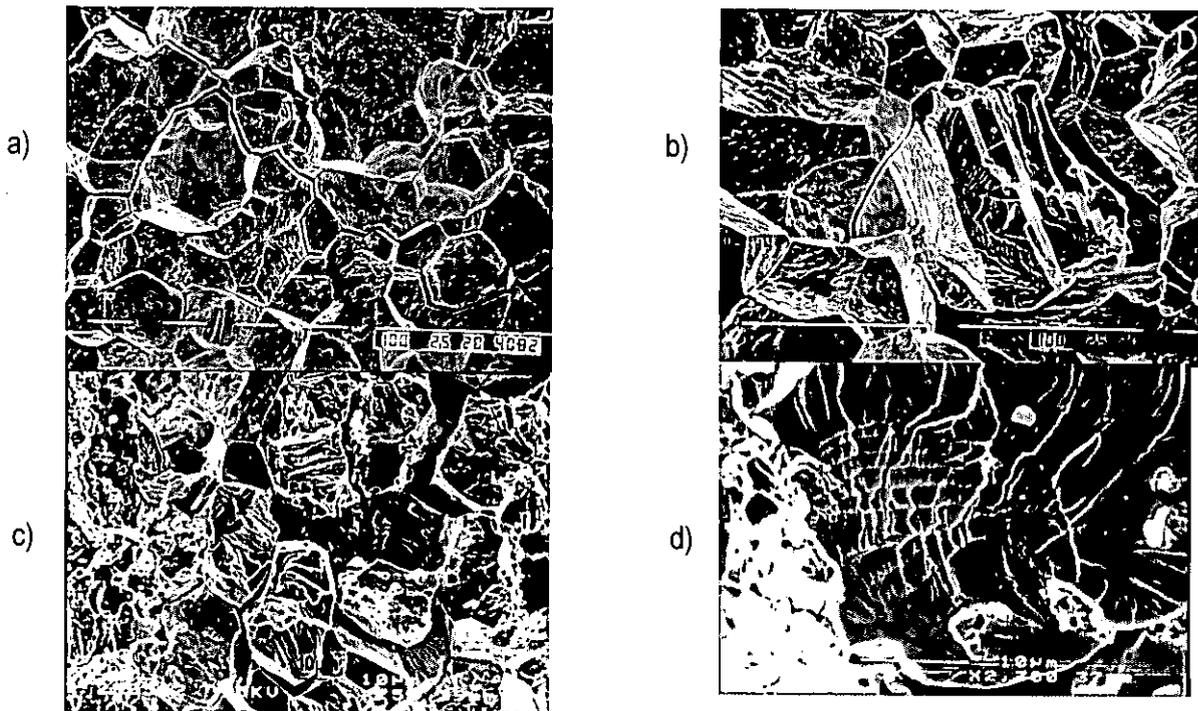


Figura 5.14 Superficies de fractura de compresión a temperatura ambiente. a) FeAl40 mostrando principalmente fractura de tipo intergranular, b) FeAl40+B mostrando fractura de tipo mixto intergranular-transgranular, c) FeAl40+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mostrando una mayor proporción de fractura de tipo transgranular. d) Trazas de deslizamiento encontradas en la fractura del FeAl40+B+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

En la figura 5.15 se muestran dos imágenes del FeAl40 obtenidas en el microscopio de fuerza atómica. En la primera imagen se muestra una superficie pulida con 5% de deformación. En ella se pueden ver las bandas de deslizamiento y cómo estas se arrestan al llegar a la frontera. En esta misma imagen se observa en la esquina inferior derecha lo que parece ser evidencia de deslizamiento cruzado. En la segunda imagen se muestra el FeAl40 deformado por forja. En la imagen se observan bandas de deslizamiento en el grano de la derecha y que no pasan al siguiente grano. Debe notarse el gran relieve generado por el ataque químico. Este pequeño sondeo de la técnica, muestra que es posible realizar investigaciones más complejas en cuanto a los fenómenos de deformación en las fronteras de grano se refiere, permite realizar mediciones de los escalones y distancias generadas por las bandas de deslizamiento.

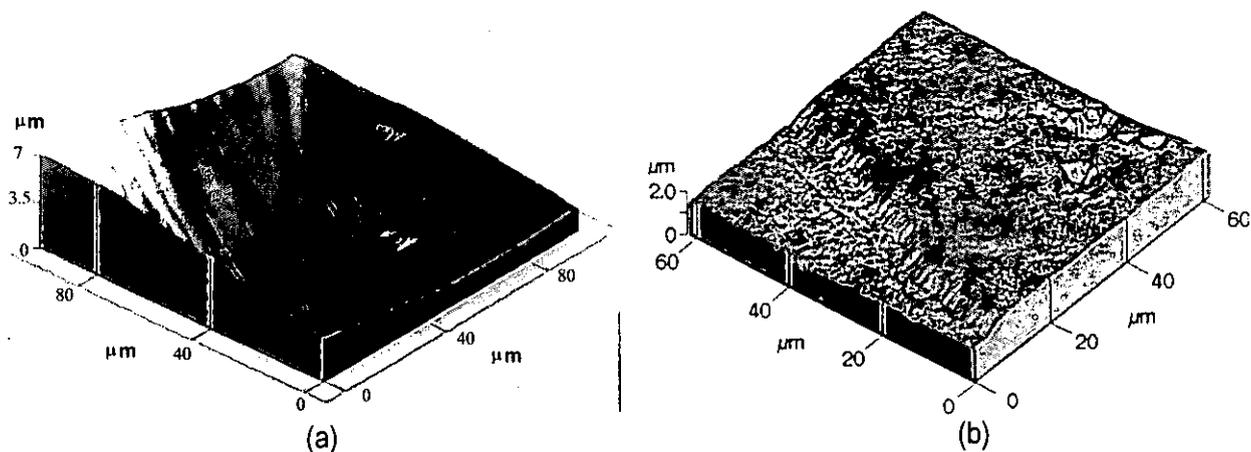


Figura 5.15 Imágenes del microscopio de fuerza atómica. En a) se muestra una superficie pulida, deformada 5%, en ella se muestra una frontera de grano con bandas de deslizamiento ancladas en la frontera. En b) se muestra una frontera de grano de una muestra forjada, en la que se observan las bandas de deslizamiento que desaparecen al llegar a la frontera.

### **5.3 Penetración de las partículas**

Al examinar la microestructura FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se encontró que las partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se encuentran principalmente en el interior de los granos y que también se encuentran en las fronteras de granos. La ubicación de las partículas de refuerzo puede relacionarse a algunos de los parámetros de operación del proceso de atomización-depositación basados en criterios establecidos por varios investigadores [23-27]. Durante la solidificación de las gotas, las partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que logran penetrar al interior de las gotas durante el proceso de coinyección pueden ser rechazadas o atrapadas por el avance del frente de solidificación. Cuando un frente de solidificación alcanza a una partícula, la interfase sólido/líquido puede empujar, retener o sumergir a la partícula. La partícula es sumergida ó atrapada cuando el crecimiento de la fase sólida rodea a la partícula de refuerzo hasta que finalmente la partícula queda dentro de la fase sólida. Si algún tipo de perturbación modifica el frente de solidificación, generando el crecimiento de dendritas o crecimiento celular, es posible que la partícula de refuerzo sea atrapada por el frente de solidificación o retenida entre los brazos de las dendritas y finalmente encapsulada entre los espacios interdendríticos. Esto es especialmente cierto si convergen dos frentes de solidificación de dos eventos de nucleación independientes, una partícula podría quedar atrapada en la estructura de la fase sólida resultante. Debido a la naturaleza compleja de este fenómeno, es un reto la predicción exacta de las interacciones entre las partículas de segunda fase y el frente de solidificación en movimiento. La revisión de la literatura científica revela que se han hecho grandes esfuerzos en comprender este fenómeno [25,26,28-42]. En la figura 5.16 se muestra un diagrama esquemático de las interacciones de una partícula de segunda fase y un frente de solidificación plano y un frente de solidificación celular.

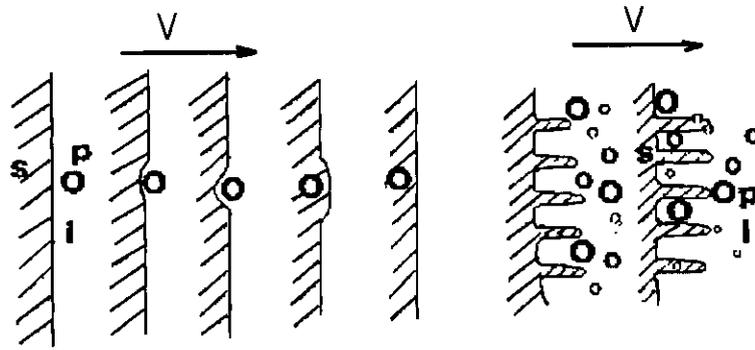


Figura 5.16 diagrama esquemático de las interacciones de una partícula de segunda fase y un frente de solidificación plano y un frente de solidificación celular [53].

Para estudiar las interacciones de la partícula con la interfase líquido sólida se han emprendido tres aproximaciones básicas. La primera aproximación esta basada en un análisis de las condiciones termodinámicas del frente de solidificación y la partícula, predice atrapamiento cuando el cambio neto de energía libre de la interfase partícula/frente de solidificación es negativa [34,38,42]. La segunda aproximación esta basada en consideraciones estrictamente de carácter térmico entre la partícula y el frente de solidificación y predice el atrapamiento cuando la relación entre la difusividad o la conductividad de la partícula y el líquido es mayor a 1 [40,43,44]. El tercer método utiliza los factores cinéticos involucrados durante la interacción del frente de solidificación y las partículas de segunda fase, siendo el objetivo el identificar una velocidad crítica de la interfase debajo de la cual una partícula debería ser empujada y por arriba de la cual una partícula debe ser atrapada [34,37,38,41,42,45,46].

Estas tres metodologías son utilizadas para evaluar el criterio de rechazo o atrapamiento de las partículas del FeAl40+B atomizado y depositado. Los resultados de los modelos termodinámico y cinético deben compararse con la velocidad del frente de solidificación del presente sistema, calculada usando la relación simple [47]:

$$V_s = K_m \Delta T \quad (1)$$

Donde:

$\Delta T$  es el sobre enfriamiento y

$K_m$  es el coeficiente de cinética de crecimiento definido como:

$$K_m = \frac{\beta D_L \Delta h_f}{a_d R T_f^2} \quad (2)$$

Donde:

$\beta$  es una constante geométrica

$D_L$  es el coeficiente de difusión del líquido

$\Delta h_f$  es el calor latente de fusión

$a_d$  es la distancia interatómica.

$R$  es la constante de los gases y

$T_f$  es la temperatura de liquidus

El valor de  $K_m$  calculado de la relación anterior es  $\sim 8 \times 10^4 \mu\text{m/s}$ . A la luz de esta velocidad predicha por la ecuación (1) serán discutidos los resultados de las velocidades críticas de solidificación para el atrapamiento de las partículas.

