

00574

5



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

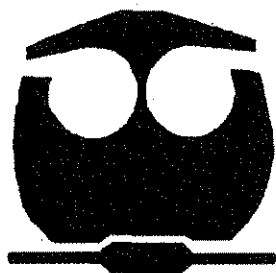
COMPUESTOS INTERMETÁLICOS Fe-Al₄₀,
ATOMIZADOS Y DEPOSITADOS.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRIA EN METALURGIA

P R E S E N T A:

JUAN MANUEL ZAGAL SÁNCHEZ



MÉXICO, D.F.

ABRIL, 2002.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



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.



**COORDINACIÓN DEL PROGRAMA DE
MAESTRIA Y DOCTORADO EN INGENIERIA**

JURADO ASIGNADO SEGÚN EL TEMA

Presidente:	Dr. Ramiro Pérez Campos (CCF)
Vocal:	Dr. José Luis Albarrán Gómez (CCF)
Secretario:	M. en I. Bernardo Fabián Campillo Illanes (CCF)
Primer Suplente:	Dr. Carlos González Rivera (FQ)
Segundo Suplente:	Dr. José Gonzalo González Rodríguez (UAEM)

Sitio donde se desarrolló el tema:

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

SUSTENTANTE

Juan Manuel Zagal Sánchez

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Osvaldo Flores Cedillo

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

DEDICATORIAS

Este trabajo esta dedicado primeramente a dios, por haberme dado licencia de haber podido llegar a este momento y realizar una meta más en mi vida, (gracias por todo lo que me has dado dios mío).

A MIS PADRES:

**Catalina Sánchez López
Uvaldo Zagal Gómez.**

En especial a mi madre, por todo su amor, apoyo, comprensión, motivación y educación que me ha dado, ha sido para mi la principal protagonista durante toda mi formación como persona, siendo un ejemplo siempre de lucha y superación.

A MIS HERMANOS:

Francisco Javier, Rosa Maria, Verónica, Sergio, Josefina, Virginia, Jorge y Roberto.

Por apoyarme para lograr mi mayor ilusión y por ese ánimo forjador que cotidianamente alimentaban.

A MIS SOBRINOS:

Quienes estimularon mis estudios, con sus sonrisas, bromas y una inmensa felicidad que interactuaban en cada momento de mi carrera profesional, a quienes les agradezco y les dejo este ejemplo esperando bien cimentado, para contribuir con ellos en sus sueños agrandados.

No dejando de hacer mención de un sobrino:

Fernando Ramírez Silva (qepd)

Que en su nombre y en su memoria le dedico este trabajo, por el pionero del logro de mi objetivo.

A MIS CUÑADOS:

Que aunque no hago mención de ellos, los tengo bien presentes.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Osvaldo Flores Cedillo

Por darme la oportunidad de asesorarme y dirigir mi tesis, y por todas sus enseñanzas, amistad y compañerismo.

A los miembros del jurado

Dr. Ramiro Pérez Campos.

Dr. José Luis Albarrán Gómez.

M. en I. Bernardo Fabián Campillo Illanes.

Dr. Carlos González Rivera.

Dr. José Gonzalo González Rodríguez.

Por sus valiosos comentarios a este trabajo y por el tiempo dedicado a su revisión.

A la Dirección General de Intercambio Académico (DGIA), UNAM.

Por el apoyo económico para realización de este trabajo de investigación, de mis estudios de maestría.

AL GRUPO DE MATERIALES DEL Centro de Ciencias Físicas, UNAM.

Dr. Lorenzo Martínez, Dr. Ramiro Pérez, Dr. Osvaldo Flores, Dr. José Luis Albarrán, M. en I. Bernardo Fabián Campillo, Técnico Académico Sr. Anselmo González, Técnico Académico M. en I. Rene Guardián.

Por su valioso apoyo, consejos, orientaciones y por compartir su tiempo durante la realización de mi trabajo de investigación.

Al M. en I. Andrés Aguilar, Dr. Carlos Ángeles, Guadalupe Yadira Lamas, Rosa Maria Ramos, M. en I. Arturo Molina, M. en I. Isai Rosales, Ing. Sergio Serna.

Por sus valiosos comentarios, su apoyo, sus consejos y su amistad.

Al Centro de Ciencias Físicas, UNAM. Antes Instituto de Física- Laboratorio Cuernavaca.

Por el apoyo brindado como estudiante asociado y por permitirme el uso de sus instalaciones para realizar el trabajo experimental de esta investigación.

INDICE

RESUMEN	1
CAPITULO I	
1. Introducción.	4
1.1 REFERENCIAS.	7
CAPITULO II	
2. Revisión bibliográfica.	8
2.1 Compuesto intermetálico	9
2.2 Aluminuros de Fe.	12
2.2.1 Sistema Fe ₃ Al.	12
2.2.1.1 Efecto de aleantes en aluminuros de Fe ₃ Al.	13
2.2.1.2 Propiedades mecánicas de los aluminuros de Fe ₃ Al.	14
2.2.2 Sistema FeAl.	15
2.2.2.1 Propiedades del sistema FeAl.	16
2.2.3 Compuesto intermetálico Fe-Al ₄₀ .	17
2.2.3.1 Dependencia de la temperatura del flujo y fractura del Fe-Al ₄₀ .	19
2.2.3.2 Optimización del contenido de boro en aleaciones de Fe-Al (40at. %Al).	19
2.2.3.3 Papel de las partículas de Al ₂ O ₃ con el compuesto intermetálico Fe-Al ₄₀ .	20
2.3 Atomización y depositación.	21
2.3.1 Penetración de partículas.	23
2.3.1.1 Modelo térmico.	25
2.3.1.2 Modelo termodinámico.	25
2.3.1.3 Modelo cinético.	25
2.4 Sobreatomizado.	26
2.5 REFERENCIAS.	27
CAPITULO III	
3. Procedimiento experimental.	30
3.1 Fabricación del material.	31
3.2 Sobreatomizado.	36
3.3 Metalografía.	37
3.3.1 Corte del material.	37
3.3.2 Desbaste del material.	37
3.3.3 Pulido del material.	37
3.3.4 Ataque del material.	37
3.4 Pruebas de microdureza.	39
3.5 Pruebas de forja.	39
3.6 Pruebas de compresión.	41
3.7 Microscopia óptica.	41

3.8 Microscopia electrónica de barrido.	41
3.9 Difracción de rayos X.	42
3.10 Microscopia electrónica de transmisión.	42
3.11 REFERENCIAS.	43

CAPITULO IV

4. Resultados y discusión.	44
4.1 Microestructura.	45
4.2 Propiedades mecánicas.	48
4.2.1 Ensayos de forja.	48
4.2.2 Pruebas de compresión a temperatura ambiente.	54
4.2.3 Pruebas de microdureza.	58
4.3 Sobreatomizado.	59
4.3.1 Morfología del sobreatomizado.	59
4.3.2 Localización de las partículas de Al ₂ O ₃ co-inyectadas.	61
4.4 Difracción de rayos X.	64
4.5 Microscopia electrónica de transmisión.	66
4.6 Microscopia electrónica de alta resolución.	75
4.7 REFERENCIAS.	79

CAPITULO V

5. Conclusiones.	82
APÉNDICE A. Cartas técnicas de las muestras atomizadas y depositadas.	85
Trabajos presentados en congresos internacionales.	89

LISTA DE FIGURAS

Figura	DESCRIPCION	Pag.
2.1	Estructura cristalina ordenada B2, mostrando los vectores de deslizamiento del sistema Fe-Al.	10
2.2	Arreglos atómicos de aleaciones convencionales con estructura cristalina desordenada (a) y estructura cristalina ordenada de rango amplio de un compuesto intermetálico ordenado (b).	11
3.1	Diagrama de fases del sistema Fe-Al.	31
3.2	Diagrama del dispositivo de atomización-depositación, proceso de co-inyección de partículas de Al ₂ O ₃ y el proceso del sobreatomizado.	33
3.3	Se muestran los tres materiales fabricados por el proceso de atomización-depositación.	35
3.4	Corte de los tres materiales a), b) y c) en cubos de 1cm de arista.	38
3.5	Diagrama esquemático del martillo de caída libre, empleado para realizar los ensayos de forja de las tres aleaciones.	40
4.1	Material Fe-Al40+0.1at. %B, A) Material seccionado, B) Microestructura.	47
4.2	Material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ , A) Material seccionado, B) Microestructura.	47
4.3	Material Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ , A) Material seccionado, B) Microestructura.	47
4.4	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at. %B deformado mediante forja a 700°C. a) fractura de tipo intergranular predominante y transgranular en algunas zonas, b) Trazas de deslizamiento con algunos poros, c) Trazas de deslizamiento mostradas con más detalle.	49
4.5	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at. %B deformado mediante forja. a) A 900°C, modo de fractura intergranular con algunas grietas intergranulares y con zonas de modo de fractura transgranular, b) A 1100°C, modo de fractura intergranular-transgranular con algunas grietas intergranulares.	50
4.6	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ deformado mediante forja a 700°C. Fractografía general en la cual se observa un refinamiento de grano, b) Fractografía que muestra con más detalle un modo predominante de fractura transgranular con algunas zonas de modo de fractura intergranular.	51
4.7	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ deformado mediante forja a 900°C. Modo de fractura transgranular predominante con pequeñas zonas de modo de fractura intergranular.	52
4.8	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ deformado mediante forja a 700°C. a) Fractografía general, b) Fractografía con más detalle, con modo de fractura intergranular predominante con grietas intergranulares y pequeñas zonas de modo de fractura transgranular.	53
4.9	Curva esfuerzo deformación del ensayo de compresión de los tres materiales.	54
4.10	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at. %B deformado mediante compresión a temperatura ambiente. a) Se observa la fractografía general del material, b) Se muestra la fractografía con más detalle, en ella se observa un modo de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares y una pequeña zona de modo de fractura transgranular.	55

4.11	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ deformado mediante compresión a temperatura ambiente. a) Fractografía general del material, b) Fractografía que muestra con más detalle, un modo de fractura mezclado transgranular-intergranular.	56
4.12	Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ deformado mediante compresión a temperatura ambiente. a) Fractografía general del material, b) Fractografía que muestra un modo de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares y con algunas zonas de fractura transgranular.	57
4.13	Morfología del sobreatomizado. A) Forma esferoidal, B) Forma de hojuelas alargada, C) Forma mezclada esferoidal-hojuela.	59
4.14	Microestructura del sobreatomizado de partículas con morfología esferoidal. a) Se observa una microestructura dendrítica en varias partículas del sobreatomizado, b) Se muestra con más detalle la microestructura dendrítica en una sola partícula, se alcanzan a observar los brazos dendríticos primarios.	60
4.15	Gráfica que muestra el comportamiento de la relación entre el peso y tamaño de las partículas.	61
4.16	Análisis de la sección transversal de algunos polvos del sobreatomizado. Se observan partículas de alúmina en el interior de los polvos, confirmando la penetración de las partículas de alúmina durante el tiempo de vuelo desde la boquilla de inyección hasta el sustrato enfriado por agua.	63
4.17	Análisis de la superficie exterior de los polvos del sobreatomizado. Se observan partículas de alúmina en la superficie exterior de los polvos, confirmando el anclamiento de las partículas de tamaño grande en la superficie externa.	63
4.18	Espectro de difracción de rayos X del material Fe-Al40+0.1at. %B. En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.	64
4.19	Espectro de difracción de rayos X del material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ . En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.	65
4.20	Espectro de difracción de rayos X del material Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ . En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.	65
4.21	Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.1at. %B. (a) Se observa el contorno de extinción y (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].	66
4.22	Muestra la dislocación de tornillo, junto con otras dislocaciones.	67
4.23	Dislocaciones en la matriz, zona en el plano (000) y b) patrón indexado en la dirección [111].	69
4.24	(a) Dislocaciones junto con la dislocación no visible en esa dirección y (b) dislocaciones junto con la dislocación visible en esa dirección indicada por la flecha blanca.	70
4.25	(a) Dislocaciones en la matriz, zona en el plano (000) y (b) patrón indexado en la dirección [100].	71
4.26	(a) Dislocaciones junto con la dislocación no visible en esa dirección y (b) dislocaciones junto con la dislocación visible en esa dirección indicada por la flecha blanca en la figura.	72
4.27	Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.2at. %B+Al ₂ O ₃ . (a) Se observa el contorno de extinción y (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].	73
4.28	Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ . (a) Se observa el contorno de extinción y (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].	74
4.29	a) Nanopartículas presentes en la matriz del Fe-Al40. b) Imagen de HRTEM que muestra la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40.	75

4.30	Imagen de HRTEM que muestra nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la dirección $[\bar{1}\bar{1}00]$, en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ .	76
4.31	Imagen de HRTEM que muestra nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la dirección $[\bar{1}100]$, en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ .	77
4.32	Imagen de HRTEM que muestra la identificación de nanopartículas de Fe ₃ B en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ , en la dirección $[3\bar{7}\bar{1}]$.	78
4.33	Imagen de HRTEM que muestra la identificación de nanopartículas de FeB en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al ₂ O ₃ , en la dirección $[1\bar{1}2]$.	78

LISTA DE TABLAS

Tabla	DESCRIPCIÓN	Pag.
2.1	Fórmulas de los modelos de atrapamiento de partículas.	26
3.1	Parámetros usados en el proceso de atomización.	34
3.2	Diferentes tamaños de malla.	36
3.3	Composición química de los ataques.	37
3.4	Condiciones de los tres materiales.	40
4.1	Tamaño de grano de las microestructuras de los tres materiales.	46
4.2	Condiciones de las muestras deformadas mediante el ensayo de forja de los tres materiales.	48
4.3	Propiedades mecánicas del ensayo de compresión de los tres materiales.	54
4.4	Análisis del patrón de difracción de la figura 4.21.	66
4.5	Muestra el criterio de invisibilidad para las dislocaciones $\langle 111 \rangle / 2$ aplicada en la reflexión indicada.	68
4.6	Análisis del patrón de difracción de la figura 4.27.	73
4.7	Análisis del patrón de difracción de la figura 4.28.	74

RESUMEN

Este trabajo se realizó en la investigación de los compuestos intermetálicos del sistema Fe-Al. La aleación utilizada fue Fe-Al40at.%, esta posee una estructura ordenada de tipo B2. Este compuesto intermetálico es atractivo para usos estructurales por su baja densidad y su buena resistencia mecánica a alta temperatura. Pero su pobre ductilidad a temperatura ambiente restringe su uso como material estructural.

Para mejorar la ductilidad de esta aleación se realizaron varias modificaciones en algunas variables que repercuten directamente en su comportamiento mecánico, como son: control microestructural por modificación del proceso de fabricación, micro aleación y refuerzo con partículas de segunda fase.

Se fabricaron tres aleaciones mediante el proceso de atomización-depositación: Fe-Al40+0.1at.%B, Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ y Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃; posteriormente se realizó la evaluación microestructural y comportamiento mecánico con muestras de llegada, tratadas térmicamente a 700°C, 900°C y 1100°C deformadas plásticamente en ensayos de forja, y en ensayos de compresión a temperatura ambiente.

De acuerdo a los resultados obtenidos en esta investigación, se confirma que las variables antes mencionadas modifican a los agentes responsables de la baja ductilidad en los compuestos intermetálicos; siendo algunos de carácter intrínseco y otros de carácter extrínseco.

Mediante la fabricación del Fe-Al40 por atomización-depositación, se logra obtener una estructura de grano fino. Además de mejorar el porcentaje de deformación en pruebas de forja. El refuerzo con partículas de Al₂O₃ mejora el comportamiento mecánico durante las pruebas de forja y durante las pruebas de compresión, obteniendo deformaciones de 27% en ensayos de forja y de 11.3% en ensayos de compresión a temperatura ambiente.

El efecto de la adición de B mejora la ductilidad del compuesto Fe-Al40 a temperatura ambiente, e influye para que se observe una modificación en 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.



CAPITULO I

Introducción



Introducción.

El desarrollo de nuevas tecnologías en el campo de los materiales ingenieriles se ha venido incrementando, debido a la necesidad de encontrar nuevas aleaciones con mejores propiedades, principalmente para servicio a alta temperatura con una resistencia mecánica adecuada y buena resistencia a la oxidación. Desde hace ya mucho tiempo el desarrollo de aleaciones para estas aplicaciones se ha basado en elementos metálicos tales como: fierro, níquel y titanio. Sin embargo, los requerimientos de combinación de propiedades de estos materiales para las presentes y nuevas aplicaciones, son aparentemente superiores a las mejoras obtenidas en aleaciones metálicas convencionales. Por lo que la atención se ha enfocado en los compuestos intermetálicos, considerados como materiales con propiedades intermedias entre los cerámicos y las aleaciones metálicas.

Estos compuestos intermetálicos tienen al menos dos elementos como base. Estos compuestos existen en rangos estrechos de composición química, alrededor de una composición estequiométrica simple y también poseen una estructura cristalina ordenada, en donde cada especie atómica ocupa un espacio bien definido en la red cristalina. La estructura cristalina y la simetría tiene algunas consecuencias en las propiedades de estos compuestos.

En los últimos 15 años, se ha desarrollado una extensa investigación alrededor de los compuestos intermetálicos ordenados [1, 2]. Debido principalmente a las propiedades interesantes que presentan los compuestos intermetálicos, especialmente aquellos basados en Al y Si. Estos compuestos poseen una variedad de propiedades prometedoras para usos estructurales a temperaturas elevadas en ambientes agresivos. Dentro de estas propiedades se pueden mencionar:

1. Capacidad de formar películas de óxidos protectores que proporcionan una excelente resistencia a la oxidación y a la corrosión [3, 4].
2. Poseen una resistencia mecánica atractiva a temperaturas elevadas [5].
3. Poseen una baja densidad combinada con elevados puntos de fusión.



4. Poseen una alta estabilidad estructural.

Sin embargo, los compuestos intermetálicos generalmente tienen baja ductilidad y un modo de fractura frágil, 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. Y aún cuando si pueda fabricarse, su pobre tenacidad a la fractura limita en muchos casos su aplicación como elemento estructural.

La principal desventaja de los compuestos intermetálicos es la fragilidad, esta puede ser asociada con factores intrínsecos o en algunos casos de factores extrínsecos. De los factores extrínsecos se sabe que la segregación de impurezas indeseadas a los límites de grano causan fragilización de los mismos [6,7]. Estudios recientes han revelado que la fragilización por medio ambiente es también una de las causas principales de la baja ductilidad de los compuestos intermetálicos, aún a temperatura ambiente [8, 9].

Durante los años recientes se ha demostrado que es posible superar los problemas de fragilización de los compuestos intermetálicos mediante aleación y control de los procesos de fabricación. Los resultados de estas investigaciones, han dado como resultado compuestos intermetálicos con ductilidad y resistencia útiles algunos ejemplos son los sistemas: Ni_3Al , $NiAl$, $TiAl$.

Recientemente se han hecho grandes esfuerzos en comprender y mejorar las propiedades mecánicas a través del control de la estructura, la adición de aleantes y 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 ha hecho necesario profundizar en los mecanismos de deformación y fragilización que presentan estos materiales. El mejoramiento de su ductilidad permitiría su aplicación en usos estructurales con los beneficios económicos inherentes a la sustitución de materiales



por uno más barato con menor densidad manteniendo las propiedades mecánicas y de resistencia a la oxidación.

La investigación de este trabajo se realizó con aleaciones de Fe-Al del tipo B2 fabricadas por atomización - depositación, en la composición Fe-Al40 dopadas con boro y con la adición de partículas de refuerzos de alúmina.

El objetivo de esta investigación es:

- _ Modificar las propiedades mecánicas del compuesto intermetálico Fe-Al mediante la adición de B, reforzamiento con partículas de alúmina y el proceso de fabricación por atomización-depositación.
- _ Estudiar el efecto de la concentración de B en las propiedades mecánicas.
- _ Estudiar la precipitación del B.

**REFERENCIAS.**

1. C. C. Koch, C. T. Liu and N. S. Stoloff, "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys", Materials Research Society, MRSS Symp. Proc., Vol. 39, 1985.
2. T. Grobstein and J. Doychak, "Oxidation of Temperature Intermetallics", The Minerals Metals and Materials Society, 1989.
3. L. J. Smialek, J. Doychak and Gaydosh, "Oxidation Behavior of FeAl+Hf, Zr,B", pp. 83-115 de la ref.2.
4. J. H. Devan, "Oxidation Behavior of Fe₃Al and Derivative Alloys", pp. 107-115 de la ref. 2.
5. C. T. Liu and C. G. Mckamey, "Environmental Embrittlement-A Major Cause for Low Ductility of Ordered Intermetallics", The Minerals Metals Materials Society, pp. 133-151, 1990.
6. C. L. White and D. F. Stein, Metallurgica Transaction A, 9A, 13 (1978).
7. K. H. Hahn and K. Vedula, Scripta Metallurgica, 23, 7-12, (1989).
8. C. T. Liu, E. H. Lee and C. G. Mckamey, Scripta Metallurgica, 23, 875 (1989).
9. C. T. Liu, C. G. Mckamey and E. H. Lee, Scripta Metallurgica, (1990).



CAPITULO II

Revisión Bibliográfica.



2.1 Compuesto Intermetálico.

Los compuestos intermetálicos se encuentran dentro de las aleaciones homogéneas porque constan de una sola fase en el estado sólido y solo pueden ser una solución sólida o compuesto. Dentro de éste estado hay tres fases posibles, una de ellas es la fase intermedia o compuesta, ésta fase intermedia tiene tres fases más comunes, una de ellas es la de los compuestos intermetálicos o de valencia.

Un "compuesto intermetálico" tiene las siguientes características:

- a) Generalmente se forma por metales no similares químicamente y se combinan siguiendo las reglas de valencia química.
- b) Suelen tener fuerte enlace iónico o covalente[1].
- c) La estructura cristalina que pueden tener, depende de la composición química y la temperatura. En nuestro caso se trata del tipo B2, ver figura 2.1.
- d) La estructura ordenada que presentan exhibe propiedades atractivas a altas temperaturas (resistencia mecánica, resistencia a la oxidación, dureza, etc.). Estas propiedades se deben a que la red cristalina ordenada de rango amplio reduce la movilidad de las dislocaciones y el proceso de difusión a temperaturas elevadas [2, 9].
- e) Poseen una estructura cristalina ordenada, ver figura 2.2, donde cada uno de los elementos que la integra tiene un lugar en la red cristalina perfectamente definido.
- f) Su deformación puede ser controlada por medio del deslizamiento de las redes superpuestas o pares de dislocaciones.
- g) Debido al problema de fragilidad que presentan, han sido usados principalmente como constituyentes de endurecimiento en materiales estructurales.
- h) Poseen baja densidad [2, 3].
- i) Alta sensibilidad a pequeños cambios de composición [4].
- j) Extrema susceptibilidad a ambientes con presencia de hidrógeno [4].

Recientemente se han desarrollado investigaciones para entender los mecanismos de su fractura frágil y su baja ductilidad, se ha encontrado que las posibles causas de su fragilidad incluyen:

1. Insuficiente número de modos de deformación [2, 4, 6].



2. Alta resistencia o dureza, ésto genera como resultado una dificultad en la generación y desplazamiento de las dislocaciones.
3. Pobre resistencia al clivaje y/o baja energía de superficie.
4. Deslizamiento planar y deformación localizada.
5. Alta sensibilidad a la deformación (la cual produce propagación de fractura frágil en las puntas de las grietas).
6. Límites de grano débiles [2, 6].
7. Fragilización ambiental, donde la presencia de vapor de agua es el causante principal. Además, el oxígeno es el principal causante a temperaturas elevadas [2, 3].

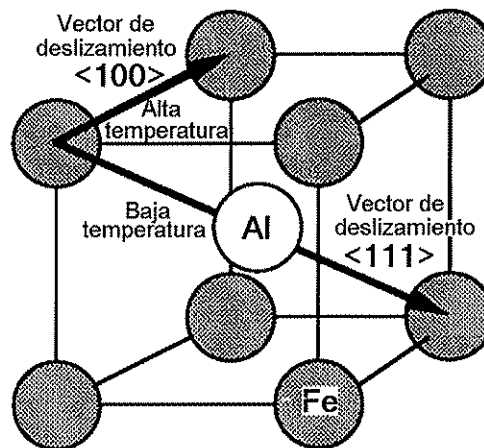


Figura 2.1 Estructura cristalina ordenada B2, mostrando los vectores de deslizamiento del sistema FeAl [22].

En algunos casos la fragilidad resulta de la fuerte resistencia al movimiento de las dislocaciones en el punto en que la fractura intergranular o de clivaje es favorecida.

En muchos casos las dislocaciones son móviles. La fragilidad resulta también de la estructura cristalina de baja simetría, que no posee suficientes sistemas de deslizamiento independientes para permitir la deformación arbitraria y la presencia de límites de grano que son también frágiles para resistir la propagación de las grietas [2, 3].



Estos compuestos intermetálicos poseen una variedad de propiedades prometedoras para usos a temperaturas elevadas, en las que se incluyen:

1. Poseen alta resistencia a alta temperatura, tales como incremento en el límite elástico (comportamiento irregular) [3].
2. Con un alto contenido de aluminio, son de particular interés por su bajo peso específico presentando una buena resistencia a la oxidación mediante la formación de Al_2O_3 la cual resulta en una capa de óxido protector a alta temperatura.
3. Una de las mayores consideraciones en el desarrollo de estas aleaciones para aplicaciones estructurales es su soldabilidad [6, 8].
4. Poseen buenas propiedades magnéticas y eléctricas [8].
5. Tienen un alto punto de fusión [3].
6. Son estables a temperaturas elevadas debido al proceso de difusión lento en las redes ordenadas [3].

