



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

Caracterización de una aleación Fe-Al

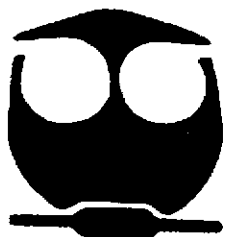
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

P R E S E N T A :

ROMO CASTAÑEDA JULIO CESAR



**EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA**

MEXICO, D.F.

2005

M351565



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Jurado asignado:

Presidente	Prof. Eusebio Candido Atlatenco Tlapanco
Vocal	Prof. José Alejandro García Hinojosa
Secretario	Prof. Marco Antonio Espinosa Medina
1er. Suplente	Prof. Ignacio Beltrán Piña
2º. Suplente	Prof. Agustín Gerardo Ruiz Tamayo

Sitio en donde se desarrolló el tema

Instituto Mexicano del Petróleo
Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de U.M.S.N.H.
Facultad de Química. U.N.A.M.

Nombre completo y firma del asesor del tema



Marco Antonio Espinosa Medina

Nombre completo y firma del sustentante o sustentantes



Julio Cesar Romo Castañeda

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la
UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el
contenido de mi trabajo receptor:
NOMBRE: Julio Cesar Romo
Castañeda
FECHA: 5-diciembre-2005
FIRMA: Ch

Dedicatorias

A mi padre Anastasio Romo y a mi madre Sofía Castañeda por su apoyo en todos los proyectos que he emprendido y en particular por este último.

A mis hermanas y hermanos Natalia, Ana, Erick e Iván por la paciencia y motivación durante mi etapa profesional.

A mi abuelita Petra Durán por ser fuente de inspiración y motivación para seguir adelante.

A la familia Castañeda por estar ceca de mí en todo momento.

El porvenir de un hijo es siempre obra de su madre

Napoleón Bonaparte

Agradecimientos

Al Dr. Marco Antonio Espinosa por creer y confiar en mi para el desarrollo de este trabajo y por su apoyo durante el mismo.

Al Dr. Arnoldo Bedolla del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas por su asesoría y ayuda en la fabricación de los materiales de prueba.

A la Universidad Nacional Autónoma de México por mi formación académica y como persona.

Al Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica de la facultad de química por facilitar su infraestructura para el desarrollo de pruebas.

A mis profesores por todas sus enseñanzas y experiencias.

A mis amigos por los buenos momentos durante el tiempo que convivimos juntos Cristian, Alan, José y Enrique.

Al CONACYT por su apoyo económico a través del proyecto:

SEP-CONACYT J 43360-Y "Estudios de los fenómenos de corrosión y de transporte en estado sólido de materiales intermetálicos basados en FeAl para aplicación estructural a alta temperatura.

La cooperación es la convicción plena de que nadie puede llegar a la meta si no llegan todos

Virginia Burden

Índice

Introducción.....	5
Objetivos.....	7
Capítulo I: Antecedentes teóricos.....	8
1.1 El hierro.....	8
1.2 Aplicaciones y producción.....	8
1.3 El Aluminio.....	8
1.4 Aleaciones intermetálicas.....	9
1.5 Aleaciones Fe-Al.....	9
1.6 Métodos de fabricación.....	12
1.7 Procesos de producción.....	13
1.7.1 Proceso VIM (Vacuum Induction Melting).....	13
1.7.2 Proceso VAR (Vacuum Arc Remelting).....	14
1.7.3 Proceso ESR (Electro Slag Remelting).....	15
1.7.4 Solidificación rápida.....	16
1.7.5 Trabajado en caliente.....	17
1.7.5.1 Extruido.....	18
1.7.5.2 Rolado.....	18
1.7.5.3 Forjado.....	19
1.8 Investigaciones previas en el desarrollo de las aleaciones intermetálicas Fe-Al.....	19
1.8.1 Procesamiento.....	19
1.8.2 Efecto de los elementos aleantes en las aleaciones intermetálicas Fe-Al.....	21
1.8.3 Alta resistencia de la aleación Fe-Al.....	24
1.8.4 Elementos indeseables.....	25
1.8.5 Tratamientos térmicos.....	26
1.8.6 Efectos del medio (aire o vacío durante la prueba de tensión).....	26
1.8.7 Vacancias.....	27
Capítulo II: Diseño de experimentos.....	32
2.1 Material.....	32
2.2 Metodología Empleada.....	34
2.2.1 Procedimiento de moldeo para probetas de tensión.....	34
2.2.2 Fusión.....	35
2.2.2.1 Fusión de la muestra Fe-Al.....	35
2.2.2.2 Fusión de la aleación Fe-Al + 3% atm. Cu.....	36
2.2.2.3 Fusión de la aleación Fe-Al + 3% atm. Li.....	36
2.3 Tratamiento térmico.....	37
2.4 Preparación de muestras.....	37
2.4.1 Corte y desbaste.....	37
2.4.2 Ataque químico.....	38
2.5 Ensayos.....	38
2.5.1 Microscopía óptica.....	38
2.5.2 Microscopio electrónico de barrido.....	38
2.5.3 Difracción de rayos X.....	38
2.5.4 Dureza.....	39

2.5.5 Resistencia a la tensión.....	39
Capitulo III Presentación de resultados.....	40
3.1 Metalografía.....	40
3.2 Caracterización por microscopia electrónica de barrido y análisis químico elemental mediante espectroscopia de energía dispersa (EDS).....	45
3.3 Análisis de difracción de rayos X.....	56
3.4 Dureza.....	58
3.5 Resistencia a la tensión.....	59
Capitulo IV Discusión de resultados.....	64
Capitulo V Conclusiones.....	69
Apéndice.....	70
Bibliografía.....	70

Introducción

El desarrollo de nuevos materiales es una necesidad inherente para afrontar los retos tecnológicos y satisfacer necesidades industriales. La investigación para el desarrollo de productos y procesos es un factor muy importante en la generación de riqueza de un país. En este trabajo se planteó analizar una aleación base Fe-Al con adición de otros elementos de aleación la cual fue fabricada por fundición convencional.

Las aleaciones base Fe-Al, son consideradas como materiales potenciales para uso estructural a altas temperaturas, estas aleaciones tienen una excelente resistencia a la oxidación, alta resistencia mecánica y creep a elevadas temperaturas, propiedades magnéticas y eléctricas requeridas para altas tecnologías, además los elementos que las componen son de bajo costo y de una relativa abundancia, aunque en México se carece de aluminio. Desafortunadamente tienen alta fragilidad, y casi nula ductilidad a temperatura ambiente. ^[1, 2]

En el presente trabajo de tesis se fabricaron materiales intermetálicos de Fe-Al por medio del proceso de fundición convencional en un horno de inducción, manteniendo la composición de aluminio 40 % atómico, y agregando elementos aleantes como Ni, Cu, Ag y Li. Partiendo de hierro y aluminio con una pureza del 99.9% y una relación 60:40

Una vez producidos por fundición, los materiales fueron caracterizados microestructuralmente por Difracción de rayos X (DRX), Metalografía óptica, Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y caracterización química por Espectroscopia de Energía Dispersa (EDS), ensayos mecánicos a temperatura ambiente: tensión y dureza.

Mediante esta caracterización se buscó conocer el efecto que tienen los elementos aleantes Ni, Cu, Ag y Li en las propiedades y características de la aleación, además de analizar algunos de los problemas que conlleva fabricar este tipo de aleación por medio del proceso de fundición convencional, ya que este tipo de aleaciones se fabrican con otros procesos que involucran un mayor costo.

Algunos de los procesos con los cuales se fabrican estas aleaciones son: Fusión por Inducción al Vacío (VIM), Refusión al Vacío con Arco (VAR), Refusión con Electroescorias (ESR), etc., los lingotes obtenidos son rolados, forjados, extruidos y/o acabados con técnicas de maquinado, también es posible fabricarlos por fundición centrífuga y solidificación rápida (melt spinning).^[3]

Objetivos

Los objetivos principales de este trabajo fueron los siguientes:

- *Fabricar una aleación base Fe-Al por fundición convencional.*
- *Identificar los efectos de los elementos adicionados (Cu, Ni, Ag y Li) a la aleación base Fe-Al en sus propiedades mecánicas y microestructurales.*
- *Comparar algunas características mecánicas de la aleación Fe-Al + X fabricadas por el proceso de fundición convencional con el material base Fe-Al.*

Capítulo I. Antecedentes teóricos

1.1 El hierro.

El metal existe en tres formas alotrópicas distintas: hierro ordinario o hierro - α (hierro-alfa), hierro - γ (hierro-gamma) y hierro- δ (hierro-delta). La disposición interna de los átomos en la red cristalina varía en la transición de una forma a otra. La transición de hierro - α a hierro - γ se produce a unos 910° C, y la transición de hierro - γ a hierro- δ se produce a unos 1400° C.

El hierro sólo existe en estado libre en unas pocas localidades, en concreto al oeste de Groenlandia. También se encuentra en los meteoritos, normalmente aleado con níquel. En forma de compuestos químicos está distribuido por todo el mundo y ocupa el cuarto lugar en abundancia entre los elementos de la corteza terrestre; después del aluminio es el más abundante de todos los metales. Los principales minerales de hierro son las hematitas. Otros minerales importantes son la goetita, la magnetita, la siderita y el hierro del pantano (limonita).

1.2 Aplicaciones y producción.

El hierro puro, es preparado por la electrólisis de una disolución de sulfato de hierro FeSO_4^{2+} , tiene un uso limitado. El hierro comercial contiene invariablemente pequeñas cantidades de carbono y otras impurezas que alteran sus propiedades físicas, pero éstas pueden mejorar considerablemente añadiendo más carbono y otros elementos de aleación. La mayor parte del hierro se utiliza en formas sometidas a un trabajado adicional, como el hierro forjado, el hierro fundido y el acero. Comercialmente, el hierro puro se utiliza para obtener láminas metálicas galvanizadas y electroimanes. ^[8]

1.3 El aluminio

Es el elemento metálico mas abundante en la corteza terrestre, es un metal muy electropositivo y extremadamente reactivo. Al contacto con el aire se cubre rápidamente con una capa dura y transparente de óxido de aluminio que resiste la acción corrosiva del

ambiente. Por esta razón, los materiales hechos de aluminio se oxidan pero por el hecho de que forman una capa pasiva de óxido de aluminio se reduce la velocidad de degradación.

El aluminio y sus aleaciones tienen una combinación única de propiedades mecánicas, eléctricas, químicas y térmicas, donde destacan su alta resistencia específica, baja densidad, su excelente resistencia a la corrosión, su superior formabilidad y maquinabilidad, sus altas conductividades térmicas y eléctricas, y su capacidad de reciclaje. Por ello, las aleaciones de aluminio han sido ampliamente utilizadas desde el siglo XIX en diversas aplicaciones como artículos para la cocina, perfiles para construcción, componentes para maquinaria, autos o carrocerías, aviones, naves espaciales y satélites, entre otros. ^[7]

1.4 Aleaciones Intermetálicas

La definición de compuestos intermetálicos se refiere a que un compuesto intermetálico está constituido por dos o más elementos que originan una nueva fase con su propia composición, estructura cristalina y propiedades. Los compuestos intermetálicos son usualmente duros y frágiles. Hay compuestos intermetálicos estequiométricos: tienen una composición fija y compuestos intermetálicos no estequiométricos: pueden tener un margen de composición.

La estructura de un componente intermetálico se define como sigue ^[17]

- composición química
- tipo de estructura
- sistema cristalino y constantes de celda
- número de átomos por unidad de celda.

1.5 Aleaciones Fe-Al

Las aleaciones de Fe-Al fueron desarrolladas a partir de 1930 gracias a que se observó una excelente resistencia a la corrosión a partir de aleaciones con composiciones de más de un 18% atómico de Al. Estas aleaciones son producidas con materiales con un costo

relativamente bajo y su densidad es menor que la de los aceros inoxidable y de los aceros comunes, también la resistencia a la tensión se puede comparar favorablemente con muchos aceros austeníticos y ferríticos.

Las aleaciones de Fe-Al tienen un amplio rango de fases que se forman a diferentes porcentajes de aluminio. En la figura 1 se muestra el diagrama de fases al equilibrio de la aleación binaria Fe-Al, en la cual se pueden observar las diferentes fases existentes a los rangos de composición predeterminados. [13]

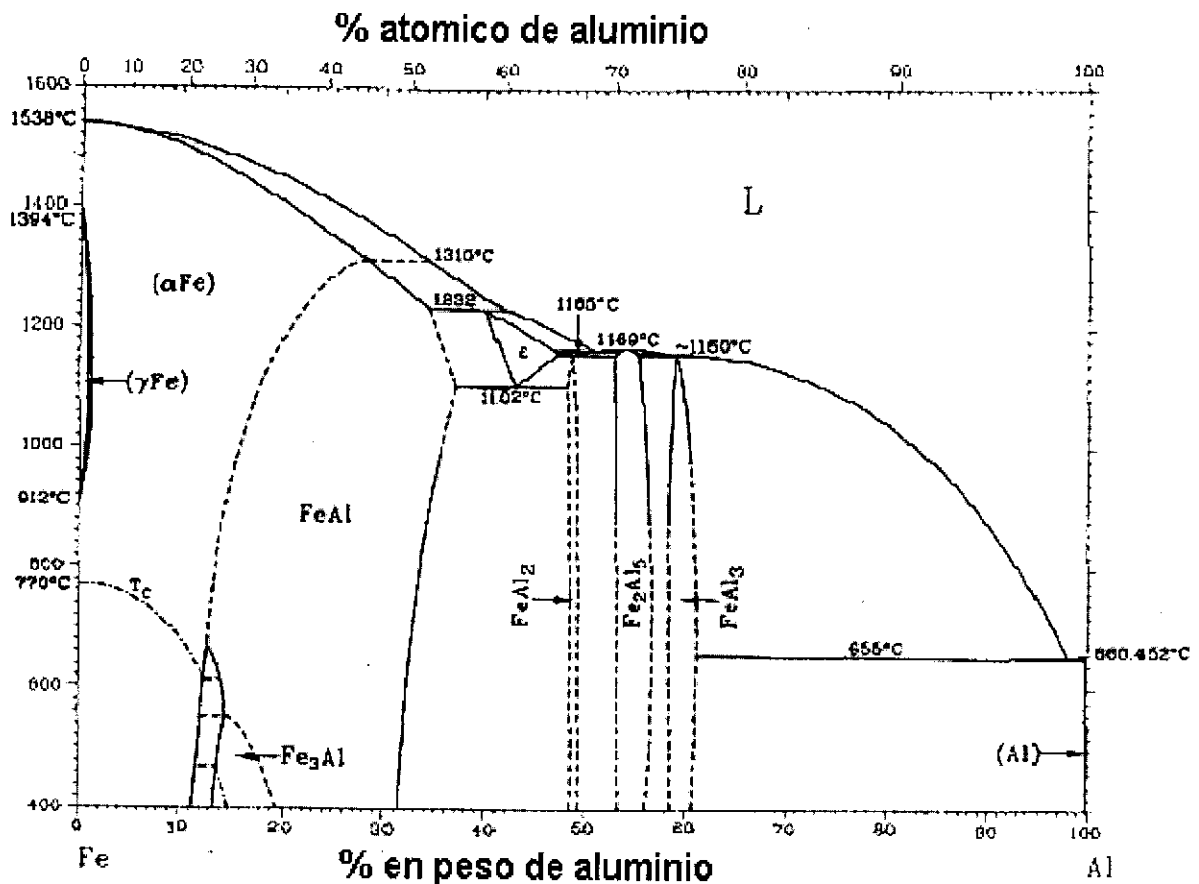


Figura. 1 Diagrama de fases al equilibrio de la aleación Fe-Al^[13]

Gracias a las ventajas en sus propiedades, principalmente a altas temperaturas las aleaciones Fe-Al podrían tener muchas aplicaciones, las cuales se enlistan en la tabla 1 algunas de sus aplicaciones más posibles. [3]

Tabla 1 Posibles aplicaciones potenciales de las aleaciones Fe-Al

Aplicación	Componentes
Elementos de calentamiento	Tostadores, secadores, hornos, etc.
Motores de combustión para plantas energía.	Discos regeneradores en turbinas de gas.
Filtros de gas caliente	Sistemas de gasificación de carbono.
Tuberías	Sistemas de gasificación de carbono en sistemas de automotores.
Protectores(recubrimientos)	En tubos de recalentamiento y sobrecalentamiento en plantas de energía calentadas con carbón.
Automotriz	Escapes, convertidores catalíticos, soportes de escapes.
Otros	Componentes a altas temperaturas con resistencia a la oxidación y sulfidación.

Durante décadas pasadas los intermetalicos FeAl recibieron una especial atención dado a su excelente resistencia a la corrosión. Pero la baja ductilidad a temperatura ambiente y su reducida resistencia alrededor de los 600° C limitaron las aplicaciones de estas aleaciones como materiales estructurales. Sin embargo se ha demostrado que la mejor resistencia a la tensión y la mayor ductilidad a temperatura ambiente pueden ser obtenidas con un rolado en caliente a una temperatura de 550-650 ° C y recocido a la temperatura inicial de recristalización seguido de un templado en aceite. [15]

Los componentes intermetalicos, particularmente los aluminuros de hierro están surgiendo como materiales para aplicaciones estructurales. Investigaciones recientes han demostrado que las aleaciones hierro-aluminio que forman aluminuros de hierro, tienen excelente resistencia a la oxidación, sulfidación y carburización. En comparación con los aluminuros

de níquel, aunque los aluminuros de hierro no son de tan altas temperaturas como los aluminuros de níquel.

Los elementos aleantes tales como el Mo, Zr, Nb, B, C, etc., al ser adicionados mediante procedimientos de procesado apropiados generan un aumento significativo en las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al con fases FeAl y Fe₃Al. ^[16] Bajo este esquema en este trabajo se ha determinado evaluar el efecto de la adición de los elementos Cu, Ni, Ag y Li en las propiedades mecánicas de materiales intermetálicos de base Fe-Al producidos por el método de fundición por inducción.

1.6 Métodos de fabricación

En estudios recientes se ha encontrado que la fusión de aleaciones de base Fe-Al pueden ser realizadas mediante diferentes métodos, incluyendo fusión por inducción al aire (Air Induction Melting, AIM), fusión por inducción al vacío (Vacuum Induction Melting, VIM), refusión al vacío con arco (Vacuum Arc Remelting, VAR), y refusión con electroescoria (Electroslag Remelting, ESR). Las técnicas de fusión al vacío VIM y VAR son de las más recomendadas para la fabricación de lingotes de la aleación Fe-Al. Debido a que no hay formación de inclusiones por oxidación.

Uno de los procesos de fabricación no convencional utilizado para estas aleaciones es el proceso de pulvimetalurgia en donde se pueden producir polvos de la aleación Fe-Al por atomización de gas argón o nitrógeno, subsecuentemente consolidados a una densidad mayor, la cual puede ser acompañada de un extruido a 1000° C, resultando aleaciones completamente densas con un tamaño de grano menor a 100µm. Las pruebas de tensión indican que las aleaciones producidas por atomización con gas nitrógeno tienen ligeramente un aumento en sus propiedades, comparadas con aleaciones producidas por atomización con gas argón. El anterior proceso ha demostrado tener una buena aceptación en la producción de las aleaciones intermetálicas, sin embargo, si no se tiene un cuidado en el control de los niveles de impureza, los aluminuros así producidos, podrían contener grandes

volúmenes de óxidos con lo cual pueden disminuir las propiedades mecánicas, especialmente la resistencia a la tensión y la ductilidad.

Otro de los procesos aplicados es el proceso de solidificación rápida (Rapid Solidification Processing, RSP) y se ha usado extensivamente durante los años recientes ya que aumentan la resistencia a la tensión y la ductilidad de los intermetalicos. Con la fabricación por el proceso de RSP se produce un grano refinado, incremento en la homogeneidad, extiende la solubilidad sólida de elementos adicionales y en algunos casos produce estructuras fuera del equilibrio. Los aluminuros producidos por RSP son consolidados por extrusión en caliente. Similarmente se ha utilizado el proceso de fusión rápida (Melt Spining), en el cual se eyecta la aleación fundida en un disco rotatorio, en el cual se producen velocidades de enfriamiento en el orden de 10^5 °C/s , este proceso es usado para estudiar las relaciones entre propiedades – estructura en la aleación Fe-Al.^[3]

1.7 Procesos de producción

1.7.1 Proceso VIM (Vacuum Induction Melting)

La producción de metal líquido al vacío, calentado por inducción se originó a mediados del siglo XIX pero la técnica actual fue desarrollada en la segunda mitad del siglo XX.