### 5.3.1 Modelo térmico

El modelo térmico [25] considera el caso de cuando la relación de las conductividades térmicas es menor a 1, basándose en el cambio de energía libre de Gibbs de acuerdo con la relación:

$$\Delta G_1^2 = \left\{ -F + 2\pi r_p \gamma + \alpha(j-1)\Delta h S_p + \frac{\xi k_d S_p G_{LO}}{V_y} \left( 1 - \frac{k_p}{k_d} \right) - (1-j\alpha)\Delta h S_p \frac{k_p}{k_d} \right\} + \{ y \exp(-\Phi_k y) \} \left\{ \frac{\xi \lambda_L S_p G_{LO}}{V_y} \left( \frac{k_p}{k_d} - 1 \right) \right\} + \Delta h S_p (1-j\alpha) \left( \frac{k_p}{k_d} + \frac{\alpha}{1-j\alpha} \right) \quad (3)$$

Donde:

$F$  es la fuerza aplicada sobre la interfase sólido / líquido

$r_p$  es el radio de la partícula

$\gamma$  es la energía de la interfase sólido / líquido

- $\xi$  y  $j$  son coeficientes de ajuste
- $k_d$  y  $k_p$  son las conductividades térmicas de las gotas de FeAl y de las partículas de  $Al_2O_3$ .
- $S_p$  es el área de la sección transversal de la partícula
- $G_{LO}$  es el gradiente de temperaturas en el metal líquido
- $V_y$  es la velocidad de solidificación
- $\Delta h$  es el calor latente de solidificación
- $y$  es la amplitud de la perturbación de crecimiento
- $\Phi_k$  es una constante
- $\alpha$  se define como:

$$\alpha = \left( \frac{\rho_{Al_2O_3} C_{Al_2O_3}}{j \rho_{Al_2O_3} C_{Al_2O_3} + \rho_d C_{ps}} \right) \quad (4)$$

Donde:

$C_{Al_2O_3}$  es el calor específico del  $Al_2O_3$  y las variables restantes son consistentes con las ya definidas anteriormente.

Esta expresión puede ser simplificada agrupando términos en constantes como se muestra a continuación:

$$\Delta G_1^2 = C_1 y + C_2 y \exp(-\Phi_k y) \quad (5)$$

Debe notarse que el valor de  $y_{max}$  está definido como el tamaño de la perturbación que genera un cambio máximo en la energía libre de Gibbs. En la figura 5.17 se muestra el comportamiento de la energía libre como función del tamaño de la perturbación.

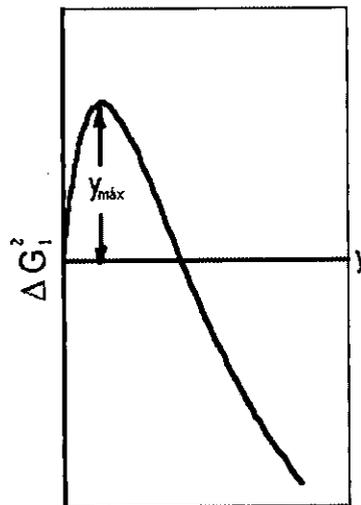


Figura 5.17 Esquema del comportamiento de G como función del tamaño de la perturbación

En la figura 5.18 se muestra el comportamiento de  $\Delta G_1^2$  como función del tamaño de partícula. De donde se concluye que las partículas con tamaños superiores a  $2\mu\text{m}$  deben ser atrapadas por el frente de solidificación. Este modelo parece ser consistente con los resultados experimentales, los que muestran una gran cantidad de partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en el interior de los granos.

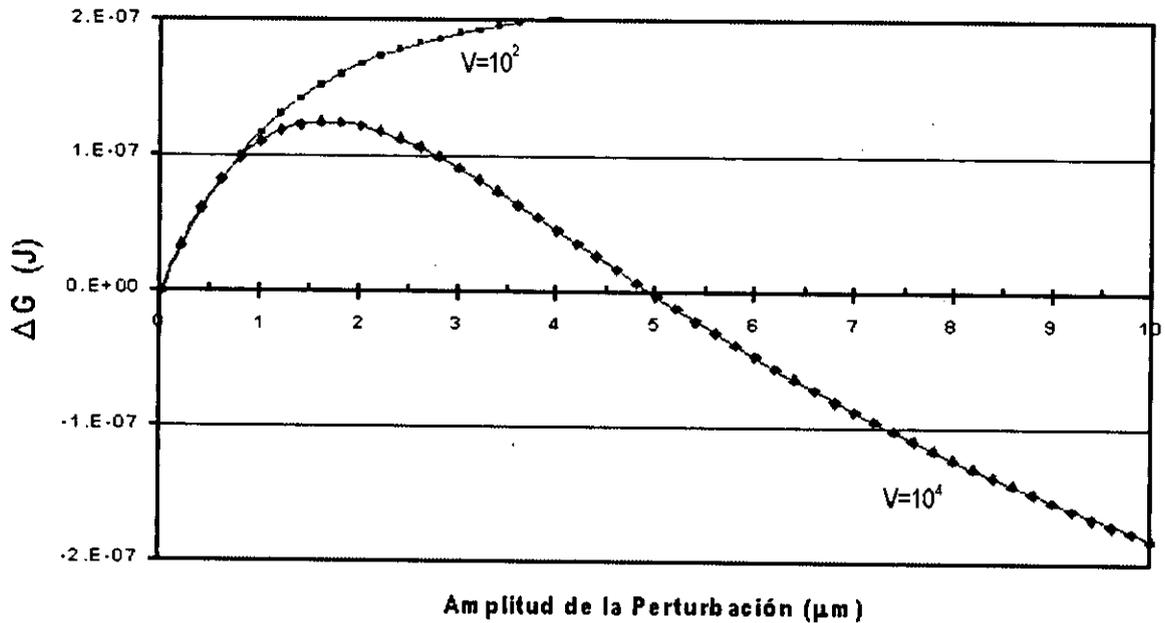


Figura 5.18 Comportamiento de  $\Delta G_1^2$  como función del tamaño de partícula.

### 5.3.2 Modelo termodinámico

El modelo termodinámico basado en la formulación de Bolling y Cisse [42], es utilizado para evaluar si las partículas en las gotas de metal líquido son atrapadas o empujadas por el frente de solidificación. El análisis resulta en una ecuación que define la velocidad de solidificación crítica por debajo de la cual las partículas no son atrapadas por el frente de solidificación, esta velocidad crítica se define como:

$$V_{cr} = \sqrt{\left( \frac{4\Psi(\tau)kT\gamma a_0}{9\pi\eta^2 R_p^3} \right)} \quad (6)$$

Donde:

- $\Psi(\tau)$  es una constante
- $k$  es la constante de Boltzmann
- $T$  es la temperatura de la gota
- $\gamma$  es la energía interfacial entre el sólido y el líquido
- $a_0$  es la distancia atómica entre la punta de la perturbación del frente de solidificación y la partícula
- $\eta$  es la viscosidad de la fase líquida FeAl+B
- $R_p$  es el radio de la partícula de  $Al_2O_3$

La velocidad calculada con la ecuación (6) en función del tamaño de partícula es:

$$V_{cr}^s = \left( \frac{0.1874}{R_p^3} \right)^{0.5}$$

donde  $R_p$  esta en  $\mu m$  y la velocidad en  $\mu m s^{-1}$ . Los resultados de este modelo muestran que la velocidad de solidificación homogénea para el material compuesto FeAl40+B/ $Al_2O_3$  calculado de la ecuación (1) es mayor que la velocidad crítica predicha por el modelo termodinámico. Esto sugiere que las partículas deben ser atrapadas por el frente de solidificación, este resultado parece consistente con el resultado experimental, el cual muestra que las partículas de  $Al_2O_3$  se encuentran principalmente localizadas en el interior de los granos.

### 5.3.3 Modelo cinético

Basándose en el modelo desarrollado por Stefanescu et. al. [34] se calcula la velocidad crítica del frente de solidificación. Este modelo esta gobernado por la ecuación:

$$V_{cr} = \frac{\Delta\sigma_0 a_0}{6(n-1)\eta R_p} \left[ 2 \frac{k_p}{k_d} \right] \quad (7)$$

Donde:

$\Delta\sigma_0$  es el cambio de energía interfacial a una distancia de separación  $a_0$

- $a_o$  es la distancia de separación entre la distancia de perturbación máxima y la partícula
- $\eta$  es la viscosidad dinámica del FeAl40+B líquido
- $R_p$  es el radio de la partícula de  $Al_2O_3$
- $k_d$  y  $k_p$  son las conductividades térmicas de las gotas de FeAl+B y de las partículas de  $Al_2O_3$ .

Usando el modelo desarrollado por Stefanescu et. al. [33] y los parámetros físicos pertinentes al sistema tratado (ver apéndice B), muestran que todas las partículas que logran penetrar en las gotas del metal líquido deben ser atrapadas o retenidas dentro de los granos en cuanto que el valor de la velocidad de solidificación es mayor a la  $V_{cr}$  para todas las condiciones de sobre enfriamiento. Nuevamente los resultados predichos por este modelo son consistentes con los resultados experimentales presentados anteriormente. No se observaron granos con partículas de  $Al_2O_3$  segregadas a los bordes exteriores, indicando que las partículas de  $Al_2O_3$  no fueron empujadas por el frente de solidificación.

En la tabla 5.4 se presenta un resumen de los resultados de los modelos para predecir el atrapamiento o rechazo de las partículas durante la solidificación.

Tabla 5.4 Sumario de los modelos de atrapamiento de partículas.

Modelo	Criterio	Predicción	Ecuaciones gobernantes	Referencia
Térmico	Relación de conductividad, Energía libre de Gibbs	atrapamiento	$\Delta G_1^2 = C_1 \gamma + C_2 \gamma \exp(-\Phi_s \gamma)$	[25,26]
Termodinámico	Velocidad crítica de solidificación	atrapamiento	$V_{cr} = \sqrt{\left( \frac{4\Psi(\tau)kT\gamma a_o}{9\pi\eta^2 R_p^3} \right)}$	[42]
Cinético	Velocidad crítica de solidificación	atrapamiento	$V_{cr} = \frac{\Delta\sigma_o a_o}{(n-1)\eta R_p} \left[ 2 - \frac{k_p}{k_d} \right]$	[29,34]

Los tres modelos predicen el atrapamiento de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por el frente de solidificación. Basándose en los resultados de los tres modelos puede inferirse que a menos que se establezca un equilibrio térmico y de fuerzas entre el frente de solidificación y la partícula, la partícula debe ser atrapada. Debido a que el proceso de atomización es sinónimo de solidificación rápida, siempre está presente un frente de solidificación de desplazamiento rápido. Por lo tanto, el resultado obtenido en el modelado del frente de solidificación y la partícula no es inesperado. Las partículas  $\text{Al}_2\text{O}_3$  penetran al interior de las gotas durante el proceso de coinyección y la microestructura resultante es una distribución homogénea de las partículas de refuerzo y localizadas principalmente al interior de los granos como resultado del atrapamiento de las partículas por el frente de solidificación predicha por los modelos descritos. En la figura 5.19 se muestra evidencia del atrapamiento de partículas de alúmina en el interior de las gotas atomizadas que no se integraron en la muestra de forma de cono gaussiano.