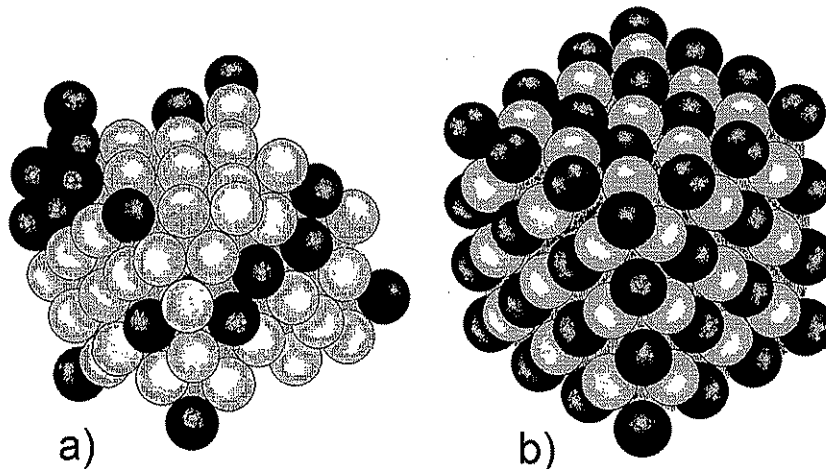


Figura 2.2 Arreglos atómicos de aleaciones convencionales con estructura cristalina desordenada (a) y estructura cristalina ordenada de rango amplio de un compuesto intermetálico ordenado (b) [2].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



2.2 Aluminuros de Fe.

Los aluminuros de Fe, Fe_3Al y $FeAl$ poseen propiedades únicas y tienen un elevado potencial como nuevos materiales para usos estructurales a alta temperatura. Este potencial está basado en la capacidad de los aluminuros de hierro de formar películas o capas protectoras de óxido de Al con buena resistencia a ambientes sulfidantes a temperaturas elevadas. Además, de su excelente resistencia a la corrosión, ofrecen un bajo costo del material, baja densidad y conservación de los materiales estratégicos. Sin embargo la mayor desventaja de los aluminuros es su baja ductilidad y baja tenacidad a la fractura a temperatura ambiente, y su pobre resistencia a temperaturas superiores a los $600^{\circ}C$.

Recientemente, grandes esfuerzos han sido realizados en el mejoramiento de sus propiedades mecánicas por medio del control de la estructura de grano, adiciones de aleantes y proceso de fabricación del material [4].

2.2.1 Sistema Fe_3Al .

Los compuestos intermetálicos Fe_3Al presentan dos tipos de fases ordenadas, DO_3 y B2 además de la fase desordenada. La aleación presenta endurecimiento por envejecimiento, en una región de temperatura intermedia abajo de la temperatura de transformación DO_3 -B2 ($550^{\circ}C$) que es función de la composición [7]. El aluminuro existe en la estructura ordenada DO_3 por debajo de la temperatura ya mencionada y tienen una estructura desordenada cerca de $760^{\circ}C$. La temperatura de transición de DO_3 -B2 disminuye y la temperatura de desorden aumenta con un incremento en el contenido de Al cerca de 25%.

Sólo la estructura B2 es estable a concentraciones superiores a 36% de Al, por otro lado siempre muestran fractura por clivaje, independientemente de la ductilidad y del ambiente de prueba. La comparación de los modos de fractura indican que el límite de grano en el Fe_3Al , son básicamente más fuertes para resistir la nucleación de la grieta y la propagación



después de la deformación extensiva, que resulta en la concentración de esfuerzos elevados en esos límites. El incremento de concentración de aluminio resulta en un límite de grano frágil [3].

Estudios recientes demuestran claramente que la ductilidad de Fe_3Al con ambas estructuras B2 y DO_3 son sensibles al ambiente de prueba y a temperatura ambiente. Otros estudios indican que el vapor de agua es el causante principal de la fragilidad en el compuesto intermetálico Fe_3Al [7].

2.2.1.1 Efecto de aleantes en aluminuros de Fe_3Al .

El refinamiento de la microestructura mediante el proceso de fabricación del material y adiciones de aleantes han sido útiles en el mejoramiento de la ductilidad en aluminuros Fe_3Al , la adición de diboruros de titanio (TiB_2) a polvos de Fe_3Al son muy efectivos para la reducción del tamaño de grano, e incrementan la ductilidad de materiales recristalizados de 2% a 5-7%. La presencia de partículas de TiB_2 incrementan la temperatura de recristalización de 650 a 1100°C, para estos materiales, la ductilidad es muy alta a temperaturas arriba de 600°C, y las técnicas de fabricación convencionales pueden ser empleadas sin dificultad [2].

Las propiedades de resistencia mecánica de esos aluminuros son también sensibles a la microestructura y al contenido de Al. A temperatura ambiente el límite elástico desciende bruscamente con un incremento en el contenido de Al arriba del 25%. Este descenso es, como se mencionó antes, un resultado tanto del incremento en la movilidad de pares de dislocaciones y la eliminación de endurecimiento de partículas de la fase desordenada (bcc) [2].

Las adiciones de TiB_2 , reduce el tamaño de grano del material recristalizado y estabiliza la estructura del Fe forjado, incrementando significativamente la resistencia y la mantiene a temperaturas elevadas. Grandes esfuerzos han sido encaminados al mejoramiento de las propiedades de los aluminuros de Fe_3Al a temperaturas elevadas.



Los elementos aleantes, Ti, Mo, y Si son más efectivos en fomentar el endurecimiento por solución sólida. El incremento en resistencia ha sido relacionado con el incremento de la temperatura de transición DO_3 -B2 y asociada a cambios en la naturaleza de las dislocaciones involucradas en el proceso de la deformación.

La solubilidad del Nb, Ta, Zr y Hf es bajo (1% en aluminuros de Fe), y aleando con 1 a 2% de esos elementos substancialmente mejoran la resistencia a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas por endurecimiento por precipitación. Un diseño reciente de una aleación de Fe_3Al mostró que la ductilidad de la aleación preparada por fusión, colada y fabricada por laminación en caliente, puede ser mejorada por el aumento en contenido de Al de 25 a 30% y con adiciones de Cr de 2 a 6% [2].

2.2.1.2 Propiedades mecánicas de los aluminuros de Fe_3Al .

Las propiedades mecánicas de los aluminuros de Fe se han caracterizado en función de la temperatura y la composición de la aleación en un buen número de estudios [2]. Estas aleaciones ofrecen buena resistencia a la oxidación, excelente resistencia a la sulfidación, poseen un costo más bajo que los aceros inoxidables [38]. Utilizan pequeñas cantidades de elementos estratégicos y elementos refractarios que también aumentan substancialmente sus propiedades de deformación. Poseen una densidad más baja que los aceros inoxidables y por esta razón ofrecen una mejor relación peso-resistencia.

No obstante, su baja ductilidad a temperatura ambiente y una baja resistencia alrededor de los $600^\circ C$, han sido las principales causas por la poca aceptación en aplicaciones estructurales [2, 37].

El límite elástico aumenta con el incremento de la temperatura, en una región de la temperatura intermedia [36]. A temperatura ambiente el límite elástico para composiciones



de aproximadamente 25 %at. Al es alto (550 a 700 MPa), por su poca movilidad de dislocaciones y el endurecimiento por partículas, debido a la presencia de la fase (bcc) desordenada. A temperatura ambiente, las aleaciones por arriba del contenido estequiométrico, con 28.7% tienen mejor resistencia a la fatiga que las aleaciones por abajo del contenido estequiométrico con 23.7% Al. Las mejores propiedades de fatiga de aleaciones con contenido de Al más alto han sido atribuidas a la presencia de superdislocaciones, que provocan inicio de grietas [2].

Se utilizan como componentes en sistemas de conversión de energía fósil, se prevé que deben ser resistentes a la corrosión en sistemas de energía fósil a temperaturas elevadas, por su habilidad de formar capas de óxido de aluminio protectoras [5]. Otra propiedad es la soldabilidad, los aluminuros Fe_3Al son soldables con un control cuidadoso de parámetros de soldadura y de adiciones de aleantes menores. Adiciones de TiB_2 promueven el agrietamiento en caliente y son perjudiciales para la soldabilidad [2]. Los resultados indican que la soldabilidad de las aleaciones basadas en Fe_3Al es muy sensible al menor cambio en composición. Varios factores, incluyendo el aumento de hidrógeno disuelto, esfuerzo termal generado, la ductilidad y resistencia del material, influyen en la sensibilidad al agrietamiento en frío [6].

2.2.2 Sistema FeAl.

En éstos compuestos intermetálicos operan dos sistemas de deslizamiento: a) $\langle 111 \rangle \{110\}$ a bajas temperaturas y b) $\langle 100 \rangle \{110\}$ a altas temperaturas como lo indicaron también (Yamagata, Yoshida, Umakoshi y Yamaguchi) [11, 14, 23, 25]. En todas las composiciones tienen un deslizamiento en $\langle 111 \rangle$ a temperatura ambiente, y ocurre una transición a $\langle 100 \rangle \{110\}$ cerca de los 600°C, la temperatura a la que ésta toma lugar es función de la composición química [23].

Las propiedades mecánicas dependen fuertemente del ambiente de prueba, la humedad [17, 19], el recocido y la velocidad de enfriamiento, afectan significativamente las propiedades mecánicas a temperatura ambiente, tales como la dureza y el límite elástico.



Este efecto es causado por la retención de concentraciones elevadas de vacancias térmicas durante el enfriamiento [18, 22, 26, 29], recientemente se ha correlacionado los cambios de dureza con la concentración calculada de vacancias y han afirmado que las vacancias producen endurecimiento a través del mecanismo de interacción de dislocaciones [18, 34], la dureza y el límite elástico aumentan pero se reduce la ductilidad e incrementa la fractura intergranular [22].

2.2.2.1 Propiedades del sistema FeAl.

Son muy sensibles al vapor de agua, una pequeña cantidad de vapor de agua es suficiente para que presente fragilidad, el oxígeno incrementa la resistencia a la fragilidad posiblemente por la reacción con el aluminio [19, 20, 21], la humedad en el aire sea el origen de la fragilidad. El incremento en ductilidad intrínseca es debido a cambios en comportamiento y/o en el desorden del material [21]. La ductilidad de aluminuros FeAl dopados con B se mantiene baja debido a que las aleaciones son fragilizadas por el medio ambiente de prueba (aire) [2].

Estos aluminuros de Fe han demostrado que son dúctiles a temperatura ambiente y que la baja ductilidad comúnmente observada en pruebas de aire, se debe a un efecto intrínseco a temperatura ambiente conocido como fragilidad ambiental [3], esta es inducida por el H_2 [32]. Este hecho da cabida a la posibilidad de reducir o limitar la fragilidad mediante el control de la microestructura y la composición de la aleación [3].

Las adiciones de B también incrementan la resistencia de FeAl a temperaturas elevadas, especialmente en combinación con Nb y Zr. Por ejemplo la velocidad del deslizamiento es muy baja por un orden de magnitud a 825°C por la combinación de 0.1% Zr y 0.2% B. La sustitución parcial de Fe con Ni, mejora las propiedades del deslizamiento del FeAl [2]. La estequiometría de éstos compuestos intermetálicos muestran un mejor papel en su ductilidad generalmente con un exceso del elemento más noble, el Fe en el caso del FeAl [4, 22]. Liu y George [10], estudiaron la influencia del contenido de Al, tan bueno como la concentración del dopante B en la fragilidad ambiental de aleaciones de FeAl forjadas y de colada, pero según Schmidt [3], la velocidad de crecimiento de grano disminuye con el



incremento en el contenido de Al. Cerca de la composición estequiométrica de la estructura B2 los intermetálicos FeAl muestran buenas elongaciones a temperatura ambiente, mientras los intermetálicos ricos en Fe pueden mostrar mayor porcentaje de elongación y por ende mayor ductilidad [3].

La ductilidad de los aluminuros probada en aire y en vacío no es diferente a temperaturas arriba de 427°C, ésta observación está posiblemente relacionada por la formación rápida de películas de óxido, que inhiben la penetración de oxígeno a lo largo de los límites de grano. Por otro lado el FeAl no muestra fragilidad ambiental a temperaturas elevadas [3, 24].

Las propiedades de los aluminuros FeAl, pueden mejorarse con la adición de algunos elementos de transición en combinación con un proceso de solidificación rápida [27]. Pero también es sabido que un cambio en la microestructura, puede modificar algunas propiedades mecánicas [28]. Ofrecen ventajas para usos estructurales por su excelente resistencia a la corrosión y bajo costo; tienen baja tenacidad a la fractura a temperatura ambiente [30, 35]. La observación de la fragilidad ambiental fue reportada por primera vez por Gaydosh y Nathal [33].

2.2.3 Compuesto intermetálico Fe-Al40.

Estos compuestos generalmente en composiciones de 40 %at.Al en adelante, son materiales potenciales para uso a altas temperaturas, su resistencia desciende a una temperatura por arriba de los 427°C, pero introduciendo cerámicos de alta resistencia como fase de refuerzo es probable incrementar la resistencia a temperaturas elevadas [16]. Estos compuestos muestran esencialmente fractura intergranular frágil, el modo de fractura es también sensible a otros parámetros tales como tamaño de grano e impurezas [2], una transición de deslizamiento en éstos compuestos ocurre a la temperatura alrededor de los 700°C.

Un estudio reciente encontró que la ductilidad de FeAl con 40 %at. de Al; fue substancialmente mejorada por aleaciones mecánicas [2] y por solidificación unidireccional



a todas las temperaturas [11]. La aleación mecánica disminuye el tamaño de grano [18], el tamaño de grano grande disminuye la ductilidad intrínseca [17], de éste modo la tendencia hacia la *reducción de la fractura frágil intergranular* . A temperatura ambiente fallan por fractura intergranular con poca ductilidad a la tensión; pequeñas adiciones de B (0.05 a 0.2%) suprime la fractura en el límite de grano y permite un pequeño aumento en ductilidad (~3%).

Recientemente se ha encontrado que muestras dopadas con B exhiben una alta ductilidad (18%) probadas en O₂ seco evitando a la vez fragilidad ambiental [2], además son relativamente blandos, con un límite elástico alrededor de 350 MPa [3]. Crimp [18], reportó un incremento en el límite de fluencia y una disminución en ductilidad con el aumento de velocidad de enfriamiento en muestras probadas en aire a tensión. El límite de fluencia máximo fue descubierto y este fue relacionado con la transición de la dirección del deslizamiento de $\langle 111 \rangle$ a $\langle 001 \rangle$ por Guo [31].

La susceptibilidad ambiental se reduce considerablemente en aire seco también, como en O₂ seco, presentando fractura intergranular en ambas condiciones. Liu [10], sugiere que los límites de grano son intrínsecamente frágiles, por esta razón los efectos ambientales pueden no ser detectados o pueden no existir con contenidos altos de Al, además sostiene que con la adición de B el límite de grano se endurece y la ductilidad se incrementa en aire de 1.2 a 4.3% con un aumento más adelante de 16.8 en O₂; esto muestra claramente que la fragilidad ambiental puede ser cubierta por la intervención de modos de fractura de baja energía tales como fractura intergranular; cuando tales modos de baja energía son eliminados, la fragilidad ambiental se manifiesta.



2.3.3.1 Dependencia de la temperatura del flujo y fractura del Fe-Al40.

Sainfort [12], fue el primero en examinar la dependencia de temperatura contra límite elástico del compuesto FeAl, B2. El encontró que el límite elástico en el Fe-Al40 de grano alargado fue independiente de la temperatura, en el rango de temperatura ambiente a 650°C con un valor aproximado de 270 MPa. Por arriba de los 650°C disminuye rápidamente este valor. En contraste, Mendiratta examinó una aleación de granos finos, producidos por extrusión en caliente, de polvos fabricados por solidificación rápida y reportó una disminución en el límite elástico de ≈ 500 MPa y 650 MPa a temperatura ambiente, respectivamente a ≈ 400 MPa a 600°C. Por arriba de 600°C el límite elástico otra vez disminuye rápidamente, probablemente esto se debió a la contribución del límite de grano con relación a la disminución del límite elástico con el incremento de la temperatura.

2.2.3.2 Optimización de contenido de boro en aleaciones de FeAl (40at.%Al).

Entre las técnicas empleadas para mejorar la ductilidad, existe la adición de pequeñas cantidades de B. Como un método que promete un aumento en la ductilidad y en la resistencia mecánica. La adición de B aumenta la ductilidad de estas aleaciones, se acepta en la literatura que el B segrega intergranularmente incrementando la resistencia cohesiva del límite de grano. A la vez reduciendo la tendencia a la fractura intergranular e incrementando el modo de fractura transgranular [13, 39, 40]. Sin embargo, el trabajo de Crimp [13], muestra claramente que, el dopado con B es nocivo para la ductilidad a altas concentraciones de B en las aleaciones. Aunque la fractura es transgranular; tal resultado fue explicado desde un punto de vista de que el B es un refuerzo intersticial y que incrementa el límite elástico de la aleación. Se ha demostrado que la solubilidad del B en éstas aleaciones es extremadamente baja (< 80 wppm). Cuando se excede el límite de solubilidad, resulta en la precipitación de boruros y una distribución heterogénea de B dentro de la matriz de FeAl. Además, se ha encontrado que en algunos resultados



experimentales de otras investigaciones han reportado formación de precipitados Fe_2B y una fase tetragonal [41, 42]. La temperatura de solubilidad de los precipitados Fe_2B es localizada alrededor de 1050 y 1100°C [43]. Existen diagramas de fase que indican que solo los boruros carentes de Al (FeB y Fe_2B) pueden formarse en el sistema ternario FeAlB [44]. De acuerdo con Bystrzycki y Varin [45], el tipo de boruros no son bien identificados y la formación del estado de esos boruros no esta bien establecida. Ellos encontraron boruros de 4-8 μm en una aleación FeAl45 con bajo contenido de B. Por otro lado, la composición y la existencia de aluminuros ricos en boro son aún cuestionables [46]. Todavía no existe un rango determinado en el contenido de B, que venga a revertir la poca evidencia que apoye la sugerencia de Webb, Juliet y Lefort [14], que han encontrado la concentración óptima de B (12wppm) para máxima ductilidad en Fe-40Al a temperatura ambiente.

2.2.3.3 Papel de las partículas de Al_2O_3 con el compuesto intermetálico Fe-40Al.

La Al_2O_3 es un material con alta dureza y una composición o estructura al desgaste, apropiada para usos tales como abrasivos para pulir, herramientas de corte y también como revestimientos. El comportamiento de fractura de la Al_2O_3 en el rango de temperatura 0-300°C, es importante, pues este factor afecta su función como abrasivo, como revestimiento resistente al impacto y como substratos estables a la corrosión [47]. S. L. Draper y J. A. Moser [15], estudiaron la compatibilidad química de Fe-40Al con varias fibras cerámicas. Los resultados mostraron que Al_2O_3 tienen una compatibilidad perfecta con Fe-40Al debido a la estabilidad química de la superficie de contacto, motivo por el cual es considerado buen aspirante como material de refuerzo para la aleación Fe-40Al. Sin embargo, no hay reacción en medio de Al_2O_3 y Fe-40Al a la temperatura de los 1227°C. en el IMCs (Material Compuesto de Matriz Intermetálica) fabricado por proceso en caliente. En realidad la reacción química moderada y productos de la reacción, son estables a la temperatura de aplicación en medio de la matriz y el refuerzo, esto es benéfico para el mejoramiento de la resistencia de la superficie de contacto [15]. Ha sido reportado el papel



de las partículas de Al_2O_3 en aleaciones de aluminio y otros materiales de matriz compuesta, se reporta que la dispersión de la Al_2O_3 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 tamaño de grano [49, 50]. Saigal y Leisk [51] han reportado los efectos benéficos de las partículas de Al_2O_3 , incluyendo el incremento en el módulo elástico, en la tensión de fluencia y en la resistencia máxima a la tensión, reduciéndose al mismo tiempo la densidad del material. La adición de elementos aleantes Mg, Nb, y B afectan la humectabilidad del Fe-40Al con la α -alúmina en diferentes trayectorias, la unión más fuerte de Fe-40Al con la superficie de contacto α -alúmina puede ser obtenida por el método de procesamiento por fusión. De acuerdo con la literatura cuando se trata de identificar la fase de Al_2O_3 presente resulta un poco difícil, debido a los espacios reticulares idénticos que tienen, puede ocurrir la fase α - Al_2O_3 y algunas veces la fase η - Al_2O_3 según sea el caso [48].

2.3 Atomización y Depositación.

Los principios básicos implicados en la atomización de metales y aleaciones, consisten en la desintegración de un material fundido en polvos finos, partículas bajo condiciones altas de energía [52]. La atomización, la co-inyección y la depositación es una metodología desarrollada recientemente para síntesis de materiales compuestos de matriz intermetálica (MMCs). Esta metodología de síntesis esencialmente implica tres etapas relacionadas estrechamente. En la primera etapa, el material matriz es sobrecalentado y desintegrado en una dispersión de gotas finas con tamaño en el rango de micras (atomización) [53, 54]. En la segunda etapa, la distribución resultante de las gotas atomizadas es enviada hacia la superficie (sustrato o molde), durante esta etapa las fases reforzadoras (partículas de cerámica) serían incorporadas en la dispersión de las gotas atomizadas, usando una variedad de métodos, el más utilizado implica la co-inyección de partículas de cerámica por medio de gas inerte a presión [55]. En la tercera y última etapa, la dispersión de las gotas atomizadas con partículas de cerámica interdispersadas, mezcla de sólido, líquido y gotas solidificadas parcialmente se depositan en una superficie hasta formar un material coherente y altamente denso [53, 54, 55].



La energía que se requiere para la desintegración del material puede ser obtenida por distintos medios. Dependiendo en el modo en el cual la energía es suministrada, el proceso de atomización puede clasificarse en cuatro categorías principales:

1. Atomización fluida.
2. Atomización centrífuga.
3. Atomización con gas subsónico.
4. Supersónico y otros métodos de energía alta.

El proceso en el cual un gas inerte es usado como fluido para realizar la atomización, es conocida como atomización por gas. La preferencia de la atmósfera de gas es limitada en términos de costo y conductividad. El nitrógeno y el argón son gases que se han utilizado en los procesos de atomización, aunque el uso del helio en procesos de atomización ofrece un incremento en la magnitud de velocidad promedio de solidificación sobre el nitrógeno y el argón.

En el caso de la atomización centrífuga la energía inducida al líquido es en forma de fuerza centrífuga. La aleación fundida en un horno de inducción es dejada caer en la superficie de un disco que gira a una velocidad alta. La fuerza centrífuga ocasiona que la corriente del metal fundido se despliegue sobre la periferia, formando gotas finas que solidifican en el trayecto como partículas esféricas que se van juntando dentro de la cámara de recolección.

La mayoría de las técnicas de atomización con gas son subsónicas por naturaleza. La atomización con gas es por mucho el método más popular en la producción de polvos de metales y aleaciones especiales. Normalmente, nitrógeno, argón y aire son usados como gas para atomización [52].

Hay otros tipos de procesos de atomización que se estudian recientemente, como los que utilizan flujos de gas pulsados, vibraciones ultrasónicas, y altas presiones de gas supersónicos, con el objetivo de incrementar la eficiencia durante la atomización, con lo cual se provee un grado más grande de refinamiento microestructural [52].



2.3.1 Penetración de partículas.

Ya anteriormente se había mencionado que en la tercera etapa del proceso de atomización, sucede el fenómeno de la depositación de las gotas atomizadas con partículas de cerámica en el sustrato y de las que no quedan adheridas al volumen de material que se va formando. Los problemas fundamentales formulados por las interacciones en medio del material matriz y las partículas de cerámica han atraído considerable interés, por el cambio que sufren las matrices metálicas en su microestructura, por el cual la penetración de las partículas de cerámica en las gotas atomizadas, es uno de los mecanismos de interacción más importantes.

Los posibles mecanismos de interacción entre las partículas de cerámica y las gotas metálicas pueden dividirse en tres categorías. Primero, una partícula puede chocar con una gota y rebotar hacia atrás. Segundo, una partícula puede chocar y pegarse en la superficie de una gota (rotura de superficie). Tercero, una partícula puede parcial o completamente penetrar una gota y permanecer dentro. Para el análisis de interacción gota-partícula se pondrá énfasis en la tercera categoría [56].

Durante la solidificación de las gotas, las partículas de refuerzo que logran penetrar al interior de las gotas durante el proceso de co-inyección pueden ser rechazadas ó atrapadas por el avance del frente de solidificación. Cuando un frente de solidificación alcanza a una partícula, la interfase sólido / líquido puede empujar, retener ó 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 ó crecimiento celular, es posible que la partícula de refuerzo sea atrapada por el frente de solidificación ó retenida en los brazos de las dendritas y finalmente encapsulada entre los espacios interdendríticos. Esto es 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 [57, 58, 59, 60].

Para el estudio de las interacciones de la partícula con la interfase líquido-sólido 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, esta predice el atrapamiento cuando el cambio neto de energía libre de la interfase partícula-frente de solidificación es negativa [60, 61, 62]. La segunda aproximación esta basada en consideraciones estrictamente de carácter térmico entre la partícula y el frente de solidificación, esta predice el atrapamiento cuando la relación entre la difusividad ó la conductividad de la partícula y el líquido es mayor a 1 [63, 64, 65]. El tercer método utiliza los factores cinéticos involucrados durante la interacción del frente de solidificación y las partículas de segunda fase, el objetivo es 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 [60, 61, 62, 66, 67, 68, 69].

Estas tres metodologías son utilizadas para evaluar el criterio de rechazo ó 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 por medio de la siguiente relación [70]:

$$V_s = K_m \Delta T$$

Donde:

ΔT es el sobre enfriamiento.

K_m es el coeficiente de cinética de crecimiento definido como:

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

Donde:

β es una constante geométrica.

D_L es el coeficiente de difusión del líquido.



R es la constante de los gases.

a_d es la distancia interatómica.

Δh_f es el calor latente de fusión.

T_f es la temperatura de líquidus.

2.3.1.1 Modelo térmico.

Este modelo [57] considera el caso de cuando la relación de las conductividades térmicas es menor a 1, basándose en el cambio de energía libre de Gibbs, la ecuación que rige a este modelo se muestra en la tabla 2.1.

2.3.1.2 Modelo termodinámico.

Este modelo está basado en la formulación de Bolling y Cisse [60], 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, la ecuación que rige a este modelo se muestra en la tabla 2.1.

2.3.1.3 Modelo cinético.

Este modelo está basado en el modelo desarrollado por Stefanescu et. Al. [61, 71] se calcula la velocidad crítica del frente de solidificación, de acuerdo a este modelo teniendo todos los parámetros físicos pertinentes al sistema, muestran que todas las partículas que logran penetrar en las gotas del metal líquido deben ser atrapadas ó retenidas dentro de los granos en cuanto que el valor de la velocidad de solidificación es mayor a la velocidad crítica para todas las condiciones de sobre enfriamiento, la ecuación que rige a este modelo se muestra en la tabla 2.1.