La fusión por inducción al vacío puede ser usada para muchas aplicaciones, particularmente en el caso de aleaciones complejas empleadas en ingeniería aeroespacial. Las siguientes ventajas de este proceso influyen rápidamente en el incremento de la producción del metal.

- Flexibilidad dado el pequeño tamaño del reactor.
- Rápido cambio de programa para diferentes tipos de aleaciones.
- Fácil operación.
- Bajas pérdidas de elementos aleantes por oxidación.
- Tolerancias de composiciones muy cerradas o ajustadas.
- Control preciso de la temperatura.
- Bajo nivel de contaminación al medio ambiente.

- Remueve elementos indeseables con alta presión de vapor.
- Remueve gases disueltos, por ejemplo hidrógeno y nitrógeno.

El proceso VIM es indispensable en la fabricación de superaleaciones ya que estas deben ser fundidas al vacío o en una atmósfera de gas inerte debido a su reactividad con oxígeno e hidrógeno.

El proceso es recomendable para la producción de metales de alta pureza, en una atmósfera libre de oxígeno. Debido a que la escoria solidifica en las paredes por el movimiento característico del baño, las operaciones de desulfurización y desfosforización son limitadas.
[5]

1.7.2 Proceso VAR (Vacuum Arc Remelting)

El proceso de refusión al vacío con arco fue el primer proceso comercial de refusión para superaleaciones, el cual fue usado después de 1950 para fabricar materiales para la industria aérea.

La primera versión de refusión al vacío con arco, es la fusión continua de un electrodo consumible por un arco de corriente directa (DC) al vacío. El material fundido solidifica en un molde de cobre enfriado con agua.

Algunos de los beneficios de la fusión con un electrodo consumible al vacío son:

- Remueve gases disueltos, tales como hidrógeno y nitrógeno.
- Minimiza el contenido de elementos indeseables con altas presiones de vapor.
- Remoción de óxidos
- Solidificación direccional de lingotes, esto ayuda a eliminar la macro-segregación y minimiza la micro-segregación.

VARIABLES DEL PROCESO

Atmósfera: El calor generado por la fusión del metal en el VAR está dado por el arco eléctrico entre el pico del electrodo consumible y la tina del baño líquido. La presión en el reactor está dada en el orden de 0.1 a 1 Pa (10^{-3} a 10^{-2} mBar). En algunos casos excepcionales la fusión se da en una atmósfera con gas inerte a una presión de 10 KPa (100 mBar). Las pérdidas por evaporación de los elementos aleantes se minimizan a esta presión.

La rapidez de fusión es un factor importante en la calidad de la macro-estructura del lingote, esta fase de fusión se controla basándose en el tiempo y peso del lingote. [5]

1.7.3 Proceso ESR (*Electro Slag Remelting*)

El rápido desarrollo de tecnologías modernas para la fabricación de aleaciones de ingeniería, requirió del desarrollo de nuevos procesos de refinado que garantizaran uniformemente la alta calidad. Uno de los procesos de refinado usado es el de refusión con escoria en contacto con electrodos consumibles, usualmente bajo atmósfera normal.

La teoría de este proceso se conoce desde 1930, pero en general el avance sensacional de este proceso tomó 30 años.

En contraste el proceso VAR con el proceso ESR es que en este no ocurre la formación de un arco. En el ESR el lingote se forma en un molde enfriado con agua, el electrodo consumible está inmerso en la escoria la cual está sobrecalentada.

El calor necesario es generado por una corriente eléctrica (usualmente AC), que fluye a través de la escoria líquida la cual provee de una resistencia eléctrica.

Durante la formación del metal líquido, este es refinado y limpiado de contaminantes, tales como partículas de óxido. El alto grado de sobrecalentamiento de la escoria y del metal líquido favorece la reacción entre el metal/escoria. Las intensas reacciones entre el metal y

la escoria dan como resultado una significativa reducción de azufre e inclusiones no metálicas.

La homogeneidad del lingote producido da como resultado propiedades mecánicas uniformes en direcciones longitudinales y transversales después del trabajado en caliente, debido a la ausencia de macro-segregaciones o heterogeneidades en la distribución de las inclusiones no metálicas e incrementan en el lingote la resistencia a la cedencia.

Escorias usualmente usadas en el proceso de Electro-slag Remelting: fluoruro de calcio (CaF_2), óxido de calcio (CaO) y alumina (Al_2O_3), óxido de magnesio ó magnesia (MgO), titania (TiO_2) y sílice (SiO_2) también son adicionadas dependiendo de la aleación que va a ser refundida. [5]

1.7.4 Solidificación rápida

La solidificación rápida involucra una disminución rápida de la temperatura, reteniendo completa o parcialmente la estructura de esa alta temperatura, o refinando substancialmente la escala de cualquier producto de transformación que así resulte.

Las limitaciones de templar desde el líquido enteramente dentro del estado sólido son:

- a) Estructura inicial altamente específica
- b) La dificultad de alcanzar un buen contacto con un disparador de calor efectivo, tal como la superficie de un bloque sólido altamente conductor, durante el enfriado o templado.

Las velocidades de enfriamiento en los procesos de solidificación normal, a escala industrial o nivel laboratorio están típicamente en el rango de 10^{-2} K/s. Las velocidades de enfriamiento involucradas en la solidificación rápida son de al menos $10^5 - 10^6$ K/s.

Con esas altas velocidades de solidificación, es posible alcanzar altos subenfriamientos desde la fusión, antes de que cantidades significantes de fase sólida puedan formarse. [11]

Existen varias técnicas o métodos para obtener una solidificación rápida, las cuales se dividen en dos:

Grupo 1: son técnicas que involucran la formación de gotas, tales técnicas incluyen todos los métodos de atomización o depositación por rocío.

Grupo 2: son todas las técnicas del proceso SRF (Solidificación rápida desde la fusión).^[11]

Ventajas de este proceso: permite manejar una gran variedad de materiales y aleaciones, posteriormente se generan piezas con gran variedad de propiedades físicas (diversidad de densidad, porosidad, resistencia, auto-lubricación, entre otras.), minimiza los desperdicios de materia prima, minimiza las operaciones de maquinado, permite obtener buenos acabados de superficie, etc.

Desventajas: manejo de polvos sumamente reactivos, incluso potencialmente explosivos, ruta de fabricación compleja, costo elevado, etc.^[11, 12]

1.7.5 Trabajado en caliente

El procesado mecánico es el segundo paso esencial en la fabricación de materiales y componentes ingenieriles, los cuales no solo requieren exactitud dimensional, sino también micro-estructuras y propiedades mecánicas específicas.

Las técnicas del procesado mecánico involucran trabajado del metal usando rolado, forjado o extruido, lo cual generalmente es realizado a temperaturas elevadas, en el orden que grandes tensiones pueden ser impuestas en un solo paso de operación sin provocar la fractura.

El objetivo de este proceso de fabricación de materiales es el de obtener componentes con propiedades y micro-estructuras controladas sin defectos micro y macro-estructurales.^[6]

1.7.5.1 Extruido

La extrusión es un proceso donde el metal es forzado a fluir plásticamente bajo fuerzas compresivas para dar una variedad de formas.

Estas operaciones son usualmente realizadas con fuerzas mecánicas o hidráulicas, uno o varios pasos pueden ser usados para producir un artículo final con geometrías relativamente complejas.

Se inicia con un lingote el cual es calentado a temperaturas de recristalización, la temperatura varia dependiendo del material por ejemplo para el acero esta entre 700 a 800°C, este calentamiento disminuye las tensiones en el material y las presiones del trabajado.

Algunas ventajas que provee este proceso:

- Rápida productividad
- Excelentes tolerancias dimensionales y buenos acabados en la superficie
- Ahorros significantes en material y maquinado.
- Altas resistencias a la tensión en el material trabajado que en un material normal.
- Dirección de grano favorable que provee de resistencia. ^[9]

1.7.5.2 Laminado en caliente

El laminado al igual que el extruido puede consistir de uno o varios pasos, se usa para fabricar placas, laminas, tubos, varillas, barras, etc.

Este proceso por lo regular se realiza a temperaturas de recristalización. Los motores son manejados por un motor eléctrico por medio de una caja de engranes.

El objetivo principal de este proceso es reducir la sección del material introducido a la laminadora, la cual provee a éste de propiedades, y así obtener la sección deseada a la salida de los rodillos.

1.7.5.3 Forjado en caliente

La forja se produce por presión o impacto, lo cual obliga al metal caliente y flexible a llenar la forma de los dados. En esta operación existe un flujo drástico del metal en los dados causado por los golpes repetidos sobre el metal. Para asegurar el flujo propio del metal durante los golpes intermitentes, las operaciones se dividen en un número de pasos. Cada paso cambia la forma gradualmente, controlando el flujo del metal hasta que la forma final se obtiene.

Las ventajas de la operación de forjado incluyen una fina estructura cristalina del metal, la eliminación de cualquier vacío, un tiempo reducido de maquinado, e insuperables propiedades físicas.

Sus desventajas abarcan las inclusiones de escamas y el alto costo de los dados que lo hacen prohibitivo para trabajos de pequeña serie. El alineamiento de los dados es algunas veces difícil de mantener y debe tenerse mucho cuidado en su diseño para asegurar que no ocurran grietas durante el forjado debido al plegado del metal durante la operación. Las estampas de forja tienen un gran número de ventajas sobre los dados abiertos de forja, incluyen una mejor utilización del material, mejores propiedades físicas, tolerancias más cerradas, ritmos altos de producción, y se requiere menos habilidad del operador. ^[9, 10].

1.8 Investigaciones previas en el desarrollo de las aleaciones intermetálicas Fe-Al

1.8.1 Procesamiento

Los intermetálicos formados con aluminio y metales de transición tales como el hierro, níquel, Titanio, cobalto, son candidatos potenciales para una gran variedad de aplicaciones estructurales debido a su excelente resistencia a la oxidación y corrosión a altas temperaturas en los rangos de 600 a 1100 ° C, por ejemplo. Uno de estos materiales son los aluminuros de hierro, los cuales tienen valores de resistencias a la tensión comparados con las aleaciones ferríticas y austeníticas y en relación con los aceros inoxidable tienen menor densidad. Sin embargo, algunos de los problemas que impiden el uso de las aleaciones Fe-

Al, si no es que los únicos, son su baja ductilidad a temperatura ambiente, baja resistencia a altas temperaturas y la fragilización por hidrógeno en aire producida por reacciones con vapor de agua ^[20]. Particularmente, los aluminuros de hierro prometen tener un gran número de aplicaciones, debido a que estos materiales forman óxidos protectores (Al_2O_3) en ambientes agresivos, también tienen bajas densidades y buenas propiedades a altas temperaturas comparados con muchas aleaciones estructurales y superaleaciones comúnmente usadas. Sin embargo, actualmente las aleaciones de Fe-Al fabricadas por trabajado en frío presentan fractura y baja ductilidad a temperatura ambiente, por lo cual el uso de este material se ha limitado debido a estas y otras condiciones ^[18].

Las tecnologías de polvos en la producción de estos materiales (Fe-Al), es una de las metodologías actualmente implementados como parte de la búsqueda en el mejoramiento en las propiedades mecánicas de los intermetálicos, en este aspecto Charlot y colaboradores ^[18], combinaron dos metodologías de polvos, una activación mecánica (MA) y una síntesis de propagación a alta temperatura (SHS) para generar el proceso MASHS (unión de las dos). En términos generales se refiere a la mezcla de los polvos, en este caso de Fe-Al, en un molino (planetario) por un corto tiempo a una energía dada y una frecuencia de golpes, entonces la SHS usa la energía generada de la reacción entre el Fe y el Al para la formación de los compuestos intermetálicos ^[18]. En su estudio produjeron la aleación $\text{Fe}_x\text{-Al}_{1-x}$ ($x = 10, 25, 40, 50, 60, 70, 80, \text{ y } 90$ en % en peso) determinando las fases FeAl y Fe_3Al dentro del rango de $60 < x < 90$, y concluyendo la buena viabilidad la técnica para proveer a estos una mejora en la ductilidad y la resistencia a la fractura a temperatura ambiente ^[18]. En relación a estos procedimientos de fabricación de los intermetálicos mediante la tecnología de polvos, otros investigadores han obtenido diversos resultados ^[19, 21, 22], entre estos, Chao y colaboradores ^[19] realizaron un aleado mecánico para obtener una aleación de Fe- (40 % atómico) Al, observando la evolución de los parámetros microestructurales y su comportamiento a la tensión, entre los principales cambios se observa una disminución en el tamaño de grano, con un incremento en la ductilidad de 1 a 10 % para un tamaño de grano de 100 a 1 μm . La metodología por ellos utilizada consistió en extruir una barra a 1100 °C, enfriándola al aire y después un tratamiento de recristalización por 1 h a 1300° C, aplicaron también un tratamiento de pre-oxidación a los materiales a 1100 °C por 3 horas

para generar una película de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ de $1\ \mu\text{m}$ aproximadamente de espesor. Finalmente concluyen el efecto de la disminución del tamaño de grano en una mejora en la ductilidad y la resistencia a la tensión, confirmando con difracción de rayos-X la formación de la fase FeAl y contenidos de FeAl_2O_4 por presencia del oxígeno en el proceso, y la posibilidad en el control de la composición de las partículas mediante las variables del proceso ^[19].

El parámetro de la extrusión en caliente sobre materiales preformados con polvos, típicamente como se producen los cerámicos: compactación y sinterización de polvos, ha demostrado recientemente que esta aplicada sobre polvos atomizados con gas, provee una buena combinación de resistencia y ductilidad, debido a la naturaleza de tamaño de grano fino del producto. Similarmente la extracción en caliente de polvos elementales, basados en una reacción de síntesis, es muy efectiva para proveer de tamaño de grano fino a los aluminuros de hierro con iguales o superiores propiedades mecánicas. Las conclusiones a las mejoras en las mecánicas bajo esta tecnología se dirigen al menor tamaño de grano alrededor de 10 y $20\ \mu\text{m}$ ^[21]. De esta forma, la producción de FeAl bajo el aleado mecánico ha presentado buenas propiedades y tiene buen potencial para alcanzar una ductilidad hasta del 12% a temperatura ambiente, Shoglund y colaboradores ^[22], en su investigación relacionada con la producción bajo este proceso, de aleaciones $\text{Fe}_{60}\text{-Al}_{40}$ bajo atmósfera controlada mediante argón y una consolidación posterior por prensado en caliente a $1150\ \text{°C}$ y $100\ \text{MPa}$ durante 3 horas, también encontraron la influencia de la disminución del tamaño del grano en las propiedades mecánicas. Este control del tamaño de grano lo asociaron a la formación de partículas de alumina formadas durante el proceso y a la adición de boro (100 ppm) debido a la contención en el crecimiento del grano, aunque la formación de alumina en los bordes de grano reduce al ductilidad.

1.8.2 Efecto de los elementos aleantes en las aleaciones intermetálicas Fe-Al

A partir de una aleación base definida, las variables que pueden modificar las propiedades y características de las aleaciones son además del proceso, las adiciones de elementos microaleantes, tratamientos térmicos y trabajados mecánicos posteriores. En relación a los elementos microaleantes, se han realizado diversos estudios para determinar el efecto de

estos elementos en aleaciones intermetálicas de base Fe-Al ^[23-27]. La principal característica de los elementos de adición es el de reforzar o modificar las propiedades mecánicas y en particular, para las aleaciones de Fe-Al con contenidos de aluminio alrededor del 35 a 40% atómico se ha realizado esto modificando el tamaño de grano o distribución microestructural mediante la adición de solutos tales como cromo y molibdeno, y por una segunda fase o formación de precipitados y segregaciones promovidos por adiciones tales como molibdeno o cromo (en mayor proporción) y niobio, zirconio, carbón y boro ^[25]. Similarmente, Zhang y colaboradores ^[23], encontraron una mejora significativa en la resistencia al creep de la aleación Fe-Al con composición Fe-40Al-0.2Mo-0.05Zr-0.5Ti-0.2C-0.02B en % atm. mediante el incremento del carbón o por el incremento del contenido de metales de transición. El creep mínimo disminuye en el orden de tres. La mejora se atribuye al endurecimiento por precipitación y endurecimiento por solución sólida. En general el boro como microaleante es usado en aleaciones de Fe-Al para reforzar las fronteras de grano y cambios en el modo de fractura con la finalidad de obtener un menor porcentaje en el tipo de fractura intergranular. El boro también incrementa la cedencia a temperatura ambiente y la última resistencia a la tensión, esto causado por un reforzamiento en la frontera de grano por efecto del boro ^[32].

En general, los efectos en la adición de los elementos aleantes terciarios en una proporción de 1 a 5 % atómica, en las aleaciones Fe-Al con estructura B2 (esta es otra forma de definir una estructura b.c.c.) se pueden clasificar en tres categorías ^[24]:

Clase 1: $X_1 = \text{Ni, Co, Ti, Si, Mn o Cr}$ forman una sola fase de la aleación Fe-Al- X_1 después de la homogenización. Estos elementos no muestran efecto de mejoramiento significativo sobre los materiales expuestos a altas temperaturas (1300 °K), en comparación con aleaciones binarias con estructura B2 de Fe-Al base.

Clase 2: $X_2 = \text{Zr, Hf, Nb, Ta o Re}$, muestran una incompleta solubilidad después de un tratamiento largo de homogenización por 175 h a alta temperatura, 1525 K. Se ha reportado que la adición de elementos de la clase 2 incrementa el flujo de tensiones en un factor de tres comparado con aleaciones binarias de Fe-Al.

Clase 3: $X_3 = W$ o Mo , al parecer no muestran alguna solubilidad semejante en las aleaciones Fe-Al e incrementan el flujo de tensiones, en un factor de seis comparada con la aleación binaria Fe-Al a altas temperaturas, 1300 K.

Bajo estos antecedentes, se dice que las propiedades mecánicas de las aleaciones Fe-Al-X dependen fuertemente del tipo y cantidad del constituyente ^[24]. Como por ejemplo, las aleaciones binarias de Fe-Al con contenido de Mo producen varias cantidades de precipitados intermetálicos estables en la matriz de Fe-Al-Mo, la resistencia a la cedencia puede alcanzar 1600 MPa con una simultánea fragilización, concluido previamente por Eumann y colaboradores ^[25], igualmente encontraron que el material no se daña significativamente por un corto periodo de oxidación, debido a la adición de Mo, comparado con otra aleación binaria o terciaria de Fe-Al, que esta produce una solución sólida dura y un endurecimiento por precipitación dependiendo del contenido de molibdeno, la temperatura de solidificación y el posterior tratamiento ^[25].