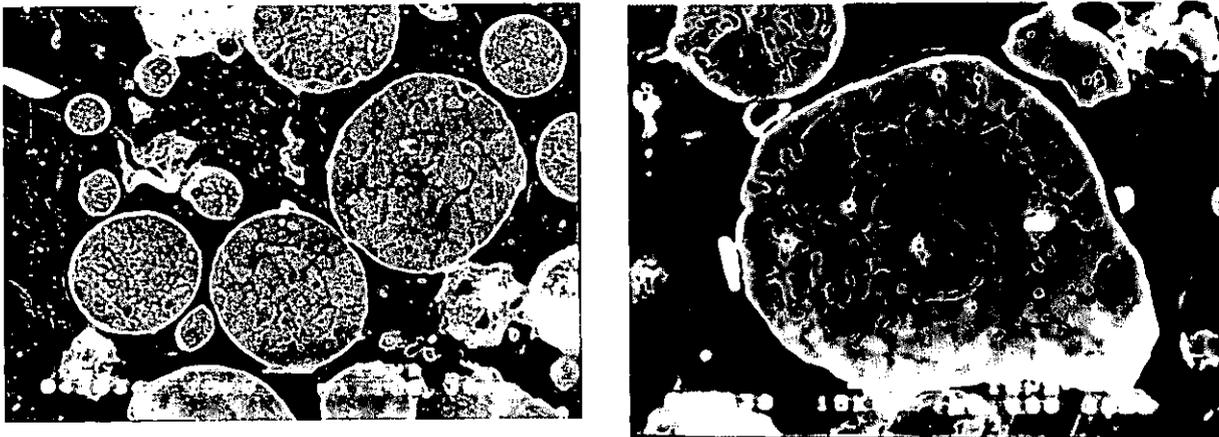


Figura 5.19 Fotografías de la sección transversal de los polvos recogidos después del proceso de atomización depositación. Se aprecian partículas de alúmina en el interior de los polvos, confirmando la penetración de las partículas durante el tiempo de vuelo desde la boquilla de inyección al sustrato enfriado por agua.

El papel de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es generar y estabilizar una estructura de grano fino observada en este trabajo y que es consistente con los trabajos de otros autores. La recristalización y el crecimiento de grano se presentan claramente durante el proceso de fabricación y durante el enfriamiento posterior al proceso de atomización-depositación de las muestras libres de partículas  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como se muestra en la figura 5.8. La estabilidad y la homogeneidad de la estructura de los granos en el material con partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  son consistentes con las observaciones realizadas en otros materiales compuestos de matriz metálica y se atribuyen a elevadas velocidades de nucleación para la formación de granos en los sistemas con partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [19].

#### **5.4 Conclusiones**

El proceso de atomización-depositación mejora la microestructura del compuesto intermetálico FeAl40 con respecto a la obtenida por técnicas convencionales de colada en las que el material presenta una alta susceptibilidad a desarrollar alta porosidad, segregación y grietas.

El boro en el FeAl40 depositado y atomizado incrementa la adhesión entre las fronteras de grano y genera un cambio en el modo de falla de intergranular a un modo mixto intergranular/transgranular.

Las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  penetran dentro de las gotas durante el proceso de coinyección resultando en una microestructura con partículas uniformemente distribuidas y principalmente en el interior de los granos como resultado del atrapamiento de las partículas por el frente de solidificación como fue predicho por los modelos presentados.

La adición de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durante el atomizado induce un apreciable refinamiento del tamaño de grano además de un refuerzo del material. La forjabilidad de las muestras de  $\text{FeAl40+B/Al}_2\text{O}_3$  es mejor de manera apreciable a las muestras libres de partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

El proceso de HIP reduce la porosidad e incrementa la ductilidad de los materiales. Adicionalmente la presencia de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  contribuye a cambiar el modo de fractura intergranular a un modo principalmente transgranular.

## 5.5 REFERENCIAS

1. V. K. Sikka, *Processing, Properties and Applications of Iron Aluminides*, Edited by J. H. Schneibel et al., (TMS, Warrendale, PA) **3**, (1994).
2. E. J. Lavernia, T. D. Ayers, and T. S. Srivatsan, *Int. Mater. Rev.*, **37**, 1, (1992).
3. X. Liang and E. J. Lavernia, *Metall. Trans. A.*, **25A**, 2341, (1994).
4. A. Joshi and J. Wadsworth, *High Temperature Interactions of Metallic Matrices with Ceramic Reinforcements*, Air Force Office of Scientific Research, (1988).
5. X. Lian, H. K. Kim, J. C. Earthman, and E. J. Lavernia, *Mater. Sci. and Eng.*, **153A**, 646, (1992).
6. M. W. Siegel and H. Henein, *Synthesis and Analysis in Materials Processing: Characterization and Diagnostics of Ceramic and Metal Particulate Processing*, (TMS, Warrendale, PA), **1**, (1989).
7. C. T. Liu and V. K. Sikka, *J. of Metals*, **38**, 19, (1986).
8. M. S. Kim, S. Hanada, S. Watanabe, and O. Izumi, *J. of Mater. Sci.*, **25**, 1590, (1990).
9. E. J. Lavernia, J. Baram, and E. Gutierrez, *Mater. Sci. and Eng.*, **132A**, 119, (1991).
10. P. S. Grant, B. Cantor and L. Katgerman, *Acta Metall. Mater.*, **41**, 3109, (1993).
11. R. J. Zhang, R. J. Perez, and E. J. Lavernia, *Acta Metall. Mater.*, **42-2**, 395, (1994).
12. X. Liang, J. C. Earthman, and E. J. Lavernia, *Acta Metall.*, **40**, 3003, (1992).
13. E. J. Lavernia, E. M. Gutierrez, J. Szekely, and N. J. Grant, *Int. J. Rapid Solidif.*, **4**, 89, (1988).
14. E. J. Lavernia and X. Liang, *Rev. in Particulate Mater.*, **2**, 3, (1994).
15. W. Cai, J. Smugeresky, and E. J. Lavernia, submitted to *J. Mater. Sci.*, (1996).
16. D. Xu, G. Wang, and T. L. Lin, *Scripta Metall.*, **28**, 599, (1993).
17. Y. Dutta, G. Dutta, and C. P. Harper, *Metall. Trans. A*, **25A**, 1591, (1994).
18. M. J. Hadianfard, Y. W. Mai and J. C. Healy, *J. of Mater. Sci.*, **28**, 3665, (1993).
19. M. Ferry, P. R. Munroe, and A. Crosky, *Scripta Metall.*, **28**, 1235, (1993).
20. D. G. Morris and M. A. Morris, *Acta Metall.*, **39**, 1771, (1991).
21. J. H. Schneibel, P. Grahle, and J. Rosler, *Mater. Sci. and Eng.*, **A153**, 684, (1992).
22. A. Saigal and G. Leisk, *Comp. Eng.*, **5**, 129, (1995).

23. V. G. McDonell, E. J. Lavernia, and G. S. Samuelsen, ed., *Synthesis and Analysis in Materials Processing: Characterization and Diagnostics of Ceramic and Metal Particulate Processing*. (TMS, Warrendale, PA) 1, (1989).
24. N. S. Stoloff and D. E. Alman, *Mater. Sci. and Eng.*, A144, 51, (1991).
25. D. Coupard, F. Girot, and J. Quenisset, *J. of Mat. Synth. and Proc.*, 3, 203, (1995).
26. D. Coupard, F. Girot, and J. M. Quenisset, *J. of Mat. Synth. and Proc.*, 3, 191, (1995).
27. J. S. Zhang, W. J. Zhang, and G. L. Chen, *Science and Technology of Rapid Solidification and Processing*, M. A. Otonari, Ed. Kluwer Academic Publishers, Boston), 135, (1994).
28. B. T. Bassler, W. H. Hofmeister, R. J. Bayuzick, *Metall. Trans. A*, 25A, 1301, (1994).
29. D. M. Stefanescu, R. V. Phalnikar, H. Pang, S. Ahuja, and B. K. Dhindaw, *ISIJ Int.*, 35, 700, (1995)
30. M. Fabbri and V. R. Voller, *Num. Heat Transfer B*, 27, 467, (1995).
31. W. T. Kim, D. L. Zhang, and B. Canter, *Metall. Trans. A*, 22A, 2487, (1991).
32. D. M. Stefanescu, *ISIJ Int.*, 35, 637, (1995).
33. H. Jones, *ISIJ Int.*, 35, 751, (1995).
34. D. M. Stefanescu, B. K. Dhindaw, A. S. Kacar and A. Moitra, *Metall. Trans. A*, 19A, 2847, (1988).
35. A. E. Corte, *J. Geophys. Res.*, 67, 1085, (1962).
36. A. K. Dhindaw, A. Moitra, D. M. Stefanescu, and P. Curreri, *Metall. Trans. A*, 19A, 1899, (1988).
37. D. R. Uhlmarin: B. Chalmers; and K. A. Rackson, *J. Appl. Phys.* 35, 2986, (1964).
38. S. N. Omenyi and A. W. Neumann, *J. Appl. Phys.*, 47, 3956, (1976).
39. C. Korber, G. Rau, M. D. Cosman, and E. G. Cravalho, *J. Cryst. Growth*, 72, 649, (1985).
40. P. K. Rohatgi, R. Asthana, and S. Das, *Int. Met. Rev.*, 31, 115, (1988).
41. A. Chernov, D. E. Temkin, and A. M. Mel'nikova, *Sov. Phys. Crystall.*, 21, 369, (1976).
42. G. F. Bolling and J. Cisse, *J. Cryst. Growth*, 10, 56, (1971).
43. A. M. Zubko, V. G. Lobanov, and V. V. Nikonova, *Soviet Phys. Crystall.*, 18, 239, (1973).
44. M. K. Surappa and P. K. Rohatgi, *J. Mater. Sci. Lett.*, 16, 765, (1981).
45. D. M. Stefanescu, A. Moitra, A. S. Kacar, and B. K. Dhindaw, *Metall. Trans. A*, 21A, 2986, (1990).
46. R. R. Gilpin, *J. Colloid. Interface Sci.*, 74, 44, (1980).
47. S. R. Coriell and D. Turnbull, *Acta Metall.*, 30, 2135, (1982).
48. E. J. Lavernia, T. D. Ayers, and T. S. Srivatsan, *Int. Mater. Rev.*, 37, 1, (1992).
49. X. Liang and E. J. Lavernia, *Metall. Trans. A.*, 25A, 2341, (1994).
50. A. Joshi and J. Wadsworth, *High Temperature Interactions of Metallic Matrices with Ceramic Reinforcements*, Air Force Office of Scientific Research, (1988).
51. Rishel and H. D. Brody, "Casting Behaviour of Iron Aluminide Alloys" in Heat-Resistant Materials, Proc. of the First Int. Conference, Wisconsin, USA, September (1991), pp 149-157.
52. A. Cantor, "Development of Microstructure in Advanced Solidification Processing", in Advances in Physical Metallurgy, Ed. by S. Banerjee and R. V. Ramanujan, Gordon and Breach Publishers, London (1994).
53. R. Asthana, P. K. Rohatgi and S. N. Tewari. "Pushing of Particles by a Solidification Front-Theory, Experiments and Relevance to Cast MMC's. Microstructure Formation During Solidification of Metal Matrix Composites. Edited by P. K. Rohatgi. The Mineral, Metals & Materials Society, 1993, p. 11-28.