Tabla 2.1 Formulas de los modelos de atrapamientos de partículas.

MODELO	CRITERIO	PREDICCIÓN	ECUACIONES GOBERNANTES	REFERENCIA
Térmico	Relación de conductividad, Energía libre de Gibbs.	Atrapamiento	$\Delta G_l^2 = C_1 y + C_2 y \exp(-\Phi_k y)$	[57, 58]
Termodinámico	Velocidad crítica de solidificación.	Atrapamiento	$V_{cr} = \sqrt{\left(\frac{4\psi(\tau)kT\gamma a_0}{9\pi\eta^2 R_p^3} \right)}$	[60]
Cinético	Velocidad crítica de solidificación.	Atrapamiento	$V_{cr} = \frac{\Delta\sigma_0 a_0}{6(n-1)\eta R_p} \left[2 - \frac{k_p}{k_d} \right]$	[61, 72]

2.4 Sobreatomizado.

El sobreatomizado son las gotas atomizadas con partículas de cerámica interdispersadas, mezcla de sólido, líquido y gotas solidificadas que no logran depositarse en la superficie del sustrato y que no quedan adheridas al volumen de material que se va formando, y es en la tercera etapa del proceso de atomización-depositación, en la que tiene lugar el sobreatomizado [53, 54, 55]. En la figura 3.2 se muestra esquemáticamente, el lugar dentro del dispositivo de atomización-depositación, en donde se desarrolla el sobreatomizado.



2.5 REFERENCIAS.

1. Sydney H. Avner, "Introducción a la Metalurgia Física", Edit. Mc. Graw-Hill, pag. 154-161.
2. C. T. Liu, J. O. Stiegler, F. H. Froes, "Ordered Intermetallics", Publ. ASM International, Materials Park, Ohio 44073, USA, 1990. Metals Handbook, Tenth Edition, Vol. 2, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 913-942.
3. C. T. Liu and C. G. Mckamey, "Environmental Embrittlement-A Major Cause for Low Ductility of Ordered Intermetallics", The Minerals, Metals Materials Society, pp. 133-151, 1990.
4. S. A. David and T. Zacharia, "Welding of ductile intermetallic alloys", Heat-Resistant Materials, pp. 169-173, 1991.
5. H. J. Grabke, M. Brum and M. Steinhorst, "Development of Oxidation Resistant High Temperature Intermetallics", Materials Science and Tecnology, Vol. 8, April 1992.
6. C. G. Mckamey, C. T. Liu, S. A. David, J. A. Horton, D. H. Pierce, and J. J. Campbell, "Development of Iron Aluminides for Coal Conversion Systems", Research supported by the Morgantown, "Energy Technology Center, U.S. Department of Energy. pags. 55, July 1988.
7. C. T. Liu, C. G. Mckamey and E. H. Lee, Scripta Metallurgica, (1990).
8. A. A. Fashing, G. R. Edwards and S. A. David "Grain Growth Kinetics of an Iron Aluminide Alloy", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol.30, No.8, pp.1003-1008, 1990.
9. F. H. Froes, C. Suryanarayana, D. Eliezer, "Review Synthesis, Properties and Applications of Titanium Aluminides", Journal of Materials Science, pp. 5113-5140, 27 (1992).
10. Norman S. Stoloff and David J. Duquette, "Moisture and Hydrogen-Induced Embrittlement of Iron Aluminides", Journals of Metals (JOM), pp. 30-35, December 1993.
11. K. M. Chang, "Tensile and Impact Properties of Directionally Solidified Fe-40Al Intermetallic", Metallurgical Transactions A, March 15, 1990.
12. H. Xiao and I. Baker, "The Temperature Dependence of the Flow and Fracture of Fe-40Al", Scripta Metallurgical et Materialia, Vol. 28, pp.1411-1416, 1993.
13. 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.
14. I. Baker, "Comments on Optimization of the Boron Content in FeAl(40at.%) Alloys", Scripta Metallurgical et Materialia, Vol. 29, pp.835-836, 1993.
15. N. S. Stoloff, "Toughening Mechanisms in Intermetallics", Metallurgical Transactions A, Vol. 24A, pp. 561-567, March (1993).
16. "Interphase Phenomena of Fe-40Al with Al₂O₃", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 28, pp. 599-603, 1993.
17. "Effects Boron and Grain Size on the Strain-Rate Sensitivity of Fe-45Al", Scripta Metallurgical et Materialia, Vol. 30, No.7, pp. 863-868, 1994.
18. R. J. Lynch and L. A. Heldt, "Effects of Annealing Temperature on the Mechanical Properties of an Fe-36%Al Alloy", Scripta Metallurgical et Materialia, Vol.30, No. 7, pp. 895-898, 1994.
19. "Susceptibility of B2-Ordered Iron Aluminides to Moisture-Induced Embrittlement in Oxygen and Argón Environments", Scripta Metallurgical et Materialia, Vol. 30, No. 9, pp.1157-1160, 1994.
20. D. B. Kasul and L. A. Heldt, "Embrittlement of B2 Iron Aluminide by Water Vapor and by



- Hydrogen", Vol. 25A, pp. 1285, June 1994.
21. "Environmental Embrittlement of Single Crystal and Thermomechanically Processed B2-Ordered Iron Aluminides", *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol.30, No.7, pp. 945-950, 1994.
 22. I. Baker and P. R. Munroe, "Properties of B2 Compounds", *The Minerals, Metals Materials Society*, 1990.
 23. M. A. Crimp and R. Vedula, "Room-Temperature Deformation of Single-Crystal B2 Fe-Al Alloys: The Effect of Stoichiometry and Cooling Rate", *Philosophical Magazine A*, Vol.63, No.3, 1991.
 24. L. J. Smialek, J. Doychak and Gaydosch, "Oxidation Behavior of FeAl+Hf, Zr,B", 83-115 de la ref. 2.
 25. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, "Deformation of FeAl Single Crystals at High Temperatures", *Philosophical Magazine A*, Vol. 41, No. 4, 1980.
 26. P. Nagpal and I. Baker, "Effect of Cooling Rate on Hardness of FeAl and NiAl", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 21A, August 1990.
 27. Prakash, R. A. Buckley, and H. Jones, "Effect of Molybdenum Substitution on Crystal Structure of Ordered Fe-Al Alloys", *Materials Science and Technology*, Vol. 9, 1993.
 28. J. J. Stoutand, M. A. Crimp, "Abnormal Grain Growth in Texture FeAl Intermetallics", *Materials Science and Engineering, A* 152, pp. 335-340, (1992).
 29. C. H. Kong and P. R. Munroe, "The Effect of Ternary Additions on the Vacancy Hardening of FeAl", *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol.30, No.8, pp.1079-1083, 1994.
 30. Dinggiang Li, Dongliang Lin (T. L. Lin), Aidang Shan, and Yi Liu, "Effects of Strain Rate and Manganese Addition on Room Temperature Ductility of FeAl", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 30, pp. 655-659, 1994.
 31. J. T. Guo, W. M. Yin and T. M. Wang, "Discovery and Study of Anomalous Yield Strength Peak in FeAl Alloys", *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol.29, pp. 783-785, 1993.
 32. C. L. Fu and M. H. Yoo, "Deformation Behavior of B2 Type Aluminides FeAl and NiAl", *Acta Metall. Mater.*, Vol. 40, No.4, pp. 703-711, 1992.
 33. J. H. Schneibel and M. G. Jenkins, "Slow Crack Growth at Room Temperature in FeAl", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 28, pp. 389-393, 1993.
 34. I. Baker, P. Nagpal, F. Liu and P. R. Munroe, "The Effect of Grain Size on the Yield Strength of FeAl and NiAl", *Scripta Metallurgical et Materialia*, Vol. 39, No. 7, pp.1637-1644, 1991.
 35. C. T. Liu, E. H. Lee and C. G. Mckamey, *Scripta Metallurgica*, 23, 875 (1989).
 36. V. K. Sikka, "Processing and Fabrication of Fe₃Al-Based Alloys", *Heat-Resistant Materials, Proceedigns of the first International Conference, Fontana, Wisconsin, SA/23-26 September 1991*.
 37. Long-Woo Park and In-Ge Moon, "Age Hardening Behavior of a Hypo-Stoichiometric Fe₃Al Intermetallic Compound", *Materials Science and Engineering, A* 152, pp. 341-348, (1992).
 38. F. H. Froes, C. Suryanarayana, D. Eliezer Review Synthesis, "Properties and Applications of Titanium Aluminides", *Journal of Materials Science*, 27, pp. 5113-5140, (1992).
 39. Anna Fraczkiwicz, Anne-Sophie Gay, Michel Biscondi, "On the boron effect in FeAl (B2) intermetallic alloys", *Materials Science and Engineering, A* 258, pp. 108-114, 1998.
 40. C. T. Liu and E. P. George, *Scr. Metall.* 24, p. 1285, 1990.
 41. D. J. Gaydosch, S. L. Draper, M. V. Nathal, *Metall. Trans.*, 20A, p. 1701, 1989.



42. L. Pang and K. S. kumar, *Phil. Mag. Lett.* 76, p. 323, 1987.
43. L. Pang and K. S. kumar, *Mat. Sci. Eng. A258*, p. 161, 1998.
44. E. Cadel, D. Lemarchand, A. S. Gay, A. Fraczkiwicz and D. Blavette, *Scr. Mat.* 41, p. 421, 1999.
45. J. Bystrzycki and R. A. Varin, *Mat. Sci. Eng.*, A270, P. 151, 1999.
46. J. Fjellstedt, A. E. W. Jarfors and L. Svendsen, *J. Alloys & Comp.* 283, p. 192, 1999.
47. B. J. Inkson, "Dislocations and twinning activated by the abrasion of Al_2O_3 ", *Acta Metall. Mater.*; 48, pp. 1883-1895, 2000.
48. E. Arzt and J. Rosler, "High Temperature Deformation of Dispersion Strengthened Aluminum Alloys", *The Minerals, Metals & Materials Society*, pp. 31-55, 1988.
49. D. Xu, G. Wang, and T. L. Lin, *Scripta Metall.*, 28, p. 599, 1993.
50. J. H. Schneibel, P. Grahle, and J. Rosler, *Mater. Sci. and Eng.*, A153, p. 684, 1992.
51. A. Saigal and G. Leisk, *Comp. Eng.*, 5, p. 129, 1995.
52. E. J. Lavernia, T. S. Srivatsan, R. H. Rangel, "Atomization of Alloy Powders", *Atomization and Sprays*, vol. 2, pp. 253-274, 1992.
53. X. Liang and E. J. Lavernia, "Evolution of Interaction Domain Microstructure during Spray Deposition", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 25A, pp. 2341-2355, 1994.
54. Yizhang Zhou, Yue Wu, and E. J. Lavernia, "Process modeling in spray deposition: a review", *International Journal of Non-Equilibrium Processing*, Vol. 10, pp. 95-183, 1997.
55. Q. Z.hang, R. H. Rangel and E. J. Lavernia, "Nucleation phenomena during co-injection of ceramic particulates into atomized metal droplets", *Acta Metall. Mater.*; Vol. 44, pp. 3693-3703, 1996.
56. J. Zhang, Y. Wu, and E. J. Lavernia, "Kinetics of ceramic particulate penetration into spray atomized metallic droplet at variable penetration depth", *Acta Metall. Mater.*; Vol. 42, pp. 2955-2972, 1994.
57. D. Coupard, F. Girot, and J. Quenisset, *J. of Mat. Synth. And Proc.*, 3, 203, (1995).
58. D. Coupard, F. Girot, and J. Quenisset, *J. of Mat. Synth. And Proc.*, 3, 191, (1995).
59. B. T. Bassler, W. H. Hofmeister, R. J. Bayuzick, *Metall. Trans. A*, 25A, 1301, (1994).
60. G. F. Bolling and J. Cisse, *J. Crys. Growth*, 10, 56, (1971).
61. D. M. Stefanescu, B. K. Dhindaw, S. A. Kacar, and A. Moitra, "Behavior of Ceramic Particles at the Solid-Liquid Metal Interface in Metal Matrix Composites", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 19A, pp. 2847-2855, 1988.
62. S. N. Omenyi and A. W. Neumann, *J. Appl. Phys.*, 47, 3956, (1976).
63. P. K. Rohatgi, R. Asthana, and S. Das, *Int. Met. Rev.*, 31, 115, (1988).
64. A. M. Zubko, V. G. Lobanov, and V. V. Nikonova, *Soviet Phys. Crystall.*, 18, 239, (1973).
65. M. K. Surappa and P. K. Rohatgi, *J. Mater. Sci. Lett.*, 16, 765, (1981).
66. D. R. Uhlmarinl, B. Chalmers and K. A. Rackson, *J. Appl. Phys.* 35, 2986, (1964).
67. A. Chernov, D. E. Temkin and A. M. Melnikova, *Sov. Phys. Crystall.*, 21, 369, (1976).
68. D. M. Stefanescu, A. Moitra, S. A. Kacar and B. K. Dhindaw, *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 21A, 2986, (1990).
69. R. R. Gilpin and J. Colloid, *Infernase Sci.*, 74, 44, (1980).
70. S. R. Coriell and D. Turnbull, *Acta Metall.*, 30, 2135, (1982).
71. H. Jones, *ISIJ Int.*, 35, 637, (1995).
72. D. M. Stefanescu, R. V. Phainikar, H. Pang, S. Ahuja and B. K. Dhindaw, *ISIJ Int.*, 35, 700, (1995).



CAPITULO III

Procedimiento Experimental.



3.1 Fabricación del Material.

La presente investigación se realizó en el sistema FeAl (aluminuros de hierro), inicialmente se fabricó una aleación base de Fe-Al40 de colada empleando aluminio y hierro, ambos con una pureza de 99.99%, primero se fundieron en un horno de inducción protegido con una atmósfera de argón y posteriormente el líquido fue vaciado por gravedad en un molde cilíndrico de grafito de 4 cm de diámetro interior, obteniendo una aleación de composición final FeAl40at.%, de acuerdo al diagrama de fases mostrado en la Figura 3.1. A partir de esta aleación maestra se fabricaron tres aleaciones de Fe-Al40 con adiciones de B (boro) y codepositadas con partículas de alúmina (α -Al₂O₃), la primera aleación con una composición FeAl40+0.1at.%B, la segunda con una composición FeAl40+0.2at.%B+Al₂O₃ y la tercera con una composición FeAl40+0.4at.%B+Al₂O₃.

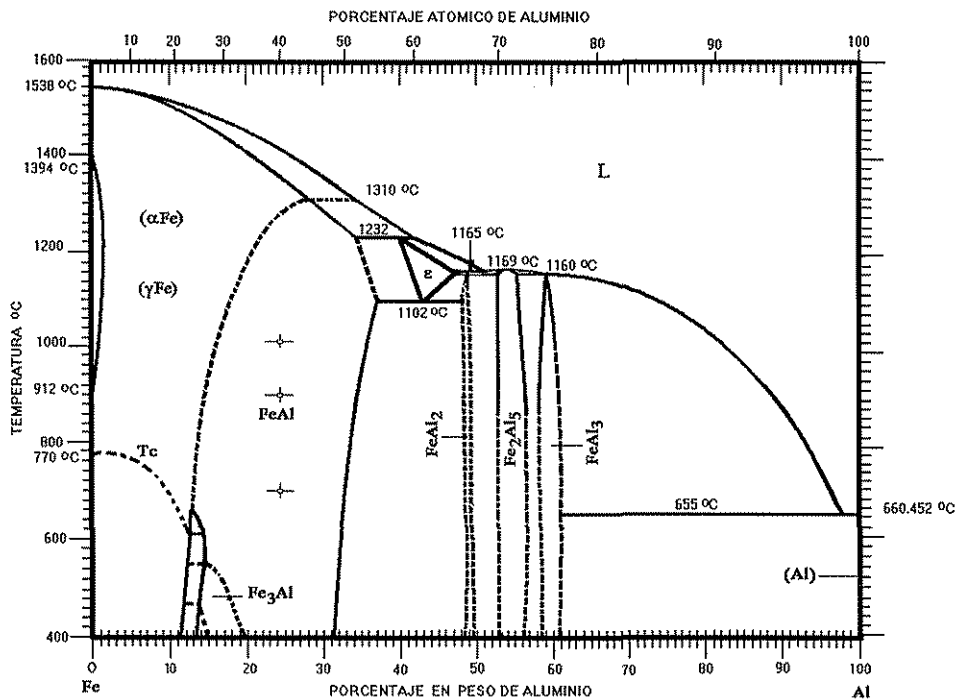


Figura 3.1 Diagrama de fases del sistema Fe-Al [1].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



La fabricación de las tres aleaciones por el método de atomización-depositación se realizó bajo el siguiente procedimiento: primero se cortaron pequeños trozos del material de la aleación maestra, que permitieran la alimentación al sistema de atomización-depositación (ver Figura 3.2), posteriormente los trozos de la aleación maestra se fundieron dentro de un crisol calentado por una bobina de inducción a las temperaturas indicadas en la Tabla 1, se mantuvieron a esa temperatura durante 30 minutos con el fin de asegurar la homogeneización del metal fundido. El metal sobrecalentado se inyecta a través de una tobera de nitruro de boro colocada en el centro del dispositivo de atomización de 18 orificios concéntricos, 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 utilizado para realizar el atomizado es nitrógeno gaseoso a una presión dinámica de 2.41 MPa y una distancia de depositación de 25cm. La velocidad de flujo de nitrógeno para atomizar y del metal líquido son 0.077 Kg/seg y 0.020 Kg/seg respectivamente. El cono atomizado de la aleación fue depositado sobre un substrato de cobre enfriado con agua, una lista completa de todas las variables experimentales utilizadas se muestra en la tabla 3.1 y en el anexo A se muestran las cartas de los experimentos. Para evitar la oxidación de la aleación durante el proceso de atomización-depositación, todo el proceso se realizó dentro de una cámara protectora previamente purgada con gas nitrógeno a una presión de 200 Pa y se establece una presión de nitrógeno de 101 KPa durante todo el proceso. El primer experimento se realizó en una presión de vacío de 200 Pa sin la presión de N_2 . En la primera aleación Fe-Al40+0.1at.%B, únicamente se le adicionó B en forma de Fe_2B de una pureza de 99.99%. Para la segunda aleación Fe-Al40+0.2at.%B+ Al_2O_3 el procedimiento es el mismo, aparte de adicionarle boro, en forma de Fe_2B de una pureza de 99.99%, se le adicionaron partículas de $\alpha-Al_2O_3$ mediante co-inyección. En la tercera aleación FeAl40+0.4at.%B+ Al_2O_3 se utilizó el mismo procedimiento que las dos primeras, pero aparte de adicionarle el B, se le adicionaron partículas de alúmina mediante co-inyección. Las partículas de alúmina usadas como fase de refuerzo fueron plaquetas comerciales de mono-cristales puros de α -alúmina con 99.99% de pureza, obtenidas de la empresa MicroGrit Inc. De Westfiel Massachussets. La distribución del tamaño de las partículas fue del 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}) [2].

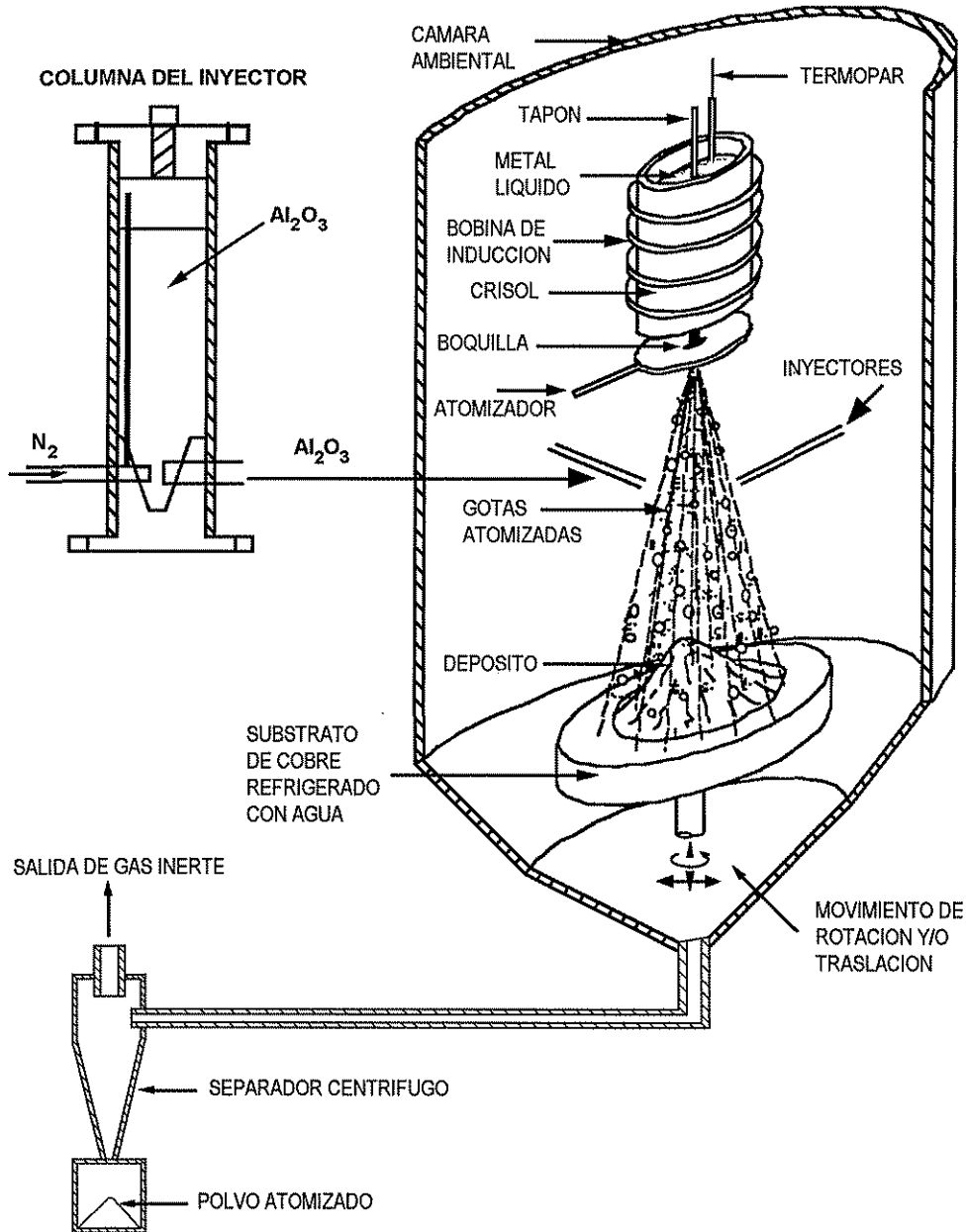


Figura 3.2 Diagrama del dispositivo de atomización-depositación, proceso de co-inyección de partículas de Al_2O_3 y proceso del sobreatomizado [3, 4, 5, 6].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



TABLA 3.1 Parámetros usados en el proceso de atomización.

VARIABLES	MATERIALES		
	FeAl40+B	FeAl40+2B+Al ₂ O ₃	FeAl40+4B+Al ₂ O ₃
Gas de atomización	N ₂	N ₂	N ₂
Gas de co-inyección	-----	N ₂	N ₂
Temperatura de colada	1766 K	1765 K	1767 K
Tiempo de atomización	47s	51s	50s
Peso del deposito	1046gr	973gr	817gr
Diámetro del tubo	0.3048cm	0.3048cm	0.3048cm
Presión de atomización	2.4Mpa	2.4MPa	2.4MPa

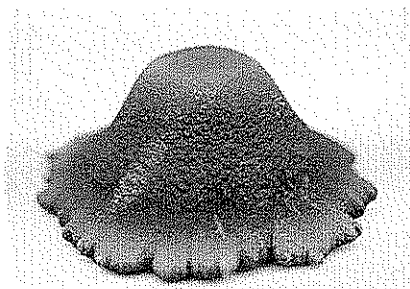
Previo a su co-inyección las partículas de alúmina fueron calentadas en un flujo de argón por tres horas para remover la humedad y desaglomerarlas, esto con el fin de facilitar el flujo a través de los inyectores, las partículas de alúmina se co-inyectaron inmediatamente después de iniciada la atomización.

En los experimentos de co-inyección, 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 [7, 8, 9] se seleccionó una distancia de co-inyección de 15 cm, desde el punto de atomización al punto de co-inyección. El criterio para seleccionar la presión y la distancia óptimas de co-inyección de las partículas de alúmina se basaron 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 las gotas atomizadas, posteriormente las gotas del material compuesto con matriz intermetálica FeAl40+B+Al₂O₃ son colectadas en forma coherente. Los tres materiales resultantes del proceso de atomización-depositación

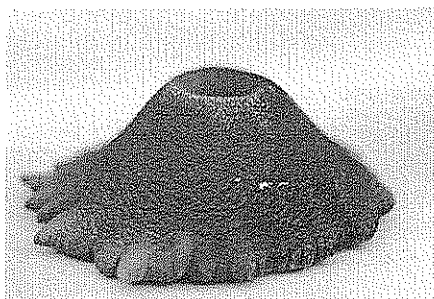


muestran la forma de un cono gaussiano, en la Figura 3.3 se muestran los tres materiales.

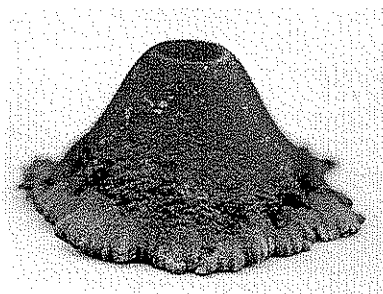
El porcentaje de partículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ contenido en el material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ fue de ~4.0% y en el material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃ fue de ~4.0%. Este cálculo del porcentaje de partículas de alúmina, se realizó utilizando un microscopio óptico OLYMPUS PMG3 asistido con un software de análisis de imágenes IMAGE PRO-PLUS.