Una de las aleaciones más prominentes de aluminio de hierro fue desarrollada por Oak Ridge National Laboratory es identificada como FA-129 (Fe-Al 16.6-Cr 4.67-Nb 1.14-C 0.027 en % atm.). La mayoría de los elementos aleantes que contiene son Cr, Nb y C. El cromo cambia la reacción en la superficie con lo cual reduce la fragilización en atmósferas húmedas. El niobio y el carbón son adicionados para mejorar el creep y la resistencia a la tensión a altas temperaturas por el fortalecimiento microestructural con carburos ^[26]. En similares estudios, Kupka y colaboradores ^[27] en su evaluación la aleación Fe-40Al-5Cr-0.2Mo-0.2Zr-0.2B en % atm. producida por fusión en un horno de inducción, presentaron resultados de pruebas de torsión en caliente concluyendo sobre resultados previos que esta es la mejor aleación a temperatura ambiente. Los intermetálicos de Fe-Al en algunos casos podrían sustituir al Fe-Cr o a los aceros inoxidable o aleaciones base níquel, gracias a que la capa formada de alúmina en la superficie provee de resistencia a la oxidación y sulfurización a altas temperaturas. ^[27] Además el cromo es uno de los elementos aleantes más populares en los aluminuros de hierro ya que este cambia el estado en la superficie de

estas aleaciones, dado que la presencia de cromo acelera la nucleación de la capa de óxido protectora α - Al_2O_3 .^[26]

Estudios recientes muestran que las aleaciones de Fe-Al con un contenido de aluminio entre 36 y 38 % atómico son muy resistentes a la carbonización a 1000 ° C en un medio simulando la pirolisis de etileno. La densidad del aluminuro de hierro es 30% menos que la de las aleaciones base Ni, esto es muy importante en la industria aérea, los aluminuros de hierro tienen alta resistencia a la corrosión en medios como vapor, agua de mar, sales oxidantes, etc. El principal problema en aplicaciones comerciales de las aleaciones FeAl es la fractura a temperatura ambiente, debido a la interacción de átomos de aluminio con aire y la formación de hidrógeno. Sin embargo las propiedades plásticas se pueden mejorar con procedimientos de fusión y colada tales que se obtenga una densidad de grano fino a lo largo de todo el lingote sin microporos y poros producidos por contracción, cantidades de C, B, Zr y Mo incrementan la plasticidad de las aleaciones de Fe-Al, la plasticidad de estas aleaciones también aumenta después de un enfriamiento lento en el tratamiento de homogenizado y un largo recocido a baja temperatura. (Por ejemplo 673 K / 120h). El efecto de la súper-plasticidad está conectado con los procesos de recuperación dinámica y recristalización, acompañado por una significativa disminución en el tamaño de grano.^[27]

1.8.3 Alta resistencia de la aleación Fe-Al

Una de las condiciones de interés de estas aleaciones, está dada a temperatura ambiente, donde se requiere una alta resistencia combinada con su baja densidad y módulo de elasticidad alto. Fue tal el interés que se desarrolló una aleación que alcanzó los 1000 MPa de resistencia a la cedencia, esto fue una versión mecánicamente aleada de Fe -40% Al, con pequeñas adiciones de Zr y B para quitar las impurezas de carbón y mejorar la adhesión en la frontera de grano. También se le agregó 1 % de Y_2O_3 para inducirse como dispersor de partículas finas en el proceso de aleado mecánico. En el estudio de este material se cree que la contribución de la resistencia por la matriz es de 300 MPa, el reforzamiento por el tamaño de grano fino contribuye con 350 MPa y el dispersor de partículas alrededor de 450 MPa.^[28]

No obstante los materiales mecánicamente aleados muestran muy buena resistencia con pequeñas cantidades de reforzadores producidos en la matriz, partículas de óxidos dispersas y tamaño de grano fino. Pese a la buena ductilidad que se ha mostrado gracias al refinado de tamaño de grano a muy bajos valores, cerca de los micrones, en el proceso de aleado mecánico no es muy difícil conseguir este tamaño de grano pero en los procesos convencionales de proceso termomecánicos el tamaño de grano fino se vuelve inestable a altas temperaturas y lo rugoso del grano conduce a pérdidas de ductilidad. Los boruros finos y estables producidos por solidificación rápida, o partículas finas introducidas por aleado mecánico dan buena resistencia al creep a temperaturas cercanas de 800 a 1000 ° C, las técnicas simples de colada también parecen dar buena resistencia al creep a altas temperaturas. [28]

1.8.4 Elementos indeseables

Durante la oxidación a altas temperaturas de algunos componentes intermetálicos tales como NiAl, FeAl y Ni₃Al es común encontrar huecos que se forman fácilmente en la intercara aleación / alúmina. Los huecos interfaciales pueden deteriorar la integridad de la intercara / alúmina y ser parcialmente responsables de varias capas de óxidos, por reducir el contacto entre las áreas de óxido y de la aleación base. Se encontró que la formación en la intercara de huecos o cavidades durante la oxidación dependen de una variedad de factores, tales como la segregación de azufre en la intercara, la composición estequiométrica del componente o la relativa rapidez de difusión de Ni o Fe al aluminio y el crecimiento de tensiones generadas en el óxido durante la oxidación. Recientemente se encontró que la microestructura de la aleación también puede tener efectos en la formación de huecos. Por ejemplo, recubrimientos de micrograno de FeAl + 6.5% atm. de cromo muestran mucho menor porcentaje de huecos que su contraparte por colada según Zheyu Liu et al [29]. El efecto del azufre es el de segregar en la intercara óxido / aleación con lo cual deteriora la adherencia del óxido y reduce la energía de superficie lo que provoca un crecimiento más rápido de los huecos.

1.8.5 Tratamientos térmicos

Los aluminuros de hierro son materiales estructurales que se están desarrollando para uso a altas temperaturas, por su relativo alto punto de fusión, buena resistencia a la oxidación, alta resistencia a la tensión, baja densidad y bajo costo. Es también reconocido que las propiedades físicas y mecánicas se ven fuertemente afectadas por defectos puntuales tales como vacancias y sustitución en solución sólida por otros elementos no afines ^[30]. En este aspecto, Haraguchi y colaboradores ^[30] realizaron un tratamiento térmico sobre materiales FeAl en tubos de sílice sellados con atmósfera controlada (argón) con la finalidad de determinar el efecto del tratamiento térmico sobre la cantidad de vacancias. El tratamiento fue a 1173 °K por 1 hora, seguido de un enfriamiento lento hasta temperatura ambiente (1K/min.), posteriormente fueron templadas en agua a diferentes temperaturas. De los resultados obtenidos indican que la concentración de vacancias esta en función de la composición, y que las vacancias térmicas se incrementan con el incremento en la concentración de aluminio y también con la temperatura de templado. ^[30]

1.8.6 Efectos del medio (aire o vacío durante la prueba de resistencia)

En los últimos años se ha investigado el efecto del medio ambiente en la ductilidad de aleaciones base Fe-Al(40 % atómico) a temperaturas ambientes. Pike y colaboradores encontraron que se tiene un 12 % menos de resistencia a la cedencia en pruebas hechas al aire que en pruebas hechas al vacío, esto se atribuye a un ligero efecto del medio, ambas observaciones se encontraron en la aleaciones de Fe-Al con adiciones de boro y sin adiciones de boro. El efecto del ambiente se da durante la realización de las pruebas mecánicas y se le atribuye a la fragilización por hidrógeno, como ha sido reportado previamente ^[31]. En relación a esta conclusión, Pike y colaboradores, en su estudio de evaluación de vacancias, mediante tratamiento térmico del intermetálico Fe-Al con adiciones de boro, determinaron que este elemento no tiene un efecto substancial en la generación de vacancias, el ambiente tiene un ligero efecto en la resistencia a la cedencia ya que se encontró que es menor en aire en un 12% que al vacío, a temperaturas de templado de 700 ° C, el efecto del ambiente no es significativo, adicionalmente encontraron un

tamaño grano de 35 y 15 μm para la aleación sin boro y la aleación con boro respectivamente ^[31]

1.8.7 Vacancias

A altas temperaturas, las aleaciones Fe-Al generan un gran número de vacancias que se dan por la difusión de átomos de hierro y aluminio dentro de la red, la concentración de vacancias también se incrementan con el incremento del contenido de aluminio. Las propiedades mecánicas dependen de la concentración de vacancias. Es por eso que es necesario el entendimiento exhaustivo de la generación o aniquilación de vacancias. En términos generales, un incremento en la concentración de vacancias genera un incremento en los valores de dureza y una disminución en la ductilidad de la aleación de Fe-Al. La resistencia a la cedencia se incrementa con el incremento de la temperatura, se sugiere que es debido al contenido de vacancias térmicas, la disminución de resistencia alrededor de su máxima temperatura de trabajo se atribuye al creep. Entonces, una baja concentración de vacancias durante las operaciones de conformado mecánico contribuye a la formabilidad del FeAl. De esta forma, incrementando la concentración de vacancias por tratamiento térmico se contribuye en la resistencia de la parte terminada. ^[32]

Cuando la dureza y resistencia de los aluminuros de hierro son incrementadas mediante un incremento en las vacancias, entonces disminuye la ductilidad a temperatura ambiente. En general los aluminuros de hierro tienen baja ductilidad a temperatura ambiente debido a la humedad ambiental, lo cual induce a la fragilización por hidrógeno, y en otros casos por vacancias retenidas. Lo anterior ha generado que la utilización de los intermetálicos Fe-Al no sobresalga en aplicaciones ingenieriles. Las vacancias retenidas cambian el modo de falla de intergranular a transgranular lo cual conlleva a que se fracture o rompa el material a temperatura ambiente en operaciones de conformado. Este efecto se ha investigado de lo cual, en la literatura se sugiere que algunos elementos aleantes son efectivos para la reducción en la concentración de vacancias. En el interés científico e industrial se recomienda que a través de la revisión en la formación de vacancias, remoción de vacancias, el efecto de la temperatura en la rapidez de enfriamiento y los elementos

aleantes se puedan generar mejoras en las propiedades de estas aleaciones. Adiciones de elementos aleantes tales como Cu, Ni, Mn, Cr, V y Ti incrementan el equilibrio de la dureza y solo ligeramente afectan la concentración de vacancias térmicas. Además el boro tiene un efecto benéfico en la eliminación de las vacancias. En la figura 2 se dan algunos de los defectos cristalinos en la microestructura de la aleación Fe-Al del tipo B2. ^[32]

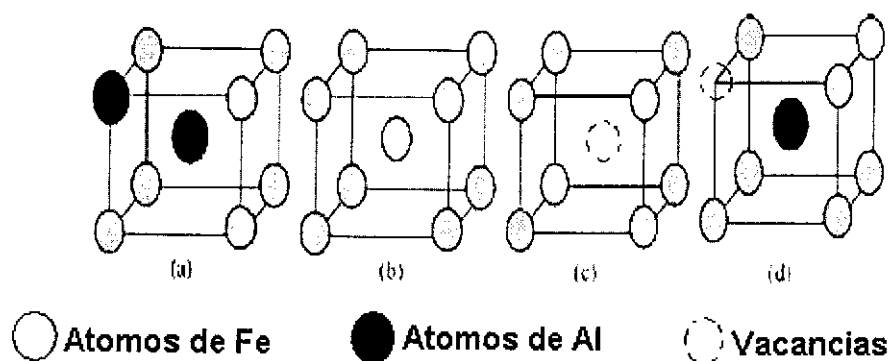


Fig.2 Defectos cristalinos en la microestructura de FeAl (B2); a) anti-sitios del átomo de Al, b) anti-sitios de átomos de hierro, c) vacancia de un átomo de Al en la red unitaria, d) vacancia de un átomo de hierro en la red unitaria. ^[32]

La concentración de vacancias en aleaciones Fe-Al es directamente influenciada por el tratamiento térmico aplicado. A altas temperaturas se incrementa la concentración de vacancias, a bajas temperaturas de recocido (400 ° C) se reduce dicha concentración, de tal forma que reduciendo la concentración de vacancias se reduce la dureza y se incrementa la ductilidad de Fe-Al, con lo cual se incrementa la maleabilidad ^[32]. Una explicación a esta relación, esta dada al hecho de que los aluminuros de hierro con estructura B2 (o estructura bcc) contienen una significativa cantidad de concentraciones de vacancias térmicas, y estas influyen importantemente en las propiedades mecánicas. Estas vacancias disminuyen la ductilidad e incrementan la resistencia de los aluminuros de hierro. Adicionalmente, cuando la concentración de aluminio aumenta, o la temperatura de recocido disminuye, la velocidad de remoción de vacancias es más lenta. ^[33]

Las tres muestras fueron tratadas térmicamente al aire, en un horno a 400° C por 82 h con la intención de reducir algunos excesos de vacancias retenidas durante el procesado. Durante el estudio metalográfico realizado se encontró que todos los materiales contenían

pequeñas cantidades de alúmina con un tamaño de 20 – 100 μm localizados inter e intragranularmente. También se reporto que la ductilidad era muy baja. [22]

Por ultimo concluyen que los materiales tuvieron tamaño de grano fino e isotrópico, e inclusiones nanométricas de alúmina, las cuales se formaron durante el proceso, las propiedades mecánicas no fueron afectadas por la exposición al aire del polvo mecánicamente aleado antes de la consolidación, los óxidos de alúmina probablemente desempeñan un papel en la propagación de la fractura. [22]

También se han realizado estudios sobre el efecto del tamaño de grano y la rapidez de enfriamiento en la resistencia a la cedencia, se encontró que cuando el tamaño de grano incrementa, la ductilidad y resistencia disminuyen. La cual sigue una relación similar a la de Hall-Petch: [32]

$$YS = 342 + 462 * d^{-1/2}$$

Donde: “d” es el tamaño de grano y esta dado en micrómetros y YS es la resistencia a la cedencia en MPa. También se encontró que la resistencia a la cedencia disminuye y la ductilidad se incrementa con la disminución de la rapidez de enfriamiento. [32]

V. K. Sikka [34] realizo una investigación sobre dos técnicas de fusión para la fabricación del intermetálico Fe-Al, el material obtenido fue Fe_3Al , los procesos usados fueron el de fusión por inducción al aire y el de fusión por inducción al vacío. Como anteriormente se mencionó el efecto del ambiente esta asociado con la primera causa de la baja ductilidad de las aleaciones Fe-Al, con la disminución del contenido de aluminio se ha observado que se reduce la fragilización relacionada al ambiente. La aleación que se trabajo esta compuesta por 16% atm. de aluminio y otros elementos aleantes como Cr, Zr, C, Mo e Y. También se realizo otra aleación con la misma composición pero sin Y.

Cada elemento tiene una razón específica que a continuación se describe:

La cantidad de aluminio adicionado es para disminuir el efecto del ambiente ya que esta acompañada por la generación de hidrógeno, la adición de cromo se hace para ganar resistencia a la corrosión acuosa, la adición de molibdeno para proteger contra la corrosión por picadura, el zirconio y el carbono son adicionados para formar carburos de zirconio que son de alto punto de fusión y proporcionan refinamiento de grano durante la solidificación, el itrio se adiciona para aumentar la resistencia a la oxidación a altas temperaturas.

La reacción del hierro aluminio da una ventaja pues es exotérmica, esto proporciona menor tiempo de fusión, mejor control químico y minimiza la formación de escoria. Todos los elementos son adicionados dentro del crisol y cuando la temperatura se encuentra arriba de 660 ° C el aluminio comienza a fundir y se da la reacción con el hierro la cual es exotérmica. La aleación FeAl alcanza una temperatura aproximada de 1500 ° C y comienza a disolver los elementos aleantes.

La selección del crisol es sumamente importante ya que los elementos con los que este fabricado puede afectar la práctica de fusión, las aleaciones Fe-Al reducen a los crisoles de MgO. Este tipo de reducción promueve la disolución de productos en la aleación y erosión del crisol. La mejor forma de adicionar los elementos aleantes es por medio de aleaciones o ligas que son más comerciales.

La observación más significativa hecha en la prueba de tensión del trabajo realizado por V. Sikka^[34] es la menor ductilidad de la muestra fabricada por A.I.M. en comparación con la muestra fabricada por V.I.M.

La microestructura óptica muestra que los tamaños de grano son más o menos de la misma dimensión, excepto cerca de las caras del material. Las características mostradas por el análisis del SEM indican que no hay reducción de área para la muestra hecha por el método A.I.M. mientras que la fabricada con el proceso V.I.M. muestra reducción de área y deformación en la superficie, la fractura de la superficie de la muestra A.I.M. muestra

clivaje con algunas características intergranulares y la muestra V.I.M. muestra clivaje con rasgaduras dúctiles en el centro de la fractura, pero muy limitada ductilidad cerca de la cara de la superficie de la muestra. A la muestra fabricada por A.I.M. se les realizó un proceso posterior que consistió de forjado 50% a 1100° C seguido por un laminado final a 650° C a 0.76-mm de espesor, resulto en un significativo incremento en la ductilidad del material. Al material hecho por V.I.M. fue sujeto al mismo proceso sin mostrar cambios. ^[34]

Capítulo II. *Diseño de experimentos.*

Con la finalidad de cumplir con el objetivo planteado en este trabajo, se fabricó una aleación intermetálica de base Fe-Al por fundición convencional en un horno de inducción bajo atmósfera inerte por gas argón. La aleación se produjo utilizando elementos altamente puros, a esta aleación se le hicieron adiciones de elementos de aleación tales como: Cu, Ni, Ag y Li. Posteriormente, estas aleaciones fueron caracterizadas mecánica y microestructuralmente. El material, equipo y procedimiento de fabricación se describen a continuación, así como las pruebas que se realizaron para la evaluación de las aleaciones.

2.1 *Material*

La materia base (materia prima) utilizada en la fabricación de los materiales intermetálicos de base Fe-Al(40 % atm.), el material para la preparación de los moldes, y el equipo de racionalización o medición de las partes se enlistan a continuación. Igualmente, se utilizó un molde prototipo maquinado previamente para las probetas utilizadas en las evaluaciones mecánicas (fig. 3), y paralelamente se realizó un vaciado del material en moldes cilíndricos continuos, como se ilustra en la figura 4.

- Hierro 99.97 %, forma irregular de aproximadamente 12 mm.
- Aluminio 99.9 %, forma de gránulos con diámetro de entre 8 y 12 mm.
- Níquel con 99.95 %, forma esférica con diámetro de 3-25 mm.
- Cobre 99.999 %, alambre.
- Plata 99.9 %, forma de gránulos.
- Litio 99.9%, lingote de 5.7 cm. de diámetro
- Arena sílica de moldeo para fundición.
- Bentonita cálcica.
- Crisoles de carburo de silicio.
- Horno de inducción Inductotherm, Power-Trak 35-96.
- Varillas de agitación de acero bajo carbón sin pintar.
- Placa de acero de 1/8 de espesor.

- Estufa.
- Caja para moldes.
- Balanza analítica.
- Balanza granataría.
- Modelo para prueba de tensión.
- Modelo cilíndrico de cobre.

Las dimensiones del modelo usado para la fabricación de las probetas que fueron sometidas a la prueba de resistencia a la tensión se describen en la figura 3.

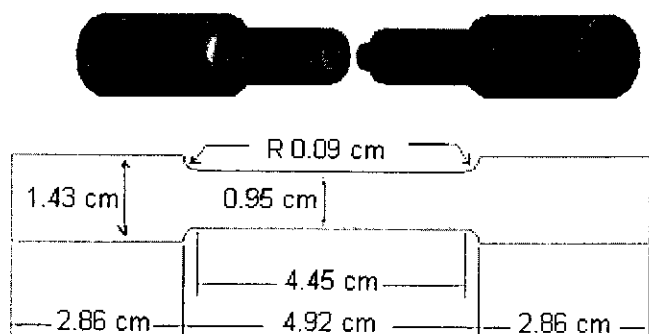


Figura 3. Dimensiones del modelo para resistencia a la tensión.

Las dimensiones de la probeta usada para efectuar: difracción de rayos X, microscopia electrónica de barrido (SEM), microscopia óptica, microdureza y composición química (por EDS) se muestran en la figura 4.

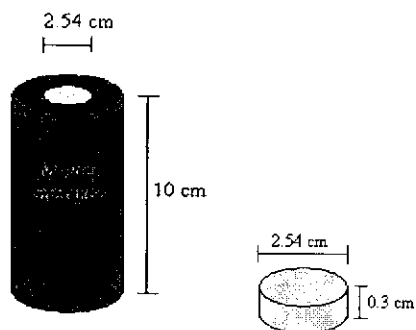


Figura 4. Dimensiones de la probeta cilíndrica.

2.2 Metodología empleada.

2.2.1 Procedimiento de moldeo para probetas de tensión.

Se preparo una mezcla de arena para el moldeo de las muestras de tensión, la cual consistió de arena silica 88.46 %, bentonita 5.77 % y carbón marino 1.92 %, a esta mezcla se le adiciona agua aproximadamente hasta un 3.85 % y se revuelve hasta obtener una mezcla homogénea.

Habiéndose preparado la mezcla de arena, se moldea la probeta dentro de la caja de moldeo, adicionando arena y compactando con un pequeño apisonador hasta cubrir completamente el modelo. En la figura 5 se muestra el proceso de moldeo y la colocación de las muestras.

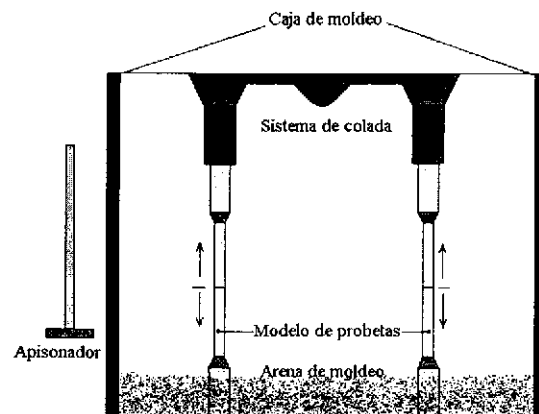


Fig. 5 Moldeo de las probetas de resistencia a la tensión.