## Capítulo 6. Microscopía electrónica de transmisión.

Los compuestos intermetálicos ordenados FeAl son materiales atractivos para aplicaciones estructurales, en donde se requiere una buena combinación de resistencia mecánica a alta temperatura y una buena resistencia a la oxidación [1]. Sin embargo, su utilización es limitada debido a su pobre ductilidad y a la fragilidad inducida por el medio ambiente en estos compuestos.

La técnica de atomización-depositación ha atraído considerablemente la atención como un método alternativo en la fabricación de piezas con forma cercana a la final (*near net shape*, en inglés) [2-4] además de hacer posible el proceso de co-depositación durante el cual pueden incorporarse partículas de refuerzo, generando microestructuras de grano fino libres de segregación [5,6]. El B ha sido reconocido como el elemento responsable de los resultados exitosos en el mejoramiento de la ductilidad de algunos compuestos intermetálicos [7,12]. Las adiciones de este elemento combinado con la co-depositación de partículas de  $Al_2O_3$  ya han sido estudiadas previamente [13]. La presencia de las partículas de alúmina mejoran el comportamiento mecánico y cambian el modo de fractura de un tipo intergranular a uno principalmente de tipo transgranular.

En años recientes se ha realizado trabajo experimental y teórico en la estructura ordenada B2 [14-18]. La estructura B2 consiste de dos subredes de cúbicos simples, uno de los cuales está ocupado por el Fe y el otro por el Al. En el caso de la composición no estequiométrica del FeAl<sub>40</sub> los átomos de Fe sustituyen a algunos átomos en la subred de Al, creando una red B2 imperfecta.

Se ha reportado en la literatura que el FeAl deforma en la dirección  $\langle 111 \rangle$  a temperatura ambiente y a todas las composiciones [19-26] y en la dirección  $\langle 001 \rangle$  a temperaturas elevadas [22-26]. La temperatura de transición en el sistema de deslizamiento de  $\langle 111 \rangle$  a  $\langle 001 \rangle$  aumenta con el incremento en la concentración de Fe en la aleación [24,26]. La diferencia principal entre estos dos sistemas de

deslizamiento es que la dirección  $\langle 111 \rangle$  cumple con el criterio de Von Mises para el flujo plástico en policristales y el sistema  $\langle 001 \rangle$  no lo cumple.

Se espera que estén presentes pequeños dominios en la microestructura del FeAl<sub>40</sub> atomizados y depositados, pues a pesar de la velocidad rápida de enfriamiento durante la solidificación, esta no es suficiente para suprimir la formación de la estructura ordenada B2 [27-29].

### **6.1 Experimental.**

El proceso de fabricación de las aleaciones, ya fue descrito previamente en el capítulo 5. Las muestras para el microscopio electrónico de transmisión (MET) se prepararon a partir de los cubos seccionados por electro-erosión. De los cubos de 1 cm de arista se cortaron laminillas de 500  $\mu\text{m}$  de espesor, de las cuales se cortaron discos de 3 mm de diámetro con un cortador de diamante. Los discos de 3 mm de diámetro fueron adelgazados por pulido mecánico con suspensiones de diamante hasta un espesor de 50  $\mu\text{m}$  de espesor generando caras cóncavas para inducir la perforación de las muestras hacia la región central. El adelgazado final se realizó utilizando una solución de ácido perclórico al 10% en alcohol etílico en un sistema de pulido electroquímico de doble chorro Tenupol 2 a una temperatura de  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Las muestras adelgazadas se analizaron en un microscopio electrónico de transmisión marca JEOL modelo JEM-2010 equipado con un detector de energía dispersa de rayos X (EDS), operado a 200 kV. Este microscopio tiene la característica que las imágenes generadas no presentan rotación respecto de los patrones de difracción generados.

Los resultados fueron analizados empleando la constante de cámara calibrada previamente con los patrones de difracción de electrones generados por una película de oro.

## 6.2 Resultados y discusión

### 6.2.1 Aleación FeAl40

En la microestructura del FeAl40 mostrada en la figura 6.1 se aprecian dislocaciones presentes en la matriz. En la figura 6.2 se muestra evidencia de regiones pequeñas de dominios de antifase con su correspondiente patrón de difracción. Esta observación experimental esta de acuerdo con las observaciones de otros investigadores[27-29].

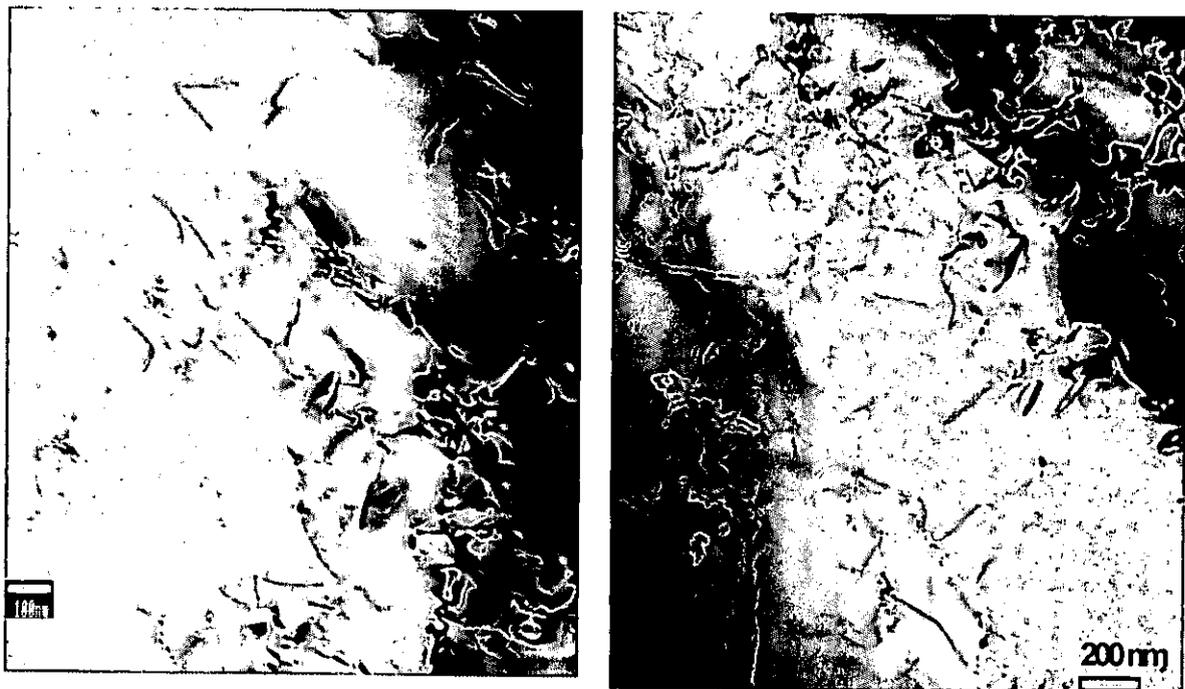


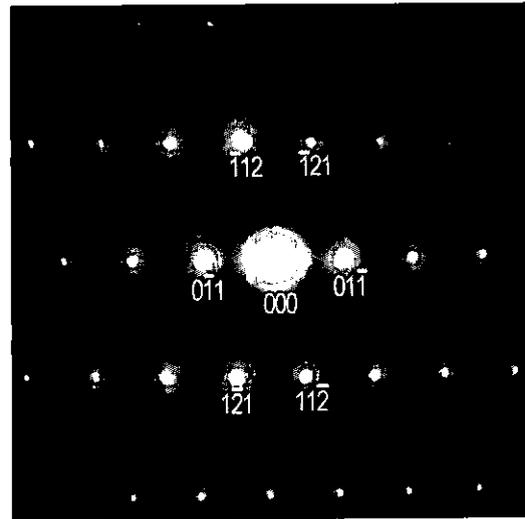
Figura 6.1 Matriz del FeAl40.

La indexación del patrón de difracción mostrado en la figura 6.2b se realizó como se muestra en la tabla 6.1.

En la figura 6.3 se muestra una frontera de grano, la cual aparece libre de precipitados y de dislocaciones. La matriz y la frontera de grano aparecen libres de precipitación, por lo que el B debe estar en solución sólida. El espectro de EDS mostrado en la figura 6.3 solo muestra los picos correspondientes al Fe y el Al.



a)



b)

Figura 6.2 En la figura a se observan pequeñas regiones mostrando el contraste característico de los dominios de antifase. En b se muestra el patrón de difracción correspondiente a la dirección (311)

Tabla 6.1 Análisis del patrón de difracción mostrado en la figura 6.2b.

Vector	Radio cm	R <sup>2</sup>	Relación	Ángulo con	Índices posibles	Índices específicos	Ángulo con
OX	1.36	1.8496	3	OY= 33°	{211}	( $\bar{1}21$ )	( $\bar{1}12$ ) = 33.6°
OY	1.34	1.7956	3	OZ= 74°	{211}	( $\bar{1}12$ )	( $0\bar{1}1$ ) = 73.2°
OZ	0.775	0.6006	1	OX= 107°	{110}	( $0\bar{1}1$ )	( $\bar{1}21$ ) = 106.8°

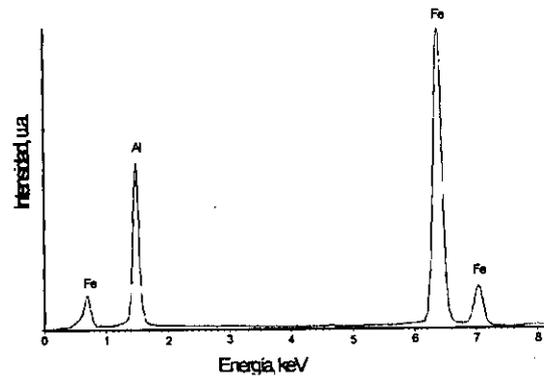


Figura 6.3 Se muestra una frontera de grano libre de dislocaciones. El EDS muestra solo Fe y Al.

### 6.2.2 Aleación FeAl40+B

En la figura 6.4 se muestra el contorno de extinción del FeAl40+B junto con el patrón de difracción, el cual corresponde a la dirección (110). En el Patrón de difracción se observan líneas de puntos con una mayor y menor intensidad, estos últimos corresponden a la súper-red, se indican con A y B en el patrón de difracción. El patrón de difracción de la figura 6.4 fue indexado como se muestra en la tabla 6.2.

Tabla 6.2. Análisis del patrón de difracción mostrado en la figura 6.4.