Material: Fe-Al40+0.1at.%B



Material: Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃



Material: Fe-Al40+0.4at. %B+Al₂O₃

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Figura 3.3 Se muestran los tres materiales fabricados por el proceso de atomización-depositación.



3.2 Sobreatomizado.

Las partículas que no alcanzaron a cohesionarse con la muestra durante el proceso de atomización, se recolectaron con un ciclón para posteriormente realizar el análisis granulométrico.

El cribado de estas partículas se realizó usando diferentes tamaños de mallas, mediante el siguiente procedimiento:

- a) Se tomó lectura del peso total de la muestra.
- b) Se revisó que las mallas se encontraran en perfecto estado y se procedió a colocarlas en el equipo en orden descendiente de tamaño de abertura, ver Tabla 3.2.
- c) Se vació la muestra sobre la malla 30, posteriormente se agitó durante un tiempo de 10 minutos.
- d) Se recolectaron las muestras de cada malla.
- e) Se tomó la lectura del peso de cada malla.
- f) Se realizó el mismo procedimiento para los tres materiales.

TABLA 3.2 Diferentes tamaños de malla.

Malla número	Tamaño (μm)
30	500
40	440
120	125
150	106
180	85
200	75
250	60
300	53
325	49



3.3 Metalografía.

3.3.1 Corte del Material.

El corte de los tres materiales se realizó por electro-erosión, en muestras con dimensiones de (10x10x10)mm, como se muestra en la Figura 3.4.

En el ensayo de forja se utilizaron las muestras con estas dimensiones y para el ensayo de compresión, se cortaron muestras con dimensiones de (10x5x5)mm, utilizando un disco de 0.38mm de espesor con borde diamantado.

3.3.2 Desbaste del Material.

El abrasivo que se utilizó para quitar la superficie áspera que presenta el material recién cortado, fue lija de carburo de silicio del número 80, 120, 240, 320, 400, 500 y 600 sucesivamente.

3.3.3 Pulido del Material.

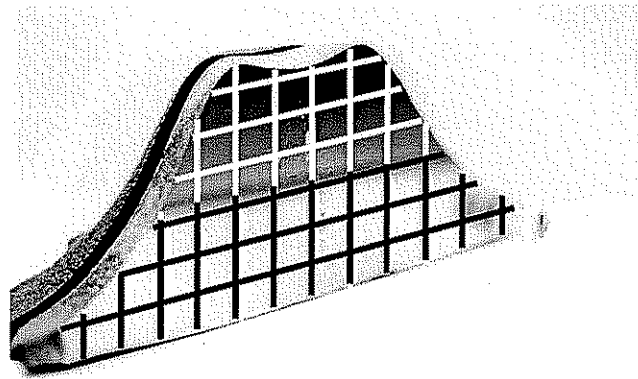
El pulido grueso se realizó con paño de lona y alúmina con un tamaño de grano de $1\mu\text{m}$, el pulido fino se realizó con paño de microcloth de 165mm de diámetro y alúmina con un tamaño de grano de $1\mu\text{m}$ y posteriormente con alúmina de $0.3\mu\text{m}$ y de ser necesario con alúmina de $0.05\mu\text{m}$.

3.3.4 Ataque del Material.

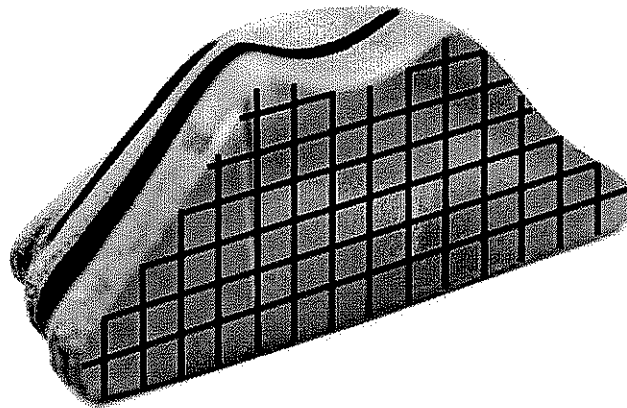
Los reactivos utilizados para revelar la microestructura del material, se muestran en la Tabla 3.3.

TABLA 3.3 Composición química de los reactivos.

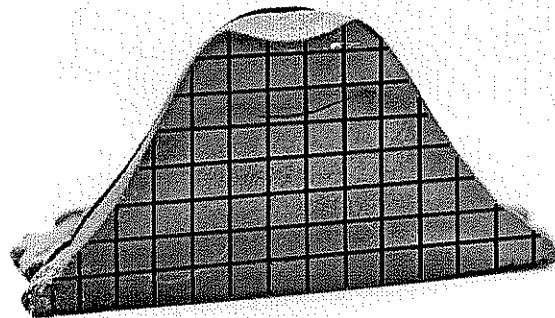
REACTIVO	HF (ml)	HCl (ml)	HNO ₃ (ml)	H ₂ O (ml)	Glicerina (ml)
Kéller	1.0	1.5	2.5	95.0	-----
Gliceregia	-----	16.66	33.33	-----	50



a) Material: Fe-Al40+0.1at.%B.



b) Material: Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃.



c) Material: Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃.

Figura 3. 4 Corte de los tres materiales a), b), y c) en cubos de 1cm de arista.



3.4 Pruebas de Microdureza.

Para la realización de las pruebas de microdureza del material se ocupó un microdurómetro Matsuzawa con una carga de 100g, con el cual se evaluó la microdureza de los tres materiales.

3.5 Pruebas de Forja.

Las muestras que se utilizaron para el ensayo, se cortaron por electro-erosión en cubos de (10x10x10)mm, posteriormente se deformaron con un martillo de forja de caída libre, a diferentes temperaturas previo al ensayo de forja en un rango de (700°C-1100°C), como se indica en la Tabla 3.4. El enfriamiento posterior a la forja se realizó al aire. En la figura 3.5 se muestra el esquema del martillo, el peso del martillo es de 50 Kg, la energía de impacto se controla con la altura de la muestra al martillo.

El calentamiento previo a la forja se realizó en un horno tipo MUFLA con controlador automático digital con una precisión de $\pm 1.0^\circ\text{C}$, utilizando tres temperaturas y enfriadas en aire. Se sabe que en el rango de los 700°C se activan los sistemas de deslizamiento y existe una transición entre ellos.

Del material Fe-Al40+B se ocuparon tres muestras a las cuales se les dio un tratamiento térmico de 700°C, 900°C y 1100°C.

Del material Fe-Al40+2B+Al₂O₃ se ocuparon dos muestras a las cuales se les dio un tratamiento térmico de 700°C y 900°C.

Del material Fe-Al40+4B+Al₂O₃ se ocupó solamente una muestra a la cual se le dio un tratamiento térmico de 700°C.



Tabla 3.4 Condiciones de los tres materiales.

PRUEBAS DE FORJA			
MATERIAL	MEDIO AMBIENTE	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO DE RECOCIDO (HRS.)
Fe-Al40+B	No. 1, aire	700	1
	No. 2, aire	900	1
	No. 3, aire	1100	1
Fe-Al40+2B+Al ₂ O ₃	No. 1, aire	700	1
	No. 2, aire	900	1
Fe-Al40+4B+Al ₂ O ₃	No. 1, aire	700	1

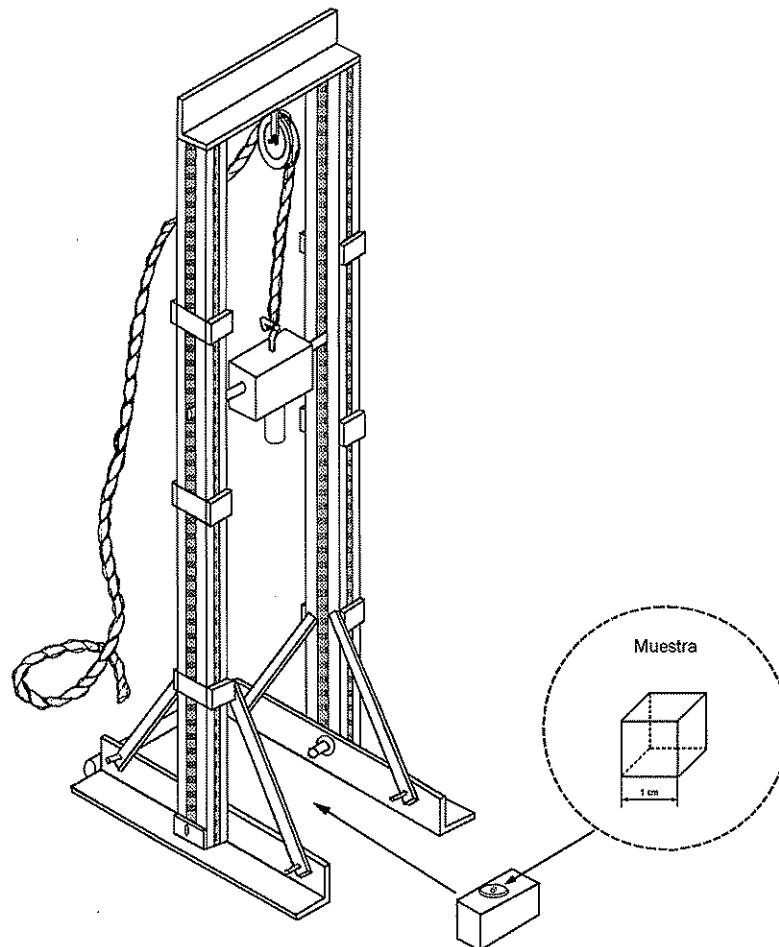


Figura 3.5 Diagrama esquemático del martillo de caída libre, empleado para realizar los ensayos de forja de las tres aleaciones.



3.6 Pruebas de Compresión.

Las muestras que se utilizaron para el ensayo de compresión fueron de una dimensión de (10x5x5)mm, estas muestras se obtuvieron cortando las muestras de dimensiones (10x10x10)mm, cortadas previamente por electro-erosión.

Del material Fe-Al40+0.1at%B se realizaron tres ensayos de compresión con muestras a temperatura ambiente, del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ se realizaron cuatro ensayos de compresión con muestras a temperatura ambiente y del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃ se realizaron cuatro ensayos de compresión con muestras a temperatura ambiente.

Previo a las pruebas de compresión cada una de las muestras fue desbastada con lija de grado 600, con el fin de obtener las dimensiones de las muestras recomendadas por la norma ASTM E-9 [10]. Para estos ensayos se utilizó una máquina marca INSTRON 4206 automatizada, utilizando una velocidad de deformación constante de $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, la deformación de las muestras se midió con un extensómetro, terminado el ensayo las curvas esfuerzo-deformación se desplegaron automáticamente en la pantalla de la computadora del equipo de la máquina de ensayo.

3.7 Microscopia Óptica.

Mediante esta técnica se caracterizó la microestructura de las áreas representativas del material, utilizando un microscopio óptico OLYMPUS PMG3 de exposición automática con lentes polarizados y pantalla graduada.

3.8 Microscopia Electrónica de Barrido.

Mediante esta técnica se logró profundizar en la caracterización microestructural, en lo referente a formación de grietas y trayectoria de la fractura, utilizando los microscopios electrónicos de barrido (MEB) JEOL JSM-T200 y JSM-6400, este último equipado con un sistema de análisis de energía dispersiva de rayos X (EDS) y de longitud de onda de rayos X (WDS).



3.9 Difracción de Rayos X.

Mediante esta técnica se caracterizó la red cristalina de las tres aleaciones, utilizando un difractómetro de rayos X (SIEMMENS D5000). Para el espectrómetro se utilizó polvo de la muestra, este se obtuvo con una lima de carburo de tungsteno. Se espera que el espectrómetro de rayos X mida con gran precisión las intensidades de reflexión, obteniendo un espectro de los valores de intensidad contra los ángulos de Bragg, que nos permitirán identificar la estructura B2 del material.

3.10 Microscopia Electrónica de Transmisión.

Las muestras para el microscopio electrónico de transmisión (MET) se prepararon a partir de las muestras seccionadas por electro-erosión, de estas muestras de dimensión de (10x10x10)mm, se cortaron laminillas de 3.0mm de espesor utilizando una cortadora de disco de diamante y luego se procedió a desbastarlas con lija de grado 600, hasta obtener un espesor de 300 μ m, posteriormente se cortaron discos de 3mm de diámetro con un cortador de diamante. Los discos de 3mm de diámetro fueron adelgazados utilizando un equipo de pulido mecánico DIMPLER VCR. empleando suspensiones de diamante, hasta obtener un espesor de 50 μ m generando caras cóncavas para inducir la perforación de las muestras hacia la región central,. El adelgazado final se realizó utilizando un equipo de pulido electroquímico TENUPOL de doble chorro TWINJET, con una solución de ácido perclórico al 10% en alcohol etílico a una temperatura de -15°C y un voltaje de 20V. Las muestras adelgazadas se analizaron en un microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM-2010, equipado con un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS), operado a 200KV. Este microscopio tiene la característica que las imágenes generadas no presentan rotación respecto de los patrones de difracción generados.



3.11 REFERENCIAS

1. ASM Handbook , Vol.3, 10th Edition, pag. 2-AA, 982.
2. L. Martinez, O. Flores, M. Amaya, A. Duncan, S. Viswanathan, D. Lawrynolics, and E. J. Lavernia, "The Role of Particulate in Microstructural and Forging Properties of Spray-Atomized and Deposited Fe-Al Ordered Intermetallic Compounds", Journal of Materials Synthesis and Processing, Vol. 5, pp. 65-76, 1997.
3. E. J. Lavernia, T. S. Srivatsan, R. H. Rangel, "Atomization of Alloy Powders", Atomization and Sprays, Vol. 2, pp. 253-274, 1992.
4. J. Zhang, R. J. Perez and E. J. Lavernia, "Effect of and graphite particulates on the damping behavior of metal matrix composites", Acta Metall. Mater.; Vol. 42, pp. 395-409, 1994.
5. B. Li, Nordstrom, E. J. Lavernia, "Spray forming of Zircaloy-4", Materials Science and Engineering, A237, pp. 207-215, 1997.
6. D. E. Lawrynolicz, B. Li, and E. J. Lavernia, "Particle Penetration during Spray Forming and Co-Injection of Ni_3Al+B/Al_2O_3 Intermetallic Matrix Composite", Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 28B, pp. 877-897, 1997.
7. X. Lian, H. K. Kim, J. C. Earthman, and E. J. Lavernia, Materials Science and Engineering, 153A, 646, 1992.
8. E. J. Lavernia, J. Baram and E. Gutierrez, Materials Science and Engineering, 132A, 119, 1991.
9. P. S. Grant, B. Cantor and L. Katgerman, "Modelling of Droplet Dynamic and Thermal Histories during Spray Forming-II. Efect of Process parameters", Scripta Metallurgica et Materialia , Vol. 41, pp. 3109-3118, 1993.
10. Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperatures. Designation: E9-89a. Annual Book of American Society for Testing and Materials Standards, Vol. 03, 01, 1996.



CAPITULO IV

Resultados y Discusión



4.1 Microestructura.

La microestructura del material Fe-Al40+0.1at%B mostrada en la Figura 4.1, está caracterizada por el análisis de siete zonas del mismo. En cada zona se observan importantes diferencias en la distribución de tamaño de grano, en general todas las zonas presentan un grano grueso con una distribución heterogénea de tamaño de grano, junto con la presencia de puntos oscuros, algunos poros. El tamaño de grano promedio es de 194 μm , el tamaño de grano de las siete zonas se muestra en la tabla 4.1. Esta distribución heterogénea del tamaño de grano 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 [1].

La microestructura del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ mostrada en la Figura 4.2, se realizó de la misma forma un análisis en siete zonas. En general se observa en las siete zonas, una microestructura con un grano más fino y con una distribución homogénea de tamaño de grano, siendo esta característica microestructural el efecto de las partículas de Al₂O₃. Además se observa algunas áreas con desprendimiento de granos. La estabilidad y homogeneidad de la estructura de los granos en el material con partículas de Al₂O₃ son consistentes con las observaciones realizadas en otros materiales compuestos de matriz metálica y se le atribuyen a elevadas velocidades de nucleación para la formación de granos en los sistemas con partículas de Al₂O₃ [2]. A comparación de la microestructura del material Fe-Al40+0.1at%B y del material Fe-Al40+0.4at%B+Al₂O₃, que presentan un grano más grueso.

Pero es evidente también la presencia de puntos oscuros, algunos poros y otros las partículas de alúmina (Figura 4.2) en la microestructura de este material, puede observarse que algunas fronteras de grano muestran ondulaciones que coinciden con los poros ahí presentes. La presencia de poros en materiales depositados ha sido atribuida a muchos de los parámetros utilizados durante el proceso, propiedades termodinámicas de los materiales pero principalmente a: atrapamiento de gas,



contracción de la solidificación y porosidad intersticial [3-6]. El aumento de tamaño y distribución de tamaño de los poros depende de las condiciones del proceso [6].

El promedio aproximado del tamaño de grano de este material es de 53 μm , el tamaño de las siete zonas se presenta en la Tabla 4.1.

La microestructura del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃ mostrada en la Figura 4.3, se analizó de la misma forma en las siete zonas. La microestructura que presentan es de grano grueso con una distribución heterogénea de tamaño de grano, junto con pequeños puntos oscuros, algunos poros y otros las partículas de alúmina. El promedio aproximado del tamaño de grano es de 169 μm , tamaño de grano más grande que el presentado por el material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃, pero más pequeño que el presentado por el material Fe-Al40+0.1at.%B. El tamaño de grano de las siete zonas analizadas se presenta en la Tabla 4.1.

De los resultados obtenidos anteriormente mencionados, podemos corroborar que el compuesto intermetálico reforzado con partículas cerámicas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, mejoró significativamente su microestructura, obteniendo un refinamiento del grano y más homogéneo. Presentando el tamaño de grano más fino el material Fe-Al40+0.2at.%+Al₂O₃.

Tabla 4.1 Tamaño de grano de las microestructuras de los tres materiales.

ZONAS	MATERIALES		
	Fe-Al40+0.1at%B	Fe-Al40+0.2at%B+Al ₂ O ₃	Fe-Al40+0.4at%B+Al ₂ O ₃
1	195 μm	48 μm	143 μm
2	226 μm	80 μm	143 μm
3	207 μm	49 μm	194 μm
4	156 μm	52 μm	189 μm
5	100 μm	42 μm	125 μm
6	214 μm	49 μm	213 μm
7	256 μm	51 μm	175 μm

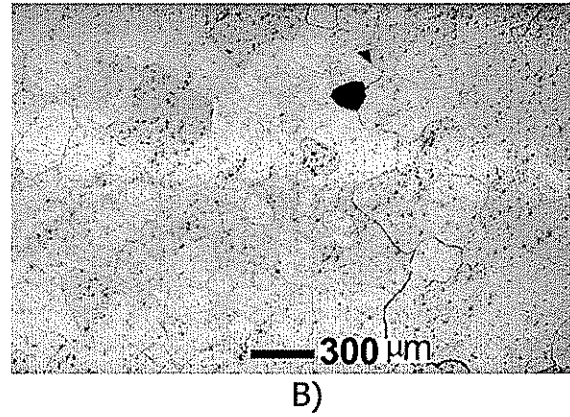
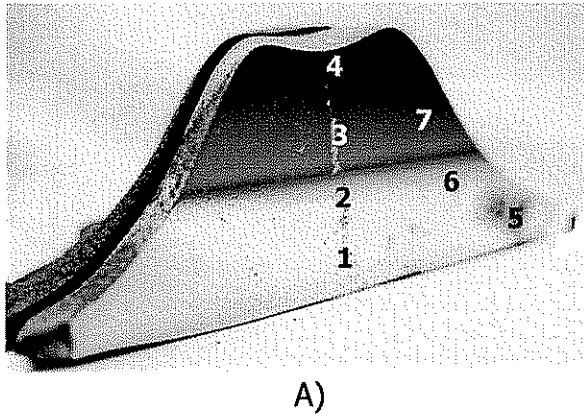


Figura 4.1 Material Fe-Al40+0.1at.%B, A) Material seccionado, B) Microestructura.

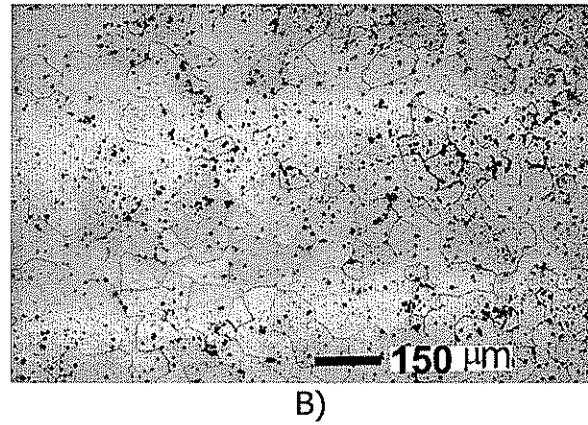
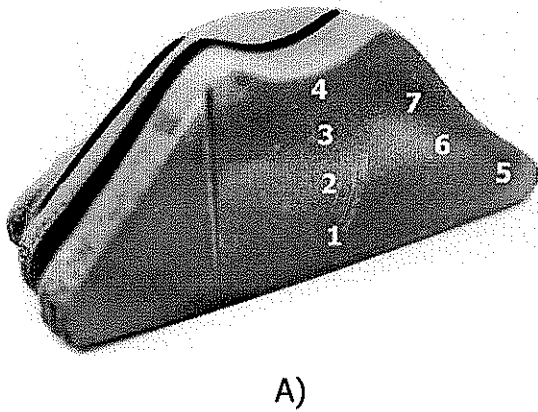


Figura 4.2 Material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃, A) Material seccionado, B) Microestructura.

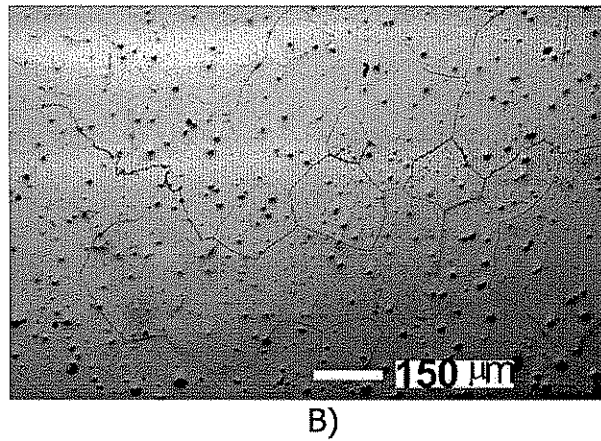
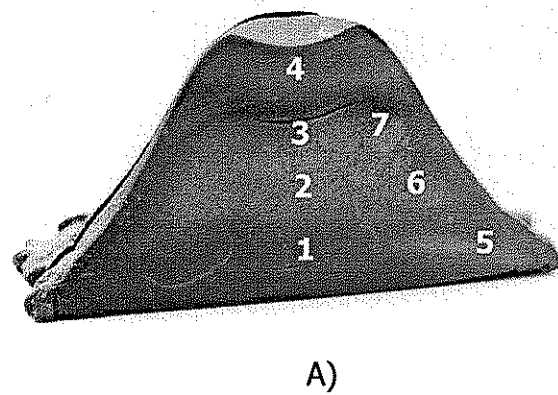


Figura 4.3 Material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃, A) Material seccionado, B) Microestructura.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



4.2 Propiedades mecánicas.

4.2.1 Ensayos de forja.

Material: Fe-Al40+0.1at.%B.

Las muestras forjadas a 700°C mostraron las siguientes características: La muestra forjada a 700°C falló durante el ensayo de forja (ver Tabla 4.2), se observa que se fragmentó casi en forma diagonal, quedando una parte más grande que la otra, causa que impidió medir el porcentaje de deformación en esta muestra.

Tabla 4.2 Condiciones de las muestras deformadas mediante el ensayo de forja de los tres materiales.

ENSAYOS DE FORJA						
MATERIAL	TEMPERATURAS					
	700°C		900°C		1100°C	
665						
666					-----	-----
667			-----	-----	-----	-----

Material 665: Fe-Al40+B, Material 666: Fe-Al40+2B+Al₂O₃, Material 667: Fe-Al40+4B+Al₂O₃.

En la Figura 4.4 se muestran aspectos generales de la fractura a 700°C de este material. En la Figura 4.4(a) se muestra la superficie de fractura; en forma general en ella se observa un modo de fractura intergranular predominante, con algunas grietas intergranulares y en algunas zonas presenta modo de fractura transgranular. En esta fractografía además se observa un aspecto de grano más grueso. A pesar de haber fallado durante el ensayo de forja, en la Figura 4.4(b) y 4.4(c) se muestra la superficie de fractura con más detalle, en ella se encontró evidencia de trazas de deslizamiento, estas se observan en forma de abanico en el interior de los granos. Estas pueden ser



generadas por los dos sistemas de deslizamiento que presentan estos compuestos intermetálicos Fe-Al, uno de ellos es $\langle 111 \rangle \{110\}$ a bajas temperaturas y el otro es $\langle 100 \rangle \{110\}$ a altas temperaturas como lo indicaron también (Yamagata, Yoshida, Umakoshi y Yamaguchi) [7-10]. En todas las composiciones tienen un deslizamiento en $\langle 111 \rangle$ a temperatura ambiente, y ocurre una transición a $\langle 100 \rangle \{110\}$ cerca de los 600°C [9]. El ángulo medido en las imágenes mencionadas anteriormente, es de 55.5° y el reportado es de 54.7° que corresponde al formado entre los planos (111) y (100), de acuerdo a lo reportado en la literatura [11].