El modelo fabricado se colocó dentro de una estufa a 150°C durante 20 a 24 horas para eliminar la humedad de la arena. Transcurrido el tiempo de secado, los moldes fueron sacados de la estufa y colocados sobre una placa de acero de 0.31 cm. de espesor donde fueron colados. Para el molde metálico la colada se realizó en conjunto con los moldes de arena. El desmolde de las muestras se hizo hasta que estas estuvieron a temperatura ambiente.

2.2.2 Fusión.

Los cálculos realizados para determinar el contenido de cada componente en la carga fueron tomando como base 1 Kg. de aleación y la fusión se realizó en un horno de inducción marca Inductotherm Power Trak 35-96, usando un crisol de carburo de silicio.

2.2.2.1 Fusión de la muestra Fe-Al

En un crisol de carburo de silicio se agrega el Fe puro y se espera hasta que este se funda, ya fundido se agrega el aluminio puro en pequeñas cantidades hasta adicionarlo totalmente, cuando se adiciono todo el aluminio se espero un tiempo para la reacción entre los dos elementos de la aleación y se agito con la varilla de acero de bajo contenido de carbón para un mejor mezclado entre el hierro y el aluminio, se dejo aproximadamente de 2 a 3 minutos para aumentar la temperatura de la aleación y finalmente fue vaciada a los moldes de arena y el metálico. La temperatura aproximada de trabajo es de 1500 a 1550° C

El calculo para determinar la cantidad en gramos de Fe y Al para obtener una aleación con 60 % atómico de hierro y 40 % atómico de aluminio se realiza mediante las siguientes expresiones:

$$\%wt.Fe = \frac{(\%atm.Fe * p.atm.Fe)}{(\%atm.Fe * p.atm.Fe) + (\%atm.Al * p.atm.Al)} * 100 \quad \dots\dots \quad \text{ecc. (1)}$$

$$\%wt.Fe = \frac{g.Fe}{g.totales} * 100 \quad \dots\dots\dots \quad \text{ecc. (2)}$$

$$g.Fe = \frac{(\%wt.Fe * g.totales)}{100} \quad \dots\dots\dots \quad \text{ecc. (3)}$$

Donde: % wt. Fe = es la cantidad de hierro en por ciento en peso de la aleación, % atm. Fe = por ciento atómico de hierro en la aleación, g. Fe = gramos adicionados de hierro a la aleación y g. totales es la cantidad total de la aleación.

2.2.2.2 Fusión de la aleación de Fe-Al + 3% atm. Cu

Para esta aleación se adiciono el hierro y se espero a que se fundiera, posteriormente se adiciono gradualmente el aluminio, cuando el hierro y el aluminio se incorporaron se agito el material fundido con la varilla de acero de bajo carbón, así como se describe para la aleación base, posteriormente y después de esperar un tiempo de 1 a 2 min. para tener una mejor reacción entre los elementos de aleación se adiciona el cobre, al adicionar el cobre se espera un lapso de tiempo para que se disuelva este en la aleación y posteriormente agitar nuevamente con una varilla de acero bajo carbón para homogenizar, finalmente se deja un tiempo para elevar su temperatura y poder vaciar.

Para calcular los gramos adicionados se usaron las ecuaciones 1, 2 y 3.

Para las aleaciones base Fe-Al + X (X = Cu 5 %, Ni 3 %, Ni 5 %, Ag 3 % y Ag 1 %). El procedimiento de fusión fue el mismo que se utilizo en la fabricación de la aleación Fe-Al + 3% Cu con la diferencia de que los elementos y porcentajes elegidos para cada aleación variaron según la formulación.

2.2.2.3 Fusión de la aleación Fe-Al + 3% Li.

La fusión de la aleación intermetálica con adiciones de litio, se llevo bajo una variante especial del procedimiento previamente describió, Este procedimiento es diferente debido a que el litio es un material sumamente reactivo y de punto de fusión bajo. Para esta prueba se preparo la aleación base Fe-Al tal y como se realiza con los otros elementos, la adición del litio se llevo acabo envolviendo el litio en papel aluminio y colocándolo en una varilla de acero al carbón, cuando se tiene la aleación base Fe-Al se adiciona el litio y simultáneamente se cubre el crisol conteniendo el material con otro crisol que funciona como tapa para evitar el derrame de la aleación, se espera un tiempo en lo que termina la reacción y se deja otro tiempo para aumentar su temperatura para posteriormente ser vaciado. A continuación se presenta una figura en la cual se describe en forma general el procedimiento del proceso de fusión de las aleaciones de base Fe-Al. Ver figura 6.

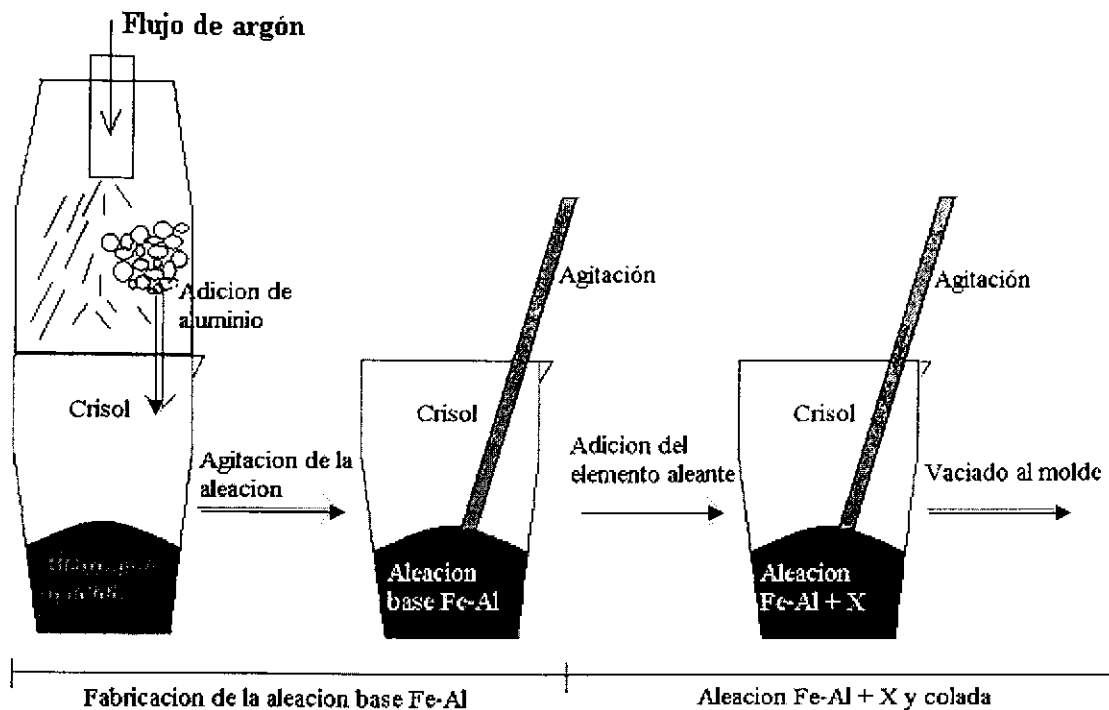


Figura 6. Proceso de fusión de la aleación base Fe-Al + X

2.3 Tratamiento térmico

Las piezas fabricadas una vez desmoldadas, fueron sometidas a un tratamiento térmico, el cual consiste en introducir las muestras a 800 °C durante 48 horas y dejar enfriar dentro del horno, la finalidad del tratamiento es de homogenizar el material, el tratamiento térmico también se realizó a las muestras obtenidas del molde metálico.

2.4 Preparación de muestras

2.4.1 Corte y Desbaste

El corte de muestras para ensayos de Dureza, Microscopía Óptica, Difracción de Rayos X (XRD), Espectroscopía de Energía Dispersa (EDS) y Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) se realiza cortando muestras de 3 a 4 mm. de espesor con una cortadora tipo Isomet de baja velocidad marca BUEHLER con un disco de corte de filo de diamante, después se

desbastaron con papel lija del No 240, 320, 400 y 600 a 250 r.p.m. y se pulieron a espejo con alumina de 0.5µm sobre un paño de lana sintética.

2.4.2 Ataque químico

Las muestras fueron atacadas con el reactivo de ataque 1 Keller's para análisis en el S.E.M. (2 ml. HF(48%), 3 ml. HCl, 5 ml. HNO₃ disueltos en 190 ml. De agua destilada) o bien con reactivo # 2 para analisis en microscopio óptico (45 ml de HCl, 30 ml. de HNO₃ y 30 ml. de ácido acético). El procedimiento de ataque fue sumergir la zona pulida durante 15 a 20 segundos con el reactivo 1 (Keller's) y de 3 a 5 segundos para el reactivo # 2, se lavaron con agua común y jabón, después con agua común, agua destilada y finalmente con acetona para posteriormente secar con aire caliente.

2.5 Ensayos

2.5.1 Microscopia Óptica

Se uso un microscopio metalográfico invertido Nikon, modelo Epiphot 300 tomando fotografías a diferentes magnificaciones.

2.5.2 Microscopio Electrónico de Barrido

Las imágenes fueron tomadas en un microscopio electrónico de barrido modelo XL Serie XL 30 ESEM, con electrones secundarios y vacío de 2.7E-04 mBar. El análisis químico se obtuvo también de esta prueba por Espectroscopía de Energía Dispersa. Con las muestras previamente pulidas y atacadas con Keller's.

2.5.3 Difracción de rayos X

Este se llevo acabo con un difractómetro SIEMENS 5000, operado a 30KV con fuente de radiación de cobre con la muestra pulida y atacada con el reactivo # 2.

2.5.4 Dureza

La medición de dureza del material se realizó en un microdureómetro marca SHIMADZU modelo HMV-2 ASSY, la muestra fue pulida y atacada químicamente con el reactivo #2, las condiciones de prueba fueron: aplicando una carga de 980.7mN (HV 100 g / 20 s.) durante un tiempo de 20 segundos con un indentador para microdureza Vickers (diamante) y la huella fue medida con un ocular X40.

2.5.5 Resistencia a la tensión

Las probetas fueron desbastadas en la zona de trabajo con lijas hasta obtener una superficie pulida. La máquina usada para realizar la prueba fue una Shimadzu UH-300kNI, la velocidad de desplazamiento programada fue de 0.4 mm/min. Los datos se obtienen de un programa de la máquina llamado Trapezium y posteriormente son adquiridos en Excel.

Capítulo III: Presentación de resultados

Los resultados obtenidos sobre las evaluaciones experimentales realizados para la caracterización microestructural y mecánica de la aleación base Fe-Al y Fe-Al + X (X = 3% Cu, 5% Cu, 3% Ni, 5% Ni, 1% Ag, 3% Ag, 1% Li y 3% Li) fabricadas por el método de fundición convencional en un horno de inducción, se describen a continuación. Los resultados obtenidos de las propiedades mecánicas (microdureza, resistencia a la tensión) y la caracterización metalográfica (óptica) y microestructural por microscopía electrónica de barrido, así como el análisis químico elemental y de fases (EDS y rayos-X, respectivamente) se presentan dentro del contenido de este capítulo.

3.1 Metalografía

El análisis por microscopía óptica de cada una de las aleaciones producidas mediante el proceso de fundición convencional, aleación base Fe-Al y las microaleadas; Fe-Al + X, nos da un panorama general y a nivel de macro-escala, con el cual se obtiene una primera idea de las características tomadas o generadas por la adición de los elementos aleantes dentro de la aleación base Fe-Al (40 %atm.). Estos resultados preliminares se presentan en las figuras 7 a la 11. Las muestras observadas en la sección transversal del molde cilíndrico, fueron tratadas térmicamente previamente, según se describe en el desarrollo experimental del capítulo 2, estas muestras se observaron a diferentes aumentos en un microscopio metalográfico óptico de platina invertida.

En la figura 7 se observa la macroestructura de la aleación base Fe-Al a diferentes magnificaciones consideradas como sigue: a) baja magnificación (40X), b) media magnificación (100X) y c) alta magnificación (400X). Las muestras fueron preparadas mediante el procedimiento descrito en el capítulo 2 para análisis metalográfico, las fotografías que se muestran de la aleación base Fe-Al son para compararlas con las otras muestras mas adelante y observar los efectos en la microestructura de los elementos aleantes en esta aleación.

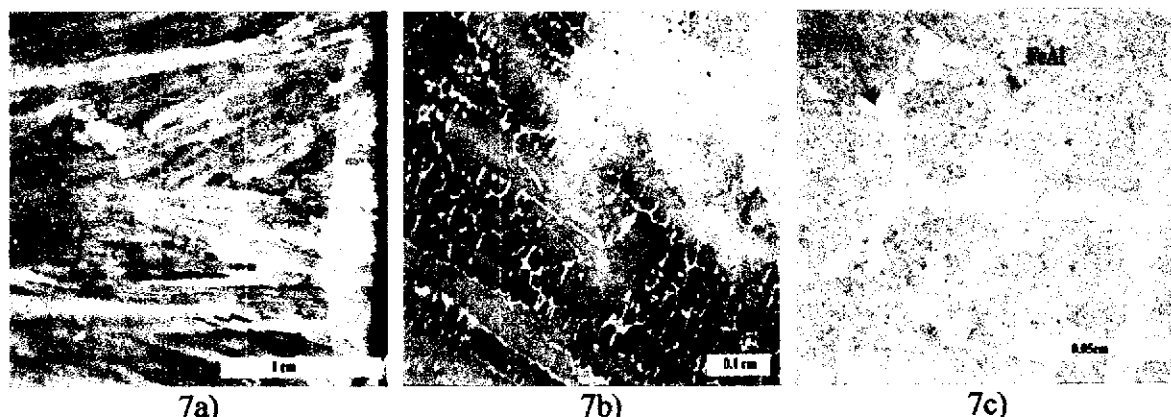


Figura 7 Foto-micrografías realizadas mediante el microscopio óptico sobre la aleación base Fe-40%Al, atacada químicamente con el reactivo # 1: a) Baja magnificación (macroestructura) , b) Media magnificación y c) Alta magnificación.

En la figura 7(a) se observa la solidificación de la aleación base dada en forma columnar a partir del borde del molde, el crecimiento columnar se da hasta el centro en forma radial, cercano al 80 % del radio total del molde, en el centro se presentan granos equiaxiales. La figura 7(b) muestra la presencia de las regiones interdendríticas de una segunda fase, que no predice el diagrama de fases Fe-Al, lo que indicaría la probable segregación de Al ó Fe ó Fe_3Al u otro compuesto. En a ref. [35] obtuvieron precipitados similares a los que se tienen en la muestra 7(c) la aleación fue realizada con el mismo procedimiento que aquí se mostró, a diferencia que dan como resultado que la fase que ellos obtienen es de Fe_3AlC . La fase minoritaria podría ser aluminuro de hierro (Fe_3Al) y la mayoritaria estaría formada por el aluminuro de hierro (FeAl). En la figura 7(c) se observa con más detalle la presencia de la 2da fase. Las observaciones dadas en el párrafo anterior fueron verificadas mediante el análisis de difracción de rayos-X (XRD) y la caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM), lo cual se describe más adelante.

En la figura 8 se observa la macroestructura de la aleación Fe-Al + 3% Cu a diferentes magnificaciones consideradas como sigue: a) baja magnificación, b) media magnificación y c) alta magnificación. La muestra obtenida de este material, igualmente fue preparada mediante el procedimiento ya descrito en el capítulo anterior. En primera instancia, la forma de solidificación se modificó con respecto a lo presentado por el material base debido a la adición del cobre. Debido a esta adición, el material presentó una solidificación

más equiaxial de granos comparativamente de mayor tamaño como se ilustra en la figura 8a.

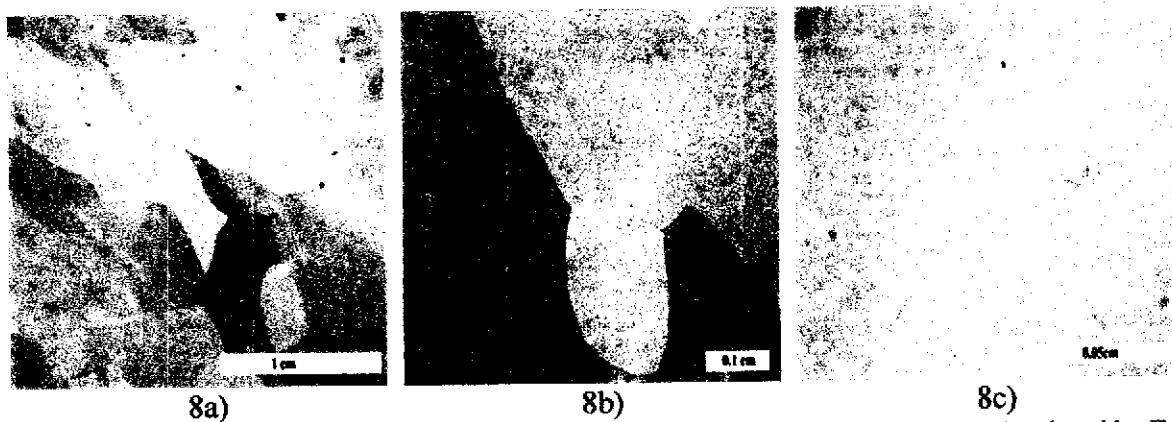


Figura 8 Foto-micrografías realizadas mediante el microscopio óptico sobre la aleación Fe-Al + 3% Cu, atacada con el reactivo # 1 a: a) Baja magnificación (macroestructura), b) Media magnificación y c) Alta magnificación

En su macroestructura esta aleación presenta grandes granos equiaxiales (figura 8(a)), y a diferencia del material base el cual presento granos columnares, esto debe tener cierto efecto en las propiedades mecánicas, lo cual se discute más adelante. Sin embargo en la macroestructura se observa la forma de los granos con un tamaño heterogéneo y adicionalmente se observaron pequeños poros. Con más detalle se ve esto en la micrografía de la figura 8b. En este material no se observo la segunda fase presente en el material base, la adición del cobre por lo tanto limito la formación de esta fase, efecto dado en solución sólida, con lo cual no se presenta segregación del componente de aleación a nivel de la macroescala y microescala como se ilustra en la figura 8c.

La adición de níquel en la aleación base Fe-40%Al, genera otro resultado diferente en la macroestructura del material ya que cuando se comparan se presentan también granos columnares mas gruesos y mas cortos en la aleación con 3% atm. de níquel, que a diferencia del efecto causado por la adición de 3% atm. de cobre es totalmente diferente. Jordan y colaboradores creen que el efecto del cobre y níquel solo incrementan el equilibrio de la dureza y solo ligeramente afectan la concentración de vacancias térmicas.^[32]

En la figura 9 se observa la macroestructura de la aleación Fe-Al + 3% Ni a diferentes magnificaciones consideradas como sigue: a) baja magnificación, b) media magnificación y c) alta magnificación.