Vector	Radio cm	R <sup>2</sup>	Relación	Ángulo con	Índices posibles	Índice específico	Ángulo con
OX	0.715	0.5112	1	OY= 54°	{100}	(001)	( $\bar{1}11$ ) = 54.7°
OY	1.22	1.4884	3	OX= 54°	{111}	( $\bar{1}\bar{1}1$ )	(001) = 54.7°

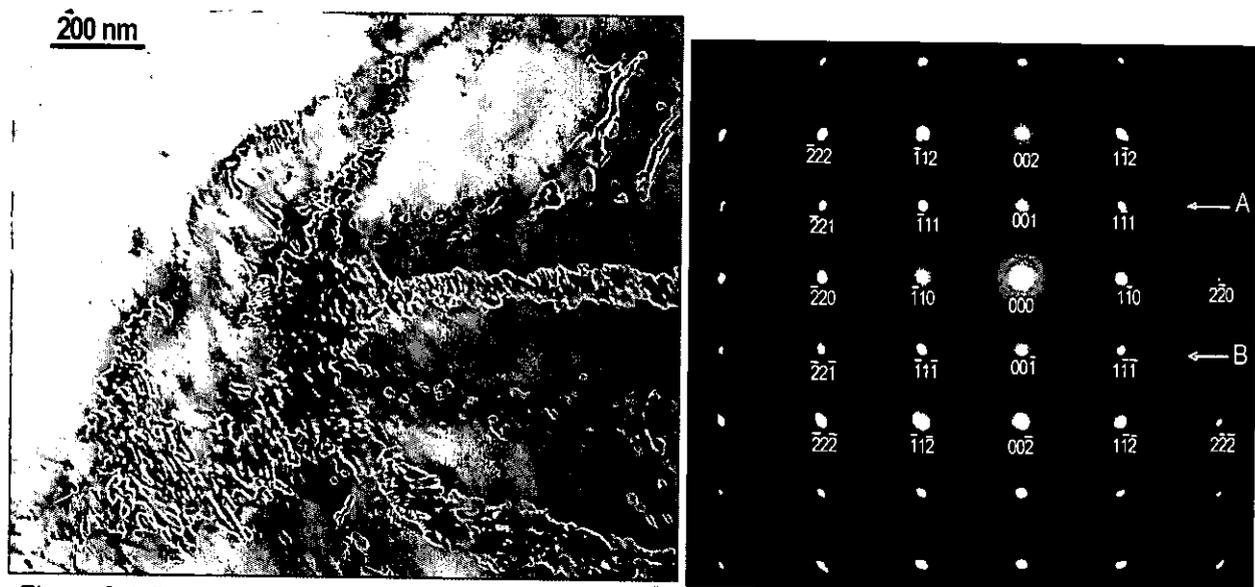


Figura 6.4 Contorno de extinción en el FeAl40+B y el patrón de difracción correspondiente a la dirección (110).

En la figura 6.5 se observa el contraste de los dominios de antifase presentes en la matriz.

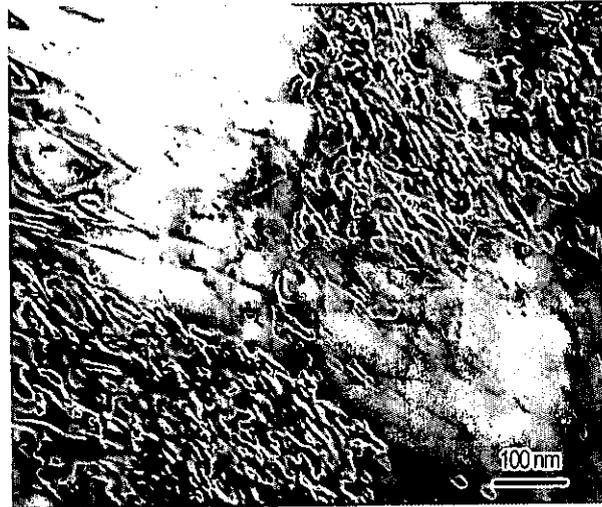


Figura 6.5 dominios de antifase presentes en la aleación FeAl40+B.

### 6.2.3 Aleación FeAl40+B/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

En la figura 6.6 se muestra la aleación FeAl40+B co-depositada con partículas de alúmina, en a) se observan dislocaciones y en b) parece que hay contraste parcial de los dominios de antifase y no muestra precipitación.



Figura 6.6 Se muestra la aleación FeAl40+B co-depositada con partículas de alúmina, en a) se observan dislocaciones y en b) parece que hay contraste parcial de los dominios de antifase

En la figura 6.7a se muestra evidencia de las gotas del atomizado, con tamaños inferiores a  $1\mu\text{m}$ , Estas deben generarse por la oxidación de la superficie de las gotas atomizadas durante el tiempo de vuelo hasta la muestra depositada. Y al ser electropulidas permanece la capa oxidada que es la que se observa en la imagen. El espectro de EDS (ver figura 6.7b) muestra un pico de oxígeno y un pico de Al de mayor intensidad al mostrado en el espectro de la figura 6.3, por lo que el óxido formado debe ser óxido de aluminio formado sobre la superficie de las gotas atomizadas. La forma no esférica debe ser atribuida a la deformación sufrida por el impacto durante la depositación.

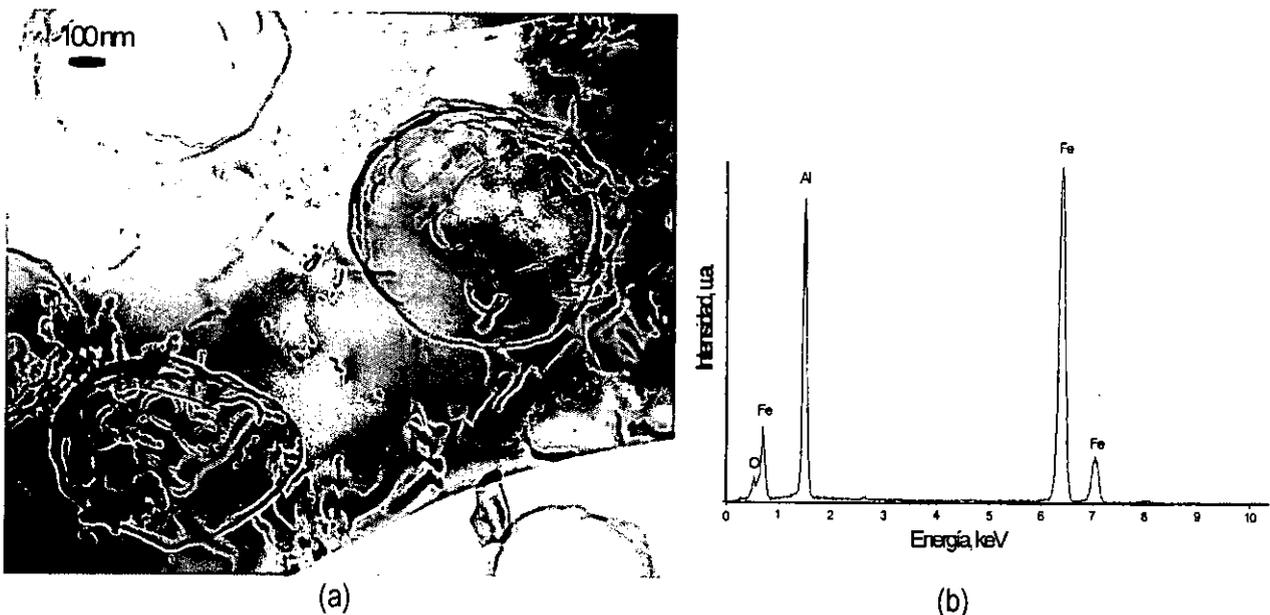


Figura 6.7 a) Evidencia de las gotas del atomizado. b) El espectro muestra el pico de oxígeno.

Las partículas de alúmina se encuentran en el interior de los granos, esto se muestra en la figura 6.8a. Debe notarse que no existe la formación de una interfase en la frontera matriz-partícula, esto está de acuerdo con la predicción de la estabilidad de las partículas de alúmina en la matriz intermetálica FeAl [30]. También es notoria la presencia de redes de dislocaciones en la cercanía de la interfase matriz-partícula. En la figura 6.8b se muestra el espectro de EDS obtenido de la partícula de alúmina, en este caso el pico de oxígeno es de mayor intensidad que el mostrado en la figura 6.7b.

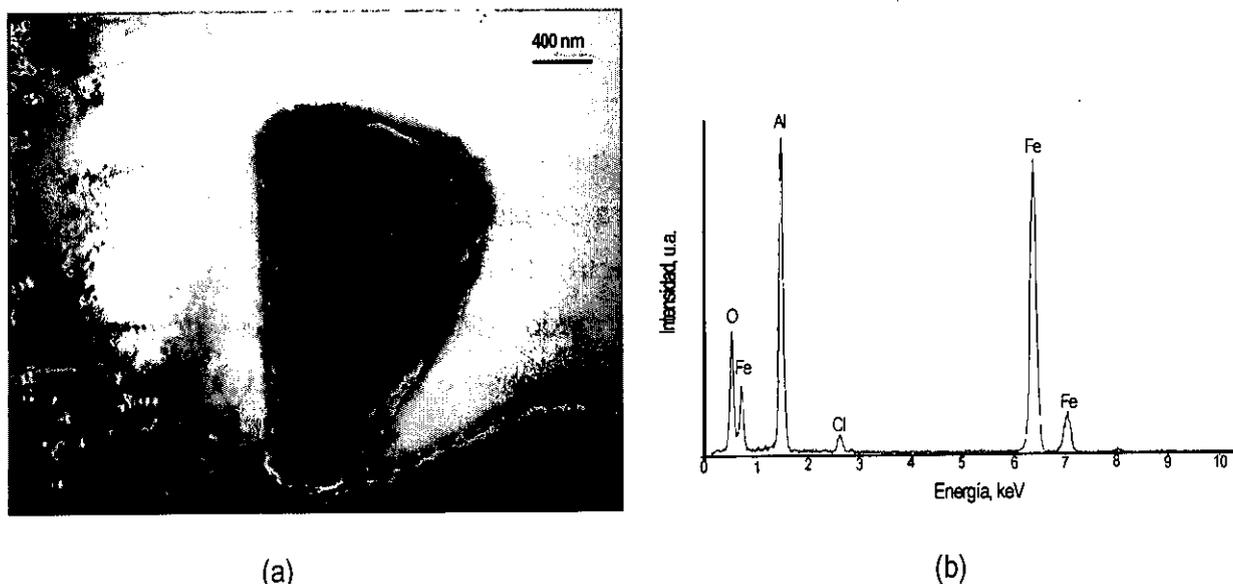


Figura 6.8 a) Partícula de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en la matriz intermetálica. b) Espectro de EDS correspondiente a la partícula mostrada en (a).

#### 6.2.4 Frontera de grano en FeAl40+B.

Por la importancia de las fronteras de grano en las propiedades mecánicas de los materiales policristalinos, se realizó el análisis de una frontera de grano de alto ángulo.

En la figura 6.9 se muestra una frontera de grano en la aleación FeAl40+B. Las tres imágenes corresponden a la misma frontera de grano, pero con diferente inclinación de la muestra respecto del haz de electrones. En a) se pueden observar dislocaciones hacia el interior de los granos, mientras que en las cercanías de la frontera en el grano superior parece libre de dislocaciones. En b) y c) se observan las bandas generadas por el cambio en el espesor de la muestra. En la figura 6.9b la frontera de grano se encuentra paralela a la dirección del haz de electrones.

En la figura 6.10 se muestran los patrones de difracción de los granos superior e inferior, designados como A y B respectivamente. El grano A está cerca de la dirección (111) mientras que el grano B está cerca de la dirección (100). Para

obtener cada uno de los patrones de difracción, fue necesario inclinar la muestra para alcanzar el eje de zona en cada grano. La desorientación entre los dos granos esta cerca de los  $54.7^\circ$  de desorientación. Los planos (111) y (001) son paralelos y pueden formar interfases inconmensuradas de baja energía [32] . Consideraciones teóricas y observaciones de las fronteras formadas en metales y cerámicos determinan que esta frontera es de tipo especial y tiene una baja energía.