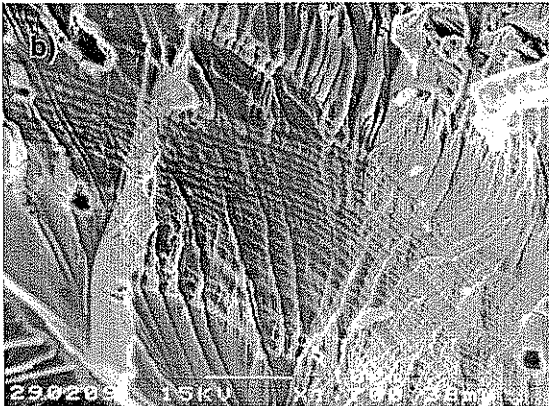
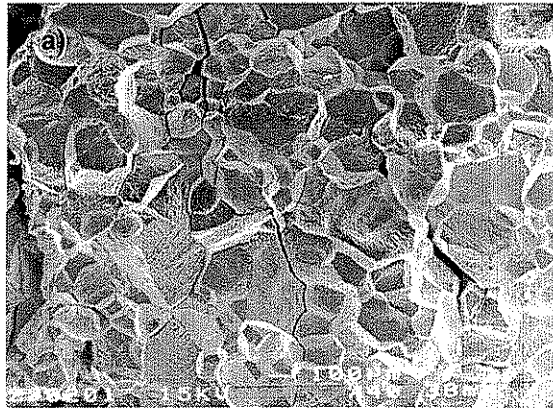


Figura 4.4 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at.%B deformado mediante forja a 700°C . a) fractura de tipo intergranular predominante y transgranular en algunas zonas, b) Trazas de deslizamiento con algunos poros, c) Trazas de deslizamiento mostradas con más detalle.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Las muestras forjadas a 900°C mostraron las siguientes características: La muestra forjada a 900°C falló también durante el ensayo de forja (ver Tabla 4.2), se observa que quedo inclinada hacia un lado, la mayor parte del centro de las cuatro aristas paralelas al ensayo de forja presentan desprendimiento de material, lo que también impidió medir el porcentaje de deformación en esta muestra.

En la Figura 4.5(a) se muestra la superficie de fractura a 900°C, en ella se observa fractura de tipo intergranular en su totalidad con pequeñas zonas de fractura transgranular y algunas grietas intergranulares.

Las muestras forjadas a 1100°C mostraron las siguientes características: En la muestra forjada a 1100°C (ver Tabla 4.2) se observa que presenta únicamente en las aristas paralelas al ensayo de forja desprendimiento de material, presentando 27% de deformación.

En la Figura 4.5(b) se observa la superficie de fractura a 1100°C, en ella se observa un modo de fractura mezclado transgranular / intergranular, casi en una mayor proporción de fractura transgranular.

De los resultados obtenidos mencionados anteriormente, podemos afirmar que las pruebas de forja del material Fe-Al40+0.1at.%B a 700°C, a pesar de haber fallado durante el ensayo de forja presentaron evidencia de trazas de deslizamiento.

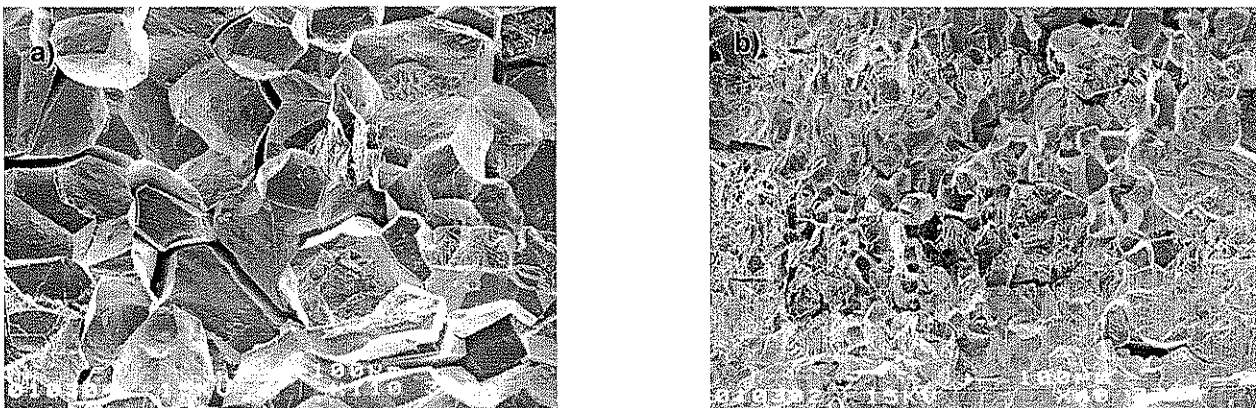


Figura 4.5 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at.%B deformado mediante forja. a) A 900°C, modo de fractura intergranular con algunas grietas intergranulares y con zonas de modo de fractura transgranular, b) A 1100°C, modo de fractura intergranular-transgranular con algunas grietas intergranulares.

**Material: Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃.**

Las muestras forjadas a 700°C presentaron las siguientes características: En la muestra forjada a 700°C (ver Tabla 4.2) se observa que presenta microagrietamiento en la parte del centro con desprendimiento de un pedazo de material en una de las aristas paralela al ensayo de forja, presentando 14% de deformación.

La Figura 4.6(a) muestra la superficie de fractura a 700°C, en ella se observa un tamaño de grano más fino comparado con el presentado por el material Fe-Al40+0.1at.%B+Al₂O₃ y por el material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃. La Figura 4.6(b) muestra con más detalle un modo de fractura transgranular predominante en su totalidad y en algunas zonas presenta fractura intergranular.

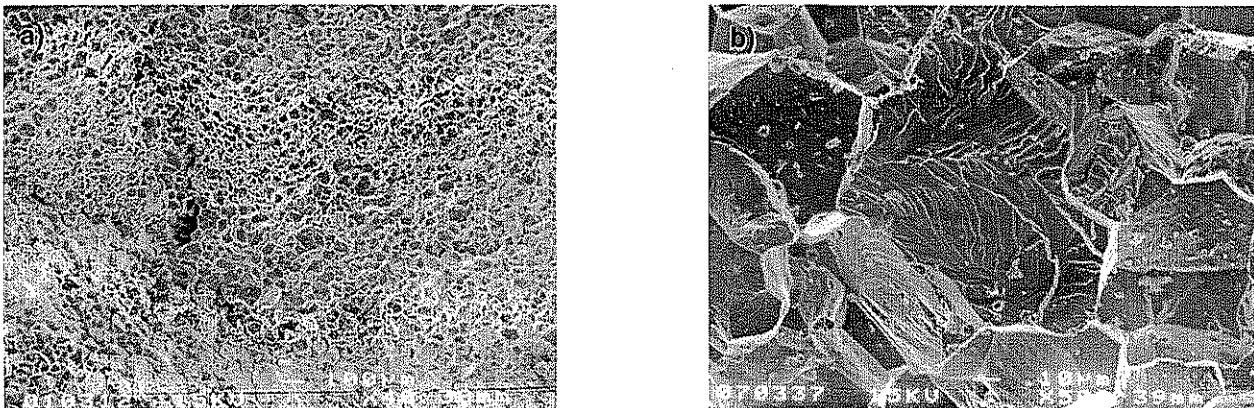


Figura 4.6 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ deformado mediante forja a 700°C. Fractografía general en la cual se observa un refinamiento de grano, b) Fractografía que muestra con más detalle un modo predominante de fractura transgranular con algunas zonas de modo de fractura intergranular.

Las muestras forjadas a 900°C presentaron las siguientes características: En la muestra forjada a 900°C (ver Tabla 4.2), se observa que presenta un microagrietamiento en la parte del centro con algunos desprendimientos de material en una de las aristas, la arista principal de la muestra perpendicular al ensayo de forja permanece casi íntegra después de la forja con una deformación de 7.3%.



La Figura 4.7 muestra la superficie de fractura a 900°C, en ella se puede observar un modo mezclado de fractura transgranular / intergranular, una mayor zona de fractura transgranular que intergranular.

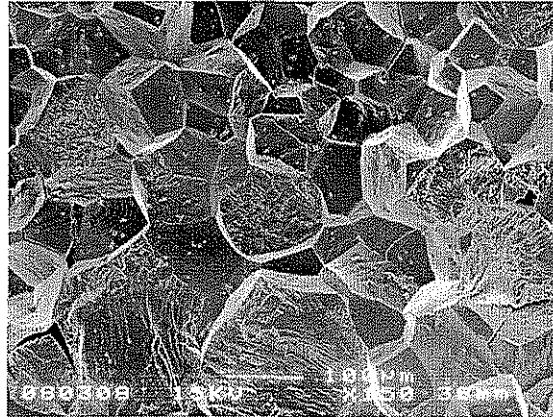


Figura 4.7 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ deformado mediante forja a 900°C. Modo de fractura transgranular predominante con pequeñas zonas de modo de fractura intergranular.

Material: Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃.

Las muestras forjadas a 700°C presentaron las siguientes características: En la muestra forjada a 700°C (ver Tabla 4.2) se observa que presenta un desprendimiento de material en una de las esquinas de la muestra en la arista inferior con relación al ensayo de forja, la arista principal se mantiene íntegra después de la forja únicamente con un desprendimiento pequeño de material en una de las esquinas, presentando 14% de deformación.

La Figura 4.8(a) muestra la superficie de fractura a 700°C, en ella se observa un modo de fractura intergranular en su totalidad con pequeñas zonas de fractura transgranular y algunas grietas intergranulares. En esta fractografía se observa un aspecto de grano más grueso que el presentado en el material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃. En la Figura 4.8(b) puede asociarse con más detalle el efecto del B, en ella se observa un modo de fractura intergranular con una grieta intergranular y con pequeñas zonas de fractura transgranular, reafirmando lo dicho en la literatura que influye en la transición de modo



de fractura intergranular a transgranular, aparte de incrementar la adhesión intergranular debido a su tendencia de segregación intergranular [12].

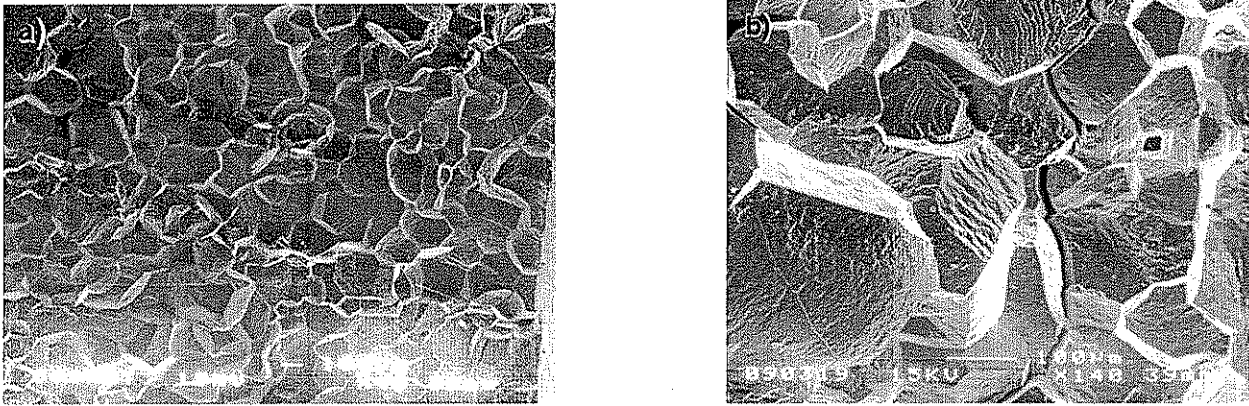


Figura 4.8 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃ deformadas mediante forja a 700°C. a) Fractografía general, b) Fractografía con más detalle, con modo de fractura intergranular predominante con grietas intergranulares y pequeñas zonas de modo de fractura transgranular.

Cabe aclarar que este material de estudio únicamente tiene adicionado B, cuando se fabricó se retardo la co-inyección de partículas de Al₂O₃ y únicamente se logró co-inyectar una pequeña parte de todo el material. La muestra que se utilizó no contenía partículas de Al₂O₃. En los ensayos de forja de los tres materiales, se hizo más énfasis a la temperatura de 700°C y 900°C, porque en este rango de temperatura se activan los dos sistemas de deslizamiento, motivo por el cual no se realizaron los demás ensayos de forja.

De los resultados obtenidos, mencionados anteriormente. Podemos afirmar que la deformación en las pruebas de forja de los materiales Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ y Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃, presentan un mejor comportamiento que el material Fe-Al40+0.1at.%B a 700°C, donde la última presenta un mayor grado de disgregación durante la prueba de forja. La adición de boro incrementa la adhesión entre las fronteras de grano. Generando un cambio en el modo de falla de intergranular a un modo mixto intergranular / transgranular.



4.2.2 Pruebas de Compresión a Temperatura Ambiente.

En la figura 4.9, se muestra el comportamiento de los tres materiales en el ensayo de compresión a temperatura ambiente. Debe notarse que la ligera curva presentada al inicio en cada una de las pruebas, debe corresponder con la aniquilación de poros en las muestras durante el ensayo de compresión.

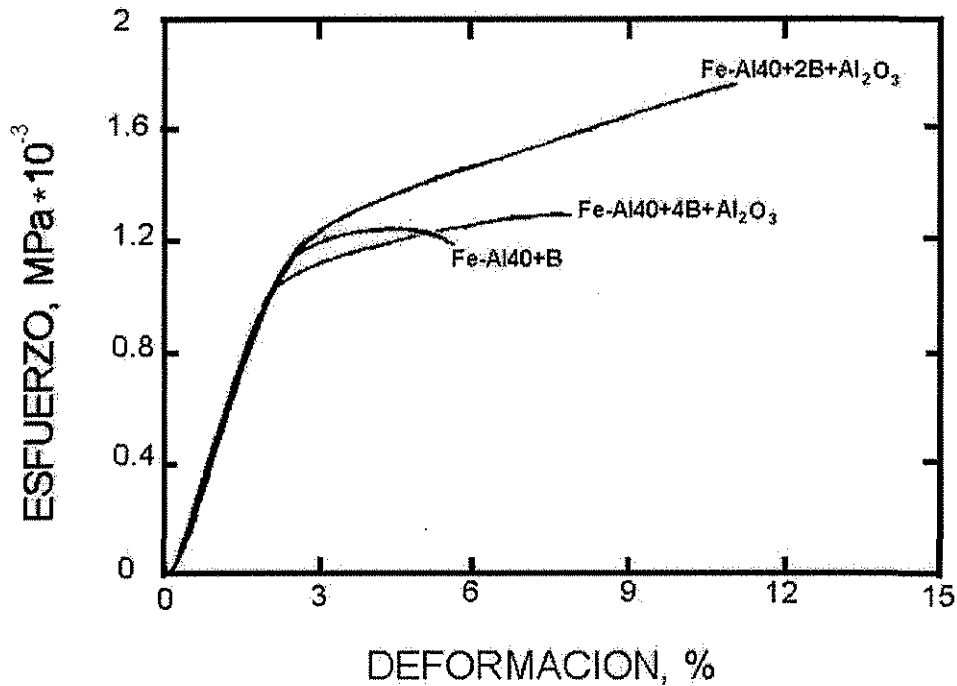


Figura 4.9 Curva esfuerzo deformación del ensayo de compresión de los tres materiales.

Tabla 4.3 Propiedades mecánicas del ensayo de compresión de los tres materiales.

PROPIEDADES MECANICAS					
MATERIAL	LIMITE DE FLUENCIA (MPa)	ULTIMA RESISTENCIA A LA COMPRESION (MPa)	MODULO DE YOUNG (MPa)	% DE DEFORMACIÓN	MICRODUREZA (HV0.2)
665	1075	1355	238	5.7	448
666	1185	1844	355	11.3	456
667	1001	1359	312	8.0	450

Nota: Material (665): Fe-Al40+0.1at.%B, Material (666): Fe-Al40+0.2at.%B+ Al₂O₃, Material (667): Fe-Al40 +0.4at.%B+Al₂O₃.

**Material: Fe-Al40+0.1at.%B.**

Se observa un incremento en sus propiedades mecánicas por el efecto de la adición del B, una de las propiedades que más se modificó fue el límite de fluencia (ver Tabla 4.3). En las demás propiedades, se observa un mejoramiento mecánico normal.

En la Figura 4.10 se muestra la superficie de fractura después del ensayo de compresión. En la figura 4.10(a) se observa una superficie de fractura intergranular junto con algunas grietas intergranulares y pequeños indicios de fractura transgranular. En esta fractografía se observa un aspecto de grano grueso distribuido en forma heterogénea. En la Figura 4.10(b) se muestra con más detalle el modo de fractura intergranular junto con algunas grietas intergranulares.

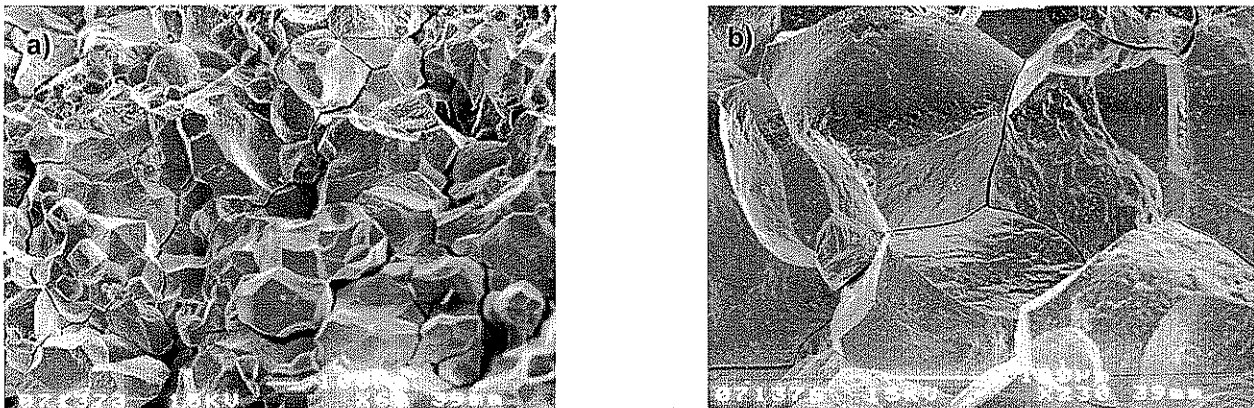


Figura 4.10 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.1at.%B deformado mediante compresión a temperatura ambiente. a) Se observa la fractografía general del material, b) Se muestra la fractografía con más detalle, en ella se observa un modo de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares y una pequeña zona de modo de fractura transgranular.

Material: Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃.

Se observa el efecto de la adición de B y de las partículas de Al₂O₃ en el mejoramiento del comportamiento mecánico. Este comportamiento mecánico se ve reflejado en el incremento de los valores obtenidos mostrados en la Tabla 4.3, referente a las propiedades mecánicas tales como: límite de fluencia, última resistencia a la compresión, módulo de Young. Este mejoramiento obtenido en propiedades mecánicas



es consistente con lo reportado por Saigal y Leisk, ellos reportan un incremento en el módulo de Young, en el límite de fluencia y en la última resistencia a la tensión, mientras que al mismo tiempo se reduce la densidad de los materiales [13].

La superficie de fractura se muestra en la Figura 4.11. En la Figura 4.11(a) se observa el modo de fractura en forma general, sobresaliendo en esta fractografía un aspecto de grano más fino distribuido en forma homogénea. En la Figura 4.11(b) se observa con más detalle el modo de fractura, en el cual se observa una superficie de fractura mezclado transgranular / intergranular y algunas partículas de alúmina en los granos.

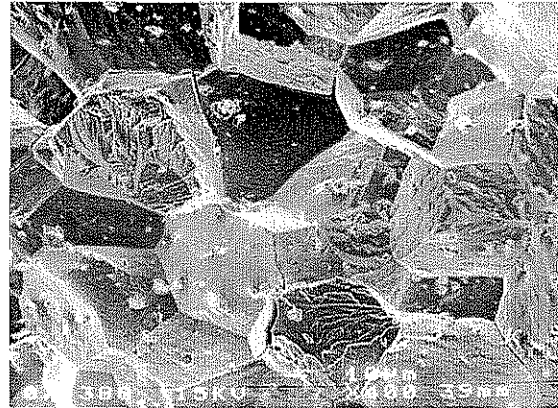
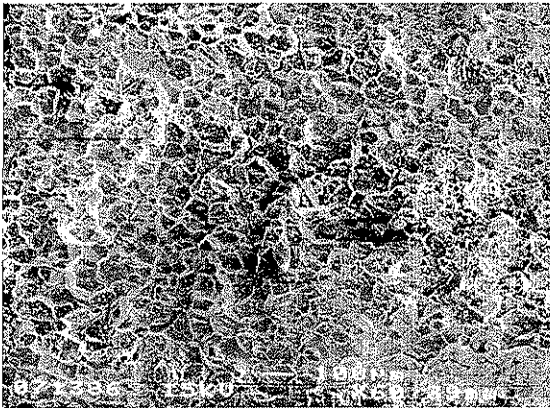


Figura 4.11 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ deformadas mediante compresión a temperatura ambiente. a) Fractografía general del material, b) Fractografía que muestra con más detalle, un modo de fractura mezclado transgranular / intergranular.

Material: Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃.

Se observa el efecto del B en un mejoramiento en el comportamiento mecánico con respecto al material Fe-Al40+0.1at.%B. Las propiedades mecánicas donde presenta un incremento son: última resistencia a la compresión y módulo de Young con excepción del límite de fluencia que presenta una disminución en su valor (ver Tabla 4.3). Este mejoramiento en propiedades mecánicas es consistente con lo reportado por otros investigadores [14-19], es evidente que el B contribuye a mejorar la cohesión de las fronteras de grano y promueve la transferencia de planos de deslizamiento a través de éstas.



Cabe mencionar que el material utilizado aparentemente no contiene Al_2O_3 , la coinyección de partículas de Al_2O_3 se retardo, motivo por el cual solo se distribuyó en la región superior del material. La muestra que se tomó para su estudio fue de la zona que no contenía Al_2O_3 .

La superficie de fractura se muestra en la Figura 4.12. En la Figura 4.12(a) se observa un modo de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares y con algunas zonas de fractura transgranular. Esta fractografía presenta un aspecto de grano grueso, menos grueso que el presentado por el material Fe-Al40+0.1at.%B. En la Figura 4.12(b) se observa con más detalle el modo de fractura, en el cual se observa una de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares, pero presenta más zonas de fractura transgranular que las presentadas por el material Fe-Al40+0.1at.%B.

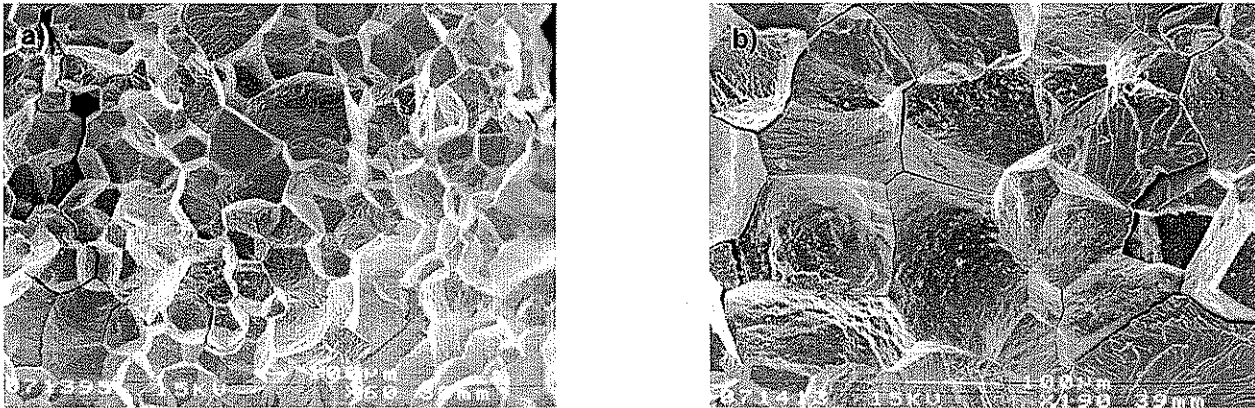


Figura 4.12 Superficie de fractura del material Fe-Al40+0.4at.%B+ Al_2O_3 deformadas mediante compresión a temperatura ambiente. a) Fractografía general del material, b) Fractografía que muestra un modo de fractura intergranular predominante con algunas grietas intergranulares y con algunas zonas de fractura transgranular.

De los resultados obtenidos en los ensayos de compresión, podemos afirmar que el material Fe-Al40+0.2at. % Al_2O_3 en pruebas de compresión a temperatura ambiente, presenta un mejor comportamiento mecánico.

Además podemos mencionar que la adición de boro en estos materiales, incrementa la adhesión entre las fronteras de grano. Generando un cambio en el modo de falla de intergranular a un modo mixto intergranular / transgranular.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



4.2.3 Pruebas de Microdureza.

Se realizaron a cada material cerca de 20 indentaciones en dos sentidos, en forma vertical y en forma horizontal con respecto al material, posteriormente se obtuvieron los promedios de cada medición. Estos resultados se muestran en la Tabla 4.3. Estos resultados muestran que la adición de B a los tres materiales fabricados por el proceso de atomización- depositación afecta la microdureza del material, podemos observar el valor de microdureza del material Fe-Al40+0.1at.%B es ligeramente mayor al valor de microdureza obtenido del material Fe-Al40+0.4at.%B. Podemos también notar que la co-inyección de partículas de Al_2O_3 incrementa el valor de microdureza al material Fe-Al40+0.2at.%B+ Al_2O_3 , este presenta un mayor valor de microdureza entre los tres materiales, (ver Tabla 4.3).



4.3 Sobreatomizado.

4.3.1 Morfología del sobreatomizado.

Para el estudio de la morfología del sobreatomizado, se analizó el comportamiento en tres zonas durante el proceso de cribado, escogiendo la criba más gruesa, la más fina y la criba media entre estas dos. En la Figura 4.13 se muestra el comportamiento del sobreatomizado presentado en los tres materiales. Normalmente el sobreatomizado resultante de una atomización mediante un gas inerte exhibe una morfología esferoidal [20], como el que se muestra en el análisis del sobreatomizado realizado en la criba más fina, características totalmente de una morfología esferoidal, en la criba media la morfología presentada en el sobreatomizado es mezclada, esferoidal y de hojuelas alargadas pero predominando la forma de hojuelas alargadas, y en la criba más gruesa el sobreatomizado presenta una sola morfología la de hojuelas alargadas.