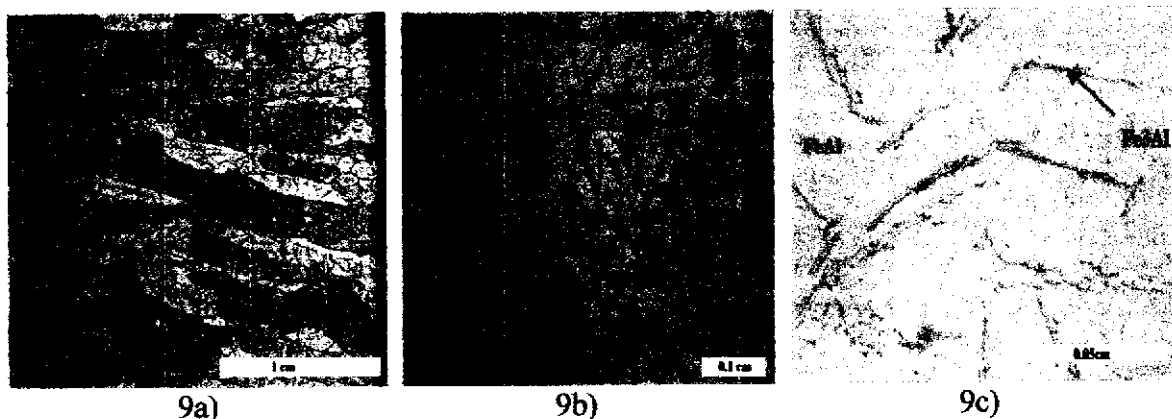


Figura 9 Fotomicrografías realizadas mediante el microscopio óptico a la aleación Fe-Al + 3% Ni, previamente atacada químicamente con el reactivo # 1 a: a) Baja magnificación, b) Media magnificación y c) Alta magnificación

En la figura 9(a) se muestra la dirección y forma de los granos (columnares en su mayoría) que vienen del borde del molde. La figura 9(b) muestra las dos fases por las cuales esta formada la aleación, una de estas fases tiene forma de hojuelas o acicular la cual es el aluminuro de hierro (Fe_3Al) y la matriz es el aluminuro de hierro (FeAl) que fueron verificados con XRD y SEM, y se discutirá más adelante. La forma acicular de la fase minoritaria promovida por la adición de níquel en la base FeAl , se formó dentro de los granos como parte de la estructura de la matriz, su distribución es homogénea, y no se presentó como fase segregada en los límites de grano. Esta observación se ilustra con más detalle en la figura 9(c) la cual indica que con respecto a la del material base es más fina lo cual podría modificar las propiedades mecánicas.

En la figura 10 se observa la microestructura de la aleación Fe-Al + 3% Ag a diferentes magnificaciones consideradas como sigue: a) baja magnificación, b) media magnificación y c) alta magnificación. La muestra fue preparada mediante el procedimiento descrito para los materiales anteriores.

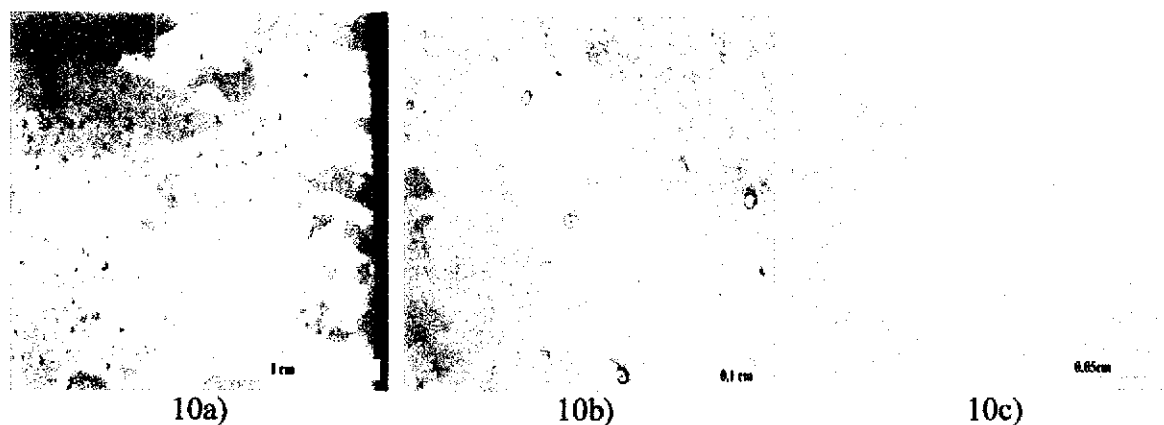


Figura 10 Fotomicrografías realizadas mediante el microscopio óptico a la aleación Fe-Al + 3% Ag, previamente atacada químicamente con el reactivo # 1 a: a) Baja magnificación, b) Media magnificación y c) Alta magnificación

La macroestructura general del material con adiciones de plata se observa en la figura 10(a). En esta imagen se observa que la disposición de los granos están ligeramente alargados, comenzando en el borde del molde con pequeños granos que se forman durante el proceso inicial de solidificación. La adición de 3 % atómico de plata al igual que con la adición de 5 % de esta en la aleación base, sobrepasa el límite de solubilidad en la fase cúbica (B2) del FeAl, el cual es cercano al 1 % atómico, y esto generó un porcentaje de insolubilidad en toda la matriz, esto se basa en los análisis posteriores realizados por E.D.S. En la figura 10(b) se pueden observar mejor estos precipitados dentro de los granos en formas de esferas pequeñas. Estos precipitados se identifican con mucha probabilidad para que sea una fase de aluminuro de plata (Ag_3Al), caracterizado así mediante otras técnicas (SEM, EDS y rayos X) lo cual se discute más adelante. La matriz esta formada por el aluminuro de hierro base (FeAl), y contiene alrededor de 1% de plata. En la figura 10(c) se ilustra con más detalle la presencia de la fase precipitada además de estar distribuida homogéneamente dentro de los granos y en el límite grano.

En la figura 11 se presentan las metalografías de la microestructura de la aleación Fe-Al + 3% Li a diferentes magnificaciones como sigue: a) baja magnificación, b) media magnificación y c) alta magnificación. La muestra fue preparada mediante el procedimiento previamente descrito en el diseño experimental del capítulo 2.

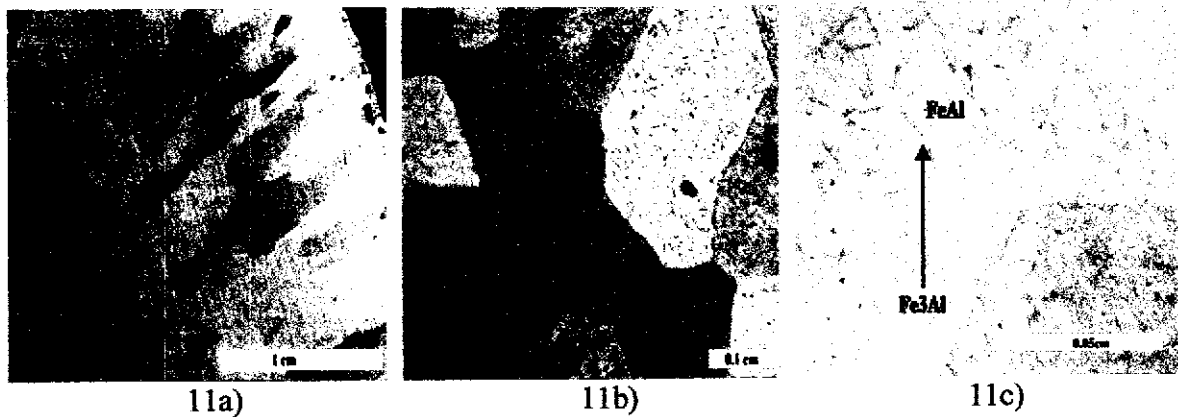


Figura 11 Fotomicrografías realizadas mediante el microscopio óptico a la aleación Fe-Al + 3% Ag, previamente atacada químicamente con el reactivo # 1 a) Baja magnificación, b) Media magnificación y c) Alta magnificación

La forma característica de solidificación del material base con la influencia del litio se ilustra en la figura 11(a). El material muestra la forma del grano que solidificó y creció a partir de la orilla del molde en forma columnar hasta llegar al centro en donde toma la forma equiaxial, como se observó sobre el material base. Sin embargo la longitud o porcentaje de los granos columnares es menor que lo presentado por el material base, alrededor del 50% menos, además los granos columnares son más finos en el material base. Este efecto está influenciado por la adición del elemento aleante. En la figura 11(b) se notan pequeñas inclusiones de óxidos, el límite de grano y otra fase pequeña de los granos equiaxiales. En la figura 11(c) se observa con más detalle la fase minoritaria la cual está formada por el intermetálico (Fe_3Al) y la matriz por el intermetálico FeAl. Esto se verificó con rayos X y microscopía de barrido y se describe más adelante. Uno de los parámetros influenciados por la adición de litio que se pueden observar en primer plano, es el refinamiento de grano y el refinamiento de la fase minoritaria presente dentro de los granos, como se ilustra en la figura 11c, y lo cual se espera modifique las propiedades mecánicas.

3.2 Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido y análisis químico elemental mediante Espectroscopía de Energía Dispersa (EDS)

Los resultados obtenidos mediante la caracterización por microscopía electrónica de barrido sobre los materiales intermetálicos de base Fe-Al y los aleados; Fe-Al + X, se muestran

mediante las imágenes de las figuras 12 a la 21, así mismo se presentan los resultados del análisis químico elemental mediante EDS de las diferentes fases presentes en los materiales y que son señalizadas dentro de las metalografías ahí mismo ilustradas. Las muestras observadas fueron previamente preparadas mediante el procedimiento Microscopia Electrónica de Barrido descrito en el capítulo 2. La finalidad de esta caracterización, es la de determinar el tipo de fases a nivel microescala, la cual no se observa en forma óptica, y obtener información relacionada con la composición química elemental de las diferentes fases metálicas y ausencia de material, conocido como porosidades por gas atrapado.

En la figura 12 se muestra la imagen por SEM del material base y los análisis químicos por EDS. La imagen por electrones secundarios de la figura 12, presenta dos fases características, una fase mayoritaria como matriz compuesta por la fase FeAl dentro de la cual se encuentra embebida una fase minoritaria en forma de pequeños granos distribuidos en los bordes dendríticos de la matriz. Los análisis por EDS del material en general y de la matriz nos dan una relación muy aproximada de la composición de la aleación dada por Fe₆₀-Al₄₀, similarmente el análisis químico de la fase minoritaria nos arroja un incremento en la cantidad de Fe componente de esta fase. La fase intermetálica Fe₃Al, representa una proporción de 75 contra 25 % atómico, lo cual no es correspondiente con el análisis químico por EDS de la fase minoritaria, sin embargo el análisis por EDS es un análisis semicuantitativo, adicionalmente el volumen y profundidad de donde la información de EDS es generada es superior al volumen de la pequeña fase; de esta forma se puede inferir que esta fase corresponde a la fase intermetálica Fe₃Al, de acuerdo al diagrama de fases del sistema binario hierro-aluminio. Las flechas indican la correspondencia de los análisis por EDS con la zona de la aleación y fase intermetálica.

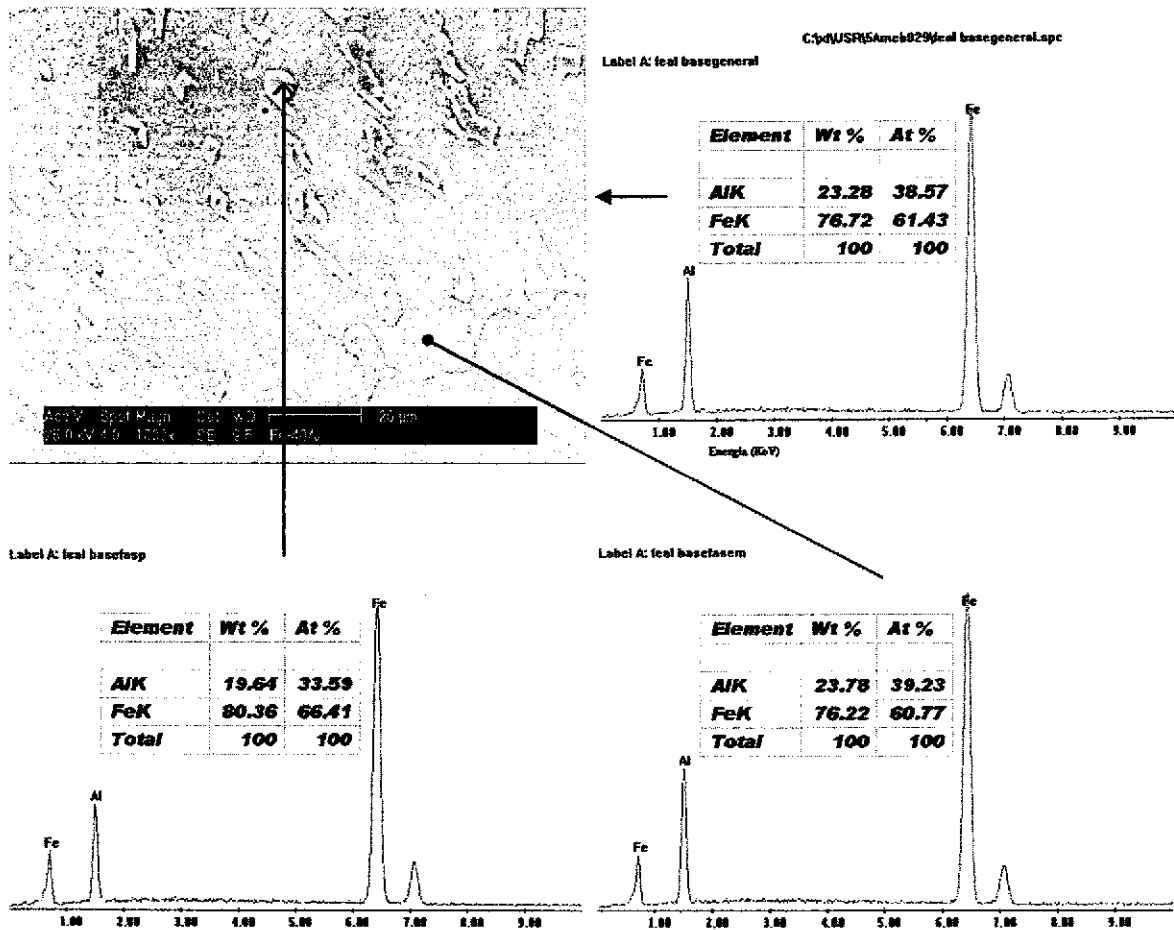


Figura 12. Imagen superficial por electrones secundarios (1000X) tomada del SEM y composición química elemental por EDS del área general y específica para cada una de las fases de la aleación base Fe-40%Al. La flecha fuera de la fotografía indica la composición general, la flecha circular muestra la composición de la fase mayoritaria o matriz y la flecha menor da la composición química de la fase minoritaria (forma de agujas o acicular).

La composición química general mostrada en la figura 12, presenta una composición dentro del intervalo fijado entre 34 y 40% atm. de aluminio, mientras que la fase minoritaria presenta una disminución en el contenido de aluminio, esta fase esta formada por la relación estequiometrica Fe_3Al , así como la fase mayoritaria se cree que esta compuesta por el intermetálico (FeAl) lo cual se corrobora mediante los análisis de difracción de rayos-X, presentados mas adelante.

En la figura 13 se muestra la imagen tomada por S.E.M. y los resultados obtenidos de composición química general de la muestra realizados con EDS, para la aleación Fe-Al + 3% Cu. Esta figura muestra que la aleación esta compuesta por dos fases, según los análisis de composición química y la micrografía, la mayoritaria esta compuesta por el intermetálico del tipo FeAl y la embebida es Fe₃Al, estas aseveraciones son corroboradas por difracción de rayos X más adelante.

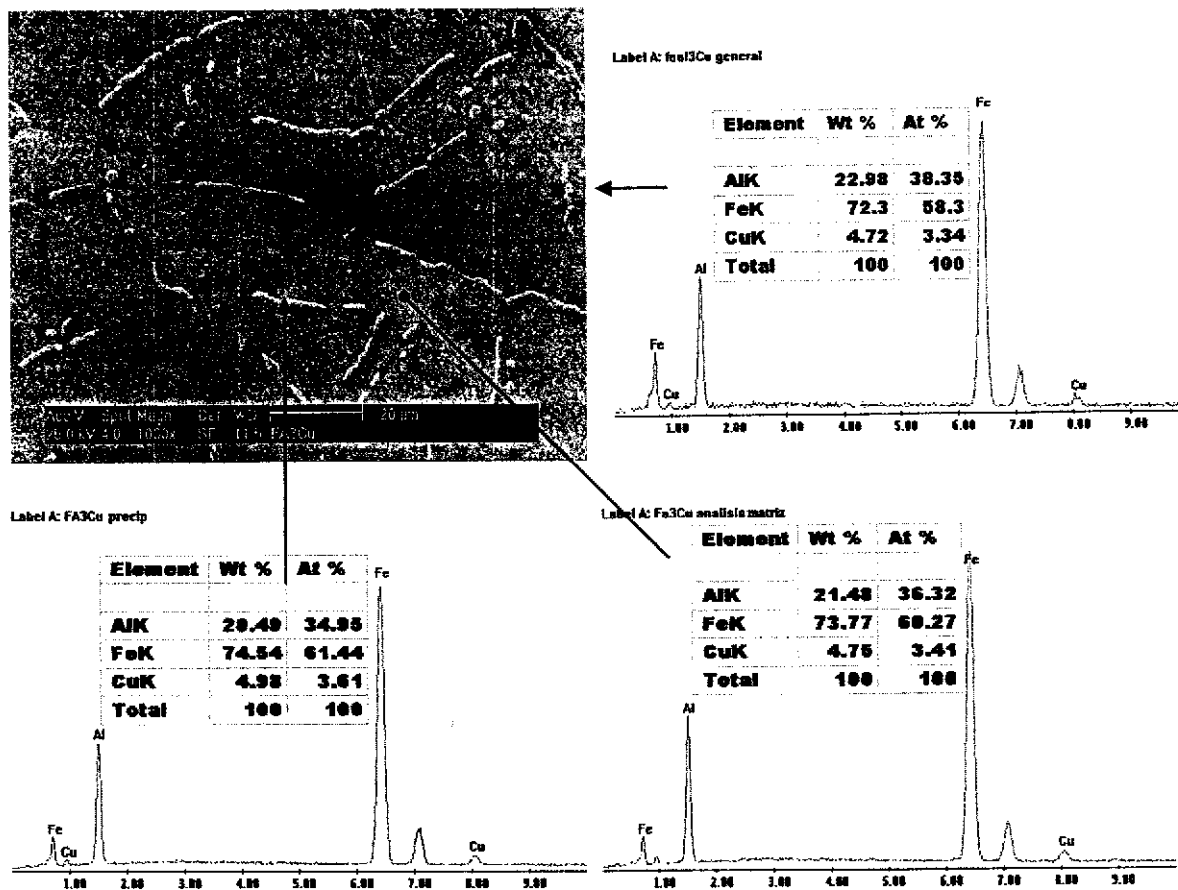


Figura 13 Micrografía superficial por electrones secundarios (1000X) tomada del S.E.M. y composición química por EDS del área general y específica de cada una de las fases presentes en la aleación Fe-Al + 3% Cu. La flecha fuera de la fotografía indica la composición general, la flecha circular muestra la composición de la fase madre o matriz y la flecha menor da la composición química de la fase minoritaria (forma de agujas o acicular).

En la figura 13 se observa como la aleación con 3% atm. de cobre adicionado a la aleación Base, estos precipitados son de forma de hojuelas gruesas y al parecer constituyen la fase intermetálica Fe_3Al , la matriz al igual que el material base esta formada por el intermetálico $FeAl$ lo cual es ratificado mediante los análisis de difracción de rayos X, se observa que en las composiciones obtenidas por EDS la fase minoritaria contiene casi la misma cantidad de cobre que la fase mayoritaria, estas fases al igual que el material base solo tiene variación de composición en los contenidos de aluminio y hierro.

En la figura 14 se muestra una imagen tomada por el microscopio electrónico de barrido para una aleación con una adición del 5% atm de cobre, la imagen obtenida mediante electrones secundarios a 1000X, nos ofrece un panorama de la microestructura y con esto tener una idea un poco relevante sobre el contenido de cobre en la microestructura y las propiedades mecánicas de este tipo de aleaciones.

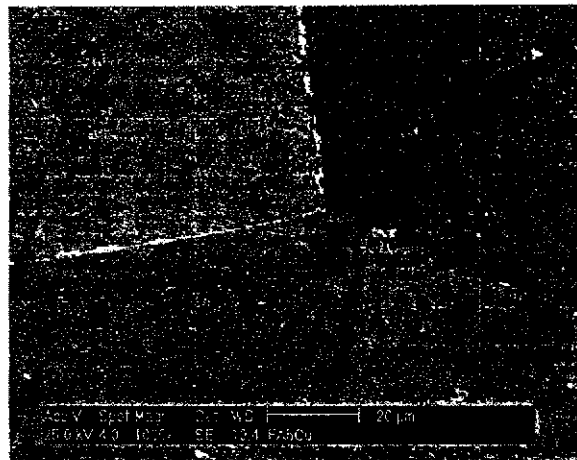


Figura 14 Micrografía tomada por el microscopio electrónico de barrido a 1000X de la aleación Fe-Al + 5% Cu.