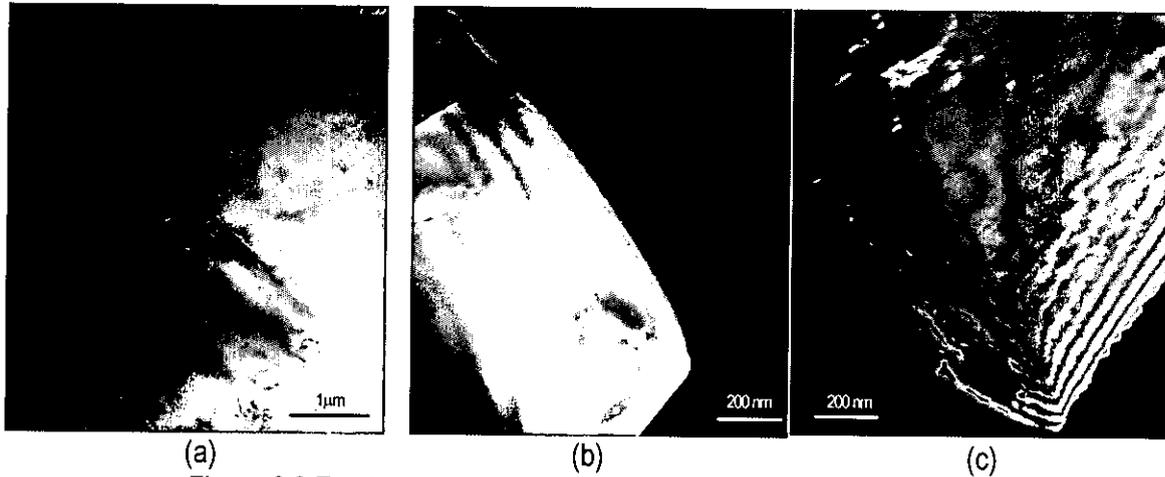


Figura 6.9 Frontera de grano con diferente inclinación de la muestra.

La indexación de los patrones de difracción mostrados en la figura 6.10 se realizó de la manera descrita anteriormente. En estos dos casos A y B, además se determinó por comparación de las distancias interplanares calculadas del patrón de difracción. Para esto se utilizó la constante de la cámara del microscopio,  $\lambda L = 3.11 \pm 0.07$ , para la longitud de 150 cm y 200 kV. Los valores de esta comparación se muestran en la tabla 6.3.

Tabla 6.3 Comparación de las distancias interplanares hkl reportadas y las calculadas de los patrones de difracción de A y B.

hkl	$d_{hkl}$ reportada [31]	d medido	
		A	B
100	2.8906		2.89
110	2.0461	2.087	2.073
200	1.4477		1.445

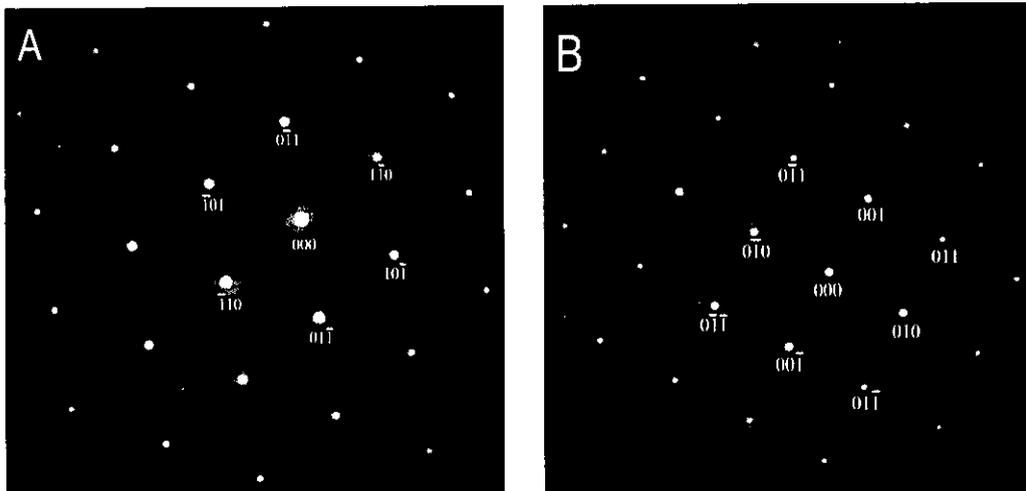


Figura 6.10 Patrones de difracción de los granos superior e inferior mostrados en la figura 6.9. Estos son designados como A y B respectivamente. El patrón de difracción para el grano A corresponde con la dirección (111), mientras que el grano B se encuentra alineado con la dirección (100).

## 6.4 Conclusiones

De los resultados anteriores puede afirmarse que el B se encuentra en solución sólida puesto que no se encontraron precipitados en el interior de los granos ni en las fronteras de grano. Se comprobó que las partículas de alúmina se encuentran en el interior de los granos y que no hay la formación de una interfase en la frontera matriz- partícula, esto por la gran estabilidad de la partícula de alúmina en la matriz FeAl<sub>40</sub>. Existe una ligera oxidación de las partículas atomizadas con tamaños menores a 1 μm durante el tiempo de vuelo desde la boquilla de atomizado hasta el sustrato donde se deposita el atomizado. La densidad de los dominios de antifase es pequeña, pero este resultado es acorde con lo reportado en la literatura [27-29].

## 6.4 Referencias

1. V. K. Sikka, *Processing, Properties and Applications of Iron Aluminides*, Edited by J. H. Schneibel et al., (TMS, Warrendale, PA) 3, (1994).
2. E. J. Lavernia, T. D. Ayers, and T. S. Srivatsan, *International Materials Review*, 37, 1, (1992).
3. X. Liang and E. J. Lavernia, *Metallurgical Transactions. A.*, 25A, 2341, (1994).
4. Joshi and J. Wadsworth, *High Temperature Interactions of Metallic Matrices with Ceramic Reinforcements*, Air Force Office of Scientific Research, (1988).

5. X. Lian, H. K. Kim, J. C. Earthman, and E. J. Lavernia, *Materials Science and Engineering*, 153A, 646, (1992).
6. M. W. Siegel and H. Henein, *Synthesis and Analysis in Materials Processing: Characterization and Diagnostics of Ceramic and Metal Particulate Processing*, (TMS, Warrendale, PA), 1, (1989).
7. S. Naka, M. Thomas and T. Khan. "Potential and Prospects of Some Intermetallic Compounds for Structural Applications". *Materials Science and Technology*, April 1992, vol. 8, pp. 291-298.
8. P. P. Rao and K. Tangri. "Deformation Behaviour of Titanium Aluminides at Room Temperature". *Materials science and Technology*, December 1992. Vol. 8, pp. 1117-1124.
9. F. H. Froes, C. Suryanaraya and E. Eliezer. "Review: Synthesis, properties and applications of Titanium Aluminides". *Journal of Materials Science*, 27 (1992), pp. 5113-5140.
10. M. Yamaguchi. "Overview: High Temperature Intermetallic - With Particular Emphasis on TiAl". *Materials Science and Technology*, April 1992, vol. 8, pp. 299- 307.
11. K. O. Yu, A. Oti and W. S. Walston. "Investment Casting of NiAl Single-Crystal Alloys". *Journal of Metals*, May 1993. pp. 49-51.
12. K. M. Dimuduk, D. B. Miracle and C. W. Ward. "Development of Intermetallic Materials for Aerospace Systems". *Materials Science and Technology*, April 1992, vol. 8, pp. 367-375.
13. L. Martinez, O. Flores, M. Amaya, A. Duncan, S. Viswanathan, D. Lawrynowics and E. J. Lavernia. *Journal of Materials Synthesis and Processing*, Vol. 5, No. 1, 65-76 (1997).
14. T. Takasugi and O. Izumi. *Acta Metallurgica* 31, 1983, 1187.
15. T. Takasugi and O. Izumi. *Acta Metallurgica* 35, 1987, 823.
16. D. Farkas and V. Ranjaragan. *Acta Metallurgica* 35, 1987, 353.
17. S. P. Chen, A. F. Voter and D. J. Srolovitz. *Scripta Metallurgica* 20, 1986, 1389.
18. F. D. Tichelaar and F. W. Schapink. *Philosophical Magazine A*, 54, 1986, L55.
19. I. L. F. Ray, R. C. Crawford and D. J. H. Cockayne. *Philosophical Magazine* 21, 1027 (1970).
20. R. C. Crawford. *Philosophical Magazine* 33, 529 (1976).
21. T. Yamagata and H. Yoshida. *Materials Science and Engineering* 12, 95 (1973).
22. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi. *Philosophical Magazine A* 41, 573 (1980).
23. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi. *Philosophical Magazine A* 44, 711 (1981).
24. M. G. Mendiratta, H. M. Kim and H. A. Lipsitt. *Metallurgical Transactions A*. 15A, 395 (1984).
25. I. Baker and D. J. Gaydos. *Materials Science and Engineering* 96, 147 (1987).
26. P. R. Munroe and I. Baker. *Journal of Materials Science*. 24, 4246 (1989).
27. A. Buis, F. D. Tichelaar and F. W. Schapink. *Philosophical Magazine A*, 1989, Vol. 59, No. 4, 861-871.
28. P. R. Swan, W. R. Duff and R. M. Fisher. *Transaction Metallurgical Society AIME*, 245, 1969, 851
29. P. R. Swan, W. R. Duff and R. M. Fisher. *Metallurgical Transactions* , 3, 1972, 409.
30. A. K. Misra. Identification of thermodynamically stable ceramic reinforcement materials for iron aluminide matrices. *Metallurgical transactions A*, Vol. 21A, February 1990, p. 441- 446.
31. JCPDS (1996) Tarjeta 45-986.
32. K. L. Merkle. Atomic Structure of grain boundaries. *Journal of Physics Chemistry in Solids*, Vol. 55, No. 10 pp. 991-1005, 1994.