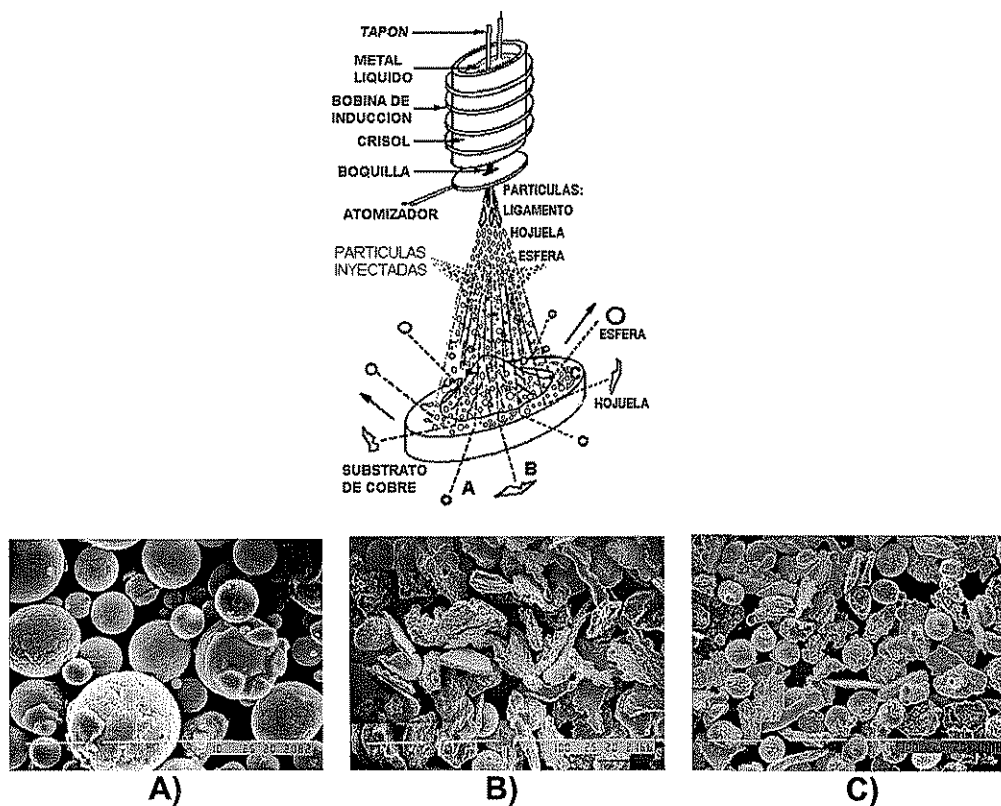
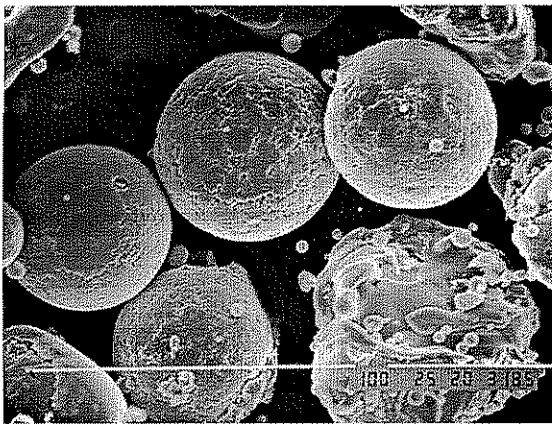


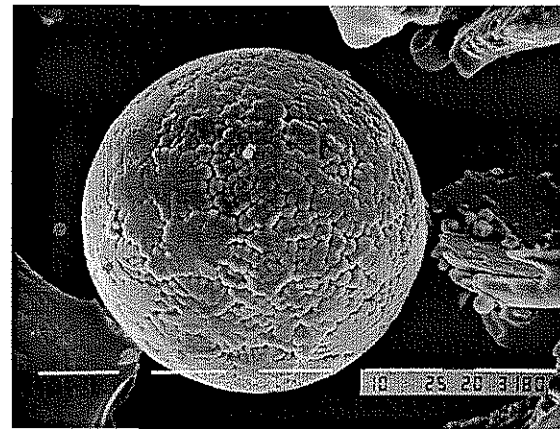
Figura 4.13 Morfología del sobreatomizado. A) Forma esferoidal, B) Forma de hojuela alargada, C) Forma mezclada esferoidal-hojuela.



Es importante mencionar también lo referente a la microestructura que puede presentar el sobreatomizado al momento del impacto con el substrato, la cual consiste en una ó una combinación de las siguientes morfologías: celular sin brazos secundarios, dendritas y estructuras equiaxiadas, dependiendo de las condiciones de crecimiento del frente de solidificación [21]. En la Figura 4.14 se muestra la microestructura de solidificación del sobreatomizado. En la Figura 4.14(a) se observan partículas de sobreatomizado con una microestructura dendrítica. En la Figura 4.14(b) se observa una sola partícula del sobreatomizado, mostrando con más detalle la microestructura dendrítica, en ella se alcanzan a observar los brazos dendríticos primarios. La presencia de dendritas indica que el material depositado en esta región experimentó un enfriamiento rápido [22, 23, 24].



a)



b)

Figura 4.14 Microestructura del sobreatomizado de partículas con morfología esferoidal. a) Se observa una microestructura dendrítica en varias partículas del sobreatomizado, b) Se muestra con más detalle la microestructura dendrítica en una sola partícula, se alcanzan a observar los brazos dendríticos primarios.

En la Figura 4.15 se muestra la gráfica de la distribución del tamaño del sobreatomizado aproximado de los tres materiales. En esta gráfica se observa el comportamiento de las tres curvas, de la relación entre tamaño de partícula y el % en peso. Las curvas fueron obtenidas de realizar el análisis granulométrico de los polvos sobreatomizados en cada uno de los experimentos. Las partículas más finas presentan una morfología esferoidal y tamaños mayores del sobreatomizado con una morfología



de hojuelas alargadas, así sucesivamente hasta el último valor. Según R. M. German [25] clasifica a las diferentes morfologías, en un rango de tamaño que va desde $10\mu\text{m}$ - $40\mu\text{m}$ - $200\mu\text{m}$ hasta $400\mu\text{m}$. Las de morfología esferoidal tienen un tamaño de $\sim 10\mu\text{m}$ y las de morfología de hojuelas alargadas tienen un tamaño de $\sim 400\mu\text{m}$.

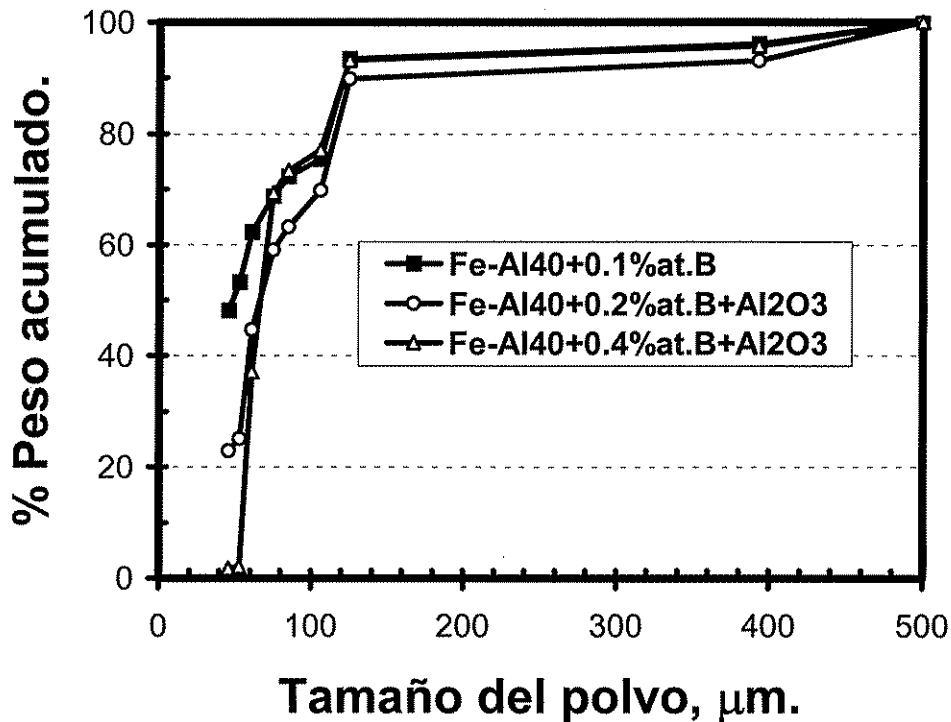


Figura 4.15 Gráfica que muestra el comportamiento de la relación entre el peso y tamaño de las partículas.

4.3.2 Localización de las partículas de alúmina co-inyectadas.

En general la localización final de una partícula en una gota depende de varios factores, tales como: la presión de inyección y temperatura, fluido y resistencia al arrastre durante la penetración y geometría de la partícula. De cualquier modo hay típicamente más de una partícula distribuida adentro de una gota, una masa equivalente puede ser definida como la suma de varias partículas en una gota [26]. De acuerdo a los modelos anteriormente descritos: térmico [27, 28], termodinámico [29] y cinético [30, 31]. Los tres



modelos predicen el atrapamiento de las partículas de Al_2O_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 esta 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 de Al_2O_3 penetran al interior de las gotas durante el proceso de co-inyección y la microestructura resultante es una distribución homogénea de las partículas de refuerzo; localizadas principalmente en el interior de los granos, como resultado del atrapamiento de las partículas por el frente de la solidificación predicha por los modelos descritos. En la Figura 4.16 se muestra la evidencia del atrapamiento de partículas de Al_2O_3 en el interior de las gotas atomizadas, indicadas por las flechas, que no se integraron en el material final, el cual tiene forma de un cono gaussiano.

Otra característica importante que cabe mencionar es el efecto del choque térmico. Sucede que una partícula de refuerzo en este caso de Al_2O_3 de tamaño grande suministra un efecto de choque térmico grande, incrementando la probabilidad de nucleación. Esas partículas grandes son probables que induzcan la nucleación en la superficie donde la partícula inicialmente viene en contacto con la gota, y consecuentemente queda en la superficie externa. Sin embargo para las partículas de Al_2O_3 pequeñas, el efecto del choque térmico no es muy efectivo y la partícula no actuaría como catalizador de nucleación, pero puede penetrar en el interior de la gota. Aquí la partícula interactuaría con la solidificación hasta la terminación de la solidificación [26]. En la Figura 4.17 se muestra la evidencia de este fenómeno, en ella se observa a las partículas grandes de Al_2O_3 que quedan ancladas en la superficie externa de las gotas atomizadas que no se integraron en el material final, indicadas por las flechas, el cual tiene forma de un cono gaussiano.

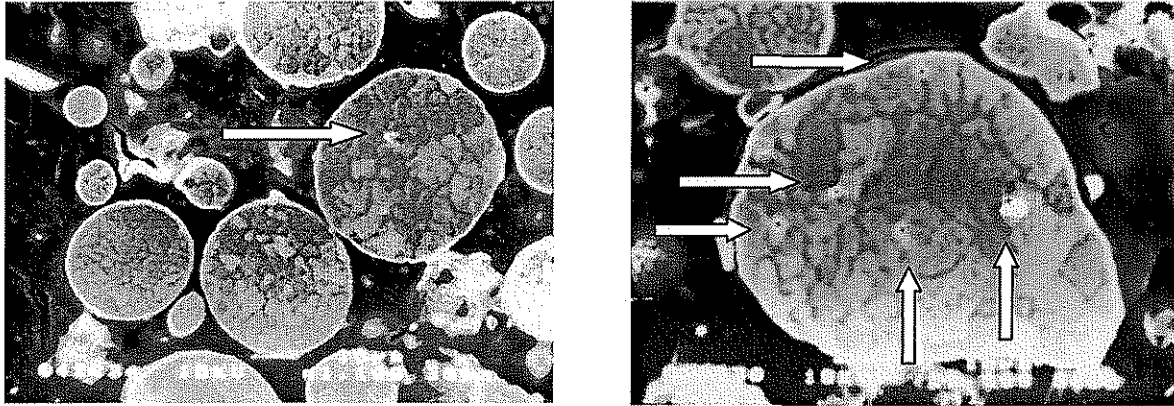


Figura 4.16 Análisis de la sección transversal de algunos polvos del sobreatomizado. Se observan partículas de alúmina en el interior de los polvos, confirmando la penetración de las partículas de alúmina durante el tiempo de vuelo desde la boquilla de inyección hasta el sustrato enfriado por agua.

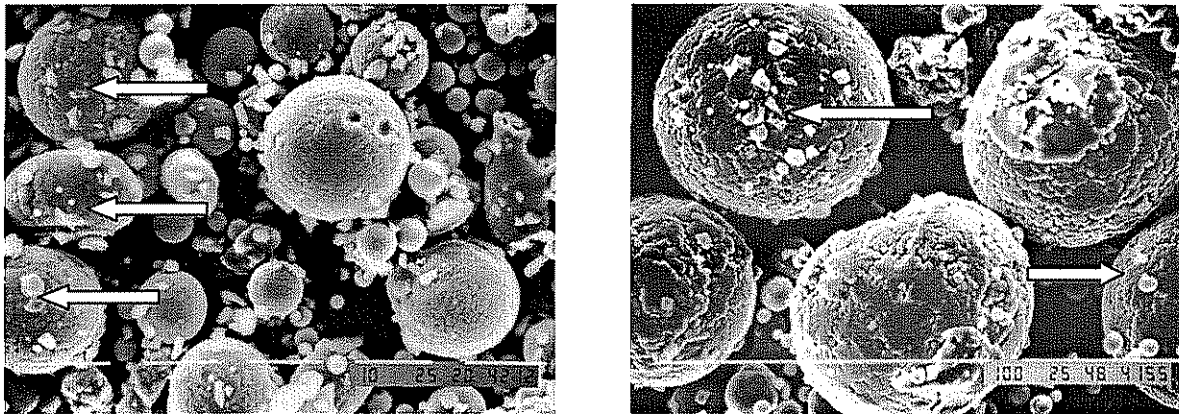


Figura 4.17 Análisis de la superficie exterior de los polvos del sobreatomizado. Se observan partículas de alúmina en la superficie exterior de los polvos, confirmando el anclamiento de las partículas de tamaño grande en la superficie externa.

De los resultados obtenidos del sobreatomizado mencionados anteriormente, podemos afirmar que durante el proceso de co-inyección de las partículas de Al_2O_3 , estas penetran dentro de las gotas, las de mayor tamaño quedan atrapadas en el exterior de la gota. Resultando en una mejor microestructura, con partículas uniformemente distribuidas en el interior de los granos, como resultado del atrapamiento de las partículas por el frente de solidificación; como fue predicho por los modelos de atrapamiento de partículas.



4.4 Difracción de Rayos X.

Mediante la técnica de Difracción los rayos X, se obtuvieron los espectros uno para cada material. En la Figura 4.18 se muestra el difractograma obtenido del material Fe-Al40+0.1at.%B, en el cual se identifican los planos de cada pico correspondientes a la estructura B2 del sistema FeAl. En la Figura 4.19 se muestra el difractograma obtenido del material Fe-Al40+0.2at.%+Al₂O₃, en el cual se identifican los planos de cada pico correspondientes a la estructura B2 del sistema FeAl. En la Figura 4.20 se muestra el difractograma obtenido del material Fe-Al40+0.4at.%+Al₂O₃, en el cual se identifican los planos de cada pico correspondientes a la estructura B2. Comprobando de esta manera que a pesar de haberse fabricado los tres materiales por el proceso de atomización-depositación, que implica una alta velocidad de solidificación, sigue prevaleciendo la estructura ordenada B2 y no la fase desordenada α , tarjetas 33-20 y 45-982 del JCPDS [32]. El silicio que aparece en los tres difractogramas, corresponde al Si empleado como estandar en los análisis de difracción de rayos X, para realizar las mediciones de las distancias interplanares del FeAl.

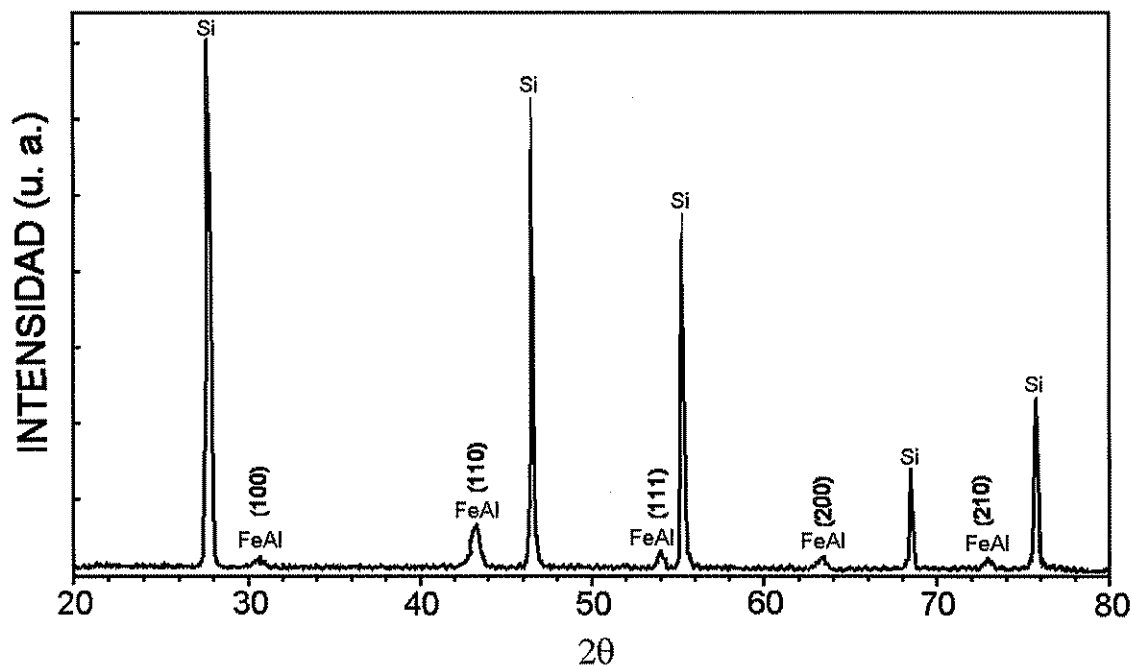


Figura 4.18 Espectro de difracción de rayos x del material Fe-Al40+0.1at.%B. En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.

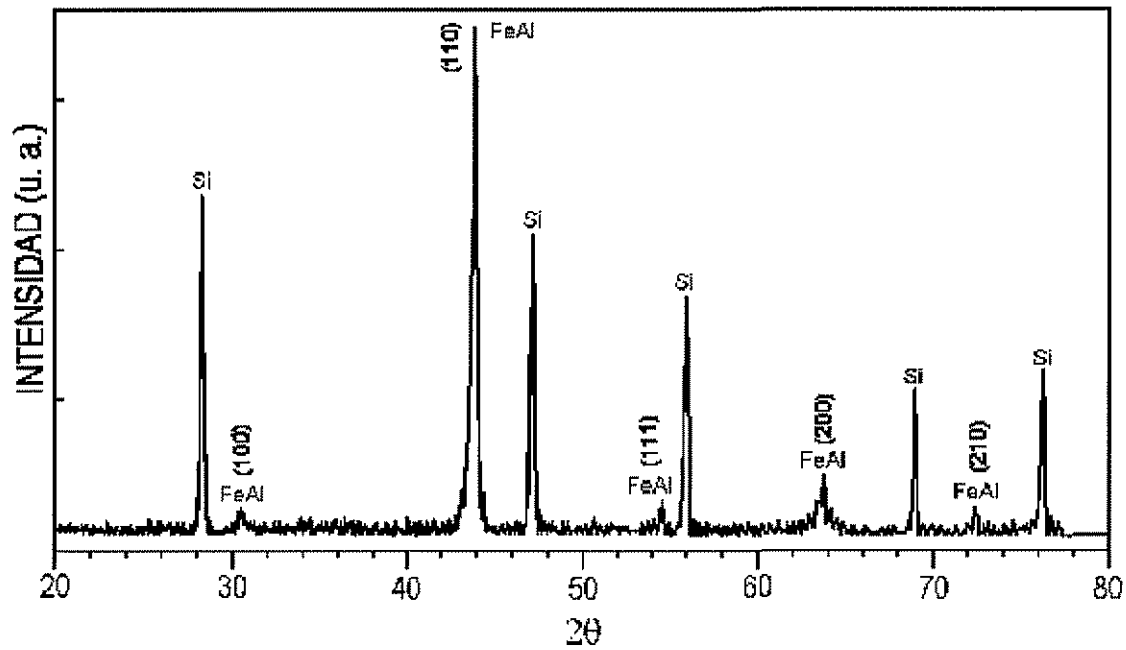


Figura 4.19 Espectro de difracción de rayos x del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃. En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.

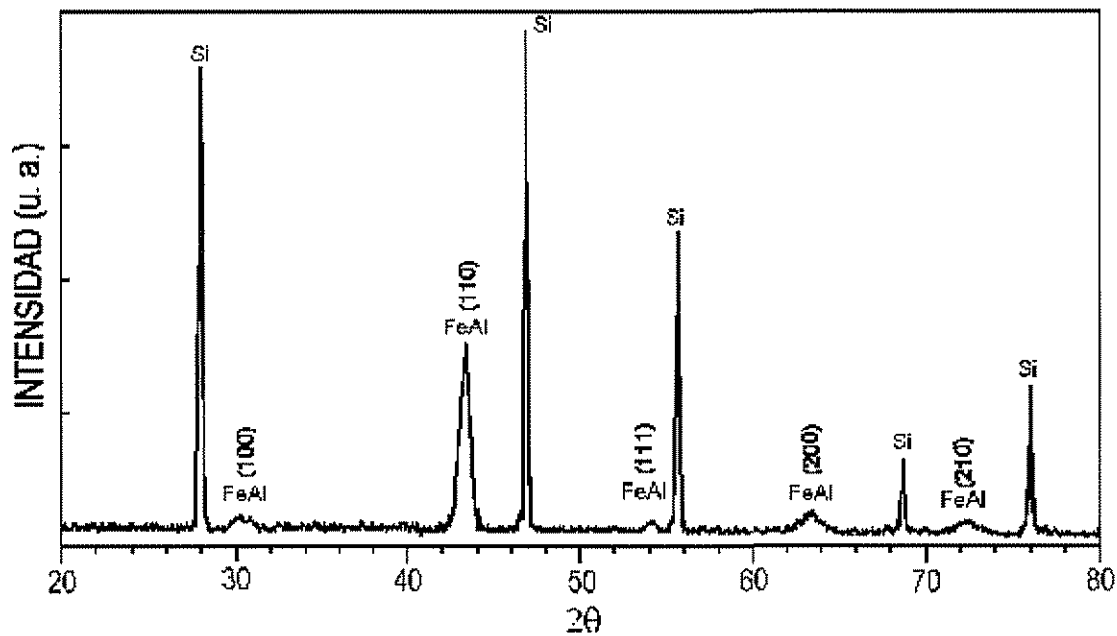


Figura 4.20 Espectro de difracción de rayos x del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃. En este espectro se indican los picos que corresponden a la estructura B2.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

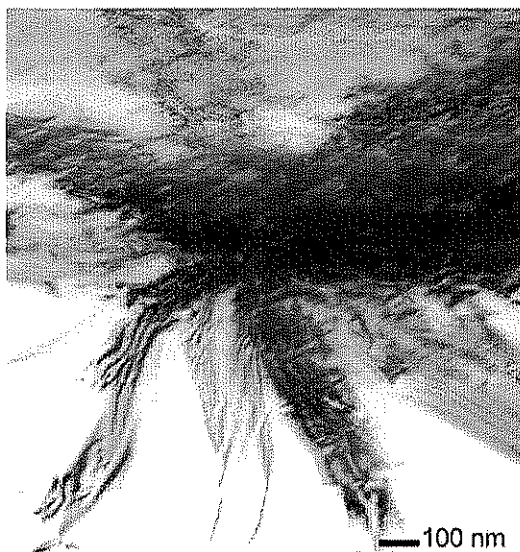


4.5 Microscopia Electrónica de Transmisión.

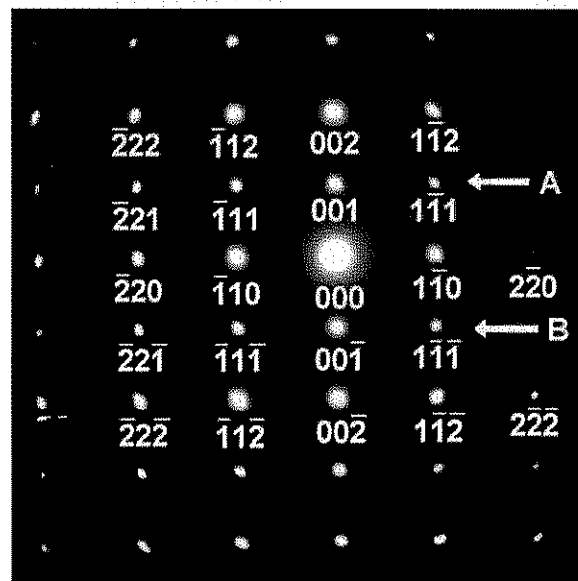
En la Figura 4.21 se muestra la indexación de un patrón de difracción del material Fe-Al40+0.1at.%B. En la Figura 4.21(a) se observa el contorno de extinción y en la figura 4.21(b) se muestra su patrón de difracción, el cual corresponde a la dirección [110]. En el patrón de difracción se observan líneas de puntos con una mayor y menor intensidad, estos últimos corresponden a la super-red de la estructura B2, se indican con las letras A y B en el patrón de difracción. El patrón de difracción fue indexado como se muestra en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Análisis del patrón de difracción de la figura 4.21

Vector	Radio cm	R ²	Relación	Angulo	Índices posibles	Índices especifico	Angulo
OX	0.9833	0.9668	2	OY=36°	{1 1 0}	(1 $\bar{1}$ 0)	(1 $\bar{1}$ 1) = 35.27°
OY	1.225	1.50	3	OZ=54°	{1 1 1}	(1 $\bar{1}$ 1)	(001) = 54.73°
OZ	0.72	0.5184	1	OX=90°	{1 0 0}	(001)	(1 $\bar{1}$ 0) = 90°



a)



b)

Figura 4.21 Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.1at.% B. (a) Se observa el contorno de extinción y (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].