En la figura 14 no se observan precipitados de segundas fases presentes tal y como se observan en la micrografía de la aleación Fe-Al + 3% Cu, solo se notan los límites de grano y pequeños precipitados.

En la figura 15 se muestra la imagen por SEM del material Fe-Al + 3% Ni y los análisis químicos por EDS. La imagen por electrones secundarios de la figura 15 presenta dos fases características, una fase mayoritaria compuesta por la fase FeAl dentro de la cual se encuentra embebida una fase minoritaria en forma de agujas. Los análisis por EDS del material en general y de la matriz nos dan una relación muy aproximada de la composición de la aleación dada por Fe-Al + 3% Ni, similarmente el análisis químico de la fase minoritaria nos arroja un incremento en la cantidad de Fe componente de esta fase, de esta forma se puede inferir que este fase corresponde a la fase intermetálica Fe_3Al . Las flechas indican la correspondencia de los análisis por EDS con la zona de la aleación y fase intermetálica.

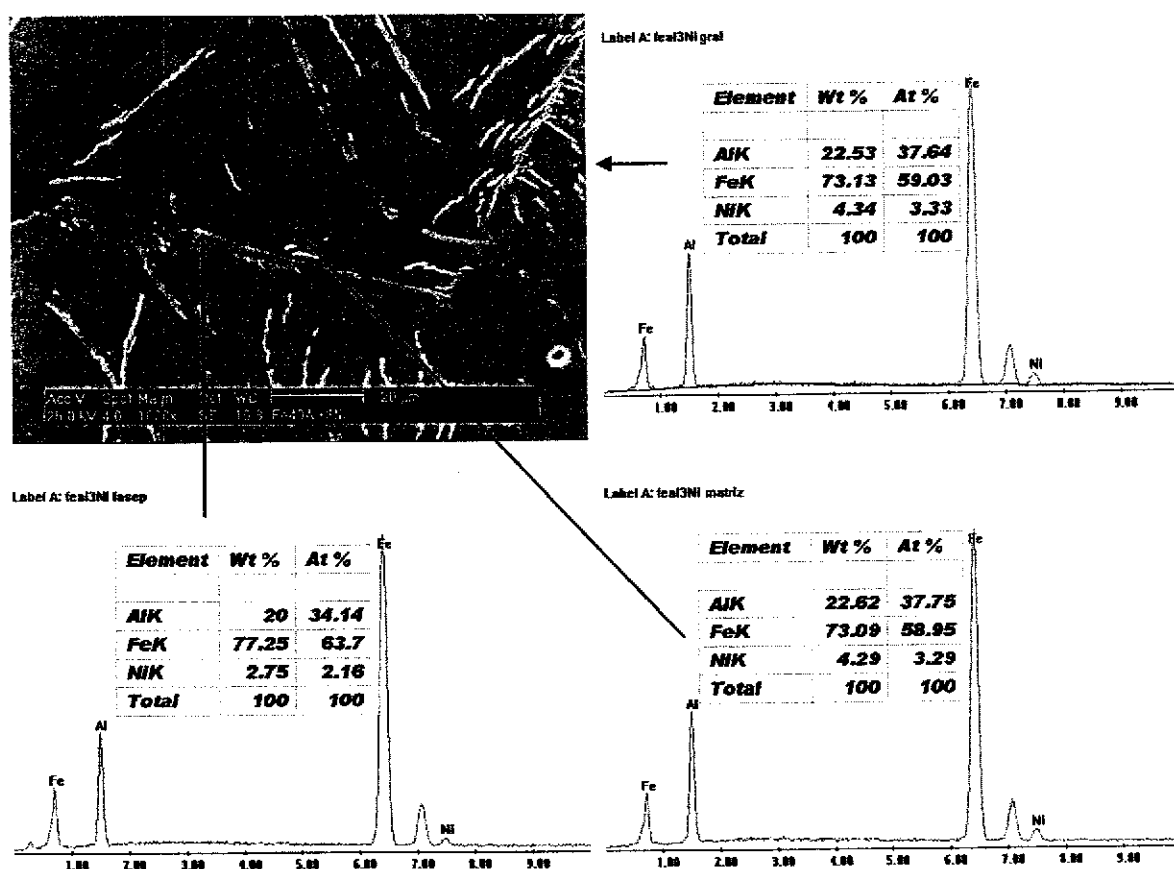


Figura 15 Imagen superficial por electrones secundarios (1000X) tomada del SEM y composición química por EDS del área en general y específica de cada una de las fases de la aleación Fe-Al + 3% Ni. La flecha fuera de la fotografía indica la composición general, la flecha circular muestra la composición de la fase madre o matriz y la flecha menor da la composición química de la fase minoritaria (forma de agujas o acicular).

La composición química general mostrada en la figura 15, presenta una composición dentro del intervalo aplicado en la producción del material, mientras que la fase minoritaria presenta una disminución en el contenido de aluminio, esta fase está formada por la relación estequiometrica Fe_3Al , así como la fase mayoritaria presenta una relación de 1:1 ($FeAl$) lo cual se corrobora mediante los análisis de difracción de rayos-X, presentados más adelante.

Al igual que la muestra de Fe-Al 5% Cu en la figura 16 se muestra una micrografía a 500X por electrones secundarios de una muestra con adición de 5% Ni, con el objeto de relacionar los cambios microestructurales con sus propiedades mecánicas.

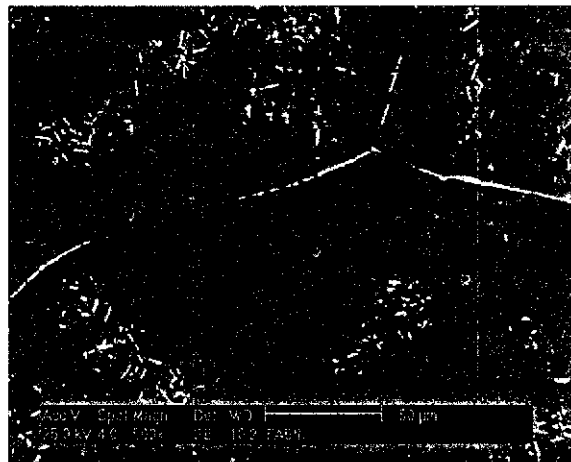


Figura 16 Micrografía tomada por electrones secundarios a 500X de la aleación Fe-Al + 5% atm de níquel.

En la figura 16 se observa que cambia completamente la forma de la fase precipitada en la aleación con 5% atm de níquel comparándola con la aleación con 3% atm. de níquel.

En la figura 17 se muestra la imagen por SEM del material Fe-Al + 3% Ag y los análisis químicos por EDS. La imagen por electrones secundarios de la figura 17, presenta tres fases características, una mayoritaria compuesta por la fase $FeAl$ dentro de la cual se encuentra embebida una fase minoritaria en forma de agujas y otra fase en forma de globular compuesta por Ag_3Al . Los análisis por EDS del material en general y de la matriz nos dan una relación muy aproximada de la composición de la aleación dada por Fe-Al +

3% Ag, similarmente el análisis químico de la fase minoritaria nos arroja un incremento en la cantidad de Fe componente de esta fase. Esta característica y similitud en el incremento del hierro ya se ha observado sobre de la fase minoritaria de la aleación base y las otras aleaciones microaleadas, de esta forma se puede inferir que este fase corresponde a la fase intermetálica Fe₃Al. Las flechas indican la correspondencia de los análisis por EDS con la zona de la aleación y fase intermetálica.

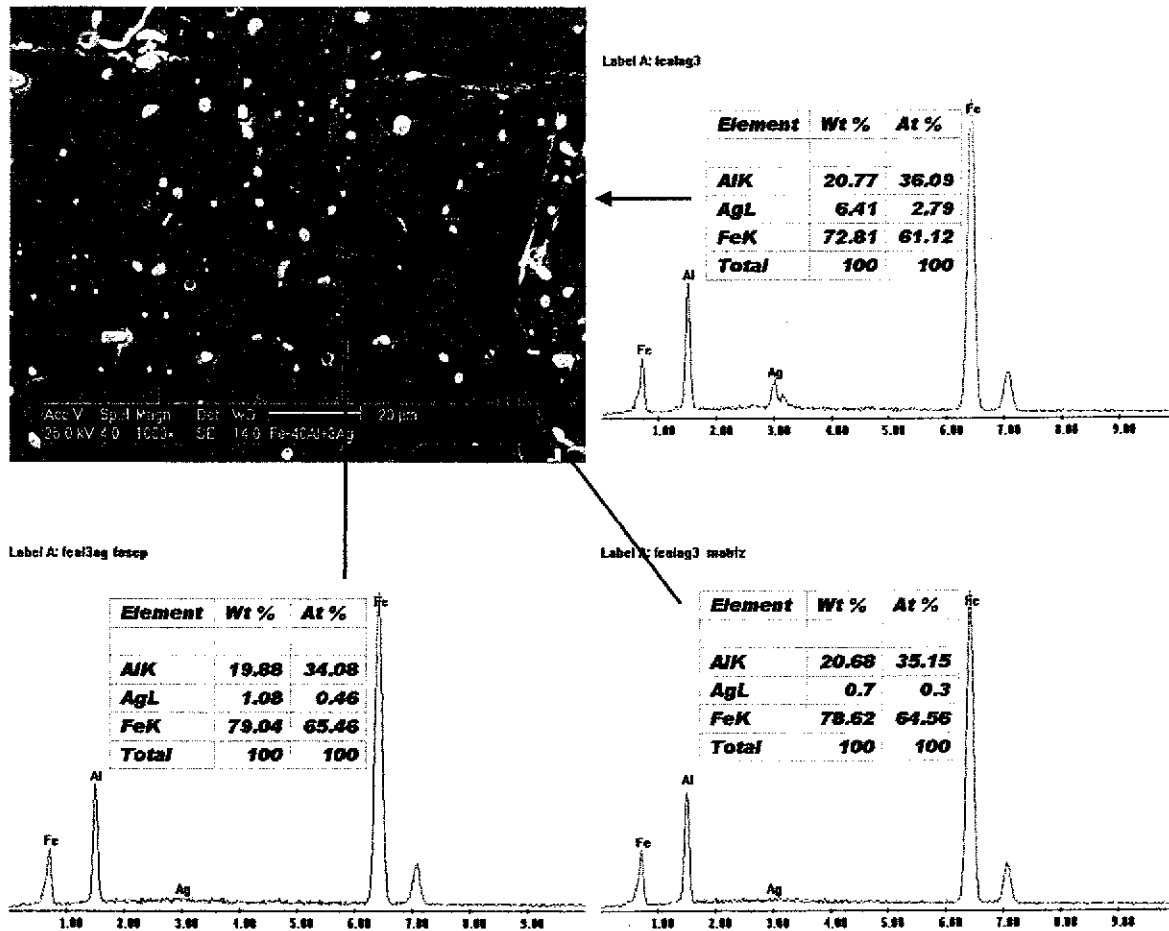


Figura 17 Imagen superficial por electrones secundarios (1000X) tomada del SEM y composición química por EDS del área en general y específica de cada una de las fases de la aleación Fe-Al + 3% Ag. La flecha fuera de la fotografía indica la composición general, la flecha circular muestra la composición de la fase madre o matriz y la flecha menor da la composición química de la fase minoritaria (forma de agujas o acicular).

La composición química general mostrada en la figura 17, al parecer disminuyo en su contenido de aluminio un poco mas que las otras aleaciones fabricadas por el mismo proceso, mientras que la fase minoritaria presenta una disminución en el contenido de aluminio al igual que las anteriores aleaciones esta fase está formada por la relación estequiometrica Fe_3Al , y la fase globular esta formada por Ag_3Al , así como la fase mayoritaria presenta una relación de 1:1 ($FeAl$) lo cual se confirma mediante los análisis de difracción de rayos-X, presentados mas adelante.

En la figura 18 se muestra la composición del precipitado en forma globular que se encuentra en la aleación Fe-Al + 3% Ag determinada por el EDS y la imagen por electrones secundarios. Este tipo de precipitados, se distribuyen de manera homogénea dentro del material en los granos. De esta forma se puede inferir en el grado de solubilidad de la plata dentro de la matriz $FeAl$ es inferior a lo adicionado en este material, y el análisis semicuantitativo de EDS (figura 17) da una aproximación del limite de solubilidad del elemento en la matriz, el cual se encuentra alrededor de 0.3% atómico.

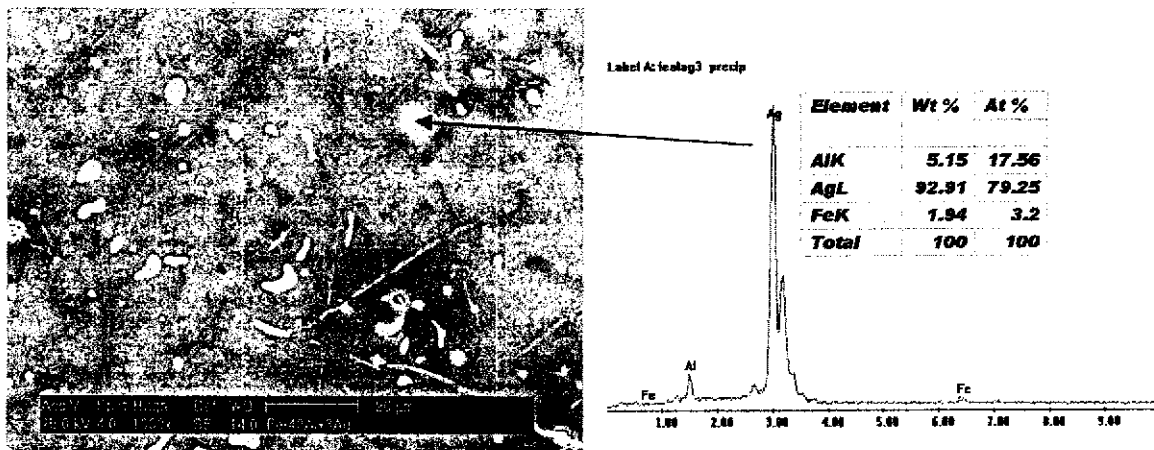


Figura 18 Resultados obtenidos de la muestra Fe-Al + 3% Ag para determinar la composición del precipitado esférico, imagen tomada del SEM (1000X) y composición química por EDS.

Se observa que en la figura 18 la composición del precipitado tiene una mayor proporción de plata y una mínima cantidad de hierro esta fase es un aluminuro de plata (Ag_3Al) tiene diferentes formas pero la mayoría es esférica o globular.

En la figura 19 se muestran la micrografía obtenida por S.E.M. de la aleación Fe-Al + 1% Ag, esta adición se eligió después de realizar un experimento con 5% de plata, pero la poca solubilidad de la plata en la aleación Fe-Al permitió que esta se segregara en su mayoría al centro de la probeta.

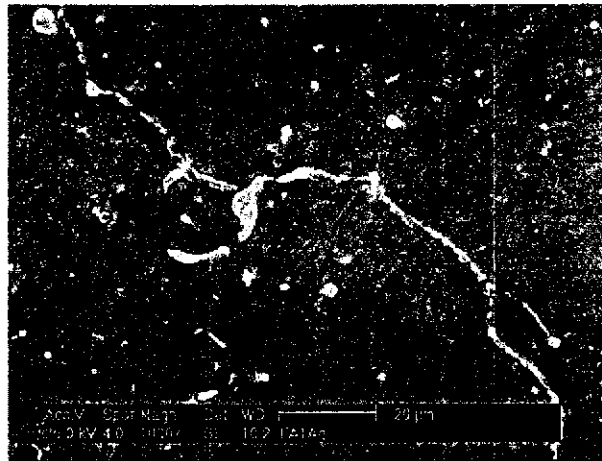


Figura 19 Micrografía de la aleación Fe-Al + 1% Ag tomada en el S.E.M. con electrones secundarios a 1000X

En la figura 19 no se observa una tercera fase y el contenido de precipitados formados por la baja solubilidad de la plata es menor en comparación con la aleación conteniendo 3% atm. de plata (figura 17), lo que si se observa es que su distribución y ubicación de estos precipitados es en el grano y en los límites de grano.

En la figura 20 se muestra la imagen por SEM del material Fe-Al + 3% Li y los análisis químicos por EDS. La imagen por electrones secundarios de la figura 20, presenta dos fases características, una mayoritaria compuesta por la fase FeAl dentro de la cual se encuentra embebida una fase minoritaria en forma de pequeñas agujas distribuidas dentro de los granos. Los análisis por EDS del material en general y de la matriz nos dan una relación muy aproximada de la composición de la aleación dada por $Fe_{60}-Al_{40}$ ya que este método de análisis no determina el contenido de litio, similarmente el análisis químico de la fase minoritaria no se obtuvo ya que es muy parecido al general, pero se puede inferir que esta fase corresponde a la fase intermetálica Fe_3Al , de acuerdo al diagrama de fases del

sistema binario hierro-aluminio y a los resultado obtenidos por rayos X. Las flechas indican la correspondencia de los análisis por EDS con la zona de la aleación y la matriz.

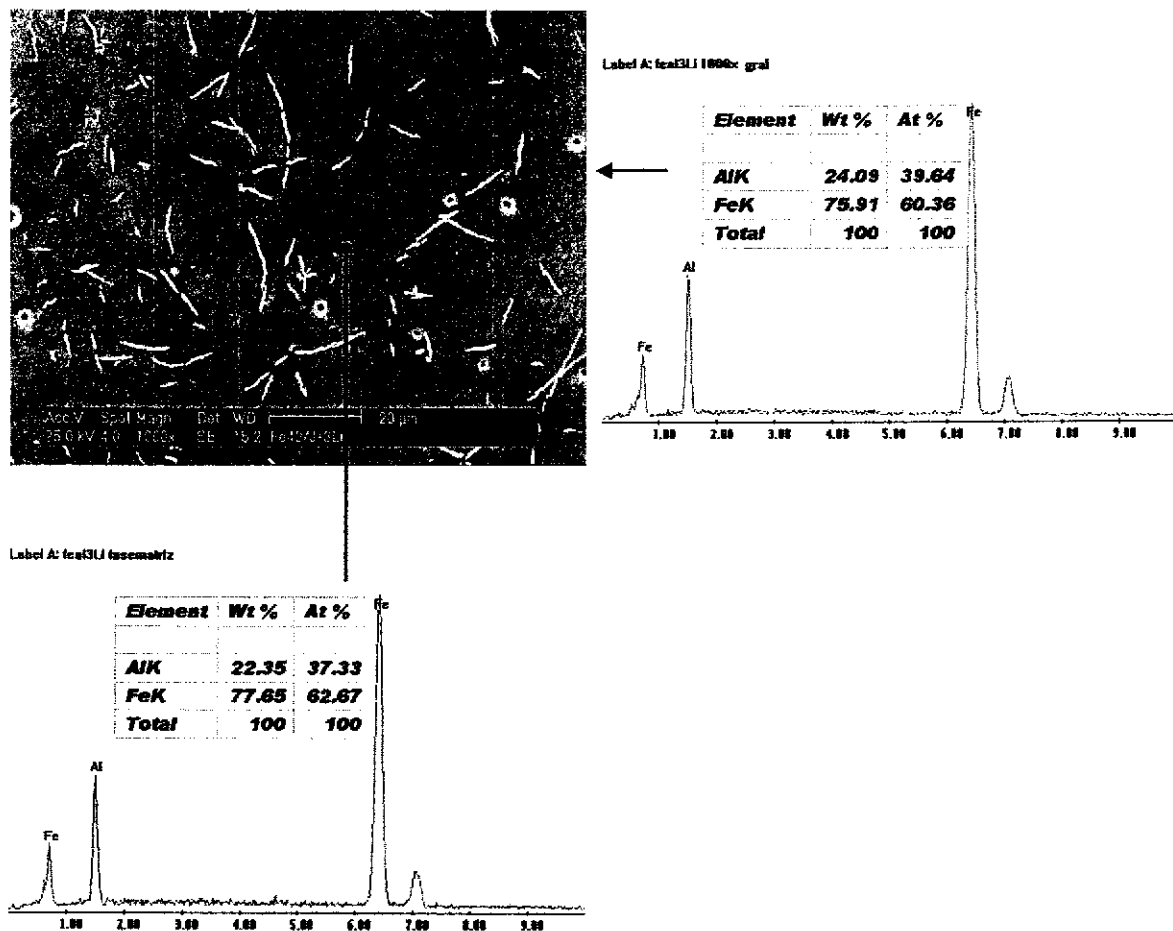


Figura 20 Imagen superficial por electrones secundarios (1000X) obtenida del SEM y composición química por EDS del área en general y específica de cada una de las fases de la aleación Fe-Al + 3% Li.