## Capítulo 7. Conclusiones generales.

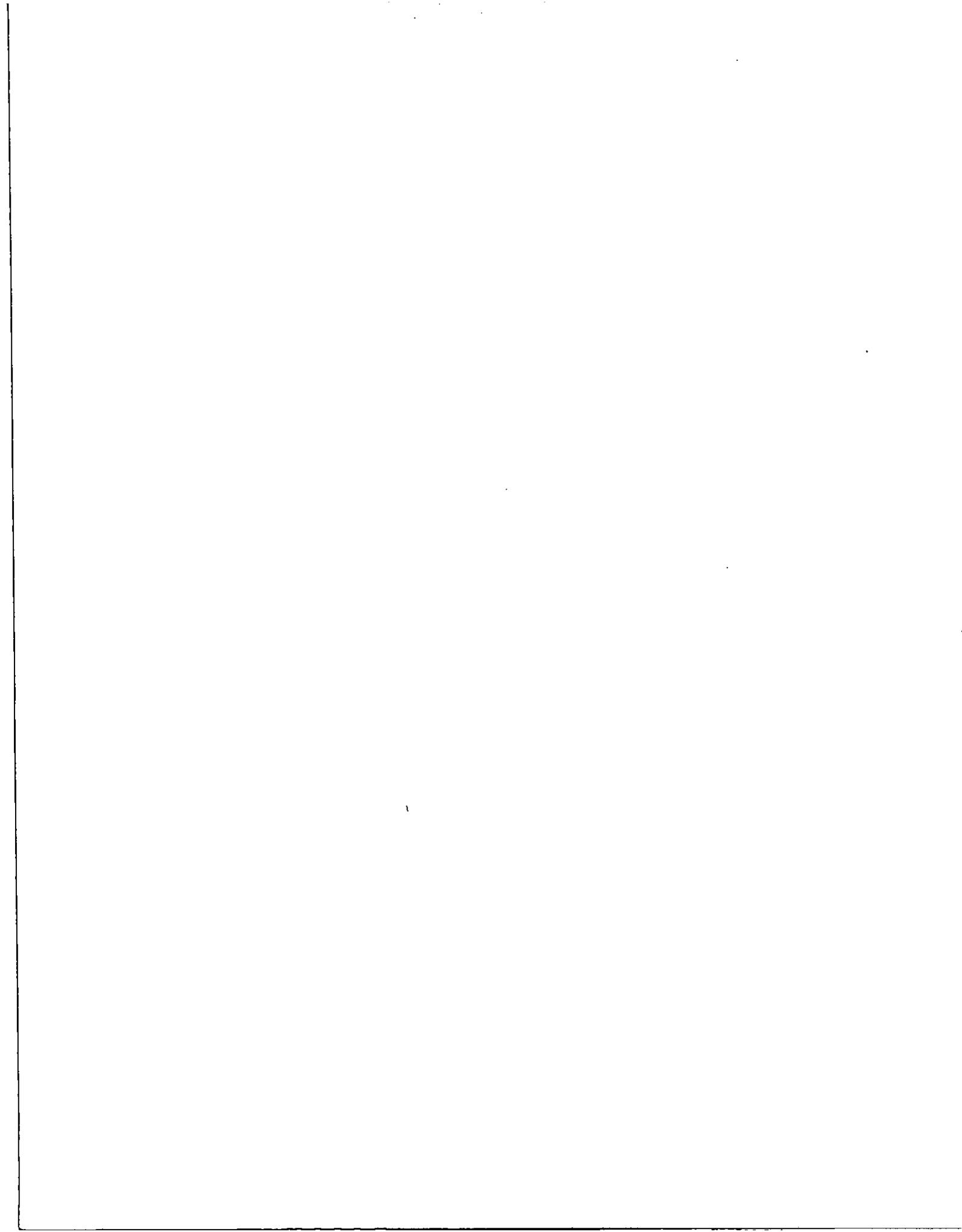
A continuación se resumen las conclusiones consideradas más importantes de cada etapa del presente trabajo.

1. El análisis de las fronteras de grano muestra la posibilidad de modificar el comportamiento de las fronteras al modificar las características de desorientación entre los granos. Actualmente han emergido nuevas tecnologías, como la formación de patrones de canalaje de electrones (electron channelling pattern, en inglés), que ha venido a revolucionar el análisis de las desorientaciones entre los granos vecinos.
2. Se comprobó el efecto del medio ambiente bajo condiciones de forja. Obteniéndose mejores resultados en una atmósfera de argón, en comparación con los resultados obtenidos en condiciones de vacío y al aire. La aleación FeAlZ mostró un mejor comportamiento en condiciones de compresión a temperatura ambiente comparado con el mostrado por la aleación FeAlBZ. Pero en condiciones de forja se invirtió el comportamiento, esto es causado por la alta segregación de Zr en la aleación FeAlZ. Estos resultados nos permitieron optar por otro método de fabricación, la técnica seleccionada fue el de atomización depositación.
3. Los compuestos intermetálicos ordenados FeAl<sub>40</sub> procesados por atomización-depositación mejoran su comportamiento mecánico frente a las aleaciones procesadas por técnicas convencionales. La adición de B modifica el tipo de fractura generado durante la deformación por forja y por compresión a temperatura ambiente. Se mostró el efecto benéfico de las partículas de segunda fase en las propiedades mecánicas a temperatura ambiente y en condiciones de forja. La resistencia máxima a la tensión y la tensión de fluencia se incrementa en poco más del 200%, esto esta de acuerdo con los resultados reportados por Saigal y Leisk [Ref. 22, cap. 5]. El módulo de elasticidad es el único que mostró un comportamiento inverso al reportado por estos investigadores, debe notarse que el comportamiento se observó en matrices metálicas y no en una intermetálica.

4. Los modelos utilizados para la predicción del atrapamiento de partículas reproducen bien el resultado obtenido experimentalmente.
5. El incremento en las propiedades se genera por el refinamiento de la microestructura por la solidificación por atomización-depositación y por el mayor refinamiento inducido por la presencia de las partículas de alúmina. La presencia de estas también ayuda a modificar el modo de fractura intergranular a uno mixto intergranular-transgranular.
6. No se encontraron precipitados de B en el estudio realizado por TEM, indicando que se encuentra en solución sólida. Se comprobó que las partículas de alúmina se encuentran en el interior de los granos. Los parámetros de atomización-depositación deben ser manejados con mayor cuidado porque se encontró evidencia de oxidación de las gotas durante el tiempo de vuelo hacia el sustrato.
7. Los reducidos campos de dominios de antifase se encuentran acordes con lo encontrado en la literatura [ref. 27-29, cap. 6].
8. El porcentaje de deformación se incremento en el caso de forja de 5% para el caso del FeAl40 fabricado por colada a 44% para el caso de las muestras fabricadas por atomización-depositación, esto probados en aire. Mientras que para el caso de las pruebas de compresión, se incremento de un máximo de 2.5% para el caso de las muestras fabricadas por colada por gravedad, a cerca del 12% para las muestras atomizadas y depositadas.

## 7.1 Sugerencias para trabajos posteriores

1. El efecto del boro en el mejoramiento del comportamiento mecánico del FeAl40 esta asociado a la segregación del mismo a la frontera de grano. Debido a esto, la concentración efectiva de boro en las fronteras de grano es una función del tamaño de grano. Es necesario un estudio a mayor detalle de la concentración de boro en las fronteras de grano en muestras con tamaño de grano controlado. Así como el límite de solubilidad del boro en el FeAl40 en estas condiciones de enfriamiento rápido.
2. La ingeniería microestructural puede dar una respuesta al problema de fragilidad inducida por el medio ambiente, por lo que debe ahondarse en esta área de investigación con el objetivo de buscar mejorar las propiedades mecánicas mediante el control de la distribución del carácter de las fronteras de grano.
3. Las propiedades de resistencia a la corrosión deben ser evaluadas en la microestructura generada por el proceso de atomización-depositación, tanto en la matriz sin fase de refuerzo como en las microestructuras co-depositadas con alúmina.



# APÉNDICE A

UNIVERSITY OF CALIFORNIA, IRVINE

BERKELEY • DAVIS • IRVINE • LOS ANGELES • RIVERSIDE • SAN DIEGO • SAN FRANCISCO



SANTA BARBARA • SANTA CRUZ

MATERIALS PROCESSING LABORATORY  
DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING  
IRVINE, CALIFORNIA 92717

**EXPERIMENTAL DATA LOG**

DATE 8/17/95 EXPERIMENT No. 502 RESEARCHER Dan

ALLOY SYSTEM FeAl

CHARGE WEIGHT 2876g. VACUUM READING 3.2 back fill 2x

INITIAL GAS SUPPLY PRESSURE 2230 psi FINAL 2100 psi DELTA P \_\_\_\_\_

DYNAMIC GAS ATOMIZATION PRESSURE 350 psi SUBSTRATE CENTER OFFSET \_\_\_\_\_

BACKFILL GAS TYPE N<sub>2</sub> CHAMBER PRESSURE 3 psi ATOMIZING GAS N<sub>2</sub>

SUBSTRATE USED Cu STARTING DISTANCE TO NOZZLE 10" RPM max

DOWNSTROKE VALVE SETTING \_\_\_\_\_ RPM: Lg VALVE SET \_\_\_\_\_ Sm VALVE \_\_\_\_\_

CRUCIBLE USED ZrO<sub>2</sub> GRAPHITE SUCEPTOR? No

HEAT TIME START 1100am TEMP HOLD TIME 25min POUR TIME 3:25pm

TEMPERATURE GRADIENT IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_

POURING TEMP. 1420°C APPROXIMATE HEIGHT OF MOLTEN METAL IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_

ATOMIZATION NOZZLE 10-23 POURING TUBE MATERIAL BN

POURING TUBE: TAPERED? \_\_\_\_\_ DIAMETER .120" PROFILE DIMENSION .575"

NOZZLE TEMP BEFORE POUR \_\_\_\_\_ DURING \_\_\_\_\_ AFTER \_\_\_\_\_

ATOMIZATION TIME 576 sec METAL FLOW ACCURACY? (Y/N) \_\_\_\_\_

MASS WEIGHT OF DEPOSIT \_\_\_\_\_ HEIGHT \_\_\_\_\_

BALANCE: TOTAL POWDER WEIGHT \_\_\_\_\_ POWDER SIZE DISTRIBUTION? \_\_\_\_\_

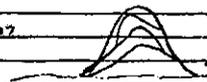
CRUCIBLE SCRAP METAL \_\_\_\_\_

OTHER SCRAP METAL \_\_\_\_\_ TOTAL WEIGHT \_\_\_\_\_

**OBSERVATIONS:**

11:22 → 8% power	2:15 → 26% power → 1260°C	locks "liberally" pt.
11:30 → 7% power → 60°C	2:25 → 26% power → 1376°C	
11:50 → 9% power → 300°C	2:35 → 18% power → 1416°C	
12:20 → 9% power → 512°C		
2:50 → 15% power → 730°C		
1:05 → 17% power → 805°C		
1:55 → 18% power → 997°C		
1:52 → 14% power → 1099°C		
2:10 → 27% power → 1169°C		

Nozzle temp 2:35pm = 777°C





MATERIALS PROCESSING LABORATORY  
DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING  
IRVINE, CALIFORNIA 92717

EXPERIMENTAL DATA LOG

DATE 8-25-95 EXPERIMENT No. 525 RESEARCHER DW  
 ALLOY SYSTEM FeAl + Fe<sub>2</sub>B under vacuum  
 CHARGE WEIGHT 31.53g + 2.35g Fe<sub>2</sub>B VACUUM READING 550 mTorr  
 INITIAL GAS SUPPLY PRESSURE 180 psi FINAL \_\_\_\_\_ DELTA P \_\_\_\_\_  
 DYNAMIC GAS ATOMIZATION PRESSURE 3.50 psi SUBSTRATE CENTER OFFSET \_\_\_\_\_  
 BACKFILL GAS TYPE N<sub>2</sub> CHAMBER PRESSURE 2 psi ATOMIZING GAS N<sub>2</sub>  
 SUBSTRATE USED \_\_\_\_\_ STARTING DISTANCE TO NOZZLE \_\_\_\_\_ RPM Max  
 DOWNSTROKE VALVE SETTING \_\_\_\_\_ RPM: Lg VALVE SET \_\_\_\_\_ Sm VALVE \_\_\_\_\_  
 CRUCIBLE USED 2r0 GRAPHITE SUCEPTOR? No  
 HEAT TIME START 1:20 TEMP HOLD TIME 4.4 / 30 min POUR TIME 4:45 pm  
 TEMPERATURE GRADIENT IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_  
 POURING TEMP. 1485°C APPROXIMATE HEIGHT OF MOLTEN METAL IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_  
 ATOMIZATION NOZZLE 1N-23 POURING TUBE MATERIAL \_\_\_\_\_  
 POURING TUBE: TAPERED? No DIAMETER 1.28 PROFILE DIMENSION 518  
 NOZZLE TEMP BEFORE POUR 812°C DURING \_\_\_\_\_ AFTER \_\_\_\_\_  
 ATOMIZATION TIME 64.2 sec METAL FLOW ACCURACY? (Y/N) \_\_\_\_\_  
 MASS WEIGHT OF DEPOSIT \_\_\_\_\_ HEIGHT \_\_\_\_\_  
 BALANCE: TOTAL POWDER WEIGHT \_\_\_\_\_ POWDER SIZE DISTRIBUTION? \_\_\_\_\_  
 CRUCIBLE SCRAP METAL \_\_\_\_\_  
 OTHER SCRAP METAL \_\_\_\_\_ TOTAL WEIGHT \_\_\_\_\_