En la Figura 4.22 se observan dislocaciones presentes en la matriz, dentro de estas dislocaciones resalta la aparición de una dislocación de tornillo, idéntica a la reportada en la literatura [33], fenómeno que ocurre cuando dos dislocaciones se mueven en planos distintos y se interceptan, se forma un escalón o codo en la línea de la dislocación. Usualmente este codo tiene un carácter diferente (es decir, si la dislocación es de borde, el codo es de tornillo), lo que hace que el codo no se deslice junto con la dislocación. Este tipo de dislocación de tornillo se ha encontrado que es metaestable en el sistema FeAl con estructura B2, identificándola completa en la dirección $\langle 111 \rangle$ en simulaciones realizadas [42].

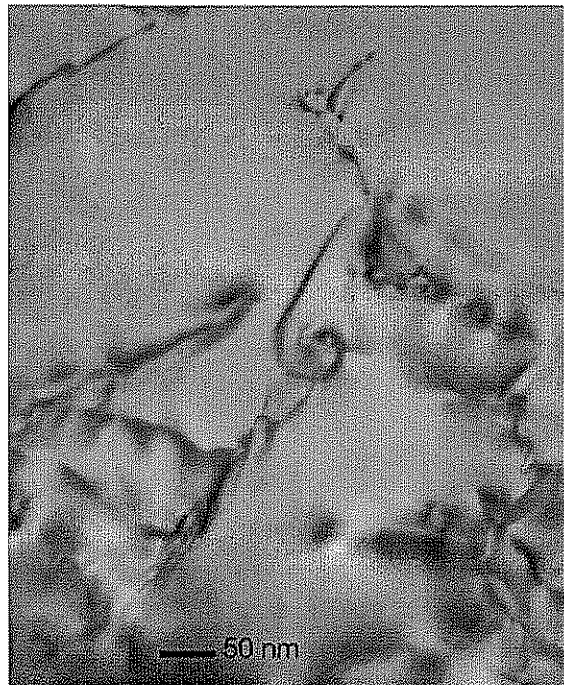


Figura 4.22 Muestra la dislocación de tornillo, junto con otras dislocaciones.

En la fase B2 la cual implica un ordenamiento, la configuración de la dislocación puede teóricamente consistir de dos dislocaciones $1/2a_0 \langle 111 \rangle$ unidas por un límite de antifase $1/2a_0 \langle 111 \rangle$, donde a_0 es el parámetro de red de la celda unitaria B2 [43]. De acuerdo a esta teoría se realizó el análisis de dislocaciones, aplicando el criterio de invisibilidad para determinar si son visibles o invisibles. Para determinar el criterio de invisibilidad \mathbf{b} ,



el $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ fue aplicado a varias reflexiones fundamentales mostradas en la Tabla 4.5, por ejemplo en la figura 4.23 comienza este análisis, la Figura 4.23(a) muestra la reflexión en el plano (000), en ella se observan dislocaciones presentes en la matriz y en la Figura 4.23(b) su patrón indexado en la dirección [111], además se marcan los seis puntos de análisis correspondientes a la familia de planos {110}.

Tabla 4.5 Muestra el criterio de invisibilidad para las dislocaciones $\langle 111 \rangle / 2$ aplicado en la reflexión indicada.

		$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$			
		$\pm \frac{1}{2} [111]$	$\pm \frac{1}{2} [\bar{1}11]$	$\pm \frac{1}{2} [1\bar{1}1]$	$\pm \frac{1}{2} [11\bar{1}]$
\mathbf{G}	\mathbf{B}				
	$[0\bar{1}1]$		0	0	1
$[1\bar{1}0]$		0	-1	1	0
$[10\bar{1}]$		0	0	0	1
$[01\bar{1}]$		0	0	-1	1
$[\bar{1}10]$		0	1	-1	0
$[\bar{1}01]$		0	1	0	-1
$[001]$		$\pm 1/2$	$\pm 1/2$	$\pm 1/2$	$\pm (-1/2)$
$[010]$		$\pm 1/2$	$\pm 1/2$	$\pm (-1/2)$	$\pm 1/2$
$[00\bar{1}]$		$\pm (-1/2)$	$\pm (-1/2)$	$\pm (-1/2)$	$\pm 1/2$
$[0\bar{1}0]$		0	$\pm (-1/2)$	$\pm 1/2$	$\pm (-1/2)$

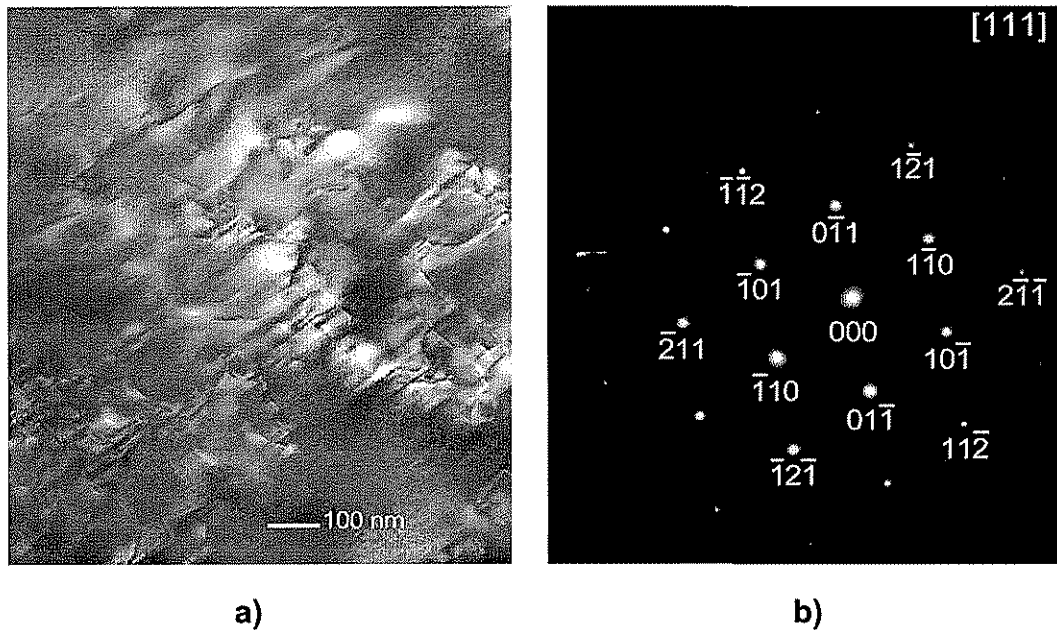


Figura 4.23 a) Dislocaciones en la matriz, zona en el plano (000) y b) patrón indexado en la dirección [111].

En la Figura 4.24(a) se observa una gran densidad de dislocaciones, en el cual se aplicó el criterio de invisibilidad con $g = [0\bar{1}\bar{1}]$ y un vector de Burgers $b = \pm 1/2[\bar{1}\bar{1}1]$ dando como resultado $g \cdot b = 0$, este resultado nos indica que la dislocación analizada en este punto no es visible, analizando la Figura 4.24(b) también se observa una gran densidad de dislocaciones, que al aplicar el criterio de invisibilidad con $g = [\bar{1}0\bar{1}]$ y un vector de Burgers $b = \pm 1/2[\bar{1}\bar{1}1]$ se obtiene un valor de $g \cdot b = 1$, este resultado indica que la dislocación analizada en este punto es visible, esta dislocación es indicada con una flecha en la imagen. Finalmente este análisis obtenido comprueban la consistencia del análisis realizado, aplicando de la misma forma el criterio de invisibilidad reportados en la literatura [44].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

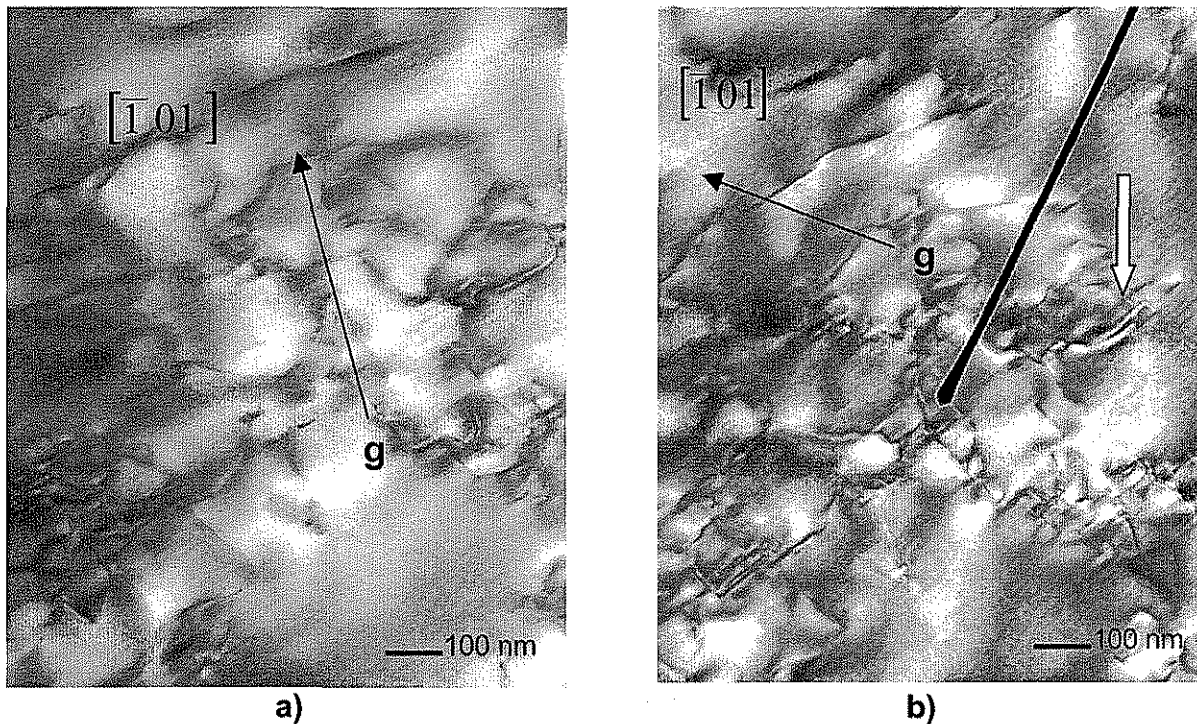


Figura 4.24(a) Dislocaciones junto con la dislocación no visible en esa dirección y (b) dislocaciones junto con la dislocación visible en esa dirección indicada por la flecha blanca.

Nuevamente se realizó un análisis en las dislocaciones mostradas en la Figura 4.25(a), basado en el criterio de invisibilidad $\mathbf{b} \cdot \mathbf{g} = 0$ aplicado a varias reflexiones fundamentales mostradas en la Tabla 4.5, este análisis comienza en la Figura 4.25(a) en la que se observan dislocaciones presentes en la matriz, siendo esta reflexión en el plano (000), y en la Figura 4.25(b) se muestra su patrón indexado en la dirección [100], además se marcan los cuatro puntos de análisis correspondientes a la familia de planos {100}.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

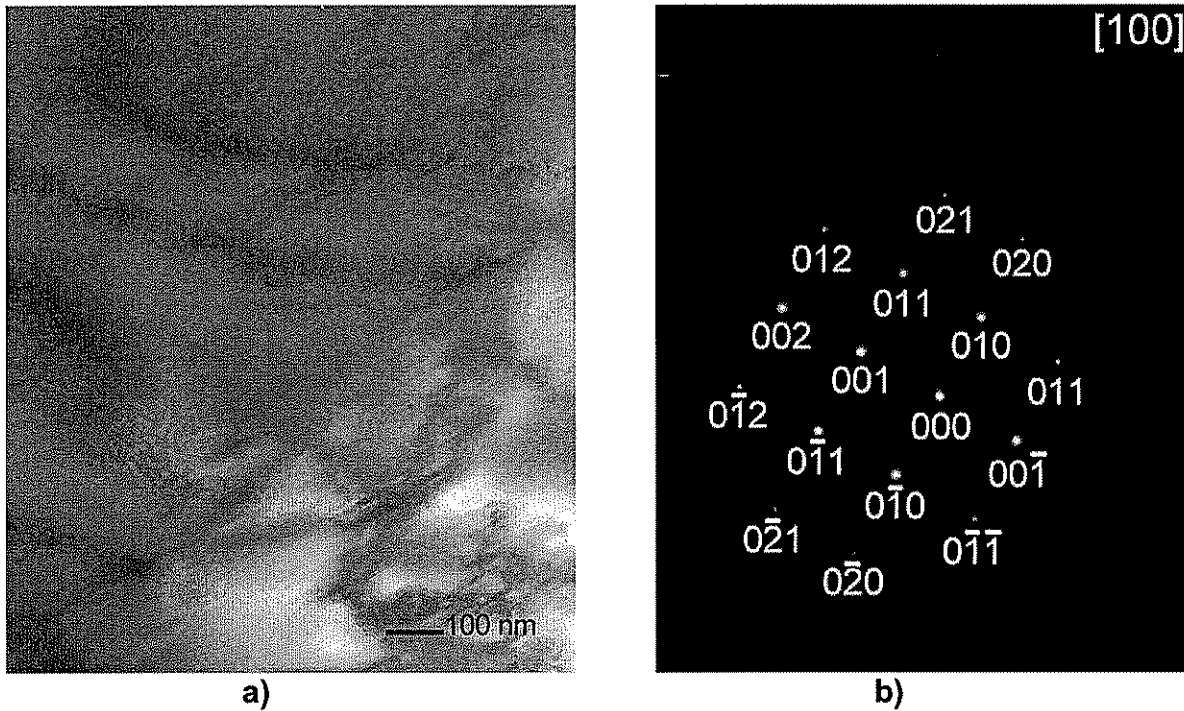


Figura 4.25 a) Dislocaciones en la matriz, zona en el plano (000) y b) patrón indexado en la dirección [100].

En la Figura 4.26(a) se observa dislocaciones, en la cual se aplicó el criterio de invisibilidad con $[0\bar{1}0]$ y un vector de Burgers $b = \pm 1/2[111]$ dando como resultado $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, este resultado nos indica que la dislocación analizada en este punto no es visible, analizando la Figura 4.26(b) también se observan algunas de dislocaciones, que al aplicar el criterio de invisibilidad con $g = [010]$ y un vector de Burgers $b = \pm 1/2[111]$ se obtiene un valor de $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \pm 1/2$, este resultado indica que la dislocación analizada en este punto es visible, esta dislocación es indicada con una flecha en la imagen. Finalmente este análisis obtenido comprueba la consistencia del análisis realizado, de acuerdo al criterio de invisibilidad reportado en la literatura [44].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

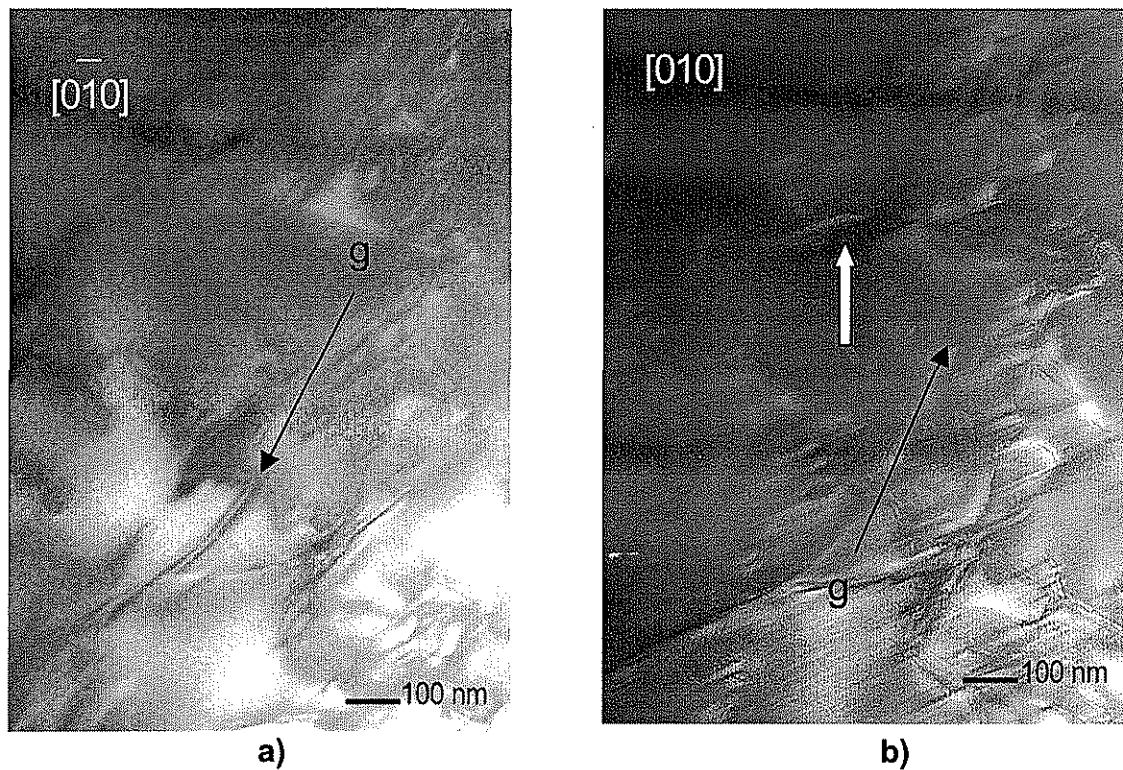


Figura 4.26(a) Dislocaciones junto con la dislocación no visible en esa dirección y (b) dislocaciones junto con la dislocación visible en esa dirección indicada por la flecha blanca.

En la Figura 4.27 se muestra la indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃. En la Figura 4.27(a) se observa el contorno de extinción y en la Figura 4.27(b) se muestra su patrón de difracción, el cual corresponde a la dirección [110]. En el patrón de difracción se observan líneas de puntos con una mayor intensidad y menor intensidad, estos últimos corresponden a la super-red de la estructura B2, se indican con las letras A y B en el patrón de difracción. El patrón de difracción de la Figura 4.27 fue indexado como se muestra en la Tabla 4.6.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Tabla 4.6. Análisis del patrón de difracción de la figura 4.27

Vector	Radio Cm	R ²	Relación	Angulo	Índices posibles	Índice especifico	Angulo
OX	1.0	1.0	2	OY=36°	{1 1 0}	(1 $\bar{1}$ 0)	(1 $\bar{1}$ 1) = 35.27°
OY	1.225	1.50	3	OZ=54°	{1 1 1}	(1 $\bar{1}$ 1)	(001) = 54.73°
OZ	0.7142	0.510	1	OX=90°	{1 0 0}	(001)	(1 $\bar{1}$ 0) = 90°

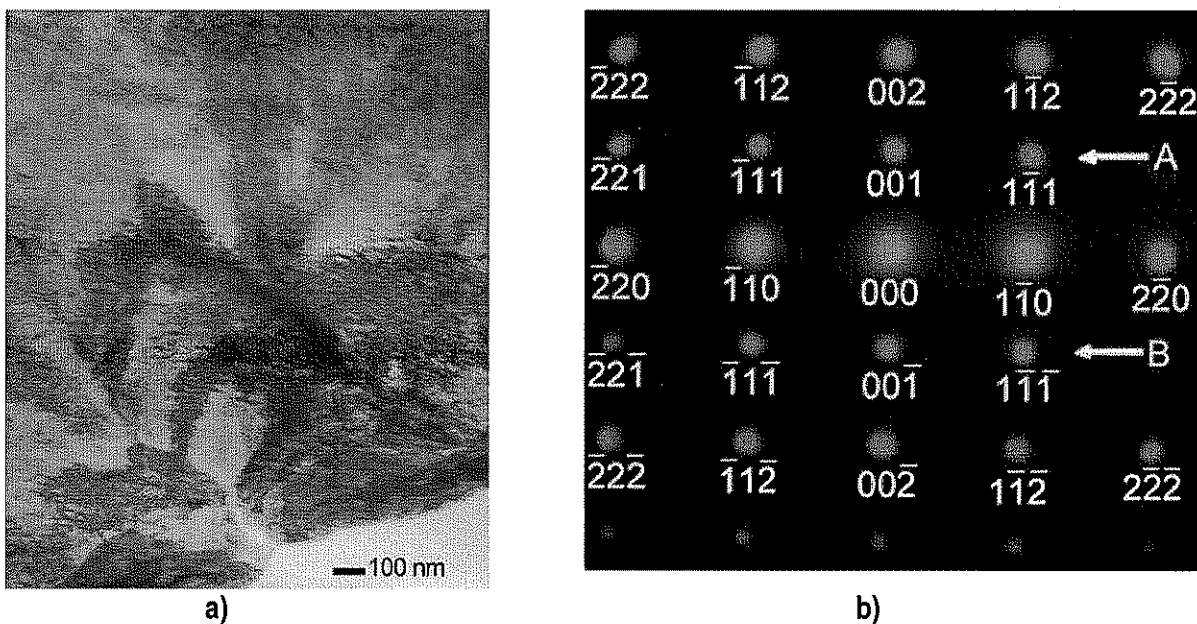


Figura 4.27 Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃. (a) Se observa el contorno de extinción y (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].

En la Figura 4.28 se muestra la indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃. En la Figura 4.28(a) se observa un contorno de extinción y en la Figura 4.28(b) se muestra su patrón de difracción, el cual corresponde a la dirección [110]. En el patrón de difracción se observan líneas de puntos con mayor y menor intensidad, estos corresponden a la super-red de la estructura B2, se indican con las letras A y B en el patrón de difracción. El patrón de difracción de la figura 4.28 fue indexado como se muestra en la tabla 4.7.

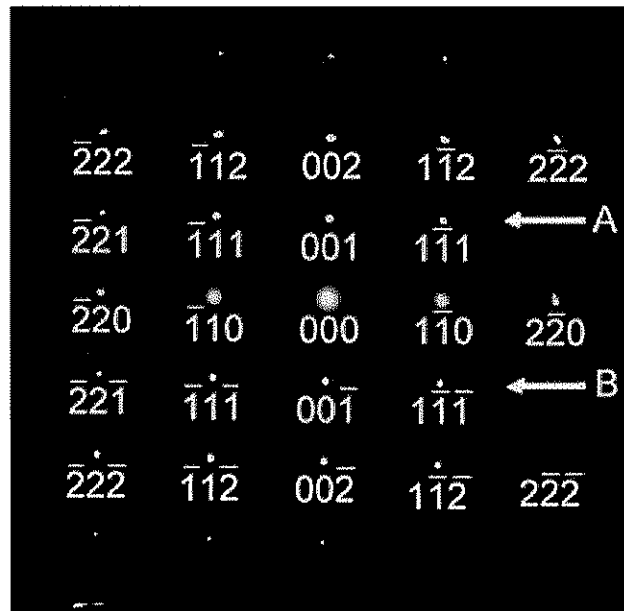


Tabla 4.7. Análisis del patrón de difracción de la figura 4.28

Vector	Radio Cm	R ²	Relación	Angulo	Índices posibles	Índice específico	Angulo
OX	1.233	1.52	2	OY=35°	{1 1 0}	(1 $\bar{1}$ 0)	(1 $\bar{1}$ 1) = 35.27°
OY	1.525	2.32	3	OZ=54°	{1 1 1}	(1 $\bar{1}$ 1)	(001) = 54.73°
OZ	0.866	0.750	1	OX=90°	{1 0 0}	(001)	(1 $\bar{1}$ 0) = 90°



a)



b)

Figura 4.28 Indexación del patrón de difracción del material Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃. (a) Se observa el contorno de extinción y en (b) su patrón de difracción correspondiente a la dirección [110].

De los resultados obtenidos de microscopía electrónica de transmisión, mencionados anteriormente podemos afirmar que sigue prevaleciendo la estructura B2, en los tres materiales atomizados y depositados, utilizados en esta investigación.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



4.6 Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución [45].

Mediante la técnica de HRTEM se logró identificar varias fases en el compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al₂O₃. La Figura 4.29(a) muestra las nanopartículas encontradas en la matriz del Fe-Al40+0.4at. %B+Al₂O₃, esas partículas tienen tamaños alrededor de 10 nm a 40 nm de diámetro. La Figura 4.29(b) muestra una imagen de alta resolución, en la cual se observa la matriz B2 del compuesto intermetálico Fe-Al40.

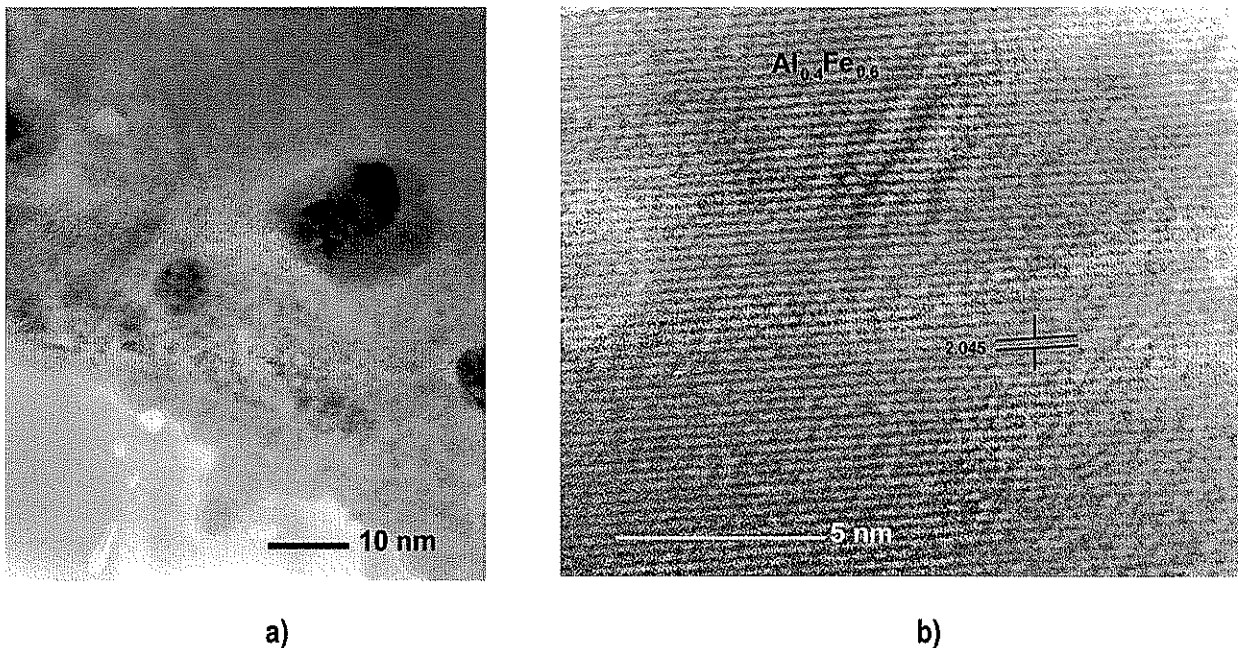


Figura 4.29. a) Nanopartículas presentes en la matriz del Fe-Al40. b) Imagen de HRTEM que muestra la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40.