La composición química general mostrada en la figura 20, no presenta la composición real de la aleación ya que no detecta el contenido de litio, mientras que la fase minoritaria presenta una disminución en el contenido de aluminio la cual está formada por la relación estequiometrica Fe_3Al , así como la fase mayoritaria presenta una relación de 1:1 (FeAl) lo cual se confirma mediante los análisis de difracción de rayos-X, presentados mas adelante. Además se observan porosidades posiblemente producidas por gases atrapados.

En la figura 21 se muestra la micrografía tomada por el S.E.M. para la aleación Fe-Al + 1% atm. de litio, el objetivo de variar la composición al igual que las aleaciones anteriores es conocer el cambio que puede tener la microestructura y su efecto sobre las propiedades mecánicas disminuyendo el contenido de litio, en un experimento realizado con contenido de 5% atm. de litio la reacción fue tan violenta que derramo parte del material y generaba una gran cantidad de vapores tóxicos dañinos a la salud.



Figura 21 micrografía de la aleación Fe-Al + 1% Li tomada en el S.E.M. por electrones secundarios a 1000X

En la figura 21 se observa que la segunda fase ha disminuido y cambiado su distribución y forma con respecto a la aleación con adiciones de 3% atm de litio, por lo que el contenido de litio afecta directamente en la estructura del material y en la forma de solidificar.

3.3 Análisis de Difracción de Rayos X

Los resultados obtenidos mediante la caracterización por difracción de rayos X sobre los materiales intermetálicos de base Fe-Al y con adiciones Fe-Al + X, se muestran mediante la imagen ilustrada en la figura 22. Las muestras observadas fueron previamente preparadas mediante el procedimiento descrito en el capítulo 2 para la evaluación de la estructura y fases por medio de difracción de rayos X. La finalidad de esta caracterización, es la de determinar el tipo de fases que se tienen en el material y obtener información relacionada

de las diferentes fases metálicas y de otras fases no metálicas que se encuentren dentro del material fabricado por fundición.

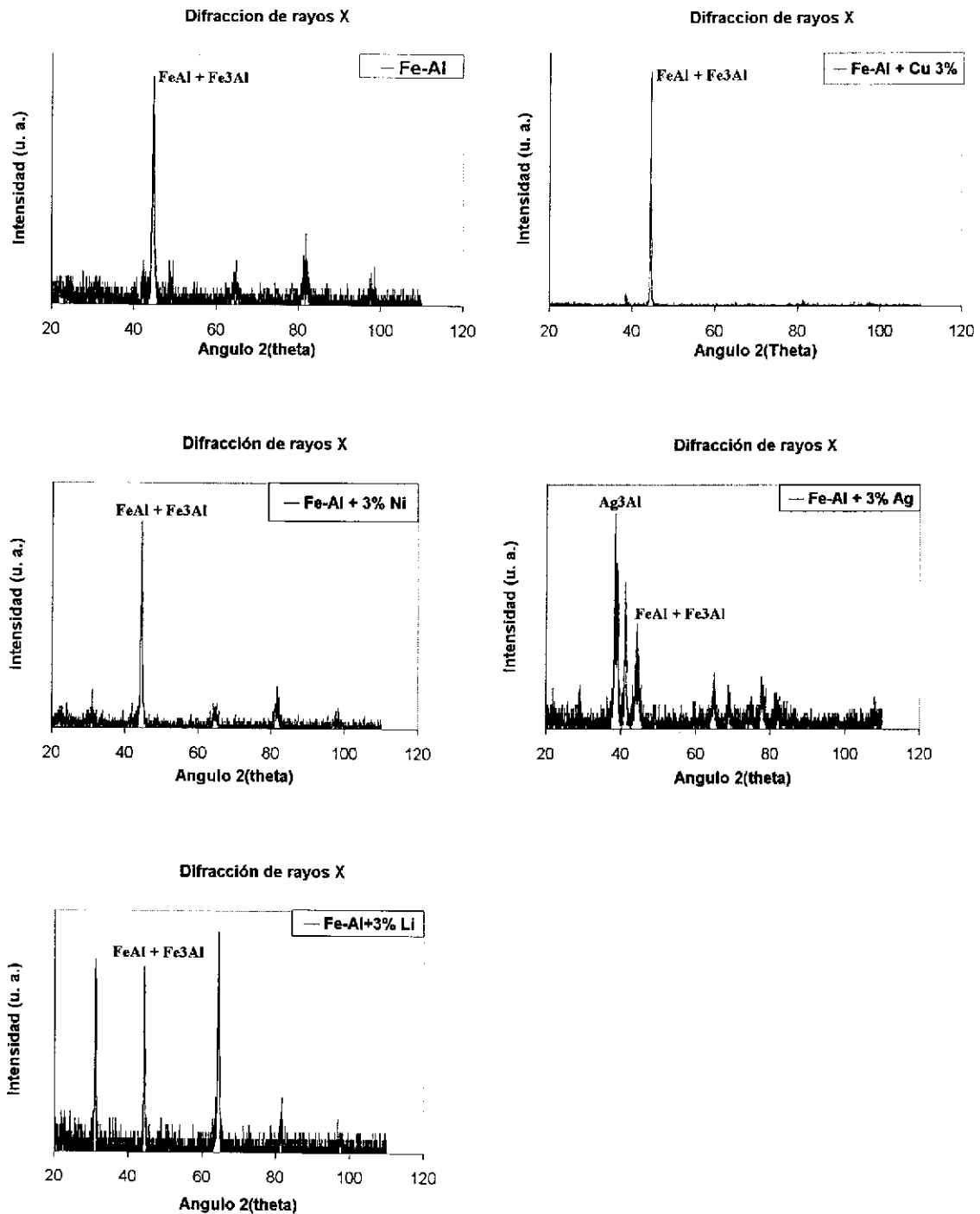


Figura 22 Graficas de Difracción de rayos X de las aleación Fe- Al y las adicionadas con otros elementos Fe-Al + X

Se observa que en la figura 22 las fases encontradas por difracción de rayos X en las aleaciones producidas son de FeAl y Fe₃Al, con excepción de la muestra de plata, la aleación de plata presenta una fase de Ag₃Al ya observada anteriormente por el microscopio óptico y por el SEM además de su composición química obtenida por EDS.

3.4 Dureza

Se realizaron pruebas de microdureza Vickers a las probetas obtenidas para la aleación base Fe-Al y la aleación aleada con otros elementos Fe-Al + X. Los valores de dureza fueron obtenidos del promedio aritmético de al menos cinco valores medidos en cada muestra.

Los valores de microdureza obtenidos sobre los materiales intermetálicos de base Fe-Al (40 %atm.), fueron obtenidos como se describió previamente (capítulo 2), y estos se presentan en la Tabla 2. Los resultados muestran la dureza comparativa obtenida, de la aleación base Fe-Al y de la aleación Fe-Al + X.

Muestra	Micro dureza (HV 100 g / 20 s)	Dureza Rockwell (HRc)
Fe-Al	379.8	38.7
Fe-Al + 3% Cu	414.4	42.2
Fe-Al + 5% Cu	418.0	42.5
Fe-Al + 3% Ni	672.4	58.8
Fe-Al + 5% Ni	746.6	61.9
Fe-Al + 3% Ag	363.8	37.0
Fe-Al + 1% Ag	323.8	32.6
Fe-Al + 3% Li	451.6	45.3
Fe-Al + 1% Li	432.6	43.7

Tabla 2 Micro dureza Vickers de la aleación base Fe-Al y Fe-Al + X

Como se puede observar el menor valor de dureza lo tiene el material con contenido de plata de 1% atm. y el material que mayor dureza tiene es el de 5% atm. de níquel, también se observa que los materiales aleados aumentan su dureza conforme aumenta su contenido en % atm. del elemento aleante.

3.5 Resistencia a la tensión

Los resultados obtenidos de la prueba de resistencia a la tensión de la aleación base Fe-Al y las aleaciones aleadas Fe-Al + X se muestran en las graficas de Esfuerzo vs. Deformación que va de la 23 a la 27. El objetivo de esta prueba fue el de observar que efecto tienen los elementos aleantes en la resistencia a la tensión y la deformación de las aleaciones fabricadas por fundición convencional y atmósfera controlada.

En la figura 23 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de resistencia a la tensión para la aleación base Fe-Al, Fe-Al + 3% Cu y Fe-Al + 5% Cu. Estas graficas comparan el comportamiento del elemento aleante con respecto al material base. Para todas las pruebas se uso una velocidad de deformación de 0.4 mm / min.

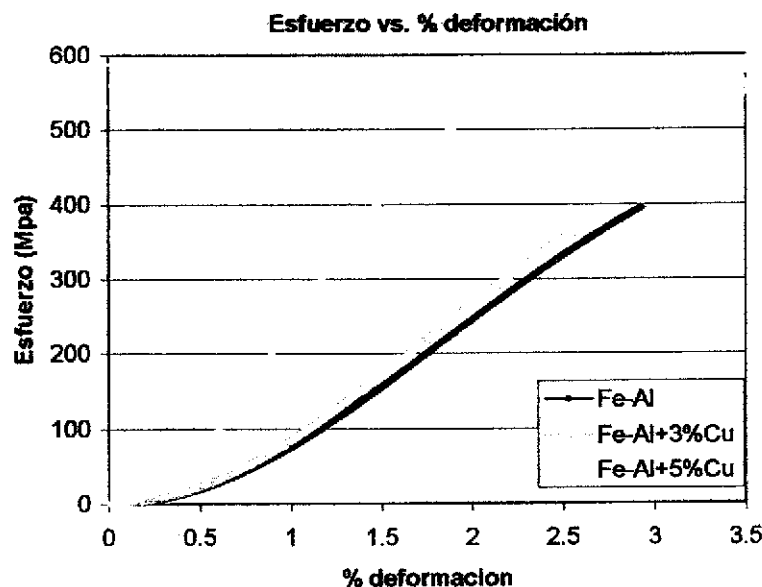


Figura 23 Esfuerzo vs. % de deformación de las aleaciones base Fe-Al, Fe-Al + 3% Cu y Fe-Al + 5% Cu

Se observa que el efecto del elemento aleante de cobre con una composición de 3% disminuye el % de deformación de 3 a 2.6 aprox. y la resistencia de 400 Mpa a 380 Mpa, mientras que con la adición del 5% de cobre, reduce el % de deformación de 3% a 2% y aumenta la resistencia a la tensión de 400 Mpa a 510 Mpa. aprox.

En la figura 24 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de resistencia a la tensión para la aleación base Fe-Al, Fe-Al + 3% Ni y Fe-Al + 5% Ni. Estas graficas comparan el comportamiento del elemento aleante con respecto al material base.

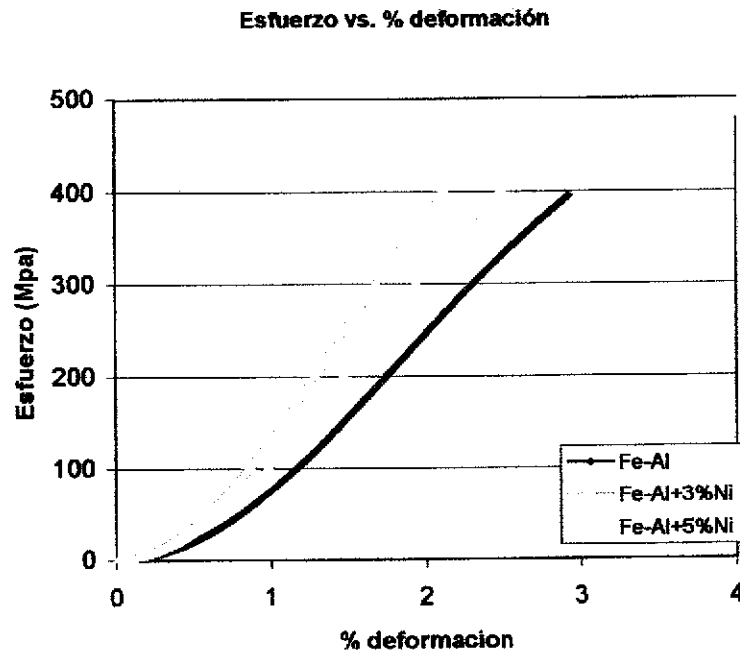


Figura 24 Esfuerzo vs. % de deformación de las aleaciones base Fe-Al, Fe-Al + 3% Ni y Fe-Al + 5% Ni

En la figura 24 se observa que con 3% atm. de Ni en la aleación disminuye su deformación de 3% a 2.3% pero aumenta su resistencia en 50 Mpa y comparando la muestra de 5% atm. de Ni con el material base se tiene que la resistencia a la tensión aumenta de 400 Mpa a 450 Mpa. pero su porcentaje de deformación es casi igual en ambos.

En la figura 25 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de resistencia a la tensión para la aleación base Fe-Al, Fe-Al + 1% Ag y Fe-Al + 3% Ag. Estas graficas comparan el comportamiento del elemento aleante con respecto al material base.

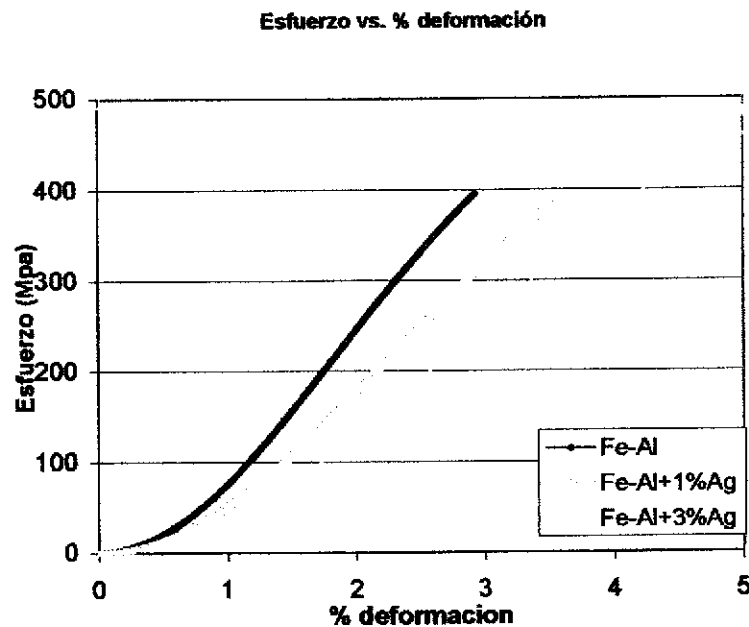


Figura 25 Esfuerzo vs. % de deformación de las aleaciones de base Fe-Al, Fe-Al + 1% Ag y Fe-Al + 3% Ag.

En la figura 25 observamos que el contenido de plata de 1% aumenta el % de deformación en 0.5% y mantiene la resistencia a la tensión casi igual, la muestra con 3% de plata aumento la resistencia a la tensión de 400 a 430 Mpa. y el % de deformación en 1.6 %.

En la figura 26 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de resistencia a la tensión para la aleación base Fe-Al, Fe-Al + 1% Li y Fe-Al + 3% Li. Estas graficas comparan el comportamiento del elemento aleante con respecto al material base.

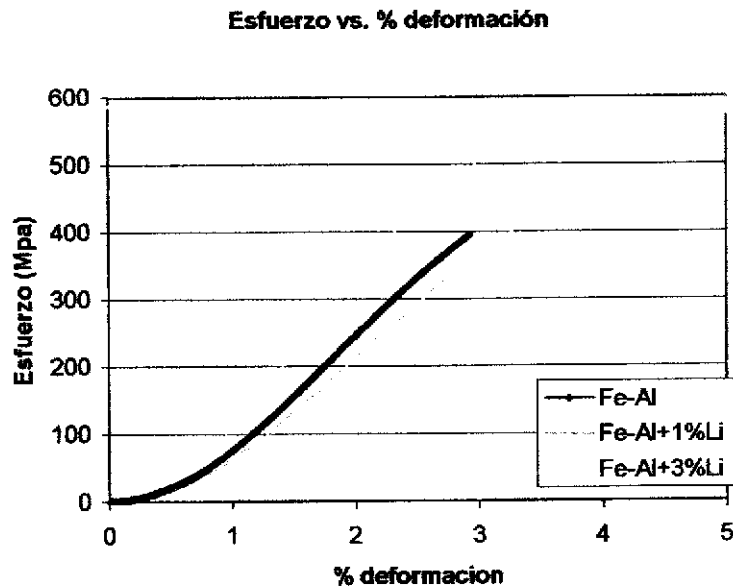


Figura 26 Resistencia a la tensión de las aleaciones base Fe-Al, Fe-Al + 1% Li y Fe-Al + 3% Li

En la figura 26 se observa que el efecto del litio en 1% da mayor % de ductilidad y aumenta en una pequeña cantidad la resistencia a la tensión (aprox. 50Mpa), sin embargo con la muestra de mayor contenido de litio el % de deformación es casi igual al de 1% de litio pero aumenta su resistencia a la tensión en casi 100Mpa comparándola con la aleación de 1% de litio.

En la figura 27 se muestran los resultados de resistencia a la tensión de todas las muestras fabricadas. En este grafico se comparan todas las curvas de tensión obtenidas de todos los materiales fabricados por el proceso de fundición convencional. Para todas las pruebas se uso una velocidad de deformación de 0.4 mm / min.

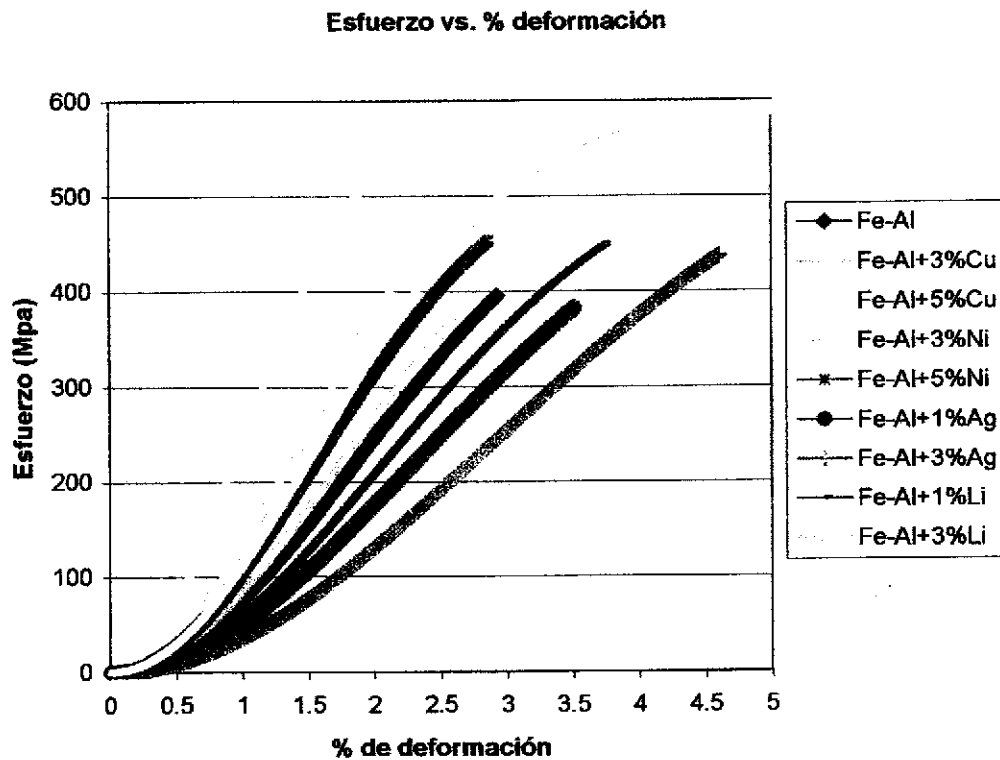


Figura 27 Esfuerzo vs. % de deformación de todos los materiales en iguales condiciones de prueba.

En la figura 27 se observa que el material con mejor resistencia a la tensión es el de Fe-Al + 3% Li, el que mejor % de deformación presenta es el que contiene 3% de Ag, el que menor deformación presenta es el de 5% Cu y el de menor resistencia es el de Cu 3%.

Capítulo IV: Discusión de resultados.