*melt @ 13.5°C*

OBSERVATIONS: vacuum temp on buffer holding @ 1250°C  
1:55 → 8% powder → 82°C vacuum temp down to 300°C  
2:07 → 8% powder → 196°C  
2:38 → 12% powder → 340°C  
2:45 → 12% powder → 514°C  
3:00 → 14% powder → 632°C  
3:15 → 16% powder → 805°C  
3:40 → 18% powder → 1050°C  
4:05 → 24% powder → 1316°C  
4:20 → 18% powder → 1440°C

*5:00 PM*



MATERIALS PROCESSING LABORATORY  
DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING  
IRVINE, CALIFORNIA 92717

EXPERIMENTAL DATA LOG

DATE 9/28/95 EXPERIMENT No. 528 RESEARCHER Dan  
 ALLOY SYSTEM FeAl w/co-injected Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> platelets (2µm) + bsn  
 CHARGE WEIGHT 30.98 + 2g brown VACUUM READING 3.5 torr  
 INITIAL GAS SUPPLY PRESSURE 1410 psi FINAL 1300 psi DELTA P \_\_\_\_\_  
 DYNAMIC GAS ATOMIZATION PRESSURE 950 psi SUBSTRATE CENTER OFFSET -  
 BACKFILL GAS TYPE N<sub>2</sub> CHAMBER PRESSURE 3 psi ATOMIZING GAS N<sub>2</sub>  
 SUBSTRATE USED Cu STARTING DISTANCE TO NOZZLE 10" RPM \_\_\_\_\_  
 DOWNSTROKE VALVE SETTING \_\_\_\_\_ RPM: Lg VALVE SET \_\_\_\_\_ Sm VALVE \_\_\_\_\_  
 CRUCIBLE USED ZrO<sub>2</sub> (red) GRAPHITE SUCEPTOR? N  
 HEAT TIME START 10:05 am TEMP HOLD TIME 12:45 pm POUR TIME 1:15 pm  
 TEMPERATURE GRADIENT IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_  
 POURING TEMP. 1490°C APPROXIMATE HEIGHT OF MOLTEN METAL IN CRUCIBLE \_\_\_\_\_  
 ATOMIZATION NOZZLE IN-23 POURING TUBE MATERIAL BN  
 POURING TUBE: TAPERED? N DIAMETER .120" PROFILE DIMENSION .578  
 NOZZLE TEMP BEFORE POUR \_\_\_\_\_ DURING \_\_\_\_\_ AFTER \_\_\_\_\_  
 ATOMIZATION TIME 54.53 METAL FLOW ACCURACY? (Y/N) \_\_\_\_\_  
 MASS BALANCE: WEIGHT OF DEPOSIT \_\_\_\_\_ HEIGHT \_\_\_\_\_  
 TOTAL POWDER WEIGHT \_\_\_\_\_ POWDER SIZE DISTRIBUTION? \_\_\_\_\_  
 CRUCIBLE SCRAP METAL \_\_\_\_\_  
 OTHER SCRAP METAL \_\_\_\_\_ TOTAL WEIGHT \_\_\_\_\_

OBSERVATIONS:  
10:28 → 18% → 149°C  
10:55 → 16% → 420°C  
11:05 → 12% → 530°C  
11:21 → 18% → 719°C  
11:55 → 18% → 1055°C  
12:35 → 26% → 1207°C  
1:05 → 24% → 1489°C  
*looks like molten sprayed @ ~ 1505°C*  
*successful!*  
*went up to 1500°C to create molten*  
*Nozzle Temp 869°C @ 1:08 pm*

## APÉNDICE B

Parámetros termofísicos usados en el presente trabajo.

Parámetro	Descripción	Valor	Unidades
$\rho_d$	Densidad del FeAl	5802	$\text{kgm}^{-3}$
$\rho_g$	Densidad del gas de atomización ( $\text{N}_2$ )	1.25	$\text{kgm}^{-3}$
$h_f$	Calor latente de fusión del FeAl	28.1	$\text{kJmol}^{-1}$
$\gamma$	Energía interfacial sólido-líquido	0.238	$\text{Jm}^{-2}$
$C_{pg}$	Calor específico del gas ( $\text{N}_2$ )	1192	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
$k_g$	Conductividad térmica del gas ( $\text{N}_2$ )	0.027	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$k_p$	Conductividad térmica del $\text{Al}_2\text{O}_3$	39.0	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$k_d$	Conductividad térmica de las gotas de FeAl	41.2	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$C_{ps}$	Calor específico del sólido FeAl	718	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	Densidad del $\text{Al}_2\text{O}_3$	3220	$\text{kgm}^{-3}$
$\eta$	Viscosidad del FeAl líquido	$6.33 \times 10^{-7}$	$\text{kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$
$D_L$	Coefficiente de difusión del FeAl líquido	$5.8 \times 10^{-10}$	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$
R	Constante de los gases	8.314	$\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$
$C_{\text{Al}_2\text{O}_3}$	Calor específico del $\text{Al}_2\text{O}_3$	826	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\Phi_k$	Constante	0.476	---
$\Psi(\tau)$	Constante	0.331	---
k	Constante de Boltzmann	$1.38 \times 10^{-23}$	$\text{JK}^{-1}$
g	Constante gravitacional	9.8	$\text{ms}^{-2}$
$\Omega$	Volumen atómico del FeAl	$6.87 \times 10^{-6}$	$\text{m}^3\text{mol}^{-1}$
$T_L$	Temperatura del liquidus del FeAl	1663	K
h	Coefficiente de transferencia de calor por convección	21.2	$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$C_{pl}$	Calor específico del FeAl líquido	620	$\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\epsilon$	Emisividad de la superficie	0.5	---
$R_{SL}$	Movilidad de la interfase sólido - líquido	0.01	$\text{ms}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\gamma_o$	Tensión superficial a la temperatura del líquido	1.543	$\text{Nm}^{-1}$
$dy/dt$	Coefficiente de temperatura de la tensión superficial	$-3.73 \times 10^{-4}$	$\text{Nm}^{-1}\text{K}^{-1}$
$\nu$	Razón de Poisson para el FeAl	0.323	---
E	Modulo elástico del FeAl	167.3	GPa
$v_g$	Velocidad de salida del gas de atomización ( $\text{N}_2$ )	520	$\text{ms}^{-1}$
$\omega$	Ángulo de inyección del $\text{Al}_2\text{O}_3$	90	°
$\mu_g$	Viscosidad del gas de atomización	$1.8 \times 10^{-5}$	$\text{kgm}^{-1}\text{s}^{-1}$
$\alpha_c$	Constante	0.103	$\text{Jm}^{-2}$
$K_v$	Parámetro cinético	$1 \times 10^{40}$	$\text{m}^{-3}\text{s}^{-1}$
D	Coefficiente de difusión sólida del FeAl	$1.0 \times 10^{-10}$	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$
$T_L$	Temperatura de liquidus	1690	K
$\beta$	Constante	35.2	----
$a_o$	Diámetro atómico	$1.38 \times 10^{-23}$	$\text{JK}^{-1}$

**Artículos publicados en revistas con arbitraje y trabajos presentados en congresos internacionales:**

The Role of Particulate in Microstructural and Forging Properties of Spray-Atomized and Deposited Fe-Al Ordered Intermetallic Compound.  
L. Martínez, O. Flores, M. Amaya, A. Duncan, S. Viswanathan, D. Lawrynowics and E. J. Lavernia.

*Journal of Materials Synthesis and Processing*, Vol. 5, No. 1, 65-76 (1997).

TEM Characterization of FeAl Ordered Intermetallic Compound Fabricated by Spray-Atomization and Deposition.

O. Flores, F. Pérez, E. J. Lavernia and L. Martínez.

*Electron Microscopy 1998*.

Characterization of Grain Boundary Ensembles and Crack Propagation in an Fe-Al Alloy.

L. K. Fionova, J. Juárez, R. Pérez, J. L. Albarrán, O. Flores, L. Martínez, y. F. Titovets and D. Romero.

*Advances in Physical Metallurgy*. Edited by S. Banerjee and R. V. Ramanujan, OPA, Amsterdam 1996.

Spray atomization and deposition of FeAl40 at. % alloys.

O. Flores, I. Nava, F. Perez, E. J. Lavernia and L. Martínez.

*International Materials Research Congress, Cancun '99*. Cancún, Quintana Roo, August 29 to September 2<sup>nd</sup>, 1999.

Deformation Behavior of FeAl at Room Temperature Doped with B and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

O. Flores, E. J. Lavernia and L. Martínez.

*Materials Research Congress, Cancun '98*. Cancún, Quintana Roo, August 31<sup>st</sup> to September 4<sup>th</sup>, 1998.

Study of the Forged FeAl Intermetallic Compound by AFM and TEM.

O. Flores, L. Álvarez, E. Lavernia and L. Martínez.

*International Materials Research Congress, Cancun '97*. Cancún, Quintana Roo, September 1-6, 1997.

The Role of Alumina Particulate in Microstructural and Forging Properties of Spray Atomized and Deposited FeAl Ordered Intermetallic Compounds.

L. Martínez, M. Amaya, O. Flores, D. Lawrynowics and E. Lavernia.

*The 1997 TMS Annual Meeting Exhibition*. Orange County Convention Center, Orlando Florida. February 9-13, 1997.

Evaluación del Comportamiento de FeAl40%at. Durante Pruebas de Forja.  
O. Flores y L. Martínez.  
*Materiales para el Desarrollo '96*. La Habana, Cuba. Noviembre 21 al 23 de 1996.

Study of Forged and Hipped Spray Atomized and Deposited FeAl Ordered  
Intermetallic Compounds.  
L. Martínez, A. J. Duncan, S. Viswanathan, O. Flores, M. Amaya, D. Lawrynowics  
and E. Lavernia.  
*1996 Fall Meeting of MRS*, Boston, MA. Diciembre 1996.

Forging of Fe-Al Intermetallic Compound Solidified by Atomization.  
O. Flores, M. G. Amaya, L. Desaida, D. Lawrynovitz, E. Lavernia and L. Martínez.  
*International Materials Research Congress, Cancun '96*. Cancún, Quintana Roo,  
September 1-6, 1996.

Characterization of Fe-Al Intermetallic Compound with Additions of B and/or Zr.  
O. Flores and L. Martínez.  
*TMS Fall Meeting and ASM Materials Week*, October 29-November 2, 1995.