La presencia de nanopartículas en la matriz del Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃ es de diferentes clases y son asociadas a diferentes fenómenos. Las Figuras 4.30 y 4.31 muestran una imagen de alta resolución, en la cual se observa la presencia de pequeñas partículas de α -Al₂O₃ localizadas en la matriz del compuesto intermetálico. La Figura 4.30 muestra las partículas de α -Al₂O₃ observadas en la dirección $[1\bar{1}00]$ y la Figura 4.31 muestra las partículas de α -Al₂O₃ observadas en la dirección $[\bar{1}100]$.



La presencia intergranular de esas partículas pequeñas es asociada a una ligera oxidación durante el proceso de atomización y debido también a que esta fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ presenta una mayor estabilidad que las fases: Chi, Eta, Gamma, Kappa, Theta, Delta [34]. Esta fase se identificó utilizando las tarjetas JCPDS [35], sin embargo se menciona en la literatura, que en la identificación de fases de Al_2O_3 se ha presentado algo de dificultad, debido a los espacios reticulares idénticos que tienen las fases $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ y $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$, tanto puede ocurrir una como la otra [36].

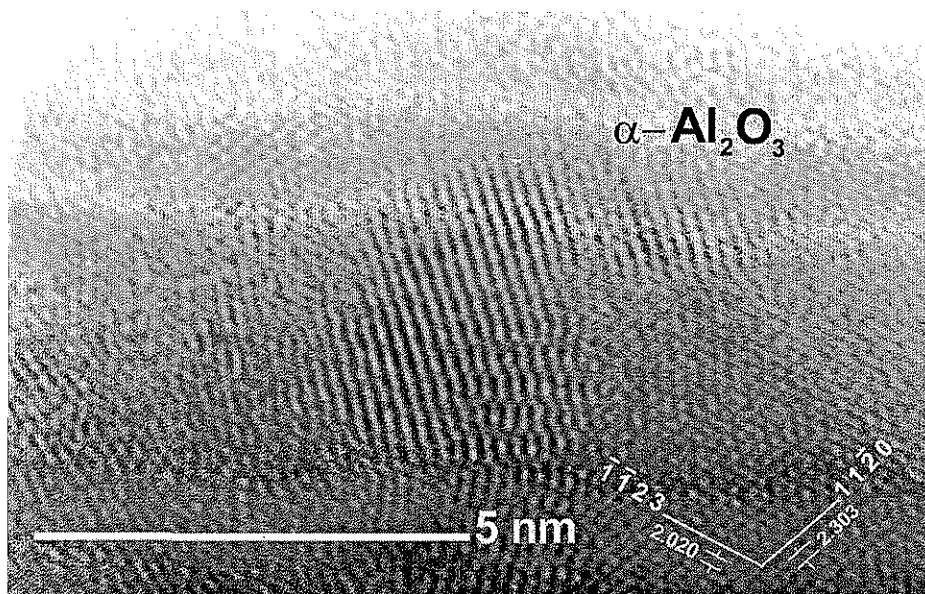


Figura 4.30 Imagen de HRTEM que muestra nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la dirección $[1 \bar{1} 00]$, en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+ Al_2O_3 .

Los boruros identificados por HRTEM fueron Fe_3B y FeB . La Figura 4.32 muestra una imagen de alta resolución, en la cual se observan nanopartículas de Fe_3B en la dirección $[3\bar{7}\bar{1}]$, y en la Figura 4.33 se observan nanopartículas de FeB en la dirección $[1\bar{1}2]$. Estudios previos en este compuesto intermetálico encontraron que la adición de B, resulta en la formación de precipitados de Fe_2B y una fase tetragonal [37, 38]. El Fe_2B no se encontró dentro de estos precipitados. Esto es posible por la temperatura de solubilidad de esta clase de precipitados, que se encuentra aproximadamente entre 1050 y 1100°C [39].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

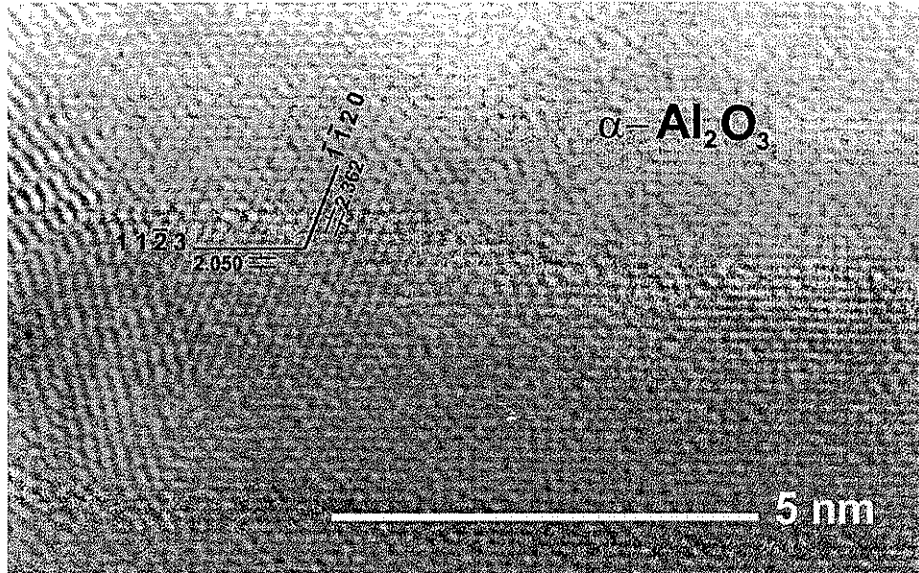


Figura 4.31 Imagen de HRTEM que muestra nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la dirección $[\bar{1}100]$, en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al₂O₃.

De acuerdo con los resultados encontrados por Pang y Kumar [39], ellos encontraron que esa fase no precipita en ambas condiciones, enfriamiento rápido y enfriamiento en aire. Sin embargo no hay evidencia de la fase tetragonal. Se cree que esa fase es un precursor de la fase Fe₂B [39]. Existen diagramas de fase que indican que solo los boruros pobres en contenido de aluminio (FeB y Fe₂B) deben formarse en sistemas ternarios FeAlB [40]. De acuerdo con Bystrzycki y Varin [41], la clase de boruros no son bien identificados y la formación del estado de esos boruros no está bien establecido. Ellos encontraron boruros de 4-8 μm en una aleación de FeAl45 con bajo contenido de B. El Fe₃B es una fase metaestable que es posible se forme durante el proceso de solidificación rápida.

De los resultados obtenidos de HRTEM, podemos afirmar que se identificó la presencia de nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at. %B+Al₂O₃. Podemos mencionar también que el proceso de atomización-depositación no es suficiente para inhibir la precipitación del B en el compuesto intermetálico Fe-Al40. Los boruros formados no son Fe₂B como se esperaba en condiciones de equilibrio. Los boruros identificados mediante HRTEM fueron Fe₃B y FeB. El proceso de solidificación en el proceso de atomización-depositación influyó en este resultado obtenido.

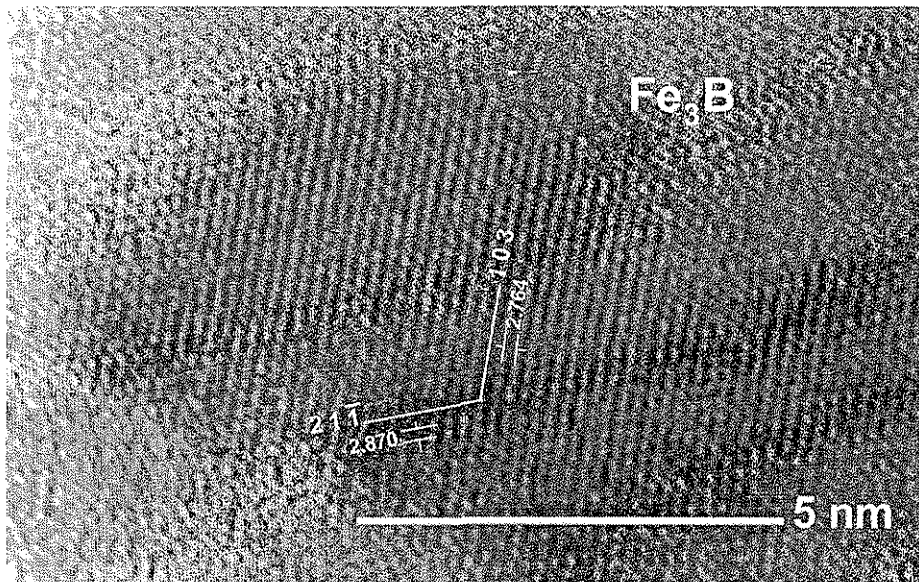


Figura 4.32 Imagen de HRTEM que muestra la identificación de nanopartículas de Fe_3B en la matriz del compuesto intermetálico $\text{Fe-Al40}+0.4\text{at. \%B}+\text{Al}_2\text{O}_3$, en la dirección $[3\bar{7}\bar{1}]$.

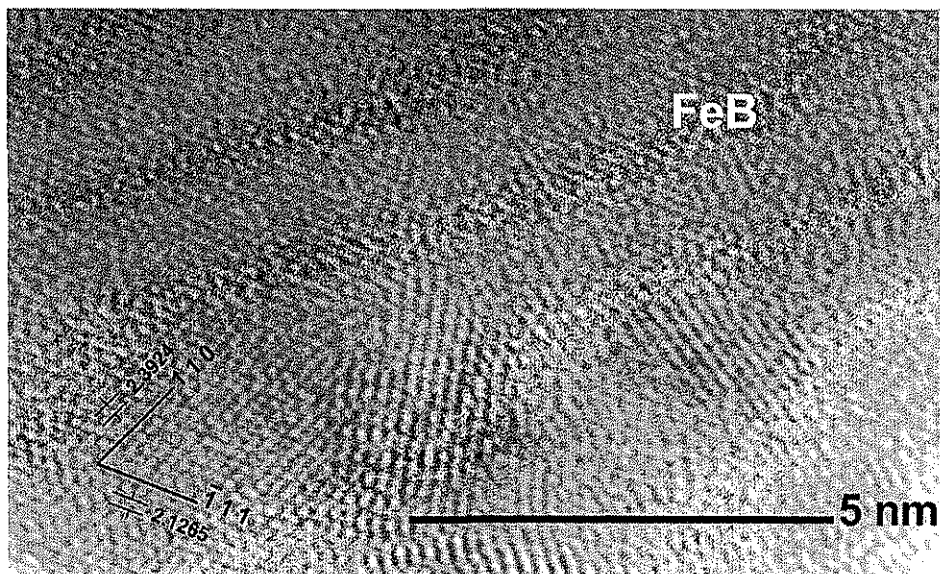


Figura 4.33 Imagen de HRTEM que muestra la identificación de nanopartículas de FeB en la matriz del compuesto intermetálico $\text{Fe-Al40}+0.4\text{at. \%B}+\text{Al}_2\text{O}_3$, en la dirección $[1\bar{1}2]$.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



4.7 REFERENCIAS

1. B. 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, pp. 6-15, (1994).
2. M. Ferry, P. R. Munroe, and A. Crosky, *Scripta Metall.*, Vol. 28, 1235, 1993.
3. P. S. Grant, B. Cantor and L. Katgerman, "Modelling of Droplet Dynamic and Thermal Histories during Spray Forming-II. Effect of Process parameters", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 41, pp. 3109-3118, 1993.
4. E. J. Lavernia, M. Gutierrez, J. Szekely, and N. J. Grant, *Int. J. Rapid Solidif.*, 4, 89, 1988.
5. E. J. Lavernia and X. Liang, *Rev. in Particulate Mater.*, 2, 3, 1994.
6. Yizhang Zhou, Yue Wu, and E. J. Lavernia, "Process modeling in spray deposition: a review", *International Journal of Non-Equilibrium Processing*, Vol. 10, pp. 95-183, 1997.
7. K. M. Chang, "Tensile and Impact Properties of Directionally Solidified Fe-40Al Intermetallic", *Metallurgical Transactions A*, March 15, 1990.
8. H. Xiao and I. Baker, "The Temperature Dependence of the Flow and Fracture of Fe-40Al", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 28, pp. 1411-1416, 1993.
9. M. A. Crimp and R. Vedula, "Room-Temperature Deformation of Single-Crystal B2 Fe-Al Alloys: The Effect of Stoichiometry and Cooling Rate", *Philosophical Magazine A*, Vol. 63, No. 3, 1991.
10. Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, "Deformation of FeAl Single Crystals at High Temperatures", *Philosophical Magazine A*, Vol. 41, No. 4, 1980.
11. Sir Peter Hirsch, et. Al. "Electron Microscopy of thin Crystals", Publishing Company, Huntington, New York.
12. Anna Fraczkiewicz, Anne-Sophie Gay, Michel Biscondi, "On the boron effect in FeAl (B2) intermetallic alloys", *Materials Science and Engineering*, A258, pp. 108-114, 1998.
13. A. Saigal and G. Leisk, *Comp. Eng.*, 5, 129, 1995.
14. C. T. Liu and E. P. George, "Environmental Embrittlement in Boron-Free and Boron-Doped Fe-Al (40at.%Al)", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 24, pp. 1285-1290, 1990.
15. L. M. Pike and C.T. Liu, "The effect of Boron Doping on the Hall-Petch Slope of FeAl (40at.%Al)", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 25, pp. 2757-2761, 1991.
16. G. Webb, P. Juliet and A. Lefort, "Optimization of the Boron Content in FeAl(40at.%) Alloys", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 28, pp. 769-772, 1993.
17. I. Baker, O. Klein, C. Nelson and E. P. George, "Effects Boron and Grain Size on the Strain-Rate Sensitivity of Fe-45Al", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 30, No. 7, pp. 863-868, 1994.
18. I. Baker, "Flow and Fracture of FeAl", *Processing, Properties, and Applications of Iron Aluminides*, Edited by J. H. Schneibel and M. A. Crimp, TMS Symp. Proc., pp. 101-113, 1994.



19. J. W. Cohron, Y. Lin, R. H. Zee and E. P. George, "Room-Temperature Mechanical Behavior of FeAl: Effects of Stoichiometry, Environment, and Boron Addition", *Acta mater*, Vol. 46, No. 17, pp.6245-6256, 1998.
20. E. J. Lavernia, T. S. Srivatsan, R. H. Rangel, "Atomization of Alloy Powders", *Atomization and Sprays*, vol. 2, pp. 253-274, 1992.
21. J. M. Marinkovich, F. A. Mohamed, J. R. Pickens and E. J. Lavernia, "The Spray Atomization and Deposition of Weldalite 049", *JOM*, September 1989.
22. J. P. Delplanque, W. D. Cai, R. H. Rangel and E. J. Lavernia, "Spray Atomization and Deposition of Tantalum Alloys", *Acta Mater.* Vol. 45, No. 12, pp. 5233-5243, 1997.
23. E. J. Lavernia and Wu, Y., "Spray Atomization and Deposition", John Wiley & Sons, New York, 1996.
24. E. Gutierrez Miravete, E. J. Lavernia, G. M. Trapaga, J. Szekely, and N. J. Grant, "A Mathematical Model of the Spray Deposition Process", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 20A, pp. 71-85, 1989.
25. R. M. German, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 1984.
26. Q. Zhang, R. H. Rangel and E. J. Lavernia, "Nucleation phenomena during co-injection of ceramic particulates into atomized metal droplets", *Acta Metall. Mater.*; Vol. 44, pp. 3693-3703, 1996.
27. D. Coupard, F. Girot, and J. Quenisset, *J. of Mat. Synth. And Proc.*, 3, 203, (1995).
28. D. Coupard, F. Girot, and J. Quenisset, *J. of Mat. Synth. And Proc.*, 3, 191, (1995).
29. G. F. Bolling and J. Cisse, *J. Crys. Growth*, 10, 56, (1971).
30. D. M. Stefanescu, B. K. Dhindaw, S. A. Kacar, and A. Moitra, "Behavior of Ceramic Particles at the Solid-Liquid Metal Interface in Metal Matrix Composites", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 19A, pp. 2847-2855, 1988.
31. D. M. Stefanescu, R. V. Phainikar, H. Pang, S. Ahuja and B. K. Dhindaw, *ISIJ Int.*, 35, 700, (1995).
32. Selected Powder Diffraction Data for Metals and Alloys, International Center for Diffraction Data, JCPDS, Swarthmorese 16, 1978.
33. Sir Peter Hirsch, et. at. Robert E. Krieger, "Electron Microscopy of thin Crystals", Publishing Company, Huntington, New York.
34. Karl Wefers and Chanaicya Misra, "Oxides and Hydroxides of Aluminum", Alcoa Technical Paper No. 19, Revised, Alcoa Laboratories, 1987.
35. JCPDS, cards 45-982, 7-361, 39-426, 32-463 and 39-1316.
36. E. Arzt and J. Rosler, "High Temperature Deformation of Dispersion Strengthened Aluminum Alloys", *The Minerals, Metals & Materials Society*, 1988.
37. D. J. Gaydosch, S. L. Draper, M. V. Nathal, *Metall. Trans.* 20A, p. 1701, 1989.
38. L. Pang and K. S. Kumar, *Phil. Mag. Lett.*, p. 323, 1987.
39. L. Pang and K. S. Kumar, *Mat. Sci. Eng.*, A258, p. 161, 1998.
40. E. Cadel, D. Lemarchand, A. S. Gay, A. Franczkiewicz and D. Blavette, *Scr. Mat.* 41, p. 421, 1999.
41. J. Bystrzycki and R. A. Varin, *Mat. Sci. Eng.*, p. 151, 1999.
42. C. Vailhe and D. Farkas, "Shear faults and dislocation core structure simulations in FeAl", *Acta Mater.* Vol. 45, No. 11, pp. 4463-4473, 1997.
43. C. Q. Mckamey, "Iron Aluminides", pp. 351-389.



44. By A. Buis, F. D. Tichelaar and F. W. Schapink, "Transmission electron microscopy observations on a small-angle symmetrical tilt boundary in B2- ordered Fe₃Al. Taylor & Francis Ltd. 1989.
45. O. Flores, J. M. Zagal, R. Guardian and L. Martinez, "TEM Characteristics of Atomized Iron-Aluminum Intermetallic Compound", Acta Microscopica, ISSN:0798-4545, Volume October 2001.



CAPITULO V

Conclusiones.



Conclusiones.

- El compuesto intermetálico reforzado con partículas cerámicas de α -Al₂O₃ mejoró significativamente su microestructura, obteniendo un refinamiento del grano y más homogéneo.
- El material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ presentó un tamaño de grano más fino que los otros dos materiales.
- La deformación en las pruebas de forja de los materiales Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ y Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃, presentan un mejor comportamiento que el material Fe-Al40+0.1at.%B a 700°C, donde la última presenta un mayor grado de disgregación durante la prueba de forja.
- En pruebas de forja del material Fe-Al40+0.1at.%B a 700°C, a pesar de haber fallado durante el ensayo de forja presentaron evidencia de trazas de deslizamiento.
- La adición de boro en el compuesto intermetálico Fe-Al40 atomizado y depositado incrementa la adhesión entre las fronteras de grano. Generando un cambio en el modo de falla de intergranular a un modo mixto intergranular / transgranular.
- En pruebas de compresión a temperatura ambiente del material Fe-Al40+0.2at.%B+Al₂O₃ presenta un mejor comportamiento mecánico.
- Durante el proceso de co-inyección de las partículas de Al₂O₃, estas penetran dentro de las gotas, las de mayor tamaño quedan atrapadas en el exterior de la gota, resultando en una mejor microestructura con partículas uniformemente distribuidas. En el interior de los granos como resultado del atrapamiento de las



partículas, por el frente de solidificación; como fue predicho por los modelos de atrapamiento de partículas.

- En el estudio realizado por microscopía electrónica de transmisión de alta resolución, se identificó la presencia de nanopartículas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en la matriz del compuesto intermetálico Fe-Al40+0.4at.%B+Al₂O₃.
- Mediante TEM se comprobó que sigue prevaleciendo la estructura B2 en los tres materiales atomizados y depositados, utilizados en esta investigación.
- El proceso de atomización–deposición no es suficiente para omitir la precipitación del boro en el compuesto intermetálico Fe-Al40. Los boruros formados no son Fe₂B como se esperaba en condiciones de equilibrio. Los boruros identificados mediante HRTEM fueron Fe₃B y FeB. El proceso de solidificación en el proceso de atomización-deposición influyó en este resultado experimental obtenido.



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 3-4-98 EXPERIMENT No. 665 RESEARCHER Irvine (JFC)

ALLOY SYSTEM FeAl40 / coinjected with Al₂O₃ particles (3um) + boron.

CHARGE WEIGHT 2224g. FeAl40 + 0.2615g Fe₂O₃ VACUUM READING 1.6 torr

INITIAL GAS SUPPLY PRESSURE 240 FINAL 300 DELTA P _____

DYNAMIC GAS ATOMIZATION PRESSURE 350 psi SUBSTRATE CENTER OFFSET 1"

BACKFILL GAS TYPE N₂ CHAMBER PRESSURE 1.5 ATOMIZING GAS N₂

SUBSTRATE USED Cu STARTING DISTANCE TO NOZZLE _____ RPM _____

DOWNSTROKE VALVE SETTING _____ RPM: Lg VALVE SET _____ Sm VALVE _____

CRUCIBLE USED ZrO₂ GRAPHITE SUCEPTOR? No

HEAT TIME START 9:00 AM TEMP HOLD TIME 13:35 POUR TIME 14:05

TEMPERATURE GRADIENT IN CRUCIBLE _____

POURING TEMP. 1493°C APPROXIMATE HEIGHT OF MOLTEN METAL IN CRUCIBLE _____

ATOMIZATION NOZZLE USGA IN-23 POURING TUBE MATERIAL BN

POURING TUBE: TAPERED? No DIAMETER 0.120" PROFILE DIMENSION 0.578"

NOZZLE TEMP BEFORE POUR N/A DURING _____ AFTER _____

ATOMIZATION TIME 47 sec METAL FLOW ACCURACY? (Y/N) _____

MASS BALANCE: WEIGHT OF DEPOSIT 1046g. HEIGHT _____

TOTAL POWDER WEIGHT 436g (Receiver down) POWDER SIZE DISTRIBUTION? _____

CRUCIBLE SCRAP METAL 398g

OTHER SCRAP METAL _____ TOTAL WEIGHT _____

OBSERVATIONS:

Time	Flow Rate	Temp	Flow Rate	Temp	Flow Rate	Temp
9:00	10%	RT	11:00	18%	415°C	13:26'
9:20	10%	202°C	11:15	18%	1011°C	
9:40	10%	308°C	11:25	18%	1701°C	12:19 24% → 26% 1481°C
9:45	10 → 12	372°C	11:41	18%	→ 20% 1522°C	13:25 26% → 22% 1480°C
9:50	12%	405°C	12:00	20% → 22%	1182°C	13:37 22% → 23% 1491°C
10:10	11.7/15%	537°C	12:08	22% → 24%	1183°C	
10:20	15%	621°C	12:25	20%	1282°C	Atomized success!
10:35	15%	718°C	12:40	24%	1314°C	coinjection failed!
10:38	15 → 18%	748	12:05	24%	1400°C	

TESIS CON FALLA DE ORIGEN



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 3-5-98 EXPERIMENT No. 686 RESEARCHER Jewon Lee

ALLOY SYSTEM FeAl40 / injected with Al₂O₃ pellets same as before.

CHARGE WEIGHT 220g FeAl40 + 20g Fe₂O₃ VACUUM READING 1.6 Torr

INITIAL GAS SUPPLY PRESSURE 620 psi FINAL 520 psi DELTA P _____

DYNAMIC GAS ATOMIZATION PRESSURE 350 psi SUBSTRATE CENTER OFFSET 1"

BACKFILL GAS TYPE N₂ CHAMBER PRESSURE 3 psi ATOMIZING GAS N₂

SUBSTRATE USED Cu STARTING DISTANCE TO NOZZLE 10" RPM _____

DOWNSTROKE VALVE SETTING _____ RPM: Lg VALVE SET _____ Sm VALVE _____

CRUCIBLE USED 7.0g GRAPHITE SUCCEPTOR? No

HEAT TIME START 4:02 AM TEMP HOLD TIME 12:55 POUR TIME 13:25

TEMPERATURE GRADIENT IN CRUCIBLE _____

POURING TEMP. 1492°C APPROXIMATE HEIGHT OF MOLTEN METAL IN CRUCIBLE _____

ATOMIZATION NOZZLE USG-A M-23 POURING TUBE MATERIAL BA

POURING TUBE: TAPERED? No DIAMETER 0.120" PROFILE DIMENSION c. 578"

NOZZLE TEMP BEFORE POUR NA DURING _____ AFTER _____

ATOMIZATION TIME 51 METAL FLOW ACCURACY? (Y/N) _____

MASS BALANCE: WEIGHT OF DEPOSIT 973g HEIGHT _____

TOTAL POWDER WEIGHT 508g (Receiver chamber) POWDER SIZE DISTRIBUTION? _____

CRUCIBLE SCRAP METAL 352g

OTHER SCRAP METAL _____ TOTAL WEIGHT _____

OBSERVATIONS:

9:02	16% RTM	11:20	24% 1475°C
9:25	16% 232°C	11:40	24% 1739°C
9:50	10% 436°C	12:03	24% 1814°C
9:55	10 → 16% 459°C	12:39	24% 1428°C
10:10	16% → 20% 623°C	12:50	29% → 26% 1466°C
10:20	20% 789°C	13:17	22% 1490°C
10:30	20% 921°C		
11:00	20% 1054°C		
11:05	20% → 24% 1033°C		

TESIS CON FALLA DE ORIGEN