En el presente capítulo se discuten los resultados obtenidos de las aleaciones fabricadas por fundición con atmósfera controlada y se hace una comparación entre la muestra testigo (Fe-Al 40% atm.) y las muestras con elementos aleantes Fe-Al + X.

La microestructura obtenida de la aleación base Fe-Al es característica de una solidificación fuera del equilibrio y presenta segregación la cual es debida a diferencias de composición fuera del equilibrio de un material, causada por el tiempo insuficiente en la difusión durante la solidificación, además de las tres zonas propias de este tipo de proceso (chill, granos columnares y equiaxiales al centro). La aleación con la adición de 3% atómico de Cu presenta cambios que indican que el efecto del cobre podría fomentar la disolución en solución sólida, así mismo modificar el tamaño y forma de grano. Los resultados de las pruebas de rayos X solo indican la formación de dos estructuras tanto en el material base como en el material aleado con 3% atm. de Cu, por lo que se supone que el cobre no forma algún otro compuesto y este se solubiliza totalmente en las fases formadas de Fe-Al y Fe₃Al esto es corroborado mediante el análisis de S.E.M y E.D.S. La dureza del material base Fe-Al es ligeramente menor que la del material con la adición de cobre y se sugiere que este cambio de disminución en la dureza se debe a la distribución y forma de los granos en la aleación con adición 3% atm. de Cu, la resistencia tensil es ligeramente mayor en el material base que en la aleación con 3% atm. de Cu, en su ductilidad no existe un cambio sustancial provocado por la adición de 3% de cobre, sin embargo en la aleación con 5% atm. de cobre no muestra las dos fases formadas, se cree que el cobre en cantidades del 5% atm. forma totalmente una solución sólida, la formación de esta estructura incrementa su resistencia tensil pero disminuye el porcentaje de ductilidad de la aleación Fe-Al. Jordan y sus colaboradores creen que el efecto del Cu y elementos como Ni, Mn, Cr, V y Ti solo incrementan el equilibrio de la dureza y solo ligeramente afectan la concentración de vacancias térmicas.^[32]

La aleación con 3% Ni muestra dos fases, una en forma acicular y la fase madre, la forma y distribución de esta fase es atribuida al efecto de la adición de Ni ya que el crecimiento de

grano es similar al de la aleación base Fe-Al solo que con la fase Fe_3Al con diferente forma y distribución, lo que hace suponer que el efecto del níquel es el de modificar la fase precipitada, en los análisis por EDS el níquel es completamente soluble en las dos fases y el análisis por difracción de rayos X corrobora la presencia de las dos fases intermetálicas FeAl y Fe_3Al y no da indicios de presencia de otras posibles fases, el material de 3% Ni es mucho más duro que el material base, se presume que es debido a la forma y distribución del precipitado, con lo cual da un aumento en la dureza y resistencia tensil, aunque en su ductilidad se ve disminuida debido a la forma del precipitado, sin embargo la aleación con 5% atm. de níquel cambia completamente la forma del segregado su distribución y tamaño, al parecer el aumento de níquel en la aleación Fe-Al afectan directamente la forma de precipitar la segunda fase. Se supone que el hierro o bien el aluminio podrían formar otros compuestos (FeNi , NiAl , Ni_3Al) conforme se va aumentando el contenido de níquel, el aumento del níquel provoca cambios en la microestructura de la aleación Fe-Al y por ende cambios en sus propiedades mecánicas, estos cambios dan como resultado un aumento en su resistencia tensil con respecto al material base y al material con adiciones de 3% atm. de Ni, se cree que debido los precipitados formados en la aleación con 5% Ni esta tenga un ligero aumento en su ductilidad con respecto al material con 3% Ni ya que la cantidad de este elemento aleante podría estar reforzando la matriz y los límites de grano, la dureza del material también se ve afectada por la adición de níquel teniendo mayor dureza la de mayor composición. Mekhrabov y sus colaboradores clasifican al Ni, Co, Ti, Si, Mn o Cr en la clase 1 con composiciones de 1 a 5% atm., argumentando que estos elementos forman una sola fase de la aleación Fe-Al +X después de la homogenización, estos elementos no muestran mejoramientos significantes en materiales expuestos a altas temperaturas.

En las aleaciones con el elemento aleante plata en un contenido de 3% atm. no es perceptible una segregación aparente y forma de grano bien definido vista en el examen realizado con el microscopio óptico, sin embargo presenta pequeños precipitados en forma de nódulos, estos nódulos se forman debido a la poca solubilidad de la plata con los intermetálicos FeAl y Fe_3Al y dan lugar a crear el intermetálico Ag_3Al esta fase fue confirmada en los análisis de rayos X, S.E.M. y E.D.S. la distribución de este compuesto formado afecta directamente en la dureza haciendo este material levemente más suave que

el material base Fe-Al y dándole un incremento en la resistencia a la tensión así como a su ductilidad, por lo tanto se cree que los nódulos formados por la fase Ag_3Al refuerzan a la aleación Fe-Al debido a los precipitados formados en el grano, se cree que la formación de estos nódulos ayuda a aumentar el % de ductilidad en mayor cantidad dado que podrían disminuir la propagación de la fractura al chocar con estos glóbulos y la dureza se incrementa un poco mas debido a que esta segunda fase (Fe_3Al) da cierta resistencia al material esto se puede demostrar con el análisis microestructural y mecánico realizado a una aleación fabricado por el mismo método pero con un contenido menor de plata (1% atm.) su ductilidad va aumentando conforme aumenta el contenido de plata y también su resistencia a la tensión, este aumento en su resistencia se cree que se debe a pequeñas formaciones del intermetálico Fe_3Al que se observan en la micrografía tomada por S.E.M., en la literatura no se encontró información sobre efectos de la plata en intermetalicos Fe-Al por lo que no se hace mención o comparación con algún otro autor.

A la aleación Fe-Al + 3% atm. Li se le considera como un modificador de la fase precipitada por que cambia totalmente el compuesto intermetálico segregado que se observa en el material base Fe-Al y cambia el grano con lo que da un cambio trascendente en las propiedades mecánicas de la aleación base Fe-Al con 3% atm. de Li.

La distribución, forma y cantidad del precipitado en la muestra aleada con 3% atm de litio posiblemente fue la que permitió que la deformación en el material aumentara aproximadamente 1% y ampliara su rango de resistencia tensil en mas de 100 Mpa. se cree que este aumento se debe a la disminución de la fase intermetalica Fe_3Al que posiblemente fue reducida debido a la agitación por la adición del litio permitiendo un mayor mezclado durante la reacción entre el hierro y el aluminio, o bien también se cree que una cantidad de litio se disuelve en la aleación Fe-Al e influye en la microestructura y las propiedades mecánicas, sin embargo la aleación con 1% atm de litio disminuyo la cantidad de la fase precipitada por lo tanto su dureza y resistencia disminuye comparada con la aleación que contiene 3% atm de litio aunque su ductilidad es casi igual, se piensa que cierta cantidad de litio solubiliza en las fases, promoviendo así su ductilidad. Al igual que con la muestra de plata el litio no ha sido estudiado anteriormente sobre sus efectos en materiales

intermetálicos Fe-Al, Salazar y colaboradores [35] solo mencionan que el litio aumenta la ductilidad de estas aleaciones adicionando 1% de Li.

El proceso de producción usado para obtener las aleaciones Fe-Al y Fe-Al + X fue considerado por la accesibilidad y facilidad de manejo del equipo, además de evitar en lo mayor posible la pérdida de componentes y elementos aleantes durante la fusión, el uso de arena sílica para moldear las probetas de resistencia a la tensión se debió a que se requería de un enfriamiento que evitara la fractura del material por choque térmico durante la solidificación, aunque la superficie de las muestras es un poco rugosa. En los resultados no se considera el efecto del carbón que se puede llegar a tener debido al uso de un crisol de carburo de silicio usado para la fusión del material ya que parte de este se disuelve en el material. Sin embargo el bajo contenido de carbón que se tenga mejora la soldabilidad de la aleación, mejora el creep y la resistencia a la tensión a altas temperaturas.^[26], en la bibliografía previa algunos autores mencionan que el carbón ayuda en la resistencia del material formando un AlFeC el cual no fue estudiado. En el tratamiento térmico para homogenizar no se encontraron cambios significantes en la microestructura y propiedades mecánicas. Durante el proceso de maquinado y cortado no se cree que hayan ocurrido cambios en los resultados obtenidos del material ya que su maquinado y corte fue muy lento, además de usar un lubricante orgánico para mantener a temperatura ambiente el material.

La caracterización microestructural y mecánica realizada de las muestras obtenidas por el proceso de fundición convencional con atmósfera controlada durante la fusión, permiten argumentar que los efectos de los elementos adicionados a la aleación intermetálica base Fe-Al dependen de su composición y del componente en cuestión, teniendo que el elemento que permite una mejor resistencia a la tensión es el litio en una adición de 3%, un cambio de ductilidad significativo en comparación con el material base y una dureza media, al parecer la distribución y forma de los precipitados conformados por el intermetálico Fe₃Al son los que refuerzan la matriz de la aleación, sin embargo otra consideración que se debe tener en cuenta para las aleaciones con litio es la posibilidad de que haya una cantidad disuelta de este elemento aleante dentro del material lo que dio el cambio en su

microestructura y propiedades mecánicas. El elemento que mejor ductilidad generó sobre la aleación base fue la plata, adicionando plata en 3% atm. se dio el mejor porcentaje de deformación, esta característica se atribuye a los precipitados formados de Ag_3Al y a la cantidad y distribución de estos en la matriz y en los límites de grano, una prueba de esto es comparando las características microestructurales y mecánicas obtenidas de la aleación con 1% y 3% atm. de Ag, por lo tanto se considera que actúa como un elemento reforzador. El cobre no muestra beneficios como elemento aleante en la producción de estas aleaciones ya que si se piensa en mejorar la ductilidad de este tipo de intermetálico no se obtendrían resultados aceptables ya que al parecer solo homogeniza a el material dando un aumento en su resistencia a la tensión en comparación con el material base. El níquel como ya se vio en la literatura solo endurece la matriz y aumenta la resistencia del intermetálico Fe-Al, los cambios dados en la microestructura solo verifican los resultados obtenidos conforme al tipo y formación de los precipitados, cabe mencionar que existe la posibilidad de que el endurecimiento y aumento en su resistencia a la tensión aumentando su contenido de níquel es el de que haya formación de otros compuestos (FeNi , NiAl , etc.).

Capítulo V: Conclusiones.

De los resultados obtenidos de los intermetálicos base Fe-Al y Fe-Al + X fabricadas por fundición convencional con atmósfera controlada durante la fusión se concluye.

- Se lograron obtener muestras representativas para la evaluación de sus propiedades mecánicas y estructurales de Fe-Al y Fe-Al + X por el proceso de fundición convencional con atmósfera inerte de argón, dentro del rango de composición de 40% atm. de aluminio.
- Los efectos dados en la microestructura y propiedades mecánicas provocados por la composición y porcentaje atómico de cada uno de los materiales se describen: Para el elemento litio el cual cambio la forma y distribución del precipitado, y aumento su resistencia, deformación y dureza se supuso que actúa como modificador de precipitados y reforzador de la matriz. Para el elemento adicionado Ag por la formación de precipitados Ag_3Al que son considerados los causantes del aumento de ductilidad y en mínima cantidad su resistencia, se cree que su efecto es el de reforzador por precipitados. El níquel como principal efecto es el de aumentar la resistencia a la tensión y modificar los precipitados, se le atribuye como endurecedor y modificador de precipitados. La adición de cobre fomenta la solución sólida conforme aumenta el % de Cu sin cambiar mucho en sus propiedades mecánicas.
- Para efectos de comparación mecánica entre las aleaciones intermetálicas base Fe-Al y la aleación intermetálica aleada Fe-Al + X los resultados muestran que el material con un contenido de Fe-Al + 3% atm. Ag es el que mejor ductilidad presenta en comparación con el metal y las demás aleaciones. Sin embargo el que mejor resistencia a la tensión presenta es la aleación Fe-Al + 3% atm. Li considerando también un aumento en su ductilidad comparándolo con la aleación base. El efecto del cobre al parecer es el de incrementar la resistencia a la tensión sin aumentar la ductilidad conforme su adición va siendo mayor. La aleación Fe-Al + x% atm. Ni va acrecentando su resistencia a la tensión y su ductilidad conforme aumenta el contenido de este. Comparando la aleación base Fe-Al y la aleación Fe-Al + Ni a partir de adiciones de 5% de Ni aumenta su resistencia y su ductilidad.

Bibliografía:

- [1] O. Ikeda, I. Ohnuma, R. Kainuma, K. Ishida., "Phase Equilibria and Stability of Ordered BCC Phases in the Fe-rich Portion of the Fe-Al System". *Intermetallics*. (2001) pp. 755-761.
- [2] G. Sauthof Z., "High Temperature Materials." *Metallkunde*, 1986
- [3] N.S. Stoloff, U.K. Sikka, *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*, Chapman and Hall, 1996.
- [4] Víctor Manuel Cardoso M., *Caracterización Microestructural de Intermetálicos FeAl Producidos por la Técnica "Melt Spining"*, Tesis de Maestría, México D.F. 1991.
- [5] *Casting ASM Handbook*, 9na ed., *Metals Handbook*, Volumen 15.
- [6] *Hot Working Guide*, ASM International, 1ra impresión, India, 1997.
- [7] P. Barrand, R. Gadeau, *Enciclopedia del Aluminio*, Volumen 1, Ediciones URMO, España 1967.
- [8] www.Prodigyweb.net.mx/degcorp/quimica/hierro.htm
- [9] T. Altan, Soo-ik Oh, Harold L., *Metal forming, Fundamentals and applications*, American Society for Metals, 1983.
- [10] *Forming and Forging*, *Metals Handbook*, 9a ed., Volumen 14, ASM International, 1988.
- [11] H. Jones, *Rapid Solidification of Metals and Alloys*. Institute of Metallurgists, London, 1982.
- [12] *Powder Metallurgy*, *Metals Handbook*, 9a ed., Vol. 7, ASM, U.S.A., 1984.
- [13] *Alloy Phase Diagrams*, *ASM Handbook*, Vol. 3, ASM, 1992.
- [14] R.W. Cahn, P. Haassen, *Physical Metallurgy*, 3ra ed., Ed. North Holland Physics Publishing, Holanda, 1983.
- [15] W.W. Zheng, W.Y. Yang, Z.Q. Sun, "Room Temperature Mechanical behavior of B2-ordered Fe₃Al Single Crystals", *Materials Science and Engineering*, (2001) pp. 46-50
- [16] D.H Sastry, Y.V.R.K. Prasad, S.C. Deevi, "Influence of Temperature and Strain rate on the Flow Stress of a FeAl Alloy". *Material Science and Engineering*, (2001) pp. 157-163
- [17] K. Girgis, "Structure of Intermetallic Compounds and phases." *Materials Science and Technology*. (1977) pp. 156-163
- [18] F. Charlot, E. Gaffet, B. Zeghmati, F. Bernard, J.C. Niepce. "Mechanically activated synthesis studied by X-ray diffraction in the Fe-Al system". *Materials Science and Engineering "A"*. (1999) pp. 279-288.
- [19] J. Chao, D. G. Morris, M. A. Muñoz-Morris, J. L. Gonzalez Carrasco. "The influence of some microstructural and test parameters on the tensile behavior and the ductility of a mechanically-alloyed. Intermetallic." (2001). pp. 299-308.
- [20] Y.B. Pithawalla, M.S. El Shall, S.C. Deevi. "Synthesis and characterization of nanocrystalline iron aluminide particles." *Intermetallic*. (2000). pp. 1225-1231.
- [21] Seetharama C. Deevi. "Powder processing of FeAl sheets by roll compaction." *Intermetallics*. (2000). pp. 679-685.
- [22] H. Skoglund, M. Knutson Wedel, B. Karlsson. "Processing of fine grained mechanically alloyed FeAl." *Intermetallics*. (2004). pp. 977-983.

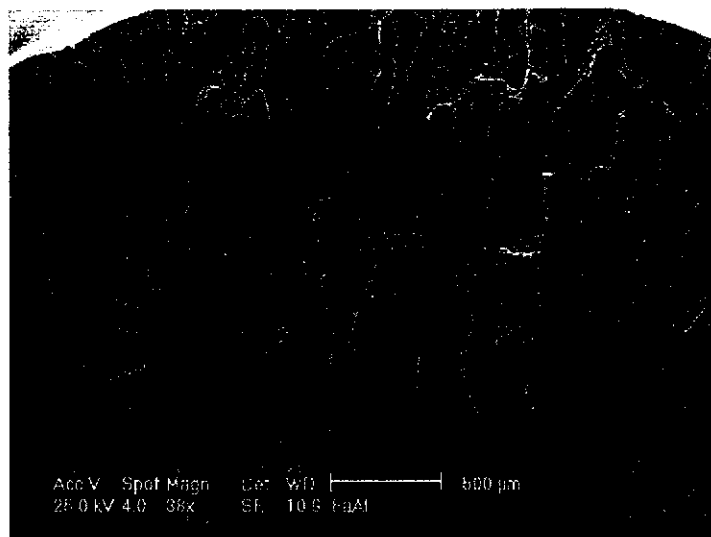
- [23] W. J. Zhang, R. S. Sundar, S. C. Deevi. "Improvement of the creep resistance of FeAl-based alloys." *Intermetallics*. (2004). pp. 893-897.
- [24] A. O. Mekhrabov and M.V. Akdeniz. "Effect of ternary alloying elements addition on atomic ordering characteristics of Fe-Al alloy intermetallics." *Acta Metallurgical Inc.* (1999). pp. 2067-2065
- [25] M. Eumann, M. Palm, G. Sauthoff. "Alloys based on Fe₃Al or FeAl with strengthening Mo₃Al precipitates." *Intermetallics*. (2004). pp. 625-633.
- [26] M. Brochu, M. Pugh, R.A.L. Drew. "Wetting behavior of copper on an iron aluminide alloy." *Intermetallics*. (2004) pp. 289-294.
- [27] M. Kupka. "Thechnological plasticity studies of the FeAl intermetallic phase-based alloy." *Intermetallics*. (2004). pp. 295-302.
- [28] D. G. Morris, Maria A. Muñoz-Morris, J. Chao. "Development of high strength, high ductility and high creep resistance iron aluminide." *Intermetallics* (2004). pp. 821-826.
- [29] Zheyu Liu, Wei Gao. "Formation of interfacial voids in cast and micrograined γ -Ni₃Al during high temperature oxidation." *Intermetallics* (2000). pp. 1385 -1391.
- [30] T. Haraguchi, F. Hori, R. Oshima, M. Kogachi. "A Study of vacancy -type defects in the B2-phase region of the Fe-Al system by positron annihilation method." *Intermetallics*. (2001) pp. 763-770.
- [31] L.M. Pike, C.T. Liu. "The effect of vacancies on the environmental yield strength depended of boron-free and boron-doped Fe-40Al." *Intermetallics*. (2000) pp. 1413-1416.
- [32] J.L. Jordan, S.C. Deevi. "Vacancy formation and effects in FeAl." *Intermetallics*. (2003) pp. 507-528.
- [33] J.H. Schneibel, P.R. Munroe. "On The path dependence of the thermal vacancy concentration in stoichiometric FeAl." *Intermetallics*. (2004). pp. 111-115.
- [34] V. K. Sikka. "Effect of Thermomechanical Processing on Mechanical Properties of Fe-16% at. Al Alloy." *Metals and Ceramic Division, Oak Ridge National Laboratory*.
- [35] M. Salazar, A. Albiter, G. Rosas, R. Perez. "Structural and mechanical properties of the AlFe intermetallic alloy with Li, Ce and Ni additions." *Materials Science and Engineering "A"*.(2003) pp. 154-159.

Apéndice:

Debido a que la fabricación de las probetas para análisis estructurales, dureza y probetas para pruebas de tensión, fueron fabricadas en diferente tipo de molde (metálico y de arena), se muestran a continuación dos imágenes: la imagen (a) representa el análisis realizado por microscopía óptica de la aleación Fe-Al + Li y la imagen (b) muestra una macrografía de la fractura tomada en S.E.M. de una de las probetas de tensión de la aleación base Fe-Al + Li para mostrar la macroestructura y comparar a nivel macro la forma de la estructura de cada una de las muestras coladas en los dos moldes.



(a)



(b)